

# 材料织构的中子衍射测量

李眉娟, 勾成, 张百生, 陈东风

(中国原子能科学研究院 核物理研究所, 北京 102413)

**摘要:** 概述了中子衍射测量材料织构的进展和国际国内现状, 以及对未来发展的展望。

**关键词:** 织构; 中子衍射; 测量

**中图分类号:** O571.56

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1000-6931(2004)S0-0097-03

## Neutron Diffraction in Material Texture Measurement

LI Mei-juan, GOU Cheng, ZHANG Bai-sheng, CHEN Dong-feng

(China Institute of Atomic Energy, P. O. Box 275-30, Beijing 102413, China)

**Abstract:** A summary on the progress of material texture measurement with neutron diffraction in domestic and abroad was described. A brief outlook on the development of material texture measured with neutron diffraction in the future was also given.

**Key words:** texture; neutron diffraction; measurement

织构是多晶材料的一个基本结构参数, 对它的研究一直是材料科学中倍受重视的课题之一。人们研究织构的主要目的有: 1) 给出材料的宏观物理性质, 这一点是材料研究的最主要目的; 2) 通过测量材料凝固过程中的织构, 了解材料凝固的动态过程; 3) 研究材料形成的历史; 4) 对织构的研究还可能是某些其它精确测量所需要的。

测量织构最常用的方法有 X 射线、中子和电子多晶衍射技术, 其中 X 射线衍射技术应用最广, 但是中子衍射技术在许多情况下, 远比 X 射线衍射优越。

与 X 射线相比, 中子的吸收系数低, 穿透力强, 可直接测量比 X 射线衍射大得多的样品。因此对于具有不均匀织构的材料、吸收因

子各向异性的材料、粗晶粒的材料、具有保护层材料和具有小体积相的多相材料等, 中子衍射都很容易地对它们内部的织构进行高精度的测量, 而 X 射线衍射却很难做到, 有的甚至不可能用 X 射线衍射进行测量。

X 射线的散射因子随原子序数的增加而增加, 而中子的散射长度随着原子序数的增加无规则变化, 这使得应用中子衍射研究含有轻元素相材料的织构变得很容易。

X 射线的散射因子随  $\sin \theta / \lambda$  的增加而迅速减小, 中子却不依赖于这个参数, 因此, 可用中子衍射很容易地得到高阶的衍射峰, 这一点在多极图测量时, 如利用位置灵敏探测器和飞行时间法时尤为重要。

中子还可被磁散射, 因此, 可用于测量磁织

收稿日期: 2004-04-15; 修回日期: 2004-05-19

作者简介: 李眉娟(1976-), 女, 陕西眉县人, 博士研究生, 中子散射专业

构。

随着各种新一代高束流强度中子源的建成,中子衍射技术在测量织构方面将受到越来越多的重视。

## 1 中子衍射测量材料织构的进展

织构的研究工作已经开展了 60 多年,它作为材料科学的一个分支,由 G. Wassermann 于 1939 年建立,发展到现在已成为一个基于 X 射线、中子和电子测量的定量科学。虽然应用中子衍射测量织构具有很明显的优点,但它的发展却经历了一个漫长的过程,自从 1945 年以后核反应堆的出现使得中子衍射成为可能,直到 1953 年 Brockhouse<sup>[1]</sup>才第一次将它用作织构的测量。在那个时候,中子衍射作为织构的分析方法比 X 射线衍射优越的一个主要方面——测量结果具有较高的精确度——还没有被人们开发,实际上,这一点甚至在当时得不到证明。而且由于中子衍射实验比较困难,因此在以后的 15 年中,没有人在这方面进行更多的实验。

直到 1966 年,基于一系列的级数展开得到了极图可靠性的标准,证明了中子衍射得到的极图的精确度比 X 射线衍射得到的要高得多。而这种较高的精确度在通过极图计算取向分布函数时是非常必要的。因此, Bunge 和 Tobisch 等<sup>[2~4]</sup>在 60 年代末 70 年代初利用中子衍射技术确定了冷轧铜的取向分布函数和  $\alpha$ -铜的织构。1974 年, Schliifer 和 Bunge 等通过这种方法研究了低碳钢的轧压和再结晶织构。Szpunar 和 Kleinstück 等<sup>[5]</sup>在 1976 年将中子衍射进行织构分析的优点以及数学方面的细节进行了总结。从那时起,应用中子衍射进行织构分析在几个实验室相继展开,其中包括磁散射。

除了对金属材料,人们也利用中子对非金属材料的织构进行了研究,对于地质学方面的研究,这个方法被证明尤其有效。1978 年, Schreiber 和 Klimanck 等<sup>[6]</sup>应用中子衍射对钢铁的织构进行了研究。Jensen 等<sup>[7]</sup>在 1981 年将位置灵敏探测器方法应用到动力学再结晶过程中织构的研究, Welch<sup>[8]</sup>在 1986 年对这方面的研究做出了详细的回顾。Szpunar、Nosik 和 Feldmann 等<sup>[9]</sup>将飞行时间法在这方面的应用

先后进行了发展。这以后,越来越多的实验室利用中子进行织构方面的研究。

## 2 国际国内现状

目前国际上许多大的中子散射实验室都展开了应用中子研究材料内部织构的实验。加拿大中子束实验室(CNBL)的 L3 谱仪虽然最初是作为三轴谱仪而设计的,但它现在也常用作材料科学的研究,装配在 L3 谱仪上的欧拉环可完全控制样品的转动方向,增加的欧拉环有效地将 L3 谱仪转化为四圆衍射仪,它主要用来测量结晶织构。

德国的 Institut für Werkstoffkunde und Werkstofftechnik 实验室的材料科学研究中心也应用中子对拉伸样品进行织构分析及模拟。GKSS 作为国际研究中心,它的 FRG-1 反应堆上装配了不同的谱仪,其中就有对工程部件及其成分的织构进行测量的谱仪 TEX-2。TEX-2 谱仪是一种常规的四圆衍射仪,它被用来研究不同类型的多晶体材料的织构,一方面,材料本身成分从纯金属和合金(Cu、Ni、Mg、Al、Nb、Fe 等)到金属间化合物(TiAl、NiAl、Fe<sub>3</sub>Al、Fe<sub>3</sub>Nb),到合成物(Cu-Fe、Al-Cu、Al-Nb、Cu-Nb 等),到矿物质(赤铁矿、碳酸盐、方铅矿、黄铜矿、云母等);另一方面,样品的形状也不同,从标准的几何形状到不规则的几何形状。为了满足所有的这些需求,谱仪具有许多特殊的性质。德国的 Hahn-Meitner-Institut (HMI) 研究机构,它的中子散射中心 BENSC (Berlin Neutron Scattering Center) 主要进行凝聚态物质结构的研究。位于 BENSC 的反应堆 BER 经过升级后,已成为德国热冷中子散射研究的最先进反应堆。建造在 BER 反应堆上的 EDDI 材料科学衍射谱仪主要用来进行织构分析和残余应力测量。德国的 Forschungszentrum Jülich 研究中心拥有 40 多个研究机构,位于 FRJ-2 研究反应堆上的四圆衍射仪 SV7 主要用于材料织构的分析研究。德国的 Technisch Universität München 大学,拥有对锻造材料进行织构测量的谱仪。

澳大利亚的 TANSTO (The Australian Nuclear Science Technology Organisation) 是澳大利亚的核研究和发 展机构, TANSTO 的下属核机

构 HIFAR 研究反应堆是澳大利亚唯一的核反应堆。预计到 2005 年该反应堆上将建成四圆高分辨单晶衍射仪 2TanA,用来确定复杂的晶体结构,像生物和不确定的晶体,研究无序材料的织构。

俄罗斯的 JINR (Joint Institute Nuclear Research) 是一个国际政府间的组织,它的 FLNP (Frank Laboratory of Neutron Physics) 的 Skat 谱仪的设计就是为了分析结晶过程的择优取向(结晶织构),它主要用来探测地质样品的织构。俄罗斯的科研中心 Kurchatov Institute 成立于 1943 年,它拥有专门分析超导的织构和结构的谱仪。

位于法国的 ILL (Institut Laue-Langevin) 为法国、德国和英国所共同拥有,它是一个在中子科技方面具有世界领先地位的国际科研中心。它主要从事材料的微观结构和动力学方面的研究。ILL 的 D20 谱仪能够对复合材料、考古学和地质学样品进行定量的织构分析。法国的原子能委员会 (CEA/CNRS) 对能量、防卫、信息科技以及通讯和卫生领域的研究、发展和革新起关键性的作用。它的 LLB (Laboratory Léon Brillouin) 的科研活动主要分为三个领域:物理-化学、结构和相变、磁学和超导体,LLB 的热中子四圆衍射仪 6T1 主要用来进行极图的测量以及结晶织构的分析。

英国的 Rutherford Appleton Laboratory 拥有世界上最强的散裂中子源,它主要从事物理、化学、材料科学、地理、工程和生物方面的研究。它的 Rotax 谱仪作为一个飞行时间谱仪,由于其标准的谱仪设计、较大的屏蔽体和充足的样品空间使得它能够应用在不同的方面,Rotax 谱仪可用来对金属和地质方面的样品进行织构分析。

瑞典的乌普萨拉大学核研究机构 (Uppsala University Studsvik Nuclear AB) 的 NFL 是应用中子进行物理、化学、材料科学研究的中心,NFL 的 REST 谱仪主要用来进行多晶材料的织构分析和残余应力测量。

美国的 LANSCE (Los Alamos Neutron Science Center) 具有散裂中子源,位于 Lujan Center Instrument Suit 的具有高压装备的择优取向谱仪 HIPPO 主要用来测量织构。美国的

NIST (National Institute of Standards and Technology) 在 1901 年是作为第一个国际联合物理科学研究实验室而成立,NIST 中子研究中心的 BT-8 谱仪是一台用来测量织构、残余应力和进行单晶研究的谱仪。

荷兰的 JRC (Joint Research Center) 是一科技中心,JRC 的四圆衍射仪 FCD 主要用来确定多晶材料的织构和格点振动的能级以及相变。

在中国,目前还没有专门应用中子衍射进行织构分析的谱仪,鉴于中子在测量织构方面具有很大的优越性,中国原子能科学研究院计划在正在建造的中国先进研究堆上建造一台中子织构测量谱仪,目前该谱仪正在设计中。

### 3 展望

从以上可看出,人们对织构的研究已经涉及到很广的领域,从最初的对基本金属的研究发展到对各种多晶材料的研究,这包括已有的材料和许多正在发展的新型材料,它们中的一部分与原有的金属材料相比,具有较低的对称性和较高的各项异性,因此,对这些材料织构的研究更为重要。对大量地质材料进行定量织构的研究还有待于发展,可以肯定地说,提高织构测量的精确度,可帮助我们对地质岩石和这些岩石的形成机理得出更为精确的结论。对于织构的形成过程,如结晶、塑性变形、再结晶和相变等的认识还很不充分,它们是决定加工材料性质的基础。完全的收集散射实验数据的手段还有待于提高,现在已从初始的点探测器发展到应用线性位置灵敏探测器以及 4 探测器。对各种描述织构的变量进行理论上的分析和实验上的测量仍处于初级阶段,人们期望它能发展到从统计上完全的描述多相材料的晶粒状态,进而通过组成材料的晶粒以及描述织构变量的性质从理论上推导出材料的性质。如果这个目的能够达到,织构的研究工作将会吸引材料学家、工程学家、地质学家以至生物学家的更大兴趣。

将来人们对织构的研究方法也会是多种多样,中子由于其在研究织构方面具有许多不可替代的优点,也将会越来越受到人们的重视。

(下转第 103 页,Continued on p. 103)

- Metals, 1988, 138:L11~L14.
- [3] Mao Weihua, Yang Jinbo, Cheng Benpei, et al. Structure and Magnetic Properties of a Solution of Carbon in YFe<sub>10.5</sub>Mo<sub>1.5</sub> Prepared by Arc Melting [J]. J Phys: Condens Matter, 1998, 10: 4 379~4 385.
- [4] Mao W, Ji C, Chang H, et al. Study on the Magnetic Moments of PrFe<sub>10.5</sub>V<sub>1.5</sub> and PrFe<sub>10.5</sub>V<sub>1.5</sub>N<sub>x</sub> Compounds [J]. Solid State Communications, 1999, 111:165~169.
- [5] Hu Z, Yelon WB. Neutron Diffraction and Magnetic Studies of RFe<sub>12-x</sub>T<sub>x</sub>C<sub>y</sub> (R = Y, Er; T = V, Ti, Mo) Alloys [J]. J Appl Phys, 1996, 79(8): 5 522~5 524.
- [6] Buschow KHJ. Structure and Properties of Some Novel Ternary Fe-rich Rare-earth Intermetallics [J]. J Appl Phys, 1988, 63(8):3 130~3 135.

(上接第 99 页, From p. 99)

### 参考文献:

- [1] Brockhouse BN. The Initial Magnetization of Nickel Under Tension [J]. Canad J Phys, 1953, 331:353~355.
- [2] Bunge HJ, Tobish J. Bestimmung der Walztextur des Kupfers mit Hilfe der Neutronenbeugung [J]. Z Metallkunde, 1968, 59:471~475.
- [3] Bunge HJ, Tobish J, Sonntag W. On the Development of the Rolling Texture in Copper Measured by Neutron Diffraction [J]. J Appl Cryst, 1971, 4:303~310.
- [4] Bunge HJ, Tobish J. The Texture Transition in - Brasses Determined by Neutron Diffraction [J]. J Appl Cryst, 1972, 5:27~40.
- [5] Szpunar J. Texture and Neutron Diffraction [J]. Atomic Energy Rev, 1976, 14: 199~261.
- [6] Schreiber U, Höttsch K, Kleinstück K, et al. Neutron Diffraction Analysis of Textures and Its Development in Steels With a Micro Duplex Structure [A]. Textures of Materials [C]. Berlin: Springer Verlag Press, 1978. 317~324.
- [7] Jensen D, Hansen N, Kjems J, et al. Neutron Diffraction Texture Measurement as a Tool for the Investigation of Recrystallization Kinetics [J]. Proc ICOTOM, 1981, 6:1 179~1 191.
- [8] Welch PI. Neutron Diffraction Texture Analysis [A]. Experimental Techniques of Texture Analysis [C]. Oberursel: DGM Informationsgesellschaft Press, 1986. 183~208.
- [9] Feldmann K. Texture Investigations by Neutron Time-of-flight Diffraction [J]. Textures and Microstructures, 1981, 12:309~323.