

样品表面层有微观应变梯度时 Warren-Averbach 方法的修正

杨 柳 姚鸿年

(浙 江 大 学)

1987年12月24日收到

本文讨论了样品表面层有微观应变梯度时X射线衍射线形分析的方法。设样品表面层微观应变随深度 z 的变化满足关系式 $\langle \epsilon_z^2 \rangle = \sum a_n(L)z^n$, 从而改进了 Warren-Averbach 方法, 使之可以应用到表面层存在微观应变梯度的情形。若 $\langle \epsilon_z^2 \rangle = a_0(L) + a_1(L)z$, 则分析二种波长不同的X射线同一衍射方向的衍射线形, 可以得到微观应变随深度的变化规律。

一、引 言

Warren-Averbach 方法^[1](以下简称 W-A 方法)被广泛地用来研究形变多晶材料的微观畸变。材料中的微观应变和晶块细化使得其X射线衍射峰形宽化, 通过测量同一晶面不同反射指数的二个或更多的衍射峰线形, 根据它们的宽化程度可以求出微观应变和微晶尺寸的大小。W-A 方法是基于各级衍射峰信息来源相同的假设上的, 但事实上, 由于X射线的有效穿透深度有限^[2], 各级衍射峰对应的有效穿透深度不同, 因此这种假设与实际情形之间存在一定差别。特别对诸如磨削形变的样品, 其表面层存在比较大的微观应变梯度^[3], W-A 方法应用到这类样品的分析时有必要进行修正。本文将提出一种修正方法, 使 W-A 方法可以用于表面层存在微观应变梯度的样品。

二、W-A 方法^[1,4]

在 W-A 方法中, 衍射线形的 Fourier 系数 $A(L)$ 可以写成如下乘积形式:

$$A_n(L) = A^s(L) \cdot A_n^D(L), \quad (1)$$

式中 L 表示晶体正空间中距离矢量 L 的模, L 平行于衍射 g 的方向; $A^s(L)$ 和 $A_n^D(L)$ 分别为晶块细化和微观应变的 Fourier 系数; 下标 n 表示衍射的级数, 即

$$g = g_n = ng_1. \quad (2)$$

当微观应变很小或满足 Gauss 分布时,

$$A_n^D(L) = \exp[-2\pi^2 g_n^2 L^2 \langle \epsilon_z^2 \rangle], \quad (3)$$

式中 $\langle \epsilon_z^2 \rangle$ 表示微观应变。不考虑各级衍射对应的 $\langle \epsilon_z^2 \rangle$ 的差别, 则有

$$\ln A_n^D(L) = n^2 \ln A_1^D(L). \quad (4)$$

特别地, $n = 2$ 时,

$$\ln A_2^D(L) = 4 \ln A_1^D(L). \quad (5)$$

从而由(1)和(5)式,得

$$\ln A_1(L) - \ln A_2(L) = 6\pi^2 g_1^2 L^2 \langle \epsilon_1^2 \rangle, \quad (6a)$$

$$4 \ln A_1(L) - \ln A_2(L) = 3 \ln A^S(L). \quad (6b)$$

若求得一级和二级衍射峰线形的 Fourier 变换系数,即 $A_1(L)$ 和 $A_2(L)$ 已知,则可根据(6a)和(6b)式求出微观应变和微晶尺寸.

三、各级衍射对应的 X 射线有效穿透深度

由于样品对 X 射线的吸收,使得 X 射线对样品的有效穿透深度很小^[2]. 如图 1,以 θ_n 表示第 n 级衍射对应的衍射角, μ_1 表示样品对入射 X 射线的线吸收系数,则对应的 X 射线有效穿透深度 τ_n 为

$$\tau_n = K_i \frac{\sin \theta_n}{2\mu_1}, \quad (7)$$

而

$$K_i = \ln \left(\frac{1}{1 - G_i} \right), \quad (8)$$

式中 G_i 表示有效穿透深度 τ_i 内 X 射线衍射强度占总衍射强度的百分比. 表 1 列出不同 G_i 对应的 K_i 值.

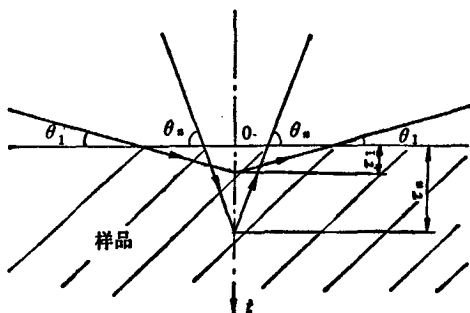


图 1 衍射角 θ_n 和有效穿透深度 τ_n 的关系

显然有

$$\sin \theta_n = n \sin \theta_1, \quad (9)$$

所以,

$$\tau_n = K_i \frac{\sin \theta_n}{2\mu_1} = n\tau_1, \quad (10)$$

而

$$\tau_1 = K_i \frac{\sin \theta_1}{2\mu_1}. \quad (11)$$

(10)和(11)式表明,第 n 级衍射的有效穿透深度是第一级衍射的 n 倍,而第一级衍射的有效穿透深度又与样品对 X 射线的吸收系数有关,亦即与入射 X 射线的波长有关.

表 1 不同 G_i 对应的 K_i 值

G_i	0.50	0.60	0.70	0.80	0.90	0.95	0.99
K_i	0.693	0.916	1.204	1.607	2.303	2.996	4.065

四、W-A 方法的修正

若样品表面层存在微观应变梯度,则 $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ 总可以表示成关于深度 z 的多项式,即

$$\langle \epsilon_L^2 \rangle = a_0(L) + a_1(L)z + \cdots + a_N(L)z^N = \sum a_m(L)z^m, \quad (12)$$

式中 $a_m(L)$ ($m = 0, 1, \cdots, N$) 是与 L 有关的系数。反映了微观应变 $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ 随深度 z 的变化规律。而从 X 射线衍射线形分析得到的微观应变是 $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ 在 X 射线有效穿透深度内的平均。以 $\langle \epsilon_L^2 \rangle_n$ ($n = 1, 2, \cdots$) 表示 $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ 在 τ_n 内的平均,则有

$$\begin{aligned} \langle \epsilon_L^2 \rangle_n &= \int_0^{\tau_n} \langle \epsilon_L^2 \rangle dz / \tau_n \\ &= \int_0^{\tau_n} \sum a_m(L)z^m / \tau_n = \sum a_m(L)\tau_n^m / (m+1). \end{aligned} \quad (13)$$

只考虑第一级和第二级衍射,从它们对应的衍射线形分析得到的微观应变 $\langle \epsilon_L^2 \rangle_1$ 和 $\langle \epsilon_L^2 \rangle_2$ 分别为

$$\langle \epsilon_L^2 \rangle_1 = \sum a_m(L)\tau_1^m / (m+1); \quad (14a)$$

$$\langle \epsilon_L^2 \rangle_2 = \sum a_m(L)\tau_1^m \cdot 2^m / (m+1). \quad (14b)$$

从而有

$$\ln A_2^D(L) - \ln A_1^D(L) = -2\pi^2 g_1^2 L^2 K(L), \quad (15a)$$

式中

$$K(L) = \sum (2^{m+2} - 1) a_m(L) \tau_1^m / (m+1). \quad (15b)$$

相应 W-A 方法中的 (6a) 和 (6b) 式,微观应变和微晶尺寸的 Fourier 系数与线形的 Fourier 系数之间存在以下关系:

$$\ln A_2(L) - \ln A_1(L) = -2\pi^2 g_1^2 L^2 K(L); \quad (16a)$$

$$\ln A^S(L) = \ln A_1(L) - 2\pi^2 g_1^2 L^2 \langle \epsilon_L^2 \rangle_1. \quad (16b)$$

五、讨论和结论

1. 若样品表面层存在微观应变梯度,由于第一级和第二级衍射对应的 X 射线有效穿透深度不同, $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ 对二个线形的影响也不相同。这时, W-A 方法中的关系式 (6a) 和 (6b) 不再成立,而应该用 (16a) 和 (16b) 式代替。

2. 对给定的样品,波长不同的入射 X 射线的有效穿透深度是不同的,因此,从线形分析得到的微观应变也不同。所以,分析不同波长 X 射线的衍射线形,可以得到微观应变 $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ 随深度 z 的变化规律。

为简单起见,设 $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ 和深度 z 呈简单的线性关系,即

$$\langle \epsilon_L^2 \rangle = a_0(L) + a_1(L)z,$$

则根据 (15b) 式,有

$$K(L) = 3a_0(L) + 7/2 a_1(L)\tau_1.$$

先用 A 和 B 两种波长不同的 X 射线照射样品,同一反射的一级衍射对应的有效穿透深度分别为 τ_A 和 τ_B , 根据 (16a) 式求得它们各自对应的 $K_A(L)$ 和 $K_B(L)$, 则通过

求解下面方程组:

$$3a_0(L) + 7/2a_1(L)\tau_A = K_A(L);$$

$$3a_0(L) + 7/2a_1(L)\tau_B = K_B(L),$$

就可以得到 $a_0(L)$ 和 $a_1(L)$, 从而得到微观应变随深度 z 的变化规律.

感谢胡时照副教授就本文进行的有益讨论.

- [1] B. E. Warren, X-Ray Diffraction, Reading, Mass.: Addison-Wesley, (1969), p. 251.
- [2] B. D. Cullity, Elements of X-Ray Diffraction, Reading, Mass.: Addison-Wesley, (1956), p. 269.
- [3] V. U. Lotsko, V. Yu. Milman & N. M. Torchun, *Phys. Chem. Mech. Surface*, 3(1985), 2484.
- [4] M. Wilkens, *J. Appl. Cryst.*, 12 (1979), 119.

A MODIFIED WARREN-AVERBACH METHOD FOR THE SAMPLE WITH A MICRO-STRAIN GRADIENT IN ITS SURFACE LAYER

YANG LIU YAO HONG-NIAN
(Zhejiang University, Hangzhou)

ABSTRACT

This paper deals with X-ray diffraction profile analysis for the sample with a micro-strain gradient in its surface layer. On the assumption that the variation of micro-strain $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ with depth z is expressed as $\langle \epsilon_L^2 \rangle = \sum a_m(L)z^m$, Warren-Averbach method is modified so that it can be used in this case. For the special case of $\langle \epsilon_L^2 \rangle = a_0(L) + a_1(L)z$, the relationship between the micro-strain $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ and the depth z can be determined by analyses of diffraction profiles belonging to two different radiations.