

ICS 77.040.99

CCS H 24

团 体 标 准

T/CNIA XXXX—20XX

铝及铝合金箔织构含量的测定

Determination of texture content for aluminium and aluminium alloy foils

(送审稿)

20XX-XX-XX发布

20XX-XX-XX实施

中国有色金属工业协会

发布

中国有色金属学会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

铝及铝合金箔织构含量的测定

1 范围

本标准描述了采用X射线衍射法和电子背散射衍射法测定铝及铝合金箔织构含量的方法。

本标准适用于电解电容器用铝箔中立方（Cube）织构的测定。

本标准也适用于空调器散热片用铝箔、容器箔、药箔等铝箔中立方（Cube）织构、高斯（Goss）织构、黄铜（Brass）织构、铜（Copper）织构、S织构含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

3 术语和定义

3.1

织构 texture

当多晶体晶粒取向集中分布在某一或某些取向位置时称之为该晶体存在择优取向，择优取向的多晶体取向结构称之为织构。

3.2

散焦矫正 defocusing correction

在X射线衍射法织构测试过程中，样品会发生倾斜和面内旋转，样品倾斜后，X射线光斑辐照面积会发生变化，所以数据进行计算时会发生误差。为减小误差，将样品的每个数据点衍射强度值除以相对应无织构参比样品的数据点强度值进行矫正。

3.3

轧向 rolling direction

产品的轧制方向称为轧向。

3.4

法向 normal direction

垂直于样品轧制面的方向称为法向。

3.5

横向 transverse direction

与产品的轧制方向垂直的方向称为横向。

3.6

极射赤面投影 stereographic projection

轧制样品中晶粒的几何中心与标有轧向、法向和横向的球心重合，作晶体所有面的法线，交球面于若干点，形成球面投影图，从s极出发过赤道面与投影点连线在赤道面（赤面）有一组交点，称之为极射赤面投影。

3.7

极图 pole figure

晶粒取向在空间角下分布强度的极射赤面投影图称为极图。

3.8

ODF 图 orientation distribution function figure

晶粒的取向有三个自由度，极密度分布函数所使用的是一个二维空间，它上面的一个点不足以表示三维空间内的一个取向，为了细致、精确并且定量的分析结构，需要建立一个利用三维空间描述多晶体取向分布的方法，称为取向分布函数法（Orientation distribution function，简称ODF法），在三维空间内描述多晶体取向分布函数的图称为ODF图。

4 X 射线衍射法

4.1 方法原理

在一定衍射角度下，衍射峰的强度与晶粒中晶面的总量有关，通过测试样品各个空间角下的衍射信号的强度可以计算晶粒在空间的分布状态，从而获得立方（Cube）结构、高斯（Goss）结构、黄铜（Brass）结构、铜（Copper）结构、S结构的含量。

4.2 仪器设备

4.2.1 X 射线衍射仪

2 θ 角度分辨率不大于0.02°，入射光路配有正交狭缝，衍射光路配有平行光准直系统和索拉狭缝。样品台能够完成两个角度倾转（ α ， β ）， α 角范围0°~90°， β 角范围0°~360°，角度分辨率不大于0.1°。X光光源推荐为铜靶。

4.2.2 入射光路

入射光路应选择正交光路系统，光斑横向及纵向0mm~8mm可调，光斑横向尺寸与纵向尺寸相同，不小于2mm。放置镍滤波片对K β 射线进行过滤，镍滤波片也可放置于衍射光路。

4.2.3 衍射光路

衍射光路应配备正交准直系统和索拉狭缝，狭缝宜为0.04rad。

4.3 样品及参比试样

4.3.1 样品

正方形或者圆形，样品尺寸应与参比试样尺寸保持一致（厚度方向除外），样品边长或直径应大于光斑横向或纵向尺寸的10倍。样品表面采用不同颗粒度砂纸从低到高打磨至2000目。

4.3.2 参比试样

用于 X 射线衍射法散焦校正，可采用铝粉末或铝合金牌号粉末制备。粉末需压实成片状作为无织构标准样品。宜采用等离子体烧结法或 502 胶水粘合法进行制备。其中，等离子体烧结法的烧结温度不高于 520℃、压强不低于 30MPa，502 胶水粘合法制备的样品孔隙率不高于 5%。

4.4 试验步骤

4.4.1 探测器所有探测单元全部打开，每个探测器单元计数量累加作为任意空间角下的计数量。

4.4.2 将样品放置到样品台进行物相测试，调整样品确保测试时 X 射线照射方向与轧制方向垂直。测试角度覆盖铝合金（111）面、（200）面、（220）面。最强峰信噪比大于 10，2θ 角度精确至 0.01°。

4.4.3 分别记录高于（111）面、（200）面、（220）面衍射峰 3° 位置处的衍射强度作为背地强度。

4.4.4 每 5° 或 2.5° 进行倾斜角 α 数据收集，倾斜角测试范围从 0° 测试至 70° 或 75°。每 5° 或 2.5° 进行面内角 β 数据收集。探测器连续记录面内数据点之间的衍射强度，取平均值作为最终衍射强度。每个数据点的积分时间不小于 1s。

4.5 试验数据处理

4.5.1 极图

在 2θ 衍射角处获得的实测衍射强度为 $I_{2\theta}(\alpha, \beta)$ ，测得背地强度为 $I_B(\alpha, \beta)$ ，该方位角下实测极图数值 $P(\alpha, \beta)$ 按公式（1）计算，宜选择左手定则表极图示。极图等高线数不低于 10。

$$P(\alpha, \beta) = \frac{I_{S2\theta}(\alpha, \beta) - I_{SB}(\alpha, \beta)}{I_{C2\theta}(\alpha, \beta) - I_{CB}(\alpha, \beta)} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$I_{S2\theta}(\alpha, \beta)$ ——样品（111）、（200）、（220）面对应衍射角下的衍射强度；

$I_{SB}(\alpha, \beta)$ ——样品（111）、（200）、（220）面附近背地衍射角对应的衍射强度；

$I_{C2\theta}(\alpha, \beta)$ ——参比试样（111）、（200）、（220）面对应衍射角下的衍射强度；

$I_{CB}(\alpha, \beta)$ ——参比试样（111）、（200）、（220）面附近背地衍射角对应的衍射强度。

计算结果保留整数，数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

4.5.2 ODF 图

以板、带材的轧向、法向、横向为常用坐标系坐标轴，[100]、[010]、[001]为立方晶体坐标系。两坐标系重合为初始方向，任意晶体的空间方位可由一组欧拉角表示（ $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ ），三个欧拉角代表晶体的三次转动。垂直于取向空间的某一欧拉角坐标轴方向截取若干个等间距取向面，间隔宜为 5°。然后，在各取向面上绘制取向分布函数。对于铝合金轧制板材织构，通常以 φ_2 轴进行取向面截取并进行绘制成平面图。样品坐标系选取正交对称，推荐任意定义单胞法（Arbitrarily Defined Cells）进行极坐标到欧拉坐标的计算。

4.5.3 织构组分的计算

宜选择积分法或者高斯、洛伦兹函数拟合法计算五种织构的含量。欧拉角允许的误差范围可分别选择 ±10°、±10°、±10° 或者 ±15°、±15°、±15°。

对于电解电容器一类的高纯铝箔，其内部织构 95% 以上为立方（Cube）织构，计算织构组分时，只需要计算立方（Cube）织构的含量即可。对于其他铝箔，其内部织构种类通常较为复杂，计算织构组分时应至少计算立方（Cube）织构、高斯（Goss）织构、黄铜（Brass）织构、铜（Copper）织构、S 织构的含量。

5 电子背散射衍射法

5.1 方法原理

在扫描电子显微镜中，入射电子束进入样品后与样品相互作用会受到样品晶格的散射。其中一部分电子因散射角大逃出样品表面，这部分电子称之为背散射电子。背散射电子在离开样品的过程中与样品某晶面族满足布拉格衍射条件 $2d\sin\theta = \lambda$ 的那部分电子会发生衍射，形成两个顶点为散射点与该晶面族垂直的两个圆锥面。两个圆锥面与接收屏交截后形成一条亮带，即菊池带。每条菊池带的中心线相当于发生布拉格衍射的晶面从样品上电子的散射点扩展后与接收屏的交截线。菊池线的方位角与晶体取向具有对应关系，通过对已知晶体结构的计算可获得晶体在每个方位角下的菊池花样，计算菊池花样与测试菊池花样进行对比即可获得晶体的取向。

5.2 仪器设备

5.2.1 扫描电子显微镜

能够提供 15kV 到 25kV 加速电压，样品台可倾斜至 70° ，工作距离大于 30mm。

5.2.2 电子背散射衍射系统

解析速度应大于 30 点/秒，能够进行自动化标定，具有常见晶体结构数据库，能够对多种物相结构进行菊池花样的理论计算，具有解析软件，可完成取向分布图、极图、反极图、ODF 图的计算与绘制。

5.2.3 电解抛光仪

能够提供恒定输出电压和电流。

5.3 样品

在铝箔卷平整位置取样，沿箔卷宽度方向的中心位置和两侧边部各切取 $10\text{mm}\times 10\text{mm}$ 试样，并标记轧制方向。电解抛光液采用标准 GB/T 3246.1-2023 中的高氯酸乙醇溶液，高氯酸和无水乙醇的体积比为 1:9。电解抛光选用纯铅板做阴极、铝塑膜铝箔做阳极，使用直流电源，电压 20V，电流调整至最大，电解时间 10~20s。

5.4 试验步骤

5.4.1 将抛光后的试样置于扫描电子显微镜样品台，抛光面向上，并确保样品的轧向与电子背散射衍射探头方向一致。将样品台倾斜，使样品表面法线与入射电子束之间的夹角为 70° 。

5.4.2 样品调至视场清晰后，样品距离极靴的高度为 17~20mm。

5.4.3 选用视场放大倍数为 100 倍进行对标试验，采集数据后，裁剪照片至 $1\text{mm}\times 1\text{mm}$ 尺寸进行数据处理。

5.5 试验数据处理

5.5.1 单个视野内数据解析率大于等于 50%，低于 50%解析率样品需重新测试。

5.5.2 推荐使用 Channal 或 OIM 对原始数据降噪处理，计算取向分布图、极图、反极图、ODF 图，偏差允许值 15° 。

6 试验报告

试验报告应主要包含以下内容

- a) 样品名称;
 - b) 牌号、状态;
 - c) 尺寸规格;
 - d) 仪器型号;
 - e) 数据处理软件的名称;
 - f) 试验结果 (极图、ODF 图、典型织构组分含量);
 - g) 欧拉角允许的误差范围;
 - h) 本文件的编号;
 - i) 试验日期。
-