

欧盟X射线衍射残余应力测定标准EN 15305-2008中文翻译稿

Non-destructive Testing - Test Method for Residual Stress analysis by X-ray Diffraction

无损检测 - 用X射线衍射进行残余应力分析 的测试方法

摘 要

欧盟 X 射线衍射残余应力测定标准 EN15305-2008 (和美国标准 ASTM E915-10) 明确要求采用不假定剪切应力为零的完整应力方程和椭圆拟合方法, 否则会出现“系统误差”。用于拟合的 $\sin^2 \psi$ 值在正负 ψ 方向上最少需测量 7 个, 建议做 9 个以上。测定钛合金材料残余应力时用铜靶 X 射线管, 如用其它靶材需考虑 X 射线穿透深度不同带来的与标准方法的差异。应选择高能量分辨率、不易产生 X 射线辐射饱和的探测器。无应力铁粉测定的精度要求为正常 $\pm 6.9\text{MPa}$, 最大 $\pm 14\text{MPa}$ 。

ICS 19.100

无损检测 - 用X射线衍射进行残余应力分析的测试方法

本欧洲标准于2008年7月4日经欧盟标准委员会 (CEN) 批准。

欧盟标准委员会成员国有义务按照欧盟标准无变更的给予标准国家地位。关于本标准的最新目录和题录都可从欧盟标准委员会管理中心和欧盟成员国那里得到。

本标准有三个官方版本（英语、法语、德语）。任何被欧盟成员国翻译且被欧盟标准管理中心公布的标准拥有同官方标准一样的地位。

国家标准成员国包括：奥地利、比利时、保加利亚、塞浦路斯、捷克、丹麦、爱沙尼亚、芬兰、法国、德国、希腊、匈牙利、冰岛、爱尔兰、意大利、拉脱维亚、立陶宛、卢森堡、马尔他、荷兰、挪威、波兰、葡萄牙、罗马尼亚、斯洛伐克、斯洛文尼亚、西班牙、瑞典、瑞士和英国。



EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITE EUROPEEN DE NORMALISATION
EUROPAISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

目 录

前言	7
简介	8
1 范围.....	8
2 参考标准.....	9
3 术语、定义和符号.....	9
3.1 术语和定义	9
3.2 符号和缩写	9
4 原理.....	11
4.1 测量的基本原理	11
4.2 两轴应力分析	13
4.3 三轴应力分析	15
5 样品.....	16
5.1 材料特性	16
5.1.1 概述	16
5.1.2 形状、尺寸和重量	17
5.1.3 样品成分/同质性	17
5.1.4 晶粒尺寸和衍射区域	17
5.1.5 X射线穿透深度	17
5.1.6 涂层和薄膜	17
5.2 样品准备	18
5.2.1 表面处理	18
5.2.2 深度应力分布图	18
5.2.3 大型样品或复杂形状样品	19
6 仪器.....	19
6.1 概述	19
6.2 仪器的选择	19
6.2.1 概述	19
6.2.2 ω 法.....	20
6.2.3 χ 法.....	22
6.2.4 修改的 χ 方法.....	23
6.2.5 其它衍射几何.....	23
6.3 辐射的选择	23
6.4 探测器的选择	26
6.5 设备的性能	26

6.5.1	设备的校准.....	26
6.5.2	测角仪的性能.....	26
6.6	设备的资格及验证.....	27
6.6.1	概述.....	27
6.6.2	设备的资格.....	27
6.6.3	合格设备的性能验证.....	28
7	实验方法.....	29
7.1	概述.....	29
7.2	样品定位.....	30
7.3	衍射条件.....	30
7.4	数据采集.....	31
8	数据处理.....	32
8.1	概述.....	32
8.2	衍射数据处理.....	33
8.2.1	概述.....	33
8.2.2	强度校正.....	33
8.2.3	衍射峰位置的确定.....	33
8.2.4	衍射峰位置的校正.....	34
8.3	应力计算.....	34
8.3.1	应变和应力计算.....	34
8.3.2	误差与不确定性.....	35
8.4	结果的关键评估.....	35
8.4.1	概述.....	35
8.4.2	视觉检查.....	35
8.4.3	定量检查.....	36
9	报告.....	37
10	实验测定X射线弹性常数XEC.....	38
10.1	简介.....	38
10.2	加载设备.....	38
10.3	样品.....	39
10.4	加载装置的校准和样品的调节.....	39
10.5	衍射仪测量.....	40
10.6	XEC的计算.....	40
11	参照样品(标样).....	41
11.1	简介.....	41
11.2	无应力参照物.....	41
11.2.1	概述.....	41
11.2.2	无应力粉末准备.....	42
11.2.3	测量方式.....	42

11.3	应力参照标样	42
11.3.1	实验室(LQ)应力参照标样	42
11.3.2	实验室间(ILQ)应力参照标样	43
12	局限性.....	43
12.1	简介	43
12.2	次表面应力梯度的存在	44
12.3	表面应力梯度	44
12.4	表面粗糙度	44
12.5	不平表面	44
12.6	试样微观结构的影响	45
12.6.1	织构材料	45
12.6.2	多相材料	46
12.7	宽衍射峰	46
附录A	— 欧洲XRPD标准化项目原理图.....	48
附录B	— 残余应力的来源.....	49
B.1	概述.....	49
B.2	机械加工.....	49
B.3	热处理.....	49
B.4	化学加工.....	49
附录C	应力状态的确定 - 通用步骤.....	50
C.1	概述.....	50
C.2	使用变形确切的定义.....	51
C.2.1	概述.....	51
C.2.2	确定应力张量分量.....	51
C.2.3	θ 和 d_0 确定	52
C.3	使用近似的变形定义.....	53
C.3.1	概述.....	53
C.3.2	确定应力张量分量.....	53
C.3.3	确定 θ_0 和 d_0	52
附录D	最新进展.....	55
D.1	采用二维衍射数据进行应力测量.....	55
D.2	近表面的残余应力深度解析评价-散射矢量法.....	58
D.3	通过采用均衡条件确定应力剖面来提高精度.....	59
附录E	测量数据处理细则.....	60
E.1	扫描强度校正.....	60
E.1.1	概述.....	60
E.1.2	发散狭缝转换.....	60
E.1.3	吸收校正.....	61

E. 1. 4	背景校正.....	62
E. 1. 5	洛仑兹偏振校正.....	63
E. 1. 6	K-Alpha2剥离.....	63
E. 2	衍射峰位置的确定.....	64
E. 2. 1	重心法.....	64
E. 2. 2	抛物线拟合法.....	65
E. 2. 3	剖面函数拟合法.....	65
E. 2. 4	X%高度理论宽度中值	65
E. 2. 5	交相关法.....	65
E. 3	衍射峰位置的修正.....	66
E. 3. 1	概述.....	66
E. 3. 2	残余角度误差.....	66
E. 3. 3	穿透深度修正.....	67
附录 F	数据采集方法概述	69
F. 1	简介.....	69
F. 2	定义.....	69
F. 3	不同采集方法概述.....	73
F. 3. 1	一般方法.....	73
F. 3. 2	ω 法.....	74
F. 3. 3	Chi (x) 法.....	76
F. 3. 4	组合倾斜法 (也称散射矢量法)	78
F. 3. 5	修正的 chi 法.....	79
F. 3. 6	低入射角法.....	81
F. 3. 7	修正的 omega 法.....	83
F. 3. 8	二维检测器的使用.....	84
F. 4	ϕ 和 ψ 的选取.....	85
F. 5	立体投影.....	86
附录 G	正应力测量步骤和专用应力测量步骤	88
G. 1	简介.....	88
G. 2	概述.....	88
G. 2. 1	简介.....	88
G. 2. 2	单样品正应力测量步骤.....	88
G. 2. 3	非常相似样品专用应力测量步骤.....	88
	译者结语.....	89

前言

法国标准化协会的无损检测技术委员会已精确制定了该标准。

所有欧盟成员国应在2009年2月底前通过出版一个相同的文本或批注，给予本欧洲标准国家标准的地位，与之冲突的国家标准应在2009年2月底前撤销。

需要注意的是本标准的部分可能来自某些专利，但欧盟标准委员会不负责对相关专利进行鉴定。

本欧洲标准关于“无损检测-来自多晶体、非晶体材料的X射线衍射”由以下几部分组成：

- EN 13925-1, 通用原理
- EN 13925-2, 步骤
- EN 13925-3, 测试仪器
- EN 1330-11, 无损检测 - 术语 - 用于多晶和非晶体材料的X射线衍射中的术语

为了阐述这些主题在不同标准间的关系，附录A给出了粉末衍射技术典型操作的图解。

根据欧盟标准委员会的内部规定，所有欧盟成员国国家标准机构有义务执行本欧洲标准，这些成员国有：奥地利、比利时、保加利亚、塞浦路斯、捷克、丹麦、爱沙尼亚、芬兰、法国、德国、希腊、匈牙利、冰岛、爱尔兰、意大利、拉脱维亚、立陶宛、卢森堡、马尔他、荷兰、挪威、波兰、葡萄牙、罗马尼亚、斯洛伐克、斯洛文尼亚、西班牙、瑞典、瑞士和英国。

简介

晶体材料中的残余应力可通过X射线衍射技术来确定。假设材料是弹性变形是线性的，那么相关残余应力就可通过计算获得。

本文讲述了测试的原理和分析技术。

1 范围

本欧洲标准描述了应用X射线衍射分析在多晶试样或部件近表面区域无损地测定宏观残余应力或作用力的试验方法。

可以对有足够结晶度的所有材料进行分析，但可能受下列条件的限制（简要说明见第12条）：

- 应力梯度
- 晶格常数梯度
- 表面粗糙度
- 不平表面(见5.1.2)
- 强织构材料
- 大晶粒材料(见5.1.4)
- 多相材料
- 衍射峰重叠
- 宽衍射峰

本文不包括在上述条件下确定残余应力的具体过程。

本方法是基于EN 13925-1 中的反射角分散技术。

本文的建议主要指应力分析，即衍射峰移位的确定。

本标准不包括基于X射线回转加速方法的残余应力分析，也没有详尽的考虑该标准在所有领域的应用。

辐射防护。身体的任何部位暴露在辐射下都会对健康造成损害。因此，无论在什么时候使用辐射装置，都应采取充足的预防措施来保护操作人员及周围的人。每个国家都应制定辐射保护的措施和辐射外泄的标准。如果某个国家没有相关规定，那么就需引用最新的国际核辐射保护条例。

2 参照标准

下面的参照标准被应用于本文。至于标注日期的标准，只有被引用的才适用，没有标注日期的标准（包括经过修订的），最新版本才适用。

EN 13925-1:2003, 无损检测 - 多晶和非晶体材料的X射线衍射 - 第一部分：测量原理

EN 13925-2:2003, 无损检测 - 多晶和非晶体材料的X射线衍射-第二部分：步骤

EN 13925-3:2005, 无损检测 - 多晶和非晶体材料的X射线衍射-第三部分：仪器

ISO 5725-1, 测量方法和结果的准确性(真实性和精度)-第一部分：测量原理和定义

ISO 5725-2, 测量方法和结果的准确性(真实性和精度)-第二部分：确定标准测量方法的重复性和再现性的基本方法

3 术语、定义和符号

本文运用了如下术语、定义和符号。

3.1 术语和定义

3.1.1

残余应力

存在于不受任何外力影响的材料内部且可自我平衡的应力

3.2 符号及缩写

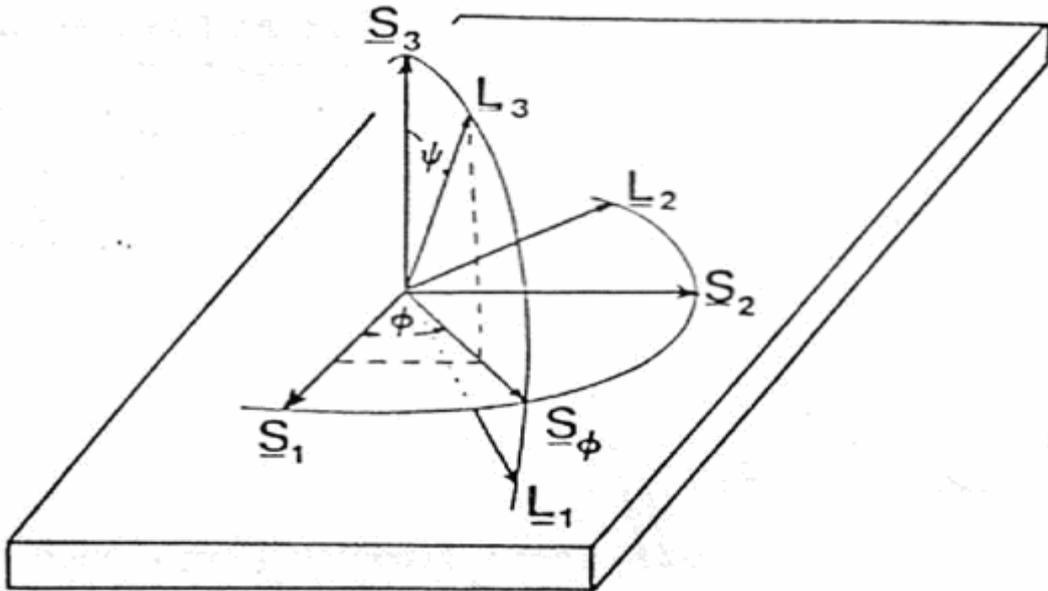
- 2θ	衍射角；入射光线延长线和衍射光线之间的夹角
- θ	布拉格角；衍射平面和入射光线之间的夹角
- ω	入射光线和样本平面间的夹角
- ϕ	样本表面一固定方向和该表面上垂直于衍射晶面投射的夹角
- ψ	样本的法线和衍射面法线间的夹角
- x	x 轴垂直于包含 2θ 和 ω 的面旋转； x 的旋转轴垂直于 ω 和 ϕ 轴
- $\{hkl\}$	定义了 h 、 k 和 l 的晶格表面
--- $\varepsilon_{\phi\psi}$	定义在 ϕ 和 ψ 角方向的应变
--- d_0	无应力样本晶面间的距离
--- $d_{\phi\psi}$	沿 ϕ 和 ψ 角方向应变材料间的距离

— (S_1, S_2, S_3)	样品坐标系	
— $(L1, L2, L3)$	实验坐标系	
— $1/2S_2 \{hk1\}, S1 \{hk1\}$	晶面 $\{hk1\}$ 的X射线弹性常数	
— σ_{ii}	正应力分量 ($i=1,2,3$)	
— τ_{ij}	剪应力分量 ($i \neq j; i, j=1,2,3$)	
— Z	距离样本表面的距离	
— z	X射线穿透深度	
— LP	洛伦兹偏振因子	
— A	吸收率	
— ILQ	实验室间的 (用于试件应力参照标准)	
— LQ	实验室内部的 (用于试件应力参照标准)	
— σ_{cert}	实验室间的试件合格正应力参照标准	
— τ_{cert}	实验室间的试件合格切应力参照标准	
— σ_{ref}	实验室内部试件正应力值	
— τ_{ref}	实验室内部试件剪应力值	
— $Lref$	实验室内部试件衍射峰平均宽度	
— $\sigma_{determined}$	限定试件正应力参照标准	
— $\tau_{determined}$	限定试件切应力参照标准	
— $Ldetermined$	限定试件衍射峰平均宽度参照标准	
— $U(\sigma)$		正应力标准变量
— $U(\tau)$	剪应力标准变量	
— $r\sigma_{cert}, r\tau_{cert}$	实验室间的试件正应力, 切应力及线宽参照标准	
— $r\sigma_{ref}, r\tau_{ref}$	实验内部试件正应力, 切应力及线宽参照标准	
— $R\sigma_{cert}, R\tau_{cert}$	正应力, 切应力的再现性	
— λ	X射线的波长	
— $Tr(\sigma)$	应力张量轨迹	
— I_{hkl}	hkl 衍射峰综合强度	
— $XECs$	X射线弹性常数	
— s_r and s_R	重复性与再现性误差	
— β	积分宽度	
— σ_ϕ	ϕ 角方向的正应力	
— τ_ϕ	ϕ 角方向的切应力	

注 Elasticity constant也被叫作elastic constants

4 原理

4.1 测量的基本原理



如图

- S_1, S_2 样本表面坐标轴； S_1 由操作者定义
- S_3 垂直于样本表面的坐标轴
- L_1, L_2, L_3 实验室坐标系； L_3 垂直于晶格衍射表面而且是入射光线和衍射光线的二等分线。
- ϕ 样本表面一固定方向和该表面上垂直于衍射晶面投射的
- ψ 样本的法线和衍射晶面法线间的夹
- S_ϕ 压应力和切应力的测量方向

图1—X射线衍射应力测试的正交坐标系

根据弹性力学理论，在宏观各向同性晶体材料上角度 Φ 和 Ψ （见图1）方向的应变可以用如下方程表述：

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = S_1^{\{hkl\}}[\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}] + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \sigma_{33} \cos^2 \psi + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} [\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi + \tau_{12} \sin 2\phi] \sin^2 \psi + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} [\tau_{13} \cos \phi + \tau_{23} \sin \phi] \sin 2\psi$$

应力分量 σ_ϕ 和 τ_ϕ 为方向 S_ϕ 上正应力和剪切应力（见图1）：

$$\sigma_\phi = [\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi + \tau_{12} \sin 2\phi]$$

$$\tau_{\phi} = [\tau_{13} \cos \phi + \tau_{23} \sin \phi]$$

其中方程 (1a), (1b), (1c) 中的符号表示:

$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$	在晶面 {hkl}, 角度 Φ 和 ψ 方向上的应变;
$S_1^{\{hkl\}}$ 和 $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$	晶面 {hkl} 的 X 射线弹性常数;
$\sigma_{11}, \sigma_{12}, \sigma_{13}$	在坐标 S_1, S_2 和 S_3 (图 1) 方向上的正应力分量;
τ_{12}	S_1 和 S_2 平面内的剪应力;
τ_{13}	S_1 和 S_3 平面内的剪应力;
τ_{23}	S_2 和 S_3 平面内的剪应力;
ϕ	样品平面一固定方向和该平面上垂直于衍射晶面投射的夹角;
ψ	样品法线和衍射晶面法线之间的夹角;
σ_{ϕ}	Φ 角方向的正应力分量
σ_{11}, σ_{12}	在 S_1, S_2 方向上的正应力分量
τ_{ϕ}	Φ 角方向的剪切应力分量

晶格间的应变 $\varepsilon_{\phi\psi}$ 能用下面的方程表示:

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = \ln\left(\frac{d_{\phi\psi}}{d_0}\right) = \ln\left(\frac{\sin \theta_0}{\sin \theta_{\phi\psi}}\right)$$

或者使用近似方程:

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} \cong \left(\frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0}\right)$$

或者

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} \cong -\cot(\theta_0) \Delta\theta_{\phi\psi}$$

其中,

$d_{\phi\psi}$ 在晶面 {hkl}, 角度 Φ 和 ψ 法线方向上的间距

d_0 同一晶面 {hkl} 上无应变时的间距

θ_0 与 d_0 关联的布拉格角

$\theta_{\phi\psi}$ 与 $d_{\phi\psi}$ 关联的布拉格角

方程 (2c) 是近似估计, 不应被使用。使用方程 (2b) 计算时, d_0 可以用合适的 $d-\sin^2 \psi$ 曲线插值计算 (详见附录 C)。使用方程 (2a) 时不需要知道 d_0 和 θ_0 的精确值。

对大多数材料来说, X 射线的穿透深度大约只有数十微米, 因此通常都假定 $\sigma_{13}=0$ 。在很大穿透深度或者多相材料的情况下 (参见第 12 条)

因此, 方程 (1) 能简化成:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = & S_1^{\{hkl\}}[\sigma_{11} + \sigma_{22}] + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}[\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi + \tau_{12} \sin 2\phi] \sin^2 \psi \\ & + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}[\tau_{13} \cos \phi + \tau_{23} \sin \phi] \sin 2\psi \end{aligned}$$

其中符号的定义同方程 (1a), (1b), (1c)。

一般方法中 (ω 和 x 方法, 参见 6.2 条) 旋转角度 Φ 等于样品表面法线的旋转。其他方法中角 Φ 、 ψ 和样品旋转之间存在一定的关系, 因此更加复杂 (参见附录 F)。

注意晶面 $\{hkl\}$ 的弹性常数可能与宏观体积下的值有显著的不同 (参见第 10 条)。

4.2 两轴应力分析

从多晶材料的 X 射线衍射实验中可以测出在不同的 Φ 和 ψ 角度下 $\varepsilon_{\phi\psi}$ 的值。如果压力状态是二轴的 ($\tau_{13} = \tau_{23} = \sigma_{33} = 0$) , 则方程 (3) 中 $\varepsilon_{\phi\psi}$ 和 $\sin^2 \psi$ 为线性关系:

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \sigma_{\phi} \sin^2 \psi + S_1^{\{hkl\}} \cdot \text{Tr}(\sigma) \quad (4a)$$

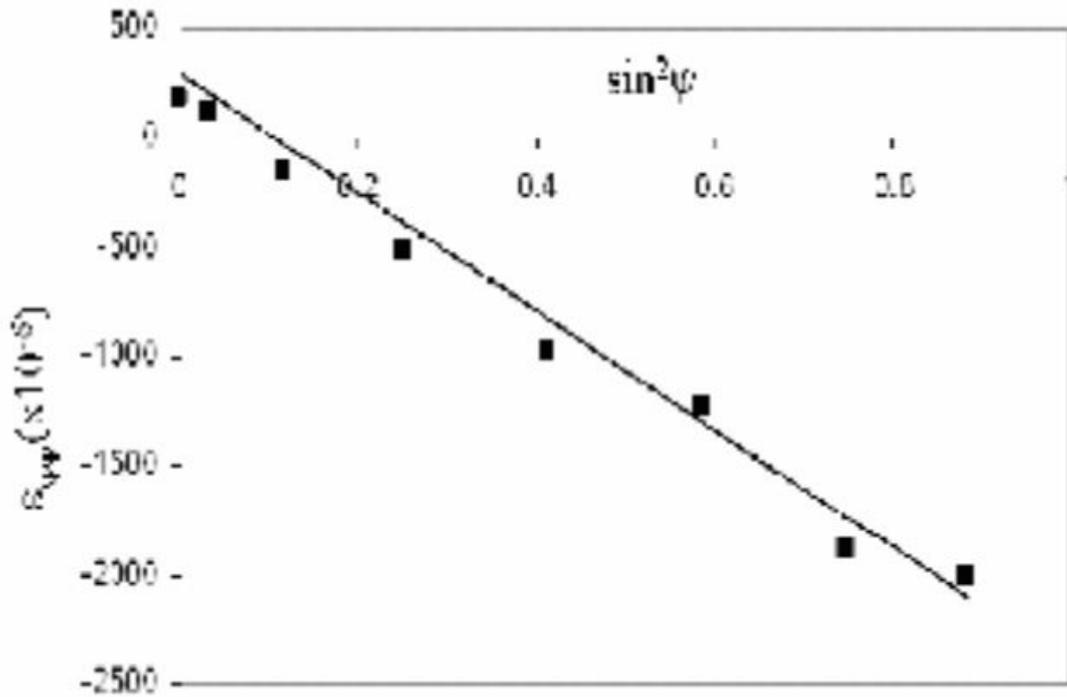
其中:

$$\text{Tr}(\sigma) = (\sigma_1 + \sigma_2).$$

方程 (4a) 中的符号含义与方程 (3) 相同。

二轴应力状态下实验数据应当是一条直线（参见图 2）。 ϕ 方向的应力 σ_ϕ 可以由直线的斜率算出：

$$\sigma_\phi = \frac{\left(\frac{\partial \varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}}{\partial \sin^2 \psi} \right)}{\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}} \quad (4b)$$



如图

$\varepsilon_{\phi\psi}$ 角度 ϕ 和 ψ 方向上测量的应变

ψ 样品表面法线方向与衍射晶面法线方向的夹角

图 2——平面应力状态下 ϕ 为定值时的 $\varepsilon_{\psi\phi} - \sin^2 \psi$ 图示例

图 2 中材料处于 $\sigma_\phi = -400 \text{ MPa}$, $\tau_\phi = 0$ 的应力状态下。其 X 射线弹性常数为：

$$\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} = 6.8 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1} \quad (4c)$$

σ_ϕ 的值与 ψ 角值的正负性相一致，成平方关系。直线通过等式 (4a) 采用最小二乘法拟合。

由于 d_0 的精度不够高，由 $T_p(\sigma)$ 得到的应力值不能用于后续计算。

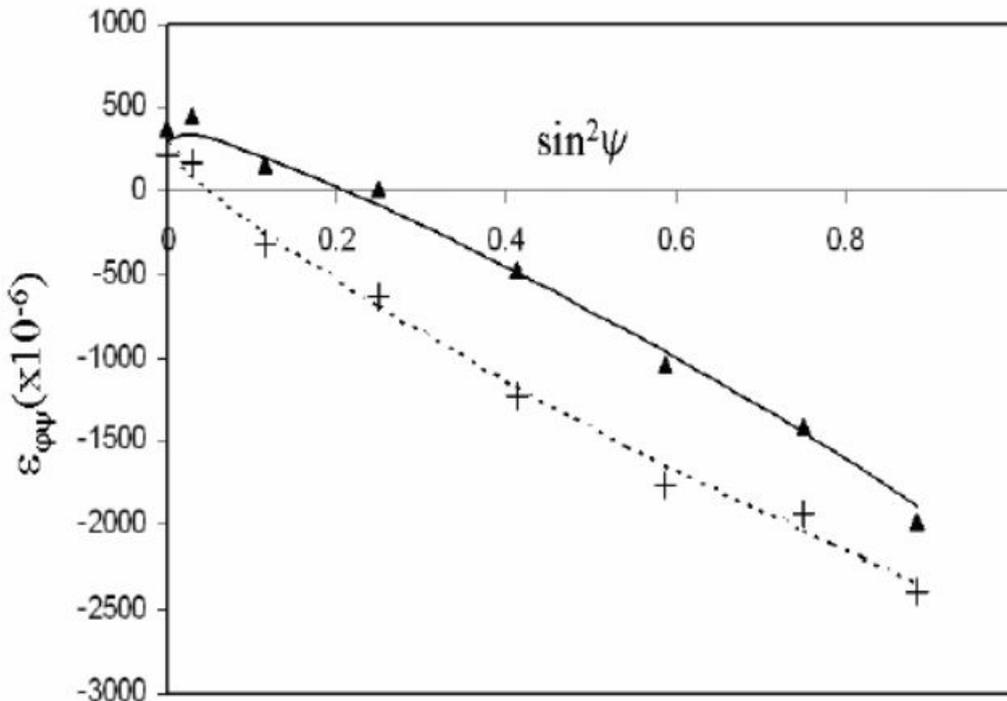
4.3 三轴应力分析

如果在垂直于样品表面的平面上有剪应力存在 ($\tau_{13} \neq 0$ 和/或 $\tau_{23} \neq 0$)，则 $\varepsilon_{\phi\psi}$ 与 $\sin^2 \psi$ 的函数关系是一个椭圆曲线，在 $\psi > 0$ 和 $\psi < 0$ 时图形显示为“ ψ 分叉”（见图 3）。如果 σ_{33} 不等于零，则 $\sin^2 \psi$ 斜率与 $\sigma_{\phi} - \sigma_{33}$ 成正比。在这种情况下，方程 (4a) 变为：

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} (\sigma_{\phi} - \sigma_{33}) \sin^2 \psi + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \tau_{\phi} \sin 2\psi + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \sigma_{33} + S_1^{\{hkl\}} \cdot \text{Tr}(\sigma)$$

其中

$$\text{Tr}(\sigma) = (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})$$



如图

$\varepsilon_{\phi\psi}$ 角度 ϕ 和 ψ 方向上测量的应变

ψ 样品表面法线方向与衍射晶面法线方向的夹角

+ ψ 角为正值

▲ ψ 角为负值

图 3 — 三轴应力状态下 ϕ 为定值时的 $\varepsilon_{\psi\phi} - \sin^2 \psi$ 图示例 (ψ 分叉)

图 3 中材料处于 $\sigma_\phi = -400\text{MPa}$, $\tau_\phi = -50\text{MPa}$ 的应力状态下。其 X 射线弹性常数为 $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}} = 6.8 \times 10^{-6} \text{MPa}^{-1}$, 直线通过等式 (5) 采用最小二乘法拟合。

给定 ϕ 角, σ_ϕ 和 τ_ϕ 的值能通过等式 (5) 由应变数据采用最小二乘法得到。通过测量至少三个不同方向 ϕ 和 ψ 角的度数, 就能够得出应力张量 (参见第 7.4 条)。

5 样品

5.1 材料特性

5.1.1 概述

为了测量和计算残余应力, 以下参数是必需的:

- 材料的晶体数据
- 材料的 X 射线弹性常数

当 X 射线弹性常数的值尚未经过实验确定 (参见第 10 条), 推荐使用考虑单晶弹性各向异性与晶粒之间耦合常数的模型计算出来的 X 射线弹性常数 (见第 8.3.1.2)。不正确的 X 射线弹性常数值 ($\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ 和 $S_1^{\{hkl\}}$) 可能导致重大的应力计算系统误差。

事先了解样品的历史和微观结构, 就能判断会不会出现第 1 条所列问题 (见第 12 条)。

5.1.2 形状、尺寸和重量

对于任何样品, 应选择合适的平面用于残余应力的测量。样品的形状和尺寸并不重要, 但应当能够被合适的安放在测试台上。

样品需要倾斜各种角度, 因此, 必须稳固地安放在测试台上。注意测角仪的最大许用重量和样品在测角仪上的安放方式。在不产生附加应力的情况下, 样品才可以被夹紧在测试台上。

样品必要的平整程度取决于照射的区域。样品受照射区域的曲率半径应足够大 (参见第 12 条) 以使照射时间尽可能的长。

5.1.3 样品成分/同质性

应尽量选择照射成分一致性高的区域。由于 X 射线的穿透深度以及照射面积取决于 ψ 倾斜角度，应考虑表面和深度成分的变化（参见第 6.3 条）。

多相材料中的残余应力，即总残余应力，由其所有特定相的应力共同决定：

$$\sigma^{overall} = \sum_{phases} x_i \sigma_i$$

其中

$\sigma^{overall}$ 样品的残余应力

x_i i 相的体积分数

σ_i 从 i 相 {hkl} 晶面上测得的应力

因此，必须知道所有相衍射峰的来源。

5.1.4 晶粒尺寸和衍射区域

照射区域内晶粒的大小也影响残余应力值。多数晶体材料的晶粒尺寸范围在 10-100 微米。由于晶粒往往由多个衍射区域组成，X 射线应力测量通常可以接受如上尺寸大小的晶粒。对于较大的晶粒尺寸，很可能只有少数衍射域能对衍射峰产生影响。这可能导致峰形和强度在 ϕ 、 ψ 方向上的变化较大。此外，在微晶粒/晶粒之间存在的力也可能影响结果。在某些情况下，可以通过减少样品摆动（详见第 7 条）减小这种影响，因为它增加了参与衍射的晶粒的数量。

5.1.5 样品的 X 射线穿透深度

在一些材料中，X 射线的穿透深度很深，由于照射区域相对于材料表面偏移，可能会导致应力测量的误差（参见附录 E）。另外，应力梯度和较大应力 σ_{33} 的作用会更显著。

5.1.6 涂层和薄膜

当涂层材料和基体材料的衍射峰可以区分开来时，就可以确定涂层的残余应力。在测量薄膜时可能会遇到以下问题：

- 衍射强度低和/或晶粒数量不足
- 由多层材料导致的额外衍射现象
- 与基体材料的衍射峰重叠
- 急剧变化的应力梯度
- 强织构

(参见第 12 条)

最后，涂层的弹性常数值可能会跟“大块材料”的弹性常数值有很大不同。

5.2 样品准备

5.2.1 表面处理

应尽量避免表面处理。但是，如果表面被氧化、油漆或清漆，可以通过电解抛光或使用化学物质清理，以尽可能保持应力场。应小心使用可能削弱晶界或可能优先腐蚀某个相的化学品，因为它可以导致局部应力松弛。

5.2.2 深度应力断面图

5.2.2.1 概述

应力与深度之间的函数关系可以通过连续不断地交替进行电解抛光和应力测量来获得。在某些情况下通过 X 射线穿透深度的变化，如使用不同波长的 X 射线或使样品倾斜不同的角度，也可以得到深度方向应力分布数据。

5.2.2.2 去除表面层

任何使用机械或电火花加工 (EDM) 的方法除去表面层会导入残余应力，改变表面应力场。因此，这类方法应加以避免。建议采用化学腐蚀或电解抛光去除表层，不会在表面引入新的应力。化学腐蚀和电解抛光这两种方法在如下情况下可能会导致残余应力松弛：表面层应力被去除、表面粗糙度的变化或晶界被腐蚀。必要时，去除厚的表层前可以先进行机械或磨削加工，然后再采用电解抛光除去机械或磨削加工表层。如果去除材料的体积相对于样品体积比较大，在计算原有的应力场时需要考虑应力重新分布的情况。简单的情况在参考文献[2]中提及。

5.2.2.3 剥层的厚度评估

剥层的厚度应该是可以确定的。研究表明由于非平面和粗糙表面，在剥层后可能改变表面形状及粗糙度。

5.2.3 大型样品或复杂形状样品

一般避免切割样品。如果必须切割样品，则应当尽量不要改变现存的残余应力。如果可能的话，测量区域应离样品的边缘足够远，以避免残余应力在垂直边界上的任何松弛效应。建议测量区域离样品的边缘的距离应至少等于样品的厚度。

此外，应当阻止所有可能发生的应力松弛。例如，当轴向切片时，可能会发生松弛，则在切片过程中及完成后，采用应变测量等方法监控其发生的任何改变。

6 仪器

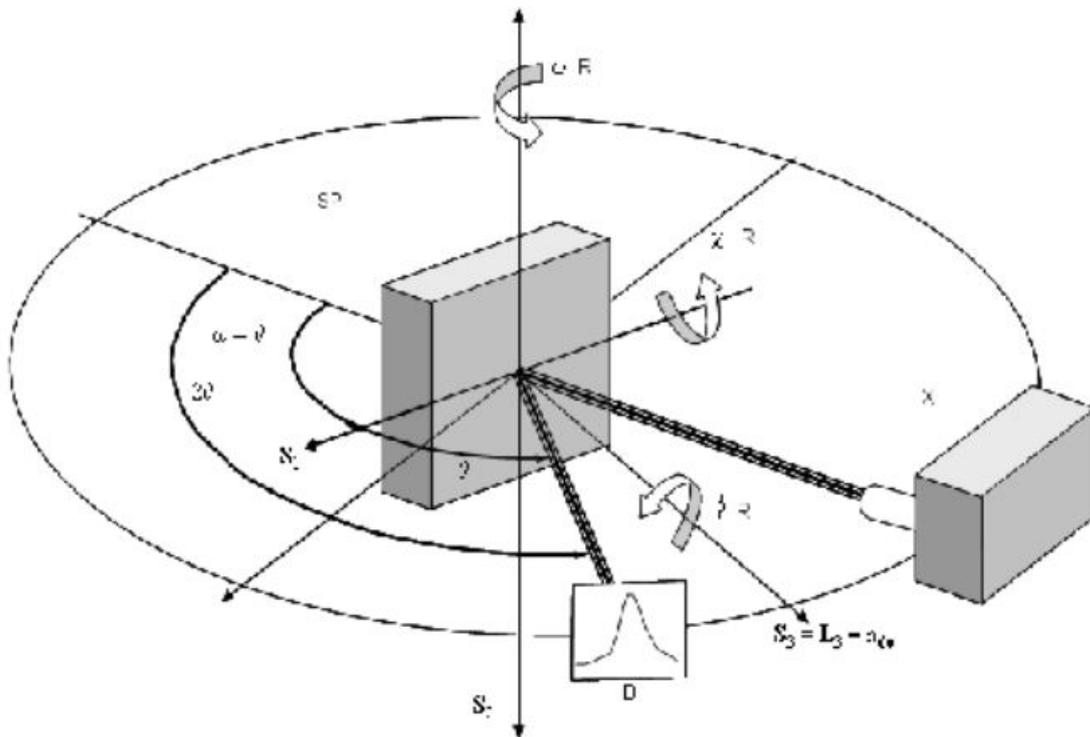
6.1 概述

EN13925-3 中有用于残余应力分析的仪器的总体说明，在这一章中我们只讨论仪器关于残余应力分析的一些特殊方面。

6.2 仪器选择

6.2.1 概述

在一般情况下需要两个方向旋转（参见图 1）； ψ 旋转是绝对必要的，而 ϕ 旋转可在一些实验中使用。实验室用测角仪通常用来测量高的 2θ 角进行残余应力分析，见图 4。



如图

S_1, S_2, S_3	样品坐标系
θ	布拉格角，即衍射晶面与入射光之间的夹角
2θ	衍射角，即入射光和衍射 X 射线之间的夹角
ωR	ω 轴旋转的角度
ϕR	ϕ 轴旋转的角度
χR	χ 轴旋转的角度

SP	样品
D	检测仪
X	X 射线管

图 4— $\psi=0$ 时 χ 方法和 ω 方法的角度计 ($\omega=0$, $\chi=0$)

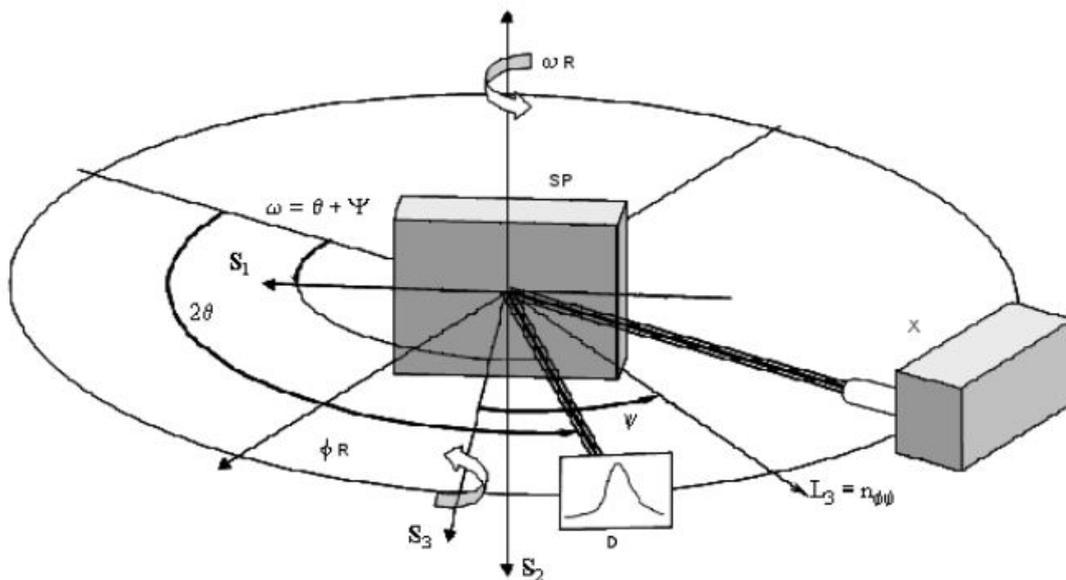
倾斜 ψ 可以通过不同的衍射几何实现。其中有两种方法称为 ω 和 χ 方法，如图 5 和 6 所示。

实验室测角仪能实现更高的测量精度，一般 2θ 角度范围更大，他们往往应用于 X 射线衍射其他场合（织构、剖面分析、相分析（参见 EN 13925-1））。然而一般用来分析形状不复杂的样品。

6.2.2 ω 方法

在此方法（也称为同倾法）的样品沿 ω 轴旋转（摆动）。 ω 和 2θ 在同一平面上。要获得 ω 值， ψ 值通过代数添加到 θ 。 ψ 的绝对值加到 θ 上，正 ψ 为加或负 ψ 为减。在大多数常规的粉末衍射仪上分离 ω 驱动器（其中 ω 和 2θ 轴可以独立移动），可以使用这种方法进行测量。衍射几何示意如图 5。

注意 σ_ϕ 的方向在衍射平面上（参见附录 E）。



如图

S_1, S_2, S_3 样品坐标系

θ 布拉格角，即衍射晶面与入射光之间的夹角

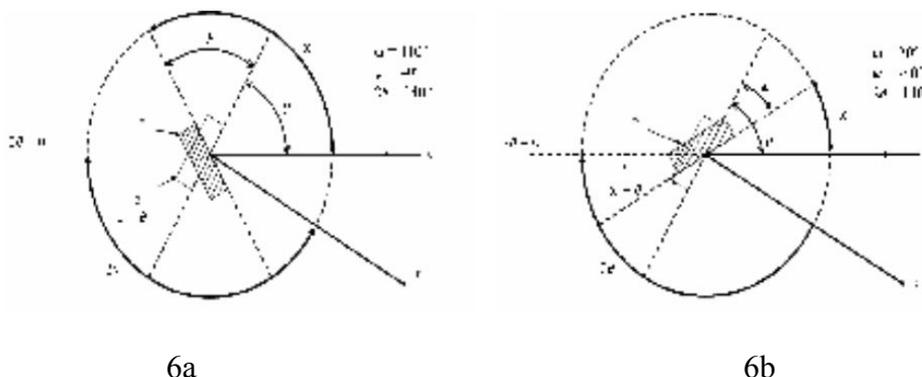
2θ	衍射角，即入射光和衍射 X 射线之间的夹角
ωR	ω轴旋转的角度
φR	φ轴旋转的角度
X	X 射线管
SP	样品
D	检测仪

图 5 — ω方法：φ=0 及 ψ = ω - θ = 45° 时通过旋转 ω轴得到 ψ角 (χ 始终保持为零)

正负补偿

图 6a 显示的样品采用的是带有 ψ角正向补偿的 ω方法，其中 ψ角被加上了 θ

图 6b 显示的样品采用的是带有 ψ角负向补偿的 ω方法，其中 ψ角被减去了 θ



如图

2θ	衍射角，即入射光和衍射 X 射线之间的夹角
θ	布拉格角，即衍射晶面与入射光之间的夹角
ω	χ=0 时入射 X 射线和样品表面之间的夹角
φ	样品一个固定方向的平面与衍射晶面法线平面投影的夹角
ψ	样品法线和衍射晶面法线的夹角
A	衍射晶面
B	样品平台
C	入射 X 射线
D	衍射 X 射线

图 6a——ψ角正向补偿 (ω = θ + ψ, ψ > 0) 图 6b——ψ角负向补偿

(ω = θ + ψ, ψ < 0)

使用 ψ 角负向补偿的 ω 方法时，减小入射角会增加其“散焦”效应，其衍射条纹的宽度增大，从而亮度降低，比相同衍射角（ 2θ ）和 ψ 角的正向补偿要暗。然而，测量剪切应力时正负 ψ 角补偿都会被用到。在这样的测量中，可以将样品绕 ϕ 轴旋转 180° ，然后正向倾斜 ψ 角进行测量，从而避免了将 ψ 角正负倾斜测量。这样的方法避免了散焦和/或因灵敏度过高带来的 ψ 角负向倾斜时的校准误差。从应力分析的角度来看，这样的测量在数值上等于没有旋转 ϕ 轴时的 ψ 角负向测量（被称为伪负向倾斜）。

由于聚光的原因， ψ 角负向测量法比 ψ 角正向测量法更易受到角度误差的影响。

6.2.3 χ 方法

注意 σ_ϕ 方向垂直于衍射平面（参见附录 E）。

机械原理上 χ 方法较为复杂，对于某些衍射仪来说，它需要额外的设备（如 Eulerian 摇架）。负 ψ 角也可以通过旋转 ϕ 轴 180° ，再加正 ψ 来实现。

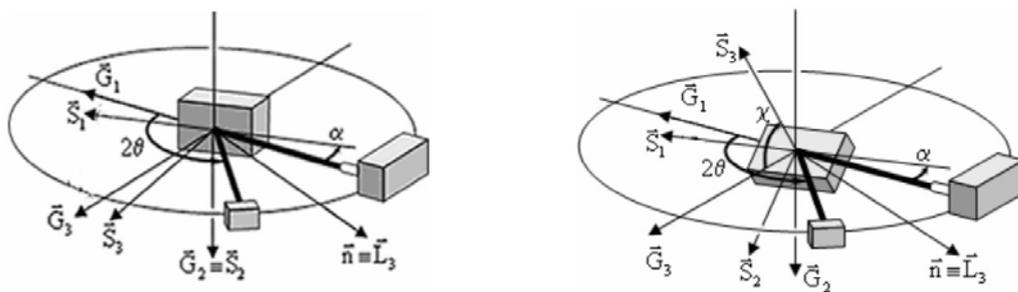
使用 χ 方法的优点在于正负 ψ 角补偿时的散焦效应是相同的。一般对于定心样品 χ 方法导致的误差要比 ω 方法更小。

这个方法有时候也混淆地被视为 ψ 方法。

6.2.4 修改的 χ 法

修改的 χ 方法主要用在带两个位敏探测器的便携式衍射仪上。样品沿一个垂直于 ω 和 2θ 的平面上的 χ 轴旋转。在 $\chi=0$ 时，入射光垂直于试样表面，对应的 $\omega=90^\circ$ 。两个探测器对称放置在入射光束的两侧。

在一个探测器系统使用 χ 几何体中 $\chi=0$ 的位置的情况下，衍射晶面的法向与样品的法向是平行的；而如果是用两个探测器系统，入射光与衍射晶面的法向平行。 Ψ 角的大小是通过 χ 的旋转得到的，而 ω 仍然保持 90° ， θ 角则不然。即在 $\chi=0$ 时，入射光垂直于试样表面。因此， $\cos \psi = \cos \chi \sin \theta$ 。从起始位置（左）到 $\chi=50^\circ$ （右），测得的 φ 值不变， $\varphi=90^\circ$ （从两个探测器接收到的光线应平均，并进行适当的修正）。



如图

S_1, S_2, S_3	试样坐标系统
L_3	衍射 $\{hkl\}$ 晶面的法向
2θ	衍射角；入射光与衍射的 χ 射线束之间的角度
ψ	试样的法向与衍射晶面的法向之间的角度
χ	χ 角沿一个垂直于 ω 和 2θ 的平面旋转； χ 旋转轴定向垂直于 ω 轴和 φ 轴

图 7 — 修改的 χ 法

6.2.5 其他衍射几何

图 5 和 6 中给出的衍射几何是较为常见的几何形状。其他衍射几何也是可能出现的，但不在本文件中详细叙述。一些其他衍射几何的一般描述方法见附件 F。

6.3 辐射的选择

选择正确的 X 射线管阳极和 X 射线束波长，是残余应力测定的关键。

如果入射光中的 $K\alpha_1$ 辐射导致样品产生荧光，其波长是不合适的，因为荧光产生非常高的背景，进而有很差的峰背比。显著改善这问题的办法是诸如使用衍射光束单色器，在探测器之前消除荧光辐射；或使用电子式能量识别探测器。

此外，当入射 X 射线束被荧光效应吸收时，进入试样穿透深度很小，不足以获得具有代表性的试样应力值。

通常在这种情况下，可以选择较长的波长，因为它没有足够的能量引起荧光。

平均信息深度定义如下：

$$z = \frac{\sin^2 \theta - \sin^2(\omega - \theta)}{2\mu \sin \theta \cos(\omega - \theta)} \quad \omega \text{ 法} \quad (7a)$$

$$z = \frac{\sin \theta \cos \chi}{2\mu} \quad \chi \text{ 法} \quad (7b)$$

$$z = \frac{\cos \chi (1 - \cot^2 \theta)}{2\mu} \quad \text{修改的 } \chi \text{ 法} \quad (7c)$$

在公式 (7a)、(7b)、(7c) 中

z X 射线的穿透深度

θ 布拉格角

ω 入射的 X 射线与 $\chi=0$ 时试样表面的角度

χ 在垂直平面中 χ 旋转角度，包括 ω 和 2θ

μ 线性衰减系数

对于其他衍射几何，应使用足够的公式（见附件 F）。

常用材料的衍射条件（如要使用的辐射、滤波片、 $\{hkl\}$ 晶面布拉格角等）实例见表 1。

表 1 常用材料的衍射条件

合金	晶体结构	靶材	K_{β} 滤波片	{hkl}	$2\theta(^{\circ})^a$	晶面数量	$\Psi=0^{ab}$ 时 X 射线平均 深度(μm)
镍合金	立方体	Mn	Cr	{311}	152~162	24	4.9
铁素体钢	立方体	Cr	V	{211}	156	24	5.8
铸铁(矩阵)							
奥氏体钢	立方体	Mn	Cr	{311}	152	24	7.2
铝合金	立方体	Cr	V	{311}	140	24	11.5
铝合金	立方体	Cu	Ni	{422}	137	24	35.5
钴合金	立方体	Mn	Cr	{311}	153~159	24	5.6
铜合金	立方体	Mn	Cr	{311}	149	24	4.2
钛合金	六方体	Cu	Ni	{213}	142	24	5.0
钼合金	立方体	Fe	Mn	{310}	153	24	1.6
锆合金	六方体	Fe	Mn	{213}	147	24	2.8
钨合金	立方体	Co	Fe	{222}	156	8	1.0
α 氧化铝	密排六方	Cu	Ni	{146}	136	12	37.4
				{4.0.10}	145	6	38.5
Fe		Mn	{2.1.10}	152	12	20.0	
γ 氧化铝	立方体	Cu	Ni	{844}	146	24	38.5
		V	Ti	{440}	128	12	8.8

a. 指示值

b. 平均信息深度是指 67%衍射强度被吸收的深度，在沿深度方向的应力梯度是线性的情况下，在该深度测量应力。

选择给出反射的 X 辐射的布拉格角应大于 $130^{\circ}2\theta$ 角。不过，某些不理想情况下也可以使用反射低至 120° 的 2θ 角。不建议使用低于 120° 的 2θ 角反射，因为此时应力测量灵敏度低和在聚焦光学系统情况下也对定位偏差很敏感。

衍射峰不应该太靠近仪器的高 2θ 极限：如果可能的话，应该记录下到背景是整个衍射峰的两边。

根据不同的衍射仪设置和数据处理方法，可能会出现较大的误差，如果这些条件不满足的话[4]。

通过使用不同的波长计算残余应力可能产生不同的数值，这是因为进入试样的 X 射线束穿透深度不同。在应力梯度较大的情况下（见第 12 条），这个问题更为明显。

6.4 探测器的选择

探测器在类型、大小和形状上存在不同（见 EN13925-3:2005 4.3）

选择点、线阵或者面探测器对减少测量时间是非常重要的，这也可能会影响设定的衍射几何的某些方面。

线阵或面探测器的空间分辨率一般不会影响应力分析。

一个好的能量分辨率有利于减少背景噪音，从而取得好的衍射峰位置重复性。

应避免探测器辐射饱和，因为它扭曲了的衍射峰形。

6.5 设备的性能

6.5.1 设备的校准

首先，校准应按照 EN13925-3 的要求完成。（第 7.1 条）

其他要求：

- 试样表面应与试样的旋转轴相配合，旋转轴的确定取决于是使用 ω 法还是 χ 法。在使用 ω 法时试样表面应与测角仪的 ω 轴相配合。在使用 χ 法时试样表面应与旋转台的 χ 轴相配合。
- 如果需要测量多个应力分量，则 φ 轴应与辐射区域的中心重合。

入射 X 射线束应相交于旋转轴 φ 和 ψ ，光束的位移可以反映样品在旋转和/或平移过程中的位置误差。对于 χ 法来说，减少轴向位移是非常重要的；而对于 ω 法来说，减少周向位移至关重要。

光束的校准可以检测，例如，使用一个荧光屏，较小的光圈（玻璃缝）或小的参考样本。且应在测量之前验证是否校准。如果样品的高度和光束位置没有实现校准，衍射峰的位置在使用参考样本（见 6.6 条和 E3.1）或者试样本身表面上沉积的优质的结晶粉末得到的数据之后，才可以得到纠正。此过程中， ψ 起点的变化不能得到纠正。

样品的重量会受到系统校准的影响，因此，应该使用同样负载条件下的样品台来检测校准情况。

6.5.2 测角仪的性能

除在这个文件中提出的要求之外，测角仪的性能应当遵循 EN13925-3 的要求（第 5 条）。

6.6 设备的资格和验证

6.6.1 概述

设备的资格和验证是根据 EN13925-3（第 8 条）。

- 在进行机械改变后或者电子工业发生了任何变化情况下，证明新设备或现存设备合格是必要的。设备的资格认证是在无应力以及 ILQ 应力参考样本下进行的（见第 11.3 条）。
- 定期检验设备的性能是必要的。检验过程是在无应力以及 ILQ 或 LQ 应力参考样本下进行的（见第 11.3 条）。

按照 ISO5725-2，一个 ILQ 应力参考样本的获得需要通过至少五个实验室的循环测试。如果经验证样本可供使用，即可被用作 ILQ 应力参考样本[5]。

6.6.2 设备的资格

6.6.2.1 概述

资格的认证需要同时采用无应力的标样和 ILQ 应力参考样本。

6.6.2.2 无应力标样的验证

无应力标样的测量（见 11.2）允许对光束和样本的位移而导致的错误进行评价。

粉体材料被认为无压力：即由所有 ψ 角和 φ 角组成的 2θ 是不变的。如果得到的应力值明显异于零，则系统应进行检测、调整，以重新通过认证。

检测无应力标样时满足下列条件的设备即通过认证：

$$|\sigma| \leq \frac{1}{10000} \cdot \frac{1}{1/2S_2^{\{hkl\}}} \quad \text{以及} \quad |u(\sigma)| \leq \frac{1}{10000} \cdot \frac{1}{1/2S_2^{\{hkl\}}} \quad (8a)$$

$$|\tau| \leq \frac{1}{20000} \cdot \frac{1}{1/2S_2^{\{hkl\}}} \quad \text{以及} \quad |u(\tau)| \leq \frac{1}{20000} \cdot \frac{1}{1/2S_2^{\{hkl\}}} \quad (8b)$$

这里

$\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}$ 晶面 $\{hkl\}$ 的弹性常数

$u(\sigma)$ 及 $u(\tau)$ 8.3.2 中提到的不确定性的计算

$\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}$ 值的应用应该是用在材料分析中，而不是用在无应力粉末状样本中。

6.6.2.3 利用 ILQ 应力参考样本设备的资格认证

如果有条件的话，资格认证应在 ILQ 应力参考样本上进行（见第 11.3 条）。如果得到的值与参考值有明显差别，则设备应进行检测、调整，以重新通过认证。

在 ILQ 应力参考样本上进行的资格认证，应执行以下步骤：

— 选择进行资格认证（或验证）时，在样本上进行重复测量的次数 n ($n > 4$)。且应该对 n 数进行报告。

— 计算正应力和切应力的临界差异值 CD ：

$$CD_{\sigma} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R_{\sigma}^2 - r_{\sigma}^2 \left(\frac{n-1}{n} \right)} \quad \text{以及} \quad CD_{\tau} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R_{\tau}^2 - r_{\tau}^2 \left(\frac{n-1}{n} \right)} \quad (9)$$

— 计算出 ILQ 样本上 n 次测量得到的 σ_i 值和 τ_i 值 ($i=1 \sim n$)，并求出其平均值：

$$\bar{\sigma} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \sigma_i \quad \text{以及} \quad \bar{\tau} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \tau_i \quad (10)$$

— 如果正应力和切应力满足以下两个条件，测角仪才算合格或得到验证：

$$\left| \sigma_{\text{ref}} - \bar{\sigma} \right| \leq CD_{\sigma} \quad \text{以及} \quad \left| \tau_{\text{ref}} - \bar{\tau} \right| \leq CD_{\tau} \quad (11)$$

公式 (9)，(10)，(11) 中

CD_{σ}	正应力的临界差异
CD_{τ}	切应力的临界差异
R_{σ}, R_{τ}	可再现性数值
r_{σ}, r_{τ}	可重复性值（见第 11.3.2 条）
$\bar{\sigma}$	n 次测量所得的平均正应力
σ_i	第 i 次测量所得的正应力
$\bar{\tau}$	n 次测量所得的平均切应力
τ_i	第 i 次测量所得的切应力
σ_{ref}	LQ 样本的正应力值
τ_{ref}	LQ 样本的剪应力值

6.6.3 合格设备的性能验证

6.6.3.1 概述

验证过程应在一个无应力的样本和一个应力参考样本（ILQ 或 LQ）上进行。

6.6.3.2 无应力样品上仪器的性能验证

验证过程在无应力样品上进行。

在 6.6.2.2 基础上继续进行

注：资格和验证过程中 n 可以选择不同的值。

6.6.3.3 应力参考样本上的仪器的性能验证

如果使用了一个 LQ 应力参考样本，应验证以下条件：

— 确定应力应满足：

$$|\sigma_{\text{ref}} - \sigma_{\text{determined}}| \leq \frac{r_{\sigma}}{\sqrt{2}} \quad (12)$$

— 确定剪应力应满足：

$$|\tau_{\text{ref}} - \tau_{\text{determined}}| \leq \frac{r_{\tau}}{\sqrt{2}} \quad (13)$$

— 衍射峰确定宽度应满足：

$$|L_{\text{ref}} - L_{\text{determined}}| \leq \frac{r_L}{\sqrt{2}} \quad (14)$$

公式 (12)，(13)，(14) 中

σ_{ref} LQ 样本的正常应力值；

$\sigma_{\text{determined}}$ 应力参考样本的确定正应力值；

τ_{ref} LQ 样本的切应力真实值；

$\tau_{\text{determined}}$ 应力参考样本的确定切应力值；

L_{ref} LQ 样本的衍射峰的平均宽度；

$L_{\text{determined}}$ 应力参考样本衍射峰的确定平均宽度；

r_{σ} , r_{τ} , r_L 实验室获得的内部样本的重复性（见第 11.3.1.3）。

如果使用了一个 ILQ 应力参考样本，在 6.6.2.3 基础上继续进行。

7 实验方法

7.1 概述

执行 X 射线残余应力测量时，应遵循以下步骤：

- 验证衍射仪的校准情况（见第 6.6 条），并在适当情况下，验证探测器的校准；
- 试样的定位（见第 7.2 条）；
- 衍射条件的选择（见第 7.3 条）；
- 测量条件的选择和数据收集（见第 7.4 条）；
- 衍射峰目视检查（见第 8.4.2 条）；

- 数据处理（见第 8 条）；
- 报告（见第 9 条）。

7.2 试样定位

残余应力测量方向通过样品坐标和衍射的 X 射线束入射方向来定义。

要测量的样本应置于测角仪的旋转中心（见第 6.5.1）；样品摆放应被测应力在感兴趣的方向上（见图 1）。

在可能的情况下，尽可能选择辐照表面区域曲率小，平面表面的应力梯度可以忽略不计的样本（见第 12 条）。辐照区域的位置应准确地定义。该区域可以通过用蜡掩盖部分样本来保持不变。然而，在 ψ 角度较高的情况下，掩盖膜的厚度可能诱发“阴影区”的产生，因此，应该限制 ψ 角度范围。

根据测角仪的设置，检测区域的中心与测角仪的旋转中心（见第 6.5.1）间的距离应在 10-100 μm 的范围内。 ψ 角拐点的不正确的定位，会导致切应力测量值不准确。试样表面上的 φ 或 ψ 角的大小应该是不变的。如第 6.6 条所述的验证操作，定位程序可以在参考样本的帮助下进行检测。

7.3 衍射条件

考虑的相以及使用的衍射峰的参数应该是已知的。

应选择适当的晶面衍射、波长和仪器条件来获得：

- 高衍射角
- 没有重叠的衍射峰
- 良好的背景定义
- 足够的平均深度信息

表 1 给出了常用的条件（第 6.3）。

微观结构的影响（晶粒尺寸、织构、多相材料等）或应力梯度，可以使衍射峰的分析变得困难甚至不可能。在这种情况下，在不同阶段或不同的晶体晶面情况下进行测量得到的应力值可能会有所不同（见第 12 条）。

往往在有织构的样本上对具有高多重反射进行测量是有利的。如果试样的晶粒尺寸较大，它也可能有助于选择一个高多重反射和/或一个有更深穿透深度的波长。

这些问题的先备知识，有利于最佳运行工况的选择以更好地促进数据处理。

与以前的数据/测量进行精确的比较，对检查以前使用的晶面和波长是有用的，如果可能的话，选择相同的晶面和波长。

详细信息，参阅第 12 条。

7.4 数据采集

数据收集的主要参数是：

a) 计数时间和步长：

要求获得足够精确衍射图案（见第 8.4.2）的计数时间会随着所选的电子管、光学系统、探测器（见 EN13925-3:2005 的第 4.3）和样品特征而变化。

应收集足够的数据点来描述衍射峰上半部分。步长应在 FWHM/20 和 FWHM/10 之间。

测量范围和背景的选择应按照 EN13925-2:2003，6.3。如果另一个衍射峰接近测得的峰值时应注意。衍射范围应受到限制使之不受减去背景的干扰。有时不减去背景，可以比一个减去较差估算的背景获得更好的结果。

b) φ 和 ψ 角的选择：

如果在垂直于试样表面的平面上被检测的 φ 方向上没有剪应力 τ_{φ} ，至少要测量四到五个 $\sin^2\psi$ 值，且 $\sin^2\psi$ 值应尽可能大（一般为 0.5 或以上），同时建议每个 $\sin^2\psi$ 值的间距一样大。由于散焦问题或光束溢出，最大 ψ 值是有实际限制的。

例如在聚焦几何体中 ψ 通常比理论极限小 15° （在 χ 法中 $|\psi|=90^\circ$ ，在 ω 法中 $|\psi|=0$ ）。

如果在垂直于试样表面的平面上被检测的 φ 方向上可能有剪应力存在，至少要在正负 ψ 方向上测量 7 个 $\sin^2\psi$ 值，以对 ψ 进行拆分分析。建议做 9 个以上测量。

对于 ω 法，当 ψ 拆分分析需要使用负 ψ 角时，建议使用假性负角度（即 ψ 角沿 φ 旋转 180° ）。因为对试样的位移和赤道束错位很敏感（即使这些是小错误）。

如果主要方向是不知道的，满应力/张量的测定至少需要三个独立 φ 方向。选择这些方向的一般方法是选择 0° ， 45° 和 90° 。但最好是使用一个更大 φ 的范围和/或更多的独立 φ 角度。为了获得应力值的不确定性至少需要有四个 φ 值。不同的 φ 角的选择方法应该根据：

$$\Delta\varphi = 180^\circ/n$$

式中

$\Delta\varphi$ 是 φ 角之间的差异

n 是独立的 φ 角的个数

对于每个 φ ，在 $\Delta\sin 2\psi$ 值域中至少有 7 个 ψ 的方向，其中包括正值和负值。

与某一特定方向 Φ 测定的应力作对比，满应力张量的测定需要无应力晶格间距值 d_0 ，以及计算样品表面的应力值时所需的精度 ($\Delta\varepsilon$ 约为 $1/10^5$)。

c) 摇摆:

此方法适用于大晶粒材料（比如铸件、锻件、焊接件等等），旨在提高产生衍射信号的区域的数量。大体的建议如下：

1) 围绕任意轴 (x, ω, ψ, Φ) 摆动样品来提高受衍射晶粒的数量。摆动可能高达 $\pm 10^\circ$ 甚至更多。但是，并不推荐使用 10° 以上的摆动。使用摆动样品的方法时，每一步的采集时间应该大于一个完整振荡整数。
使用线阵探测器的扫描模式时，整合发生在相当于 ω 摆动的 ω 角度范围内。
使用面探测器 γ 整合产生衍射波形时，实际上整合的是各种导致虚拟摆动的衍射矢量（见附录 D）范围内收集的数据。

2) 在测量期间，为了覆盖更大的表面区域，向 S1 和/或 S2 移动样品。测量中 S1 和 S2 方向的移动都能显著改善衍射峰轮廓。

注：绘制应力图时，此转换不可用。

d) X 射线管功率

X 射线管大体上应该在接近其最大功率运行，以便在可能的最小时间内输出衍射峰。

8 数据处理

8.1 概述

本节阐述数据处理。

衍射峰的分析 and 应力的计算可以使用特殊衍射仪使用的所有软件以及其他软件所使用软件必须有此条中数据处理所需的工具以及第 9 条所述报告所需工具。

测量数据的完整处理分为三步：

- 1) 处理衍射数据，得出波峰位置。
- 2) 通过波峰位置计算应力。
- 3) 结果评估。

8.2 衍射数据处理

8.2.1 概述

大致的衍射数据处理和分析记录在 EN13925-1:2003, 第 6 条以及 EN13925-2:2003, 第 6 条, 附录 D 和附录 E。

8.2.2 强度校正

采用适当的强度校正方式可以获得精确的衍射峰定位。常用的校正方法如下:

- 发散狭缝校正;
- 吸收因子 A;
- 洛伦兹偏振因子 LP;
- α^2 剥离。

详细的衍射数据处理见附录 E

8.2.3 衍射峰位置的确定

现存在几种确定衍射峰位置的方法。所选择的方法都有其对应的参数。最常用的有:

- a) 重心法:
 - 1) 古典重心
 - 2) 滑动重心
 - 3) 阈值重心
 - 4) 中心重心
- b) 多项式拟合:
 - 1) 3 点抛物线
 - 2) 多点抛物线
 - 3) 高阶多项式
- c) 曲线函数拟合:
 - 1) 高斯
 - 2) 洛伦兹也称为柯西
 - 3) 修改的洛伦兹 (皮尔逊七 $M=2$)
 - 4) 中级洛伦兹 (皮尔逊七 $M=1.5$)
 - 5) 皮尔逊七
 - 6) 伪福格特
 - 7) 福格特
 - 8) 皮尔逊四
- d) 在%高度的中间宽度法:
 - 1) 半高宽 (50% 高)
 - 2) 2/3 高 (67% 高)
- e) 交互相关法。

其他方法也是可能的。所选择的方法应保证良好的重复性。请参考附件 E 的详细信息。

8.2.4 衍射峰位置校正

在低吸收率材料情况下，其透明度产生衍射峰位置的变动（见 5.1.5 节）。数据应该被修正（见附录 E.3.2）

应该先估算可能存在的不可避免的误差（EN13925-3: 2005，附录 C.2）。

8.3 应力计算

8.3.1 应变和应力计算

8.3.1.1 应变计算

公式在 4.1 已给出。

8.3.1.2 应力计算

1) X 射线弹性常数的选择:

分析中材料的 X 射线弹性常数 ($s_1^{\{hkl\}}$ 和 $\frac{1}{2}s_2^{\{hkl\}}$) 通过实验得到（见第 10 条）。

也可以通过力学模型得到，例如 Kröner, Mori-Tanaka, Hill models, 或者参考文献。不推荐使用 Voigt 和 Reuss 模型。

如果 X 射线弹性常数已知，那就不推荐使用宏观弹性常数。

注 1: 应力计算中使用不恰当的 X 射线弹性常数会引起严重的应力计算系统错误，这是因为残余应力是与 X 射线弹性常数成比例的。

注 2: X 射线弹性常数应该通过实验决定，原因是他们可能和大块材料有 40% 的不同。

注 3: 计算应力时不正确的 X 射线弹性常数的使用在对比性的测量中是可以接受的。

应该报告使用的 X 射线弹性常数及其来源。

2) 应力计算:

a) 单一方向分析

没有剪切应力时，数据使用直线（方程 (4a)）。否则使用椭圆曲线（方程 (3)）。

b) 张量分析

应该选择合适的样本程序与方程 (5) 配对。

8.3.2 误差和不确定性

8.3.2.1 概述

错误和不确定性的来源可能是：

- 材料：微观结构、化学成分的一致性、应力的一致性等等；
- 实验参数：衍射参数（见 EN13925-2）， Φ 、 2θ 、 χ 、 ω 等角度特殊的选择；
- 力学模型的选定：二轴；三轴，各向异性等等的模型。

报告中应含评估不确定性所用的方法的资料。

8.3.2.2 误差

应该尽可能地减少**误差**。

除了 12 条中提到的事项，还应注意以下方面：

- 光线的失调，
- 探测器校准（在一维或者二维灵敏探测器情况下），
- 光束偏离，
- 样品转移，
- 衍射数据处理时所用程序，
- 应力计算中力学模型和方法的选择。

在使用高 2θ 角度时这些错误会小得多。

8.3.2.3 不确定性

不确定性是由几个方面组成的。最常考虑的因素是：

- 计数统计：衍射峰位置的可重复性主要受峰的高度、峰背比、信噪比影响。
- 应变值分散：可以通过最小样本方差从应变值的标准差中得出。

大体上，标准差应该会给出。也可以使用置信区间。

8.4 结果的关键评估

8.4.1 概述

检验所有在 8.4.2 和 8.4.3 中所列的规范。如果有不满足规范的，应该：

- 1) 验证不在限制条件内（见 12 条）；
- 2) 重新处理数据（见 8 条）；
- 3) 重新进行测量。

8.4.2 视觉检查

8.4.2.1 单一衍射峰

检查邻近衍射峰重叠情况，衍射峰的断裂、形状的不规则以及背底。

8.4.2.2 整套衍射测量

根据以下步骤检查数据：

— 绘制以下对应 $\sin^2 \psi$ 量中的一个： $\Delta 2\theta_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$, $2\theta_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$, $d_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$, $\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ ；

检查非线性和非椭圆的状态（见图 2 和 3）。

— 经过附录 E.1 更正的总强度 $I_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ 应该对应 $\sin^2 \psi$ 绘制。这些强度可能与一个随机无纹理样本记录的所有 ψ 角度相同。强度的巨大变化象征着高织构材料或者粗糙的衍射面（见 12 条和 8.4.3.2）。

— 对应着 $\sin^2 \psi$ 绘制峰的宽度。观察到逐渐变化往往是因为聚焦的影响。建议检查突然的变化。

8.4.3 定量检查

8.4.3.1 单一衍射峰

至少满足以下条件衍射峰才考虑用作进一步的分析：

— 实验得出的平均峰宽的 0.8 倍 \leq 峰宽 \leq 实验得出的平均衍射峰宽的 1.2 倍；

— 衍射峰的最大强度 \geq 背景 300 个计数以上。

建议与先前相同或者类似材料的实验比较。

8.4.3.2 整套衍射测量

至少满足以下条件整套衍射测量的数据才考虑被用作进一步的分析：

— 完整资料的综合强度比 $\frac{\max_{\phi\psi} I_{\phi\psi}^{\{hkl\}}}{\min_{\phi\psi} I_{\phi\psi}^{\{hkl\}}}$ 应该小于 3 以便排除织构材料；

— 衍射峰宽标准差应该小于平均宽的 10%。

常规应力的不确定标准：

$$a) \text{ 如果 } |\sigma| \geq \frac{1}{(400 \cdot 1 / 2S_2^{\{hkl\}})} \text{ 那么应该有 } |u(\sigma)| \leq \frac{1}{(1600 \cdot 1 / 2S_2^{\{hkl\}})} \quad (15a)$$

$$b) \text{ 如果 } |\sigma| < \frac{1}{(400 \cdot 1 / 2S_2^{\{hkl\}})} \text{ 那么应该有 } |u(\sigma)| \leq \frac{1}{(1600 \cdot 1 / 2S_2^{\{hkl\}})} \text{ 或者 } \leq \frac{1}{4} |\sigma| \text{ (小}$$

于两者中最大的) (15b)

剪切应力的不确定度标准:

$$|u(\tau)| < \frac{1}{(10000 \cdot 1 / 2S_2^{\{hkl\}})} \quad (16)$$

公式(15a), (15b), (16)中:

$u(\sigma)$ 正应力的标准不确定度;

$u(\tau)$ 剪切应力的标准不确定度;

$\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ 晶面{hkl}弹性常数。

9 报告

应该记录实验情况、分析过程和结果。

尤其需要记录以下信息:

- a) 本文参考文献
- b) 之前可能改变样本表面情况的压力测试中所采取的措施的细节: 经过打磨, 抛光(机械的或者电气化学的)和化学处理; 如果使用材料分层剥离来完成横断面深度应力的测量, 应该记录剥离材料方法的细节。
- c) 样品的详细信息, 比如设图解来解释要点以及解释测量过程。
- d) 设备种类, 包括样品夹持器种类
- e) 技术参数: X射线发射器的电流和电压, K β 过滤器(如果用到的话), λ 、{hkl}、 $s_1^{\{hkl\}}$ 和 $\frac{1}{2}s_2^{\{hkl\}}$ 的值, 所用的参照样品, 照射区域范围, 2θ 范围, 2θ 步长, 计步时间, ϕ 和 ψ 的值
- f) 所使用常规拟合的主要信息, 或者(如果不可知)分析数据(衍射峰测定方法)所使用软件包的名字及版本; 峰值常规拟合所用的变量, 比如: 选择倾斜或者不变的背景, 重心计算中峰值的比重。
- g) 残余应力分析所用方法(比如, 两轴还是三轴法)
- h) 结果:
 - 1) 相关图表
 - 2) 残余应力所确定的值
 - 3) 8.3.2中定义的压力值不确定度和置信水平的值及类型(如果需要的话)

报告至少应该包含:

- i) 文件的参考文献
- j) 样品的详细信息, 比如设图解来解释要点以及解释测量过程。
- k) 测量标准一致性的相关信息

- 1) X 射线弹性常数
- m) 结果:
 - 1) 相关图表
 - 2) 残余应力所确定的值
 - 3) 8.3.2 中定义的压力值不确定度和置信水平的值及类型（如果需要的话）

报告也应该包括:

- n) $d\text{-sin}^2\psi$ 或者 $\varepsilon\text{-sin}^2\psi$ 曲线以及观察概况；如果所记录的衍射峰是不规则的（比如，因为结构质地），合适的做法是，所有衍射峰都和结果一起记录。
- o) 样本的化学成分，温度记录以及任何对其进行的操作的主要信息。
- p) 如果产生了应力沿深度掺杂分布图，每次测量与表面位置比较的深度都应该被记录；如果深度的变化是通过 X 射线波长或者强度的变化得到的，记录表面下的衍射发射器重心的位置，并指出重心的位置是如何得到的。

10 实验法测定 X 射线弹性常数 XEC

10.1 简介

为了得到正确的残余应力计算结果，应该使用 X 射线弹性常数 $s_1^{\{hkl\}}$ 和 $\frac{1}{2}s_2^{\{hkl\}}$ 。

正如此章所写，这些常数可以从文献中找到，可以从微观或者宏观力学模型中计算出来，也可以实验得出。

实验得出的数据只对单相材料有效。多相材料的情况下需要力学模型来解释结果 [15]。

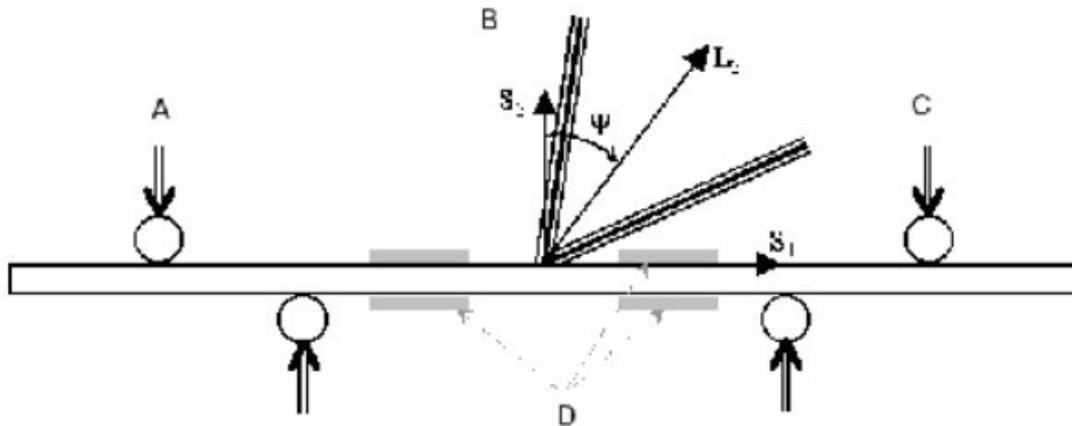
10.2 加载设备

常数的测量需要特殊的设备以便在衍射仪里装载样品。

考虑到测量几何学，此设备的设计要提供照射区域的均布载荷。在加载过程中，被加载样品的衍射仪测量区域应该始终在测角仪的中央。

负载可以是单纯的拉力、剪切力和弯曲。通常使用四点弯曲。

为了测量应力，应该使用力测量器或者应该在样品上安装变形测量器。加载设备应该在之前就校准好（10.3）。



如图

S1, S2	样品坐标系
L3	实验室坐标系
ψ	样品法向量和衍射晶面法向量的夹角
A	作用力
B	入射光
C	衍射光
D	应变计

图 8 使用 4 点弯曲试验测定 X 射线弹性常数

在图 8 中的是拉力，测量方法是 ω 法。

10.3 样品

X 射线弹性常数测试中所用的样品必须与残余应力测量实验中所用样品是同一材质的。（化学成分、微观结构等等）

必须精确的控制施加的力。如果使用应变片或者延伸仪，宏观弹性常数 E 和 ν 是必须知道的。如果使用应变片，应在样品上安装多个应变片。至少有一个应变片与样品的纵轴平行。应变片安装越是靠近测量区域越好。

10.4 加载设备的校准和样品的调整

此设备（用于安装应变片的样品）应该用标准牵引测试机（比如拉力测试机）或者校准过的静负载校准。测量区域的应力通过负载及几何的函数确定。

校准步骤为：

- 在负载和非负载情况下，从 0 到 75% 屈服负载（指与样本屈服极限值相同的负载）至少运行两圈，以便检查变形测量器电信号是否在每圈结束归零。
- 在负载和非负载情况下，从 5% 到 75% 屈服负载至少运行 3 圈。

10.5 衍射仪测量

装置应该设置在衍射仪中央使得样品能根据 7.2 放置。应该提供不同的负载，而且每次测量都应该沿着样品的纵向操作。

在测试区域施加的应力或者应变应该经过评估，比如用应变片。

测量应该从高负载开始，从而在测试中减少负载来避免由样品非弹性形变带来的影响。最小的加载步幅应该是 5，均匀分布于屈服负载的 70% 和 5% 之间。

10.6 XEC 的计算

每次负载中，平均外力都应该计算出来以便确定 $\varepsilon_{\phi\psi}$ ：

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} (\sigma_{11}^R - \sigma_{33}^R + \sigma_{11}^A) \sin^2 \psi + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \tau_{13}^R \sin 2\psi + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \sigma_{33}^R + S_1^{\{hkl\}} [Tr(\sigma^R) + \sigma_{11}^A] \quad (17)$$

每个负载的椭圆曲线 $\varepsilon_{\phi\psi} = a \cdot \sin^2 \psi + b \cdot \sin(2\psi) + c$ 都应该画出，斜率“a”，法线

“b”和截距“c”由最小二乘法得出：

$$— a = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} (\sigma_{11}^R - \sigma_{33}^R + \sigma_{11}^A) \quad (18a)$$

$$— b = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \tau_{13}^R \quad (18b)$$

$$— c = + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \sigma_{33}^R + S_1^{\{hkl\}} [Tr(\sigma^R) + \sigma_{11}^A] \quad (18c)$$

公式 (17)，(18a)，(18b)，(18c) 中：

$\varepsilon_{\phi\psi}$ 晶格面 {hkl} 中角 Φ 和角 ψ 确定方向上的应变

$\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}$ 晶格面 {hkl} 弹性常数

σ_{11}^A 施加的应力

$\sigma_{11}^R, \sigma_{22}^R$ 和 σ_{33}^R 残余正应力

τ_{13}^R 残余剪切应力

$Tr(\sigma^R)$ 残余应力轨迹

斜率 a 对应外加的应力，直线的斜率为 $\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}$

法线 ‘b’ 值对应外加应力，与横向线之间斜率为 0

截距 c 值对应外加应力，直线的斜率为 $S_1^{\{hkl\}}$

不确定度需要估计和赋值，比如通过最小二乘法。

11 参照样品（标样）

11.1 简介

设备不正确的对中会导致衍射峰的移位。

为了验证对中，使用一个平坦的无应力的标样，比如建议使用粉末。

在对中验证以后，无压力样品的测量解释了测角仪不可消除的错位或者电子和机械偏移的影响。对应力标样的测量一致地指出校准状况。

11.2 无应力参照样本

11.2.1 概述

使用参照粉末应该会有一个与被测试样品衍射峰相同位置的衍射峰。（见 EN 13925-3）

粉末应该有良好的晶体结构以及足够的各向反射强度。对粉末进行热处理有时有利于提高衍射峰的辨识度。

11.2.2 无应力标样准备

可根据 EN13925-2:2003 的 4.2 章来准备无应力参考样品，通常这样的准备需要一个平坦的无晶体基底（比如玻璃盘），可以通过以下方法铺上一层粉末：

- a) 从液体（比如、二丙醇）中沉降；
- b) 尽可能薄地刷上一层油脂，撒上粉末，轻轻地压，小心地抖掉多余的粉末；
- c) 在双面胶粘薄膜上沉淀，轻轻压，小心抖掉多余的；
- d) 用油脂混合粉末，在玻璃盘上沉淀混合物，然后放平玻璃盘来获得一个平坦表面；
- e) 用油性的液状胶和溶剂（无晶体）混合粉末，在玻璃盘上沉淀混合物，然后放平玻璃盘来获得一个平坦表面。

注意不要溶解粉末或者基底，或者引起化学作用（比如聚合作用），因为可能会产生应力。

对于 a、b 和 c：

- 粉末的附着力应该通过把样品倒置来检测，并且检查掉落的粉末；
- 建议使用平均原子质量高的混合物，以便有足够清晰的粉末衍射图案，并通过粉末的吸收减少基底材料的衍射强度。

不推荐使用单晶薄片（比如硅晶圆）做平面底层，因为一些 ψ 、 Φ 的重合引起底层非常强烈的衍射会有损害仪器的危险。

油脂和双面胶粘薄膜能够使参照粉末图形背景产生一个显著的起伏。所以油脂层和双面胶粘薄膜越薄越好。

参照样品表面的位置通常使用力学千分尺，在这种情况下有精确厚度的薄金属板能被放在粉末和装置之间以便准确定位其表面。

11.2.3 测量方式

参照样本角 2θ 和 ψ ，测量方法应该可以与随后实验中所用的相比较。测量时间可以增加来减少计数统计错误。

是否采用所得数据需要参照 8.4 中所列的标准。

11.3 应力参照标样

11.3.1 实验室认可(LQ)应力参照标样

11.3.1.1 概述

如果一个实验室能生产包含已知应力的参照样品，就可以称之为实验室认可应力参照样本。

11.3.1.2 制造过程

参照样品的制造过程应该确保微观结构的高均匀性以及应力的时间恒定性。

建议使用简单几何形状样品来确保测量的质量（平坦、低粗糙度等等）。应力等级应该足够高来最小化测试中的错误。在实验室中经过仔细校准（见 6.5.1）

的测角仪上进行多次测量。样品参考值 σ_{ref} ， τ_{ref} 和 L_{ref} 定义为结果的平均值。可

重复性 $r_{\sigma_{ref}}$ ， $r_{\tau_{ref}}$ 和 $r_{L_{ref}}$ 等同于 $2.8s_{\sigma_{ref}}$ ， $2.8s_{\tau_{ref}}$ 和 $2.8s_{L_{ref}}$ 其中 $s_{\sigma_{ref}}$ ， $s_{\tau_{ref}}$ 和 $s_{L_{ref}}$ 是 σ_{ref} ， τ_{ref}

和 L_{ref} 的标准差。

11.3.1.3 特性参数的评估

特性参数有：

- 正应力值 σ_{ref} 及其可重复性 $r_{\sigma_{ref}}$ ；
- 剪切应力值 τ_{ref} 及其可重复性 $r_{\tau_{ref}}$ ；

— 均宽值 L_{ref} 及其可重复性 $r_{L_{ref}}$ 。

参照 ISO 5725-1 能够得到这些参数的值。

参照 ISO 5725-2 能得到这些数值的可重复性，并且这些值都应记录下来。

11.3.2 实验室间认可 (ILQ) 应力参照标样

一个合格的实验室间应力参考标样实际上与实验室应力参考标样相似，但是前者应该由几个实验室来分析，以便增加出现检测除系统误差和不合适的测量方法的机会。

这个标样应满足本文件里所描述的标准方法的基本设想：弱的晶体结构、细晶粒、表面平整、粗糙度低、在深度上和沿着表面上可以忽略应力不计的应力或成分梯度。而且，随着时间的推移，力学状态应稳定。应力标准应尽可能高，至少

$$\frac{1}{(500 \frac{1}{2} S_2^{(hkl)})^\circ}$$

没有必要精确地知道化学组成和微观结构。试样的参考值有：正应力 σ_{ref} ，剪切

应力 τ_{ref} 和再现性 R_σ ， R_τ ，并且重复性 r_σ ， r_τ 的值可以由至少包括五个实验室在内的实验室间的循环测试获得。在市场上可以买到认证的标样前，实验室可以自由组合以便制造和表征标样。组织实验室间循环测试的相关信息可以在 ISO 5725-2 里找到。ISO 2725-2 还描述了再现性和重复性的估算，他们被定义成 $2.8S_r$

和 $2.8S_R$ ， S_r 和 S_R 分别是可重复性和再现性的标准差。

在标样的证书中，标样的参考值应和实验条件一起指定（晶面系列、辐射和近似焦点尺寸、测量区域位置、使用的 ψ 值、XEC、 S_1 方向、摆动或者罩子，如果有的话）。

12 局限性

12.1 简介

限制条件有：

- 应力梯度
- 晶格常数梯度

- 去除层 (见 5.2.2.2)
- 表面粗糙度
- 不平表面(见 5.1.2)
- 高质地材料
- 大晶粒材料(见 5.1.4)
- 多相材料衍射峰重叠
- 宽衍射峰

12.2 次表面应力梯度的存在

变化较大的应力梯度会导致与 $\sin^2 \psi$ 对应晶格间距点 (或衍射峰的位置) 的弯曲 (见第 8.4)。这些弯曲与使用的 ψ 值的符号无关。

如果存在压力梯度的话, 只有在以下情况下才能使用 X 射线衍射测量方法:

$$\frac{\partial \sigma}{\partial Z} < \frac{1}{z} \cdot \frac{1}{1/2 S_2^{\text{hkl}}} \cdot \frac{1}{500} \quad (19)$$

公式里: $\frac{\partial \sigma}{\partial Z}$ 是与试样表面相应距离的压力梯度, z 是 X 射线的穿透深度, $\frac{1}{2} S_2^{\text{hkl}}$ 是晶格面的弹性常数。

X 射线的穿透深度可由第 6.3 条里的公式计算。

如果没有进行深度的测量和准确地计算应力分布, 对由 X 射线束的穿透所造成的数据错误进行校正是可能的。为尽量减少梯度影响, 提高测量质量, 建议:

- 使用更合适的波长来减少 X 射线的穿透,
- 选择更合适的衍射角,
- 使用低的入射角。

12.3 表面应力梯度

在某些情况下, 具有较高塑性应变的区域可能会受到很大的力 (杂物、裂缝或孔洞、激光加工或焊接的边缘、锐利的接触等周围的塑性应力) 并有较大的梯度产生。因此, 在这种情况下, 采用 X 射线衍射法评估残余应力取决于照射面积的大小和位置, 有关应力一致性的假设只是在照射面积足够小时才成立。事实上, 如果一个区域内的应力测量值有很大的不同, 选择一个足够大的辐射区域可能提供一个有用的“平均”表面应力, 即使局部的应力值存在较大的波动。但是, 使用一个太小的衍射面积, 会出现衍射的晶体数量不足和粗晶衍射等困难[7]。

12.4 表面粗糙度

12.5 不平表面

弯曲表面会导致过低的绝对应力值。

照射面积应该小于被分析表面被测应力方向曲率半径 0.4 倍。如超过这个限制，测量结果则需要修正[8,9]。

12.6 样品微观结构的影响

12.6.1 织构材料

在整套数据的积分强度变化满足下列条件的情况下，结构的影响就会减弱：

$$\frac{\text{Max } I_{\phi\psi}^{\{hkl\}}}{\text{Min } I_{\phi\psi}^{\{hkl\}}} < 3 \quad (19a)$$

式里 I_{hkl} 是 hkl 衍射峰的积分强度。

否则必须考虑以下两种情况：

— 弹性各向异性：压力和测量的应变之间的关系变成：

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \sum_{i,j=1\text{ to }3} F_{ij} \sigma_{ij} \quad (19b)$$

式里 $\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ 是由 ϕ 角和 ψ 角定义方向上的应变； F_{ij} 被称作 XEC。 F_{ij} 取决于材料的取向分布函数。他们可以通过实验的方法确定或者计算（详细内容见例 [10]）。

— 塑性各向异性：除了宏观压力的影响，衍射体的弹性应力包含了一个条件

$\varepsilon_{\phi\psi}^m$ ，这与局部弹性各向异性的适应有关：

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \sum_{i,j=1\text{ to }3} F_{ij} \sigma_{ij} + \varepsilon_{\phi\psi}^m \quad (19c)$$

$\varepsilon_{\phi\psi}^m$ 这个条件使得 $\varepsilon_{\phi\psi}$ 与 $\sin^2 \psi$ 呈非线性关系，这时就没有解决这个问题的一般方法了。

在几个反射上进行测量，把获得的应力值进行平均；或用不同的反射获得 $\varepsilon_{\phi\psi}$ 值，

建立 $\varepsilon_{\phi\psi} - \sin^2 \psi$ 曲线。

12.6.2 多相材料

如果样品中存在几个相，计算出来的残余应力作为第一近似值可以帮助确定所选择的反射属于那个相。当某个相所占的比例很小或其弹塑性行为跟纯材料不同时，考虑到宏观应力，其应力值可能会有很大的差异。

在这些情况下，通常有两种方法来获得宏观应力：

- 测量所有相上的应力；
- 使用其他方法来评估宏观应力（由应变计等等...）。

如果所有相上都存在应力，在测定宏观残余应力时可能存在一些困难。

对于单向材料，在测量范围内，在垂直于试样表面的平面上存在剪切应力（ $\sigma_{13} \neq \sigma_{23} \neq 0$ ）。同样，对于多相材料，适应性可能导致每个相 $\sigma_{33} \neq 0$ ，尤其是在材料中出现几个相变的时候。

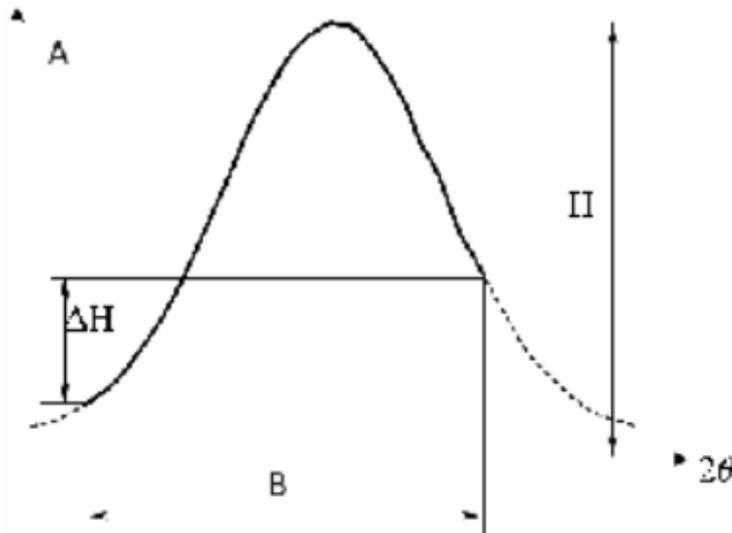
所以对于用于各相的经典 X 射线法来测量宏观应力时，需要体积分数和自由应力晶格间距 d_0 。在多相材料测量中，如果晶粒大小比 X 射线的穿透深度小的话，那么厚度方向上的残余应力 σ_{33} 应该考虑在内（更多细节参考 10）。

12.7 宽衍射峰

宽衍射峰存在时，探测器可能只截取部分峰形，导致定位精度低，产生系统误差。

这类问题特别会在下列情况下出现：

- 峰宽大于测量角度范围 1/3 以上
- LP 之后的强度和线的左手边即右边的吸收校正之间的强度值的差大于最大值的 20%。（见图 9）。



如图

H 表示峰高;

ΔH 表示强度的不对称性即强度差值;

A 表示强度;

B 表示获得峰值的范围。

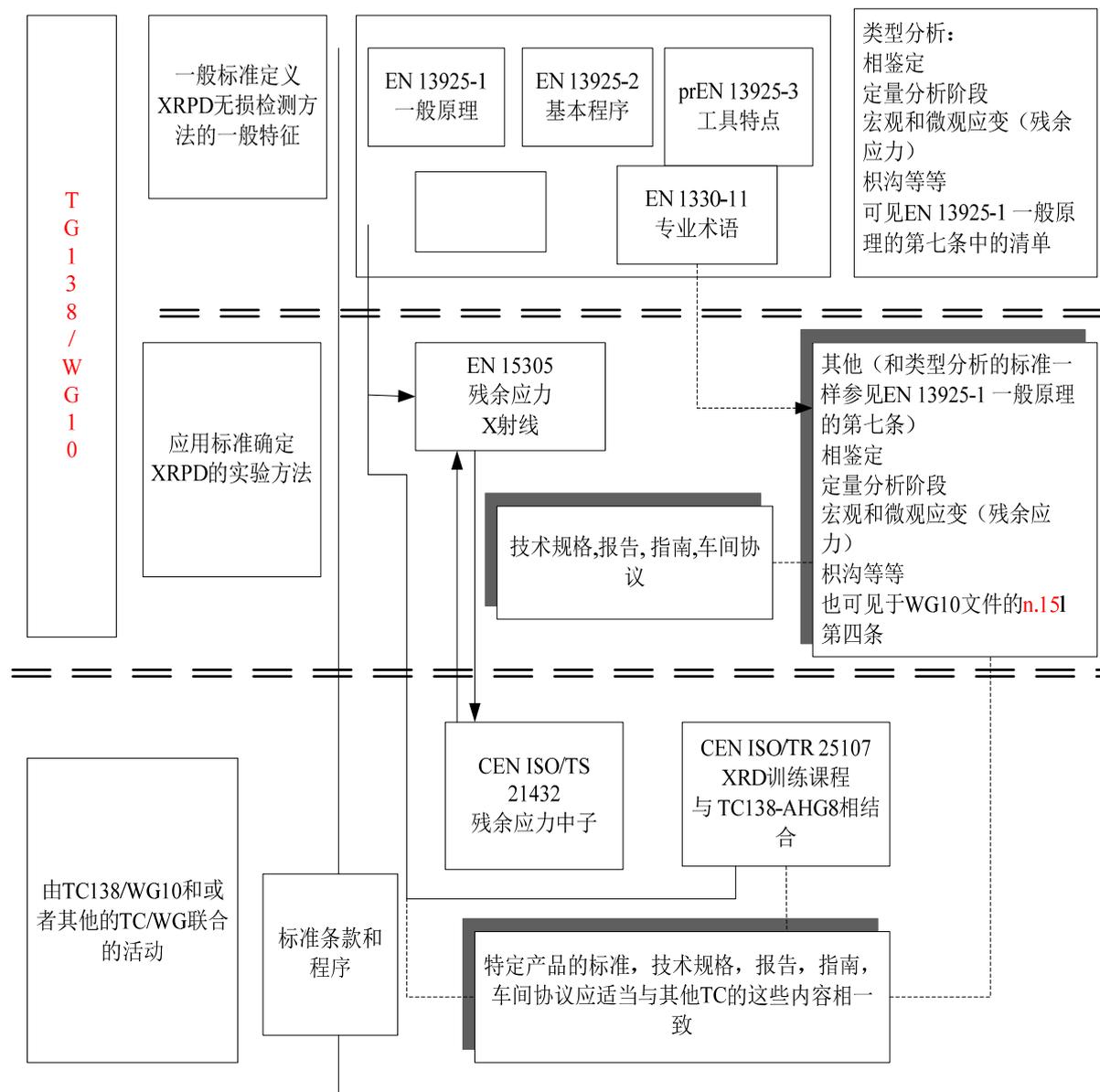
图 9 实例：宽衍射峰可能引起部分截取衍射峰问题 因为 $\Delta H > 20\% H$

这个实例说明：

- 选择一个更宽的 2θ 角;
- 改变 $\{hkl\}$ 晶面;
- 优化衍射峰的处理。

附录 A

欧洲 XRPD 标准化项目原理图



附录 B

残余应力的来源

B.1 概述

任何导致不均匀变形和不均匀体积改变等的加工过程（机械的、热的、化学的）都产生残余应力。

B.2 机械过程

表面处理、拉伸、辊扎、磨削和机械抛光、机加工和装配。

B.3 热处理

热梯度和相变都会产生残余应力，如钢的热处理。这方面的例子有淬火、铸造、对焊、回火、时效等。

B.4 化学加工

化学加工如氧化、腐蚀、电镀等都是残余应力的来源。

附录 C

应力状态的确定 — 通用步骤

C.1 概述

用于评价应变的数学定义是:

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = \ln \left[\frac{d_{\phi\psi}}{d_0} \right] = \ln \left[\frac{\sin \theta_0}{\sin \theta_{\phi\psi}} \right] = \ln [\sin \theta_0] - \ln [\sin \theta_{\phi\psi}]$$

(C.1)

在三轴应力状态的应力张量计算的一般公式是:

$$\ln [\sin \theta_{\phi\psi}] = \ln [\sin \theta_0] - \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \left[(\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi + \tau_{12} \sin 2\phi - \sigma_{33}) \cdot \sin^2 \psi \right. \\ \left. + (\tau_{13} \cos \phi + \tau_{23} \sin \phi) \cdot \sin 2\psi + \sigma_{33} \right] - Tr \left(\begin{matrix} = \\ \sigma \end{matrix} \right)$$

(C.2)

在方程式 (C.1) 和(C.2)中, 假设 $\sigma_{33}=0$:

$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ 是晶面 {hkl} 上 ϕ 和 ψ 方向上的应变;

d_0 是无应变样本的晶面间距离 (d 间距);

$d_{\phi\psi}$ 是有应变材料在由 ϕ 和 ψ 定义的测量方法方向上的 d 间距;

θ_0 是与 d_0 相关联的布拉格角;

$\theta_{\phi\psi}$ 是依据布拉格定律与 $d_{\phi\psi}$ 相关联的布拉格角 (EN 13952-1:2003, 第四条);

$\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}$ 是晶面的弹性常数;

σ_{11} , σ_{22} , σ_{33} 是 S_1, S_2, S_3 正方向上的应力分量;

τ_{12} 是 S_1, S_2 平面内的切应力;

τ_{13} 是 S_1, S_3 平面内的切应力;

τ_{23} 是 S_2, S_3 平面内的切应力;

$Tr(\sigma) = \sum \sigma_{11}$ 是应力张量的迹: $Tr(\sigma) = \sum \sigma_{11}$ 。

结合这两个方程, 可以定义应力张量分量的计算方法。

双轴和单轴的应力状态是计算中的特例。计算这些应力状态的方法是相同的，将分量 σ_{ij} 用 0 替代即可。

C.2 使用确切的变形定义

C.2.1 概述

将(C.2)中的 $\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ 代入 (C.1) 中，得到布拉格角值得表达式，它是应力状态的方程。

$$\ln[\sin \theta_{\phi\psi}] = \ln[\sin \theta_0] - \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \left[\begin{array}{l} (\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi + \tau_{12} \sin 2\phi - \sigma_{33}) \cdot \sin^2 \psi \\ + (\tau_{13} \cos \phi + \tau_{23} \sin \phi) \cdot \sin 2\psi + \sigma_{33} \end{array} \right] - Tr \left(\begin{array}{c} = \\ \sigma \end{array} \right) \quad (C.3)$$

式中：

θ_0 是与 \mathbf{d}_0 相关联的布拉格角；

$\theta_{\phi\psi}$ 是依据布拉格定律与 $\mathbf{d}_{\phi\psi}$ 相关联的布拉格角；

$\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}$ 是晶面的弹性常数；

σ_{11} , σ_{22} , σ_{33} 是 S_1, S_2, S_3 正方向上的应力分量；

τ_{12} 是 S_1, S_2 平面内的剪切应力；

τ_{13} 是 S_1, S_3 平面内的剪切应力；

τ_{23} 是 S_2, S_3 平面内的剪切应力；

$Tr(\sigma) = \sum \sigma_{11}$ 是应力张量的迹线： $Tr(\sigma) = \sum \sigma_{11}$ 。

C.2.2 确定应力张量分量

应用公式：

$$a_{ij} = -\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \sigma_{ij} \quad (C.4)$$

$$\text{和 } K = \ln[\sin \theta_0] - \frac{1}{2} S_1^{\{hkl\}} \cdot Tr \left(\begin{array}{c} = \\ \sigma \end{array} \right)$$

(C.5)

在结合公式：

$$\begin{aligned}
 f_{11} &= \cos^2 \phi \cdot \sin^2 \psi; f_{22} = \sin^2 \phi \cdot \sin^2 \psi; \\
 f_{12} &= \sin 2\phi \cdot \sin^2 \psi; f_{13} = \cos \phi \cdot \sin 2\psi; f_{23} = \sin \phi \cdot \sin 2\psi
 \end{aligned}
 \tag{C.6}$$

这样方程 3 可以写成:

$$\ln[\sin \theta_{\phi\psi}] = K + \sum_{i,j}^3 f_{ij} \cdot a_{ij}
 \tag{C.7}$$

已知与 f_{ij} (ϕ 和 ψ 角的五个方程) 相对应的 $\theta_{\phi\psi}$ 值, 我们能确定五个 a_{ij} 常数值和常数 K 值。在这里线性回归计算是最好的方法。

那么, 应力就可以由不依赖 θ_0 值的那些值来计算:

$$\sigma_{ij} = -\frac{a_{ij}}{\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}}
 \tag{C.8}$$

公式 (C.4), (C.5), (C.6), (C.7) 和 (C.8) 中的符号意义:

σ_{ij} 表示正应力分量 (i, j 可取 1, 2, 3);

$\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}$ 表示晶面 $\{hkl\}$ 的弹性常数;

$Tr(\sigma)$ 表示应力张量的迹线: $Tr(\sigma) = \sum \sigma_{11}$;

$f_{11}, f_{22}, f_{12}, f_{13}, f_{23}$ 表示应变系数;

$\theta_{\phi\psi}$ 是依据布拉格定律与 $d_{\phi\psi}$ 相关联的布拉格角 (EN 13952-1:2003, 第四条)。

C.2.3 θ 和 d_0 的确定

如果 $Tr\left(\begin{smallmatrix} = \\ \sigma \end{smallmatrix}\right) = \sigma_{11} + \sigma_{22}$ 已知, 我们就可以利用方程 (5) 来确定 θ_0 。由 θ_0 依据布

拉格定律得到 d_0 。确定 $Tr\left(\begin{smallmatrix} = \\ \sigma \end{smallmatrix}\right)$ 要依赖分析的类型。

这个值不能用单方向的分析来确定。但是, 如果我们考虑到应力张量的各向同性

$$(\sigma_{11} \approx \sigma_{22}), \text{ 我们就可以写出 } Tr\left(\begin{smallmatrix} = \\ \sigma \end{smallmatrix}\right) \approx 2 \cdot \sigma_{11}。$$

使用变形的定义，没必要用这种计算来确定应力张量分量。

C.3 使用近似的变形定义

C.3.1 概述

由于历史原因，会使用一个被忽视的近似的变形定义：

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{hkl} = \frac{\theta_0 - \theta_{\phi\psi}}{\tan(\theta_0)} \quad (\text{c.9})$$

其中

$$\text{用 } b_{ij} = \tan(\theta_0) \cdot a_{ij} \quad (\text{c.10})$$

并使用与前面相同的记号，我们可以得到：

$$\theta_{\phi\psi} = K - \sum_{i,j}^3 f_{ij} \cdot b_{ij} \quad (\text{c.11})$$

$$\text{其中 } K = \theta_0 - S_1^{\{hkl\}} \cdot \text{Tr}(\bar{\sigma})$$

C.3.2 确定应力张量分量

知道 f_{ij} 对应的 $\theta_{\phi\psi}$ 值（5 个关于角度 ψ 和 ϕ 的公式），我们可以决定 5 个 b_{ij} 的值和 K 值。使用线性规划来进行计算是最合适的。然后，应力张量分量计算如下：

$$\sigma_{ij} = -\frac{b_{ij}}{\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \tan(\theta_0)} \quad (\text{c.12})$$

这些值取决于 θ_0 的值，它在计算应力张量分量中是必须有的。

这个方法得到的应力值包含了一个系统性的错误。

C.3.3 确定 θ_0 和 d_0

有时，使用这个值的一个近似值，例如 $\theta(\sin^2 \psi = 0.4)$ 。由 $\text{Tr}(\bar{\sigma})$ 的定义可知：

$$K = \frac{S_1^{\{hkl\}}}{\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \tan(\theta_0)} \cdot (b_{11} + b_{22}) + \theta_0 \quad (\text{c.13})$$

如果至少分析两个垂直方向，那么 $b_{11}+b_{22}$ 的和是知道的，确定 θ_0 后可以使用迭代算法来解方程（13）。（其中 θ_0 和 d_0 通过 Bragg 法则可以得到）如果实际情况不是这样，那就只有 b_{11} 是知道的。但是如果考虑应力张量的等方性 ($\sigma_{11} \approx \sigma_{22}$)，则可以写成 $b_{22} \approx b_{11}$ 。

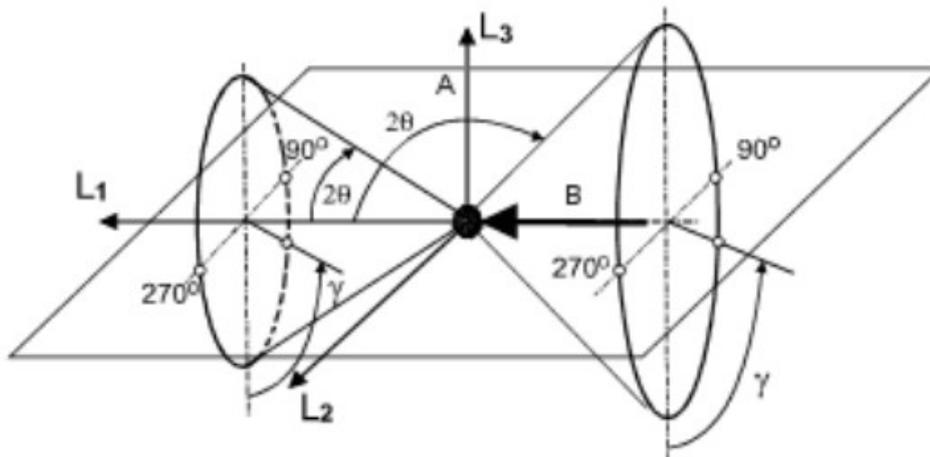
这个方法比附录 C.1 中提出的方法更复杂，一般经常作为 θ_0 理论值的一个近似解。人们不会使用它。

附录 D

最新进展

D.1 采用二维衍射数据进行应力测量

如果使用一个面探测器，可以采用 ω 倾斜、 χ 倾斜或者二者结合的基本原理。为了解对面探测器采集的数据进行简化处理，定义一个角度 γ 是很有用的。这个角度 γ 是衍射锥的方位角，衍射锥来自 $\{hkl\}$ 的反射，如图 D.1 所示。



如图

L_1, L_2, L_3	实验室坐标系
2θ	衍射角，X-射线的入射线和衍射峰的夹角
X-ray arrow	入射线
γ	方位角
A	衍射平面
B	X-射线

图 D.1-在实验室坐标下衍射环的几何定义

衍射锥包含的信息比通过常规一维测量得到的锥所包含的信息更多。

来自于一个无应力多晶体样品的衍射锥是常规锥，这种锥的衍射角是定值。样品中的应力会扭曲其衍射锥，导致它们不再是常规锥。然后衍射角就会变成一个 γ ，

$2\theta(\gamma)$ 的方程，这个方程被这个应力张量和样本方向唯一确定。这就使应力变得

可测。2D 方法的优点在于其有大量的数据点能用来计算应力，这样只需要很少的时间来收集信息就可以得到满意的测量结果。

拉应力张量和衍射锥失真之间的关系可以通过基本方程[11]来进行定义。

$$f_{11}\varepsilon_{11} + f_{12}\varepsilon_{12} + f_{22}\varepsilon_{22} + f_{13}\varepsilon_{13} + f_{23}\varepsilon_{23} + f_{33}\varepsilon_{33} = \ln\left(\frac{\sin\theta_0}{\sin\theta}\right) \quad (\text{D.1})$$

其中

所有的 ε_{ij} 是在样本坐标系 $S_1S_2S_3$ 中的拉应力张量分量，

所有的 f_{ij} 是通过表 D.1 中简化方程定义的拉应力协同系数。

表 D.1—拉应力协同系数 f_{ij} 方程

$f_{11} =$	$f_{12} =$	$f_{22} =$	$f_{13} =$	$f_{23} =$	$f_{33} =$
h_1^2	$2h_1h_2$	h_2^2	$2h_1h_3$	$2h_2h_3$	h_3^2
$a = \sin\theta \cos\omega + \sin\gamma \cos\theta \sin\omega$					
$b = -\cos\gamma \cos\theta$					
$c = \sin\theta \sin\omega - \sin\gamma \cos\theta \cos\omega$					
$h_1 = a \cos\phi - b \cos\psi \sin\phi + c \sin\psi \sin\phi$					
$h_2 = a \sin\phi + b \cos\psi \cos\phi - c \sin\psi \cos\phi$					
$h_3 = b \sin\psi + c \cos\psi$					

注释 $\{h_1 + h_2 + h_3\}$ 是衍射矢量 H_{hkl} 的单元矢量的分量，衍射矢量建立在样本坐标系中。

利用广义虎克定律可以从拉应力张量中计算出应力张量

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\varepsilon_{kl} \quad (\text{D.2})$$

其中

σ_{ij} 应力张量

C_{ijkl} 样品的弹性刚度系数，对于各向同性的材料，只有两个独立的弹性常

数： $S_1^{\{hkl\}}$ 和 $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ 。

我们有应力方程：

$$p_{11}\sigma_{11} + p_{12}\sigma_{12} + p_{13}\sigma_{13} + p_{22}\sigma_{22} + p_{23}\sigma_{23} + p_{33}\sigma_{33} = \ln\left(\frac{\sin\theta_0}{\sin\theta}\right) \quad (\text{D.3})$$

其中

所有的 P_{ij} 是应力系数

$$P_{ij} = \begin{cases} = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} f_{ij} + S_1 & \text{if } i = j \\ = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} f_{ij} & \text{if } i \neq j \end{cases} \quad (\text{D.4})$$

$\ln\left(\frac{\sin \theta_0}{\sin \theta}\right)$ 决定了对应每个 γ 角度的衍射锥失真，对于特殊的样本方位 (ω, ψ, ϕ) 其

γ 角度由被测量方程 $2\theta(\gamma)$ 所决定。

下面的替代表达式可以用来表示衍射锥失真项。

$$\ln\left(\frac{\sin \theta_0}{\sin \theta}\right) = \ln\left(\frac{\lambda}{2d_0 \sin \theta}\right) \quad (\text{D.4a})$$

每个样品方位 (ω, ψ, ϕ) 对应一个衍射结构。沿着衍射环选择大量的截面，通过这些截面将每个结构上的衍射环集合封装起来，从而获得一系列 $(\chi, 2\theta)$ 数据点来表示出 $2\theta(\chi)$ 方程。用最小二乘法对数据点进行拟合后得出公式 (3)，然后确定应力张量。

对于二轴应力，以上的方程变为

$$p_{11}\sigma_{11} + p_{12}\sigma_{12} + p_{22}\sigma_{22} + p_{ph}\sigma_{ph} = \ln\left(\frac{\lambda}{2d'_0 \sin \theta}\right) \quad (\text{D.5})$$

其中

$$P_{ph} = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} + 3S_1^{\{hkl\}},$$

σ_{ph} 是由近似间距 d'_0 引起的伪静水应力分量。

对于含有剪切的二轴应力，我们有

$$p_{11}\sigma_{11} + p_{12}\sigma_{12} + p_{22}\sigma_{22} + p_{13}\sigma_{13} + p_{23}\sigma_{23} + p_{ph}\sigma_{ph} = \ln\left(\frac{\lambda}{2d'_0 \sin \theta}\right) \quad (\text{D.6})$$

二轴应力状态（公式 D.5）与 $d - \sin^2 \psi$ 图中直线部分对应。当数据点在 $+\psi$ 边和 $-\psi$ 边产生分离的时候，含有剪切的二轴应力（公式 D.6）是这样的。对于任意给定的 ϕ 角，一般正应力 (σ_ϕ) 和剪切应力 (τ_ϕ) 如下。

$$\sigma_\phi = \sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi \quad (\text{D.7})$$

$$\tau_\phi = \sigma_{13} \cos \phi + \sigma_{23} \sin \phi \quad (\text{D.8})$$

在二轴（2D）和二轴含剪切（2D）计算中，通常假设 σ_{33} 的值为 0，这样我们就可以利用 d_0 （或者 $2\theta_0$ ）的近似值来计算应力。 d_0 （或者 $2\theta_0$ ）中的误差只会导致产生一个伪静水应力项 σ_{ph} 。如果我们使用 d'_0 来作为初始输入值，那么可以通过下面的公式来从 σ_{ph} 中计算出 d_0 （或者 $2\theta_0$ ）的理论值。

$$d_0 = d'_0 \exp(P_{ph} \sigma_{ph}) \quad (\text{D.9})$$

或者

$$\theta_0 = \arcsin[\sin \theta'_0 \exp(-P_{ph} \sigma_{ph})] \quad (\text{D.10})$$

D.2 近表面的残余应力深度解析评价——散射矢量法

散射矢量法[12, 13]是一种特殊的 X-射线应力分析（XSA）技术，该技术是为近表面的残余应力深度解析评价而发展出来的。与基于 $\sin^2 \psi$ 的 X-射线应力分析

（XSA）方法不同，前者的穿透深度随着表面正方向和衍射矢量 $\mathbf{g} \text{ hkl}$ 之间夹角 ψ 的变化而变化，散射矢量法是基于样本通过围绕固定角度 (ϕ, ψ) 的衍射矢量 $\mathbf{g} \text{ hkl}$ 做 η 角度转动所产生的应变深度剖析。通过这种角度转动所覆盖的 Z 的范围，对应于传统 XSA 技术中的 χ 方法和 ω 方法多产生的穿透深度的差值： $\Delta z = z_\chi - z_\omega$ 。

因为在使用散射矢量法和 η 法进行深度分析时 ψ 角度是固定的，所以耦合在 XSA 基本方程中的单独应力张量深度分布图 $\sigma_{ij}(z)$ 可以单独来分析。

该评价方法是基于单个应变分布 $\varepsilon_{\rho\nu}(hkl, z)$ 关于如下条件的极度敏感性：

- 1) 无应变状态下的晶格间距 $d_0(hkl)$ ，可以用来作为 $d_0(hkl)$ 即时决断的标准；
- 2) 它自身也作为 $\sigma_{ij}(z)$ -分布。

所以，散射矢量法可以应用于分析晶体材料近表面范围中的二轴和三轴残余应力场。在后面的情况中，它能一致地产生平面应力、表面法向应力 $\sigma_{33}(z)$ 的分量

$\sigma_{11}(z)$ 和 $\sigma_{22}(z)$ 的深度横断面图，还有：

- 无应力晶格间距 $d_0(hkl)$ 。应该强调该方法对分析特别有用。
- 强质感的薄膜面的残余应力梯度，因为在这个情况下可以产生深度分布。
- 临界入射角下的结构强度极点。

D.3 通过采用均衡条件确定应力剖面来提高精度

残余应力场与不均匀塑性变形产生的不相容应变联系在一起，在测试片上达到自平衡，同时必须满足平衡方程。因此，样本中不同点（或者深度）处存在的拉伸和压缩是相关的。一整套从不同点和倾角 (ϕ, ψ) 获得的 X 射线衍射数据可以认为是一个单独的统计样本，残余应力和应变分布可以通过全局应力评价法[15]来确定。

全局应力评价法有以下几个优点：

- 1) 应力分布评估的错误可以被极大的降低；
- 2) 对于机械阻力方法，全局应变分布确定是在 F.E.M 代码中获得残余应力场的唯一办法；
- 3) 可以确定残余应力产生过程中的一些要素和弹塑性行为；
- 4) 在深度分布的情况下，可以直接考虑由于层移除所导致的应力重新分布；

附录 E

测量数据处理细则

E.1 扫描强度校正

E.1.1 概述

为了进行强度校正，应该将校正顺序写在报告中。建议顺序如下：

- 1) 发散剖面转换，
- 2) 吸收，
- 3) 背景噪音剔除，
- 4) 劳伦兹偏振，
- 5) $K - \alpha_2$ 剥离。

设备的影响（例如背景噪音和 $K - \alpha_2$ ）应该包含在分布方程的计算中，为了确定衍射峰的位置该分布方程需与记录的数据相符。

在报告中，所有的校正步骤应该写出来，忽略的校正也必须提及。

E.1.2 发散狭缝转换

E.1.2.1 概述

在布拉格布冷塔罗衍射几何模型中通常使用固定的中纬线发散剖面进行记录。在该情况下被照射的区域随着衍射角的变小而减少。如果想要一个不变的照射区域，例如使 X 射线光束在给定的角度下不溢出样本，那么可以使用自动发散狭缝。在数据评价过程中，通常假设强度是在拉格布冷塔罗衍射几何模型中使用固定的中纬线发散剖面来测量的。因此，通过自动发散剖面测量得到的强度必须转换成一个数值，该数值可以认为是在假设 X 射线光束在所有照射角度下都不会溢出样本表面的前提下，采用固定发散剖面测量得到的数值。这个转换称为发散剖面转换。

转换公式是：

$$I_{FDS} = C_{div} I_{ADS} \quad (E.1a)$$

其中

I_{FDS} = 校正后的强度，犹如使用固定发散剖面进行测量所得；

C_{div} = 发散剖面校正因子；

I_{ADS} = 使用自动发散剖面测量的强度

校正因子 C_{div} 对应每个强度测量点都必须重新进行求算。

如果发生光束溢出样本，则只有可能进行强度校正，但是只能给出近似值。应该尽可能避免光束溢出样本。

E.1.2.2 ω 方法

在 ω 方法中强度通常是在一个固定的中纬线发散剖面下测量得到的，不需要校正。

$$C_{div} = 1 \quad (\text{E.1b})$$

在使用自动中纬线发散剖面以及没有光束溢出的情况下得到的强度应该转换成固定剖面下的强度。

$$C_{div} = 2R \frac{\tan\left(\frac{1}{2}\delta_{FDS}\right)}{L_{ADS} \sin \omega} \quad (\text{E.1c})$$

其中

R = 测角仪半径

δ_{FDS} = 固定发散剖面角度（全角范围）

L_{ADS} = 照射长度

ω = 入射角

E.1.2.3 χ 方法

在 χ 方法中，强度通常是使用一个固定的轴向发散剖面进行测量的，不需要校正。

$$C_{div} = 1 \quad (\text{E.1d})$$

χ 方法不常使用自动剖面。在使用自动轴向发散剖面以及没有光束溢出的情况下得到的强度，应该通过适当的方法转换成固定剖面下的强度。

E.1.3 吸收校正

E.1.3.1 概述

为了吸收校正，假设强度是使用固定发散剖面（测量或者校正）在一个厚样本上测量得到的。对于一个厚样本来说，各个角度的 X 射线光束都被分析部位所完全吸收。当被分析部位的厚度至少是针对厚试样所计算的平均深度（参见公式 9b 或者 9d）的两倍时，上述状况就会实现。

校正公式是

$$I_{Abs-corr} = \frac{I_{FDS}}{A} \quad (E.2a)$$

其中

I_{FDS} = 校正后的强度，犹如通过固定发散狭缝测量得到的

A = 吸收校正因子

对应每个强度测量点，吸收校正因子需要重新计算。

如果对于一个薄试样发生了部分吸收 X 射线光束，那强度需要用过适当的方法来进行校正。

E.1.3.2 ω 方法

针对厚样本的校正因子为：

$$A = 1 - \frac{\tan(\omega - \theta)}{\tan \theta} \quad (E.2b)$$

其中

$\theta = 1/2$ 衍射角

$(\omega - \theta) = \omega -$ 补偿角

E.1.3.3 χ 方法

对于厚试样的校正因子为：

$$C_{div} = 1 \quad (E.2c)$$

E.1.4 背景校正

背景噪音通过下式去除：

$$I_{Bkg-corr} = I_{meaa} - I_{bkg} \quad (E.3)$$

其中

I_{bkg} 可以是：a) 横行背景噪音（斜度=0）

b) 直线型背景噪音（斜度和补偿）

背景噪音方程适合强度数据点达到测量范围极限的情况。

合适的背景噪音方程和合适的强度数据点数量应该写出来。

应该提及背景噪音校正的类型（常数背景噪音、线性背景噪音、曲线逼近...）

E.1.5 洛伦兹偏振校正

洛伦兹和极化的复合校正假设试样是一个具有随机取向微晶的多晶体材料。洛伦兹极化因子 LP 的校正公式为：

$$I_{LP-corr} = \frac{I_{meas}}{LP} \quad (E.4a)$$

其中

LP 是复合洛伦兹极化因子

对于每个强度测量点的洛伦兹极化因子需要重新计算。

$$LP = \frac{1 + P_{mon} \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \quad (E.4b)$$

上面公式中的 P_{mon} 代表了由于使用单色仪所产生的额外的极化（在入射或衍射光束中）：

$$P_{mon} = \cos^2 2\theta_{mon} \quad (E.4c)$$

其中

$2\theta_{mon}$ = 单色仪的衍射角

如果没有使用单色仪，那么：

$$P_{mon} = 1 \quad (E.4d)$$

LP 因子的使用和 P_{mon} 的取值应该写出来。

上面为低结构扩展衍射峰保留复合 LP 因子的做法，在参与应力分析实践中是不常使用的。根据 Warren&Averbach（1950）（被 Delhez, Keijsers, Mittemeijer 和 Rozendaal（1977）引用），带有特定结构扩展的分布中的 LP 因子应该如下：

$$LP = \frac{1 + P_{mon} \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta} \quad (E.4e)$$

这个最后的公式应该用来做应力分析。

E.1.6 $K - \alpha_2$ 剥离

纯粹的 $K - \alpha_1$ 衍射模型是通过对一个 $K - \alpha_1 + K - \alpha_2$ 衍射模型进行 $K - \alpha_2$ 数值剥

离过程得到的。双峰分离， δ_R ，应该被做为依赖于 2θ 的参数进行计算。看下面的公式：

$$I_{\alpha_2}(2\theta) = R_{int} I_{\alpha_1}(2\theta - \delta_R) \quad (E.5a)$$

其中

$$R_{int} \approx 0.5 \quad (E.5b)$$

$$\delta_R = 2 \arcsin(R_{\text{wav}} \sin \theta_{\alpha_1}) - 2\theta_{\alpha_1} \quad (\text{E.5c})$$

$$R_{\text{wav}} = \frac{\lambda_{\alpha_2}}{\lambda_{\alpha_1}} \quad (\text{E.5d})$$

R_{int} 的取值应该写出来。

如果 $K - \alpha_2$ 剥离会在解决方案中引入不确定因素，特别是如果在线的两面没有足够的可以得到的背景噪音的时候，那么就不要再进行 $K - \alpha_2$ 剥离。

E.2 确定衍射峰的位置

E.2.1 重心法

E.2.1.1 古典重心法

通过计算重心（又称图心）来确定衍射峰的位置。阈值以上的分布图的图心 $\langle 2\theta \rangle$ 定义如下：

$$\langle 2\theta \rangle = \frac{\sum_{i=2\theta-\min}^{2\theta-\max} 2\theta_i I_i(2\theta_i)}{\sum_{i=2\theta-\min}^{2\theta-\max} I_i(2\theta_i)} \quad (\text{E.6})$$

其中

2θ 是衍射角，X 射线入射线和眼射线之间的夹角；

$I(x)$ 是净强度

阈值作为净峰高（峰高减去背景噪音）的百分比给出，标志峰值两边的起始角和终止角。阈值取得太低会导致该方法不稳定。推荐阈值为 20%。

E.2.1.2 重心集中法（质心法）

这是古典重心法的一个变体。

迭代滑动重心法在一个角度范围内使用强度来计算重心的位置。依据 2θ 的范围进行第一次计算之后，这个范围被集中到第一步中找到的衍射峰的位置上，从而计算出一个新的重心。这个步骤经过迭代计算，一直到衍射峰的位置与给定的精确值一样，并且不再变化为止。角度范围的初始值以强度阈值的形式给出。一个太低的阈值会使这个方法变得不稳定。推荐初始阈值为 20%。

E.2.1.3 滑动重心法

这是古典重心法的另外一个变体。这个迭代滑动重心法使用 20% 和 80% 的强度阈值来计算重心的位置。对于每个阈值计算一个应力值和其标准偏差。在第二步

中，使用应力值对应的标准偏差对重心位置进行加权处理，然后求平均值。从最终的重心位置可以计算出其最终的应力值。

这个方法可以简单地侦测可疑的测量和计算，因为那些状况通常会引起一个巨大的应力值标准差，或者一个应力值对强度阈值的系统性依赖。此外，从静止的观点来看[14]，这个方法可以自动对评估参数进行优化提炼。

E.2.2 抛物线拟合法

不推荐 3 点的抛物线拟合。

推荐抛物线方程需符合最大强度的 85% 数据点，至少有 5 个点。

E.2.3 函数拟合法

EN 13925-2: 2003，附录 D 给出了横断面图方程的定义。

当使用一个拟合程序时，必须记住：使用越多的参数可以越好的描绘出曲线，但是算法不稳定的风险也会越大。必须彻底的探查稳定性问题。

建议在拟合横断面方程的同时，对参与背景噪音影响也进行拟合处理。

当以下参数表现出不稳定性的时候，建议丢弃它们：残余背景噪音斜度，不对称参数和分布图形状参数。假使 Pearson VII 和 Pseudo-Voight 方程的分布形状参数表现出不稳定性，那么建议使用一个更好的具有固定形状的横断面图拟合方程：高斯，洛伦兹，修改的洛伦兹，或者中级洛伦兹。

E.2.4 X%高度理论宽度中值

衍射峰的振幅可以由 X% 高度理论中的最大峰值决定。峰点左右两侧的直线可以决定这个振幅。振幅的中点可以在衍射峰位置找到。采用最常用的方法来决定 X% 高度理论中振幅的中点。另一个常用的方法是用高度的三分之二决定振幅中点。其它方法也是可能的。

E.2.5 交相关法

一条衍射峰 (I_j) 的位置是相对于一条参考衍射峰 (I_{ref}) 而言的。建议参考线选取应力测量中强度最大的衍射峰。交相关函数定义为：

$$F_{ref,j}(\Delta 2\theta) = \int I_{ref}(2\theta) I_j(\Delta 2\theta - 2\theta) d(2\theta) \quad (E.7a)$$

这里，函数 $F_{ref,j}(\Delta 2\theta)$ 最大值决定了衍射峰的波动 $\Delta 2\theta_{ref,j}$ 。函数 $F_{ref,j}(\Delta 2\theta)$ 可以用来评估一条待评估衍射峰强度阈值的所有测量点。建议阈值取净最大强度的 20%。

交相关法仅仅给出了衍射峰波动。建议采用其它衍射峰决定法来评价参考衍射峰的绝对位置。

那么衍射峰 I_j 的位置就是：

$$2\theta_j = 2\theta_{ref} + \Delta 2\theta_{j,max} \quad (E.7b)$$

这个用来决定参考衍射峰位置的方法应该和函数（如果存在）以及隐含的参数值一起被明确指出。

E.3 衍射峰位置的修正

E3.1 概述

衍射峰位置可以有选择的被修正为由残余失调和透明效果引起的衍射峰波动。这种修正可以在测量衍射峰波动的基础上或者在计算衍射峰波动的基础上进行。修正的顺序是没有关联的。应该报告所应用的修正。

E3.2 残余角度误差

在分析残余应力测量时，有两个相关的角度误差错误：样本替换和入射光束错位（径向 ω -法，轴向 χ 法）

衍射峰位置的修正应根据下面公式：

$$2\theta_{corr} = 2\theta_{meas} - \Delta 2\theta_{sp} - \Delta 2\theta_{eq} - 2\Delta\theta_{ax} \quad (E.8)$$

对于 ω 法：

$$\Delta 2\theta_{sp} = \frac{180}{\pi} \frac{2h_{sp,\omega}}{R} \frac{\sin \theta}{\sin \omega} \cos \theta \quad (E.8a)$$

$$\Delta 2\theta_{eq} = \frac{180}{\pi} \frac{2h_{eq}}{R} \frac{\sin(\omega - \theta)}{\sin \omega} \cos \theta \quad (E.8b)$$

$$\Delta 2\theta_{ax} = 0 \quad (E.8c)$$

对于 χ 法：

$$\Delta 2\theta_{sp} = \frac{180}{\pi} \frac{2h_{sp,\chi}}{R} \frac{1}{\sin \chi} \cos \theta \quad (E.8d)$$

$$\Delta 2\theta_{eq} = 0 \quad (E.8e)$$

$$\Delta 2\theta_{ax} = \frac{180}{\pi} \frac{2h_{ax}}{R} \frac{\sin \chi}{\sin(\chi)} \cos \theta \quad (E.8f)$$

在这里：

$2\theta_{corr}$ 是指修正后的衍射峰位置

$2\theta_{meas}$ 是指测量后的衍射峰位置

$\Delta 2\theta_{sp}$ 是指样本替换误差

$\Delta 2\theta_{eq}$ 是指径向入射光束错位误差（仅对 ω 法）

$\Delta 2\theta_{ax}$ 是指轴向入射光束错位误差（仅对 χ 法）

E.3.3 穿透深度修正

E.3.3.1 概述

由透明度效果引起的衍射峰波动可以计算出来。它首先需要对每次倾斜的信息深度进行计算。

这种修正应该根据下面的公式应用于每次衍射的衍射峰位置：

$$2\theta_{corr} = 2\theta_{meas} - 2\Delta\theta_r \quad (\text{E.9a})$$

E.3.3.2 ω 法

厚标本的信息深度是：

$$z = \frac{\sin^2 \theta - \sin^2(\omega - \theta)}{2\mu \sin \theta \cos(\omega - \theta)} \quad (\text{E.9b})$$

那么衍射峰的波动为：

$$\Delta 2\theta_r = \frac{-180}{\pi} \frac{2z}{R} \frac{\sin(\theta) \cos(\theta)}{\sin \omega} \quad (\text{E.9c})$$

在这里：

μ 是指线性衰减系数；

θ 是指布拉格角：这个角是衍射晶格基准面和入射光线间的夹角；

$(\omega - \theta)$ 是指偏移角；

z 是指信息深度；

R 指衍射半径。

E.3.3.3 χ 法

厚标本信息深度为：

$$z = \frac{\sin \theta \cos \chi}{2\mu} \quad (\text{E.9d})$$

衍射峰的波动：

$$\Delta 2\theta_r = \frac{-180}{\pi} \frac{2z}{R} \frac{\cos \theta}{\cos \chi} \quad (\text{E.9e})$$

在这里：

μ 是指线性衰减系数；

θ 是指布拉格角：这个角是衍射晶格基准面和入射光线间的夹角；

χ 是指倾斜角；

z 是指信息深度；

R 指衍射半径。

透明度校正通常是可以忽略不计的。它在线性吸收系数 μ 小于 200cm^{-1} 时起作用。

对于陶瓷，氧化物，轻金属以及使用铬，钴，铜辐射的聚合物时，这时 μ 是小于 200cm^{-1} 的，对于使用钨辐射的重金属，也是如此。

附件 F

数据采集方法概述

F.1 简介

在规范的正文中，只介绍了 3 个采集方法， ω 法， χ 法（单探测器），修改的 χ 法。前两个是因为它们广泛应用于工业和大学实验室中。第三个是因为使用在便携测角仪上。然而，其它方法是因为使用在特定目的而存在。本附件的目的是为用于 X 射线应力分析的方法提供一个采集方法的一般性描述。

一个采集方法是根据样本在采集过程中关于入射光束和衍射光束的方向而定义的。强化方向是根据与它的三个转动自由度相对应的三个角度而定义的。

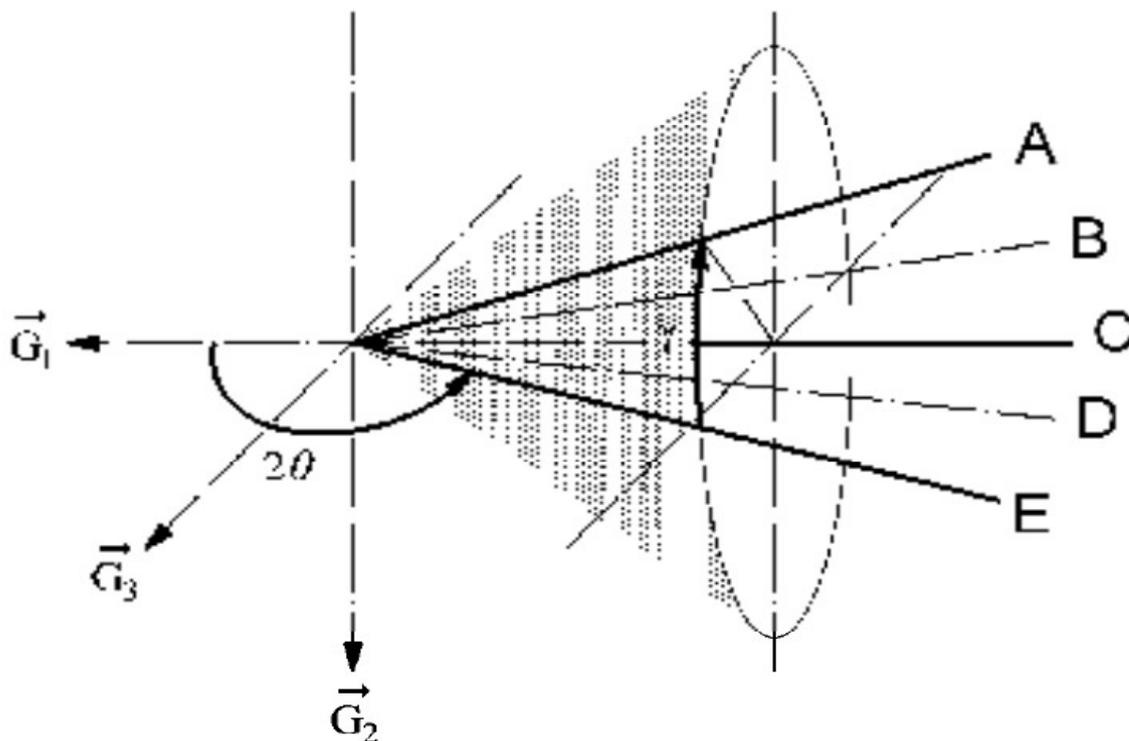
在 X 射线应力分析中，最基本的三个角度是 (Φ, Ψ, η) ，在这 Φ 和 Ψ 定义了测量方向 \vec{n} ， η 是围绕 \vec{n} 的旋转角度。然而，这个角度的设置也不是总是方便的。一般情况下，他们不对应与测角仪的角度。本附件的目的是给出使用角度 (Φ, Ψ, η) 时一个欧拉支架的两套角的关系。类似的方法可以用于其它任何种类的支架，比如卡帕支架。

F.2 定义

定义两个标准正交的参考系：

第一个称为试样参考系，记作 $(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$

- \vec{S}_3 方向垂直与试样表面并且方向朝外。
- \vec{S}_1 位于试样表面平面上并由操作者自由选取，习惯将它选取为平行于物理意义方向，比如轧制方向，加工方向，焊接方向等。
- \vec{S}_2 选取时要使参考系 $(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 正交。
- 如果试样表面是弯曲的，参考系在选择时应考虑测量点的切平面。



如图

$(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$ 测角仪参考系

θ 衍射锥体的方位角

A 衍射光束 ($y \neq 0$)

B ($y \neq 0$)

C 入射光束 ($y = 0$)

D ($y = 0$)

E 衍射光束 ($y = 0$)

图 F.1—衍射角 2θ 和 γ 的定义

第二个参考系叫测角仪参考系，记作 $(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$

— \vec{G}_1 平行于 x 射线入射光线，方向与光子的传播方向相同；

— \vec{G}_2 平行于测角仪的轴向方向；

— \vec{G}_3 选取时要使参考系正交。

两个参考系有共同原点，数据采集可以完全由两个参考系的方向定义，三组角定义如下：

第一组角叫作采样角，记作 Φ, Ψ, η ，它在穿透深度上与样本的机械状态有关。

这些角完全定义了试样的方向并且当一个角在参考系 $(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 上有意义时，也是有意义的。

— Φ 和 Ψ 是引申角，他们分别叫作方位角和倾斜角。在参考系 $(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 中，

它们定义弹性应变 $\varepsilon_{\Phi\Psi}$ 的测量方向，这个方向用单位向量 \vec{n} 表示。对于一个给定的晶面系列， Φ 和 Ψ 可以采样不同的能产生衍射峰的微晶。

— η 定义了一个围绕 \vec{n} 方向的转动。 η 的不同会引起穿透深度的不同（信息深度）。只有当试样的深度方向有应力梯度时， η 的不同也会引起 $\varepsilon_{\Phi\Psi}$ 的变化。

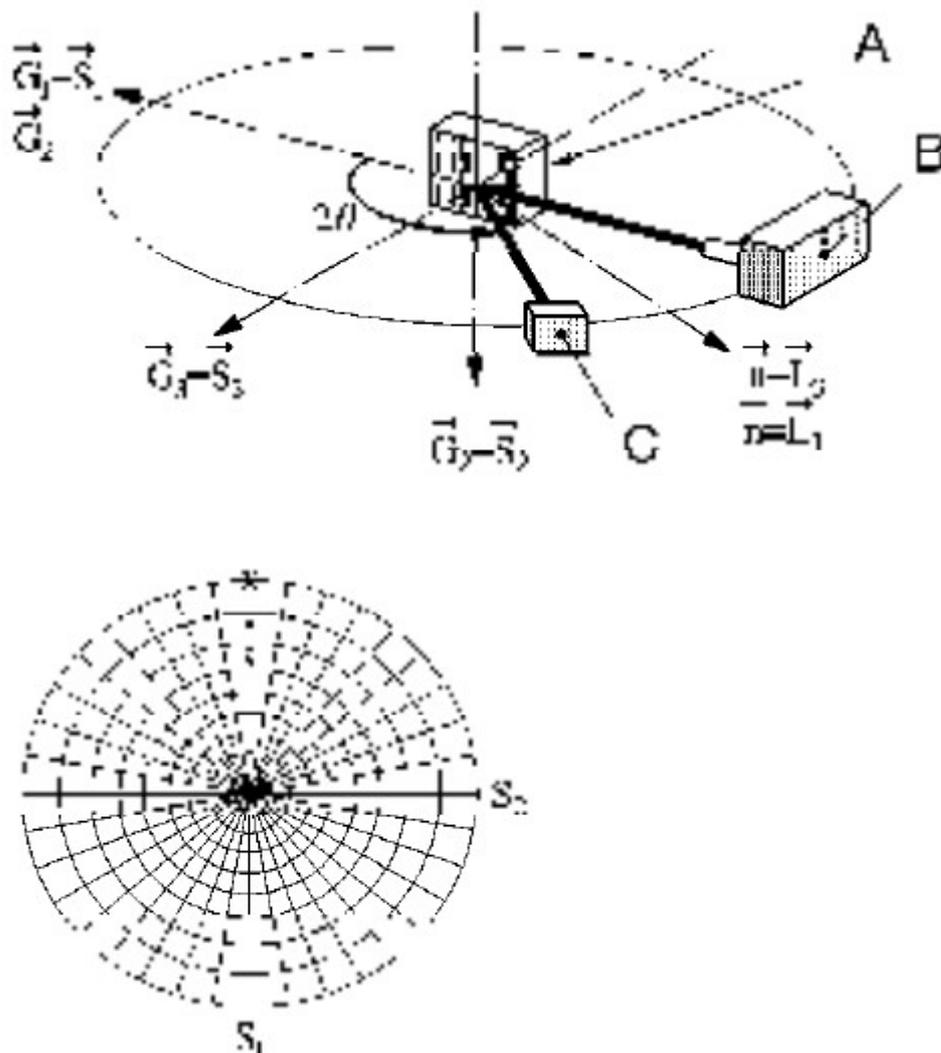
对给定的衍射条件和引申角时， η 会使样本表面下有不同的深度。

第二组角叫作 3 测角仪角 φ, χ, ω ，它们被用来确定试样在测角仪上的方位，当其中一个角在参考系 $(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$ 上时，这组角有意义。从参考位置看，试样通过三次转动后被带进测量位置。应当注意三次转动的顺序是很重要的。

— 与 \vec{G}_3 成 φ 角的转动

— 与 \vec{G}_1 成 χ 角的转动

— 与 \vec{G}_2 成 ω 角的转动



如图

$(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 参考系

- X 入射光线
- 开环 衍射光线
- 黑点 两光线的中点
- A 试样
- B x 射线光源
- C 探测器

图 F. 2 - 参考位置 ($\varphi = \chi = \omega = 0$)

参考位置入射光线与样本的平面平行并且两个参考系 $(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 和 $(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$

是叠加的。左边为透视图，右边立体图的 2θ 为 156°

第三组角叫作衍射角 θ 和 γ ，它们定义了衍射光束的方向：

- θ 叫作布拉格角，并且入射光线与衍射光线的夹角为 2θ 。
- 在一个多晶硅样本中，衍射光束形成了一个轴向锥体 \vec{G}_1 并且由 γ 能确定锥体中一条衍射光线的位置。测量方向为是入射光线和衍射光线的平分线方向。

下面，通过给出 Φ, Ψ 的表达式介绍了一种采集方法，其中 Φ, Ψ 是关于测角仪角 φ, χ, ω 和衍射角 θ 和 γ 的函数。穿透深度的表达式是以函数的形式给出的，它是衍射角与采样角的函数或衍射角与测角仪的函数。对于一个具有平坦表面的试样来说，穿透深度不是由角 φ 和 Φ 决定的。

通过对一些角赋予给定值，可以从一般方法中得到一个特定的采集方法。

F.3 不同获取方法概述

F.3.1 一般方法

Ψ 和 Φ 的表达式为：

$$\Psi = \arccos(\cos \gamma \cos \theta \cos \chi \cos \omega + \sin \gamma \cos \theta \sin \chi + \sin \theta \cos \chi \sin \omega) \quad (\text{F.1})$$

并且：

$$\begin{cases} \Phi = \varphi + \Delta\varphi \\ \Delta\varphi = \text{ArcTan} \left(\frac{-\sin \gamma \cos \theta \cos \chi + \cos \gamma \cos \theta \sin \chi \cos \omega + \sin \theta \sin \chi \sin \omega}{\cos \gamma \cos \theta \sin \omega - \sin \theta \cos \omega} \right) \end{cases} \quad (\text{F.2})$$

在这里：

Φ 和 Ψ 分别为方位角和倾斜角；

γ 是属于反射的衍射锥上的方位角

θ 是布拉格角

χ 是试样在 \vec{G}_1 方向上的方位。

ω 是试样在 \vec{G}_2 方向上的方位

φ 是试样在 \vec{G}_3 方向上的方位

$\Delta\varphi$ 是试样在 \vec{G}_3 方向上的附加转动。

所有的 0D (点状) 和 1D (位置感应) 探测器采集模型都能通过 $\gamma=0$ 来介绍。当使用 2D 探测器时, γ 对于表达沿探测器捕获的德拜环上不同的 Φ 和 Ψ 是很有必要的。穿透深度能够用采样角表示:

$$z = \frac{\cos^2 \psi \sin^2 \theta - \sin^2 \psi \cos^2 \theta \sin^2 \eta}{2\mu \sin \theta \cos \psi} \quad (\text{F.3})$$

或者用测角仪角来表示:

$$z = \frac{\cos \chi \sin \omega}{\mu} \left[\frac{\sin 2\theta \cos \gamma \cos \chi \cos \omega + \sin 2\theta \sin \gamma \sin \chi - \cos 2\theta \cos \chi \sin \omega}{\sin 2\theta \cos \gamma \cos \chi \cos \omega + \sin 2\theta \sin \gamma \sin \chi - \cos 2\theta \cos \chi \sin \omega + \cos \chi \sin \omega} \right] \quad (\text{F.4})$$

这里 z 指穿透深度。

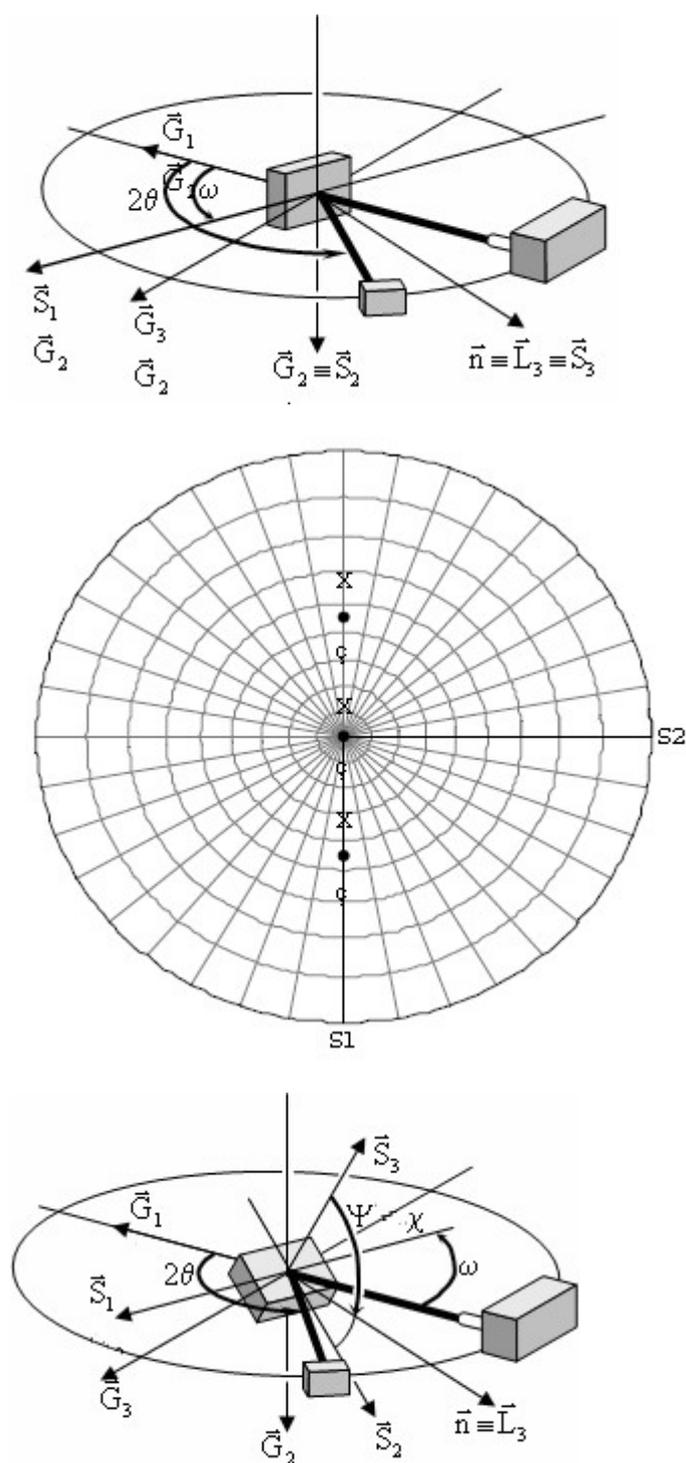
F.3.2 ω 法

这是一个数据采集模型, 是通过一个基本的 2 界粉末衍射仪和一个 0D 或 1D 探测器来获得的。在这种情况下, $\gamma=0$, $\chi=0$ 以及 $\eta=\pi/2$, 由公式 E.1 到 E.4 可得:

$$\begin{cases} \Psi = \omega - \theta \\ \Phi = \varphi \end{cases} \quad (\text{F.5})$$

穿透深度为:

$$z = \frac{\sin^2 \theta - \sin^2 \Psi}{2\mu \sin \theta \cos \psi} = \frac{\sin^2 \theta - \sin^2 (\omega - \theta)}{2\mu \sin \theta \cos (\omega - \theta)} \quad (\text{F.6})$$



如图

$(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 和 $(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$ 两个叠加参考系

L_3 垂直于衍射晶面

2θ 衍射角: X 射线入射光束和衍射光束之间的夹角

ω 是当 $\chi = 0$ 时 X 射线入射光束与试样表面之间的夹角

Ψ	是试样的垂线与衍射晶面垂线之间的夹角
X	为入射光束方向
开环	指衍射光束
黑点	指入射光束和衍射光束的中点

图 F. 3- $\Phi = 0$, 左边 $\Psi = 0$ 或 $\psi = 0$ ω 法的透视图. 右边为 $\Phi = 0$ 的立体图, 并且 Ψ 的 3 个值为: -45° , 0 , $+45^\circ$.

F3.3 Chi (χ) 法

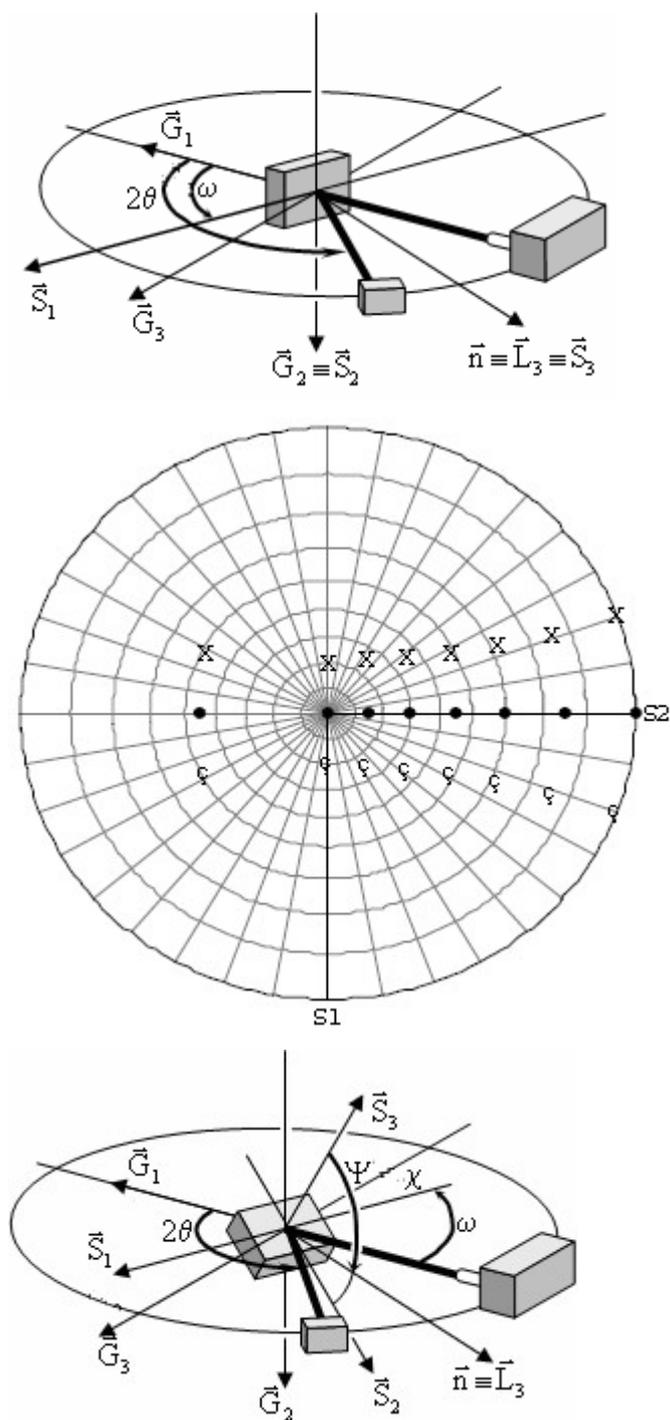
该模型是通过使用一个欧拉支架 χ 转动来获得倾斜角 ψ 和一个 0D 或 1D 探测器。

在这种情况下, $\gamma = 0$, $\omega = \theta$ 和 $\eta = 0$, 由公式 E.1 到 E.4 可得:

$$\begin{cases} \Psi = \chi \\ \Phi = \varphi + \pi/2 \end{cases} \quad (\text{F.7})$$

穿透深度为:

$$z = \frac{\sin \theta \cos \Psi}{2\mu} = \frac{\sin \theta \cos \chi}{2\mu} \quad (\text{F.8})$$



如图

$(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 和 $(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$ 两个叠加参考系

- L_3 垂直于衍射晶面
- 2θ 是衍射角, 是 X 射线入射光束和衍射光束之间的夹角
- ω 是当 $\chi = 0$ 时 X 射线入射光束与试样表面之间的夹角
- Ψ 是试样的垂线与衍射晶面垂线之间的夹角

X	为入射光束方向
开环	指衍射光束
黑点	指入射光束和衍射光束的中点

图 F. 4- $\Phi = 90^\circ$, 左边 $\Psi = 0$ 或 $\Psi = 0$ 或者 $\psi = 0$ 时 ω 法透视图. 右边为 $\Phi = 90^\circ$ 的立体图, 并且 Ψ 的 8 个值为: -45° , 0 , 15° , 30° , 45° , 60° , 75° 和 90° 。

F. 3. 4 组合倾斜法 (也称散射矢量法)

通常有几种方法对 Chi 模型中的参数 ω 赋值, 以确定穿透深度和视差。对于任意的 χ 、 φ 和 ω , ψ 和 Φ 的公式如 E.1 和 E.2 所示

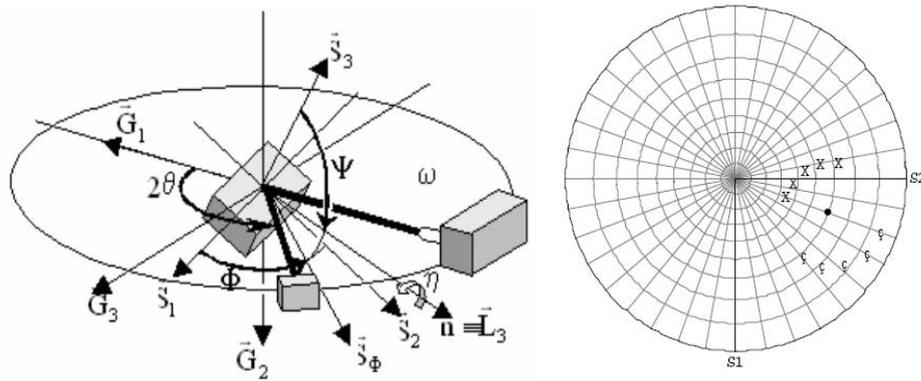
$$\left\{ \begin{array}{l} \Psi = \text{sign}(\omega - \theta) \text{ArcCos}(\cos \chi \cos(\omega - \theta)) \\ \Phi = \varphi + \Delta\varphi, \Delta\varphi = \text{ArcTan}\left(\frac{\sin \chi}{\tan(\omega - \theta)}\right) \end{array} \right. \quad (\text{F.9})$$

上式中 ψ 和 Φ 的数值在入射光线和衍射光线沿着测量方向 \vec{n} 旋转 η 角后形成的无限集合 (χ, φ, ω) 内发生变化。穿透深度的公式如 E.3 所示, 当 $\gamma = 0$ 时如 E.4 所示。

$$Z = \frac{\cos^2 \psi \sin^2 \theta - \sin^2 \psi \cos^2 \theta \sin^2 \eta}{2\mu \sin \theta \cos \theta} \quad (\text{F.10})$$

$$Z = \frac{\cos^2 \sin(2\theta - \omega) \sin \omega}{2\mu \sin \theta \cos(\theta - \omega)} \quad (\text{F.11})$$

随着 η 从 0° (χ 法则) 到 90° (ω 法则) 之间变化, 穿透深度 z 随之变化, 但 Φ 和 ψ 保持不变。



如图

$(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 和 $(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$ 的参考坐标系重叠

- L_3 : 垂直于衍射晶面 $\{hkl\}$
- 2θ : 衍射角，入射光线与衍射光线X-Ray之间的夹角
- ω : 入射光线X-Ray与试样表面在 $\chi = 0$ 时之间的夹角。
- ψ : 试样法向与衍射晶面法向之间的夹角。
- χ : χ 在垂直平面内的旋转角度，在 ω 和 2θ 之间变化
- X : 入射线
- (空心圆圈): 衍射光束
- (实心圆圈): 入射线和衍射峰的角平分线。

图F.5左为 $\Phi = 70^\circ$ ， $\psi = 60^\circ$ ， $\eta = 22.5^\circ$ 时的，透视图，右图球坐标平面对应 $\Phi = 70^\circ$ ， $\psi = 60^\circ$ ， η 为 0° 、 22.5° 、 45° 、 67.5° 、 90° 。

F3.5 修正的Chi法

该模型通常由传感器对称布置在入射线两侧的便携式测角仪进行测量。 $\omega = \pi/2$ ，因此当 $\chi = 0$ 时入射线垂直于试样表面。 χ 和 ϕ 用于改变测量测量方向。双测量仪的使用可以用 $\Delta\phi$ 进行误差补偿，因此当 $\Psi \approx \chi$ 时较小的系统误差 $\sin \Psi^2$ （很容易纠正）。对于传感器1: $\gamma = 0$ ，对于传感器2: $\gamma = \pi$ 。

$$\text{传感器1: } \left\{ \begin{array}{l} \Psi = \text{ArcCos}(\cos \chi \sin \theta) \\ \Phi = \varphi + \frac{\pi}{2} + \Delta\varphi, \Delta\varphi = \text{ArcTan}\left(\frac{-1}{\sin \chi \tan \theta}\right) \end{array} \right. \quad (\text{F.12})$$

$$\text{传感器2: } \left\{ \begin{array}{l} \Psi = \text{ArcCos}(\cos \chi \sin \theta) \\ \Phi = \varphi + \frac{\pi}{2} + \Delta\varphi, \Delta\varphi = \text{ArcTan}\left(\frac{1}{\sin \chi \tan \theta}\right) \end{array} \right. \quad (\text{F.13})$$

F.12和F.13表明 $\Delta\varphi$ 相互抵消，因此把两个传感器测量的应力平均后 $\Delta\varphi$ 就会消失，测量值表达式如下：

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2} S_2^{\{hk\}} \sin^2 \theta \sin^2 \chi (\sigma_\phi - \sigma_{33}) + \frac{1}{2} S_2^{\{hk\}} \sin^2 \theta \sin 2\chi \tau_\phi + K \quad (\text{F.14})$$

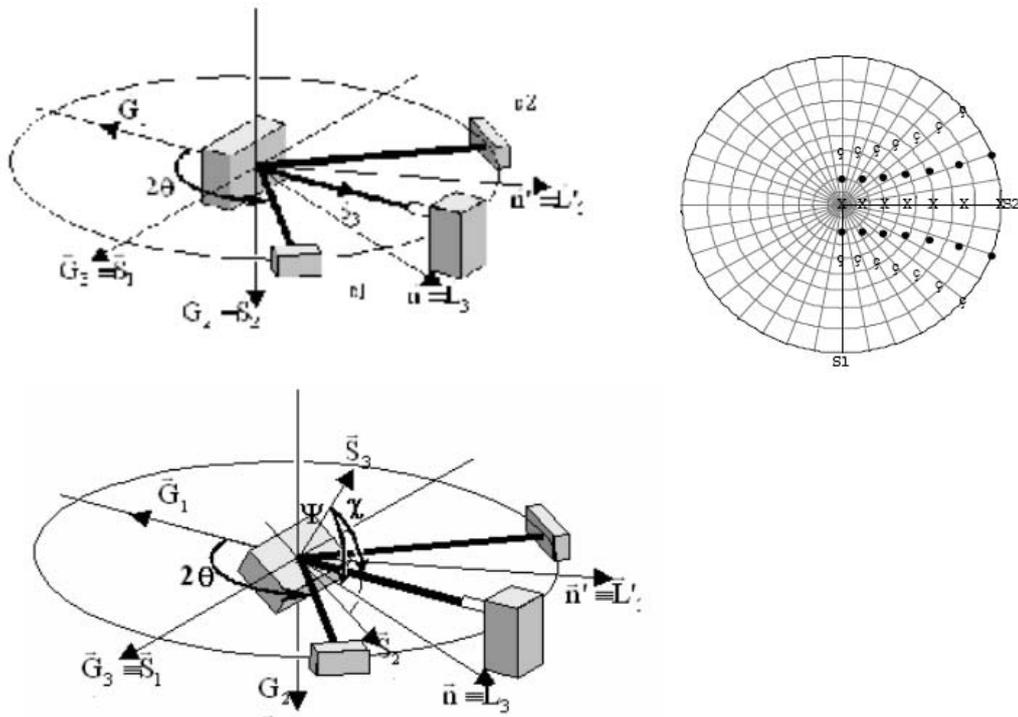
上式中，

$$K = S_1^{\{hk\}} \text{Tr}(\sigma) + \frac{1}{2} S_2^{\{hk\}} (\sin^2 \theta \sigma_{33} + \cos^2 \theta \sigma_{\phi+\pi/2}) \quad (\text{F.14bis})$$

上述方程可以通过把 Ψ 替换成 χ ，把正应力和剪应力写成 $\sin^2 \theta$ 形式。两个传感器的穿透深度相同，表达式为：

$$Z = \frac{\cos \Psi (2 \sin^2 \theta - 1)}{2\mu \sin^3 \theta} = \frac{\cos \chi (1 - \cot^2 \theta)}{2\mu} \quad (\text{F.15})$$

值得注意的是两个传感器所测的衍射微晶并不相同，这是由试样的纹理和较大微晶尺寸所导致的结果。



如图

$(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 和 $(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$ 的参考坐标系重叠

L_3 :	垂直于衍射晶面 $\{hkl\}$
2θ :	衍射角, 入射光线与衍射光线X-Ray之间的夹角
ω :	入射光线X-Ray与试样表面在 $\chi = 0$ 时之间的夹角。
ψ :	试样法向与衍射晶面法向之间的夹角。
χ :	χ 在垂直平面内的旋转角度, 在 ω 和 2θ 之间变化
X :	入射线
○ (空心圆圈):	衍射光束
● (实心圆圈):	入射线和衍射峰的角平分线。
D1:	传感器1
D2:	传感器2

Figure F.6 - 左图为修正Chi法的透视图, 起始位置 $\omega = 90^\circ, \varphi = \chi = 0^\circ$ 。

$\chi = 60^\circ, \varphi = 0^\circ$ 。(下图) 对应 \vec{S}_2 测量方向, 两个传感器测量的应变值平均后, 旋转至 $\Phi = 90^\circ$; 右图球坐标平面对应 $2\theta = 140^\circ, \omega = 90^\circ, \varphi = 0^\circ$, χ 取 0° 、 15° 、 30° 、 45° 、 60° 、 75° 、 90° 七个值。

从上图可以看出 Ψ 总是大于 χ 的值, 对于传感器1而言 Ψ 在 20° 到 90° 之间变化, 而 χ 再 0 到 50° 之间变化; 传感器2而言 Φ 在 180° 至 130° 之间变化。

F3.6 低入射角法

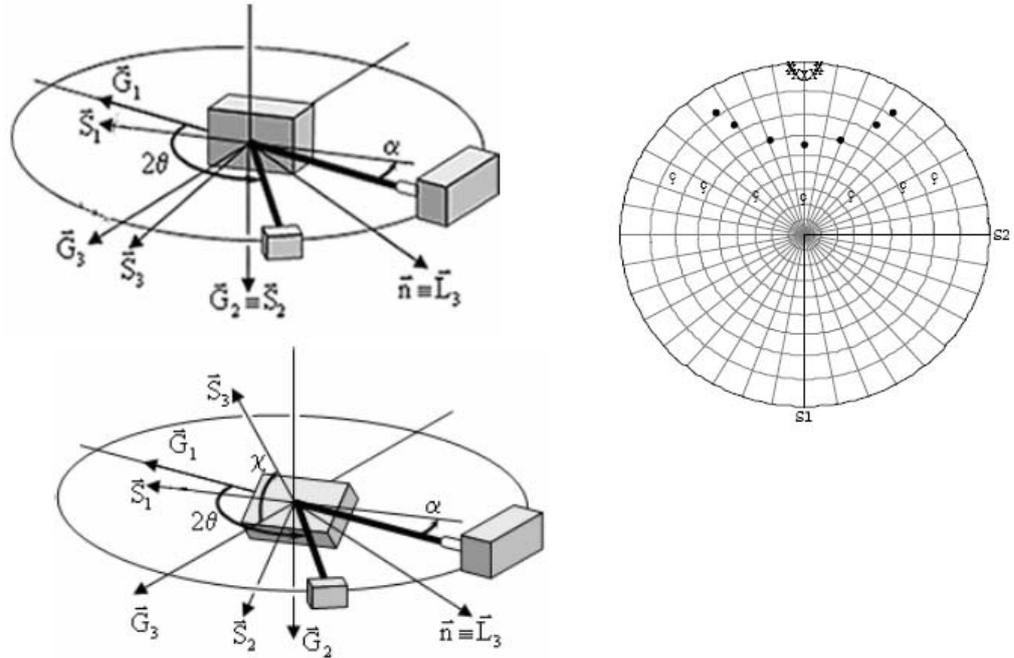
该方法用于获得较浅的入射深度和较宽的辐射表面, 通过把角度 ω 设定为在 2° 到 5° 之内的 α , χ 和 φ 发生转动以改变测量方向。

$$\left\{ \begin{array}{l} \Psi = \text{ArcCos}(\cos \chi \cos(\alpha - \theta)) \\ \Phi = \varphi + \Delta\varphi, \Delta\varphi = \text{ArcTan}\left(\frac{\sin \chi}{\tan(\alpha - \theta)}\right) \end{array} \right. \quad (\text{F.16})$$

当 $\omega = \alpha$ 时, 穿透深度可由E.11得出, 表达式如下:

$$Z = \frac{\cos \chi \sin(2\theta - \alpha) \sin \alpha}{2\mu \sin \theta \cos(\theta - \alpha)} \tag{F.17}$$

另一种定义该模型的方法是：让 α 的值在试样表面和入射线之间的角度范围内变化，即保证关系式： $\sin \alpha = \cos \chi \sin \omega$ 成立。



如图

$(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 和 $(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$ 的参考坐标系重叠

- L_3 : 垂直于衍射晶面 $\{hk\}$
- 2θ : 衍射角，入射光线与衍射光线X-Ray之间的夹角
- ω : 入射光线X-Ray与试样表面在 $\chi = 0$ 时之间的夹角。
- ψ : 试样法向与衍射晶面法向之间的夹角。
- χ : χ 在垂直平面内的旋转角度，在 ω 和 2θ 之间变化
- X : 入射线
- (空心圆圈): 衍射光束
- (实心圆圈): 入射线和衍射峰的角平分线。

图F.7 — 左上图为低点入射模型，起始位置各参数值为（左上图）：

$\omega = \alpha, \beta = \varphi = 0$ ；下图为 $\chi = 60^\circ, \varphi = 0$ ；右图球坐标平面对应

$\omega = \alpha = 5^\circ, 2\theta = 120^\circ$, χ 对应 -75° 、 -60° 、 -30° 、 0° 、 30° 、 60° 、 75° 七个值。

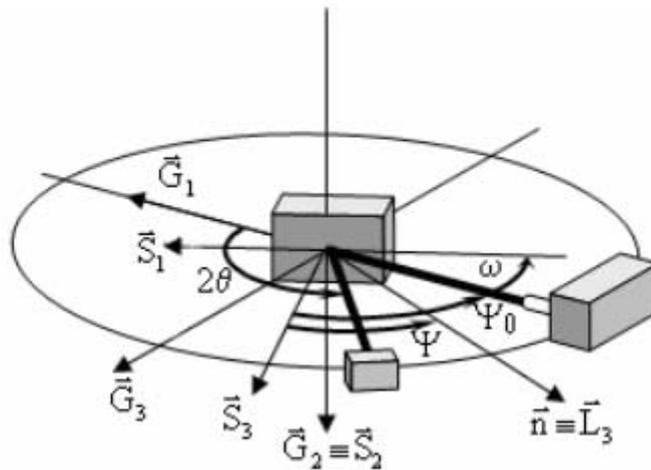
从上图可以看出： Ψ 从 55° 到 82° 内发生变化，而 Φ 在 146° 到 214° 内同步变化。

F3.7 修正的omega法

该方法同样适用于便携式测角仪，并且与omega法十分相似，只是测角仪上的 Ψ_0 角度必须在试样平面与入射角之间变化。

$$\begin{cases} \psi = \psi_0 + \frac{\pi}{2} - \theta \\ \Phi = \phi \end{cases} \quad (\text{F.18})$$

入射深度值Z见式F.6。



如图：

(S_1, S_2, S_3) 试样坐标系

$(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$ 测角仪参考系

(L_1, L_2, L_3) 实验坐标系

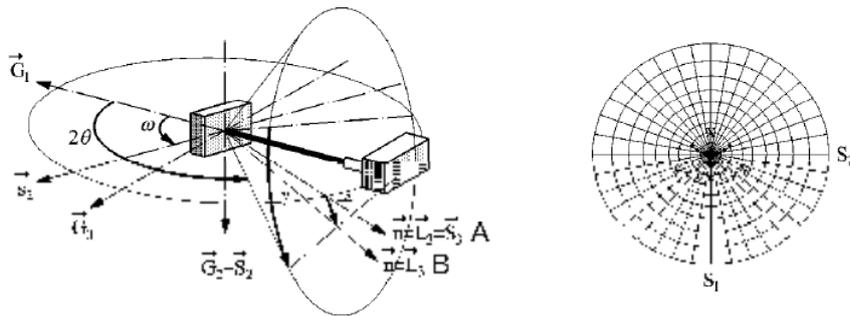
2θ 衍射角度，入射光线与衍射光线之间的夹角。

图F.8 — 修正的omega法透视图

通过与F.3图对比可知，两种方法只有 ψ 不同。

F3.8 二维检测器的使用

使用二维探测器可以获得完整的衍射晶锥（又称拜德环），也就是较大范围内的 χ 值，根据F.1和F.2方程可知，这同样对应较大范围的 Φ 和 ψ 。理论表明一次测量就能得到精确的应力分量，但实际上由于 ψ 的测量范围太小而无法给出合理的精确值，因此建议至少给出两组 χ, ω, φ 值，其一般表达式见F.1至F.4。



如图

$(\vec{S}_1, \vec{S}_2, \vec{S}_3)$ 和 $(\vec{G}_1, \vec{G}_2, \vec{G}_3)$ 的参考坐标系重叠

- L_3 : 垂直于衍射晶面 $\{hkl\}$
- 2θ : 衍射角，入射光线与衍射光线X-Ray之间的夹角
- ω : 入射光线X-Ray与试样表面在 $\chi = 0$ 时之间的夹角。
- χ : χ 在垂直平面内的旋转角度，在 ω 和 2θ 之间变化
- α : ω 在 $(2-5)^\circ$ 变化的值
- X : 入射线
- (空心圆圈): 衍射光束
- (实心圆圈): 入射线和衍射峰的角平分线。
- A: $y = 0$
- B: $y \neq 0$

图F.9 $\omega = \theta = 70^\circ, \chi = \varphi = 0^\circ$ 时，二维探测器测量法的测量图

图F.9所示为平面探测器，但也有圆柱型探测器。当 γ 在 -45° 到 $+45^\circ$ 变化时，探测器扫过部分晶锥面。右图为 $\omega = \theta = 70^\circ, \varphi = 0^\circ$ ， γ 取 -60° 、 -45° 、 -30° 、 -15° 、 0° 、 15° 、 30° 、 45° 时的测量台。从图中看出在 $\chi = 0$ ，当 ψ 从 0° 到 20° 之间发生变化时， Φ 在 -90° 到 90° 之间同步变化； $\chi = 40^\circ$ ，当 ψ 从 22° 到 58° 之间发生变化时， Φ 在 90° 到 115° 之间同步变化。

F.4 Φ 和 ψ 的选取

当 Φ 只取一个值进行测量时，对于双轴应力状态倾角 ψ 至少取为2个值，对于三向应力状态该倾角 ψ 取3个值。然而实际的样品效应与材料的微观结构有关，因此通常认为这个最小值是不准确的。现在的标准规定对于双轴应力状态而言，倾角 ψ 取4组或者5组值，三向应力状态 ψ 取7组值。

在张量分析中同样存在这样的问题，对于 (Φ, ψ) 而言，至少取6组数和3个独立的 Φ 方向，通常有几种方法选择 Φ ，最常用的为：

$$\Phi = 0, 45^\circ, 90^\circ, \quad \psi \text{ 取正负值均可} \quad (\text{F.19})$$

然而从球坐标平面投影可以看出，这并不是最佳的方法，即：测量方向没有在立体角内尽可能的均匀发散。如果 Φ 选择三个方向，较佳的一组为：

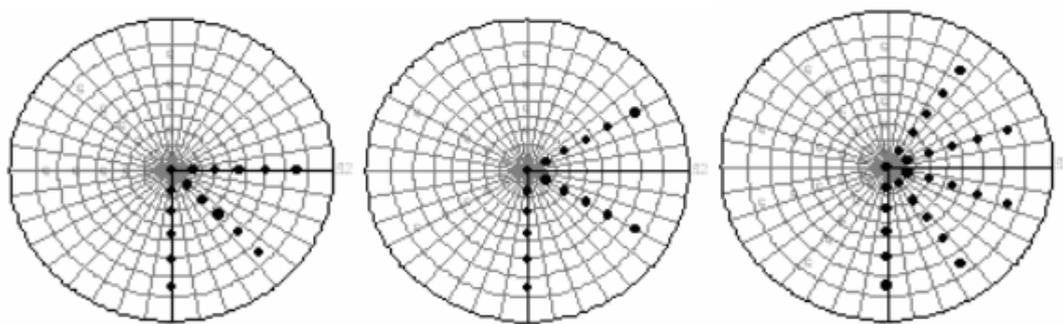
$$\Phi = 0, 60^\circ, 120^\circ, \quad \psi \text{ 取正负值均可} \quad (\text{F.20})$$

F.19和F.20都存在相同的问题，如果测量前主应力已知，那么采用F.19；如果测量前主应力未知，采用F.20

当然也可以选择多余三个方向进行测量。为了计算应力分量的不确定性，需要检查测量结果的一致性，这样可以提高整体测量结果的准确性。建议至少选择4个 Φ 方向，如果用 n 表示测量方向的个数，测量角 Φ 的表达式为：

$$\Delta\Phi = 180^\circ / n \quad (\text{F.21})$$

比如：对于5个 Φ 方向， Φ 的值可以取 0° 、 36° 、 72° 、 108° 、 144° 。

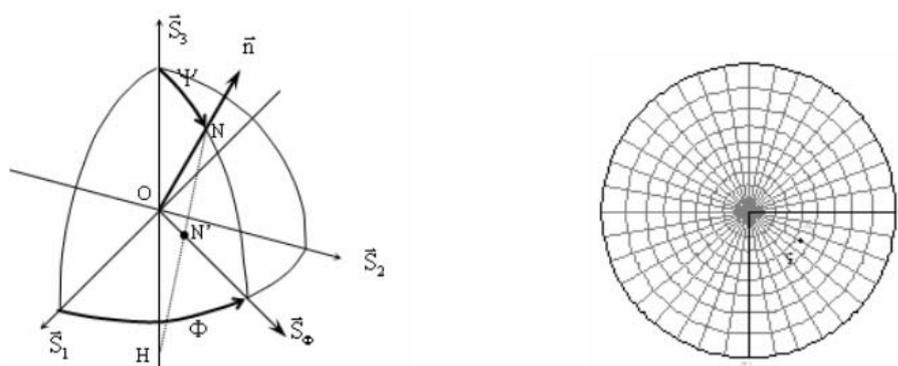


图F.10 选择不同 Φ 方向的立体图

左图为根据F.19选择的三个方向，中间是根据F.20和F.21选择的三个方向，右图为根据F.21选择的五个方向。

F.5立体投影

立体投影用于准确表达源于试样原点的各种方向（如晶体方向、测量方向、入射线和衍射峰方向），并假定试样的原点与参考系 (S_1, S_2, S_3) 严格重合。这些方向向量相交组成半径为 R ，球心为 O 的球，交点从该球的南极点 H 投影到试样的 (S_1, S_2) 平面内。



如图

(S_1, S_2, S_3) : 试样坐标系

H: 球的南极点

Φ : 试样平面与垂直于晶面的投影平面之间的夹角。

ψ : 试样法线与衍射晶面法线的夹角

图F.11 $\Phi = 60^\circ, \psi = 45^\circ$ 时的立体投影图（右）

图F.11中 Φ 可以在投影图中直接读出， ψ 可以沿着投影圆的半径读出，左图中只显示了1/8球。

例如：沿着由 Φ 和 ψ 设定的 \vec{n} 方向投影， \vec{n} 与球相交于N点，先HN与平面 (S_1, S_2) 相交于 N' 点， N' 在参考系 (\vec{S}_1, \vec{S}_1) 下的坐标为：

$$\begin{cases} x = R \cos \Phi \tan\left(\frac{\Psi}{2}\right) \\ y = R \sin \Phi \tan\left(\frac{\Psi}{2}\right) \end{cases} \quad (\text{F.22})$$

为了更方便的使用球面投影，对 Φ 和 ψ 每 10° 做出一个标记， \vec{S}_3 （对应 $\psi = 0^\circ$ ）表示位于投影圆的中心，而 $\psi = 90^\circ$ 位于投影圆的外边界。因此图F.10中的 $\Phi(60^\circ), \psi(90^\circ)$ 就能够从图中快速而准确的读出，与相对较模糊的透视图相比，入射线（X）与衍射光线（白点）之间的夹角也十分清晰明了。

附录G

正应力测量步骤和专用应力测量步骤

G.1 简介

附录简要介绍专用应力测量程序的基本概念，以保证在接下来的章节里这些概念清晰准确。

G.2 概述

G.2.1 简介

定义并描述了两种应力测量方法，按照这些标准测得的结果简称“标准应力测试”。

- a) 正应力测量方法用于试样的应力状态未知，也没有经过评估和测试。
- b) 专用应力测量方法用于一系列相似的试样以减少测量程序

专用应力测试的引用能够符合和满足应力测试，比如质量控制和应力映射，而且应该保证两种测量方法所测得的结果方便处理和验证。

G.2.2 单样品正应力测量步骤

该部分测量方法在7.1—7.4节中已经讲述。

G.2.3 非常相似样品专用应力测量步骤

如果试样的应力状态、化学成分、内部纹理以及微观结构与其应力值没有很大关系，那么这些试样就成为“相似试样”。

对于实验室的相似试样，可以采用专用应力测量程序来定义和描述。为了符合这个标准，采用专用应力测试程序的试样应该同时采用正应力测量程序和专用应力测试程序进行测量以验证专用应力测量程序的准确性。验证过程需要：

- 1) 验证程序应对几个试样进行测量以确定允许的应力值范围。
- 2) 在开始进行专用应力测试程序和测试试样之前，应根据6.5和6.6节的规定校准测量仪器。
- 3) 应证明专用应力测量的结果是合理的并且满足使用要求，比如所减少的测量程序是合理得到验证的

应根据预期的结果定义允许的偏差（比如 $\varepsilon_{\phi\Psi}$ 相对于 $\sin^2 \Psi$ 的直线度，剪应力结果，峰值带宽等），这些结果与应力测定密切相关。即使测试过程中观察到不合理的偏差，也同样必须遵循这些原则。

如果专用应力测量程序遵循以上几点，那么所测得的结果就是可接受的而且符合标准的。

译者结语

自 1971 年美国汽车工程师学会发布第一个行业标准 SAE J784a “Residual Stress Measurement by X-Ray Diffraction”和 1973 年日本材料学会颁布第一个国家标准 JSMS-SD-10-73 “Standard Method for X-ray Stress Measurement”以来，作为一种无损检测技术，X 射线衍射法测定残余应力得到了越来越广泛的应用，技术手段也日益成熟。为反映最新的技术进步和成熟的测试方法，欧盟标准委员会（CEN）于 2008 年 7 月 4 日批准了新的 X 射线衍射残余应力测试标准 EN 15305-2008 “Non-destructive Testing - Test Method for Residual Stress analysis by X-ray Diffraction”，该标准于 2009 年 2 月底在所有欧盟成员国正式施行。与之相呼应，美国试验材料学会（ASTM）也于 2010 年 7 月发布了最新的美国标准版本 ASTM E915-10 “Standard Test Method for Verifying the Alignment of X-Ray Diffraction Instrumentation for Residual Stress Measurement”。

欧盟标准比较全面、细致系统阐述了 X 射线衍射法残余应力分析的原理、测定方法、材料特性、仪器选择和常见问题处理等方面的内容，该标准的特点是系统性强、针对性广、理论联系实际。现把该标准翻译整理出来，介绍给国内同行，以利于借鉴欧美在残余应力分析方面的先进技术和成熟的经验，促进该技术在中国的推广应用，提高我国的技术装备质量和工艺水平。

由于译者水平有限，不当之处在所难免，有条件的读者请参照原文理解。

爱派克测试技术(上海)有限公司
2012 年元月

残余应力分析仪



型号：LXR，大功率，2000W，
可测单晶定向、单晶应力、多晶应力

满足最新的欧盟标准EN15305-2008
和美国标准ASTM E915-10，采用不
假定剪切应力为零的完整应力方程和椭圆
拟合方法，在测量正应力的同时测量
剪切应力。



型号：iXR，便携式，300W，
整套设备重约30公斤

