



中华人民共和国国家标准

GB/T 7704—20XX
代替GB/T 7704—2008

无损检测 X射线应力测定方法

Non-destructive testing — Practice for residual stress measurement by X-ray

(报批稿)

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

目 录

前 言	4
1 范围	5
2 规范性引用文件	5
3 术语和符号	5
3.1 术语	5
3.1.1	5
残余应力 residual stress	5
3.1.2	5
衍射峰 diffraction peak	5
3.1.3	5
衍射角 2θ ($^{\circ}$) diffraction angle	5
3.1.4	5
半高宽 ($^{\circ}$) full width at half maximum (FWHM)	5
3.1.5	5
衍射晶面方位角 ψ ($^{\circ}$) azimuth angle of diffraction crystal plane	5
3.1.6	5
应力方向平面 (ψ 平面) stress direction plane	6
3.1.7	6
扫描平面 (2θ 平面) scanning plane	6
3.2 符号	6
4 应力测定原理	7
4.1 应力测定基本原理	7
4.2 平面应力分析	9
4.3 三维应力分析	10
5 测定方法	11
5.1 概述	11
5.2 同倾固定 ψ_0 法 (ω 法)	12
5.3 同倾固定 ψ 法 ($\theta-2\theta$ 扫描法)	14
5.4 侧倾法 (χ 法)	15
5.5 双线阵探测器侧倾法 (修正 χ 法)	16
5.6 侧倾固定 ψ 法 (即 $\theta-\theta$ 扫描 ψ 法)	18
5.7 摆动法	18
6 仪器	19
6.1 基本要求	19
6.2 X射线管的配备	19
6.3 探测器	19
6.4 测角仪	19
6.5 仪器的校验与合格认证	20
7 试样	20
7.1 试样及其材料特性	20
7.1.1 概述	20
7.1.2 试样材质参数	20
7.1.3 试样的形状、尺寸和重量	21
7.1.4 材料的均匀性	21

7.1.5	材料的晶粒和相干散射区大小	21
7.1.6	材料的织构度	21
7.1.7	试样的 X 射线穿透深度	21
7.1.8	涂层和薄膜	22
7.2	试样的处理	22
7.2.1	测试点的表面状态和处理方法	22
7.2.2	测定应力沿层深分布的试样处理方法	22
7.2.3	大型或复杂形状工件的测试及表面处理方法	22
8	测定程序	23
8.1	测定条件和参数的选择	23
8.1.1	测定方法的选择	23
8.1.2	定峰方法的选择	23
8.1.3	照射面积的选择	23
8.1.4	辐射、衍射晶面和应力常数的选择	24
8.1.5	ϕ 角及 ψ 角的选择	25
8.1.6	2θ 范围的选择	26
8.1.7	扫描步距的选择	26
8.1.8	采集时间的选择	26
8.2	测试点定位	26
8.2.1	对准测试点	26
8.2.2	对准应力方向	26
8.2.3	对准标定距离	26
8.2.4	校准 ψ 角或 ψ_0 角	27
8.3	测量过程及注意事项	27
8.4	数据处理	27
8.4.1	概述	27
8.4.2	背底校正	27
8.4.3	强度因子校正	27
8.4.4	定峰	27
8.4.5	应力值计算	27
8.4.6	应力值不确定度计算	28
9	实验报告	29
10	测定结果评估	29
10.1	概略性评估	29
10.2	测定不确定度分析	30
10.2.1	概述	30
10.2.2	由试样材料问题引入的不确定度分量	30
10.2.3	由测定设备系统问题引入的不确定度分量	30
10.2.4	由随机效应引入的不确定度分量	30
10.3	测定不确定度定量评估	31
附录 A	X 射线应力数据处理方法	32
A.1	射峰背底校正	32
A.2	强度因子校正	32
A.2.1	吸收因子	32
A.2.2	洛伦兹-偏振因子 LP	32
A.3	定峰方法	33
A.3.1	半高宽法	33

A. 3.2 抛物线法.....	33
A. 3.3 重心法.....	34
A. 3.4 交相关法 (Cross-correlation method)	34
A. 3.5 函数拟合法	35
附录 B 无应力参照样品及设备检定	36
B. 1 简介.....	36
B. 2 无应力参照样品.....	36
B. 2.1 概述.....	36
B. 2.2 无应力标样准备.....	36
B. 2.3 测量方法.....	36
B. 2.4 设备无应力样品检测的认可准则.....	36
B. 3 应力参照样品 (LQ/ILQ) 及设备认证.....	37
B. 4 特性参数的评估.....	37
B. 5 实验室间认可 (ILQ) 应力参照标样.....	37
B. 6 ILQ 应力参考样本的设备资格认证	37
B. 7 合格设备的性能验证.....	38
附录 C 主应力和主应力方向的计算	40
附录 D 穿透深度修正	41
附录 E 实验法测定 X 射线弹性常数 XEC	42
E. 1 试验方法.....	42
E. 2 样品	42
E. 3 加载设备的校准和样品的调整	42
E. 4 衍射仪测量	43
E. 5 XEC 的计算.....	43
附录 F 等强度梁法实验测定 X 射线弹性常数和应力常数 K.....	44
附录 G 衍射峰半高宽	46
附录 H 使用 X 射线应力仪测定残余奥氏体含量.....	48
H. 1 测量原理.....	48
H. 2 R 值的计算	49
H. 3 测量和计算方法.....	50
H. 4 测试技术要点和注意事项.....	52
H. 4.1 衍射线条的选择和在不同 Φ 角和 Ψ 角测量.....	52
H. 4.2 入射准直管和接收狭缝的选择.....	52
H. 4.3 扫描范围的确定.....	52
H. 4.4 扫描步距、计数时间和多次重复测量法.....	53
H. 4.5 测试点表面状态的影响.....	53

前 言

本标准按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 7704—2008 《X 射线应力测定方法》。与 GB/T 7704—2008 相比，主要变化如下：

- 修改采纳了国外最新标准的主要技术内容；
- 增加了相关的术语、定义和符号；
- 根据弹性力学和 X 射线衍射理论，从三维应力应变关系说明 X 射线应力测定的原理和方法；
- 采用更加准确的真应变表达式；
- 把 EN 15305 2008 实验方法中 ω 法、X 法与中国、日本等国家通行的同倾法、侧倾法统一起来，把国内外各种型号 X 射线应力测量设备纳入标准中；
- 增加了单个线阵探测器、双联线阵探测器和传统机械扫描式单点探测器的应用；
- 增加了测定结果的评估和测定不确定度各种影响因素的分析；
- 在附录中增加了 LQ 和 ILQ 应力参照样品的制备方法和评价原理；
- 在附录中增加了 X 射线弹性常数的实验测试方法；
- 在附录中提供了在平面应力状态下测定和计算主应力大小和方向以及切应力 τ_{xy} 的公式；
- 在附录中介绍了 X 射线衍射重要物理参量——衍射峰半高宽；
- 在附录中介绍了利用 X 射线应力仪测定钢中残余奥氏体含量的原理与方法。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为规范性附录，其他为资料性附录。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国无损检测标准化技术委员会（SAC/TC 56）归口。

本标准主要起草单位：上海材料研究所，河北邯郸爱斯特应力技术有限公司，爱派克测试技术(上海)有限公司，中国科学院力学研究所，中国工程物理研究院材料研究所

本标准主要起草人：巴发海，吕克茂，潘海滨，李正阳，王滨，窦作勇，柴泽，薛宇，李凯

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7704—1987、GB/T 7704—2008。

无损检测 X 射线应力测定方法

1 范围

本标准规定了 X 射线应力测定原理、术语、符号、测定方法、仪器、试样、测定程序、实验报告、测定结果评估。

本标准适用于具有足够结晶度，在特定波长的 X 射线照射下能得到连续德拜环的晶粒细小、无织构的各向同性的多晶体材料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

JB/T 9394 X 射线测定仪 技术条件

3 术语和符号

下列术语和定义、符号适用于本标准。

3.1 术语

3.1.1

残余应力 residual stress

在没有外力或外力矩作用的条件下构件或材料内部存在并且自身保持平衡的宏观应力。

3.1.2

衍射峰 diffraction peak

在满足布拉格定律的条件下 X 射线衍射强度沿反射角的分布曲线。

注：反射角指入射 X 射线的延长线与反射 X 射线之夹角。

3.1.3

衍射角 2θ (°) diffraction angle

入射 X 射线的延长线与衍射线之夹角，亦即衍射峰位角。

注： 2θ 在不特指衍射角的情况下也用于泛指任意反射角。

3.1.4

半高宽 (°) full width at half maximum (FWHM)

衍射峰去除与布拉格衍射无关的背底之后最大强度 $1/2$ 处的宽度。

3.1.5

衍射晶面方位角 ψ (°) azimuth angle of diffraction crystal plane

衍射晶面法线与试样表面法线之夹角。

3.1.6

应力方向平面 (ψ 平面) stress direction plane

在应力测定中衍射晶面方位角 ψ 所在的平面。

3.1.7

扫描平面 (2θ 平面) scanning plane

入射 X 射线与被探测器接收的衍射线所组成的平面。

3.2 符号

θ	布拉格角, 衍射角 2θ 的 $1/2$, 亦即入射 X 射线或衍射线与衍射晶面之夹角($^\circ$)
ψ_0	入射角, 即入射线与试样表面法线之夹角 ($^\circ$)
χ	2θ 平面相对于试样表面法线的夹角
ω	在 $\chi = 0$ 即扫描平面垂直于试样表面的条件下入射 X 射线与试样表面之间的夹角
ϕ	衍射晶面法线在试样平面的投影与试样平面上某一指定方向之夹角
$\{hkl\}$	晶面指数为 (hkl) 的晶面族
$\epsilon_{\phi\psi}$	ϕ 和 ψ 角定义的方向上的应变
d_0	材料无应力状态的晶面间距
$d_{\phi\psi}$	法线处于 ϕ 和 ψ 角定义方向上的晶面间距
σ_{ii}	正应力分量 ($i=1, 2, 3$)
τ_{ij}	切应力分量 ($i \neq j; i, j=1, 2, 3$)
(S_1, S_2, S_3)	试样坐标系, S_1 由操作者定义
(L_1, L_2, L_3)	实验室坐标系,
$\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}, S_1^{\{hkl\}}$	$\{hkl\}$ 晶面的 X 射线弹性常数
z	X 射线穿透深度
LP	洛伦兹偏振因子
A	吸收因子
ILQ	实验室间认证的 (应力参照试样)
LQ	实验室内部认证的 (应力参照试样)
σ_{cert}	检定的 ILQ 应力参照试样的正应力值
τ_{cert}	检定的 ILQ 应力参照试样的切应力值
σ_{ref}	LQ 试样的正应力值
τ_{ref}	LQ 试样的切应力值
L_{ref}	LQ 试样衍射峰的平均宽度
$\sigma_{determined}$	测定的参照试样的正应力值
$\tau_{determined}$	测定的参照试样的切应力值
$L_{determined}$	测定的参照试样的衍射峰平均宽度
$U(\sigma)$	正应力不确定度
$U(\tau)$	切应力不确定度
$r_{\sigma cert}, r_{\tau cert}$	检定的 ILQ 试样正应力、切应力及衍射线宽重复性
$r_{\sigma ref}, r_{\tau ref}$	检定的 LQ 试样正应力、切应力及衍射线宽重复性
$R_{\sigma cert}, R_{\tau cert}$	正应力, 切应力的再现性
λ	X 射线波长
$Tr(\sigma)$	应力张量的积

$I_{\{hkl\}}$	{hkl}衍射峰净积分强度
$XECs$	X射线弹性常数
S_r, S_R	重复性与再现性标准偏差
β	积分宽度, 即衍射峰去除与布拉格衍射无关的背底以后积分面积与最大强度之比($^{\circ}$)
σ_{ϕ}	ϕ 角方向的正应力
τ_{ϕ}	σ_{ϕ} 作用面上垂直于试样表面方向的切应力分量

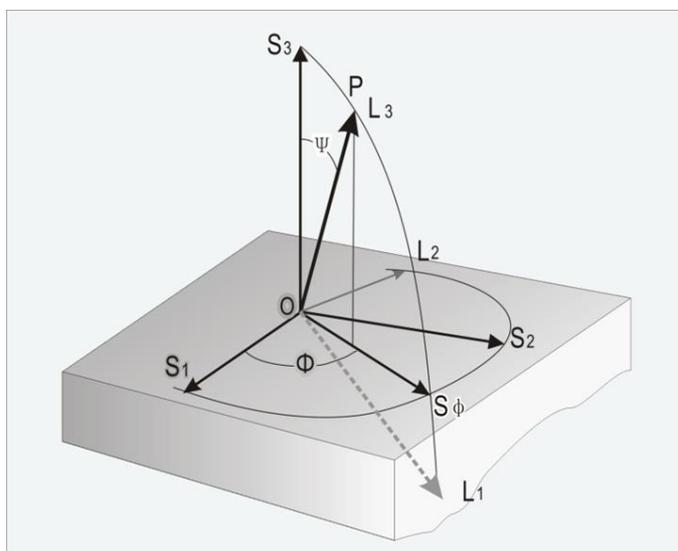
4 应力测定原理

4.1 应力测定基本原理

对于多晶体材料而言, 宏观应力所对应的应变被认为是相应区域里晶格应变的统计结果, 因此依据 X 射线衍射原理测定晶格应变可计算应力。

在构件负载的情况下, 测得的应力值是其残余应力与载荷应力的代数和。

在 X 射线应力测定中建立如图 1 所示的坐标系统。



图中:

S_3 ——垂直于试样表面的坐标轴(试样表面法线);

O ——试样表面上的一个点;

OP ——空间某一方向;

S_{ϕ} —— OP 在试样平面上的投影所在方向, 亦即应力 σ_{ϕ} 的方向和切应力 τ_{ϕ} 作用平面的法线方向;

注: 在 X 射线应力测定中, 将 OP 选定为材料中衍射晶面 $\{hkl\}$ 的法线方向, 亦即入射光束和衍射光束之角平分线(见图 5)。

图 1 与 X 射线衍射应力测试相关的正交坐标系

根据弹性力学理论, 在宏观各向同性多晶体材料的 O 点, 由 ϕ 和 ψ (见图 1) 确定的 OP 方向上的应变可以用如下公式表述:

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

式中:

$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ ——材料的 O 点上 $\{hkl\}$ 晶面由 ϕ 和 ψ 确定的 OP 方向上的应变 ;

$S_1^{\{hkl\}}, \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ ——材料中 $\{hkl\}$ 晶面的 X 射线弹性常数;

$\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}$ ——O 点在坐标 S_1, S_2 和 S_3 方向上的正应力分量;

τ_{12} ——O 点以 S_1 为法线的平面上 S_2 方向的切应力;

τ_{13} ——O 点以 S_1 为法线的平面上 S_3 方向的切应力;

τ_{23} ——O 点以 S_2 为法线的平面上 S_3 方向的切应力;

式中材料中 $\{hkl\}$ 晶面的 X 射线弹性常数 $S_1^{\{hkl\}}$ 和 $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ 由材料中 $\{hkl\}$ 晶面的杨氏模量 E 和泊松比 ν 确定, 一般表达为

$$S_1 = -\frac{\nu}{E} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\frac{1}{2}S_2 = \frac{1+\nu}{E} \quad \dots\dots\dots (3)$$

设应力分量 σ_ϕ 为 S_ϕ 方向上的正应力(见图 1), τ_ϕ 为 σ_ϕ 作用面上垂直于试样表面方向的切应力, 则

$$\sigma_\phi = [\sigma_{11}\cos 2\phi + \sigma_{22}\sin 2\phi + \tau_{12}\sin 2\phi] \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\tau_\phi = [\tau_{13}\cos\phi + \tau_{23}\sin\phi] \quad \dots\dots\dots (5)$$

故(1)式可以写作

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = S_1^{\{hkl\}}[\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}] + \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}\sigma_{33}\cos^2\psi + \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}\sigma_\phi\sin^2\psi + \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}\tau_\phi\sin 2\psi \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

σ_ϕ —— ϕ 方向上的正应力分量;

τ_ϕ —— σ_ϕ 作用面上垂直于试样表面方向的切应力分量。

对于大多数材料和零部件来说, X 射线穿透深度只有几微米至几十微米, 因此通常假定 $\sigma_{33} = 0$ (在 X 射线穿透深度很大或者多相材料的情况下应谨慎处理), 所以(6)式可以简化为

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = S_1^{\{hkl\}}[\sigma_{11} + \sigma_{22}] + \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}\sigma_\phi\sin^2\psi + \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}\tau_\phi\sin 2\psi \quad \dots\dots\dots (7)$$

使用 X 射线衍射装置测得衍射角 $2\theta_{\phi\psi}$, 根据布拉格定律求得与之对应的晶面间距为 $d_{\phi\psi}$, 则晶格应变 $\varepsilon_{\phi\psi}$ 可用晶面间距来表示:

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = \ln\left(\frac{d_{\phi\psi}}{d_0}\right) = \ln\left(\frac{\sin\theta_0}{\sin\theta_{\phi\psi}}\right) \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ ——材料的 O 点上 $\{hkl\}$ 晶面由 ϕ 和 ψ 确定的 OP 方向上的应变 ;

θ_0 ——材料无应力状态对应于 $\{hkl\}$ 晶面的布拉格角;

- $\theta_{\phi\psi}$ ——衍射角 $2\theta_{\phi\psi}$ 的 1/2;
- $2\theta_{\phi\psi}$ ——材料的 O 点上以 OP 方为法线的 $\{hkl\}$ 晶面所对应的衍射角,由衍射装置测得;
- d_0 ——材料无应力状态 $\{hkl\}$ 晶面的晶面间距;
- $d_{\phi\psi}$ ——材料的 O 点上以 OP 方为法线的 $\{hkl\}$ 晶面的晶面间距,由测得的 $2\theta_{\phi\psi}$ 根据布拉格定律求出。

(8) 为真应变表达式。亦可使用近似方程:

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} \cong \left(\frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \right) \dots\dots\dots (9)$$

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} \cong -(\theta_{\phi\psi} - \theta_0) \cdot \frac{\pi}{180} \cdot \cot\theta_0 \dots\dots\dots (10)$$

使用 (8) 式计算应力时不需要 d_0 和 θ_0 的精确值。(9) 式和 (10) 式为近似计算公式。

4.2 平面应力分析

在平面应力状态下, $\tau_{13} = \tau_{23} = \sigma_{33} = 0$, 则 (7) 式变为

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} = S_1^{\{hkl\}} [\sigma_{11} + \sigma_{22}] + \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \sigma_{\phi} \sin^2\psi \dots\dots\dots (11)$$

(11) 式表明试样 O 点 ϕ 方向的正应力 σ_{ϕ} 与晶格应变 $\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ 呈正比关系。将(11)对 $\sin^2\psi$ 求偏导数, 可得

$$\sigma_{\phi} = \frac{1}{(1/2) S_2^{\{hkl\}}} \frac{\partial \varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}}{\partial \sin^2\psi} \dots\dots\dots (12)$$

使用测得的一系列对应不同 ψ 角的 $\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$, 采用最小二乘法求得斜率 $\frac{\partial \varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}}{\partial \sin^2\psi}$ (见 8.4.5, 示例如图 2), 然后按照 (12) 计算应力 σ_{ϕ} 。

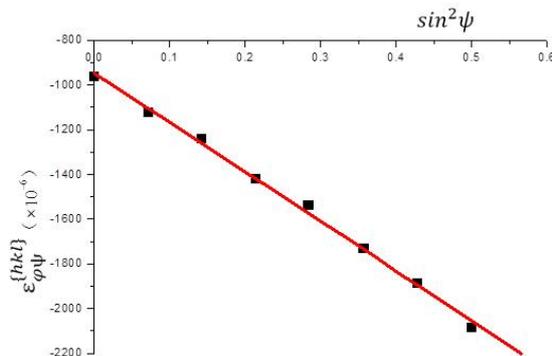


图 2 平面应力状态下 $\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ 与 $\sin^2\psi$ 关系实例

在使用(10)的情况下

$$\sigma_{\phi} = K \frac{\partial 2\theta_{\phi\psi}}{\partial \sin^2\psi} \dots\dots\dots (13)$$

式中

K ——应力常数,

$$K = -\frac{E}{2(1+\nu)} \cot\theta_0 \frac{\pi}{180} \dots\dots\dots (14)$$

斜率 $\frac{\partial 2\theta_{\phi\psi}}{\partial \sin^2\psi}$ 由实验数据采用最小二乘法求出（见 8.4.5，示例如图 3）。

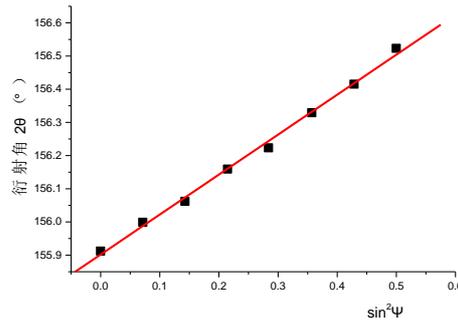
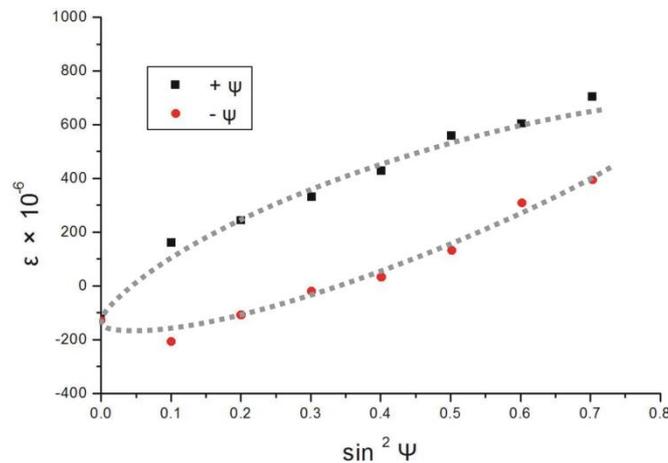


图 3 平面应力状态下 $2\theta - \sin^2\psi$ 关系实例

4.3 三维应力分析

如果在垂直于样品表面的平面上有切应力存在 ($\tau_{13} \neq 0$ 或 $\tau_{23} \neq 0$ 或二者均不等于零)，则 $\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ 与 $\sin^2\psi$ 的函数关系呈现椭圆曲线，即在 $\psi > 0$ 和 $\psi < 0$ 时图形显示为“分叉”（示例如图 4）。对于给定 ϕ 角，使用测得的一系列 $\pm\psi$ 角上的应变数据，依据 (7) 式式采用最小二乘法可以求出 σ_{ϕ} 和 τ_{ϕ} 。



注：示例材料为轴承钢，使用 CrK α 辐射， $\frac{1}{2}S_2^{\{211\}} = 5.81 \times 10^{-6} \text{MPa}^{-1}$ ，表面强力磨削，测试计算结果： $\sigma_{\phi} = 163.6 \text{MPa}$ ， $\tau_{\phi} = 33.1 \text{MPa}$ 。

图 4 三维应力状态正负 ψ 角的曲线分叉示例

如果 $\sigma_{33} \neq 0$ ，变换 (6) 式，则可以看出 $\varepsilon_{\phi,\psi>0}^{\{hkl\}} - \sin^2\psi$ 的斜率与 $(\sigma_{\phi} - \sigma_{33})$ 成正比：

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}(\sigma_{\phi} - \sigma_{33})\sin^2\psi + \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}\tau_{\phi}\sin 2\psi + \frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}\sigma_{33} + S_1^{\{hkl\}}[\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}] \dots (15)$$

对于给定 ϕ 角，使用测得的一系列 $\pm\psi$ 角上的应变数据，依据 (15) 式采用最小二乘法可以求出 σ_{ϕ} 和 τ_{ϕ} （见 8.4.5）。在三个或三个以上不同的 ϕ 之下，分别设置若干 $\pm\psi$ 角进行测量，可以计算出应力张量。

5 测定方法

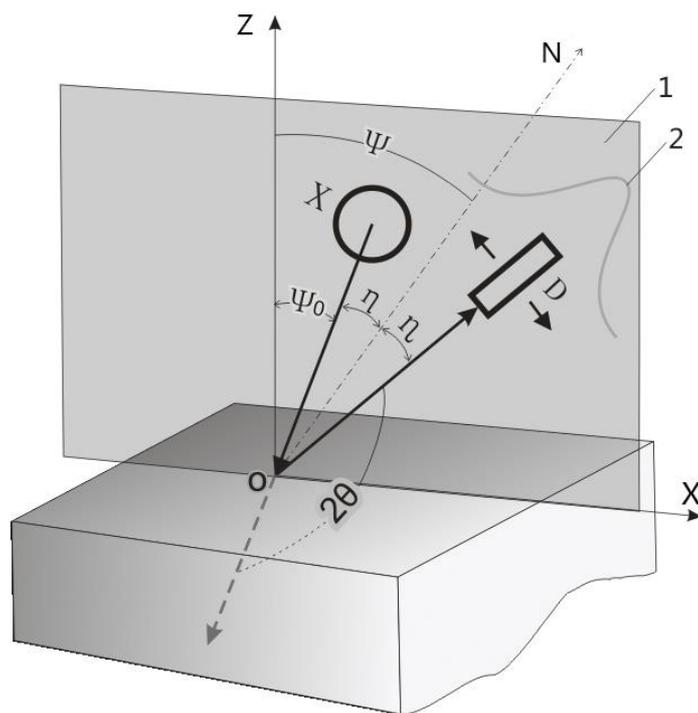
5.1 概述

依据第4章叙述的原理，使用X射线衍射装置在指定的 Φ 角方向和若干 ψ 角之下分别测定衍射角 $2\theta_{\varphi\psi}$ （或由此进一步求出应变 $\varepsilon_{\varphi\psi}^{\{hkl\}}$ ），然后计算应力。

基于现有不同种类衍射装置的几何布置，应力测定方法可分为：

- 同倾固定 ψ_0 法（也称 ω 法，见5.2）；
- 同倾固定 ψ 法（见5.3）；
- 侧倾法（也称 χ 法，见5.4）；
- 双线阵探测器侧倾法（修正 χ 法，见5.5）；
- 侧倾固定 ψ 法（见5.6）；
- 粗晶材料摆动法（见5.7）。

X射线应力分析用到的基本角度关系如图5或图6所示。图5按照应力仪的结构规定了试样表面法线、应力方向、入射角 ψ_0 、衍射角 2θ 、衍射晶面法线、 η 角、应力方向平面等等参数的关系。图6则按照衍射仪的原理和结构，使用试样坐标和实验室坐标联合表述有关角度和旋转轴的关系。

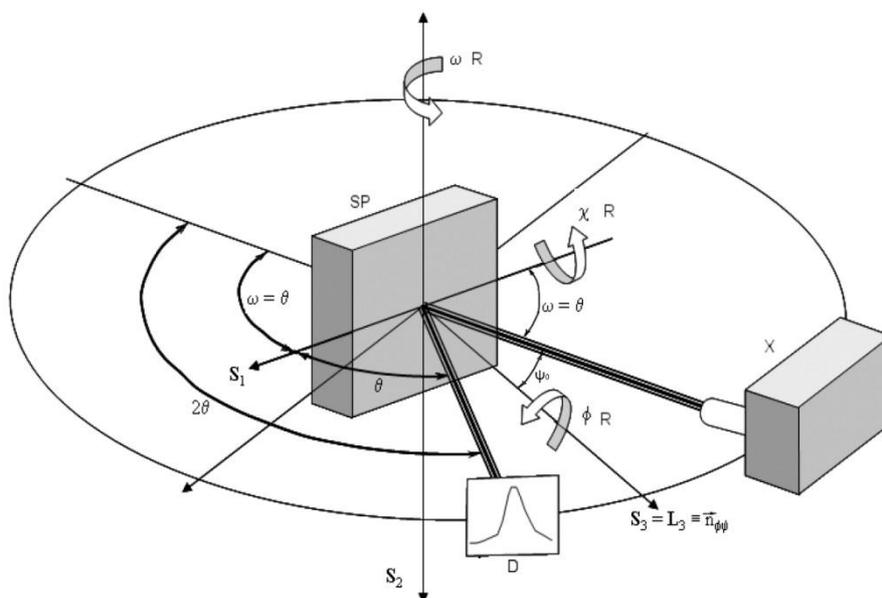


图中：

- O —— 试样表面测试点；
- OZ —— O点试样表面法线；
- X —— X射线管；
- D —— X射线探测器；
- ψ_0 —— X射线入射角；
- 2θ —— 衍射角；

- ψ ——衍射晶面方位角;
- ON ——衍射晶面法线, 入射线与衍射线之角平分线;
- η —— $\eta = (180^\circ - 2\theta) / 2$;
- OX ——应力方向;
- 1 ——应力方向平面 (ψ 平面);
- 2 ——衍射峰。

图 5 X 射线应力分析的主要角度关系暨同倾固定 ψ_0 法示意图



图中:

- S_1, S_2, S_3 —— 试样坐标系;
- L_1, L_2, L_3 —— 实验室坐标系;
- X —— 射线管;
- D —— 探测器;
- SP —— 试样;
- ψ_0 —— X 射线入射角;
- θ —— 布拉格角;
- 2θ —— 衍射角;
- ωR —— ω 轴旋转的角度;
- ϕR —— ϕ 轴旋转的角度;
- χR —— χ 轴旋转的角度。

图 6 ω 方法的 $\omega = \theta$ 和 $\psi = 0$ 状态暨 χ 法的 $\psi = 0$ 状态

5.2 同倾固定 ψ_0 法 (ω 法)

同倾法即应力方向平面 (ψ 平面) 与扫描平面 (2θ 平面) 相重合的应力测定方法。

固定 ψ_0 法即探测器工作时入射角 ψ_0 保持不变的应力测定方法。

同倾固定 ψ_0 法 (ω 法) 如图 5 和图 7、图 8 所示, 是同倾法与固定 ψ_0 法相结合的测试方法。该方法的仪器结构比较简单, 对标定距离设置误差的宽容度较大。

图 5 描述的是探测器扫描的同倾固定 ψ_0 法。在这种条件下,

$$\psi = \psi_0 + \eta \dots\dots\dots (16)$$

$$\eta = \frac{180-2\theta}{2} \dots\dots\dots (17)$$

图 7 描述了采用线阵探测器的 ω 法（同倾固定 ψ_0 法）。它是在图 6 基础上将试样绕 ω 轴旋转一个 ψ 角之后的状态，此时 $\omega = 90^\circ - \psi_0$ ，所以当 $\psi = 0$ ，则 $\omega = \theta$ （如图 6）；当 $\psi > 0$ ，则 $\omega = \theta + \psi$ （如图 5）；当 $\psi < 0$ ，则 $\omega = \theta - |\psi|$ （如图 7）。

图 8 描述了利用两个线阵探测器对称分布于入射线两侧接收反射线的 ω 法，亦符合同倾固定 ψ_0 法的要求。对应于每一个 ψ_0 角均可以同时得到对应于不同 Ψ 角（ ψ_1 和 ψ_2 ）的两个衍射峰，这样的方法可以提高测试工效。

$$\psi_1 = \psi_0 - \eta \dots\dots\dots (18)$$

$$\psi_2 = \psi_0 + \eta \dots\dots\dots (19)$$

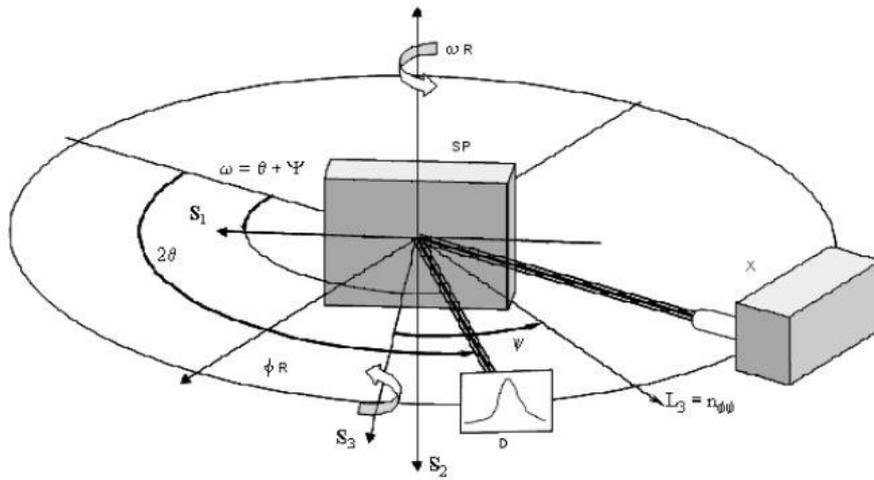
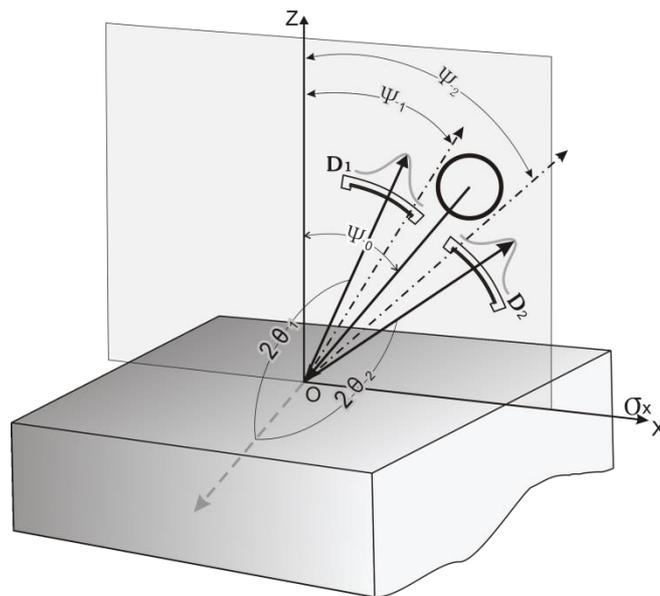


图 7 同倾固定 ψ_0 法（单线阵探测器 ω 法）衍射仪图示



- 图中：
 OZ —— O 点试样表面法线；
 OX —— 应力方向；
 ψ_0 —— X 射线入射角；

- D_1 ——左线阵探测器；
 $2\theta_1$ ——左线阵探测器测得的衍射角；
 ψ_1 —— $2\theta_1$ 对应的衍射晶面方位角；
 D_2 ——右线阵探测器；
 $2\theta_2$ ——右线阵探测器测得的衍射角；
 ψ_2 —— $2\theta_2$ 对应的衍射晶面方位角。

图8 同倾固定 ψ_0 法（双线阵探测器 ω 法）

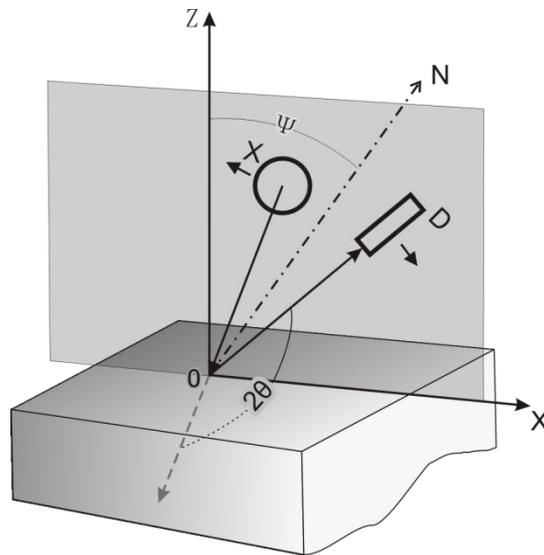
5.3 同倾固定 ψ 法（ $\theta-2\theta$ 扫描法）

固定 ψ 法是将探测器和X射线管作同步等量相向作 $\theta-\theta$ 扫描，或作 $\theta-2\theta$ 扫描，使得在获得一条衍射曲线数据的过程中 ψ 角保持不变，亦即参与衍射的晶粒群固定不变的应力测定方法。就应力分析的 $\sin^2\psi$ 法原理而言，固定 ψ 法具有更加明晰的物理意义，对于具有轻微织构或晶粒稍微粗大的材料，此方法可以显示其优势，因为该方法可以在一定程度上避免因参加衍射晶粒群的改换和参加衍射晶粒数目的变化而致使衍射峰发生畸变。

注1： $\theta-\theta$ 扫描即入射线和接收线同步相向（向背）改变一个相同的微动角度 $\delta\theta$ ，二者合成一个 $\delta 2\theta$ —— 2θ 扫描步距。

注2： $\theta-2\theta$ 扫描是针对以固定 ψ_0 法测角仪而设计，扫描起始时，使入射线和探测器的接收线二者关于选定的晶面法线对称；在扫描的每一步接收X射线时，使X射线管和探测器一起沿一个方向改变一个步距 $\delta\theta$ 之后，探测器再向反方向改变一个2倍的 $\delta\theta$ （步距角为 $\delta 2\theta$ ），以保证在接收衍射线的时刻，上述二者一直处在关于选定的晶面法线对称的状态。

同倾固定 ψ 法的要点应是在同倾的条件下实施 $\theta-2\theta$ 扫描的固定 ψ 法（如图9所示）。



图中：

- OZ ——O点试样表面法线；
 ON ——衍射晶面法线；
 OX ——应力方向；
 X ——X射线管；
 D ——探测器（计数管）；
 2θ ——衍射角。

注：扫描起始时 X 射线管和探测器关于晶面法线 ON 对称分布；扫描寻峰过程中实施 θ - 2θ 扫描，使二者相对于选定的晶面法线 ON 等量相向或相反而行，探测器采集的每个时刻均二者保持关于晶面法线 ON 对称。

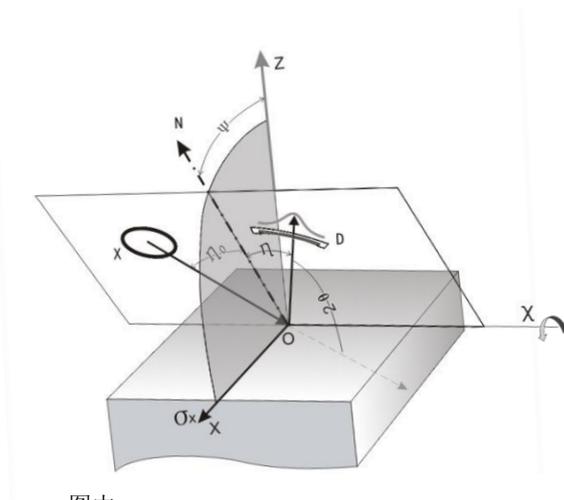
图 9 同倾固定 ψ 法

5.4 侧倾法 (χ 法)

侧倾法 (χ 法) 是应力方向平面 (ψ 平面) 与扫描平面 (2θ 平面) 相互垂直的应力测定方法。在测定过程中, 2θ 平面绕 χ 轴相对转动 (如 10 和图 11 所示), 它与试样表面法线之间形成的倾角即 ψ 角。

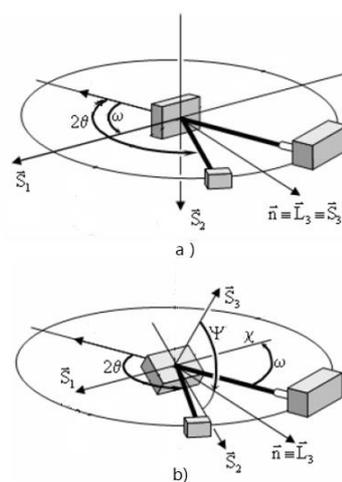
侧倾法 (χ 法) 的特点是衍射峰的吸收因子作用很小, 有利于提高测定精度; 2θ 范围与 ψ 范围可以根据需要充分展开; 对于某些材料需要时可以使用峰位较低的衍射线 (例如峰位在 145° 之下) 测定应力; 对于某些形状的工件或特殊的测试部位具有更好的适应性。

使用线阵探测器的侧倾法图如 10 和图 11 所示。



图中:

- OZ —— O 点试样表面法线;
- ON —— 衍射晶面法线;
- OX —— 应力方向;
- X —— X 射线管;
- D —— 线阵探测器;
- η_0 —— 参考无应力状态的 η 角;
- 2θ —— 衍射角;
- χ —— 2θ 平面转轴;
- ψ —— 衍射晶面方位角。

图 10 设置负 η_0 角的侧倾法

图中:

- S_1, S_2, S_3 —— 试样坐标系;
- L_1, L_2, L_3 —— 实验室坐标系;
- \vec{n} —— 衍射晶面法线;
- 2θ —— 衍射角;
- χ —— 2θ 平面转轴;
- ψ —— 衍射晶面方位角。

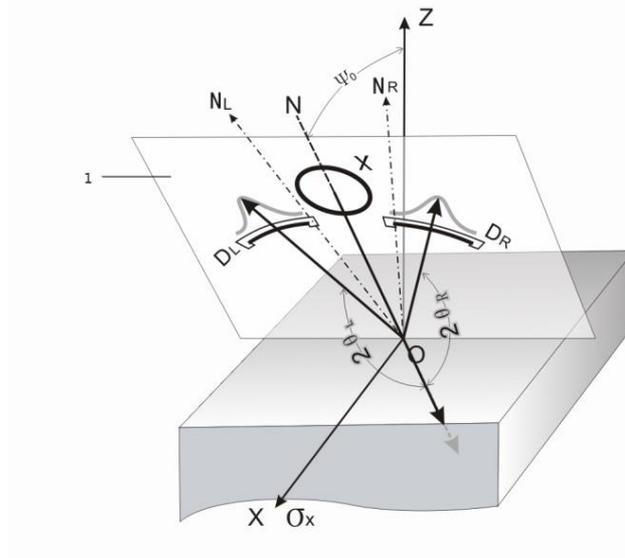
注: 设 $\omega = \theta$ 等同于设 η_0 角。

图 11 侧倾法 (χ 法) 的衍射仪图示

图 10 和图 11 的布置又可称为有倾角 (意为 X 射线偏离 OXZ 平面) 侧倾法。以图 10 为例,

在 2θ 平面里, 右侧设置一个线阵位敏探测器 D , 探测器的中心接收线与垂直于试样表面的 OXZ 平面呈 η_0 角[试样无应力状态的 η 角, 计算公式为 (16)、(17) 式]; 左侧则设置入射线, 使之与 OXZ 平面呈 $-\eta_0$ 角, 于是衍射晶面法线名义上在 OXZ 平面 (ψ 平面) 以内, 2θ 平面与试样表面法线之夹角直观地呈现为 ψ 角。图 11 按衍射仪的结构采用试样坐标和实验室坐标联合表述了侧倾法(χ 法), $\omega = \theta$ 等同于设置负 η_0 角, 在图 11 a) 中衍射晶面法线 \vec{n} 、试样坐标的 S_3 和实验室坐标 L_3 的重合, $\psi = 0$; 而图 11 b) 表明试样绕 χ 轴转动之后, 试样坐标的 S_3 与衍射晶面法线 \vec{n} 、实验室坐标的 L_3 之夹角呈现为 ψ 角。

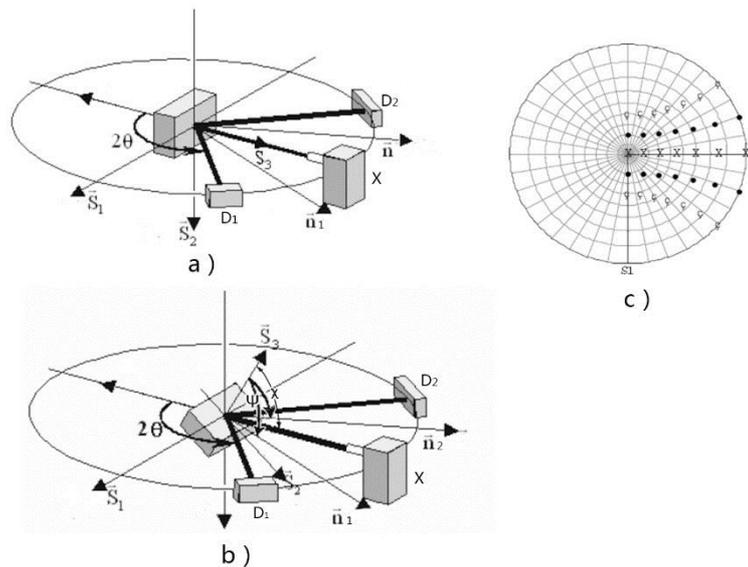
5.5 双线阵探测器侧倾法 (修正 χ 法)



图中:

- OZ ——0 点试样表面法线;
- OX ——应力方向;
- 1 —— 2θ 平面;
- X ——X 射线管;
- D_L ——左探测器;
- D_R ——右探测器;
- NO ——入射线;
- $2\theta_L$ ——左探测器测得的衍射角;
- $2\theta_R$ ——右探测器测得的衍射角;
- ON_L ——左衍射晶面法线 (对应于 $2\theta_L$);
- ON_R ——右衍射晶面法线 (对应于 $2\theta_R$)。

图 12 双线阵探测器侧倾法 (修正 χ 法)



图中：

X ——X 射线管

D₁ ——探测器 1；

D₂ ——探测器 2。

注 1：图 b) 中标出 ψ 角和 χ 角，明确了 ψ 角和 χ 角物理意义的区别。

注 2：图 c) 为衍射极射赤面投影图，其中 x 代表入射线，空心圆点○代表衍射线。实心圆点●代表衍射晶面法线。

图 13 双线阵探测器侧倾法（修正 χ 法）的衍射仪图示

双线阵探测器侧倾法的几何布置如图 12 和图 13。以图 12 为例，在 2θ 平面里入射线在垂直于试样表面的 OXZ 平面内，而两个线阵探测器 D_L 和 D_R 对称地分布于入射线 NO 两侧。值得注意的是，在此情况下衍射晶面法线 ON_L 和 ON_R 并不在 OXZ 平面以内，入射线以及 2θ 平面与试样表面法线的夹角为 ψ_0 角（或称 χ 角）而非 ψ 角。图 13 按照衍射仪的结构使用实验室坐标和试样坐标联合表述了双线阵探测器侧倾法。图 13 b) 两条弧形箭头指示出左右两个真实的 ψ 角。在绕 χ 轴改变 ψ_0 角的过程中，对应于左右两个探测器的衍射晶面法线的轨迹分别构成圆锥面，图 13 c) 为衍射的极射赤面投影图，清晰描述了在改变 χ 角的过程中衍射晶面法线的移动轨迹（实心圆点）。在这种情况下，

$$\psi = \cos^{-1}(\cos \psi_0 \sin \theta) \quad \dots\dots\dots (20)$$

取两个探测器测得的应变的平均值，用于计算其对于 $\sin^2 \psi_0$ 的斜率，修正后方可得到正确的应力值。设两个探测器测得的应变分别为 ϵ_l 和 ϵ_r ，则

$$\sigma_x = \frac{1}{\cos^2 \eta_0} \cdot \frac{1}{\frac{1}{2} S_2} \cdot \frac{\partial(\epsilon_l + \epsilon_r)/2}{\partial \sin^2 \psi_0} \quad \dots\dots\dots (21)$$

而 σ_x 作用面的 y 方向切应力

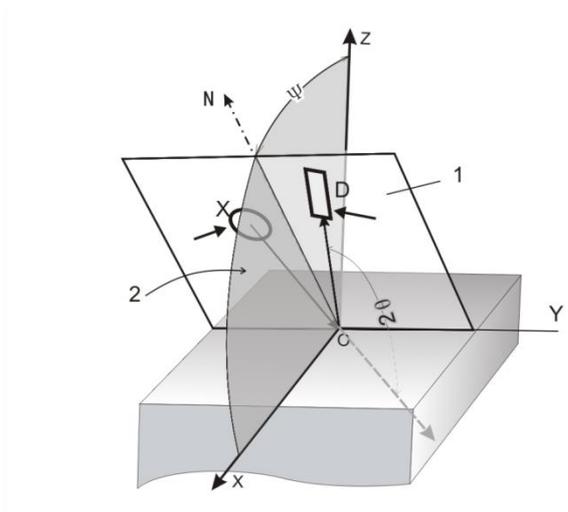
$$\tau_{xy} = -\frac{1}{\sin 2\eta_0} \cdot \frac{1}{\frac{1}{2} S_2} \cdot \frac{\partial(\epsilon_l - \epsilon_r)/2}{\partial \sin \psi_0} \quad \dots\dots\dots (22)$$

(21) 式和 (22) 式中：

σ_x ——图 12 中 O 点 X 方向正应力；

τ_{xy} ——图 12 中 O 点垂直于 OX 的平面上 OY 方向的切应力分量。

5.6 侧倾固定 ψ 法（即 $\theta-\theta$ 扫描 ψ 法）



图中：

- OZ ——试样表面法线；
- ON ——衍射晶面法线；
- OX ——应力方向；
- X ——X射线管；
- D ——探测器；
- 1 —— 2θ 平面；
- 2 —— ψ 平面（应力方向平面）；
- OY —— 2θ 平面转轴；
- 2θ ——衍射角。

注：在 2θ 平面里，X射线管与探测器对称分布于 ψ 平面两侧并指向被测点 O ，二者作同步、等步距相向或相反扫描（即 $\theta-\theta$ 扫描）。

图 14 侧倾固定 ψ 法

侧倾固定 ψ 法是侧倾法与固定 ψ 法的结合。如图 14 所示，其几何特征是 2θ 平面与 ψ 平面保持垂直；在 2θ 平面里，X射线管与探测器对称分布于 ψ 平面两侧并指向被测点 O ，二者作同步相向扫描（即 $\theta-\theta$ 扫描）。这样，在扫寻峰过程中衍射晶面法线始终固定且处于 ψ 平面之内。该方法除兼备上述侧倾法和固定 ψ 法的特征之外，还有吸收因子恒等于 1，因而衍射峰的峰形对称，背底不会倾斜，在无织构的情况下衍射强度和峰形不随 ψ 角的改变而变化，有利于提高定峰精度。

5.7 摆动法

摆动法是在探测器接收衍射线的过程中，以每一个设定的 ψ 角（或 ψ_0 角）为中心，使X射线管和探测器在 ψ 平面内左右回摆一定的角度（ $\pm \Delta\psi$ 或 $\pm \Delta\psi_0$ ）的应力测定方法。这种方法客观上增加了材料中参加衍射的晶粒数，是解决粗晶材料应力测定问题的近似处理方法。在 5.2 至 5.6 节所述各种方法的基础上均可增设摆动法。摆角 $\Delta\psi$ 或 $\Delta\psi_0$ 一般不超过 6° 。另外也可采取样品平面摆动法以及沿德拜环摆动法。

6 仪器

6.1 基本要求

对 X 射线衍射应力测定仪器的基本要求：

- 应配置 X 射线管和探测器，应具备确定 ϕ 角、改变 ψ 角和在一定的 2θ 范围自动获得衍射曲线的功能；
- 应能实现本标准所列测定方法之一，或兼容多种方法，满足相关的角度范围要求和整机测试精度；
- 软件具有按照本标准规定进行数据处理、确定衍射峰位和计算应力值的功能；
- 应配备零应力粉末试样和观察 X 射线光斑的荧光屏；
- X 射线管高压系统，管压宜不低于 30kV，管流宜不低于 10mA。专用装置可采用较小功率；
- 根据其辐射剂量的大小，仪器应具备合适的 X 射线防护设施。

6.2 X射线管的配备

仪器宜配备各种常用靶材的 X 射线管以备用户选择。常用靶材包括 Cr、Cu、Mn、Co 等等。

6.3 探测器

可选择不同类型的 X 射线探测器：

- 单点接收的探测器（通过机械扫描获得衍射强度沿反射角的分布曲线）；
- 线阵探测器（可一次获得整条衍射曲线）；
- 面探测器（可一次获得整个或部分德拜环）。

选择不同类型的探测器时宜注意到各类探测器的特点和技术要求：

- 单点探测器，通过 θ - θ 扫描或 θ - 2θ 扫描可实现固定 ψ 法，且允许采用稍宽的接收窗口实现卷积扫描，以便获得较高的衍射强度；
- 线阵或面探测器，能显著节省采集衍射曲线的时间，提高测试工作效率。线阵探测器应有一定的能量分辨率，以获得适宜的衍射曲线峰背比；应避免因探测器饱和而扭曲衍射峰形。

6.4 测角仪

作为应力测定仪器的测量执行机构，测角仪应包括 X 射线管和探测器，应具备确定 ϕ 角、改变 ψ 角和在一定的 2θ 范围自动获得衍射曲线的功能。对测角仪的基本要求如下：

- 2θ 回转中心、 ψ 回转中心、X 射线光斑中心、仪器指示的测试点中心四者应相重合；
- 接收反射线的 2θ 总范围：一般高角不小于 167° ，低角宜不大于 143° ；某些专用测试装置不受此角度范围的限制；
- 线阵探测器本身覆盖的 2θ 宽度宜不小于衍射峰半高宽的 3 倍；
- 2θ 最小分辨率宜不大于 0.05° ；
- ψ_0 角或 ψ 角的范围一般宜设为 $0^\circ \sim 45^\circ$ ，需要时可增大范围，可增设负角；针对特定条件的专用装置不受此角度范围的限制；
- ψ_0 角或 ψ 角的设置精度应在 $\pm 0.5^\circ$ 范围之内；
- 应具备用以指示测试点和应力方向的标志；
- 应有明确的标定距离——测角仪回转中心至测角仪上指定位置的径向距离，并应具备调整距离装置和手段；
- 应有 ψ_0 角或 ψ 角的指示，并应具备校准 ψ_0 角或 ψ 角的装置和手段；

- X 射线管窗口宜装备用以选择光斑形状和尺寸的不同规格的狭缝或准直器；
- 应配备 K_{β} 辐射滤波片。

6.5 仪器的校验与合格认证

设备的合格确认须使用无应力试样以或 ILQ 应力参考样本进行测试和检验。

设备的机械或者电子器件有重要变化之后，必须对设备重新进行合格确认。

设备应定期检定。定期检定应使用无应力粉末试样或 ILQ、LQ 应力参考样本进行测试和检验。

注 1：一个 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比对。

注 2：无应力粉末试样以及 ILQ 或 LQ 应力参考样本及设备认证，详见附录 B。

对于无应力铁粉，使用 $CrK\alpha$ 辐射和 (211) 晶面，仪器连续测试不少于 5 遍，所得应力平均值应在 $\pm 14MPa$ 以内，其标准差宜不大于 $7MPa$ ；如果标准差超过 $14MPa$ ，则应调整仪器或测量参数。

等强度梁试验（参考附录 F）可作为检验仪器测定准确度的另一手段。依据仪器对等强度梁加载状态测试所得的应力值 σ_x ，和载荷应力 σ_p 与其残余应力 σ_r 的代数和 $(\sigma_p + \sigma_r)$ 的偏差 $|\sigma_x - (\sigma_p + \sigma_r)|$ 的大小，可判定仪器是否合格；评判标准可参考对无应力铁粉试验结果的要求。建议采用 40Cr 钢制作梁体。试验应满足如下条件：

—— $CrK\alpha$ 辐射，(211) 晶面， $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}} = 5.81 \times 10^{-6} mm^2/N$ ，或 $K = -318MPa/(\circ)$ 。

- 加载用砝码质量符合计量标准；
- 执行本标准规定的方法进行测定；
- 梁体的装卡位置方向应正确且稳固牢靠；
- 梁体经过调质、矫直和充分的去应力退火，然后采用电解或化学抛光去除表面氧化层；
- 测试点应确定在梁体的中心线上，离装卡线的距离大于梁体厚度的 3 倍；
- 应力方向与中心线一致；
- 梁体中心线为主应力方向。

7 试样

7.1 试样及其材料特性

7.1.1 概述

本方法原则上适用于具有足够结晶度，在特定波长的 X 射线照射下能得到连续德拜环的晶粒细小、无织构的各向同性的多晶体材料。在下列条件下本方法存在局限性：

- 试样表面或沿层深方向存在强烈的应力梯度；
- 材料存在强织构；
- 材料晶粒粗大；
- 材料为多相材料；
- 衍射峰重叠；
- 衍射强度过低，衍射峰过分宽化。

7.1.2 试样材质参数

为测量和计算残余应力，试样材质的如下参数是必要的：

- 材料中主要相的晶体类型和衍射晶面指数；
 - X 射线弹性常数或应力常数。
- 有时尚需了解：
- 试样材料的成分和微观组织结构、主要相的晶体学参数；
 - 材料或零部件的工艺历程，特别是其表面最后的工艺状态。

7.1.3 试样的形状、尺寸和重量

使用 X 射线应力测试设备原则上可对各种形状、尺寸和重量的零部件或试样进行测试；但是依据实际情况有如下规定：

- 所选择的测试位置应具备仪器测试所需的空间和角度范围；
- 截取的试样最小尺寸，应以不导致所测应力的释放为原则；
- 零件的最小尺寸，应以能获得具有一定衍射强度和一定峰背比的衍射曲线为原则；
- 一个测试点的区域宜为平面；如遇曲面，针对测试点处的曲率半径，宜选择适当的 X 射线照射面积，以能将照射区域近似为平面为原则（见 8.1.3）；

注：应把测试点理解为有一定面积的小区域。

- 在需要将试样夹紧在工作台上的情况下，应保证不因夹持而在测试部位产生附加应力。

7.1.4 材料的均匀性

根据应力测定基本原理（见 4.1），要求在 X 射线照射区域以内的材料是均匀的，故应尽量选取成分和组织结构同质性较高的区域作为测试点，并注意不同的 ψ 角下 X 射线穿透深度不同，考虑成分和组织结构沿层深的变化。

对于多相材料，在各相的衍射峰互不叠加的前提下，分别测定各相应应力 σ_i ，则总的残余应力 $\sigma^{overall}$ 由材料中各相应应力 σ_i 的贡献共同确定：

$$\sigma^{overall} = \sum_{phases} x_i \sigma_i \dots\dots\dots (23)$$

式中

- $\sigma^{overall}$ ——材料总的残余应力；
- x_i ——i 相在材料中所占的体积百分比；
- σ_i ——i 相的应力，由其 $\{hkl\}$ 晶面的衍射测得。

7.1.5 材料的晶粒和相干散射区大小

根据应力测定基本原理（见 4.1），要求被测材料晶粒细小。在测试点的大小不属于微区的情况下，材料的晶粒尺寸宜在 $10 \sim 100 \mu m$ 范围。

晶粒和相干散射区大小宜满足如下条件之一：

- 选定测试所需光斑尺寸，在固定 ψ 或 ψ_0 的条件下，任意改变几次 X 射线照射位置，所得衍射线形不宜有明显差异，其净峰强度之差不宜超过 20%；
- 选定测试所需光斑尺寸，使用专用相机拍摄的德拜环宜呈均匀连续状。

7.1.6 材料的织构度

根据应力测定基本原理（见 4.1），要求被测材料是各向同性的。材料中应无明显织构。

判断材料中的织构度可遵循如下规定：如对应于各个 ψ 角的衍射峰积分强度，其最大者和最小者之比大于 3，可判定材料的织构较强。

7.1.7 试样的 X 射线穿透深度

对某些原子序数较低的材料，或者在使用较短波长 X 射线的情况下，宜采用掠射法或利用较大的 Ψ 角进行应力测定，以减弱穿透深度的影响。

7.1.8 涂层和薄膜

测定涂层的残余应力，应以涂层材料和基体材料的衍射峰不相互重叠为前提条件。应注意到涂层材料的弹性常数值与块状材料未必相同。

7.2 试样的处理

7.2.1 测试点的表面状态和处理方法

试样测试点的表面状态一般应当满足如下要求：

- 对于实验目的而言应具有代表性；
- 粗糙度 Ra 宜不大于 $10\ \mu m$ ；
- 应避免无关的磕碰划伤痕迹。

表面处理的基本原则应尽量避免施加任何作用，以维持试样表面原有的应力状态。针对不同情况，表面处理具体办法如下：

- 在被测点有氧化层、脱碳层或油污、油漆等等物质的情况下，可采用电解抛光的方法或使用某种有机溶剂、化学试剂加以清除。在此应注意防止因某种化学反应腐蚀晶界或者优先腐蚀材料中的某一相而导致的局部应力松弛。
- 在所选择的测试部位表面粗糙度过大或者存在无关的损伤及异物，需要使用砂轮或砂布打磨的情况下，则应在打磨之后采用电解或化学抛光的手段去除打磨影响层；然而此时须知测得的应力可能与原始表面有所不同。

7.2.2 测定应力沿层深分布的试样处理方法

7.2.2.1 概述

应力沿层深分布的函数关系可通过若干次交替进行电解（或化学）剥层和应力测定的办法求得。

在某些情况下利用 X 射线穿透深度的变化，例如使用不同波长的 X 射线或使试样倾斜不同的角度，也可以得到应力沿深度方向分布的参考数据。

7.2.2.2 剥层

建议采用电解抛光或化学腐蚀的方法对测试点进行剥层。如果需要进行深度剥层，也可使用机械（包括手工研磨）或电火花加工的方法，但是在此之后还应经过电解抛光或化学腐蚀的方法去除因这些加工而引入的附加残余应力。

注：应当了解电解抛光或化学腐蚀也有可能引起应力松弛，其原因包括原表面应力层的去除，表面粗糙度的变化，表面曲率的变化或者晶界腐蚀等等。

如果是试样整体剥层，或者相对于整个试样体积而言去除材料的体积比较大，在计算原有应力场的时候需要考虑应力重新分布的因素。如果只对试样进行局部剥层，并对剥层面积加以合理限制（规定剥层面积与整个试样表面积之比、剥层面积与 X 射线照射面积之比，限制剥层深度等），特别是在有行业规定的情况下，允许不考虑电解或化学剥层引起的应力松弛。

7.2.2.3 剥层的厚度评估

剥层的厚度应使用相应的量具测定。对于非平面和粗糙度较大的测试区域，如果剥层改变了原来的曲率和粗糙度，建议记载实际状况备考。

7.2.3 大型或复杂形状工件的测试及表面处理方法

对于大型和形状复杂的工件，可使用合适的大型支架或专用工装将测角仪对准指定的待测

部位进行测试，尽量避免切割工件。

如果必须切割工件，则应尽量避免改变被测部位原有的应力状态。切割工作可遵循如下规定：

- 不宜使用火焰切割；
- 使用电火花线切割或机械切割时，应尽量加强冷却条件，减少切割所导致的温升；
- 测量部位应尽量远离切割边缘，以减小垂直于切割边缘方向上应力松弛的影响，建议测量部位至切割边缘的距离大于试件该处的厚度。

8 测定程序

8.1 测定条件和参数的选择

8.1.1 测定方法的选择

选择测定方法的原则如下：

- 考虑被测点所处的空间条件和待测应力方向，选择测定方法应保证测角仪的动作不受干涉（见 5.1~5.6）；
- 在空间条件允许的情况下，应尽量选择 X 射线吸收因子的影响较小、乃至吸收因子恒等于 1 的测定方法（见 5.4 和 5.6）；
- 在满足测定精确度要求的前提下，也可选择对标定距离设置误差的宽容度较大的方法（见 5.2）；
- 在条件具备的情况下，尽量选择固定 ψ 法（见 5.3 和 5.6）；
- 对于晶粒粗大的材料可选择摆动法。

8.1.2 定峰方法的选择

定峰方法即在测得的衍射曲线上确定衍射峰位（衍射角 2θ ）的方法。选择定峰方法的原则如下：

- 在能够得到完整的钟罩型衍射曲线的条件下，可选择交相关法、半高宽法、重心法、抛物线法或者其它函数拟合法（见附录 A.3）。宜尽量选择利用原始衍射曲线数据较多的方法；
- 在采用侧倾固定 ψ 法的前提下，如果因为某种原因无法得到完整衍射曲线而只能得到衍射峰的主体部分，或者衍射峰的背底受到材料中其它相衍射线的干扰，则作为近似处理，可不扣背底，而采用抛物线法或“有限交相关法”定峰（见附录 A.3.4），同时注意合理选择取点范围，尽量避免背底的干扰。
- 在一次应力测试中，对应于各 ψ 角的衍射曲线定峰方法应是一致的。

8.1.3 照射面积的选择

照射面（X 射线光斑）的面积大小可通过选用不同直径的准直管、不同尺寸的狭缝而获得。

选择 X 射线光斑的原则如下：

- 根据测试目的和要求的应力分布分辨率确定光斑尺寸；
- 根据试件表面的应力分布梯度确定光斑尺寸：对于表面应力分布梯度较为平缓且曲率

半径较大的试样，可选用适当的较大的照射面积；如果在某一方向上应力分布梯度较大，则应缩小这个方向上的光斑尺寸；

- 根据试件被测点处的曲率半径大小确定光斑尺寸：对于曲率半径比较小的试样，应采用较小的光斑，保证在设定的 ψ 和 2θ 范围里入射和反射的X射线不被弧形测试面本身部分地遮挡，并符合本标准7.1.3第4条规定。参考的原则：光斑直径宜不大于测试点曲率半径的0.4倍。

8.1.4 辐射、衍射晶面和应力常数的选择

总原则：依据布拉格定律，针对现有试样材料的晶体结构合理确定辐射和衍射晶面，力求得到孤立、完整、峰高（强度）、峰背比较好的衍射峰。

表1给出常用材料的晶体结构、推荐使用的辐射和衍射晶面，并给出相应的衍射角 2θ 、X射线弹性常数 $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ 和 $S_1^{\{hkl\}}$ 及应力常数 K ，供参考。对于某些不同成分的合金、陶瓷以及表中未列出的材料，其X射线弹性常数或应力常数可以查阅资料，也可以通过实验求出。

注：如果选取的X射线弹性常数或应力常数 K 不正确，势必给测定结果带来系统误差。但是在对比性试验中这种系统误差一般不影响对实验结果的分析 and 评判。

在辐射、晶面选择方面还应当关注如下因素：

- 一般说来衍射峰位越高则应力测定误差越小。某些情况下也可使用角度较低的衍射线（例如在 139° 至 124° 之间），但是不建议使用低于 120° 的衍射线；
- 选择的衍射峰不宜太靠近仪器的 2θ 极限；
- 在选择辐射和晶面的时候，宜选择多重性因数较大的晶面，以避免或减弱织构的影响；
- 选择辐射宜尽可能避免导致试样材料产生荧光辐射，可遵循的原则是：

$$Z_{靶} \leq Z_{样} + 1 \quad \dots\dots\dots (24)$$

或

$$Z_{靶} > Z_{样} \quad \dots\dots\dots (25)$$

式中：

$Z_{靶}$ ——靶材的原子序数；

$Z_{样}$ ——试样材料的原子序数。

也可采用衍射光束单色器或使用电子式能量识别探测器消除荧光辐射。

表1 常用材料晶体结构、辐射、滤波片、晶面、衍射角与应力常数表

材料	晶体结构	辐射	滤波片	衍射晶面	重复因子	2θ	$\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ $\sqrt{10^{-6} \frac{mm^2}{N}}$	$S_1^{\{hkl\}}$ $\sqrt{10^{-6} \frac{mm^2}{N}}$	K $\sqrt{\frac{N}{mm^2}}$	Z_0 $\sqrt{\mu m}$
铁素体钢及铸铁	体心立方	CrK α	V	{211}	24	156°	5.81	-1.27	-318	5.8
奥氏体钢	面心立方	MnK α	Cr	{311}	24	152°	7.52	-1.80	-289	7.2
		CrK β				149°			-366	
铝合金	面心立方	CrK α	V	{222}	8	156°	18.56	-4.79	-97	11.5
				{311}	24	139°	19.54	-5.11	-166	11.0
		CuK α	Ni	{422}	24	137°	19.02	-4.94	-179	34.4
		CoK α	Fe	{420}	24	162°	19.52	-5.11	-71	23.6

				$\{331\}$	24	148.6°	18.89	-4.9	-130	23.0
镍合金	面心立方	MnK α	Cr	$\{311\}$	24	152° $\sim 162^\circ$	6.50	-1.56	-181	4.9
		CrK β				149° $\sim 157^\circ$			-322	
		CuK α	Ni	$\{420\}$	24	157°	6.47	-1.55	-280	2.5
钛合金	六方	CuK α	Ni	$\{213\}$	24	142°	11.68	-2.83	-277	5.1
铜	面心立方	CrK β		$\{311\}$	24	146°	11.79	-3.13	-225	
		MnK α	Cr			150°			-198	4.2
		CoK α	Fe	$\{400\}$		164°	15.24	-4.28	-82	7.1
α -黄铜	面心立方	CrK β		$\{311\}$	24	139°	11.49	-3.62	-285	
		MnK α	Cr			142°			-261	
		CoK α	Fe	$\{400\}$		151°	18.01	-5.13	-124	7.0
β -黄铜	体心立方	CrK α	V	$\{211\}$	24	145°	15.10	-4.03	-180	3.5
镁	六方	CrK α	V	$\{104\}$	12	152°	27.83	-6.09	-78	21.3
钴	六方	CrK α	V	$\{103\}$	24	165°	5.83	-1.35	-192	4.5
钴合金	面心立方	MnK α	Cr	$\{311\}$	24	$153^\circ \sim 159^\circ$	6.87	-1.69	-270	5.7
钼合金	立方体	FeK α	Mn	$\{310\}$	24	153°				1.6
锆合金	六方	FeK α	Mn	$\{213\}$	24	147°				2.8
钨合金	体心立方	CoK α	Fe	$\{222\}$	8	156°	3.20	-0.71	-569	1.0
		CuK α	Ni	$\{400\}$		154°	3.21	-0.71	-640	1.5
α -氧化铝	密排六方	CuK α	Ni	$\{146\}$	12	136°	3.57	-0.76	-986	37.4
				$\{4.0.10\}$	6	145°	3.70	-0.79	-739	38.5
		FeK α	Mn	$\{2.1.10\}$	12	152°	3.42	-0.68	-637	19.6
γ -氧化铝	立方体	CuK α	Ni	$\{844\}$	24	146°				38.5
		VK α	Ti	$\{440\}$	12	128°				8.8

注1：表中的X射线弹性常数是由单晶系数按Voigt假设和Reuss假设计算获得的值的算术平均值。

注2：表中 2θ 和 Z_0 为参考值。平均信息深度 Z_0 是指67%的衍射强度被吸收的深度，即沿深度方向应力梯度假定为线性时的应力测量深度。

8.1.5 ϕ 角及 ψ 角的选择

ϕ 角的选择依据待测应力方向（见8.2.2）。

ψ 角的选择，一般宜在 $0^\circ \sim 45^\circ$ 之间。 ψ 角的个数一般宜选择4个或更多。选择若干个 ψ 角的数值时宜使 $\sin^2\psi$ 值间距近似相等。

鉴于试样材料状态的多样性和测试的实际需要，尚有如下规定：

- 在确认材料晶粒细小无织构的情况下，可采用 0° 和 45° 或其它相差尽量大的两个 ψ 角。
- 特殊情况下允许选择特定的 ψ 范围，但宜使其 $\sin^2\psi$ 有一定的差值；在此情况下如果测定结果的重复性不满足要求，可在此范围内增加 ψ 角的个数；
- 在确认垂直于试样表面的切应力 $\tau_{13} \neq 0$ 或 $\tau_{23} \neq 0$ ，或者二者均不等于零的情况下，

为了测定正应力 σ_ψ 和切应力 τ_ψ ，则除了 $\psi=0^\circ$ 之外，还应对称设置3至4对或更多对正负 ψ 角；在 ω 法的情况下，建议负 ψ 角的设置通过 Φ 角旋转 180° 来实现；——在张量分析中应至少设定3个独立的 Φ 方向，如果测量前主应力方向已知，一般 Φ 角取 0° 、 45° 和 90° ；最好在更大的范围里选择更多的独立 Φ 角；在每一个 Φ 角，应至少取7个 ψ 角，包括正值和负值。

8.1.6 2θ 范围的选择

针对选定的衍射峰，宜选择能够保证得到完整峰型 2θ 范围。参考的原则是 2θ 范围大于衍射峰半高宽的3倍。

注：所谓完整的峰型，其特征是衍射峰的前后尾部与背底线具有相切的趋势并有一定区间的重合。

8.1.7 扫描步距的选择

扫描步距的选择以能够在经过二次三项式拟合之后得到比较平滑的衍射曲线而又不至于过分消耗测试时间为目标。一般最小步距宜不大于 0.1° 。

8.1.8 采集时间的选择

单点探测器每步的采集时间或线阵探测器曝光时间的选择以能够得到计数足够高、起伏波动相对较小的衍射峰，而又不至于过分消耗测试时间为目标。

注：计数即探测器在规定的时间内接收到的X光子数目。计数越高则随机误差越小。

8.2 测试点定位

8.2.1 对准测试点

测试点的中心应准确置于仪器指示的测试点中心、X射线光斑中心、测角仪回转中心三者相重合的位置。

注：应把测试点理解为有一定面积的小区域。

某些情况下为了保持不同 ψ 角之下照射面积不变，可使用能够阻挡入射X射线、其本身不产生衍射的某种薄膜材料覆盖测试点以外的部分。但是应保证X射线光斑中心与曝光面中心重合。

8.2.2 对准应力方向

试样待测应力方向应平行于仪器的应力方向平面（ Ψ 平面）。

8.2.3 对准标定距离

按照仪器规定的方法对准标定距离（见6.4），保证达到8.2.1的要求。

8.2.4 校准 ψ 角或 ψ_0 角

按照仪器规定的方法，或借助于垂直验具、水平仪等，调整测角仪主轴线与测试点表面法线的重合度，应保证实际的 ψ 角或 ψ_0 角的准确度。

注：测角仪主轴线即测角仪本身 $\psi=0$ 或 $\psi_0=0$ 的标志线。

8.3 测量过程及注意事项

测量过程一般应由仪器按照选定的测量条件和参数自动完成；需要的时候，可以辅以人工操作。

测试过程中应保证 X 射线管电压和电流的稳定性，并应保证 X 射线光路畅通。

测试过程中测角仪的动作不可受到干涉。

8.4 数据处理

8.4.1 概述

仪器采集到的数据是衍射强度 I （或计数）沿一定范围的反射角 2θ 的分布曲线。需要进行的数据处理包括扣除背底、强度因子校正、定峰（详见附录 A），还包括应力值计算和不确定度计算。也可先将衍射曲线进行二次三项式拟合或合适的钟罩型函数（如高斯、柯西等）拟合，然后进行上述数据处理。

8.4.2 背底校正

测试仪器的探测器采集到的衍射曲线所包含的与布拉格衍射无关的背底应予以扣除，以得到纯净的衍射峰（见附录 A.1）。

如果衍射曲线不是一个孤立的衍射峰，所选用的衍射峰的背底与其它衍射峰有一定程度的重叠，则不宜轻易扣除背底，否者会造成大的偏差（见 8.1.2）。

8.4.3 强度因子校正

为了得到正确的衍射角，宜对衍射峰作洛伦兹-偏振因子 LP 和吸收因子 A 校正。但是洛伦兹-偏振因子 LP 与 ψ 角无关，不影响应力值的计算（见附录 A.2.2），应力测定可不作此项校正；在同倾法的条件下吸收因子 A 与 ψ 角密切相关，应进行校正（见附录 A.2.1）。

8.4.4 定峰

依据 8.1.2 可选择半高宽法、抛物线法、重心法等等方法确定衍射角 2θ （见附录 A.3）。

8.4.5 应力值计算

在平面应力状态下，应由 8.4.4 确定的对应于指定的 ϕ 角和各个 ψ 角的衍射峰位角 $2\theta_{\phi\psi}$ ，依据本标准（8）式、（9）式或（10）式计算应变 $\varepsilon_{\phi\psi}$ ，然后采用最小二乘法计算（12）式中的

斜率 $\frac{\partial \varepsilon_{\varphi\psi}^{(hkl)}}{\partial \sin^2\psi}$ 或 (13) 式中的斜率 $\frac{\partial 2\theta_{\varphi\psi}}{\partial \sin^2\psi}$, 最后计算指定的 ϕ 角方向上的应力 σ_ϕ 。

$$M^\varepsilon = \frac{\partial \varepsilon_{\varphi\psi}^{(hkl)}}{\partial \sin^2\psi} = \frac{\sum_{i=1}^n \varepsilon_{\varphi\psi_i} \cdot \sum_{i=1}^n \sin^2\psi_i - n \sum_{i=1}^n (\varepsilon_{\varphi\psi_i} \cdot \sin^2\psi_i)}{(\sum_{i=1}^n \sin^2\psi_i)^2 - n \sum_{i=1}^n \sin^4\psi_i} \dots\dots\dots (26)$$

$$M^{2\theta} = \frac{\partial 2\theta_{\varphi\psi}}{\partial \sin^2\psi} = \frac{\sum_{i=1}^n 2\theta_{\varphi\psi_i} \cdot \sum_{i=1}^n \sin^2\psi_i - n \sum_{i=1}^n (2\theta_{\varphi\psi_i} \cdot \sin^2\psi_i)}{(\sum_{i=1}^n \sin^2\psi_i)^2 - n \sum_{i=1}^n \sin^4\psi_i} \dots\dots\dots (27)$$

$$\sigma_\phi = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot M^\varepsilon \dots\dots\dots (28)$$

$$\sigma_\phi = K \cdot M^{2\theta} \dots\dots\dots (29)$$

(26) 式至 (29) 式中:

M^ε ——应变 $\varepsilon_{\varphi\psi}$ 对 $\sin^2\psi$ 的斜率;

$M^{2\theta}$ ——衍射角 $2\theta_{\varphi\psi}$ 对 $\sin^2\psi$ 的斜率;

$\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}$ ——X 射线弹性常数;

K ——应力常数。

如果材料中存在垂直于试样表面的切应力, 即 $\tau_{13} \neq 0$ 或 $\tau_{23} \neq 0$, 或者二者均不等于零, 应由 8.4.4 确定的对应于各个 $\pm\psi$ 角的衍射角 2θ 计算晶格应变 $\varepsilon_{+\psi}$ 和 $\varepsilon_{-\psi}$,

$$\sigma_\phi = \frac{1}{\frac{1}{2} S_2} \frac{\partial (\varepsilon_{+\psi} + \varepsilon_{-\psi}) / 2}{\partial \sin^2\psi} \dots\dots\dots (30)$$

$$\tau_\phi = \frac{1}{\frac{1}{2} S_2} \frac{\partial (\varepsilon_{+\psi} - \varepsilon_{-\psi}) / 2}{\partial \sin 2\psi} \dots\dots\dots (31)$$

式中:

σ_ϕ —— ϕ 方向的正应力分量;

τ_ϕ ——正应力 σ_ϕ 作用面上垂直于试样表面方向的切应力分量。

在采用双探测器侧倾法 (修正 χ 法) 的情况下, 正应力 σ_ϕ 和它的作用面上平行于试样表面方向上的切应力 τ_ϕ 的计算见 (21) 式和 (22) 式 (见 5.5)。

8.4.6 应力值不确定度计算

设 $X_i = \sin^2\psi_i$, $\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n \sin^2\psi_i}{n}$, Y_i 代表 ε_{ψ_i} 或 $2\theta_i$, $\bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^n \varepsilon_{\psi_i}}{n}$ 或 $\bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^n 2\theta_i}{n}$, M 代表 M^ε 或 $M^{2\theta}$,

则应变 ε_ψ 或衍射角 $2\theta_\psi$ 对 $\sin^2\psi$ 的拟合直线关系可表达为 $A + MX_i$, A 为直线在纵坐标的截距,

$$A = \bar{Y} - M\bar{X} \dots\dots\dots (32)$$

式中:

A ——应变 ε_ψ 或衍射角 $2\theta_\psi$ 对 $\sin^2\psi$ 的拟合直线在纵坐标的截距;

\bar{X} —— $\sin^2\psi_i$ 的平均值;

\bar{Y} ——应变 ε_ψ 或衍射角 $2\theta_\psi$ 的平均值。

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n \sin^2\psi_i}{n} \dots\dots\dots (33)$$

$$\bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^n \varepsilon_{\psi i}}{n} \text{ 或 } \bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^n 2\theta_i}{n} \dots\dots\dots (34)$$

应变 ε_{ψ} 或衍射角 $2\theta_{\psi}$ 对 $\sin^2\psi$ 拟合直线斜率 M 的不确定度定义为

$$\Delta M = t(n-2, \alpha) \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [Y_i - (A + MX_i)]^2}{(n-2) \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}} \dots\dots\dots (35)$$

式中：

- ΔM ——拟合直线斜率 (M^ε 或 $M^{2\theta}$) 的不确定度；
 $t(n-2, \alpha)$ ——自由度为 $(n-2)$ 、置信度为 $(1-\alpha)$ 的 t 分布值；
 n ——测试所设定 ψ 角的个数；
 α ——置信水平；
 $1-\alpha$ ——置信度或置信概率；
 X_i —— $\sin^2\psi_i$ ；
 Y_i ——对应于每个 ψ_i 的衍射角 $2\theta_{\psi i}$ 测量值或计算出的应变 $\varepsilon_{\psi i}$ 。

例如指定 $1-\alpha=0.75$ ，设定 4 个 ψ 角，查表可以得到 $t=0.8165$ ；进一步计算

$$\Delta \sigma = \frac{1}{\frac{1}{2} S_2} \cdot \Delta M \dots\dots\dots (36)$$

或

$$\Delta \sigma = K \cdot \Delta M \dots\dots\dots (37)$$

在这样的条件下，应力测定的不确定度应表述为：在置信概率为 0.75 的条件下，应力值置信区间的半宽度为 $\Delta\sigma$ 。

9 实验报告

实验报告一般宜包括如下内容：

- 试样名称、编号、材质、状态、晶体结构类型以及测试点部位、应力方向等；
- 方法：测定方法、定峰方法、衍射晶面、辐射、应力常数（X 射线弹性常数）等；
- 条件： ψ 角、 2θ 范围、扫描步距（分辨率）、采集时间（曝光时间）、准直管直径或入射狭缝尺寸（光斑尺寸）、X 射线管电压电流等等；如果采用了摆动法，还要注明摆动角度和摆动周次；
- 结果：应力值（带正负符号）。必要时，给出置信概率的不确定度，还应记载半高宽、积分宽、衍射角、最大衍射强度、积分强度，及 $\varepsilon\text{-}\sin^2\psi$ 图或 $2\theta\text{-}\sin^2\psi$ 图；
注：积分宽（°）等于积分强度除以最大衍射强度。
- 实验操作者、审核者、批准者姓名，来样日期、报告日期等。

10 测定结果评估

10.1 概略性评估

对测定结果进行概略性评估时，如因所得应力值的正负性和数量级迥然超乎人们的预期而令人质疑，则应从以下几方面进行复查：

- 仪器是否经过校验（见 6.5）；

- 材料的相、晶面、辐射、应力常数（或 X 射线弹性常数）的匹配有无有误（见 8.1.4）；
- 测试点的表面处理是否正确，应注意到任何不经意的磕碰划伤或砂纸轻磨都会导致应力状态的显著变化（见 7.2.1）；
- 照射面积是否合适（见 8.1.3）；
- 衍射峰是否完整，是否有足够的强度和峰背比，是否孤立无叠加（见 8.4.2 和 8.1.2）；
- 是否因为粗晶或织构问题致使 $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 严重偏离直线关系（见 7.1.1）。

10.2 测定不确定度分析

10.2.1 概述

由 8.4.6 计算出的不确定度主要来源于实验数据点 ($2\theta, \sin^2\psi$) 或 ($\varepsilon, \sin^2\psi$) 相对于拟合直线的残差，实际上这里包含由试样材料问题引入的不确定度、由系统效应引入的不确定度和由随机效应引入的不确定度三个分量，应当进行具体分析。一般说来，在具有足够的衍射强度和可以接受的峰背比、对应于不同 ψ 角的衍射峰积分强度相差不甚明显的条件下，如果 $\Delta\sigma$ 不超过 10.4 的规定，或者 $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 图（或 $\varepsilon\text{-sin}^2\psi$ 图）上的实验数据点顺序递增或递减，则不确定度的主要分量可能是由随机效应引入的，一般通过改善测试条件（见 10.2.3）可减小随机效应的影响（见 10.2.4）；如果改善测试条件对降低不确定度无明显效果， $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 图上的实验数据点呈现无规则跳动或有规则震荡，则应主要考虑材料本身的因素。

10.2.2 由试样材料问题引入的不确定度分量

试样材料引入的不确定度：

- 如衍射曲线出现异常的起伏或畸形， $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 图（或 $\varepsilon\text{-sin}^2\psi$ 图）上的数据点呈现较大的跳动，建议首先检查材料的晶粒是否粗大，判定方法见 7.1.5；
- 如 $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 图（或 $\varepsilon\text{-sin}^2\psi$ 图）呈现明显的震荡曲线，但是重复测量所得各 ψ 角的衍射角 2θ 重复性尚好，震荡曲线形态基本一致，则可以确认材料存在明显织构；从各 ψ 角衍射峰的积分强度可以确定材料的织构度（见 7.1.6）；
- 观察衍射曲线是否孤立而完整，如有衍射峰大面积重叠的情况，测试结果是不可取的；只在接近峰背底的曲线段发生重叠的，处理方法见 8.1.2；
- 在材料垂直于表面的方向有较大应力梯度，或材料中存在三维应力的情况下，如仍然按照平面应力状态进行测定和计算也会导致显著的测定不确定度（见 4.3 和 8.1.5）。

10.2.3 由测定设备系统问题引入的不确定度分量

测试设备系统引入的不确定度：

- 仪器指示的测试点中心、X 射线光斑中心、测角仪回转中心三者的重合精度是决定系统问题不确定度分量和应力值准确性的最主要因素（见 6.4）；
 - 衍射角 2θ 角、 ψ 角的精度也会直接影响测定不确定度和应力值准确性；
- 注：选用光斑的大小和形状与试样的平面应力梯度、测试点处的曲率半径不相匹配，也会使测定结果产生偏差，亦属系统问题。

10.2.4 由随机效应引入的不确定度分量

在衍射曲线计数较低、衍射峰宽化、峰背比较差的情况下，由随机效应引入的不确定度分量就会比较大。为减小此分量，建议选用如下措施：

- 提高入射 X 射线强度；
- 在测试要求和条件允许的前提下适当增大照射面积（见 8.1.3）；
- 缩小扫描步距，增加参与曲线拟合和定峰的数据点（见 8.1.7）；
- 延长采集时间，增大计数（见 8.1.8）；

——采用摆动法（见 5.7）。

10.3 测定不确定度定量评估

正应力不确定度的评判标准：

a) 如果 $|\sigma| \geq \frac{1}{400 \cdot \frac{1}{2} S_2^{(hkl)}}$ ，则宜有 $\Delta\sigma \leq \frac{1}{1600 \cdot \frac{1}{2} S_2^{(hkl)}}$ ；

b) 如果 $|\sigma| < \frac{1}{400 \cdot \frac{1}{2} S_2^{(hkl)}}$ ，则宜有 $\Delta\sigma \leq \frac{1}{1600 \cdot \frac{1}{2} S_2^{(hkl)}}$ 或者 $\Delta\sigma \leq \frac{1}{4} |\sigma|$ （小于两者中较大者）。

切应力不确定度判标准：

$$\Delta\tau < \frac{1}{10000 \cdot \frac{1}{2} S_2^{(hkl)}}$$

式中 $\Delta\sigma$ 和 $\Delta\tau$ 分别为在指定置信概率之下的置信区间半宽（见 8.4.6）。

附录 A X 射线应力数据处理方法

(规范性附录)

A.1 射峰背底校正

各种不相干散射叠加构成衍射峰的背底。其分布函数为

$$I_b(\psi, 2\theta) = a \cdot A(\psi, 2\theta) + b \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中

$I_b(\psi, 2\theta)$ ——背底强度；

$A(\psi, 2\theta)$ ——吸收因子，系 ψ 角和 2θ 角的函数；

a, b ——为待定常数。

在采集的原始衍射曲线上衍射峰的两侧背底上各取若干数据点，按照上式采用最小二乘法求出常数 a 和 b ，便可确定背底曲线。校正背底的方法是将原始曲线逐点对应地减去背底曲线，得到纯净的布拉格衍射曲线。

A.2 强度因子校正

A.2.1 吸收因子

物质对入射 X 射线的吸收作用与其线吸收系数 μ 以及射线束穿过物质的路程有关；而吸收路程又与入射角 ψ_0 以及接收反射线的角度 2θ 有关。后一层关系用吸收因子表述。在同倾法的条件下吸收因子的表达式为

$$A(\psi, \theta) = 1 - \tan \psi \cot \theta \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

其中

$$\psi = \psi_0 + \frac{180 - 2\theta}{2} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中 2θ 应认定为接收反射线的角度(扫描角度)。在同倾法的情况下，吸收因子使衍射峰位偏高，而且随 ψ 而改变，因此应当进行吸收因子校正。

在侧倾法的情况下吸收因子 $A(\theta)$ 与 ψ 无关。在侧倾固定 ψ 的情况下吸收因子 A 恒等于 1。

A.2.2 洛伦兹-偏振因子 LP

依据多晶体的 X 射线衍射强度理论，从多种衍射几何特征引入洛伦兹因子；晶体对入射 X 光的散射使之发生偏振，偏振量与散射角相关，从而可以导出偏振因子。二者合成洛伦兹-偏振因子 LP ：

$$LP = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

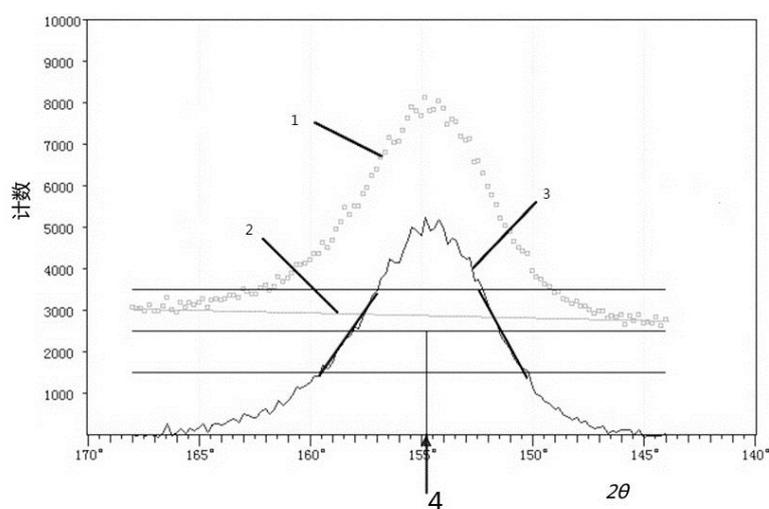
因为都与散射角有关，所以可以称其为角因子。可以看出它无关布拉格衍射，然而由于它的存在会影响衍射峰的峰形和峰位，所以在关注衍射角的绝对值的情况下严格要求应该对衍射峰进行 LP 校正。但是

由于它与 ψ 角无关，在 $\sin^2\psi$ 法应力测定中可以不作此项校正。

A.3 定峰方法

A.3.1 半高宽法

在衍射曲线（计数 I —接受角度 2θ ）上，将扣除背底并进行强度因子校正之后的净衍射峰最大强度 1/2 处的峰宽中点所对应横坐标（角度）作为峰位。



图中：

- 1 ——原始衍射曲线；
- 2 ——背底线；
- 3 ——扣除背底的净衍射峰；
- 4 ——峰位。

图 A1 半高宽法定峰

A.3.2 抛物线法

把净衍射峰顶部（峰值强度 80% 以上部分）的点，用最小二乘法拟合成一条抛物线，以抛物线的顶点的横坐标值作为峰位。

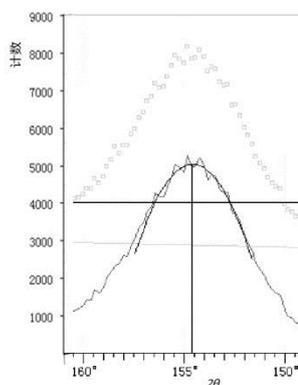


图 A2 抛物线法定峰

A. 3. 3 重心法

截取净衍射峰的峰值 20% 至 80% 之间的部分，将之视为一个以封闭几何图形为轮廓的厚度均匀的板形物体，求出这个物体的重心，将其所对应的横坐标作为峰位。

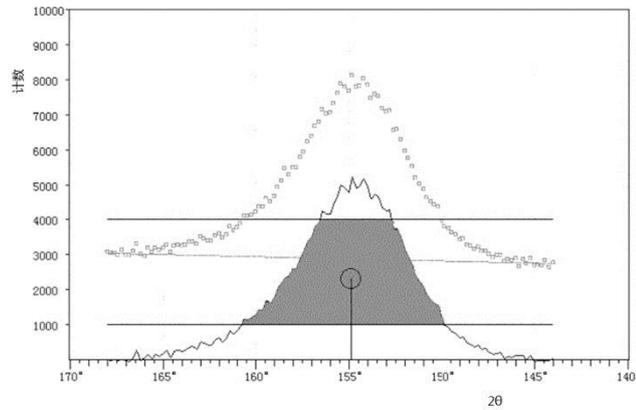


图 A3. 重心法定峰

A. 3. 4 交相关法 (Cross-correlation method)

交相关法是一种计算属于不同 Ψ 角的衍射峰的峰位之差的方法。设 Ψ_1 衍射曲线为 $f_1(2\theta)$ ， Ψ_2 的衍射曲线为 $f_2(2\theta)$ 。构造一个交相关函数 $F(\Delta 2\theta)$ ，

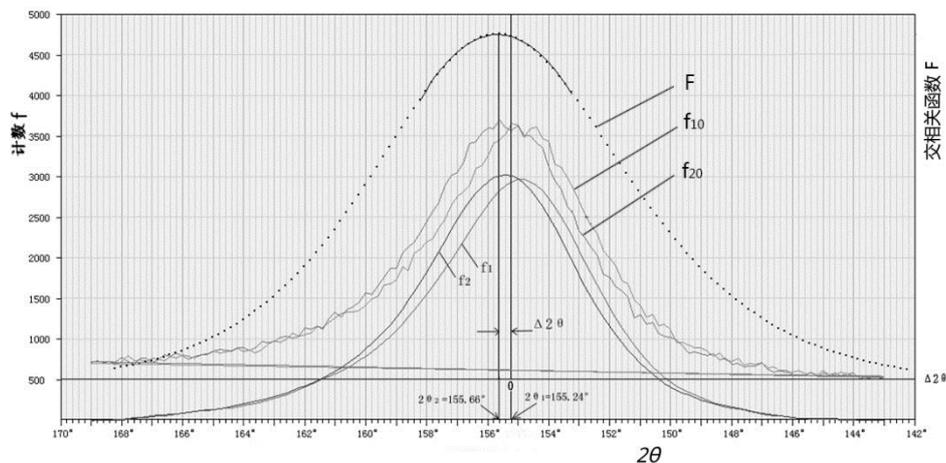
$$F(\Delta 2\theta) = \sum_{i=1}^n f_1(2\theta) \cdot f_2(2\theta + \Delta 2\theta)$$

式中 n 为步进扫描总步数；而

$$\Delta 2\theta = k \cdot \delta$$

$$k = 0, \pm 1, \pm 2 \dots$$

δ 为 2θ 扫描步距。利用最小二乘法将 $F(\Delta 2\theta)$ 分布曲线的顶部作二次三项式拟合，求得该曲线极大值所对应的横坐标值 $\Delta 2\theta$ ，此即 $f_2(2\theta)$ 对 $f_1(2\theta)$ 的峰位之差。



图中：

- f_{10} —— 对应于 Ψ_1 的原始衍射峰；
- f_{20} —— 对应于 Ψ_2 的原始衍射峰；
- f_1 —— 对应于 Ψ_1 经过扣除背底、吸收校正、平滑处理衍射峰；
- f_2 —— 对应于 Ψ_1 经过扣除背底、吸收校正、平滑处理衍射峰；

- F ——交相关函数分布曲线；
 $2\theta_1$ ——对应于 ψ_1 的衍射峰位角；
 $2\theta_2$ ——对应于 ψ_2 的衍射峰位角；
 $\Delta 2\theta$ —— ψ_1 与 ψ_2 衍射峰的峰位之差。

图 A4 交相关法定峰

在采用侧倾固定 ψ 法的前提下,如果因为某种原因无法得到完整衍射曲线而只能得到衍射峰的主体部分,或者衍射峰的背景受到材料中其它相衍射线的干扰,则允许不扣背底,采用抛物线法或“有限交相关法”定峰。有限交相关法,是一种近似处理方法,其做法是:截取对应于各个 ψ 角的原始衍射峰最大计数的某个比例(例如 50%)以上的部分参与交相关法处理,舍弃这个比例以下的衍射曲线。

A.3.5 函数拟合法

选用合适的钟罩型峰函数,如高斯、洛伦兹,修改的洛伦兹,或者中级洛伦兹等,对衍射峰进行拟合。

附录 B 无应力参照样品及设备检定

(规范性附录)

B.1 简介

仪器指示的测试点中心、X 射线光斑中心、测角仪回转中心三者的重合精度是决定应力测量准确度的关键。检验此重合精度和测量准确度使用荧光屏和无应力粉末试样。

B.2 无应力参照样品

B.2.1 概述

使用的参照粉末应该有一个与被测试样品衍射峰相似位置的衍射峰。

粉末应该有细晶粒度晶体结构以及足够的衍射强度。必要时可以对粉末进行退火处理，以减小衍射峰的宽化效应。

B.2.2 无应力标样准备

制备无应力参考样品，通常使用一个平坦的无晶体基底（比如玻璃盘），采取以下方法铺上一层粉末：

- a) 液体（比如二丙醇）沉降；
- b) 尽可能薄地刷上一层油脂，撒上粉末，轻压，小心的去除多余粉末；
- c) 在双面胶薄膜上沉淀，轻压；
- d) 油脂混合粉末沉积在玻璃盘上；
- e) 用油脂、液状胶和溶剂（无晶体成分）和粉末混合，在玻璃盘上沉淀。

注意不能采用能够溶解粉末或者基底的溶剂，切勿采用引起化学作用（比如聚合作用）的物质，避免产生应力。

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。

——不推荐使用单晶薄板（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衍射图形背景产生一个显著的起伏，所以油脂层和双面胶薄膜越薄越好。

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

B.2.3 测量方法

参照样本 2θ 和 ψ 的选择应该与待测材料的测试参数相一致。可增加计数曝光时间减少以随机误差。

B.2.4 设备无应力样品检测的认可准则

粉末材料被认为无应力，衍射角 2θ 可视为常数。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。

设备测试无应力粉末的结果满足如下条件，则可判定设备通过认证：

$$|\sigma| \leq \frac{1}{10000} \cdot \frac{1}{1/2 \cdot S_2^{\{hkl\}}} \text{ 且 } \Delta\sigma \leq \frac{1}{10000} \cdot \frac{1}{1/2 \cdot S_2^{\{hkl\}}} \dots\dots\dots (B.1)$$

$$|\tau| \leq \frac{1}{20000} \cdot \frac{1}{\frac{1}{2} \cdot S_2^{\{hkl\}}} \text{ 且 } \Delta\tau \leq \frac{1}{20000} \cdot \frac{1}{1/2 \cdot S_2^{\{hkl\}}} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

$1/2 \cdot S_2^{\{hkl\}}$ 晶面 $\{hkl\}$ 的弹性常数;

$\Delta\sigma$ 和 $\Delta\tau$ 分别为在指定置信概率之下的置信区间半宽(见 8.4.6);

$\frac{1}{2} \cdot S_2^{\{hkl\}}$ 应使用所分析材料的值,而不是指无应力粉末试样的值。

B.3 应力参考样品(LQ/ILQ)及设备认证

实验室认可(LQ)应力参考标样——即实验室生产的已知应力参考样品,应具有微观结构的高度均匀性以及应力的时间稳定性。建议使用简单几何形状样品,确保样品的平整和低粗糙度等。应力水平应该足够高,以减小测试中相对误差。在经过仔细校准的测角仪上进行多次测量。

样品参考值 σ_{ref} , τ_{ref} 和 L_{ref} 定义为测量结果的平均值。可重复性 $r_{\sigma_{\text{ref}}}$, $r_{\tau_{\text{ref}}}$, $r_{L_{\text{ref}}}$ 等于 $2.8S_{\sigma_{\text{ref}}}$, $2.8S_{\tau_{\text{ref}}}$ 和 $2.8S_{L_{\text{ref}}}$, 其中 $S_{\sigma_{\text{ref}}}$, $S_{\tau_{\text{ref}}}$ 和 $S_{L_{\text{ref}}}$ 是 σ_{ref} , τ_{ref} 和 L_{ref} 的标准差。

B.4 特性参数的评估

特性参数有:

——正应力值 σ_{ref} 及其可重复性 $r_{\sigma_{\text{ref}}}$;

——切应力值 τ_{ref} 及其可重复性 $r_{\tau_{\text{ref}}}$;

——平均宽度 L_{ref} 及其可重复性 $r_{L_{\text{ref}}}$ 。

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。

B.5 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照标样实际上与实验室应力参照标样相似,但是前者应该通过几个实验室进行检测,以便得到趋向于普遍认可的应力参照标样。

该标样应满足本标准的基本假定:晶粒细小、无织构;表面平整、粗糙度低;在沿深度和沿着表面的应力或成分梯度应是可以忽略不计的;力学状态应是稳定的,不随时间而改变;应力水平应尽可能高,

至少达到 $\frac{1}{500^{1/2} \cdot S_2^{\{hkl\}}}$ 。

试样的参考值——正应力 σ_{ref} , 切应力 τ_{ref} 和再现性 $R\sigma$, $R\tau$, 重复性 r_{σ} , r_{τ} , 至少通过五个实验室的分别测试而获得。在无法得到认证的标样的情况下,各地实验室可以自由组合制造和表征 ILQ 标样。实验室间比对的信息可以在 ISO5725-2 里找到。再现性和重复性的计算在 ISO 2725-2 有描述。他们被定义成 $2.8 S_r$ 和 $2.8 S_R$, 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,应当注明标样的参考值应和实验条件(衍射晶面、辐射、滤波片、光斑尺寸、测量区域位置、 ψ 值、XECs、 S_1 方向,如采用摆动法,还要注明摆角和摆动周次)。

B.6 ILQ应力参考样品的设备资格认证

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

在ILQ 应力参考样本上进行的资格认证步骤:

- 选择进行资格认证(或检定)时在样本上进行重复测量的次数 $n(n>4)$,且应该对 n 进行报告。
- 计算正应力和切应力的临界差异值 CD :

$$CD_{\sigma} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R_{\sigma}^2 - r_{\sigma}^2 \left(\frac{n-1}{n}\right)} \text{ 以及 } CD_{\tau} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R_{\tau}^2 - r_{\tau}^2 \left(\frac{n-1}{n}\right)} \dots\dots\dots(B-3)$$

——计算出 ILQ 样本 n 次测量 σ_i 和 τ_i ($i=1\sim n$),并求出其平均值:

$$\bar{\sigma} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \sigma_i \text{ 以及 } \bar{\tau} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \tau_i \dots\dots\dots(B-4)$$

——如果正应力和切应力满足以下两个条件,测角仪认定为合格或检定通过:

$$|\sigma_{ref} - \bar{\sigma}| \leq CD_{\sigma} \text{ 以及 } |\tau_{ref} - \bar{\tau}| \leq CD_{\tau} \dots\dots\dots(B-5)$$

公式 (B-3)、(B-4) 和 (B-5) 中

CD_{σ}	正应力的临界偏差
CD_{τ}	切应力的临界偏差
R_{σ}, R_{τ}	可再现性数值
r_{σ}, r_{τ}	可重复性值
$\bar{\sigma}$	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
τ	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 样本的切应力值

B.7 合格设备的性能验证

B.7.1 概述

验证过程应包括一个无应力的样本和一个应力参考样本(ILQ 或LQ)的测试。

B.7.2 用无应力样品对仪器性能验证。

B.7.3 验证过程在无应力样品上进行。

注:资格验证过程中 n 可以选择不同的值。

B.7.4 应力参考样本上仪器的性能验证

如果使用了一个LQ 应力参考样本,应验证以下条件:

——测试应力应满足:

$$|\sigma_{ref} - \sigma_{determined}| \leq \frac{r_{\sigma}}{\sqrt{2}} \dots\dots\dots(B.6)$$

$$|\tau_{ref} - \tau_{determined}| \leq \frac{r_{\tau}}{\sqrt{2}} \dots\dots\dots(B.7)$$

$$|L_{ref} - L_{determined}| \leq \frac{r_L}{\sqrt{2}} \dots\dots\dots(B.8)$$

公式 (B-6), (B-7), (B-8) 中

σ_{ref}	LQ 样本的正常应力值;
$\sigma_{determined}$	应力参考样本的测试正应力值;

τ_{ref}	LQ 样本的切应力真实值；
$\tau_{determined}$	应力参考样本的测定切应力值；
L_{ref}	LQ 样本的衍射峰的平均宽度；
$L_{determined}$	应力参考样本衍射峰的测定平均宽度；
$r_{\sigma}, r_{\tau}, r_L$	实验室获得的内部样本的重复性。

附录 C 主应力和主应力方向的计算

(规范性附录)

在平面应力状态下，在试样表面指定相互垂直的 X 、 Y 方向，分别测定 X 、 Y 方向和其间 45° 方向的应力 σ_x 、 σ_y 和 σ_{45° ，根据弹性力学，可以计算出试样表面主应力 σ_1 和 σ_2 的大小和方向，还可以计算出切应力 τ_{xy} ：

$$\sigma_1 = (\sigma_x + \sigma_y)/2 + \sqrt{[(\sigma_x - \sigma_y)/2]^2 + \tau_{xy}^2}$$

$$\sigma_2 = (\sigma_x + \sigma_y)/2 - \sqrt{[(\sigma_x - \sigma_y)/2]^2 + \tau_{xy}^2}$$

$$\alpha = \arctan[(\sigma_1 - \sigma_x)/\tau_{xy}]$$

$$\tau_{xy} = \sigma_{45^\circ} - (\sigma_x + \sigma_y)/2$$

式中 α 为主应力方向与 X 轴的夹角。

附录 D 穿透深度修正

(资料性附录)

D.1 概述

由穿透引起的衍射峰移位可以计算出来。它首先需要对每次倾斜的信息深度（加权平均穿透深度）进行计算。

根据下面的公式修正衍射峰位置：

$$2\theta_{\text{corr}} = 2\theta_{\text{means}} + \Delta 2\theta_{\text{tr}} \dots\dots\dots(\text{D-1})$$

D.2 ω 法

厚样品的信息深度：

$$z = \frac{\sin^2 \theta - \sin^2(\omega - \theta)}{2 \cdot \mu \cdot \sin \theta \cdot \cos(\omega - \theta)} \dots\dots\dots(\text{D-2})$$

那么衍射峰的偏移（度）：

$$\Delta 2\theta_{\text{tr}} = \frac{-180}{\pi} \cdot \frac{2z}{R} \cdot \frac{\sin(\theta) \cos(\theta)}{\sin \omega} \dots\dots\dots(\text{D-3})$$

这里：

μ	线性衰减系数；
θ	布拉格角；
$(\omega - \theta)$	补偿角；
Z	信息深度；
R	衍射测角仪半径。

D.3 χ 法

厚样品的信息深度为：

$$z = \frac{\sin \theta \cdot \cos \chi}{2\mu} \dots\dots\dots(\text{D-4})$$

那么衍射峰的偏移（度）：

$$\Delta 2\theta_{\text{tr}} = \frac{-180}{\pi} \cdot \frac{2z}{R} \cdot \frac{\cos \theta}{\cos \chi} \dots\dots\dots(\text{D-5})$$

这里：

μ	线性衰减系数；
θ	布拉格角；
$(\omega - \theta)$	补偿角；
z	信息深度；
R	衍射测角仪半径。

穿透深度校正通常是可以忽略不计的。在线性吸收系数 μ 小于 200cm^{-1} 时要考虑此修正，如陶瓷、氧化物、轻金属、聚合物并且用铬，钴，铜辐射时，对于使用钼辐射的金属和重金属也要修正。

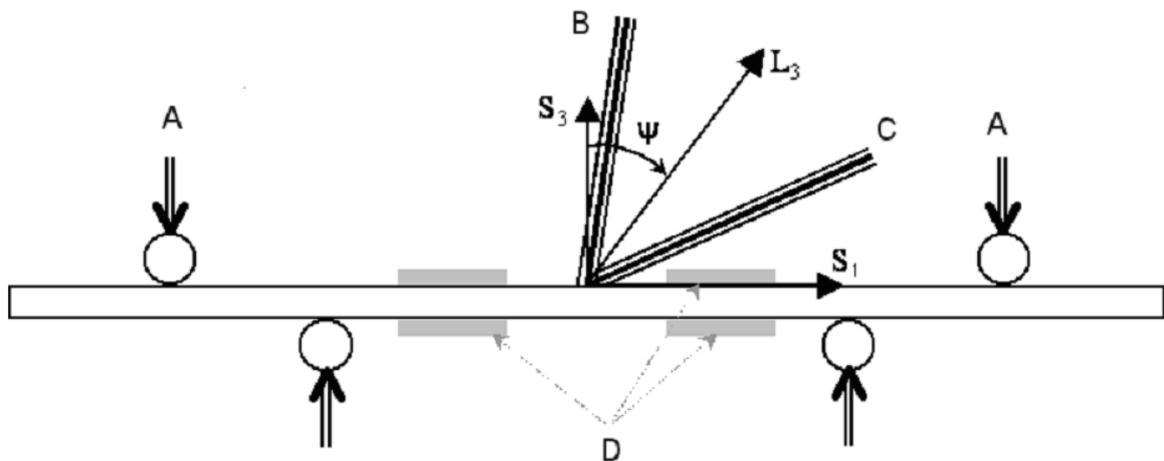
附录 E 实验法测定 X 射线弹性常数 XEC

(资料性附录)

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 $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ 。

E.1 试验方法

试验可以采用单纯的拉力、剪切力和弯曲等方式加载，通常使用四点弯曲。试验过程中，X 射线的辐射区域确保为均布载荷。在加载过程中，测量区域应该始终保持在测角仪的中央。



如图

S_1, S_2	样品坐标系
L_3	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 E 使用 4 点弯曲试验测定 X 射线弹性常数

E.2 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。

必须精确控制施加的力。如果使用应变片或者引伸计，必须知道宏观弹性常数 E 和 ν 。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。

E.3 加载设备的校准和样品的调整

用校准过的试验机或者校准过的静负载加载。测量区域的应力通过负载及几何函数确定。

校准步骤为：

——在 0 到 75% 屈服载荷加载和卸载至少进行两个循环，以便检查应变计电信号是否在每个循环结束归零。

——在 5% 到 75% 屈服载荷下，至少执行 3 个循环。

E.4 衍射仪测量

测试装置应定位在衍射仪中央。每次测量都应该沿着样品的纵向施加不同的载荷。在测试区域施加的应力或者应变应经应变片进行评估。测量应该从高载荷开始，测试中降低载荷以避免由样品非弹性形变带来的影响。在屈服的 70% 和 5% 之间至少分 5 步均匀加载。

E.5 XEC 的计算

每一步加载，平均应力都应该计算出来以便确定 $\varepsilon_{\phi\psi}$ ：

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

应画出每个载荷的椭圆曲线 $\varepsilon_{\phi\psi} = a \cdot \sin^2 \psi + b \cdot \sin(2\psi) + c$ ，斜率“a”，法线“b”和截距“c”由最小二乘法得出：

$$a = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} (\sigma_{11}^R - \sigma_{33}^R + \dots) \dots \dots \dots (E-2)$$

$$b = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \cdot \tau_{13}^R \dots \dots \dots (E-3)$$

$$c = \frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}} \sigma_{33}^R + S_1^{\{hkl\}} [Tr(\sigma^R) + \sigma_{11}^A] \dots \dots \dots (E-4)$$

公式(E-1)，(E-2)，(E-3)，(E-4)中：

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	残余切应力
$Tr(\sigma^R)$	残余应力轨迹

斜率‘a’对外加应力画图给出斜率为 $\frac{1}{2} S_2^{\{hkl\}}$ 的直线；

法线‘b’值对外加应力画图，会给出斜率为 0 的水平线；

截距‘c’值对外加应力画图，给出斜率为 $S_1^{\{hkl\}}$ 的直线；

不确定度需要估计和随结果给出，比如通过最小二乘法。

附录 F 等强度梁法实验测定 X 射线弹性常数和 应力常数 K

(资料性附录)

采用与待测应力工件的材质工艺完全相同的材料制作等强度梁。
等强度梁的尺寸和安装方式如图 F。

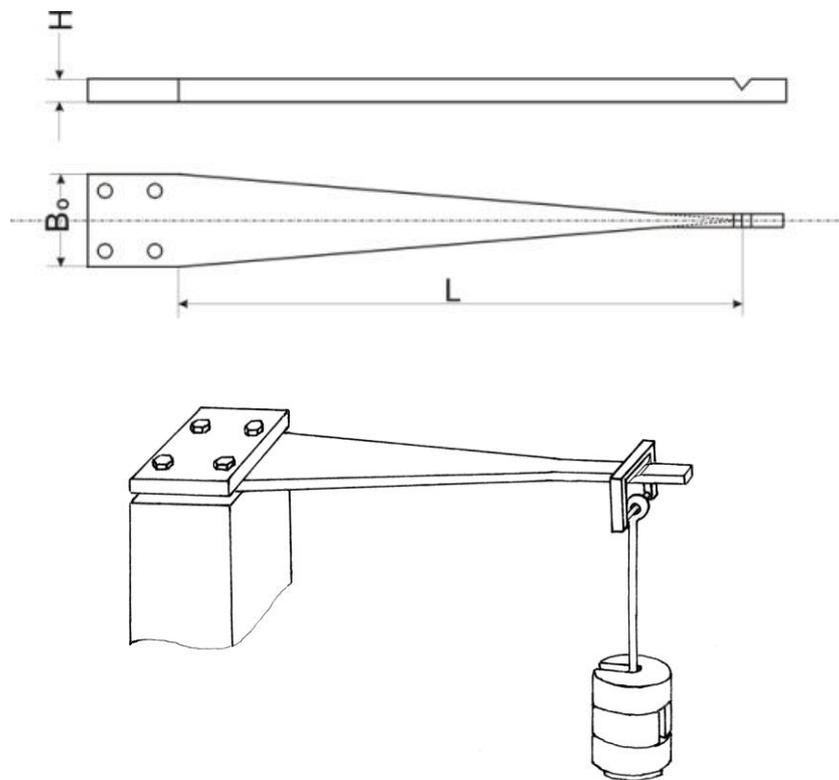


图 F 等强度梁的尺寸和加载方式

如果载荷为 P ，则等强度梁上面的载荷应力 σ_p 按下式计算：

$$\sigma_p = \frac{6L}{B_0 H^2} P = GP \dots \dots \dots (F.1)$$

例如，假定梁体尺寸为： $L=300\text{mm}$ ， $B_0=50\text{mm}$ ， $H=6\text{mm}$ ，计算得 $G=1/\text{mm}^2$ 。

加载用的砝码应校准。

测试点应当确定在梁体的中心线上远离边界条件的某一点，应力方向与中心线一致。并事先通过检测确认梁体中心线为主应力方向。

假定测试点的残余应力为 σ_r ，则载荷应力与残余应力的代数和 $\sigma_{pi} + \sigma_r$ 与 X 射线应力测定所得的斜率 M_j 成正比，即

$$\sigma_{pi} + \sigma_r = KM_j \dots \dots \dots (F.2)$$

一般地表达，

$$\sigma_p = KM_j - \sigma_r \dots \dots \dots (F.3)$$

式中 σ_p 和 K 为未知数。这是个直线方程， K 为直线的斜率。对此式求导，得

$$K = \frac{\partial \sigma_p}{\partial M} \dots \dots \dots (F.4)$$

施加一系列不同的载荷 P_i ，计算出相应的载荷应力 σ_{pi} ，使用合格的 X 射线应力测定仪，按照本标准规定的的方法，分别测定斜率 $M_i^{2\theta}$ 和 M_i^ε

$$M_i^{2\theta} = \frac{\partial 2\theta_{\varphi\psi}}{\partial \sin^2\psi} \dots \dots \dots (F.5)$$

$$M_i^\varepsilon = \frac{\partial \varepsilon_{\varphi\psi}^{(hkl)}}{\partial \sin^2\psi} \dots \dots \dots (F.6)$$

则应力常数

$$K = \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_{pi} \sum_{i=1}^n M_i^{2\theta} - n \sum_{i=1}^n (\sigma_{pi} \cdot M_i^{2\theta})}{(\sum_{i=1}^n M_i^{2\theta})^2 - n \sum_{i=1}^n (M_i^{2\theta})^2} \dots \dots \dots (F.7)$$

X 射线弹性常数

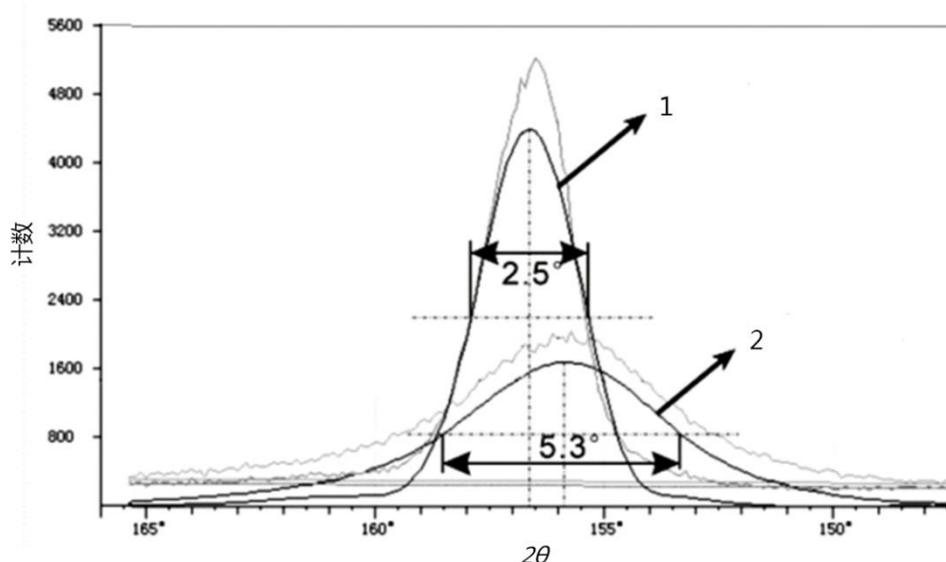
$$\frac{1}{2} S_2 = \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_{pi} \sum_{i=1}^n M_i^\varepsilon - n \sum_{i=1}^n (\sigma_{pi} \cdot M_i^\varepsilon)}{(\sum_{i=1}^n M_i^\varepsilon)^2 - n \sum_{i=1}^n (M_i^\varepsilon)^2} \dots \dots \dots (F.8)$$

附录 G 衍射峰半高宽

(资料性附录)

按照布拉格定律，只有在严格的 2 倍布拉格角 θ 上才会出现衍射强度的极值，然而实际的衍射峰总会跨越一定的角度范围。为了描述这一现象，用到了半高宽这一参数，即除去背底的衍射峰在其最大强度 1/2 处所占据的宽度，以度 ($^{\circ}$) 为单位。

例，图 G.1 给出相同几何条件下调质钢和经过喷丸的弹簧钢的 CrK α 辐射 (211) 晶面的衍射峰，并且分别标明它们半高宽。



图中：

- 1 ——CrK α 辐射，调质钢 (211) 晶面衍射峰；
- 2 ——CrK α 辐射，喷丸强化弹簧钢 (211) 晶面衍射峰。

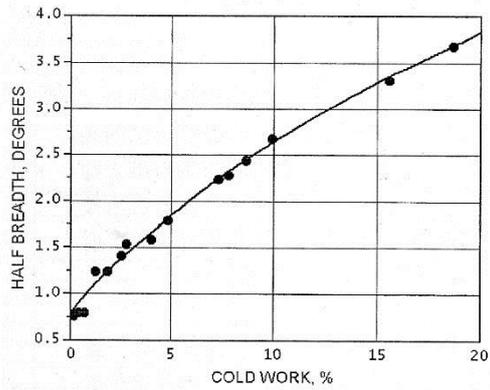
图 G.1 材料不同状态的衍射峰半高宽

从 X 射线衍射分析的角度来说，半高宽是个非常重要的物理参数。它的大小既有几何因素，又有物理因素。

几何因素指的是入射光束发散度越大，接收狭缝越宽，则半高宽越大。

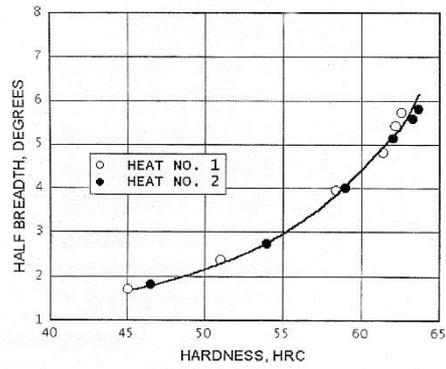
就物理因素而言，首先是相干散射区的大小。当相干散射区比较大的时候，在入射线和反射线偏离布拉格角 θ 一个微小的 $\Delta\theta$ 的条件下，相干散射区内各层晶面的反射矢量相加即可形成一个完整的位相而相消，所以衍射峰不会宽化；反之，如果相干散射区很小，在布拉格角 θ 左右一定区间里，因各层晶面反矢量相加无法相消而产生一定的衍射振幅，这就是衍射峰宽化的本质原因。其次第二类内应力(微观应力)增大，位错密度增高，都会导致衍射峰宽化。

导致衍射峰宽化的因素属于材料微观组织结构的范畴，并显著影响到材料的力学性能。图 G.2 表明高温合金 Rene95 冷作变形量增加，衍射峰半高宽增大。图 G.3 表明高速硬度与其衍射峰半高宽的关系。



Diffraction-peak breadth at half height for the (420) peak for Rene 95 as a function of cold-working percentage

图 G.2 高温合金半高宽与其冷作变形量的关系



Diffraction-peak breadth at half height for the (211) peak for M50 high-speed tool steel as a function of Rockwell hardness.

图 G.3 高速钢硬度与其半高宽的关系

附录 H 使用 X 射线应力仪测定残余奥氏体含量

(资料性附录)

H.1 测量原理

测定钢中残余奥氏体含量依据的是 X 射线衍射原理。如果说测定残余应力是依据衍射线方向的话，那么测定残奥含量依据的则是衍射线的强度。

X 射线衍射强度的运动学理论从一个电子对于入射的单色 X 射线的散射出发，一步步地研究一个原子的散射，一个晶胞的散射，直至多晶体的散射，最后推导出了衍射线积分强度公式：

$$I_{\text{积}} = I_0 \frac{I}{32\pi r} \frac{e^4}{m^2 c^4} F^2 \lambda^3 P e^{-2D} A(2\theta) \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \frac{V}{v^2} \dots\dots\dots (\text{H.1})$$

式中：

I_0 ——入射 X 射线强度，

F^2 ——结构振幅，

P ——多重性因子，

$\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta}$ ——洛伦兹—偏振因子 LP，

e^{-2D} ——温度因子，

$A(2\theta)$ ——吸收因子，

V ——某相参加衍射的体积，

v ——单位晶胞体积。

式中还有电子电荷 e 、电子质量 m 、光速 c 和入射 X 射线波长 λ 、测角仪圆半径 r 等常数。

尽管公式 (1) 很复杂，还是可以明显看出衍射线积分强度 $I_{\text{积}}$ 与某相参加衍射的体积 V 成正比。

令

$$K = I_0 \frac{I}{32\pi r} \frac{e^4}{m^2 c^4} \lambda^3,$$

可以看出 K 为常数；再令

$$R = F^2 P e^{-2D} A(2\theta) \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \frac{I}{v^2} \dots\dots\dots (\text{H.2})$$

则 (H.2) 式变为

$$I_{\text{积}} = K R V$$

于是，某相参加衍射的体积

$$V = I_{\text{积}} / KR \quad \dots\dots\dots (H.3)$$

该公式对于 α 、 γ 两相参加衍射的体积 V_{α} 、 V_{γ} 都适用，只是其中的 $I_{\text{积}}$ 改为 A_{α} 、 A_{γ} ，后者分别表示 $\alpha(211)$ 和 $\gamma(220)$ 两个衍射峰的积分强度，或说衍射峰的积分面积， R 也应分别是 R_{α} 、 R_{γ} ，即

$$V_{\alpha} = A_{\alpha} / KR_{\alpha} \quad \dots\dots\dots (H.4)$$

$$V_{\gamma} = A_{\gamma} / KR_{\gamma} \quad \dots\dots\dots (H.5)$$

假定钢中仅有 α 、 γ 两相，则 γ 相的体积百分比，即奥氏体百分含量

$$A_r \% = \frac{V_{\gamma}}{V_{\alpha} + V_{\gamma}} = \frac{1}{1 + \frac{V_{\alpha}}{V_{\gamma}}} \quad \dots\dots\dots (H.6)$$

将 (H.4)、(4) 代入 (H.6)，

$$A_r \% = \frac{1}{1 + \frac{A_{\alpha} / R_{\alpha}}{A_{\gamma} / R_{\gamma}}} \quad \dots\dots\dots (H.7)$$

(H.6) 式就是用于残余奥氏体含量测定的计算公式。

如果试样中的碳化物含量是不可忽略的，可以利用金相法估算它的百分含量 C ，这时 (H.7) 式变为

$$A_r \% = \frac{1 - C}{1 + \frac{A_{\alpha} / R_{\alpha}}{A_{\gamma} / R_{\gamma}}} \quad \dots\dots\dots (H.8)$$

可以设 $G = R_{\gamma} / R_{\alpha}$ ，(7) 式变得更为简单：

$$A_r \% = \frac{1 - C}{1 + G \frac{A_{\alpha}}{A_{\gamma}}} \quad \dots\dots\dots (H.9)$$

H.2 R 值的计算

查阅相关资料，按照 (H.2) 式逐步进行计算，可以得到 $\text{CrK}\alpha$ 辐射的 $\alpha(211)$ 晶面、 $\gamma(220)$ 晶面、 $\alpha(200)$ 晶面及 $\gamma(200)$ 晶面的 R 值。计算步骤如下表。这里， $\text{CrK}\alpha$ 辐射 $\lambda = 2.2909 \text{ \AA}$ ；采用 $\theta - \theta$ 扫描 Ψ 测角仪，吸收因子 $A(2\theta)$ 等于 1。

表 1. R 值计算步骤表

相	马氏体	奥氏体	马氏体	奥氏体
晶面	(211)	(220)	(200)	(200)
晶格常数 a(Å)	2.8685	3.6016	2.8685	3.6016
晶面间距 d(Å)	1.1702	1.2734	1.4343	1.8008
布拉格角 θ	78.315°	64.565°	53°	39.5°
LP	9.487	3.992	2.832	3.32
$\text{Sin } \theta / \lambda$	0.4273	0.3960	0.3486	0.2777
f_0	13.5	14.27	15.64	17.79
λ / λ_k	1.31	1.31	1.31	1.31
Δf	-1.9	-1.9	-1.9	-1.9
f	11.6	12.37	13.74	15.89
F²	4f² =538.2	16 f² =2448.27	4f² =755.15	16 f² =4039.87
P	24	12	6	6
A (原子量)	55.85	55.85	55.85	55.85
Θ	430	430	430	430
T	300° K	300° K	300° K	300° K
$x = \Theta / T$	1.433	1.433	1.433	1.433
$\Phi(x) + x/4$	0.6974 + 1.433/4 = 1.056	1.056	1.056	1.056
$B = 1.15 \times 10^4 / (A \cdot \Theta^2) \cdot 1.056$	0.353	0.353	0.353	0.353
$D = B \cdot (\text{Sin } \theta / \lambda)^2$	0.06445	0.05536	0.0429	0.0272
e^{-2D}	0.878	0.894	0.9178	0.9471
v^2	554.19	2073.7	554.19	2073.7
M² = 1/v²	18.04 × 10⁻⁴	4.822 × 10⁻⁴	18.044 × 10⁻⁴	4.822 × 10⁻⁴
R	194.14	50.559	21.250	36.752

注：表中粗体数字相乘，便得到末行双线栏的结果。

上表中没有考虑吸收因子。除了采用 $\theta - \theta$ 扫描 Ψ 测角仪之外，一般都必须把吸收因子计算进去。吸收因子与入射角 Ψ_0 及衍射角 2θ 有关（见附录 A.2.1）。

H.3 测量和计算方法

使用 X 射线应力仪测定残奥含量，可以选择一对衍射峰，也可以选择 4 个衍射峰。一般情况下，如果材料中没有明显的织构，选择一对峰，即 α (211) 晶面 156° 的衍射峰和 γ (220) 晶面 129° 的衍射峰，就能够比较准确地测定残奥含量。如果材料中确有较为明显的织构，也可以仍然使用这一对峰，但是须设定不同的 Ψ 角和 Φ 角测定残奥，然后计算平均含量；另一途径就是使用 2θ 范围超宽的测角仪，采用 4 个衍射峰进行测定。

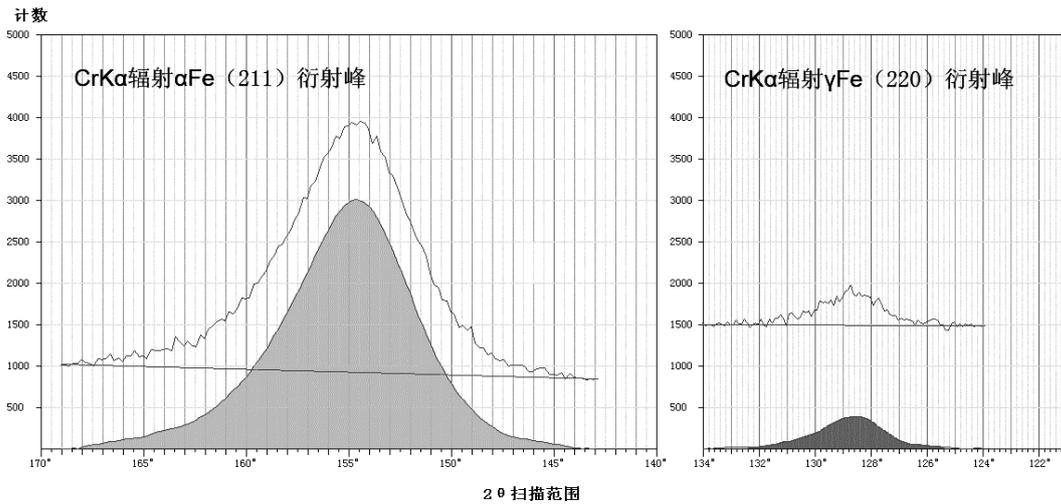


图 H.1 利用 α (211) 和 γ (220) 衍射峰测定残奥

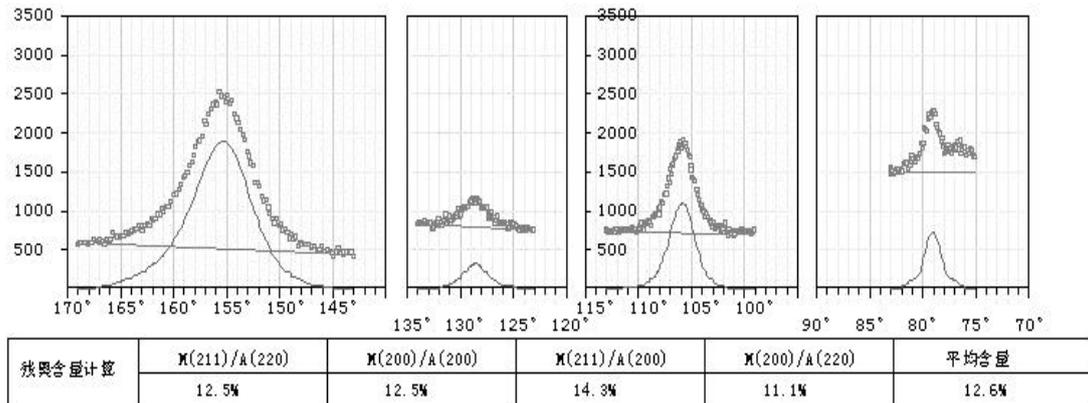


图 H.2 利用四个衍射峰测定残奥

选择测量条件,应考虑以下原则:第一,合理确定每个衍射峰的扫描范围,以便得到完整的衍射峰。所谓完整的衍射峰,就是扫描范围足够宽,以致衍射曲线两端的尾部具备与同一条直线相切的趋势(参见图 H1),该直线就是衍射峰的背底,这样才能够正确地计算衍射峰积分强度;第二,合理选择每个衍射峰的扫描步距和计数时间,以便得到尽可能完好的、随机波动比较小的衍射峰,减少偶然误差。对于比较弱的衍射峰,扫描步距可以缩小,计数时间可以加长。

测定残奥含量的扫描和计算工作都是由计算机控制,按照程序自动完成的。计算过程:

1、首先,在各条原始衍射曲线的前后背底上分别取若干个数据点,用最小二乘法确定背底直线,然后将所有的原始数据点扣除相应的背底,再对扣除背底的所有数据点进行二次三项式滚动平滑处理,由此即得到仅与布拉格衍射有关的、比较平滑的净衍射峰;

2、将每条净衍射峰的全部数据点作累加,再乘以扫描步距,除以计数时间,得到它的积分强度 A ;

3、各个积分强度 A 除以对应的 R , 即得出所谓的相对积分面积 Ar , 对应于各相每一个晶面的相对积分面积分别为:

$$Ar_{\alpha(211)} = A_{\alpha(211)} / R_{\alpha(211)},$$

$$Ar_{\gamma(220)} = A_{\gamma(220)} / R_{\gamma(220)},$$

$$Ar_{\alpha(200)} = A_{\alpha(200)} / R_{\alpha(200)},$$

$$Ar_{\gamma(200)} = A_{\gamma(200)} / R_{\gamma(200)}.$$

4、有了相对积分面积 Ar , (7) 式简化为

$$A \% = \frac{1}{1 + \frac{Ar_{\alpha}}{Ar_{\gamma}}} \dots\dots\dots (H. 10)$$

5、利用 α (211)、 γ (220)、 α (200)、 γ (200) 四个衍射峰，利用公式 (9)，两两组合，计算四次，即：

- α (211) 对 γ (220)，
- α (200) 对 γ (200)，
- α (211) 对 γ (200)，
- α (200) 对 γ (220)，

得到四个残奥含量，并分别输出。当然，如果采用通用测角仪，则只有如上第一个测量结果。

6、如果采用 4 峰法，则需要求出如上四个残奥含量的平均值，作为最终测量结果。

H. 4 测试技术要点和注意事项

H.4.1 衍射线条的选择和在不同 Φ 角和 Ψ 角测量

实验结果表明，使用 $\text{CrK}\alpha$ 辐射， α (200) 和 γ (220) 衍射线比较弱，偶然误差必然较大， γ (200) 峰还有其它相的干扰 (如图 H2 所示)。如果材料中没有明显织构，就不必使用这两个衍射峰，因为它们对测量结果往往并不能带来正面贡献。从图 H2 的结果可以看出，四个残奥值的平均值与第一个残奥值——即由 α (211) 和 γ (220) 计算得到的结果相差无几。因此主张，在一般情况下，尽量采用 α (211) 和 γ (220) 一对衍射线测定残奥。如果材料中有织构，则应在不同 Φ 角和 Ψ 角分别测定残奥，然后求其平均值作为最终测量结果。

H.4.2 入射准直管和接收狭缝的选择

如果待测零件的测试点为平面或曲率半径较大，应该尽量选用仪器提供的直径较大的准直管 (例如 $\Phi 3\text{mm}$ ，甚至 $\Phi 4\text{mm}$)，以使照射面积尽可能大一些。这样做的好处，一是较好的反映试样残奥含量的平均值，二是照射面积大，衍射强度高，测量精度也会比较高。接收狭缝则应选用 1.8mm (在测角仪圆上覆盖 1°)。

H.4.3 扫描范围的确定

衍射峰积分强度是仅与布拉格衍射有关的净衍射峰的积分面积。要正确获取这个面积，首先必须合理选择 2θ 扫描范围，确定接近真实的衍射峰背底。使用当前国产应力仪测定残奥，能够分别选定 α (211) 和 γ (220) 衍射峰的扫描范围。

淬火钢衍射峰明显宽化，马氏体 (211) 衍射峰的扫描范围必须足够宽。按照经验，一般要选取 $169^\circ \sim 143^\circ$ 。

奥氏体（220）衍射峰的扫描范围应当视含量高低而定。含量在 10% 以上的，考虑到奥氏体的弥散分布，可以选取 $135^{\circ} \sim 122^{\circ}$ ，也可以适当缩小。如果含量较低，例如在 5% 以下，则扫描范围不可太大。因为如果范围过大，衍射峰背底过长，不但浪费测量时间，而且背底上的随机起伏波动会带来较大的测量误差。一般可以取 $131^{\circ} \sim 126^{\circ}$ ；含量在 1% 以下时，应该取 $130^{\circ} \sim 127^{\circ}$ ，因为此时应当去除滤波所剩 CrK β 辐射的马氏体（211）衍射峰（ 126° ）的影响。

H.4.4 扫描步距、计数时间和多次重复测量法

使用扫描式应力仪测定残奥，可以分别选定 α （211）和 γ （220）衍射峰的扫描步距和计数时间。如前所述，对于含量较低的相，为了得到尽可能完好的、随机波动比较小的衍射峰，扫描步距可以适当缩小，计数时间可以适当延长。 α （211）衍射峰的扫描步距一般可以选择 0.1° 或 0.2° ，在在用直径为 $\Phi 3\text{mm}$ 或 $\Phi 2\text{mm}$ 的条件下，计数时间可确定为 0.5s 或 1s； γ （220）衍射峰的扫描步距可取 0.1° 或 0.05° ，计数时间则依残奥含量高低而定，含量高的，可用 1s 或 2s，含量低的可延长至 4s、5s。

如果含量很低，又必须准确测量，则可以选择多次重复测量法。这是为了避免因测量时间过长，外界干扰或机箱温度变化而可能导致的系统漂移。

H.4.5 测试点表面状态的影响

因为测定残奥所用 X 射线一般不属硬射线，在材料表面的有效穿透深度通常为几微米至十几微米，测得的残奥含量就是这个深度内的加权平均值。显然，试样测试点表面状态对测量结果有显著影响。

首先表面不应该有氧化皮、污垢或磕碰划伤。

热处理零件的表面如果有脱碳，测出的残奥误差大。

线切割得到的截面上有一定厚度的熔凝层，应去除一定厚度后再测定残奥。

手工砂布打磨一般来说对残奥含量影响不大。但是如果使用电动砂轮作强力疾速打磨，则会带来意想不到的后果——残奥含量异常升高。

经过磨削的零件，须注意有无烧伤，烧伤部位残奥变化较大；还要注意的，在砂轮较钝或进刀量较大的情况下，磨削会在极表层产生明显塑性变形，这样，一来会导致某种程度的残奥转变，使含量降低；二来还会产生某种程度的磨削结构，在垂直于磨削方向和平行于磨削方向上（改变 Φ 角），沿着若干个 Ψ 角测得的残奥含量会有所不同。如果不是成品零件，建议采用电解抛光的办法去除磨削影响层。对于不可再作任何处理的成品零件，最好试验在不同的 Φ 角和 Ψ 角分别测定残奥，以观察有无磨削结构的影响。