doi: 10.3969/j.issn.1007-9289.2012.06.013

3003 铝合金 X 射线法表面残余应力的检测

段能全1,任建亮1,庞瑞强2,吴昊天3

(1. 中北大学 机械工程与自动化学院,太原 030051;2. 晋西集团 理化计量中心,太原 030027;3. 大秦铁路 股份有限公司太原北车辆段,太原 030003)

摘 要:采用 X 射线衍射法测量铝合金 3003 基体材料表面残余应力中用到的衍射角。试验中,将等强度 梁加载后表面产生的应力假设为"表面残余应力",用传统电测法和 X 射线法分别测量加载后铝合金 3003 等 强度梁的应力值。以电测值为参照,考察 X 射线法在衍射角为 142°和 156°时的应力测量值,并对其进行对比 分析。试验表明,衍射角为 142°时的测量结果存在非测量不当引起的测量非线性点。因此,X 射线测铝合金 3003 宏观表面残余应力的最佳衍射角为 156°。

关键词:表面残余应力;基体材料;X射线法(XRD);衍射角;铝合金

中图分类号: TG115.22 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-9289(2012)06-0079-06

Measurement of Surface Residual Stress of 3003 Aluminum Alloy by X-ray Diffraction

DUAN Neng-quan¹, REN Jian-liang¹, PANG Rui-qiang², WU Hao-tian³

(1. School of Mechanical Engineering and Automation, North University of China, Taiyuan 030051; 2. Physical and Chemical Metrology Center, JinXi Industrial Group Co., Ltd., Taiyuan 030027; 3. Taiyuanbei Vehicle Section, Daqin railway Co., Ltd., Taiyuan 030003)

Abstract: The most suitable diffraction angle of 3003 aluminum alloy used for surface residual stress measurment was determined. The surface stress caused by the load is assumed to be "surface residual stress". The surface stress of loading 3003 aluminum alloy was analyzed by the traditional electrical measurment method and X-ray stress measurement. With the electrical measurment method as reference, the measured values were abtained from the X-ray diffraction method when the diffraction angle were 142° and 156°, and then compared with those obtained from electrical measurment method. The measurement results demonstrate that the diffraction angle at 156° is better than at 142° based on the assessment standards of the liner slope and the distribution of data. Thus, the optimum diffraction angle for X-ray to measure the macroscopic surface residual stress of aluminum alloy 3003 is 156°.

Key words: surface residual stress; substrate materials; XRD; diffraction angle; aluminum alloy

0 引 言

材料表面状态对材料的使用性能有着重要 影响^[1-2]。热喷涂工艺可以改变材料表面状态,提 高材料表面硬度、耐腐蚀性、抗疲劳性等^[3]。热 喷涂材料的失效形式主要表现为界面"层离"。 这不仅与材料界面状态有关,还与材料表面残余 应力密切相关。表面残余应力是影响界面韧性 和结合强度的主要因素。对材料表面残余应力 的研究,目前主要分为两方面:一是分析涂层沉 积和冷却过程中表面残余应力的形成机理;二是 表面残余应力的试验检测及其对材料性能的影 响^[4]。基体材料初始表面残余应力对结合强度

收稿日期: 2012-10-19; 修回日期: 2012-11-19

作者简介:段能全(1976—),男(汉),安徽肥西人,讲师,硕士;研究方向:机电系统设计与检测

网络出版日期: 2012-11-28 16: 20; 网络出版地址: http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3905.TG.20121128.1620.010.html 引文格式:段能全,任建亮,庞瑞强,等.3003 铝合金 X 射线法表面残余应力的检测 [J].中国表面工程,2012,25(6):79-84.

影响的研究目前尚且较少,对于基体材料初始表 面残余应力的检测也有待深入。铝合金是工业 中广泛应用的一类有色金属,它密度小,添加适 当的元素后有较高的强度和比强度,广泛应用于 航空、航天、汽车等行业。用热喷涂工艺改善表 面状态对其硬度、耐磨性、抗腐蚀性能有很大提 高^[5]。因此,对热喷涂工艺前铝合金基体表面残 余应力的检测具有很重要的实用价值。X射线 衍射法是检测残余应力的重要方法^[6]。使用 X 射线法测表面残余应力,衍射参数必不可少。在 X射线法测铝合金残余应力的研究中,主要集中 在 2000 系列、5000 系列和 7000 系列^[7],对应用 很广泛的 3000 系列研究较少。3003 作为 3000 系列的代表牌号,是3000系列(Al-Mn系合金) 应用最广的一种防锈铝,因此其衍射参数极具研 究价值。

X射线法理论成熟,而且有较高的测试精 度。该方法测定表面残余应力是根据晶面间距 的变化来确定的,而晶面间距的变化是通过某个 衍射角下衍射峰的位移来体现的,但是对多晶材 料来说,并不是每个衍射角下的衍射峰都能正确 反映晶面间距的变化,因此需要确定能正确反映 晶面间距变化的衍射角。对于 3003 铝合金来 说,其最明显的衍射峰是在 142°和 156°得到的。 因此,文中采用 X 射线法,在 142°和 156°下分别 对 3003 铝合金等强度梁加载后的应力进行测 试,比较得出哪个角度下测得的衍射峰能很好的 反映应力变化,最终得出 X 射线测 3003 铝合金 表面残余应力的最佳衍射角。

1 X射线测应力的测试原理与方法

1.1 测试原理

金属材料中的晶粒可以看作是由一层层晶 面组成的,材料受到力的作用时就会产生应变, 相应地晶粒中晶面的间距发生变化。受力后多 晶体材料中各个晶粒的某一组晶面的晶面间距 的变化与各个晶粒的不同取向有关,而晶面间距 的变化将导致衍射角θ产生角位移。X射线衍射 法应力测定的基本原理是:在某一应力状态下, 通过 X射线对晶体晶格的衍射,测出该应力状态 下的晶面间距,并与无应力状态下的晶面间距比 较,从晶面距离的变化量获得晶格应变,最终确 定应力的数值^[8+9]。

$$\sigma_{\varphi} = -\frac{E}{2(1+\mu)} \times \cot\theta_0 \times \frac{\pi}{180} \times \frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2\psi)} = \mathbf{K} \cdot \mathbf{M}$$
(1)

$$\mathbf{K} = -\frac{E}{2(1+\mu)} \times \cot\theta_0 \times \frac{\pi}{180}$$
(2)

$$M = \frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2\psi)}$$
(3)

式中:E---弹性模量

μ——泊松比
 ψ——应变方向与试样表面法线夹角
 θ₀——无应力状态下的衍射半角
 K——应力常数
 M——应力因子

1.2 计算方法的选择

在实际应用当中,通常采用的方法是 $\sin^2 \phi$ 法和 0°~45°法。0°~45°法是 $\sin^2 \phi$ 法的简化方 法。 $\sin^2 \phi$ 法测量次数多,比较费时,由测得的应 变与 $\sin^2 \phi$ 直线关系的斜率求得的表面应力 σ_{φ} 的 大小;0°~45°法是应用两个 ϕ 角进行两次衍射, 故称为双入射法^[10-11]。但是,当 2θ 与 $\sin^2 \phi$ 线性 关系不明显时,作双入射法会发生很大的误差。 在试验中,可能会由于测量系统或试件本身的缘 故,使得 2θ 与 $\sin^2 \phi$ 线性关系不理想,宜对试件进 行多次多点测量,从而避免出现较大随机误差, 故采用 $\sin^2 \phi$ 法。

1.3 拟峰方法和定峰方法的选择

X 射线衍射法中常用的拟峰方法有抛物线 拟峰法和皮尔逊 III 拟峰法。皮尔逊 III 拟峰法计 算量大,但是精度较高;抛物线拟峰法计算量小, 精度较低。这两种方法,抛物线拟峰法应用更为 广泛^[12],因此文中采用抛物线拟峰法。

确定衍射线角位置(即 20 值)的方法叫定峰 方法。在宏观应力测量中,准确地测定衍射峰的 位置是非常重要的,对于同一个衍射峰,不同的 定峰方法所确定的 20 值是不同的。众多定峰方 法中,目前应用最广的是半宽高法、抛物线法。 研究表明,半高宽法较抛物线法精度高、重复性 好^[13],因此试验采用半宽高法。

2 3003 铝合金衍射参数的测试试验

2.1 试验方案

试验主要采用有明确理论解的悬臂式等强 度梁作为研究对象。在其加载位置依次施加等 差递增线性载荷。据弹性力学理论,悬臂梁单端 受力产生变形,沿杆深方向的变形是沿杆长方向 变形可近似看为 0。在试件表面,外载荷后杆深方向 变形可近似看为 0。在试件表面,外载荷产生的 附加载荷 $\sigma_{sh} = 0$ 。因此,外载荷产生的残余应 力 σ_{hat} 与试件表面原有残余应力 σ_{llaf} 均属二维 应力。同时,施加外载荷过程中,微观晶面间距 变化没有超出所对应的宏观弹性变形范围,即整 个变形过程中弹性模量 E 没有发生变化。因此, 试验可将加载后表面的静态应力视为是等强度 梁的"表面残余应力",分别用电测法与 X 射线衍 射法测等强度梁的"表面残余应力",对比分析两 种方法测得的结果,从而求得所需衍射角。

2.2 试验设备及条件

试验需要用到的主要设备有 SDY2101 动态 应变仪(电测设备)、美国 TEC 公司生产的 TEC 4000 X 射线衍射仪和电解抛光机等,此外还有自 制的 3003 铝合金等强度梁。等强度梁形状如图 1 所示,具体的参数见表 1。





Fig. 1 Shape of the uniform strength beam

表1等强度梁参数

Table 1 Parameters	of	the	uniform	strength	beam
--------------------	----	-----	---------	----------	------

H/	L/	B/	Allowable stress/	Maximum load/
mm	mm	mm	MPa	Ν
6	300	40	69	55.2

X 射线衍射仪通常由测角仪、X 射线发生系 统、位敏传感器等几部分组成。在测量单向应力 时,将一束平行的 X 射线垂直投影到试件表面, 利用接近于平行试件表面的晶面作为衍射晶面, 根据布拉格定律计算出晶面间距 d,进而求出应 力。在测试时入射角 ψ 分别为 0°、5°、10°、15°、 20°、25°、30°、35°、40°和45°,在每个入射角 ψ下进 行扫描,每个角扫描时间为30s,其测试条件参数 见表2,工作参数见表3。

表 2 衍射参数试验测试条件

Table 2 Test conditions of the diffraction parameter experiment

Tube target	Filter	Crystal surface of diffraction	Diffraction angle $2\theta/(^{\circ})$	Scanning mode
Cr V		[311]	142	Rolled fixed
	V	V [222]	156	ψ method (swing attached)

表 3 X 射线衍射仪工作参数

Table 3 Parameters of the X-ray diffraction

Parameters	Values		
Characteristic spectrue	Cr(K _a)		
Wavelength/Å	2.2897		
Tube voltage/kV	22		
Tube current/mA	0.4		
Collimator/mm	4		
Z distance/mm	21		

2.3 测试方法

整个试验分为两个部分。等强度梁在加载 后,发生形变,先用传统电测法测各个载荷下等 强度梁的应力值,再用 X 射线衍射法测相同载荷 情况下等强度梁的应力值。用X射线衍射仪测 量时,首先需对衍射仪校准,仪器自身校准误差 为±25 MPa。根据表 2 和表 3 选择测试条件,并 根据不同的衍射面、衍射角等,采用 sin² ∉ 在系统 自带的软件 TEC Sara 中进行拟峰、定峰计算。 图 2、图 3 和图 4 分别显示了用 X 射线衍射法在 衍射角为142°、入射角为0°时获取的原始波形 图、经抛物线法拟合后的波形图以及经 FWHM 定峰后的图样。在某个衍射角下分别测量不同 入射角 ψ 的衍射信息,从而得到一系列数据。有 些 ϕ 角下测得的数值误差较大,应有选择性地剔 除。但是由于直线斜率由首尾两点决定,为了不 至产生太大误差,因此优先考虑以 0°和 45°为准, 最后对这些数据利用统计方法整理分析,比较得 出最佳应力值。





Fig. 2 Waveforms of diffraction angle is 142° and incidence is 0°



图 3 数据经抛物线拟合后的波形图 Fig. 3 Waveforms after the fitting of a parabola





X 射线穿透深度较浅,这个深度与一般试件 的尺寸相比较小,故可认为是该试件的表层。在 这个层深的应力分布可以看成是均匀的,其形变 在厚度方向上是不受约束的,只在长宽方向受到 基体的约束,即 $\sigma_z = 0$, $\tau_{yz} = \tau_{xz} = 0$ 。因此X 射 线所测到的应力为材料表层的二维应力。X 射 线测应力时,为了防止射线被表面吸收过多,先 对被测材料表面做抛光处理。本试验采用的是 郑州机械研究所的电解抛光机,工作电压为 14 V,工作电流为4 mA,电解液为饱和 NaCl 溶 液,电解时间为 90 s。

被测合金在探测器扫描范围 130°~170°范围 内有两个衍射峰,分别位于 142°和 156°左右处。 在应力作用下,衍射峰会有相应的位移,位移的 大小反映了应力的大小。本试验最后的研究对 象集中于:在相同加载情况下,调整探测器支架 分别为 142°(即试验采用的衍射角为 142°)和 156°(即试验采用的衍射角为 156°),研究 X 射线 法测量的应力值与电测法测出的应力值的相关 性。由于等强度梁有明确理论解的优势,因此只 需考察用 X 射线法测出的应力值与电测值和理 论值的关系,其中有较好的相关性的那组数据对 应的衍射角即为所需衍射角。

3 3003 铝合金衍射参数的测试结果及分析

按照上述试验条件和方法,首先对等强度梁 施加等差递增载荷,使等强度梁发生弹性形变, 产生应力。然后分别用传统电测法和 X 射线法 测量应力值,理论值、电测值和 X 射线测量值在 表4列出,对比结果如图 5 所示。

表 4 X 射线法与电测法测量结果

Table 4 Test results of XRD and electrical methods

Load/kg	XRD val	ues/MPa	Electrical	Theoretical
	$2\theta = 142^{\circ}$	$2\theta = 156^{\circ}$	values/ MPa	values/ MPa
0	4.395	-29.061	0	0
0.5	6.505	-25.481	6.237	6.125
1.0	18.095	-17.395	12.214	12.250
1.5	24.120	-14.964	19.421	18.375
2.0	9.425	-8.854	24.688	24.500
2.5	36.945	-2.071	31.358	30.625

由图 5 可知,从数值大小分析,用 X 射线法 在衍射角分别为 142°和 156°时所测得的应力值 有较大差距,且同一外载荷在不同衍射角下应力 差值比较固定。从 X 射线法测量原理与电测法





Fig. 5 Comparison of the values measured by XRD and electrical methods

测量原理易知存在如下关系 $\sigma_{Xhll} = \sigma_{Bla} + \sigma_{Pha}$ 。由于在调整探测器支架时不可避免的导致测量 点发生变化,即 σ_{Bla} 不同。施加不同外载荷后, σ_{Pha} 发生变化并导致 σ_{Xhll} 发生变化。由于 156° 测量点处有较大压应力,因此即使施加外载荷之 后仍为负值。应力在衍射角为 142°时比在 156° 时更加接近电测值,说明 142°测量点 σ_{Bla} 更趋近 于 0 MPa。

从数值发展趋势分析,在线性加载情况下, 由衍射角为142°测量数据所拟合直线的斜率与 由 156°测量数据所拟合直线的斜率基本相近, 156°下所拟合直线的斜率更接近于电测值所拟合 直线的斜率。从数值分布分析,衍射角为142°的 测量值在载荷为2 kg 时发生突变,经反复测量, 突变点不是测量过程失误导致。这个突变既不 是因为载荷太小而使得等强度梁中原有表面残 余应力影响了测量结果,也不是因为载荷太大使 应力值超过屈服极限而影响测量结果。因此,该 点没有剔除的理由。而衍射角为156°的测量值 基本符合预期效果。因此,156°更适合作为 X 射 线衍射法测铝合金 3003 表面残余应力的衍射参 数。图 6 为 156° 拟合直线平移前后与电测值的 比较,其趋势、数值大小及分布基本与电测值吻 合。说明 X 射线法在 156°时有较高测量精度。 同时,平移截距反映了该点处 σ_{black} 值。

4 结 论

(1) 当衍射角 2θ 在 142°附近时,虽然拟合直



图 6 平移 156°测量结果的对比图 Fig. 6 Comparison after moving the data of 156°

线的趋势能反映加载情况,但由于存在突变情况,使数据呈非线性特征,不能可靠地反映应力 变化规律;当 2θ 在 156°附近时,数据拟合的直线 不论从线性关系还是发展趋势,都能较好地反映 应力变化情况。因此用 X 射线衍射法测铝合金 3003 基体表面残余应力最合适的衍射角为 156°。

(2)采用传统电测法与 X 射线法相结合的 方法研究应力测量所需的衍射角,是一种原理简 单、操作方便的方法。试验中,在不超过材料最 大载荷的前提下,应该尽量使用较大的载荷,从 而减小等强度梁中表面残余应力对测量结果的 影响。

(3)多晶材料一般有多个衍射角,但并非每 个衍射角都适合作为应力测量所需的衍射角,也 并非峰形好的衍射角就是适合做应力测量所需 的衍射角。衍射峰的位移是宏观表面残余应力 使晶面间距发生变化引起的,衍射峰变宽是微观 表面残余应力使晶面间距离散化引起的,衍射峰 强度的变化是超微观应力使得原子位错、强烈畸 变引起的。在为测量宏观表面应力选定衍射角 的过程中,不能根据衍射峰的宽窄和峰的强弱去 选定衍射角,而应该根据应力与衍射峰位移之间 的关系去选定合适的衍射角。反映在本试验中, 衍射角的选定要根据数据拟合直线的斜率与数 据分布情况确定。

参考文献

[1] 闫涛,梁志杰,王望龙,等.激光强化电刷镀 n-Al₂O₃/Ni
 复合镀层残余应力研究 [J]. 电镀与涂饰, 2009, 28(10):

15 - 17.

- [2] 高光启,王勇,占焕校,等.宽带激光熔凝过程温度场及残 余应力数值分析[J].中国表面工程,2008,21(2):15-19.
- [3] A Mioduchowski, Z Pfochocki. Thermal stresses in a coating layer. I. General theoretical scheme [J]. Acta Mechanica, 2010, 215(1/2/3/4): 319-333.
- [4] 马维,潘文霞,张文宏,等. 热喷涂涂层中残余应力分析 和检测研究进展[J]. 力学进展, 2002, 32(1): 41-56.
- [5] 孔德军,付贵忠. 5052 铝合金表面化学镀 Ni-P 镀层的组 织与性能 [J]. 中国有色金属学报(英文版), 2012, 22(5): 1360-1364.
- [6] Shamachary Sathish. Residual stress measurement with focused acoustic waves and direct comparison with X-ray diffraction stress measurements [J]. Materials Science and Engineering, 2005, 399(1): 84-91.
- [7] 郑卜祥,宋永伦,席峰,等.对接焊铝合金板材残余应力的X射线测试[J].机械工程学报,2009,45(3):275-280.
- [8] 张持重,李冬梅,庞绍平,等.采用X射线法测算金属材

料内部残余应力的研究 [J]. 吉林化工学院学报, 2001, (4): 3-75.

- [9] 张定铨,何家文.材料中残余应力的 X 射线衍射分析和作 用[M].西安:西安交通大学出版社,1999.
- [10] 张占宽. 用 X 射线测定圆锯片表面初始残余应力 [J]. 北 京林业大学学报, 2003, (1): 78-81.
- [11] Donna W. Residual stress measurement techniques [J]. Advanced Materials & Processes, 2001, 159(8): 30-33.
- [12] Anon. Measuring casting residual stress with X ray diffraction [J]. Modern Casting, 2005, 95(2): 48-49.
- [13] 陈冷,张清辉,毛卫民.残余应力及其分布的 X 射线二维 衍射分析与计算 [J].材料热处理学报,2006,27(1):120-124.

 作者地址:山西省太原市学院路3号
 030051

 中北大学机械工程与自动化学院
 7

 Tel:(0351)3922102
 102

 E-mail:443050416@qq.com
 6

•本刊理事单位介绍(续)•

西北工业大学凝固技术国家重点实验室

西北工业大学凝固技术国家重点实验室是在原铸造专业的基础上,1989年经国家计委和教委批准,利用世界银行贷款建设的国家重点实验室。1995年10月建成,并通过国家验收,1998年4月通过 专家组评估。2003年7月通过由国家科技部和国家自然科学基金委员会组织的评估,被确认为凝固技 术与材料学领域科学研究、人才培养、技术创新和学术交流的基地。

实验室定位于材料科学与工程应用基础研究,涵盖材料加工工程和材料学两个国家重点建设学科,设立三个主要研究方向,即:现代凝固理论与先进凝固技术、材料精确成形和高性能控制技术和先进材料设计制备,研究领域涉及金属、半导体、陶瓷等多种结构和功能材料的加工制备成形及相关理论。

实验室现有人员共计85人,其中固定研究人员59人。研究人员中有教授32人,博士生导师23人,其中包括4位院士,分别是中国科学院院士周尧和教授、中国工程院院士傅恒志教授、中国工程院 院士张立同教授和中国工程院院士周廉教授,3位教育部"长江计划"特聘教授,5位国家杰出青年科学 基金获得者。

实验室现有教学、科研和生产用房面积超过1万平方米,拥有一系列材料设计、加工、制备及成形 设备和多种分析测试设备包括5kWCO2激光器、2kWYAG激光器、10kW电子束浮区熔炼炉、透明 模型合金凝固研究系统、ACRT晶体生长设备、快速急冷液淬装置、液态金属深过冷快速凝固装置、材 料制备和晶体生长系统、超高温定向凝固设备、电磁悬浮熔炼离心铸造设备、电磁约束成型定向凝固设 备、单晶连铸设备、真空/高压液态金属浸渗设备、热压烧结炉、化学气相浸渗设备、超高温力学性能测 试仪、耐驰综合热分析仪,莱卡研究型金相显微镜,冷场发射电子显微镜,图象工作站等。

(编辑部 供稿)

84