

## X 射线衍射残余应力测试方法及应用

于 康, 孙亚非, 陈晓江  
(上海空间推进研究所, 上海 201112)

**摘 要:** 介绍了 X 射线衍射仪测定材料残余应力的原理、测定参数的选择依据, 并以 7055 铝合金为试验对象, 进行了不同热处理机制的材料残余应力的测定。试验结果表明: X 射线衍射仪测定 7055 铝合金的参数为管电压 28.5 kV、管电流 9 mA、扫描步距  $0.05^\circ$ 、计数时间 20 s、 $4\Psi$  角、铬靶 (311) 晶面、准直管直径  $\Phi 4$  mm; 通过 X 射线衍射仪测得 7055 铝合金热处理之前的残余应力值为 207 MPa, 为压应力, 经 A 和 B 热处理机制处理之后的残余应力分别为 62 MPa 和 33 MPa, 均为压应力, 两种热处理机制均能有效降低材料加工残余应力, 且 B 热处理机制略优于 A。X 射线衍射方法测定材料残余应力为材料热处理机制提供了一定的理论依据。

**关键词:** X 射线衍射; 残余应力; 7055 铝合金; 晶格

**中图分类号:** V250.2-34 **文献标识码:** A **文章编号:** 1672-9374 (2015) 02-0102-06

## Residual stress measurement with X-ray diffraction

YU Kang, SUN Ya-fei, CHEN Xiao-jiang  
(Shanghai Institute of Space Propulsion, Shanghai 201112, China)

**Abstract:** The testing principle of material residual stress by X-ray diffractometer and choice gist of testing parameters are introduced in this article. As a test object, the residual stress of 7055 aluminum alloy were measured by means of different heat processing mechanism. The results show that, with X-ray diffractometer, whose measuring parameters of X-ray diffractometer to detect 7055 aluminum alloy are 28.5 kV tube voltage, 9 mA tube current,  $0.05^\circ$  scanning step, 20 s counting time, four  $\Psi$  angles, Cr target (311) crystal surface, 4 mm collimator diameter, the residual stress value of 7055 aluminum alloy before the heat treatment is 207 MPa, and the residual stresses after A and B heat treatments are 62 MPa and 33 MPa. The two heat treatment mechanisms can effectively reduce material processing residual stress, and heat treatment mechanism B is slightly better than A. X-ray diffraction method for determining residual stress provides a theoretical basis for the material heat treatment.

**Keywords:** X-ray diffraction; residual stress; 7055 aluminum alloy; crystal lattice

收稿日期: 2014-08-25; 修回日期: 2014-10-21

作者简介: 于康 (1986—), 男, 工程师, 研究领域为材料应力分析、异种材料连接技术

## 0 引言

随着航空、航天、武器装备性能要求的不断提高, 对于材料性能的要求越来越苛刻<sup>[1-3]</sup>, 而铝合金具有比强度大、比刚度高、重量轻、耐腐蚀等一系列优点, 在航天、航空领域有很好的应用前景<sup>[4-6]</sup>。7055 高强度铝合金正是一类应用于航空航天工业的铝合金材料<sup>[7-9]</sup>, 现代航空航天的高速发展对 7055 系铝合金的大尺寸高性能构件, 尤其是高性能板材的需求日趋迫切, 而残余应力造成的铝合金轧制板材加工变形是高性能铝材加工过程中的一大问题, 因而对铝合金材料残余应力的研究也越来越受到重视<sup>[10-12]</sup>。

此外, 由于无法了解其加工过程中的残余应力, 对其在加工过程中的脆裂现象无法进行合理的分析解释, 就无法提出合理的热处理机制, 不仅影响了生产研制效率, 也使产品的机加工合格率降低。因此, 有必要对铝合金材料的残余应力进行准确的测量, 从而有效的提高产品的质量。目前铝合金材料残余应力问题已经引起越来越多

的重视, 但目前应力测试方法均为破坏性应力测试方法, 对于无损应力测试方法研究较少<sup>[13-14]</sup>。

本文结合 X 射线衍射仪和 7055 铝合金材料的性能, 介绍了 X 射线衍射测量残余应力的原理、测量方法及测量参数的选择, 并进行了不同热处理状态的铝合金残余应力测量, 为铝合金的热处理机制的确定提供理论依据。

## 1 测试设备及测试材料

本次试验选用的测量设备为 X-350A 型 X 射线衍射残余应力测试设备, 设备如图 1 所示, 其测量应力为表面应力, 深度约 60~80  $\mu\text{m}$ 。设备符合中华人民共和国标准 GB7704-2008 和中华人民共和国行业标准 JB/T9394-1999。对于还原铁粉试样, 应力测定误差在  $\pm 14 \text{ MPa}$  以内。设备主要参数指标如表 1 所示。

本次试验采用的材料为 7055 铝合金拉伸试板。图 2 为 7055 铝合金试板图片。铝合金状态分为无热处理状态、A 热处理机制和 B 热处理机制。

表 1 设备主要参数

Tab. 1 Main parameters of X-350A diffractometer

2 $\theta$ 扫描范围/(°)	2 $\theta$ 扫描最小步距/(°)	计数时间/s	$\Psi$ 角/(°)	X 射线管高压/kV	X 射线管电流/mA
170~120	0.01	0.01~60	0~ 60	15~30	3~10



图 1 X-350A 型 X 射线衍射残余应力测试设备

Fig. 1 X-350A X-ray diffraction testing equipment for detection of residual stress

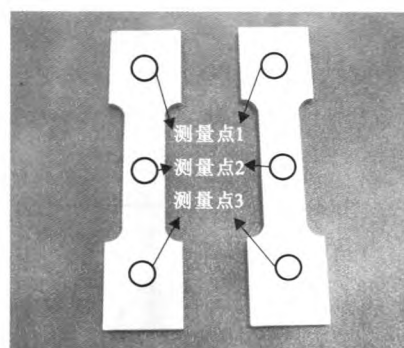


图 2 7055 铝合金拉伸试板

Fig. 2 Stretching plate for 7055 aluminum alloy

## 2 X 射线衍射法测量残余应力的原理

依据布拉格定律  $2d\sin\theta = n\lambda$ , 测定衍射角  $2\theta$ , 便可以计算出衍射晶面间距  $d$ 。假定被测材

料为晶粒不粗大、无织构的多晶体, 在一束 X 射线照射范围内应该有足够多的晶粒, 而且所选定的  $(hkl)$  晶面的法线在空间呈均匀连续分布。如图 3 (a)所示, 按倾角大小依次确定晶面法线

$ON_0, ON_1 \dots ON_4$ , 通过衍射可以分别测定对应于这组法线的晶面间距  $d_0, d_1 \dots d_4$ 。如果这些晶面间距在测量误差范围内是相等的, 表明材料中无应力; 如果  $d_0, d_1 \dots d_4$  依次增大, 表明存在拉应力; 相反, 如果依次递减, 则表明存在压应力。令衍射晶面法线与试样表面法线之夹角为  $\Psi$ , 并

称之为衍射晶面方位角, 则图 3 中对应于法线  $ON_0, ON_1 \dots ON_4$  的衍射晶面方位角  $\Psi$  分别等于  $0, \Psi_1 \dots \Psi_4$ , 如图 3 (b)。晶面间距  $d$  随着晶面方位角  $\Psi$  增大而递增或递减就表明材料表面存在拉应力或压应力, 递增或递减的急缓程度就反映了应力值的大小。

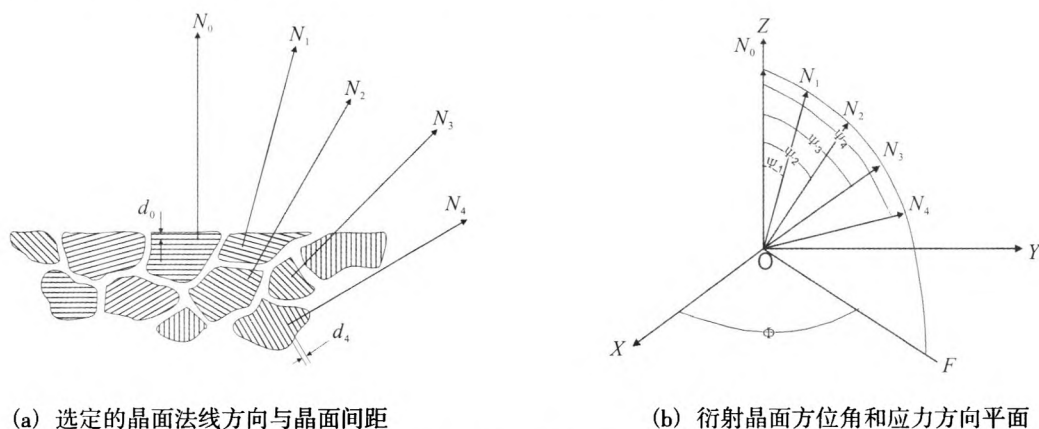


图 3 X 射线应力测定原理示意图

Fig. 3 Principle diagram of stress measurement by X-ray

根据布拉格定律和弹性理论可以导出所谓  $\sin^2\Psi$  法的应力测定公式

$$\sigma = K \cdot M \quad (1)$$

$$M = \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2 \Psi} \quad (2)$$

式中:  $\sigma$  为应力值;  $K$  为应力常数;  $2\theta$  为对应于各  $\Psi$  角的衍射角测量值;  $M$  即  $2\theta$  对  $\sin^2\Psi$  的变化斜率 (如图 4 所示)。由布拉格定律可知它反映的就是晶面间距  $d$  随衍射晶面方位角  $\Psi$  的变化趋势和急缓程度。这里  $2\theta$  随  $\sin^2\Psi$  增大而增大, 说明  $d$  随之减小, 显然是压应力<sup>[15-17]</sup>。

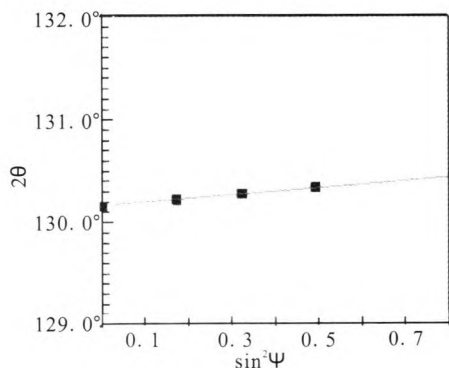


图 4  $2\theta$ - $\sin^2\Psi$  图

Fig. 4 Diagram of  $2\theta$ - $\sin^2\Psi$

### 3 铝合金 X 射线衍射法测量参数优选

#### 3.1 衍射强度与管电压、管电流的优选

衍射强度指的是探测器在某个接收角上单位时间内采集到的 X 光子数。在面临很弱的衍射峰时, 为了使得应力测试结果具有足够的可信度, 就必须设法提高衍射强度, 或增大探测器累计的计数。为了提高衍射强度, 首先应当关注 X 射线发射强度。标识 X 射线的发射强度  $I$  标随着管电压  $V$ 、管电流  $i$  的升高而增大, 实验结果表明,

$$I = Ci(V - V_k)^m \quad (3)$$

式中:  $C$  为比例常数;  $V_k$  为 X 射线管靶材的激发电压;  $m$  是个实验测定值, 对  $K$  系, 取  $m=1.5$ 。

对于 7055 铝合金材料, 其组织织构严重, 衍射峰较弱, 因此试验的管电压选择 28.5 kV, 管电流选择 9 mA。

#### 3.2 扫描步距、计数时间的优选

扫描步距就是阶梯扫描过程中探测器每次前进的角度, 它的大小决定了衍射曲线上点的密度, 亦即定峰时参与计算的数据点的多少。显然

点数越多, 测量结果的随机误差就越小, 但是考虑到工作效率, 又不能无限制地缩小步距。经验表明, 半高宽在  $2^\circ$  以下, 步距角可以选择  $0.05^\circ$ ; 半高宽在  $2^\circ \sim 4^\circ$  的, 一般取  $0.1^\circ$ ; 半高宽在  $5^\circ$  以上的, 可以考虑用  $0.2^\circ$  和  $0.25^\circ$  等。

计数时间就是探测器扫描过程中每前进一个步距角之后停下来接收反射 X 光子的时间。在衍射强度较低、峰形较差的情况下, 应该考虑适当延长计数时间。

考虑到 7055 材料组织的特殊性, 本次试验的扫描步距选择  $0.05^\circ$ , 计数时间选择为 20 s。

### 3.3 $\Psi$ 角的优选

GB7704-87 规定按固定  $\Psi_0$  法测定应力时,  $\Psi_0$  角取  $0^\circ$ ,  $15^\circ$ ,  $30^\circ$  和  $45^\circ$ ; 而采用固定  $\Psi$  法时,  $\Psi$  角取  $0^\circ$ ,  $25^\circ$ ,  $35^\circ$  和  $45^\circ$ 。

在实际测试工作中只取  $0^\circ$  和  $45^\circ$  两个  $\Psi$  角或  $\Psi_0$  角的情况也比较普遍, 因为这样工作效率比较高。但是, 这样做应当具备如下先决条件: 材料具有良好的各向同性性质, 织构不明显; X 射线有效穿透深度以内应力梯度较小; 晶粒不粗大; 衍射峰比较敏锐, 峰背比高, 因而衍射角  $2\theta$  测量精度比较高。

7055 铝合金材料本身的组织性能比较复杂, 织构严重, 衍射峰较弱, 为保证测量的稳定性, 本次试验优选 4 个  $\Psi$  角测量法。

### 3.4 测定晶面的优选

7055 铝合金具有面心立方晶格, 其晶面有 3 种, 分别为 (222) 晶面、(311) 晶面和 (422) 晶面。(222) 晶面采用铬靶  $K\alpha$  辐射, 衍射角为  $156.7^\circ$ , 所对应的应力常数为  $-97$  MPa; (311) 晶面采用铬靶  $K\alpha$  辐射, 衍射角为  $139.3^\circ$ , 所对应的应力常数为  $-166$  MPa; (422) 晶面采用铜靶  $K\alpha$  辐射, 衍射角为  $137.5^\circ$ , 所对应的应力常数为  $-179$  MPa。为了降低测量误差, 本次试验固定管电压 28.5 kV, 管电流 9 mA, 扫描步距  $0.05^\circ$ , 计数时间 20 s, 选择准直管直径为  $\Phi 2$  mm, 对热处理之前的 7055 铝合金上同一点位置进行应力测量, 优选出测量误差小, 稳定性高的测定晶面, 测量结果如图 5 所示。由图 5 可知, 采用铬靶测量铝合金的应力数据稳定性明显优于铜

靶, 而铬靶 (311) 晶面的测量波动性又小于铬靶 (222) 晶面, 测得数据的绝对误差小。因此, 本次 7055 铝合金表面应力测试优选铬靶 (311) 晶面。

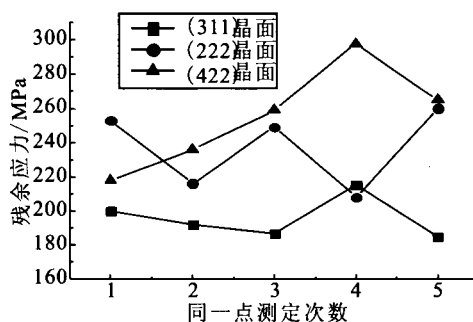


图 5 不同测定晶面下测得的热处理前 7055 铝合金残余应力

Fig. 5 7055 aluminum residual stress measured on different lattice planes before heat treatment

### 3.5 准直管直径的优选

X-350A 型 X 射线应力测定仪的  $\theta-\theta$  扫描  $\Psi$  测角仪在满足聚焦法的衍射几何条件的前提下, 配备了直径分别为  $\Phi 0.6$  mm,  $\Phi 1$  mm,  $\Phi 2$  mm,  $\Phi 3$  mm 和  $\Phi 4$  mm 的准直管作为入射光阑, 其对应的光束发散度分别为  $0.64^\circ$ ,  $1.06^\circ$ ,  $1.89^\circ$ ,  $2.72^\circ$  和  $3.55^\circ$ 。随着准直管直径的增大, X 射线照射强度显著增强, 从而使得应力测量精度随之提高。准直管直径越大, X 射线照射面积也越大, 而测得的应力是 X 射线照射面之内的平均值。因此必须考虑被测试件的具体情况, 合理确定照射面积的大小。对不同准直管的实际垂直照射面直径进行测量标定, 结果如表 2 所示。

原则上讲, 残余应力梯度小则照射面积允许大一些, 残余应力梯度比较大, 则应当选用直径较小的准直管。为系统研究 7055 材料中残余应力分布梯度情况, 降低测量残余应力误差, 本次试验固定管电压 28.5 kV, 管电流 9 mA, 扫描步距  $0.05^\circ$ , 计数时间 20 s, 测定晶面为铬靶 (311) 晶面, 研究  $\Phi 0.6$ ,  $\Phi 2$  和  $\Phi 4$  三种规格准直管的测量误差和稳定性, 优选适合 7055 铝合金的准直管直径。

表 2 设备准直管直径对应垂直照射面直径  
Tab. 2 Perpendicular irradiated surface diameters  
corresponding to equipment collimator diameters

准直管直径/mm	光束发散度/(°)	垂直照射面直径/mm
0.6	0.64	1.1
1	1.06	1.5
2	1.89	3.2
3	2.72	4.4
4	3.55	5.7

依据测定晶面选择方法，采用在热处理之前的 7055 铝合金上同一点位置进行应力测量，测量结果如图 6 所示。由图 6 可知，当准直管直径较小时，7055 铝合金中的残余应力测量波动较大，随着准直管直径的增大，测量波动性逐渐降低，测量稳定性提高。7055 铝合金板材中存在明显织构，衍射峰较低，随着准直管直径的增大，其 X 射线照射直径增大，测定的残余应力值为大面积上的平均应力值，测量稳定性和可靠性提

高，因此 7055 铝合金残余应力测试优选准直管直径的规格为  $\Phi 4$  mm。

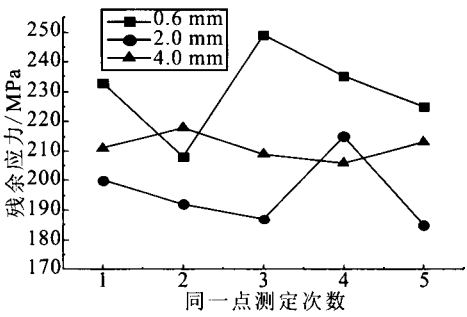


图 6 不同准直管直径下测得的热处理前 7055 铝合金残余应力

Fig. 6 7055 aluminum alloy residual stress measured at different collimator diameters before heat treatment

4 应用 X 射线应力分析仪测定 7055 铝合金残余应力

采用 X-350A 型 X 射线应力测定仪进行无热处理、A 机制热处理和 B 机制热处理三种状态下的 7055 铝合金残余应力的测定，测定参数如表 3 所示，残余应力测定数据如表 4 所示。

表 3 X 射线应力测定参数表

Tab. 3 Parameter table for stress measurement by X-ray

管电压/ kV	管电流/ mA	准直管直径/ mm	扫描步距/(°)	计数时间/ s	测定晶面
28.5	9	4	0.05	20	铬靶 (311) 晶面

表 4 残余应力测定数据

Tab. 4 Measurement data of residual stress

热处理机制	测量点 1 残余	测量点 2 残余	测量点 3 残余	残余应力平均值
	应力实测值	应力实测值	应力实测值	
无热处理	-211	-202	-208	-207
	-209	-210	-205	
A 热处理	-70	-60	-56	-62
	-68	-57	-62	
B 热处理	-37	-29	-32	-33
	-38	-32	-28	

由表 4 可知，经 A 热处理机制去应力处理后 7055 材料的加工残余应力为 -62 MPa，经 B 热处理机制去应力处理后 7055 材料的加工残余应力

为 -33 MPa，均比未经热处理状态的残余应力低，而 B 热处理机制略优于 A。

通过 X 射线衍射应力测试方法测定材料的晶

格间距, 对材料经不同热处理机制后的表面应力状态进行测定, 依据测定结果优选或优化改进热处理机制。运用 X 射线衍射应力测定法后的热处

理机制研究流程如图 7 所示, X 射线衍射方法测定材料残余应力为材料热处理机制提供了一定的理论依据。

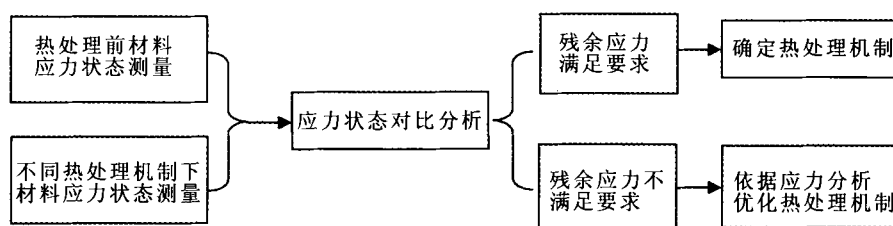


图 7 热处理机制研究流程图

Fig. 7 Flow chart for research of heat treatment mechanism

## 5 结论

1) X 射线衍射仪测定 7055 铝合金的优选参数为管电压 28.5 kV, 管电流 9 mA, 扫描步距 0.05°, 计数时间 20 s, 4Ψ 角, 铬靶 (311) 晶面, 准直管直径 Φ4 mm。

2) X 射线衍射方法测定材料残余应力为材料热处理机制提供了一定的理论依据。

### 参考文献:

- [1] 李成功, 巫世杰. 先进铝合金在航空航天工业中的应用与发展[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(1): 14-21.
- [2] 刘志华, 赵兵, 赵青. 21 世纪航天工业铝合金焊接工艺技术展望[J]. 导弹与航天运载技术, 2002 (5): 63-68.
- [3] HEINZ A, HASZLER A, KEIDEL C, et al. Recent development in aluminum alloys for aerospace applications[J]. Master Sci Eng A, 2000, 280(1): 102-107.
- [4] 周鸿章. 高强铝合金的研究进展[J]. 稀有金属材料与工程, 2001, 30(6): 87-92.
- [5] 罗兵辉, 柏振海. 高性能铝合金研究进展[J]. 兵器材料科学与工程, 2002, 25(2): 59.
- [6] 潘复生, 张丁菲. 铝合金及应用[M]. 北京: 北京工业出版社, 2006: 59-60.
- [7] 陈康华, 张苗, 刘红卫, 等. 近固溶度高温析出对 7055 铝合金时效强化和应力腐蚀的影响[J]. 中南工业大学学报, 2003, 34(2): 114-118.
- [8] 秦凤香, 张宝金, 曾梅光. 7055 超强铝合金时效硬化特

性与应力腐蚀性能研究[J]. 轻合金加工技术, 2001, 29 (10): 36-39.

- [9] HONO K, SAKURAI T, POLMEAR I J. Pre-precipitate clustering in an Al-Cu-Mg-Ag alloy[J]. Scr Metall Mater, 1994, 30(6): 695-700.
- [10] 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.
- [11] SATHISH Shamachary. 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.
- [12] 陈玉安, 周上祺. 残余应力 X 射线测定方法的研究现状[J]. 无损检测, 2001, 23(1): 19-22.
- [13] DONNA W. Residual stress measurement techniques[J]. Advanced Materials & Processes, 2001, 159(8): 30-33.
- [14] Anon. Measuring casting residual stress with X-ray diffraction[J]. Modern Casting, 2005, 95(2): 48-49.
- [15] ASSIS J T, MONIN V, TEODOSIO J R. X-Ray analysis of residual stress distribution in weld region[J]. Advances in X-ray Analysis, 2002 (45): 225-231.
- [16] LOMBARD H, HATTINGH D G, STEUWER A. Effect of process parameters on the residual stresses in AA5083-H321 friction stir welds[J]. Materials Science and Engineering A, 2009 (501): 119-124.
- [17] ALTENKIRCH J, STEUWER A, PEEL M. The effect of tensioning and sectioning on residual stresses in aluminum AA7749 friction stir welds[J]. Materials Science and Engineering A, 2008 (488): 16-24.

(编辑: 陈红霞)