

中华人民共和国国家标准

GB/T 26140—2010/ISO/TS 21432:2005

无损检测 测量残余应力的中子衍射方法

Non-destructive testing—
Standards test method for determining residual stresses
by neutron diffraction

(ISO/TS 21432:2005, IDT)

2011-01-14 发布

2011-10-01 实施

中华人民共和国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 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 符号和缩略语	4
5 方法概要	6
6 测量准备	10
7 材料表征	14
8 记录要求和测量过程	15
9 应力计算	17
10 结果可靠性	19
11 报告	19
附录 A (资料性附录) 测量过程	21
附录 B (资料性附录) 被测物理量不确定度的测定	26
参考文献	28

前 言

本标准等同采用 ISO/TS 21432:2005《无损检测 测量残余应力的中子衍射方法》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO/TS 21432:2005。

为便于使用,本标准作了如下修改:

——“本国际标准”一词改为“本标准”;

——删除国际标准的前言;

——将国际标准 ISO/TS 21432:2005/Cor. 1:2008(E) 技术勘误纳入本标准;

——用 GB/T 1.1—2000 规定的引导语代替国际标准中的引导语;

——勘误了国际标准图 1 中图例 2 和图例 3 的错误,互换了图例 2 和图例 3 的内容;

——勘误了国际标准图 2 中对散射角的表述错误,将 $2\theta^a$ 修改为 2θ ,相应的图例^a也修改为 2θ ;

——勘误了国际标准图 8 c) 中 SGV 质心的标示错误,将“O”改为“X”;

——勘误了国际标准附录 A. 5. 1 中的引用错误,将 A. 4. 4 改为 A. 4. 5。

本标准附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由全国无损检测标准化技术委员会(SAC/TC 56)提出并归口。

本标准起草单位:中国工程物理研究院核物理与化学研究所、上海泰司检测科技有限公司、上海诚友实业有限公司、上海威诚邦达检测技术有限公司、上海材料研究所。

本标准主要起草人:陈波、孙光爱、黄朝强、熊智明、金宇飞。

引 言

中子衍射是一种测定晶体材料残余应力和外施应力的无损检测方法,可用于测定材料内部和近表面的应力,测量时将样品或工程部件运送到中子源处,测量得到弹性应变,然后再转换为应力。本标准制定的目的是为工程应用中应力的可靠测定提供技术规范。

无损检测

测量残余应力的中子衍射方法

警告:本标准不涉及任何安全问题,即使有任何这方面的内容,也是与其应用有关。适用的安全和健康行为规范由本标准的用户建立,并在使用本标准时加以遵守。

1 范围

本标准规定了中子衍射测量多晶材料残余应力的方法。本标准适用于均匀和非均匀材料以及含不同晶相的块状样品检测。

本标准简要介绍了中子衍射技术的原理,测量不同类型材料时对应采用的衍射晶面给出了建议,为如何选择与被测材料晶粒尺寸和应力状态有关的测量方向和待测体积提供了指导。

本标准描述了准确定位和校正中子束内检测部位的过程,目的是在测量时能够准确定义样品材料的取样体积。

本标准描述了标定中子衍射装置需要注意的问题,介绍了获取无应力参考值的技术方法。

本标准详细描述了中子衍射测量各种弹性应变的方法,阐明了结果分析和确定统计相关性的过程,对如何从应变数据获得可靠的残余(或外施)应力,以及如何评价结果的不确定度提出了建议。

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。

EN 13925-3 无损检测 多晶和非晶材料的 X 射线衍射 第 3 部分:仪器

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

吸收 absorption

中子被原子核俘获。

注:原子核俘获截面表可以在此网址及其连接处查阅:<http://www.webelements.com>。

3.2

校正 alignment

装置所有单元部件和样品的摆放与取向调整,目的是能够对样品的待测位置进行可靠的中子衍射应变测量。

3.3

各向异性 anisotropy

材料特性对取向的依赖性。

3.4

衰减 attenuation

中子强度的减弱。

注:衰减可用包含吸收和不同核散射过程的“中子总截面”计算,衰减长度是中子在材料内部强度减少至 $1/e$ 倍时的距离。

3.5

本底 background

不属于衍射信号的强度。

注：经常有依赖于散射角或飞行时间的本底，并在数据分析中影响衍射峰的位置。

3.6

限束光学系统 beam defining optics

为确定中子束性能(如：中子波长、强度分布、发散度和形状)所安置的设备。

注：这些设备包括孔径、狭缝、准直器、单色器和反射镜。

3.7

布拉格边 bragg edge

中子强度随波长或衍射角的突然改变，对应关系为 $\lambda = 2d_{h'k'l'}$ ，这里 $h'k'l'$ 代表衍射晶面。

3.8

布拉格峰 bragg peak

对应特定 (hkl) 晶面的衍射强度分布。

3.9

峰高 peak height

扣除本底后布拉格峰的最大强度。

3.10

峰形函数 peak function

描述衍射线形状的解析表达式。

3.11

峰位 peak position

描述布拉格峰位置的数值。

注：峰位是计算应变的决定量。

3.12

衍射 diffraction

基于干涉现象的散射。

3.13

衍射弹性常数 diffraction elasticity constants

多晶材料中与各自 (hkl) 晶面有关的弹性常数。

注：通常称为弹性常数，可表示为 E_{hkl} (衍射弹性模量) 和 ν_{hkl} (衍射泊松比)。

3.14

衍射谱 diffraction pattern

能够得到的波长或飞行时间和/或散射角范围内散射中子的分布。

3.15

半高宽 full width at half maximum

FWHM

扣除本底后衍射峰高一半处的宽度。

3.16

全谱分析 full pattern analysis

从测得多晶材料的衍射谱确定多晶的晶体结构和/或微结构。

注：全谱分析通常根据使用方法命名(例如：里特沃尔德精修)，单峰分析也是如此。

3.17

规范体积 gauge volume

获得衍射数据的体积。

注：这个体积由入射束和衍射束交叉部分确定。

3.18

晶格参数 lattice parameters

晶体学单胞的线性尺寸和角度。

注：大多数工程材料具有立方或六方晶体学结构，因此，晶格参数通常仅是指单胞的边长。

3.19

晶格间距 lattice spacing

d 间距 d -spacing

相邻晶面之间的距离。

3.20

宏观应力 macrostress

第一类应力 type I stress

包含大量晶粒的体积的平均应力。

注：也称为第一类应力。

3.21

微观应力 microstress

宏观应力限定体积内的平均应力偏差。

注：有两类微观应力：

——晶粒或相尺度上测定的宏观应力平均偏差(也称为第二类应力)；

——几个原子尺度上第二类应力的平均偏差(也称为第三类应力)。

3.22

单色装置 monochromatic instrument

利用很窄中子能量(波长)段的中子装置。

3.23

单色中子束 monochromatic neutron beam

具有很窄能量(波长)段的中子束。

3.24

取向分布函数 orientation distribution function

晶体学织构的定量描述。

注：取向分布函数对于计算织构材料的弹性常数是必需的。

3.25

多色中子束 polychromatic neutron beam

在一定范围内具有连续能量(波长)的中子束。

3.26

参考点 reference point

装置规范体积的质心。

注：见 6.5。

3.27

可复现性 reproducibility

相同被测物理量在改变测量条件后所得测量结果之间的一致性程度。

[VIM:1993]

注 1：可复现性的有效陈述要求具有条件改变说明，包括：测量原理、测量方法、观测人、测量装置、参考标样、位置、

使用条件和时间。

注 2: 可复现性可以根据结果的离散特征定量表示。

注 3: 本标准所用结果通常认为是正确的结果。

3.28

散射 scattering

相干散射 coherent scattering

中子在有序散射中心产生的干涉相长或相消的散射。

3.29

非相干散射 incoherent scattering

中子以一种互不相关的方式进行散射。

3.30

单峰分析 single peak analysis

测量衍射数据中对单峰和本底特征进行统计分析的过程。

3.31

织构 texture

样品内晶体(晶体学织构)或强化(形态学织构)的择优取向。

3.32

穿过表面扫描 through surface scan

确定样品表面或界面位置的过程。

注: 有时也称为表面扫描或强度扫描, 而扫描结果常被称为进入曲线。

3.33

飞行时间 time-of-flight

一定速度(能量或波长)的中子穿行从定义起点到探测器之间距离所需要的时间。

3.34

测量不确定度 uncertainty of measurement

表征合理地赋予被测量之值的分散性, 与测量结果相联系的参数。

[VIM:1993]

注 1: 例如, 这个参数可能是一个标准偏差(或是它的倍数), 或是具有既定可信度区间的半宽度。

注 2: 测量不确定度通常由许多因素组成。其中一些因素可由一系列测量结果的统计分布评价, 用实验的标准偏差表征; 另外一些因素也可以利用标准偏差表征, 其评价基于经验或其他信息的假定几率分布。

注 3: 测量结果被理解为测量值的最佳估计, 所有不确定度因素, 包括那些来自系统效应的, 如矫正和参考标准方面的因素, 都对偏差有贡献。

注 4: 不确定度需区别于测量准确度, 测量准确度会受系统偏差影响。

3.35

壁扫描 wall scan

见 3.32。

4 符号和缩略语

4.1 符号

a, b, c	单胞的边长, 这里是指晶格参数	nm
B	在峰位处的本底	—
d	晶格间距	nm
e	能量	
E	弹性模量	GPa

E_{hkl}	与(hkl)衍射晶面有关的弹性模量	GPa
g	应变梯度	mm^{-1}
h	普朗克常数	$\text{J} \cdot \text{s}$
hkl	晶体学晶面指数	
$hkil$	六方结构可选用的晶体学晶面指数	
H	峰高	
I	扣除本底后布拉格峰的中子积分强度	
k_i, k_f	入射和散射中子的波矢	nm^{-1}
L	从中子源到探测器的路径长度	m
l	中子衰减长度	mm
m_n	中子质量($1.67 \times 10^{-27} \text{ kg}$)	kg
N_n	记录中子总数	
Q	散射矢量($k_f - k_i$)	nm^{-1}
t	从源到探测器的中子飞行时间	
T	温度	$^{\circ}\text{C}$ 或 K
u	标准不确定度	—
x, y, z	样品坐标轴	
α	热膨胀系数	K^{-1}
Δ	参数的改变或变化	
ϵ	弹性应变	—
ϵ_{ij}	弹性应变张量分量	—
ϵ_{hkl}	(hkl)衍射晶面相关的正弹性应变	—
λ	中子波长	nm
ν	泊松比	
ν_{hkl}	与(hkl)衍射晶面相关的泊松比	
σ	应力	MPa
σ_{ij}	应力张量分量	MPa
σ_y	屈服应力	MPa
2θ	衍射角	($^{\circ}$)
φ, Ψ, ω	方位角	($^{\circ}$)

4.2 下标

$hkl, hkil$	表示晶体学晶面指数
x, y, z	表示有关量沿 x, y, z 轴方向的分量
$\varphi\Psi$	表示有关量在($\varphi\Psi$)方向的法向分量
0(零)	表示有关量的无应变值
ref	表示有关量的参考值

4.3 缩略语

PSD	位置灵敏探测器
TOF	飞行时间
IGV	装置规范体积
NGV	标称规范体积
SGV	样品规范体积

5 方法概要

5.1 引言

本标准主要涉及工程分析中残余或外施应力的测定问题,方法是通过中子衍射测量晶体学平面之间的晶格间距,从晶格间距的改变,导出弹性应变,然后根据应变计算应力。通过平移被测样品或部件穿过中子束,可以测得不同位置的应变,提供不同位置的应力。本章将简要介绍应变的测量过程。

5.2 原理概述——布拉格定律

当晶体材料受到与其晶面间距相近波长的射线照射时,射线将被衍射从而形成特定的布拉格峰,衍射线产生的角度由布拉格衍射定律给出:

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} = \lambda \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

λ ——射线波长;

d_{hkl} ——产生布拉格峰的(hkl)晶面间距;

θ_{hkl} ——布拉格角。

衍射峰观察位置与入射束成 $2\theta_{hkl}$ 角,如图 1 所示。

5.3 中子源

中子衍射利用的中子由裂变或散裂产生,前者主要是见于稳态核反应堆,后者是脉冲散裂源。两种情况产生的中子能量都要慢化至热中子范围,即波长 $\lambda \geq 0.09 \text{ nm}$ 。在反应堆源上,通常利用晶体单色器从多色中子束中选出特定波长的中子;在散裂源上,中子束通常由一系列含有不同波长中子的短脉冲组成,每个中子的能量(也即波长)可根据中子飞行至探测器的距离和飞行这段距离所用的时间[称为飞行时间(TOF)]确定。因此,飞行时间是测量波长(有时称为能散)与在任意特定散射角记录的整个衍射谱之间的关系。多色中子短脉冲可利用一个或多个斩波器将连续中子或长脉冲斩断得到。

5.4 应变测量

当样品受到已知波长的单色平行中子束照射时,它的晶格间距可根据布拉格定律公式(1)得到。样品无应变时,晶格间距对应于材料的无应变(无应力)值,定义为 $d_{0,hkl}$ 。有应力的样品中,晶格间距改变并且每一个布拉格峰都将偏移,弹性应变可表示为:

$$\epsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{0,hkl}}{d_{0,hkl}} = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{0,hkl}} = \frac{\sin\theta_{0,hkl}}{\sin\theta_{hkl}} - 1 \quad \dots\dots\dots(2)$$

在飞行时间装置(应用飞行时间的仪器)上,具有一定速度(也即波长)范围的中子脉冲直接到达样品,测量中子的飞行时间 t ,由德布罗意关系可计算它们的波长:

$$\lambda = \frac{h}{m_n L} \cdot t \quad \dots\dots\dots(3)$$

将公式(3)代入布拉格定律公式(1),特定波长和晶体平面的对应飞行时间变成:

$$t_{hkl} = 2 \frac{m_n}{h} \cdot L \cdot \sin\theta \cdot d_{hkl} \quad \dots\dots\dots(4)$$

探测器放在 2θ 角处。

由于入射中子是多色的,记录了所有与应变测量方向垂直的晶面反射,每个反射产生于不同的晶粒族,使得特定的(hkl)平面衍射至探测器。弹性应变可根据任何反射的飞行时间偏移计算,描述方式类似于公式(2),只是 2θ 角是固定的:

$$\epsilon_{hkl} = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{0,hkl}} = \frac{t_{hkl} - t_{0,hkl}}{t_{0,hkl}} = \frac{\lambda_{hkl} - \lambda_{0,hkl}}{\lambda_{0,hkl}} \quad \dots\dots\dots(5)$$

需要指出的是同时记录多个晶面反射有利于利用多峰拟合或全谱分析方法分析数据(见 6.3.2)。

对于单色和飞行时间装置,应变测量的方向沿着散射矢量方向,即 $Q = k_f - k_i$,该矢量在人射束和衍射束中间并垂直于衍射平面,如图 1 所示。

5.5 中子衍射仪

反应堆源上用于测量应变的典型单色装置如图 2 所示。首先,用合适的单色器反射多色中子束得到特定的单色波长,然后利用限束光学系统对这种单色中子束进行空间限定,得到所需尺寸的束流,这种束流经样品衍射后被中子探测器捕获。在单色装置上获得的衍射峰如图 3 所示。

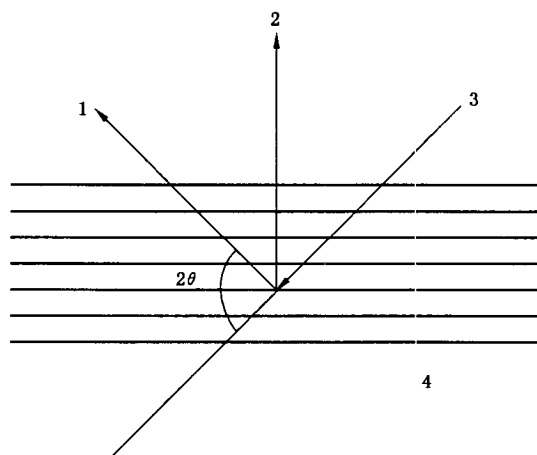
飞行时间衍射仪主要用在脉冲源上,每个脉冲都给出一个跨越大范围晶格间距的衍射谱。脉冲源上可同时在两个方向进行应变测量,典型的飞行时间装置见图 4。由于散射角固定,散裂源上的许多装置使用了径向(聚焦)准直器,这比利用狭缝系统能够获得更大的立体角,然而这需要保证大多数被探测中子来自于确定的规范体积(见 6.5)。根据不同角度位置将探测器各个单元获得的信号合并,带径向准直器的两个或更多的探测器可以同时测量多个 Q (应变)方向。在这种装置上获得的典型衍射谱见图 5,图中也显示了里特沃尔德峰形精修的结果,该方法是利用最小二乘法将晶体学模型结构与衍射数据进行拟合(见 6.3.2)。

5.6 应力确定

应力和弹性应变是通过固体的弹性常数相联系的二阶张量,由于中子衍射可以测量晶体一定体积内的弹性应变,如果相关弹性常数已知,便可以计算相应体积内的平均应力。完全确定应变张量需要测量至少六个独立方向的弹性应变;如果主应变方向已知,沿三个方向测量就足够了;在平面应力或平面应变情况下,则可能进一步减少为两个方向;对于单轴加载的情况,仅需要测量一个方向。

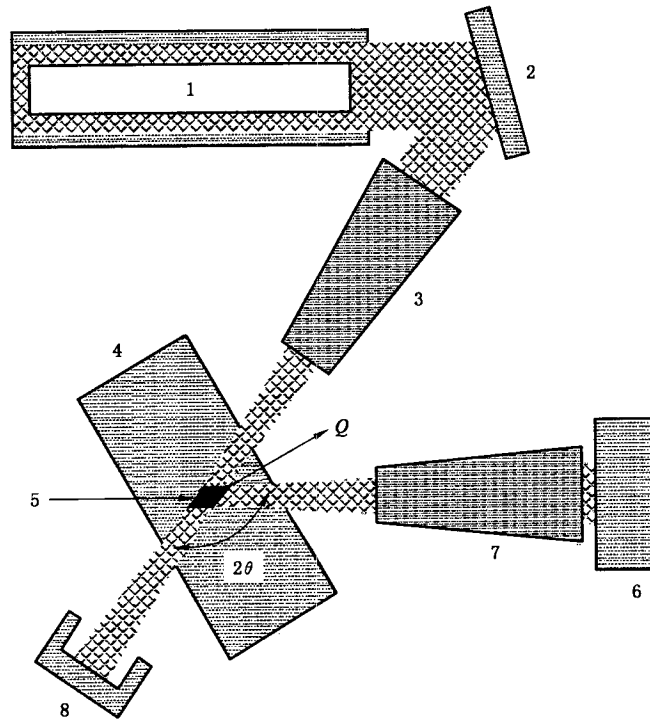
样品内的应力和应变通常依赖方向和位置,这就需要在多个位置和方向测量应变;相应地,也就需要准直中子束与探测器准确地定位样品,实现方法通常是靠样品台的平移或转动。

顺序地移动样品通过入射束和衍射束相交所形成的空间体积(称为规范体积,见 6.5),改变弹性应变空间和测量不同方向,可以绘制样品或部件内的应力分布图。



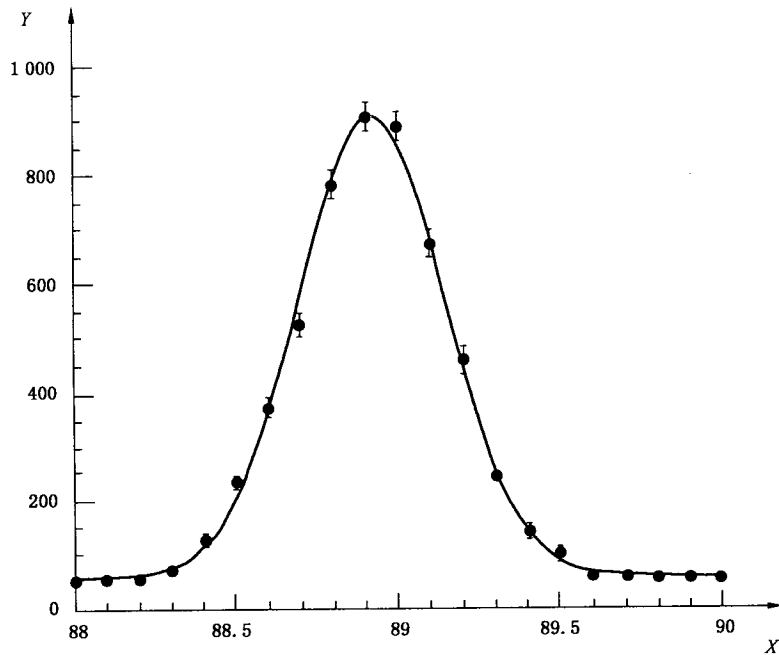
- 1——衍射波矢 k_f ;
- 2——散射矢量 Q ;
- 3——入射波矢 k_i ;
- 4——衍射平面。

图 1 布拉格散射几何示意图



- | | | |
|-------------------|-------------------|------------------|
| 1——从源出射的中子束； | 5——规范体积； | Q ——散射矢量； |
| 2——单色器； | 6——探测器； | 2θ ——散射角。 |
| 3——限定入射束的光路系统和屏蔽； | 7——限定衍射束的光路系统和屏蔽； | |
| 4——样品； | 8——束流阻挡器。 | |

图2 基于稳态源的应变测量衍射仪示意图



X —— $2\theta/(\circ)$ ；
 Y ——中子计数。

图3 利用高斯分布拟合的基于反应堆(稳态源)衍射仪测量的布拉格峰

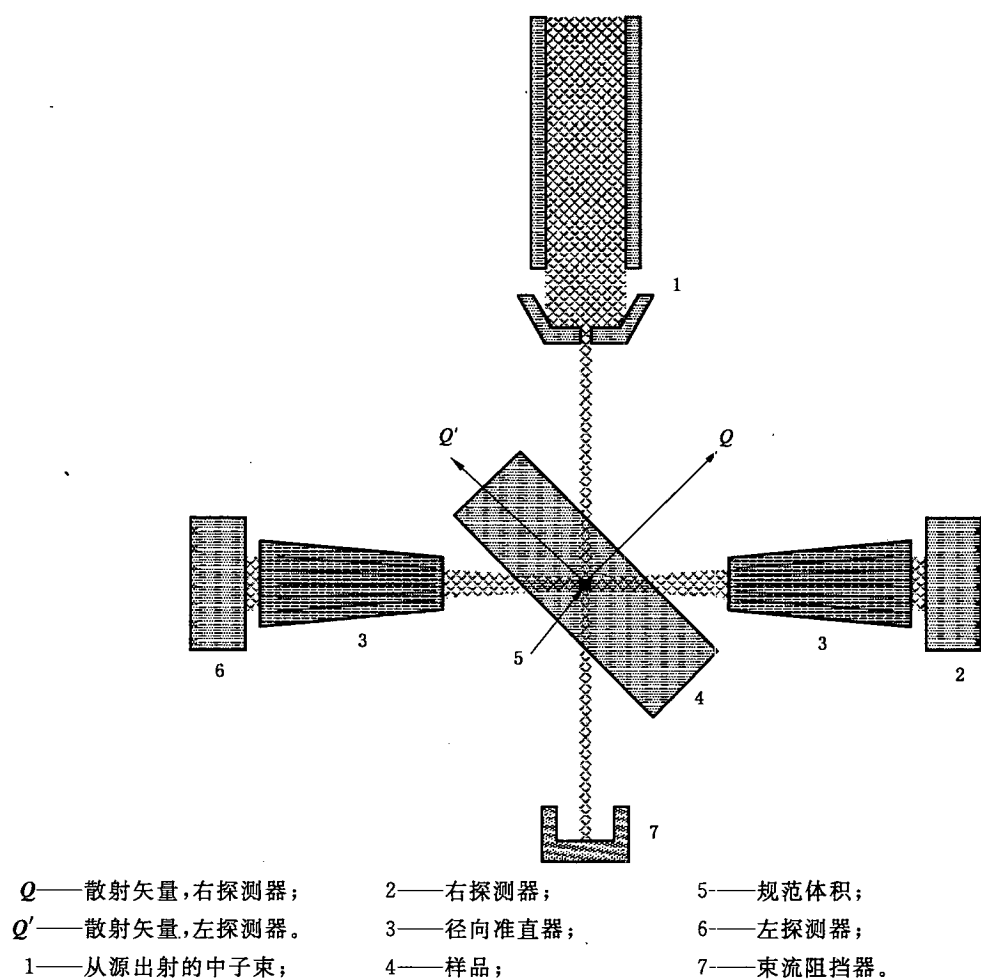


图4 基于脉冲源的飞行时间应变测量衍射仪示意图

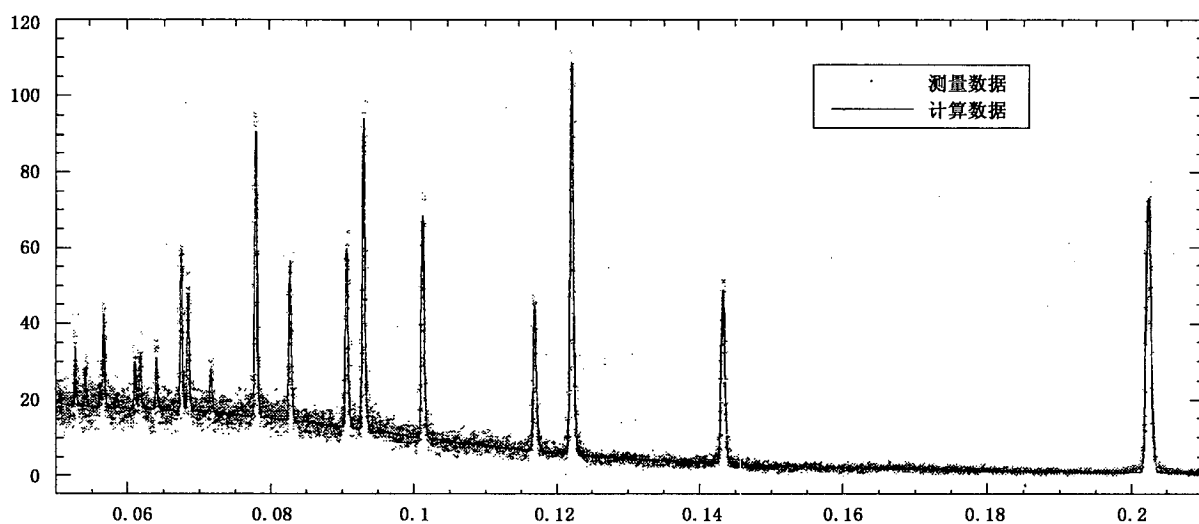


图5 产生于脉冲源的衍射谱——实线是6.3.2所描述的里特沃尔德方法的拟合结果

6 测量准备

6.1 引言

在实际测量应变之前,需要校正装置和/或验证装置是否已校正,然后选择合适的衍射测量条件,将样品准确地放置在衍射装置上,同时也需要确定规范体积的尺寸和形状,估计待测应变所对应的 d 间距值。

6.2 装置的校正与标定

校正和标定所使用的衍射装置是十分必要的(参见 A.4.4)。使用单色束装置时,要确保在整个测量过程中波长保持不变和探测器的角度响应已标定(参见 EN 13925-3 中的附录 C)。对于飞行时间装置,飞行路径和探测器角度响应都应标定。这两类装置的标定都采用无应力样品,典型的有硅、二氧化铪或氧化铝粉末,之所以选用这类样品是因为它们能够较好地衍射中子,具有已知且准确的晶格参数,并且内禀衍射峰宽小。对于飞行时间装置,若要得到强度信息,则需确定入射中子注量率及探测器效率与波长之间的函数关系,其中一种办法就是使用非相干散射体,例如:钒。

6.3 衍射条件选择

6.3.1 单色装置

6.3.1.1 波长选择

在单色装置上,用户需要从可选的波长范围内根据具体实验要求确定所用的中子波长,实验中所选波长和衍射平面应该使衍射角在 90° 附近。如果波长接近样品内衍射平面 d 间距的 2 倍,将会因“布拉格边”产生衍射谱变形,从而引起衍射峰的伪偏移,参考文献[1]列出了应变测量中几种常用金属的“问题”波长。对于立方材料,特别应该避免使用 90° 散射角,因为对所有的 (hkl) 衍射晶面,都有对应引起布拉格边效应的 $(h'k'l')$ 。

实验测量的有效性依赖于以下参数:所选波长对应的入射束强度、衍射中子强度、峰宽和所研究衍射峰与相邻峰之间的分离程度。由于以上这些因素,选择远离 90° 的衍射角比接近 90° 的可能更合理。

6.3.1.2 衍射晶面选择

由于材料的弹性和塑性各向异性,不同的 (hkl) 平面对宏观应力场的响应可能也不同^[2],这可以通过在中子衍射装置上安装拉力棒原位加载和卸载并测量应力和应变来显示,如图 6 和图 7。图中展示了拉力棒上加载单元记录的应力和中子衍射测量的弹性应变之间的关系。

显然,在弹性区域内,用于测量的任何晶面都是线性响应的,见图 6,表明在这个区域内,只要选择了合适的衍射弹性常数,任何 (hkl) 晶面都可以用于应力测定。一般来讲,这里的弹性常数既不是体弹性常数也不是单晶值,而是对应于特定 (hkl) 晶面的多晶集合值。这些常数可以用实验的方法获得,如图 6 所示,也可以计算得到(见第 9 章),计算方法包括 Reuss^[3]、Voigt^[4]、Neerfeld-Hill^{[5]、[6]} 和自洽方法,例如 Kroner^[7]。通常 Neerfeld-Hill 方法能提供可靠的近似,并且比自洽方法更容易实现。除使用的方法外,晶体结构也需要加以考虑,关于结构重要性的讨论可参见文献[8]和[9]。

对不同取向的晶粒,塑性变形开始时加载单元记录的应力值也不同,表现在加载时是非线性响应而卸载时是线性的弹性响应,如图 7 所示。在这个区域卸载至零外力时,对每个 (hkl) 晶面会测量到不同的残余弹性应变,通常称为晶间应变。如果试验棒上没有剩余加载,根据平衡条件,也应当没有工程(宏观)残余应力,此时任何晶体学平面的残余应变都将会转换为残余应力。因此,对于工程残余应变测量,选择在卸载时为基本无残余应变的晶面是非常重要的[例如:图 7 中的 (220) 或 (331) 晶面]。

如果不知道合适的 (hkl) 晶面,或检验新材料,需要在塑性区域使用拉力棒以确定合适的晶面,如图 7 所示。

在一些情况下需要并适合采用晶间应变影响强的 (hkl) 晶面,但这种情况下要对晶间应变进行补偿。其中一种办法就是在所研究样品上取下小片,对其测量获得 d_0 值,这种小片要求足够小,不包含宏观应力^[10]。表 1 列出了几种材料晶间应变影响强和弱的 (hkl) 晶面。

表 1 不同对称性材料中对晶间应变敏感性强和弱的晶面举例

材料	对晶间应变敏感性弱的晶面	对晶间应变敏感性强的晶面
fcc(Ni ^[11] 、Fe ^[12] 、Cu ^[13])、 fcc(Al ^[14] 、 ^[15] 、Ni ^[2])	111、311、422	200
bcc(Fe ^[15])	110、211	200
hcp(Zr ^[16] 、Ti ^[17])	10 $\bar{1}2$ 、10 $\bar{1}3$ (锥面)	0002(基面) 10 $\bar{1}0$ 、12 $\bar{1}0$ (柱面)
hcp(Be ^[18])	20 $\bar{2}1$ 、11 $\bar{2}2$ (次级锥面)	10 $\bar{1}2$ 、10 $\bar{1}3$ (基面、柱面和初级锥面)

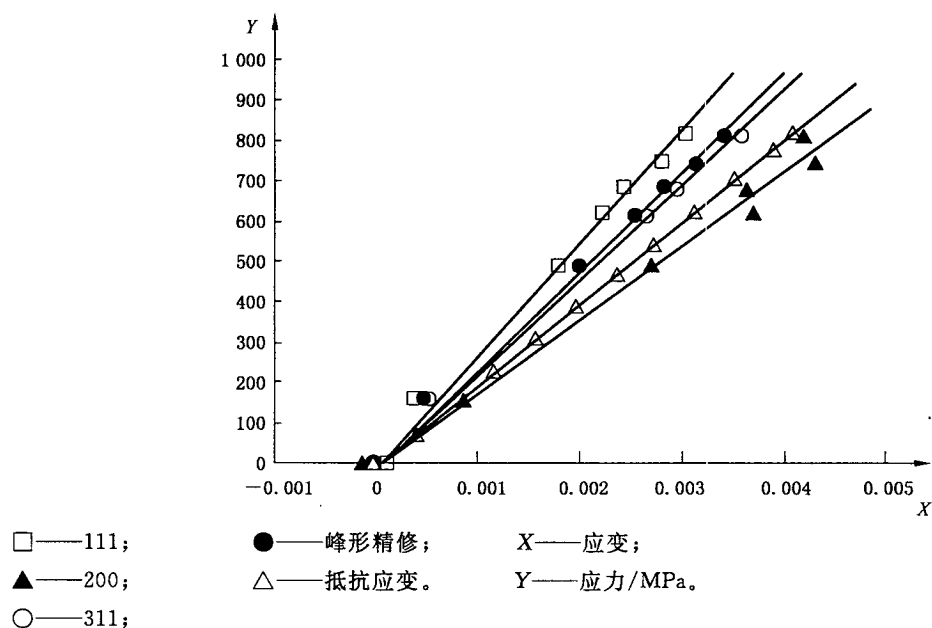


图 6 镍基合金不同晶面的弹性响应^[2]

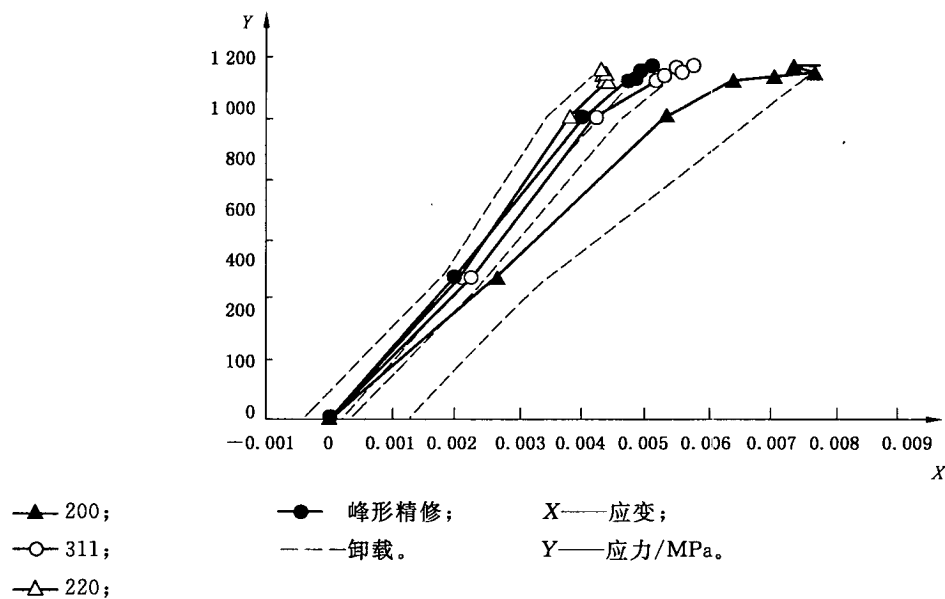


图 7 镍基合金不同晶面对拉力棒加载和卸载的屈服效应^[2]

6.3.2 飞行时间装置

在飞行时间装置上可同时记录许多衍射峰,因此,可以像在单色装置(见 6.3.1)上所描述的选用一个或多个各自的(*hkl*)晶面计算应变,也可以选用更多的衍射峰利用里特沃尔德精修程序进行全谱分析^[19]。后一种情况是根据定义单胞尺寸的晶格参数改变计算得到应变,研究表明这种方法可以测量得到拉力棒上卸载后仅剩百分之几塑性应变时很小的残余应力,并适合工程上残余应力的测量^{[2],[20]}(见图 7)。

对于晶格参数为 a_0 的立方材料,可得应变为:

$$\epsilon = \frac{a - a_0}{a_0} \dots\dots\dots(6)$$

式中晶格参数 a 的数值从全谱分析得到[它代替了公式(2)中的晶格间距 d]。对于非立方材料,需要选择合适的应变参数,例如:对于无织构的六方材料,应变 ϵ 可表示为:

$$\epsilon = \frac{2\epsilon_a + \epsilon_c}{3} \dots\dots\dots(7)$$

式中 ϵ_a 和 ϵ_c 是分别由晶格参数 a 和 c 决定的应变,计算方式与公式(6)相同^[18]。

6.4 定位过程

初始校正过程需要确定 IGV 质心的位置[见 6.5 和图 8b)],这个位置就是所有实验测量的参考点,在理想情况下,它应该是样品台的旋转中心。

精确的样品定位过程描述见 A.2,精确程度虽依赖于测量的种类,但通常要求是在 ± 0.1 mm 以内。在应变梯度很大和近表面测量时,高定位精度是很重要的。测量时明确定位不确定度是非常重要的。

装置校正可以用光学或机械方法,也可以用穿过表面扫描的方法(参见 A.2.3),这三种方法都能实现样品边缘和中子束之间 0.1 mm 不确定度的定位。

6.5 规范体积

标称规范体积(NGV)的定义为平行的人射和衍射中子束穿过限定孔径(例如:狭缝、准直器)后相交部分所占的空间体积[图 8a)],标称规范体积的质心是这个体积的几何中心(见 6.4)。

对使用径向准直器的装置,标称规范体积概念的定义与上述相同,但是每个径向准直狭缝都对它有影响。

装置规范体积(IGV)是实际中子束通过限束孔后所形成的空间体积,考虑了束流发散和流强度分布[图 8b)],确定 IGV 的方法通常是扫描一个很小的探针(参见 A.4.1),根据衍射束强度的半高宽确定 IGV 的尺寸,任何具体过程都需要详细说明。

在取样体积很小情况下,IGV 和 NGV 可能会有明显的不同,需要指出的是 IGV 和 NGV 都表示衍射仪自身的性能。

最后,样品规范体积(SGV)是 IGV 和所研究样品之间的交叉部分[见图 8c)],它是获得平均应变的实际体积,这个平均主要受以下几个方面影响:

- 所研究样品的相部分填充装置规范体积;
- 中子束在样品内的衰减;
- 中子束的波长和强度分布。

基于以上原因,SGV 质心相对 IGV 质心的不同位置如图 8c)所示。

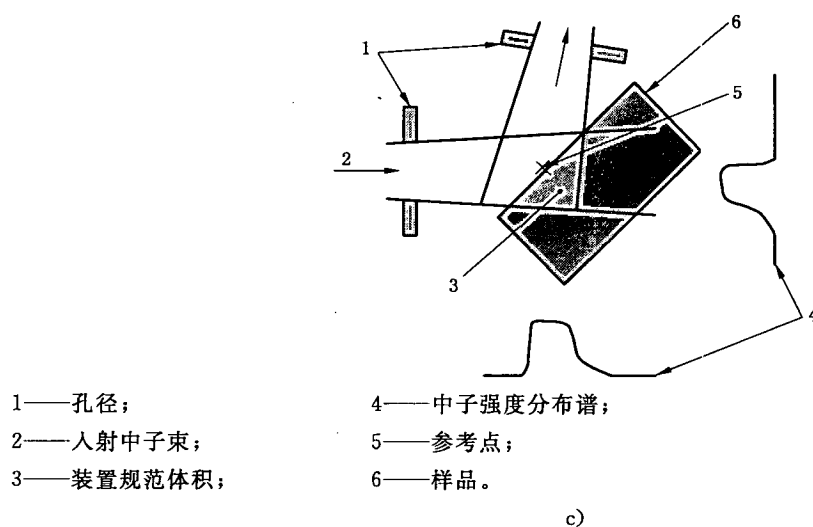
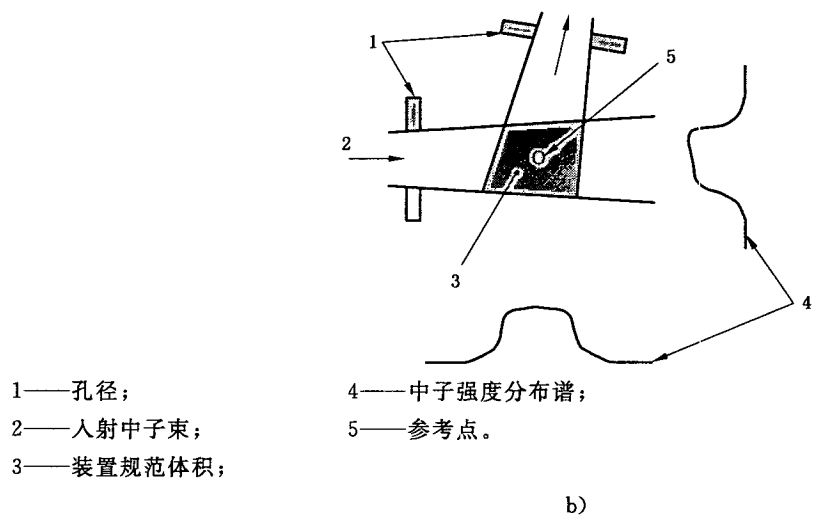
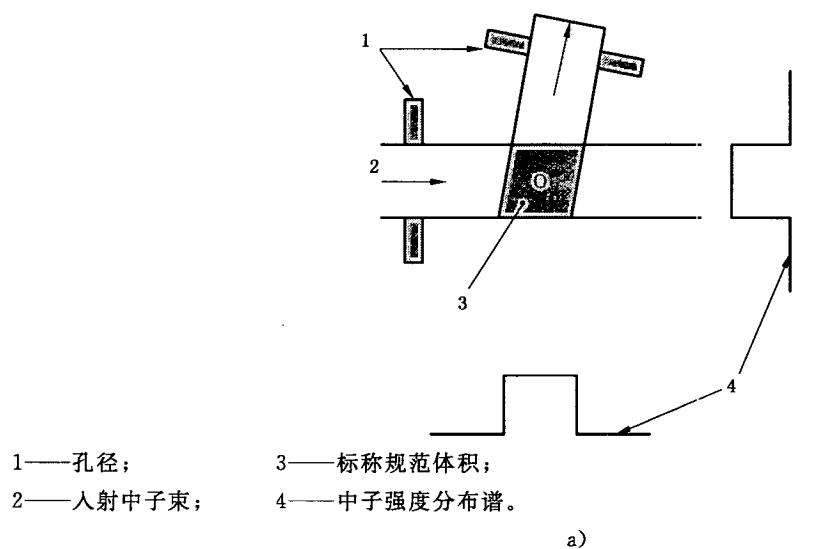


图8 平面示意图——a)标称 b)装置 c)样品规范体积，“O”表示 NGV 和 IGV 的质心，“X”表示 SGV 的质心，IGV 的质心就是参考点

每次测量都要确定 SGV 及其质心,平均应变的位置就是 SGV 质心的强度加权位置,在报告中说明应变测量的这个位置是很重要的。研究表面、界面和强衰减材料时,强度分布效应是非常明显的。对 SGV 质心偏离参考点导致结果的讨论参见 A. 4. 5 和 A. 5。

6.6 无应变或参考晶格间距测定

衍射测量就是要确定晶格间距,为了测量弹性应变,就需要有一个测定应变的晶格间距参考值。有些情况下,是可能测定无应变晶格间距 d_0 的,而在另外一些情况下,仅能确定参考晶格间距 d_{ref} (也就是其他测量能够比对的晶格间距)。需要指出的是只有根据 d_0 计算了应变才能得到实际的应力值,因此,只有无法得到 d_0 时才考虑利用 d_{ref} 。

除了应力和装置误差外,还有一些晶格间距影响因素,其中最重要的就是化学成分和温度,要根据实际应用情况选择确定 d_0 的合适方法,主要包括:

- 测量材料内可忽略应力的部分;
- 测量能够代表被测材料的粉末,这种方法特别适合于多相材料;
- 测量从大块材料上切下的小条,这适合于焊接,因为利用许多穿过焊接部位的小条能够确定 d_0 的间距和方向变化^[10];
- 通过力平衡和力矩平衡计算 d_0 ,这种方法适合于 d_0 没有变化的样品部位能够进行足够的测量,建议尽可能使用这种方法,这种平衡主要用于检验一致性;
- 通过保证垂直于自由表面的应力为零计算 d_0 ,这仅适合 d_0 在远离表面时没有改变,而且能够实现准确近表面应变测量的情况。

需要注意的是应该避免在制备“无应力”材料时引入残余应力或在加工过程中改变微结构。

7 材料表征

7.1 引言

与被测样品或部件有关的热和机械处理过程都会影响材料的残余应变状态、应变状态的测量和应变-应力的转换。测量时对这些方面都应该加以说明,其中大多数都列在了下面。有些情况下,应开展初步衍射测试用于建立研究的大致信息,例如:这种信息可用于估算衍射的弹性常数、束流衰减、衍射束强度、本底强度以及与放射性活化有关的问题。

7.2 成分

表明化学成分和处理过程的标准材料标识可用于选择适当的实验条件,对于多相材料(含混合物)而言,其化学成分、百分比、取向和各相形态的影响在应力测定时都应该予以考虑。

7.3 热/力学历程

设计实验时应考虑塑造、成形或连接样品的处理过程,包括热处理。当测量服役后的部件时,可能与以前的使用条件也有关。

7.4 相和晶体结构

被测合金、陶瓷和混合物的相应该是已知的,并明确测量相的晶体学结构。

7.5 均匀性

成分分布或相分布的空间改变与实验有关,可能影响到与实际测量位置的一致性,以及测量结果对整个样品或部件是否具有代表性。尤其是微结构或成分的不均匀性还会引起无应力晶格间距随样品或部件内测量位置的改变而改变(见 6.6)。

7.6 微结构

规范体积内的晶粒数对测量衍射谱的质量非常重要,大尺寸的晶粒或复合强化会导致不同衍射峰强度的涨落,这种涨落通常说明参与衍射的晶粒数量不够。因此,晶粒尺寸同规范体积和待测应力分布间的关系应当明确。

7.7 织构

晶体学织构会影响衍射峰的强度和应变-应力转换,如果材料确实因处理或使用过程产生了织构,应该对织构进行表征。

8 记录要求和测量过程

8.1 引言

有三个参数需要以合适的精度测定:a)应变,b)应变测量方向和c)测量点在样品中的位置。需要记录足够充分的信息,以便能够理解、评价和复现实验方法和数据分析。关于本章补充的详细资料参见附录A和附录B。

8.2 记录要求

通常,应当提供项目题目、相关研究人员、测量日期和以下信息。

8.2.1 基本信息——装置

装置相关信息:

- 装置负责人;
- 中子源和位置,装置的名称和型号;
- 温度及变化;
- 入射和衍射束的光学部件,对于狭缝,应该指出其高度和宽度,以及到参考点的距离;对于径向准直器,应该提供聚焦长度、隔片的长度和厚度、隔片间的夹角、所有的孔径尺寸和振荡参数。

单色装置参数:

- 单色器的类型,使用的晶体和反射面,探测器的类型,单色器到参考点的距离,探测器到参考点的距离;
- 波长及其测定方法;
- 垂直和水平规范强度分布谱(如果对于测量十分重要);
- 探测器分辨率。

飞行时间装置参数:

- 飞行路径总长度 L ,探测器到参考点的距离,探测器的类型,探测器的角度范围;
- 波长范围及其测定方法;
- 垂直和水平规范强度分布谱(如果对于测量十分重要);
- 数据分析中所用的布拉格峰数或 d 间距范围;
- 时间分辨和道宽;
- 随波长变化的入射强度。

8.2.2 基本信息——样品

样品相关信息:

- 样品材料,化学组分、晶体结构;
- 标有尺寸、参考标记或参考位置以及坐标系的样品图。

8.2.3 每个应变测量所需的细节信息

应当记录并得到所有的原始数据和这些数据的处理方法。

与具体测量有关的信息:

对单色装置:

- 峰位 $2\theta_{\text{hkl}}$ 及不确定度;
- 无应变时晶面的峰位 $2\theta_{0,\text{hkl}}$ (或参考峰位 $2\theta_{\text{ref,hkl}}$) 及不确定度。

对飞行时间装置:

- 飞行时间 t_{hkl} 或全谱分析时的晶胞参数及不确定度;

——无应变时晶面的飞行时间 $t_{0,hkl}$ (或参考飞行时间 $t_{ref,hkl}$) 或全谱分析时的晶胞参数及不确定度。
对所有装置:

- 与散射矢量 Q 有关的样品取向及不确定度;
- 与参考点有关的样品和规范体积位置及不确定度;
- 应变及不确定度;
- d 间距测量及不确定度 (如果需要绝对值)。

对单峰拟合:

- 角度或时间增量;
- 采用峰形函数和获得的参数, 包括:
 - FWHM 及不确定度;
 - 峰高 H 或积分强度 I 及不确定度;
 - 本底 B 及不确定度。

对多峰拟合或全谱分析 (如里特沃尔德精修方法):

- 峰谱和相关参数包括:
 - 宽度与波长或衍射角的函数关系;
 - 峰形的不对称性。
- 本底拟合方式。
- 关于如何考虑织构和弹塑性各向异性的描述。

8.3 样品坐标系

应当明确样品内测量位置和方向的坐标系, 如果样品形状和/或主应力方向已知, 应当与它们关联。

注: 对绝大多数形状规则的样品或部件, 适合根据其对称性特点采用直角或极坐标系。

8.4 样品定位

样品定位要根据装置参考点确定 (见 6.4)。样品坐标系的方向应与定义 Q 的坐标系相关联, 尽量准确地确定参考点位置, 参见 A. 2。

8.5 测量方向

为了确定应力/应变张量, 通常要沿至少六个独立的方向进行测量。然而, 沿任意三个正交坐标轴 (如样品坐标系) 测量便可得到应力张量的三个法向分量, 因此, 可以在主应力方向未知和不超过三个独立方向测量的情况下获得到应力的重要信息 (见 5.6)。

8.6 测量点的数目和位置

测量点的数目和位置与所要求的应变细节有关, 与所研究部位的形状和尺寸有关, 与规范体积的尺寸有关。

对有些待检测位置, 需要中子束在样品内穿越较长的距离, 此时, 为了能够实现测量可能需要切除部分材料。

参见 A. 3。

8.7 规范体积

规范体积由入射束和衍射束上的束流限定光路系统以及束流的方向与发散度确定。规范体积的选择与待测部位的形状和尺寸有关, 同时也与材料参数 (如: 晶粒尺寸和衰减长度) 有关, 参见 A. 4。

8.8 规范体积质心

SGV 质心位置需要根据装置的束流发散和衰减确定, 扫描表面和界面时需要特别加以注意, 参见 A. 5。

8.9 温度

测量时应应对样品的温度进行监视和控制, 目的是让晶胞尺寸相对应变的测量不确定度变化很小, 或在分析时能够予以说明, 参见 A. 7。

9 应力计算

9.1 引言

中子衍射方法测量弹性应变,进而计算应力。同 X 射线衍射一样,测量的只能是正应变,剪应变和应力应当通过计算得到。

基本上所有衍射方法研究应力和应变都是基于连续力学,利用胡克定律计算应力。如 6.3 所述,唯一不同就是采用了特定的衍射弹性常数而不是所有晶粒的平均,因此,广义胡克定律中的平均弹性常数可以被简单地替换为衍射弹性常数(E_{hkl}, ν_{hkl})。各向同性材料应力的计算过程描述见 9.2~9.4。

9.2 正应力测定

某点的正应力可由沿该点正交坐标轴 x, y 和 z 方向测量的应变计算,此时,应力可表示为:

$$\sigma_{xx} = \frac{E_{hkl}}{(1 + \nu_{hkl})(1 - 2\nu_{hkl})} [(1 - \nu_{hkl})\epsilon_{xx} + \nu_{hkl}(\epsilon_{yy} + \epsilon_{zz})] \dots\dots\dots (8)$$

$$\sigma_{yy} = \frac{E_{hkl}}{(1 + \nu_{hkl})(1 - 2\nu_{hkl})} [(1 - \nu_{hkl})\epsilon_{yy} + \nu_{hkl}(\epsilon_{zz} + \epsilon_{xx})] \dots\dots\dots (9)$$

$$\sigma_{zz} = \frac{E_{hkl}}{(1 + \nu_{hkl})(1 - 2\nu_{hkl})} [(1 - \nu_{hkl})\epsilon_{zz} + \nu_{hkl}(\epsilon_{xx} + \epsilon_{yy})] \dots\dots\dots (10)$$

当坐标轴与主变形方向一致时,这些正应力就是主应力。

在平面应力情况时,其中一个应力(称为 σ_z)为 0,方程可简化为:

$$\sigma_{xx} = \frac{E_{hkl}}{(1 - \nu_{hkl}^2)} [\epsilon_{xx} + \nu\epsilon_{yy}] \dots\dots\dots (11)$$

$$\sigma_{yy} = \frac{E_{hkl}}{(1 - \nu_{hkl}^2)} [\epsilon_{yy} + \nu\epsilon_{xx}] \dots\dots\dots (12)$$

对 $\epsilon_z = 0$ 的平面应变情况,通过将 $\epsilon_z = 0$ 代入公式(8)、公式(9)和公式(10)可得到 σ_{xx} 和 σ_{yy} 的表达式,此时, σ_{xx} 变为:

$$\sigma_z = \nu_{hkl}(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) \dots\dots\dots (13)$$

任意测量点应力的确定都需要在该点测量足够取向的应变。

9.3 应力状态的测定

主应力方向未知时,为了确定规范体积内的应变状态,至少需要测量六个独立取向的应变。应力分量可由测量的正应变 $\epsilon_{\varphi\Psi}$ 计算得到,公式如下:

$$\epsilon_{\varphi\Psi} = \left(\frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} \right) \left[(\sigma_{xx} \cos^2 \varphi + \sigma_{yy} \sin^2 \varphi + \sigma_{xy} \sin 2\varphi) \sin^2 \Psi + \sigma_{xz} \cos \varphi \sin 2\Psi + \sigma_{yz} \sin \varphi \sin 2\Psi + \sigma_{zz} \cos^2 \varphi \right] - \frac{\nu_{hkl}}{E_{hkl}} [\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}] \dots\dots (14)$$

公式(14)中的下标 xy, xz 和 yz 分别对应剪应力分量,角度如图 9 所示。

此时,需要能够选择六个测量方向,并使它们之间有尽可能大角度。

9.3.1 $\sin^2 \Psi$ 法

如果样品中待测位置的一个主方向已知,例如 z 方向,则可以采用 $\sin^2 \Psi$ 法。这种情况下,剪切应力 σ_{xx} 和 σ_{yy} 为 0,公式(14)得到简化,这时将可以计算 $x-y$ 平面内给定方向的正应力 σ_{φ} 和由公式(14)简化得到的 σ_z 之差:

$$\epsilon_{\varphi\Psi} = \frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} (\sigma_{\varphi} - \sigma_z) \sin^2 \Psi - \frac{\nu_{hkl}}{E_{hkl}} [\sigma_{xx} + \sigma_{yy} + \sigma_{zz}] + \frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} \sigma_z \dots\dots\dots (15)$$

式中:

$$\sigma_{\varphi} = \sigma_{xx} \cos^2 \varphi + \sigma_{yy} \sin^2 \varphi + \sigma_{xy} \sin 2\varphi$$

由于公式(15)中,期望值($\sigma_{\varphi} - \sigma_z$)是 $\sin^2 \Psi$ 的线性函数,该方法常被称为“ $\sin^2 \Psi$ 法”,并广泛应用于传统的 X 射线衍射应力测定^[21]。 Ψ 的范围越宽,测定的应力越可靠,当有些方向不能测量时,这种方法是很有用的。

9.4 弹性常数选择

公式(8)~公式(15)都需要衍射弹性常数(E_{hkl} , ν_{hkl})。正如 6.3 所述,只有特定情况下才可能使用通常力学方法所测定的宏观弹性模量和泊松比,因为衍射弹性常数往往依赖于化学成分、其他相的含量和/或晶胞缺陷(如:塑性形变后的位错),因此,此时的弹性常数更倾向于使用通过单轴加载衍射实验获得的数值^[2]。具有晶体学织构时,衍射弹性常数是依赖于取向的,因此,应该在足够多的方向上开展这种单轴加载衍射实验。如果无法获得实验数据,则应利用合适的模型进行估算^{[3]~[7]},见 6.3。

如果没有合适的衍射弹性常数,可以通过单轴加载实验测定,但是由于化学成分、相体积分数、织构、微结构,甚至温度都可能影响弹性性能,因此,应仔细确保单轴加载和所研究的样品具有相同的材料特性。同样,两次检验也应该具有相同的实验条件,并建议使用相同的数据处理方法(比如:单峰拟合)。

如果通过全谱拟合计算弹性应变,对无织构的立方和六方相样品可以利用“宏观”的 E 和 ν 值。

样品有织构时,应修正这些计算。织构越强越陡,弹性常数修正也越多。对所有的晶体学系统,织构问题都可以通过测量所谓的取向分布函数(ODF)并将其引入到衍射弹性常数的计算中进行考虑^[8]。

9.5 数据分析

采用适当的数学函数对实验数据进行拟合便可以得到布拉格峰位。这种数学函数拟合衍射谱的峰形,也包括本底,应注意的是应变测定的准确度可能受下述和附录中各项不恰当考虑的影响。

9.5.1 峰形拟合函数

在单色束时,峰位通常由高斯函数拟合实验数据获得。

对于散裂源,峰形本身是非对称的,拟合一般采用指数衰减函数和 Voigt 函数的卷积。

在获得多峰衍射谱时,可以采用全谱分析法计算得到应变,如里特沃尔德精修方法^[19](参见 A.6.3)。

9.5.2 本底函数

本底函数的拟合依赖于装置的设置和中子源的类型,因为本底斜率是随衍射角或飞行时间变化的函数,峰位可能与其相关联,对这种情况要特别注意。除非本底可以单独确定,一般建议采用固定斜率。如果本底不是常数,对拟合函数及其参数应当予以说明。

9.5.3 峰-底比

随着峰高 H 与本底 B 比值的下降,特别是当本底不为常数时,区分本底拟合对峰位的影响就更加困难。

9.5.4 畸变峰形

除非采用了适当的修正,应慎重处理由于峰形叠加、样品效应(如:材料的不均匀性和层错)或仪器效应引起的衍射峰形畸变。研究多相材料时重叠峰往往不可避免,可根据 A.6 所描述的过程采用多峰拟合进行分析。

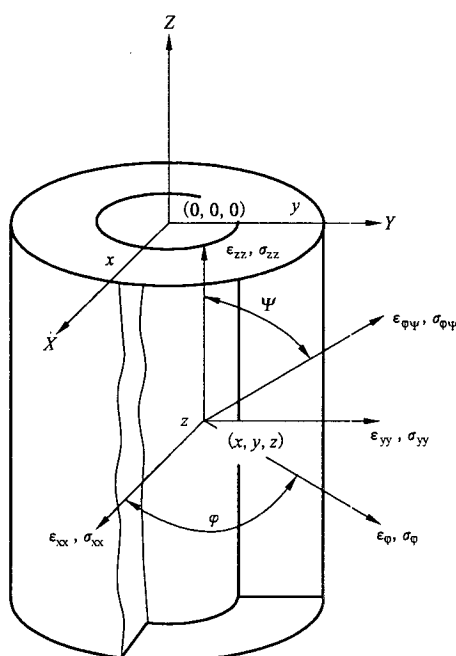


图9 样品坐标系(X,Y,Z)中测量点(x,y,z)的应力和应变分量

10 结果可靠性

测量不确定度的确定与结果本身一样重要,否则无法评价测量的可靠性。第11章列举了应力或应变测量报告中应该包含的参量,所有这些数据都应该说明不确定度。建议所有这些不确定度都与ISO标准《测量不确定度表示指南》^[28]相一致,文献[23]给出了附加指南,附录B简要介绍了计算合成标准误差的术语和方法。

11 报告

11.1 引言

报告的基本原则是描述实验过程、测量结果以及怎样进行数据分析,使得使用者有足够的信息去复现、理解、评估和进一步解释结果。这里不再提出严格的报告格式,因为对不同的材料、信息和研究对象,格式可能也有很大的不同,可以由用户与实验提供者具体协商测试报告的准确格式。

11.2 应变或应力值

测量得到的应变或应力值出具的报告应包括以下内容:

- 应变或应力分量及其数值,包括它们的不确定度;
- 测量位置,如IGV或SGV的加权质心;
- IGV或SGV的尺寸和形状;
- 不确定度的来源及其影响结果可靠性的方式。

11.2.1 无应力或参考晶格间距

用于获得参考或无应力晶格间距的数值、不确定度和方法,或用于确定相对或绝对应变的单胞参数值,都应予以描述。

11.2.2 应变-应力转换

将应变转换为应力时所用的关系和假设都应出具报告。

11.2.3 弹性常数

若将测量的应变转换为应力,应提供所采用的衍射弹性常数及其出处。

11.2.4 定位

应报告样品定位的不确定度,并评估其对应变或应力值的影响。

11.3 中子源和装置

应提供以下信息:

- 中子源;
- 所使用的装置;
- 波长和单色器描述(单色装置)或波长范围(TOF 装置);
- 装置标定过程和标定测量结果。

11.4 通常的测量过程

以下方面应进行报告:

- 用于样品平移和取向的方法;
- 定位表面和其他参考点的方法;
- 规范体积确定方式;
- 采用的衍射峰拟合函数和拟合过程;
- 数据处理方法,如:平滑、排除不合理点;
- 表明结果可靠性的方法。

11.5 样品/材料性质

所检测材料的以下几个方面也宜予以报告:

- 样品大小和形状;
- 成分;
- 热/力学历程;
- 相和晶体结构;
- 均匀性;
- 晶粒、第二相颗粒或强化相的尺寸和形状;
- 织构。

11.6 原始数据

如果需要,报告应包含原始数据。原始数据经任何平滑处理后导出的数据同样都应加以描述。

附录 A

(资料性附录)

测量过程

本附录是有经验的工作者针对第 8 章提供的测量过程。

许多内容在两个国际预标准化研究项目 (VAMAS TWA 20^{[24],[25]} 和 RESTAND^[26]) 中已经明确, 在下文中可获得进一步的信息^{[27]~[30]}。

A.1 样品坐标系

对于大多数规则形状样品, 直角坐标或极坐标根据样品的对称性选取是合适的。

A.1.1 具有对称元素的样品

大多数部件具有明显的对称元素, 很多具有矩形、环形或单轴特征。这些样品的坐标应当根据对称方向确定:

- 矩形样品: x, y 沿表面内相互垂直对称的方向, z 垂直于表面;
- 圆柱状样品: 柱坐标系分别沿轴向、径向和环绕(切线)方向;
- 延展后具有固定横截面的样品: 轧制、拉伸和挤压成型的部件具有恒定但有可能复杂的横截面, 此时, 坐标轴应该是一个方向与长轴平行, 另外两个方向沿着正交垂直轴。

举例:

铁轨: 纵向、横向和竖直方向。

棒和管道: 轴向、径向和环(切线)向。

规则多变形截面: 三角形、正方形、六边形等; 轴向、面的法向和平行方向。

A.1.2 非规则形状样品

通常非规则形状的样品, 坐标系应沿三个适合的方向, 优先使用正交坐标系, 在整个实验或多个系统的局部扫描中尽量采用一个坐标系统。

A.2 样品定位

样品应该根据装置参考点定位。

A.2.1 参考点

应尽可能精确的确定参考点位置, 最好在所使用规范体积最小尺寸的 10% 以内。

A.2.2 规范体积

在旋转样品台中心定位 IGV 的质心(也就是参考点)是比较好的, 定位要尽可能准确, 一般需在规范体积尺寸的 10% 以内。规范体积的位置可以通过(如 A.4.1 所述)扫描散射中子的强度谱确定。

A.2.3 样品

样品的位置和取向应当利用参考点和相应坐标系(参见 A.1)下散射矢量的方向进行描述。样品定位准确度基本上与参考点类似, 可用光学或机械方法测定, 也可以相对规范体积采用壁扫描的方式确定。在样品上标明测量点和测量方向对样品定位是非常有用的, 为达到所需的定位精度, 标识应足够精细和明锐。如果定位时使用正交平移装置, 它们应精确地垂直, 角度偏差小于 $\pm 0.1^\circ$ (± 1.7 mrad)。扫描陡峭应力梯度、界面、表面或需要大范围平移扫描时, 样品校正将尤为重要。

注 1: 一个有经验的实验人员肉眼调整极限约为 0.5° , 当需要更高精度校正时, 须借助于光学或机械仪器。

注 2: 样品相对参考点不能准确的定位将在测量时引入系统误差。若参考点与样品旋转中心不一致, 样品旋转也将会引起规范体积的偏移, 这将在应力测定中引入严重的误差, 特别是在应变梯度大或成分分布不均时。例如, 定位不确定度 Δx 引起该点的应变系统不确定度 $\Delta \epsilon$ 可表示为 $\Delta \epsilon = (\partial \epsilon / \partial x) \Delta x$ 。因此, 当某区域应变梯度

为 $2\,000 \times 10^{-6}/\text{mm}$ 时, $\pm 50\ \mu\text{m}$ 的定位不确定度将导致 $\pm 100 \times 10^{-6}$ 的应变系统误差。

注 3: 如果光学或机械方法不能满足样品的定位精度要求, 应采用壁扫描的方式测定 IGV 相对样品表面的位置。这种方法将产生一个峰强分布谱, 称为“进入曲线”, 由于样品表面是平移通过规范体积, 它给出了表面和规范体积位置的实际测量关系, 对每个测量取向和沿表面平移的一些位置都需要进行重复的壁扫描。尤其要注意的是测量表面处理后, 有织构、大晶粒或高吸收材料的情况, 因为, 这些因素会导致进入曲线与期望值具有实质性的不同。

A.3 应变测量点的数量和位置

为了获得明显或特定的应变变化, 应当在样品中取足够充分的数据点和测量位置。具体点的数量和位置依赖于所要求的细节、应变图的变化和规范体积的尺寸。

A.3.1 单个位置点的测量

有些情况下仅需要测量指定的某一个位置, 这种测量在材料和应变均匀分布的区域是可信的, 然而, 在分布不均匀时为了确保结果可靠, 需要在特定位置进行附加的插补测量。

A.3.2 应变分布图

为了获得有效的应变分布图, 往往是先用规则分布点的稀疏阵列获得大致轮廓, 然后根据需要在特殊位置附近增加点的密度。当在某个测量方向应变梯度或其变化很大时, 为了得到足够的空间分辨, 需要在该方向增加应变分布图的密度。

A.3.3 切除材料以利于测量

由于束流衰减或样品与装置不匹配, 可能使待测的特定位置难以或无法测量。在这种情况下, 用户可以考虑从样品中切除部分材料, 这需要利用实验技术进行仔细检验(例如: 应变仪, 和/或数学方法, 如有限元分析)以确定切除材料导致应力重新分布的程度。

A.4 规范体积

A.4.1 仪器规范体积(IGV)测定

由于装置设置产生的束流发散和其他不可避免的不确定度, IGV 应进行实验测定, 如 6.5 所示。

可以通过扫描细丝探针穿过规范截面获得完整的 IGV 参数, 在每个扫描位置记录被探针散射的积分强度, 称为强度分布谱。

细丝可以是布拉格散射体(如钢或铜)或非相干散射体(如尼龙)。在单色装置上, 最好采用前者, 后者适合 TOF 装置上的多色束流。当扫描穿过某个束流时, 其他束流应足够宽, 不影响前一个束流的强度分布谱。

这种扫描可以得到强度分布和 IGV 的尺寸、形状和位置, 以及参考点的位置(见图 8)。对于单色装置, 规范体积的形状依赖于散射角, 因此, 规范体积测定的衍射布拉格角应尽可能地靠近测量反射角。探针的尺寸应当足够小, 否则应进行衰减修正。

装置规范体积强度分布可以用三个一维强度分布谱或一个三维强度等高线图表示, 这种谱图也表示了束流的均匀程度。然而, 对大多数实际应用, 可以用三维尺寸和衍射角描述 IGV, 这里的尺寸应对应入射和衍射束强度分布的 FWHM, 为了表示 IGV 边界的锐利程度, 强度分布的全宽度也应予以提供。

薄金属片可以用于测量散射面内的规范体积。扫描时分两次通过规范体积, 其中一次表面法向平行于散射矢量, 另一次垂直于散射矢量, 扫描方向由表面法向给出。

A.4.2 限束光学系统的调整

校正限束光学系统的目的是使参考点在所需要的位置, 为此, 上述扫描和其他技术^[31]可用于束流限定光学系统定位所需的矫正。

另外一种方法是将圆柱形散射体的规范体积放在需要的位置, 让每个限束光学部件被相应的束流

扫描穿过,同时记录强度分布谱,根据谱分布的质心决定光学部件的正确位置。

将散射体替换为狭缝并在其后放置一个探测器,利用前面所述的方法也可以有效地调整入射束流。

注1:入射和衍射限束光学系统相对于参考点的径向距离须设置得当。对于狭缝系统,距离应当尽可能小,以便减小发散度的影响,但同时也要注意避免扫描时样品在运动过程中发生碰撞。当采用径向准直器时,宜校正使其聚焦点与参考点重合。

注2:如果不能保证束流定位的可复现性,规范体积变化后,应重复定位过程。

A.4.3 规范尺寸

选择的规范尺寸应能够实现获得所需要的细节,如果规范尺寸超过了重要特征尺寸或它们之间的距离,细节将无法反映在应变图中。

描述限束光学系统对复现测量和评估装置规范体积是非常重要的。

A.4.4 晶粒尺寸

多晶材料衍射法测应变要求有足够数量的晶粒散射中子进入探测器。如果取样晶粒很少,将在定峰中引入严重的系统误差。尽量增加规范体积的尺寸,并充分考虑空间分辨和束流衰减,可能会提高统计平均,但同时也可能由于探测器位置与角度灵敏性的关联而增加峰位的不确定度。为了增加贡献晶粒提高统计平均程度,更好的做法也许是让样品做限幅振荡,而不是增加规范体积。

A.4.5 衰减

中子衰减可能使衍射峰产生位移,若不加以考虑,将出现非应力引起的明显应变。参考图8可知,规范体积不同部位散射的中子显然具有不同的路径长度。中子在样品内强吸收时,在SGV总路径越短的部分探测的中子也越多,这样SGV的质心可能相对IGV质心发生位移。这通常仅在反射几何中加以考虑(图8),除非样品形状本身相对中子路径不对称。

对于单色装置,波长相对其平均值有一定的展宽,而且,这种展宽在衍射束平面内的分布是不均匀的。因此,对强吸收材料,衍射中子的平均波长可能与入射中子不同,使测量产生错误的 d 间距和应变。

测量中对这些效应应予以特别重视,包括表面和界面效应^[33](参见A.5.3)。

A.4.6 计数时间

数据统计质量是中子计数的函数,与SGV和计数时间有关。为了减少计数时间和本底噪声的影响,应尽可能增大规范(体积)尺寸,并考虑与空间分辨、晶粒尺寸和衰减的影响相当。

A.5 其他影响规范体积因素

A.5.1 SGV及其位置

当穿过表面或界面扫描时,将改变样品材料(或多种材料)在IGV中所占的比例,就像表面或界面横过IGV部分形状的改变一样,使SGV质心不在IGV的质心位置,结果可能导致应变值错误。因此,当穿过表面或界面扫描时,应对SGV质心相对参考点的偏移做几何修正。

如果需要也应考虑衰减效应,原因如A.4.5所述。

A.5.2 装置误差

衍射峰偏移会受装置特点影响,尽管PSD探测器记录比单个计数管快,但由于探测结果更易受SGV质心偏移影响,如果不能合理地解释测量数据,将在应变测量中引入误差;相反,高分辨单计数管装置通常对SGV质心偏移的敏感程度较低,这一点在穿过表面或界面扫描时应当特别注意。

在使用晶体单色器的单色装置上,中子进入规范体积的角度与其波长有关。当穿过表面或界面扫描时,规范体积并不完全沉浸在所研究的相中。入射束的限定狭缝仅允许经单色器后的部分中子进入SGV,因此,SGV内的平均波长和分布随测量位置而改变,引起探测峰宽和峰位的变化。这种效应引起的应变误差可能相当可观,甚至超过实际的应变值^[34]。

在衍射束方面,狭缝会截取峰的形状,导致探测的峰宽和峰位错误。

A.5.3 减小误差的方法

用于限束的狭缝通常应尽可能的靠近规范体积以减小上述装置误差,但由于样品尺寸和形状的限制,并不一定在任何时候都能实现。

在晶体单色器装置上,一种减小这种误差的可靠方法是在入射束中使用径向聚焦准直器。这种准直器可确保 IGV 内每一点的波长分布相同,在规范体积完全沉浸时,可得到相同的平均波长,此时测量仅受很小的几何效应影响,而这种效应主要依赖于衍射束的宽度尺寸^[32]。

在衍射束方面,这种径向准直器可以避免截取衍射峰,将衍射峰准确的传输到 PSD,甚至允许对在表面测量的衍射峰进行分析^[33]。

另外一种矫正误差的方法是利用计算机模型模拟实验^[35]。尽管这种模型有待提高,对于尽可能的减小装置误差总是一种很好的尝试。

A.6 数据分析

对于单色装置是进行单峰研究,通常是利用高斯函数拟合衍射峰,但有时仅能获得重叠的衍射峰,这就需要谨慎处理,下面的方法在适当条件下已经取得了部分成功的应用。

A.6.1 两个重叠衍射峰分析

对两个重叠峰(如图 A.1 和图 A.2 所示)有时可以通过最小二乘法拟合相关部分数据得到精确的 d 间距,实际上,全谱分析方法也可以通过拟合部分实验谱估计得到整个实验谱的情况,文献[36]给出了这种方法适用条件的一些建议。一些影响拟合可信度的相关参数有包括:两个峰的 FWHM、相对强度、质心间隔和本底水平。

A.6.2 多个重叠衍射峰分析

通过分析衍射谱的多峰重叠部分可以实现多个重叠衍射峰的拟合,通常,拟合过程产生的结果不确定度要增大,可信度要降低。然而,如果可以固定某些参数或它们之间的相互关系,可信度便可以得到提高,例如:如果两相材料中各相的体积分数和相对峰强已知,它们的衍射谱强度比就可以计算得到并固定。

A.6.3 全谱分析

在 TOF 源上记录到的是多个衍射峰,除了单峰或多峰拟合外,经常需要进行全谱拟合,一种典型的全谱拟合方法最初由里特沃尔德提出^[19]。在里特沃尔德精修中,先要假定材料的晶体结构,然后根据假定预测衍射谱,将预测与实际测量谱相比较,利用最小二乘拟合调整晶体结构参数,最终使计算谱与测量谱相符合。

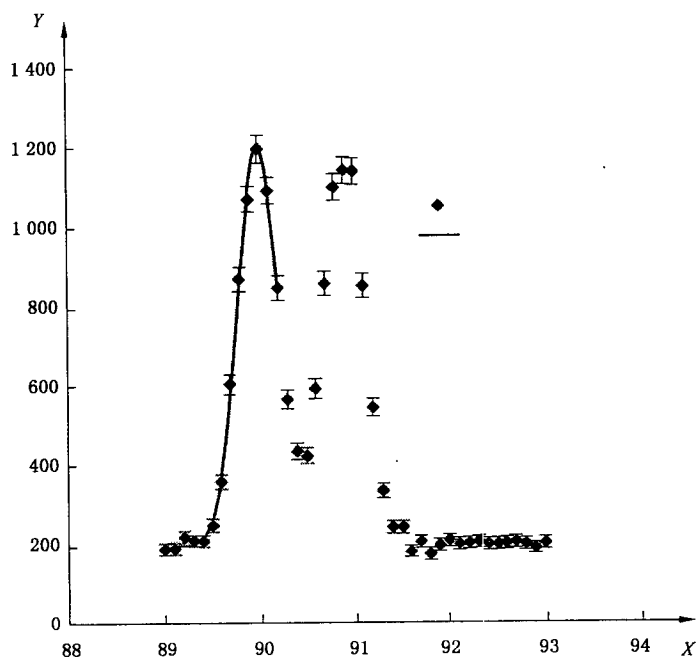
全谱分析的优点是获得参数的不确定度比单峰拟合小;如果存在织构、多相和应变各向异性时,能够获得微结构信息,但要精修程序中含有适当的微结构模型;同时,研究还发现里特沃尔德精修获得的晶格参数不易受到 6.3 所描述的塑性各向异性效应影响。

里特沃尔德精修时,转换应变-应力的弹性常数为体杨氏模量和泊松比,同时要根据织构情况做相应的调整。在立方材料中,应变可以由精修得到的晶格参数直接根据公式(6)计算。对低对称性材料,精修得到不只是一个晶格参数,此时,应确定有关织构权重的应变参数(见 6.3)。

A.7 温度测量和记录

晶格间距不仅受应力,也受温度影响。热膨胀是材料的特性,温度变化将产生与力学应变无法区分的“热应变”。对许多工程材料,热膨胀线性系数 α 在 $(10\sim 20)\times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ 范围内,在 $5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 小范围内的温度变化将导致 $(50\sim 200)\times 10^{-6}$ 的应变。因此,整个应变测量过程中,监视和控制温度变化使其不引起晶格间距的明显改变是非常重要的。

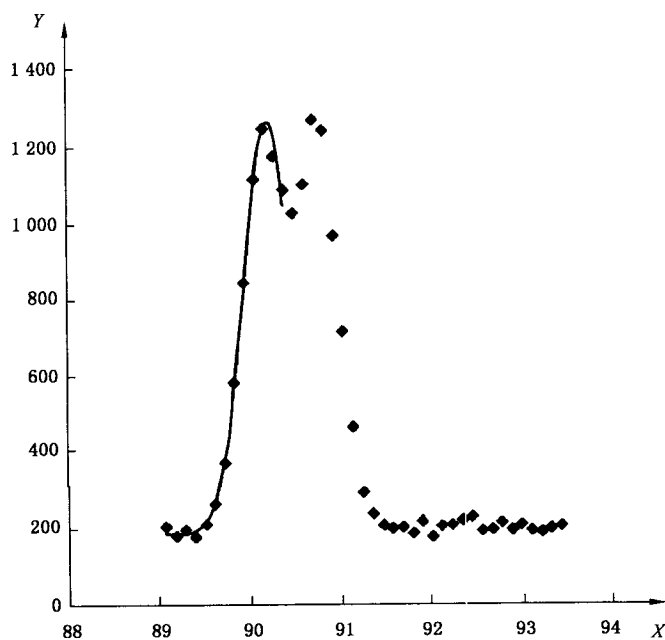
注:温度变化也可能会影响测量装置的性能。



X— 2θ ;
Y—计数。

◆——模拟数据;
——拟合结果。

图 A.1 衍射峰小部分重叠的例子,此时峰形参数可以独立确定



X— 2θ ;
Y—计数。

◆——模拟数据;
——拟合结果。

图 A.2 衍射峰大部分重叠的例子,此时峰形参数不能独立确定

附录 B
(资料性附录)

被测物理量不确定度的测定

B.0 引言

测量参数不确定度是对参数真实值了解程度的估计,矫正了已知的系统影响后,还有许多不确定度来源。

实验人员应对产生测量不确定度的潜在因素进行评价,如果认为它们会产生明显的影响,则应进行说明并给出不确定度评价。关于不确定度测定的详细描述参见文献[22]和[23]。

参数 y 的累积不确定度 u 可以根据起作用的所有独立不确定度值 $u(x)$ 计算获得:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

其中 x_i 为 y 所依赖的 N 个参数, u^2 为方差。

B.1 应力测定不确定度

应力依赖于应变和弹性常数(见第 9 章),因此,评价应力不确定度应有应变和弹性常数不确定度。

例如,公式(8)计算得到应力分量 σ_{xx} 的方差可由下式给出:

$$u^2(\sigma_{xx}) = \left(\frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial \epsilon_{xx}} \right)^2 u^2(\epsilon_{xx}) + \left(\frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial \epsilon_{yy}} \right)^2 u^2(\epsilon_{yy}) + \left(\frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial \epsilon_{zz}} \right)^2 u^2(\epsilon_{zz}) + \left(\frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial E_{hkl}} \right)^2 u^2(E_{hkl}) + \left(\frac{\partial \sigma_{xx}}{\partial \nu_{hkl}} \right)^2 u^2(\nu_{hkl}) \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

B.2 应变测定不确定度

影响应变测量不确定度的因素包括:

- d 、 θ 或 t 以及各自无应力值(d_0 、 θ_0 或 t_0)或参考值(d_{ref} 、 θ_{ref} 或 t_{ref})的测量不确定度;
- 入射束波长的不确定度;
- 样品成分或温度随位置或时间的改变;
- 样品内位置的测量不确定度。

这些不确定度的产生原因包括:光学部件或探测器的移动,入射波长的不均匀,中子束在样品中的衰减,规范体积填充不完整和温度的改变。

基于公式(B.1),应变方差 $u^2(\epsilon)$ 由下式给出:

$$u^2(\epsilon) = \sum_{i=1}^N \left(\frac{\partial \epsilon}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad \dots\dots\dots (B.3)$$

其中 x_i 为影响应变的 N 个参数,各自对应的评价方差为 $u^2(x_i)$ 。

基于公式(2),公式(B.3)服从:

$$u(\epsilon)^2 = \frac{u(d)^2}{d_0^2} + \frac{u(d_0)^2}{d_0^2} \approx \frac{u(d)^2}{d^2} + \frac{u(d_0)^2}{d_0^2} \quad \dots\dots\dots (B.4)$$

注:如果在一系列应变测量中采用相同的参考值,它们的相对不确定度简化为:

$$u(\epsilon)^2 \approx \frac{u(d)^2}{d^2} \quad \dots\dots\dots (B.4a)$$

也就是说,测定相对不确定度时,计算的应变不确定度不包含参考值的不确定度,但是要将参考值的不确定度看作应变“零点”的不确定度进行单独说明。因此,通过分别说明不确定度,应变的相对变化比其绝对值更容易确定。

B.3 晶格间距不确定度

根据布拉格定律公式(1),公式(B.1)服从:

$$u(d)^2 = \left(\frac{\partial d}{\partial \lambda}\right)^2 u(\lambda)^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial \theta}\right)^2 u(\theta)^2 \dots\dots\dots (B.5)$$

而且,位置 x 和温度 T 的不确定度也影响晶格间距的测量不确定度,因此,测量晶格间距的评价总不确定度表示为:

$$u(d)^2 = \left(\frac{\partial d}{\partial \lambda}\right)^2 u(\lambda)^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial \theta}\right)^2 u(\theta)^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial T}\right)^2 u(T)^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial x}\right)^2 u(x)^2 \dots\dots\dots (B.6)$$

注:对立方材料,可以用晶格参数 a 替换公式(B.5)和公式(B.6)中晶格间距 d 。

温度不确定度对 d 不确定度的贡献与材料的热膨胀系数 α 成正比。

定位不确定度可能在高应变梯度区域作用更为明显,对其评价有时需要一系列的测量。

B.4 举例

根据上述分析,基于假设的铝样品应变测量,下面计算了应变的累积不确定度:

——测量铝的衍射峰为 $\theta=39.850^\circ \pm 0.008$, 不确定度 0.008 通过最小二乘法拟合衍射峰得到;

——参考峰位为 $39.900^\circ \pm 0.005$;

——波长为 $0.300\ 00 \pm 0.000\ 01$ nm, 认为 0.000 01 nm 的不确定度包含了所有的装置不确定度;

—— d 测量期间的温度不确定度为 ± 3 °C;

—— d_0 测量期间的温度不确定度为 ± 1 °C;

——在 x, y 和 z 方向, 样品位置的不确定度为 ± 0.10 mm;

——应变梯度 g 在 x 方向估计为 500×10^{-6} mm, 在 y 和 z 方向可以忽略;

——热膨胀系数 α 为 $24 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$;

——对于该特定实验, 其他的所有影响均认为可以忽略。

在这种情况下,公式(B.6)变为:

$$\frac{u(d)^2}{d^2} \approx \left[\frac{u(\lambda)}{\lambda}\right]^2 + [u(\theta)\cot\theta]^2 + [u(T)\alpha]^2 + [u(x)g]^2 \dots\dots\dots (B.7)$$

对独立测量的 d_0 , 有 $u(d_0)$:

$$u(d_0)^2 \approx \left[\frac{u(\lambda)}{\lambda}\right]^2 + [u(\theta_0)\cot\theta_0]^2 + [u(T)\alpha]^2 \dots\dots\dots (B.8)$$

在公式(B.8)中没有应变梯度项, 因为测量 d_0 的位置不允许有应变或应变梯度。

根据公式(2)计算应变并由公式(B.4)、公式(B.7)和公式(B.8)计算不确定度, 本例的应变为 $1\ 045 \pm 222 \times 10^{-6}$ 。如果计算中[公式(B.4a)和公式(B.7)]不包括参考值测量的不确定度, 应变不确定度为 192×10^{-6} 。

参 考 文 献

- [1] ISO 5725-1, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1: General principles and definitions (BSI 5497:Part 9).
- [2] ISO 9001, Quality management systems—Requirements.
- [3] EN 1330-11, Non-destructive testing—Terminology—Part 11: Terms used In X-ray diffraction testing.
- [4] EN 13925-1, Non-destructive testing—Diffraction from polycrystalline and amorphous material—Part 1: General principles.
- [5] EN 13925-2, Non-destructive testing—X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous materials—Part 2: Procedures.
- [6] International vocabulary of basic and general terms used in metrology (VIM). BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 2nd edition, 1993.
- [7] T. C. Hsu, F. Marsiglio, J. H. Root and T. M. Holden, *J. Neutron Res.*, 3, 27-39 (1995).
- [8] A. N. Ezeilo, G. A. Webster, P. J. Webster and X. Wang, *Physics B*, 180&181, 1044-1046 (1992).
- [9] A. Reuss, *Z. angew. Math. Mech.*, 9, 49-58 (1929).
- [10] W. Voigt, *Lehrbuch der Kristallphysik*, Teubner, Berlin, (1910).
- [11] H. Neenfeld, *Mitt. K. W. I. Eisenforsch.*, Düsseldorf, 24, 61-70 (1942).
- [12] R. Hill, *Proc. Phys. Soc. (London)* A65 (1952) 349-354.
- [13] E. Kröner, *Zeitschrift fuer Physik*, 151, 504-518, (1958).
- [14] P. van Houtte and L. de Buyser, *Acta Metall. Mater.*, Vol. 41, No. 2, 323-338 (1993).
- [15] U. F. Kocks, C. N. Tomé, and H. -R. Wenk, *Texture and Anisotropy*, Cambridge (1998).
- [16] C. Ohms, A. G. Youtsos, P. v. d. Idsert and Th. Timke, *Materials Science Forum*, Vol. 347-349 (2000), pp. 658-663.
- [17] T. M. Holders, A. P. Clarke, and R. A. Holt, *Met. Trans.*, 28A, 2565-2576 (1997).
- [18] B. Clausen, T. Lorentzen, M. A. M. Bourke, and M. R. Daymond, *Mat. Sci. Eng.* 259, 17-24 (1999).
- [19] B. Clausen, PhD Thesis, Riss-R-985(EN) Thesis, Riso National Labo; story (1997).
- [20] J. W. L. Pang, T. M. Holders, and T. E. Mason, *Acta Mater.*, 46, 1503-1518 (1998).
- [21] J. W. L. Pang, T. M. Holders, and T. E. Mason, *J. Strain Analysis*, Vol. 33, No. 5, 373-384, 1998.
- [22] J. W. L. Pang, T. M. Holders, and T. E. Mason, *Proceedings of ICRS-5*, Linkoping, Sweden, Vol. 2, 610-615, 1997.
- [23] M. R. Daymond and N W Bonner, *Mat. Science and Eng. A*, Vol. 340, Issue 1-2, 263-271 (2002).
- [24] M. R. Daymond, M. A. M. Bourke, and R. B. Von Dreele, *J. App. Phys.*, 85, 739-747 (1999).
- [25] H. M. Rietveld, *J. Appl. Cryst.*, 2, 65-71 (1969).
- [26] M. R. Daymond, M. A. M. Bourke, R. B. Von Dreele, B. Clausen, and T. Lorentzen, *J. Appl. Phys.*, 82, 1554-1562 (1997).
- [27] H. Dölle, *J. Appl. Cryst.*, 12, 489-501 (1979).

[28] ISO/IEC NP Guide 98-3, Uncertainty of Measurement—Part 3; Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM 1995).

JJF 1059-1999, 测量不确定度评定与表示. 北京: 国家质量技术监督局, 1999.

[29] B. N. Taylor and C. E. Kuyatt, "Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results", NIST Technical Note 1297, 1994; see also <http://physics.nist.gov/cuu/Uncertainty/index.html>.

[30] VAMAS report No 38 "Neutron diffraction measurements of residual stress in a shrink-fit ring and plug", G. A. Webster (Ed), NPL, Teddington, UK, Jan 2000.

[31] Polycrystalline materials—Determination of residual stresses by neutron diffraction ISOITTA 3 Sept. 2001. ISO. Geneva.

[32] Residual Stress Standard using Neutron Diffraction, Final Report of European project RESTAND, A. G. Youtsos (editor), April 2002.

[33] Measurement of Residual and Applied Stress Using Neutron Diffraction. NATO Asi Series. Series E, Applied Sciences, No 216, Michael T. Hutchings, Aaron D. Krawitz (Eds.), Kluwer Academic Publishers; 1992.

[34] Introduction to Diffraction in Materials Science and Engineering, Aaron D. Krawitz, John Wiley & Sons; 2001.

[35] Analysis of Residual Stress by Diffraction using Neutron and Synchrotron Radiation, Alain Lodini, Michael Fitzpatrick (Eds.), Taylor and Francis; 2003.

[36] I. C. Noyan and J. B. Cohen, Residual Stress—Measurement by Diffraction and Interpretation, Springer-Verlag, New York (1987).

[37] P. C. Brand and H. J. Prask, *J. Appl. Cryst.* 27 (1994), pp. 164-176.

[38] T. Pirling, *Materials Science Forum* Vols 312-324 (2000), pp. 206-211.

[39] T. Pirling, *Materials Science Forum* 347-349 (2000) pp. 207-212.

[40] P. J. Webster, G. Mills, X. D. Wang, W. P. Kang and T. M. Holden *J. Neutron Res.*, 3, 223-240, (1996).

[41] E. Pluyette, J. M. Sprauel, A. Lodini, M. Perrin and P. Todeschini, Residual stresses evaluation near interfaces by means of neutron diffraction: modelling a neutron spectrometer, Proceedings of the ECRS-4, S. Denis et al. (eds), Cluny, June (1996), pp. 153-163.

[42] J. Pang and P. J. Withers, in: Residual Stress Standard using Neutron Diffraction, 3rd Annual Progress Report, A. G. Youtsos (editor), July 2001, pp. 49-55.

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
无 损 检 测

测量残余应力的中子衍射方法

GB/T 26140—2010/ISO/TS 21432:2005

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

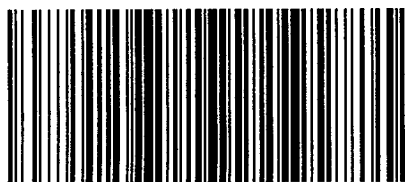
开本 880×1230 1/16 印张 2.25 字数 62 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43162 定价 33.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 26140-2010