

文章编号: 1001-4888(2017)05-0645-07

残余应力分析方法比较: X 射线衍射法与应力释放法^{*}

金鹏, 李喜德

(清华大学航天航空学院, 北京 100084)

摘要: 残余应力分析方法主要有衍射法、应力释放法和声、光、磁等方法。其中, X 射线衍射法与应力释放中的钻孔技术与理论最为成熟, 应用最广。在应力均匀且数值较小时, 两者可以给出相互接近的结果。然而当样品微小且微观结构复杂时, 两者给出的结果会有明显的差异。本文利用上述两种方法对同一纯铜样品表面的残余应力进行分析, 对比分析结果并讨论了相关的影响因素。我们对 X 射线衍射法与环芯法的适用性进行了讨论: 前者适用于晶体材料的无损检测, 而后者更能反映当前应力水平。此外, 对方法的选用需要考虑应力测试的目的。

关键词: 残余应力; X 射线衍射; 环芯法

中图分类号: O34

文献标识码: A

DOI: 10.7520/1001-4888-17-308

0 引言

不论是在科学研究领域还是工业生产中, 残余应力都受到广泛的关注。传统工业领域, 宏观结构件铸造与加工生产过程中常常需要经过强烈的热失配和塑性变形, 从而导致内应力^[1], 而残余应力对于其疲劳寿命与断裂强度的影响至关重要^[2]。在微观机械结构与材料的研究中, 残余应力也有深远的影响, 其作用可以归结为在点、线、面结构上的影响。如在微机电系统中, 刻蚀与沉积过程会引入残余应力, 并常常导致预变形甚至尺寸不准等问题^[3]; 在 Nb₃Sn 超导线中, 残余应力会导致临界电流急剧下降甚至导线失效^[4]; 在片状结构的镀膜过程中, 常常会因为晶格失配引入残余应力, 引起明显的翘曲^[5]。当然在有些情况下, 残余应力也有有利的一面。例如, 在半导体工业领域, 人们利用应力对载流子浓度的影响提出了应变工程的概念, 使得二极管的性能大大提高^[6]。

为了减少残余应力的不利影响, 发挥其优势, 对残余应力的测量与分析具有重要的意义。目前, 残余应力分析技术主要可以分为以下几大类^[7]: 衍射法、应力释放法和物理量转化类方法。衍射法通过 X 射线或中子衍射谱反映材料内部晶面间距的大小或者相对变化, 以此来反演应力。应力释放法是在应力作用位置去除部分材料后, 通过测量去除材料附近区域的前后变形来实现对原应力状态的推算。物理量转化类方法包括力学与非力学方法。例如, 力学方法的典型代表为压痕法, 非力学方法包括利用声场和磁场等进行的应力分析。

在众多残余应力分析方法中, X 射线衍射法与应力释放法应用最广。其中, 衍射法是一种无损检测方法, 在弹性变形的范围内都可以使用。该方法只能应用于晶体材料, 并对材料的晶体结构有一定的要

^{*} 收稿日期: 2017-07-13; 修回日期: 2017-08-04

基金项目: 国家自然科学基金(11227202, 1147215, 51407176, 51477167)和国家重点研究计划(2013CB934203)资助

通讯作者: 李喜德(1963—), 男, 博士, 教授。主要研究领域: 实验力学, 微纳力学, 航天航空结构和材料力学。Email: lixide@tsinghua.edu.cn

求。在测量过程中可根据需要选用多种测量方式,例如同倾、侧倾、掠入射等。每种 X 射线测量设备只能适合于特定的样品形状与用途,设备相对笨重。应力释放类方法也包括多种形式,如钻孔、环芯、剥层、挖槽等,属半无损至有损检测。这些不同形式的应力释放方法,其应力分析的灵敏度和适用条件是不同的,结果受多方面因素影响。已有的研究认为,应力不超过屈服强度的 1/3 时,释放法比较可信^[8]。与衍射法相比,以钻孔、环芯为代表的释放法对分析对象的材料要求更宽松,晶体与非晶材料均可以进行残余应力分析。

残余应力的分析一般是建立在连续介质力学理论基础上的,进一步讲,主要是建立在弹性理论的基础上。不论哪一种方法,都需要假设检测对象上待分析区域为均匀连续体。然而,检测对象在多大程度上是“连续”的这一因素会不同程度地影响残余应力的分析结果。另外,晶粒的尺寸相对于采样区域的大小、晶粒的取向等都会对残余应力的分析结果产生很大的影响。对于衍射法来说,射线所穿透的区域需要包含足够多且取向均匀的晶粒,方能得到令人满意的结果。对于释放法,测量的区域应该具有均匀的力学参数,且一般要应力在每次测量中尽量均匀分布(逐层时在每层里均匀),才能得到更加准确的结果^[9]。

本文利用纯铜线样品,用两种方法考查同一小尺度样品的残余应力并对分析结果进行对比,讨论其结果差异性与相关的影响因素。

1 实验

试件选用直径为 1.0mm 的 99.99% 纯铜线(Alfa 公司),使用 X 射线应力分析仪(X-350A、艾斯特技术有限公司,中国)进行直接应力分析;利用聚焦离子束刻蚀(TESCAN LYRA3 FIB)和数字图像相关方法(DIC)实施环芯法应力释放后的位移测量。选择环芯法是因为在其他条件相同时,环芯构型可以使测量位置的应力释放更为完全,因而具有更高的应力分析灵敏度。

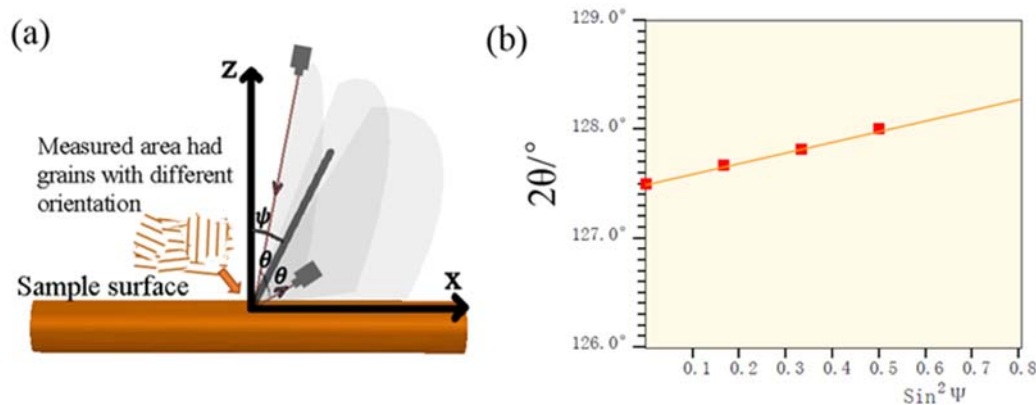


图 1 X 射线衍射:(a) 实验原理图,(b) 典型的 $2\theta-\sin^2\psi$ 结果

Fig. 1 XRD stress analysis: (a) schematic of experimental setup, (b) typical $2\theta-\sin^2\psi$ plots

1.1 X 射线衍射应力分析

在 X 射线衍射(XRD)应力分析中,试样固定于 X 射线分析仪的样品台上,应力分析采用 $\sin^2\psi$ 法。该方法的基本原理如图 1 所示。当试样受拉应力时沿加载方向上样品拉伸,而在垂直于加载方向由于泊松效应样品尺寸将有所收缩。试件的自由表面处于平面应力状态。如果试件被检测的区域包含足够多的晶粒,垂直于外部负载面的晶面间距增大,而平面平行于外部负载的晶面其间距将减小。因此,X 射线从不同方向入射时,衍射峰的位置会有偏移。虽然被测的晶面间距为固定晶面指数所对应的,但是由于采用了多个角度进行入射,所测量是被测量的小区域所包含的无数小晶粒沿某一方向上的晶面间距的变化趋势,残余应力也由此进行计算给出,故此方法中残余应力的分析结果被认为就是该方向上的平均值。通过测量衍射角随入射方向的变化,可按下式分析轴向残余应力^[10]

$$\sigma_x = -[E/(2(1+\nu))]\cot\theta_0(\pi/180^\circ)(\partial 2\theta_{\varphi=0^\circ}/\partial \sin^2\psi)$$

其中, E, ν, θ_0 分别为样品的弹性模量、泊松比以及无应力状态下的衍射角。

图 1(a)为 XRD 测试原理示意图。衍射测量时使用 Cr 靶,利用侧倾法,在 $\psi=0^\circ、24.2^\circ、35.3^\circ$ 和 45° 倾斜角下测量,并采用 2° 摆动测量以提高信号强度。在 Cr 靶下,铜在 125.2° 附近有一衍射峰,根据设备制造商提供的数据,对应的应力常数为 $-444\text{MPa}/^\circ$ 。实验中限制光栅选择 0.1mm 宽,此时影响深度为 $1\mu\text{m}$ 。图 1(b)为一组典型的 2θ 与 $\sin^2\psi$ 实验数据。本实验对同一样品进行了多次测试,重复性很好,轴向应力平均值为 $-434.5\text{MPa}\pm 12\text{MPa}$,横向应力平均值为 $-190\text{MPa}\pm 20\text{MPa}$ 。表 1 中给出了五组实验的衍射峰位置数据。

表 1 不同侧倾角入射时衍射峰位置对应的 2θ 值($^\circ$)

Tab. 1 Diffraction peak data and 2θ values in the tests

ψ	0°	24.2°	35.3°	45°
Test 1	127.5	127.7	127.8	128.0
Test 2	127.5	127.7	127.8	128.0
Test 3	127.5	127.7	127.9	128.0
Test 4	127.5	127.7	127.8	128.0
Test 5	127.4	127.6	127.8	128.0

与无应力状态下铜晶格常数相比, $\psi=0^\circ$ 时晶格常数略小,由于泊松效应,可以推测试件在平行于被测试区域表面的方向上主应力之和为拉,这与 $\sin^2\psi$ 法所给出的结果不同。

1.2 环芯法

环芯切割过程中,试样固定在 FIB 设备的样品台上。实验刻蚀过程如下:首先在 20pA 的电流下刻蚀 9×9 的圆形标记点阵作为位移场测量的标记点,其行、列间距均为 $0.3\mu\text{m}$,然后刻蚀阶梯式环形沟槽。采用阶梯式环芯样式,使我们能够知道每层的精确刻蚀深度。芯区的半径是 $2\mu\text{m}$,圆槽外半径从 $4\mu\text{m}$ 到 $2.5\mu\text{m}$,每层刻蚀深度为 200nm 。在每层刻蚀完成后,用扫描电镜对样品成像,进而用其测量环芯表面的位移。图 2 中的序列位移是在刻蚀每一层环形槽前后环芯表面的位移分布。

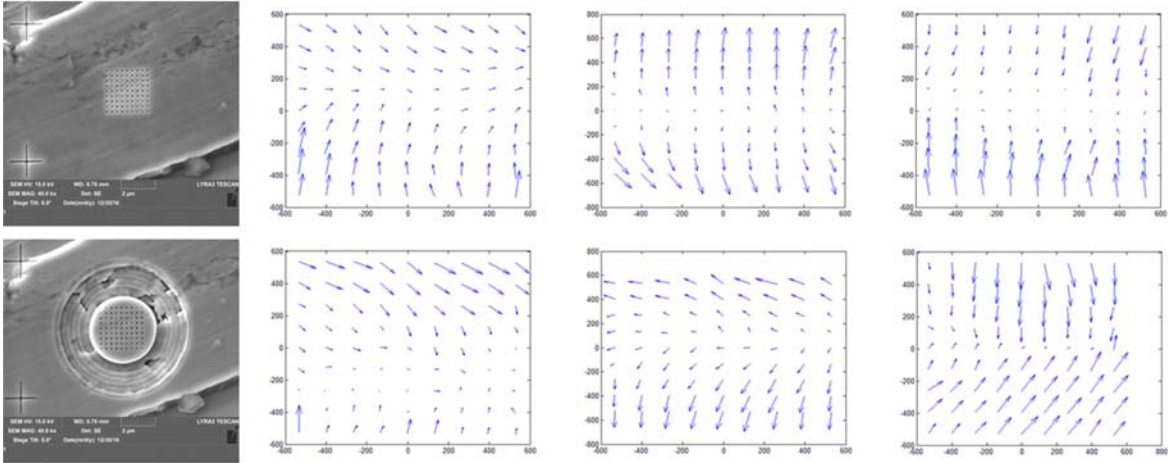


图 2 逐层刻蚀后扫描电镜结果与各层之间随应力释放产生的位移。

从左到右,从上到下分别为刻蚀第 1 层、第 2 层直到第 6 层。

图中坐标为像素,其中每像素实际尺寸为 2.2nm

Fig. 2 SEM images of ring cutting sample and its surface deformation after layer by layer etching.

From left to right, from top to bottom, the first layer, the second layer until the sixth layer were etched. Unit: pixel, $1\text{pixel}=2.2\text{nm}$.

材料弹性参数参照文献[11]。由于材料卸载过程始终沿弹性路径,故采用线弹性本构关系进行分析。按文献[12]的方法进行应力分析,结果如表 2 所示。可以看到,结果所展示的应力状态在表面以

拉应力为主,这与 X 射线衍射测量的晶格变化趋势相符合($\psi=0^\circ$),但是与 $\sin^2\psi$ 法计算的应力结果有较大的差异。从表格中各层之间的应力非常不同,反映出样品的高度非均匀性。如果需要更加确切的应力信息,需要更小的层间距和更加精密的测量。

表 2 环芯法应力分析获得的主应力与主方向

Tab. 2 The principal stress and principal direction analyzed by ring-core method

Layer	σ_1 (MPa)	σ_2 (MPa)	φ ($^\circ$)
1	3301.9	860.6	-59.6
2	-774.3	-2808.6	35.7
3	2828.3	777.9	-55.7
4	-1091.7	-2938.8	50.6
5	-1122.9	-2324.8	-29.1
6	3114.2	2147.2	35.8

2 分析与讨论

从上文结果可以看到,XRD 应力分析(不确定值在 20MPa 数量级)与环芯法测量的结果相差甚远。在排除了可能存在的测量错误和误差外,差异如此巨大的测量结果必然和测量方法的适用性以及影响因素有关。人们需要知道,在残余应力分析尤其是对小尺度材料时,哪种方法可以用或者更加适合,哪种方法会失效并可能产生较大的误差。下面,本文将详细讨论两种方法的使用条件与影响因素。

2.1 样品几何特征的影响

样品的几何特征包括两个方面。其一是样品的形貌,尤其是待分析位置几何特征与表面形貌。当待分析位置属于复杂的几何构型时,比如齿轮齿、法兰孔等,常常会对射线产生遮挡从而影响测量结果。对于刻蚀铣削类方法,同样有钻头不易抵达的问题。表面形貌的不同对实验结果也有影响。对于衍射实验,当样品表面过于平滑时,会发生镜面反射,淹没测量信号;过于粗糙时,粗糙峰可能遮挡信号,造成信号忽大忽小,不利于实验分析。对于常规环芯法,粗糙度对应变片与样品表面的结合强度有一定的影响,并且会影响到环形槽的平整度,从而影响力释放的情况。

当样品所测量的表面具有一定的曲率时,表面的应力状态并非严格的平面应力状态,而对应力分析结果的影响与曲率的大小有关,原来的弯曲表面会引入一个垂直平面的力分量,两者都会对 XRD 的测量产生影响,定量分析可见文献[9]。将环芯法应用于非平整平面时,由于环芯处残余应力是通过挖槽释放计算得到的平均值,因此误差与采样尺寸及局部曲率半径相关。通过简单的几何关系,可以推导出误差的量级应在 $(d/R)^2$ 数量级。其中 d 为圆槽直径, R 为局部曲率半径。

几何特征的另一方面是样品表面以下的晶粒特征。晶粒的大小、取向、织构对衍射法与应力释放法有着不同形式的影响。对于 XRD 技术来讲,试样不仅需要足够均匀,而且其中的晶粒既有充分的衍射信号,尺寸又足够小,取向随机,以保证沿着测量的各个方向都有足够强的衍射信号。一般认为当晶粒尺寸在 $30\mu\text{m}$ 以下时,可以进行 X 射线衍射实验。另一方面,晶粒也不能无限的小,否则衍射峰会展宽,使得峰值的定位产生困难。如果晶粒有一定的优先取向,则当入射 X 射线与晶体内部的晶面不满足衍射条件时,将没有衍射峰出现,导致实验失败。织构的影响也可以从是否满足衍射条件来理解。对于应力释放方法,晶粒的大小取向等影响不会导致实验方法的失效,但是对结果的数值会有所影响。由于实验方法推导时所选用的模型材料为均匀分布,很难从理论上进行修正。尽管如此,误差范围的估计还是可以通过一定的方法进行。如利用电子背散射技术检测其晶体取向分布,再进行有限元计算估算材料不均匀引起的误差。当晶粒比较大时,有时甚至整个环芯都处在一个晶粒上或者处于取向近似的晶粒群中,这时材料若存在各向异性会对结果有明显的影响,如果各向异性不明显,则影响小。从原理上讲,环芯法可以在晶粒任意小的样品上使用,纳晶、无定形态都可以使用。总之,晶粒大小、取向、各向异性决定了应力分析应当选用多大的采样尺寸。

我们对样品进行了透射 X 射线衍射分析实验以及电子背散射 (EBSD) 分析实验, 定性了解了样品的晶粒取向与尺寸, 结果如图 3 与图 4。

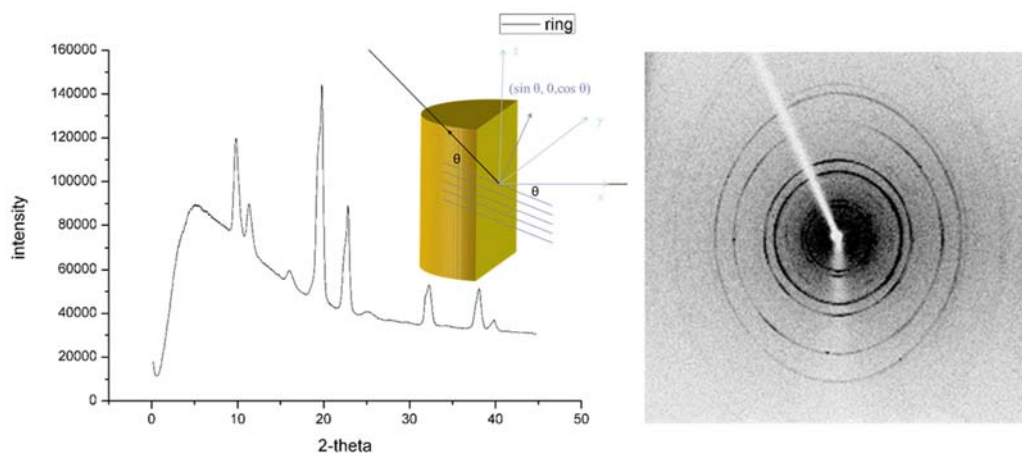


图 3 透射 X 射线衍射示意图及衍射强度环形积分与衍射环图形 (白线为遮挡保护装置的投影)

Fig. 3 Geometry of transmission X-ray diffraction analysis and the ring integral of diffraction intensity and diffraction ring photograph

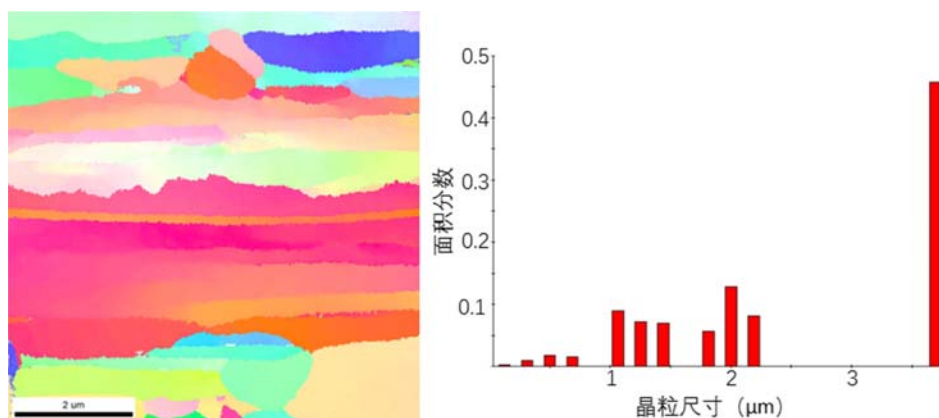


图 4 EBSD 晶粒取向扫描与晶粒尺寸统计

Fig. 4 EBSD grain orientation scanning and grain size statistics

透射 X 射线衍射给出的晶格沿轴向有所拉伸, 这与 X 射线衍射 $\sin^2 \psi$ 法应力分析结果相反, 却与环芯的结果更为一致。故在此例中, 导线中的应力应该主要为拉伸。之所以反射 X 射线衍射给出的结果与其余不同, 很有可能是三维应力导致的。分析透射 X 射线衍射的数值, 可以计算得到沿轴向与深度方向的应变分别为 0.012、-0.004。从应变意义上来说, 这一结果与环芯结果在数量级是一致的。由于每一种方法的穿透深度与采样范围不同, 不同应力状态之间的权重对测量结果也有影响, 这些差别说明样品内部应力状态十分复杂, 对应力状态的精确探测需要进一步发展更先进的技术手段。

2.2 样品内力平衡的影响

XRD 分析一般一次只能分析一个方向上的正应力, 要详细获得一点的平面应力状态需要对至少 2 个方向进行测量。而环芯法应力分析通过应变花或者多个方向上同时进行测量, 每次均会给出面内主应力及其方向。所以两者给出的结果不一致。

在 X 射线衍射分析与环芯法应力分析方法中, 两者在理论推导中对平面应力均引入了应力均匀的假设, 然而实验中可能并非如此。从图 3 与表 1 中可以看到, 晶格并非处于平衡位置, 图 3 中衍射峰所对应晶格常数的数据与表面测量的结果也有所差别。在实验中可以看到, XRD $\sin^2 \psi$ 应力分析的结果与环芯分析结果分别是压应力和拉应力, 而透射 X 射线衍射分析的结果可以与环芯分析的结果定性一

致。因此,我们推测所测量的位置并非处于平面应力状态,而静水压力的部分引起了较大的影响。此时常规 XRD 分析的结果不再可信,而环芯法分析的结果更具有参考价值。

样品内力平衡的影响还在于屈服强度的改变。样品在进行实验分析前一般经过了复杂的加工过程,引入了硬化,亦即屈服强度的提高。故在分析时,最好对类似的样品进行弹性模量与屈服强度的测量。此外,挖槽的过程本身也是一个高塑性变形的过程,对屈服的影响会与应力—应变历史相叠加。这会使问题更加复杂化。故在选用标记点时,需要注意将测量点设置在距离环形槽一定距离的地方,以尽量减小实验加工对应力与材料造成的影响。

从环芯法的实验结果来看,应力的分析计算值要明显高于宏观纯 Cu 材料的屈服应力,达到了 GPa 数量级。我们推测可能的原因有如下几种。首先,在小尺度的样品中,如引入了应变工程工艺的 MOS-FET^[6] 系统以及微机电系统(MEMS),数个 GPa 应力水平是普遍存在的,而且由于复杂的静水应力以及应力平衡,导致系统并未进入屈服;其次,在此空间尺寸上的复杂的应力分布导致高水平的应力梯度,应力梯度对样品内应力的平衡产生复杂的影响^[13];最后,样品在环芯法释放残余应力的过程中,有可能并非沿着弹性路径进行卸载,而会首先沿着一个软化的路径进行卸载过程中的变形。对于第三种可能,我们进行了 20 μm 直径铜丝拉伸—卸载实验,结果表明拉伸到不同应变水平后对铜丝进行卸载,卸载时力—位移曲线仍然沿着弹性路径卸载,因此可以排除第三种可能。

事实上,透射 X 射线衍射分析的结果与环芯法的实验结果相比,应变的方向与数量级均一致。但是由于实验方法对数据的处理不尽相同,导致了应力的计算结果不一致,这将是微尺度残余应力分析中一个需要解决的问题。

2.3 方法的适用性

在残余应力分析前,我们需要根据样品情况对实验方法做出选择。晶体材料则两类方法都可以使用,而非晶体只能使用应力释放法。对材料是否会导致损伤也是一重要指标。需要无损检测时,两种方法中只能选用 X 射线衍射方法。若小的损伤可以接受,则环芯等释放类方法亦可以应用。

除了以上硬性指标外,还应当考虑残余应力分析的目的。如果单纯研究的是变形的结果而并不关心过程,更推荐使用释放类的方法。原因是应变历史中经历更大的塑性变形时,会引起晶体内部缺陷增多,使得衍射的信号发生强度与位置上的变化。此外应力常数的计算过程需要平衡位置晶格常数的数值,而这一数值并不易测量。即使每次实验都用 $\sin^2\psi$ 法进行拟合一次,每次的结果也不尽相同,导致误差不易估计。与之相比,应力释放类的方法是用材料剥离的方式将材料中应力完全释放,故给出的结果更有参考价值。

在工艺过程中的检测,尤其是宏观样品,可以选用释放类的方法。例如在铸造完成后先挖槽进行一次测量,虽然对样品造成一定的损伤,但可以通过之后的机械加工将损伤的部分去除,因而不会对最终的产品产生影响。事实上,方法的选择也与成本控制有关。X 射线衍射设备的一次性投入较高,单次测量成本低,但是为产生 X 射线需要较强劲电源支持。应力释放法硬件投入较低,只需要应变仪、应变片与铣槽设备。当然,对于小尺度材料残余应力的分析,则需要扫描电镜、聚焦离子束等小尺度成像与加工系统的帮助,设备就更加昂贵了。

如果应力水平不高,多数情况下两者的结果相一致,则选用哪种方法并没有太大影响。但是为了观察演变发展过程,需要对同一样品进行多次测量,此时 X 射线衍射方法的无损特性成为决定性因素。对于残余应力对其他物理参数的影响,其理论推导过程常常是以晶格常数的变化为参数,故反映晶格常数平均变化的衍射方法更有优势。

3 结论

本文对同一样品利用 X 射线衍射方法与环芯法进行了分析与对比,两者差别较大。通过对两种方法的特点、结果与影响因素进行讨论,认为环芯法的测量数据更具有参考价值。通过透射 X 射线衍射实验与电子背散射分析,发现本文结果的差异主要是来源于三维应力状态的干扰。

一般来说,在应力水平不高时,X 射线衍射法与环芯法给出的应力一致。但是当应力水平高、应变

历史复杂时,除了考虑有无损伤与晶体非晶材料外,还需要根据测试的目的对应力分析方法进行选择。

参考文献:

- [1] Rossini N S, Dassisti M, Benyounis K Y, et al. Methods of measuring residual stresses in components[J]. *Materials & Design*, 2012, 35(119):572—588.
- [2] Voskamp A P, Österlund R, Becker P C, et al. Gradual changes in residual stress and microstructure during contact fatigue in ball bearings[J]. *Metals Technology*, 1980, 7(1):14—21.
- [3] Elata D, Abusalih S. Analysis of a novel method for measuring residual stress in micro-systems[J]. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2005, 15(5):921.
- [4] Uglietti D, Seeber B, Abacherli V, et al. Critical current vs. strain measurements of long length Nb₃Sn wires up to 1000A and 17T using a modified[M]. *Applied Superconductivity IEEE Transactions on*, 2003, 13(2):3544—3547.
- [5] Song X, Kong B Y, Zhu J, et al. Residual stress measurement in thin films at sub-micron scale using focused ion beam milling and imaging[J]. *Thin Solid Films*, 2012, 520(6):2073—2076.
- [6] Maiti C K, Maiti T K. Strain-engineered MOSFETs[M]. CRC Press, 2012.
- [7] Kandil F A, Lord J D, Fry A T, et al. A review of residual stress measurement methods[M]. *A Guide to Technique Selection*, NPL Report MATC(A)04, February 2001.
- [8] Valentini E, Benincasa A, Bertelli L. An automatic system for measuring residual stresses by ring-core method [C]//in Italian Stress Analysis Association, 40th National convention, University of Palermo, 2011.
- [9] 姜传海, 杨传铮. 内应力衍射分析[M]. 北京: 科学出版社, 2013.
- [10] Prevey P S. X-ray diffraction residual stress techniques[M]. *Metals Handbook*, 10. Metals Park, 1986:380—392.
- [11] Mitchell N. Finite element simulations of elasto-plastic processes in Nb₃Sn strands[J]. *Cryogenics*, 2005, 45(7) 501—515.
- [12] Zhu J G, Xie H M. Interfacial residual stress analysis of thermal spray coatings by miniature ring-core cutting combined with DIC method[J]. *Experimental Mechanics*, 2014, 54(7):1307—1308.
- [13] Xiang Z H, Yao R W. Realizing the willis equations with pre-stresses[J]. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2016, 87:1—6.

Comparison of Residual Stress Analysis Methods: X-Ray Diffraction Method vs Stress Release Method

JIN Peng, LI Xi-de

(Department of Engineering Mechanics, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: Residual stress analysis methods can be coarsely cataloged into the following types: diffraction method, stress release method, and sound, light, magnetic method, etc. Among them, X-ray diffraction and hole-drilling technique are two of the most mature and most widely used methods. When the stress is uniform and the value is small, these two methods can give similar results. However, when the sample is small and its microstructure is complex, there will be a significant difference between the results given by both of the mentioned methods. In this paper, residual stress on the surface of the same pure copper sample is analyzed by X-ray diffraction and ring-core method, the analysis results are compared and the related factors are discussed. The applicability of X-ray diffraction method and ring core method is discussed; the former is suitable for crystal material and in non-destructive examination, and the latter is more suitable to reflect current stress level. In addition, the purpose of stress testing should be taken into account in method selection.

Keywords: residual stress; X-ray diffraction; ring core method