

ICS 91.080.10

P 26

**SL**

# 中华人民共和国水利行业标准

**SL 536—2011**

---

## **X 射线衍射应力测定装置 校验方法**

**Standard test method for verifying the alignment of  
X-ray diffraction instrumentation for residual  
stress measurement**

**2011-07-12 发布**

**2011-10-12 实施**

---

中华人民共和国水利部 发布

https://www.sljzjxx.com  
水利造价信息网

中华人民共和国水利部  
关于批准发布水利行业标准的公告

2011年第34号

中华人民共和国水利部批准《X射线衍射应力测定装置校验方法》(SL 536—2011)标准为水利行业标准，现予以公布。

序号	标准名称	标准编号	替代标准号	发布日期	实施日期
1	X射线衍射应力测定装置校验方法	SL 536—2011		2011.7.12	2011.10.12

二〇一一年七月十二日

## 目 次

前言	4
1 范围	5
2 校验步骤	5
2.1 仪器校准	5
2.2 用作零应力试样的铁粉选择	5
2.3 零应力标定块制备	6
2.4 仪器校验	6
3 计算及结果解释	6
3.1 系统误差	6
3.2 随机误差	6
4 精度和偏差	6

<https://www.slzjxx.com>  
水利造价信息网

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》、GB/T 2000.2—2009《标准化工作指南 第2部分：采用国际标准》的要求进行编写。

本标准等同采用 ASIM E915—96 (2002) 《Standard test method for verifying the alignment of X-ray diffraction instrumentation for residual stress measurement》(X射线衍射应力测定装置校验方法)，本标准在等同转化国际标准时做了必要的改动。

本标准删除了 ASIM E915—96 (2002) 中的第1.4条、第2章、第3章、第4.2条、第4.3.2条和第7章等内容。

本标准主要内容有：

- 如何制备和使用零应力铁粉试样；
- 如何使用铁粉试样校验用于铁素体钢和马氏体钢应力测定的仪器。

本标准批准部门：中华人民共和国水利部。

本标准主持机构：水利部综合事业局。

本标准解释单位：水利部综合事业局。

本标准主编单位：水利部水工金属结构质量检验测试中心。

本标准出版、发行单位：中国水利水电出版社。

本标准主要起草人：靳红泽、韩志刚、李东风、高志萌、袁关堂、胡木生、李东明。

本标准审查会议技术负责人：何文垣、吕克茂。

本标准体例格式审查人：徐海峰。

## X射线衍射应力测定装置校验方法

### 1 范围

本标准包括制备和使用扁平状零应力试样，目的是为了检查用X射线衍射法进行残余应力测试时的系统误差，该系统误差是由于仪器未校准、试件设置不准或两者兼有引起的。

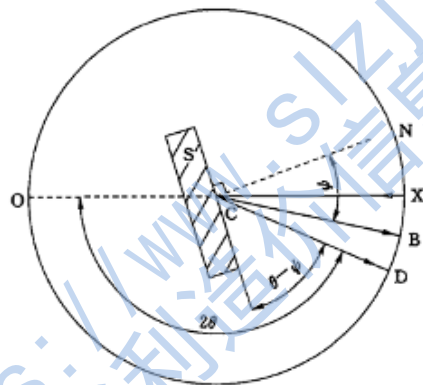
本标准适用于X射线衍射应力测定装置，该方法借助测量高角度背反射区域中衍射峰的位置。仪器中的 $2\theta$ 和 $\psi$ 的回转中心应重合（见图1）。

本标准描述了使用铁粉试样校验用于铁素体钢和马氏体钢应力测定的仪器。对于其他金属材料，应使用与被测合金有同样晶体结构的金属粉末以相似的方式制备，以适当的衍射角校验仪器。

### 2 校验步骤

#### 2.1 仪器校准

用于残余应力测试的X射线衍射测定装置的校准要参照制造商所提供的说明书进行。无论 $\theta$ 、 $2\theta$ 及 $\psi$ 轴是可调的或固定的，通常校准必须达到下列要求（见图1）。



X—X射线源；D—接收狭缝和探测器；C—衍射应力测定装置中心（与 $2\theta$ 、 $\theta$ 、 $\psi$ 轴线重合）；O—衍射仪O点， $2\theta=0$ （O、C、X在一条直线上）；S—试样；CN—试样表面法线；XC—入射X射线束；CD—衍射X射线束；CB—入射线和衍射线夹角平分线

图1 X射线衍射应力测定几何和角度规定衍射平面示意图

- $\theta$ 、 $2\theta$ 及 $\psi$ 回转中心应重合。
- 在聚焦的范围内，入射的X射线光束应位于 $\psi$ 轴和 $2\theta$ 轴中心，以减少测试误差提高测试精度（见第3章和第4章）。
- 在衍射面上的X射线管的焦点、 $\psi$ 轴和 $2\theta$ 轴以及位于 $2\theta$ 处（等于 $0^\circ$ ）的接收光栅应在一直线上。当仪器受限于背反射区域，衍射角 $2\theta$ 应标定。
- 试样的设置应符合装置所提供的方式，试样设置不准引起的误差不超过第3章和第4章规定的系统误差和随机误差。
- $\psi$ 角的设置必须精确检验。

#### 2.2 用作零应力试样的铁粉选择

推荐使用325目以上铁粉。

注：小于 $45\mu\text{m}$ （325目）经过退火处理的阿姆柯铁粉是合适的。

## 2.3 零应力标定块制备

**2.3.1** 永久性零应力标定块制备方法如下：将铁粉置于显微镜的载片或浅的托盘表面上，用丙酮稀释的**10%**硝酸纤维素作为非晶态的黏结剂。在干净的显微镜载片或样品托盘上滴数滴溶液，将铁粉洒在上面。用另一载片将铁粉铺开并整平。交替用黏结剂溶液湿润并用另一载片铺平，形成一个平整的平面后搁置晾干数小时。如溶液过多，铁粉将从载片上剥落。再用丙酮进行湿润并晾干，应确保样品表面尽可能地平整。

**2.3.2** 临时用的标定块可以用矿脂作为非晶态的黏结剂快速制备，在一片显微镜载片表面放置少量的矿脂，用另一片载片挤压矿脂形成完整的平的片基。小心地以平推动作将第二片载片去掉，保持矿脂层又薄又平。将覆有矿脂的载片保持在几乎竖直位置，把铁粉从距载片足够高的位置之上撒向载片，让铁粉砸向涂层表面，或黏在表面，或散落下来。铁粉不允许堆积在表面。

**2.3.3** 在进行应力测量时，铁粉表面面积要足够大，以便在所有用到的 $\psi$ 角度上都有入射的X射线束横穿。

## 2.4 仪器校验

**2.4.1** 将标定块放置在X射线衍射应力装置上 [见 2.1.1 条 d)]。当用与标定块接触的机械标尺来定位标定块时，应在铁粉表面的上面放置一片金属箔来保护铁粉。将标尺放在金属箔表面上，调整定位，考虑包含标尺前面金属箔的情况，使应力测量时铁粉表面位于距标尺参考点的正确距离处。

注：铁粉面没有放置在 $\psi$ 及 $2\theta$ 的旋转轴中心产生系统试样位置误差。

**2.4.2** 固定试样位置，用仪器正常采用的标准的方法和修正程序进行连续**5**次的应力测量，检定过程中为避免系统误差，在使用 $k\alpha$ 辐射时，需注意要么完全分开，要么混合 $k\alpha_1-k\alpha_2$ 双峰。

## 3 计算及结果解释

### 3.1 系统误差

归纳**5**次测量得到应力值，计算出其算术平均值及**5**次测量平均值的标准偏差。如果平均值在 **$\pm 14\text{MPa}$** 之内，可以认为测试仪器及试样定位标尺校验完成。在平均值偏离**0**值超过 **$14\text{MPa}$** 的情况下，重复第**2.1**条和第**2.4**条的步骤。

### 3.2 随机误差

实验显示，**5**次测量的标准偏差应在大约 **$7\text{MPa}$** 内。在标准偏差值大于 **$14\text{MPa}$  ( $2.0\text{ksi}$ )**时，则所采用的测量技术及仪器都要重新检查，查出影响测量精度的随机误差源。计数统计导致的随机误差可能源自测量时没有足够计数时间得到准确的密度信息，进而影响精确峰位的位置。由决定峰值位置的计数和曲线拟合导致的测量应力误差的标准偏差有方法可以消除。仪器中松动的轴承和轨道引起的机械方面的误差源会导致重大的随机误差。

## 4 精度和偏差

本标准的精度取决于应力测量中所采用的X射线衍射仪的类型以及数据计算的方法，用本标准进行的研究取得的最初结果表明，无论是标准的衍射仪，还是只在背反射区作应力测量的两种类型的X射线衍射仪，仪器校准在 **$14\text{MPa}$** 内是可以达到的。

试样是零应力状态，本方法的精度是绝对值。假定正确地制备及保护试样，用本方法试验得到的结果的偏离归于所用的仪器。