



(21)申请号 201410717568.5

(22)申请日 2014.12.01

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104792808 A

(43)申请公布日 2015.07.22

(73)专利权人 北京理工大学

地址 100081 北京市海淀区中关村南大街5号

(72)发明人 马壮 薛辽豫 王富耻 王扬卫

(74)专利代理机构 北京理工大学专利中心

11120

代理人 杨志兵 付雷杰

(51)Int.Cl.

G01N 23/203(2006.01)

(56)对比文件

CN 102735703 A,2012.10.17,

CN 1793872 A,2006.06.28,

CN 103837557 A,2014.06.04,

JP 特开2013-194246 A,2013.09.30,

Mark D. Vaudin等.Comparison of

nanoscale measurements of strain and

stress using.《Applied Physics Letters》

.2008,

染佰峰等.颗粒增强复合材料残余应力.《材料导报》.2009,

黄亚敏等.基于电子背散射衍射(EBSD)技术的材料微区.《电子显微学报》.2010,

审查员 王琴

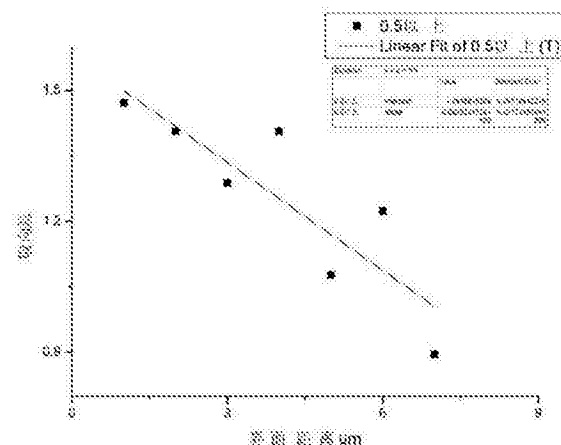
权利要求书2页 说明书5页 附图4页

(54)发明名称

一种金属基复合材料微观残余应力的检测方法

(57)摘要

本发明公开了一种金属基复合材料微观残余应力的检测方法,属于复合材料微观表征技术领域。所述方法以EBSD理论为基础,结合材料力学理论,建立微观区域残余应力与原位取向差参数之间的关系,先获取各检测点的位置数据、欧拉角数据和原位取向差数据;然后建立X-Y坐标系,表征整体检测区域原位取向差分布函数;最后再采用公式 $\sigma = (\cos \theta - 1)E$ 表征整体检测区域的残余应力分布函数,从而通过对EBSD参数的数据处理,最终定量表征金属基复合材料的微观残余应力分布。



1. 一种金属基复合材料微观残余应力的检测方法,其特征在于,

设待检测试样表面用于表征残余应力的一个晶粒为中心晶粒,其晶体坐标系 $(x, y, z)$ 为参考坐标系,设主应力为 $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ ,其中 $\sigma_3$ 为垂直于待检测试样表面的方向,由于待检测试样表面为平面应力状态,所以 $\sigma_3=0$ , $\sigma_1$ 和 $\sigma_2$ 在待检测试样表面内,设待检测试样表面为 $x'y'$ 平面,所以晶轴为 $z'$ 轴,形成理论坐标系 $(x', y', z')$ ;采用电子背散射衍射EBSD技术中的角轴对法表征晶体取向,则 $r = (0, 0, 1)$ ,  $\theta = LM_n$ ,其中, $r$ 为旋转轴, $\theta$ 为原位取向差,代表旋转角,参考坐标系沿旋转轴 $r$ 旋转 $\theta$ 角度后与理论坐标系重合; $LM_n$ 为检测区域内编号为 $n$ 的中心晶粒的原位取向差, $n$ 代表中心晶粒在检测区域内的编号;

设施加载荷的方向与参考方向的角度差为 $\phi$ ,沿施加载荷的方向某段材料变形前长度为 $D_{0\phi}$ ,该变形段起点与终点分别为 $(x_1, y_1)$ ,  $(x_2, y_2)$ ;变形后该段长度为 $D_{1\phi}$ ,起点与终点分别为 $(x_{11}, y_{11})$ ,  $(x_{21}, y_{21})$ ,设检测方向与施加载荷的方向的角度差为 $\varphi$ ,即

$$D_{0\phi} = (x_2 - x_1) \sin \phi + (y_2 - y_1) \cos \phi \quad (1)$$

$$D_{1\phi} = (x_2 - x_1) [\sin(\phi - \theta)] + (y_2 - y_1) [\cos(\phi - \theta)] \quad (2)$$

则有,

$$\tan \varphi = \frac{x_2 - x_1}{y_2 - y_1} \quad (3)$$

根据应变定义,在 $\phi$ 方向上的应变 $\varepsilon_\phi$ 为:

$$\varepsilon_\phi = \frac{D_{1\phi} - D_{0\phi}}{D_{0\phi}} = \frac{D_{1\phi}}{D_{0\phi}} - 1 = \frac{\tan \phi \sin(\phi - \theta) + \cos(\phi - \theta)}{\tan \phi \sin \phi + \cos \phi} - 1 \quad (4)$$

设检测材料为各项同性材料,即不同方向弹性模量 $E$ 相同,则应力 $\sigma_\phi$ 为:

$$\sigma_\phi = \varepsilon_\phi E = \left( \frac{\tan \phi \sin(\phi - \theta) + \cos(\phi - \theta)}{\tan \phi \sin \phi + \cos \phi} - 1 \right) E \quad (5)$$

设 $\phi = 0$ ,即检测方向与施加载荷方向的角度差为0,则

$$\sigma = (\cos \theta - 1) E \quad (6)$$

其中 $\sigma$ 为待检测区域微观残余应力, $E$ 为待检测相的弹性模量;

利用公式(6)的检测方法步骤如下:

第一步:选用包含EBSD系统的场发射电镜,在待检测试样表面收集各检测点的位置数据、欧拉角数据,并利用EBSD系统推导出在 $0.5^\circ \sim 5^\circ$ 区间内的原位取向差分布数据;

第二步:检测结束后,采用X-Y坐标系表征检测结果,设检测方向为X轴,沿X轴划分若干等长度子区域,每个子区域在X轴上的长度为 $0.5 \sim 5 \mu\text{m}$ ,

针对每个子区域,对所有检测点在X轴的取值采用唯一的X值表征,所有检测点在X轴的取值求平均值,即获得唯一的X值;

每个子区域的原位取向差分布数据表示为 $(f_i, i)$ , $i$ 为子区域内任意检测点的原位取向差值, $i$ 取 $0.5^\circ \sim 5^\circ$ ;  $f_i$ 是原位取向差等于 $i$ 值的检测点数量占该子区域内所有检测点数量的百分比;

对各子区域内所有检测点的原位取向差值采用唯一Y值表征,表征方法如下:

$$Y = \sum_{i=0.5}^{i=5} (f_i \times i),$$

Y值即公式(6)中的 $\theta$ 值;使各个子区域拥有唯一的X值和Y值以表征该子区域的原位取向差,集合各子区域的X值和Y值,拟合得出用于表征整体检测区域原位取向差分布函数;

第三步:采用公式 $\sigma = (\cos\theta - 1)E$ 将原位取向差值转化为微观残余应力值,从而将整体检测区域的原位取向差分布函数转化为表征整体检测区域的残余应力分布函数。

2.根据权利要求1所述的一种金属基复合材料微观残余应力的检测方法,其特征在于,所述金属基复合材料由金属相和非金属相组成。

3.根据权利要求2所述的一种金属基复合材料微观残余应力的检测方法,其特征在于,所述金属基复合材料为颗粒增强型金属基复合材料、纤维增强型金属基复合材料或三维网络结构增强型金属基复合材料。

## 一种金属基复合材料微观残余应力的检测方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种金属基复合材料微观残余应力的检测方法,特别涉及一种采用电子背散射衍射(Electron Backscattered Diffraction,简称EBSD)表征金属基复合材料微观残余应力的方法,属于复合材料微观表征技术领域。

### 背景技术

[0002] 对比金属材料,金属基复合材料具有低密度、高比强度、高比模量、低热膨胀系数等特点,因此成为各类多芯片组件和大电流功率模块理想的基底材料,以及各种质量小、强度高的零配件(如航空零件)的理想材料。由于热膨胀系数差异等因素,金属基复合材料在制备过程中形成微观残余应力,特别是材料内不同相界面处的微观残余应力是影响金属基复合材料力学性能的主要因素,如何有效表征界面处微观残余应力的是提高金属基复合材料力学性能的关键。

[0003] 目前表征材料残余应力的方法包括钻孔法、环芯法、XRD表征法和拉曼表征法:钻孔法、环芯法仅满足宏观残余应力定性表征要求,无法满足结构复杂的多相材料的研究需求;XRD表征法的分辨尺寸大于EBSD分辨尺寸,且X射线穿深大于EBSD,导致该方法无法用于微米级区域残余应力研究;拉曼表征法则受到拉曼效应适用范围的影响,对大量无拉曼效应的材料,特别是无拉曼效应的金属材料无法进行表征。

[0004] 目前EBSD技术主要用于表征单一金属材料的取向分布,特别集中于经轧制后金属组织取向表征方面,但目前EBSD无法用于定量表征微观残余应力,其主要原因在于:取向表征结果仅用于直观定性描述组织分布,即通过表征区域内具有特定取向的晶粒所占百分比来描述组织分布情况,尚未建立起取向结果与残余应力的关系,故无法将EBSD相比于其他检测手段的优点用于标识微观区域的残余应力。

### 发明内容

[0005] 针对现有应力表征技术无法满足金属基复合材料等具有复杂结构的材料的残余应力检测需求的缺陷,本发明的目的在于提供一种金属基复合材料微观残余应力的表征方法,该方法以EBSD理论为基础,建立EBSD参数与残余应力的关系,从而通过对EBSD参数的数据处理,最终定量表征金属基复合材料的微观残余应力分布。

[0006] 本发明所表征的材料为金属基复合材料,即材料包含金属相与非金属相,包括颗粒增强型金属基复合材料、纤维增强型金属基复合材料、三维网络结构增强型金属基复合材料等,不限于以上所述。

[0007] 本发明的目的由以下技术方案实现:

[0008] 一种金属基复合材料微观残余应力的检测方法,所述方法理论如下:

[0009] 设待检测试样表面用于表征残余应力的一个晶粒为中心晶粒,其晶体坐标系( $x$ ,  $y$ ,  $z$ )为参考坐标系,设主应力为 $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ ,其中 $\sigma_3$ 为垂直于待检测试样表面的方向,由于待检测试样表面为平面应力状态,所以 $\sigma_3=0$ , $\sigma_1$ 和 $\sigma_2$ 在待检测试样表面内,设待检测试样表面

为 $x'y'$ 平面,所以晶轴为 $z'$ 轴,形成理论坐标系 $(x',y',z')$ ;采用电子背散射衍射EBSD技术中的角轴对法表征晶体取向,则 $r=(0,0,1)$ , $\theta=LM_n$ ,其中, $r$ 为旋转轴, $\theta$ 为原位取向差,代表旋转角,参考坐标系沿旋转轴 $r$ 旋转 $\theta$ 角度后与理论坐标系重合; $LM_n$ (Local Misorientation)为检测区域内编号为 $n$ 的中心晶粒的原位取向差, $n$ 代表中心晶粒在检测区域内的编号;

[0010] 设施加载荷的方向与参考方向的角度差为 $\phi$ ,沿施加载荷的方向某段材料变形前长度为 $D_{0\phi}$ ,该变形段起点与终点分别为 $(x_1,y_1)$ , $(x_2,y_2)$ ;变形后该段长度为 $D_{1\phi}$ ,起点与终点分别为 $(x_{11},y_{11})$ , $(x_{21},y_{21})$ ,设检测方向与施加载荷的方向的角度差为 $\varphi$ ,即

$$[0011] \quad D_{0\phi} = (x_2 - x_1) \sin \phi + (y_2 - y_1) \cos \phi \quad (1)$$

$$[0012] \quad D_{1\phi} = (x_2 - x_1) [\sin(\phi - \theta)] + (y_2 - y_1) [\cos(\phi - \theta)] \quad (2)$$

[0013] 则有,

$$[0014] \quad \tan \varphi = \frac{x_2 - x_1}{y_2 - y_1} \quad (3)$$

[0015] 根据应变定义,在 $\phi$ 方向上的应变 $\varepsilon_\phi$ 为:

$$[0016] \quad \varepsilon_\phi = \frac{D_{1\phi} - D_{0\phi}}{D_{0\phi}} = \frac{D_{1\phi}}{D_{0\phi}} - 1 = \frac{\tan \varphi \sin(\phi - \theta) + \cos(\phi - \theta)}{\tan \varphi \sin \phi + \cos \phi} - 1 \quad (4)$$

[0017] 设检测材料为各项同性材料,即不同方向弹性模量 $E$ 相同,则应力 $\sigma_\phi$ 为:

$$[0018] \quad \sigma_\phi = \varepsilon_\phi E = \left( \frac{\tan \varphi \sin(\phi - \theta) + \cos(\phi - \theta)}{\tan \varphi \sin \phi + \cos \phi} - 1 \right) E \quad (5)$$

[0019] 设 $\varphi=0$ ,即检测方向与施加载荷方向的角度差为0,则

$$[0020] \quad \sigma = (\cos \theta - 1) E \quad (6)$$

[0021] 其中 $\sigma$ 为待检测区域微观残余应力, $E$ 为待检测相的弹性模量;

[0022] 在以上理论的基础上,所述方法步骤如下:

[0023] 第一步:选用包含EBSD系统的场发射电镜,在待检测试样表面收集各检测点的位置数据、欧拉角数据,并利用EBSD系统推导出在 $0.5^\circ \sim 5^\circ$ 区间内的原位取向差分布数据;

[0024] 第二步:检测结束后,采用 $X$ - $Y$ 坐标系表征检测结果,设检测方向为 $X$ 轴,沿 $X$ 轴划分若干等长度子区域,每个子区域在 $X$ 轴上的长度为 $0.5 \sim 5 \mu m$ ,

[0025] 针对每个子区域,对所有检测点在 $X$ 轴的取值采用唯一的 $X$ 值表征,所有检测点在 $X$ 轴的取值求平均值,即获得唯一的 $X$ 值;

[0026] 每个子区域的原位取向差分布数据表示为 $(f_i, i)$ , $i$ 为子区域内任意检测点的原位取向差值, $i$ 取 $0.5^\circ \sim 5^\circ$ ;  $f_i$ 是原位取向差等于 $i$ 值的检测点数量占该子区域内所有检测点数量的百分比;

[0027] 对各子区域内所有检测点的原位取向差值采用唯一 $Y$ 值表征,表征方法如下:

$$[0028] \quad Y = \sum_{i=0.5}^{i=5} (f_i \times i),$$

[0029]  $Y$ 值即公式(6)中的 $\theta$ 值;使各个子区域拥有唯一的 $X$ 值和 $Y$ 值以表征该子区域的原位取向差,集合各子区域的 $X$ 值和 $Y$ 值,拟合得出用于表征整体检测区域原位取向差分布函

数;

[0030] 第三步:采用公式 $\sigma = (\cos\theta - 1)E$ 将原位取向差值转化为微观残余应力值,从而将整体检测区域的原位取向差分布函数转化为表征整体检测区域的残余应力分布函数。

[0031] 有益效果

[0032] 本发明与现有技术相比,通过EBSD检测所得的原位取向差参数为已知量,以EBSD理论为基础,结合材料力学理论,建立微观区域残余应力与原位取向差参数之间的关系,从而通过EBSD检测定量表征金属基复合材料微观区域的残余应力分布,特别适用于无法采用现有方法表征微观区域残余应力分布的金属基复合材料。本发明适用范围不限于金属基复合材料,同样适用于多相导电材料的微观区域残余应力分布的研究。

## 附图说明

[0033] 图1为实施例1的总体表征区域Local Misorientation示意图。

[0034] 图2为实施例1的各子区域的X值、Y值原始数据。

[0035] 图3为实施例1整体检测区域的残余应力分布函数示意图。

[0036] 图4为实施例2的总体表征区域Local Misorientation示意图。

[0037] 图5为实施例2的各子区域的X值、Y值原始数据。

[0038] 图6为实施例2整体检测区域的残余应力分布函数示意图。

## 具体实施方式

[0039] 本发明所表征的材料为金属基复合材料,即材料包含金属相与非金属相,包括颗粒增强型金属基复合材料、纤维增强型金属基复合材料、三维网络结构增强型金属基复合材料等,不限于以上所述。

[0040] 本发明的目的由以下技术方案实现:

[0041] 一种金属基复合材料微观残余应力的检测方法,所述方法理论如下:

[0042] 设待检测试样表面用于表征残余应力的一个晶粒为中心晶粒,其晶体坐标系 $(x, y, z)$ 为参考坐标系,设主应力为 $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ ,其中 $\sigma_3$ 为垂直于待检测试样表面的方向,由于待检测试样表面为平面应力状态,所以 $\sigma_3 = 0$ , $\sigma_1$ 和 $\sigma_2$ 在待检测试样表面内,设待检测试样表面为 $x'y'$ 平面,所以晶轴为 $z'$ 轴,形成理论坐标系 $(x', y', z')$ ;采用电子背散射衍射EBSD技术中的角轴对法表征晶体取向,则 $r = (0, 0, 1)$ , $\theta = LM_n$ ,其中, $r$ 为旋转轴, $\theta$ 为原位取向差,代表旋转角,参考坐标系沿旋转轴 $r$ 旋转 $\theta$ 角度后与理论坐标系重合; $LM_n$  (Local Misorientation) 为检测区域内编号为 $n$ 的中心晶粒的原位取向差, $n$ 代表中心晶粒在检测区域内的编号;

[0043] 设施加载荷的方向与参考方向的角度差为 $\phi$ ,沿施加载荷的方向某段材料变形前长度为 $D_{0\phi}$ ,该变形段起点与终点分别为 $(x_1, y_1), (x_2, y_2)$ ;变形后该段长度为 $D_{1\phi}$ ,起点与终点分别为 $(x_{11}, y_{11}), (x_{21}, y_{21})$ ,设检测方向与施加载荷的方向的角度差为 $\varphi$ ,即

$$D_{0\phi} = (x_2 - x_1) \sin \phi + (y_2 - y_1) \cos \phi \quad (1)$$

$$D_{1\phi} = (x_2 - x_1) [\sin(\phi - \theta)] + (y_2 - y_1) [\cos(\phi - \theta)] \quad (2)$$

[0046] 则有,

$$[0047] \quad \tan \varphi = \frac{x_2 - x_1}{y_2 - y_1} \quad (3)$$

[0048] 根据应变定义,在 $\phi$ 方向上的应变 $\varepsilon_\phi$ 为:

$$[0049] \quad \varepsilon_\phi = \frac{D_{1\phi} - D_{0\phi}}{D_{0\phi}} = \frac{D_{1\phi}}{D_{0\phi}} - 1 = \frac{\tan \varphi \sin(\varphi - \theta) + \cos(\varphi - \theta)}{\tan \varphi \sin \varphi + \cos \varphi} - 1 \quad (4)$$

[0050] 设检测材料为各项同性材料,即不同方向弹性模量 $E$ 相同,则应力 $\sigma_\varphi$ 为:

$$[0051] \quad \sigma_\varphi = \varepsilon_\varphi E = \left( \frac{\tan \varphi \sin(\varphi - \theta) + \cos(\varphi - \theta)}{\tan \varphi \sin \varphi + \cos \varphi} - 1 \right) E \quad (5)$$

[0052] 设 $\varphi = 0$ ,即检测方向与施加载荷方向的角度差为0,则

$$[0053] \quad \sigma = (\cos \theta - 1) E \quad (6)$$

[0054] 其中 $\sigma$ 为待检测区域微观残余应力, $E$ 为待检测相的弹性模量;

[0055] 在以上理论的基础上,所述方法步骤如下:

[0056] 第一步:选用包含EBSD系统的场发射电镜,在待检测试样表面收集各检测点的位置数据、欧拉角数据,并利用EBSD系统推导出在 $0.5^\circ \sim 5^\circ$ 区间内的原位取向差分布数据;

[0057] 第二步:检测结束后,采用X-Y坐标系表征检测结果,设检测方向为X轴,沿X轴划分若干等长度子区域,每个子区域在X轴上的长度为 $0.5 \sim 5 \mu\text{m}$ ,

[0058] 针对每个子区域,对所有检测点在X轴的取值采用唯一的X值表征,所有检测点在X轴的取值求平均值,即获得唯一的X值;

[0059] 每个子区域的原位取向差分布数据表示为 $(f_i, i)$ , $i$ 为子区域内任意检测点的原位取向差值, $i$ 取 $0.5^\circ \sim 5^\circ$ ;  $f_i$ 是原位取向差等于 $i$ 值的检测点数量占该子区域内所有检测点数量的百分比;

[0060] 对各子区域内所有检测点的原位取向差值采用唯一Y值表征,表征方法如下:

$$[0061] \quad Y = \sum_{i=0.5}^{i=5} (f_i \times i),$$

[0062] Y值即公式(6)中的 $\theta$ 值;使各个子区域拥有唯一的X值和Y值以表征该子区域的原位取向差,集合各子区域的X值和Y值,拟合得出用于表征整体检测区域原位取向差分布函数;

[0063] 第三步:采用公式 $\sigma = (\cos \theta - 1) E$ 将原位取向差值转化为微观残余应力值,从而将整体检测区域的原位取向差分布函数转化为表征整体检测区域的残余应力分布函数。

[0064] 下面结合附图和具体实施例来详述本发明,但不限于此。

[0065] 实施例1

[0066] 检测材料为三维网络增强SiC3D/Al金属基复合材料,检测流程如下:采用热场发射电镜,配合EBSD系统,检测区域选取SiC/Al界面,推导在 $0.5^\circ \sim 5^\circ$ 区间内的原位取向差分布数据;如图1所示。选取垂直于SiC/Al界面的方向为检测方向,即X轴方向,划分子区域,子区域宽度为 $1 \mu\text{m}$ ,

[0067] 针对每个子区域,对所有检测点在X轴的取值采用唯一的X值表征,所有检测点在X轴的取值求平均值,即获得唯一的X值;

[0068] 每个子区域的原位取向差分布数据表示为 $(f_i, i)$ , $i$ 为子区域内任意检测点的原

位取向差值,  $i$  取  $0.5^\circ \sim 5^\circ$ ;  $f_i$  是原位取向差等于  $i$  值的检测点数量占该子区域内所有检测点数量的百分比; 如图2所示; 对各子区域内所有检测点的原位取向差值采用唯一  $Y$  值表征, 表征方法如下:

$$[0069] \quad Y = \sum_{i=0.5}^{i=5} (f_i \times i)$$

[0070] 集合各子区域的  $X$  值和  $Y$  值, 利用最小二乘法进行拟合, 建立  $X$  和  $Y$  值的函数关系, 如图3所示。通过公式 (6) 计算,  $Y$  值即公式 (6) 中的  $\theta$  值, 得出结论: 最大残余应力值  $\sigma = (\cos \theta - 1) E = 22.96 \text{ MPa}$ 。

[0071] 实施例2

[0072] 检测材料为颗粒增强 SiCp/Cu 金属基复合材料, 检测流程如下: 采用冷场发射电镜, 配合 EBSD 系统, 检测区域选取 SiC/Al 界面, 推导在  $0.5^\circ \sim 5^\circ$  区间内的原位取向差分布数据; 如图4所示。选取垂直于 SiC/Cu 界面的方向为检测方向, 即  $X$  轴方向, 划分子区域, 子区域宽度为  $1 \mu\text{m}$ ,

[0073] 针对每个子区域, 对所有检测点在  $X$  轴的取值采用唯一的  $X$  值表征, 所有检测点在  $X$  轴的取值求平均值, 即获得唯一的  $X$  值;

[0074] 每个子区域的原位取向差分布数据表示为  $(f_i, i)$ ,  $i$  为子区域内任意检测点的原位取向差值,  $i$  取  $0.5^\circ \sim 5^\circ$ ;  $f_i$  是原位取向差等于  $i$  值的检测点数量占该子区域内所有检测点数量的百分比; 如图5所示; 对各子区域内所有检测点的原位取向差值采用唯一  $Y$  值表征, 表征方法如下:

$$[0075] \quad Y = \sum_{i=0.5}^{i=5} (f_i \times i)$$

[0076] 集合各子区域的  $X$  值和  $Y$  值, 利用最小二乘法进行拟合, 建立  $X$  和  $Y$  值的函数关系, 如图6所示。通过公式 (6) 计算,  $Y$  值即公式 (6) 中的  $\theta$  值, 得出结论: 最大残余应力值  $\sigma = (\cos \theta - 1) E = 192.12 \text{ MPa}$ 。

[0077] 本发明包括但不限于以上实施例, 凡是在本发明精神的原则之下进行的任何等同替换或局部改进, 都将视为在本发明的保护范围之内。

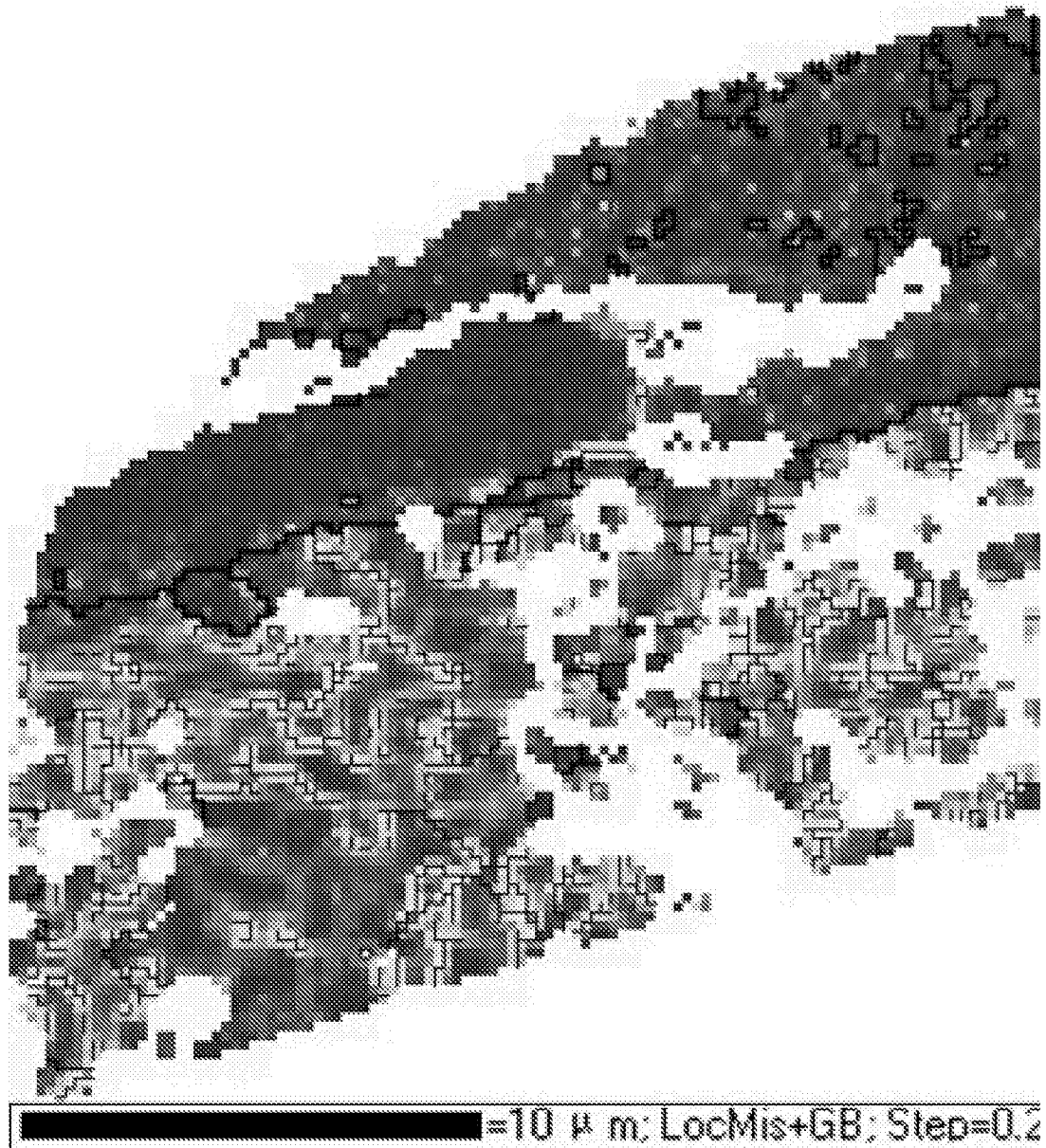


图1

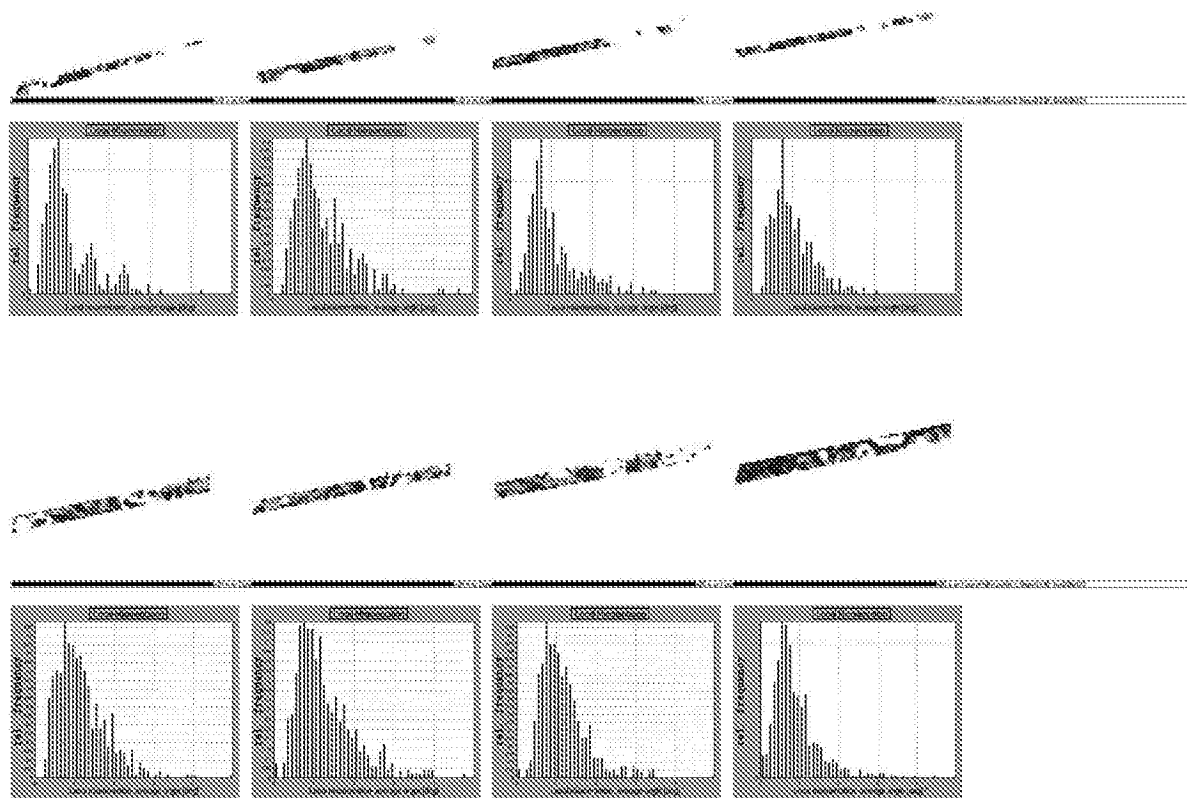


图2

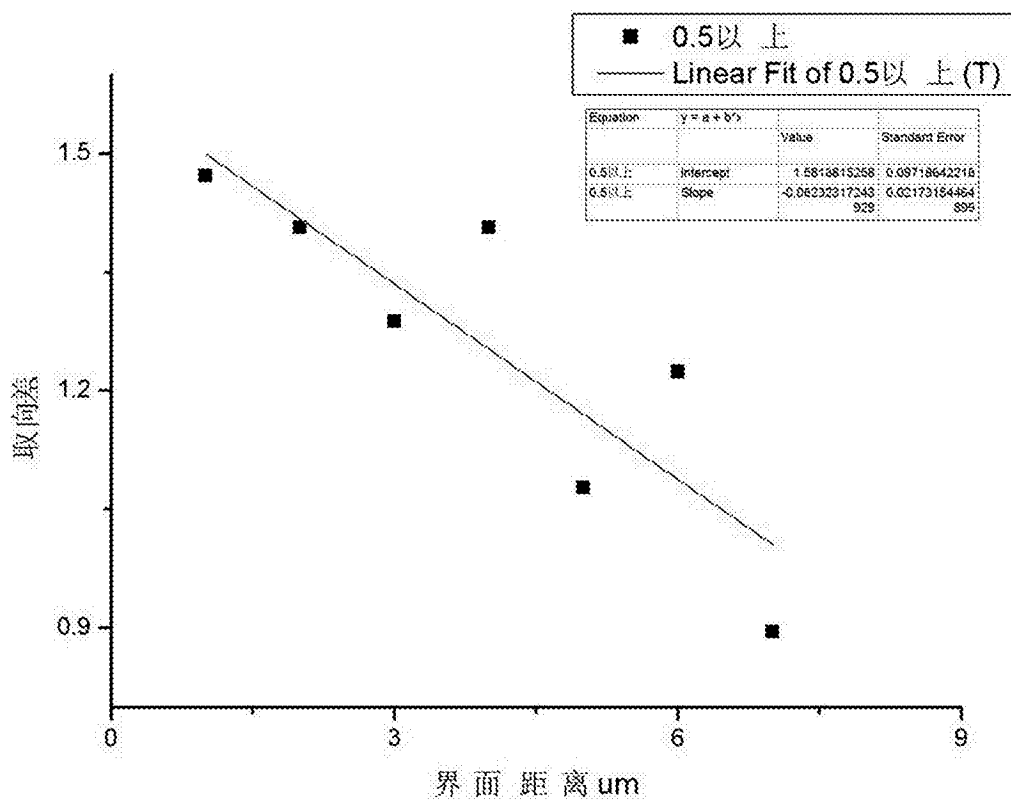


图3

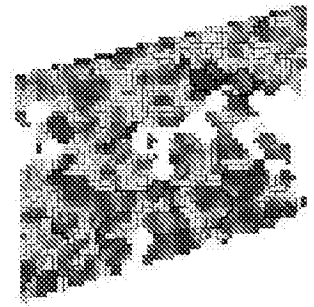


图4

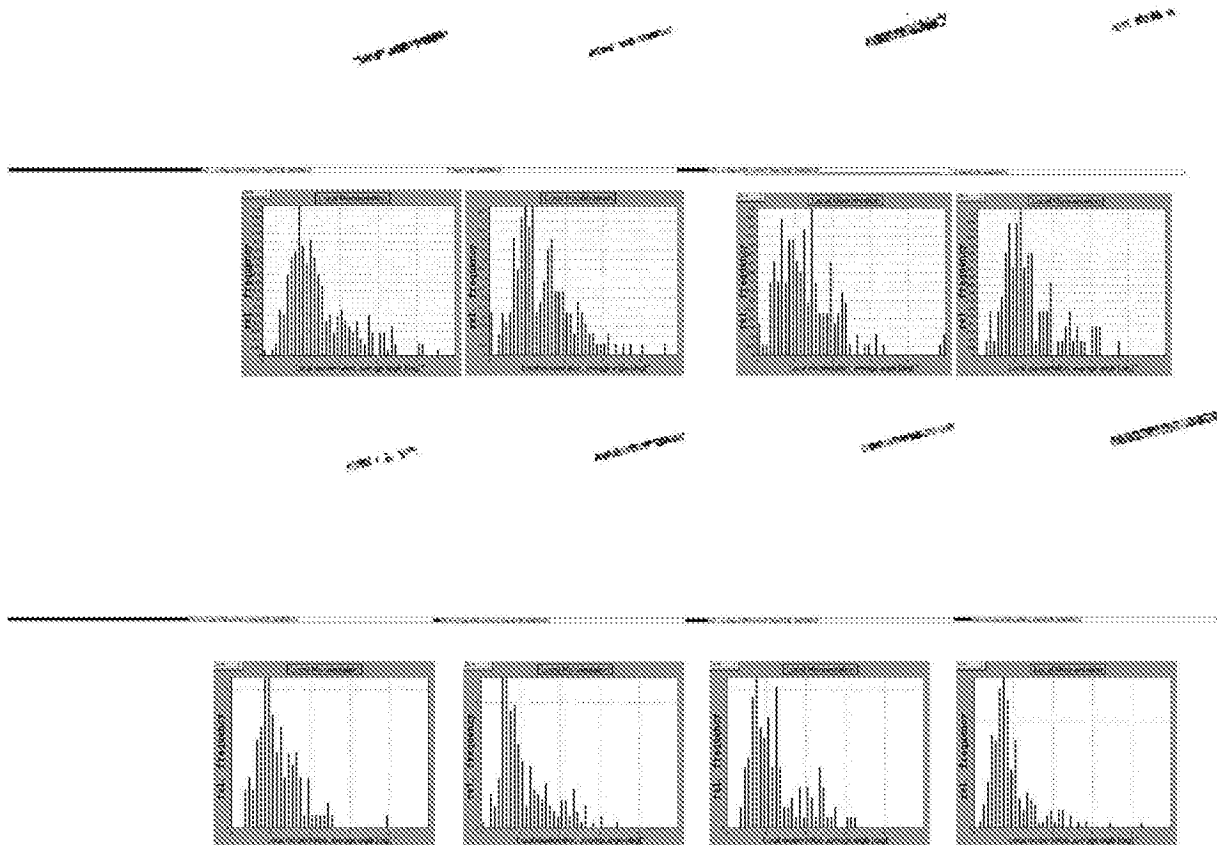


图5

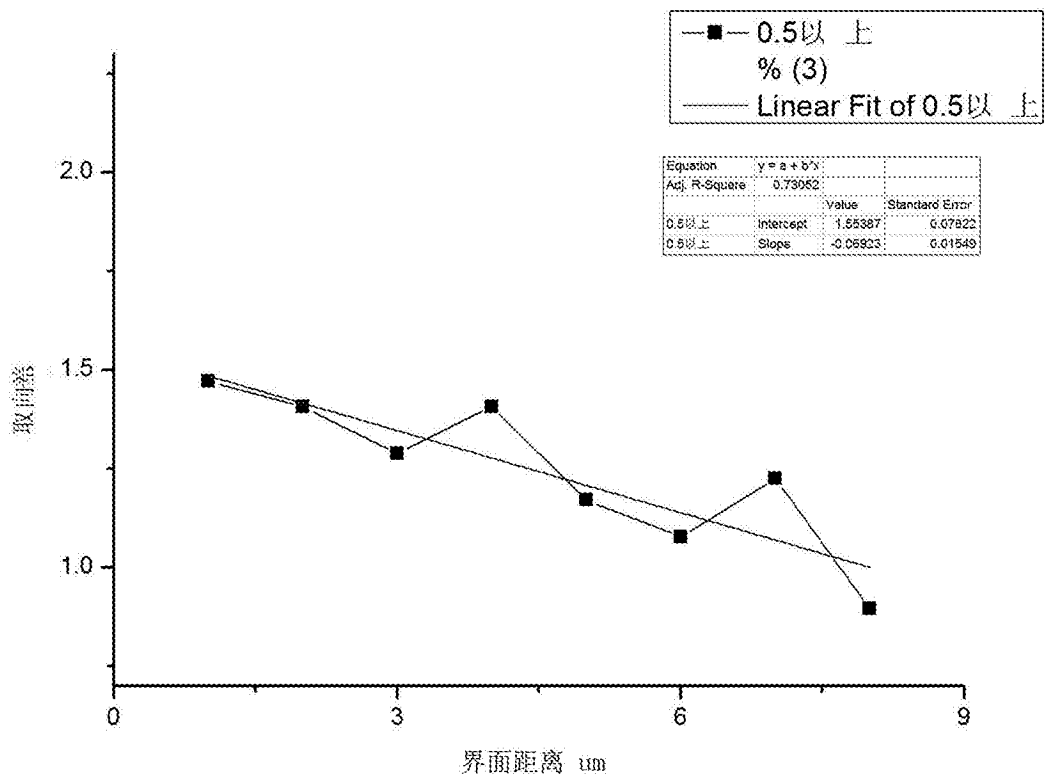


图6