

X射线应力测量的误差与不确定度

吕克茂¹, 李正阳², 程时美¹

(1. 爱斯特应力技术有限公司, 邯郸 056107; 2. 中国科学院力学研究所, 北京 100190)

摘要: 明确区分了X射线应力测定误差和不确定度的概念, 阐明了误差的来源及解决方法, 讨论了标准GB/T 7704—2017中选取、确定测量不确定度的方法, 并对不确定度的来源进行分析。结果表明: X射线应力测量不确定度的来源有被测材料引起的和随机效应引起的, 材料的显微组织、设备状态和测量条件的选择均会影响不确定度。

关键词: 残余应力; X射线应力测定; 误差; 不确定度; 显微组织

中图分类号: TB31; TG115 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-4012(2024)11-0041-06

Error and uncertainty in X-ray stress measurement

LYU Kemao¹, LI Zhengyang², CHENG Shimei¹

(1. ST Stress Technologies Co., Ltd., Handan 056107, China;

2. Institute of Mechanics, Chinese Academy of Science, Beijing 100190, China)

Abstract: The concepts of X-ray stress measurement error and uncertainty were clearly distinguished, and the sources and solutions of errors were explained. The methods for selecting and determining test uncertainty in the standard GB/T 7704—2017 were discussed, and the sources of uncertainty were analyzed. The results show that the sources of uncertainty in X-ray stress measurement were caused by the tested material and random effects. The selection of material microstructure, equipment status, and measurement conditions all affect the uncertainty.

Keywords: residual stress; X-ray stress; error; uncertainty; microstructure

X射线应力试验报告一般会给出 $\sigma \pm \Delta\sigma$ (σ 为应力)形式的测试结果, 如 (-528 ± 19) MPa。对于其中的 $\Delta\sigma$, 业界不少人仍沿用“误差”的称谓。误差表示测量结果对真值的偏离量。真值是一个理想的概念, 只能用参考量值或约定真值来替代。任意一个机械零件某点残余应力的参考量值或约定真值是无法知晓的。因此大多数情况下无法得出应力测量误差。然而, 只给出被测量的估计值通常不能满足要求, 还必须对估计值做出精度评定。

不确定度是合理表征测量结果分散性的非负参数, 是一个容易量化的质量指标。测量结果的可用性在很大程度上取决于其不确定度的大小。另一方面, 在X射线应力测定技术中, 误差的概念也是客观存在的, 而且是可以表征的。

测量不确定度的概念和评定方法已得到普遍应用。国标GB/T 7704—2017《无损检测 X射线应力测定方法》给出了不确定度的计算公式。近几年并未针对这个问题进行标准贯彻, 对于X射线应力测定不确定度评定究竟属于A类还是B类, 具体评定方法, 以及计算公式的来历等问题都缺乏共识。

近年来, 业界对残余应力的关注度显著增大。某些涉及残余应力的国家科研项目指南中出现了“高准确度”测量残余应力的指标, 例如要求仪器测量分辨率达到0.25 MPa, 应力测量不确定度最高不超过5 MPa(取包含因子 $k=2$)。这里反映出的问题为, 相关人员不了解残余应力的产生和性质, 不了解残余应力的测量精度与材料显微组织结构密切相关, 而且取包含因子 $k=2$ 不适宜。尤其对于某些新材料、新工艺的研究, 有时会出现残余应力测量不确定度远超预期的问题。笔者阐明了X射线应力误差的概念, 分析了误差的主要来源; 介绍了应力测量不确定度的评定方法, 说明了GB/T 7704—2017中不

收稿日期: 2024-07-10

作者简介: 吕克茂(1941—), 男, 研究员级高级工程师, 主要从事X射线应力测定和残余应力技术应用研究工作, lvkemao061015@163.com

确定度计算公式的来历;解析了X射线应力测量不确定度的来源及对策。

1 X射线应力测量的误差

判断一台X射线应力检测设备给出的应力数据是否可信,必须知道该设备的测量误差,测量误差包含测量不确定度,但是首先应关注的是前者。只有存在参考量值或约定真值,才可以使用误差这个概念。当测量结果大于参考量值或约定真值时,误差为正值;当测量结果小于参考量值或约定真值时,误差为负值。因此误差不以“±”的形式出现。

1.1 适合且需要使用误差概念的试样

1.1.1 零应力粉末试样

粒度足够细小的还原铁粉或其他金属粉末是公认的零应力试样,但零应力粉末的测量结果不一定是稳定的零应力,因此对零应力粉末测得的应力就是测量误差。GB/T 7704—2017中规定:对于零应力铁粉,使用CrK α 辐射和 α -Fe{211}晶面,连续测试不少于5次,得到的平均应力应为-14~14 MPa,其标准差宜不大于7 MPa;如果标准差超过14 MPa,则应调整仪器或测量参数。

1.1.2 等强度梁或其他加载装置的试样

力学测试中经常用到等强度梁。梁体上表面的载荷应力 σ_p 由载荷 P 、梁的厚度 H 、根部宽度 B_0 及有效长度 L 计算得出,计算公式如式(1)所示。

$$\sigma_p = \frac{6L}{B_0 H^2} \cdot P \quad (1)$$

加载所用砝码的质量经过计量认证,故 σ_p 为公认的可传递参考量值。X射线衍射测量得到应力 σ_x 与 σ_p 的关系如式(2)所示。

$$\sigma_x = \sigma_r + \sigma_p \quad (2)$$

式中: σ_r 为载荷 P 为0情况下测得的梁体残余应力。

1.1.3 实验室内或实验室间认可的应力参考试样

GB/T 7704—2017和EN 15305—2008《无损检测 使用X射线衍射分析残余应力的试验方法》中规定,可以使用实验室内认可的应力参考试样LQ和实验室间认可的应力参考试样ILQ。

LQ试样是由实验室制作,经过测试评定而产生的高应力试样。要求试样几何形状简单、测试面平整、粗糙度小、应力水平足够大、显微组织高度均匀以及应力稳定。在不少于5台的仪器上进行测量,然后对得到的结果进行统计分析,分别将正应力、切应力和半高宽的统计平均值定义为该试样的正应力

参考量值 σ_{ref} 、切应力参考量值 τ_{ref} 和半高宽参考量值 L_{ref} ,并将对应标准差的2.8倍作为各项参考量值的可重复性,分别为 $r\sigma_{ref}$ 、 $r\tau_{ref}$ 、 rL_{ref} 。

ILQ试样是由不少于5家国内具有权威性的实验室签署协定联合制作,并进行测试而产生的高应力试样,对试样质量和测试要求更加严格。统计分析和定义方法与LQ试样相同。

LQ试样和ILQ试样的 σ_{ref} 、 τ_{ref} 和 L_{ref} 应该被视为约定参考量。利用X射线应力检测设备对LQ试样和ILQ试样进行测量,将测量结果与LQ或ILQ参考量值之差认定为该应力检测设备的测量误差。

1.2 系统误差的来源及对策

如果使用一台X射线应力检测设备对某一具备公认参考量值的试样进行多次测量,其测量结果将满足一条正态分布曲线。对测量结果进行统计分析,可得到一个总体均值。总体均值与参考量值之差称为系统误差。某一次测量结果与参考量值之差便是这次测量的误差,由随机误差和系统误差两部分组成。

1.2.1 测角仪的回转中心精确度

测角仪中X射线光斑中心和回转中心的重合精度是决定系统误差的最主要因素。X射线应力检测设备在安装调试完成后,X射线光斑中心和回转中心的重合精度应该是满足标准要求的,因此测量误差不超过规定指标。用户操作过程中要避免测角仪受到磕碰或振动。经过一段时间的使用后,特别是在拆卸、搬运和重新安装后,必须检查二者的重合精度,使用荧光屏观察X射线光斑,并且对零应力粉末进行测试,以对仪器进行校验。

1.2.2 测角仪入射角和衍射晶面方位角的设置准确度

应力测试要求正确设置测角仪的入射角 ψ_0 或衍射晶面方位角 ψ 。测角仪入射准直管轴线与测试点表面法线重合,即 ψ_0 为0;准直管轴线和位敏探测器接收面垂直平分线夹角的平分线为衍射晶面法线方向,该方向与测试点表面法线重合,即 ψ 为0。

1.2.3 X光斑的大小及形状

对于粉末试样、等强度梁、LQ或ILQ试样来说,测试点的位置、应力方向、X光斑大小和形状均须遵照原来的选择,测量结果才具有可比性。对于其他试样,如果选用X光斑的大小和形状与试样的平面应力梯度、测试点的曲率半径不匹配,测量结果也会产生系统误差。

1.2.4 测量条件选择不当

对于粉末试样、等强度梁试样、LQ和ILQ试样,测量条件应按照原来确定的参数。如果因为测量设备技术指标的限制而无法完全与原来保持一致,则需分为两种情况:理想情况下,被测试样材料均匀、各向同性,那么 ψ 角范围和个数的选择理论上不会引起系统误差;通常情况下,试样材料的晶粒可能不够细小,或有一定的织构度,原来测试所得的 2θ - $\sin^2\psi$ (2θ 为 ψ 对应的衍射角)曲线存在细小震荡,那么在另一台设备上测试时, ψ 角范围和个数与原来不一致,便有可能产生意外偏差。

X射线应力检测设备探测器的衍射角覆盖范围是重要的技术参数,原则上应该能保证得到完整的衍射峰,即衍射峰前后尾部与背底线呈相切的趋势。在满足完整要求的情况下,若实施标准侧倾法,则不同 ψ 角的衍射峰背底理论上是一致的,斜率很小;采用同倾法时,衍射峰背底斜率随 ψ 角的增大而增大(见图1)。

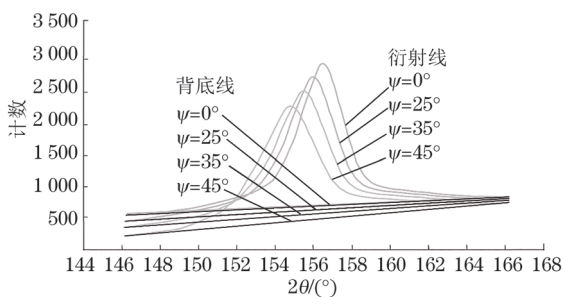


图1 同倾法衍射峰及其背底示意

在同倾法的条件下,若探测器的覆盖范围较小,则不能得到完整衍射峰。按照不完整曲线进行背底校正,衍射峰背底就会失去图1所示的规律性,损伤衍射峰的原有形态,因而会产生较为显著的定峰误差。

2 X射线应力测量不确定度评定方法

2.1 A类和B类评定

A类评定是指通过对一组相同条件下的测量结果数列进行统计分析,并以试验标准差表征其标准不确定度的方法。GB/T 7704—2017中规定了无应力铁粉允许的误差范围,又采用了A类评定方法,给出了允许的测量标准不确定度。

对于单次应力测试,不能使用A类评定,因此采用B类不确定度评定方法。JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》中规定,除了计量学基础研究等极个别情况下可以仅给出合成标准不确定度外,其余

绝大部分测量均要求给出测量结果的扩展不确定度。扩展不确定度 U 为标准不确定与包含因子 k 的乘积^[1]。

2.2 不确定度的表达式

目前,X射线应力检测设备一般都由测试软件直接给出单次测试结果的应力不确定度 $\Delta\sigma$, $\Delta\sigma=K\Delta M$, K 为应力常数, ΔM 为 2θ - $\sin^2\psi$ 拟合直线斜率 M 的不确定度。标准GB/T 7704—2017是根据GB/T 7704—2008《无损检测 X射线应力测定方法》修订的,其中, ΔM 的表达式并未改动,而GB/T 7704—2008是根据GB 7704—1987《X射线应力测定方法》修订的,后者是我国第一个X射线应力测定方法的国家标准。在GB/T 7704的1987和2008版本中, ΔM 称为斜率误差。在修订2017版标准的讨论会上,起草人一致认为,有必要把误差改为不确定度。GB/Z 22553—2010《利用重复性、再现性和正确度的估计值评估测量不确定度的指南》给出了不确定度的多种表达方式,以适应现实中各种可能的情况。

在X射线应力测量中,依据若干 ψ 角的衍射曲线计算应力,衍射曲线是由大量衍射强度数据点构成的,每个数据点都是相互独立的随机变量。根据中心极限定理,被测应力也是随机变量,总体上服从正态分布。在数理统计学中,引入 t 分布,以表征正态分布总体中所取子样的分布。不同子样大小对应不同的 t 分布。按照B类评定方法,扩展不确定度中的包含因子 k 可以等同于 t 值。 t 分布的影响因素有置信概率 p 和有效自由度 ν_{eff} 。因此置信概率 p 的扩展不确定度 U_p 的计算方法如式(3)所示。

$$U_p = t_p(\nu_{\text{eff}})u_c \quad (3)$$

式中: u_c 为标准不确定度; t_p 为置信概率为 p 的 t 分布值。

X射线应力测量的计算方法如式(4)所示。

$$\sigma = K \cdot M \quad (4)$$

M 的定义如式(5)所示,由一系列 2θ - $\sin^2\psi$ 试验数据点采用最小二乘法计算而得。

$$M = \frac{\partial 2\theta}{\partial \sin^2\psi} \quad (5)$$

M 的标准不确定度 u_c 计算公式如式(6)所示^[1]。

$$u_c = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [Y_i - (A + MX_i)]^2}{(n-2) \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}} \quad (6)$$

式中: Y_i 为 ψ_i 对应的衍射角测量值, X_i 为设定的 $\sin^2\psi_i$; A 为拟合直线在纵坐标上的截距; n 为测试所设定 ψ 角的个数; \bar{X} 为 $\sin^2\psi_i$ 的平均值。

M的扩展不确定 ΔM 的计算公式如式(7)所示。

$$\Delta M = t(n-2, \alpha) \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [Y_i - (A + MX_i)]^2}{(n-2) \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}} \quad (7)$$

式中: $t(n-2, \alpha)$ 为自由度为 $(n-2)$ 、置信度为 $(1-\alpha)$ 时的 t 分布值。

应力的扩展不确定度 $\Delta\sigma$ 的计算公式如式(8)所示。

$$\Delta\sigma = K \cdot \Delta M \quad (8)$$

GB/T 7704—2017采用不确定度代替误差,既符合不确定度的评定方法,又能与早年版本的计算方法完全兼容,避免因标准修订带来的各种麻烦。

3 X射线应力测量不确定度的来源及对策

3.1 被测材料引起的不确定度分量

X射线应力测量的原理为:根据X射线衍射原理,测量一定区域内晶格应变的统计平均值,将其当作宏观应变;根据弹性力学,推导出 $\sin^2\psi$ 方程,由应变求出应力。弹性力学的基本假设为,试样的材料应该是连续、均匀、各向同性的。对于常见金属材料,

如果晶粒细小、没有织构、显微组织均匀,可以将其视为满足弹性力学的假设条件。问题在于完全没有织构、组织完全均匀的材料几乎是不存在的。铸造组织、焊缝组织,以及经冷轧的材料,尤其是增材制造的工件,都会存在组织不均匀和各向异性的问题。

采用标准侧倾法对某晶粒不粗大、无织构的钢试样进行X射线应力测量,结果如图2,3所示。由图2,3可知:扣除背底、平滑处理后, ψ 从 0° 至 45° 的8个衍射峰强度相差较小,峰型、峰背底一致; $\varepsilon - \sin^2\psi$ (ε 为应变)呈较完好的线性关系,试样的测量结果为 (-282.8 ± 9.2) MPa,可见试样的应力测定不确定度较小。

图4是细晶无织构材料的X射线衍射图像,其为X光斑照射范围内所有晶粒衍射斑点的叠加。德拜环径向剖面上的衍射强度分布是衍射峰。这些晶粒的内应力大小按照统计规律分布,衍射斑点在空间内也呈一定规律分布。每个斑点都可以视为一个小衍射峰,所有小衍射峰叠加起来可以构成较为丰满的衍射峰。

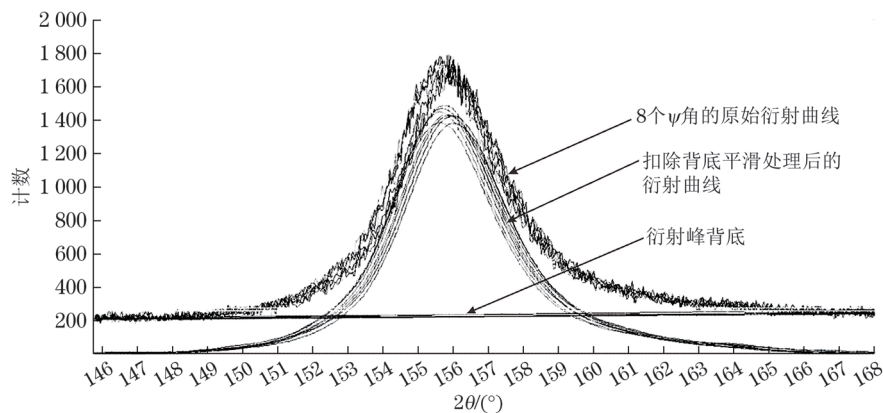


图2 扣除背底、平滑处理后试样的衍射曲线

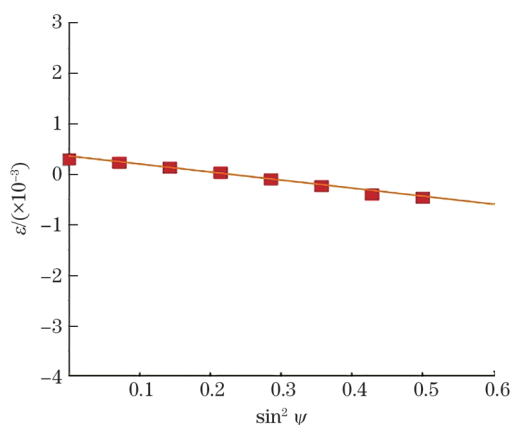


图3 试样的 $\varepsilon - \sin^2\psi$ 曲线

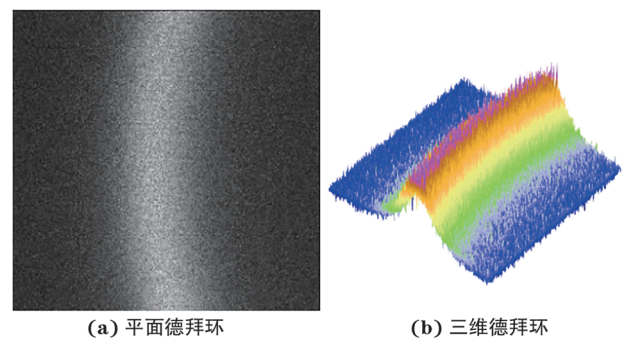


图4 细晶无织构材料的X射线衍射图像

3.1.1 晶粒尺寸的影响

如果材料晶粒比较粗大,在一个X光斑照射范

围内的晶粒数目不够多,则所选衍射晶面的法线在空间内不均匀连续分布。某铝合金焊缝的X射线衍射图像如图5所示。使用二维探测器可以直观地看到只有一些衍射斑点,不能形成连续德拜环,在此情况下衍射峰会呈现畸形[见图5(b)],衍射峰位不规则地向左或向右偏移,因而应力测定的不确定度很大。

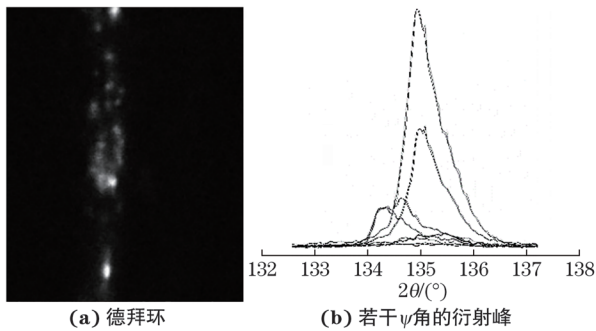


图5 某铝合金焊缝的X射线衍射图像

对于粗晶材料,采用摆动法和合理增大X射线的照射面积,可以提升应力测量结果的可信度。黄丹蓝等^[2]采用直径为2 mm的准直管对GH605粗晶钴基高温合金试样进行X射线应力测试,按照常规的测试方法,测试结果为 (-52.4 ± 183) MPa, 2θ - $\sin^2\psi$ 曲线上的点呈跳跃分布,不确定度很大,最后采用直径为4 mm的准直管,选择 ψ 摆动法,摆动1周,摆角为 $\pm 5^\circ$,从而增大了参加衍射的晶粒数,测试结果为 (-31.4 ± 18) MPa,显著降低了不确定度。

在对测试区域要求较宽的情况下,可以增加平面摆动法;如果对应力方向没有严格要求,还可以采用 ϕ 角(在试样表面上,以测试点为顶点,测定应力方向与指定的 x 坐标轴之间的夹角)摆动法。在这种情况下,应该明确应力测定属近似处理,其测定结果只具有一定的参考价值。

3.1.2 织构的影响

织构材料的 2θ - $\sin^2\psi$ 曲线会出现振荡。通常认为,晶粒的交互作用非常复杂。对于晶粒细小、无织构的材料,复杂的交互作用密集混杂在一起,会失去方向性;对于织构材料,这种混杂交互作用就会表现出明显的方向性,产生宏观弹性各向异性,因此导致 2θ - $\sin^2\psi$ 曲线出现非线性,即所谓的振荡。

织构程度较轻材料的 2θ - $\sin^2\psi$ 曲线振荡幅度较小(见图6)。采用摆动法在一定程度上可以减小振荡幅度。织构程度较强材料的 2θ - $\sin^2\psi$ 曲线振荡十分显著,测量不确定度很大,测量结果失去了参考价值(见图7)。

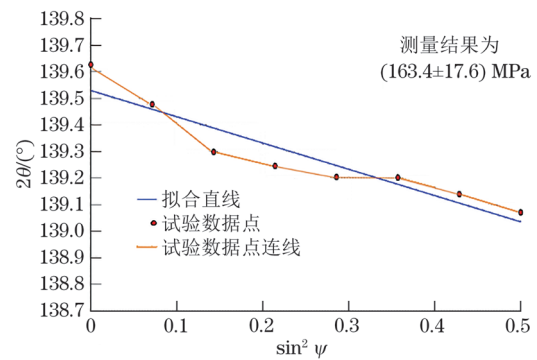


图6 织构程度较轻铝合金的 2θ - $\sin^2\psi$ 曲线

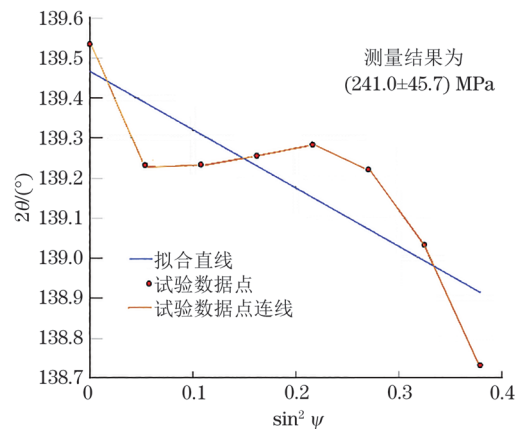


图7 织构程度较强铝合金的 2θ - $\sin^2\psi$ 曲线

3.1.3 晶体结构的影响

针对钛合金的残余应力研究越来越多。通常使用 $\text{CuK}\alpha$ 辐射 $\alpha\text{Ti}(213)$ 晶面 142° 衍射峰对钛合金进行应力测定,但因得到的衍射峰较弱,往往会导致应力测定不确定度较大。 αTi 晶体属于密排六方结构。依据X射线衍射运动学理论,单位弧长德拜环上积分强度与波长、单位体积内的晶胞数、洛伦兹偏振因子等因素有关,且常用钛合金材料中 α 相的含量未必很高,由此分析可以解释 αTi 的衍射强度较低。

3.2 随机效应引起的不确定度

定峰精度与衍射峰的峰型密切相关。衍射峰半高宽越大,衍射强度越低,峰背比越小,则衍射曲线的随机波动越显著,定峰不确定度越大。除材料自身原因外,X射线照射点太小、发射X射线强度太低、探测器计数时间过于短暂等原因也可能导致衍射强度过低、衍射峰随机波动过大。

在测试要求允许的情况下,尽量采用较大光斑,如果照射点面积不允许扩大,可以采用摆动法,以及适当提高管压管流、延长探测器计数时间等措施,均可有效减小随机效应带来的不确定度。

3.3 测量条件选择引起的不确定度

X射线应力测量设备的测角仪属精密部件,必须精心呵护。测角仪的支撑结构也必须保持足够的刚度和稳定性,其线缆须安排妥当,不能给运动部件带来阻力或重力。任何微小的安装间隙和操作失误都可能导致不确定度增大。

测量条件的选择应依据被测材料的工艺和测试要求合理确定。测量方法选择欠妥、 2θ 范围不合适、 ψ 范围不足、 ψ 个数太少等因素均会导致不确定度增大。

4 结论

(1) X射线应力测量误差的概念适用于3种情况:零应力粉末试样的测量、与等强度梁或其他加载试验同步的X射线应力测量,以及符合GB/T 7704—2017规定的LQ试样及ILQ试样的测量。

(2) 应力测量系统误差的来源主要是测角仪的

回转中心精确度,还包括测角仪的 ψ_0 或 ψ 的设置准确度、X光斑的大小及形状,以及测量条件的选择等因素。

(3) 按照B类方法评定X射线应力测量的不确定度,适用扩展不确定度概念,其中的包含因子 k 取自 t 分布。该方法可以避免因修订国标和引入不确定度概念而带来的麻烦。

(4) X射线应力测量不确定度的来源有被测材料引起的和随机效应引起的,材料显微组织、设备状态和测量条件的选择均会影响不确定度。

参考文献:

- [1] 倪育才. 实用测量不确定度评定[M]. 北京: 中国质检出版社, 2016.
- [2] 黄丹蓝, 李丽敏, 王颖, 等. 准直管直径和摆动角度对残余应力测试结果的影响[J]. 理化检验(物理分册), 2023, 59(7): 15-18.