

X 射线衍射法测量残余应力的相对误差及不确定度评定

张 杰¹ 付雪松² 刘崇远²

(1 中国航空制造技术研究院,北京 100024)

(2 大连理工大学材料科学与工程学院,大连 116085)

文 摘 利用原位拉伸机进行单轴连续加载,对 X 射线法测量钛合金残余应力的应力增量进行验证;依据 JJF 1059.1-2012 标准,对钛合金高应力标样(-659±35) MPa 的测量不确定度进行评定。结果表明,X 射线衍射法测得残余应力的增量与理论计算应力增量有较好的一致性,随着应力水平的增加,应力增量的相对误差保持在 11% 以内。以测量重复性、应力常数 K 、应力因子 M 为不确定度分量对测量不确定度进行了评定,所得扩展不确定度为 ±32 MPa。

关键词 钛合金,X 射线衍射,残余应力,误差,不确定度

中图分类号: TG115.22

DOI:10.12044/j.issn.1007-2330.2018.04.014

Analysis on Relative Error and Uncertainty of Measurement of Residual Stress With X-ray Diffraction Method

ZHANG Jie¹ FU Xuesong² LIU Chongyuan²

(1 Avic Manufacturing Technology Institute, Beijing 100024)

(2 School of Materials Science and Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116085)

Abstract By conducting uniaxial continuous loading on in-situ tensile machine, the validation of residual stress of Ti-6AL-4V alloy obtained by XRD method was studied. According to standard of JJF 1059.1-2012, the uncertainty of measurement of residual stress of high stress titanium alloy reference sample (-659±35) MPa was evaluated. Studies reveal that there is great consistency for the stress increment between the values measured by X-ray technique and the theoretical calculation values. With the increase in stress level, relative error of the stress increment is less than 11% and can meet the practical demands. With measurement repeatability, stress constant K and stress factor M as influence factors, measurement uncertainty of high stress titanium alloy reference samples are evaluated and the expanded uncertainty is ±32 MPa.

Key words Titanium alloy, X-ray diffraction, Residual stress, Relative error, Uncertainty of measurement

0 引言

残余应力的产生和存在对结构件的强度、刚度、断裂韧性、损伤容限、疲劳性能和耐腐蚀性等性能产生重要影响,是结构完整性评价的重要指标^[1-2]。

随着人们对残余应力认识水平的提高,相继提出了一系列的测量方法^[3-10],其中 X 射线衍射法作为一种无损测试方法,因具有理论严谨,方法成熟,测试高效方便等特点,已广泛应用于科学研究和工业生产的各个领域之中^[11-12]。

由实验误差理论得知,一切测试都有误差的存

在,对于使用 X 射线衍射法进行残余应力研究的人员来讲,X 射线衍射法本身的测量精度以及用 X 射线法进行残余应力测试的误差为多少是常常被提及和讨论的问题^[13]。误差的定义是指测量结果与被测量真值之差,由于人类认识的局限性和测试方法的局限性,在绝大多数情况下真值是未知的,目前国际上约定一致的做法是,使用测量不确定度描述测量结果的分散性^[14]。EN ISO/CEI 17025 标准中规定,任何测试结果应同时给出测量不确定度,否则结果不能进行比较或建立一定标准范围内的测量一致性^[15]。

收稿日期:2017-07-17

第一作者简介:张杰,1981 年出生,博士,主要从事金属材料性能表征与评价、结构完整性评价等研究工作。

本文使用原位拉伸机对 X 射线法测量 Ti-6AL-4V 合金的残余应力结果进行验证,对比不同载荷条件下的理论应力增量和 X 射线法实测所得应力增量之间的相对误差,并以钛合金高应力标样为例,进行钛合金 X 射线法残余应力测试结果不确定度评定,为今后各种测试方法的可比性研究提供参考。

1 试验

试验材料采用两种不同表面状态的 Ti-6AL-4V 合金。在锻坯上切取 2 个板状原位拉伸试样。标距段尺寸为 25 mm×3.5 mm×2.5 mm (长×宽×高)。机加工后的样品在真空热处理炉中经 650℃ 保温时间 2 h 的去应力退火处理,标记为 1#,再进行湿喷丸强化处理,喷丸强度为 0.5 mmN,覆盖率 200%,标记为 2#。

利用原位拉伸机对试样进行单轴加载,载荷范围:0~7 kN,采用 LXRD 残余应力仪对不同载荷条件下试样标距中心的残余应力进行测试,图 1 为试验过程示意图。

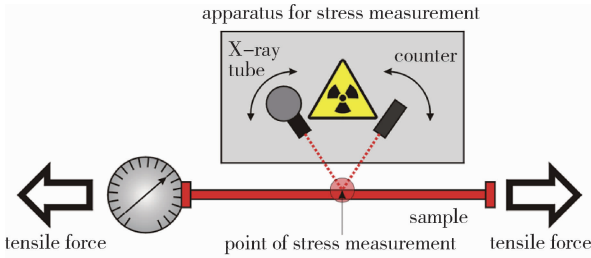


图 1 连续加载条件下测试表面残余应力试验示意图
Fig.1 Schematic representation of the X-ray stress measurement as performed on a specimen under the effect of constant load

以原位拉伸机所提供的应力值为约定真值(理论计算值),利用公式(1)~(3)计算出 X 射线法测量残余应力的相对误差。

$$\text{相对误差} = \left| \frac{\Delta\sigma_{\text{XRD实测}} - \Delta\sigma_{\text{理论计算值}}}{\Delta\sigma_{\text{理论计算值}}} \right| * 100\% \quad (1)$$

$$\Delta\sigma_{\text{XRD实测}} = \sigma_{\text{某一载荷}} - \sigma_{\text{零加载}} \quad (2)$$

$$\Delta\sigma_{\text{理论计算值}} = \frac{F}{S} \quad (3)$$

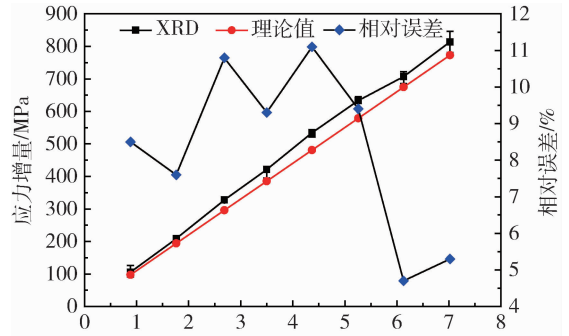
式中, $\Delta\sigma_{\text{XRD实测}}$ 为 XRD 法实测残余应力的应力增量; $\Delta\sigma_{\text{理论计算值}}$ 为理论计算应力增量; F 为外加载荷; S 为截面面积。

依据 EN 15305—2008^[16] 标准进行 X 射线残余应力测试,每个载荷条件下连续测量三次取平均值。具体参数如下:Cu 靶,准直管直径 2 mm, α -Ti(213) 晶面, X 射线弹性常数 11.887 8 Pa⁻¹。增加 $\pm 3^\circ$ 的摇摆角度以提高衍射峰强度,改善峰形。不确定度评定

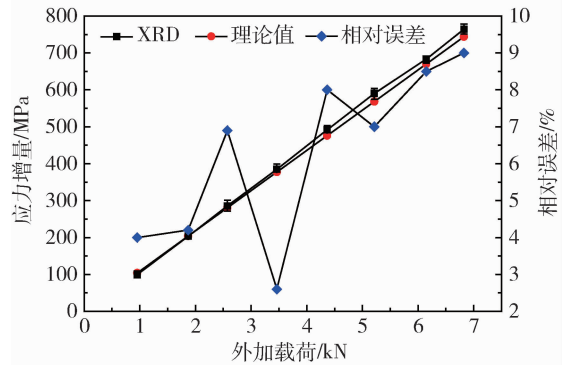
的测试样品选择钛合金高应力标样 (-659 ± 35) MPa,采用 LXRD 残余应力仪对标样中心点进行 10 次测量,每次测试完毕都将标样移走再重新聚焦。

2 测试结果

在不同载荷条件下的表面残余应力增量变化如图 2 所示。图 2(a) 可以看到,受试样机加工表面粗糙度等因素的影响,同一载荷条件下的三次测量结果存在微小差异。相对误差方面,当应力值小于 500 MPa 时,应力增量的相对误差在 8%~11% 范围内变化,当应力值超过 500 MPa 时,应力增量相对误差在 4%~10% 范围内变化。



(a) 1#



(b) 2#

图 2 单轴拉伸条件下试样残余应力增量变化
Fig.2 Variation of residual stress increment under uniaxial tension condition

图 2(b) 可见,由于 2# 样品表面经过喷丸强化处理,使得表面晶粒得到细化,为 X 射线法测试残余应力提供了更多参与衍射的晶面数量,增强了数据采集的统计性,因此测试结果的精确性和重复性明显提高。从相对误差变化线可以看出,当测试应力水平在 0~800 MPa 范围内时,应力增量的相对误差在 2%~9% 之间变化。

图 3 为两种样品 X 射线衍射法所得应力增量与理论计算应力增量的线性相关性,两种表面状态下所得数据线性关系较好,对于 1# 试样来说,线性相关系数 R^2 为 0.997 45,对于 2# 试样来说,线性相

关系数 R^2 为 0.999 68。由以上加载试验结果的对比分析可知, X 射线衍射法测试钛合金残余应力增量的相对误差保持在 11% 以内, 可以满足工程应用的要求。

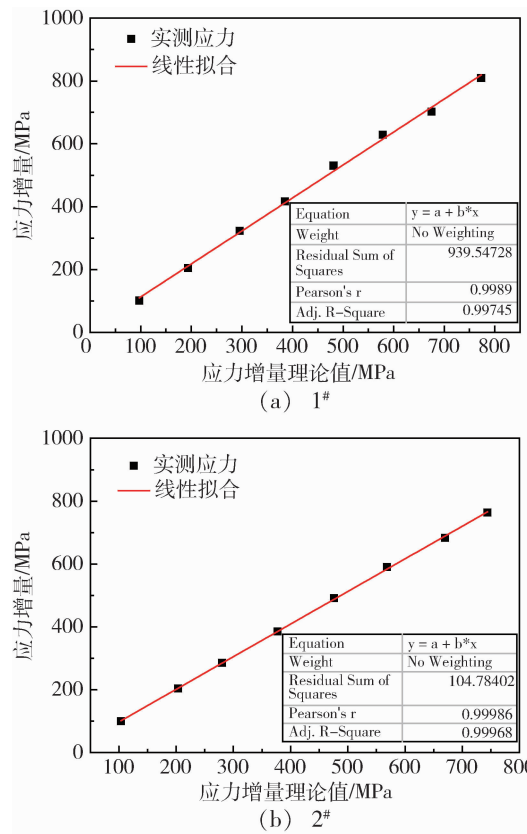


图 3 表面应力增量与理论值之间的线性相关性
Fig.3 Linearity of stress increment between XRD measurement and theoretical calculation

3 XRD 法残余应力测试结果不确定度分析

3.1 不确定度分量的确定

X 射线法残余应力测试结果的不确定度来源较多, 包括: 设备因素(衍射仪校准、衍射几何的分散度), 衍射参数(衍射角数量、准直器尺寸、弹性常数、峰形拟合模型), 材料状态(晶粒的各向同性、样品尺寸、结构缺陷、表面状态)和操作人员(样品放置、参数设定)等。材料表面某一方向上的残余应力可依据公式(4)计算求出:

$$\sigma = KM \quad (4)$$

式中, K 为应力常数, $K = \frac{E}{2(1 + \mu)} \times \cot\theta_0 \times \frac{\pi}{180}$; M

为应力因子, $M = \frac{\partial(2\theta)}{\partial(\sin^2\psi)}$ 。

对于使用标样校准合格的测试系统来说, 可以认定系统误差已修正或消除, 则对测量不确定度影响较大的三个因素为(1)测量重复性, (2)应力常数 K 的选定, (3)应力因子 M 的斜率拟合。对于测量结果重

复性引入的不确定度可通过对独立重复测试结果进行统计分析方法进行评定, 属于 A 类评定方法。通常情况下待测样品并不指定应力常数或提供额外样品用于应力常数实际标定, 试验者将通过提供的材料信息预估或选定一个应力常数, 通常情况下预估的数值与真实值的误差在 $\pm 3\%$ 以内, 由此带来的不确定度可按 B 类不确定度评定。应力因子 M 的求取, 涉及到对衍射峰的拟合以及衍射角 (2θ) 与 $\sin^2\psi$ 的拟合, 而这些工作现都通过商业测试分析软件来完成, 拟合所产生的误差是以“ \pm 统计误差”的形式出现在应力测试结果之后, 因此这部分误差也按 B 类不确定度进行评定。

3.2 不确定度计算

3.2.1 分量计算

(1) 测量重复性的不确定

对钛合金高应力标样 (-659 ± 35) MPa 进行 10 次测量, 结果如表 1 所示。

表 1 钛合金高应力标样残余应力测试结果

Tab.1 Measurement results of residual stress for titanium alloy reference sample

应力值/MPa	统计误差/MPa	应力标准差/MPa
-663	17.3	18.4

每次测试完毕都将标样移走再从新聚焦, 测试结果包括了设备重置和对同一测试点复位的精度。对测试结果进行平均值计算并求得标准差, 测量结果重复性引入的不确定度分量为:

$$u(\sigma) = \frac{s(x)}{\sqrt{n}} = \frac{18.4}{\sqrt{10}} = 5.8 \quad (5)$$

(2) 应力常数的不确定度

设应力常数服从均匀分布, 置信因子 $k=3$, 以高应力标样的应力常数为真值, 预估的数值与真实值的误差在 $\pm 3\%$ 以内, 则应力常数的不确定分量为:

$$u(K) = \frac{0.03 \times 663}{\sqrt{3}} = 11.5 \quad (6)$$

(3) 应力因子 M 的不确定度

设应力因子服从均匀分布, 置信因子 $k=3$, 则应力因子的不确定分量为:

$$u(M) = \frac{17.3}{\sqrt{3}} = 10 \quad (7)$$

3.2.2 合成不确定度

合成不确定度计算如下:

$$u_c(\sigma) = \sqrt{u^2(\sigma) + u^2(K) + u^2(M)} = \sqrt{(5.8)^2 + (11.5)^2 + (10)^2} = 16 \quad (8)$$

3.3 扩展不确定度

根据国际标准的约定,置信水平在 95%左右已能满足工程应用,采用 $k=2$,则扩展不确定度为:

$$U = ku_c = 2 \times 16 = 32 \quad (9)$$

经过以上不确定度的评价,高应力钛合金标样的残余应力测试结果为 (-663 ± 32) MPa。

4 结论

(1)在单轴拉伸条件下,X射线衍射法测得 Ti-6AL-4V 合金残余应力增量与理论计算应力增量有较好的一致性,随着应力水平的增加,测试相对误差保持在 11%以内。

(2)以测量重复性、应力常数 K 和应力因子 M 为主要不确定度来源,对钛合金高应力标样的 X 射线残余应力测试结果进行了合成不确定度和扩展不确定度的评定,其测试结果为 (-663 ± 32) MPa。

参考文献

[1] 张定栓,何家文. 材料中残余应力的 x 射线衍射分析和作用[M]. 西安:西安交通大学出版社,1999:66-80

[2] 张彦华. 焊接力学与结构完整性原理[M]. 北京:北京航空航天大学出版社,2007:137-138.

[3] 印兵胜,赵怀普,王晓洪. 残余应力测定的基本知识—第七讲机械法测残余应力[J]. 理化检验:物理分册,2007, 43(12): 642-646.

[4] WITHER H K, BHADSHIA D H. Overview: residual stress, part 1—measurement techniques[J]. Materials Science and Technology, 2001, 17: 355-365.

[5] ALLEN A J, BROUKE M A, DAWES S, et al. The analysis of internal strains measured by neutron diffraction in Al/SiC metal matrix composites[J]. Acta Metallurgica et Materialia, 1992, 40(9): 40-44.

[6] BALASINGH C, SINGH A K. Residual stress and their

measurements by X-ray diffraction methods[J]. Metals Materials and Processes, 2000, 12(2): 269-280.

[7] ROSSINI N S, DASSISTI M, BENYOUNIS K Y, Methods of measuring residual stresses in components[J]. Materials and Design, 2012, 35: 572-588.

[8] SL499-2010. 钻孔应变法测量残余应力的标准测试方法[S].

[9] VENKATA R, MADUSUDHAN R, MOHANDAS T, et al. Microstructure and residual stress distribution of similar and dissimilar electron beam welds—maraging steel to medium alloy medium carbon steel [J]. Materials and Design, 2010, 31: 749-760.

[10] BROWN D W, HOLDEN T M, CLAUSEN B, et al. Critical comparison of two independent measurements of residual stress in an electron-beam welded uranium cylinder: Neutron diffraction and the contour method[J]. Acta Materialia, 2011, 59(3): 864-873.

[11] 周上祺. X射线衍射分析[M]. 重庆:重庆大学出版社,1991.

[12] 郑卜祥,宋永,席峰,等. 对接焊铝合金板材残余应力的 X 射线测试[J]. 机械工程学报,2009, 45(3): 275-280.

[13] MOUSSAOUI K, SEGONDS S, RUBIO W, et al. Studying the measurement by X-ray diffraction of residual stresses in Ti6Al4V titanium alloy[J]. Mater. Sci. Eng. A, 2016, 667: 340-348.

[14] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S].

[15] EN ISO/CEI 17025—General requirements for the competence of testing and calibration laboratories[S]. 2005.

[16] BS EN 15305-2008. Non-destructive testing—Test method for residual stress analysis by X-ray diffraction[S].