

X 射线衍射法残余应力检测的误差影响因素分析*

ANALYSIS OF ERROR INFLUENCING FACTORS IN X-RAY DIFFRACTION STRESS

王贺权**¹ 张艳聪***¹ 刘元元²

(1. 沈阳航空航天大学 机电工程学院, 沈阳 110136)

(2. 丹东浩元仪器有限公司 技术开发部, 丹东 118009)

WANG HeQuan¹ ZHANG YanCong¹ LIU YuanYuan²

(1. College of Mechanical and Electrical Engineering, Shenyang Aerospace University, Shenyang 110136, China)

(2. Dandong Haoyuan Instrument Co. Ltd., Dandong 118009, China)

摘要 对 DST-17 型应力仪进行材料残余应力测量分析,通过对标准试样的测量比较,分析了 ψ 角个数、准直管直径及探测器种类对 X 射线衍射法应力检测测量误差的影响。实验结果表明: ψ 角个数对测量误差波动的影响较小,随 ψ 角个数的增加测量误差有小幅度减小最后趋于稳定;准直管直径对测量误差有较明显的影响,1 mm 直径准直管测量误差以及误差波动较大,2 mm 直径准直管的测量误差和 3 mm 直径准直管的测量误差基本相同。SDD 探测器的测量误差比线性阵列探测器的测量误差小一些,探测器的类型对误差的波动没有显著影响。

关键词 X 射线衍射法 探测器种类 ψ 角个数 准直管直径 测量误差

中图分类号 TH823

Abstract The errors of DST-17 stress meter were analyzed by using compared with standard sample. The experimental results indicated that the number of angles has little influence on the fluctuation of measurement errors, but the measurement errors decrease slightly and finally tend to be stable with the increase of the number of angles. However, the diameter of collimating tube has obvious influence on measurement error of residual stress. The measurement error and error fluctuation of 1 mm diameter collimating tube are large. The measurement error of 2 mm diameter collimating tube is basically the same as that of 3 mm diameter collimating tube. The measurement error of SDD detector is smaller than that of linear array detector. The type of detector has little effect on the error fluctuation.

Key words X-ray diffraction; Detector type; Number of angles ψ ; Diameter of collimator; Measurement error

Corresponding author: ZHANG YanCong, Email: 1643185569@qq.com

The project supported by the Aviation Science Foundation(No.2015zf54031).

Manuscript received 20190830, in revised form 20190911.

引言

在实际生产活动当中,残余应力会使零部件发生翘曲或扭曲变形,甚至开裂,从而影响零部件的服役寿命^[1]。因此在一些生产实际中零部件残余应力的检测成为了一个重要的环节。X 射线检测法具有理论严谨、方法成熟、测试简单高效、无损等特点,被广泛的运用于实际工程和实验测量中^[2-3]。然而在使用 X 射线衍射法进行残余应力测量时常会出现得到的应力值会与实际应力水平有或大或小的差别,即检测误差。

关于 X 射线衍射法应力检测误差,国内外学者做了大量的研究:祝鹏飞^[4]通过试验方法证明了背底的扣除、 $\varepsilon - \sin^2\psi$ 拟合曲线上离散点的删除以及对焦距的调整都会一定程度地影响检测的结果。马昌训等^[5]通过实验发现较长的曝光时间和适当的表面处理可以提高测试精度。何山等^[6]研究了电动抛光、手工砂纸抛光、电化学腐蚀抛光对残余应力检测的影响。

本文采用浩元仪器有限公司生产的 DST-17 型 X 射线应力仪对仪器测量误差进行实验研究,分析应力测量时 ψ 角个数、准直管直径以及探测器的类型对测

* 20190830 收到初稿, 20190911 收到修改稿。航空科学基金(2015zf54031)资助。

** 王贺权, 1973 年生, 男, 河北唐山市人, 沈阳航空航天大学教授, 博士, 主要研究方向为真空装备及涂层技术。

*** 张艳聪, 1994 年 9 月生, 男, 内蒙古乌兰察布市人, 汉族, 沈阳航空航天大学硕士研究生, 主要研究方向为机械设计及理论。

量误差的影响。

1 实验方法

1.1 测量方法

X 射线衍射法测定残余应力的主要方法有同倾法和侧倾法。同倾法是测量时扫描平面与 ψ 平面重合,同倾法又可分为同倾固定 ψ_0 法和同倾固定 ψ 法。本文仅在同倾固定 ψ 法下进行测量误差研究^[7-8]。

表 1 被测材料部分参数^[9]

Tab.1 Partial parameters of measured materials

材料 Material science	晶体结构 Crystal structure	辐射 Radiation	滤波片 Filter chip	衍射晶面 Diffraction plane	2θ	$\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}} \times 10^{-6}/$ MPa	$S_1^{\{hkl\}} \times 10^{-6}/$ MPa	$K \times 10^{-6}/$ MPa	$Z_0/\mu\text{m}$
铁素体钢及铸铁 Ferritic steel and cast iron	体心立方 Body centered cubic	CrK_α	V	211	156°	5.81	-1.27	-318	5.8

1.3 仪器准确性验证以及测量标样设置

首先使用零应力标样铁粉对仪器进行准确性检验。通过测量数据可知,同一测量条件下 20 次测量的误差均在 12 MPa 以内,可以认为实验设备稳定、可靠。

为了使测量的数据更具有说服力,在实验时,实验次数以及测量的标准样品要合理设置。本文实验样品及测量次数做如下设置:测量的标样钢应力值分别为 515 MPa、522 MPa、559 MPa、568 MPa、594 MPa。每次的测量误差为这五个标样的平均测量误差,重复测量次数为六次。

2 实验结果与分析

2.1 不同 ψ 角个数测量误差对比

测量方法为同倾固定 ψ 法,在实际应用中,线性阵列探测器的使用更为广泛,所以实验使用的探测器为线性阵列探测器,参数设置如下:步宽为 0.02 mm、

1.2 材料参数

测量及计算材料的残余应力时必要的被测材料部分参数如表 1 所示。表中部分参数意义如下, 2θ 为衍射角; $\frac{1}{2}S_2^{\{hkl\}}$ 、 $S_1^{\{hkl\}}$ 为 X 射线弹性常数; K 为应力常数; Z_0 为平均信息深度(即沿深度方向应力梯度假定为线性时的应力测量深度)。

测量时间为 15 s、准直管直径为 2 mm。 ψ 角的选取要满足 $\sin^2\psi$ 的间隔尽量相等^[10]。因此实验中 ψ 角个数以及 ψ 角的划分如表 2 所示。

表 2 ψ 角个数以及 ψ 角的划分

Tab.2 Number of angles and division of angles

ψ 角个数 Angular number	角度划分 Angle division								
2	0° 45°								
4	0° 24° 35° 45°								
6	0° 19° 27° 33° 39° 45°								
8	0° 16° 22° 28° 33° 37° 41° 45°								
10	0° 14° 20° 24° 28° 32° 35° 39° 42° 45°								

表 3 为不同 ψ 角个数测量误差对比,误差值服从正态分布,即 $X(\text{误差值}) \sim (\mu, \sigma^2)$, 其中 μ 为误差均值, σ 是标准差。根据表 3 绘制不同 ψ 角个数测量误差对比图,如图 1,表 3 所示。

表 3 不同 ψ 角个数测量误差对比

Tab.3 Error comparison of number of different angles

第(i)次测量 Measurement times	2 个角测量误差 Measurement error/MPa	4 个角测量误差 Measurement error/MPa	6 个角测量误差 Measurement error/MPa	8 个角测量误差 Measurement error/MPa	10 个角测量误差 Measurement error/MPa
1	8.1	7.5	6.9	3.3	3.3
2	8.8	8.2	4.4	4.5	7.0
3	7.6	5.8	5.8	6.4	5.5
4	8.5	6.9	4.2	5.3	5.8
5	6.6	5.8	3.3	6.2	4.6
6	8.6	8.9	7.9	5.3	5.1
标准差 Standard deviation	0.764	1.160	1.612	1.040	1.123
测量误差均值 Mean of measurement error/MPa	8.0	7.2	5.4	5.2	5.2

从图 1 可以看出,随着 ψ 角个数的增加,五个试

样的平均测量误差从 8 MPa 降低到了 5 MPa 左右。

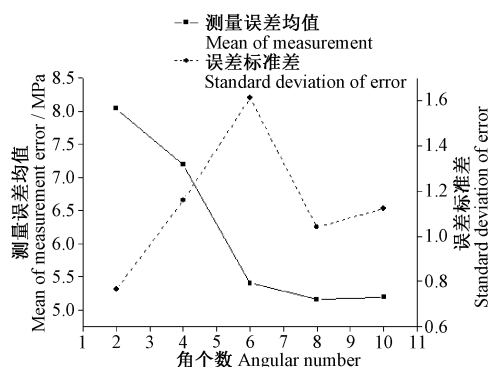
图1 不同 ψ 角个数测量误差对比

Fig.1 Error comparison of number of different angles

在 ψ 角个数增加至6、8、10的时候平均测量误差基本趋于稳定。测量误差的标准差随着 ψ 角个数的增加在较小的范围内变化,在 ψ 角个数为6的时候,测量误差的波动最大,标准差为1.612。但是从数值上来看,6个 ψ 角测量条件下的测量误差在3.3 MPa~7.9 MPa之间变化,误差的离散程度也并不高。

应力测量时,在得到原始数据之后,需要做 $\varepsilon - \sin^2\psi$ 图,因此可以理解,随着 ψ 角个数的增加,所得 $\varepsilon - \sin^2\psi$ 图的精度就会越高,得到的应力值就会越准确,当 ψ 角个数大于一定数量时测量误差的变化就会趋于稳定。实验结果与理论有较好的一致性。

因此可以得到如下结论, ψ 角个数的增加可以降低测量误差,当 ψ 角个数大于一定数量时平均测量误差会趋于稳定。 ψ 角个数对测量误差的波动的影响不太明显,在6个 ψ 角的测量条件下测量误差的波动最大,也仅仅在3.3 MPa~7.9 MPa之间变化。实际应力测量中 ψ 角个数应尽量设置多一些以减小测量误差。对于DST-17型X射线应力仪来说,在测量时,可以避免6个 ψ 角的设置,以防止测量误差的波动较大。

2.2 不同准直管直径测量误差对比

测量方法为同倾法,探测器为线性阵列探测器,步宽0.02 mm、测量时间15 s。 ψ 角个数为8个。准直管直径分别为1 mm、2 mm、3 mm。根据处理后的数据做准直管直径测量误差对比如表4所示,误差值同样服从正态分布,即 μ 为误差均值, σ 是标准差。

分析表4中数据:1 mm直径准直管应力测量的最大平均误差与最小平均误差差值为7.7 MPa,测量误差均值10.1 MPa,标准差为2.723;2 mm直径准直管应力测量的最大平均误差与最小平均误差的差值为3.5 MPa,测量误差均值为4.9 MPa,平均误差的标准差为1.069;3 mm直径准直管应力测量的最大平均误差与最小平均误差差值为6.2 MPa,测量误差均值5.8 MPa,平均误差的标准差为1.950。

可以看出1 mm的准直管的平均测量误差以及误

差的标准差都比较大,相对于2 mm准直管和3 mm准直管来说,测量误差较大且误差波动明显。所以在满足衍射强度的情况下,应避免使用1 mm准直管进行应力测量。

2 mm直径准直管和3 mm直径准直管的6次平均测量误差较为相近,在数值上只相差0.9 MPa。但是就误差的波动情况来说,3 mm直径准直管的误差波动比2 mm直径准直管的误差波动要明显一些。在理论上准直管直径越大,在应力测量时X射线照射的试样面积就越大,参与衍射的晶粒就会越多,从而测量值的波动就会越小,测量的数值就会更加稳定^[11]。对于DST-17型X射线应力仪来说,3 mm直径准直管的平均测量误差大于2 mm直径准直管的情况有待进一步研究。

表4 不同准直管直径测量误差对比

Tab.4 Error comparison of different collimator diameters

第 <i>i</i> 次测量 Measurement times	1 mm 准直管 测量误差 Measurement error/MPa	2 mm 准直管 测量误差 Measurement error/MPa	3 mm 准直管 测量误差 Measurement error/MPa
1	7.9	2.8	2.3
2	12.4	6.3	8.5
3	14.7	5.4	5.8
4	10.5	5.3	4.5
5	7.0	4.7	7.1
6	8.2	4.7	6.3
标准差 Standard deviation	2.723	1.069	1.950
测量误差均值 Mean of measurement error/MPa	10.1	4.9	5.8

因此,可以得到结论:准直管直径对测量误差以及误差波动有较大的影响。1 mm直径准直管测量误差以及误差波动较大,就测量的误差来说,2 mm直径准直管的测量误差和3 mm直径准直管的测量误差相比略小。在使用DST-17型X射线应力仪进行测量时,为得到更加准确的测量数值,应优先使用2 mm直径准直管。

2.3 线性阵列探测器和SDD探测器测量误差对比

测量方法为同倾固定 ψ 法,使用线性阵列探测器时设置参数如下:测量时间3 s、测量角度范围24°、峰位角155°、步宽0.02°;使用SDD探测器时设置参数如下:测量起始角度145°、终止角度165°、测量时间0.2 s、步宽0.02°;准直管直径均为2 mm。 ψ 角个数均为8个,角度分别是0°、16°、22°、28°、33°、37°、41°、45°。经数据处理后绘制不同探测器的测量误差对比表如表5所示,误差值服从正态分布, μ 为误差均值, σ 是标准

差。

从表 5 中的数据可以看出,线性阵列探测器的测量误差比 SDD 探测器的测量误差要大一些,线性阵列探测器的平均测量误差为 10.8 MPa,SDD 探测器的平均测量误差为 6.2 MPa。但两种探测器的平均测量误差均在 12 MPa 以内。线性阵列探测器的误差标准差是 2.220,SDD 探测器的误差标准差是 2.422,两种探测器多次测量误差的标准差基本相近,说明在多次测量中探测器的类型对误差的波动没有太大影响。SDD 探测器相比于线性阵列探测器来说测量误差较小的原因可能是:SDD 探测器的电容较小,在收集等能量电荷的情况下具有更高的电压,拥有着较高的能量分辨率^[12]。

表 5 不同探测器测量误差对比

Tab.5 Error comparison of different detectors

第 i 次测量 Measurement times	线阵探测器测量误差 Measurement error/MPa	SDD 探测器测量误差 Measurement error/MPa
1	12.3	9.3
2	10.6	9.2
3	14.1	4.0
4	7.9	6.2
5	11.6	5.3
6	8.1	3.0
标准差 Standard deviation	2.220	2.422
测量误差均值 Mean of measurement error/MPa	10.8	6.2

在实际的测量中,上述测量条件下两种探测器的衍射图谱强度基本相同时 SDD 探测器完成一次测量的时间约为 13.3 min,而线性阵列探测器的测量时间为 2 min 左右,SDD 探测器测量时间要远远大于线性阵列探测器的测量时间。所以线性阵列探测器在应力测量时具有测量高效的特点。

因此可以得到结论:SDD 探测器的测量误差要比线性阵列探测器的测量误差小一些;探测器的类型对误差的波动没有太大影响;线性阵列探测器的测量时间要比 SDD 探测器的测量时间短很多。在实际测量中如果对测量精度有严格要求应选择 SDD 探测器进行应力测量,若无特殊精度要求,建议采用线性阵列探测器进行应力测量。

3 结论

本文通过不同的参数以及硬件设置,在不同测量条件下对一组标准试样进行了多次应力测试,对测量误差进行对比分析,得到了如下结论:

1) ψ 角个数对测量误差的大小以及波动影响较小,随着 ψ 角个数的增加,测量误差从 8 MPa 降到了 5

MPa 左右,最后趋于稳定。实际测量中 ψ 角个数的选择可以根据实际的测量时间要求以及材料的特性进行选择。对于 DST-17 型 X 射线应力仪来说,在测量时尽量避免使用 6 个 ψ 角的设置,防止测量的误差波动较大。

2)准直管直径对测量误差有较明显的影响,使用 1 mm 直径准直管测量时测量误差较大,且误差的波动也较为明显。2 mm 直径准直管测量误差和 3 mm 直径准直管的测量误差相比略小,造成这一现象的原因有待进一步分析。使用 DST-17 型 X 射线应力仪进行应力测量时,应优先使用 2 mm 直径准直管。

3)SDD 探测器的测量误差较小但是测量时间较长,适合测量精度要求较高的情况下使用;线性阵列探测器的测量误差相对较大,但是测量时间短,测量高效,适合对测量精度没有严格要求的情况下使用。探测器的类型对误差的波动没有太大影响。

参考文献 (References)

- [1] 陈玉安. 铍材 X 射线残余应力无损测定原理和方法[D]. 重庆: 重庆大学, 2002:33-36.
CHEN YuAn.Principle and method of non-destructive determination of X-ray residual stress of beryllium [D]. Chongqing: Chongqing University, 2002:33-36 (In Chinese).
- [2] 姚 罡, 张 杰, 陆业航, 等. X 射线法测试钛合金结构件残余应力的适用性研究[J]. 航空制造技术, 2017, 533(14): 93-96.
YAO Gang, ZHANG Jie, LU YeHang, et al. Applicability of X-ray method for residual stress measurement of titanium alloy structural parts [J]. Aviation Manufacturing Technology, 2017 (14): 93-96 (In Chinese).
- [3] 张 杰, 付雪松, 刘崇远. X 射线衍射法测量残余应力的相对误差及不确定度评定[J]. 宇航材料工艺, 2018(4): 71-74.
ZHANG Jie, FU XueSong, LIU ChongYuan. Evaluation of relative error and uncertainty of residual stress measurement by X-ray diffraction [J]. Aerospace Material Technology, 2018 (4): 71-74 (In Chinese).
- [4] 祝鹏飞. X 射线检测 7N01 铝合金残余应力参数优化[D]. 西安: 西安交通大学, 2018:53-55.
ZHU PengFei. X-ray detection of residual stress parameters optimization of 7N01 aluminum alloy [D]. Xi'an: Xi'an Jiaotong University, 2018:53-55 (In Chinese).
- [5] 马昌训, 吴运新, 郭俊康. X 射线衍射法测量铝合金残余应力及误差分析[J]. 热加工工艺, 2010(24): 42-45.
MA ChangXun, Wu YunXin, GUO JunKang. X-ray diffraction method for residual stress measurement and error analysis of aluminum alloys [J]. Hot Processing Technology, 2010 (24): 42-45 (In Chinese).
- [6] 何 山, 邓贤远. 基于 X 射线衍射法的圆筒对接焊缝残余应力测试与分析[J]. 起重运输机械, 2019(8): 83-86.
HE Shan, DENG XianYuan. Measurement and analysis of residual stress in butt weld of cylinder based on X-ray diffraction method [J]. Lifting and Transportation Machinery, 2019 (8): 83-86 (In Chinese).

- Chinese).
- [7] 吕远锋, 杨辉伟. 接管法兰与筒体焊接裂纹分析及控制[J]. 中国石油和化工标准与质量, 2013(6):42-42.
- LV YuanFeng, YANG HuiWei. Analysis and control of welding cracks between nozzle flange and cylinder [J]. Standards and Quality of Petro China and Chemical Industry, 2013 (6): 42-42(In Chinese).
- [8] 陈玉安, 周上祺, CHEN Y A, 等. 残余应力 X 射线测定方法的研究现状[J]. 无损检测, 2001, 23(1):19-22.
- CHEN YuAn, ZHOU ShangQi, CHEN Y A, et al. Research status of X-ray residual stress determination methods [J]. Nondestructive Testing, 2001, 23(1): 19-22(In Chinese).
- [9] 王晓宇, 任丽萍, 徐星泓, 等. X 射线衍射法测定圆棒表面残余应力的影响因素[J]. 理化检验-物理分册, 2017(7):35-38.
- WANG XiaoYu, REN LiPing, XU XingHong, et al. Influencing factors of determining residual stresses on the surface of rods by X-ray diffraction [J]. Physical and Chemical Tests-Physical Pamphlet, 2017(7):35-38(In Chinese).
- [10] 孙建通, 李晓延, 张 亮, 等. 轧制铝合金的 X-射线法残余应力测试[J]. 焊接学报, 2017(1):26-29.
- SUN JianTong, LI XiaoYan, ZHANG Liang, et al. X-ray residual stress measurement of rolled aluminium alloy [J]. Transactions of the China Welding Institution, 2017 (1):26-29(In Chinese).
- [11] 王庆绥. 改进型 X 射线准直管[J]. 材料工程, 1997(7):40-40.
- WANG QingSui. Improved X-ray collimator [J]. Material Engineering, 1997 (7): 40-40(In Chinese).
- [12] 吴广国. 硅漂移探测器的研究[D].北京:北京师范大学,2009:65-72.
- WU GuangGuo. Research on silicon drift detector [D]. Beijing: Beijing Normal University,2009:65-72(In Chinese).