

2022-06-30发布

中华人民共和国工业和信息化部发布

2023-01-01实施

射线残余应力测定仪校准规范

Instrument Calibration Specification for Residual Stress Measurement by X-ray

中华人民共和国工业和信息化部

机械汽车行业计量校准规范

JJF（机械）1083-2022

JJF（机械）1083-2022

****

射线残余应力测定仪校准规范

Calibration Specification of Residual Stress Measurement Instrumentbyby X-ray

JJF（机械）1083-2022

归 口 单 位：中国机械工业联合会

主要起草单位：上海材料研究所

参加起草单位：爱派克测试技术（上海）有限公司

邯郸市爱斯特应力技术有限公司

昌宇应力技术（上海）有限公司

上海申力试验机有限公司

上海轴承技术研究所有限公司

上海交通大学

中国航发中传机械有限公司

本规范委托全国机械汽车专业计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：巴发海 潘海滨 吕克茂

参加起草人：白涛 李剑锋 郑程 李凯 孙明正 傅明 柴泽 王更杰

目录

[引言 II](#_Toc98418597)

[1 范围 1](#_Toc98418598)

[2 引用文件 1](#_Toc98418599)

[3 概述 1](#_Toc98418600)

[4 计量特性 2](#_Toc98418601)

[4.1 一般要求 2](#_Toc98418602)

[4.2 光路对中性偏差 3](#_Toc98418603)

[4.3 示值误差及示值重复性 3](#_Toc98418604)

[5 校准条件 3](#_Toc98418605)

[5.1 环境条件 3](#_Toc98418606)

[5.2 校准项目和标准器及配套设备 3](#_Toc98418607)

[6 校准项目和校准方法 4](#_Toc98418608)

[6.1 一般要求 4](#_Toc98418609)

[6.2 光路对中性 4](#_Toc98418610)

[6.3 2θ角校准 4](#_Toc98418611)

[6.4 零应力校准 4](#_Toc98418612)

[6.5 高应力校准 5](#_Toc98418613)

[7 校准结果表达 5](#_Toc98418614)

[8 复校时间间隔 6](#_Toc98418615)

[附录 A 零应力粉末参考样品的制备 7](#_Toc98418616)

[附录 B 四点弯系统的结构和技术要求 8](#_Toc98418617)

[附录 C 校准证书内页信息及格式 9](#_Toc98418618)

[附录 D 高应力示值误差校准结果的测量不确定度评定 12](#_Toc98418619)

引言

JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》、JJF1130-2005《几何量测量设备校准中的不确定度评定指南》、JJF1094-2002《测量仪器特性评定》，共同构成支撑本校准规范制定工作的基础性系列规范。

规范编制中参考了以下文件中关于应力测试仪器校准的内容：GB/T7704-2017《无损检测 X射线应力测定方法》和JB/T 9394《X射线应力测定仪 技术条件》。

本规范为首次发布。

射线残余应力测定仪校准规范

# 范围

本规范适用于按照GB/T 7704-2017测定残余应力用的X射线衍射应力仪的校准，衍射仪作为应力仪也可参照使用。

注：人体的任何部位暴露在X射线下都会对健康造成伤害。因此，无论何时使用X射线设备，都必须采取足够的预防措施来避免操作者和附近的任何其他人受到辐射伤害。

# 引用文件

本规范引用下列文件：

GB/T 7704 无损检测 X射线应力测定方法

JB/T 9394 无损检测仪器 X射线应力测定仪技术条件

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的秀订单）适用于本规范。

# 概述

* 1. 基本要求

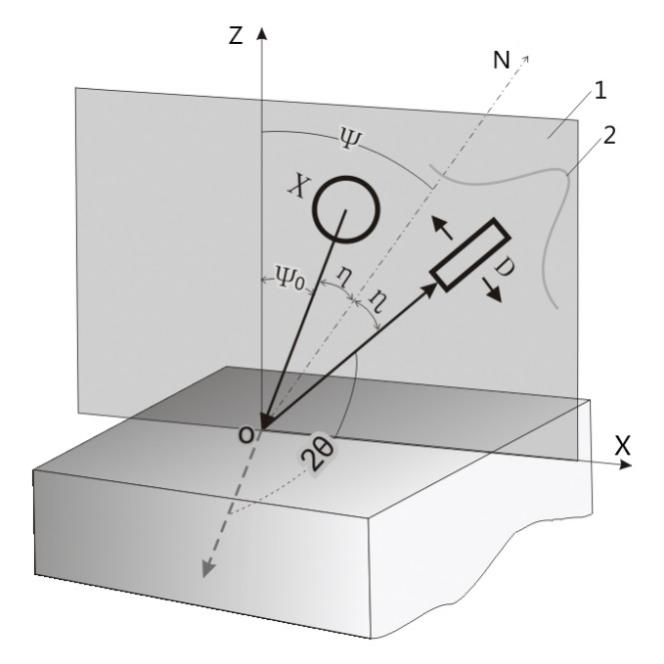
射线衍射法应力测定仪器应满足如下基本要求：

1. 应包括射线管和探测器，应具备确定角、改变角和在一定的范围自动获得衍射曲线的功能；
2. 应能实现GB/T 7704-2017所列测定方法之一，或兼容多种方法，满足相关的角度范围要求和整机测试精度；
3. 软件具备确定衍射峰位多种定峰方法，具备数据处理和计算应变或/和应力值的功能；
4. 根据其辐射剂量的大小，仪器应具有合适的射线防护设施。
   1. 设备组成

衍射应力仪主要组成包括：

1. X射线源；
2. 测角仪；
3. 探测器；
4. 数据收集和处理的软件系统；
5. 设备本体安全自锁装置，软件应具备开启和关闭X射线的功能。

应力仪几种主要测试方法的结构布局示意图见图1、图2和图3。示意图中描述了试样表面法线、应力方向、衍射晶面方位角 ，入射角、衍射角、衍射晶面法线N、 角、应力方向平面等参量之间的位置关系。



说明：

——试样表面测试点；

——点试样表面法线；

——射线管；

——射线探测器；

——射线入射角；

——衍射角；

——衍射晶面方位角；

——衍射晶面法线，入射线与衍射线夹角平分线；

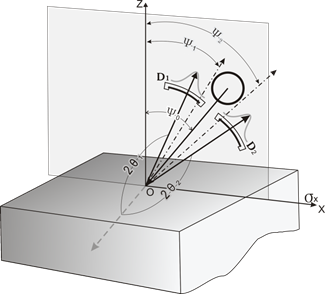
—— ；

——应力方向；

——应力方向平面（平面）暨扫描平面（平面）；

——衍射峰。

1. 射线应力分析的主要角度关系暨同倾固定法示意图



说明：

OZ ——O点试样表面法线；

OX ——应力方向；

*Ψ*0——X射线入射角；

D1  ——左线阵探测器；

*2θ*1 ——左线阵探测器测得的衍射角；

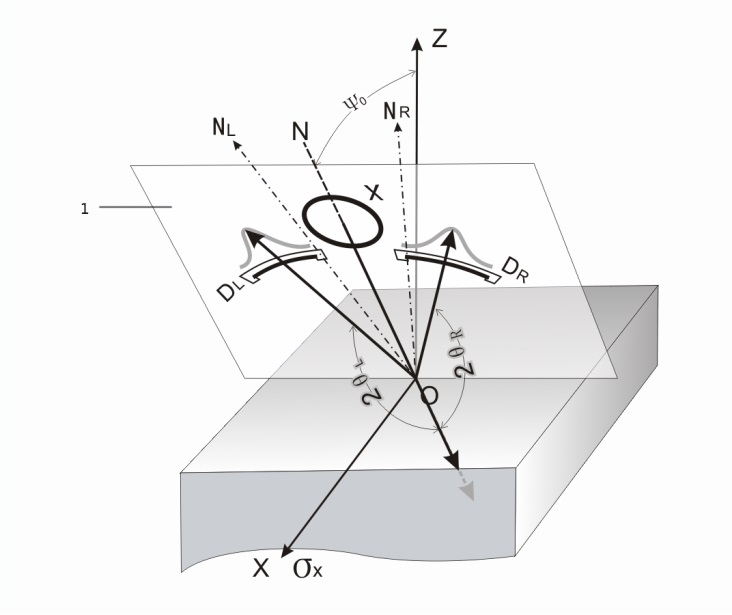
*Ψ*1——2*θ*1对应的衍射晶面方位角；

D2  ——右线阵探测器；

2*θ*2——右线阵探测器测得的衍射角；

*Ψ*2 ——2*θ*2对应的衍射晶面方位角。

1. 同倾固定*Ψ*0法（双线阵探测器ω法）示意图



说明：

OZ ——O点试样表面法线；

OX ——应力方向；

1 ——2*θ*平面；

X ——X射线管；

DL ——左探测器；

DR ——右探测器；

*NO* ——入射线；

*2θL* ——左探测器测得的衍射角；

*2θR* ——右探测器测得的衍射角；

*ONL*  ——左衍射晶面法线（对应于*2θL*）；

*ONR* ——右衍射晶面法线（对应于*2θR*）。

1. 双线阵探测器侧倾法（修正χ法）示意图

# 计量特性

## 一般要求

X射线管的电压、电流最大值应符合仪器制造商的技术条件。

设备应按照检测目的要求配置不同靶材（例如Ag、Co、Cr、Cu、Fe、Mo、Mn、W等）的X射线管。当靶元素的原子序数Z＜40时，滤波材料的原子序数为Z-1。当靶元素的原子序数Z＞40时，滤波材料的原子序数为Z-2。

管式准直器几何形状可为圆管或矩形。

X射线探测器接收反射线的2θ角范围：一般上限应不小于168°，下限应不大于143°。

入射角（）范围：一般下限不应大于-15°，上限不应小于45°。

仪器具有的测试方法与参数范围等配置应符合GB/T 7704-2017 6.1~6.5的要求。

## 光路对中性偏差

X射线管辐照中心与X射线管回转中心之偏差应不大于0.5mm。

探测器回转中心与辐射管回转中心偏差应不大于0.5mm。

## 示值误差及示值重复性

在稳定测试条件下进行多次测试，仪器2θ角的测量示值误差和示值重复性、零应力参考样品（标准器）以及拉应力及压应力范围内应力测试结果的示值误差和示值重复性要求见表1。

表 1最大允许示值误差及示值重复性

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | 示值误差 | 标准偏差 |
| 2θ角/° | 0.04 | 0.002 |
| 零应力参考样品/MPa | ±14（平均值） | 7 |
| 拉应力及压应力/MPa | ±51 | 21 |

# 校准条件

## 环境条件

### 环境温度：10℃～40℃。

### 空气相对湿度：不大于75%。

### 实验室内应无灰尘、腐蚀和超温环境等影响计量特性的因素。

## 校准项目和标准器及配套设备

校准项目和标准器及配套设备见表1。

标准器及配套设备应定期检定。设备的机械或者电子器件有重要变化之后，也应对设备重新进行检定或校准。

检定或校准过程应保持仪器关键参数的稳定一致（如靶、电压、电流、准直管等）。

表2校准项目和标准器及配套设备

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 校准项目 | 标准计量器具 |
| 1 | 光路对中性 | X射线荧光板（面积不小于10 mm x20mm）、游标卡尺（精度0.02mm）、经纬仪（误差≤2”） |
| 2 | 2θ角 | 零应力还原铁粉（CrKα α-Fe（211） ，示值误差≤±0.025°） |
| 4 | 零应力 | 零应力还原铁粉（示值误差≤±14MPa） |
| 5 | 高应力（含拉应力与压应力） | 四点弯测试系统（精度1级） |

零应力（无应变）还原铁粉的制备方法参见附录A。

四点弯系统的结构和技术要求见附录B。对于自动加载力系统，使用前应对其力值进行校准。对于贴应变片以应变来间接计算应力的系统，应对应变测试系统进行校准。

# 校准项目和校准方法

## 一般要求

应按照4.1对仪器进行测试方法与基本参数核查，确认仪器的配置符合GB/T 7704的要求。

校准前，允许采用仪器自带软件对仪器的光路和校准所用角度进行修正。

调节测角仪的旋转机构，观察探测器的扫描范围（2θ）、 入射角（）的选择范围，应满足4.1的要求。

## 光路对中性

预热稳定后，开启应力仪，启动软件，将X射线光斑的荧光屏置于测角仪的回转中心位置。

分别设置为0°和45°，用卡尺测量荧光屏上X射线辐照中心与X射线管回转中心的偏差。X射线管回转中心可采用投影法确定。

用**经纬仪测量**探测器回转中心与辐射管回转中心之偏差。

## 2θ角校准

### 示值误差

采用零应力铁粉做参考样品（附录A）对2θ角进行校准。也可采用具有稳定衍射角度的其它标准物质。对Cr*Kα1*， Fe的标准2θ=156.084°。

稳定测试条件下， 对指定的2θ角连续测量10次获得10个测量结果，与标准衍射角比对计算出每次衍射角的偏差，以10次衍射角的最大偏差值作为校准结果。

### 示值重复性

利用6.3.1的测量结果，按照公式（1）计算标准偏差，以标准偏差作为校准结果。

（1）

式中：

--2θ单次测量值的标准偏差；

--2θ单次测量值；

--2θ平均测量值；

*n*-测量次数。

## 零应力校准

### 示值误差

对零应力铁粉，可选用CrKα 辐射和α-Fe{211} 晶面。在不调整试样位置的情况下，使用仪器通常采用的方法连续进行10次应力测量，包括适用的正负ψ倾斜。计算10次应力测试结果的平均值。

### 示值重复性

利用6.4.1的测量结果，按照公式（2）计算标准偏差，以标准偏差作为校准结果。

（2）

式中：

--单次应力测量值的标准偏差；

--单次应力测量值；

--应力平均测量值；

*n*-测量次数。

## 高应力校准

### 拉应力校准

试样安装在四点弯曲加载装置上，调整四点弯系统支撑点（圆柱）位置，使其满足加载后测试表面为拉应力状态。启动装置，使各支点与试样相接触。调整预加载力值P，使待测样品表面应力为零（置零）。

按仪器操作规范选择合适的准直管，调整应力仪聚焦位置（试样中心区域）。预热应力仪，调整参数准备进行应力测试。

逐步加载试验力P，使被加载试样表面拉应力显示在100MPa〜200 MPa之间作为第1个校准点。开启应力仪进行测试，每个设置应力点重复测试10次，每次同时记录被校应力仪显示示值和加载装置显示示值，此二者的差值即为示值误差，以10次重复测试的平均值和设置值之差作为该应力区间的证书示值误差校准结果。

然后标准器调整加载的试验力至下一个校准点继续测量（不回零）。各校准点区间应力间隔不应大于200MPa。最大拉应力应小于被加载材料屈服强度的1/2。

整个测试过程中应力仪相关设置参数应保持不变（如2θ角和ψ角等），全程至少测试3档应力范围（即3个均布校准点），记录并分别给出示值误差，并按照公式（2）分别计算标准偏差。校准结果给出不同校准点的示值误差和标准偏差。

### 压应力校准

调整系统支撑点（圆柱）位置，使其满足加载后测试表面为压应力状态。然后，按照6.5.1的步骤进行压应力校准。

## 测试方法的选择

当应力仪具备多种测量方法时，应按照6.4和6.5的步骤分别实施校准。

# 校准结果表达

校准证书至少应包括以下信息：

1. 标题：“校准证书”；
2. 实验室名称和地址；
3. 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
4. 证书的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
5. 客户的名称和地址；
6. 被校对象的描述和明确标识；
7. 进行校准的日期；
8. 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
9. 校准过程参数；
10. 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
11. 校准环境的描述；
12. 校准结果及其测量不确定度的说明；
13. 对校准规范的偏离的说明；
14. 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
15. 校准结果仅对被校对象有效的声明；
16. 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

校准记录及证书内页信息格式参见附录C。

应力仪的测试结果影响因素众多，多数较难进行准确的量化，因此，校准结果推荐给出基于统计结果的不确定度。不确定度评定实例见附录D。

# 复校时间间隔

仪器复校时间间隔建议1年，如果仪器经维修、更换重要部件或对仪器性能有怀疑时，应随时校准。由于复校时间间隔的长短是由设备质量、使用频率、维修保养情况、使用者等诸因素所决定的，因此，送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

1. 透检验参考试块裂纹宽度校准结果的测量不确定度评定

零应力粉末参考样品的制备

* 1. 粉末材料

零应力的参考样品一般使用细晶粒度（10~40μm）并具有足够衍射强度的还原铁粉,必要时可以对粉末进行真空退火处理，以减小衍射峰的宽化效应。极细的粉末也被证明会产生谱线加宽，从而抑制 Ka 双峰的分辨率。

* 1. 粘合剂

可选用10%丙酮稀释的硝酸纤维素作为合适的无定形粘合剂，也可以使用凡士林作为无定形粘合剂快速制备临时样品。也可采用GB/T 7704附录C.2.1推荐的其它方法。

* 1. 制备方法

制备零应力参考样品，通常使用一个平坦的无晶体基底（如玻璃盘），采取以下方法制备：

将几滴稀释后的硝酸纤维素溶液滴在干净的显微镜载玻片或样品托盘中，然后将粉末撒入粘合剂中。粉末可以用第二个显微镜载玻片铺展和平整。当通过交替用粘合剂溶液润湿和用第二张载玻片擦拭产生均匀平坦的表面后，将样品放在一边并让其干燥几个小时。过量的粘合剂可能会导致其从显微镜载玻片表面剥离。可用丙酮重新润湿表面并重新干燥消除。

也可以将少量凡士林放在一张显微镜载玻片的表面，然后将其压在第二张载玻片上，将凡士林挤出成均匀的平面薄膜。用擦拭动作取出第二张显微镜载玻片，注意保持凡士林表面层薄而平坦。将涂有凡士林的载玻片与垂直线成一个大角度，从载玻片上方足够高的位置喷洒还原铁粉，使粉末撞击涂层表面并粘附或散掉。注意不要让粉末堆积并堆积在表面上。

制备的试样表面尽可能平整、清晰。

1. 渗透检验参考试块裂纹长直径校准结果的测量不确定度评定

四点弯系统的结构和技术要求

* 1. 四点弯系统的结构

四点弯系统一般由四点弯模块、自动加载模块、控制（力）与监测模块（力和或应变）等三部分构成。四点弯模块通过调整支点位置可实现加载后在测试段试样表面产生拉应力或压应力。加载模块应具备自动加载力功能，通过调整加载力的大小实现测试表面的应力变化。加载力精度MPE：≤1% 。

对于采用贴应变片监测应力的四点弯系统，宜采用A级应变片。应变片的粘贴位置试样的表面应清洁无污物和锈斑，粘贴时保证应变片轴线与应力方向重合，并粘贴牢固。同时，应变片应采取防潮保护措施。正式测量前应预先加载几次，以减小机械滞后的影响。

应变片的使用周期一般不超过1年。

* 1. 试样

试样材料建议采用40Cr钢，经过调质和充分退火处理，推荐在保护气氛中进行充分的退火，表面去除氧化层，粗糙度达到GB/T 7704-2017要求，并进行电解抛光。采用薄板试样，建议试样尺寸（106±1）mm×（19±0.5）mm×（1.5±0.1）mm。试样表面粗糙度宜不大于Ra0.7μm，必要时也可对测试部位表面做电解抛光和涂敷保护膜处理（如706胶等）。

1. 校准证书内页信息及格式

校准记录及证书内容

* 1. 推荐的校准记录格式（供参考）见表C.1

表C.1校准原始记录

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 委托方 |  | | | | | | |
| 校准日期 |  | | 校准地点 | | |  | |
| 环境温度 | ℃ | | 相对湿度 | | | % RH | |
| 证书编号 |  | | 原始记录编号 | | |  | |
| 仪器型号/编号 |  | | 生产厂家 | | |  | |
| 校准依据 |  | | | | | | |
| 靶材 |  | | 滤波片 | | |  | |
| 应力仪类型 |  | | | | | | |
| 探测器类型 |  | | | | | | |
| 测角仪类型 |  | | | | | | |
| 主要计量器具 | 名称 | 型号规格 | | 精度等级 | 编号 | | 有效期至 |
|  |  | |  |  | |  |
|  |  | |  |  | |  |
|  |  | |  |  | |  |
|  |  | |  |  | |  |
| 校准过程仪器参数 | 电压： | 电流： | | 准直管： | 滤波片： | | 其它： |
| 1.2θ角校准 | | | | | | | |
| 示值误差/（°） |  | | 示值重复性/（°） | | |  | |
| 2.光路对中偏差／mm |  | | | | | | |
| 3.零应力参考样品校准 | | | | | | | |
| 校准结果／MPa： |  | | | | | | |
| 5.拉应力校准 | | | | | | | |
| 应力设置／MPa： | 应力1: | | 应力2: | | | 应力3: | |
| 校准结果／MPa： |  | |  | | |  | |
| 6.压应力校准 | | | | | | | |
| 应力设置／MPa： | 应力1: | | 应力2: | | | 应力3: | |
| 校准结果／MPa： |  | |  | | |  | |

* 1. 推荐的校准证书内页参考格式见表C.2。

表C.2校准证书内页格式

证书编号：

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 校准依据 |  | | | | |
| 校准所使用的测量标准 | 名称 | 测量范围 | 不确定度/准确度等级 | 校准证书编号 | 证书有效期 |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |

**校准结果**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 校准项目 | 技术要求 | 校准结果 |
| 1 | 2θ角 | 示值误差≦0.04°  标准偏差≦0.002° |  |
| 3 | 光束对中性 | ±0.5mm |  |
| 4 | 零应力 | 示值误差≦14 MPa  标准偏差≦7 MPa |  |
| 5 | 拉应力 | 示值误差≦21 MPa  标准偏差≦14MPa |  |
| 6 | 压应力 | 示值误差≦21 MPa  标准偏差≦14MPa |  |

以下空白

校准： 审核：

1. 校准证书内页信息及格式

高应力示值误差校准结果的测量不确定度评定

* 1. 概述

应力仪的校准项目中均为直接测量，采用标样及仪器自带软件进行直接测量，取多次测量的统计结果作为测量结果。本附录以仪器拉应力校准示值误差作为示例，对其进行测量不确定度评定。其他校准项目可参照本附录做类似评定。

* 1. 测量方法

拉应力测试：调整应力测量标准装置（四点弯曲装置）的加载载荷，使标准器试样工作表面产生拉应力（设校准点应力值为300MPa）。使用被校应力仪对试样表面进行测量，被校仪器屏幕显示的应力值与应力测量标准装置上的应力标准值之差即为该校准点的应力示值误差。在测试过程中应保证标准器试样变形在弹性范围内。

* 1. 测量模型

由测量方法可得到测量模型为：

（D.1）

式中：

——应力示值误差，MPa；

——应力，MPa；

——应力仪测得试样表面应力，MPa。

* 1. 测量不确定度来源

根据测量方法可知，应力测量结果的不确定度来源主要有测量重复性引入的不确定度分量和高应力标准装置（四点弯系统）引入的不确定度分量。

* 1. 不确定度传播率

根据测量模型和不确定度来源分析，可得合成标准不确定度的传播率表达式为：

（D.2）

式中：

——合成标准不确定度，MPa；

、、——灵敏度系数，根据测量模型可知：

——由测量重复性引入的标准不确定度分量，MPa；

——由四点弯装置引入的标准不确定度分量，MPa。

* 1. 标准不确定度评定

D.6.1 由测量重复性引入的不确定度分量

设应力值校准点为300MPa，在重复测量条件下，对试样表面应力进行10次重复测量。得到结果为：310 MPa,303 MPa,309 MPa,299 MPa,304 MPa,303 MPa,295 MPa,298 MPa,304 MPa,314 MPa，由6.4公式（2）计算得到s=5.820MPa。实际测量中，只进行一组10次测量，则测量重复性引入的不确定度分量为：

D.6.2由高应力标准装置（四点弯曲系统）引入的不确定度分量

四点弯曲示意图如图D.1所示。根据测量方法可知，四点弯曲系统引入的不确定度主要来源有：施加载荷、跨距、试样宽度、试样厚度以及试样本身的残余应力。板试样表面应力如公式D.3所示。

手机屏幕截图

描述已自动生成

图 D.1四点弯曲示意图

（D.3）

式中：

——最大应力，MPa；

——施加载荷，N；

——跨距，mm；

——试样宽度，mm；

——试样高度，mm；

——试样自身表面残余应力。

施加载荷分量、跨距分量、试样宽度分量、试样厚度分量以及试样自身存在的应力分量互不相关，由不确定度传播率可得高应力标准装置（四点弯曲系统）引入的不确定度分量合成标准不确定度：

各个分量灵敏度系数：

带入

得：

D.6.2.1加载力引入的不确定度分量：

加载力最大允许误差±1%，则不确定度区间半宽度为1%，按B类评定，服从均匀分布，，则相对不确定度：

标准不确定度

D.6.2.2跨距、试样宽度、厚度等尺寸测量引入相对不确定度分量

测量每个尺寸应精确到±0.5%，同样按B类评定，相对不确定度：

标准不确定度

D.6.2.3试样自身存在应力引入不确定度分量

试样未加载时允许的最大应力为14 MPa，同样按B类评定：

D.6.2.4四点弯曲系统引入的标准不确定度分量

标准不确定度

* 1. 合成标准不确定度

标准不确定度分量汇总表见表D.1。

表D.1标准不确定度分量汇总表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准不确定度分量 | 不确定度来源 | 分类 | 标准不确定值 | 灵敏度系数 |  |
| 1 |  | 测量重复性 | A |  | 1 |  |
| 2 |  | 四点弯系统 | B |  | -1 |  |

合成标准不确定度为：

* 1. 扩展标准不确定度

应力测量结果近似为正态分布，包含因子，则扩展不确定度为：