

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2015.02.16

硬度法测定渗氮层深度结果的测量 不确定度评定

刘松^{1,2}

(1. 中航金城南京机电液压工程研究中心, 江苏 南京 211106;

2. 南京航空航天大学 材料科学与技术学院, 江苏 南京 210016)

摘 要: 主要以综合评定法对硬度法测定渗氮层深度结果的测量不确定度来源进行了分析, 分别讨论了硬度法测定总渗氮层和有效渗氮层深度由于界限硬度值要求不同, 导致引入的标准不确定度分量不同, 并对每个标准不确定度分量进行了评定。结果表明: 在相同试验条件和方法下, 硬度法测定总渗氮层深度结果测量不确定度明显小于硬度法测定有效渗氮层深度结果测量不确定度。其原因在于试验测定结果重复性引入的标准不确定度分量是硬度法测定总渗氮层深度结果测量不确定度主要来源; 而硬度法测定有效渗氮层深度结果测量不确定度主要来源却是由计算模型中插入的界限硬度值引入的。另外, 采用硬度法测定深度, 应注意硬度计工作台移动的分度值和垂直度偏差对测量结果的影响。

关键词: 测量不确定度; 硬度法; 总渗氮层; 有效渗氮层

中图分类号: TB93

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2015)02-0062-05

Evaluation of Measurement Uncertainty for Nitrided Case Depth with Hardness Method

LIU Song^{1,2}

(1. AVIC Nanjing Engineering Institute of Aircraft Systems, Nanjing 211106, China;

2. College of Material Science and Technology, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China)

Abstract: The sources of measurement uncertainty for nitrided case depth with hardness method are analyzed. Moreover, the measurement uncertainty of nitrided case depth is evaluated in detail by synthetic evaluation method. The influences of boundary Vickers hardness value on evaluation of measurement uncertainty for nitrided case depth with hardness method are emphasized in the study. The results show that measurement uncertainty of the whole nitrided case depth is significantly less than the effective nitrided case depth in the same test condition and method. The reason is that the uncertainty component introduced by test repeatability of measurement results is the main sources for the whole nitrided case depth measurement uncertainty; however, the main sources for the effective nitrided case depth measurement uncertainty are introduced by the boundary Vickers hardness values. The influence of indexing table and verticality deviation movement on the measurement results should be considered when evaluating measurement uncertainty for nitrided case depth with hardness method.

Key words: measurement uncertainty; hardness method; whole nitrided case; effective nitrided case

0 引言

众所周知, 对材料的任何特征性参量进行检测或测量时, 不管方法和仪器设备如何完善, 其测量结果, 始终存在着不确定性。这种不确定性, 长期以来是使用误差来描述的。然而, 误差是不能准确得到的, 即

误差必然存在着相当的不确定度^[1]。硬度法测定渗氮层深度是理化检测渗氮层深度的一个主要方法, 虽然测定的结果是深度, 但应用的手段却是依靠硬度值的梯度变化^[2]。目前, 国内对该方面测定结果不确定度评定研究还未见报道。本文以综合评定法对硬度法测定渗氮层深度结果的不确定度来源进行了分析, 并对每个标准不确定度分量进行了评定。根据评定结果, 可得出硬度法测定总渗氮层和有效渗氮层深度由于界限硬度值要求不同引入的标准不确定度分量也不同的结论, 并由此明确了影响测量不确定度的主要来源。

收稿日期: 2014-09-01; 修回日期: 2014-12-03

作者简介: 刘松(1979-), 男, 高级工程师, 硕士, 主要从事金相与失效分析工作。

1 实验条件及方法

仪器：维氏硬度计；环境条件：温度 26℃，相对湿度 57%；测定对象：38CrMoAlA 钢渗氮样品；测定内容：总渗氮层深度和有效渗氮层深度。方法简述：根据 GB/T 11354 - 2005《钢铁零件渗氮层深度测定和金相组织检验》规定的方法，采用经计量部门检定合格、满足 GB/T 4340.2 - 2009《金属材料维氏硬度试验第 2 部分硬度计的检验》要求的维氏硬度计对样品进行渗氮层深度测定。试验结果由 5 名试验人员，在相同试验条件下(载荷 1.96 N)，每人测定 3 组数据，共 15 个数据。按照 GB 4340.1 - 2009《金属材料维氏硬度试验第 1 部分试验方法》规定，对样品硬度值在 500 HV 左右处进行硬度测试(载荷 1.96 N)。试验结果由 5 名试验人员，每人测试 5 个数据，共 25 个数据。

2 建立数学模型

硬度法测定渗氮层深度的数学模型为

$$D_N = nd + \frac{(H_n - H)d}{H_n - H_{n+1}} \tag{1}$$

式中： d 为试验设定的相邻点间距离，mm； H 为界限硬度值，HV； H_n 为第 n 点硬度值，且该点硬度大于界限硬度值，HV； H_{n+1} 为第 $n + 1$ 点硬度值，该点硬度小于或等于界限硬度值，HV。

3 测量不确定度评定

3.1 不确定度来源分析

硬度法测定渗氮层深度结果不确定度的主要来源：试验测定结果重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(D_N)$ ，此分量中包括了试样材质的不均匀性、人员操作、试样加工等因素；维氏硬度计误差引入的标准不确定度分量 $u_2(D_N)$ ；数值修约引入的标准不确定度分量 $u_3(D_N)$ ；界限硬度值引入的标准不确定度分量 $u_4(D_N)$ 。

3.2 标准不确定度分量的评定

3.2.1 试验测定结果重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(D_N)$

由于样品的均匀性，试样制备、不同人员及同一个人多次的操作等因素存在着差异，它们引入的标准不确定度分量 $u_1(D_N)$ 可用 A 类方法进行评定。在本评定中，由岗位上的 5 个人员，在相同条件下，每人对同一样品，在同一台维氏硬度计上，使用同一方法(相邻测试点间距 0.1 mm，试验载荷均 1.96 N)，测定

3 组数据。硬度法测定总渗氮层深度结果和试验重复性评定数据，见表 1；硬度法测定有效渗氮层深度结果和试验重复性评定数据，见表 2。

表 1 硬度法测定总渗氮层深度结果和试验重复性评定数据

测试人员	总渗氮层：比基体硬度高 50 HV 为界限硬度值/mm			平均值 /mm	样本标准差 s_j /mm
	1	2	3		
1	0.36	0.35	0.37	0.36	0.010
2	0.37	0.36	0.36	0.36	0.007
3	0.37	0.36	0.37	0.37	0.007
4	0.38	0.36	0.38	0.37	0.012
5	0.35	0.36	0.38	0.36	0.016

从表 1 中数据得出标准差平均值 $\bar{s}$ 为

$$\bar{s} = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^m s_j = 0.010(\text{mm}) \tag{2}$$

式中： j 为测试人员序号； s_j 为样本标准差； m 为参与硬度法测定总渗氮层深度的人数。

合并样本标准偏差 s_p 为

$$s_p = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^m s_j^2}{m}} = 0.011(\text{mm}) \tag{3}$$

重复性所引入的标准不确定度分 $u_1(D_N)$ 为

$$u_1(D_N) = \frac{s_p}{\sqrt{n}} = 0.064(\text{mm}) \tag{4}$$

式中： n 为每人应用硬度法测定总渗氮层深度的次数。

表 2 硬度法测定有效渗氮层深度结果和试验重复性评定数据

测试人员	有效渗氮层：以 513 HV 为界限硬度值/mm			平均值 /mm	样本标准差 s_j /mm
	1	2	3		
1	0.26	0.27	0.28	0.27	0.010
2	0.28	0.28	0.28	0.28	0.000
3	0.28	0.27	0.28	0.28	0.007
4	0.30	0.27	0.29	0.29	0.016
5	0.26	0.37	0.30	0.28	0.021

依表 2 中数据，根据公式(2)得出标准差平均值 $\bar{s}$ 为 0.011 mm；根据公式(3)得合并样本标准偏差 s_p 为 0.019 mm；根据公式(4)得重复性所引入的标准不确定度分 $u_1(D_N)$ 为 0.011 mm。

3.2.2 维氏硬度计误差引入的标准不确定度分量 $u_2(D_N)$

试验测试用维氏硬度计经检定合格，工作台位移

(X 向、 Y 向) 分度值 0.01 mm , 工作台移动(X 向、 Y 向) 垂直度偏差 3° 。

工作台位移(X 向、 Y 向) 分度值服从均匀分布, 则

$$u_{21}(D_N) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{0.01}{2\sqrt{3}} = 0.0029(\text{mm}) \quad (5)$$

工作台移动(X 向、 Y 向) 垂直度偏差服从投影分布^[3]:

$$\text{最大偏差} \quad \Delta = (1 - \cos\alpha) D_N \quad (6)$$

$$u_{22}(D_N) = \frac{3\Delta}{10} \quad (7)$$

总渗氮层($D_N = 0.36 \text{ mm}$) 工作台移动(X 向、 Y 向) 垂直度偏差引入的不确定度为

$$u_{22}(D_N) = 3D_N(1 - \cos 3^\circ)/10 = 0.00015(\text{mm}) \quad (8)$$

有效渗氮层($D_N = 0.28 \text{ mm}$) 工作台移动(X 向、 Y 向) 垂直度偏差引入的不确定度为

$$u_{22}(D_N) = 3D_N(1 - \cos 3^\circ)/10 = 0.00012(\text{mm}) \quad (9)$$

测定总渗氮层深度时维氏硬度计误差引入的不确定度分量为

$$u_2(D_N) = \sqrt{u_{21}(D_N)^2 + u_{22}(D_N)^2} = 0.002904(\text{mm}) \quad (10)$$

测定有效渗氮层深度时维氏硬度计误差引入的不确定度分量为

$$u_2(D_N) = \sqrt{u_{21}(D_N)^2 + u_{22}(D_N)^2} = 0.002902(\text{mm}) \quad (11)$$

3.2.3 数值修约引入的标准不确定度分量 $u_3(D_N)$

按 GB/T 11354-2005《钢铁零件渗氮层深度测定和金相组织检验》规定, 硬度法测定渗氮层深度以毫米为单位, 保留小数点后 2 位。因此, 修约间隔 δ 为 0.01 mm , 服从均匀分布, 故数值修约引入的标准不确定度分量为:

$$u_{21}(D_N) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{\delta}{2\sqrt{3}} = 0.0029(\text{mm}) \quad (12)$$

3.2.4 界限硬度值引入的标准不确定度分量 $u_4(D_N)$

总渗氮层深度和有效渗氮层深度的主要区别在于判定渗层深度的界限硬度值不同。总渗氮层深度的判定方法是: 在距离表面约 3 倍渗氮层深度处测的硬度值作为实测的基体硬度值, 从试样表面测至比基体硬度值高 50 HV 为界限硬度值^[2]; 有效渗氮层深度的判定方法则是: 以 513 HV 为界限硬度值^[2]。

测定总渗氮层深度的界限硬度值, 是以“比基体硬度值高 50 HV”为界限硬度值。因而在整个测定渗氮层深度过程中, 由于操作者、设备、环境等引入的界限

硬度值的误差基本上与测定各硬度点, 尤其是界限硬度值所处区间的两点硬度值引入的误差基本相同。根据硬度法测定渗氮层深度的数学模型可知, 该界限硬度值作为插入值, 计算总渗氮层深度时引入的标准不确定度分量基本为零, 也就是 $u_4(D_N) = 0$ 。

但对于测定有效渗氮层深度的界限硬度值, 是以“513 HV”为界限硬度值。因而在整个硬度法测定渗氮层深度过程中, 由于操作者、设备、环境等因素影响, 界限硬度值引入的标准不确定度分量 $u_4(D_N)$ 是必须考虑的。因为界限硬度值引入的标准不确定度分量 $u_4(D_N)$ 与金属维氏硬度测试的不确定度 $u(\text{HV}0.2)$ 密切相关, 因而想得到界限硬度值引入的标准不确定度分量 $u_4(D_N)$ 就必须先对金属维氏硬度测试的不确定度 $u(\text{HV}0.2)$ 进行评定。金属维氏硬度测试的不确定度 $u(\text{HV}0.2)$ 来源, 应主要从对试样进行维氏硬度测试重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(x)$, 维氏硬度计允许误差引入的标准不确定度分量 $u_2(x)$, 数值修约引入的不确定分量 $u_3(x)$ 三方面主要进行考虑。其中, 综合考虑对试样进行维氏硬度测试重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(x)$, 包含了人员、试样材质的均匀性、在满足标准条件下试样制备、试验操作的各种差异等因素。维氏硬度计允许误差引入的标准不确定度分量 $u_2(x)$ 是由硬度计自身因素和传递标准块的不确定度引起的。

1) 维氏硬度测试重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(x)$

由于试样的均匀性, 试样制备、不同人员及同一个人多次的操作等因素存在着差异, 可综合考虑, 采用 A 类方法进行评定。维氏硬度测试结果和试验重复性评定数据见表 3。

表 3 维氏硬度测试结果和试验重复性评定数据

测试 人员	维氏硬度测试值/HV0.2					平均值 /HV0.2	样本标准 差 s_p /HV0.2
	1	2	3	4	5		
1	532.9	538.9	567.9	549.8	528.7	543.6	15.71
2	535.0	538.9	570.4	552.0	532.8	545.8	15.63
3	528.8	543.2	573.0	554.2	532.8	546.4	16.70
4	528.8	538.9	570.4	552.0	532.8	544.6	16.90
5	534.9	541.0	565.6	549.9	526.7	543.6	14.93

依表 3 中数据, 根据公式(2)得出标准差平均值 $\bar{s}$ 为 15.97; 根据公式(3)得合并样本标准偏差 s_p 为 15.99; 根据公式(4)得重复性所引入的标准不确定度分量 $u_1(D_N)$ 为 7.15 HV0.2。

2) 硬度计允许误差引入的标准不确定度分量 $u_2(x)$

根据 GB/T 4340.2 - 2009《金属材料维氏硬度试验》第 2 部分硬度计的检验和 JJG 151 - 2006《金属维氏硬度计》中规定, 测试硬度值约 500 HV0.2 时, 金属维氏硬度计示值允许的最大误差为 $\pm 10\%$ 。输入量服从均匀分布, 故由硬度计的允许误差引入的标准不确定度分量为

$$u_2(x) = 513 \times \frac{a}{\sqrt{3}} = 29.62 \text{ HV0.2} \quad (13)$$

3) 数值修约引入的不确定分量 $u_3(x)$

采用 B 类方法进行评定。当维氏硬度测定结果大于 100 HV 时, 修约间隔 δ 取 1 HV, 服从均匀分布, 故数值修约引入的标准不确定度分量为

$$u_3(x) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{\delta}{2\sqrt{3}} = 0.29 \text{ HV0.2} \quad (14)$$

由于引入上述 3 个标准不确定度分量的因素彼此独立不相关, 所以合成标准不确定度为

$$u(\text{HV0.2}) = \sqrt{u_1^2(x) + u_2^2(x) + u_3^2(x)} = \sqrt{7.15^2 + 29.62^2 + 0.29^2} = 30 \text{ HV0.2} \quad (15)$$

因而由界限硬度值 513 HV 引入的合成标准不确定度为 30 HV0.2, 该硬度不确定度引入的标准不确定度分量 $u_4(D_N)$ 计算结果, 见表 4。

表 4 有效渗氮层深度界限硬度值引入的标准不确定度分量评定数据和结果

测试人员	$H_n - H_{n+1} / \text{HV0.2}$			平均值 /HV0.2	$u(\text{HV0.2}) \times 0.1 / \text{mm}$
	1	2	3		
1	216.0	178.5	183.4	193	0.016
2	211.8	200.8	213.7	209	0.014
3	237.3	238.3	249.8	242	0.012
4	166.8	229.7	225.4	207	0.014
5	203.9	223.9	171.2	200	0.015

依表 4 中数据得

$$u_4(D_N) = \max \frac{u(\text{HV0.2})}{H_n - H_{n+1}} \times 0.1 = 0.016(\text{mm}) \quad (16)$$

式中: H_n 为第 n 点硬度值, 且该点硬度大于界限硬度值 513 HV0.2; H_{n+1} 为第 $n+1$ 点硬度值, 该点硬度小于或等于界限硬度值 513 HV0.2; $\max \frac{u(\text{HV0.2})}{H_n - H_{n+1}} \times 0.1$ 即 $u_4(D_N)$ 为 5 名测试人员的测试结果受界限硬度值 513 HV0.2 影响最大的值。

3.3 合成标准不确定度的评定

由于引入上述 4 个标准不确定度分量的因素彼此

独立不相关, 所以合成标准不确定度为

$$u(D_N) = \sqrt{u_1^2(D_N) + u_2^2(D_N) + u_3^2(D_N) + u_4^2(D_N)} \quad (17)$$

硬度法测定总渗氮层深度合成标准不确定度为

$$u(D_N) = \sqrt{0.0064^2 + 0.002904^2 + 0.0029^2 + 0^2} = 0.01(\text{mm}) \quad (18)$$

硬度法测定有效渗氮层深度合成标准不确定度为

$$u(D_N) = \sqrt{0.011^2 + 0.002902^2 + 0.0029^2 + 0.016^2} = 0.02(\text{mm}) \quad (19)$$

3.4 扩展不确定度

包含概率取 $p = 95.45\%$, 包含因子 $k = 2$, 则扩展不确定度为

$$U = ku(D_N) \quad (20)$$

硬度法测定总渗氮层深度扩展不确定度为

$$U = 2 \times 0.01 = 0.02(\text{mm}) \quad (21)$$

硬度法测定有效渗氮层深度扩展不确定度为

$$U = 2 \times 0.02 = 0.04(\text{mm}) \quad (22)$$

4 分析与讨论

从测量不确定度评定结果不难看出, 虽然整个试验方法、人员操作、样品等均相同, 但随渗氮层深度计算的插入值(界限硬度值)要求不同, 测量不确定度评定结果明显不同。硬度法测定总渗氮层深度结果测量不确定度($U_{95} = 0.02 \text{ mm}$)明显小于硬度法测定有效渗氮层深度结果测量不确定度($U_{95} = 0.04 \text{ mm}$)。分析硬度法测定总渗氮层深度结果的标准不确定度分量可知, 试验测定结果重复性引入的标准不确定度分量是占其主要地位的测量不确定度来源; 硬度计工作台位移(X 向、 Y 向)分度值、垂直度偏差及数值修约引入标准不确定度分量对其测量不确定度影响较小。而分析硬度法测定有效渗氮层深度结果的标准不确定度分量可知, 虽然试验测定结果重复性引入的标准不确定度分量对其测量不确定度有一定影响, 但并不是占其主要地位的测量不确定度来源, 测量不确定度主要来源是计算模型中插入的界限硬度值。

因此, 在评定不确定度的过程中, 随着计算模型中插入界限硬度值要求不同, 引入的标准不确定度分量也会不同, 应注意加以考虑。如遗漏此方面, 可能对硬度法测定有效渗氮层深度结果测量不确定度评定产生重大影响。采用硬度法测定其它深度(如渗碳淬火硬化层、感应淬火有效硬化层、脱碳层等)时, 也需考虑计算模型中插入的界限硬度值对测量不确定度评定

的影响,其标准不确定度分量关系着整个测量不确定度的评定结果。研究还发现,虽然 GB/T 4340.2-2009《金属材料维氏硬度试验》第 2 部分硬度计的检验和 JJG 151-2006《金属维氏硬度计》没有对硬度计工作台移动的分度值和垂直度偏差做出明确要求,但这些因素会对硬度法及类似方法的测量不确定度产生影响,甚至会影响测试结果的准确性。因而在使用硬度法测定深度时,应注意硬度计工作台移动的分度值和垂直度偏差对测量结果的影响,必要时应对硬度计工作台的分度值和垂直度偏差进行校准或自校验。

5 结论

1) 硬度法测定总渗氮层深度测量值为 0.36 mm, $U=0.02$ mm, $k=2$; 硬度法测定有效渗氮层深度测量值为 0.28 mm, $U=0.04$ mm, $k=2$ 。

2) 试验测定结果重复性引入的标准不确定度分量是硬度法测定总渗氮层深度结果测量不确定度主要来源;而硬度法测定有效渗氮层深度结果测量不确定度主要来源却是由计算模型中插入的界限硬度值引入的。

3) 采用硬度法测定深度,应注意硬度计工作台移动的分度值和垂直度偏差对测量结果影响,必要时应进行校准或自校验。

参 考 文 献

- [1] 王承忠. 测量不确定度原理及在理化检验中的应用[J]. 理化检验—物理分册, 2003, 39(1): 57-60.
- [2] 国家质量监督检验检疫总局, 国家标准化管理委员会. GB/T 11354-2005 钢铁零件渗氮层深度测定和金相组织检验[S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [3] 刘智敏. 关键比对的等效度评定[J]. 中国计量学院学报, 2007, 18(1): 6-13.

《化学分析计量》2015 年第 2 期目次

标准物质

硫酸氨基葡萄糖标准样品的研制

酶标分析仪波长标准物质的研制

漫透射视觉密度计密度片标准物质的研制

液相色谱仪检定用甲醇中胆固醇标准物质的研制

Ti80 钛合金光谱分析标准物质的研制

分析测试

对苯醌与克拉霉素的荷移反应及其应用

新型防污剂释放率测试技术研究

气相色谱法测定 1-(5-溴-1H-吡唑-1-基)乙醇

离子色谱法测定 1, 3, 5-三(3-二甲氨基丙基)六氢三嗪含量

二氮杂菲分光光度法分析温泉水中铁的价态

微波消解-ICP-OES 法测定难分解不锈钢和中低合金钢中 7 种元素

快速显色法定性检测氨纶纺织品中 4, 4'-二氨基二苯甲烷

罗丹明 B 分子印迹固相萃取小柱的研制及应用

离子色谱法测定米线中甲醛次硫酸氢钠的含量

碱消解-石墨炉原子吸收光谱法测定 PM10 中的六价铬

蒸气发生-原子荧光法连续测定化探样品中微量砷、锑、铋、汞、硒、碲

毛细管气相色谱法测定作业场所空气中的 1, 3-丁二烯

RP-HPLC 法测定黑顺片中 6 种酯型生物碱的含量

ICP-OES 法测定钢渣中的全铁

甲基异丁基甲酮萃取石墨炉原子吸收光谱法测定地质样品中的痕量银

烧结脱硫石膏的钙相分析

紫尿酸显色分光光度法测定盐酸氯丙嗪片剂含量

甲基绿分光光度法测定高氯废水中的铊

溶样方式对 ICP-AES 法测定 CuNiSiCr 合金中铬硅含量的影响

计量技术

利用改进的内梅罗指数法模型评价苏州市内外城河水质

质控盲样的硫化物考核

定碳定硫分析仪检定规程的探讨和修订建议

仪器设备

液相色谱仪示差折光率检测器的检定

一种新型气体报警器检定操作台的研制

直接测汞仪计量校准方法探讨

综述

晶体硅材料中杂质元素分析方法研究进展

《宇航计测技术》2015 年第 2 期目次

超小型高可靠三冗余角位移传感器研制

新型冗余双目 PNP 摄影定位方法研究

分离式方位角垂直传递装置校准方法研究

基于加速度计的旋转平台角加速度检测方法

基于 PXI 总线的姿态角变换器高精测试系统设计

测量引线热电势对热电阻测温系统测温结果的影响分析

基于 3D 技术的燃气舵烧蚀率测量方法研究

一种采用线性光耦实现温度隔离测量的方法

质心标准研究

一种整体式天然气压缩机气阀故障诊断技术研究

双脉冲瞬态散斑全场测量方法研究

基于 CPCI 的飞行器测控通信系统一体化自动测试平台

蒸发波导诊断的 Babin 模型及其敏感性分析

机载雷达测控站性能分析

无人直升机雷达目标特性研究

导航信号 IQ 正交性测试软件设计与实现

某型无人机数据通信系统设计与实现

锡焊式同轴射频电缆延迟线的测试方案与实现

一种干扰信号产生单元的设计

基于小波分析的转子不平衡故障诊断与控制技术研究