

VPLYV SKÚŠOBNÉHO ZAŤAŽENIA NA KVALITU MERANIA MIKROTVRDOSTI

(THE INFLUENCE OF THE LOAD ON THE MICROHARDNESS MEASUREMENT QUALITY)

J. Petřík

Abstract:

The objective of submitted work is to analyze the influence of the load on the micro-hardness of Cu, Al, Fe, Ni, Co and Zn. The results were evaluated by analysis of uncertainty and validated by measurement systems analysis (MSA). The relationship between the load and micro-hardness for measured materials can not be explained by Kick's Law at all events. The micro-hardness increases with increasing of the load up to 30 g or 40 g; the reverse ISE behavior with Meyer's index $n > 2$ is typical for this interval of the loads. The influence of the load on the micro-hardness is statistically significant. The uncertainty decreases with increasing of the load and micro-hardness of the material. The capability of measurement process, calculated according to MSA method increased with increasing of the load.

Kľúčové slová: mikrotvrdosť, ISE, neistota, MSA

Key words: microhardness, ISE, uncertainty, MSA

1. Úvod

Systémy manažérstva kvality vyžadujú monitorovanie a meranie kvality vstupných surovín, procesov výroby ako aj finálneho produktu. Na zabezpečenie spoľahlivosti takto nameraných údajov je potrebné poznať kvalitu procesu merania. Merací proces je realizovaný v systéme, ktorý spravidla zahŕňa merací prostriedok, operátora, prostredie, merané výrobky alebo vzorky, metódy merania, prípadne ďalšie faktory. Je pravdepodobné že proces realizovaný v spôsobilom (kvalitnom) systéme je tiež spôsobilý [1].

Pre každý merací proces zahrnutý do systému manažérstva merania sa musí odhadnúť neistota merania. Analýza neistôt je jednou z ciest stanovenia kvality procesu merania [2]. Ďalšou možnosťou hodnotenia kvality procesu merania je analýza systémov merania (MSA), realizovaná rôznymi prístupmi, napr. analýzou opakovateľnosti a reprodukovateľnosti (GRR) alebo zložitejšou analýzou rozptylu (ANOVA) s vyššou výpovednou hodnotou. Vychádza sa zo spomínaného predpokladu vzťahu medzi spôsobilým systémom a procesom merania. Vzájomný vzťah medzi kvalitou stanovenou analýzou neistôt a MSA je v literatúre prezentovaný zriedka [3].

Meranie mikrotvrdosti sa používa pri vyhodnocovaní mechanických vlastností veľmi malých predmetov, tenkých vrstiev, na identifikáciu jednotlivých štruktúrnych fáz v metalografii. Je to výhodný spôsob výskumu mechanických vlastností malého objemu materiálu s minimálnou deštrukciou, preto je vhodné aj na výskum finálnych výrobkov.

Princíp merania mikrotvrdości je často zhodný s Vickersovou metódou, pracuje však malým skúšobným zaťažením (100 g a menej). Pri meraní tvrdosti ideálneho kryštálu touto metódou sa očakáva nezávislosť hodnoty tvrdosti od skúšobného zaťaženia. Reálne kryštály sa správajú inak – skúšobné zaťaženie má vplyv na veľkosť vtláčkov, ktorá je nepriamo úmerná tvrdosti. Tento jav sa označuje ako vplyv veľkosti vtláčku (indentation size effect, ďalej ISE). Vzťah medzi skúšobným zaťažením a uhlopriečkou vtláčku možno vyjadriť pomocou modifikovaného Kickovho zákona, označovaného ako Meyerov zákon

$$F = Ad^n \quad (1)$$

kde F je skúšobné zaťaženie, A geometrický prevodný faktor, ktorý závisí od typu vnikacieho telesa (Vickers, Knoop, Berkovitch...), d je priemerná hodnota uhlopriečky vtláčku, n je Meyerov koeficient.

Pre „normálny“ ISE (indentation size effect), keď s rastom skúšobného zaťaženia klesá tvrdosť, platí $n < 2$. Ak hodnota $n = 2$, mikrotvrdosť je nezávislá na skúšobnom zaťažení a platí Kickov zákon. Pre $n > 2$ platí obrátený (reverse) ISE, teda s rastom skúšobného zaťaženia rastie tvrdosť. Hodnota indexu „ n “ môže závisieť aj na podmienkach merania (použitý prístroj). Na tom istom materiáli je možné pozorovať „normálny“ aj reverzný ISE (napr. v závislosti od podmienok prípravy mikrovýbrusu).

U reálnych materiálov nie je tento rast (alebo pokles) konštantný, od určitej hodnoty skúšobného zaťaženia (ISE boundary) sa spravidla ustáli. ISE („normálny“) je vysvetľovaný experimentálnymi chybami, obmedzeným rozlíšením optiky, dopružovaním, deformačným zpevnením materiálu počas skúšky, zaťažením na zahájenie plastickej deformácie, elasticko/plastickej reakciou materiálu, veľkosťou dislokačných slučiek formovaných počas zaťaženia, napätovými gradientami spojenými s dislokáciami, trením medzi skúšaným materiálom a vnikacím telesom.

Reverzný ISE je vysvetľovaný deformovanou zónou na rozhraní skúšaný materiál – vnikacie teleso, vibráciami alebo otupením vnikacieho telesa, vznikom trhlín v skúšanom materiáli. Podstata reverzného ISE, ktorý sa častejšie vyskytuje u kovov nie je v odbornej literatúre vysvetlená do takej hĺbky ako u „normálneho“ ISE [4][5].

Cieľom predkladanej práce je vyhodnotiť vplyv skúšobného zaťaženia na kvalitu procesu merania pomocou analýzy neistôt a analýzy systémov merania (MSA)

2. Experimentálny materiál, merací prostriedok a metóda merania

Merala sa mikrotvrdosť šiestich kovových vzoriek: 1. meď ($\text{Cu} \geq 99,99 \%$), 2. hliník ($\text{Al} \geq 99,5 \%$), 3. železo ($\text{Fe} \geq 99,9 \%$), 4. nikel ($\text{Ni} \geq 99,9 \%$), 5. kobalt ($\text{Co} \geq 99,6 \%$) a 6. zinok ($\text{Zn} \geq 98,0 \%$). Vzorku 1. tvoril monokryštál, u vzorky 2 nepresahoval priemer zrn 170 μm a u vzoriek 3. až 6. nepresahoval 50 μm . Vzorky boli po vybrúsení (brúsne papiere zo zrnitosťou 220 až 3000 ANSI/CAMI, chladené vodou) mechanicky leštené s použitím emulzie Al_2O_3 a vody.

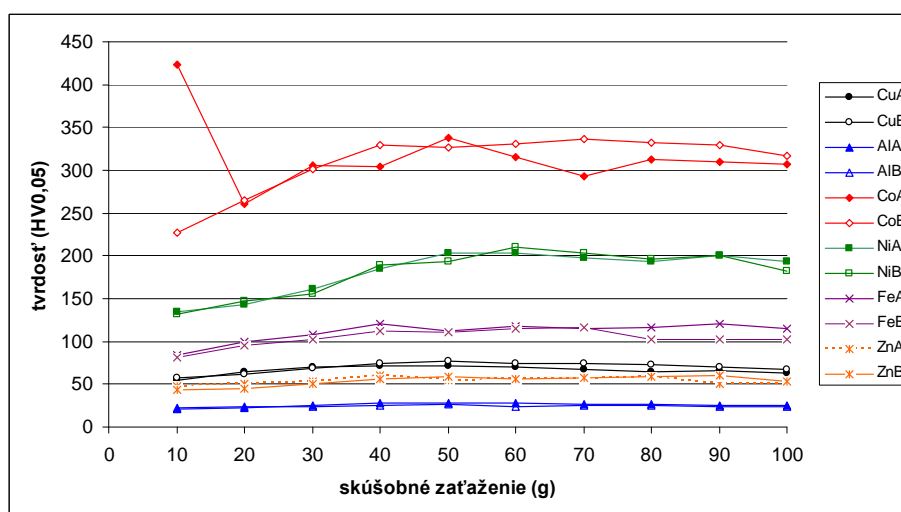
Ako merací prostriedok bol použitý mikrotvrdomer značky Hanemann, typ Mod D32, v zostave s optickým mikroskopom Neophot 32. Skúšobné zaťaženie bolo volené na hladinách 10, 20 ..100 g v odstupoch po 10 g. Plné zaťaženie pôsobilo 15 sekúnd. Rýchlosť nárastu do plného zaťaženia bola v priemere 10 gs^{-1} . Zväčšenie mikroskopu bolo 480 \times .

Nepriama kalibrácia mikrotvrdomera sa realizovala podľa normy STN EN ISO 6507-2 [6]. Špecifikovaná hodnota tvrdosti tvrdomernej doštičky – CRM (certifikovaného referenčného materiálu) použitej na kalibráciu $H_c = 195 \text{ HV } 0,05$ so štandardnou neistotou $u = 4 \text{ HV } 0,05$. Za účelom eliminácie vplyvu ISE (pri zaťaženiach nižších ako 40 g bol v rozsahu špecifickej tvrdosti CRM $H_c = 195 \text{ HV}0,05$ až $519 \text{ HV}0,05$ pozorovaný výrazný nárast neistoty [7]) na neistotu sa bral do úvahy iba výsledok kalibrácie pri zaťažení 50 g: priemerná tvrdosť nameraná na CRM pri kalibrácii $\bar{H} = 198 \text{ HV}0,05$, smerodajná neistota skúšaného tvrdomeru $u_H = 2,594 \text{ HV}0,05$, opakovateľnosť $r_{rel} = 2,8 \%$, relatívna maximálna chyba $E_{rel} = 1,5 \%$ a relatívna rozšírená neistota $U_{rel} = 6,6 \%$. Mikrotvrdomer v tomto prípade pri kalibrácii spĺňal metrologické požiadavky požadované normou.

Tab. 1 Priemerná tvrdosť \bar{H} , smerodajná odchýlka s_H , hodnota p (normalita) a odľahlé hodnoty.

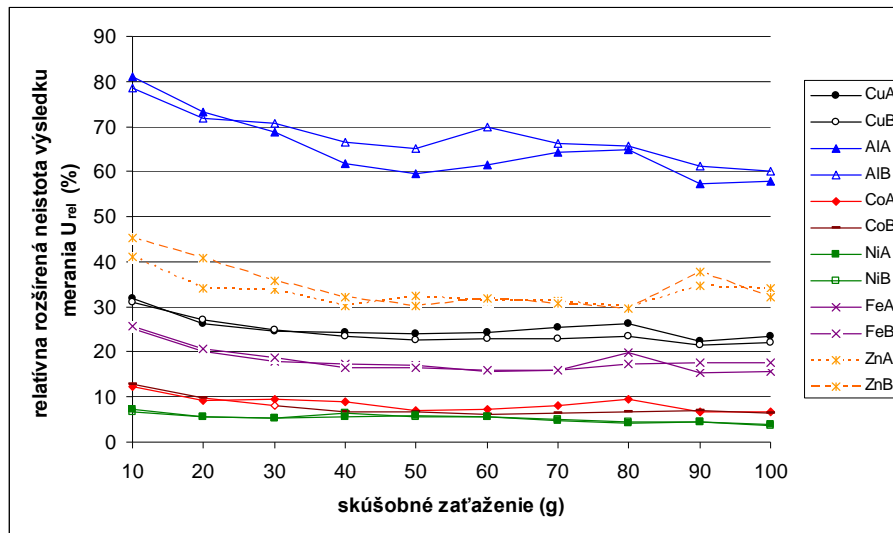
	\bar{H}_A (HV)	\bar{H}_B (HV)	\bar{H}_{A+B} (HV)	$s_{H A+B}$ (HV)	normalita (p)	odľahlé hodnoty
Cu	66,4	69,9	68,1	6,00	0,16089	0
Al	25,5	24,5	25,0	2,20	0,00091	0
Co	316,9	309,7	313,3	39,28	0	0
Ni	182,1	180,9	181,5	25,82	0	0
Fe	111,1	104,0	107,6	11,63	0,00056	0
Zn	54,4	52,9	53,7	5,53	0,00306	1

Tvrdosť meral jeden operátor (A) na všetkých vzorkách počas jedného dňa, meranie opakovol za rovnakých podmienok na druhý deň (B). Pri každom skúšobnom zaťažení sa meranie opakovalo 5 ×, vtlčky boli rovnomerne rozložené okolo centra zorného poľa mikroskopu. Na obr. 1 sú priemerné hodnoty tvrdosti pri jednotlivých zaťaženiach. V tabuľke 1 sú priemerné hodnoty tvrdosti, smerodajnej odchýlky s_H , hodnoty „p“ pre test normality a počet odľahlých hodnôt (pre hodnoty tvrdosti namerané pri všetkých zaťaženiach, s_H , p a odľahlé hodnoty sa určovali pre merania A a B spolu). Neistota priemernej hodnoty tvrdosti vypočítaná podľa STN 6507-1 [8] pre jednotlivé vzorky a skúšobné zaťaženia je na obr. 2. (ako relatívna rozšírená neistota U_{rel} s indexom rozšírenia $k = 2$). Do výpočtu neistoty bol zahrnutý výsledok vyššie spomenutej kalibrácie.



Obr. 1 Priemerné hodnoty tvrdosti namerané pri jednotlivých skúšobných zaťaženiach.

Odľahlé hodnoty boli zisťované Grubbsovým testom ($\alpha = 0,05$) a normalita Anderson – Darlingovým testom ($\alpha = 0,05$). Testovali sa súbory všetkých hodnôt tvrdosti, namerané na vzorky pri všetkých skúšobných zaťaženiach pri oboch meraniach. Iné ako normálne rozdelenie analyzovaných súborov do určitej miery podhodnocuje spôsobilosť analyzovaných procesov. Normálne rozdelenie mal iba súbor hodnôt nameraných na medi. Výskyt odľahlej hodnoty na zinku súvisí s jeho nižšou čistotou v porovnaní s ostatnými vzorkami.



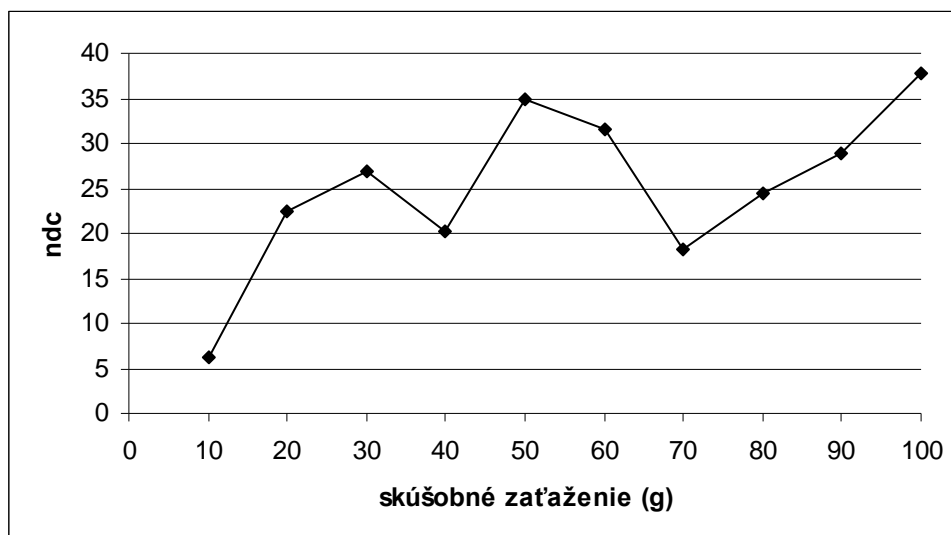
Obr. 2 Hodnoty relatívnej rozšírenej neistoty U_{rel} pri jednotlivých skúšobných zaťaženiach.

3. Analýza systémov merania (MSA)

Na výpočet spôsobilosti procesu merania tvrdosti bola použitá analýza systémov merania MSA, prístup GRR (analýza opakovateľnosti a reprodukovateľnosti) s využitím softvéru Palstat CAQ [1]. Analyzovali sa hodnoty tvrdosti (5 opakovaní) namerané v oboch meraniach (A, B) na všetkých šiestich vzorkách pri jednej hodnote skúšobného zaťaženia.

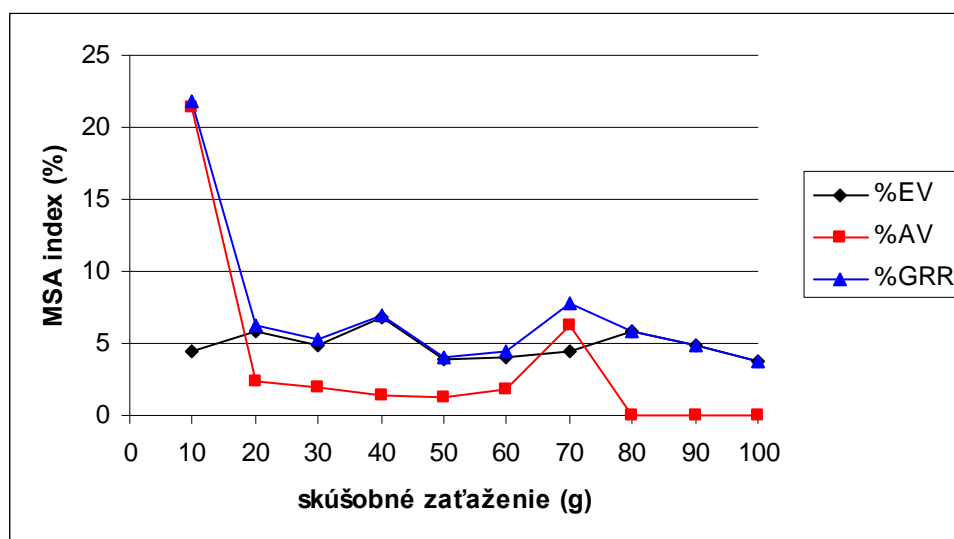
Počet oddelených tried (Wheelerov klasifikačný pomer) ndc udáva počet rôznych kategórií, ktoré sa dajú spoľahlivo rozlíšiť systémom merania. Má rovný aspoň 5 (na hrubé odhady aspoň 2). Ako vidno na obr. 3, s rastom skúšobného zaťaženia dochádza k nárastu hodnoty indexu ndc .

Index %EV predstavuje kumulovaný vplyv meracieho prostriedku, použitej metódy a podmienok merania na variabilitu. Vzhľadom na rovnaké podmienky merania a použitú normovanú metódu je jeho hodnota výsledkom stabilnej kvality mikrotvrdomera. Ako vidno na obr. 4, s rastom skúšobného zaťaženia hodnota indexu mierne klesá a teda klesá jeho vplyv na nekvalitu procesu merania.



Obr. 3 Vplyv skúšobného zaťaženia na hodnotu indexu ndc.

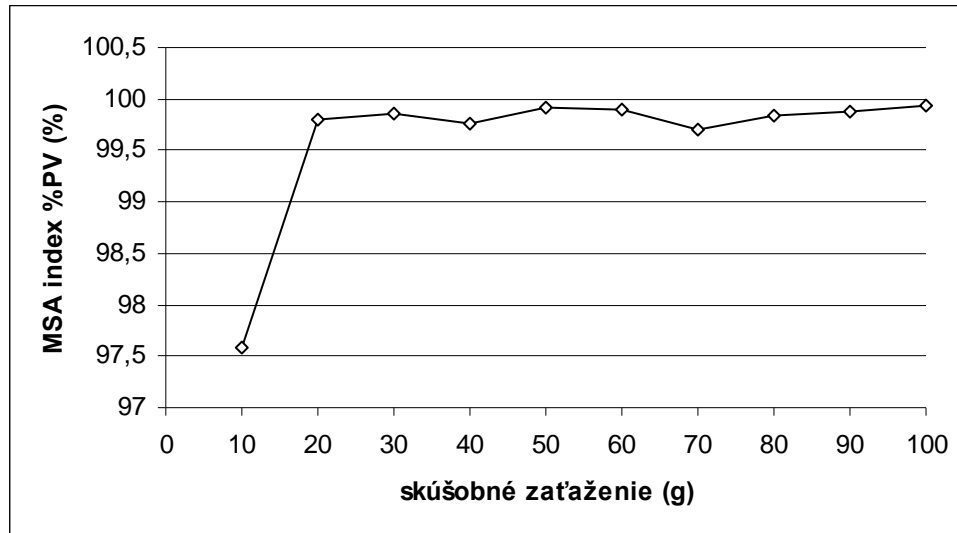
Index %AV vyjadruje v použítom modeli merania vplyv času (v pôvodnej MSA operátorov) na variabilitu, ktorý uplynul medzi oboma meraniami. Môže súvisieť so zmenami prostredia, najmä nameraných ovplyvňujúcich veličín (napr. vlhkosti), prípadne kolísaním kvality operátora v čase. Je funkciou variačného rozpätia aritmetických priemerov meraní. Ako vidno na obr. 4, vplyv operátora na nekvalitu s rastom skúšobného zaťaženia výrazne klesá v rozsahu 10 g až 20 g.



Obr. 4 Vplyv skúšobného zaťaženia na hodnotu indexov %EV, %AV a %GRR.

Index %GRR predstavuje percentuálne vyjadrenie podielu opakovateľnosti a reprodukovateľnosti z celkovej variability. Na jeho základe sa posudzuje prijateľnosť analyzovaného systému merania. Pokiaľ jeho hodnota nepresahuje 10 %, systém merania sa považuje za spôsobilý, v rozsahu 10 - 30 % za podmieenečne spôsobilý. Analyzovaný proces merania je pri skúšobnom zaťažení 10 g a 20 g podmieenečne spôsobilý, nad 20 g spôsobilý, obr. 4.

Index %PV, obr. 5, je funkciou variačného rozpätia aritmetických priemerov všetkých meraní na jednotlivých vzorkách. Je citlivý na vplyv variability medzi meranými vzorkami. S rastom skúšobného zaťaženia v intervale 10 g – 20 g sa hodnota indexu %PV prudko zvyšuje, pri zaťažení 20 g a vyššom hodnota presahuje 99 % s miernym kolísaním jeho hodnoty.



Obr. 5 Vplyv skúšobného zaťaženie na hodnotu indexu %PV.

Záver

1. S rastom skúšobného zaťaženia klesá relatívna rozšírená neistota nameranej hodnoty tvrdosti.
2. S rastom skúšobného zaťaženia rastie spôsobilosť procesu merania mikrotvrdosti.
3. Citlivosť meracieho prostriedku je dostatočná (až nadhodnotená) pre realizované meranie, jeho kvalita je stabilná s miernym rastom (pokles indexu %EV) s rastom skúšobného zaťaženia.

PodĎakovanie

Článok vznikol s podporou projektu Ministerstva školstva, vedy, výskumu a športu Slovenskej republiky KEGA 009TnUAD-4/2011 "Kreatívne laboratórne vyučovanie na technických fakultách (CRELABTE)" / "Creative Laboratory Education at Technical Faculties (CRELABTE)"

Literatúra

- [1] Measurement systems analysis (MSA). Reference manual. 2010, pp. 102 –120.
- [2] ISO 10 012:2003 Measurement management systems - Requirements for measurement processes and measuring equipment.
- [3] E. Tobolski: Advanced materials & processes. Vol. 161, 2003, No. 5, pp. 25-26.

- [4] K. Sangwal, B. Surowska, P Błaziak: Materials Chemistry and Physics, Vol. 77, 2002, No. 2, pp 511-520.
- [5] J. Gong, J. Wu, Zh. Guan: Journal of the European Ceramic Society, Vol. 19, 1999, pp. 2625 - 2631.
- [6] STN EN ISO 6507-2:2005 Metallic materials. Vickers hardness test. Part 2: Verification and calibration of testing machines.
- [7] J. Petřík, P. Palfy.: Metrology and measurement systems. Vol. 18, 2011, No. 2, pp. 223-234.
- [8] STN EN ISO 6507-1:2005 Metallic materials. Vickers hardness test. Part 1: Test method.

Autor:

doc. Ing Jozef Petřík, Ph.D.
Katedra integrovaného manažerstva
Hutnícka fakulta, Technická univerzita v Košiciach
Letná 9
042 00 Košice
Slovenská republika
e-mail: jozef.petrik@tuke.sk
tel.: +421 055 602 2872

Lektoroval:

prof. Ing. Jiří Plura, CSc.