

Międzylaboratoryjne badania biegiłości

Badania parametrów warstwy nawęglonej

Adam Rzepkowski, Antoni Rzepkowski

Na przełomie lat 2015/2016 w ramach Sekcji Badań Materiałowych Klubu Polskich Laboratoriów Badawczych POLLAB zorganizowano badania biegiłości dotyczące określania wybranych parametrów warstwy nawęglonej na stali. Koordynatorem badań był Instytut Inżynierii Materiałowej Politechniki Łódzkiej. Informacja o porównaniach została upubliczniona na stronie www.pollab.pl w zakładce PT/ILC pod numerem 25/2015.

W badaniach brało udział 19 laboratoriów zarówno z zakładów przemysłowych, placówek naukowo-badawczych, uczelni jak i laboratoria będące samodzielnymi jednostkami. Dla zachowania poufności badań uczestnikom przyporządkowano w przypadkowej kolejności kody liczbowe 01-19.

Opierając się na Procedurze KPLB Nr 1 Wydanie 6 z dnia 06.12.2013 r. opracowano instrukcję, która określała zasady wykonania badań oraz sposób przekazania wyników.

Cel porównań

Badania biegiłości przeprowadzono na podstawie normy PN-EN ISO/IEC 17043:2011

w celu określenia kompetencji technicznych w zakresie:

- **określenia umownej grubości warstwy nawęglonej i zahartowanej wg PN-EN ISO 2639:2005**, poprzez wyznaczenie graficznie z krzywej przedstawiającej zmianę twardości HV1 w funkcji odległości od krawędzi przekroju. Za grubość warstwy CHD (w milimetrach) należało przyjąć średnią z dwóch rozkładów, odległość od krawędzi powierzchni do punktu o twardości 550 HV1;
- **pomiarów twardości powierzchni i rdzenia metodą VICKERSA wg PN EN ISO 6507-1 przy obciążeniu 98,07N (HV10)**.

Opis obiektów i ich przygotowanie

Materiał do badań przygotowano w Instytucie Inżynierii Materiałowej PŁ w postaci próbek wymiarach 16x15x14 mm ze stali 18CrNiMo7-6 (1.6587) wg PN-EN 10084:2009, wyciętych z jednego plastra pręta walcowanego, nawęglonych oraz zahartowanych metodą PreNit LPC w jednym wsadzie technologicznym.

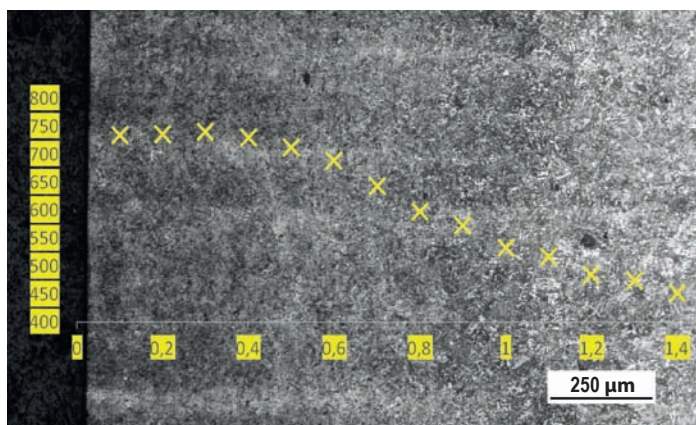
Jednorodność parametrów warstwy nawęglonej zweryfikowano poprzez wykonanie

badania grubości metalograficznej na pięciu wybranych losowo, z całej populacji próbek do badań biegiłości, oraz pomiarze twardości HV10 powierzchni szlifowanej wszystkich próbek. Badanie zostało wykonane z wykorzystaniem programu analizy obrazu NIS Elements przez jednego specjalistę w ciągu jednego dnia. Rozrzut wyników pomiaru grubości warstwy nawęglonej dla badanych próbek wynosił 0,05 mm. Rozrzut wyników pomiarów twardości HV10 wynosił 15 HV10. Na tej podstawie wszystkie obiekty do badań uznano za jednorodne. Obraz warstwy nawęglonej z przykładowym rozkładem twardości pokazano na rys. 1.

Przebieg badań

Badania przeprowadzono wg zasad określonych w Instrukcji Badań „BADANIE PARAMETRÓW WARSTWY NAWĘGLONEJ”. Laboratoria wykonywały badania parametrów warstwy na próbkach przekazanych przez koordynatora, po samodzielnie przeprowadzonej preparatyce metalograficznej. Wyniki badań uczestnicy przedstawili wykorzystując formularze sprawozdania.

W badaniach twardości powierzchni i rdzenia metodą Vickersa wg PN EN ISO 6507-1 wzięło udział 18 laboratoriów. W badaniach grubości warstwy nawęglonej wg PN EN ISO 2639 wzięło udział 19 laboratoriów.

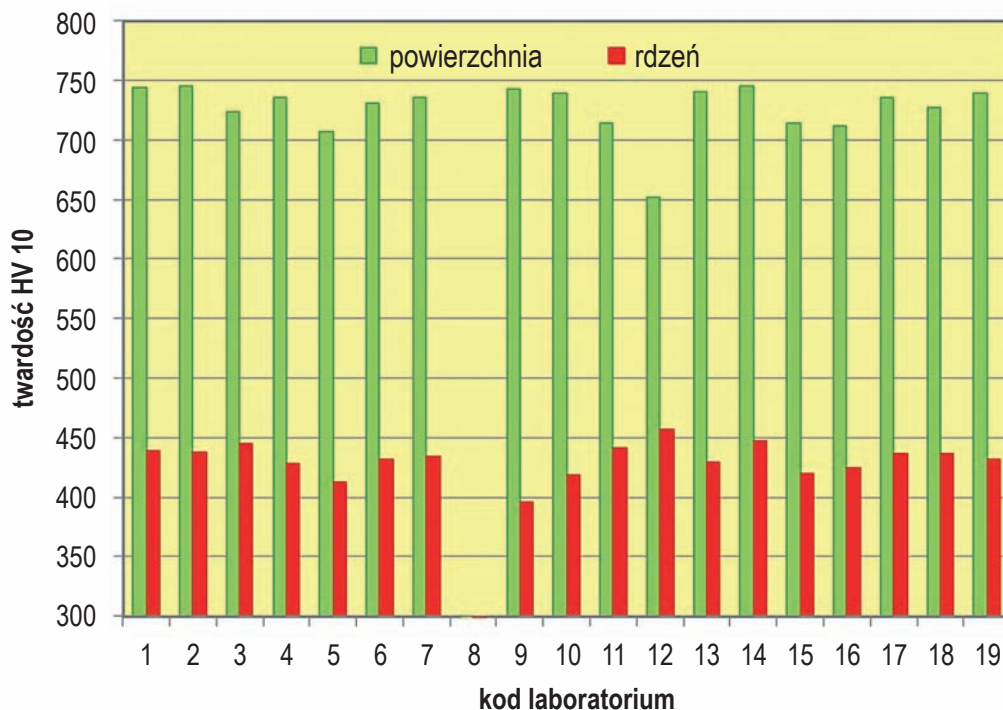


Rys. 1. Obraz warstwy nawęglonej z przykładowym rozkładem twardości

Tabela 1. Wyniki pomiarów twardości HV-10 z poszczególnych laboratoriów

Kod laboratorium	Twardość HV10											
	Powierzchnia						Rdzeń					
	1	2	3	4	5	średnia	1	2	3	4	5	średnia
01	746	742	742	746	746	744,4	440	436	440	438	438	438,4
02	750	742	752	744	739	745,4	434	442	439	438	438	438,2
03	724	724	726	726	719	723,8	448	442	445	445	446	445,2
04	733,6	740,8	733,6	734,8	736,0	735,8	427,4	431,8	427,1	428,4	428,4	428,6
05	704	707	708	708	709	707,2	408	411	411	417	417	412,8
06	726	738	722	736	731	730,6	427	430	432	434	438	432,2
07	733	740	735	733	735	735,2	432	438	434	437	431	434,4
08	bd	bd	bd	bd	bd	bd	bd	bd	bd	bd	bd	bd
09	750,0	725,7	758,6	731,3	751,9	743,5	386,3	406,0	406,8	378,8	402,1	396,0
10	717	717	773	765	725	739,3	406	386	415	440	446	418,5
11	720	715	713	718	708	714,8	443	439	445	440	442	441,8
12	657	689	627	657	627	651,4	464	446	446	464	464	456,8
13	742	742	740	738	739	740,2	432	427	428	427	432	429,2
14	734	743	757	743	752	745,8	446	446	448	448	450	447,6
15	711	698	720	711	729	713,8	417	421	421	421	417	419,4
16	714,5	704,9	719,4	712,3	710,1	712,2	422,3	421,9	429,4	427,4	423,7	425,0
17	739,7	738,8	731,2	737,2	733,0	736,0	437,2	437,0	438,0	436,1	435,7	436,8
18	722	733	726	724	729	726,8	440	438	432	436	434	436,0
19	740	741	739	739	740	739,8	431	427	446	436	420	432,0

Wykres 1.



Miara zmienności: - linie przerywane naniesione na wykres

Twardość powierzchni	Twardość rdzenia
1σ = ± 22,56 HV10	1σ = ± 13,98 HV10
2σ = ± 45,12 HV10	2σ = ± 27,96 HV10
3σ = ± 67,68 HV10	3σ = ± 41,94 HV10

Laboratoria wykorzystały do badań następujące twardościomierze: Zwick/Roell ZHU 2,5, KB30S Zwick 3212, MVK-HO Mitutoyo, Dura Scan 70, Dura Scan 50, Dura Scan 20, Galileo ISOSCAN OD, CSM Instruments, Zwick/Roell ZHU-250, KB10BYZ-FA, INNOVATEST NEXUS 4305, Zwick/Roell B3211200, Micro Duromat 4000, HPO 250, Leco LV700AT, Zwick 3212002, Struers Duramin-500, INNOVATEST NEXUS 7501, INNOVATEST NEXUS 4502.

Wyniki badań twardości HV10

Wyniki pomiarów poszczególnych laboratoriów zestawiono w tabeli 1.

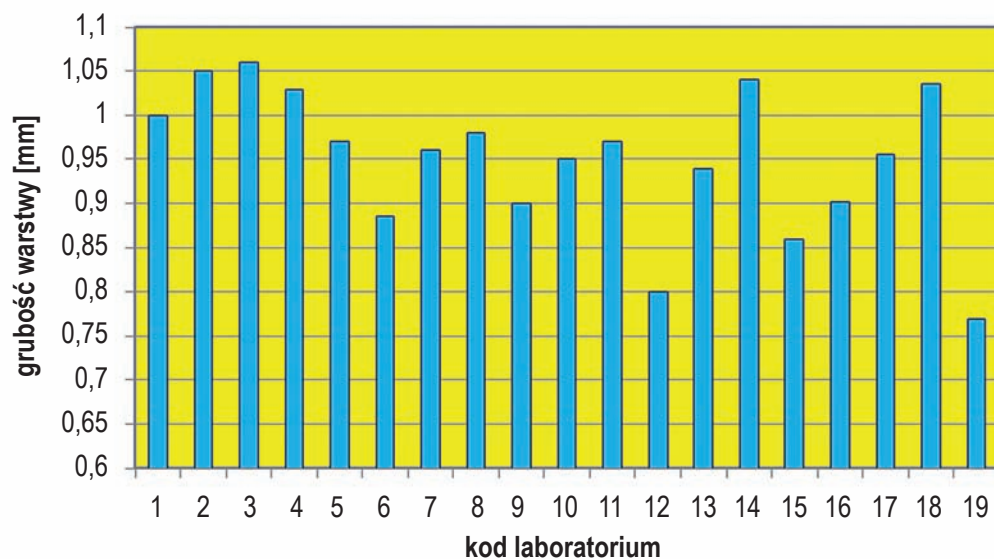
Na wykresie 1 przedstawiono graficznie wyniki pomiarów twardości HV10 poszczególnych laboratoriów.

Średnie wyniki poszczególnych laboratoriów przedstawiono w postaci kolumn.

Tabela 2. Wyniki pomiarów grubości warstwy nawęglonej z poszczególnych laboratoriów

Kod laboratorium	Grubość warstwy CHD [mm]		
	wg rozkładu 1	wg rozkładu 2	średnia
01	1,00	1,00	1,00
02	1,05	1,05	1,05
03	1,04	1,08	1,06
04	1,00	1,06	1,03
05	0,99	0,95	0,97
06	0,88	0,89	0,885
07	0,94	0,98	0,96
08	0,99	0,97	0,98
09	0,90	0,90	0,90
10	0,95	0,95	0,95
11	0,98	0,96	0,97
12	0,80	0,80	0,80
13	0,93	0,95	0,94
14	1,07	1,01	1,04
15	0,84	0,88	0,86
16	0,905	0,897	0,901
17	0,94	0,97	0,955
18	1,00	1,07	1,035
19	0,74	0,79	0,77

Wykres 2.



Miara zmienności: - linie przerywane naniesione na wykres

- 1σ = ± 0,081 mm**
- 2σ = ± 0,162 mm**
- 3σ = ± 0,243 mm**

Tabela 3. Wartości przypisane

Parametr	Wartość przypisana	Niepewność wartości przypisanej
Umowna grubość warstwy nawęglonej [mm]	0,945	0,023
Twardość powierzchni [HV10]	727,0	6,65
Twardość rdzenia [HV10]	435,2	4,12

Wartość przypisaną przedstawiono w postaci linii ciągłej. Przedziały zmienności dla poziomów 1σ, 2σ i 3σ przedstawiono liniami przerywanymi.

Umowna grubość warstwy nawęglonej

Wyniki pomiarów poszczególnych laboratoriów zestawiono w tabeli 2. Na wykresie 2 przedstawiono graficznie wyniki pomiarów grubości warstwy poszczególnych laboratoriów.

Średnie wyniki poszczególnych laboratoriów przedstawiono w postaci kolumn. Wartość przypisaną przedstawiono w postaci linii ciągłej.

Przedziały zmienności dla poziomów 1σ, 2σ i 3σ przedstawiono liniami przerywanymi.

Wyznaczenie wartości przypisanej

Wartości przypisane umownej grubości warstwy nawęglonej oraz twardości powierzchni i rdzenia wyznaczono z populacji wartości średnich poszczególnego laboratorium, jako mocną średnią zgodnie z algorytmem A załącznika C normy ISO 13528:2005(E). Przyjęte wartości odniesienia zestawiono w tabeli 3.

Opracowanie statystyczne wyników

Do statystycznej oceny poszczególnych laboratoriów wykorzystano standaryzowany parametr „Z” obliczony oddzielnie dla:

- twardości powierzchni,
- twardości rdzenia
- umownej grubości warstwy nawęglonej

$$Z = (x - X) / \sigma$$

gdzie:

- x – wyniki poszczególnych laboratoriów,
- X – wartość przypisana,
- σ – miara zmienności badań biegłości.

Jako miarę zmienności badania biegłości σ przyjęto odporne odchylenie standardowe s* wyznaczone według algorytmu A załącznika C normy ISO 13528:2005(E).

Przyjęte miary zmienności dla każdego z badań podano w tabeli 4.

Wartości parametru „Z”, określone dla każdego laboratorium, przedstawione zostały zbiorczo w tabeli 5.

Tabela 4. Miary zmienności dla każdego z badań

Miara zmienności „σ”		
Twardość powierzchni	Twardość rdzenia	Grubość warstwy
22,56 HV10	13,98 HV10	0,081 mm

Tabela 5. Wartości parametru „Z” dla każdego laboratorium biorącego udział w badaniu

Kod laboratorium	Wskaźnik „Z”		
	Twardość powierzchni	Twardość rdzenia	Grubość warstwy
01	0,77	0,23	0,68
02	0,81	0,21	1,29
03	-0,14	0,71	1,42
04	0,39	-0,47	1,05
05	-0,88	-1,6	0,31
06	0,16	-0,21	-0,74
07	0,36	0,06	0,18
08	-	-	0,43
09	0,73	-2,8*	-0,56
10	0,54	-1,19	0,06
11	-0,54	0,47	0,31
12	-3,37**	1,55	-1,79
13	0,58	-0,43	-0,06
14	0,83	0,89	1,17
15	-0,58	-1,13	-1,05
16	-0,66	-0,73	-0,54
17	0,4	0,11	0,12
18	-0,01	0,06	1,11
19	0,57	-0,23	-2,16*

|Z| ≤ 2 wynik zadowalający,
 2 < |Z| < 3 wynik wątpliwy*,
 |Z| ≥ 3 wynik niezadowalający**

Tabela 6. Miary zmienności uzyskane w poprzedniej edycji badania biegiłości

Miara zmienności „σ”		
Twardość powierzchni	Twardość rdzenia	Grubość warstwy
35,72 HV10	7,86 HV10	0,047 mm

Dokończenie ze str. 30.

[3] O'Neill N.T., Dubovik O., Eck T.F., Modified Angstrom exponent for the characterization of submicrometer aerosols, *Applied Optics*, 2001, tom 40, 2368–2375.
 [4] O'Neill N.T., Eck T.F., Smirnov A., Holben B.N., Thulasirama S., Spectral discrimination of coarse and fine mode optical depth, *Journal of Geophysical Research – Atmosphere*, 2003, tom 108, nr D17, doi:10.1029/2002JD002975.

[5] Holben B.N., Eck T. F., Slutsker I., Tanre D., Buis J.P., Setzer A., Vermote E., Reagan J.A., Kaufman Y.J., Nakajima T., Lavenu F., Jankowiak I., Smirnov A., AERONET – a federated instrument network and data archive for aerosol characterization, *Remote Sensing of Environment*, 1998, tom 66, 1–16.
 [6] Forgan B.W., General Method for calibrating Sun photometers, *Applied Optics*, 1994, tom 33, 4841–4850.
 [7] The Naval Research Laboratory (NRL): Navy Aerosol Analysis and Prediction Sys-

Omówienie wyników badania biegiłości

W nawiązaniu do zorganizowanych w 2010 roku przez Sekcję Badań Materiałowych porównaniach międzylaboratoryjnych WN, w których brało udział 16 laboratoriów, w większości uczestniczących również w bieżącej edycji, uzyskane wyniki potwierdzają utrzymanie wysokiego poziomu kompetencji uczestników w zakresie badania parametrów warstwy nawęglonej. Dla ilustracji zamieszczone w tabeli 6 poziomy miary zmienności, uzyskane w poprzedniej edycji.

tem) Global Aerosol Model, informacje online http://www.nrlmry.navy.mil/aerosol_web/Docs/globaer_model.html (dostęp 03.04.2017).
 [8] Hess M., Koepke P., Schult I., Optical Properties of Aerosols and Clouds: the software package OPAC, *Bulletin of American Meteorological Society*, 1998, tom 79, 831–844.
 [9] O'Neill N. T., Eck T. F., Reid J. S., Smirnov A., Pancrati O., Coarse mode optical information retrievable using ultraviolet to short-wave infrared Sun

photometry: Application to United Arab Emirates Unified Aerosol Experiment data, *Journal of Geophysical Research – Atmosphere*, 2008, tom 113, doi:10.1029/2007JD009052.
 [10] Dubovik O., King M.D., A flexible inversion algorithm for retrieval of aerosol optical properties from Sun and sky radiance measurements, *Journal of Geophysical Research*, 2000, tom 105, 20673–20696.

* dr Aleksandra Kardaś, *Nauka o klimacie*

