表 2 四种多主元钛酸盐陶瓷重离子辐照前后的维氏硬度

	维氏硬度 (Hv)					
编号	0dpa	0.1dpa	0.2dpa			
#1	958.32	966.05	1001.838			
#2	949	954.55	975.6			
#3	887.7	928	938.92			
#4	917.54	891.55	920.55			

4 结论

本研究设计制备了四种多主元钛酸盐烧绿石陶瓷(#1-#4),系统研究了其在 31 MeV Kr 离子辐照下的结构演化行为与力学性能响应。结果表明,单相烧绿石材料展现出良好的抗辐照非晶化能力。拉曼光谱分析显示,辐照后烧绿石的特征峰 A_{1g} 、 E_{g} 和 F_{2g} 发生宽化且强度减弱,而萤石相的 F_{2g} 峰显著增强,表明辐照驱动有序烧绿石结构向无序萤石结构的转变。相比之下,烧绿石 - 单斜双相材料由于对辐照更为敏感,在注量为 1.36×10^{14} cm⁻² 时,单相材料仍保留部分衍射峰,而双相材料特征峰几乎完全消失,非晶化程度加剧。力学性能方面,所有样品均出现辐照硬化现象,其中双相材料的硬化效应更为显著,#4 样品硬度提升 5.77%。分析表明,硬化主要源于辐照诱导产生的晶格缺陷以及晶粒细化导致的晶界密度增加。

综上所述,维持单相烧绿石结构并通过多主元组分设 计调控晶格畸变,是提升钛酸盐烧绿石材料抗辐照稳定性及 其力学性能的有效策略。本研究为耐辐照固化基材的成分优化设计提供了重要依据。

参考文献

- [1] Weber W J, Navrotsky A, Stefanovsky S, et al. Materials science of high-level nuclear waste immobilization[J]. MRS bulletin, 2009, 34(1): 46-53.
- [2] Ewing R C, Weber W J, Lian J. Nuclear waste disposal— Pyrochlore (A₂B₂O₇): Nuclear waste form for the immobilization of plutonium and "minor" actinides[J]. Journal of Applied Physics, 2004, 95(11): 5949-5971.
- [3] Zhou L, Li F, Liu J X, et al. High-entropy A₂B₂O₇-type oxide ceramics: a potential immobilising matrix for high-level radioactive waste[J]. Journal of Hazardous Materials, 2021, 415: 125596.
- [4] Wang J, Wang J X, Zhang Y B, et al. Order-disorder phase structure, microstructure and aqueous durability of (Gd, Sm)₂(Zr, Ce)₂O₇ ceramics for immobilizing actinides[J]. Ceramics International, 2019, 45(14): 17898-17904.
- [5] Krishnankutty K, Dayas K R. Synthesis and characterization of monoclinic rare earth titanates, RE₂Ti₂O₇ (RE= La, Pr, Nd), by a modified SHS method using inorganic activator[J]. Bulletin of Materials Science, 2008, 31(6): 907-918.
- [6] Taylor C A, Patel M K, Aguiar J A, et al. Bubble formation and lattice parameter changes resulting from He irradiation of defectfluorite Gd₂Zr₂O₇[J]. Acta Materialia, 2016, 115: 115-122.

Evaluation and analysis of Uncertainty in the measurement of tensile strength of metal sheets at room temperature

Huizhu Chen

Hainan Deep Sea Technology Innovation Center, Sanya, Hainan, 572024, China

Abstract

Based on the importance of evaluating the measurement uncertainty of test parameters in the process of inspection and testing work, taking the tensile strength test of metal plates at room temperature as an example, this paper analyzes that in the actual measurement process of tensile strength and elongation after fracture parameters of a certain testing institution, under the influence of factors such as the accuracy grade of the mechanical testing machine used, the operational proficiency of the testing personnel, and the measurement repeatability, The source of uncertainty and the evaluation process provide a reference basis for the uncertainty evaluation work of the tensile strength test of metal sheets at room temperature, aiming to propose improvement measures for the subsequent laboratory quality control and promote the further improvement of the professional level and testing ability of technicians.

Keywords

Metallic materials; tensile strength at room temperature; Evaluation of measurement uncertainty

金属板材室温抗拉强度测量不确定度评定和分析

陈荟竹

海南省深海技术创新中心,中国・海南三亚 572024

摘 要

本文立足于检验检测工作过程中测试参数测量不确定度评定的重要性,以金属板材室温抗拉强度测试为例,分析了某检测机构在实际抗拉强度和断后伸长率参数的测量过程中,受到所使用的力学试验机准确度等级、检测人员操作熟练度、测量重复性等因素的影响下,不确定度来源和评定的过程,为金属板材室温抗拉强度测试的不确定度评定工作提供参考依据,旨在对后续实验室质量控制提出改进措施,促进技术人员专业水平、测试能力的进一步提升。

关键词

金属材料; 室温抗拉强度; 测量不确定度评定

1引言

测量不确定的评定与分析是国内外相关规范和准则的强制要求,国际上合格评定相关的各方组织一直对检验检测工作中呈报具体数值、定量分析项目的测量不确定度评定与分析工作非常重视,测量不确定度检验检测机构技术能力的综合体现,也会对测量数据的可信程度、可比程度和不可靠程度的带来重要的影响,然而不确定度来源众多,且受到技术人员经验和专业水平的影响较大,仍需针对本机构实际的测量能力进行深入的分析和评定。

2 测量不确定度分析和评定工作的目的和意义

金属板材室温抗拉强度测试中测量不确定度的评定与

【作者简介】陈荟竹(1991-),女,中国海南三亚人,硕士,从事材料工程、海洋技术装备综合试验与检测、计量校准研究。

分析决定了测量数据的可信程度,是检验检测机构技术能力的综合体现^[2],受到仪器设备准确度等级、最大允许误差、实验人员操作熟练度、实验环境条件控制、测量重复性等多重因素的影响,如力学环境检验实验室检测员在使用力学试验机依据国家标准 GB/T 228.1-2021《金属材料拉伸试验第1部分:室温试验方法》^[1]要求进行金属材料室温拉伸试验对抗拉强度、最大力和断后伸长率三个参数进行测量时,使用准确度等级为 1.0 级和 0.5 级的力学试验机,具有 5 年以上测试经验的检测员和处于岗前培训期的检测员所获得的测量不确定度均存在差异,综上所述,检测项目的不确定度分析和评估是一个机构在人、机、料、法、环五个方面有效性控制的结果,对我们更好的改进检测工作中的不符合项具有重要指导意义。

3 测量不确定度评定的实施过程

以金属材料抗拉强度和断后伸长率两个参数的测量为例,现描述测量不确定度评定过程。

3.1 测量仪器设备

主要检测仪器设备信息见表 1。

3.2 被测对象

样品为中实国金 NILQC-202320210a 批次质控样品,

金属材料矩形横截面非比例试样,厚度 2.0mm,原始宽度 20mm,原始标距 80mm,平行长度 120mm,总长 270mm,材料表面光滑、平整。检测试样的抗拉强度 Rm、断后伸长率 A。

表 1 主要检测仪器设备信息

序号	设备名称	设备编号	规格型号	主要参数	准确度等级或最大允许误差	有效期至	状态
1	力学试验机	YQ-202212-007	JD-1002A	1. 测试行程: 800mm; 2. 测试速度: (1-300)mm/min; 3. 容量: 5000kg	1级,试验力示值准确度优于 ±1.0%	2025.12.5	合格
2	游标卡尺	LJ-202310-186	300mm	1. 测量范围(0-300)mm 2. 分辨率: 0.02mm	±0.02 mm	2025.12.11	合格

3.3 测量方法

根据 GB/T 228.1-2021《金属材料拉伸试验第 1 部分:室温试验方法》要求,在规定的环境条件下(包括各仪器设备处于校准有效期,且受控状态下),选用量程为 50kN 的力学试验机,选择基于平行长度估算的应变速率控制模式(A_2)的测试方法,以 14.4mm/min 的加载速率测试得到试样的最大力,使用游标卡尺测量出断后标距的数值,最后通过设备自带的计算公式获得抗拉强度 Rm 和断后伸长率 A。

3.3.1 拉伸试验抗拉强度 Rm 检测程序

金属板材为矩形横截面,原始截面积 S_0 由厚度和宽度相乘而得,试样截面原始厚度 a_0 和原始宽度 b_0 通过测量获得;再以一定的加载速率施加拉力,直至试样断裂;最后读取力学试验机软件控制系统上显示的最大力 F_m ,通过公式 $R_m = F_m/S_0$ 计算得到抗拉强度。在同一试验条件下,试验共进行 6 次 [3]。

3.3.2 拉伸试验断后伸长率 A 检测程序

首先制备试样,在试样上划出 50mm 的原始标距,再以规定速率施加拉力,直至试样断裂;对齐试样使其轴线处于同一直线上,确保试样断裂部分适当接触后,测量断裂标距的伸长值,使用公式计算出断后伸长率 4。在同一试验条件下,试验共进行 6 次。

3.3.3 建立测量模型

根据测试标准方法要求:

抗拉强度

$$R_{\rm m} = F_{\rm m}/S_0 \tag{1}$$

断后伸长率

$$A = \left(\frac{\overline{L_u}}{L_0} - 1\right) \times 100\% \tag{2}$$

式中:

 F_m 一最大力,N

 S_0 —试样平行长度的原始横截面积, mm^2

 L_0 一试样原始标距, mm

 a_0 一矩形横截面试样原始厚度,mm

 b_0 一矩形横截面试样平行长度的原始宽度,mm

 $\overline{L_u}$ 一试样断后标距平均值, mm

A-断后伸长率,%

 R_m 一抗拉强度,MPa

3.3.4 测量不确定度来源分析

根据金属板材室温拉伸试验的数学模型及试验特点,测量不确定度的主要来源有以下几种:试样横截面积最大允许误差带来的不确定度分量 $u(S_0)$;最大力测量带来的不确定度分量 $u(F_m)$;试样原始标距和断后标距测量带来的不确定度分量 $u(L_0)$ 和 u(Lu)。另外还应考虑检测员测量重复性所带来的不确定度和仪器设备或游标卡尺误差引入的不确定度。另外,测试数据都须按标准规定进行数值修约,因此仍需考虑数值修约所带来的不确定度分量 $u(R_m, rou)$ 和 $u(A_{rou})$ 。

3.4 标准不确定度分量的评定引入的不确定度分量

金属板材平行长度的原始横截面积应准确至或优于 $\pm 1\%$,最大允许误差为 $\pm 0.4 mm^2$,其出现在此区间的概率是均匀的,所以服从均匀分布,它所引起的标准不确定度可用B类方法评定,即:

$$u(S_0) = \frac{a}{\sqrt{k}} = \frac{0.4}{\sqrt{3}} = 0.231$$

金属板材在满足标准的前提下,其横截面积最大允许 误差就是 $\pm 0.4 \text{mm}^2$,所以获得的标准不确定度分量非常可靠,其自由度 ν 无限大。

3.5 最大力值测量引入的不确定度分量

检测员重复性测量引入的不确定度分量 $\mathbf{u}(F_m,1)$ 。 在重复性测量条件下,该检测机构的检测员小陈对同一批次 的质控样品的最大力值进行多次测试,用统计方法进行标准 不确定度的 A 类评定,本次试验对 6 个试样最大力进行测量, 结果如表 2 所示。

对于最大力 F_m 实验标准偏差使用以下公式获得:

$$S(\overline{F}_m) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{10} (F_{mi} - \overline{F}_m)^2} = 137.967$$

重复性测量引入的相对标准不确定度 $(n \ \mathbb{R} \ 3, \ \ 3)$ 试样的重复性测量):

$$u_{rel}(F_{\rm m}) = \frac{S_{rel}(\overline{F}_m)}{\sqrt{n}} = 0.67\%$$

 $u(F_{\rm m},1)=\overline{F}_m\times u_{rel}(F_{\rm m})=11965.113\times0.67\%=79.688N$

试验机示值误差所引起的标准不确定度分量 u(F_m,2)。

所使用的力学试验机,经校准为1级,其示值误差为±1.0%,可用B类评定,即:

$$u_{rel}(F_{\rm m},2) = \frac{a}{\sqrt{k}} = 0.58\%$$

其自由度计算可得:

$$v = \frac{1}{2} \left[\frac{\triangle u(x)}{u(x)} \right]^{-2} = 50$$

由于本次试验最大力的平均值 $\overline{F}_{\mathrm{m}}$ 为 11965.113N= 119.65kN,所以此因素引入的绝对不确定度是:

$$u(F_{\text{m,2}}) = \overline{F}_{\text{m}} \times u_{\text{rel}}(F_{\text{m,2}}) = 0.58\% \times 119.65 = 0.690381 \text{kN} = 690.381 \text{N}$$

标准测力仪所引起的标准不确定度分量 u(F_m,3)。本机构所用力学试验机使用 0.3 级标准测力仪进行校准,不确定度为 0.3%,置信因子为 2,相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(F_{\rm m},3) = \frac{a}{\sqrt{k}} = 0.15\%$$

此因素引入的绝对不确定度为:

$$u(F_m,3)=119.65\times0.15\%=0.179475kN=179.475N$$

读数分辨力带来的标准不确定度分量 $u(F_m,4)$ 。本试验选用的力学试验机量程为 50 kN,软件控制界面显示的最小读数是 1×10^{-6} kN,由此带来的标准不确定度分量为:

$$u(F_m,4)=0.29x=0.29\times1\times10^{-6}$$
kN, 自由度 v 无限大

由于重复性测量、仪器设备示值误差、标准测力仪、 最小读数分辨力所引起的不确定度分量各不相关,所以根据 以下公式合成得到试验力值测量所引起的绝对标准不确定 度总分量,即,对最大力有:

$$u(F_m) = \sqrt{u^2(F_{m,1}) + u^2(F_{m,2}) + u^2(F_{m,3}) + u^2(F_{m,4})} = 717.765$$
N

表 2 抗拉强度多次试验测量结果

 序号	原始厚度 mm	原始宽度 mm	原始横截面积 mm²	最大力 N	断后标距 mm	抗拉强度 MPa	断后伸长率%
1	2.0	20	40	11943.520	114.00	298.59	42.50
2	2.0	20	40	12223.401	113.50	305.59	41.88
3	2.0	20	40	12220.851	114.00	305.52	42.50
4	2.0	20	40	11944.107	116.24	298.60	45.28
5	2.0	20	40	12146.910	116.26	303.67	43.52
6	2.0	20	40	11964.113	115.40	299.10	44.25
算术平均值			11965.113	114.9	301.85	43.32	
实验标准偏差				137.967	1.223	3.450	1.278
相对标准偏差%			1.153	1.064	1.143	2.950	

3.6 试样断后标距测量所引起的不确定度分量 u(L_i)

断后标距长度测量引起的不确定度分量 \mathbf{u} ($\mathbf{L}_{\mathbf{u}}$, 1) 断后标距 $\mathbf{L}_{\mathbf{u}}$ 的测量结果详见表 2。

对于断后标距 L_u 实验标准偏差使用以下公式获得:

$$S(\overline{L}_u) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{10} (L_{ui} - \overline{L}_u)^2} = 1.223$$

测量重复性的相对标准不确定度 $(n \ D \ 3, \ b \ 3)$ 个试样的重复性测量):

$$u_{rel}(L_u) = \frac{S_{rel}(\overline{L}_u)}{\sqrt{n}} = 0.61\%$$

$$u(L_u,1) = \overline{L}_u \times u_{rel}(L_u) = 114.9 \times 0.614\% = 0.71 \text{ mm}$$

游标卡尺测量断后标距引入的不确定度分量 u(L,,2)

试样原始标距和断后标距是用游标卡尺一次性作出标记和测量的,量程为300 mm,最大允许误差为±0.02mm,其出现在此区间的概率是均匀的,所以服从均匀分布,n取3,用B类方法评定它所带来的标准不确定度,即:

$$u(L_{\rm u},2) = \frac{0.02}{\sqrt{n}} = 0.01155$$
mm

由于两分量不相关,可得:

$$u(L_u) = \sqrt{u^2(L_{u,1}) + u^2(L_{u,2})} = 0.71 \text{mm}$$

数值修约所引起的标准不确定度分量 $\mathbf{u}(\mathbf{R}_{rou})$ 和 $\mathbf{u}(\mathbf{A}_{rou})$ 。 根据国家标准方法规定:"试样测定的性能结果数值应按照 相关产品标准的要求进行修约。如未规定具体要求,应按照如下要求进行修约:强度性能修约到 1 MPa;屈服点延伸率修约到 0.1%,其他延伸率和断后延伸率修约到 0.5%;断面收缩率修约到 1%"。由此可知,对于金属板材室温拉伸试验结果的数值修约可按照 B 类不确定度评定方法开展,修约间隔为x,则u(x)=0.29x,对于本实验,强度的数学期望是:

$$\overline{R}_m = \frac{\overline{F}_m}{\overline{S_0}} = 299.128 \text{MPa} = 299 \text{N/mm}^2$$

断后伸长率的数学期望是:

$$\overline{A} = \frac{\overline{L}_u - L_0}{L_0} = 43.625\% = 43.5\%$$

可见本例强度的修约间隔为 1 MPa, 伸长率的修约间隔为 0.5%, 由 u(x)=0.29x 可知,

$$u(R_{m,rou})=0.29\times1=0.29\text{N/mm}^2$$

 $U(A_{rou})=0.29\times0.5\%=0.14\%$

自由度皆为∞。

3.7 合成不确定度的计算

因金属板材试样平行长度横截面积允许偏差、试验力、断后标距的测量所引入的不确定度以及数值修约(最终结果经数值修约而得到,所以对最终结果而言,修约也相当于输入)所引入的不确定度之间彼此独立不相关。因此,由下式计算合成标准不确定度: