



中华人民共和国国家标准

GB/T 21838.2—2022/ISO 14577-2:2015

代替 GB/T 21838.2—2008

金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入 试验 第2部分：试验机的检验和校准

**Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and
materials parameters—Part 2: Verification and calibration of testing machines**

(ISO 14577-2:2015, IDT)

天星

2022-07-11 发布

2023-02-01 实施



国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 一般要求	1
5 直接检验和校准	2
6 间接检验	9
7 检验周期	12
8 检验报告与校准证书	12
附录 A (资料性) 压头固定装置示例	13
附录 B (规范性) 压头面积函数的测定方法	14
附录 C (资料性) 间接检验结果报告的示例	16
附录 D (规范性) 试验机柔度校准程序	18
参考文献	21

天星

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 21838《金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验》的第2部分。GB/T 21838已经发布了以下部分：

- 第1部分：试验方法；
- 第2部分：试验机的检验和校准；
- 第3部分：标准块的标定；
- 第4部分：金属和非金属覆盖层的试验方法。

本文件代替 GB/T 21838.2—2008《金属材料 硬度和材料参数的仪器化压痕试验 第2部分：试验机的检验和校准》，与 GB/T 21838.2—2008 相比，主要技术变化如下：

- 修改了安装条件(见 4.2, 2008 年版的 3.2)；
- 修改了试验温度的描述(见 5.1.1, 2008 年版的 4.1.1)；
- 修改了试验力允差(见 5.2.2, 2008 年版的 4.3.3)；
- 修改了间接检验总则(见 6.1, 2008 年版的 5.1)；
- 增加了压头面积函数的测定方法(见附录 B)；
- 增加了规范性附录 D“试验机柔度校准程序”(见附录 D)。

本文件等同采用 ISO 14577-2:2015《金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验 第2部分：试验机的检验和校准》。

本文件增加了“术语和定义”一章。

本文件做了下列最小限度的编辑性改动：

- 为与现有标准协调，将标准名称改为《金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验 第2部分：试验机的检验和校准》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国机械工业联合会提出。

本文件由全国试验机标准化技术委员会(SAC/TC 122)归口。

本文件起草单位：中机试验装备股份有限公司、上海材料研究所、广州大学、莱州华银试验仪器有限公司、上海尚材试验机有限公司、沈阳天星试验仪器股份有限公司、吉林大学。

本文件起草人：王暖春、王滨、徐忠根、王毅涛、卫志清、张路明、赵宏伟、蔡振杰。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2008年首次发布为 GB/T 21838.2—2008；
- 本次为第一次修订。

引 言

硬度的经典定义是一种材料抵抗另一种较硬材料压入产生永久压痕的能力。进行洛氏、维氏和布氏硬度试验时得到的试验结果是在卸除试验力以后测定的。因此,忽略了在压头作用下材料弹性形变的影响。

GB/T 21838《金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验》旨在规范仪器化压入试验法测定材料参数的方法、仪器化压入试验用的试验机的检验和校准方法、标准块的标定方法以及金属和非金属覆盖层的仪器化压入试验方法,由四个部分构成。

- 第1部分:试验方法。目的在于确立金属材料仪器化压入试验法测定硬度和其他材料参数的方法。
- 第2部分:试验机的检验和校准。目的在于确立进行仪器化压入试验用的试验机的检验和校准方法。
- 第3部分:标准块的标定。目的在于确立对仪器化压入试验机间接检验用的标准块的标定方法。
- 第4部分:金属和非金属覆盖层的试验方法。目的在于确立金属和非金属覆盖层硬度和材料参数的仪器化压入试验方法。

GB/T 21838的制定,使用户能够在材料的塑性和弹性变形过程中通过研究力和形变两者的关系来评定材料的压入特性。通过监控试验力施加和卸除的整个周期,本方法能够测定出与传统硬度值等效的硬度值。具有重要意义的是,还能够测定诸如压入模量和弹-塑性条件下的硬度值等一些额外的材料性能,不需要采用光学法测量压痕,就能计算出这些值。此外,借助各种技术,仪器化压入试验可以记录复杂的压入试验循环中硬度和模量沿深度的分布。

GB/T 21838的制定使用户可对测试数据进行各种深入分析。

金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入 试验 第2部分:试验机的检验和校准

1 范围

本文件规定了按照 GB/T 21838.1—2019 进行仪器化压入试验用的试验机的检验和校准方法。

本文件描述了检查试验机主要功能的直接检验法和适用于测定试验机重复性的间接检验法。除直接检验法外,间接检验法也用于使用中的试验机例行的周期检验。

对于每种试验方法应单独对试验机进行间接检验。

本文件也适用于便携式试验机。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 21838.1—2019 金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验 第1部分:试验方法 (ISO 14577-1:2015, IDT)

ISO 376 金属材料 单轴试验机检验用标准测力仪的校准 (Metallic material—Calibration of force-proving instruments used for the verification of uniaxial testing machines)

注: GB/T 13634—2019 单轴试验机检验用标准测力仪的校准 (ISO 376:2011, IDT)

ISO 3878 硬质合金 维氏硬度试验 (Hardmetals—Vickers hardness test)

ISO 14577-3 金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验 第3部分:标准块的标定 (Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and materials parameters—Part 3: Calibration of reference blocks)

注: GB/T 21838.3—2022 金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验 第3部分:标准块的标定 (ISO 14577-3:2015, IDT)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 一般要求

4.1 准备

试验机的设计应确保便于对试验机进行检验。

在检验和校准之前应先检查试验机以确保满足 4.2~4.4 的要求。

4.2 安装条件

试验机的安装应便于操作,安装环境应满足本文件和 GB/T 21838.1—2019 的要求,如可能,还应

满足 ISO 14577-3 的要求。试验机应有防振保护。对于显微和纳米范围的试验,试验机还应有防护措施以免受空气流动和温度波动的影响。

环境对数据的影响,即背景噪声,应通过在有证标准物质(CRM)上施加较小的试验力(例如相当于通常的初始接触力)并分析随时间的位移变化来估计。但平均位移中的任何背景漂移被减去后,力的变量就是压入刚度(从试验力卸除曲线上获得)乘以位移的标准偏差。然后将这些不确定度包含在按 GB/T 21838.1—2019 第 8 章和附录 H 计算的总合成不确定度计算中。

4.3 压头

为了保证试验力-压入深度数据测量的重复性,压头柄应牢固地安装在试验机主轴上。

压头柄的设计宜使其对试验机的整体柔度的影响减小(见附录 A)。

4.4 试验力的施加

试验力的施加和卸除不应产生对试验结果有很大影响的冲击或震动。应能对试验力的施加、保持和卸除的过程进行检验。

5 直接检验和校准

5.1 总则

5.1.1 直接检验和校准应在稳定的温度下进行(通常范围为 10 °C~35 °C),更宜在 23 °C ± 5 °C 温度下进行。如果要求控制温度范围,则直接检验应在所规定的整个温度范围内合适的温度点上进行,以便确定作为温度函数校准的有效性。必要时,可能需测定校准修正函数或在规定的操作温度下确定有效的一组校准数据。

5.1.2 用于直接检验和校准的仪器应尽可能溯源到国家基准。

5.1.3 直接检验和校准包括:

- a) 试验力的校准;
- b) 位移测量装置的校准;
- c) 试验机柔度的检验和校准;
- d) 压头的检验;
- e) 压头面积函数的校准和检验(当压入深度 h 小于 6 μm 时);
- f) 试验循环的检验。

5.2 试验力的校准

5.2.1 对使用的每一个力的范围,应以进程和回程两个方向进行校准。在试验力范围内应至少校准平均分布的 16 个点,即施加试验力过程中的 16 个点和卸除试验力过程中的 16 个点。此过程应重复至少 3 次,并应使用平均校准值。校准值的最大差异不应超过表 1 给出的允差的一半。

5.2.2 试验力应采用可溯源的方法测量,例如:

- a) 使用 ISO 376 规定的 1 级或更优的标准测力仪测量;
 - b) 用校准过质量的砝码通过机械增益加一个示值误差在 ± 0.2% 以内的力,使该力与被测试验力相平衡;
 - c) 对于纳米范围,使用准确度与最小试验力的 0.1% 或 10 μg (0.1 μN) 相当的电子天平。
- 对于用于校准的每个测量点,测量值和标称试验力之间的差值应在表 1 给出的允差范围内。

表 1 试验力的允差

试验力的范围 F/N	允差/%
$F \geq 2$	± 1.0
$0.001 \leq F < 2$	± 1.0
$F < 0.001$	$\pm 2.5^a$
^a 对于纳米范围, 强烈推荐 $\pm 1\%$ 的允差。	

5.3 位移测量装置的校准

5.3.1 所要求的位移测量装置的分辨力取决于要测量的最小压入深度的尺寸。对于显微范围该值为 $0.2 \mu\text{m}$, 对于宏观范围应不小于 $2 \mu\text{m}$ 。

位移测量装置标尺的分度应使其对压入深度的估测能力符合表 2 的规定。

5.3.2 对于每个使用范围, 应采用合适的方法和相应的系统在试验机上对位移测量装置进行校准。应在位移测量装置每个方向的整个行程均匀分布至少 16 个点上进行校准。此过程应重复测量 3 遍。

推荐使用以下方法测量压头的相对位移: 激光干涉法, 电感法, 电容法和压电传感器法。

对于用于校准的每个测量点, 测量值和标称试验力之间的差值应在表 2 给出的允差范围内。

表 2 位移测量装置的分辨力和最大允差

应用范围	位移测量装置的分辨力/nm	允差
宏观	≤ 100	$0.01h$
显微	≤ 10	$0.01h$
纳米	≤ 1	2 nm^a
^a 对于纳米范围, 强烈推荐 $< 0.01h$ 的允差。		

5.3.3 温度变化通常是位移漂移的主要来源。为了使温度引起的位移漂移减到最小, 在一个完整的校准循环内, 应保持仪器温度的稳定, 使得位移漂移率保持恒定。漂移率应在每个校准循环中、之前或之后立即测量。例如, 通过施加一个恒定的试验力并保持一段合适的时间, 检测其间的位移变化。应对位移校准数据进行热漂移校正, 漂移率与一个校准周期持续时间的乘积应小于表 2 给出的允差。漂移率不确定度应包括在位移校准不确定度计算中。

5.4 试验机柔度的检验与校准

5.4.1 总则

见附录 D 和 GB/T 21838.1—2019 的附录 C。

应按照 5.2 和 5.3 对试验力和位移测量装置校准后再进行试验机柔度的检验和校准。

5.4.2 程序

通过测量至少 5 种不同试验力下的压入模量来校准和检验试验机的柔度, 宜采用附录 D 中所述的方法 3。在任何情况下, 仪器化的压入试验系统中宜配备适用的标准物质(CRM), 标准物质的装样方式与拟测试样品的装样方式相同, 这样确保标准物质能够保持试验机总柔度的每个特定部分可靠的再现性。

试验机的柔度受压头的特定结构和安装及样品安装方法的影响。例如,在塑料(例如聚氯乙烯)上固定样品会在测量中引入一个附加柔度。宜使用以后将要使用的压头对试验机的柔度进行检验和校准。

当压入深度 $h_c > 6 \mu\text{m}$ 时,没有必要考虑压头的实际接触面积函数。对于试验机柔度的检验和校准应使用与压入深度无关的经检定合格的标准压入模量块,推荐使用 $E_{\text{IT}}/\sqrt{H_{\text{IT}}}$ 比高的材料(如钨)。试验力的范围是根据 $6 \mu\text{m}$ 压入深度的最小试验力和试验机的最大可能试验力确定的。较大压入深度具有面积函数误差较小的优点,但测量时应注意测试结果没有因标准物质的凸起产生偏差。然后,将压入测量得到的柔度与使用标准模量块计算的柔度进行比较。为了重新校准试验机的柔度,将施加试验力与检测的试验机柔度的差异应用于位移数据,以优化接触深度的估计及由此带来的每次受力时试验机柔度的估计。重复此过程,直到试验机柔度值和接触深度值自相适应。

小于 $6 \mu\text{m}$ 的压入深度,也应采用上述方法,但应根据校准压头面积函数计算实际接触面积,应用有证标准模量块计算接触模量。

对许多纳米和显微范围的仪器,试验机的柔度值与受力无关。如果不是这种情况,则可以使用上述程序来确定试验机的柔度,但需要施加范围更宽的试验力。试验力的范围由压入深度大于 $0.5 \mu\text{m}$ 时对应的试验力、试验机的最大试验力或试样无异样(例如金属凸起或陶瓷、玻璃开裂)时的最大试验力确定。

如果试验机柔度被重新校准,则应在使用前进行间接验证。

附件 D 中详述的校准程序需要使用各向同性和均匀的标准物质(见 ISO 14577-3),这里假设压入模量和泊松比与压入深度无关。

5.5 压头的校准和检验

5.5.1 总则

应对用于压入试验的压头进行校准。满足本文件要求的压头应由有校准资质的实验室出具校准证书和最近没有变化的压头面积函数的间接检验数据。后者应注明所使用的附录 B 所述的检验方法和所用的合适的有证标准物质。应测量所有的几何尺寸并记入校准证书中。

如果压头的角度与理想几何尺寸的标称值有偏差,那么在所有压入深度大于 $6 \mu\text{m}$ 的实际计算中宜使用检定合格压头角度的平均值。

注: $136^\circ(2\alpha)$ 的维氏压头 0.2° 的角度误差会导致 1% 的面积系统误差。

在纳米和显微范围试验的压头,压入深度不大于 $6 \mu\text{m}$,其面积函数应在使用的相关压入深度范围内进行校准。压头性能应定期验证(见第 7 章)。

如果使用非金刚石压头,应获得并使用弹性模量和泊松比的值代替金刚石值。

棱锥和圆锥压头的角度应在表 3 给定的压入深度范围内测量(见图 1)。

表 3 棱锥体和圆锥体压头角度的测量范围值

单位为微米

压入深度	宏观范围	显微范围
h_1	6	0.2
h_2	200	压入深度指定最大值

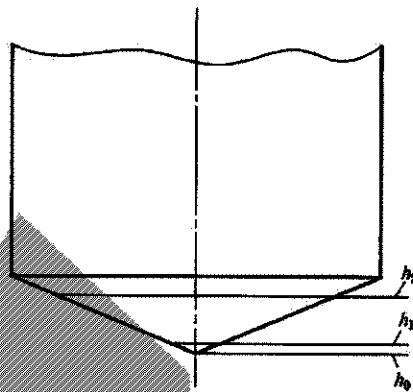


图 1 表 3 中给出的测量范围的示意图

5.5.2 维氏压头

5.5.2.1 金刚石正四棱锥体的 4 个面应光滑且无表面缺陷和污物。清理压头表面的注意事项参见 GB/T 21838.1—2019 的附录 D。

压头表面的粗糙度与试样表面的粗糙度都对测量不确定度有影响。当在纳米范围试验时,宜考虑压头表面的粗糙度。

5.5.2.2 金刚石棱锥体的两相对面之间的夹角应为 $136^\circ \pm 0.3^\circ$ (见图 2) ($\alpha = 68.0^\circ \pm 0.2^\circ$)。

应测量 h_1 和 h_2 范围之间的角度(见表 3 和图 1)。应在整个校准后的压头深度范围,即从压头的顶端 h_0 到校准的最大压入深度 h_2 控制压头的几何尺寸和粗糙度。

5.5.2.3 金刚石棱锥体的轴线与压头柄轴线(垂直于安装面)之间的夹角应不大于 0.5° 。

5.5.2.4 4 个面应相交于一点。两相对面交线的最大允许长度在表 4 中给出(见图 3)。

5.5.2.5 用于显微范围试验的压头,其顶端半径应不大于 $0.5 \mu\text{m}$ (见图 4)。

5.5.2.6 应使用显微镜或其他合适的装置对压头形状进行检验。

如果压头用于显微或纳米范围的试验,宜采用闭环控制的原子力显微镜(AFM)进行检验。对纳米范围内的检验,强烈推荐采用此方法。

表 4 交线的最大允许长度

单位为微米

压入深度范围	交线的最大允许长度
$h > 30$	1
$6 < h \leq 30$	0.5^a
$h \leq 6$	$\leq 0.5^b$

^a 当用 400 倍光学显微镜检测压头没有检测到交线时,可认为满足此规定。
^b 当考虑压头形状修正时,应将该交线包括在内,见 GB/T 21838.1—2019 中 C.2。

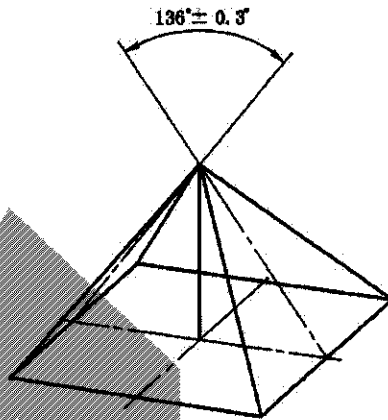
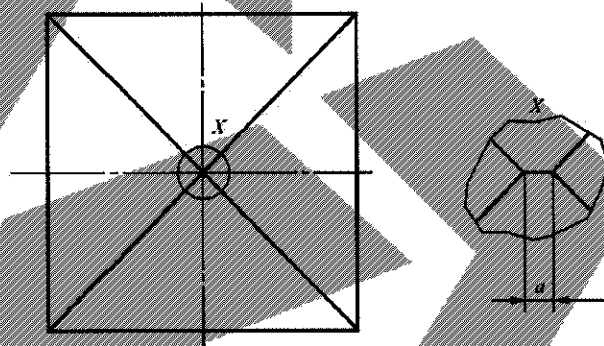


图2 维氏金刚石棱锥体压头的角度示意图



标引序号说明：
a——交线。

图3 压头顶端交线示意图

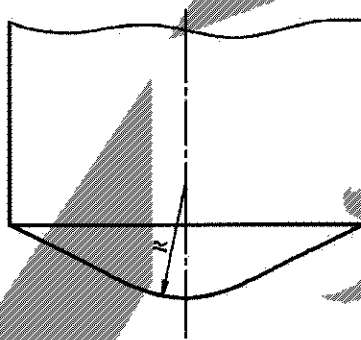


图4 压头顶端的半径

5.5.3 玻氏压头、改进型玻氏压头和直角立方体压头

5.5.3.1 常用的玻氏棱锥金刚石压头有两种类型，对应任意给定的压入深度，玻氏压头^[5]具有与维氏压头相同的表面积，改进型玻氏压头^[11]具有与维氏压头相同的投影面积。

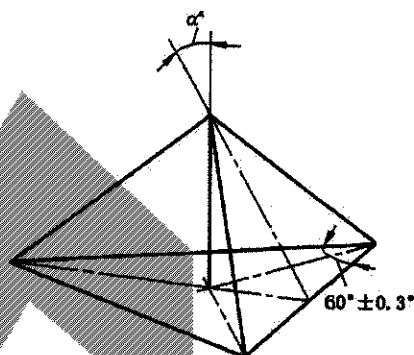
5.5.3.2 金刚石三棱锥体的三个面应光滑且无表面缺陷和污物。清理压头表面的注意事项见 GB/T 21838.1—2019 的附录 D。

压头表面的粗糙度与试样表面的粗糙度都对测量不确定度有影响。当在纳米范围试验时，宜考虑压头表面的粗糙度。

5.5.3.3 用于显微范围试验的压头，其顶端半径不应超过 $0.5 \mu\text{m}$ ，用于纳米范围试验的压头，其顶端半

径不应大于 $0.2\ \mu\text{m}$ (见图 4)。

5.5.3.4 金刚石三棱锥体轴线与 3 个面之间的夹角为 α , 棱锥底面三角形的边缘之间的角度应为 $60^\circ \pm 0.3^\circ$ (见图 5)。



* 玻氏压头: $\alpha = 65.03^\circ \pm 0.3^\circ$; 改进型玻氏压头: $\alpha = 65.27^\circ \pm 0.3^\circ$; 直角立方体压头: $\alpha = 35.26^\circ \pm 0.3^\circ$ 。

图 5 玻氏和直角立方体压头的角度

5.5.3.5 应用显微镜或合适的装置对压头的形状进行检验。

对用于显微和纳米范围试验的压头宜使用闭环控制的原子力显微镜(AFM)进行检测。对于纳米范围试验, 强烈建议采用这种检测方法。

5.5.4 硬质合金球压头

5.5.4.1 硬质合金球应具有下列特性:

——硬度, 按 ISO 3878 测定时, 硬度不应低于 1 500 HV10;

——密度: $\rho = 14.8\ \text{g/cm}^3 \pm 0.2\ \text{g/cm}^3$ 。

推荐的化学成分如下:

——钴(Co): 5.0%~7.0%;

——除碳化钨以外的所有碳化物: 2.0%;

——碳化钨(WC), 余量。

5.5.4.2 硬质合金球应有已检验合格的几何尺寸, 采用分批检验法即可。检验证书应给出不同位置的至少三个测量点直径的平均值。如果有任一值超出标称直径的允许值(见表 5), 那么该球(或该批次)不应用作压头。

表 5 球压头允差

单位为毫米

球直径	允差
10	$\pm 0.000\ 5$
5	$\pm 0.000\ 4$
2.5	$\pm 0.000\ 3$
1	$\pm 0.000\ 3$
0.5	$\pm 0.000\ 3$

5.5.5 圆锥压头

顶端为球形的圆锥压头的特性在表 6 中给出(见图 6)。

表 6 圆锥压头的允差

特征		允差
$R_{av} \leq 50 \mu\text{m}$		$\pm 0.25 R_{av}$
$500 \mu\text{m} > R_{av} > 50 \mu\text{m}^a$		$\pm 0.1 R_{av}$
圆锥夹角 2α	120°	$\pm 5''$
	90°	$\pm 5''$
	60°	$\pm 5''$
圆锥侧面角 α	60°	$\pm 5''$
	45°	$\pm 2.5''$
	30°	$\pm 2.5''$
注：圆锥中心线相对锥顶中心线应在 0.01 mm 以内。		
^a 洛氏金刚石压头(见 GB/T 230.2)满足此要求。		

从接触零点测得的任一压入深度 h 对应的球顶瞬时曲率半径 $[R(h)]$ 不应大于平均半径的 2 倍且不应小于平均半径的 0.5 倍, R_{av} 由式(1)中的条件给出:

$$0.5 \leq [R(h)]/R_{av} \leq 2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

顶端为球形的圆锥压头应用在许多场合。这些压头通常用金刚石制造,但也有用其他材料制造的,例如红宝石、蓝宝石或硬质合金(WC-Co 硬质合金)。仅利用圆锥压头顶端球形部分做压入测量。如果用赫兹接触力学理论解释压入的特性曲线,那么使用圆锥压头半径的精度是关键性因素。因此建议使用合适的测量系统对每个压头的形貌直接进行测定,或通过测标准物质上的压入进行间接测定。

表面粗糙度参数 R_a 宜减小。粗糙度会造成压头与试样的接触零点难以确定。由于表面粗糙度使实际接触半径与球头半径的平均值产生明显差异,所以性能差别很大。如果可能,金刚石压头表面粗糙度参数 R_a 的值宜小于常规压入深度的 1/20。

注:建议锥顶的几何结构,在圆锥角为 2α 、圆锥半径为 R_{av} 的球顶相切的球头高度 h ,由公式(2)确定:

$$h = R_{av} [1 - \sin(\alpha)] \quad \dots\dots\dots (2)$$

实际上,球头与圆锥相切的位置有一个逐渐过渡段,很难规定它们的几何形状。假定是这样,就要允许 R_{av} 与 α 有偏差(见表 4),每当压入深度大于 $0.5h$, 时予以注意。

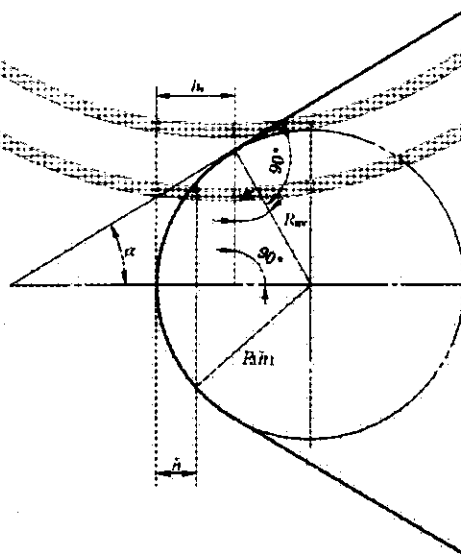


图 6 圆锥压头几何特征示意图

5.6 压头面积函数的检验

5.6.1 总则

见 GB/T 21838.1—2019 的附录 C。

5.6.2 方法

压头面积函数的测定方法在附录 B 中给出。

压头面积函数的检验方法是将测量过的压头面积函数与检定证书上的压头面积函数进行比较,检定证书上的压头面积函数使用新近检定且校准合格的压头测定。

注:压头面积函数和试验机柔度修正能用迭代的方法和多种标准物质同时测定^[3]。

如果在压头校准范围内的任意压入深度所测量的面积值与检定证书上的面积值(按照附录 B 所述的方法测得,每个测得的压入深度用原证书所对应的面积值的百分数表示)之差超过 30%,那么压头应作废。

5.7 试验循环的检测

应测量试验循环中的试验力的施加、最大试验力的保持和试验力的解除时间,允差为 0.1 s。试验循环每个阶段的持续时间应满足 GB/T 21838.1—2019 的要求。

6 间接检验

6.1 总则

间接检验宜采用根据 ISO 14577-3 标定的标准块在使用温度下进行,或在标准块的有效温度范围内[通常为(23±5)°C]进行。间接检验应使用标准物质对直接检验的有效性进行验证,并且避免压头损坏或污染。

在用标准块试验前,建议首先使用 GB/T 21838.1—2019 附录 D 中推荐的步骤检查和清洁压头。如果这些初始压入的结果表明存在污染或损坏,则应在进一步的试验之前再次清洁压头。如果进一步清洁后,标准块压入试验仍显示有污染或损坏,建议使用放大 400 倍的光学显微镜进行检查。可以使用适当显微镜检测凹痕或压头的亚微观损伤与污染。如果检测到损坏,应更换压头。

图 7 给出了间接验证的流程图。在使用新的压头之前,应进行试验机柔度 C_F 和面积函数 $A_p(h_c)$,校准/验证的程序。如果在当前有效地确定了试验机柔度和压入面积函数(使用可变 ϵ 和径向位移校正,GB/T 21838.1—2019 附录 D),标准块的测量值偏离其证书值超过表 7(见注 2)中规定限值的最大允许量,并重复使用新验证和认证的压头和对应于该压头的有效的试验机柔度校正后仍如此,此时应对试验机进行维修和全面的直接校准。

注 1:控制图能非常灵敏地反映违反操作限制时相应的结果变化(见附录 C)。

注 2:标准压头是经过校准的、使用频次很低的压头,只用于通过间接检验检查试验机和压头的性能。

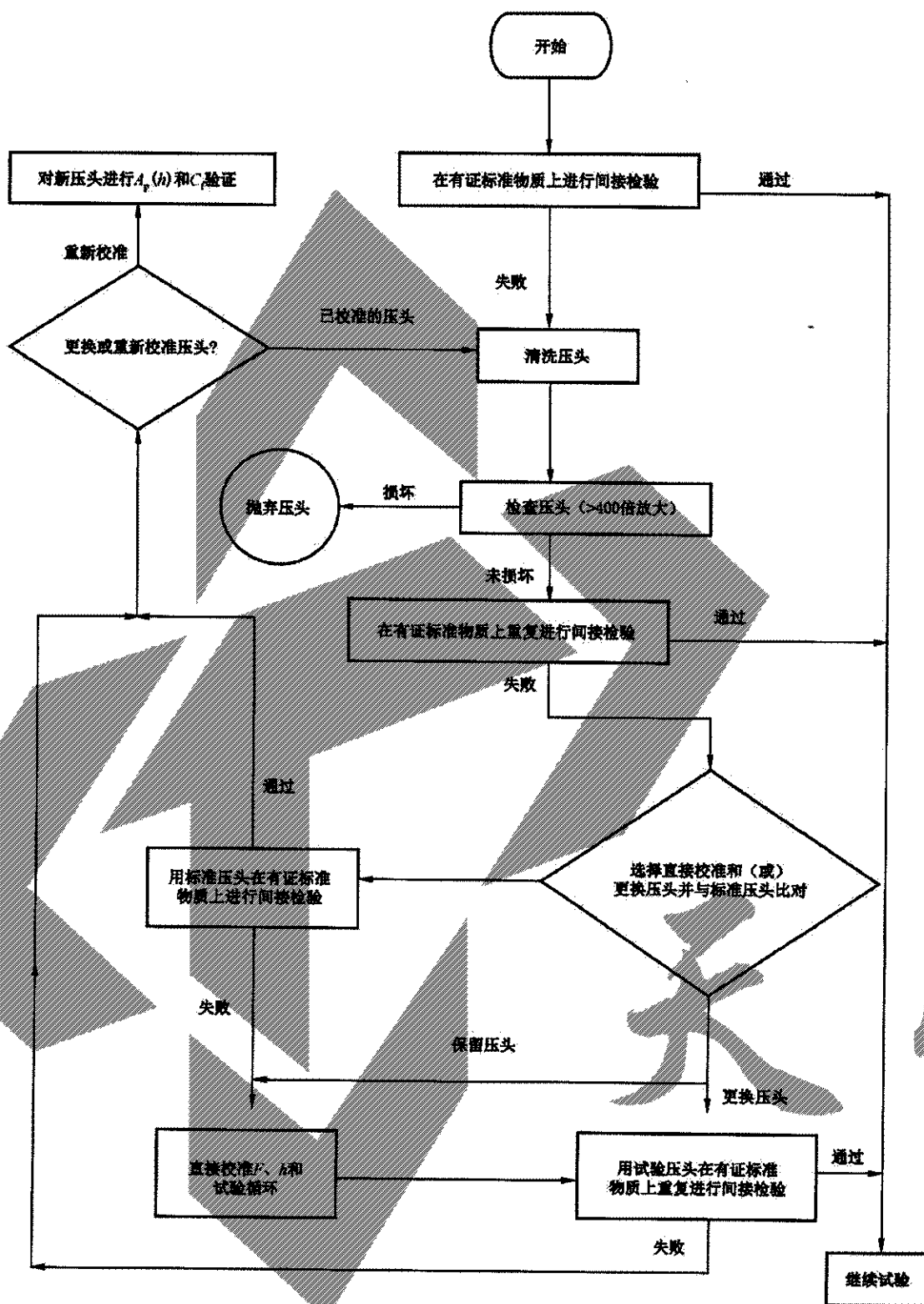


图 7 间接检验决策和行动流程图

6.2 方法

6.2.1 间接检验应至少在两个最频繁使用的试验力下进行。对于压入深度小于 $6 \mu\text{m}$ 的试验,该检验方法还能对接触面积函数做一些检验。宜在至少两个标准值相差很大的标准块(CRM)上进行间接检

验,例如相差两倍。应施加两个或多个试验力进行试验,其力值为不同数量级或至少覆盖所测量的试验力或压入深度范围。

对于在纳米和显微范围内的间接检验,建议使用有模量检定证书的标准块。

6.2.2 如果试验机只使用一个试验力,那么应只在该试验力下,至少使用检定值能够覆盖待试样品试验值的两个不同的标准块对其进行检验。

6.2.3 在每个标准块上,建议按 GB/T 21838.1—2019 测量 5 点。当压入深度小于 6 μm 时,对应每一试验力在每个标准块上建议至少测量 10 点,以降低测量平均值重复性的不确定度。

注:在常规测量之前使用标准块对试验机进行日常检查时,进行 3 次~5 次压入测量即可。

6.2.4 对于每个标准块,按照公式(3)计算 n 个测量值 q_1, \dots, q_n 的算术平均值 \bar{q} (q 表示材料参数):

$$\bar{q} = \frac{q_1 + q_2 + \dots + q_n}{n} \dots\dots\dots (3)$$

按公式(4)计算实验标准差,作为描述测量值分散性的参数:

$$s(q) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (q_i - \bar{q})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (4)$$

测量值的相对分散性是用百分数表示的变异系数,按公式(5)计算:

$$v = \frac{s(q)}{\bar{q}} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

6.2.5 试验机的重复性是在特定检验条件下通过测量值的变异系数确定的。如果试验机满足表 7 给定条件,则试验机的重复性合格。

表 7 试验机的重复性

材料参数	纳米范围	显微范围		宏观范围
		$0.2 \mu\text{m} \leq h \leq 1 \mu\text{m}$	$h > 1 \mu\text{m}$	
HM	5%	5%	2%	2%
$E_{IT}/H_{IT} \leq 50$	5%	5%	5%	5%
$E_{IT}/H_{IT} > 50$	5%	10%	5%	5%

6.2.6 试验机的误差用公式(6)中的差值表征:

$$|\bar{q} - q| \dots\dots\dots (6)$$

式中:

\bar{q} ——根据各个点的测量值计算出的算术平均值;

q ——所用标准块的标定值。

使用 t 分布归一化后,见公式(7):

$$t = \frac{\bar{q} - q}{s(q)} \times \sqrt{n} \dots\dots\dots (7)$$

以 $(n-1)$ 的自由度,在 95% 的置信水平下,对于双边分布试验,试验机回归的 t 值不应超过临界值 t_c (见表 8 示例值)。

表 8 有关 n 和 t_c 的示例值

n	5	10	15	20
t_c	2.78	2.26	2.14	2.09

更精确的算法见公式(8)：

$$\frac{s(q)}{\sqrt{n}} = \left[\frac{(n-1)s^2 + (n_{cal}-1)s_{cal}^2}{n+n_{cal}-2} \right]^{1/2} \times \left(\frac{1}{n} + \frac{1}{n_{cal}} \right)^{1/2} \dots\dots\dots(8)$$

式中：

s_{cal} ——校准时测定的试验标准差；

n_{cal} ——检定合格的标准块的平均值对应的标定点数。

如果 n 和 n_{cal} 较大,通常 $s(q) \approx s$ 非常近似,而且这个值相当适用。当确定 t 分布的临界值时,使用韦尔奇-萨特斯韦特公式能更好地定义所使用的有效自由度的数目,见 ISO/IEC Guide 98-3 的附录 G。

7 检验周期

7.1 直接检验和校准

7.1.1 新制造的试验机应全部进行直接检验和校准。

7.1.2 在下列情况下应按 5.2、5.3 和 5.7 进行简化的直接检验和校准。

- a) 间接检验的结果不合格时；
- b) 最长间隔时间不超过 3 年。

7.1.3 在试验机拆卸重新组装或搬迁安装后应按 5.2 或 5.3 进行直接检验。如果可确认试验机在安装、拆卸和重新组装或重新定位之后校准不改变,则只需要进行间接检验。在所有情况下(7.1.1, 7.1.2 和 7.1.3),每次校准和直接检验之后应进行间接检验。每次更换压头后,都要对试验机柔度进行检验。

7.2 间接检验

间接检验应定期进行,或在要求高准确度的试验前进行。间接检验的周期不应超过一年。建议根据试验机使用的频率来确定是否进行较多次的间接检验。

7.3 日常检查

在任何一组试验前或定期(例如每天)的每组试验中,应在两个不同的试验力下在已知材料参数的试样上进行试验。这个试验结果应记录在合适的图表中,见附录 C。如果试验结果超出再现性的标称范围,应进行间接检验。

在每批样品试验前后进行试验检查是一种良好的习惯做法。

8 检验报告与校准证书

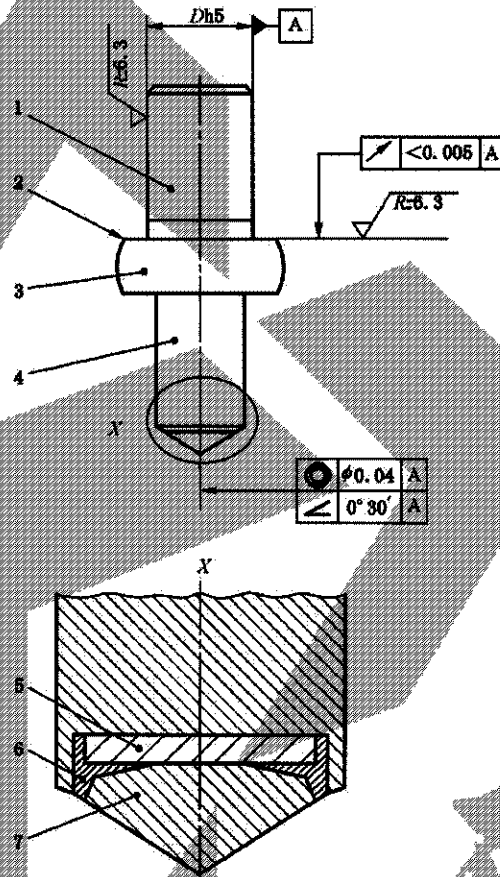
检验报告与校准证书应至少包括下列信息：

- a) 注明采用本文件,即 GB/T 21838.2—2022；
- b) 检验/校准方法；
- c) 试验机的标识；
- d) 检验和校准的器具(标准块、标准测力仪等)；
- e) 试验力；
- f) 检验/校准温度；
- g) 按照 GB/T 21838.1—2019 要求的格式报告检验结果；
- h) 检验/校准的日期和相应机构。

附录 A
(资料性)
压头固定装置示例

压头固定装置设计示意图见图 A.1。

单位为毫米,表面粗糙度的单位为微米



标引序号说明:

- 1——压头柄;
- 2——安装面;
- 3——压头座;
- 4——颈部;

- 5——压头支承垫(硬质合金);
- 6——镶嵌料;
- 7——压头。

图 A.1 压头固定装置设计示意图

附录 B

(规范性)

压头面积函数的测定方法

B.1 总则

本附录描述了下列测定压头面积函数有效的方法。每种方法都能得到在允差范围内的同一压头的面积函数。

B.2 直接测量法

最适合的直接测量法取决于压头预定的用途。对于高分辨率压头的形状尺寸直到 $1\ \mu\text{m}$ 左右时,使用经溯源校准的原子力显微镜(AFM)是理想的。应注意保证 AFM 的测量考虑了误差和测量不确定度的各种因素^[01,18]。如果预计仅测量较大的压入深度,则采用溯源校准的电子显微镜或光学显微镜可能比较便利。

B.3 间接检测法

B.3.1 这些方法依赖于用试验机在已知性能的材料上进行压入试验循环,因此要求使用的所有试验机按照本文件的要求全部校准合格并按照 5.4¹⁾ 或使用迭代压入模量的基本方法确定对试验机柔度的修正量^[9]。当力-位移数据对应机架柔度(和温度或其他系统漂移)做过修正后,就可以使用 B.3.2 和 B.3.3 的两种方法。

B.3.2 如果材料的马氏硬度已知且不随压入深度变化,有试验数据表明,在选定的条件下压入尺寸效应可以忽略,该材料可选作试样得出在试验力 F 下测得的每一压入深度 h 所对应的压头面积 $A_p(h)$ 。对于压入深度小于 $0.2\ \mu\text{m}$,通常这种方法是不适用的。

B.3.3 如果将已标定杨氏模量、泊松比和平面应变模量的材料用作试样,则可以使用卸除试验力曲线的方法来确定接触面积和刚度,接触柔度与试样相关的压入模量的关系可以用公式(B.1)表示:

$$C_c = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{1}{E_r \sqrt{A_p}} \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

其中:

$$E_r = \frac{1-\nu_s^2}{E_s} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad \dots\dots\dots (\text{B.2})$$

式中:

C_c ——对应施加最大力时的接触柔度, dh/dF (接触刚度的倒数);

E_s ——折合杨氏模量;

A_p ——投影接触面积,如同 GB/T 21838.1—2019 中的 A.4 硬度的计算一样,对应确定的接触深度时的压头面积函数的值;

ν_s ——试样的泊松比;

ν_i ——压头的泊松比(对于金刚石, ν_i 取 0.07);

E_s ——试验材料的杨氏模量;

E_i ——压头的杨氏模量(对于金刚石, E_i 为 $1.14 \times 10^5\ \text{N/mm}^2$)。

应使用可变的 ϵ ($\epsilon = 0.72 \sim 0.8$) 和径向位移进行校正,见 GB/T 21838.1—2019。径向位移校正的

1) 此处国际标准 ISO 14577-2:2015 原文为 4.4,与实际不符,本文件改为 5.4。

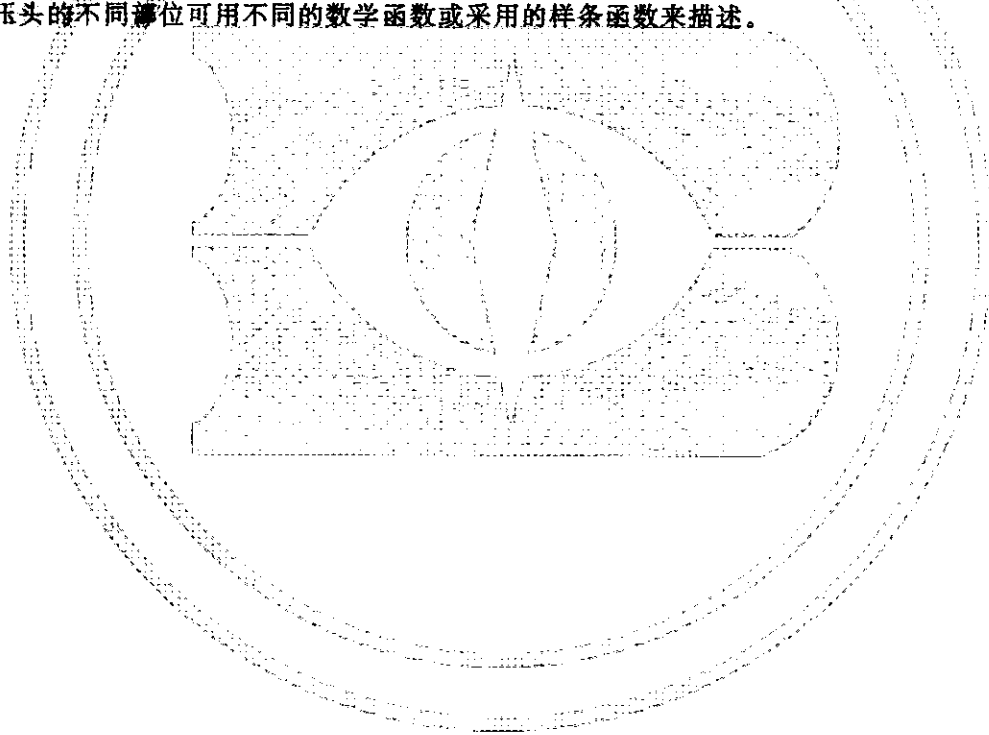
估算方法见 GB/T 21838.1—2019 附录 I。对于大多数金属来说,径向校正非常小($<0.5\%$),但是对于诸如熔融石英这类高弹性材料,径向校正则可达 5%。

因此,如果使用已知压入(或杨氏)模量的材料作为试样,通过重新整理上述关系(见 GB/T 21838.1—2019, A.4 有关接触深度测定章节),对应每一个特定的接触深度 h ,能够得出 A_p 。使用迭代法和多种标准物质允许在压头面积函数测量的同时对试验机的柔度进行修正^[3]。

试验力的选择应包括可能的压入深度的全范围。对于控制试验力的压入测量,需要做一些预备试验以确定在标准物质上产生合适的压入深度所需要的力的范围。为了覆盖所要求的范围,应选择至少 10 个不同的试验力作为一组,并在标准物质上至少进行 100 个压入循环。建议使用多个深度,每个深度具有三个或更多个重复试验,用于确定 A_p 的平均值。由此获得了 A_p 与压入接触深度的关系曲线。使用试验力-部分卸载曲线方法从一个点的多次压入深度获得结果也是可以接受的。

使用模量作为标准值的优点之一是试样的弹性性能对加工硬化、热处理或蠕变的精确值不敏感。这就要求相对于压入试验的卸载试验力速率而言,完全忽略该过程中蠕变速率。另一个优点是可以采用非压入试验技术单独测出杨氏模量,这样也消除了标准溯源的循环问题。

压头的面积函数通常表示为至压头顶端的任意距离所对应的投影面积或表面积 的数学函数,当相对简单(三次曲线或多项式)的数学函数不能描述压入深度时,则面积函数可以用图解或查表的方法进行估算。压头的不同部位可用不同的数学函数或采用的样条函数来描述。



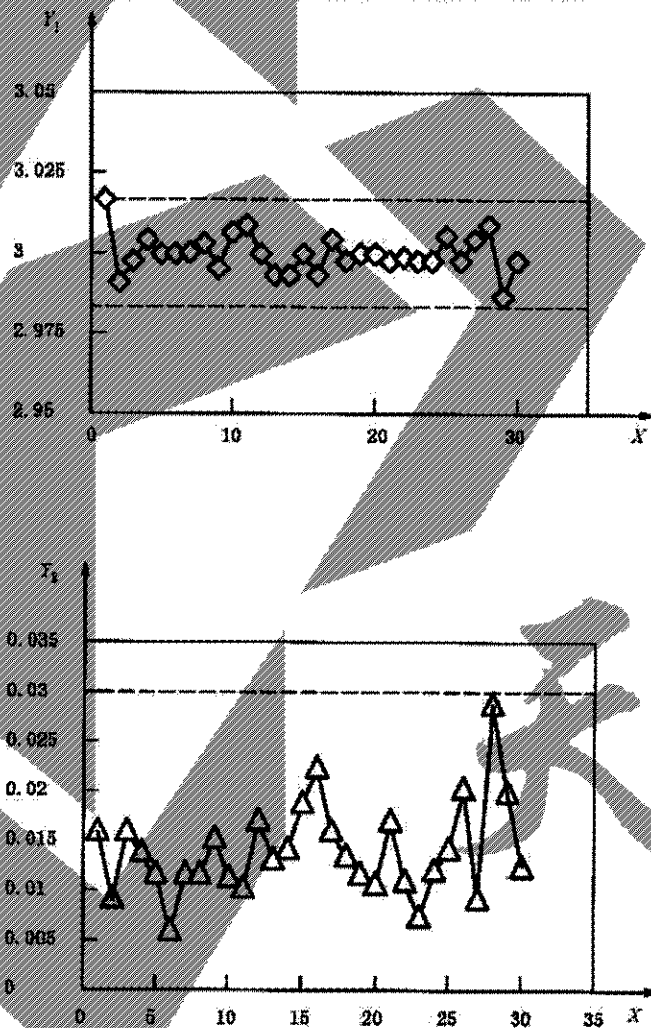
附录 C

(资料性)

间接检验结果报告的示例

为全程监测试验机的性能,将常规检查和间接检验的结果绘制成图表是有益的。每次间接检验宜至少包括 3 个或 5 个试验力-压入深度曲线。将所测定的材料参数的平均值和标准偏差以 \bar{q}/s 图的形式(见图 C.1 和图 C.2)予以记录并形成文件。图表中合适的参数示例是与两个预定试验力例如 F_{max} 和 $0.1F_{max}$ 相对应的压入模量或压入深度。

在两个 \bar{q}/s 图表中均能看出试验力和位移单元或受污染的压头在整个检验周期中的不稳定性。用 $0.1F_{max}$ 的力测量出的结果绘制成 \bar{q}/s 图来检测压头顶部的磨损是敏感的。



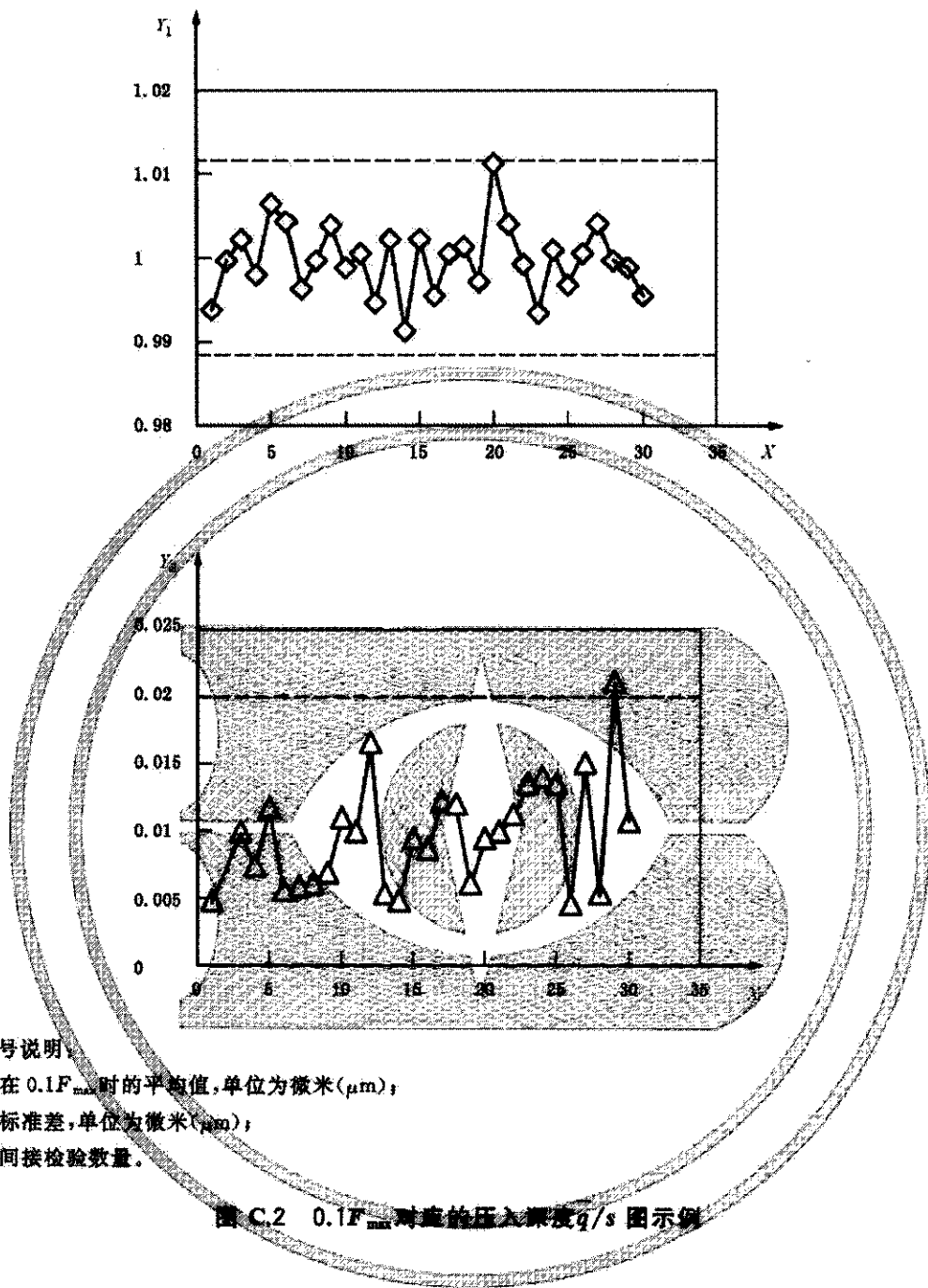
说明:

Y_1 ——在 F_{max} 时的平均值,单位为微米(μm);

Y_2 ——标准差,单位为微米(μm);

X ——间接检验数量。

图 C.1 F_{max} 对应的压入深度 \bar{q}/s 图示例



附录 D
(规范性)
试验机柔度校准程序

D.1 总则

以下详细给出的校准程序中应使用均质、各向同性标准物质(见 ISO 14577-3)并假设其杨氏模量和泊松比与压入深度无关。报告中应给出校准时所选择的程序,包括试验力 F 和压入深度 h 范围。

D.2 原理

总的测量柔度 C_T 是接触柔度 C_s 和机架柔度 C_F 之和,见公式(D.1):

$$C_T = C_s + C_F \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

C_T ——可从未校正的卸除试验力曲线在最大试验力时的导数得出,具体见式(D.2);

C_s ——试样材料的接触柔度,由式(D.3)给出。

$$C_T = \left[\frac{dF}{dh} \right]^{-1} \quad \dots\dots\dots (D.2)$$

注 1: 一些仪器使用压头校准程序自动给出机架柔度值。此时,所测得的机架柔度(如使用本附录中的两种标准物质法代法)是测定压头面积函数时软件所设定的机架柔度之和。

$$C_s = \frac{\sqrt{\pi}}{2 E_r} \cdot \frac{1}{\sqrt{A_p(h_c)}} \quad \dots\dots\dots (D.3)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_s}{E_s} + \frac{1-\nu_i}{E_i} \quad \dots\dots\dots (D.4)$$

$$h_c = h_{max} - \varepsilon F_{max} C_T \quad \dots\dots\dots (D.5)$$

注 2: 见 GB/T 21838.1—2019 中的 A.4。

式中:

E_i ——压头的杨氏模量;

ν_i ——压头的泊松比。

应使用可变的 ε ($\varepsilon=0.72 \sim 0.8$) 和径向位移进行校正,具体见 GB/T 21838.1—2019。径向位移校正的估计方法见 GB/T 21838.1—2019 附录 I。因此,总的柔度由公式(D.6)给出:

$$C_T = \frac{\sqrt{\pi}}{2 E_r} \cdot \frac{1}{\sqrt{A_p(h_c)}} + C_F \quad \dots\dots\dots (D.6)$$

下面给出了一些在各向同性标准物质上进行压入试验测定机架柔度的方法。这些方法按照压入深度递减时力和准确度递增的次序排列。表 D.1 汇集了方法的假设条件。

表 D.1 所选方法的假设条件

方法	E_r =常数	C_F =常数	需要输入参数	参考文献
1	是	是	$A_p(h_c)$	[7]
2	是	是	没有	[12]
3	是	否	$A_p(h_c), E_r$	[10]

表 D.1 所选方法的假设条件(续)

方法	E_r =常数	C_T =常数	需要输入参数	参考文献
4	是	否	E_{r1}, E_{r2}	[8]
5	是	否	E_{r1}, E_{r2} , 弹性变形	[6]

D.3 方法

D.3.1 总则

使用自动校准函数前,操作者要确认对其非常了解以保证其准确无误。对可计算机架柔度值的软件,当按 D.3.2~D.3.6 的方法计算最终机架柔度时应考虑软件计算的机架柔度值。

D.3.2 方法一

以下两种情况可使用本方法:

——面积函数 $A_p(h_c)$ 是通过重复性试验或原子力显微镜独立校准得到的;

—— C_T (未修正的机架柔度)与 $1/\sqrt{A_p(h_c)}$ [见式(D.6)]呈线性关系,该直线与柔度坐标轴的交点为机架柔度 C_F 。

注:典型的最大试验力为 10 mN~100 mN,为得到有效的校准值,建议在任一试验力下至少重复 10 次压入试验。锡被认为是合适的标准物质材料,因为其在通常的试验力范围内可得到较大的刚性压入。

D.3.3 方法二

如果面积函数未知,则采用组合迭代法。使用理想压头的面积函数(见 GB/T 21838.1—2019,附录 A.4)和有证标准物质计算得出 E_r ,通过绘制两个最大压入的 C_T (未修正的机架柔度)与 $1/\sqrt{A_p(h_c)}$ [式(D.6)]的曲线得到 C_T 和 E_r 的初步估计值^[12],然后,重复式(D.7)计算其他压入深度对应的面积函数。

$$A_p(h_c) = \frac{\pi}{4} \frac{1}{E_r^2} \cdot \frac{1}{(C_T - C_F)^2} \dots\dots\dots (D.7)$$

将新的面积函数代入式(D.6)重新计算 C_T 和 E_r 。再根据式(D.7)计算出新的面积函数。如此逐步逼近以致最后一次得到的值与前一次值相同。

注:常选用铝和熔融石英为标准物质,在适当的试验力(铝为 3 mN~120 mN,熔融硅为 0.1 mN~120 mN)下,重复进行 10 次压入试验。 h_c 按小时,用熔融石英计算面积函数^[12]。

D.3.4 方法三

如已知压头面积函数和所用标准物质的模量,将其及 C_T 代入式(D.6)则可直接计算机架柔度 C_F 。用这个机架柔度的初步估计值修正原始数据可得出 F_{max} 时实际接触深度 h_c 的更好估计值,再用式(D.6)重新计算机架柔度,如此逐步逼近以使最后一次得到的值与前一次值相同^[10]。

锡是首选的标准物质,因为它弹性各向同性、均质,与铝相比不易产生加工损坏,模量较高且可产生足够的塑性变形以获得高的接触刚度和坚固的机架柔度。为得到有效的校准值,建议试验力增至 80 mN 并至少重复进行 10 次压入试验。

测量距压头尖端相对远处的面积函数值(如使用 AFM 测量)对本方法的准确度有重要影响,因为试验结果对此输入值很敏感。

D.3.5 方法四

如果面积函数未知,则可采用方法 2 的组合迭代法,在不同硬度和弹性性能的两种材料上进行试验。应选用较大的试验力(100 mN~200 mN)在单晶钨(100)等刚性材料上进行试验以测得机架柔度值,选用较小的试验力(1 mN~100 mN)在熔融硅上进行压入试验以测得压头面积函数,通过几次迭代后就可以得到实际的机架柔度和压头面积函数,后者与通过 AFM 测得的面积函数是一致的^[6]。

注:也可用蓝宝石和熔融石英作为标准物质,每一组使用 0.1 mN~500 mN 范围内的试验力重复进行 10 次压入试验。

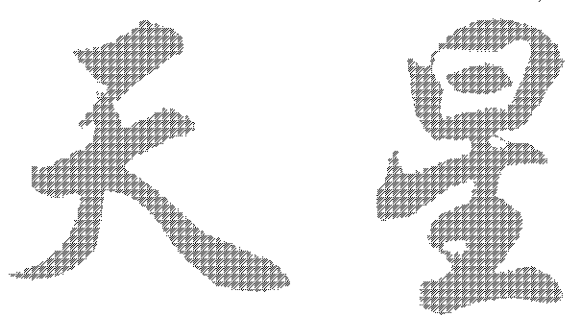
D.3.6 方法五

如果压头尖端近似于球形,则在试验力施加的初始阶段可产生弹性压入。采用弹性模量分别为 E_1 、 E_2 的两种标准物质可测得机架柔度和球形压头的半径(用尖端曲率半径 R ,代替面积函数)^[6],具体见式(D.8)、式(D.9)。

$$R = \left(\frac{3}{4}\right)^3 \frac{F^3}{(h_1 - h_2)^3} \left(\frac{1}{E_1^{2/3}} - \frac{1}{E_2^{2/3}}\right)^3 \dots\dots\dots (D.8)$$

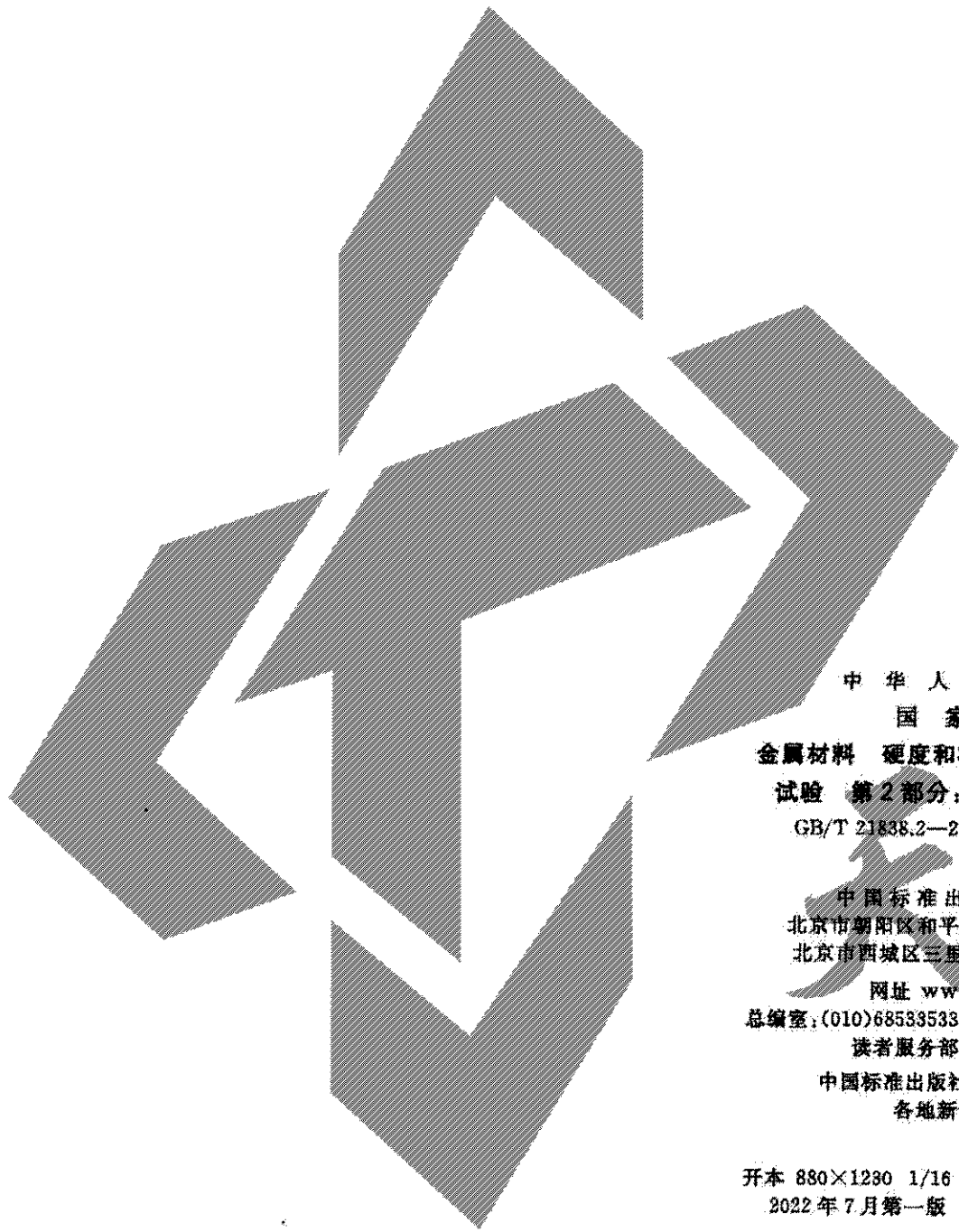
$$C_F = \frac{h_1 - \left(\frac{3}{4} \frac{F}{E_1}\right)^{2/3} \left(\frac{1}{R}\right)^{1/3}}{F} \dots\dots\dots (D.9)$$

注:这个结果仅对试验力为 F ,并且压入深度在 h_1 、 h_2 之间时有效。



参 考 文 献

- [1] ISO 6508-2 Metallic materials—Rockwell hardness test—Part 2, Verification and calibration of testing machines and indenters
- [2] ISO 14577-4:2007 Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and materials parameters—Part 4, Test method for metallic and non-metallic coatings
- [3] ISO/IEC Guide 98-3:2008 Uncertainty of measurement—Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)
- [4] ISO/IEC 17025 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- [5] Berkovich E.S. Three faceted diamond pyramid for micro-hardness testing. *Industrial Diamond Review*, 1951, pp. 11.
- [6] Chudoba T., Schwarzer N., Richter F. Determination of elastic properties of thin films by indentation measurements with a spherical indenter. *Surf. Coat. Technol.* 2000, 127
- [7] Doerner M.F., & Nix W.D. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J. Mater. Res.* 1986, 1 pp. 601-609
- [8] Herrmann K., Jennett N.M., Wegener W., Meneve J., Hasche K., Seemann R. Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation. *Thin Solid Films*, 2000, 377-378 pp. 394-400
- [9] Jennett N.M., Shafirstein G., Saunders S.R.J. A Comparison of indenter tip shape measurement using a calibrated AFM and indentation into fused silica. *VDI Bericht*, 1194, VDI-Verlag GmbH Düsseldorf, 1995, pp. 201-210.
- [10] Meneve J., & Smith J.F. Jennett N.M. Saunders, S.R.J. *Applied Surface Science*, 100/101 (1996) 64-68. Surface Mechanical Property Testing by Depth Sensing Indentation. Proc. 13th Int. Vac. Conf. and 9th Int. Conf. Solid Surfaces, Sept 25-29 1995 Yokohama, Japan
- [11] Oliver W.C., & Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* 1992, 7 pp. 1564-1583
- [12] Final Report E.U. S.M.T. Project; Determination of Hardness and Modulus of Thin Films and Coatings by Nano indentation (INDICOAT), Contract No. SMT4-CT98-2249), NPL Report MATC(A) 24, May 2001
- [13] Petzold M., Hagendorf C., Fütting M., Olaf J.M. Atomare Rasterkraftmikroskopie an Indenterspitzen und Härteeindrücken. *VDI Berichte*, 1194, S. 97-108. VDI-Verlag GmbH Düsseldorf, 1995



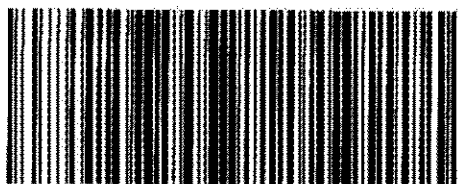
中华人民共和国
国家标准
金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入
试验 第2部分：试验机的检验和校准
GB/T 21838.2—2022/ISO 14577-2:2015

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 50 千字
2022年7月第一版 2022年7月第一次印刷

*
书号: 155066·1-70391 定价 41.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 21838.2-2022



网上扫一扫 正版服务