



中华人民共和国国家标准

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

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

(ISO 14577-2:2002, MOD)

2008-06-20 发布

2009-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利,本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

GB/T 21838《金属材料 硬度和材料参数的仪器化压痕试验》分为如下四个部分:

- 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。

本部分为 GB/T 21838 的第2部分。

本部分修改采用国际标准 ISO 14577-2:2002《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》(英文第一版)。

本部分是根据 ISO 14577-2:2002 采用翻译法起草的,在文本结构和技术内容方面与 ISO 14577-2:2002 一致,但根据我国编写标准的有关规定做了如下编辑性修改:

- 用“GB/T 21838 的本部分”代替“ISO 14577 的本部分”;
- 用中文惯用的小数点符号“.”代替英文使用的小数点符号“.”;
- 重新编写了前言,代替 ISO 14577-2:2002 的前言;
- 在第2章“规范性引用文件”中直接引用了与 ISO 14577-2:2002 中引用的国际标准相对应的我国国家标准;
- 在“规范性引用文件”中增加了国家标准“GB/T 21838.4—2008 金属材料 硬度和材料参数的仪器化压痕试验 第4部分:金属和非金属覆盖层的试验方法(ISO 14577-4:2007, MOD);
- 在4.5.1中增加了“参见 GB/T 21838.4—2008 的附录A”;
- 在正文中对应4.5.2修改的条款位置处用垂直单线予以标识。

本部分的附录B为规范性附录,附录A、附录C、附录D为资料性附录。

本部分由中国机械工业联合会提出。

本部分由全国试验机标准化技术委员会(SAC/TC 122)归口。

本部分负责起草单位:长春试验机研究所。

本部分参加起草单位:上海市纳米技术孵化基地、上海材料研究所、钢铁研究总院、深圳市材料表面分析检测中心。

本部分主要起草人:刘智力、巴发海、王滨、高怡莹、杨宏伟。

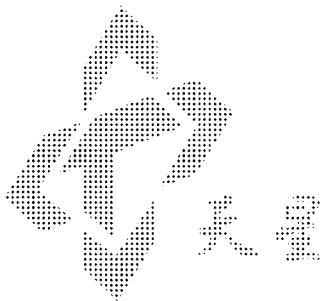
本部分为首次发布。

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、维氏和布氏试验时得到的试验结果是在卸除试验力以后测定出的。因此,忽略了在压头作用下压痕弹性变形的影响。

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变形两者的关系来评定材料的压痕。通过监测试验力施加和卸除的整个周期,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,还能够测定诸如压痕模量和弹-塑硬度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。

GB/T 21838 的制定得以对各种试验后的数据进行深入分析。



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

1 范围

GB/T 21838 的本部分规定了按照 GB/T 21838.1 进行仪器化压痕试验用的试验机的检验和校准方法。

本部分描述了检查试验机主要功能的直接检验法和适合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。

本部分也适用于便携式试验机。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 21838 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 230.2 金属材料 硬度试验 第2部分：标尺 A、B、C、D、E、F、G、H、K、N、T 标尺的检验与校准 [GB/T 230.2—2008/ISO 6506-2:1999, Metallic materials—Rockwell hardness test—Part 2, Verification and calibration of testing machines (scales A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T), MOD]

GB/T 7997 硬质合金洛氏硬度试验方法 [GB/T 7997—1987, eqv ISO 3878:1983]

GB/T 13634 单轴试验机检验用标准测力仪的校准 [GB/T 13634—2008/ISO 376:2004, ISO 376:2004, Metallic material—Calibration of force-proving instruments used for the verification of uni-axial testing machines, IDT]

GB/T 21838.1—2008 金属材料 硬度和材料参数的仪器化压痕试验 第1部分：试验方法 (ISO 14577-1:2002, MOD)

GB/T 21838.3—2008 金属材料 硬度和材料参数的仪器化压痕试验 第3部分：标准块的标定 (ISO 14577-3:2002, MOD)

GB/T 21838.4—2008 金属材料 硬度和材料参数的仪器化压痕试验 第4部分：金属和非金属覆盖层的试验方法 (ISO 14577-4:2007, MOD)

ISO GUM:1995 测量不确定度表示指南

3 一般要求

3.1 准备

试验机的设计应能通过下述方法对其进行检验。

在检验和校准之前应先检查试验机以确保满足 3.2~3.4 规定的要求。

3.2 安装条件

试验机的安装应便于操作，安装环境应满足本部分和 GB/T 21838.1 规定的要求，如可能，还应满足 GB/T 21838.3 的要求。试验机应防止振动。对于在显微和纳米范围的试验，试验机也应防止空气

流动和温度波动,这种影响应通过力-压痕深度曲线的重复测量来检测。

3.3 压头

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

压头柄的设计宜使其对试验机的整体柔度的影响减到最小(参见附录 A)。

3.4 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振动。应能对试验力的施加、保持和卸除的过程进行检查。

4 直接检验和校准

4.1 总则

4.1.1 直接检验应在(23±5)℃的温度内进行。

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值。必要时,可能需要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。

4.1.2 用于检验和校准的仪器应尽可能溯源至国家基准。

4.1.3 直接检验包括:

- a) 压头的检验;
- b) 试验力的校准;
- c) 位移测量装置的确证;
- d) 试验机柔度的校准;
- e) 若压痕深度小于 $6\text{ }\mu\text{m}$,压头几何函数的检测;
- f) 试验循环的检测。

4.2 压头的检验

4.2.1 总则

应对用于压痕试验的压头进行检验。除基本部分及球的压头应由有资质的校准实验室出具校准证书和最近没有变化的修正面积函数和系统误差外,后者应定期使用的附录 F 所述的检验方法和所用的合适的有证标准材料。应测量所有的几何尺寸并记入校准证书中。压头性能应定期检验(见第 6 章)。

如果压头的角度与理想的几何尺寸的标称值有偏差,那么在所有的实际计算中宜使用检定合格的压头角度的平均值,例如,136°的维氏压头,0.2°的角度误差会导致 1% 的系统误差。

圆锥和圆锥压头的角度应在表 1 给定的压痕深度范围内测量(见图 1 的图解)。用于纳米和显微范围试验的压头(压痕深度不大于 $6\text{ }\mu\text{m}$)对应其使用的整个压痕深度范围应具有经校准的面积函数。

4.2.2 维氏压头

4.2.2.1 金刚石正四棱锥体的四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—2008 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,应考虑压头表面的粗糙度。

4.2.2.2 金刚石棱锥体顶端的两相对面之间的夹角应为 $136^\circ \pm 0.5^\circ$ (见图 2)。

应测量 θ_1 和 θ_2 范围之间的角度(见表 1 和图 1)。应在整个校准后的压头深度范围,即从压头的顶端 A_0 到校准的最大压痕深度 A_0 控制压头的几何尺寸和粗糙度。

4.2.2.3 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° 。

4.2.2.4 四个面应相交于一点。两相对面交线的最大允许长度在表 2 中给出(见图 3)。

4.2.2.5 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)。

4.2.2.6 应使用显微镜或其他合适的装置对压头的形状进行检验。

建议用原子力显微镜(AFM)检验在显微或纳米范围试验的压头。

4.2.3 玻氏压头、改进的玻氏压头和直角立方体压头

4.2.3.1 总则

表 1 棱锥体和圆锥体压头角度的测量范围值

单位为微米

压痕深度	常规范围	显微范围
h_1	6	0.2
h_0	200	120

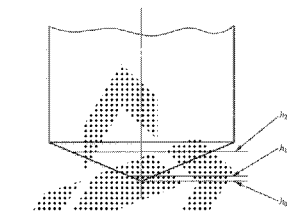


图 1: 表 1 中输出测量范围的图解

表 1 交线的最大允许长度

压痕深度范围/ μm	交线的最大允许长度/ μm
$h > 30$	1
$30 \geq h > 6$	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,即可假定此规定已经达到。

^b 考虑了压头形状的修正,见 GB/T 21838.1—2008 中 C.2。

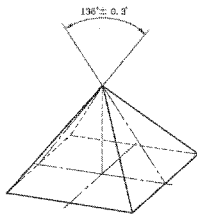
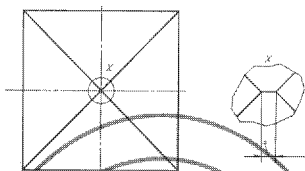


图 2 维氏金刚石棱锥体压头的角度



^a 交线。

图 3 压头顶端交线示意图

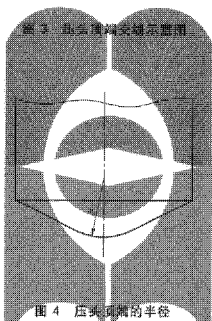


图 4 压头顶端的半径

实际上常用的载氏微硬度金刚石压头有两种类型：对应任一给定的压痕深度，载氏压头^[12]具有与维氏压头相同的表面积，改进的载氏压头^[13]具有与维氏压头相同的投影面积。

4.2.3.2 金刚石三棱锥体的三个面应光滑且无表面缺陷和污物。清楚压头表面的注意事项参见 GB/T 21838.1—2008 的附录 D。

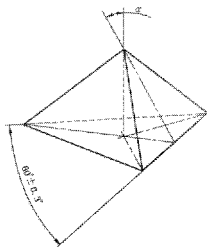
压头表面的粗糙度与试样表面的粗糙度都对测量不确定度有影响。当在纳米范围试验时，宜考虑压头表面的粗糙度。

4.2.3.3 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，其顶端半径应不大于 $0.2\ \mu\text{m}$ （见图 4）。

4.2.3.4 金刚石三棱锥体轴线与三个面之间的夹角为 α ，金刚石三棱锥体三个面之间的夹角应为 $60^\circ \pm 0.3^\circ$ （见图 5）。

4.2.3.5 应使用显微镜或合适的装置对压头的形状进行检验。

对于显微和纳米范围试验的压头宜使用原子力显微镜（AFM）进行检测。对于纳米范围试验的压头，建议采用这种检测方法。



戴氏压头: $\alpha = 65.03^\circ \pm 0.5^\circ$

改进的戴氏压头: $\alpha = 65.27^\circ \pm 0.3^\circ$

直角立方体压头: $\alpha = 35.26^\circ \pm 0.3^\circ$

图5 金刚石和直角立方体压头的角度

4.2.4 硬质合金球压头

4.2.4.1 硬质合金球应具有下列特性:

——硬度:按 GB/T 7997 测定时,硬度不应低于 1200HV10;

——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%~6.0%

——除碳化钨以外的碳化物 2.0%;

——碳化钨(WC) 余量

4.2.4.2 硬质合金球应有已验证合格的几何尺寸,采用分统测量法即可;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。如果任一测量点直径超出标称直径的允许值(见表3),那么该球不应用作压头。

4.2.5 圆锥压头

顶端为球形的圆锥压头的特性在表4中给出(见图6)。

从接触零点测得的任一压痕深度 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,即:

$$0.5 \leq [R(h)/R_0] \leq 2$$

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是也有用其他材料制造的,例如红宝石、蓝宝石或硬质合金。它们仅嵌入圆锥压头的顶端。如果用赫兹接触力学解释压痕的特性曲线,那么使用的压头半径的值是关键性的。因此建议使用合适的测量系统对每个压头的形状直接进行测定,或通过在已知性能的标准物质上的压痕进行间接测定。

表面粗糙度参数 R_a 宜减到最小。粗糙度会造成压头与试样的接触零点难以确定。由于表面粗糙使接触半径与球头半径的平均值明显不同,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 的值宜小于常规压痕深度的1/20。

注:建议锥顶的几何结构,在圆锥角为 2α 的圆锥上与半径为 R_0 的球相切的球头高度 h_0 由下式确定:

$$h_0 = R_0 [1 - \sin(\alpha)]$$

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_0 和 α 有偏差(见表4),每当压痕深度大于0.5 h_0 时宜予以注意。

表 3 压头用硬合金球的允差

单位为毫米

球直径	允差
10	± 0.005
5	± 0.004
2.5	± 0.003
1	± 0.003
0.5	± 0.003

表 4 圆锥压头的允差

特征	允差
$R_a \leq 50 \mu\text{m}$	$\pm 0.25 R_a$
$50 \mu\text{m} < R_a < 500 \mu\text{m}$	$\pm 0.1 R_a$
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: 圆锥中心线相对锥装中心线的倾斜角在 0.01° 以内。	
^a 洛氏金刚石压头(见 GB/T 230.2)满足该要求。	

4.3 试验力的校准

4.3.1 对所使用的每一个力的范围,应以递增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。此过程应重复三遍。

4.3.2 试验力应采用可溯源的方法测量,例如:

- 使用 GB/T 13634 规定的 1 级标准测力仪测量;
- 用校准过质量的砝码通过机械效益施加一个准确到 $\pm 0.2\%$ 以内的力,使该力与被测试验力相平衡;
- 对于纳米范围,使用准确度与最大试验力的 0.1% 或 $10 \mu\text{N}$ 相当的电子天平。

4.3.3 试验力的重复性应在表 5 规定的试验力标称值的允差之内。

表 5 试验力的允差

试验力的范围/N	允差/%
$F \geq 2$	± 1.0
$0.1 \leq F < 2$	± 1.5
$0.001 \leq F < 0.1$	$\pm 2.5^a$

^a 对于纳米范围极力推荐 $\pm 1\%$ 的允差。

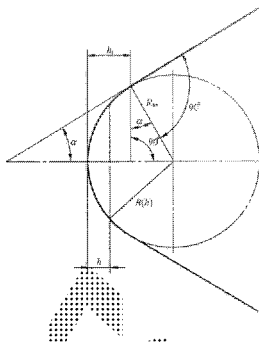


图6 圆弧几何特征示意图

4.4 位移测量装置的校准

4.4.1 所要求的位移测量装置的估测能力取决于要测量的最小压痕深度的尺寸。对于显微范围该值为 $0.2\ \mu\text{m}$ ，对于常规范围应不小于 $2\ \mu\text{m}$ 。

位移测量装置标尺的校准应使其对压痕深度的估测能力符合表 5 的规定。

4.4.2 对于每个使用范围，位移测量装置应采用合适的方案例与其相应的系统在试验机上进行校准。应在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。此过程应重复测量三遍。

4.4.3 通常温度的变化是位移漂移的主要原因。为了使温度引起的位移漂移减小，在一个完整的校准循环内，应保持装置温度的稳定，以使最大位移漂移不超过表 6 规定的最大允许误差。漂移率应在每个校准循环中之前或之后立即测量出漂移量，例如，通过施加一个恒定的试验力并保持一段合适的时间，监测其间的位移。

表 6 给出了每个适用范围的最大允许误差。附录 C 中给出了位移测量装置不同的直接检验方法。

表 6 位移测量装置的估测能力和最大允许误差

应用范围	位移测量装置的估测能力/ μm	最大允许误差
常规	≤ 100	$1\%h$
显微	≤ 10	$1\%h$
纳米	≤ 1	2nm^a

^a 对于纳米范围级力推荐 $\pm 1\%h$ 的允差。

4.5 试验机柔度的检验与校准

4.5.1 总则

参见 GB/T 21838.1—2008 的附录 C 和 GB/T 21838.4—2008 的附录 A。

应按照 4.3 和 4.4 对试验力和位移测量装置校准后再进行此检验和校准。

4.5.2 方法

至少在 5 个不同的试验力下通过测量硬度和(或)压痕模量对试验机柔度进行检验和校准。

对于不小于 $6\text{ }\mu\text{m}$ 的压痕深度没必要考虑压头实际接触的面积函数。对于试验机柔度的检验和校准应使用与压痕深度无关的具有检定合格的标准硬度块和(或)检定合格的标准压痕模量块,例如标准维氏硬度块、铜(深压痕时)、BK7 玻璃(浅压痕时)。试验力的范围是根据 $6\text{ }\mu\text{m}$ 压痕深度的最小试验力和试验机最大允许可能的试验力确定的。

对于小于 $6\text{ }\mu\text{m}$ 的压痕深度,也应使用上述方法,这种情况下压头要具有已校准的面积函数且在硬度值明显不同,即至少相差 2 倍的两个不同的标准物质上进行测量。例如熔融石英和钨。通常建议使用 $E/\sqrt{H_{IT}}$ 比值大的标准块。

在每一种物质上以相同的压痕深度进行测量。试验力的范围是根据压痕深度大于 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 和试验机的最大试验力或试样不产生非正常现象(例如陶瓷或玻璃的破裂)时的最大试验力确定的。

作为相关试验力函数的测量值的误差不应超过表 7、表 8 和 5.2.6 规定的试验机百分数误差的最大允许值。

如果对试验机的柔度和压痕面积函数进行通行的有效修正之后,标准块的测量值与检定值之差超过最大允许误差值而且使用新近检验合格的压头(对试验机柔度进行了有效修正的那一个压头)也不能复现证书上的检定值,那么应对试验机进行维修和进行全面的直接校准。试验机柔度通行的修正方法在[3]和[4]中给出。

试验机柔度可受结构、压头的安装及测定修正方法的影响。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。首次使用以后测量将要使用的压头对试验机的柔度进行检验和校准。

4.6 压头面积函数的检验

4.6.1 总则

参见 GB/T 21838.1—2008 的附录 A。

4.6.2 方法

压头面积函数的测定方法见附录 B 中给出。

压头面积函数的检验方法是将被测压头的面积函数与校准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是用新近检定且校准合格的压头测定的。

注:压头面积函数和试验机柔度修正能用多种标准物质同时测定⁽¹⁾。

如果在标准物质上检定的值不在 5.2 规定的范围内并且用新近检定合格的压头做相应正确的试验机柔度修正却无法得到标准值,那么该压头的检验无效,应重新校准。如果在压头校准范围内的任意压痕深度所测量的面积函数值与检定证书上的面积函数值(按附录 B 所述的方法测得,每个测得的压痕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。

4.7 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卸除时间,公差为 0.1 s 。试验循环每个阶段的持续时间应满足 GB/T 21838.1 的要求。

5 间接检验

5.1 总则

间接检验应定期或在有较高准确度要求的试验之前进行。如果试验机在显微或纳米范围使用,建议在较短的时间间隔,至少一周进行间接检验。

宜在 $(23\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的温度下,使用按 GB/T 21838.3 标定的标准块进行间接检验。这些标准块的硬度、压痕模量和(或)其他材料参数均能被标定。

5.2 方法

5.2.1 间接检验应至少在两个最频繁使用的试验力下进行。对于压痕深度小于 $5\text{ }\mu\text{m}$ 的试验,该检验方法还能对接触面积函数做一些检验。对应每个试验力,应选择尽可能覆盖较宽应用范围的两块不同

的标准块。

示例 1:

$$\begin{aligned} HM, H_{IT} &\leq 2\,500\text{ N/mm}^2 \\ 2\,500\text{ N/mm}^2 < HM, H_{IT} &\leq 7\,000\text{ N/mm}^2 \\ 7\,000\text{ N/mm}^2 < HM, H_{IT} \end{aligned}$$

示例 2:

$$\begin{aligned} 50\,000\text{ N/mm}^2 < E_{IT} &\leq 100\,000\text{ N/mm}^2 \\ 100\,000\text{ N/mm}^2 < E_{IT} &\leq 450\,000\text{ N/mm}^2 \end{aligned}$$

5.2.2 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。

5.2.3 在每个标准块上,建议按 GB/T 21838.1 测量 5 点。当压痕深度小于 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。

5.2.4 对于每个标准块,按照公式(1)计算 n 个测量值 $q_1, \dots, q_n$ 的算术平均值 $\bar{q}$:

$$\bar{q} = \frac{q_1 + \dots + q_n}{n} \quad (1)$$

按公式(2)计算实验标准差,作为描述测量值分散性的参数:

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

式中:

q ——材料参数。

测量值的相对分散性用百分数表示的变异系数,按公式(3)计算:

$$V = \frac{s(q)}{\bar{q}} \times 100 \quad (3)$$

5.2.5 试验机的重复性是在特定检测条件下,通过测量值的变异系数确定的。

如果试验机满足 7 给定的条件,则试验机的重复性合格。

表 2 试验机的重复性

材料参数	界限范围		常规范围
	$0.2\text{ }\mu\text{m} \leq h \leq 1\text{ }\mu\text{m}$	$h > 1\text{ }\mu\text{m}$	
HM, H_{IT}	5%	2%	2%
E_{IT}^a	5%	5%	5%

^a 对于接近理想的塑料材料,可能达不到规定的这些限值。

5.2.6 试验机的误差用下面的差值表征:

$$|\bar{q} - q|$$

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(4):

$$t = \frac{\bar{q} - q}{s(q)} \times \sqrt{n} \quad (4)$$

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

表 8 有关 n 和 t_c 的示例值

n	5	10	20
t_c	2.78	2.26	2.09

更精确的算法见公式(5)：

$$\frac{s(q)}{\sqrt{n}} = \left[\frac{(n-1)s^2 + (n_{cal}-1)s_{cal}^2}{n+n_{cal}-2} \right]^{1/2} \times \left(\frac{1}{n} + \frac{1}{n_{cal}} \right)^{1/2} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

s_{cal} ——校准时测定的实验标准差；

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-萨特思韦特公式能更好地定义所使用的有效自由度的数目，见 ISO GUM:1995 的附录 K。

6 检验周期

6.1 直接检验

6.1.1 新制造的试验机应全部进行直接检验。

6.1.2 在下列情况下应按 4.3、4.4 和 4.5 要求进行直接检验：

- 试验机安装时、拆卸并重新装配或改变安装地点时；
- 间接检验的结果不合格时；
- 最长间隔时间不超过 3 年。

6.1.3 在 6.1.1 和 6.1.2 两种情况下，都应直接检验后应进行间接检验。

6.2 间接检验

间接检验的周期不应超过一年。建议根据试验机使用的频次来确定是否进行较多次的间接检验。

6.3 日常检查

在任何一组试验前或定期地（例如每天），在每组试验中，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内，参见附录 D。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压痕试验是一种良好的习惯做法。

压头状态的日常检查，见 GB/T 21838.1—2008 的附录 D。

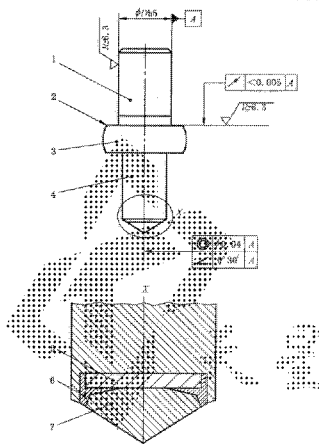
7 检验报告与校准证书

检验报告与校准证书应至少包括下列内容：

- 注明采用本部分，即 GB/T 21838.2—2008；
- 检验方法[直接和(或)间接检验]；
- 试验机的标识；
- 检验器具(标准块、标准测力仪等)；
- 试验力；
- 检验温度；
- 按照 GB/T 21838.1 要求的格式报告检验结果；
- 检验日期和检验机构。

附录 A
(资料性附录)
压头的图例

单位为毫米
表面粗糙度参数值的单位为微米



- 1——压头柄;
2——安装座;
3——压头座;
4——颈部;
5——压头支承垫(硬质合金);
6——磨料;
7——头部。

图 A.1 压头的会通设计示例

附录 B

(规范性附录)

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

最合适的直接测量法取决于压头预定的用途。对于高分辨压头的形状尺寸直到 $1\text{ }\mu\text{m}$ 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^{[2],[4]}。如果预计仅测量大的压痕深度,则采用溯源校准的电子或光学显微镜可能比较便利。

B.3 间接测量法

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痕试验循环。因此要求使用的所有试验机应照本部分的要求全部校准合格和按照 4.5 或者使用经校准压痕测量的基本方法确定对试验机柔度的修正量^[4]。当力-位移数据对试验机柔度(并考虑任何其他系统偏移)做过修正后,就可以使用以下两种方法。

B.3.2 如果将作为试验力函数的已知杨氏模度的材料作为试样,则能够得出在试验力 F 下测得的每一单位压痕深度 h 所对应的接触力。对于小的压痕深度如小于 $0.2\text{ }\mu\text{m}$,采用这种方法是不实用的。

B.3.3 根据扣除试验力的曲线图(可见 3.6 接触刚度与试样压痕测量的关系)和公式(B.1)和公式(B.2)所示:

$$\frac{dF}{dh} = C = \frac{\sqrt{\pi}}{2E_R} \frac{1}{\sqrt{A_P}} \quad \text{--- (B.1)}$$

$$\text{其中: } \frac{1}{E_R} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} \quad \text{--- (B.2)}$$

式中:

C ——对应施加的最大力时的接触刚度, dh/dF (接触刚度的倒数);

E_R ——约化杨氏模量;

A_P ——投影接触面积,如同 GB/T 21838.1—2008 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_1 ——压头的泊松比(对于金刚石 0.07);

E_s ——试验材料的杨氏模量;

E_1 ——压头的杨氏模量(对于金刚石 $1.14 \times 10^6\text{ N/mm}^2$)。

因此,如果使用已知压痕(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—2008 有关接触深度测定的 A.4 章),对应每一特定的接触深度和 h_c 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^[4]。

试验力的选择应包括可能的压痕深度的全范围。对于控制压痕的力,需要做一些预备实验以确定在标准物质上产生合适的压痕深度所需要的力的范围。为了覆盖所要求的范围应选择一组至少 10 个不

同的试验力,对应每一个试验力,在标准物质上至少应进行 10 次压痕试验,并用其平均值确定 A_p 。由此得到了 A_p 与压痕接触深度 A_c 的关系曲线。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。就压痕实验的卸载速率而论,要求完全忽略卸载过程中的蠕变速率。另一个优点是可以采用非压痕试验技术单独地测出杨氏模量。这样也消除了标准溯源环节。

这种方法也适用于不同参数有证标准物质的应用,例如硬度 H_{IT} (见 GB/T 21838.1—2008 中的 A.4) 或马氏硬度 HM (见 GB/T 21838.1—2008 中的 A.2)。如果马氏硬度被用来测定面积函数,重新整理的公式不给出投影面积,而给出由相同的方法得到的 A_c (对应最大压痕深度时的表面积)。在这种情况下,得出 A_c 与最大压痕深度 A_{max} 关系曲线的表面函数。两个函数不相同且不能互换。

压头的面积函数通常表示为至压头顶端,在压痕深度所对应的投影面积或表面积的数学函数,当相对简单(二次曲线或多项式)的数学函数不能描述压痕深度时,则面积函数可以用图解或查表的方法进行估算。换句话说,不同的数学函数能够描述压头的不同部位或采用仿样函数。

B.3.2 和 B.3.3 描述两种方法最常用的方法。



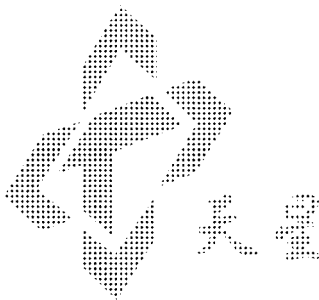
附录 C

(资料性附录)

位移测量装置直接检验的示例

建议遵照下列方法测量有关压头的位移：

- a) 激光干涉法；
- b) 电感法；
- c) 电容法；
- d) 压电转换法。



附录 D (资料性附录)

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-压痕深度曲线。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 D.1 和图 D.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 $0.1F_{max}$ 相对应的压痕模量或压痕深度。

在 $\bar{q}$ - s 两种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 $0.1F_{max}$ 的力测量出的结果会画成的 $\bar{q}$ - s 图来检测压头顶部的磨塌是最敏感的。

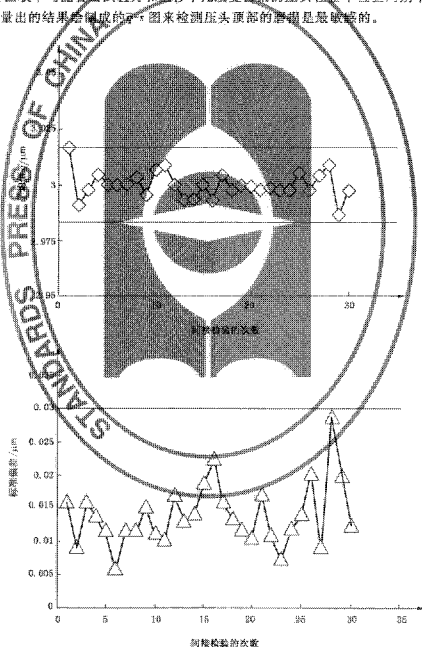
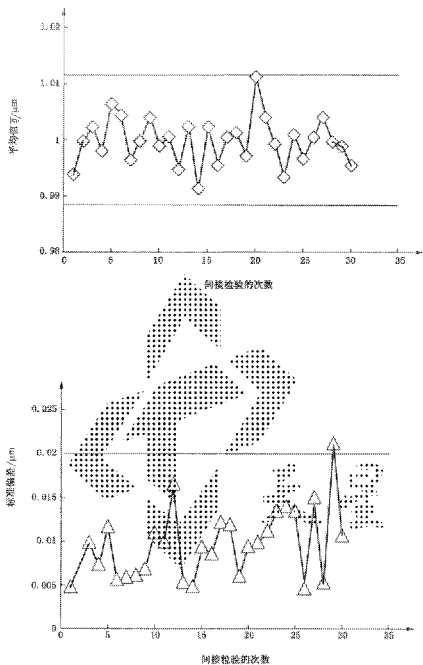


图 D.1 对应 F_{max} 时的压痕深度,绘制的 $\bar{q}$ - s 图的示例

图 D.2 对应 $0.1F_{max}$ 时的压痕深度, 绘制的 $\bar{q}-s$ 图的示例

参 考 文 献

- [1] ISO/IEC 17025 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
- [2] BERKOVICH, E. S. , Three faceted diamond pyramid for micro-hardness testing, *Industrial Diamond Review*, 11, N°127, June 1951.
- [3] OLIVER, W. C. and PHARR, G. M. , An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* , 7, N°6, June 1992, p. 1564-1583.
- [4] HERRMANN, K. , JENNETT, N. M. , WEGENER, W. , MENEVE, J. , HASCHKE, K. and SEEMANN, R. , Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation. *Thin Solid Films* 377-378(2000) p. 394-400.
- [5] JENNETT, N. M. , SHAFIRSTEIN, G. and SAUNDERS, S. R. J. , A Comparison of indenter tip shape measurement using a calibrated AFM and indentation into fused silica VDI Bericht 1194 p. 201-210 VDI-Verlag GmbH Düsseldorf, 1995.
- [6] PETZOLD, M. , HAGEDORN, C. , FETTING, M. and OLAF, J. M. , Atomare Rasterkraftmikroskopie an Indenterspitzen und Härteeindringern VDI Berichte 1194, S. 97-108. VDI-Verlag GmbH Düsseldorf, 1995.
- [7] DOERNER, M. F. and FALCONER, W. H. , A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments *J. Mater. Res.* 1 (1986) 601-606.

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
痕试验 第2部分：试验机的检验和校准

GB/T 21838.2—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 1.5 字数 36 千字
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

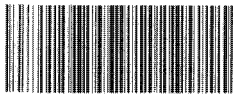
*

书号: 155066·1-33570 定价 20.00 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)68533533



GB/T 21838.2-2008