



中华人民共和国国家标准

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

Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and
materials parameters—Part 1: Test method

(ISO 14577-1:2002, MOD)

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 符号和说明	1
4 试验原理	3
5 试验机	3
6 试样	4
7 试验方法	4
8 试验结果的不确定度	5
9 试验报告	6
附录 A (规范性附录) 根据试验力-压痕深度数据测定材料参数	7
附录 B (资料性附录) 压痕试验过程所用的控制方式	15
附录 C (规范性附录) 试验机柔度和压头面积函数	17
附录 D (资料性附录) 关于金刚石压头的说明	18
附录 E (规范性附录) 试样表面粗糙度对试验结果准确度的影响	19
附录 F (资料性附录) 压痕硬度 H_V 与维氏硬度 H_V 的换算	20
参考文献	21

前 言

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4个部分：

- 第1部分：试验方法；
- 第2部分：试验机的检验与校准；
- 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1部分。

本部分修改采用国际标准ISO 14577-1:2002《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》(英文版第1版)。

本部分在文本结构和技术内容方面与ISO 14577-1:2002一致,为了便于使用,做了下列修改：

- 用“GB/T 21838的本部分”代替了“ISO 14577的本部分”；
- 用小数点“.”代替英文采用的小数点逗号“,”；
- 删除了国际标准的前言；
- 修改了公式A.8、公式A.9、公式A.10和附录B中的图B.1b；
- 在第2章“规范性引用文件”中直接引用了与ISO 14577-1:2002中引用的国际标准相对应的我国国家标准；并增加引用GB/T 21838.4—2008。

本部分的附录A、附录C和附录E为规范性附录,附录B、附录D和附录F为资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢铁标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：上海材料研究所、上海市纳米技术转化基地、钢铁研究总院。

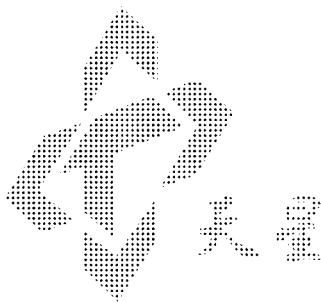
本部分主要起草人：王春亮、王滨、杨力、高柏斐、杨宏伟。

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 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痕特性。通过监测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,本方法还能够测定压痕模量和弹-塑性条件下的性能,不需要采用光学法测量压痕,就能计算上述所有的值。

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1部分:试验方法

1 范围

本部分规定了表1所给的三个范围内金属材料仪器化压痕试验法测定硬度和材料参数的方法。

表1 应用范围

常规范围	显微范围	纳米范围
$2\text{ N} \leq F \leq 30\text{ kN}$	$F < 2\text{ N}, h > 0.2\text{ }\mu\text{m}$	$h \leq 0.2\text{ }\mu\text{m}$
注:对纳米范围,试样受力后的变形严重依赖于压头的实际形状,所用试验机的压头接触面积函数影响着材料参数的计算。因此,为了使不同仪器测得的材料参数的复现性在可接受范围内,需要仔细校准仪器和压头形状。		

硬度和其他材料参数的测定见附录A。

常规范围内通常使用硬质合金压头,因为接触压力大时压头易损坏。对于硬度值和弹性模量较高的样品,宜考虑压头变形对试验结果的影响。

注:本标准也适用于薄的金属和非金属材料以及非金属材料;在这种情况下,宜参考相关的标准(见6.3)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过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 3505 产品几何技术规范 表面结构 轮廓法 表面结构的术语、定义及参数
(GB/T 3505—2000,ISO 4287:1997,NEQ)

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 (ISO 14577-2:2002,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)

JJF 1059 测量不确定度评定与表示 [JJF 1059—1999, IDT ISO 测量不确定度表示指南 (GUM)]

3 符号和说明

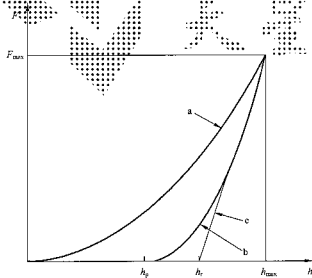
本标准使用的符号和相应的说明见表2、图1及图2。

表2 符号和说明

符 号	说 明	单 位
$A_p(h_e)$	从压头顶端到 h_e 处的压头接触投影面积	mm^2
$A_p(h)$	从压头顶端到 h 处的压头表面积	mm^2
S	接触刚度	N/mm
C_{IT}	压痕畸变	%
E_{IT}	压痕模量	N/mm^2

表 2(续)

符 号	说 明	单 位
F	试验力	N
$F_{\max}$	最大试验力	N
h	施加试验力下的压痕深度	mm
h_c	最大试验力下压头与试样的接触深度	mm
$h_{\max}$	最大试验力下的最大压痕深度	mm
h_p	卸除试验力后残余压痕深度	mm
h_s	曲线 b 的最大试验力处的切线 c 与压痕深度坐标轴的交点(见图 1)	mm
H_{IT}	压痕硬度	N/mm ²
HM	马氏硬度	N/mm ²
HM_s	根据施加试验力-压痕深度曲线的斜率测得的马氏硬度	N/mm ²
r	球形压头的半径	mm
R_{IT}	压痕松弛	%
$W_{elastic}$	压痕弹性变形功	N·m
W_{total}	压痕总机械功	N·m
α	表征锥形压头形状的角系数	(°)
η_{IT}	$W_{elastic} / W_{total}$ 之比	%

注: 1 N/mm² = 1 MPa。

- a—施加试验力;
 b—卸除试验力;
 c—曲线 b 在 $F_{\max}$ 处的切线。

图 1 试验过程的示意图

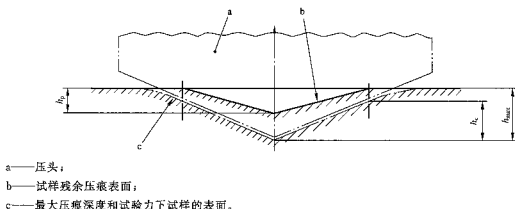


图2 压痕横截面的示意图

4 试验原理

采用一个硬度高于试样的压头,通过对试验力和压痕深度的连续记录,测定材料的硬度和其他性能参数(见图1和图2)。压头的形状、材料如下:

- 顶端两相对面夹角为 136° 的正四面体金刚石压头(维氏压头,见图A.1);
- 正三棱锥体的金刚石压头(洛氏压头,见图A.1);
- 硬质合金球形压头(尤其适用于材料弹性模量的测定);
- 金刚石球形压头。

使用其他几何形状的压头时,要注意对其测试结果的解释,也可使用其他材料的压头(如蓝宝石等)。

注:金刚石的晶体结构,使其压头的形状只能是接近于球形的多面体而不是理想的球形。

试验过程可以采用控制试验力方法,也可以采用控制位移方法。记录整个试验过程中试验力 F ,相应的压痕深度 h 和时间。试验结果是一组作为时间函数的试验力及相应的压痕深度数据(见图1和附录B)。

为保证试验力与压痕深度数据的复现性,每次试验时应设定试验力/压痕深度的零点(见7.3)。

下列与时间相关的参数也能测定:

- 采用控制试验力方法,在给定时间内保持试验力恒定,测量该试验力下压痕深度随时间的变化(见图A.3和图B.1);
- 采用控制压痕深度方法,在给定时间内保持压痕深度恒定,测量该压痕深度下试验力随时间的变化(见图A.4和图B.2)。

图B.1 a)和图B.2 b)中曲线上的线段b给出了采用两种控制方法测得的完全不同的结果。

5 试验机

- 试验机应能在要求的范围内施加预定的试验力,并符合GB/T 21838.2要求。
- 试验机应能测量和记录整个试验循环中施加的试验力、压痕深度和时间。
- 试验机应能补偿机架柔度和选用合适的压头面积函数(见附录C和GB/T 21838.2—2008中的4.5和4.6)。
- 试验机可使用GB/T 21838.2中规定的各种形状的压头(关于金刚石压头的详细信息见附录D)。
- 在通常的工作温度范围内,试验机应能维持它的校准状态。

试验机应在7.1所规定的温度范围内工作,并应在GB/T 21838.2—2008中4.4.3描述的范围内容维持它的校准状态。

6 试样

6.1 对于不同压痕范围,试验应在能够确定测量试验力/压痕深度曲线的试样表面上进行,以达到规定的不确定度要求。压头接触范围内应无液体或润滑剂(除非试验本身有要求,应在试验报告中详细描述)及外来污染物(如灰尘颗粒)。

表面粗糙度对试验结果不确定度的影响很大(见附录 E)。

试样表面应与试验力施加方向垂直。不确定度计算时应考虑试样表面的倾斜度,一般倾斜度不超过 1° 。

6.2 试样表面的制备应使受热或冷加工等因素对表面硬度的影响减至最小。

由于显微和纳米范围试验时的压痕深度很浅,在试样制备时应采取特殊工艺,对于特殊材料应采取适当的抛光工艺(如电解抛光)。

6.3 应使试样厚度足够大或压痕深度足够小,以保证试验结果不受试样支承台的影响。试样厚度至少应为压痕深度的10倍或压痕直径的3倍(见7.7),取其较大者。

测试覆盖层时,覆盖层厚度即试样厚度。

注:以上是经验数据。试样支承台对试验的实际影响取决于压头的几何形状、试样和支承台材料的特性。

7 试验方法

7.1 试验时应记录试验温度,试验一般在室温($10^\circ\text{C}\sim 35^\circ\text{C}$)下进行。

实验室温度的稳定性比实际温度更重要。应同时报告校准修正值和校准不确定度。推荐试验(尤其在纳米和显微范围内的试验)在温度为 $23^\circ\text{C}\pm 5^\circ\text{C}$,相对湿度低于50%的条件下进行。

对深度测量精确度要求高的个别试验,应在稳定的温度下进行。即:

——试验前试样应与环境温度一致;

——试验机工作温度应稳定;

——试验时引起温度变化的其他外部因素应能被控制;

为使温度变化导致的位移漂移减至最小,在一次试验循环的时间内,或者保持试验机温度恒定,或者测量并修正位移漂移(见7.5和GB/T 21838.2—2008的4.4.3)。报告中应给出位移漂移或位移漂移修正中的不确定度。

7.2 试样应被牢固支撑,确保试验机架无明显增加。试样应放置在与压痕方向一致的刚性样品架上或固定在适当的样品支承台上。试样或样品架与支承台间的接触面应无可能增加机架柔度的外来污染物。

7.3 每次试验时都应单独设置力与压痕深度曲线的零点(该零点为压头和试样表面第一次接触点),并应给出零点的不确定度。对于常规和显微范围内的试验,零点设置的不确定度不应超过最大压痕深度的1%;对于纳米范围的试验,零点设置的不确定度可能超过1%,此时应在试验报告中给出其不确定度的估算值。

试验时应记录接近零点与施加试验力-压痕深度曲线上最初的10%位移的有效数据点,以便在允许的不确定度内设置零点。推荐采用下列任一方法设置零点:

a) 方法1:通过拟合曲线的外推法计算零点(如2次多项式拟合曲线)。拟合曲线的取值范围应在从零点到最大压痕深度的10%之间。该方法计算得到的零点的不确定度取决于拟合参数、拟合方程和外推量的大小。

压痕曲线的初始部分(如压痕深度最初的5%部分)可能受振动或其他噪声影响,拟合曲线的上限宜选在小于接触响应发生改变(例如由开裂和塑性屈服引起)的压入深度。

b) 方法2:测得的试验力或接触刚度第一次增加时的接触点为零点。为得到这个接触点,力或位移的步进量应尽量小,以保证零点的不确定度在允许范围内。

注:对于常规范围内的试验,力的步进量推荐为 $10^{-4}F_{\max}$;对于显微和纳米范围内的试验,力的步进量应小于 $5\mu\text{N}$ 。

7.4 试验循环应采用控制试验力或控制压痕深度方法。控制参数可采用连续式变化或步进式变化。试验报告应给出试验循环所有部分的详细信息,包括:

- a) 控制方法(如控制试验力或位移,控制参数采取步进式变化或连续式变化);
- b) 最大试验力(或位移);
- c) 施加试验力(或位移)的速率;
- d) 每次保持恒定过程的时间长度和位置;
- e) 数据采集频率(或数据量)。

注:一般情况下,试验力施加和卸除的时间各为 30 s;在最大试验力时保持时间为 30 s;为测量热漂移在接触点或卸除最大试验力的 90%时保持时间为 60 s。

为获得具有可比性的试验结果,试验时间应考虑在内。

7.5 试验力施加过程中不应有严重影响试验结果的冲击和振动,直至达到试验力或压痕深度规定值。试验报告应给出每个时间段的试验力和位移值。

在确定压头和试样接触点的过程中,宜缓慢移动压头,以避免碰撞引起试样表面力学性能的变化。

对显微范围内的试验,压头的移动速度不宜超过 $2\ \mu\text{m/s}$ 。一般情况下,对显微或纳米范围内的试验,在接近试样表面时,压头的移动速度在 $10\ \text{nm/s}\sim 20\ \text{nm/s}$ 之间或者更小。

注:目前,对常规范围内的试验,压头的移动速度范围尚不清楚。建议使用者给出移动速度。

只有在相同的试验循环中,试验力、压痕深度和时间数据才具有可比性。采用作为时间函数的试验力和相应的压痕深度数据详细描述试验循环。两个最常见的试验循环如下:

- a) 恒定的施加试验力速率;
- b) 恒定的位移速率。

试验力的卸除速率的选择应使卸除试验力过程中的数据量满足试验后数据分析的需要。

对显微和纳米范围内的试验,每个试验循环应测量漂移速率。该值可以在压头与试样接触后或者在试验力卸除后的某一点(通常为最大试验力的 10%~20%)保持试验力一段时间测得。

对常规范围内的试验,漂移速率可以从温度数据和试验机的漂移响应中推算得出。

试验力和压痕深度的数据宜采用所测的漂移速率来修正。

最大试验力的保持时间应能确保在试验力卸除前完成与时间相关的形变。

7.6 在试验过程中试验机应避免严重影响试验结果的振动和冲击、空气流动和温度波动。

7.7 为保证试验结果不受界面、自由表面的存在或前期试验中压痕塑性变形的影响(这些影响取决于压头的几何形状和试样的材料特性),任一压痕中心距界面或试样边缘的距离至少应为压痕直径的三倍,两相邻压痕中心之间距离至少应为最大压痕直径的五倍。

以上所述的压痕直径是球形压头在试样表面上所产生的圆形压痕的直径。对于非圆形压痕,压痕直径为压痕最小外接圆直径。当压痕边角出现裂纹时,压痕直径宜包含这个裂纹。

注:以上规定的最小间距适用于陶瓷材料、铁及其合金金属材料。对其他材料,推荐间距至少为十倍压痕直径。

如有异议,建议将第一点压痕值和随后所进行的一系列压痕值进行比较,如果存在明显差异,说明压痕过于密集,宜增大压痕间距(建议将压痕间距加大一倍)。

8 试验结果的不确定度

应按照 JJF 1059 进行完整的不确定度评估。

结果的不确定度与很多参数有关,可分为如下两类:

- a) A 类不确定度,包括:
 - 零点的确定;
 - 力和位移的测量值(包括环境条件波动和磁场强度变化的影响);
 - 卸除试验力曲线的拟合方法;

- 热漂移速率；
- 由于表面粗糙度引起的接触面积的变化。
- b) B类不确定度,包括:
 - 试验力和位移的校准;
 - 试验机柔度的校准;
 - 压头面积函数的校准值;
 - 上次校准后,由于试验机温度变化和时间推移引起的校准值的漂移;
 - 试验面的倾斜度。

定量地给出所有的不确定度分量有时是不可能的。此时,可以采用试样的多次压痕试验的统计分析来进行A类标准不确定度的评估。注意可能与A类标准不确定度相关的B类标准不确定度不能被重复计算。

9 试验报告

试验报告应包括如下内容:

- a) 本标准编号;
- b) 与试样有关的详细资料;
- c) 所用压头的材料、形状和详细面积函数;
- d) 试验循环(控制方法和试验过程的完整描述)应包括:
 - 1) 设置点的值;
 - 2) 试验力或位移的施加速率和施加时间;
 - 3) 试验力或位移保持恒定的开始位置和持续时间;
 - 4) 试验循环中每个阶段数据的采集频率或采集的数据量;
- e) 试验结果,总的不确定度和试验次数;
- f) 零点确定的方法;
- g) 本部分规定以外或本部分可选的各种操作;
- h) 各种可能影响试验结果的细节;
- i) 试验温度;
- j) 试验日期和时间;
- k) 分析方法;
- l) 如有要求,给出所有信息,包括从试验力-压痕深度曲线上测定的数值和有关不确定度估算的详细信息。

注:通常要求试验报告中描述试样上压痕的位置。

附录 A

(规范性附录)

根据试验力-压痕深度数据测定材料参数

A.1 总则

从仪器化压痕试验得到的试验力-压痕深度数据中可求出许多材料参数。

A.2 马氏硬度 $HM^{[2]}$ A.2.1 马氏硬度 HM 的测定

马氏硬度是从施加试验力时的试验力-压痕深度曲线上(最好是在达到规定的试验力后)测得。它包含塑性变形和弹性变形,可适用于所有的材料。

马氏硬度所采用的两种棱锥形压头见图 A.1 所示,它不适用于努氏压头或球形压头。

马氏硬度值是试验力 F 除以压头压入材料后的表面积 $A_s(h)$ 所得的商,单位为 N/mm^2 ,见式 (A.1)。

a) 维氏压头

$$HM = \frac{F}{A_s(h)} = \frac{F}{26.43 \times h^2}$$

b) 波氏压头

$$HM = \frac{F}{A_s(h)} = \frac{F}{26.43 \times h^2} \quad \text{..... (A.1)}$$

$$A_s(h) = \frac{4 \times \sin\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{\cos^2\left(\frac{\alpha}{2}\right)} \times h^2$$

$$A_s(h) = \frac{3 \times \sqrt{3} \times \tan \alpha}{\cos \alpha} \times h^2 \quad \text{..... (A.2)}$$

当压痕深度 $h < 6 \mu m$ 时,由于所有的尖压头的顶端都有一定的圆角,顶端为球形的压头(如球形压头和圆锥压头)也不可能有一定的曲率半径,因此压头的面积函数不能假设为理想的几何形状的数学函数,此时,压头精确的面积函数测定非常重要。当压痕深度 $h \geq 6 \mu m$ 时,压头面积函数的测定也有益。

当压痕深度 $h < 6 \mu m$ 时,计算中应使用实际表面积 $A_s(h)$,见附录 B 和参考文献[3]。

为便于硬度值的比较,试验力宜选择 1 N、2.5 N、5 N、10 N 或它们的十倍关系的数值。

对于特定的用途,有时需要在规定的时间内保持规定的试验力恒定。试验力保持时间宜精确至 0.5 s。

马氏硬度的适用范围见图 A.2。

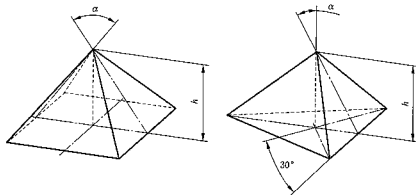
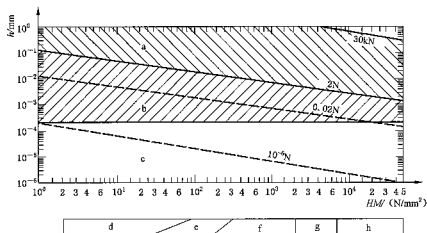


图 A.1 测定 HM 值时的压头形状



- a——常规范围;
b——显微范围;
c——纳米范围;
d——橡胶;
e——塑料;
f——有色金属;
g——钢;
h——硬质合金, 陶瓷。

图 A.2 马氏硬度、压痕深度和试验力之间的关系

A.2.2 马氏硬度 HM 的表示方法

示例:

$$\frac{HM0.5}{20} / \frac{20}{20} = 8\,700 \text{ N/mm}^2$$

硬度值
试验力保持时间, 单位为秒(s)
试验力施加时间, 单位为秒(s)
试验力, 单位为牛顿(N)

A.3 根据施加试验力-压痕深度曲线的斜率测得的马氏硬度, HM_s

A.3.1 马氏硬度 HM_s 的测定

式(A.3)适用于匀质材料(表面区域不均匀的尺寸小于相应的压痕深度)上的试验力/压痕深度曲线的部分区域(最好为 $50\%F_{\max} \sim 90\%F_{\max}$)。

$$h = m \times \sqrt{F} \quad \text{..... (A.3)}$$

斜率 m 可由式(A.3)线性回归得到, 从而:

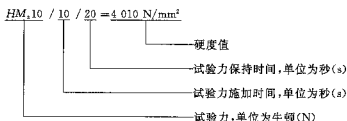
$$HM_s = \frac{1}{m^2 A_s(h)/h^2} \quad \text{..... (A.4)}$$

$$\text{对维氏压头, } \frac{A_s(h)}{h^2} = 26.43$$

$$\text{对勃氏压头, } \frac{A_s(h)}{h^2} = 26.43$$

A.3.2 马氏硬度 HM_s 的表示方法

示例:



注: 此方法测定马氏硬度优点是可以不考虑试验零点的确定和试样表面粗糙度引起的不确定度, 试验结果受试验机振动的影响也很小。对硬度随压痕深度变化的试样, HM_s 和由式(A.1)计算得到的 HM 有差异。

A.4 压痕硬度 H_{IT} A.4.1 压痕硬度 H_{IT} 的测定

压痕硬度 H_{IT} 表征材料抵抗永久变形或损伤的能力, 可按式(A.5)进行计算:

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_p} \quad \text{..... (A.5)}$$

式中:

$F_{\max}$ ——施加的最大试验力;

A_p ——由试验力-压痕深度曲线和压痕面积函数所得的压头与试样间接触投影(横截面)面积(见 GB/T 21838.2—2008 中 4.2.2)。

式(A.5)表明 H_{IT} 硬度值是最大试验力除以压头与试样接触投影面积所得的商^[4]。

当压痕深度 $< 6\ \mu\text{m}$ 时, 由于所施压头在其顶端存在一定程度的曲率半径而顶端球形的压头(球形和锥形)其半径不可能一致, 从而压头的面积函数不能假设为理论几何形状。对压痕深度 $< 6\ \mu\text{m}$ 时要求测定实际面积函数, 对更大的压痕深度时面积函数的测定也有益(见 GB/T 21838.2—2008 中 4.2.1 和 4.6)。

注1: 压头的面积函数通常表示为关于压头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面积函数时, 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用来描述压头的不同部位或采用的仿样函数。

当压痕深度 $\geq 6\ \mu\text{m}$ 时, 可根据压头的理论几何形状算出投影面积 A_p 的第一近似值。

对于维氏压头

$$A_p = 24.50 \times h_c^2$$

对于玻氏压头

$$A_p = 23.96 \times h_c^2$$

对于改进的玻氏压头(见 GB/T 21838.2—2008 中的 4.2.3)

$$A_p = 24.50 \times h_c^2$$

式中:

h_c ——压头与试样的接触深度, 可用式(A.6)计算:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon(h_{\max} - h_s) \quad \text{..... (A.6)}$$

图2给出了压痕试验过程中不同深度的示意图。参考文献[5]给出了测定接触深度方法的理论基础。接触深度由 h_i 、 $h_{\max}$ 以及根据 Sneddon 理论计算出的不同几何形状压头的修正因子 ε (见表 A.1)^[4]。

表 A.1 不同几何形状压头的修正因子 ε

压头几何形状	ε
圆柱形	1
圆锥形	$2(\pi-2)/\pi=0.73$
旋转抛物面(包括球形)	3/4
玻氏, 维氏	3/4

确定 h_r 值的方法很多,主要有以下两种:

- 线性外推法(见参考文献[11]):假设卸除试验力曲线的初始部分是线性的,其延长线与位移坐标轴的截距即 h_r 。
注2:该方法对于塑、脆等延性材料是很好的近似方法。
- 幂指数法(见参考文献[5]):事实上卸除试验力曲线的初始部分是非线性的,采用简单的幂指数函数关系,如式(A.7):

$$F = K(h - h_p)^m \quad \text{..... (A.7)}$$

式中:

K ——常数;

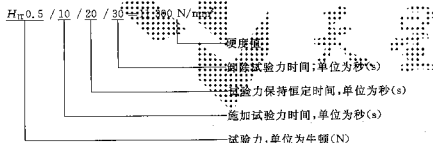
m ——与压头几何形状有关的指数。

根据卸除试验力曲线的不同,通常取卸除试验力曲线的50%以上或80%以上部分,用最小二乘法拟合幂指数函数。该函数在最大试验力时的切线和位移坐标轴的截距即 h_r 。

附录F给出了修正 H_{IT} 和其他硬度值之间的关系。

A.4.2 压痕硬度 H_{IT} 的表示方法

示例:



A.5 压痕模量 E_{IT}

A.5.1 压痕模量 E_{IT} 的测定

压痕模量 E_{IT} 可通过计算卸除试验力曲线切线的斜率得出[见式(A.8)、式(A.9)],它和材料的杨氏模量具有可比性。但压痕若出现凸起或凹陷现象,则压痕模量 E_{IT} 和杨氏模量明显不同。

$$E_{IT} = \frac{1 - \nu_s^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad \text{..... (A.8)}$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2C\sqrt{A_p}} \quad \text{..... (A.9)}$$

式中:

ν_s ——试样的泊松比;

ν_i ——压头材料的泊松比(如金刚石为0.07,见参考文献[7]);

E_t ——约化弹性模量；

E_1 ——压头材料的模量(如金刚石为 1.14×10^6 N/mm², 见参考文献[7])；

C ——接触柔度, 它等于最大试验力时卸除试验力曲线的 dh/dF (接触刚度的倒数)；

A_p ——接触投影面积, 根据 GB/T 21838.2—2008 中 4.6 的接触深度得到的压头面积函数值。

对于 $h > 6 \mu\text{m}$, 则有：

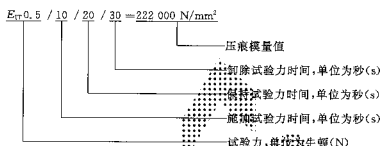
对于维氏压头和改进的玻氏压头, $\sqrt{A_p} = 4.950 \times h_z$ ；

对于玻氏压头, $\sqrt{A_p} = 4.895 \times h_z$ 。

注：式(A.9)基于接触面为轴对称的假设, 参考文献[15]给出了锥形压头的修正值。

A.5.2 压痕模量 E_H 的表示方法

示例：



注：参考文献[8]和参考文献[9]给出了部分金属及合金的压痕模量与 E_H 之间的修正关系。

A.6 压痕蠕变 C_H

A.6.1 压痕蠕变 C_H 的测定

压痕蠕变是指在恒定试验力下压痕深度的相对变化量(见图 B.1a), 图 B.1b) 和图 A.3), 按式(A.10)计算, 结果以%表示。

$$C_H = \frac{h_2 - h_1}{h_1} \times 100\% \quad (\text{A.10})$$

式中：

h_1 ——开始保持试验力时(t_1)的压痕深度, 单位为毫米(mm)；

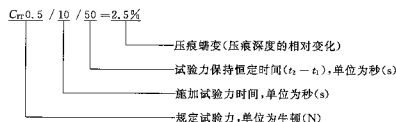
h_2 ——结束保持试验力时(t_2)的压痕深度, 单位为毫米(mm)。

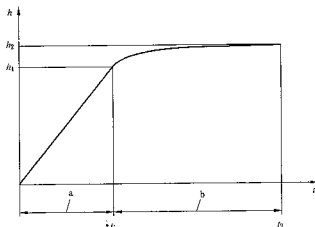
注：热漂移对蠕变数据有重要影响。

A.6.2 压痕蠕变 C_H 的表示方法

压痕深度的相对变化(蠕变)用 C_H 表示。

示例：





a——施加试验力时间；

b——保持试验力恒定时间($t_2 - t_1$)。

图 A.3 压痕变化的说明

A.7 压痕松弛 R_{R}

A.7.1 压痕松弛 R_{R} 的定义

压痕松弛 R_{R} 是指在保持恒定的压痕深度时试验力的相对变化量(见图 B.2a), 图 B.2b) 和图 A.4), 按式(A.11)计算, 结果以%表示:

$$R_{\text{R}} = \frac{F_1 - F_2}{F_1} \times 100 \quad (\text{A.11})$$

式中:

F_1 ——压痕深度达到恒定时的试验力, 单位为牛顿(N);

F_2 ——压痕深度保持恒定一段时间后的试验力, 单位为牛顿(N)。

A.7.2 压痕松弛 R_{R} 的表示方法

示例:

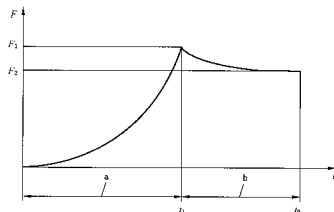
$$R_{\text{R}} 3 / 10 / 50 = 0.01\%$$

——压痕松弛(试验力的相对变化)

——压痕深度保持恒定时间($t_2 - t_1$), 单位为秒(s)

——施加试验力时间, 单位为秒(s)

——规定压痕深度, 单位为毫米(mm)



a——压痕深度增加时间；

b——保持压痕深度恒定时间 ($t_2 - t_1$)。

图 A.4 压痕松弛的说明

A.8 压痕功的塑性部分和弹性部分

A.8.1 压痕功的塑性部分和弹性部分的测定

压痕试验过程中,机械功 W_{total} 只有一部分以塑性变形功 W_{plast} 的形式消耗。在卸载过程中,其余部分作为可逆的弹性变形功 W_{elast} 得到释放。根据机械功的定义 $W = \int F dh$, 两部分功用图 A.5 中的两部分面积表示。

$$\eta_{\text{el}} (\%) = \frac{W_{\text{elast}}}{W_{\text{total}}} \times 100 \quad (\text{A.12})$$

式(A.12)适用于表征试样的性能,其中

$$W_{\text{total}} = W_{\text{elast}} + W_{\text{plast}}$$

塑性部分 $W_{\text{plast}}/W_{\text{total}}$ 如式(A.13):

$$100\% - \eta_{\text{el}} \quad (\text{A.13})$$

A.8.2 压痕功弹性部分 η_{el} 的表示方法

示例:

$$\eta_{\text{el}} 0.5 / 10 / 20 = 36.5\%$$

弹性变形功

保持试验力时间,单位为秒(s)

施加试验力时间,单位为秒(s)

试验力,单位为牛顿(N)

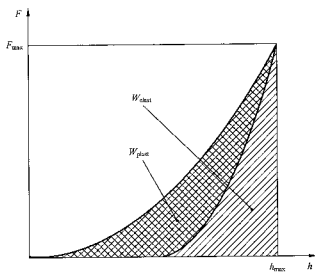
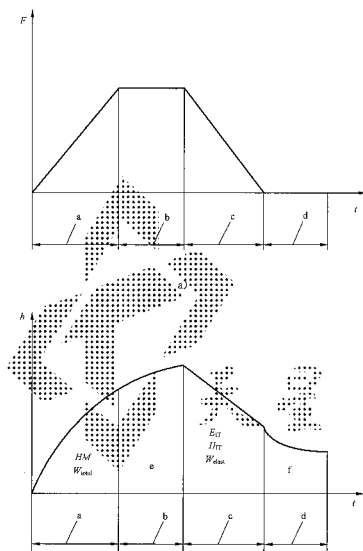


图 A.5 屈服功的塑性部分和弹性部分



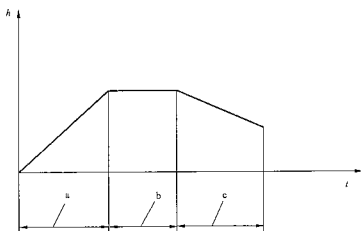
附录 B
(资料性附录)
压痕试验过程所用的控制方式



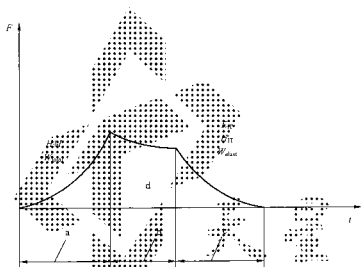
b)

- a——施加试验力；
- b——最大试验力；
- c——卸除试验力；
- d——试验力=0 N；
- e——压痕蠕变；
- f——试验力恢复到零。

图 B.1 控制试验力方式示意图



a)



b)

- a——压痕深度增加；
- b——最大压痕深度；
- c——压痕深度减小；
- d——最大压痕深度下的应力松弛。

图 B.2 控制压痕深度方式示意图

附录 C

(规范性附录)

试验机柔度和压头面积函数

C.1 试验机柔度

施加的试验力不仅作用在试样表面上,同时也作用在试验机上并使其产生了部分弹性变形,从而导致压痕深度测量值的增加。

通常由试验机变形所引起的附加的压痕深度与所施加的试验力成正比。压痕模量试验时对所有试验力范围都必须考虑附加柔度的影响,因为它增加了 h_{max} 以及减少了卸除试验力曲线斜率。尤其对于大载荷时, h_{max} 的增加量更大。

试验机供应商应提供一个可接受的测量试验机柔度的试验方法,见 GB/T 21838.2—2008 中的 4.5、GB/T 21838.4—2008 中的附录 A 和参考文献[11]、参考文献[14]。对底平面为位移测量基准面的试验机,其柔度严重影响试验结果。制造商应在交货前测定试验机柔度。

C.2 压头面积函数

A.2、A.4 和 A.5 中所描述的材料参数的计算都需要已知压头的接触面积(或投影面积),但试验中所得到的只有压痕深度。压头的实际接触面积与假设为理想几何形状所计算出来的面积相比差异很大,且压痕深度越小这种差异越大。

这些差异来源于压头尖端圆角半径、维氏压头尖端的横刃以及压头角度的偏差,它是由于生产水平的限制和压头使用磨损造成的。

为保证试验结果的准确性,必须用所测的压头实际的接触面积(或投影面积)计算材料参数。

可用以下三种方法测定压头面积函数:

- 采用可溯源的原子力显微镜(AFM)进行直接测量^[12];
- 利用压入已知杨氏模量的材料进行间接测量^[13];
- 根据所测试验力和相应的压痕深度计算硬度,并通过硬度的偏差间接测定面积函数。在已知的标准物质(如熔融硅、BK7 玻璃等,它们的硬度与压痕深度无关)上进行压痕试验,根据所测试验力和相应的压痕深度计算硬度,并与标准值比较来间接测定面积函数。该方法既适用于压痕硬度,也适用于马氏硬度^[14]。测定马氏硬度时,可根据施加试验力-压痕深度曲线计算表面积函数。

测定马氏硬度的面积函数时,推荐采用高塑性的标准物质。

对于所有的间接方法,应首先测定试验机柔度,并依此修正相应的压痕深度数据,修正数据时,可采用迭代法。

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数学函数的简单(三次曲线或多项式)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用来描述压头的不同部位或采用的仿样函数。

GB/T 21838.2—2008 附录 B 给出了压头面积函数的测定方法。

注:采用迭代法和多个标准物质,可同时测得压头的面积函数和试验机的柔度的修正值^[14]。

附 录 D
(资料性附录)
关于金刚石压头的说明

实际经验表明一些原本令人满意的压头在使用较短时间后就会有缺陷。这是由于压头表面上的小裂纹、凹坑或其他瑕疵造成的。如果能及时发现这些缺陷并打磨,许多压头也许可以重新使用,否则,压头表面上的小缺陷会迅速扩大,导致压头报废。

因此:

- 宜定期检查压头上的污物或缺陷。对于常规范围试验的压头,可按 GB/T 21838.2—2008 中 6.3 的规定,观察其压入标准块或定期检查用试验材料中压痕的形状;
- 对用于显微和纳米范围的压头,推荐定期使用 400 倍的光学显微镜检查其污物和大缺陷;
- 检查亚微米损伤或污物可按以下方法:建立良好的维护记录、按 GB/T 21838.2—2008 中 6.2 和 6.3 的规定进行间接校验和定期检查、用扫描探针显微镜检查压痕或压头;
- 压头出现缺陷,则应重新测定面积函数;
- 压头经重新打磨或其他修复后,应进行重新校准和检验。

压头表面污物可能影响试验结果。污物通常来自污染的试样,对用于显微和纳米范围试验的压头,清洗程序如下:

- 将压头固定牢并多次压入新鲜解理的泡沫聚苯乙烯表面(这种泡沫聚苯乙烯具有很好的吸附性,不会损伤金刚石压头的顶端)。用经过丙酮或无水乙醇的小棉花球轻轻擦拭压头,在 400 倍或更高倍数的光学显微镜下观察,直至看不见污物;
- 如果重复上述过程仍不能去除污物,则可按上述清洗程序将压头压入铝、玻璃、木匙等以有效去除污物;
- 上述压入过程中,不宜使压头承受大的垂直力和侧向力,这样会损坏压头。因此,可选用一个重量小于压头通常试验所施加的试验力的样品,并轻轻地将其放在顶端朝上的压头上,这样样品缓慢降低可以限制施加到压头上的力。

附录 E

(规范性附录)

试样表面粗糙度对试验结果准确度的影响

本附录仅来源于实验室间维氏压头比对试验结果。

压痕深度较小时,由于粗糙的表面产生的不确定度将增大,压痕深度较大时,其接触面积的不确定度将减小,通常压痕深度的不确定度和表面粗糙度值 R_a 成正比。

为保证由于表面粗糙度导致的压痕深度的不确定度小于 5%, h 至少应为表面粗糙度 R_a 值的 20 倍,即式(E.1):

$$h \geq 20R_a \quad \dots\dots\dots (E.1)$$

表 E.1 给出了不同试验力下不同材料的表面粗糙度的实例。

表 E.1 不同试验力 F 下样品最大允许表面粗糙度 R_a 的实例

样品材质	不同试验力下的表面粗糙度 $R_a/\mu\text{m}$			马氏硬度 $HM/$ (N/mm^2)
	0.1 N	2 N	100 N	
铝	0.13	0.55	4.00	600
钢	0.08	0.32	2.20	2 000
硬质合金	0.03	0.11	0.80	15 000

注:实验室间比对试验(见参考文献[1])结果表明压痕深度的标准偏差 S_y 近似等于表面粗糙度 R_a 。对 h 的不确定度 < 5% 的要求可得到最小的粗糙度。

在纳米范围和显微硬度试验的下限材料硬度的试样进行试验时也许不能满足式(E.1)的要求。为了降低试验结果平均值的不确定度,可增加试验次数,并在试验报告中说明。

在纳米范围和显微硬度试验时,推荐对压头压痕接触面积区域的表面粗糙度进行测量,或采用合适的方法观察。通常,表面粗糙度可从已知粗糙度试样的对比或分批抽样中得出。对常规范围试验,肉眼观察下,样品表面光滑、抛光或镜面抛光足够了。

附录 F

(资料性附录)

压痕硬度 H_{π} 与维氏硬度 HV 的换算

对大多数材料,通过选用适当的换算因子,压痕硬度 H_{π} 可以换算到维氏硬度 HV ,但由此得到的任何等效的 HV 值并不能代替实际 HV 值。

对一个理想的几何形状的维氏压头或一个已知投影面积的维氏压头可导出一个简单的面积函数。此时,测出的硬度 H_{π} 乘以换算因子可得到维氏硬度值 HV 。对任一压痕深度,理想维氏压头投影面积和表面积之比是一个常数,即式(F.1):

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{24.50}{26.43} = 0.927 0 \quad \text{..... (F.1)}$$

传统维氏硬度试验时所测量的对角线长度和 A_p 的关系为式(F.2):

$$d^2 = 2A_p, HV = \frac{F \times A_p}{A_s \times A_s \times g_n} \quad \text{..... (F.2)}$$

因此有式(F.3)

$$HV = \frac{H_{\pi} \times A_p}{g_n \times A_s} = 0.094 5 H_{\pi} \quad \text{..... (F.3)}$$

式中:

g_n ——重力加速度,通常取 $9.806 65 \text{ m/s}^2$;

对玻氏压头,由式(F.4)推出式(F.5):

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{23.96}{26.43} = 0.906 5 \quad \text{..... (F.4)}$$

$$HV = \frac{H_{\pi} \times A_p}{g_n \times A_s} = 0.092 4 \times H_{\pi} \quad \text{..... (F.5)}$$

对于改进的玻氏压头,由式(F.6)推出式(F.7):

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{24.50}{26.97} = 0.908 4 \quad \text{..... (F.6)}$$

$$HV = \frac{H_{\pi} \times A_p}{g_n \times A_s} = 0.092 6 \times H_{\pi} \quad \text{..... (F.7)}$$

值得注意的是对于较浅的压痕深度($h < 6 \mu\text{m}$),通常无法获得理想几何形状的压痕,因此这种简单的换算关系将不存在。

通常,较小压痕深度时将产生较大的误差。

参考文献[5]和参考文献[8]给出了部分材料 $H_{\pi}(1/10/20/30)$ 和 $HV(0.1)$ 之间的换算关系。

参 考 文 献

- [1] ISO 14577-3, Metallic materials-Instrumented indentation test for hardness and materials parameters-Part 3: Calibration of reference blocks.
- [2] WILDE, H.-R. and WEHRSTEDT, A., Martens hardness HM-An international accepted designation for "Hardness under test force", Zeitschrift Materialprüfung 42(2000) 11-12 pp. 468-470.
- [3] WEILER W. and BEHNCKE, H.-H., Anforderungen an den Eindringkörper für die Universalhartprüfung Materialprüfung 32(1990), 10, pp. 301-303.
- [4] Meyer, E., Z. Ver. Dtsch Ing. 52 (1908) 645.
- [5] 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, No. 6, June 1992, pp. 1564-1583.
- [6] SNEDDON, I. N., The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, Int. J. Engng. Sci., 3(1965) pp. 47-57.
- [7] FIELD, J. E. and TELIEPS, R. H., Research Note The Young modulus and Poisson ratio of diamond, PCS Cavendish Laboratory, Dep. of Physics, Madingley Road, Cambridge, CB3 0HE, UK, February 1999.
- [8] HEERMANT, C. and DUNGHILL, D., Zur Abschätzung "klassischer" Werkstoffkennwerte mittels Universalhartprüfung Zeitschrift Materialprüfung 38(1996)9, pp. 374-378.
- [9] BEHNCKE, H.-H., Bestimmung der Universalharte und anderer Kennwerte an dünnen Schichten, insbesondere Hartstoffschichten, Harterei-Technische Mitteilung HTM, 48 (1993) 5, pp. 3-10.
- [10] GRAU, P., ULLNER, Ch. and BEHNCKE, H.-H., Uncertainty of depth sensing hardness Tagung "Werkstoffprüfung 1997" Zeitschrift Materialprüfung 39(1997)9, pp. 362-367.
- [11] DOERNER, M. F. and NIX, W. D., A method for interpreting the data from depth sensing indentation instruments, J. Mater. Res., 1(1986), pp. 601-609.
- [12] PETZOLD, M., HAGENDORF, C., FUTING, M. and OLAF, J. M. Scanning force microscopy of indenter tips and hardness indentations (VDI Bericht 1194, 1195).
- [13] TRINCALE, A. C., CAVALEIRO, A. and FERNANDES, J. V., J. Testing and Evaluation, 22(1994), p. 365.
- [14] 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) pp. 394-400.
- [15] KING, R. B., Elastic analysis of some punch problems for a layered medium Int. J. Solids Structures 23(1987)12, 1657-1664.

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1部分:试验方法
GB/T 21838.1—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 1.75 字数 47 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号:155066·1-32407 定价 22.00 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 21838.1—2008