



中华人民共和国国家标准

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

Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and materials
parameters—Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings

(ISO 14577-4:2007, 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 试验机的检验和校准	2
5 试样	3
5.1 总则	3
5.2 表面粗糙度	4
5.3 抛光	4
5.4 试验面清洗	4
5.5 色漆和清漆的特别要求	5
6 试验方法	5
6.1 试验条件	5
6.2 试验程序	7
7 覆盖层表面压痕试验的数据分析和结果评估	9
7.1 总则	9
7.2 覆盖层压痕质量	10
7.3 覆盖层压痕硬度	11
8 试验报告	12
附录 A (规范性附录) 抗架梁度校准程序	14
附录 B (规范性附录) 接触点和完全弹性范围	17
参考文献	19

前 言

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

- 第1部分：试验方法；
- 第2部分：试验机的检定和校准；
- 第3部分：标准块的校准；
- 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4部分。

本部分修改采用国际标准 ISO 14577-4:2007《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》(等同采用第1版)。

本部分在文本结构和技术内容方面与 ISO 14577-4:2007 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；
- 在第2章“规范性引用文件”中删除了与 ISO 14577-4:2007 中引用的国际标准相对应的我国国家标准。

本标准的附录A和附录B为规范性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国标准化管理委员会归口。

本标准起草单位：上海市钢铁技术孵化基地、上海材料研究所、钢铁研究总院。

本标准起草人：沙菲、王斌、倪海、高怡斐。

引 言

覆盖层的弹性和塑性能是确定覆盖层产品质量的重要指标,实际上许多产品表面增加覆盖层是为了提高其耐磨性,而高的硬度通常是提高耐磨性的前提。覆盖层硬度的测量常被作为一种质量控制手段。杨氏模量对覆盖层组分设计中的应力计算很重要。如,覆盖层抵抗外力的能力是覆盖层部件的一个重要特性。

采用仪器化压痕试验可以相对简单地测定块体材料的硬度和压痕模量。然而,当在覆盖层表面进行压痕试验时,基体材料的性能对试验结果有影响,影响的程度取决于试验力、覆盖层性质和厚度等。

GB/T 21838 本部分的目的是提供可解脱基体影响和可测量这些基体影响的试验条件的指南,以及可能从复合测量中得出覆盖层性能的新方法;有时,覆盖层性能也可通过在其横截面上测量直接得到。



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

1 范围

GB/T 21838 本部分规定了金属和非金属覆盖层硬度和材料参数的仪器化压痕试验方法,它特别适用于纳米/显微范围内薄的覆盖层试验。

当在试样表面进行压痕试验时,本方法仅限于单层覆盖层,但如果相对于压痕尺寸来说,每一层的厚度足够大或梯度足够小,则也可在其横截面上测量梯度和多层覆盖层材料的性能。

本标准不限定材料的类型,它适用于金属、非金属和有机覆盖层。

仅在使用顶端曲率半径足够小,足以使覆盖层产生塑性变形的棱锥或圆锥形压头时,可应用本部分进行硬度测量。对粘弹性或易发生蠕变的材料,试验时间对其硬度测量影响很大。

注1: GB/T 21838.1、GB/T 21838.2 和 GB/T 21838.3 规定了所有力和位移范围内块体材料的仪器化压痕试验方法。

注2: 如果压痕深度很小以致在任何情况下压痕都不会对影响而将覆盖层当作块体材料时,不需要采用本标准,此时要给出试验的试验条件。

注3: 这里采用的分析中未考虑压痕的凸起或凹陷。使用原子力显微镜评价压痕的形状以确定压痕周围表面的凸起或凹陷,这些表面效应会导致分析中接触面积的低估(凸起)或高估(凹陷),进而可能影响测量结果。凸起通常发生在金属加工过程中。由于覆盖层塑性变形区域中应力的约束,软的、延性好的薄覆盖层材料更易形成凸起。据报道测量硬度时凸起材料会导致实际接触面积的增加,而这种影响对压痕硬度的测量不明显,因为产生凸起材料的刚度降低[1,2]。

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 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, MOD)

GB/T 9271 色漆和清漆 标准试板 (GB/T 9271—1988, ISO 1514:1984, MOD)

GB 9278 涂料试样状态调节和试验的温湿度 (GB/T 9278—1988, ISO 3270:1984, MOD)

GB/T 13452.2 色漆和清漆 漆膜厚度的测定 (GB/T 13452.2—1992, ISO 2808:1974, MOD)

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 21838.2 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, ISO 14577-2:2002, MOD)

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

3 符号和说明

GB/T 21838.1、GB/T 21838.2 和 GB/T 21838.3 以及表1中的符号和说明适用于本部分。

表 1 符号和说明

符 号	说 明	单 位	试验报告中要求
F	试验力	mN	√
$A_p(h_c)$	从压头顶端到 h_c 处的压头投影接触面积	μm^2	—
H_c	覆盖层的压痕硬度	GPa	√
ν	压头的泊松比 ^a	—	—
ν_s	试样的泊松比	—	—
a	接触面积等效半径	μm	—
t_c	覆盖层厚度	μm	√
C_f	机架刚度	$\mu\text{m}/\text{mN}$	√
C_s	接触刚度(试样)	$\mu\text{m}/\text{mN}$	—
C_t	总的测量刚度	$\mu\text{m}/\text{mN}$	—
E	杨氏模量	GPa	—
E_c^*	覆盖层的平面应变压痕模量 ^b	GPa	—
E_{H^*}	平面应变压痕模量	GPa	√
E_r	均化弹性模量	GPa	—
R_a	试样表面的算术平均偏差(见 GB/T 3305)	μm	—

^a 对金刚石压头 $\nu=0.07$

^b $E_c^* = E_{H^*} / (1 - \nu_s^2)$ ($\nu_s = 0$ 点)

4 试验机的检验和校准

试验机应按照 GB/T 21838.2 和附录 A 进行校准。

为证明压头不需要进行重新校准检验和压头顶端无缺陷或污物,应使用标准物质对其进行间接检验。如果这些最初的压痕结果显示压头有缺陷或缺陷,在下一步试验前,压头宜按 GB/T 21838.1 建议的步骤清洗。建议清洗后使用大于 400 倍的光学显微镜检查压头或压痕的亚微米级的缺陷或污物,发现损坏压头应根据 GB/T 21838.2 进行更换,新压头使用前应进行机架刚度 C_f 的测定和面积函数 $A_p(h_c)$ 的检验,见图 1。

在开始压痕试验循环之前,仪器化压痕试验机应达到所要求的机械和热稳定性,见 6.2。

压痕试验可根据覆盖层和基体系统需要的最优化的弹性和塑性变形来选择各种不同形状的压头。典型的压头形状是维氏、玻氏、锥形、球形和直角立方体。

对覆盖层塑性性能的测量,建议使用尖锐的压头,覆盖层的厚度越小,所选用的压头宜越尖锐。对覆盖层弹性性能的测量,如已知其面积函数,则可使用任何形状压头。如仅测量覆盖层的弹性性能,在可能的条件下,建议在完全弹性范围内进行压痕试验,以避免覆盖层出现开裂、凸起和高的蠕变变形。在试验力较大时,顶端曲率半径大的压头(或半径大的球形压头)比顶端曲率半径小的压头更易在覆盖层内产生完全弹性变形。曲率半径太大,表面状况(表面粗糙度、表面层等)对不确定度的影响将很大;曲率半径太小,塑性变形开始前的最大试验力或位移将很小。可根据初步试验或模型优化试验条件(见 7)。

试样应采用与测定或检验试验机机架柔度同样的方法进行固定,试验面应垂直于压头轴线,拟试验位置处的平面与压头轴线的垂直面的倾角小于 $\pm 5^\circ$ 。

注:测定该倾角的方法可包括用高倍显微镜观察并测量试样表面两点间垂平面间的距离,从镜头的焦距知识可得到该倾角的估计值;对非球形压头,可在实际试验中通过观察压痕的形貌求出倾角。

5.2 表面粗糙度

压痕深度的减小将导致粗糙表面上压痕试验结果的离散。显然当表面粗糙度值 R_a 接近于压痕深度时,由于压痕在试验面上峰和谷位置的不同,接触面积相差很大。最终的表面粗糙度值宜根据经验和设备而定,表面粗糙度值 R_a 宜尽可能小于最大压痕深度的 5%。

注 1: 对玻氏压头,试验面的法线与压痕轴线的角度大于 7° 时会使试验结果产生较大的误差^[3]。压痕轴线和接触点处的表面法线的夹角对试验结果影响更大。对粗糙表面,该角度与试样表面法线和压痕轴线的夹角明显不同,见注 2。

注 2: 虽然在表面上遇到最大峰值的粗糙度值 R_z 比 R_a 还是被推荐作为实用且容易理解的表面粗糙度参数,值得注意的是, R_z 是个平均值,其量级的波动要比 R_a 值大得多。研究覆盖层表面粗糙度模型可得出,对于任意 R_a 值都有两种情况。当表面粗糙度的“波长”(在覆盖层试验面的平面内)比压头顶端曲率半径大得多时,试验力压入时的响应是由该处覆盖层的表面曲率半径决定的;当波长远小于压头顶端曲率半径时,压头与粗糙面接触,其结果近似于样品表面存在一个等效模量的覆盖层。

注 3: 当在试样接收状态下进行试验时,由于试样表面可能有缺陷,如试验机配有压痕在线成像系统,建议选择并远离这些缺陷的“平坦”区域进行试验。

粗糙度轮廓测量仪探针半径与压头半径相近。如采用原子力显微镜测定某一扫描区域的表面粗糙度值 R_a ,扫描面积的大小由客户与试验者协商确定,建议扫描面积为 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 。

如试验机具有对表面形貌的测量功能,可在试验前选择满足倾角和表面粗糙度要求的试验面进行试验,而不使用平均的倾角和表面粗糙度。

5.3 抛光

试验面抛光可能导致加工硬化和(或)表面残余应力状态的变化,从而影响硬度的测量。对陶瓷尽管机械抛光可能产生表面缺陷,但其对表面性能的影响比金属少。研磨和抛光应使前一工序产生的应力被后一工序去除;最终工序应使用粒度级别与试验中压痕深度相当的抛光剂,如可能,宜采用电化学抛光。

注 1: 许多覆盖层表面复制者基体材料或涂层,如果可以这样,那么通过保证基体有一个适当的抛光表面可减少试验面制备工艺,消除了覆盖层试验制备的必要性。然而在一些情况下,改变基体表面粗糙度可能影响覆盖层的其他性能,因此使用这种方法时应注意。

注 2: 覆盖层中通常存在较大的残余应力(如由于覆盖层和基体之间热膨胀系数不匹配和(或)覆盖层沉积工艺而产生的应力),因此通常无法期望得到一个无应力表面。此外,覆盖层中一般都存在应力梯度,这样在试验面制备过程中去除过多的材料可能导致其明显偏离原始表面状态。

注 3: 抛光将减少覆盖层厚度,因此当在覆盖层表面进行压痕试验时其基体效应将增大,此时数据分析需要知道准确的覆盖层厚度,抛光后需重新测量覆盖层厚度。这里再次强调尽量减少试样表面加工的必要性。

5.4 试验面清洗

通常,若试验面无明显的表面污物,应避免表面清洗。如要求清洗时,应采用对表面损坏最小的方法,如:

- 使用干的、无油的过滤气体;
- 使用净化的含有 CO_2 微粒的气体(注意表面温度不能低于露点);
- 使用溶剂清洗(化学试剂与试样不应起反应),然后使其干燥。

如果这些方法无效且试验面很牢固,试验面可以用浸泡在溶剂中的无纺布擦拭以去除夹杂在上面的灰尘,试验面应按上面方法清洗。超声方法会造成或增加覆盖层的损坏,使用时应注意。

5.5 色漆和清漆的特别要求

5.5.1 基体材料

允许采用的基体材料是钢、玻璃、铝、塑料和木材。按 5.5.2 和 5.5.3 的规定制备试验试板,试验面不能有可见损伤;如果样品取自覆盖层产品,注意取样面宜平整且切割时不能弯曲;当受力时,试验试板不宜出现屈服或振动。

牢固固定小样品以避免其在试验过程中发生变形。

5.5.2 基体材料的制备和涂覆

基体材料应按 GB/T 9271 的规定进行制备和按照试验产品或系统涂覆程序进行涂覆。当测定材料的确切数值时,覆盖层厚度宜大于压痕深度的 10 倍。

5.5.3 试验覆盖层的烘干和状态调节

覆盖层试验试板宜在设定时间和状态下(在 GB/T 9278 规定的标准状态下至少存放 24 h)烘干、硬化和老化。覆盖层厚度宜按 GB/T 13452.2 规定的任一方法进行测定。

6 试验方法

6.1 试验条件

6.1.1 应根据所测量的覆盖层和所用的仪器参数选择压头几何形状、最大试验力和(或)位移以及试验循环,见图 2。

仅当样品发生塑性变形且试验后仍存在残余压痕时,硬度值才有效。

注 1: 硬度测量时,就体积力而言,应选用 100 g 的玻氏压头,测量时一般选用大曲率半径($<25\text{ }\mu\text{m}$)的压头。在特定情况下,可以通过测量硬度值的变化来避免更换压头。可按照附录 B 中的公式估计弹性变形范围。

注 2: 7.3 的表 4 给出了简单应力分布的实例。

6.1.2 在覆盖层表面或横截面内进行多点压痕试验时,压痕的定位和间距应满足 GB/T 21838.1—2008 中 7.4 的要求。

注 3: 覆盖层各向异性可能很显著,因此试验位置和试验面(表面或横截面)的选择对压痕硬度值的测量有很大影响,对模量值的测量有时也有很大影响。

6.1.3 按照 GB/T 21838.1—2008 中 7.4 的规定选择仪器化压痕试验参数,影响测试结果的覆盖层和基体参数如下:

- 基体材料硬度、杨氏模量和泊松比;
- 覆盖层厚度;
- 表面粗糙度值;
- 覆盖层和基体的结合力(应避免覆盖层分层)。

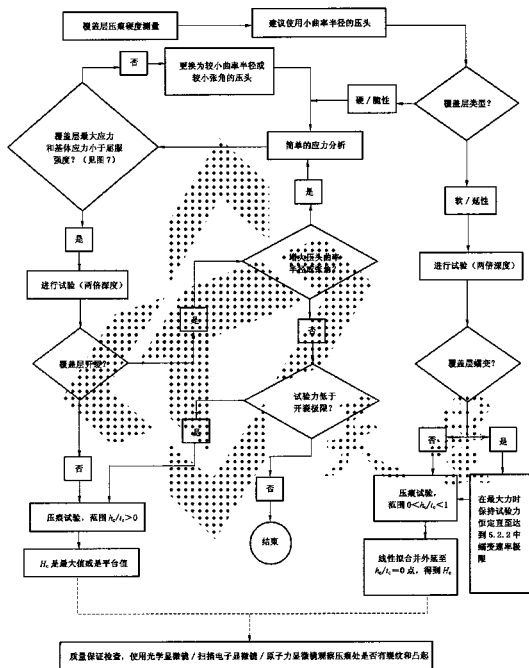
如要进行两个或多个试样试验结果的直接比较,以上这些参数宜保持恒定。

要考虑所测材料参数与时间的关系。

注 1: 结合力影响硬度值和杨氏模量值^[47]。

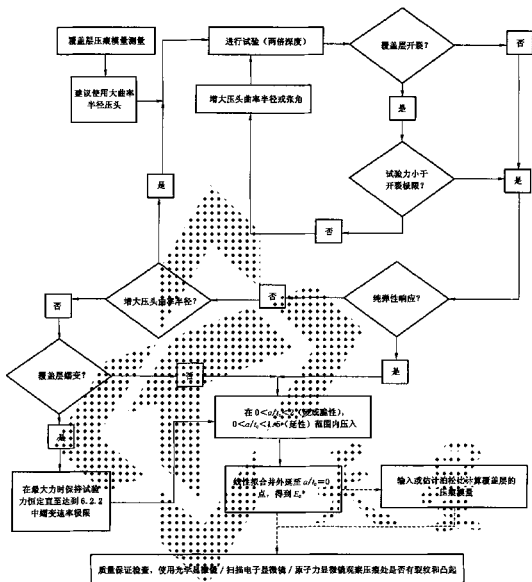
注 2: 除硬度和模量外,试样参数的变化影响其值的测试。如果压痕深度远小于覆盖层厚度,或者对选定样品的覆盖层厚度可以合理估计,并且各个测试点上的估算值一致,则不测量实际厚度也可测出 E_c 和 H_c 。然而,如果要比较的性能参数是相对压痕深度的函数,则必须测量实际厚度,临界值取决于覆盖层和基体性能之比。

测量不同厚度的覆盖层性能时应使用规范化程序。



a) 涂层层的压痕硬度测量

图2 测量涂层性能的压头几何形状和压痕参数选择流程图



b) 覆盖层的压痕模量测量

图2（续）

6.2 试验程序

6.2.1 总则

放入已制备好的试样并定位以便在要求的位置上进行试验。

按所选择的试验条件进行预先选定次数的压痕试验循环。

6.2.2 控制试验力试验

采用一个单一的施加试验力和卸除试验力循环。图3给出了试验中估算漂移的决策图。如果漂移速率很大，位移值应根据漂移速率来校正，漂移速率可采用在零试验力附近保持试验力恒定或卸除试验力至合适位置（如卸除试验力的90%）保持试验力恒定的方法测得。如可获得完全弹性的压痕（见附录B），则优先在压痕较浅时保持试验力恒定，此时可避免材料蠕变、粘弹性和破裂等现象的发生。保持时

间应足够长以便测出由于试验机原因(如温度变化)产生的平均位移漂移速率并进行线性校正。这种方法得到的漂移速率的校正仅对以下情形有效:压痕循环中任一阶段保持试验力恒定测得的位移漂移(相对于噪声)被认为是仅由试验机(如温度)而不是材料(如粘弹性或滞弹性蠕变、破裂、压致相变等)产生的。

如材料本身性能对测试过程的影响不可避免,则在每一次压痕试验前后都应测量漂移速率(如用硬的标准试样面进行弹性接触压痕试验),也可采用这两次漂移速率的平均值或根据前后两次试验的时间采用内插法得出。保持试验力恒定时间应足够长以便测出由于温度波动产生的位移漂移。在卸除试验力 90%或零试验力附近时保持试验力恒定而测得的位移漂移(相对于噪声)被认为是由于温度变化产生的且宜采用线性校正。

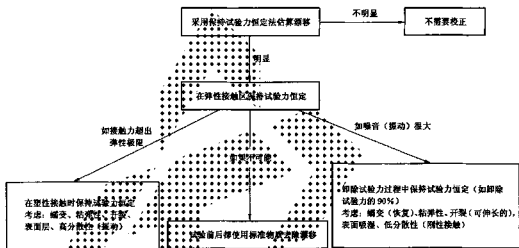


图3 控制试验力试验中估算漂移的决策图

如果不能得到弹性接触,通常没有可推荐的方法。根据所研究材料的不同,优先在初始力时(如粘弹性材料)或卸除试验力的90%(如脆性材料)时保持试验力恒定。由于在卸除试验力的90%时的接触面积较大,使用这种方法得到的数据的高散性较小。对于难测材料,可以在压痕循环开始和结束前保持试验力恒定。建议保持试验力恒定时间和施加试验力时间相等,数据分析时应舍弃前10 s~20 s间的试验力保持数据,因为这些初始数据可能受材料随时间变化的性能的依赖性影响(材料时间相关变形,形成表面吸湿层)很大^[9,10]。

进一步的试验力保持周期应在最大试验力处以完成材料和时间相关的变形。最小保持试验力恒定的时间取决于试验机能力和所测材料。保持试验力恒定的时间应足够长和(或)卸除试验力时间应足够短以满足式(1):

$$q_F > 10 \times q_C / C_r \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

q_F ——试验力卸除速率;

q_C ——蠕变速率。

蠕变速率定义为试验力卸除前最后至少 30 组位移与时间数据的线性拟合直线的斜率。

注 1: 柔度的测量误差(由于试验力卸除时蠕变速率产生的)取决于卸除试验力阶段数据拟合的范围、采用的拟合方法、绝对接触柔度和试验力卸除速率。接触柔度在最坏条件下的误差估计值可由下式(2)计算:

$$\text{error}(\%) = \frac{q_C}{\left[\left(\frac{\sqrt{H}}{2} \cdot \frac{\sqrt{H}}{E_r} \cdot \frac{1}{\sqrt{F_{\max}}} \right) \cdot \left(\frac{dF}{dt} \right) \right]} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

如果使用非自相似压头,硬度值和模量值可能与压痕深度关系很大。

注2:当测量粘弹性材料时,增加最大试验力时的保持恒定的时间蠕变速率未必减小。甚至在粘弹性恢复开始时卸除试验力,蠕变速率将反转。不推荐采用卸除试验力前测量的蠕变速率来校正卸除试验力数据。使用比粘弹性时间常数更慢的压痕循环或采用动态压痕法更易获得粘弹性材料的弹性模量。

试验力卸除和施加速率可以是相同的,但如有可能,建议试验力卸除速率高于施加速率以便将蠕变影响降至最低。缓慢施加试验力可减少在最大试验力时保持试验力恒定的时间,使得蠕变速率降低。

注3:已有材料蠕变行为对硬度和模量试验结果影响的报道^[3]。结果表明,如果保持试验力恒定时间太短,特别是对硬度/模量之比小的材料(包括大多数金属),模量结果将不可靠。由于蠕变产生的模量测量误差可能超过50%。保持试验力恒定时间的变化导致硬度值的变化可达18%。参考文献[9]提出保持试验力恒定时间的长短取决于材料类型,熔融硅为8 s,铝为187 s。其所用的标准为降低蠕变速率以使每分钟深度的增加小于压痕深度的1%。注意在近乎完全塑性材料中(如金属),总压痕深度的1%的蠕变可能引起表面接触刚度很大的变化。

建议在初始试验中估算蠕变速率,试验力卸除速率宜尽可能最大但要保证有足够的试验力卸除数据用于后续分析。

6.2.3 控制位移试验

与控制试验力试验时保持恒定的试验力一样保持恒定的位移测定源移。对位移源移速率来说,宜校正目标位移速率。对机架柔度来说,也宜校正这些速率。

7 覆盖层表面压痕试验的数据分析和结果评估

7.1 总则

分析压痕试验得到的数据之前,有必要校正受热源影响严重的位移数据,测定 A_h (h_c) 值和通过修正机架柔度 C_f 得到 C_s (按附录A)。可使用 GB/T 21838.1—2008 附录 A 中的公式计算试样的硬度和压痕模量。附录A给出了 C_s 的测定方法。因此,根据 GB/T 21838.1—2008 计算得出的是覆盖层和基体的复合性能。7.2和7.3给出了假设覆盖层性能与深度无关时,从所测的覆盖层和基体复合性能中得出覆盖层硬度和压痕模量的方法。

注1:如附录A.2推荐的方法,根据 GB/T 21838.1 在横截面上所测压痕试验结果被认为是覆盖层的。

注2:参考文献[4]给出了硬表面上电镀覆盖层的硬度测量的经验准则,建议压痕深度不超过覆盖层厚度的1/10,而裸膜覆盖层,压痕深度允许达到覆盖层厚度的1/3^[10]。在这种情况下,这些近似不会令人满意且只能用于硬度测量。

延性和脆性覆盖层的试验系数应单独考虑。

在覆盖层表面进行压痕试验时,对所有覆盖层来说,尽管硬基体上厚的柔性覆盖层的弹性变形可以忽略,但基体的弹性变形总会发生。因此,所测的模量总是覆盖层和基体的复合模量且所得到的数值是压痕深度的函数。

对硬度测量,建议尽可能使用小曲率半径压头(如尽可能尖锐)以限制覆盖层内塑性变形。在没有覆盖层的基体上进行硬度测量对于正确分析硬基体上的软覆盖层具有指导作用。在某种情况下,识别出所测硬度为常数的压痕深度范围(如在基体塑性变形开始前),然后可以在这个范围进行压痕试验。

覆盖层硬度和模量值可通过覆盖层表面压痕试验从 E_{IT} 和 H_{IT} 的复合值中估算出来,这些复合值是根据覆盖层厚度归一化的接触面积等效半径 a 或压痕深度 h_c 的函数。对获得准确的中间值来说,覆盖层厚度 t_c 是不要求的。然而,如果来自不同厚度覆盖层的数据被一起绘制成曲线,或利用有效数据中压痕深度的最大范围时,推荐测量覆盖层的实际厚度以保证试验数据的最好的再现性。对于不同几何形状的压头(如玻氏、维氏、球形、锥形等), a 近似为与压头接触投影面积相等的圆的半径,即:

$$a = \sqrt{\frac{A_p}{\pi}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

球形和圆锥形压头的 a 值相等。随着压头轴对称性的减小,该值越来越小,即 $a_{\text{圆锥形}} = a_{\text{球形}} > a_{\text{玻氏}}$ 。

注3: 测量延性覆盖层的硬度或脆性覆盖层的弹性模量是相对容易的。而测定脆性或硬的覆盖层的硬度, 或延性覆盖层的弹性模量则较为困难。

注4: 不测量 t_c 时, 可使用 t_c 的标称值, 但不同厚度覆盖层之间的压痕数据的可比性较差。

7.2 覆盖层压痕模量

在控制试验力循环和试样压痕试验结果未知的情况下, 应进行一组试验性压痕试验(如在两个差别较大的试验力下)和分析, 以获得以下规定的 a/t_c 范围内所需试验力的估计值。图2 b) 给出了适用的压头几何形状和压痕试验参数的选择方法。

对软的/延性的覆盖层, 应选择使所测的试验数据落在 $a/t_c < 1.5$ 范围内的试验力(位移)和压头类型。在不同压痕深度下进行一组压痕试验, 线性拟合平面应变压痕模量与 a/t_c 曲线, 外推至 a/t_c 为零, 即可得到覆盖层的平面应变压痕模量 E_c^* , 见图4。

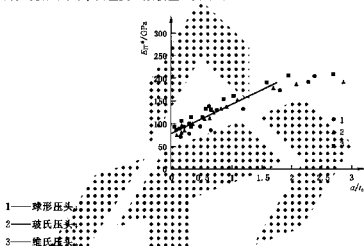
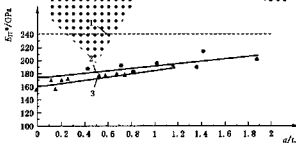


图4 延性覆盖层平面应变压痕模量与归一化的接触半径(球形、玻氏和维氏压头)

对硬的/脆性的覆盖层, 应选择使所测的试验数据落在 $a/t_c < 2$ 范围内的试验力(或位移)和压头类型。在不同压痕深度下进行一组压痕试验, 线性拟合平面应变压痕模量与 a/t_c 曲线, 外推至 a/t_c 为零, 即可得到覆盖层平面应变压痕模量 E_c^* , 见图5。



- 1——高速工具钢(M2)基体上的平面应变压痕模量;
- 2——球形压头所测值的线性拟合;
- 3——玻氏压头所测值的线性拟合;

图5 高速工具钢(M2)基体上类金刚石(DLC)覆盖层的平面应变压痕模量和归一化的接触半径

注1: 平面应变压痕模量与 a/t_c 之比的线性拟合为零的值是一次近似。然而, 通常情况下, 它们之间呈非线性关系且可通过有限元(FEA)方法模拟。由于它们的非线性关系表达式是未知的, 其线性拟合所表述的是在限定范围内的粗略的一次近似, 超过这个范围则不适用。

在 3 个或 3 个以上的 a/t_c 或 h_c/t_c 取值范围内进行至少 15 次压痕试验才可能进行有效外推。建议在 5 个或 5 个以上的 a/t_c 或 h_c/t_c 取值范围内至少进行 50 次压痕试验以减少外推法的不确定度。通常建议增加多个在不同 a/t_c 或 h_c/t_c 取值范围的进行试验次数,其优于在少量的 a/t_c 或 h_c/t_c 取值范围内进行多次试验。

注 2: 为获得在要求的 a/t_c 或 h_c/t_c 范围内的压痕结果,测定所需施加试验力范围的最快速和最可靠的测定方法是在不同的试验力下进行几次试验性的压痕试验。画出卸除试验力自线初始阶段斜率的平行线可以快速估计最大试验力较低时 h_c 的大约值。

7.3 覆盖层压痕硬度

同样的归一化参数 a/t_c 可用于估计硬度值。然而,由于该方法要求使用自相似几何压头(尖锐的压头),因此,也可采用无量纲参数 h_c/t_c (接触深度和覆盖层厚度之比)估计硬度值。图 2a)给出了适用的压头几何形状和压痕参数的选择方法。

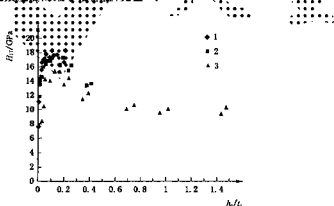
对硬基体上软的/延性的覆盖层,假设基体只有弹性变形,在 $0 < h_c/t_c < 1$ 范围内,线性拟合 H_{IT} 与 h_c/t_c 曲线,外推至 h_c/t_c 为零,即得覆盖层压痕硬度。

注 1: 线性曲线 h_c/t_c 的最大极限值取决于覆盖层和基体硬度之比。如,对于钢基体上金覆盖层,硬度比约为 2.5, h_c/t_c 极限值 < 1 ; 对于光学玻璃(M2)基体上铝覆盖层,硬度比约为 8, h_c/t_c 极限值约为 5。由于压头钝化,对于硬度的测量,接触深度的极限值变小。 h_c 大于压头顶端曲率半径的 20% (对于压头顶端曲率半径为 250 nm, h_c 为 50 nm)时测量的硬度值再现性较好。

推荐在 5 个或 5 个以上的 a/t_c 或 h_c/t_c 取值范围内进行至少 50 次压痕试验以减少外推法的不确定度,通常建议增加在不同 a/t_c 或 h_c/t_c 取值范围的试验次数,其优于在少量的 a/t_c 或 h_c/t_c 取值范围内进行多次试验。这对于软基体上的硬/脆性的覆盖层更加适用,此时可测得硬度稳定时的值。

对软基体上的硬覆盖层,覆盖层压痕试验只能用可使覆盖层产生屈服的尖锐的压头(小曲率半径)测定,建议使用半径等效于自相似几何形状压头顶端曲率半径的球形压头,对覆盖层和基体系统进行弹性应力分析,这样可估计出覆盖层和基体谁将首先发生屈服,是否可能测量覆盖层硬度。如有必要,推荐测出基体的硬度值进行比较。通过达到基体硬度值范围(甚至低的 h_c/t_c)的密集硬度测量可鉴别出覆盖层的分层或裂纹。注意:在较低试验力时,尖压头比钝压头更可能引起裂纹。

选择使 a/t_c 或 h_c/t_c 落在 H_{IT} 最大值的一个范围内的试验力(或位移)和压头形状。一般这个范围是 $0 < h_c/t_c < 0.5$ 。如果在这个范围内,测得的 H_{IT} 最大值为平台,该值就是覆盖层的硬度 H_c 。如果在 H_{IT} 中最大值只出现一次,且在这个值时覆盖层产生屈服,这就更加证明该值就是覆盖层的硬度值。否则该值仅是覆盖层压痕硬度的最小估计值,见图 6。



1—— $r_c = 2\,510\text{ nm}$;

2—— $r_c = 1\,470\text{ nm}$;

3—— $r_c = 450\text{ nm}$ 。

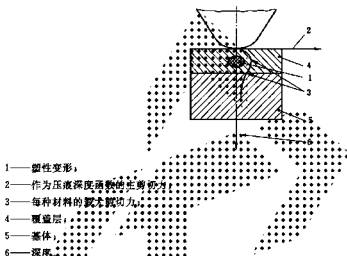
注: 基体屈服的影响(对最薄的覆盖层),所用压头为玻氏压头,覆盖层的压痕硬度 $H_c = 13\text{ GPa}$ 。

图 6 高速工具钢(M2)基体上类金刚石(DLC)覆盖层压痕硬度与归一化的接触半径

注2: 基体塑性变形程度取决于许多因素, 包括覆盖层和基体之间硬度和模量的相对差别, 附着力, 覆盖层厚度, 压头的曲率半径(尖锐度)和最大试验力。对于软基体的硬质覆盖层, 基体的早期屈服是一个特别的问题, 然而, 如果覆盖层的模量比基体模量小得多时, 也可能引起基体早期屈服(如钨基体上的二氧化硅覆盖层), 在下面两种情况下选择一个折中方案:

- 试验力足够大时(如接近但不超过基体塑性变形开始时的极限), 测得最大试验力-压痕深度数据, 提高测量的精确度;
- 压痕深度足够小时进行试验, 使压痕的塑性变形区对基体和覆盖层界面没有影响, 减小测量中基体的影响。见图7。

注3: 在小试验力时, 尖锐的压头(压头顶端曲率半径和包角较小)通常比较钝的压头更易引起覆盖层破裂。在控制试验力压痕试验中, 试验力-位移曲线中出现突然不连续或突进现象, 通常意味着覆盖层出现了破裂。



注: 仅在覆盖层位于基体发生屈服时才能测量覆盖层的硬度。

图7: 主剪应力作为压痕深度函数的图表叠加在覆盖层基体压痕图表上

注4: 为测量覆盖层硬度, 在基体发生屈服前覆盖层宜先充分屈服。最理想的情况是最大主剪应力出现在覆盖层内部并使其产生塑性变形, 而同时覆盖层下的基体所受的应力不超过基体屈服应力。压头为球形接触时, 对泊松比 $\nu=0.3$ 的材料, 在 $Q_{0.98}$ 处最大主剪应力约为 0.47 倍平均应力。

注5: 为获得在要求的 a/t_0 或 t/t_0 范围内的试验结果, 测定所需施加试验力范围的最快速和最可靠的测定方法是在不同的试验力下进行几次试验性的压痕试验。画出解除试验力曲线初始阶段斜率的平行线可以快速估计最大试验力较低时 h_0 的大致值。

注6: 通过评估试验力-压痕曲线的上升阶段来确定基体塑性变形的开始点的很多方法已公开发表, 但都仍未被国际上共同认可。将力-位移曲线微分后以位移为横坐标重新作图是其中的一个方法, 图中的拐点所对应的位移被认为是基体塑性变形开始时的深度^[11]。也有人提出的力和位移平方开始偏离线性也是基体塑性变形开始的标志^[12]。然而, 不能保证所测出的屈服或偏离是基体造成的。力和位移平方之间轻微的线性偏移总是存在的, 特别是压痕深度受压头钝化影响的压痕试验。

注7: 对于覆盖层系统的压痕试验, 建议采用分析和数字模型进行处理。分析模型通常仅用于弹性变形, 作为一种试验的近似, 这些模型也都被国际上共同认可。文献^[13-16]列出了一些近似模型的进展。对于多层覆盖层或性能呈梯度变化的覆盖层, 提出模型明显更加困难, 目前尚无可接受的模型。如果完全的弹性测量是可能的(如使用大曲率半径的球形压头), 则从所测的复合模量值中计算得到精确的覆盖层模量也是可能的。

8 试验报告

试验报告应符合 GB/T 21838.1 的要求, 并应增加下列信息:

- 试验机的制造商、型号和唯一性标识;

- b) 试样描述,如尺寸、覆盖层的标称厚度、覆盖层材料和层数。如已知,建议报告下列信息:
- 试样制备过程;
 - 表面粗糙度值 R_a ;
 - 基体材料性能(成分、硬度和杨氏模量);
 - 压痕试验处的实际覆盖层厚度;
- c) 试验结果(覆盖层的平面应变压痕模量和(或)覆盖层的压痕硬度和由于蠕变产生的 C_r 误差的最大值);
- d) 试验力、位移、机架柔度和压头面积函数(包括压头顶端曲率半径)采用的校准或检验程序,包括用来校准的标准块的选择和仪器重复性的检验;
- e) 描述是否采用热漂移修正,如采用,说明采用方法;
- f) 压痕间距。

不确定度应包括下列内容:试验力、位移、零点的确定、面积函数、机架柔度、蠕变速率、外推截距。



附录 A
(规范性附录)
机架柔度校准程序

A.1 总则

以下详细给出了使用均质、各向同性标准物质(见 GB/T 21838.3)的校准程序,并假设杨氏模量和泊松比与压痕深度无关,其中一些程序需用已知杨氏模量和泊松比的标准物质。报告中应给出校准时所选择的程序,包括试验力 F 和压痕深度 h 的范围。

注:理论上,标准物质需要有证书(有证标准物质 CRMs)。目前尚无这方面的有证标准物质 CRMs,但这方面的工作已经开始,多数材料上都存在着表面层的事实促使了 CRMs 需求的上升。由于没有有证标准物质,当压痕深度较小时,增大了对其所测弹性和塑性性能的影响,降低了压头面积函数和机架柔度的准确度。目前,推荐的标准物质材料是新抛光的纯铜和纯铝。施加的试验力不宜超过裂纹萌生的阈值(对于一般的欧氏压头,压入熔融硅时的试验力约 30 mN ~ 100 mN)。

A.2 原理

总的测量柔度 C_t 是接触柔度 C_c 和机架柔度 C_i 之和,按式(A.1):

$$C_t = C_c + C_i \quad \text{..... (A.1)}$$

式中, C_i 可从未校正的试验力与位移关系曲线的斜率得到,见式(A.2):

$$C_i = \left[\frac{dF}{dh} \right]^{-1} \quad \text{..... (A.2)}$$

一些仪器使用多次校准程序自动输出机架柔度值。此时,所得到的机架柔度(如使用本附录中的两种标准物质选代法)是测定压头面积函数时软件所设定的机架柔度之和。

C_c 是压头和试样接触柔度,按式(A.3)计算:

$$C_c = \frac{\sqrt{\pi}}{2E_s} \frac{1}{\sqrt{A_p(h_s)}} \quad \text{..... (A.3)}$$

式中

$$\frac{1}{E_s} = \frac{1}{E_{it}} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad \text{..... (A.4)}$$

式中, E_i 和 ν_i 分别是压头的杨氏模量和泊松比。

$$h_s = h_{\max} - \varepsilon F_{\max} C_i \quad (\text{见 GB/T 21838.1—2008 中 A.4}) \quad \text{..... (A.5)}$$

因此总的柔度按式(A.6)或式(A.7)计算:

$$C_t = \frac{\sqrt{\pi}}{2E_s} \frac{1}{\sqrt{A_p(h_s)}} + C_i \quad \text{..... (A.6)}$$

或

$$C_t = \frac{\sqrt{\pi}}{2E_s} \frac{\sqrt{H_{IT}}}{\sqrt{F_{\max}}} + C_i \quad \text{..... (A.7)}$$

式中, H_{IT} 为压痕硬度(见 GB/T 21838.1—2008 中 A.4)。

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

表 A.1 所选方法的假设条件

方法	E_c = 常数	H_{IT} = 常数	C_1 = 常数	需要输入参数	参考文献
1	是	是	是	没有	
2	是	否	是	$A_p(h_c)$	[32]
3	是	否	是	没有	[33]
4	是	否	否	$A_p(h_c), E_c$	[30]
5	是	否	否	E_d, E_s	[31]
6	是	否	否	E_d, E_s , 弹性变形	[28]

A.3 方法

使用自动校准函数前,操作者必须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,当按下述方法计算最终机架柔度时应考虑软件计算的机架柔度值。

A.3.1 方法 1

如果约化模量 E_c 和压痕硬度 H_{IT} 是常数,则 C_1 (未修正的机架柔度) 与 $1/\sqrt{F_{max}}$ (式 A.7) 成线性关系,该直线与柔度坐标轴的交点为机架柔度 C_1 。该方法适用于采用球形压头或大曲率半径压头进行小压痕深度的试验。

注 1: 如果材料的塑性性能随深度变化很大,或压痕深度(压入试验力)不足以形成一个完全的塑性区,则 H_{IT} 不是常数, C_1 与 $1/\sqrt{F_{max}}$ 的曲线也不是线性的。

注 2: GB/T 21838.2—2008 中的方法是材料对特定形状压头产生压痕的响应。对小压痕深度,压头从一个自相似的形状压入材料时,压痕硬度值不是常数且所测材料的 E/H 值随压痕深度而变化。

A.3.2 方法 2

如果压痕柔度与压痕深度有关,则通过重复性试验或原子力显微镜另外测定面积函数 $A_p(h_c)$ 。 C_1 (未修正的机架柔度) 与 $1/\sqrt{A_p(h_c)}$ (式 A.6) 成线性关系,该直线与柔度坐标轴的交点为机架柔度 C_1 。

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十次压痕试验。铈被认为是合适的标准物质,因为其在通常的试验力范围内可得到大的塑性压痕。

A.3.3 方法 3

如果面积函数未知,则采用下述方法。使用理想压头的面积函数(见 GB/T 21838.1—2008,附录 A.4)和有证标准物质计算得出 C_1 。通过绘制两个最大压痕深度的 C_1 (未修正的机架柔度) 与 $1/\sqrt{A_p(h_c)}$ (式 A.6) 的曲线得到 C_1 的初步估计值^[33]。然后,重复式(A.8)计算其他压痕尺寸的面积函数。

$$A_p(h_c) = \frac{\pi}{4} \frac{1}{E_c^2} \frac{1}{(C_1 - C_1)^2} \quad \text{..... (A.8)}$$

将新的面积函数代入式(A.6)重新计算 C_1 。再根据式(A.8)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: 常选用铝和熔融硅为标准物质。在适当的试验力(铝为 3 mN~120 mN,熔融硅为 0.1 mN~120 mN)下,重复进行十次压痕试验。 h_c 较小时,用熔融硅计算面积函数。

A.3.4 方法 4

如已知压头面积函数和所用标准物质的模量,将其及 C_1 代入式(A.6)则可直接计算机架柔度 C_1 。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(A.6)重新计算机架柔度,如此逐步逼近以致最后一次得到的值与前一次值相同^[33]。

注: 铈是首选的标准物质,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 80mN 并至少重复进行十次压痕试验。

测量距压头尖端相对远处的面积函数值(如使用原子力显微镜测量)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。

A.3.5 方法 5

如果面积函数未知,则可采用方法 4 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)在熔融硅上进行压痕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,后者与通过原子力显微镜测得的面积函数是一致的^[31]。

注:也可用蓝宝石和熔融硅作为标准物质,每一组使用 0.1 mN~500 mN 范围内的试验力重复进行十次压痕试验。

A.3.6 方法 6

如果压头尖端近似于球形,则在试验力施加的初始阶段(见附录 B)可产生弹性压痕。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 C_1 (见式(A.10))和球形压头的半径(用尖端曲率半径 R ,代替面积函数,见式(A.9))^[32]。

$$R^2 = \left(\frac{3}{4}\right)^2 \frac{K^2}{(E_1^2 + E_2^2)^2} \left(\frac{1}{E_1^2 + E_2^2}\right)^3 \quad \text{.....(A.9)}$$

$$C_1 = \frac{F}{\left(\frac{3}{4}\right)^2 \frac{K^2}{(E_1^2 + E_2^2)^2} \left(\frac{1}{E_1^2 + E_2^2}\right)^3} \quad \text{.....(A.10)}$$

这个结果仅对试验力为 F 且压痕深度在 h_1, h_2 之间时有效。

附录 B (规范性附录)

接触点和完全弹性范围

为准确测定压痕深度,确定压头与试样表面的第一次接触点是必须的。接触点可采用下列方法确定:测定最初施加试验力循环中试验力的首次变化、接触刚度的首次变化、试验力或位移速率的首次变化以及采用振动压头时测定压头位移与激励间的位相变化。不同仪器使用不同方法确定接触点,但是接近表面前后的试验力、位移、试验力施加速率、位移速率或位相的步进量应足够小,以保证零点的测定值能达到要求的不确定度(见 GB/T 21838.1—2008 中 7.3)。

如果得到的是完全弹性范围的初始数据,则对于球形压头可以采用 Hertzian 的反向外推法确定接触点^[1,28,29]。

注 1: 零点的不确定度受下列因素影响: 试样表面不均匀性(包括本征氧化层的破裂)、表面粗糙度、压头几何形状、由于振动产生的噪声、数据取舍以及外推长度(即初始试验力的大小)与数学函数的吻合程度。对压痕位置处的平均粗糙度小于 1 nm 的金属材料表面,调整位移波动小于 1 nm,将试验数据的拟合曲线反推得到的初始试验力在 0.002 mN~0.05 mN 之间,则测得的零点不确定度估计在 0.1 nm~2 nm。实际试验中不确定度受上述一个或多个因素影响很大时这个估计值是不可信的。

完全弹性位移时压痕深度 h 和接触面积等效半径 a 的计算公式(B.1)、式(B.2):

$$F = \frac{4}{3} E^* \sqrt{R} h^{3/2} \quad (B.1)$$

$$a = \sqrt{2Rh \left(1 - \frac{E^*}{E} \right)} \quad (B.2)$$

所谓弹性接触,是指假设材料至少两倍的接触力作为最大试验力进行压痕试验时,试验力施加和卸除曲线的偏移足够小,即假设修正后,位移偏移应不超过 1 nm 或最大压痕深度的 3% (取较小值)。

注 2: 对给定初始试验力,未经修正偏移引入的位移误差的初步估计值可从弹性理论式(B.1)中得到。表 B.1 给出了初始施加试验力为 1 μ N、10 μ N 和 100 μ N 时采用不同曲率半径压头在不同杨氏模量材料上的弹性位移,它是假设没有塑性的最小估计值。表 B.2 给出了上述弹性区域的上限,但有待于试验验证。

注 3: 对所有情况,应考虑表面膜(氧化膜等)对表面检测或表面确定的影响。这些表面膜可能在压痕试验时附加一个额外的未被测量的力,从而使试验的真实响应不明显。

表 B.1: 不同曲率半径压头的弹性压痕深度

参 数	$F/\mu\text{N}$	不同曲率半径压头(nm)的弹性压痕深度 h/nm					
		50	100	200	500	1 000	10 000
$E=5 \text{ GPa}$ $\nu=0.3$	1	7.22	5.72	4.55	3.35	2.66	1.23
	5	21.11	16.75	13.30	9.80	7.78	3.61
	10	33.51	26.60	21.11	15.55	12.34	5.73
$E=20 \text{ GPa}$ $\nu=0.3$	1	2.89	2.30	1.82	1.34	1.07	0.49
	5	8.46	6.71	5.33	3.93	3.12	1.45
	10	13.42	10.66	8.46	6.23	4.95	2.30
$E=70 \text{ GPa}$ $\nu=0.3$	1	1.29	1.03	0.81	0.60	0.48	0.22
	5	3.78	3.00	2.38	1.76	1.39	0.65
	10	6.01	4.77	3.78	2.79	2.21	1.03

表 B.1 (续)

参 数	$F/\mu\text{N}$	不同曲率半径压头(nm)的弹性压痕深度 h/nm					
		50	100	200	500	1 000	10 000
$E=100\text{ GPa}$ $\nu=0.3$	1	1.04	0.82	0.65	0.48	0.38	0.18
	5	3.04	2.41	1.91	1.41	1.12	0.52
	10	4.82	3.82	3.04	2.24	1.78	0.82
$E=200\text{ GPa}$ $\nu=0.3$	1	0.69	0.55	0.44	0.32	0.25	0.12
	5	2.02	1.51	1.27	0.94	0.75	0.35
	10	3.21	2.55	2.02	1.49	1.18	0.55
$E=400\text{ GPa}$ $\nu=0.3$	1	0.48	0.38	0.30	0.22	0.18	0.08
	5	1.41	1.12	0.89	0.65	0.52	0.24
	10	2.24	1.78	1.41	1.04	0.82	0.38

压痕试验后按 A.3.6 规定的方法计算试验结果, 应检查硬度和模量计算值的合理性。对金刚石, $E=140\text{ GPa}$, $\nu=0.07$ 。

表 B.2 假设完全弹性变形时, 不同杨氏模量材料的压痕深度(根据式(B.1)的计算值)

参 数	压头曲率半径=50 nm		压头曲率半径=100 nm		压头曲率半径=10 000 nm	
	$F/\mu\text{N}$	h/nm	$F/\mu\text{N}$	h/nm	$F/\mu\text{N}$	h/nm
$E=5\text{ GPa}$ $\nu=0.3$	1	0.2	1	3.4	1	1.2
	100	72	100	72	40 000	1 444
$E=70\text{ GPa}$ $\nu=0.3$	1	1.3	1	0.6	1	0.2
	14	2.5	1 400	75	600 000	1 574
$E=200\text{ GPa}$ $\nu=0.3$	1	0.7	1	0.3	1	0.1
	50	0.4	5 000	34	1 800 000	1 750

注: 压痕深度是在试验力为 1 μN 和试验力所产生的应力达到杨氏模量 10% 时计算得出的($E/10$ 为所有已知材料在塑性变形开始前所能承受的最大估计应力)。

参 考 文 献

- [1] Jennett et al, Final Report EU-SMT Project; Determination of Hardness and Modulus of Thin Films and Coatings by Nanoindentation (INDICOAT), Contract No. SMT4-CT98-2249, NPL Report MATC(A)24, May 2001
- [2] A Bolshakov and G M Pharr, Influences of pile-up and the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques, *J Mat. Res.*, 13(1998)1049-1058
- [3] N J McCormick, M G Gee and D J Hall, The calibration of the nanoindenter, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 308(1993)195—200
- [4] P J Burnett and D S Rickerby, The scratch adhesion test: An elastic-plastic indentation analysis, *Thin Solid Films*, 157(1988)133—144
- [5] P J Burnett and D S Rickerby, The relationship between hardness and scratch adhesion, *Thin Solid Films*, 154(1987)403—411
- [6] P J Burnett and D S Rickerby, The mechanical properties of wear-resistant coatings; I: Modelling of hardness behaviour, *Thin Solid Films*, 148(1987)51—64
- [7] P J Burnett and D S Rickerby, The mechanical properties of wear-resistant coatings; II: Experimental studies and interpretation of hardness, *Thin Solid Films*, 148(1987)51—64
- [8] T F Page and S V Hainsworth, Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems, *Surf. Coat. Technol.*, 61(1993)221—229
- [9] T Chadee, F Richter, Investigation of creep behaviour under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results, presented at the PSE 2000 Conference, Garmisch-Partenkirchen, 17-21 September 2000, *Surf. Coat. Technol.*, 148/2/3(2001)191—198
- [10] N Schwager, F Richter, C Hecht, Elastic Field in a Coated Half Space under Hertzian pressure distribution, *Surf. Coat. Technol.*, 112(1999)292—300
- [11] ISO 4516:2002, Metallic and other inorganic coatings—Vickers and Knoop microhardness tests
- [12] ASTM D-1474, Indentation Hardness of Organic Coatings
- [13] B Rother, T Lunow and G Leinhardt, Interface strength of titanium nitride coatings on hardened high-speed steel, *Surface Coatings and Technology*, 71(1995)229, 230
- [14] S V Hainsworth, H W Chandler and T F Page, Analysis of nanoindentation load-displacement loading curves, *J Materials Research*, 11(1996)1987, 1988
- [15] H F Wang and H Bangert, Three-dimensional finite element simulation of Vickers indentation on coated system, *Mat. Sci. & Eng.*, A163(1993)43—50
- [16] K Mao, Y Sun and T Bell, Contact mechanics of engineering surfaces: state-of-the-art, *Surface Engineering*, 10(1994)297—304
- [17] J C Pivin, D Lebouvier, H M Pollock and F Fielder, Fields of plastic deformation in indented bilayers: comparison between kinematic calculations and experimental data obtained at scales ranging from one centimeter to ten nanometers, *J Phys. D.*, 22(1989)1443—1450
- [18] B Jönsson, S Hogmark, Hardness measurements of thin films, *Thin Solid Films*, 114(1984)257—264
- [19] P J Burnett, T F Page, Surface softening in silicon by ion implantation, *J Mater. Sci.*, 19

(1984)845

[20] B D Fabes, W. C. Oliver, R. A. McKee, F. J. Walker, The determination of film hardness from the composite response of film and substrate to nanometer scale indentations, *J Mat. Res.*, 7(1992)3056.

[21] I J Ford, A cavity model of the indentation hardness of a coated substrate, *Thin Solid Films*, 245(1994)122.

[22] D Chicot, J Lesage, Absolute hardness of films and coatings, *Thin Solid Films* 254 (1995)123

[23] N G Chechenin, J Briger, J P Krog, Nanoindentation of amorphous aluminum oxide films I, The influence of the substrate on the plastic properties, *Thin Solid Films*, 261(1995)219.

[24] A M Korsunsky, M RMcGurk, S J Bull, T F Page, On the hardness of coated systems, *Surf. Coat. Technol.*, 99(1998)171

[25] H Gao, C-H Chiu, J Lee, The effect of contact versus indentation modeling of multi-layered materials, *Int. J. Solid Structures*, 29(1993)247.

[26] J Mencik, D Munz, A Quandt, E H Wepplmann, Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation, *J Mater. Res.*, 12 No.9(1997)2475.

[27] T Chudoba, N Schwarzer, F Richter, New possibilities of mechanical surface characterization with spherical indenters by comparison of experimental and theoretical results, *Thin Solid Films*, 355-356(1999)284

[28] T Chudoba, N Schwarzer, F Richter, Determination of elastic properties of thin films by indentation measurements with a spherical indenter, *Surf. Coat. Technol.*, 127(2000)9

[29] T Chudoba, N Schwarzer, F Richter, U Bege, Determination of mechanical film properties of a bilayer system due to elastic indentation measurements with a spherical indenter, *Thin Solid Films*, 377-378(2000)363-373

[30] J Meneve, J F Smith, M J Jennett and S R J Saunders, 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 Surface Sep 25-29 1995 Yokohama, Japan

[31] K Hermann, N M Jennett, W Wegner, J Meneve, H Haspe and R Seethap, Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation, Proc ICMC 47-106 Thin Solid Films—Thin Solid Films, 377-378(2000)394-400

[32] M F Doerner and W D Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments, *J Mater. Res.*, 1 (1986)601-609

[33] W C Oliver and G M Pharr, An Improved technique for the determining the hardness and elastic modulus using load displacement sensing indentation experiments, *J Mater. Res.*, 7 (1992) 1564-1583

[34] K J VanVliet, L Prchlik and J F Smith, Direct measurement of indentation frame compliance, *J Mater. Res.*, 19(2004)325-331

[35] ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

[36] ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML