



中华人民共和国国家标准

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

Metallic materials—

Instrumented indentation test for hardness and materials parameters—

Part 3: calibration of reference blocks

(ISO 14577-3:2002, 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:金属和非金属覆叠层的试验方法。

本部分为 GB/T 21838 的第3部分。

本部分修改采用国际标准 ISO 14577-3:2002《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》(英文第一版)。

本部分是根据 ISO 14577-3:2002 采用翻译法起草的,在文本结构和技术内容方面与 ISO 14577-3:2002 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”代替了“ISO 14577 的本部分”;
- 用中文惯用的小数点符号“.”代替英文采用的小数点符号“.”;
- 重新编写了前言,代替 ISO 14577-3:2002 的前言;
- 在第2章“规范性引用文件”中直接引用了与 ISO 14577-3:2002 中引用的国际标准相对应的我国国家标准。

本部分的附录 A 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。

本部分起草单位:长春试验机研究所、上海微纳米技术孵化基地、钢铁研究总院、上海材料研究所。

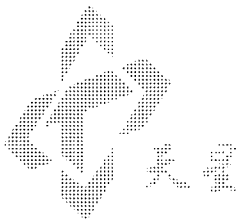
本部分主要起草人:金宏波、杨力、王洪、蔺怡斐。

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3部分：标准块的标定

1 范围

GB/T 21838 的本部分规定了按照 GB/T 21838.2—2008 的规定对仪器化压痕试验机间接检验用的标准块的标定方法。

注：标准块可按试验机的应用领域或欲测定的材料参数进行标定。

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, eqv ISO 4287:1997)

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, Metallic materials—Calibration of force proving instruments used for the verification of uniaxial 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 21838.2—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)

ISO GUM: 1995 测量不确定度表示指南

3 标准块的制造

3.1 标准块应专门制备，制造厂需要重视所使用的制造工艺过程，以使标准块获得必要的均质性、均匀度和组织稳定性。

3.2 每一待标定的标准块的厚度，对于纳米范围，不应小于 2 mm；对于显微范围，不应小于 6 mm；对于常规范围，不应小于 16 mm。

注：如果制造工艺过程需要，厚度可以减少。

3.3 标准块应无磁性，对于钢制的块，建议制造者确保在其制造工艺结束时经过退磁处理。

3.4 标准块的制造，应保证当其放置在试验机上时，倾斜度在 GB/T 21838.1 规定的极限值以内。

注：如果标准块是以支承面放在试验机上，则应满足以下条件，标准块的试验面与支承面的平面度的最大偏差不超过 0.005 mm/50 mm，平行度的最大误差不超过 0.010 mm/50 mm。

3.5 试验面应无影响压痕测量的划痕，允许压痕在划痕之间。

对常规和显微范围，试验面表面粗糙度参数 R_a 不应大于 15 nm，支承面不应大于 0.8 μm ，取样长度应为 0.80 mm (见 GB/T 3505)。

对纳米范围，试验面表面粗糙度参数 R_a 不应大于 10 nm，如果用原子力显微镜 (AFM) 测量时，取

样长度应为 $10\text{ }\mu\text{m}$ 。

注：在纳米范围，考虑粗糙度的空间波长以及振幅是重要的。

3.6 为检查其后不从标准块去除任何材料，标定时应在标准块上标注其厚度，准确到 $10\text{ }\mu\text{m}$ ，或者应在其试验面上做出鉴别标记（见第8章）。

注1：对一些纳米范围的标准物质，在试验前用去除表面层的方法来制备试验面是很重要的一步。在这种情况下，宜使用标注确定的深度的方法以表明材料表面层被去除的深度。可以确认纳米范围的压痕覆盖标准块的深度远小于 $10\text{ }\mu\text{m}$ 。

注2：标准块材料的示例见附录A。

4 标准机

4.1 一般要求

标准机除应满足 GB/T 21838.2—2008 规定的一般要求外，还应满足 4.2~4.5 的要求。应对标准机进行直接检验，检验周期不超过 12 个月。直接检验包括：

- 试验力的校准；
- 压头的检验；
- 位移测量装置的校准；
- 试验循环的检验。

用于检验和校准的器具应尽可能溯源到国家基准。

4.2 试验力的校准

每一试验力应准确到 GB/T 21838.1 规定的试验力标称值的：

- $\pm 0.25\%$ 以内（对于常规范围）；
- $\pm 0.5\%$ 以内（对于显微范围）；
- $\pm 0.5\%$ 或 $\pm 10\text{ }\mu\text{N}$ 以内（对于纳米范围），取其较劣者。

应按 GB/T 21838.2—2008 中 4.3.1 的规定校准试验力。

应使用满足 GB/T 13634—2008 要求的高等级标准测力仪或相同准确度的其他方法校准试验力。

4.3 压头的检验

4.3.1 一般要求

压头检定后的测量值（例如角度、半径等）应用于所有的计算中。若压痕的深度不大于 $6\text{ }\mu\text{m}$ ，则应标定压头面积函数。

注：在纳米范围和小显微范围（ $h < 1\text{ }000\text{ nm}$ ），压头角度的允差通常很难达到，压头尖锐的顶端可能对测量有着非常显著的影响。就像 AFM 的探针半径一样，测量优于 $\pm 10\text{ nm}$ 的压头的曲率半径是困难的。对用户来说使用有证标准块测量压痕的方法很容易，它不但给出投影面积值，并且不需要明确的压头形状。鉴于压头面积函数测量值这一重要指标规定的不确定度较小，因此，对于纳米和小显微范围的标准块的标定，建议认真考虑所使用的压头的类型和材料参数。

4.3.2 维氏压头

4.3.2.1 金刚石正四棱锥体的四个面应高度抛光，且无表面缺陷，其平面度在 $0.000\text{ }3\text{ mm}$ 。

4.3.2.2 金刚石棱锥体锥顶的两相对面夹角应为 $136^\circ \pm 0.3^\circ$ ，见 GB/T 21838.2—2008 的图 2。夹角的最大不确定度在置信概率为 95% 时，应为 0.15° 。

金刚石锥体轴线与压头柄轴线（垂直于座的安装面）的夹角应小于 0.3° 。

注：金刚石压头的顶端宜使用高倍测量显微镜或优先使用干涉显微镜、原子力显微镜检验。

4.3.2.3 若四个面不相交于一点，两相对面交线的长度应小于 0.001 mm 。用于显微和纳米范围的压头，交线长度不应大于 $0.000\text{ }25\text{ mm}$ 。

4.3.2.4 用垂直于金刚石棱锥体轴线的平面，截取棱锥体得到具有 $90^\circ \pm 0.2^\circ$ 角的四边形（见图 1）应

进行检验。

4.3.3 玻氏、改进玻氏、直角立方体压头、硬质合金球压头和圆锥压头

对于这些形状的压头,建议使用 GB/T 21838.2—2008 中的 4.2.3、4.2.4 和 4.2.5 规定的允差作为最低要求。对于三棱锥压头检验面角度的最大不确定度在置信概率为 95% 时,应为 0.15° 。

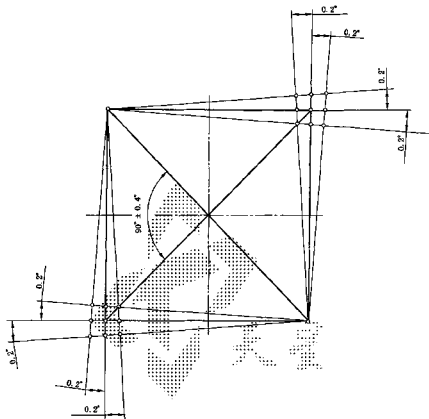


图 1 棱锥体正方形横截面的允许偏差

4.4 位移测量装置的检验

4.4.1 位移测量装置所要求的估测能力取决于被测量的最小压痕尺寸。

位移测量装置标尺的分度和对压痕深度的估测能力应符合表 1 的规定。

表 1 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	最大允许误差
常规	10 nm	$0.5\% h$ 或 30 nm ^a
显微和纳米	0.2 nm	$1\% h$ 或 5 nm ^a

^a 取其较大者,极力推荐纳米范围选用 $\pm 1\% h$ 允差。

4.4.2 位移测量装置应按 GB/T 21838.2—2008 中的 4.4.2 的规定进行检验。

最大允许误差不应超出表 1 规定的值。

4.5 试验循环的检测

标定程序中各个步骤的时间和速度见表 2。

对显微范围的硬度试验,标准机上的最大允许振动加速度为 $0.005g_n$ ($g_n=9.806\ 65\text{ m/s}^2$ 是标准重力加速度)。为便于控制,需测定力-压痕深度曲线。

表 2 试验循环时间

应用范围	施加试验力的时间/ s	压头接触标准块时 最大的接近速度/ ($\mu\text{m/s}$)	试验力的保持时间/ s	卸除试验力的时间/ s
常规	20	5~20	10	20
显微	20	1	10	20
纳米	20	0.1	10	20

注:标定压痕测量标准块时,在卸除试验力过程中最大试验力宜保持恒定直至横变速率减少到小于初始位移动速率的1%为止。

5 标定方法

标准块应在标定证书规定的温度(一般为 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$)内,使用 GB/T 21838.1 规定的一般试验方法并考虑到 GB/T 21838.2—2008 中 4.3.8 的要求,在第 4 章所描述的标准机上进行标定。

6 压痕数目

对每一标准块,常规范围至少应压出 5 个压痕;显微和纳米范围至少应压出 15 个压痕。这些压痕应均匀分布在整個试验面上。

7 标准块的均匀度

注:在下列各公式中,标定值(材料参数)通常使用符号 q 。

7.1 每一标准块的 n 个测量值 $q_1, \dots, q_n$ 的需求平均值 $\bar{q}$,按公式(1)计算:

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

作为测量结果分散性的实验标准差按公式(2)计算:

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

硬度测量值的相对分散性用变异系数或相对实验标准差,以百分数表示,见公式(3):

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

7.2 对于 HM、H_{IT}、E_{IT}间接检验来说,最大允许的变异系数为 2%。

注:用于测定机器硬度的标准块(例如,钢),可能有较大的变异系数。

8 标志

8.1 每一标准块上应标记下列内容:

- 在标定试验时测得的标定值的算术平均值,例如 HM0.1=249 N/mm² 或 E_{IT}=220 000 N/mm²;
- 供方或制造者的名称或标志;
- 编号;
- 标定机构的名称或标志;

- c) 块的厚度或试验面上的鉴别标记(见 3.6);
- d) 标定年份(如果在编号中未标出时)。

8.2 当试验面朝上时,标在标准块侧面上的任何标记均应是正立的。

8.3 随提供的每一标准块应附有证书并且至少标明如下内容:

- a) 注明采用本部分,即 GB/T 21838.3—2008;
- b) 块的标识;
- c) 标定日期;
- d) 标定温度;
- e) 压头材质和形状、使用的位置、压头面积函数的详细记录;
- f) 试验循环(控制方法和试验过程的详细描述);宜包括:
 - 1) 设定点的值;
 - 2) 施加力的速度和时间;
 - 3) 力保持点的位置和持续时间;
 - 4) 试验循环各段数据的采集频率或记录的点数;
- g) 确定零点的方法;
- h) 分析方法;
- i) 单个标定值和所有标定值的算术平均值、实验标准差、变异系数;包括:
 - 用于导出上述值的数据量;
 - 按照 GB/T 21838.1—2008 第 8 章,置信概率为 95% 时,标定值的不确定度;
- j) 用于计算标准块标定值的力-位移数据(包括零点)的图表。

注:材料参数的扩展不确定度在置信概率为 95% 时为 $\pm t_{0.95} \times U_C(y)$, 式中 $t_{0.95}$ 是有效自由度(ν_{eff})以及 95% 置信概率相对应的“双尾检验”统计分布中的 t 值。

当 $\nu_{eff} = 14$ 时, $t_{0.95} = 2.14$; 当 $\nu_{eff} = 5$ 时, $t_{0.95} = 2.78$ 。

式中:

ν_{eff} ——按照韦尔奇-萨特思韦特公式计算出的有效自由度(见 ISO GUM, 1995 附录 G);

$U_C(y)$ ——用方和根方法(如果不相关)得到的测定参数的合成标准不确定度,所有影响结果的参数方差都计算在内。

9 有效性

满足第 3 章要求的标准块,只对标定时试验条件有效。

建议标定的有效期限为 5 年。

附 录 A
(资料性附录)
标准块的示例

表 A.1 标准块的示例

材 料	硬度范围 HMO.25/ (N/mm ²)	E _{IT} 范围/ (N/mm ²)
钢	1 000~8 400	210 000
玻璃	3 000~5 000	65 000~85 000
BK7 玻璃	4 200	82 000
SF6 玻璃	2 800	56 000
陶瓷	10 000~18 000	200 000~380 000
铈	4 000~5 000	411 000
熔融石英	4 800~5 200	72 000

参 考 文 献

- [1] GB/T 4340.3—1999 金属维氏硬度试验 第3部分:标准硬度块的标定(idt ISO 6507-3:1997).
-

