



中华人民共和国国家标准

GB/T 21838.3—2022/ISO 14577-3:2015

代替 GB/T 21838.3—2008

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**

(ISO 14577-3:2015, 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	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 标准块的制造	1
5 标准机	2
5.1 一般要求	2
5.2 试验力的校准	2
5.3 压头的检验	2
5.3.1 一般要求	2
5.3.2 维氏压头	2
5.3.3 玻氏、改进型玻氏、直角立方体压头、硬质合金球压头和圆锥压头	3
5.4 位移测量装置的检验	3
5.5 试验循环的检测	4
6 标定方法	4
7 压痕数目	4
8 标准块的均匀度	5
9 标志	5
10 有效性	6
参考文献	7

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 3 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 21838.3—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》，与 GB/T 21838.3—2008 相比，主要技术变化如下：

- 修改了宏观和显微范围，试验面表面粗糙度参数 R_a 的要求（见 4.2, 2008 年版的 3.2）；
- 增加了纳米范围试验面表面粗糙度参数 R_a 的实际使用时建议值（见 4.5）；
- 修改了标准机的检验周期（见 5.1, 2008 年版的 4.1）；
- 修改了金刚石棱锥体锥顶的两相对面夹角（见 5.3.2.2, 2008 年版的 4.3.2.2）；
- 修改了截取棱锥体得到四边形的角度（见 5.3.2.4, 2008 年版的 4.3.2.4）；
- 增加了压入深度分辨力的要求（见 5.4.1）；
- 修改了试验循环时间的参数（见 5.5, 2008 年版的 4.5）；
- 增加了压痕数目的分组（见第 7 章）；
- 修改了 HM, HIT, EIT 最大允许的变异系数（见 8.2, 2008 年版的 7.2）；
- 增加了用唯一性代码（包含证书）标记的要求（见 9.1）；
- 删除了附录 A（见 2008 年版的附录 A）。

本文件等同采用 ISO 14577-3:2015《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》。

本文件增加了“术语和定义”一章。

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：上海材料研究所、泉州市丰泽东海仪器硬度块厂、中机试验装备股份有限公司、济南鑫光试验机制造有限公司、莱州华银试验仪器有限公司、沈阳天星试验仪器股份有限公司、吉林大学。

本文件主要起草人：蔡振杰、陈俊萧、王暖春、王建国、王敬涛、张路明、赵宏伟、王滨。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 于 2008 年 5 月首次发布为 GB/T 21838.3—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。

天星

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

1 范围

本文件规定了按照 GB/T 21838.2—2022 对仪器化压入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)

GB/T 21838.2—2022 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 (ISO 14577-2:2015, IDT)

ISO 376 金属材料 单轴试验机检验用测力仪的校准 (Metallic materials—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 4287 产品几何技术规范 (GPS) 表面结构 轮廓法 术语、定义及表面结构参数 [Geometrical Product Specifications (GPS)—Surface texture; Profile method—Terms, definitions and surface texture parameters]

注：GB/T 3505—2009 产品几何技术规范 (GPS) 表面结构 轮廓法 术语、定义及表面结构参数 (ISO 4287:1997, IDT)

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 标准块的制造

4.1 标准块应专门制备，制造者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。

4.2 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 5 mm；对于宏观范围，不应小于 16 mm。

如果制造工艺过程需要，标准块的厚度可以更小。

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

4.4 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—2019 规定的极限值以内。

注：如果标准块是以底面为支撑面，需满足的条件是：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。

4.5 试验面应无影响压痕测量的划痕,如有划痕,允许在划痕之间进行压入测量。

对宏观和显微范围,试验面表面粗糙度参数 R_a 分别不应大于 50 nm 和 10 nm,支承面不应大于 $0.8 \mu\text{m}$,取样长度 l 应为 0.80 mm(按照 ISO 4287 描述的方法评定)。

对纳米范围,试验面表面粗糙度参数 R_a 不应大于 10 nm,实际使用时宜小于 1 nm。如果用原子力显微镜(AMF)测量时,取样长度 l 应为 $10 \mu\text{m}$ 。

注:在纳米范围,考虑粗糙度的空间波长以及振幅是重要的。

4.6 为检查其后是否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 $10 \mu\text{m}$,或者应在其试验面上做出鉴别标记。

对某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 $10 \mu\text{m}$ 。

5 标准机

5.1 一般要求

标准机除应符合 GB/T 21838.2—2022 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和校准,周期不超过 24 个月。检验和校准包括:

- a) 试验力的校准;
- b) 压头的检验;
- c) 位移测量装置的校准;
- d) 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。

5.2 试验力的校准

试验力应按照 GB/T 21838.2—2022 的 5.2 的规定,根据下列给定的公差进行校准。

- a) $\pm 0.25\%$ 以内(对于宏观范围);
- b) $\pm 0.5\%$ 以内(对于显微范围);
- c) $\pm 0.5\%$ 或 $\pm 10 \mu\text{N}$ (对于纳米范围),取其较大者。

应使用满足 ISO 376 要求的 0.5 级以上标准测力仪或相同准确度的其他方法校准试验力。

5.3 压头的检验

5.3.1 一般要求

压头检定后的测量值(例如角度、半径等)应用于所有计算中。若压入的深度不大于 $6 \mu\text{m}$,则应用小于 5% 的相对不确定度标定压头面积函数。

在纳米范围和小的显微范围($h < 1\,000 \text{ nm}$),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。测量优于 $\pm 10 \text{ nm}$ 的压头的曲率半径是困难的,其已与 AMF 的探针半径相当。对用户来说使用有证压入模量标准块测量压入的方法是很容易的,但它只能给出压头投影面积值,并不能明确压头形状。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,对于纳米和小的显微范围的标准块的标定,宜认真考虑所使用的压头的类型和材料参数。

5.3.2 维氏压头

5.3.2.1 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 $0.000\,3 \text{ mm}$ 以内。

5.3.2.2 金刚石棱锥体锥顶的两相对面夹角应为 $(136 \pm 0.1)^\circ$ (见 GB/T 21838.2—2022 的图 2)。夹角的最大不确定度在置信概率为 95% 时应为 $\pm 0.15^\circ$ 。

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° 。

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。

5.3.2.3 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 $0.000 25 \text{ mm}$ 。

5.3.2.4 用垂直于金刚石棱锥体轴线的平面截取棱锥体得到一个四边形,检验该四边形的角应满足 $(90 \pm 0.4)^\circ$ 角的要求(见图 1)。

5.3.3 玻氏、改进型玻氏、直角立方体压头、硬质合金球压头和圆锥压头

对于玻氏、改进型玻氏、直角立方体压头、硬质合金球压头和圆锥压头,宜使用 GB/T 21838.2—2022 中 5.5.3、5.5.4 和 5.5.5 规定的允差作为最低要求。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 $\pm 0.15^\circ$ 。

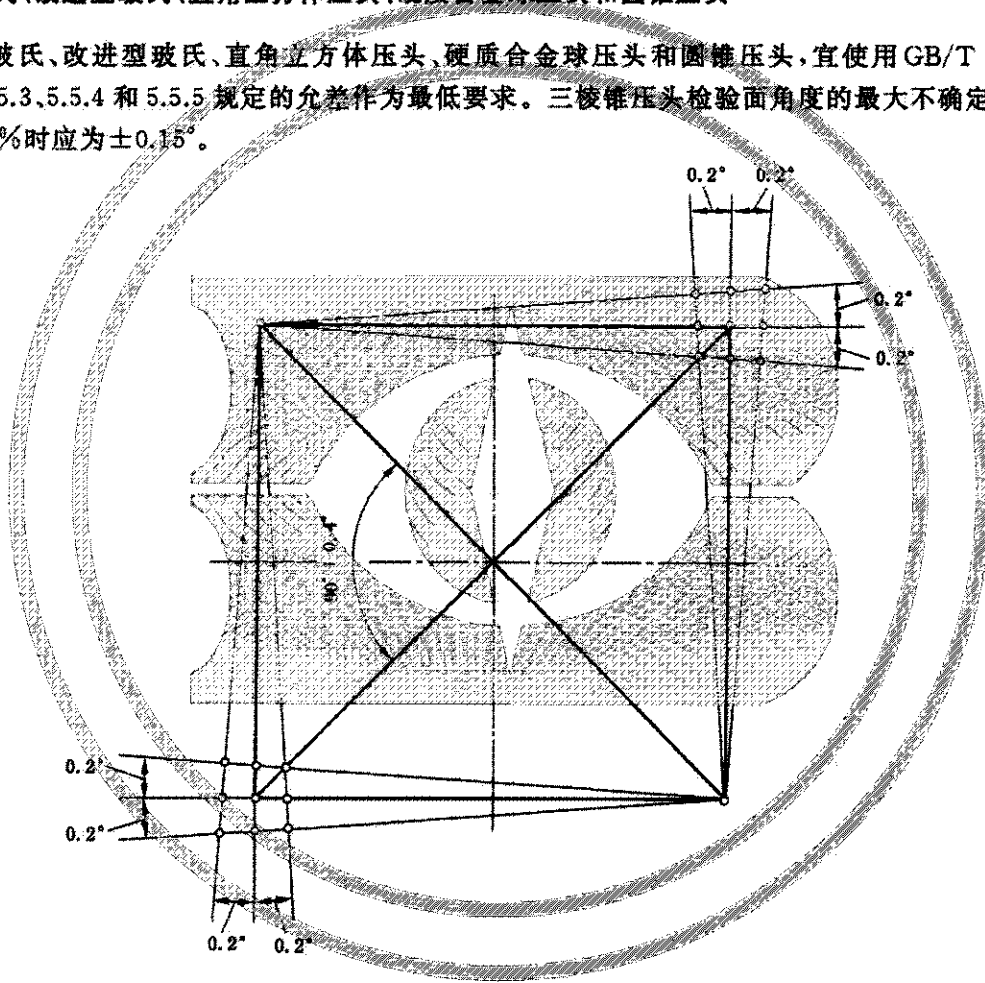


图 1 棱锥体正方形横截面的允差

5.4 位移测量装置的检验

5.4.1 位移测量装置所要求的分辨力取决于被测量的最小压入尺寸。

位移测量装置标尺的分度和对压入深度的分辨力应符合表 1 的规定。

表 1 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	最大允差
宏观	10 nm	0.005 <i>h</i> 或 30 nm ^a
显微和纳米	0.2 nm	0.01 <i>h</i> 或 5 nm ^a

^a 取其较大者, 特别注意纳米范围选用±0.01 *h* 允差。

只有当不确定度在表 2 给出的数值范围内时, 才会满足压入深度所要求的分辨力。

表 2 零点测量和机器柔度要求的不确定度

应用范围	零点测量不确定度	机器柔度不确定度
宏观	0.005 <i>h</i>	0.01 <i>h</i>
显微和纳米	0.01 <i>h</i>	0.005 <i>h</i>

5.4.2 位移测量装置应按 GB/T 21838.2—2022 中的 5.3 进行检验。

最大允差不应超出表 1 规定的值。

5.5 试验循环的检测

标定程序中各个步骤的时间和速度见表 3。

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 0.005 g_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-压入深度曲线。

表 3 试验循环推荐时间

应用范围	压头接触标准块时最大的接近速度 $\mu\text{m/s}$	试验力施加时间 s	试验力保持时间 s	试验力卸除时间 s
宏观	5~20	30	30	10
显微	1	30	30	10
纳米	0.1	30	30	10

注: 标定压入模量(或压入硬度)标准块时, 在试验力卸除过程中最大试验力宜保持恒定直至蠕变速率减少到小于初始位移速率的 1% 为止。

6 标定方法

标准块应在标定证书规定的温度(一般为 23 °C ± 5 °C)内, 使用 GB/T 21838.1—2019 规定的一般试验方法并考虑 GB/T 21838.2—2022 中第 5 章的要求, 在本文件第 5 章所描述的标准机上进行标定。

7 压痕数目

对每一标准块, 宏观范围至少应压出 5 个压痕, 显微和纳米范围至少应压出 15 个压痕。这些压痕分成 5 组, 每组随机分布在表面。应记录这些压痕的位置来防止出现新的压痕。对纳米范围, 建议表面

标记或建立合适的坐标系,来确保避免已压区域出现新的压痕。

8 标准块的均匀度

8.1 每一标准块的 n 个测量值 q_1, \dots, q_n 的算术平均值 \bar{q} ,按公式(1)计算:

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

式中:

q ——标定值(材料参数)。

作为测量结果分散性的实验标准差按公式(2)计算:

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

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):

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

8.2 在宏观范围, HM, H_{IT}, E_{IT} 间接检验的最大允许变异系数是 2%。在显微范围内, E_{IT} 间接检验的最大允许变异系数是 2%。在纳米范围内, E_{IT} 间接检验的最大允许变异系数是 5%。用于纳米和显微范围测定机器柔度的标准块(例如,钨),允许有更大的变异系数。

9 标志

9.1 每一标准块上应直接标记或用唯一性代码(包含证书)标记下列内容:

- a) 在标定试验时测得的标定值的算术平均值,例如, $HM0.5/20/20=8.70$ GPa 或 $E_{IT}0.5/10/20/30=220.00$ GPa;
- b) 供应商或制造商的名称或标志;
- c) 编号;
- d) 标定机构的名称或标志;
- e) 标准块的厚度或试验面上的识别标志(见 4.6);
- f) 标定年份(当在编号中未标出时)。

9.2 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。

9.3 交付的每一标准块应附有证书并且至少标明如下内容。

- a) 注明采用本文件,即 GB/T 21838.3—2022。
- b) 标准块的标识。
- c) 标定日期。
- d) 标定温度。
- e) 压头的材质和形状、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) 用于确定零点的方法。


- b) 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—2019 附录 H,在置信概率为 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。

10 有效性

满足第 4 章要求的标准块,只对标定时试验条件有效。

注:众所周知,基于位错机制塑性变形材料的硬度与压入尺寸相关。通过自相似几何压头测得的硬度,与压痕直径的平方根成反比。在宏观范围,压入尺寸相对偏差小,这种影响不明显。然而,在显微和纳米范围,影响却是非常大的。因此,只有压入尺寸一致,硬度值才具有直接可比性。因此只有压入模量,可以作为纳米和显微范围内校准机架刚度和压头面积函数的材料参数(见参考文献 1)。

标定的有效期限宜为 5 年。



天星

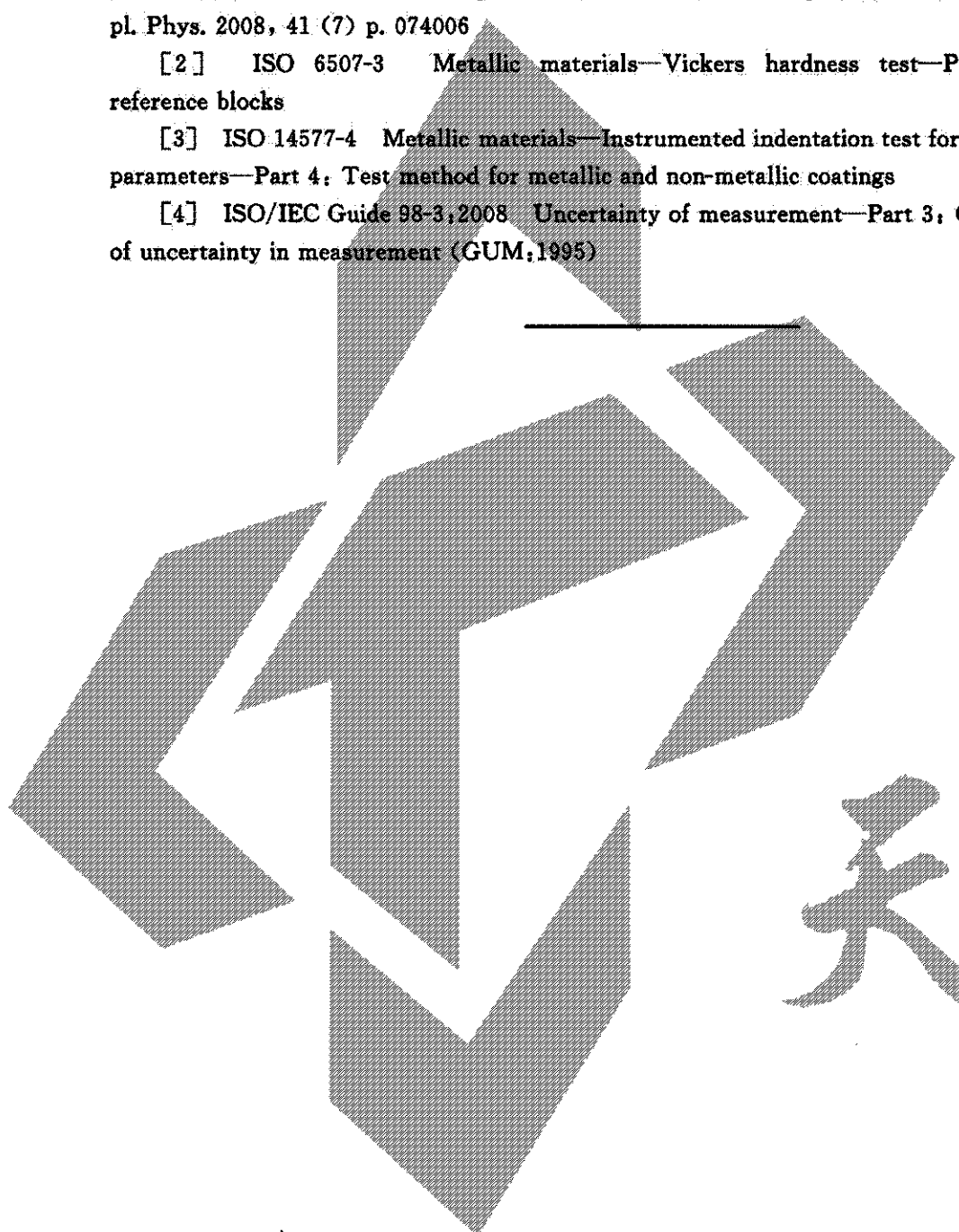
参 考 文 献

[1] Hou D., Bushby A.J., Jennett N.M. Study of the interaction between the indentation size effect and Hall-Petch effect with spherical indenters on annealed polycrystalline copper. J. Phys. D Appl. Phys. 2008, 41 (7) p. 074006

[2] ISO 6507-3 Metallic materials—Vickers hardness test—Part 3: Calibration of reference blocks

[3] ISO 14577-4 Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and materials parameters—Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings

[4] ISO/IEC Guide 98-3:2008 Uncertainty of measurement—Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM,1995)



天 星

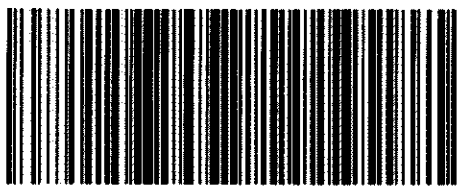
中华人民共和国
国家标准
金属材料 硬度和材料参数的仪器化
压入试验 第3部分:标准块的标定
GB/T 21838.3—2022/ISO 14577-3:2015

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 0.75 字数 24 千字
2022年7月第一版 2022年7月第一次印刷

书号: 155066·1-70390 定价 24.00 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 21838.3-2022



网上扫一扫 正版服务到