



中华人民共和国国家标准

GB/T 21838.4—2020/ISO 14577-4:2016
代替 GB/T 21838.4—2008

金属材料 硬度和材料参数的 仪器化压入试验 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 14577-4:2016, IDT)

2020-12-14 发布

2021-07-01 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	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 试验机的校准和检验	2
5 试样	2
5.1 一般要求	2
5.2 表面粗糙度	2
5.3 抛光	3
5.4 试验面清洗	3
6 试验程序	3
6.1 试验条件	3
6.2 试验步骤	4
7 覆盖层表面压入试验的数据分析和结果评估	4
7.1 一般要求	4
7.2 覆盖层压入模量	5
7.3 覆盖层压入硬度	7
8 结果的不确定度	12
9 试验报告	12
附录 A (资料性) 接触点和完全弹性范围	13
参考文献	15

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。

GB/T 21838《金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验》分为4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。

本文件为 GB/T 21838 的第4部分。

本文件代替 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》，与 GB/T 21838.4—2008 相比，主要技术变化如下：

- 删除了部分符号和说明(见 2008 年版的第3章)；
- 删除了间接检验失败时应对措施的流程图(见 2008 年版的图1)；
- 删除了漂移率测定的描述(见 2008 年版的 6.2.2)；
- 修改了覆盖层压入模量的测定(见 7.2, 2008 年版的 7.2)；
- 修改了覆盖层压入硬度的测定(见 7.3, 2008 年版的 7.3)；
- 增加了不确定度估算的描述(见第8章)；
- 删除了规范性附录机架柔度校准程序(见 2008 年版的附录 A)。

本文件使用翻译法等同采用 ISO 14577-4:2016《金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验 第4部分：金属和非金属覆盖层的试验方法》。

与本文件中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

- GB/T 27418—2017 测量不确定度评定和表示(ISO/IEC 指南 98-3:2008, MOD)。

本文件做了下列编辑性修改：

- 在表1中增加脚注：“对非圆形压痕， a 为接触面积等效半径”(见第3章)；
- 将“圆锥形=球形>维氏>玻氏”修改为“ $a_{\text{圆锥形}} = a_{\text{球形}} > a_{\text{维氏}} > a_{\text{玻氏}}$ (下标表示压头形状)”(见 7.1)。

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。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本文件起草单位：上海材料研究所、采埃孚亚太集团有限公司、东莞材料基因高等理工研究院、冶金工业信息标准研究院、钢研纳克成都检测认证有限公司。

本文件主要起草人：王滨、王春亮、李荣锋、董莉、侯晓东、沙菲、侯慧宁、巴发海、高怡斐、王博亚。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- GB/T 21838.4—2008。

引 言

覆盖层的弹性和塑性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可以提高其耐磨性,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。

采用仪器化压入试验可以相对简单地测定块体材料的硬度和压入模量。然而,当在覆盖层表面进行压入试验时,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。

本文件提出的方法,其目的是在基体显著影响测量的情况下提供可能的分析方法,以从基体和覆盖层的复合型测量中得到覆盖层的性能。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 仪器化压入试验 第4部分： 金属和非金属覆盖层的试验方法

1 范围

本文件规定了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，它特别适用于纳米/显微范围内的薄覆盖层试验。如果压入深度相对于覆盖层厚度很小，以至于在任何可能情况下都可以忽略基体材料的影响而将覆盖层当作块体材料时，没有必要采用本文件，该情况下的试验限制条件会在本文件给出。

本方法仅限于对试样表面进行垂直压入的单层覆盖层试验，但如果相对于压痕尺寸来说，每一层的厚度或梯度大于测量分辨率，则也可在其横截面上测量有梯度和多层覆盖层材料的性能。

本方法不限定材料的类型，它适用于金属和非金属覆盖层。在本文件中，术语“覆盖层”用于描述与连接基体不同并有着均匀性质的任何固体层。该方法假定覆盖层性能不随压入深度变化。对于复合材料覆盖层，如果微观结构尺寸小于压痕尺寸，复合材料覆盖层可以被视作均匀的。

本文件仅适用使用顶端曲率半径足够小的棱锥或圆锥形压头，从而保证测量所产生的塑性变形发生在覆盖层内部。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：ISO 14577-1、ISO 14577-2 和 ISO 14577-3 规定了在所有力和位移范围内块体材料的仪器化压入试验方法。

注2：这里采用的分析中未考虑压痕的凸起(pile-up)或凹陷(sink-in)。使用原子力显微镜(AFM)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。凸起通常发生在完全加工硬化的材料上。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。文献表明，测量硬度时凸起会导致实际接触面积的增加，而这种影响对压入模量的测量不明显，因为凸起部分的刚性偏低^[1,2]。

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)

ISO 14577-2:2015 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 (Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and materials parameters—Part 2: Verification and calibration of testing machines)

ISO/IEC 指南 98-3:2008 (GUM:1995) 测量不确定度 第3部分：测量不确定度表示的导则 [Uncertainty of measurement—Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)]

3 符号和说明

GB/T 21838.1—2019 的表1及本文件的表1中给出的符号和说明适用于本文件。

表 1 符号及说明

符号	说明	单位
a	接触半径 ^a	mm
t_c	覆盖层厚度	mm
E_{ITc}	覆盖层的压入模量	GPa
E_{ITc}^*	覆盖层的平面应变压入模量	GPa
H_{ITc}	覆盖层的压入硬度	GPa
^a 对非圆形压痕, a 为接触面积等效半径。		

4 试验机的校准和检验

试验机应按照 ISO 14577-2:2015 的第 4 章进行校准和直接检验。

为证明压头不需要进行重新直接检验和压头顶端无缺陷或污物,应使用标准物质按 ISO 14577-2:2015 的第 5 章对其进行间接检验。

压入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。典型的压头有维氏压头、玻氏压头、圆锥形压头、球形压头和立方角压头。

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入试验,以避免覆盖层出现开裂、堆积和高蠕变率。相对于顶端曲率半径小的压头,顶端曲率半径大的压头(或半径大的球形压头)更易在较大的试验力范围内产生完全弹性变形。但是,曲率半径太大和试样表面状况(表面粗糙度,表面层等)会极大影响测量不确定度。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(见第 7 章)。

5 试样

5.1 一般要求

通常,宜尽量减少试样表面的加工,若试样表面状况满足 5.2、5.3 和 5.4 的要求,试验宜在试样接收状态下进行测量。

5.2 表面粗糙度

压入深度的减小将导致粗糙表面上压入试验结果的离散程度增加(见 GB/T 21838.1—2019 的附录 E)。当表面粗糙度值 Ra 接近于压入深度时,压痕在试验面上峰和谷位置的不同会导致接触面积相差很大。在经验和设备允许的情况下,宜尽量使最终试验面平滑。表面粗糙度值 Ra 宜尽可能小于最大压入深度的 5%。

注: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^[4]。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也许会有显著不同。

Ra 被推荐作为实用且容易理解的表面粗糙度参数,但是 Ra 是个平均值。尽管在表面上遇到最大峰值的可能性很小,但是其单个的峰值和谷值(由 Rz 定义)可能比 Ra 值本身大得多。研究覆盖层表面

粗糙度模型可得出^{[4][5]},对于任意 Ra 值都有两种极限情况。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,试验力压入时试样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,压头会与粗糙面发生多点接触,其结果近似于样品表面存在一个较低模量的覆盖层。

当在试样接收状态下进行试验时,试样表面可能有各种随机缺陷(如局部异常或划痕)。如果试验机配有成像系统可以观察试样表面拟压入区域,建议选择远离这些缺陷的“平坦”区域进行试验。

粗糙度轮廓测量仪探针半径应小于压头半径。如采用 AFM 测定某一扫描区域的表面粗糙度值 Ra ,建议扫描面积为 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 。

如试验机具备扫描表面形貌的功能,即使在试样平均表面粗糙度较大的情况下,仍可在试验前选择满足局部倾角和表面粗糙度符合要求的试验面区域进行压入试验。

5.3 抛光

试验面机械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。对陶瓷材料,尽管机械抛光也可能产生表面缺陷,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入深度相当的抛光剂。如可能,宜采用电化学抛光。

注 1: 许多覆盖层会复制基体的表面形貌。在允许的情况下,可以通过保证基体有一个适当的抛光表面来消除覆盖层试验面制备的必要性,从而解决抛光导致覆盖层厚度降低对于压入深度的限制。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宜注意。

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测量表面。此外,覆盖层中一般都存在应力梯度,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入试验时其基体效应将增大。当数据分析需要知道准确的覆盖层厚度时,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,宜避免表面清洗。如要求清洗时,应采用对表面损伤最小的方法,如:

- 使用干的、无油的过滤气体;
 - 使用二氧化碳喷雾清洗(但保持表面温度高于露点);
 - 使用不与试样发生化学反应的溶剂清洗,然后使其干燥。
- 超声方法会造成或加重覆盖层的损伤,使用时宜注意。

6 试验程序

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 1)。

仅当样品发生塑性变形且试验力卸除后存在残余压痕时,压入硬度值才有效。因此,如果一次压入试验同时测定硬度和模量,则需要压头具有小的尖端曲率半径和自相似的几何形状。

注 1: 硬度测量时一般选用小曲率半径($<250\ \text{nm}$)的玻氏压头,模量测量时一般选用大曲率半径($<25\ \mu\text{m}$)的压头。在特定情况下,可以通过施加试验力值的变化来避免更换压头。可按照附录 A 中的公式估计弹性变形范围。

注 2: 7.3 的注 4 给出了简单应力分析的实例。

6.1.2 在覆盖层表面或横截面内进行多点压入试验时,压痕的定位和间距应满足 GB/T 21838.1—2019 中 7.7 的要求。

注: 由于覆盖层各向异性有可能会很明显,因此试验位置和试验面(表面或横截面)的选择对压入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—2019 中 7.4 的规定选择仪器化压入试验参数。

影响测试结果的覆盖层/基体参数如下:

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

为检测两个或多个试样性能的相对变化而对试验力-位移曲线进行直接比较,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^{[6][7][8][9][10]}。

注 2: 除硬度和模量本身外,其他试样参数的变化也会影响其值的测试。如果压入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_{ITc}^* 和 H_{ITc} 。然而,如果要比较的性能参数是相对压入深度的函数,则必须测量实际厚度,临界值取决于覆盖层和基体相关性能之比。

6.2 试验步骤

6.2.1 一般要求

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入试验循环。

6.2.2 控制试验力试验

应采用施加和卸除试验力的单次循环。GB/T 21838.1—2019 附录 G 给出了试验中估算漂移的决策图。

注: 在控制位移测量的试验情况下,蠕变效应阻碍了卸除试验力曲线斜率在最大力值处的准确测定,这将导致硬度和模量计算结果不准确。此外,控制位移测量不允许热位移漂移修正。

7 覆盖层表面压入试验的数据分析和结果评估

7.1 一般要求

分析压入试验得到的数据之前,有必要校正受热漂移影响严重的位移数据,通过修正机架柔度 C_f 得到 $A_p(h_c)$ 值和 C_s (接触柔度)。可使用 GB/T 21838.1—2019 附录 A 中的公式计算试样的硬度和压入模量。ISO 14577-2:2015 附录 D 给出了 C_s 和 C_f 的测定方法。因此,根据 GB/T 21838.1—2019 计算得出的是覆盖层和基体的复合性能。假设覆盖层性能与深度无关,7.2 和 7.3 给出了从所测的覆盖层和基体复合性能中得出覆盖层硬度和压入模量的方法。

注 1: 如采取 6.1.2 推荐的方法,按照 GB/T 21838.1—2019 在覆盖层横截面上所测压入试验结果被认为是覆盖层的。

注 2: 参考文献[11]给出了钢表面上电镀覆盖层的硬度测量的经验准则,建议压入深度不超过覆盖层厚度的 1/10。应单独考虑韧性和脆性覆盖层的试验参数。

在覆盖层表面进行压入试验时,对所有覆盖层来说,基体的弹性变形总会发生,尽管硬基体上厚的

柔性覆盖层的弹性形变很小几乎可以忽略。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模量数值是压入深度的函数。

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)以限制塑性变形在覆盖层内。在没有覆盖层的基体上进行硬度测量对于选择正确分析方法(相对于基体硬或软的覆盖层)具有指导作用。在某些情况下,在一定压入深度范围测得的硬度值不会随深度变化(如在基体塑性变形开始前),那么应在这个范围进行压入试验。

覆盖层硬度和模量值可通过覆盖层表面压入试验从 E_{IT}^* 、 H_{IT} 的复合值中估算出来,这些复合值是归一化为覆盖层厚度的接触面积等效半径 a 或压入深度 h_c 的函数。即使不测量覆盖层厚度 t_c 也可以分析得到准确值。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入深度的最大范围时,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,即式(1):

$$a = \sqrt{\frac{A_p}{\pi}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

球形和圆锥形压头的 a 值相等。但是随着压头形状的轴对称性减小,该值越来越失去所表征的物理意义,即: $a_{\text{圆锥形}} = a_{\text{球形}} > a_{\text{维氏}} > a_{\text{玻氏}}$ (下标表示压头形状)。

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入数据的可比性较差。

7.2 覆盖层压入模量

在控制试验力循环和试样对于压入试验响应未知的情况下,应进行一组试验性压入试验(如在两个差别较大的试验力下)和分析试验结果,以获得以下规定的 a/t_c 范围内所需试验力的估计值。图 1 给出了适用的压头几何形状和压入试验参数的选择方法。

图 1 中流程图的目的是在不使覆盖层断裂或产生蠕变的深度范围,尽可能在弹性变形下进行压入试验。为保证试验在弹性变形条件下进行,推荐在可能的情况下尽量选择尖端曲率半径大的压头。需要测定硬度时,具体要求参见 6.1.1。

对软的/韧性的覆盖层,应选择合适的试验力(或压入深度)以及压头类型使所测的试验数据落在 $a/t_c < 1.5$ 范围内。在不同压入深度下进行一组压入试验,线性拟合压入模量与 a/t_c 曲线,外推至 a/t_c 为零^[1],即可得到覆盖层的压入模量 E_{ITc} (见图 2)。同样的方法也可用于线性拟合平面应变压入模量与 a/t_c 曲线,即可得到覆盖层的平面应变压入模量 E_{ITc}^* 。

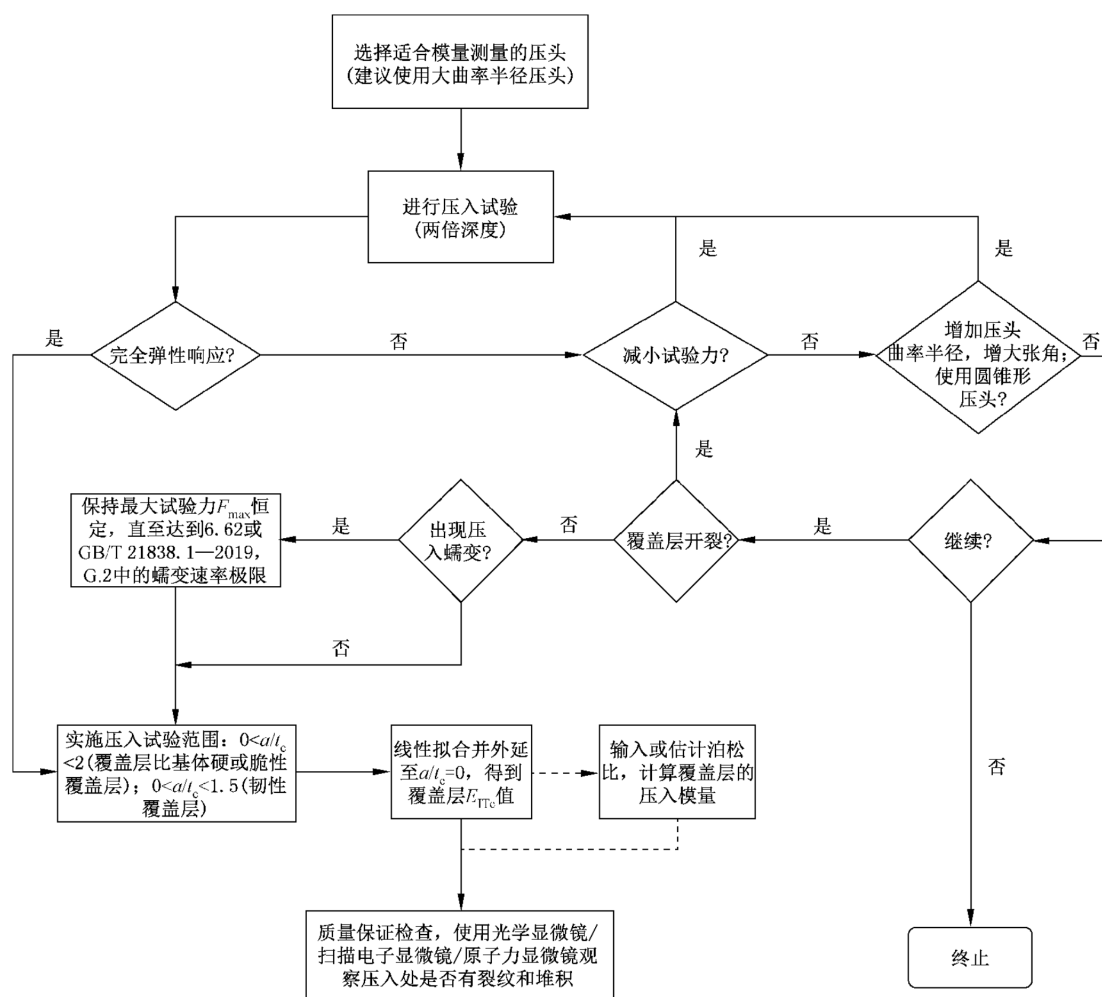


图 1 测量覆盖层压入模量的压头几何形状和压入参数选择流程图

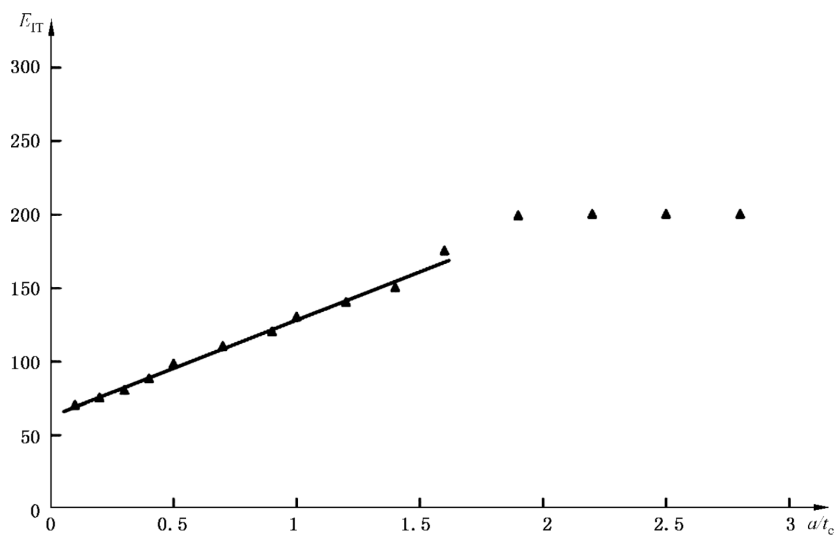


图 2 硬基体上延性覆盖层压入模量与归一化的接触半径示意图

对硬的/脆性的覆盖层,应选择合适的试验力(或压入深度)以及压头类型使所测的试验数据落在 $a/t_c < 2$ 范围内。在不同压入深度下进行一组压入试验,线性拟合压入模量与 a/t_c 曲线,外推至 a/t_c 为零^[1],即可得到覆盖层的压入模量 E_{ITc} (见图 3)。

注 1: 压入模量与 a/t_c 之比的线性拟合为零时得到的值是一次近似。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 5 个或 5 个以上的 a/t_c 或 h_c/t_c 计至少 15 次压入试验才可能进行有效外推。建议在 10 个或 10 个以上的 a/t_c 或 h_c/t_c 取值至少进行 50 次压入试验以减少外推法的不确定度。通常倾向于建议增加在不同 a/t_c 或 h_c/t_c 取值的试验次数,而不是在少量的 a/t_c 或 h_c/t_c 取值进行多次重复试验。

注 2: 为获得在要求的 a/t_c 或 h_c/t_c 范围内的压入试验结果所需的施加试验力范围,最快速和最可靠的方法是在不同的试验力下进行几次试验性的压入试验。画出卸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更低时 h_c 的大约值。

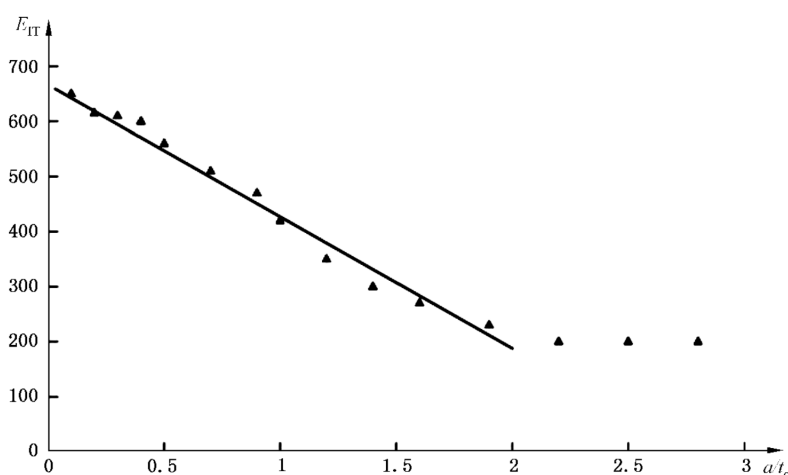


图 3 软基体上硬的/脆性覆盖层应变压入模量与归一化的接触半径示意图

7.3 覆盖层压入硬度

同样的归一化参数 a/t_c 可用来评估硬度值。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 (接触压入深度和覆盖层厚度之比)估计硬度值。图 4 给出了适用的压头几何形状和压入参数的选择方法。

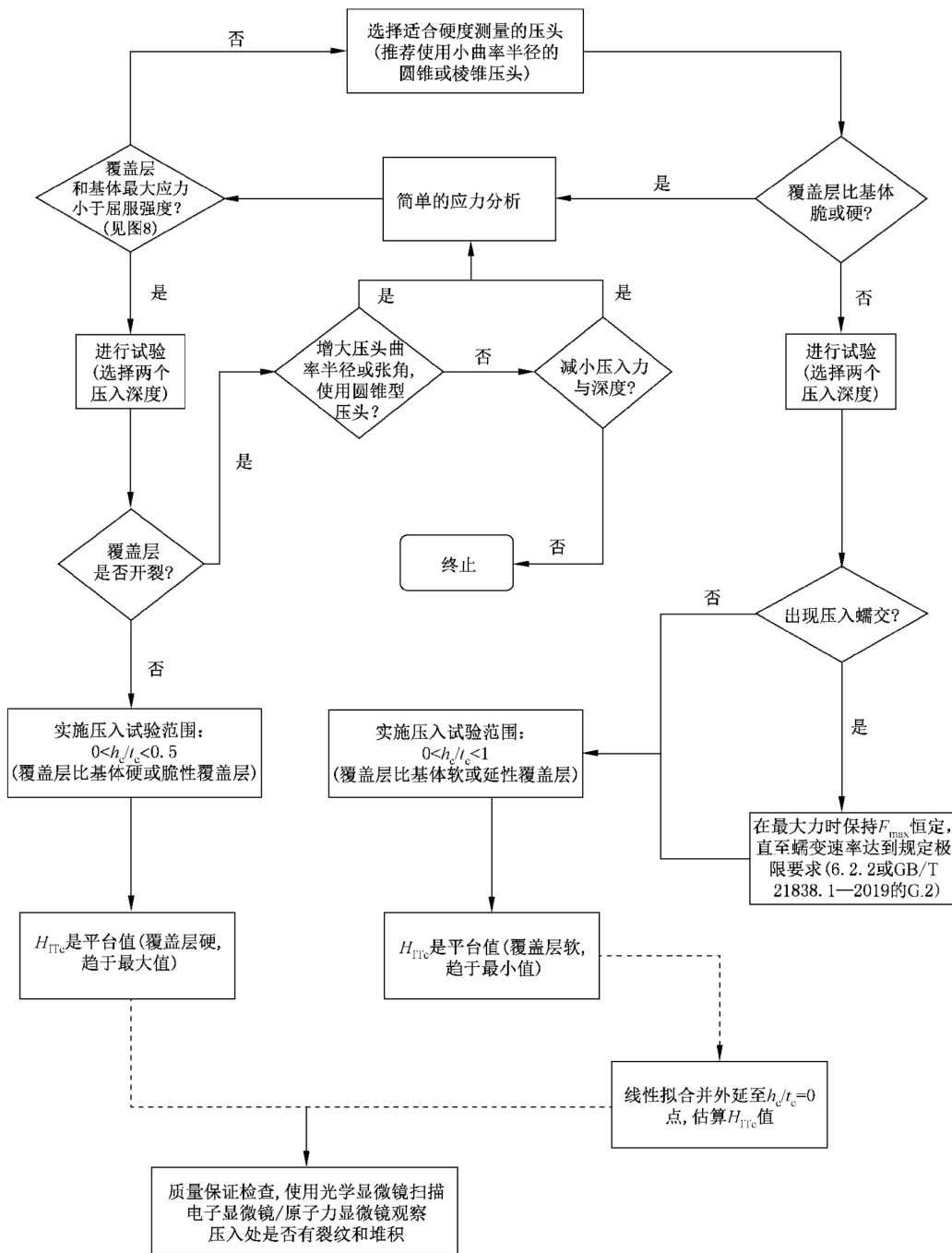


图 4 测量覆盖层压入硬度的压头几何形状和压入参数选择流程图

对硬基体上软的/韧性的覆盖层,假设基体只有弹性变形,覆盖层压入硬度在可从 $0 < h_c/t_c < 1$ 范围内 H_{IT} 比 h_c/t_c 的曲线中获得。如果测得的 H_{IT} 最小恒定平台值,该值就是覆盖层的硬度 H_{ITc} (见图 5)。如果在更厚的同材料覆盖层测得的 H_{IT} 最小值也和该值一致,这就更加证明该值就是覆盖层的硬度值。否则,该值仅是覆盖层压入硬度的最大估计值。如果没有测量得到的压入硬度值平台,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,即得到覆盖层压入硬度(见图 6)。

注 1: 线性曲线区域的 h_c/t_c 最大极限值取决于覆盖层和基体硬度之比。如,对于 Ni 基体上 Au 覆盖层,硬度比约为 2.5, h_c/t_c 极限值 < 1 ; 对于光学玻璃(BK7)基体上 Al 覆盖层,硬度比约为 8, h_c/t_c 极限值约为 5。压头钝化会导致硬度测量中接触深度的最大极限值变小。 h_c 大于压头顶端曲率半径的 20% 时(例如对于压头顶端

曲率半径为 250 nm, h_c 为 50 nm), 测得的硬度值再现性较好。

如果压痕尺寸效应影响较大(测量硬度值随着 h_c/t_c 趋于 0 的减小而增加), 通过 H_{IT} 比 h_c/t_c 平台进行覆盖层压入硬度计算时宜排除可能受压痕尺寸影响的数据点。

推荐在 10 个或 10 个以上的 a/t_c 或 h_c/t_c 取值进行至少 50 次压入试验以减少外推法的不确定度。通常倾向于建议增加在不同 a/t_c 或 h_c/t_c 取值的试验次数, 而不是在少量的 a/t_c 或 h_c/t_c 取值进行多次重复试验。这对于软基体上的硬的/脆性的覆盖层更加适合, 此时可测得硬度达到稳定平台时的值。

对软基体上的硬覆盖层, 覆盖层压入硬度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/基体系统进行弹性应力分析。这将决定压入试验时覆盖层和基体谁将首先产生屈服, 以及测量覆盖层硬度是否可行。如有必要, 可单独测量基体的硬度值进行比较。即使 h_c/t_c 小, 也可以通过测量基体的硬度从而识别覆盖层的分层或开裂。注意, 在较低试验力时, 尖压头比钝压头更可能引起裂纹。

应选择合适的试验力(或压入深度)以及压头形状, 使 h_c/t_c (或 a/t_c 作为近似计算) 的选择范围可以达到 H_{IT} 最大值。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_{ITc} (见图 7)。如果在 H_{IT} 中最大值只出现一次, 且在这个值时厚覆盖层产生屈服, 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入硬度的最小估计值(见图 8)。

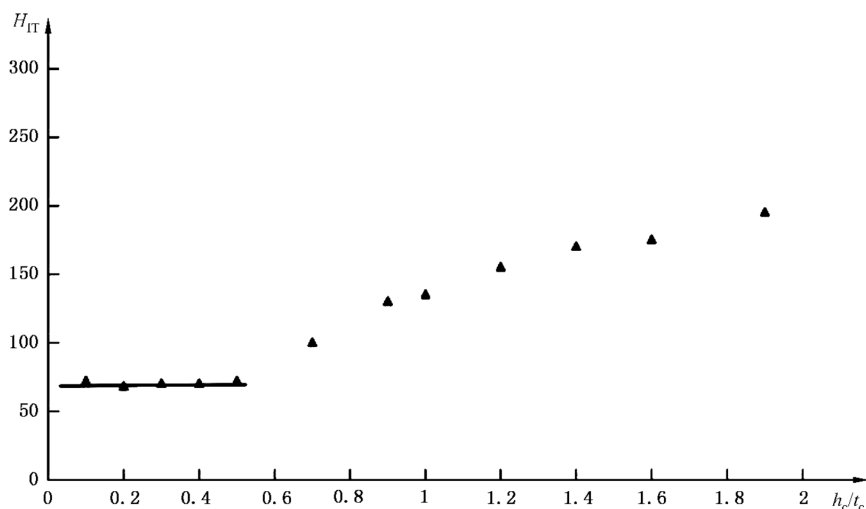


图 5 硬基体上延性覆盖层压入硬度与归一化的接触压入深度示意图, H_{IT} 有最小值恒定平台

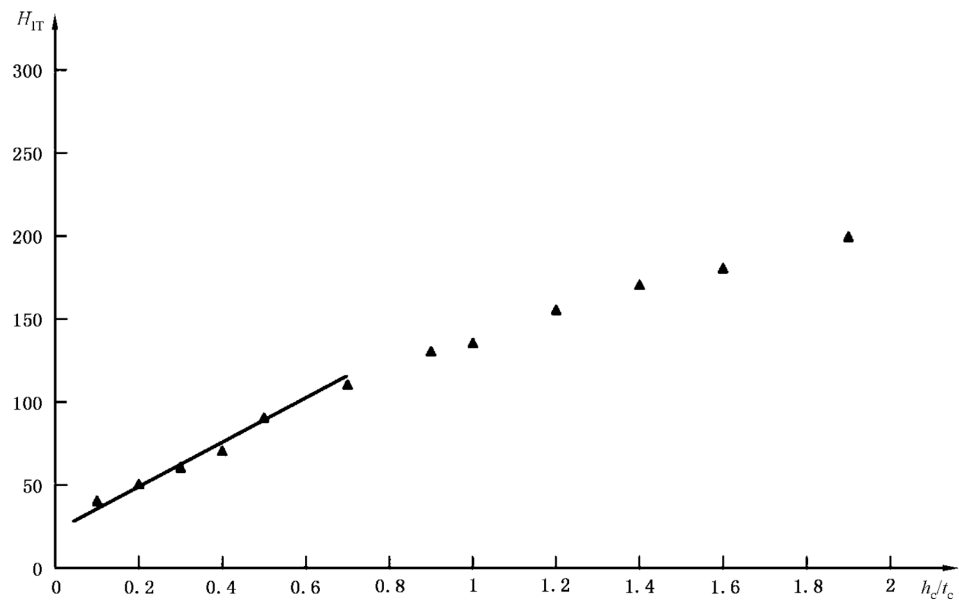


图 6 硬基体上延性覆盖层压入硬度与归一化的接触压入深度示意图, H_{IT} 无恒定最小值

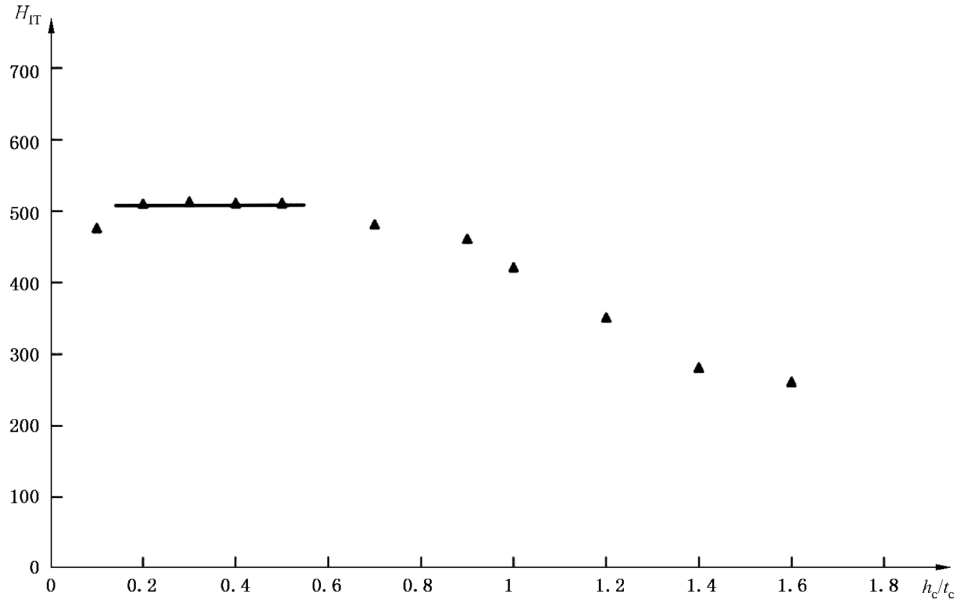


图 7 软基体上硬的/脆性覆盖层压入硬度与归一化的接触压入深度示意图, H_{IT} 有最大值恒定平台

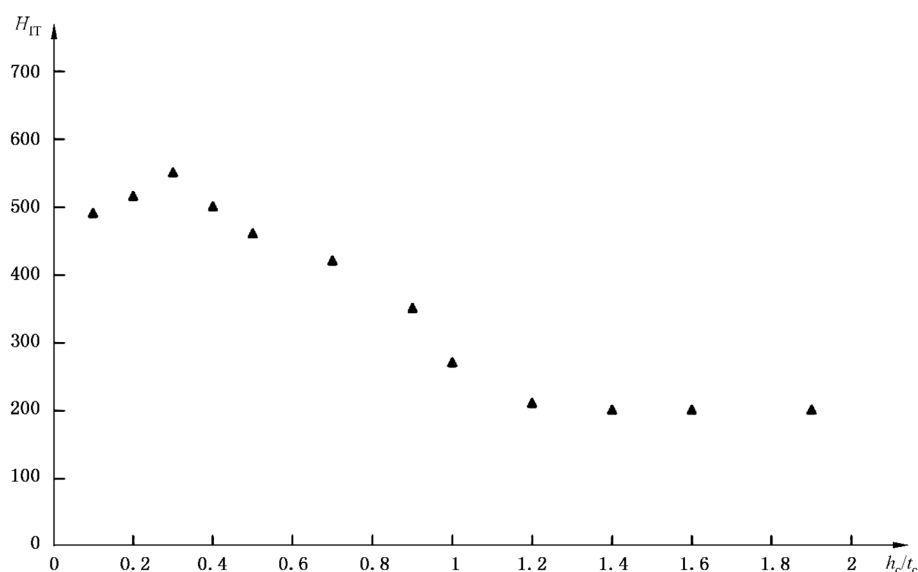
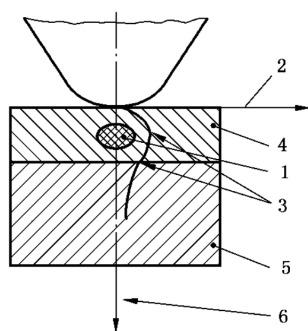


图 8 软基体上硬的/脆性覆盖层压入硬度与归一化的接触压入深度示意图, H_{IT} 有单个最大值

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显著的问题。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 SiO_2 覆盖层)。在下面两种情况下选择一个折中方案:

- 使用足够大的试验力(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-压入深度数据, 提高测量的精密度;
- 压入深度足够小以使压痕的塑性变形区限制在覆盖层内, 不会和基体/覆盖层界面相互作用, 从而减小基体对测量结果的影响, 见图 9。

注 3: 在小试验力时, 尖锐的压头(压头顶端曲率半径和包覆角较小)通常比较钝的压头更易引起覆盖层断裂。在控制试验力的压入试验中, 试验力-位移曲线中出现突然不连续或“突进(pop-in)”现象, 通常意味着覆盖层出现了断裂。



标引序号说明:

- 1——塑性变形区;
- 2——主剪切应力;
- 3——每种材料的最大剪切应力;
- 4——覆盖层;
- 5——基体;
- 6——深度。

注: 仅在覆盖层先于基体发生屈服时才能测量覆盖层的硬度。

图 9 压入状态下的覆盖层与基体示意图和对应的主剪切应力-深度曲线

注 4: 为测量覆盖层的压入硬度,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切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。使用球形压头产生弹性接触时,对泊松比 $\nu=0.3$ 的材料,在 $0.5a$ 处最大主剪切应力约为 0.47 倍平均压入应力。

注 5: 通过评估试验力-压入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,但都仍未得到国际学术圈的普遍认可。将试验力-压入深度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压入深度^[12]。也有人提出的试验力和压入深度平方的曲线开始偏离线性也是基体塑性变形开始的标志^[13]。然而,这些方法不能保证所测出的屈服或偏离是基体造成的。此外,线性关系的轻微偏离总是存在的,特别是压入深度受压头钝化影响的压入试验。

8 结果的不确定度

应按照 ISO/IEC 指南 98-3 进行完整的不确定度评估,不确定度评估的详细说明见 GB/T 21838.1—2019 附录 H。

9 试验报告

试验报告应符合 GB/T 21838.1—2019 的要求,并应增加下列信息:

- a) 试样描述,如尺寸、覆盖层的标称厚度、覆盖层材料和层数。如果下列信息已知,建议报告:
 - 试样制备过程;
 - 表面粗糙度 Ra ;
 - 基体材料性能(化学成分、硬度和杨氏模量);
 - 压入试验处的实际覆盖层厚度;
- b) 压入点的间距;
- c) 有关最大、最小压入深度的信息;
- d) 如果硬度值是通过外推来估算的,则应备注“该硬度值仅为最佳估算值。它是基于给定压入深度范围外推所获得的硬度值”。

附录 A

(资料性)

接触点和完全弹性范围

为准确测定压入深度,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以及试验力或位移速率的首次变化。不同仪器使用不同方法确定该接触点,但是接近表面前后的试验力、位移、试验力施加速率和位移速率的步进量应足够小,以保证零点的测定能达到要求的不确定度(见 GB/T 21838.1—2019 的7.3)。

如果得到的初始数据完全在弹性范围内,则对于球形压头可以采用 Hertzian 的反向外推法确定接触点^{[1][14][15]}。

零点的不确定度受下列因素影响:试样的不均匀性(包括本征氧化层的断裂)、表面粗糙度、压头几何形状、数据波动误差(如由于振动产生的噪声)、数据趋势与数学函数的吻合程度以及外推长度(如初始试验力的大小)。对压入位置处的平均粗糙度小于 1 nm 的均质材料表面,测得的位移波动小于 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 和 0.05 mN 之间,则测得的零点不确定度估计在 0.1 nm~2 nm。实际试验中该不确定度受上述一个或所有因素影响很大时这个估计值是不可信的。

完全弹性形变时的压入深度 h 由式(A.1)给出,接触半径 a ,由式(A.2)给出。

$$h = \left(\frac{3F}{4E_r} \right)^{2/3} \cdot r^{-1/3} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

r ——压头尖端曲率半径;

E_r ——接触约化模量;

F ——试验力。

$$a = \sqrt{2 \cdot h \cdot r \cdot \left(1 - \frac{h}{2r} \right)} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

所谓弹性接触,是指假设采用至少两倍的接触力作为最大试验力进行压入试验时,试验力施加和卸除曲线的偏移足够小,即热漂移校正后,位移偏移应不超过 1 nm 或最大压入深度的 3%(应取较小值)。

注:对给定初始试验力,未校正位移偏移而引入的压入深度误差的初步估计值可从弹性理论式(A.1)中得到。

表 A.1给出了初始接触试验力为 1 μ N、5 μ N 和 10 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。

对所有情况,宜考虑表面膜(表面吸湿)对表面检测或表面确定的影响。这些表面膜可能在压入试验时附加一个额外的未被测量的力,从而掩盖材料的真实响应。

表 A.1 不同曲率半径压头时的弹性压入深度

	试验力 μ N	不同曲率半径压头的弹性压入深度/nm					
		50 nm	100 nm	200 nm	500 nm	1 000 nm	10 000 nm
$E=5 \text{ GPa}$ $\nu=0.3$	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

表 A.1 (续)

	试验力 μN	不同曲率半径压头的弹性压入深度/nm					
		50 nm	100 nm	200 nm	500 nm	1 000 nm	10 000 nm
$E=20\text{ GPa}$ $\nu=0.3$	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
$E=100\text{ GPa}$ $\nu=0.3$	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	1.61	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	2.23	1.77	1.41	1.04	0.82	0.38

参 考 文 献

- [1] Jennett N.M. 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] Bolshakov A., & Pharr G.M. Influences of pile-up and the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *J.Mat.Res.*1998,13 pp.1049-1058
- [3] McCormick N.J., Gee M.G., Hall D.J. The calibration of the nanoindenter. *Proc. MRS.* 1993,308 pp.195-200
- [4] Jiang W.-G., Su J.-J., Feng X.-Q. Effect of surface roughness on nanoindentation test of thin films. *Eng. Fract. Mech.* 2008, 75 pp. 4965-4972
- [5] Walter C., Antretter T., Daniel R., Mitterer C. Finite element simulation of the effect of surface roughness on nanoindentation of thin films with spherical indenters. *Surf. Coat. Tech.*2007, 202 pp. 1103-1107
- [6] Burnett P.J., & Rickerby D.S. The scratch adhesion test: An elastic-plastic indentation analysis. *Thin Solid Films.* 1988, 157 pp. 233-254
- [7] Burnett P.J., & Rickerby D.S. The relationship between hardness and scratch adhesion. *Thin Solid Films.* 1987, 154 pp.403-416
- [8] Burnett P.J., & Rickerby D.S. The mechanical properties of wear-resistant coatings: I : Modelling of hardness behavior. *Thin Solid Films*,148(1987)41-50
- [9] Burnett P.J., & Rickerby D.S. The mechanical properties of wear-resistant coatings: II : Experimental studies and interpretation of hardness. *Thin Solid Films.* 1987, 148 pp.51-65
- [10] Page T.F., & Hainsworth S.V., Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique. *Surf. Coat. Tech.*,1993,61 pp.201-208
- [11] ISO 4516:2002, Metallic and other inorganic coatings-Vickers and Knoop microhardness tests
- [12] Rother B., Lunow T., Lenohardt G. Interface strength of titanium nitride coatings on hardened high-speed steel. *Surf. Coat. Tech.*1995,71 pp.229-232
- [13] Hainsworth S.V., & Page T.F. Analysis of nanoindentation load-displacement loading curves. *J Materials Research*, 1996, 11 pp.1987—1995
- [14] Chudoba T., Schwarzer N., Richter F. Determination of elastic properties of thin films by indentation measurements with a spherical indenter.*Surf.Coat.Tech.*2000,127 pp.9-17
- [15] Herrmann K., Jennett N.M., Wegener W., Meneve J., Hasche K., Seemann R. Progress in determination of the area function of indenters used for nanoindentation, *Proc ICMCTF00*.*Thin Solid Films.*2000,377-378 pp.394-400
- [16] Ni W.Y., & Cheng Y.T. Modeling conical indentation in homogeneous materials and in hard films on soft substrates.*J.Mater.Res.*2005,20 pp.521-528
- [17] Chudoba T., Schwarzer N., Richter F., Beck U. Determination of mechanical film properties of a bilayer system due to elastic indentation measurements with a spherical indenter. *Thin Solid Films.*2000,377-378 pp.366-372
- [18] ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- [19] ISO 1514, Paints and varnishes—Standard panels for testing

- [20] Schwarzer N. The extended Hertzian theory and its use in analyzing indentation experiments. *Philos. Mag.* 2006, 86 pp. 5179-5197
- [21] Shield T. W., & Bogy D. B. Some axisymmetric problems for layered elastic media; Part 1—Multiple region contact solutions for simply-connected indenters. *J. Appl. Mech.* 1989, 56 pp. 798-806
- [22] Gao H., Chiu C.-H., Lee J. Elastic contact versus indentation modeling of multi-layered materials. *Int. J. Solids Struct.* 1992, 29 pp. 2471-2492
- [23] Mencík J., Munz D., Quandt E., Weppelmann E. R., Swain M. V. Determination of elastic modulus of thin layers using nanoindentation. *J. Mater. Res.* 1997, 12 pp. 2475-2484
- [24] Song H. Selected mechanical problems in load- and depth-sensing indentation testing, Rice University Ph. D. Thesis (1999)
- [25] Rar A., Song H., Pharr G. M. Assessment of new relation for the elastic compliance of a film-substrate system. *Proc. MRS.* 2001, 695 pp. 431-436
- [26] Roche S., Bec S., Loubet J. L. Analysis of the elastic modulus of a thin polymer film. *Proc. MRS.* 2003, 778 pp. 117-122
- [27] Saha R., & Nix W. D. Effects of the substrate on the determination of thin film mechanical properties by nanoindentation. *Acta Mater.* 2002, 50 pp. 23-38
- [28] Chudoba T., Griepentrog M., Duck A., Schneider D., Richter F. Young's modulus measurements on ultra-thin coatings. *J. Mater. Res.* 2004, 19 pp. 301-314
- [29] ISO 4287, Geometrical Product Specifications (GPS)—Surface texture: Profile method—Terms, definitions and surface texture parameters
- [30] ISO 2808, Paints and varnishes—Determination of film thickness
- [31] ISO 3270, Paints and varnishes and their raw materials—Temperatures and humidities for conditioning and testing
- [32] ISO 14577-1, Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and materials parameters—Part 1: Test method
- [33] ISO 14577-2, Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and materials parameters—Part 2: Verification and calibration of testing machines
- [34] ISO 14577-3, Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and materials parameters—Part 3: Calibration of reference blocks
-

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4部分：
金属和非金属覆盖层的试验方法
GB/T 21838.4—2020/ISO 14577-4:2016

*

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.org.cn

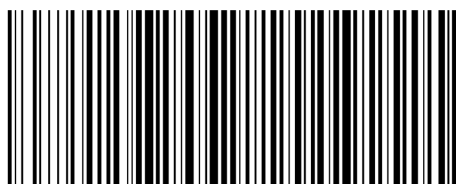
服务热线: 400-168-0010

2020年12月第一版

*

书号: 155066 · 1-66695

版权专有 侵权必究



GB/T 21838.4-2020