



北京市地方计量技术规范

JJF (京) XXXX-XXXX

仪器化压入试验机校准规范

Calibration Specification for Instrumented Indentation Machines

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

北京市市场监督管理局 发布

仪器化压入试验机校准规范

Calibration Specification for
Instrumented Indentation Machines

JJF(京) XX-XXXX

归口单位：北京市市场监督管理局

主要起草单位：北京市计量检测科学研究院

参加起草单位：中国计量科学研究院

本规程委托北京市计量检测科学研究院负责解释

目 录

引 言	II
1 范围	1
2 引用文件	1
3 术语	1
4 概述	1
5 计量性能	1
6 校准条件	2
6.1 环境条件	3
6.2 校准用设备和标准物质	3
7 校准项目和校准方法	4
7.1 直接校准	4
7.2 间接校准	5
8 校准结果表达	6
9 复校时间间隔	6
附录 A.....	7
附录 B.....	9
附录 C.....	133

引 言

本规范依据 JJF 1071-2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》的规定而制定，技术指标和校准方法参考了 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》、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》、GB/T 21838.3-2022《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》、GBT22458-2008《仪器化纳米压入试验方法通则》的相关内容。

本规范为首次发布。

仪器化压入试验机校准规范

1 范围

本规范适用于台式仪器化压入试验机和便携式仪器化压入试验机的校准。

2 引用文件

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

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

GB/T 21838.3-2022 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

GBT 22458-2008 仪器化纳米压入试验方法通则

JJF 1981-2022 纳米压入仪校准规范

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用本规程；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规程。

3 术语

GB/T 31228-2014 中界定的术语和计量单位适用于本规范。

4 概述

仪器化压入试验机能够自动、实时测量和记录在压入周期内作用在压头上的载荷和位移数据，经过力学分析识别出材料的硬度和弹性模量等。按压入深度 h 和载荷 F 将测量范围划分为：纳米范围， $h \leq 200 \text{ nm}$ ，显微范围 $F < 2 \text{ N}$ ， $h > 200 \text{ nm}$ ；宏观范围， $2 \text{ N} \leq F \leq 30 \text{ kN}$ 。国内习惯将压入深度在纳米量级并扩展至几微米的压入仪器定义为纳米压入仪。

5 计量性能

5.1 试验机的分级

按压入深度 h 和载荷 F 将试验机的测量范围划分为：纳米范围， $h \leq 200 \text{ nm}$ ，显微范围 $F < 2 \text{ N}$ ， $h > 200 \text{ nm}$ ；宏观范围， $2 \text{ N} \leq F \leq 30 \text{ kN}$ 。

5.2 试验力示值误差

仪器化压入试验机试验力示值误差不超过表 1 给出的要求。

表 1 仪器化压入试验机试验力测量范围及最大允许误差

试验力 F 测量范围	最大允许误差/%
$F \geq 2 \text{ N}$	± 1.0
$0.001 \text{ N} \leq F < 2 \text{ N}$	± 1.0
$F < 0.001 \text{ N}$	± 2.5

5.3 位移示值误差

仪器化压入试验机试验力示值误差不超过表 2 给出的要求。

表 2 仪器化压入试验机位移测量范围及最大允许误差

位移 h 测量范围	最大允许误差/%
$h \geq 2000 \text{ nm}$	0.01h
$200 \text{ nm} < h < 2000 \text{ nm}$	0.01h
$h > 2000 \text{ nm}$	2nm

5.4 压入硬度和压入模量重复性

试验机的重复性由特定检验条件下测量值的变异系数来表示。重复性应满足表 2 要求。

表 3 试验机的重复性要求

材料参数	纳米范围	显微范围		宏观范围
		$0.2 \mu\text{m} \leq h \leq 1 \mu\text{m}$	$h > 1 \mu\text{m}$	
HM	5%	5%	2%	2%
$E/H \leq 50$	5%	5%	5%	5%
$E/H > 50$	5%	10%	5%	5%

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：(10~35)℃，校准规程中温度波动不大于 1℃。

6.1.2 相对湿度：≤85%。

6.2 校准用设备和标准物质

6.2.1 力值校准装置

根据试验力范围，力值校准装置见表 4。其中试验力范围在 $0.001 \leq F < 2$ 时，可以根据设备结构和条件选择砝码或电子天平，砝码可以通过机械增益施加力进行校准。

表 4 力值校准装置及主要性能指标

序号	应用范围	试验力范围 (F/N)	校准用设备	主要性能指标
1	宏观	$F \geq 2$	标准测力仪	1 级
2	显微	$0.001 \leq F < 2$	砝码	MPE: $\pm 0.2\%$
			电子天平	MPE: $10^{-3}g$
3	纳米	$F < 0.001$	电子天平	MPE: $10^{-6}g$

6.2.2 位移校准装置

位移校准装置为激光干涉仪，根据试验机应用范围和压入深度，主要性能指标如表 2 所示。

表 5 位移校准装置及主要性能指标

序号	应用范围	压入深度 h/nm	校准用设备	主要性能指标
1	宏观	$h \geq 2000$	激光干涉仪	分辨力 ≤ 100 nm
2	显微	$200 \leq h < 2000$		分辨力 ≤ 10 nm
3	纳米	$h < 200$		分辨力 ≤ 1 nm

注：校准用设备也可以采用电感法、电容法和压电传感器法进行，主要性能指标满足表 5 中要求即可。

6.2.3 标准物质

使用熔融石英有证标准物质作为校准用计量器具，其压入硬度的相对不确定度 $\leq 8\%$ ($k=2$)；压入模量的相对不确定度 $\leq 6\%$ ($k=2$)。

7 校准项目和校准方法

校准分为直接校准和间接校准。

7.1 直接校准

7.1.1 试验力示值误差

将力值校准装置安置于试验机内（电子天平放在压头正下方，或砝码通过机械增益安装于压头上方），将试验机力值范围内平均分布的 10 个力值作为校准点，设置程序分别在力值校准点保载 10 s，在保载过程中记录试验机显示的力值和力值校准装置示值，每个校准点重复操作三次。采用公式（1）计算示值误差，10 个力值校准点中最大示值误差作为试验机的试验力示值误差。

$$\Delta F = \frac{\bar{F}_i - \bar{F}_{Di}}{\bar{F}_{Di}} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

ΔF ——试验力示值误差，mN；

\bar{F}_i ——第 i 个校准点试验机 3 次测量显示力值的平均值，mN；($i=1\sim 10$)

\bar{F}_{Di} ——第 i 个校准点力值校准装置示值的平均值，mN。

7.1.2 位移示值误差

将激光干涉仪反射镜安装于试验机压头处，调整好激光干涉仪光路，将试验机位移范围内平均分布的 10 个位移作为校准点，设置程序在目标压入深度处保载 10s，在保载过程中记录试验机界面显示的压入深度和位移校准装置示值，每个校准点重复操作三次。采用公式（2）计算示值误差，10 个位移校准点中最大示值误差作为试验机的位移示值误差。

$$\Delta h = \frac{\bar{h}_i - \bar{h}_{Di}}{\bar{h}_{Di}} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

Δh ——试验力示值误差，mN；

\bar{h}_i ——第 i 个校准点试验机 3 次测量显示位移值的平均值, mN; ($i=1\sim 10$)

\bar{h}_{Di} ——第 i 个校准点位移校准装置示值的平均值, mN。

7.2 间接校准

7.2.1 校准前准备

校准前应确保仪器工作正常, 待机进入稳定状态, 使用新压头或磨损较小的压头进行实验, 按照 ISO14577-2:2015 附录 B 和附录 D 中的要求进行测量设备的仪器柔度和尖压头面积函数的检验和校准。

7.2.2 压入硬度和压入模量示值误差

将标准物质安装于试验机测试台上, 在仪器显微镜下聚焦标准物质表面, 选择干净无污染表面。选择至少两个不同的常用载荷进行测量, 推荐载荷为 10 mN 和 100 mN。设置试验程序分别在目标载荷下进行测试, 两个相邻压痕点之间的距离不小于压痕直径的 5 倍, 任意压痕中心距离样品边缘的距离不少于压痕直径的 3 倍。每个载荷下至少进行 10 次有效重复测量。对测量漂移率大于 0.1 nm/s 的数据进行剔除, 视为无效数据。按照公式 (3) 和公式 (4) 计算压入硬度和压入模量示值误差。

$$\Delta H = \frac{\bar{H} - H_S}{H_S} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

ΔH —— 压入硬度的示值误差;

\bar{H} —— 压入试验机多次测量的压入硬度平均值, GPa;

H_S —— 压入硬度的标准值, GPa。

$$\Delta E = \frac{\bar{E} - E_S}{E_S} \times 100\% \quad (4)$$

式中:

ΔE —— 压入模量的示值误差;

\bar{E} —— 压入试验机多次测量的压入模量平均值, GPa;

E_S —— 压入模量的标准值, GPa。

7.2.3 压入硬度和压入模量重复性

采用 7.2.2 中测试方法得出 10 次测量下压入硬度和压入模量平均值, 按照公式 (5) 计算试验标准偏差, 作为描述测量值分散性的参数。

$$s(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (5)$$

式中:

$s(x)$ —— 重复性 (以实验标准偏差表示), GPa;

x_i —— 第 i 次测得值, GPa;

\bar{x} —— 10 次测量的平均值, GPa。

按照公式 (6) 计算测量值的相对分散性, 即用百分数表示的变异系数 v , 作为压入硬度和压入模量的重复性。

$$v = \frac{s(x)}{\bar{x}} \times 100\% \quad (6)$$

8 校准结果表达

8.1 校准结果的不确定度评定

仪器化压入试验机示值误差的不确定度依据 JJF1059.1 评定, 其不确定度评定示例见附录 A。

8.2 校准证书

仪器化压入试验机经校准后出具校准证书, 校准证书包含的内容应符合 JJF1071-2010 中 5.12 的要求, 推荐校准证书内页格式见附录 C, 推荐的校准记录格式见附录 B。

9 复校时间间隔

建议直接校准时间间隔一般不超过三年, 间接校准间隔一般不超过一年。复校时间间隔的长短由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等因素决定, 送校单位也可根据实际情况自主决定复校时间间隔。如果仪器经维修、更换重要部件或对仪器性能有怀疑时, 应重新校准。

附录 A

压入硬度的示值误差 uncertainty 评定

A.1 测量方法

根据本规范校准方法，在两种不同载荷 10 mN 和 100 mN 下，采用熔融石英标准物质进行间接校准，每种载荷重复测量至少 10 次，计算得到压入硬度和压入模量的示值误差，评定示值误差的不确定度。

A.2 测量模型

$$\Delta H = \frac{H - H_S}{H_S} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

ΔH —— 压入硬度的示值误差；

H —— 压入试验机测量的压入硬度值，GPa；

H_S —— 压入硬度的标准值，GPa。

两个量 H 和 H_S 相互独立，根据公式 (1)，示值误差的合成标准不确定度可表示为：

$$u_c(\Delta H) = \sqrt{c_1^2 u^2(H) + c_2^2 u^2(H_S)} \times 100\% \quad (2)$$

其中，灵敏系数

$$c_1 = \frac{\partial \Delta H}{\partial H} = 1, \quad c_2 = \frac{\partial \Delta H}{\partial H_S} = -1$$

A.3 不确定度来源分析

压入硬度示值误差的不确定度来源主要有以下几个：

- (1) 测量重复性引入的标准不确定度；
- (2) 标准值引入的标准不确定度，包括有证标准物质引入的不确定度。

A.4 标准不确定度评定

A.4.1 测量重复性引入的标准不确定度

对熔融石英标准物质重复有效测量 10 次，测试数据如表 1 所示。

表 1 重复性测量数据

测试次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均值(Gpa)	标准偏差(Gpa)
压入硬度/GPa	9.01	9.45	9.40	9.68	9.65	10.00	9.67	9.62	9.44	9.10	9.50	0.29

实际测量时重复测量 10 次，取其平均值，故测量重复性引入的标准不确定度为：

$$u(H) = \frac{0.29}{\sqrt{10}} = 0.09\text{GPa} \quad (3)$$

A.4.2 标准值引入的标准不确定度

标准值的不确定度由有证标准物质证书给出，标准物质信息见表 2。

表 2 标准物质信息

标准物质名称/ 编号	特性	标准值 (GPa)	扩展不确定度 U ($k=2$) (GPa)	生产单位	有效期至
熔融石英 /NIM-RW 4601	压入硬度	72.7	2.8	中国计量科学研究 院	2024 年 11 月 21 日
	压入模量	9.5	0.5		

因此，标准值的不确定度为：

$$u(H_s) = \frac{2.8}{2} = 1.4\text{ GPa} \quad (3)$$

A.5 合成标准不确定度

$$u_c(\Delta H) = \sqrt{0.09^2 + 1.4^2} \times 100\% = 1.4\%$$

A.6 压入硬度示值误差的扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则：

$$U = u_c(\Delta H) \times k = 1.4\% \times 2 = 2.8\%$$

附录 B

校准记录格式

记录编号:		委托单位:			
仪器名称:		型号:			
制造厂:		出厂编号:			
环境温度:		相对湿度:		检定日期:	
检定依据:					
检定使用的标准器:					
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/ 最大允许误差	设备编号	检定/校准 证书编号	有效期至

一、试验力示值误差

校准点 (mN)	标准值 (mN)	测量值 (mN)	标准值平均值 (mN)	测量值平均值 (mN)	相对误差(%)

三、压入硬度示值误差及重复性

载荷 (mN)	标准值 (GPa)	测量值 (GPa)										相对误差 (%)	重复性 (%)	
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10			

四、压入模量示值误差及重复性

载荷 (mN)	标准值 (GPa)	测量值 (GPa)										相对误差 (%)	重复性 (%)
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		

附录 C

校准证书内页格式

C.1 校准证书至少应包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期；
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；
- i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范偏离的说明；
- n) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书或报告的声明。

C.2 推荐的校准证书内页格式见表 C.1 和表 C.2。

表 C.1 试验力和位移校准结果

序号	校准项目	校准结果										
		试验力	载荷									
		示值 误差										

位移	
----	--

表 C.2 压入硬度和压入模量校准结果

校准项目	校准结果			
压入硬度重复性	载荷/mN	平均值/GPa	标准偏差/GPa	测量重复性/%
压入硬度示值误差	载荷/mN	平均值/GPa	标准偏差/GPa	测量重复性/%
压入模量重复性	载荷/mN	平均值/GPa	标准偏差/GPa	测量重复性/%
压入模量示值误差	载荷/mN	平均值/GPa	标准偏差/GPa	测量重复性/%