



北京市地方计量技术规范

JJF (京) XXXX-XXXX

仪器化压入试验机标准块校准规范

Calibration Specification for Instrumented Indentation Testing Reference Blocks

(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

仪器化压入试验机标准块 校准规范

Calibration Specification for

Instrumented Indentation Testing Reference Blocks

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：天津市计量监督检测科学研究院

本规范委托 XXXXXXXX 负责解释

目 录

引言	(IV)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语	(1)
4 概述	(1)
5 计量性能	(2)
6 校准条件	(2)
7 校准项目和校准方法	(5)
8 校准结果表达	(6)
9 复校时间间隔	(7)
附录 A 示值误差的不确定度评定示例	(8)
附录 B 校准记录格式(推荐)	(12)
附录 C 校准证书内页格式(推荐)	(9)

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，参考了 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》、JJF 1981-2022《纳米压入仪校准规范》的相关内容。

本规范为首次发布。

仪器化压入试验机标准块校准规范

1 范围

本规范适用于对仪器化压入试验机间接检验用的标准块的校准方法。

注：标准块可按试验机的应用领域或欲测定得材料参数进行校准。

2 引用文件

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》

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

3.1 仪器化压入测试 instrumented indentation test

驱动选定的压头压入试样，自动测量所施加的载荷和在试样中的压入深度，基于力学模型计算出材料的硬度和力学参量的测试。

3.2 压入仪 instrumented indentation tester

经过直接校准和间接检验合格的、能够实现仪器化压入测试的仪器。

3.3 压头 indenter

压入仪中用于压入试样的并具有特定几何形状和尺寸的部件。

3.4 几何自相似压头 geometrically self-similar indenter

尖端顶点与任意横截面所构成的几何体之间具有几何相似性的压头。

3.5 压头面积函数 indenter area function

垂直于压头中心线的截面积（投影面积） A 与压头顶点至相应截面积局里 h 之间的函数关系。

注：圆锥压头的面积函数可表示为 $A(h) = Ch^2$ ，式中 C 为由其半锥角决定的常数。

4 概述

仪器化压入试验机标准块（以下简称标准块）是对仪器化压入试验机进行间接检验用的校准器具。

仪器化压入测试应采用一个硬度高于试样的压头，通过对试验力和压入深度的连续记录，测定材料的硬度和其他性能参数。压头的形状、材料如下：

- a) 每一面与金刚石棱锥轴呈 68° 的正四棱锥金刚石压头（维氏压头）；
- b) 正三棱锥体的金刚石压头（例如，改进型玻氏压头，其为每一面与金刚石棱锥轴呈 65.27° 的正三棱锥金刚石压头）；
- c) 硬质合金球形压头（尤其适用于材料弹性行为的测定）；
- d) 顶端为球形的圆锥形金刚石压头。

本部分不排除使用其他几何形状的压头，然而当使用这样的压头时，宜注意对报告试验结果注明所使用的压头并考虑其对测试结果的影响，也可使用其他材料的压头（如蓝宝石等）。

注：金刚石的晶体结构，使其压头的形状只能是接近于球形的多面体而不是理想的球形。

5 标准块的制造

5.1 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。

5.2 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。

5.3 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。

5.4 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得超过 0.005 mm/50 mm，平行度的最大误差不超过 0.010 mm/50 mm。

5.5 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 Ra 分别不应大于 50 nm 和 10 nm，支承面不应大于 0.8 μm ，取样长度 l 应为 0.80 mm。

对纳米范围，试验面表面粗糙度参数 Ra 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 μm 。

注：在纳米范围，考虑粗糙度的空间波长以及振幅是重要的。

5.6 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面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 $10\ \mu\text{m}$ 。

6 校准条件

6.1 环境条件

试验时应记录试验温度,试验一般在室温 $10^{\circ}\text{C}\sim 35^{\circ}\text{C}$ 下进行。

试验时温度的稳定性比实际温度更重要,应同时报告校准修正值和校准不确定度。试验应在温度和湿度可控的实验条件下进行(尤其是纳米和显微范围内的试验);温度范围 $25^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$,相对湿度范围 $45\%\pm 10\%$ 。

6.2 校准用设备

标准块只能用标准机标定。

6.2.1 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 6.2.2~6.2.5 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) 试验力的标准;
- 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。

6.2.2 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 JJG 144 要求的 0.1 级以上标准测力仪或相同准确度的其他方法校准试验力。

6.2.3 压头的检验

6.2.3.1 一般要求

压头检验后的测量值(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 μm ，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 ($h < 1000\text{ nm}$)，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。

6.2.3.2 维氏压头

6.2.3.2.1 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 0.0003 mm 以内。

6.2.3.2.2 金刚石棱锥体锥顶的两相对面夹角应为 $(136 \pm 0.1)^\circ$ 。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。

6.2.3.2.3 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 0.00025 mm 。

6.2.3.2.4 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。

6.2.3.3 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 $\pm 0.15^\circ$ 。

6.2.4 位移测量装置的检验

6.2.4.1 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	10nm	$0.005 h$ 或 30 nm^*
显微和纳米	0.2nm	$0.01 h$ 或 5 nm^*

*取其较大者，特别注意纳米范围选用 $\pm 0.01 h$ 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	$0.005 h$	$0.01 h$
显微和纳米	$0.01 h$	$0.005 h$

6.2.4.2 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。

6.2.5 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 $0.005g_n$ ($g_n=9.80665 \text{ m/s}^2$ 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。

7 校准项目和校准方法

7.1 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。

7.2 标准块的均匀度

7.2.1 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际标准差按公式（2）计算：

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

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）：

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

7.2.2 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。

8 校准结果表达

8.1 每一标准块上应直接标记或用唯一性代码（包括证书）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=8.70GPa
或 E_{IT}0.5/10/20/30=220.00GPa；

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标识标志（见 5.6）；

f) 标定年份（当在编号中未标出时）。

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 校准结果应在校准证书上反映。校准证书应至少包括以下信息：

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) 对压头的材质和形状、使用的位置、压头面积函数的详细记录;
- m) 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) 施加力的速度和持续时间;
 - 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。
- n) 用于确定零点的方法;
- o) 分析方法;
- p) 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。
- q) 用于计量标准块标定值的力-位移数据(包括零点)的图表;
- r) 校准证书签发人的签名、职务或等效标识以及签发日期;
- s) 校准结果仅对被校对象有效的声明;
- t) 未经实验室书面批准, 不得部分复制证书或报告的声明。

9 复校时间间隔

满足第 5 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。

建议复校时间间隔宜为 4 年。复校时间间隔的长短是由标准块的使用情况、使用者、标准块本身质量等因素决定, 送校单位也可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。如果或对标准块性能有怀疑时, 应重新校准。

附录 A

示值误差的不确定度评定示例

压入硬度的相对示值误差不确定度评定实例

1 测量方法

本规范的校准测量中，两种不同载荷下测量标准块的压入硬度和压入模量，每种载荷重复测量至少 10 次。通过计算获得压入硬度和压入模量的重复性和相对示值误差。本附录为仪器化压入试验机标准块压入硬度校准结果的相对示值误差不确定度评定。

2 压入硬度示值误差数学模型和不确定度传播公式

根据测量方法，用标准机进行校准时，标准块的压入硬度示值误差结果可以表示为：

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{CM}^2 + u_{IT}^2}$$

$$U_{CRM} = k \cdot u_{CRM}$$

式中：

u_{CRM} — 仪器化压入标准块压入硬度的标准不确定度

u_{CM} — 仪器化压入标准机的标准不确定度

u_{IT} — 硬度块的均匀度引入的标准不确定度

k — 包含因子，数值为 2

3 方差和灵敏度系数

3.1 方差：

$$u_c^2(\Delta H) = \left[\frac{\partial \Delta H}{\partial H_{cm}} \cdot u(H_{cm}) \right]^2 + \left[\frac{\partial \Delta H}{\partial H_x} \cdot u(H_x) \right]^2 = [c_1 \cdot u(H_{cm})]^2 + [c_2 \cdot u(H_x)]^2$$

$$3.2 H_{cm} \text{ 的灵敏度系数: } c_1 = \partial \Delta H / \partial H_{cm} = 1$$

$$H_x \text{ 的灵敏度系数: } c_2 = \partial \Delta H / \partial H_x = -1$$

4 压入硬度相对示值误差不确定度评定

根据测量方法，采用标准块在 10mN 下压入硬度测量结果为例，其 10 次测量值如表 1 所示。

表 1 标准块在 10mN 下 10 次测量的压入硬度测量值

测量序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均值	标准偏差
压入硬度/GPa	8.99	9.47	9.64	9.69	9.40	10.06	9.61	9.32	9.74	9.12	9.50	0.31

4.1 均匀性引入的压入硬度不确定度分量

校准测量中采用 10mN 的载荷对熔融石英标准块进行了 10 次重复测量，压入硬度的测量平均值 $\overline{H_{IT}}$ 为 9.50GPa，标准偏差 $s(H_{IT})$ 为 0.31GPa。

$$u_r(H_{IT}) = s(H_{IT}) = 0.31\text{GPa}$$

4.2 标准机引入的压入硬度不确定度分量

标准机引入的压入硬度不确定度分量为：

$$u_{cm} = \frac{U(H_{IT})}{k} = \frac{0.44}{2} = 0.22\text{GPa}$$

4.3 合成不确定度

压入硬度相对示值误差的合成标准不确定度按公式计算。

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{CM}^2 + u_{IT}^2} \times 100\% = 4\%$$

4.4 扩展相对不确定度

压入硬度示值误差的扩展相对不确定度 $U_{CRM} = k \cdot u_{CRM} = 8\%$, $k = 2$

压入模量的相对示值误差不确定度评定实例

1 测量方法

测量方法参照压入硬度的相对示值误差不确定度评定实例中相关内容。

2 压入模量相对示值误差数学模型和不确定度传播公式

根据测量方法，用标准机进行校准时，标准块的压入硬度示值误差结果可以表示为：

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{CM}^2 + u_{IT}^2}$$

$$U_{CRM} = k \cdot u_{CRM}$$

式中：

u_{CRM} — 仪器化压入标准块压入模量的标准不确定度

u_{CM} — 仪器化压入标准机的标准不确定度

u_{IT} — 硬度块的均匀度引入的标准不确定度

k — 包含因子，数值为 2

3 方差和灵敏度系数

3.1 方差：

$$u_c^2(\Delta H) = \left[\frac{\partial \Delta H}{\partial H_{cm}} \cdot u(H_{cm}) \right]^2 + \left[\frac{\partial \Delta H}{\partial H_x} \cdot u(H_x) \right]^2 = [c_1 \cdot u(H_{cm})]^2 + [c_2 \cdot u(H_x)]^2$$

3.2 H_{cm} 的灵敏度系数： $c_1 = \partial \Delta H / \partial H_{cm} = 1$

H_x 的灵敏度系数： $c_2 = \partial \Delta H / \partial H_x = -1$

4 压入模量相对示值误差不确定度评定

根据测量方法，采用标准块在 10mN 下压入模量测量结果为例，其 10 次测量值如表 1 所示。

表 1 标准块在 10mN 下 10 次测量的压入模量测量值

测量序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均值	标准偏差
------	---	---	---	---	---	---	---	---	---	----	-----	------

压入模 量/GPa	71.9	72.2	72.6	71.6	75.3	73.0	73.1	72.2	72.9	71.7	72.6	1.06
	3	4	0	6	0	5	5	2	4	8	9	

4.1 均匀性引入的压入硬度不确定度分量

校准测量中采用 10mN 的载荷对熔融石英标准块进行了 10 次重复测量,压入模量的测量平均值 $\overline{E_{IT}}$ 为 72.69GPa,标准偏差 $s(E_{IT})$ 为 1.06GPa.

$$u_r(E_{IT}) = s(E_{IT}) = 1.06\text{GPa}$$

4.2 标准机引入的压入硬度不确定度分量

标准机引入的压入硬度不确定度分量为:

$$u_{cm} = \frac{U(E_{IT})}{k} = \frac{2.61}{2} = 1.32\text{GPa}$$

4.3 合成不确定度

压入硬度相对示值误差的合成标准不确定度按公式计算.

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{CM}^2 + u_{IT}^2} \times 100\% = 5\%$$

4.4 扩展相对不确定度

压入硬度示值误差的扩展相对不确定度 $U_{CRM} = k \cdot u_{CRM} = 10\%, k = 2$

附录 B

校准记录格式（推荐）

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、转速示值误差

设定值 (r/min)	测量值 (r/min)			平均值 (r/min)	示值误差 (%)
	1	2	3		

二、辛烷值示值误差及重复性

标准值	测量值			平均值	示值误差	重复性	不确定度 ($k=2$)
	1	2	3				

附录 C

校准证书内页格式（推荐）

1. 转速示值误差：
2. 辛烷值示值误差及重复性：

标准值	测量值	示值误差	重复性	扩展不确定 ($k=2$)