1. 

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

××××-××-××实施

××××-××-××发布

硬质合金—巴氏韧性试验

Hardmetals —Palmqvist toughness test

（ISO 28079-2009,IDT）

 （讨论稿）

GB/T XXXX:20XX

中华人民共和国国家标准

ICS 77.160

H 72

**引言**

好的测试方法能够满足用户及制造商明确分辨各材料差异的需求。

需要测量断裂韧性值的原因有三：

a) 产品设计与性能评价需要；

b)材料的选择依据；

c) 质量控制。

目前为止，仍未建立起专门针对硬质合金韧性测量的国际标准，这主要是由于要在硬质合金这样又硬又韧的材料上获得稳定的预制裂纹是非常困难的。然而，巴氏裂纹法测量材料韧性则因其操作简单而应用广泛，形成于维氏硬度压痕尖角处的裂纹可以用来计算获得材料的标称表观韧性值。这一表观韧性值对测量方法及样品表面制备方法敏感，会随其变化而变化。而本国标中明确制定了合理（良好）操作规范，从而使上述方法不确定度降至最低。

硬质合金的断裂韧性值有多种度量方法。其测量结果可以表示为应力强度因子，单位为MN·m-3/2，也可用表面断裂能表示，单位为J·m-2。典型的WC/Co硬质合金的断裂韧性值在7MN·m-3/2~25MN·m-3/2范围内。通常硬质合金的断裂韧性随其硬度增大而减小，两者呈相反的变化规律。

当应用于非限定的硬质合金时，“韧性”这个词可以有如下几种含义：

1. 平面应变断裂韧性，KIc，单位为MN·m-3/2，是通过测量拥有已定义几何模型的裂纹的样品在平面应变下获得的恰当几何形状而获得的。但是对于硬质合金来说没有标准方法，而且不同机构会采用不同的预制裂纹测试方法。

b）应变能释放率（或断裂功），G是另一种韧性可选择的表达方法，通常通过平面应变韧性，K计算得G[即公式：$G=\frac{K^{2}}{E\left（1-γ^{2}\right）}，$其中E是材料的杨氏模量，$γ$为泊松比]，G的单位是J·m-2，也没有标准测试方法。

c）巴氏韧性，W是通过测量从维氏硬度压痕的四个角发出的裂纹总长度得到的值。对于给定的压痕载荷，裂纹越短，则硬质合金越韧。

d）最后，从非严谨意义上认为，韧性被广泛用于描述物质性能与抗动态冲击能力的经验关系，既无标准、也不能量化，但是在硬质材料的工业应用中却是非常重​​要的。针对硬质合金，韧性也可以通过疲劳试验或高速率强度试验切实可行地获得，而不是传统的断裂韧性试验。

1）术语——对于这类材料有着一系列的条件，特别是硬质合金及金属陶瓷。本文中已采用“hardmetals”一词。它包含所有采用金属粘结剂的碳化物基硬质材料。在ISO 3252的术语中，“hardmetals”被描述为“一种具有高强度和耐磨性的烧结材料，其主要由难熔金属碳化物以及金属粘结相组成。” “Cemented carbide”同义于“硬质合金”。“金属陶瓷”定义为“大多数陶瓷类型由至少一种金属相与非金属相组成”。

有相当多的文献提到了硬质合金巴氏韧性试验。巴氏韧性（W）是通过维氏压痕顶角裂纹长度计算获得的韧性值，这个韧性值可以通过测量单一载荷下压痕，通常为30kgf获得载；也可通过计算一系列载荷下获得的裂纹长度对载荷的关系曲线的斜率的倒数获得。对于硬质合金，其裂纹深度剖面为出典型的巴氏模型，即，从压痕每个顶角处发散出相互独立的浅弧型裂纹。然而，表面裂纹长度存在测量还会受到仪器误差的影响。众所周知，必须要精心制备测试样品的表面，已消除样品表面残余应力的影响，因压痕引入的残余应力的不确定性，导致试验中仍存在微弱的断裂力学系统。

巴氏法的优势之一就是，在进行材料控制指标-硬度测量的同时也可以获得材料的巴氏韧性值。裂纹长度的获取及韧性的计算不用花太多额外的工作，便可以获得有用的材料性能数据，获取裂纹长度及韧性值的方法需严格遵循本标准。

本国际标准是基于英国国家物理实验室1998年出版的《巴氏韧性测量适用的实践指南》而制定。本标准给出了正确的操作规范将测量的不确定度水平降到最低。本标准的内容已经在VAMAS组织内部的技术转换工作中得到了验证。实验室里的实践也为硬质合金的韧性测试提供了坚强的技术信息支撑。超过10个工业组织参与了这次测试，他们或通过合作方式，如提供样品，或直接参与测试，其中有8家能够完成巴氏实验，并获得了能够用于定量评估这种简单测试方法的统计数据。一般认为单边预制裂纹悬梁测试法获得的数据最接近“真实值”，实践表明，巴氏试验数据的平均值能够很好的与之相对应。然而，为了确保两者之间有很好的相关性，需要特别注意测试样品的制备。

1. 前  言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用ISO 28079-2009《硬质合金—巴氏韧性试验》。

为便于使用，本标准做了下列编辑性修改：

——用“本标准”替代“本国际标准”；

——用小数点“.”代替作为小数点的逗号“，”；

——删除国际标准的前言、参考文献。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本标准起草单位：国家钨材料工程技术中心、厦门金鹭特种合金有限公司。

本标准主要起草人：

**硬质合金-巴氏韧性试验**

1. 范围

本标准规定了常温下采用压痕法测试硬质合金和金属陶瓷巴氏韧性的方法。

本标准旨在测试金属结合的碳化物和碳氮化物（常被称为硬质合金或金属陶瓷）的巴氏韧性，巴氏韧性通过测试维氏硬度压痕各个顶角发散出的裂纹总长度计算得到。本标准所提出的试验过程通常在常温下进行，如有约定可扩展至高温或低温下测试。本标准提出的测试过程应在常规实验室空气环境中进行；不应在腐蚀性环境（例如强酸或海水环境）中进行。

1. 规范性引用文件

下列文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 7997 硬质合金 维氏硬度试验方法

1. 符号和单位

3.1符号、说明及单位见表1。

**表1** 符号、说明及单位

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 符号 | 说明 | 单位 |
| *A* | 常数0.0028 | － |
| *d* | 压痕对角线平均值 | mm |
| *d*1*,d*2 | 单个压痕对角线值 | mm |
| *E* | 杨氏模量 | N·mm-2 |
| *F* | 压痕载荷（韧性计算） | N |
| *G* | 应变能释放率 | J·m-2 |
| *H* | 硬度 | kgf·mm-2 |
| *HV(p)* | 载荷P（kgf）下的维氏硬度 | kgf·mm-2 |
| *KⅠc* | 平面应变断裂韧性 | MN·m-3/2 |

**表1 符号及说明（续）**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 符号 | 名称 | 单位 |
| *l*n | 压痕顶角处裂纹长度 | mm |
| *P* | 压痕载荷（维氏硬度方法） | kgf |
| *T* | 总裂纹长度 | mm |
| *t*n | 顶点到顶点的裂纹长度 | mm |
| *W*G | 巴氏韧性 | N·mm-1或J·m-21 N·mm-1=1000 J·m-2 |
| *W*K | 巴氏断裂韧性 | MN·m-3/2 |
| *γ* | 泊松比 | － |

1. 试样及样品制备

4.1试样尺寸和取样

本标准对试样的外形无特殊要求，只要能够在试样上制备出满足压痕测试的平整且平行一组试样面（测试面及其背面）。加压热镶嵌能够制得平行的平面，而冷镶嵌不能够制得平行平面。

用金刚石切割机或电火花切割设备容易获得平行的试样面。切割后的试样表面应该加以抛光。建议在最终抛光前应去除至少0.2mm厚度的材料，以确保测试面具有代表性。例如，硬质合金维氏硬度测试国标(见GB/T 7997)规定去除0.2mm。

**注：**在M.Heinonen(UNMIST)[19]文献中建议试件的尺寸厚度至少是裂纹长度的10倍。由于试样的应力状态取决于支撑压痕及其裂纹的材料量，过薄的试样可能无法给出有代表性的结果。采用热固性树脂镶嵌试样，可以方便而直接地制作平整且平行的测试面。然而，缺点在于因随后需要进行退火处理（通常在真空中800oC热处理1h）以消除表面残余应力，进退火炉前需从树脂中取出试样。

4.2 试样表面制备

试样表面的平整是压痕形状规则的基本要求。在测试时，可通过测量维氏压痕对角线长度来确认试样表面的平整度。如果压痕的两对角线长度差异超过1%，则表明试样表面不平整，该测试结果无效。

鉴于碳化硅砂轮会引入更大的残余应力，本方法要求采用金属粘结型40μm粒度金刚石砂轮，在有磨削液情况下对试样表面进行磨削加工。然后对磨削平面进行抛光处理，建议至少采用三个磨料粒级进行抛光，先用最小粒度为30μm金刚石磨料，随后用6μm和1μm进行抛光，最后阶段需要采用无绒布。

**注：**如果最后的抛光阶段时间足够长，能够去除平磨中所有的损伤，这个工序就可以制备出无应力的表面。然而，由于没有大量的仅抛光与抛光后退火的试样测试数据结果相比较，很难证明以上的情况。

4.3 试样表面条件

文献证明，稳定的测试结果要求试样表面无残余应力（见文献8）。抛光去应力的方法需要繁琐的系统性测量以确保试样表面不受应力的影响，在实际操作中几乎不可行。通常，将试样的表面抛光至满足微观结构金相观察，然后按照Exner的研究结果[8]在800℃真空退火1小时即可去除残余应力。

**注：**在Exner的研究之后，近些年开发的具有更细的WC粒度（在抛光腐蚀试样面上通过直线截距法测量粒度小于0.8μm）的新牌号材料很可能存在更高的残余应力。消除这些材料残余应力可能需要更长的退火时间，或者更高的退火温度。采用更高的退火温度可能是更好的选择，但需要进一步研究验证。退火步骤增加了试样表面制备过程的复杂性，但是它确保了表面不存在残余应力。

如果在没有退火的抛光表面进行测试，应当在测试报告中注明。

1. 仪器

5.1 概述

试样进行压痕试验所使用的测试设备应按照国家标准进行校准。应定期检查压痕的形状，以判断压头是否存在损伤。可以在硬度计附带的显微镜中测量对角线和裂纹长度，也可以使用独立的显微镜对这些尺寸进行测量，但应采用相应标准对测量装置进行校正。

5.2 压痕

压痕的测试方法及测试设备应与GB/T 7997的要求一致。应采用国家认可的机构检验并颁发证书的金刚石压头。

5.3 压痕和裂纹测量

用已计量的显微镜测量压痕对角线和裂纹长度。也可以将图像投影到屏幕上，该屏幕须按照国家标准采用阶段式网格进行校正。

1. 测试步骤和测试条件

6.1压痕

采用静载荷硬度计制取压痕 ，所用硬度计应每年最少校正一次。本标准推荐采用维氏金刚石压头在单一载荷（而非系列载荷）下制得压痕。制取压痕的载荷应为30kgf；当在此载荷下无可见裂纹，则可将载荷增加为100kgf。有时，在100kgf载荷下仍无可见裂纹，除非有更深入的研究验证，本标准建议加载超过100kgf的测量结果无效。测量时应该首先制取两个压痕，比较两者计算的韧性值，如果按照程序，符合测量的不确定度（见第8小节），则认为这两个测试结果可接受。如果两者之间的差值超过不确定度，则应该加测第三个压痕，并且测试结果用带有标准偏差的平均值表示。如果两个测试值在测量不确定性内，则结果用不带标准偏差的平均值表示。

另外，也可采用一系列的载荷制取压痕，通过绘制载荷与压痕总长度关系曲线，计算材料的韧性。如果用这种方法获取*WG*值和*WK*值，应在测试报告中注明。

6.2 压痕和裂纹长度测量

本标准建议采用光学测量压痕的对角线及裂纹长度（如图1所示），放大倍率应至少为500倍，且测量时所用的每个放大倍率均经过校正。

如果有合适的显微镜，可以把压痕和裂纹拍摄图片或将其图像投影到测量屏上。测量并记录两个压痕对角线长度。在放大500倍下，如果两对角线长度差超过2mm，则表明试样不够平整，需要重新进行试验。

本方法推荐两种测量裂纹长度的方法。测试结果与裂纹长度测量方法无关，以下两种方法均可使用。

a) 方法A：

分别测量两个对角线方向上从一个裂纹末端到另一段裂纹末端的距离，总裂纹长度为这两个值之和减去压痕对角线长度之和（见图1）。

**注意：**如果放大倍数是500倍，这个方法是不可行的，因为一个裂纹末端到另一裂纹末端的距离通常太长，一个视野内不能完全呈现。

b) 方法B：

在500倍下，测量压痕的每个顶点到其裂纹末端的距离，获得每一条裂纹的长度。将裂纹长度相加就可获得总裂纹长度。如果裂纹的起点与压痕顶点未重合，则需沿着压痕的边缘从裂纹起始的地方测量裂纹长度。



**图1 巴氏压痕法表征示意图**

硬度：
 $ H =\frac{1.8544×P}{\left[\left(d\_{1}+d\_{2}\right)×\frac{1}{2}\right]^{2}}$ (1)

压痕加载*P*通常为30kgf。

以下为计算裂纹长度*l*n和韧性*W*的可选方法（见图1所示）。

1) 可选方法1：

i) 测量裂纹末端之间的距离：

 $ t\_{1}=l\_{1}+l\_{2}+d\_{1}$ (2)

 $ t\_{2}=l\_{3}+l\_{4}+d\_{2}$ (3)

ii) 测量压痕对角线长度$d\_{1}$和$d\_{2}$，

iii) 巴氏韧性计算公式：

 $W\_{G}=\frac{P}{\left(t\_{1}-d\_{1}\right)+\left(t\_{2}-d\_{2}\right)}$  (4)

2) 可选方法2：

i) 测量从压痕顶角到其裂纹末端的裂纹长度*l*1至*l*4：

$T=l\_{1}+l\_{2}+l\_{3}+l\_{4}$ (5)

或$T=\left(t\_{1}-d\_{1}\right)+\left(t\_{2}-d\_{2}\right)$ (6)

ii) 巴氏韧性计算公式：

 $W\_{G}=\frac{P}{T}$ (7)

6.3测试有效性

如果从压痕顶角发散出的裂纹不止一条，应舍去该压痕，且测试无效。

如果裂纹总长度少于40μm，可认为该测试结果存在较大的不确定性，在试验报告里应特别注明。

**注：**对于30kgf的加载，硬度1000HV30的材料对应韧性值WG为7360 N•m-1(或WK约为25 MN.m-3/2)。这些硬度为1000HV30的材料可能存在粗晶微观结构，即压痕每个顶角的单独裂纹长度不超过1个或2个晶粒粒径。裂纹太短而无法保证该裂纹值取样结果在硬质合金试样整个体积上具有代表性。

在30kgf的载荷下，如果两压痕对角线长度差超过4μm（4μm在500倍的放大倍数下为2mm。），则表明该试样表面不够平整，测试无效。

1. 分析

7.1 维氏硬度

取两个对角线的平均值除以该放大倍数下的校准值，转换为真实值*d*，单位为mm。硬质合金维氏硬度HV的计算公式如下：

$ H V=\frac{1.8544×P}{d^{2}}$ (8)

对应不同的载荷表示为HV30或HV100，单位为kgf。

**注：**各种硬度标准正转化为N•mm-2而非kgf•mm-2。目前，维氏硬度测试的国际标准方法（ISO 6507-1）用kgf表示，所以这个惯例被保留在本标准中。

硬度值只保留至整数位，例如，大于1000HV为4位有效数字；小于1000HV为3位有效数字。

7.2 韧性

可以计算两种不同的韧性值，即巴氏韧性*WG*和巴氏断裂韧性*WK*（见引言）。

以下为巴氏韧性计算公式，方法A（单一压痕加载）

 $W\_{G}=\frac{F}{T}$ (9)

以下为巴氏断裂韧性计算方程式，方法B（多载荷值）

 $ W\_{K}=A\sqrt{HV}×\sqrt{W\_{G}}$ (10)

对于方法B（多载荷值），比值F/T是裂纹总长度和加载值拟合直线斜率的倒数。HV单位为N•mm-2并且A值为0.0028。

如果制备了两个压痕或试样，计算两个值并报出其平均值；如果获得三个或者更多压痕或试样，取其平均值以及标准偏差。结果应保留三位有效数字。

1. 测量不确定度

巴氏测试方法区分各种材料韧性的能力，取决于材料的硬度。对于硬度为2000HV，不确定度为±10 N•mm-1；对于硬度为1500HV，不确定度为±110N•mm-1；对于硬度为1250HV，不确定度为550N•mm-1。

9、试验报告

建议采用附录A的形式出具测试报告，报告中至少需要包含以下信息：

a） 本标准编号；

b） 材料的类型和条件；

c） 试样的标识；

d） 试样的取样位置和方向；

e） 表面制备方法；

f） 压痕载荷；

g） 分析方法；

h） 结果为表格形式或者生成计算机文件；

i） 有效性评定；

j） 不在本标准规定之内的各种操作；

k） 影响实验结果的各种细节。

**附录A**

**(内容摘要)**

**报告形式-硬质合金的巴氏韧性测量**

**A.1 概要**

硬质合金巴氏韧性测试的报告形式见A.2所示。报告中应包含的典型内容指导文件。

**A.2 报告形式**

**表A.1—材料**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **涉及** | **描述** | **注释** |
| 材料 | 来源 | 金鹭特种合金有限公司 |
| 标识 | GU20 |
| 组分 | WC/6%Co |
| 矫顽磁力 | 50kAm-1 |
| 磁矩 | 0.80μTm3·kg-1 |
| 形状 | 长方条 |
| 热处理/加工 | 烧结态 |
| 试样信息 | 尺寸 | 40×5×20 mm |
| 抛光面积 | 40×20 mm |
| 规范 | 应用标准 | GB/T XXX |

**表A.2—测试组织**

|  |  |
| --- | --- |
| **单位：** | 国家钨材料工程技术研究中心 |
| **姓名：** | XXX |
| **签名：** | XXX |
| **日期：** | XXXX.XX.XX |

**表A.3—压痕参数**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **涉及** | **描述** | **注释** |
| 表面制备 | 仅抛光或抛光及退火 | 抛光且真空下800oC退火处理1h |
| 测试步骤 | 方法1：单压痕载荷 | 30kgf |
| 方法2：多压痕载荷 | 不使用 |
| 压痕数量 | 3 |
| 环境 | 室温，空气 |
| 裂纹长度测试方法 | 光学，×515倍（已标定） |
| 压痕对角线测量方法 | 光学，×515倍（已标定） |
| 测试有效性 | 压痕形状规则性 | 符合，测试有效 |
| 裂纹长度大于40μm | 符合，测试有效 |
| 多个顶角裂纹 | 否，测试有效 |

**表格A.4—结果与分析**(用数据表格)

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **单个记录**a试样标识 | **压痕对角线**b | **硬度**HV30 | **裂纹总****长度**bμm | **巴氏韧性**b |
| d1 | d2 | 平均 | WG | WK |
| μm | μm | μm | N·mm-1 | MN·m-3/2 |
| MHM15Ca1 | 204 | 204 | 204 | 1337 | 162 | 1820 | 13.7 |
| MHM15Ca2 | 203 | 203 | 203 | 1350 | 168 | 1750 | 13.5 |
| MHM15Ca3 | 206 | 204 | 205 | 1324 | 155 | 1900 | 13.9 |
| MHM15Cb1 | 203 | 205 | 204 | 1337 | 132 | 2230 | 15.1 |
| MHM15Cb2 | 206 | 204 | 205 | 1324 | 143 | 2060 | 14.5 |
| MHM15Cb3 | 204 | 204 | 204 | 1337 | 128 | 2300 | 15.4 |
| MHM15Cc1 | 204 | 204 | 204 | 1357 | 160 | 1840 | 13.8 |
| MHM15Cc2 | 203 | 205 | 204 | 1357 | 142 | 2070 | 14.6 |
| MHM15Cc3 | 203 | 203 | 203 | 1350 | 138 | 2130 | 14.9 |
| a 对于3个试样，3次测量/试样。b 3个有效数字。 |

**表格A.5—平均值**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **试样代码** | **硬度平均值**HV30 | **巴氏韧性**a |
| WGN·mm-1 | s | WKMN·m-3/2 | *s* |
| MHM15C | 1333 | 2010 | ±190 | 14.4 | ±0.70 |
| a如果*s*(标准偏差)适当，采用3个有效数字。 |

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_