



中华人民共和国国家标准

GB/T 33819—2017/ISO 28079:2009

硬质合金 巴氏韧性试验

Hardmetals—Palmqvist toughness test

(ISO 28079:2009, IDT)

2017-05-31 发布

2017-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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,本标准对 ISO 28079:2009 进行了下列编辑性修改:

——为了便于使用,第 3 章中 HV(*P*) 增加了 N/mm² 作为单位;

——将 6.2 中 *W*,更正为 *W_G*;

——增加了附录 A 的注释。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:厦门钨业股份有限公司(技术中心)、厦门金鹭特种合金有限公司、南昌硬质合金有限责任公司。

本标准主要起草人:陈栋玳、朱桂容、聂洪波、张守全、孙晓昱、张宇奇。

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。

本标准适用于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用在常规实验室空气环境中进行;不用在腐蚀性环境(例如强酸或海水环境)中进行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件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。

ISO 3878 硬质合金 维氏硬度试验方法(Hardmetals—Vickers hardness test)

3 符号和单位

下列符号和单位适用于本文件。

A : 常数 0.002 8。

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 。

$\text{HV}(P)$: 载荷 P (kgf) 下的维氏硬度, kgf/mm^2 或 N/mm^2 。

K_{IC} : 平面应变断裂韧性, $\text{MN/m}^{3/2}$ 。

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 或 J/m^2 , $1 \text{ N/mm} = 1\,000 \text{ J/m}^2$ 。

W_K : 巴氏断裂韧性, $\text{MN/m}^{3/2}$ 。

ν : 泊松比。

4 试样及试样制备

4.1 试样尺寸及取样

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的一组试

GB/T 33819—2017/ISO 28079:2009

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加以抛光。建议在最终抛光前应去除 0.2 mm 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标准(见 ISO 3878)规定去除 0.2 mm。

注:在 M.Heinonen(UNMIST)^[19]文献中推荐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 800 ℃热处理 1 h)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 40 μm 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 30 μm 金刚石磨料,随后用 6 μm 和 1 μm 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

稳定的测试结果要求试样表面无残余应力(见参考文献[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 h 即可去除残余应力。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。

注: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 0.8 μm)的新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。

5 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 ISO 3878 的要求一致。金刚石压头应采用标准样。

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,按照相关标准采用镜台测微尺进行校正。

6 测试步骤和测试条件

6.1 压痕制取

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 30 kgf,当在此载荷下无可见裂纹,则可将载荷增加为 100 kgf。有时,在 100 kgf 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 100 kgf 的测量结果无效。测量时应首先制取两个压痕,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 章),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 W_0 值和 W_K 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 2 mm,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(见参考文献[28]),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: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段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。

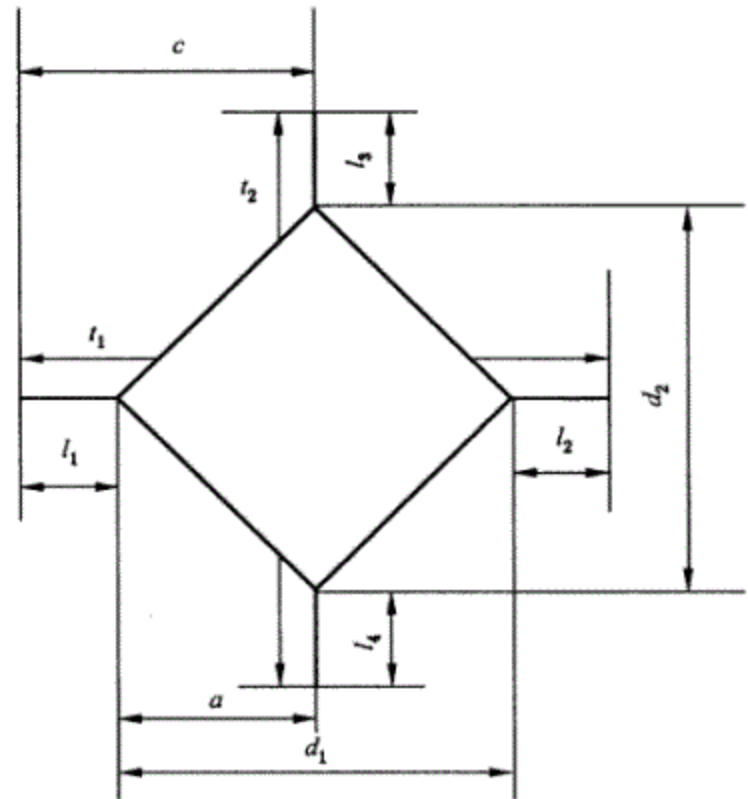


图 1 巴氏压痕法表征示意图

硬度：

$$H = \frac{1.854\,4 \times P}{\left[(d_1 + d_2) \times \frac{1}{2} \right]^2}$$

.....(1)

压痕加载 P 通常为 30 kgf。
以下为计算裂纹长度 l_n 和韧性 W_G 的可选方法(如图 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：

$$W_G = \frac{P}{(t_1 - d_1) + (t_2 - d_2)}$$

.....(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 $l_1 \sim l_4$ ：

$$T = l_1 + l_2 + l_3 + l_4$$

.....(5)

$$\text{或 } T = (t_1 - d_1) + (t_2 - d_2)$$

.....(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 40 μm，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 30 kgf 的加载，硬度 1 000HV30 的材料对应韧性值 W_G 为 7 360 N/m(或 W_K 约为 25 MN/m^{3/2})。这些硬度为 1 000HV30 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 30 kgf 的载荷下,如果两压痕对角线长度差超过 4 μm(4 μm 在 500 倍的放大倍数下为 2 mm),则表明该试样表面不够平整,测试无效。

7 分析

7.1 维氏硬度

取两个对角线读数的平均值除以该放大倍数下的校准值,转换为 d 。硬质合金维氏硬度 HV 的计算公式如下:

$$HV = \frac{1.8544 \times P}{d^2} \dots\dots\dots(8)$$

30 kgf、100 kgf 载荷的维氏硬度值分别表示为 HV30、HV100。

注:各种硬度标准正转化为 N/mm²而非 kgf/mm²。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 1 000 HV 为 4 位有效数字;小于 1 000 HV 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 W_G 和巴氏断裂韧性 W_K 。

以下为巴氏韧性计算公式,方法 A(单一压痕载荷):

$$W_G = \frac{F}{T} \dots\dots\dots(9)$$

以下为巴氏断裂韧性计算公式,方法 B(多载荷值):

$$W_K = A \sqrt{HV} \times \sqrt{W_G} \dots\dots\dots(10)$$

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/mm²并且 A 值为 0.002 8。

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。

8 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 2 000 HV,不确定度为 ±10 N/mm;对于硬度为 1 500 HV,不确定度为 ±110 N/mm;对于硬度为 1 250 HV,不确定度为 ±550 N/mm。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 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 and 方向;
- e) 表面制备方法;
- f) 压痕载荷;

GB/T 33819—2017/ISO 28079:2009

- g) 分析方法；
- h) 表格形式或者生成计算机文件形式的结果；
- 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 A¹⁾
(资料性附录)
硬质合金巴氏韧性试验报告形式

A.1 概要

硬质合金巴氏韧性试验的报告形式见 A.2。报告中已包含典型的给出内容。

A.2 报告形式

表 A.1 材料

涉及	描述	注释
材料	来源	Marshall's 硬质合金
	标识	MHM15C
	组分	WC/6%Co
	矫顽磁力	50 kAm ⁻¹
	磁矩	0.80 μTm ³ · 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 33819

表 A.2 测试组织

单位：	国家物理实验室
姓名：	×××
签名：	×××
日期：	××××.××.××

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 800 ℃退火处理 1 h

1) 附录 A 为测试报告模板,在我国实用性不强。实际出具报告时,可根据实际情况决定是否使用附录 A 的报告形式。

表 A.3 (续)

涉及	描述	注释
测试步骤	方法 1:单压痕载荷	30 kgf
	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 40 μm	符合,测试有效
	多个顶角裂纹	否,测试有效

表 A.4 结果与分析(数据用表格)

单个记录 ^a 试样标识	压痕对角线 ^b			硬度 HV30	裂纹总 长度 ^b μm	巴氏韧性 ^b	
	d_1 μm	d_2 μm	平均 μm			W_G N·mm ⁻¹	W_K MN·m ^{-3/2}
MHM15Ca1	204	204	204	1 337	162	1 820	13.7
MHM15Ca2	203	203	203	1 350	168	1 750	13.5
MHM15Ca3	206	204	205	1 324	155	1 900	13.9
MHM15Cb1	203	205	204	1 337	132	2 230	15.1
MHM15Cb2	206	204	205	1 324	143	2 060	14.5
MHM15Cb3	204	204	204	1 337	128	2 300	15.4
MHM15Cc1	204	204	204	1 357	160	1 840	13.8
MHM15Cc2	203	205	204	1 357	142	2 070	14.6
MHM15Cc3	203	203	203	1 350	138	2 130	14.9
^a 对于 3 个试样,3 次测量/试样。							
^b 3 个有效数字。							

表 A.5 平均值

试样代码	硬度平均值 HV30	巴氏韧性 ^a			
		W_G N·mm ⁻¹	s	W_K MN·m ^{-3/2}	s
MHM15C	1 333	2 010	±190	14.4	±0.70
^a 如果 s (标准偏差)适当,采用 3 个有效数字。					

参 考 文 献

- [1] ISO 3252 Powder metallurgy—Vocabulary
- [2] ISO 6507-1 Metallic materials—Vickers hardness test—Part 1: Test method
- [3] ROEBUCK, B. and ALMOND, E.A. Deformation and fracture processes and the physical metallurgy of WC/Co hardmetal. *Int. Mater. Rev.* 1988, 33(2), pp. 90-110.
- [4] BROOKES, K.J.A. *World Directory and Handbook of Hardmetals and Hard Materials*, 5th ed, International Carbide Data, UK, 1992.
- [5] WARREN, R. and MATZKE, H.J. Indentation testing of a broad range of cemented carbides, *Proc 1st Int. Conf. on Science of Hard Materials*, edited by Viswanadham, Rowcliffe and Gurland, Plenum Press, New York, 1981, pp. 563-582.
- [6] SHETTY, D.K., WRIGHT, I.G., MINCER, P.N. and CLAUER, A.H. Indentation fracture toughness of WC-Co composites, *J. Mater. Sci.*, 1985, 20, pp. 1873-1882.
- [7] SPIEGLER, R., SCHMAUDER, S. and SIGL, L.S. *J. Hard Mater.* 1990, 1(3), pp. 147-158.
- [8] EXNER, H.E. The influence of sample preparation on Palmqvist's method for toughness testing of cemented carbides. *Trans. Met. Soc. AIME*, 1969, 245, pp. 677-683.
- [9] VISWANADHAM, R.K. and VENABLES, J.D. A simple method for evaluating cemented carbides. *Met. Trans. A.*, 1977, 8A, pp. 187-191.
- [10] PETERS, C.T. The relationship between Palmqvist indentation toughness and bulk fracture toughness for some WC-Co cemented carbides. *J. Mater. Sci.*, 1979, 14(7), pp. 1619-1623.
- [11] NIIHARA, K., MORENA, R. and HASSELMAN, D.P.H. Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios. *J. Mater. Sci. Lett.*, 1982, 1, pp. 13-16.
- [12] LAUGIER, M.T. Palmqvist cracking in WC-Co composites. *J. Mater. Sci. Lett.*, 1985, 4(2), pp. 207-210.
- [13] SINGH, S. and RAMAKRISHNAN, P. Palmqvist toughness of cemented carbide alloys. *Int. J. Refract. Hard Met.*, 1985, 4(1), pp. 27-30.
- [14] LAUGIER, M.T. Palmqvist indentation toughness in WC-Co composites. *J. Mater. Sci. Lett.*, 1987, 6, pp. 897-900.
- [15] LAUGIER, M.T. Palmqvist toughness in WC-Co composites viewed as a ductile/brittle transition. *J. Mater. Sci. Lett.*, 1987, 6, pp. 768-770.
- [16] SHIN, Y., CAO, W., SARGENT, G. and CONRAD, H. Effects of microstructure on hardness and Palmqvist fracture toughness of WC-Co alloys. *Mater. Sci. Eng.*, 1988, A105-A106, pp. 377-382.
- [17] ZHANG, S.H. and LIU, Y.X. Palmqvist indentation fracture toughness of WC-Co cemented carbide alloys. *Modern Developments in Powder Metallurgy*, 19, Orlando, Florida, USA, June 1988. Metal Powder Industries Federation, USA, pp. 33-41.
- [18] LAUGIER, M.T. Validation of the Palmqvist indentation approach to toughness determination in WC-Co composites. *Ceram. Int.*, 1989, 15(2), pp. 121-125.
- [19] HEINONEN, M. *Comparison of Fracture Toughness Values for Cermet Materials*, MSc Thesis, 1996, UMIST, Manchester, UK.

- [20] ALMOND, E.A. and ROEBUCK, B. Indentation Experiments in the SEM. SEM Systems and Applications, University of Newcastle upon Tyne, UK, July 1973, ed. IoP, London & Bristol, pp. 106-111.
- [21] PALMQVIST, S. Metod att bestämma segheten hos spröda material, särskilt hårdmetaller. Jernkontorets. Ann., 1957, 141, p. 300.
- [22] PALMQVIST, S. Rissbildningsarbeit bei Vickers-Eindrücken als Maß für die Zähigkeit von Hartmetallen. Arch. Eisenhüttenwes., 33, 1962, pp. 629-634.
- [23] DAWIHL, W. and ALTMAYER, G. Z. Metallk., 55, 1964, pp. 231-237.
- [24] ALMOND, E.A. and ROEBUCK, B. Some observations on indentation tests for hardmetals, Conf. on Recent Advances in Hardmetal Production, Loughborough, England, 1979, MPR, pp. 31-1.
- [25] ALMOND, E.A. and ROEBUCK, B. Extending the use of indentation tests, Int. Conf. on Science of Hard Materials, Jackson, Wyoming, USA, 1981, Plenum, New York, 1983, pp. 597-614.
- [26] PINOT, L. and OSTERSTOCK, F. The transition from Palmqvist to median-radial crack systems within WC-Co cermets. Key Eng. Mater., 1997, 132, pp. 472-475.
- [27] SCHUBERT, W.D, NEUMEISTER, H, KINGER, G. and LUX, B. Hardness to toughness relationship of finegrained WC-Co hardmetals, 14th International Plansee Seminar, V4, Reutte, Austria, May 1997.
- [28] ROEBUCK, B., BENNETT, E.G., LAY, L.A. and MORRELL, R. NPL(GPG)009, June 1998. The Measurement of Palmqvist Toughness for Hard and Brittle Materials.
- [29] ROEBUCK, B. and BENNETT, E.G. Hardmetal Toughness Tests, VAMAS Report No. 48, NPL, March 2005.
-

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

硬质合金 巴氏韧性试验

GB/T 33819—2017/ISO 28079:2009

*

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 1 字数 18 千字

2017年6月第一版 2017年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-55813 定价 18.00 元



GB/T 33819-2017