

团 体 标 准

T/SZS 4018-2020

贵金属饰品硬度测试方法 显微维氏硬度法

Hardness test method of precious metal jewelry Vickers hardness test
method

2020-05-15 发布

2020-05-15 实施

深 圳 市 深 圳 标 准 促 进 会 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司提出。

本标准由深圳市深圳标准促进会归口。

本标准起草单位：深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、贵金属及珠宝玉石饰品企业标准联盟、深圳市甘露珠宝首饰有限公司、深圳市星光达珠宝首饰实业有限公司、深圳百泰投资控股集团有限公司、深圳市翠绿首饰股份有限公司、深圳宝福珠宝有限公司、深圳市宝怡珠宝首饰有限公司、深圳市吉盟珠宝股份有限公司、深圳市联合蓝海科技开发有限公司、深圳市海泰仪器设备有限公司、深圳市溯源质量检测 and 标准化技术有限公司、深圳市瑞麒珠宝首饰有限公司、深圳市金弘珠宝首饰有限公司、深圳市钻之韵珠宝首饰有限公司、深圳市粤豪珠宝有限公司、深圳市金玉福珠宝首饰有限公司、深圳市金明珠珠宝首饰有限公司、东莞市金龙珠宝首饰有限公司。

本标准主要起草人：王德雨、高亚伟、张海龙、杨佩、郑焕坚、李章平、高婷、罗雪莹、徐兴阳。

贵金属饰品硬度测试方法 显微维氏硬度法

1 范围

本标准规定了贵金属饰品维氏硬度试验的原理、试验设备、试样要求、试验步骤、试验要求、结果的不确定度及实验报告。

本标准适用于贵金属饰品维氏硬度的测定。

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。

GB/T 4340.1 金属材料 维氏硬度试验 第1部分: 试验方法

GB/T 4340.2 金属材料 维氏硬度试验 第2部分: 硬度计的检验与校准

GB/T 4340.3 金属材料 维氏硬度试验 第3部分: 标准硬度块的标定

GB/T 4340.4 金属材料 维氏硬度试验 第4部分: 硬度值表

GB/T 13298 金属显微组织检验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

同类试验面 similar test surface

具有相同材料组分、相同加工状态(包括表面处理状态)的试验面。

3.2

焦深法 depth of field method

利用光学成像系统的焦深,计算得到清晰视野的曲面高度,再根据三角关系得到曲面半径的方法。

4 原理

4.1 按 GB/T 4340.1 第 3 章执行。

4.2 曲面上的显微维氏硬度测定需选取曲面上的最高点进行测试,保证压头能垂直试验面施加试验力。对环状首饰上曲面最高点聚焦后,目镜中清晰视野是以最高点为中心的椭圆形。利用焦深法测定曲面的平均曲率半径(参见附录 C),进行曲面维氏硬度值的修正计算。

5 试验设备

5.1 显微维氏硬度计：硬度计应符合 GB/T 4340.2 规定，能施加的试验力范围应为 0.09807 kgf~1.961 kgf(0.01N~0.2N)；压头应是具有正方形基面的金刚石锥体，并符合 GB/T 4340.2 的规定；压痕测量装置应符合 GB/T 4340.2 的相应的要求。

5.2 夹具：平口夹具，薄片夹具，细丝夹具等。

5.3 热镶机。

5.4 冷镶模具：可用硬橡胶、聚四氟乙烯塑料、纸盒等。

5.5 镶嵌材料：热镶材料选用热固性或热塑性树脂，冷镶材料选用聚酯树脂、环氧树脂及相应固化剂。

5.6 无水乙醇或丙酮。

6 试样

6.1 制备试样时，应使热或冷加工等因素对试样表面硬度的影响减至最小。

6.2 对于小截面或外形不规则的贵金属饰品试样，应将试样进行镶嵌或使用专用夹具试台进行试验，试样镶嵌操作按照 GB/T 13298 中的规定执行，并保证与压头接触的试验面平坦光滑，表面质量应能保证压痕对角线长度的测量精度。

6.3 试样或试验层厚度至少应为压痕对角线长度的 1.5 倍。对于不可进行加工的试样，应控制试验力的大小，避免试验后试样背面出现可见变形压痕。

6.4 加工试样时建议根据贵金属材料特性对试样表面进行抛光处理，条件允许的情况下建议采用电解/化学抛光工艺。

7 试验步骤

7.1 在试验前或在更换压头后，应用标准维氏硬度块进行校验，以判别压痕形状和硬度测定值是否正确，而且开机测试的第一个点通常不计，仅供参考，从第二点开始有效。

7.2 清洁试台，保证上面无其他污染物，并调至水平。将试样稳固地放在刚性支撑台上，以保证在试验过程中试样不发生位移。

7.3 清洁试验接触的表面，保证无外来污染物，尤其不应有油脂，可用无水乙醇或丙酮对表面进行清洗擦拭。

7.4 对于在曲面试样上进行试验，在样品稳固放置后，应移动试台选择曲面相对水平线的最高点进行测试，以保证压头能垂直于试验面施加试验力。

7.5 为准确选择最高点进行测试，首先移动载物台对齐测试点范围，调焦至有视野变清晰，持续观察目镜内视野，增大物镜与样品之间的距离，同时调整载物台使样品向视野清晰的一侧运动，直至样品与物镜处于最大工作距离时，视野范围的中心或中心线为最清晰像，此处即为测试位置的最高点位置。

注：视野对准最高点，继续增大距离，清晰像与模糊像的分界线从四周向视野中心移动，而不是从一侧移动到另外一侧。

7.6 水平移动载物台，观察并记录测试位置的粗糙程度与清晰像的形状和尺寸，然后调回至最高点进行测试。

7.7 等待压头测试完成, 转换至显微镜观察压痕形状, 测量并记录压痕对角线长度, 计算维氏硬度值。在曲面上测试的结果, 应使用附录A表A.1~表A.3进行修正。

8 试验要求

8.1 试验温度在10℃~35℃下进行。

8.2 试验力应在0.09807 kgf(0.01N)到1.961 kgf(0.2N)范围内, 推荐试验力为0.9807 kgf(0.1N) 和1.961 kgf(0.2N)。

8.3 使压头与试样表面接触, 施加试验力的过程不应有冲击和振动, 直至将试验力施加至规定值。从加力开始至全部试验力施加完毕的施加应在2s~8s之间, 压头下降速度应在15 μm/s~70 μm/s之间。

试验力保持时间为10s~15s。对于纯度高而软的试样, 试验力保持时间可以延长, 直至试样不再发生塑性变形, 但应在硬度试验结果中注明且误差应在2s以内。在整个试验期间, 硬度计应避免受到冲击和振动。

8.4 在同类试验面上进行三次硬度测定, 计算算术平均值。

8.5 从任何一个压痕中心到试样边缘距离, 对于贵金属合金、维氏硬度不小于HV 40的贵金属饰品至少应为压痕对角线长度的2.5倍, 对于维氏硬度小于HV 40的贵金属饰品至少应为压痕对角线长度的3倍。

两相邻压痕中心之间的距离, 对于贵金属合金、维氏硬度不小于HV 40的贵金属饰品至少应为压痕对角线长度的3倍, 对于维氏硬度小于HV 40的贵金属饰品至少应为压痕对角线长度的6倍。如果两相邻压痕大小不同, 应为较大压痕确定压痕间距。

8.6 放大系统应能将对角线放大到视场的15%~65%。压痕两对角线长度之差, 在平面上应不超过对角线长度平均值的5%, 在曲面上应不超过对角线长度平均值的8%, 如果超过规定值, 则应在试验报告中注明。当压痕形状不完整或畸形时, 其结果无效。

注: 应注意材料的各向异性, 例如经过严重冷加工变形的材料, 在这些材料上压出的压痕, 两条对角线的长度会明显不同, 如可能, 应使压痕对角线方向与冷加工变形方向成45°角。

9 结果的表示

9.1 维氏硬度值的计算

测量压痕两条对角线长度, 用其算术平均值按式(1)计算试样的维氏硬度, 也可按 GB/T 4340.4 查出维氏硬度值。

$$HV = \frac{1}{g_n} \times \frac{2F \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} \approx 0.1891 \frac{F}{d^2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

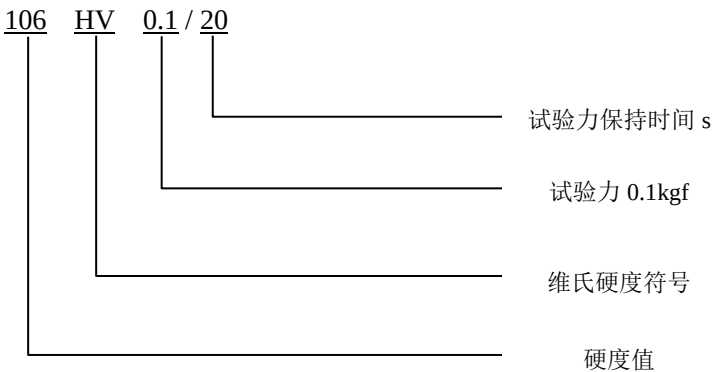
HV ——维氏硬度, 单位为 N/mm² (MPa)。

$\frac{1}{g_n}$ ——常数, 等于 0.102。 g_n 为 kgf 转化为 N 的转化因子, 为 9.80665。

α ——金刚石压头顶部两相对面夹角（ 136° ），单位为度（ $^\circ$ ）。
F——试验力，单位为牛顿（N）。
d——两压痕对角线长度 d_1 和 d_2 的算术平均值，单位为毫米(mm)。
至少以 3 个有效数据点计算算术平均值作为试样的维氏硬度值，结果保留 3 位有效数字。

9.2 维氏硬度的表示

维氏硬度用 HV 表示，符号之前为硬度值，符号之后按如下顺序排列：



注：当试验力保持时间为10~15s，则保持时间可省略不写。

9.3 结果的不确定度

对于硬度试验，可能由以下两种评定测量不确定度的方法：
——基于在直接校准中对所有出现的相关不确定度分项的评估。
——基于用标准硬度块进行间接校准。测定指导参见附录B。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准编号；
- b) 辨别试样所必需的详细描述；
- c) 试验条件；
- d) 试验结果；
- e) 试验时试样的试验面；
- f) 不在本部分规定之内的各种操作；
- g) 影响试验结果的各种细节。

注：仅在试验力相同的情况下，才可以对硬度值作精确比较。

附 录 A
(规范性附录)

在曲面上进行试验时使用的修正系数表

A. 1 凸球面

表 A.1 给出了在凸球面上进行试验时的修正系数。

修正系数根据压痕对角线 d 的平均值与球直径 D 的比率列表，位于两比率之间的通过内插法求得修正系数。

示例：

凸球面 $D=13\text{mm}$
试验力 $F=0.9807\text{N}$
压痕对角线平均值 $d=45.7\mu\text{m}$

$$\frac{d}{D} = \frac{45.7 \times 10^{-3}}{13} = 0.0035$$

$$HV = 0.1891 \times \frac{0.9807}{0.0457^2} = 88.8HV0.1$$

用表 A.1 通过内插法求得修正系数=0.996

球体硬度=88.8×0.996=88.4HV0.1

表 A. 1 凸球面

d/D	修正系数	d/D	修正系数	d/D	修正系数
0.004	0.995	0.055	0.945	0.122	0.895
0.009	0.990	0.061	0.940	0.130	0.890
0.013	0.985	0.067	0.935	0.139	0.885
0.018	0.980	0.073	0.930	0.147	0.880
0.023	0.975	0.079	0.925	0.156	0.875
0.028	0.970	0.086	0.920	0.165	0.870
0.033	0.965	0.093	0.915	0.175	0.865
0.038	0.960	0.100	0.910	0.185	0.860
0.043	0.955	0.107	0.905	0.195	0.855
0.049	0.950	0.114	0.900	0.206	0.850

A. 2 凸圆柱面

A.2~A.3 给出了在凸圆柱面上进行试验时的修正系数。

修正系数根据压痕对角线 d 的平均值与圆柱直径 D 的比率列表，位于两比率之间的通过内插法求得修正系数。

表 A.2 凸圆柱面(一对角线与圆柱轴线呈 45°)

d/D	修正系数	d/D	修正系数	d/D	修正系数
0.009	0.995	0.071	0.960	0.139	0.925
0.017	0.990	0.081	0.955	0.149	0.920
0.026	0.985	0.090	0.950	0.159	0.915
0.035	0.980	0.100	0.945	0.169	0.910
0.044	0.975	0.109	0.940	0.179	0.905
0.053	0.970	0.119	0.935	0.189	0.900
0.062	0.965	0.129	0.930	0.200	0.895

表 A.3 凸圆柱面(一对角线平行于圆柱轴线)

d/D	修正系数	d/D	修正系数	d/D	修正系数
0.009	0.995	0.054	0.975	0.126	0.955
0.019	0.990	0.068	0.970	0.153	0.950
0.029	0.985	0.085	0.965	0.189	0.945
0.041	0.980	0.104	0.960	0.243	0.940

附 录 B

(资料性附录)

硬度值测量的不确定度

B.1 通常要求

本附录定义的不确定度只考虑硬度计与标准硬度块(CRM)相关测量的不确定度。这些不确定度反映了所有分类不确定度的组合影响(间接检验)。由于本方法要求硬度计的各个独立部件均在其允许的偏差范围内正常工作,故强烈建议在硬度计通过直接检定一年内采用本方法计算。

注: CRM(Certified Reference Material)是由标准硬度计标定的标准硬度块。

B.2 硬度计的偏差

硬度计的偏差 b 起源于下面两部分之间的差异:

- 校准硬度计的五個硬度压痕的平均值;
- 标准硬度块的标准值。

B.3 硬度测量值的扩展不确定度 U

本评定方法考虑硬度计的系统误差,是与控制流程相关的方法。

$$U = k \times \sqrt{u_x^2 + u_H^2 + u_b^2 + u_{CRM}^2 + u_{ms}^2} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

U ——扩展不确定度;

k ——包含因子, $k=2$;

u_x ——对试样进行硬度测量重复性引起的标准不确定度分项;

u_b ——硬度计系统误差引起的标准不确定度分项;

u_H ——用标准硬度块进行检验时平均值的标准不确定度分项;

u_{CRM} ——标准维氏硬度块引起的标准不确定度分项;

u_{ms} ——压痕测量系统分辨力引起的标准不确定度分项。

其中, u_x 和 u_H 为 A 类不确定度, u_b 、 u_{CRM} 和 u_{ms} 为 B 类不确定度。

B.4 不确定度评定

B.4.1 A 类不确定度

B.4.1.1 u_x 的评定

由于硬度计示值是硬度计在试块上的不同区域测量得到的结果,其测量的特殊性是同一点不可能重复测量,所以硬度计的测量重复性包含了硬度块均匀度对其示值的影响。采用极差法计算测量值 x 的标准偏差。

$$u_x = \frac{R}{C\sqrt{n}} \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中：

R ——极差；

C ——极差系数；

n ——测量次数。

注：C—极差系数见 GB/T 4340.1 表 D.1。

B.4.1.2 $u_{\bar{H}}$ 的评定

用标准硬度块进行检验时平均值 $\bar{H}$ 的标准不确定度按式 B.3 进行计算。

$$u_{\bar{H}} = \frac{R_H}{C_H \sqrt{n_H}} \dots\dots\dots (B.3)$$

B.4.2 B 类不确定度

B.4.2.1 u_{CRM} 的评定

标准硬度块的标准不确定度可由校准证书给出，也可按照标准硬度块相对均匀度的最大允许值 J_{rel} （见 GB/T 4340.3）进行考虑，根据公式（1）可求得 u_{CRM} 。

$$u_{CRM} = \frac{J_{rel}}{2.83} \times H_{CRM} \dots\dots\dots (B.4)$$

B.4.2.2 u_b 的评定

只要被检硬度计与标准块硬度值之差在允许误差范围之内，直接代入 GB/T 4340.2 中规定的硬度计最大允许相对误差 E_{rel} 进行计算。

$$u_b = |b| = |\bar{H} - H_{CRM}| \dots\dots\dots (B.5)$$

B.4.2.3 u_{ms} 的评定

硬度计压痕测量装置的分辨力 δ_{ms} （查 GB/T 4340.2），引起的标准不确定分量 u_{ms} 的区间半宽度 $a = \delta_{ms}/2$ ，假设可能值在区间内为均匀分布。

$$u_{ms} = 2u_{rel(\bar{d})} \times \bar{x} = \frac{\delta_{ms} \times \bar{x}}{\sqrt{3}d} \dots\dots\dots (B.6)$$

B.5 不确定度评定示例

根据本实验方法，使用标准维氏硬度块（461HV0.2）对硬度计进行间接检验，对 Au750 饰品配件进行硬度试验，获取评定所需测量数据（见表 B.1 和表 B.2），并对上述评定方法所要求的不确定度分量进行评定。

表 B.1 间接检验的结果

序号	压痕对角线的测量值 d	计算的硬度值 H
	mm	HV
1	0.02836	461
2	0.02839	460
3	0.02831 _{min}	463
4	0.02833	462
5	0.02846 _{max}	458
平均值 $\bar{H}$	—	460.8
标准偏差 S_H	—	2.1

表 B.2 Au750 饰品配件的硬度试验结果

序号	压痕对角线的测量值 d mm	计算的硬度值 x HV
1	0.04103 _{min}	220
2	0.04122 _{max}	218
3	0.04096	221
4	0.04104	220
5	0.04108	220
平均值 $\bar{H}$	—	219.8
标准偏差 S_H	—	1.2

Au750 饰品配件的硬度测量结果的扩展不确定度评定结果见表 B.3。

表 B.3 测量不确定度的评定

不确定度分项	依据	不确定度的贡献
u_x	当 $n=5$ 时, 极差系数 $C=2.33$	0.53HV
$u_{\bar{H}}$	当 $n=5$ 时, 极差系数 $C=2.33$	0.93HV
u_{CRM}	标准硬度块 (461HV0.2) 不均匀性最大允许值见 GB/T 4340.3 HV>225 时, $J_{rel}=2.0\%$	3.25HV
u_b	$b=\bar{H} - H_{CRM}=460.8 - 461 = -0.2$	0.2HV
u_{ms}	根据 GB/T 4340.2 压痕 $0.040\text{mm} < d \leq 0.200\text{mm}$ 时, 测量装置分辨力 $\delta_{ms} = \pm 0.5\%d$	0.63HV
U	$U = k \times \sqrt{u_x^2 + u_{\bar{H}}^2 + u_b^2 + u_{CRM}^2 + u_{ms}^2}, k=2$	7.0HV
测量结果 X	$X = \bar{x} \pm U$	(220 ± 7)HV

附录 C

(资料性附录)

焦深法测定曲面形状和曲率半径

C.1 方法概述

对贵金属饰品上的曲面最高点聚焦后,目镜中清晰视野是以最高点为中心的椭圆形。椭圆形长短轴对应着椭球面上两个正交的法截面及法截弧,通过计算焦深的高度,在法截面上利用三角关系可求得该面上法截弧的曲率半径,再根据两个正交法截面曲率半径计算得到最高点的平均曲率半径 R 。再以平均曲率半径 R 为半径的球面来代替该点附近的椭球面,再依据附录 A 进行修正系数的计算。

C.2 焦深的计算

C.2.1 数值孔径 NA

数值孔径是显微镜物镜的主要技术参数,是判断物镜性能高低,简称为 NA ,一般会标写在物镜的外壳上。数值孔径决定了物镜的分辨率,与物镜的放大倍数、工作距离、焦深等都有直接关系。

C.2.2 焦深

焦深也叫景深,其定义是:指使用显微镜观察样品表面时,从对准焦点的位置开始,改变物镜与样品表面的距离时,对焦能够保持清晰的移动范围。肉眼的调整能力因人而异,所以焦深也会出现因人而异的情况。现在常用的是与实验结果比较一致的 Berek 公式,其简化形式如下:

$$T_{VIS} = n \times \left(\frac{\lambda}{2 \times NA^2} + \frac{350}{NA \times M} \right) \dots\dots\dots (C.1)$$

式中,

T_{VIS} ——焦深,单位是 μm ;

NA ——物镜的数值孔径;

n ——样品和物镜前端之间的介质的折射率,空气为 1;

λ ——光的波长,可见光波长为 $0.55\mu m$;

M ——总放大倍率,物镜倍率 $\times$ 目镜倍率。

C.3 法截弧曲率半径的计算

通过目镜观察,清晰成像的范围呈现椭圆的形状,测量长轴 $2r_1$ 、短轴 $2r_2$ 的长度,计算与视野直径的比值,

对环状首饰上的某个曲面进行测试,从目镜中观察,目镜中的像如图 1 所示。清晰像的边界呈椭圆形,长轴 $2r_1$,短轴 $2r_2$ 。在曲面中,长轴与短轴方向分别对应着两个正交的主曲率 K_1 和 K_2 。

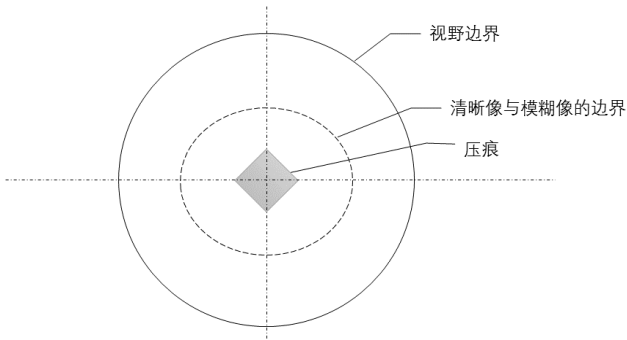


图 C.1 曲面高点测试后目镜视野示意图

测点处曲面的法截面如图 C.2，测点附近的法截弧近似为圆形弧，根据几何关系可计算该法截弧的曲率半径。

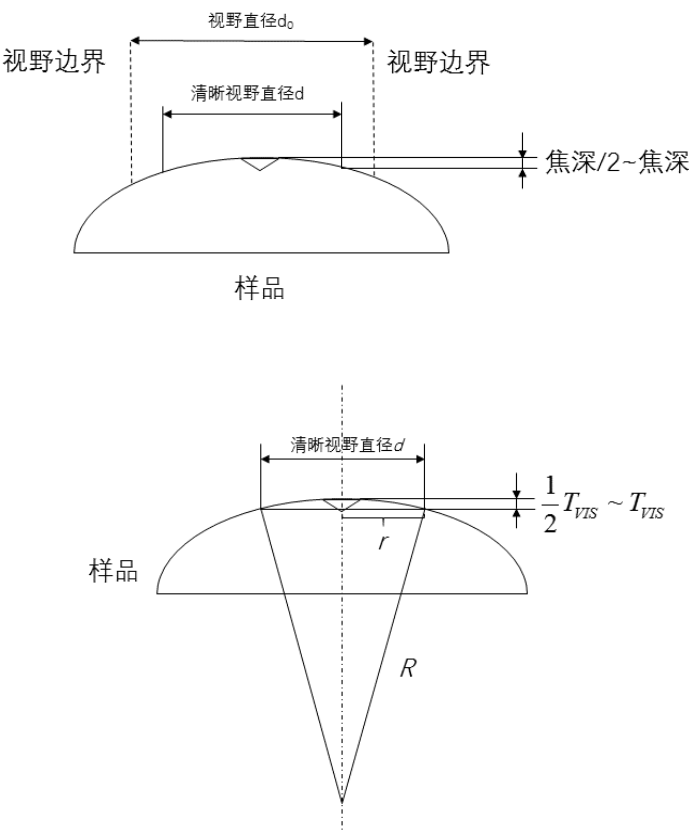


图 C.2 焦深法算法截弧曲率半径的示意图

$$r = kr_0 \dots\dots\dots (C.2)$$

$$R^2 - (R - h)^2 = r^2 \dots\dots\dots (C.3)$$

- 式中，
- r ——清晰像对应的法截弧水平距离的一半
 - r_0 ——目镜视野半径
 - k ——清晰像对应的法截弧水平距离与目镜视野直径的比值，等于 r/r_0

R ——曲面法截弧的曲率半径

h ——最高点与清晰像边界对应的物平面之间的高度差, $h=0.5T_{\text{VIS}}\sim T_{\text{VIS}}$, 设 $h=a T_{\text{VIS}}$ 。

当调焦调至压痕(最高点)最清晰时, 最高点与清晰像边界对应物平面之间的高度差 h 介于 $1/2$ 个焦深和 1 个焦深之间。 a 为焦深经验参数, 与显微镜光学系统、人眼对清晰视野边界的识别和长短轴尺寸的测量有关。通过对不同尺寸的球形珠进行焦深法与量具测量法的比对, 可得出焦深经验参数。计算得到该法截弧的曲率半径为

$$R = \frac{k^2 r_0^2}{2aT_{\text{VIS}}} + \frac{aT_{\text{VIS}}}{2} \quad \dots\dots\dots (\text{C.4})$$

C.4 形状的近似

依据附录A中的方法, 分别以长短轴对应法截弧的曲率半径 R_1 和 R_2 为半径的凸圆球计算得到长短轴对应的修正系数 b_1 、 b_2 。

b_1 、 b_2 数值大小	k_1 / k_2	测点所在面形状近似
$b_1 > b_2 > 0.999$	—	平面
$b_1 > 0.999, b_2 < 0.999$	$k_1 / k_2 > 1.5$	凸圆柱
其他情况都可近似为凸圆球进行计算		

C.5 曲面平均曲率半径的计算

C.5.1 曲面近似为凸圆柱的情况

当曲面近似为凸圆柱的情况, 则曲面的曲率半径等于短轴对应法截弧的曲率半径。

$$R = \frac{k_2^2 r_0^2}{2aT_{\text{VIS}}} + \frac{aT_{\text{VIS}}}{2} \quad \dots\dots\dots (\text{C.5})$$

C.5.2 曲面近似为凸圆球的情况

在曲面中, 清晰像椭圆的长轴与短轴方向分别对应着两个正交的主曲率 K_1 和 K_2 , 则平均曲率半径等于该点两主曲率半径乘积的平方根, 因此测点的平均曲率半径为

$$\bar{R} = \sqrt{R_1 R_2} = \sqrt{\left(\frac{k_1^2 r_0^2}{2aT_{\text{VIS}}} + \frac{aT_{\text{VIS}}}{2} \right) \times \left(\frac{k_2^2 r_0^2}{2aT_{\text{VIS}}} + \frac{aT_{\text{VIS}}}{2} \right)} \quad \dots\dots\dots (\text{C.6})$$