

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 43112—2023

## 金属材料 弹性模量测定 率跳跃方法

Metallic materials—Elastic modulus measurement—Rate-jump method

2023-09-07 发布

2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 目 次

前言 .....	I
引言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 符号 .....	2
5 原理 .....	2
6 试验机 .....	3
7 试样 .....	3
8 试验程序 .....	3
9 弹性模量计算 .....	4
10 试验报告 .....	5
附录 A (资料性) 率跳跃方法理论 .....	6
附录 B (资料性) 压入蠕变效应 .....	9
参考文献 .....	10

qejc.cn、jcvba.cn、微信qejc21

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本文件起草单位：香港大学、南方科技大学、广州市珠江机床厂有限公司、冶金工业信息标准研究院、深圳万测试验设备有限公司、东莞材料基因高等理工研究院、西南交通大学。

本文件主要起草人：颜庆云、唐斌、谢健民、董莉、侯晓东、黄星、蔡力勋、庞祥超、黄克坚、侯慧宁。

qejc.cn、jcvba.cn、微信qejc21

## 引 言

弹性模量是衡量材料性能的重要力学指标之一,准确测量材料弹性模量需要借助有效的技术手段。当前获得材料弹性模量的有效便捷方法之一是基于 Hertz 和 Oliver-Pharr 模型的准静态仪器化压入试验法,该方法主要适用于众多硬质材料。然而,对于各类软金属或高温状态下金属,由于存在较明显的蠕变/黏弹性现象,在准静态加载或卸载中弹性模量测试结果会受到加载或卸载速率的影响。另外,动态载荷谱法也是常见的弹性模量测试方法,但该方法所测得的存储和损耗模量也与测试平台和测试时的加载频率相关。这些传统方法对于各类软金属或高温金属并不适用。

针对变形仅为黏弹性或弹性的金属材料,可通过本标准测量本征弹性模量。本文件主要目的是通过压入试验卸载过程中引入试验力或深度的速率跳跃,以测定材料的本征弹性模量。

qejc.cn、jcvba.cn、微信qejc21

# 金属材料 弹性模量测定 率跳跃方法

## 1 范围

本文件规定了率跳跃方法测试金属材料本征弹性模量的原理、试验机、试样、试验程序、弹性模量的计算和试验报告。

本文件适用于试验力控制或位移控制的仪器化压入法测试金属材料的弹性模量,尤其适用于存在明显蠕变现象的金属材料。其他非金属的固体材料可参照本文件执行。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 10623 金属材料 力学性能试验术语

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 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

## 3 术语和定义

GB/T 10623 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**本征弹性模量** **intrinsic elastic modulus**

***E***

不受加卸载速率等测试条件影响的金属材料固有弹性模量。

### 3.2

**率跳跃** **rate-jump**

在压入过程中,开始卸载后试验力速率或深度速率的突然变化。

注:含率跳跃的压入测试预设载荷流程示例见图 1a)。

### 3.3

**接触刚度** **contact stiffness**

***S***

卸载曲线在最大试验力处试验力  $F$  相对压入深度  $h$  的变化率 ( $S = dF/dh$ )。

### 3.4

**纯弹性接触刚度** **purely elastic contact stiffness**

***S<sub>e</sub>***

卸载曲线最大试验力处试样蠕变归零时的接触刚度(3.3)。

注:此时试样材料表现为纯弹性响应,不受卸载速率影响。

## 3.5

蠕变因子 creep factor

 $C_{\text{creep}}$ 

反映压入卸载过程中蠕变影响程度的无量纲参数。

## 4 符号

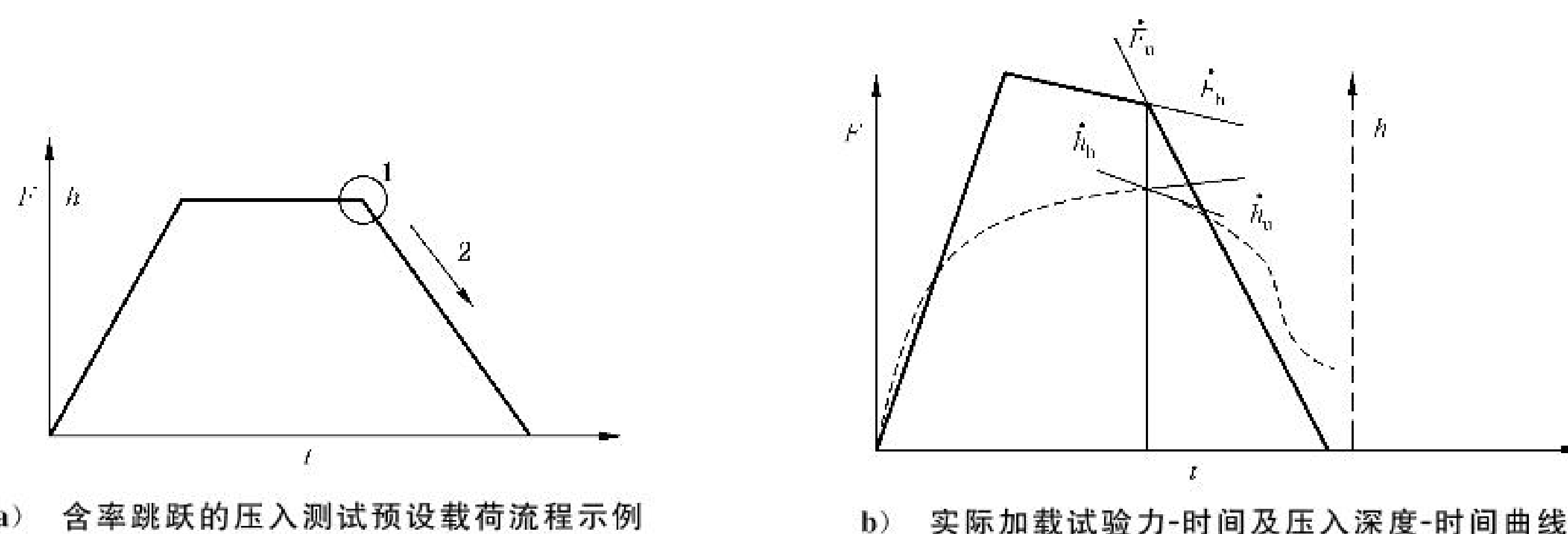
表 1 中的符号及其说明适用于本文件。

表 1 符号和说明

符号	说明	单位
$C_{\text{creep}}$	蠕变因子	—
$E$	试样材料本征弹性模量	GPa
$E_r$	压入折合模量	GPa
$E_i$	压头材料弹性模量	GPa
$F$	试验力	N
$h$	施加试验力下压入深度	mm
$h_c$	最大试验力下压头与试样的接触深度	mm
$S$	接触刚度	$\text{N} \cdot \text{m}^{-1}$
$S_e$	纯弹性接触刚度	$\text{N} \cdot \text{m}^{-1}$
$t$	时间	s
$\nu$	试样材料泊松比	—
$\nu_i$	压头材料泊松比	—

## 5 原理

采用仪器化压入设备,获得试验力-时间曲线和试验力-深度曲线;通过引入率跳跃修正,获得纯弹性接触刚度,从而计算出本征弹性模量。典型试验力-时间曲线包括加载、试验力保持和卸载阶段[见图 1a)]。实际施加在试样上的试验力、压入深度和时间数据曲线[见图 1b)]用于拟合及计算。率跳跃方法理论见附录 A。



标引序号说明：

1——率跳跃点；

2——卸载。

注 1： $\dot{h}_u$ 、 $\dot{h}_h$ 、 $\dot{F}_u$ 和 $\dot{F}_h$ 中的下标 u 指代卸载起始点，下标 h 指代保载结束点，上部点号指代速率。

注 2：在试验力控制下，由于可能存在的传感器弹簧载荷效应，在试验力保持过程中实际施加在试样上的试验力并不一定保持恒定。

图 1 率跳跃压入加载示例及弹簧载荷效应

## 6 试验机

试验机应符合 GB/T 21838.2 的规定，并应满足以下要求：

- 在要求范围内施加预定的试验力或压入深度，数据采样率大于 10 Hz；
- 能测量和记录整个试验过程中施加在试样上的实际试验力、即时压入深度及时间；
- 具有给出合适压头面积函数功能，并符合 GB/T 21838.1—2019 中 C.2 的规定。

## 7 试样

试样应符合 GB/T 21838.1 的规定。

## 8 试验程序

### 8.1 安装试样

应按照 GB/T 21838.1 的相关规定进行试样准备和安装。

### 8.2 试验及率跳跃过程引入

8.2.1 试验程序应符合 GB/T 21838.1 的规定。

8.2.2 压入过程可采用试验力控制或者压入深度控制。

8.2.3 在试验过程中引入率跳跃过程，按照采用的试验控制方法，应有加载和卸载阶段，可有试验力或压入深度保持不变阶段。具体做法为：

- 如图 1a)所示，以保持试验力(或压入深度)不变的试验部分结束点为率跳跃点；
- 试验力(或压入深度)保持不变的时间长度宜为 60 s，从试验力(或压入深度)最大卸载到 0 的时间长度宜为 30 s；

c) 应根据实际情况选择最佳测试条件,跳跃突变率宜大于 50%。

## 9 弹性模量计算

### 9.1 $\dot{h}_u$ 、 $\dot{h}_h$ 、 $\dot{F}_h$ 和 $\dot{F}_u$ 的拟合方法

对于各时间变量  $X(t)$  ( $X$  为  $F$  或  $h$ ),其时间率为  $\dot{X}$ ,设  $t_c$ 为率跳跃的发生点,并定义  $t \rightarrow t_c^+$ 及 $t \rightarrow t_c^-$ 为 $t_c$ 点前后的瞬态。在两区间  $t > t_c$ 和 $t < t_c$ ,通过利用式(1)和式(2)拟合  $X(t)$ 曲线的极值。

$$\text{当 } t > t_c, X(t) = a_0^+ + a_1^+(t - t_c) + a_2^+(t - t_c)^2 + \dots \quad (1)$$

$$\text{当 } t < t_c, X(t) = a_0^- + a_1^-(t - t_c) + a_2^-(t - t_c)^2 + \dots \quad (2)$$

式中:

$a_0^+, a_0^-, a_1^+, a_1^-, a_2^+, a_2^-$  ——拟合常数;

$t_c$  ——率跳跃时间点。

拟合得出曲线应与真实数据进行对照以确定拟合的准确度。在拟合时,式(1)和式(2)所用的阶数以及 $t_c$ 前后的拟合时间范围需要妥善选择,以确保获得足够高的置信度(曲线拟合的平方相关系数  $R^2$  不应小于 0.9)。此外,应记录拟合常数的误差,并用于计算弹性模量的结果误差。式(1)、式(2)相应极值按式(3)计算。

$$\lim_{t \rightarrow t_c^+} \dot{X} = a_1^+; \quad \lim_{t \rightarrow t_c^-} \dot{X} = a_1^- \quad \dots \quad (3)$$

拟合的参数数值将用于式(4)中的 $\dot{h}_u$ 、 $\dot{h}_h$ 、 $\dot{F}_h$ 和 $\dot{F}_u$ 的计算。

### 9.2 纯弹性接触刚度的计算

获得 $\dot{h}_u$ 、 $\dot{h}_h$ 、 $\dot{F}_h$ 和 $\dot{F}_u$ 后,接触刚度( $S$ )、纯弹性接触刚度( $S_e$ )按式(4)计算:

$$\frac{1}{S_e} = \frac{\Delta \dot{h}}{\Delta \dot{F}} = \frac{\dot{h}_u - \dot{h}_h}{\dot{F}_u - \dot{F}_h} = \left( \frac{1}{S} - \frac{\dot{h}_h}{\dot{F}_u} \right) \frac{1}{(1 - \dot{F}_h / \dot{F}_u)} \quad \dots \quad (4)$$

式中:

$S = \left. \frac{dF}{dh} \right|_u = \frac{\dot{F}_u}{\dot{h}_u}$  ——率跳跃点之后时刻  $u$  的卸载刚度,是  $u$  时刻试样与压头之间的接触刚度;

$\Delta \dot{h} = \dot{h}_u - \dot{h}_h$  ——率跳跃点之后与之前的压入深度速率差值;

$\Delta \dot{F} = \dot{F}_u - \dot{F}_h$  ——率跳跃点之后与之前的试验力速率差值;

$\dot{h}_u$ 、 $\dot{h}_h$ 、 $\dot{F}_h$ 、 $\dot{F}_u$  ——刚在率跳跃点之前和之后的压入深度速率和试验力速率。

### 9.3 本征弹性模量及蠕变参数的计算

通过式(5)计算试验力下压头与试样的接触深度 $h_c$ 。

$$h_c = h_{\max} - \epsilon \frac{F_{\max}}{S_e} \quad \dots \quad (5)$$

式中:

$F_{\max}$  ——卸载载点处的载荷;

$\epsilon$  ——压头几何形状相关参数(如 Berkovich 压头,  $\epsilon = 0.73$ );

$h_{\max}$  ——卸载载点处的位移。

获得接触深度 $h_c$ 后,可代入试验机预先校准的压头面积函数 $A_c = f(h_c)$ 中获得压头-试样接触面积



$A_c$ ,并按式(6)计算试样与压头之间的折合模量 $E_r$ 。

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A_c}} S_e \dots\dots\dots(6)$$

在获得折合模量后,试样的本征弹性模量 $E$ 应由式(7)求得。

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$\nu$  和  $\nu_i$ ——试样及压头的泊松比;

$E_i$  ——压头的弹性模量。

测量过程中蠕变因子 $C_{creep}$ 可由式(8)获得

$$C_{creep} = \frac{\dot{h}_h S}{|\dot{F}_h|} \dots\dots\dots(8)$$

如 $C_{creep} > 0.2$  或 $C_{creep} < 0$ ,宜采用本文件对接触刚度的蠕变修正以获得准确弹性模量的测量。如蠕变严重,出现鼻凸(见附录 B),则应采用本方法进行计算,否则获得的弹性模量为负数。

## 10 试验报告

试验报告应包括但不限于以下内容。

- a) 本文件编号。
- b) 与试样有关的详细资料。
- c) 所用压头的材料、形状和面积函数。
- d) 试验环境条件和温度。
- e) 控制方法和试验过程的详细描述包括。
  - 1) 试验力和压入深度的时间变化;
  - 2) 试验循环中每个阶段的数据采集频率和数据量。
- f) 拟合曲线函数和拟合常数。
- g) 试验结果(接触刚度 $S$ 、纯弹性接触刚度 $S_e$ 、弹性模量 $E$ 、蠕变因子 $C_{creep}$ 等)。

附录 A  
(资料性)  
率跳跃方法理论

A.1 率跳跃方法简介及常见黏弹性模型

仪器化压入的加载过程中,随着试验力或位移增加,固体的变形为弹性-黏性-塑性。在卸载过程中,材料的变形仅为黏弹性(图 A.1)或弹性。在工程实践中,几乎所有材料在卸载期间都表现出黏弹性变形,对于金属材料,高温下黏弹性效应尤为显著。率跳跃法可以排除材料在卸载期间的黏性变形影响而获得其本征弹性模量。

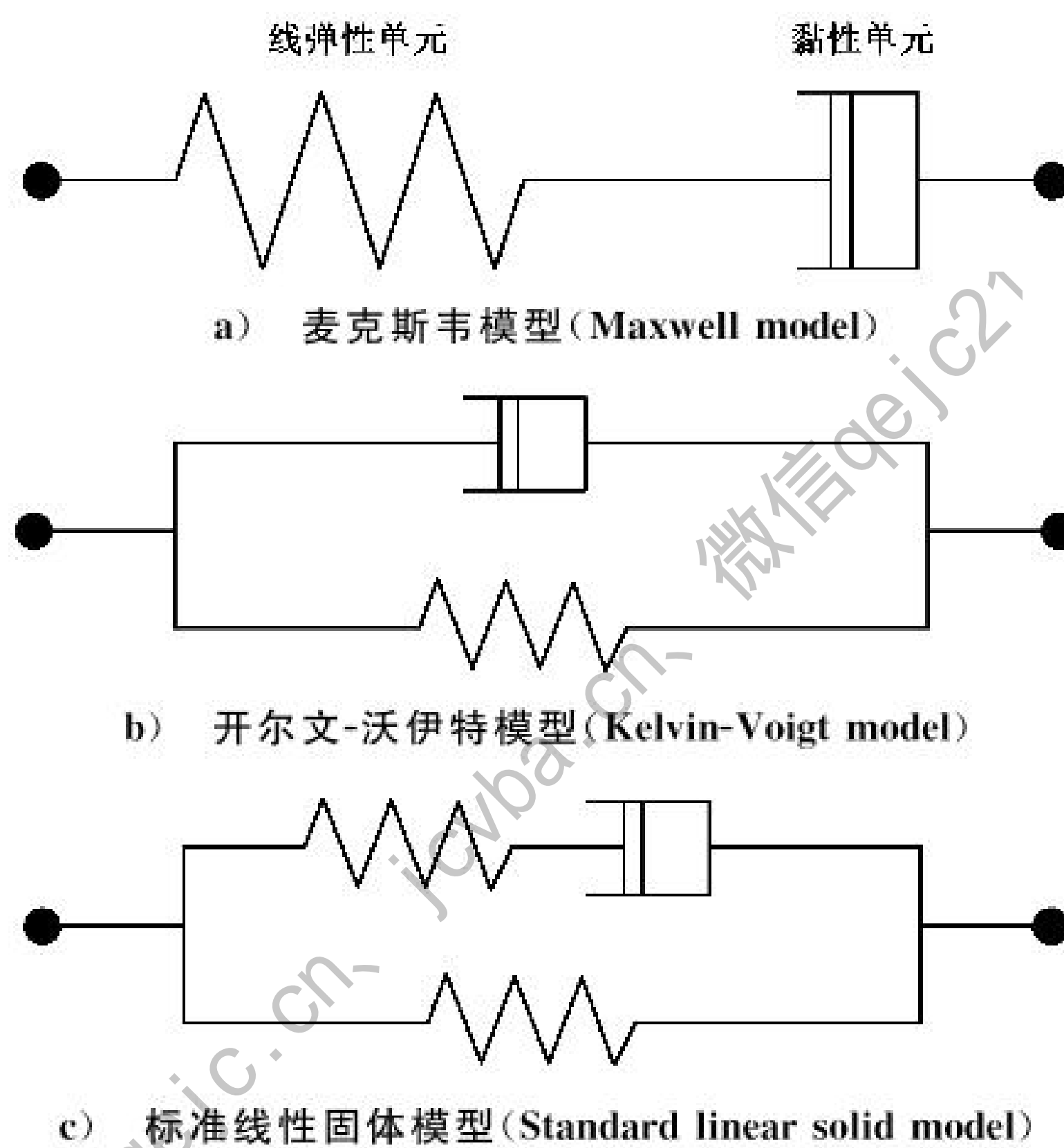


图 A.1 材料黏弹性本构模型范例

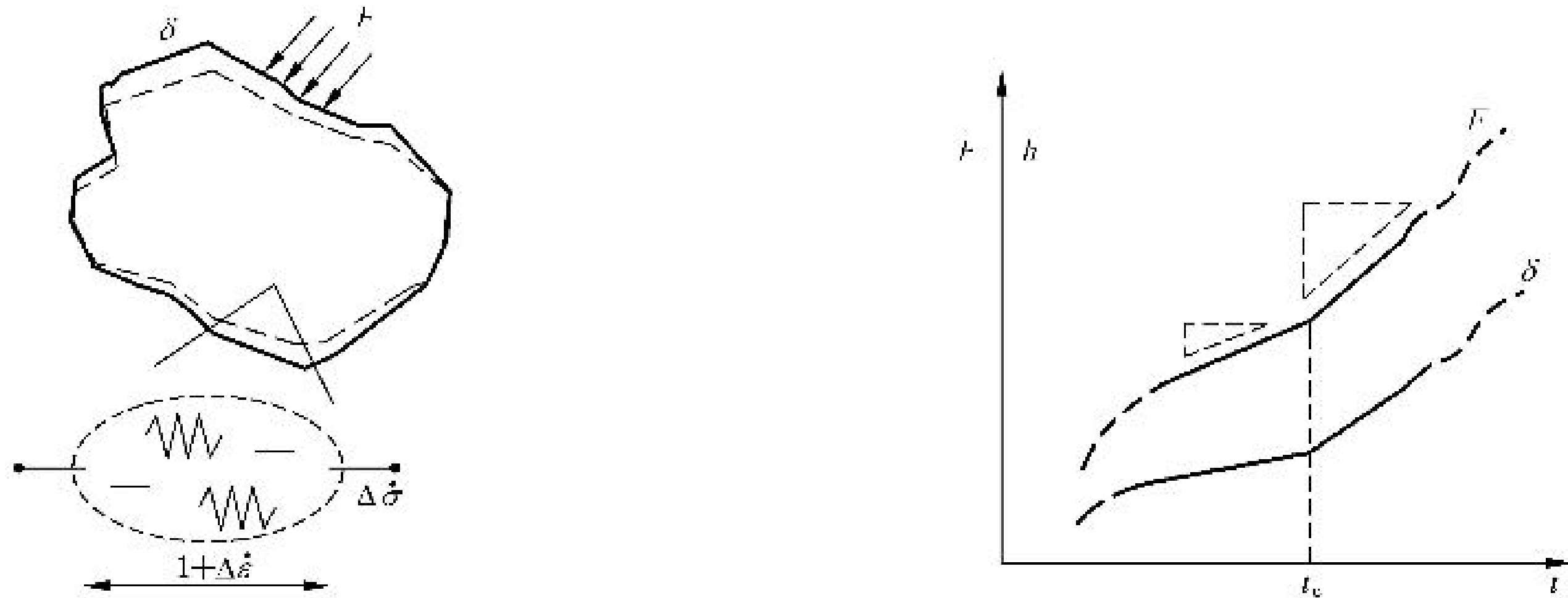
A.2 率跳跃方法的理论推导

在卸载过程中,黏弹性固体(试样)承受试验力  $F$  而其相应的边界位移  $\delta$  被测量[见图 A.2a)],或者产生的位移而其承受的试验力被测量。在时间  $t_c$  附近施加一个载荷率的突变,导致相应变形速率的跳跃变化[图 A.2b)]。卸载中的试样设置为一个遵循任意线弹性单元和黏性单元组合的黏弹性材料模型(VE模型)(图 A.3)。模型内的黏性单元,可被表述为  $\dot{\epsilon}_{ij} = f(\sigma_{kl})$ ,应力  $\sigma_{kl}$  在  $t_c$  处的跳跃突变是连续的,黏性单元应变率  $\dot{\epsilon}_{ij}$  不变。对于线弹性单元部分,其本构关系为  $\epsilon_{ij} = S_{ijkl} \sigma_{kl}$ ,其中  $S_{ijkl}$  是柔度张量, $\epsilon_{ij}$  为应变。加载速率的突变将导致应力率的突变 ( $\Delta \dot{\sigma}_{kl}$ ),进而导致线弹性单元应变率的突变  $\Delta \dot{\epsilon}_{ij}$ ,见式(A.1)。

$$\Delta \dot{\epsilon}_{ij} = S_{ijkl} \Delta \dot{\sigma}_{kl} \dots\dots\dots (A.1)$$

由式(A.1)可见,卸载过程中材料本构模型中的黏性单元并不响应率跳跃,而只有线弹性单元响应率跳跃,其本构关系与胡克定律类似,仅仅是将应力替换为应力率突变  $\Delta \dot{\sigma}_{kl}$ ,将形变替换为应变率突变  $\Delta \dot{\epsilon}_{ij}$ 。综上所述,黏弹性试样对速率跳跃的响应可以通过解决具有与原始黏弹性问题相同的几何形状和线弹性单元的线弹性问题来获得,从而忽略黏性单元部分。 $\Delta \dot{\sigma}_{kl}$  与  $\Delta \dot{\epsilon}_{ij}$  的本构关系公式内包括黏弹

性本构关系材料模型所有线弹性单元的有效弹性模量,因此如果施加载荷突变  $\Delta\dot{\sigma}_{kl}$  并同时测量应变突变  $\Delta\dot{\epsilon}_{ij}$  (或反之) 将可以获得黏弹性材料的本征弹性模量。虽然黏弹性材料模型内的黏性单元保持未知, 所获得的材料模型内所有线弹性单元的弹性模量有效数值即为材料的本征弹性模量 (图 A.3 所示)。



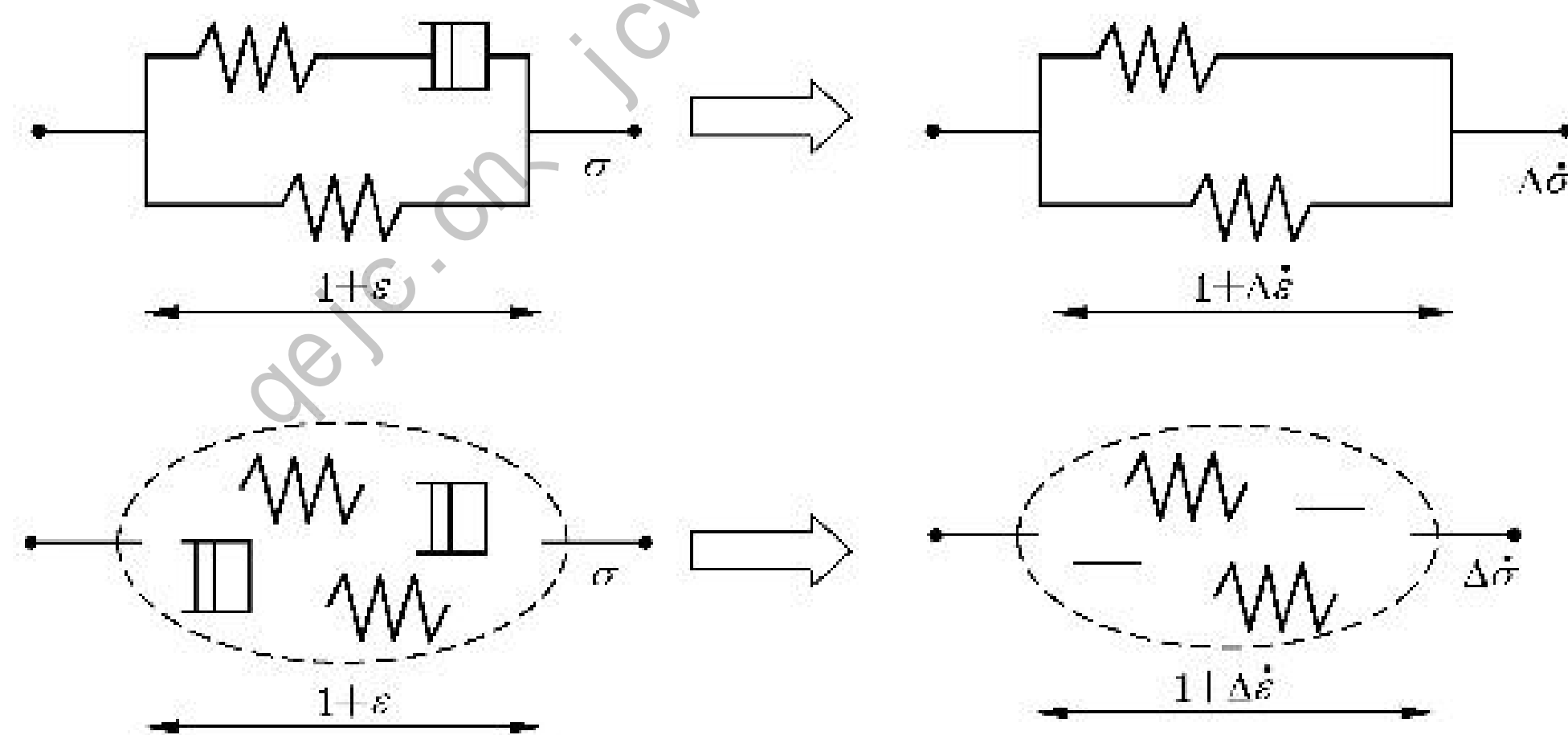
a) 卸载过程中黏弹性材料模型受到试验力并产生相应边界位移  $\delta$

b) 在时间点  $t_c$  处施加加载速率突变, 进而导致的相应压入深度率跳跃变化

标引符号说明:

- $\Delta\dot{\sigma}$  —— 应力率突变;
- $\Delta\dot{\epsilon}$  —— 应变率突变;
- $\delta$  —— 位移边界。

图 A.2 率跳跃法示意图



标引符号说明:

- $\sigma$  —— 应力;
- $\epsilon$  —— 应变。

图 A.3 率跳跃法 VE 模型简化示意图

### A.3 率跳跃方法在仪器化压入试验中的应用公式

在仪器化压入试验中, 如果试样是纯弹性而非黏弹性, 可以用 Sneddon 方程描述, 见式(A.2):

$$F = 2a E_r h \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- $F$  —— 试验力, 单位为牛(N);
- $a$  —— 压头试样之间的接触半径, 单位为毫米(mm);
- $E_r$  —— 折合模量, 单位为吉帕(GPa);

$h$  ——压入深度,单位为毫米(mm)。

对于黏弹性的试样,由于蠕变的存在,式(A.2)不能直接使用。但根据式(A.1)的理论,在卸载过程中黏弹性试样的试验力与压入深度的率突变关系,可从纯弹性试样的式(A.2)中做  $F \rightarrow \Delta \dot{F}$  和  $h \rightarrow \Delta \dot{h}$  替换后获得式(A.3)。

$$\Delta \dot{F} = 2a E_r \Delta \dot{h} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$\Delta \dot{F}$  ——压入试验力的率突变;

$\Delta \dot{h}$  ——压入深度的率突变。

由此,黏弹性试样与压头之间的纯弹性接触刚度  $S_c$  可从式(A.4)或式(A.5)获得:

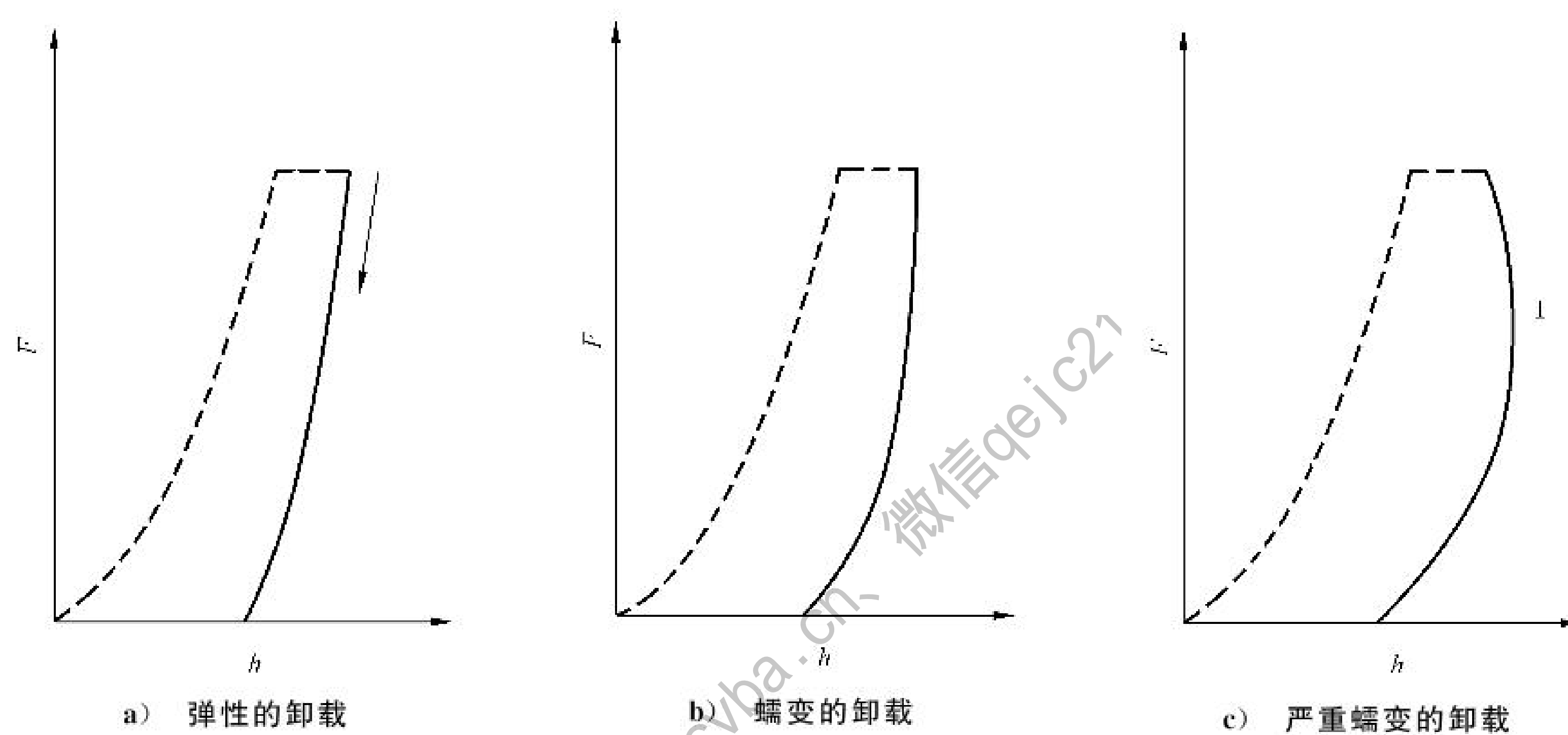
$$S_c = 2a E_r = \frac{\Delta \dot{F}}{\Delta \dot{h}} \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

$$\frac{1}{S_c} = \frac{\Delta \dot{h}}{\Delta \dot{F}} \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式(A.4)或式(A.5)中的  $S_c$  为黏弹性试样与压头之间的真实接触刚度,其值不受压入过程中的蠕变影响。黏弹性试样的本征弹性模量可从  $S_c$  获得,方法见 9.3。此外,虽本文件专注于压入法,但式(A.1)的率跳跃理论也适用于其他测试方法,包括拉伸和压缩方法。

附录 B  
(资料性)  
压入蠕变效应

在高应力、高温及低卸载速率情况下，蠕变效应逐渐明显， $C_{\text{creep}}$  数值变大。在蠕变程度较大情况下，卸载曲线会出现斜率为负数的鼻凸情况[图 B.1c)]，此时  $S$  和  $C_{\text{creep}}$  为负值， $S_0$  和本征弹性模量  $E$  为正值。 $S_0$  与  $S$  的不同之处在于  $S_0$  不受卸载过程中试样的蠕变影响。在 Oliver-Pharr 方法的弹性模量计算中， $S_0$  应取代  $S$ 。



注：在严重蠕变的卸载部分曲线(1处)可出现鼻凸。

图 B.1 不同程度的蠕变下压入试验力-压入深度曲线

## 参 考 文 献

- [1] ISO 14577-1:2002 Metallic materials—Instrumented indentation test for hardness and materials parameters—Part 1: Test method
- [2] A. H. W. Ngan and B. Tang, (2009), “Response of power-law-viscoelastic and time-dependent materials to rate jumps”, *J. Mater. Res.*, 24, 853-862.
- [3] W. C. Oliver and G. M. Pharr, (1992), “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments”, *J. Mater. Res.*, 7, 1564-1583.
- [4] Feng, G. and Ngan, A. H. W., (2002), “Effects of creep and thermal drift on modulus measurement using depth-sensing indentation”, *J. Mater. Res.*, 17, 660-668.
- [5] Ngan, A. H. W. and Tang, B., “Viscoelastic effects during unloading in depth-sensing indentation”, (2002), *J. Mater. Res.*, 17, 2604-2610.
- [6] Tang, B. and Ngan, A. H. W., “Accurate measurement of tip-sample contact size during nanoindentation of viscoelastic materials”, (2003), *J. Mater. Res.*, 18, 1141-1148.
- [7] Ngan, A. H. W., Wang, H. T., Tang, B., Sze, K. Y., “Correcting power-law viscoelastic effects in elastic modulus measurement using depth-sensing indentation”, (2005), *Int. J. Solids Strut.*, 42/5-6, 1831-1846.
- [8] Y. L. Chan and A. H. W. Ngan, (2010), “Invariant Elastic Modulus of Viscoelastic Materials Measured by Rate-Jump Tests”, *Polymer Testing*, 29, 558-564.
- [9] I. S. Zhao, M. L. Mei, Z. L. Zhou, M. F. Burrow, E. C. M. Lo and C. H. Chu, (2017), “Shear bond strength and remineralisation effect of  $\alpha$ -casein phosphopeptide-amorphous calcium phosphate-modified glass ionomer cement on artificial caries-affected dentine”, *Inter. J. Mol. Sci.* 18, E1723-supplementary materials.
- [10] Tang, B and Ngan, A. H. W., “A rate-jump method for characterization of soft tissues using nanoindentation techniques”, (2012), *Soft Matter* 22, 5974-5979.
-