

УДК 531.7

## Оценка погрешности определения физико-механических характеристик материалов при их контроле методом индентирования

Крень А.П.<sup>1</sup>, Мацулевич О.В.<sup>1</sup>, Делендик М.Н.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси,  
ул. Академическая, 16, г. Минск 220072, Беларусь

<sup>2</sup>Филиал Белорусского национального технического университета «Межотраслевой институт повышения квалификации и переподготовки кадров по менеджменту и развитию персонала»,  
ул. Минина, 23/2, Минск 220014, Беларусь

Поступила 14.07.2018

Принята к печати 16.08.2018

Активное внедрение в практику контроля методов индентирования, в частности для измерения физико-механических характеристик металлов, полимеров, биологических тканей требует разработки методик оценки погрешности получаемых результатов. При этом сложившаяся традиционная система оценки погрешности с применением мер не всегда пригодна для использования в испытательных и научно-исследовательских лабораториях. Целью данной работы являлась разработка применимой на практике и опирающейся на отечественную нормативную базу методики оценки погрешности косвенных измерений физико-механических характеристик материалов и проверка предлагаемого подхода с использованием экспериментальных значений твердости и модуля упругости, полученных при статическом индентировании для различных металлов.

Показано, что поскольку первичным источником информации о материале является диаграмма вдавливания, представляющая собой зависимость нагрузки от глубины внедрения индентора в исследуемый материал, то подтверждение метрологических характеристик измерительной техники, используемой для индентирования, лучше осуществлять по параметрам развиваемого усилия и перемещения, а точность определения свойств оценивать через погрешность косвенных измерений. Приведены основные формулы для расчета твердости и модуля упругости, позволяющие установить величины, наибольшим образом влияющие на величину погрешности. Расчет погрешности проведен на основе определяемых границ случайной и неисключенной систематической погрешности.

Достоинством разработанной методики является тот факт, что оценка точности измерений физико-механических характеристик производится на основании экспериментальных данных и не требует создания дополнительного метрологического обеспечения. Предложенный подход представляется целесообразным распространить на определение погрешности других характеристик: предела текучести, показателя деформационного упрочнения, ползучести, релаксации, определяемых методами индентирования.

**Ключевые слова:** индентирование, погрешность, косвенные измерения, твердость, модуль упругости.

**DOI:** 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271

**Адрес для переписки:**

Крень А.П.  
Институт прикладной физики Национальной академии наук Беларуси,  
ул. Академическая, 16, г. Минск 220072, Беларусь  
e-mail: [alekspk@iaph.bas-net.by](mailto:alekspk@iaph.bas-net.by)

**Address for correspondence:**

Kren A.P.  
Institute of Applied Physics of the National Academy of Science of Belarus,  
Akademicheskaya str., 16, Minsk 220072, Belarus  
e-mail: [alekspk@iaph.bas-net.by](mailto:alekspk@iaph.bas-net.by)

**Для цитирования:**

Крень А.П., Мацулевич О.В., Делендик М.Н.  
Оценка погрешности определения физико-механических характеристик материалов при их контроле методом индентирования.  
Приборы и методы измерений.  
2018. – Т. 9, № 3. – С. 263–271.  
**DOI:** 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271

**For citation:**

Kren A.P., Matsulevich O.V., Delendik M.N.  
[Error estimation of the physical and mechanical characteristics measurements by indentation].  
Devices and Methods of Measurements.  
2018, vol. 9, no. 3, pp. 263–271 (in Russian).  
**DOI:** 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271

# Error estimation of the physical and mechanical characteristics measurements by indentation

Kren A.P.<sup>1</sup>, Matsulevich O.V.<sup>1</sup>, Delendik M.N.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Institute of Applied Physics of the National Academy of Science of Belarus,  
Akademicheskaya str., 16, Minsk 220072, Belarus*

<sup>2</sup>*Branch of the Belarusian National Technical University «Intersectoral Institute for Staff Training  
and Retraining on Management and Personnel Development»,  
Minina str., 23/2, Minsk 220014, Belarus*

Received 14.07.2018

Accepted for publication 16.08.2018

## Abstract

The active application in the practice of testing the indentation methods, in particular to measure the physical and mechanical properties of metals, polymers, biological technologies demands to development techniques for the measurement error estimation. At the same time existing traditional measurement error evaluation system, based on the using of the reference blocks, is not always suitable for use in testing and research laboratories. The aim of this work was development the technique for estimating the indirect measurements error of materials physical and mechanical characteristics that can be applied in practice and based on the existing standards. Checking of the proposed approach using the experimental values of the hardness and elastic modulus obtained during static indentation for various metals.

It is shown that since the initial information about the material is an indentation curve representing the dependence of the load versus penetration depth of the indenter into the material tested, then it is better to confirm the metrological characteristics of the indentation measuring devices using the applied force and achieved displacement, but to estimate the accuracy of determining the properties through the error of indirect measurements. The equations for calculating the hardness and modulus of elasticity are derived. It allows to determine the component value most influencing the error magnitude. The calculation of error on the base of the value of boundary of a random and non-exclusive systematic error was carrying out.

The advantage of the developed technique is the fact that the measurement of the physical and mechanical characteristics is based on the experimental data and does not require the creation of the additional metrological assurance. The proposed approach seems appropriate to extend for the determination of the measurement error of other characteristics: the yield point, the strain hardening exponent, creep, relaxation, determined by the indentation methods.

**Keywords:** indentation, measurement error, indirect measurement, hardness, elastic modulus.

**DOI:** 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271

---

### Адрес для переписки:

Крень А.П.  
Институт прикладной физики Национальной академии  
наук Беларуси,  
ул. Академическая, 16, г. Минск 220072, Беларусь  
e-mail: alekspk@iaph.bas-net.by

### Address for correspondence:

Kren A.P.  
Institute of Applied Physics of the National Academy of Science  
of Belarus,  
Akademicheskaya str., 16, Minsk 220072, Belarus  
e-mail: alekspk@iaph.bas-net.by

---

### Для цитирования:

Крень А.П., Мацулевич О.В., Делендик М.Н.  
Оценка погрешности определения физико-механических  
характеристик материалов при их контроле  
методом индентирования.  
Приборы и методы измерений.  
2018. – Т. 9, № 3. – С. 263–271.  
**DOI:** 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271

### For citation:

Kren A.P., Matsulevich O.V., Delendik M.N.  
[Error estimation of the physical and mechanical characteristics  
measurements by indentation].  
*Devices and Methods of Measurements.*  
2018, vol. 9, no. 3, pp. 263–271 (in Russian).  
**DOI:** 10.21122/2220-9506-2018-9-3-263-271

## Введение

В настоящее время методы индентирования [1–3] широко вошли в практику контроля свойств самых различных материалов: полимеров, композитов, металлов, бетонов, биологических тканей. Они позволяют получить исходную информацию для определения физико-механических характеристик (модуля упругости  $E_{IT}$ , твердости индентирования  $H_{IT}$ , параметров релаксации  $R_{IT}$  и ползучести  $C_{IT}$ , коэффициента деформационного упрочнения  $f$  и др.) на основании уже имеющихся расчетных формул или установленных ранее корреляционных зависимостей. В то же время оценка погрешности определения данных характеристик представляет собой определенную сложность.

Испытания материалов индентированием уже достаточно стандартизованы в части установления требований к оборудованию и методикам измерений. Вступивший в действие ГОСТ Р 8.907<sup>1</sup> (аналога в Республике Беларусь в настоящее время нет) повторил для шкал индентирования существующую поверочную схему, применяемую для шкал Бринелля, Роквелла, Виккерса с применением мер твердости. Такой подход является, безусловно, правильным, но не решает всех возникающих проблем. Стандарт ограничил диапазон измерения твердости по шкалам индентирования от 1 до 70, а по шкале Мартенса от 0,01 до 70 единиц. В то же время ГОСТ Р 8.748<sup>2</sup>, СТБ 2495<sup>3</sup> позволяют проводить измерения в гораздо более широком диапазоне, определяющемся лишь чувствительностью используемого оборудования. Кроме того, следует понимать, что указанные стандарты не устанавливают строго величину нагрузки и геометрические размеры сферического индентора, и физически на одном и том же материале можно получить разные

значения твердости, поскольку ее значение будет зависеть от соотношения упругой и пластической деформации при вдавливании. Более того, в международной и отечественной практике существуют и давно применяются и другие нормативные документы, например ГОСТ 4670<sup>4</sup>, устанавливающий требования к контролю твердости индентированием и не предполагающий применение мер.

Таким образом, даже при измерении твердости не всегда можно оценить погрешность ее определения традиционными методами из-за отсутствия мер. Еще более сложная ситуация с оценкой точности определения указанных ранее характеристик ( $E_{IT}$ ,  $R_{IT}$ ,  $C_{IT}$  и др.) на основании данных, получаемых приборами, реализующими инструментальное индентирование. Для воспроизведения этих физико-механических характеристик меры или стандартные образцы ввиду многообразия материалов и их свойств создавать нецелесообразно. В то же время любой потребитель результатов испытаний должен иметь сведения о том, с какой точностью проведены измерения.

По своей сути методы индентирования близки к методам определения механических свойств материалов (прочности, предела текучести и др.) на испытательных машинах. Поэтому для применения приборов, реализующих принцип индентирования, наиболее оптимальным представляется проводить подтверждение их метрологических характеристик по параметрам развиваемого усилия и перемещения, а точность определения свойств оценивать через погрешность косвенных измерений.

Целью данной работы являлась разработка применимой на практике и опирающейся на отечественную нормативную базу методики оценки погрешности косвенных измерений физико-механических характеристик материалов и проверка предлагаемого подхода с использованием экспериментальных значений твердости и модуля упругости, полученных при статическом индентировании различных металлов.

<sup>1</sup>Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования: ГОСТ Р 8.907-2015. – Введ. 01.08.2016. – М. : ФГУП «ВНИИФТРИ», 2015. – 6 с.

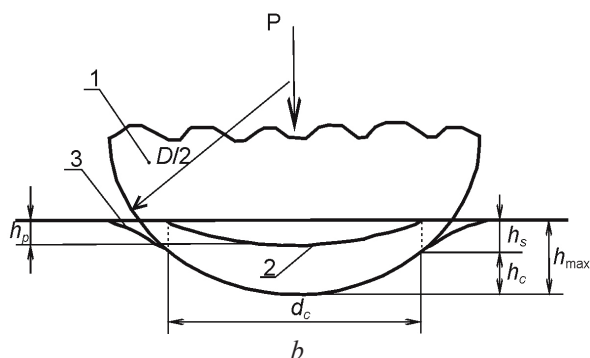
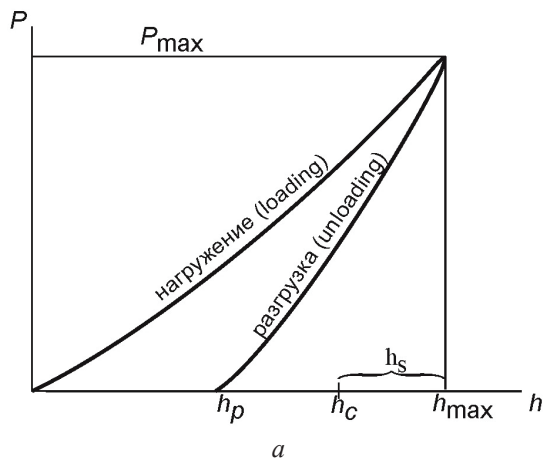
<sup>2</sup>Государственная система обеспечения единства измерений. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытания: ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002). – Введ. 01.05.2013. – М. : ФГУП «ВНИИФТРИ», 2011. – 28 с.

<sup>3</sup>Контроль неразрушающий. Определение физико-механических характеристик конструкционных материалов методами индентирования: СТБ 2495-2017. – Введ. 01.09.2017. – Минск : ИПФ НАН Беларуси, 2016. – 40 с.

<sup>4</sup>Пластмассы. Определение твердости. Метод вдавливания шарика: ГОСТ 4670-2015. – Введ. 01.06.2017. – М. : ФГУП «ВНИИ СМТ», 2014. – 12 с.

## Методика определения физико-механических характеристик и применяемое оборудование

Метод инструментального статического индентирования основывается на непрерывной регистрации и анализе процесса вдавливания индентора в образец из конструкционного материала. В ходе испытаний регистрируется диаграмма вдавливания, представляющая собой зависимость нагрузки  $P$  на индентор от глубины его внедрения  $h$  в исследуемый материал. Непрерывное измерение значений нагрузки и глубины внедрения позволяет определить основные параметры образующегося отпечатка, необходимые для расчета твердости, модуля упругости и других физико-механических характеристик (рисунок 1).



**Рисунок 1** – Типичные диаграммы вдавливания (а) и схематичное представление поперечного сечения отпечатка при деформировании (б): 1 – индентор; 2 – поверхность отпечатка после снятия нагрузки; 3 – поверхность отпечатка при максимальной глубине вдавливания индентора

**Figure 1** – Typical diagram of dynamic indentation (а) and a schematic representation of the cross section of the imprint during straining (б): 1 – indenter; 2 – surface of the imprint after unloading; 3 – surface of the imprint at the maximal penetration of the indenter

Твердость  $H_{IT}$  является характеристикой сопротивления материала деформированию и рассчитывается по формуле [4–5]:

$$H_{IT} = \frac{P_{\max}}{A_c}, \quad (1)$$

где  $A_c$  – площадь поперечного сечения контактной поверхности между наконечником и испытуемым образцом.

Для индентора сферической формы с диаметром  $D$  величина  $A_c$  с достаточной степенью точности рассчитывается как:

$$A_c = \pi D h_c, \quad (2)$$

где  $h_c$  – глубина контакта индентора с материалом, которая в сумме с глубиной прогиба контура отпечатка  $h_p$  равна максимальной глубине вдавливания  $h_{\max}$ .

Используя положения [6], можно получить:

$$h_c = 0,5(h_{\max} + h_p), \quad (3)$$

где  $h_p$  – глубина отпечатка, остающегося на поверхности после снятия нагрузки.

В этом случае, решая совместно (1)–(3), получим:

$$H_{IT} = \frac{2P_{\max}}{\pi D(h_{\max} + h_p)}. \quad (4)$$

Статический модуль упругости  $E_{IT}$  определяется согласно следующему выражению [7]:

$$E_{IT} = \frac{3}{8} \frac{P_{\max}(1-\mu)}{(h_{\max} - h_c)\sqrt{Dh_c}}, \quad (5)$$

где  $\mu$  – коэффициент Пуассона материала испытуемого образца.

Если учесть (3), то можно получить:

$$E_{IT} = \frac{3\sqrt{2}}{4} \frac{P_{\max}(1-\mu)}{(h_{\max} - h_p)\sqrt{D(h_{\max} + h_p)}}. \quad (6)$$

Значения  $\mu$  допускается принимать, исходя из справочных данных или по результатам испытаний, согласно существующим методикам. Таким образом, имеются однозначные зависимости для расчета искомых величин (модуля упругости и твердости), при этом значения аргументов, входящих в эти уравнения, определяются в ходе прямых измерений.

При проведении экспериментов использовалась испытательная машина *Time WD*, имеющая пределы допускаемой относительной

погрешности измерения нагрузки  $\pm 1,0\%$ . Измерение глубины вдавливания осуществлялось с помощью растрового фотоэлектрического датчика РФ200, имеющего пределы допускаемой погрешности измерения перемещений  $\pm 1$  мкм. В качестве индентора использовались твердосплавные шарики, применяемые в твердомере Бринелля, поэтому значения их диаметров

с допускаемыми погрешностями принимались согласно паспортным данным.

Определение характеристик проводилось на образцах из материалов, приведенных в таблице 1, с шероховатостью поверхности  $Ra$  0,8 – 1,6. Значения коэффициента Пуассона принимались согласно [8, 9]: для стали – 0,28, алюминия и никеля – 0,33, титана – 0,43, вольфрама – 0,29.

Таблица 1/ Table 1

### Значения параметров для расчета твердости и модуля упругости

#### Value of the parameters for the hardness and elastic modulus calculation

Материал Material	Параметр Parameter	Значение Value	Инструментальная погрешность Instrumental error	
			Абсолютная Absolute	Относительная, % Relative, %
Сталь Steel	$P_{\max}$ , Н/Н	29420	294,2	1,00
	$h_{\max}$ , мкм/ $\mu\text{m}$	568	1	0,18
	$h_p$ , мкм/ $\mu\text{m}$	535	1	0,19
	$D$ , мм/mm	10	0,005	0,05
Алюминий Aluminum	$P_{\max}$ , Н/Н	9807	98,07	1,00
	$h_{\max}$ , мкм/ $\mu\text{m}$	433	1	0,23
	$h_p$ , мкм/ $\mu\text{m}$	400	1	0,25
	$D$ , мм/mm	10	0,005	0,05
Алюминий Aluminum	$P_{\max}$ , Н/Н	29420	294,2	1,00
	$h_{\max}$ , мкм/ $\mu\text{m}$	700	1	0,14
	$h_p$ , мкм/ $\mu\text{m}$	619	1	0,16
	$D$ , мм/mm	10	0,005	0,05
Никель Nickel	$P_{\max}$ , Н/Н	7355	73,55	1,00
	$h_{\max}$ , мкм/ $\mu\text{m}$	330	1	0,30
	$h_p$ , мкм/ $\mu\text{m}$	316	1	0,32
	$D$ , мм/mm	5	0,005	0,10
Вольфрам Wolfram	$P_{\max}$ , Н/Н	29420	294,2	1,00
	$h_{\max}$ , мкм/ $\mu\text{m}$	255	1	0,39
	$h_p$ , мкм/ $\mu\text{m}$	226	1	0,44
	$D$ , мм/mm	10	0,005	0,05
Титан Titanium	$P_{\max}$ , Н/Н	7355	73,55	1,00
	$h_{\max}$ , мкм/ $\mu\text{m}$	263	1	0,38
	$h_p$ , мкм/ $\mu\text{m}$	235	1	0,43
	$D$ , мм/mm	5	0,005	0,10



## Результаты измерений и расчет погрешности

При определении характеристик методом инструментального индентирования необходимо выполнять измерения в различных местах образца, чтобы остающиеся отпечатки не оказывали влияния на последующие измерения. Поскольку образцы изначально имеют определенный разброс физико-механических свойств, связанный с неоднородностью структуры металла, то измерения нагрузки  $P$  и глубины вдавливания  $h$  являются невоспроизводимыми. Вычисление искомой величины ( $H_{IT}$  и  $E_{IT}$ ) по усредненным значениям аргументов при невоспроизводимых косвенных измерениях не проводится. В таких случаях ее значения принято рассчитывать для каждого наблюдения с последующим усреднением. Соответственно, средние значения нагрузки  $P$  и глубины  $h$  при расчете твердости и модуля упругости не используются. Приведенные в таблице 1 значения  $P$  и  $h$  показаны для понимания диапазонов их изменения при проведении испытаний и оценки абсолютных и относительных погрешностей их измерения.

За абсолютную погрешность измерения  $\Delta z$  некоторого параметра в таблице 1 (условно обозначим  $Z$ ) принимали инструментальную погрешность  $\Delta_m$  (основную погрешность соответствующего средства измерения). Абсолютная  $\Delta z$  и относительная  $\delta_z$  погрешности связаны известной формулой:

$$\delta_z = \frac{\Delta z}{Z} 100 \%. \quad (7)$$

Из таблицы 1 видно, что относительная погрешность измерения диаметра  $D$  настолько мала по сравнению с погрешностями других аргументов, что ей можно пренебречь.

Расчет погрешности измерения  $H_{IT}$  и  $E_{IT}$  (условно обозначим  $Y$ ) проведем, руководствуясь требованиями МИ 2083<sup>5</sup> на основе границ случайных и неисклученных систематических погрешностей.

Формула для определения границ неисклученной систематической погрешности  $\Theta_Y$

<sup>5</sup>Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения косвенные. Определение результатов измерений и оценивание их погрешностей: МИ 2083-90. – Введ. 01.01.1992. – М. : НПО «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 1991. – 10 с.

результата косвенного измерения при нелинейной зависимости между искомой величиной и непосредственно измеряемыми аргументами имеет вид:

$$\Theta_Y = k \sqrt{\sum_{i=1}^m \left( \frac{\partial Y}{\partial z_i} \right)^2} \Theta_{z_i}^2, \quad (8)$$

где  $\Theta_{z_i}$  – границы неисклученных систематических погрешностей аргументов;  $\frac{\partial Y}{\partial z_i}$  – частные производные функции искомой величины по соответствующим аргументам;  $m$  – количество аргументов;  $k$  – поправочный коэффициент, принимаемый равным 1,1 при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

В качестве  $\Theta_{z_i}$  будем принимать значения инструментальных погрешностей измерений аргументов, приведенные в таблице 1.

Доверительные границы случайной погрешности результата измерения  $\varepsilon_Y$  при невоспроизводимых косвенных измерениях определим по формуле:

$$\varepsilon_Y = t_{p,n} S(\tilde{Y}), \quad (9)$$

где  $t_{p,n}$  – коэффициент Стьюдента, при доверительной вероятности  $P = 0,95$  и количестве измерений  $n = 10$  принимаемый равным 2,26;  $S(\tilde{Y})$  – среднее квадратическое отклонение результата косвенного измерения рассчитаем как:

$$S(\tilde{Y}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2}{n(n-1)}}, \quad (10)$$

где  $Y_i$  – результаты вычислений искомой величины по отдельным измерениям;  $\bar{Y} = \sum_{i=1}^n Y_i / n$  – среднее значение искомой величины.

В соответствии с МИ 2083 погрешность результата косвенного измерения  $\Delta_Y$  определяется в зависимости от соотношения  $\Theta_Y / S_Y$  между неисклученной систематической погрешностью искомой величины и ее средним квадратическим отклонением. Если  $\Theta_Y / S_Y$  находится в диапазоне от 0,8 до 8, что справедливо для всех испытанных образцов,  $\Delta_Y$  вычисляется по формуле:

$$\Delta_Y = K(\varepsilon_Y + \Theta_Y), \quad (11)$$

где  $K$  – коэффициент, определяемый согласно МИ 2083 в зависимости от принятой доверительной вероятности и отношения  $\Theta_Y / S_Y$ .

В таблицах 2 и 3 приведены средние по 10 измерениям значения твердости и модуля упругости испытанных образцов, рассчитанные

по формулам (4) и (6), а также погрешности измерения данных характеристик, рассчитанные по формулам (8–11).

Таблица 2/ Table 2

**Результаты измерения твердости образцов**

**Results of the hardness measurements**

Материал Material	$\bar{H}_{IT}$ , МПа/MPa	$\Theta_{H_{IT}}$ , МПа/MPa	$\Theta_{H_{IT}}$ , %	$S_{H_{IT}}$ , МПа/MPa	$\varepsilon_{H_{IT}}$ , МПа/MPa	$\varepsilon_{H_{IT}}$ , %	$\Delta_{H_{IT}}$ , МПа/MPa	$\Delta_{H_{IT}}$ , %
Сталь Steel	1698,04	18,83	1,11	16,60	37,53	2,21	41,70	2,46
Алюминий Aluminum	749,50	8,36	1,12	6,17	13,94	1,86	16,50	2,20
Алюминий Aluminum	1419,97	15,71	1,11	10,81	24,42	1,72	29,70	2,09
Никель Nickel	1449,64	16,32	1,13	14,75	33,34	2,30	36,75	2,54
Вольфрам Wolfram	3893,84	44,65	1,15	31,19	70,48	1,81	85,19	2,19
Титан Titanium	1880,46	21,50	1,14	16,14	36,48	1,94	42,91	2,28

Таблица 3/ Table 3

**Результаты измерения модуля упругости образцов**

**Results of the elastic modulus measurements**

Материал Material	$\bar{E}_{IT}$ , ГПа/GPa	$\Theta_{E_{IT}}$ , ГПа/GPa	$\Theta_{E_{IT}}$ , %	$S_{E_{IT}}$ , ГПа/GPa	$\varepsilon_{E_{IT}}$ , ГПа/GPa	$\varepsilon_{E_{IT}}$ , %	$\Delta_{E_{IT}}$ , ГПа/GPa	$\Delta_{E_{IT}}$ , %
Сталь Steel	205,0	9,92	4,84	5,27	11,91	5,81	15,50	7,56
Алюминий Aluminum	73,17	3,54	4,84	1,80	4,08	5,57	5,41	7,39
Алюминий Aluminum	71,07	1,57	2,21	0,92	2,09	2,94	2,64	3,71
Никель Nickel	207,73	23,20	11,17	12,13	27,42	13,2	35,94	17,3
Вольфрам Wolfram	348,34	19,08	5,48	9,85	22,26	6,39	29,35	8,43
Титан Titanium	116,53	6,60	5,67	3,47	7,83	6,72	10,25	8,79

**Обсуждение результатов**

Как видно из данных таблиц 2 и 3 (без учета образца из никеля), неисключенная систематическая погрешность составляет от 1,11 % до 1,15 % при измерении твердости и от 2,21 % до 5,67 % при измерении модуля упругости. Более высокие значения  $\Theta_{E_{IT}}$  обусловлены в первую очередь характером зависимости модуля упругости от измеряемых аргументов, а именно наличием в знаменателе формулы (6) разности двух достаточно близких величин ( $h_{max}$  и  $h_p$ ). С этим же в определенной степени связаны и более высокие значения случайной погрешности измерения

как значения  $\Theta_{E_{IT}}$  обусловлены в первую очередь характером зависимости модуля упругости от измеряемых аргументов, а именно наличием в знаменателе формулы (6) разности двух достаточно близких величин ( $h_{max}$  и  $h_p$ ). С этим же в определенной степени связаны и более высокие значения случайной погрешности измерения

модуля упругости. Даже незначительный разброс измеренной глубины вдавливания, вызванный главным образом ограниченной жесткостью конструкции, сложностью строго перпендикулярного приложения нагрузки и неоднородностью образцов, при подстановке  $h_{\max}$  и  $h_p$  в формулу (6) приводит к существенному росту среднего квадратичного отклонения  $S_{E_{IT}}$ .

Общая погрешность измерения (за исключением никеля) составила от 2,09 % до 2,54 % для твердости и от 3,71 % до 8,79 % для модуля упругости. При этом указанные значения получены при основной погрешности датчика глубины вдавливания  $\pm 1$  мкм. При использовании датчика с погрешностью  $\pm 2$  мкм максимальная величина  $\Theta_{E_{IT}}$  составит около 11 %, а при использовании экстензометра с погрешностью  $\pm 1$  % от измеряемой величины максимальное значение  $\Theta_{E_{IT}}$  составит уже 26 %. Соответственно, увеличится и среднее квадратичное отклонение измеряемых характеристик. Поэтому при реализации метода инструментального индентирования очень важна точность и стабильность регистрации глубины вдавливания индентора. Особого внимания заслуживают испытания высокопластичных материалов, для которых характерна значительная остаточная деформация  $h_p$  и, соответственно, малая разность ( $h_{\max} - h_p$ ). Результаты определения модуля упругости никеля (таблица 3) показывают, что даже при измерении глубины вдавливания с погрешностью  $\pm 1$  мкм величина  $\Theta_{E_{IT}}$  превышает 10 %, а полная погрешность измерения  $\Delta_{E_{IT}}$  составляет 17,3 %. Для таких материалов необходимо использование прецизионных средств измерения глубины вдавливания с основной погрешностью в пределах  $\pm 0,5$  мкм. В этом случае полная погрешность не превысит 10 %.

При этом если говорить о модуле упругости, то в настоящее время нельзя сказать, что какой-то из методов его определения: ультразвуковой, путем испытаний образцов на растяжение-сжатие или индентированием – является более достоверным. В то же время определенные индентированием значения  $E_{IT}$  являются близкими к известным справочным значениям для испытанных металлов, что подтверждает достоверность метода. Важно также отметить, что значения модуля упругости для металлов не зависят от величины нагрузки (как показано на примере алюминия), в отличие от твердости, для которой ее величина определяется достигаемой при индентировании деформацией, которая при различной нагрузке будет разной.

## Заключение

Показано, что действующий в настоящее время подход для оценки погрешности измерения физико-механических характеристик материалов методами индентирования с использованием мер не всегда применим на практике. Впервые предложена методика расчета погрешности на основе границ случайной и неисключенной систематической погрешностей косвенных измерений, опирающаяся на отечественную нормативную базу и не требующая создания дополнительного метрологического обеспечения.

Методика экспериментально апробирована на примере определения твердости и модуля упругости металлических материалов при статическом индентировании. Проведенные расчеты позволили оценить численные значения погрешности косвенных измерений твердости и модуля упругости и установить степень влияния точности регистрации перемещения индентора на ее величину.

Предложенный подход представляется целесообразным распространить на определение погрешности других характеристик: предела текучести, показателя деформационного упрочнения, ползучести, релаксации, определяемых методами индентирования.

## References

1. Argatov I. Indentation Testing of Biological Material. Springer, 2018, 376 p. doi: 10.1007/978-3-319-78533-2
2. Herrmann K. Hardness Testing: Principles and Applications, ASM International Publ., 2011, 225 p.
3. Abetkovskaia S.O., Chizhik S.A., Rudnitsky V.A., Kren A.P. Evaluation of viscoelastic properties of materials by nanoindentation. *Journal of Friction and Wear*, 2010, vol. 31, issue 3, pp. 180–183. doi: 10.3103/S106836661
4. Fischer-Cripps Anthony C. Nanoindentation. Springer Science and Business Media, 2004, 264 p. doi: 10.1007/978-1-4757-5943-3
5. Kren A.P., Protasenyа T.A. Determination of the physic and mechanical characteristics of isotropic pyrolytic graphite by dynamic indentation method. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2014, vol. 50, no. 7, pp. 419–425. doi: 10.1134/S1061830914070079
6. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of materials research*, 1992, vol. 7, issue 6, pp. 1564–1583. doi: 10.1557/JMR.1992.1564
7. N'Jock M.Y., Roudet F., Idriss M., Bartier O., Chicot D. Work-of-indentation coupled to contact



stiffness for calculating elastic modulus by instrumented indentation. *Mechanics of Materials*, 2016, vol. 94, pp. 170–179. **doi:** 10.1016/j.mechmat.2015.12.003

8. Koster W., Franz H. Poisson's ratio for metals and alloys. *Metallurgical reviews*, 1961, vol. 6,

pp. 1–56. **doi:** 10.1179/mtrl.1961.6.1.1

9. Lee H.M., Lee W.J. Poisson's ratio of pure metals and their non-metallic compounds. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1991, vol. 25, issue 4, pp. 965–968. **doi:** 10.1016/0956-716X(91)90258-3