

---

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

---



НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
СТАНДАРТ  
РОССИЙСКОЙ  
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р  
8.XXXX–  
202  
(ИСО 14577-  
3:2015)

---

**Государственная система обеспечения единства  
измерений**

**Металлы и сплавы**

**Измерение твёрдости и других характеристик  
материалов при инструментальном индентировании.  
Часть 3. Технические требования и калибровка  
эталонных мер твёрдости**

**(ISO 14577-3:2015, Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness  
and materials parameters - Part 3: Calibration of reference blocks**

**MOD)**

**Издание официальное**



Москва  
Российский институт стандартизации  
202

## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийским научно-исследовательским институтом физико-технических и радиотехнических измерений» (ФГУП «ВНИИФТРИ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 206 «Эталоны и поверочные схемы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от \_\_\_\_\_ 202 г. № \_\_\_\_\_ -ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 14577-3:2015 «Металлические материалы. Определение твердости и других параметров материалов методом инструментального индентирования. Часть 3. Калибровка мер твёрдости» (ISO 14577-3:2015 «Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 3: Calibration of reference blocks», MOD).

Дополнительные слова (фразы, показатели, их значения), включенные в текст стандарта, выделены подчеркиванием сплошной горизонтальной линией. Изменения внесены для учета потребностей экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5–2012 (пункт 3.5)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае*

*пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет ([www.gost.ru](http://www.gost.ru))*

© ISO, 2022– Все права сохраняются  
© Стандартиформ, оформление, 202

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения .....	
2 Нормативные ссылки .....	
3 Требования к эталонным мерам твёрдости.....	
4 Требования к эталону .....	
4.1 Общие положения	
4.2 Требования к нагрузке	
4.3 Требования к наконечнику	
4.3.1 Общие положения	
4.3.2 Наконечник Виккерса	
4.3.3 Наконечник Берковича и другие наконечники	
4.4 Требования к устройству для измерения перемещения наконечника	
4.5 Требования к испытательному циклу	
5 Процедура калибровки .....	
6 Число отпечатков .....	
7 Неоднородность эталонных мер твёрдости .....	
8 Маркировка эталонных мер твёрдости .....	
9 Межкалибровочный интервал .....	
10 <u>Оценка неопределённости калибровки эталонных мер твёрдости</u>	
Библиография .....	

## **Введение**

Настоящий стандарт описывает методику калибровки эталонных мер твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования..

**НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ****Государственная система обеспечения единства измерений****МЕТАЛЛЫ И СПЛАВЫ****Измерение твёрдости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 3. Технические требования и калибровка эталонных мер твёрдости**

State system for ensuring the uniformity of measurements. Metals and alloys.  
Instrumental indentation test for hardness and other material parameters.. Part 3: Calibration of  
reference test blocks

**Дата введения – 202 – –****1 Область применения**

Данный стандарт описывает метод калибровки эталонных мер твердости, применяемых для калибровки твердомеров, реализующих методы инструментального индентирования, как описано в ГОСТ Р 8.904 – 2015.

**П р и м е ч а н и е** Эталонные меры твердости можно калибровать в соответствии с областью применения твердомера или в соответствии с определяемыми параметрами материалов .

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:  
ИСО 376 «Материалы металлические. Калибровка силомеров, применяемых для верификации одноосных испытательных машин»

ГОСТ Р ИСО 4287-2014 Геометрические характеристики изделий (GPS) Структура поверхности. Профильный метод. Термины, определения и параметры структуры поверхности.

ГОСТ Р 8.748 – 2011 ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твёрдости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний.

ГОСТ Р 8.904 – 2015 ГСИ. Измерение твёрдости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 2. Поверка и калибровка твердомеров. .

**П р и м е ч а н и е** – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по

состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

---

**Издание официальное**

## 1. Требования к эталонным мерам твёрдости

3.1 Эталонная мера твердости должна быть специальным образом изготовлена, и внимание изготовителей обращается на требование применять технологический процесс производства, обеспечивающий необходимую однородность, стабильность структуры и равномерность поверхностной твердости эталонной меры твердости.

3.2 Каждая калибруемая эталонная мера твердости должна иметь толщину не менее 2 мм для нанодиапазона, не менее 5 мм для микродиапазона и не менее 16 мм для макродиапазона. Определение макродиапазона, микродиапазона и нанодиапазона дано в ГОСТ Р 8.748 – 2011

Толщина эталонных мер твердости может быть меньше, если того требует технологический процесс.

3.3 Эталонные меры твердости должны быть размагничены. Изготовителям рекомендуется убедиться в том, что эталонные меры твердости, выполненные из стали, были размагничены в конце производственного процесса.

3.4 Эталонная мера твердости должна быть сделана так, чтобы при закреплении её в твердомере угол между нормалью к поверхности и направлением действия силы был менее  $1^\circ$ .

**Примечание** Если мера твердости закрепляется таким образом, что опорной поверхностью является ее нижняя часть, то данное условие выполняется, если максимальное отклонение от плоскостности рабочей и опорной поверхностей не превышает 5 мкм на длине 50 мм и максимальное отклонение от параллельности рабочей и опорной поверхностей не превышает 10 мкм на длине 50 мм.

3.5 На рабочей поверхности эталонной меры твердости не должно быть царапин, мешающих измерению отпечатков. Допускается нанесение отпечатков между царапинами.

Для макро- и микродиапазона шероховатость поверхностей  $R_a$  мер твердости не должна превышать 50 нм и 10 нм, соответственно, для рабочей поверхности и 0,8 мкм для опорной поверхности; базовая длина  $l$  должна быть равна 0,80 мм (см. ГОСТ Р ИСО 4287-2014).

Для нанодиапазона шероховатость поверхностей  $R_a$  не должна превышать 10 нм. Рекомендуется, чтобы  $R_a$  было менее 1 нм, чтобы быть пригодным для практического применения для целей калибровки. В случае измерения с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) базовая длина  $l$  должна быть равна 10 мкм.

**Примечание** В нанодиапазоне важно учитывать как амплитуду, так и длину волны шероховатости.

3.6 Для проверки того, что эталонная мера твёрдости не была перешлифована, на нее должна быть нанесена толщина, которую она имела во время калибровки, с точностью до 10 мкм, или на рабочую поверхность должно быть нанесено клеймо (см. Раздел 8).

Для некоторых эталонных мер твердости нанодиапазона может быть необходимо подготовить поверхность перед испытанием таким образом, что удаляются поверхностные слои. В этом случае следует использовать такой метод как нанесение клейма определенной глубины для указания на то, что значительное количество материала было удалено. Калибровка мер твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования в нанодиапазоне может осуществляться при глубинах внедрения, меньших 10 мкм.

## 4 Требования к эталону

### 4.1 Общие положения

Помимо выполнения общих условий, указанных в ГОСТ Р 8.904 – 2015, эталон должен также удовлетворять требованиям, перечисленным в 4.2–4.5. Необходимо проверять соответствие отдельных узлов эталона требованиям п. 4.2-4.5 с интервалом, не превышающим 24 месяца. Проверяются следующие узлы эталона:

- a) узел приложения нагрузки;
- b) наконечник;
- c) устройство для измерения перемещения наконечника;
- d) проверка измерительного цикла.

Средства измерений, применяемые для проверки, должны иметь прослеживаемость к Государственным первичным эталонам.

### 4.2 Требования к нагрузке

Испытательная нагрузка должна быть измерена в соответствии с ГОСТ Р 8.904 – 2015, с допустимым отклонением:

- a)  $\pm 0,25$  % для макродиапазона;
- b)  $\pm 0,5$  % для микродиапазона;
- c)  $\pm 0,5$  % или  $\pm 10$  мкН, смотря какое значение больше, для нанодиапазона.

Нагрузка (сила) должна измеряться с помощью динамометров 0,5 класса точности или выше в соответствии с ИСО 376 или иным методом, обеспечивающим такую же точность.

### 4.3 Требования к наконечнику

#### 4.3.1 Общие положения

Геометрические параметры наконечников должны быть подтверждены протоколом калибровки или протоколом аттестации, и в тех случаях, когда глубина индентирования составляет  $\leq 6$  мкм, функция площади наконечника должна определяться и подтверждаться

протоколом калибровки или аттестации. Стандартная неопределённость измерений функции площади наконечника должна быть менее 5 %.

#### 4.3.2 Наконечник Виккерса

Все четыре грани алмазной пирамиды с квадратным основанием должны быть отполированными, без поверхностных дефектов и иметь плоскостность поверхности с погрешностью до 0,0003 мм.

Угол между противоположными гранями при вершине алмазной пирамиды должен составлять  $(136 \pm 0,1)^\circ$ . Максимальная расширенная неопределенность измерений угла должна составлять  $\pm 0,15^\circ$  при уровне доверия 95 %.

Угол между осью алмазной пирамиды и осью оправки наконечника (перпендикулярно посадочной плоскости) должен быть меньше  $0,3^\circ$ .

Вершина алмазного наконечника должна быть исследована с помощью измерительного микроскопа с высокой разрешающей способностью или, предпочтительно, с помощью интерференционного микроскопа или атомно-силового микроскопа.

Если четыре грани не сходятся в одной точке, длина линии перемычки между противоположными гранями должна быть меньше 0,001 мм. Для наконечников, используемых для испытаний в микро- и нанодиапазонах, длина не должна превышать 0,00025 мм.

Должно быть подтверждено, что углы четырехугольника, в основании алмазной пирамиды составляют  $(90 \pm 0,4)^\circ$  (см. [Рисунок 1](#)).

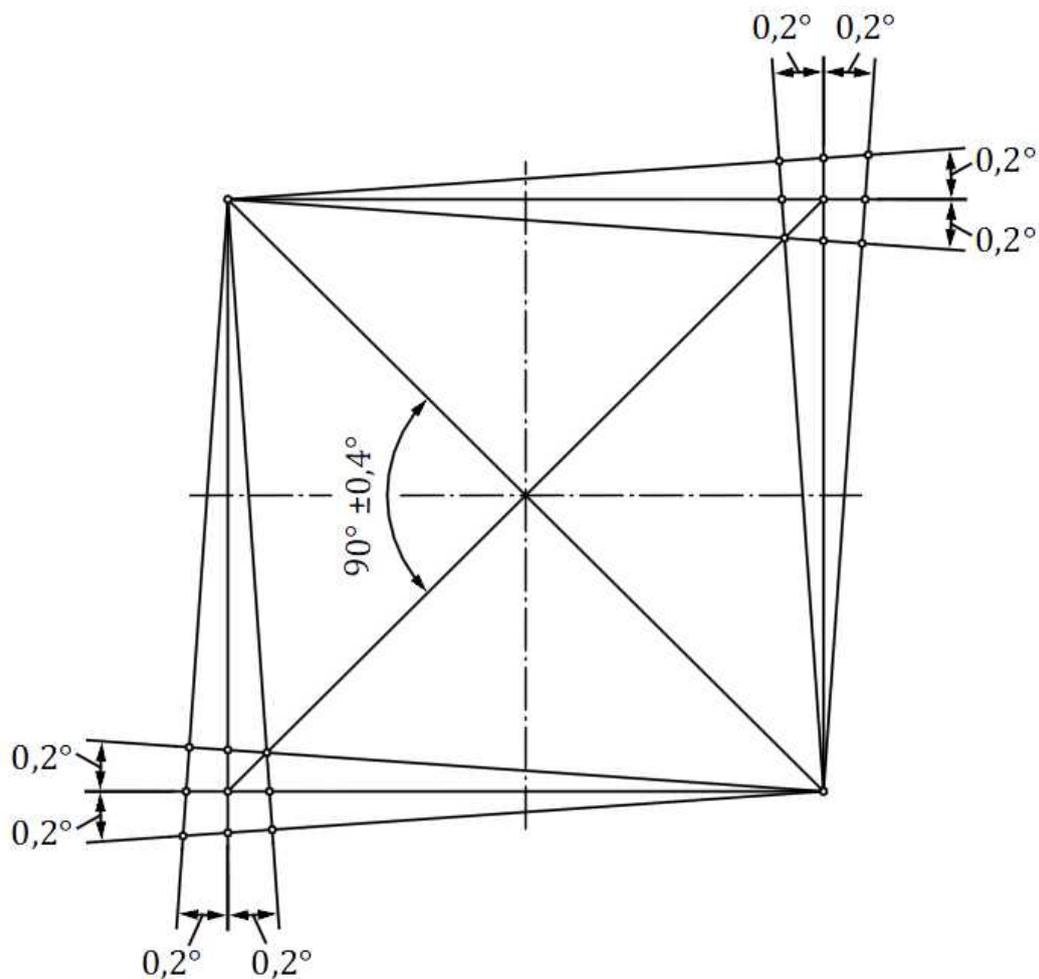


Рисунок 1 — Допустимые отклонения в основании алмазной пирамиды Виккерса

#### 4.3.3 Наконечник Берковича и другие наконечники

Для этих наконечников рекомендуется в качестве минимального требования использовать допустимые отклонения, приведенные в ГОСТ Р 8.904 – 2015. Для пирамидальных наконечников с треугольным основанием максимальная расширенная неопределенность измерений угла между гранями должна составлять  $\pm 0,15^\circ$  при уровне доверия 95 %.

#### 4.4 Требования к устройству для измерения перемещений наконечника

4.4.1 Требуемая разрешающая способность устройства для измерения перемещения наконечника зависит от размера наименьшего отпечатка, который предполагается измерять.

Шкала прибора для измерения перемещения наконечника должна быть отградуирована таким образом, чтобы позволяла оценивать глубину индентирования в соответствии с Таблицей 1.

Таблица 1 — Разрешающая способность и предельно допустимая погрешность устройства для измерения перемещения наконечника

Диапазон применения	Разрешающая способность измерительного устройства	Предельно допустимая погрешность
Макродиапазон	10 нм	0,5 % $h$ или 30 нм
Микро- и нанодиапазон	0,2 нм	1 % $h$ или 5 нм
<sup>a</sup> Наибольшее из двух значений. Для нанодиапазона рекомендуется допустимое отклонение $\pm 1$ % $h$ .		

Требования к устройству для измерения перемещений наконечника достигаются, если стандартные неопределённости измерений из Таблицы 2 не превышают указанных значений.



Таблица 2 — Требуемая стандартная неопределенность измерений при определении точки контакта наконечника с эталонной мерой твердостью и податливости твердомера

Диапазон применения	Стандартная неопределенность измерений при определении точки контакта наконечника с эталонной мерой твердости	Стандартная неопределенность измерений податливости эталона
Макродиапазон	0,5 % $h$	1 % $h$
Микро- и нанодиапазон	1 % $h$	0,5 % $h$

4.4.2 Операции по проверке устройства перемещения наконечника должны быть проведены в соответствии с ГОСТ Р 8.904 – 2015. Предельно допустимая погрешность не должна превышать значений, приведенных в Таблице 1.

4.5 Требования к измерительному циклу.

Рекомендованные временные интервалы для различных этапов процедуры калибровки и скорости приводятся в Таблице 3.

Для измерений в микродиапазоне предельно допустимое виброускорение должно быть равно  $0,005 g$ , где  $g$  – стандартное ускорение свободного падения (равное  $9,80665 \text{ м/с}^2$ ). Для контроля определяют кривую зависимости нагрузки от глубины индентирования.

Таблица 3 — Рекомендованные временные интервалы измерительного цикла

Диапазон применения	Максимальная скорость подвода наконечника при контакте с мерой твердости	Время приложения испытательной нагрузки	Время выдержки испытательной нагрузки	Время снятия испытательной нагрузки
размерность	мкм/с	с	с	с
Макродиапазон	от 5 до 20	30	30	10
Микродиапазон	1	30	30	10
Нанодиапазон	0,1	30	30	10

П р и м е ч а н и е - При калибровке мер твердости для определения модуля упругости индентирования (или твердости индентирования) максимальная испытательная нагрузка должна поддерживаться постоянной до тех пор, пока скорость ползучести не снизится до менее 1 % от первоначальной скорости перемещения наконечника во время снятия испытательной нагрузки.

## 5 Процедура калибровки

Эталонные меры твердости должны быть откалиброваны на эталоне, как описано в Разделе 4, при температуре в температурном диапазоне, указанном в свидетельстве о калибровке [обычно  $(23 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ ], с использованием общей

процедуры, описанной в ГОСТ Р 8.748 – 2011, и с учетом требований ГОСТ Р 8.904 – 2015.

## 6 Число отпечатков

На каждой мере твердости должны быть выполнены не менее пяти отпечатков для макродиапазона и 15 отпечатков для микро- и нанодиапазонов. Эти отпечатки должны быть разбиты на группы по пять отпечатков, и группы должны быть случайным образом распределены по поверхности меры твердости. Расположения этих групп должны быть зафиксированы во избежание совпадения с отпечатками, которые будут наноситься в дальнейшем. Для нанодиапазона рекомендуется промаркировать поверхность или установить подходящую систему координат так, чтобы гарантировать, что наносимые в дальнейшем отпечатки не совпадут с ранее индентированными областями.

## 7 Неоднородность эталонных мер твёрдости

7.1 Для каждой меры твердости вычисляют среднеарифметическое значение  $q$  из  $n$  значений  $q_1, \dots, q_n$  по Формуле (1):

$$q = \frac{q_1 + \dots + q_n}{n} \quad (1)$$

$q$  — значение, полученное при калибровке .

Как меру рассеивания результатов вычисляют среднеквадратическое отклонение ряда измерений по

Формуле (2):

$$s = \sqrt{\frac{(q_1 - q)^2 + \dots + (q_n - q)^2}{n-1}} \quad (2)$$

7.2 Предельно допустимые значения среднеквадратического отклонения для эталонных мер твёрдости даны в Таблице 4

Таблица 4 – Предельно допустимые значения среднеквадратическх отклонений.

Диапазон	Числа твёрдости НМ	Числа твёрдост и Н <sub>IT</sub>	Модуль упругост и E <sub>IT</sub>
Макродиапазо н	0,02·	0,02·	0,02·
Микродиапазо н	0,03·	0,03·	0,02·
Нанодиапазон	0,05·	0,05·	0,05·

Допускаются более высокие значения коэффициента вариации для мер

твердости, используемых в нано- и микродиапазоне для определения податливости твердомера (например, вольфрам).

## 8 Маркировка эталонных мер твёрдости

8.1 Каждая эталонная мера твердости должна быть промаркирована либо нанесением непосредственно на нее следующих данных либо нанесением на нее уникального кода, связанного с сертификатом, содержащим следующие данные:

- a) среднеарифметическое значение твердости, измеренное при калибровке, например, 8,70 НМ 0,5 / 20 / 20 = или 220,00 E IT 0,5 / 10 / 20 / 30
- b) наименование или клеймо поставщика или изготовителя;
- c) серийный номер;
- d) наименование или клеймо калибровочной лаборатории;
- e) толщина эталонной меры твердости или клеймо на рабочей поверхности (см. 3.6);  
год калибровки, если не указан в серийном номере

8.2 Любая маркировка, нанесенная на боковую поверхность меры твердости, должна быть направлена в сторону рабочей поверхности, когда рабочей поверхностью является верхняя поверхность меры.

8.3 К каждой эталонной мере твердости должен прилагаться сертификат калибровки с протоколом, содержащем, по крайней мере, следующую информацию:

- a) ссылка на данный стандарт;
- b) идентификационные данные меры твердости;
- c) дата калибровки;
- d) температура при калибровке;
- e) материал и форма наконечника, а в случае необходимости и подробные данные о функции площади наконечника;
- f) испытательный цикл (метод контроля и полное описание испытательного цикла); этот пункт должен включать:  
заданные значения величин,  
скорость и время приложения нагрузки,  
начало и длительность выдержки под определенной нагрузкой,  
частота регистрации данных или число точек, регистрируемых в каждой части цикла;
- g) метод, применяемый для определения точки контакта наконечника с

мерой твёрдости;

h) методы анализа;

i) отдельные значения и их среднее значение для всех значений,

измеренных при калибровке, вместе с среднеквадратическим значением ряда измерений, включая

число результатов, использованных для получения этих значений

неопределенность значения, измеренного при калибровке, при уровне доверия 95 % в соответствии с разделом 10;

j) диаграмма, показывающая данные о зависимости нагрузка-перемещение (включая точку касания наконечника с эталонной мерой твёрдости), использованные для вычисления значения меры твердости.

## 9 Межкалибровочный интервал

Мера твердости может применяться только в тех условиях измерений, для которых она была калибрована, и при условии выполнения требований Раздела 3.

**Примечание** Известно, что у материалов, которые пластически деформируются по механизмам дислокаций, определяемая твердость зависит от размера отпечатка. Значение твердости, даже измеренное с помощью наконечников, формами которых являются фигуры вращения, обратно пропорционально квадратному корню из диаметра отпечатка. В макродиапазоне малая относительная разность между размерами отпечатков означает, что данный эффект не заметен. Однако в микро- и нанодиапазонах этот эффект является очень значительным. Следовательно, прямое сравнение значений твердости возможно только для отпечатков одинакового размера. Поэтому только модуль упругости индентирования может использоваться в качестве параметра для калибровки податливости твердомера и функции площади наконечника в нано- и микродиапазонах [1].

Рекомендуется, чтобы срок действия калибровки ограничивался двумя годами.

## **10. Оценка неопределённости калибровки эталонных мер твёрдости**

Процедура описывает расчет расширенной неопределенности  $U$  измерений твердости. В формуле 3 приведен подход к данному расчету, а также информация об используемых символах. Несколько независимых источников стандартной неопределенности суммируют по закону сложения дисперсий, а затем умножают на коэффициент охвата  $k = 2$ .

Процедура расчёта расширенной неопределённости измерений  $U$  описана в [2].

Расширенную неопределенность измерений твердости рассчитывают по формуле

$$U = \frac{\dots}{\dots} \quad (3)$$

где  $\dots$  – составляющая неопределенности измерений, связанная со стандартной неопределенностью эталона для  $k = 1$ ;

$\dots$  – составляющая неопределенности измерений, связанная с разбросом результатов измерений эталоном на эталонной мере твёрдости, рассчитанная по формуле 4.

$$\dots = \dots \quad (4)$$

где  $\dots$  - коэффициент Стьюдента для  $n$  измерений и доверительной вероятности  $0,683$ ;

Результат измерений представлен в виде

$$H = U \quad (5)$$

### Библиография

- [1] Hou D., Bushby A.J., Jennett N.M. Study of the interaction between the indentation size effect and Hall-Petch effect with spherical indenters on annealed polycrystalline copper. J. Phys. D Appl. Phys. 2008, **41** (7) p. 074006
- [2] ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

---

УДК 620.178.152.34: ОКС 17.020

Ключевые слова: металлы, сплавы, твердость, калибровка, методы инструментального индентирования, шкалы Мартенса, шкалы индентирования

---