

УДК 53.083.8
EDN: SXCBPW

PACS: 81.70.-q

Сравнение различных методов для измерения модуля упругости Юнга наноструктурированных материалов на примере титана

© А. С. Усеинов^{1,2}, Г. Х. Султанова^{1,3}, И. В. Лактионов^{1,*}, А. П. Федоткин¹¹ Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет),
Московская обл., г. Долгопрудный, 141701 Россия

* E-mail: laktionov@mipt.ru

² Институт физики высоких давлений им. Л.Ф. Верещагина Российской академии наук,
Москва, г. Троицк, 108840 Россия³ НИЦ «Курчатовский институт», Москва, г. Троицк, 108840 РоссияСтатья поступила в редакцию 9.09.2025; после доработки 4.12.2025; принята к публикации 20.02.2026
Шифр научной специальности: 1.3.2

Представлены результаты сравнительного исследования различных методов определения модуля упругости Юнга наноструктурированного титана, полученного методом равноканального углового прессования с последующим волочением. Рассмотрены подходы, основанные на модели Герца, методе инструментального индентирования по Оливеру–Фарру, а также на динамическом механическом анализе (ДМА). Показано, что все методы позволяют получить согласующиеся между собой значения модуля упругости, близкие к табличным данным, при этом различия связаны с фазой процесса нагружения, учитываемой в конкретной модели. Проанализированы особенности применения сферического индентора, позволяющего восстановить диаграмму истинных напряжений–деформаций. Показано, что при малых нагрузках определяющим фактором точности являются шероховатости индентора и исследуемой поверхности, а также уровень шумов. Сделан вывод о целесообразности измерения модуля Юнга методом инструментального индентирования с последующим использованием этой величины при восстановлении полной диаграммы напряжение–деформация по данным индентирования сферическим наконечником.

Ключевые слова: диаграмма напряжение–деформация, модуль упругости Юнга, инструментальное индентирование, наноструктурированный титан.

DOI: 10.51368/1996-0948-2026-1-87-93

Введение

Оценка упругих характеристик материала, в первую очередь модуля Юнга, играет ключевую роль в инженерном материаловедении, механике контактных взаимодействий, микро- и наноэлектронике, а также в технологиях функциональных покрытий. Модуль упругости определяет не только начальный отклик материала на внешние нагрузки, но также напрямую участвует в расчетах долго-

вечности, вибрационной стойкости и прочностных характеристик в конструкциях различного масштаба.

Классические механические испытания на одноосное растяжение или сжатие, безусловно, являются эталоном для построения диаграммы «напряжение–деформация», поскольку позволяют получить полную картину механического поведения материала – от упругой до разрушительной стадии. Однако реализация таких испытаний требует образцов

определённой формы и размеров, соответствующих стандартам (например, ГОСТ 1497–84, ASTM E8/E8M) [1], что практически исключает возможность прямого тестирования объектов с характерным размером менее 1 мм, тонких покрытий, градиентных структур или отдельных компонентов микроэлектромеханических систем (MEMS/NEMS). Для таких объектов наиболее приемлемыми оказываются методы локального механического зондирования, в частности – инструментальное индентирование [2].

Одной из актуальных задач в данной области является не просто извлечение отдельных механических параметров (таких, как твердость или модуль упругости), но и восстановление полной кривой «напряжение–деформация» из данных индентирования. Сегодня существует ряд методик перехода от диаграммы внедрения к кривой упрочнения при растяжении. В частности, в работе [3] показано, что установлена пригодность некоторых упрощенных аналитических моделей, описывающих сложное напряженное состояние тел несогласованной формы при контакте. Другой подход, реализуемый в рамках метода ABI или при многошаговых нагрузочно-разгрузочных циклах, позволяют экстраполировать макромеханические характеристики на микроуровень. Однако достоверность таких реконструкций зависит от множества факторов: калибровки площади контакта, точности измерения силы и глубины, выбора модели контактного взаимодействия (Герца, Оливера–Фарра и др.), а также корректности предположений о распределении напряжений в окрестности отпечатка.

Сравнение восстановленных по данным индентирования диаграмм с эталонными диаграммами, полученными при макро-испытаниях, представляет собой критически важный шаг валидации контактных методов и моделей, лежащих в основе обработки экспериментальных данных. Без такой проверки невозможно достоверно утверждать об эквивалентности получаемых механических характеристик, особенно в условиях, когда градиенты напряжений и деформаций в локальной области существенно превышают аналогичные значения при макроскопических испытаниях.

Особенную важность подобные систематические исследования имеют с точки зрения дальнейшего исследования градиентных структур, слоистых и топокомпозитных материалов [4], характеризующихся анизотропией механических свойств.

Таким образом, разработка и апробация методик измерения модуля упругости Юнга на основе пространственно-локализованных измерений представляет собой важное направление в экспериментальной механике твёрдых тел.

Методы

Распространенным способом восстановления диаграммы напряжение–деформация по результатам индентирования является методика автоматизированного индентирования шаром (automated ball indentation, ABI) [5]. В рамках данного подхода производится серия последовательных циклов нагружения–разгрузки с увеличением максимального прикладываемого нормального усилия. По восстановленной диаграмме «напряжение–деформация», полученной из анализа накопленного отпечатка, определяются упругие и пластические характеристики материала. Особенностью данного метода является возможность прямого восстановления эквивалентных напряжений и деформаций без предварительного знания площади поперечного сечения, что делает его особенно ценным для микрообъёмов и неоднородных структур [6].

При переходе к субмикрометровым глубинам вдавливания наконечника корректное построение упругого участка диаграммы «напряжение–деформация» по методу ABI становится крайне затруднительным, так как из-за малых глубин и прикладываемых нагрузок погрешность измерений оказывается слишком большой. Поэтому для построения этого участка может быть выбрана стратегия, при которой модуль Юнга, характеризующий наклон диаграммы σ – ε в области упругой деформации, определяется одним из альтернативных методов, основанных на квазистатическом или динамическом инструментальном индентировании.

Индентирование сферическим наконечником с использованием модели Герца

Первый подход к оценке модуля упругости основан на анализе кривой нагружения при вдавливании индентора в форме сферы. Согласно классической теории Герца контакт между упругим полупространством и жёсткой сферой описывается аналитическим выражением:

$$P = \frac{4}{3} E^* R^{\frac{1}{2}} h^{\frac{3}{2}},$$

где P — нагрузка, h — глубина вдавливания, R — радиус кривизны индентора, E^* — приведённый модуль упругости.

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2},$$

где E_1 и E_2 — это модули упругости, а ν_1 и ν_2 — коэффициенты Пуассона контактирующих тел (индентора и образца).

Аппроксимация экспериментальных кривых нагружения функцией Герца позволяет определить E^* , а далее, с учётом упругих свойств материала индентора — модуль Юнга исследуемого материала.

Метод инструментального индентирования

Стандарт ГОСТ Р 8.748-2011 [7] регламентирует процедуру определения модуля упругости на основе анализа участка разгрузки при цикле индентирования. При этом используется модель, предложенная в работах Оливера–Фарра [8, 9] и связывающая жёсткость контакта $S = dP/dh$ с величиной приведённого модуля упругости:

$$E^* = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \cdot \frac{S}{\sqrt{A}},$$

где A — площадь контакта, β — коэффициент, зависящий от геометрии индентора. После учета свойств индентора рассчитывается модуль Юнга исследуемого материала. Для индентора сферической геометрии $\beta = 1$.

Динамический механический анализ (DMA)

Динамический режим индентирования базируется на наложении гармонического возбуждения малой амплитуды на основное квазистатическое внедрение индентора в исследуемый материал. Динамический режим работы индентора позволяет регистрировать зависимость твердости, модуля упругости и величины потерь от глубины проникновения в режиме одного цикла.

Модель такого взаимодействия в первом приближении может быть описана как система с вынужденными гармоническими колебаниями, аналогичная демпфированному осциллятору. Сигнал внешней силы имеет вид:

$$F(t) = F_{dc}(t) + F_{ac} \cdot \sin(\omega t),$$

где F_{dc} — квазистатическая составляющая нагрузки, F_{ac} — амплитуда гармонической составляющей, ω — угловая частота возбуждения.

Перемещение индентора:

$$h(t) = h_{dc}(t) + h_{ac} \cdot \sin(\omega t + \delta),$$

где δ — фазовый сдвиг между возбуждением и откликом, определяющий наличие вязкого отклика материала.

Различные материалы могут сопротивляться прикладываемой нагрузке как упругие или вязкие субстанции. Первые запасают энергию при деформации и возвращаются в исходное состояние при снятии нагрузки. Вторые, остающиеся сжатыми после снятия нагрузки, всю работу по их деформации рассеивают в виде тепла.

При использовании динамического метода деформация тела ε зависит от частоты ω прикладываемой силы следующим образом:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \sin(t\omega).$$

Для чисто упругого тела справедлив закон Гука и напряжение σ пропорционально (с коэффициентом E — модулем Юнга) деформации:

$$\sigma = E\varepsilon.$$

Следовательно, нагрузка и деформация синфазны. В вязком материале, где нет упру-

гой деформации, напряжение задается законом Ньютона: $\sigma = \eta \dot{\epsilon}$, и напряжение, возникающее в ответ на нагрузку, отличается от нее по фазе на $\delta = 90^\circ$ [10]:

$$\sigma = \sigma_0 \sin(t\omega + \delta).$$

Однако в природе не существует абсолютно упругих и абсолютно неупругих тел. Мнимая и действительная компоненты модуля Юнга $E^* = E' + iE''$ имеют вид:

$$E' = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \cos \delta, \quad E'' = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \sin \delta.$$

Из анализа фазы и амплитуды реакции измеряется комплексный модуль упругости, включающий вещественную часть (модуль упругости) E' и мнимую часть (модуль потерь) E'' . При этом модуль упругости E' приближенно соответствует модулю Юнга для линейно-упругих материалов.

Проведение эксперимента

В качестве материала для сравнительного исследования использован технически чистый титан Grade 4, подвергнутый интенсивной пластической деформации методом равноканального углового прессования по схеме Конформ (РКУП-К) с последующим волочением. Данный метод обеспечивает получение ультрамелкозернистой структуры за счёт накопления больших пластических деформаций без изменения внешней геометрии образца. РКУП-К осуществляли на установке «КВ-048.ИФПМ.043911001» (НИИ ФПМ «УУНиТ» и ООО «НаноМет»): температура деформации – 250 °С, угол пересечения каналов – 120°, маршрут деформации Вс, количество проходов – 4 прохода. Для равномерной деформации перед каждым проходом заготовку поворачивали на 90° вокруг своей оси. Волочение заготовок после РКУП-К проводили до диаметра прутков 6 мм за 17 проходов с шагом изменения диаметра фильеры 0,5 мм. Температура волочения составляла 250 °С, скорость деформирования 0,3 м/с.

По результатам рентгеноструктурного анализа методом широких линий (анализ по

методу Вильямсона–Холла) [12] установлен средний эквивалентный размер зерна порядка 41 ± 2 нм, что подтверждает формирование наноструктурированного состояния. Поверхность образцов была механически отполирована, что обеспечило уровень шероховатости $Ra < 5$ нм, достаточный для высокоточных испытаний методом индентирования.

Измерения проводились на нанотвердомере «НаноСкан-4D» [13]. В качестве индентора использовался наконечник из монокристаллического алмаза сфероконической геометрии. Радиус сферической части наконечника – 2,5 мкм, высота рабочей части – 1 мкм. Функция формы наконечника получена по данным со сканирующего зондового микроскопа Ntegra Prima.

Измерения методом статического вдавливания проводились со скоростью 50 нм/с до достижения максимальной нагрузки – 30 мН. Испытания методом ДМА проводились до такой же максимальной нагрузки и с такой же скоростью нагружения, с частотой и амплитудой колебаний 10 Гц и 20 нм, соответственно.

Обсуждение результатов

В таблице представлены усредненные результаты измерений, полученные различными методами. Данные инструментального индентирования получены с максимальной нагрузкой от 1 мН (рис. 1).

Таблица

Значения модуля упругости

Метод измерения	Значение модуля упругости Юнга, ГПа
Модель Герца	107 ± 5
Инструментальное индентирование	104 ± 4
Динамический механический анализ	97 ± 3
Табличное значение [11]	110 ± 10

Ключевое различие в подходах по модели Герца и методике Оливера–Фарра состоит в том, что упругие свойства поверхности определяют в разной фазе нагружения. Модель Герца описывает упругий отклик исходной, недеформированной поверхности в малой ло-

кальной области пятна контакта под индентором. Модель Оливера-Фарра описывает упругий отклик контура поверхности при снятии нагрузки в конце процедуры индентирования.

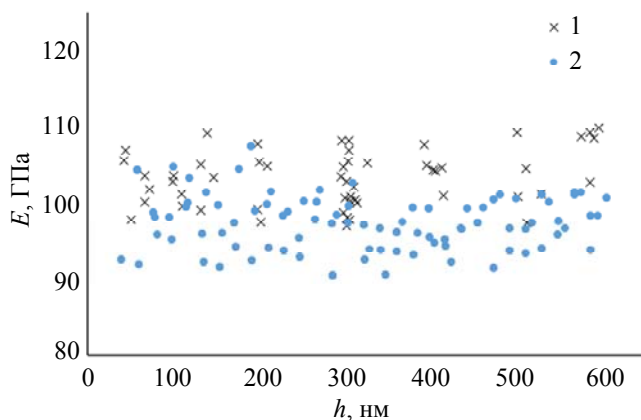


Рис. 1. Зависимость модуля упругости от глубины в испытаниях инструментальным индентированием (1) и ДМА (2)

Для расчета модуля упругости согласно формуле Герца начальный участок кривой нагружения при статическом нагружении аппроксимировался степенной функцией (рис. 2). При этом диапазон нагрузок в области упругой деформации составил менее 1 мН, что согласуется с экспериментально полученной зависимостью, а также с рассчитанным значением по формуле, приведенной в [5].

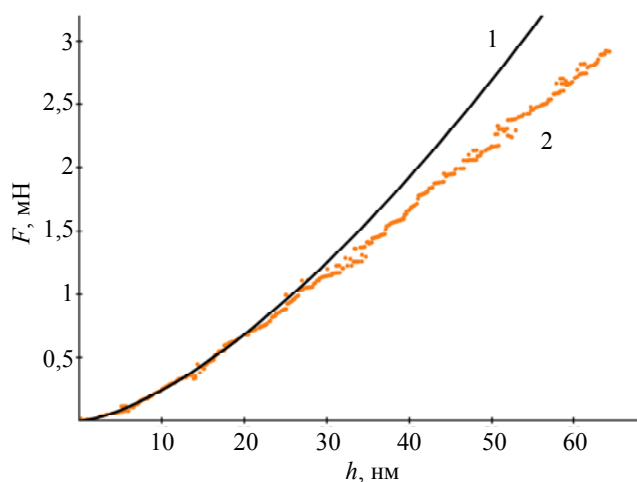


Рис. 2. Зависимость силы от глубины индентирования: 1 – аппроксимация участка упругой деформации по модели Герца, 2 – экспериментальные данные

Теория Герца применена для описания внедрения идеальной сферы в упругое полупространство. Данная модель не учитывает

шероховатость поверхностей. При этом рассматриваемая область упругой деформации сравнима с шероховатостью индентора. Согласно теории Гринвуда и Вильямсона для упругого характера деформации микрошероховатостей (индекс пластичности $< 2/3$) средняя арифметическая шероховатость поверхностей должна составлять 1,1 нм. Превышение фактической шероховатости поверхности этого значения приводит к завышенному измеряемому значению и увеличенной ошибке измерения.

Метод ДМА демонстрирует более низкие значения модуля упругости. В процессе испытания методом ДМА действует осциллирующая нагрузка при заданной скорости нагружения. Поэтому скорость деформации оказывается выше скорости нарастания средней нагрузки и составляет ~ 200 нм/с. Для исключения влияния скорости деформации для данного материала в данном диапазоне значений были проведены сравнительные испытания методом инструментального индентирования с максимальной нагрузкой 15 мН и скоростями нагружения 10, 50, 100, 200 нм/с. Зависимость свойств от скоростей нагружения в данном диапазоне не обнаружена. Увеличение скорости деформации при динамических испытаниях титана приводит к увеличению прочностных характеристик, однако не влияет на модуль упругости.

Заключение

При построении диаграммы «напряжение-деформация» в области упругой деформации с использованием сферического индентора малого диаметра возникают большие погрешности, связанные с шероховатостью индентора и исследуемой поверхности, а также с шумами сейсмического характера.

В данной работе исследованы различные способы определения модуля упругости: с помощью модели Герца, методом инструментального индентирования и динамического механического анализа. Данные методы демонстрируют близкие в пределах погрешности значения. Для устранения неточностей при построении диаграммы σ – ϵ в области упругой деформации предлагается использовать значение модуля упругости, определен-

ное на больших глубинах индентирования в области пластической деформации материала, для чего наиболее надежным методом представляется инструментальное индентирование.

Преимуществом использования сферического наконечника является построение диаграммы истинных напряжений. Результаты испытаний материалов на разрыв позволяют построить диаграмму условных напряжений, которая не учитывает изменение площади сечения при растяжении.

*Работа выполнена при финансовой поддержке
РНФ № 25-29-00291.*

СПИСОК ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 1497–84. Металлы. Методы испытания на растяжение. – М.: Изд-во стандартов, 1985.

2. Головин Ю. И. / Физика твердого тела. 2021. Т. 63. № 1. С. 3–42.
3. Johnson K. L. / Proc. R. Soc. Lond. A. 1971. Vol. 324. № 1558. P. 301–313.
4. Voronin N. / Materials Physics and Mechanics. 2015. Vol. 22. № 1. P. 20–29.
5. Haggag F. M. / ASTM Special Technical Publication. 1993. Vol. 1204. P. 27–27.
6. Кушнерева А. С. / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2025. Т. 91. № 4. С. 78–84.
7. ГОСТ Р 8.748–2011. Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений давления. – М.: Стандартинформ, 2012.
8. Oliver W. C. / Journal of materials research. 1992. Vol. 7. № 6. P. 1564–1583.
9. Oliver W. C. / Journal of materials research. 2004. Vol. 19. № 1. P. 3–20.
10. Xiaodong L. / Materials Characterization. 2002. Vol. 48. P. 11–36.
11. Справочник по физическим величинам / под ред. Кикоина И. К. – М.: Наука, 1976.
12. Himabindu B. / Materials Today: Proceedings. 2021. Vol. 47. P. 4891–4896.
13. Реуцетов В. Н. / Наноиндустрия. 2022. Т. 15. № 7-8. С. 466–476.

PACS: 81.70.-q

Application of different methods for measuring modulus of elasticity of nanostructured materials on the example of titanium

A. S. Useinov^{1,2}, G. Kh. Sultanova^{1,3}, I. V. Laktionov^{1,*}, and A. P. Fedotkin¹

¹ Moscow Institute of Physics and Technology, Moscow Region, Dolgoprudny, 141701 Russia

* E-mail: laktionov@mipt.ru

² Vereshchagin Institute for High Pressure Physics Russian Academy of Sciences, Moscow, Troitsk, 108840 Russia

³ National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Troitsk, 108840 Russia

Received 9.09.2025; revised 4.12.2025; accepted 20.02.2026

The article presents the results of a comparative study of various methods for determining the Young's modulus of nanostructured titanium obtained by equal-channel angular pressing followed by drawing. The approaches based on the Hertz model, the Oliver-Farr method of instrumental indentation, and dynamic mechanical analysis (DMA) are considered. It is shown that all methods allow to obtain the values of elastic modulus, which are in agreement with each other and close to the tabular data, while the differences are related to the phase of the loading process, which is taken into account in a particular model. The peculiarities of the spherical indenter application, which allows to restore the true stress-strain diagram, are analyzed. It is shown that at low loads the roughness of the indenter and the investigated surface, as well as the noise level, is the determining factor of accuracy. It is concluded that it is reasonable to measure Young's modulus by the method of instrumental indentation with subse-

quent use of this value in reconstructing the full stress-strain diagram from the data of indentation with a spherical tip.

Keywords: stress-strain diagram, modulus of elasticity, tool indentation, nanostructured titanium.

REFERENCES

1. GOST 1497–84. Metals. Tensile testing methods. Moscow, Publishing House of Standards, 1985.
2. Golovin Y. I., Physics of the Solid State **63** (1), 3–42 (2021).
3. Johnson K. L., Proc. R. Soc. Lond. A **324** (1558), 301–313 (1971).
4. Voronin N., Materials Physics and Mechanics **22** (1), 20–29 (2015).
5. Haggag F. M., ASTM Special Technical Publication **1204**, 27–27 (1993).
6. Kushnereva A. S. Industrial Laboratory **91** (4), 78–84 (2025).
7. GOST R 8.748–2011. State System for Ensuring the Uniformity of Measurements. State Verification Scheme for Pressure Measuring Instruments. Moscow, Standartinform, 2012.
8. Oliver W. C., Journal of materials research **7** (6), 1564–1583 (1992).
9. Oliver W. C., Journal of materials research **19** (1), 3–20 (2004).
10. Xiaodong L., Materials Characterization **48**, 11–36. (2002).
11. Handbook of Physical Quantities / Ed. Kikoin I. K. Moscow, Nauka, 1976.
12. Himabindu B., Materials Today: Proceedings **47**, 4891–4896 (2021).
13. Reshetov V.N., Nanoindustry **15** (7-8), 466–476 (2022).

Об авторах

Усеинов Алексей Серверович, к.ф.-м.н., старший научный сотрудник центра испытаний функциональных материалов, Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., 9); заместитель директора, Институт физики высоких давлений им. Л.Ф. Верещагина Российской академии наук (108840, Россия, Москва, Троицк, Калужское шоссе, д. 14). E-mail: useinov@mail.ru SPIN-код: 2318-4230, AuthorID: 41532, ORCID: 0000-0002-9937-0954

Султанова Гульназ Хакимовна, инженер центра испытаний функциональных материалов, Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., 9); младший научный сотрудник лаборатории наномеханических испытаний, НИЦ «Курчатовский институт» (108840, Россия, Москва, г. Троицк, ул. Центральная, 7а). E-mail: sultanova.gkh@phystech.edu SPIN-код: 7358-9564, AuthorID: 1189457, ORCID: 0000-0002-4770-5724

Лактионов Иван Валерьевич, инженер центра испытаний функциональных материалов, Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., 9). E-mail: laktionov@mipt.ru, SPIN-код: 8452-3715, AuthorID: 1111093, ORCID: 0000-0002-8576-3669

Федоткин Александр Павлович, инженер центра испытаний функциональных материалов, Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет) (141701, Россия, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., 9). E-mail: aleksandr.fedotkin@phystech.edu SPIN-код: 8957-9170, AuthorID: 1232517, ORCID: 0000-0003-3822-4811