

**Министерство образования и науки Российской Федерации**  
**федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение**  
**высшего образования**

**«САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

**На правах рукописи**

**Кондратьев Артем Витальевич**

**СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДА ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО  
ИНДЕНТИРОВАНИЯ И ПРОГРАММНО-АППАРАТНЫХ СРЕДСТВ  
КОНТРОЛЯ ТВЕРДОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ В МИКРО- И  
НАНОМЕТРОВЫХ ДИАПАЗОНАХ**

**Специальность 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной  
среды, веществ, материалов и изделий**

**Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук**

**Научный руководитель – заслуженный деятель науки РФ,  
доктор технических наук, профессор  
Потапов А.И.**

**Санкт-Петербург – 2017**

**ОГЛАВЛЕНИЕ**

<b>ВВЕДЕНИЕ</b>	4
<b>Глава 1 Анализ современного состояния методов и средств измерения твердости металлических покрытий в нано- и микрометровом диапазоне</b>	10
1.1 Классификация защитных и функциональных покрытий в нано- и микрометровом диапазоне и анализ задач измерения их механических свойств	10
1.2 Обобщенная структура задач измерения механических свойств	15
1.3 Анализ современного состояния основных приборов контроля твердости в микро- и нанометровом диапазоне	23
1.4 Постановка задач исследований	36
<b>Глава 2 Теоретическое обоснование обеспечения заданной точности измерений физико-механических свойств металлических изделий и покрытий методом инструментального индентирования</b>	38
2.1 Теоретическое обоснование метода инструментального индентирования	38
2.2 Анализ контролируемых параметров и источников неопределенности результатов измерений	43
2.2.1 Аппаратные источники неопределенности результатов измерений	44
2.2.2 Методические составляющие неопределенности результатов измерений	47
2.2.3 Влияние физико-механических свойств исследуемых объектов и мешающих параметров	49
<b>Глава 3 Методические принципы построения алгоритмов обработки измерения и расчета твердости покрытий, тонких пленок и модифицированных слоев, обеспечивающие уменьшение неопределенности результатов измерений при инструментальном индентировании</b>	55
3.1 Основные методы оценки геометрии индентора	55
3.2 Алгоритм косвенной оценки функции формы индентора	57

3.3 Экспериментальная реализация алгоритма косвенной оценки функции формы индентора	63
<b>Глава 4 Метрологическое обеспечение измерения твердости покрытий, тонких пленок и модифицированных слоев методом инструментального индентирования</b>	<b>69</b>
4.1 Система метрологического обеспечения метода инструментального индентирования	69
4.2 Переход от стандартных мер твердости к стандартным образцам свойств материалов	77
4.3 Алгоритм поэлементной поверки(калибровки) твердомера, реализующего метод инструментального индентирования	79
4.4 Расчет расширенной неопределенности результатов измерений	91
<b>Глава 5 Экспериментальные исследования алгоритма косвенной оценки функции формы индентора с применением стандартных образцов свойств при контроле твердости тонких покрытий, пленок и модифицированных слоев.</b>	<b>96</b>
5.1 Оборудование и условие проведения экспериментов	96
5.2 Применение алгоритма косвенной оценки функции формы индентора на стандартных образцах свойств. Верификация.	102
<b>ЗАКЛЮЧЕНИЕ</b>	<b>121</b>
<b>Список литературы</b>	<b>123</b>
<b>Приложение А</b>	<b>129</b>
<b>Приложение Б</b>	<b>130</b>

## ВВЕДЕНИЕ

**Актуальность проблемы.** Технологическое развитие в области машиностроения, металлообработки, энергетики, добывающей промышленности приводит к все более широкому применению упрочняющих и функциональных покрытий, тонких пленок, различных технологий модификации поверхности.

Широкий спектр существующих технологий нанесения покрытий и применяемых материалов обусловлен высокими требованиями, предъявляемыми к покрытиям.

Эффективность использования покрытий оценивается степенью защиты от воздействия циклических и кратковременных нагрузок, высоких и низких температур, агрессивных сред, представляющих комплекс функциональных свойств (стойкость к коррозии, износостойкость, коэффициент трения и т. д.), которые обеспечиваются при нанесении покрытия и подтверждаются средствами технологического контроля.

Одними из важнейших характеристик материалов являются их механические свойства, определяющие потребительские и эксплуатационные характеристики материалов и являющиеся косвенными показателями их качества. Обобщенной характеристикой механических свойств материалов является твердость. Измерения твердости широко распространены в промышленности при контроле технологических процессов, определении эксплуатационных характеристик изделий, выборе режимов механической обработки и типа режущего инструмента.

Совершенствование технологий нанесения покрытий и расширение спектра их применения приводит к все более частому использованию особо тонких покрытий, пленок и модифицированных слоев. Их толщина может составлять от десятков нанометров до единиц микрометров. Измерение и контроль механических свойств в микро- и нанометровом диапазонах толщин представляет серьезную научно-техническую проблему.

В последние годы был достигнут значительный прогресс в изучении механических свойств материалов в микро- и нанометровом диапазонах. Данные

достижения стали возможными благодаря научно-техническому и методическому развитию средств твердомерии и возникновению метода инструментального индентирования, позволившего обеспечить проведение измерений в области микро- и нанометровых механических деформаций.

Значительный вклад в развитие метода инструментального индентирования внесли отечественные и зарубежные ученые и специалисты И. Снеддон, Н.А. Стиллвел, Д. Табор, С.И. Булычев, В.П. Алехин, М. Х. Шорошов, М.Ф. Дорнер, В. Д. Никс, В.С. Оливер, Г.М. Фарр, Ю.И. Головин.

Анализ показывает, что для решения задач измерения твердости покрытий особо малой толщины, тонких пленок, и модифицированных слоев представляется возможным использование метода инструментального индентирования, основанного на непрерывном измерении нагрузки и перемещения индентора в процессе индентирования, построения зависимости приложенной силы от внедрения, и анализа полученных данных для определения твердости и модуля упругости материалов при нагрузках от единиц микроныютон и более при глубинах внедрения индентора от единиц нанометров. Достоинством использования метода инструментального индентирования является высокая локальность и прецизионность измерений, отсутствие необходимости оценки размеров восстановленного отпечатка оптическими методами и возможность автоматизации процесса измерений.

В настоящее время единство измерений твердости по методу инструментального индентирования обеспечивается Государственным первичным эталоном по шкалам Мартенса и шкалам индентирования ГЭТ 211-2012, Государственной поверочной схемой для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования ГОСТ Р 8.907-2015, а также ГОСТ Р 8.748-2011, ГОСТ Р 8.904-2015.

Однако, не смотря на развитие метрологического обеспечения метода инструментального индентирования и активное совершенствование существующих моделей твердомеров, реализующих метод, существует ряд методических источников неопределенности результатов измерений

механических свойств. Поэтому задача гарантированного обеспечения требуемой неопределенности результатов измерений механических свойств в рассматриваемых диапазонах по-прежнему остается актуальной.

**Цель работы:** повышение точности и информативности при измерении твердости и модуля упругости особо тонких покрытий и пленок в микро- и нанометровом диапазонах путем разработки и оптимизации методик измерений и обработки информации с учетом влияния мешающих параметров.

**Задачи исследований:**

1. Анализ существующих методик и программно-аппаратных средств приборов, реализующих метод инструментального индентирования и решающих задачи измерения твердости покрытий;

2. Теоретическое обоснование применимости метода инструментального индентирования для решения рассматриваемых задач и проведение анализа контролируемых и мешающих параметров;

3. Разработка алгоритма оценки функции формы индентора и методики проведения измерений с ее учетом для уменьшения неопределенности результатов измерения механических свойств покрытий в микро- и нанометровом диапазонах;

4. Разработка предложений по корректировке поверочной схемы путем введения стандартных образцов свойств и методик их применения для улучшения метрологических характеристик твердомеров во всем диапазоне измерения механических свойств;

5. Внедрение разработанных алгоритмов и методик калибровки твердомеров при производстве, их поверке и проведении измерений механических свойств покрытий на предприятиях.

**Идея работы.** Калибровка приборов, реализующих метод инструментального индентирования, на стандартных образцах свойств, а также проведение измерений с учетом корректировки функции формы индентора в микро- и нанометровом диапазонах позволяет эффективно осуществлять

измерение твердости покрытий и тонких пленок с заданной точностью и учитывать влияние мешающих параметров.

**Достоверность результатов** диссертационной работы базируется на строгих теоретических подходах, теоретически и экспериментально обоснованных физико-математических моделях, используемых при расчетах измеряемых величин, большом объеме экспериментальных данных, полученных в ведущих промышленных предприятиях и вузах.

#### **Научная новизна работы:**

1. Разработаны теоретические положения, на основании которых составлен алгоритм косвенной оценки функции формы индентора, позволяющий уменьшить влияние неидеальности геометрии индентора при вершине на результаты измерений при микро- и нанометровых глубинах индентирования.

2. Выполнен теоретический и экспериментальный анализ измерения твердости покрытий и модуля упругости в микро- и нанометровом диапазонах с использованием методики калибровки на стандартных образцах свойств.

3. На основании теоретического анализа показана необходимость и возможность внесения стандартных образцов свойств в Государственную поверочную схему для средств измерений по шкалам Мартенса и шкалам индентирования, что обеспечит уменьшение неопределенности результатов измерений при калибровке, поверке и применении.

#### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Учет реальной формы индентора косвенными методами в микро- и нанометровых диапазонах, с использованием гомогенных и изотропных стандартных образцов, позволяет уменьшить неопределенность результатов измерений физико-механических свойств металлических изделий и покрытий, вносимых геометрией индентора.

2. Введение в поверочную схему стандартных образцов свойств обеспечивают уменьшение неопределенности результатов измерений физико-

механических свойств покрытий, тонких пленок и модифицированных слоев в микро- и нанометровом диапазонах.

**Практическая ценность** результатов диссертационной работы заключается в разработке и апробации:

1. Методики калибровки твердомеров, реализующих метод инструментального индентирования в микро- и нанометровом диапазонах;
2. Алгоритма косвенной оценки функции формы индентора;
3. Линейки стандартных образцов свойств, обеспечивающих требуемую неопределенность результатов измерений в микро- и нанометровом диапазонах при косвенной оценке функции формы индентора;
4. Проекта поверочной схемы для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования.

**Реализация (внедрение) результатов работы.** Результаты диссертационной работы использованы при разработке и производстве микро/нанотвердомеров серии «Константа-МНТ». Разработанные алгоритмы и методики используются в ведущих производственных и научно-исследовательских организациях России, таких как ООО «КОНСТАНТА», Учреждение науки ИКЦ СЭКТ и др.

**Личный вклад автора в работу.** Автор диссертации осуществлял постановку целей и задач теоретических и экспериментальных исследований, сформулировал научные положения, непосредственно участвовал в постановке задач и разработке методик экспериментов, проведении измерений, интерпретации полученных результатов и создании на этой основе алгоритма косвенной оценки функции формы индентора, методики калибровки твердомера и расчета расширенной неопределенности результатов измерений, а также проекта поверочной схемы для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и индентирования.

**Апробация работы.** Основные результаты диссертационной работы доложены на III-й Международной научно-практической конференции

«Иновации на транспорте и в машиностроении» (г. Санкт-Петербург, 2015г.), IV-й Международной научно-практической конференции «Иновации на транспорте и в машиностроении» (г. Санкт-Петербург, 2016г.), XXI-й Всероссийской конференции по неразрушающему контролю и технической диагностике (г. Москва, 2017 г.).

**Публикации.** По теме диссертации опубликовано 4 печатные работы, 2 из них – в рецензируемых журналах, входящих в перечень ВАК.

**Структура и объем диссертации.** Диссертация состоит из введения, пяти глав и заключения. Общий объем диссертации: 127 страниц печатного текста и список используемых источников из 67 наименований. В основной состав диссертации входят 10 таблиц и 61 рисунок.

## **Глава 1. Анализ современного состояния методов и средств измерения твердости металлических покрытий в нано- и микрометровом диапазонах.**

### **1.1 Классификация защитных и функциональных покрытий в нано- и микрометровом диапазонах и анализ задач измерения их механических свойств**

Проблема обеспечения надежности и безопасности изделий различных областей машиностроения, точной техники и энергетики, а также анализа и исследования свойств новых видов металлов и сплавов, упрочняющих пленок, защитных и функциональных покрытий становится все более актуальной.

Высокие требования к покрытиям определяются условиями их эксплуатации: воздействие высоких и низких температур, циклических и кратковременных нагрузок (в том числе ударных), различных агрессивных веществ, включая атмосферные. Наличие этих и других эксплуатационных факторов обуславливает большое количество применяемых материалов и технологий их нанесения.

Целью нанесения покрытия - слоя или нескольких слоев материала, искусственно полученных на поверхности, является улучшение поверхностных свойств основного материала изделия. Улучшают, среди прочих, такие свойства, как внешний вид, адгезию, смачиваемость, стойкость к коррозии, износостойкость, стойкость к высоким температурам, электропроводность и др. Покрытия могут наноситься в жидкой, газообразной или твердой фазах, но в результате они должны составлять одно целое с основным материалом.

Согласно [1], покрытия различаются по способу их получения.

**Химический способ** – получение металлического или неметаллического неорганического покрытия в растворе солей без электрического тока от внешнего источника. Принцип получения основан на возможности химического восстановления ионов, содержащих металл, до чистого металла.

**Электрохимический способ** – получение металлического или неметаллического неорганического покрытия в электролите под действием

электрического тока внешнего источника. К электрохимическому способу относятся так же: катодное восстановление и анодное окисление металла.

**Контактный способ** – получение покрытия из раствора солей наносимого металла погружением основного покрываемого металла, находящегося в контакте с более электроотрицательным металлом.

**Газотермический способ** – получение покрытия распылением газовой струей нагретого до жидкого или вязко-текучего состояния диспергированного материала.

**Металлизация распылением** – получение покрытия распылением расплавленного металла.

**Плазменный способ** – получение покрытия распылением плазменной струей расплавленного материала.

**Детонационный способ** – получение покрытия из диспергированного материала при взрыве горючего газа.

**Катодное распыление** – получение покрытия распылением материала катода при газовом разряде.

**Конденсационный способ** – получение покрытия испарением в вакууме наносимого материала, созданием направленного потока его частиц с последующим осаждением на поверхности основного покрываемого металла.

**Диффузионный способ** – получение покрытия обогащением поверхностного слоя основного покрываемого металла химическими элементами способом диффузии.

**Горячий способ** – получение покрытия погружением основного покрываемого металла в расплавленный металл.

Поверхность материала является наиболее слабым элементом в системе «материал-рабочая среда», определяющим допустимые условия эксплуатации и ресурс всей системы. Развитие технологического прогресса в областях методов и технологий модификаций поверхностных слоев привело к все более широкому применению тонких пленок.

Пленка – слой вещества, контактирующий с газовой фазой с обеих сторон. Определение пленки к тонкой или толстой является достаточно условным, и определяются свойством, зависимость которого от толщины мы определяем. Свойства тонкой пленки могут сильно отличаться от свойств материала в массе, особенно критично, если толщина пленок очень мала. Эти отличия обусловлены структурой строения пленки, которая в свою очередь зависит от процессов, происходящих во время ее формирования [2].

Наибольшее развитие в формировании тонких пленок получили способы физического осаждения из паровой фазы, химического осаждения из паровой фазы, вакуумно-дугового осаждения.

Особый интерес с точки зрения получения покрытий, обеспечивающих низкое трение, высокую износостойкость, снижение внутренних напряжений и сбалансированности твердости и вязкости, получила концепция многослойных покрытий с наноразмерными зернами и толщинами слоев и применение модификации поверхности, осуществляемой плазменным азотированием и комбинированной химико-термической обработкой (азотирование, оксидирование, науглеоживание).

В последние годы все более широкое применение для формирования защитных и функциональных покрытий (тонких пленок) находят нанотехнологии, использующие процессы разделения, объединения и деформации материалов атом за атомом или молекула за молекулой [3]. Установлено, что при размерах кристаллов ниже определенной малой величины происходит заметное изменение их свойств при формировании характерных элементов структуры, например, кристаллических зерен размером до 100 нм, исходя из чего наноструктурными материалами считают материалы со структурными элементами, имеющими высокоугловые границы и размер зерен менее 100 нм, хотя бы в одном измерении [4]. Под наноструктурными покрытиями понимаются слои материалов, кластерные, волоконные и поликристаллические зерна которых имеют сравнимые размеры во всех трех направлениях, толщина которых находится в диапазонах от долей нанометра до нескольких микрометров [5].

Установлено, что структура и свойства тонких пленок могут существенно отличаться от таковых для объемной фазы вещества, из которого они образованы.

Можно выделить четыре группы наноструктурных материалов покрытий [6]:

1. с одинаковым химическим составом кристаллитов и границ раздела, например, слоистые поликристаллические полимеры или чистые металлы с нанокристаллической равноосной структурой;
2. с кристаллитами, имеющими разный химический состав, например, многослойные структуры.
3. с различающимся химическим составом зерен и границ их раздела;
4. материалы, у которых наноразмерные выделения (слои, волокна или равноосные кристаллиты) диспергированы в матрице другого химического состава.

В качестве примера на рисунке 1 приведено строение покрытия на алюминиевом сплаве, получаемого методом микродугового оксидирования, электронное изображение структуры переходного слоя которого представлено на рисунке 2.

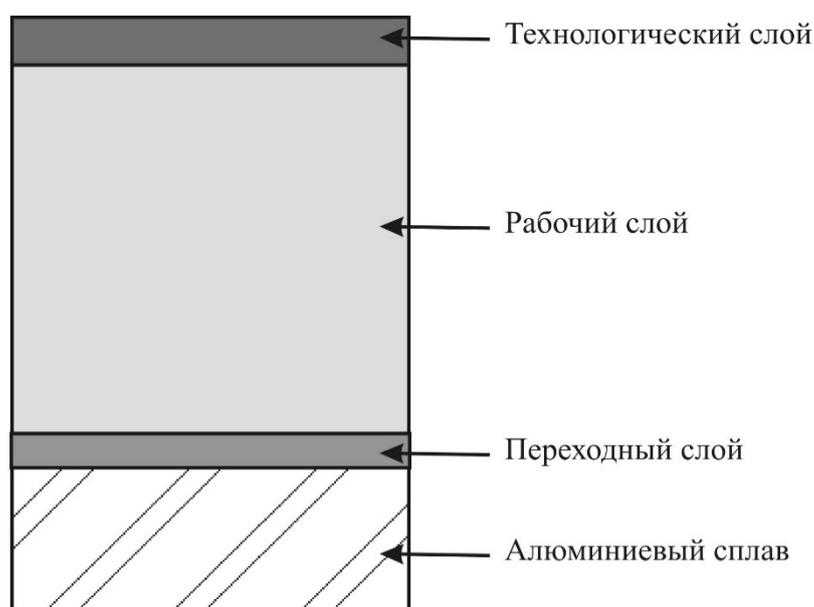


Рисунок 1 – Строение микродугового покрытия на алюминиевом сплаве.

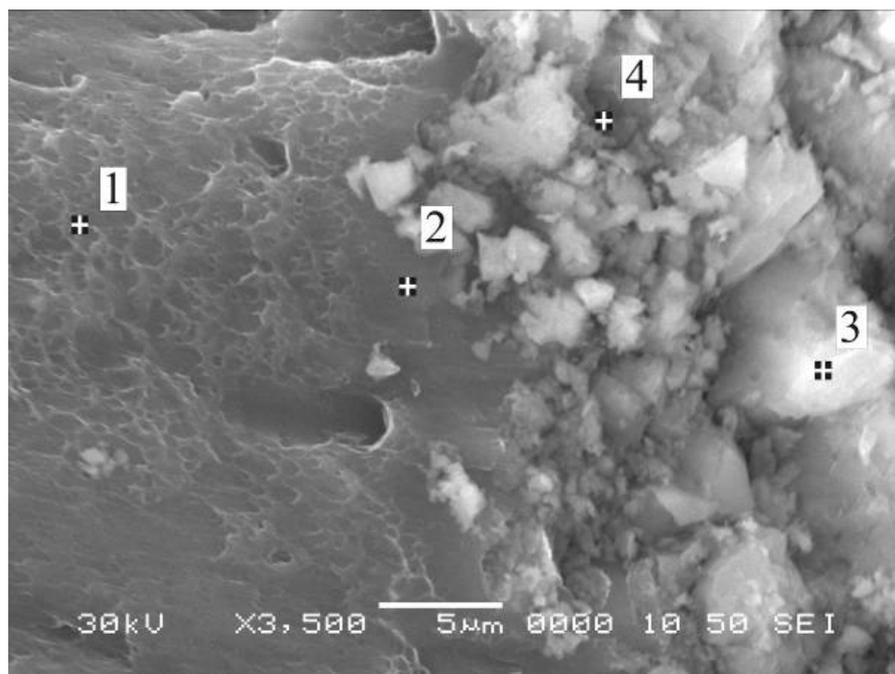


Рисунок 2 – Электронное изображение системы «сплав Д16 – переходный слой микродугового покрытия»: 1 – металл; 2-4 – субслои переходного слоя.

Микродуговые покрытия обладают высокой коррозионно- и износостойкостью. Их микротвердость более 2100 НВ. Переходный слой, очевидно, определяет циклическую долговечность (предел выносливости) системы «сплав – покрытие». Наноструктурное его строение приводит к тому, что не происходит уменьшение циклической долговечности алюминиевых сплавов после нанесения на них микродуговых покрытий.

Существуют различные способы формирования наноструктур: добавление в состав сплава твердой аморфной фазы, приводящее к уменьшению размеров кристаллитов и соответственно к получению наноструктурированных материалов  $TiAlN+Si$ ,  $TiMoN+Si$ ,  $TiCrN$ ; нанесение многослойных покрытий с перемежающимися нанослоями; формирование наноструктур методом высокоскоростного распыления мозаичных катодов; формирование наноструктур методом ионного ассистирования.

Наноструктурированные покрытия обладают уникальными механическими и физическими свойствами (высокие прочность, ударная вязкость, коррозионная стойкость, низкий коэффициент трения). Реализовать более высокий уровень адгезионных, когезионных характеристик и обеспечить высокую плотность

покрытий можно за счет изменения температуры и варьирования скорости газовой струи, взаимодействующей с частицами материала покрытия. В ряде случаев наноструктурированные покрытия кардинально меняют свои свойства, например, у них меняется температура плавления, степень переохлаждения и межплоскостное расстояние по сравнению с объемным состоянием вещества.

Многие функциональные покрытия имеют ограничение по толщине, свыше которой теряют свои свойства либо разрушаются при нанесении. В связи с этим такие покрытия проходят более тщательный технологический контроль на всех этапах их получения [7].

### **1.2.1 Обобщенная структура задач измерения механических свойств**

Свойства твердых тел, характеризующие их реакцию на механическую деформацию, как правило, описывают термином «механические свойства». Величины, в которых измеряют механические свойства твердых тел можно условно разделить на две категории:

1. Размерные величины, которые характеризуют фундаментальные упругие и пластические свойства. В данную категорию можно отнести модуль упругости сжатия/растяжения, предел текучести, предел прочности, модуль сдвига, коэффициент Пуассона, и т.п. Существуют различные независимые методы измерения этих величин. Однако даже их абсолютное значение зависит от способа воздействия на объект при измерении.

2. Безразмерные величины, относящиеся к шкалам порядка, характеризующие поведение материала при жестко заданных условиях испытаний. К таким величинам в первую очередь относятся твердость, трещиностойкость, износостойкость и т.п.

Если физические величины 1-й группы могут использоваться при аналитическом и численном моделировании как «объективные» свойства материала, то величины 2-й группы применяются в основном для технологического контроля материалов и изделий.

Твердость является одним из важнейших механических свойств материалов. Измерения твердости широко распространены в промышленности при контроле технологических процессов, определении эксплуатационных характеристик изделий, при контроле состояния оборудования, работающего в пределах и сверх расчетного срока эксплуатации, при принятии решения о продлении эксплуатации, а также в научно-исследовательских целях при изучении свойств материалов и технологий их получения.

Твердость наиболее часто определяют, как свойство поверхностного слоя материала сопротивляться внедрению другого, более твердого тела (индентора), при его сосредоточенном воздействии на поверхность материала [8]. Наиболее распространенными формами инденторов являются: стальной шарик, алмазная пирамида или конус. При контакте индентора с поверхностью возникают механические напряжения, определяемые его формой, прикладываемым усилием и способом вдавливания. В зависимости от величины этих напряжений в поверхностном слое металла происходят упругие, упруго-пластические или пластические деформации, которые определяют значения твердости.

На начальных этапах технического прогресса оценка твердости различных материалов производилось их качественным сравнением. Так впервые в 1811 г. была разработана шкала Мооса, представляющая собой ряд из 10 минералов: тальк, гипс, кальцит, флюорит, апатит, ортоклаз, кварц, топаз, корунд, алмаз. Минералы расположены в порядке способности оставлять царапины одного на другом [9]. Не смотря на свою примитивность, шкала Мооса используется до сих пор. Проблема количественного измерения твердости окончательно не решена до сих пор, так как твердость не является однозначной функцией первичных физических величин и зависит от методики измерения. Значения твердости, как правило, не имеют размерности, а измеряются в «числах твердости». Весь возможный диапазон таких чисел составляет «шкалу твердости» и является шкалой порядка.

По мере развития технического прогресса, появлялись различные методы измерения твердости материалов, некоторые из них получили широкое распространение:

- 1900 г. Разработан метод измерения твердости по Бринеллю, основанный на вдавливании в испытуемое изделие стального закаленного шарика определенного диаметра, под действием заданной нагрузки в течение определенного времени [10];

- 1917 г. Разработан метод измерения твердости по Роквеллу, основанный на вдавливании алмазного конуса или стального закаленного шарика под действием двух последовательно прилагаемых нагрузок [11, 12];

- 1925 г. Разработан метод измерения твердости по Виккерсу, основанный на вдавливании четырехгранной алмазной пирамиды под действием определенной нагрузки, поддержании постоянства приложенной нагрузки в течение установленного времени и измерении диагоналей отпечатка, оставшихся на поверхности образца после снятия нагрузки [13-16];

- 1906 г. Разработан метод измерения твердости по Шору, основанный на расчете высоты отскока бойка, свободно и вертикально падающего с определенной высоты [17].

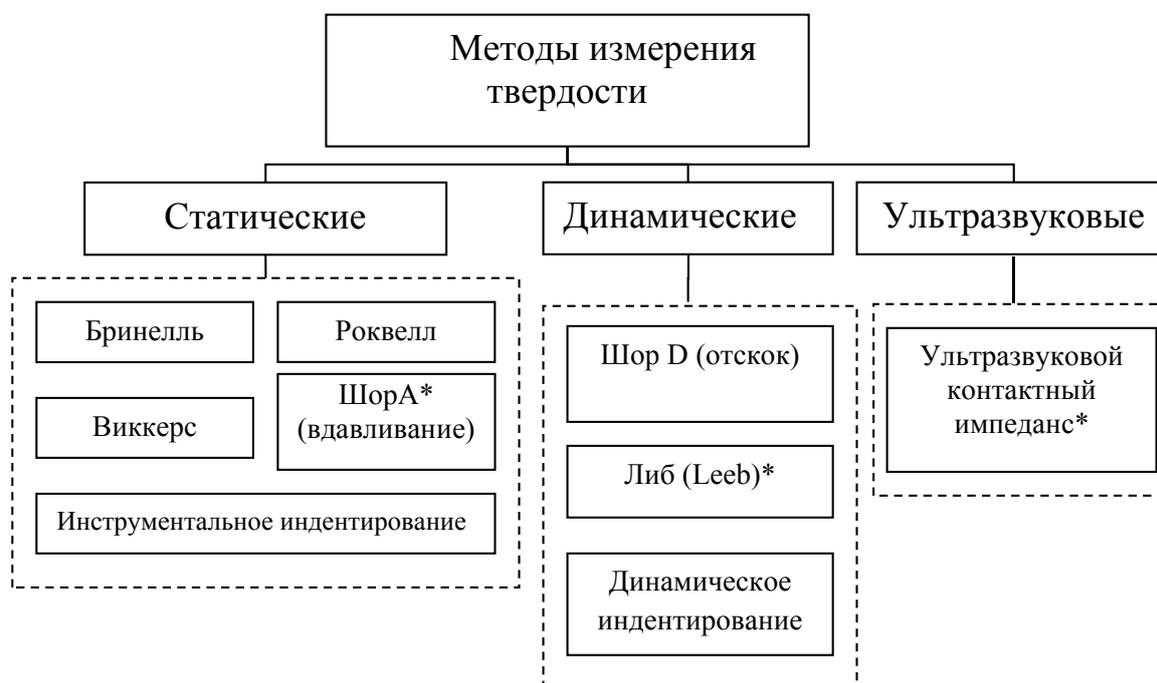
Развитие промышленных технологий неизбежно привело к созданию и распространению новых методов измерения твердости, и в настоящее время существует ряд стандартизованных и общепринятых методов. Их условно можно разделить на статические, динамические и ультразвуковые:

- Статические – приложение нагрузки к индентору происходит медленно, а максимальная нагрузка действует достаточно долго для завершения процессов пластической деформации. Значения твердости рассчитываются по геометрическим параметрам деформированной области (отпечатка): диаметра, площади поверхности, глубины. Отдельно можно выделить метод инструментального индентирования в котором происходит фиксация нагрузки и перемещения индентора в процессе

индентирования, построение кривой нагрузка-внедрение и ее последующий расчет.

- Динамические - воздействие на материал происходит в ходе падения бойка с закрепленным на нем индентором. Значение твердости определяется по высоте отскока индентора или изменению скорости при отскоке.
- Ультразвуковые – нагружение штока с индентором, колеблющегося на высокой частоте, происходит статически, с определенной нагрузкой. Твердость определяется по изменению частоты собственных колебаний штока.

В настоящее время в Российской Федерации стандартизованы следующие методы измерения твердости (Рисунок 3): по Бринеллю; Роквеллу; Виккерсу; Шору. В 2013 г. принят стандарт на метод инструментального индентирования [18,19], а в 2016 г. стандарт на метод динамического индентирования[20].



\* Не стандартизованы в РФ.

Рисунок 3 – Наиболее распространенные современные методы измерения твердости.

Метрологическое обеспечение измерений твердости по различным шкалам в РФ основано на прослеживаемости ее значений от Государственных первичных специальных эталонов твердости (ГПСЭ) до рабочих средств измерений в соответствии с Государственными поверочными схемами (ГПС). ГПСЭ представляют собой единичные экземпляры приборов, реализующих соответствующий метод измерения, регламентированный стандартом. Передача размера шкал твердости от ГПСЭ осуществляется с помощью наборов мер, параметры которых и методики поверки также регламентированы стандартами [21, 22].

В нашей стране существуют ГПСЭ и ГПС для следующих методов измерения твердости: Бринелля [23], Роквелла и Супер-Роквелла [24], Виккерса [25]; Шора [26]; инструментального индентирования [27].

Также действуют нормативные документы, регламентирующие общие требования к конструкции твердомеров для разных шкал [28], к методам и средствам поверки [29] и к инденторам [30].

Измерение твердости производится в трех диапазонах: макро, микро и нано. Макродиапазон регламентирует величину прикладываемой нагрузки от 2 Н до 30 кН, величину прикладываемой нагрузки до 2 Н и глубину внедрения индентора больше 0,2 мкм. Нанодиапазон регламентирует только глубину внедрения индентора, которая должна быть меньше 0,2 мкм.

Для наноструктурированных покрытий, тонких пленок и модифицированных слоев имеются ограничения применимости методов и методик контроля твердости, обусловленные их толщиной и структурой, которые проявляются наиболее остро при необходимости контроля твердости отдельных фаз и структурных составляющих и малых толщинах покрытий [31], в связи с чем при контроле твердости, производятся измерения в микро- и нанодиапазонах.

Основным для решения задач контроля механических свойств модифицированных поверхностей, тонких пленок и наноструктурных покрытий является метод инструментального индентирования и метод измерения

микротвердости по Виккерсу. Основные задачи измерения их механических свойств в микро- диапазоне представлены в табл. 1.

Таблица 1 – Основные задачи измерения механических свойств модифицированных поверхностей, тонких пленок и наноструктурных покрытий покрытий

№№ п./п	Область применения	Краткая методика
1	Оценка микротвердости отдельных структурных составляющих сплава	Используется металлографический шлиф с выявленной травлением структурой. Отпечатки наносятся в отдельные структурные составляющие сплава с последующим их измерением и определением микротвердости
2	Оценка градиента микротвердости по толщине поверхностного слоя	Используется поперечный или косой металлографический шлиф. Отпечатки наносятся от поверхности вглубь через определенные интервалы с последующим их измерением и определением микротвердости по толщине поверхностного слоя

Продолжение таблицы 1.

3	Оценка анизотропии прочностных свойств монокристалла	При нанесении каждого отпечатка индентор поворачивается на определенный угол. Анизотропия свойств оценивается по отношению диагоналей полученных отпечатков.
4	Оценка разброса значений микротвердости	На исследуемой поверхности металлографического шлифа наносятся произвольно не менее 20 отпечатков с последующим их измерением и статистической обработкой результатов.

Метод измерения микротвердости по Виккерсу позволяет получать данные о твердости отдельных фаз и включений в материале, упрочняющих покрытий и тонких пленок в микродиапазоне измерений. Измерения микротвердости достаточно распространены, но имеют некоторые ограничения.

Так, метод не рекомендуется использовать при измерении твердости пленок и покрытий с высокими упругими свойствами, когда происходит значительное восстановление отпечатка, так как это существенно влияет на значения погрешности результатов измерений. Не рекомендуется проводить измерения на нагрузках, дающих отпечаток с диагональю 8-9 мкм во избежание влияния вибраций. Измерение диагонали восстановленного отпечатка так же ограничивается разрешающей способностью микроскопа, минимальная диагональ восстановленного отпечатка не должна превышать значения 10 микрон. Все эти факторы влияют на диапазон толщин исследуемых покрытий, так как во избежание влияния основания, толщина покрытия должна в 10 раз превышать максимальную глубину отпечатка (Рисунок 4).

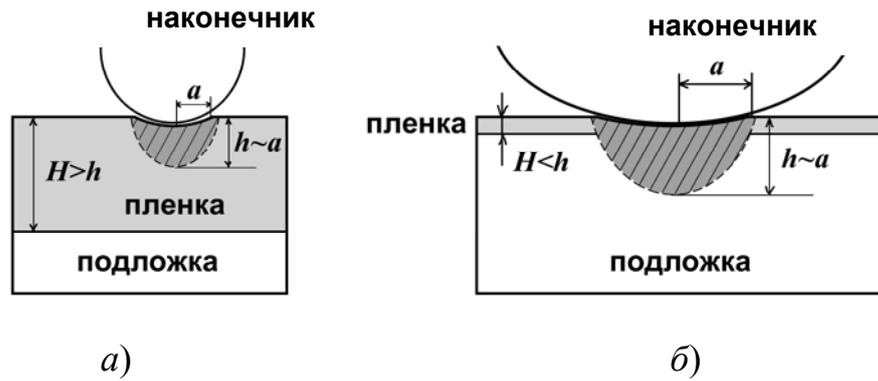


Рисунок 4 – Иллюстрация влияния подложки на измерение твердости пленок и покрытий: а) Измерение твердости покрытия без влияния подложки; б)

Пример измерения, в основном, свойств подложки.

В последние годы был достигнут значительный прогресс в изучении механических свойств материалов в субмикронном и нанометровом диапазонах. Данные достижения стали возможными благодаря техническому и методическому развитию средств твердомерии и возникновению метода инструментального индентирования, позволившего проникнуть в область механических деформаций в микро и нанометровом диапазонах. В основе метода лежит непрерывное измерение нагрузки и внедрения индентора в процессе индентирования и построение зависимости приложенной силы от внедрения. Данные, полученные таким способом, могут быть использованы для определения различных механических свойств при нагрузках от единиц микроньютон и глубинах внедрения индентора от единиц нанометров. Название метода в различных работах приводят как «измерительное» или «инструментальное» индентирование, что является вариантами перевода термина «instrumented indentation», применяемого в иностранной литературе и нормативных документах (стандартах) [32-36].

Метод инструментального индентирования, обеспечивает наибольшую из всех существующих методов измерения твердости локальность и прецизионность измерений.

Преимуществом метода инструментального индентирования является отсутствие необходимости измерения размеров отпечатка оптическим

микроскопом. Это позволяет автоматизировать процесс контроля и набирать большой объем результатов измерений для статистической обработки, тем самым повышая достоверность измерений. Точность позиционирования и перемещения индентора метод позволяет производить измерения покрытий, тонких пленок и модифицированных слоев толщиной до сотен нанометров.

Существенным отличием метода инструментального индентирования от всех других методов измерения твердости является возможность измерения модуля упругости (Юнга), коэффициента упругого восстановления, ползучести и др.

### **1.3 Анализ современного состояния основных приборов контроля твердости в микро- и нанометровом диапазонах**

Развитие технического прогресса в областях точной электроники и механики способствовало появлению на рынке различных вариантов твердомеров, реализующих метод инструментального индентирования. Согласно пункту 6.2 [37] твердомер – это средство измерений значений твердости, воспроизводящее и хранящее единицу твердости, размер которой принимают неизменным в течение известного интервала времени. Все твердомеры, реализующие метод инструментального индентирования являются большими лабораторными комплексами, в которые входят как сами твердомеры, осуществляющие снятие первичных данных, так и системы обработки результатов данных, реализующие расчет свойств испытываемых образцов согласно методике, описанной в стандартах. Наиболее распространенными по числу упоминаний в научных статьях и по количеству оснащенных лабораторий в мире, являются твердомеры фирм: Hysitron (США), Agilent Technologies (США), CSM-Instruments (Швейцария), Micro Photonics (США), Micro Materials Ltd. (Великобритания), Fischer Messtechnik. В России на рынке твердомеров, реализующих метод инструментального индентирования представлены решения компаний Константа (Константа-МНТ) и Nanoscan.

Большинство из перечисленных моделей твердомеров реализуют не только метод инструментального индентирования, но и методы микро и нано склерометрии, микроиндентирования, микро и нано испытания на износ трением.

Типовая конструкция твердомера (Рисунок 5) представляет собой систему из несущей рамы (станины), предметного столика, совмещенного с линейными трансляторами перемещений по осям  $X$ ,  $Y$ , оптической системы и датчика, размещенных на линейном трансляторе перемещений по оси  $Z$  и электроники, отвечающей за функционирование системы. Управление системой, обработка данных и расчет происходят с помощью промышленного ПК.



Рисунок 5 – Типовая конструкция твердомера на примере Nanovea CB500

Большинство приборов допускает установку на рабочую платформу сканирующих зондовых микроскопов, как правило, это стандартные СЗМ сторонних производителей или свои собственные модели, адаптированные к работе в составе комплекса.

Основным и главным отличием всех представленных твердомеров является конструкция измерительной системы и датчиков. Согласно [38], датчиком называют средство измерений, предназначенное для выработки сигнала измерительной информации в форме, удобной для передачи, дальнейшего преобразования, обработки и (или) хранения, но не поддающейся непосредственному восприятию наблюдателем. Рассмотрим конструкции датчиков наиболее распространенных приборов, реализующих метод инструментального индентирования.

В приборах компании Nysitron (Рисунок 6) используются датчики емкостного типа. Емкостным датчиком называют датчик параметрического типа, в котором изменение измеряемой величины преобразуется в изменение емкостного сопротивления [39].



Рисунок 6 – Общий вид прибора компании Nysitron

Датчик состоит из трех проводящих пластин, расположенных параллельно друг другу. Верхняя и нижняя пластины статичны и закреплены на корпусе. На средней пластине закреплен штифт с индентором, по бокам пластины расположены пружины, которыми пластина соединяется боковыми стенками датчика, данная конструкция позволяет ей производить перемещения по оси  $z$  (Рисунок 7). В данном типе датчика прикладываемая нагрузка пропорциональна электростатической силе, а перемещение измеряется пропорционально изменению его емкости. Прикладываемая нагрузка пропорциональна электростатической силе, а перемещение пропорционально изменению его емкости.

Преимуществом данной конструкции является малые габариты, вес и простота в изготовлении. К недостаткам можно отнести необходимость в экранировании деталей и работы на повышенной частоте, а также небольшой коэффициент преобразования.

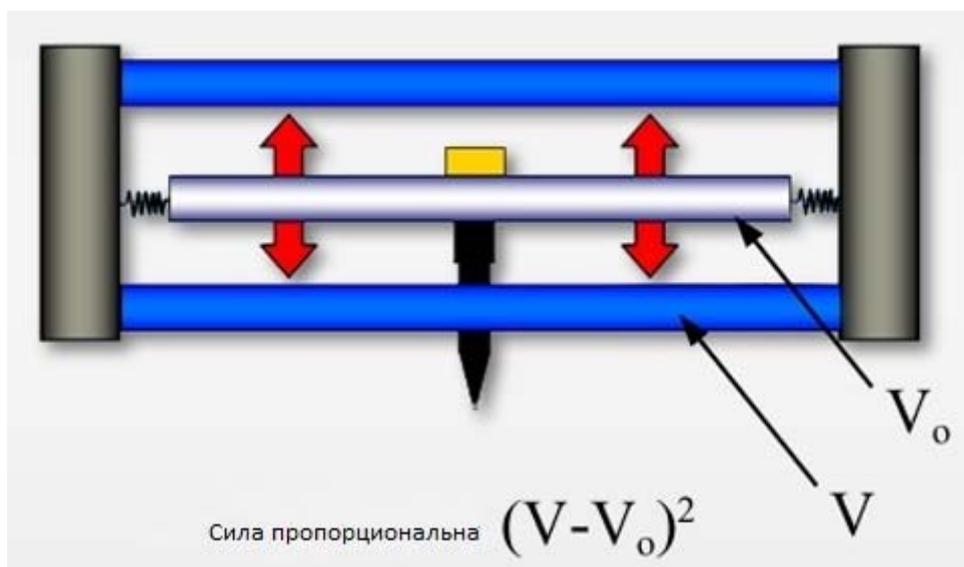
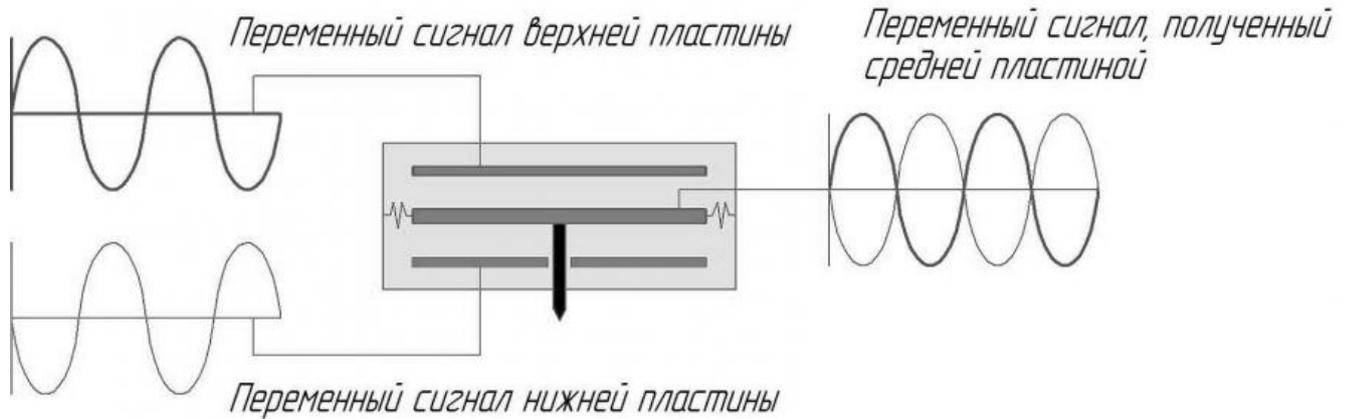


Рисунок 7 – Общий вид емкостного датчика фирмы Nysitron

В начальном положении средняя пластина находится ровно посередине верхней и нижней пластин, на которые подается сигнал со сдвигом фаз в 180 градусов. Пластина с индентором воспринимает сигналы и суммирует их. Для сообщения перемещения к переменному сигналу нижней пластины добавляется постоянная составляющая, пропорциональная значению прикладываемой нагрузки, возникшая электростатическая сила перемещает среднюю пластину вниз по оси z. Принцип работы датчика показан на рисунке 8.

### *Датчик в начальном положении*



### *Датчик с приложенной нагрузкой*

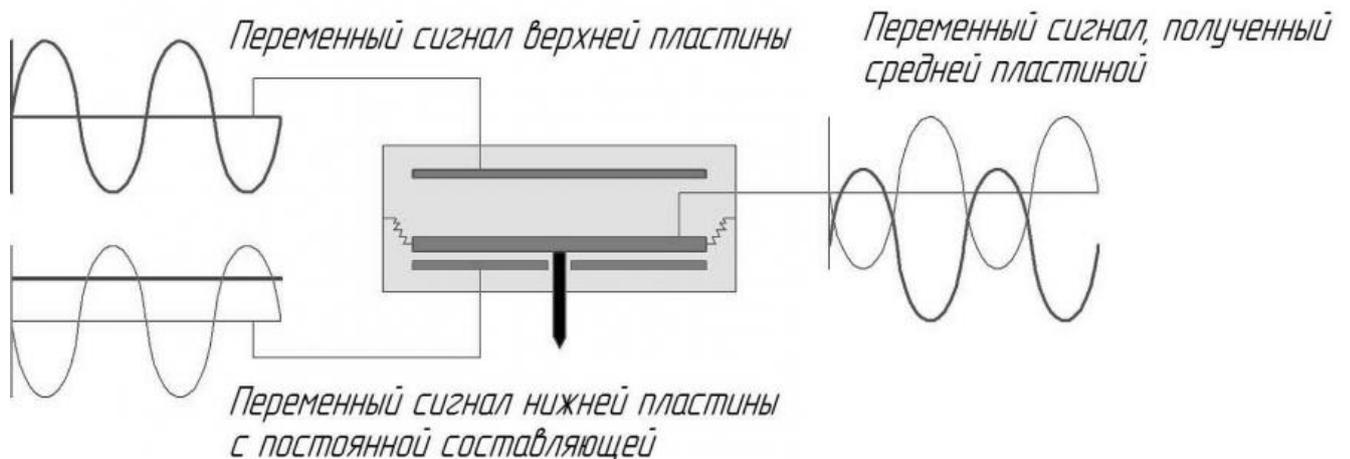


Рисунок 8– Схематическое изображение принципа работы емкостного датчика.

В приборах компании CSM-instruments (Рисунок 9) используются датчики на основе электромагнитных актюаторов. Электромагнитным актюатором называют устройство, передающее воздействие с управляющего устройства на объект управления под воздействием электромагнитного поля [40].



Рисунок 9 – Внешний вид прибора компании CSM-instruments

Датчик состоит из изолированной магнитной системы, которая включает в себя постоянный магнит, закрепленный в верхней части блока и двух катушек которые соединены с валом с индентором. Магнитный барьер защищает остальную систему от влияния магнитного поля. Два ряда пружин не допускают отклонения вала от вертикального положения. Емкостной преобразователь служит для фиксации значений вертикального перемещения индентора, опорное кольцо служит для обеспечения быстрого подвода к поверхности (Рисунок 10).

К достоинству электромагнитных актюаторов можно отнести минимальные затраты энергии, высокую надежность, простоту конструкции и значительные электромагнитные силы в стабильных состояниях. К недостаткам можно отнести сложность проектирования ввиду необходимости расчета магнитной системы и ее влияния на движущиеся части датчика.

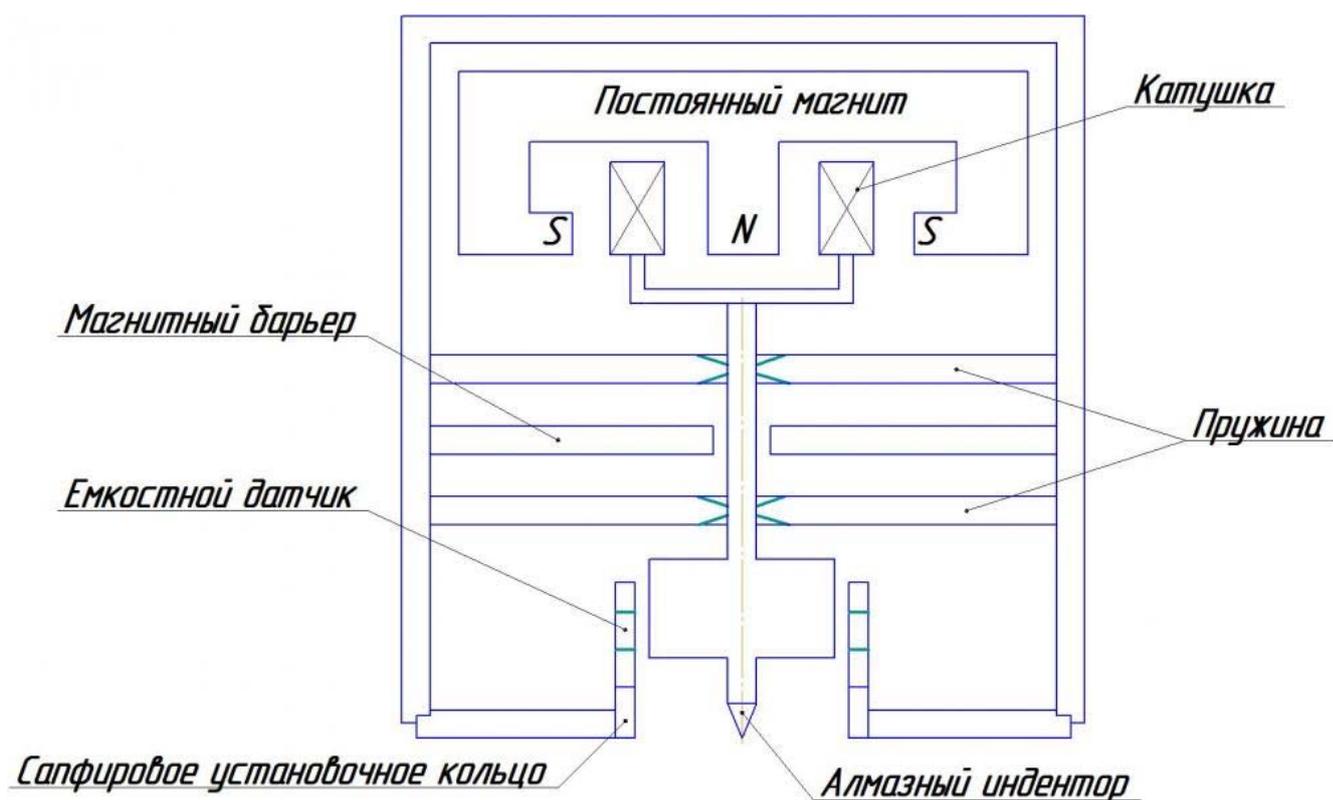


Рисунок 10 – Общий вид датчика фирмы CSM-instruments

Опорное кольцо предназначено для остановки системы перемещения по оси  $z$ , процесс индентирования начинается при касании опорного кольца с поверхностью. При протекании тока по катушке под действием магнитного поля происходит ее смещение, которое обеспечивает движение вала с индентором. Значение перемещения вала контролируется емкостным преобразователем.

Похожую конструкцию на основе электромагнитного актюатора используют так же в компании **Keysight**, в прошлом **Agilent Technology** (Рисунок 11). Система отличается расположением магнитной системы, емкостного преобразователя и пластинчатых пружин, обеспечивающих статичное вертикальное положение штока с индентором [41].



Рисунок 11 – Внешний вид прибора компании Keysight

Емкостной преобразователь состоит из трех пластин, перемещение индентора фиксируется по изменению напряжения между центральной пластиной, закрепленной на штоке и двумя внешними пластинами. Изменения в конструкции позволили максимально удалить магнитную систему от остальной части датчика, увеличить диапазон по силе и смещению и эффективную массу, что в свою очередь позволило повысить скорость измерений за счет минимизации инерции. На рисунке 12 представлена конструкция, реализованная компанией Keysight.

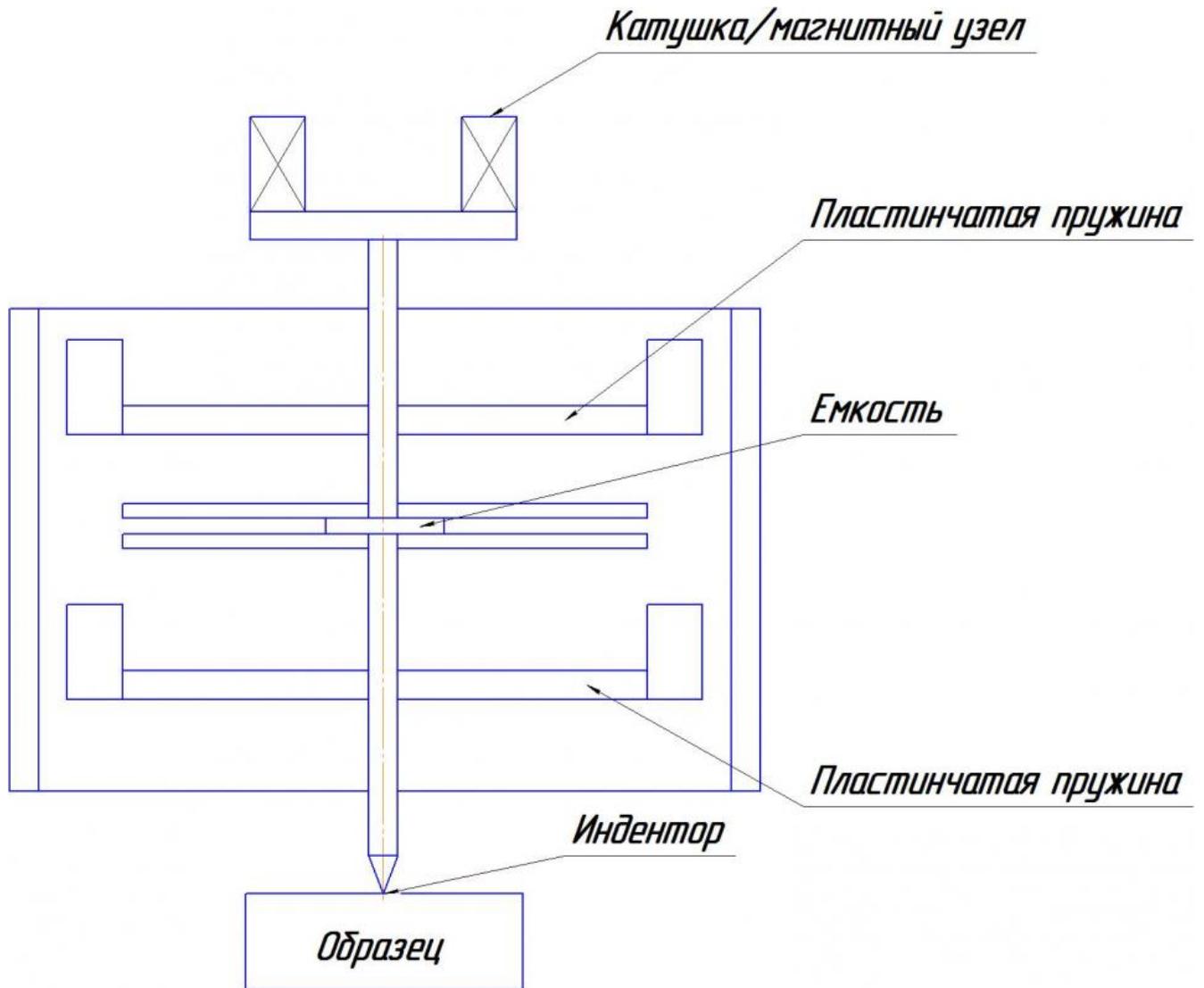


Рисунок 12 – Конструкция, реализованная компанией Agilent Technology  
 Компания **Asylum Research** (Рисунок 13) использует в своих датчиках пьезоактюаторы в совокупности с оптической системой регистрации перемещения [42].

Пьезоактюаторы – это пьезомеханические устройства, предназначенные для приведения в действие механизмов систем или управления ими на основе пьезоэлектрического эффекта. Пьезоактюаторы являются сверхточными линейными позиционерами с высоким развиваемым усилием. Точность позиционирования может достигать тысячных долей нанометра. В основе принципа работы пьезоактюаторов лежит обратный пьезоэффект – под действием электрического напряжения происходит высокоточная механическая деформация кристалла.

Система датчика (Рисунок 14) состоит из пьезоактюатора, упругого элемента с закрепленным на нем индентором и оптической системы.



Рисунок 13 – Внешний вид прибора компании Asylum Research

Пьезоактюатор сообщает перемещение системе с упругим элементом, при касании поверхности индентором упругий элемент изгибается, полученное значение перемещения фиксируется оптической системой, прикладываемая сила вычисляется как произведение жесткости упругого элемента (пружины) и измеренного значения его перемещения.

Данная конструкция позволяет получать информацию с высоким разрешением, получать данные о силе и перемещении независимо и измерять силу в режиме реального времени, а также устранять проблемы дрейфа.

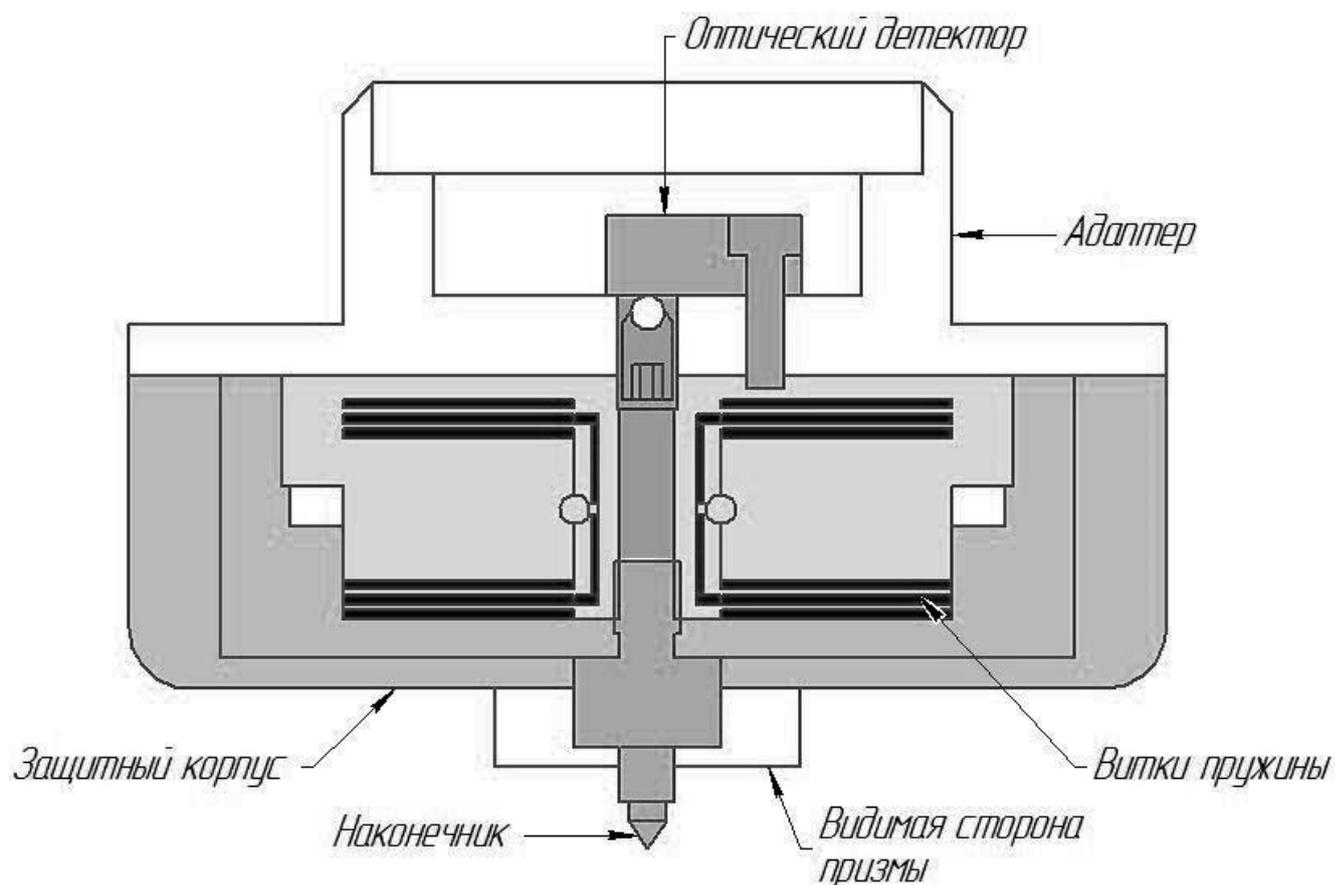


Рисунок 14 – Конструкция датчика, реализованная компанией Asylum Research

В приборах компании **Nanovea** (Рисунок 15) для позиционирования так же используется система на основе пьезоактюатора, ультрачувствительного динамометра и кольцевого конденсатора, и расположенная вертикально для обеспечения максимальной жесткости [43]. Система обладает высокой чувствительностью и может так же применяться для решения задач сканирующей зондовой микроскопии (Рисунок 16).



Рисунок 15 – Внешний вид прибора компании Nanovea



Рисунок 16 – Конструкция, реализованная компанией Nanovea

Рассмотренные конструкции имеют свои достоинства и недостатки и обеспечивают высокую точность измерения контролируемых параметров, однако высокая точность датчиков накладывает жесткие ограничения на условия проведения эксперимента, акустическую и вибрационную защиту, так как совокупность влияния этих параметров может внести вклад в неопределенность результатов измерений. Уменьшить влияние внешних факторов можно модернизацией аппаратных средств и соблюдением условий проведения эксперимента, однако существуют неустраняемые источники неопределенности результатов измерений, связанные с особенностью методики расчета, которые будут рассмотрены дальше в тексте работы.

#### **1.4 Постановка задач исследований.**

Выполненный анализ задач измерения твердости покрытий методом инструментального индентирования и приборов, реализующих его, позволяет поставить задачи и цели диссертационной работы.

**Цель диссертационной работы** является повышение достоверности и информативности при исследовании твердости покрытий и пленок в микро- и нанометровом диапазонах путем разработки и оптимизации методик измерений и обработки информации с учетом влияния мешающих параметров и уменьшением неопределенности.

**Задачи исследований.** Для достижения поставленной цели в диссертационной работе обоснованы и поставлены следующие научно – технические задачи:

1. Провести анализ существующих методик и программно-аппаратных средств приборов, реализующих метод инструментального индентирования и решающих задачи измерения твердости покрытий;
2. Выполнить теоретическое обоснование применимости метода инструментального индентирования для решения рассматриваемых задач и произвести анализ контролируемых и мешающих параметров;

3. На основании проведенного анализа разработать алгоритм оценки функции формы индентора для уменьшения неопределенности результатов измерения.

4. Разработать предложение о введении стандартных образцов свойств в поверочную схему и методик их применения для улучшения метрологических характеристик приборов;

5. Выполнить внедрение разработанных алгоритмов на базе ведущих предприятий.

## **Глава 2. Теоретическое обоснование обеспечения заданной точности измерений физико-механических свойств металлических изделий и покрытий методом инструментального индентирования.**

### **2.1. Теоретическое обоснование метода инструментального индентирования.**

Результаты, представленные в данном подразделе, были опубликованы в работе [44].

Начало развития метода инструментального индентирования можно проследить с начала 19 века, когда Буссине [45] и Герцем [46] были заложены основы контактной механики. Буссине разработал метод, основанный на теории потенциала для вычисления нагрузок и деформаций в эластичном образце, нагруженном твердым, асимметричным индентором. Его метод, в последствии, был использован для расчета геометрии цилиндрических и конических инденторов. Герц изучал проблему упругого контакта между двух сферических поверхностей с различным радиусом и модулем упругости. Его, теперь уже классические решения стали базисом как экспериментальных, так и теоретических исследований в области контактной механики.

Главные отношения между нагрузкой, деформацией и областью контакта для большинства видов инденторов были определены Снеддоном, его решения так же стали основополагающими рассматриваемого метода [47,48].

Первые экспериментальные исследования, в которых индентирование было использовано для определения различных механических свойств материалов, были проведены Стиллвелом и Табором [49,50]. Одним из важнейших результатов исследований стал вывод о том, что форма контактной площадки после снятия нагрузки эластично восстанавливается. Эксперименты показали, что, по крайней мере в металлах, пятно контакта, образованное сферическим индентором, остается сферическим и имеет немного больший радиус, чем радиус

индентора, а для конического индентора пятно имеет намного больший угол при вершине.

Интерес в индентировании, как в экспериментальном инструменте измерения модуля упругости, начал возникать в начале 1970-х с работ Булычева, Алехина, Шорошова и их коллег [51-56]. Позднее Дорнер и Никс обобщили многие из этих идей и разработали наиболее комплексный метод определения твердости и модуля упругости [57]. Их метод основан на наблюдении, что во время начальных фаз разгрузки упругое восстановление контактного отпечатка схоже с поведением отпечатка после индентирования плоским цилиндрическим индентором, так как пятно контакта остается постоянным после снятия нагрузки с индентора.

Основываясь на результатах тестов огромного количества материалов, Оливер и Фарр предположили, что кривая разгрузки очень редко, даже практически никогда не имеет линейной формы, даже на начальных стадиях разгрузки [58,59]. В дополнении, применяя специальную технику, которая позволяет постоянно измерять жесткость в течение всего процесса индентирования, Оливер и Фарр выяснили, что контактная жесткость меняется мгновенно и постоянно, в процессе снятия нагрузки с индентора. Все эти наблюдения привели к выводам, что предположения, выдвинутые Дорнером и Никсом, не являются адекватным описанием поведения реальных материалов в случае, если используется индентор Берковича.

В дополнение к учету нелинейности кривой разгрузки, метод, предложенный Оливером и Фарром, предлагает физически оправданную процедуру определения глубины, которая должна быть использована совместно с функцией формы индентора для определения контактного отпечатка при максимальной нагрузке.

Метод Оливера – Фарра лег в основу Российского и международных стандартов на метод инструментального индентирования [18,19,33-37].

В основе метода лежит непрерывное измерение нагрузки и перемещения индентора в процессе индентирования (Рисунок 17) и построение зависимости приложенной нагрузки от внедрения - «диаграммы нагружения» (Рисунок 18).

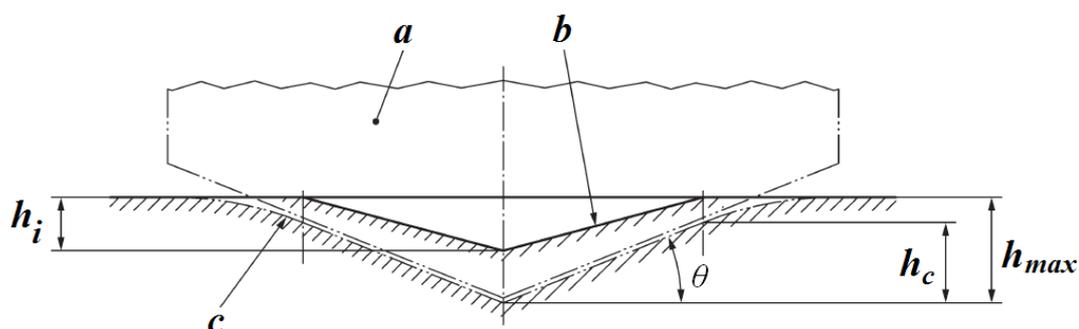


Рисунок 17 – Схематическое изображение процесса индентирования, где  $a$  – индентор,  $b$  – поверхность отпечатка в испытуемом образце после полной разгрузки,  $c$  – поверхность контакта испытуемого образца с индентором при максимальной глубине и нагрузке,  $\theta$  – максимальный угол между поверхностью испытуемого образца и индентора.

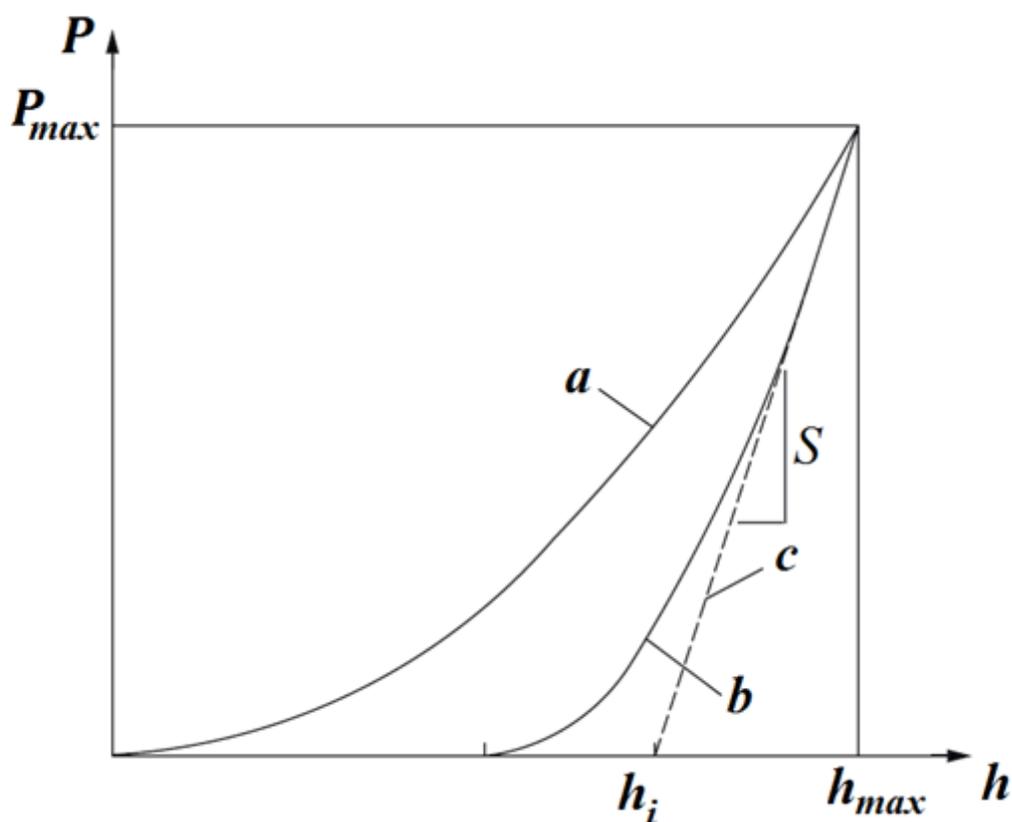


Рисунок 18 – Общий вид диаграммы нагрузка-внедрение, где  $a$  - нагружение,  $b$  - разгрузка,  $c$  - касательная к кривой разгрузки в точке максимальной нагрузки  $P_{\max}$ ,  $h_{\max}$  - глубина внедрения при максимальной нагрузке,  $h_i$  - точка пересечения касательной к кривой разгрузки с осью  $h$ ,  $S$  – тангенс наклона угла касательной к кривой разгрузки.

Приведенный модуль  $E_r$  вычисляется из диаграммы нагрузка-внедрение по формуле:

$$E_r = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_p(h_c)}}, \quad (1)$$

где  $S$  - тангенс угла наклона касательной к кривой разгрузки,  $A_p(h_c)$  – контактная площадь, определяемая из функции формы индентора  $A_p(h)$  на глубине  $h_c$ , вычисляемой из соотношений:

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \left( \frac{P_{\max}}{S} \right), \quad (2)$$

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon (h_{\max} - h_i), \quad (2.1)$$

где  $h_{\max}$  – максимальная глубина внедрения,  $h_i$  – точка пересечения касательной к кривой разгрузки с осью  $h$ ,  $P_{\max}$  – максимальная нагрузка,  $\varepsilon$  – коэффициент формы индентора.

Модуль упругости материала  $E$  вычисляется из соотношения:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i}, \quad (3)$$

где  $E_i$ ,  $\nu_i$  – модуль Юнга и коэффициент Пуассона индентора,  $\nu$  - коэффициент Пуассона материала испытуемого образца, которые полагаются известными.

**Твердость по шкале Мартенса** вычисляется по формуле:

$$HM = \frac{P}{A_s(h)} \quad (4)$$

где  $P$  - нагрузка, прикладываемая к наконечнику,  $A_s(h)$  - площадь поверхности внедрившейся части наконечника,  $h$  - глубина внедрения наконечника относительно исходной поверхности.

Твердость по Мартенсу измеряется в ГПа и считается мерой полной деформации, упругой и пластической, и может быть определена, в том числе, для случая абсолютно упругой деформации. Очевидным ее недостатком является использование при расчете полной площади поверхности индентора, независимо от того, контактирует она с поверхностью образца, или нет. Кроме того, число, получаемое при делении нагрузки на площадь **поверхности** индентора, не имеет физического смысла, в отличие от деления на площадь **проекции**, которое дает среднее контактное давление [60]. Сама по себе площадь поверхности рассчитывается исходя из глубины внедрения через простые геометрические соотношения, при этом геометрия индентора принимается идеальной. Для микро- и нанометрового диапазонов это допущение существенно не выполняется. Определение же с разумной погрешностью на таких масштабах реальной площади поверхности для индентора неидеальной формы является на сегодняшний день практически невыполнимой задачей.

Таким образом, твердость по Мартенсу в ее нынешнем определении является величиной, не имеющей внятного физического определения и малоприменимой для нанодиапазона.

Во избежание недоразумений следует также иметь в виду, что в отечественной литературе исторически твердостью по Мартенсу называлась твердость, определяемая методом царапания, и называемая в зарубежной литературе *scratch hardness*.

**Твердость индентирования** вычисляется по формуле:

$$H_{IT} = \frac{P}{A_p(h_c)} \quad (5)$$

где  $A_p(h_c)$  - площадь поперечного сечения контактирующей части наконечника,  $h_c$  - глубина внедрения в образец с учетом прогиба исходной поверхности (2).

$H_{IT}$  измеряется в единицах давления (ГПа). В отличие от классических безразмерных шкал твердости, она является производной от основных величин в системе СИ и имеет физический смысл среднего контактного давления под индентором.

Твердость индентирования наиболее соответствует классическому определению твердости, как меры сопротивления пластической деформации и с высокой степенью достоверности может быть сопоставлена с твердостью по Виккерсу для пластичных материалов (металлов) с точностью до постоянного коэффициента пересчета.

Метод инструментального индентирования позволяет так же измерять ползучесть материала под нагрузкой от времени, коэффициент упругого восстановления, энергию деформации и полную энергию индентирования и т. д..

В дальнейшем при рассмотрении источников неопределенности результатов измерений и мешающих параметров речь пойдет о твердости индентирования  $H_{IT}$ , как наиболее часто используемой в научной литературе и близкой к определению твердости по Виккерсу [18].

## **2.2 Анализ контролируемых параметров и источников неопределенности результатов измерений**

Вычисление твердости и модуля упругости по методу инструментального индентирования осложнено наличием большого количества источников неопределенности результатов измерений, а также высокой прецизионностью измерений, что ведет к тому, что минимальное отклонение мешающих параметров ведет к большим значениям погрешности при расчете результатов измерения.

Процесс получения значений твердости и модуля упругости можно условно разделить на два этапа: индентирование и расчет: в ходе первого этапа измерительная установка производит нагружение исследуемого образца с заданными значениями прикладываемой нагрузки, выдержку его под нагрузкой в течении установленного времени, и последующего разгружения. В ходе этого процесса происходит запись всех первичных данных и формирование массива, из

которого строится зависимость глубины внедрения от приложенной силы. Полученная зависимость служит основой для расчета по методу Оливера-Фарра.

Исходя из особенностей метода инструментального индентирования, источники неопределенности результатов измерений можно условно разделить на три категории:

- аппаратные, связанные непосредственно с измерительной установкой и ее калибровкой;
- методические, связанные с некоторыми допущениями в используемой методике расчета;
- источники, связанные с физико-механическими свойствами исследуемого материала и мешающими параметрами.

Рассмотрим основные источники неопределенности результатов измерений методом инструментального индентирования, общие для величин  $E$  и  $H_{IT}$ .

### **2.2.1 Аппаратные источники неопределенности результатов измерений**

Калибровка датчиков силы и перемещения. В большинстве датчиков нанотвердомеров измерение силы, прикладываемой к индентору, и перемещения индентора взаимосвязаны. Существуют 2 варианта конструктивных решений наноинденторов. В первом сила задается путем прикладывания внешнего воздействия (тока в катушке или напряжения на обкладках конденсатора), перемещение же измеряется независимым датчиком (как правило, емкостным) [40,41]. Во втором перемещение задается, как правило, пьезоактюатором, а сила измеряется через изгиб упругого элемента с известной жесткостью [43,44].

Градуировка и калибровка прикладываемой к индентору силы в обоих случаях наиболее эффективно осуществляется при помощи высокоточных весов. Другой вариант – подвешивание на штوك с индентором калиброванных грузов. Недостатком этого метода является то, что направление нагрузки противоположно прикладываемому в процессе измерений. Калибровка датчиков силы и перемещения влияет на корректное определение  $h_c$ , расчет прикладываемой силы и неопределенность результатов измерений, вносимую жесткостью контакта.

Податливость рамы. Несущая конструкция (рама), имеет конечную жесткость, определяемую суммарной деформацией конструкции прибора при приложении нагрузки к индентору. Податливость рамы является одним из наиболее значимых источников неопределенности результатов измерений. Для корректного расчета глубины внедрения и контактной площади при измерении твердости значение податливости необходимо учитывать при расчете перемещения индентора (Annex C, [33]).

Способ закрепления исследуемого образца. Если жесткость конструкции может быть измерена и учтена заранее с заданной точностью, то закрепление образца может давать в каждом конкретном случае непредсказуемый вклад в неопределенность результата измерений. Для уменьшения неопределенности результата измерений следует обеспечивать перпендикулярность установки образца относительно оси прикладываемой силы, с максимальным отклонением не более  $1^\circ$ .

Функция формы индентора. Для вычисления модуля упругости  $E$  и твердости индентирования  $H_{IT}$  функция формы  $A_p(h)$  определена как зависимость площади сечения индентора, перпендикулярного его оси, от расстояния до вершины индентора. Идеальные функции формы инденторов, применяемых в методе инструментального индентирования (алмазная пирамида Виккерса, Берковича) представляют собой квадратичные зависимости от расстояния до вершины  $h$ . Однако при уменьшении расстояния от вершины до единиц микрометров форма инденторов начинает отклоняться от идеальной, а непосредственно к вершине приближается к сферической. Характерный радиус закругления вершины инденторов, заявляемый производителями, варьируется в пределах 50-150 нм (Рисунок 19).

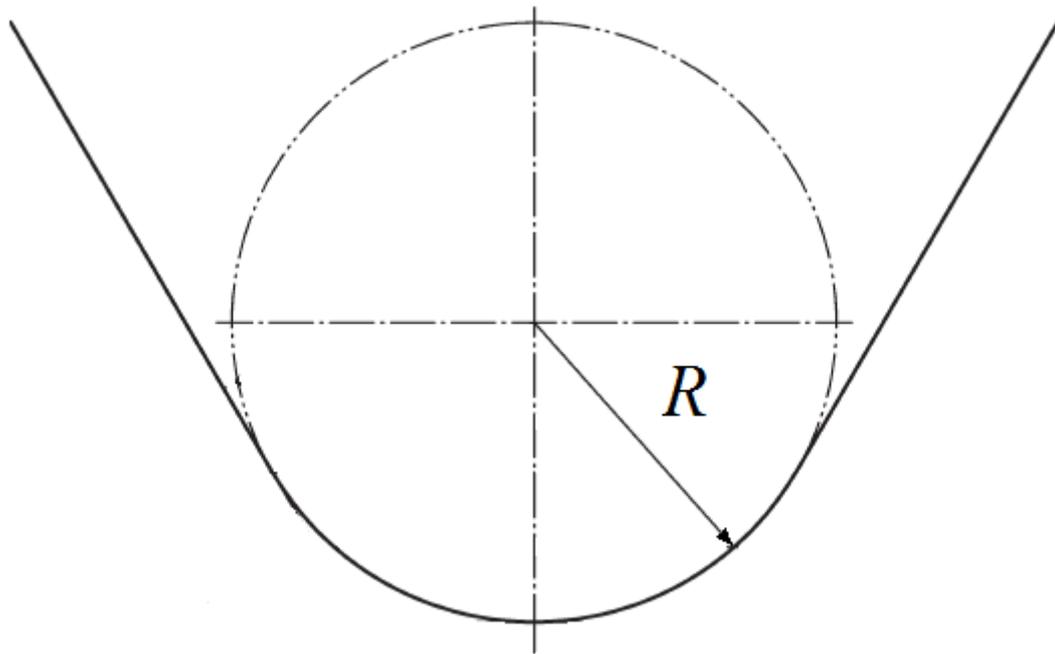


Рисунок 19 – Схематическое изображение вершины индентора, где  $R$  – радиус скругления индентора

Функция формы индентора  $A_p(h)$  используется при расчете твердости НИТ и модуля упругости  $E$ . Для корректного учета скругления наконечника индентора важно верно определить  $A_p(h)$  для уменьшения неопределенности результатов измерений на малых глубинах индентирования.

На результаты измерения по методу инструментального индентирования неизбежно оказывает влияние состояние поверхности индентора. Как показывает опыт, зачастую инденторы могут становиться дефектными после относительно короткого периода использования, что обусловлено образованием микротрещин, сколов и других дефектов поверхности. Своевременное обнаружение таких дефектов позволяет повысить достоверность результатов измерений, а также повторно использовать индентер после перешлифовки.

Обнаружение дефектности либо загрязнения индентора возможно при ежедневной проверке твердомера на стандартных образцах и периодическом проведении процедуры косвенной оценки функции формы индентора. В качестве дополнительной меры может применяться оптическая оценка состояния индентора. Процедуры очистки индентора в полной мере описаны в стандарте [33].

### 2.2.2 Методические составляющие неопределенности результатов измерений

На суммарную неопределенность результатов измерений влияют следующие особенности методики измерений:

Погрешность нахождения точки начального контакта индентора с поверхностью, от которой зависит значение максимальной глубины внедрения.

Влияние неидеальности формы индентора. Решения Снеддона [47,48] верны для осесимметричных инденторов. В связи с этим для инденторов, у которых это требование не выполняется, был введен поправочный коэффициент  $\beta$  в формуле (1). Значение этого коэффициента у разных авторов варьируется в широких пределах:  $1.0226 \leq \beta \leq 1.085$  [59].

На результат расчета параметров диаграммы нагрузка-внедрение влияет изменение коэффициента функции формы индентора  $\varepsilon$ , используемой для расчета контактной глубины  $h_c$  по формуле (2). Эта величина связана с геометрией индентора. Ее значение вытекает из уравнений Снеддона и меняется от 1 для плоского индентора, до 0,72 для конуса. Именно так вершина любого реального индентора по мере изменения масштаба наблюдения представляет собой плоский штамп, затем сферу и только затем пирамиду. Ниже приведена оценка неопределенности расчета контактной глубины, вносимой изменением геометрической постоянной  $\varepsilon$  вследствие отклонения геометрии индентора от идеальной.

Из анализа формул 2 и 2.1, а также общего вида диаграммы нагрузка-внедрение можно сделать вывод, что поправка контактной глубины, влияет тем больше, чем меньше измеряемая жесткость контакта  $S$  и меньше максимальная глубина внедрения  $h_{max}$ . Соотношение этих параметров связано непосредственно с отношением твердости  $H$  и модуля упругости  $E$ .

Формулу (2) перепишем с учетом выражения (1):

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{\sqrt{\pi} P_{max}}{2E_T \sqrt{A_c}} \quad (6)$$

С учетом выражения для твердости  $H_{IT}$  (5) перепишем это выражение в виде:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{H \sqrt{\pi} \sqrt{A_c}}{E_T} \quad (7)$$

Для идеальной правильной пирамиды  $A_c = kh_c^2$ , тогда:

$$\frac{h_{max}}{h_c} = 1 + \varepsilon \frac{H \sqrt{\pi k}}{E_T} \quad (8)$$

В таблице 2 представлены оценки относительных изменений расчетного значения  $h_c$  при постоянном  $h_{max}$  в зависимости от значения  $\varepsilon$  для разных материалов при изменении значения  $\varepsilon$  от 1 до 0,72. Коэффициент  $k$  был взят равным 24,5, что соответствует модифицированному индентору Берковича. Значения  $E$  и  $H$  разных материалов взяты на основе справочных данных из различных источников.

Таблица 2 – Влияние геометрической постоянной  $\varepsilon$  на отклонение расчетных значений  $h_c$ .

Материал	$E$ (ГПа)	$H$ (ГПа)	$E/H$	$h_{max}/h_c$		$\frac{h_c(\varepsilon=1)}{h_c(\varepsilon=0,75)}$	$\Delta$ (%)
				$\varepsilon=1$	$\varepsilon=0,72$		
Поликарбонат	2,3	1,1	2,1	3,1	2,5	0,81	19
Плавленый кварц	72	8,5	8,5	1,52	1,37	0,9	10
Сапфир	400	22	18	1,24	1,17	0,95	5
Сталь 40X	210	4	52,5	1,083	1,06	0,978	2,2
Сталь 20	200	2	100	1,044	1,032	0,988	1,2
Титан BT-1	110	1	110	1,04	1,029	0,989	1,1

Таким образом, чем меньше для материала соотношение  $E/H$ , тем больше ошибка при расчете величины  $h_c$ , связанная с неидеальностью формы индентора при вершине.

Приведенные расчеты заслуживают особенного внимания, так как поликарбонат, сапфир и плавленый кварц, как правило, используются в качестве

стандартных образцов при косвенном определении функции формы индентора, оговоренной в стандартах. Таким образом, уже при выполнении данной процедуры на плавленом кварце при глубинах внедрения  $\sim 100$  нм, только методическая погрешность расчета контактной глубины может достигать 10%, а площади контакта – 20%. Если же принять во внимание влияние на таких масштабах других источников неопределенности результатов измерений, то достоверность получаемых данных должна подвергаться весьма критической оценке.

### **2.2.3 Влияние физико-механических свойств исследуемых объектов и мешающих параметров**

Свойства любого материала, на поверхности отличаются от свойств в объеме. Этот факт необходимо учитывать, устанавливая корреляцию между макроскопическими свойствами объекта и результатами наноиндентирования. Отличия могут быть связаны как с природой вещества, так и с загрязнением или модификацией поверхности в результате адсорбции различных веществ из окружающего воздуха, химической реакции (например – окисления), нарушения исходной структуры вещества вследствие обработки.

Анизотропия свойств. При расчете значений твердости и модуля упругости из диаграммы нагрузка-внедрение по стандартному методу (Оливера и Фара) необходимо помнить, что все расчетные формулы выведены из решений упругой задачи для взаимодействия индентора с однородным изотропным полупространством. Вследствие этого стандартный метод расчета применительно к анизотропным и сложноструктурированным материалам может давать приблизительные абсолютные значения. Это необходимо учитывать при сравнении результатов измерения, например, монокристаллов и поликристаллических структур, различных мелкодисперсных материалов.

Особенности упруго-пластической деформации. При расчете контактной площади в методе инструментального индентирования предполагается, что поверхность подвергается пластической деформации непосредственно под

индентором, при этом исходная поверхность вокруг индентора деформируется только упруго. В то же время, большинство пластичных материалов, в т. ч. металлы, при внедрении в них твердого наконечника образуют навалы («pile-ups») по периметру отпечатка (Рисунок 20). В частности, большими навалами характеризуются многие металлы, моно- и поликристаллические материалы. Для других материалов, напротив, при нагружении поверхность вокруг области контакта упруго прогибается («sink-in»). Эти особенности упругопластического отклика материала влияют на реальную площадь контакта индентора с поверхностью, которая может отличаться от расчетной [61].

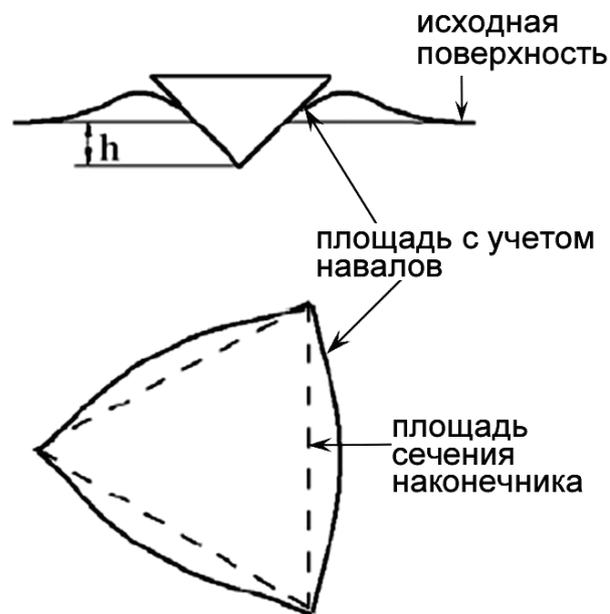


Рисунок 20 – Ошибки определения площади контакта индентора с материалом, вызванные образованием навалов («pile-up»).

Шероховатость поверхности неизбежно сказывается на фактической площади контакта индентора с поверхностью, особенно критично при малых глубинах индентирования. Для ограничения вклада шероховатости поверхности в неопределенность результата измерения (не более 5%) рекомендовано обеспечивать глубину индентирования  $h$  минимум в 20 раз больше средней арифметической шероховатости  $Ra$ .

В таблице 3 приведены значения средней арифметической шероховатости  $Ra$  для различных нагрузок и типов материалов.

Таблица 3 – Примеры максимального значения  $Ra$  для различных значений нагрузки.

	Максимально допустимое значение шероховатости, $Ra$		
	мкм		
	0,1 Н	2 Н	100 Н
Алюминий	0,13	0,55	4,00
Сталь	0,08	0,30	2,20
Твердые меаллы	0,03	0,10	0,80

При измерении механических свойств в нанометровом диапазоне не всегда возможно выдерживать рекомендуемое значение шероховатости для образцов с высоким значением твердости. В таком случае, для уменьшения неопределенности результатов измерений необходимо увеличить количество экспериментов.

Термодрейф, возникающий из-за изменения размеров элементов конструкции прибора вследствие теплового расширения, необходимо учитывать при проведении измерений на микро и нанометровых масштабах. Измерения желательно проводить в изолированном помещении с постоянной температурой ( $23\pm 5^\circ\text{C}$ ) и влажностью ( $45\pm 10\%$ ). Необходимо также иметь в виду необходимость термической стабилизации образцов после их установки.

Вибрации приводят к появлению шума и искажению диаграммы нагрузка-внедрение, что в свою очередь сказывается на определении точки контакта, аппроксимации разгрузочной кривой и т.п.

В результате анализа влияния мешающих параметров и источников неопределенности результатов измерения на значения твердости и модуля упругости была составлена схема, описывающая порядок их влияния друг на друга (Рисунок 21).

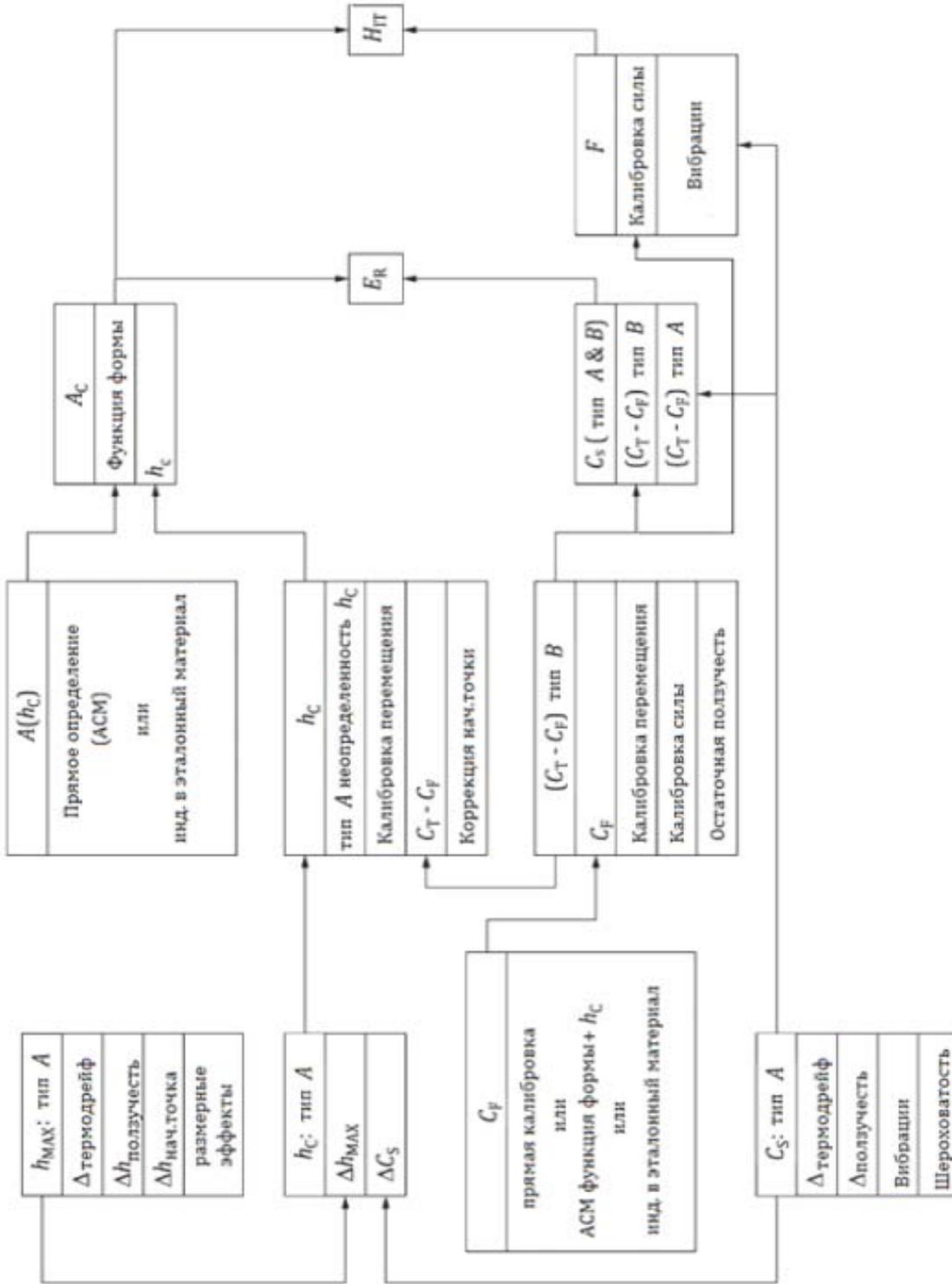


Рисунок 21 - Блок-схема взаимосвязи источников неопределенности результатов измерений.

На точность определения максимальной глубины внедрения  $h_{\max}$  (неопределенность по типу А) влияют размерные эффекты, связанные со структурой образца, точность определения начальной точки, определяемая вручную для каждого эксперимента, неопределенность результатов измерений, вносимая термодрейфом и ползучестью, влияние которой можно уменьшить, выдерживая образец под нагрузкой, согласно рекомендациям, данным в стандартах.

Неопределенность результатов измерений, зависящая от точности определения максимальной глубины внедрения  $h_{\max}$  и жесткости контакта  $C_S$ , влияет на точность определения контактной глубины  $h_c$  (неопределенность по типу А).

На точность определения  $C_S$  - жесткости контакта после коррекции на жесткость рамы  $C_F$  (она же  $(C_T-C_F)$  по типу А) влияет неопределенность результатов измерений, вносимая термодрейфом и ползучестью, влияние которой можно минимизировать, согласно рекомендациям, данным в стандартах, вибрации, влияние которых можно уменьшить, используя средства виброзащиты, шероховатость образца и точность определения жесткости рамы  $C_F$ .

Точность определения начальной точки, калибровка перемещения, неопределенность результатов измерений, вносимая  $h_c$  по типу А и неопределенность результатов измерений  $(C_T-C_F)$  по типу В влияет на корректное определение контактной глубины  $h_c$ .

На неопределенность результатов измерений  $(C_T-C_F)$  по типу В влияет определение жесткости рамы  $C_F$ , точность калибровки датчика перемещения, датчика силы и остаточная ползучесть, и совместно с  $C_S$  по типу А  $(C_T-C_F)$  по типу В влияет на полученные значения приведенного модуля упругости  $E_R$ .

На точность определения прикладываемого усилия  $P$  влияет калибровка силы, на которую влияет неопределенность результатов измерений  $(C_T-C_F)$  по типу В и вибрации, на которые влияет  $C_S$ . Усилие  $P$  влияет на точность расчета твердости индентирования  $H_{IT}$ .

Точность определения функции формы индентора  $A(h_c)$  и контактной глубины  $h_c$  влияет на точность определения площади касания индентора с образцом, что в свою очередь критически влияет на расчет значений приведенного модуля упругости  $E_R$  и твердости индентирования  $H_{IT}$ .

### **Выводы к главе 2:**

1. Рассмотрены особенности метода инструментального индентирования применительно к задачам измерения твердости тонких покрытий, пленок и модифицированных слоев.

2. Проведен анализ источников неопределенности результатов измерений и параметров, влияющих на результаты измерений, и способы их уменьшения их влияния.

3. Установлено, что часть источников неопределенности результатов измерений являются устранимыми совершенствованием аппаратной части приборов, уменьшением влияния параметров окружающей среды, поддержанием условий экспериментов и подготовкой образцов.

4. На расчет твердости и модуля упругости существенно влияют значения контактной глубины  $h_c$  и функции формы индентора  $A_p(h_c)$ . Определение функции формы индентора косвенными методами и калибровка твердомеров на стандартных образцах свойств классов материалов позволяет уменьшить неопределенность результатов измерений.

**Глава 3. Методические принципы построения алгоритмов обработки измерения и расчета твердости покрытий, тонких пленок и модифицированных слоев, обеспечивающие уменьшение неопределенности результатов измерений при инструментальном индентировании.**

### **3.1 Основные методы оценки геометрии индентора**

Как правило, при проведении измерений по методу инструментального индентирования используются алмазные трехгранные пирамиды Берковича или (реже) гранные Виккерса, а также пирамиды «угол куба». Идеальные функции формы таких инденторов представляют собой квадратичные зависимости от глубины индентирования  $h$ . Однако при уменьшении  $h$  до единиц микрометров форма инденторов начинает отклоняться от идеальной, а непосредственно к вершине приближается к сферической. Характерный радиус закругления вершины инденторов, заявляемый производителями, варьируется в пределах 50-150 нм, что относится к производственным допускам. Как правило, в спецификации на индентор указывается идеальная функция формы без учета особенностей геометрии индентора при вершине. Применение в расчетах заявленной  $A_p(h)$  может критически сказаться на результатах индентирования, в частности на глубинах меньше нескольких микрон, в связи с чем существует необходимость определения действительной функции формы.

Определение функции формы на этапах развития метода инструментального индентирования происходило с помощью оптической микроскопии. В материал производилась серия индентирований с различной нагрузкой и глубиной внедрения, обязательным условием являлась преимущественно пластическая деформация образца. Площадь контакта измерялась по изображению отпечатка. При таких измерениях точность определения функции формы напрямую зависит от разрешающей способности прибора, которым произведена оценка восстановленного отпечатка.

В настоящее время используются два вида способов измерения геометрии индентора: прямые и косвенные. Первые подразумевают построение 3-мерной модели путем сканирования самого индентора или его отпечатка с помощью сканирующего атомно-силового микроскопа или сканирующего зондового микроскопа и введения коррекции на радиальную составляющую деформации. Применение сканирующей зондовой микроскопии позволяет получить достаточно точное изображение геометрии индентора (Рисунок 22), однако не позволяет достоверно учесть отклонение геометрии от идеальной у вершины.

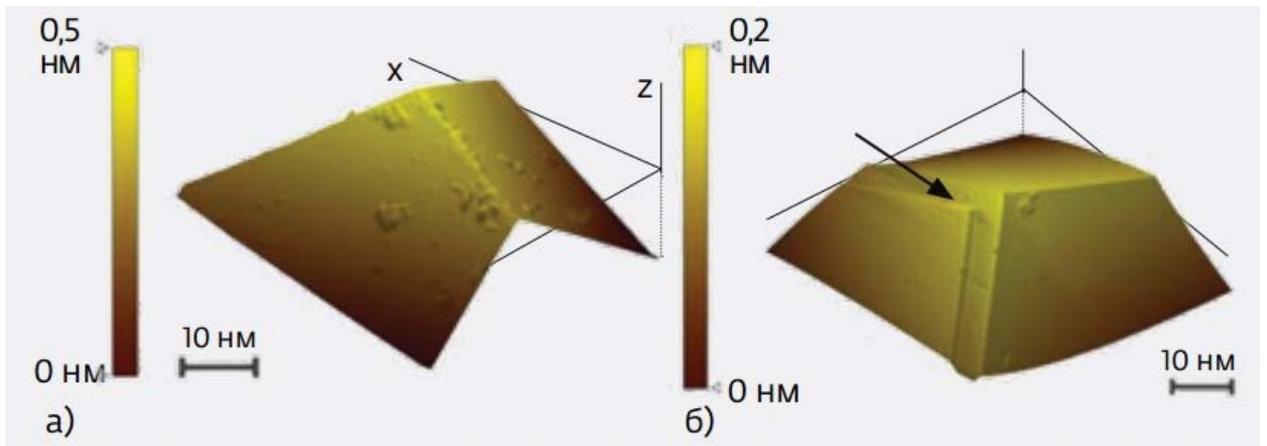


Рисунок 22 – Изображение геометрии индентора, полученное с помощью СЗМ

Методы атомно-силовой микроскопии имеют более высокую точность, однако установки АСМ являются дорогостоящими, что ограничивает их широкое распространение (Рисунок 23).

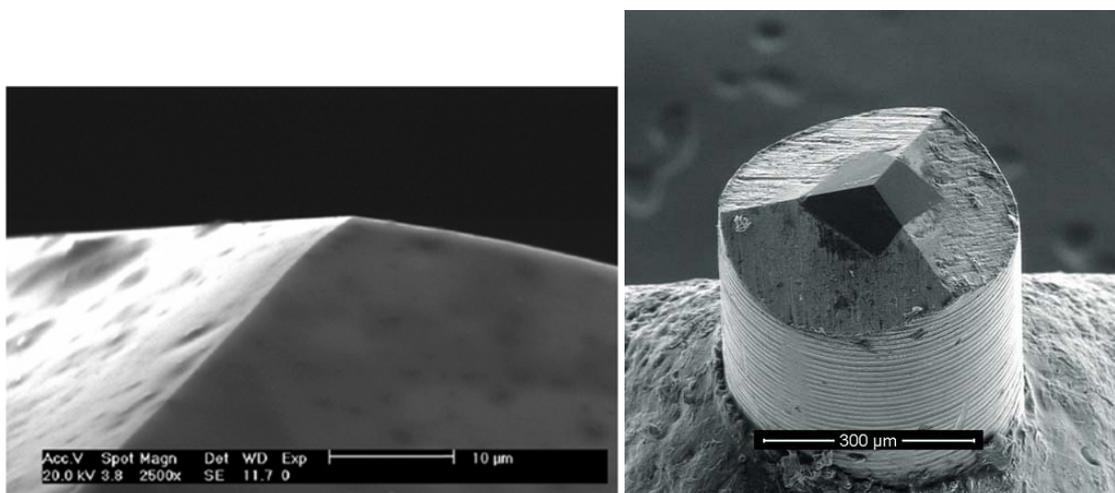


Рисунок 23 – Изображение индентора, полученное с помощью АСМ

Косвенные методы оценки функции формы индентора предполагают решение обратной задачи по результатам индентирования материалов с известными свойствами. В виду дороговизны оборудования АСМ, большее распространение получили косвенные методы определения  $A_p(h)$ , однако в текущей версии стандарта [18] процедура косвенной оценки не описана в полной мере, в связи с чем был разработан нижеизложенный алгоритм косвенной оценки функции формы индентора.

### 3.2 Алгоритм косвенной оценки функции формы индентора

Метод косвенного определения  $A_p(h)$  не требует получения изображения индентора или его отпечатков, и заключается в проведении серии измерений по методу инструментального индентирования на эталонном материале, в качестве таких материалов, как правило, используются поликарбонат, сапфир и плавленый кварц. Для реализации данного подхода важно точно знать  $E$  и коэффициенты Пуассона, а также твердость эталонного материала и индентора. Кроме того, должно выполняться требование изотропии, иными словами отсутствия зависимости  $H$  и  $E$  по глубине.

Первым шагом является проведение серии индентирований в эталонный материал в рабочем диапазоне нагрузок, после необходимо провести обсчет этой серии и построить для нее  $A_p(h)$  по результатам решения обратной задачи, задавшись параметрами эталонного материала.

Получаемую зависимость следует аппроксимировать любой монотонной непрерывной функцией. Функция может быть кусочная, но в точке сшивки участков должны выполняться условия:

- обе функции формы принимают одинаковые значения;
- точка должна быть единственной в интервале  $h_0 \in [0 \dots +\infty]$ .

С использованием графического анализа определяется как отличается полученная  $A_p(h)$  от идеального вида:

$$A(h) = A \cdot h^2 + C \quad (9)$$

При этом допускается параллельный перенос оси  $A_p$ , обусловленный тем, что начало координат совпадает с вершиной пирамиды индентора.

Если большую часть  $A_p(h)$  удастся описать уравнением вида (9), то параметры  $A$  и  $C$  необходимо верифицировать методом наименьших квадратов. Как правило, данный участок соответствует области больших нагрузок, вызывающих большее внедрение индентора. Область меньших нагрузок можно аппроксимировать иной зависимостью, например, функцией формы сферы, с соблюдением указанных выше условий.

В случае, если функцию невозможно описать функцией вида (9), ее можно заменить таблицей значений и соответствующим интерполяционным полиномом.

Рассмотрим построение скорректированной кусочно-непрерывной функции формы индентора на примере.

Коррекция осуществляется исходя из следующих предположений:

- в районе вершины индентор отклоняется от формы идеальной пирамиды;
- отклонения можно аппроксимировать сферой радиуса  $R$ ;
- идеальная функция формы индентора описывается уравнением вида (9).

Идеальная функция формы индентора Берковича  $A_p = 23,96 \cdot h^2$ .

Система координат.

Для решения поставленной задачи введем систему координат и свяжем начало координат с острием индентора. Ось заглубления  $h$  направим вдоль высоты пирамиды, положительное направление оси выберем вглубь индентора.

Уравнение функции сферы.

Уравнение функции формы для сферы радиуса  $R$  в данной системе координат будет иметь вид:

$$\begin{cases} A_s(h) = \pi(R - \sqrt{R^2 - h^2}) \\ h \in [0...R] \end{cases} \quad (10)$$

Уравнение функции формы части индентора, совпадающей с идеальной характеристикой.

В уравнении формы идеальной пирамиды  $b$  присутствует член, отвечающий за смещение функции вдоль оси площади:

$$A_p(h) = A \cdot h^2 + A_0 \quad (11)$$

Значение члена  $A_0$  соответствует аддитивному отклонению площади от идеального значения и должно быть меньше или равно нулю  $A_0 < 0$ .

Общее уравнение функции формы будет иметь вид:

$$\left\{ \begin{array}{l} \left\{ \begin{array}{l} A(h) = A_s(h) = \pi(R - \sqrt{R^2 - h^2})^2 \\ h \in [0..h_0] \end{array} \right. \\ \left\{ \begin{array}{l} A(h) = A_p(h) = A \cdot h^2 + A_0 \\ h \in (h_0...+\infty) \end{array} \right. \\ h_0 \in [0..R] \end{array} \right. \quad (12)$$

Точка сшивки должна удовлетворять двум условиям:

- обе функции формы принимают одинаковые значения;
- точка должна быть единственной в интервале  $h_0 \in [0...+\infty]$ .

Равенство первых производных в качестве дополнительного условия можно не вводить, так как в данном случае имеет место касание двух выпуклых кривых.

Первое условие имеет вид:

$$\left\{ \begin{array}{l} A_s(h) = A_p(h) \\ h \in [0..R] \end{array} \right. \quad (13)$$

Развернем и упростим выражение:

$$\begin{aligned} \pi(R - \sqrt{R^2 - h^2})^2 &= A \cdot h^2 + A_0 \\ R^2 - 2 \cdot R \cdot \sqrt{R^2 - h^2} + (R^2 - h^2) &= \frac{A}{\pi} \cdot h^2 + \frac{A_0}{\pi} \\ -2 \cdot R \cdot \pi \cdot \sqrt{R^2 - h^2} &= (A + \pi) \cdot h^2 + (A_0 - 2 \cdot R^2 \cdot \pi) \\ 4 \cdot R^2 \cdot \pi^2 \cdot (R^2 - h^2) &= (A + \pi)^2 \cdot h^4 + 2 \cdot (A + \pi) \cdot (A_0 - 2 \cdot R^2 \cdot \pi) \cdot h^2 + (A_0 - 2 \cdot R^2 \cdot \pi)^2 \\ \left\{ \begin{array}{l} (A + \pi)^2 \cdot h^4 + 2 \cdot (A + \pi) \cdot (A_0 - 2 \cdot R^2 \cdot \pi) \cdot h^2 + (A_0 - 2 \cdot R^2 \cdot \pi)^2 - 4 \cdot R^4 \cdot \pi^2 \\ h \in [0..R] \end{array} \right. & \quad (14) \end{aligned}$$

Для выполнения заявленных условий биквадратное уравнение (14) должно иметь два решения, а с учетом ограничений – единственное решение в интересующей нас области. При этом дискриминант должен быть равен 0, что будет соответствовать касанию кривых. Запишем это условие:

$$(2 \cdot (A + \pi) \cdot (A_0 - 2 \cdot R^2 \cdot \pi) + 4 \cdot R^2 \cdot \pi^2)^2 - 4 \cdot (A + \pi)^2 \cdot ((A_0 - 2 \cdot R^2 \cdot \pi)^2 - 4 \cdot R^4 \cdot \pi^2) = 0 \quad (15)$$

Решим данное уравнение относительно  $A_0$ , для удобства вычислений введем следующую подстановку:

$$\left\{ \begin{array}{l} x = A + \pi \\ y = A_0 - R^2 \cdot \pi \\ z = 4 \cdot R^2 \cdot \pi \end{array} \right. \quad (16)$$

Параметр  $A_0$  входит только во второе уравнение, поэтому подставим (16) в (15) и решим уравнение относительно  $y$ :

$$\begin{aligned} (2 \cdot x \cdot y + z)^2 - 4 \cdot x^2 (y^2 - z \cdot R^2) &= 0 \\ 4 \cdot x^2 \cdot y^2 + 4 \cdot x \cdot y \cdot z + z^2 - 4 \cdot x^2 \cdot y^2 + 4 \cdot x^2 \cdot z \cdot R^2 &= 0 \\ y &= -\frac{z^2 + 4 \cdot x^2 \cdot z \cdot R^2}{4 \cdot x \cdot z} \quad (17) \end{aligned}$$

Проведем обратную подстановку и решим уравнение относительно  $A_0$ :

$$A_0 - 2 \cdot R^2 \cdot \pi = \frac{(4 \cdot R^2 \cdot \pi)^2 + 4 \cdot (A + \pi)^2 \cdot (4 \cdot R^2 \cdot \pi) \cdot R^2}{4 \cdot (A + \pi) \cdot (4 \cdot R^2 \cdot \pi)}$$

$$A_0 = 2 \cdot R^2 \cdot \pi - \frac{R^2 \cdot \pi + (A + \pi)^2 \cdot R^2}{A + \pi} \quad (18)$$

При значении параметра  $A_0$ , вычисленного в соответствии с (18), дискриминант (15) биквадратного уравнения (14) обращается в 0, а само уравнение имеет два решения, только одно из которых удовлетворяет заданным условиям. Запишем систему уравнений, позволяющую определить точку сшивки:

$$\begin{cases} A_0 = 2 \cdot R^2 \cdot \pi - \frac{R^2 \cdot \pi + (A + \pi)^2 \cdot R^2}{A + \pi} \\ h_0 = \sqrt{-\frac{2 \cdot (A + \pi) \cdot (A_0 - 2 \cdot R^2 \cdot \pi) + 4 \cdot R^2 \cdot \pi^2}{2 \cdot (A + \pi)^2}} \\ h_0 \in [0 \dots R] \end{cases} \quad (19)$$

Подставляя (19) в (12), получаем окончательную систему, описывающую функцию формы индентора с закругленной вершиной, зависящую только от параметров  $A$  и  $R$ :

$$\begin{cases} \begin{cases} A(h) = A_s(h) = \pi \cdot (R - \sqrt{R^2 - h^2})^2 \\ h \in [0 \dots h_0] \end{cases} \\ \begin{cases} A(h) = A_p(h) = A \cdot h^2 + A_0 \\ h \in (h_0 \dots + \infty) \end{cases} \\ \begin{cases} A_0 = 2 \cdot R^2 \cdot \pi - \frac{R^2 \cdot \pi + (A + \pi)^2 \cdot R^2}{A + \pi} \\ h_0 = \sqrt{-\frac{2 \cdot (A + \pi) \cdot (A_0 - 2 \cdot R^2 \cdot \pi) + 4 \cdot R^2 \cdot \pi^2}{2 \cdot (A + \pi)^2}} \\ h_0 \in [0 \dots R] \end{cases} \end{cases} \quad (20)$$

Пример: допустим, имеется индентор Берковича с  $A_p = 23,96 \cdot h^2$  со скругленной вершиной  $R=50$  нм, построим график функции формы от глубины внедрения, тогда  $A_0 = -5,234 \cdot 10^4 \text{ нм}^2$ .

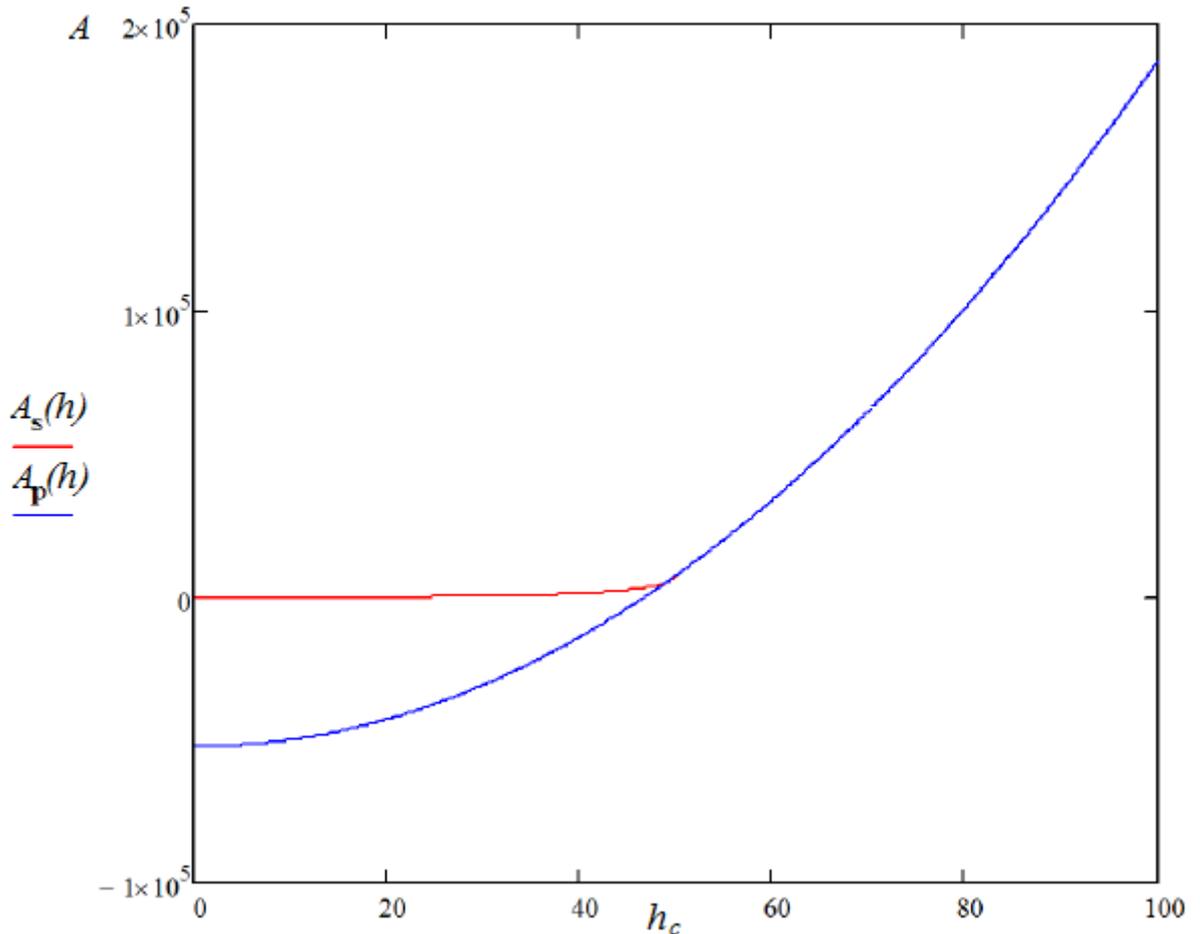


Рисунок 24– Изображение идеальной и скорректированной функций формы индентора. Синяя кривая – функция формы идеального индентора Берковича (с точностью до смещения), красная кривая и продолжение синей кривой после точки пересечения – функция формы реального индентора.

Для реализации задания функции формы значений в программе обработки результатов измерений был реализован функционал скриптов калибровок на языке Python, позволяющих указывать все возможные значения полученной функции формы. Пример реализации функции представлен на рисунке 25.

```

import math
...
def tip_ff (h):
    a=23.96
    r=50
    s0=2*r**2*math.pi-(r**2*math.pi+(a+math.pi)**2*r**2)/(a+math.pi)
    h0=math.sqrt( -(2*(a+math.pi)*(s0-2*r**2*math.pi)+4*r**2*math.pi**2)/(2*(a+math.pi)**2))
    ap=0
    if h>=0 and h<h0:
        ap=math.pi*(r-math.sqrt(r**2-h**2))**2
    if h>=h0:
        ap=a*h**2+s0
    return ap

```

Рисунок 25 – Пример реализации функции формы индентора посредством скрипта на языке Python.

### 3.3 Экспериментальная реализация алгоритма косвенной оценки функции формы индентора

Для подтверждения работоспособности вышеизложенного алгоритма с использованием микро/нано твердомера «Константа МНТ» был произведен эксперимент в условиях:

Нагрузка: 1, 2, 3, 5, 7, 9, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150 мН;

Количество измерений на каждое значение нагрузки: 6;

Температура окружающей среды:  $24 \pm 3^\circ\text{C}$ .

Относительная влажность: 47%.

Испытуемый материал: плавленый кварц с параметрами  $H = 9,5 \pm 0,5$  ГПа и  $E = 72 \pm 2$  Гпа;

Проверка испытуемого материала: Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Германия.

Полученные после серии индентирований данные были рассчитаны с применением идеальной функции формы индентора Берковича  $A_p = 23,96 \cdot h^2$ , результаты представлены на графиках зависимости  $H$  и  $E$  от глубины индентирования (Рисунок 26, 27).

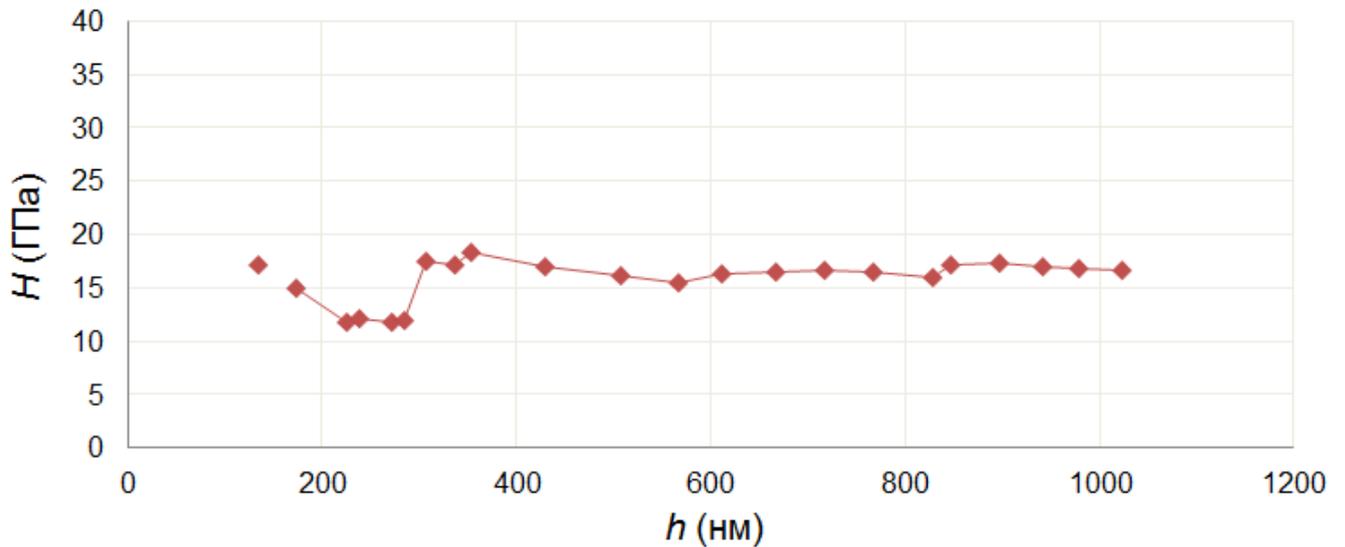


Рисунок 26 – Зависимость твердости от глубины индентирования до коррекции функции формы индентора

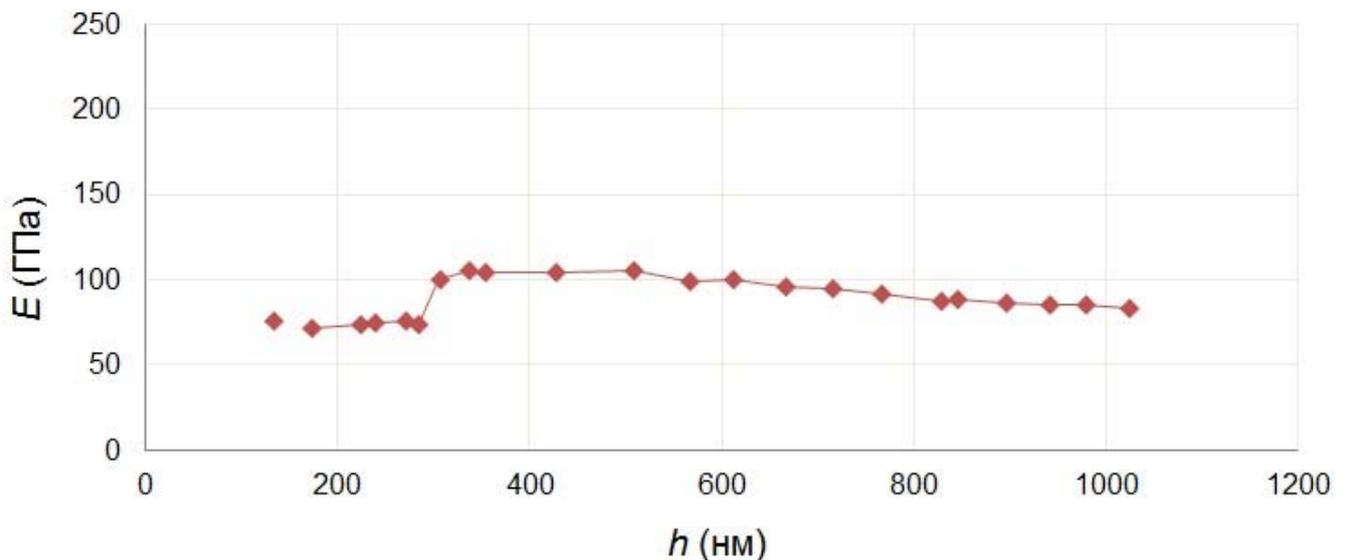


Рисунок 27– Зависимость модуля упругости от глубины индентирования до коррекции функции формы индентора

Как видно, значения  $H$  и  $E$  значительно завышены относительно параметров образца: 15.8 ГПа и 89 ГПа соответственно. В области  $h = 0 \dots 300$  нм значения

$H$  и  $E$  отличаются от аналогичных на глубинах  $h = 300...1050$  нм. Данный факт противоречит тому, что у плавленого кварца значения твердости и модуля упругости не меняются в зависимости от глубины индентирования. Все это говорит об отклонении геометрии индентора от идеальной.

Для визуализации отклонения в одной системе координат были построены две функции формы – идеального индентора Берковича и реального индентора (Рисунок 28).

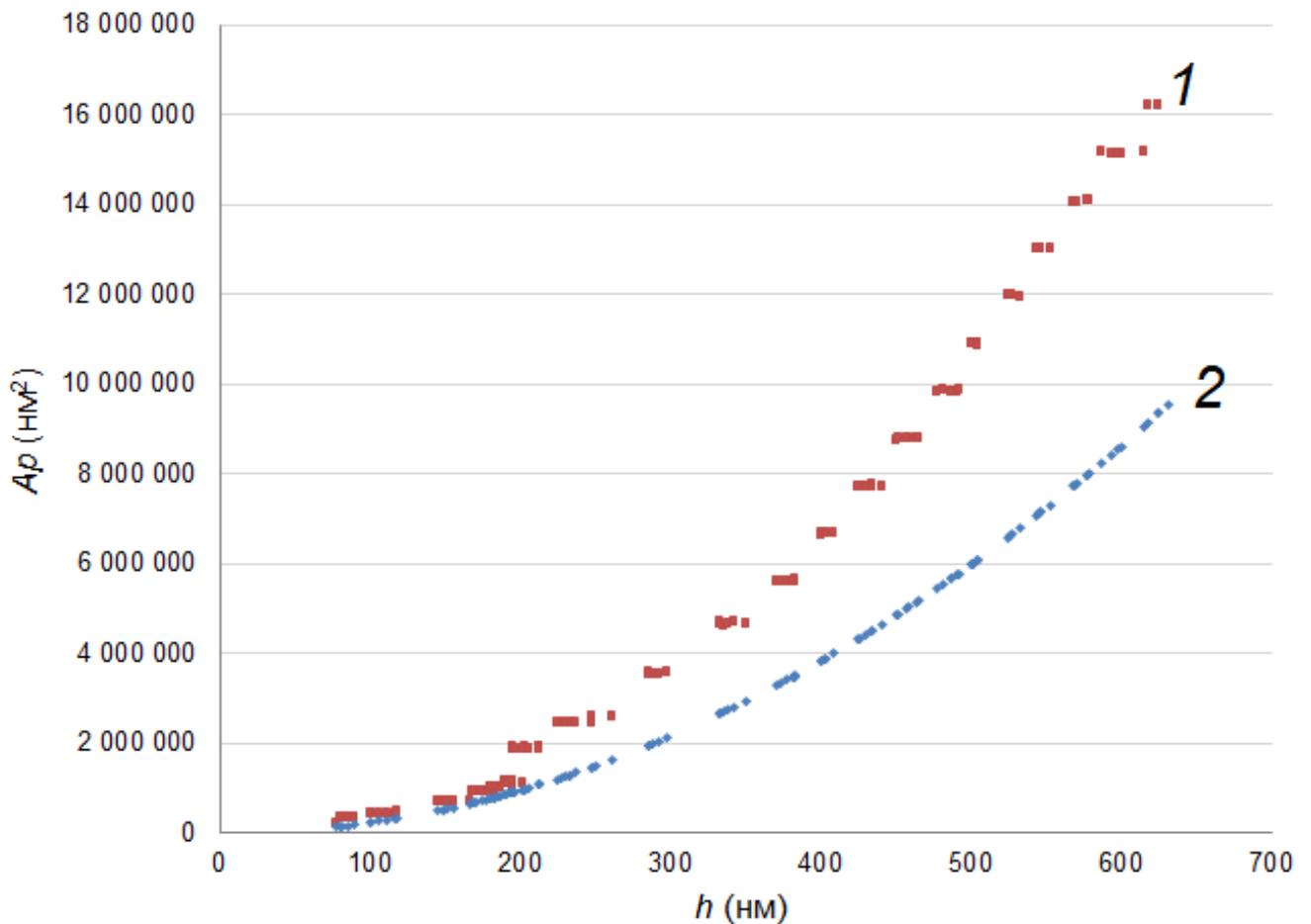


Рисунок 28 – Изображение функции формы реального индентора (1) и идеального индентора Берковича (2).

Как видно из графика, форма установленного индентора отличается от идеального индентора Берковича и имеет более тупой угол при вершине (площадь контакта реального индентора больше при одинаковых глубинах индентирования).

Для учета отклонения,  $A_p(h)$  была скорректирована согласно вышеизложенному алгоритму. Получившаяся зависимость была аппроксимирована кусочно-непрерывной функцией с точкой склейки на глубине 300 нм.

После получения скорректированной  $A_p(h)$  измерения повторили на образцах плавленого кварца. Результаты измерений приведены в таблице 4. Для полученных измерений были построены зависимости  $H$  и  $E$  от глубины индентирования (Рисунок 29, 30).

Таблица 4 – Результаты измерений с применением скорректированной  $A_p(h)$

Материал	Твердость, ГПа	СКО	Модуль упругости, ГПа	СКО
Плавленый кварц	9,3	0,6	70,2	2,9

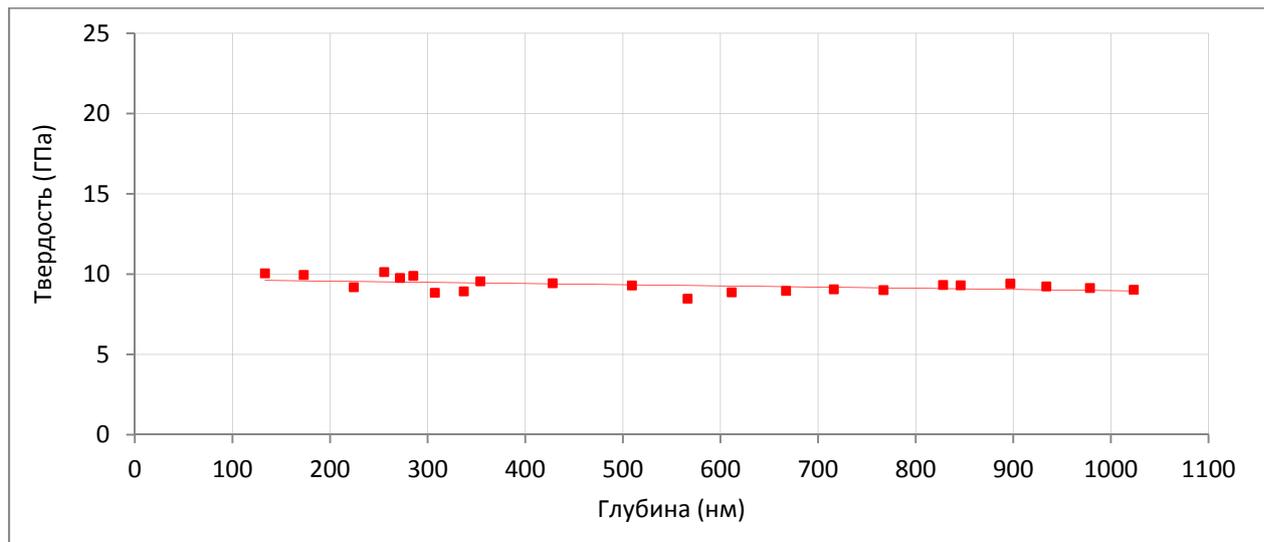


Рисунок 29 – Зависимость результатов измерения твердости от глубины индентирования

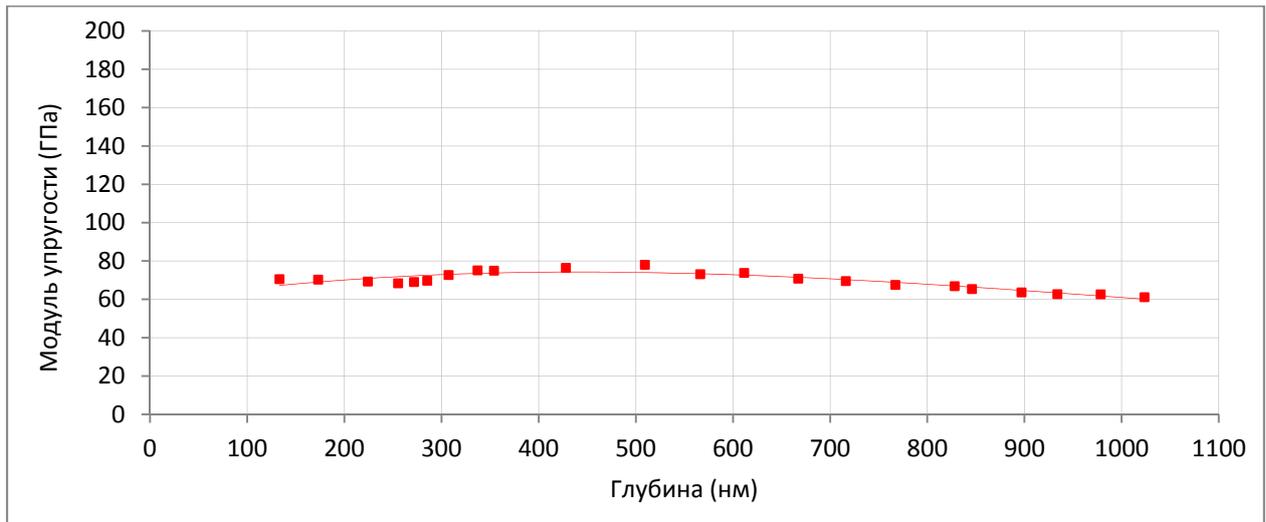


Рисунок 30 – Зависимость результатов измерения модуля упругости от глубины инdentирования

В результате измерений физико-механических характеристик плавленого кварца и глубинах инdentирования от  $h_c = 130$  нм до  $h_c = 1050$  нм после коррекции были получены значения твердости и модуля упругости, равные  $H=9,3\pm 0,6$  ГПа и  $E=70,2\pm 3,9$  ГПа во всем диапазоне глубин инdentирования.

Полученные результаты измерений  $H$  и  $E$ , исходя из построенных зависимостей, не изменяются в зависимости от глубины инdentирования при измерениях во всем диапазоне глубин инdentирования, что говорит о возможности проведения измерений твердости покрытий и слоев в диапазоне  $h_c < 1$  мкм. Выполнение процедуры коррекции формы инdentора по предложенному алгоритму позволило учесть отклонение геометрии инdentора и закругление инdentора при вершине, и понизить влияние функции формы при вычислении физико-механических свойств материалов методом инструментального инdentирования.

### Выводы к главе 3:

1. Рассмотрено влияние геометрии инdentора на результаты измерений по методу инструментального инdentирования, обоснован выбор косвенного метода для оценки функции формы инdentора.
2. Разработан алгоритм косвенной оценки функции формы инdentора.

3. Для подтверждения работоспособности алгоритма была проведена серия экспериментов на образце плавленого кварца.

4. Полученные результаты позволили учесть отклонение геометрии индентора от идеальной, учесть скругление при вершине и понизить влияние функции формы на результаты измерений.

## **Глава 4. Метрологическое обеспечение измерения твердости покрытий, тонких пленок и модифицированных слоев методом инструментального индентирования**

### **4.1 Система метрологического обеспечения метода инструментального индентирования**

Метрологическое обеспечение метода инструментального индентирования в Российской Федерации регулируется Государственными стандартами:

1. ГОСТ Р 8.748-2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний. Данный стандарт устанавливает метод испытания инструментальным индентированием для определения твердости и других характеристик материалов для трех диапазонов, отличающихся как испытательными нагрузками, так и глубиной индентирования.

2. ГОСТ Р 8.904-2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 2. Поверка и калибровка твердомеров. Данный стандарт устанавливает методику поверки и калибровки твердомеров, предназначенных для измерения твердости по шкалам Мартенса и индентирования в соответствии с ГОСТ Р 8.748. В методике описывается метод поэлементной поверки по эталонным мерам твердости, устанавливается требование к применению метода поверки по мерам твердости в дополнение к поэлементному методу поверки, а также для периодической контрольной поверки твердомера во время эксплуатации.

3. ГОСТ Р 8.907-2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования. Данный стандарт распространяется на государственную поверочную схему для средств измерений твердости по шкалам Мартенса (числа  $H_M$ ) и шкалам индентирования (числа  $H_{IT}$ )

и устанавливает порядок передачи значений твердости в числах НМ и Н<sub>IT</sub> от государственного первичного эталона при помощи рабочих эталонов средствами измерений твердости с указанием погрешностей и применяемых методов поверки.

Приборы, реализующие метод инструментального индентирования не вносились в реестр средств измерений в связи с отсутствием единства измерений в данной области до 2015 года. Государственное регулирование измерений твердости методом инструментального индентирования стало возможным после введения в 2015 году Государственного первичного эталона твердости по шкалам Мартенса и индентирования ГЭТ 211-2014 и стандартов, регламентирующих методику поверки, калибровки и поверочную схему для средств измерений.

ГЭТ 211-1024 предназначен для хранения, воспроизведения и передачи значений твердости материалов по шкалам Мартенса в числах НМ и шкалам индентирования в числах Н<sub>IT</sub> рабочим эталонам методом прямых измерений и рабочим средствам измерений методом сравнения с помощью мер [62].

В состав ГЭТ 2011-2014 входят следующие средства измерений:

- нанотвердомер Nano Indenter G200, реализующий измерения в диапазоне нагрузок от 10 до 500 мН;
- нанотвердомер TriboIndenter TI750 Ubi, реализующий измерения в диапазоне нагрузок от 0,1 до 10 мН;
- трехкоординатный гетеродинный лазерный интерферометр Лазер Ай;
- атомно-силовой микроскоп Innova;
- весы Sartorius SE2S;
- лазерный интерферометр SIOS SP2000;
- эталонные меры твердости по шкалам Мартенса и индентирования.

Применение двух установок измерения твердости в составе государственного первичного эталона (Рисунок 31) обусловлено большей стабильностью работы твердомера Hysitron TI750 Ubi в области малых нагрузок и высоким пределом нагрузок твердомера Agilent G200[63].



Рисунок 31 – Структурная схема Государственного первичного эталона ГЭТ 211-2014

Функция формы индентора оценивается методом сканирования зондом, расположенным вместе с пьезорезонансным элементом на трехкоординатном столике. Изменение частоты колебаний чувствительного элемента зонда позволяет определить форму индентора, лазерный интерферометр измеряет перемещение столика по трем координатам, такой подход позволяет получить зависимость площади наконечника от его высоты. В дополнении к этому, атомно-силовым микроскопом исследуют отпечаток наконечника на мере твердости из золота. Действительную функцию формы индентора определяют, как среднее арифметическое из значений, полученных сканированием и АСМ. Максимальные относительные составляющие неисключенной систематической погрешности (НСП) измерений площади наконечника и среднего квадратического отклонения (СКО) представлены в таблице 5.

Таблица 5 – Составляющие НСП и СКО воспроизведения ГПЭ чисел твердости по шкалам Мартенса и индентирования

Составляющие погрешности	Погрешность измерений, %			
	Приложения силы	Перемещения по шкалам		Площади поверхности наконечника
		Мартенса	Индентирования	
НСП	0,08	0,4	0,6	0,5
СКО	0,2	0,8	3,8	0,1

Высокоточные весы Satorius SE2 (погрешность не более  $\pm 0,00003$  мН для диапазона нагрузок 0,1-5 мН и  $\pm 0,00008$  мН для диапазона 5-10 мН) применяются для измерения силы, прикладываемой к наконечнику и сравнения ее с эталонной мерой массы.

Перемещение индентора определяется методом сравнения с мерой с использованием лазерного интерферометра SIOS SP2000, откалиброванного на Государственном первичном эталоне длины – метра ГЭТ 2-2010.

Данный подход позволил в рамках ГЭТ 211-2014 воспроизвести обеспечить метрологические характеристики, представленные в таблице 6.

Таблица 6 – Метрологические характеристики ГЭТ 211-2014

Параметры эталона	Значения по шкалам	
	Мартенса	индентирования
Диапазон измерения твердости <i>НМ</i>	0,01-70	0,1-70
Диапазон прикладываемых нагрузок, мН	0,1-500	0,1-500
Границы НСП	$\pm 0,01$ <i>НМ</i>	$\pm 0,017$ <i>Н<sub>IT</sub></i>
СКО воспроизведения чисел твердости	0,01 <i>НМ</i>	0,032 <i>Н<sub>IT</sub></i>
Стандартная неопределенность измерений при воспроизведении чисел твердости	Тип А	0,01 <i>НМ</i> 0,032 <i>Н<sub>IT</sub></i>
	Тип В	0,004 <i>НМ</i> 0,007 <i>Н<sub>IT</sub></i>

Продолжение таблицы 6.

Суммарная стандартная неопределенность	0,011 $H_M$	0,033 $H_{IT}$
Расширенная неопределенность ( $k=2$ )	0,022 $H_M$	0,066 $H_{IT}$

Подготовка нанотвердомера к измерениям по методу инструментального индентирования требует осуществления следующих процедур: градуировка измерительных преобразователей (силы и перемещения); определение параметров элементов прибора (функции формы индентора, жесткости рамы и пр.); оптимизация алгоритмов обработки диаграммы нагрузка-внедрение (определение точки касания, аппроксимация кривой разгрузки); устранение влияния мешающих параметров; тщательная подготовка образцов. Но, даже при выполнении этих условий, крайне затруднительно получить удовлетворительные результаты измерений при глубинах индентирования от 1 микрометра и меньше. Это связано с суммарным влиянием большого количества независимых источников неопределенности результатов измерений, включая неопределенность результатов измерений, вносимая коэффициентами расчетных формул  $\beta$  и  $\varepsilon$ , методы учета которой на сегодняшний день отсутствуют.

В рамках существующей поверочной схемы (Рисунок 32) передача единицы твердости от первичного эталона к средствам измерений происходит через рабочие эталоны. Рабочими эталонами для обеспечения метода инструментального индентирования являются эталонные меры твердости, в качестве которых используются меры из поликарбоната, плавленого кварца и монокристалла сапфира. Передача единицы твердости от первичного эталона к мерам происходит с помощью прямых измерений.

Как было сказано выше, чем меньше соотношение  $E/H$  исследуемого материала, тем больше ошибка при расчете величины  $h_c$ , связанная с неидеальностью формы индентора при вершине и влиянием расчетных коэффициентов. Для поликарбоната, плавленого кварца и сапфира ошибка в измерениях может достигать 19%, 10% и 5 % соответственно. Таким образом, на

этапе поверки рабочих эталонов (измерении механических свойств мер) существует вероятность получения результатов с большими значениями неустранимой методической погрешности.

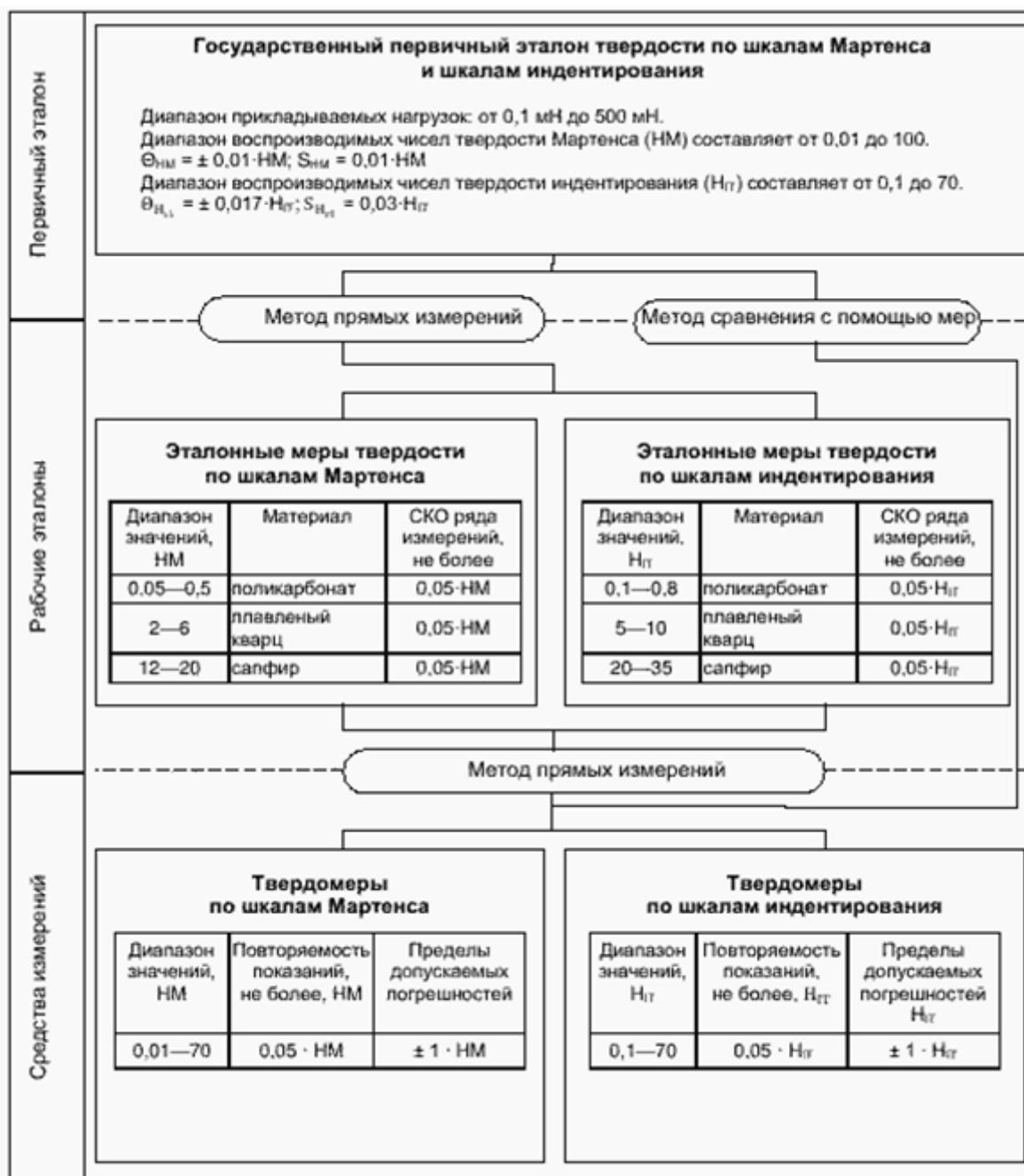


Рисунок 32 – Государственная поверочная схема для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования

Поверка конечных средств измерений происходит в два этапа – поэлементная калибровка элементов измерительной установки независимыми методами, согласно рекомендациям, данным в стандарте [19] и окончательная

верификация параметров измерительной установки, путем измерения образцов материалов с известными свойствами. Чаще всего в данной процедуре используют плавленый кварц: аморфный однородный материал с модулем упругости  $E=72\pm 2$  ГПа и твердостью  $H=9\pm 0,5$  ГПа. По образцу плавленого кварца производится определение функции формы индентора, поправочные коэффициенты  $\beta$  и  $\varepsilon$ , податливость рамы. На данном этапе погрешность, вносимая методической составляющей так же критично влияет на результат измерений и добиться значений повторяемости и погрешности, соответствующих требованиям стандарта [19] крайне затруднительно.

На практике, для обеспечения требуемых значений повторяемости и погрешности происходит «подгонка» калибровочных коэффициентов таким образом, чтобы получить параметры твердости и модуля упругости, соответствующие мере, которая использовалась в процедуре поверки и калибровки, что негативно влияет на результаты измерений на других материалах, отличных по своим свойствам и структуре от материала меры.

Неопределенность результатов измерений, вносимая методической составляющей и передающаяся по всей метрологической цепи от эталона к средствам измерений, а также неопределенность результатов измерений вносимая геометрией индентора существенно влияют на результаты измерений методом инструментального индентирования. Так, при измерении свойств металлов, сплавов значения твердости и модуля упругости существенно меняются в зависимости от нагрузки (Рисунок 33), а соответственно и глубины индентирования [64].

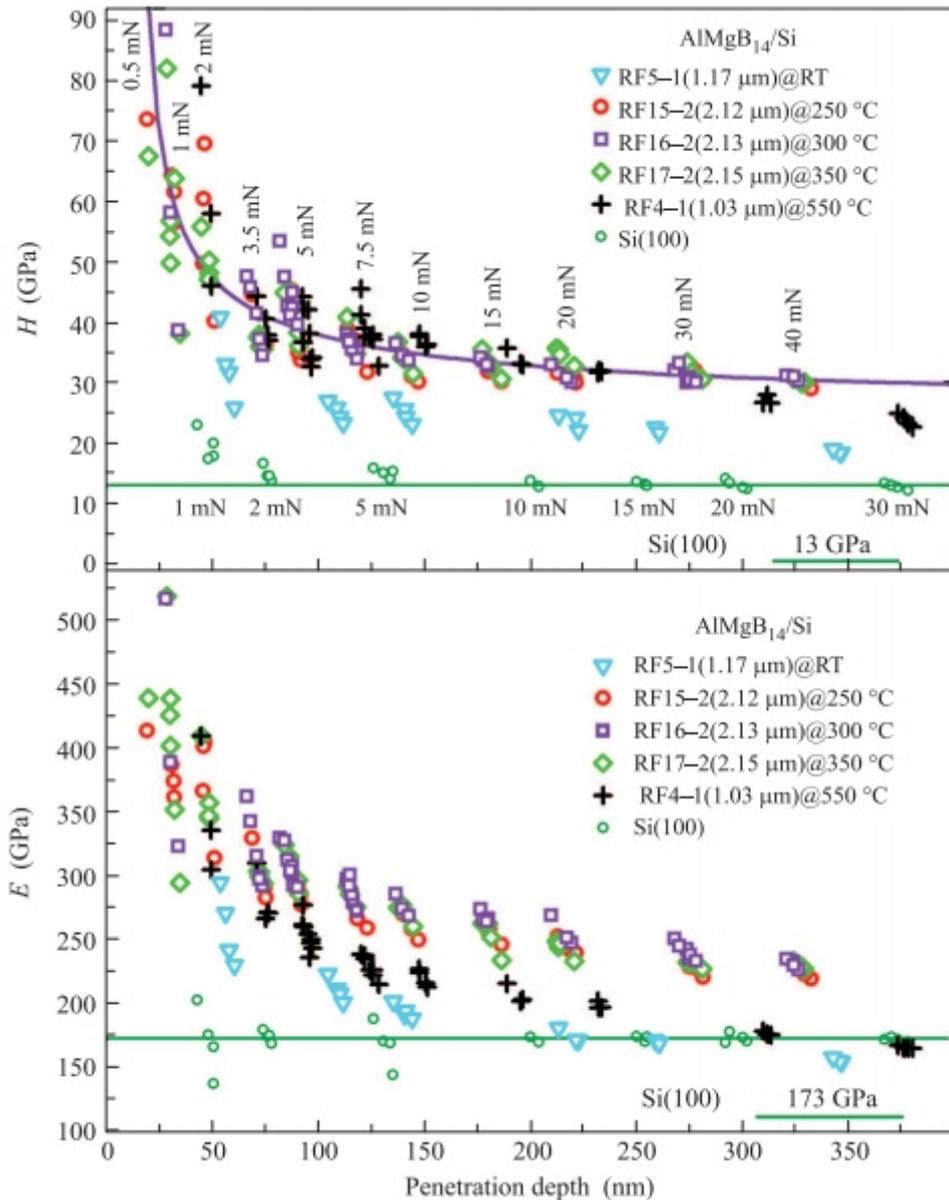


Рисунок 33– Зависимости твердости и модуля упругости от глубины индентирования на образцах  $\text{Si}(100)$  и  $\text{AlMgB}_{14}$ .

Особенно критично это сказывается при оценке свойств тонких пленок, покрытий и модифицированных слоев, так как при малых глубинах индентирования имеет место существенное завышение значений твердости и модуля упругости, что, в свою очередь, ведет к завышению требований к технологическим покрытиям и затруднению понимания действительных свойств тонких пленок, покрытий и модифицированных слоев.

Выходом из этой ситуации является тщательный подход к оценке функции формы индентора и переход от использования мер твердости к стандартным образцам свойств.

#### **4.2 Переход от стандартных мер твердости к стандартным образцам свойств материалов**

В рамках устранения влияния методической составляющей неопределенности результатов измерения и с целью обеспечения единства измерений механических свойств методом инструментального индентирования предлагается переход от использования мер твердости при калибровке и поверке приборов, реализующих метод инструментального индентирования к стандартным образцам свойств.

В рамках существующей поверочной схемы поверка средств измерения происходит на мерах твердости, являющихся рабочими эталонами, которым приписаны значения механических свойств – твердости и модуля упругости, в результате прямых измерений на Государственном первичном эталоне твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования.

Уменьшить влияние множества независимых источников неопределенности результатов измерений можно осуществляя поверку твердомеров на стандартных образцах свойств, для которых будет обеспечено постоянство механических свойств в диапазоне глубин индентирования, в котором проводятся измерения. Аттестация механических свойств должна проводиться по следующим параметрам:

- химический состав;
- кристаллическая структура;
- модуль упругости;
- микротвердость по Виккерсу.

Таким образом, данные образцы являются не просто мерами величин, значения которых приписаны им в результате калибровки в рамках принятой поверочной схемы, а являются, по сути, стандартными образцами этих свойств в

силу своего химического состава и структуры, в соответствии с определением: стандартный образец свойств веществ (материалов), СО свойств - Стандартный образец с установленными значениями величин, характеризующих физические, химические, биологические и другие свойства вещества[38].

Свойства стандартных образцов свойств могут быть обеспечены технологически при производстве и измерены независимым способом. Например, микротвердость может быть измерена по методу Виккерса ее значения могут быть пересчитаны с высокой степенью достоверности в значения твердости по методу инструментального индентирования. Модуль упругости может быть измерен ультразвуковым методом.

Такой подход противоречит сложившейся практике в области измерений твердости, при которой прослеживаемость измерений обеспечивается к эталону – прибору, реализующему шкалу твердости с высшей точностью. Однако именно он реализуется в настоящее время на практике при измерениях механических свойств в микро- и нанодиапазонах.

Развитием этого подхода могло бы быть расширение линейки подобных стандартных образцов для разных классов материалов (металлов, пластиков, твердых кристаллов и т. п.). Так для измерений твердости твердых кристаллов производить калибровку установки и оценку функции формы индентора необходимо на образцах плавленого кварца, для измерения свойств металлов и сплавов, а соответственно и покрытий, и металлических пленок предлагается использовать образцы из аморфных магнитомягких лент.

В рамках предложенного перехода от мер твердости к стандартным образцам свойств разработан проект поверочной схемы, для обеспечения единства измерений по методу инструментального индентирования (Рисунок 34).

В целом, переход в метрологическом обеспечении метода инструментального индентирования от мер твердости к стандартным образцам механических свойств позволит существенно уменьшить влияние приборных и методических погрешностей, повысить достоверность и уменьшить неопределенность результатов измерений.

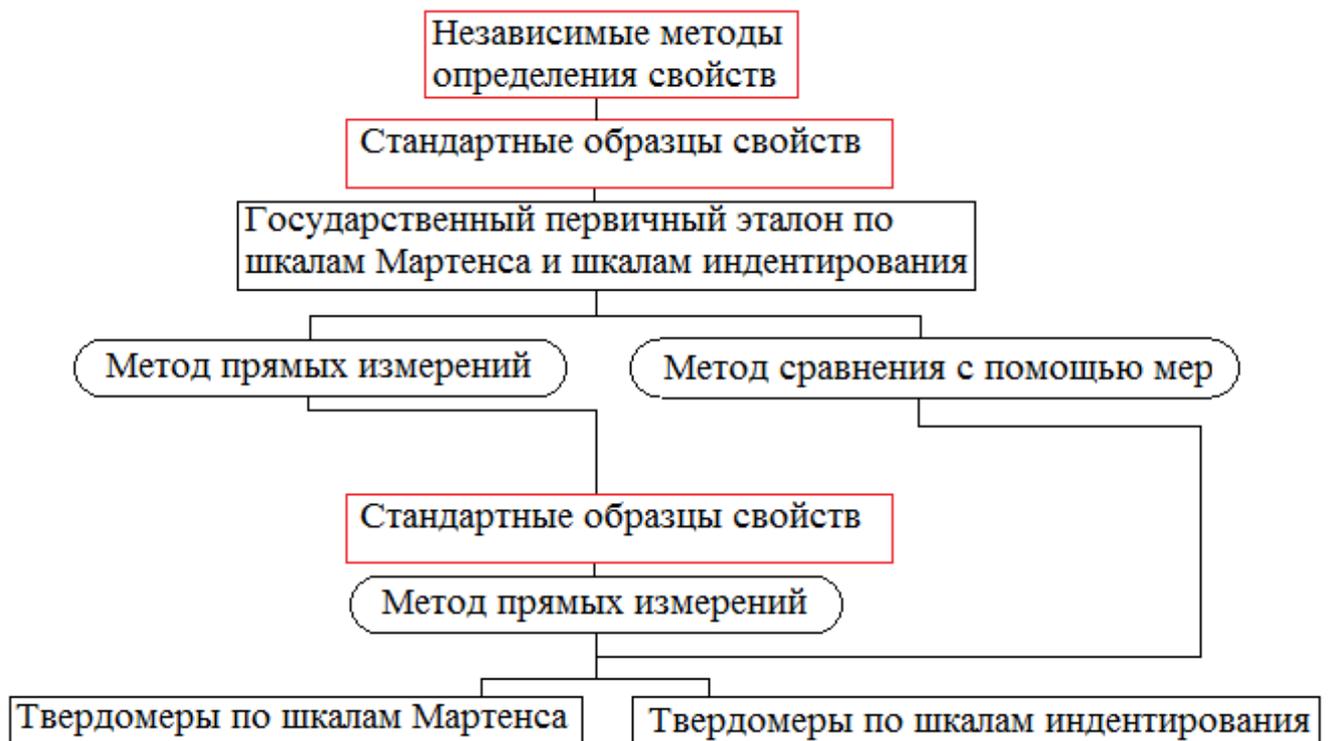


Рисунок 34 – Проект поверочной схемы для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования

#### 4.3 Алгоритм поэлементной поверки (калибровки) твердомера, реализующего метод инструментального индентирования

В рамках реализации предложенной поверочной схемы разработан алгоритм поэлементной калибровки твердомера, с учетом особенностей аппаратной реализации метода инструментального индентирования в твердомере Константа-МНТ.

Алгоритм калибровки можно разделить на три этапа:

Этап 1 – определение функций преобразования отсчетов АЦП в физические величины;

Этап 2 – определение функции формы индентора;

Этап 3 – верификация.

При калибровке прибора может быть использовано несколько подходов к определению неизвестных параметров по известным, в связи с этим необходима

разработка математического аппарата, связывающего характеристики прибора зонда индентора и эталонного материала.

### **Этап 1 – Преобразование.**

В приборах реализующих метод инструментального индентирования, как правило, используются сигналы с трех датчиков:

ADC\_Probe, qpz – сигнал с зонда, имеющий оптическую или емкостную природу.

ADC\_Stage, qsz – сигнал с емкостного датчика пьезопозиционера.

ADC\_Scales, qs – сигнал датчика весового модуля.

Размерность каждого сигнала на уровне его получения выражается в квантах соответствующего аналого-цифрового преобразователя (далее АЦП).

В общем случае, необходимо построить функции перехода от первичных «сырых» данных к требуемым физическим величинам силы и перемещения. Благодаря тому, что аналоговая часть прибора линейна, функции преобразования можно выразить уравнением:

$$y = kx + b \quad (21)$$

Коэффициент  $k$  переводит приращение одной величины в приращение другой. Коэффициент  $b$  зависит от множества факторов, таких как температура, время непрерывной работы и т.д., соответственно определить коэффициент  $b$  в общем виде невозможно, но он может быть найден для каждого отдельного случая. В программах обработки данных это происходит на стадии приведения данных к нормальному виду. Нормальный вид данных – это некоторое универсальное представление, при котором из сигналов вычитается изоуровень (при необходимости, после инвертирования сигнала) и соотношение (21) преобразуется в форму вида:

$$y = kx \quad (22)$$

Таким образом, задача о построении функций преобразования имеет единственное решение, которое возможно однозначно определить.

*Калибровка весового модуля*

Весы представляют собой линейный упругий элемент, а, следовательно, подчиняются соотношению (22). Для калибровки весового модуля на него последовательно устанавливаются различные меры массы, при этом в качестве ординаты записывается значение веса, а в качестве абсциссы установившееся значение сигнала с АЦП весового модуля  $ADC\_Scales$ ,  $qs$ . Получившаяся зависимость должна иметь вид прямой пропорциональности (22).

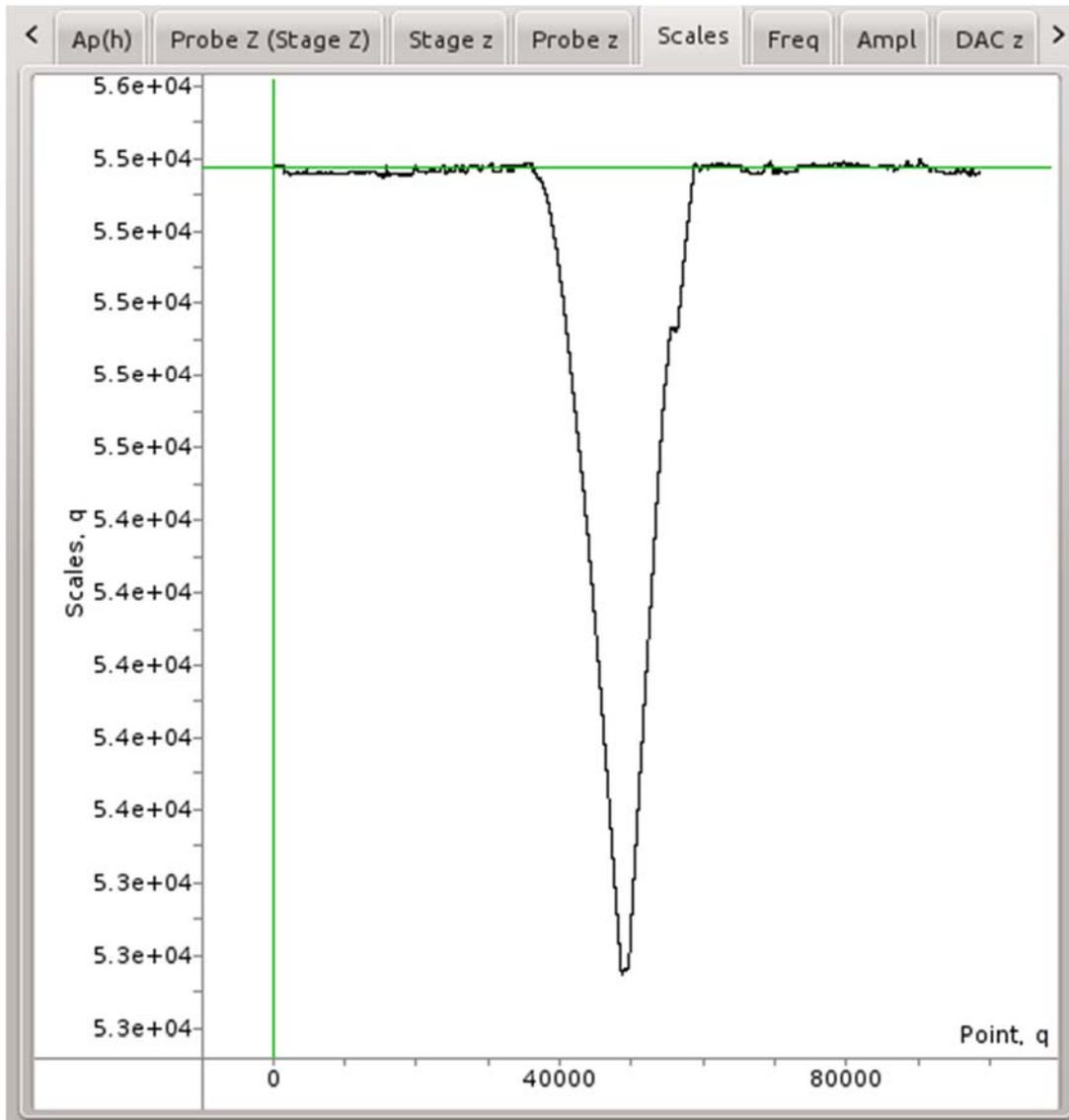


Рисунок 35 – Сигнал весового модуля

Калибровочный коэффициент весового модуля находится как оптимальный тангенс угла наклона, с применением метода наименьших квадратов:

$$[Scales] = mN / qs \quad (23)$$

Функция преобразования будет иметь вид:

$$S = Scales \cdot ADC\_Scales \quad (24)$$

### Калибровка зонда по силе

Зонд, так же, как и весы, представляет собой линейный упругий элемент и для него так же справедливо соотношение (22). Для калибровки зонда по силе необходимо произвести последовательную серию индентирований с различной нагрузкой в весовой модуль. При этом в качестве ординаты следует записывать значение с АЦП весового модуля  $ADC\_Scales$ ,  $qs$ , а в качестве абсциссы значение с АЦП зонда  $ADC\_Probe$ ,  $qpz$ . Полученная зависимость должна иметь вид прямой пропорциональности, а следовательно, применив МНК мы можем найти тангенс угла ее наклона:

$$[k_{Scales\_Probe}] = \frac{qs}{qpz} \quad (25)$$

Домножив который на коэффициент (23), получим калибровочный коэффициент зонда по силе:

$$Probe\_f = k_{Scales\_Probe} \cdot Scales \quad (26)$$

С размерностью:

$$[Probe\_f] = \frac{qs}{qpz} \cdot \frac{mN}{qs} = \frac{mN}{qpz}$$

В случае наличия технической возможности установки груза непосредственно на зонд, калибровку можно провести аналогично калибровке весового модуля.

Калибровка зонда по перемещению при известной жесткости зонда

Механическая жесткость зонда связана с калибровочными коэффициентами следующим соотношением:

$$Probe\_k = \frac{Probe\_f}{Probe\_d} \quad (27)$$

$$[Probe\_k] = \frac{mN}{qpz} \cdot \frac{qpz}{nm} = \frac{mN}{nm} = 10^6 \frac{N}{m}$$

Причем член  $Probe\_k$  является характеристикой конкретного зонда, не изменяющейся с течением времени и не зависящей от прибора, в котором он применяется (случай порчи зонда не рассматривается). Поэтому по соотношению 7 можно определить недостающий коэффициент по двум известным, в зависимости от выбранного способа калибровки прибора.

*Калибровка зонда по перемещению при известном перемещении позиционера (или наоборот), глубокий укол*

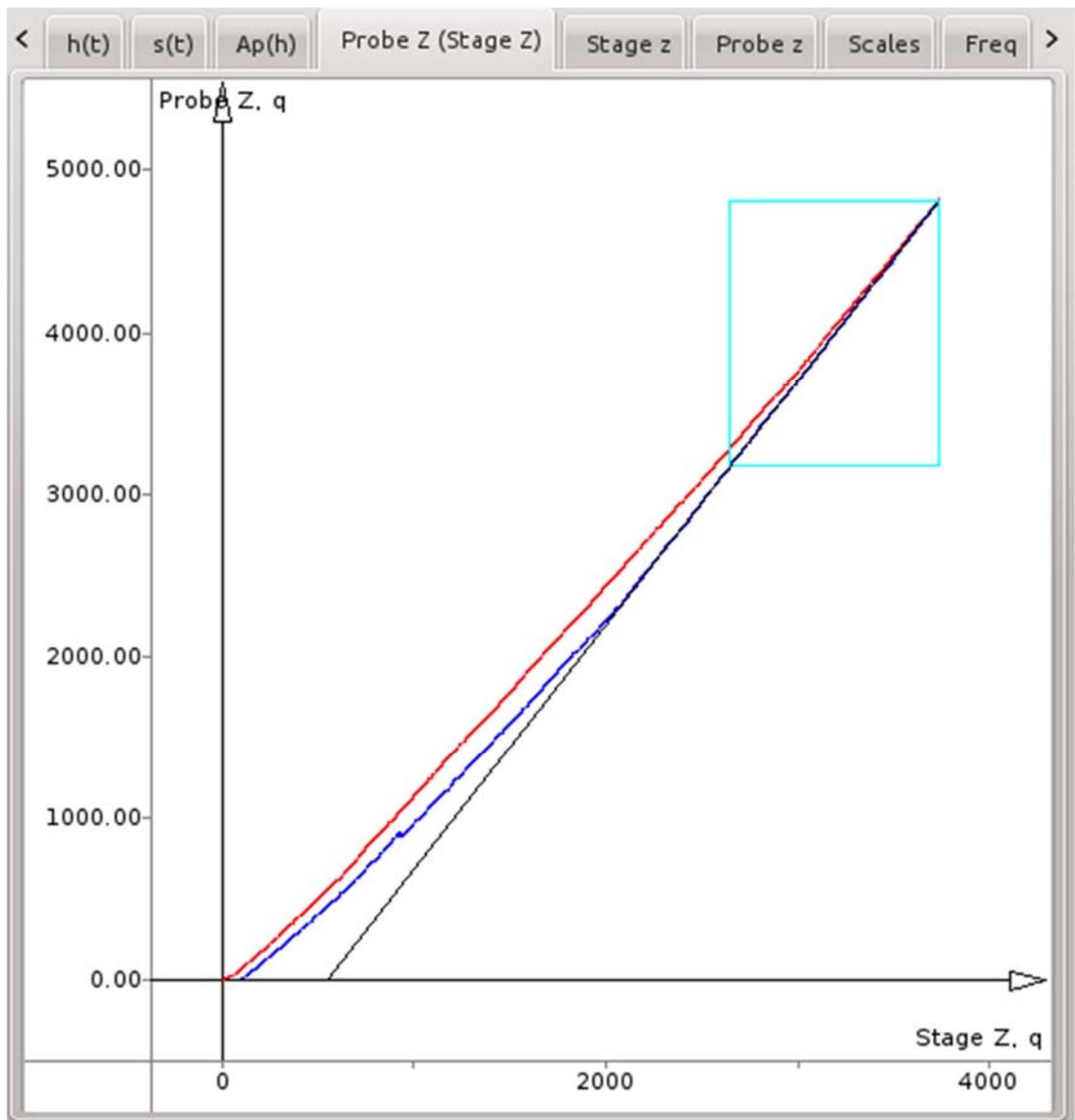


Рисунок 36 – Типичный вид кривой глубокого укола

Данный метод калибровки аналогичен калибровке зонда по силе при имеющихся откалиброванных весах. В его основе лежит так называемый глубокий укол – индент с заведомо высокой нагрузкой, при котором делается опущение, что предельная деформации материала под индентором достигнута и происходит синхронное перемещение индентора и позиционера. При таком синхронном перемещении строится зависимость, где по абсциссе откладывается сигнал АЦП зонда  $ADC\_Probe$ ,  $qpz$ , по ординате сигнал с АЦП позиционера  $ADC\_Stage$ ,  $qsz$ .

Перед проведением глубокого укола необходимо провести несколько индентов с большой нагрузки в одну точку, чтобы упрочнить материал. Критерием правильного проведения глубокого укола является совпадение участка нагружения и разгрузки в области максимальной нагрузки. Для участка ~20% от максимальной нагрузки в области вершины строится уравнение линейной регрессии для данного участка кривой разгрузки. Тангенс угла наклона линии регрессии является соотношением отсчетов АЦП зонда и АЦП позиционера (техническая характеристика связки прибор-зонд):

$$[k_{Stage\_Probe}] = \frac{qsz}{qpz} \quad (28)$$

Соотношение, связывающее калибровочные коэффициенты по перемещению:

$$Probe\_d = k_{Stage\_Probe} \cdot Stage\_d \quad (29)$$

$$[Probe\_d] = \frac{qsz}{qpz} \cdot \frac{nm}{qsz} = \frac{mm}{qpz}$$

Соотношение (29) справедливо как для вычисления  $Probe\_d$ , так и для вычисления  $Stage\_d$ , в зависимости от выбранного способа калибровки прибора.

#### *Калибровка позиционера*

Из изложенного выше следует, что калибровочный коэффициент позиционера может быть получен несколькими способами:

- исходя из известной жесткости зонда (например, из паспортных данных или ранее проведенных экспериментов) с применением метода глубокого укола;
- с использованием датчика наноперемещений или интерферометра, при таком подходе этот калибровочный коэффициент следует использовать как отправной для нахождения всех остальных;
- с использованием моторизированной системы позиционирования.

В отсутствие известной жесткости зонда и интерферометра можно использовать систему механического позиционирования для определения соответствующего коэффициента. При этом в качестве сигнала обратной связи можно использовать амплитуду и/или частоту датчика-кантилевера, или сигнал с АЦП датчика.

Механическую систему следует использовать однонаправленно, чтобы люфт не оказывал влияния на результат при изменении направления движения. В процессе калибровки зонд вводится в контакт с поверхностью, что считается нулевым положением и фиксируется уровень сигнала обратной связи. Затем необходимо сделать несколько минимальных кратных перемещений моторами с остановками только на шагах, где направление вектора магнитного поля совпадает с устойчивым положением ротора при снятом питании. При этом в качестве ординаты записывается значение пройденного расстояния, вычисленного исходя из передаточных чисел редукторов и параметров двигателя, а в качестве абсциссы компенсационное значение данного расстояния в отсчетах АЦП позиционера  $ADC\_Stage$ ,  $qsz$ , которое ему пришлось пройти до восстановления сигнала, используемого в качестве обратной связи. Для полученных данных строится линия регрессии, тангенс угла наклона которой будет равен искомому коэффициенту:

$$[Stage\_d] = \frac{mm}{qsz} \quad (30)$$

*Восстановление кривой нагружения и разгрузки*

Для построения кривой нагружения и разгрузки требуется восстановить значения силы и заглабления в материал для каждого отсчета, т.е. выполнить переход от данных  $ADC\_Probe$ ,  $qpz$ ,  $ADC\_Stage$ ,  $qsz$  к  $P$ , мН и  $h$ , нм (для упрощения записи здесь не приводится ось времени, но при этом необходимо помнить, что каждый сигнал является функцией времени, а фазовый портрет  $P(h)$  имеет смысл только для некоторых временных интервалов):

$$P = Probe\_f \cdot ADC\_Probe \quad (31)$$

$$h = Stage\_d \cdot ADC\_Stage - Probe\_d \cdot ADC\_Probe \quad (32)$$

Калибровочные коэффициенты, которые определяются на данном этапе представляют собой основу всех дальнейших вычислений, как при расчете индентов, так и при управлении прибором.

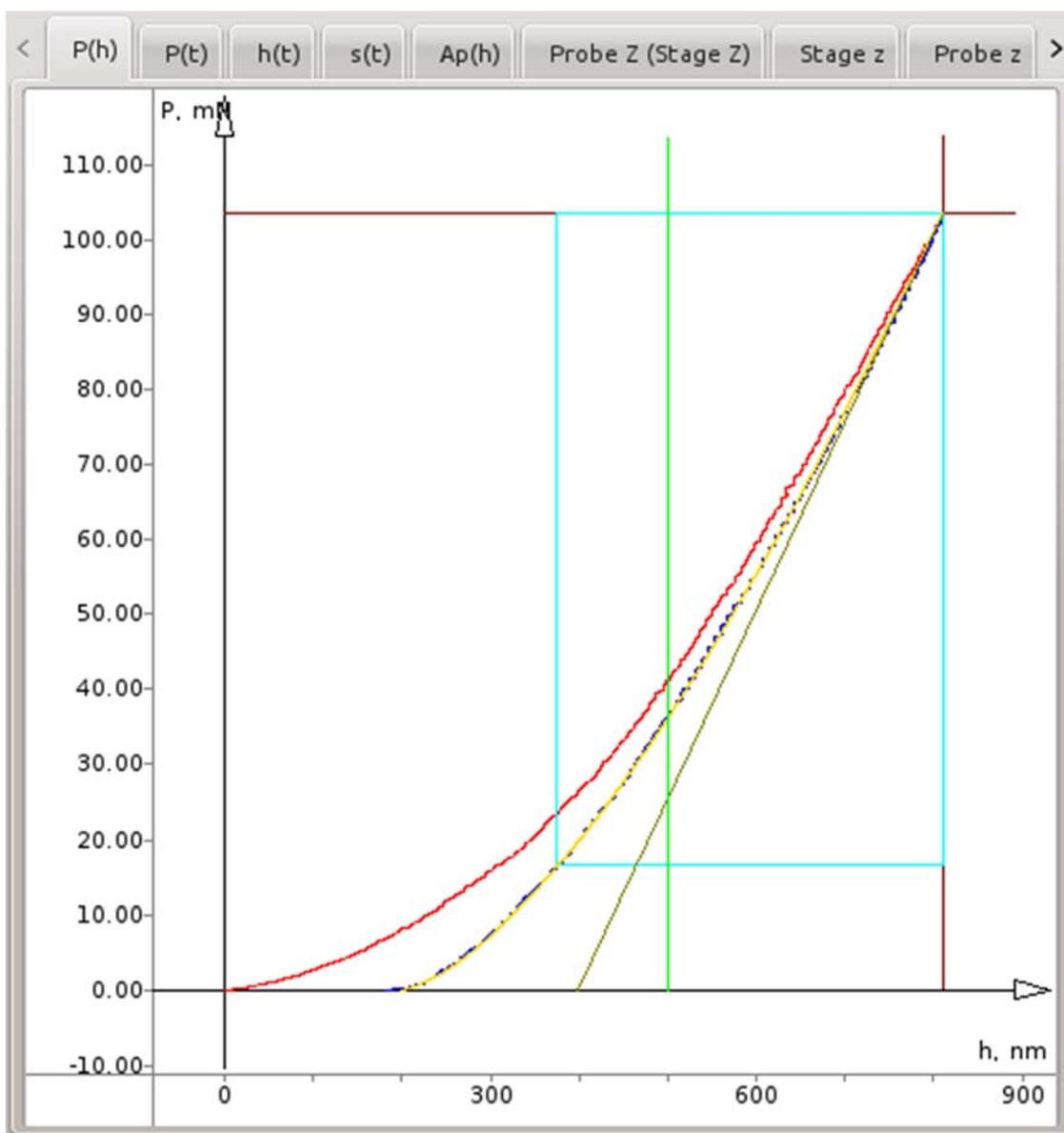


Рисунок 37 – Типичный вид кривой нагрузка-деформация

## Этап 2 – Определение функции формы индентора

Функция формы индентора должна рассчитываться таким образом, чтобы результаты измеренных значений лежали в пределах неопределенности результатов измерений, характеризующей применяемый стандартный образец свойств на всем диапазоне глубин индентирования, на которых проводится градуировка и измерения.

Метод косвенного определения  $A_p(h)$  заключается в проведении серии измерений по методу инструментального индентирования стандартном образце свойств, близким по свойствам к исследуемому материалу в рамках определенного класса (металлы, пластики, твердые кристаллы).

Для реализации данного подхода важно точно знать  $E$  и коэффициенты Пуассона, а также твердость эталонного материала и индентора. Кроме того, должно выполняться требование изотропии, иными словами отсутствия зависимости  $H$  и  $E$  по глубине.

Например, для определения твердости и модуля упругости металлов и сплавов, необходимо провести процедуру косвенной оценки функции формы индентора на образцах из группы металлов, в качестве стандартных образцов свойств для металлов и сплавов могут быть использованы образцы из аморфных магнитомягких лент АМАГ 200 и АМАГ 172, имеющие постоянные твердость и модуль упругости во всем диапазоне глубин индентирования.

Для реализации предложенного алгоритма необходимо провести серию индентирований в эталонный материал в рабочем диапазоне нагрузок, после необходимо провести обсчет этой серии и построить для нее зависимость значений функции формы индентора  $A_p(h)$  от глубины индентирования по результатам решения обратной задачи, задавшись параметрами эталонного материала.

Получаемую зависимость следует аппроксимировать любой монотонной непрерывной функцией. Функция может быть кусочная, но в точке сшивки участков должны выполняться условия:

- обе функции формы принимают одинаковые значения;
- точка должна быть единственной в интервале  $h_0 \in [0 \dots +\infty]$ .

С использованием графического анализа определяется как отличается полученная  $A_p(h)$  от идеального вида:

$$A(h) = A \cdot h^2 + C \quad (33)$$

При этом допускается параллельный перенос оси  $A_p$ , обусловленный тем, что начало координат совпадает с вершиной пирамиды индентора.

Если большую часть  $A_p(h)$  удастся описать уравнением вида (33), то параметры  $A$  и  $C$  необходимо верифицировать методом наименьших квадратов. Как правило, данный участок соответствует области больших нагрузок,

вызывающих большее внедрение индентора. Область меньших нагрузок можно аппроксимировать иной зависимостью, например, функцией формы сферы, с соблюдением указанных выше условий.

В случае, если функцию невозможно описать функцией вида (33), ее можно заменить таблицей значений и соответствующим интерполяционным полиномом.

В случае применения прибора для решения задач измерения механических свойств материалов разных групп, оценку функции формы индентора необходимо производить на нескольких образцах свойств. В данном случае функция формы индентора должна быть оценена для каждого стандартного образца и, соответственно, исследуемой группы материалов и закреплена за ними. Быстрая настройка прибора для измерения материала другой группы может быть реализована с помощью использования различных калибровочных файлов, однако в таком случае после смены калибровок необходимо провести 5-10 измерений на стандартном образце свойств выбранной группы для верификации показаний прибора.

### **Этап 3 – Верификация**

Верификация показаний твердомера должна происходить путем прямых измерений, аттестованных стандартных образцов свойств во всем диапазоне глубин индентирования. Каждый стандартный образец свойств необходимо произвести не менее 20 индентирований на каждое значение используемой в работе нагрузки.

Для каждого стандартного образца свойств должно быть рассчитано среднее арифметическое значение,  $\bar{q}$ , из  $n$  значений  $q_1, \dots, q_n$ , где  $q$  – параметры материалов (твердость по шкалам Мартенса, твердость индентирования, модуль упругости при индентировании) по формуле:

$$\bar{q} = \frac{q_1 + \dots + q_n}{n} \quad (34)$$

Экспериментальное стандартное отклонение должно рассчитываться как параметр, описывающий рассеяние измеренных значений по формуле:

$$s(q) = \frac{\sum_{i=1}^n (q_i - q)^2}{n-1} \quad (35)$$

Относительное рассеяние измеренных значений – это коэффициент вариации, выраженный в процентах, который вычисляется по формуле:

$$v = \frac{s(q)}{q} \cdot 100\% \quad (36)$$

Ввиду того, что шкалы твердости Мартенса и индентирования являются шкалами порядка, среднеквадратическое отклонение, среднее значение, коэффициент вариации, неопределенность результатов измерений вычисляются по модели линеаризации шкалы вблизи значений чисел.

Повторяемость показаний твердомера в конкретных условиях калибровки определяется коэффициентом вариации измеренного значения и считается удовлетворительной, если соответствует условиям, указанным в таблице 7.

Таблица 7 – Повторяемость показаний твердомера.

Параметр материала	Нанодиапазон	Микродиапазон		Макродиапазон
		$0,2 < h < 1$ мкм	$h > 1$ мкм	
НМ, ННТ	5%	5%	2%	2%
ЕНТ/ННТ < 50	5%	5%	5%	5%
ЕНТ/ННТ > 50	5%	10%	5%	5%

Погрешность измерений характеризуется разницей значений среднего арифметического значения твердости по результатам измерений и действительным значением стандартного образца свойств:

$$|\bar{q} - q| \quad (37)$$

Погрешность измерений вычисляется по формуле:

$$t = \frac{q - q}{s(q)} \cdot \sqrt{n} \quad (38)$$

Полученное значение  $t$  не должно превышать критическое значение  $t_c$  для двухвыборочного критерия с  $(n - 1)$  степенями свободы при уровне доверия 95%.

Более точно значение  $t$  вычисляется по формуле:

$$\frac{s(q)}{\sqrt{n}} = \left( \frac{(n-1)s^2 + (n_{cal}-1)s_{cal}^2}{n + n_{cal} - 2} \right)^{1/2} \cdot \left( \frac{1}{n} + \frac{1}{n_{cal}} \right)^{1/2} \quad (39)$$

Где -  $s_{cal}$  стандартное отклонение, определяемое при поверке стандартного образца свойств;

-  $n_{cal}$  число измерений, сделанных при поверке стандартного образца свойств.

В ходе эксплуатации твердомера рекомендуется при включении установки производить как минимум пять индентирований в соответствующий стандартный образец свойств для верификации корректной работы измерительной системы. В случае отклонения показаний от заявленных необходимо произвести повторную поэлементную калибровку прибора и оценку функции формы индентора.

#### 4.4 Расчет расширенной неопределенности результатов измерений

Одним из основных инструментов определения источников погрешностей и понимания причин отклонения результатов измерений является анализ неопределенности результатов измерений.

Предлагаемый подход к оценке неопределенности результатов измерений учитывает суммарное влияние аппаратных источников неопределенности результатов измерений. Ввиду того, что данный подход не учитывает влияние каждого конкретного источника неопределенности результатов измерения, поэлементная калибровка должна выполняться в соответствии с указаниями с

заданной точностью, все используемые в процессе калибровки средства измерения должны быть поверены, коррекция функции формы индентора введена.

Одним из главных допущений существующей методики расчета расширенной неопределенности результатов измерений [19] является предположение, что при индентировании в испытуемый образец, как и при индентировании в меру твердости, влияние всех источников неопределенности результатов измерений одинаково. Данное условие не всегда выполняется, ввиду того, что механические свойства испытуемого материала могут отличаться от механических свойств меры твердости, условия проведения эксперимента, прикладываемые нагрузки и размеры отпечатков отличны, к тому же, значительное влияние оказывают размерные эффекты.

Расчет расширенной неопределенности результатов измерений позволяет учесть влияние различий упруго-пластических свойств испытуемого образца и меры, а так же проследить степень влияния методических составляющих неопределенности результатов измерения от первичного эталона к рабочим средствам измерений.

Стандартная неопределенность стандартного образца свойств и среднее значение твердости стандартного образца свойств после поверки косвенными методами (индекс  $K$ ) и после измерений на первичном эталоне твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования (индекс  $E$ ):

$$u_{CRM_K} = \frac{U_{CRM_K}}{2} \quad (40)$$

$$u_{CRM_E} = \frac{U_{CRM_E}}{2} \quad (41)$$

и  $E$  соответствуют

Среднее арифметическое значений, полученных при измерении стандартного образца свойств:

$$\overline{HM} = \frac{\sum_{i=1}^n H_i}{n} \quad (42)$$

Стандартное отклонение значений, полученных при измерении стандартного образца свойств:

$$s_{HM} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (H_i - \overline{HM})^2} \quad (43)$$

Стандартная неопределенность расчета среднего значения при измерении стандартного образца свойств:

$$u_{\overline{HM}} = \frac{t \cdot s_{HM}}{\sqrt{n}} \quad (44)$$

Среднее арифметическое значений, полученных при измерении испытуемого образца:

$$\overline{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (45)$$

Стандартное отклонение значений, полученных при измерении испытуемого образца:

$$s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \overline{x})^2} \quad (46)$$

Стандартная неопределенность расчета среднего значения при измерении испытуемого образца:

$$u_{\overline{x}} = \frac{t \cdot s_x}{\sqrt{n}} \quad (47)$$

Отклонение полученных в ходе измерений результатов от заявленных:

$$b_K = \overline{HM}_K - \overline{X}_{CRM_K} \quad (48)$$

$$b_E = \overline{HM}_E - \overline{X}_{CRM_E} \quad (49)$$

Стандартная неопределенность расчета  $b$ :

$$u_{b_K}^2 = u_{HM_K}^2 + u_{CRM_K}^2 \quad (50)$$

$$u_{b_E}^2 = u_{HM_E}^2 + u_{CRM_E}^2 \quad (51)$$

Расширенная неопределенность результатов измерений:

$$U_K = k \cdot \sqrt{u_{CRM_K}^2 + u_{HM_K}^2 + u_{x_K}^2} + |b_K| \quad (52)$$

$$U_E = k \cdot \sqrt{u_{CRM_E}^2 + u_{HM_E}^2 + u_{x_E}^2} + |b_E| \quad (53)$$

Результат измерений:

$$\overline{X}_K = \overline{x}_K \pm U_K \quad (54)$$

$$\overline{X}_E = \overline{x}_E \pm U_E \quad (55)$$

Таким образом, расширенная неопределенность результатов измерений, полученная в ходе поверки стандартных образцов свойств на этапах производства и поверки косвенными методами и на этапе поверки на эталонной установке поможет учесть составляющую неопределенности результатов измерений, накопленную в ходе передачи единицы твердости от эталона к рабочим средствам измерений.

Применение стандартных образцов свойств в рамках предложенного проекта поверочной схемы, при калибровке и поверке твердомеров, реализующих метод инструментального индентирования, и при расчете расширенной неопределенности результатов измерений позволит учесть влияние различий упруго-пластических свойств испытуемого образца и меры, а так же проследить степень влияния методических составляющих неопределенности результатов измерения от первичного эталона к рабочим средствам измерений.

#### **Выводы к главе 4:**

1. Рассмотрена специфика метрологического обеспечения метода инструментального индентирования, ее достоинства и недостатки.

2. Сформулированы предложения по разработке линейки стандартных образцов свойств.

3. Предложен проект поверочной схемы для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования.

4. Предложены алгоритмы поэлементной поверки (калибровки) твердомеров и расчета расширенной неопределенности результатов измерений.

## **Глава 5. Экспериментальные исследования алгоритма косвенной оценки функции формы индентора с применением стандартных образцов свойств при контроле твердости тонких покрытий, пленок и модифицированных слоев.**

### **5.1 Оборудование и условие проведения экспериментов**

Не смотря на развитие метрологического обеспечения метода инструментального индентирования и активное совершенствование существующих моделей твердомеров, реализующих метод инструментального индентирования, их аппаратной и программной частей, вычисление твердости и модуля упругости по методу инструментального индентирования осложнено наличием большого количества источников неопределенности результатов измерений, подробно рассмотренных во второй главе данной работы, а так же высокой прецизионностью измерений, что ведет к тому, что минимальный вклад мешающих параметров ведет к большим значениям погрешности при расчете результатов измерения.

Решение рассмотренных в предыдущих главах задач уменьшения неопределенности результатов измерений позволило использовать разработанные алгоритм косвенной оценки функции формы индентора и методику поэлементной калибровки твердомеров при разработке и эксплуатации микро- нанотвердомеров, реализующих метод инструментального индентирования серии «Константа-МНТ». Все проведенные в ходе данной работы эксперименты были выполнены на микро- нанотвердомерах серии «Константа-МНТ».

Микро- нанотвердомеры «Константа-МНТ» представляют собой лабораторные приборы для комплексного контроля и измерения механических свойств микро- и наноструктурированных материалов, тонких пленок, фольг, а также покрытий и упрочняющих слоев толщиной от 0,01 до 100 мкм [8]. Установка состоит из станины с измерительным модулем, блока управления шаговыми двигателями, блока управления электроники и промышленного

компьютера, с помощью которого происходит управление прибором и обработка и расчет первичных данных.

Для управления прибором используется аналого-цифровой блок аналоговой электроники и контроллер шаговых двигателей. Настройка и управление прибором, а также обработка данных осуществляется пользователем с помощью персонального управляющего компьютера. Разделение на функциональные блоки и их взаимосвязь представлены на рисунке 38.

Общий вид станины с измерительным модулем представлен на рисунке 39. Кроме метода измерительного индентирования, данный прибор реализует так же метод царапания (скретч-тест). Наличие цифрового оптического микроскопа высокого разрешения и прецизионной системы позиционирования образца позволяет выбирать область исследований и проводить индентирование с точностью в несколько микрометров, что особенно важно при исследованиях материалов с неоднородной структурой.

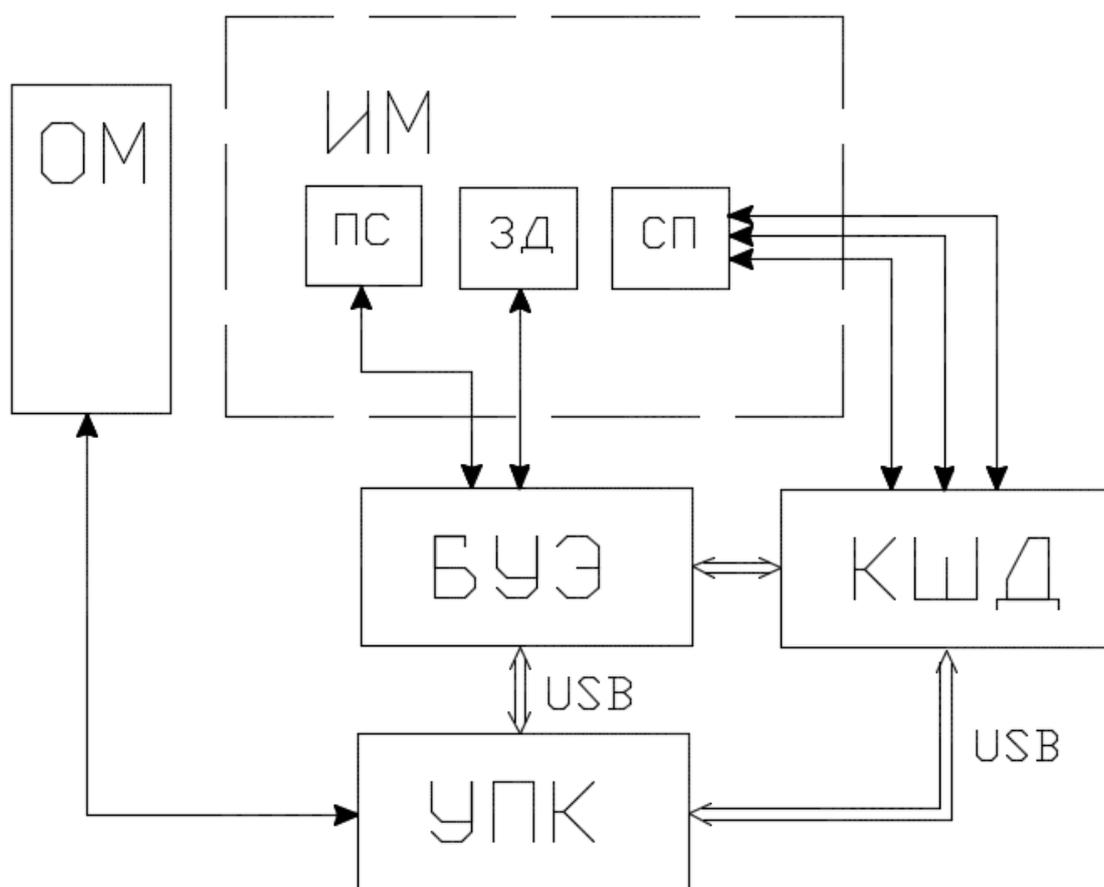


Рисунок 38– Функциональная схема твердомера серии «Константа-МНТ»

ИМ – измерительный модуль;

ПС- пьезосканер

ЗД – зондовый датчик.

СП – система позиционирования на основе шаговых двигателей

БУЭ – блок управляющей электроники;

КШД – контроллер шаговых двигателей;

УПК – управляющий персональный компьютер;

ОМ – цифровой оптический микроскоп.

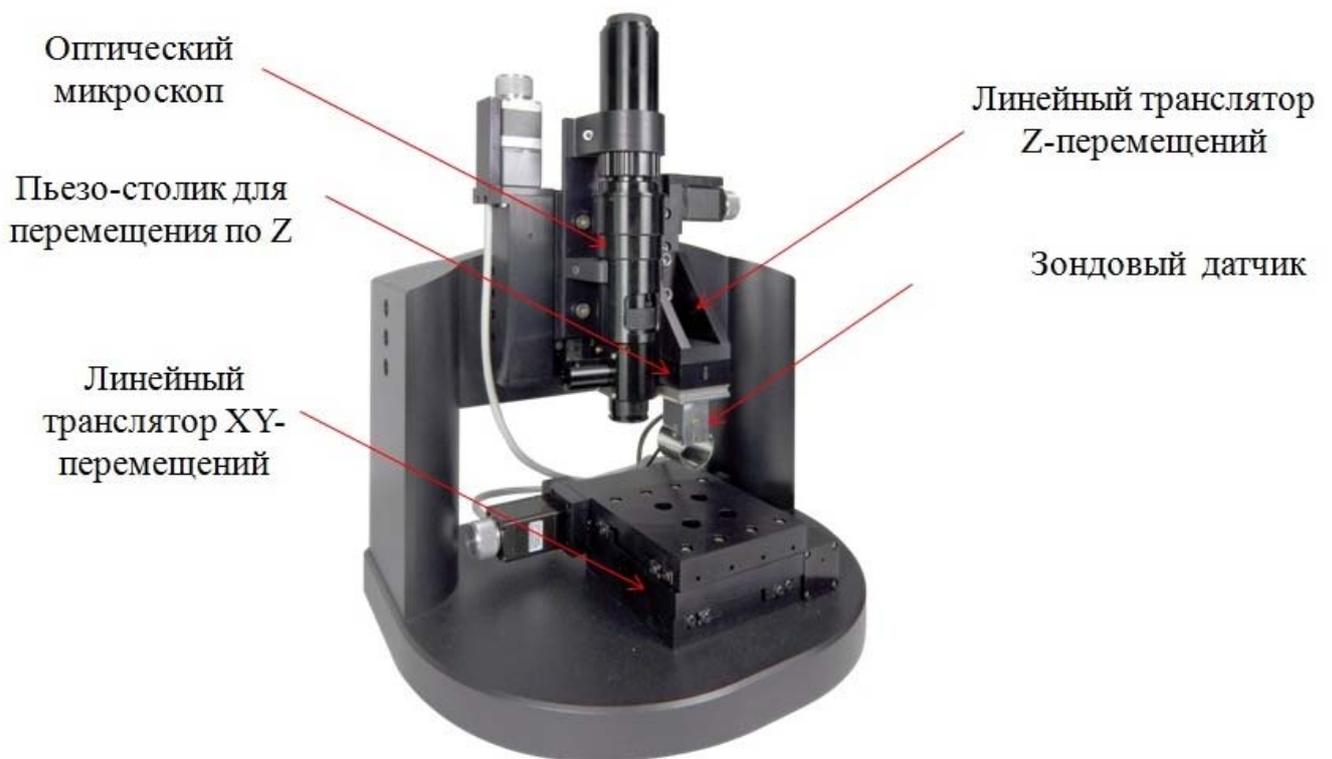


Рисунок 39 – Микро - нанотвердомер «Константа МНТ»

Конструкция прибора разработана таким образом, чтобы минимизировать влияние внешних воздействий на измерения. Однако необходимо помнить, что прецизионные измерения в микро и нанометровом диапазоне требуют особого подхода к условиям эксплуатации прибора и подготовке образцов. Так в ходе проведения экспериментов прибор располагается на горизонтальной жесткой опоре, исключающей вибрации, диапазон рабочих температур поддерживается в районе  $23 \pm 5$  °C, влажность до 75%. Температура в помещении в процессе

измерений не изменятся более чем на  $1^{\circ}\text{C}$ , во время измерений прибор изолирован от воздействия воздушных потоков (сквозняков, вентиляции и пр.) с помощью вибро/звукозащитного бокса.

Для образцов необходимо обеспечить тщательную очистку поверхности в области измерений от всех загрязнений (включая отпечатки пальцев). Для очистки рекомендуется пользоваться спиртом или другими растворителями, не оставляющими осадка и разводов, при подготовке образца шероховатость поверхности в области измерений должна быть существенно меньше глубины индентирования или царапания (Согласно ГОСТ Р.8.748-2011: Для ограничения вклада шероховатости поверхности в неопределенность результата измерения глубины индентирования (не более 5%),  $h$  должна соответственно быть больше, как минимум в 20 раз, средней арифметической шероховатости  $R_a$ ), поверхность в области измерений должна располагаться горизонтально. Если образцы помещаются непосредственно на предметный стол, то их грани должны быть плоскопараллельны. В противном случае необходимо использовать специальные держатели, образцы должны обладать высокой жесткостью. Тонкие пластины должны быть закреплены на жесткой подложке.

В ходе экспериментальной работы, проведенной в рамках данной диссертации условия проведения экспериментов все образцы, были подготовлены согласно требованиям, в ходе получения экспериментальных данных температура окружающей среды и влажность поддерживались постоянными в диапазоне  $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$ , и  $50 \pm 10\%$  соответственно.

Процесс настройки, управления прибором, задание условий эксперимента и снятие кривой нагрузка-деформация происходит в программном пакете NSMT. Общий вид программы управления NSMT представлен на рисунке 40.

Реализация расчета кривых нагрузка-деформация по методу Оливера-Фарра согласно стандартам [18,19,33-37] происходит с помощью скриптов на программном языке Python, интегрированных в программу обработки данных Nsa\_indent. Общий вид программы обработки данных Nsa\_indent представлен на рисунке 41.

Технические характеристики используемого для получения экспериментальных данных микро- нанотвердомера серии «Константа-МНТ» представлены в таблице 8.

Таблица 8 – Характеристики микро- нанотвердомера «Константа-МНТ»

Диапазон прикладываемой нагрузки	100 мкН ... 1Н
Разрешение по нагрузке	10 мкН
Диапазон измерения твердости	1 ... 60 ГПа (100 ... 6000 HV)
Диапазон измерения модуля упругости	10 ... 1000 ГПа
Диапазон перемещения индентора (макс.)	50 (100) мкм
Разрешение перемещения индентора	1 нм
Размер исследуемых образцов (не более)	50x50x30 мм
Диапазон перемещения предметного столика	50x50 мм
Шаг перемещения предметного столика	1 мкм
Оптический микроскоп	Поле зрения: 1.2X1.6 ÷ ~0.18X0.24 Оптическое разрешение: 5 мкм Цифровая камера: 5 МПиксел
Габариты (ШxГxВ)	350x300x270 мм

Продолжение таблицы 8.

Масса	21 кг
-------	-------

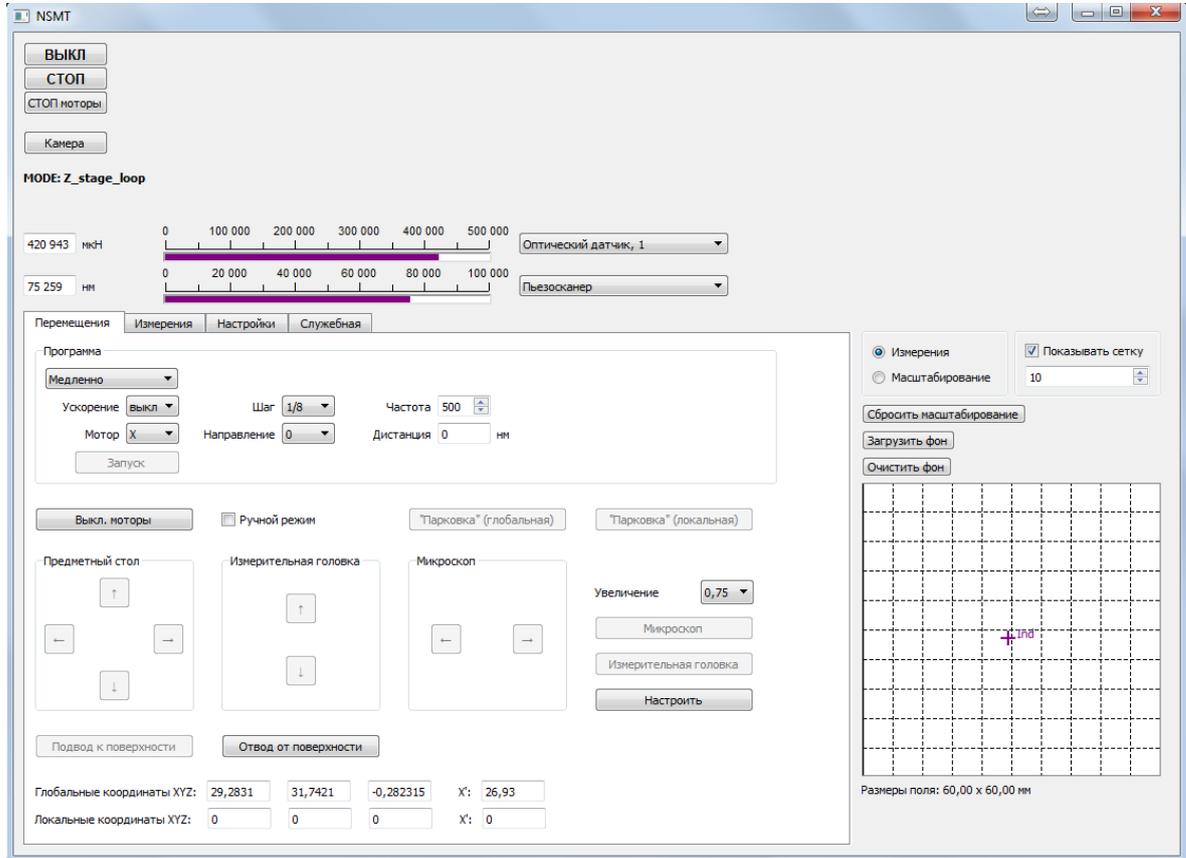


Рисунок 40 – Общий вид программы управления

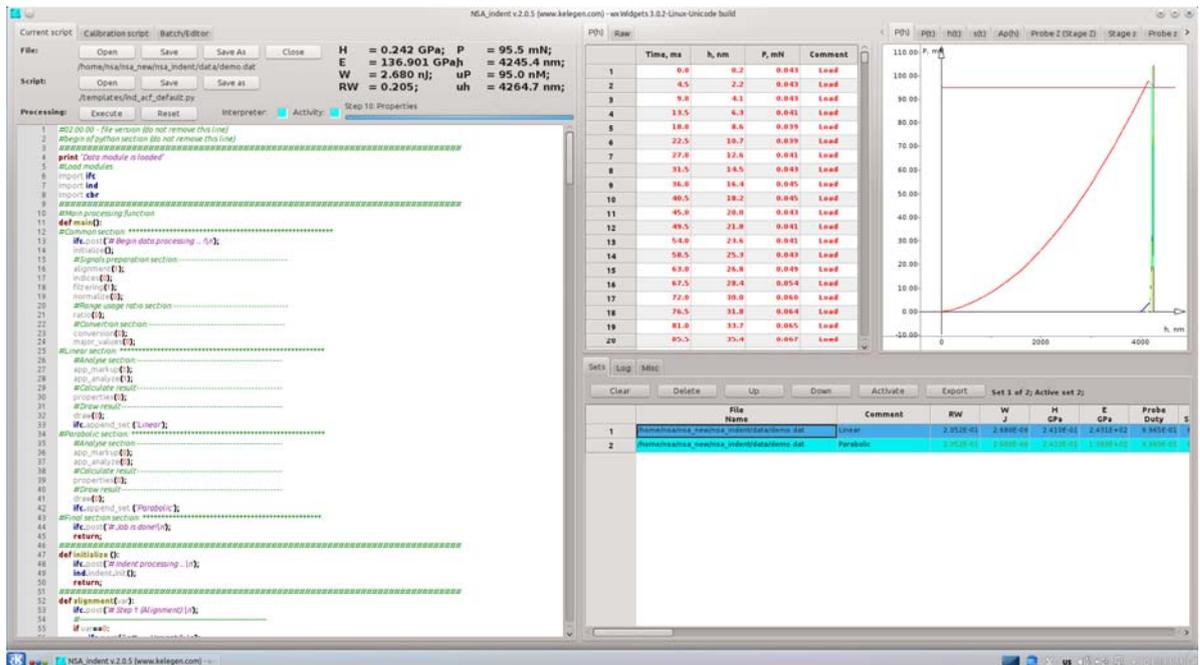


Рисунок 41 – Общий вид программы обработки данных

## **5.2 Применение алгоритма косвенной оценки функции формы индентора на стандартных образцах свойств. Верификация.**

В целях уменьшения влияния методических составляющих неопределенности результатов измерений в четвертой главе был предложен подход применения стандартных образцов свойств. В основе предложенного подхода лежит идея калибровки измерительных установок и косвенной оценки функции формы индентора на образцах, свойства которых не меняются в зависимости от глубины внедрения наконечника во всем диапазоне глубин индентирования, в которых проводятся измерения. Иными словами, в образцах должна присутствовать аморфная фаза и выполняться условие изотропии свойств по глубине, таким образом, данные образцы являются не просто мерами величин, значения которых приписаны им в результате калибровки в рамках принятой поверочной схемы, а являются, по сути, стандартными образцами этих свойств в силу своего химического состава и структуры. Так же предложено разделение стандартных образцов по разным классам материалов (металлов, пластиков, твердых кристаллов и т. п.).

В рамках данного подхода предложена реализация линейки стандартных образцов свойств:

1. Плавленый кварц – стандартный образец свойств для измерений свойств твердых кристаллов;
2. АМАГ 200 – стандартный образец свойств для измерений свойств металлов и сплавов, покрытий и пленок на их основе.

Стоит отметить, что в настоящее время на практике в качестве мер твердости, а соответственно и в качестве рабочих эталонов, зачастую используются меры из плавленого кварца. Процесс калибровки большинства существующих твердомеров, реализующих метод инструментального индентирования, косвенной оценки функции формы, определения жесткости контакта производится на мерах из плавленого кварца. Меры твердости из плавленого кварца хорошо зарекомендовали себя на практике и их применение регламентируется текущими версиями стандартов [18,19,33-37].

Однако, при контроле образцов из металлов и сплавов на малых глубинах индентирования может происходить существенное отклонение показаний как твердости, так и модуля упругости. Это может быть вызвано, как размерными эффектами в области малых глубин индентирования, так и накоплением методической погрешности при определении  $h_c$  в процессе передачи единицы твердости от первичного эталона по шкалам Мартенса и шкалам индентирования к конечным средствам измерений. Применение образцов из аморфных магнитомягких лент (АМАГ) для калибровки твердомеров и косвенной оценки функции формы индентора и измерение свойств материалов в рамках класса материалов позволит учесть влияние размерных эффектов на результаты измерений твердости и модуля упругости металлов.

В целом, переход в метрологическом обеспечении метода инструментального индентирования от мер твердости к стандартным образцам механических свойств и внесение стандартных образцов свойств в поверочную схему для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования согласно предложенному проекту позволит существенно уменьшить влияние приборных и методических погрешностей, повысить достоверность и уменьшить неопределенность результатов измерений.

Для практической реализации предложенных принципов и возможности экспериментальной проверки на реальных объектах контроля требуется проведение дополнительных исследований. Для этого были изготовлены стандартные образцы свойств из плавленого кварца и аморфных магнитомягких лент (АМАГ 200), со следующими характеристиками:

1. Плавленый кварц:  $H=9,5\pm 0,5$  ГПа;

$$E=72\pm 2 \text{ ГПа};$$

2. АМАГ 200:  $H=13,35\pm 0,9$  ГПа;

$$E=26,9\pm 5 \text{ ГПа}.$$

Рассмотренные в третьей главе задачи косвенной оценки функции формы индентора позволили разработать алгоритм, учитывающий отклонение геометрии индентора и закругление индентора при вершине, понизить влияние функции формы при вычислении физико-механических свойств материалов методом инструментального и уменьшить неопределенность результатов измерений на глубинах индентирования меньше одного микрометра.

Для подтверждения работы алгоритма, установка была откалибрована на образце плавленого кварца. После этого были произведены измерения на стандартном образце плавленого кварца и построена скорректированная функция формы индентора, после коррекции серию индентирований провели повторно, условия эксперимента подробно описаны в третьей главе данной работы. По результатам измерений были построены зависимости твердости и модуля упругости от глубины индентирования (Рисунок 42, 43).

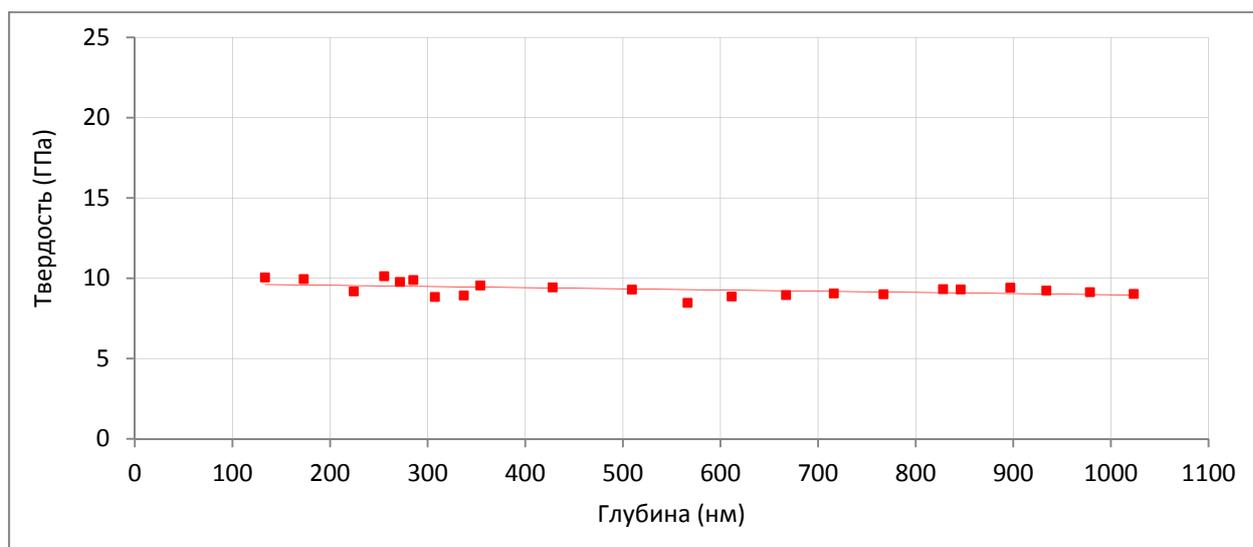


Рисунок 42 – Зависимость результатов измерения твердости от глубины индентирования на стандартном образце плавленого кварца

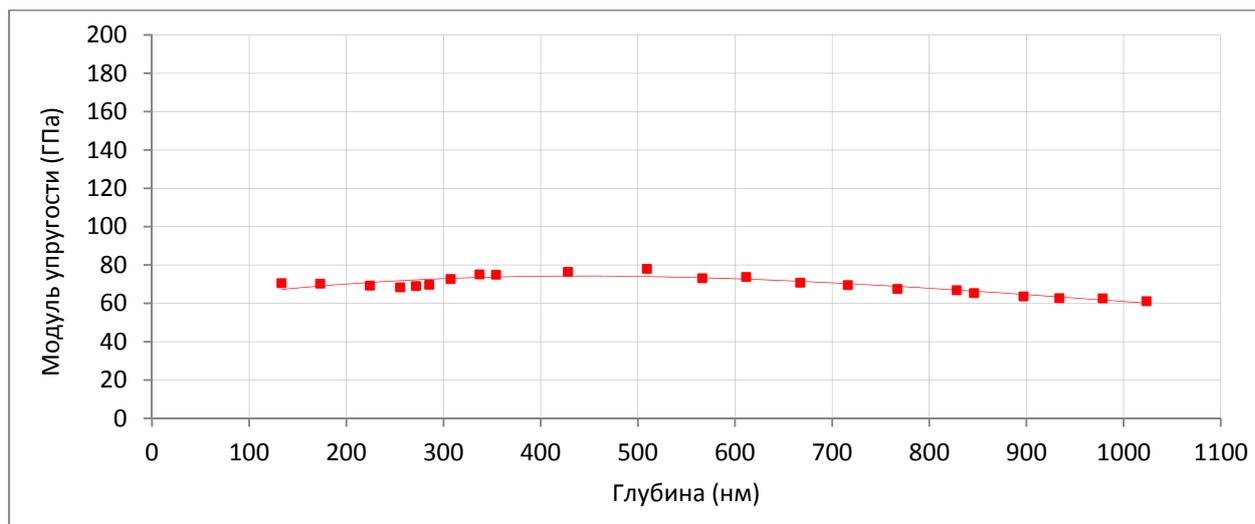


Рисунок 43 – Зависимость результатов измерения модуля упругости от глубины индентирования на стандартном образце плавленного кварца

Далее была произведена серия индентирований в образец кремния с индексом Миллера 100. Для сравнительных экспериментов был выбран кремний в виду того, что свойства кремния и плавленного кварца схожи, их можно отнести к одному классу материалов и применение калибровочных коэффициентов, полученных на стандартном образце свойств из плавленного кварца является обоснованным.

Нагрузка: 1, 2, 3, 5, 7, 9, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150 мН.

Количество измерений на каждое значение нагрузки: 6.

Температура окружающей среды:  $24 \pm 5^\circ\text{C}$ .

Относительная влажность: 55%.

Испытуемый материал: Si (100).

Для сравнительного анализа, в качестве образцовых значений твердости и модуля упругости кремния были взяты значения  $H=11,9$  ГПа,  $E=165$  ГПа [64, 65].

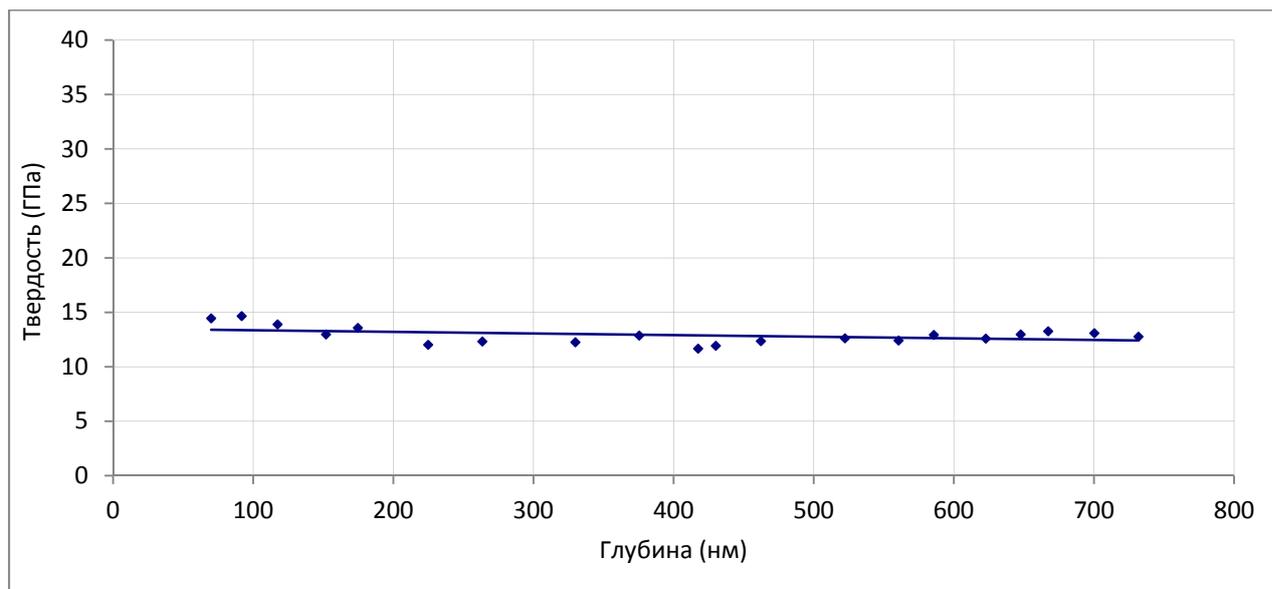


Рисунок 44 – Зависимость результатов измерения твердости от глубины индентирования на образце кремния

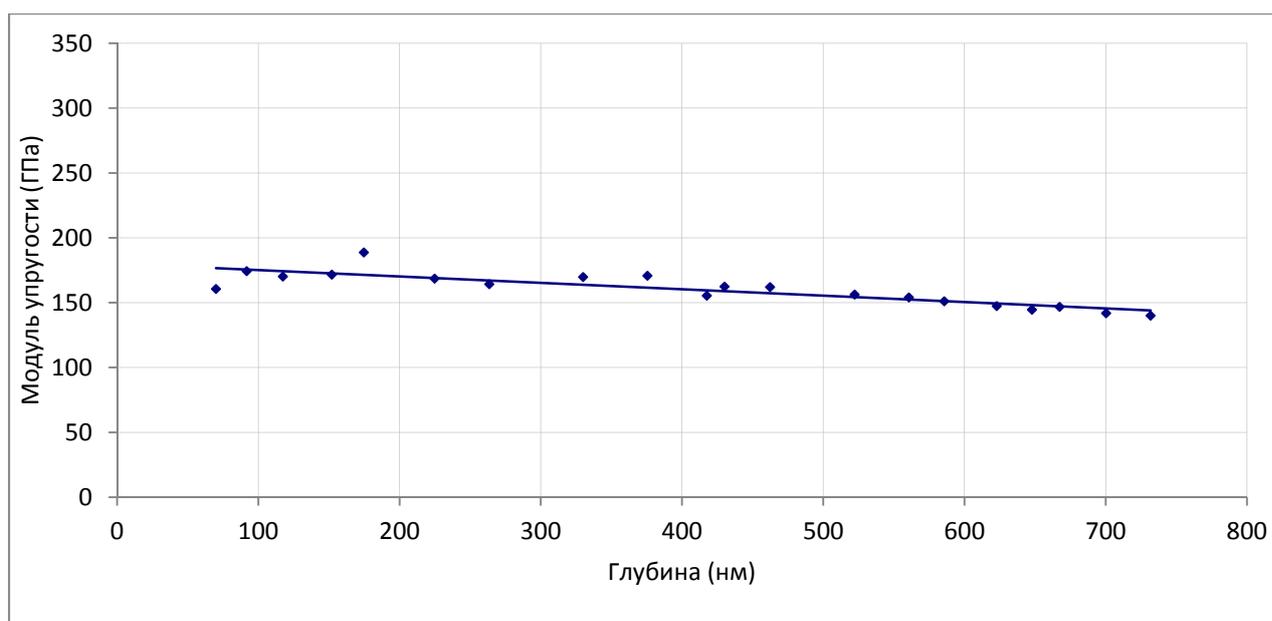


Рисунок 45 – Зависимость результатов измерения модуля упругости от глубины индентирования на образце кремния

Для полученных результатов измерений были построены зависимости твердости и модуля упругости от глубины индентирования (Рисунок 44, 45). Полученные значения твердости и модуля упругости коррелируют со значениями в источниках [65, 66]. Для сравнения характера зависимостей твердости и модуля упругости от глубины индентирования для кремния и плавленого кварца были

построены зависимости (Рисунок 46, 47), результаты измерений приведены в таблице 9.

Полученные результаты измерений  $H$  и  $E$ , исходя из построенных зависимостей, не изменяются в зависимости от глубины индентирования при измерениях во всем диапазоне глубин индентирования, что говорит о возможности проведения измерений механических свойств твердых кристаллов в диапазоне глубин индентирования  $h_c < 1$  мкм.

Таблица 9 – Полученные в ходе экспериментов значения твердости и модуля упругости

Материал	Твердость, ГПа	СКО	Модуль упругости, ГПа	СКО
Плавленый кварц	9,3	0,6	70,2	3,9
Si(100)	12,8	1,2	160,9	15,2

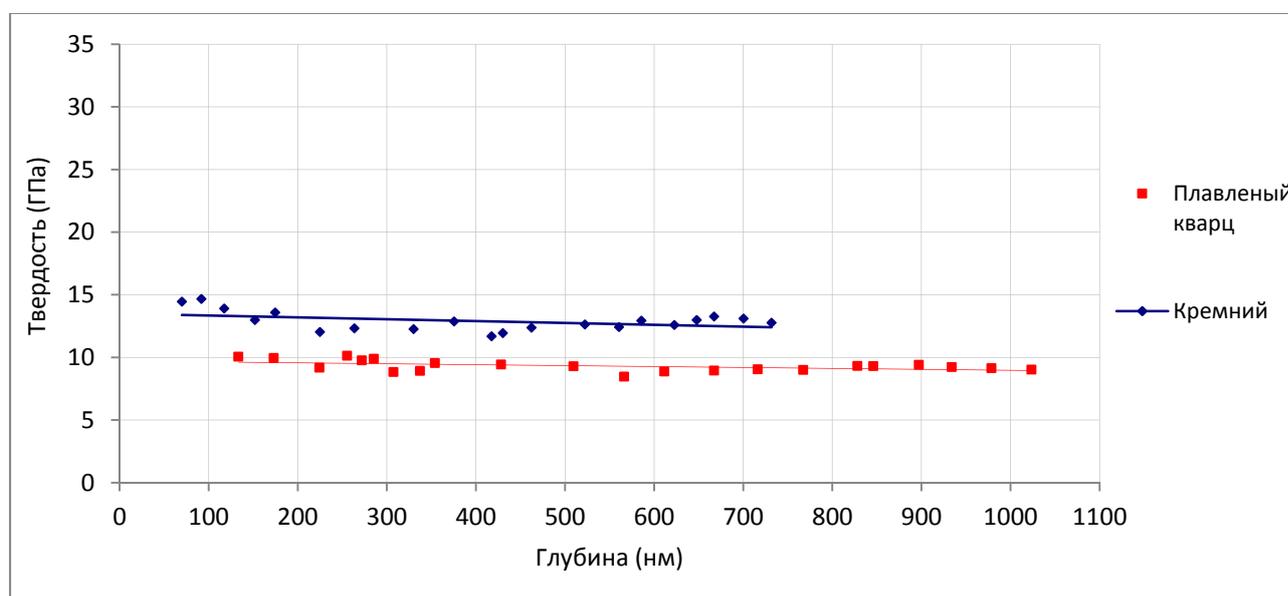


Рисунок 46 – Зависимости результатов измерения твердости от глубины индентирования на образцах кремния и плавленого кварца

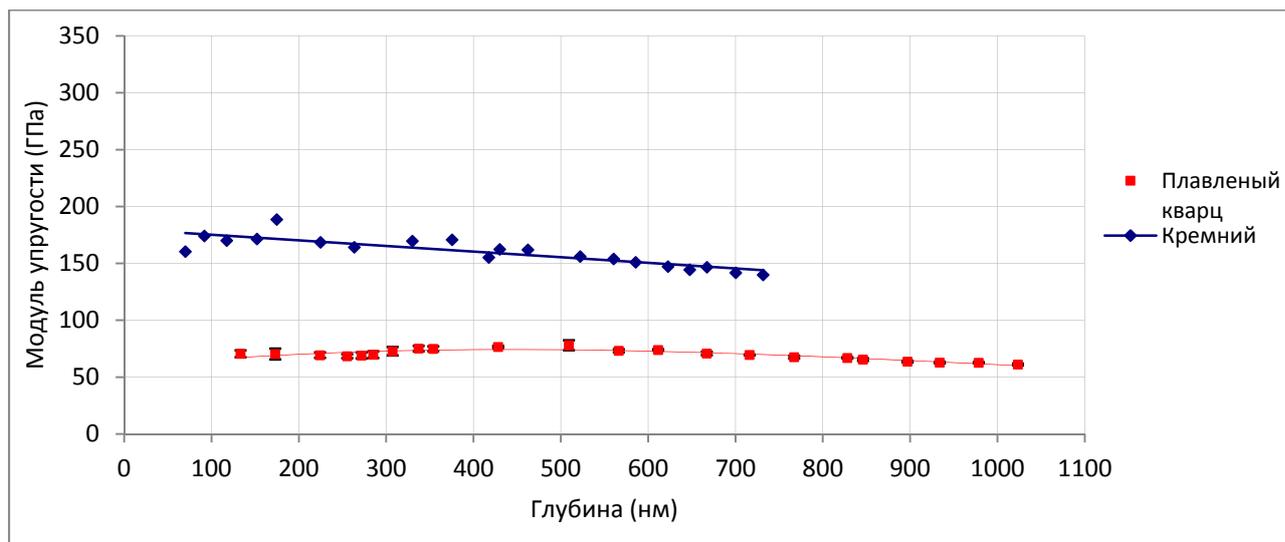


Рисунок 47 – Зависимости результатов измерения модуля упругости от глубины индентирования на образцах кремния и плавленого кварца

Как было сказано выше, неопределенность результатов измерений, вносимая методической составляющей и передающаяся по всей метрологической цепи от эталона к средствам измерений, а так же неопределенность результатов измерений вносимая геометрией индентора существенно влияют на результаты измерений методом инструментального индентирования, и при контроле образцов из металлов и сплавов на малых глубинах индентирования на установках, откалиброванных на мерах твердости материалов другого класса, значения твердости и модуля упругости существенно меняются в зависимости от нагрузки, а соответственно и глубины индентирования [64], что может быть вызвано, как размерными эффектами в области малых глубин индентирования, так и накоплением методической погрешности при определении  $h_c$  в процессе передачи единицы твердости от первичного эталона по шкалам Мартенса и шкалам индентирования к конечным средствам измерений.

Для иллюстрации данной закономерности была произведена серия индентирований в металлокерамическое покрытие  $AlMgB_{14}$ , и в металлические покрытия  $TiN$ ,  $TiAlN$ . Покрытие  $AlMgB_{14}$  толщиной  $\sim 1100$  нм нанесено на кремниевую подложку и закреплено на металлическом основании для увеличения жесткости контакта. Покрытия  $TiN$  и  $TiAlN$  имеют толщину  $\sim 800$  нм и нанесены на массивное стальное основание.

Нагрузка: 1, 2, 3, 5, 7, 9, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60 мН.

Количество измерений на каждое значение нагрузки: 6.

Температура окружающей среды:  $23 \pm 5^\circ\text{C}$ .

Относительная влажность: 48%.

Испытуемый материал: AlMgV<sub>14</sub>.

Характер зависимостей твердости и модуля упругости от глубины индентирования на образце AlMgV<sub>14</sub> показывают существенное отклонение твердости и модуля упругости на глубинах до 250 нм (Рисунок 48, 49). Полученные результаты приведены для сравнения в таблице 10.

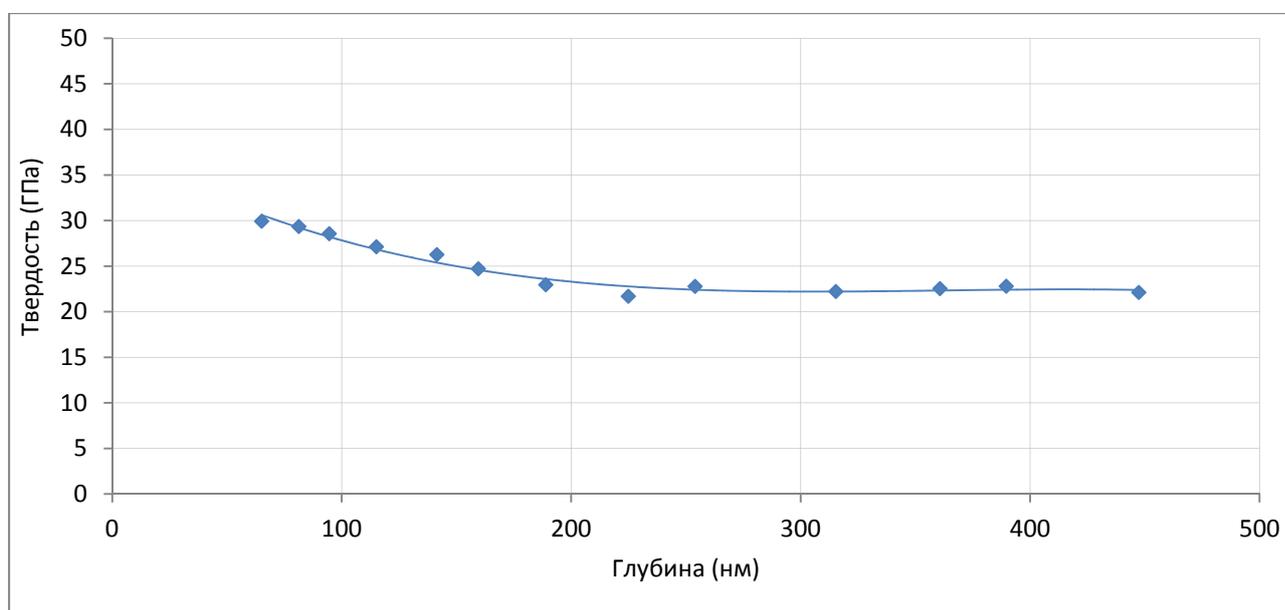


Рисунок 48 – Зависимость результатов измерения твердости от глубины индентирования на образце покрытия AlMgV<sub>14</sub> после коррекции функции формы на образце плавленого кварца

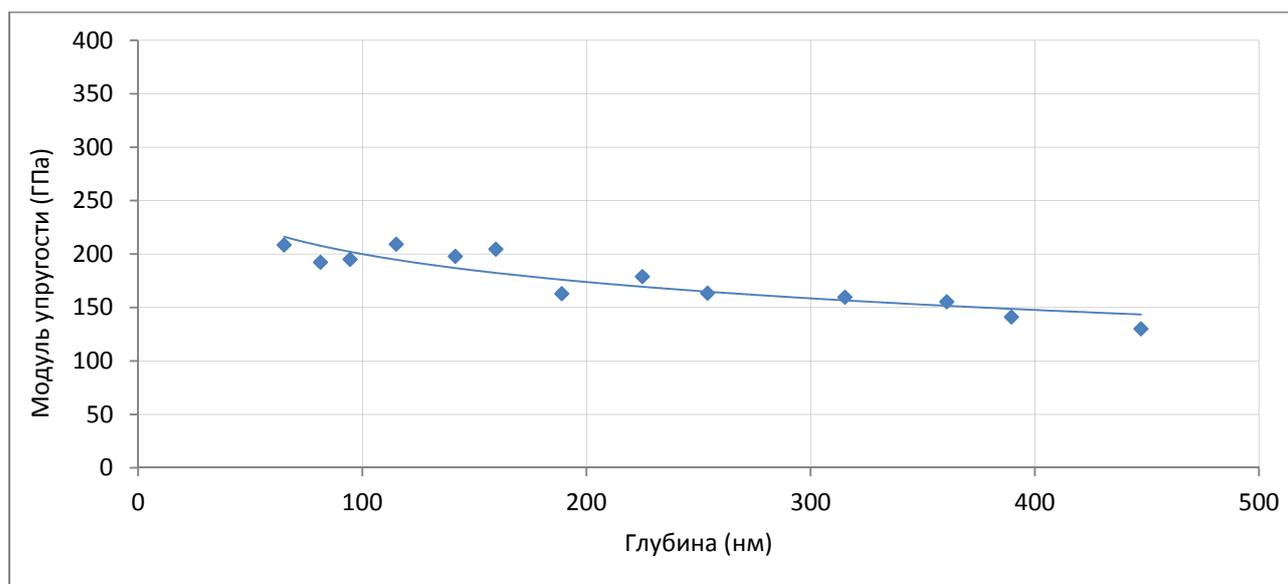


Рисунок 49 – Зависимость результатов измерения модуля упругости от глубины индентирования на образце покрытия AlMgV<sub>14</sub> после коррекции функции формы на образце плавленого кварца

Нагрузка: 1, 5, 10, 15 мН.

Количество измерений на каждое значение нагрузки: 6.

Температура окружающей среды: 24±4°C.

Относительная влажность: 47%.

Испытуемый материал: TiN, TiAlN.

Характер зависимостей твердости и модуля упругости от глубины индентирования на образцах покрытий TiN и TiAlN показывают значительное падение значений твердости и модуля упругости на глубинах от 50 до 230 нм (Рисунок 50, 51). Полученные результаты приведены для сравнения в таблице 10.

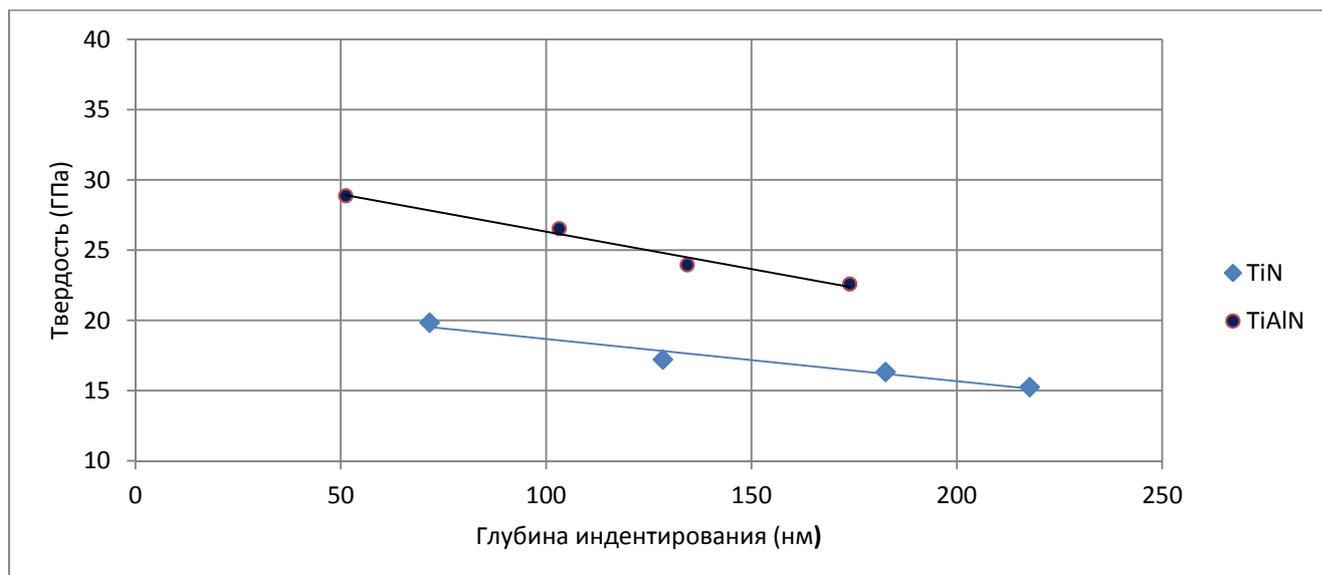


Рисунок 50 – Зависимость результатов измерения твердости от глубины индентирования на образцах покрытий TiN, TiAlN после коррекции функции формы на образце плавленного кварца

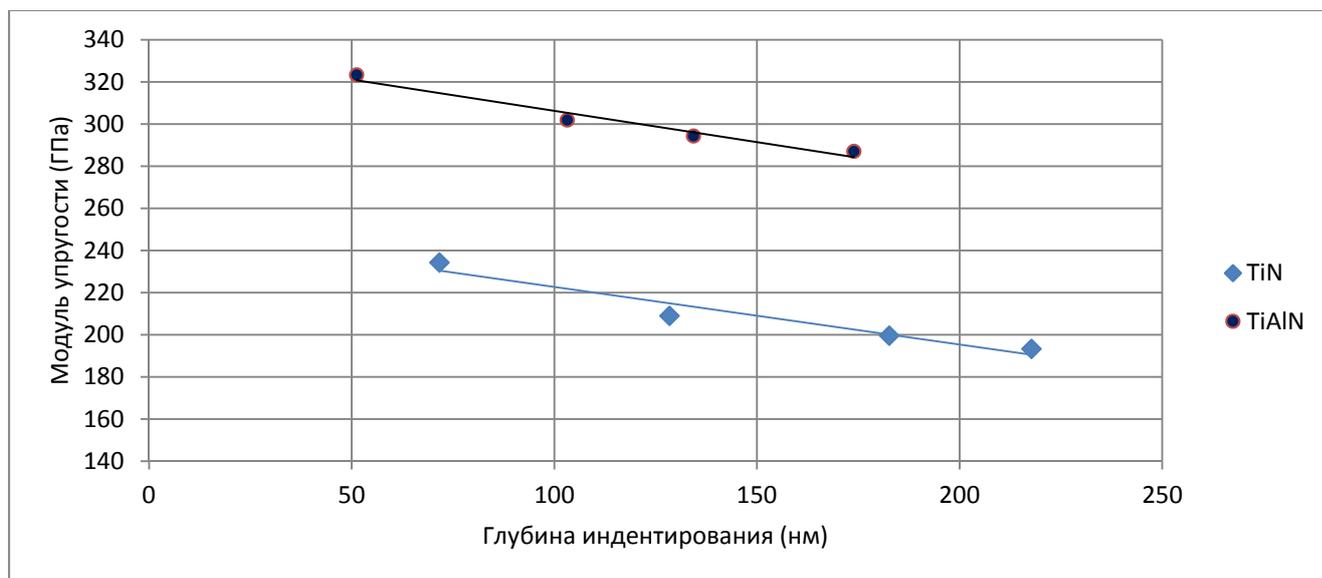


Рисунок 51 – Зависимость результатов измерения модуля упругости от глубины индентирования на образцах покрытий TiN, TiAlN после коррекции функции формы на образце плавленного кварца

Для последующих измерений был подготовлен стандартный образец свойств на основе аморфных магнитомягких лент АМАГ200. Для этого были подготовлены ~40 аморфных магнитомягких лент, толщиной 20 мкм затем

спрессованы и залиты эпоксидной смолой. Полученный шлиф имеет аморфную фазу в зоне 19-22 пластины. Применение системы высокоточного позиционирования позволяет производить измерения в зоне, ограниченной толщиной каждой пластины. Наличие аморфной фазы в лентах позволяет использовать данный материал в качестве стандартного образца свойств металлов.

Для реализации алгоритма косвенной оценки функции формы индентора была проведена серия измерений в образец АМАГ200 со следующими параметрами:

Нагрузка: 1, 2, 3, 5, 7, 9, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150 мН.

Количество измерений на каждое значение нагрузки: 6.

Температура окружающей среды:  $24 \pm 5^\circ\text{C}$ .

Относительная влажность: 55%.

Испытуемый материал: АМАГ200.

В качестве параметров материала, используемых для решения обратной задачи, были приняты значения твердости и модуля упругости, заявленные производителем:  $H=13 \pm 1,5$  ГПа,  $E=27 \pm 4$  ГПа.

Характер полученных зависимостей твердости и модуля упругости от глубины индентирования (Рисунок 52, 53) имеет линейный характер в диапазоне от 60 до 830 нм. Полученные значения твердости и модуля упругости приведены в сводной таблице 10.

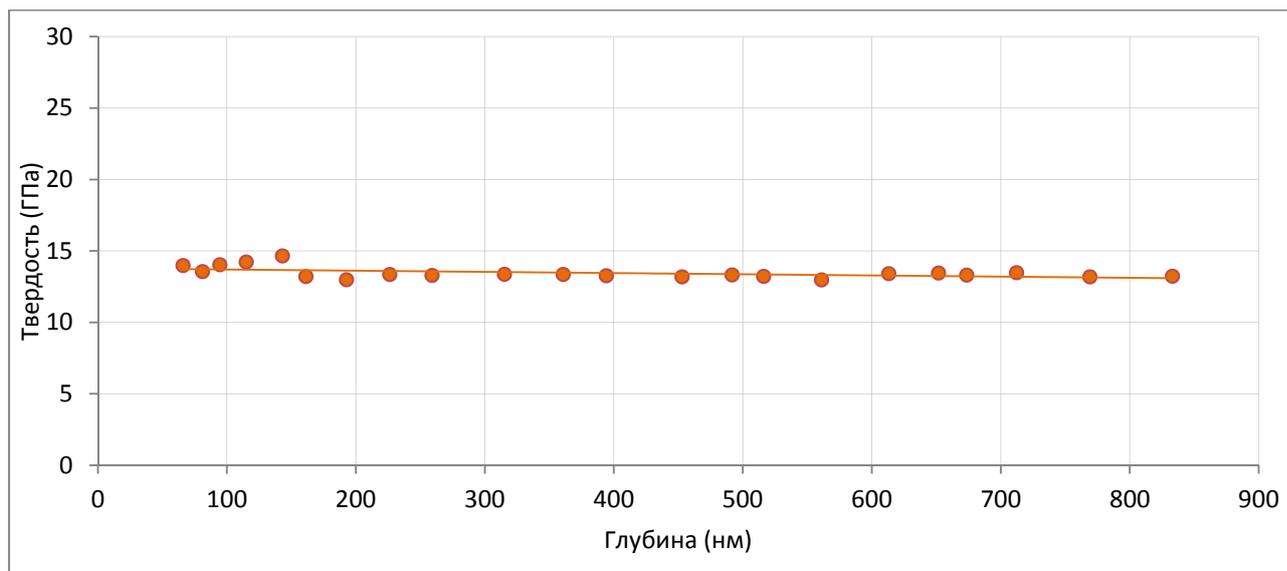


Рисунок 52 – Зависимость результатов измерения твердости от глубины инdentирования на образце из аморфных лент АМАГ 200

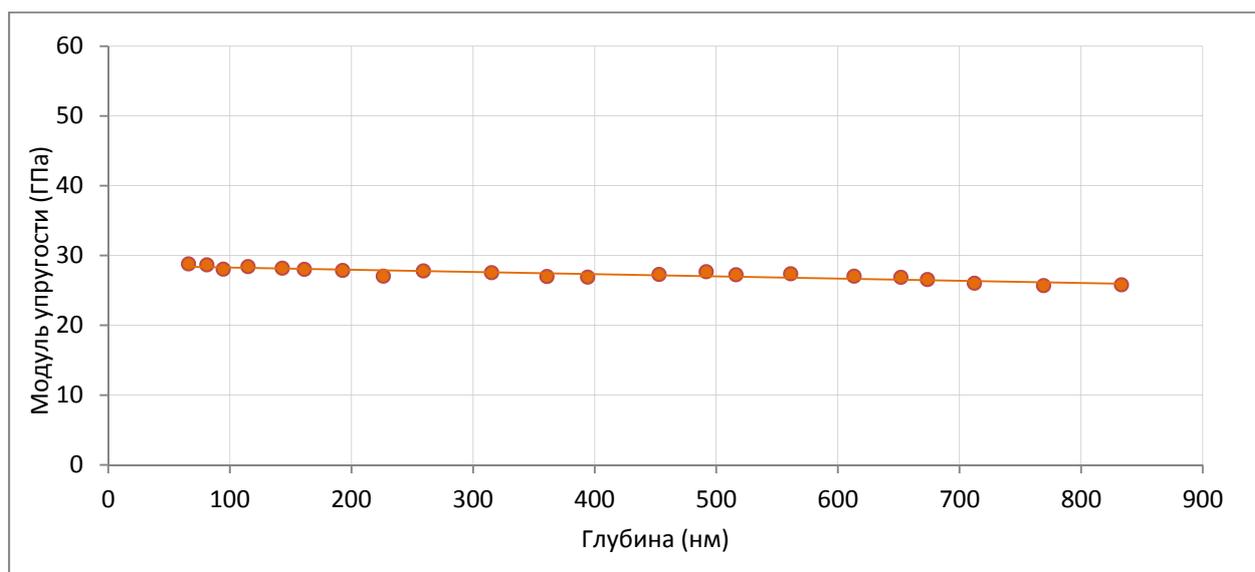


Рисунок 53 – Зависимость результатов измерения модуля упругости от глубины инdentирования на образце из аморфных лент АМАГ 200

Измерения образцов покрытий  $\text{AlMgB}_{14}$ ,  $\text{TiN}$ ,  $\text{TiAlN}$  были проведены повторно с аналогичными параметрами сессии, указанными выше. Полученные зависимости твердости и модуля упругости от глубины инdentирования покрытия  $\text{AlMgB}_{14}$  (Рисунок 54, 55) имеют линейный характер в диапазоне глубин от 60 до 450 нм, Значения твердости и модуля упругости приведены в сводной таблице 10. Сравнение характеров зависимостей твердости и модуля упругости от глубины инdentирования покрытия  $\text{AlMgB}_{14}$  приведены на рисунках 56 и 57.

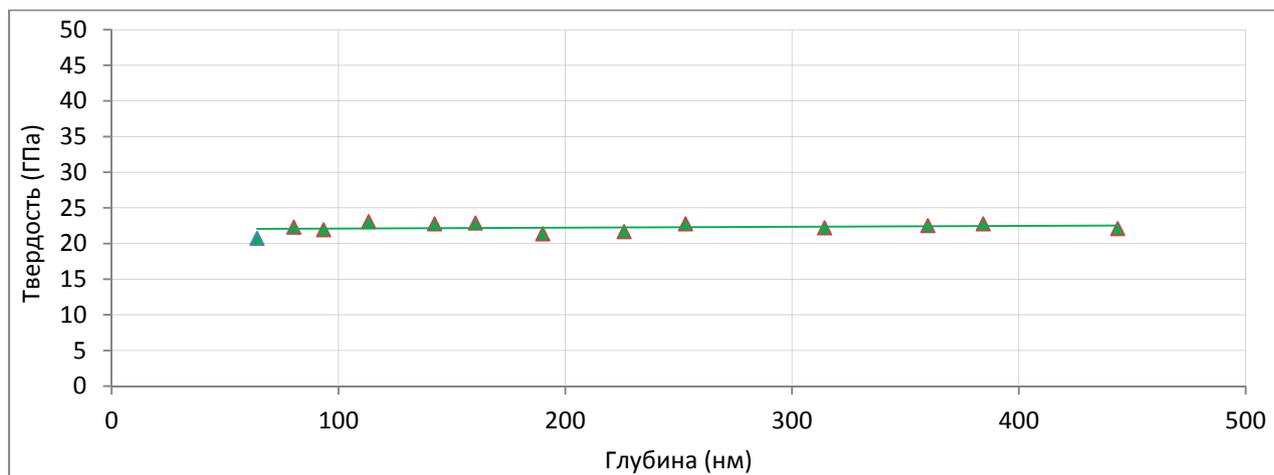


Рисунок 54 – Зависимость твердости от глубины инdentирования на образце покрытия  $\text{AlMgV}_{14}$  после коррекции функции формы на образце из аморфных лент АМАГ 200

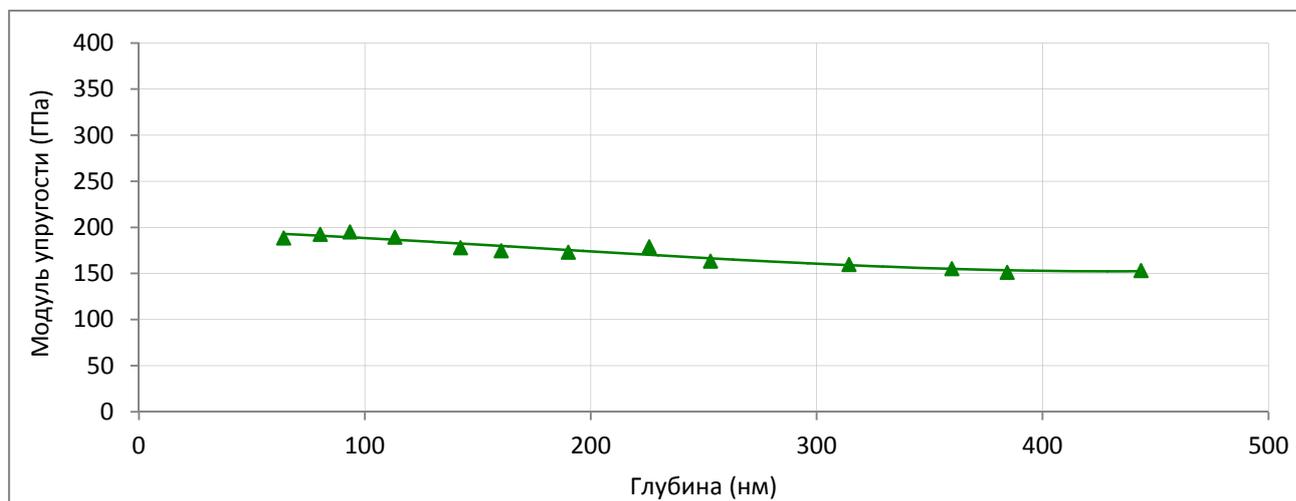


Рисунок 55 – Зависимость модуля упругости от глубины инdentирования на образце покрытия  $\text{AlMgV}_{14}$  после коррекции функции формы на образце из аморфных лент АМАГ 200

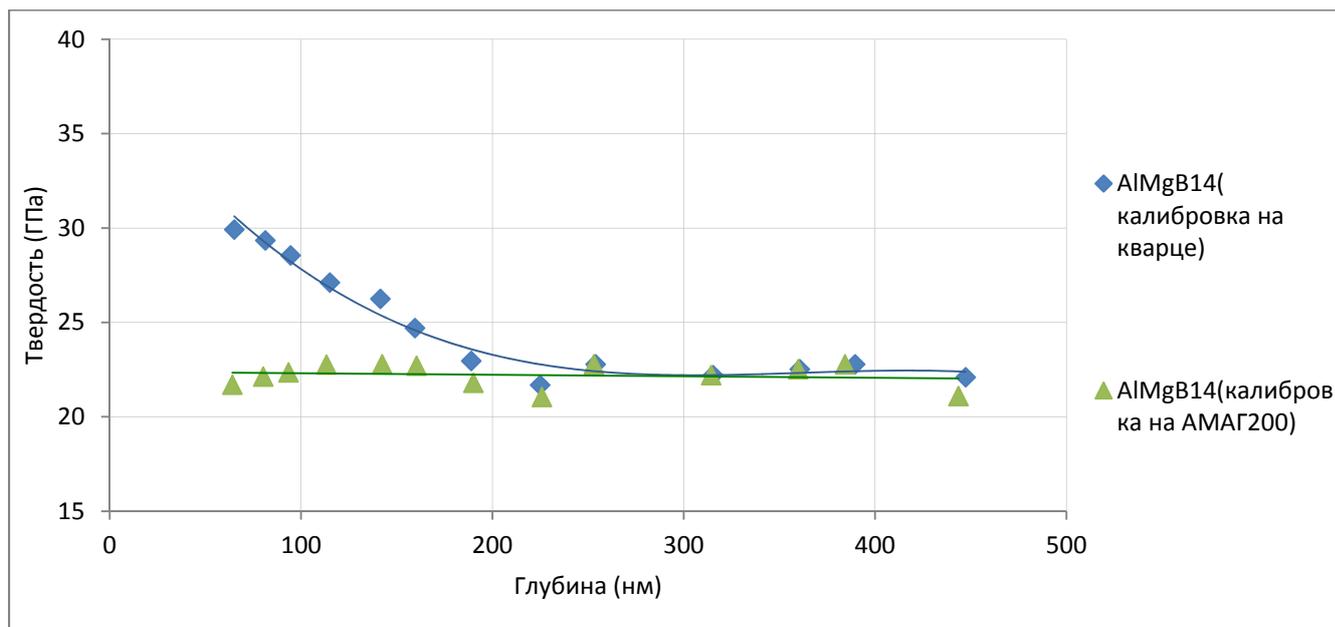


Рисунок 56 – Сравнение зависимостей результатов измерения твердости от глубины индентирования покрытия AlMgB<sub>14</sub> после калибровки на плавленом кварце и АМАГ200

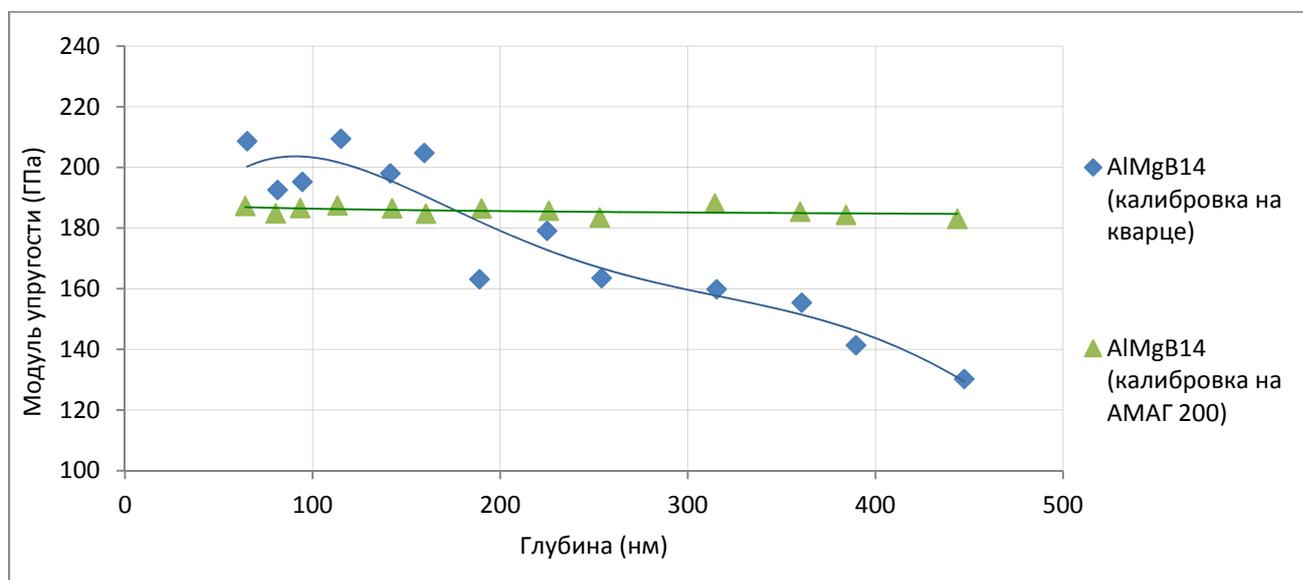


Рисунок 57 – Сравнение зависимостей результатов измерения модуля упругости от глубины индентирования покрытия AlMgB<sub>14</sub> после калибровки на плавленом кварце и АМАГ200

Зависимости твердости и модуля упругости от глубины индентирования, полученные на образцах покрытий TiN и TiAlN приведены на рисунках 58 и 59 и имеют линейный характер в диапазоне глубин индентирования от 50 до 220 нм.

Результаты измерений приведены в сводной таблице 10. Сравнение полученных результатов с результатами, полученными после калибровки на плавленом кварце представлены на рисунках 60 и 61.

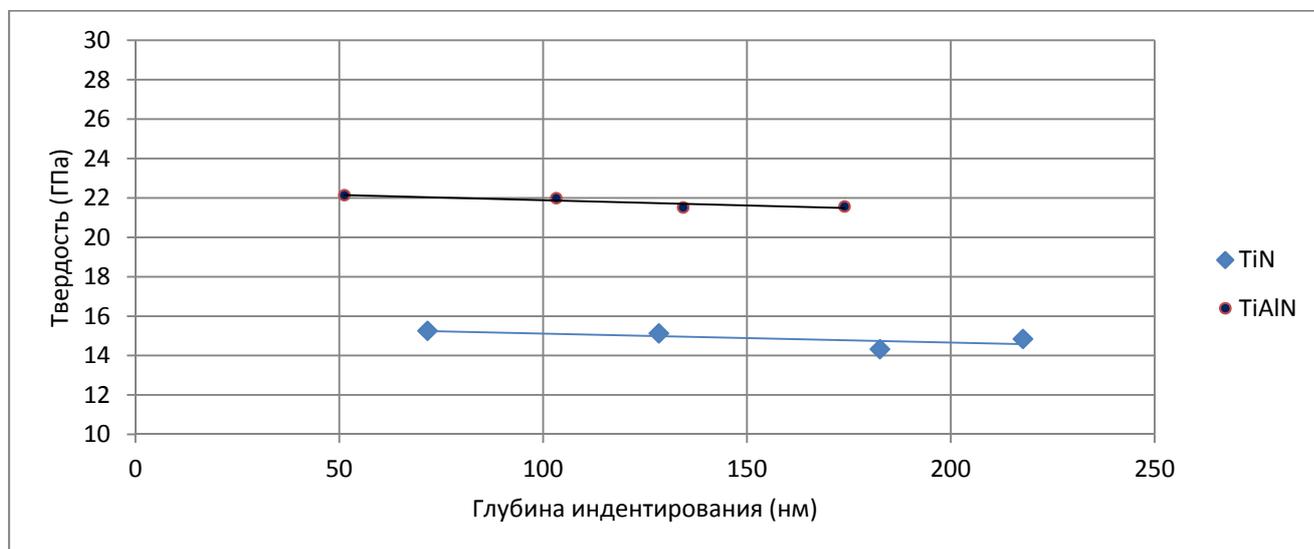


Рисунок 58 – Зависимости результатов измерения твердости от глубины инdentирования покрытий TiN и TiAlN

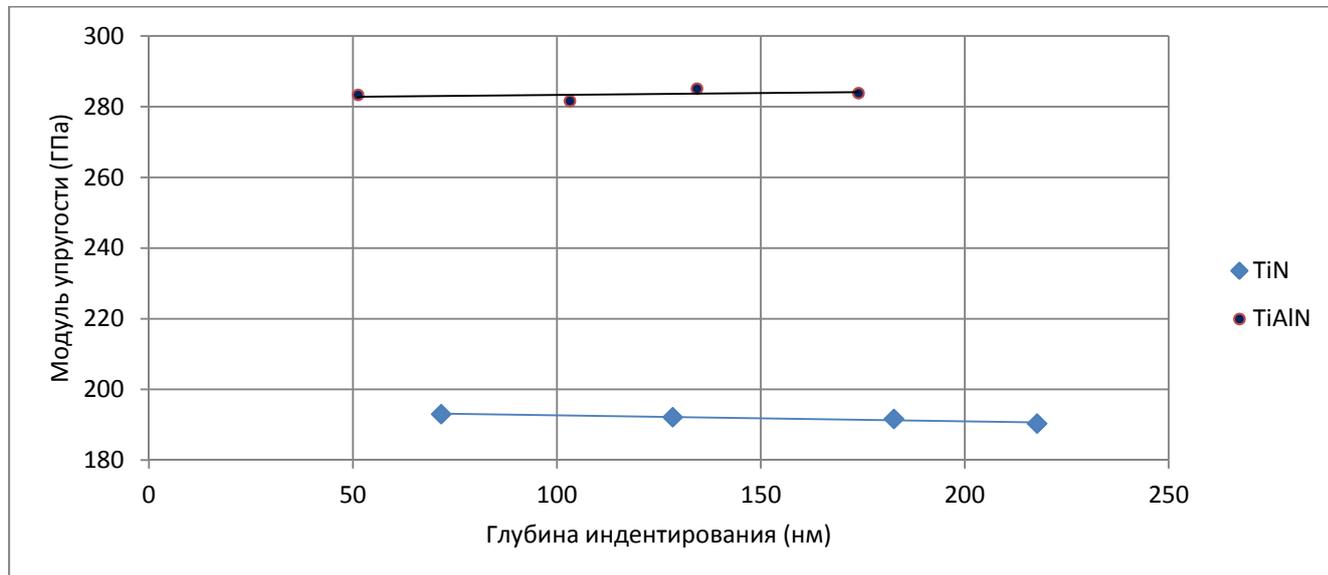


Рисунок 59 – Зависимости результатов измерения модуля упругости от глубины инdentирования покрытий TiN и TiAlN

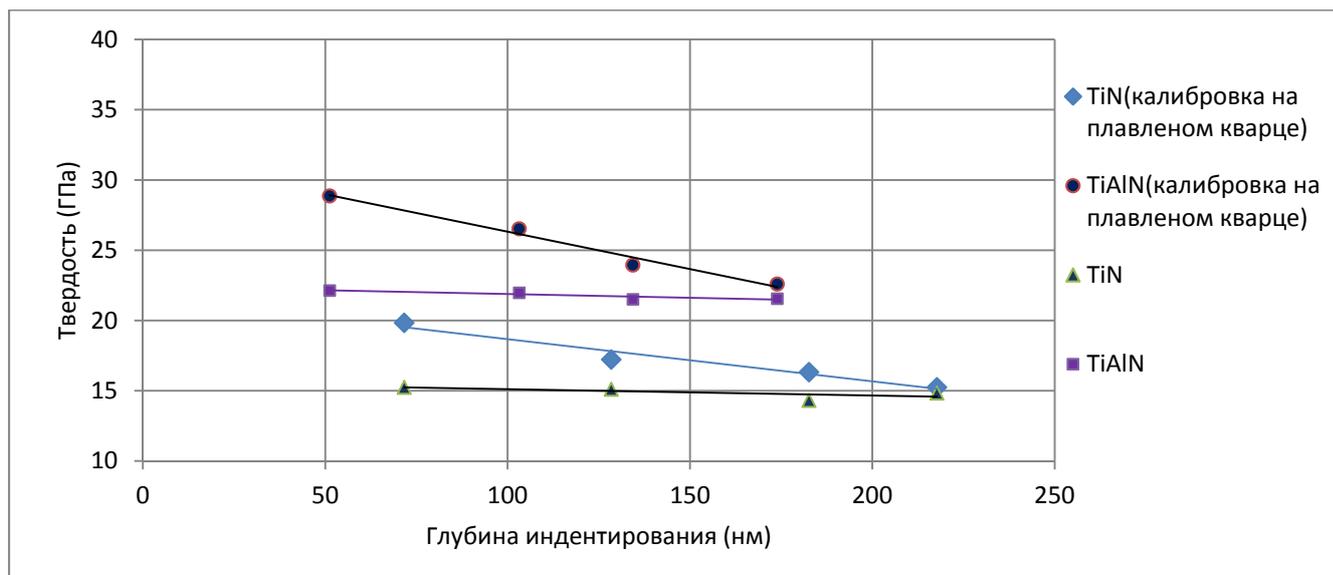


Рисунок 60 – Сравнение зависимостей результатов измерения твердости от глубины инdentирования покрытий TiN и TiAlN после калибровки на кварце и АМАГ200

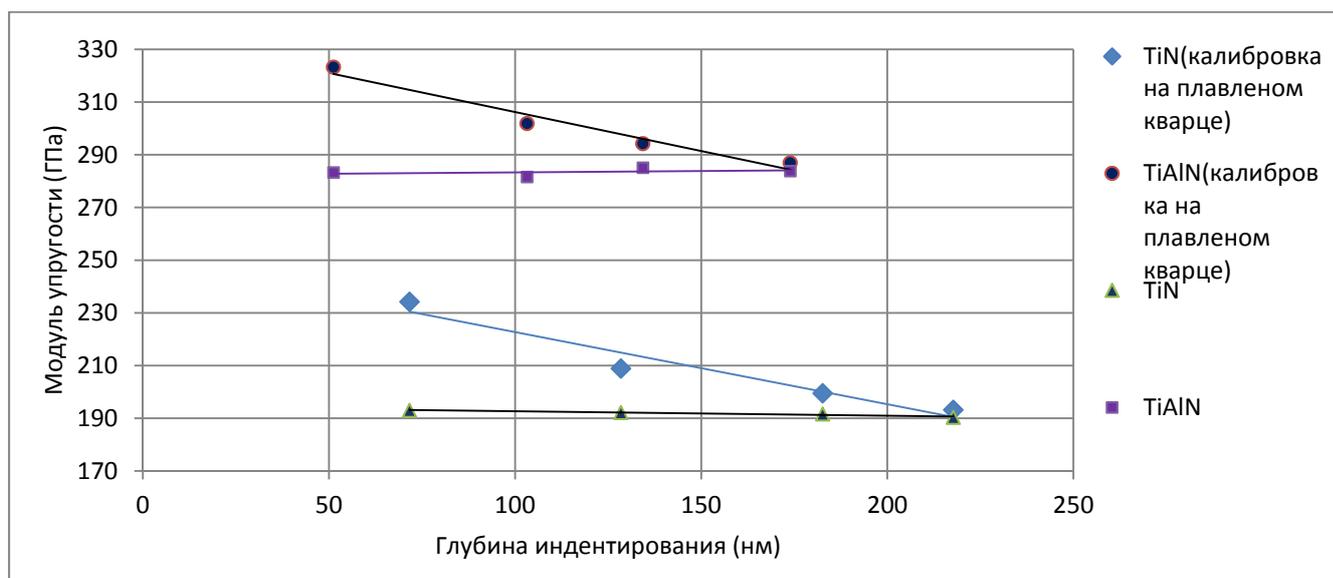


Рисунок 61 – Сравнение зависимостей результатов измерения модуля упругости от глубины инdentирования покрытий TiN и TiAlN после калибровки на кварце и АМАГ200

Полученные в ходе экспериментов значения твердости и модуля упругости приведены в сводной таблице 10.

Таблица 10 – Сводная таблица результатов измерений после калибровки на плавленом кварце и образце АМАГ200

Материал	Твердость, ГПа	СКО	Повторяемость, %	Модуль упругости, ГПа	СКО	Повторяемость, %
Плавленый кварц	9,3	0,5	5	70,2	3,9	5
Si(100)	12,8	0,6	4	160,9	7,5	4
AlMgB <sub>14</sub> (калибровка на плавленом кварце)	23,02	3,6	15	180,5	26,9	15
TiN(калибровка на плавленом кварце)	17,7	1,95	11	208,9	18,02	8
TiAlN(калибровка на плавленом кварце)	25,5	2,8	11	301,5	15,7	5
АМАГ 200	13,4	0,5	3	27,3	0,8	3
AlMgB <sub>14</sub> (калибровка на АМАГ 200)	22,1	1,1	5	185,8	2,9	2
TiN(калибровка на АМАГ 200)	14,9	0,4	3	191,8	5,1	3
TiAlN(калибровка на АМАГ 200)	21,8	0,8	4	283,5	7,3	3

Как видно из экспериментальных данных, полученных после калибровки установки и косвенной оценки функции формы индентора на образце плавленого кварца, зависимости твердости и модуля упругости от глубины индентирования кремния Si(100) не меняются в зависимости от глубины индентирования (Рисунок 43, 44) и характеризуются малыми значениями среднеквадратического отклонения (Таблица 10), значения повторяемости не превышают 5%, что удовлетворяет требованиям стандарта [15]. Это говорит об обоснованности применения плавленого кварца в качестве стандартного образца свойств для класса твердых кристаллов. Дальнейшие измерения твердости и модуля упругости испытуемых покрытий показали существенное завышение показаний

твердости и модуля упругости на малых глубинах, и стабильные показания при увеличении глубины индентирования, что приводит к существенным значениям среднеквадратического отклонения и, соответственно повторяемости, не удовлетворяющей требованиям стандарта. Данная закономерность хорошо прослеживается при индентировании в покрытие  $\text{AlMgV}_{14}$  в виду его большей толщины (Рисунок 47, 48).

Анализ экспериментальных данных, полученных после перекалибровки прибора и применения алгоритма косвенной оценки функции формы индентора на стандартном образце свойств на основе аморфных магнитомягких лент АМАГ 200 и повторном измерении твердости и модуля упругости покрытий  $\text{AlMgV}_{14}$ ,  $\text{TiN}$  и  $\text{TiAlN}$  показал, что значения твердости и модуля упругости испытуемых покрытий не зависят от глубины индентирования (Рисунок 53, 54, 57, 58) и характеризуются меньшими значениями среднеквадратического отклонения, повторяемость не превышает 5 %. Совокупность этих факторов доказывает возможность применения образцов на основе аморфных магнитомягких лент в качестве стандартных образцов свойств металлов, металлических и металлокерамических покрытий.

Полученные результаты показали, что переход от использования мер твердости при калибровке и поверке приборов, реализующих метод инструментального индентирования к стандартным образцам свойств является эффективным средством устранения влияния методической составляющей неопределенности результатов измерения, позволяет повысить повторяемость и уменьшить неопределенность результатов измерений при контроле твердости и модуля упругости при малых глубинах индентирования, что особо важно при измерении механических свойств тонких покрытий, пленок и модифицированных слоев. Внесение стандартных образцов свойств в поверочную схему для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования может быть эффективным решением в целях обеспечения единства измерений механических свойств методом инструментального индентирования.

**Выводы к главе 5:**

1. Выполненные экспериментальные исследования подтвердили работоспособность разработанных алгоритмов и целесообразность использования стандартных образцов свойств для калибровки твердомеров, реализующих метод инструментального индентирования.

2. Разработанные алгоритмы коррекции функции формы индентора и поэлементной калибровки твердомеров обеспечивают требуемую достоверность результатов измерений при контроле твердости тонких покрытий, пленок и модифицированных слоев.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертации, представляющей собой законченную научно-квалификационную работу, на основе анализа существующих методов контроля твердости, выполненных теоретических и экспериментальных исследований решена актуальная научно-техническая задача – уменьшение неопределенности результатов измерений при контроле твердости тонких покрытий, пленок и модифицированных слоев. На основании проведенных исследований получены следующие научные результаты работы:

1. Обоснована актуальность измерения твердости тонких покрытий, пленок и модифицированных слоев. Проведен анализ известных методов измерения твердости. Обоснована применимость метода инструментального индентирования для измерения твердости выбранного объекта контроля. На основе анализа сформулированы и поставлены задачи исследований.

2. Произведен анализ и структуризация источников неопределенности результатов измерений их взаимосвязь и способы их устранения.

3. Разработаны теоретические положения, на основании которых составлен алгоритм косвенной оценки функции формы индентора, позволяющий уменьшить влияние неидеальности геометрии индентора при вершине на результаты измерений при микро- и нанометровых глубинах индентирования.

4. Выполнен теоретический и экспериментальный анализ измерения твердости покрытий и модуля упругости в микро- и нанометровом диапазонах с использованием методики калибровки на стандартных образцах свойств.

5. Разработан проект поверочной схемы для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования.

6. Разработан проект расчета расширенной неопределенности результатов измерений, учитывающий внесение стандартных образцов свойств в поверочную схему для средств измерений по шкалам Мартенса и шкалам индентирования.

7. На основании теоретического анализа показана необходимость внесения стандартных образцов свойств в Государственную поверочную схему для средств измерений по шкалам Мартенса и шкалам индентирования, обеспечивающее уменьшение неопределенности результатов измерений при калибровке, поверке и применении.

**Список литературы:**

1. ГОСТ 9.008-82 Единая система защиты от коррозии и старения покрытия металлические и неметаллические неорганические.
2. Быков Ю.А., Карпухин С.Д., Газукина Е.И., О некоторых особенностях структуры и свойств металлических "тонких" плёнок, МиТОМ. 2000. №6. С.45-47.
3. Taniguchi N. On the Basic Concept of «Nano-Technology» // Proc. Intl. Conf. Prod. Eng. Tokyo. Part II. - Japan Society of Precision Engineering, 1974, pp. 18-23.
4. Гусев А.И., Ремпель А.А. Нанокристаллические материалы. - М.: ФИЗМАТЛИТ, 2001. - 224 с., МАТРЕНИН С В, ОВЕЧКИН Б. Б. НАНОСТРУКТУРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ В МАШИНОСТРОЕНИИ, Издательство ТПУ, 2009, - 186 с.
5. Наноматериалы: синтез нанокристаллических порошков и получение компактных нанокристаллических материалов: Учебное пособие / Миттова И.Я., Томина Е.В., Лаврушина С.С. – Воронеж: Издательство ВГУ, 2007. – 35 с.
6. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. – М.: Физматлит, 2005. – 416 с.
7. Гусев А.И. Нанокристаллические материалы: методы получения и свойства. – Екатеринбург: УрО РАН, 1998. – 178 с.
8. Козловский А.Э. Расчёт элементов конструкций на растяжение и сжатие: учеб.-метод. пособие / А.Э.Козловский; Иван. гос. хим.-технол. ун-т. – Иваново, 2015. – 80 с.
9. Gemcutters [электронный ресурс] // Dr. Bill Cordua, THE HARDNESS OF ROCKS AND MINERALS, Lapidary Digest, 1998 URL: <http://www.gemcutters.org/LDA/hardness.htm> (дата обращения: 12.11.2016)
10. ГОСТ 9012-59 Металлы. Метод измерения твердости по Бринеллю.
11. ГОСТ 9013-59 Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу.
12. ГОСТ 22975-78 Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Роквеллу при малых нагрузках (по Супер-Роквеллу).

13. ГОСТ 2999-75 Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу.
14. ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 Металлы и сплавы. Измерение твердости по Виккерсу. Часть 1. Метод измерения.
15. ГОСТ Р 8.695-2009 ГСИ. Металлы и сплавы. Измерения твердости по Виккерсу. Часть 2. Поверка и калибровка твердомеров.
16. ГОСТ 9450-76 (СТ СЭВ 1195-78) Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников.
17. ГОСТ 23273-78 Металлы и сплавы. Измерение твердости методом упругого отскока бойка (по Шору).
18. ГОСТ Р 8.748-2011 (ИСО 14577-1:2002) ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний.
19. ГОСТ Р 8.904-2015 Государственная система обеспечения единства измерений. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 2. Поверка и калибровка твердомеров.
20. ГОСТ Р 56474-2015 Системы космические. Контроль неразрушающий физико-механических свойств материалов и покрытий космической техники методом динамического индентирования. Общие требования.
21. ГОСТ 9031-75 Меры твердости образцовые. Технические условия.
22. ГОСТ 8.335-2004 ГСИ. Меры твердости эталонные. Методика поверки.
23. ГОСТ 8.062-85 ГСИ. Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений твердости по шкалам Бринелля.
24. ГОСТ 8.064-94 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений твердости по шкалам Роквелла и Супер-Роквелла.
25. ГОСТ 8.063-2007 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений твердости металлов и сплавов по шкалам Виккерса.

26. ГОСТ 8.516-2001 ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений твердости металлов по шкале твердости Шора D.
27. ГОСТ Р 8.907-2015. Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования.
28. ГОСТ 23677-79 Твердомеры для металлов. Общие технические требования.
29. ГОСТ 8.398-80 ГСИ. Приборы для измерения твердости металлов и сплавов. Методы и средства поверки.
30. ГОСТ 9377—81 Наконечники и бойки алмазные к приборам для измерения твердости металлов и сплавов. Технические условия.
31. Механические свойства металлов: Учебник для вузов / В.С. Золоторевский. – 3-е изд. перераб. и до. – М.: МИСИС, 1998. – 400 с.
32. ISO 14577-1:2015 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 1: Test method.
33. ISO 14577-2:2015 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 2: Verification and calibration of testing machines.
34. ISO 14577-3:2015 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 3: Calibration of reference blocks.
35. ISO 14577-4:2015 Metallic materials - Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings.
36. ASTM E2546-15 Standard Practice for Instrumented Indentation.
37. РМГ 29-99 ГСИ. Метрология. Основные термины и определения (с Изменениями N 1, 2).
38. ГОСТ Р 51086-97 Датчики и преобразователи физических величин электронные. Термины и определения.

39. Hysitron [Электронный ресурс] // Hysitron's Patented Three-Plate Transducer: An Overview URL: <http://www.hysitron.com/Default.aspx?tabid=420> (дата обращения: 12.11.2016).

40. CSM-instruments [Электронный ресурс] // Table top nanoindentation tester URL: <http://www.csm-instruments.com/fr/system/files/TTX.pdf> (дата обращения: 12.11.2016).

41. Keysight [Электронный ресурс] // URL: <http://www.keysight.com/en/pd-1675520-pn-U9820A/agilent-nano-indenter-g200?cc=RU&lc=rus> (дата обращения: 12.11.2016).

42. Asylum Research [Электронный ресурс] // The MFP Instrumented NanoIndenter For Quantitative Materials Characterization URL: <http://www.asylumresearch.com/Products/NanoIndenter/NanoIndenterProduct.html> (дата обращения: 12.11.2016).

43. Nanovea [Электронный ресурс] // URL: <http://www.nanovea.com/MechanicalTesters.html> (дата обращения: 12.11.2016).

44. Потапов А.И., Гоголинский К.В., Сясько В.А., Уманский А.С., Кондратьев А.В., Методические и метрологические аспекты измерения механических свойств материалов методом инструментального индентирования // Контроль. Диагностика 2016. №8. С. 16-21.

45. J. Boussinesq, Applications des Potentiels a l'étude de équilibre et du mouvement des solides élastiques (Gauthier-Villars, Paris, 1885).

46. H. Hertz, Ueber die Berührung fester elastischer Körper J. reine und angewandte Mathematik 92, 1882, pp. 156-171.

47. I.N. Sneddon, The relaxation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile Int. J. Engng. Sci. 3, 1965, pp. 47-57.

48. J.W. Harding and I.N. Sneddon, The elastic stresses produced by the indentation of the plane of a semi-infinite elastic solid, Proc. Cambridge Philos. Soc. № 41, pp. 16-26 (1945).

49. D.Tabor, A theory of static and dynamic hardness, Proc. R. Soc. London, Ser. A 192, 1948, pp. 289-292 .
50. N.A. Stillwell and D. "Elastic recovery of conical indentations" Proc. Phys. Soc. Lond. 78, 1961, pp. 169-178.
51. А.П. Терновский, В.П. Алехин, М.Х. Шорошов, М.М. Хрущев, В.Н. Скворцов, О микромеханических испытаниях материалов путем вдавливания, Завод. Лаб., 1973, №39, С.1242-1246.
52. С.И. Булычев, В.П. Алехин, М.Х. Шорошов, М.М. Хрущев, А.П. Терновский, и Г.Д. Шнырев, Определение модуля Юнга по диаграмме вдавливания индентора, Завод. Лаб., 1975, №41, С. 1137-1141.
53. С.И. Булычев, В.П. Алехин, М.Х. Шорошов, А.П. Терновский, Исследование механических свойств материалов с помощью кинетической диаграммы нагрузка-глубина отпечатка при микровдавливании, Проблемы Прочн., 1976, №9, С. 79-83.
54. М.Х. Шорошов, С.И. Булычев, В.П. Алехин, Сов. Физ. Докл. 26, 769 (1982).
55. С.И. Булычев, В.П. Алехин, Метод кинетической твердости и микротвердости в испытании вдавливанием индентора, Завод. Лаб., 1987, №53, С.76-80.
56. С.И. Булычев, В.П. Алехин, Испытание материалов непрерывным вдавливанием. Машиностроение, М. 1990 с. 224.
57. M.F. Doerner and W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments J. Mater. Res. 1, 1986, pp. 601-609.
58. W.C. Oliver, G.M. Pharr., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J. Mater. Res., Vol. 7, №6, 1992, pp. 1564-1583.
59. Oliver W. C., Pharr G. M., Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to technology, J. Mater. Res. 2004. Vol. 19. №1. pp. 3 – 20.

60. Григорович В. К. Твердость и микротвердость металлов. М.: Наука, 1976.
61. Усеинов С.С., Соловьев В.В., Гоголинский К.В. и др. Особенности применения метода наноиндентирования для измерения твердости на наномасштабе // Нанотехника №1(13). 2008. с.111-115.
62. А. Э. Асланян, Э. Г. Асланян, С. М. Гаврилкин, А. С. Дойников, И. Н. Темницкий, А. Н. Щипунов. Государственный первичный эталон твёрдости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования ГЭТ 211–2014// Измерительная техника №6, 2016, с. 3-6.
63. E. Aslanyan, P Krasowski, Necessity of Russian indentation standard base developemrent// IMEKO – 2010 TC3, TC5 and TC22 Conferences Metrology in Modern Contex, Pattaya, Thailand, 2010, pp.199-200.
64. A.M. Grishin, S.I. Khartsev, J. Bohlmark, M. Ahlgren. Ultra-hard AlMgB<sub>14</sub> coatings fabricated by RF magnetron sputtering from stoichiometric target // Pis'ma v ZhETF, vol. 100, iss. 10, pp. 766-773.
65. J. Dolbow, M. Gosz, Effect of out-of-plane properties of a polyimide film on the stress fields in microelectronic structures, Mechanics of Materials, Volume 23, Issue 4, August 1996, pp. 311-321.
66. B. Bhushan and X. Li, Micromechanical and tribological characterization of doped single-crystal silicon and polysilicon films for microelectromechanical systems devices, Journal of Materials Research, Volume 12, Issue 1, January 1997, pp.54-63.

## Приложение А



Учреждение науки  
**«ИНЖЕНЕРНО - КОНСТРУКТОРСКИЙ ЦЕНТР  
 СОПРОВОЖДЕНИЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ КОСМИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ»**  
 (Учреждение науки ИКСЭКТ)

197343, Санкт-Петербург, ул. Матроса Железняка, дом 57, литера А,

Телефон/факс: (812) 640-66-92, 640-66-94

[www.ikc-se.ru](http://www.ikc-se.ru), [mail@ikc-se.ru](mailto:mail@ikc-se.ru)

ИНН 7825684957, КПП 781401001

Утверждаю  
 Директор  
 Учреждения науки ИКСЭКТ  
 Федоров А.В.



2017 г.

### Справка

о внедрении результатов диссертационного исследования  
 Кондратьева Артема Витальевича

Результаты диссертационного исследования А.В. Кондратьева на тему: «Совершенствование метода инструментального индентирования и программно-аппаратных средств контроля твердости металлических покрытий в микро- и нанометровых диапазонах», представленного на соискание ученой степени кандидата технических наук, использованы в практике деятельности «Учреждение науки «Инженерно-конструкторский центр сопровождения эксплуатации космической техники»» в виде:

- использования алгоритма косвенной оценки функции формы индентора.
- использование методики поэлементной калибровки твердомеров, реализующих метод инструментального индентирования.

Начальник исследовательской  
 лаборатории НК

 Шипша В.Г.

## Приложение Б

Утверждаю  
главный инженер  
ООО "КОНСТАНТА"  
Булатов А.С.



Справка  
о внедрении результатов диссертационного исследования  
Кондратьева Артема Витальевича

Результаты диссертационного исследования А.В. Кондратьева на тему: «Совершенствование метода инструментального индентирования и программно-аппаратных средств контроля твердости металлических покрытий в микро- и нанометровых диапазонах», представленного на соискание ученой степени кандидата технических наук, использованы в практике деятельности ООО «КОНСТАНТА» в виде:

- использования алгоритма косвенной оценки функции формы индентора.
- использование методики поэлементной калибровки твердомеров, реализующих метод инструментального индентирования.

Указанные результаты используются при производстве и эксплуатации микро/нано твердомеров серии «КОНСТАНТА-МНТ».

Заместитель директора по производству

 Малков О.Л.