

Предложенный метод позволяет существенно расширить область применения пневмометрических методов измерения при решении широкого спектра задач внутренней и внешней газодинамики, связанных с исследованиями газовых потоков с ударными волнами.

Л и т е р а т у р а

1. Петунин А. Н. Методы и техника измерения газового потока (приемники давления и скоростного напора). М.: Машиностроение, 1972.
2. Carlson H. W., Morris O. A. Wind tunnel sonic boom testings // J. Aircraft. 1967. V. 4. N 3. P. 245—249.
3. Morris O. A., Miller D. S. Sonic boom wind tunnel testing techniques at high mach numbere // J. Aircraft. 1972. V. 9. N 9. P. 664—667.
4. Чиркашенко В. Ф., Юдинцев Ю. Н. Развитие методики измерений параметров звукового удара в сверхзвуковых аэродинамических трубах. Новосибирск: Изд-во ин-та теор. и прикл. механики СО АН СССР, 1983.
5. Абрамович Г. Н. Прикладная газовая динамика. М.: Наука, 1969.

6. Bannic W. J., Nebbeling C. Determination of the position of a shock wave from pitot tube experiments // AIAA J. 1969. V. 7. N 4. P. 796—797.

7. Таганов Г. И. Энтропийные эффекты в гиперзвуковых течениях газа // Тез. докл. II Всесоюз. съезда по теор. и прикл. механике, 1964. С. 206.

8. Тетерин М. П. Исследование течения газа в области падения скачка уплотнения на цилиндр, обтекаемый потоком большой сверхзвуковой скорости // Изв. АН СССР. Механика жидкости и газа. 1967. № 3. С. 92—97.

9. Yoodyer M. J. A new stagnation pressure probe having a high pressure recovery in supersonic flow // Instrum. aerospace industry: Proc. 18th Int. ISA Symp. Miami (FL, USA), 1972. V. 18.

10. Дейч М. Е. Техническая газодинамика. М.: Госэнергоиздат, 1961.

11. Краснов Н. Ф. и др. Аэродинамика ракет. М.: Высшая школа, 1968.

12. А. с. 01074221 РФ. Способ измерения параметров сверхзвукового потока / В. Ф. Чиркашенко, Е. Н. Затолока, Ю. Н. Юдинцев // Изобретения. Полезные модели. 2002. № 18.

13. Бабенко К. И. и др. Пространственное обтекание гладких тел идеальным газом. М.: Наука, 1964.

Дата принятия 22.10.2012 г.

53.08

Исследование влияния различных источников на суммарную погрешность измерения твердости методом измерительного наноиндентирования

Г. С. ЗОЛОТНИКОВА, В. В. СОЛОВЬЕВ, К. В. ГОГОЛИНСКИЙ, А. С. УСЕИНОВ

Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, Москва, Россия, e-mail: nanoscan@yandex.ru, useinov@mail.ru

Проанализированы источники погрешности измерения твердости методом измерительного индентирования в нанометровом диапазоне глубин внедрения. Выделены основные составляющие погрешности и предложены способы учета каждой из них. Представлены выводы о влиянии отдельных факторов на точность результата измерения и приведены результаты эксперимента.

Ключевые слова: механические свойства, твердость, наноиндентирование.

The sources of error of hardness measurement by the instrumented indentation method in nanometer range of penetration depths are analyzed. The main components of measurement error are isolated and the ways of accounting for each component are proposed. The conclusions on influence of separate factors on the overall hardness measurement accuracy and the experiment results are presented.

Key words: mechanical properties, hardness, instrumented indentation, nanoindentation.

Появление большого числа наноструктурированных материалов, тонких пленок и покрытий привело к созданию новой приборной базы для оценки и контроля различных физико-механических свойств. В частности, для измерений механических параметров нанообъектов широко используют нанотвердомеры и сканирующие зондовые микроскопы (СЗМ) с функцией измерения прикладываемой нагрузки. Такие приборы имеют различные типы конструкций, но их работа основана на реализации метода измерительного индентирования [1], который также называют наноиндентированием. Этот способ измерения твердости и модуля упру-

гости регламентирован международным стандартом [2], в котором подробно описаны требования к процедуре измерений, а также приведен ряд источников их неопределенности. Однако упомянутый стандарт не рассматривает степень влияния каждого параметра на точность результата. В различных исследованиях, проводимых в этой области [3 — 5], обсуждаются способы более точного численного определения того или иного источника погрешности, однако не предлагается сравнительная оценка влияния каждого из них. Поэтому анализ вклада различных составляющих погрешности измерения твердости методом измерительного индентирования является весьма актуальной задачей.

В данной работе рассмотрены способы учета факторов, влияющих на погрешность измерений механических свойств методом измерительного индентирования сканирующим нанотвердомером «НаноСкан-3Д». Оценен вклад в суммарную погрешность составляющих, обусловленных влияющими факторами.

Метод наноиндентирования основан на вдавливании твердого наконечника известной формы (индентора) в поверхность материала. При достижении заданной нагрузки индентор отводится в обратном направлении. В процессе измерения записываются значения нагрузки и соответствующего ей перемещения индентора в фиксируемые моменты времени. График полученной зависимости называют кривой нагружение — внедрение [1]. Типичный вид такой зависимости приведен на рис. 1.

В рамках данного метода твердость исследуемого образца рассчитывают как среднее контактное давление под индентором

$$H = P_{\max} / A_c, \quad (1)$$

где $P_{\max}$ — нагрузка в момент максимального внедрения индентора в материал; A_c — площадь проекции невосстановленного отпечатка, которая зависит от геометрии и контактной глубины внедрения индентора.

Контактную жесткость находят по формуле

$$S = 2E_R \sqrt{A_c} / \sqrt{\pi}. \quad (2)$$

Здесь E_R — приведенный модуль упругости (Юнга),

$$1/E_R = (1 - \nu^2)/E + (1 - \nu_i^2)/E_i, \quad (3)$$

где E , E_i и ν , ν_i — модули Юнга и коэффициенты Пуассона измеряемого материала и индентора, соответственно.

Контактную глубину индентирования, при которой индентор контактирует с поверхностью исследуемого материала, определяют как

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon(h_{\max} - h_i), \quad (4)$$

где ε — коэффициент, зависящий от формы индентора (для пирамиды типа Берковича он равен 0,75); $h_{\max}$ — максимальная глубина внедрения индентора; h_i — глубина, соответствующая пересечению касательной к кривой разгрузки с осью глубин внедрения и представляющая упругий прогиб поверхности при индентировании.

Источники погрешности метода. Анализ (1) — (4) показал, что погрешность измерения твердости методом измерительного индентирования зависит от прикладываемой нагрузки P , определения функции формы индентора $A(h)$, точности нахождения контактной глубины h_c . Последняя, в свою очередь, определяется погрешностями перемещения индентора, значения податливости системы нагружения, аппроксимации при обработке кривых нагружения. Кроме этого, погрешность измерения обусловлена влиянием внешних факторов (таких, как изменение температуры и влажности, вибрация и другие шумы), определением начальной точки контакта, параметрами рельефа исследуемой поверхности

[2], образованием навалов и упругого прогиба поверхности по контуру отпечатка и др. [6]. Перечисленные источники погрешности характерны для любого средства измерений реализующего метод наноиндентирования. В то же время вклад каждого источника в суммарную погрешность измерения изучен недостаточно. Решение данной задачи позволит существенно повысить точность измерения твердости в нанометровом диапазоне.

Приборная база. Для проведения эксперимента по оценке основных составляющих погрешности измерения механических свойств методом измерительного индентирования использовали сканирующий нанотвердомер «НаноСкан-3Д» (ТИСНУМ, Россия) [6 — 11]. Данный прибор — универсальное средство измерения, позволяющее комплексно исследовать геометрические и механические параметры поверхности с помощью одного измерительного преобразователя (датчика) в рамках единой измерительной процедуры [7] с сохранением всех условий проведения эксперимента (уровня вибраций, акустических и других шумов, температуры окружающего воздуха, влажности).

Механическая реализация декартовой системы координат СЗМ «НаноСкан-3Д» осуществляется трехкоординатным пьезокерамическим нанопозиционером (пьезосканером). Для исключения влияния составляющих погрешности, связанных с использованием пьезокерамических актюаторов и линеаризации перемещения, применяется схема обратной связи на основе емкостных датчиков перемещений [12].

Прикладываемая нагрузка контролируется путем измерения изгиба консоли датчика — кантилевера, для чего используется оптический датчик, образованный диодной оптикой, световой поток которой перекрывается одной из ветвей камертона [13]. Жесткость при изгибе составляет около 20 кН/м. Зная жесткость консоли, определяем нагрузку, приложенную к индентору:

$$P = kx,$$

где k — жесткость зонда при изгибе; x — перемещение индентора в результате отгиба кантилевера, измеряемого оптическим датчиком.

Конструктивные особенности СЗМ «НаноСкан-3Д» предполагают особый подход к реализации методов измерений механических свойств на рассматриваемом приборе. Прежде всего, это касается выбора методов и средств юстировки и определения метрологических параметров следующих функциональных элементов измерительной системы:

трехкоординатного пьезосканера (перемещение образца); камертонного датчика — кантилевера (приложение нагрузки);

оптического датчика (контроль прикладываемой нагрузки);

алмазного индентора (функция формы для определения контактной площади при индентировании).

Суммарная погрешность состоит из приборных погрешностей, обусловленных метрологическими характеристиками используемых средств измерений и определяемых в ходе

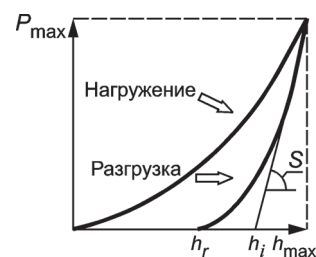


Рис. 1. Типичный вид кривой нагружение — внедрение

калибровки, а также методических составляющих, требующих вычисления экспериментально-расчетным путем. К приборным погрешностям относятся погрешности измерений прикладываемой нагрузки и перемещения индентора, а также погрешность измерения линейных размеров с помощью СЗМ. Далее рассмотрим погрешности нахождения податливости измерительной системы, функции формы индентора, контактной глубины, площади отпечатка и результирующего значения твердости, являющиеся функциональными зависимостями от перечисленных выше параметров.

Податливость измерительной системы представляет собой суммарные паразитные перемещения элементов конструкции прибора, не связанные с внедрением индентора в поверхность материала при механических испытаниях. Следует отметить, что способ закрепления образца также может оказывать влияние на податливость.

Общая податливость C , регистрируемая при измерении методом наноиндентирования, равна сумме податливостей измерительной системы C_0 и области контакта C_k :

$$C = C_0 + C_k.$$

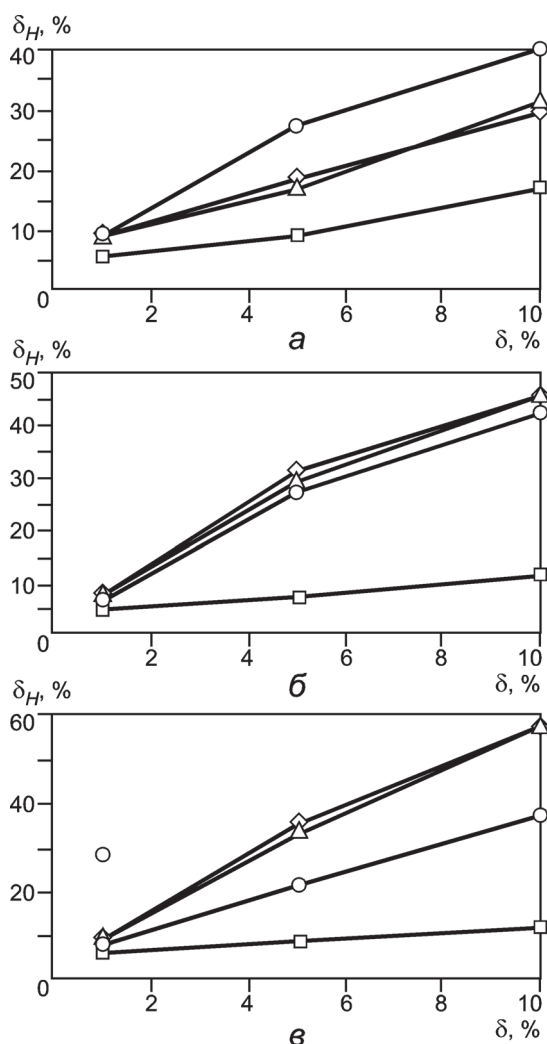


Рис. 2. Экспериментальная оценка влияния отдельных факторов на погрешность измерения твердости δ_H при различных нагрузках $P = 5; 20; 50$ мН на образец, соответственно а, б, в; $\diamond$ — податливость C ; $\circ$ — контактная глубина индентора h_c ; $\square$ — функция формы индентора $A(h)$; $\triangle$ — задание прикладываемой нагрузки P

Согласно рекомендациям [2] податливость измерительной системы прибора можно определить следующим образом: на поверхности стандартного образца с известным значением модуля упругости (Юнга) проводят серию измерений методом наноиндентирования с разными нагрузками. Для каждой из полученных кривых нагружение — внедрение определяют общую податливость $C = 1/S$, где S — жесткость, согласно выражению (2). Подставляя площадь A_c из (1) в (2), получаем

$$C = \sqrt{\pi H} / (2E_R \sqrt{P}).$$

Таким образом, построив зависимость податливости от нагрузки $C = f(1/\sqrt{P})$ для серии измерений, можно определить податливость измерительной системы C_0 .

Для нахождения C_0 набор экспериментальных точек аппроксимируется линейной функцией $y = ax + b$ по методу

наименьших квадратов (МНК). Здесь $x = 1/\sqrt{P}$, а коэффициент b соответствует податливости при бесконечно большой нагрузке, что эквивалентно C_0 . Это значение будет использоваться в дальнейшем при обработке всех экспериментальных кривых. Погрешность определения податливости измерительной системы прибора зависит от точности нахождения b [14].

Функция формы индентора. Одним из наиболее важных этапов в подготовке к проведению измерений методом наноиндентирования является определение геометрических параметров наконечника (индентора). В данной работе рассмотрены результаты применения трехгранных алмазных инденторов. Все инденторы перед использованием проходят аттестацию с помощью СЗМ. Суть этой процедуры заключается в сканировании вершины индентора кремниевым кантилевером СЗМ. На полученном трехмерном изображении с заданным шагом строится серия сечений, перпендикулярных оси индентора, и рассчитывается площадь каждого из них. Полученный набор точек $[A_i, h_i]$ аппроксимируется функцией вида $A_c = ah_c + bh_c^2$, представляющей собой функцию формы индентора, где a, b — коэффициенты аппроксимации. Погрешность найденных значений определяется геометрией индентора и метрологическими характеристиками СЗМ:

$$\delta A' = f(\delta_{xy}),$$

где δ_{xy} — погрешность измерения линейных размеров в плоскости XY .

Контактная глубина. Наличие податливости измерительной системы приводит к тому, что реальное внедрение индентора в материал не соответствует измеренному смещению зонда. В связи с этим значение глубины в каждой точке зависимости нагружение — внедрение пересчитывается по формуле

$$h = z - C_0 P,$$

где z — показания емкостного датчика трехкоординатного пьезосканера по оси Z .

При вычислении h_c в (4) учитывается упругий прогиб поверхности, определяемый значением h_f . Один из способов

нахождения h_i заключается в аппроксимации начальной части (обычно не более 20 %) кривой разгрузки линейной функцией. Тогда h_i и ее погрешность можно вычислить с помощью МНК [12].

Найдя все необходимые параметры, можно оценить погрешность h_c :

$$\delta_{h_c} = f(\delta_{h_i}, \delta_{h_{\max}}(\delta_z, \delta P, \delta C_0)),$$

где δ_{h_i} — погрешность определения h_i ; $\delta_{h_{\max}}(\delta_z, \delta P, \delta C_0)$ — погрешность определения максимальной глубины внедрения индентора, которая, в свою очередь, зависит от метрологических характеристик прибора и погрешности определения податливости измерительной системы.

Нахождение площади отпечатка и расчетного значения твердости. Подставив значение контактной глубины отпечатка в известную функцию формы индентора, найдем площадь проекции отпечатка. Следует отметить, что погрешность оценки ΔA этой площади характеризуется значением таких составляющих, как погрешности определения податливости и прикладываемой нагрузки, метрологическими характеристиками СЗМ, применяемого при аттестации индентора и др. [5].

Зная погрешность $A(h_c)$, можно оценить точность расчетного значения твердости $H = P_{\max}/A(h_c)$:

$$\delta_H = f(\delta P, \delta A_{h_c}(\delta h_c)),$$

где δP — погрешность измерения прикладываемой максимальной нагрузки; $\delta A_{h_c}(\delta h_c)$ — погрешность определения площади сечения отпечатка на глубине h_c .

Анализ погрешности на основе экспериментальных данных. Для определения степени влияния отдельно взятых источников погрешности провели ряд измерений твердости методом измерительного индентирования с максимальной нагрузкой на образец 5, 20 и 50 мН с помощью сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-ЗД». В качестве тестового образца взяли плавный кварц (твердость $(9,2 \pm 0,5)$ ГПа). Измерения проводили в лаборатории при температуре $(20,0 \pm 0,1)$ °С. Для уменьшения воздействия внешних факторов прибор поместили в защитный бокс и установили на виброизоляционную платформу. В качестве индентора использовали трехгранную пирамиду Берковича. Значение податливости измерительной системы прибора, используемое в расчетах, $C_0 = (54,0 \pm 0,8)$ нм/мН.

Для каждой полученной экспериментальной зависимости нагружения — внедрения погрешность каждого из контролируемых параметров (податливости C , функции формы индентора $A(h)$, точности определения контактной глубины внедрения индентора h_c , задания прикладываемой нагрузки P) принимали равной 1; 5; 10 % и при этом фиксировали изменения погрешности расчетного значения твердости. Расчет проводили исходя из предположения, что все выявленные источники погрешности являются независимыми. Результаты анализа представлены на рис. 2. По оси абсцисс на каждом графике отложены относительные погрешности δ исследуемых параметров. На оси ординат отмечены относительные погрешности измерений твердости δ_H .

Проанализировав полученные результаты, можно сделать следующие выводы:

точность задания прикладываемой нагрузки должна быть очень высокой, так как ее уменьшение влечет за собой

резкое увеличение погрешности результата измерений. Это характерно для всех диапазонов нагрузок;

способ определения податливости должен обладать высокой точностью, так как даже небольшой разброс значений податливости значительно увеличивает погрешность результата измерений. Это характерно для всех диапазонов нагрузок;

точность измеренного значения твердости в малой степени зависит от погрешности определения функции формы индентора. Однако ее увеличение может привести к существенному росту погрешности измерения твердости при малых нагрузках;

увеличение погрешности определения контактной глубины приводит к значительному снижению точности результата измерений на малых нагрузках. При нагрузках свыше 20 мН ее влияние слабеет.

Таким образом, установлено, что основные влияющие на результат измерения факторы — точность определения податливости измерительной системы прибора и погрешность прикладываемой нагрузки. При этом степень влияния податливости системы на погрешность определения твердости будет тем выше, чем более мягкой является конструкция датчика измерительного прибора.

Проведенное исследование позволило оценить степень влияния основных источников погрешности на суммарную погрешность измерений твердости методом измерительного индентирования. Показано, что точность измерения податливости системы в значительной степени определяет достоверность результатов измерений твердости, тогда как другие параметры достаточно легко поддаются контролю и оказывают значимое влияние на точность результата лишь в диапазоне малых нагрузок.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ (государственный контракт № 16.523.12.3003).

Л и т е р а т у р а

1. **Oliver W. C., Pharr G. M.** Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // J. Mater. Res. 2004. V.19. N 1. P. 3—20.
2. **ISO 14577.** Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters.
3. **Chudoba T., Jennett N. M.** Higher accuracy analysis of instrumented indentation data obtained with pointed indenters // J. Phys. D: Appl. Phys. 2008. T. 41. P. 215407—215422.
4. **Mencik J., Swain, M. V.** Errors Associated with Depth-Sensing Microindentation Tests // J. Mater. Res. 1995. V. 10. N 6. P. 1491—1501.
5. **Aldrich-Smith G., Jennett N. M., Hangen U.** Direct measurement of nanoindentation area function by metrological AFM // Z. Metallkd. 2005. V. 96. N 11. P. 1267—1271.
6. **Гоголинский К. В., Львова Н. А., Усеинов А. С.** Применение сканирующих зондовых микроскопов и нанотвердомеров для измерения механических свойств твердых материалов на наномасштабе (обобщающая статья) // Заводская лаборатория. 2007. Т. 73. № 6. С. 28—36.
7. **Усеинов С. С. и др.** Измерение механических свойств материалов с нанометровым пространственным разрешением // Наноиндустрия. 2010. № 2. Р. 30—35.
8. **Useinov A., Gogolinskiy K., Reshetov V.** Mutual consistency of hardness testing at micro- and nanometer scales // Int. J. Mater. Res. 2009. № 7. С. 968—972.

9. Усеинов А. С., Усеинов С. С. Измерение механических свойств методом царапания // Наноиндустрия. 2010. № 6. С. 28—32.

10. Усеинов А. С., Кравчук К. С., Кенигфест А. М. Исследование механических свойств углеродных композиционных материалов // Наноиндустрия. 2011. № 6. С. 24—26.

11. Гоголинский К. В., Решетов В. Н., Усеинов А. С. Об унификации определения твердости и возможности перехода при ее измерении к размерным величинам // Измерительная техника. 2011. № 7. С. 28—34; Gogolinskii K. V., Reshetov V. N., Useinov A. S. Unification of hardness determination and possibility of transferring it to dimensional values // Measurement Techniques. 2011. V. 54. N 7. P. 781—789.

12. Мещеряков В. В., Мещеряков А. В. Измерительные схемы для емкостных датчиков систем нанопозиционирования сканирующих зондовых микроскопов // Датчики и системы. 2010. № 3(130). С. 46—48.

13. Баранова Е. О. и др. Расчет напряженно-деформированного состояния зонда при статических измерениях СЗМ НаноСкан // Датчики и системы. 2010. № 3 (130). С. 49—52.

14. Шор Я. Б. Статистические методы анализа и контроля качества и надежности. М.: Госэнергоиздат, 1962.

Дата принятия 19.03.2012 г.

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

532.23.16

Экспериментальное исследование теплопроводности водных растворов триметилгидразина в зависимости от температуры и давления

М. А. ЗАРИПОВА

Таджикский технический университет им. М. С. Осими, Душанбе, Таджикистан,
e-mail: mohirai69@list.ru

Приведены результаты экспериментального исследования теплопроводности водных растворов триметилгидразина в интервалах температур 293,5 — 568,9 К и давлений 0,101 — 49,1 МПа. На основе экспериментальных данных и закона соответствующих состояний получены эмпирические уравнения.

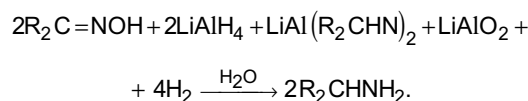
Ключевые слова: коэффициент теплопроводности, триметилгидразин, цилиндрический бикалориметр.

The results of experimental study of trimethylhydrazine water solutions' thermal conductivity in range of temperatures 293,5 — 568,9 K and pressure 0,101 — 49,1 MPa are presented. The empirical equations based on experimental data and the law of relevant states are received.

Key words: thermal conductivity coefficient, trimethylhydrazine, cylinder bicalorimeter.

Для расчета тепловых процессов и теплового баланса требуются данные по теплофизическим свойствам, в том числе теплопроводности водных растворов триметилгидразина или чистого триметилгидразина. В статье представлены основные газодинамические характеристики процессов детонации, мгновенного сгорания (взрыва) в постоянном объеме, горения при постоянном давлении и дефлаграционного горения для гидразина, метилгидразина, 1,1- и 1,2-диметилгидразина, триметилгидразина в смесях с кислородом и воздухом при разбавлении их аргоном и варьировании начальных значений давления и температуры. Проанализированы основные параметры процессов для газообразного топлива и гетерогенной смеси, когда топливо представляет собой мелкодисперсное распыленное облако в среде окислителя.

Так, из диметилгидразона формальдегида при действии алюмогидрида лития можно получить триметилгидразин $(\text{CH}_3)_2\text{NNHCH}_3$, который трудно синтезировать другими методами. Оксиды альдегидов и кетонов под действием алюмогидрида лития превращаются в первичные амины:



Коэффициент теплообмена между теплоносителем и поверхностью определяют на основе теплофизических характеристик теплоносителя и соприкасающихся поверхностей теоретическими и экспериментальными методами.