

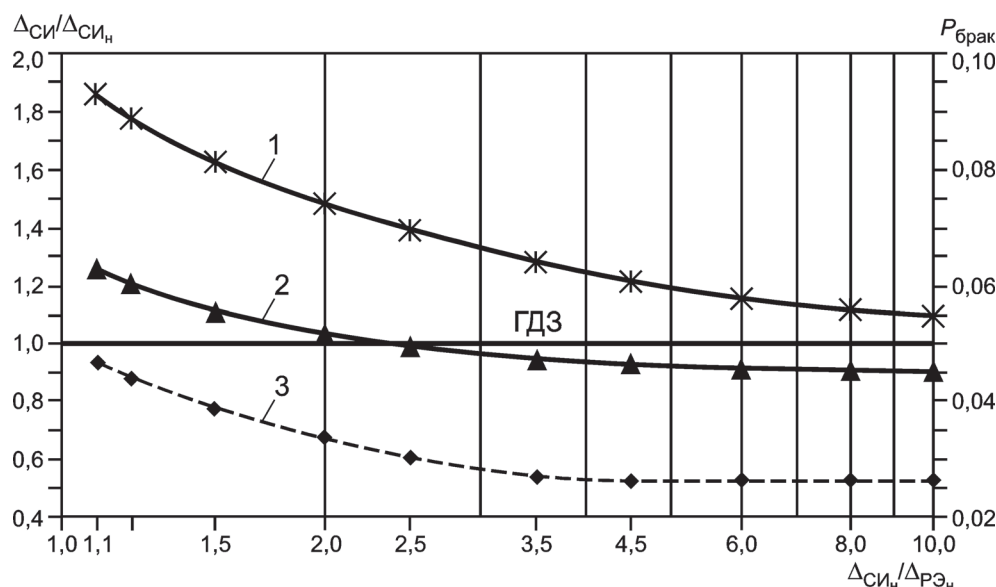


Рис. 5. Зависимости МХ поверенных СИ (при нестабильности $0,2\Delta_{СИн}$) от коэффициента запаса по точности эталона для случая подтверждения соответствия при поверке методом отбраковки: 1 — для максимальной погрешности; 2 — для доверительного интервала $P = 0,95$; 3 — вероятность бракования СИ ($P_{брак}$); ГДЗ — граница допускаемых значений

Литература

1. **МИ 187—86.** ГСИ. Достоверность и требования к методикам поверки средств измерений.

7. **Минько А. А.** Функции в Excel: Справочник пользователя. М.: Эксмо, 2007.

Дата принятия 11.10.2014 г.

2. **МИ 188—86.** ГСИ. Средства измерений. Установление значений параметров методик поверки.

3. **ГОСТ 8.009—84.** ГСИ. Нормируемые метрологические характеристики средств измерений.

4. **ГОСТ Р 54500.3.1—2011.** Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008. Доп. 1:2008. Неопределенность измерения. Ч. 3. Руководство по выражению неопределенности измерения. Доп. 1. Трансформирование распределений с использованием метода Монте-Карло.

5. **Фридман А. Э.** Основы метрологии: Современный курс. СПб.: НПО «Профессионал», 2008.

6. **РМГ 74—2004.** ГСИ. Методы определения межповерочных и межкалибровочных интервалов средств измерений.

620.178.15

Исследование неоднородности мер твердости для передачи шкал Мартенса при nanoиндентировании

А. Э. АСЛАНЯН, Э. Г. АСЛАНЯН, С. М. ГАВРИЛКИН, А. Н. ЩИПУНОВ

Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений, Менделеево, Россия, e-mail: aslanyan@vniiftri.ru

Приведена информация об этапах создания государственного первичного эталона твердости по шкалам Мартенса и по шкалам индентирования для обеспечения единства измерений в области nanoиндентирования. Обоснован выбор материалов для создания мер твердости на основании экспериментальных исследований.

Ключевые слова: nanoиндентирование, твердость по шкалам Мартенса, меры твердости.

The information on the stages of creating a national primary hardness standard machine on Martens and on indentation hardness scales for the purpose of ensuring the uniformity of measurements in the field of nanoindentation is presented. The choice of materials for creation of hardness test blocks based on experimental study results is proved.

Key words: nanoindentation, Martens hardness, hardness measures.

Инструментальное индентирование в нанодиапазоне методами непрерывной регистрации силы вдавливания и глубины погружения позволяет получать информацию о физико-механических свойствах материалов на глубинах до 200 нм, тонких пленок и покрытий, отдельных зерен и фаз в

поликристаллических материалах [1—4]. В последнее десятилетие ряд компаний разработали и приступили к выпуску сложной высокоточной аппаратуры, позволяющей измерять твердость по шкалам Мартенса в соответствии со стандартом [5] для определения физико-механических свойств материалов и продуктов нанотехнологий.

Методы инструментального индентирования в нанодиапазоне заключаются в совместных измерениях усилий, прикладываемых к индентору, и перемещений индентора (с разрешением выше, чем 1 нм) при внедрении его в исследуемый материал. В результате совместных измерений определяют зависимость силы вдавливания от соответствующих перемещений в процессе приложения и снятия нагрузки. Анализ этих зависимостей позволяет получать достоверную информацию как о твердости исследуемого объекта, так и о других механических свойствах, в частности о модуле Юнга, соотношении упругой и пластической деформаций, критической силе упругопластического перехода и др.

Твердость при инструментальном индентировании в нанодиапазоне определяют при регламентированной обработке первичных данных тем или иным методом. Метод оценки твердости по шкалам Мартенса описан в стандарте [6]. Реализация организационных и технических мер по обеспечению единства измерений (в частности, создание мер твердости в наношкале) позволит создать метрологическую систему измерений в этой области и обеспечить прослеживаемость к государственному эталону [7].

Работы, проводимые во ВНИИФТРИ по созданию государственного первичного эталона твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования, являются логическим продолжением деятельности по внедрению стандарта [6] и совершенствованию Государственного первичного специального эталона твердости металлов по шкалам Виккерса ГЭТ 31—2010, в котором была расширена нижняя граница диапазона испытательных нагрузок от 98,1 до 9,8 мН.

С метрологической точки зрения, особенности измерений твердости в нанодиапазоне, отличающие их от индентирования на макроуровне, заключаются в малых масштабах измеряемых усилий (от десятков микроныютонов до сотен миллиныютонов) и перемещений (от единиц до тысяч нанометров), а также в более жестких требованиях к точности измерений этих величин, так как при анализе зависимостей усилий, прикладываемых к индентору, от его перемещения и вычислении конечных значений (твердости по Мартенсу, модуля упругости и т. д.) приходится оперировать не только значениями измеренных величин, но и их приращениями, из-за чего роль влияющих факторов существенно возрастает. Необходимо достоверно определить не только номинальную форму индентора, но и отклонения формы его вершины от идеальной геометрии, вызванные притуплением, сколами и другими дефектами вблизи его острия, т. е. на расстояниях от острия индентора, сравнимых с глубиной индентирования. Влияние на результат измерений могут оказать условия закрепления образца, а также механические свойства подложки. При проведении пробных измерений необходимо убедиться в репрезентативности объекта исследований, стационарности и эргодичности измерительного процесса, определить параметры разброса.

Числа твердости по шкалам Мартенса рассчитывают как отношение нагрузки, приложенной к наконечнику, к площади поверхности внедрившейся части наконечника

$$HM = P/A_s(h),$$

где P — нагрузка, прикладываемая к наконечнику; $A_s(h)$ — площадь поверхности внедрившейся части наконечника; h — глубина внедрения, отсчитываемая от невозмущенной поверхности образца.

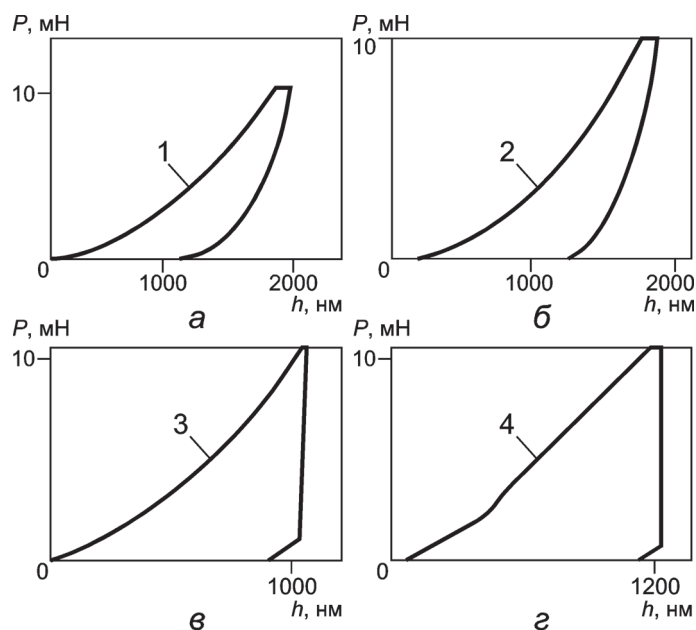


Рис. 1. Диаграммы вдавливания наконечника в исследуемые образцы, изготовленные из:

1 — поликарбоната, $HM = 0,14$; 2 — полиметилметакрилата, $HM = 0,23$; 3 — золота, $HM = 0,72$; 4 — алюминия, $HM = 0,64$

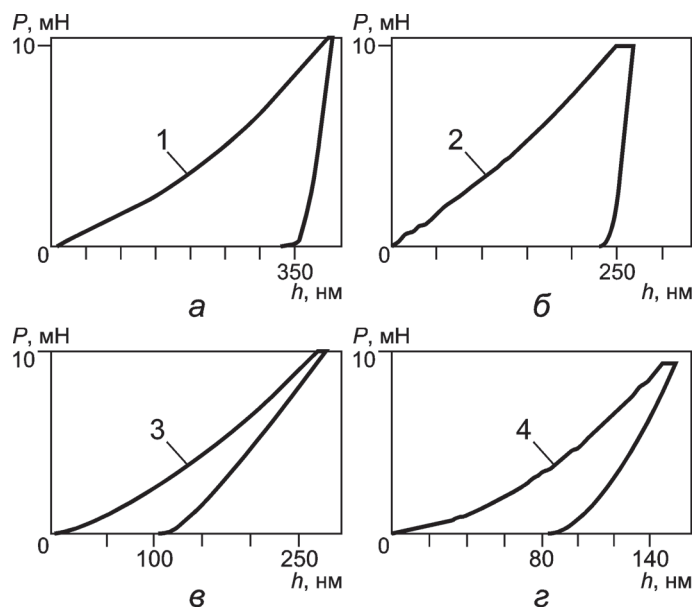


Рис. 2. Диаграммы вдавливания наконечника в исследуемые образцы, изготовленные из:

1 — латуни, $HM = 4,4$; 2 — вольфрама, $HM = 8,2$; 3 — плавленного кварца, $HM = 9,2$; 4 — сапфира, $HM = 17,4$

Для измерений твердости по шкалам Мартенса на создаваемом эталоне используют наконечник Берковича, представляющий алмазную пирамиду с основанием в виде равностороннего треугольника. Угол между высотой пирамиды и боковой гранью равен 65° .

Для расчета метрологических характеристик создаваемого эталона, таких, как пределы неисключенной систематической погрешности и среднее квадратическое отклонение (СКО), необходимо вычислить погрешности приложения

нагрузки и перемещений наконечника в образце при индентировании, а также погрешность определения контактной площади поверхности наконечника. Определить эти погрешности можно с помощью: аналитических весов для калибровки эталона по нагрузкам с разрешением 1 мкН; лазерного интерферометра для калибровки эталона по перемещениям с разрешением 0,1 нм; атомно-силового микроскопа и трехкоординатного гетеродинного лазерного интерферометра [8] для определения площади поверхности эталонных наконечников.

Передача чисел твердости по шкалам Мартенса от государственного эталона рабочим средствам измерений должна проводиться с помощью эталонных мер твердости, изготовленных из различных материалов. В соответствии с [9] меры твердости, применяемые для хранения и передачи шкал Мартенса, должны быть однородными и изотропными по объему, химически инертными, иметь долговременную стабильность характеристик и устойчивость геометрических размеров мер к температурному дрейфу. Такими свойствами обладают материалы с аморфной структурой: стекла и монокристаллы с выбранным направлением, например, плавленый кварц, некоторые сорта стекол и пластиков, монокристалл алюминия (100) и т. д.

Рабочий диапазон твердости по шкалам Мартенса можно разбить на три участка: 0,01—0,2 ГПа — соответствуют образцы из резины и пластмассы; 0,2—10 ГПа — из цветных металлов, стали, различных видов кварца, кремния; 10—100 ГПа — из твердых сплавов, керамики, сапфира.

Выбирая подходящий материал для мер твердости, исследовали следующие образцы: поликарбонат, полиметилметакрилат (первый участок диапазона); золото, латунь, монокристаллы алюминия и вольфрама, плавленый кварц (второй участок); сапфир (третий участок). Все образцы проверили на однородность по твердости по шкалам Мартенса при разных нагрузках. На рис. 1 представлены зависимости прикладываемой к наконечнику нагрузки от глубины его внедрения в образцы из поликарбоната, полиметилметакрилата, золота, монокристалла алюминия, а на рис. 2 в образцы из латуни, монокристалла вольфрама, плавленого кварца, сапфира.

Однородность образцов исследовали следующим образом. На всей поверхности образцов выполняли по 25 измерений в каждой из 9 серий. Нагрузку в каждой серии меняли в интервале 0,1—500 мН. Для характеристики однородности мер твердости по шкалам Мартенса использовали коэффициент вариации v , т. е. отношение СКО результатов измерений к среднему арифметическому значению. В таблице представлены зависимости коэффициентов вариации результатов измерений твердости от приложенной нагрузки для разных материалов.

Зависимость коэффициента вариации v , %, результатов измерений твердости от приложенной нагрузки для образцов из различных материалов

Материал меры	Нагрузка P , мН				
	0,1	1	10	100	500
Поликарбонат	2,5	1,8	1,3	0,9	0,8
Полиметилметакрилат	5,9	5,1	4,0	2,6	1,8
Золото	7,1	5,8	4,6	4,0	3,4
Монокристалл алюминия	9,4	8,5	7,6	6,2	4,9
Латунь	7,7	6,9	6,2	4,9	3,0
Монокристалл вольфрама	7,4	6,3	5,5	4,8	4,1
Плавленый кварц	2,0	1,7	1,3	0,6	0,4
Сапфир	—	5,0	4,0	2,8	1,9

Из таблицы следует, что с уменьшением нагрузки и соответственно глубины внедрения, неоднородность мер твердости увеличивается, так как при малых глубинах внедрения различные дефекты и неоднородности в материале оказывают большое влияние на измерения твердости. Наиболее однородными мерами являются меры твердости из поликарбоната, плавленого кварца и сапфира. Коэффициент вариации результатов измерений твердости по шкалам Мартенса для поликарбоната изменяется в диапазоне 2,5—0,8 %, для плавленого кварца — 2,0—0,4 %, для сапфира — 5,0—1,9 %.

Выводы. В результате проведенных экспериментов были отобраны три материала — поликарбонат, плавленый кварц и сапфир для передачи шкал твердости Мартенса на всем рабочем диапазоне создаваемого государственного эталона рабочим средствам измерений. Эти материалы являются оптимальными и обладают наименьшей вариацией по твердости в широком диапазоне нагрузок.

Создание эталонной базы в области наноиндентирования будет способствовать существенному повышению уровня отечественных разработок в области нанотехнологий и наноиндустрии, а также повышению их качества, востребованности и конкурентоспособности.

Л и т е р а т у р а

1. Булычев С. И. и др. Определение модуля Юнга по диаграмме вдавливания индентора // Заводская лаборатория. 1975. Т. 41. № 9. С. 1137—1140.
2. Oliver W. C., Pharr G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // J. Mat. Res. 2004. V. 19. № 1. P. 3—19.
3. Головин Ю. И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009.
4. Головин Ю. И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикрообъемах, тонких приповерхностных слоях и пленках: Обзор // ФТТ. 2008. Т. 50. № 12. С. 2113—2142.
5. ISO 14577-1:2013. Материалы металлические. Определение твердости и других параметров материалов инструментальным методом вдавливания. Часть 1. Метод испытаний.
6. ГОСТ Р 8.748—2011. ГСИ. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний.
7. Aslanyan E., Krasowsky P. Necessity of Russian nanoindentation standard base development // IMEKO 2010 TC3, TC5 and TC22: Conf. Metrology in Modern Context. Pattaya, Thailand, 2010. P. 199—200.
8. Гоголинский К. В. и др. Исследование метрологических характеристик измерительного сканирующего зондового микроскопа с применением калибровочных решеток типа TGZ // Измерительная техника. 2012. № 4. С. 18—21; Gogolinskii K. V. e. a. Investigation of the metrological characteristics of a scanning probe measuring microscope using TGZ type calibration gratings // Measurement Techniques. 2012. V. 55. N. 4. P. 400—405.
9. Herrmann K. e. a. Investigation of the properties of candidate reference materials for the calibration of nanoindentation instruments // Z. Metallkd. 2003. V. 94. N. 7. P. 802—806.

Дата принятия 10.11.2014 г.