

## К ВОПРОСУ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЯ ТВЕРДОСТИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ

Голубев С.С.<sup>1</sup>, Уманский А.С.<sup>2</sup>, Кондратьев А.В.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Росстандарт. E-mail: sergolub@gmail.com

<sup>2</sup>Санкт-Петербургский горный университет, Санкт-Петербург, Россия.

E-mail: refreshermd@gmail.com, kondratiev91@rambler.ru

При комплексном контроле функциональных покрытий, отличающихся большой гаммой используемых материалов, одной из главных характеристик качества является твердость. Однако, в большинстве случаев их малая толщина накладывает серьезные ограничения на применимость традиционных методов измерения твердости, с вытекающими отсюда вопросами обеспечения достоверности и единства измерений при наличии большого числа влияющих факторов. Анализ показывает, что представляется перспективным использование метода инструментального индентирования для решения рассматриваемой задачи, однако, в рамках существующей поверочной схемы для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования передача единицы твердости от первичного эталона к средствам измерений происходит через рабочие эталоны. ГЭТ 211-1024 предназначен для хранения, воспроизведения и передачи значений твердости материалов по шкалам Мартенса в числах  $HM$  и шкалам индентирования в числах  $H_{IT}$  рабочим эталонам методом прямых измерений и рабочим средствам измерений методом сравнения с помощью мер [1]. 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.

Традиционно проверка конечных средств измерений происходит в два этапа – поэлементная калибровка элементов измерительной установки независимыми методами, в рассматриваемом случае, согласно рекомендациям, данным в [2], а окончательная верификация параметров измерительной установки, путем измерения образцов материалов с известными свойствами в соответствии с общими принципами, изложенными в [3]. Чаще всего в данной процедуре используют меры из поликарбоната, плавленого кварца и сапфира. По этим мерам так же производится определение функции формы индентора, поправочных коэффициентов  $\beta$  и  $\epsilon$ , податливости рамы.

При расчете твердости по методу инструментального индентирования на результат измерений существенно влияет соотношение модуля упругости к твердости материала, чем меньше соотношение  $E/H$  исследуемого

материала, тем больше ошибка при расчете величины контактной глубины  $h_c$ , связанная с неидеальностью формы индентора при вершине и влиянием расчетных коэффициентов. Для эталонных мер твердости из поликарбоната, плавленого кварца и сапфира ошибка в измерениях может достигать 19, 10 и 5 % соответственно [4]. Таким образом, на этапе поверки рабочих эталонов (измерении механических свойств мер) существует вероятность получения результатов с большими значениями неустранимой методической погрешности.

На практике, для обеспечения требуемых стандартами значений повторяемости и погрешности происходит фактически «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 и сплавов, которые широко применяются в качестве покрытий, результаты измерений твердости и модуля упругости существенно меняются в зависимости от величины нагрузки, а, соответственно, и глубины индентирования [5].

Особенно критично это сказывается при оценке свойств тонких пленок, покрытий и модифицированных слоев в нано- и микрометровом диапазоне, так как при малых глубинах индентирования будет иметь место существенное завышение значений результатов измерения твердости и модуля упругости, что, в свою очередь, приведет к завышению требований к технологическим покрытиям и затруднению понимания реальных свойств тонких пленок, покрытий и модифицированных слоев.

Выходом из этой ситуации является тщательный подход к оценке функции формы индентора в области глубин индентирования, сопоставимых с радиусом наконечника индентора, и переход от использования мер твердости к стандартным образцам свойств. Для устранения влияния методической составляющей неопределенности результатов измерения и с целью обеспечения единства измерений механических свойств покрытий 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 (факторов) на неопределенность 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 будут являться 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.

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, которая также реализуется в настоящее время при измерениях механических свойств в микро- и нанометровых диапазонах.

Реализация предлагаемого подхода при измерении твердости функциональных покрытий предполагает расширение линейки стандартных образцов свойств для разных классов материалов (металлов, пластиков, твердых кристаллов и т.п.). 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, что подтверждено результатами моделирования и экспериментов.

### Список литературы

1. Асланян А. Э., Асланян Э. Г., Гаврилкин С. М. и др. Государственный первичный эталон твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования ГЭТ 211–2014 // Измерительная техника. 2016. № 6. С. 3 – 6.
2. ГОСТ Р 8.904–2015. Государственная система обеспечения единства измерений. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Ч. 2. Поверка и калибровка твердомеров.
3. Golubev S.S., Golubev S.N. Traceability of measurement results in the nanometric range to the units of the international system of units of physical quantities. Measurement Techniques. 2011. Т. 53. № 11. С. 1209 – 1214.
4. Потапов А.И., Гоголинский К.В., Сясько В.А. и др. Методические и метрологические аспекты измерения механических свойств материалов методом инструментального индентирования // Контроль. Диагностика 2016. № 8. С. 16 – 21.
5. Grishin A.M., Khartsev S.I., Bohlmark J., Ahlgren M. Ultra-hard AlMgB14 coatings fabricated by RF magnetron sputtering from stoichiometric target // Pis'ma v ZhETF. V. 100. Is. 10. P. 766 – 773.

### РАЗРАБОТКА МЕТОДА КОНТРОЛЯ БЕТОННЫХ ИЗДЕЛИЙ ПО ПАРАМЕТРАМ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ОТКЛИКА НА МЕХАНИЧЕСКОЕ ВОЗДЕЙСТВИЕ

Данн Д.Д.

Томский политехнический университет, Томск, Россия. E-mail: dddann@tpu.ru

Армированный стальной арматурой бетон, является основным строительным материалом в строительстве и используемом при строительстве крупногабаритных сооружений. Большинство таких сооружений, эксплуатируются длительное время в условиях воздействия статических и динамических механических напряжений в бетоне появляются и развиваются трещины, которые в конечном итоге приводят к непредвиденному разрушению конструкции. Поэтому необходимо своевременно проводить контроль, в связи с этим активно ведутся исследования в этом направлении, используя методы акустической и электрической эмиссии [1], ультразвукового контроля [2], импакт-эхо методы [3], методы с использованием встроенных пьезоэлектрических элементов, методы акустической и электрической томографии и другие. Одним из таких методов является метод контроля бетона по параметрам электрического отклика на импульсное механическое воздействие [4].

Суть метода состоит в том, что объект исследования подвергается упругому ударному воздействию, в результате чего в образце начинают распространяться акустические волны и отражаться от границ образца. В