

**МЕЖДУНАРОДНОЕ СОТРУДНИЧЕСТВО ФГУП
«ВНИИФТРИ» В ОБЛАСТИ ИЗМЕРЕНИЙ ТВЁРДОСТИ**

А.Э. Асланян

*ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево, Московская обл.
andrey_aslanyan@vniiftri.ru*

В статье приводятся результаты международного сотрудничества ВНИИФТРИ в области измерений твёрдости. Дается информация о проведённых и текущих сличениях и о работе в различных международных комитетах.

Ключевые слова: шкалы твёрдости, сличения, КОOMET, МБМВ, ИСО

**INTERNATIONAL COOPERATION OF FSUE “VNIIFTRI”
IN THE FIELD OF HARDNESS MEASUREMENTS**

A.E. Aslanyan

*FSUE “VNIIFTRI”, Mendeleevo, Moscow region
andrey_aslanyan@vniiftri.ru*

The article presents the results of international cooperation of VNIIFTRI in the field of hardness measurements. Information on carried out and current comparisons and on work in various international committees is given.

Key words: hardness scales, comparisons, COOMET, BIPM, ISO.

Государственные первичные эталоны твёрдости по шкалам Роквелла и Супер-Роквелла (ГЭТ 30-2018), Бринелля (ГЭТ 33-85), Виккерса (ГЭТ 31-2010), Шора D и Либа (ГЭТ 161-2019), Мартенса и индентирования (ГЭТ 211-2014) содержатся и применяются во ФГУП «ВНИИФТРИ». Метрологические характеристики указанных эталонов не уступают лучшим мировым аналогам. Числа твёрдости являются порядковыми величинами и зависят не только от свойств материала и метода их воспроизведения, но и от характеристик приборов, которыми они воспроизводятся. В связи с этим для твердометрии очень важны международные сличения первичных эталонов.

Международные сличения могут проводиться по линии региональных метрологических сообществ либо по линии Международного бюро мер и весов (далее — МБМВ). Сличения разделяются на ключевые, дополнительные и пилотные. В ключевых сличениях устанавливается опорное значение и его неопределённость измерений. Также определяются степени эквивалентности национальных первичных эталонов, показывающие отклонения результатов измерений от опорного значения. Опорное значение — это оценка, наилучшим образом характеризующая номинальное значение изме-

ряемой величины, полученная по результатам всех участников сличений. В [1] сказано, что это значение используется в качестве основы для сопоставления со значениями величин того же рода.

Если степень эквивалентности для результатов измерений каждого метрологического института меньше удвоенной неопределённости степени эквивалентности, то результаты сличений считаются согласованными и расширенные неопределённости измерений национальных метрологических институтов считаются подтверждёнными. Эти неопределённости измерений заносятся в базу калибровочных возможностей МБМВ. Дополнительные сличения проводятся для установления степени согласованности национальных первичных эталонов между собой. В дополнительных сличениях также могут быть установлены калибровочные возможности метрологических институтов и занесены в базу МБМВ. В пилотных сличениях происходит опробование методик измерений, предварительная оценка возможных отклонений результатов измерений.

Лаборатория измерений твёрдости ФГУП «ВНИИФТРИ» принимает участие во всех сличениях по линии МБМВ, проводимых рабочей группой по твёрдости Консультативного комитета по массе (WGN CCM/ВІРМ). Представитель ВНИИФТРИ является делегатом и техническим экспертом этой рабочей группы. В базе данных МБМВ находится девять строк с калибровочными возможностями Государственных первичных эталонов твёрдости. В таблице 1 приведены текущие калибровочные возможности Государственных первичных эталонов твёрдости.

Таблица 1

Текущие калибровочные возможности Государственных первичных эталонов твёрдости, находящихся во ФГУП «ВНИИФТРИ», внесённые в базу данных МБМВ

Название государственного первичного эталона	Шкалы, воспроизводимые эталоном	Диапазон чисел твёрдости	Расширенная неопределённость измерений, не более
Государственный первичный специальный эталон чисел твёрдости по шкалам Бринелля (ГЭТ 33-85)	НВ (НВW) 2,5/62,5/10	32–218	от 0,3 до 2,2
	НВ (НВW) 2,5/187,5/10	95,5–450 (95,5–650)	от 1 до 4,5 (от 1 до 6,5)
	НВ (НВW) 5/250/10, НВ (НВW) 10/1000/10	32–218	от 0,3 до 1,7
	НВ (НВW) 5/750/10, НВ (НВW) 10/3000/10	95,5–450 (95,5–650)	от 0,8 до 3,6 (от 0,8 до 5,2)

Продолжение таблицы 1

Название государственного первичного эталона	Шкалы, воспроизводимые эталоном	Диапазон чисел твёрдости	Расширенная неопределённость измерений, не более
Государственный первичный эталон твёрдости по шкалам Роквелла и Супер-Роквелла (ГЭТ 30-2018)	HRC	20–70	0,3
	HRB	20–100	0,4
	HRA	70–94	0,3
	HR15N, HR30N, HR45N	20–94	0,5
Государственный первичный специальный эталон твёрдости металлов по шкалам Виккерса (ГЭТ 31-2010)	HR15T, HR30T, HR45T	10–93	0,6
	HV1, HV2	8–2000	от 0,1 до 24
	HV5, HV10, HV20, HV30, HV50, HV100	8–2000	от 0,1 до 20
Государственный первичный эталон твёрдости металлов по шкале Шора D и шкалам Либа (ГЭТ 161-2019)	HSD	20–140	1,2

Наличие подобных строчек в базе данных МБМВ позволяет институту проводить калибровку средств измерений твёрдости, сертификат которой признаётся во всех странах мира.

ФГУП «ВНИИФТРИ» состоит в евроазиатском метрологическом сообществе КООМЕТ. В рамках Технического комитета по массе и связанным величинам ТК 1.6 КООМЕТ создан подкомитет ПК 1.6.4 «Твердость», председателем которого является представитель ФГУП «ВНИИФТРИ».

В 2006 и 2010 гг. были завершены работы по усовершенствованию Государственного первичного эталона по шкалам Виккерса путём ввода в состав нового оборудования, позволяющего обеспечить воспроизводимость шкал микротвёрдости и расширить диапазон измерений при нагрузке 1 гс. По линии КООМЕТ были проведены региональные ключевые сличения по шкалам твёрдости и микротвёрдости Виккерса (шифр — СООМЕТ.М.Н-К1.б, СООМЕТ.М.Н-К1.с), а также Государственных первичных эталонов твёрдости по шкалам Виккерса (шифр — СООМЕТ.М.Н-К1) и шкалам Бринелля (шифр — СООМЕТ.М.Н-S4).

ФГУП «ВНИИФТРИ» являлся пилотом сличений по шкалам Виккерса, а РТВ (Германия) — связующим институтом. Оба сличения по шкалам твёрдости Виккерса успешно завершились, результаты сличений опубликованы [2, 3]. В результате этих сличений ВНИИФТРИ подтвердил свои калибровочные возможности, а национальные метрологические институты Беларуси, Украины, Казахстана опубликовали свои калибровочные возможности в базе данных МБМВ.

Сличения по шкалам Бринелля по линии КООМЕТ изначально проходили как региональные ключевые сличения (шифр сличений — СООМЕТ.М.Н-К2). Участники сличений: БелГИМ (Республика Беларусь), КазИнМетр (Республика Казахстан), ННЦ ИМ (Республика Украина). ВНИИФТРИ являлся в них пилотом и связующим институтом, так как был участником основных сличений — ключевых сличений по шкалам Бринелля по линии ССМ МБМВ (шифр ССМ.Н-К2). Участники основных сличений: РТВ (Германия), INRIM (Италия), NIMJ (Япония) — пилот, KRISS (Корея), NPL (Великобритания), NIM (Китай), ВНИИФТРИ. Во время обработки результатов измерений участников основных сличений было обнаружено расхождение в измерениях диаметров отпечатков между различными институтами. В результате дополнительно проведённых исследований участниками сличений была установлена зависимость между числовой апертурой объектива микроскопа и измеренным значением диаметра отпечатка. Так как апертура объектива не была оговорена в техническом протоколе сличений, то их статус был изменён с ключевого на пилотный. Таким образом, так как в основных сличениях не было определено опорное значение сличений, то статус сличений по шкалам Бринелля по линии КООМЕТ был изменён на дополнительный. Отчёт по этим сличениям был переработан и отправлен в Технический комитет МБМВ. В случае принятия этого отчёта ВНИИФТРИ подтвердит свои калибровочные возможности, а метрологические институты Беларуси, Украины и Казахстана смогут добавить в свои калибровочные возможности расширенную неопределённость измерений по шкалам Бринелля.

В связи с ростом применения нанотехнологий в промышленности всё большую актуальность приобретают методы измерения физико-механических свойств в нанодиапазоне. Для обеспечения единства измерений твёрдости в нанодиапазоне в 2014 году был создан Государственный первичный эталон твёрдости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования (ГЭТ 211-2014). В том же году были проведены двухсторонние сличения эталонных установок наноиндентирования с РТВ (Германия) в рамках сотрудничества между метрологическими институтами РФ и Германии. Результаты сличений опубликованы [4], по итогам сличений было предложено провести региональные дополнительные сличения в рамках КООМЕТ. В 2016 г. эти сличения были начаты. Они заключались в проведении измерений твёрдости трёх мер из сапфира, плавленого кварца, поликарбоната. Глубина внедрения

наконечника составляла от 50 до 1000 нм. Измерения, проведённые на ГЭТ 211-2014, сравнивались с измерениями, проведёнными на эталонных установках РТВ. В настоящий момент сличения продолжаются. В случае принятия итогового отчёта о сличениях Техническим комитетом МБМВ ВНИИФТРИ и РТВ будут первыми институтами в мире, утвердившими свои калибровочные возможности в области измерений твёрдости в нанодиапазоне.

2018 году был усовершенствован Государственный первичный эталон твёрдости по шкалам Роквелла и Супер-Роквелла ГЭТ 30-2018 путём замены узлов, влияющих на метрологические характеристики эталона [5]. Усовершенствование позволило улучшить метрологические и технические характеристики эталона. В настоящее время идёт подготовка к ключевым сличениям по линии МБМВ по шкале Роквелла С. Шифр сличений — ССМ.Н-К3. Участниками сличений кроме ВНИИФТРИ являются РТВ (Германия), INRIM (Италия), NIMJ (Япония), KRISS (Корея). Предполагается провести измерения по шкале Роквелла С на 5 мерах твёрдости с разным уровнем твёрдости. Измерения планируется проводить двумя наконечниками Роквелла. Один наконечник — специально отобранный из состава эталона, другой наконечник будет предоставляться участникам сличений вместе с комплектом мер твёрдости.

Для сравнения установок, предназначенных для измерения геометрических параметров конусных наконечников Роквелла, были проведены их пилотные сличения. В сличениях участвовало 10 институтов (ВНИИФТРИ, NIST (США), INRIM (Италия), РТВ (Германия), NIM (Китай), NIMJ (Япония), INMETRO (Бразилия), KRISS (Корея), TUBITAK UME (Турция), NIMT (Таиланд)). Институтами измерялись углы между образующими наконечников Роквелла и радиусы закругления вершин наконечников. В лаборатории измерений твёрдости ВНИИФТРИ для измерений угла наконечника использовался интерференционный микроскоп. Для измерения радиуса закругления наконечника использовался поворотный стол с датчиками перемещения. Исследования данной установки приведены в [6]. Результаты измерений ВНИИФТРИ согласуются с результатами измерений остальных метрологических институтов. Подготовлен драфт В сличений. Этот драфт будет обсуждаться на ближайшем заседании Рабочей группы по твёрдости МБМВ. В случае принятия этого драфта участниками Рабочей группы будет принято решение об оформлении окончательного отчёта и внесении информации о сличениях в информационную базу МБМВ.

В 2019 году был усовершенствован Государственный первичный эталон твёрдости металлов по шкале Шора D и шкалам Либа ГЭТ 161-2019. В 2018 г. на заседании рабочей группы по твёрдости WGH ССМ ВІРМ была достигнута договорённость между ВНИИФТРИ, ПТБ и KRISS о проведении ключевых сличений по шкалам твёрдости Либа D и G.

Представитель ВНИИФТРИ является делегатом с правом голоса в Подкомитете ПКЗ «Испытания на твёрдость» Технического комитета ТК 164 ISO «Испытания металлов». При участии сотрудников ВНИИФТРИ были разработаны и дополнены следующие стандарты: ISO 6506-1 (Метод измерения твёрдости по шкалам Бринелля); ISO 6506-2 (Твердомеры Бринелля. Методы поверки и калибровки); ISO 6506-3 (Метод калибровки мер твёрдости Бринелля); ISO 6506-4 (Метод Бринелля. Таблицы значений твёрдости); ISO 6507-1 (Металлы и сплавы. Метод Виккерса); ISO 6507-2 (Металлы и сплавы. Методы поверки и калибровки твердомеров Виккерса); ISO 6507-3 (Металлы и сплавы. Методы калибровки мер твёрдости Виккерса); ISO 6507-4 (Металлы и сплавы. Метод Виккерса. Таблицы значений твёрдости по шкалам Виккерса); ISO 6508-1 (Металлы и сплавы. Метод измерений твёрдости по шкалам Роквелла); ISO 6508-2 (Металлы и сплавы. Методы поверки и калибровки твердомеров Роквелла); ISO 6508-3 (Металлы и сплавы. Методы калибровки мер твёрдости Роквелла). Участие в Техническом комитете ISO по разработке стандартов в области твердометрии позволяет успешно модифицировать международные стандарты для применения их в РФ. Таким образом, были модифицированы стандарты ISO 6507-1, -2, -3, -4, ISO 14577-1, -2, ISO 16859-1.

Представители ВНИИФТРИ активно участвуют в работе Технического комитета ИМЕКО по измерениям твёрдости. ИМЕКО — Международная конфедерация по измерительной технике и приборостроению. Это научная консультативная организация, проводящая международные конгрессы, конференции, семинары по актуальным проблемам и задачам развития измерительной техники. В настоящий момент в ИМЕКО входят 36 организаций-членов из крупнейших промышленно развитых стран. С 2007 года по настоящее время представитель ВНИИФТРИ является заместителем председателя Технического комитета ТК5 ИМЕКО «Измерения твёрдости». Регулярно, начиная с 2003 года, представителями ФГУП «ВНИИФТРИ» на конференциях и конгрессах ИМЕКО докладывались основные результаты исследований в области измерений твёрдости.

Заключение

Обновление эталонной базы современным оборудованием и новыми разработками, а также активное участие в международной деятельности позволяют ФГУП «ВНИИФТРИ» находиться на лидирующих позициях в мире в области измерений твёрдости.

Литература

1. РМГ 29-2013 ГСИ. Метрология. Основные термины и определения.

2. Aslanyan E., Herrmann K. Final report on COOMET Vickers PTB / VNIIFTRI key comparison (COOMET.M.H-K1.b and COOMET.M.H-K1.c) // *Metrologia*. 2013. 50. Tech. Suppl., 07008.
3. Aslanyan E., Menelao F., Herrmann K., Aslanyan A., Pivovarov V., Galat E., Dovzhenko Y., Zhamanbalin M. Final report on RMO Vickers key comparison COOMET M.H-K1 // *Metrologia*. 2013. 50. Tech. Suppl., 07015.
4. Aslanyan A., Aslanyan E., Menelao F., Li Z. VNIIFTRI / PTB bilateral comparison on Martens and indentation hardness scales // XXI IMEKO World Congress “Measurement in Research and Industry”. August 30, September 4, 2015. Prague, Czech Republic. P. 792–794.
5. Аслабян Э.Г., Аслабян А.Э., Гаврилкин С.М., Дойников А.С., Сорокина П.В., Щипунов А.Н. Государственный первичный эталон твёрдости по шкалам Роквелла и Супер-Роквелла ГЭТ 30-2018 // *Измерительная техника*. 2018. № 8. С. 3–7.
6. Аслабян А.Э. Исследование установки для определения геометрических параметров алмазных наконечников Роквелла // *Метрология в XXI веке. Материалы VI научно-практической конференции молодых учёных, аспирантов и специалистов*. Менделеево: ВНИИФТРИ, 2019. С. 175–180.