Международное сотрудничество

УДК 006.3:531.787

ДВУСТОРОННИЕ СЛИЧЕНИЯ ПО ШКАЛАМ ТВЁРДОСТИ МАРТЕНСА И ШКАЛАМ ИНДЕНТИРОВАНИЯ МЕЖДУ ФГУП «ВНИИФТРИ» И ПТБ

А.Э. Асланян, Э.Г. Асланян, С.М. Гаврилкин, А.Н. Щипунов, Б.В. Юрьев

ФГУП «ВНИИФТРИ», Менделеево Московской обл.
andreu_aslanyan@vniiftri.ru, aslanyan@vniiftri.ru, gavrilkin@vniiftri.org, schipunov@vniiftri.ru, yu@vniiftri.ru

В статье приведены результаты сличений в области наноиндентирования, проведённых в 2014 году в рамках сотрудничества между ПТБ и метрологическими институтами России. Сличения проводились с использованием национальных эталонных установок, содержащихся в Национальном метрологическом институте Германии (ПТБ) и ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт физико-технических и радиотехнических измерений» и реализующих метод инструментального индентирования. Числа твёрдости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования, полученные в двух институтах, сравнивались между собой с учётом расширенных неопределённостей измерений.

Ключевые слова: наноиндентирование, шкалы твёрдости Мартенса и шкалы твёрдости индентирования, двусторонние сличения, микро- и нанодиапазон.

Введение

В сличениях использовались эталонные установки индентирования, принадлежащие ПТВ и ВНИИФТРИ. Измерения твёрдости проводились на мерах из монокристалла сапфира, плавленого кварца и поликарбоната, входящих в состав Государственного первичного эталона твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования ГЭТ 211-2014. Нагрузки, прикладываемые к наконечникам при измерениях, лежат в диапазоне от 0,1 мН до 500 мН. Числа твёрдости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования, полученные в двух институтах, сравнивались между собой с учётом расширенных неопределённостей измерений. Были исследованы составляющие неопределённости измерений твёрдости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования и обеспечена их прослеживаемость к первичным эталонам массы, длины, ускорения свободного падения. Материалы мер твердости были выбраны, опираясь на исследования [1, 2]. Главное преимущество этих мер в том, что они однородны по твёрдости, не окисляются со временем и ось изотропии монокристалла сапфира совпадает с направлением внедрения наконечника.

Основная часть

Твёрдость по шкалам Мартенса и шкалам индентирования измерялась методами, регламентированными в стандарте [3], на установках,

удовлетворяющих требованиям стандарта [4]. Твёрдость поликарбоната определялась при нагрузках 0,1 мН; 0,5 мН; 1 мН; 5 мН; 10 мН; 50 мН; 100 мН. Твёрдость плавленого кварца определялась при нагрузках 0,5 мН; 1 мН; 5 мН, 10 мН, 50 мН; 100 мН. Твёрдость сапфира измерялась при нагрузках 5 мН; 10 мН; 50 мН; 100 мН, 500 мН. На каждом из образцов сделано по 20 измерений при вышеуказанных нагрузках. В установках были использованы стандартные инденторы Берковича с углом между высотой и боковой гранью 650.

Температура воздуха в лаборатории во время измерений составляла (21 ± 2) °С, относительная влажность воздуха в лаборатории – (45 ± 5)%. Скорость дрейфа поверхности образцов в результате изменения температуры была меньше чем 0,05 нм/с. Скорость приближения наконечника к поверхности не больше 100 нм/с. Время приложения и снятия нагрузки составляло 30 с, время выдержки под нагрузкой – 10 с.

В процессе сличений определены:

-средние значения твёрдости по шкалам Мартенса и индентирования для каждой меры при каждой нагрузке;

- СКО результатов измерений твёрдости;

- средние значения максимальной глубины внедрения наконечника для каждой меры при каждой нагрузке;

- средние значения контактной глубины внедрения наконечника для каждой меры при каждой нагрузке;

- функции площади поперечного сечения и площади поверхности наконечника;

- расширенные неопределённости результатов измерения твёрдости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования.

В табл. 1-3 приведены результаты измерений по шкалам Мартенса и шкалам индентирования, сделанных в ПТБ.

Таблица 1

Измерения твёрдости плавленого кварца, сделанные в ПТБ

Fmax, mN	HIT, GPa	u(HIT), GPa	HM, GPa	u(HM), GPa
0,5	8,73	0,9	-	-
1,0	8,92	0,9	2,6	1,5
5,0	9,18	0,9	2,9	1,5
10,0	9,38	0,9	3,0	1,4
500,0	8,10	0,6	3,2	1,2

Таблица 2

Измерения твёрдости сапфира, сделанные в ПТБ

Fmax, mN	HIT, GPa	u(HIT), GPa	HM, GPa	u(HM),GPa
5,0	28,26	2,8	10,5	2,8
10,0	27,67	2,8	11,3	2,6
50,0	23,02	3,38	12,1	2,5
100,0	23,46	3,2	12,4	2,0
500,0	23,40	2,49	12,2	2,0

Таблица 3

Измерения твёрдости поликарбоната, сделанные в ПТБ

Fmax, mN	HIT, GPa	u(HIT), GPa	HM, GPa	u(HM), GPa
0,1	0,29	0,03	-	-
0,5	0,24	0,02	-	-
1,0	0,22	0,02	0,11	0,035
5,0	0,22	0,02	0,11	0,025
10,0	0,24	0,02	0,11	0,020
50,0	0,17	0,007	0,10	0,015
100.0	0,17	0,006	0,10	0,015

В табл. 4-6 представлены результаты измерений этих же мер твёрдости, сделанных во ВНИИФТРИ.

Таблица 4

Измерения твёрдости плавленого кварца, сделанные во ВНИИФТРИ

Fmax, mN	HIT, GPa	u(HIT), GPa	HM, GPa	u(HM), GPa
0,5	9,23	0,60	3,63	0,1
1,0	9,04	0,61	4,02	0,1
5,0	9,30	0,61	4,25	0,1
10,0	9,81	0,64	4,40	0,1
500,0	8,78	0,58	3,85	0,1

Таблица 5

Измерения твёрдости сапфира, сделанные во ВНИИФТРИ

Fmax, mN	HIT, GPa	u(HIT), GPa	HM, GPa	u(HM), GPa
5,0	28,48	1,88	17,35	0,4
10,0	28,14	1,86	17,89	0,4
50,0	27,20	1,80	17,28	0,4
100,0	27,35	1,81	16,52	0,4
500,0	27,42	1,81	15,51	0,3

Таблица 6

Измерения твёрдости поликарбоната, сделанные во ВНИИФТРИ

Fmax, mN	HIT, GPa	u(HIT), GPa	HM, GPa	u(HM), GPa
0,1	0,24	0,02	0,13	0,01
0,5	0,21	0,01	0,12	0,01
1,0	0,20	0,01	0,12	0,01
5,0	0,20	0,01	0,11	0,01
10,0	0,19	0,01	0,12	0,01
50,0	0,16	0,01	0,12	0,01
100,0	0,16	0,01	0,11	0,01

Табл. 7 и 8 показывают максимальные и минимальные отклонения чисел твёрдости Мартенса и шкалам индентирования между двумя институтами при измерении мер твёрдости.

Таблица 7

Максимальная и минимальная (по модулю) разница в измерении твёрдости по шкалам Мартенса между ПТБ и ВНИИФТРИ

Образец	Максимальная разница, HM	Минимальная разница, HM
поликарбонат	0,02	0,00
плавленый кварц	1,42	0,65
сапфир	6,85	3,31

Таблица 8

Максимальная и минимальная (по модулю) разница в измерении твёрдости по шкалам индентирования между двумя лабораториями

Образец	Максимальная разница, HIT	Минимальная разница, HIT
поликарбонат	0,05	0,01
плавленый кварц	0,68	0,12
сапфир	4,18	0,22

Как видно из табл. 7 и 8, максимальная относительная разница в измерениях твёрдости индентирования наблюдалась на мере из поликарбоната. Максимальная относительная разница твёрдости по шкалам Мартенса наблюдалась при измерениях на мере из сапфира. Лучшая сходимость результатов получилась при измерениях на мере из плавленого кварца. Также хорошо согласуются результаты измерений твёрдости по шкалам Мартенса на образце из поликарбоната. Результаты сличений по шкалам индентирования при нагрузках от 50 мН до 500 мН и шкалам Мартенса при всех испытательных нагрузках для образца из сапфира требуют дополнительных измерений.

Уточнения требуют результаты измерения твёрдости индентирования при нагрузках от 0,1 мН до 10 мН для образца из поликарбоната.

Заключение

Двусторонние сличения показали сходимость результатов измерений в лабораториях ВНИИФТРИ и ПТБ.

Результаты сличений в области наноиндентирования дают возможность использовать меры твердости из сапфира, плавленого кварца и поликарбоната для передачи шкал твердости Мартенса и индентирования от национального первичного эталона рабочим твердомерам в микро- и нанодиапазоне.

В дальнейшем планируется продолжить сличения как региональные дополнительные по линии КООМЕТ с целью внесения калибровочных возможностей ПТБ и ВНИИФТРИ в базу данных KCDB.

Литература

1. Herrmann K., Jennett N.M., Kuypers S., McEntegaart I., Ingelbrecht C., Hangen U., Chudoba T., Pohlenz F. and Menelao F. «Investigation of the properties of candidate reference materials suited for the calibration of nanoindentation instruments», Zeitschrift für Metallkunde: v. 94, № 7, pp. 802-806, 2003.
2. Асланян А.Э., Асланян Э.Г., Гаврилкин С.М., Щипунов А.Н. Исследование неоднородности мер твердости для передачи шкал Мартенса при наноиндентировании// Измерительная техника, №1, 2015, с. 32-34.
3. ISO/FDIS 14577: Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters, part 1.
4. ISO/FDIS 14577: Metallic materials — Instrumented indentation test for hardness and materials parameters, part 3.