



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 231 040** <sup>(13)</sup> **C2**

(51) МПК<sup>7</sup> **G 01 N 3/44**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 2001133157/28, 06.12.2001

(24) Дата начала действия патента: 06.12.2001

(43) Дата публикации заявки: 20.08.2003

(46) Дата публикации: 20.06.2004

(56) Ссылки: SU 1111065 A, 30.08.1984. RU 2153157 C1, 20.07.2000. RU 2132546 C1, 27.06.1999. SU 932371 A, 30.05.1982. SU 1385024 A, 30.03.1988. US 4534212 A, 13.08.1985. EP 0130326 A1, 09.01.1985. US 5299450 A, 05.04.1994.

(98) Адрес для переписки:  
456770, Челябинская обл., г. Снежинск, ул.  
Васильева, 13, а/я 245, Отдел  
интеллектуальной собственности, Г.В. Бакалову

(72) Изобретатель: Собко С.А. (RU)

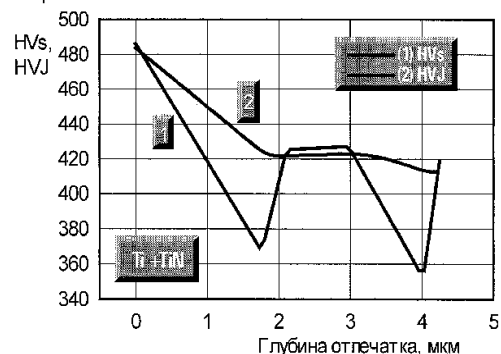
(73) Патентообладатель:  
Федеральное государственное унитарное  
предприятие "Российский Федеральный  
Ядерный Центр - Всероссийский  
научно-исследовательский институт  
технической физики им акад. Е.И.Забабихина"  
(RU)

(54) СПОСОБ ОЦЕНКИ МИКРОТВЕРДОСТИ

(57)

Изобретение относится к методикам оценки механических свойств тонких покрытий и неравномерных по свойствам поверхностных слоев. Способ оценки микротвердости заключается в определении значений микротвердости на поверхности образца по размеру восстановленного отпечатка при различных нагрузках на индентор и построении графика зависимости твердости от глубины отпечатка. При этом определяют интегральную микротвердость, строят график интегральной микротвердости, выявляют точки на графике, характеризующие изменение динамики упрочнения и разупрочнения и по этим точкам судят о величине критических нагрузок, приводящих к качественному изменению работоспособности слоя. Данное изобретение

направлено на повышение достоверности оценки работоспособности тонких поверхностных слоев материала, в частности покрытий. 3 ил.



Фиг. 1

RU 2 231 040 C2

RU 2 231 040 C2



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 231 040** <sup>(13)</sup> **C2**  
 (51) Int. Cl.<sup>7</sup> **G 01 N 3/44**

RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2001133157/28, 06.12.2001  
 (24) Effective date for property rights: 06.12.2001  
 (43) Application published: 20.08.2003  
 (46) Date of publication: 20.06.2004  
 (98) Mail address:  
 456770, Cheljabinskaja obl., g. Snezhinsk,  
 ul. Vasil'eva, 13, a/ja 245, Otdel  
 intellektual'noj sobstvennosti, G.V. Bakalovu

(72) Inventor: Sobko S.A. (RU)  
 (73) Proprietor:  
 Federal'noe gosudarstvennoe unitarnoe  
 predpriyatie "Rossijskij Federal'nyj  
 Jadernyj Tsentr - Vserossijskij  
 nauchno-issledovatel'skij institut  
 tekhnicheskoy fiziki im akad.  
 E.I.Zababakhina" (RU)

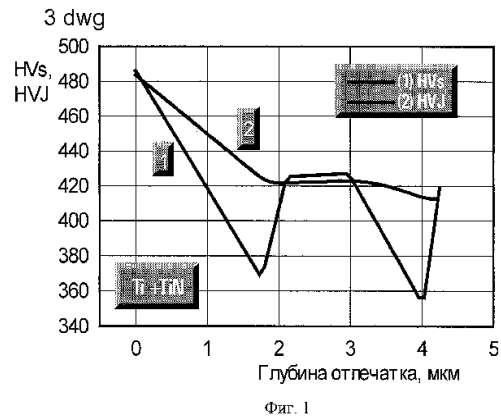
(54) **MICROHARDNESS ESTIMATION METHOD**

(57) Abstract:

FIELD: estimation method for estimating mechanical properties of thin coatings and layers with uneven property distribution.

SUBSTANCE: method involves determining microhardness value on sample surface by measuring dimensions of revived indentation during changing force applied to indenter; drawing graph presenting hardness dependence on indentation depth; determining integral microhardness; drawing graph representing integral microhardness; marking out points characterizing hardening and weakening dynamics change; determining value of critical load leading to qualitative layer capacity change from above points.

EFFECT: increased estimation reliability.



RU 2 231 040 C2

RU 2 231 040 C2

Изобретение относится к испытаниям материалов, в частности к способам определения твердости материалов и может быть использовано для измерения микротвердости тонких покрытий и неравномерных по свойствам поверхностных слоев, а также для критериальной оценки уровня работоспособности покрытий и поверхностных слоев, особенно когда материал слоя или покрытия имеет сложную структуру, содержащую включения с резко изменяющимися свойствами.

Свойства поверхностного слоя в результате различных функциональных воздействий даже на один и тот же материал могут по глубине сильно отличаться. Для случая поверхностной термической обработки с высокой скоростью подвода энергии, например для электронно-лучевой закалки сканирующим лучом, твердость по глубине поверхностного слоя с изменением структуры явно будет иметь перепад. При измерении твердости структурно-многофазных материалов по какому-либо заданному направлению зависимость будет носить переменный характер с наличием множества локальных минимумов и максимумов. При нанесении любого покрытия, отличающегося по свойствам от свойств подложки, суммарная твердость, в зависимости от глубины отпечатка и толщины покрытия, также будет переменной.

Для более полной и достоверной оценки надежности и долговечности, работоспособности покрытий или упрочненных поверхностных слоев по современным представлениям необходимо определение двух критериев: микротвердости, как характеристики сопротивления движению дислокации, а также вязкости разрушения, как характеристики сопротивления распространению трещин. Однако прямой функциональной зависимости между указанными выше характеристиками не выявлено. Поэтому микротвердость, вследствие простоты ее измерения и достаточной точности, является одной из основных физико-механических характеристик, определяющих работоспособность тонких поверхностных слоев и покрытий. Тем не менее, при малой толщине анализируемых слоев измерение их микротвердости представляет собой сложную техническую задачу.

Самым распространенным способом определения микротвердости является измерение размера отпечатка, оставленного алмазным индентором после вдавливания с заданной нагрузкой и оценка контроля качества, в частности, хрупких поверхностных слоев по трещинам и разрушениям испытуемого материала вокруг отпечатка алмазной пирамиды или конуса, которое описано в ГОСТе 9450-76.

Однако недостатком данного способа является трудность получения истинных значений микротвердости для тонких покрытий или определение ее в тонких поверхностных слоях. Это связано с требованием ГОСТа о необходимости выполнения условия, чтобы толщина образца превышала глубину отпечатка не менее чем в десять раз. Получение таких отпечатков даже на твердых покрытиях требует приложения

малых нагрузок, а точное их измерение затруднено и приводит к большим ошибкам при определении микротвердости. Измерение твердости покрытий при больших нагрузках, для которых глубина вдавливания индентора превышает толщину покрытия, дает искаженные значения микротвердости из-за различия механических свойств покрытия и основы.

Известен способ измерения микротвердости на косых шлифах с малым углом наклона к поверхности, при этом оставшаяся толщина покрытия при движении от поверхности к линии раздела "покрытие-подложка" уменьшается. Это требует уменьшения нагрузки при приближении к линии раздела (см. статью А.Б.Чумикова, В.А.Акинфьева. Методика измерения микротвердости тонких вакуумных покрытий. Заводская лаборатория №4, 2000 г., с. 54).

Недостатком такого способа также является сложность выполнения условия ГОСТа о соблюдении расстояний от центра отпечатка до края образца.

Наиболее близким к предлагаемому способу по технической сущности является способ измерения твердости тонких металлических покрытий, защищенный патентом РФ №2132546, G 01 N 3/44, публ. 1999 г., который выбран в качестве прототипа заявляемого способа.

Способ включает определение значений микротвердости на поверхности образца или поперечных шлифах по размеру восстановленного отпечатка, оставленного алмазным индентором, при двух нагрузках на индентор в 100 и 200 г., а истинное значение микротвердости находят по соотношению значения микротвердости, найденное при нагрузке 100 г и возведенное в квадрат, к значению микротвердости, найденному при нагрузке 200 г.

Способ показал, что в некоторых случаях он обеспечивает невысокую погрешность, однако он применим только к узкому кругу определенных материалов, для которых допущения, сделанные при расчетах, не приводят к значительным изменениям при определении точности и достоверности оценки работоспособности тонких покрытий и тонких слоев материала на подложке с резко изменяющейся структурой и свойствами.

В основу настоящего изобретения положена задача повышения достоверности оценки работоспособности тонких поверхностных слоев материала, в частности покрытий.

Поставленная задача решается тем, что в способе оценки микротвердости, включающем определение значений микротвердости на поверхности образца по размеру восстановленного отпечатка при различных нагрузках на индентор, построение графика зависимости твердости от глубины отпечатка, согласно изобретению определяют интегральную микротвердость по формуле

$$HVJ_n(P_n) = \frac{\int_{P_1}^{P_n} HV(P) dP}{P_n - P_1},$$

где  $HVJ_n(P_n)$  - интегральная микротвердость;  
 $HV(P)$  - микротвердость по размеру восстановленного отпечатка;

$P_i$  - различные уровни нагрузки на индентор,

строят график интегральной микротвердости, выявляя точки на графике, характеризующие изменение динамики упрочнения и разупрочнения, и по этим точкам судят о величине критических нагрузок, приводящих к качественному изменению работоспособности слоя.

Наличие отличительных от прототипа признаков указывает на соответствие заявляемого способа критерию "новизна".

В процессе поиска не выявлено технических решений, содержащих признаки, сходные с отличительными признаками заявляемого способа, что позволяет сделать вывод о соответствии его критерию "изобретательский уровень".

Возможность решения поставленной задачи обусловлена тем, что интегральная микротвердость позволяет выявить изменение твердости по всей глубине слоя с учетом влияния вышележащих слоев на нижележащие, чего не дают способы с последовательным сошлифовыванием или при косом шлифе. Такая обработка данных позволяет линеаризовать график сложной функции и четко выделить точки перегиба, являющиеся критериальными и указывающие на конкретные глубины слоев, где возможно изменение свойств. Дифференциальный анализ линейных участков на графике позволяет осуществить количественную оценку вида и распределения твердости по толщине измеряемого слоя.

Способ иллюстрируется чертежами.

На фиг.1 - график зависимости микротвердости и интегральной микротвердости от глубины восстановленного отпечатка для детали из титана с покрытием из нитрида титана.

На фиг.2 - график зависимости микротвердости и интегральной микротвердости от глубины восстановленного отпечатка для детали из титана с покрытием из нитрида титана, при этом поверхность покрытия подвергнута деформационной обработке.

На фиг.3 - график зависимости микротвердости и интегральной микротвердости от глубины восстановленного отпечатка на образце из нержавеющей стали с покрытием на основе стабилизированного оксида циркония толщиной порядка 10 мкм.

Способ реализован следующим образом. Измеряли микротвердость при вдавливании индентора последовательно в разные точки при изменении нагрузки на индентор и при каждом замере получали отпечаток для определенной нагрузки в диапазоне от 10 до 200 г (10, 20, 30, 50, 100, 150, 200).

Нагрузку снимали, получали восстановленный отпечаток, измеряли диагонали отпечатка, и рассчитывали микротвердость и глубину, соответствующую этой диагонали для каждого отпечатка. Строили график зависимости микротвердости от глубины отпечатка. Каждая глубина есть функция своей нагрузки. Получали зависимость твердости от глубины внедрения. Экстраполировали график до пересечения с осью координат. Вычисляли интегральную микротвердость при заданном шаге изменения глубины отпечатка, для чего брали отношение площади под графиком функции к

отрезку на оси абсцисс, который численно равен величине от начала интервала до первого заданного значения глубины.

Следующую площадь вычисляли на интервале от начала до второго заданного значения глубины и брали отношение к значению интервала, на который опирается вычисляемая площадь на оси абсцисс. По вычисленным значениям строили график зависимости интегральной микротвердости от глубины отпечатка и опосредовано от нагрузки на индентор.

При соединении точек графика прямыми линиями получали зависимость с одной или несколькими точками перегиба, которые являются критериальными и по которым судят об изменении микротвердости на глубине расположения точки перегиба, а поскольку шаг изменения глубины при расчете интегральной микротвердости выбран не равным шагу изменения нагрузок и соответствующим им точкам глубин, а намного меньше, то место точки перегиба может быть определено очень точно, что позволяет повысить чувствительность определения глубины, на которой происходит критическое изменение свойств материала, и судить о качестве этого изменения. А именно, если тангенс угла наклона после точки перегиба возрастает, то происходит упрочнение материала, а если тангенс угла наклона после точки перегиба уменьшается, то происходит разупрочнение материала на данной глубине.

Если бы фактическая твердость не зависела от величины нагрузки и тем самым от глубины отпечатка, а величина произведения  $HV \cdot P$  соответственно была пропорциональна  $P$  (графически в координатах  $HV$  и  $P$  это прямая линия, параллельная оси  $P$ , а произведение  $HV \cdot P$  - это площадь), то, определив экспериментально для любого  $P_1$  величину  $HV_1$ , можно было бы транслировать ее без изменений влево или вправо по шкале  $P$  и относить непосредственно ко всему интервалу твердостей.

Однако так как экспериментально определяемая твердость является более сложной функцией нагрузки, то говорить о фактической ее величине можно только соотнося ее с определенной нагрузкой.

Но даже при этом эта величина не является обобщающей характеристикой твердости всех элементарных слоев глубины отпечатка, соответствующей данной нагрузке, так как не показывает закон изменения характеристики твердости по каждому элементарному слою и не учитывает распределение или соотношение твердых и "мягких" слоев по глубине данного отпечатка. А так как измерить твердость каждого элементарного слоя практически невозможно без инструментального влияния на нее всех предыдущих (за исключением метода последовательного послойного стравливания или сошлифовывания или приготовления "косого" шлифа), то наилучший вариант решения проблемы заключается не в исключении, а в учете влияния предыдущих слоев. Тем более, что все предыдущие слои оказывают влияние на суммарную твердость для определенной глубины слоя.

С увеличением глубины отпечатка при измерении по методике, изложенной в ГОСТе,

твердость каждого из предыдущих слоев, с учетом влияния всех последующих и последнего слоя, входит как неравновесная составляющая в усредненную твердость со всеми остальными слоями из-за нелинейного увеличения площади внедренной пирамиды по ее высоте. Следовательно, аналитически целесообразно связать величину твердости с нагрузкой через сумму производений текущих значений HV на соответствующую величину  $P_i$  (графически HV(P)) и последующим экспериментально-расчетным определением характеристики типа средневзвешенной величины.

Методически такой подход предполагает следующие действия.

Сначала экспериментально определяются среднестатистические величины твердостей  $HV_1-HV_n$  для заданного интервала  $P_1-P_n$  нагрузок с установленным шагом, например: 0,2-2,0 Н (0,2-0,5-1,0-1,5-2,0 Н).

На следующем этапе для вычисления интегральной микротвердости  $HVJ_i(P_i)$  для заданного интервала  $P_1-P_n$  производятся расчеты по формуле

$$HVJ_n(P_n) = \frac{\sum_{i=1}^n [HV_i \cdot (P_i - P_{i-1})]}{P_n - P_1} \quad (1)$$

Для более высокой точности расчетов можно предварительно аппроксимировать функцию  $HV_n(P_n)$  известными математическими методами, и тогда в интегральном виде расчетная зависимость будет выглядеть так

$$HVJ_n(P_n) = \frac{\int_{P_1}^{P_n} HV(P) dP}{P_n - P_1} \quad (2)$$

Так как величина  $P_n$  является по сути либо верхней границей интервала нагрузок, либо одной из его текущих значений, то для конкретных условий измерения величине  $P_n$  сопоставима, с одной стороны, соответствующая величина интегральной твердости, а с другой стороны, - глубина отпечатка. Таким образом, экспериментально-расчетным методом может быть получена аналитическая или графическая зависимость интегральной микротвердости  $HVJ_i(P_i)$  от толщины поверхностного слоя  $h_i$ .

Эта зависимость и может являться базовой для оценки механических свойств при микромеханических испытаниях, в том числе показателя трещиностойкости или хрупкости тонкопленочных покрытий на основе оксидных материалов, и требует экспериментальной наработки на различных материалах, в том числе и однородных.

В процессе реализации способа измерения микротвердости осуществляли на образцах из титана, титана с покрытием из нитрида титана, титана с покрытием из нитрида титана, поверхность которого подвергалась деформирующей обработке, а также на образцах из нержавеющей стали с оксидным покрытием.

Образцы подвергались испытаниям на стандартном микротвердомере ПМТ-3 в интервале изменяемых нагрузок 20-200 г или

0,2-2,0 Н (0,2-0,3-0,5-1,0-1,5-2,0 Н). При каждой нагрузке производились измерения размеров диагоналей для 7-и отпечатков и расчеты глубины отпечатка и микротвердости.

Результаты измерений и расчетов представлены в виде графиков на фиг.1-3.

Глубина индентирования и глубина отпечатка отличаются: для них характерны как невосстановленный, так и восстановленный отпечаток. Диагональ индентирования и диагональ отпечатка близки, так как упругие свойства поверхности проявляются по фронту нагрузки больше, чем в углах диагоналей. Чтобы связать интегральную микротвердость как функцию глубины индентирования, лучше всего в расчетах опираться на зависимость твердости от расчетной глубины отпечатка (далее, глубины отпечатка). Таким образом, можно исключить нагрузку при индентировании - она будет опосредованной связью между твердостью и глубиной индентирования, необходимой для оценки всего интервала.

Строили зависимость HVs-твердости от глубины отпечатка  $h$ . В зоне малых нагрузок эта зависимость экстраполировалась на ось HVs. Затем по формуле (1) вычислялись текущие значения HVJ и графически отображались в поле тех же координатных осей.

На фиг.1-3 показаны графики зависимости HVs и HVJ от глубины отпечатка для различных образцов материалов и покрытий.

По результатам регрессионного анализа интегральной кривой для образца из титана с покрытием из нитрида титана (фиг.1) идентифицировано две точки перегиба. Одна точка перегиба свидетельствует об увеличении тангенса угла наклона графика, что говорит о прекращении разупрочнения и выходе на плато при глубине от 2 до 3 мкм. Затем снова проявляется склонность к разупрочнению, на что указывает вторая точка перегиба, расположенная на глубине 3,2 мкм (так как сказывается влияние более мягкой подложки) - это соответствует уменьшению тангенса угла наклона кривой графика функции. По кривой микротвердости HVs сложно судить о работоспособности образца с покрытием, тогда как по интегральной кривой можно четко ограничить ресурс работоспособности поверхностного слоя до глубины 3,2 мкм, после которой существует опасность разупрочнения.

На кривой HVs (фиг.2) пик микротвердости соответствует глубине 2 мкм, а для интегральной кривой - максимум соответствует 3-3,3 мкм, что является более объективной характеристикой работоспособности комплексноупрочненного поверхностного слоя с деформированным нитридтитановым покрытием. После глубины 3 мкм свойства поверхности стабилизируются, что еще более подтверждает вывод о возможности эксплуатации покрытия до глубины 3 мкм.

На кривой HVs (фиг.3) уже на глубине 1,4 мкм начинается резкий спад свойств, однако анализ интегральной кривой HVJ показывает, что после прекращения роста микротвердости происходит стабилизация и, таким образом, для практических задач может быть учтена работоспособность слой практически до глубины 4 мкм.

Как видно, отличительной особенностью

интегральной микротвердости, как функции глубины отпечатка, является способность сильно сглаживать локальные отклонения по мере повышения нагрузки индентирования и при этом сохранять основные тенденции изменения зависимости.

Интегральная кривая HVJ менее чувствительна к погрешностям измерений, обладает сглаживающими свойствами, позволяет выделить области интенсивного упрочнения или разупрочнения по глубине слоя по характерным точкам перегиба сглаженных участков общей кривой. Дифференциальный анализ этих участков (по тангенсу угла наклона кривых) позволяет количественно оценить коэффициенты интенсивности упрочнения или разупрочнения. Соответствие характерных точек перегиба линейных участков определенным толщинам поверхностных слоев определяет отличие свойств, например, поверхностного покрытия или многослойного покрытия от нижележащей матричной структуры или степень их взаимовлияния. Интегральная кривая учитывает, но не реагирует на локальные пики и провалы твердости; точки перегиба интегральной кривой не обязательно соответствуют этим пикам и провалам, то есть несут автономный, самоценный характер. А в целом HVJ - средневзвешенная объективная характеристика, отражающая фактическую работоспособность поверхностного слоя по его глубине.

Достоинства метода заключаются в учете разнородности прочностных свойств по глубине. Это важно в связи с тем, что для ряда условий эксплуатации деталей, например для процессов выработки или изнашивания на определенную глубину, интегральная твердость дает более полную, объективную информацию по сравнению с отдельными данными о микротвердости какого-либо глубинного слоя, не отражающими реальную работоспособность поверхности этих деталей.

Особенность интегральных кривых заключается в том, что они представлены практически прямыми линиями с точкой перегиба в характерной точке. Эта характерная точка определяет границу качественного изменения свойств по толщине поверхностного слоя. Направленность изменения свойств дифференциально связана с тангенсом угла наклона каждой из прямых относительно точки перегиба. Эта точка, кроме того, характеризует граничную нагрузку индентации при определенной глубине отпечатка, а также соответствующую ей микротвердость HVs.

Разностью между значениями стандартной микротвердости и точками на кривой

интегральной твердости можно характеризовать степень неоднородности поверхностных свойств материалов в функции нагрузки и глубины индентирования. Эта разность может выражаться как в абсолютных значениях, так и относительных, причем последние более показательны, так как предоставляют возможность простого сравнения свойств для различных материалов и их обработок.

Способ определения интегральной микротвердости позволяет линеаризовать в виде отрезков интегральной кривой прочностные свойства по толщине измеряемого слоя. Это дает возможность легче оптимизировать требуемые поверхностные свойства для различных материалов, сократить количество образцов и опытов при разработке технологического процесса обработки материалов с заданием определенного интервала твердости, унифицировать методику определения комплекса поверхностных механических свойств, упростить процесс испытаний.

Данный метод измерения является универсальным, так как он отражает как свойства в каждой точке по толщине поверхностного слоя, так и суммарное влияние вышележащих слоев на свойства данной точки. А это и является наиболее важной характеристикой с точки зрения эксплуатации (например, изнашиваемости или трещиностойкости) поверхностного слоя определенной толщины.

#### Формула изобретения:

Способ оценки микротвердости, включающий определение значений микротвердости на поверхности образца по размеру восстановленного отпечатка при различных нагрузках на индентор, построение графика зависимости твердости от глубины отпечатка, отличающийся тем, что определяют интегральную микротвердость по формуле

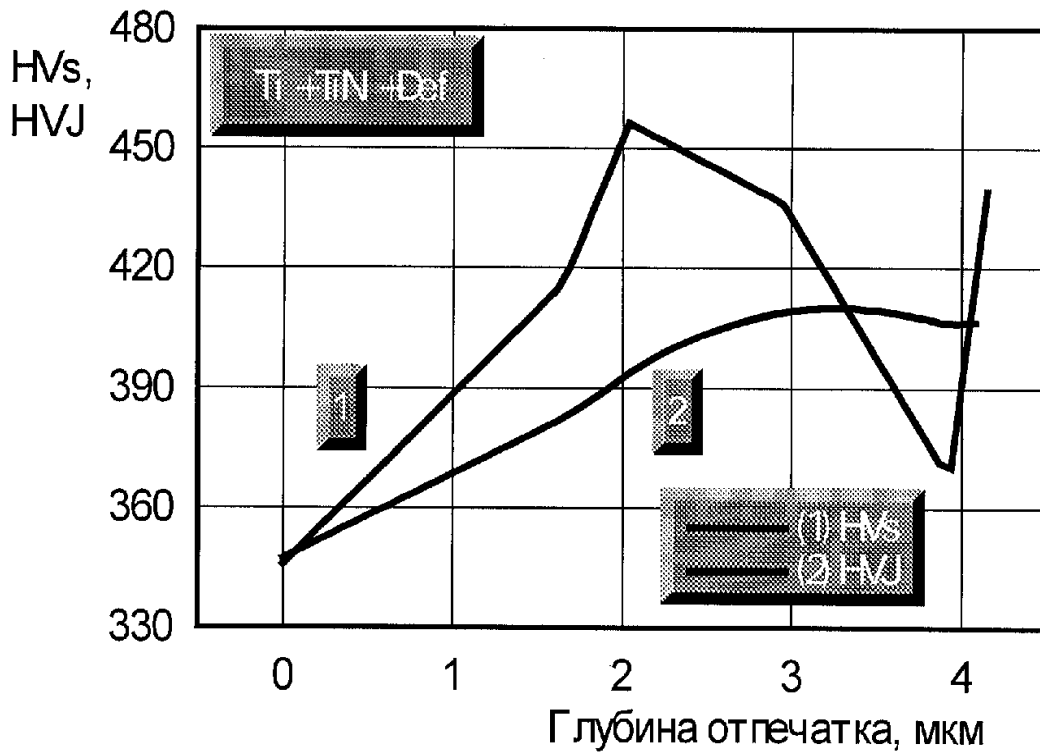
$$HVJ_n(P_n) = \frac{\int_{P_1}^{P_n} HV(P) dP}{P_n - P_1},$$

где  $HVJ_n(P_n)$  - интегральная микротвердость;

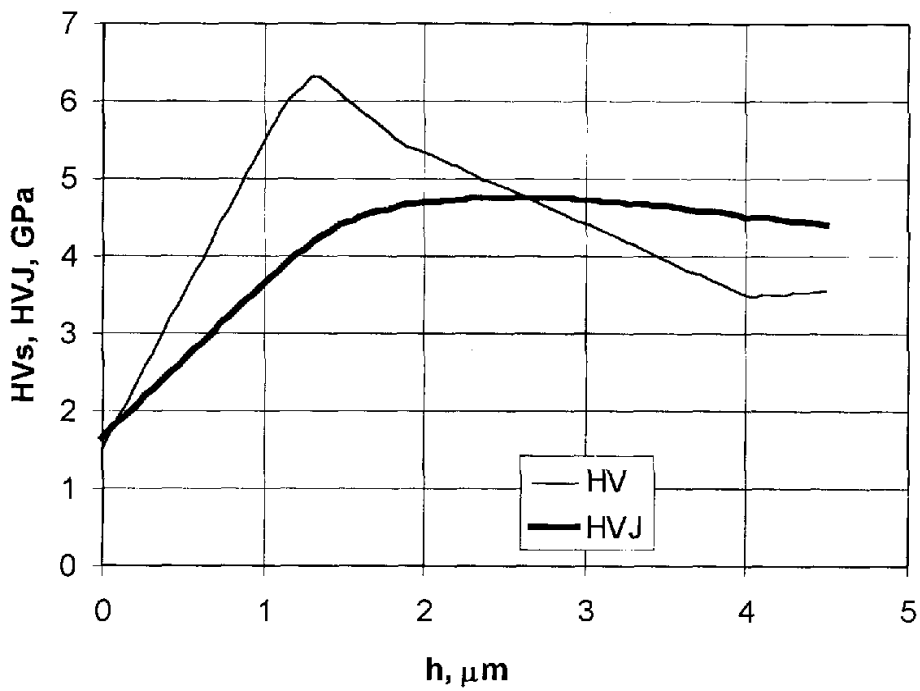
$HV(P)$  - микротвердость по размеру восстановленного отпечатка;

$P_i$  - различные уровни нагрузки на индентор,

строят график интегральной микротвердости, выявляют точки на графике, характеризующие изменение динамики упрочнения и разупрочнения и по этим точкам судят о величине критических нагрузок, приводящих к качественному изменению работоспособности слоя.



Фиг. 2



Фиг. 3

RU 2231040 C2

RU 2231040 C2