

СОГЛАСОВАНО

**Первый заместитель генерального
директора – заместитель по научной
работе ФГУП «ВНИИФТРИ»**



А.Н. Щипунов

« 17 »

2022 г.



Государственная система обеспечения единства измерений

Нанотвердомеры НаноСкан-4D

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 360-004-2022

2022 г.

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на нанотвердомеры НаноСкан-4D (далее - нанотвердомеры), изготавливаемые ФГБНУ ТИСНУМ, г. Москва, г. Троицк, используемые в качестве рабочих средств измерений, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1.2 При определении метрологических характеристик в рамках проводимой поверки обеспечивается передача единиц твердости в соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования ГОСТ Р 8.907-2015 к государственному первичному эталону твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования ГЭТ 211-2014 и государственной поверочной схемой для средств измерений твердости металлов и сплавов по шкалам Виккерса ГОСТ 8.063-2012 к Государственному первичному специальному эталону твердости металлов по шкалам Виккерса ГЭТ 31-2010.

1.3 Поверка нанотвердомеров может осуществляться только аккредитованным на проведение поверки в соответствии с законодательством Российской Федерации об аккредитации в национальной системе аккредитации лицом в соответствии с его областью аккредитации.

1.4 Передача нанотвердомерам единиц твердости по шкалам индентирования и шкалам Виккерса осуществляется методом прямых измерений.

2 Перечень операций поверки

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Перечень операций поверки

Наименование операции поверки	Номер пункта методики поверки	Обязательность выполнения операций поверки при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр нанотвердомера	7	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование нанотвердомера	8	да	да
3 Проверка программного обеспечения нанотвердомера	9	да	да
4 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия нанотвердомера метрологическим требованиям	10	да	да
4.1 Определение относительного отклонения и диапазонов испытательных нагрузок по шкалам индентирования	10.1	да	да
4.2 Определение относительного отклонения и диапазонов испытательных нагрузок по шкалам Виккерса	10.2	да	да
4.3 Определение абсолютной погрешности, диапазона измерений твердости и повторяемости показаний по шкалам индентирования	10.3	да	да
4.4 Определение абсолютной погрешности и диапазонов измерений твердости по шкалам Виккерса	10.4	да	да
5 Оформление результатов поверки	11	да	да

2.2 В случае получения отрицательного результата при проведении одной из операций поверку прекращают, а нанотвердомер признают не прошедшим поверку.

2.3 Допускается проведение поверки по отдельным шкалам и диапазонам измерений твердости, которые используются при эксплуатации, по соответствующим пунктам настоящей мето-

дики поверки. Соответствующая запись должна быть сделана в эксплуатационных документах и свидетельстве о поверке на основании решения эксплуатирующей организации.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 18 до 28 °С;
- относительная влажность окружающего воздуха не более 50 %.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе допускаются лица, имеющие среднее или высшее техническое образование и квалифицированные в качестве поверителя в данной области измерений, обученные правилам техники безопасности и полностью изучившие руководство по эксплуатации (далее - РЭ) нанотвердомеров.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень средств поверки

Номер пункта методики поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8	Рабочий эталон 2-го разряда*, согласно ГПС для средств измерения длины, приказ Ростандарта № 2840 от 29.12.2018, в диапазоне от 0 до 1 мм	Объект-микрометр ОМ-О (рег. № 28962-05)
10.1	Средства измерений массы в диапазоне от 5 г до 1000 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 30 мг	Весы лабораторные ВЛТЭ 1100, (рег. № 21370-02)
10.2	Средства измерений массы в диапазоне от 10 г до 1000 г, пределы допускаемой абсолютной погрешности ± 30 мг	Весы лабораторные ВЛТЭ 1100, (рег. № 21370-02)
	Средства измерений силы в диапазоне от 1Н до 100 Н, пределы допускаемой относительной погрешности $\pm 0,24$ %	Динамометры электронные переносные АЦДС, (рег. № 49465-12)
10.3	Рабочие эталоны твердости по шкалам Мартенса и шкалам индентирования из поликарбоната, плавленого кварца, сапфира по ГОСТ Р 8.907-2015, СКО ряда измерений по шкалам индентирования не более $0,05 \cdot H_{IT}$.	Эталонные меры твердости из поликарбоната, плавленого кварца, сапфира из состава эталона ГЭТ 211-2014
10.4	Рабочие эталоны микротвердости по ГОСТ 8.063-2012 со значениями твердости: (200 ± 50) HV; (450 ± 75) HV; (800 ± 50) HV. Рабочие эталоны твердости 2-го разряда по шкалам Виккерса по ГОСТ 8.063-2012 со значениями твердости: (200 ± 50) HV; (450 ± 75) HV; (800 ± 50) HV	Меры твердости (микротвердости) эталонные Виккерса МТВ-МЕТ и ММТВ-МЕТ (рег. №65701-16)
* допускается применение объект микрометра 3 разряда при условии наличия протокола поверки с приписанными значениями интервала длины шкалы, округленными до десятых долей микрона		

5.2 Применяемые средства поверки утвержденного типа СИ должны быть поверены. Средства поверки не утвержденного типа СИ должны быть аттестованы в качестве эталонов и утверждены приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

5.3 Допускается применение аналогичных средств поверки, обеспечивающих требуемую точность передачи единиц твердости поверяемому нанотвердомеру.

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные Минэнерго России 13 января 2003 года, «Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок. ПОТ Р М-016-2001», утвержденные Министерством энергетики РФ 27 декабря 2000 года и Министерством труда и социального развития РФ 5 января 2001 года (с поправками от 01 июля 2003 года)

6.2 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности согласно ГОСТ 12.3.019-80.

7 Внешний осмотр нанотвердомера

7.1. При проведении внешнего осмотра нанотвердомера проверить:

- соответствие внешнего вида и комплектности требованиям нормативно-технической документации (РЭ и описанию типа);

- наличие маркировки, подтверждающей тип и серийный номер;

- отсутствие видимых дефектов и механических повреждений, препятствующих работе нанотвердомера;

- целостность рабочей части наконечников (отсутствие рисок, сколов и других дефектов).

7.2 Результаты внешнего осмотра считать положительными и продолжить поверку, если выполняются все вышеперечисленные требования.

8 Подготовка к поверке и опробование нанотвердомера

8.1 Перед проведением поверки необходимо привести в рабочее состояние средства поверки в соответствии с указаниями, изложенными в их эксплуатационной документации.

8.2 Проверить состояние рабочей части наконечников. Поверхность рабочей части наконечников должна быть чистой и обезжиренной.

8.3. Провести опробование нанотвердомера в соответствии с главой 8.3 РЭ.

Результаты опробования считать положительными, если на дисплее отобразилась полная информация об измерении.

8.4 Определить отклонение показаний оптического микроскопа для измерения отпечатков по шкалам Виккерса

8.4.1 Отклонение показаний оптического микроскопа, предназначенного для измерения размеров отпечатков по шкалам Виккерса, проводить при помощи объект-микрометра. Измерения проводить как минимум, на трех разных интервалах для каждого рабочего диапазона, указанного в таблице 3.

8.4.2 Установить объект-микрометр на рабочий столик нанотвердомера так, чтобы деления шкалы объект-микрометра оказались между вертикальными маркерами оптического микроскопа.

8.4.3 Определить отклонение показаний оптического микроскопа нанотвердомера \check{A}_1 для длин диагонали менее и равной 0,040 мм и более 0,200 мм по формуле (1):

$$\check{A}_1 = l - l_0, \quad (1)$$

где l – интервал между делениями шкалы объект-микрометра по показаниям нанотвердомера,

l_0 – приписанное значение интервала шкалы объект-микрометра, присвоенное ей поверяющей организацией по результатам последней поверки

Результаты измерений занести в протокол (приложение А, таблица А1).

8.4.4 Определить отклонение показаний оптического микроскопа нанотвердомера \check{A}_1 для длин диагонали более 0,040 мм и менее или равной 0,200 мм по формуле (2):

$$\check{A}_1 = 100 \% \cdot (1 - I_0) / I_0, \quad (2)$$

Результаты измерений занести в протокол (приложение А, таблица А1).

8.4.5 Результаты поверки считать положительными, если отклонение показаний оптического микроскопа нанотвердомера не превышают значений, указанных в таблице 3 согласно ГОСТ Р 8.695-2009 «ГСИ. Металлы и сплавы. Измерения твердости по Виккерсу. Часть 2. Поверка и калибровка твердомеров» (п. 4.4).

Таблица 3

Длина диагонали, d, мм	Предельные отклонения показаний оптической системы
$d \leq 0,040$	0,000 4 мм
$0,040 < d \leq 0,200$	1,0 % от d
$d > 0,200$	0,002 мм

9 Проверка программного обеспечения твердомера

9.1 Проверку программного обеспечения (далее - ПО) нанотвердомера (идентификацию) проводить по нижеприведенной методике:

- включить нанотвердомер;
- запустить программы «NanoScan Device», «NanoScan Viewer» (п. 3.5 РЭ).

Результаты занести в протокол (приложение А, таблица А.2).

9.2 Результаты поверки считать положительными, если идентификационные данные ПО соответствуют данным, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
	Идентификационное наименование ПО	NanoScan Device
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже v 200	не ниже v 200
Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	-	-

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия нанотвердомера метрологическим требованиям

10.1 Определение относительного отклонения и диапазонов испытательных нагрузок по шкалам индентирования

10.1.1 Измерить следующие испытательные нагрузки: 50 мН; 100 мН; 200 мН; 300 мН; 500 мН. Измерения величины каждой нагрузки необходимо проводить три раза при помощи весов.

10.1.2 Вычислить среднее арифметическое значение Физм. и занести его в протокол (приложение А, таблица А.3).

10.1.3 Относительное отклонение испытательной нагрузки δ определить по формуле (3):

$$\delta = 100 \% \cdot (F_{\text{изм}} - F_0) / F_0, \quad (3)$$

где $F_{\text{изм}}$ – среднее арифметическое значение измеренной испытательной нагрузки;
 F_0 – номинальное значение нагрузки.

Результаты занести в протокол (приложение А, таблица А.3).

10.1.4 Результаты поверки нанотвердомера считать положительными, если значения относительного отклонения испытательных нагрузок по шкалам индентирования находятся в допускаемых пределах, приведенных в таблице 5.

Таблица 5

Диапазон испытательных нагрузок, мН	Пределы допускаемого относительного отклонения испытательных нагрузок, %
от 1 до 500 включ.	±1

10.2 Определение относительного отклонения и диапазонов испытательных нагрузок по шкалам Виккерса

10.2.1 Все используемые в нанотвердомере нагрузки по шкалам Виккерса должны быть измерены с помощью весов и динамометров.

10.2.2 Выполнить по три измерения для каждой испытательной нагрузки. Вычислить среднее арифметическое значение Физм. и занести его в протокол (приложение А, таблица А.5).

10.2.3 Относительное отклонение испытательной нагрузки δ определить по формуле (3).

Результаты занести в протокол (приложение А, таблица А.5).

10.2.4 Результаты поверки нанотвердомера считать положительными, если значения относительного отклонения испытательных нагрузок по шкалам Виккерса находятся в допускаемых пределах, приведенных в таблице 6.

Таблица 6

Испытательные нагрузки, Н	Пределы допускаемого относительного отклонения испытательных нагрузок, %
0,4903; 0,9807	±1,5
1,961; 2,942; 4,903; 9,807, 19,61; 49,03; 98,07	±1,0

10.3 Определение абсолютной погрешности, диапазона измерений твердости и повторяемости показаний по шкалам индентирования

10.3.1 Поверку нанотвердомеров выполнить при следующих нагрузках:

- для мер твердости из поликарбоната – 0,1 мН; 0,5 мН; 1 мН;
- для мер твердости из плавленного кварца – 0,5 мН; 1 мН; 10 мН; 100 мН; 500 мН;
- для мер твердости из сапфира – 10 мН; 50 мН; 100 мН.

10.3.2 Определение абсолютной погрешности измерений твердости нанотвердомером по шкалам индентирования проводить при той же нагрузке, для которой присвоено значение эталонной меры. На каждой из мер провести по 15 измерений. Определить среднее арифметическое значение H_{ITcp} .

Вычислить погрешность Δ нанотвердомера по формуле (4):

$$\Delta = H_{ITcp} - H_{ITn}, \quad (4)$$

где H_{ITcp} – среднее арифметическое значение твердости меры, измеренное нанотвердомером;

H_{ITn} – номинальное значение твердости меры

Результаты занести в протокол (приложение А, таблица А.4).

10.3.3 Повторяемость показаний определить как среднеквадратическое отклонение ряда из 15 измерений твердости по шкалам индентирования.

Повторяемость показаний определить для каждой нагрузки.

10.3.4 Результаты поверки нанотвердомера считать положительными, если значения абсолютной погрешности и повторяемости показаний находятся в допускаемых пределах, указанных в таблице 7.

Таблица 7

Шкалы твердости	Диапазон измерений твёрдости H_{IT}	Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений твёрдости	Повторяемость показаний, H_{IT} , не более
H_{IT}	от 0,1 до 70	$\pm 0,1 \cdot H_{IT}$	$0,05 \cdot H_{IT\text{ср}}$

П р и м е ч а н и я:
1 Данные метрологические характеристики определены для максимальных глубин внедрения наконечника не менее 20 нм
2 H_{IT} – приписанное число твёрдости по шкалам индентирования
3 $H_{IT\text{ср}}$ - среднее арифметическое значение 15 измерений числа твердости
4 Числа твёрдости индентирования вычисляются в ГПа
5 Метрологические характеристики действительны для 15 измерений

10.4 Определение абсолютной погрешности и диапазонов измерений твердости по шкалам Виккерса

10.4.1 Поверку нанотвердомеров выполнить при следующих нагрузках: 0,490 Н (шкала HV 0,05); 0,981 Н (шкала HV 0,1); 2,942 Н (шкала HV 0,3); 9,807 Н (шкала HV 1); 49,03Н (шкала HV 5); 98,07 Н (шкала HV 10).

10.4.2 Меры твердости выбирать в соответствии с таблицей 8.

П р и м е ч а н и е - В случае, если не все вышеуказанные нагрузки реализуются в нанотвердомере, допускается поверка по мерам твёрдости при других прикладываемых нагрузках. Меры твёрдости и шкалы выбираются таким образом, чтобы длины диагоналей полученных отпечатков укладывались во все диапазоны длин, приведенные в таблице 8, при этом должны быть задействованы максимальная и минимальная нагрузки. Поверка должна быть проведена не менее чем по пяти шкалам твердости.

Таблица 8

Обозначение шкалы твёрдости	Значение твёрдости меры, HV	Диапазон длин диагоналей отпечатка, мм	Количество мер, используемых для поверки, шт.
HV 0,05	(200±50) HV; (450±75) HV	не более 0,04	1
HV 0,1	(200±50) HV; (450±75) HV, (800±50) HV	не более 0,04	1
HV 0,2	(200±50) HV, (450±75) HV; (800±50) HV	не более 0,04	2
HV 0,3	(450±75) HV; (800±50) HV	не более 0,04	1
HV 0,5	(450±75) HV; (800±50) HV	не более 0,04	1
	(200±50) HV	от 0,04 до 0,2	1
HV 1	(200±50) HV; (450±75) HV; (800±50) HV	от 0,04 до 0,2	1
HV 2	(200±50) HV; (450±75) HV; (800±50) HV	от 0,04 до 0,2	1
HV 5	(200±50) HV, (450±75) HV, (800±50) HV	от 0,04 до 0,2	1
HV 10	(800±50) HV	от 0,04 до 0,2	1
	(200±50) HV	не менее 0,2	1

П р и м е ч а н и е – Если в твердомере реализуются не более 5 шкал, то поверяется каждая шкала

10.4.3 Измерения твердости проводить при той же нагрузке, для которой присвоено значение эталонной меры.

На эталонную меру твёрдости (п. 5.1) нанести пять отпечатков, располагая их равномерно по всей поверхности меры. Определить медиану 5-ти измерений H_m и занести ее в протокол (приложение А, таблица А.6).

10.4.4 Вычислить абсолютную погрешность твердомера Δ по формуле (5).

$$\Delta = H_m - H_n, \quad (5)$$

где H_m – значение медианы меры твердости, определенное по результатам пяти измерений нанотвердомера;

H_n – приписанное значение твердости меры, присвоенное ей поверяющей организацией по результатам последней поверки.

Результаты занести в протокол (приложение А, таблица А.6).

10.4.5 Результаты поверки нанотвердомера считать положительными, если значения абсолютной погрешности по шкалам Виккерса находятся в допусках, указанных в таблице 9.

Таблица 9

Обозначение шкалы твёрдости	Интервалы измерений твёрдости, HV								
	от 50 до 125 включ.	св. 125 до 175 включ.	св. 175 до 225 включ.	св. 225 до 275 включ.	св. 275 до 325 включ.	св. 325 до 375 включ.	св. 375 до 425 включ.	св. 425 до 475 включ.	св. 475 до 525 включ.
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности твердомеров, HV, (\pm)								
HV 0,05	8	14	20	20	27	35	40	50	-
HV 0,1	6	11	16	20	27	35	40	50	50
HV 0,2	4	8	12	18	24	30	36	43	50
HV0,3	4	7	10	14	18	23	28	34	40
HV0,5	3	7	10	13	15	19	24	27	30
HV1	3	6	8	10	12	14	16	20	25
HV2	3	5	6	8	9	12	16	18	20
HV5	3	5	6	8	9	11	12	14	15
HV10	3	5	6	8	9	11	12	14	15

Продолжение таблицы 9

Обозначение шкалы твёрдости	Интервалы измерений твёрдости, HV									
	св. 525 до 575 включ.	св. 575 до 625 включ.	св. 625 до 675 включ.	св. 675 до 725 включ.	св. 725 до 775 включ.	св. 775 до 825 включ.	св. 825 до 875 включ.	св. 875 до 925 включ.	св. 925 до 1075 включ.	св. 1075 до 1500 включ.
	Пределы допускаемой абсолютной погрешности твердомеров, HV, (\pm)									
HV 0,1	58	66	72	77	86	96	102	-	-	-
HV 0,2	58	66	72	77	86	96	102	108	110	-
HV0,3	47	54	62	70	75	80	89	99	110	-
HV0,5	36	42	46	49	56	64	68	72	90	142
HV1	28	30	32	35	42	48	51	54	60	77
HV2	22	24	26	28	30	32	38	45	50	77
HV5	17	18	20	21	23	24	26	27	40	52
HV10	17	18	20	21	23	24	26	27	30	39

Примечание – Метрологические характеристики действительны для 5 измерений

11 Оформление результатов поверки

11.1 Результаты поверки занести в протокол. Рекомендуемая форма протокола приведена в приложении А.

11.2 Результаты поверки нанотвердомера подтверждаются сведениями о результатах поверки средств измерений, включенными в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности, оформленное в соответствии с действующими нормативными документами.

11.3 По заявлению владельца нанотвердомера или лица, представившего его на поверку, на средство измерений выдается свидетельство о поверке средства измерений, и (или) в паспорт (формуляр) нанотвердомера вносится запись о проведенной поверке, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

11.4 Нанесение знака поверки на нанотвердомеры не предусмотрено.

11.5 В случае, если поверка была проведена по отдельным шкалам и диапазонам измерений твердости, в свидетельстве о поверке делается соответствующая запись.

Начальник лаборатории 360
НИО-3 ФГУП «ВНИИФТРИ»



А.Э. Асланян

Ведущий инженер НИО-3 ФГУП «ВНИИФТРИ»



М.А. Васенина

Таблица А1 - Определение отклонения показаний оптического микроскопа для измерения отпечатков по шкалам Виккерса

Диапазон измерения, мм	Отклонение показаний оптического микроскопа, мм

Таблица А.2 - Проверка программного обеспечения (ПО) твердомера

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	
Номер версии (идентификационный номер) ПО	

Таблица А.3 - Определение относительного отклонения испытательных нагрузок по шкалам индентирования

Испытательная нагрузка, мН	Результаты измерений			Среднее арифметическое значение измеренной испытательной нагрузки, мН	Относительное отклонение испытательной нагрузки, %
	F ₁	F ₂	F ₃		
50					
100					
200					
300					
500					

Таблица 4 Результаты измерений твердости по шкалам индентирования

Номинальное значение твердости меры	Номер меры	Среднее арифметическое значение 15 измерений H _{ITcp}	Погрешность измерения твёрдости, H _{IT}	Повторяемость показаний, H _{IT}

