

Министерство образования и науки Российской Федерации  
федеральное государственное бюджетное научное учреждение  
«Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов»  
(ФГБНУ ТИСНУМ)

УДК 531.7; 620.17.08  
ВГК ОКП 39 7290 7  
№ Госрегистрации 114072570015  
Инв. № 207

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГБНУ ТИСНУМ,  
д.ф.-м.н.



В.Д. Бланк

«30» декабря 2016 г.

М.П.



ОТЧЕТ

О ПРИКЛАДНЫХ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

«Разработка специализированного нанотвердомера-профилометра и методов контроля физико-механических свойств внутренних поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли»

по теме: «Обобщение и оценка результатов исследований»  
(заключительный)

Этап пятый

Соглашение о предоставлении субсидии от 22 июля 2014 г. №  
14.577.21.0088

ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 - 2020 годы»

Приоритетное направление «Индустрия наносистем»

Часть 1




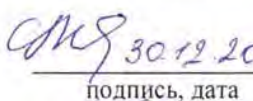

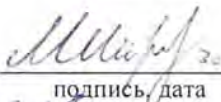
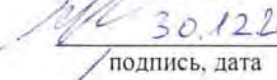
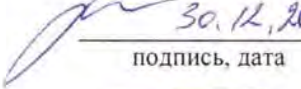

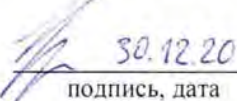
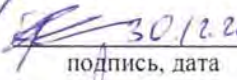
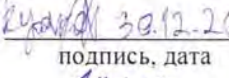
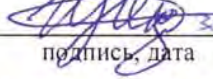

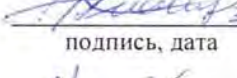
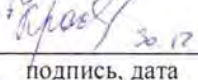

Руководитель работ,  
Заведующий отделом исследования  
физико-механических свойств  
ФГБНУ ТИСНУМ, к.ф.-м.н.



/ А.С. Усеинов

г. Москва, г. Троицк 2016 г.

## СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель работы, Зав. отделом, канд. физ.-мат. наук	 30.12.16 подпись, дата	А.С. Усеинов (реферат, введение, заключение, разделы 1-4, приложения А,Б,В)
Исполнители работы:		
Вед. науч. сотр., канд. физ.-мат. наук	 30.12.16 подпись, дата	В.Н. Решетов (разделы 1-2, приложения А,В)
Мл. науч. сотр.	 30.12.16 подпись, дата	И.И. Маслеников (разделы 1-2, приложения Б,В)
Науч. сотр.	 30.12.2016 подпись, дата	С.Л. Мелекесова (раздел 2, приложение В)
Вед. инженер	 30.12.2016 подпись, дата	В.В. Мелекесов (разделы 2-3)
Ст. науч. сотр., канд. техн. наук	 30.12.16 подпись, дата	В.В. Мещеряков (разделы 2- 3)
Науч. сотр.	 30.12.2016 подпись, дата	В.Ф. Кулибаба (разделы 1-2)
Техник	 30.12.2016 подпись, дата	А.А. Берлизов (раздел 2)
Науч. сотр., канд. техн. наук.	 30.12.16 подпись, дата	В.В. Соловьев (разделы 1-4)
Мл. науч. сотр.	 30.12.2016 подпись, дата	К.С. Кравчук (разделы 1-4, приложения А,Б)
Мл. науч. сотр.	 30.12.2016 подпись, дата	С.В. Прокудин (разделы 1-2)
Стажер-исследователь	 30.12.2016 подпись, дата	А.А. Русаков (разделы 2-3)
Вед. инженер	 30.12.16 подпись, дата	И.А. Мезенева (разделы 1-2)
Мл. науч. сотр.	 30.12.2016 подпись, дата	И.В. Красногоров (раздел 2)
Ведущий инженер	 30.12.16 подпись, дата	А.С. Карчиги (раздел 1)
Инженер 1 кат.	 30.12.16 подпись, дата	Н.В. Красногорова (разделы 1,3)
Инженер	 30.12.2016 подпись, дата	Е.В. Сумароко (раздел 1)

Стажер-исследователь  М.Д. Бутюто (разделы 1-2 приложение В)  
 подпись, дата 30.12.16

Стажер-исследователь  Е.В. Гладких (разделы 1,3)  
 подпись, дата 30.12.16

Инженер  А.В. Шафаран (раздел 3)  
 подпись, дата 30.12.16

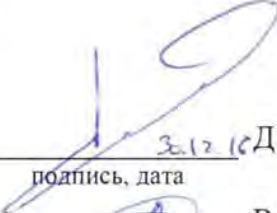
Лаборант-исследователь  А.С. Болгова (раздел 3)  
 подпись, дата 30.12.16


Техник I кат.  Г.С. Буга (раздел 1)  
 подпись, дата 30.12.16

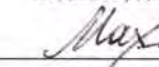
Нормоконтролер  Е.Е. Сапрыкин  
 подпись, дата 30.12.16

Индустриальный партнёр:

ООО «Позитив» (разделы 5-7 приложения Г,Д,Е)

Генеральный директор  Д.О. Алексеев  
 подпись, дата 30.12.16

инженер  В.В. Подымов  
 подпись, дата 30.12.16

инженер  М.С. Махров  
 подпись, дата 30.12.16

## РЕФЕРАТ

Отчет 244 с., 81 рис., 24 табл., 6 прил., 2 части, 88 источников.

Ключевые слова: ПРОФИЛОМЕТР, ТВЕРДОМЕР, ТВЕРДОСТЬ, МОДУЛЬ УПРУГОСТИ, ШЕРОХОВАТОСТЬ.

Объект прикладных исследований: специализированный нанотвердомер-профилометр и методы контроля физико-механических свойств внутренних поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли.

Цель ПНИ: обеспечение возможности контроля с нанометровым пространственным разрешением нанопереховатости, твердости и модуля упругости внутренних поверхностей открытых или глухих каналов в узлах и агрегатах изделий и механизмов, применяемых в машиностроительной и авиакосмической отраслях.

Результаты работ и их новизна. На данном этапе работ была проведена оценка полноты решения задач и достижения поставленных целей ПНИ, оценка эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем. Показано, что требования ТЗ выполнены в полном объеме, полученные результаты являются новыми, что подтверждается 2 поданными патентами на полезную модель и 2 зарегистрированными программами для ЭВМ. На основании проведенных экспериментальных исследований выработаны рекомендации по возможности использования результатов ПНИ в реальном секторе экономики и проведена оценка потребности промышленности в специализированном нанотвердомере-профилометре. Разработаны технические требования и предложения по разработке, производству и эксплуатации СНП. При подготовке технических требований были учтены технологические возможности и особенности Индустриального партнера. На основании анализа полученных в ПНИ результатов разработан проект технического задания на проведение ОКР по теме: «Разработка промышленного производства портативных измерительных приборов для контроля качества

поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли».

На основании проведенных экспериментальных исследований сформулированы предложения по доработке эскизной конструкторской документации, специализированного радиоэлектронного обеспечения и программного обеспечения СНП, необходимые для расширения функциональных возможностей разработанного прибора в области проведения исследований тонких пленок и покрытий.

Проведены маркетинговые исследования с целью изучения перспектив коммерциализации РИД, полученных при выполнении ПНИ.

Научно-технический уровень достигнутых результатов превосходит мировые достижения в области контроля механических свойств внутренних поверхностей неразборных изделий. Аналогов у разрабатываемого специализированного нанотвердомера-профилометра на сегодня нет. Используемые физические принципы и технические подходы соответствуют современным представлениям об измерении механических свойств объемных материалов и тонких функциональных покрытий. Оригинальным является подход, позволяющий нивелировать влияние шероховатости на результаты измерения твердости за счет использования априорной информации о модуле Юнга исследуемого материала. Результаты, полученные на данном 5-м этапе в ходе анализа и обработки результатов экспериментальных исследований, опубликованы в 1 статье в периодическом издании Web of Science.

Область применения: транспортное машиностроение (авиа-, авто-, судостроение, системы перекачки нефти и газа и т.д.). Разрабатываемые устройства будут применяться для целей контроля параметров металлов, сплавов, модификаторов и лигатур с повышенными конструкционными и функциональными свойствами, материалов с повышенной механической прочностью и химической стойкостью для различных видов транспорта, в том числе для авиационно-космических технологий, судо- и автомобилестроения. Назначение разрабатываемого специализированного

нанотвердомера-профилометра – диагностика состояния поверхностей деталей и узлов изделий машиностроительной отрасли, силовых агрегатов в авиастроительной отрасли, а также агрегатов механизмов в аэрокосмической отрасли.

Значимость работы. Контроль технологических процессов является одним из важнейших этапов отработки и внедрения новых технологий в реальном секторе экономики. В настоящее время не существует прямых методов контроля параметров рельефа и механических свойств на внутренних поверхностях каналов на достаточном удалении от входного отверстия. Как правило, оценка качества поверхностей проводится косвенным способом, либо не проводится вовсе, либо оценивается из средних параметров самого процесса модификации поверхности. Инструмент, позволяющий проводить прямые измерения, позволит получить существенно больше информации, что приведет к значительному прогрессу в развитии соответствующих технологий.

Прогнозное предположение о развитии объекта. Данный 5 этап является заключительным этапом ПНИ. По результатам проведенной оценки и обобщения результатов работы сформулированы предложения по доработке ЭКД для расширения функциональных возможностей СНП. На основании анализа полученных в ПНИ результатов подготовлен проект ТЗ на ОКР для разработки промышленного производства приборов данного типа, что является необходимым этапом для их внедрения в промышленности.

Настоящий отчет состоит из двух частей: основной и приложений.

Информация о ходе выполнения ПНИ и основных результатах, полученных при выполнении проекта, размещена в Интернет на веб-сайте ФГБНУ ТИСНУМ по адресу <http://www.tisnum.ru/fcp.html>.

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	11
1. Проведение оценки полноты решения задачи и достижения поставленных целей ПНИ, оценка эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем.....	13
2. Выработка рекомендаций по возможности использования результатов ПНИ в реальном секторе экономики и оценка потребности промышленности в специализированном нанотвердомере-профилометре.....	32
3. Разработка технических требований и предложений по разработке, производству и эксплуатации продукции с учетом технологических возможностей и особенностей индустриального партнера - организации реального сектора экономики.....	55
3.1 Технологические возможности Индустриального партнера.....	55
3.2 Технические требования и предложения по производству СНП.....	56
3.3 Рекомендации по совершенствованию технологических возможностей Индустриального партнера.....	67
4. Разработка проекта технического задания на проведение ОКР по теме: «Разработка промышленного производства портативных измерительных приборов для контроля качества поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли».....	70
5. Формулировка предложений по доработке эскизной конструкторской документации, специализированного радиоэлектронного обеспечения и программного обеспечения по п.п. 2.4, 2.5 и 3.2., необходимых для расширения функциональных возможностей специализированного нанотвердомера-профилометра.....	73
5.1 Способы нанесения и применения пленок и покрытий.....	74
5.2 Проведение испытаний образцов.....	83

5.3 Доработка ЭЖД и радиоэлектронного обеспечения .....	90
5.4 Доработка ПО.....	99
6. Проведение маркетинговых исследований с целью изучения перспектив коммерциализации РИД, полученных при выполнении ПНИ .....	110
7. Закупка оборудования (материалов, комплектующих) .....	113
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	119
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ .....	124
Часть 2 ПРИЛОЖЕНИЯ.....	129
ПРИЛОЖЕНИЕ А. ОТЧЕТ О ДОПОЛНИТЕЛЬНЫХ ПАТЕНТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ .....	131
ПРИЛОЖЕНИЕ Б. ПРОТОКОЛЫ ИЗМЕРЕНИЙ ТВЕРДОСТИ И ПАРАМЕТРОВ ШЕРОХОВАТОСТИ ИЗДЕЛИЙ.....	155
ПРИЛОЖЕНИЕ В. ПРОЕКТ ТЕХНИЧЕСКОГО ЗАДАНИЯ НА ОКР ПО ТЕМЕ «РАЗРАБОТКА ПРОМЫШЛЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА ПОРТАТИВНЫХ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ ДЛЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТЕЙ ОТКРЫТЫХ И ГЛУХИХ КАНАЛОВ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В МАШИНОСТРОЕНИИ И АВИАКОСМИЧЕСКОЙ ОТРАСЛИ» .....	161
ПРИЛОЖЕНИЕ Г. АКТ ИЗГОТОВЛЕНИЯ МОДЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ ТОНКИХ ПЛЕНОК.....	180
ПРИЛОЖЕНИЕ Д. ПРОТОКОЛЫ ИЗМЕРЕНИЙ ТВЕРДОСТИ И ПАРАМЕТРОВ ШЕРОХОВАТОСТИ МОДЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ ТОНКИХ ПЛЕНОК.....	183
ПРИЛОЖЕНИЕ Е. МАРКЕТИНГОВЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ .....	194



## ОПРЕДЕЛЕНИЯ, ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

АСМ – атомно-силовой микроскоп

НТД – нормативно-техническая документация

ПГ – план-график

ПНИ – прикладное научное исследование

ПО – программное обеспечение

СЗМ – сканирующий зондовый микроскоп

ОКР – опытно-конструкторская работа

ISO – International Organization for Standardization (Международная организация по стандартизации)

АЦП – аналого-цифровой преобразователь

ЦАП – цифро-аналоговый преобразователь

ЛЧХ – амплитудно-частотная характеристика

ПК – персональный компьютер

DLL – динамически подключаемая библиотека (dynamic linked library)

ОС – операционная система

ЭКД – эскизная конструкторская документация

ТЗ – техническое задание

ЭОСНП – экспериментальный образец специализированного нанотвердомера-профилометра

СНП – специализированный нанотвердомер-профилометр

ИГ – измерительная головка

ЧПУ – числовое программное управление

РИД (РНТД) — результаты интеллектуальной (научно-технической) деятельности, а именно: программы для электронных вычислительных машин, базы данных, изобретения, полезные модели, промышленные образцы, селекционные достижения, топологии интегральных микросхем, секреты производства (ноу-хау), исключительные права на которые сохраняются за университетом

СИ – средства измерения

ГР СИ – Государственный реестр средств измерений

ФИПС – Федеральный институт промышленной собственности

PVD – physical vapor deposition, химического испарения материала

CVD – chemical vapor deposition химического растворения.

ARE – activated reactive evaporation (методе активированного реактивного испарения при нанесении покрытий)

ICBD – ionized cluster beam deposition (метод нанесения покрытий ионизацией пучка кластеров)

DLC – diamond-like carbon (алмазоподобный углерод)

## ВВЕДЕНИЕ

Ключевые слова: ПРОФИЛОМЕТР, ТВЕРДОМЕР, ТВЕРДОСТЬ, МОДУЛЬ УПРУГОСТИ, ШЕРОХОВАТОСТЬ.

Данное прикладное научное исследование проводится в соответствии с Соглашением о предоставлении субсидии №14.577.21.0088 от 22.07.2014 в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 - 2020 годы» по лоту шифр «2014-14-579-0067». Тема работы: «Разработка специализированного нанотвердомера-профилометра и методов контроля физико-механических свойств внутренних поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли».

Целью данного заключительного пятого этапа ПНИ являлось обобщение и оценка полученных результатов работы в целом по проекту.

Задачами, поставленными и решенными на данном этапе, являлись оценка достижения поставленных целей ПНИ, оценка эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем.

Роль работ отчетного этапа в выполнении проекта в целом заключается в подведении итогов всей проделанной работы, выполнении оценки полученных результатов и достигнутых показателей с целью создания необходимого задела для дальнейшего развития направления приборостроения в предметной области ПНИ в рамках последующих опытно-конструкторских или опытно-технологических работ.

Пятый этап занимают заключительное место, подводит итог всей проделанной работе, обобщает и оценивает результаты, а также дает рекомендации по их дальнейшему использованию.

В ходе работ пятого этапа на основании серии экспериментальных исследований выработаны рекомендации по возможности использования

результатов ПНИ в реальном секторе экономики, проведена оценка потребности промышленности в специализированном нанотвердомере-профилометре, экспериментальный образец которого разработан в ходе ПНИ.

На основании данных о технологических возможностях и особенностях производства Индустриального партнера - организации реального сектора экономики разработаны технические требования и предложения по разработке, производству и эксплуатации специализированных нанотвердомеров-профилометров.

По результатам проведенного анализа работ по ПНИ в целом разработан проект технического задания на проведение ОКР по теме: «Разработка промышленного производства портативных измерительных приборов для контроля качества поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли».

Индустриальным партнером, ООО «Позитив», на основании серии экспериментальных исследований образцов тонких функциональных покрытий, изготовленных на данном этапе работ, сформулированы предложения по доработке эскизной конструкторской документации, специализированного радиоэлектронного обеспечения и программного обеспечения по п.п. 2.4, 2.5 и 3.2., необходимых для расширения функциональных возможностей специализированного нанотвердомера-профилометра. В соответствии с предложениями Индустриального партнера актуальным с точки зрения внедрения прибора на промышленных предприятиях является расширение функциональности за счет реализации методик исследования тонких пленок и покрытий, нанесенных различными методами, в том числе, методами магнетронного напыления и CVD.

Также Индустриальным партнером проведены маркетинговые исследования с целью изучения перспектив коммерциализации РИД, полученных при выполнении ПНИ.

1. Проведение оценки полноты решения задачи и достижения поставленных целей ПНИ, оценка эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем

Все поставленные в ТЗ на ПНИ задачи решены в полном объеме и на соответствующем современном требованиям уровне. Разработанный ЭОСНП продемонстрировал широкие функциональные возможности и работоспособность в лабораторных условиях при исследовании реальных изделий отечественного и импортного машиностроения. Проведенные патентные исследования позволили подать и получить положительное решение на две заявки на полезную модель и две программы для ЭВМ, реализующих математические алгоритмы обработки экспериментальных данных, по тематике ПНИ в целом опубликовано 6 статей в журналах из базы данных Scopus и WEB of Science.

В результате оценки полноты решения поставленных в ПНИ целей и сравнения с современным уровнем научно-технического развития было установлено, что комбинация технических возможностей СНП является уникальной и превосходит все известные аналоги в плане возможности измерения шероховатости, твердости и модуля Юнга в внутренних поверхностях глубоких каналов. Достижение уникальных технических характеристик стало возможно благодаря использованию пьезорезонансных датчиков камертонной конструкции разработанных с использованием современных технологий и защищенных патентами РФ. Новизна примененных решений подтверждается положительными решениями по поданным заявкам и публикацией полученных в ходе разработки и использования СНП научных результатов в реферируемых российских и зарубежных изданиях.

Разработанный и изготовленный экспериментальный образец специализированного нанотвердомера профилометра вместе с программным обеспечением, созданным для управления прибором и обработки

получаемых данных, успешно прошел все лабораторные испытания. В ходе выполнения данного этапа ПНИ, с помощью ЭОСНП проводились лабораторные исследования образцов изделий машиностроительной, нефтедобывающей и авиакосмической области для определения сфер применения прибора.

В ходе выполнения ПНИ подготовлена эскизная конструкторская документация на ЭОСНП и изготовлен один экземпляр прибора. Написано все необходимое программное обеспечение и проведены лабораторные испытания ЭОСНП. Разработаны и опробованы методики измерения шероховатости, твердости и модуля упругости (Юнга) внутренних поверхностей глубоких открытых и закрытых каналов. Подготовлен проект ТЗ на ОКР по разработке промышленного производства ЭОСНП.

Изготовленный образец ЭОСНП способен проводить измерение нанощероховатости, твердости и модуля упругости (Юнга) поверхности внутри сквозных или глухих каналов диаметром 9 мм и более, на удалении от входного отверстия канала не более 2000 мм.

Измерения и обработка данных производится в полуавтоматическом режиме под управлением ПО, установленного на персональном компьютере, оснащенный операционной системой Windows.

Проведен всесторонний анализ измерительных возможностей гибридного шезорезонансного зонда, используемого в ЭОСНП, и рассмотрены оптимальные способы контроля резонансных свойств такого типа зондов. На рисунке 1 приведена схема возбуждения резонансных колебаний зондового датчика, применяемого в ЭОСНП в качестве чувствительного элемента для контроля параметров взаимодействия индентора с поверхностью исследуемого образца.

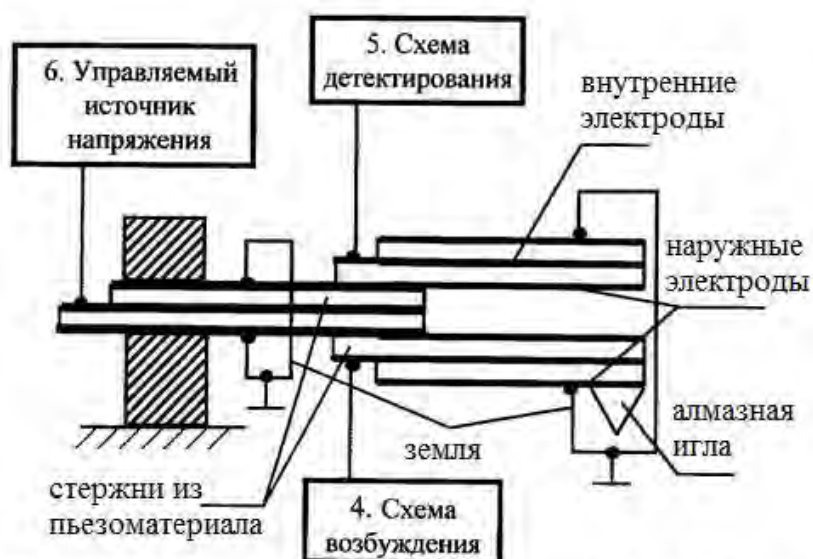


Рисунок 1 — Схема возбуждения резонансных колебаний зонда камертонной конструкции используемого в ЭОСНП

Использование малогабаритного пьезорезонансного зонда с биморфной пьезокерамической ножкой позволило совместить в одном устройстве функции и датчика и актюатора, а также миниатюризировать изделие в целом. На рисунке 2 приведена фотография и 3D-модели измерительной головки, содержащей малогабаритный гибридный зондовый датчик камертонной конструкции.

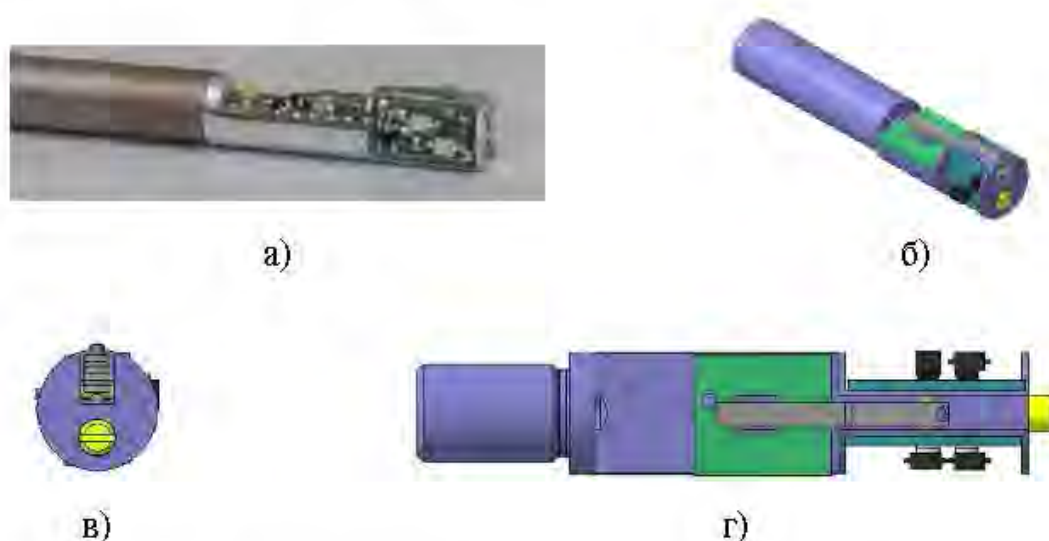


Рисунок 2 — Вид измерительной головки специализированного нанотвердомера-профилометра: фотография (а), аксонометрия (б), вид сбоку (в) и вид сверху (г)

Совмещение в одном узле системы контроля контакта с поверхностью, нанопозиционирования по высоте рельефа и системы микронагружения позволило полнофункционально реализовать режимы профилирования поверхности методом сканирующей зондовой микроскопии и измерения твердости и модуля Юнга материала методами инструментального индентирования и царапания. Совместное применение данных методик позволяет проводить локальное измерение механических свойств в определенных местах поверхности, а также реализовывать измерение твердости при помощи метода склерометрии в рамках трехпроходной методики.

Было проведено численное моделирование различных элементов конструкции ЭОСНП и определены их резонансные частоты и жесткости.

Чертеж общего вида измерительной головки ЭОСНП представлен на рисунке 3. Общий вид прибора в сборе представлен на рисунке 4.

В ходе выполнения ПНИ был разработан целый ряд методик измерения твердости и модуля Юнга, позволяющих верифицировать информацию о механических свойствах исследуемой поверхности различными измерительными способами. В том числе разработана и опробована методика измерения приведенной твердости, равной отношению значения твердости в квадрате к модулю упругости Юнга методом силовой спектроскопии. Данная методика позволяет производить измерения минимизируя влияние рельефа поверхности.



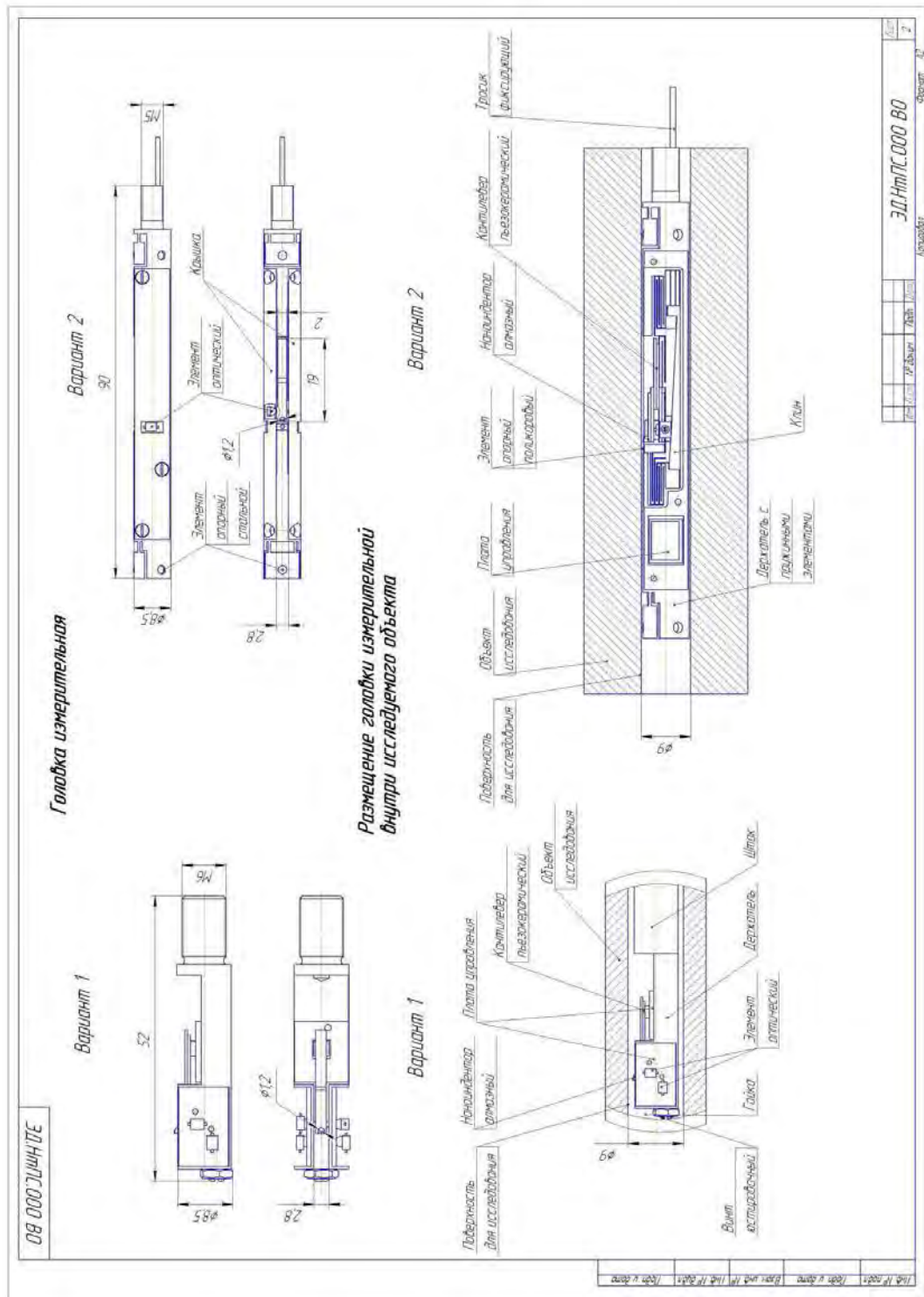


Рисунок 3 – Измерительная головка ЭОСНП



Разработанные блоки электронного обеспечения и ПО позволяют в автоматическом режиме производить измерения в заданной области образца и осуществлять полномасштабную обработку получаемых экспериментальных данных.

В ходе анализа полученных экспериментальных результатов разработаны алгоритмы обработки данных, которые были реализованы в виде программ для ЭВМ, зарегистрированных в ФИПС.

«Программа коррекции изображений рельефа поверхности, получаемых сканирующими нанотвердомерами, с учетом единичных выбросов большой амплитуды» предназначена для коррекции шага изображения поверхности (вычитания наклона) с одновременной фильтрацией случайных единичных выбросов в данных с большой амплитудой.

Программа обеспечивает выполнение следующих функций:

- коррекции шага изображения поверхности (вычитания наклона)
- фильтрацию случайных единичных выбросов в данных с большой амплитудой.

Применение данной программы при обработке профилей поверхности существенно повышает достоверность расчета параметров шероховатости, поскольку случайные единичные выбросы большой амплитуды в некоторых случаях могут существенно смещать оценку средних значений.

Для всего двумерного изображения вычисляется среднее значение  $\bar{A}_{image} = \sum_i \sum_j A_{ij} / (n_x * n_y)$ . После этого для каждой строки вычисляется среднее для каждой строки  $\bar{A}_i = \sum_j A_{ij} / n_y$ .

Скорректированное значение находится из  $B_{ij} = A_{ij} - \bar{A}_i + \bar{A}_{image}$ .

«Программа построения функции формы индентора по двумерному изображению его рельефа, полученному с помощью сканирующего зондового микроскопа» предназначена для построения функции формы

индентора, на основе данных полученных в процессе сканирования его поверхности.

Программа обеспечивает выполнение следующих операций:

- визуализация поверхности индентора, выбор цветовой гаммы высот, а также диапазона вывода представленных данных;
- расчет площади поверхности индентора в зависимости от расстояния от его кончика»;
- расчет площади поперечного сечения индентора в зависимости от расстояния от его кончика;
- обработка полученных данных: медианная фильтрация, усреднение между линиями, вычитание плоскости.

Программа предоставляет возможность импорта и экспорта данных в текстовый формат.

Процесс расчета начинается с выделения зоны индентора на предоставленных данных с вычислением габаритов по высоте (см. рисунок 5).

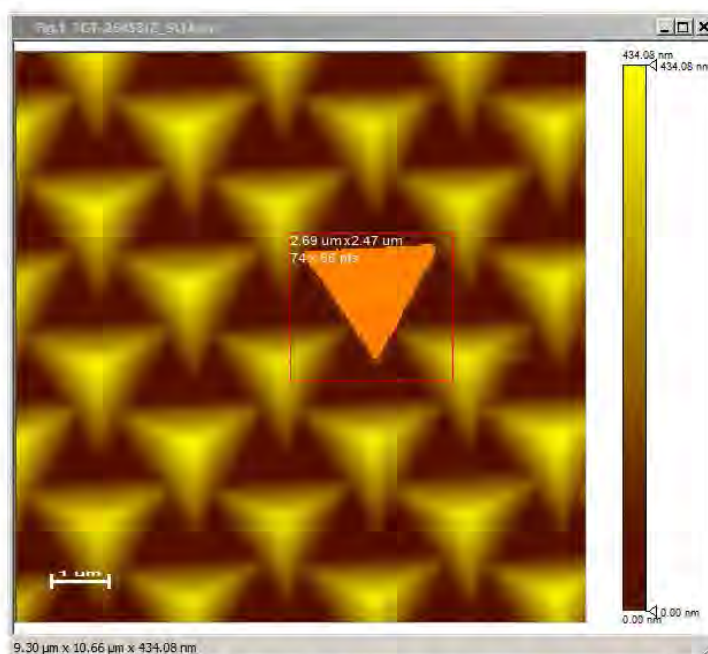


Рисунок 5 – Исходное СЗМ-изображение с выделенной зоной вершины индентора

Для вычисления площади поперечного сечения индентора в зависимости от расстояния от его кончика проводится следующий расчёт. Начиная от кончика индентора, снижаем порог высоты на 1 нм и находим все узлы, высоты которых больше этого порога и которые вошли в найденную зону индентора. Для каждого удовлетворяющего узла находим 4 ячейки, которым он принадлежит, и увеличиваем значение каждой такой ячейки во вспомогательном массиве на 1. По завершении прохода по всем узлам запускается проход по всем ячейкам и считается количество таких ячеек, в которых значение равно 4, то есть все образующие её узлы удовлетворили условию вхождения. Окончательно, площадь поперечного сечения вычисляется как произведение количества найденных ячеек на площадь единичной ячейки, которая нам известна (см. рисунок 6).

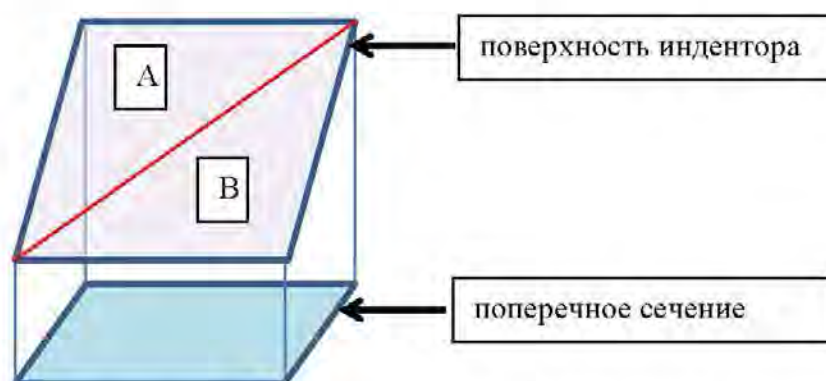


Рисунок 6 – Схема одной ячейки данных

Для вычисления площади поверхности индентора в зависимости от расстояния от его кончика необходимо пройтись по всем ячейкам данных и восстановить трёхмерную грань. Так как все четыре узла, образующих данную грань обязательно лежат в одной плоскости, то её необходимо разбить на два треугольника (А и В на рисунке). В случае, если у всех трёх узлов треугольника высоты больше порогового значения и они входят в найденную зону индентора, то значение площади треугольника в трёхмерном пространстве добавляется к суммарной площади поверхности индентора (см. рисунок 7).

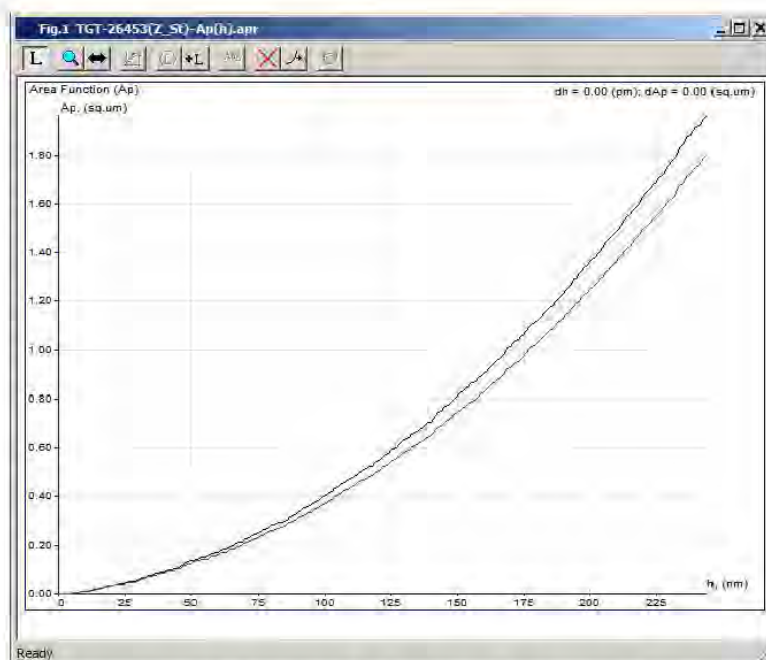


Рисунок 7 – Результаты расчета функции площади сечения индентора (красная линия) и функции площади поверхности индентора (черная линия)

Полученная способом сканирования массива острий функция площади формы индентора может быть использована при обработке данных в методе инструментального индентирования. Основным достоинством данного метода является его простота и оперативность, для измерения формы индентора таким способом необходимо время в десятки раз меньшее, чем для построения функции площади путем серии уколов в образец плавленого кварца.

Достижимое значение усилия прижима алмазного индентора, используемого в составе ЭОСНП при измерении наносероховатости, оказалось существенно меньше 0,5 мН и в большинстве случаев при работе с широким спектром металлов находится в диапазоне (0,05-0,25) мН, что позволяет измерять шероховатость достаточно мягких металлов и средних по твердости пластиков. Диаметр зонда и длина рабочей штанги соответствуют требованиям ТЗ и позволяют проводить измерения внутри тонких глубоких каналов.

Пример изображения профиля поверхности меры, полученного в режиме профилометрии по методу сканирующей зондовой микроскопии, представлен на рисунке 8, соответствующая гистограмма высот приведена на рисунке 9.

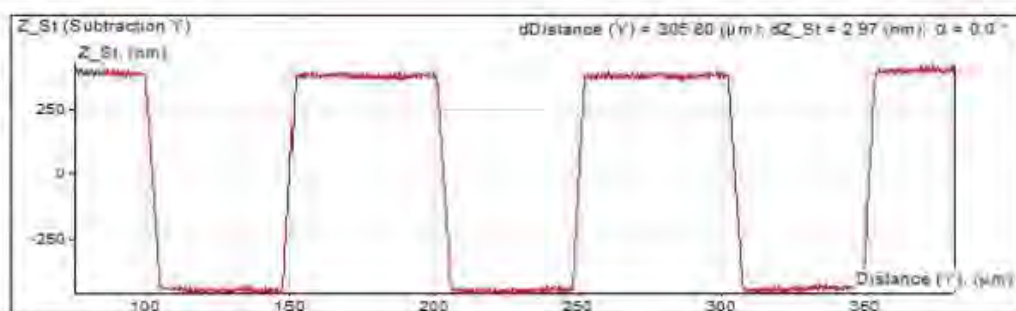


Рисунок 8 – Профилограмма меры ПРО-10 (класс 86), измеренная с использованием ЭОСНП

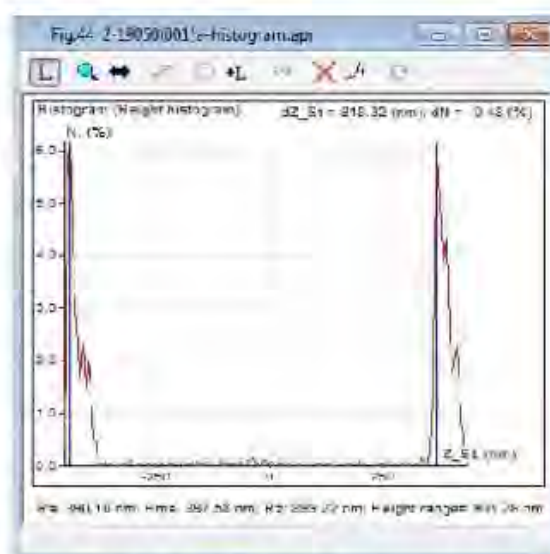


Рисунок 9 – Гистограмма профиля, измеренного при калибровке. Было проведено повторное измерение профиля меры

Экспериментальный образец специализированного нанотвердомера-профилометра имеет следующие технические характеристики:

- он пригоден для измерения твердости исследуемой поверхности методом инструментального индентирования в соответствии с ГОСТ Р 8.748-2011 в





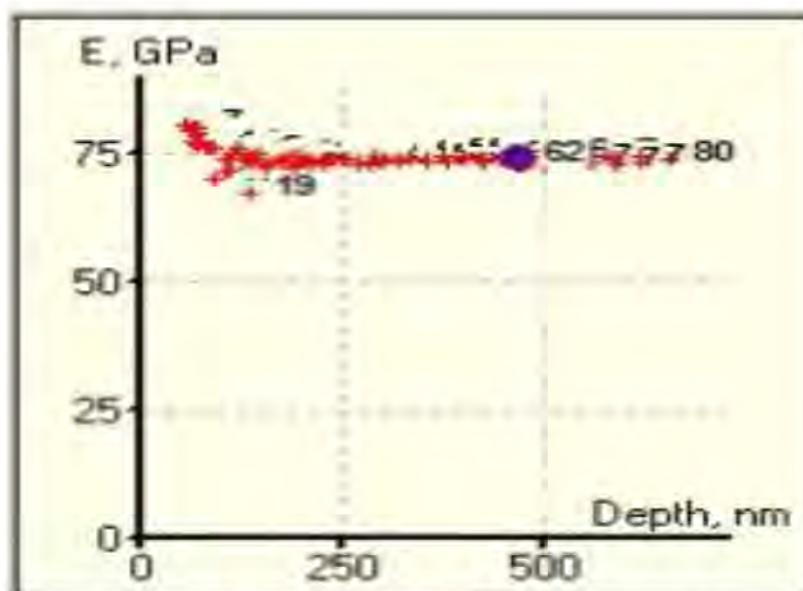


Рисунок 11 – Результаты измерения модуля упругости поверхности плавленого кварца методом инструментального индентирования в соответствии с ГОСТ Р 8.748-2011

В процессе контроля наносероховатости исследуемой поверхности с помощью экспериментального образца специализированного нанотвердомера-профилометра обеспечиваются измерения следующих параметров:

- Ra (среднее арифметическое отклонение профиля в соответствии с ГОСТ 2789-73) в диапазоне от 0,01 до 10 мкм, с погрешностью  $\pm 10\%$ , но не менее 0,01 мкм;
- Rmax (наибольшая высота профиля в соответствии с ГОСТ 2789-73) в диапазоне от 0,01 до 35 мкм, с погрешностью  $\pm 10\%$ , но не менее 0,01 мкм.

Пример такого рода измерений с выделением профилей, соответствующих волнистости и шероховатости, представлен на рисунке 12.

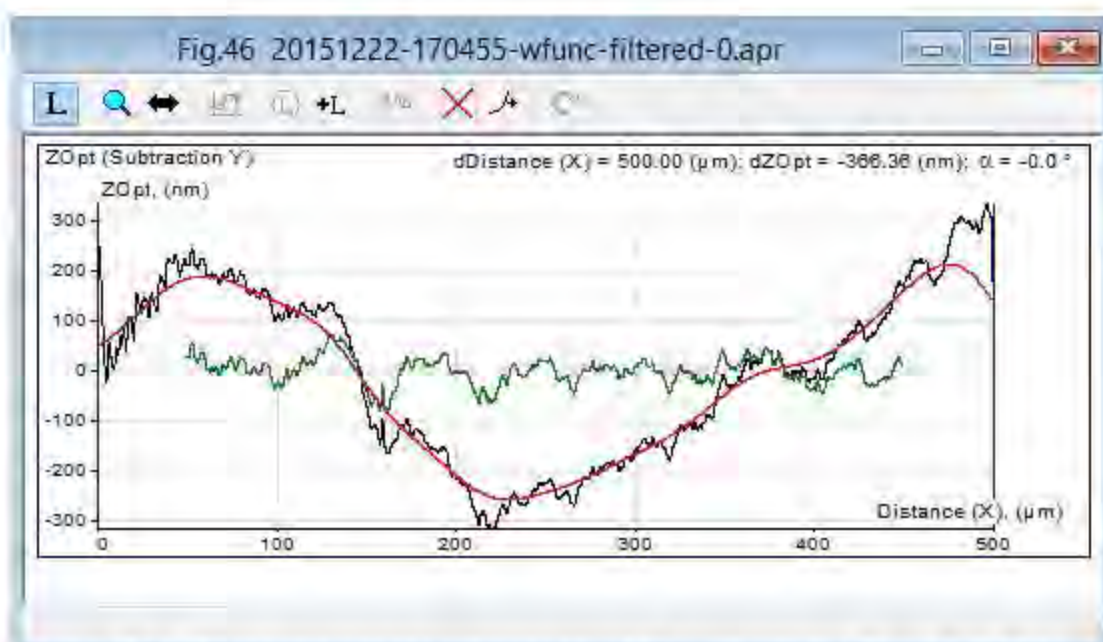


Рисунок 12 – Измерения внутреннего профиля стальной трубы. Черный - исходный профиль поверхности, красный – профиль волнистости (waviness profile), зеленый – профиль шероховатости

Для контроля метрологических характеристик и определения предельных возможностей прибора были использованы специализированный испытательный стенд для тарировки микроперемещений ТНК.uPT016-35, а также контроллер управления динамическими линейными мерами на основе пьезокерамических стеков модели УПДМ. 150-USB, закупленные в конце 4 этапа работ. Данное оборудование использовалось в рамках работ пятого этапа при применении динамических мер шероховатости, позволяющих проводить проверку и калибровку датчика перемещения ЭОСНП как во всем диапазоне, так и в отдельных его участках, позволяя найти калибровочный коэффициент в каждой точке допустимого интервала перемещений. При этом все измерения с помощью таких мер проводятся в рамках контакта с одной поверхностью, без необходимости использования ряда мер различной высоты. Подобная диагностика позволяет оценить нелинейность датчика и оценить его бюджет погрешности.

Описанный выше метод, являющийся контактным, сравнивался с бесконтактным методом калибровки перемещения, осуществляемым при помощи волоконно-оптического лазерного интерферометрического энкодера

модели ЛИ.020-С, также закушенным в конце 4 этапа. Условия калибровки датчика при помощи динамических мер более приближены к реальным условиям работы прибора, однако интерферометрические измерения являются прямым методом и не подвержены погрешностям, связанным с работой обратной связи: не искажены эффектами недорегулирования и перерегулирования, а также являются менее зашумленными.

Достигнутые метрологические характеристики соответствуют реальным требованиям, предъявляемым к такого рода оборудованию со стороны представителей промышленного сектора, и позволяют использовать приборы, основанные на принципах, заложенных в конструкцию ЭОСНП, в составе заводских лабораторий, контролирующих качество машиностроительных изделий.

О высокой эффективности использованных подходов говорит тот факт, что все заявленные характеристики ЭОСНП были реализованы в полном объеме и обозначенные сроки. Изготовленный экспериментальный образец прибора состоит в основном из отечественных компонент. Исключение составляет только радиоэлектронное оборудование, в котором использованы широко распространенные импортные комплектующие элементы, имеющие отечественные аналоги по всем позициям.

Предложенные подходы и технические решения соответствуют мировым тенденциям развития методов инструментального инденитирования и профилометрии. Достигнутые результаты превосходят лучшие отечественные и зарубежные образцы в плане размера и глубины доступных для исследования закрытых и открытых каналов внутри машиностроительных изделий.

Эффективность полученных результатов подтверждается приемлемой ожидаемой стоимостью специализированного нанотвердомера профилометра при его серийном производстве. Использование хорошо зарекомендовавших себя в рамках лабораторных исследований подходов и гибридного пьезорезансного зондового датчика камертонной конструкции позволило

максимально широко использовать имевшиеся у исполнителя научно-технические заделы при разработке ЭОСНП с уникальными техническими возможностями в области измерения шероховатости и механических свойств глубоких каналов в машиностроительных изделиях.

За время проведения исследований на мировом рынке не появилось измерительное оборудование способное определять шероховатость и твердость внутренних поверхностей глубоких отверстий и полостей. При этом, судя по отзывам представителей машиностроительных предприятий и реакции на публикации о результатах исследований, потребность в такого рода измерениях существует. Такого рода контроль внутренних поверхностей изделий не включен сегодня в состав штатных контрольно-измерительных процедур ОТК по причине отсутствия серийного оборудования, способного проводить такие измерения в условиях заводской лаборатории либо участка выходного контроля изделий.

В мировых тенденциях развитие оборудования для измерения шероховатости, твердости и модуля Юнга конструкционных материалов за прошедшие три года произошли незначительные изменения. К широкой тенденции, связанной с исследованием тонких функциональных покрытий и работе с минимально возможными нагрузками при индентировании, добавились тренды в сторону разработки приборов для исследования особо мягких, в том числе биологических, объектов и измерения при повышенных температурах [1–4].

Появился новый класс приборов, который можно назвать биоинденторы. Эти приборы характеризует крайне низкое значение жесткости системы подвеса индентора, большой свободный ход штока и высокое разрешение по силе. Такой специфический набор характеристик обусловлен необходимостью работы с биологическими материалами, гидрогелями и мягкими полимерами, когда значимые усилия (больше нескольких мкН) при индентировании возникают только после

существенного (порядка нескольких мкм) заглубления в исследуемый материал [5,6].

Еще одно направление, получившее широкое распространение в последнее время, это измерения при повышенных температурах. Многие производители выпустили на рынок дополнительные нагревательные модули и даже специальные модификации своих приборов, в том числе для работы в контролируемой атмосфере и вакууме, способные измерять твердость и модуль Юнга при высоких температурах, соответствующих реальным условиям работы машиностроительных изделий [3,4,7].

Две упомянутые тенденции говорят о постоянном расширении областей использования метода инструментального индентирования и большом интересе к такого рода измерениям со стороны научного и производственного сектора. Разработанный ЭОСНП предназначен для другой области применения, на данный момент не занятой ни одним из мировых производителей приборов для измерения шероховатости и осуществления инструментального индентирования. Уникальность данной разработки ставит ее в один ряд с самыми передовыми достижениями в научном приборостроении и позволяет надеяться на востребованность такого рода приборов не только на территории РФ, но в других индустриально развитых странах мира.

Проведенная оценка полноты решения задач, а также сравнение результатов с современным научно-техническим уровнем была сделано, в том числе на основе обсуждений результатов ПНИ в Самарском государственном аэрокосмическом университете им. Королева (СГАУ). Специалисты СГАУ имеют многолетний опыт и наработки в области материалов для авиакосмической области и их консультации крайне важны с точки зрения оценки полученных результатов при исследовании шероховатости различных поверхностей. Полученные для обсуждения сведения были необходимы для выполнения работ 5.1 Плана-графика.

## **Результаты и выводы раздела**

На заключительном этапе работ по ПНИ проведена оценка полноты решения задач и достижения поставленных целей работы в целом, а также проведена оценка эффективности полученных результатов. Показано, что достигнутые характеристики ЭОСНП полностью соответствуют Техническому заданию, а в некоторых аспектах превосходят его. В частности, за счет применения гибридного пьезорезонансного датчика удается существенно снизить усилие механического воздействия на поверхность в процессе измерения профиля и параметров шероховатости. Это ведет к двум существенным преимуществам данного метода:

- возможность проводить неразрушающие исследования рельефа на достаточно мягких поверхностях. Усилие прижима индентора к поверхности при профилировании с помощью ЭОСНП оказывается приблизительно на порядок меньшим по сравнению с усилием профилирования, например на профилемере Профи-130 и на несколько порядков меньше силы прижима дополнительного контактного опорного щупа (опоры). Это подтверждается наблюдением остаточного следа от опорного элемента щупа после проведения измерений с помощью Профи-130. В то же время, после измерений профиля с помощью ЭОСНП не остается видимых следов на поверхности.

- возможность проводить верификацию измеренных значений в заданной области поверхности, например, до и после различных манипуляций с образцом. Поскольку после измерений на поверхности не остается механических повреждений, то предыдущие измерения не влияют на последующие.

В ходе работ по оценке эффективности полученных результатов разработаны уникальные программные алгоритмы:

Программа для ЭВМ № 2016662928 «Программа коррекции изображений рельефа поверхности, получаемых сканирующими

нанотвердомерами, с учетом единичных выбросов большой амплитуды», правообладатель: ФГБНУ ТИСНУМ, авторы: Усеинов А.С., Красногоров И.В., Русаков А.А., дата регистрации: 25.11.2016, заявка № 2016660423, дата поступления: 06.10.2016.

Программа для ЭВМ № 2016662929 «Программа построения функции формы индентора по двумерному изображению его рельефа, полученному с помощью сканирующего зондового микроскопа», правообладатель: ФГБНУ ТИСНУМ, авторы: Усеинов А.С., Красногоров И.В., Маслеников И.И., дата регистрации: 25.11.2016, заявка № 2016660424, дата поступления: 06.10.2016.

В соответствии с требованиями технического задания проведены дополнительные патентные исследования по тематике зарегистрированных программ для ЭВМ. Отчет о дополнительных патентных исследованиях приведен в Приложении А.

Результаты, полученные в ходе анализа и систематизации результатов измерений с помощью ЭОСНП, опубликованы в научной статье из перечня Scopus и Web of Science:

T.V. Kazieva, A.P. Kuznetsov, M.V. Ponarina, K.L. Gubskiy, V.N. Reshetov Metrological characterization of nm-range dynamic etalons using a heterodyne interferometer // Journal of Physics: Conference Series – 2016 - Vol. 747, p. UNSP 012059

Полученные результаты соответствуют задачам п. 5.1 ПГ и требованиям п. 3.21 ТЗ.

## 2. Выработка рекомендаций по возможности использования результатов ПНИ в реальном секторе экономики и оценка потребности промышленности в специализированном нанотвердомере-профилометре

Экспериментальный образец специализированного нанотвердомера профилометра позволяет проводить характеризацию как рельефа (измерение шероховатости) так и механических свойств образца. Данные возможности востребованы в целом ряде промышленных производств. Естественно, что ЭОСНП является далеко не единственным прибором, позволяющим измерять указанные характеристики, однако он имеет определенное преимущество, так как способен проводить измерения внутренних поверхностей на большом удалении от входного отверстия.

Данная особенность позволяет выделить отдельные отрасли, в которых подобные исследования могут быть востребованы. В первую очередь рассматриваются объекты вакуумных установок: системы подачи образцов, соединительные трубки и каналы зачастую имеют достаточно высокие требования к шероховатости внутренней поверхности и маленький радиус кривизны, затрудняющий измерение параметров готового изделия. Другим типом объектов, более подробное рассмотрение которых будет приведено ниже, являются долота буровых установок: при функционировании скважин через долото пропускается поток воды, характер протекания которого зависит от шероховатости внутренней поверхности долота, состояние которой также может контролироваться при помощи ЭОСНП. В третьих, будут рассмотрены цилиндры двигателей автомобилей, для внутренней поверхности которых параметры механической устойчивости к износу, прочности и шероховатости являются одними из наиболее значимых. Также дополнительно приведены примеры изделий, контроль качества которых можно провести при помощи ЭОСНП.



## Элементы вакуумного оборудования

Рассмотрение возможности применения ЭОСНП для вакуумных систем можно начать с крупных установок, требующих поддержания высокого и сверхвысокого вакуума. В качестве примера можно привести системы транспортировки рентгеновского луча, для которых устанавливают требования к допустимой шероховатости вакуумных систем  $R_a \leq 0.8$  мкм [8], что попадает в диапазон измеряемых ЭОСНП значений шероховатости, и, таким образом, разработанное устройство может быть использовано для контроля подобных изделий.

Данные системы транспортировки луча используются в рамках проекта европейского рентгеновского лазера на свободных электронах (European x-ray free electron laser), основными участниками которого являются Германия и Россия. Схематичное изображение устройства установки приведено на рисунке 13.

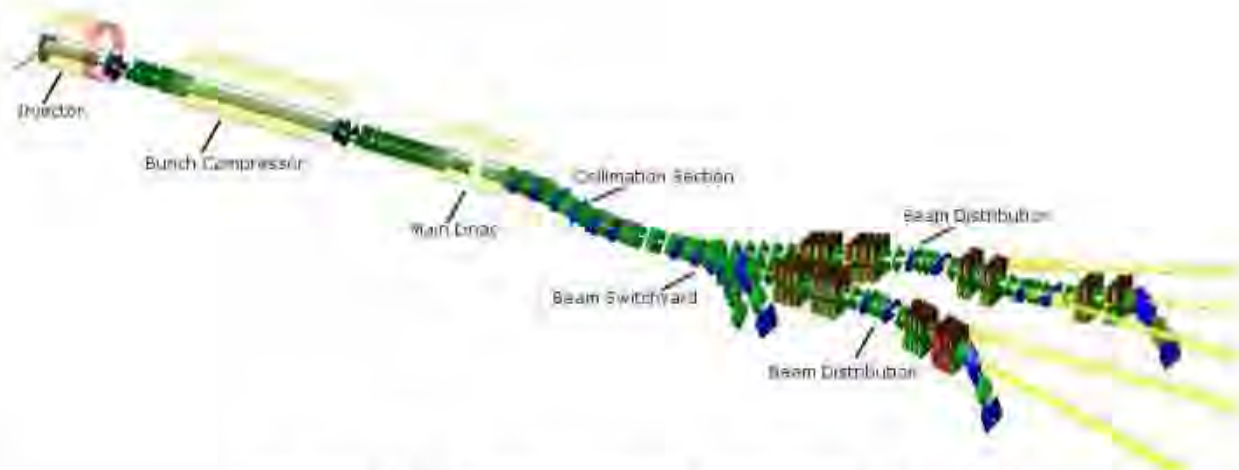


Рисунок 13 – Схема установки проекта XFEL [9]

Вакуумная система передачи рентгеновского пучка состоит из секций, работающих как при комнатной температуре так и при 2К в месте сверхпроводящих ускоряющих структур [10]. Особые требования накладываются на вакуумную камеру ондулятора: шероховатость поверхности должна составлять менее 300 нм (RMS) в продольном

направлении, слой оксида должен составлять менее 5 нм. Аналогичная проблема подавления кильватерного поля, обусловленного шероховатостью поверхности актуальна и для лазера на свободных электронах в рамках проекта Elettra [11] (Италия), для электрон-ионного релятивистского коллайдера в BNL (eRHIC, Брукхейвенская национальная лаборатория, США) [12], а также в рамках проекта LCLS-II [13] (Национальная ускорительная лаборатория, Стэнфорд, США).

Важным упоминаемым параметром является шероховатость и для такого объекта, как вакуумная камера поворотного магнита синхротрона [14] (CNAO: Centro Nazionale di Adroterapia Oncologica, Национальный Центр Онкологической Адронной Терапии): величина  $R_a$  для данной внутренней части поверхности не должна превышать 200 нм. Камера состоит из 12 секторов, сваренных вдоль поперечного направления профиля. Аналогично в коллайдере лаборатории DAΦNE используются вакуумные камеры для изгибных магнитов, изображения, проученные в процессе производства которых приведены на рисунке 14, шероховатость внутренней поверхности составляет 200 нм.



Рисунок 14 – Вакуумные камеры в процессе изготовления [14]

Подготовки поверхности требуют и системы транспортировки чистого газа [15,16]. Электрополировка позволяет достигнуть шероховатости на уровне сотен нанометров, что позволяет транспортировать газы с чистой на уровне ppb или даже ppt (чистота газа более чем 99.9999%). Подобная точность в химическом составе может потребоваться в индустрии полупроводников, в то время как для фотоэлектрики требуется чистота на уровне ppm, что обеспечивается механической полировкой или анодированием поверхности. В последнем случае шероховатость по параметру Ra составляет величину порядка одного микрометра, что также находится в измеряем ЭОСНП диапазоне значений. Шероховатости внутренних поверхностей труб, обработанных методом магнитной абразивной полировки также можно измерять при помощи ЭОСНП, так как диапазон их значений Ra (сотни нанометров- десятков микрометров согласно [17]), также соответствует допустимым к измерению параметрам прибора и может быть измерено при помощи ЭОСНП.

Аргументом в пользу обеспечения гладкости внутренних поверхности вакуумных камер может являться время их откачки [18]. Шероховатость оказывает заметное влияние в условия давления меньше  $10^{-6}$  mbar, а также в случае, когда внутренняя поверхность камеры периодически подвергается воздействию атмосферы, в особенности воздуха с повышенной влажностью. Пример камеры, поверхность которой обработана при помощи электрополировки - метода, позволяющего подготавливать одни из наиболее гладких поверхностей, приведен на рисунке 15.



Рисунок 15 – Вакуумная камера, поверхность которой подготовлена при помощи электрополировки [19].

Образец ЭОСНП был использован для измерения шероховатости экспериментального образца вакуумной камеры с достаточно грубой обработкой поверхности. Проводились измерения шероховатости внутренней поверхности вакуумных вводов. Изображение ЭОСНП в процессе проведения данных измерений представлены на рисунке 16.

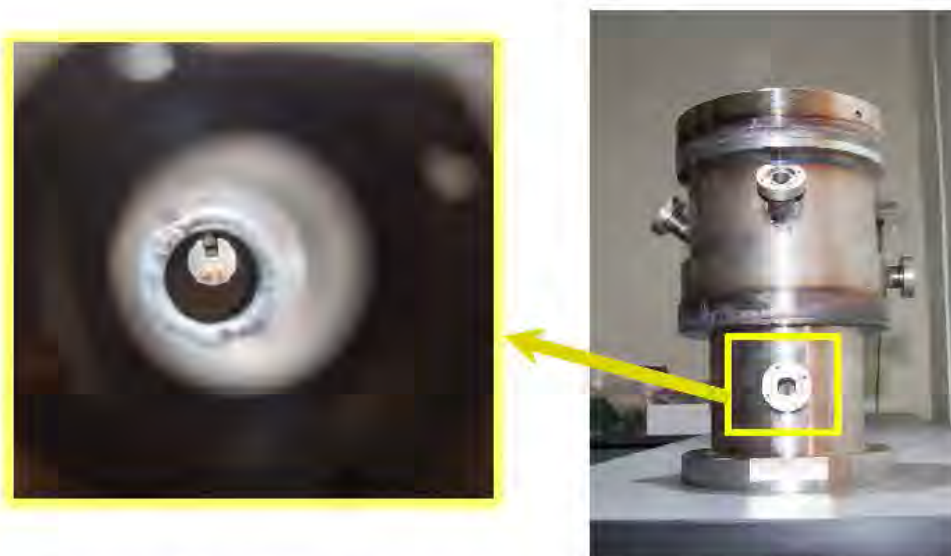


Рисунок 16 – ЭОСНП в процессе измерения внутренней поверхности вакуумной камеры

В заключение рассмотрения возможности применения ЭОСНП для вакуумных систем можно привести пример относительно небольшой установки AJA Orion, используемой для магнетронного напыления (рисунок 17). Данная установка представляет базовую серию установок AJA, однако содержит те же принципиально необходимые элементы, как и установки ATC Flagship, отличающиеся размером вакуумной камеры и допустимыми размерами магнетронов и мишеней. Внешний вид данной системы представлен на рисунке 17.

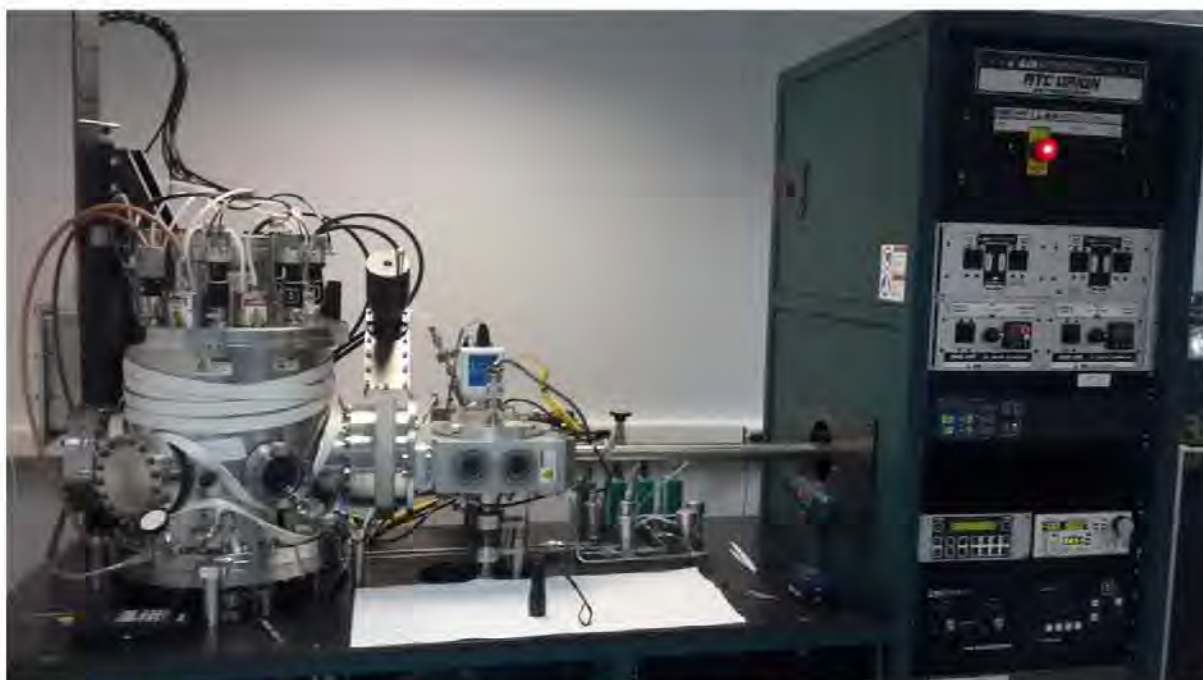


Рисунок 17 – Система магнетронного напыления AJA Orion

В качестве объектов исследования можно указать систему подачи и перемещения образцов, а также вакуумные воды на основе фланцев KF 16.



Рисунок 18 – Вакуумные вводы установки AJA ORION

Таким образом, шероховатость внутренних поверхностей является важным параметром целого ряда вакуумных систем, что обуславливает возможность применения ЭОСНП для данных объектов в качестве профилометра.

Масштаб рынка камер и прочих вакуумных комплектующих по оценке [20] составляет примерно 500 млн. \$. Естественно, что применение ЭОСНП целесообразно не для всего рынка изделий, а лишь для новых конструкций и для выборочного контроля изготавливаемой продукции. Оценивая данный сегмент в 10% и принимая, что средняя цена вакуумной камеры составляет порядка 5 тыс. \$, получаем количество продукции, для которой необходим контроль: порядка 100 тыс. экземпляров в год. Контроль изделий при помощи ЭОСНП при производительности около одного за день может охватить порядка ~2500 тыс. изделий в год. Таким образом, оценка потребности вакуумной промышленности составляет 40 штук.

#### Элементы бурового инструмента

При бурении нефтяных скважин одним из наиболее важных моментов является знание о гидростатическом давлении в нижней точке скважины. Данный момент обсуждался более 80 лет назад [21], однако продолжает находиться в области интереса и в последние годы [22–24]. Схематическое

изображение скважины, производящей бурение с подачей воды, представлено на рисунке 19.

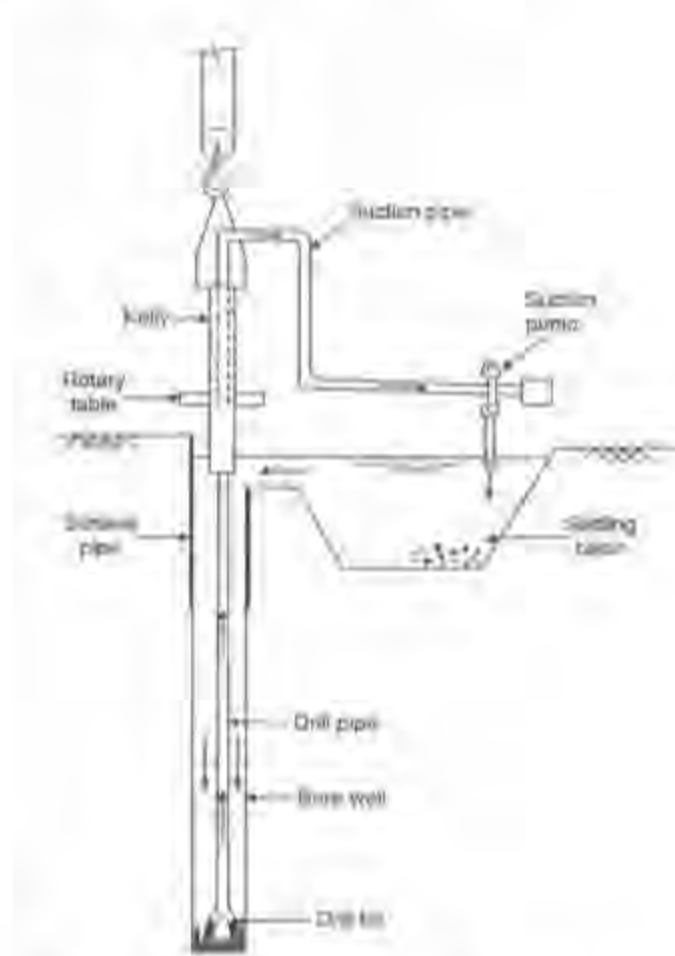


Рисунок 19 – Гидравлическое бурение с обратной циркуляцией [25]

В вопросе расхода воды и падения давления особое место занимает сопротивление долота, через которое проходит вода [23]. За годы развития технологии бурения форма долот претерпела целый ряд изменений и улучшений (рисунок 20), однако, общим у многих долот, представленных, по крайней мере, за последнее столетие является наличие сопла, через которое проходит вода и которое определяет падение давления.



Source: Baker Hughes

Рисунок 20 – Изменение формы бурильных долот в 19-21 веке

Расположение сопла на примере трехшарошечного долота представлено на рисунке 21.

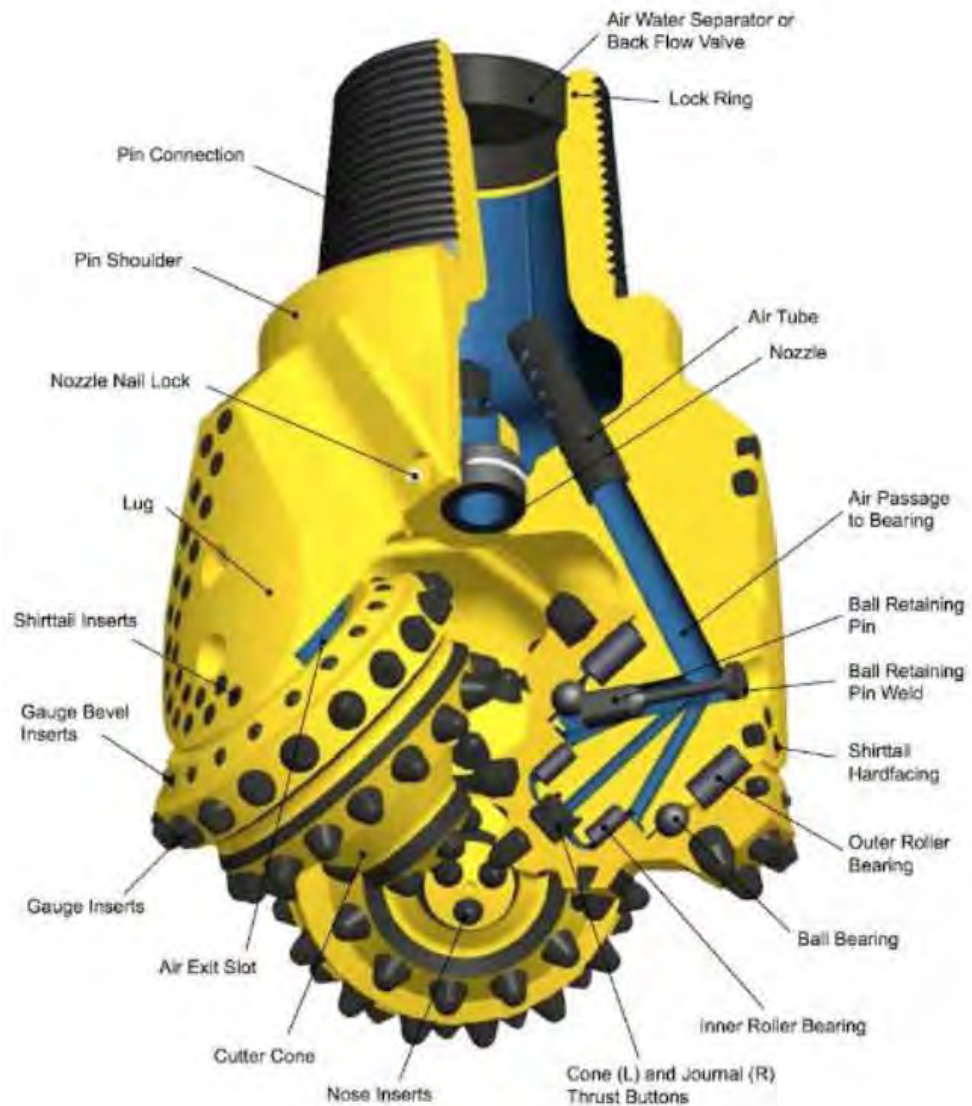


Рисунок 21 – Схема устройства трехшарошечного долота в разрезе



Рассматриваемое сопротивление течению жидкости зависит от характера протекания жидкости (ламинарное/турбулентное), что в свою очередь зависит от внутренней шероховатости сопла.

Измерение данной величины шероховатости для сопла достаточно большого диаметра, а также внутренней поверхности посадочного места в месте протекания основного потока для небольших долот может быть произведено при помощи ЭОСНП, что является особенно актуальным, когда диаметр отверстия, внутри которого требуется произвести измерение, не превышает нескольких сантиметров (рисунок 22).



Рисунок 22 – Пример долота, использующегося в отечественной промышленности и имеющего посадочное место сантиметрового масштаба линейных размеров

Определение шероховатости внутренней поверхности подобного элемента было проведено в рамках данной работы. На рисунке 22 представлено изображение ЭОСНП, полученное в процессе измерения.

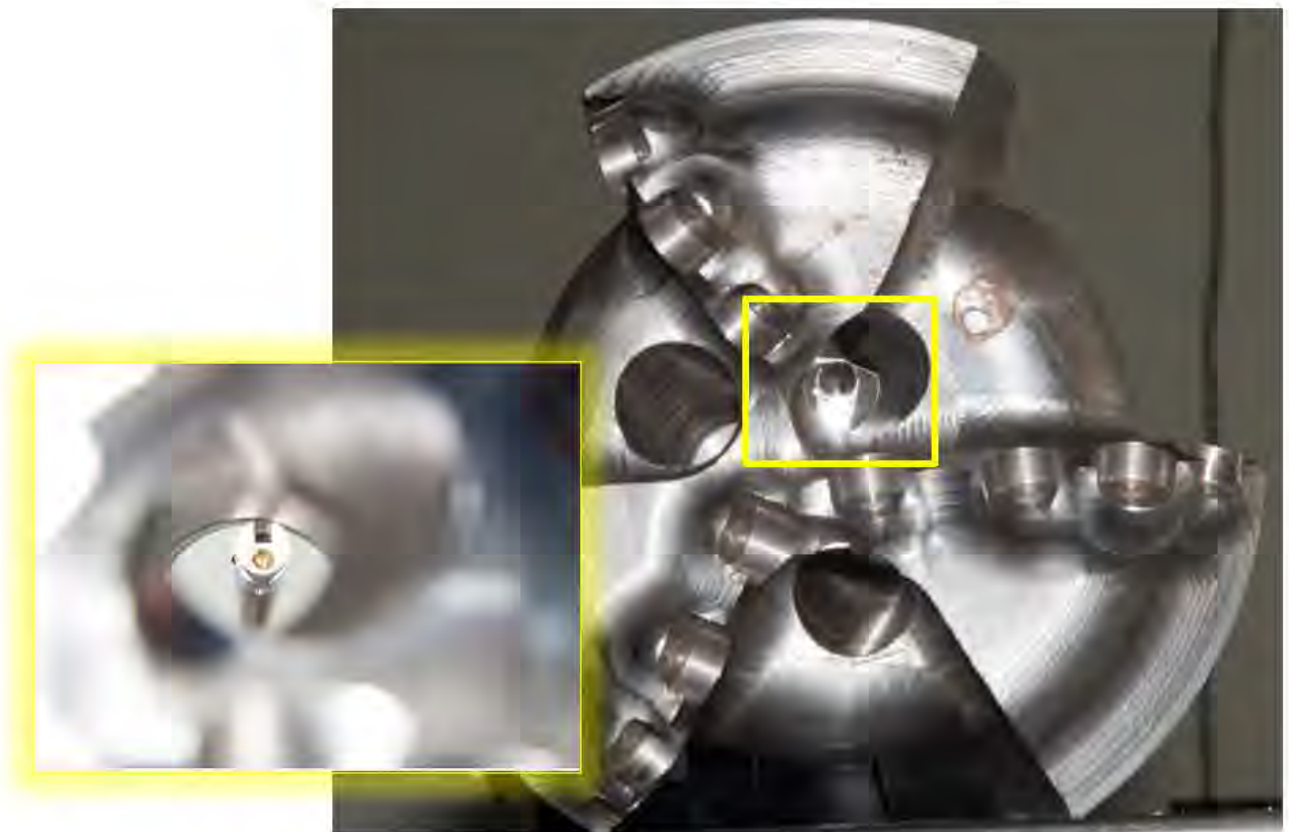


Рисунок 23 – Измерение внутренней поверхности сопла отверстия долота при помощи ЭОСНП.

В процессе проведенных измерений полученные значения высот профиля выходили за регистрируемый диапазон значений (см. рисунок 24). Таким образом, для измерений подобных изделий рекомендуется увеличить диапазон значений  $R_{max}$  в несколько раз (до 100 мкм).

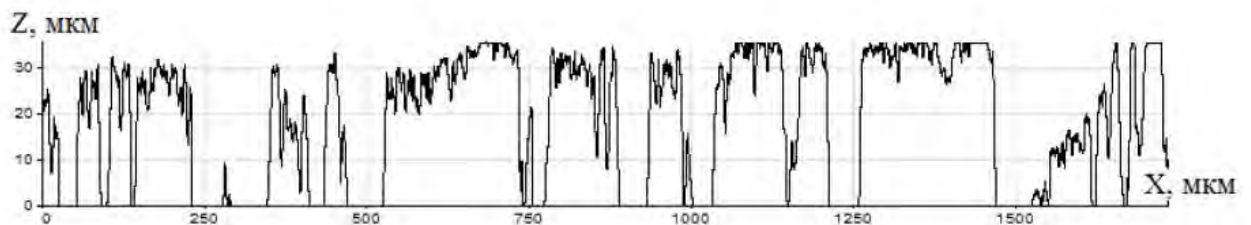


Рисунок 24 – Профиль внутренней поверхности долота

Общий размер рынка буровых долот по оценке [26] составляет порядка 2 млрд. \$, количество изготавливаемых долот – порядка 300 тыс. в год [27]. Также предполагая, что количество требующих контроля изделий составляет

не более 10 %, а один ЭОСНП способен производить измерения около одного долота в день, получаем оценку в 120 приборов.

#### Элементы агрегатов авто- и мото- техники

Другой возможной областью применения ЭОСНП являются вкладыши цилиндров, или же просто поверхности цилиндров двигателя внутреннего сгорания.



Рисунок 25 – а) Изображение блока цилиндров со вкладышами [28], б) повреждение вкладышей цилиндра [29]

Данные объекты, подверженные влиянию высоких температур, а также находящиеся в контакте с поршнем, совершающем возвратно-поступательные движения, часто покрывают дополнительными покрытиями, снижающими износ и увеличивающими твердости поверхности вкладышей. [30,31].

Пример фрагмента установки для нанесения подобных покрытий, а также внутренняя поверхность цилиндра с покрытием приведены на рисунке 26.



Рисунок 26 – Покрытия SUMEboге и цилиндры двигателя [32]: а) алюминиевый блок цилиндров двигателя с плазменными факелами, использующимися для напыления б) Вкладыш цилиндра с покрытием (диаметр 20 см)

Напыление покрытий при помощи плазмы может устранить необходимость использования чугунных вкладышей так как необходимый материал может быть нанесен прямо на поверхность алюминия [31], однако, вместе с тем, плазменное напыление обладает и недостатками по сравнению с гальваническими покрытиями (Nikasil и др), использующимися для упрочнения покрытий вкладышей двигателя: оно является более мягким и подверженным к износу [33].

Гальванические покрытия типа Nikasil содержат твердые частички карбида кремния в связующей матрице никеля и других добавок. На поверхность выступают только микроскопические пики кристаллов, которые зачастую меньше рабочего слоя масла, что позволяет поршню скользить по поверхности цилиндра без обоюдного износа.

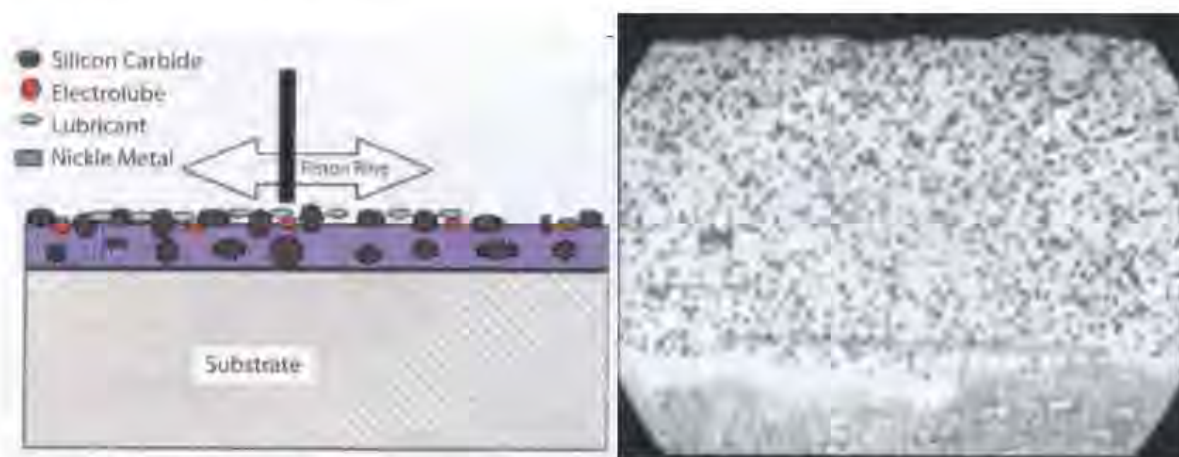


Рисунок 27 – Структура и микрофотография покрытий Nikasil [33]

Толщина покрытий типа Nikasil обычно составляет величину порядка 50-150 мкм.

Помимо гальванических и плазменных покрытий также существуют гиперэвтектические сплавы (Alusil и ему подобные: Locasil, Mercasil), сравнение твердости и других свойств которых также может быть приведено при помощи ЭОСНП. Подобные алюминиевые сплавы содержат порядка 16%- 19% кремния (по весу), растворенного в алюминии и выпавшего в виде твердых частиц (эвтектический состав соответствует 12%, оставшиеся 4-7% формируют твердые микрочастицы), незначительное количество магния и меди [33].

Другой особенностью, обуславливающей актуальность и применимость ЭОСНП для контроля механических свойств блоков цилиндров, является процесс полировки данных изделий на основе гиперэвтектических алюминиевых сплавов. Целью полировки является обеспечение выхода твердых кремниевых частиц на внутреннюю поверхность цилиндра с тем, чтобы покрываемая частицами площадь составляла 80%, а частицы выступали на 0.5-1 мкм над алюминиевым сплавом. Подобная конфигурация обеспечивает хорошую износостойкость поверхности.

Данная подготовка поверхности происходит в три этапа [34], после каждого из которых контроль шероховатости поверхности можно проводить

при помощи ЭОСНП. На первом этапе производится шлифовка отверстия стандартными абразивами до достижения шероховатости по параметру  $R_a$  19 мкм. На втором шаге используется мелкий абразив для полировки до 3.9 мкм по параметру  $R_a$  или меньше. Раскрытие силиконовых частиц происходит на третьем этапе, для чего требуется специальные эластомерно-связанные абразивы.

Как указано в [34], качество подготовки внутренней поверхности, играющее столь важную роль для дальнейшего функционирования двигателя, может быть определено при помощи профилометра по наличию пика, возвышающегося на 0.5-1 мкм над поверхностью.

Таким образом, применение ЭОСНП, совмещающего в себе измерение шероховатости и механических свойств поверхности, позволяет проводить оба вида измерений в рамках одного устройства. Размеры используемого в изделии датчика позволяют измерять все существующие размеры цилиндров двигателей: от промышленных изделий [35] вплоть до цилиндров двигателей для миниатюрных конструкций разного рода летающих и плавающих роботов. Пример измерения внутренней поверхности цилиндра мотоцикла приведен на рисунке 28.

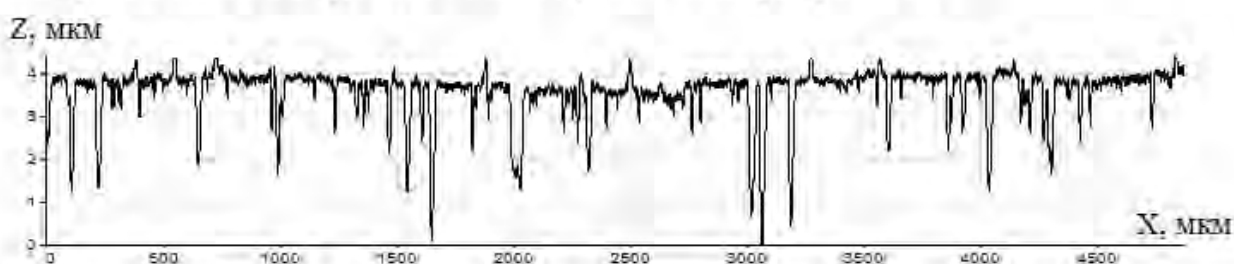


Рисунок 28 – Профиль профиля внутренней поверхности цилиндра, полученный при помощи ЭОСНП.

Естественно, что объем рынка производителей двигателей внутреннего сгорания достаточно велик, однако, учитывая, что скорее всего потребность производителей не может быть больше одного изделия, предназначенного для изучения новой продукции, оценить потребность данной индустрии в ЭОСНП предлагается из расчета одно изделие на

производителя. Таким образом, оценка отечественного рынка в данном сегменте составляет порядка 5-8 изделий.

### **Поверхности после прецизионной механической обработки**

Контроль качества прецизионной механической обработки деталей с каждым годом становится все более актуальной задачей в связи с повышением точности обработки и уменьшением рабочих допусков при изготовлении машиностроительных изделий. Внедрение в промышленное производство лазерных методов обработки, аддитивных технологий и 3D принтеров часто предполагает отсутствие финишной доводки изделий и получение законченной продукции прямо после основного формообразующего процесса. В такого рода производстве точное соблюдение технология изготовления оказывает ключевое воздействие на точностные и механические свойства конечного изделия. При аддитивных технологиях контроль механических свойств конечного изделия и уровня его пористости становятся неотъемлемыми процедурами любого технологического процесса. Поэтому роль и возможности использования ЭОСНП в современном машиностроении не исчерпываются контролем шероховатости и механических свойств машиностроительных изделий, производимых традиционными способами резки и штамповки, еще более актуальными будут задачи контроля, связанные с массовым внедрением плазменных, аддитивных и лазерных технологий в отечественное и зарубежное машиностроение.

В особенности определение качества поверхностей после обработки актуально для элементов микромеханики, а также элементов конвейерных систем, то есть в случаях, когда работа детали должна проходить в условиях минимально возможного трения.

В рамках данной работы проведены испытания параметров шероховатости внутренней поверхности конической детали загрузочного

устройства установки для сортировки кристаллов, изображенной на рисунке 29.



Рисунок 29 – Фрагмент установки для сортировки кристаллов, использующей конический элемент загрузочного устройства (воронка-податчик)

Возможность контроля отверстия субсантиметрового диаметра продемонстрирована на рисунке 30, на котором приведена фотография измерительной головки ЭОСНП внутри выходной части воронки.



Рисунок 30 – Измерение шероховатости внутренней поверхности воронки-податчика при помощи ЭОСНП



## Трубные сварные швы

Экспериментальный образец ЭОСНП также позволяет проводить измерения изменения механических свойств материалов в области их сварки (примеры подобных объектов приведены на рисунке 31).



Рисунок 31 – Сварные швы, связывающие поверхности труб [36] и листов [37]

Для измерения свойств материала в области сварки шов был отполирован, так как измерение механических свойств требует достаточной гладкости поверхности (в соответствии с ГОСТ 8.748-2011 и данными четвертого этапа работ). Изображение подготовленного образца приведено на рисунке 32. Кроме того, следует отметить, что неровности сварного шва часто превышают заявленный диапазон измерения шероховатости  $R_{max}$ , который составляет 35 мкм в соответствии с п.4.3.1.3.2 ТЗ.



Рисунок 32 – Отполированная поверхность сварного шва

На образце присутствуют три области; граница между областями «2» и «3» отчетливо заметно по фотографии, граница между областями «2» и «1» является менее заметной, однако отчетливо видна на зависимости твердости от координаты (рисунок 33).

Измерение свойств шва было проведено по 111 точкам. Зависимость твердости и модуля упругости от латеральной координаты, а также дополнительно определенный профиль поверхности приведены на рисунках 33-35. Положительное направление оси X отмечено на рисунке 32 черной стрелкой. Соответственно, измерение указанных величин было проведено в направлении от области 1 к области 3.

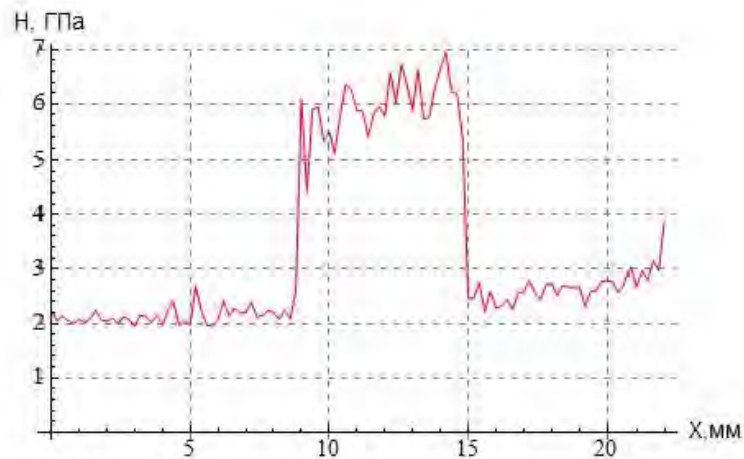


Рисунок 33 – Профиль твердости области границы сварного шва

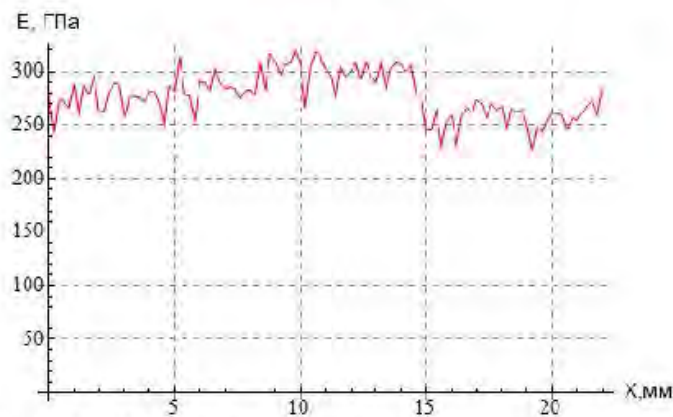


Рисунок 34 – Профиль модуля упругости границы сварного шва

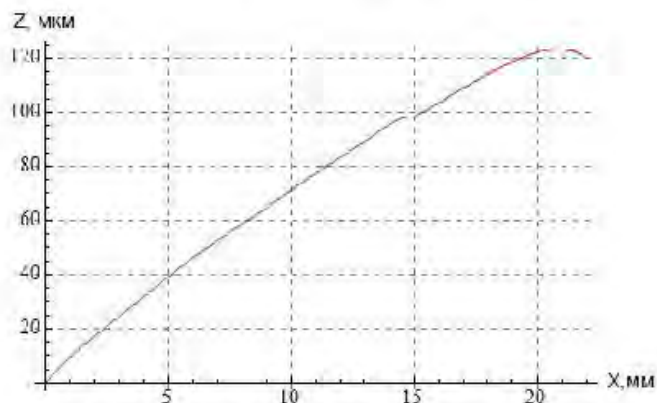


Рисунок 35 – Профиль поверхности области границы сварного шва

Из представленных данных видно, что среднее значение твердости является различным для трех зон. Зона III и II отличаются и по модулю упругости, кроме того различие между ними заметно и на графике профиля поверхности области границы сварного шва.

Объем потенциальной потребности отечественных производителей сварных труб в ЭОСНП также предлагается оценить из расчета одно изделие на производителя. Таким образом, потребность данной промышленности в ЭОСНП оценивается в 15-20 изделий.

Сводные данные по испытаниям различных объектов, характеризующихся наличием внутренних поверхностей, для которых целесообразно проводить оценку параметров шероховатости и значений механических свойств, приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты контроля характеристик различных объектов с помощью ЭОСНП

Объект	Свойство	Измеряемые параметры	Значение
Буровое долото	Шероховатость внутренней поверхностей канала	Ra, Rmax	Ra = 12.3 мкм Rz = 35 мкм*
Вакуумная камера	Шероховатость внутренней поверхности	Ra, Rmax	Ra = 1.5 мкм Rz = 11 мкм
Цилиндр мотоцикла	Механическая устойчивость внутренней поверхности к повреждениям	E, H	E=110 ГПа H=2.1 ГПа
Цилиндр мотоцикла	Шероховатость внутренней поверхности	Ra, Rmax	Ra = 0.35 мкм Rz = 4.1 мкм
коническая деталь воронки-податчика установки для сортировки кристаллов	Шероховатость	Ra, Rmax	Ra = 0.49 мкм Rz = 5 мкм
Сварной шов	Механические свойства каждой из трех областей	E <sub>1</sub> , H <sub>1</sub> E <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> E <sub>3</sub> , H <sub>3</sub>	E <sub>1</sub> =270 ГПа, H <sub>1</sub> =2.1 ГПа E <sub>2</sub> =300 ГПа, H <sub>2</sub> =5.8 ГПа E <sub>3</sub> =250 ГПа, H <sub>3</sub> =2.8 ГПа

Протоколы испытаний объектов, перечисленных в таблице 1, приведены в Приложении Б.

Определение возможных областей применения ЭОСНП в различных отраслях промышленности, в частности в сфере машиностроения и авиакосмической отрасли, было проведено в частности на основе консультаций с компанией Testlab – одним из крупнейших в Польше поставщиком испытательного оборудования для измерения твердости и прочности материалов. Консультации проходили в городе Варшава, Польша.

### **Результаты и выводы раздела**

На данном этапе работы проведены испытания с целью выработки рекомендаций по возможности использования результатов ПНИ в реальном секторе экономики и оценки потребности промышленности в ЭОСНП. В рамках данного раздела были проанализированы возможности использования ЭОСНП для контроля качества следующих объектов: компоненты вакуумных систем, элементы буровых установок (буровые долота), цилиндры двигателей внутреннего сгорания, деталей с прецизионной механической обработкой поверхности, сварных соединений труб и иных объектов.

Функциональность ЭОСНП с точки зрения измерения шероховатости и механических свойств поверхности была продемонстрирована на примерах указанных выше объектов.

Проведенный анализ областей применения ЭОСНП в промышленном и авиастроительном производстве показал широкие перспективы использования такого рода оборудования в составе заводских лабораторий. Проведенные маркетинговые исследования показали активное развитие систем контроля механических свойств материалов во всем мире и значительное отставание в области такого рода приборостроения и использования таких методов контроля изделий в отечественном машиностроительном секторе. Промышленные производства, локализуемые на территории РФ, как правило, не включают весь производственный цикл изделия и зависят от импортных комплектующих.

Проведенные исследования показали возможность и перспективность использования приборов, прототипом которых является ЭОСНП, для контроля шероховатости, твердости и модуля упругости машиностроительных изделий. Поэтому представляется целесообразным внедрение такого рода измерительного оборудования на отечественных промышленных предприятиях.

Оценка потребности рынка в ЭОСНП составляет порядка 40 изделий для нужд вакуумной промышленности, ориентировочно 120 изделий для производителей буровых долот. Оценка потребности производителей цилиндрических двигателей и сварных труб была проведена для отечественного сегмента рынка и в совокупности составляют порядка 20-30 изделий.

Сформулированные предложения по использованию СНП открывают широкие возможности по совершенствованию целого ряда высокотехнологичных производств и автоматизации процедур аттестации изделий современного машиностроения. До разработки СНП целый ряд контрольно-измерительных процедур на внутренних поверхностях сложных машиностроительных изделий был просто неосуществим, поэтому достигнутые результаты являются новыми и впервые достигнутыми.

Полученные в разделе результаты соответствуют задачам п. 5.2 ПГ и п. 3.22 ТЗ.

3. Разработка технических требований и предложений по разработке, производству и эксплуатации продукции с учетом технологических возможностей и особенностей индустриального партнера - организации реального сектора экономики

Под продукцией в данном случае понимается разработанный в ходе ПНИ специализированный напосвердомер-профилометр (СНП). Для организации производства данного изделия одним из необходимых условий является выполнение опытно-конструкторской работы (ОКР), направленной на разработку серийной модификации данного прибора. Предлагаемый проект такой ОКР приведен в разделе 4 данного отчета.

### 3.1 Технологические возможности Индустриального партнера

С учетом привлеченных Индустриальным партнером в ходе выполнения ПНИ внебюджетных средств на закупку производственного и аналитического оборудования, Индустриальный партнер имеет в своем распоряжении следующие производственные мощности.

Оборудование для металлообработки:

- вертикальный фрезерный обрабатывающий центр с ЧПУ DMTG VDL-1000;
- токарный станок с ЧПУ DMTG CAK 50135;
- ленточная пила;

Контрольно-измерительное оборудование:

- профилометр FORM talysurf Intra;
- лазерный интерферометр Renishaw XL-80;
- модульная шлифовально-полировальная система Struers;
- оптический микроскоп Olympus BX51;

- сканирующий зондовый микроскоп Certus Standart;
- микротвердомер Schimadzu DUH-211S;
- микротвердомер ПМТ-3М1;

Прочее технологическое оборудование:

- пресс ДО-44;
- установщик для электронных компонентов Fritsch SM 902;
- установка магнетронного напыления AJA International с комплектом мишеней;
- напылительная CVD-установка CombiGauge;
- сушильный шкаф;
- паяльная станция;
- установка ультразвуковой очистки;

### **Результаты и выводы подраздела**

На основании данных о произведенных в ходе ПНИ закупках Индустриальным партнером оборудования, а также на основании сведений об оснащении производства Индустриального партнера приведена сводная информация о технологических возможностях Индустриального партнера. С учетом данной информации будут сформулированы технические требования и предложения по организации производства приборов СНП.

## **3.2 Технические требования и предложения по производству СНП**

### **3.2.1 Требования к составу производства СНП**

Производство МРСР должно включать в себя:

#### **3.2.1.1 Здания и сооружения:**

Производственные помещения для промышленного производства СНП, включая сборку и проведение процедур контроля качества, должны быть не менее 400 кв. м.



Производственные помещения должны соответствовать действующим санитарным нормам, требованиям СНИП.

### 3.2.1.2 Требования к составу Цеха

Цех должен включать в себя:

#### 3.2.1.2.1 Участок технологической подготовки информации.

3.2.1.2.1.1. Наименование операции: обработка файлов, разработка технологической документации.

3.2.1.2.1.2. Размещаемое оборудование: персональный компьютер, оргтехника, стеллажи и боксы для хранения документации.

3.2.1.2.1.3. Требования к помещениям: отделка помещения — общие санитарные условия. Допускается незначительное пылеобразование.

#### 3.2.1.2.2 Участок сверления, предварительной резки заготовок

3.2.1.2.2.1. Наименование операции: обработка файлов, сверление, формирование переходных отверстий в заготовках деталей, заточка сверл.

3.2.1.2.2.2. Размещаемое оборудование: персональный компьютер, сверлильный станок, ленточная пила, станок заточки сверл, сверлильно-фрезерный станок, рабочее место визуального контроля.

#### 3.2.1.2.2.3 Требования к помещениям.

3.2.1.2.2.3.1. Общие требования: отделка помещения — общие санитарно-гигиенические требования. Необходимо предусмотреть звукопоглощающие подшивные потолки из негорючих материалов. Общая вытяжка с контролируемым притоком воздуха. Магистраль сжатого воздуха должна быть проложена по отапливаемым помещениям для предотвращения образования конденсата.

3.2.1.2.2.3.2. Требования к чистоте помещений: класс 8 ИСО по ГОСТ ИСО 14644-1.

3.2.1.2.2.3.3. Тип потока воздуха: тип потока воздуха — смешанный, кратность воздухообмена: 10 куб. м на 1 кв. м площади помещения (уточняется по результатам тепловых расчетов).

3.2.1.2.2.3.4. Требования к температурному режиму:  $21 \pm 2$  °С.

3.2.1.2.2.3.5. Требования к режиму влажности:  $65 \pm 15\%$ .

### 3.2.1.2.3 Участок механической обработки

3.2.1.2.3.1. Наименование операции: изготовления деталей для сборки элементов и узлов конструкции СНП.

3.2.1.2.3.2. Размещаемое оборудование: персональный компьютер, вертикальный фрезерный обрабатывающий центр с ЧПУ, токарный станок с ЧПУ, установка ультразвуковой очистки, рабочее место визуального контроля.

3.2.1.2.3.3 Требования к помещениям.

3.2.1.2.3.3.1. Общие требования: отделка помещения — общие санитарно-гигиенические требования. Необходимо предусмотреть звукопоглощающие подшивные потолки из негорючих материалов. Общая вытяжка с контролируемым притоком воздуха. Магистраль сжатого воздуха должна быть проложена по отапливаемым помещениям для предотвращения образования конденсата.

3.2.1.2.3.3.2. Требования к чистоте помещений: класс 8 ИСО по ГОСТ ИСО 14644-1.

3.2.1.2.3.3.3. Тип потока воздуха: тип потока воздуха — смешанный, кратность воздухообмена: 10 куб. м на 1 кв. м площади помещения (уточняется по результатам тепловых расчетов).

3.2.1.2.3.3.4. Требования к температурному режиму:  $21 \pm 2$  °С.

3.2.1.2.3.3.5. Требования к режиму влажности:  $65 \pm 15\%$ .

3.2.1.2.4. Участок сборки (изготовление измерительной головки и блоков радио-электронного обеспечения).

3.2.1.2.4.1. Наименование операции: сборка измерительной головки СНП, сборка и наладка блоков радио-электронного обеспечения.

3.2.1.2.4.2. Размещаемое оборудование: Стол рабочий СР-15ДР с опциями, цифровой видеомикроскоп TDX-50.

3.2.1.2.4.3. Требования к помещениям.

3.2.1.2.4.3.1. Общие требования: отделка помещения — обычная. Общая вытяжка с контролируемым притоком воздуха.

3.2.1.2.4.3.2. Требования к чистоте помещений: класс 7 ИСО по ГОСТ ИСО 14644-1.

3.2.1.2.4.3.3. Тип потока воздуха: тип потока воздуха — смешанный, кратность воздухообмена: 70 куб. м на 1 кв. м площади помещения (уточняется по результатам тепловых расчетов).

3.2.1.2.4.3.4. Требования к температурному режиму:  $21 \pm 5$  °С.

3.2.1.2.4.3.5. Требования к режиму влажности:  $50 \pm 5\%$ .

3.2.1.2.5. Участок пайки.

3.2.1.2.5.1. Наименование операции: подготовка, флюсование, лужение, отмывка.

3.2.1.2.5.2. Размещаемое оборудование: сушильный шкаф, установщик для электронных компонентов Fritsch SM 902, паяльная станция, рабочее место визуального контроля.

3.2.1.2.5.3. Требования к помещениям.

3.2.1.2.5.3.1. Общие требования: отделка помещения — обычная. Полы с огнестойким покрытием. Общая вытяжка с контролируемым притоком воздуха. Антистатическая защита. Магистраль сжатого воздуха должна быть проложена по отапливаемым помещениям для предотвращения образования конденсата. Средства пожаротушения.

3.2.1.2.5.3.2. Требования к чистоте помещений: класс 9 ИСО по ГОСТ ИСО 14644-1.

3.2.1.2.5.3.3. Тип потока воздуха: тип потока воздуха — смешанный, кратность воздухообмена: 60 куб. м на 1 кв. м площади помещения (уточняется по результатам тепловых расчетов).

3.2.1.2.5.3.4. Требования к температурному режиму:  $21 \pm 5$  °С.

3.2.1.2.5.3.5. Требования к режиму влажности:  $65 \pm 15\%$ .

3.2.1.2.6. Участок тестирования и испытаний.

3.2.1.2.6.1. Наименование операций: электротестирование, автоматическая оптическая инспекция (AOI), линейные и координатные измерения (контроль обеспечения точности позиционирования элементов).

3.2.1.2.6.2. Размещаемое оборудование: интерферометр Renishaw XL-80 для координатных и линейных измерений, оптический микроскоп Olympus BX51, рабочий стол диагностического анализа, ампервольтметры (тестеры), испытательные стенды.

3.2.1.2.6.3. Требования к помещениям.

3.2.1.2.6.3.1. Общие требования: окраска стен и покрытие пола пылеотталкивающими не бликующими материалами, не выделяющими пыли и допускающими влажную уборку. Антистатическая защита.

3.2.1.2.6.3.2. Требования к чистоте помещений: класс 8 ИСО по ГОСТ ИСО 14644-1.

3.2.1.2.6.3.3. Тип потока воздуха: тип потока воздуха — смешанный, кратность воздухообмена: 10 куб. м на 1 кв. м площади помещения (уточняется по результатам тепловых расчетов).

3.2.1.2.6.3.3. Требования к температурному режиму:  $21 \pm 5$  °С.

3.2.1.2.6.3.4. Требования к режиму влажности:  $50 \pm 5\%$ .

3.2.1.2.7. Участок сборки и электромонтажных работ.

3.2.1.2.7.1. Наименование операции: сборка электрических разъемов и переходных кабелей, проверка контактов, проверка сопряжения блоков радиоэлектронного обеспечения.

3.2.1.2.7.2. Размещаемое оборудование: Стол рабочий СР-15ДР с опциями, паяльные станции.

3.2.1.2.7.3. Требования к помещениям.

3.2.1.2.7.3.1. Общие требования: Отделка пола, потолка и стен производственных помещений должна быть выполнена из непылящих и неэлектризующихся материалов. Общая вытяжка с контролируемым притоком воздуха.

3.2.1.2.7.3.2. Требования к чистоте помещений: класс 8 ИСО по ГОСТ ИСО 14644-1.

3.2.1.2.7.3.3. Тип потока воздуха: тип потока воздуха — смешанный, кратность воздухообмена: 70 куб. м на 1 кв. м площади помещения (уточняется по результатам тепловых расчетов).

3.2.1.2.7.3.4. Требования к температурному режиму:  $21 \pm 5$  °С.

3.2.1.2.7.3.5. Требования к режиму влажности:  $50 \pm 5\%$ .

3.2.1.3. Для метрологической поддержки проекта в части показателей назначения СНП применяется контрольно-измерительное оборудование:

- профилометр FORM talysurf Intra;
- сканирующий зондовый микроскоп Certus Standart;
- микротвердомер Shimadzu DUH-211S;
- микротвердомер ПМТ-3М1;

3.2.1.4 Окончательный состав контрольно-измерительного оборудования для испытания изделий СНП определяется по результатам ОКР по разработке промышленного производства.

3.2.1.5 Вспомогательное оборудование:

Для технической поддержки создаваемых СНП требуются следующие виды испытательного оборудования:

- установка для проверки электробезопасности;
- установка для климатических испытаний;

### 3.2.1.6 Технологическая оснастка, испытательные стенды:

Для проверки характеристик функциональных модулей СНП должен быть спроектирован и изготовлен Испытательный стенд.

### 3.2.1.7 Персонал:

- начальник Цеха, требования: высшее образование, инженер-электрик, знание ПК, опыт работы в приборостроении;
- сменные мастера, технолог – 3 чел., требования: высшее образование, инженер-электрик, знание ПК, САD, САМ-системы, опыт работы;
- производственные рабочие – 12 чел.

### 3.2.2 Требования к функционированию промышленного производства СНП

Производство измерительных приборов СНП для контроля твердости, модуля упругости и параметров шероховатости для применения в машиностроительной и авиакосмической отрасли должно обеспечить:

3.2.2.1. Производственные мощности по выпуску СНП: 100 штук в год, не менее.

3.2.2.2 Производство СНП должно обеспечить выполнение технологических процессов (технологических операций):

- Входной контроль плат, компонентов, материалов;
- Изготовление механических деталей;
- Контроль геометрических характеристик деталей и качества механической обработки;
- Сборка узлов СНП;
- Изготовление и монтаж соединительных кабелей;
- Монтаж электронных плат;
- Сборка блоков радиоэлектронного обеспечения;

- Контроль электрических параметров плат;
- Тестирование приборов на специализированных рабочих местах;
- Упаковка.

Последовательность технологических процессов при производстве СНП приведена на рисунке 36 в виде диаграммы Ганта, отражающей взаимные зависимости.

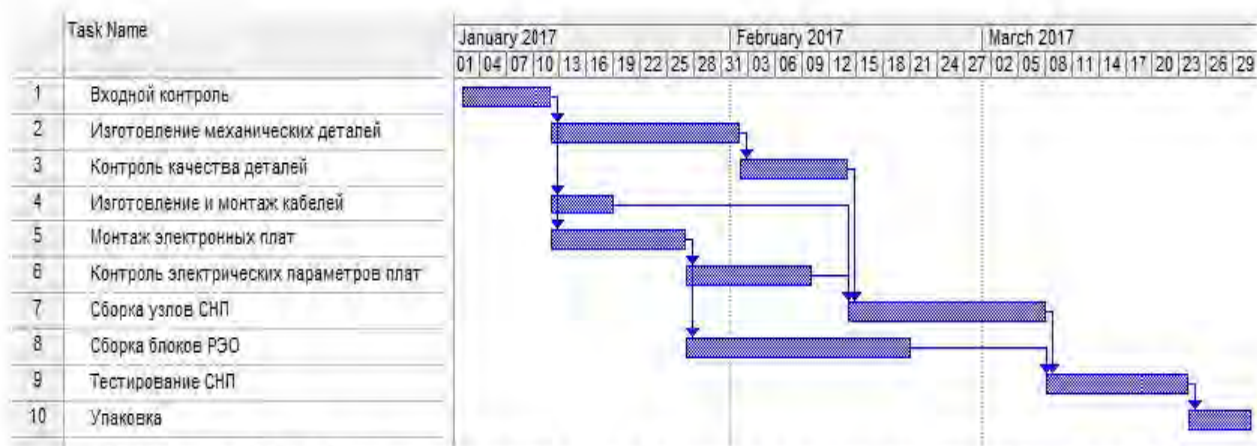


Рисунок 36 – Последовательность технологических процессов при производстве СНП в виде диаграммы Ганта

3.2.2.3 Выполнение требований промышленного производства СНП безопасности при выполнении технологических процессов (технологических операций).

Технологические процессы, предусматриваемые для сборочно-испытательных работ должны обеспечивать безопасность работающих, безвредные условия труда и соответствовать требованиям безопасности по ГОСТ 12.3.025-80, ГОСТ 12.3.028-82, ГОСТ 12.1.004-91, ГОСТ 12.3.002-75, ГОСТ 12.1.019-79, ГОСТ 12.2.003-91, ГОСТ 12.2.007.0-75, ГОСТ 12.3.039-85, ГОСТ 12.3.036-84, ГОСТ 12.3.004-75, ГОСТ 12.3.026-81 и др.

Электробезопасность должна обеспечиваться выполнением требований ГОСТ 12.1.019-2009.

Устанавливаемое технологическое оборудование должно соответствовать требованиям безопасности по ГОСТ 12.2.003-91.

При проектировании участков, в которых применяются ультразвуковые установки, необходимо учитывать требования «Санитарных норм и правил при работе на промышленных ультразвуковых установках».

Рабочие места электромонтажного цеха должны быть оснащены оборудованием и организационной оснасткой, соответствующей характеру выполняемой работы и соответствовать ГОСТ 12.2.032-78, ГОСТ 12.2.033-78.

Организация рабочих мест, связанных с выполнением зрительно-напряженных операций, должна отвечать эргономическим требованиям и обеспечивать оптимальные для данного вида трудовой деятельности положение тела и рабочую позу с учетом антропометрических показателей, удобство обзора и управления оборудованием, безопасность выполнения операций.

3.2.2.4 Выполнение требований промышленного производства СНП безопасности по охране труда при выполнении технологических процессов (технологических операций).

В проектной документации электромонтажного цеха должны быть приведены опасные и вредные производственные факторы по ГОСТ 12.0.003-74, которые могут проявляться при осуществлении соответствующих технологических процессов, их краткая характеристика (вид, характер действия, возможные последствия), предельно допустимые уровни и предельно допустимые концентрации в соответствии со стандартами ССБТ, санитарными нормами и другими документами, методы их контроля, а также методы и средства защиты работающих от действия опасного и вредного производственного фактора.



3.2.2.5 Выполнение требований промышленного производства СНП по охране окружающей среды при выполнении технологических процессов (технологических операций).

Количество вредных выбросов от работы технологического оборудования определяется с учетом требований ГОСТ 17.2.3.02-2014.

Уровни шума в производственных помещениях сборки и испытаний СНП на рабочих местах следует устанавливать в соответствии с "Санитарными нормами допустимых уровней шума на рабочих местах" N 3223-85. В помещениях, где производятся точные сборочные или аналогичные им работы, нормируемые уровни шума должны соответствовать ПС-60 (или 65 дБА).

### 3.2.3 Требования по технологической подготовке производства

Должна быть осуществлена технологическая подготовка производства в соответствии с ГОСТ Р 50995.3.1-96:

#### 3.2.3.1 При проектировании СНП:

- выбор конструкторско-технологических решений по изделию и обеспечению его технологичности в процессе выполнения эскизного проекта.

- перечень определяющих технологических процессов, подлежащих разработке и освоению в производстве, основные требования к ним, принципиальные решения по их разработке;

- перечни определяющих средств технологического оснащения, основные требования к ним, предложения по их приобретению, разработке и производству;

#### 3.2.3.2 Опытных образцов и единичных изделий:

- обеспечение технологической готовности производства к изготовлению для приемочных испытаний опытных образцов, единичных и других изделий, подлежащих промышленному освоению;

- обеспечение производства по договорам и кооперационным связям необходимыми материалами, деталями, сборочными единицами,

комплектуемыми изделиями, средствами технологического оснащения, а также входного контроля их качества;

- метрологическое обеспечение производства;
- технический контроль;
- аттестация рабочих мест исполнителей и технологического оборудования до его первичного применения;

#### 3.2.3.3 Серийных изделий:

- проработка рабочей конструкторской документации на серийное изделие с учетом технологичности заложенных в нее решений;

- разработка (корректировка):

а) технологических процессов изготовления серийного изделия в соответствии с государственными стандартами ЕСТД;

б) специальных средств технологического оснащения в соответствии с стандартами ЕСКД и технологических процессов их изготовления в соответствии с стандартами ЕСТД;

- приобретение (изготовление) специальных средств технологического оснащения для производства серийных изделий;

- уточнение (корректировку) технологической документации по результатам изготовления и квалификационных испытаний установочной серии (первой промышленной партии);

- обеспечение требований ресурсосбережения, экологии и охраны труда при изготовлении и испытаниях серийных изделий;

- обеспечение производства по договорам и кооперационным связям необходимыми материалами, деталями, сборочными единицами, комплектуемыми изделиями, средствами технологического оснащения, а также входного контроля их качества;

- метрологическое обеспечение производства;
- технический контроль;
- аттестация технологических процессов, рабочих мест исполнителей и технологического оборудования до его первичного применения;

- подготовка производственного персонала в связи с освоением новых технологий и материалов.

Данные требования и предложений по производству СНП были сформулированы с использованием сведений, полученных в ходе обсуждений и консультаций, полученных в Информационно-аналитическом Центре Современной Электроники (г. Санкт-Петербург). Полученная информация о современных подходах к оптимизации электронных схем, элементов корпусных деталей при организации серийного производства приборов являлась необходимой для формулировке представленных требований.

### **Результаты и выводы подраздела**

Приведены технические требования к оснащению участков промышленного производства приборов СНП с учетом всех стадий изготовления, а также к оснащению участков контроля параметров собранных приборов и их тестовой эксплуатации.

### **3.3 Рекомендации по совершенствованию технологических возможностей Индустриального партнера**

Для организации полного цикла работ по мелкосерийному производству приборов СНП на своей территории с учетом приведенных в подразделе 3.2 технических требований, Индустриальному партнеру рекомендуется провести дооснащение своего производства набором обрабатывающего, контрольно-измерительного и технологического оборудования. Перечень рекомендуемого оборудования по типам приведен ниже.

Заточной станок. Предназначен для заточки фрезеров, свёрл, иного режущего инструмента. Может использоваться для подготовки фрезы, предназначенной, для изготовления основных дополнительных элементов крепежа для измерений нестандартных изделий при помощи ЭОСНП.

Плоскошлифовальный станок. Станок, предназначенный для шлифовки изделий с использованием абразива. Может использоваться для пробоподготовки шероховатых образцов с целью измерения механических характеристик и снятия профилей при помощи ЭОСНП: сварных швов, поверхностей металлических изделий грубой обработки.

Электроэрозионный станок. Устройство, позволяющее обрабатывать поверхности и вырезать электропроводящие образцы. Может использоваться для изготовления высокоточных элементов, пробоподготовки, а также для изготовления дополнительных деталей крепежа для измерений образцов при помощи ЭОСНП.

Установка для проверки электробезопасности. Представляет пробойную установку для тестирования на пробой переменным напряжением. В качестве объектов испытания используются изделия с электрической изоляцией. Рекомендуется для тестирования соединительных кабелей ЭОСНП.

Установка для климатических испытаний. Установка, используемая для создания климатических условий, может использоваться для испытаний ЭОСНП на соответствие международным стандартам с целью выдвижения на международный рынок.

### **Результаты и выводы подраздела**

Предложен перечень оборудования, которым целесообразно было бы дооснастить производственные мощности Индустриального партнера для обеспечения полного цикла производства и эксплуатации приборов СНП на своей базе.

### **Результаты и выводы раздела**

Приведены характеристики технологических возможностей и особенностей Индустриального партнера. С учетом данных характеристик и исходя из процесса производства СНП сформулированы технические

требования и предложения по производству приборов СНП. Даны рекомендации по дооснащению производства Индустриального партнера с целью обеспечения полного цикла производства и эксплуатации СНП на своих производственных мощностях.

Полученные результаты соответствуют задачам п. 5.3 ПГ и п. 3.23 ТЗ.

4. Разработка проекта технического задания на проведение ОКР по теме: «Разработка промышленного производства портативных измерительных приборов для контроля качества поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли»

При разработке проекта технического задания на ОКР были использованы следующие документы:

- техническое задание на ПНИ;
- результаты лабораторных испытаний ЭОСНП;
- данные полученные в ходе патентных и маркетинговых исследований;
- выводы о полноте решения поставленных в ТЗ на ПНИ задач (Раздел 1 настоящего отчета);
- предложения по усовершенствованию конструкции ЭОСНП (Раздел 5 настоящего отчета).

Основанием для разработки проекта ТЗ на ОКР стало успешное завершение ПНИ и демонстрация работоспособности изготовленного ЭОСНП. Проведенные маркетинговые исследования подтвердили востребованность такого рода измерительного оборудования и актуальность проведения ОКР по организации промышленного производства портативных измерительных приборов для контроля качества поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли.

При составлении ТЗ на ОКР за основу было взято ТЗ на ПНИ в которое были внесены изменения обусловленные использованием разрабатываемого измерительного оборудования в условиях промышленного производства в помещении заводской метрологической лаборатории. Возможность размещения разрабатываемого специализированного

нанотвердомера профилометра (СНП) прямо на производственном конвейере и включение его в состав рабочего средства измерения при производстве машиностроительных изделий на данном этапе работ не рассматривается.

Лабораторный опыт эксплуатации ЭОСНП и анализ базовых областей применения СНП показали, что ряд технических характеристик СНП должны быть изменены для упрощения эксплуатации СНП в условиях заводской лаборатории.

Так минимальный диаметр рабочих каналов был увеличен до 10 мм, а максимальная глубина проникновения измерительного узла внутрь глухих каналов ограничена 1000 мм. Эти изменения обусловлены достаточностью таких требований для большинства изделий и трудностями, связанными с резким уменьшением резонансной частоты и жесткости штока удерживающего датчик при увеличении его длины. Понижение резонансной частоты приводит к увеличению роли сейсмических и вибрационных помех и ухудшением точности измерений при определении шероховатости, твердости и модуля Юнга исследуемых изделий. Используемый при выполнении ПНИ метод борьбы с такого рода помехами, путем виброизоляции ЭОСНП мало пригоден для промышленного применения, поэтому уменьшение рабочей длины штока целесообразно и оправдано.

Так же определенной модификации подвергся диапазон измеряемых твердостей и модулей Юнга. Сдвиг нижней границы измеряемых методом инструментального индентирования твердости и модуля Юнга сдвинуты в область реально встречающихся у металлических конструкционных изделий значений. Величины свойственные пластикам и доступные для измерения ЭОСНП исключены из требований ТЗ на ОКР.

Это изменение требований позволит использовать пьезорезонансные зонды с более жестким креплением и, как следствие, уменьшит влияние вибрационных помех и повысит точность измерения твердости и модуля Юнга износостойчивых машиностроительных изделий. Сдвиг нижней границы рабочего диапазона измеряемых значений твердости и модуля Юнга

вверх никак не повлияет на возможности СНП при измерении шероховатости и волнистости исследуемых изделий.

Остальные технические характеристики СНП не претерпели существенных изменений по сравнению с техническими характеристиками ЭОСНП и позволят производить измерение шероховатости и механических свойств внутренних поверхностей и глухих и сквозных каналов с необходимой точностью и в требуемом диапазоне.

Остальные пункты ТЗ на ОКР составлены в соответствии требованиями ГОСТа на такого рода работы.

Проект технического задания на проведение ОКР по теме «Разработка промышленного производства портативных измерительных приборов для контроля качества поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли» приведен в Приложении В.

### **Результаты и выводы раздела**

Проведен критический анализ результатов выполнения ПНИ и полученных данных о предполагаемых и наиболее актуальных областях применения СНП. На основании анализа опыта эксплуатации ЭОСНП и с учетом потребностей в такого рода оборудовании разработан проект Технического задания на ОКР.

Разработанное ТЗ на ОКР по организации серийного производства СНП произведена впервые и с учетом технических особенностей СНП и технологических возможностей индустриального партнера. Развертываемое производство будет полностью соответствовать требованиям изложенным в Указе президента РФ от 1 декабря 2016 г. № 642 «О стратегии научно-технического развития российской федерации».

Полученные результаты соответствуют задачам п. 5.4 плана-графика работ по ПНИ и п. 3.24 ТЗ.



5. Формулировка предложений по доработке эскизной конструкторской документации, специализированного радиоэлектронного обеспечения и программного обеспечения по п.п. 2.4, 2.5 и 3.2., необходимых для расширения функциональных возможностей специализированного нанотвердомера-профилометра

В настоящее время широкое распространение получили различного рода покрытия: от субмикронной до субмиллиметровой толщины. Они используются в ряде различных областей в медицине, пищевой и других видах промышленности. Естественным образом покрытия используются и для упрочнения объектов машиностроения и иных технических изделий. Особое место занимают покрытия внутренней поверхности, чаще всего предназначенные для снижения износа деталей, а также для обеспечения химической инертности поверхности материала. Особенно актуальной последняя задача стоит для исключения химических реакций между материалом и протекающими жидкостями или газами в трубах и патрубках различных научных и промышленных установок и агрегатов.

Изучение и контроль шероховатости и, что более важно, механических свойств внутренних поверхностей деталей, покрытых защитным слоем, можно проводить при помощи ЭОСНП, однако для определения ряда параметров, включая твердость и модуль упругости покрытия, необходимо сделать ряд доработок как самого устройства, так и его программного обеспечения.

Для того, чтобы определить свойства покрытия вне зависимости от свойства подложки, требуется провести ряд измерений с углублением индентора на различную глубину. Анализ полученных значений требует использования моделей и аппроксимации зависимостей твердости и модуля упругости от углубления, подобный анализ следует заложить в функциональность ПО, обеспечивающую обработку результатов получаемых с ЭОСНП.

Анализ адгезивной устойчивости покрытий также может быть выполнен при помощи ЭОСНП, для таких измерений важным параметром является критическая нагрузка, приводящая к отслоению покрытия. Момент отслоения может быть зафиксирован при помощи датчика акустической эмиссии, использование такого рода данных требует корректировки как ЭКД, так и радиоэлектронного обеспечения. Соответствующая информация, а также обзор способ применения и нанесения покрытий представлены в рамках данного раздела.

Для обоснования сформулированных предложений по доработке ЭОСНП с целью расширения его функциональности за счет реализации возможности исследования тонких пленок и покрытий Индустриальным партнером было закуплено оборудование для нанесения таких покрытий. Индустриальным партнером с использованием закупленного оборудования была изготовлена партия образцов покрытий различной толщины и состава, нанесенных методами магнетронного напыления и CVD. На данных покрытиях при помощи ЭОСНП была проведена серия испытаний: были исследованы твердость и модуль упругости покрытий на подложке, в том числе зависимость их механических свойств от глубины индентирования. Кроме того, опробованы способы построения распределения значений механических свойств от пространственной координаты для границы покрытия. На основании анализа полученных результатов испытаний были сформулированы предложения по доработке СНП.

Таким образом, в рамках данного раздела представлен обзор по тонким покрытиям, данные об изготовлении и измерении образцов, а также рекомендации по доработке эскизной конструкторской документации, специализированного радиоэлектронного обеспечения и программного обеспечения, необходимые для расширения функциональных возможностей специализированного нанотвердомера-профилометра.

## 5.1 Способы нанесения и применения пленок и покрытий

## Классификация способов нанесения

Методы нанесения пленок можно условно представить в виде схемы, на которой основан дальнейший обзор (рисунок 37 [38]). Частицы материала пленки могут быть отделены от источника материала для последующего нанесения на субстрат посредством методов физического осаждения из газовой фазы (PVD: physical vapor deposition), химического осаждения из газовой фазы (CVD: chemical vapor deposition) и химического растворения.

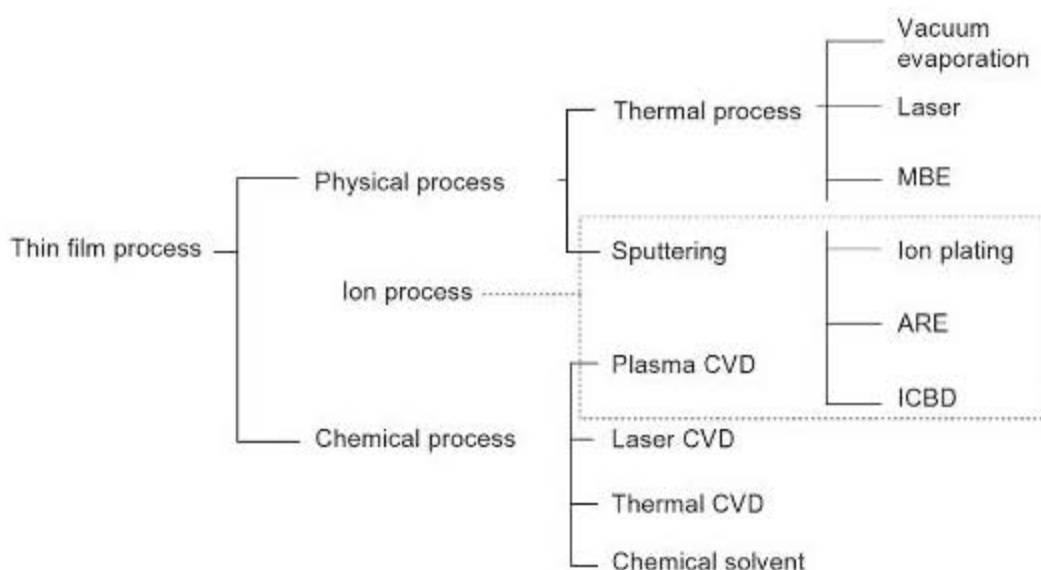


Рисунок 37 – Методы нанесения тонких покрытий [38]

Методы физического испарения материала включают в себя термическое испарение и распыление.

К первой группе относится вакуумное нанесение (Vacuum evaporation), которое подразумевает разогрев источника с его последующим испарением в вакуумной камере. При нанесении методом импульсного лазерного напыления (pulsed laser deposition) мишень испаряется ультрафиолетовым импульсным лазером, который также может вызывать фотоэмиссию электронов с поверхности испаряемого образца, приводящую к возникновению плазмы. Применимость данного метода для нанесения ровного слоя ограничена. Молекулярная эпитаксия (MBE: molecular beam epitaxy) является одним из самых надежных способов нанесения покрытий.

Молекулярный слой наносится на кристаллическую подложку, скорость испарения контролируется. Метод используется для нанесения сплавов и соединений.

Распыление (sputtering) вещества с катода может происходить при подаче на него постоянного напряжения (DC diode), что позволяет распылять проводящие металлы, или при подаче переменного напряжения (RF diode), появляется возможность испарения диэлектриков. Для увеличения скорости осаждения частиц в систему также может быть добавлено магнитное поле различных конфигураций (magnetron sputtering).

Также существуют смешанные процессы нанесения покрытий, такие как ионное осаждение (ion plating). В рамках данного метода термически испаренные атомы осаждаемого вещества ионизируются в плазме ускоряются магнитным полем перед непосредственным нанесением, что улучшает адгезию тонких пленок. В методе активированного реактивного испарения (ARE: activated reactive evaporation), газ, вступающий в реакцию с испаряемыми атомами, вносится в область плазмы. Данный метод применяют для осаждения оксидов металлов, карбидов, нитридов. Метод нанесения ионизацией пучка кластеров (ICBD: Ionized cluster beam deposition) является модификацией метода ионного осаждения. Атомы испаряются через сопло и при охлаждении образуют кластеры (от сотен до тысяч атомов), которые ионизируются в области плазмы и ускоряются в направлении к поверхности. Средняя энергия атомов в ускоряемом кластере до трех порядков меньше энергии самого кластера, что уменьшает разрушение поверхности, на которую наносятся атомы.

Метод химического испарения (CVD: chemical vapor deposition) подразумевает испарение нескольких компонент, которые при взаимодействии друг с другом образуют нелетучие продукты реакции, которые осаждаются на поверхности субстрата, в то время как летучие уносятся потоком газа из камеры [38,39]. Данный метод имеет широкое применение, включая, например нанесение по поверхности солнечных очков

или изготовление компонент электроники. В быстром термохимическом испарении (rapid thermal CVD) используются нагревательные лампы или другие методы для разогрева подложки (субстрата). Метод PACVD (plasma-assisted CVD) является одной из модификацией метода CVD температура протекания реакции снижается за счет присутствия плазмы со слабой степенью ионизации, которая повышает только электронную температуру, практически не передавая при этом энергии тяжелым ионам. У данного метода существуют модификации, так в методе (ECR PACVD) в области плазмы дополнительно включается магнитное поле на частоте электронного циклотронного резонанса, что уменьшает рабочую температуру. В методе лазерного химического испарения реакция инициируется облучением ультрафиолетовым лазером.

#### Области применения покрытий

Применение покрытий, наносимых как физическими, так и химическими методами, чрезвычайно широко, и в рамках данного исследования представляется целесообразным сосредоточиться на нескольких наиболее распространенных областях, принимая во внимание потенциальную потребность оценки механических свойств промышленных изделий.

Следуя данному подходу, наибольший интерес представляют покрытия, предназначенные для снижения износа. Трибологическое покрытие, нанесенное с помощью метода CVD, было впервые изготовлено еще в 1969 году [40]. Оно представляло пленку из карбида титана (TiC), нанесенную на режущий инструмент. Впоследствии для нанесения покрытий использовался метод PVD, так как он позволяет наносить покрытия при меньших температурах. К настоящему времени нитриды титана являются достаточно распространенными, примеры покрытий на различных изделиях, производимых отечественными и зарубежными компаниями, приведен на рисунке 38. Можно отметить, что в настоящее время развитие получили и

более сложные и многослойные покрытия, содержащие не только титан и азот. Покрытия содержащие Ti, Al, N имеют широкое применение в автомобильной, авиакосмической отраслях [41].



Рисунок 38 – Изделия с покрытием из нитрида титана, наносимым различными компаниями: а- Eifeler (Австрия) [42], б – North Star Coating (США) [43], в – Дугатрон (Россия) [44]

Наряду с покрытиями из нитрида титана и алюминия применяются алмазоподобные покрытия, твердость которых может составлять от 20 до 80 ГПа. Данные покрытия применяются не только для упрочнения инструментов [45], но и для снижения трения, например в двигателях гоночных машин [46].



Рисунок 39 – Примеры деталей с покрытием из DLC [46,47]

Другим типом объектов, для изготовления которых используется PVD, являются солнечные батареи. Многослойные структуры на основе меди, индия, галлия, селенида (CIGS cell) являются тонкопленочными структурами – солнечными батареями, обладающими повышенным коэффициентом адсорбции и пониженным термальным коэффициентом излучения. Схема данных структур представлена на рисунке 40.

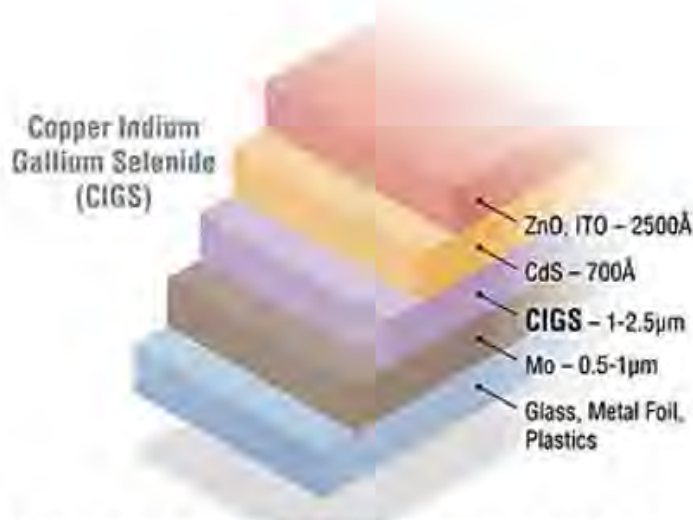


Рисунок 40 – Составные части структуры солнечной батареи CIGS [48]

Устойчивость и работоспособность данных структур ограничена влиянием влажности, которая приводит к расслоению и потере работоспособности структуры; расслоение связано с контактом Mo-CIGS

[49]. Адгезивная устойчивость данного контакта возрастает, если нанести слой CIGS с дополнительным внесением примесных атомов Na. Соответствующее сравнение было проведено [49] с использованием метода царапания (scratch test), что является примером механического контроля свойств покрытий.

Тонкие покрытия также используются при изготовлении покрытий уменьшающих износ медицинских изделий, декоративных элементов, автомобильных фар и других объектов [50].

#### Установка AJA International

Установка AJA International A300RF/MU позволяет наносить покрытия методом распыления вещества в присутствии магнитного поля (magnetron sputtering). Данный метод имеет преимущества перед обычным напылением (diode sputtering) в присутствии постоянного (DC) или переменного (RF) электрического поля. Наложение магнитного поля позволяет удерживать электроны в области катода, минимизируя разрушения образца (субстрата). Схематичное изображение процесса напыления в присутствии атомов аргона представлено на рисунке 41.

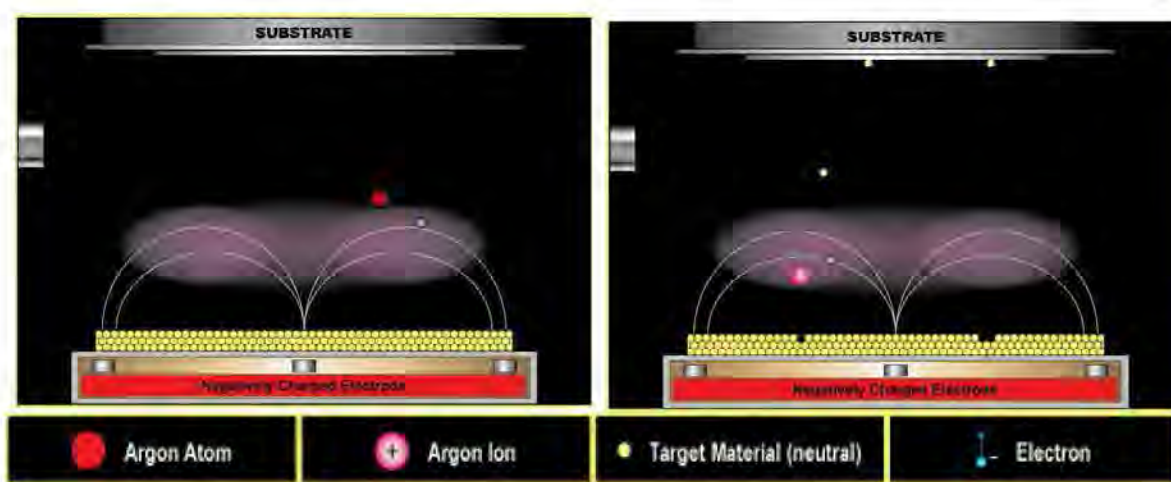


Рисунок 41 – Схема нанесения покрытия в присутствии магнитного поля [51]



Естественно, что напыление пленок происходит неравномерно и наибольшую толщину наносимого материала следует ожидать в области центра источника. Типичная кривая скорости роста пленки, полученная в несбалансированном режиме приведена на рисунке 42. Символом «Z» обозначены рабочая дистанция (в дюймах).

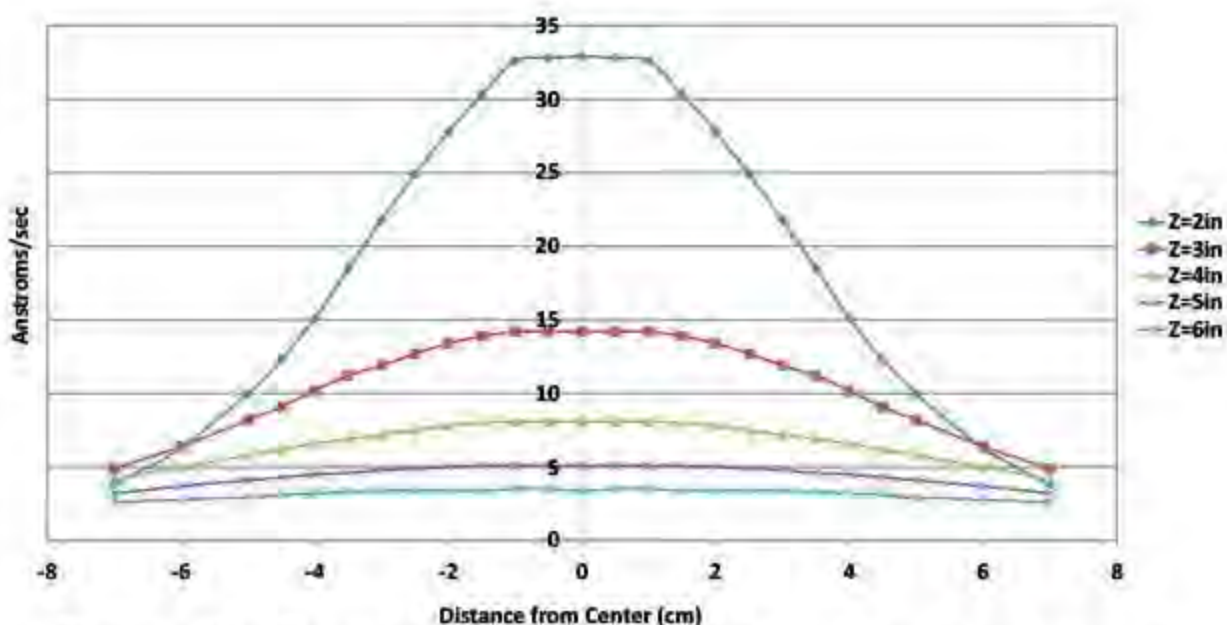


Рисунок 42 – Типичная кривая зависимости скорости роста пленки от расстояния до центра источника для магнетрона A320-XP [52]

Важным параметром наносимой пленки является ее равномерность. Системы ATC Orion позволяют наносить пленки с большой степени равномерности на подложки, диаметр которых превышает диаметр цели более чем в два раза. Типичный профиль нанесенного покрытия из оксида кремния на поверхности кремния приведен на рисунке 43. Неравномерность составляет величину порядка 2%.

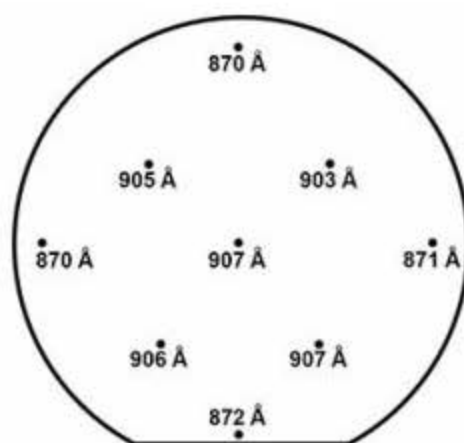


Рисунок 43 – Распределение толщины покрытия из оксида кремния, нанесенного на кремний магнетроном А320-ХР [53]

Скорость нанесения покрытия зависит от типа мишени, допустимой плотности мощности вблизи мишени, которая зависит от коэффициента теплопроводности материала и типа прикладываемого поля (RF, DC или pulsed DC). Максимальная скорость достигается на таких материалах как золото – обладающих большим коэффициентом теплопроводности, которые могут быть рассеяны в режиме DC. Маленькая скорость рассеивания свойственна таким мишеням из оксида алюминия ( $Al_2O_3$ ) – материалам, обладающим маленьким коэффициентом теплопроводности и рассеиваемых в переменном поле (RF), эффективность которого примерно в половину меньше эффективности постоянного поля (DC).

### Результаты и выводы подраздела

Проведен обзор методов нанесения тонких функциональных покрытий. Детально рассмотрены методы магнетронного напыления и CVD-осаждения как наиболее прецизионные с точки зрения структурного состояния покрытий, а также широкого применения в промышленности.

## 5.2 Проведение испытаний образцов

Для проведения испытаний с целью определения требований к конструкции и программному обеспечению ЭОСНП, позволяющих расширить его функциональность для работы с тонкими покрытиями, Индустриальным партнером была изготовлена серия модельных образцов. Для изготовления образцов применялся метод магнетронного напыления и метод CVD-осаждения. Перечень образцов приведен в таблице 2. Акт изготовления образцов приведен в Приложении Г.

Каждый из образцов был изготовлен в единичном экземпляре, всего было изготовлено 5 образцов, описание которых приведено в таблице 2.

Таблица 2 – Модельные образцы тонких покрытий.

№	Материал покрытия	Материал подложки	Метод нанесения	Толщина, нм
1	Медь (Cu)	Стекло	Магнетронное напыление	420
2	Молибден (Mo)	Стекло	Магнетронное напыление	110
3	Платина (Pt)	Стекло	Магнетронное напыление	160
4	Платина (Pt)	Кремний	Магнетронное напыление	150
5	DLC	Кремний	CVD-осаждение	200

Структуры, представляющие слои Cu, Mo, а также Pt были нанесены в режиме DC, для напыления использовались магнетрона А 320-хр-о-р. Время напыления структур составило: 45 минут для структуры Cu на стекле, 7 минут для структуры Mo на стекле, 12 минут для структуры Pt на стекле, 13 минут для структуры Pt на кремнии. Поток смеси аргона и кислорода составил 100:20 стандартных кубических сантиметра в минуту, расстояние от мишени до субстрата составило 50 мм, давление в камере в процессе нанесения составило  $10^{-6}$  Па. Для работы магнетрона было использовано закушенное индустриальным партнером оборудование: магнетрона А 320-хр-о-р, нанесение наносилось в охлаждаемой вакуумной камере с

охлаждаемыми торцевыми фланцами и с патрубками CF/ISO/KF CVD ISO500 L400, работа обеспечивалась источником питания к магнетрону A300RF/MU AJA International 300 Вт, для нанесения покрытия из молибдена использовались блоки питания разряда АЕ Advanced Energy Pinnacle Plus 10KW 350кГц. Откачка воздуха производилась посредством турбомолекулярного насоса Pfeiffer HiPace 300 с TC110 с совокупности с форвакуумным насосом Agilent IDP3. Для нанесения покрытий из платины была использована приобретенная промышленным партнером мишень.

Время нанесения алмазоподобного углеродного покрытия (DLC) составило 8 минут, скорость потока ацетилена составила 0.15 л/мин. Покрытие было нанесено в режиме высокочастотного разряда (13.56 МГц). Давление в камере в процессе напыления составило  $5 \cdot 10^{-7}$  Па. Подаваемое напряжение – 300 В, мощность – 150 Вт. Для нанесения использовался метод CVD, и приобретенный промышленным партнером блок питания-управления установки CVD CombiGauge (CG) с комплектом датчиков вакуума и пневмоклапанов.

СЗМ изображение структуры Си на стекле приведено на рисунке 44.

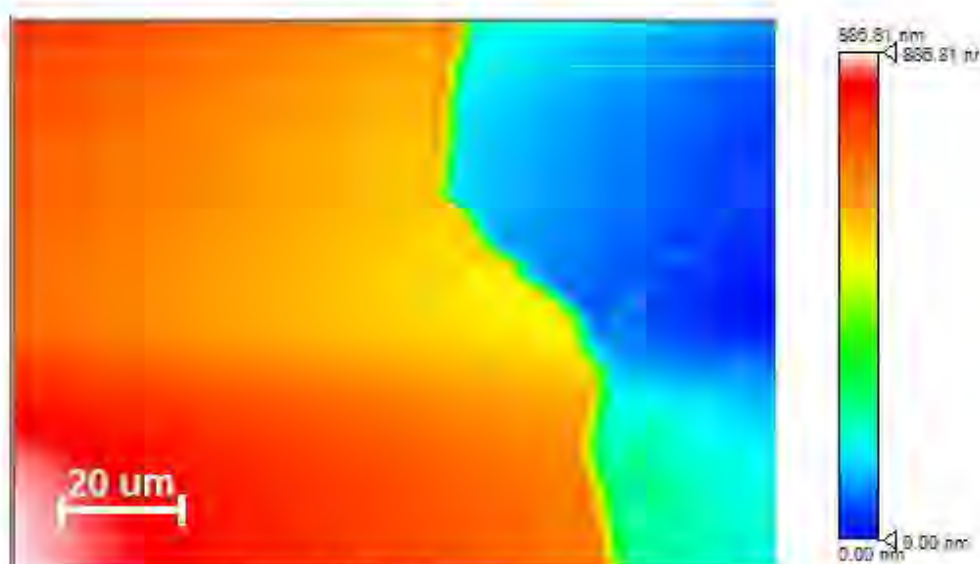


Рисунок 44 – СЗМ изображение границы структуры Си на стекле

На представленной границе пленки было проведено исследование зависимости модуля упругости от латеральной координаты, проходящей поперек границы пленки. Соответствующая зависимость представлена на рисунке 45.

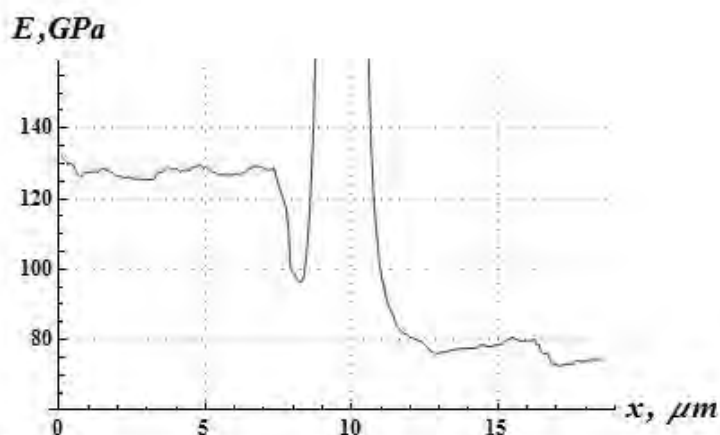


Рисунок 45 – Зависимость модуля упругости от координаты вдоль направления, перпендикулярного к границе структуры Si на стекле

Аналогичное исследование было проведено для структуры Mo на стекле. Соответствующее СЗМ изображение представлено на рисунке 46.

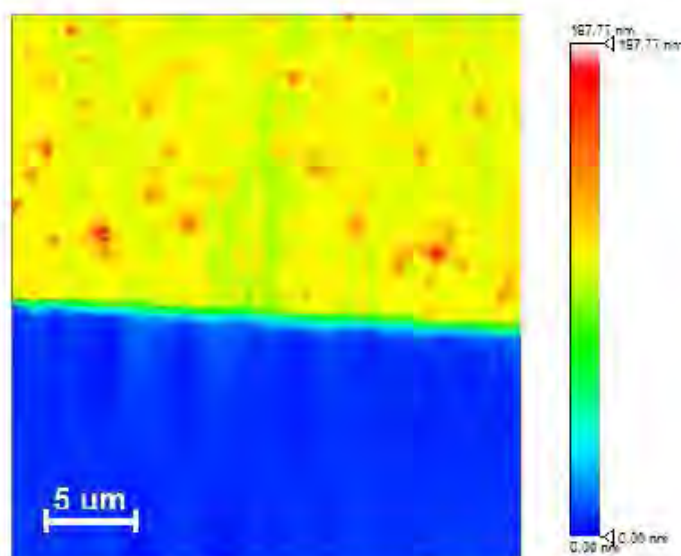


Рисунок 46 – СЗМ изображение структуры Mo на стекле

Зависимость модуля упругости от координаты вдоль перпендикулярного к границе пленки направления представлено на рисунке 47.

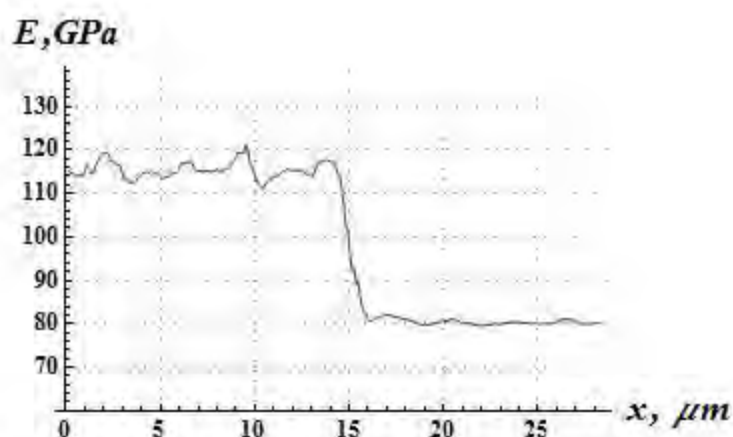


Рисунок 47 – Зависимость модуля упругости от координаты поперечной к границе структуры Мо на стекле

Также было произведено исследование покрытия платины на поверхности стекла. Граница данной структуры, по которой была определена толщина покрытия (160 нм) представлена на рисунке 48.

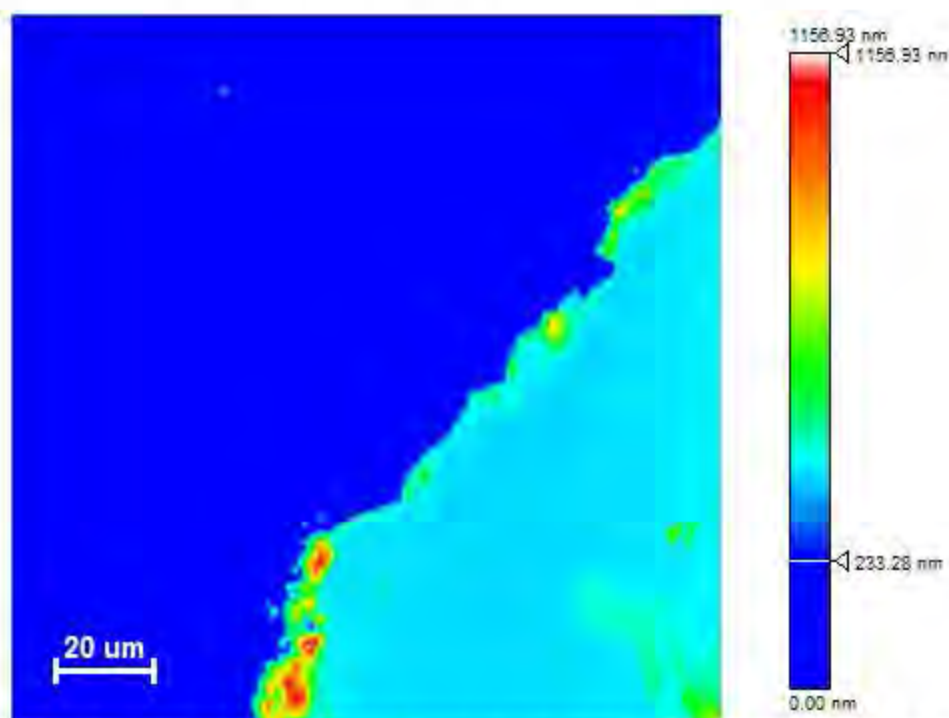


Рисунок 48 – Границы покрытия платины на поверхности стекла

С помощью ЭОСНП было проведено исследование твердости и модуля упругости данной поверхности. Уколы были нанесены на ровную поверхность пленки, типичный вид которой приведен на рисунке 49.

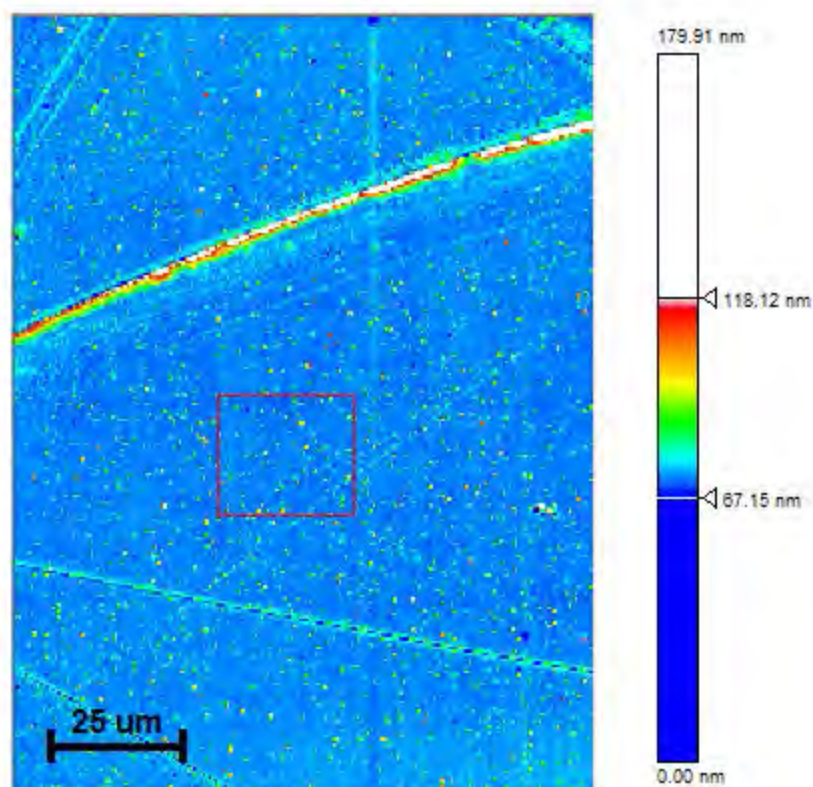


Рисунок 49 – Типичный вид поверхности покрытия Pt на стекле

Результаты измерения твердости и модуля упругости, а также контактной жесткости представлены на рисунке 50. Диапазон прикладываемых нагрузок составил от 1 мН до 17 мН.

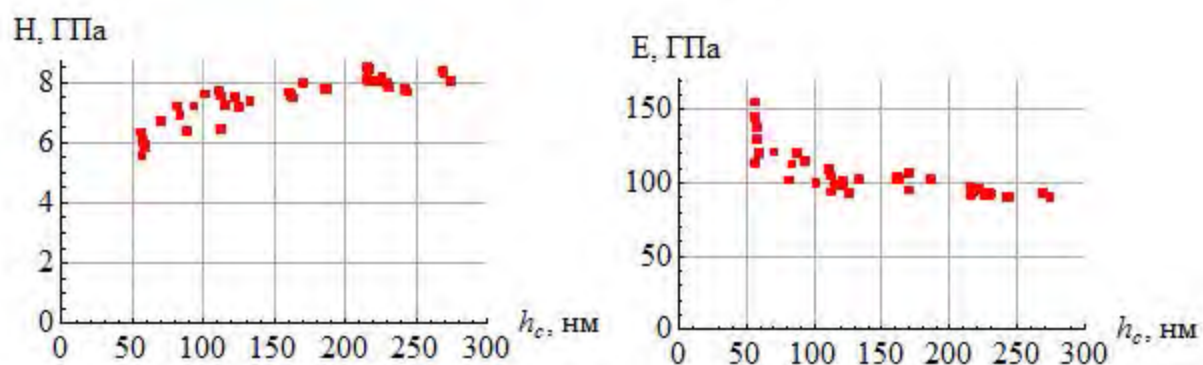


Рисунок 50 – Зависимость твердости (а) и модуля упругости (б) покрытия Pt на стекле

Также были произведены исследования покрытия платины на поверхности кремния, толщина покрытия составила порядка 150 нм.

Изображение границы пленки, а также зависимости твердости и модуля упругости от максимальной глубины инdentирования приведены на рисунке 51.

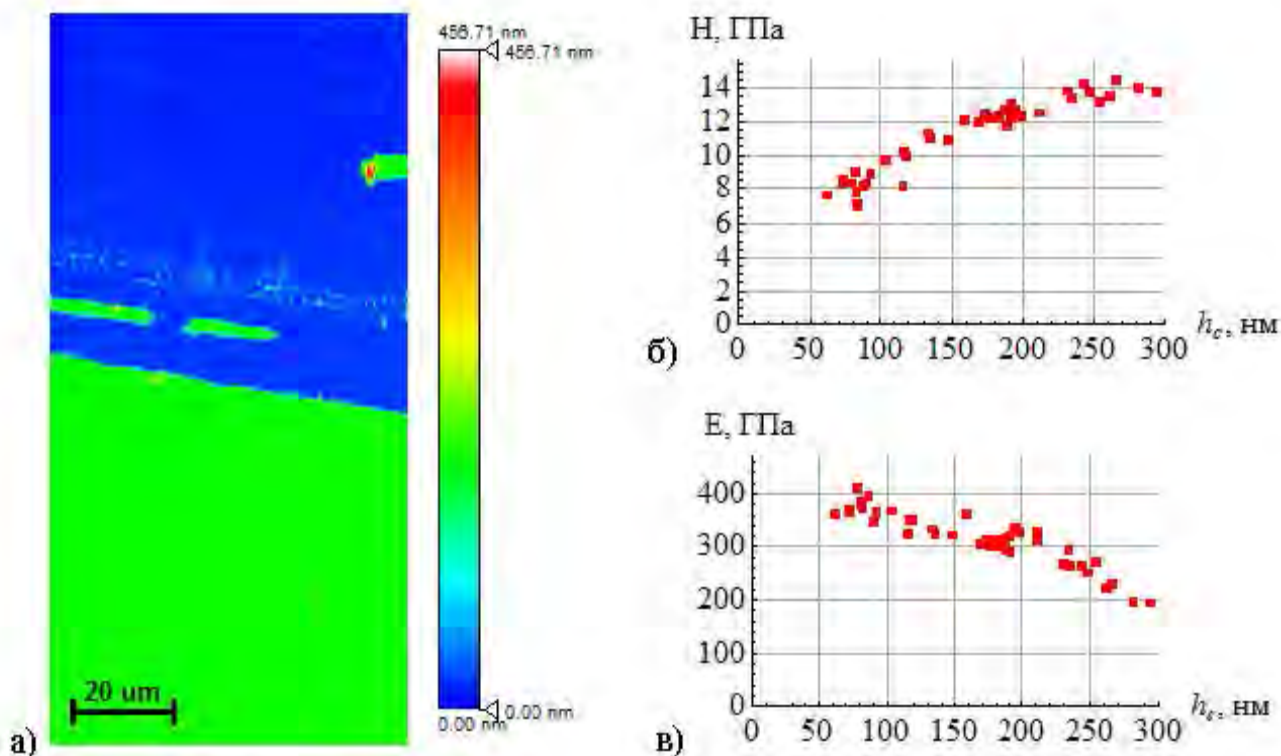


Рисунок 51 – Границы покрытия платины на поверхности кремния

Для определения толщины покрытия образца «DLC на кремнии» на поверхность при помощи ЭОСНП была нанесена царапина с переменной нагрузкой от 250 мкН до 40 мН, в процессе нанесения которой происходило отслоение покрытия. СЗМ изображение, полученное в месте отслоения, приведено на рисунке 52.



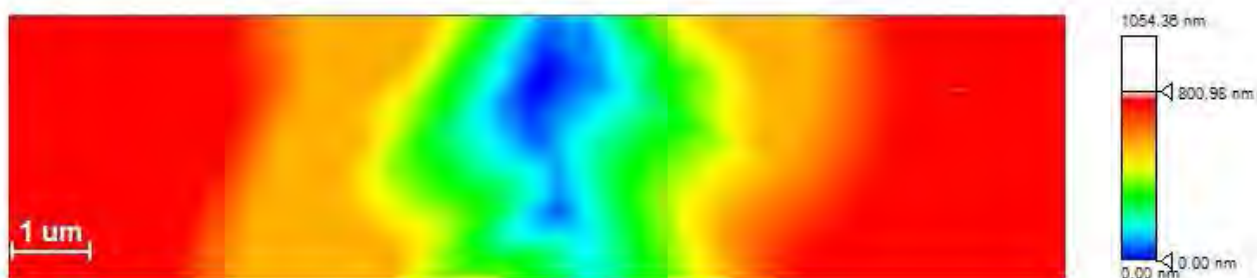


Рисунок 52 – СЗМ изображение покрытия DLC на кремнии в месте отслоения

Профиль покрытия, проведенный в месте отслоения, представлен на рисунке 53.

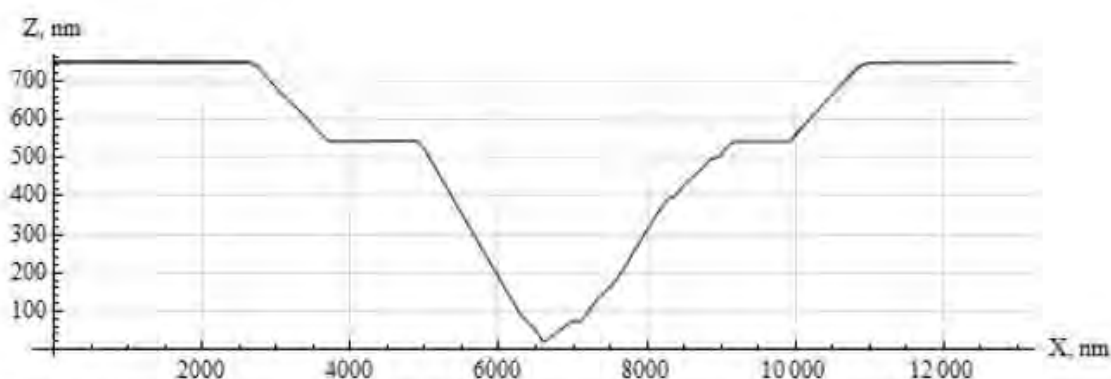


Рисунок 53 – Профиль поперек царапины в месте отслоения покрытия

Зависимости твердости и модуля упругости от контактной глубины приведены на рисунке 54.

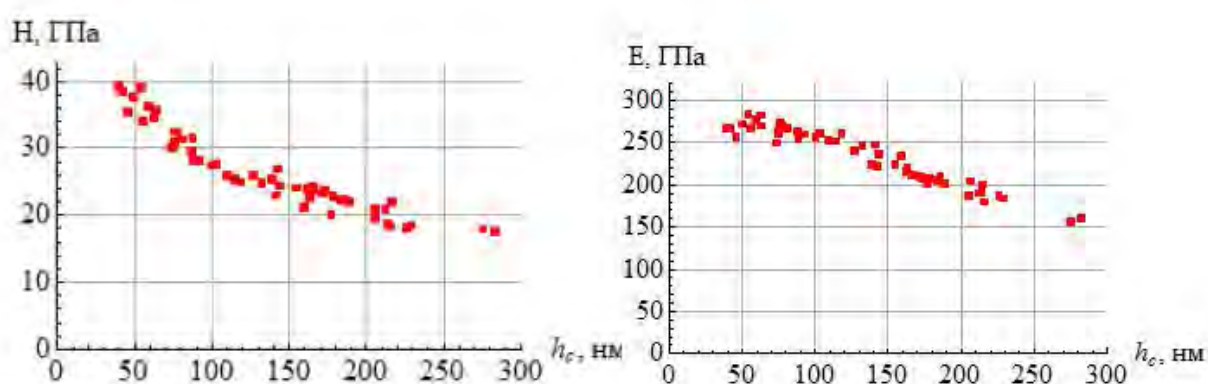


Рисунок 54 – Зависимости твердости и модуля упругости покрытия «DLC на кремнии»

## Результаты и выводы подраздела

Проведены испытания модельных образцов тонких пленок, полученных методами магнетронного напыления и CVD-осаждения на различных подложках. Исследованы зависимости твердости и модуля упругости от латеральной пространственной координаты при измерении свойств перпендикулярно границе раздела пленки, а также зависимости данных свойств от глубины внедрения индентора в поверхность образца.

### 5.3 Доработка ЭЖД и радиоэлектронного обеспечения

Разработанная конструкция зондового датчика продемонстрировала свою работоспособность при работе как с пластичными, так и с хрупкими материалами. Важной задачей при изучении упрочняющих покрытий является контроль адгезионной прочности покрытия и тех нагрузок, при которых происходит растрескивание или отслоение функциональных покрытий. Специализированный нанотвердомер-профилометр позволяет осуществлять такого рода исследования методом склерометрии с нарастающей нагрузкой. Последующее изучение образовавшейся царапины в режиме профилометрии позволяет по характеру разрушения покрытия определить основные характеристики покрытия. Однако такая процедура достаточно трудоемка и требует достаточно много времени, поскольку предполагает получение изображения набора профилей рельефа оставленной при склерометрии царапины в режиме сканирующей зондовой микроскопии.

Кардинально повысить оперативность такого рода исследований возможно с использованием измерения сигнала акустической эмиссии. Возникающие при резком разрушении тестируемого материала ультразвуковые волны информируют об образовании трещин в объемных материалах и разрывах слоистых структур. Стандартные пьезокерамические датчики, традиционно используемые в методе акустической эмиссии, не могут быть применены в специализированном нанотвердомере-профилометре, поскольку размер той области, в которой происходит хрупкое

разрушение и генерирование акустических волн, крайне мал и сигналы акустической эмиссии будут неразличимы на уровне тепловых и технических шумов.

Единственным эффективным методом регистрации такого рода сигналов является использование пьезокерамического датчика, максимально приближенного к индентирующему и царапающему алмазному острию. В случае используемых в нанотвердомере-профилометре пьезорезонансных зондов камертонной конструкции таким чувствительным к акустической эмиссии датчиком может быть сам камертонный зонд и его отдельные элементы.

При индентировании и склерометрии одна из веточек биморфного пьезокерамического камертона находится в непосредственной близости от области контакта алмазного индентора с исследуемыми структурами, поскольку алмазный индентор закреплен именно на ее кончике.

Сигнал акустической эмиссии имеет импульсный характер и, как правило, является достаточно высокочастотным. В зависимости от размера образца и трещины их частоты колеблются от единиц кГц до сотен МГц. Для случая исследования тонких функциональных покрытий доминирующие в спектре частоты, как правило, находятся в диапазоне сотен кГц – единиц МГц, в которой и работают датчики акустической эмиссии, используемые с наноинденторами [54,55].

В свободном состоянии первая резонансная частота используемого зонда близка к 12кГц и это означает, что даже при плотном контакте острия с поверхностью доминирующая частота в спектре регистрируемых таким датчиком акустической эмиссии сигнала не будет превышать 30 кГц. С учетом контактной добротности биморфного элемента ( $Q=3$ ) можно предположить, что регистрируемый акустический сигнал будет иметь длительность порядка 0,1 мс и при низких скоростях движения зонда во время склерометрических исследований мы можем надеяться на получение достаточно хорошего временного, а значит и по нагрузке, разрешения при

склерометрии с нарастающим нормальным усилием. Типичная длительность царапины составляет несколько секунд и, значит, за это время возможно зафиксировать несколько тысяч сигналов акустической эмиссии.

Поскольку у зонда камертонной конструкции есть два биморфных элемента, то возможна регистрация сигнала акустической эмиссии и на второй веточке. Однако, поскольку данная веточка всегда находится в свободном состоянии, то ее резонансная частота не изменяется при контакте алмазного индентора с поверхностью, и длительность возникающего в ней сигнала будет не менее 1 мс.

Таким образом, используя пьезорезонансный зонд в качестве датчика акустической эмиссии, появляется возможность двухканальной регистрации низкочастотных составляющих возникающих акустических сигналов. Ниже представлены результаты моделирования девяти первых мод колебаний используемого камертонного зонда.

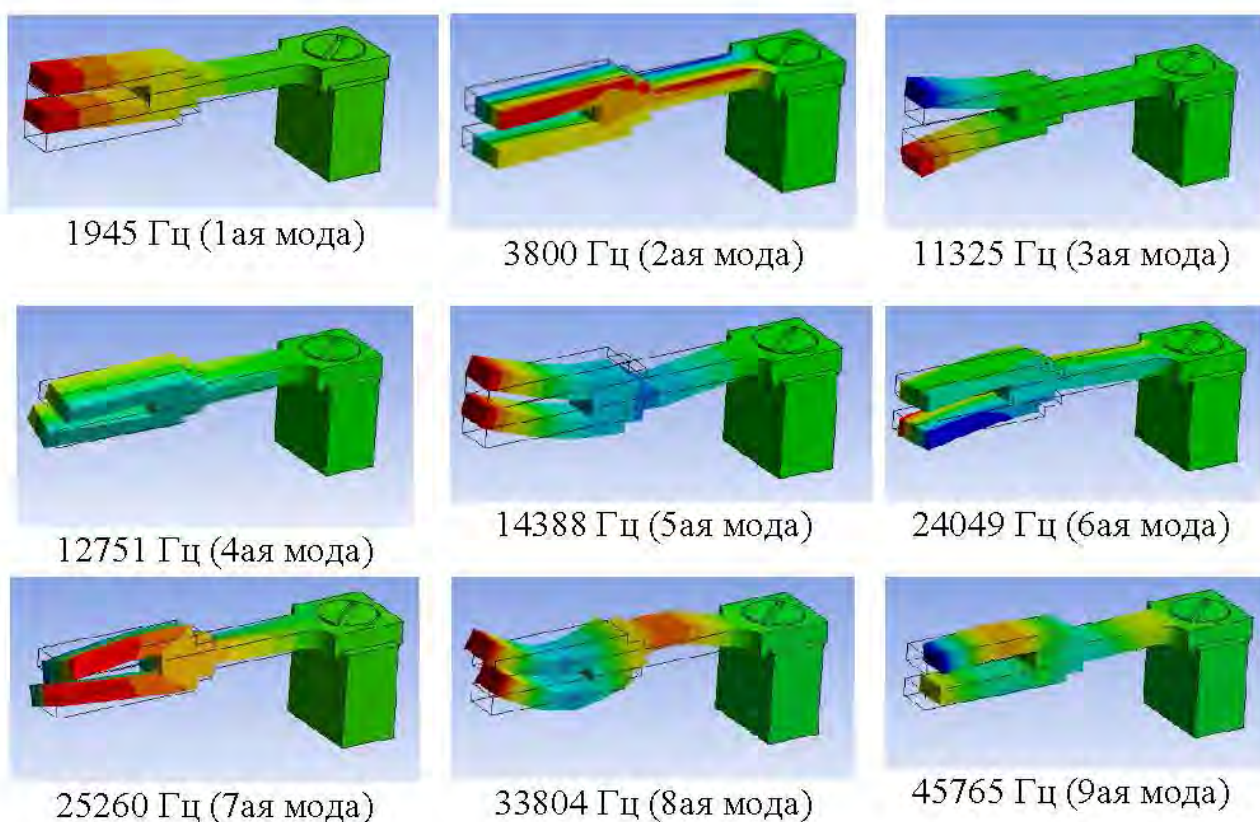


Рисунок 55 – Результаты моделирования методом конечных элементов первых 9 мод колебаний камертонного датчика ЭОСНП

В базовой конфигурации специализированного нанотвердомера-профилометра сигнал возбуждения резонансных колебаний поступает на ту веточку камертона, на которой закреплен алмазный индентор, а снимается, возвращаясь в тракт автогенерации, со свободной веточки. Таким образом, тракт автогенератора оказывается хорошо адаптированным к работе в режиме акустической эмиссии. Сигнал на резонансной частоте зонда в этом случае будет регистрироваться тем же измерительным каналом, что и амплитуда резонансных колебаний в режиме профилирования рельефа исследуемой поверхности.

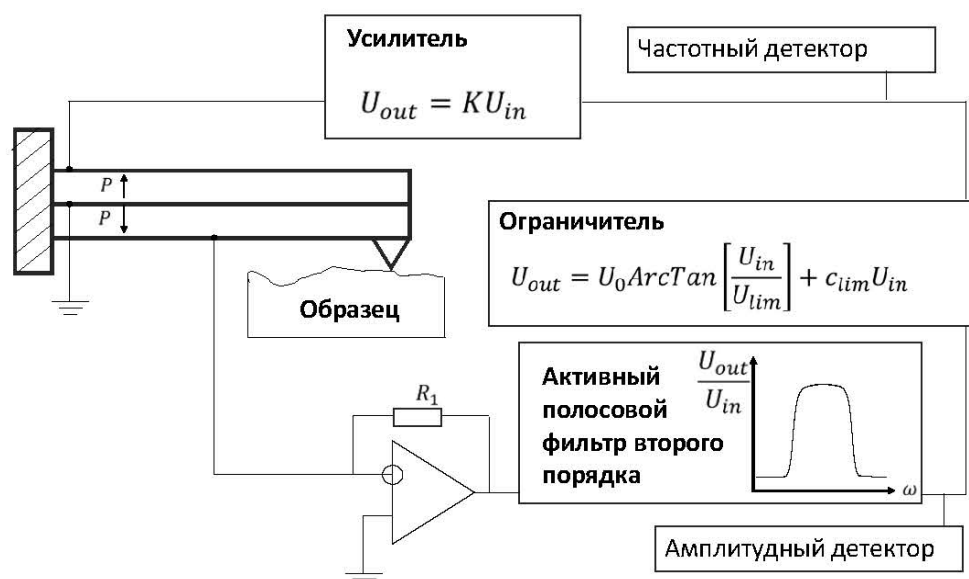


Рисунок 56 – Пьезокерамический биморфный элемент в составе модельного автогенераторного тракта

Для регистрации более высокочастотных сигналов, обусловленных резким разрушением материала в области индентирования и склерометрии, штатная схема автогенератора использоваться не может, и необходимо существенное видоизменение используемого радиоэлектронного обеспечения.

Возбуждение колебаний пьезорезонансного зонда осуществляется с использованием резистивного делителя, установленного на выходе окончательного операционного усилителя тракта автогенерации. Поэтому в

условиях отсутствия генерации, что может быть достигнуто как чисто программным методом путем уменьшения петлевого усиления, так и в автоматическом режиме за счет гашения колебаний при плотном контакте острия индентора с поверхностью, сигнал акустической эмиссии с находящейся в контакте с поверхностью веточки может быть получен с использованием высокочастотного трансформатора, подключенного непосредственно к рабочему электроду веточки с алмазным индентором на конце. Использование трансформаторного подключения позволяет осуществить оптимальное согласование пьезорезонансного датчика с последующим высокочастотным усилителем и провести эффективную фильтрацию низкочастотного сигнала, возникающего из-за вариаций уровня деформации пьезокерамического биморфного элемента, образующего рабочую веточку камертона. Схема электронного тракта, регистрирующего сигнал акустической эмиссии с рабочей веточки, приведена на рисунке 57.

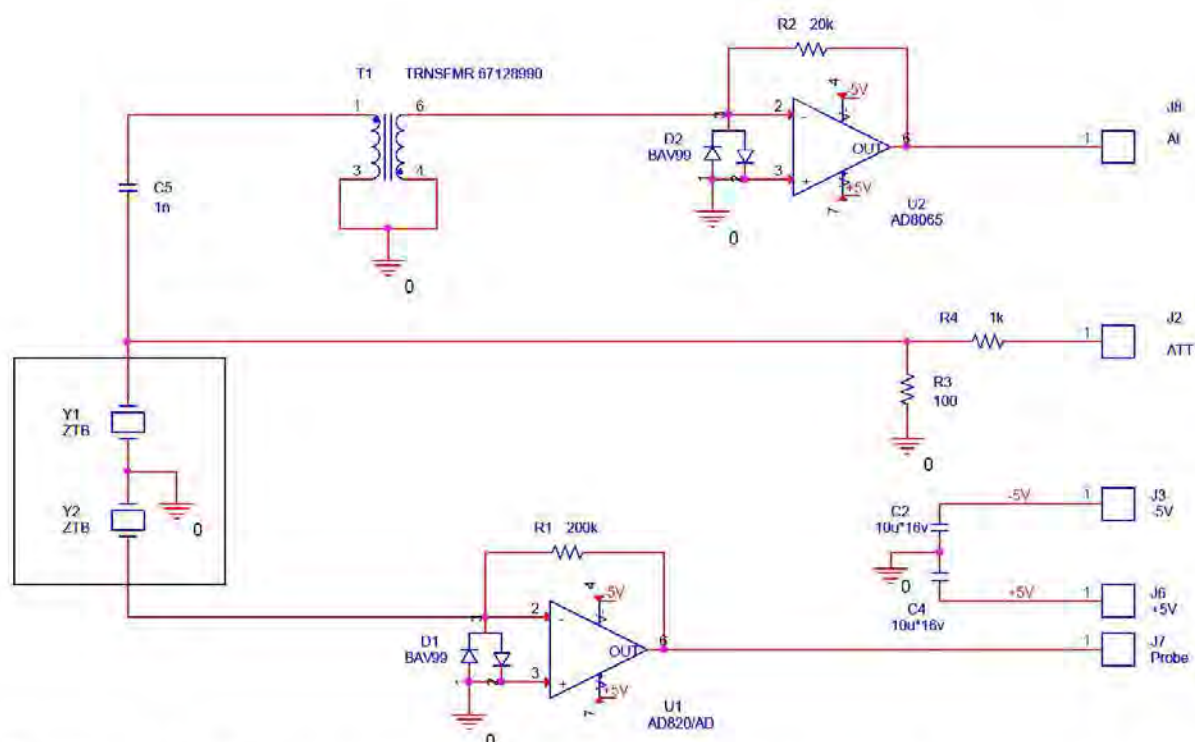


Рисунок 57 – Схема модернизированного электронного предусилителя для регистрации сигнала акустической эмиссии с пьезокерамического биморфного элемента входящего в состав камертонного зонда.

Используемый для возбуждения автоколебаний усилитель на ОУ AD820 дополнен быстродействующим ОУ AD8065, позволяющим с помощью трансформатора Т1 снимать сигнал с веточки камертона находящейся в непосредственном контакте с исследуемой поверхностью благодаря фильтру высоких частот образованному конденсатором С5 и трансформатором Т1.

Информативность регистрируемого сигнала акустической эмиссии тем выше, чем шире полоса регистрируемых частот. При этом, достаточно часто основные морфологические признаки сигнала определяются не по полной радиочастотной форме сигнала, а по форме огибающей зарегистрированного импульса. Таким образом, примененная в ЭОСНП элементная база и система ввода информации в ПК с тактовой частотой работы АЦП до 10 кГц оказывается вполне достаточной для точной передачи формы детектированного сигнала акустической эмиссии.

Предлагаемый подход позволяет использовать обычные пьезорезонансные зонды в системе регистрации сигналов акустической эмиссии. Однако такой подход является ограниченным по частотному диапазону, и возможности ЭОСНП с точки зрения изучения трещиностойкости и деляминации могут быть существенно расширены за счет использования пьезокерамического зонда специальной конструкции с датчиком акустической эмиссии, локализованным в области непосредственно под алмазным индентором.

Для этого внешний заземленный электрод рабочей веточки следует сделать разрезным, осуществив возможность электрического контакта предусилителя сигнала акустической эмиссии с областью керамики, находящейся в непосредственной близости к алмазному индентору.

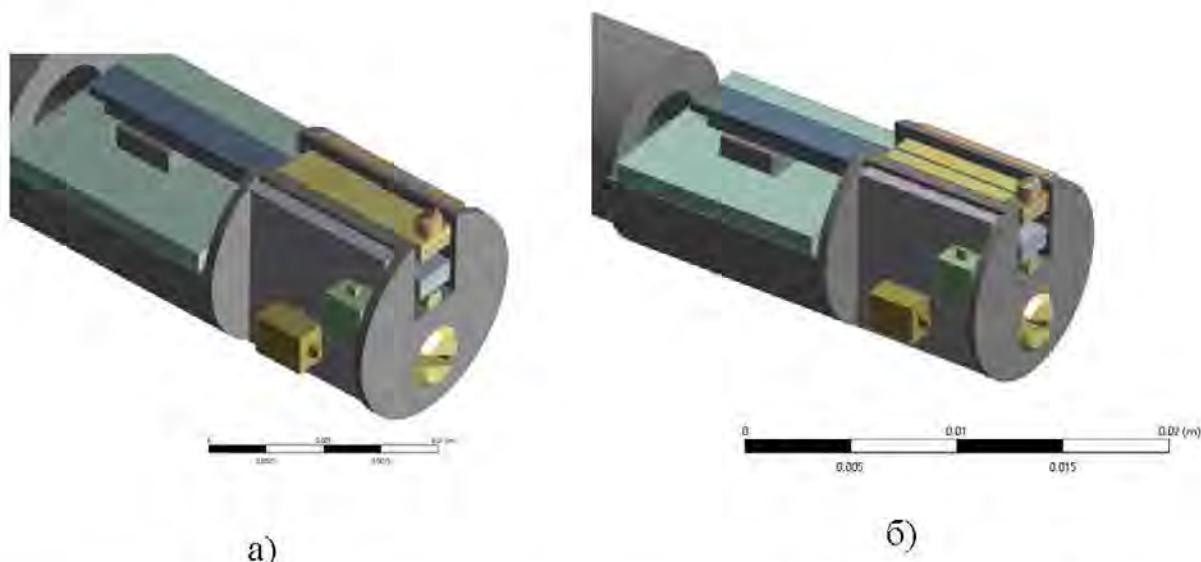


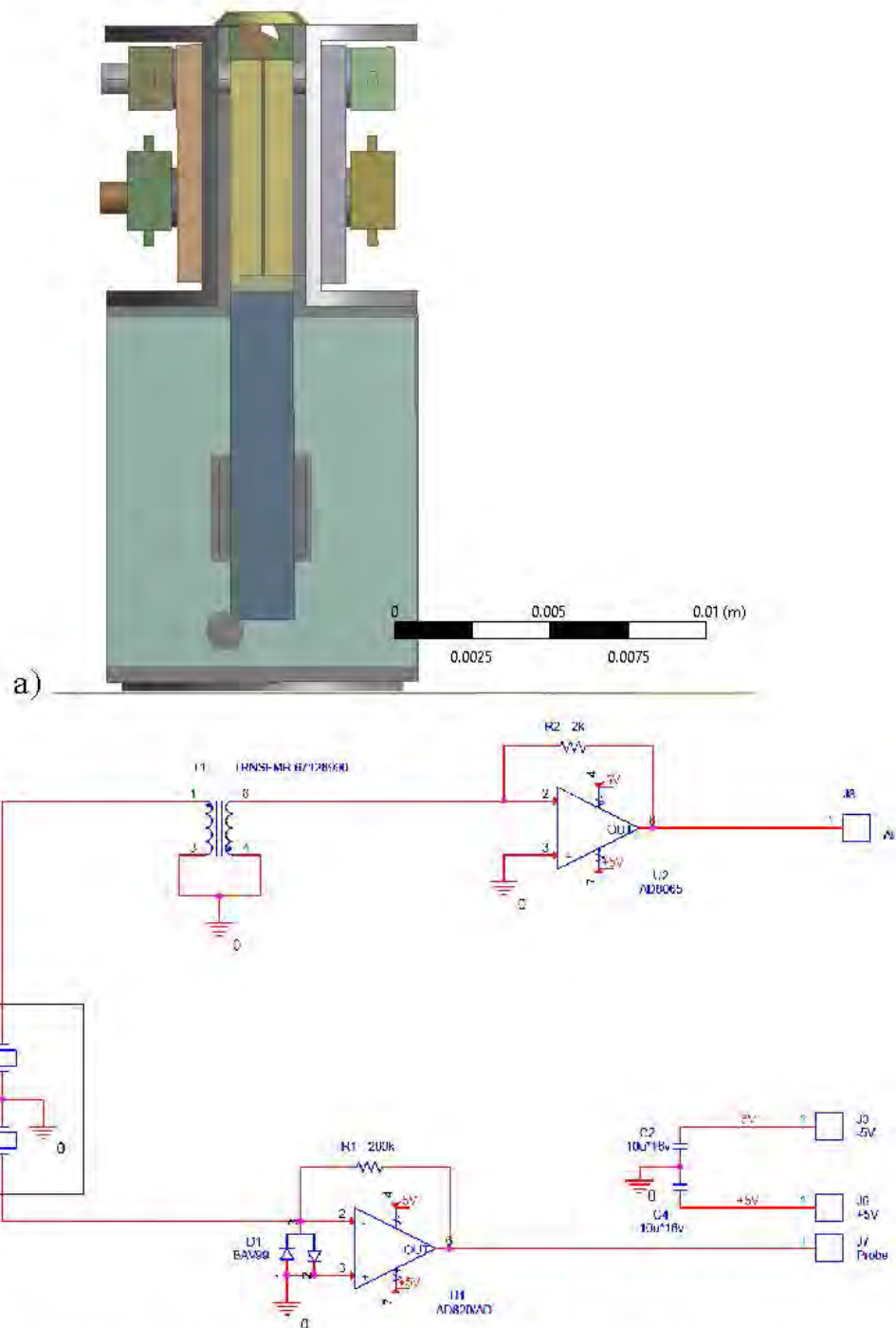
Рисунок 58 – Обычная (а) и видоизмененная (б) – с разрезами пьезокерамической ветки - конфигурация рабочих электродов камертонного зонда

Для такого рода рабочего элемента область рабочих частот сдвигается в область единиц МГц и регистрируемый сигнал в гораздо меньшей степени искажается за счет резонансных свойств датчика, регистрирующего резкое изменение нагрузки из-за образования трещины или расслоения материала.

Электронная схема для регистрации столь высокочастотного электрического сигнала также будет выполнена с согласующим высокочастотным трансформатором и, по сути, будет совпадать с приведенной на рисунке 57, отличаясь он нее только номиналами элементов и точкой подключения операционного усилителя. В этом случае электрод, регистрирующий акустическую эмиссию, оказывается электрически изолирован от электрода, возбуждающего резонансные колебания, и трансформаторное подключение ОУ к датчику эмиссии может быть более широкополосным без разделительного конденсатора С5, как на рисунке 59.

Детальное изображение модифицированной системы рабочих электродов и принципиальная электрическая схема приведены на рисунке 59.





б)  
 Рисунок 59 – Расположение отдельного электрода для датчика акустической эмиссии (а) и электрическая схема широкополосного тракта регистрации сигнала акустической эмиссии (б)

Еще одним способом модификации диапазона регистрируемых датчиком акустической эмиссии частот может быть вариант с закреплением дополнительной пьезокерамической пластины в области крепления ножки камертонного зонда к корпусу измерительной штанги. Такой способ съема

информации может оказаться перспективным в силу того, что независимо от резонансных свойств зонда в целом, скачок силы, возникший при растрескивании материала или отрыве покрытия, в итоге оказывается приложенным именно к точке крепления зонда к основанию. Локализованный таким образом датчик акустической эмиссии будет достаточно широкополосным, и регистрируемый им сигнал будет отражать как резонансные свойства зонда, так и характер разрушений, вызвавших сигнал акустической эмиссии. Электрическая схема для такого закрепления чувствительного пьезокерамического элемента может совпадать с изображенной на рисунке 56.

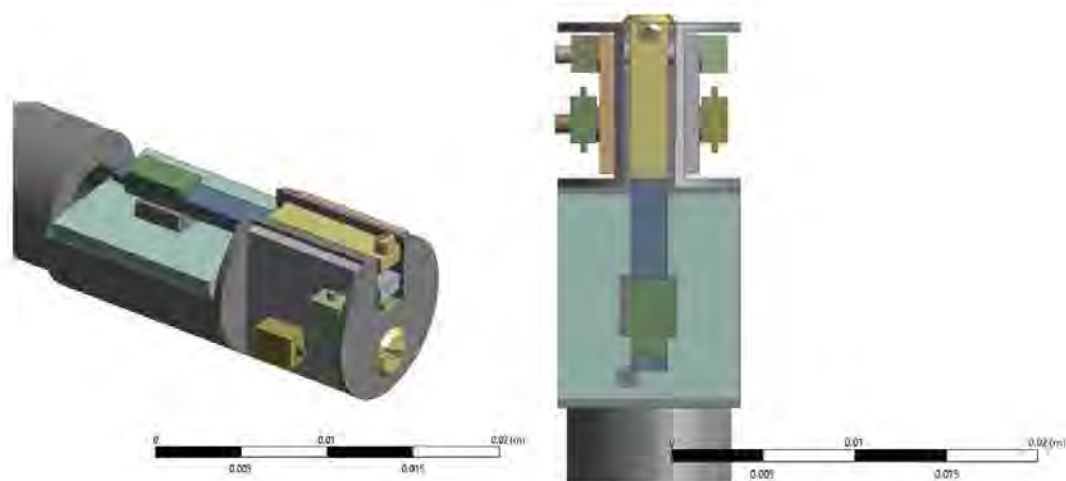


Рисунок 60 – Датчик акустической эмиссии, размещенный в области крепления камертонного зонда

Таким образом, возможности используемого в СНП резонансного датчика могут быть существенно расширены за счет регистрации индуцированных акустической эмиссией сигналов и формирования специальной системы электродов и пьезокерамических датчиков акустических колебаний, возникающих при резком разрушении материала.

## Результаты и выводы подраздела

Предложены пути доработки ЭКД и электронных схем управления ЭОСНП с целью расширения его функциональных возможностей в область измерения механических свойств тонких пленок. Предлагаемые доработки связаны с интеграцией датчика акустической эмиссии в измерительную головку ЭОСНП с целью регистрации момента отслоения пленки при испытаниях на адгезионную прочность.

### 5.4 Доработка ПО

Как видно из представленных данных, измеряемые значения твердости и модуля упругости покрытий зависят от глубины проникновения иглы зонда в поверхность образца.

Для получения значений твердости и модуля упругости для пленки и подложки по отдельности в программном обеспечении рекомендуется реализовать процедуру, позволяющую вписывать известные из литературы зависимости в экспериментальные данные.

Соотношение, предложенное Doerner и Nix [56] дает возможность определения модуля упругости пленки  $E_f$  и подложки  $E_s$  путем аппроксимации измеренных значений  $E$  зависимостью вида:

$$\frac{1}{E} = \frac{1}{E_f} \left(1 - e^{-\frac{\alpha t}{h}}\right) + \frac{1}{E_s} e^{-\frac{\alpha t}{h}} \quad (1)$$

Здесь глубина  $h$  фактически соответствует контактной глубине  $h_c$  и вычисляется из площади пластического отпечатка  $A$  согласно соотношению

$$h = \sqrt{\frac{A}{24.5}}.$$

Что касается измеряемых значений твердости, для аппроксимации измеренных значений  $H$  разделяют случай деформации «твёрдой» пленки на «мягкой» подложке ( $H_f > H_s$ ) и случай деформации «мягкой» пленки на «твёрдой подложке» ( $H_s > H_f$ ).

В работе [57] в первом случае предполагалось аппроксимировать измеренные данные зависимостью вида:

$$H = H_s + (H_f - H_s) \cdot e^{-\frac{H_f \sigma_s E_s h}{H_s \sigma_f E_f t}} \quad (2)$$

Для случая же «мягкой» пленки на «твердой» подложке предполагалось использовать соотношение:

$$H = H_s + (H_f - H_s) \cdot e^{-\frac{\sigma_f E_s (h/t)^2}{\sigma_s E_f}} \quad (3)$$

Другое соотношение, также позволяющие получить асимптотические значения твердости пленки и подложки, было предложено в работе [58]:

$$H = H_s + \frac{H_f - H_s}{1 + k(h/t)^2} \quad (4)$$

Параметр  $k$  зависит от характера деформации покрытия (пластическая или с образованием трещин), причем предполагается, что в случае образования трещин коэффициент  $k$  пропорционален толщине пленки, т.е.  $k \sim t$ .

Пример аппроксимации данных с использованием данной зависимости для слоя платины на поверхности кремния представлен на рисунке 61.

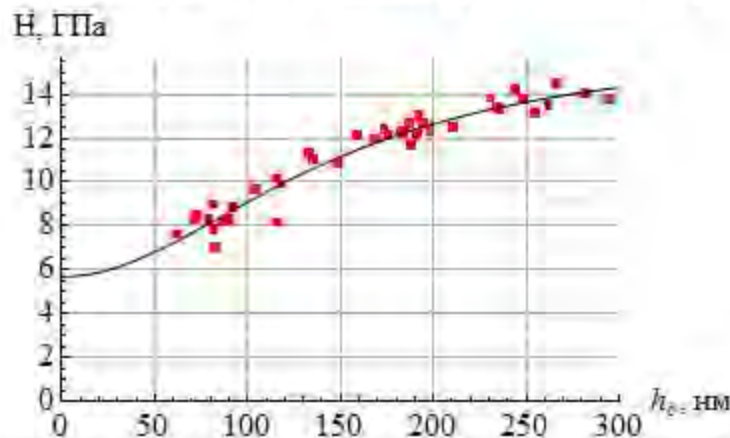


Рисунок 61 – Зависимость твердости от платины на поверхности кремния от контактной глубины, красные точки – экспериментальные значения, черная линия – аппроксимация (4)

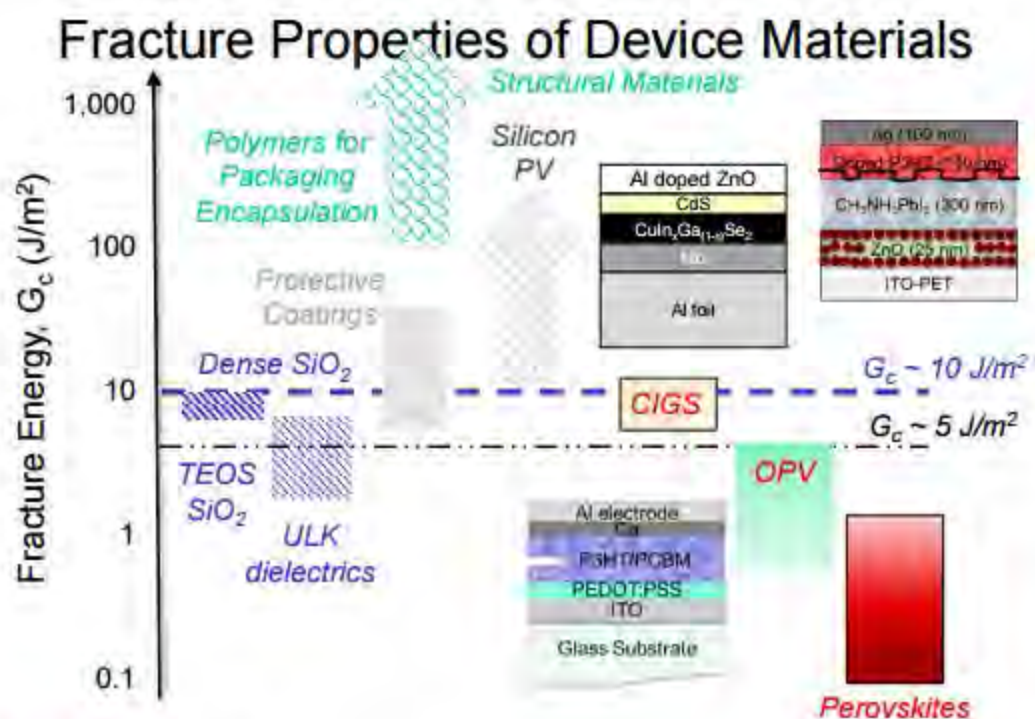
Таким образом, реализация представленных моделей в управляющем ПО позволит на основе экспериментальных данных зависимостей твердости и модуля упругости от глубины получить отдельные значения данных

величин как для покрытия так и для подложки. Выбор конкретной модели «твердое на мягком» или «мягкое на твердом» может быть осуществлен пользователем.

### Возможность измерения адгезии покрытий

Другим возможным направлением улучшения программного обеспечения является реализация возможности качественной характеристики адгезии пленок.

Характеризовать адгезию двух поверхностей можно используя понятие энергии разрушения (fracture energy), определяемой как количество энергии, требуемой для разъединения единицы площади контактирующих поверхностей. В литературе данную величину часто обозначают символом  $\Gamma_i$  или  $G$ . Единицы измерения данной величины: Дж/м<sup>2</sup> (J/m<sup>2</sup>). Типичные значения данной величины для различных покрытий приведены на рисунке 62.



Stanford ENGINEERING

Рисунок 62 – Энергия адгезии различных устройств и изделий [59]

Для определения адгезии в настоящее время существует ряд методов. Среди механических методов можно выделить простейшие испытания методом отрыва (pull-off test), позволяющие получить силу адгезионной связи, а также ряд методов, позволяющих охарактеризовать адгезию с точки зрения «межфазной трещиностойкости» (interfacial fracture toughness) [60]. Следуя [60], заметим, что поскольку данная «трещиностойкость» обычно определяется совокупностью мод деформации (I-открывающая, II-поперечно-сдвиговая, III-продольно-сдвиговая), охарактеризовать ее одной характеристикой типа «сила адгезионной связи» нельзя. К методам, позволяющим проводить измерения «межфазной трещиностойкости» можно отнести метод «двойного консольного стрержня» (double cantilever beam), метод четырехточечного изгиба (four-point bend) и метод «Бразильской гайки».

В методе двойного консольного стрержня преимущественно присутствует открывающая мода деформации; в отличие от простых методов скорость роста разрыва является стабильной, что позволяет получать несколько значений  $G$  в рамках одного измерения.

В методе четырехточечного изгиба присутствует смешанная мода деформации. Несмотря на свою простоту, этот метод требует достаточно сложного приготовления начального разрыва.

Метод «бразильской гайки» позволяет контролировать моду при измерении адгезии (открывающая или поперечно-сдвиговая). Вместе с тем, распространение разлома между адгезивно-связанными поверхностями является нестабильным.

При измерении методом двойного расщепления от отверстия посредством сжатия (double cleavage drilled compression DCDC) наблюдается долгое и стабильное расслоение, что позволяет проводить оптические измерения отслоения. Значительным преимуществом данного метода является возможность отслоения покрытий с значительной энергией связи.

С точки зрения разработанного ЭОСНП исследования адгезии пленок возможно при помощи методов инструментального индентирования и склерометрии.

При рассмотрении отслоения пленки от подложки в процессе индентирования (рисунок 63) для получения аналитических зависимостей, связывающих измеряемые параметры часто используют дополнительные предположения о характере деформации пленки и подложки.

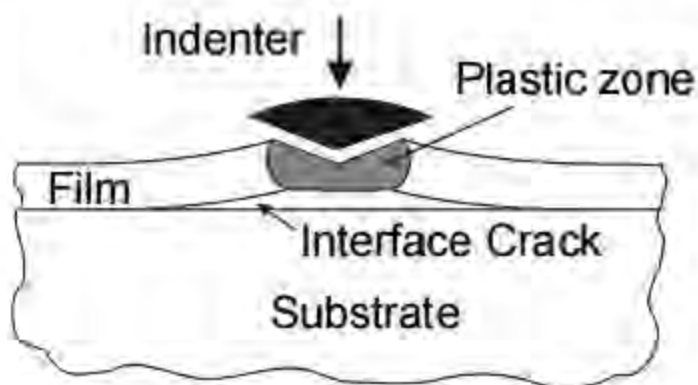


Рисунок 63 – Схематичное изображение отрыва пленки от подложки в процессе индентирования [59]

Соотношение, позволяющие измерять значение  $G$  по результатам индентирования хрупкой пленки на податливой подложке, было представлено в работе [61]. Были рассмотрены случаи отрыва пленки вплоть до места отслоения, сохранения данной части пленки, а также случай, когда отслоившееся, но не оторвавшееся часть пленки претерпевает дополнительный изгиб. Полученную зависимость для  $G$  можно записать в виде:

$$G = \frac{(1-\nu^2)h}{2E_r} (\sigma_r(R) - \sigma_r(R^-)) \quad (5)$$

Обозначение  $\sigma_r(R) - \sigma_r(R^-)$  соответствует разнице радиальных компонент напряжения на внутренней и внешней границе пленки в точке отрыва. Символами  $\nu$ ,  $E_r$  и  $h$  обозначены коэффициент Пуассона, модуль упругости и толщина пленки. Нахождение компонент  $\sigma_r(R)$  и  $\sigma_r(R^-)$  требует

наличия возможности измерения геометрических размеров отслоившейся и неотслоившейся частей пленок, что теоретически может быть сделано при помощи снятия профиля в месте нанесения индента. Определение величины остаточных напряжений на основе формулы (5) при помощи оптического профилометра можно найти в работе [62]. Вместе с отмеченной выше потенциальной возможностью измерения адгезии при помощи ЭОСНП на основе приведенного соотношения следует отметить, что полученные результаты будут являться качественными, хотя бы в силу того, что индентор Берковича, используемый в ЭОСНП пирамидальный в отличие от сферического, рассмотренного в работе [61]. Использование других моделей, позволяющих, например, получить значение энергии адгезии в отсутствии радиальных трещин [63,64], не представляется актуальным к реализации в рамках ЭОСНП так как является достаточно редким на практике случаем.

Метод царапания (скрэтч тест, scratch test) также может быть использован для качественного сравнения адгезии пленок к подложке. При нанесении царапины с переменной нагрузкой (такая функция уже реализована в ЭОСНП) при некотором критическом уровне прижима поверхность пленки начинает отслаиваться (см. схематичный рисунок 64); данное критическая величина силы может быть использована в качестве меры адгезивной устойчивости покрытия [60].

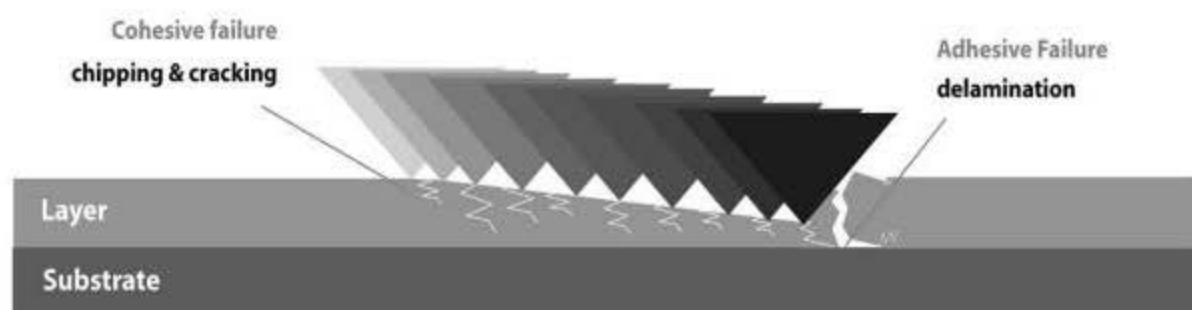


Рисунок 64 – Когезивное разрушение и адгезивное отслоение покрытия при царапании с переменной нагрузкой [65]



Недостатком данного является то, что наряду с отслоением пленки происходит ее когезивное разрушение. Если индентор не достаточно тупой, то когезивное разрушение из-за наличия изгибных напряжений может происходить раньше адгезивного разрушения [66]. Таким образом, использование острых наконечников приводит к тому что возможно исследование пленок только с малой энергией адгезии.

Для определения момента отрыва пленки можно использовать диаграмму сила – время: в момент отрыва покрытия возникает недорегулирование, которое может быть заметно на линейно развертке. С другой стороны, для определения отрыва также используют датчик акустической эмиссии [66]. Пример схемы, имеющей в своем составе данное устройство приведен на рис. 65.

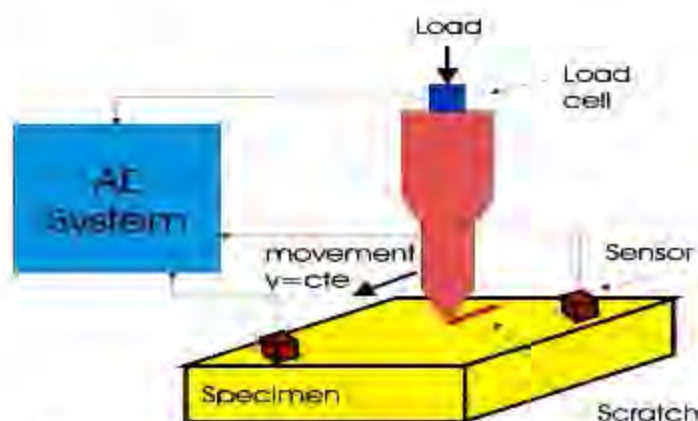


Рисунок 65 – Скрэтч-тестер с датчиком акустической эмиссии [67]

Производители скрэтч-тестеров оснащают свою оборудование и другими датчиками, позволяющими измерять во время царапания такие величины как контактное сопротивление и боковую нагрузку. Пример соответствующих измерений приведен на рисунке 66.

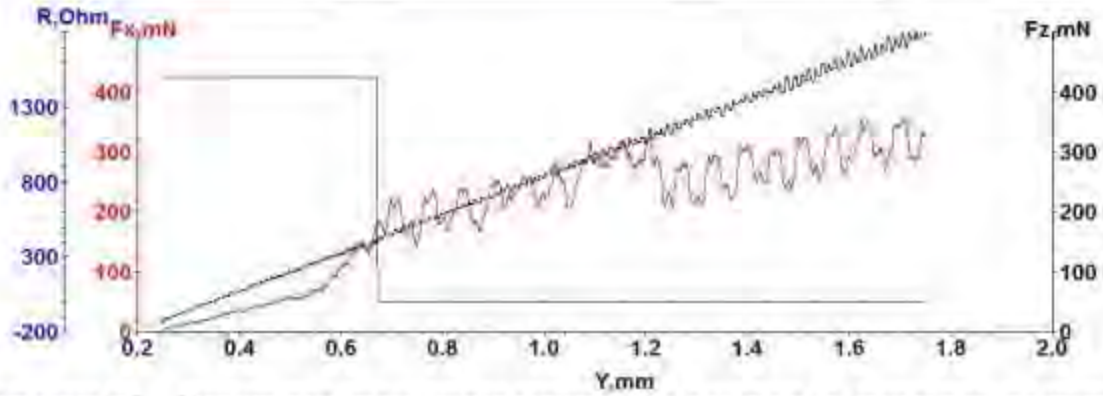


Рисунок 66 – Результат нанесения царапины с записью сигналов различных датчиков [68]

Более количественный подход, позволяющий измерить энергию адгезии  $\Gamma$  предполагает измерение ширины царапины  $w_c$  в момент отрыва. Существует несколько моделей, позволяющие проводить подобные вычисления [69].

В модели Burnett и Rickerby имеет место соотношение:

$$\Gamma = \frac{32}{\pi^2} \frac{t P_c^2}{E_c w_c^4}$$

Символом  $P_c$  обозначена критическая нагрузка. Модель применима для достаточно толстых покрытий с малым коэффициентом трения.

В модели предполагается, что разрушение пленки происходит перед индентором за счет сжимающих напряжений, выражение для  $\Gamma$  имеет вид:

$$\Gamma = \frac{1}{2} \frac{t}{E_c} \left( \frac{v_f \mu_c P_c}{A_c} \right)^2$$

Данное соотношение было модифицировано Attar и Johannesson, в результате чего была получена зависимость:

$$\Gamma = \frac{1}{2} \frac{1}{t E_c} \left( \frac{v_f \mu_c P_c}{w_c} \right)^2$$

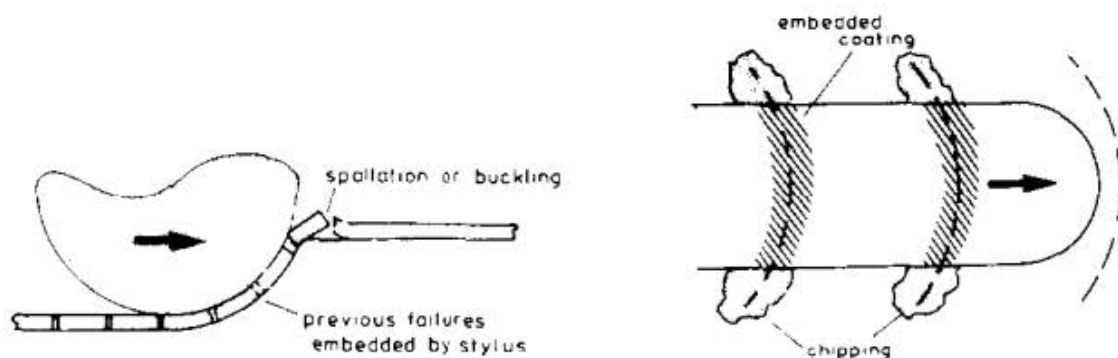


Рисунок 67 – Схема скалывания пленки [70]

Перечисленные три модели позволяют вычислять энергию  $G$ , используя при этом различные априорные данные о свойствах покрытия. Для простейших оценок в допустимых моделью случаях можно использовать первое соотношение, не содержащее информацию о коэффициенте Пуассона. Соответствующий алгоритм целесообразно реализовать в виде программного кода и интегрировать в пользовательский интерфейс программного обеспечения, управляющего прибором СНП и предназначенного для обработки результатов измерений.

### Результаты и выводы подраздела

Предложены пути доработки ПО прибора ЭОСНПс целью расширения его функциональных возможностей в область измерения механических свойств тонких пленок. Предлагаемые доработки связаны с реализацией моделей и алгоритмов, позволяющих учитывать при вычислении значений механических свойств пленок влияние подложки и таким образом повышать достоверность проводимых исследований.

Доработка ПО и возможность его гибкой адаптации под стоящие перед СНП метрологические задачи полностью отвечает лучшим мировым тенденциям роста роли программного элемента и микропроцессорной техники в современном высокотехнологичном оборудовании и в автоматизированных контрольно-измерительных комплексах. Возможность программного апгрейда СНП является не только перспективным

современным трендом, но и позволяет оперативно реагировать на новые научно-технические достижения с минимальными временными и материальными затратами внедряя их в сектор реального производства.

### **Результаты и выводы раздела**

В рамках выполнения работ данного раздела был выполнен анализ методов нанесения тонких покрытий и их предназначения. Принято решение о необходимости исследования такого типа функциональных высокотехнологичных машиностроительных изделий. С использованием закупленного на данном этапе оборудования Индустриальным партнером была изготовлена серия тестовых образцов различных покрытий. На изготовленных образцах проведены испытания твердости, модуля упругости и параметров шероховатости с помощью ЭОСНП. Акт изготовления образцов приведен в Приложении Г, протокол испытаний приведен в Приложении Д.

Полученные данные демонстрируют зависимость измеряемых механических свойств покрытий от глубины индентирования. В этом случае для получения значений твердости и модуля упругости, соответствующих истинным свойствам покрытия, а не свойствам всей структуры вместе с подложкой, требуется расшифровка полученных данных с использованием физических моделей, описывающих поведение многослойных структур. В качестве рекомендаций по расширению функциональности ЭОСНП предложено включить ряд таких моделей для расчета адгезионной энергии непосредственно в ПО ЭОСНП.

Для регистрации момента отрыва пленки рекомендуется использовать датчик акустической эмиссии, соответствующие рекомендации по модификации ЭКД и радиоэлектронного обеспечения описаны в разделе. Предполагает несколько вариантов съема сигнала акустической эмиссии с пьезокерамического камертонного зонда, в том числе и с формированием электродов специальной формы, позволяющих сделать датчик акустической

эмиссии максимально широкополосным. Предложения по доработке радиоэлектронного обеспечения предполагают использование широкополосных операционных усилителей и согласующих высокочастотных трансформаторов для выделения сигнала акустической эмиссии из фоновых помех.

Предложения по доработке ЭКД, РЭО и ПО направлены на расширение функциональных возможностей СНП и более полной реализации новейших научно-технических подходов к диагностике механических свойств объемных и гетерогенных материалов, а также тонких функциональных однослойных и многослойных покрытий.

Полученные результаты соответствуют задачам п. 5.5 плана-графика работ по ПНИ.

б. Проведение маркетинговых исследований с целью изучения перспектив коммерциализации РИД, полученных при выполнении ПНИ

Проведение маркетинговых исследований базировалось на открытых источниках информации и предполагало оценку размера рынка приборов для измерения шероховатости, твердости и модуля Юнга методами и в диапазонах близких к возможностям ЭОСНП. При этом в процессе исследования выяснилось, что в коммерческом плане вся область исследования механических свойств материалов превышает область исследований основанных на методах инструментального индентирования в несколько десятков раз. Несмотря на столь незначительную в настоящий момент роль такого рода методов, их использование активно расширяется в связи с совершенствованием методов обработки изделий и широким внедрением наноструктурированных материалов в современное машиностроение.

Общий объем рынка наноинденторов сегодня составляет 30 миллионов долларов год. При этом в мире нет единого лидера в данной области, и присутствует более десятка производителей, из которых два крупнейших контролируют порядка 70% продаж.

Широкое использование такого рода оборудования в промышленном производстве до последнего времени сдерживалось отсутствием Российского ГОСТа в области инструментального индентирования. Утверждение соответствующего стандарта (ГОСТ Р 8.748-2011(ИСО 14577-1:2002)) в 2011 году открыло возможность для промышленного использования такого рода методов и развития отечественного приборостроения в области инструментального индентирования.

Маркетинговое исследование подтвердило наличие взаимосвязи между системой промышленного регулирования и развитием рынка соответствующего области регулирования приборостроения, без

утвержденных регламентом и методик измерения невозможно использование измерительного оборудования в промышленных масштабах.

Большинство данных о ценах и объемах продаж было получено на основе информации полученной из Интернета, что говорит о высоком уровне публичности основных игроков рынка и доступности коммерческой информации любому желающему. При этом в процессе исследования неоднократно попадались предложения о уже готовых результатах подобных исследований, проведенных зарубежными аналитическими компаниями. Масштаб цены такого рода исследований в интересующей нас области колебался от нескольких тысяч долларов до десятков тысяч евро. При этом предлагавшиеся отчеты в основном касались зарубежного рынка и не могли полностью закрыть все позиции проводимого маркетингового исследования.

В ходе исследования были получены данные как о технических характеристиках и ценах выпускаемого в мире оборудования, так и отраслях производства наиболее активно использующих рассматриваемые методы измерения. Полученные оценки и анализ структуры промышленного производства РФ говорит о внутренней потребности в специализированных нанотвердомеров-профилометров на уровне 30 штук в первый год внедрения с общемировой потребностью не менее 250 штук. Цена типичного зарубежного наноиндентора составляет порядка 100 тысяч долларов, предлагаемый к разработке в ходе ОКР СШП является устройством, с отношением верхней границы измеряемого диапазона к уровню разрешения или шумов канала перемещения и измерения нагрузки меньшим чем для аналогичных устройств, однако специализированным к измерению определенной продукции. Таким образом, верхняя оценка цены изделия составляет 100 тысяч долларов США. Разработанный ЭОСШП может использоваться не только для измерения шероховатости, твердости и модуля Юнга внешних поверхностей машиностроительных изделий, но аналогичных измерений на внутренних поверхностях глубоких каналов внутри машиностроительных изделий.

### **Результаты и выводы раздела**

Полученные в ходе маркетингового исследования данные о технических характеристиках приборов, используемых для осуществления инструментального индентирования, говорят о правильном позиционировании СНП в плане наиболее востребованного диапазона измеряемых величин, рабочих глубин и усилий при инструментальном индентировании. Отчет о проведенном маркетинговом исследовании приведен в Приложении Е.

Полученные результаты соответствуют задачам п. 5.6 плана-графика работ по ПНИ.



## 7. Закупка оборудования (материалов, комплектующих)

В рамках работ по 5 этапу индустриальным партнером (ООО «Позитив») было закуплено оборудование для обеспечения выполнения ПНИ на общую сумму 7,2 млн. рублей. Ниже приведено описание закупленного оборудования и решаемых с его помощью исследовательских задач.

### Комплектующие системы магнетронного напыления

- Источник питания к магнетрону A300RF/MU AJA International 300 Вт, с кабелем и автоматической системой согласования. Высокочастотный источник предназначен для обеспечения питания одного из магнетронов рабочей камеры установки. Обеспечивает дугогашение при распылении путем согласования нагрузки с использованием различных давлений и различных типов мипеней, используя для изменения подстрочных емкостей шаговые двигатели и специальные алгоритмы. Обладает программируемыми пределами питания. В комплект входят кабели, а также программное обеспечение.

- Магнетрон A320-XP-O-P с газовым вводом, пневматической заслонкой и набором необходимых принадлежностей для установки в систему ORION. Предназначен для катодного распыления материалов в рабочем объеме вакуумной камере. Пневматическая заслонка защищает мипень от загрязнения другими источниками. Позволяет изменять наклон для конфокального напыления пленок при работе нескольких магнетронов, позволяя достичь равномерности нанесения покрытий диаметром до 10 см. Магнетроны могут быть сконфигурированы для работы в широко распространённой схеме сбалансированного магнитного поля, или, в режиме несбалансированного магнитного поля, используемого для нанесения пленок большой плотности и компактной морфологии, оксидов, карбидов, или иных целях.

В магнетроне используются редкоземельные магниты, расположенные вне охлаждаемой жидкости, что обеспечивает к ним легкий и удобный доступ. Источник распыления выдерживает температуры до 200С.

Мишени для магнетронного нанесения тонких покрытий:

- Мишень Тантал (Ta, Tantalum), круглая, 50 мм, толщина 6 мм, чистота 99,9%

- Мишень Хром (Cr, Chromium), прямоугольная, 115 мм x 256 мм (толщина 12 мм), чистота 99,7%

- Мишень Оксид Кремния(II) (SiO, Silicon Monoxide), круглая, 50 мм, толщина 6 мм, чистота 99,9%

- Мишень Алюминий (Al, Aluminium), прямоугольная, 115 мм x 256 мм (толщина 12 мм), чистота 99,99%

- Мишень платины 99,99 6,0x50,8

Перечисленные материалы мишеней испаряются магнетроном и осаждаются на субстрат. Атомы мишени выбиваются положительно заряженными ионами плазмы, находящейся у ее поверхности. Проводящие мишени испаряются под действием постоянного электрического поля, изоляторы испаряются под действием радиочастотного магнитного поля (13.56 МГц). К мишеням, испаряемым в режиме DC (постоянного тока) относятся Ta, Cr, Al, к мишеням, испаряемым в режиме RF – SiO – оксид кремния.

Комплекующие системы CVD:

- Турбомолекулярный насос Pfeiffer HiPace 300 с TC110 с воздушным охлаждением и соединительными кабелями. Турбомолекулярный насос предназначен для создания высокого и сверхвысокого вакуума ( $<5 \cdot 10^{-8}$  Па). Для работы необходим форвакуумный насос, создающий разрежение на входе турбомолекулярного насоса. В основе работы имеет следующий принцип: ряд лопастей ротора вращаются в непосредственной близости от

лопастей статора. При попадании молекулы воздуха на лопасть статора происходит ее диффузное рассеяние, при последующем отражении от вращающегося ротора молекула приобретает вектор скоростей направленный между лопастями статора, что приводит к ее «засасыванию» в направлении выхода насоса.

В насосах HiPace используется гибридный подвес ротора, сочетающий керамический шариковый и магнитный радиальный подшипник. Внутри статора магнитного подшипника имеется дополнительный защитный подшипник, который начинает вращаться при радиальных ударах. Магнитный подшипник практически не требует обслуживания и медленно изнашивается.

Скорость откачки аргона составляет 255 л/с, азота – 260 л/с, водорода – 220 л/с. Совершает 60000 оборотов в минуту, для охлаждения используется воздух, в качестве опции может быть использована вода.

- Блоки питания разряда AE Advanced Energy Pinnacle Plus 10KW 350кГц (3 шт.). Предоставляют питание для работы магнетрона в режиме пульсирующего постоянного тока (Pulsed-DC) -технологии, позволяющей наносить ровные и высококачественные покрытия и обладающей большим по КПД по сравнению с режимом нанесения в режиме переменного тока. Система периодически подает обратные импульсы напряжения, во многих случаях предотвращает дугообразование, или же подавляет микродуги за 5 мкс и большие дуги менее чем за 200 мкс. Блок питания имеет настраиваемый диапазон частот: от 5 до 350 кГц, настраиваемый диапазон рабочего цикла (до 45%) и настраиваемый диапазон выходного сопротивления (до 6:1), что позволяет подстраивать режим работы как для существующих процессов, так

Несколько модулей могут быть подсоединены к отдельным мишеням, в таком случае выходная мощность каждого модуля может изменяться независимо, или же один из модулей может быть ведущим (master), а

остальные – ведомыми (slave). В таком случае параллельного подключения модулей происходит сложение мощностей каждого из них, управление производится через ведущий модуль. Таким образом, для данного количества приобретенных модулей (3 шт.) возможно либо питание трех катодов по 10 кВт, либо обеспечение питания одной мипени с мощностью 30 кВт.

- Насос форвакуумный с защитным клапаном Agilent IDP3. Безмасляный спиральный насос Agilent IDP3 предназначен для создания форвакуума (максимальное разрежение до 33 Па), максимальная скорость откачки составляет 50 л/мин, скорость вращения – 2600 оборотов в минуту (при 50 Hz).

Устройство обеспечивает сухой вакуум и «чистый» вакуум, предназначено для откачки воздуха и инертных газов и не должно применяться для откачки коррозионных, взрывчатых газов. Устройства серии IDP обладают герметичной конструкцией вакуумной камеры, полностью изолированным двигателем, а также улучшенными рабочими параметрами. Обладает достаточно низким уровнем шумов (55 dB(A), ISO 11201) и вибраций (уровень вибраций на входе 1.5 мм/с, ISO 11201). Изоляционный клапан защищает рабочий объем от прорыва газа в случае сбоя электропитания.

Устройство подходит для обеспечения работы турбомолекулярного насоса, может использоваться в составе ряда научного оборудования, а также технологических объектов.

- Охлаждаемая вакуумная камера с охлаждаемыми торцевыми фланцами и с патрубками CF/ISO/KF CVD ISO500 L400

Камера, поддерживающая вакуум в основном объеме установки – пространстве, где происходит напыление. В процессе нанесения покрытий выделяется большое количество энергии, которое нагревает магнетрон и мипень, данный эффект может приводить к изменению скорости напыления,

а также к нарушению равномерности распыления мишени, приводить к уменьшению срока службы магнетрона. Для уменьшения данных эффектов используется водяное охлаждение, которым обеспечены фланцы.

Патрубки с фланцами CF используют для работы с сверхвысоким вакуумом, изоляция обеспечивается зажатием медной прокладки между поверхностями фланцев, которая деформируясь обеспечивают изоляцию для работы с давлениями вплоть до  $10^{-11}$  Па. Фланцы ISO и KF крепятся с помощью круглого зажима, а также металлического уплотнителя, надетого на металлическое кольцо. Диаметр фланцев составляет 5 см и 4 дюйма.

- Блок питания-управления установки CVD CombiGauge (CG) с комплектом датчиков вакуума и пневмоклапанов, соединительных кабелей к блоку управления CG и контроллером интерфейса. Предназначен для включения/выключения питания форвакуумного и турбомолекулярного насоса, выведения информации о параметрах турбомолекулярного насоса, управления внешними устройствами по показаниям датчика вакуума (для датчиков Pfeiffer или совместимых). Имеет аналоговое управление внешним блоком разрядка, управление шестью контроллерами типа PPG, вход датчика потока воды. Имеет контроллер с графическим интерфейсом (управление с лицевой панели прибора), соединение с компьютером (может осуществляться удаленное управление).

Документом, подтверждающим проведение данных закупок, является документ «Перечень закупленного оборудования и комплектующих в рамках Соглашения о предоставлении субсидии».

### **Результаты и выводы раздела**

Индустриальным партнером ООО «Позитив» была проведена закупка оборудования (материалов, комплектующих). Закупленное оборудование применялось для изготовления модельных образцов тонких пленок для

проведения испытаний их механических свойств с целью формулировки предложений по доработке СНП, позволяющей расширить его функциональность.

Полученные результаты соответствуют задачам п. 5.7 ПГ.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе работ, выполненных на пятом этапе ПНИ, посвященном обобщению и оценке результатов исследований, была проведена оценка полноты решения задачи и достижения поставленных целей ПНИ, оценка эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем. Показано, что достигнутые характеристики ЭОСНП полностью соответствуют Техническому заданию, а в некоторых аспектах превосходят его. В частности, за счет применения гибридного пьезорезонансного датчика удается существенно снизить усилие механического воздействия на поверхность в процессе измерения профиля и параметров шероховатости.

Выработаны рекомендации по возможности использования результатов ПНИ в реальном секторе экономики и приведена оценка потребности промышленности в специализированном нанотвердомере-профилометре. Для достижения данной цели были проведены испытания на ряде объектов добывающей, обрабатывающей и машиностроительной отраслей. На основании проведенных испытаний ЭОСНП показаны широкие перспективы и целесообразность использования такого рода оборудования в составе заводских лабораторий на промышленных предприятиях. В соответствии с проведенной оценкой, потребность рынка в ЭОСНП составляет 150-190 приборов в годовом исчислении.

Разработаны технические требования и предложения по разработке, производству и эксплуатации продукции с учетом технологических возможностей и особенностей индустриального партнера - организации реального сектора экономики. Даны рекомендации по дооснащению индустриального партнера производственным, контрольно-измерительным и технологическим оборудованием с целью организации полного цикла разработки и эксплуатации приборов СНП на собственных производственных мощностях.

Разработан проект технического задания на проведение ОКР по теме: «Разработка промышленного производства портативных измерительных приборов для контроля качества поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли».

Результаты, полученные в ходе обобщения и оценки результатов ПНИ на данном этапе, опубликованы в 1-х статье в издании из перечня Web of Science, всего по тематике проекта за все время выполнения работы опубликовано 6 статей.

По результатам работ на данном этапе ПНИ зарегистрированы 2 программы для ЭВМ:

Программа для ЭВМ № 2016662928 «Программа коррекции изображений рельефа поверхности, получаемых сканирующими нанотвердомерами, с учетом единичных выбросов большой амплитуды», правообладатель: ФГБНУ ТИСНУМ, авторы: Усеинов А.С., Красногоров И.В., Русаков А.А., дата регистрации: 25.11.2016, заявка № 2016660423, дата поступления: 06.10.2016.

Программа для ЭВМ № 2016662929 «Программа построения функции формы индентора по двумерному изображению его рельефа, полученному с помощью сканирующего зондового микроскопа», правообладатель: ФГБНУ ТИСНУМ, авторы: Усеинов А.С., Красногоров И.В., Маслеников И.И., дата регистрации: 25.11.2016, заявка № 2016660424, дата поступления: 06.10.2016.

В соответствии с пунктом 5.2 Технического задания в рамках выполнения данного этапа работ было проведено дополнительное патентное исследование в предметной области регистрируемых программ для ЭВМ, показавшее, что предложенные алгоритмы обработки экспериментальных данных являются новыми.

Индустриальным партнером сформулированы предложения по доработке эскизной конструкторской документации, специализированного радиоэлектронного обеспечения и программного обеспечения по п.п. 2.4, 2.5



и 3.2., необходимых для расширения функциональных возможностей специализированного нанотвердомера-профилометра. Анализ развития современного машиностроения и способов подготовки поверхностей показал, что самым распространенным методом повышения функциональных характеристик поверхностей сегодня является нанесение покрытий. На этом основании сделан вывод, что наиболее перспективным расширением функциональных возможностей ЭОСНП является обеспечение возможности проводить измерения параметров шероховатости, твердости и модуля упругости тонких пленок. С использованием закупленного на данном этапе оборудования Индустриальным партнером была изготовлена серия тестовых образцов различных покрытий. На изготовленных образцах проведены испытания твердости, модуля упругости и параметров шероховатости с помощью ЭОСНП. На основании проведенных испытаний сделаны предложения по доработке ЭКД и электронных схем в части интеграции датчика акустической эмиссии, по доработке ПО в части реализации алгоритмов расчета механических характеристик покрытий с учетом влияния подложки.

Индустриальным партнером проведены маркетинговые исследования с целью изучения перспектив коммерциализации РИД, полученных при выполнении ПНИ. Полученные в ходе маркетингового исследования данные о технических характеристиках приборов, используемых для осуществления инструментального индентирования, говорят о правильном позиционировании СНП в плане наиболее востребованного диапазона измеряемых величин, рабочих глубин и усилий при инструментальном индентировании.

Индустриальным партнером была проведена закупка оборудования (материалов, комплектующих) для обеспечения текущих работ по ПНИ.

Задачи, поставленные на отчетном периоде и по проекту в целом, решены в полном объеме в соответствии с Техническим заданием и Планом-графиком, все работы выполнены на должном уровне.

Информация о ходе выполнения ИШИ и основных результатах, полученных при выполнении проекта, размещена в Интернет на веб-сайте ФГБНУ ТИСНУМ по адресу <http://www.tisnum.ru/fep.html>.

Результаты, полученные на данном этапе работ и при выполнении проекта в целом, могут быть использованы в последующих опытно-конструкторских или опытно-технологических работах по реализации промышленного производства специализированных нанотвердомеров-профилометров, позволяющих проводить измерения механических свойств и параметров шероховатости в труднодоступных местах и в ограниченных пространствах, таких как внутренние поверхности отверстий, пазов и каналов.

Научно-технический уровень достигнутых результатов превосходит мировые достижения в области контроля механических свойств внутренних поверхностей неразборных изделий. Аналогов у разрабатываемого специализированного нанотвердомера-профилометра на сегодня нет. Используемые физические принципы и технические подходы соответствуют современным представлениям об измерении механических свойств наноструктурированных материалов и тонких функциональных покрытий.

По результатам выполнения работ пятого этапа в 2016 году были достигнуты следующие индикаторы и показатели:

Объем привлеченных внебюджетных средств	14,644738 млн. руб
Число публикаций по результатам проекта в научных журналах, индексируемых в базе данных Scopus или в базе данных "Сеть науки" (WEB of Science)	3 единицы
Доля исследователей в возрасте до 39 лет в общей численности исследователей-участников проекта	54,2 процента
Число патентных заявок, поданных по результатам проекта	2 единицы

Также были достигнуты следующие показатели:

Число диссертаций на соискание ученых степеней, защищенных по результатам проекта	0 единиц
Средний возраст исследователей – участников проекта (не более)	39 лет

Количество мероприятий по демонстрации и популяризации результатов и достижений науки, в которых приняла участие и представила результаты проекта организация - исполнитель проекта	3 единиц
Число организаций, использовавших научное оборудование сети центров коллективного пользования научным оборудованием при проведении исследований и разработок в рамках мероприятия	1 единиц
Количество использованных при проведении исследований и разработок в рамках проекта уникальных научных установок	1 единиц
Количество используемых при проведении исследований и разработок объектов зарубежной инфраструктуры сектора исследований и разработок	0 единиц

Таким образом, работы этапа 5 и по проекту в целом выполнены полностью и в соответствии с планом-графиком.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. <http://www.anton-paar.com/corp-en/products/details/bioindenter-biounht/> .
2. <https://www.hysitron.com/products-services/instruments-for-microscopes/biosoft-in-situ-indenter> .
3. <https://www.hysitron.com/products-services/options-upgrades/xsol-high-temperature-stage> .
4. <http://www.anton-paar.com/corp-en/products/details/high-temperature-nanoindentation-unht3-htv/> .
5. <http://www.anton-paar.com/corp-en/products/applications/applications-of-nanoindentation-in-biology-and-medicine/> .
6. Nohava J., Swain M., Eberwein P. Micromechanical Properties of Polyacrylamide Hydrogels Measured by Spherical Nanoindentation // Key Eng. Mater. 2014. Vol. 606, № August. P. 121–124.
7. <http://www.micromaterials.co.uk/products/nanotest-xtreme/> .
8. Dommach M. UHV Guidelines for X-Ray Beam Transport Systems. 2012.
9. [http://www.desy.de/xfel-beam/data/talks/talks/csy\\_review/wohlenberg\\_-\\_csy\\_review\\_vacuum\\_issues\\_20071203.pdf](http://www.desy.de/xfel-beam/data/talks/talks/csy_review/wohlenberg_-_csy_review_vacuum_issues_20071203.pdf) .
10. Zapfe K. et al. The vacuum system of the European X-ray free electron laser XFEL // J. Phys. Conf. Ser. 2008. Vol. 100, № 9. P. 92001.
11. Lanfranco G. et al. DEVELOPMENT OF ULTRA-HIGH QUALITY SURFACE FINISH UNDULATOR VACUUM CHAMBERS FOR THE FERMI @ ELETTRA PROJECT. P. 3138–3140.
12. [https://www.bnl.gov/atf/Meetings/UserMtg/2012/Wall\\_Roughness\\_proposal\\_talk.pdf](https://www.bnl.gov/atf/Meetings/UserMtg/2012/Wall_Roughness_proposal_talk.pdf) .
13. Bane K.L.F., Stupakov G. V, Park M. ROUGHNESS TOLERANCES IN THE UNDULATOR VACUUM CHAMBER OF LCLS-II \* . P. 708–711.
14. [http://www.cecomweb.com/file/Doc\\_Publ/007-Experiences/CECOM-Experiences-001-Research.pdf](http://www.cecomweb.com/file/Doc_Publ/007-Experiences/CECOM-Experiences-001-Research.pdf) .

15. Shinmura T., Yamaguchi H. Study on a new internal finishing process by the application of magnetic abrasive machining (internal finishing process of stainless steel tube and clean gas bomb) // Trans Jpn Soc Mech Eng Part C. 1993. Vol. 59. P. 293–299.
16. <http://www.criticalsystemsinc.com/high-purity-gas-systems-and-electropolished-EP-components> .
17. Wang Y., Hu D. Study on the inner surface finishing of tubing by magnetic abrasive finishing // Int. J. Mach. Tools Manuf. 2005. Vol. 45, № 1. P. 43–49.
18. Harrison K. Surface Finish Effects on Vacuum Pump-down Time. 2014.
19. <http://www.owensdesign.com/pdf/ppt-Vacuum-Chamber-Design.pdf> .
20. <http://www.pneurop.eu/index.php?subcategoryId=28> .
21. Millikan V. et al. Bottom-hole Pressures in Oil Wells // Tulsa Meeting. 1930.
22. Mosony Z. THE FUNCTION OF HYDRAULIC OPTIMIZATION ON OIL AND GAS WELL DRILLING PROCESS. 2014. № May.
23. Robinson L. Drill Bit Nozzle Pressure Loss // Am. Assoc. Drill. Eng. 2010.
24. Warren T.M. Evaluation of jet-bit pressure losses // SPE Drill. Eng. 1989. Vol. 4, № 4. P. 335–340.
25. <http://ecoursesonline.iasri.res.in/mod/page/view.php?id=1844> .
26. [www.grandviewresearch.com/industry-analysis/oil-gas-drill-bit-market](http://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/oil-gas-drill-bit-market).
27. <http://www.transparencymarketresearch.com/pressrelease/global-drill-bit-market.htm> .
28. <http://www.lro.com/advice/maintaining-fixing/1404/ask-lro-can-i-trust-a-46-litre-v8> .
29. <http://www.hthoward.co.uk/ht-howard-repair-process-for-bmw-320si-cracked-cylinder-blocks-liner-damage/> .
30. Rao K.S., Girish R., Dinesh K. Improvement of Wear Resistance in Engine Cylinder Liners Using Gas Nitriding. 2013. Vol. 2, № 10. P. 54–57.
31. Ernst P., Distler B. Optimizing the Cylinder Running Surface / Piston System of Internal Combustion Engines Towards Lower Emissions // SAE Tech.

- Pap. 2012. Vol. 4, № 1c.
32. Ernst P., Fletcher K. SUMEBore – thermally sprayed protective coatings for cylinder liner surfaces. P. 1–12.
  33. Goodman J. Nikasil and Alusil. A primer on some of the more common specialty coatings and cylinder materials found in small displacement engines.
  34. <http://www.enginebuildermag.com/2016/04/honing-aluminum-blocks/> .
  35. [http://www.motorcyclespecs.co.za/model/suzu/suzuki\\_gsx250s\\_katana%2091.htm](http://www.motorcyclespecs.co.za/model/suzu/suzuki_gsx250s_katana%2091.htm) .
  36. <http://stevensnyder.com/repairing-fiero-coolant-tubes/> .
  37. <http://www.usaweld.com/Learn-How-to-MIG-Weld-s/416.htm> .
  38. Wasa K. Handbook of Sputter Deposition Technology: Fundamentals and Applications for Functional Thin Films, Nano-Materials and MEMS. William Andrew, 2012. 648 p.
  39. Hutson A. Thermal Chemical Vapor Deposition (TCVD). Nanomaterials Workshop. 2004.
  40. <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=11543> .
  41. Ávila R.F. et al. Comparative analysis of wear on PVD TiN and (Ti<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>)N coatings in machining process // Wear. 2013. Vol. 302, № 1–2. P. 1192–1200.
  42. [http://www.eifeler-austria.com/en/pvd\\_coating/hard\\_coating\\_tin/#.WCrY6S2LSUk](http://www.eifeler-austria.com/en/pvd_coating/hard_coating_tin/#.WCrY6S2LSUk) .
  43. [http://www.northstarcoating.com/coating\\_TiN.aspx](http://www.northstarcoating.com/coating_TiN.aspx) .
  44. [http://www.dugatron.ru/coatings\\_TiN.html](http://www.dugatron.ru/coatings_TiN.html) .
  45. <http://www.vacuumcoating.info/dlc-coatings-on-tools> .
  46. <http://www.atzonline.com/Artikel/3/10593/DLC-coating-of-Engine-Components.html> .
  47. <http://www.chadsoffroadsetups.com.au/diamond-like-carbon-coatings.php> .
  48. <http://www.nrel.gov/pv/copper-indium-gallium-diselenide-solar-cells.html> .
  49. Britt J. et al. Process Development for CIGS Based Thin Film Photovoltaic

- Modules Final Technical Report. 2003. № April.
50. <http://www.angstromsciences.com/sputtering-applications> .
  51. <http://www.ajaint.com/what-is-sputtering.html> .
  52. <http://www.ajaint.com/hv-rd-sputtering-sources-stiletto-series.html> .
  53. <http://www.ajaint.com/atc-orion-series-sputtering-systems.html> .
  54. Jungk J.M. et al. Indentation fracture toughness and acoustic energy release in tetrahedral amorphous carbon diamond-like thin films // *Acta Mater.* 2006. Vol. 54, № 15. P. 4043–4052.
  55. Acoustic emission monitoring: <https://www.hysitron.com/media/1535/aeou-rlf.pdf> .
  56. Doerner M., Nix W. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments // *J. Mater. Res.* 1986.
  57. Bhattacharya A., Nix W. Analysis of elastic and plastic deformation associated with indentation testing of thin films on substrates // *Int. J. Solids Struct.* 1988.
  58. Korsunsky A. et al. On the hardness of coated systems // *Surf. coatings Technol.* 1998. Vol. 99, № 1–2. P. 171–183.
  59. Dauskardt et. al., “Thermo-Mechanical Degradation Mechanisms Relevant for Field Failures and Solar Lifetimes”, Proc. Atlas/NIST Work. PV.
  60. Chen Z. et al. A review on the mechanical methods for evaluating coating adhesion // *Acta Mech.* 2014. Vol. 225, № 2. P. 431–452.
  61. Drory M.D., Hutchinson J.W. Measurement of the Adhesion of a Brittle Film on a Ductile Substrate by Indentation // *Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.* 1996. Vol. 452, № 1953. P. 2319–2341.
  62. Xie Y., Hawthorne H.M. Measuring the adhesion of sol-gel derived coatings to a ductile substrate by an indentation-based method // *Surf. Coatings Technol.* 2003. Vol. 172, № 1. P. 42–50.
  63. Ritter J.E., Rosenfeld L.G. Use of the indentation technique for studying delamination of polymeric coatings: article // *J. Adhes. Sci. Technol.* 1990. Vol. 4, № 1. P. 551–571.

64. Ritter J.E. et al. Measurement of adhesion of thin polymer coatings by indentation: article // *J. Appl. Phys.* 1989. Vol. 66, № 8.
65. <http://nanovea.com/App-Notes/coating-failure-scratch.pdf> .
66. Xie Y., Hawthorne H.M. Effect of contact geometry on the failure modes of thin coatings in the scratch adhesion test // *Surf. Coatings Technol.* 2002. Vol. 155, № 2–3. P. 121–129.
67. Piotrkowski R. et al. Adherence of nitride coatings analysed by acoustic emission signals coming from scratch tests // *NDT.net*. 2002. Vol. 7, № 9.
68. [https://www.bruker.com/fileadmin/user\\_upload/8-PDF-Does/SurfaceAnalysis/TMT/Webinars/Advanced-Scratch-Testing-for-Evaluation-of-Coatings-Slides.pdf](https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/8-PDF-Does/SurfaceAnalysis/TMT/Webinars/Advanced-Scratch-Testing-for-Evaluation-of-Coatings-Slides.pdf) .
69. Malzbender J. et al. Measuring mechanical properties of coatings: a methodology applied to nano-particle-filled sol–gel coatings on glass // *Mater. Sci. Eng. R Reports*. 2002. Vol. 36, № 2–3. P. 47–103.
70. Burnett P.J., Rickerby D.S. The relationship between hardness and scratch adhesion // *Thin Solid Films*. 1987. Vol. 154, № 1–2. P. 403–416.



Министерство образования и науки Российской Федерации  
федеральное государственное бюджетное научное учреждение  
«Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов»  
(ФГБНУ ТИСНУМ)

УДК 531.7; 620.17.08  
ВГК ОКП 39 7290 7  
№ Госрегистрации 114072570015  
Инв. № 207

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГБНУ ТИСНУМ,  
д.ф.-м.н.



В.Д. Бланк

«30» декабря 2016 г.

М.П.

ОТЧЕТ

## О ПРИКЛАДНЫХ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

«Разработка специализированного нанотвердомера-профилометра и методов контроля физико-механических свойств внутренних поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли»

по теме: «Обобщение и оценка результатов исследований»

(заключительный)

Этап пятый

Соглашение о предоставлении субсидии от 22 июля 2014 г. № 14.577.21.0088

ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 - 2020 годы»

Приоритетное направление «Индустрия наносистем»

Часть 2

## ПРИЛОЖЕНИЯ

Руководитель работ,  
Заведующий отделом исследования  
физико-механических свойств  
ФГБНУ ТИСНУМ, к.ф.-м.н.

/ А.С. Усеинов

г. Москва, г. Троицк 2016 г.

## СОДЕРЖАНИЕ

ПРИЛОЖЕНИЕ А. ОТЧЕТ О ДОПОЛНИТЕЛЬНЫХ ПАТЕНТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ.....	131
ПРИЛОЖЕНИЕ Б. ПРОТОКОЛЫ ИЗМЕРЕНИЙ ТВЕРДОСТИ И ПАРАМЕТРОВ ШЕРОХОВАТОСТИ ИЗДЕЛИЙ.....	155
ПРИЛОЖЕНИЕ В. ПРОЕКТ ТЕХНИЧЕСКОГО ЗАДАНИЯ НА ОКР ПО ТЕМЕ «РАЗРАБОТКА ПРОМЫШЛЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА ПОРТАТИВНЫХ ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ ПРИБОРОВ ДЛЯ КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ПОВЕРХНОСТЕЙ ОТКРЫТЫХ И ГЛУХИХ КАНАЛОВ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В МАШИНОСТРОЕНИИ И АВИАКОСМИЧЕСКОЙ ОТРАСЛИ» .....	161
ПРИЛОЖЕНИЕ Г. АКТ ИЗГОТОВЛЕНИЯ МОДЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ ТОНКИХ ПЛЕНОК.....	180
ПРИЛОЖЕНИЕ Д. ПРОТОКОЛЫ ИЗМЕРЕНИЙ ТВЕРДОСТИ И ПАРАМЕТРОВ ШЕРОХОВАТОСТИ МОДЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ ТОНКИХ ПЛЕНОК.....	183
ПРИЛОЖЕНИЕ Е. МАРКЕТИНГОВЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ .....	194

ПРИЛОЖЕНИЕ А. ОТЧЕТ О ДОПОЛНИТЕЛЬНЫХ ПАТЕНТНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЯХ

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное научное учреждение  
«Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов»  
(ФГБНУ ТИСНУМ)

УТВЕРЖДАЮ  
Заведующий отделом  
ФГБНУ ТИСНУМ  
кандидат физ.-мат. наук



А.С. Усеинов

«30» сентября 2016 г.  
М.П.

ОТЧЕТ  
О ДОПОЛНИТЕЛЬНЫХ ПАТЕНТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ  
по теме:

«Разработка специализированного нанотвердомера-профилометра и методов контроля физико-механических свойств внутренних поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли»

Соглашение о предоставлении субсидии от 22 июля 2014 г. № 14.577.21.0088

ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 - 2020 годы»  
Приоритетное направление «Индустрия наносистем»

г. Москва, г. Троицк, 2016

## СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Вед. науч. сотр.,  
канд .физ.-мат.наук

  
подпись, дата


В.Н. Решетов  
(разделы 1-2,  
заключение,  
приложения ВА-ВД)

Науч. сотр.,  
канд .физ.-мат.наук

  
подпись, дата

И.И. Маслеников  
(разделы 1-2,  
приложения ВА-ВД)

Стажер-иссл.

  
подпись, дата

Е.В. Гладких  
(разделы 1-2)

## СОДЕРЖАНИЕ

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ, УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ, СИМВОЛОВ, ЕДИНИЦ, ТЕРМИНОВ .....	134
ОБЩИЕ ДАННЫЕ ОБ ОБЪЕКТЕ ИССЛЕДОВАНИЙ .....	135
1. Тематический поиск информации о существующих программных средствах, охранных документах .....	137
2. Исследование новизны и поиск аналогов разрабатываемого объекта .....	139
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	144
ПРИЛОЖЕНИЕ АА. ЗАДАНИЕ НА ПРОВЕДЕНИЕ ПАТЕНТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	145
ПРИЛОЖЕНИЕ АБ. РЕГЛАМЕНТ ПОИСКА.....	147
ПРИЛОЖЕНИЕ АВ. ОТЧЕТ О ПОИСКЕ .....	149

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ, УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ,  
СИМВОЛОВ, ЕДИНИЦ, ТЕРМИНОВ

ASTM - American Society for Testing and Materials

ESPACENET – База данных Европейского Патентного офиса

ISO International Organization for Standardization

RU – Российская Федерация

US – Соединенные Штаты Америки

WO – Международная заявка

АСМ – атомно-силовой микроскоп.

БТН – Брюссельская таможенная номенклатура;

ГС – гармонизированная система (гармонизированная товарная номенклатура);

МПК (МКИ) – международная патентная классификация изобретений (международная классификация изобретений);

МЭМС – микро электро-механическая система

НКИ – национальная классификация изобретений;

ПНИ – прикладные научные исследования;

ПрЭВМ – программа для ЭВМ

РИД – результаты интеллектуальной деятельности

СЗМ – сканирующий зондовый микроскоп;

СМТК – стандартная международная торговая классификация ООН;

УДК – универсальная десятичная классификация.

ФИПС – Федеральный институт промышленной собственности

## ОБЩИЕ ДАННЫЕ ОБ ОБЪЕКТЕ ИССЛЕДОВАНИЙ

Патентные исследования проведены в соответствии с пунктом 5.2 Технического задания (приложение №1 к Соглашению от 22 июля 2014 г. № 14.577.21.0088 о предоставлении субсидии).

Дата начала работ: 2016 г., июль; дата окончания работ: 2016 г., сентябрь.

Проект, в рамках которого проведены патентные исследования, имеет целью обеспечение возможности проведения измерений механических свойств и рельефа внутренней поверхности на микрометровом и нанометровом уровне в открытых или глухих каналах в узлах и агрегатах изделий и механизмов, применяемых в машиностроительной и авиакосмической отраслях.

Объектом патентных исследований являются программы для ЭВМ, обеспечивающие работу устройств для измерения физико-механических свойств материалов, в том числе позволяющих производить исследования в ограниченных пространствах.

Целью патентных исследований является сбор данных, предваряющий формирование заявок на свидетельства на программы для ЭВМ, предназначенные для обработки данных, получаемых специализированным нанотвердомером-профилометром.

Задачами патентных исследований являются:

- исследование направлений научно-исследовательской и производственной деятельности организаций и фирм, разрабатывающих программное обеспечение устройств, осуществляющих контроль механических свойств материалов;
- выявление новизны и ближайших существующих аналогов разрабатываемых программных средств;
- исследование охраноспособности объектов.

Для достижения цели патентных исследований патентно-информационный поиск был выполнен на основе материалов, опубликованных в базе данных «Роспатент» (ПрЭВМ с 2013 года), а также рефератов из официального бюллетеня «Программы для ЭВМ. Базы данных. Топологии интегральных микросхем» Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам (ФИПС). Также использовалась информация, представленная на сайтах производителей: Keysight (США), Hysitron (США), Anton Paar (Австрия, а также материалы компании CSM-Instruments – старое название производителя, Швейцария), Nanomechanics (США), ФГБНУ ТИСНУМ (твердомеры под товарным знаком Nanoscan, Россия). Глубина патентного поиска: 2004-2016 год.

В число перечисленных выше производителей входят лидеры в области определения механических свойств образцов в нанодиапазоне, используемые ими технологические решения определяют современный уровень развития нанотвердомеров. Также в число данных производителей-лидеров входят компании, предлагающие совмещенные устройства для измерения не только механических, но одновременно и геометрических свойств поверхности. Таким образом, информация о созданных данными производителями программных средствах для работы с приборами является достаточной для достижения необходимых результатов патентных исследований.



## 1. Тематический поиск информации о существующих программных средствах, охраняемых документах

Проведенные патентные исследования представляли собой сравнение технических и программных решений, созданных в процессе выполнения НИР, с существующими разработками в области программного обеспечения устройств для измерения механических свойств, с целью отнесения их к охраноспособным объектам интеллектуальной собственности.

В большинстве стран мира, в том числе и в России, защита объектов, связанных с информационными технологиями, осуществляется посредством авторского права. При этом рассматриваются признаки, характеризующие объекты системы и способ (например, наличие программных модулей и последовательность операций, осуществляемых с их помощью). Защита распространяется лишь на «точные выражения» (например, программный код), а не на идеи, алгоритмы, языки программирования, процедуры, рабочие методы или математические концепции как таковые, которые лежат в основе объекта, связанного с информационными технологиями.

Защита объектов, связанных с информационными технологиями, посредством авторского права имеет ряд преимуществ перед защитой их посредством патентования. В частности, международная авторско-правовая охрана является автоматической: она начинается с момента создания произведения (например, компьютерной программы, базы данных, мобильного приложения) и действует на территории стран-участниц Бернской конвенции об охране литературных и художественных произведений, подписавших Договор ВОИС. Регистрация авторского права является необязательной, но ее наличие значительно упрощает процедуру доказательства авторства в случае возникновения судебных разбирательств.

В результате произведенного тематического поиска в соответствии с Регламентом поиска № 4 (приложение АБ) за период с 2004 по 2016 год

выявлено 22 документа, отвечающих по ключевым параметрам тематическим условиям поиска (см. приложение АВ):

11 охранных документов (свидетельств о государственной регистрации ПрЭВМ),

11 источников с описанием разработок в сети Интернет.

Информация о найденных документах приведена в таблице АВ1.

В результате анализа документов выявлен ряд программных средств, являющихся аналогами разрабатываемых программ. Подробности и результаты анализа приведены в разделе 2 настоящего отчета.

## 2. Исследование новизны и поиск аналогов разрабатываемого объекта

Для анализа охраноспособности разрабатываемого ПО был проведён анализ патентной документации, а именно рефератов из официального бюллетеня «Программы для ЭВМ. Базы данных. Топологии интегральных микросхем» Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам (ФИПС) за период с 2004 по 2012 гг., а также базы данных, размещенной на сайте ФИПС, за период с 2013 по 2016 гг. Не было найдено ни одного полного аналога, однако был найден ряд средств, являющихся аналогами отдельных компонентов разрабатываемого ПО. Основная масса средств разработана в ведущих компаниях, занимающихся производством приборов, предназначенных для измерения механических свойств, и, соответственно, поставкой в комплекте с оборудованием программного обеспечения, например, Hysitron, KeySight.

Нанотвердомеры являются технически сложными устройствами, управление которыми осуществляется при помощи компьютера. Поэтому разработка программного обеспечения, управляющего работой приборов – необходимый этап в создании такого рода оборудования. Однако, это не единственная задача, стоящая перед разработчиками программного обеспечения для устройств, измеряющих механические свойства.

Анализ данных, полученных в ходе испытания образцов методом инструментального индентирования или измерения топографии поверхности, является одной из важных задач, стоящих перед производителями соответствующего оборудования. Базовые комплекты программного обеспечения обязательно включают в себя методы расчета твердости и модуля упругости (методика Оливера и Фарра). Так, компания Hysitron в своем арсенале имеет программы (например, TriboAnalysis), обеспечивающие вычисление функции формы площади зонда (сферо-конического, сферического, плоского или другого нестандартного) для калибровки данных инструментального индентирования.

Программа TriboAnalysis, разработанная компанией Hysitron на основе пакета программного обеспечения OriginPro, позволяет загружать, анализировать и выводить на печать данные, в том числе строить графики и использовать настраиваемые пользователем модели обработки большого объема данных в совокупности с доступом к стандартному набору функций программы OriginPro. В TriboAnalysis, существует возможность автоматической коррекции нагрузки или смещения, а также генерации статистических отчетов из наборов данных в удобном для чтения формате таблиц и графиков. За счет быстрой загрузки и автоматической обработки это позволяет проанализировать несколько кривых в течение нескольких минут. Расширенные возможности построения графиков в TriboAnalysis позволяют создавать 3D-контуры и графики поверхностных участков по большому объему данных. Формат открытой архитектуры позволяет модифицировать и автоматизировать процедуры анализа.

Дополнительно могут включаться возможности расчета твердости и модуля в зависимости от глубины, а также расчеты модуля упругости и модуля потерь (в случае, если в приборе реализован динамический режим испытаний).

Программные продукты, разработанные компанией Keysight Technology, позволяют получать высококачественные изображения наноиндентов, используя прибор Keysight Nano Indenter G200/G300 и T150 UTM. С помощью программ осуществляется позиционирование индентора с нанометровой точностью и вычисление по методу восстановленного отпечатка различных явлений: навалов, деформируемого объема, трещиностойкости. Такие возможности позволяют охарактеризовать отдельные фазы сложных материалов. Пакет включает в себя метод расчета механических свойств покрытий, исключая влияние подложки, методы испытаний для полимеров, улучшение методов испытаний царапанием, а стандартный метод тестирования в соответствии с ISO 14577.

Программные модули «fsmmorph» и «fsmspm», разработанные компанией ФемтоСкан, включают в себя функции анализа изображений зондовой микроскопии и определения по ним измеряемых параметров зонда микроскопа и исследуемых поверхностей. Программы позволяют производить усреднение по строкам, приводя линии изображения к одному среднему уровню, вычисляемому по изображению.

Компания NanoMe Company, существовавшая до недавнего времени, разработала технические средства для компьютерного анализа изображений, получаемых прибором компании Veeco Instruments. Эти распространявшиеся бесплатно программы представляли собой дружелюбный для пользователя интерфейс, в котором осуществлялась обработка изображений, получаемых от широкого круга коммерчески доступных зондовых микроскопов.

В комплекте с приборами, разрабатываемыми компанией Micro Materials, поставляется программное обеспечение, предназначенное для обработки 3D-профилей, полученных атомно-силовым микроскопом.

Для исследования геометрических характеристик поверхностей твердых тел в ФГБУН Институте химии Дальневосточного отделения РАН была разработана программа для построения трехмерного рельефа поверхности исследуемого образца и определения его параметров на основе экспериментального набора двумерных профилограмм. С помощью программы, разработанной в МИЭТ, можно произвести анализ рельефа с целью расчета величины кривизны поверхности в выбранном направлении на кремниевой пластине.

В ФГБНУ ТИСНУМ была разработана программа для сканирующего нанотвердомера, с помощью которой посредством предварительного сканирования поверхности образца могут быть определены области, подходящие для наноиндентирования. Оценка производится через расчет среднего значения отклонения уровня поверхности области от среднего уровня всего поля сканирования.

Анализ данных, получаемых с помощью атомно-силовых микроскопов, также требует специализированного программного обеспечения. Из значений высот точек поверхности вычитается значение осредненной высоты по некоторой области, что позволяет оценить количество включений заданного размера на определенном масштабном уровне.

Для другого семейства приборов, измеряющих механические свойства в диапазоне больших нагрузок – микротвердомеров – анализ изображений (в данном случае оптических, а не полученных зондовым методом) также является важной задачей. В связи с этим разработаны соответствующие программы для ЭВМ, интегрированные с программами по измерению твердости.

Часто производители программного обеспечения для нанотвердомеров для большего числа функциональных возможностей включают сторонние пакеты программного обеспечения. Например, COSMOS, расчеты в котором основаны на методе конечных элементов, что значительно упрощает интерпретацию данных наноиндентирования, в том числе, полученных на образцах, представляющих собой тонкие пленки на подложке. И для других типов испытаний, также проводимых с помощью нанотвердомеров, например царапания, используется обработка данных, реализованная в специальных пакетах. Кроме того, в некоторых программах существует возможность экспортировать данные непосредственно в программу Microsoft Excel (NanoSuite 6.2 компании Keysight).

Разрабатываемые программы направлены на обработку данных, записанных в ходе эксперимента сканирующими нанотвердомерами, в том числе рельефов, полученных в ходе сканирования различного рода поверхностей образцов. Одна из разрабатываемых программ осуществляет коррекцию, применяемую к полученным изображениям рельефа поверхности образцов. Осуществляемая при помощи разрабатываемого программного продукта операция предполагает фильтрацию случайных единичных выбросов с большой амплитудой. Другая программа предназначена для

построения функции формы индентора, на основе данных, полученных в процессе сканирования его поверхности. Существуют возможности визуализации поверхности индентора, выбора гаммы, а также диапазона вывода представленных данных, расчета площади поверхности и поперечного сечения индентора в зависимости расстояния от его кончика, а также обработка полученных данных с помощью медианной фильтрации, усреднения между линиями, вычитание плоскости. Кроме того, программа предоставляет возможность импорта и экспорта данных в текстовый формат.

Ни одно из упомянутых выше средств, ни все они в комплексе не удовлетворяют всем требованиям к разрабатываемому программному обеспечению. Более того, ни одно из них не является ПО с открытыми исходными кодами. Детальная информация по найденным патентам представлена в приложении АЗ.

Таким образом, описанная совокупность признаков не является известной из существующего уровня техники.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках настоящего патентного исследования произведен тематический поиск российской охранной документации, а также мониторинг прочих информационных ресурсов, предоставляемых производителями аналитического на сайтах, в результате которого выявлены наиболее близкие к разрабатываемым объектам аналоги (программы для ЭВМ).

Потребность в проведении испытаний механических свойств новых и сложных материалов ведет к ускоренному развитию методик измерения и объемов статистических данных, получаемых с их помощью. Такие тенденции влекут за собой создание новых моделей анализа нестандартных материалов, в том числе биологических и вязкоупругих. В связи с этим производители оборудования для испытания механических свойств стремятся разрабатывать как отдельные модули, так и целые пакеты программного обеспечения, предназначенные для усовершенствования способа анализа данных.

Основными тенденциями можно считать возможность проведения тестов, которые требуют статистического анализа сотен точек данных, автоматизированные процедуры, требующие быстрого формирования отчетов, материалы, требующие нестандартных моделей анализа.

Разрабатываемое программное обеспечение предназначено для анализа изображений, получаемых сканирующими нанотвердомерами и являющихся неотъемлемой частью большого числа типов измерений, поскольку с их помощью можно производить не только контроль качества поверхностей образцов, но и определять форму инденторов.



ПРИЛОЖЕНИЕ АА. ЗАДАНИЕ НА ПРОВЕДЕНИЕ ПАТЕНТНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

УТВЕРЖДАЮ  
Заведующий отделом ФГБНУ ТИСНУМ  
кандидат физ.-мат. наук

  
А.С. Усеинов  
10 июля 2016 г.  


ЗАДАНИЕ № 4  
на проведение патентных исследований

Тема ПНИ:	«Разработка специализированного нанотвердомера-профилометра и методов контроля физико-механических свойств внутренних поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли»
Шифр:	2014-14-579-0067-007
Этап ПНИ:	Этап № 5 «Обобщение и оценка результатов исследований»
Сроки выполнения этапа ПНИ:	Начало: 01.07.2016 Окончание: 31.12.2016
Задачи патентных исследований:	1) исследование направлений научно-исследовательской и производственной деятельности организаций и фирм, разрабатывающих программное обеспечение устройств, осуществляющих контроль механических свойств материалов; 2) выявление новизны и ближайших существующих аналогов разрабатываемых программных средств; 3) исследование охраноспособности объекта.

КАЛЕНДАРНЫЙ ПЛАН

Виды патентных исследований	Подразделения-исполнители	Ответственные исполнители (Ф.И.О.)	Сроки выполнения. Начало - окончание	Отчетные документы
Исследование направлений научно-исследовательской и производственной деятельности организаций, разрабатывающих программное обеспечение устройств, осуществляющих контроль механических свойств материалов	Отдел исследования физико-механических свойств	Гладких Е.В.	11.07.2016 – 30.09.2016	Отчет о патентных исследованиях
Выявление новизны и ближайших существующих аналогов разрабатываемых программных средств	Отдел исследования физико-механических свойств	Гладких Е.В.	11.07.2016 – 30.09.2016	Отчет о патентных исследованиях

Заведующий отделом ФГБНУ ТИСНУМ

  
подпись

А. С. Усеинов  
расшифровка  
10.07.2016  
дата

Руководитель  
патентного подразделения

  
подпись

Г.Н. Кремкова  
расшифровка  
10.07.2016  
дата

## ПРИЛОЖЕНИЕ АБ. РЕГЛАМЕНТ ПОИСКА

### РЕГЛАМЕНТ ПОИСКА № 4

10 июля 2016

дата составления регламента

Тема ПНИ	Разработка специализированного нанотвердомера-профилометра и методов контроля физико-механических свойств внутренних поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли
Шифр:	2014-14-579-0067-007
Этап ПНИ:	№ 5. «Обобщение и оценка результатов исследований»
Номер и дата утверждения Задания:	№ 4 от 10 июля 2016 г.
Цель поиска информации:	Формирование заявок на свидетельства на программы для ЭВМ, предназначенные для обработки данных, получаемых специализированным нанотвердомером-профилометром.
Начало поиска:	11 июля 2016 г.
Окончание поиска:	30 сентября 2016 г.
Обоснование регламента поиска:	В соответствии с требованиями технического задания поиск проводился по базе данных Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам (ФИПС) и рефератам из официального бюллетеня «Программы для ЭВМ. Базы данных. Топологии интегральных микросхем». Глубина поиска не менее 10 лет.

Предмет поиска (объект исследования, его составные части)	Страна поиска	Источники информации, по которым будет проводиться поиск										Регрессивность	Наименование информационно-й базы (фонда)
		патентные		НТИ		конъюнктурные		Другое		Классификационные индексы			
		Наименование	Классификационные рубрики: МКИ*, НК И* и др	Наименование	Рубрики УДК* и другие	Наименование	Код товара: ГС*, СМТК*, БТН*	Наименование	Классификационные индексы				
1 Программы для ЭВМ, обеспечивающие работу устройств для измерения механических свойств материалов. Программное обеспечение нанотвердометров, позволяющих производить исследования в ограниченных пространствах.	2 РФ (RU)	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	2004–2016	Программы для ЭВМ

Заведующий отделом ФГБНУ ТИСНУМ

А. С. Усеинов  
расшифровка

10.07.2016  
дата

Руководитель  
патентного подразделения

Г.Н. Кремкова  
расшифровка

10.07.2016  
дата

## ПРИЛОЖЕНИЕ АВ. ОТЧЕТ О ПОИСКЕ

### ОТЧЕТ О ПОИСКЕ

Тема ПНИ	Разработка специализированного нанотвердомера-профилометра и методов контроля физико-механических свойств внутренних поверхностей открытых и глухих каналов для применения в машиностроении и авиакосмической отрасли
Шифр:	2014-14-579-0067-007
Этап ПНИ:	№ 5. «Обобщение и оценка результатов исследований»
Задание на выполнение поиска	Задание на выполнение патентных исследований № 4 от 10.07.2016, утверждено заведующим отделом, руководителем работ по ПНИ А.С. Усеиновым Регламент поиска от 10.07.2016
Начало поиска:	11 июля 2016 г.
Окончание поиска:	30 сентября 2016 г.
Сведения о выполнении поиска:	Регламент поиска выполнен полностью.
Предложения по дальнейшему проведению поиска и патентных исследований	Проведение дополнительных патентных исследований при получении результатов интеллектуальной деятельности в процессе выполнения будущих этапов ПНИ.

Материалы, отобранные для анализа, приведены в таблице АВ.1.

Таблица АВ.1 — Охранная документация (свидетельств о государственной регистрации программы для ЭВМ) отобранные для последующего анализа

Предмет поиска (объект исследования, его составные части)	Страна выдачи, вид и номер охранного документа	Заявитель (патентобладатель), страна. Дата регистрации в Государственном реестре программ для ЭВМ	Название программы	Сведения о действии охранного документа или причины его аннулирования
1	2	3	4	5
Программа для ЭВМ, обеспечивающая проведение испытания наноиндентированием	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2016610418	ФГБНУ ТИСНУМ (RU) 2015661150 12.01.2016 20.02.2016	Программа для определения оптимальных областей наноиндентирования на поверхности образца	Действует
Программа для ЭВМ, обеспечивающая обработку изображений индентов	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2012613114	ФГБНУ ТИСНУМ (RU) 30.03.2012	Автоматическое определение контуров и вычисление площади отпечатка на поверхности композитного образца при испытании на микротвердость	Действует
Программа для ЭВМ, обеспечивающая работу с данными о топографии поверхности	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2012611246	Физико-технический институт Уральского отделения РАН 31.01.2012	Преобразование данных трехмерной модели поверхности в формат программы Image Analysis (NT-MDT)	Действует
Программа для ЭВМ, обеспечивающая обработку изображений индентов	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2016661981	ООО «Метротест» (RU) 2016619417 26.10.2016 20.11.2016	Программа «M-Test Твердомер»	Действует

Предмет поиска (объект исследования, его составные части)	Страна выдачи, вид и номер охранного документа	Заявитель (патентобладатель), страна. Дата регистрации в Государственном реестре программ для ЭВМ	Название программы	Сведения о действии охранного документа или причины его аннулирования
1	2	3	4	5
Программа для ЭВМ, обеспечивающая обработку изображений индентов	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2013617244	ФГБОУ ВПО «Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарёва» (RU) 2013614931 06.08.2013 20.09.2013	Программа измерения микротвердости «Металлография-2012»	Действует
Программа для ЭВМ, обеспечивающая работу с данными о топографии поверхности	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2014612286	ФГБУН Институт химии Дальневосточного отделения Российской академии наук (RU) 2013662434 24.02.2014 20.03.2014	Построение рельефа поверхности и определение его параметров на основе набора двумерных профилограмм	Действует
Программа для ЭВМ, обеспечивающая работу с данными о топографии поверхности	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2016611518	ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет «Московский институт электронной техники» (RU) 2015662328 04.02.2016 20.02.2016	Программа анализа рельефа с целью расчета величины кривизны поверхности в выбранном направлении на кремниевой пластине	Действует
Программа для ЭВМ, анализирующая изображения рельефа поверхности образца, полученные АСМ	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2014617891	ФГБУН Институт механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук (RU) 2014615536 06.08.2014 20.09.2014	Двухуровневая визуализация	Действует

Предмет поиска (объект исследования, его составные части)	Страна выдачи, вид и номер охранного документа	Заявитель (патентобладатель), страна. Дата регистрации в Государственном реестре программ для ЭВМ	Название программы	Сведения о действии охранного документа или причины его аннулирования
1	2	3	4	5
Программа для ЭВМ, анализирующая изображения рельефа поверхности образца, полученные АСМ	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2014613939	ФГБОУ ВПО "Рязанский государственный радиотехнический университет" (RU) 2014611207 10.04.2014 20.05.2014	Программа для разделения характерных особенностей рельефа и расчета рассеивающих свойств поверхности	Действует
Программа для ЭВМ для анализа изображений зондовой микроскопии определение по ним параметров зонда	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2015661481	ООО НПП «Центр перспективных технологий» (RU) 2015618318 29.10.2015 20.11.2015	Программный модуль fsmmorph ФемтоСкан Онлайн	Действует
Программа для ЭВМ, обеспечивающая работу с данными о топографии поверхности	Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ. №: 2015661560	ООО НПП «Центр перспективных технологий» (RU) 2015618309 30.10.2015 20.11.2015	Программный модуль fsmspm ФемтоСкан Онлайн	Действует



Таблица АВ.2 – Научно-техническая, копьюнктурная, нормативная документация и материалы государственной регистрации (отчеты о НИР)

Предмет поиска	Наименование источника информации с указанием страницы источника	Автор, фирма (держатель) технической документации	Год, место и орган издания (утверждения, депонирования источника)
1	2	3	4
Программа для ЭВМ, анализирующая изображения рельефа поверхности образца, полученные АСМ	Computerized Image Analysis Software for Measuring Indents by AFM	NanoMe Company	2005, New York, USA
Программы для ЭВМ, обеспечивающие работу нанотвердомеров	U9820A-050 NanoVision <a href="http://www.keysight.com/ru/pd-1679656-pn-U9820A/nanovision?nid=-33997.901872&amp;cc=RU&amp;lc=rus">http://www.keysight.com/ru/pd-1679656-pn-U9820A/nanovision?nid=-33997.901872&amp;cc=RU&amp;lc=rus</a>	KeySight Technology	2009, Santa Rosa, California, USA
Программы для ЭВМ, обеспечивающие работу нанотвердомеров	U9890A New Enhanced NanoSuite 6.1 Software <a href="http://www.keysight.com/ru/pd-1679645-pn-U9890A/new-enhanced-nanosuite-61-software?nid=-33997.901871&amp;cc=RU&amp;lc=rus">http://www.keysight.com/ru/pd-1679645-pn-U9890A/new-enhanced-nanosuite-61-software?nid=-33997.901871&amp;cc=RU&amp;lc=rus</a>	KeySight Technology	2009, Santa Rosa, California, USA
Программы для ЭВМ, обеспечивающие обработку данных, полученных нанотвердомером	TriboAnalysis <a href="https://www.hysitron.com/products-services/options-upgrades/triboanalysis">https://www.hysitron.com/products-services/options-upgrades/triboanalysis</a>	Hysitron	2013, Minneapolis, USA
Программы для ЭВМ, обеспечивающие обработку данных, полученных нанотвердомером	TriboImage <a href="https://www.hysitron.com/products-services/options-upgrades/triboimage">https://www.hysitron.com/products-services/options-upgrades/triboimage</a>	Hysitron	2013, Minneapolis, USA
Программы для ЭВМ, обеспечивающие работу нанотвердомеров	TriboScan Professional <a href="https://www.hysitron.com/products-services/options-upgrades/triboscan-professional">https://www.hysitron.com/products-services/options-upgrades/triboscan-professional</a>	Hysitron	2013, Minneapolis, USA
Программы для ЭВМ,	iTF - Intrinsic Thin Film Mechanical Property Solution	Hysitron	2013, Minneapolis,

обеспечивающие работу нанотвердомеров			USA
Программы для ЭВМ, обеспечивающие работу нанотвердомеров	<a href="http://www.micromaterials.co.uk/products/nanotest-vantage/">http://www.micromaterials.co.uk/products/nanotest-vantage/</a>	Micro Materials	2007, Wrexham, UK
Программы для ЭВМ, обеспечивающие работу нанотвердомеров	<a href="http://nanomechanicsinc.com/">http://nanomechanicsinc.com/</a>	Nanomechanics	2015, Oak Ridge, TN, USA
Программы для ЭВМ, обеспечивающие работу нанотвердомеров	<a href="http://www.anton-paar.com/sg-en/products/details/nanoindentation-nht3/">http://www.anton-paar.com/sg-en/products/details/nanoindentation-nht3/</a>	Anton Paar	2013, Graz, Австрия
Программы для ЭВМ, обеспечивающие работу нанотвердомеров	<a href="http://www.ibisonline.com.au/products.htm">http://www.ibisonline.com.au/products.htm</a>	Fischer-Cripps Laboratories	2005, Sydney, Australia

## ПРИЛОЖЕНИЕ Б. ПРОТОКОЛЫ ИЗМЕРЕНИЙ ТВЕРДОСТИ И ПАРАМЕТРОВ ШЕРОХОВАТОСТИ ИЗДЕЛИЙ

В данном приложении приведены протоколы измерений, выполненных на различных изделиях, применяемых в добывающей, обрабатывающей и машиностроительной отраслях, с целью выработки рекомендаций по возможности использования результатов ПНИ в реальном секторе экономики и оценке потребности промышленности в специализированном нанотвердомере-профилометре в соответствии с пунктом 5.2 ПГ.

## ПРОТОКОЛ № 1

измерений механических свойств образцов изделий, проведенных с помощью

специализированного нанотвердомера-профилометра

Соглашение №14.577.21.0088 о предоставлении субсидии от «22» июля 2014 г.

21 декабря 2016 г.

г. Москва, г. Троицк

### 1. Объект испытания:

Образцы изделий реального сектора экономики

Объект	Номер образца
Буровое долото	1
Вакуумная камера	2
Цилиндр двигателя внутреннего сгорания	3
Коническая деталь воронки-податчика установки для сортировки кристаллов	4

### 2. Цель испытания.

Проверка возможности измерения параметров шероховатости с помощью экспериментального образца СНП в целях контроля качества производства промышленных изделий.

### 3. Средство проведения испытаний.

Экспериментальный образец специализированного нанотвердомера-профилометра, акт изготовления от «10» июня 2015 г

#### 4. Методика испытаний.

Измерение параметров шероховатости методом профилирования поверхности. Параметры проведения испытаний:

длина профиля:

- образец 1: 1.75 мм
- образец 2: 5 мм
- образец 3: 5 мм
- образец 4: 5мм

скорость снятия профиля: 30 мкм/с

расстояние между соседними точками профиля: 100 нм

сила прижима при измерении: не более 500 мкм

5. Дата начала испытания: 12 декабря 2016 г.

6. Дата окончания испытания: 12 декабря 2016 г.

7. Место проведения испытания: г. Москва, г. Троицк, ул. Центральная, 7а, ФГБНУ ТИСНУМ, отдел исследования физико-механических свойств

#### 8. Результаты испытаний

Номер образца	Параметр шероховатости	
	Ra, мкм	Rmax, мкм
1	12,3	35*
2	1,5	11
3	0,35	4,1
4	0,49	5

## 7. Замечания и рекомендации

Для бурового долота превышен допустимый диапазон измерений параметра  $R_{\max}$ .

## 8. Выводы

Полученные экспериментальные данные подтверждают возможность использования экспериментального образца специализированного нанотвердомера-профилометра для контроля качества производства промышленных изделий, однако, для ряда объектов требуется увеличение диапазона измерения параметра  $R_{\max}$ .

### Испытание проводили

Заведующий отделом исследования  
физико-механических свойств



А.С. Усеинов

Главный метролог



В.В. Соловьев

Научный сотрудник



К.С. Кравчук

## ПРОТОКОЛ № 2

измерений механических свойств образцов, проведенных с помощью  
специализированного нанотвердомера-профилометра

Соглашение №14.577.21.0088 о предоставлении субсидии

от «22» июля 2014 г.

21 декабря 2016 г.

г. Москва, г. Троицк

**1. Объект испытания:** сварной шов

**2. Цель испытания:** проверка возможности измерения механических свойств поверхности с помощью экспериментального образца СНП в целях контроля качества сварных швов .

**3. Средство проведения испытаний:** экспериментальный образец специализированного нанотвердомера-профилометра, акт изготовления от «10» июня 2015 г

**4. Методика испытаний:** измерение механических свойств методом инструментального индентирования в трех различных точках поверхности сварного шва в соответствии со схемой:



Расстояние между измерениями: 150 мкм

Максимальная сила прижима: 60 мН

Время выдержки при максимальной нагрузке: 5 сек.

**5. Дата начала испытания:** 12 декабря 2016 г.

**6. Дата окончания испытания:** 12 декабря 2016 г.

**7. Место проведения испытания:** г. Москва, г. Троицк, ул. Центральная, 7а, ФГБНУ ТИСНУМ, отдел исследования физико-механических свойств

## 8. Результаты испытаний

Область измерения	Твердость, ГПа	Модуль упругости, ГПа
Область 1	$2,1 \pm 0,1$	$270 \pm 25$
Область 2	$5,8 \pm 0,5$	$300 \pm 10$
Область 3	$2,8 \pm 0,2$	$250 \pm 20$

## 7. Замечания и рекомендации

Замечаний и рекомендаций нет.

## 8. Выводы

Полученные экспериментальные данные подтверждают возможность проведения измерений модуля упругости вдоль латеральной координаты  $E(x)$  с помощью экспериментального образца специализированного нанотвердомера-профилометра.

## Испытание проводили

Заведующий отделом исследований  
физико-механических свойств

Главный метролог

Научный сотрудник



А.С. Усеинов

В.В. Соловьев

К.С. Кравчук





## **1. Основание для проведения ОКР и сроки (периоды) выполнения работ**

1.1 Решение комиссии \_\_\_\_\_.

1.2 Сроки выполнения работ:

Начало работ: с « \_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_ года

Срок окончания работ: « \_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_ года.

## **2. Исполнитель ОКР**

*Приводится полное наименование организации-исполнителя, почтовый адрес.*

## **3. Цель выполнения ОКР**

Создание серийного специализированного нанотвердомера-профилометра, обеспечивающего возможность контроля с нанометровым пространственным разрешением нанопереховатости, твердости и модуля упругости внутренних поверхностей открытых или глухих каналов в узлах и агрегатах изделий и механизмов, применяемых в машиностроительной и авиакосмической отраслях.

## **4. Назначение продукции**

4.1 Разрабатываемый серийный специализированный нанотвердомер-профилометр (далее – СНП) предназначен для измерения с нанометровым пространственным разрешением измерение нанопереховатости, твердости и модуля упругости (Юнга) поверхности внутри сквозных или глухих каналов диаметром 10 мм и более, на удалении от входного отверстия канала не более 1000 мм с целью обеспечения оперативного комплексного производственно-технологического контроля качества изделий и материалов.

## **5. Технические требования**

### **5.1 Состав продукции**

5.1.1 В состав разрабатываемого СНП должны входить:

- измерительная головка, оснащенная инденитором и соединительными кабелями;
- система крепления и позиционирования измерительной головки;
- блоки специализированного радиоэлектронного обеспечения;
- персональный компьютер;
- управляющее программное обеспечение;

5.1.2 Измерительная головка должна располагаться непосредственно на исследуемой поверхности, обеспечивает подвод индентора к образцу, соединительными кабелями подключается к блоку электронного обеспечения.

5.1.3 Блоки специализированного радиоэлектронного обеспечения должны управлять аппаратной частью проведения измерений, включая первичный сбор и передачу измеряемых сигналов.

5.1.4 Система крепления и позиционирования должна обеспечивать перемещение измерительной головки внутри образца.

5.1.5 Персональный компьютер должен обеспечивать работу управляющего программного обеспечения, а также сбор и хранение данных.

5.1.6 Управляющее программное обеспечение должно обеспечивать настройки режимов работы блока электронного обеспечения, управления системой позиционирования измерительной головки, а также подачи управляющих команд для запуска измерительных процедур.

5.1.7 Окончательный состав продукции уточняется в процессе разработки и согласовывается с заказчиком на этапе 4 календарного плана.

## **5.2 Требования к показателям назначения**

### **5.2.1 Выполняемые функции**

5.2.1.1 Разрабатываемый СНП должен обеспечивать:

- измерение твердости;
- измерение модуля упругости (Юнга);
- измерение параметров шероховатости;
- измерение параметров волнистости.

5.2.1.2 В СНП должны быть реализованы следующие способы проведения измерений:

- инструментальное индентирование;
- измерение твердости царапанием;
- силовая спектроскопия;
- построение профиля рельефа поверхности;
- построение зависимости твердости и модуля упругости материала от глубины индентирования.

5.2.1.3 Измерительная головка специализированного нанотвердомера-профилометра при проведении исследований должна располагаться внутри полости или канала на исследуемом объекте.

5.2.1.4 Должна быть предусмотрена процедура позиционирования измерительной головки специализированного нанотвердомера-профилометра внутри полости или канала на исследуемом объекте для выбора места непосредственного измерения.

5.2.1.5 Сигнал о начале и завершении или прерывании процедуры измерения должен подаваться из программного обеспечения, работающего на управляющем персональном компьютере.

5.2.1.5 Все данные, записанные в процессе проведения измерений, должны храниться в цифровом виде на жестком диске персонального компьютера и должны быть доступны для последующей обработки.

## **5.2.2 Нормы и количественные показатели**

5.2.2.1 Разрабатываемый СНП должен обеспечивать измерение твердости исследуемой поверхности методом инструментального индентирования в соответствии с ГОСТ Р 8.748-2011 в диапазоне значений от 0,5 до 50 ГПа, с погрешностью  $\pm 10\%$ , но не менее 0,5 ГПа.

5.2.2.2 Разрабатываемый СНП должен обеспечивать измерение модуля упругости (Юнга) исследуемой поверхности методом инструментального инден-

тирования в соответствии с ГОСТ Р 8.748-2011 в диапазоне значений от 5 до 500 ГПа, с погрешностью  $\pm 10\%$ , но не менее 0,5 ГПа.

5.2.2.3 В разрабатываемом СНП глубина внедрения индентора при измерении твердости и модуля упругости должна лежать в диапазоне 0,05-2,5 мкм, с погрешностью  $\pm 10\%$ , но не менее 0,02 мкм.

5.2.2.4 В разрабатываемом СНП диапазон нагрузок, прикладываемых к индентору при измерении твердости и модуля упругости, должен лежать в диапазоне 0,5 - 50 мН, с погрешностью  $\pm 10\%$ , но не менее 0,2 мН.

5.2.2.5 Разрабатываемый СНП должен позволять получать зависимость измеренных значений твердости и модуля упругости от глубины внедрения индентора в поверхность образца.

### **5.2.3 Технические характеристики (параметры)**

5.2.3.1 Усилие воздействия индентора СНП на поверхность исследуемого объекта при измерении наношероховатости должно быть не более 0,1 мН.

5.2.3.2 Диаметр (или поперечный размер) измерительной головки СНП должен быть не более 9 мм.

5.2.3.3 Удаление измерительной головки СНП от входного отверстия открытого или глухого канала на измеряемом объекте должно быть не менее 1000 мм.

5.2.3.4 В процессе контроля наношероховатости исследуемой поверхности с помощью СНП должно обеспечиваться измерение следующих параметров:

-  $R_a$  (среднее арифметическое отклонение профиля в соответствии с ГОСТ 2789-73) в диапазоне от 0,05 до 10 мкм, с погрешностью  $\pm 10\%$ , но не менее 0,05 мкм;

-  $R_{max}$  (наибольшая высота профиля в соответствии с ГОСТ 2789-73) в диапазоне от 0,05 до 30 мкм, с погрешностью  $\pm 10\%$ , но не менее 0,05 мкм.

### **5.2.4 Требования к порядку и способам взаимодействия с сопрягаемыми объектами**

Требования не устанавливаются.

### **5.2.5 Требования к совместимости**

Требования не устанавливаются.

### **5.2.6 Требования по мобильности**

Разрабатываемый СНП должен быть выполнен в стационарном или портативном исполнении.

Может работать от переносного компьютера (ноутбука) при наличии сети 220 В.

## **5.3 Требования к электропитанию**

5.3.1 Электропитание разрабатываемого СНП должно осуществляться от 1-фазной электросети 50 Гц  $\pm 5\%$  220 В  $\pm 10\%$  в соответствии с ГОСТ 13109-97.

5.3.2 Потребляемая мощность СНП в рабочем режиме должна составлять 500 Вт, не более.

## **5.4 Требования надежности**

5.4.1.1 Безотказная работа разрабатываемого СНП определяется работой датчика, входящего в состав СНП.

5.4.1.2 Датчик разрабатываемого СНП должен удовлетворять следующим требованиям:

- вероятность безотказной работы 0,95, не менее;
- средняя наработка датчика на отказ 1000 часов, не менее;
- среднее время восстановления 1 час, не более;

### **5.4.2 Требования по долговечности**

Разрабатываемый СНП должен удовлетворять следующим требованиям:

- срок службы между средними (капитальными) ремонтами 2,5 года, не менее;

- срок службы до списания 10 лет, не менее.

### **5.4.3 Требования по сохраняемости**

Разрабатываемый СНП должен удовлетворять следующему требованию:

- средний срок сохраняемости 3 года, не менее.

### **5.4.4 Критерии отказов и предельного состояния изделия**

5.4.4.1 Отказом разрабатываемого СНП считают:

- невозможность включения СНП;
- сообщение об ошибке при проведении процедуры тестирования;
- невозможность проведения измерений в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

5.4.4.2 Предельным состоянием разрабатываемого СНП считают:

- отклонение измеренных значений при проведении калибровки СНП более чем на 15%, но менее чем на 20% от приписанных тестовым образцам;
- снижение наработки на отказ ниже уровня, установленного требованиями п.

5.4.1.2 настоящего технического задания: средняя наработка датчика на отказ 1000 часов, не менее.

- превышение установленного уровня текущих (суммарных) затрат на техническое обслуживание и ремонты, определяющее экономическую нецелесообразность дальнейшей эксплуатации.

**5.4.5 Подтверждение требований п.п. 5.4.1 - 5.4.4 настоящего технического задания проводится:**

- расчетным методом в соответствии с ГОСТ 27.301-95 - на этапе разработки изделия и этапе предварительных испытаний;
- экспериментальным (расчетно-экспериментальным) методом по методике, согласованной с Заказчиком - на этапе приемочных испытаний.

## **5.5 Конструктивные требования**

5.5.1 Предельно допустимая масса СНП в снаряженном состоянии не должна превышать:

- для стационарного исполнения: 100 кг;

- для портативного исполнения: 15 кг.

5.5.2 Конструкция СНП в стационарном исполнении должна обеспечивать возможность смены исследуемого образцов за время, не превышающее 10 мин.

5.5.3 Требования по времени смены образцов для портативного исполнения СНП не предъявляются.

## 5.6 Требования по эргономике и технической эстетике

По эргономике и технической эстетике разрабатываемый СНП должен соответствовать требованиям ГОСТ 20.39.108-85.

## 5.7 Требования к эксплуатации, удобству технического обслуживания и ремонта

### 5.7.1 Требования к стойкости к внешним воздействующим факторам

5.7.1.1 Разрабатываемый СНП должен быть стойким и устойчивым к воздействию климатических факторов в соответствии с таблицей В1:

Таблица В1. Требования к стойкости к внешним воздействующим факторам

№ п/п	Наименование воздействующего фактора	Характеристика воздействующего фактора	Максимальное значение (диапазон возможных изменений) воздействующего фактора
	Стойкость		
1	Температура окружающей среды	°С	10-40
2	Влажность воздуха	Относительная влаж-	< 85



№ п/п	Наименование воздействующего фактора	Характеристика воздействующего фактора	Максимальное значение (диапазон возможных изменений) воздействующего фактора
		ность при температуре 25 °С, %	
3	Атмосферное давление	Па (мм рт. ст.)	720-790
	Устойчивость		
4	Температура окружающей среды	°С	10-40
5	Влажность воздуха	Относительная влажность при температуре 25 °С, %	< 85
6	Атмосферное давление	Па (мм рт. ст.)	720-790

5.7.1.2 Разрабатываемый СНП должен соответствовать группе механического исполнения М13 по ГОСТ 30631-99.

### 5.7.2 Требования к эксплуатационным показателям

5.7.2.1 Разрабатываемый СНП должен обслуживаться персоналом в количестве 1 чел., прошедшим обучение работе на приборе и инструктаж по технике эксплуатации.

5.7.2.2 Разрабатываемый СНП должен обеспечивать непрерывную работу с остановкой на обслуживание и юстировку не менее, чем через 168 часов.

5.7.2.3 Гарантийный срок разрабатываемого СНП должен составлять 1 год, не менее.

### 5.7.3 Требования по ремонтпригодности

Ремонт СНП осуществляется производителем, ремонт в условиях промышленной эксплуатации не предусматривается.

## **5.8 Требования безопасности**

5.8.1 Технические средства разрабатываемого СНП по требованиям защиты человека от поражений электрическим током должны относиться к классу I и должны быть выполнены в соответствии с ГОСТ 12.2.007.0-75.

5.8.2 Разрабатываемый СНП при монтаже, наладке и обслуживании должен соответствовать общим требованиям безопасности по ГОСТ 12.2.003-91 и ГОСТ 12.3.002-75.

5.8.3 Условия работы персонала разрабатываемого СНП должны соответствовать санитарным нормам по СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03.

## **5.9 Требования к упаковке и маркировке**

### **5.9.1 Требования к упаковке**

Методы и средства консервации и упаковки должны соответствовать требованиям ГОСТ 9.014-78 и обеспечивать сохраняемость без обслуживания в режимах и сроках, соответствующих п.5.4.3 настоящего технического задания.

### **5.9.2 Требования к маркировке**

5.9.2.1 Маркировка должна наноситься на несъемных частях в местах, доступных для обзора.

5.9.2.2 Надписи, цифры, буквы и знаки, нанесенные при маркировке, должны быть хорошо видны, и сохранять четкость в течение всего срока эксплуатации.

5.9.2.3 Маркировка упаковки для транспортирования должна содержать основные, дополнительные, информационные надписи и манипуляционные знаки «Хрупкое», «Осторожно» и «Беречь от влаги».

## **5.10 Требования к консервации, хранению и транспортированию**

5.10.1 Составные части разрабатываемого СНП должны храниться в упакованном виде в отапливаемых и вентилируемых помещениях при температуре от 10 до 35 °С и относительной влажности воздуха не выше 85 % (при температуре 25 °С) при отсутствии в этих помещениях конденсации влаги, паров химически активных веществ и источников мощных электромагнитных полей;

5.10.2 Гарантийный срок хранения разрабатываемого СНП в условиях отапливаемых хранилищ не менее 1 года.

5.10.3 Транспортировка разрабатываемого СНП должна осуществляться в разобранном по составным частям (модулям) виде в специальном ударопрочном контейнере (чемодане).

## **5.11 Требования стандартизации, унификации и каталогизации**

Разработка должна вестись с учетом технической и экономической обоснованной унификации, стандартизации и взаимозаменяемости используемых деталей и узлов.

## **6 Требования по видам обеспечения**

### **6.1 Требования по метрологическому обеспечению**

6.1.1 Метрологическое обеспечение разрабатываемого СНП должно включать в себя совокупность организационных мероприятий, технических средств, требований, положений, правил, норм и методик, необходимых для обеспечения единства измерений и требуемой точности измерений и вычислений.

6.1.2 В ходе выполнения работы должна быть проведена метрологическая экспертиза технической документации в соответствии с требованиями РМГ 63-2003. Документы по результатам метрологической экспертизы должны

быть оформлены установленным порядком и включены в состав отчетной документации, предъявляемой Заказчику.

## **6.2 Требования по программному обеспечению**

6.2.1 В состав программного обеспечения (ПО) разрабатываемого СНП должны входить следующие программные подсистемы и компоненты:

- модуль управления аппаратной частью СНП и сбора данных;
- модуль обработки полученных данных и расчета значений физико-механических величин;

6.2.2 Язык интерфейса пользователя – русский, английский.

## **7. Требования к документации**

7.1 На первом этапе работ должна быть разработана и согласована с Заказчиком «Комплектность технической документации, разрабатываемой в рамках ОКР».

7.2 Техническая (конструкторская, технологическая, программная, эксплуатационная) документация должна соответствовать требованиям стандартов ЕСКД, ЕСТД, ЕСПД.

7.3 Перечень другой отчетной документации, подлежащей оформлению и сдаче Исполнителем Заказчику на этапах выполнения работ, определяется требованиями нормативных актов Заказчика.

7.4 Техническая и другая отчетная документация представляется Заказчику или уполномоченной им организации на бумажном носителе в двух экземплярах и в электронном виде на оптическом носителе в одном экземпляре.

## **8 Специальные требования**

### **8.1 Требования к испытаниям**

8.1.1 Для подтверждения и проверки выбранных конструктивно-схемных, конструктивно-технологических и технических решений, а также требований надежности и других, предъявляемых к разрабатываемому СНП, его состав-

ным частям (сборочным единицам) должны быть изготовлены и испытаны следующие макеты:

1) на этапе Технического предложения:

- макет измерительной головки.

2) на этапе Эскизного проекта:

- макет специализированного радио-электронного обеспечения;

3) на этапе Технического проекта:

- макет системы крепления и позиционирования измерительной головки.

8.1.2 Испытания макетов должны быть проведены по утвержденным программам и методикам головного исполнителя ОКР.

8.1.3 Для подтверждения соответствия разрабатываемой продукции требованиям настоящего технического задания и нормативно-технической документации должны быть проведены следующие испытания опытного образца разрабатываемого СНП:

- предварительные испытания с целью оценки соответствия опытного образца продукции требованиям настоящего технического задания, а также для определения готовности опытного образца к приемочным испытаниям;

- приемочные испытания с целью оценки всех определенных настоящим техническим заданием характеристик продукции, проверки и подтверждения соответствия опытного образца продукции требованиям технического задания в условиях, максимально приближенных к условиям реальной эксплуатации продукции, а также для принятия решений о возможности промышленного производства и реализации продукции.

8.1.4 Для проведения испытаний должно быть изготовлено следующее количество опытных образцов разрабатываемого СНП:

- для предварительных испытаний – 2 шт.;

- для приемочных испытаний - 2 шт.

8.1.5 Предварительные испытания опытных образцов разрабатываемых СНП должны быть проведены по утвержденным программам и методикам головного исполнителя ОКР.

8.1.6 Приемочные испытания опытных образцов разрабатываемых СНП должны быть проведены по утвержденным программам и методикам головного исполнителя ОКР, согласованным с Заказчиком.

8.1.7 Для проведения испытаний должна быть разработана оснастка, предназначенная для:

- установки и управления работой измерительной головки;
- контроля результатов испытаний, отработки измерительных процедур;
- калибровки сигналов нагрузки от 0,5 до 50 мН;
- линейных перемещений по двум координатам в диапазоне от 0,01 до 100 мкм;
- контроля формы алмазного индентора методами оптической и сканирующей зондовой микроскопии.

## **9 Технико-экономические требования**

### **9.1 Основные технико-экономические требования**

9.1.1 Разрабатываемый СНП должен обеспечить следующие социально-экономические эффекты:

- совершенствование эксплуатационных характеристик в части надежности и долговечности машиностроительных изделий;
- усовершенствование тактико-технических характеристик авиакосмических изделий;
- стимулирование разработки новых методов контроля качества материалов и соответствующего метрологического и испытательного оборудования;
- стимулирование создания новых или существенного усовершенствования традиционных методов контроля качества изделий;
- повышение конкурентоспособности машиностроительной продукции;
- улучшение потребительских свойств существующей продукции;
- усиление конкурентных позиций отечественных науки и производства.

9.1.2 Разрабатываемый СНП должен быть ориентирован на коммерческое

применение в следующих областях:

- контроль качества и эксплуатационных характеристик изделий в машиностроительной и авиакосмической отраслях;
- разработка новых конструкционных и функциональных материалов;
- измерение физико-механических характеристик тонких пленок, покрытий и слоесв;
- контроль параметров наноструктурированных материалов используемых в обрабатывающем инструменте.

Разрабатываемый СНП должен являться конкурентоспособным на мировом рынке.

9.1.3 Должны быть проведены маркетинговые исследования состояния рынка аналогов разрабатываемой продукции и разработано обоснование социально-экономической эффективности использования результатов ОКР;

9.1.4 Должен быть разработан бизнес-план производства разработанной продукции.

## **9.2 Требования к достижению программных индикаторов и показателей**

В процессе выполнения ОКР должны быть достигнуты значения программных индикаторов и показателей:

*Заполняется в соответствии с требованиями Заказчика*

## **10 Требования к патентной чистоте и патентоспособности**

10.1 На 1 и 3 этапах работы должны быть проведены патентные исследования в соответствии с ГОСТ Р 15.011-96.

10.2 Патентная чистота на методы изготовления и конструктивные решения должна быть обеспечена в отношении Российской Федерации и стран, куда возможна поставка изделий, а также передача технической, информационной и другой документации.

## **11 Перечень, содержание, сроки выполнения и стоимость этапов**

### **11.1 Наименование этапов и выполняемые работы**

#### Этап 1. Техническое предложение

1.1 Разработка и согласование с Заказчиком «Комплектности технической документации, разрабатываемой в рамках ОКР»

1.2 Проведение патентных исследований в соответствии с ГОСТ Р 15.011-96

1.3 Разработка технического предложения на СНП, в том числе:

- проработка результатов предшествующих НИР и НИИ;
- проработка результатов прогнозирования развития приборостроения для измерения шероховатости твердости и модуля упругости конструкционных материалов;
- предварительные расчеты элементов конструкции СНП;
- сравнительная оценка рассматриваемых вариантов реализации СНП;
- обоснование и выбор оптимального варианта технического решения поставленной задачи.

1.4 Разработка РКД на макет измерительной головки СНП.

1.5 Изготовление макета измерительной головки СНП.

1.6 Разработка программы и методики испытаний макета измерительной головки СНП.

1.7 Разработка РКД на макет специализированного радио-электронного обеспечения.

1.8 Разработка отчетной документации в соответствии с требованиями технического задания и актов Заказчика.

#### Этап 2. Эскизный проект

2.1 Изготовление макета специализированного радио-электронного обеспечения.

2.2. Разработка эскизного проекта на СНП, в том числе:

- исследование, обоснование и формулировка назначения, области приме-



ния и основных технических характеристик СНП;

- проведение ориентировочных расчетов по показателям работоспособности, надежности изделия и экономическим показателям;

- проведение оценки СНП по показателям технологичности, стандартизации и унификации.

2.3 Разработка отчетной документации в соответствии с требованиями технического задания.

Этап 3. Технический проект. Разработка рабочей конструкторской документации

3.1 Проведение патентных исследований в соответствии с ГОСТ Р 15.011-96.

3.2 Разработка технического проекта на СНП.

3.3 Разработка РКД для изготовления макета системы крепления и позиционирования измерительной головки СНП.

3.4 Изготовление макета системы крепления и позиционирования измерительной головки СНП.

3.5 Разработка технического проекта ПО, в том числе разработка структуры программных компонентов и ПО:

- модуля управления аппаратной частью СНП и сбора данных;

- модуля обработки полученных данных и расчета значений физико-механических величин.

3.6. Разработка рабочей конструкторской документации на СНП, в том числе:

-разработка проекта ТУ и эксплуатационной документации.

3.7.Разработка рабочего проекта ПД.

3.8 Проведение метрологической экспертизы технической документации в соответствии с требованиями РМГ 63-2003.

3.9. Разработка отчетной документации в соответствии с требованиями Технического задания.

Этап 4. Изготовление опытного образца и проведение предварительных испытаний

4.1 Разработка программы и методик предварительных испытаний опытного образца СНП.

4.2 Разработка РКД на оснастку для проведения испытаний.

4.3 Изготовление оснастки для проведения испытаний.

4.4 Разработка рабочей ТД на сборку СНП.

4.5 Проведение предварительных испытаний СНП

4.6 Изготовление опытного образца СНП.

4.7 Разработка отчетной документации в соответствии с требованиями ТЗ.

Этап 5. Проведение приемочных испытаний.

5.1 Корректировка РКД, РПД, ЭД, РТД на СНП по результатам предварительных испытаний с присвоением литеры «О».

5.2 Разработка программы и методик приемочных испытаний.

5.3 Проведение приемочных испытаний опытного образца СНП.

5.4 Корректировка РКД, РПД, ЭД, РТД на СНП по результатам приемочных испытаний с присвоением литеры «О1».

5.5 Разработка отчетной документации в соответствии с требованиями ТЗ.

## **11.2 Разрабатываемые документы, сроки исполнения и финансирование по этапам**

*Перечень документов, разрабатываемых на этапах выполнения ОКР, сроки исполнения и контрактная цена приводятся в календарном плане.*

## **12 Порядок приемки этапов ОКР**

12.1 Работы должны выполняться поэтапно в соответствии с требованиями ГОСТ Р 15.201-2000. Требования к этапам выполнения ОКР установлены в разделе 11.1 настоящего технического задания.

12.2 Сдача и приемка выполненных работ (этапов работ) осуществляется в порядке, установленном актами Заказчика, и в соответствии с требованиями настоящего технического задания.

От Исполнителя

От Заказчика

Должность

Должность

\_\_\_\_\_ ФИО

\_\_\_\_\_ ФИО

М.П.

М.П.

ПРИЛОЖЕНИЕ Г. АКТ ИЗГОТОВЛЕНИЯ МОДЕЛЬНЫХ  
ОБРАЗЦОВ ТОНКИХ ПЛЕНОК

**СОГЛАСОВАНО**

Директор ФГБНУ ТИСНУМ



В.Д. Бланк

5 октября 2016 г.

**УТВЕРЖДАЮ**

Генеральный директор ООО  
«Позитив»



Д.О. Алексеев

5 октября 2016 г.

**АКТ**

изготовления модельных образцов тонких пленок

№ 5

5 октября 2016 г.

Комиссия в составе:

председателя	Генерального директора	Д.О. Алексеева
и членов комиссии	Инженера	М.С. Махрова
	Инженера	В.В. Подымова

назначенная приказом по ООО «Позитив» от 04 июля 2014 г. № 12, в период с 10 сентября по 5 октября, с участием сотрудников ФГБНУ ТИСНУМ: зав. отделом А.С. Усеинова, зав. отделом С.А. Перфилова, проверила факт изготовления объектов испытаний.

**1. Комиссии предъявлены:**

1.1 Модельные образцы тонких пленок (далее - Объекты) в количестве 5 шт., №№ 1-5, полученные методами магнетронного напыления (объекты 1-4) и методом CVD-осаждения (№ 5).

1.2 Соглашение о предоставлении субсидии № 14.577.21.0088 от 22 июля 2014 г. между ФГБНУ ТИСНУМ и Минобрнауки России.

1.3 Дополнительное соглашение № 2 к Соглашению о предоставлении субсидии № 14.577.21.0088 от 22 июля 2014 г.

1.4 Договор от 29.04.2014г. №б/н между ФГБНУ ТИСНУМ и ООО «Позитив»

1.5 Распоряжение директора ООО «Позитив» о проведении работ по изготовлению партии модельных образцов тонких пленок для проведения испытаний их механических свойств с целью формулировки предложений по доработке ЭКД, специализированного радиоэлектронного обеспечения и ПО, необходимых для расширения функциональных возможностей СНП в соответствии с п.5.5 Плана-графика Соглашения о предоставлении субсидии № 14.577.21.0088 от 22 июля 2014 г.

## 2. В результате проверки установлено:

2.1 Объекты изготовлены ООО «Позитив» в период с 10 сентября по 5 октября 2016 г.

2.2 Образцы имеют следующий состав: №1 медь на подложке стекла, №2 молибден на подложке стекла, №3 платина на подложке стекла, №4 платина на подложке кремния, №5 DLC на подложке кремния.

## 3. Вывод

Объекты пригодны для проведения испытаний их механических свойств с целью формулировки предложений по доработке ЭКД, специализированного радиоэлектронного обеспечения и ПО, необходимых для расширения функциональных возможностей СНП в соответствии с п.5.5 Плана-графика Соглашения о предоставлении субсидии № 14.577.21.0088 от 22 июля 2014 г.

Председатель  
Члены комиссии



Д.О. Алексеев  
М.С. Махров  
С.А. Перфилов  
В.В. Подымов  
А.С. Усеинов

## ПРИЛОЖЕНИЕ Д. ПРОТОКОЛЫ ИЗМЕРЕНИЙ ТВЕРДОСТИ И ПАРАМЕТРОВ ШЕРОХОВАТОСТИ МОДЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ ТОНКИХ ПЛЕНОК

В данном приложении приведены протоколы испытаний, проведенных Индустриальным партнером на модельных образцах тонких пленок, с целью формулировки предложений по доработке эскизной конструкторской документации, специализированного радиоэлектронного обеспечения, необходимых для расширения возможностей специализированного нанотвердомера-профилометра в соответствии с пунктом 5.5 Плана-графика работ по ПШИ.

## ПРОТОКОЛ № 1

измерений механических свойств модельных образцов тонких пленок,  
проведенных с помощью  
специализированного нанотвердомера-профилометра  
Соглашение №14.577.21.0088 о предоставлении субсидии  
от «22» июля 2014 г.

20 декабря 2016 г.

г. Тутаев, Ярославская область

### 1. Объект испытания:

Образцы покрытий разной толщины, нанесенные на подложку стекла:

Номер образца	Материал покрытия	Толщина покрытия, нм	Подложка
№1	Медь	420	Стекло
№2	Молибден	110	Стекло

2. **Цель испытания:** проверка возможности измерения механических свойств с помощью экспериментального образца СНП

3. **Средство проведения испытаний:** экспериментальный образец специализированного нанотвердомера-профилометра, акт изготовления от «10» июня 2015 г

4. **Методика испытаний:** картографирование модуля упругости (измерение модуля упругости вдоль латеральной координаты  $E(x)$ ). Параметры измерения:

- сдвиг резонансной частоты: 50 Гц,
- амплитуда колебаний: 10 нм
- количество точек измерения: 256
- скорость латерального движения: 10 мкм/с

5. **Дата начала испытания:** 9 декабря 2016 г.



6. Дата окончания испытания: 9 декабря 2016 г.

7. Место проведения испытания: г. Москва, г. Троицк, ул. Центральная, 7а, ФГБНУ ТИСНУМ, отдел исследования физико-механических свойств

#### 8. Результаты испытаний

Номер образца	Материал покрытия	Латеральная координата области покрытия, мкм	Латеральная координата области подложки, мкм	Модуль упругости покрытия, Е, ГПа	Модуль упругости подложки, Е, ГПа
№1	Медь	1-7	12-16	125±10	60±6
№2	Молибден	0-14	16-29	115±10	81±1

#### 7. Замечания и рекомендации

Замечаний и рекомендаций нет.

#### 8. Выводы

Полученные экспериментальные данные подтверждают возможность проведения измерений модуля упругости вдоль латеральной координаты  $E(x)$  с помощью экспериментального образца специализированного нанотвердомера-профилометра.

#### Испытание проводили

Инженер



В.В. Подымов

Инженер



М.С. Махров

## ПРОТОКОЛ № 2

измерений механических свойств модельных образцов, проведенных с помощью

специализированного нанотвердомера-профилометра

Соглашение №14.577.21.0088 о предоставлении субсидии

от «22» июля 2014 г.

20 декабря 2016 г.

г. Тутаев, Ярославская область

### 1. Объект испытания:

Образцы покрытий разной толщины, нанесенные на подложки стекла и кремния:

Номер образца	Материал покрытия	Толщина покрытия, нм	Подложка
№3	Платина	160	Стекло
№4	Платина	150	Кремний
№5	Алмазо-подобный углерод (DLC)	200	Кремний

2. **Цель испытания:** проверка возможности измерения механических свойств с помощью экспериментального образца СНП

3. **Средство проведения испытаний:** экспериментальный образец специализированного нанотвердомера-профилометра, акт изготовления от «10» июня 2015 г

4. **Методика испытаний:** измерение твердости и модуля методом инструментального индентирования. Параметры измерения:

- Максимальная сила нагружения:

образец №3: 17.5 мН

образец №4: 40 мН

образец №5: 40 мН

- Скорость нагружения: 100 нм/с

- Время выдержки при максимальной нагрузке: 5 секунд

5. Дата начала испытания: 9 декабря 2016 г.

6. Дата окончания испытания: 9 декабря 2016 г.

7. Место проведения испытания: г. Москва, г. Троицк, ул. Центральная, 7а, ФГБНУ ТИСНУМ, отдел исследования физико-механических свойств

## 8. Результаты испытаний

В таблицах приводятся результаты измерений твердости и модуля упругости испытываемых двухслойных структур. Измерение механических параметров структуры зависит от глубины погружения индентора, изменяясь от величин типичных для пленки к величинам, типичным для подложки. Таким образом, твердость и модуль упругости в таблице 1 приведены в зависимости от глубины индентирования.

Результаты измерений для образца №3

Контактная глубина, нм	Твердость, ГПа	Модуль упругости, ГПа
57	5.6	113
59	5.9	137
57	6.3	144
60	5.8	120
57	6.2	154
58	6.0	129
71	6.7	120
82	7.2	101
88	6.4	119
84	6.9	112
94	7.2	114
113	6.4	93
102	7.6	100

116	7.2	98
111	7.6	109
113	7.5	104
122	7.5	98
122	7.5	100
126	7.2	92
134	7.3	102
164	7.4	102
161	7.6	104
162	7.5	101
171	8.0	106
171	8.0	94
187	7.8	102
187	7.7	101
218	8.0	95
218	8.0	94
217	8.1	96
216	8.5	91
218	8.4	94
223	8.0	95
231	7.8	92
227	8.1	91
229	7.9	92
230	7.9	93
245	7.6	90
243	7.8	90
270	8.3	93
270	8.3	92
275	8.0	90

Результаты измерений для образца №4

Глубина индентирования, нм	Твердость, ГПа	Модуль упругости, ГПа
63	7.6	361
73	8.2	368
83	7.0	372
73	8.5	365
79	8.3	408
83	7.8	377
87	8.1	394
82	9.0	384
90	8.3	346
93	8.8	363
117	8.1	322
105	9.7	366
119	9.9	348
117	10.1	348
134	11.3	332
136	11.0	322
148	10.9	320
159	12.1	360
169	11.9	303
174	12.4	310
176	12.1	298
176	12.1	313
189	11.6	294
183	12.2	299
184	12.2	313
192	12.2	290
188	12.6	300
188	12.7	314

192	13.0	319
195	12.7	335
199	12.3	326
212	12.5	327
212	12.5	312
235	13.4	292
236	13.3	262
231	13.8	265
245	14.2	261
255	13.1	270
249	13.8	249
262	13.5	220
267	14.5	227
282	14.0	196
295	13.7	193
310	14.7	168

Результаты измерений для образца № 5

Глубина индентирования, нм	Твердость, ГПа	Модуль упругости, ГПа
40	39.3	266
42	38.4	266
46	35.3	255
50	37.5	271
56	33.8	266
55	39.0	283
59	36.2	276
63	34.5	270
64	35.6	282
74	29.8	249
75	30.1	260
76	30.8	273
76	32.3	263
77	32.4	269
81	31.3	266
89	28.0	254
88	29.5	262
93	28.0	259
88	31.4	262
101	27.3	256
104	27.4	260
110	25.8	251
115	25.2	251
119	24.8	259
127	25.7	240
133	24.7	246
142	22.9	247
139	25.1	223

145	24.3	235
160	21.1	233
143	26.8	222
155	24.0	224
164	22.5	219
178	20.0	200
162	24.0	214
167	23.4	212
166	24.1	211
172	23.2	209
173	23.5	206
179	22.7	207
184	22.1	204
186	22.1	208
189	21.9	200
206	19.3	187
216	18.1	200
215	18.7	190
206	20.7	204
227	17.9	187
213	20.8	189
230	18.4	183
217	21.8	179
276	17.8	156
283	17.4	159



## 7. Замечания и рекомендации

Замечаний и рекомендаций нет.

## 8. Выводы

Полученные экспериментальные данные подтверждают возможность проведения измерений твердости и модуля упругости методом инструментального индентирования с помощью экспериментального образца специализированного нанотвердомера-профилометра.

### Испытание проводили

Инженер



В.В. Подымов

Инженер



М.С. Махров

ПРИЛОЖЕНИЕ Е. МАРКЕТИНГОВОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ РЫНКА ПРИБОРОВ  
ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ И КОНТРОЛЯ ПАРАМЕТРОВ РЕЛЬЕФА И  
МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТЕЙ МАТЕРИАЛОВ

УТВЕРЖДАЮ  
Генеральный директор  
ООО «Позитив»

  
Д.О. Алексеев  
«30» декабря 2016 г.  
М.П.



МАРКЕТИНГОВОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ РЫНКА  
ПРИБОРОВ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ И КОНТРОЛЯ  
ПАРАМЕТРОВ РЕЛЬЕФА И МЕХАНИЧЕСКИХ  
СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТЕЙ МАТЕРИАЛОВ

## СОДЕРЖАНИЕ

1. Резюме .....	196
1.1. Параметры исследования .....	196
1.2. Основные выводы по исследованию .....	197
2. Характеристика продукта .....	200
2.1. Свойства и области применения .....	200
2.2. Технология проведения измерений .....	202
3. Российский рынок .....	204
3.1. История развития методов измерения твердости как методов исследования поверхностей .....	204
3.2. Основные параметры рынка .....	208
3.3. Основные тенденции рынка .....	211
3.4. Факторы, влияющие на рынок .....	212
3.5. Потенциальные потребители .....	215
3.6. Крупнейшие мировые производители .....	221
3.7. Сравнительный анализ ЭОСНП с приборами конкурентов .....	238

## 1. Резюме

### 1.1. Параметры исследования

Параметр исследования	Описание параметра
Цель исследования	Анализ российского рынка приборов для технологического контроля механических свойств поверхностей и материалов
Задачи исследования	1. Определение основных параметров оборудования для контроля механических свойств поверхности (объем, тенденции, факторы, влияющие на развитие рынка)
	2. Обзор ассортимента оборудования, поставляемого на Российский рынок
	3. Профили крупнейших производителей оборудования для механического контроля поверхностей
Методы исследования и источники информации	Экспертные оценки, кабинетное исследование, анализ вторичной информации
Сроки проведения исследования	октябрь - декабрь 2016
География исследования	Россия

## 1.2. Основные выводы по исследованию

Экспериментальный образец специализированного нанотвердомера-профилометра (ЭОСНП) предназначен для контроля с нанометровым пространственным разрешением шероховатости, твердости и модуля упругости внутренних поверхностей открытых или глухих каналов в узлах и агрегатах изделий и механизмов, применяемых в машиностроительной и авиакосмической отраслях. ЭОСНП также может быть использован в следующих областях:

- Машиностроение;
- Авиастроение;
- Защитные покрытия;
- Вакуумная техника;
- Композитные материалы;
- Керамические покрытия и объемные изделия;
- Твердые сплавы и металлы.

Методы исследования поверхностей при помощи внедрения или иного взаимодействия с более твердыми телами имеют вековую историю. На сегодняшний день существует система эталонов, а также необходимая математическая база для проведения подобных исследований.

Основными методиками ЭОСНП являются:

- Измерение шероховатости методом полуконтактной сканирующей зондовой микроскопии;
- Измерение модуля упругости методом инструментального индентирования;
- Измерение твердости методом инструментального индентирования;
- Измерение твердости методом склерометрии (царапания)
- Измерение отношения твердости к квадрату модуля упругости методом силовой спектроскопии.

Рынка, на котором были бы представлены полные аналоги производимого оборудования, на данный момент не существует. Потенциальный объем мирового рынка наиболее схожих по применению устройств (нанотвердомеров) составляет на конец 2016 года оценивается в 30 млн. долл. США. Мировая доля рынка, образованная контактными профилометрами, контурографами и атомно-силовыми микроскопами, оценивается в 300 млн. долл. США, российская часть – в 400 млн. руб.

Основные направления развития приборостроения:

- разработка новых методик;
- специализация на заданном диапазоне сил/перемещений;
- адаптация к измерениям биообъектов;
- автоматизация и упрощение интерфейса;
- обеспечение возможности проведения измерений при повышенных и пониженных температурах;
- обеспечение измерений внутри электронного микроскопа;
- улучшение программного обеспечения с точки зрения визуализации и обработки результатов.

Основные факторы, оказывающие влияние на рынок:

- Политика выделения грантов;
- Создание центров коллективного пользования;
- Таможенные условия;
- Государственная поддержка и развитие промышленных предприятий;
- Уменьшение среднего возраста конечных пользователей оборудования.

Основные конкуренты на Российском рынке:

Компания Nysitron – лидер на рынке. Доля продаж оценивается в 60%. Стоимость оборудования может составлять несколько десятков млн. руб. в зависимости от конфигурации, набора опций и региона поставки. Слабые места –

высокая стоимость прибора, невозможность проведения измерений внутренних поверхностей сантиметрового диаметра, на метровом удалении от отверстия.

Другие иностранные компании (Keysight, Anton Paar, Micro Materials и т. д.) Оборудование имеет схожую с Nysitron стоимость, обладаю при этом более низким набором опций.

Российские производители оборудования с долей 15%. Российских производителей отличает низкая маркетинговая активность и, как следствие, невысокие продажи.

## 2. Характеристика продукта

### 2.1. Свойства и области применения

Экспериментальный образец специализированного нанотвердомера-профилометра (ЭОСНП) предназначен для контроля шероховатости, твердости и модуля упругости внутренних поверхностей сквозных и глухих каналов диаметром 9 мм и более, на удалении от входного отверстия канала не более 2000 мм и позволяет проводить:

- Измерение геометрических параметров рельефа внутренней поверхности с субмикронным и нанометровым пространственным разрешением методом полуконтактной сканирующей зондовой микроскопии;
- Измерение твердости покрытий с помощью методов склерометрии и инструментального индентирования;
- Определение модуля упругости методом инструментального наноиндентирования;
- Определение отношения твердости к квадрату модуля упругости методом силовой спектроскопии.

Работа ЭОСНП основана на подходах, свойственных сканирующим зондовым микроскопам, содержащим в себе функцию индентирования, и предполагает контроль взаимодействия острия индентора с исследуемой поверхностью.

ЭОСНП состоит из следующих конструктивных узлов:

- измерительная головка;
- блок электронного обеспечения головки измерительной
- персональный компьютер
- блок управления трансляторами линейными
- система взаимного позиционирования
- система крепления и фиксации головки измерительной
- система виброизоляции



- постамент и рабочий стол
- программное обеспечение

Для работы ЭОСНП не требуется создания дополнительных условий, измерения проводятся на открытом воздухе. При проведении испытаний измерительная головка располагается внутри полости и на исследуемом объекте. Система крепления и позиционирования обеспечивает перемещение измерительной головки внутри образца. В процессе профилирования исследуемой поверхности усилие воздействия индентора не превышает 0.5 мН, измерение твердости и модуля упругости методом инструментального индентирования проводится с нагрузками до 60 мН, что позволяет измерять характеристики тонких покрытий.

В качестве наконечников, используемых в ЭОСНП для проведения всех измерительных процедур, используются инденторы, изготовленные из синтетического алмаза. Геометрия индентора изготавливается в соответствии с формой трехгранной пирамиды Берковича. Использование алмаза в качестве материала наконечника позволяет проводить измерение модуля упругости вплоть до 600 ГПа и твердости вплоть до 50 ГПа. Данное обстоятельство даёт преимущество ЭОСНП перед приборами, проводящими измерение механических свойств более мягкими наконечниками (например, атомно-силовыми микроскопами, АСМ, оснащенными мягкими кремниевыми кантилеверами с невысокой изгибной жесткостью консоли).

ЭОСНП применим в следующих отраслях и сферах:

- Машиностроение;
- Авиакосмическая промышленность;
- Полупроводниковые технологии;
- Изготовление защитных покрытий;
- Трубопрокат;
- Вакуумная техника;
- Контроль твердости металлов и сплавов.

## 2.2. Технология проведения измерений

Наряду с пределом текучести, твердость является одним из наиболее широко используемых параметров, характеризующих устойчивость твердого тела к разрушению. В случае измерения данной величины методом микроиндентирования, или просто традиционного индентирования, после нанесения отпечатка с заданной нагрузкой производится измерение его площади, например, при помощи оптических методов, что широко распространено в промышленности. Такой способ испытаний, в отличие от метода инструментального индентирования, обеспечивает более точное определение твердости, так как учитывает площадь образовавшихся пластических навалов по периметру отпечатка. Однако, применение данного метода позволяет получить только твердость материала, в то время как при измерениях методом инструментального индентирования (наноиндентирования) определяются также и модуль упругости материала. Кроме того, можно отметить, что при измерениях методом наноиндентирования, в связи с отсутствием необходимости измерения остаточного отпечатка возможно уменьшение времени проведения испытаний, особенно в тех случаях, когда для измерения необходимо проводить для отпечатков субмикрометрового масштаба, и, соответственно, приходится использовать более время-затратные по сравнению с оптической микроскопией методы.

В процессе наноиндентирования вычисление параметров производят на основе диаграммы нагружение–разгрузка, что, как уже было указано выше, позволяет получить как модуль упругости так и твердость материала. Данное обстоятельство позволяет не только охарактеризовать как упругие и пластические свойства, но и получить отношения, например, куба твердости к квадрату модуля упругости, что характеризует устойчивость материала к его износу.

За последние несколько десятилетий метод инструментального индентирования получил достаточно широкое распространение: появился

международный стандарт ISO 14577, регламентирующий требования к прибору и проведению непосредственно самого измерения. Данный стандарт состоит из четырех частей и описывает непосредственную процедуру измерений, калибровку измеряющих устройств, измерения и требования к эталонным образцам, а также последовательность измерений покрытий. На основе международного стандарта был издан его отечественный вариант – ГОСТ 8.748-2011 «Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании».

Кроме твердомеров, проводящих измерения методом микро и наноиндентирования, существуют также ультразвуковые приборы (UCI hardness testers), производящие внедрение осциллирующего штока в поверхность. Данные изделия отличаются доступной ценой, однако обладают и чрезвычайно ограниченной областью применения: устройство, предназначенное для измерения металлов, не способно измерять пластики или керамические материалы.

Кроме того, измерение твердости также проводят методом склерометрии (царапания), который, например, в случае однородной по механическим свойствам, но более шероховатой поверхности более удобен к применению, чем описанные выше методы нано- и микроиндентирования. Этот метод не позволяет получить значения модуля упругости, и во многом аналогичен распространенному методу индентирования, обладая при этом меньшей локальностью.

Представленные выше подходы и методы измерения твердости имеют различные ограничения и являются актуальными для различных областей применения. Образец ЭОСНП совмещает в себе свойства склерометрии и царапания, и имеет конструкцию, адаптированную для применения внутри сквозных или глухих каналов, что делает его применения актуальным именно в этой области.

### 3. Российский рынок

#### 3.1. История развития методов измерения твердости как методов исследования поверхностей

##### **Склерометрия (царапание)**

Оценка сравнительной твердости твердых тел путем царапания их другими твердыми телами, принятыми за эталоны, является одним из первых методов исследования механических свойств твердых поверхностей, насчитывающим около 300 лет. Еще в 1640 г. испанский ученый Альваро Барба писал о подразделении драгоценных камней на способные и неспособные царапаться посредством напильника.

В 1822 г. австрийский минералог и геолог Фридрих Моос разработал шкалу, состоящую из 10 эталонных минералов с возрастающей твердостью, которая позволяет оценивать относительную твердость испытуемого материала по его способности царапаться эталонами. Шкала Мооса по результатам недавно проведенных исследований оказалась необыкновенно удачно подобранной и сохраняет свое значение в минералогии по настоящее время.

В 1896 году первый профессор металлургии в Великобритании Томас Тёрнер создал прибор для измерения твердости – склерометр. Твёрдость определялась по весу груза (в граммах) на алмазном наконечнике, требуемому для создания царапины на материале. Царапиной в данном случае считалась видимая невооружённым глазом тёмная линия на яркой поверхности.

Испытание царапанием при применении малых нагрузок на острие являлось долгое время единственным методом испытания на микротвердость. В 1926 г. Американское общество по испытанию материалов (ASTM) опубликовало отчет своего «подкомитета по микротвердости», занимавшегося изучением появившегося незадолго до того нового метода испытания царапанием (по Бирбауму). Под термином «микротвердость» тогда понималось только испытание царапанием.

## Методы вдавливания наконечников (индентирование)

С конца XIX века активно стал развиваться метод индентирования.

Метод вдавливания основывается на внедрении индентора известной формы в поверхность материала. Применяются различные формы наконечников: стальной закаленный шарик, стальной конус, алмазный конус, алмазные пирамиды с квадратным или треугольным основанием и др.

Различаются и методы вычисления твердости. Твердость может рассчитываться как отношение усилия к площади поверхности отпечатка (метод Бриелля, Виккерса) или к площади проекции отпечатка (метод Мейера), также твердость может определяться по глубине вдавливания индентора (метод Роквелла).

В 1937 г. была впервые применена алмазная пирамида с квадратным основанием, смонтированная на револьверной головке настольного микроскопа вместо объектива, для измерения твердости с малыми нагрузками.

Стандартизация метода испытания на микротвердость алмазной пирамидой была впервые выполнена в Советском Союзе. Также было опубликовано подробное изложение методики испытания, теории метода и богатых возможностей его использования в области металловедения и физико-химического анализа для изучения полупроводников, твердых сплавов, абразивных материалов, минералов и горных пород, пластмасс, стекол, тонких покрытий, а также в качестве производственного неразрушающего метода контроля.

В настоящее время большое число фирм выпускают микротвердомеры с испытательной нагрузкой от 1 гс. Такие твердомеры сочетают в себе механическую, оптическую и электронную технику для измерения микротвердости образцов. Твердомеры комплектуются сменными наконечниками, следовательно, возможно использование различных инденторов. В основном используются алмазные инденторы Виккерса, Берковича, Кнупа. Возможно использование специальных инденторов.

## **Наноиндентирование**

Чтобы минимизировать роль человеческого фактора в этих измерениях, превзойти «оптический» предел разрешения и вовсе избавиться от трудоемкого оптического способа измерения размеров отпечатка, в 50-е годы XX в. были созданы устройства автоматического нагружения и датчики (индукционные и емкостные), используемые в процессе измерения глубины невосстановленного отпечатка. Тогда же был впервые реализован метод непрерывного вдавливания с одновременной регистрацией глубины внедрения индентора  $h$  и величины нагрузки  $P$ .

В начале 60-х годов прошлого века под руководством М.М.Хрущева в Институте машиноведения им. А.А.Благонравова этот метод получил дальнейшее развитие, и был назван испытанием на твердость по глубине отпечатка или методом кинетической твердости. Дальнейшее развитие метод измерения твердости по глубине отпечатка получил в работе Дж. Песики, Р.Хатчинга и В.Оливера. Улучшив точность измерения перемещения индентора до 0,16 нм, они в 1983 году совершили прорыв в области измерения глубин, намного меньших 1 мкм.

В 1985 году начался промышленный выпуск первого нанотвердомера — прибора "NanoIndenter". С конца 90-х годов XX века появился новый класс приборов – сканирующие нанотвердомеры. Этот вид приборов сочетает в себе функции и возможности нанотвердомера для нанесения отпечатков и сканирующего зондового микроскопа для их визуализации.

## **Сканирующая зондовая микроскопия**

Сканирующая зондовая микроскопия – один из мощных современных методов исследования морфологии и локальных свойств поверхности твердого тела с высоким пространственным разрешением. За последние 10 лет сканирующая зондовая микроскопия превратилась из экзотического метода, доступного лишь ограниченному числу исследовательских групп, в широко

распространенный и успешно применяемый инструмент для исследования свойств поверхности.

Комбинация возможностей сканирующей зондовой микроскопии наноиндентирования позволяет визуально выбрать место для проведения измерения и затем получить трехмерное изображение отпечатка индентора и поверхности вокруг него с разрешением от сотых долей нанометра. По полученным изображениям отпечатка можно непосредственно оценить контактную площадь и сравнить ее с вычисляемой из кривой  $P(h)$ .

Таким образом, возможно существенно повысить достоверность оценки твердости малых объемов материалов, визуализировать структурные особенности поверхности вокруг отпечатка с нанометровым пространственным разрешением и экспериментально проверить модели физических механизмов, описывающих деформацию в малых объемах материалов.

### 3.2. Основные параметры рынка

Прямых аналогов изготавливаемого изделия нет, ниже приводится оценка объема рынка устройств, имеющих аналогичные функции.

Объем рынка наноинденторов по данным отчета Федерального министерства образования и научных исследований Германии [1] составляет порядка 30 млн. долл. США, по оценке Oxford Instruments [2] рынок наномеханических устройств составляет 70 млн. долл. США в год. Объем рынка атомно-силовых микроскопов, занимающих другую нишу, однако также как и ЭОСНП позволяющих характеризовать шероховатость на субмикронном уровне составляет 100 млн. долл. США в год. Размер рынка контурографов и профилометров, проводящих исследования контактными методами оценивается также в 100 млн. долл. США в год. Также можно провести оценку объема российского сегмента рынка. По экспертным данным объем российского сектора наноинденторов за последние десятилетие достигал 100-150 млн. руб. в год. Часть российского рынка, которая соответствует совокупной доле рассматриваемых устройств, оценивается в 400 млн. руб. в год. Мировой рынок является достаточно устойчивым, в то время как его российская часть существенно зависит от общей экономической конъюнктуры.

В дополнение, для сравнения можно провести оценку всех видов промышленных и лабораторных испытательных установок для исследования механических характеристик материалов. Согласно отчету Frost & Sullivan (Analysis of the Global Material Testing Equipment Market) ключевыми игроками на рынке являются компании представленные на рисунке Е.1:





Рисунок Е.1 – Основные игроки на рынке [3]

В таблице ниже представлен список компаний из перечня основных игроков на рынке оборудования для исследования физико-механических свойств материалов, характеризующихся наибольшим количеством сотрудников и годовым доходом.

Таблица Е.1. Перечень компаний – наиболее крупных игроков на мировом рынке оборудования для испытания механических свойств

Название компании	Годовой доход	Количество сотрудников
Zwick/Roell	210 млн. евро	1250
Instron (ITW)	600 млн. \$ (оценка)	>2000
MTS	564 млн. \$	2147
Shimadzu (часть «Material testing» ~5%)	2.8 млрд \$ («Material testing» ~140 млн. \$)	~10400

Для представленного ряда компаний следует отметить, что компания Schimadzu преимущественно производит рентгеновские устройства, спектрометры, электронные микроскопы, в то время как разрывные машины, твердомеры и прочее оборудование, входящее в категорию «Material testing», составляет только небольшую часть продукции, которую на основе общего количества всех категорий предоставляемого оборудования можно оценить в 5%. Весь объем рынка измерительного оборудования «Material testing» оценивается компанией MTS [4] в 3 млрд долл. США, при этом оценка рынка исследования материалов составляет порядка 0.9 млрд. долл. США.

### 3.3. Основные тенденции рынка

Главенствующими направлениями развития приборов и методов исследования механических свойств поверхностей и материалов и поверхностей являются:

- изучение физико-механических материалов свойств на субмикронном и нанометровом уровнях, исследование «размерных» эффектов;
- разработка новых методик выполнения измерений и соответствующих аналитические модели для обработки экспериментальных данных;
- снижение требований к квалификации оператора за счет упрощения пользовательских интерфейсов и автоматизации ряда функций;
- открытая архитектура (модульность) – возможность объединять с другими приборами и методами исследования, проводить эксперименты в различных средах: жидкость, газы;
- упрощение настроек и калибровки системы;
- перевод прибора в режим работы 24/7.

### 3.4. Факторы, влияющие на рынок

Основные факторы, оказывающие влияние на рынок:

#### **Темпы развития промышленности и глобализация рынка**

Востребованность контроля внутренней поверхности изделий определяется темпами развития научной отрасли и отраслей, использующих данную продукцию. Ужесточение требований к техническим параметрам изготавливаемой продукции приводит к потребности разработки новых технологий с сопутствующим контролем продукции. Данные тенденции подвержены влиянию степени глобализации рынка, а также напрямую зависят от его размеров и существующей конкуренции.

#### **Политика выделения грантов**

Несмотря на то, что гранты обычно не считаются рыночным инструментом, они могут послужить важным стимулом в развитии инновационной экономики страны. Современная политика, направленная на выделение грантов малыми средним предприятий в научно-технической сфере, способствует их развитию и укреплению позиций на рынке.

#### **Создание центров коллективного пользования**

В России продолжается кампания по государственной финансовой поддержке центров коллективного пользования (ЦКП) научным оборудованием.

В целом, создание и поддержка сети ЦКП являются эффективным направлением развития приборной базы сектора исследований и разработок, что подтверждается практикой функционирования центров. Перспективы сети ЦКП связаны с развитием достигнутого успеха за счет дальнейшего повышения материально-технической оснащённости центров.

Основными задачами мероприятия являются:

- поддержка и дальнейшее развитие материально-технической оснащённости сети центров коллективного пользования (ЦКП), обладающих современной приборной базой и обеспечивающих проведение научных исследований на мировом уровне;

- включение в сферу охвата сети ЦКП новых научных направлений и увеличение возможностей приборно-инструментального обеспечения научных исследований;
- расширением присутствия ЦКП в регионах России, обладающих соответствующим научным потенциалом;
- увеличение количества организаций-пользователей научным оборудованием сети ЦКП;
- поддержка проведения научных исследований на базе ЦКП;
- усиление участия ЦКП в международных научных проектах.

Наиболее востребованными для ЦКП являются «приборы-комбайны», которые сочетают в себе несколько методов исследований объектов или манипуляций с объектами, легки в использовании, не требуют длительного времени на проведение настроек системы для проведения новой операции.

### **Таможенные условия**

Сложившаяся в настоящее время система таможенных пошлин во многих случаях стимулирует ввоз в страну оборудования, в том числе высокотехнологического, аналоги которого производятся или недавно производились в России, что не отвечает интересам развития отрасли.

### **Государственная поддержка и развитие промышленных предприятий**

В рамках Государственной программы поддержки российских предприятий предусматривается ряд мероприятий, в числе которых применяются различные субсидии (например, на лизинг и поддержку текущей деятельности), поддержка экспорта российской продукции (в виде возмещения части затрат на уплату процентов по кредитам, полученным в российских кредитных организациях в 2005-2012 годах, для производства продукции на экспорт), взносы в уставные капиталы. Все эти меры способны повысить позицию предприятия на российском рынке и способствовать выходу на мировой рынок.

### **Снижение среднего возраста конечных пользователей оборудования**

С каждым годом появляется все больше ученых «новой школы», которые используют в своих исследованиях оборудование, работающее в микро- и наномасштабах.

### 3.5. Потенциальные потребители

К основным целевым группам потребителей можно отнести научно-производственные и промышленные предприятия, активно внедряющие новые технологические стадии при производстве оборудования, в том числе, нанесение тонких функциональных покрытий и входной/выходной контроль качества изделий. Также в круг потенциальных потребителей попадают технические ВУЗы, на кафедрах которых ведутся разработки новых материалов или технологий обработки поверхностей для последующего внедрения в промышленности.

#### **Производители компонентов и элементов вакуумных установок:**

- ИТЦ МИКРОН
- ООО «Вакуумные системы и электроника»
- ООО «Современные Технологии и Криогенные Системы»
- ООО «Дана Инжиниринг»
- ООО «ЭРСТВАК»
- ООО «АВАКС»
- ООО «Вактрон»
- ФГУП ЭЗАН
- ООО «ОПТИКОН»
- АО «НПФ «Диполь»
- ООО «БЛМ Синержи»
- ГК «Криосистемы»
- ООО "Научно-производственное объединение "Геликон"
- ЗАО «Вакуумные Ионные Технологии»

#### **Производители буровых инструментов:**

- АО «Тагири»
- ООО НПП «БУРИНТЕХ»
- ОАО "Сарапульский машзавод"

- ОАО "Дрогобычский долотный завод"
- ОАО Уралбурмаш
- ОАО "Волгабурмаш"
- ООО "Сервик"
- ООО «Варел НТС»
- ОАО «Азнефтехиммаш»

#### **Производители цилиндрических двигателей:**

- ОАО «АвтоВАЗ»
- ОАО «Заволжский моторный завод» (ЗМЗ)
- ООО «Нижегородские моторы»
- ОАО «Ульяновский моторный завод» (УМЗ)

#### **Производители сварных труб:**

- Таганрогский МЗ
- Выксунский МЗ
- Северский ТЗ
- Альметьевский ТЗ
- Энгельский ТЗ
- ВЗТМД
- Новосибирский МЗ
- Челябинский ТПЗ
- Первоуральский НТЗ
- Профиль-А
- Борский ТЗ
- Магнитогорский МК
- Северсталь
- Новолипецкий МК
- Уралтрубпром

#### **Наука и образование в России - ВУЗы**



В эту группу попадают два вида университетов - Национальные исследовательские университеты и Федеральные университеты (остальные не получают финансирования на регулярной основе и в должном объеме) – и различные предприятия, работающие с государственными заказами (оборонный комплекс, космос, нанотехнологии). Список приоритетных вузов приведен ниже.

Федеральные университеты:

- Сибирский федеральный университет;
- Балтийский федеральный университет имени Иммануила Канта;
- Дальневосточный федеральный университет;
- Казанский (Приволжский) федеральный университет;
- Северный (Арктический) федеральный университет имени М.В. Ломоносова;
- Северо-Восточный федеральный университет имени М.К. Аммосова;
- Северо-Кавказский федеральный университет;
- Уральский федеральный университет имени Первого Президента России Б.Н.Ельцина;
- Южный федеральный университет.

Национальные исследовательские университеты:

- Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»;
- Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»;
- Белгородский государственный университет;
- Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики»;
- Иркутский государственный технический университет;
- Казанский государственный технический университет им. А. Н. Туполева;
- Казанский государственный технологический университет;

- Мордовский государственный университет им. Н. П. Огарева;
- Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет);
- Национальный исследовательский университет «МИЭТ»;
- Московский государственный строительный университет (МГСУ);
- Московский государственный технический университет им. Н. Э. Баумана;
- Московский физико-технический институт (государственный университет);
- Московский энергетический институт (технический университет);
- Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского;
- Новосибирский государственный университет;
- Пермский государственный университет;
- Пермский национальный исследовательский политехнический университет;
- Российский государственный медицинский университет;
- Российский государственный университет нефти и газа им. И. М. Губкина;
- Самарский государственный аэрокосмический университет им. акад. С. П. Королева;
- Санкт-Петербургский государственный горный институт им. Г. В. Плеханова (технический университет);
- Санкт-Петербургский государственный политехнический университет;
- Санкт-Петербургский государственный университет информационных технологий, механики и оптики;

- Учреждение Российской Академии наук Санкт-Петербургский академический университет — научно-образовательный центр нанотехнологий РАН;
- Саратовский государственный университет им. Н. Г. Чернышевского;
- Томский политехнический университет;
- Томский государственный университет;
- Южно-Уральский государственный университет.

### **Научные центры в России**

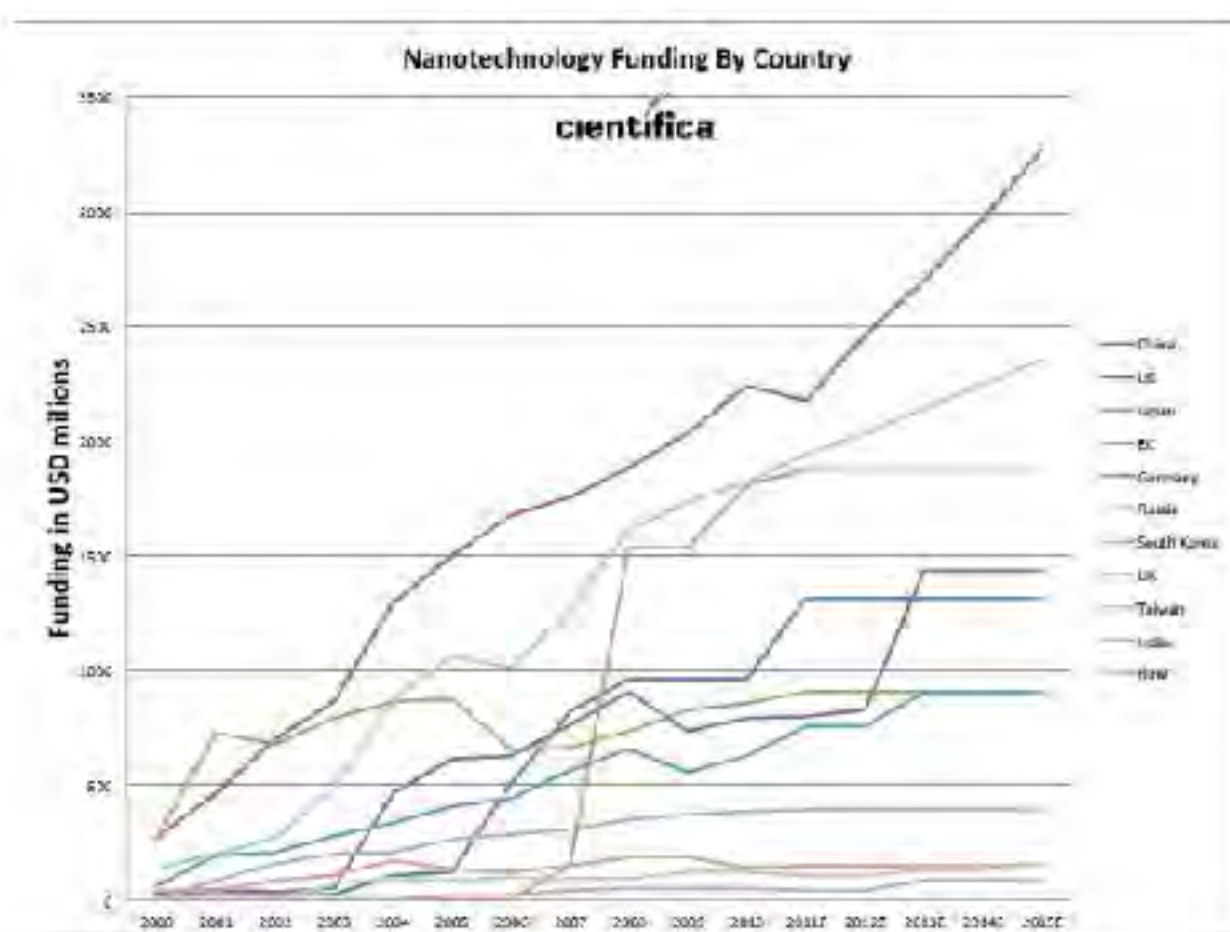
К данной группе относятся, прежде всего, центры коллективного пользования (ЦКП), количество которых на территории Российской Федерации в настоящее время составляет 524 единицы. Кроме того, к потенциальным потребителям этой категории также можно отнести научно-образовательные центры (НОЦы). На сегодняшний день в ЦКП установлен ряд устройств позволяющих модифицировать поверхность объектов механическим и иным способом, наносить напыление тонких пленок; ЭОСНП может быть использован для контроля изготавливаемых покрытий объектов как с точки зрения механических свойств поверхности, так и с точки зрения шероховатости, данная задача особенно актуальна в случае нанесения покрытий на внутренние поверхности труб. В российских ЦКП имеется достаточно большое количество различных видов микроскопов, спектрометров и другого оборудования, в то время как приборы для измерения физико-механических свойств на субмикронном масштабе представлены весьма ограниченно.

### **Промышленные предприятия с госзаказами в России**

В эту группу попадают все предприятия, где есть необходимость в измерениях свойств поверхности, где ведется переоснащение и внедрение новых технологий с использованием новых материалов, в частности, в таких отраслях как авиакосмическая промышленность, судостроение, автомобилестроение, атомная промышленность, нефте- и газодобыча и переработка, электроэнергетика.

## Крупные научные центры за рубежом

Согласно исследованию, проведенному агентством Scientifica [5], финансирование научных и производственных предприятий, работающих с наноматериалами или в наномасштабах год от года стабильно растет. Лидером на сегодняшний момент является США. В Европейском регионе большая часть средств приходится на Германию. Так же суммарно высокий показатель у стран Азии. Оценка объема мирового рынка на 2013 год составляет 12 млрд. долл США в год.



funding of nanotechnologies by country (source: Scientifica Ltd 2013)

Рисунок Е. 2 – Финансирование нанотехнологий различными странами

### 3.6. Крупнейшие мировые производители

В данном разделе приводятся сведения о крупнейших производителях оборудования, позволяющего производить исследования твердости (наноиндензоры и микроиндензоры) и шероховатости поверхности (профилометры).

#### **Производители наноиндензоров**

К основным конкурентам можно отнести приборы следующих иностранных производителей:

- Hysitron
- Anton Paar
- Nanovea
- Keysight
- Nanomechanics
- Micro Materials
- Zwick Roel
- IBIS Fischer Creeps
- Asylum
- Nanovea

#### **Hysitron, Inc.**

Сайт: <http://www.hysitron.com>

Компания Hysitron, является мировым лидером в области разработки и коммерциализации устройств для измерения механических свойств. Осуществляет свою деятельность с 1992 года, являясь пионером в области производства наноиндензоров с функцией in-situ сканирования. Компания имеет ряд представительств по всему миру (рисунок Е.3).





Рисунок Е.3 – Расположение лабораторий компании Hysitron

Основные методы, реализованные в продукции Hysitron включают в себя инструментальное индентирование, сканирование поверхности, скрэтч-тесты, динамические измерения (DMA: dynamic measurement analysis). Кроме того, компания предлагает, пожалуй наиболее широкий на сегодняшний день набор опций, позволяющий производить измерения внутри колон электронных микроскопов, проводить электрические и трибологические исследование совмещать измерение, доступные в стандартной конфигурации с рамановской и флуоресцентной спектроскопией. Кроме того, компания предлагает расширение для проведения измерений при повышенных температурах.

С точки зрения измерения механических свойств вне колон оптических микроскопов компания предлагает несколько индентирующих модулей, размещающихся в системах TI 950 TriboIndenter или TI 980 TriboIndenter. Каждый из модулей рассчитан на свой диапазон усилий; вид модулей, а также максимальная нагрузка перечислены в таблице Е.2.

Таблица Е.2. Основные модули, используемые в системах TriboIndenter

Название модуля	xProbe	2D Transducer	Omniprobe
-----------------	--------	---------------	-----------

Внешний вид			
Максимальное усилие	500 мкН	10 мН / 30 мН	10 Н

Датчик xProbe [6] основан на MEMS технологиях и предназначен для нанесения индентов с очень маленькой нагрузкой, обладая уровнем шумов по силе, сравнимым с таковым для атомно-силовых микроскопов. Существует также конфигурация xProbe 2D, позволяющая измерять боковую нагрузку.

Датчик 2D Transducer [7] пришел на смену основному преобразователю three plate patented transducer, являвшимся основой приборов Hysitron долгие годы. В отличие от своего предшественника также позволяет измерять латеральную нагрузку, сохраняя при этом способность сканирования поверхности при совмещении с пьезокерамическим актюатором.

Модуль Omniprobe [8] является аналогом модуля MultiRange NanoProbe, предлагаемого для конфигурации TI Premier, обладая, однако при этом дополнительной функцией скрэтч – измерений. Актюатором является пьезокерамический элемент, измерения перемещения производятся емкостным способом.

Компания Hysitron представляет достаточно широкий спектр модулей, позволяющих производить внутри электронных микроскопов: как сканирующих, так и просвечивающих [9,10]. Соответствующие модули представлены на рисунке Е.4:



Рисунок Е.4 – Модули Hysitron для измерения внутри электронных микроскопов:  
 а) PI85L SEM PicoIndenter б) PI 88 SEM PicoIndenter в) PI 95 TEM PicoIndenter

Дополняет линейку специализированных модулей устройство IntraSpect 360, позволяющее совмещать рентгеновские измерения с инструментальным индентированием.

В заключение можно отметить, что относительно недавно в линейку оборудования был включен BioIndenter [11], предназначенный для измерения биологических образцов. Интересным является факт того, что аналогичное название было дано и прибору фирмы Anton Paar, более подробную информацию о данной торговой марке можно найти по следующему адресу [12].



Рисунок Е.5 – Внешний вид прибора IntraSpect 360

В качестве вывода можно отметить, что компания Hysitron является лидером рынка, закрывая все диапазоны, свойственные инструментальному индентированию рядом различных модулей. Кроме того, Hysitron представляет наиболее широкий набор расширений и опций, как для проведения измерений внутри другого аналитического оборудования, так и для измерения дополнительных свойств.

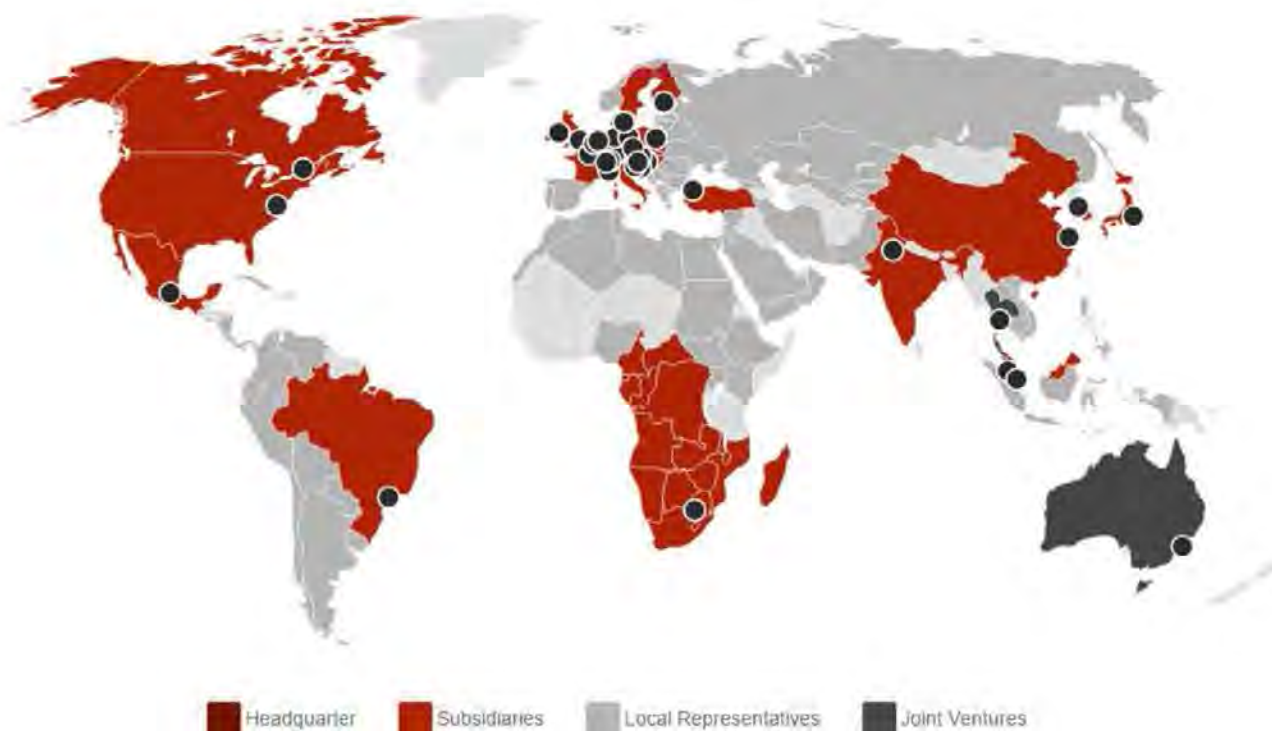
В качестве недостатков изготавливаемого оборудования можно указать его высокую стоимость.



## Anton Paar

Сайт: <http://www.anton-paar.com/corp-en/products/group/indentation-testing/>

Линейка нановердомеров представлена в данной компании с ноября 2013 года, когда Anton Paar купил компанию CSM Instruments, основанную в 1998 году. Головной офис компании находится в Австрии, компания имеет свои представительства по всему миру.



Компания Ниенпанц (отдел лабораторного оборудования) является эксклюзивным представителем компании Anton Paar на российском рынке.

В базовой комплектации в одном приборе Anton Paar используется один основной измерительный модуль (с оптическим микроскопом), согласно основному модулю называется весь прибор. В линейке имеются следующие виды инденторов:

- Micro Indentation Tester (MIT)
- Nanoindentation (NHT)
- Ultra Nanoindentation Tester (UNHT)
- Bioindenter (UNHT Bio)
- High Temperature Ultra Nanoindentation (UNHT HTV)

Срэгч-тестеры представлены следующими приборами:

- Revetest, Macro Scratch Tester
- Micro Scratch Tester (MST)
- Nano Scratch Tester (NST)

Прибор MHT предназначен для нанесения индентов с нагрузками до 30 Н. Возможно нанесение индентов методом многоциклового нагружения, используется пирамидальный индентор формы Виккерса.

Устройство NHT предназначено для нанесения индентов с нагрузками от 100 мкН до 500 мН и глубина от величин менее 20 нм до величин более 100 мкм. В основу работы прибора положен электромагнитный способ задания силы и емкостной способ измерения перемещений.

Прибор UNHT предназначен для нанесения достаточно малых индентов (уровень шумов по силе  $< 0.1 \mu\text{N}$ , уровень шумов по перемещению 0.003 нм), максимальная нагрузка составляет 100 мН, максимальное перемещение – 100 мкм. На основе данного прибора создан UNHT HTV – прибор, позволяющий проводить измерения при расширенном диапазоне температур (от  $-150^{\circ}\text{C}$  до  $800^{\circ}\text{C}$ ).

Прибор UNHT Bio позволяет индентировать с нагрузками до 20 мН, позволяя при этом исследовать объекты с малой податливостью – биологические материалы, в которых для типичных, используемых в измерениях наконечниках, диапазон нагрузок составляет единицы-десятки-сотни микроНьютонов при перемещениях от сотен нанометров до десятка микрометров.

В целом можно отметить, что компания Anton Paar в части изготовления наноинденторов занимает наряду с Hysitron лидирующие позиции на рынке, отставая при этом в темпе развития опциональной функциональности приборов.

## Keysight

Компания Keysight предлагает инструмент Nano Indenter G200 [13] – довольно старую разработку, принадлежащую MTS, Veeco, Agilent и затем

Keysight. С разработкой данного устройство связан один из ключевых ученых, внесших вклад в развитие метода инструментального индентирования Warren Oliver, что придает особую привлекательность данному изделию. Внешний вид прибора представлен на рисунке Е.6.



Рисунок Е.6 – Внешний вид прибора Keysight G200

Конструкция данного прибора вполне аналогично представленному выше ННТ: задание силы производится электромагнитным способом, измерения перемещения производится емкостным способом. Прибор также способен прикладывать нагрузки до 500 мН, диапазон индентирования – до 500 мкм.

К прибору существует дополнительная опция малых нагрузок – индентирующая головка DCM II, позволяющая проводить измерения с силой до 30 мН и с перемещением до 70 мкм. Также присутствует ряд дополнительных опций:

- Lateral Force Measurement (LFM)
- High Load Option
- Heating Stage Option
- NanoVision Option

Размеры компании Keysight, на порядок превышают размеры компании Anton Paar (годовой доход ~ 3 млрд. \$ против 200-300 млн. \$ у Anton Paar, 10k сотрудников против ~ 2k сотрудников Anton Paar), ее акции торгуются на бирже NYSE. Соответственно шире и география представительств партнеров компании.

Вместе с тем производство наноинденкторов является далеко не самым главным направлением деятельности компании. Более того, развитие продукта G200 не наблюдалось уже последние годы, или даже десяток лет, что скорее всего связано с уходом из Agilent одних из основных идеологов и разработчиков данной продукции: Warren Oliver, John Swindeman и Kermit Parks.

Таким образом, не смотря на большой размер компании, прибор G200 является обособленным продуктом, теряющим свою популярность на рынке, практически прекратив свое технологическое развитие.

### **NanoTest Vantage (Micro Materials)**

Сайт: <http://www.micromaterials.co.uk>

Компания основана в 1988 году. Головной офис находится в Великобритании.

Система NanoTestVantage совмещает в себе инструмент для проведения полного цикла наномеханических и нанобиологических тестов.



Рисунок Б.7 – Внешний вид прибора NanoTestVantage

Исследования могут проводиться:

- в температурных диапазонах от -30 до 750 ° C;
- в жидкостях;

- газовых средах;
- контролируемой влажности.

NanoTest является модульной системой, что позволяет полностью настраивать ее под задачи пользователя и расширять функциональность прибора, подключая дополнительные модули

На приборе могут измеряться следующие параметры материалов:

- Жесткость;
- Текучесть;
- Модуль упругости;
- Пластичность.

### **(IBIS) Fischer-Cripps Laboratories Pty Ltd**

Сайт: <http://www.ibisonline.com.au>

Компания основана в 1966 г. Головной офис находится в Австралии.

Система IBIS – высокоточный наноиндептор, соответствующий требованиям ISO14577. Благодаря специальному конструктиву, этот инструмент подходит для измерений мягких и твердых материалов и скретчинга без необходимости менять измерительную голову.



Рисунок E.8 – Внешний вид прибора IBIS

Измеряемые величины:

- Твердость;
- Модуль Юнга;

- Вязкость;
- Растекание;
- Устойчивость к трещинам;
- Динамический модуль;
- Склерометрия;
- Трение;
- Износостойкость;
- Рельеф поверхности.

Особенности системы:

- Автоматическое создание профиля исследования по данным измерений;
- Квазистатическое наноиндентирование;
- Возможность загрузки сценариев исследования;
- ПО с инструментами математического анализа и статистики;
- Тестирование растяжения и сжатия;
- Моторизованная Z ось с автоматическим подводом;
- Система магнитного крепления образца;
- Изоляция корпуса от акустических шумов и термодрейфов;
- Алмазная пирамида Берковича (калиброванная);
- Не требует перенастройки между экспериментами.

## **MFP (Asylum Research)**

Сайт: <http://www.asylumresearch.com>

Компания основана в 1999 году, а 19 декабря 2012 года была поглощена американской компанией Oxford Instruments. Головной офис в США.

В отличие от систем индентирования, построенных на основе атомно-силового микроскопа (АСМ) и использующих в качестве индентора капиллевер, наноиндентор MFP перемещает специальный индентор перпендикулярно поверхности. Такой тип перемещения позволяет избежать ошибок, характерных

для систем, использующих в качестве индентора кантилевер, и возникающих из-за поперечных перемещений. По сравнению с коммерчески выпускаемыми АСМ, оснащенными системами индентирования, MFP Наноиндентор обеспечивает более низкие пределы обнаружения и более высокое разрешение при измерении силы и глубины индента. Все это сочетается с чрезвычайной точностью сканирования АСМ.



Рисунок E.9 – MFP Nanoindenter

MFP может быть установлен на АСМ или поставляться в комплекте с АСМ MFP-3D.

Прибор состоит из следующих узлов:

- Измерительная головка MFP Наноиндентора;
- Оптическая система;
- Измерительный преобразователь;
- Столик с микрометрической резьбой для перемещения индентора.

### **Nanomodule indentation (Nanovea)**

Сайт: <http://www.nanovea.com>

Компания основана в 2004 году, является филиалом MicroPhotonicsInc. Головной офис находится в США.



Рисунок Е.10 – Внешний вид прибора Nanovea PB1000

Компания предлагает комплекс оборудования для оценки:

- твердости и модуля упругости;
- адгезионной/когезионной прочности;
- механизма разрушения покрытий;
- механизма износа и износостойкости;
- коэффициента трения;
- профиля поверхности;
- шероховатости поверхности.

В модельном ряду оборудования представлены:

- Нанотвердомеры;
- скретч-тестеры;
- Трибометры;
- Профилометры.



В дополнение к серийной продукции Nanovea изготавливает специальные системы по требованию заказчика.

### **Производители микротвердомеров**

Данные устройства отличаются от ЭОСНП диапазоном прикладываемых нагрузок, выполняя однако при этом сходную функцию измерения твердости материалов. Среди производителей данного оборудования можно выделить:

- Instron
- Zwick/Roell
- EmcoTest/Struers
- Developed and manufactured at EMCO-TEST, represented by Struers!
- Buehler
- Mitutoyo
- InnovaTest
- Shimadzu
- Leco
- Affri

### **Instron**

Изготавливает микроиндентационные головки, которые могут быть закреплены на таких системах как 5948 MicroTester system и ElectroPuls E1000 Dynamic Test, вид которых представлен на рисунке E.11 [14,15].



Рисунок Е.11 – Внешний вид устройств 5948 MicroTester system и ElectroPuls E1000

Головки позволяют прикладывать усилия от  $<10$  мН и индентационную глубину менее 10 нм.

### **Zwick/Roell**

Одна из крупнейших компаний на рынке. Основана в 1920 году, представлена в 56 странах, имеет производство в Германии, Великобритании, штаб-квартиры в США и Сингапуре. Доход компании составляет 236 млн. евро, штат насчитывает порядка 1350 сотрудников [16]. Изготавливает следующие модели универсальных твердомеров:

- ZHU250CL Universal Hardness Tester

Позволяет проводить исследования согласно следующим стандартам

- Vickers (HV) ISO 6507, ASTM E 384
- Knoop (HK) ISO 4545, ASTM E 384
- Brinell (HBW) ISO 6506, ASTM E 10
- Rockwell (HR) ISO 6508, ASTM E 18
- Vickers depth measurement HVT VDI/VDE 2616-1
- Brinell depth measurement HBT VDI/VDE 2616-1

- Ball indentation hardness (H) (ISO 2039-1) (plastics)

Диапазон нагрузок позволяет прикладывать усилия до 2.5 кН, что как существенно превышает типичные для ЭОСНП усилия (десятки мН).

- ZHU187.5 Universal Tester

Позволяет проводить исследования следующими методами:

- Vickers hardness (macro)
- Brinell hardness (up to 1839 N)
- Rockwell hardness (classic method)

Обеспечивает нагрузки от 29.4 Н до 1.839 кН.

В модельном ряду компании имеется также ряд микротвердомеров с более близкими к ЭОСНП нагрузками:

- ZHV $\mu$  / ZHV30 Vickers Tester

Позволяют измерять твердость по Виккерсу и Кнупу согласно ISO 6507, ISO 4545 и ASTM E 384 в диапазоне нагрузок от HV0.01 до HV2 (от ~100 мН до ~20 Н) для прибора ZHV $\mu$  и от HV0.2 до HV30 для прибора ZHV30. Изображение данных устройств ZHV $\mu$  и ZHV30 представлено на рисунке E.12.



Рисунок E.12 – Внешний вид приборов Zwick / Roell ZHV $\mu$  и ZHV30

- ZHV10 Vickers Tester

Позволяет измерять твердость по следующим шкалам:

- Vickers hardness,
- Knoop hardness,
- Brinell hardness,

В соответствии со своим названием имеет диапазон до HV10 (HV0.2-HV10).

Можно заметить, что также существуют китайские аналоги данных устройств, однако в большинстве данные устройство практически не перекрываются по измеряемому диапазону с ЭОСНП и тем более не могут проводить измерение внутренних поверхностей с отверстиями малого диаметра.

### **Производители профилометров**

На рынке присутствуют различные производители данного оборудования: как отечественные, так и зарубежные. К отечественным производителям можно отнести завод Протон-МИЭТ [17], среди зарубежных производителей можно выделить:

- Mahr
- Bruker
- Zygo
- Mitutoyo

Продукция данных компаний обладает рядом сходных черт, ниже приводятся сведения о приборах компании Mahr.

#### **Mahr**

Изготавливает ряд изделий для контактного контроля поверхности, среди которых [18]:

- MarSurf XR 1
- MarSurf XR 20
- MarSurf XCR 20
- MarSurf UD 130
- MarSurf LD 130

MarSurf XR 1 и MarSurf XR 20 являются контактными профилометрами, позволяющими измерять шероховатость в соответствии с международным стандартом ISO (ISO 16610-21, ISO 16610-31, ISO 12085), изделия MarSurf XCR 20, MarSurf UD 130, MarSurf LD 130 являются контурографами-профилометрами. Данные изделия позволяют профилировать поверхность с

нагрузками ~ 0.5-120 мН (сила выбирается из доступных диапазонов: 0.5-30 мН, 1-120 мН и т.д. или имеет единственное доступное фиксированное значение) на скорости до 10 мм/с .

Согласно представленным характеристикам, профилометры позволяют измерять шероховатость поверхности с прижимом равным или превышающим таковым для ЭОСНП. Вместе с тем, естественно данные приборы в отличие от ЭОСНП не позволяют измерять свойства поверхности.

### 3.7. Сравнительный анализ ЭОСНП с приборами конкурентов

В таблицах, приведенных ниже по тексту представлено сравнение разрабатываемого ЭОСНП с наиболее известными и значимыми образцами конкурирующего оборудования, представленными на мировом рынке: рассматриваются именно нанотвердомеры, в том числе включающие в себя функцию сканирования / профилирования, данные изделия способны измерять механические свойства поверхности в области нагрузок и перемещений тиличных для ЭОСНП, а ряд их них, также как и ЭОСНП обладает функцией профилирования. Сравнение приводится по основным параметрам, имеющим значение как для профилирования, так и для измерения свойств методом инструментального индентирования: диапазону и уровню шумов для канала измерения перемещения и нагрузки.

## Сравнение возможностей ЭОСНП и аналогов, представленных на мировом рынке, с точки зрения технических характеристик

			Hysitron TI 950 Triboindenter					Agilent / Keysight G200																					
			основная модель	основная модель (+боковая сила)	основная модель	модуль больших нагрузок	модуль больших нагрузок	модуль больших перемещений	модуль маленьких нагрузок	модуль маленьких нагрузок (+ боковая сила)	основная модель	модуль маленьких нагрузок	модуль больших нагрузок	модуль боковых нагрузок	сканер для измерения топографии in-situ														
			1D transducer	2D transducer	Closed Loop Scanner	3D OmniProbe	MultiRange NanoProbe, Scratch Stage	xZ 500 Extended Displacement Stage	xProbe	xProbe 2D	Standard XP Indentation Head	DCM II	High Load Option	LFM	NanoVision														
название																													
описание																													
сила	X-Y	разрешение	3 uN												<2uN														
		уровень шума	10 uN		see(estimation)->					40 uN					< 50 nN														
		диапазон	2 mN		5N					5N					>250mN														
		примечание													X&Y														
	Z	разрешение	<1nN	<-see(estimation)												3nN	<1mN												
		уровень шума	≤30 nN	<-see(estimation)		see(estimation)->					0.0007% max F					≤30 nN	< 2 nN	< 30 nN	<0.1uN	<10nN									
		диапазон	10 mN	<-see(estimation)		1N-10N					150mN-10N					500 uN					500mN	30mN	10N						
		примечание	Imaging Contact Force: ≤70 nN	<-see(estimation)		CSM: 0.1-100Hz										Load frame stiffness 5 x 10 <sup>6</sup> N/m, Contact Force ≤ 1 um					S<5*10 <sup>6</sup> N/m								
перемещение	X-Y	разрешение	4nm																										
		уровень шума	10 nm												< 0.5 nm					position accuracy < 20 um									
		диапазон			100 um										60 um (Piezo)					>100mm	100um								
		примечание			linearity ≥99.95%					Scratch: ≤ 150 mm (um?)					Scratch: ≤ 160 um					f>120Hz									
	Z	разрешение	<0.02 nm	<-see(estimation)												< 0.006 nm					<0.01nm	0.2pm	0.01nm						
		уровень шума	<0.2 nm	<-see(estimation)							0.5nm					~ 1 nm					< 0.020 nm	<1nm	<0.1nm						
		диапазон	> 5 um	<-see(estimation)		15 um					80um					80um					500 um					1.5mm	70um	>500um	
		примечание	Drift: <0.05 nm/sec	<-see(estimation)																	max indentation depth >500um					stiffness ~100N/m, i. stiffness	frame stiffness 5*10 <sup>6</sup> N/m		

			ZHN nanomechanical hardness tester (Zwick / Roell, asmec)				iNANO (Nanomechanics Inc.)		MicroMaterials NanoTest Vantage				Anton Paar: UNHT	Anton Paar: Bioindenter	
			основная модель	модуль малых нагрузок	модуль боковых нагрузок	XYZ моторизованные трансляторы	основная модель	модуль больших нагрузок	основной вариант - малые нагрузки	основной вариант - большие нагрузки	измерение топографии in-situ	модуль нанозноса и склерометрии	нано модуль (прибор) для компактной или открытой платформы	прибор-модуль содержит отдельные датчики силы и перемещения	
			Normal Force Unit (NFU) (1016415)	Normal Force Unit (NFU) (1016416)	Lateral Force Unit (LFU)		iNANO nanoindenter	iMicro	Low load	High load	Nanopositioning Stage	Nano-Scratch & Wear module	UNHT	Bioindenter	
			описание												
			название												
сила	X-Y	разрешение			< 10 uN							0.5-1uN? (from Coefficient) up to 500mN norm load.			
		уровень шума													
		диапазон			±2 N										
		примечание													
	Z	разрешение	≤0.02 uN	≤0.002 uN			3 nN	6 nN					0.001uN	0.0004 uN	
		уровень шума	≤ 2 uN (1σ at 8 Hz)	≤ 0.2 uN (1σ at 8 Hz)					<1uN?				0.25-0.5uN (100nN in noise free lab)		
		диапазон	±2N	±2 N			50mN	1000 mN	10uN-500mN	0.2-20N or 0.1-20N			10mN-fine 50mN-standard (100mN-	20 mN	
		примечание	70 Hz max for CSM 300 Hz max for oscil 40 kHz acquis	70 Hz max for CSM 300 Hz max for oscil 40 kHz acquis			frame stiffness > 10 <sup>6</sup> N/m, dynamic excitation freq: 0.1 Hz- 1 kHz; S= 200 N/m (vertical) S=80						drift 1ppm/°C frame stiffness >>10 <sup>8</sup> N/m f=130Hz, CSM<200Hz		
перемещение	X-Y	разрешение			< 1 nm						2nm-res(RMS?)	2nm-res(RMS?)			
		уровень шума									3nm accuracy	3nm accuracy			
		диапазон			±35 um	200 mm / 100 mm						200um	200um		
		примечание				25 mm -max scratch length									
	Z	разрешение	≤ 0.002 nm	≤ 0.002 nm			0.02 nm	0.04nm	0.001nm				0.001nm (0.0003nm )	0.0003 nm	
		уровень шума	≤0.3nm (1σ at 8 Hz)	≤ 0.3nm (1σ at 8 Hz)			< 0.1 nm	<0.25 nm					0.1nm (0.03nm in noise-free lab)		
		диапазон	± 200 um	± 200 um		70 mm	50 um	80 um	0-100um 40um				10um fine range 100um	100 um	
		примечание					100 kHz data acquisition/500 Hz closed loop						drift 1ppm/°C frame stiffness >>10 <sup>8</sup> N/m f=130Hz		



			Anton Paar: NHT	Anton Paar: MHT	Fisher-Cripps: IBIS Nanoindentation system				Nanovea: mechanical tester			Asylum: MFP Nanoindenter		ФГБНУ ТИСЧУМ
			нано модуль (прибор) для компактной или открытой платформы	микро модуль (прибор) для компактной или открытой платформы	малые нагрузки	средние нагрузки	высокие нагрузки	боковые нагрузки	модуль малых нагрузок	модуль средних нагрузок	модуль высоких нагрузок	модуль стандартных нагрузок	модуль малых нагрузок	универсальный нанотвердомер профилометр
			NHT	MHT	Model A	Model B	Model C	lateral force unit	Nano	Micro	Macro	standard flexure model	low flexure model	ЭОСНП
описание														
название														
сила	X-Y	разрешение						0.0006mN/0.006mN	0.065 uN & 0.3 uN	1.2mN	6.1mN			измерение латеральной нагрузки не предусмотрено ТЗ
		уровень шума						0.005mN / 0.01 mN	50 uN & 250 uN	7mN	35mN			
		диапазон						±20mN/±200mN ... avail. ±1N only X	400mN & 1800mN	40N	200N			
		примечание												
	Z	разрешение	0.04 uN	0.3 mN/	0.015uN	0.05uN	3uN		0.03 uN / 0.06 uN / 0.15 uN / 0.3 uN / 1.5 uN / 3 uN / 7.5 uN / 15 uN	0.06mN	3.1mN / 6.2 mN			30 uN
		уровень шума	min load <0.05 mN contact force < 1 uN		<0.5uN	<1uN	<10uN			0.75mN	3.5 mN / 7 mN	75nN (0.1-250Hz)	15nN (0.1-250Hz)	100 uN
		диапазон	500 mN	10 N (30 N optional)	10mN & 100mN	50mN & 500mN	200mN & 2N (5N max)		400 mN / 800 mN / 1800 mN / 4800	0.05-40 N	0.2-200N / 0.4-400 N	20mN	4mN	0.1-60 mN
		примечание	load. rate up to ~10000 mN/min, CSM<20Hz (option)						DMA up to 50Hz	no DMA	no DMA	m=250mg f=700Hz	m=200mg f=300Hz	
перемещение	X-Y	разрешение												измерение латеральной нагрузки не предусмотрено ТЗ
		уровень шума												
		диапазон							force sensor dep.: 66mm, 136 mm	100mm	100mm	90um CL	90um CL	
		примечание							max speed: 2um/s	Z stage displ: 25mm	Z stage displ: 25mm	sensor nonlin. <0.5%	sensor nonlin. <0.5%	
	Z	разрешение	standard: 0.004 nm high range: 0.03 nm	0.3 nm (1.5 nm)	0.0015nm	0.003nm	0.006nm		0.003nm	1.2 nm / 3 nm	3 nm			3 nm
		уровень шума			0.025nm	0.05nm	0.1nm		0.4nm (ideal 0.15nm) & 1.2nm	2.5nm	3 nm	<0.3nm sensor noise (0.1Hz-1kHz)	<0.3nm sensor noise (0.1Hz-1kHz)	10 nm
		диапазон	20/200 (500 um - travel range)	200 um (1 mm optional)	1um & 10um	2um & 20um	4um & 40um		50um (250 um)	100um	300um	15/40um	15/40um	35 мкм
		примечание							DMA up to 50Hz	no DMA	no DMA	sensor nonlin. <0.2%	sensor nonlin. <0.2%	

Из представленного сравнения видно, что прибор имеет диапазон нагрузок, соответствующий области малых усилий, что соответствует «нано» модулям представленных устройств. Отношение верхней границы измеряемого диапазона к уровню разрешения или шумов канала перемещения и измерения нагрузки для ЭОСНП оказывается меньше, чем для аналогичных устройств, однако, вместе с тем, ни одно представленных выше изделий не способно измерять свойства внутренних поверхностей отверстий диаметром 9мм на удалении от отверстия до 2 м.

Таким образом, изделие является специализированным и имеющим преимущества для конкретного вида изделий. Вместе с тем его стоимость не должна значительно превышать стоимость аналогичной продукции, так как при большой стоимости изделия экономичным и целесообразным способом измерения является разрушение изделия и измерение его поверхности обычными способами. Таким образом, верхняя оценка цены изделия составляет 100 тысяч долларов США.

Данное маркетинговое исследование было проведено на основании информации, имеющийся в свободном доступе в сети Интернет, а также с использованием технической и конструкторской документации ФГБНУ ТИСНУМ. В результате проведенного анализа рынка оборудования для исследование механических характеристик поверхностей и материалов, можно заключить следующее:

Разработанный ЭОСНП является востребованным с точки зрения его применения для специализированных изделий, требующих контроля их внутренней поверхности. В сравнении с наноинденторами прибор обладает основными функциями проведения измерений: инструментальное индентирование, позволяющее получить твердость и модуль упругости, а также профилирование поверхности, позволяющее получить параметры шероховатости.

Для начала продаж необходимо создать условия для существенного снижения отпускной цены прибора с целью создания рынка и формирования перечня лояльных потребителей, до тех пор, пока список поставленных приборов не превысит нескольких десятков изделий в год.

### **Список источников**

1. [https://www.bmbf.de/pub/nanoDE\\_Report\\_2013\\_eng.pdf](https://www.bmbf.de/pub/nanoDE_Report_2013_eng.pdf) [Electronic resource].
2. <https://www.oxford-instruments.com/OxfordInstruments/media/global/investors/capital-markets-days/2013/Capital-Markets-Day-2013-All-Presentations.pdf> [Electronic resource].
3. <http://www.frost.com/sublib/display-report.do?id=NF76-01-00-00-00>.
4. [http://www.mts.com/cs/groups/public/documents/corporatedocuments/dev\\_004099.pdf](http://www.mts.com/cs/groups/public/documents/corporatedocuments/dev_004099.pdf) [Electronic resource].
5. <http://cientifica.com/wp-content/uploads/downloads/2011/07/Global-Nanotechnology-Funding-Report-2011.pdf> [Electronic resource].
6. <https://www.hysitron.com/media/1570/xprobeou-r2f.pdf> [Electronic resource].
7. <https://www.hysitron.com/products-services/options-upgrades/2d-transducer> [Electronic resource].
8. <https://www.hysitron.com/products-services/options-upgrades/3d-omniprobe> [Electronic resource].
9. <https://www.hysitron.com/techniques-properties/hybrid-imaging-techniques/scanning-electron-microscopy> [Electronic resource].
10. <https://www.hysitron.com/techniques-properties/hybrid-imaging-techniques/transmission-electron-microscopy> [Electronic resource].
11. <https://www.hysitron.com/products-services/instruments-for-microscopes/biosoft-in-situ-indenter> [Electronic resource].

12. [https://www.docketalarm.com/cases/TTAB/91222565/Hysitron\\_Inc.\\_v.\\_Anton\\_Paar\\_TriTec\\_SA/](https://www.docketalarm.com/cases/TTAB/91222565/Hysitron_Inc._v._Anton_Paar_TriTec_SA/) [Electronic resource].
13. <http://www.keysight.com/en/pd-1675520-pn-U9820A/agilent-nano-indenter-g200?cc=RU&lc=rus>.
14. <http://www.instron.us/en-us/products/testing-systems/universal-testing-systems/electromechanical/5900/microtester> [Electronic resource].
15. <http://www.instron.us/products/testing-systems/dynamic-and-fatigue-systems/electropuls/e1000> [Electronic resource].
16. <https://www.zwick.com/about-us> [Electronic resource].
17. [http://zproton.ru/profilometr\\_modeli\\_130.html](http://zproton.ru/profilometr_modeli_130.html) [Electronic resource].
18. <https://www.mahr.com/en/Services/Production-metrology/Products/MarSurf---PC-Based-Roughness-Measuring-Units/> [Electronic resource].