ISO – ЭТО ПРОСТО! ISO IS EASY!

А.Усеинов*, В.Решетов*, И.Маслеников*, К.Кравчук* / useinov@mail.ru
A.Useinov*, V.Reshetov*, I.Maslenikov*, K.Kravchuk*

В 2002 году Международной организацией по стандартизации был принят стандарт ISO 14577, который регламентировал измерение твердости и ряда других механических характеристик методом инструментального индентирования. Рассмотрим историю и перспективы развития этого стандарта, а также реализацию его методик на практике с применением российских нанотвердомеров семейства "НаноСкан".

In 2002, the ISO 14577 standard, which regulated the measurement of hardness and other mechanical characteristics by the instrumental indentation method, was adopted by the International Organisation for Standardisation. We should consider the history and prospects of development of this standard as well as the implementation of its techniques with the Russian nanohardness testers of the NanoScan family.

Измерение механических свойств материалов с нанометровым пространственным разрешением прочно вошло в практику современных исследований в области материаловедения. Особенно актуально наномасштабное измерение механических характеристик наноструктурированных конструкционных и функциональных материалов, а также тонких пленок и покрытий. Одна из важнейших характеристик таких материалов – твердость. Поскольку ее определение значительно менее трудоемко, чем большинства других механических свойств, и не сопровождается разрушением изделия, этот вид испытаний широко применяется в промышленности.

Самым распространенным способом измерения твердости является индентирование – вдавливание в образец твердого тела известной формы (индентора) с последующим наблюдением результатов воздействия на материал (отпечатка на его поверхности). В зависимости от формы наконечника и особенностей протоколирования испытаний различают методы измерения по Виккерсу, Бринелю, Кнупу и т.п. Твердость в рамках данных методов определяется как отношение приложенной нагрузки к площади видимого отпечатка.

В результате развития материаловедения, активного внедрения микро- и наноструктурирования, широкого использования тонких пленок и покрытий, методы, базирующиеся на наблюдении отпечатков, перестали отвечать задачам исследователей. На смену им пришел метод, основанный

на регистрации и последующей математической обработке зависимости прикладываемой нагрузки от глубины внедрения индентора, характеризующей весь процесс индентирования. Этот принцип позволил выполнять измерения при субмикронных и нанометровых глубинах внедрения, когда непосредственное наблюдение отпечатка крайне затруднительно или невозможно. Особо значим данный подход, если размеры отпечатка находятся в субмикронной области, так как общепринятые для макроиндентирования оптические методы перестают работать, методы СЗМ требуют точного позиционирования в область индента и дополнительного времени для сканирования, а применение электронной микроскопии из-за сложности (в совокупности с пробоподготовкой) и дороговизны практически исключено в рутинных экспериментах.

Основы индентирования, известного в СССР как "метод кинетической твердости", были разработаны советскими учеными С.И.Булычевым и В.П.Алехиным в 1960–70 годах [1]. В течение двух последующих десятилетий шло активное развитие приборной базы для механических испытаний, а также появлялись новые модели, описывающие взаимодействие индентора с материалом при вдавлении [2–4]. Однако широкое распространение метод получил после публикации статьи американских ученых У.Оливера и Дж.Фарра [5], предложивших наиболее согласованную модель анализа экспериментальных данных, а также реализовавших этот

* Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов / Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials

метод в одном из первых коммерческих нанотвердомеров.

В 2002 году Международной организацией по стандартизации (ISO) был принят стандарт ISO 14577, который состоял на тот момент из трех частей и регламентировал измерение твердости и ряда других механических характеристик на основе анализа зависимости приложенной нагрузки от глубины внедрения индентора [6]. Данный метод получил устоявшееся название – "инструментальное индентирование". В первой части ISO 14577 изложены общие принципы метода, даны рекомендации по выбору инденторов, рассмотрены вопросы неопределенности измерений. Вторая часть [7] посвящена вопросам калибровки аппаратных средств, применяющихся для выполнения измерений. В третьей части [8] содержатся требования к мерам твердости – образцам, используемым для косвенной калибровки приборов и подтверждения их метрологических характеристик.

В 2007 году была принята четвертая часть стандарта ISO 14577-4 [9], посвященная особенностям применения инструментального индентирования для измерения механических свойств тонких пленок и покрытий. В том же году Американская ассоциация измерений и материалов (American Society of Testing and Materials – ASTM) приняла стандарт E2546-07 [10], в сжатом виде повторяющий все основные положения ISO 14577 1-3. В 2011 году в Российской Федерации появился стандарт ГОСТ Р 8.748-2011 [11],

который по своему содержанию соответствует первой части ISO 14577 в редакции 2002 года.

В 2015 году приняли новую редакцию ISO 14577 [12–14], уточняющую и дополняющую многие аспекты измерений методом инструментального индентирования. Также опубликован проект новой редакции четвертой части, который пока не имеет официального статуса.

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ ISO 14577

Суть процедуры индентирования в соответствии со стандартом ISO 14577 заключается в том, что индентор вдавливается в поверхность в соответствии с заданным законом увеличения силы или глубины внедрения. После достижения заданного критерия – максимальной нагрузки или глубины внедрения, индентор выдерживается в течение некоторого времени, а затем отводится до полной потери контакта с образцом. В ходе всей процедуры индентирования фиксируются значения нагрузки и перемещения индентора.

Нормальные условия проведения измерений согласно стандарту: температура $23 \pm 5^\circ\text{C}$, относительная влажность не более 50%. Если есть предпосылки для существенного термодрейфа прибора, то рекомендуется в конце участка разгрузки, на уровне, соответствующем 10% от максимальной нагрузки, выдержать индентор в течение 60 с. Впоследствии по данному участку сле-

Measurement of the mechanical properties of materials with the nanometre spatial resolution became firmly established in the practice of modern research in the field of materials science. The nanoscale measurement of mechanical properties of the nanostructured structural and functional materials and thin films and coatings is particularly relevant. Hardness is one of the most important characteristics of those materials. Since its definition is much less labour-intensive than most other mechanical properties, nor it is not accompanied by the destruction of items, this kind of testing is widely used in the industry.

Indentation in the sample of a solid of the known shape (indenter) followed by the observation of the effects on the material (print on its surface) is the most common way of measuring the hardness. Depending on the shape of the tip and test reporting features distinguished are the measuring methods, e.g. Vickers, Brinell, Knoop etc. Hardness under these methods is determined as the ratio of the applied load to the area of the print visible.

As a result of the material science development, the active introduction of micro- and nano-structuring, wide use of thin films and coatings, the methods based on the observation of prints no longer meet the researchers'

challenges. They are being replaced by a method based on the registration and subsequent mathematical processing of the applied load depending on the depth of indenter introduction which characterises the indentation process as a whole. Due to the principle, it was possible to perform measurements at the nanometer and sub-micron depth of penetration when the direct observation of the print is extremely difficult or impossible. This approach is especially important if the size of the print is in the submicron area as the conventional optical methods for macroindentation do not work, the SPM methods require precise positioning to the indent area and additional time for scanning; and

Рис.1. Обозначения на диаграмме "нагрузка – внедрение"
Fig.1. Quantities on the chart "load – penetration"

дует определить величину термодрейфа, и учесть ее при обработке экспериментальных данных.

Описание метода, а также ключевые соотношения, доступные к измерению методом наноиндентирования, приведены в первой части стандарта. Регламентируются измерения твердости H_{IT} и модуля упругости:

$$E^* = \frac{E_{IT}}{1 - \sigma_s^2},$$

где σ_s – коэффициент Пуассона, E_{IT} – модуль Юнга. Индекс IT обозначает, что эти две величины измерены методом инструментального индентирования и могут отличаться от твердости H и модуля упругости E реального материала, если его свойства не соответствуют использованным в модели предположениям. Отметим, что расчет H_{IT} и E_{IT} требует знать всего лишь три величины из диаграммы "нагрузка – внедрение" $F(h)$: величину максимальной нагрузки F_{max} , наклон разгрузочной кривой в точке максимальной нагрузки S , а также максимальное углубление h_{max} (рис.1).

Дальнейшие вычисления производятся по формулам:

$$S = 2E_r \sqrt{\frac{A(h_c)}{\pi}},$$

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A(h_c)},$$

где

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1}{E^*} + \frac{1 - \sigma_{tip}^2}{E_{tip}},$$

the use of electron microscopy due to the complexity (in combination with sample preparation) and high cost should be absolutely excluded in routine experiments.

The indentation basics known in the USSR as a "method of kinetic hardness" was developed by the Soviet scientists S.I. Bulychev and V.P. Alekhin in 1960-1970. [1]. In the following two decades the instruments for mechanical testing as well as new models describing the interaction between the indenter and material for indentation were keenly developed [2-4]. However, the method became widespread after publishing an article by the American scientists U. Oliver and

J. Farr [5] who had offered the most coherent model for the analysis of experimental data and implemented that method in one of the first commercial nanohardness testers.

In 2002, the International Organisation for Standardisation (ISO) adopted the ISO 14577 standard which at that time consisted of three parts and regulated the measurement of hardness and other mechanical properties based on the analysis of the dependence of the applied load on the depth of indentation. [6] The method had the established name, instrumental indentation. The first part of ISO 14577 sets out the general principles of the method, provides advice

on selecting indenters and addresses measurement uncertainty questions. The second part [7] focuses on the calibration of the tools and devices used to perform the measurements. The third part [8] contains hardness measure requirements, the samples used for indirect calibration of tools and validation of their metrological characteristics.

In 2007 the fourth part of the standard ISO 14577-4 [9] dedicated to the characteristics of the application of the instrumental indentation to measure the mechanical properties of thin films and coatings was adopted. That same year, the American Society of Testing and Materials (ASTM) adopted

$$h_c = h_{\max} - 0,75 \frac{F_{\max}}{S}.$$

Индекс t_p означает, что величины модуля упругости и коэффициента Пуассона соответствуют материалу индентора. Функция формы индентора $A(h_c)$ представляет зависимость площади сечения от контактной глубины и должна быть известна на момент выполнения измерения.

Естественно, что приведенные соотношения имеют свои ограничения. Так, вследствие неосимметричности индентора, в правую часть модуля упругости вводят поправочный коэффициент β , значения которого были вычислены в ряде численных экспериментов [15] и составляют величину в диапазоне от 1,0226 до 1,085. Кроме того, предполагается, что отпечаток индента не имеет пластических навалов (pile-up) и упругого прогиба уровня поверхности (sink-in), материал является гомогенным и упруго-пластичным, причем упругие и пластические свойства независимы друг от друга. Попытки учесть данные эффекты [16, 17] пока не привели к выработке стандартизованного подхода.

ISO 14577 и ГОСТ Р 8.748-2011

В 2011 году в России наконец-то был принят отечественный стандарт ГОСТ Р 8.748-2011 на выполнение измерений методом инструментального индентирования, а в конце 2014 года создан соответствующий государственный эталон твердости. Это существенно облегчило жизнь ученым и технологам, "легализовав" исследования, связанные

с измерениями механических свойств на глубинах менее 1 мкм.

По своему содержанию наш стандарт практически дословно повторяет первую часть ISO 14577-1:2002, но есть и отличия, основное из которых состоит в том, что в стандарте ISO твердость имеет размерность Н/мм² (МПа), а в российском ГОСТ определяется в единицах соответствующей шкалы. Данное отличие, по-видимому, связано с традицией отечественной метрологической школы использовать для твердости шкалы порядка. В этом смысле уход в новом стандарте от единиц СИ продолжает давний спор отечественных ученых и метрологов о физической сути твердости как среднего контактного давления под индентором [18]. При этом, в повседневной практике и те, и другие используют достаточно простые соотношения или таблицы для пересчета значений твердости из одной шкалы в другую.

В целом, можно сказать, что работы по стандартизации наномеханических испытаний очень востребованы как материалововедами, так и разработчиками оборудования. Хочется надеяться, что остальные части ГОСТ появятся в ближайшее время, и в них будут учтены дополнения в стандарт ISO от 2015 года.

ЧТО ДАЛЬШЕ?

В редакции ISO 14577 от 2015 года учтены многие особенности, выявленные совместными усилиями инженеров, конструирующих наноиндентометры, и ученых их использующих. В частности, уточнены процедуры по измерению и учету температурных

the standard E2546-07 [10] that repeats all of the key provisions of ISO 14577-1-3 in a compressed form. In 2011, the Russian Federation introduced GOST R 8.748-2011 [11] that corresponds to the first part of ISO 14577 as amended in 2002 by its content.

In 2015, the new version of ISO 14577 [12-14] to update and supplement many measurement aspects of the instrumental indentation method was adopted. The draft of the new fourth part, which does not yet have any official status, was also published.

INTERNATIONAL STANDARD ISO 14577

The idea behind the indentation procedure in accordance with ISO 14577 is

that the indenter is pressed into the surface in accordance with a given law of force increase or penetration depth. After reaching a predetermined criterion, the maximum load or penetration depth, the indenter is held for some time and then taken away until a complete loss of contact with the sample. The load and indenter displacement values are recorded during the entire indentation procedure.

The normal conditions of measurement according to the standard are as follows, the temperature of $23 \pm 5^\circ\text{C}$ and relative humidity less than 50%. If there are substantial prerequisites for the thermal drift of

a device, it is recommended to hold the indenter for 60 seconds in the end of the unloading section at a level corresponding to 10% of the maximum load. Later in this section the amount of thermal drift should be determined and taken into account during processing of the experimental data.

Description of the method and key ratios are available for measurement by nanoindentation are presented in the first part of the standard. The hardness HIT and elastic modulus measurements are regulated:

$$E^* = \frac{E_{\text{IT}}}{1 - \sigma_s^2},$$

дрейфов аппаратной части, более тщательно прописаны процедуры подготовки и закрепления образцов, более подробно описаны источники погрешностей и их вклад в общую неопределенность измерений, а также доработаны процедуры калибровки и поверки приборов.

В целом, можно констатировать, что за 13 лет накоплен огромный опыт применения нанотвердомеров для самых разных материалов в широком диапазоне условий проведения измерений. Стало понятно, что эти приборы могут использоваться для оценки не только базовых механических характеристик, таких как твердость и модуль упругости, но и целого ряда других специфических свойств: вязких, время-зависимых и т.п. Поэтому в профильных технических комитетах идет активная работа над развитием стандарта ISO 14577: часть 5 будет посвящена вопросам измерения ползучести, часть 6 – динамическим методам индентирования (так называемым методам непрерывного измерения жесткости – continuous stiffness measurements, CSM), часть 7 – измерениям механических свойств в расширенном температурном диапазоне.

НАНОТВЕРДОМЕРЫ СЕМЕЙСТВА "НАНОСКАН"

Единственным российским серийным прибором, реализующим метод инструментального индентирования, является нанотвердомер "НаноСкан-4D" [19–22] (рис.2). Данный прибор дает возможность проводить испытания методом склерометрии, измерение твердости и модуля упругости методом инструментального индентирования, а также

реализовывать ряд методов атомно-силовой микроскопии. Модуль индентирования нанотвердомера позволяет прикладывать нагрузки в диапазоне от единиц микроньютон до нескольких ньютонов, а также измерять смещения в диапазоне от единиц нанометров до миллиметра. Прибор может быть оснащен различными типами наконечников, в число которых входят пирамидальные инденторы Берковича и Виккерса, сферические инденторы, а также наконечники в форме плоского штампа.

Нанотвердомеры семейства "НаноСкан" полностью удовлетворяют всем требованиям и рекомендациям ISO 14577.

Следует отметить, что в рамках стандарта выделяется три уровня выполнения измерений, в зависимости от значений прикладываемой нагрузки F или глубины индентирования h :

- макро ($F < 30$ кН);
- микро ($F < 2$ Н; $h > 0,2$ мкм);
- нано ($h < 200$ нм).

На практике диапазон "макро" в современных нанотвердомерах не используется, поскольку при макромасштабе измерительные задачи успешно решаются с помощью более простых и доступных приборов по давно устоявшимся методикам.

Особое внимание следует обратить на тот факт, что в "НаноСкан-4D" диапазоны "микро" и "нано" реализованы в рамках единого измерительного модуля, и для перехода к большим нагрузкам достаточно всего лишь выбрать соответствующий режим в программном обеспечении прибора. В приборах

where σ_s – Poisson's ratio, E_{IT} – Young's modulus. IT Index indicates that these two values are measured by the instrumental indentation methods and may be different from the hardness H and elastic modulus E of real materials, if the properties do not match the assumptions used in the model. It should be noted that the calculation of H_{IT} and E_{IT} requires knowing only three values from the "load-introduction" diagram $F(h)$: the amount of the maximum load F_{max} , the slope of the unloading curve at the point of maximum load S and the maximum depth h_{max} (fig.1).

Further calculations are based on formulas:

$$S = 2E_r \sqrt{\frac{A(h_c)}{\pi}},$$

$$H_{IT} = \frac{F_{max}}{A(h_c)},$$

where

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1}{E^*} + \frac{1 - \sigma_{tip}^2}{E_{tip}},$$

$$h_c = h_{max} - 0,75 \frac{F_{max}}{S}.$$

The index tip means that the value of the elastic modulus and Poisson's ratio correspond to the material of the indenter. The indenter shape function

$A(h_c)$ shows the dependency of the cross-sectional area on the contact depth and should be known by the time of measurement.

Naturally, these ratios have their limitations. For example, due to the neosymmetry of the indenter, a correction factor β is introduced into the right part of the elastic modulus, the values of which were calculated in a number of numerical experiments [15] and were in the range from 1.0226 to 1.085. Furthermore, it is assumed that the indent print has not plastic pile-up or elastic surface level sink-in, the material is homogeneous and elastic-plastic, the elastic and plastic properties being independent from

Рис.2. Нанотвердомер "НаноСкан-4D"

Fig.2. NanoScan-4D scanning nanohardness tester

других производителей эта задача решается, как правило, путем установки дополнительных дорогостоящих модулей.

Отметим также, что стандарты регламентируют выполнение единичного измерения, но при реальной работе с образцами измерения проводятся большими сериями. Поэтому для расширения исследовательских возможностей "НаноСкан" в программном обеспечении прибора реализован широкий набор функций, в том числе:

- высокопроизводительная пакетная обработка экспериментальных данных с применением новейших методов параллельных вычислений;

- язык макрокоманд, позволяющий реализовывать необходимую последовательность измерений в автоматическом режиме;
- построение двумерных (топографических) и трехмерных (объемных) карт распределения твердости и модуля упругости в зависимости от пространственных координат.

На рис.3 приведен пример объемной карты (томограммы) твердости, построенной по результатам обработки 225 многоцикловых укулов. В качестве образца было использовано полученное методом магнетронного напыления покрытие серебра на стекле, средняя толщина которого составила около 175 нм. Инденты были

each other. Attempts to consider these effects [16,17] have not yet led to the development of a standardised approach.

ISO 14577 AND GOST R 8.748-2011

In 2011, Russia finally adopted the national standards GOST R 8.748-2011 to perform measurements by the instrumental indentation method; and in late 2014 the corresponding state standard of hardness was set up. This will greatly facilitated the life of scientists and process people by formalising the studies related to the measurement of mechanical properties at depths of less than 1 μm .

By its nature, our standard is almost a verbatim repetition of the first part of ISO 14577-1:2002 but there are differences, the main of which is that in ISO hardness has the dimension N/mm^2 (MPa), and in the Russian GOST is determined in units of the appropriate scale. This difference appears to be associated with the national metrological school tradition to use ordinal scales for hardness. In this sense, evading in the new standard from the SI values continues the long-standing dispute of domestic scientists and metrology experts about the physical nature of hardness as the average contact pressure under the indenter. [18] At the same time,

in daily practice, both use quite simple ratios or tables for the conversion of hardness values from one scale to another.

In general, we can say that the standardisation of nanomechanical testing is high in demand by the materials scientists and equipment developers. It is hoped that the remaining parts of GOST will come up in the near future, and they will include 2015 additions to the ISO standard.

WHAT NEXT?

The 2015 edition of ISO 14577 accounted for many of the features identified by the joint efforts of

Рис. 3. Измерение твердости покрытия серебра на стекле: а – следы индентирования; б – томограмма твердости
Fig.3. Measurement of hardness of silver coating on the glass: а – indentation traces; б – hardness tomogram

расположены как в области нанесения пленки, так и вне нее.

В приборах "НаноСкан-4D" реализован метод динамического измерения контактной жесткости (CSM), в основе которого лежит измерение квадратурных компонент смещения при приложении гармонической силы, в дополнение к монотонному углублению зонда в образец. На основе данных компонент рассчитываются значения действительной и мнимой компоненты жесткости, а затем определяются величины модуля упругости E' и модуля потерь E'' , соответствующих синфазной и сдвинутой на 90° компонентам смещения. В качестве примера на рис.4 приведены измеренные значения для плавленого кварца и битума. Типичный диапазон рабочих частот доходит до 50 Гц, однако в случае измерений в преднагруженном состоянии возможна работа на частотах до 300 Гц.

Как было отмечено выше, динамические измерения планируется стандартизировать в седьмой части ISO 14577 в течение нескольких следующих лет, однако, разработчики "НаноСкан" уже сегодня реализуют этот и другие новейшие методы в своих приборах. Это касается, в том числе, температурных измерений.

Как видите, с "НаноСкан" измерения в соответствии с ISO и ГОСТ Р – это действительно просто!

ЛИТЕРАТУРА

1. Булычев С.И., Алехин В.П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. – М.: Машиностроение, 1990.

engineers designing nanohardness testers and scientists using them. In particular, the procedure for measuring and recording temperature drifts in the hardware component is clarified; the procedure for preparing and fixing the samples is spelled out more carefully; the sources of errors and their contribution to the overall uncertainty of the measurements are described in more detail as well as the procedures for instrument standardisation and calibration are finalised.

In general, we can say that a vast experience in the application nanohardness testers for a variety of materials in a wide range of measurement

conditions was gained for 13 years. It became clear that the devices could be used to assess not only the basic mechanical properties such as hardness and elastic modulus but also a number of other specific properties, e.g. viscous, time-dependent etc. Therefore, the dedicated technical committees are actively working on the development of the ISO 14577 standard; Part 5 will focus on creep measurements, Part 6 concerns the dynamic indentation methods (the so-called method of continuous stiffness measurements, CSM), Part 7 is about measurement of the mechanical properties in the extended temperature range.

NANOSCAN SCANNING NANOHARDNESS TESTERS

The only Russian serial device that implements the instrumental indentation method is the nanohardness tester NanoScan-4D [19-22] (fig.2). The device makes it possible to carry out tests by the sclerometry method, measurement of hardness and elastic modulus by the instrumental indentation method as well as to implement a number of atomic force microscopy methods. The nanohardness indentation module allows you to apply loads ranging from several micronewtons to a few newtons and measure displacements in the range of several

Рис.3. Измерение твердости покрытия серебра на стекле: а – следы индентирования; б – томограмма твердости
 Fig.3. Measurement of hardness of silver coating on the glass: а – indentation traces; б – hardness tomogram

2. **Frohlich F., Grau P., Grellmann W.** Performance and analysis of recording microhardness // Phys. Status Solidi A. 1977. V. 42. P. 79.
3. **Loubet J.L., Georges J.M., Marchesini O., Meille G.** Vickers indentation curves of magnesium oxide // J. Tribol. 1984. V.106. P. 43.
4. **Doerner M.F., Nix W.D.** A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments // J. Mater. Res. 1986. Vol. 1(4). P. 601–609.
5. **Oliver W.C., Pharr G.M.** An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // J. Mater. Res. 1992. V. 7. № 6. P. 1564–1583.
6. ISO 14577-1:2002. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method.
7. ISO 14577-2:2002. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 2: Verification and calibration of testing machines.
8. ISO 14577-3:2002. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials

nanometers to a millimetre. The device can be equipped with various types of tips which include the pyramidal Berkovich and Vickers indenters, spherical indenters as well as tips in the form of a flat die.

Nanohardness testers of the NanoScan family fully meet all the requirements and recommendations of ISO 14577.

It should be noted that the standard has three levels of measurement depending on the values of the applied load F or indentation depth h :

- macro ($F < 30$ kN);
- micro ($F < 2$ H; $h > 0.2$ μm);
- nano ($h < 200$ nm).

In practice, the "macro" range is not used in contemporary nano-hardness testers because in the macroscale measurement tasks are successfully solved with the help of more simple and accessible instruments following the long-established methods.

Particular attention should be paid to the fact that in NanoScan-4D the "micro" and "nano" ranges are implemented in a single measurement module; in order to change to higher loads it is enough to select the appropriate mode in the software of the device. In the devices of other manufacturers this problem is usually

solved by adding additional costly modules.

It should also be noted that the standards govern the single measurement performance but in the real work the measurements with samples of large series are carried out. Therefore, to expand the NanoScan research capabilities a wide range of functions implemented in the software of the device including as follows:

- high-performance batch processing of the experimental data using the latest parallel computing methods;
- the macrocommand language that allows you to implement the

- parameters – Part 3: Calibration of reference blocks.
9. ISO 14577-4:2007. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings.
  10. ASTM E2546-07. Standard practice for instrumented indentation testing (2007).
  11. ГОСТ Р 8.748-2011(ИСО 14577-1:2002). Государственная система обеспечения единства измерений. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании.
  12. ISO 14577-1:2015. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 1: Test method.
  13. ISO 14577-2:2015. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 2: Verification and calibration of testing machines.
  14. ISO 14577-3:2015. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 3: Calibration of reference blocks.
  15. **Oliver W.C., Pharr G.M.** Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // *J. Mater. Res.* 2004. Vol. 19. № 1. P. 3–20.
  16. **Choi Y., Lee H-S and Kwon D.** Analysis of sharp-tip indentation load-depth curve for contact area determination taking into account pile-up and sink-in effects // *J. Mater. Res.* 19 11. 2004. P. 3307–3315.
  17. **Cheng Y.-T., Cheng C.-M.** Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation // *Appl. Phys. Lett.* AIP Publishing, 1998. Vol. 73. № 5. P. 614–616.
  18. **Gogolinskii K.V., Reshetov V.N., Useinov A.S.** Unification of hardness determination and possibility of transferring it to dimensional values // *Meas. Tech.* 2011. Vol. 54. № 7. P. 781–789.
  19. **Useinov A.S., Useinov S.S.** Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // *Philosophical Magazine.* 2012. Vol. 92. issue 25–27. 2012. P. 3188–3198.
  20. **Кравчук К.С., Торская Е.В., Усеинов А.С., Фролов Н.Н.** Экспериментально-теоретическое исследование причин скалывания покрытий на основе многокомпонентных оксидов при фрикционном нагружении // *Известия РАН. Механика твердого тела.* 2015. № 1. С. 64–74.
  21. **Маслеников И.И., Решетов В.Н., Усеинов А.С.** Построение карт модуля упругости поверхности сканирующим зондовым микроскопом "НаноСкан 3D" // *Приборы и техника эксперимента.* 2015. № 5. С. 136–142.
  22. **Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И., Решетов В.Н., Фомкина М.Г.** Исследование прочности микрообъектов с помощью сканирующего нанотвердомера "НаноСкан" // *Наноиндустрия.* 2015. № 4. С. 54–60.

necessary sequence of measurements in the automatic mode;

- construction of two-dimensional (topographic) and three dimensional (volumetric) maps of the hardness and elastic modulus distribution depending on spatial coordinates.

Fig.3 shows the example of a three-dimensional (tomography) hardness map based on the results of processing 225 multicycle injections. Silver coating on the glass, the average thickness of which was about 175 nm, obtained by magnetron sputtering was used as the sample. Indents were both in the film coating area and outside it.

The NanoScan-4D devices were implemented by the method of dynamic contact stiffness measurement (CSM) based on the measurement of the quadrature components of displacement in the application of harmonic forces in addition to the monotonous deepening of a probe into the sample. Based on the components calculated are the values of real and imaginary stiffness components, and then the values of the elastic modulus E' and loss modulus E'' corresponding to the in-phase displacement component and the displacement component shifted by 90° are determined. As an example, fig.4 shows the values measured for the fused quartz

and bitumen. The typical operating frequency range is up to 50 Hz but in the case of measurements in the pre-loaded condition it can operate at frequencies up to 300 Hz.

As noted above, it is planned to standardise the dynamic measurement in the seventh part of ISO 14577 over the next few years; however, the developers of NanoScan are already implementing this method and others in their devices. This applies in particular to temperature measurements.

As you can see, it is really easy to make measurements with the NanoScan in accordance with ISO and GOST R! ■