

## ВОЗМОЖНОСТИ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ В РЕШЕНИИ ЗАДАЧ СКЛЕРОМЕТРИИ

Д.А. БАРЧУКОВ<sup>1</sup>, канд. техн. наук, Е.В. БАРАБАНОВА<sup>2</sup>, канд. физ.-мат. наук,  
Л.Е. АФАНАСЬЕВА<sup>1</sup>, канд. физ.-мат. наук, И.А. СМОЛЯКОВА<sup>1</sup>, канд. техн. наук

<sup>1</sup>Тверской государственный технический университет,  
170026, Тверь, наб. Аф. Никитина, 22, e-mail: ludmila.a@mail.ru

<sup>2</sup>Тверской государственный университет,  
170100, Тверь, ул. Желябова, 33, e-mail: pechenkin\_kat@mail.ru

© Барчуков Д.А., Барабанова Е.В., Афанасьева Л.Е., Смолякова И.А., 2026

Представлены результаты исследований микротвердости методами вдавливания и царапания четырехгранной алмазной пирамидкой на отечественном микротвердомере ПМТ-3. Нанесение царапин на поверхности стали осуществляли при ориентации индентора ребром вперед и гранью вперед. Для регистрации и анализа экспериментальных результатов использовали атомно-силовую микроскоп. Показаны возможности и перспективы применения методов атомно-силовой микроскопии в решении задач склерометрии.

*Ключевые слова:* микротвердость, склерометрия, контроль, диагностика, атомно-силовая микроскопия.

### ВВЕДЕНИЕ

Микротвердость – это интегральное свойство, определяемое многими механическими характеристиками исследуемого материала: пластичностью, пределом упругости, прочностью и др. По значению микротвердости можно косвенно оценивать некоторые механические характеристики материала, между которыми с одной стороны и твердостью – с другой имеется определенная корреляция [1–3].

ГОСТ 9450-76 [4] устанавливает методы измерения микротвердости изделий и образцов из металлов, сплавов, минералов, керамики и других материалов вдавливанием алмазных наконечников по восстановленному и невосстановленному отпечатку (соответственно основной и дополнительный метод). Испытание сплавов на твердость методом вдавливания индентора получило широкое распространение для оценки механических свойств сплавов и контроля их изменений при последующих обработках.

Испытание на твердость царапанием по ГОСТ 21318-75 [5] начали проводить намного раньше, чем испытания на микротвердость вдавливанием. Еще в 1822 г. Моос предложил шкалу из 10 эталонных минералов с возрастающей твердостью, которая сохранила свое значение в минералогии до настоящего времени [1]. Первый склерометр появился в 1833 г., тогда как первый прибор для испытания на микротвердость вдавливанием (прибор Липса) – только в 1936 г. [1]. Поэтому испытание царапанием при применении малых нагрузок на острие долгое время являлось единственным методом испытания на микротвердость.

Теория царапания и методические вопросы, относящиеся к испытанию царапанием, до сих пор разработаны слабо. Методы испытания на твердость, основанные на царапании индентором, имеют значительно меньшее практическое применение, прежде всего из-за сложности методики проведения испытаний и

интерпретации полученных результатов [1]. К 1980-м гг. испытания на микротвердость вдавливанием практически вытеснили склерометрические методы анализа.

В настоящее время наблюдается интенсивное развитие техники микро- и наноиндентирования, внедрение цифровых технологий для регистрации и анализа результатов испытаний. В связи с этим методы склерометрии получили новый импульс к развитию, неуклонно растет количество научных публикаций по разработке моделей, методик, техники склерометрии [6–10].

Например, предлагается применение атомно-силовой микроскопии при определении микротвердости тонких покрытий методом царапания [6, 7], разработаны модели и предложено измерение прочности сцепления покрытия и основы с помощью методов склерометрии [8–10], показана эффективность измерения микротвердости пленок фоторезиста на кремнии [11], отмечается высокая чувствительность методов царапания к наличию в материале межкристаллитной коррозии [12]. В работах [13–16] предприняты попытки установления связей между микротвердостью и другими свойствами материалов, предложено использование методов склерометрии для контроля свойств упрочненной лазером зоны, а также диагностики эффективности работы многоканального лазерного излучателя по критерию однородности тепло-вложения [17].

Целью настоящей работы является исследование возможностей атомной силовой микроскопии при определении микротвердости царапанием.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Экспериментальные исследования выполняли на образцах быстрорежущей стали марки Р6М5, предварительно упрочненных закалкой и трехкратным отпуском. Микротвердость по восстановленному отпечатку вдавливанием четырехгранной алмазной пирамиды измеряли на приборе ПМТ-3 согласно ГОСТ 9450-76 при различных усилиях, от 5 до 200 г (0,049...1,96 Н).

Микротвердость методом царапания (ГОСТ 21318-75) оценивали по ширине канавок, для нанесения которых также использовали прибор ПМТ-3. Нагрузка на индентор – четырехгранную алмазную пирамиду – составляла 0,049 и 0,196 Н, ориентация индентора была ребром вперед и гранью вперед.

Для регистрации и анализа экспериментальных результатов использовали растровый электронный микроскоп (РЭМ) JEOL JSM-6610LV и атомно-силовой микроскоп (АСМ) NT-MDT Nano Educator.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

**Определение микротвердости по восстановленному отпечатку вдавливанием четырехгранной алмазной пирамиды.** Известно, что при измерении микротвердости большое влияние оказывает качество подготовленной поверхности образца. К основным причинам, вызывающим неправильные результаты измерения, можно отнести особые состояния поверхностного слоя, а именно: явление упрочнения, происходящее при деформировании поверхностных слоев в процессе вырезки образцов и подготовки шлифа к исследованию, а также возможное разрыхление поверхностного слоя из-за окисления [1].

В настоящей работе подготовка поверхности стали для измерения микротвердости по восстановленному отпечатку вдавливанием индентора выполнялась двумя способами. Первый способ соответствовал традиционной технике изготовления микрошлифов: механической шлифовке и полировке до зеркального блеска на алмазных пастах различной зернистости. Второй заключался в выполнении электролитической полировки в насыщенном растворе хромового ангидрида в

ортофосфорной кислоте, которую проводили после механической обработки. Результаты измерения микротвердости по методу восстановленного отпечатка представлены в табл. 1.

Таблица 1. Микротвердость стали, определенная методом вдавливанием индентора

Усилие на индентор, г	HV, МПа (механическая полировка поверхности)	HV, МПа (электролитическая полировка поверхности)
200	8 682 ± 83	9 367 ± 341
100	9 057 ± 287	9 623 ± 223
50	9 324 ± 415	9 881 ± 148
20	9 870 ± 432	10 266 ± 167
10	10 652 ± 187	10 440 ± 162
5	–	10 826 ± 360

Анализ данных табл. 1 показывает, что разные способы подготовки поверхности образцов быстрорежущей стали несущественно влияют на значения микротвердости. Общей тенденцией является возрастание значений микротвердости при снижении нагрузки на индентор.

**Измерение микротвердости методом царапания.** Испытание на микротвердость царапанием заключается в нанесении на испытуемую поверхность канавки и измерении ее ширины. При испытании хрупких материалов по сторонам царапины обычно не образуется пластически выдавленных навалов, ее ширину определить несложно. При испытании пластичных материалов по сторонам канавки образуются навалы, состоящие из предразрушенного материала, как это схематически представлено на рис. 1. Различают ширину канавки  $b$  на уровне начальной поверхности, которую Н.Н. Давиденков назвал «чистой» шириной канавки; ширину  $c$ , измеренную по вершинам навалов и (иногда) ширину всей области видимого пластического деформирования. Определение ширины канавки в последнем случае становится более сложной задачей.

В расчет числа твердости обычно принимают только «чистую» ширину  $b$ . Для испытаний четырехгранной пирамидой микротвердость  $H_{\square P}$  получают делением нормальной нагрузки  $P$  на условную площадь контакта пирамиды с испытуемой поверхностью по формуле  $H_{\square P} = 3,708 P/b^2$  [5].

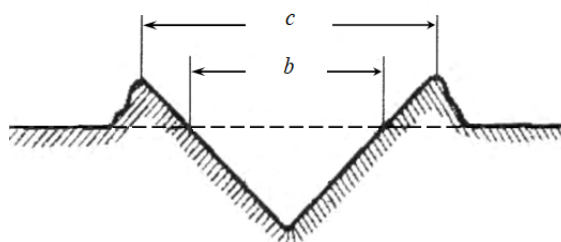


Рис. 1. Схема сечения канавки [1]

На рис. 2 дано РЭМ-изображение канавок на поверхности стали Р6М5, нанесенных при разных нагрузках и различной ориентации индентора. На рис. 3 представлены АСМ-изображения канавок и их профили по глубине.

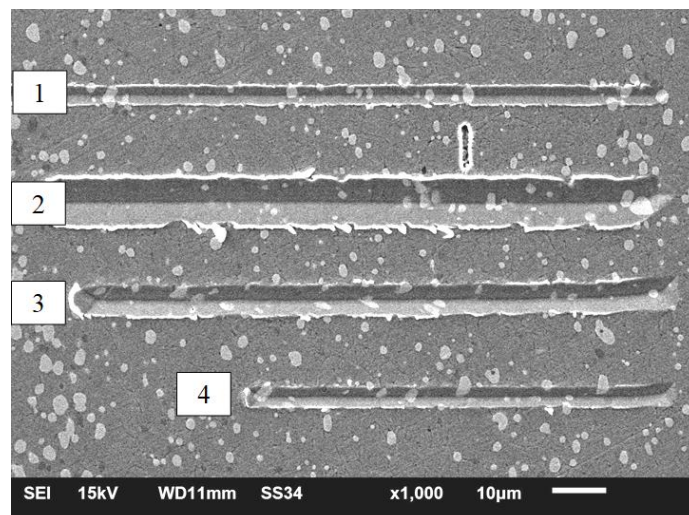


Рис. 2. РЭМ-изображение канавок на поверхности стали Р6М5:  
 1 – канавка нанесена при усилии 10 г, ориентация алмазной пирамидки ребром вперед;  
 2 – 20 г, ребром вперед; 3 – 20 г, гранью вперед; 4 – 10 г, гранью вперед

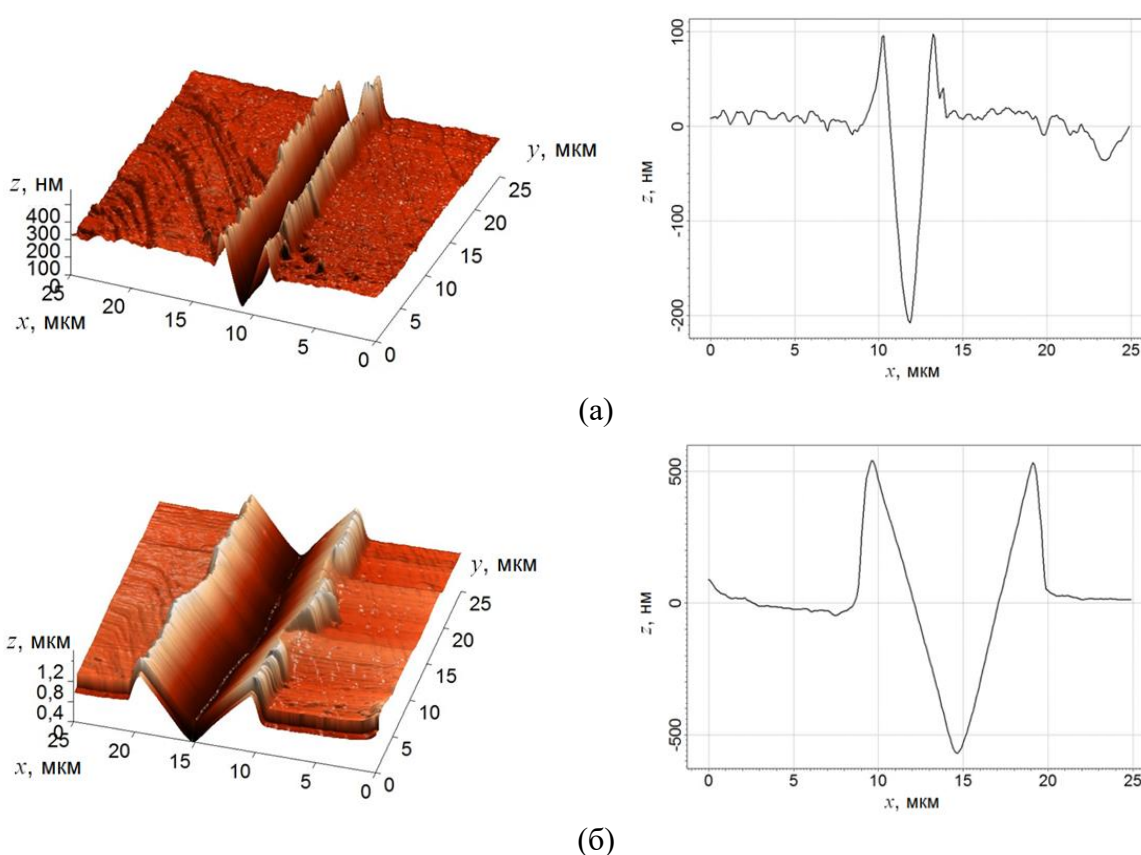


Рис. 3. АСМ-изображения канавок на поверхности стали Р6М5  
 и их профили по глубине: канавка нанесена при усилии 10 г, ориентация индентора  
 ребром вперед (а); 20 г, ребром вперед (б); 20 г, гранью вперед (в);  
 10 г, гранью вперед (г)

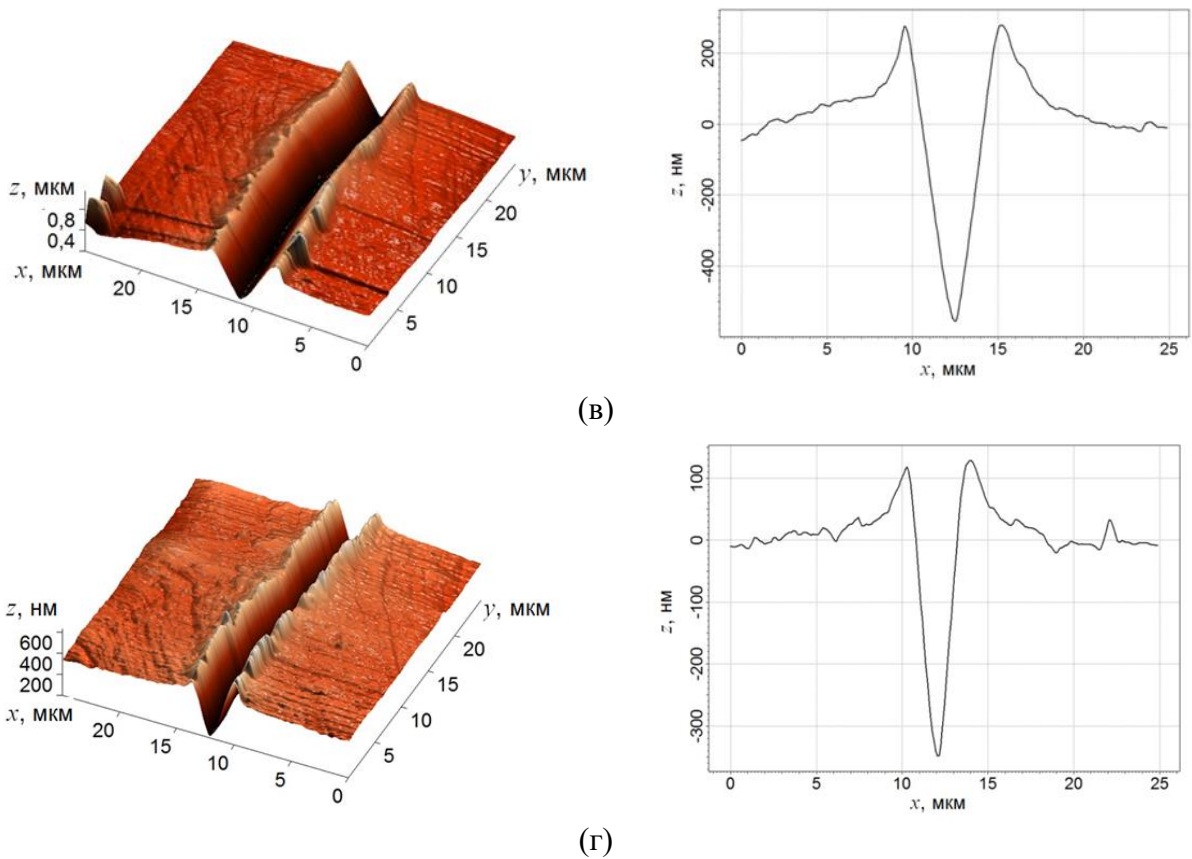


Рис. 3. Продолжение

Форма индентора имеет большое значение при испытании на твердость царапанием. При использовании четырехгранной алмазной пирамиды можно осуществлять царапание как ребром вперед, так и гранью вперед. В практике склерометрических испытаний последний метод применяется редко. Возможно, это связано с трудностями понимания и описания результатов, так как для многих материалов получаются противоречивые данные, обусловленные сложной природой самого процесса царапания. В табл. 2 представлены результаты измерения микротвердости образцов быстрорежущей стали методом царапания согласно ГОСТ 21318-75 [5].

Таблица 2. Микротвердость быстрорежущей стали, определенная методом царапания при различной ориентации индентора

Усилие на индентор, Г	Н <sub>□р</sub> , МПа (ребром вперед)		Н <sub>□р</sub> , МПа (гранью перед)	
	«Чистая» ширина канавки, мкм	Число твердости	«Чистая» ширина канавки, мкм	Число твердости
20	4,93 ± 0,10	29 908 ± 120	3,48 ± 0,13	60 013 ± 190
10	2,04 ± 0,07	87 318 ± 670	2,39 ± 0,06	63 618 ± 300

Анализ данных табл. 2 показал, что значения микротвердости, определенные методом царапания, количественно не согласуются с числами твердости, полученными по восстановленному отпечатку вдавливанием четырехгранной алмазной пирамиды (см. табл. 1).

Определение микротвердости царапанием может быть ценным методом в исследовательских работах, имеющим самостоятельное значение, независимое от метода испытания на микротвердость вдавливанием. Эти два вида измерения микротвердости не заменяют, а дополняют друг друга. Более широкому применению метода испытания на микротвердость царапанием препятствует недостаточная разработанность методических вопросов, а также неясность в ряде случаев значения полученных результатов.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представленные данные демонстрируют широкие информативные возможности метода склерометрии для контроля свойств сплавов. Он может быть полезен исследователям, работающим над проблемой износа материалов, над изучением структуры сплавов, физических свойств металлических покрытий, полупроводников и минералов. Метод атомно-силовой микроскопии позволяет с высоким разрешением строить трехмерный профиль канавки и определять не только ее ширину, но и глубину. Объединение классических методик и современного исследовательского оборудования расширяет возможности измерения механических характеристик тонких покрытий и поверхностных слоев. Измерение микротвердости методом царапания имеет дальнейшие перспективы в связи с развитием техники микро- и наноиндентирования с высоким пространственным разрешением.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Хрущов М.М. Трение, износ и микротвердость материалов. Избранные работы. М.: КРАСАНД, 2012. 512 с.
2. Астащенко В.И., Швеев А.И., Швеева Т.В. Диагностика свойств стальных изделий по критерию «микротвердость» // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2016. № 5. С. 57–61.
3. Афанасьева Л.Е., Новоселова М.В., Измайлов В.В., Барчуков Д.А. Исследование триботехнических свойств поверхностей, полученных воздействием концентрированных потоков энергии: монография. Тверь: ТвГТУ, 2022. 164 с.
4. ГОСТ 9450-76 Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. М.: Издательство стандартов, 1993. 35 с.
5. ГОСТ 21318-75 Измерение микротвердости царапанием алмазными наконечниками. М.: Издательство стандартов, 1976. 30 с.
6. Кузнецова Т.А. Андреев М.А., Маркова Л.В., Чижик С.А. Применение атомно-силовой микроскопии при определении микротвердости тонких покрытий методом склерометрии // *Трение и износ*. 2007. Т. 28. № 3. С. 276–281.
7. Vasić B., Aškračić S. Thickness measurement of thin films using atomic force microscopy based scratching // *Surface Topography: Metrology and Properties*. 2024. V. 12. № 2. P. 025027.
8. Łępicka M. Coating failure detection in scratch testing: A cross-sectional SEM/FIB microscopic study coupled with nonlinear analysis methods in a model titanium nitride/stainless steel system // *Wear*. 2025. V. 562. P. 205670.
9. Zhang J., Zhang C., Li Y., Zhao M., Wang B. Fracture toughness testing of metallic materials based on scratch tests // *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*. 2024. V. 131. P. 104393.
10. Постников Д.В., Ткаченко Э.А., Теплоухов А.А. Моделирование напряженного состояния при склерометрии циркониевых магнетронных покрытий // *Динамика систем, механизмов и машин*. 2023. Т. 11. № 1. С. 85–90.

11. Бринкевич Д.И., Просолович В.С., Янковский Ю.Н., Вабищевич С.А., Вабищевич Н.В., Гайшун В.Е. Склерометрический метод измерения микротвердости пленок фоторезиста на кремнии // *Приборы и методы измерений*. 2016. Т. 7. № 1. С. 77–84.

12. Семенычев В.В., Салахова Р.К. Склерометрия как метод оценки интенсивности межкристаллитной коррозии // *Коррозия: материалы, защита*. 2015. № 12. С. 37–41.

13. Вешкин Е.А. Постнов В.И., Семенычев В.В., Крашенинникова Е.В. Микротвердость и склерометрия как критерии степени отверждения связующего ЭДТ-69Н // *Материаловедение*. 2018. № 10. С. 3–7.

14. Афанасьева Л.Е., Новоселова М.В., Иванова А.И., Гречишкин Р.М. Абразивная износостойкость сплава Ti6Al4V, полученного по технологии селективного электронно-лучевого плавления // *Вестник Тверского государственного технического университета. Серия «Технические науки»*. 2019. № 1 (1). С. 26–35.

15. Zhang J., Li Y., Zheng X., Wang G., Zhao M. Determination of plastic properties of surface modification layer of metallic materials from scratch tests // *Engineering Failure Analysis*. 2022. V. 142. P. 106754.

16. Li Y., Zhang J., Zhang Y., Zhao M., Lu C., Liu M. A semi-analytical solution for determining plastic parameters of metallic materials from scratch tests // *International Journal of Solids and Structures*. 2025. V. 310. P. 113226.

17. Афанасьева Л.Е., Югов В.И., Гречишкин Р.М. Металлографический мониторинг качества закалки, осуществляемой с помощью многоканального лазера // *Вестник МГТУ «Станкин»*. 2017. № 4 (43). С. 96–99.

**Для цитирования:** Барчуков Д.А., Барабанова Е.В., Афанасьева Л.Е., Смолякова И.А. Возможности атомно-силовой микроскопии в решении задач склерометрии // *Вестник Тверского государственного технического университета. Серия «Технические науки»*. 2026. № 2 (30). С. 79–85.

## CAPABILITIES OF ATOMIC FORCE MICROSCOPY IN SOLVING SCLEROMETRY PROBLEMS

D.A. BARCHUKOV<sup>1</sup>, Cand. Sc., E.V. BARABANOVA<sup>2</sup>, Cand. Sc.  
L.E. AFANASIEVA<sup>1</sup>, Cand. Sc., I.A. SMOLYAKOVA<sup>1</sup>, Cand. Sc.

<sup>1</sup>Tver State Technical University

22, Af. Nikitin emb., Tver, 170026, e-mail: ludmila.a@mail.ru

<sup>2</sup>Tver State University

33, Zhelyabova St., Tver, 170100, e-mail: pechenkin\_kat@mail.ru

The results of microhardness studies using indentation and scratching with a tetrahedral diamond pyramid using a domestic PMT-3 microhardness tester are presented. Scratching of the steel surface was performed with the indenter oriented edge-first and face-first. An atomic force microscope was used to record and analyze the experimental results. The possibilities and prospects of using atomic force microscopy methods in solving sclerometry problems are shown.

*Keywords:* microhardness, sclerometry, testing, diagnostics, atomic force microscopy.

Поступила в редакцию/received: 04.02.2026; после рецензирования/revised: 10.02.2026;  
принята/accepted: 15.02.2026