

СОГЛАСОВАНО

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

_____  **А.Н. Щипунов**

« 20 » сентября 2025 г.



ГСИ. Адгезиметры (скретч-тестеры) NST3

Методика поверки

МП 651-25-034

пгт. Менделеево
2025 г.

Настоящая методика поверки распространяется на Адгезиметры (скретч-тестеры) NST3 (далее – адгезиметры), изготавливаемые компанией Anton Paar TriTec SA, Швейцария и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок.

1 Общие положения

1.1 Адгезиметры предназначены для измерений глубины внедрения индентора в испытываемый образец под действием приложенных сил, при нанесении царапины на образец для определения когезионной и адгезионной прочности (прочности покрытия и прочности сцепления покрытия с подложкой).

1.2 Метрологические характеристики адгезиметров указаны в таблице 1

Таблица 1

Наименование характеристики	Значение		
	Кантилевер стандартной нагрузки	Кантилевер высокой нагрузки	Кантилевер с высоким разрешением
Диапазон измерений нормальной нагрузки, мН*	от 5 до 70	от 50 до 1000	от 0,5 до 7
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений нормальной нагрузки, %	± 2	± 2	± 4
Диапазон измерения глубины царапины, мкм**	от 5 до 600		
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений глубины царапины в диапазоне от 5 до 50 мкм, мкм	$\pm 1,5$		
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений глубины царапины в диапазоне от 50 до 600 мкм, %	$\pm 2,0$		

* - допускается проводить поверку адгезиметра с одной, двумя или тремя кантилеверами в зависимости от комплектации;

** - верхняя граница диапазона измерений глубины 600 мкм достигается в том случае, когда индентор сначала поднимается на ступеньку 300 мкм от начального уровня, а затем опускается на 600 мкм (т. е. - 300 мкм от начального уровня).

1.3 По итогам проведения поверки адгезиметров должна обеспечиваться их прослеживаемость к ГЭТ 2-2021 соответствии с государственной поверочной схемой для средств измерений длины, утверждённой приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 29.12.2018 г. №2840 «Государственная поверочная схема для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм» и к ГЭТ 3-2020 и ГЭТ 190-2023 в диапазоне измерений силы от 0,5 до 1000 мН в соответствии с типовой локальной поверочной схемой (Приложение Б).

1.4 При определении метрологических характеристик поверяемого адгезиметра используются:

- метод косвенных измерений силы в диапазоне от 0,5 до 1000 мН, реализованный на основе прямых измерений массы и ускорения свободного падения в месте установки адгезиметра с применением эталонов требуемой точности утвержденного типа;

- метод прямых измерений длины с применением эталонов требуемой точности утвержденного типа.

2 Операции поверки

2.1 При проведении поверки должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Перечень операций поверки

Наименование операции поверки	Номер пункта методики поверки	Обязательность выполнения операций поверки при	
		первичной поверке	периодической поверке
1 Внешний осмотр адгезиметра	7	Да	Да
2 Подготовка к поверке и опробование адгезиметра	8	Да	Да
3 Проверка программного обеспечения адгезиметра	9	Да	Да
4 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия адгезиметра метрологическим требованиям: -определение относительной погрешности измерений нормальной нагрузки; - определение погрешности измерений глубины царапины (абсолютной погрешности измерений глубины царапины в диапазоне от 5 до 50 мкм; относительной погрешности измерений глубины царапины в диапазоне от 50 до 600 мкм).	10	Да	Да
5 Оформление результатов поверки	11	Да	Да

2.2 До ввода в эксплуатацию адгезиметр подлежит первичной поверки, а при эксплуатации и после ремонта периодической поверке.

2.3 В случае получения отрицательного результата при проведении одной из операций поверку прекращают, адгезиметр признают не прошедшим поверку.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 Поверка должна проводиться в следующих условиях:

- температура окружающей среды должна быть от + 15 °С до + 35 °С, при этом ее изменение за время поверки не должно быть более ± 1 °С;

- относительная влажность в помещении должна быть не более 75 %.

3.2 Должны отсутствовать внешние источники вибрации, вызывающие заметные на глаз колебания адгезиметров.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К работе допускаются лица, имеющие среднее или высшее техническое образование и прошедшие подготовку (повышение квалификации) в качестве поверителя в данной области измерений, обученные правилам техники безопасности и полностью изучившие документы «Адгезиметр (скретч-тестер) NST3. Руководство по эксплуатации» (далее - РЭ) и «Справочное руководство по программному обеспечению. Общее для Scratch и Indentatin» (далее – РЭ ПО).

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении поверки должны быть применены средства, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
8.1.2 Контроль условий поверки (при подготовке к поверке и опробовании адгезиметра)	Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне измерений от 15 °С до 35 °С с абсолютной погрешностью не более ± 1 °С; средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне до 80% с погрешностью не более $\pm 3\%$.	Измеритель температуры и влажности Fluke мод 971, (рег. № 55259-13)
10.1 Определение относительной погрешности измерений нормальной нагрузки	Гири в диапазоне от 1 мг до 1000 мг (эталон 3-го разряда по ГПС для средств измерения массы, приказ Росстандарта от 04.07.2022 г. № 1622)	Набор гирь ГО-ПН-1 мг-500 мг (рег. № 68887-17), набор гирь ГО-ПН-1 г-500 г (рег. № 68887-17)
10.2 Определение погрешности измерений глубины царапины	Меры длины концевые плоскопараллельные Набор №1 (эталон 3-го разряда по ГПС для средств измерения длины, приказ Росстандарта от 29.12.2018 г. №2840)	Меры длины концевые плоскопараллельные Набор №1, (рег. № 74059-19)
Примечание: Допускается использовать при поверке другие утверждённые и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, обеспечивающие метрологические характеристики с требуемой точностью.		

6 Требования по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила технической эксплуатации электроустановок потребителем» (утверждены приказом Минэнерго РФ от 12.08.2022 г. № 811).

6.2 Должны быть соблюдены общие требования безопасности согласно ГОСТ 12.3.002-2014.

7 Внешний осмотр адгезиметра

7.1 Внешний осмотр

7.1.1 При проведении внешнего осмотра адгезиметра проверить:

- соответствие внешнего вида и комплектности требованиям нормативно-технической документации (РЭ и описанию типа);
- наличие маркировки, подтверждающей тип и серийный номер;
- отсутствие видимых дефектов и механических повреждений, препятствующих работе адгезиметра.

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

8 Подготовка к поверке и опробование адгезиметра

8.1 Перед проведением поверки должны быть выполнены следующие подготовительные работы:

8.1.1 Поверяемый адгезиметр и применяемые при его поверке средства поверки должны быть выдержаны в условиях, указанных в разделе 3 «Требования к условиям проведения поверки» не менее 6 часов.

8.1.2 Провести контроль условий поверки: произвести измерение температуры и влажности окружающего воздуха средствами измерений, указанными в таблице 3. Результаты зафиксировать в протоколе поверки.

8.2 Опробование.

8.2.1 Включить адгезиметр, и выполнить проверку общего функционирования адгезиметра.

8.2.2 Результат проверки считают положительным, если:

- при включении адгезиметра после загрузки ПО на экране монитора отображается главное меню;
- при загрузке ПО отсутствуют сообщения об ошибках;
- перемещение предметного столика осуществляется штатно, в соответствии с п.5.9 РЭ;
- системы управления адгезиметра функционируют в соответствии с п 5.6.2, 5.7 РЭ;
- калибровка расстояния кантилевера микроскопа осуществляется в соответствии с п. 5.11 РЭ.

9 Проверка программного обеспечения адгезиметра

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

- включить адгезиметр;
- после загрузки ОС надо запустить ПО «Scratch» в соответствии с инструкциями раздела 3 документа РЭ ПО. После загрузки на экране монитора появится главное меню ПО «Scratch». В главном меню необходимо войти в подменю «About» кликнув по

соответствующему значку. Тип программного обеспечения, номер версии и сборка отображаются в верхней левой части окна.

Результаты занести в протокол (приложение А, таблица А.1).

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

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Scratch
Номер версии (идентификационный номер ПО), не ниже	v 9.0.x.
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик и подтверждение соответствия адгезиметра метрологическим требованиям

10.1 Определение относительной погрешности измерений нормальной нагрузки

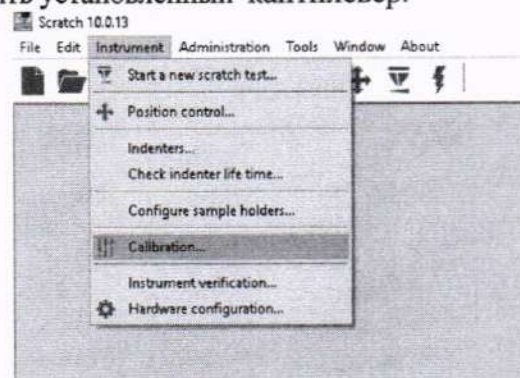
10.1.1 Определение относительной погрешности проводить путем сравнения значений показаний адгезиметра с весом гирь. Вес гирь определить по массе гирь установленных при поверке и значениях ускорения свободного падения в месте установки прибора.

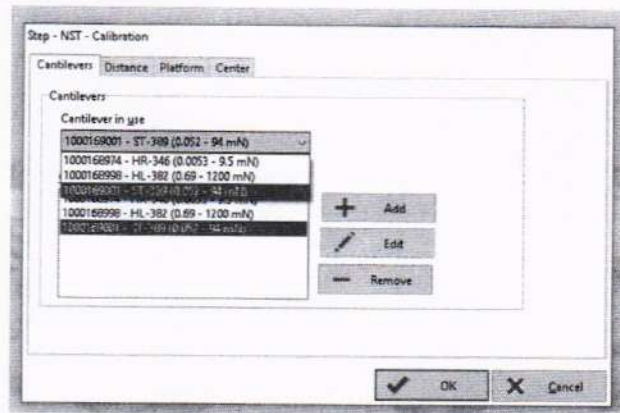
Измерения проводить в двух точках заявленного диапазона измерения силы, для каждого кантилевера. Для кантилевера с высоким разрешением провести измерения с нагрузками 0,5 мН и 7 мН, для кантилевера с стандартной нагрузкой провести измерения с нагрузками 5 мН и 70 мН, для кантилевера с высокой нагрузкой провести измерения с нагрузками 50 мН и 1000 мН.

10.1.2 Подготовка к измерению, параметры измерений

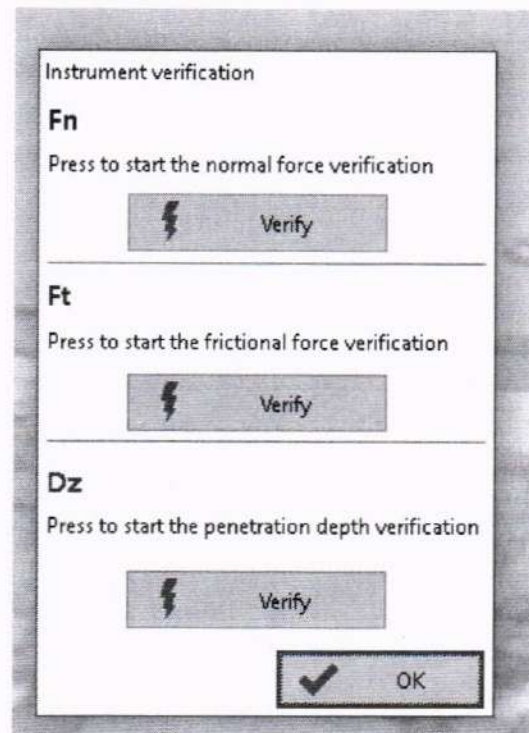
10.1.2.1 Осуществить подготовку адгезиметра к работе в соответствии с разделом 5 РЭ.

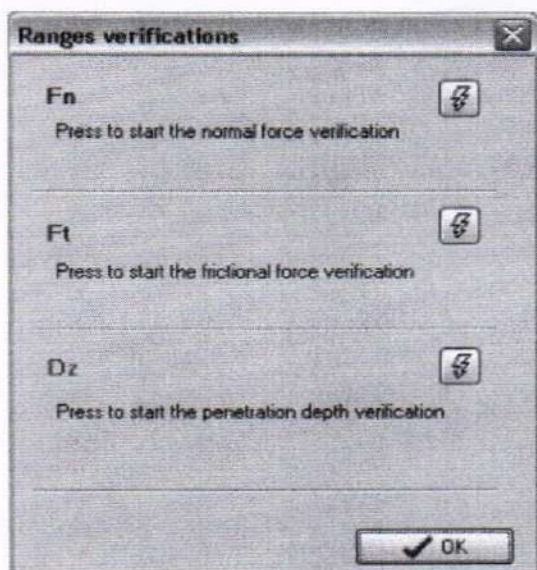
10.1.2.2 Установить на измерительную головку подлежащий проверки кантилевер, в меню выбрать *INST3rument/Calibrations...* в нем кликнуть на *"Cantilevers"*, отметить установленный кантилевер.



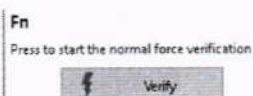


10.1.2.3 Далее перейти в меню проверки кантилеверов





Нажмите кнопку  либо

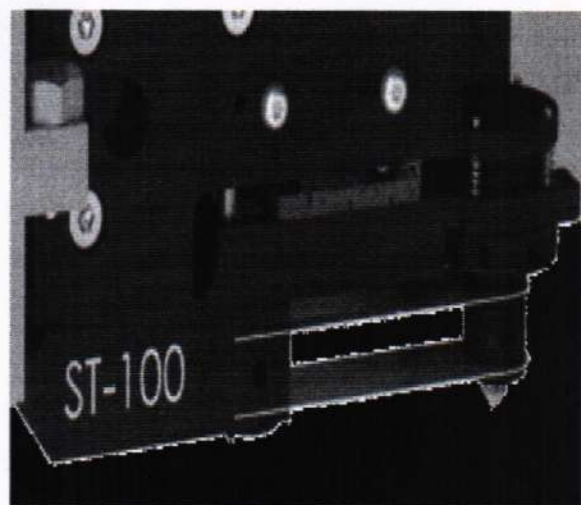
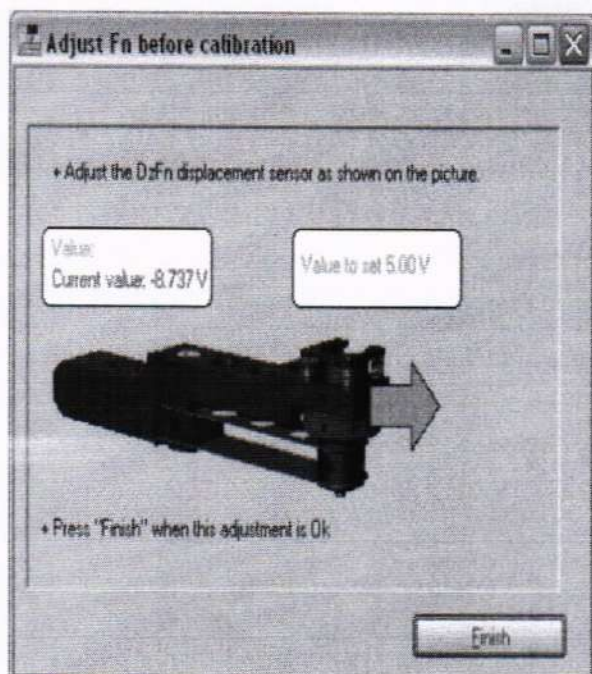


для запуска процедуры проверки кантилевера по нагрузке.

10.1.2.4 Установить на кантилевер индентор из проверочного набора с крючком в соответствии с п. 5.7.1.1 РЭ и затем установить его на измерительную головку, как показано на последующем рисунке. Если будет использоваться подвес, то его необходимо прикрепить к крюку.



10.1.2.5 Выполните настройку датчика DzFn с помощью подвижного кольца (выделено красным цветом). При проверке нормальной нагрузки значение напряжения должно быть $(5,00 \pm 0,5) \text{ V}$. Настройку выполнять иголкой или тонким шестигранником.

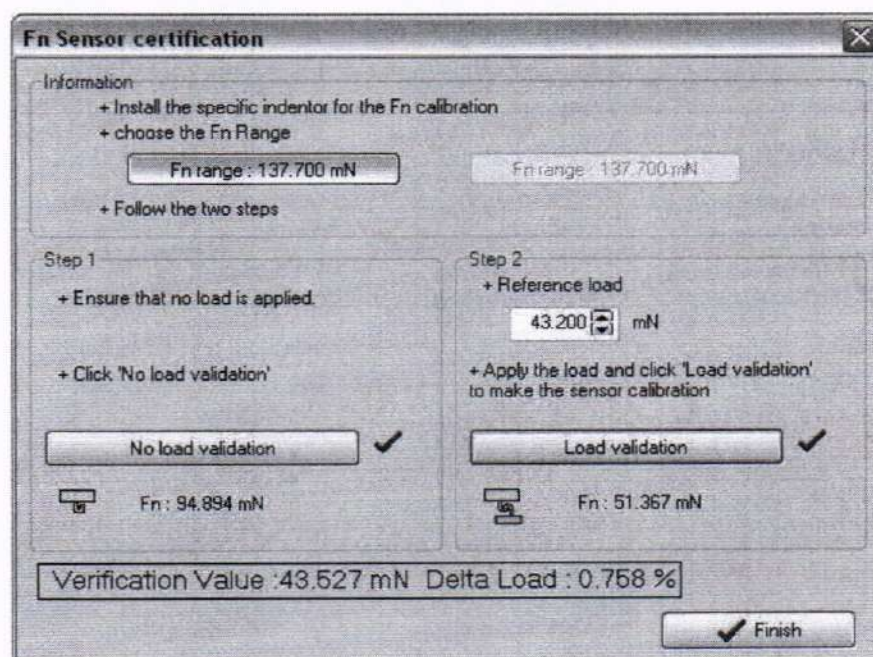


После того, как значение будет установлено в допустимых пределах, кликните по кнопке «Finish».

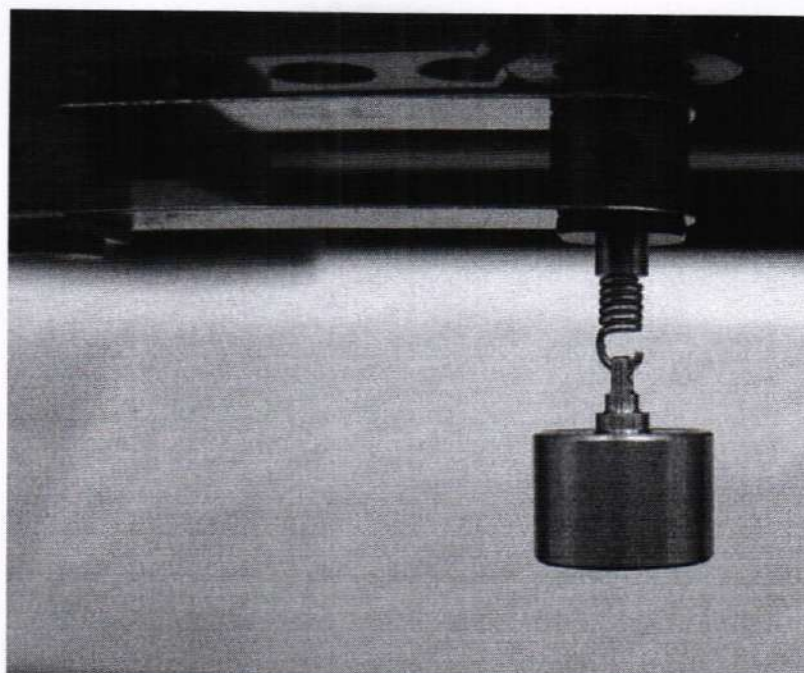
10.1.3 Далее необходимо перейти в окно «Normal force verification» и из него в окно «Fn Sensor certification», в котором выполнить следующие операции.

1) Значение диапазона измерения нагрузки (Fn range) устанавливается автоматически.

2) Определить нагрузку создаваемую специальным наконечником с подвесом (если используется), для этого кликнуть No load validation.



3) Затем поместите груз, создающий нагрузку из ряда нагрузок, предусмотренных проверкой выбранного кантилевера (п. 10.1.1) непосредственно на крюк специального наконечника или через подвес.



4) После этого необходимо: а) установить значение нагрузки в окошке Reference load с помощью стрелок вверх/вниз или ввести с помощью клавиатуры; б) нажать на кнопку Load validation.

Fn Sensor certification

Information:

- + Install the specific indenter for the Fn calibration
- + choose the Fn Range

Fn range : 137.700 mN

Fn range : 137.700 mN

- + Follow the two steps

Step 1

- + Ensure that no load is applied.
- + Click 'No load validation'

No load validation

✓

Fn : 94.894 mN

Step 2

- + Reference load

43.200 mN

- + Apply the load and click 'Load validation' to make the sensor calibration

Load validation

✓

Fn : 51.367 mN

Verification Value : 43.527 mN Delta Load : 0.758 %

✓ Finish

В нижнем окошке появится результат измерения нагрузки силоизмерителем адгезиметра и относительная величина отклонения от нагрузки создаваемой грузом.

10.1.5 По завершению проверки нормальной нагрузки необходимо для перехода к нормальному режиму измерений провести настройку датчика $DzFn$, установить с помощью подвижного кольца значение напряжения $(9.00 \pm 0.5) \text{ V}$.

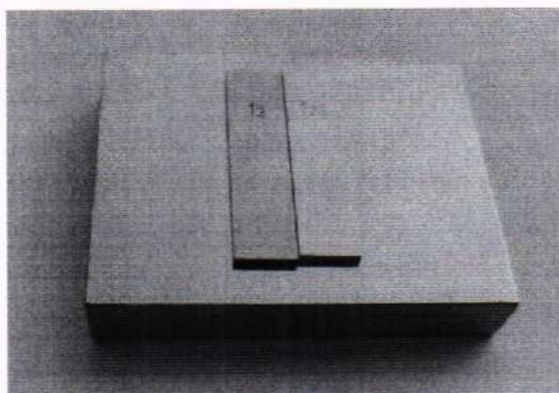
10.1.6 Результаты поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений нагрузки определённые в п.10.1.1, для кантилевера с высоким разрешением находятся в пределах $\pm 4 \%$, для кантилеверов с стандартной и высокой нагрузкой находятся в пределах $\pm 2 \%$.

10.2 Определение погрешности измерений глубины царапины

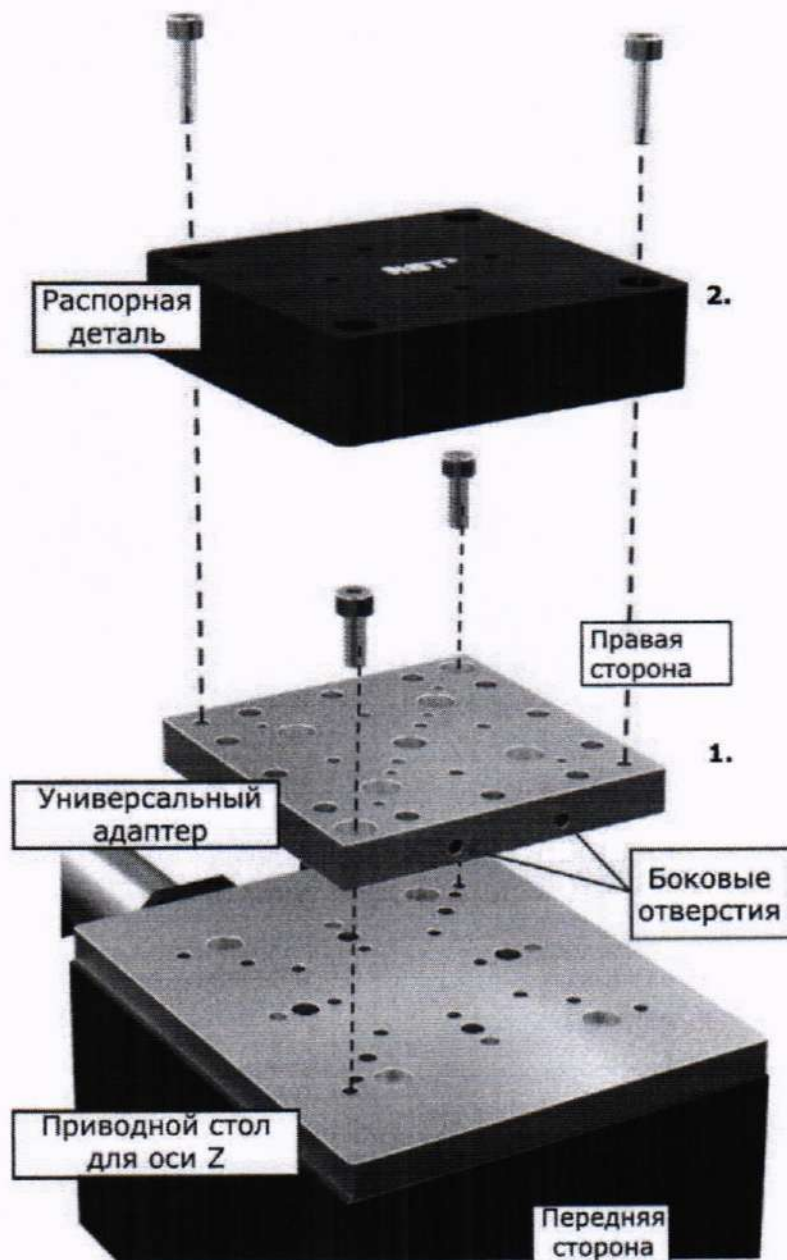
10.2.1 Испытание проводить путем сравнения значений показаний адгезиметра с концевыми мерами длины.

Измерения проводить в четырёх точках заявленного диапазона измерения глубины, для каждого кантилевера из комплектации адгезиметра, представленного для поверки.

Проверку провести для измерения глубин 5 мкм, 50 мкм, 200 мкм, 600 мкм. Для проведения измерений концевые меры длины 1,6 мм, 1,3 мм, 1,25 мм, 1,2 мм, 1,005 мм, и 1,0 мм притираются на плоской стеклянной или металлической полированной пластине в порядке от большей толщины к меньшей, чтобы образовались ступеньки необходимого размера, как показано на рисунке ниже. Концевая мера большей толщины располагается справа.

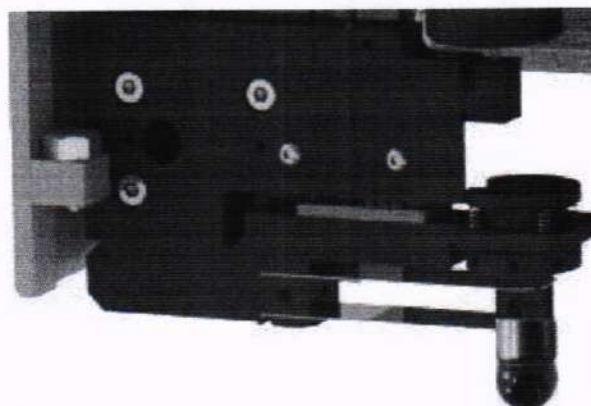


10.2.2 Собрать предметный столик адгезиметра установив детали в порядке и количестве, как на рисунке ниже



10.2.3 Образец с притертыми концевыми мерами длины установить на распорную деталь предметного столика адгезиметра, приблизительно в центре.

10.2.4 Затем необходимо установить индентор из проверочного набора с сапфировой сферой диаметром 3 мм вместо штатного индентора. Установку произвести в соответствии с пунктом 5.7.1.1 РЭ, и идентифицировать в соответствии с пунктом 5.7.3 РЭ.



Примечание: Поверхность концевых мер и сферического индентора должна быть очищена перед проведением измерений с помощью спирта.

10.2.5 Создать новый документ в соответствии с пунктом 6.2 РЭ для фиксации текущего измерения.

10.2.6 Откалибровать расстояние между микроскопом и индентором согласно инструкции п. 5.11. Далее перед запуском процедуры сканирования глубины необходимо с помощью микроскопа с пятикратным объективом установить используемый индентор в начальную позицию над той точкой, с которой начнется измерение глубины, приблизительно в центре более высокой концевой меры длины из двух. Руководствоваться пунктом 5.9 РЭ.

10.2.7 Задать тип измерения. Для того, чтобы задать тип измерения и его параметры, необходимо выбрать в строке меню пункт «INST3rument > Start a new scratch test...» (Прибор > Начать новый скретч-тест...) или нажать иконку на панели инструментов. Откроется следующее окно Define a new measurement (Задание нового измерения). Выбрать Simple scratch test.

10.2.8 В меню параметров Scratch test установить скорость перемещения индентора 5 мм/мин, нагрузка сканирования 0,3 мН, тип нагрузки постоянная, длина сканирования 1,5 мм (в случае проверки глубины 600 мкм длину сканирования установить 3,0 мм).

Advanced scratch test

Scratch parameters

Single scratch test Multi pass scratch test Multi post-scan scratch test

- No parameters needed -

Scratch options

☒ Pre-scan (for penetration depth)

☒ Post-scan (for residual depth)

☒ Same direction as scratch

Pause before Postscan 0 sec

Scanning load 0.70 mN

Estimated duration 00:04:55 H:M:S

Estimated memory size 36.8 MB

Load

Constant Progressive Incremental

Initial load 0.70 mN

Final load 50.00 mN

Loading/unloading rate 40.30 mN/min

Scratch geometry

Linear

Scratch length 1.00 mm

Scratch speed 1.00 mm/min

Hardware parameters

Step - NIST S/N: 50-00133 settings

Cantilever: ST-319

Fx contact: 0.7 mN

Fx speed: 2 mm/s

Fx remove speed: 2 mm/s

Approach speed: 2 %/s

Dz sensor in large range

Dz range adjusted before measurement

Pre-scan / post-scan return speed: 10 mm/min

Change

Acquisition rate

30.0 Hz

Optional devices parameters

No optional device installed

Acoustic emission

AE sensitivity (dB) 0

Indenter

Type Spherical - SC-A55

Change

Analyses

Optical analyses

☐ Panorama

☐ With multifocus

Cross scan

☐ Enable

Scan length 0.000 mm

Scan speed 0.000 mm/min

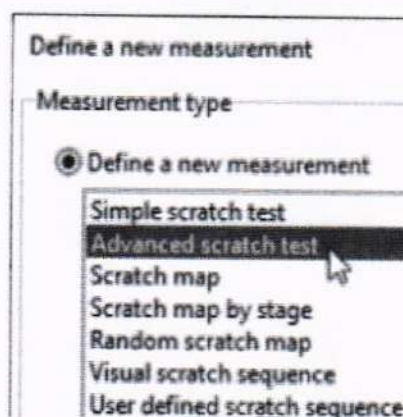
List of scan

Scan count 1

Save as protocol

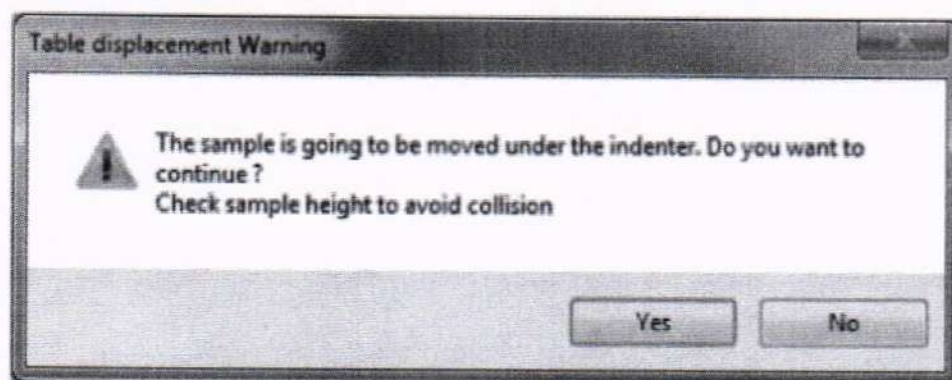
OK Cancel

10.2.9 Для того, чтобы запустить сканирование нажать кнопку «Advanced scratch test» в меню параметров Scratch test.



Если образец находится под видеомикроскопом, появится окно *Table displacement Warning* (*Предупреждение о перемещении стола*).

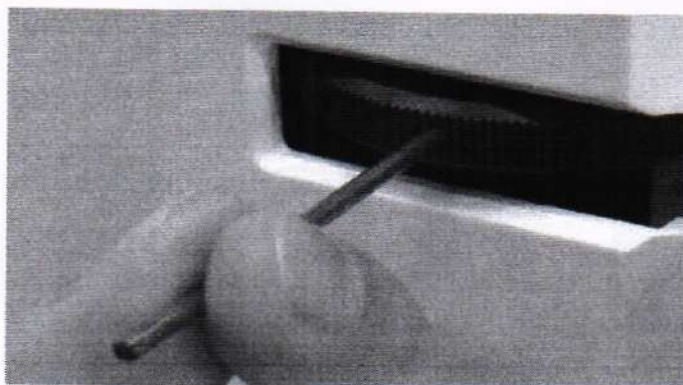
Для продолжения нажать кнопку <Yes>.



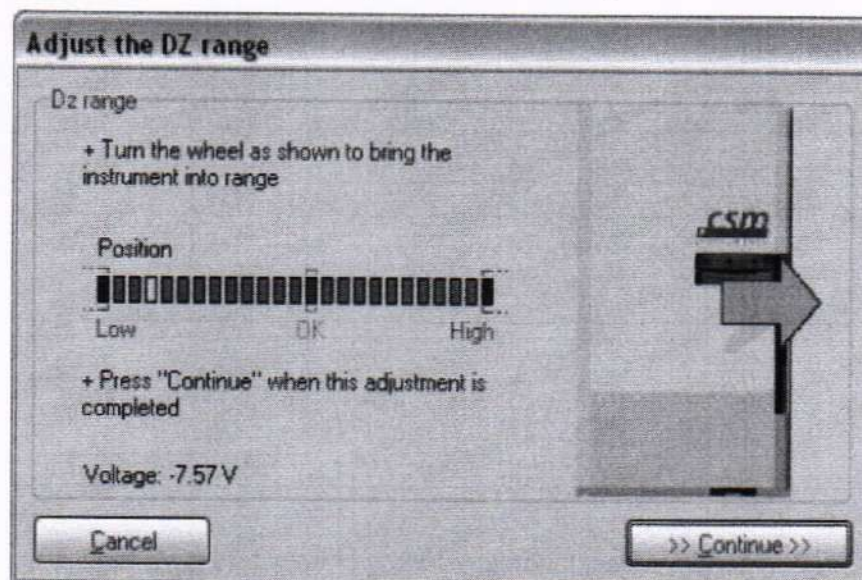
После этого подводится приводной стол по оси Z (движется вверх), и индентор приближается к поверхности образца до регистрации соприкосновения: квадратный индикатор текущего состояния горит или мигает, и показывается ход процесса в строке Indenter position (Положение индентора); дождаться окончания процедуры.

Примечание: В некоторых исполнениях может отсутствовать функция автоматической установки индентора на образец, тогда индентор устанавливают к поверхности образца вручную с помощью микроскопа.

10.2.10 Затем выполните настройку напряжения датчика Dz с помощью подвижного кольца. При проверке измерителя глубины значение напряжения должно быть $(7,50 \pm 0,5)$ V. Настройку выполнять иглой или тонким шестигранником.

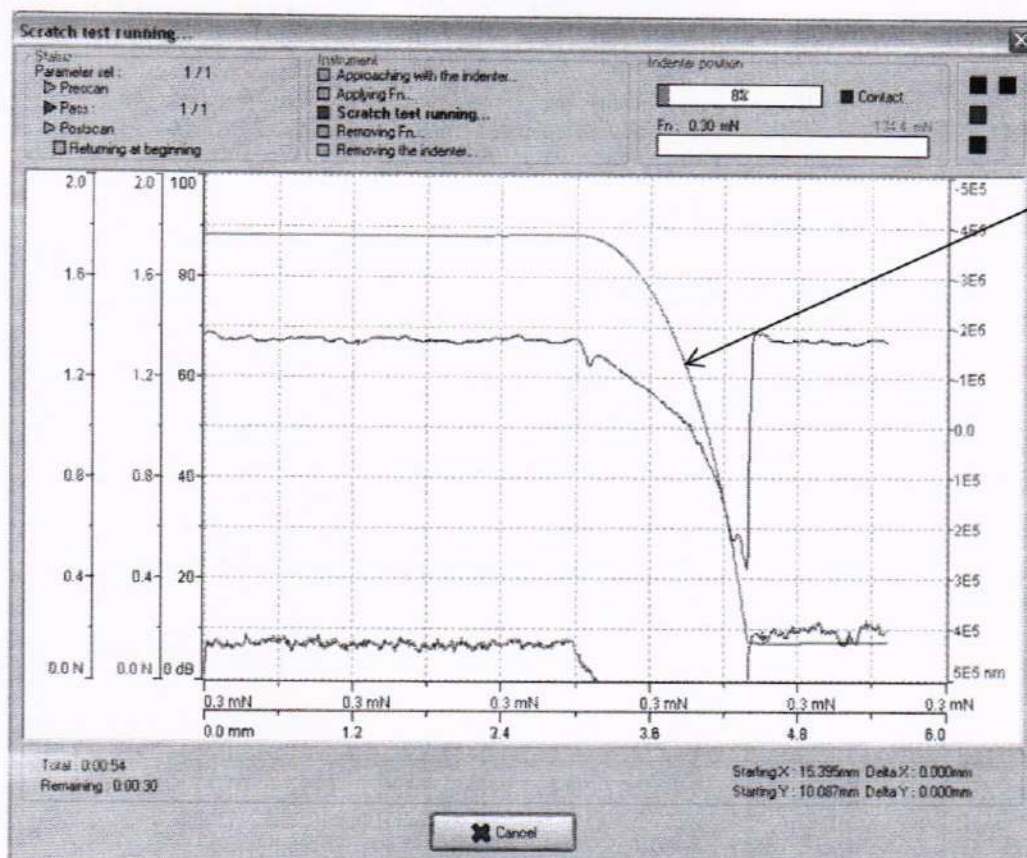


Результат настройки контролируется по картинке на мониторе:



После того, как необходимое значение будет установлено, нажмите кнопку **Continue** (Продолжить).

После этого появится окно с результатами измерения глубины, на рисунке кривая измерения глубины будет нарисована голубым цветом, соответствующая шкала в нанометрах справа от графика.



Кривая положения
индентора во время
измерения глубины

Для того, чтобы определить высоту ступеньки надо: определить значение уровня глубины до того момента, как произошел «провал» вниз, определить уровень глубины после того как кривая стабилизировалась и вычесть из первого значения второе.

10.2.11 Результаты поверки считать положительными, если значения основной абсолютной погрешности измерений глубины в диапазоне от 5 до 50 мкм, находятся в пределах $\pm 1,5$ мкм, значения основной относительной погрешности измерений глубины для всех глубин в диапазоне от 50 до 600 мкм, находятся в пределах $\pm 2\%$.

11 Оформление результатов поверки

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

11.2 Сведения о результатах поверки адгезиметра передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

11.3 При отрицательных результатах поверки выдается извещение о непригодности, оформленное в соответствии с действующими нормативными документами.

11.4 По заявлению владельца адгезиметра или лица, представившего его на поверку, на средство измерений выдается свидетельство о поверке средства измерений, заверяемая подписью поверителя и знаком поверки, с указанием даты поверки, или выдается извещение о непригодности к применению средства измерений.

11.5 Нанесение знака поверки на адгезиметр не предусмотрено.

Начальник НИО-3

Начальник лаборатории 330

Н.А. Назаров

В.А. Пивоваров

ФОРМА ПРОТОКОЛА ПОВЕРКИ
Адгезиметр (скретч-тестер) NST3
Протокол № _____

Вид поверки			
Период проведения поверки (даты)			
Владелец СИ			
Место выполнения работы (адрес, корпус)			
Наименование, тип (модификация) средства измерений, регистрационный номер в ФИФ			
В составе			
Номер знака предыдущей поверки	-	Год выпуска СИ	
Заводской (серийный) номер			
Номер и наименование методики поверки			

Условия проведения операций поверки:	нормируемые	Текущие	ед. изм.
Температура окружающей среды	25±10		°C
Относительная влажность воздуха	не более 75		%

Средства поверки:

--

Результаты поверки:

Результат опробования:

Таблица А.1 - Проверка программного обеспечения (ПО) адгезиметра

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

Таблица А.2 – Определение относительной погрешности измерения нормальной нагрузки

Нагрузка создаваемая эталонным средством измерения, мН	Результат измерения нормальной нагрузки адгезиметром, мН	Абсолютная погрешность результата измерения, мН	Относительная погрешность результата измерения, %
Кантилевер с высоким разрешением			
0,5			
7			
Кантилевер стандартной нагрузки			
5			
70			
Кантилевер высокой нагрузки			
50			
1000			

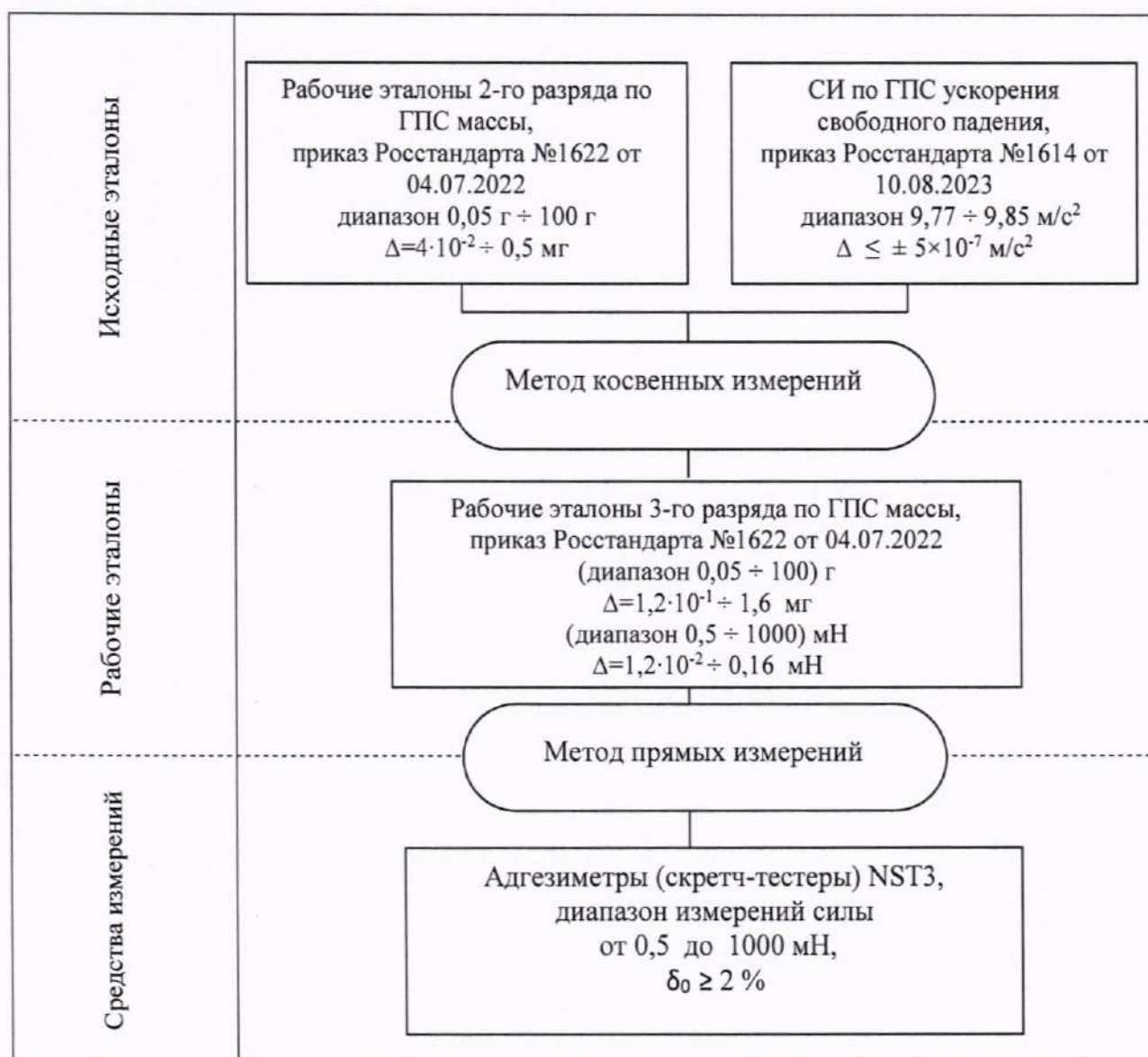
Таблица А.3 – Определение абсолютной и относительной погрешности измерения глубины царапания

Высота ступеньки организованной эталонными средствами измерения, мкм	Результат измерения глубины царапины адгезиметром, мкм	Абсолютная погрешность результата измерения, мкм	Относительная погрешность результата измерения, %
Кантилевер с высоким разрешением			
5			-

50			-
200			
600			
Кантилевер стандартной нагрузки			
5			-
50			-
200			
600			
Кантилевер высокой нагрузки			
5			-
50			-
200			
600			

Поверитель _____
 (подпись) (Фамилия И.О.)

Типовая локальная поверочная схема для Адгезиметров (скретч-тестеров)
NST3 в диапазоне измерений силы от 0,5 мН до 1000 мН



где δ_0 - пределы допускаемой относительной погрешности,

Δ - пределы допускаемой абсолютной погрешности.