

موسسه خدمات فناوری تا بازار

دستورالعمل بازرسی نانوپوشش‌ها



واحد بازرسی و بررسی مواد و محصولات

## دستورالعمل بازرسی نانوپوشش‌ها

### The instruction for inspection of Nanocoatings

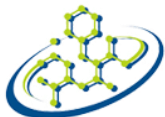
تعداد صفحات: ۸

شماره بازنگری: ۰۱

کد مدرک: IMP-SW-17

ویرایش ۱،۰۹

سال ۱۳۹۴



فهرست مطالب

۱. هدف

۲. اصطلاحات و تعاریف

۳. روش اجرا

۴. مشخصه‌ها و معیارهای ارزیابی محصول

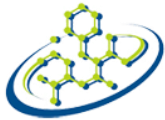
۵. آزمون‌های موردنیاز جهت پذیرش اولیه محصول

۶. نمونه‌برداری

۷. گزارش نهایی بازرسی

۸. منابع

DRAFT



## ۱. هدف:

هدف از تدوین این دستورالعمل، تعیین روش بررسی «نانوپوشش‌ها» می‌باشد. اصطلاحات و تعاریف مربوطه، مشخصات و معیارهای ارزیابی، آزمون‌های موردنیاز و همچنین نحوه گزارش‌دهی نتایج در این دستورالعمل مشخص شده است.

پوشش‌هایی که طبق این دستورالعمل بررسی می‌شوند، شامل پوشش‌های سرامیکی یا فلزی هستند که دارای ساختار یا ضخامت نانومتری بوده یا دارای نانواشیاء در قالب یک پوشش نانوکامپوزیتی می‌باشند. ساختار نانومتری پوشش‌ها می‌تواند ناشی از اندازه دانه‌های نانومتری یا تجمعی (کلوخه یا انبوهه) از نانوذرات باشد.

## ۲. اصطلاحات و تعاریف:

۲-۱- نانومقیاس (Nanoscale): گستره‌ی اندازه بین تقریباً ۱ نانومتر تا ۱۰۰ نانومتر است. (بند ۲-۱ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۴-۱).

۲-۲- نانوشیء (Nano-object): هر قطعه مجزا از یک ماده با یک، دو یا سه بعد خارجی در نانومقیاس است. (بند ۲-۲ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۴-۱).

۲-۳- نانو ساختار (Nanostructure): ترکیبی از اجزای تشکیل‌دهنده مرتبط با هم که یک یا بیشتر از یک جزء آن‌ها در محدوده نانومقیاس قرار دارند. (بند ۲-۶ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۴-۱).

تذکر ۱- انبوهه‌های نانوذرات نمونه‌هایی از مواد نانو ساختارند

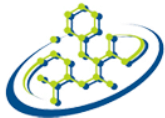
۲-۴- نانوصفحه (Nanoplate): نانو شیئی با یک بعد خارجی در مقیاس نانو و دو بعد خارجی دیگر که به‌طور قابل ملاحظه‌ای بزرگ‌ترند. (بند ۴-۶ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۴-۲).

یادآوری ۱- بزرگترین بعد خارجی لزوماً در مقیاس نانو نیست

یادآوری ۲- چنانچه ابعاد به طور قابل ملاحظه‌ای با یکدیگر تفاوت داشته باشند (معمولاً بیشتر از سه برابر)، ممکن است اصطلاحاتی مانند نانولیف یا نانوصفحه بر نانوذره ترجیح داده شود.

۲-۵- نانوذره (Nanoparticle): نانوشیئی با تمام ابعاد خارجی در مقیاس نانو که در آن طول بلندترین و کوتاه‌ترین محورهای نانوشیء به طور قابل ملاحظه‌ای با یکدیگر تفاوت نداشته باشد. (بند ۴-۴ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۴-۲).

۲-۶- انبوهه (Aggregate): انبوهه متشکل از ذراتی با پیوندهای قوی یا جوش خورده که مساحت سطح خارجی متوجهی آنها به طور قابل ملاحظه‌ای کمتر از مجموع مساحت سطوح تک‌تک اجزای تشکیل‌دهنده باشد. (بند ۳-۵ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۴-۲).



۲-۷- کلوخه (Agglomerate): کملوخته مجموعه‌ای از ذرات که به شکلی ضعیف یا نسبتاً قوی به یکدیگر متصل شده‌اند، به طوری که مساحت سطح خارجی منتهی آن‌ها مشابه مجموع مساحت سطوح تک تک اجزای تشکیل دهنده باشد. (بند ۳-۴ استاندارد ملی ایران - ایزو ۲-۸۰۰۰۴).

یادآوری ۱- نیروهایی که کلوخه را نزدیک به یکدیگر نگه می‌دارد نیروهای ضعیفی هستند، مثلاً نیروهای وان‌دروالس یا درهم تافتگی فیزیکی ساده.

یادآوری ۲- کلوخه‌ها به عنوان ذرات ثانویه نیز در نظر گرفته می‌شوند و ذرات اصلی منشاء ذرات نوع اول نامیده می‌شوند.

### ۳. روش اجرا:

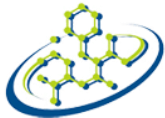
مراحل کار در رابطه با این دستورالعمل شامل ارائه مدارک اولیه توسط متقاضی، فرآیند بازدید و نمونه‌برداری، انجام آزمون بر روی نمونه‌های موردنظر و ارائه گزارش تحلیل نتایج آزمون‌ها است.

۱-۳- جهت شروع فرآیند بازرسی، بر طبق بند ۵ متقاضی باید مدارک موردنیاز و نتایج آزمون‌های خواسته شده را به واحد بازرسی ارائه نماید. مسئولیت صحت مدارک و مستندات ارائه شده بر عهده متقاضی است.

۲-۳- در مرحله بازدید؛ مسئولیت نمونه‌برداری، جمع‌آوری مدارک و مستندات مربوطه بر عهده کارشناس بازرسی می‌باشد. لذا متقاضی باید شرایط لازم برای بازدید از محل تولید و نمونه‌برداری از محصول توسط بازرسان واحد بازرسی را فراهم آورد.

۳-۳- آزمون‌های موردنیاز در آزمایشگاه‌های همکار واحد بازرسی طبق استانداردهای ذکر شده در جدول ۱ انجام می‌گیرد. مسئولیت صحت نتایج با آزمایشگاه است.

۴-۳- پس از انجام آزمون‌ها، پردازش نتایج آزمون‌ها توسط کارشناسان بازرسی انجام می‌گیرد.

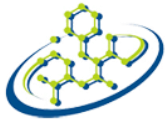


## ۴. مشخصه‌ها و معیارهای ارزیابی محصولات:

مشخصات مورد بازرسی و محدوده‌ی مجاز در مورد هر مشخصه باید به صورت زیر باشد:

جدول ۱- آزمون‌های موردنیاز جهت انجام بازرسی نانوپوشش‌ها

ردیف	پارامتر بازرسی	معیار پذیرش	استاندارد	تجهیزات	روش آماده‌سازی نمونه	شرح
۱	تعیین فاز(های) پوشش	طبق ادعای متقاضی	EN 13925-1:2003	پراش پرتو ایکس (XRD/GIXRD)	پوشش دهی روی زیرلایه مورد ادعای متقاضی با سطح حدود ۱ سانتی متر مربع	در بازه زاویه‌ای نرمال (2θ) بین ۱۰ تا ۹۰ درجه) / در صورتی که ضخامت پوشش کمتر از ۱ میکرومتر است، باید آزمون به صورت GIXRD انجام شود.
۲	ساختار نانومتری / جز نانومتری پوشش نانو کامپوزیتی و عناصر تشکیل دهنده پوشش	بند ۲-۹ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸ / بند ۲-۱۶ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸	ISO 16700	میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) مجهز به آنالیزگر عنصری به روش طیف‌سنجی تفکیک انرژی (EDS)	اج پوشش مطابق دستورالعمل معرفی شده توسط متقاضی (صرفاً در مورد پوشش های نانوساختار) و پوشش دهی با طلا یا طلا/پالادیوم	تصویربرداری در بزرگ‌نمایی مناسب جهت مشاهده ساختار نانومتری (آشکارساز الکترون-های ثانویه) یا پخش ذرات فاز دوم در زمینه پوشش (آشکارساز الکترون‌های برگشتی)/ آنالیز عنصری نقطه-ای از پوشش و تهیه نقشه آنالیز عنصری
۳	ضخامت پوشش و چسبندگی آن به زیرلایه	ادعای متقاضی / نانومتری بودن ضخامت پوشش (در مورد پوشش‌های با ضخامت نانومتری)	ISO 16700	میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) مجهز به آنالیزگر عنصری به روش طیف‌سنجی تفکیک انرژی (EDS)	مقطع زدن از نمونه (مطابق دستورالعمل) متقاضی و با کمترین آسیب مکانیکی و شیمیایی به پوشش) و پوشش دهی با طلا یا طلا/پالادیوم	تصویربرداری در بزرگ‌نمایی مناسب جهت مشاهده ضخامت پوشش و فصل مشترک پوشش با زمینه / آنالیز عنصری نقطه‌ای از پوشش و تهیه اسکن خطی آنالیز عنصری
۴	کارایی نمونه پوشش داده شده در مقایسه با زیرلایه بدون پوشش (سختی یا سایش)	بهبود خواص مورد ادعای متقاضی (سایش یا سختی) در اثر استفاده از نانوپوشش	ASTM G99/ISO 14577	نانوسختی سنجی (Nano-Indentation) / سایش پین روی دیسک	زیرلایه پوشش داده شده با سطح زیرین هموار - فرورونده Berkovich برای لایه‌های نازک بالای ۱۰۰ نانومتر یا Cube	تعیین مدول الاستیسیته، سختی و سختی پوشش در نانوسختی-سنجی / نرخ سایش، کاهش وزن و ضریب اصطکاک در آزمون سایش



	Corner برای لایه - های فوق نازک زیر ۱۰۰ نانومتر					
--	---	--	--	--	--	--

۱-۴- بررسی سطح مقطع توسط آزمون FESEM برای پوشش‌های با ضخامت نانومتری جهت ارزیابی جزء نانومتری و برای پوشش‌های نانو ساختار صرفاً جهت ارزیابی ضخامت و چسبندگی خواهد بود. تعیین ضخامت در نوع انجام آزمون XRD مؤثر است.

۲-۴- جهت انجام آنالیز عنصری به روش EDS چنانچه پوشش دهی طلا با عناصر موجود در پوشش ایجاد تداخل می‌کند، بهتر است از نمونه بدون پوشش طلا یا با پوشش کربن استفاده شود (تصویربرداری روی نمونه دارای پوشش طلا و آنالیز عنصری روی نمونه بدون پوشش طلا).

۳-۴- با توجه به دشواری مشاهده ساختار نانومتری پوشش (اندازه دانه‌ها و مرز بین دانه‌ها) و عدم دسترسی به آزمون HRTEM و روش‌های آماده‌سازی مرتبط با آن، هر گونه ساختار نانومتری مشاهده شده که مرتبط با خواص باشد مورد پذیرش بوده و تأیید کننده اندازه دانه‌های نانومتری خواهد بود.

۴-۴- سختی و نرخ سایش زیر لایه (نمونه شاهد) می‌تواند از منابع و مراجع استخراج شود.

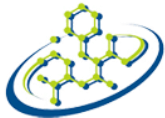
۵-۴- در صورت بروز هر گونه مشکل در انجام آزمون نانو سختی سنجی، آزمون میکروسختی سنجی بر اساس استاندارد ASTM E384 یا ASTM E92 و با ملاحظه ضخامت پوشش قابل انجام است.

۶-۴- در صورت نیاز به محاسبه چقرمگی بر اساس ادعای متقاضی، انجام هر دو آزمون میکروسختی سنجی و یکرز (جهت تعیین سختی و طول ترک) و نانو سختی سنجی (جهت تعیین مدول الاستیک) الزامی است.

۷-۴- در صورتی که متقاضی هر گونه ادعای بهبود خواص به جز خواص مکانیکی داشته باشد، آزمون خواص در تعامل با واحد نانو مقیاس به صورت اختصاصی تعریف خواهد شد.

## ۵. آزمون‌های مورد نیاز جهت پذیرش اولیه محصول:

جهت پذیرش اولیه محصول، ارائه حداقل یک آزمون جهت اثبات جز نانومتری (نانو ساختار بودن پوشش/ ضخامت نانومتری/ نانو اشیاء موجود در نانو کامپوزیت)، یک آزمون تعیین کننده جنس پوشش و یک آزمون اثبات کننده بهبود خواص در اثر استفاده از نانو پوشش ضروری است.



۵-۱- جهت پذیرش اولیه محصول، متقاضی باید آزمون ردیف ۱ جدول ۱ را جهت اثبات فازهای موجود در پوشش ارائه نماید.

تبصره ۱: چنانچه ضخامت پوشش در حدی کم باشد که توسط آزمون XRD قابل شناسایی نباشد، انجام آنالیز عنصری به روش طیف‌سنجی تفکیک انرژی (EDS) ذکر شده در ردیف‌های ۲ یا ۳ جدول ۱ جهت اثبات حضور عناصر تشکیل دهنده فاز یا فازهای مذکور برای پذیرش اولیه الزامی است.

۵-۲- جهت پذیرش اولیه محصول، متقاضی باید آزمون ردیف ۲ یا ۳ جدول ۱ (ردیف ۲ برای پوشش‌های نانو ساختار و نانو کامپوزیت و ردیف ۳ برای پوشش‌های با ضخامت نانومتری) را جهت اثبات حضور جزء یا اجزاء نانومتری ارائه نماید.

#### ۶. نمونه‌برداری:

۶-۱- جهت بررسی محصول، بازرس از محل تولید طبق دستورالعمل شماره *IMP-SW-02* بازدید انجام داده و طبق روش نمونه‌برداری شماره *IMP-SW-03* نمونه‌های موردنظر را تهیه می‌نماید.

۶-۲- جهت انجام آزمون‌های جدول ۱، پوشش‌دهی باید در سطح حداقل ۲۵ سانتی‌متر مربع (قابل تبدیل حداقل به ۷ نمونه) انجام شود. همچنین حداقل ۱۵ سانتی‌متر مربع (قابل تبدیل حداقل به ۳ نمونه) از زیرلایه بدون پوشش نمونه‌برداری شود.

#### ۷. گزارش نهایی بازرسی:

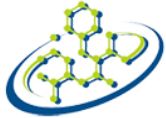
۷-۱- پس از بررسی و تحلیل نتایج، جدول ۲ توسط بازرس براساس مدارک اظهارشده شرکت و نتایج آزمون‌ها تکمیل می‌شود.

۷-۲- تمامی گزارش‌های بازرسی باید مطابق با فرم گزارش بازدید و نمونه‌برداری به شماره *IMP-SF-08* تهیه گردد.

۷-۳- در رابطه با موارد ادعایی انطباق نتایج با ادعای متقاضی مورد بررسی قرار خواهد گرفت.

جدول ۲- برگه مشخصات فنی محصول

مشخصه	واحد اندازه‌گیری	نتیجه / مقدار	آزمون مربوطه	محدوده مجاز	ادعای متقاضی	توضیحات
ترکیب فازی پوشش	-	؟	XRD	-		
اندازه کریستالیت	nm	؟	XRD	-		
ساختار پوشش (اندازه دانه‌ها)	nm	؟	FESEM	-		



موسسه خدمات فناوری تا بازار

## دستورالعمل بازرسی نانوپوشش‌ها

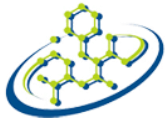


واحد بازرسی و بررسی مواد و محصولات

		-	EDS	؟	درصد اتمی	عناصر تشکیل دهنده پوشش
		-	FESEM	؟	nm	ضخامت پوشش
		-	Nano-Indentation	؟	HV	سختی پوشش
			Pin-on-Disk Wear Testing	؟	mg/m.N	نرخ سایش
		-	بازرسی چشمی	؟	-	رنگ ظاهری پوشش
		-	بازرسی چشمی	؟	-	یکنواختی پوشش
		-	بر طبق نظر کارشناس	؟	cm <sup>2</sup> /day	ظرفیت تولید

DRAFT





۸. منابع:

- **ISO/TS 12805:2011** - Nanotechnologies - Materials specifications - Guidance on specifying nano-objects
- **ISIRI 16464**: ویژگی‌های مواد - راهکاری برای تعیین ویژگی‌های نانو اشیاء
- **ISO/TR 13014:2012(E)**-Nanotechnologies - Guidance on physico-chemical characterization of engineered nanoscale materials for toxicologic assessment
- **ISO/TS80004**: Nanotechnologies - Vocabulary
- **ISIRI 12098**: نانوفناوری - واژه‌ها - اصطلاحات و تعاریف اصلی
- **ISO 9001**: Quality management systems – Requirements
- **ISO 9000**: Quality management systems - Fundamentals and vocabulary
- **ISO 10013**: Guidelines for Quality Management System Documentation
- **ISO/IEC 17025**: General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
- **ISO/IEC 17020**: General criteria for the operation of various types of bodies performing inspection

DRAFT