INSO
23219
1st Edition
2023

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iran National Standards Organization

استاندارد ملی ایران
۲۳۲۱۹
چاپ اول
۱۴۰۱

فناوری نانو- پوشش‌های نانومقیاس سخت- ارزیابی استحکام چسبندگی- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

Nanotechnology- Hard nanoscale coatings- Assessment of adhesion strength – Specifications and test methods

ICS: 07.120

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۲۳۲۱۹ (چاپ اول): سال ۱۴۰۱

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق‌پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه:standard@inso.gov.ir

وبگاه: http://www.inso.gov.ir

Iran National Standards Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir

Website: http://www.inso.gov.ir

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد ، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفهٔ تعیین، تدوین، به‌روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را بر عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند درکمیته ملی طرح، بررسی و درصورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)[1]، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5] در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامهٔ تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است

1- International Organization for Standardization
2- International Electrotechnical Commission
3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)
4- Contact point
5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو - پوشش‌های نانومقیاس سخت- ارزیابی استحکام چسبندگی- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون»

رئیس:	**سمت و/یا محل اشتغال:**
اشرفی‌زاده، سید فخرالدین (دکترای مهندسی مواد)	رئیس و عضو هیئت مدیره- انجمن علوم و تکنولوژی سطح ایران
دبیر:	
علم‌خواه، حسن (دکترای فناوری نانو-نانومواد)	عضو هیئت علمی- دانشگاه بوعلی سینا
اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
اسلامی‌پور، الهه (کارشناسی ارشد زیست‌شناسی سلولی مولکولی)	کارشناس- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
افشار، زهرا (کارشناسی ارشد مهندسی مواد)	کارشناس تحقیق و توسعه- شرکت فناوران سخت آرا
دولتی، ابوالقاسم (دکترای مهندسی مواد-خوردگی)	عضو هیئت علمی- دانشگاه صنعتی شریف
رمضان‌زاده، بهرام (دکترای مهندسی پلیمر-صنایع رنگ)	عضو هیئت علمی- پژوهشگاه رنگ
سهرابی جهرمی، ابوذر (دکترای نانوفناوری-نانومواد)	رئیس هیئت مدیره- شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته
سیفی، مهوش (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)	مشاور- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
غضنفری، سید محمدحسین (کارشناسی ارشد مواد-فناوری نانو)	کارشناس- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه فناوری نانو
گل‌زردی، سمیرا (کارشناسی ارشد مهندسی مواد-سرامیک)	کارشناس- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه فناوری نانو
منتظری، مانی (کارشناسی ارشد مهندسی مواد)	مدیرعامل- شرکت نوین فن سنجش آویسا
ویراستار:	
سیفی، مهوش (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)	مشاور- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

فهرست مندرجات

عنوان	صفحه
پیش‌گفتار	و
مقدمه	ز
۱ هدف و دامنه کاربرد	۱
۲ مراجع الزامی	۱
۳ اصطلاحات و تعاریف	۲
۴ ویژگی‌ها	۵
۵ روش‌های آزمون ارزیابی استحکام چسبندگی	۶
۵-۱ کلیات	۶
۵-۲ ارزیابی کیفی چسبندگی	۷
۵-۳ ارزیابی کمّی استحکام چسبندگی	۱۴
۵-۴ انتخاب روش آزمون	۲۰
۶ گزارش آزمون	۲۱
۷ کاربرد روش‌های آزمون چسبندگی	۲۱
پیوست الف (آگاهی‌دهنده) یک نوع طبقه‌بندی دیگر برای ارزیابی چسبندگی پوشش به بستره براساس آزمون راکول	۲۴
پیوست ب (آگاهی‌دهنده) جزئیات دستگاه آزمون چسبندگی خراش	۲۵
پیوست پ (آگاهی‌دهنده) استحکام شکست و چگونگی تعیین ماهیت شکست در آزمون جدایش کششی	۲۶
پیوست ت (آگاهی‌دهنده) فرم پیشنهادی گزارش نتایج آزمون چسبندگی	۲۷
کتابنامه	۲۸

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- پوشش‌های نانومقیاس سخت- ارزیابی استحکام چسبندگی- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده‌است، در یکصدوبیست‌وسومین اجلاسیه کمیتهٔ ملی استاندارد ایران مورخ ۱۴۰۱/۱۰/۵ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوهٔ نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینهٔ صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

منابع و مأخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورداستفاده قرار گرفته به‌شرح زیر است:

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۴۳: سال ۱۴۰۱، فناوری نانو- پوشش‌های نانومقیاس سخت- مشخصه‌یابی و روش‌های آزمون

۲- استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۶۹: سال ۱۴۰۱، فناوری نانو- پوشش‌های نانومقیاس سخت- طبقه‌بندی براساس مشخصه‌های هندسی و سختی

مقدمه

پوشش‌های سطحی به مهندسان این امکان را می‌دهند که خواص سطحی قطعات را مستقل از خواص کل جسم تغییر یا بهبود دهند. توسعه روش‌های گوناگون پوشش‌دهی موجب استفاده روزافزون صنایع مختلف از پوشش‌ها شده‌است. در این راستا، تلفیق «مهندسی سطح» با «فناوری نانو» امکان ایجاد پوشش‌های نانومقیاس را فراهم آورده است که حداقل در یکی از خصوصیات مهندسی اعم از خواص مکانیکی، شیمیایی و فیزیکی منحصربه فرد باشد.

«استحکام چسبندگی پوشش» یکی از معیارهای اصلی و مهم برای تایید کیفیت مناسب پوشش‌های نانومقیاس سخت برای کاربردهای صنعتی است. چسبندگی ضعیف پوشش، از عوامل مهم شکست و تخریب پوشش است که عمرکاری و عملکرد قطعات پوشش‌دار را محدود می‌سازد. چسبندگی مناسبی باید بین پوشش و بستره و پیوستگی قابل‌قبولی میان اجزای پوشش وجود داشته باشد تا دیگر خواص بتوانند به‌طور موفقیت‌آمیز و مطلوبی مورد بهره‌برداری قرار گیرند.

استاندارد حاضر انواع روش‌های ارزیابی چسبندگی پوشش به همراه نمونه‌ای از حوزه کاربرد هر روش را معرفی می‌کند. علاوه‌بر آن، روش‌های ارزیابی چسبندگی را براساس معماری پوشش‌های نانومقیاس ارائه می‌دهد. برای تولیدکنندگان و مصرف‌کنندگان قطعات پوشش‌دار که باید چسبندگی پوشش را کنترل و ارزیابی کنند، این استاندارد روش‌های مناسبی را در خصوص ارزیابی استحکام چسبندگی پوشش‌های نانومقیاس سخت فراهم می‌کند.

فناوری نانو- پوشش نانومقیاس سخت- ارزیابی استحکام چسبندگی- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش‌های آزمون کاربردی برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌ها و ویژگی آن‌ها است.

این استاندارد روش‌هایی را برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌هایی ارایه می‌دهد که اولاً مطابق استانداردهای ملی ایران شماره‌های ۲۳۱۴۳: سال ۱۴۰۱ و ۲۳۱۶۹: سال ۱۴۰۱، دارای مشخصه «نانومقیاس» باشند و دوماً این‌که عدد «سختی» آن‌ها بیش از ۱۲ گیگاپاسکال (یا ۱۲۰۰ ویکرز) باشد.

هر یک از روش‌های آزمون ارائه‌شده در این استاندارد، برای ارزیابی چسبندگی بعضی از پوشش‌های نانومقیاس سخت مناسب است و برای برخی دیگر نامناسب است. بنابراین یک روش نمی‌تواند برای ارزیابی چسبندگی انواع پوشش‌ها مورداستفاده قرار گیرد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آنها رجوع شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

درصورتی‌که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است.

۲-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۳۸۷: سال ۱۳۸۸، سرامیک‌های ظریف (سرامیک‌های پیشرفته، سرامیک‌های صنعتی پیشرفته)- ارزیابی چسبندگی پوشش‌های سرامیکی به روش ایجاد فرورفتگی (خراش) راکول

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۶۲: ۱۳۸۸، سرامیک‌های ظریف (سرامیک‌های پیشرفته، سرامیک‌های صنعتی پیشرفته)- چسبندگی پوشش‌های سرامیکی به وسیله آزمون خراش- روش آزمون

۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۹۵۴۸: سال ۱۳۹۳، حفاظت سازه‌های فولادی در برابر خوردگی با استفاده از سامانه‌های پوشرنگ محافظ- ارزیابی و معیارهای پذیرش چسبندگی/ پیوستگی (استحکام در برابر شکست) پوشش- قسمت ۱: آزمون جدایش کششی

۲-۴ استاندارد ملی ایران-ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵، فناوری نانو -واژه‌نامه -قسمت ۱: اصطلاحات اصلی

۲-۵ استاندارد ملی ایران-ایزو شماره ۱۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۶، فناوری نانو- واژه‌نامه -قسمت ۱۱: نانولایه، نانوپوشش، نانوفیلم و اصطلاحات مرتبط

2-6 ASTM D4541-02, Standard Test Method for Pull-Off Strength of Coatings Using Portable Adhesion Testers

2-7 ISO 2819: 2017, Metallic coatings on metallic substrates — Electrodeposited and chemically deposited coatings — Review of methods available for testing adhesion

2-8 ISO TR 19402: 2018, Paints and varnishes — Adhesion of coatings

2-9 ISO 4624: 2002, Paints and varnishes — Pull-off test for adhesion

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۸۹۴۳: سال ۱۳۹۵، پوشرنگ‌ها و جلاها- آزمون جدایش کششی برای تعیین چسبندگی با استفاده از ISO 4624: 2016 تدوین شده است.

2-10 VDI 3198: 1992, Beschichten von Werkzeugen der Kaltmassivumformung; CVD- und PVD-Verfahren

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات با تعاریف زیر به‌کار می‌رود.

۳-۱

نانومقیاس

nanoscale

گستره اندازه بین تقریبا ۱ nm تا ۱۰۰ nm است.

[منبع: زیربند ۲-۱، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۵]

۳-۲

نانوپوشش

nanocoating

پوششی با ضخامت *نانومقیاس* (۳-۱) است.

[منبع: زیربند ۳-۲-۲-۲، استاندارد ملی ایران- ایزو ۱۱-۸۰۰۰۴ سال ۱۳۹۷]

۳-۳

نانولایه

nanolayer

لایه‌ای از مواد با ضخامت *نانومقیاس* (۳-۱) است.

[منبع: زیربند ۳-۲-۲-۱، استاندارد ملی ایران- ایزو ۱۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۴-۳

پوشش نانومقیاس

nanoscale coating

پوشش با ضخامت، ساختار و یا حداقل یک جزء نانومتری است.

[منبع: زیربند ۳-۳، استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۴۳: سال ۱۴۰۱]

۵-۳

پوشش نانوساختار

nanostructured coating

پوششی که ساختار داخلی یا سطحی *نانومقیاس* (۳-۱) دارد.

[منبع: زیربند ۳-۳-۲، استاندارد ملی ایران -ایزو شماره ۱۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۶-۳

پوشش نانودانه‌ای

nanograin coating

پوشش با اندازه دانه‌های در محدوده *نانومقیاس* (۳-۱) است.

[منبع: زیربند ۳-۱-۹، استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۶۹: سال ۱۴۰۱]

۷-۳

پوشش گرادیانی

graded coating

پوششی با تغییر تدریجی در ساختار یا ترکیب شیمیایی آن از فصل مشترک تا سطح خارجی است.

[منبع: زیربند ۳-۱-۱۰، استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۶۹: سال ۱۴۰۱]

۸-۳

پوشش لایه‌ای اَبَرشبکه

superlattice multilayer coating

پوشش لایه‌ای با لایه‌های با ضخامت *نانومقیاس* (۳-۱) و دارای مطابقت بلوری میان لایه‌ها است.

[منبع: زیربند ۳-۱-۱۱، استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۶۹: سال ۱۴۰۱]

۹-۳

پوشش نانو چندسازه‌ای (کامپوزیتی)

nanocomposite coating

پوشش جامد حاوی مخلوطی از دو یا چند ماده جدایش‌یافته فازی، با یک یا چند فاز *نانومقیاس* (۳-۱) است.

[منبع: زیربند ۳-۳-۵، استاندارد ملی ایران -ایزو شماره ۱۱-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۱۰-۳

پوشش نانومقیاس سخت

hard nanoscale coating

پوششی با ضخامت، ساختار و یا حداقل یک جزء نانومتری با سختی موردنظر است.

[منبع: زیربند ۳-۱-۱۳، استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۶۹: سال ۱۴۰۱]

۱۱-۳

پوشش نانوستونی

nanocolumnar coating

پوششی با ساختار ستونی با ابعاد *نانومقیاس* (۳-۱) است.

[منبع: زیربند ۳-۱-۱۷، استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۶۹: سال ۱۴۰۱]

۱۲-۳

پوشش متخلخل نانوستونی

nanocolumnar porous coating

پوشش با ساختار ستونی متخلخل و با ابعاد *نانومقیاس* (۳-۱) است.

[منبع: زیربند ۳-۱-۱۸، استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۶۹: سال ۱۴۰۱]

۱۳-۳

چسبندگی

adhesion

اتصال در پدیده سطح مشترک بین یک سطح جامد و ماده دیگر مانند پوشش‌ها که ناشی از نیروهای مولکولی است.

یادآوری- چسبندگی نباید با انسجام اشتباه گرفته شود.

[منبع: برگرفته از زیربند 3.1، استاندارد ISO 19402: 2018]

۱۴-۳

انسجام (پیوستگی)

cohesion

نیروی جاذبه که موجب اتصال مناسب بین اتم‌های خودِ پوشش و ایجاد تمایل برای حفظ وضعیت ماده می‌شود.

یادآوری- انسجام نباید با چسبندگی اشتباه گرفته شود.

[منبع: برگرفته از زیربند ۳-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۹۵۴۸: سال ۱۳۹۴]

۱۵-۳

شکست چسبندگی

adhesion failure

جدا شدن یک پوشش از بستره که ناشی از نیروهای خارجی است.

[منبع: زیربند 3.3، استاندارد ISO 19402: 2018]

۱۶-۳

شکست انسجام (شکست پیوستگی)

cohesion failure

از دست دادن انسجام (پیوستگی) در یک پوشش که ناشی از نیروهای خارجی است.

[منبع: زیربند 4.3 استاندارد ISO 19402: 2018]

۴ ویژگی‌ها

در این استاندارد، روش‌های ارزیابی چسبندگی برای پوشش‌های نانومقیاس با این ویژگی که میزان سختی بیش از ۱۲ گیگاپاسکال را داشته باشند، ارائه شده‌است. به بیان دیگر، این استاندارد برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌هایی به‌کار می‌رود که اولاً دارای یک جزء نانومقیاس باشند و در طبقه‌بندی پوشش‌های نانومقیاس مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۶۹: سال ۱۴۰۱ قرار گیرند و دوماً میزان سختی بیشتر از ۱۲ گیگاپاسکال داشته باشند. مطابق این استاندارد، معیارهای پذیرش چسبندگی پوشش‌های نانومقیاس سخت بر مبنای آزمون‌ها در جدول ۱ ارائه شده‌است.

جدول ۱- معیار پذیرش چسبندگی پوشش‌های نانومقیاس سخت مطابق آزمون‌های چسبندگی

نوع آزمون	معیار پذیرش	ارجاع به استاندارد
آزمون راکول*	رده‌های HF1 و HF2	زیربند 4-5، استاندارد VDI 3198: 1992
آزمون شوک حرارتی	عدم ترک‌خوردگی، پوسته‌شدن یا جدا شدن پوشش در دمای آزمون تعیین‌شده برحسب جنس بستره و جنس پوشش	زیربند 4-12، استاندارد ISO 2819:2017
آزمون خمش	عدم بریدگی یا پوسته‌شدن در شرایط آزمون موردتوافق (در آزمون خمش با سنبه استوانه‌ای، عدم پوسته‌شدن در قطر سنبه موردتوافق. در آزمون خمش با سنبه مخروطی، طول ترک برابر یا کمتر از طول ترک موردتوافق. در آزمون خمش سه‌نقطه‌ای، نیروی خمش برابر یا بیشتر از نیروی خمش موردتوافق)	زیربند 4-2، استاندارد ISO/TR 19402:2018
آزمون خراش	مقادیر L_{c1}، L_{c2} و L_{c3} برابر یا بیشتر از مقدار موردتوافق در شرایط آزمون باشد.	استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۶۲: سال ۱۳۸۸
آزمون جدایش کششی	مقدار استحکام در برابر شکست چسبندگی بین بستره و اولین لایه پوشش (A/B) برابر یا بیشتر از میزان موردتوافق باشد.	زیربند ۸، استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۹۵۴۸: سال ۱۳۹۳
* در آزمون چسبندگی راکول، رده‌های HF5 و HF6 قطعاً غیرقابل‌قبول است اما رده‌های HF3 و HF4 می‌تواند برحسب توافق و یا حساسیت کار در رده قابل‌قبول یا غیرقابل‌قبول قرار گیرد.		

۵ روش‌های آزمون ارزیابی استحکام چسبندگی

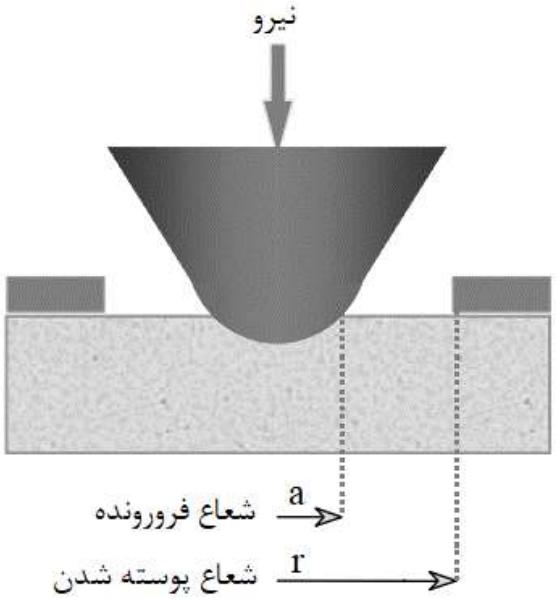
۵-۱ کلیات

برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌های نانومقیاس، چندین روش وجود دارد. در یک دسته‌بندی کلی، روش‌های ارزیابی استحکام و کیفیت چسبندگی پوشش به روش‌های کمّی و کیفی تقسیم‌بندی می‌شود.

۵-۲ ارزیابی کیفی چسبندگی

۵-۲-۱ آزمون راکول[1]

این روش آزمون براساس استاندارد VDI 3198 و استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۳۸۷: سال ۱۳۸۸ انجام می‌شود. روش کار به این صورت است که ابتدا نمونه در دستگاه راکول تراز می‌شود، به‌طوری‌که فرورفتگی در جهتی عمود بر سطح نمونه ایجاد شود. برای این منظور لازم است بار مناسب در زمان مشخص بر نمونه اعمال شود. شکل ۱، طرحواره‌ای از فرورونده راکول C را نشان می‌دهد [1].



شکل ۱- طرحواره‌ای از فرورونده راکول C [1]

الف – شرایط انتخاب بار مناسب

بسته به ترکیب پوشش/بستره، محدوده بار مناسب باید انتخاب شود. برای انتخاب بار مناسب باید به نکات زیر توجه کرد:

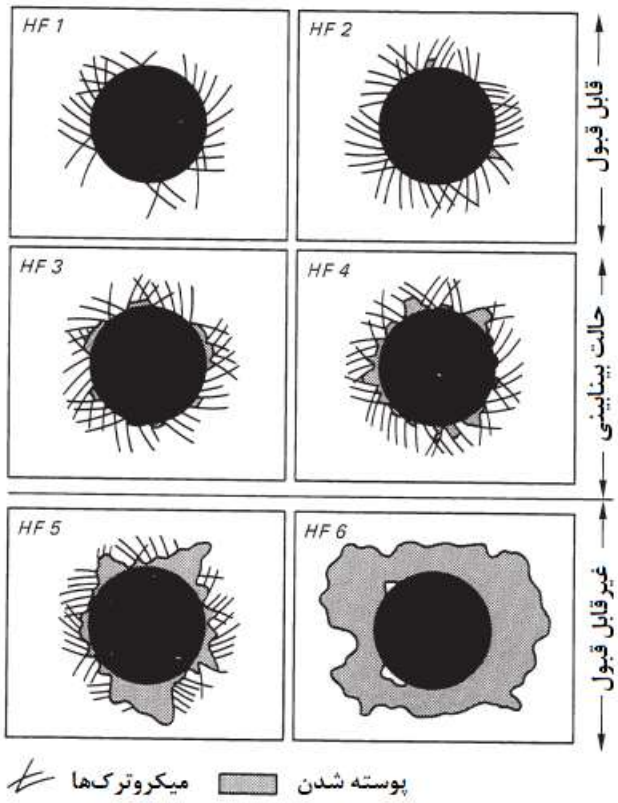
۱- برای بستره فلزی سخت‌تر از HRC ۵۴ (۵۸۹ ویکرز)، بار ۱۴۷۱٫۵ نیوتن (۱۵۰ kgf) باید استفاده شود (مقیاس راکول C).

۲- برای بستره فلزی نرم‌تر از HRC ۵۴ (۵۸۹ ویکرز) و برای «بسترهای فولادی سخت‌کاری‌شده»[2]، باید بار ۹۸۱ نیوتن (۱۰۰ kgf) استفاده شود (مقیاس راکول D).

۳- برای تمامی بسترهای ظریف و ترد از جمله کاربیدهای سمانته، سرامیک‌ها و سرمت‌های صلب، باید بار ۵۸۸٫۶ نیوتن (۶۰ kgf) استفاده شود (مقیاس راکول A).

1- Rockwell
2- Medium case-hardened steel substrates

پس از اعمال بار، باید سطح نمونه زیر میکروسکوپ نوری با بزرگنمایی ۱۰۰ برابر مورد بررسی قرار گیرد و میزان چسبندگی آن مطابق شکل ۲ ارزیابی شود. همان‌طور که در شکل نشان داده شده‌است، شش حالت از HF1 تا HF6 برای ارزیابی چسبندگی پوشش به بستره درنظر گرفته شده‌است. پوشش‌های مشابه حالت HF1 تا HF4 از نظر کنترل کیفی قابل‌قبول و حالت‌های HF5 و HF6 مردود و غیرقابل‌قبول است. حالت‌های HF3 و HF4 از نظر ظاهری در مرز رده‌های قابل‌قبول و غیرقابل‌قبول قرار دارد و در این شرایط حساسیت کار و ضوابط موردتوافق، تعیین‌کننده خواهد بود.



شکل ۲- طبقه‌بندی نتایج حاصل از آزمون چسبندگی براساس استاندارد VDI3198

ب- شرایط اجرای روش مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۳۸۷: سال ۱۳۸۸

۱- این طبقه‌بندی برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌های با ضخامت حداکثر ۵ میکرومتر و بستره سخت (حداقل ۵۴ HRC) قابل‌استفاده است، مانند پوشش‌های PVD اعمال‌شده بر فولاد ابزار یا فولاد تندبر.

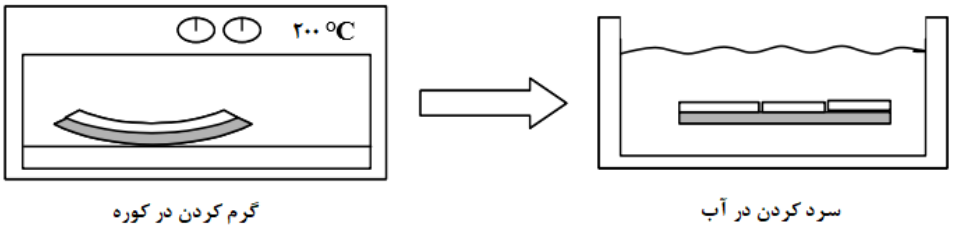
۲- برای پوشش‌های ایجادشده با روش‌های دیگر و ضخامت مابین ۵ میکرومتر تا ۲۰ میکرومتر می‌توان از طبقه‌بندی ارائه‌شده در پیوست **الف** استفاده کرد.

۳- در مواردی مانند نانوپوشش‌های تک‌لایه، ممکن است زیر میکروسکوپ، هیچ کدام از اثرات ذکرشده مشاهده نشود، در این صورت می‌توان از روش‌های دیگری مانند نانوخراش استفاده کرد.

۵-۲-۲ آزمون شوک حرارتی[1]

این روش براساس استاندارد ISO 2819:2017 انجام می‌شود. چسبندگی بسیاری از پوشش‌ها را می‌توان با گرم کردن نمونه پوشش‌داده‌شده و سپس سردکردن سریع آن تعیین کرد. شکل ۳ طرحواره‌ای از روش انجام آزمون چسبندگی با شوک حرارتی را نشان می‌دهد [1]. اساس این آزمون بر مبنای تفاوت ضریب انبساط حرارتی بین پوشش و فلز پایه استوار است. بنابراین آزمون زمانی قابل‌اجرا است که ضریب انبساط حرارتی یک پوشش به‌طور محسوسی با ضریب انبساط حرارتی فلز پایه متفاوت باشد. آزمون با حرارت دادن نمونه در کوره به مدت کافی برای دستیابی به دمای مناسب (نشان داده شده در جدول ۲) انجام می‌شود. دما باید در محدوده ۱۰± درجه سلسیوس نسبت به دمای تعیین‌شده، نگهداری شود. فلزات حساس به اکسایش باید در اتمسفر خنثی یا کاهنده یا در مایعات مناسب گرم شوند. سپس نمونه باید در آب در دمای اتاق سرد شود. هیچ جدایی، به عنوان مثال ترک خوردگی، پوسته‌شدن[2] یا جدایش پوشش از فلز پایه نباید رخ دهد.
نکاتی که حین آزمون لازم است مدنظر قرار گیرد:

۱- این آزمون برای پوشش‌هایی که در شرایط کاری خود تحت حرارت قرار می‌گیرند، توصیه می‌شود.
۲- در مواردی، نفوذ پوشش در فلز پایه می‌تواند یک لایه شکننده ایجاد کند، به‌طوری که کنده شدن پوشش ناشی از شکست لایه شکننده بوده و مربوط به چسبندگی پوشش نمی‌شود.
۳- دمای حرارت‌دهی و زمان نگهداری نمونه‌ها، با توجه به کاربرد نمونه و حساسیت کار تعیین می‌شود. برای اطلاع از برخی دماهای پوشش‌ها و سایر فلزات می‌توان به استاندارد ASTM B571 مراجعه کرد.



شکل ۳- طرحواره‌ای از روش استفاده‌شده برای ارزیابی کیفی چسبندگی پوشش با آزمون شوک حرارتی [1]

1- Thermal shock
2- Delamination

جدول ۲- نمونه پوشش‌ها و بسترهها برای آزمون شوک حرارتی

فلز پایه	نوع پوشش و دمای آزمون	
	کروم، نیکل و نیکل+کروم	قلع
فولاد	۳۰۰ درجه سلسیوس	۱۵۰ درجه سلسیوس

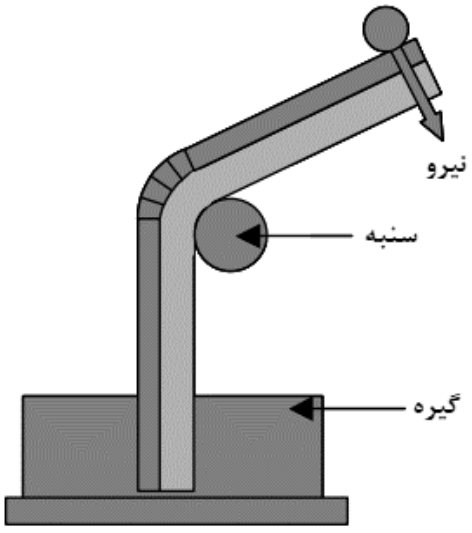
جدول ۲- (ادامه)

آلیاژهای روی	۱۵۰ درجه سلسیوس	۱۵۰ درجه سلسیوس
مس و آلیاژهای مس	۲۵۰ درجه سلسیوس	۱۵۰ درجه سلسیوس
آلومینیوم و آلیاژهای آلومینیوم	۲۲۰ درجه سلسیوس	۱۵۰ درجه سلسیوس

۵-۲-۳ آزمون خمش[1]

۵-۲-۳-۱ کلیات

این روش براساس استاندارد ملی ایران شماره ۵۹۰۶: سال ۱۳۸۶ [۲]، استاندارد ISO 2819: 2017 و استاندارد ISO TR 19402: 2018 انجام می‌شود. آزمون خمش شامل خم کردن نمونه ورق پوشش داده شده مطابق شکل ۴ است [1]. معمولاً نمونه موردآزمون، روی یک سنبه خم می‌شود و نمونه را تا حد امکان به‌شدت از یک طرف به طرف دیگر خم می‌کند تا وضعیت پوشش مورد بررسی قرار گیرد. این عمل می‌تواند به‌صورت دستی با یک اهرم یا در یک سرعت ثابت به‌صورت خودکار انجام شود. سرعت و شعاع خمش را می‌توان با استفاده از ماشین‌آلات مناسب کنترل کرد. نوع آزمون و میزان خمش بسته به فلز پایه، شکل، ماهیت پوشش و ضخامت نسبی پوشش و بستره متفاوت است.



شکل ۴- طرحواره آزمون خمش نمونه برای ارزیابی چسبندگی پوشش [1]

1- Bending test

آزمون موجب ایجاد تنش برشی بین بستره و پوشش می‌شود. اگر پوشش انعطاف‌پذیر باشد، نیروی برشی اندک است، زیرا پوشش تغییر شکل می‌یابد و حتی فلز پایه ممکن است بدون گسستگی پوشش دچار شکست شود. پوشش شکننده در خلال آزمون ترک می‌خورد، اما با این وجود اطلاعاتی در مورد چسبندگی به‌دست می‌آید. بررسی پوشش مشخص می‌کند که آیا پوشش پوسته شده‌است یا با چاقو و قلم باید آن را جدا کرد. هر نشانه‌ای از بریدگی یا پوسته شدن به‌عنوان شاخصی از چسبندگی ضعیف درنظر گرفته می‌شود. نمونه پوشش داده‌شده را به سمت داخل یا بیرون می‌توان تحت خمش قرار داد. رفتار پوشش به‌طور معمول در لایه بیرونی مشاهده می‌شود، اگرچه در برخی موارد ممکن است با بررسی داخل خمیدگی اطلاعات بیشتری به دست آید.

۵-۲-۳-۲ انواع آزمون خمش

روش‌های متفاوتی برای انجام آزمون خمش وجود دارد که جزئیات آن در استاندارد ISO TR 19402 و استاندارد ملی ایران شماره ۵۹۰۶: سال ۱۳۸۶ [۲] ارائه شده‌است و در ادامه به‌طور مختصر معرفی خواهند شد.

الف- خمش با سنبه استوانه‌ای

در روش خمش با سنبه استوانه‌ای، دستگاه دارای یک گیره لغزنده برای بستن نمونه و یک اهرم خمشی شامل غلتک‌هایی با قابلیت تنظیم ارتفاع است. نمونه آزمون به‌طوری در دستگاه خمش قرار می‌گیرد که سطح پوشش‌دار به سمت خارج باشد و حول یک سنبه استوانه‌ای خم شده و تغییر شکل می‌یابد. سنبه‌ها قابلیت تعویض دارند و به‌ترتیب از قطرهای بزرگ به کوچک در دستگاه قرار می‌گیرند (قطر سنبه‌ها بر حسب میلی‌متر و برابر با ۳۲، ۲۵، ۲۰، ۱۶، ۱۲، ۱۰، ۸، ۶، ۵، ۴، ۳ و ۲ است) و نمونه حول این سنبه‌ها خم می‌شود تا ترک یا پوستگی در پوشش مشاهده شود. سپس عیوب روی سطح پوشش خمیده‌شده به‌صورت چشمی بررسی می‌شود و بزرگترین قطر سنبه که در آن ترک یا پوستگی اتفاق افتاده‌است، به‌عنوان نتیجه گزارش می‌شود. شکل ۵ دستگاه خمش با سنبه استوانه‌ای را نشان می‌دهد.

شکل ۵- دستگاه خمش با سنبه استوانه‌ای

ب- خمش با سنبه مخروطی

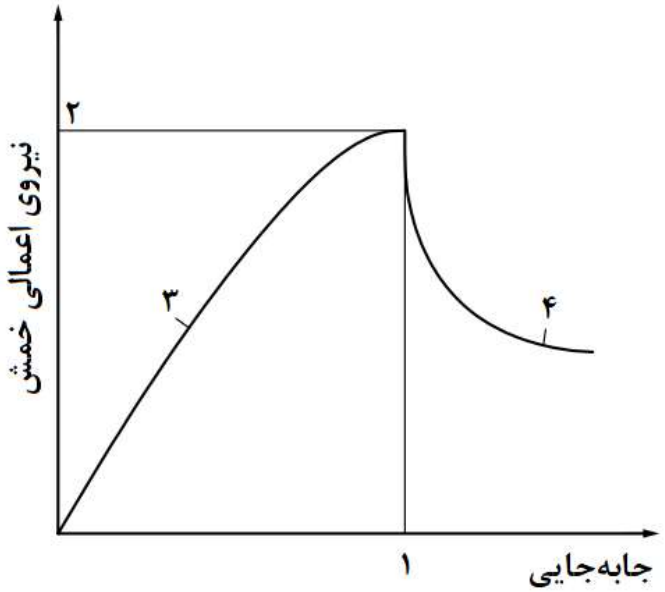
در روش خمش با سنبه مخروطی مانند خمش با سنبه استوانه‌ای، دستگاه دارای یک اهرم خمشی با یک غلتک است که روی سنبه مخروطی فولادی با حداقل قطر ۳٫۱ میلی‌متر (۰٫۱۲ اینچ) و حداکثر قطر ۳۸ میلی‌متر (۱٫۵ اینچ) می‌چرخد. قطر سنبه مخروطی برحسب میلی‌متر و اینچ درجه‌بندی شده‌است تا بتوان در ارزیابی چسبندگی از آن استفاده کرد. روش کار به این صورت است که نمونه طوری در دستگاه قرار می‌گیرد که سطح پوشش‌دار آن به سمت بیرون باشد. سپس حول سنبه مخروطی خم می‌شود و با استفاده از خط‌کش که روی دستگاه تعبیه شده‌است، طول ترک در پوشش یا جایی‌که پوشش ترک خورده یا پوسته کرده است، برحسب میلی‌متر تعیین می‌شود. این روش برای استفاده همراه با روش سنبه استوانه‌ای است، زیرا نقطه توقف ترک در آزمون را دقیق‌تر مشخص می‌کند. شکل ۶ دستگاه خمش مخروطی را نشان می‌دهد.

شکل ۶- دستگاه آزمون خمش با سنبه مخروطی

پ- خمش سه‌نقطه‌ای

در روش خمش سه‌نقطه‌ای، همان‌طور که در شکل ۷ نشان داده شده‌است، نمونه آزمون روی دو تکیه‌گاه قرار می‌گیرد و یک سنبه به‌طور پیوسته با سرعت ۰٫۵ میلی‌متر بر ثانیه بر آن نیرو وارد می‌کند تا نمونه خم شود. به‌طور هم‌زمان نمودار نیرو- جابه‌جایی خمش ثبت می‌شود و از نمودار رسم‌شده، اطلاعات لازم برای ارزیابی چسبندگی به‌دست می‌آیدکه شامل: بیشترین نیروی خمش (N)، بیشترین جابه‌جایی خمش (mm)، شیب منحنی در محدوده خطی و توصیف کیفی محدوده شکست. شکل ۸ نمودار نیرو- جابه‌جایی حاصل از آزمون خمش سه‌نقطه‌ای را نشان می‌دهد که از استاندارد ISO TR 19402: 2018 برگرفته شده‌است. توجه شود که در این روش، قطر سنبه باید چهار برابر ضخامت نمونه باشد. کاربرد اصلی این روش برای پوشش‌های ضخیم است.

شکل ۷- دستگاه آزمون خمش سه نقطه‌ای



شکل ۸- نمودار نیرو- جابه‌جایی حاصل از آزمون خمش سه نقطه‌ای: (۱) بیشینه جابه‌جایی، (۲) بیشینه نیرو، (۳) محدوده خطی و (۴) حد شکست (شکل برگرفته از استاندارد ISO TR 19402: 2018)

نکته قابل‌توجه برای تمام آزمون‌های خمش آن است که این آزمون‌ها به‌صورت مقایسه‌ای بوده و بر حسب توافق متقاضی و کارفرما محدوده‌های متفاوتی از نتایج می‌تواند قابل‌قبول باشد. به‌عنوان مثال، ممکن است برای یک کاربرد، خمش سالم با سنبه ۱۲ میلی‌متر قابل‌قبول باشد در حالی‌که در کاربرد دیگری، انجام خمش با سنبه ۲۵ میلی‌متر قابل‌قبول باشد.

۵-۳ ارزیابی کمّی استحکام چسبندگی

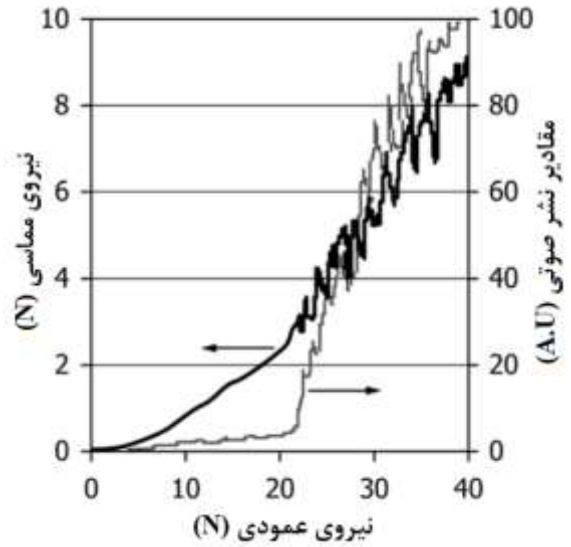
۵-۳-۱ آزمون خراش[1]

۵-۳-۱-۱ میکروخراش

این روش آزمون براساس استاندارد ملی ۱۲۶۶۲: سال ۱۳۸۸ و استاندارد ASTM C1624: 2015 انجام می‌شود. آزمون خراش برای ارزیابی یکپارچگی مکانیکی[2] سطوح پوشش‌دار استفاده می‌شود. روش آزمون شامل ایجاد خراش از طریق کشیدن یک فرورونده الماسی با شکل مشخص (معمولاً فرورونده الماسی با شکل هندسی راکول C) روی سطح آزمونه (پوشش-بستره)، تحت نیروی عمودی ثابت یا افزایشی در محدوده ۱ نیوتن تا ۱۰۰ نیوتن است. البته برای محدوده‌های دیگر نیرو نیز قابل‌استفاده است. سپس نیروی بحرانی (L_c) که در آن جداشدن یا نقص اتفاق می‌افتد، تعیین می‌شود. بسته به نوع دستگاه، نقص‌های به‌وجود آمده با مشاهده مستقیم خراش با میکروسکوپ و گاهی اوقات به کمک اندازه‌گیری نشر صوتی و یا نیروی

1- Scratch
2- Mechanical integrity

اصطکاک ارزیابی می‌شوند. شکل ۹ نمونه‌ای از ارتباط نیروی عمودی با مقادیر نشر صوتی و نیروی مماسی در آزمون خراش را نشان می‌دهد [3].



شکل ۹- تغییرات نیروی عمودی با مقادیر نشر صوتی و نیروی مماسی در آزمون خراش [3]

حالت‌های مختلفی برای ایجاد خراش وجود دارد که شامل آزمون خراش با نیروی افزایشی (PFST)[1]، آزمون خراش با نیروی ثابت (CFST)[2] و آزمون خراش چندگذری (MPST)[3] است که به معرفی مختصر آن‌ها پرداخته می‌شود.

الف- آزمون خراش با نیروی افزایشی

در این حالت، نیروی اعمالی با سرعت ثابتی افزایش می‌یابد و فرورونده با سرعت ثابتی حرکت می‌کند تا نقص‌هایی مانند ترک و یا پوستگی در مسیر خراش ایجاد شود. مقدار ۱۰ میلی‌متر بر دقیقه برای سرعت حرکت فرورونده و ۱۰۰ نیوتن بر دقیقه برای افزایش نیرو توصیه می‌شود (مطابق شکل ۱۰-الف).

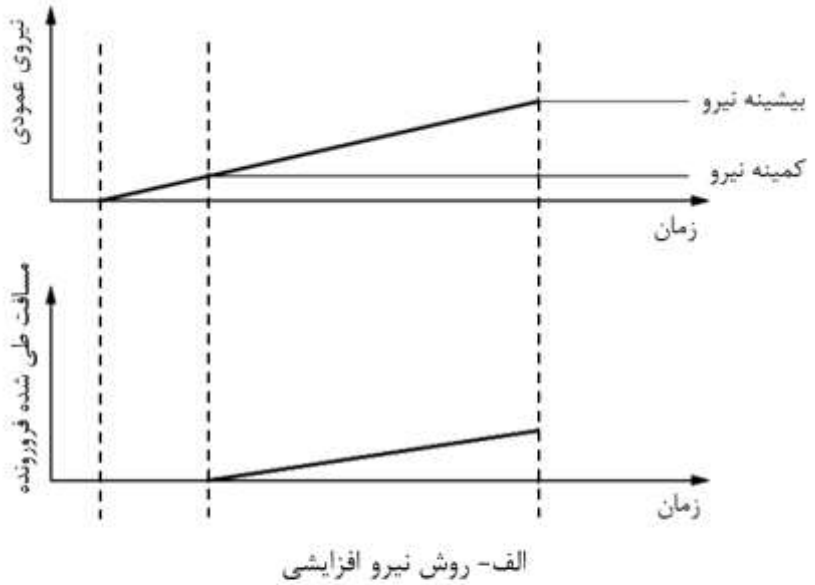
ب- آزمون خراش با نیروی ثابت

در این حالت، اگر دستگاه قابلیت عملکرد با شیوه آزمون خراش تحت نیروی افزایشی را دارد، ابتدا با آن روش، نیروی عمودی بحرانی تعیین می‌شود. سپس یک پنجم نیروی عمودی بحرانی تعیین‌شده به روش نیروی افزایشی به‌عنوان نیروی عمودی در حالت آزمون خراش با نیروی ثابت استفاده می‌شود. فرورونده نیز با سرعت ۱۰ میلی‌متر بر دقیقه حرکت می‌کند و خراشی به طول ۱۰ میلی‌متر ایجاد می‌کند. بعد از ارزیابی خراش ایجادشده می‌توان برای بررسی نواحی دیگر، خراش‌های جدیدی با میزان نیروی عمودی بیشتر از مقدار قبلی استفاده نمود (مطابق شکل ۱۰-ب).

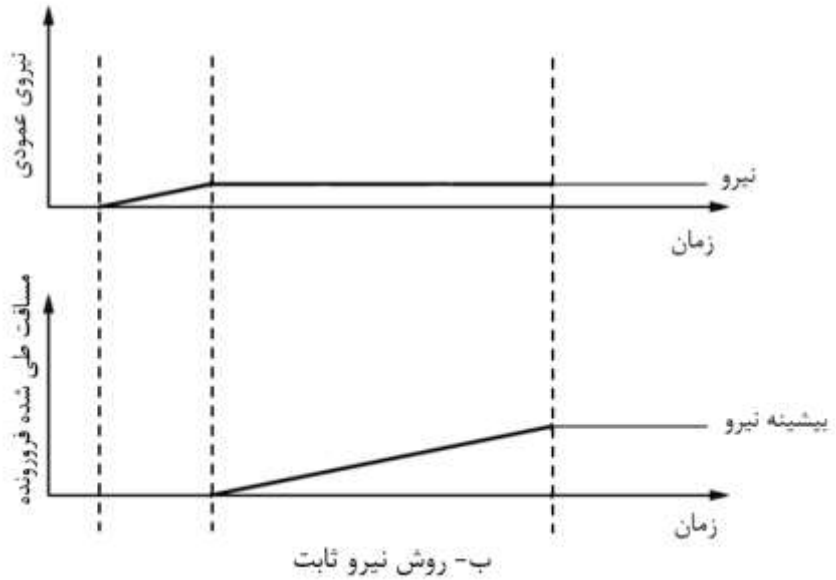
1- Progressive-force scratch test
2- Constant-force scratch test
3- Multi-pass scratch test

پ- آزمون خراش چندگذری

در این حالت نیز ابتدا آزمون با روش خراش با نیروی افزایشی انجام می‌شود و ۵۰ درصد از نیروی عمودی بحرانی به‌دست آمده، در این روش اعمال می‌شود. سرعت حرکت فرورونده ۱۰ میلی‌متر بر دقیقه است و به‌طور مکرر، خراش‌هایی به طول حداقل ۳ میلی‌متر ایجاد می‌کند تا نقص رخ دهد. سپس سطح خراشیده‌شده مورد بررسی قرار می‌گیرد و ممکن است لازم باشد نیرو کاهش یا افزایش یابد.



الف- روش نیرو افزایشی



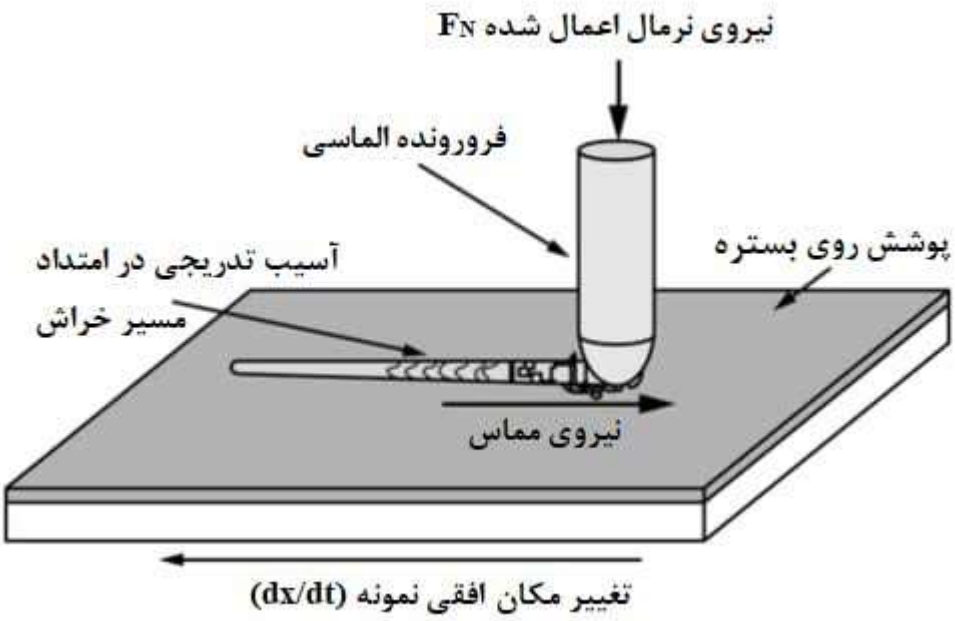
ب- روش نیرو ثابت

شکل ۱۰- ارتباط نیروی عمودی و مسافت طی‌شده فرورونده بر حسب زمان در آزمون‌های خراش (شکل، برگرفته از استاندارد ملی ۱۲۶۶۲: سال ۱۳۸۸)

یادآوری ۱- به‌طور کلی روش آزمون خراش چندگذری، سطح پوشش داده‌شده را در معرض تماس‌هایی از نوع خستگی چرخه‌ای قرار می‌دهد که یک روش شبیه‌سازی شرایط کاری واقعی برای بیشتر اجزای پوشش داده‌شده محسوب می‌شود. روش آزمون خراش با نیروی افزایشی برای اولین مرحله ارزیابی نیروهای بحرانی ایجادکننده خراش و نقص عمده در پوشش استفاده می‌شود، درحالی‌که روش آزمون خراش با نیروی ثابت تحلیل آماری خراش ایجادشده در پوشش را در کل سطح ممکن می‌سازد.

یادآوری ۲- در بیشتر موارد، روش آزمون خراش با نیروی ثابت نسبت به روش آزمون خراش با نیروی افزایشی برای تشخیص کیفیت چسبندگی بهتر عمل می‌کند، اما فرایند آن زمانبر و مشکل است. روش آزمون خراش چندگذری برای ارزیابی چگونگی چسبندگی سطوح ترد بهتر عمل می‌کند، با این حال در آزمون‌های روزمره بیشتر از روش آزمون خراش با نیروی ثابت استفاده می‌شود.

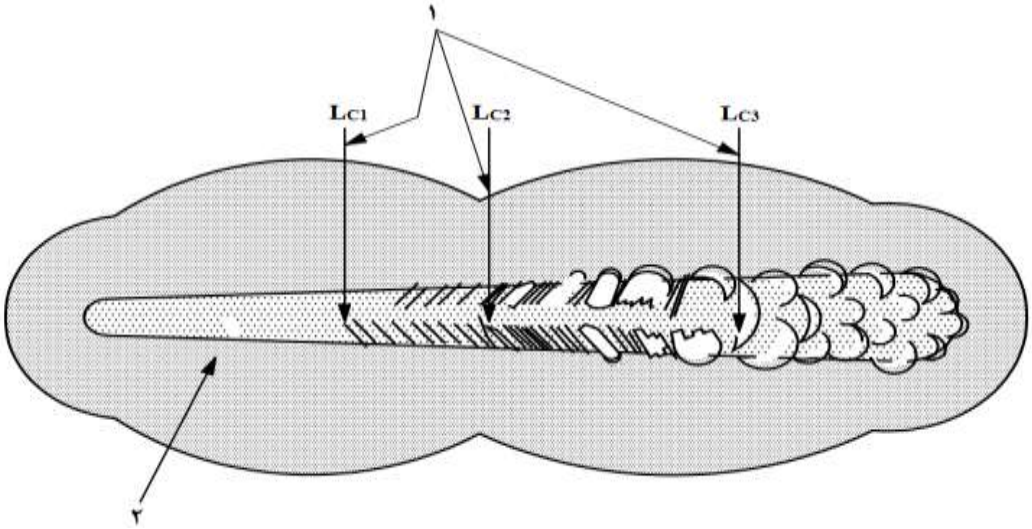
روش آزمون میکروخراش کاربردهای مختلفی دارد. یک نمونه از کاربردهای این روش، ارزیابی چسبندگی پوشش‌های سخت سرامیکی تا ضخامت ۲۰ میکرومتر است. البته، بسته به کاربرد، برای ارزیابی انواع پوشش‌ها و ضخامت‌های دیگر نیز مناسب است. نکته قابل‌توجه این است که نیروی اعمالی و ضخامت پوشش باید به نحوی باشد که فرورونده به فصل مشترک پوشش- بستره برسد. شکل ۱۱، طرحواره‌ای از آزمون خراش را نشان می‌دهد. هم‌چنین در پیوست **ب** طرحواره جزئیات فنی بیشتر دستگاه آزمون خراش ارائه شده‌است [3].



شکل ۱۱- طرحواره روش آزمون خراش [3]

نیروهای محرک به‌وجود آورنده نقص در سامانه پوشش-بستره (در آزمون خراش) ترکیبی از تنش‌های فشاری پلاستیک-الاستیک، تنش‌های اصطکاکی و تنش‌های پسماند موجود در پوشش هستند. همان‌طور که گفته شد، نیروی عمودی که در آن نقص اتفاق می‌افتد نیروی عمودی بحرانی (L_c) نامیده می‌شود. هنگام اعمال نیروهای عمودی افزایشی، ممکن است در یک خراش، اتفاقات متوالی منجر به نقص مشاهده شود.

نقصی که با ترک‌خوردگی در لایه پوشش (ترک‌خوردگی درون‌لایه‌ای) به‌وجود می‌آید، معمولاً در نیروهای عمودی کمتر از پوسته‌شدن پوشش اتفاق می‌افتد. بنابراین شروع ایجاد ترک به‌طور معمول با نیروی بحرانی عمودی (L_{C1}) بیان می‌شود، درحالی‌که شروع جدایش در پوشش را با نیروی عمودی (L_{C2}) بیان می‌کنند. سپس در نیروی L_{C3} در مسیر خراش، فرورونده وارد بستره شده و پوشش از بین می‌رود و بنابراین بستره قابل‌رؤیت می‌شود (شکل ۱۲). در کل، چند شیوه بروز نقص قابل‌مشاهده است که برای مطالعه رفتار مکانیکی سطوح پوشش‌دار استفاده می‌شود.



شکل ۱۲- نمایش نمادین اتفاقات ممکن در آزمون خراش (۱) بارهای بحرانی L_{C1}، L_{C2} و L_{C3} به‌عنوان شاخص‌هایی برای تعیین استحکام چسبندگی و (۲) بخش ابتدایی مسیر خراش که پوشش بدون تغییر مانده‌است (شکل، برگرفته از استاندارد ملی ۱۲۶۶۲: سال ۱۳۸۸)

نکاتی که حین آزمون لازم است مدنظر قرار گیرد:

به خاطر طبیعت آماری احتمال بروز نقص، مقدار نیروی عمودی واقعی که در یک اندازه‌گیری منفرد به‌دست می‌آید کافی نیست و حداقل باید پنج آزمون انجام شود. آزمون‌های بعدی باید به‌گونه‌ای انجام شوند که نیروهای بحرانی عمودی تحت‌تأثیر خطوط خراش قبلی واقع نشوند.

حدود پذیرفته‌شده برای آزمون خراش عبارتند از:

۱- نیروی عمودی بحرانی $L_C > ۱$ N؛

۲- نوسان نیروی عمودی کمتر از ۰٫۱ نیوتن؛

۳- ضخامت پوشش کمتر از ۲۰ میکرومتر؛

۴- شاخص زبری متوسط پوشش کمتر از ۰٫۵ میکرومتر.

۵-۳-۱-۲ نانوخراش

برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌هایی با ضخامت کمتر از ۱ میکرومتر، روش نانوخراش توصیه می‌شود. در روش نانوخراش، طول خراش ایجادشده می‌تواند تا ۱۰ میلی‌متر باشد. چندین حالت بارگذاری در آزمون

نانوخراش وجود دارد از جمله: آزمون خراش با نیروی ثابت و آزمون خراش با نیروی افزایشی که هر یک ممکن است به صورت تک‌گذری[1] یا چندگذری انجام شود. محدوده نیروی اعمالی در این روش، ۱۰میکرونیوتن تا ۱ نیوتن است. از جمله کاربردهای این روش، ارزیابی چسبندگی لایه‌های نازک و برخی نانوپوشش‌ها است. در این روش، سرعت حرکت فرورونده بین ۰٫۲ میلی‌متر بر دقیقه تا ۲۰ میلی‌متر بر دقیقه و سرعت بارگذاری حداکثر ۵ نیوتن بر دقیقه انتخاب می‌شود.

در روش نانوخراش، از فرورونده با شعاع‌های مختلف می‌توان استفاده کرد. به‌عنوان مثال، برای متمرکز کردن تنش در پوشش‌های لایه نازک سخت معمولاً از فرورونده با شعاع کوچک استفاده می‌شود و برای پوشش‌های ویسکوالاستیک، بسته به اهداف کاربر، شعاع فرورونده بزرگ‌تر استفاده می‌شود. برای پوشش‌های زمینه بسپاری، از فرورونده با نوک تیز استفاده می‌شود [4].

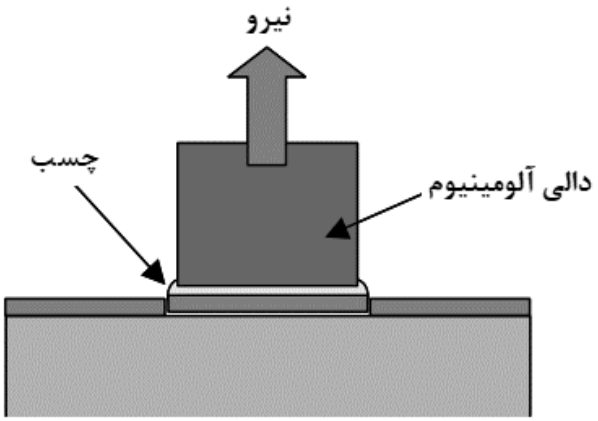
برای دسترسی به جزئیات آزمون نانوخراش، به استاندارد بین‌المللی CEN/TS 17629: 2021 [5] مراجعه شود.

۵-۳-۲ آزمون جدایش کششی[2]

این روش براساس استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۹۵۴۸: سال ۱۳۹۳، استاندارد ISO 4624:2002، استانداردهای ASTM D4541- و ISO TR 19402: 2018 انجام می‌شود. آزمون جدایش کششی با اتصال محکم یک استوانه آزمون (دالی)[3] با قطر مناسب بسته به کاربرد و عمود به سطح پوشش با چسب انجام می‌شود. پس از خشک‌شدن چسب، دستگاه آزمون به دالی متصل و برای اعمال کشش عمود به سطح آزمون، تراز می‌شود. سپس نیروی اعمال‌شده به دالی به‌تدریج افزایش می‌یابد و تا زمانی که پوشش از بستره جدا شود یا به مقدار مشخصی برسد، پایش می‌شود. هنگام جداشدن پوشش یا قسمتی از آن، مقدار نیروی اعمال‌شده مدنظر قرار می‌گیرد. نوع تخریب در پوشش یا بستره (چسبندگی یا انسجام) و درصد هر کدام با درصد شکست چسب، پوشش و فصل مشترک‌ها و لایه‌های اصلی درگیر تعیین می‌شود. استحکام کشش براساس حداکثر بار نشان داده‌شده، داده‌های کالیبراسیون ابزار و سطح اصلی تحت‌تنش محاسبه می‌شود. نتایج استحکام کشش به‌دست آمده با استفاده از دستگاه‌های مختلف ممکن است متفاوت باشد، زیرا نتایج به پارامترهای ابزاری بستگی دارد. شکل ۱۳، طرحواره‌ای از آزمون جدایش کششی با استفاده از دالی آلومینیوم را نشان می‌دهد [1]. برای اجرای دقیق روش آزمون می‌توان به استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۹۵۴۸: سال ۱۳۹۳ و استاندارد ISO 4624: 2002 مراجعه کرد.

شایان ذکر است که روش جدایش کششی، برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌هایی کارایی دارد که چسبندگی پوشش به بستره در آن‌ها کمتر از استحکام چسبندگی چسب مورد استفاده باشد.

1- Single pass
2- Pull-off
3- Dolly



شکل ۱۳- طرحواره‌ای از آزمون جدایش کششی با استفاده از دالی آلومینیوم [1]

طریقه محاسبه و بیان نتایج به این صورت است که میزان استحکام شکست و ماهیت شکست باید تعیین شود. در پیوست **ج** رابطه مربوط به استحکام شکست و چگونگی تعیین ماهیت آن ارائه شده‌است.

نکات لازم در اجرای آزمون جدایش کششی:

۱- تنش کششی باید در جهتی عمود بر سطح اعمال شود و با نرخ ثابت کمتر از MPa/s ۱ افزایش یابد.

۲- آزمونه درصورتی‌که به‌صورت دیسک باشد باید حداقل قطر آن ۳۰ میلی‌متر و اگر مربع باشد طول ضلع آن حداقل ۳۰ میلی‌متر باشد.

۳- توصیه می‌شود که طول دالی کمتر از نصف قطر آن نباشد.

۵-۴ انتخاب روش آزمون

در انتخاب روش مناسب برای ارزیابی چسبندگی پوشش، عوامل مختلفی از جمله ضخامت پوشش، شرایط کاری قطعه، جنس بستره و جنس پوشش تأثیرگذار هستند. در مواقعی که پوشش ضخیم باشد (بیش از ۵۰ میکرومتر)، عموماً روش خمش و روش جدایش کششی توصیه می‌شود. درحالی‌که اگر ضخامت پوشش کم باشد (کمتر از ۲۰ میکرومتر)، معمولاً روش‌های راکول و خراش برای ارزیابی چسبندگی قابل‌استفاده هستند و اگر ضخامت پوشش بسیار کم (کمتر از یک میکرومتر) باشد، روش نانوخراش توصیه می‌شود. در مواقعی که پوشش در شرایط کاری تحت حرارت و گرما قرار می‌گیرد و اختلاف ضریب انبساط حرارتی پوشش و بستره زیاد است، آزمون شوک حرارتی را می‌توان توصیه نمود.

۶ گزارش آزمون

گزارش ارزیابی چسبندگی پوشش‌های نانومقیاس سخت به‌صورت زیر تدوین می‌شود.

۱- نام آزمون‌کننده و نام و نشانی آزمایشگاه؛

۲- نام و نشانی مشتری یا متقاضی؛

۳- ارجاع به استاندارد مورداستفاده؛

۴- مشخصات پوشش نانومقیاس موردآزمون و ضخامت آن (بر حسب نانومتر یا میکرومتر)؛

۵- ذکر جنس بستره و سختی آن؛

۶- روش آماده‌سازی نمونه یا محصول؛

۷- شرایط محیطی و کاری؛

۸- روش/ روش‌های آزمون استفاده‌شده؛

۹-دستگاه‌ها و تجهیزات استفاده‌شده به همراه جزئیات روش آزمون براساس این استاندارد؛

۱۰- مشخص کردن تعداد اندازه‌گیری‌ها در هر آزمون (حداقل سه آزمون)؛

۱۱- ارزیابی کیفی یا کمی چسبندگی پوشش براساس این استاندارد؛

۱۲-گزارش نوع جدایش یا عدم تخریب پوشش در آزمون ارزیابی چسبندگی (به همراه تصویر)؛

۱۳- هرگونه ویژگی غیرمعمول مشاهده شده حین آزمون؛

۱۴-تاریخ آزمون و امضای کارشناس مسئول و مهر تمام صفحات.

نمونه فرم پیشنهادی گزارش آزمون در پیوست **ت** ارائه شده‌است.

۷ کاربرد روش‌های آزمون چسبندگی

آزمون‌های ارزیابی چسبندگی با توجه به عملکرد و شیوه متفاوت آنها حوزه‌های کاربرد متفاوتی دارند. آزمون‌های مناسب پیشنهادی ارزیابی استحکام چسبندگی برای انواع پوشش‌های نانومقیاس سخت براساس پوشش‌های متداول صنعتی و معماری ساختار پوشش، به‌ترتیب در جدول ۳ و جدول ۴ ارائه شده‌است.

جدول ۳ – آزمون‌های مناسب پیشنهادی برای ارزیابی استحکام چسبندگی انواع پوشش‌های نانومقیاس سخت براساس روش‌های متداول صنعتی

آزمون‌های ارزیابی چسبندگی / انواع پوشش‌های نانومقیاس	راکول	شوک حرارتی	خمش	خراش	جدایش کششی
پوشش سرامیکی نازک (به روش‌های CVD و PVD)	✓	✓	×	✓✓	×
پوشش بسپاری نانوچندسازه‌ای[1] (به روش غوطه‌وری و افشانش)	×	×	✓✓	×	✓
پوشش فلزی (به روش آبکاری الکتریکی و الکترولس)	✓	✓	✓✓	✓✓	✓
پوشش فلزی با بستره غیر فلزی (به روش الکترولس)	×	×	×	✓	✓✓
پوشش سرامیکی یا فلزی ضخیم (به روش افشانش گرمایی[2])	×	✓	✓✓	×	✓
پوشش فلزی ضخیم نانوچندسازه‌ای (به روش جوشکاری و رویه‌کاری[3])	×	×	✓✓	×	×

✓✓ آزمون اصلی برای ارزیابی چسبندگی (توصیه اکید می‌شود)
✓ آزمون جایگزین برای ارزیابی چسبندگی (توصیه می‌شود)
× نامناسب برای ارزیابی چسبندگی (توصیه نمی‌شود)

1- Nanocomposite
2- Thermal spray
3- Cladding

جدول ۴- آزمون‌های مناسب پیشنهادی برای ارزیابی استحکام چسبندگی انواع پوشش‌های نانومقیاس سخت براساس معماری ساختار پوشش (تقسیم‌بندی براساس استاندارد ملی ایران شماره ۲۳۱۶۹: سال ۱۴۰۱)

انواع معماری ساختار پوشش نانومقیاس		روش‌های پیشنهادی ارزیابی چسبندگی				
بخش اصلی	زیربخش‌ها	راکول	شوک حرارتی	خمش	خراش	جدایش کششی
نانوپوشش	تک‌لایه‌ای				✓ نانوخراش	
	چندلایه‌ای	✓	✓		✓ نانوخراش	
	ابرشبکه‌ای	✓	✓		✓ نانوخراش	
پوشش نانوساختار	نانودانه‌ای تک‌لایه‌ای	✓	✓		✓	
	نانودانه‌ای چندلایه‌ای	✓	✓		✓	
	نانودانه‌ای گرادیانی	✓	✓		✓	
	نانوچندسازه‌ای زمینه فلزی	✓	✓	✓	✓	✓
	نانوچندسازه‌ای زمینه سرامیکی	✓	✓		✓	
	نانوچندسازه‌ای زمینه بسپاری			✓		✓
	نانوستونی متخلخل	✓		✓	✓	
	نانوستونی متراکم	✓	✓	✓	✓	
	نانوستونی چندلایه‌ای	✓	✓	✓	✓	

یادآوری ۱- برای انتخاب روش آزمون مناسب براساس جدول‌های ۳ و ۴، لازم است حدود ضخامت پوشش موردتوجه قرار گیرد.

یادآوری ۲- روش‌های ذکرشده برای ارزیابی چسبندگی انواع پوشش‌ها در جدول‌های ۳ و ۴ به‌صورت توصیه‌ای است. در واقع اگر پوشش نانومقیاس مدنظر با هرکدام از روش‌های ارزیابی چسبندگی توصیه‌شده در جدول ۳ یا ۴، میزان قابل‌قبولی از چسبندگی را داشت، مورد پذیرش است و لزومی ندارد که هر پوشش نانومقیاس برای داشتن حد چسبندگی قابل‌قبول، تمام آزمون‌های ذکرشده در جدول‌های ۳ و ۴ را بگذراند؛ گذراندن حد قابل‌قبول در آزمون‌های ذکرشده در یکی از دو جدول کفایت می‌کند.

یادآوری ۳- متقاضی و کارفرما می‌توانند برای ارزیابی چسبندگی پوشش مدنظر خود روی هر یک از روش‌های ارائه‌شده در این استاندارد توافق کنند، اما شرط پذیرش این توافق آن است که روی روش‌های توصیه‌شده در جدول ۳ توافق کنند و نمی‌توانند روی روش‌هایی که در جدول ۳ توصیه نشده‌است توافقی داشته باشند.

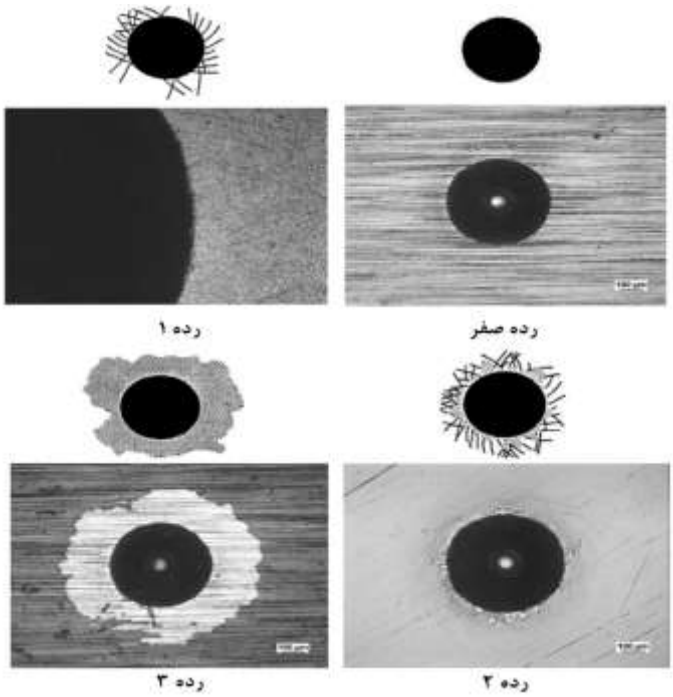
یادآوری ۴- روش‌های توصیه‌شده فقط برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌های ذکرشده در جدول‌های ۳ و ۴ مناسب است و در پوشش‌های دیگر باید روش آزمون مورداستفاده ذکر شود.

پیوست الف
(آگاهی‌دهنده)
یک نوع طبقه‌بندی دیگر برای ارزیابی چسبندگی پوشش به بستره براساس آزمون راکول

این طبقه‌بندی براساس استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۳۸۷: سال ۱۳۸۸ و CEN/TS 1071-8: 2004 [6] است؛ در این طبقه‌بندی نیز انتخاب محدوده بار به همان صورت است که در زیربند ۴-۲-۱ توضیح داده شد. این روش برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌های سرامیکی تا ضخامت حداکثر ۲۰ میکرومتر مناسب است و برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌های کشسان مانند پوشش‌های بسپاری روی مواد سخت مناسب نیست. زمان بارگذاری باید بین ۱ ثانیه تا ۸ ثانیه و زمان نگه‌داشتن بار ۴±۲ ثانیه باشد. پس از اعمال بار، با استفاده از میکروسکوپ نوری (با بزرگنمایی ۱۰۰ برابر)، نوع فرورفتگی با رده‌بندی ارائه‌شده در جدول الف-۱ و شکل الف-۱ مشخص می‌شود و چسبندگی پوشش به‌صورت کیفی قابل ارزیابی است.

جدول الف-۱- رده‌بندی نتایج آزمون راکول (به استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۳۸۷ سال ۱۳۸۸ مراجعه شود)

رده	وضعیت ناحیه اثر فرورنده	حد چسبندگی
رده ۰	بدون ترک و بدون پوسته شدن پوشش	مطلوب
رده ۱	ترک‌دار، بدون پوسته شدن پوشش	مطلوب
رده ۲	پوسته‌شدن جزئی پوشش با و یا بدون ترک	نامطلوب
رده ۳	پوسته‌شدن کامل پوشش	نامطلوب



شکل الف-۱- نمایش تصویری و عکس نمونه‌هایی از رده‌های تعریف‌شده در جدول ۱ (به استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۳۸۷ سال ۱۳۸۸ مراجعه شود)

پیوست ب
(آگاهی‌دهنده)
جزئیات دستگاه آزمون چسبندگی خراش

دستگاه آزمون چسبندگی خراش معمولاً از شش بخش تشکیل شده‌است:

۱- فرورونده و پایه آن؛

۲- کنترل پایه مکانیکی و جابجایی؛

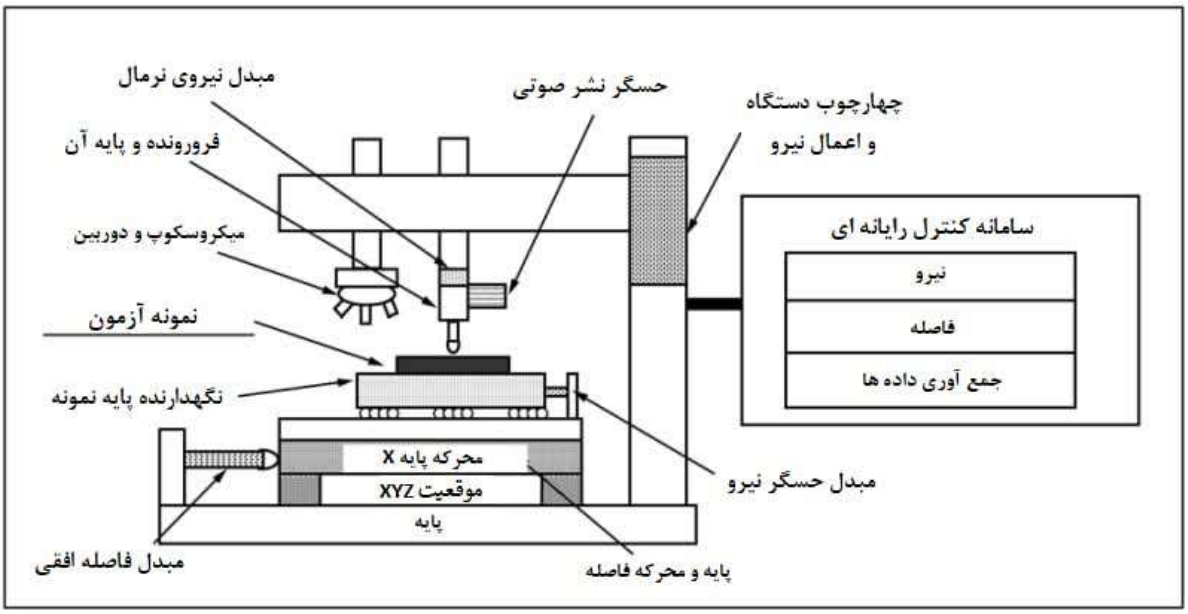
۳- قاب آزمون و دستگاه اعمال نیرو؛

۴- حسگرهای نیرو؛

۵- اندازه‌گیری نوری؛

۶- ضبط داده‌های صوتی.

دستگاه آزمون ممکن است شامل اجزای اندازه‌گیری اضافی نیز باشد، مانند حسگرهای انتشار صوت و جابه‌جایی [3].



شکل ب-۱- طرحواره سامانه آزمون چسبندگی خراش [3]

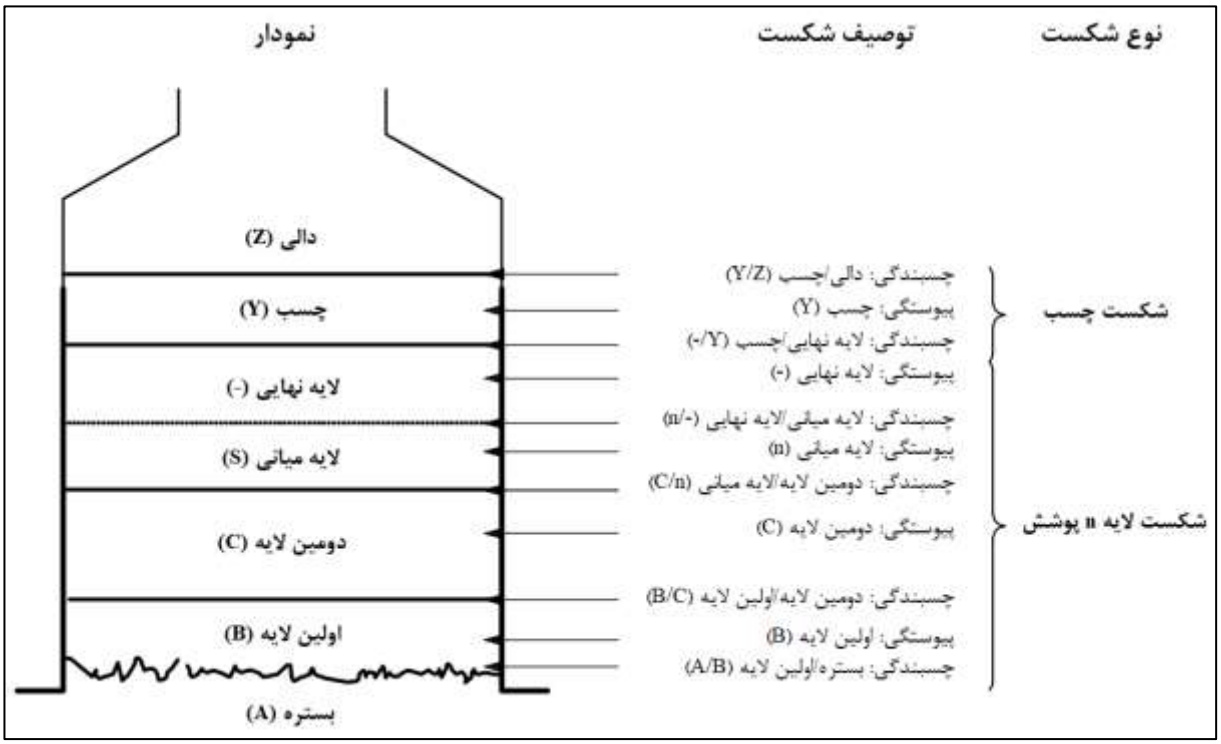
پیوست پ
(آگاهی‌دهنده)
استحکام شکست و چگونگی تعیین ماهیت شکست در آزمون جدایش کششی

در آزمون جدایش کششی، استحکام شکست بر حسب مگاپاسکال با توجه به رابطه زیر محاسبه می‌شود:

$$\sigma = \frac{4F}{\pi d^2} \qquad (پ-۱)$$

در این رابطه، σ استحکام شکست، F نیروی شکست و d قطر دالی است.

برای تعیین ماهیت شکست، باید سطوح شکستگی به‌صورت چشمی موردبررسی قرارگیرد و نوع تخریب و انواع شکست مطابق شکل پ-۱- توصیف شود.



شکل پ-۱- توصیف انواع شکست (به استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۹۵۴۸ سال ۱۳۹۳ مراجعه شود)

پیوست ت

(آگاهی‌دهنده)

فرم پیشنهادی گزارش نتایج آزمون چسبندگی

مشخصات آزمایشگاه

تاریخ آزمون:	شماره پیگیری آزمون:
کارشناس آزمون:	نام و نشانی آزمایشگاه:
رایانامه:	شماره تماس:

مشخصات متقاضی

نام:	شماره تماس:
رایانامه:	نشانی:

مشخصات نمونه

کد نمونه:	جنس و سختی بستره:
جنس و سختی پوشش:	ضخامت پوشش (برحسب نانومتر یا میکرومتر):
روش آماده‌سازی نمونه:	مشخصات دیگر نمونه (درصورت لزوم):

مشخصات روش آزمون و تجهیزات

روش/ روش‌های آزمون:	نوع و مدل دستگاه و تجهیزات:
استاندارد مرجع آزمون:	تعداد تکرار آزمون:
جزئیات روش آزمون و بیان پارامترهای مربوط به هر روش براساس استاندارد مربوطه:	

شرایط محیطی و کاری آزمون

دما:	فشار:	رطوبت:

نتیجه آزمون

بیان نتیجه کمی یا کیفی آزمون مطابق استاندارد مربوطه:
گزارش نوع جدایش یا عدم تخریب پوشش:
تصاویر ثبت‌شده:

توضیحات

امضای کارشناس آزمون و مهر آزمایشگاه:

کتاب‌نامه

[1] A. S. Maxwell, Review of test methods for coating adhesion, 2001.

[۲] استاندارد ملی ایران شماره ۵۹۰۶: سال ۱۳۸۶، رنگ‌ها و جلاها- آزمون خمش حول محور مخروطی

[3] ASTM C1624-05:2015, Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing.

[4] K. L. Mittal, Adhesion measurement of films & coatings volum2. 2001, doi: 10.1002/maco.19960470218.

[5] CEN/TS 17629: 2021, Nanotechnologies — Nano- and micro- scale scratch test

[6] CEN/TS 1071-8: 2004, Advanced technical ceramics — Methods of test for ceramic coatings — Part 8: Rockwell indentation test for evaluation of adhesion.