

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ И СТАНДАРТИЗАЦИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

К.Гоголинский, А.Пятов
useinov@mail.ru

Постановлением Правительства Российской Федерации от 2 августа 2007 г. № 498 главными организациями отрасли в ФЦП “Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации на 2008–2010 годы” по направлению “Конструкционные наноматериалы” были определены Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов (ТИСНУМ) и Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов “Прометей” (ЦНИИКМ “Прометей”).

Особую важность при решении вышеназванных вопросов приобретает решение проблем метрологии и стандартизации, метрологического обеспечения, передачи размера единицы физической величины в нанометровый диапазон, характеризующийся своими специфическими особенностями.

В соответствии со стоящими перед ним задачами, ТИСНУМ принимал участие в выполнении следующих проектов:

“Создание метрологического комплекса и нормативно-методической базы для обеспечения единства измерений механических и трибологических свойств наноматериалов и продукции наноиндустрии” (головная организация – Московский институт стали и сплавов (МИСиС).

“Создание метрологического комплекса и нормативно-методической базы для обеспечения единства измерений

состава, структуры и свойств конструкционных наноматериалов” (головная организация – ЦНИИКМ “Прометей”).

“Создание элемента инфраструктуры Центра метрологического обеспечения и оценки соответствия нанотехнологий и продукции наноиндустрии по направлению конструкционные наноматериалы”.

В качестве соисполнителя ФГУП “Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы” (ВНИИМС) ТИСНУМ осуществляет разработку метрологического сканирующего зондового микроскопа (СЗМ). Работа ведется в рамках темы “Создание метрологического комплекса и нормативно-методической базы для измерений параметров рельефа и шероховатости поверхностей в нанометровом диапазоне”.

Для выполнения и метрологического обеспечения этих

проектов в ТИСНУМ была создана метрологическая служба, аккредитованная:

- на право проведения калибровочных работ в области геометрических измерений (аккредитация до 31 декабря 2011 г.);
- на право аттестации методик (методов) измерений и проведения метрологической экспертизы документов (аккредитация до 25 декабря 2011 г.).

Организация зарегистрирована в Реестре аккредитованных метрологических служб юридических лиц (№ 01.00271-2008 от 26 декабря 2008 г.).

Институтом разработаны и аттестованы восемь методик выполнения измерений (МВИ) линейных размеров и механических свойств материалов в субмикронном и нанометровом диапазонах.

В частности, разработаны: “Общие требования к выполнению измерений механи-

ческих свойств материалов на масштабах менее 1 мкм методом измерительного динамического индентирования», регламентирующие измерения механических свойств поверхности объемных материалов, многослойных пленок и покрытий с наноразмерными толщинами слоев, устанавливающие общие требования к методике эксперимента, оборудованию и подготовке исследуемой поверхности. Эти МВИ утверждены «ВНИИФТРИ».

Проект ГОСТ Р «Приборы для измерения твердости и механических свойств методом динамического индентирования. Методика калибровки».

Следует отметить, что в настоящее время актуально создание и применение в практической деятельности предприятий и организаций национальной нанотехнологической сети метрологически узаконенного измерительного оборудования – средств измерений и стандартных образцов, создание и применение современной нормативной базы, включающей утвержденные в установленном порядке нормативные и методические документы.

В этой связи производимые в ТИСНУМ СЗМ «НаноСкан-3Д» с функциями нанотвердомеров представляют модельный ряд уникальных приборов. Сочетание функции нанотвердомера и СЗМ открывает новые возможности для исследования свойств поверхности широкого спектра конструкционных наноматериалов. Применение таких сканирующих нанотвердомеров в научных исследованиях и технологических процессах обусловило востребованность разработки и исследований характеристик метрологического комплекса.

В целях совершенствования обеспечения исследований свойств поверхности конструкционных наноматериалов проведены исследования

Таблица. Характеристики СЗМ НаноСкан-3Д

Диапазон измерений: по осям X и Y, мкм (не менее) по оси Z, мкм (не менее)	0,02 × 90 0,004 × 9
Диапазон прикладываемой нагрузки, мН	0 × 150
Пределы основной абсолютной/относительной погрешности измерений линейных размеров: по осям X и Y, нм/% по оси Z, нм/%	±5/±1 ±4/±1
Пределы основной относительной погрешности прикладываемой нагрузки, мкН/%	±30/±1

метрологических характеристик и испытания СЗМ «НаноСкан-3Д» с целью утверждения типа средства измерений. Разработаны методики поверки и калибровки СЗМ, успешно примененные для утверждения типа прибора.

С целью определения метрологических характеристик системы сканирования использованы меры периода и высоты линейные TGZ «НТ-МДТ» (Россия) (№ 41678-09 в Государственном реестре СИ). Для поверки и предварительной калибровки датчика силы применены весы высшего класса точности компании «Mettler Toledo» (Швейцария) (№ 36729-08 в Государственном реестре СИ).

СЗМ «НаноСкан-3Д» внесен в Государственный реестр СИ под № 41675-09 и имеет следующие характеристики (см. табл.).

Следует подчеркнуть, что ТИСНУМ получил от Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии лицензию № 006153-ИР от 2 марта 2010 г. на изготовление и ремонт СЗМ «НаноСкан-3Д».

Разработаны и аттестованы меры твердости для калибровки прибора как твердомера.

В качестве материалов для мер выбраны: плавленый кварц и монокристалл

Al₂O₃ (грань С). (Аттестация мер твердости проведена на Государственном эталоне твердости (ГЭТ 31-2006) в «ВНИИФТРИ».) Одновременно ведущий национальный метрологический институт в области твердометрии провел калибровку имеющего функции нанотвердомера СЗМ.

Разработаны методики калибровки СЗМ с возможностями индентирования геометрических и механических параметров:

- МВИ твердости повосстановленному отпечатку в нанометровом диапазоне;
- МВИ механических свойств методом склерометрии в нанометровом диапазоне;
- МВИ механических свойств методом измерительного динамического наноиндентирования.

Важно отметить, что ТИСНУМ является членом Технического комитета по стандартизации ТК 441 «Нанотехнологии», ведущего работы в области наноиндустрии и созданного на базе «Роснано-тех». Специалисты института представлены в качестве экспертов в ТК 229 Международной организации по стандартизации и в ТК 113 Международной электротехнической комиссии.