ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57858— 2017

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Метод определения объемной доли волокон и характера распределения волокон в полимерной матрице

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ) совместно с Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» (АНО «Стандарткомпозит») при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» (Союзкомпозит)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 497 «Композиты, конструкции и изделия из них»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 октября 2017 г. № 1566-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Метод определения объемной доли волокон и характера распределения волокон в полимерной матрице

Polymer composites.
Method for determination of fibre volume fraction and fibre distribution in polymer matrix

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на однонаправленные или ортогонально-армированные полимерные композиты.

Примечание — Настоящий стандарт может быть распространен на перекрестно-армированные полимерные композиты, если известна схема армирования материала.

1.2 Стандарт устанавливает метод определения объемной доли волокон и характера распределения волокон в полимерной матрице с применением метода оптической микроскопии и компьютерного анализа изображения.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4.451 Система показателей качества продукции. Микроскопы световые. Номенклатура показателей

ГОСТ 288 Войлок технический тонкошерстный и детали из него для машиностроения. Технические условия

ГОСТ 3647 Материалы шлифовальные. Классификация. Зернистость и зерновой состав. Методы контроля

ГОСТ 7427 Геометрическая оптика. Термины, определения и буквенные обозначения

ГОСТ 8074 Микроскопы инструментальные. Типы, основные параметры и размеры. Технические требования

ГОСТ 21963 (ИСО 603-15—99, ИСО 603-16—99) Круги отрезные. Технические условия

ГОСТ 24888 Пластмассы, полимеры и синтетические смолы. Химические наименования, термины и определения

ГОСТ 26148 Фотометрия. Термины и определения

ГОСТ 28489 Микроскопы световые. Термины и определения

ГОСТ 32794 Композиты полимерные. Термины и определения

ГОСТ Р ИСО 105-А11 Материалы текстильные. Определение устойчивости окраски. Часть А11. Метод с использованием техники цифрового изображения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылоч-

Издание официальное

ный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 24888, ГОСТ 32794, ГОСТ 26148, ГОСТ 7427, ГОСТ 28489, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **растровое изображение:** Изображение, представляющее собой сетку пикселей на отображающем устройстве.

3.2 **цветовое пространство RGB:** Модель представления цвета, основанная на использовании трех цветовых координат, каждая из которых отвечает компоненте цвета в разложении на красный, зеленый и синий цвета.

3.3 **бинаризация:** Операция обработки растрового изображения, заключающаяся в разделении интенсивностей изображения относительно какого-либо порогового значения, результатом которой является получение черно-белового (бинарного) изображения.

3.4 **цифровой фильтр:** Автоматизированный инструмент редактирования изображения.

3.5 **пиктоновый фильтр:** Цифровой фильтр, результатом применения которого к растровому изображению является изменение цвета пикселя на цвет со значением интенсивности наиболее вероятным в зоне заданного радиуса.

3.6 **скелетизация:** Операция обработки бинарного растрового изображения, в результате которой фигуры на изображении переводятся в связное множество точек, равноудаленных от ближайших граничных точек данных фигур (скелет фигуры).

3.7 **фрагмент:** Элемент растрового изображения шлифа полимерного композита, содержащий единичное поперечное сечение волокна и прилегающую к нему область матрицы, при этом площадь фрагмента определяется расстоянием до соседних волокон.

4 Сущность метода

4.1 Сущность метода в части, касающейся определения объемной доли волокон, заключается в измерении площади, занимаемой поперечными сечениями волокон на поверхности шлифа полимерного композита, посредством компьютерного анализа изображений, полученных с применением оптической микроскопии. Объемную долю волокон определяют отношением площади поверхности, занимаемой поперечными сечениями волокон на изображении, ко всей площади изображения.

4.2 Сущность метода в части, касающейся определения характера распределения волокон в полимерной матрице, заключается в разбиении полученного с применением оптической микроскопии изображения поверхности шлифа образца на фрагменты, содержащие единичное поперечное сечение волокна и прилегающую область матрицы, с учетом расстояния между соседними волокнами с применением алгоритма скелетизации изображения (топологическое утонение областей полимерной матрицы на изображении). Характер распределения волокон в полимерной матрице представляют в виде гистограммы распределения по площадям фрагментов за вычетом площади единичных поперечных сечений волокна.

5 Оборудование для испытаний

5.1 Расходные и вспомогательные материалы для изготовления шлифов полимерных композитов должны соответствовать следующим требованиям:

- отрезные диски по ГОСТ 21963;
- мелко-абразивная шлифовальная бумага на основе SiC № 500, 800, 1200 и 2000 по ГОСТ 3647;
- алмазные суспензии для полирования со средним размером частиц 1 и 3 мкм;
- ткань для полировки по ГОСТ 288.

5.2 Для получения изображений и определения объемной доли и характера распределения волокон в полимерной матрице применяют металлографические микроскопы отраженного света, отвечающие требованиям ГОСТ 4.451 и ГОСТ 8074, обеспечивающие формирование изображения с не менее 1000^{x} увеличением, оснащенные цифровой видеокамерой (разрешением не менее 5 мегапикселей), отвечающей требованиям ГОСТ Р ИСО 105-А11, соединенной с персональным компьютером.

5.3 Компьютерную обработку изображений выполняют с применением лицензионного программного обеспечения для анализа и обработки изображений.

5.4 Все используемое оборудование должно быть аттестовано. Средства измерений должны быть поверены в установленном порядке.

5.5 Настоящий стандарт допускает использование отличных от изложенного алгоритмов и программного обеспечения, если соответствующие алгоритмы и программы прошли верификацию с использованием независимых физико-химических способов определения содержания полимерной матрицы и армирующего наполнителя в однонаправленных или ортогонально-армированных полимерных композитах.

6 Образцы

6.1 Образцы вырезают на отрезном станке из полимерных композитов таким образом, чтобы плоскость реза была перпендикулярна направлению армирования (для однонаправленных полимерных композитов) или одному из направлений армирования (для ортогонально-армированных полимерных композитов).

6.2 Для предотвращения возможных искажений структуры исследуемых материалов образцы заливают в безусадочную эпоксидную смолу.

6.3 Шлифы образцов изготавливают методом механического шлифования и полирования образцов, залитых в смолу, на полировально-шлифовальном станке. Шлифование осуществляют путем последовательного перехода от более крупнозернистой шлифовальной бумаги к бумаге с меньшей зернистостью. Полирование проводят на фетровом круге, смоченном суспензией для финального полирования, до получения блестящей поверхности шлифа образца. После полирования шлифы образцов тщательно промывают водой и высушивают.

7 Проведение испытаний

7.1 Шлиф полимерного композита помещают на предметный столик микроскопа таким образом, чтобы исследуемая область шлифа образца находилась в поле зрения микроскопа. Выставляют 200^{x} увеличение, подбирая соответствующие объективы на головке держателе объективов таким образом, чтобы суммарное увеличение равнялось 200.

7.2 Яркостный контраст изображения шлифа полимерного композита основан на различной отражающей способности структурных составляющих полимерного композита (волокна и полимерной матрицы). Интенсивность освещенности шлифа полимерного композита, должна обеспечивать оптимальный яркостный контраст изображения. При недостаточной или избыточной освещенности яркостный контраст между структурными составляющими полимерного композита будет низкий. Освещенность настраивают, регулируя напряжение на осветителе микроскопа, до получения оптимального яркостного контраста изображения.

7.3 Проводят фокусировку изображения исследуемого поля зрения посредством подъема или опускания головки-держателя объективов и объектива, выбранного для исследования шлифа образца. Грубую настройку резкости осуществляют макровинтом, тонкую настройку — микровинтом.

7.4 В результате настройки освещенности и резкости изображение исследуемого поля зрения должно быть в фокусе, а также должно быть ярким и контрастным, без засвеченных или затемненных областей (изображение должно быть достаточно резким, чтобы граница между соприкасающимися волокнами разрешалась). Для сохранения качества изображения все настройки освещенности и резкости изображения должны быть проведены с применением настроек микроскопа, а не цифровой камеры.

7.5 С применением программного обеспечения цифровой камеры проводят сохранение изображения [см. рисунок А.1 (приложение А)]. На изображении должна быть отображена масштабная линейка.

7.6 Анализируют не менее десяти полей зрения на каждом шлифе образца.

7.7 Данный и последующие пункты раздела проводят с применением компьютерной программы обработки и анализа изображений. Переводят исходное изображение каждого поля зрения в полутоно-

вое изображение (изображение в оттенках серого цвета). Перевод осуществляют усреднением значения каждой составляющей цвета пикселя в цветовом пространстве RGB c = (R,G,B) в c = (K,K,K), где K = 1/3(R + G + B).

7.8 С применением масштабной линейки на изображении приводят размер пикселя растрового изображения к единице длины.

7.9 Для улучшения качества изображения применяют цифровые фильтры. Применяют фильтр, который выравнивает фоновую интенсивность растрового изображения. Цель применения данного фильтра состоит в выравнивании освещенности по всей площади растрового изображения.

7.10 Проводят операцию бинаризации, при которой растровое изображение в оттенках серого переводят в бинарное (черно-белое) изображение [см. рисунок А.2 (приложение А)]. Для этого на гистограмме интенсивности оттенков серого выставляют порог в минимуме между пиками, соответствующими структурным составляющим материала.

7.11 Проводят устранение дефектов растрового изображения (поры в волокнах, включения в матрице и др.), используя пиктоновый фильтр.

7.12 С применением цифровых фильтров проводят разделение волокон на растровом изображении, граница между которыми не разрешается с применением оптической микроскопии.

7.13 Определение объемной доли волокон проводят путем вычисления отношения площади изображения, занимаемой поперечными сечениями волокон, ко всей площади изображения.

7.14 Проводят операцию скелетизации бинарного растрового изображения, применяя данную операцию к областям изображения, соответствующим полимерной матрицы полимерного композита [см. рисунок А.3 (приложение А)]. Полученную сетку накладывают на бинарное изображение. В результате получают изображение, разбитое на фрагменты, содержащие единичное поперечное сечение волокна и прилежащую область матрицы, с учетом расстояния между соседними волокнами [см. рисунок А.4 (приложение А)].

7.15 Проводят построение распределения матричного материала фрагментов по размерам [см. рисунок А.5 (приложение А)].

8 Обработка результатов испытаний

Вычисляют среднее арифметическое значение результатов измерений объемной доли волокон $\overline{v}_в$, % (усредненное не менее чем по десяти полям зрения), по формуле

$$\overline{v}_в = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} v_{в_i}, \quad (1)$$

где $v_{в_i}$ — i-й результат измерений объемной доли волокон, %;

n — число результатов измерений объемной доли волокон (число полей зрения).

9 Протокол испытаний

Результаты проведения испытаний оформляют в виде протокола, который должен содержать:

- ссылку на настоящий стандарт;
- описание испытуемого изделия, включая форму, размеры, тип матрицы, тип волокна (армирующего материала), производителя;
- исходное изображение;
- величину объемной доли волокон в полимерном композите;
- гистограмму распределения матричного материала фрагментов по площадям;
- дату проведения испытания;
- подписи должностных лиц, проводивших испытания.

Приложение А
(справочное)

Иллюстрации выполняемых действий при обработке изображений для количественного анализа и построении гистограмм

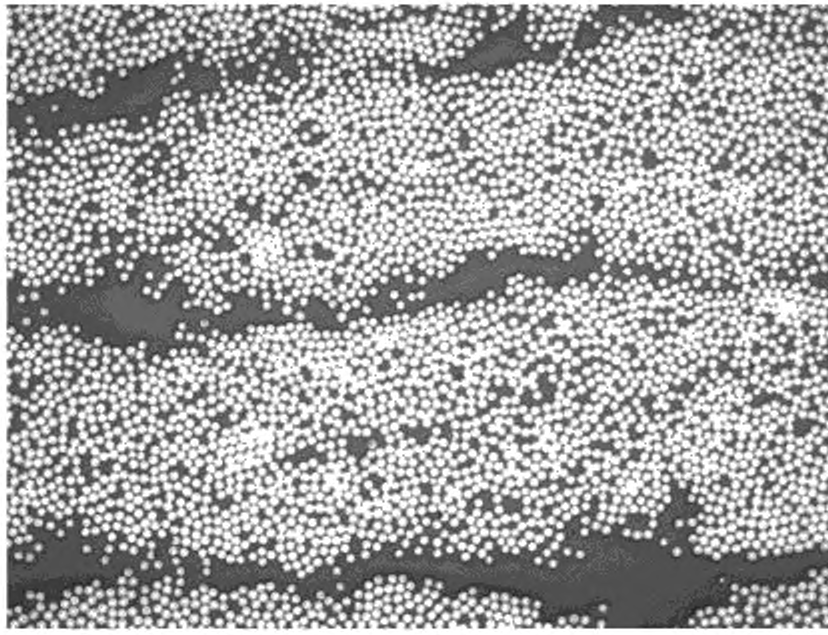


Рисунок А.1 — Исходное изображение

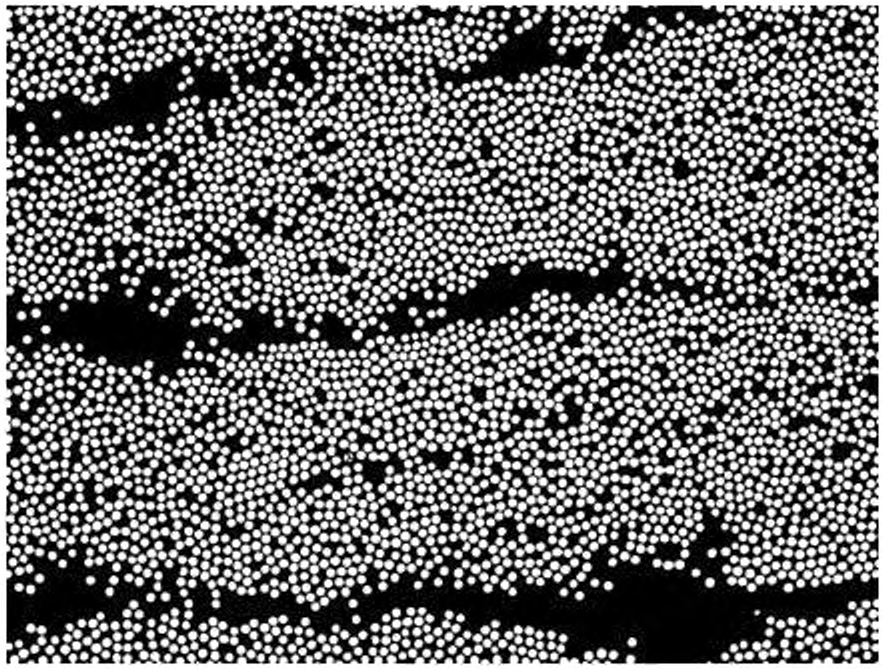


Рисунок А.2 — Изображение после операции бинаризации

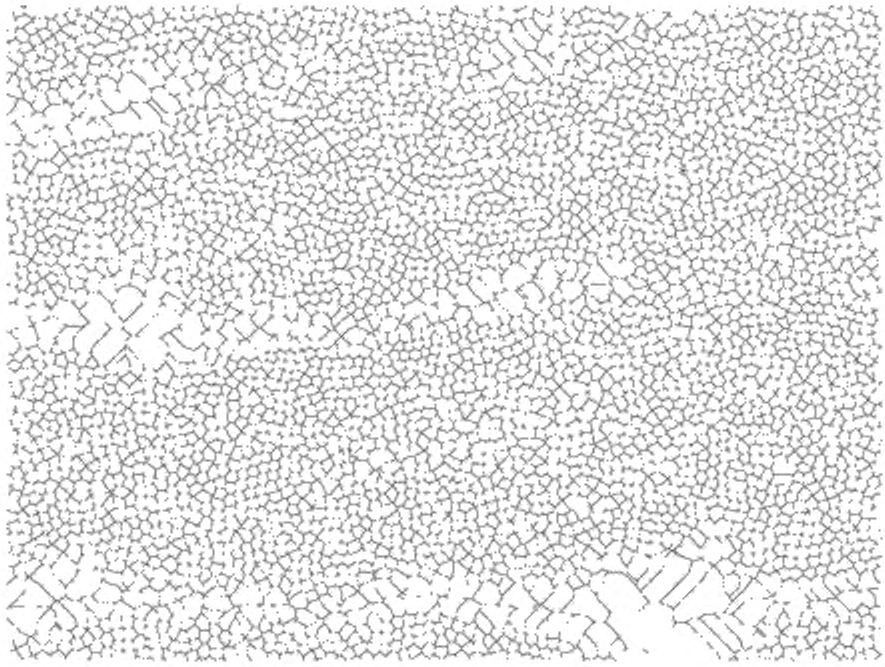


Рисунок А.3 — Изображение после операции скелетизации бинарного изображения

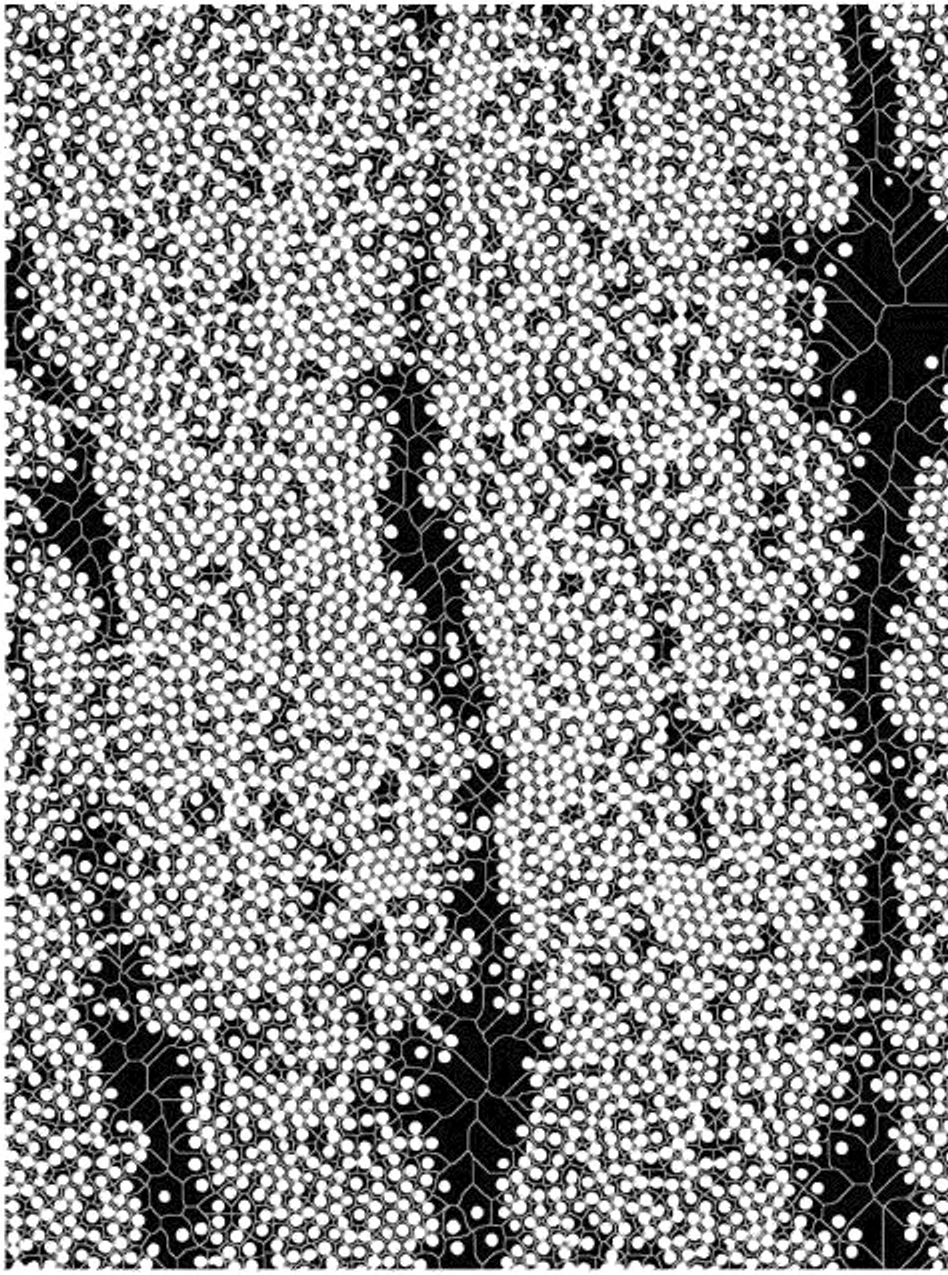


Рисунок А.4 — Визуализация разбиения бинарного изображения на фрагменты

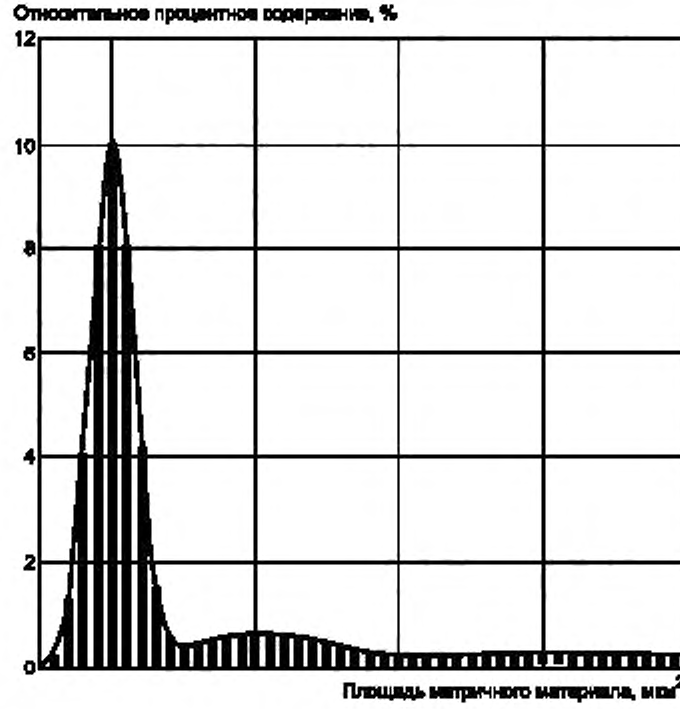


Рисунок А.5 — Распределение матричного материала фрагментов по площадям

УДК 691.175:006.354 ОКС 83.120

Ключевые слова: полимерные композиты, оптическая микроскопия, анализ изображения

БЗ 11—2017/274

Редактор *Е.В. Таланцева*
Технический редактор *В Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 03 11.2017. Подписано в печать 14.11.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,29. Тираж 24 экз. Зак. 2264.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва. Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru