ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57800— 2017

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Подготовка образцов для микроструктурных исследований

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» совместно с Автономной некоммерческой организацией «Центр нормирования, стандартизации и классификации композитов» при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов»

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 19 октября 2017 г. № 1460-ст

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений стандарта АСТМ Е2015—04(2014) «Стандартное руководство для подготовки образцов пластмасс и полимерных материалов для микроструктурных исследований» (ASTM E2015—04(2014) «Standard Guide for Preparation of Plastics and Polymeric Specimens for Microstructura Examination», NEQ)

5 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 (*gost.e-ecolog.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

Содержание

1 Область применения 1
2 Термины и определения 1
3 Подготовка образцов 2

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Подготовка образцов для микроструктурных исследований

Polymer composites. Preparation of samples for microstructure research

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает процедуру подготовки образцов, армированных непрерывными или дискретными волокнами полимерных композитов (ПК), а также полимерных материалов без армирования (пластмассы), для микроструктурных исследований методами световой и сканирующей электронной микроскопии.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

2.1

пластмасса: Материал, представляющий собой композицию полимера или олигомера с различными ингредиентами, находящуюся при формировании изделий в вязкотекучем или высокоэластическом состоянии, а при эксплуатации — в стеклообразном или кристаллическом состоянии.

[ГОСТ 32794—2014, статья 2.1.199]

2.2

полимер: Вещество, состоящее из молекул, характеризующихся многократным повторением одного или нескольких атомов или групп атомов (составных звеньев), соединенных между собой в количестве, достаточном для проявления комплекса свойств, который остается практически неизменным при добавлении или удалении одного или нескольких составных звеньев.

[ГОСТ 32794—2014, статья 2.1.231]

2.3

полимерный композит: Композит, матрица которого образована из термопластичных или термореактивных полимеров или эластомеров.

[ГОСТ 32794—2014, статья 2.1.234]

2.4

световой микроскоп: Оптический прибор, имеющий не менее чем двухступенчатое увеличение и позволяющий делать видимыми детали объекта, не различимые невооруженным глазом с расстояния 250 мм.

[ГОСТ 28489—90, таблица 1, пункт 1]

2.5

электронный микроскоп: Микроскоп, формирующий изображение объекта электронными пучками средствами электронной оптики.

[ГОСТ 21006—75, статья 1]

Издание официальное

3 Подготовка образцов

3.1 Отбор образцов

3.1.1 Для исследования микроструктуры используют образцы ПК и пластмасс до и после испытаний или вырезанные из деталей. Образцы могут иметь нестандартную поверхность, в зависимости от геометрической формы изделия.

3.1.2 При визуальном отборе образцов для исследования микроструктуры нужно учитывать следующее:

- размер (масштаб) однородности (неоднородности) всех структур, текстуры и других свойств исследуемого материала;
- размер (масштаб) и распределение структур в материале.

3.1.3 После выбора зоны исследования необходимо описать ее внешний вид и сделать фотоснимок.

3.2 Чистка образцов

3.2.1 После вырезки и каждого этапа подготовки необходима тщательная чистка образцов. Тщательная очистка после каждого этапа подготовки позволит свести к минимуму загрязнение от переноса грубых абразивов и мусора, который может привести к повреждению во время следующего этапа подготовки.

3.2.2 Образцы промывают (чистят) растворами, не приводящими к физическим и химическим изменениям. Для образцов ПК и пластмасс эффективна промывка в водном растворе хозяйственного мыла с последующей промывкой в дистиллированной воде. Перед заливкой и исследованиями сушку промытых образцов проводят на воздухе при комнатной температуре (20 ± 5) °С в течение суток или в термошкафу при температуре от 60 °С до 70 °С в течение 2 часов.

3.2.3 Для очистки поверхности образца допустимо использовать ультразвуковую ванну, но следует учесть, что чрезмерная кавитация при ультразвуковой очистке может повредить не полностью отвержденные смолы.

3.3 Установка и заливка образцов

3.3.1 Размеры образцов для процедур шлифовки и полировки ограничивают держателем для предполагаемого оборудования.

3.3.2 При подготовке к обработке (шлифовка и полировка) образцы закрепляют и заливают смолой. Для пластичных материалов используют сочетание заливки смолой и механического крепления.

3.3.3 Вырезку образцов осуществляют вне зоны исследования, исключив ее загрязнение и повреждение.

3.3.4 Вырезанный образец необходимо тщательно очистить и просушить.

3.3.5 Требуется тщательная подборка заливочной смолы для предотвращения химического взаимодействия между заливочной смолой и образцом.

3.3.6 Заливку образцов ПК и пластмасс выполняют заливочными смолами холодного или горячего отверждения.

При изготовлении заливочной смолы соблюдают рекомендованные пропорции и тщательно перемешивают компоненты.

Образец приклеивают ко дну формы двусторонней клейкой лентой или другим способом и заливают его заливочной смолой. Заливку толстых образцов (толщиной более 10 мм) осуществляют в несколько этапов; чтобы закрепить образец в форме, его частично заливают смолой и дают ей отвердеть, а затем повторяют эту процедуру до полного покрытия образца смолой.

3.3.7 Для улучшения визуализации границы между заливочной смолой и образцом в смолу допускается вводить краситель или люминофор, например флуоресцеин.

3.4 Вырезка и изготовление образцов

3.4.1 Образец вырезают с плоскопараллельной поверхностью для исследуемой зоны, с учетом припуска под последующую шлифовку и полировку. Размеры вырезаемых образцов регламентированы размерами держателей образцов для микроскопа.

Вырезку образцов из полимерных пленок выполняют с помощью острого лезвия, скальпеля, ножа или ножниц. Этот метод предполагает появление пластической деформации образца вблизи поверхности реза. Для уменьшения зоны деформации необходимо охладить образец в жидком азоте, использовать острый инструмент и выполнять рез быстро с равномерным усилием и скоростью.

Вырезку образцов из ПК и пластмасс выполняют вручную распиливанием ножовкой с острым и тонким короткозубым полотном, в качестве смачивающей жидкости используют инертную к материалу образца жидкость.

Допускается выполнять вырезку образцов из ПК и пластмасс на автоматическом отрезном станке, алмазным диском с различной зернистостью напыления и с использованием инертной охлаждающей жидкости.

3.4.2 При резке образец располагают так, чтобы полотно режущего инструмента или отрезной диск располагались вблизи исследуемой области.

3.4.3 Внимательно осматривают очищенную поверхность среза пористого образца. Если на срезе видны поры, необходимо повторно полностью залить поверхность среза небольшим количеством смолы, чтобы предотвратить их выкрашивание.

3.5 Шлифовка

3.5.1 Шлифовка ПК и пластмасс необходима для подготовки образца к исследованию микроструктуры. Шлифовку используют для того, чтобы обнажить исследуемую область и получить плоскую поверхность.

3.5.2 Шлифовку выполняют с применением автоматических шлифовальных систем с держателями образцов, которые обеспечивают шлифовку более высокого качества в сравнении с поверхностями, отшлифованными вручную.

3.5.3 В процессе шлифовки необходимо контролировать качество поверхности образца, чтобы обеспечить снятие материала только в пределах зоны исследования.

3.5.4 Шлифовку делят на черновую и чистовую.

Черновую шлифовку образцов выполняют абразивами с зернистостью от 200 до 63 мкм, затем чистовую с более мелкой зернистостью от 12 до 6 мкм. Если при шлифовке абразивом мелкой зернистости не выводятся царапины, то следует вернуться к шлифовке абразивом зернистостью от 50 до 16 мкм.

При шлифовке рекомендуемые нагрузки на образец от 13 800 до 34 500 Н/м^2 и частоты вращения круга от 90 до 150 об/мин.

Образцы тщательно очищают после каждого этапа шлифовки, с целью удаления остатков абразивного материала.

Качество подготовки шлифованной поверхности образца оценивают на световом микроскопе при увеличении от 50 до 100 крат.

При шлифовке в качестве охлаждающей жидкости используют воду. Фторированные жидкости, используемые в качестве масла для диффузионного насоса или в качестве охлаждающих жидкостей, подходят для шлифования растворимых в воде ПК и пластмасс, но требуют особой осторожности при работе с ними.

3.6 Полировка

3.6.1 Полировка — окончательная операция механической обработки, которая служит для выявления фазовой структуры поверхности образца.

3.6.2 Полировку проводят с применением мелкозернистых абразивных материалов и охлаждающей жидкости, также возможно использование суспензий абразивных материалов без охлаждающих жидкостей с одноразовым нанесением суспензий на полировочную ткань.

3.6.3 При автоматизированной полировке на поверхность полировочного диска накладывают полировочную ткань или шлифовальную бумагу.

3.6.4 Полировку, как и шлифовку, разделяют на черновую и чистовую. Количество этапов полировки зависит от свойств материала исследуемого образца и качества предыдущей подготовки.

3.6.5 Черновая полировка удаляет повреждения от предыдущих этапов подготовки на поверхности шлифа.

Для черновой полировки используют абразив с зернистостью от 3 до 9 мкм. При полировке абразивом чрезмерная нагрузка на образец может привести к внедрению (засору) абразива в поверхность образца.

При использовании полировочной ткани или шлифовальной бумаги более твердой, чем образец, прилагаемое к образцу давление должно составлять в пределах от 13 800 до 27 600 Н/м^2. При использовании полировочной ткани или бумаги более мягкой, чем образец, прилагаемое к образцу давление должно быть от 34 500 до 48 300 Н/м^2.

При автоматизированной полировке частота вращения круга должна составлять от 120 до 200 об/мин. При таких скоростях время полировки составляет от 2 до 4 мин, время черновой полировки не должно превышать 2 мин до визуального осмотра поверхности образца.

Если после черновой полировки на поверхности образца нет мелких царапин или видны единичные мелкие царапины, можно переходить к чистовой полировке. Если видны многочисленные царапины, необходимо повторить черновую полировку абразивом с зернистостью менее 3 мкм, желательно 1 мкм или меньше.

3.6.6 Целью чистовой полировки является выведение царапин и выявление фазовой микроструктуры образца; чистовую полировку, как правило, выполняют в один этап.

Чистовую полировку проводят с использованием суспензии оксида алюминия с размером зерна менее 0,05 мкм, разведенного в дистиллированной воде. Также в качестве абразива для чистовой полировки применяют оксид кремния, оксид железа и растворы, химически ускоряющие полировку.

Для чистовой полировки хорошо подходит мягкая ткань с коротким ворсом, однако ее использование вызывает закатывание (закругление) кромок образца.

Нагрузка на образец при чистовой полировке должна составлять от 13 800 до 27 600 Н/м^2.

Эффективная частота вращения полировочного круга при чистовой обработке должна составлять от 120 до 200 об/мин, при таких скоростях время полировки от 2 до 4 мин.

3.7 Приклеивание, травление и металлизация поверхности образцов

3.7.1 Приклеивание к держателям для сканирующего электронного микроскопа полученных образцов (шлифов) производят с помощью токопроводящего клея на основе углерода или серебра.

3.7.2 После высыхания клея проводят травление поверхности образца при вакууме 1,3 Па, напряжении 0,5 кВ и токе 100 мА в течение от 10 до 45 мин в зависимости от химической природы полимера. Для выявления тонкой структуры ПК и пластмасс их поверхность подвергают ионно-плазменному травлению в вакуумной установке в среде атмосферного воздуха.

3.7.3 Для снятия электрических зарядов с исследуемой поверхности образца после травления на нее наносят токопроводящее покрытие из металла или углерода толщиной от 10 до 15 нм в вакуумной установке для напыления.

3.7.4 Готовые для микроструктурного анализа шлифы хранят завернутыми в безворсовую мягкую бумагу. Запрещается брать руками за исследуемую поверхность образцов и класть этой поверхностью на твердые предметы.

УДК 691.175:006.354 ОКС 83.120

Ключевые слова: полимерные композиты, подготовка образца, шлифовка, полировка, микроструктура

БЗ 11—2017/166

Редактор *А.Э. Елин*
Технический редактор *И.Е. Черелкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 23.10.2017. Подписано в печать 30.10.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,74. Тираж 23 экз. Зак. 2137
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