ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57930— 2017

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Определение профиля поверхности при экспонировании в климатических условиях с помощью 3D-микроскопии

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» (АНО «Стандарткомпозит») 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 8 ноября 2017 г. № 1695-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 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 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Оборудование для испытаний 2
6 Образцы 2
7 Проведение испытаний 3
8 Обработка результатов испытаний 3
9 Протокол испытаний 9

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Определение профиля поверхности при экспонировании в климатических условиях с помощью 3D-микроскопии

Polymeric composites.
Determination of surface profile at exposure in climatic conditions through 3D microscopy

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт распространяется на полимерные композиты (далее — ПК), армированные непрерывными или дискретными волокнами.

1.2 Стандарт устанавливает методы определения характеристик поверхности ПК при экспонировании в климатических условиях с помощью оптической 3D-микроскопии.

1.3 Стандарт устанавливает два метода определения характеристик поверхности: анализ профилей поверхности (метод А) и анализ всей поверхности (метод Б).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 9.906 Единая система защиты от коррозии и старения. Станции климатические испытательные. Общие требования

ГОСТ 32794 Композиты полимерные. Термины и определения

ГОСТ Р ИСО 4287 Геометрические характеристики изделий (GPS). Структура поверхности. Профильный метод. Термины, определения и параметры структуры поверхности

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 ссылочный 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 32794, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **профиль поверхности:** Профиль, образованный в результате пересечения реальной поверхности плоскостью, параллельной длине или ширине образца.

Издание официальное

Примечание — Более подробно см. ГОСТ Р ИСО 4287.

3.2 **экспонирование в климатических условиях:** Выставление образца в открытые климатические условия на атмосферный стенд по ГОСТ 9.906.

3.3 **аппроксимация:** Приближение исходных экспериментальных значений функцией заданного вида.

3.4 **лицевая сторона:** Сторона образца, на которую падают прямые солнечные лучи в процессе экспонирования в климатических условиях.

3.5 **оборотная сторона:** Сторона образца, противоположная лицевой стороне, т. е. на которую не падают прямые солнечные лучи в процессе экспонирования в климатических условиях.

4 Сущность метода

Метод состоит в измерении рельефа поверхности исследуемого образца с помощью конфокального лазерного сканирующего микроскопа с последующим определением его характеристик. Характеристики рельефа могут быть рассчитаны с помощью двух методов: метода А и метода Б.

По методу А определяют характеристики рельефа поверхности с помощью отдельных профилей поверхности. Основная рассчитываемая величина, характеризующая профили исследуемой поверхности — центр пика распределения размаха и его полуширина.

По методу Б определяют характеристики сразу всей поверхности. Основная рассчитываемая величина, характеризующая исследуемую поверхность — центр пика распределения высоты поверхности и его полуширина. С помощью полученного значения полуширины по правилу трех сигм можно также рассчитать размах, умножив значение полуширины на 6.

Характеристики поверхности, представленные в настоящем стандарте, необходимы для оценки климатической стойкости полимерных композитов при экспонировании в климатических условиях. Для этого сравнивают характеристики, рассчитанные для образцов в исходном состоянии и для образцов после некоторого срока экспозиции.

5 Оборудование для испытаний

5.1 Измерения проводят на конфокальном лазерном сканирующем микроскопе (далее — микроскоп), позволяющим сканировать поверхность исследуемого образца и получать трехмерную карту высоты поверхности образца, максимальное увеличение микроскопа должно составлять не менее 50^{x}, шаг сканирования по вертикальному направлению — не более 200 нм, минимальный шаг сканирования по горизонтальным направлениям — не более 250 нм. Микроскоп должен быть оборудован механическим предметным столиком, для точного перемещения исследуемого образца.

5.2 Допускается использование других средств измерений с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных в 5.1.

5.3 Все используемое оборудование должно быть аттестовано. Средства измерения должны быть поверены в установленном порядке.

6 Образцы

6.1 Для испытаний применяют образцы, выполненные в форме пластины.

6.2 Длина и ширина образца должны составлять не менее 2 мм и не более 300 мм, толщина — не более 100 мм. Минимальная толщина образцов не регламентирована, но при испытании не допускается их изгиб.

6.3 Образец для испытаний при визуальном осмотре должен иметь гладкую поверхность без вздутий, сколов, неровностей, надрезов, царапин, трещин, расслоений.

6.4 Технология изготовления образцов, механическая обработка, место и направление их вырезки должны соответствовать требованиям нормативной документации на материал.

7 Проведение испытаний

7.1 Если заказчик испытания конкретно не определяет условия предварительного кондиционирования, то никакое кондиционирование не требуется, и образцы могут быть испытаны в том состоянии, в котором были подготовлены. В этом случае в протоколе должно быть отмечено, что образец «не кондиционирован».

7.2 Испытания проводят в помещении или закрытом объеме при температуре и относительной влажности окружающего воздуха или другой среды, указанной в нормативной документации на испытуемый материал. Если таких указаний нет, то испытания проводят при температуре (23 ± 5) °С и относительной влажности воздуха (50 ± 10) %.

7.3 Увеличение микроскопа выбирают таким образом, чтобы наиболее детально описать профиль поверхности. Если размеры дефектов сопоставимы с длиной профиля, то нужно уменьшить увеличение.

7.4 Количество шагов сканирования по вертикали должно быть не менее двухсот на всю высоту профиля. Если количество шагов сканирования по вертикали при минимальном шаге меньше двухсот, то следует ставить максимальное количество шагов. Наиболее точные результаты получают при минимальном шаге сканирования по вертикали.

7.5 Исследуемый образец кладут на предметный столик микроскопа лицевой стороной вверх. Если исследуют ПК с армирующими волокнами с однонаправленной схемой армирования по методу А, то образец кладут таким образом, чтобы направление армирования совпадало с горизонтальным или вертикальным направлением сканирования (вдоль оси *x* или *y* соответственно, рисунок 1). При других схемах армирования расположение образца не имеет значения.

7.6 Выполняют не менее десяти сканирований поверхности образца на лицевой стороне. Участки сканирования выбирают произвольно. Если исследуют ПК с армирующими волокнами с однонаправленной схемой армирования по методу А, то образец нельзя двигать руками, чтобы не поменялось направление сканирования относительно направления армирования. Для перемещения образца следует использовать механический предметный столик.

7.7 Образец переворачивают оборотной стороной и выполняют столько же измерений, сколько было выполнено на лицевой стороне.

7.8 Под одним измерением подразумевают один трехмерный массив данных высоты поверхности образца.

8 Обработка результатов испытаний

8.1 Изображение поверхности образца экспортируют в таблицу значений высоты поверхности в формате, удобном для дальнейшей обработки, например, csv, xlsx, dat, txt.

8.2 Каждое измерение — это матрица высот на равномерной прямоугольной сетке h_{ij}, где *i* — число ячеек в направлении оси *x*, равное 1, 2, ..., 1024; *j* — число ячеек в направлении оси *y*, перпендикулярной к оси *x*, равное 1, 2, ..., 768, рисунок 1. Получается 786432 точек на одно измерение.

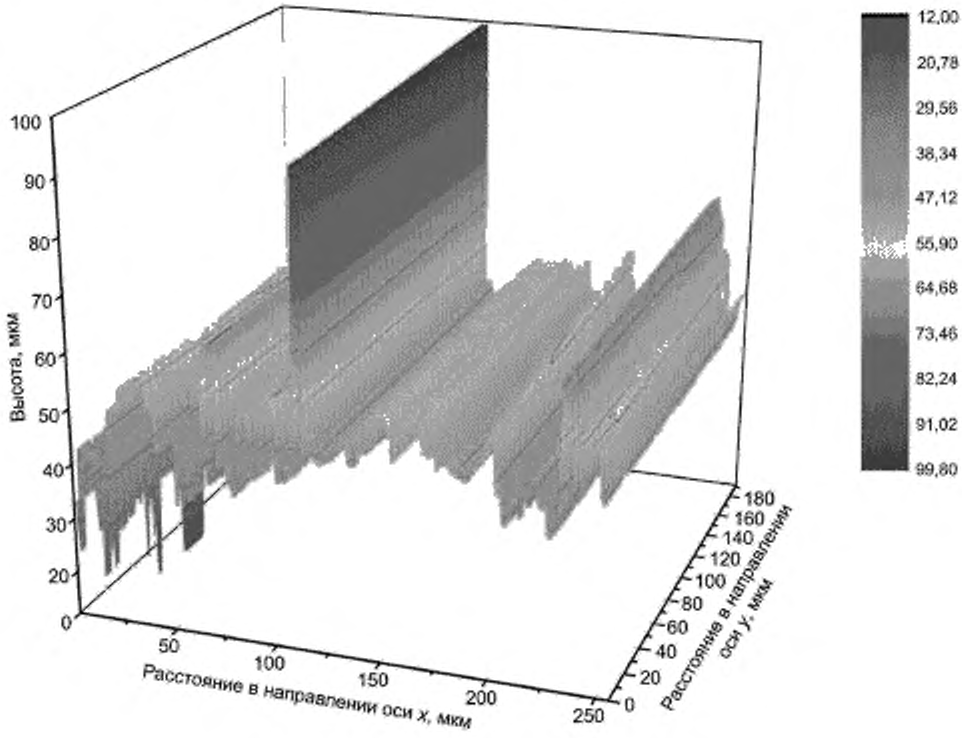

Рисунок 1 — Изображение поверхности образца

8.3 Анализ профилей поверхности (метод А)

8.3.1 С помощью данного метода определяют характеристики поверхности, исследуя отдельные профили изображения в горизонтальном и вертикальном направлениях, рисунок 2.

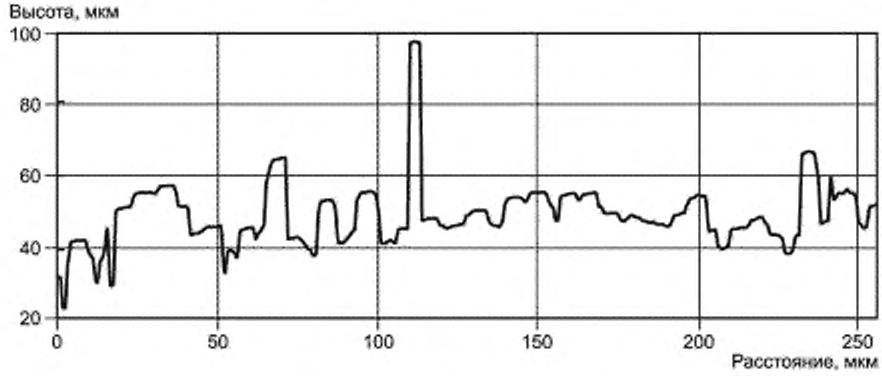

Рисунок 2 — Профиль поверхности образца в направлении оси *x*

Каждый профиль можно аппроксимировать несколькими моделями, чем больше степень полинома — значение P в формуле (1), тем сильнее выравнивается профиль, рисунки 3—5:

$$Z(P) = \begin{cases} V(k) - M[V(k)] & \text{для } P = 0, \\ V(k) - (A_{10} + A_{11} \cdot k) & \text{для } P = 1, \\ V(k) - (A_{20} + A_{21} \cdot k + A_{22} \cdot k^2) & \text{для } P = 2, \end{cases} \quad (1)$$

где $V(k)$ — профиль поверхности в направлении оси k, мкм,

$M[V(k)]$ — среднее значение профиля $V(k)$, мкм;

$A_{10}, A_{11}, A_{20}, A_{21}, A_{22}$ — коэффициенты модели, полученные путем аппроксимации;

k — это направление x или y, рисунок 1.

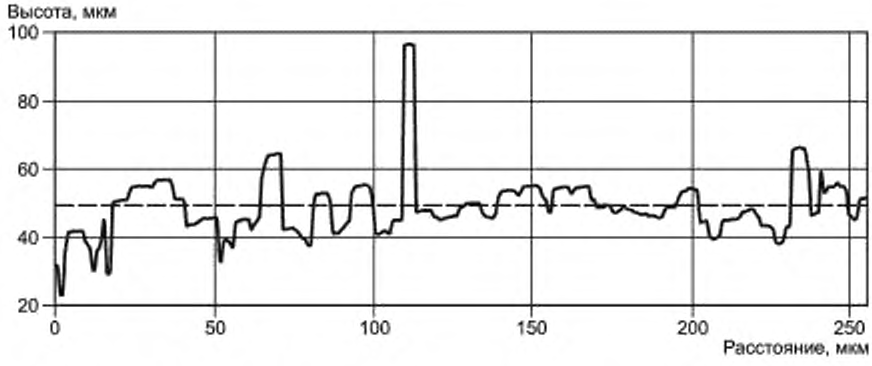

Рисунок 3 — Обработка профиля по формуле (1) для $P = 0$

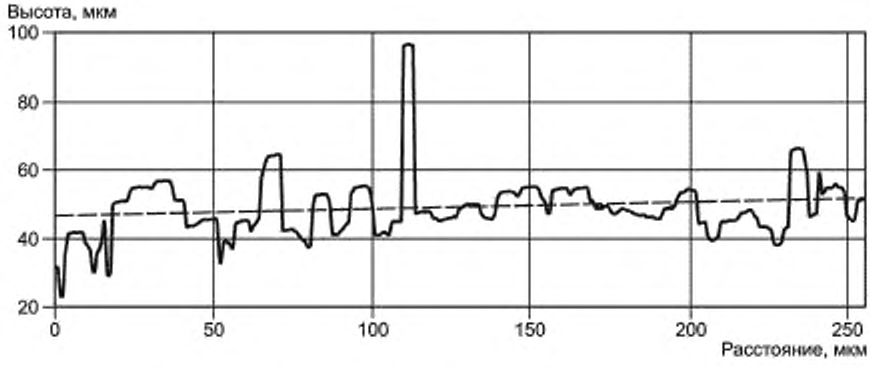

Рисунок 4 — Обработка профиля по формуле (1) для $P = 1$

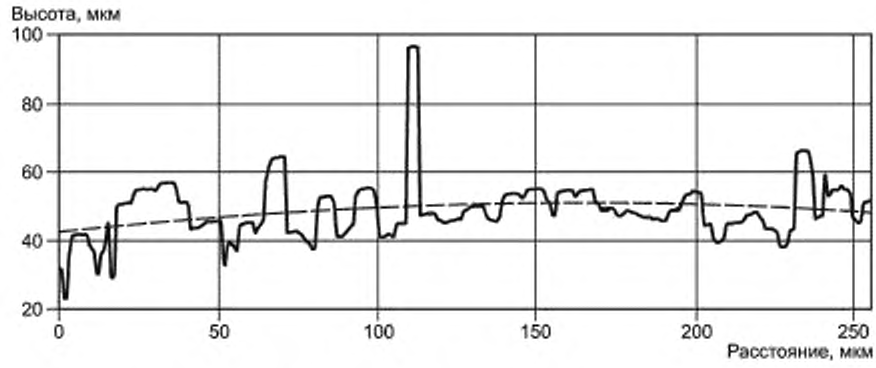

Рисунок 5 — Обработка профиля по формуле (1) для $P = 2$

8.3.2 Для каждого профиля находят выровненный профиль $Z(P)$ по формуле (1) для выбранного значения P. Чем выше степень полинома, тем получаются более точные результаты (меньше полуширина пика гауссова распределения). Поэтому, для получения наиболее точных результатов следует использовать степень полинома $P = 2$.

8.3.3 Для найденного выровненного профиля $Z(P)$ вычисляют следующие характеристики:

- минимальное значение высоты (min);
- максимальное значение высоты (max);
- стандартное отклонение высоты (*StDev*):

$$StDev = \sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{p} k_p^2}, \tag{2}$$

где k_p — это направление x (следовательно, $p = i$) или y ($p = j$), в данной формуле отсутствует среднее значение, так как профиль уже выровненный и оно будет равно нулю;

- размах высот (*range*):

$$range = \max - \min. \tag{3}$$

8.3.4 Строят частотное распределение (рисунок 6) каждой величины для всех профилей $Z(P)$ всех измерений (отдельно для колонок и отдельно для строк) и аппроксимируют гауссовой функцией (d, безразмерная):

$$d = A \cdot \exp\left(-\frac{(x - x_0)^2}{\omega^2}\right), \tag{4}$$

где A — высота пика, безразмерная;

x — отклонение от базовой линии, мкм;

x_0 — центр пика, мкм;

ω — полуширина пика, мкм.

Центр пика распределения — это наиболее вероятное значение каждой исследуемой величины.

8.3.5 Аналогичным образом вычисляют значения для измерений с оборотной стороны.

8.3.6 Наиболее информативной величиной является центр и полуширина пика распределения значений размаха.

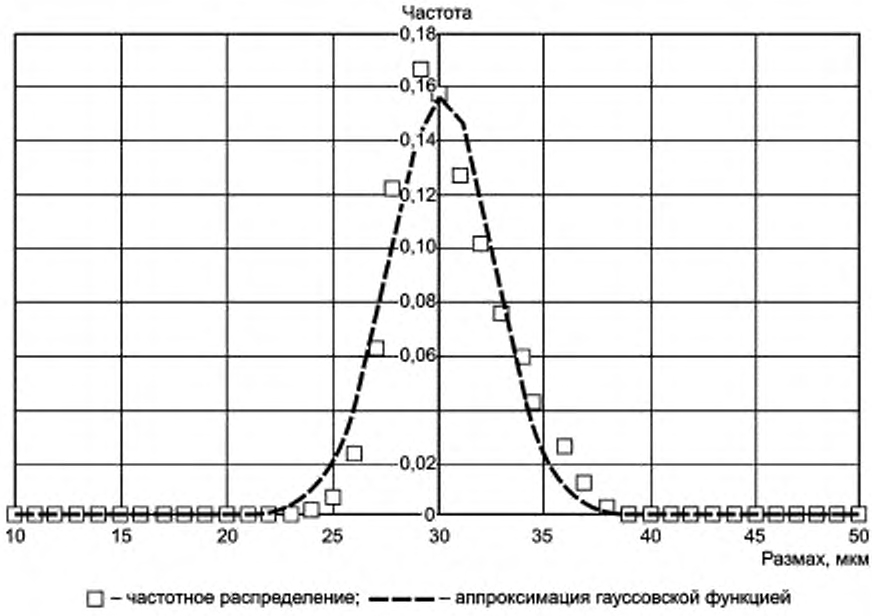

Рисунок 6 — Частотное распределение размаха и его аппроксимация гауссовой функцией

8.4 Анализ всей поверхности (метод Б)

8.4.1 С помощью данного метода определяют характеристики сразу всей поверхности, а не отдельных профилей.

Каждую поверхность можно аппроксимировать несколькими моделями, чем больше степень полинома — значение P в формуле (5), тем сильнее выравнивается поверхность, рисунки 7—9:

$$Z(P) = \begin{cases} V(x, y) - M[V] & \text{для } P = 0, \\ V(x, y) - (C_0 + C_1 \cdot x + C_2 \cdot y) & \text{для } P = 1, \\ V(x, y) - (D_0 + D_1 \cdot x + D_2 \cdot y + D_3 \cdot x^2 + D_4 \cdot y^2 + D_5 \cdot x \cdot y) & \text{для } P = 2, \end{cases} \quad (5)$$

где $V(x, y)$ — высота, мкм;

$M[V]$ — среднее значение высоты по всей поверхности, мкм;

$(C_0 + C_1 \cdot x + C_2 \cdot y)$ — аппроксимация поверхностью первого порядка;

$(D_0 + D_1 \cdot x + D_2 \cdot y + D_3 \cdot x^2 + D_4 \cdot y^2 + D_5 \cdot x \cdot y)$ — аппроксимация поверхностью второго порядка;

$C_0, C_1, C_2, D_0, D_1, D_2, D_3, D_4, D_5$ — коэффициенты, которые определяют в процессе аппроксимации, безразмерные.

8.4.2 Для каждой поверхности находят выровненную поверхность $Z(P)$ по формуле (5) для выбранного значения P. Чем выше степень полинома, тем получаются более точные результаты (меньше полуширина пика гауссова распределения). Поэтому, для получения наиболее точных результатов следует использовать степень полинома $P = 2$.

8.4.3 Для данного метода расчет величин, представленных в 8.3.3 и 8.3.4 не даст значимых величин, так как это будет всего лишь одно число для одного измерения, на которое может повлиять всего лишь один сильный выброс. Поэтому, для каждой выровненной поверхности строится частотное распределение значений высоты этой поверхности. Самым значимым параметром в полученном распределении будет полуширина пика распределения, с помощью которой, используя правило трех сигм, можно получить наиболее вероятный размах высот исследуемой поверхности.

8.4.4 Аналогичным образом рассчитывают значения для поверхности оборотной стороны и для всех измерений.

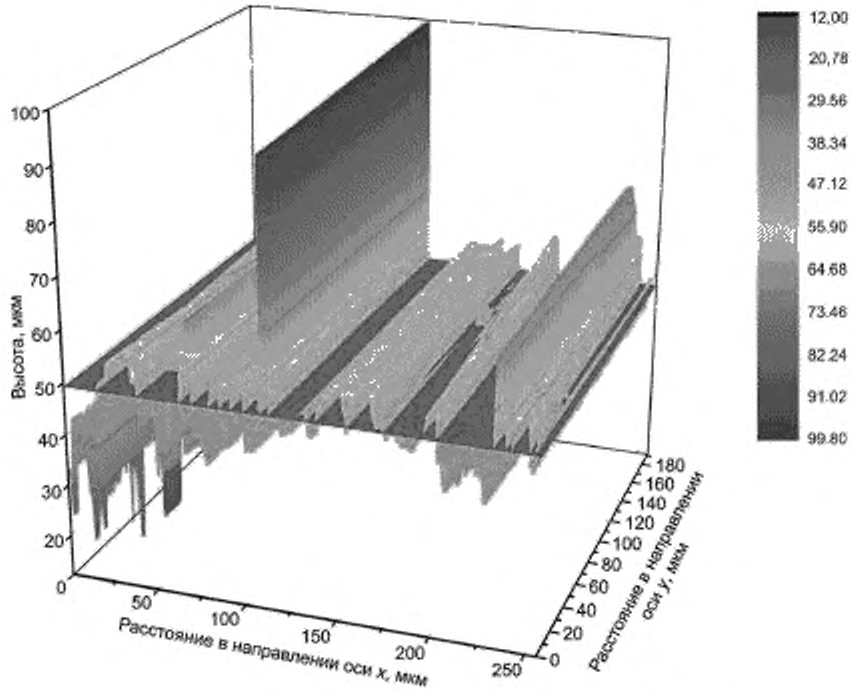

Рисунок 7 — Обработка поверхности по формуле (5) для $P = 0$

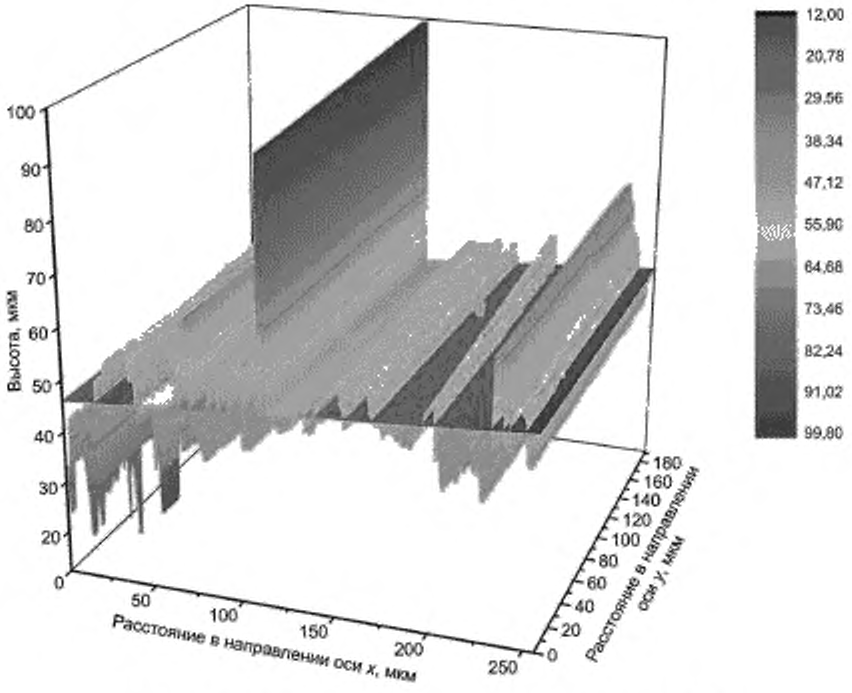

Рисунок 8 — Обработка поверхности по формуле (5) для $P = 1$

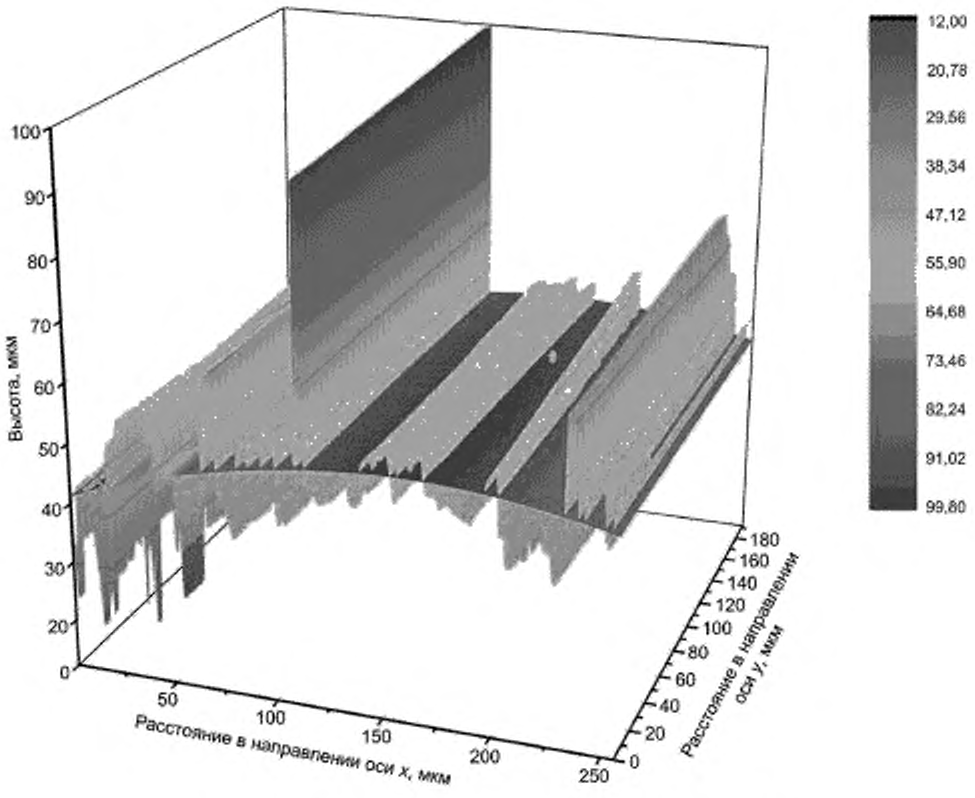

Рисунок 9 — Обработка поверхности по формуле (5) для $P = 2$

9 Протокол испытаний

9.1 Результаты испытаний заносят в протокол испытаний, который должен содержать:

- наименование материала;
- наименование предприятия-изготовителя;
- метод изготовления;
- вид и количество образцов, их маркировку и геометрические размеры;
- способ кондиционирования и условия испытания в случаях, отличающихся от предусмотренных настоящим стандартом;
- тип средств измерений и испытаний, заводской номер, свидетельство о поверке,
- дату проведения испытаний;
- должность, фамилия, инициалы, подпись испытателя;
- ссылку на настоящий стандарт.

Для обработки результатов измерений по методу А:

- центр и полуширину пика распределения минимальных и максимальных значений, стандартных отклонений, размаха со значениями погрешностей отдельно для профилей в горизонтальном и вертикальном направлении для лицевой и оборотной стороны;
- при исследовании ПК с однонаправленной схемой армирования, следует указать в каком направлении расположены армирующие волокна;
- указать используемое значение P (степень полинома).

Для обработки результатов измерений по методу Б:

- полуширину пика распределения значений высоты исследуемой поверхности лицевой и оборотной стороны;
- указать используемое значение *P* (степень полинома).

9.2 Дополнительно протокол может содержать:

- фотографии образцов;
- трехмерные изображения поверхности в области измерения.

Для обработки результатов измерений по методу А:

- графики профилей поверхности с аппроксимацией;
- частотные распределения измеряемых величин с аппроксимацией.

Для обработки результатов измерений по методу Б:

- частотные распределения значений высоты исследуемой поверхности с аппроксимацией в области измерения.

УДК 678:006.354 ОКС 83.120

Ключевые слова: полимерные композиты, определение профиля поверхности, 3D микроскопии, рельеф поверхности

БЗ 12—2017/4

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 13.11.2017. Подписано в печать 23.11.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 22 экз Зак. 2394.
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