ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 57868— 2017

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Идентификация полимерных слоев и включений методом инфракрасной микроскопии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН 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 «Стандартокомпозит») при участии Объединения юридических лиц «Союз производителей композитов» (Союзкомпозит) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 4 стандарта

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. № 1576-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к стандарту АСТМ Д5477–11 «Стандартная практика идентификации полимерных слов или включений с помощью ИК-Фурье микроспектроскопии» (ASTM D5477–11 «Standard practice for identification of polymer layers or inclusions by Fourier transform infrared microspectroscopy (FT-IR)», MOD) путем включения дополнительных положений, фраз, слов, ссылок, показателей, их значений и/или внесения изменений по отношению к тексту применяемого международного стандарта, которые выделены курсивом.

Разделы (подразделы, пункты), не включенные в настоящий стандарт, приведены в дополнительном приложении ДА.

Из текста стандарта исключена ссылка на международный стандарт АСТМ Е168, т. к. он был отменен, а также на стандарты АСТМ Д1248 и ИЕЕЕ/АСТМ СИ-10, так как они носят справочный характер.

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой указанного стандарта АСТМ приведено в дополнительном приложении ДБ.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта АСТМ для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

В настоящем стандарте ссылки на стандарты АСТМ заменены ссылками на соответствующие межгосударственные стандарты. Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте АСТМ, приведены в дополнительном приложении ДВ

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 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Оборудование и материалы 3
6 Требования безопасности 3
7 Подготовка образца 3
8 Проведение испытаний 4
9 Протокол испытаний 5
Приложение ДА (справочное) Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ 6
Приложение ДБ (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ 7
Приложение ДВ (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОМПОЗИТЫ ПОЛИМЕРНЫЕ

Идентификация полимерных слоев и включений методом инфракрасной микроскопии

Polymer composites. Identification of polymer layers and inclusions by infrared microscopy

Дата введения — 2018—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы анализа полимерных композитов, используемые для определения полимерных слоев (в частности, в барьерных пленках, изготавливаемых методом совместной экструзии), а также включений (идентификации аномальных пятен или участков, которые вызывают подозрение на дефектность).

Настоящий стандарт применим и в других случаях, например, при анализе образцов микроскопических размеров, при идентификации примесей и др. Однако в этом случае требования к подготовке образцов и интерпретации результатов могут отличаться.

Используемые методы предполагают наличие квалифицированного персонала для подготовки образца, получения и анализа инфракрасных спектров. В настоящий стандарт не включены подробные сведения о работе микроскопов и инфракрасных спектрометров.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 27176 Приборы спектральные оптические. Термины и определения

ГОСТ 28489 Микроскопы световые. Термины и определения

ГОСТ 32794 Композиты полимерные. Термины и определения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (сводов правил и/или классификаторов) 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 (документ), на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта (документа) с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт (документ), на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта (документа) с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт (документ), 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 (документ) 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, ГОСТ 28489* и *ГОСТ 27176*.

Издание официальное

4 Сущность метода

Сущность метода состоит в анализе включений и полимерных слоев с помощью оптической и инфракрасной микроскопии.

Наличие включений в конечном итоге будет приводить к разрушению материала в силу самого их появления или за счет ухудшения электрических или прочностных свойств полимерного композита.

Анализ многослойных барьерных пленок методом ИК-Фурье-микроскопии способен выявлять соответствие барьерной пленки предъявляемым к ней требованиям или причину повреждения барьерного покрытия (отсутствие слоя, отверстия в слое или нарушение технологии коэкструзии). На рисунке 1 показано расположение слоев, а в таблице 1 — расположение и функция материалов в типичной многослойной пленке.

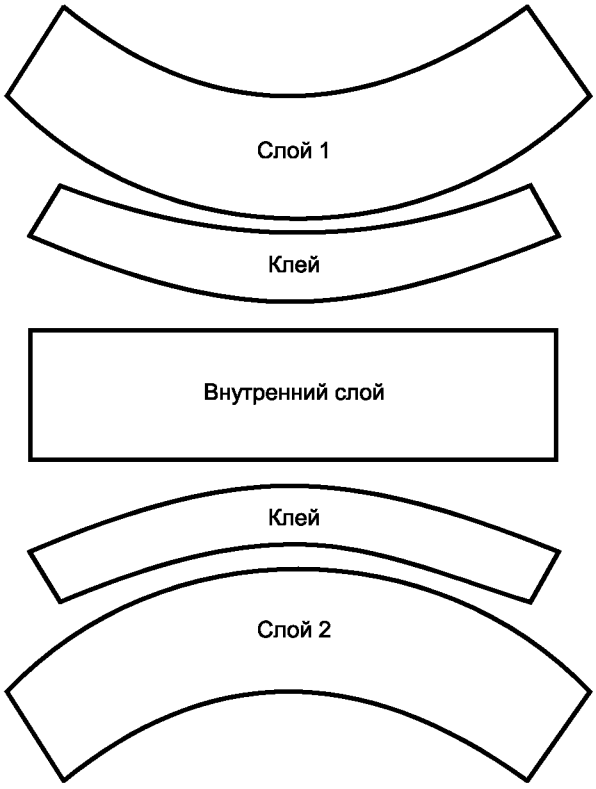

Рисунок 1 — Расположение слоев в типичной многослойной пленке

Таблица 1 — Расположение и функция материалов в типичной многослойной пленке

Слой	Материал	Назначение
слой 1	полиэтилен низкого/высокого давления (HDPE/LDPE)	сопротивление проколу, жесткость
	полиамид	барьер запахов
	сополимер этилена и винилового спирта (EVAL)	кислородный барьер
	ударопрочный полистирол (HIPS)	жесткость, прочность
	иономер	липкость при нагревании, жиронепроницаемость
клей	этиленвинилацетат (EVA)	клеевой слой
	акриловый полимер	

Окончание таблицы 1

Слой	Материал	Назначение
внутренний слой	сополимер этилена и винилового спирта (EVAL)	кислородный барьер
	полиакрилонитрил (PAN)	
	поливинилиденхлорид (PVDC)	
	полиамид	барьер запахов
	алюминиевая фольга	пароизоляция
	полиэтилентерефталат (PET)	кислородный барьер
	полибутилентерефталат (PBT)	
слой 2	этиленвинилацетат (EVA)	низкотемпературный герметик
	сополимер этилена и метилакрилата (EMA)	
	поликарбонат	прочность, жесткость
	полипропилен (PP)	пароизоляция, жесткость
	полистирол (PS)	
	сополимер этилена и пропилена (E/P)	низкотемпературный герметик
	ориентированный полипропилен (OPP)	кислородный барьер, жесткость, прозрачность, блеск, высокая прочность при растяжении, низкое относительное удлинение

5 Оборудование и материалы

а) ИК-Фурье-спектрометр с номинальным разрешением 4 $см^{-1}$;

б) присоединенное к ИК-Фурье-спектрометру приспособление для микроанализа в инфракрасном излучении и видимом свете, с номинальной разрешающей способностью в инфракрасном режиме 6,25 мкм;

в) оптический микроскоп, оснащенный приспособлениями для наблюдения в перекрестном поляризованном свете и методом фазового контраста;

г) нагревательный столик, размещенный в оптическом микроскопе;

д) микротом;

е) иономер (соль карбоксилированного полиэтилена), толщиной примерно 1,25 мм;

ж) микрометр, с погрешностью измерения ±2,5 мкм;

и) цианакрилатный клей.

6 Требования безопасности

Во избежание ожогов при перемещении предметных стекол на горячем столике необходимо соблюдать осторожность.

В корпусе ИК-Фурье-спектрометра находится лазер. Во избежание повреждения органов зрения запрещается смотреть на лазерный луч без защитных средств.

Цианакрилатный клей приклеивается к пальцам и коже. Чтобы избежать этого, необходимо соблюдать осторожность.

7 Подготовка образца

Используя микротом, выполняют поперечный срез под прямым углом к поверхности полимерного композита, чтобы подготовить отдельные слои для удобства наблюдения.

В случае с полимерным композитом, не прогибающимся при выполнении среза, срезы необходимой толщины можно подготовить без дополнительных манипуляций. Гибкие материалы требуют фиксации при выполнении срезов. Метод фиксации, используемый для гибких полимерных композитов

(пленок), показан на рисунке 2. В этой многослойной структуре иономер используют для придания жесткости, а цианакрилатный клей — для склеивания гибкого материала с иономером.

После этого с использованием микротома выполняют необходимые срезы всего многослойного образца.

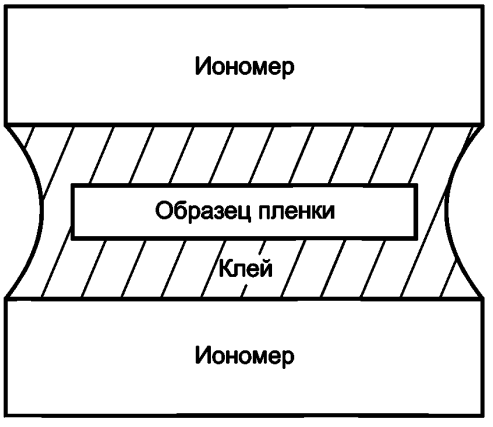

Рисунок 2 — Многослойный образец для анализа полимерных композитов, представляющих собой тонкие пленки

8 Проведение испытаний

8.1 Оптическая микроскопия

Перед исследованием образцов методом ИК-микроскопии рекомендуется провести визуальное наблюдение в оптическом микроскопе.

Ключевым фактором для проведения оптической микроскопии является подготовка образца. С помощью микротома выполняют срез толщиной от 25 до 50 мкм с небольшим количеством ножевых отметин (бороздок, оставленных ножом микротома на срезе). В перекрестном поляризованном свете ножевые отметины искажают границы включений и границы слоя в многослойных полимерных композитах.

После получения подходящих тонких срезов их рассматривают в оптическом микроскопе под перекрестным поляризованным светом. В случае пигментированных материалов необходимо также проведение анализа в линейно-поляризованном свете. Контраст между неоднородностями слоев в этом случае достигается вследствие различий в присущем полимерным связующим двойном лучепреломлении, тепловой и механической предыстории, а также концентрации пигмента. Различия в яркости, как правило, определяют границы включений (слоев). Затем анализируемые области можно сфотографировать и провести измерения по количественному определению размеров включений или полимерных слоев.

Поскольку различия в яркости могут быть вызваны действием факторов, не относящихся к различиям материалов, необходимо провести микроскопический анализ на нагревательном столике. Определение различных материалов проводят по их температурам плавления, поскольку при плавлении исчезает двойное лучепреломление, что можно наблюдать в микроскоп под перекрестным поляризованным светом. Испытание проводят при скорости нагревания 10 °С/мин. Рекомендуется перекристаллизовать полимеры и проверить температуры плавления повторно.

8.2 Инфракрасная микроскопия

Инфракрасный микроскоп позволяет определять и проводить анализ включений и многослойных полимерных пленок размерами вплоть до 10 мкм.

В данном методе для обнаружения и наблюдения за небольшими областями поверхности образца используется микроскоп, *обычно* устанавливаемый в *кюветное отделение* ИК-Фурье спектрометра. После этого для каждой анализируемой области могут быть получены инфракрасные спектры.

Упрощенная схема измерительного прибора, способного выполнить эти задачи, показана на рисунке 3. Это приспособление для микроскопии очень эффективно для обнаружения и последующей идентификации небольших включений, таких как частицы или зоны окисления в полимерном композите. Его применение особенно полезно для определения слоев в многослойных пленках или листовых материалах. Идентификация включений или полимерных слоев осуществляется путем интерпретации ИК спектров, полученных для этих областей.

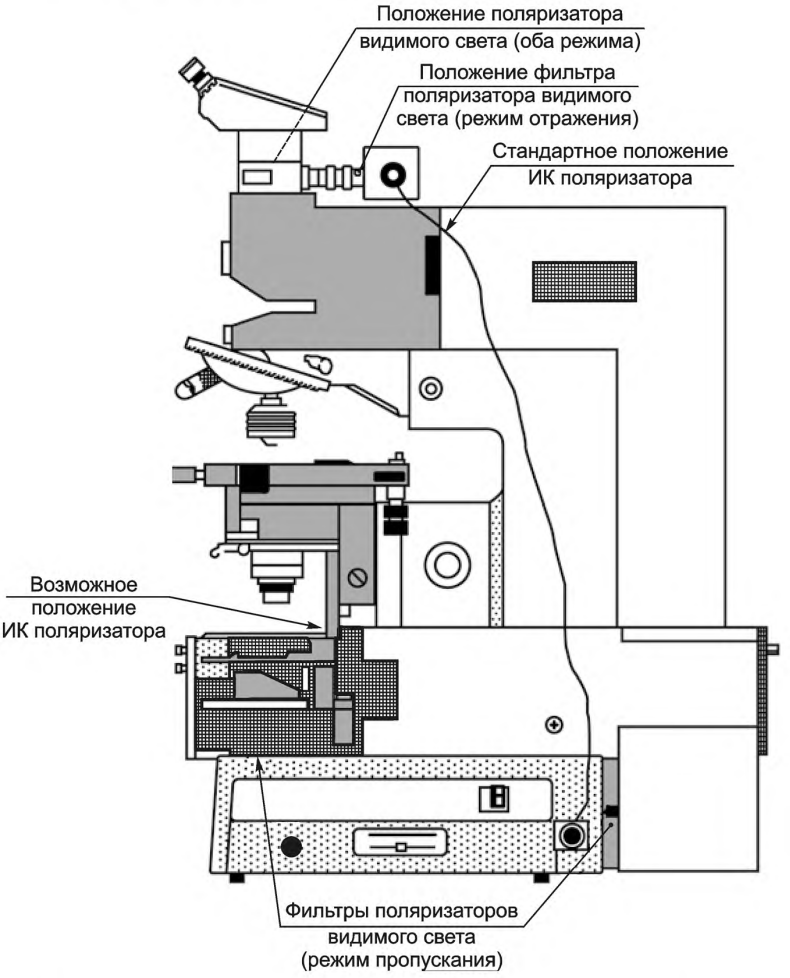

Рисунок 3 — Упрощенная схема приспособления для инфракрасной микроскопии

9 Протокол испытаний

Протокол испытания должен содержать:

а) обозначение настоящего стандарта;

б) информацию, необходимую для точной идентификации образца;

в) использованный метод подготовки образца;

г) результаты испытания;

д) дату проведения испытаний.

Приложение ДА
(справочное)

Оригинальный текст невключенных структурных элементов примененного стандарта АСТМ

ДА.1

1 Область применения

1.2 Величины, указанные в единицах СИ, считаются стандартными. Величины, указанные в скобках, приводят только для сведения.

1.3 Настоящий стандарт не претендует на полноту описания всех проблем безопасности, связанных с его использованием, если таковые имеются. В обязанности пользователя данного стандарта входит обеспечение соответствующих мер техники безопасности и охраны труда, а также решение вопроса о применимости нормативных ограничений перед началом применения стандарта. Описание видов опасного воздействия приведено в разделе 7.

Примечание — Исключение данных подразделов обусловлено тем, что они носят поясняющий или рекомендательный характер.

ДА.2

7 Требования безопасности

7.1 При изготовлении дисков с помощью горячего пресса необходимо надевать перчатки.

Примечание — Исключение данной фразы обусловлено тем, что изготовление дисков с помощью горячего пресса в стандарте не упоминается.

ДА.3

9 Проведение испытаний

9.1.1 Основополагающие принципы оптической микроскопии и подготовки проб подробно описаны в других документах.

9.1.7 В испытаниях использовали ИК-Фурье-спектрометр Nicolet 6000 FT-IR. Все спектры были получены с разрешением 4 $см^{-1}$. Допустимые соотношения «сигнал-шум» были получены путем совместного добавления 100 спектров при скорости движения зеркала, равной 0,586 см/с. Для фокусировки инфракрасного излучения через образец использовали микроскоп пропускания-отражения Spectra-Tech IR-Plan III.

Примечание — Исключение данных фраз обусловлено тем, что они носят справочный характер.

Приложение ДБ
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем стандарта АСТМ

Таблица ДБ.1

Структура настоящего стандарта			Структура международного стандарта ASTM D5477-11		
Раздел	Подраздел	Пункт	Раздел	Подраздел	Пункт
1	—	—	1	1.1	—
—	—	—		1.2—1.3*	—
2	—	—	2	2.1	—
3	—	—	3	3.1	—
4	—	—	4	4.1—4.2	—
5	—	—	5	5.1—5.8	—
	—	—	6	6.1	—
6	—	—	7	7.1—7.3	—
7	—	—	8	8.1—8.3	—
8	8.1	—	9	9.1	9.1.1—9.1.4
	8.2	—			9.1.5—9.1.8
9	—	—	10	10.1	10.1.1—10.1.4
—	—	—	11**	11.1	—
Приложения		ДА	Приложения		—
		ДБ			—
		ДВ			—

* Данный раздел (подраздел, пункт) исключен, т. к. его положения носят поясняющий или справочный характер.

** Данный раздел (подраздел, пункт) исключен, т. к. его положения размещены в других разделах настоящего стандарта.

Приложение ДВ
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных стандартов стандартам АСТМ, использованным в качестве ссылочных в примененном стандарте

Таблица ДВ.1

Обозначение ссылочного межгосударственного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 27176—86	NEQ	ASTM E131 «Молекулярная спектроскопия. Терминология»
ГОСТ 32794—2014	NEQ	ASTM D883 «Пластмассы. Термины» ASTM D1600 «Пластмассы. Термины и сокращения»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - NEQ — неэквивалентные стандарты.		

УДК 678.01:536.468:006.354 ОКС 83.120

Ключевые слова: полимерные композиты, инфракрасная спектроскопия, инфракрасная микроскопия, анализ слоев, анализ включений

БЗ 11—2017/273

Редактор *Е.В. Таланцева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *О.В. Лазарева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 03.11.2017. Подписано в печать 20.11.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 24 экз. Зак. 2340.
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