

Исследование качества поверхностей углеродных волокон

77-48211/506275

11, ноябрь 2012

**Миронов Ю.М., Нелюб В.А., Бородулин А.С., Чуднов И.В., Буянов И.А.,
Александров И.А., Муранов А.Н.**

УДК. 661.666

Россия, МГТУ им. Н.Э. Баумана

yury.mironov@gmail.com

mail@emtc.ru

asb@emtc.ru

chudnovi@yandex.ru

iab@emtc.ru

alexandrovislam@gmail.com

muranovalecs@mail.ru

Введение

Полимерные композиционные материалы (ПКМ), в том числе и углепластики, нашли широкое применение в ракетно-космическом производстве и авиастроении при изготовлении различных силовых элементов, термостойких панелей, уплотнителей и многих других деталей, от которых требуется сочетание высокой прочности, легкости, термостойкости и долговечности.

Традиционно в качестве волокнистых наполнителей ПКМ использовали углеродные волокна (УВ) марок УКН-2500 и УКН-5000 и некоторые др. уже отечественные волокна. Однако качество получаемых изделий существенно различается не только в зависимости от марки используемого волокна, но и от партии.

Механические свойства углепластиков зависят от характеристик применяемых волокнистых наполнителей: качества их поверхности и

микроструктуры. Свойства УВ, в свою очередь, также в очень существенной степени зависят от особенностей их структуры, типов и количества дефектов. В высокомодульных волокнах преобладающее влияние на прочность оказывают, так называемые, внутренние дефекты, тогда как в высокопрочных УВ наибольшее влияние на механические свойства оказывают внешние дефекты.

В настоящее время накоплен большой объем информации о свойствах углепластиков на основе различных углеродных волокон (УВ), их поведении при различных типах нагружения и надежности при воздействии различных эксплуатационных факторов [1, 2]. Однако, в литературе очень ограниченно приводятся данные о структурах УВ и качестве поверхностных слоев единичных монофиламентов УВ [3, 4].

Активное применение полимерных композиционных материалов также ставит задачу разработки методов прогнозирования их свойств на всем жизненном цикле эксплуатации. Зависимость механических свойств полимерных композиционных материалов от структуры поверхности наполнителя ставит задачу исследования поверхности углеродных волокон.

С развитием методов нанодиагностики, позволяющих получать изображения высокого разрешения, вплоть до 1 нм, актуальным является применение данных методов для исследования волоконных полимерных композиционных материалов, в частности, сканирующей электронной и зондовой микроскопий.

Целью настоящей работы является исследование структуры поверхности УВ и определение взаимосвязи с механическими свойствами [5]. В работе [6] было проведено исследование микроструктуры полимерного композиционного материала связующего с целью выявления связи с механическими свойствами, далее необходимо исследовать структуру поверхности УВ. Полученные результаты структурного анализа позволят не только разработать обоснованные технические требования к их качеству, но

и будут использованы при совершенствовании технологического процесса производства УВ.

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Качество поверхностного слоя УВ оценивали по показателям шероховатости, под которой понимается совокупность неровностей, определяемых по выбранным рельефам. Измерение эффективной высоты шероховатости проводят методом спектрального разложения функции неровностей поверхности.

Топология УВ, стабильность ее свойств имеет очень большое значение, поскольку именно от качества поверхности волокна (точнее, монофиламентов) зависит качество межфазного взаимодействия. Главная функция поверхности раздела – обеспечить передачу нагрузки между волокном и полимерной матрицей, и с уменьшением шероховатости поверхности волокон повышается межфазное взаимодействие, что приводит к повышению эксплуатационных характеристик получаемых изделий из углепластиков.

В качестве объекта исследования в настоящей работе были использованы четыре типа волокон: УКН-2500, УКН-М-6К. Tenax HTA40 E13 3K и Granoc XN-90-60S (табл. 1).

Таблица 1

Физико-механические свойства исследуемых углеродных волокон

Показатели	Марки УВ			
	УКН-2500	УКН-М-6К	Tenax HTA40 E13 3K	Granoc XN-90-60S
Номинальная линейная плотность, текс	205	380	200	880
Удельное сопротивление	250±1 Ом	66±0,1 Ом	1,6x10 ⁻³ Ом см	
Отклонение фактической линейной плотности от номинальной, %	±7	±8	-	
Плотность (объёмная масса), г/см ³	1,73±0,03	1,75±0,04	1,76	2,19
Удельная разрывная нагрузка нити при разрыве петель, сН/текс	6	10	-	-
Массовая доля аппрета, %	3,5±1,5	1±0,5	-	
Модуль упругости нити, ГПа	220±20	225±20	238	860
Разрушающее напряжение элементарной нити при растяжении, ГПа, не менее	2,5	3,5	3,95	3,43
Разрушающее напряжение нити при растяжении, комплексной в микропластике, ГПа	2,8	3,2	-	-
Разрушающее напряжение углепластика при растяжении, ГПа (кг/с/мм ²), не менее	1,5 (150)	1,65	-	-
Разрушающее напряжение углепластика при сжатии, ГПа (кг/с/мм ²), не менее	1,2 (120)	1,2	-	-
Относительное удлинение при разрыве, %	-	-	1,7	0,4
Удельная теплоемкость, Дж / кгК	-	-	710	-
Теплопроводность, Вт / мК	-	-	10	-
КЛТР, К ⁻¹	-	-	10 ⁻⁶	-

Структурные исследования проводились последовательно на растровом электронном и атомно-силовом микроскопах. На электронном микроскопе FEI Phenom (рисунок 1) проводили оценочные исследования и определяли

величины диаметров монофиламентов всех исследуемых типов УВ. Для исследований на электронном микроскопе могут быть использованы макрообразцы размером до 25 мм, коэффициент увеличения изображения может принимать значение в диапазоне от 20 до 24 000 раз.

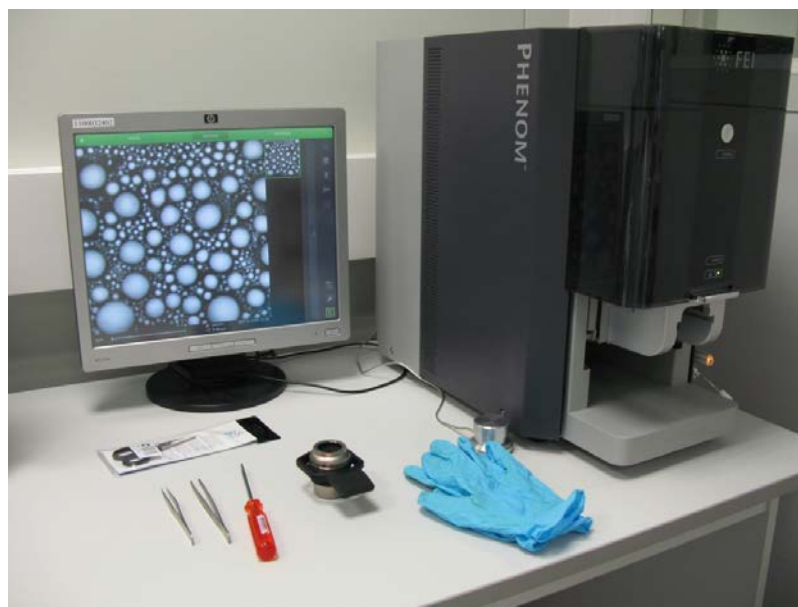
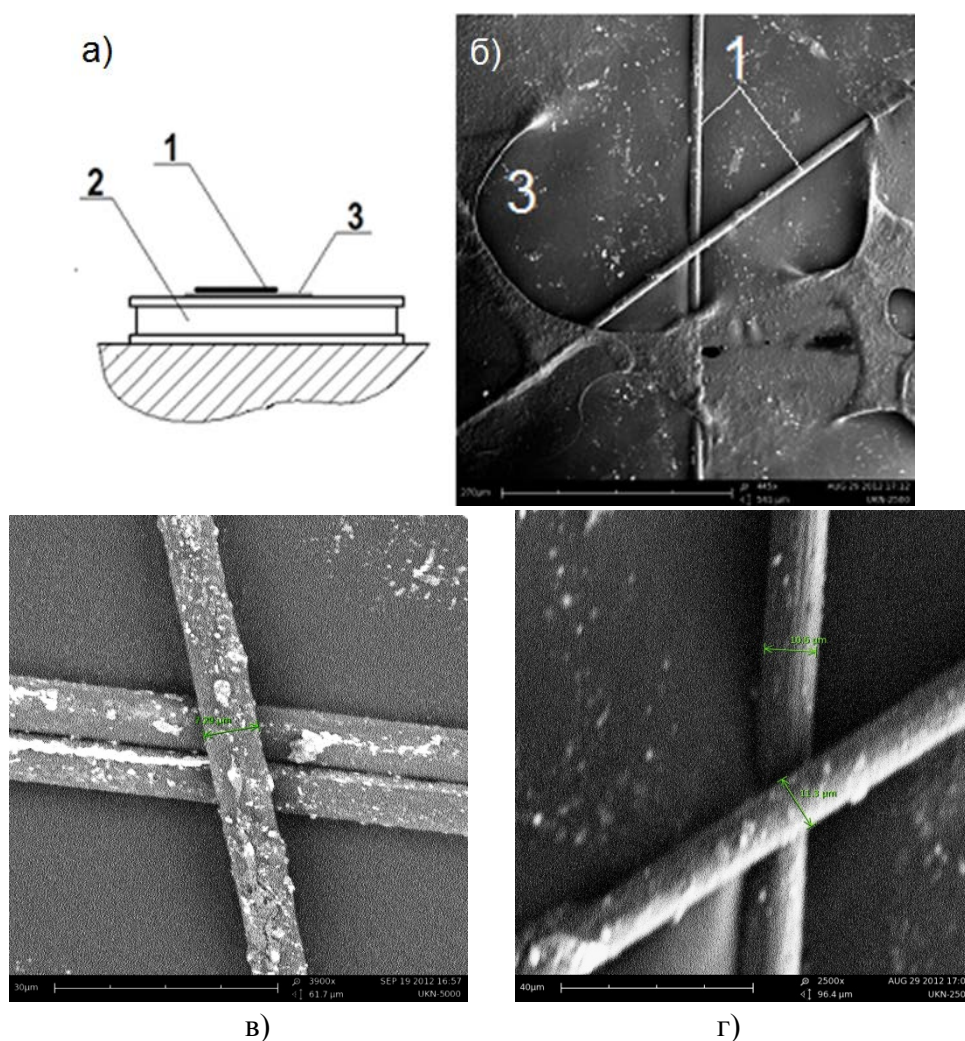


Рисунок 1 – Сканирующий электронный микроскоп PhenomTM

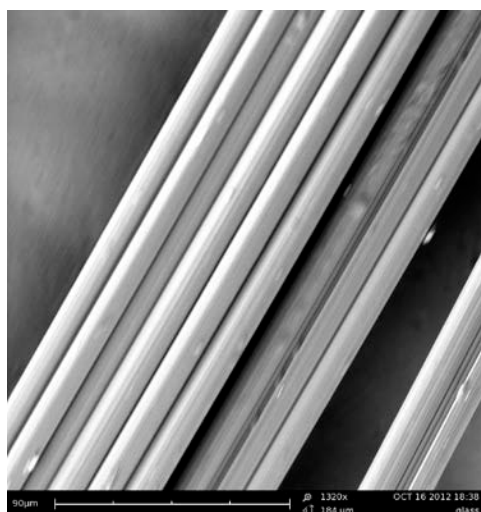
Сканирующая электронная микроскопия позволяет определить микронеровности и рельеф поверхности волокон. Поскольку энергия вторичных электронов эмиссии невелика, их выход возможен только с приповерхностных слоев материала (менее 10 нм), поэтому они очень чувствительны к состоянию поверхности (минимальные изменения отражаются на количестве собираемых электронов). Таким образом, сканирующая электронная микроскопия позволяет получить информацию о рельефе исследуемой зоны образца.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

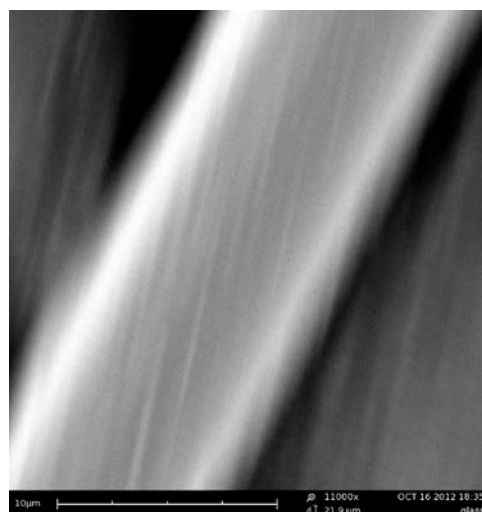
Для обеспечения точности исследования микроструктур поверхностей на электронном микроскопе образцы монофиламентов разных типов УВ были размещены крест-накрест на специальной подложке (рис. 2 и рис. 3, а, б), что позволяло для каждой марки УВ определить точное значение диаметра (табл. 2) на заданной поверхности.



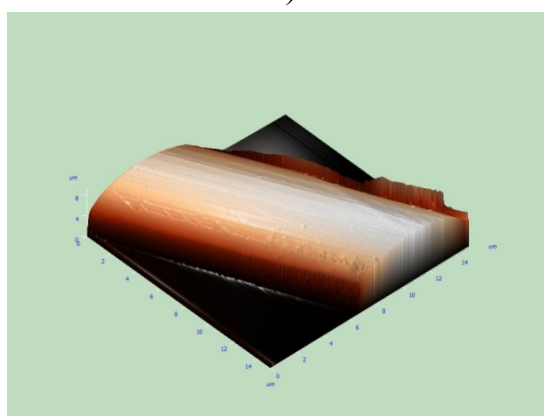
1 – образцы волокон; 2 – подложка; 3 – углеродный двусторонний скотч
Рисунок 2 - Схема приспособления (а), образцы монофиламентов УВ марок
УКН-2500 (б, в) и УКН-5000



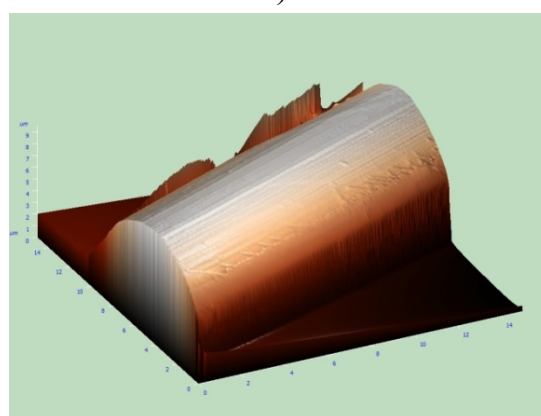
а)



б)



в)



г)

Рисунок 3 - Внешний вид (а, б) и структура поверхностного слоя (в, г) волокна марки Granoc[®] XN-90-60S

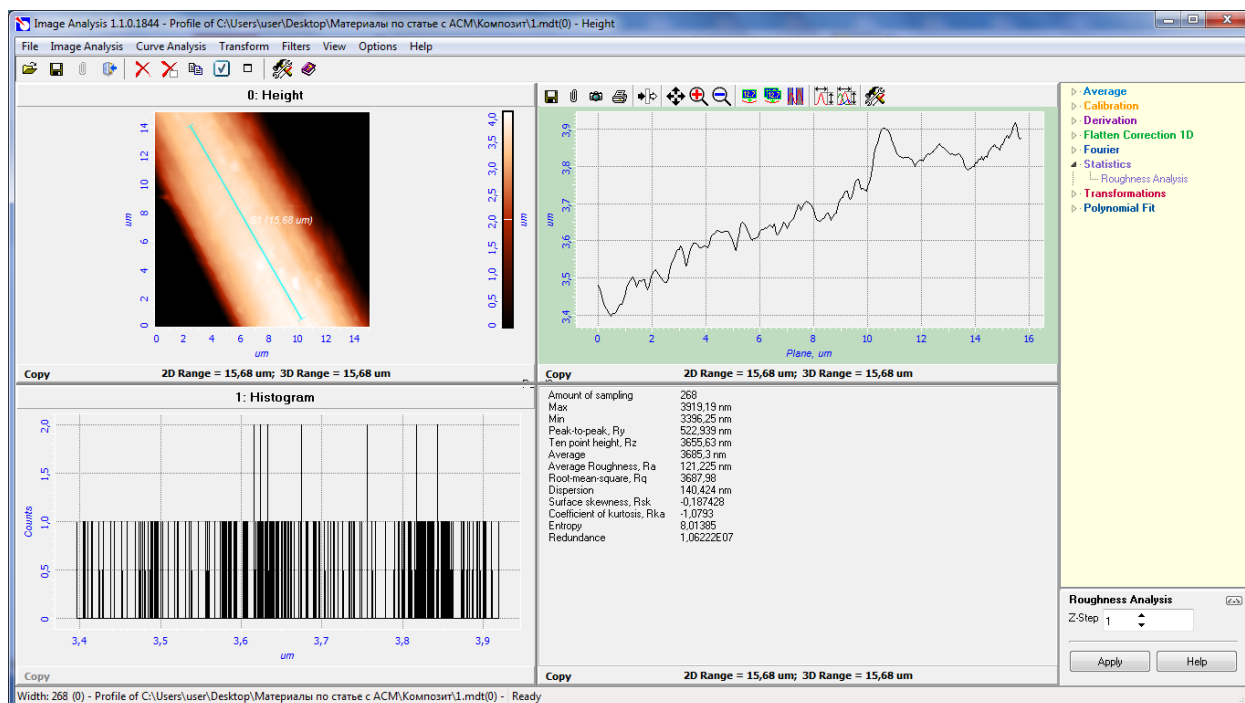
Таблица 2

Результаты оценочных измерений диаметра волокон

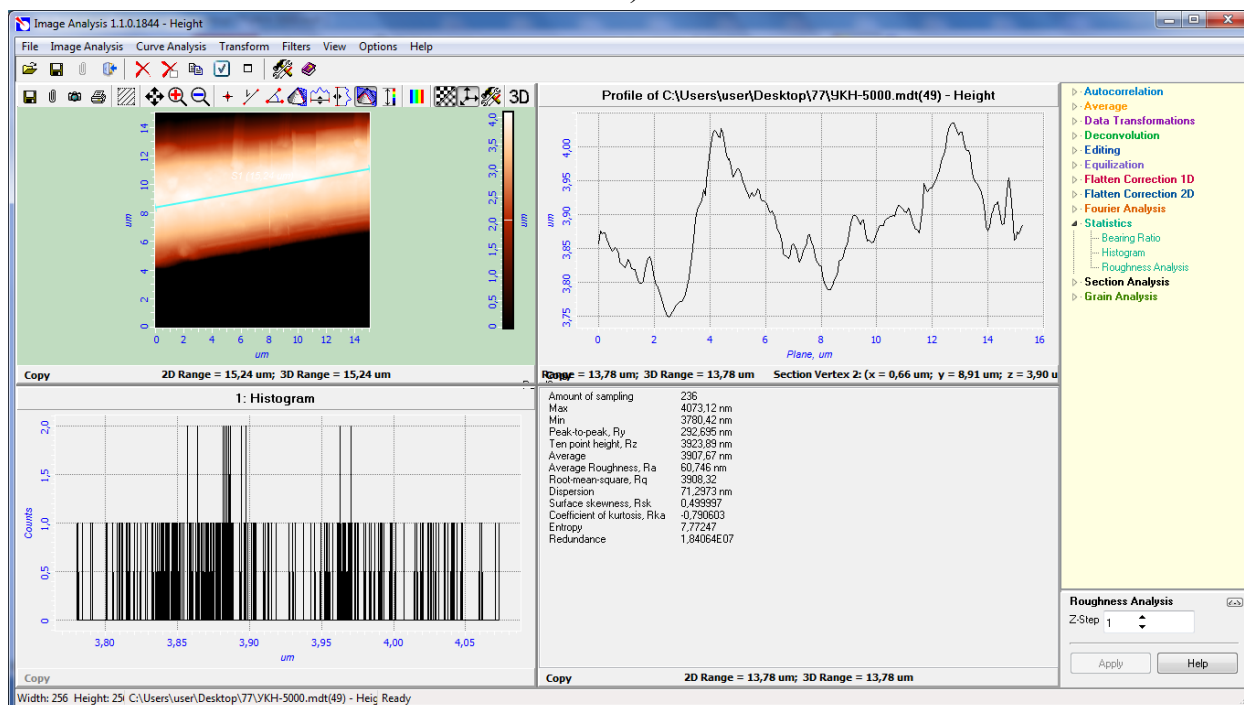
Нить углеродная конструкционная	Диаметр волокна, мкм
УКН-2500	11,30
УКН-М-6К	7,29
TenaxHTA40 E13 3К	8,80
Granoc XN-90-60S	9,67

Далее для каждого типа УВ определяли параметры шероховатости (табл. 3). Эти исследования проводили с использованием атомно-силового микроскопа с Интегра Спектра, ЗАО «НТ-МДТ» (рис. 3, в, г) и рис. 4 (а, б). Отличительной особенностью микроскопов данного типа является не только визуализация исследуемой поверхности с высокой точностью и хорошим качеством, но и обработка полученных результатов, которая позволяет

получать целый ряд характеристик шероховатости и проводить их статистический анализ. Данный тип микроскопов позволяет исследовать поверхностные слои любых твердых тел в диапазоне от 10^{-9} до 10^{-5} м.



а)



б)

Рисунок 4 - Результаты структурных исследований углеродных волокон марок УКН-2500 (а) и УКН-5000 (б)

Таблица 3

Результаты измерений шероховатости поверхностей УВ на атомно-силовом микроскопе

Показатели	Марки УВ			
	УКН [®] -2500	УКН [®] -М-6К	Tenax [®] НТА40 E13 3К	Granoc [®] XN-90-60S
Количество точек выборки	268	236	235	277
Наибольшая высота профиля, нм	3919,19	4073,12	3728,83	9630,24
Наименьшая высота профиля, нм	3396,25	3780,42	3634,13	9497,66
Средний шаг местных выступов профиля, R_u , нм	522,939	292,695	94,6987	87,606
Высота неровностей профиля по десяти точкам, R_z , нм	3655,63	3923,89	3680,7	9566,17
Уровень средней линии, нм	3685,3	3907,67	3697,76	9547,16
Среднеарифметическое отклонение профиля, R_a , нм	121,225	60,746	22,5977	15,5024
Среднеквадратическое отклонение профиля, R_q , нм	3687	3908,32	3697,8	9547,18
Дисперсия, нм	140,424	71,2973	17,0151	19,4449

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Как видно из полученных результатов структурных исследований значения шероховатости по R_z исследованных типов УВ отличаются между собой незначительно, тогда как параметры шероховатости по R_a у отечественных и импортных волокон отличаются очень существенно (для волокна марки УКН-2500 на порядок). Практически также сильно отличаются значения дисперсии. Все эти показатели позволяют оценить качество волокнистого наполнителя. Наибольшая шероховатость была выявлена для волокна Granoc[®] XN-90-60S, далее УКН[®]-М-6К, Tenax[®] НТА40 E13 3К и самая низкая УКН[®]-2500.

Структурный анализ позволил выявить дефекты технологии производства УВ и на основании полученных результатов разработать более совершенные технологические методы.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Каблов Е.Н. Основные итоги и направления развития материалов для перспективной авиационной техники / Сб. 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ». 2007. С.20-26.
2. Баженов С.Л., Берлин А.А., Кульков А.А., Ошмян В.Г. Полимерные композиционные материалы: – Долгопрудный: Издательский Дом «Интеллект», 2010. – 352 с.
3. Александров И.А., Малышева Г.В., Нелюб В.А. и др. Исследование поверхностей разрушения углепластиков, изготовленных по расплавной и растворной технологиям // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2012. № 3. С. 7-12.
4. Александров И.А., Муранов А.Н., Малышева Г.В. Изучение влияния деформационных свойств связующих на процессы разрушения углепластиков // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2012. № 7. С. 40-45.
5. Миронов Ю.М. Моделирование зависимостей физико-механических характеристик от параметров микро- и наноструктуры полимерных композиционных материалов // Наука и образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Электрон. журн. 2012. № 6. Режим доступа: <http://technomag.edu.ru/doc/431339.html> (дата обращения 29.10.2012).
6. Нелюб В.А. Исследования микроструктуры наномодифицированных полимерных композиционных материалов // Наука и образование. МГТУ им. Н.Э. Баумана. Электрон. журн. 2012. № 7. Режим доступа: <http://technomag.edu.ru/doc/431361.html> (дата обращения 29.10.2012).