

УДК 620.186

**ИЗУЧЕНИЕ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ ВОЛОКОН ДИАМЕТРОМ 10–30 мкм, ОБРАБОТАННЫХ НАПРАВЛЕННЫМ ПОТОКОМ ИОНОВ****Д.А. Котов<sup>1,2</sup>**

<sup>1</sup>Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, 220013, Минск, Беларусь. E-mail: solarsys@bsuir.unibel.by

<sup>2</sup>Институт общей и неорганической химии Национальной академии наук Беларуси, 220072, Минск, Беларусь. E-mail: dubkova@igic.bas-net.by

Полимерные волокнистые материалы (элементарные волокна, нити, пряжи, жгуты войлок, ткани) широко используются в качестве упрочняющего наполнителя композиционных материалов, а также как основа для гибких экранов электромагнитного излучения [1]. Помимо прочностных показателей, которые предъявляются к армирующим наполнителям и гибкой основе, выдвигаются требования повышенной адгезии к связующей матрице и к слоям формируемым с целью обеспечения различных функциональных свойств, например малой или высокой теплопроводности, эрозионной стойкости, защиты от электромагнитных излучений и др. Поэтому волокнистые материалы подвергаются различным видам обработки. Наиболее перспективной для увеличения прочности на границе раздела фаз и придания функциональных свойств композиционному материалу является модификация поверхности волокон направленными ионными и плазменными потоками, позволяющими изменять химические и/или физические параметры и свойства поверхности [1–3].

Преимущества ионно-плазменной модификаций углеродных волокон (УВ) состоят в возможности использования пучков ионов как инертных, так и химически активных газов в одном технологическом процессе; управлении в широком диапазоне энергией ионов и плотностью их потока; регулировке заряда на обрабатываемой поверхности; отсутствии значительных электрических и магнитных полей вблизи обрабатываемой поверхности, контроле среды в вакуумной камере [2, 3].

Наиболее эффективно использовать очистку пучком ионов непосредственно перед последующей операцией модификации УВ различными реагентами в едином вакуумном цикле. Предельно очищенная поверхность волокон приводит к более качественно дальнейшему их модифицированию за счет активации поверхности, так как образуются свободные связи, которые при последующем модифицировании могут становиться искусственными центрами зародышеобразования. Таким образом, ионно-лучевое воздействие инертных газов на УВ можно рассматривать как первый этап глубокой поверхностной модификации волокон. Поэтому целью данной работы является исследование влияния обработки углеродных волокон в пучке ионов аргона ( $Ar^+$ ) на краевой угол смачивания эпоксидным олигомером.

Для исследования процесса модификации поверхности углеродных волокон был разработан экспериментальный комплекс на базе вакуумного поста ВУ-1Бс, оборудованный двумя источниками ионов. Первый источник представляет собой ускоритель с анодным слоем фланцевой конструкции, а второй – торцевой холловский источник. Пучки волокон закреплялись с помощью зажима на пьедестале из нержавеющей стали, который приводился во вращение двигателем РД-9. Позиционирование пьедестала в рабочей зоне ионного пучка производилось с помощью устройства карусельного типа. Подача рабочего газа в источники ионов осуществлялась автоматическими регулятора-

ми расхода газа РРГ-1, что позволило поддерживать на определенном уровне в течение процесса давление рабочих газов.

При проведении процессов ионной очистки и модификации большое значение имеют состав, плотность и энергетика бомбардирующего подложку потока. Для этого предварительно были проведены исследования характеристик ионного пучка. Установлено, что ионные источники дают возможность генерировать пучки ионов с энергиями от 40 до 1500 эВ и плотностями потока до  $1,5 \text{ мА/см}^2$ , а значит, гибко управлять структурой и свойствами поверхности [2, 4].

Адгезионное взаимодействие олигомерной или полимерной матрицы с поверхностью УВ начинается со смачивания. Поэтому изучалось влияние режимов модификации углеродных волокон (энергии ионов и времени обработки) на изменение краевых углов смачивания. Хорошее смачивание, обеспечивающее более плотный контакт по большой поверхности раздела, предопределяет и более высокую адгезию волокна к матрице. По значениям краевых углов смачивания и измеренного поверхностного натяжения оценивали величину равновесной работы адгезии эпоксиолигомера к волокнам с привлечением расчетов уравнения Дюпре – Юнга.

Наиболее достоверные результаты при определении краевого угла смачивания волокон диаметром порядка 10–30 мкм олигомерами получают на основе методики, описанной А. К. Куриленко [5]. Краевые углы смачивания моноволокон связующим ( $\varphi$ ) определяли согласно предложенной методике. За величину краевого угла смачивания принимали среднее значение из 12–16 измерений. Погрешность при измерениях составляла не более  $\pm 1,5^\circ$ .

Как показали экспериментальные исследования, облучение углеродных волокон ионами аргона приводит к значительному понижению краевых углов смачивания их поверхности эпоксидным олигомером. Разница между значениями углов смачивания для немодифицированных волокон и обработанных пучком ионов может достигать  $32,2\text{--}38,7^\circ$ . Соответственно на  $36,2\text{--}41,6\%$  увеличиваются и значения равновесной работы адгезии в зоне контакта.

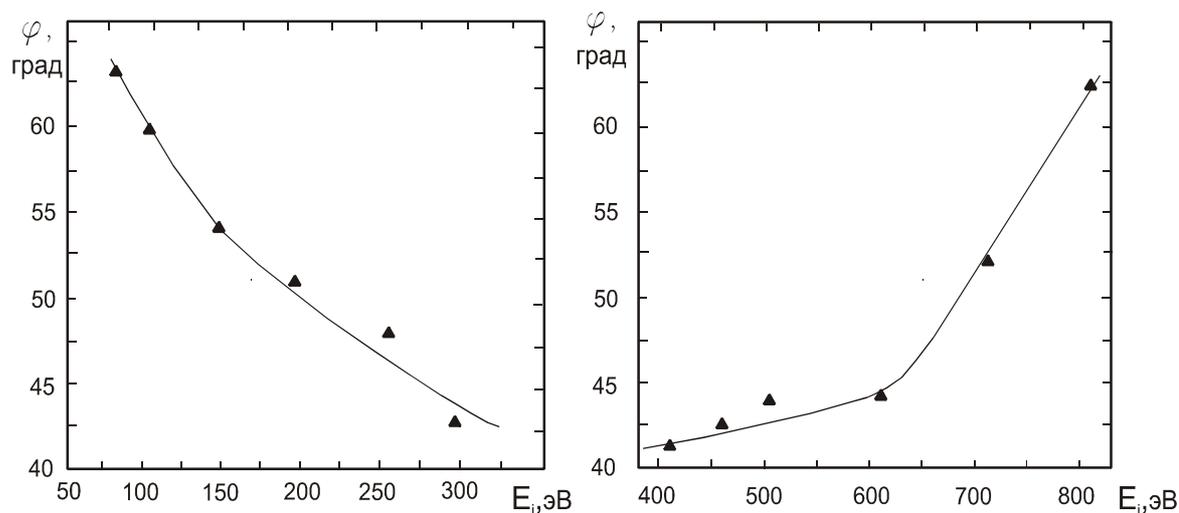


Рис. 1. Зависимости угла смачивания и работы адгезии от энергии обрабатывающих ионов

Доминирующим фактором в изменении поверхностных свойств волокон является энергия ионов (рис. 1). При этом увеличение сказывается в большей степени для углеродной ткани, обработанной ионами аргона с энергиями в диапазоне от 300 до 600 эВ.

Исследования морфологии поверхности моноволокон показали, что электронная растровая микроскопия не позволяет в должной мере количественно определить изменение нанорельефа в случае обработки поверхности углеродного волокна (рис. 2). Для этого наиболее пригодным является метод сканирующей зондовой микроскопии, а именно атомно-силовой микроскопии [6].

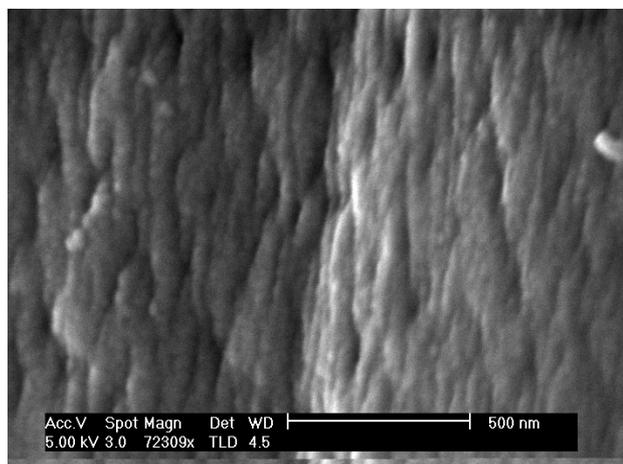
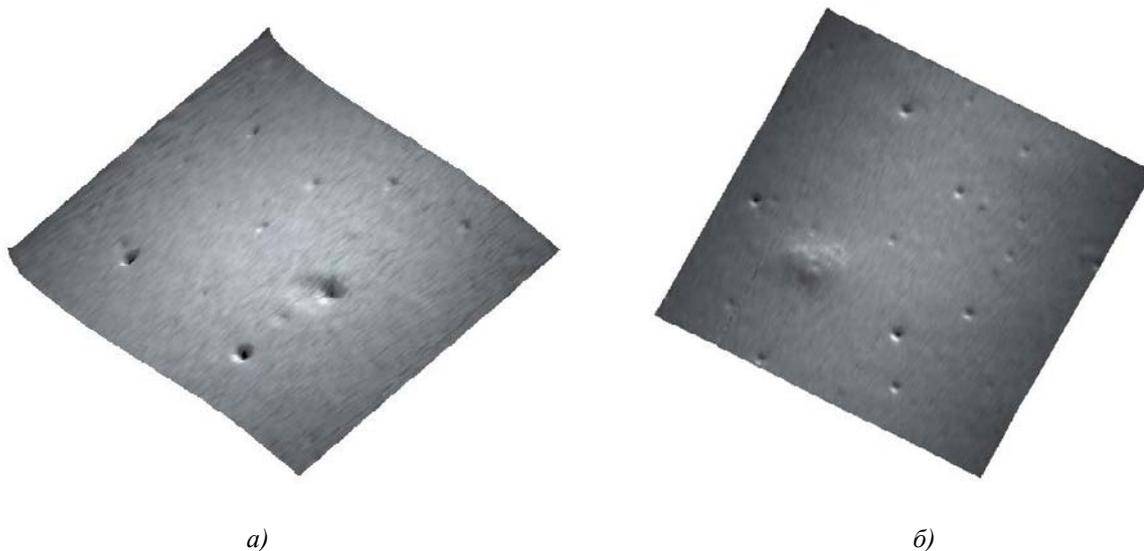


Рис. 2. Изображение с растрового электронного микроскопа поверхности моноволокон

На рис. 3 представлены 3D изображения поверхностей, на которых можно оценить равномерность обработки поверхности с образованием полостей глубиной от 2 до 10 нм [6]. Очевидно также, что на глубину оказывает значительное влияние и угол падения иона.

4.1 x 4.1  $\mu\text{m}$   
A = 27.6 nm  
Pa = 2.1 Pq = 25

50 x 50  $\mu\text{m}$   
A = 12.8 nm  
Ra = 0.7 Rq = 1.0



a)

b)

Рис. 3. Внешний вид модифицированной поверхности углеволокна ионами аргона при плотностях тока 0,2  $\text{mA}/\text{cm}^2$  (a), 0,4 (б), 0,75 (в), и ионами аргона и кислорода при плотности тока 0,5  $\text{mA}/\text{cm}^2$  (г). Окончание см. на с. 235

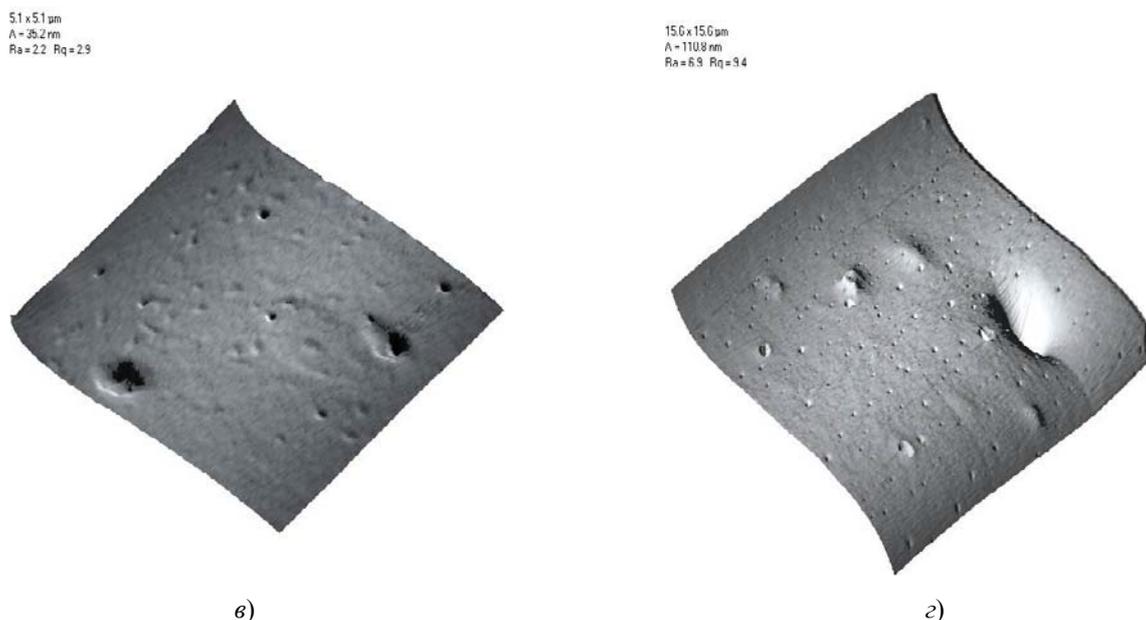


Рис. 3. Окончание. Начало см. на с. 234

Таким образом, проведенные исследования показывают возможность эффективно-го использования ионно-лучевой обработки углеродных волокнистых материалов для улучшения физико-химического взаимодействия модифицированной поверхности углеволокнутого наполнителя с эпоксидным связующим, а также необходимость применения сканирующей зондовой микроскопии для численной оценки изменения морфологии поверхности.

### Литература

1. Перепёлкин К.Е. // Химические волокна. 2000. №5. С. 3–16.
2. Маишев Ю.П. // Инженерный журнал. 1999. № 6. С. 58–64.
3. Bruser V., Heintze M., Brandl W., Marginean G., Bubert H. // Diamond and Related Materials. 2004. Vol. 13. Pp. 1177–1181.
4. Kotov D.A. Review of Scientific Instruments, 75(5), Part II (2004) 1934–1936.
5. Дубкова В.И., Крутько Н.П., Сафонова А.М. и др. // Доклады НАНБ 1997. Т. 41, № 3. С. 59–63.
6. Dubkova V.I., Rodtsevitch C.P., Komarevitch V.G., Kotov D.A. // Journal of Engineering Physics and Thermophysics. 2005. Vol. 78 (3). Pp. 196–200.