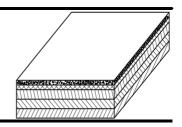
Технологии наукоёмких материалов и нанотехнологии



УДК 536.24:519.63

DOI: 10.12737/article 5a5a44e7789f39.08085474

И.В. Злобина, к.т.н., Н.В. Бекренев, д.т.н., С.П. Павлов, д.ф-м.н. (ФГБОУ ВО «Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.», 410054, Россия, г. Саратов, ул. Политехническая, 77) Е-mail: irinka 7 @mail.ru

Технологическое повышение прочности композиционных материалов в СВЧ электромагнитном поле

Установлено, что обработка в СВЧ электромагнитном поле средней мощности стандартной частоты способствует увеличению количества участков контакта волокон и матрицы и формированию развитой поверхности микроагломерированной структуры. Показано, что модификация в СВЧ электромагнитном поле способствует увеличению напряжения изгиба на 11-16%, растяжения - на 13-21%. Во время испытаний на межслоевой сдвиг обработанные образцы, имеют прочность на 14-15% больше, чем контрольные. Исследование микроструктуры контрольных и обработанных образцов методом фрактального анализа показало, что фрактальная размерность объектов микроструктуры обработанного материала увеличена по сравнению с контрольным образцом на 14-22%. Этот факт может быть принят в качестве одного из механизмов повышения прочности материала, обработанного в СВЧ электромагнитном поле, за счет увеличения точек контакта армирующих волокон и матрицы.

Ключевые слова: композиционные материалы; углеродные волокна; микроструктура; контактная зона; СВЧ электромагнитное поле; фрактальный анализ.

I.V. Zlobina, Can. Eng., N.V. Bekrenev, D. Eng., S.P. Pavlov, D. Phys-Math. ("Yuri Gagarin State Technical University", 77, Polytekhnicheskaya Str., Saratov, Russia, 410054)

Composite strength technological increase in SHF electromagnetic field

As a method for the mechanical strength increase in products made of composite and its uniformity increase in a product there is offered a structure modification in a SHF electromagnetic field of a standard frequency range. It is defined that a SHF modification contributes to the increase of bend stress by 11-16%, cut stress increase by 13-21%. During tests for an inter-laminar shear the samples processed withstand stress by 14-15% more than reference samples. The study of the micro-structure in reference samples and processed ones with the use of the fractal analysis procedure has shown that a fractal dimensionality of micro-objects of the structure of material worked increased as compared with a reference sample by 14-22%. This fact may be accepted as one of the mechanisms for material strength increase at the expense of the increase of contact interaction points of the matrix and reinforcing fibers.

Keywords: composites; carbon fibers; micro-structure; contact area; SHF (super-high frequency) electro-magnetic field; fractal analysis.

Разработка и внедрение перспективных транспортных систем, в частности летательных аппаратов, требуют опережающего создания новых высокопрочных и легких материалов и совершенствования технологий формообразования конструктивных элементов из них. Анализ научно-технической литературы,

материалов конференций и выставок свидетельствует об интенсивном развитии производства композиционных материалов на основе углеродных волокон и стеклотканей и их широком применении в авиационной, автомобильной, судостроительной промышленности, ракетостроении и космической технике.

По данным исследовательской компании Grand View Research объем мирового рынка углепластиков достигнет к 2022 г. 23,55 млрд. дол. По данным другой исследовательской компании MarketsandMarkets, глобальный рынок углепластиков уже к 2020 г. поднимется до уровня 35,74 млрд. дол. При этом изменится структура применяемых углепластиков и композитов на их основе: если в 2014 г. доля термореактивных композитов составляла порядка 75 %, то в перспективе наиболее высокие темпы роста будут характерны для термопластичных композитов на основе углепластиков, что повлечет за собой также реорганизацию технологического обеспечения производства изделий [5, 6, 8, 14, 15].

Одними из основных потребителей композитов на основе углеродных волокон в промышленно развитых странах были и остаются аэрокосмическая и оборонная промышленности, а также автомобилестроение (особенно производство гоночных болидов и суперкаров). В частности, на аэрокосмическую отрасль приходилось в 2014 г. более 30 % потребления данных материалов.

Изложенное свидетельствует о существовании и сохранении в близкой и отдаленной перспективе потребности высокотехнологичных производств в применении композиционных материалов высокого качества. Однако композиционные материалы характеризуются выраженной анизотропией механических характеристик, определяемой видом и ориентацией армирующих компонентов. В то же время перспективные авиационные и ракетные комплексы будут высокоманевренными, использоваться в условиях гиперзвуковых скоростей в атмосфере и ближнем космосе, что выдвигает повышенные требования к механической и термической прочности их конструкционных элементов, имеющих сложные формы, сильно влияющие на распределение опасных механических и температурных напряжений.

В этой связи перспективно использование армированных микро- и нано частицами композитов с полимерной матрицей, обладающих малым весом, значительной прочностью и высоким температурным потенциалом. Поэтому весьма актуальными являются исследование и разработка методов определения эффективных термомеханических свойств армированных композитов и их оптимизация с учетом свойств межфазного слоя, конструктивных особенностей изделия и характера действующих нагрузок [5, 6].

Однако, вследствие определенного закона распределения компонентов, условий формирования и отверждения композиций, полученные материалы (и изделия из них) обладают явно выраженной анизотропией свойств, что вызывает необходимость дополнительного усиления конструкции в некоторых опасных участках, приводя к увеличению веса. Данный факт весьма нежелателен для изделий авиационно-космической техники, особенно для высокоманевренных и скоростных объектов.

Для локального управляющего воздействия на структуру и прочностные свойства трехмерного или двумерного объекта из неметаллических материалов в качестве наиболее эффективного метода представляется применение микроволнового (СВЧ электромагнитного) поля.

Проведенный анализ материалов отечественных и зарубежных научных публикаций [1, 7, 10] показывает, что наибольшее внимание в развитии исследований в области сверхвысокочастотной обработки материалов уделяется поиску принципиально новых решений для применения микроволновых технологий с целью замещения существующих технологий термообработки.

Вопросы нагрева материалов в электромагнитном поле обсуждаются на международных симпозиумах, наиболее представительным среди которых можно считать Конгресс по Применению Радиочастоты и Микроволн, проводимый раз в два года, в котором участвуют специалисты таких стран как Россия, США, Великобритания, Германия, Франция, Бразилия, Румыния, Турция, Мексика, Чехия, Польша. На конгрессах по применению радиочастот и микроволн рассматривается большой спектр различных направлений развития и применения электромагнитных технологий различного частотного диапазона, в частности: энергетическая эффективность технологий; термообработка керамики, полимеров, стекла, минералов и других диэлектрических материалов; обработка отходов различных производств; полупроводники и микроэлектронное производство; методы измерения диэлектрических свойств материалов; моделирование и взаимодействие материалов с энергией электромагнитного поля сверхвысоких частот и т.д. Отмечается, что применение волновых технологий позволяет значительно улучшить качественные показатели при производстве и обработке многих видов материа-

В последнее время благодаря работам оте-

чественных и зарубежных ученых: Ю.С. Архангельского, В.А. Коломейцева, Е.В. Колесникова, В.А. Царева, А.Н. Каргина, Г.А. Морозова, О.Г. Морозова, И.А. Рогова, Л.Э. Рикенглаза, Г. Пюшнера, J.R. Cannon, W.C. Chew, A. Razek, T.L. White и других в основном создана теория СВЧ нагрева диэлектрических материалов и разработаны научные основы расчета СВЧ камер различного типа и технологических магнетронов, реализованные в установках промышленного и бытового назначения. В работах С.Г. Калгановой, С.К. Слепцовой получены результаты, свидетельствующие о положительном влиянии на прочность и другие свойства стекловолоконных и других полимерных материалов нетеплового воздействия.

В области направленного электрофизического модифицирования композиционных материалов, в том числе с формированием регулярных наноструктур работ относительно немного и они посвящены в основном компаундам, синтетическим волокнам и стеклотканным композициям на стадии их синтеза. Влияние электромагнитного поля на весь спектр эксплуатационных характеристик окончательно сформированных изделий, включая время до разрушения при предельных нагрузках, применительно к перспективным для летательных аппаратов и других транспортных систем углепластикам, а также материалам с внутренней иерархической структурой мало изучено. Это сдерживает практическую реализацию перспективных технических решений высокоскоростных или малогабаритных летательных аппаратов из-за значительной анизотропии свойств указанных материалов, имеющих явную волокнистую структуру.

В настоящее время доказано, что, варьируя геометрией и напряженностью электрического поля, можно создать условия объемного нагрева изделия, что позволяет значительно интенсифицировать процесс его термообработки; повысить качество изделий; уменьшить габариты нагревательных установок; улучшить экономические показатели процесса; разработать новые виды термических процессов, невозможные для реализации при использовании традиционных методов нагрева [1]. Однако термические эффекты СВЧ воздействия проявляются в основном на стадиях формирования материала, при синтезе армирующих волокон, при отверждении матрицы. При этом не решается проблема возникновения в процессе формирования изделия, отверждения и финишной механической обработки неоднородностей структуры, приводящих к росту остаточных напряжений и снижению прочностных характеристик.

Авторами выполнены экспериментальные исследования [11 – 13] влияния СВЧ электромагнитного поля на прочность пултрузионного карбона и углепластика с квазиизотропной структурой. Установлено, что на оптимальных режимах воздействия, не вызывающих нагрев объекта обработки выше 39...40 °C, обеспечиваются следующие положительные эффекты. Напряжения изгиба возрастают на 11...16 %, напряжения среза – на 13...21 %. При испытаниях на межслоевой сдвиг обработанные образцы выдерживают напряжения более чем на 14...15 %. При этом обработка в СВЧ электромагнитном поле практически не влияет на напряжения при растяжении. Увеличение не превышает 2 %, что находится в области погрешности измерений.

Очевидно, что механизмы указанного изменения прочностных характеристик могут проявляться через модифицирование структуры композиционного материала. Однако до настоящего времени мало внимания уделено изменению микроструктуры материалов в процессе СВЧ обработки после их окончательного отверждения, что не позволяет полностью описать механизм отмеченных выше эффектов.

Причины появления упрочняющих эффектов в окончательно сформированном композиционном материале при воздействии СВЧ электромагнитного поля могут быть выявлены на основе изучения микро- и наноструктуры образцов при помощи электронной микроскопии.

Задачей исследований явилась количественная оценка характеристик микроструктуры слоистых армированных углеродными волокнами композиционных материалов путем фрактального анализа.

Методы и объекты исследований

Выполнены исследования влияния СВЧ электромагнитного поля частотой 2450 МГц на структуру отвержденного углепластика. Использовали образцы в виде балок сечением 7×10 мм и длиной 70 мм. Эксперименты проводили в специальной СВЧ установке, позволяющей ступенчато регулировать подведенную мощность в рабочей камере. Использовали малый, средний и высокий уровни удельной мощности, определяемой с учетом объема

образца и установленного в камере балласта. Во всех опытах время обработки составляло 2 мин. На каждом уровне удельной мощности обрабатывали по 3 образца. В процессе опыта в камере помещали один образец. Исследования структуры образцов проводили после прочностных испытаний на изгиб и межплоскостной сдвиг.

Микроструктуру изучали при помощи электронного микроскопа MIRA // TESCAN в лаборатории материалов специального назначения Саратовского государственного университета имени Н.Г. Чернышевского. На микрофотографиях выявляли объекты при использовании размерной шкалы 50×50 , 20×20 , 10×10 и 5×5 мкм. При этом для оценки выбирались объекты с практически одинаковыми размерами в двух направлениях (длина - ширина) по шкале микрофотографии. Для вычисления фрактальной размерности на изображения объектов последовательно накладывали сетку со стороной квадрата 3 и 1 мм. По известным методикам [2 – 4, 9] подсчитывали число квадратных ячеек, в которых укладывалась линия контура рассматриваемого объекта, и определяли фрактальную размерность по выражению:

$$D = \lim_{\delta \to 0} \left[\frac{\log \left(\frac{N(\delta)}{N(\delta')} \right)}{\log \left(\frac{\delta}{\delta'} \right)} \right], \tag{1}$$

где $N(\delta)$ и $N(\delta')$ — количество клеток максимального и минимального размера, в которое укладывается линия, описывающая контур фрактала; δ и δ' — сторона максимального и минимального квадрата (расстояние между параллельными сторонами квадрата). Приняли на увеличенном изображении объекта $\delta' \approx I$ мм, $\delta = 3$ мм.

Изменение фрактальной размерности элементов структуры после СВЧ обработки подсчитывали по формуле

$$\Delta D = \frac{D_{\text{ofp}}}{D_{\text{контр}}},\tag{2}$$

где $D_{\text{контр}}$ и $D_{\text{обр}}$ – фрактальная размерность элемента структуры контрольного и обработанного образцов соответственно, мм.

Рассматривали объекты в поле зрения 50 мкм (размеры $13,0\times7,0-12,0\times6,0$ мкм), 20 мкм (размеры $4,0\times3,0-5,0\times3,0$ мкм) и 10 мкм (размеры $1,7\times1,7-2,0\times1,7$ мкм). При этом приняли, что количество клеток, в которое оказался вписан контур рассматриваемого

объекта, определяет количество фрагментов данного контура, а размер стороны квадрата – размер самого фрагмента. В этом случае, становится возможным, сравнив размер стороны квадрата на изображении объекта с его размерами, определить размер фрагмента.

Результаты и их обсуждение

В табл. 1 представлены рассчитанные значения фрактальной размерности для объектов микроструктуры контрольного и обработанного образцов.

В процессе анализа контура выделенных объектов установлено, что значимые (более 10 %) изменения проявляются при максимальном увеличении (поле зрения менее 75 мкм). С учетом установленной шкалы размерной сетки в 20 и 5 мкм это означает, что на границе контура объекта возможно достоверное выделение структур с размерами менее 0,1 мкм, т.е. относящихся к нанодиапазону параметров.

Повышение степени увеличения изображения контрольного образца позволяет выявить рост фрактальной размерности не более чем на 1,5 %. У обработанного образца рост фрактальной размерности при большем увеличении составляет порядка 14,2 %. С учетом данных расчета это означает, что именно наноразмерные структуры вносят вклад в рост фрактальной размерности объектов, а, следовательно, и в увеличение точек их когезионного взаимодействия, что объясняет повышение прочностных характеристик материала. Также это означает, что воздействие СВЧ электромагнитного поля на отвержденный материал окончательно сформированного образца вызывает измельчение контурных образований элементов микроструктуры. Механизм указанного измельчения может являться предметом дальнейших исследований.

Фрактальная размерность элементов структуры образца, помещенного в СВЧ электромагнитное поле, значимо больше, чем у контрольного (рис. 2). Эффект по увеличению фрактальной размерности элементов структуры обработанного образца возрастает для более мелких образцов, выявляемых при большем увеличении (рис. 3), и достигает практически 22 %.

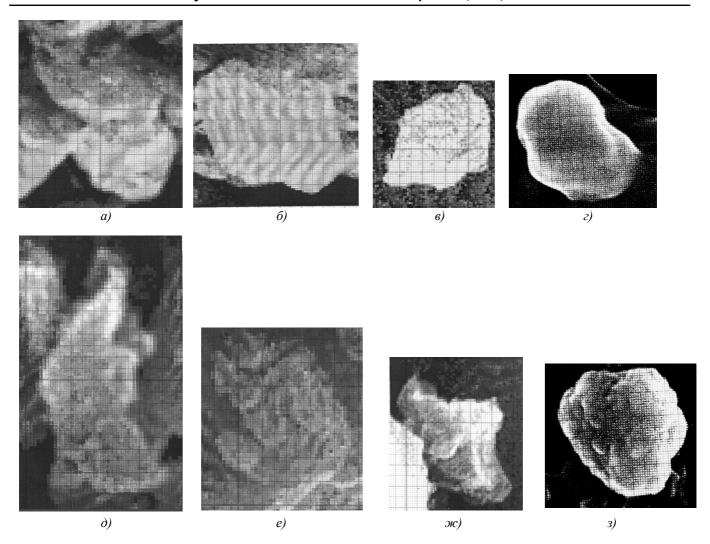


Рис. 1. Выделенные в микроструктуре контрольного $(a, \delta, \varepsilon, \varepsilon)$ и обработанного $(\partial, \varepsilon, \varkappa\varepsilon, 3)$ образцов объекты с нанесенной на контур сеткой. Поле зрения 239,9 мкм (a); 74,79 мкм (δ) ; 33,07 мкм $(\varepsilon, \varkappa\varepsilon)$; 165,3 мкм (∂) ; 16,53 мкм $(\varepsilon, \varepsilon)$. Сторона квадрата на изображении равна 1 мм

1. Фрактальная размерность D контура объектов микроструктуры

Поле зрения, мкм	239,9165,3	74,7966,13	33,07	16,53
Контрольный образец, $D_{\text{контр}}$	1,114	1,195	1,196	1,099
Размеры, мкм	13,0×7,0	4,0×x3,0	1,7×1,7	$3,0 \times 3,0$
Обработанный образец, D	1,194	1,364	1,346	1,257
Размеры, мкм	12,0×6,0	5,0×3,0	2,0×1,7	3,0×2,5
$\Delta = D/D_{\text{KOHTD}}, \%$	+7,2	+14,1	+12,5	+14,4

Это подтверждает предложенное нами ранее объяснение эффекта упрочняющего воздействия СВЧ электромагнитного поля на окончательно сформированные изделия из композиционных материалов возрастанием точек контакта (сшивок) элементов матрицы и армирующих волокон. Также можно заметить, что значения роста фрактальной размерности (7,5...22 %) хорошо коррелируют с полученными ранее значениями увеличения допус-

каемых напряжений в материале при различных видах испытаний (11...21 %), что свидетельствует о приемлемой достоверности предложенного авторами механизма упрочняющего влияния СВЧ электромагнитного поля.

Таким образом, сопоставление размеров элементов контура объектов и изменений его фрактальной размерности свидетельствует о преимущественном влиянии СВЧ электромагнитного поля в нанодиапазоне параметров

структуры. Это влияние проявляется в существенном увеличении фрактальной размерности. То есть можно говорить о формировании более развитой и протяженной границы взаимодействия элементов структуры «матрица—армирующее волокно», что обеспечивает возрастание количества молекулярных физико-химических сшивок и, как следствие, увеличение прочностных характеристик материала.

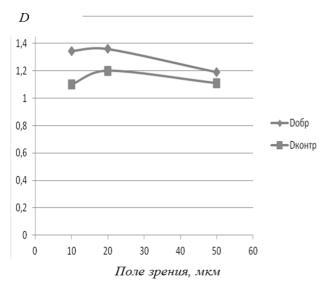


Рис. 2. Фрактальная размерность объектов, выявленных при разном поле зрения

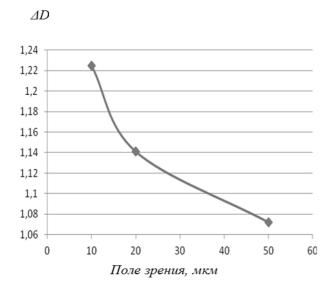


Рис. 3. Изменение фрактальной размерности объектов в структуре обработанного образца по сравнению с контрольным, выявленных при разном поле зрения

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Архангельский, Ю.С.** Справочная книга по СВЧэлектротермии / Ю.С. Архангельский. – Саратов: Научная

- книга, 2011. 560 с.
- 2. **Божокин, С.В., Паршин, Д.А.** Фракталы и мультифракталы. Ижевск: НИЦ «Регулярная и хаотическая динамика», 2001. 128 с.
- 3. **Иванов, С.А.** Стохастические фракталы в информатике // Научно-техническая информация. Сер. 2. Вып 8. 2002. С. 7—18.
- 4. **Иудин,** Д.**И., Гелашвили,** Д.**Б., Розенберг,** Г.С. Мультифрактальный анализ видовой структуры биотических сообществ // Докл. Акад. Наук. Т. 389. № 2. –2003. С. 279–282.
- 5. **Каблов, Е.Н.** Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33.
- 6. **Каблов, Е.Н.** Материалы и химические технологии для авиационной техники // Вестник Российской академии наук. -2012. -T. 82. -N26. -C. 520-530.
- 7. **Коломейцев, В.А.** Экспериментальные исследования уровня неравномерности нагрева диэлектрических материалов и поглощенной мощности в СВЧ устройствах резонаторного типа / В.А. Коломейцев, Ю.А. Кузьмин, Д.Н. Никуйко, А.Э. Семенов // Электромагнитные волны и электронные системы. 2013. Т.18. № 12. С. 25–31.
- 8. **Композитный** мир / спецвыпуск. Авиация и космос. М.: Издательский дом «Мир композитов», 2011. 36 с.
- 9. **Мандельброт, Б.** Фрактальная геометрия природы. М.: Институт компьютерных исследований, 2002. 656 с.
- 10. **Estel, L.** Microwave assisted blow molding of polyethylene-terephthalate (PET) bottles / L. Estel, Ph. Lebaudy, A. Ledoux, C. Bonnet, M. Delmotte // Proceedings of the Fourth World Congress on Microwave and Radio Frequency Applications. 2004. № 11. P. 33.
- 11. **Increasing** of the endurance of polymeric construction materials with the multilevel hierarchical structure in the microwave electromagnetic field / Zlobina, I.V., Bekrenev, N.V. Muldasheva, G.K. // AIP Publishing, 020236-1 020236-4.
- 12. **The influence** of electromagnatic field microwave on physical and mechanical characteristics of CFRP (carbon fiber reinforced polymer) structural / Zlobina, I.V., Bekrenev, N.V. // Solid State Phenomena. 2016. V. 870, P.p. 101-106.
- 13. **The Influence** of Microwave Electromagnetic Field on Mechanical Properties of Composite Materials / Zlobina I.V., Bekrenev N.V.// Наукоемкие технологии. 2016. Т. 17. № 2. С. 25-30.
- 14. **Кошкин, Р.П.** Основные направления развития и совершенствования беспилотных авиационных систем: http://spmagazine.ru/420, дата последнего обращения $28.01.2017\ \Gamma$.
- 15. http://mplast.by/novosti/2016-04-29-mirovoy-ryinok-ugleplastikov-dostignet-otmetki-v-23-mlrd-k-2022-godu/, дата последнего обращения сентябрь 2017 г.

REFERENCES

- 1. Arkhangelsky, Yu.S. Reference book on SHF electrothermics / Yu.S. Arkhangelsky. Saratov: *Scientific Book*, 2011. pp. 560.
- 2. Bozhokin, S.V., Parshin, D.A. Fraktal and multi-fractals. Izhevsk: *SRC "Regular and Random Dynamics"*, 2001. pp. 128
- 3. Ivanov, S.A. Stochastic Fractals in Informatics // Scientific-Technical Information. Series 2. Issue 8. 2002. pp. 7-18
- 4. Iudin, D.I., Gelashvili, D.B., Rozenberg, G.S. Multifractal analysis of visual structure of biotic communities // Reports of the Academy of Sciences. Vol. 389. No.2. 2003. pp. 279-282.
- 5. Kablov, E.N., Innovation elaborations of FSUC "VIAM" SSC of the RF on realization of "Strategic Development Directions of Materials and Technologies of Their Processing up to 2030" // Aircraft Materials and Technologies. -2015.-No.1 (34). -pp. 3-33.
- 6. Kablov, E.N., Materials and Chemical Technologies for Aircraft Engineering // Bulletin of the Russian Academy of Sciences. 2012. Vol. 82. No.6. pp. 520-530.
- 7. Kolomeitsev, V.A. Experimental investigations of inequality in heating dielectric materials and power absorption in SHF devices of cavity type / V.A. Kolomeitsev, Yu.A. Kuzmin, D.N. Nikuiko, A.E. Semyonov // *Electromagnetic Waves and Electronic Systems.* 2013. Vol.18. No. 12 pp. 25-31.

- 8. Composite World / special issue. *Aircraft and Space*. M.: "Composite World" Publishing House, 2011. pp. 36.
- 9. Mandelbrot, B. *Fractal Geometry of Nature*. M.: Institute of Computer Investigations, 2002. pp. 656.
- 10. Estel, L. Microwave assisted blow molding of polyethylene-terephthalate (PET) bottles / L. Estel, Ph. Lebaudy, A. Ledoux, C. Bonnet, M. Delmotte // Proceedings of the Fourth World Congress on Microwave and Radio Frequency Applications. 2004. N 11. P. 33.
- 11. Increasing of the endurance of polymeric construction materials with the multilevel hierarchical structure in the microwave electromagnetic field / Zlobina, I.V., Bekrenev, N.V. Muldasheva, G.K. // AIP Publishing, 020236-1 020236-4.
- 12. The influence of electromagnatic field microwave on physical and mechanical characteristics of CFRP (carbon fiber reinforced polymer) structural / Zlobina, I.V., Bekrenev, N.V. // Solid State Phenomena. 2016. V. 870, P.p. 101-106.
- 13. The Influence of Microwave Electromagnetic Field on Mechanical Properties of Composite Materials / Zlobina I.V., Bekrenev N.V.// *Science Intensive Technologies.* 2016. Vol. 17. No.2. pp. 25-30.
- 14. Koshkin, R.P. Basic Directions of Development and Updating of Unmanned Aircraft Systems: http://spmagazine.ru/420, of last address date 28.01.2017.
- 15. http://mplast.by/novosti/2016-04-29-mirovoy-ryinok-ugleplastikov-dostignet-otmetki-v-23-mlrd-k-2022-godu/, last date address, September, 2017.

Рецензент д.т.н. В.В. Мартынов

издательство научно-технического и производственного журнала

«Наукоемкие технологии в машиностроении» объявляет подписку на 2018 год

Подписные индексы по каталогам:

Журнал выходит с 2011 г.

«Роспечать» – 79195, «Пресса России» – 3953.

Почтовый адрес издательства:

241035, г. Брянск, бульвар 50 лет Октября, д. 7,

Редакция издания приглашает авторов публикаций к совместной работе.