

Структура і фізико-механічні властивості матеріалів

УДК 666.189.21:539.2 <https://doi.org/10.15407/materials2021.03.086>

Вплив умов і параметрів формування базальтових неперервних волокон на їх міцність і стан поверхні

С. Г. Іваницький*, Ю. М. Чувашов, Н. І. Кошеленко

Інститут проблем матеріалознавства імені І. М. Францевича НАН України
Україна, 03142, Київ, вул. Кржижановського, 3

*E-mail: svan7775@ukr.net

Проведено експериментальні дослідження по визначенню міцності на розрив неперервних базальтових волокон, отриманих за різних умов формування та досліджено стан їх поверхні. Встановлено якісний зв'язок між станом поверхні волокон і умовами їх отримання за різних параметрів формування. Показано, що найбільшу міцність мають волокна з гладкою і однорідною поверхнею, які отримані за оптимальних параметрів формування: високих температур вироблення, рівня розплаву в живильнику і швидкості витягування.

Ключові слова: *неперервне волокно, структура поверхні, міцність, швидкість охолодження, температура вироблення, швидкість витягування, рівень розплаву в живильнику.*

Вступ

В сучасному матеріалознавстві все більшу актуальність набувають базальтові неперервні волокна (БНВ), які отримують з дешевої сировини — гірських порід. Завдяки комплексу основних технічних характеристик: міцності на розрив та модулю пружності, хімічної і термічної стійкості, широкому температурному інтервалу експлуатації БНВ є кращими за неперервні волокна з синтезованих стекел. Базальтові волокна є перспективними для розробки нових композиційних матеріалів, тому що мають високі адгезійні властивості. Це дозволяє стверджувати, що матеріали на основі БНВ все більше стають ефективними заміниками виробів з скловолокон у різних галузях промисловості.

На міцність скляних і базальтових неперервних волокон впливають багато взаємопов'язаних факторів, які умовно можна розділити на внутрішні (хімічний склад, мікроструктура, дефекти) та зовнішні (спосіб одержання зразка, його розміри, умови отримання скла і формування волокна, метод виміру міцності та інші) [1—8].

Висока міцність алюмосилікатних волокон обумовлена, в першу чергу, значним вмістом в них оксидів кремнія і алюмінія, які створюють міцний алюмосилікатний каркас, що є основою структури волокон [1, 4, 5]. В ба-

гатокомпонентному складі базальтових стекол, на відміну від синтезованих, присутні оксиди заліза, які теж помітно впливають на показники міцності отриманих з цих стекол волокон. Також певний вплив на міцність волокна мають і інші оксиди, які є в складі стекол.

Для опису характеристик міцності силікатних волокон пропонується використовувати теорію мікротріщин (мікроструктури) [3]. За допомогою різних фізичних методів — мікроскопії, рентгеноструктурного аналізу, ДТА та інших експериментально досліджено структурні особливості в скляних і базальтових волокнах, встановлено наявність в них тріщин, кристалічної фази і пор [1, 5—8]. У роботі [5] визначено вплив ступеня полімеризації структури базальтових волокон на їх механічні властивості. Спостерігалась анізотропія структури скляних волокон, що обумовлена впливом ланцюгових утворень мікрокристалів [1].

В результаті витягування тонкі алюмосилікатні (скляні і базальтові) волокна набувають показників міцності на розтяг, які в багато разів вище, ніж у масивних стекол того ж складу. Однією з причин цього вважають те, що під час формування волокон в них утворюється поверхневий шар, який запобігає розвитку тріщин [1, 2, 5].

Виникнення тріщин на поверхні скляного волокна, за думкою деяких дослідників [2, 4], визначається умовами його формування і пошкодженням волокон в процесі їх витягування. У роботах [1, 2] підкреслюється, що на міцність волокон в значній мірі впливають поверхневі дефекти, які з'являються в процесі формування, їх розмір співставлений з діаметром волокна. Причиною виникнення дефектів у зоні формування, які призводять до появи неоднорідностей поверхні у структурі волокна, вважають кристалізаційну здатність розплавів і дію сили витягування волокна. Зазначається, що ступінь впливу цих факторів на міцність волокон залежить від швидкості охолодження розплаву в зоні формування [2]. У роботах [1, 2] показано, що завдяки високій швидкості охолодження розплавів в процесі формування тонких скляних волокон їх структура в основному відповідає структурі скла за високої температури. Однак в роботі [4] виникнення поверхневих дефектів і мікротріщин на поверхні скляних волокон пов'язують з мікронеоднорідністю структури розплавів стекол.

У роботах [1, 5—7, 9] на основі експериментальних даних показано, що міцність скляних і базальтових волокон сильно залежить від їх діаметра. Зі зменшенням діаметра волокна спостерігається різке підвищення міцності волокон. Це пояснюють тим, що тонкі волокна витягуються за великої швидкості охолодження, а завдяки зменшенню їх поверхні концентрація дефектів на одиницю довжини волокна буде нижчою [1, 5, 9]. Тому дослідження по визначенню впливу інших факторів на міцність волокон проводять для волокон однакового діаметра.

Мета роботи — визначити міцність базальтових неперервних волокон, отриманих за різних параметрів формування, і дослідити їх вплив на стан поверхні волокон.

Матеріали та експериментальні методики

Для отримання стекол і волокон використовували породу андезито-базальту з хімічним складом (% (мас.)): SiO_2 — 52,43; Al_2O_3 — 18,33; Fe_2O_3 — 8,97; FeO — 1,56; CaO — 7,68; MgO — 4,07; MnO — 0,13; TiO_2 —

1,19; Na₂O — 2,88; K₂O — 1,07; P₂O₅ — 0,17. Втрати при прокалюванні складали 1,5% (мас.). Скло отримували за температури 1450 °С, а ступінь його гомогенності контролювали за допомогою оптичного мікроскопа.

На однофільєрному лабораторному стенді на фільєрах діаметром $d_{\phi} = 2,2$ мм з розплаву скла отримували неперервні волокна із середнім діаметром $d_b = 9 \pm 1$ мкм за різних параметрів формування: температури вироблення 1450 і 1400 °С, за високих (45—50 мм) і низьких (20—25 мм) рівнів розплаву в тиглі (живильнику). Для одержання волокон однакового діаметра за різних параметрів формування підбирали кутову швидкість їх витягування. Визначення середнього діаметра елементарного волокна d_b проводили на оптичному мікроскопі. Методику виміру міцності застосовували для зразків волокон стандартної довжини — 10 мм. Міцність на розрив σ зразків волокна визначали на розривній машині, що представляє собою динамометр вагового типу. Для кожної серії волокон, отриманих за відповідних параметрів формування, вимірювали міцність і діаметр не менш ніж 30 зразків волокон. Проведено статистичну обробку експериментальних даних з використанням нормального розподілу і відбіркою результатів з великим відхиленням від розподілу. Дослідження поверхні волокон в прямому та відбитому світлі виконували методом оптичної мікроскопії в іммерсійних середовищах на оптичному мікроскопі “Olympus BX60”, оснащеному комп’ютером і фотооб’єктивом, зі збільшенням до 1250.

Результати та їх обговорення

Результати визначення діаметра і міцності волокон, отриманих за різних параметрів формування, представлено в таблиці. Із таблиці слідує, що показники міцності волокон з врахуванням можливого впливу інших факторів залежать від умов формування волокон. Волокна, що отримані за температури вироблення 1450 °С, мають значно більші (на 24—28%) показники середньої міцності в порівнянні з волокнами, які отримані за температури вироблення 1400 °С. Окремий вплив інших параметрів (рівня розплаву в тиглі і швидкості витягування) на міцність не такий значний, враховуючи величину стандартних відхилень цього показника. За температури вироблення 1450 °С збільшення рівня розплаву в тиглі і швидкості витягування приводить до зростання міцності на 9%. За температури вироблення 1400 °С високі значення рівня розплаву в тиглі і швидкості витягування підвищують міцність на 12%.

Діаметр і міцність на розрив волокон з розплаву андезитобазальту, отриманих за різних умов формування

Температура вироблення, °С	Рівень розплаву, мм	Діаметр волокон d_b , мкм	Швидкість витягування, об/хв	Міцність волокон, середні значення σ , ГПа	Стандартне відхилення міцності, ГПа
1450	45—50	$9,5 \pm 0,3$	5500	2,02	0,39
	20—25	$9,0 \pm 0,4$	3000	1,85	0,41
1400	45—50	$8,8 \pm 0,3$	4000	1,53	0,35
	20—25	$8,2 \pm 0,2$	3000	1,34	0,37

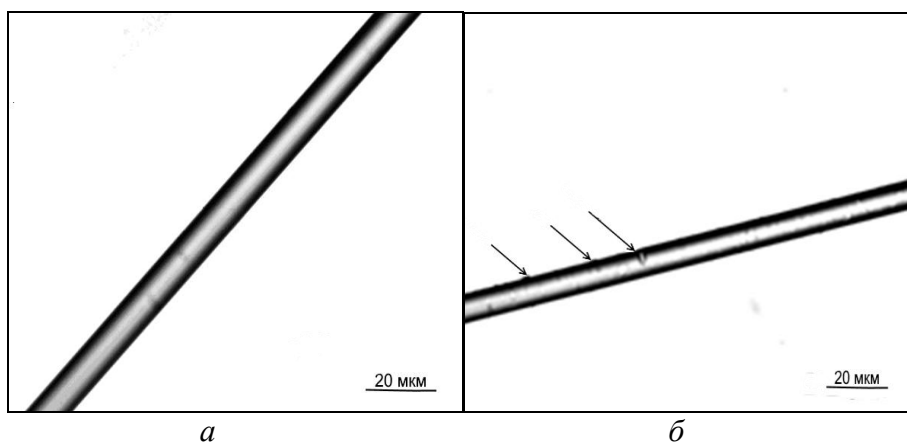


Рис. 1. Поверхні волокон, отриманих за високої температури вироблення — 1450 °С: *a* — високий рівень розплаву в тиглі і швидкість витягування 5500 об/хв; *б* — низький рівень розплаву в тиглі і швидкість витягування 3000 об/хв.

Проведено дослідження стану поверхні неперервних волокон, які вироблені з розплаву скла андезитобазальту за різних параметрів формування.

На рис. 1 представлено поверхні волокон, які отримані за високої температури вироблення 1450 °С. Як видно на рис. 1, *a*, поверхня волокон, які витягувалися за високих рівнів розплаву в тиглі (45—50 мм) з високою швидкістю (5500 об/хв), в цілому рівна, однорідна, спостерігаються лише незначні поверхневі несучільності, зумовлені процесом витягування. На рис. 1, *б* показано поверхню волокон, що отримані за цієї ж температури вироблення, але за низького рівня розплаву — 20—25 мм і швидкості витягування 3000 об/хв. На відносно гладкій поверхні волокон видно декілька дефектів круглої та овальної форми.

На рис. 2 наведено поверхні волокон, які отримані за низької температури вироблення 1400 °С. В цих волокнах спостерігається велика кількість дефектів на поверхні. Порівняння зображень поверхні волокон на рис. 2, *a* і *б* показало, що волокна, отримані за малого рівня розплаву в тиглі (20—25 мм) і швидкості витягування 3000 об/хв, мають більше дефектів на поверхні.

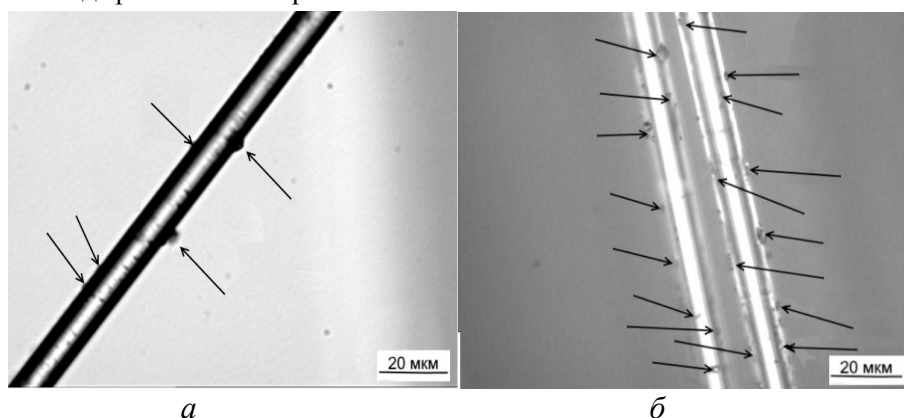


Рис. 2. Поверхні волокон, отриманих за низької температури вироблення 1400 °С: *a* — високий рівень розплаву в тиглі і швидкість витягування 4000 об/хв; *б* — низький рівень розплаву в тиглі і швидкість витягування 3000 об/хв.

За результатами вивчення стану поверхні волокон, отриманих за різних умов формування можна зробити попередні висновки про якісний зв'язок між станом поверхні волокон і умовами їх отримання. Найбільший вплив на зміну стану поверхні має один з основних параметрів формування — температура вироблення волокон. За високої температури вироблення (1450 °C) поверхня волокон в основному однорідна, кількість видимих дефектів відносно мала (рис. 1). На поверхні волокон, які отримані за температури вироблення 1400 °C, спостерігається наявність великої кількості дефектів. Також має місце збільшення дефектності поверхні волокон, отриманих за низьких рівнів розплаву в тиглі і швидкостях витягування.

Раніше нами були опубліковані результати досліджень [9], згідно з якими міцність неперервних базальтових волокон однакового діаметра залежить від умов їх отримання. Підвищення міцності зумовлено збільшенням швидкості охолодження розплаву в зоні формування на стадії склування за високих температур вироблення, рівнів розплаву в живильнику, а також за високих швидкостей витягування. Пояснення цього факту наведено нами в роботі [10], де показано, що за таких умов формування зменшується температурна область і час кристалізації, тобто область, в якій зароджуються і ростуть мікрокристали, і це приводить до зменшення кількості і розмірів кристалічних дефектів в волокні. Зі зниженням температури вироблення і рівня розплаву швидкість охолодження струменя зменшується, кінетика процесів утворення і росту мікрокристалів стає більш інтенсивною в порівнянні з процесом аморфізації, що призводить, відповідно, до збільшення кристалічної фази і концентрації кристалічних мікроефектів в отриманих волокнах. Слід зазначити, що складний хімічний склад андезитобазальту визначає реологічні і кристалізаційні властивості розплаву, а це, в свою чергу, визначає термічні і кінетичні умови формування волокон та інтенсивність утворення кристалічної фази в волокнах.

У вступі зазначалось, що сила витягування може сприяти утворенню дефектів в основному за рахунок тертя в процесі намотування і виникненню напружень у волокні, в той же час у ході формування з великою швидкістю (силою) витягування збільшується швидкість охолодження струменя, що, навпаки, покращує структуру волокон [1, 2, 4].

У роботі [11] представлено результати наших досліджень пористої структури неперервних базальтових волокон, згідно з якими встановлено, що у волокон, отриманих за температури вироблення 1400 °C, кількість і об'єм дефектів у вигляді мікропор значно більший, ніж у волокон, отриманих за температури вироблення 1450 °C.

Висновки

Проведені дослідження показали, що на міцність і стан поверхні базальтових волокон мають певний вплив умови одержання волокон, це викликано утворенням дефектів на стадії формування. Встановлено, що найбільш гладка і однорідна поверхня з малою кількістю видимих дефектів спостерігається в волокнах, отриманих за температури вироблення 1450 °C, а їх міцність з врахуванням впливу інших параметрів найбільша. У волокнах, отриманих за температури вироблення 1400 °C, поверхня неоднорідна і більш дефектна, а показники їх міцності значно менші.

Отримані результати якісно підтверджують певний вплив умов і параметрів формування, в першу чергу температури вироблення, на міцність неперервних базальтових волокон і стан їх поверхні.

Визначення ролі та ступеня впливу окремих параметрів формування з урахуванням інших факторів на мікроструктуру волокон як на поверхні, так і в цілому, та на величину їх міцності потребує додаткових більш детальних досліджень з встановленням типу дефектів, їх розподілом за концентрацією і розміром та з відповідним статистичним аналізом показників міцності волокон.

Цитована література

1. Асланова М.С., Колесов Ю.И., Хазанов В.Е., Ходаковский М.Д., Шейко В.Е. Стекланные волокна. Москва: Химия, 1979. 256 с.
2. Асланова М.С., Хазанов В.Е. Влияние условий формования на прочность непрерывных стеклянных волокон. *Физика и химия стекла*. 1978. Т. 4, № 4. С. 422—426.
3. Knapp O. Beitrag zur structur des geasfadens. *Silikattechnik*. 1965. Vol. 16, No. 9. P. 281—283.
4. Асланова М.С. Прочность и химический состав стекла. *Стекло и керамика*. 1967. № 4. С. 1—4.
5. Lund M.D. Tensile strength of glass fibres. PhD Dissertation, Section of chemistry, department of biotechnology, chemistry and environmental engineering Aalborg university, Denmark, 2010. — 61 p.
6. Аблесимов Н.Е., Земцов А.Н. Релаксационные эффекты в неравновесных конденсированных системах. *Базальты: от извержения до волокна*. Москва: ДВО РАН, 2010. 400 с.
7. Джигирис Д.Д., Махова М.Ф. Основы производства базальтовых волокон и изделий. Москва: Теплоэнергетик, 2002. 416 с.
8. Малова Ю.Г. Физико-химические свойства стекловолокон из алюмосиликатов базальтового состава: автореф. дис. ... канд. хим. наук: специальность 02.00.04, физическая химия. Хабаровск, 2010. 20 с.
9. Иваницкий С.Г., Штерн М.Б., Чувашов Ю.Н. Влияние скорости охлаждения базальтовых расплавов на прочность непрерывных волокон в процессе их формирования. *Наукові нотатки Луцького державного університету*. Луцьк: ЛДТУ. 2013. Вип. 41 (1). С. 92—98.
10. Иваницкий С.Г., Штерн М.Б., Чувашов Ю.Н. Влияние кристаллизационных свойств базальтовых расплавов при формировании непрерывных волокон на их прочностные характеристики. *Наукові нотатки Луцького державного університету*. Луцьк: ЛДТУ. 2017. Вип. 58. С. 174—178.
11. Лобунец Т.Ф., Иваницкий С.Г. Дослідження пористої структури базальтових волокон. *Современные проблемы физического материаловедения*. Киев: ИПМ НАНУ. 2017. Вып. 26. С. 242—248.

References

1. Aslanova, M. S. (1979). Continuous glass fiber. Moskva: Stroyizdat. 256 p. [in Russian].
2. Aslanova, M. S., Khazanov, V. E. (1978). Influence of conditions of forming on the strength of continuous glass fibres. *Fizika i Khimia Stekla*, Vol. 4, No. 4, pp. 422—426 [in Russian].
3. Knapp, O. (1965). Beitrag zur structur des geasfadens. *Silikattechnik*, Vol. 16, No. 9, pp. 281—283.
4. Aslanova, M. S. (1967). The strength and chemical composition of glass. *Glass and Ceramics*, Vol. 24, pp. 171—174 [in Russian]. <https://doi.org/10.1007/BF00689141>
5. Lund, M. D. (2010). Tensile strength of glass fibres. Maybritt PhD Dissertation, Section of chemistry, department of biotechnology, chemistry and environmental engineering Aalborg university, Denmark, 61 p.

6. Ablesimov, N. E., Zemtsov, A. N. (2010). Relaxation effects in non-equilibrium condense systems. Basalts: from Eruption up to Fiber. FB RAS, Moscow, 400 p. [in Russian].
7. Jigiris, D. D. (2002). Basics of the production of basalt fibers and products. Moscow: Teploenergetik, 416 p. [in Russian].
8. Malova, Y. G. (2010). Physicochemical properties of fiberglass from basalt aluminosilicates. The thesis for candidate degree of chemical sciences on specialty 02.00.04 - physical chemistry. Khabarovsk. 20 p. [in Russian].
9. Ivanitskii, S. G., Shtern, M. B., Chuvashov, M. M. (2013). Effect of cooling rate of basalt melts on the strength of continuous fibers in the drawing process. Naukovi notatki LNTU, Lutsk, No. 41 (1), pp. 92—98 [in Russian].
10. Ivanitskii, S. G., Shtern, M. B., Chuvashov, Ju. M. (2017). Effect of crystallization properties of basalt melts on the strength characteristics of continuous fibers in the drawing process. Naukovi notatki LNTU, Lutsk, No. 58, pp. 174—178 [in Russian].
11. Lobunets, T. F., Ivanitskii, S. G. (2017). Research of the porous structure of basalt fibers. Sovremennyye problemy fizicheskogo materialovedeniya. Kyiv: In-t probl. materialovedeniya NAN Ukrainy, Vol. 26, pp. 242—248 [in Ukrainian].

Effect of conditions and parameters of drawing on strength and surface condition of basalt continuous fibers

S. G. Ivanitskii*, Ju. M. Chuvashov, N. I. Koshelenko

I. M. Frantzevich Institute for Problems of Materials Science NAS Ukraine

*E-mail: svan7775@ukr.net

Basalt continuous fibers are used in the development of new composite materials. The influence of various factors on the strength and formation of the surface microstructure of basalt continuous fibers is considered. An experimental determination of tensile strength was performed and the surface condition of continuous andesite-basalt fibers with a diameter of 8 to 10 μm fibers was investigated. It is established that the strength of fibers, among other factors, is influenced by the conditions of their production, which are determined by the drawing parameters: the production temperature, the level of melt in the feeder and the winding speed. The effect of production temperature on the strength of the fibers was the greatest. It was found that the fibers obtained at a production temperature of 1450 °C had a strength of 24—28% greater than that of the fibers obtained at a production temperature of 1400 °C. The separate influence of other parameters of drawing, the level of melt in the feeder and the winding speed on the strength of the fibers is less significant. A qualitative relationship between the state of the surface of the fibers and the conditions of their production at different parameters of formation. The greatest influence on the change in the state of the surface of the fibers has the temperature of fiber production. It is established that the surface of the fibers obtained at a production temperature of 1450 °C is more homogeneous with a small number of visible defects. On the other hand, on the surface of the fibers, which are obtained at a production temperature of 1400 °C, there is a large number of defects. There is also an increase in the defect of the surface of the fibers, which are obtained at low levels of melt in the feeder and the winding speed.

Keywords: continuous fibre, surface structure, strength, cooling rate, production temperature, winding speed, melt level in the feeder.