

БЕГЛОВ В. И., ГОРБУНОВ Д. С., МАМИН Б. Ф., МИШКИН В. П.,

НИЩЕВ К. Н., НОВОПОЛЬЦЕВ М. И.

**ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ВПКМ ДЮРОСТОН МЕТОДАМИ
РЭМ И РЕНТГЕНОВСКОЙ МИКРОТОМОГРАФИИ¹**

Аннотация. В статье представлены результаты исследований методами растровой электронной микроскопии и рентгеновской микротомографии микроструктуры волокнистого полимерного композиционного материала (ВПКМ) марки Дюростон, применяемого для изготовления опорно-крепежных элементов в силовой электронике. В структуре полимерной матрицы композита обнаружены включения сферической формы с рентгеновской плотностью меньшей, чем рентгеновская плотность матрицы, и уплотненной оболочкой. Данные включения идентифицированы как газовые образования, возникающие в процессе изготовления ВПКМ. На границе раздела «матрица-волокно» выявлены микропоры, которые могут быть связаны с наличием областей низкой смачиваемости на поверхности стекловолокна.

Ключевые слова: волокнистый полимерный композиционный материал, граница раздела, полимерная матрица, растровая электронная микроскопия, рентгеновская микротомография.

BEGLOV V. I., GORBUNOV D. S., MAMIN B. F., MISHKIN V. P.,

NISHCHEV K. N., NOVOPOLTSEV M. I.

**AN ANALYSIS OF FPCM DUROSTON MICROSTRUCTURE BY SCANNING
ELECTRON MICROSCOPY AND X-RAY MICROTOMOGRAPHY**

Abstract. The article presents the results of an analysis of the microstructure of the FPCM "Duroston" by scanning electron microscopy and X-ray microtomography. The material is used for manufacturing of support-fixing elements in power electronics. The analysis showed that the structure of the polymer matrix composite has spherical inclusions with the X-ray density less than the density of the ray matrix and sheath compacted. These inclusions are identified as gas formations arising in the making of FPCM. At the interface "matrix-fiber" micropores, which may be associated with the low wettability regions on fiberglass surfaces, were found.

Keywords: fibrous polymer composite material (FPCM), interface, polymer matrix, scanning electron microscopy, X-ray microtomography.

¹ Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 13-08-97173)

В силовой электронике в качестве материала крепежных элементов мощных полупроводниковых приборов используются волокнистые полимерные композиционные материалы (ВПКМ). Требования, предъявляемые к свойствам этих материалов, обусловлены спецификой функционирования крепежных элементов. Они должны обладать значительной механической прочностью и термостойкостью, а также хорошими электроизоляционными свойствами.

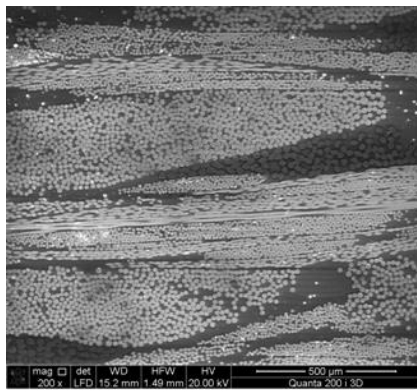
Эксплуатационные характеристики ВПКМ существенно зависят от свойств, состава и взаимного расположения компонентов, особенностей их взаимодействия на межфазной границе «полимер-армирующий наполнитель». Ключевую роль в обеспечении механической прочности ВПКМ играет адгезионная прочность соединений на границе раздела «матрица-волокно». От адгезионной прочности данных соединений зависит, насколько полно будет реализован вклад прочностных характеристик волокон в прочность ВПКМ [1-4]. Поэтому при исследовании структуры и физико-механических свойств ВПКМ весьма важным является детальное изучение микроструктуры и элементного состава границ раздела «матрица-волокно».

В настоящей работе методами растровой электронной микроскопии и рентгеновской микротомографии исследовалась микроструктура ВПКМ марки Дюростон, применяемого для изготовления опорно-крепежных элементов в силовой электронике.

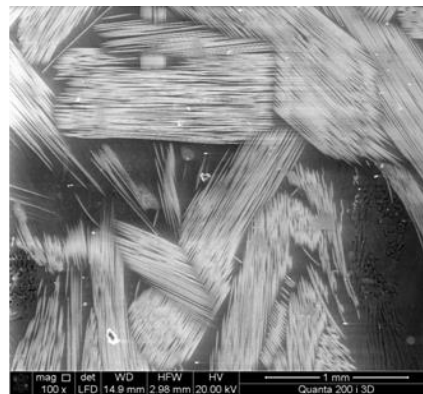
Для исследования микроструктуры ВПКМ использовался растровый электронный микроскоп Quanta 200 i 3D FEI с системой энергодисперсионного микроанализа с возможностью трёхмерной реконструкции объектов, визуализации и модификации объектов, электронным и сфокусированным ионным пучками. Для неразрушающего контроля структуры исследуемых образцов использовался рентгеновский микротомограф SkyScan 1172 Bruker с предельным разрешением 1 мкм.

Исследуемые образцы представляли собой стержни с нарезанной резьбой, применяемые в качестве крепежных элементов в производстве силовой полупроводниковой техники.

На рисунке 1 представлено РЭМ-изображение поверхностей шлифов образцов ПКМ, соответствующих сечению перпендикулярному оси стержня (а) и сечению вдоль оси стержня (б). Из данного рисунка следует, что армирующий наполнитель исследуемого ПКМ состоит из стекловолокон цилиндрической формы (рис. 1).



а



б

Рис. 1. РЭМ-изображение микроструктуры ПКМ. (а) – сечение перпендикулярное оси стержня; (б) – сечение вдоль оси стержня.

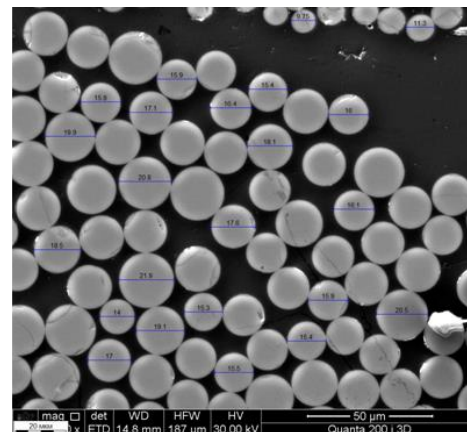
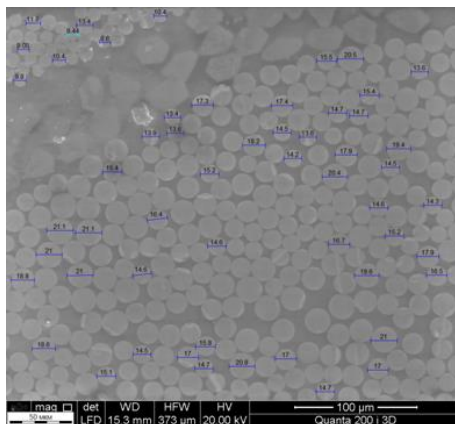
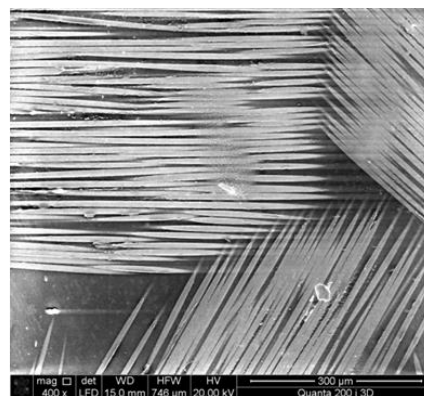


Рис. 2. РЭМ-изображения сечения пучка волокон армирующего наполнителя.

Из рисунков 3-4 следует, что армирующий наполнитель исследуемого ВПКМ представляет собой тканую структуру из волокон различного диаметра (от 8 до 22 мкм). Слоистую структуру армирующего наполнителя подтверждает также РЭМ-изображение излома ВПКМ, представленное на рисунке 4.



Сплетение. Увеличение 200.



Сплетение. Увеличение 400.

Рис. 3. РЭМ изображения сплетения волокон.

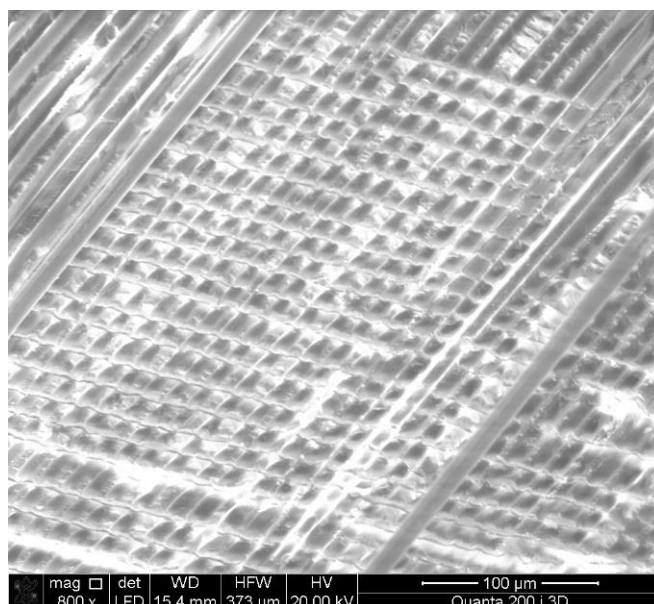


Рис. 4. РЭМ-изображение излома ВПКМ.

Следует отметить, что РЭМ-изображения поверхности поперечных шлифов ВПКМ выявили включения в составе полимерной матрицы, сечения которых имели форму неправильных многоугольников (рис.4). Данные включения не удалось выявить методом рентгеновской микротомографии. Это может быть связано с одинаковой рентгеновской плотностью данных включений и полимерной матрицы.

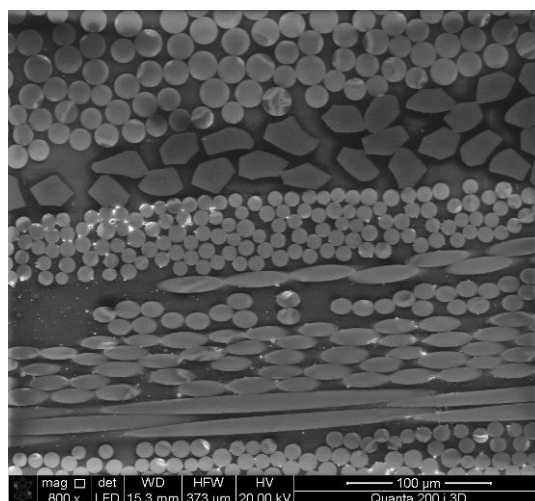


Рис. 5. Наличие отдельных структурных элементов в матрице.

На рисунке 5 представлено РЭМ-изображение границ раздела «полимер-армирующий наполнитель» исследуемых образцов. Данное изображение свидетельствует о наличии в исследуемых образцах областей, содержащих несплошности на границе раздела «полимер-

волокно», которые могут быть следствием недостаточной адгезии полимера к материалу наполнителя.

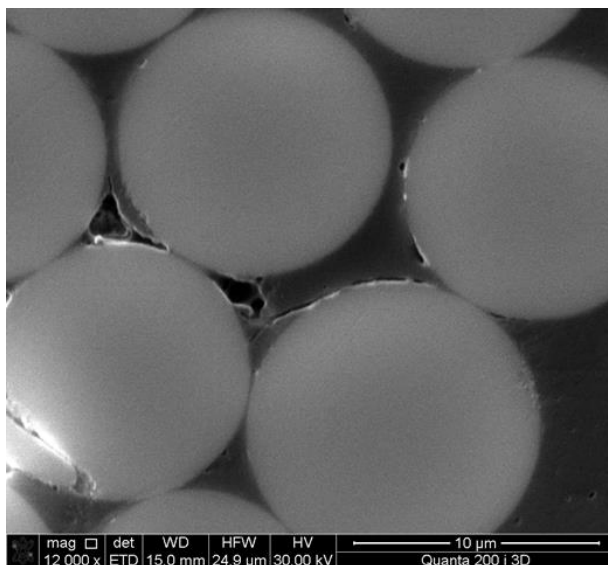


Рис. 6. РЭМ изображение границ раздела «полимер-армирующий наполнитель».

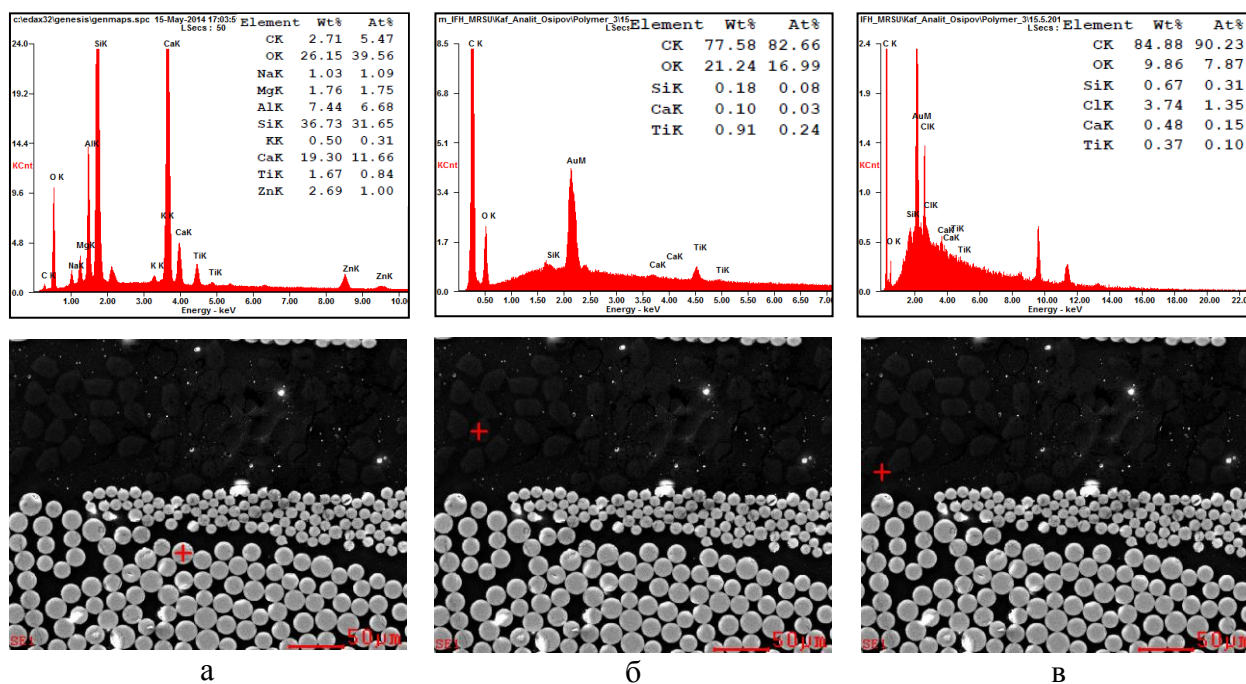


Рис. 7. Элементный анализ: а – волокно; б – включения; в – матрица.

На рисунке 7 представлены данные элементного анализа исследуемых образцов. Из представленных данных следует, что в состав волокон наполнителя входят кремний (36.73% Wt) и кальций (19.30% Wt) (их содержание в матрице составляет 0.67% Wt и 0.43% Wt соответственно, в составе включений 0.18% Wt и 0.10% Wt соответственно). В свою очередь включения и матрица различаются концентрациями кислорода (21.24% Wt для включений и 9.86% Wt для матрицы) и углерода (77.58% Wt для включений и 84.88% Wt для матрицы).

На рисунке 8 представлены рентгено-томографические сечения и результаты 3D – реконструкции структуры одного из исследуемых образцов ВПКМ, полученные с использованием микротомографа SkyScan 1172 Bruker. Данные изображения подтверждают результаты, полученные методом растровой электронной микроскопии.

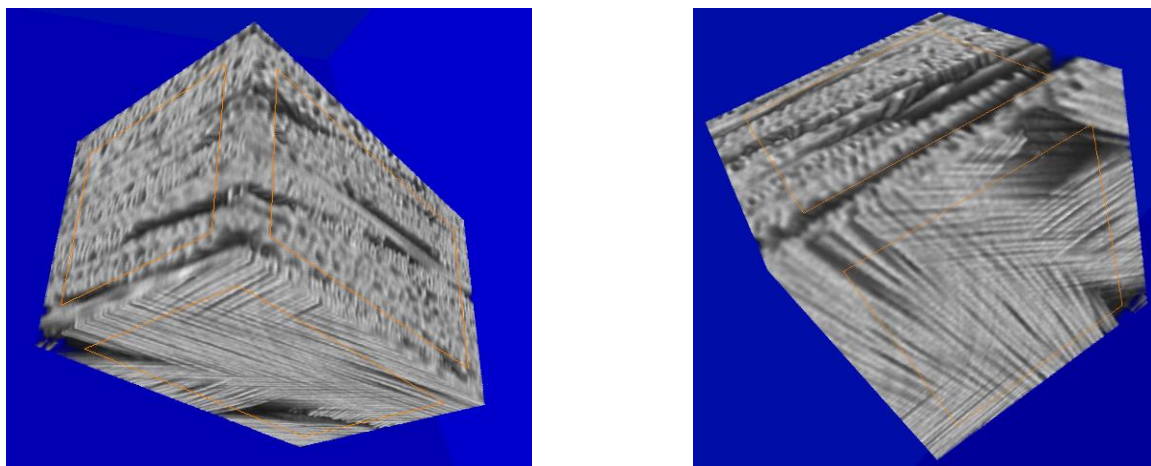


Рис. 8. 3D-реконструкция структуры образцов ВПКМ.

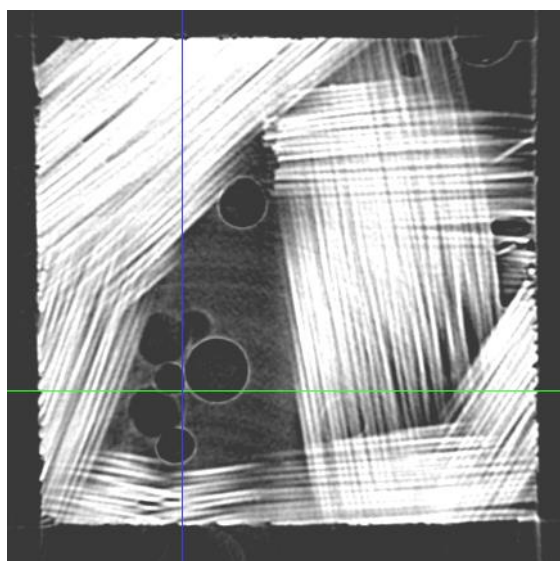


Рис. 9. Рентгеновская микротомограмма фрагмента образца ВПКМ, содержащего сферические включения.

Важно отметить, что рентгеновская микротомография исследуемых образцов ВПКМ выявила в структуре полимерной матрицы отдельные включения сферической формы с рентгеновской плотностью меньшей, чем рентгеновская плотность матрицы. Такой эффект могут давать газовые включения, возникающие в процессе изготовления ВПКМ. Как видно из рисунка 9, рентгеновская плотность вещества на границе включений выше, чем у

полимера матрицы. Это может быть связано с уплотнением приграничного слоя в результате избыточного давления газа внутри включения.

В результате исследования методами растровой электронной микроскопии и рентгеновской микротомографии выявлены особенности микроструктуры ВПКМ Дюростон. Установлено, что в структуре полимерной матрицы композита могут присутствовать включения сферической формы с рентгеновской плотностью меньшей, чем рентгеновская плотность матрицы, и уплотненной оболочкой. На границе раздела «матрица-волокно» выявлены микропоры, которые могут быть связаны с наличием областей низкой смачиваемости на поверхности стекловолокна.

ЛИТЕРАТУРА

1. Перепелкин К. Е. Армирующие волокна и волокнистые полимерные композиты. – СПб.: Научные основы и технологии, 2009. – 380 с.
2. Баженов С. Л. и др. Полимерные композиционные материалы. – Долгопрудный: Интеллект, 2010. – 352 с.
3. Деев И. С., Кобец Л. П. Исследование микроструктуры и микрополей деформаций в полимерных композитах методом растровой электронной микроскопии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 1999. – Т. 65, № 4. – С. 27–34.
4. Деев И. С., Каблов Е. Н., Кобец Л. П. и др. Исследование методом сканирующей электронной микроскопии деформации микрофазовой структуры полимерных матриц при механическом нагружении [Электронный ресурс] // Труды ВИАМ. – 2014. — №7. – Режим доступа: URL: <http://viam-works.ru/plugins/content/journal/uploads/articles/pdf/685.pdf>.