



УДК 677.523

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2024-5-30-36>

Научная статья

Research article



Влияние замасливающего агента на технологические свойства бескернового карбидокремниевое волокна

Д. В. Цыцаркина[✉], П. А. Тимофеев

АО «Композит»

Россия, 141070, Московская обл., г. Королев, ул. Пионерская, 4

 tsytsarkinadv@inbox.ru

Аннотация. Проведено исследование влияния замасливателей различных рецептур на свойства бескернового карбидокремниевое волокна с точки зрения его технологических качеств. Исследованы замасливающие агенты составов ПМС-5, ПМС-10, ПМС-20 в изопропиловом спирте и ацетоне, водные эмульсии ПМС-200 с добавлением диспергатора IVP-317 и поливинилового спирта, водный раствор ПЭГ-400 (30 %), водный раствор крахмала (10 %). Оценка влияния замасливателя на технологические качества волокна осуществлялась путем проведения испытания образцов на прочность при растяжении, определения минимального радиусагиба, исследования морфологии поверхности замасленных волокон, способности исследуемого состава объединять филаменты в составе пучка и снижать пушение. Установлено, что замасливающие агенты, в качестве растворителя в которых используются ацетон и изопропиловый спирт, приводят к ухудшению технологических качеств обработанных волокон, значительному повышению их ломкости. Водный раствор полиэтиленгликоля (ПЭГ-400) (30 %) плохо распределялся по поверхности волокна и снизил прочностные характеристики образцов после обработки. Прочность образцов, обработанных водным раствором крахмала (10 %), по результатам испытания на растяжение оказалась близкой к прочности необработанных волокон. Данный состав повысил однородность пучка и показал наилучшие скрепляющие свойства на филаменты в его составе, однако повышенная ломкость волокон при изгибе после высыхания в значительной степени снизила их технологичность. Применение водной эмульсии ПМС-200 с IVP-317 способствовало повышению однородности и гибкости пучка, однако привело к ухудшению прочностных характеристик образцов по сравнению с чистым волокном. Наилучший результат показала эмульсия ПМС-200 с добавлением поливинилового спирта и диспергатора IVP-317. Данный состав повысил гибкость, уменьшил пушение, улучшил технологические качества обработанных волокон, незначительно при этом снизив прочность образцов. Полученные результаты позволяют считать водную эмульсию на основе полиметилсилоксана (ПМС-200) и поливинилового спирта наиболее эффективной в качестве замасливающего агента для бескернового карбидокремниевое волокна.

Ключевые слова: бескерновое карбидокремниевое волокно, SiC-волокно, текстильные замасливатели, эмульсирование, технологические свойства волокна

Для цитирования: Цыцаркина Д.В., Тимофеев П.А. Влияние замасливающего агента на технологические свойства бескернового карбидокремниевое волокна. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2024;18(5): 30–36. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2024-5-30-36>

The effect of an oiling agent on the technological properties of coreless silicon carbide fiber

D. V. Tsytarkina[✉], P. A. Timofeev

JSC “Kompozit”

4 Pionerskaya Str., Korolev, Moscow region 141070, Russia

✉ tsytarkinadv@inbox.ru

Abstract. A study was conducted to investigate the influence of oiling agents with various formulations on the properties of coreless silicon carbide fiber from the perspective of its technological qualities. The oiling agents investigated included formulations of PMS-5, PMS-10, PMS-20 in isopropyl alcohol and acetone, aqueous emulsions of PMS-200 with the addition of dispersant IVP-317 and polyvinyl alcohol, an aqueous solution of PEG-400 (30 %), and an aqueous solution of starch (10 %). The evaluation of the oiling agent's impact on the technological properties of the fiber was carried out through tensile strength testing, determination of the minimum bending radius, examination of the surface morphology of the oiled fibers, and the ability of the tested composition to bundle filaments together and reduce fuzzing. It was found that oiling agents using acetone and isopropyl alcohol as solvents led to the deterioration of the technological qualities of the treated fibers, significantly increasing their brittleness. The aqueous solution of polyethylene glycol (PEG-400) (30 %) poorly distributed on the fiber surface and reduced the strength characteristics of the samples after treatment. The strength of the samples treated with an aqueous starch solution (10 %) was found to be close to that of untreated fibers in tensile testing. This composition improved the homogeneity of the bundle and exhibited the best bonding properties on the filaments within it, but the increased brittleness of the fibers after drying significantly reduced their technological efficiency. The use of PMS-200 aqueous emulsion with IVP-317 contributed to increased homogeneity and flexibility of the bundle but led to a deterioration in the strength characteristics of the samples compared to pure fiber. The best result was shown by the PMS-200 emulsion with the addition of polyvinyl alcohol and dispersant IVP-317. This composition increased flexibility, reduced fuzzing, and improved the technological properties of the treated fibers, with only a slight reduction in the strength of the samples. The results obtained suggest that the aqueous emulsion based on polymethylsiloxane (PMS-200) and polyvinyl alcohol is the most effective oiling agent for coreless silicon carbide fiber.

Keywords: coreless silicon carbide fiber, SiC fiber, textile oiling agents, emulsification, fiber technological properties

For citation: Tsytarkina D.V., Timofeev P.A. The effect of an oiling agent on the technological properties of coreless silicon carbide fiber. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2024;18(5):30–36. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2024-5-30-36>

Введение

Внедрение прогрессивных композиционных материалов является основой перспективного развития авиационной и ракетно-космической техники. Композиты на основе современных материалов находят широкое применение в производстве элементов и агрегатов для аэрокосмической отрасли промышленности [1–3].

Конструкции современных летательных аппаратов требуют минимальной массы, высокой надежности, жесткости и прочности узлов, максимального эксплуатационного ресурса конструкций, способных эффективно работать в условиях высоких температур и агрессивных окислительных сред.

Использование перспективных композитов с усовершенствованной технологией изготовления и внедрением новых материалов при их производстве играет ключевую роль в решении поставленных задач [4; 5]. Композиционные материалы, армированные непрерывными бескерновыми карбидокремниевыми волокнами с металлическими и керамическими матрицами применимы для различных узлов лета-

тельных аппаратов, эксплуатирующихся при высоких температурах: поворотных сопел силовых установок, клапанов для истечения выхлопных газов, направляющих поверхностей сопла двигателя и т.д. [6–14].

Карбидокремниевые волокна отличаются высокими прочностными характеристиками, достигающими 3 ГПа, модулем упругости 400 ГПа, низким содержанием кислорода в составе (менее 1 %), высокой окислительной стабильностью при повышенных температурах вплоть до 1500 °C [15; 16].

Приведенные данные позволяют рассматривать SiC-волокна в качестве перспективного армирующего компонента композитов, длительно работающих в агрессивных окислительных средах при высоких температурах эксплуатации [17; 18].

Области применения конечного изделия из композиционного материала в отдельных случаях требуют использования армирующего наполнителя в виде ткани. Создание текстильных преформ является непростой задачей ввиду повышенной ломкости SiC-волокон. Повышение пригодности карбидокремниевых волокон к текстильной переработке осуществляется путем применения замасливающих составов.

Введение операции эмульсирования, т.е. нанесения на поверхность волокна замасливателя, повышает технологические качества волокон и нитей на их основе, предупреждает обрывы и истирание в процессе формирования нити, уменьшает коэффициент трения при контакте высокомодульных керамических волокон с технологическим оборудованием, объединяет отдельные моноволокна, снижает динамический коэффициент трения и электризацию [19–22].

В качестве текстильных замасливателей для химических волокон наиболее часто применяемыми являются масла (минеральные и природные), поверхностно-активные вещества, составы на основе крахмала и органические полимеры [23–25].

Целью настоящей работы является исследование влияния различных рецептур замасливающих агентов на технологические свойства бескернового карбидокремниевое волокна.

Материалы и методы

Исследование осуществлялось на специально изготовленных для данной работы образцах в виде пучков непрерывных бескерновых карбидокремниевых волокон. Диаметр волокон составлял 14–20 мкм, а их количество в пучке было 150 шт.

В данной работе использовали замасливающие составы на основе кремнийорганических соединений (полиметилсилоксанов (ПМС)), полиэтиленгликоля (ПЭГ-400), поливинилового спирта (ПВС) и крахмала. В качестве растворителей применялись ацетон, изопропиловый спирт и вода.

Нанесение замасливателя на поверхность карбидокремниевое волокна производилось путем погружения пучка волокон в раствор с последующим мягким отжимом по следующей схеме (рис. 1): волокно с направляющего вала 1 опускалось в ванну с замасливателем 2, продвигалось роликом 3 и далее проходило через отжимные валки 4 для удаления излишков агента.

Прочность замасленных волокон при растяжении оценивалась на испытательной машине «Instron 5942» (Instron, США) по ГОСТ 32667 для образ-

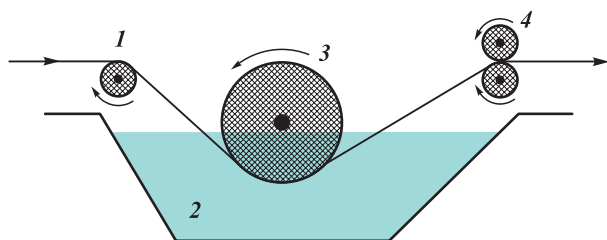


Рис. 1. Схема установки для замасливания непрерывных волокон

Fig. 1. Installation diagram for oiling continuous fibers



Рис. 2. Цилиндрическая оправка с переменным диаметром

Fig. 2. Cylindrical mandrel with variable diameter

цов с длиной рабочей части 25 мм и средним диаметром 17 мкм. Скорость растяжения захватов испытательной машины составляла 1,0 мм/с.

Исследование морфологии поверхности замасленных волокон производилось с применением сканирующего электронного микроскопа.

Гибкость карбидокремниевых волокон с нанесенным на их поверхность замасливателем оценивали по величине минимального радиуса изгиба образца вокруг цилиндрической оправки с переменным диаметром от 10 до 70 мм (рис. 2). Образец прикрепляли одним концом к поверхности измерительного диска, оборачивали вокруг него в прижатом состоянии и выдерживали 5 мин. Минимальным радиусом изгиба считали радиус измерительного диска, предшествующего измерительному диску, на котором произошло разрушение волокон.

Результаты и их обсуждение

Применение ацетона и изопропилового спирта в качестве растворителей потребовало использования низкомолекулярных полиметилсилоксановых жидкостей: ПМС-5, ПМС-10, ПМС-20. При тестировании данных замасливателей обработанные ими образцы волокон приобретали излишнюю ломкость, что связано с удалением придававшей им гибкость адсорбированной влаги с поверхности волокна, приводящим к значительному повышению пушения и обрывности (рис. 3).

Исследование гибкости волокон с использованием оправки показало разрушение более 80 % филаментов уже на первой ступени диаметром 70 мм.

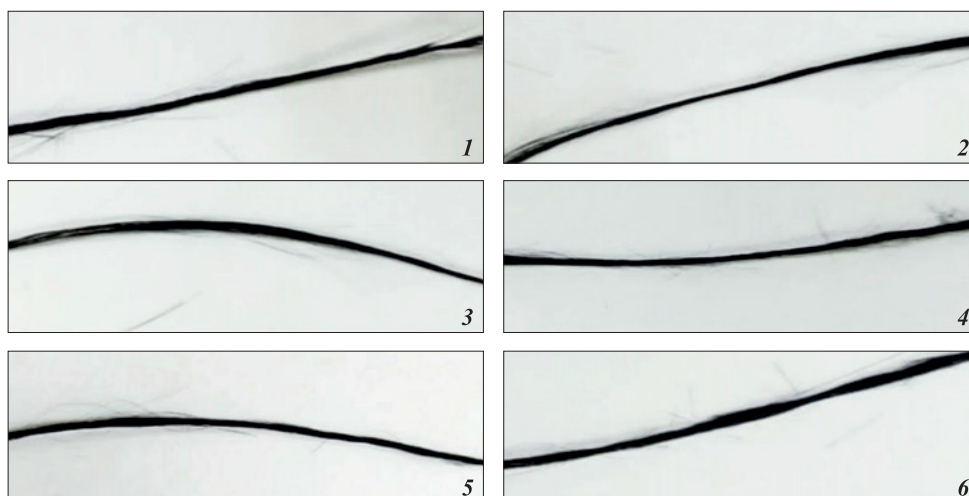


Рис. 3. Карбидокремниевые волокна с нанесенным замасливателем

1, 4 – ПМС-5; 2, 5 – ПМС-10; 3, 6 – ПМС-20

1–3 – растворитель ацетон; 4–6 – растворитель изопропиловый спирт

Fig. 3. Silicon carbide fibers with applied oiling agent

1, 4 – PMS-5; 2, 5 – PMS-10; 3, 6 – PMS-20

1–3 – solvent acetone; 4–6 – solvent isopropyl alcohol

Замасливающие составы, содержащие в качестве растворителей ацетон и изопропиловый спирт, показали свою неэффективность.

Применение замасливателей в виде водных эмульсий позволило использовать более высокомолекулярные жидкости повышенной вязкости (ПМС-200). Силиконовые водные эмульсии ПМС-200 и ПМС-200

с добавлением поливинилового спирта (ПВС) потребовали включения в состав диспергатора IVP-317, что улучшило смачиваемость волокон и способствовало стабилизации раствора в виде дисперсии.

Замасливатели данных рецептов показали высокую эффективность: равномерное распределение (рис. 4, а, б) и хорошую смачиваемость поверхности

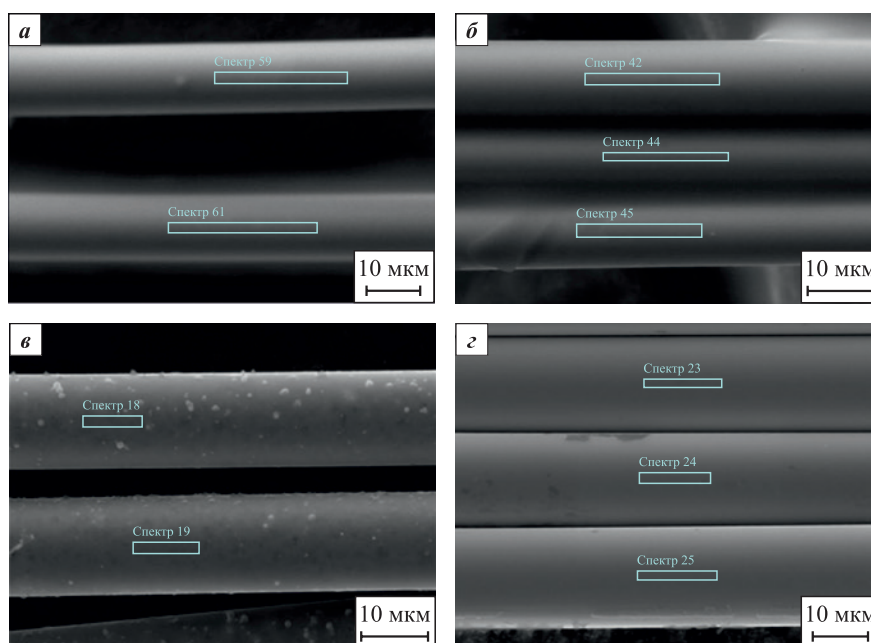


Рис. 4. Морфология поверхности карбидокремниевых волокон с нанесенными замасливателями (растворитель – вода)

а – эмульсия ПМС-200; б – эмульсия ПМС-200 с ПВС; в – раствор ПЭГ-400 (30 %); з – раствор крахмала (10 %)

Fig. 4. Morphology of silicon carbide fiber surfaces with applied oiling agents (solvent – water)

а – PMS-200 emulsion; б – PMS-200 emulsion with PVA; в – PEG-400 solution (30 %); з – starch solution (10 %)

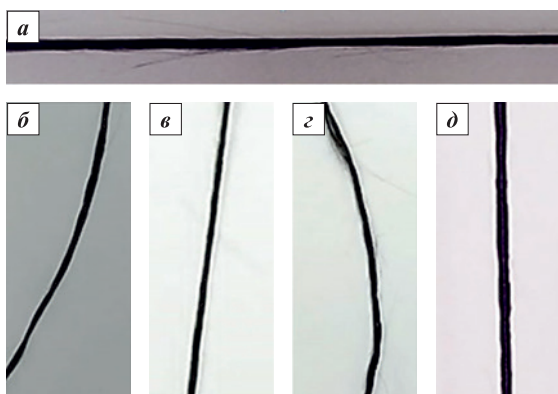


Рис. 5. Карбидокремниевые волокна

a – чистые волокна в пучке;
б–д – после обработки водной эмульсией ПМС-200 (*б*), водной эмульсией ПМС-200 с добавлением поливинилового спирта (*в*), водным раствором ПЭГ-400 (30 %) (*з*), водным раствором крахмала (10 %) (*д*)

Fig. 5. Silicon carbide fibers

a – pure fibers in a bundle;
б–д after treatment with an aqueous emulsion PMS-200 (*б*), an aqueous emulsion of PMS-200 with the addition of polyvinyl alcohol (*в*), an aqueous solution of PEG-400 (30 %) (*з*), an aqueous solution of starch (10 %) (*д*)

волокон, значительное снижение пушения и повышение однородности пучка волокон (рис. 5, *б, в*).

Добавление поливинилового спирта к водной эмульсии ПМС-200 позволило дополнительно повысить прочностные характеристики карбидокремниевых волокон и их технологические качества (см. таблицу).

Карбидокремниевые волокна, эмульсированные водными составами на основе полиметилсилоксана (ПМС-200 и ПМС-200 с добавлением поливинилового спирта), показали разрушение не более 1 % филаментов в составе пучка на оправке 10 мм, что является косвенным признаком повышения их технологических свойств для текстильной переработки (см. таблицу).

Кроме силиконовых жидкостей исследовали замасливающий состав, содержащий водный раствор полиэтиленгликоля ПЭГ-400 (30 %). Обработанные им волокна хуже смачивались, наблюдалась меньшая эффективность замасливания по сравнению с применением силиконовых жидкостей, отмечалось повышение ломкости филаментов (рис. 5, *з*). Данная проблема может быть объяснена низким сродством состава к карбидокремниевому волокну. При испытании образцов на цилиндрической оправке разрушалось более 40 % филаментов на ступени диаметром 40 мм.

Водный раствор крахмала (10 %) при нанесении на поверхность карбидокремниевых волокон показал хорошее распределение (рис. 4, *з*), отличную скрепляемость филаментов в составе пучка, снижение пушения (рис. 5, *д*), повышение прочности (см. таблицу). Однако после высыхания данный состав приводил к излишней ломкости волокон, что в значительной степени снижало их технологические свойства для дальнейшей текстильной переработки. Исследование гибкости волокон с применением оправки выявило разрушение порядка 20 % филаментов в пучке на ступени диаметром 60 мм.

В таблице представлены полученные результаты испытаний по определению минимального радиуса изгиба замасленных SiC-волокон, их прочностных характеристик (прочности при растяжении) относительно чистого волокна и описание морфологии поверхности.

Закключение

В ходе экспериментального исследования установлено, что замасливающие агенты, в качестве растворителя в которых используются ацетон и изопропиловый спирт, приводят к ухудшению технологических качеств обработанных волокон, значительному повышению ломкости, тем самым осложняя их

Влияние водных замасливающих составов на морфологию и свойства SiC-волокон

The effect of aqueous oiling compounds on the morphology and properties of SiC-fibers

Замасливающая жидкость	Распределение по поверхности волокна (морфология)	Результаты испытаний	
		Прочность на растяжение замасленных волокон относительно чистого волокна (100 % – исх.), %	Минимальный радиус изгиба при навивке на цилиндр, мм
Водная эмульсия ПМС-200, IVP-317	равномерное	62	15
Водная эмульсия ПМС-200, ПВС, IVP-317	равномерное	98	15
Водный раствор ПЭГ-400 (30 %)	плохое	84	50
Водный раствор крахмала (10 %)	равномерное	99	65

текстильную переработку. Водный раствор полиэтиленгликоля (ПЭГ-400) (30 %) показал неэффективность ввиду плохого распределения по поверхности волокна и снижения прочностных характеристик образцов после обработки (на 16 % по сравнению с чистым волокном). Наилучшее объединение филаментов в составе пучка и повышение его однородности наблюдались на образцах с нанесенным водным раствором крахмала (10 %). Прочность образцов по результатам испытания на растяжение оказалась близкой к прочности необработанных волокон: снижение всего на 1 %. Вместе с тем повышенная ломкость волокон при изгибе после высыхания данного состава в значительной степени снизила их технологичность, что вызовет трудности при текстильной переработке.

В ходе исследования было установлено, что применение замасливателей для бескерновых карбидокремниевых волокон в виде водных эмульсий является наиболее эффективным. Наилучший результат показала эмульсия ПМС-200 с добавлением поливинилового спирта и диспергатора IVP-317 – отмечались повышение гибкости, уменьшение пушения, улучшение технологических качеств обработанных волокон при незначительном снижении прочности образцов (на 2 % по сравнению с чистым волокном). Использование водной эмульсии ПМС-200 с IVP-317 также способствовало повышению однородности и гибкости пучка, однако привело к ухудшению прочностных характеристик образцов по сравнению с чистым волокном.

Полученные результаты позволяют считать водные эмульсии на основе полиметилсилоксановых жидкостей и поливинилового спирта наиболее технологичными при подготовке бескерновых карбидокремниевых волокон к текстильной переработке.

Список литературы / References

- Братухин А.Г., Сироткин О.С., Сабодаж П.Ф., Егоров В.Н. Материалы будущего и их удивительные свойства. М.: Машиностроение, 1995. 127 с.
- Братухин А.Г., Иванов Ю.Л., Марьин Б.Н., Меркулов В.И., Долотов Б.И., Макаров К.А., Муравьев В.И. Современные технологии авиастроения. М.: Машиностроение, 1999. 832 с.
- Тялина Л.Н., Минаев А.М., Пручкин В.А. Новые композиционные материалы. Томск: ТГТУ, 2011. 82 с.
- Буланов И.М., Воробей В.В. Технология ракетных и аэрокосмических конструкций из композиционных материалов. М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 1998. 516 с.
- Голубев И.С., Самарин А.В. Проектирование конструкций летательных аппаратов. М.: Машиностроение, 1991. 512 с.
- Naslain Roger R. SiC-matrix composites: Nonbrittle ceramics for thermo-structural application. *International Journal of Applied Ceramic Technology*. 2005;2(2):75–84. <https://doi.org/10.1111/j.1744-7402.2005.02009.x>
- Lewis D.A., Hogan M.T., McMahon J., Kinney S. Application of uncooled ceramic matrix composite power turbine blades for performance improvement of advanced turbo-shaft engines. In: *Proceedings of the 64th American Helicopter Society International Annual Forum* (Montreal, QC, Canada, April 29 – May 1, 2008). Vol. 2. P. 961–966.
- DiCarlo J.A., Yun H.M., Morscher G.N., Bhatt R.T. SiC/SiC composites for 1200 °C and above. In: *Handbook of ceramic composites*. Boston: Kluwer Academic Publishers, 2005. P. 77–98. https://doi.org/10.1007/0-387-23986-3_4
- DiCarlo J.A., Yun H.M., Morscher G.N., Bhatt R.T. Advanced SiC/SiC ceramic composites for air-breathing and rocket propulsion engine components. In: *Proceedings of JANNAF Conference* (Charleston, SC, June 15, 2005). P. 5–22.
- DiCarlo J.A., Yun H.M., Bhatt R.T., Easler T. Advanced SiC/SiC ceramic composites for hot-section aerospace components. In: *Proceedings of National Space & Missile Materials Symposium* (Summerlin, NV, June 27 – July 1, 2005). P. 77–82.
- Brentnall W.D., Van Roode M., Norton P.F., Gates S., Rice J.L., Jimenez O., Miriyala O. Ceramic gas turbine development at solar turbines incorporated. In: *Ceramic gas turbine design and test experience*. Vol. 1. Eds. M. Van Roode, M.K. Ferber, D.W. Richerson. N.Y.: ASME Press, 2002. P. 155–192.
- Lamoureux F., Bouillon E., Cavalier J.C., Spriet P., Habarou G. An improved long life duration CMC for jet aircraft engine applications. In: *High temperature ceramic matrix composites*. Eds. W. Krenkel, R. Naslain, H. Schneider. Weinheim: Wiley-VCH, 2001. P. 783–788. <https://doi.org/10.1002/3527605622.ch119>
- Dongming Zhu. Aerospace ceramic materials: Thermal, environmental barrier coatings and SiC/SiC ceramic matrix composites for turbine engine applications. *Materials Science*. 2018;219884.
- Narottam P. Bansal, Jacques Lamon. Ceramic matrix composites: Materials, modeling and technology. New Jersey: The American Ceramic Society, 2015. 695 p.
- Афанасов И.М., Лазорьяк Б.И. Высокотемпературные керамические волокна. М.: МГУ им. М.В. Ломоносова, 2010. 51 с.
- Berger M.H. Fine ceramic fibers: from microstructure to high temperature mechanical behavior. *Ceramic Transactions*. 2003;153:3–26. <https://doi.org/10.1002/9781118406892.ch1>
- Schönfeld K. Interaction of fiber matrix bonding in SiC/SiC ceramic matrix composites. *Journal of the European Ceramic Society*. 2019;39(13):3557–3565. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2019.05.025>
- Christin F. Design, fabrication and application of C/C, C/SiC and SiC/SiC composites. In: *High temperature ceramic matrix composites*. Eds. W. Krenkel, R. Naslain, H. Schneider. Weinheim: Wiley-VCH, 2001. P. 729–743. <https://doi.org/10.1002/3527605622.ch112>
- Пакшвер А.Б., Мельников Б.Н., Усенко В.А., Соловьев А.Н., Кукин Г.Н. Свойства и особенности переработки химических волокон. Под ред. А.Б. Пакшвера. М.: Химия, 1975. 495 с.

20. Фротшер Г. Химия и физическая химия текстильных вспомогательных материалов. Т. 2. М.: Гизлегпром, 1958. 200 с.
21. Степанова Т.Ю. Эмульсирование как способ модификации свойств поверхности текстильных волокон. Иваново: ИГХТУ, 2011. 118 с.
22. Arabov J., G'ofurov Q., Rajapov O. The effect of emulsification of chemical fiber on the properties of yarn. *Textile Journal of Uzbekistan*. 2020;9(1):9.
23. Воронков М.Г., Макарская В.М. Аппретирование текстильных материалов. Новосибирск: Наука, 1978. 78 с.
24. Филинковская Е.Ф., Серебрякова З.Г. Текстильно-вспомогательные вещества в производстве химических волокон. М.: Химия, 1970. 265 с.
25. Назарова М.В. Теоретические основы процессов подготовительных операций ткацкого производства. Волгоград: ВолгГТУ, 2015. 188 с.

Сведения об авторах



Information about the Authors

Дарья Васильевна Цыцаркина – инженер-технолог, АО «Композит»

ORCID: 0009-0001-5867-4513

E-mail: tsytsarkinadv@inbox.ru

Павел Анатольевич Тимофеев – к.т.н., начальник отдела керамоматричных композиционных материалов, АО «Композит»

ORCID: 0000-0001-7448-8086

E-mail: 02421@kompozit-mv.ru

Darya V. Tsytsarkina – Process Engineer, JSC “Kompozit”

ORCID: 0009-0001-5867-4513

E-mail: tsytsarkinadv@inbox.ru

Pavel A. Timofeev – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Department of Ceramic-matrix composite materials, JSC “Kompozit”

ORCID: 0000-0001-7448-8086

E-mail: 02421@kompozit-mv.ru

Вклад авторов



Contribution of the Authors

Д. В. Цыцаркина – определение цели работы, приготовление образцов, проведение экспериментов, написание статьи.

П. А. Тимофеев – научное руководство, участие в обсуждении результатов.

D. V. Tsytsarkina – defined the research objectives, prepared samples, conducted experiments, and authored the article.

P. A. Timofeev – provided scientific guidance and participated in the discussion of the results.

Статья поступила 24.11.2023 г.
Доработана 03.06.2024 г.
Принята к публикации 05.06.2024 г.

Received 24.11.2023
Revised 03.06.2024
Accepted 05.06.2024