

А. С. ФИАЛКОВ, Б. Н. СМЕРНОВ, Н. В. БОНДАРЕНКО,
О. Ф. КУЧИНСКАЯ, В. А. МИХАЙЛОВА

**ИССЛЕДОВАНИЕ С ПОМОЩЬЮ СКАНИРУЮЩЕГО ЭЛЕКТРОННОГО
МИКРОСКОПА СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ
ПРИ ТЕРМООБРАБОТКЕ КАРБЕНИЗИРОВАННОГО ВОЛОКНА**

(Представлено академиком А. Н. Фрумкинм 1 IV 1971)

Ранее (^{1, 2}) отмечалось, что при нагревании выше 2500—2600° углеродного волокна, полученного путем карбенизации гидратцеллюлозного волокна, происходит процесс гетерогенной графитации в основном по схеме, испарение — конденсация части углеродных атомов на поверхности. Этим, по-видимому, обуславливается снижение прочности углеродного волокна после достижения температуры термической обработки 2600°. Исследования, проведенные с помощью светового и просвечивающего электронного микроскопов, а также микродифракции, показали, образование на поверхности волокон отложений, представляющих собой графитовые частицы. Необходимость специальной подготовки объектов и особенности исследования в просвечивающем электронном микроскопе создают трудности в исследовании мест образования и морфологии отложений. Важная информация здесь может быть получена с помощью сканирующего электронного микроскопа, имеющего ряд преимуществ (³).

В настоящей работе при помощи сканирующего электронного микроскопа исследовались образцы карбенизированных волокон на основе гидратцеллюлозы, обработанные при температурах 2000, 2200, 2400, 2600, 2800 и 3000° в атмосфере аргона. Было установлено, что до температуры 2500° на поверхности, имеющей ребристую конфигурацию, связанную с технологией получения исходного волокна, не наблюдается каких-либо отложений (рис. 1 а). Продукты гетерогенной графитации появляются на поверхности волокна после термообработки при 2600° и наиболее ярко наблюдаются при температуре 2800° в виде двух морфологических разновидностей (рис. 1 б, в, г). Частицы пластинчатой или пирамидальной формы располагаются плоскостью основания параллельно поверхности волокна и, очевидно, могут быть отождествлены с наблюдавшимися ранее в просвечивающем электронном микроскопе (²). Вторая разновидность — частицы сигарообразной формы со следами спирального роста (рис. 1 в, г). Они растут на поверхности волокна как отдельно, так и вместе с пластинчатыми частицами. Эти «сигары», по-видимому, аналогичны наблюдавшимся в работе (⁴) в продуктах высокотемпературной обработки аморфного углерода, полученного электролитическим разложением мартенсита. Ранее (²) такие сигары не наблюдались, вероятно, потому, что разрушались в процессе приготовления объектов. Как показано в (⁴), результатом разрушения сигар в определенных условиях могут быть диски.

Весьма важным обстоятельством, обнаруженным в данной работе, является то, что одновременно с появлением продуктов гетерогенной графитации существенно изменяется структура поверхности волокна (рис. 1 б, в). Поверхность становится шероховатой, и эта шероховатость увеличивается по мере повышения температуры и увеличения количества продуктов гетерогенной графитации. Дефекты, представляющие шероховатость, расположены преимущественно поперек волокна и должны являться одной из наиболее серьезных причин снижения механических его показателей, что

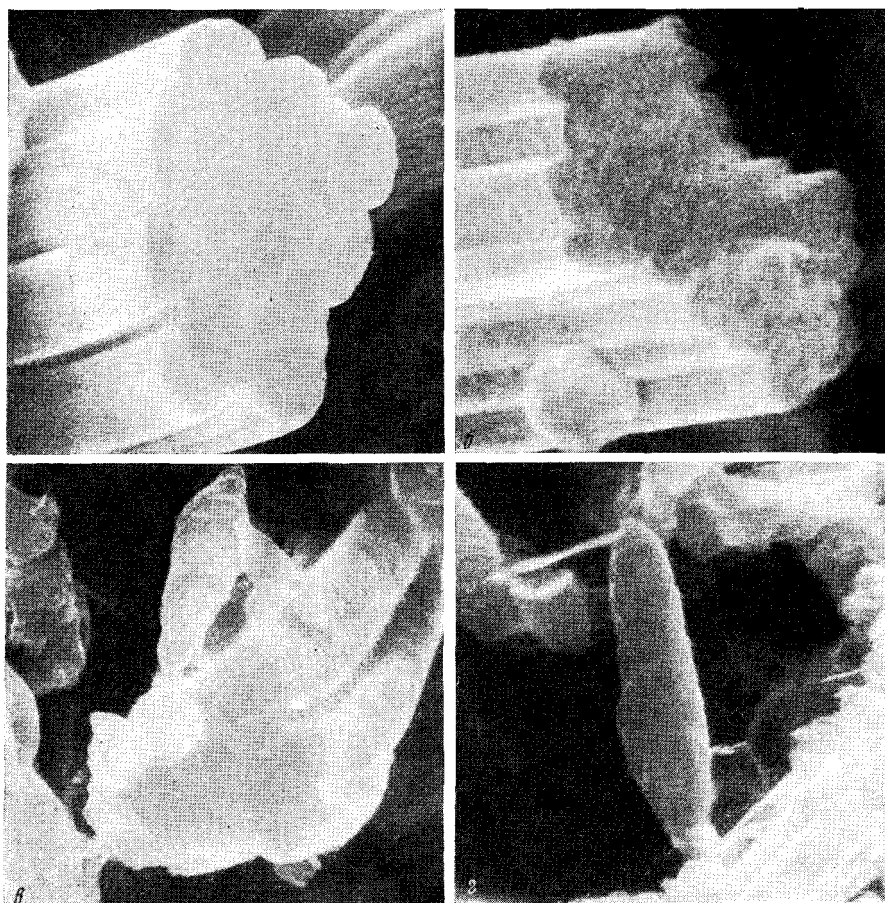


Рис. 1. Волокно, термообработанное при 2400° , $20\,000\times$ (а), при 2800° ; $50\,000\times$ (б), $30\,000\times$ (в, з)

и наблюдалось ранее (¹). О существенных изменениях структуры волокна можно судить по значительным изменениям, наблюдаемым на их поперечных изломах (рис. 1 б). Это наблюдение подтверждает высказывавшиеся ранее (¹, ²) предположения о возникновении графитовой фазы при гетерогенной графитации путем носящего избирательный характер процесса испарения — конденсации атомов углерода. В работе (²) отмечалось совпадение температур появления продуктов гетерогенной графитации и падения прочности образцов. Предполагалось, что гетерогенная графитация связана не только с появлением новых фаз на поверхности основного материала, но и с такими структурными изменениями, которые ведут к разрушению основной массы материала. На основании данных, полученных в настоящей работе, более правильным, по-видимому, будет связывать падение прочности волокна после обработки в области температур гетерогенной графитации с разрушением поверхности, вызванным избирательным испарением атомов углерода.

Одновременно с уменьшением прочности волокна изменение его структуры должно влиять и на физико-химические свойства поверхности.

Поступило
11 IV 1971

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ А. С. Фялков, О. Ф. Кучипская и др., Хим. тверд. топлива, № 6, 191 (1968). ² А. С. Фялков, А. И. Бавер, Б. Н. Смирнов, Химия тверд. топлива, № 6, 95 (1970). ³ Г. В. Спивак, Г. В. Сапарин, М. В. Быков, УФН, 99, 635 (1969). ⁴ J. Gillot, W. Bollman, B. Lux, Carbon, 6, 381 (1968).