

https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-1-87-92 УДК 539.2 Поступила 25.07.2019 Received 25.07.2019

МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ, МАГНИТОРЕЗОНАНСНЫЕ И АНТИСТАТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТКАНИ 07С11-КВ С ПОКРЫТИЕМ ИЗ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

А. Г. АНИСОВИЧ, И. П. АКУЛА, В. Г. ЗАЛЕССКИЙ, М. И. МАРКЕВИЧ, ГНУ «Физико-технический институт НАН Беларуси», г. Минск, Беларусь, ул. Купревича, 10. E-mail: anna-anisovich@yandex.ru, В. Ф. СТЕЛЬМАХ, УО «Белорусский государственный университет», г. Минск, Беларусь, пр. Независимости, 4, Н. М. ЧЕКАН, ГНУ «Физико-технический институт НАН Беларуси», г. Минск, Беларуь,

ул. Купревича, 10

Проведено исследование смесовой ткани 07С11-КВ (производитель – ОАО «Моготекс») с покрытием из стали 12Х18Н10Т, полученным методом импульсного катодно-дугового осаждения в вакууме (3,5·10⁻³ Па). Показано, что оптическая микроскопия имеет ряд преимуществ при исследовании морфологии поверхности таких объектов по сравнению с растровой электронной микроскопией. Наиболее контрастное изображение формируется при использовании освещения по методу темного поля. Обнаружено, что при нанесении покрытия формируется капельная фаза, размеры капель варьируются от 2 до 10 мкм. Установлено, что спектр электронного паромагнитного резонанса (ЭПР) ткани с покрытием имеет ассиметричную спектральную линию шириной 101 мГл, что свидетельствует о высокой концентрации магниторезонансных центров и значительном резонансном поглощении энергии СВЧ-поля. Резонансное поглощение при низких значениях магнитных полей определяется кластерами железа, никеля, хрома, титана и другими при слабом нерезонансном поглощении. Удельное поверхностное сопротивление ткани (сторона 1/сторона 2) составляет 3,3·10⁵ и 5,6·10⁵ Ом соответственно.

Ключевые слова. Смесовая ткань, антистатическое покрытие, микроскопия, резонансное поглощение СВЧ, поверхностное сопротивление.

Для цитирования. Анисович, А. Г. Морфология поверхности, магниторезонансные и антистатические свойства ткани 07С11-КВ с покрытием из нержавеющей стали / А. Г. Анисович, И. П. Акула, В. Г. Залесский, М. И. Маркевич, В. Ф. Стельмах, Н. М. Чекан//Литье и металлургия. 2020. № 1. С. 87–92. https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-1-87-92.

SURFACE MORPHOLOGY, MAGNETIC RESONANT AND ANTISTATIC PROPERTIES OF 07C11-KB FABRIC COATED WITH STAINLESS STEEL

A. G. ANISOVICH, I. P. AKULA, V. G. ZALESSKIY, M. I. MARKEVICH, State Scientific Institution «Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus», Minsk, Belarus, 10, Kuprevicha str. E-mail: anna-anisovich@yandex.ru,

V. F. STELMAKH, Belarusian State University, Minsk, Belarus, 4, Nezavisimosty ave., N. M. CHEKAN, Physical-Technical Institute of the National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, Belarus, 10, Kuprevicha str.

A study of the mixed 07C11-KB fabric (produced by Mogotex) with a coating of steel 12X18H10T, obtained by the method of pulsed cathode arc deposition in a vacuum of $3.5 \cdot 10^{-3}$ Pa, was conducted. It is shown that optical microscopy has a number of advantages in studying the surface morphology of such objects as compared to scanning electron microscopy. The most contrast image is formed using dark-field illumination. When coating is applied, a droplet phase is formed, the droplet sizes vary from 2 to 10 microns. By the method of electron paramagnetic resonance, it has been established that the spectrum of coated fabric has an asymmetrical spectral line with a width of 101 μ T, which indicates a high concentration of magnetic resonance centers and a significant resonant absorption of microwave energy. Resonant absorption at low magnetic fields is determined by clusters of iron, nickel, chromium, titanium, etc., with weak nonresonant absorption. The specific surface resistance of the fabric (side 1 / side 2) is $3.3 \cdot 10^5$ ohm and $5.6 \cdot 10^5$ ohm, respectively.

Keywords. Mixed fabric, antistatic coating, microscopy, resonant absorption of microwave, surface resistance.

For citation. Anisovich A. G., Akula I. P., Zalesskiy V. G., Markevich M. I., Stelmakh V. F., Chekan N. M. Surface morphology, magnetic resonant and antistatic properties of 07S11-KV- fabric coated with stainless steel. Foundry production and metallurgy, 2020, no. 1, pp. 87–92. https://doi.org/10.21122/1683-6065-2020-1-87-92.

Введение

Проблема обеспечения электрической безопасности на любом предприятии является актуальной. Значительные по величине заряды могут возникать непосредственно на поверхности приборов. Такие заряды бывают подвижными, если они накапливаются на проводящих элементах конструкции, или неподвижными, когда они образуются на изолированных деталях. Собственно наличие и накопление заряда на любом изделии, как правило, не ведет к его повреждению или изменению характеристик до тех пор, пока через это изделие не пройдет электростатический разряд, возникающий при соединении тел с различными электростатическими потенциалами. В момент, когда тот или иной вывод прибора касается проводящего тела, происходит импульсный разряд, который может полностью или частично повредить прибор [1]. Характер воздействия разряда на полупроводниковые изделия в производственных условиях зависит от ряда случайных факторов: емкости, величины накопленного заряда, сопротивления человека, величины переходных сопротивлений в цепи разряда и др.

В связи с миниатюризацией элементов микросхем требования к контролю электростатики ужесточаются. В стандартах ESD защиты указывается, что при работе современных электронных устройств недопустимой является даже напряженность менее 100 В/см. Такие же требования выдвигают при производстве лекарственных средств и точной медицинской техники [1].

Тканые материалы в настоящее время получают все большее применение в различных отраслях промышленности. Производство и потребление текстиля, и в частности химических волокон, в мире с каждым годом растет. Перспективными являются технологии производства волокон нового поколения со специальными функциями; высокопродуктивные технологии получения волокнистых материалов; технологии изготовления полимерных нановолокон. Склонность химических волокон к электростатическому загрязнению ухудшает их эксплуатационные свойства [2–4]. В настоящее время на рынке появилось много самых разнообразных текстильных изделий, реагирующих на изменения окружающей среды и сводящих к минимуму ее вредные воздействия. Ткань, обладающая электропроводностью и антистатическими свойствами, предназначена для изготовления как пыленепроницаемой одежды, так и для защиты от электромагнитного излучения некоторых диапазонов. Работы по разработке и использованию таких тканей и материалов для военных целей и космоса активно развиваются. По уровню разработок впереди идут США и Япония. Интенсивные исследования проводятся в Китае, Южной Корее, Тайване. По производству синтетических волокон первое место в мире занимает Китай [5].

Назначение текстиля определяет, какие модифицирующие компоненты используются для придания текстилю тех или иных свойств. В настоящее время используют текстиль с защитным покрытием толщиной до 15 мкм, полученным способом вакуумного напыления.

В связи с этим создание и производство волокнистых материалов и покрытий с заданными свойствами, которые необходимы в конкретной сфере применения, являются актуальными.

Цель работы – исследование морфологии поверхности, определение магниторезонансных и антистатических свойств ткани 07С11-КВ (производитель ОАО «Моготекс») с покрытием из стали 12Х18Н10Т.

Материалы и методики эксперимента. Покрытия наносили на ткань методом импульсного катодно-дугового осаждения в вакууме 3,5·10⁻³ Па. Предварительно перед формированием покрытий поверхность тканей обрабатывали высокоэнергетическими ионами аргона для удаления органических загрязнений в течение 30 мин при следующих параметрах: давление аргона в вакуумной камере порядка 3,2·10⁻² Па, ускоряющее напряжение – 2000 В, ионный ток – 20–40 мА, частота следования импульсов – 2,5 Гц. Покрытие осаждали в вакууме с использованием источника стационарной металлической плазмы, работающего в режиме сепарации. Процесс проводили путем чередования периодов работы источника плазмы (1 мин) и паузы для охлаждения ткани (1 мин).

Исследование морфологии поверхности волокна проводили с использованием металлографического комплекса на основе инвертированного микроскопа МИ-1 в отраженном свете при увеличениях от 2 до 1000 крат с освещением по методу светлого и темного поля [8]. Выбор оптического микроскопа для изучения волокна связан с тем, что в растровом электронном микроскопе образец за 2–3 с накапливает статический электрический заряд, что делает невозможным визуализацию поверхности.

АЦ<u>ТЬЕ И МЕТАЛАЧРГИА</u> 1, 2020

Исследование морфологии поверхности ткани после нанесения покрытия было проведено на сканирующем электронном микроскопе MIRA 3 LMH, оснащенном катодом Шоттки высокой яркости в качестве источника электронов (разрешение (In-Beam SE) – 1 нм при 30 кВ, 2 нм при 3 кВ, разрешение (SE типа ET) – 1,2 нм при 30 кВ, 2,5 нм при 3 кВ, разрешение в режиме низкого вакуума (LVSTD) – 1,5 нм при 30 кВ и 3 нм при 3 кВ, увеличение – от 4 до 1 000 000, ускоряющее напряжение – от 200 до 30 кВ). Элементный состав определяли с помощью системы энергодисперсионного микроанализа AZtec для сканирующей электронной микроскопии и представляет собой программно-аппаратный комплекс с модульным программным обеспечением.

Исследования магнитного резонанса проводили на специализированном малогабаритном анализаторе ЭМР «Минск 22» при комнатной температуре. Рабочая длина волны – 3 см. Максимальное значение индукции магнитного поля – 450 мТл, частота модуляции – 30 кГц. Для калибровки интенсивности сигналов объектов исследования использовали образец из монокристалла рубина (Al₂O₃:Cr³⁺). В процессе измерений дополнительный контроль стабильности работы спектрометра осуществляли путем измерения калибровочного материала двухвалентного марганца (MgO:Mn²⁺) [6, 7].

Измерение удельного поверхностного сопротивления проводили в текстильной лаборатории отдела технического контроля предприятия «Моготекс» по стандарту СТБ ИСО/МЭК 17025-2007 (ISO/IEC 17025:2005).

Обсуждение результатов. Поверхность ткани в исходном состоянии показана на рис. 1. Светлопольное освещение не дает полностью контрастного изображения как поверхности, так и отдельных филаментов волокна (рис. 1, *a*–*в*). Использование темнопольного освещения (рис. 1, *z*–*e*) позволяет визуализировать



Рис. 1. Структура тканого материала в исходном состоянии: *a*-*b* – светлопольное освещение; *c*-*e* – темнопольное освещение

90/ FOUNDRY PRODUCTION AND METALLURGY



Рис. 2. Структура тканого материала после нанесения покрытия: *а*-*в* - светлопольное освещение; *г* - дифференциально-интерференционный контраст

как общую морфологию поверхности, так и отдельное волокно. Принцип формирования изображения при использовании темного поля предполагает освещение объекта полым конусом света; при этом только наклонные участки объекта являются освещенными. Поверхность объекта в данном случае практически не имеет горизонтальных участков, поэтому в темном поле «светится» каждое волокно (рис. 1, r, d). На рис. 1, r, d показано полотняное переплетение ткани, которое придает ей прочность и повышенную жесткость. При использовании увеличения 1000 можно выделить отдельную плоскость нити (рис. 1, е), поверхность которой лежит в плоскости изображения и является неосвещенной.

Поверхность ткани с покрытием из нержавеющей стали представлена на рис. 2, а. Сформированное покрытие позволяет наблюдать морфологию волокон уже при увеличении 500 крат (рис. 2, б); отдельные филаменты ткани имеют видимую толщину 5-20 мкм. Из Рис. 3. Волокна ткани после нанесения покрытия; РЭМрис. 2, в следует, что при нанесении покрытия формиру-



изображение

ется капельная фаза. Капли различаются по размерам, которые варьируются от 2 до 10 мкм. Толщина капель невелика; использование метода ДИК позволяет оценить ее величиной менее 100 нм (рис. 2, г). Цветовой контраст на рисунке связан с тем, что волокно расположено наклонно относительно плоскости изображения.



Рис. 4. Спектр ЭПР ткани с покрытием

После нанесения покрытия поверхность является проводящей, поэтому возможно получить изображение ткани с использованием растровой электронной микроскопии (рис. 3). Волокна ткани не являются круглыми в сечении, поперечный размер составляет порядка 20 мкм.

Элементный состав материала определен в трех точках (рис. 3). В таблице приведен элементный состав волокна с покрытием (точки 2 и 3), а также посторонней примеси (точка 1). В покрытии присутствуют все элементы, входящие в состав стали.

| Элемент | Состав, мас.% | | |
|---------|---------------|----------|----------|
| | спектр 1 | спектр 2 | спектр 3 |
| С | 27,41 | 25,58 | 33,73 |
| 0 | 41,17 | 30,43 | 34,43 |
| Na | 0,42 | | |
| Mg | 1,12 | | |
| Al | 5,29 | | |
| Si | 18,89 | | 0,17 |
| K | 1,38 | | |
| Ca | 1,56 | | |
| Ti | 0,25 | 0,51 | 0,25 |
| Cr | 0,48 | 7,84 | 5,91 |
| Mn | 0,14 | 0,85 | 0,66 |
| Fe | 1,74 | 30,06 | 21,65 |
| Ni | 0,15 | 4,20 | 2,92 |
| Cu | | 0,53 | 0,29 |

Химический состав в точках на поверхности ткани (рис. 3) после нанесения покрытия

На рис. 4 показан спектр ЭПР ткани 07С11-КВ с нанесенным покрытием. На спектре фиксируется широкая, ассиметричная спектральная линия шириной 101 мТл, что свидетельствует о высокой концентрации магниторезонансных центров и значительном резонансном поглощении энергии СВЧ-поля. Резонансное поглощение при низких значениях магнитных полей определяется кластерами железа, никеля, хрома, титана и другими при слабом нерезонансном поглощении.

Результат измерения удельного поверхностного сопротивления на ткани (сторона 1/сторона 2) составляет 3,3·10⁵ и 5,6·10⁵ Ом соответственно.

Выводы

Исследована морфология поверхности ткани 07С11-КВ (ОАО «Моготекс») с нанесенными покрытиями из стали 12Х18Н10Т. Показано, что при нанесении покрытий на данный материал присутствует ка92/ FOUNDAY PRODUCTION AND METALLURGY

пельная фаза (максимальный размер капель достигает 10 мкм). Методом ЭПР установлено, что спектр ткани с покрытием из стали имеет широкую, ассиметричную спектральную линию шириной 101 мТл, что свидетельствует о высокой концентрации магниторезонансных центров и значительном резонансном поглощении энергии СВЧ-поля, что определяется в основном кластерами железа, никеля при слабом нерезонансном поглощении. Удельное поверхностное сопротивление на ткани (сторона 1/сторона 2) составляет 3,3·10⁵ и 5,6·10⁵ Ом соответственно, что удовлетворяет большинству потребительских требований.

ЛИТЕРАТУРА

1. Горлов М. И., Емельянов А. В., Плебанович В. И. Электростатические заряды в электронике. Минск: Беларуская навука, 2006, 295 с.

2. Бондарчук М. М. Подходы к классификации технического текстиля // Проблемы современной науки и образования. 2015. № 11 (41). С. 95–99.

3. Борзунов И. Г., Бадалов К. И., Гончаров В. Г., Дугинова Т. А., Шилова Н. И. Прядение хлопка и химических волокон (изготовление ровницы, суровой меланжевой пряжи, крученых нитей и ниточных изделий):учебн. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Легпромбытиздат, 1986. 392 с.

4. Кондратенко А. Н., Голубкова Т. А. Полимерные композиционные материалы в изделиях зарубежной ракетно-космической техники (обзор) // Конструкции из композиционных материалов. 2009. № 2. С. 24–34.

5. Гришанова И. А., Мигачева О. С. Состояние мирового и отечественного рынков синтетических волокон, нитей, нетканых материалов и его перспективы // Вестн. технолог. ун-та. 2015. Т. 18. № 9. С. 10–15.

6. Адашкевич С. В., Стельмах В. Ф., Бакаев А. Г., Гордиенко А. И. и др. Магниторезонансная диагностика радиопоглощающих композиционных материалов // Полимерные материалы и технологии. 2015. Т. 1. № 1. С. 71–75.

7. Пат. № U19325 РБ. Способ измерения поглощения излучения СВЧ / С. В. Адашкевич, В. Ф. Стельмах, М. И. Маркевич, А. М. Чапланов, 2015.

8. Анисович А. Г. Искусство металлографии: использование методов оптического контрастирования // Весці НАН Беларусі. Сер. фіз.-тэхн. навук. 2016. № 1. С. 36–42.

REFERENCES

1. Gorlov M. I., Emel'janov A. V., Plebanovich V. I. *Jelektrostaticheskie zarjady v jelektronike* [Electrostatic charges in electronics]. Minsk, Belaruskaja navuka Publ., 2006, 295 p.

2. Bondarchuk M. M. Podhody k klassifikacii tehnicheskogo tekstilja [Approaches to the classification of technical textiles]. *Problemy sovremennoj nauki i obrazovanija = Problems of modern science and education*, 2015, no. 11 (41), pp. 95–99.

3. Borzunov I. G., Badalov K. I., Goncharov V. G., Duginova T. A., Shilova N. I. Moscow, Legprombytizdat Publ., 1986. 392 p.

4. Kondratenko A. N., Golubkova T. A. Polimernye kompozicionnye materialy v izdelijah zarubezhnoj raketno-kosmicheskoj tehniki (obzor) [Polymer composite materials in products of foreign rocket and space technology (review)]. *Konstrukcii iz kompozicionnyh materialov = Composite Materials*, 2009, no. 2, pp. 24–34.

5. Grishanova I. A., Migacheva O. S. Sostojanie mirovogo i otechestvennogo rynkov sinteticheskih volokon, nitej, netkanyh materialov i ego perspektivy [State of the world and domestic markets of synthetic fibers, yarns, nonwoven materials and its prospects]. *Vestnik tehnologicheskogo universiteta = Bulletin of the University of Technology*, 2015, vol. 18, no. 9, pp. 10–15.

6. Adashkevich S. V., Stel'mah V. F., Bakaev A. G., Gordienko A. I. et al. Magnitorezonansnaja diagnostika radiopogloshhajushhih kompozicionnyh materialov [Magnetic resonance diagnostics of radar absorbing composite materials.]. *Polimernye materialy i tehnologii = Polymer materials and technologies*, 2015, vol. 1, no. 1, pp. 71–75.

7. Adashkevich S. V., Stel'mah V. F., Markevich M. I., Chaplanov A. M. Sposob izmerenija pogloshhenija izluchenija SVCh [The method of measuring the absorption of microwave radiation]. Patent RB, no. U 19325, 2015.

8. Anisovich A. G. Iskusstvo metallografii: ispol'zovanie metodov opticheskogo kontrastirovanija [The art of metallography: the use of optical contrast methods.]. *Vesci NAN Belarusi. Ser. fiz.-tehn. navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Phyzical-technical series*, 2016, no. 1, pp. 36–42.