

УДК 531.7 : 621.763

Рево С. Л.¹, д.ф.-м.н., проф.,
Мельниченко М. М.¹, к.ф.-м.н., с.н.с.,
Авраменко Т. Г.¹, к.ф.-м.н.,
Іваненко К. О.¹, к.ф.-м.н.,
Андрущенко В. О.¹, пров. інж.

Мікротвердість компактованого термічно розширеного графіту

¹ Київський національний університет
імені Тараса Шевченка, 03680, м. Київ,
пр-т. Глушкова 4д,
e-mail: revo@univ.kiev.ua

S. L. Revo¹, Dr. Sc,
M. M. Melnichenko¹, PhD
T. G. Avramenko¹, PhD,
K. O. Ivanenko¹, PhD,
V.O. Andruschenko¹, Chief Eng.

Microhardness of compacted thermally expanded graphite

¹ Taras Shevchenko National University of Kyiv,
03680, Kyiv, Glushkova st., 4d,
e-mail: revo@univ.kiev.ua

Використовуючи метод неперервного мікроіндентування з різним навантаженням на індентор, було вивчено мікротвердість компактованих зразків термічно розширеного графіту (ТРГ) різної дисперсності. Аналіз отриманих результатів показав, що зі збільшенням середнього розміру поперечного перерізу частинок ТРГ від 40 до 120 мкм збільшується і мікротвердість досліджуваних зразків. Було також проведено аналіз впливу дисперсності та морфології частинок ТРГ на розподіл мікротвердості на поверхні компактованих зразків ТРГ. Запропонований метод дослідження та аналізу мікротвердості на поверхні компактованих зразків ТРГ дає можливість не лише характеризувати мікромеханічні властивості досліджуваного матеріалу, а й оптимізувати технологічні режими одержання зразків.

Ключові слова: мікромеханічні властивості, графіт, мікротвердість, термо-розширений графіт.

Using the method of continuous microindentation with different loading on the indenter, the microhardness of compacted thermo-expanded graphite (TEG) samples of different dispersion was studied. The analysis of the obtained results showed that, with an increase in the average cross-sectional area of TEG particles from 40 to 120 microns, the microhardness of the samples under investigation also increases. An analysis of the influence of the dispersion and morphology of the TEG particles on the distribution of microhardness on the surface of the compacted samples of TEG was also carried out. The microhardness indicatrix for the samples of the original TEG shows that when the radial displacement from the center of the sample, the microhardness of the material decreases. So in the central part of the discoid sample the values of microhardness lie in the range from 0,04 to 0,025 GPa. In the next concentric region, the microhardness decreases by 30% and gains a value of (0.028 ... 0.014) GPa. When the dispersion of TEG particles changes, the distribution of microhardness also changes. The microhardness indicatrix for a compacted Tg sample with an average particle size of 180 μm shows that the microhardness value at the center of the sample ranges from 0.065 to 0.15 GPa. As you approach the edge of the sample, the microhardness of the material decreases from 0.15 to 0.054 GPa. The study of TEG with an average particle size of 50 μm showed that the indentation in the center and in the middle region of the sample gives an isotropic distribution of microhardness values. The microhardness values coincide in the central and middle regions of the sample and correspond to ≈ 0.1 GPa. The proposed method of research and analysis of microhardness on the surface of compacted specimens of TEG gives an opportunity not only to characterize the micromechanical properties of the investigated material but also to optimize the technological regimes for obtaining samples.

Key Words: micromechanical properties, graphite, microhardness, thermo-expanded graphite.

Статтю представив д.ф.-м.н., проф. Жук Я.О.

В сучасному матеріалознавстві активно і всебічно вивчаються вуглецеві матеріали з нанорозмірною структурою. Одним з перспективних представників нановуглецевих матеріалів є термічно розширений графіт (ТРГ). Цей матеріал зберігає ряд фізико-хімічних властивостей графіту і завдяки розгалуженій наноструктурній морфології частинок проявляє гарну здатність до компактування при пресуванні [1]. Це дозволяє використовувати ТРГ не лише для виготовлення високоефективних ущільнювачів, вузлів тертя, вогнезахисних покриттів, ізоляційних матеріалів тощо, а й у якості сировини для отримання інших нанорозмірних форм вуглецю, наповнювача нанокомпозиційних матеріалів, адсорбенту органічних сполук, альтернативного прекурсор для отримання суперконденсаторів та ін. [2,3].

Сучасні стандартні методи механічних випробувань (на розтяг, стиснення, згин) не завжди допомагають повністю характеризувати механічні властивості нових матеріалів, що пов'язано з малим розміром зразків, а також їх недостатньою пластичністю при кімнатній температурі. Як правило, для визначення фізико-механічних властивостей крихких та малопластичних матеріалів широко використовуються різні методи індентування [4].

Використовуючи метод неперервного мікроіндентування в даній роботі було проаналізовано особливості впливу дисперсності та морфології частинок ТРГ на поверхневий розподіл мікротвердості компактованих зразків.

Зразки і методи вимірів

Вихідний порошок ТРГ отримували шляхом швидкого нагрівання окисленого графіту в печі циклонного типу. Насипна вага ТРГ складала $0,015 \text{ г/см}^3$, питома площа поверхні - $50 \text{ м}^2/\text{г}$.

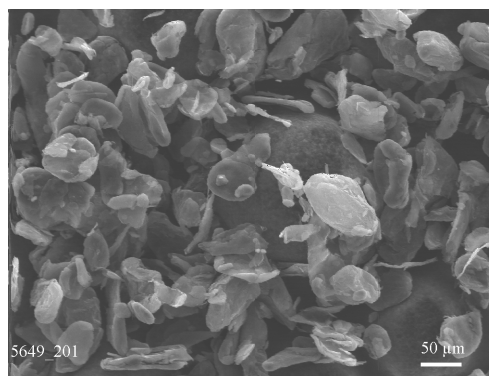
Механічне подрібнення частинок ТРГ проводили у спеціальному дезінтеграторі вертикального типу. Порошок подрібнювали впродовж 30 хв., після чого ТРГ сепарували на фракції 50-260 мкм. Із кожної порошкової фракції ТРГ були компактовані дископодібні зразки, діаметр яких складав 20 мм, товщина - 2 мм. Компактування порошку здійснювали в циліндричній прес-формі під тиском 30 МПа.

Морфологію та мікроструктуру порошків ТРГ вивчали за допомогою скануючого електронного мікроскопа. Мікротвердість досліджуваних матеріалів вимірювали при кімнатній температурі приладом Мікрон-Гамма, який дозволяє визначати мікромеханічні характеристики

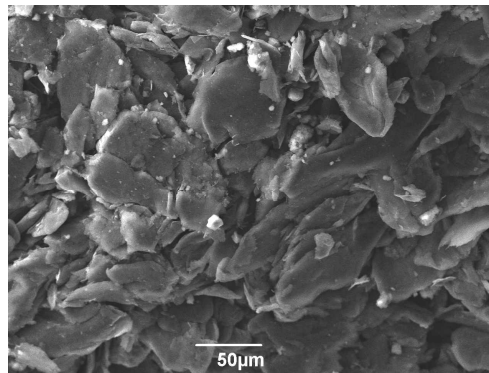
матеріалів методами неперервного вдавлювання індентора, сканування індентором (склерометрія), металографії та топографії. В роботі було проаналізовано і узагальнено отримані результати мікроіндентування компактованих зразків ТРГ при навантаженні від 20 г до 80 г за схемою «навантаження-розвантаження» індентора (без витримки між циклами). Кожний з уколів індентора визначався як середнє значення із 15 послідовних занурень індентора з кроком 50 мкм.

Результати та їхнє обговорення

Попередні експериментальні дослідження структури ТРГ [1] показали, що частинки вихідного порошку складаються із сукупності графітових пластин, товщина яких змінюється від



а



б

Рис. 1 СЕМ зображення порошку ТРГ з середнім розміром частинок 50 мкм (а) та компактованого порошку ТРГ з середнім розміром частинок перпендикулярно напрямку пресування зразків (б).

одиниць до сотень нанометрів, а відстань між ними - від 10 нм до 10 мкм. Форма частинок з середнім розміром поперечного перерізу $\sim 50 \text{ мкм}$ наближається до дископодібної (Рис.1а). При компактуванні за рахунок структурних особливостей ТРГ спостерігається тенденція до розшарування та орієнтації частинок перпендикулярно до напрямку пресування (Рис.1б).

Використовуючи метод неперервного наноіндентування з різним навантаженням на індентор, було оцінено мікротвердість компактованих зразків ТРГ різної дисперсності. Залежності середнього значення мікротвердості по методу Мейєрса від навантаження для вихідного та зразків диспергованого ТРГ наведено на рис. 2. Аналіз отриманих результатів показав, що із збільшенням середнього розміру поперечного перерізу частинок ТРГ від 50 до

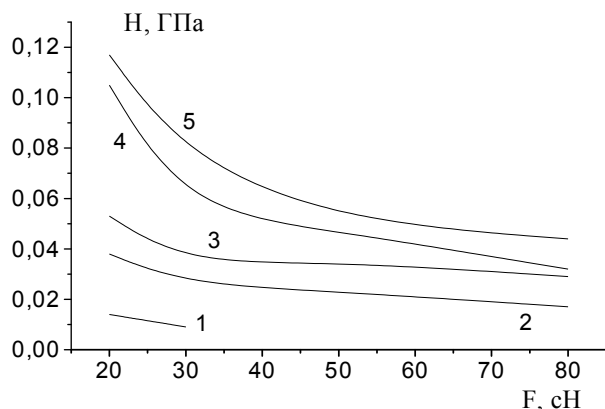


Рис. 2. Залежність мікротвердості компактованих зразків від навантаження на індентор: для вихідного ТРГ(1) та з середнім розміром поперечного перерізу частинок ТРГ 50 мкм(2), 80 мкм(3), 120 мкм(4), 180 мкм(5)

180 мкм залежності $H(F)$ зміщуються в область більших значень мікротвердості. Розраховані значення модуля Юнга досліджуваних зразків, показали, що максимальні значення модуля Юнга (1 ГПа) мають зразки компактованого ТРГ із середнім розміром частинок ТРГ = 180 мкм.

Було також проведено аналіз розподілу мікротвердості при сталому навантаженні на поверхні компактованих зразків ТРГ. Поверхню кожного зразка умовно розділяли на 3 рівні частини і проводили вимірювання в межах концентричних кіл з відповідними радіусами $1/4R$, $1/2R$ та $3/4R$, де R – радіус зразка. При переміщенні індентора за годинниковою стрілкою фіксували зміну кутової координати (азимуту) та визначали мікротвердість зразків. На рисунках 5, 6, 7 наведено індикатиси мікротвердості для зразків вихідного ТРГ та з середнім розміром частинок ТРГ 180 мкм та 50 мкм. Розподіл мікротвердості для вихідного ТРГ (рис. 5) показує, що при радіальному переміщенні від центра зразка мікротвердість матеріалу зменшується. Так в центральній частині дископодібного зразка значення мікротвердості лежать в межах від 0,04 до 0,025 ГПа. В наступній

концентричній області мікротвердість зменшується на 30 % і набуває значення (0,028...0,014) ГПа (лінія б на рис. 5). Близьче до

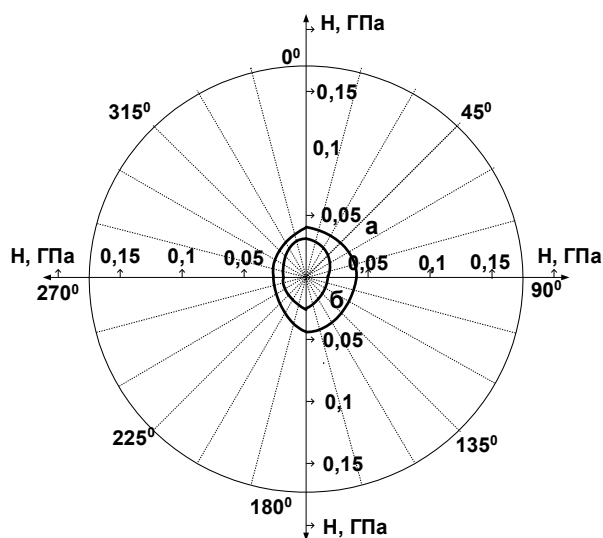


Рис. 5. Розподіл мікротвердості на поверхні компактованого зразка вихідного ТРГ. Контур «а» - вимірювання в центрі зразка, «б» - вимірювання по «середній лінії зразка»

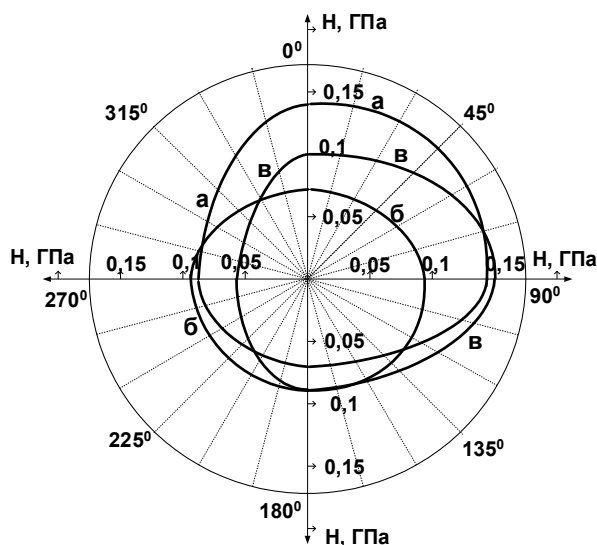


Рис. 6. Розподіл мікротвердості на поверхні компактованого зразка ТРГ з середнім розміром частинок 180 мкм. Контур «а» - вимірювання в центрі зразка, «б» - вимірювання по «середній лінії зразка», «в» - вимірювання по краю зразка

країв досліджуємий зразок дуже крихкий і при незначній механічній взаємодії індентора з поверхнею окремі її ділянки розшаровуються, що створює труднощі при визначенні глибини

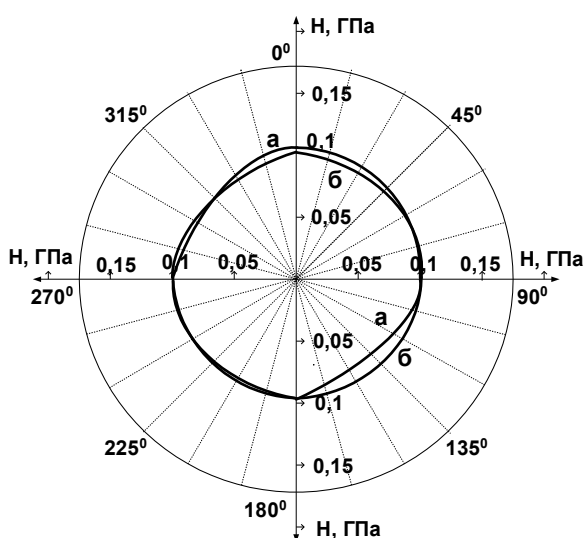


Рис. 7. Розподіл мікротвердості на поверхні компактованого зразка ТРГ з середнім розміром частинок 50 мкм. Контур «а» - вимірювання в центрі зразка, «б» - вимірювання по «середній лінії зразка».

занурення індентора та вимірюванні мікротвердості матеріалу. При зміні дисперсності частинок ТРГ, картина розподілу мікротвердості також змінюється. Індикатриса мікротвердості для компактованого зразка ТРГ з середнім

розміром частинок 180 мкм наведена на рис 6. В центрі зразка значення мікротвердості змінюється в межах від 0,065 до 0,15 ГПа. При цьому в деяких секторах величина мікротвердості майже в 6 разів перевищує відповідні значення мікротвердості отримані для вихідного ТРГ. З наближенням до краю зразка мікротвердість матеріалу зменшується від 0,15 до 0,054 ГПа.

При дослідженні компактованого зразка ТРГ з середнім розміром частинок 50 мкм, індентування в центрі та по «середній лінії зразка» дає ізотропний розподіл значень мікротвердості контур «а» та «б» (рис. 7). При цьому значення мікротвердості співпадають для центральної і середньої концентричних областей зразка і дорівнюють $\approx 0,1$ ГПа. Відсутність контуру «в» на рис. 7 обумовлена труднощами визначення мікротвердості зразка ближче до краю через крихкість матеріалу.

Таким чином запропонований підхід аналізу мікротвердості дає можливість не лише характеризувати мікромеханічні властивості досліджуваного матеріалу, а й оптимізувати технологічні режими одержання зразків. Так більші значення твердості в середині компактованих зразків ТРГ можуть забезпечувати кращу конструктивну міцність деталей в цілому.

Список використаних джерел

1. Семенцов Ю.І. Терморозширений графіт / І.Ю. Семенцов, С.Л. Рево, К.О. Іваненко // За редакцією акад. НАН України Картеля М.Т. – Київ: ТОВ «НВП Інтерсервіс». – 2016. – с. 241.
2. Avramenko T.G. Structure and sorption characteristics of nanoporous carbon materials / T.G. Avramenko, N.V. Khutoryanskaya, O.V. Mikhalyuk et al. // Surf Eng Appl Elect. – 2016. – vol. 52. – N. 4. – p. 313-318.
3. Revo S.L. Electrode Material for Supercapacitors Based on Nanostructured Carbon / S. L. Revo, I. M. Budzulyak, B. I. Rachiy, and M. M. Kuzishin // Surf Eng Appl Elect. – 2013. – vol. 49. – N. 1. – p. 68-72.
4. Miyoshi K. Surface characterization techniques: an overview / K. Miyoshi // NASA/TM – 2002-211497, Glenn Research Center of NASA. – 2002. – p.45.

References

1. SEMENTSOV YU.I., REVO S.L., IVANENKO K.O. (2016) *Thermally exfoliated graphite*. Kyiv: Interservis.
2. AVRAMENKO T.G., KHUTO-
RYANSKAYA N.V., MIKHALYUK O.V. et al. (2016) Structure and sorption characteristics of nanoporous carbon materials. *Surf Eng Appl Elect.* 52(4). p. 313-318.
3. REVO S.L, BUDZULYAK I.M., RACHIY B.I., and KUZISHIN M.M. (2013) Electrode Material for Supercapacitors Based on Nanostructured Carbon. *Surf Eng Appl Elect.* 49(1). p. 68-72.
4. MIYOSHI K. (2002) Surface characterization techniques: an overview. *NASA/TM 2002-211497, Glenn Research Center of NASA.* p.45.

Надійшла до редколегії 20.09.17