

# ИССЛЕДОВАНИЕ МЕЖФАЗНОЙ АДГЕЗИИ ЭПОКСИДНОЙ МАТРИЦЫ И ЛУБЯНОГО ВОЛОКНА КРАПИВЫ ИСПЫТАНИЕМ НА ФРАГМЕНТАЦИЮ ОДИНОЧНОГО ВОЛОКНА

Д.В. Чашилов<sup>1,2</sup>, З.Г. Сакошев<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт проблем химико-энергетических технологий» Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН), г. Бийск

<sup>2</sup> Бийский технологический институт (филиал) федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова», г. Бийск

Для полимерных композиционных материалов (ПКМ) с армирующим наполнителем из растительных волокон одним из актуальных вопросов является обеспечение надёжной межфазной связи волокно-матрица. Предметом экспериментального исследования явились образцы микропластика из элементарных волокон стебля крапивы (*Urtica dioica* L.) и эпоксидной матрицы. Цель исследования – оценка межфазной связи образцов микропластика на основе элементарного волокна стебля крапивы и эпоксидного связующего. В экспериментальных исследованиях использованы методы микромеханических испытаний и оптической микроскопии. Из стеблей крапивы ранневесеннего сбора выделены элементарные волокна длиной до 70 мм. Для получения микропластика использовано связующее на основе эпоксидиановой смолы ЭД-20 и ангидридного отвердителя ХТ-152Б. Приготовлены образцы микропластика с одиночными элементарными волокнами. Проведены микромеханические испытания на фрагментацию одиночного волокна. Волокна испытаны на растяжение на испытательной разрывной машине со скоростью движения траверсы 5 мм/мин. Ширина поперечных сечений волокон переменна по длине и составляет от 5 до 30 мкм, соотношение размеров (ширина-толщина) достигает 1:1,5. Вытягивание волокна при разрушении образца микропластика сравнительно невелико и достигает 135 мкм, что соответствует от 8 до 10 величин поперечного размера сечения волокна вместе его вытягивания. Минимальная длина фрагментов составляет 165 мкм. Прочность межфазной адгезии волокно-матрица может быть оценена на уровне 1,38 МПа. Характер разрывов волокон свидетельствует о хрупком механизме его разрушения. Подтверждено, что межфазная связь волокно-матрица в изученных образцах ПКМ объясняется механизмом механической блокировки. Результаты экспериментального исследования могут быть применены для создания ПКМ на основе натуральных волокон и эпоксидной матрицы.

*Ключевые слова:* микропластик, армирующий наполнитель, элементарное волокно, стебель крапивы, эпоксидиановая смола ЭД-20, ангидридный отвердитель ХТ-152Б, межфазная связь волокно-матрица, микромеханические испытания, оптическая микроскопия, экспериментальное исследование

## ВВЕДЕНИЕ

В последнее время активно поднимается вопрос востребованности «зелёной» экономики. В соответствии с её принципами при получении материалов предпочтение должно отдаваться возобновляемому сырью. Одним направлением является развитие полимерных композиционных материалов (ПКМ), армированных натуральными растительными волокнами [1].

Крапива является широко распространённым в умеренном поясе Северного полушария дикорастущим травянистым растением. Наиболее известны два основных вида – многолетняя крапива двудомная (*Urtica dioica* L.), и однолетняя крапива жгучая (*Urtica urens* L.). Существует также гималайская крапива и рами, как отдельные рода семейства крапивных. Крапива обычно является одним из видов местного сырья, хотя есть и попытки её культивирования, как технического растения.

Крапива является лубяной культурой, также как лён или конопля. Лубяной слой – это особый вид ткани стебля растений, состоящий из пучков волокон. Волокна, в том виде, как они выделяются из стеблей растений, называются техническими волокнами. Длина технических волокон может достигать 1,8 метра [2]. В пучке технические волокна соединены между собой и с соседними тканями растения, преимущественно, пектинами. Сами же технические волокна состоят из элементарных волокон.

Элементарные волокна представляют собой наименьшую неделимую форму растительных волокон и представляют собой особую форму клеток. Сами клетки могут быть одно- или многоядерными. Длина элементарных волокон может составлять от нескольких миллиметров до нескольких сантиметров. Элементарные волокна имеют заострённые концы и обладают внутренним каналом – просветом, или люменом [3].

И технические, и элементарные волокна являются лубяными волокнами. Лубяные волокна имеют

сравнительно однородное строение и высокую механическую прочность. Их используют в качестве армирующих наполнителей различных ПКМ [4].

Помимо элементарных и технических волокон, выделяемой из лубяной части технических растений, могут быть получены и другие виды волокон [5]. Из клеточной стенки практически любых морфологических частей любого растения могут быть выделены целлюлозные микрофибриллы [6], а при более глубокой обработке – и целлюлозные нановолокна.

Известно, что основным силовым компонентом лубяных волокон также является целлюлоза, являющаяся гидрофильной. Поэтому при создании ПКМ часто возникает проблема образования надёжного сопряжения гидрофильного армирующего наполнителя, преимущественно целлюлозного, и гидрофобной матрицы. Улучшение межфазной связи может быть реализовано физическим или химическим или комбинированным воздействием [7].

Одним из наиболее важных вопросов использования ПКМ является обеспечение надёжной передачи нагрузок от армирующего наполнителя к матрице и обратно [8]. При действии различных видов внешних нагрузок внутри образца ПКМ происходит многократная передача усилий от матрицы к волокнам армирующего наполнителя и обратно. При этом, условно говоря, самым «слабым» местом всей системы ПКМ может являться любой из её компонентов – сама матрица, армирующий наполнитель и межфазный слой волокно-матрица.

Свойства основных полимерных матриц для ПКМ хорошо известны, как термопластичных, так и термореактивных, на полиэфирной и на эпоксидной основах. ПКМ на основе эпоксидных смол активно используются для создания различных изделий [9]. Также известны основные характеристики растительных волокон, как армирующего наполнителя ПКМ [10].

Определённым «белым пятном» в изучаемой системе являются характеристики прочности межфазного слоя армирующих волокон и полимерной матрицы. Межфазный слой волокно-матрица представляет собой участок поверхности матрицы, непосредственно примыкающий к поверхности волокна армирующего наполнителя. В этом слое могут несколько отличаться от свойств основной толщи матрицы такие свойства, как например, плотность, прочность и ряд других. В связи с этим актуально определение величин прочности межфазного слоя волокно-матрица.

Для исследования прочности межфазного слоя используют методы образцов ПКМ испытаний посредством микромеханики, наномеханики и спектроскопии. В частности, используют такие микромеханические методы [11], как испытание на фрагментацию одиночного волокна, метод

микрокапли, метод вытягивания волокна, испытание на микросвязь [12]. Одним из вариантов является метод вытягивания нитей армирующего наполнителя из петли [13]. Из методов наномеханики для оценки межфазной связывающей способности используют метод наноиндентирования. Из спектроскопии применяют, например, метод инфракрасной спектроскопии с преобразованием Фурье, спектроскопию ядерного магнитного резонанса, рентгеновскую фотоэлектронную спектроскопию [8].

Метод испытания на фрагментацию одиночного волокна был разработан около тридцати лет назад [14]. Однако и до сего времени его техника продолжает совершенствоваться [15, 16] и состоит на вооружении экспериментаторов. Также до сих пор активно применяется этот метод разными исследователями для изучения межфазной прочности волокно-матрица для различных образцов ПКМ [17, 18]. В частности, исследуют поведение в эпоксидных матрицах углеродных армирующих наполнителей – нановолокон и нанотрубок, лубяных волокон – конопляных [19] или льняных [20], синтетических полиимидных волокон [21] и других. Оценивают также этим методом возможность использования нанокристаллов целлюлозы [22], минеральных наночастиц [23] в качестве компатилизаторов (улучшителей совместимости) различных волокон.

Обеспечение надлежащей прочности межфазной связи может быть реализовано смачиванием материалом матрицы поверхности волокон. Также должно быть обеспечено надлежащее сцепление между межфазным слоем и поверхностью волокна, а также достаточная сдвиговая прочность по условной границе между межфазным слоем и основной толщей матрицы.

Цель настоящего исследования состояла в оценке межфазной адгезии образцов микропластика на основе элементарных натуральных волокон, полученных из стеблей крапивы, и эпоксидной матрицы. Задачами исследования явились:

- приготовление опытных образцов микропластика на основе эпоксидной матрицы и элементарных волокон крапивы;
- тестирование опытных образцов микропластика на фрагментацию одиночного волокна при испытании на растяжение;
- микроскопическое исследование деформации волокна армирующего наполнителя и оценка межфазной адгезии волокно-матрица.

## ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

### Материалы и методы

Для исследования использовали элементарные волокна луба крапивы двудомной (*Urtica dioica* L.), выделение которых было детально описано в одной из прежних публикаций [24]. Кратко, для понимания сути, будет пояснено здесь – волокна выделяли из

перезимовавших под снегом дикорастущих стеблей крапивы. Технические волокна выделяли посредством механического реттинга [10]. Далее, вручную, из технических волокон, при помощи пинцета, выделяли элементарные волокна луба крапивы. Каждое волокно извлекали из различных стеблей растений. Морфология выделенных волокон была детально исследована и результаты представлены в предыдущей публикации [24].

Для получения образцов микропластика использовали эпоксидное связующее [9], которое готовили из эпоксидиановой смолы ЭД-20 и ангидридного отвердителя ХТ-152Б, взятых в соотношении 100:85. Компоненты вручную смешивали в керамическом стакане деревянной палочкой при комнатной температуре.

Далее связующее выливали в специальные формы из фторопласта. Формы были выполнены в виде двусторонних лопаток и предназначены для подготовки образцов при испытании на растяжение. Формы со связующим вакуумировали, для удаления пузырьков воздуха. Далее, в течение нескольких часов оставляли формы при комнатной температуре, для первичной желатинизации связующего.

Затем подготовленные элементарные волокна крапивы помещали на поверхность связующего в форме. Эти волокна выделяли из сырья непосредственно перед использованием. Дополнительная сушка волокон не проводилась. Волокна слегка притапливали, для погружения в толщу связующего на небольшую глубину, но так, чтобы волокно не выступало над поверхностью связующего. Каждый из образцов микропластика маркировали этикеткой, также закладываемой в толщу связующего. Некоторые из образцов микропластика приготовили без армирующего наполнителя, для проведения параллельных контрольных испытаний.

Затем образцы микропластика отверждали в сушильном шкафу в два этапа. Вначале выдерживали полчаса при температуре 95<sup>0</sup>С, а затем – в течение двух часов при температуре 120<sup>0</sup>С. Охлаждение проводили на воздухе. После охлаждения до температуры 50<sup>0</sup>С выполняли распрессовку форм и извлекали образцы микропластика. Всего приготовили по три образца микропластика с одиночным волокном и без волокон, как армирующего наполнителя. После отверждения образцы микропластика исследовали под микроскопом для оценки качества и отсутствия выхода волокна на поверхность образца.

Затем проводили испытания на фрагментацию одиночного волокна в образцах микропластика. Для подготовки образцов к испытанию проводили шлифовку лишь концов образцов («лопаток»), для обеспечения надёжного удержания образцов захватами разрывной машины. Среднюю часть

механически не обрабатывали, чтобы сохранить высокую чистоту поверхности и возможность визуального наблюдения волокон под микроскопом.

Перед испытанием на растяжение образцы микропластика выдерживались при постоянной температуре и влажности воздуха в течение одних суток. После этого образцы испытывали на растяжение. Использовали универсальную испытательную разрывную машину Р-0,5 (Россия, ООО «РСЦИМ», г. Нефтекамск), с комплектом клиновых зажимов для испытаний на растяжение. Испытания проводили при сниженной до 5 мм/мин скорости траверсы, до разрушения образцов. Фиксировали максимальную деформацию образцов перед разрушением двумя способами – по датчику перемещения траверсы и контрольным способом – по времени от начала перемещения до разрушения образца.

Далее образцы микропластика исследовали методом оптической микроскопии в проходящем свете и в отражённом свете при различных увеличениях. Определяли длину вытягивания волокна армирующего наполнителя из матрицы в месте разрыва образца. Также идентифицировали места разрыва волокна и определяли длины фрагментированных участков волокна.

#### Результаты и их обсуждение

Исследуемые волокна крапивы были аналогичны ранее изученным [24]. Длина подготовленных волокон достигала 70 мм, что позволяло расположить эти волокна в утонённой части образца микропластика для испытаний.

После отверждения связующего образцов исследовали положение волокон в толще матрицы. Установили, что волокно располагается на различной глубине от поверхности образца. Однако глубина варьируется сравнительно незначительно и требует минимальной подстройки микроскопа, для фокусировки видимого в окуляр изображения.

Также выяснилось, что по длине волокно слегка закручено по винтовой линии. Очевидно, такое обстоятельство обусловлено релаксацией остаточных напряжений, созданных при выделении волокна и проявившихся при отверждении образца микропластика. Однако это не помешало проведению исследований. Ранее было высказано предположение [24], что основной механизм межфазной связи волокно-матрица в исследуемых образцах микропластика из элементарного волокна крапивы и эпоксидной матрицы – это механическая блокировка. Закручивание волокна вокруг своей оси также способствует такой блокировке.

Также, удалось отследить поперечный профиль по длине волокна. Ширина волокна по его длине – переменна, от 5 до 30 мкм, что подтверждается другими исследованиями [25]. В некоторой степени, варьирование видимой ширины обусловлено

поворотом волокна, а ранее было отмечено, что волокно имеет многогранную форму и соотношение сторон поперечного сечения примерно как 1:1,5 [24]. Другая причина варьирования ширины - переменное по длине сечение волокна. Как было выше упомянуто, элементарные растительные волокна имеют заострения по концам. Также известно, что их поперечная толщина зависит от положения волокна в ткани растения и других окружающих волокон [26].

Размеры волокна в месте разрыва были оценены как 20 x 30 мкм (толщина x ширина в поперечном сечении). Эти размеры были определены косвенно, по варьированию видимой ширины волокна в образце микропластика из-за поворота волокна вокруг своей оси. Непосредственно поперечное сечение под микроскопом не исследовалось.

Длина вытягивания волокна от плоскости разрыва образца микропластика составила  $135 \pm 25$  мкм. Это соответствует примерно от 8 до 10 толщин волокна. Это значительно больше, чем ранее полученная и описанная [24] деформация. Несоответствие может быть объяснено различными видами механического нагружения образцов (растяжение и изгиб, в настоящем исследовании и в предшествующем, соответственно). Также была и различная скорость деформации – в настоящих исследованиях скорость деформации была искусственно занижена, для достижения возможно ббльших по величине деформаций образца перед разрушением, как рекомендуется [8], в прежних условиях режим нагружения был близок к ударному.

По длине волокно было фрагментировано, как минимум, на несколько десятков элементов. При этом, промежуток между фрагментами была очень небольшой, до нескольких микрометров, вплоть до примыкания фрагментов друг к другу. В некоторых случаях, видимо, происходило смещение самого волокна перед окончательным его разрывом. Места разрывов волокон имеют ступенчатую или зубчатую форму, плоскость разрыва – косая.

Наименьшая выявленная длина фрагментов разорванного одиночного волокна составила  $165 \pm 20$  мкм. Места разрывов, очевидно, соответствуют нулевым значениям напряжений в волокне, при нагружении образца. Центральная часть фрагмента испытывает максимальные напряжения. Закон изменения напряжения по длине фрагмента – треугольный. Наибольшие напряжения растяжения, созданные в испытанных образцах микропластика перед разрушением, составляют 18,2 МПа. За расчётный размер волокна была принята величина 25 мкм. Соответственно была определена величина предельных касательных напряжений на поверхности волокна и матрицы, составившая  $1,38 \pm 0,15$  МПа. Полученные результаты не противоречат известным из литературы [26, 27].

Исследование образцов после испытаний проводилось после снятия нагрузки и, соответственно, после снятия упругой деформации. То есть могли проявляться только остаточные деформации. К сожалению, доля остаточных деформаций как для матрицы, так и для волокон армирующего наполнителя неизвестны, однако это может явиться одной из тем для последующих исследований. Предварительно, оценка уровня остаточных деформаций эпоксидной матрицы в испытанном режиме показала, что они имеют околонулевую величину.

Нужно отметить, что созданные условия испытаний (вид связующего, условия отверждения и скорость нагружения) позволили создать достаточно большую деформацию образцов. В частности, деформация образцов перед разрывом достигала от 3 до 9 мм при базовой длине порядка 100 мм. То есть относительная деформация образца микропластика составляла от 0,03 до 0,09 долей единицы, или от 3 до 9%.

Для элементарных волокон крапивы известно, что относительное удлинение их при разрыве составляет от 1,7 до 1,9 %, т.е., в любом случае, не превышает двух процентов [25]. Созданная при растяжении деформация образцов микропластика обеспечивала одинаковость деформации для матрицы и волокна армирующего наполнителя и привела к множественным разрывам волокна.

Однако места разрывов волокна наблюдались явственно в толще образцов микропластика, наряду с множественными микротрещинами в толще самой матрицы. Стоит обратить внимание, что места расположения микротрещин в матрице и места разрывов волокна наполнителя не совпадали. Это может быть обусловлено как варьированием величины внутренних напряжений из-за непостоянного поперечного сечения волокна, так и наличием микроповреждений самого волокна, полученных при росте и извлечении волокна [2].

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Вытягивание наполнителя при разрушении образца микропластика невелико и достигает 135 мкм, что составляет от 8 до 10 величин поперечного размера сечения волокна. Характеры разрывов волокна свидетельствуют о хрупком механизме его разрушения. Подтверждено, что межфазная связь волокно-матрица в изученных образцах, вероятнее всего, соответствует механизму механической блокировки.

Величина предельных касательных напряжений для межфазной связи элементарного волокна стебля крапивы ранневесеннего сбора и эпоксидной матрицы оценена на уровне 1,38 МПа. Такая прочность межфазной связи позволит обеспечить эффективную передачу силовых нагрузок.

Результаты настоящего исследования могут быть применены для создания полимерных композиционных материалов на основе армирующего наполнителя из растительных волокон.

Работа выполнена при использовании оборудования Бийского регионального центра коллективного пользования СО РАН (ИПХЭТ СО РАН, г. Бийск).

#### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Роговина, С.З. Композиционные материалы на основе синтетических полимеров, армированные волокнами природного происхождения [Текст] / С.З. Роговина, Э.В. Прут, А.А. Берлин // Высокомолекулярные соединения. Серия А. – 2019. – Т.61. – №4. С.291-315. DOI: 10.1134/S0965545X19040084
2. Hughes, M. Defects in natural fibres: their origin, characteristics and implications for natural fibre-reinforced composites. *Journal of Materials Science*, V.47, PP. 599–609 (2012). DOI: 10.1007/s10853-011-6025-3
3. Lev-Yadun, S. Plant fibres: initiation, growth, model plants, and open questions [Текст] / S. Lev-Yadun // Физиология растений. – 2010. Т.57. – №3. С.323-333. DOI: 10.1134/S1021443710030015
4. Charlet K., Jernot J.P., Eve S., Gomina M., Bréard J., Multi-scale morphological characterisation of flax: From the stem to the fibrils, *Carbohydrate Polymers*, 2010. V.82, № 1, pp. 54-61. DOI: 10.1016/j.carbpol.2010.04.022.
5. Keijsers E.R.P., Yilmaz G., Van Dam J.E.G. The cellulose resource matrix. *Carbohydrate Polymers*, 2013. V. 93. №1, pp. 9-21. DOI: 10.1016/j.carbpol.2012.08.110
6. Болотова, К.С. Морфологические особенности фибриллярной структуры растительной и бактериальной целлюлозы [Текст] / К.С. Болотова, Д.Г. Чухчин, Л.В. Майер, А.А. Гурьянова // Известия вузов. Лесной журнал. – 2016. – №6. – С. 153-165. DOI: 10.17238/issn0536-1036.2016.6.153
7. Amiandamhen S. O., Meincken, M., Tyhoda L. Natural fibre modification and its influence on fibre-matrix interfacial properties in biocomposites materials. *Fibers and polymers*. – 2020. – V.21. – №4. pp. 677-689. DOI: 10.1007/s12221-020-9362-5
8. Zhou Y., Fan M., Chen L. Interface and bonding mechanisms of plant fibre composites: an overview. *Composites. Part B*. – 2016. - V.101. pp. 31-45. DOI: 10.1016/j.compositesb.2016.06.055.
9. Chaudhary, V., Ahmad, F. A review on plant fiber reinforced thermoset polymers for structural and frictional composites, *Polymer Testing*. – 2020. V. 91, 106792. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2020.106792
10. Madhu P., Sanjay M. R., Sentharamaikannan P., Pradeep S., Saravanakumar S.S. & Yogesha B. A review on synthesis and characterization of commercially available natural fibers: Part-I, *Journal of Natural Fibers*. – 2019. – V.16. №8. – PP. 1132-1144. DOI: 10.1080/15440478.2018.1453433
11. Lau, K.-T., Hung, P.Y., Zhu, M.H., Hui, D. Properties of natural fibre composites for structural engineering applications *Composites Part B. Engineering*, 2018. V. 136. PP 222-233 DOI 10.1016/j.compositesb.2017.10.038
12. Graupner N., Röbber, J., Ziegmann, G., Müssig, J. Fibre/matrix adhesion of cellulose fibres in PLA, PP and MAPP: A critical review of pull-out test, microbond test and single fibre fragmentation test results, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, V.63, 2014, PP. 133-148. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.04.011>.
13. Блазнов, А.Н. Методы исследования процессов межфазного взаимодействия [Текст] / А.Н. Блазнов, Н.Н. Ходакова, Т.К. Углова // Стекло и керамика, 2019, № 1. С. 37-42.
14. Curtin, W.A. Exact theory of fibre fragmentation in a single-filament composite. *J Mater Sci* 26, 5239–5253 (1991). DOI: 10.1007/BF01143218
15. Koyanagi J., Ogihara S., Nakatani H., Okabe T. & Yoneyama S. (2014) Mechanical properties of fiber/matrix interface in polymer matrix composites, *Advanced Composite Materials*, 23:5-6, 551-570, DOI: 10.1080/09243046.2014.915125

16. Sørensen, B.F. Micromechanical model of the single fiber fragmentation test, *Mechanics of Materials*, V.104, 2017, PP. 38-48, <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2016.10.002>.

17. Johnson A.C., Hayes S.A., Jones F.R. The role of matrix cracks and fibre/matrix debonding on the stress transfer between fibre and matrix in a single fibre fragmentation test, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, V.43, N1, 2012, PP 65-72, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.09.005>.

18. Guo F., Yan Y., Hong Y., Tian Z. & Li Y. (2020) A three-phase model of the single-fiber composite fragmentation test to evaluate viscoelasticity, stress distribution and interface fracture toughness, *Composite Interfaces*, 27:2, 191-213. DOI: 10.1080/09276440.2019.1608758

19. Guillebaud-Bonnafous, C., Vasconcellos, D., Touchard, F., Chocinski-Arnault L. Experimental and numerical investigation of the interface between epoxy matrix and hemp yarn, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, V.43, N11, 2012, PP 2046-2058, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.07.015>.

20. Seghini, MC, Tirillo, J., Bracciale, MP, Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., Zuurro, A., Lavecchia, R., Sarasini, F. Surface Modification of Flax Yarns by Enzymatic Treatment and Their Interfacial Adhesion with Thermoset Matrices *Applied Sciences*, 2020, V.10, N8, 2910. DOI: 10.3390/app10082910

21. Lin F., Du X., Li W., Jiang J., Chen N., Interfacial properties of high failure strain polyimide fiber/epoxy composites analyzed by a modified single fiber fragmentation test, *Applied Surface Science*, V.513, 2020, 145869. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.145869>.

22. Haque, E., Shariatnia, S., Jeong, T.J. et al. Scalable coating methods for enhancing glass fiber–epoxy interactions with cellulose nanocrystals. *Cellulose* (2021). <https://doi.org/10.1007/s10570-021-03829-3>

23. Sbardella F., Lilli M., Seghini M.C., Bavasso I., Touchard F., Chocinski-Arnault L., Rivilla I., Tirillò J., Sarasini F., Interface tailoring between flax yarns and epoxy matrix by ZnO nanorods, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, V.140, 2021, 106156, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.106156>.

24. Чашилов, Д.В. Исследование межфазного слоя реттированных лубяных натуральных волокон крапивы и эпоксидной матрицы в полимерном композиционном материале [Текст] / Д.В. Чашилов, Н.В. Бычин // Южно-Сибирский научный вестник. 2021. № 1 (35). С. 77-84. DOI: 10.25699/SSSB.2020.35.1.008

25. Pokhriyal M., Prasad L., Raturi H.P. An experimental investigation on mechanical and tribological properties of Himalayan nettle fiber composite, *Journal of Natural Fibers*, 2018. V.15. №5, pp.752-761, DOI: 10.1080/15440478.2017.1364202

26. Büyükkaya K.; Guler B.; Koru M. Investigation of the Thermal and Mechanical Properties of Organic Waste Reinforced Polyester Composites. *Iranian Journal of Science and Technology-Transactions of Civil Engineering*. 2020. DOI: 10.1007/s40996-020-00517-3.26

27. Prasad L., Kumain A., Patel R.V., Yadav A., Winczek J. Physical and Mechanical Behavior of Hemp and Nettle Fiber-Reinforced Polyester Resin-based Hybrid Composites, *Journal of Natural Fibers*, (2020). DOI: 10.1080/15440478.2020.1821284

Чашилов Дмитрий Викторович – к.т.н., ведущий инженер лаборатории материаловедения минерального сырья ФГБУН ИПХЭТ СО РАН, тел.(3854)305906, e-mail:labmineral@mail.ru; доцент кафедры машин и аппаратов химических и пищевых производств Бийского технологического института (филиала) ФГБОУ ВО АлтГТУ, p.m. (3854)435299, e-mail: mazhay@bti.secna.ru.

Сакошев Захар Германович – м.н.с. лаборатории материаловедения минерального сырья ИПХЭТ СО РАН, тел.(3854)305906, e-mail:labmineral@mail.ru.

# INVESTIGATION OF INTERPHASE ADHESION OF EPOXY MATRIX AND BAST FIBER NETTLE BY SINGLE FIBER FRAGMENTATION TEST

D.V. Chashchilov<sup>1,2</sup>, Z.G. Sakoshev

<sup>1</sup> Federal State Budgetary Institution "Institute for Problems of Chemical and Energy Technologies" of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (IPCET SB RAS), Biysk

<sup>2</sup> Biysk Technological Institute (branch) of the Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education "Altai State Technical University named after I.I. Polzunov", Biysk

Abstract – For natural fibers reinforcing polymer composite (NFRPs), one of the topical issues is to ensure a reliable fiber-matrix interfacial bond. The subject of the experimental study was samples of microplastics from elementary fibers of the stalk of nettle (*Urtica dioica* L.) and an epoxy matrix. The aim of the study is to assess fiber-matrix interface of microplastic samples based on elementary nettle stem fiber and an epoxy binder. The experimental studies used the methods of micromechanical testing and optical microscopy. Elementary fibers up to 70 mm in length were isolated from the stalks of early spring nettle. To obtain microplastics, a binder based on ED-20 epoxy resin and HT-152B anhydride hardener was used. Samples of microplastics with single elementary fibers were prepared. Micromechanical tests for fragmentation of a single fiber have been carried out. The fibers were tensile tested on a tensile testing machine at a crosshead speed of 5 mm / min. The width of the cross-sections of the fibers is variable along the length and ranges from 5 to 30 microns, the size ratio (width-thickness) reaches 1:1.5. Fiber elongation during destruction of a microplastic sample is relatively small and reaches 135 μm, which corresponds to 8 to 10 times the cross-sectional dimension of the fiber along with its elongation. The minimum fragment length is 165 μm. The interfacial adhesion fiber-matrix strength can be estimated at 1.38 MPa. The nature of the fiber breaks testifies to the fragile mechanism of its destruction. It was confirmed that the fiber-matrix interface in the studied NFRPs samples is explained by the mechanism of mechanical blocking. The results of the experimental study can be used to create a NFRPs based on natural fibers and an epoxy matrix.

Index terms: microplastic, reinforcing filler, elementary fiber, nettle stalk, ED-20 epoxy resin, HT-152B anhydride hardener, fiber-matrix interface, micromechanical tests, optical microscopy, experimental research

## REFERENCES

1. Rogovina, S. Z., Prut, E. V., Berlin A. A. Composite Materials Based on Synthetic Polymers Reinforced with Natural Fibers. *Polymer Science. Series A.* - 2019. - Vol. 61. - no. 4. p. 417-438. DOI: 10.1134/S0965545X19040084
2. Hughes, M. Defects in natural fibres: their origin, characteristics and implications for natural fibre-reinforced composites. *Journal of Materials Science*, V.47, PP. 599–609 (2012). DOI: 10.1007/s10853-011-6025-3
3. Lev-Yadun, S. Plant fibers: initiation, growth, model plants, and open questions. *Russian Journal of Plant Physiology.* – 2010. V.57. - №3. C.305-315. DOI: 10.1134/S1021443710030015
4. Charlet K., Jernot J.P., Eve S., Gomina M., Bréard J., Multi-scale morphological characterisation of flax: From the stem to the fibrils, *Carbohydrate Polymers*, 2010. V.82, № 1, pp. 54-61. DOI: 10.1016/j.carbpol.2010.04.022.
5. Keijsers E.R.P., Yilmaz G., Van Dam J.E.G. The cellulose resource matrix. *Carbohydrate Polymers*, 2013. V. 93. №1 , pp. 9-21. DOI: 10.1016/j.carbpol.2012.08.110
6. Bolotova, K. S. Morphological features of the fibrillar structure of plant and bacterial cellulose[Text] / K. S. Bolotova, D. G. Chukhchin, L. V. Mayer, A. A. Guryanova // *Izvestiya vuzov. Forest Journal.* - 2016. - No. 6. - pp. 153-165. DOI: 10.17238/issn0536-1036.2016.6.153
7. Amiandamhen S. O., Meincken, M., Tyhoda L. Natural fibre modification and its influence on fibre-matrix interfacial properties in biocomposites materials. *Fibers and polymers.* – 2020. – V.21. -№4. pp. 677-689. DOI: 10.1007/s12221-020-9362-5
8. Zhou Y., Fan M., Chen L. Interface and bonding mechanisms of plant fibre composites: an overview. *Composites. Part B.* – 2016. - V.101. pp. 31-45. DOI: 10.1016/j.compositesb.2016.06.055.
9. Chaudhary, V., Ahmad, F. A review on plant fiber reinforced thermoset polymers for structural and frictional composites, *Polymer Testing.* – 2020. V. 91, 106792. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2020.106792
10. Madhu P., Sanjay M. R., Sentharamaikannan P., Pradeep S., Saravanakumar S.S. & Yogesha B. A review on synthesis and characterization of commercially available natural fibers: Part-I, *Journal of Natural Fibers.* – 2019. – V.16. №8. – PP. 1132-1144. DOI: 10.1080/15440478.2018.1453433
11. Lau, K.-T., Hung, P.Y., Zhu, M.H., Hui, D. Properties of natural fibre composites for structural engineering applications *Composites Part B. Engineering*, 2018. V. 136. PP 222-233 DOI 10.1016/j.compositesb.2017.10.038
12. Graupner N., Rößler, J., Ziegmann, G., Müssig, J. Fibre/matrix adhesion of cellulose fibres in PLA, PP and MAPP: A critical review of pull-out test, microbond test and single fibre fragmentation test results, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, V.63, 2014, PP. 133-148. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.04.011>.
13. Blaznov, A. N. Methods of studying the processes of interfacial interaction / A. N. Blaznov, N. N. Khodakova, T. K. Uglova // *Glass and Ceramics*, 2019, no. 1. pp. 37-42.
14. Curtin, W.A. Exact theory of fibre fragmentation in a single-filament composite. *J Mater Sci* 26, 5239–5253 (1991). DOI: 10.1007/BF01143218
15. Koyanagi J., Ogihara S., Nakatani H., Okabe T. & Yoneyama S. (2014) Mechanical properties of fiber/matrix interface in polymer matrix composites, *Advanced Composite Materials*, 23:5-6, 551-570, DOI: 10.1080/09243046.2014.915125

16. Sørensen, B.F. Micromechanical model of the single fiber fragmentation test, *Mechanics of Materials*, V.104, 2017, PP. 38-48, <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2016.10.002>.
17. Johnson A.C., Hayes S.A., Jones F.R. The role of matrix cracks and fibre/matrix debonding on the stress transfer between fibre and matrix in a single fibre fragmentation test, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, V.43, N1, 2012, PP 65-72, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2011.09.005>.
18. Guo F., Yan Y., Hong Y., Tian Z. & Li Y. (2020) A three-phase model of the single-fiber composite fragmentation test to evaluate viscoelasticity, stress distribution and interface fracture toughness, *Composite Interfaces*, 27:2, 191-213. DOI: 10.1080/09276440.2019.1608758
19. Guillebaud-Bonnafous, C., Vasconcellos, D., Touchard, F., Chocinski-Arnault L. Experimental and numerical investigation of the interface between epoxy matrix and hemp yarn, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, V.43, N11, 2012, PP 2046-2058, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2012.07.015>.
20. Seghini, MC, Tirillo, J., Bracciale, MP, Touchard, F., Chocinski-Arnault, L., Zuorro, A., Lavecchia, R., Sarasini, F. Surface Modification of Flax Yarns by Enzymatic Treatment and Their Interfacial Adhesion with Thermoset Matrices *Applied Sciences*, 2020, V.10, N8, 2910. DOI: 10.3390/app10082910
21. Lin F., Du X., Li W., Jiang J., Chen N., Interfacial properties of high failure strain polyimide fiber/epoxy composites analyzed by a modified single fiber fragmentation test, *Applied Surface Science*, V.513, 2020, 145869. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.145869>.
22. Haque, E., Shariatnia, S., Jeong, T.J. et al. Scalable coating methods for enhancing glass fiber-epoxy interactions with cellulose nanocrystals. *Cellulose* (2021). <https://doi.org/10.1007/s10570-021-03829-3>
23. Sbardella F., Lilli M., Seghini M.C., Bavasso I., Touchard F., Chocinski-Arnault L., Rivilla I., Tirillò J., Sarasini F., Interface tailoring between flax yarns and epoxy matrix by ZnO nanorods, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, V.140, 2021, 106156, <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.106156>.
24. Chashchilov, D. V. Investigation of the interphase layer of retted bast natural nettle fibers and epoxy matrix in polymer composite material / D. V. Chashchilov, N. V. Bychin // *South Siberian Scientific Bulletin*. 2021. No. 1 (35). pp. 77-84. DOI: 10.25699/SSSB. 2020. 35. 1. 008
25. Pokhriyal M., Prasad L., Raturi H.P. An experimental investigation on mechanical and tribological properties of Himalayan nettle fiber composite, *Journal of Natural Fibers*, 2018. V.15. №5, pp.752-761, DOI: 10.1080/15440478.2017.1364202
26. Büyükkaya K.; Guler B.; Koru M. Investigation of the Thermal and Mechanical Properties of Organic Waste Reinforced Polyester Composites. *Iranian Journal of Science and Technology-Transactions of Civil Engineering*. 2020. DOI: 10.1007/s40996-020-00517-3.26
27. Prasad L., Kumain A., Patel R.V., Yadav A., Winczek J. Physical and Mechanical Behavior of Hemp and Nettle Fiber-Reinforced Polyester Resin-based Hybrid Composites, *Journal of Natural Fibers*, (2020). DOI: 10.1080/15440478.2020.1821284

*Chashchilov Dmitry Viktorovich – Cand. of Technical Science, Leading Engineer, Laboratory of Materials Science of Mineral Raw Materials, IPCET SB RAS, tel. (3854) 305906, e-mail: labmineral@mail.ru; Associate Professor of the Department of Machines and Apparatus for Chemical and Food Production of the Btysk Technological Institute (branch) of AltSTU, w.t. (3854) 435299, e-mail: mazhay@bti.secna.ru.*

*Sakoshev Zakhar Germanovich – Junior Researcher, Laboratory of Materials Science of Mineral Raw Materials, IPCET SB RAS, tel. (3854)305906, e-mail:labmineral@mail.ru.*