

LATVIJAS UNIVERSITĀTE

**MAĢISTRA DARBS**

RĪGA 2010

LATVIJAS UNIVERSITĀTE  
FIZIKAS UN MATEMĀTIKAS FAKULTĀTE  
FIZIKAS NODAĻA

**ĶĪMISKI MODIFICĒTU STIKLA ŠKIEDRAS  
AUDUMU ELEKTRISKĀS ĪPAŠĪBAS**

MAĢISTRA DARBS

Autors: **Līga Pētersone**

Stud.apl.: lp05017

Darba vadītājs: Dr. phys. Andrejs Lūsis

RĪGA 2010

## Anotācija

Stikla šķiedras virsmas fizikālķīmisko īpašību modificēšanas tehnoloģiju izstrāde, lai iegūtu šķiedru materiālu ar jaunām īpašībām. Darbā tiek veikti stikla šķiedras virsmas un tilpuma nanostrukturēšana, kontrolējot sārmošanas procesa parametrus un to ietekmi uz šķiedras porainību. Uz atsārmota auduma tika uznesti metālu (Ni, Cu, Al) pārklājumi ar līdzstrāvas magnetrona uzputināšanas metodi. Metalizētajiem paraugiem tika veikta elektrisko un elektroķīmisko īpašību pārbaude. Stikla šķiedras auduma un metāla pārklājums iegūst elektroķīmiska elektroda funkciju.

Darbā izmantotas poru analīzes metodes, Ramana spektraskopija, optiskais mikroskops, atomspēku mikroskops, diferenciāli termiskā analīze, sorbtometrija, elektroķīmiskā un elektriskā impedance, cikliskās voltamperometrijas metodes.

Atslēgvārdi: stikla šķiedra; izsārmošana; ultraskaņa ; poras; metāla pārklājumi; lapas pretestība; impedance.

## **Abstract**

Glass fiber surface physicochemical properties of modified technologies for fiber materials with new properties. In this work are taken glass fiber surface and volume nanostructuring, controlling leaching process parameters and their effects on fiber porosity. On leached fabric was sputtering metals (Ni, Cu, Al) coatings by magnetron sputtering dc method. . Metallized samples was carried out electrical and electrochemical properties of test. Glass fiber covered with metal obtain electrode electrochemical function.

In this work were used pore analysis, Raman spectroscopy, OM, ASM, differential thermal analysis, sorbtometry, electrochemical and electric impedance, cyclic voltamperometry.

Keywords: glass fiber; leaching; ultrasound; pores; metal coatings; impedance, sheet resist.

## Saturs

Ievads.....	6
1. TEORĒTISKĀ DAĻA .....	7
1.1. Stikla šķiedras un auduma vispārīgs raksturojums.....	7
1.2. Stikla šķiedras ražošanas process .....	8
1.3. Silikāstiklu struktūras .....	10
1.4. Stikla šķiedras sadarbība ar minerālskābju ūdens šķīdumiem.....	11
1.5. Izsārmošanas process, tā kinemātika K-stiklā .....	12
1.6. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> piedevu ietekme uz izsārmošanu .....	14
1.7. Izsārmotās K- šķiedras virsmas salīdzināši attēli .....	15
1.8. Temperatūras ietekme uz poru sarūšanu un lineārām izmaiņām K- šķiedrā un tās izstrādājumiem .....	16
1.9. Ultraskaņa un tās pielietojumi .....	18
1.10. Pārklājumu uznesšana uz stikla šķiedras auduma.....	19
1.11. Elektriskās īpašības. ....	20
1.12. Lapas pretestība .....	20
1.14. Impedance.....	21
2. EKSPERIMENTĀLĀ DAĻA .....	25
2.1. Ultraskaņas ietekme uz stikla šķiedras un stikla šķiedras auduma izsārmošanu.....	25
2.1.1. Procesas stimulēšana ar ultraskaņu. ....	25
2.1.2. Masas zudumi ar un bez ultraskaņas .....	27
2.1.3. Stikla šķiedras auduma ģeometrisku izmēru izmaiņa.....	29
2.1.4. Virsmas morfoloģija. ....	30
2.1.5. Tilpuma poru struktūra .....	32
2.1.6. H <sub>2</sub> O sorpcija-desorpcija.....	34
2.1.7. Ramana spektri .....	35
2.2. Elektrisko un elektroķīmisko īpašību pētījumu modificētam stikla šķiedras audumam ar metāla pārklājumiem. ....	37
2.2.1. Stikla šķiedras ar metālu pārklājumiem raksturošana. ....	38
2.2.2. Impedance.....	41
REZULTĀTU KOPSAVILKUMS .....	46
SECINĀJUMI .....	47
PATEICĪBA .....	48
IZMANTOTĀ LITERATŪRA UN AVOTI .....	49
PIELIKUMS .....	52
1. Pielikums. Konferenču saraksts.....	53
2. Pielikums. Eļļotāja sastāvs. ....	54
3. Pielikums. E, R, D stiklu sastāvs un mehāniskās īpašības. ....	55
4. Pielikums. Putināšanas paraugu datu tabula.....	56

## Ievads

Maģistra darbs ir balstīts uz bakalaura darbā iesāktajiem pētījumiem par A/s „Valmieras Stikla šķiedra” (VSS) rūpnieciski ražoto stikla šķiedru. Pētījuma objekti ir

- K stikls jeb Na alumosilikātstikls : (18-22) Na<sub>2</sub>O (3-5) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (73-79) SiO<sub>2</sub>. Šo šķiedru rūpnieciski atsārmo, tādējādi iegūstot kvarcoido šķiedru ar augstu SiO<sub>2</sub> saturu (līdz 94-96%);
- E stikls : (1-2) Na<sub>2</sub>O-K<sub>2</sub>O(16-25) CaO(12-16) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(3-5) MgO(52-56)SiO<sub>2</sub> B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (5-8)

LU Cietvielas fizikas institūts (CFI) sadarbībā ar „Valmieras stikla šķiedras” rūpnīcu veic pētījumus par stikla šķiedras un tās auduma fizikālķīmisko īpašību modificēšanu ar mērķi izstrādāt metodes to funkcionalizēšanai inovatīvu produktu radīšanai uz stikla šķiedras un stikla šķiedras auduma bāzes. Sasniegumi nanozinātnē un nanotehnoloģijās veido pamatu jauniem pētījumiem stikla šķiedras un stikla šķiedras audumu jomā un iegūto zināšanu pielietošanai jaunu produktu izstrādei. Stikla šķiedras virsma un tilpums var tikt modificēts, nanostrukturējot un uzklājot uz virsmas un/vai ienesot tilpumā aktīvas vielas. Kā nanostrukturēšanas metode tiek izmantota stikla šķiedras vai auduma atsārmošana, kuras rezultātā veidojas porains stiklveida materiāli ar augstu SiO<sub>2</sub> saturu un ar lielu aktīvo virsmu. Tā ir augsttemperatūras matrica – vide, kurā var ievadīt funkcionālas nanodispersas daļiņas, t.i., porains stikla šķiedras audums ir funkcionalitātes nesējs jeb pamatne.

Maģistra darbā tiek papildināts bakalaura pētījums par ultraskaņas ietekmi uz izsārmošanas procesu E-stikla šķiedrā. Kā arī uzsākts jauns pētījums par metālu uznešanu uz stikla šķiedras auduma un tā raksturošanu. Darbā apskatītas elektriskās un elektroķīmiskās īpašības.

Darba mērķis: Noteikt stikla šķiedras auduma funkcionalizēšanas iespējas ar metālu pārklājumiem uz modificētas stikla šķiedras auduma.

Darba uzdevumi: 1) Noteikt ultraskaņas ietekmi uz stikla šķiedru un audumu sārmošanas procesā. 2) Veikt elektrisko un elektroķīmisko īpašību pētījumu modificētam stikla šķiedras audumam ar metāla pārklājumiem.

# 1. TEORĒTISKĀ DAĻA

## 1.1. Stikla šķiedras un auduma vispārīgs raksturojums

Stikla šķiedra ir ķīmiska neorganiska šķiedra, ko iegūst no speciāla sastāva izkausēta stikla. Stikla sastāvā ir kvarca smilts, kaļķakmens, kaolīns, kalcijs fluorīds (fluoršpats), borskābe, nātrija sulfāts un mālzeme. Šajā darbā tiek uzmantota a/s "Valmieras stikla šķiedra" (VSS) rūpnīcā ražotā stikla šķiedra. VSS rūpnieciski ražo divējas silīcija dioksīda stikla šķiedras ar sekojošu stikla sastāvu pirms turpmākās apstrādes (iekavās dota masa %):

- K stikls jeb Na alumosilikāts : (18-22) Na<sub>2</sub>O (3-5) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (73-79) SiO<sub>2</sub>.

Šo šķiedru rūpnieciski atsārmo, tādējādi iegūstot kvarcoido šķiedru ar augstu SiO<sub>2</sub> saturu (līdz 94-96%);

- E stikls jeb borsilikāts:(1-2) Na<sub>2</sub>O-K<sub>2</sub>O(16-25) CaO(12-16) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(3-5) MgO(52-56)SiO<sub>2</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (5-8).

Ražošanas procesā iegūto stikla šķiedru var šķēterēt, šķērēt, aust un apstrādāt kā jebkuru citu šķiedru. Īpaši vērtīgu to padara daudzās retās īpašības, kas tai piemīt: liela izturība pret lieci, stiepi, spiedi, nedegamība, augsta temperatūras izturība, zema hidroskopija, izturība pret ķīmisku un bioloģisku iedarbību, salīdzinoši zems blīvums. Stikla šķiedrai ir augsta gaismas caurlaidība, pusvadītāja spējas.No stikla šķiedras izgatavotie izstrādājumi ir ar teicamām elektro-, siltuma- un skaņas izolācijas īpašībām [1].

Uz stikla šķiedras bāzes var izgatavot tūkstošiem veidu dažādu izstrādājumu, kas efektīvi aizvieto tradicionālos materiālus kā, piemēram, dažādas citas šķiedras, labāko marķu tērauds, krāsainos metālus, tradicionālos celtniecības materiālus. Bez tam stikla šķiedrai ir arī sava speciāla patstāvīga nozīme un pielietojamība. Stikla šķiedras izstrādājumus, kas izmantojami sākot ar vienkāršu siltumizolāciju līdz augstām tehnoloģijām un kosmosa industrijai. Stikla šķiedras produkti tiek izmantoti elektrotehniskai rūpniecībai un elektronikai, avio un kosmosa industrijai (propelleri, planieri, dažādas raķešu daļas), laivu, kuģu būvei (vējdēļi, jahtas, airu laivas), energorūpniecībai (vējģeneratoru spārni), mašīnbūvei, automobiļu būvei (rāmji, grīdas, karosērijas), celtniecībai, remontam (logi, durvis, santehnika, siltināšanas sistēmas), papīra rūpniecībai (speciāls papīrs izolācijai, elektrotehnikai), sporta inventāra ražošanai (slēpes, bobi, makšķeres, riteņi, šķēpi), ķīmijā, metalurģijā (tvertnes, vannas, rezervuāri u.c.), medicīnas tehnikā (aparātūrā, roku, kāju protēzēm).

Stikla šķiedras konkurēt spēja pasaules tirgū un tās kvalitātes kategoriju (grupu) nosaka virkne šķiedrai raksturīgo fizikālo un ķīmisko parametru: mehāniskā izturība, termiskā izturība, ķīmiskā izturība- skābes izturība, sārmu izturība.

Robeža starp šķiedras ķīmisko izturību skābēs un sārmos ir atkarīga no stiklveidotāju oksīdu un modifikatoru oksīdu attiecības, bet sārmainību nosaka sārmu un sārmzemju metālu daļa modifikatoros.

Stiklveidotāji oksīdi:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{AlPO}_4$ ,  $\text{BPO}_4$ , pēdējie divi ir kvarcoidie stiklveidotāji.

Modifikatori oksīdi:  $\text{MxOy}$ , kur M ir kāds no I, II un III grupas metāliem[2].

Kā termisko, tā mehānisko izturību pamatā nosaka tetraedrisko stiklveidotāju oksīdu ( $\text{SiO}_2$ ,  $\text{AlPO}_4$ ,  $\text{BPO}_4$ ) koncentrācija šķiedrā, ko var variēt ar nelielu modifikatoru oksīdu ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ) piedevu.

Šajā sakarā vērā ir ņemama arī informācija, kas attiecas uz jebkuru citu stikla šķiedru, par sārmu izturības paaugstināšanu ar dažādu metālu oksīdu (piem.,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{La}_2\text{O}_3$ ) kārtiņu uzklāšanu [3], jo tā arī paaugstina apstrādāto šķiedru termisko izturību.

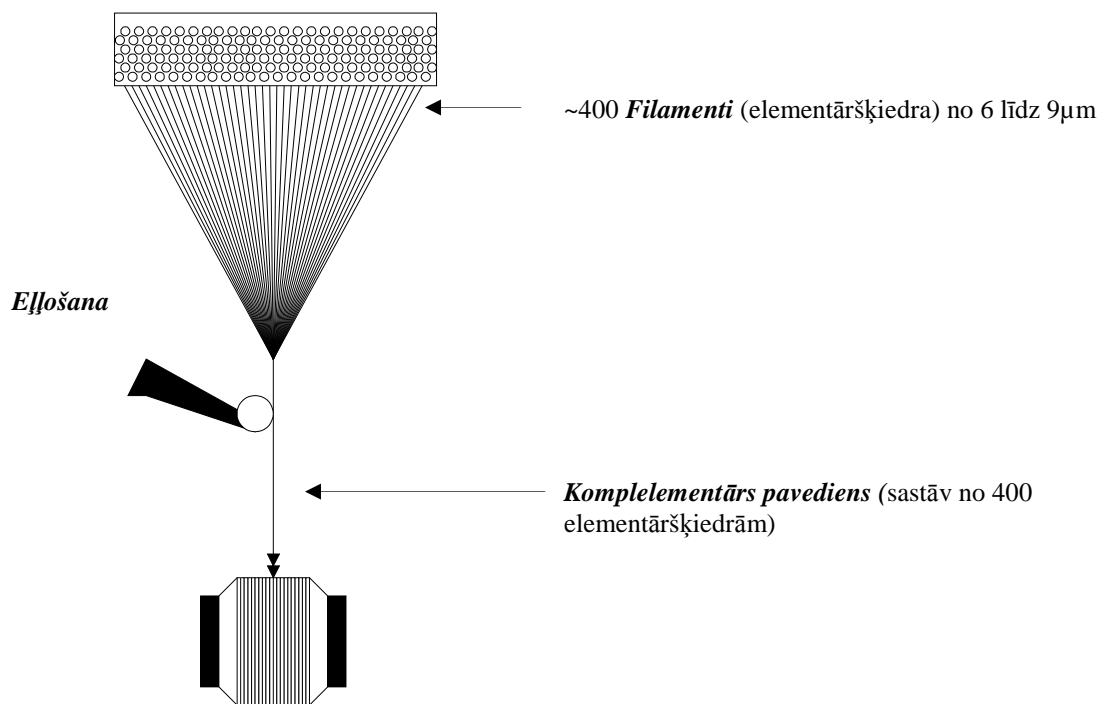
VŠŠ tiek ražoti vairāki stikla šķiedras audumu veidi. Tie tiek iedalīti trīs veidi: tehniski audumi, teksturētie audumi un sieti. Stikla šķiedras tehniskos audumu ražo no "E" tipa bez sārmu alumoborsilikātu stikla šķiedras diegiem. Tehnisko audumu virsmas blīvums ir no 110 līdz 1100  $\text{g/m}^2$  un izmanto diegus ar elementāršķiedras diametru 6; 9; 11 vai 13  $\mu\text{m}$ . Teksturētos audumus ražo no "E" tipa bezsārmu alumoborsilikātu stikla šķiedras diegiem. Teksturēto audumu ražošanai izmanto teksturētos stikla šķiedras diegus ar elementāršķiedru diametru 6 un 9  $\mu\text{m}$ . Tekstilētais audumus lieto siltināšanai un skaņas izolācijai. Ar attiecīgo apdari to var izmantot kā siltuma absorbētāju kompensatoriem, kā arī ugunsdzēsšanas tērpu ražošanai. Šī auduma virsmas blīvums ir no 280 līdz 1200  $\text{g/m}^2$ .

## 1.2. Stikla šķiedras ražošanas process

Tā kā darbā tiek izmantota VŠŠ rūpnīcā ražotā stikla šķiedra, tad būtiski būtu pieminēt un izskaidrot šīs šķiedras ražošanas procesu. Rūpnieciski stikla šķiedras ražošanā lieto kā vienstadijas, tā divstadijas tehnoloģijas. Pirmā un senākā metode ir divstadiju metode. Divstadijas nozīmē, ka pirmajā stadijā ražo stikla lodītes (diametrs ~16-18 mm) ar K jeb E stikla sastāvu, otrajā stadijā lodītes kausē un izvelk šķiedru. Otra- vienstadijas metode, ir jaunāka metode, kas ir daudz enerģētiski izdevīgāka, kurā netiek izmantotas stikla lodītes. Stikla sastāvdaļas un nepieciešamās komponentes tiek karsētas vienā lielā domnā un uzreiz

tiek veikts šķiedras izvilkšanas process. Šķiedras izvilkšanas procesu shematiski var aplūkot 1.2.1. attēlā.

Stikla šķiedras nepārtrauktos elementārpavedienus iegūst no izkausēta stikla kausēšanas krāsnīs, kuru apakšējā daļā atrodas daudz (400-1200) neliela diametra caurumu. Hidrostatiskā spiediena rezultātā stikls iztek caur caurumiem, bet vilkšanas spēks izstiep stikla pavedienu līdz uzdotam diametram, pirms stikls ir sacietējis.



1.2.1. attēls. Shematisks detaļu izvietoums šķiedras izvilkšanas procesā.

Šķiedras izvilkšanas procesā ļoti svarīgs ir izvilkšanas ātrums. No ātruma ir atkarīgs ar cik lielu diametru tiks saražota elementāršķiedra. Rūpnieciski saražotai elementāršķiedrai diametrs ir 6-14  $\mu\text{m}$  [4]. Šķiedras izvilkšanas ātrums ietekmē iegūtas šķiedras mikro struktūru. Nākošais faktors, kas spēlē lielu lomu stikla šķiedras ražošanas procesā ir eļļotājs. Eļļotājs – stikla šķiedras eļļotājs ir daudzkomponentu ūdens emulsija, kas satur apmēram 10% dažādas organiskās vielas un 90% ūdens. Eļļotāji paredzēti filamentu šķiedru salīmēšanai un aizsargāšanai. Eļļotājs elementāros pavedienus salīmē diegā ( ne uztinumā). Pēc izžūšanas izveidojas izturīga, elastīga un stabila kārtiņa, kas kalpo elementāro pavedienu aizsardzībai pret savstarpējo berzēšanos un diega aizsardzībai pret berzi gar diegu vadošām virsmām nākošo tehnoloģisko operāciju laikā. Eļļotājam var būt uzliktas vēl citas funkcijas. Eļļotāja sastāvs katrai firmai ir individuāls. 2. pielikumā var aplūkot viena no visplašāk pielietotā a/s „VSS” eļļotāja sastāvu.

### 1.3. Silikāstiklu struktūras

Darba tiek pētīta E un K-stikla šķiedra.

E- stikla jeb alumoborosilikātu stikla sastāvs [3]:

<u>Masas daļas %</u>	
SiO <sub>2</sub>	52-56% masas daļas,
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12-16% masas daļas,
CaO	16-25% masas daļas,
MgO	<6% masas daļas,
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8-13% masas daļas,
R <sub>2</sub> O	<3% (bieži ap 0%).

Sastāva piemērs no a/s „VSS”:

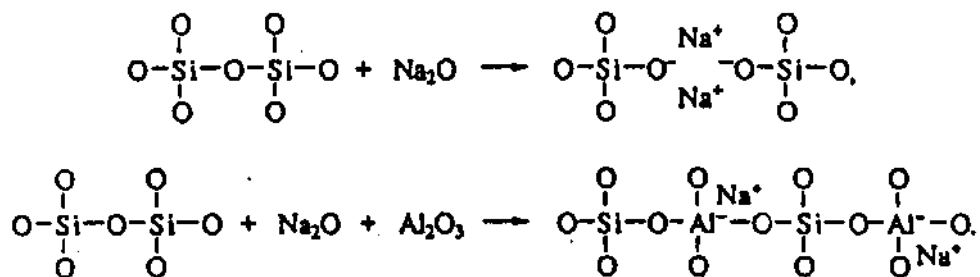
SiO <sub>2</sub>	54.0, % masas daļas;
Al <sub>2</sub> O	14.8, % masas daļas;
MgO	4.0% masas daļas;
CaO	16.49, % masas daļas;
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9.87, % masas daļas;
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.36, % masas daļas.

Diemžēl literatūra ir pieejama minimāla informācija par E-stikla šķiedru, jo daudzi uzņēmumi, kas nodarbojas ar E-stikla šķiedras pētījumiem, tos nepublicē. Literatūras apskatā kā modeļmateriāli tiks izmantoti E-stikls un K-stikls jeb NaAlSi stikls. K- stikls ir labāk izpētīts, un ir atrodami daudz literatūras avoti.

K- stikls (a/s „VSS” sauc par „11”stiklu) jeb NaAlSi šķiedras sastāvs:

Na <sub>2</sub> O	~18-24 masas daļas, %;
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	~ 4-6 masas daļas, %;
SiO <sub>2</sub>	~ 70-76 masas daļas, % un

1.3.1. attēlā var aplūkot K-stikla šķiedras saišu veidošanās mehānismus. E-stikla šķiedras gadījumā Si vietā var ieiet no stiklveidotājiem B un Al oksīdiem, savukārt Na jonu vietā Mg un Ca modifikatori joni.



1.3.1. attēls. Saišu veidošanās mehānisms, pievienojot SiO<sub>2</sub> nātrija un alumīnija oksīdus

## 1.4. Stikla šķiedras sadarbē ar minerālskābju ūdens šķīdumiem

Eksistē problēmas, kas saistītas ar nevienmērīgu eļļotāja uzklāšanas šķiedras izgatavošanas un pēcapstrādes laikā. Viena no problēmām ir šķiedras mehānisko īpašību pasliktināšanās laikā pēc NaAlSi stikla šķiedras izgatavošanas. To var saistīt ar nātrija alumosilikāta stikla izsārmošanas sadarbē ar gaisa mitrumu nevienmērīga eļļotāja uzklāšanās gadījumā.

Sārnu, arī sārmezemju metālu silikātu ķīmiskās izturības problēmai pamatā ir divas parādības – stikla šķīšana un izsārmošanās sadarbē ar dažādām agresīvām vidēm vai ūdens šķīdumiem. Pirmajā gadījumā šķīdumā pāriet vienmērīgi visas stikla komponentes, otrajā - galvenokārt sārnu un sārmezemju metālu joni. Šī procesa rezultātā pie stikla virsmas veidojas dažus nanometrus biezš SiO<sub>2</sub> aizsarg slānis, kurš traucē izsārmošanās procesam un to aizkavē [5]. Sārnu silikātstiklu izsārmošanās mehānisms līdz galam nav noskaidrots, lai arī literatūrā ir daudz eksperimentālu darbu šajā virzienā [6, 7]. Tiek pieņemts [8, 9, 10, 11, 12, 6, 7, 13], ka sārnu metālu silikātu sadarbē ar minerālskābju un neitrāliem ūdens šķīdumiem notiek jonu apmaiņa difūzijas ceļā, pie kam šo difūzijas procesu pavada ķīmiskas reakcijas [13]. Darbos [9, 10, 12, 13, 14, 15, 16] parādīts, ka izsārmotais slānis dažu mikronu dziļumā no virsmas raksturojās ar noteiktu Na<sup>+</sup> jonu sadalījumu, kuru koncentrācija samazinās virzienā no tilpuma uz virsmu. Pie tam dažos darbos [15, 16] pēc izsārmošanas nav konstatēta Na<sup>+</sup> jonu klātbūtne izsārmotajā apmēram 30 Å<sup>0</sup> biezā pievirsmas slānī.

Augstāk minēto darbu analīze atļauj izdarīt dažus secinājumus:

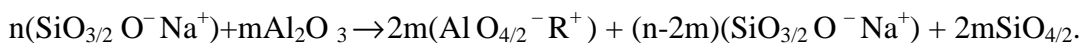
- pirmkārt, sārnu metālu silikātstiklu pie virsmas slāņa izsārmošanās notiek kā pie tiešas sadarbē ar minerālskābju ūdens šķīdumiem, tā arī pie to uzglabāšanas mitrā gaisā [10, 14, 15, 17];

- otrkārt,  $\text{Na}^+$  jonu difūziju uz materiāla virsmu pavada  $\text{H}^+$  vai  $\text{H}_3\text{O}^+$  jonu difūzija materiāla tilpumā, kuri aizpilda  $\text{Na}^+$  atbrīvotās vietas (katjonu vakanču mehānisms) [6, 14, 16].

- treškārt, daļa vakanču paliek neaizpildītas [14]., kā rezultātā izsārmotais slānis kļūst porains, pie tam poru izmēri ir no  $5 \text{ \AA}$  līdz dažiem desmitiem nanometru [15].

- ceturtkārt, piemēram, autors [6] uzskata, ka pie izsārmošanas nenotiek Si-O stikla tīkla sagraušana vai tā būtiska pārkārtošanās.

No literatūras zināms, ka mazas (līdz 9%)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  piedevas palielina silikātstiklu ķīmisko izturību pret skābju iedarbību [18,19,20], līdz ar to arī mehānisko izturību. Darbos tas skaidrots tādējādi, ka sārnu katjoni šajos sārnu silikātstiklos atrodas 2 stāvokļos- silikāta grupās  $\text{SiO}_{3/2}\text{O}^- \text{Na}^+$ , kur tie tieši saistīti ar ne tiltiņa  $\text{O}^-$  ( $\text{Me}_{\text{Si}}^+$  - katjoni) un alumīnāta grupās  $(\text{AlO}_{4/2})^- \text{Na}^+$  ( $\text{Me}_{\text{Al}}^+$  katjoni), kurās nav ne tiltiņa skābekļa jonu un  $\text{Na}^+$  katjoni kompensē Al-O tetraedra negatīvo lādiņu. Zemāk dota ķīmisko un strukturālo izmaiņu shēma, pievienojot  $\text{SiO}_2$  nātrija un alumīnija oksīdus.



Ar  $\text{Al}_2\text{O}_3$  satura palielināšanu palielinās alumīnāta grupu skaits, kurās  $\text{Na}^+$  joni ir ar mazāku kustīgumu kā silikātgrupās un stabilāki pret skābes iedarbi un izsārmošanas ātrums krītas. Iedarbojoties uz Na alumosilikātstikla materiāliem ar skābes šķīdumiem, izsārmošanās procesā vispirms piedalās katjoni, kuri atrodas silikātu grupās. Alumīnāta grupās esošie katjoni  $\text{Me}_{\text{Al}}^+$  sāk izsārmoties (apmainīties ar  $\text{H}^+$ ) tikai pie ilgākas stikla virsmas un skābes ūdens šķīduma sadarbības laika. Literatūrā ir dati, ka, ievadot Na silikātstiklā tikai 1,6 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , kad 95 % Na katjonu ir saistīti silikātgrupās un 5% saistās stabilākā stāvoklī alumīnāta grupās, izsārmošanās ātrums krītas vairāk kā divas reizes.

## 1.5. Izsārmošanas process, tā kinemātika K-stiklā

Stikla šķiedras īpašības var izmainīt, veicot tās ķīmisko pēcapstrādi. Tādējādi var izmainīt tās sastāvu elementārās šķiedras virsmā vai pat visā tās tilpumā, ko atļauj šķiedras lielais virsmas laukums ( mazais elementāršķiedru diametrs). Šādu šķiedras apstrādi parasti veic nolūkā palielināt šķiedras sārnu izturību un/vai termisko izturību.

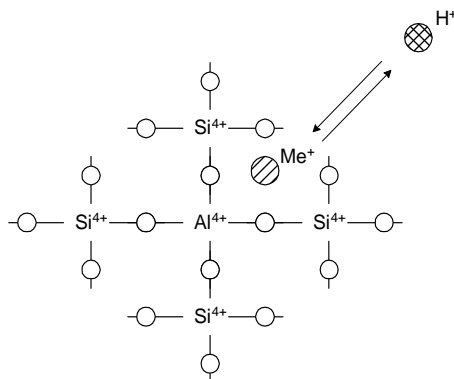
Viens no virzieniem gatavas stikla šķiedras īpašību optimizēšanā, kā arī virsmas modificēšanā ir to atsārmošana  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  vai  $\text{HNO}_3$  šķīdumos (parasti 0.1-1N) [21].

Labs pārskats par atsārmošanas procesa fizikāli ķīmiskajiem raksturojumiem ir dots [21, 22, 23]. Atsārmošanu parasti veic paaugstinātā temperatūrā 40-95 °C visbiežāk pie ap 95 °C,

lai paātrinātu masas pārnese procesu, kur limitējošā ir difūzija stiklā. Joni, kas ir saistīti ar sākotnējo silīcija oksīda karkasu tiek apmainīti ar atbilstošu  $H^+$  daudzumu, un veidojas OH grupas [21].

Pēc literatūras datiem sārmu silikātstiklu izsārmošanas procesu var sadalīt sekojošos procesos pēc stiklā notiekošiem strukturāliem un ķīmiskiem pārveidojumiem:

- jonu apmaiņa pēc shēmas  $R^+ \leftrightarrow H^+$ ; kur  $R^+$  sārmu metālu katjoni;
- $Si-OH$  grupu veidošanās  $Si-O^- R^+$  grupu vietā;
- ūdens sintēze no šādām hidroksilgrupām;
- jaunu saišu  $Si-O-Si$  veidošanās, palielinoties  $Si-O-Si$  režģa polimerizācijai ar palielinātu Si/O attiecību tajā;
- ierobežota  $H_2O$  difūzija no šķīduma stiklā [4].



**1.5.1. attēls. Izsārmošanās procesa shematisks attēlojums (struktūra attēlota vienkāršotā veidā, tā kā  $SiO_4$  un  $AlO_4$  grupas tetraedriskās konfigurācijas patiesībā ir trīsdimensiju).**

$Na^+$  katjoni Na alumosilikātklos atrodas 2 stāvokļos:

- silikāta grupās  $SiO_{3/2}O^- Na^+$  ( $Na^+_{Si}$  katjoni), kur tie tieši saistīti ar netiltna  $O^-$  un kompensē tā negatīvo lādiņu, un
- alumināta grupās  $(AlO_{4/2})^- Na^+$  ( $Na^+_{Al}$  katjoni), kurās nav netiltna skābekļa jonu un  $Na^+$  katjoni kompensē Al-O tetraedra kopējo negatīvo lādiņu.

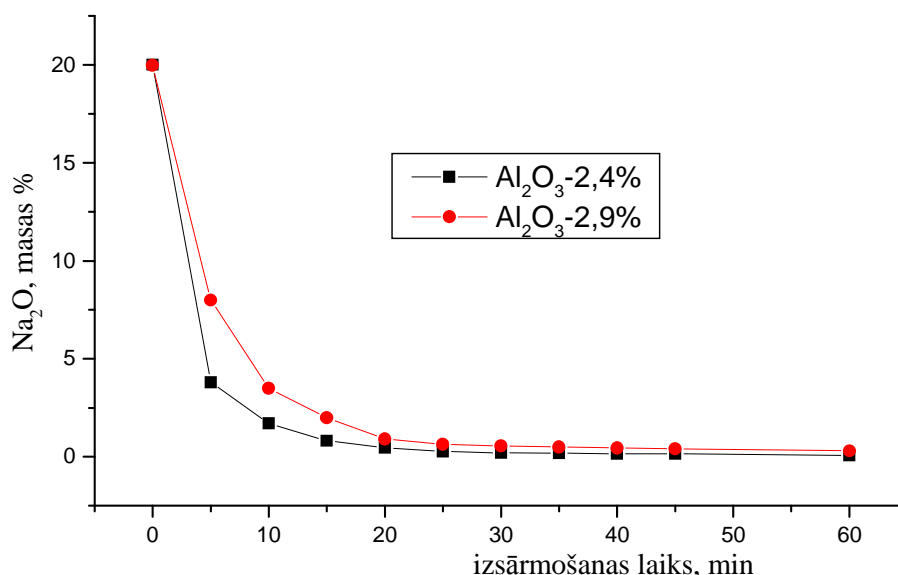
Pēc literatūras datiem izsārmošanas process ir divpakāpju: - vispirms ar  $H^+$  nomainās vājāk saistītie  $Na^+_{Si}$  katjoni, ilgākā laika posmā tiek izsārmoti  $Na^+_{Al}$  katjoni. Pie tam paliekošā stiklā  $Na^+$  jonu koncentrācija palielinās ar  $Al_2O_3$  koncentrācijas palielināšanu

Skābju iedarbībā K- stikla šķiedras īpatnējais laukums palielinās no  $0.1 \div 1 \text{ m}^2/\text{g}$  [21]. Poru diametrs atsārmotās šķiedrās ir 2-15 nm. Sārmošanas reakcijas aktivācijas enerģija ar  $H_2SO_4$  ir 76.2 kJ/mol.

Šādi poraini stiklveida materiāli ar augstu SiO<sub>2</sub> saturu kā membrānas un kā augsttemperatūras vide, kurā var ievadīt funkcionālas nanodispersas daļiņas, paver iespējas sākt izstrādāt jaunus funkcionālus materiālus.

Jau 80-tajos gados literatūrā [21] ir norādīts, ka E-stikla šķiedrā eksistē iesaldēti nestehiometriski ieslēgumi ar paaugstinātu B, Al, Ca, Mn oksīdu saturu. Minerālskābju ūdens šķīduma iedarbē šķīdumā pāriet ne tikai modifikatoru joni, bet arī visi ieslēgumos esošie oksīdi.

## 1.6. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> piedevu ietekme uz izsārmošanu



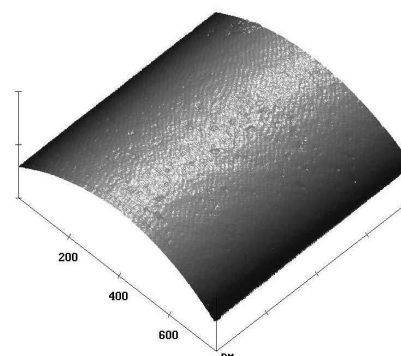
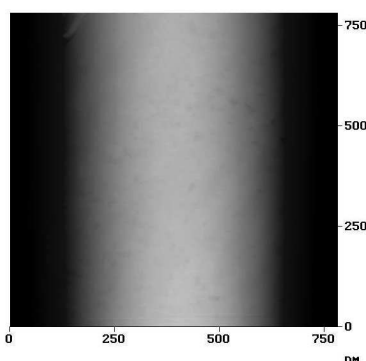
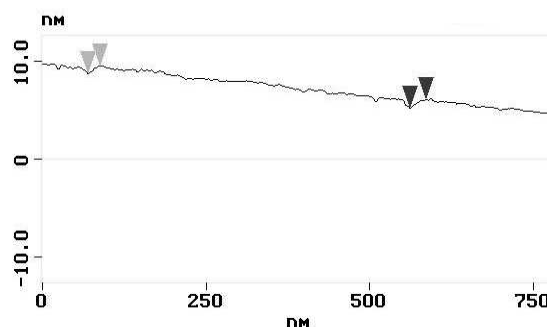
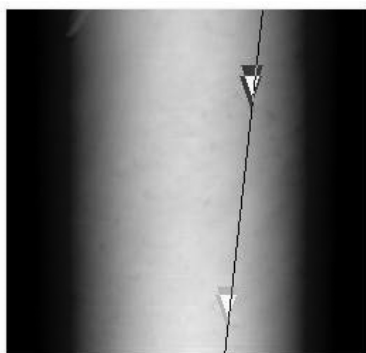
1.6.1.attēls. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> piedevu ietekme uz izsārmošanas kinētiku

1.6.1. attēlā var novērtēt kāda ir Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> piedevu ietekme uz izsārmošanas kinētiku. Šis pētījums ir veikts LU CFI .Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> piedevas palielina silikātsiklu ķīmisko izturību pret skābju iedarbību. 1.6.1. zīm. no darba [24] dota šādu silikātsiklu izsārmošanas ātruma izmaiņa atkarībā no Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> satura Na un K silikātsiklos [24]. Redzams, ka pat mazas Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> piedevas ļoti strauji samazina izsārmošanas efektivitāti, 3-4 mol. % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> piedevu Na silikātsiklos samazina izsārmošanas efektivitāti līdz 10 reizes. Darbā (18) tas skaidrots tādējādi, ka sārnu katjoni šajos stiklos atrodās 2 stāvokļos- silikāta grupās SiO<sub>3/2</sub>O<sup>-</sup> Na<sup>+</sup>, kur tie tieši saistīti ar netilpiņa O<sup>-</sup> (Me<sup>+</sup><sub>Si</sub> - katjoni) un alumīnāta grupās (AlO<sub>4/2</sub>)<sup>-</sup> Na<sup>+</sup> ( Me<sup>+</sup><sub>Al</sub> katjoni), kurās nav netilpiņa skābekļa jonu un Na<sup>+</sup> katjoni kompensē Al-O tetraedra negatīvo lādiņu. 1.3.1. attēlā var aplūkot saišu veidošanās mehānismu, pievienojot SiO<sub>2</sub> nātrija un alumīnija oksīdus.

## 1.7. Izsārmotas K- šķiedras virsmas salīdzināši attēli

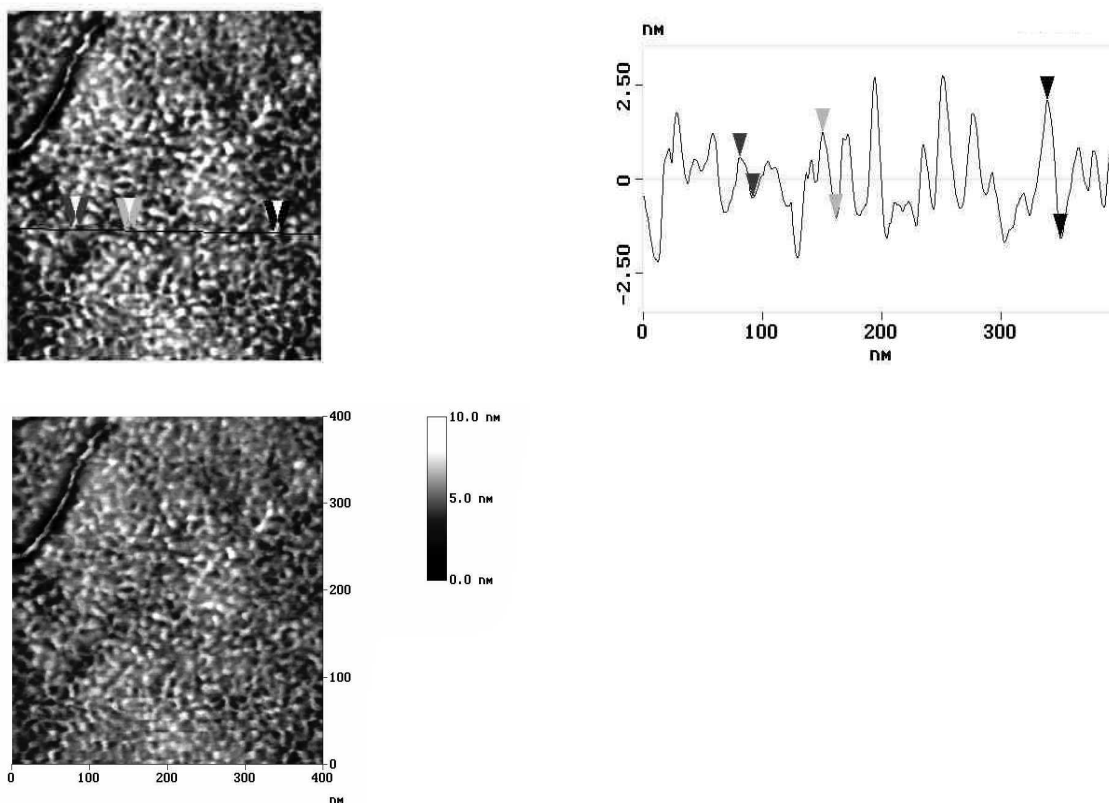
Lai parādītu to kā sārmošanas process ietekmē šķiedras virsmu, tiek aplūkots literatūras avots [24]. NaAlSi šķiedrai, kas izsārmota 1N HCl ūdens šķīdumā. Izsārmošanas kinētikas līknes dotas literatūras avotā [25].

Tālāk var aplūkot elementāršķiedru AFM attēlus šķiedrām dažādās to apstrādes stadijās- virsmas attēli pirms sārmošanas (1.7.1. attēls) un pēc sārmošanas (1.7.2. attēls).



1.7.1. attēls. NaAlSi elementāršķiedras virsmas fragmenta attēls atomu spēku mikroskopā pirms izsārmošanas.

Pēc 1.7.1.attēla virsmas analīzes var secināt, ka pirms izsārmošanas virsma ir gluda, virsmas nelīdzenumi nepārsniedz 1-2 nm. Nav redzama poru vai citu nelīdzenumu struktūra.



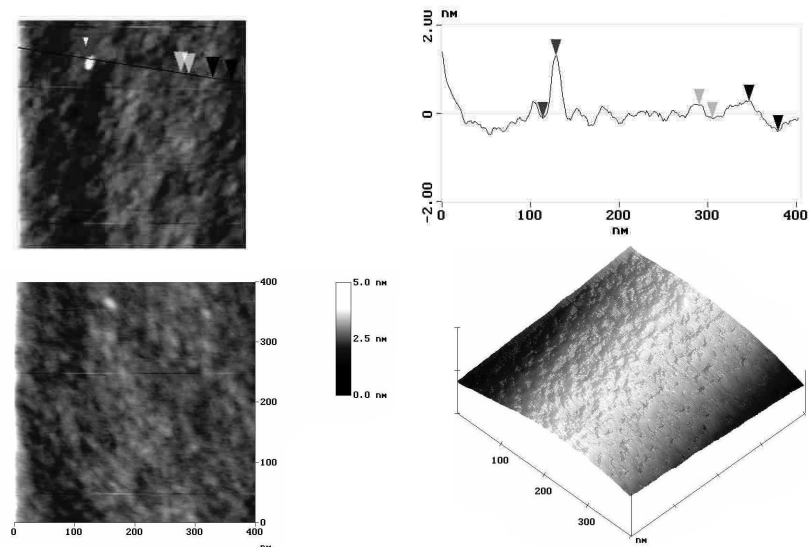
**1.7.2.att. NaAlSi elementāršķiedras virsmas fragmenta attēls atomu spēku mikroskopā pēc izsārmošanas.**

Pēc izsārmošanas (1.7.2.attēls) samērā izteikti redzama nevienmērīgi poraina virsmas struktūra ar poru izmēriem no 1-2 līdz 15 nm. Attēla kontrasta analīze ļauj secināt, ka virsmas nelīdzenumi jeb poras ir vismaz 5 nm dziļas.

Neizsārmotai šķiedrai virsmas laukums ir  $\approx 8,26 \text{ m}^2/\text{g}$ , pēc izsārmošanas tas palielinās  $\approx$  par 50%, sastādot  $\approx 12,76 \text{ m}^2/\text{g}$  [24]. Šāds neliels virsmas laukuma palielinājums, izsārmošanas procesā veidojoties porainai virsmai, ir iespējams tajā gadījumā, ja poru tilpumu aizpilda izsārmošanas produkti.

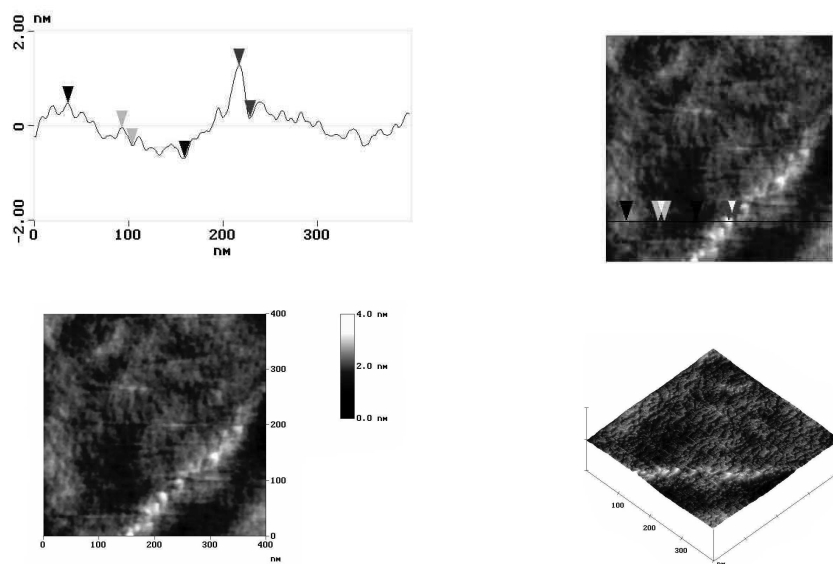
## **1.8. Temperatūras ietekme uz poru sarukšanu un lineārām izmaiņām K-šķiedrā un tās izstrādājumiem**

Lai pārlicinātos vizuāli par to kā temperatūra ietekmē poru sarukšanas un lineārās izmaiņas šķiedrā, tiek aplūkots literatūras avots [24], kurā tiek pārbaudīta temperatūras ietekme uz NaAlSi stikla šķiedras un to izstrādājumu ģeometriskajiem izmēriem divos termiskos režīmos: izturot īslaicīgi ( $\approx 0.001\text{h}$ )  $750^\circ \text{C}$  temperatūrā un ilglaicīgi (18 h)  $360^\circ \text{C}$  temperatūrā.



**1.8.1.. attēls. NaAlSi stikla elementāršķiedras virsmas attēla fragments, kas izturēts īslaicīgi ( $\approx 0.001\text{h}$ )  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$  temperatūrā.**

Kā var aplūkot 1.8.1. attēlā, pēc īslaicīgas ( $\approx 0.001\text{h}$ ) šķiedras apstrādes  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$  temperatūrā atsevišķu poru struktūra izzūd, izveidojas sarukušu poru lielāku izmēru virsmas nelīdzenumi. To dziļums  $\sim (2 - 4)\text{ nm}$  nosakot pēc attēla nomelnojumā skalas.



**1.8.2.. attēls. NaAlSi stikla elementāršķiedras virsmas attēla fragments, kas izturēts ilglaicīgi (18 h)  $360\text{ }^{\circ}\text{C}$  temperatūrā.**

Aplūkojot 1.8.2 attēlu var secināt, ka izturot izsārmotu stikla šķiedru ilglaicīgi (18 h) 360 °C temperatūrā atsevišķu poru struktūra nav izteikti redzama, izveidojušies sarukušu poru lielāku izmēru virsmas nelīdzenumi. To dziļums ~2-3 nm pēc attēla nomelnojuma skalas.

Termiski apstrādājot augšminētajos režīmos, šķiedras virsmas laukums samazinās par 20-30% ( $\approx 10.5 \text{ m}^2/\text{g}$ ), pie kam tendence ir vairāk samazināties pie apstrādes 18h 360 °C temperatūrā. Jāatzīmē, ka arī elementāršķiedras diametrs samazinās ar šādu tendenci.

Kā liecina AFM virsmas fragmentu attēli, tad pie termiskās apstrādes notiek šķiedras poru sarukšana un, vismaz uz virsmas, būtiskas šķiedras karkasa strukturālas izmaiņas, jo izsārmotais šķiedras režģa karkass ir termodinamiski nestabils. Varētu pat domāt, ka šāda poru režģa sarukšana notiktu arī istabas temperatūrā, protams, ilgstošā laikā. Ja tas ir tā, tad šādam procesam jānovēd pie elementāršķiedras diametra samazināšanās termiskās apstrādes laikā. Ar šādu nolūku izdarīti elementāršķiedru diametru mērījumi izsārmotām un termiski apstrādātām šķiedrām pie abiem termiskās apstrādes režīmiem.

Izturot izsārmotu NaAlSi stikla šķiedru pie paaugstinātas temperatūras dažādos režīmos, notiek mikroporu sarukšana, kura noved pie šķiedras un to izstrādājumu ģeometrisku izmēru samazināšanās vidēji par 8%.

## 1.9. Ultraskaņa un tās pielietojumi

Ultraskaņa, līdzīgi parastajai skaņai, ir spiediena viļņu (akustisko) izplatīšanās fizikāli elastīgā vidē [26]. Vakuumā ultraskaņa neizplatās. Par pamatu tai ir mehāniskas dabas ierosme un tā ir viens no enerģijas pārnese veidiem. Ultraskaņas viļņa garums  $\lambda = c \cdot f^{-1}$ , kur  $f$  ir skaņas frekvence un  $c$  - ultraskaņas izplatīšanās ātrums attiecīgajā vidē.

Kā ierosmes avotu pielietojot pjezokeramiku augstfrekvences laukā, uz šodien varam runāt par superaugstfrekvences ultraskaņu (ar  $\lambda \sim 10^{-3} \text{ cm}$ ,  $f \sim \text{GHz}$ ) un par tās pielietojumu medicīnā objektu vizualizācijā. Zemo frekvenču rajonā ( $\sim 20 \text{ kHz}$  līdz  $1 \text{ MHz}$ , attiecīgi  $\lambda$  atkarībā no izplatīšanās vides  $\sim 10 \text{ cm}$  līdz  $10^{-1} \text{ cm}$ ), to var iegūt pietiekami intensīvu un pamatā tai ir būtiska iedarbe heterogēnās sistēmās. Ja šķīdumā ar ultraskaņu iegremdē metāla plāksnīti, tā izsauc eroziju, nogludina virsmas nelīdzenumus, attīra virsmu un tml.

Ultraskaņas izplatīšanās homogēnā vidē izplatās kā mainīga vides spiediena stāvviļņi, radot lokālu spiediena palielināšanos šķīdumā pat līdz 1000 atmosfērām [27]. Šādiem spiediena pieauguma rajoniem veidojās it kā negatīva spiediena rajoni, kuros veidojās no šķīduma brīvi tā sauktie kavitācijas burbuļi, kuri pildīti ar no šķīduma izdalījušos gāzi vai ar šķīduma tvaikiem. Homogēnā vidē šiem kavitācijas burbuļiem ir pamatā sfēriska forma.

Literatūrā ir dati [28,29,30] , ka šo kavitācijas burbuļu rajonā rodas līdz 1000 atmosfērām lieli lokāli šķīduma pārspiedieni [31,32, 29] un lokāli temperatūras "karstie punkti" līdz 5000 °K. Šādu "karsto punktu" impulsu ilgums ir mērāms mikrosekundēs, tātad te laikā parādās milzīgi temperatūras gradienti gan temperatūras pieauguma, gan samazināšanās virzienā. Spiediena impulsa pieauguma rajonā dažās vidēs (arī ūdenī) ir novērojama spīdēšana jeb luminiscence [33]. Šādi lokāli temperatūras pieauguma punkti atsevišķos gadījumos noved pie heterogēnā šķīdumā suspensētu daļiņu salipšana, saplūšana.[33, 34, 35].

Aina mainās, ja kavitācijas burbuļi rodas šķīdumā cietās fāzes tuvumā. Par cik vide nav homogēna, burbuļi veido asimetrisku formu, tie savu potenciālo enerģiju konvertē kinētiskā enerģijā, un ģenerē ļoti ātras šķīduma strūkļas. Pēc literatūras datiem šķīduma strūkļas sasniedz ātrumu līdz 400 km/h [30, 24], šādas strūkļas cietās vielas virsmā ietiecās ar milzīgu spēku.

Ultraskaņas jauda literatūrā tiek nosaukta par lielu, ja tā ir 10 - 500 W/cm<sup>3</sup>. Tiek pieminēti komerciāli ultraskaņas ģeneratori līdz jaudām 20 kW. Ķīmijā ultraskaņu pielieto ļoti plaši, veidojas ķīmijas apakšnozare sonoķīmija. Piemēram, spēcīgā ultraskaņas laukā ūdens šķīdumā parādās vispirms molekulārais ūdeņradis (H<sub>2</sub>), tad ūdeņraža peroksīds (H<sub>2</sub> O<sub>2</sub>), tad superoksīds (HO<sub>2</sub>), H<sup>+</sup>, OH<sup>+</sup> un pat e<sup>-</sup> [33, 24]. Polimēru ķīmijā ultraskaņas ietekmē var panākt polimēru ķēžu fragmentāciju, to pielieto jaunu polimēru materiālu sintēzē [34]. Heterogēnās sistēmās, kuras satur cietās vielas daļiņas, ultraskaņa ievērojami palielina ķīmisko reakciju ātrumus. Ultraskaņu pielieto kā katalizatoru ķīmiskās reakcijās. To saista ar cietās fāzes daļiņu virsmas aktivēšanos ultraskaņas ietekmē.

Apkopojot visu iepriekš apskatīto informāciju, jāsecina, ka, saskaņojot ultraskaņas ģeneratora izejas parametrus (frekvenci, jaudu) ar atsārmošanas vides parametriem, ultraskaņai jādod ieguldījums šķiedras virsmas attīrīšanā no izsārnotajiem produktiem.

## **1.10. Pārklājumu uznešana uz stikla šķiedras auduma**

Metālu uznešana un pārklāšana tika veikta uz K-stikla šķiedras. Veicot K-stikla šķiedras auduma atsārmošanu uz virsmas un tilpuma veidojas poras. Porās tiek ievadīts metālu nanodaļiņas, kā rezultātā iespējams iegūt stikla šķiedras audumu ar jaunām fizikālķīmiskām īpašībām , tai skaitā ar katalītiskām.

Heterogēnie katalizatori parasti ir cietas vielas uz kuru virsmas adsorbējas reaģējošās vielas. Tas pavājina reaģējošo vielu molekulu iekšējās saites un samazina reakcijas aktivācijas enerģiju. Saites starp reakcijas produktiem un substrātu (katalizatoru) ir vājākas, tāpēc tie

desorbējas. Katalizatora aktivitāte šajā gadījumā ir atkarīga arī no tā virsmas laukuma, smalkāk disperģēts tāda paša sastāva katalizators būs aktīvāks.

Elektrokatalīze ir heterogēnās katalīzes īpašs gadījums. To raksturo elektroķīmiska reakcija uz elektroda, kura rezultātā notiek elektronu pārnese uz robežvirsmas elektrodus/elektrolīti. Sevišķi aktīvi katalizatori ir periodiskās sistēmas VIII grupas metāli – Fe, Co, Ni, Pt, Pd u.c. Oksidēšanās – reducēšanās reakciju katalīzē izmanto katalizatorus, kas izgatavoti no platīna, pallādija, nikelja, dzelzs, vara un sudraba, kā arī no tādu metālu oksīdiem, kam ir mainīga oksidēšanās pakāpe [36].

Lai palielinātu katalizatora īpatnējo virsmu un aktivitāti, ļoti bieži tos izgulsnē uz nesējiem. Nesēji ir cietas vielas ar lielu īpatnējo virsmu, piemēram, K-stikls.

### 1.11. Elektriskās īpašības.

Lai darba eksperimentālajā daļā pētītu ar metālu pārklātos paraugus un varētu veikt tālākus pētījumus, ir nepieciešams apskatīt elektrisko īpašību mērīšanas metodes. Tiek apskatītas tādas elektriskās īpašības kā impedance un cikliskā voltamperometrija, kuras ļauj noteikt materiāla tilpuma īpašības un lapas pretestību. Lai raksturotu metāla pārklājumus, tiks izmantota elektriskā impedance, elektroķīmiskā impedance un cikliskā voltamperometrija.

### 1.12. Lapas pretestībā

Lapas pretestību, lieto kā parametru, lai raksturotu elektrodu elektroķīmiskā šūnā. Lapas pretestība tiek izmantota, lai pētītu un varētu raksturot metāla pārklājumus, stikla pārklājumus. Ar lapas pretestību var noteikt cikliskās voltamperimetrijas metodi. Par lapas pretestību to sauc, jo netiek veikta vienkārši pretestības mērīšana, bet tā sauktā četru zonu izpētes metodi. Mērīju uzņemšanas laikā ir svarīgi, lai plūsma notiek gar lapas plakni, nevis perpendikulāri tai. Pretestību var izrēķināt pēc (1.1) formulas:

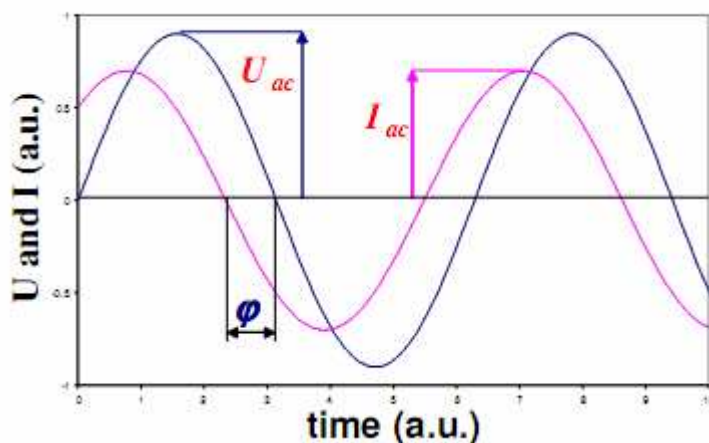
$$R = \rho \frac{l}{S} = \rho \frac{l}{ab}, \quad (1.1.)$$

kur  $\rho$ - blīvums;  $l$ - garums;  $S$ - šķērsriezuma laukums; un šķērsriezuma laukumu var sadalīt  $a$ - platumā un  $b$ - lapas biezumā. Bet reālos plātījumos  $b$  vērtību neņem vērā. Šī iemesla dēļ par lapas pretestības mērvienību tiek uzskatīta  $\Omega/m^2$ , nevis vienkārši  $\Omega$ .

Mērīšanā tiek izmantota četru punktu zonde, lai izvairītos no kontakta pretestības, kas dažos gadījumos varbūt pat tik liela kā pati lapas pretestība. [37]

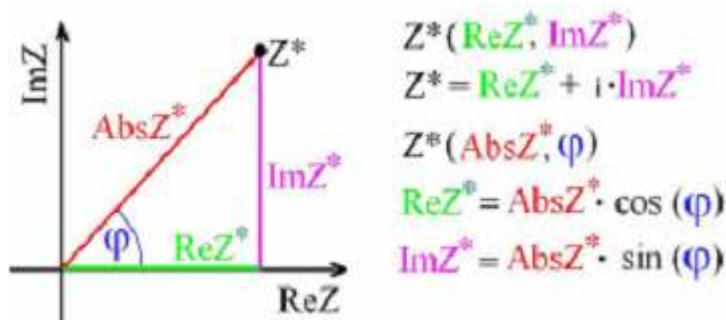
## 1.14. Impedance

Impedance tiek definēta kā  $Z = (U_{ac}/I_{ac} \text{ un } \varphi)$  kompleksa skaitļa formā. Vizuāli definīciju var aplūkot 1.14.1. attēlā, kur  $U(t) = U_{ac} \cdot \sin(\omega t)$ , bet  $I(t) = I_{ac} \cdot \sin(\omega t + \varphi)$ ,



1.14.1.attēls. Impedances definīcija.

Kā impedance tiek definēta kompleksajā plaknē var aplūkot 1.14.2. attēlā.



1.14.2.attēls. Impedance kompleksajā plaknē.

Impedance ir viens no RLC ķēžu elementiem un var tik aprēķināta pēc sekojošām formulām.

- Virknes slēgumā pēc (1.2.) formulas:

$$Z_S = Z_1 + Z_2 \quad (1.2.)$$

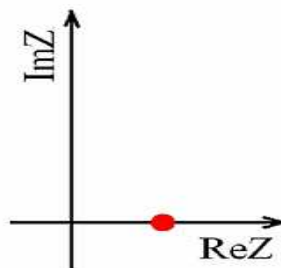
- Paralēlajā slēgumā pēc (1.3.) formulas:

$$\frac{1}{Z_S} = \frac{1}{Z_1} + \frac{1}{Z_2} \quad (1.3.)$$

Mērot impedanci tiek iegūts spektrs, kas ir atkarīgs no frekvences. Analizējot iegūto impedances spektru ir svarīgi cik elementi ir aplūkotajā elektriskajā ķēdē un kā elementi novietoti. Tālāk tiks apskatīts kādi izskatīsies spektri atkarībā no elementiem.

Ja sistēmā viens elements:

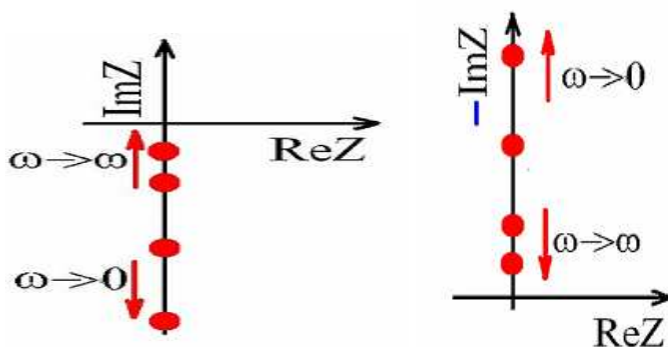
- pretestība, tad impedances spektru var aplūkot 1.14.3.attēlā un  $Z_R = R$ .



1.14.3.attēls. Impedance spektrs pretestībai.

- kapacitāte, tad impedances spektru var aplūkot 1.14.4.attēlā, kur

$$Z_R = \frac{1}{i\omega C} = \frac{-1}{\omega C}$$

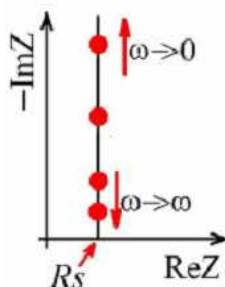


1.14.4.attēls. Impedances spektrs kapacitātei.

Ja sistēmā divi elementi:

- pretestība un kapacitāte virknes slēgumā, tad impedances spektrs 1.14.5.attēlā, kur

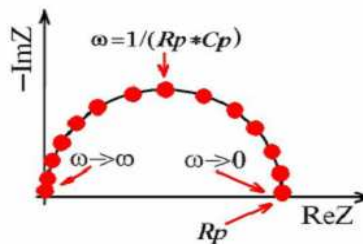
$$Z_C = R_s - \frac{1}{\omega C_s}$$



1.14.5.attēls. Impedances spektrs 2 elementiem.

- pretestība un kapacitāte paralēlajā slēgumā impedances spektrs (1.14.6.attēls) veido pusapli. Raksturīgā frekvence  $\omega_0=RC$  un laika konstante  $\tau_0=1/\omega_0$ .

$$\text{Un } Z = \frac{R}{1+i\omega RC}$$

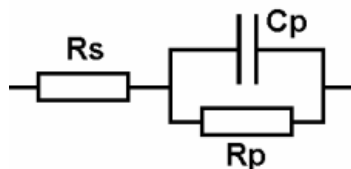


1.14.6.attēls. Impedance spektrs 2 elementiem.

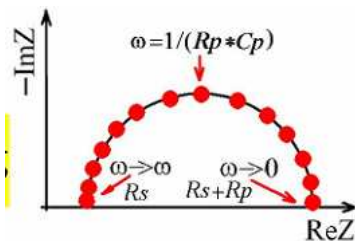
Ja sistēmā trīs elementi:

- divas pretestības un viena kapacitāte (1.14.7.attēls). Šajā spektrā var aplūkot iepriekš apskatīto 1.14.3.attēla un 1.14.6 .attēla apkopojumu. Spektra (1.14.8.attēls)

$$Z = R + \frac{R}{1+i\omega RC}$$

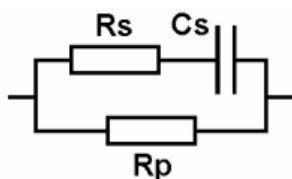


1.14.7.attēls.Shēma ar 3 elementiem.

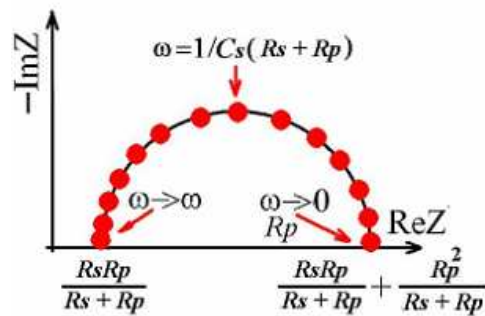


1.14.8.attēls. Impedance spektrs ar 3 elementiem.

- viena pretestība un divas kapacitātes (1.14.9.attēls), tad impedances spektru var aplūkot 1.14.10.attēlā. Impedance ir  $Z = K_1 + \frac{K_2}{1+i\omega K_3}$ , kur  $K_1 = \frac{R_s R_p}{R_s + R_p}$ ,  $K_2 = \frac{R_p^2}{R_s + R_p}$ ,  $K_3 = C_s (R_s + R_p)$

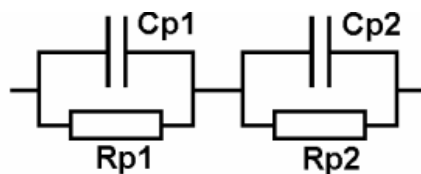


1.14.9.attēls.Shēma ar 3 elementiem.

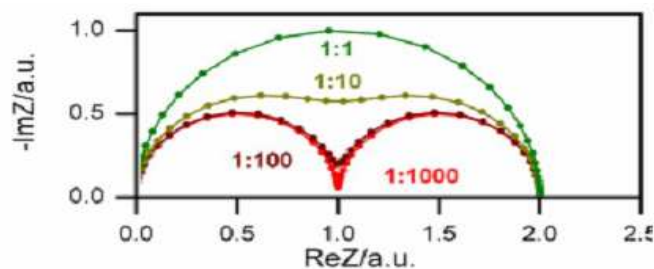


1.14.10.attēls. Impedance spektrs ar 3 elementiem.

Ja sistēmā četri elementi, kas novietoti kā shēmā, kas attēlota attēlā 1.14.11.attēlā. Tad impedances spektrā (1.14.12.attēls) var aplūkot vairāku iepriekš aplūkoto spektru salikumu [38].



1.14.11.attēls.Shēma ar 4 elementiem.



1.14.12.attēls. Impedance spektrs ar 4 elementiem.

Tālākā gaitā zinot visus šos spektru attēlus var viegli analizēt iegūtos eksperimentālos rezultātus. Apstrādājot spektru un no tā nolasot R un C vērtības un veicot matemātiskus aprēķinus var aprēķināt nepieciešamos  $\epsilon$  un  $\sigma$  lielumus pēc (1.4.), (1.5.) un (1.6.) formulām:

$$\epsilon = \frac{C}{C_0} \quad (1.4.)$$

$$\sigma = \frac{d}{RS}, \quad (1.5.)$$

$$\text{kur } C_0 = \frac{\epsilon_0 \epsilon_s}{d} \quad (1.6.)$$

kur C-kapacitāte (F),  $C_0$ - ģeometriskā kapacitāte (F), d-parauga biezums (cm),  $\epsilon_0$ - dielektriskā konstante ( $8,85 \cdot 10^{-12}$ F),  $\epsilon$ - dielektriskā caurlaidība.

## 2. EKSPERIMENTĀLĀ DAĻA

### 2.1. Ultraskaņas ietekme uz stikla šķiedras un stikla šķiedras auduma izsārmošanu.

Darba uzdevumā kā pētāmais paraugs tiek izmantota A/S „Valmieras stikla šķiedra” rūpnīcā ražota E-stikla šķiedra, rezultāti tiek salīdzināti ar K-stikla šķiedras literatūras datiem.

#### 2.1.1. Procesa stimulēšana ar ultraskaņu.

Šajā darba daļā tiek izmantota šķiedra ar elementāršķiedras diametru 6-9 $\mu$ m. Tā kā eļļotājs jeb saistviela ir traucējošs faktors sārmošanas procesā, tad tas tiek nodedzināts no šķiedras virsmas pie 570<sup>0</sup>C. Lai visos eksperimentos radītu vienādus apstākļus, tiek izmantota ultraskaņas vanna Amsonic BC-4530/25. Vanna ir ar ultraskaņas ģeneratoru un sildītāju ar regulējamu temperatūru līdz 96<sup>0</sup>C, vannā var sārnot kā ar ieslēgtu ultraskaņu, tā bez tās. Vannas jauda ir 25W/l. Darba procesā visos mērījumos tiek izmantoti vienādi iesvari- 3,2 g šķiedra, vienādas kolbas ar 200ml sārmošanas šķīdumu 1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Pēc sārmošanas visi paraugi tika skaloti ar destilētu ūdeni, un pēc tam 10 stundas žāvēti pie 140<sup>0</sup> temperatūras, lai iztvaicētu H<sub>2</sub>O molekulas no porām.

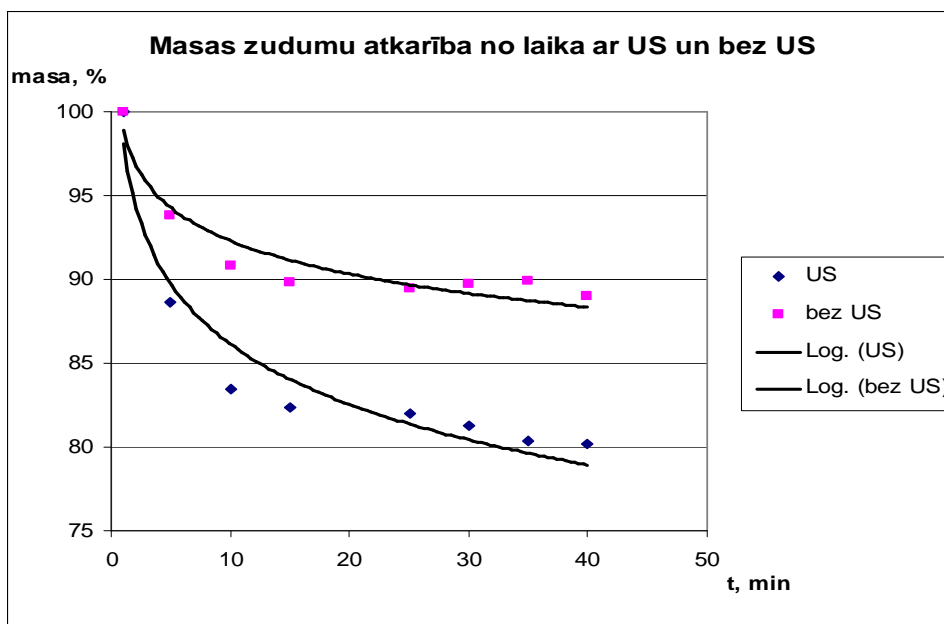
Eksperiments tiek veikts, lai noteiktu ultraskaņas ietekmi uz E-stikla šķiedras izsārmošanu, nosakot masas zudumu atkarību no izsārmošanas laika šķiedrā. 2.1.1. tabulā var aplūkot sārmošanas rezultātā iegūtos rezultātus.

2.1.1. tabula

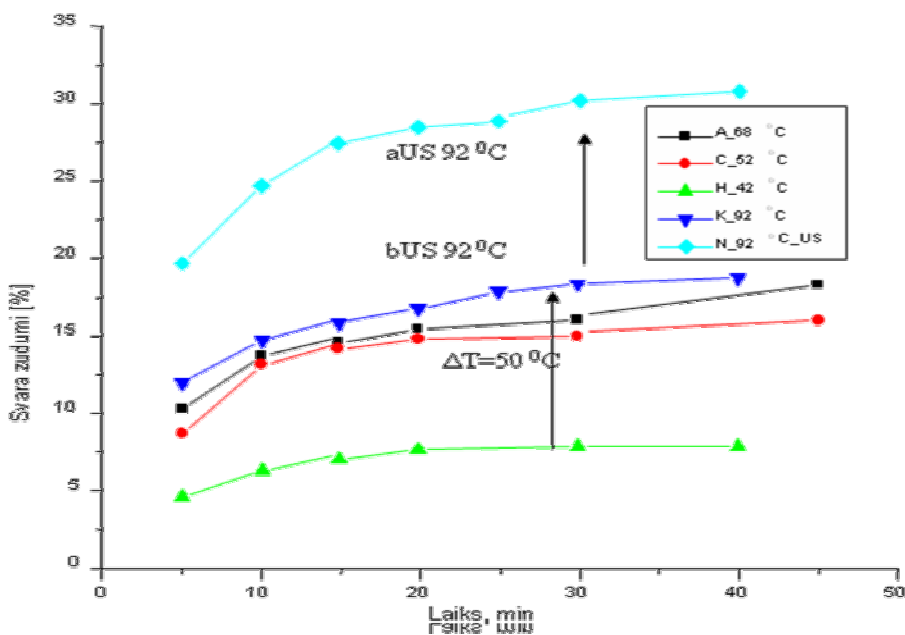
**E-stikla šķiedras izsārmošana.**

Nr.p.k.	Sārmošanas laiks, min	Masas zudumi, %		Masa, %	
		ar US	bez US	ar US	bez US
1.	1	0	0	100	100
2.	5	11,4	6,2	88,6	93,8
3.	10	16,5	9,15	83,5	90,85
4.	15	17,6	10,2	82,4	89,8
5.	25	18	10,5	82	89,5
6.	30	18,7	10,3	81,3	89,7
7.	35	19,6	10,1	80,4	89,9
8.	40	19,8	11	80,2	89

Aplūkojot eksperimentā iegūtos datus, var secināt, ka masas zudumi ir ievērojami lielāki sārmojot ultraskaņas klātbūtnē. Visintensīvākie masas zudumi gan ar ultraskaņu, gan bez tās ir novērojami pirmajās 10 min. Vizuālāk šo masas zudumus atkarību no laika var aplūkot 2.1.1. attēlā.



2.1.1.attēls. Masas zudumu atkarība dažādos sārmošanas laika intervālos ar US klātbūtni un bez US.

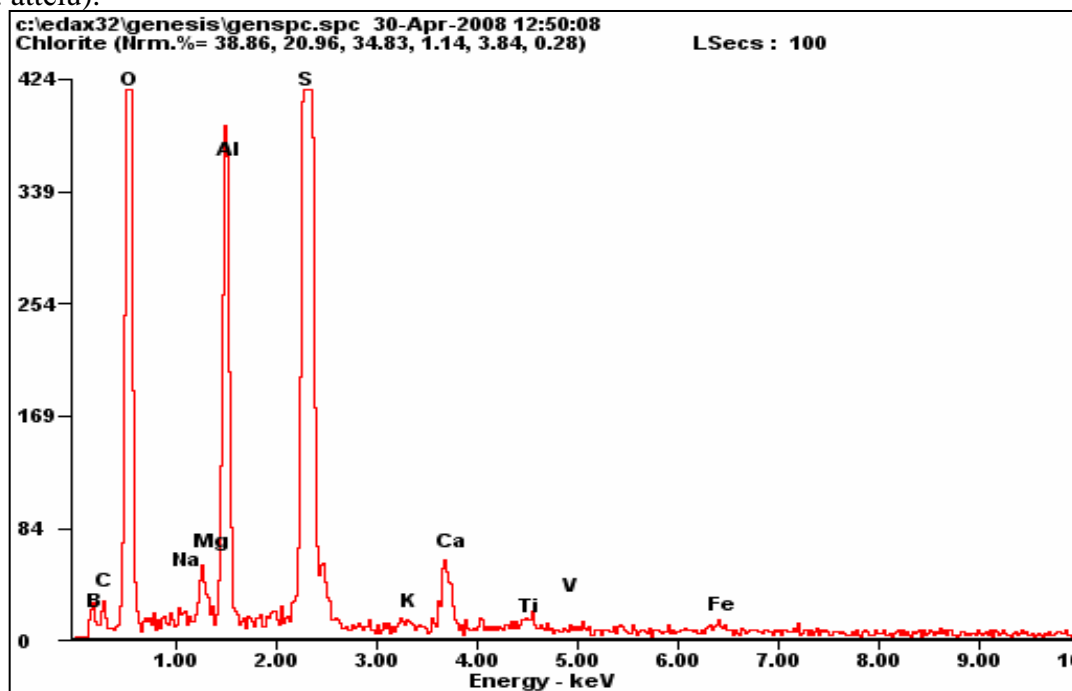


2.1.2.attēls. Masas zudumu atkarība no sārmošanas temperatūras ar US klātbūtni un bez US.

Pie fiksētas temperatūras ( $90 \pm 2$  °C) un atsārmošanas laika (30 min) ar US un bez US atsārmošanas procesā svara zudumi atbilstoši ir 31% un 19%, bet  $\Delta T = 50$  °C svara zudumi ir 11% (2.1.2.attēls).

Par masas zudumi sārmošanas procesa laikā ir saistīti ar modifikatoru oksīdu pāreju izsārmošanas šķīdumā, šajā gadījumā tie būtu Ca un Mg oksīdi. Jau 80-tajos gados darbos

[15, 27] ir norāde, ka pie E stikla izsārmošanas šķīdumā pāriet arī stiklveidotāju B un Al oksīdu joni. Darbos [15, 27] to saista ar E stikla atdzesēšanas procesā iesaldētiem nestehiometriskiem ieslēgumiem. Domājams, arī mūsu gadījumā par ultraskaņas ietekmi uz izsārmošanas procesu ir atbildīgi šādi nestehiometriski ieslēgumi. Šajā gadījumā stiklveidotājoksīdu pāreju šķīdumā parāda šķīduma nogulsņu SEM EDX mērījumi( skat. 2.1.3. attēlu).



2.1.3. attēls. Izsārmošanas šķīduma SEM EDX rezultāti.

Izsārmošanas šķīdums ir atkārtoti iztvaicēts, pievienojot destilētu ūdeni. Iegūtas baltas sulfātu nogulsnes, kuras nodotas SEM EDX analīzei. Redzama B, Al, Ca, Mg klātbūtne izsārmošanas šķīduma nogulsnēs.

### 2.1.2. Masas zudumi ar un bez ultraskaņas

Tālākā gaitā, lai precizētu izsārmošanā iegūtos datus, tika veikti vairāki izsārmošanas eksperimenti, lai novērtētu, cik liels ir masas zudums sārmojot paraugus 90 °C temperatūrā 30 min gan bez US, gan ar US klātbūtni. Lai eksperiments būtu precīzāks, tajā tika izmantota E-stikla šķiedra, kas nav apstrādāta ar eļļotāju. A/s VŠŠ pie atslēgta eļļotāja un mazāka uztīšanas ātruma uz spole, tika izvilka šķiedra, kas ir pilnībā tīra no eļļotāja klātbūtnes. Šai šķiedrai diametrs ir 120-150µm. Tātad šīs šķiedras diametrs ir vairāk kā 100 reizes lielāks, kā šķiedrai, kas tika izvilka pie daudz lielāka ātruma un apsmidzināta ar eļļotāju. 2.1.2 tabulā var aplūkot darbā iegūtos parauga masas zuduma rezultātus bez US, un 2.1.3. tabulā var aplūkot parauga masas zudumu rezultātus sārmojot ar US.

2.1.2.tabula

<b>Sārmošana bez US.(30min)</b>				
Nr.p.k.	Sākuma svars, g	Beigu svars, g	Vid. kv. nov. g	Svara zudums, %
1.	3,2± 0,00001	2,8820	±0,0003	10%
2.	3,2	2,9167	±0,0003	9%
3.	3,2	2,9425	±0,0019	8%
4.	3,2	2,8800	±0,0003	10%
5.	3,2	2,9814	±0,0069	7%
6.	3,2	2,8049	±0,0087	12%
7.	3,2	2,8876	±0,0001	10%
8.	3,2	2,9263	±0,0008	9%
9.	3,2	2,8831	±0,0002	10%
10.	3,2	2,8792	±0,0004	10%
Vidēji:		2,8984	±0,0020	9%

2.1.3.tabula

<b>US ietekme uz izsārmošanu. (30min)</b>				
Nr.p.k.	Sākuma svars, g	Beigu svars, g	Kļūda, g	Svara zudums, %
1.	3,2± 0,00001	2,5446	±0,0046	20%
2.	3,2	2,5610	±0,0026	20%
3.	3,2	2,7170	±0,0109	15%
4.	3,2	2,6541	±0,0017	17%
5.	3,2	2,6170	±0,0000	18%
6.	3,2	2,5524	±0,0036	20%
7.	3,2	2,6220	±0,0001	18%
8.	3,2	2,6610	±0,0024	17%
9.	3,2	2,5781	±0,0012	19%
10.	3,2	2,6165	±0,0000	18%
Vidēji:		2,6124	±0,0027	18%

Kā var aplūkot tabulā 2.1.2., tad sārmojot E-stikla šķiedras paraugus bez US klātbūtnes, var novērot apmēram 9% masas zudumu no sākuma iesvara masas. Svara zudumi paraugiem ir robežās no 7-12%. Apskatot 2.1.3.tabulu var aplūkot cik lieli ir paraugu masas zudumi, kad sārmošana notiek US klātbūtnē. Masas zudumi ir robežās no 15% līdz 20%. Vidēji tiek zaudēti apmēram 18% no sākotnējās parauga masas. Salīdzinot rezultātus bez US un rezultātus ar US klātbūtni, var konstatēt, ka US intensificē izsārmošanas procesu E-stikla šķiedras gadījumā (33). Ja sārmojot E-stikla šķiedras paraugus bez US ietekmes tiek zaudēti apmēram 9% sākotnējās parauga masas, tad sārmojot ar US ietekmi tiek zaudēti vidēji 18%

parauga masas, kas ir apmēram divas reizes vairāk. No tā var secināt, ka US intensificē izsārmošanas procesu E-stikla šķiedras gadījumā apmēram par 10%.

### **2.1.3. Stikla šķiedras auduma ģeometrisko izmēru izmaiņa**

Lai iegūtu pierādījumu, kā sārmošanas procesa rezultātā izveidojušās poras ietekmē šķiedru lineāros izmērus, tika veikts eksperiments, lai noteiktu E-stikla šķiedras auduma lineāro izmēru izmaiņas sārmojot US klātbūtnē. Sārmošana notika US vannā Amsonic BC-4530/25 pie 90<sup>0</sup>C temperatūras. Tika sārmati 27x104mm E-stikla šķiedras auduma gabali. Lineāro izmēru izmaiņa tika noteikta ar epoksīda tepi iezīmētiem lineāriem attālumiem. Sārmošanas rezultātus var aplūkot 2.1.4. tabulā, kurā attēloti eksperimenta rezultāti bez US klātbūtnes, un 2.1.5. tabulā var aplūkot eksperimentā iegūtos rezultātus ar US klātbūtni.

2.1.4.tabula

#### **Bez Us.**

Nr. p.k.	Sākotnējais		Pēc sārmošanas					Kļūda, %
	Garums, mm	Platums, mm	Garums, mm	Izmaiņa, %	Kļūda, %	Platums, mm	Izmaiņa, %	
1.	104	27	99	5%	±1%	24	11%	±0%
2.			97	7%	±1%	23	15%	±4%
3.			99	5%	±1%	26	4%	±7%
4.			98	6%	±0%	24	11%	±0%
5.			100	4%	±2%	25	7%	±3%
6.			97	7%	±1%	23	15%	±4%
7.			97	7%	±1%	24	11%	±0%
8.			99	5%	±1%	24	11%	±0%
Vidēji:			98	6%	±1%	24	11%	±2%

2.1.5..tabula

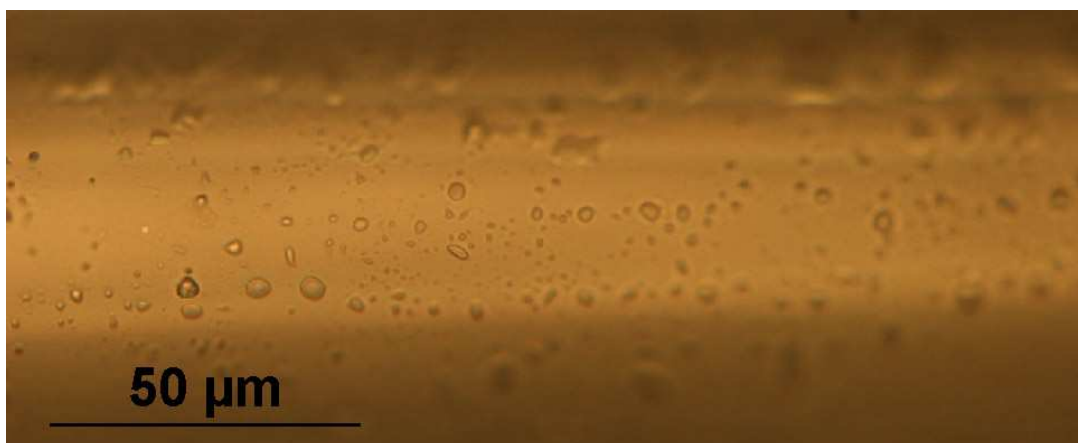
#### **Ar US.**

Nr. p.k.	Sākotnējais		Pēc sārmošanas					Kļūda, %
	Garums, mm	Platums, mm	Garums, mm	Izmaiņa, %	Kļūda, %	Platums, mm	Izmaiņa, %	
1.	104	27	94	10%	±1%	23	15%	±2%
2.			94	10%	±1%	24	11%	±1%
3.			93	11%	±2%	23	15%	±2%
4.			96	8%	±1%	24	11%	±1%
5.			94	10%	±1%	24	11%	±1%
6.			93	11%	±2%	23	15%	±2%
7.			95	9%	±0%	24	11%	±1%
8.			94	10%	±1%	24	11%	±1%
Vidēji:			94	9%	±1%	24	13%	±1%

Aplūkojot tabulas var secināt, ka sārmošanas process diezgan lielā mērā ietekmē izsārmotā produkta lineāros izmērus. Te jāuzsver, ka K stikla šķiedras ģeometriskie izmēri izsārmošanas laikā nemainās, tie sarūk izsārmotai šķiedrai termiskas apstrādes rezultātā. Sārmojot bez US lineārie izmēri samazinājās par 6-11%, bet sārmojot ar US 9-13%, kas atkārtoti pierāda US ietekmi uz izsārmošanas procesu. Par šādu lineāro izmaiņu cēloni var uzskatīt virsmas jau minētos strukturālos pārveidojumus šķiedrā izsārmošanās laikā. E-stikla šķiedras auduma struktūra sārmošanas procesā tiek pilnībā izjaukta. Audums ir zaudējis visas mehāniskās īpašības. 3. pielikumā var aplūkot dažādus stikla sastāvus un to mehāniskās īpašības.

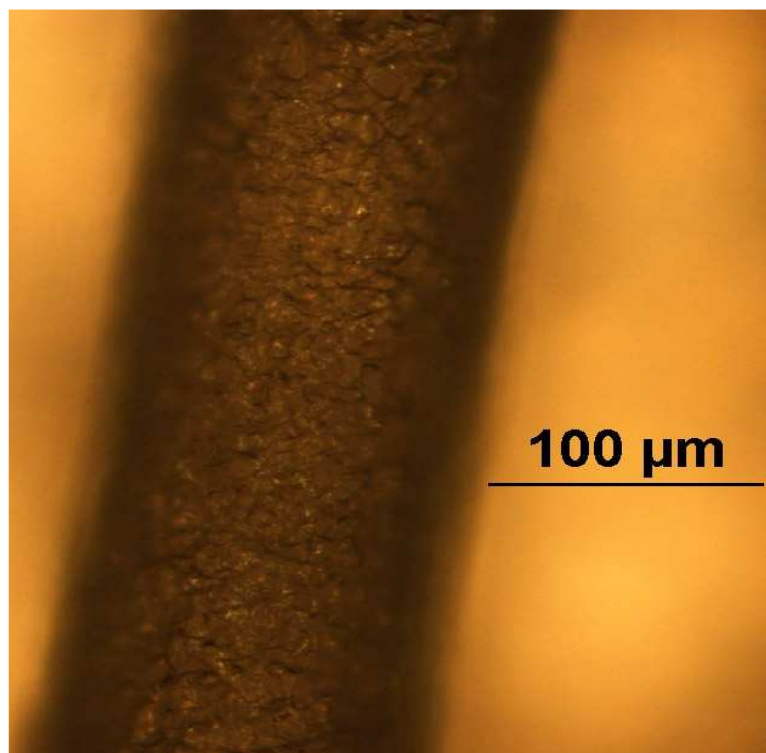
#### **2.1.4. Virsmas morfoloģija.**

Lai rastu vizuālāku iespaidu par to, kā sārmošana ietekmē stikla šķiedras virsmu, tika veikta dažādi apstrādātu stikla šķiedru paraugu analīze. 2.1.4. attēlā var aplūkot E-stikla šķiedru, kas vēl nav ķīmiski apstrādāta. Var secināt, ka pirms izsārmošanas virsma ir gluda, līdzena.



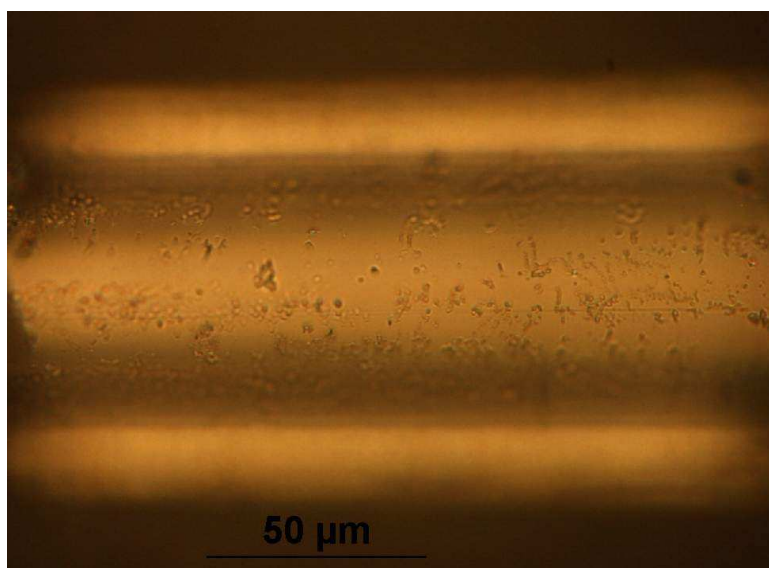
2.1.4. attēls. Neizsārmota E-stikla šķiedra.

2.1.5. attēlā redzama daļēji izsārmotas E stikla šķiedras virsma pēc izsārmošanas 80 °C temperatūrā 5 min laikā. Izsārmotajā šķiedras virsmas slānī ir izveidojušās plaisas. Par iemeslu šo plaisu veidošanai varētu būt izsārmotā slāņa strukturālie pārveidojumi (saraušanās) izsārmošanās laikā vai augšminētā nestehiometrisko ieslēgumu lokāla izsārmošanās.



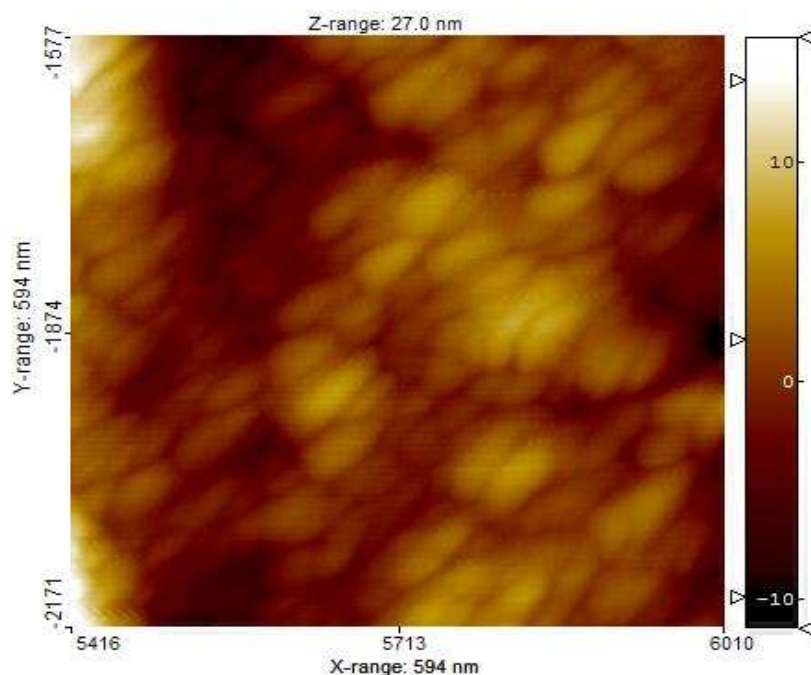
*2.1.5. attēls. E-stikla šķiedra, kas sārnota 5 min. 80°C.*

Interesanti, ka pie pilnīgas šķiedras izsārmošanas pa visu diametru (skat. 2.1.6. attēls) šķiedras virsmā izsārmošanas laikā notiekošo strukturālo pārveidojumu rezultātā plaisas pazūd, stikla šķiedra, kas ir sārnota 30 min virsma it kā zaudē savu nehomogenitāti no ārpuses- virsma ir kļuvusi gludāka un līdzenāka pielietotajā mērogā.



*2.1.6. attēls. E-stikla šķiedra, kas sārnota 30min. 90 °C*

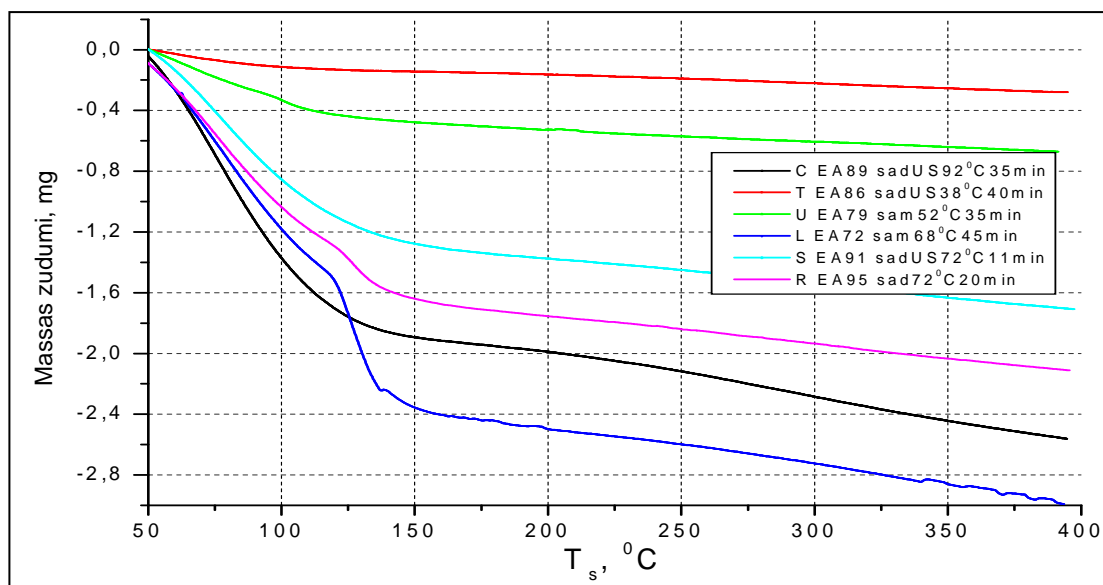
Aplūkojot šo pašu paraugu ar Atomspēku mikroskopu, var redzēt porainu virsmu ar aptuveni poru izmēriem robežās 20-40 nm. (2.1.7.attēls).



2.1.7. attēls. 30 min sārnotas pie 90 °C E-stikla šķiedras atomspēka mikroskopa attēls

### 2.1.5. Tilpuma poru struktūra

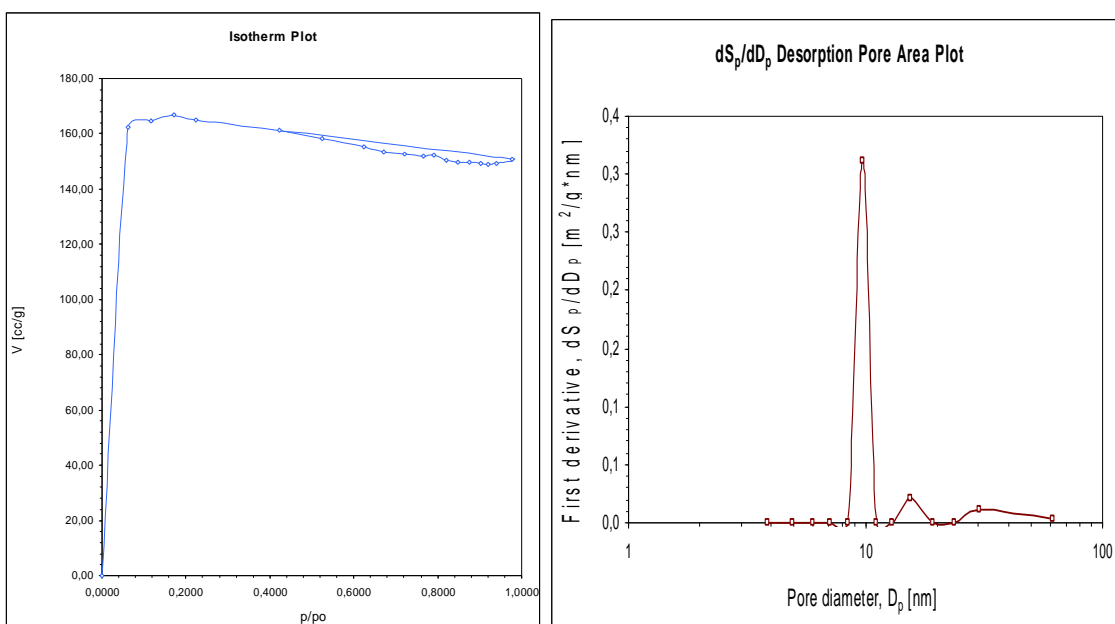
Veicot tālāku termogravietrijas mērījumu analīzi no svara zudumu līknēm seko, ka izsārmošanas procesā rodas 2 adsorbējošo poru kopas. Un iltraskaņa nobīda poru sadalījumu E-stikla šķiedrā mikro poru virzienā, samazinot meza poru tilpumu (2.1.8.attēls).



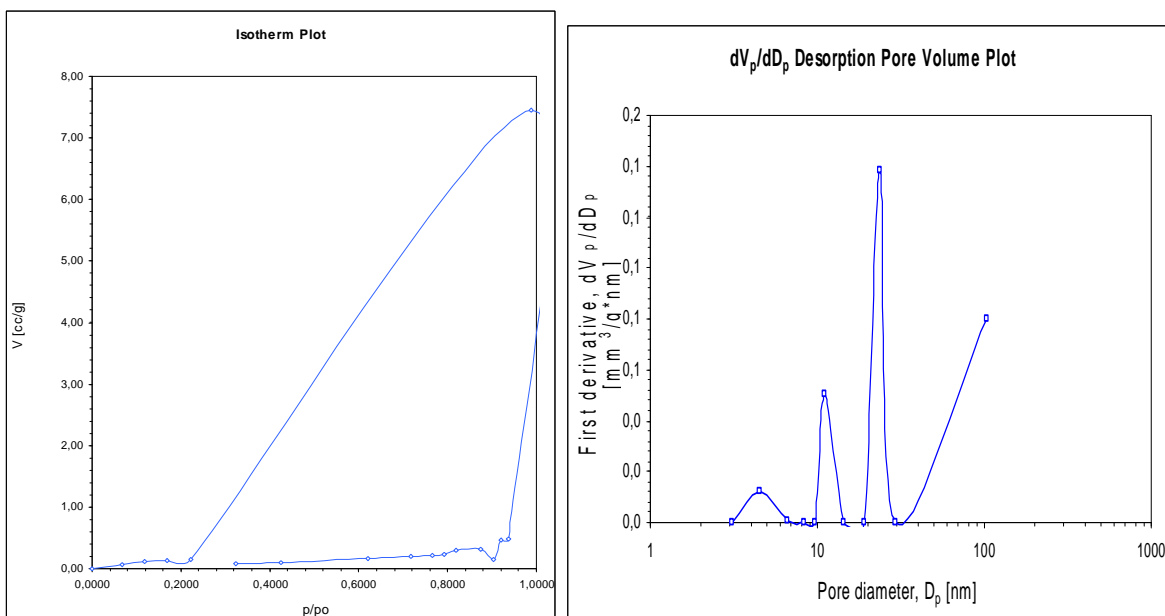
2.1.8.attēls. Termogravietrijas masas zudumu līknes.

US nobīda poru sadalījumu E-stikla šķiedrā mikro poru virzienā, samazinot meza poru tilpumu un sekmējot šķiedras sarukšanu – rezultātā samazinās absorbētā H<sub>2</sub>O daudzums.

Poru sadalījumu un absorbcijas izotermu E un K-stikla šķiedrai var aplūkot 2.1.9. un 2.1.10.attēlos. Var redzēt, ka E-stikla šķiedrai ir izteiktākas lielas poras, salīdzinot ar K-stiklu, kuram ir vairāk mazās poras. Pēc attēliem var secināt, ka iegūta poraina virsma, kas var absorbēt ūdeni.



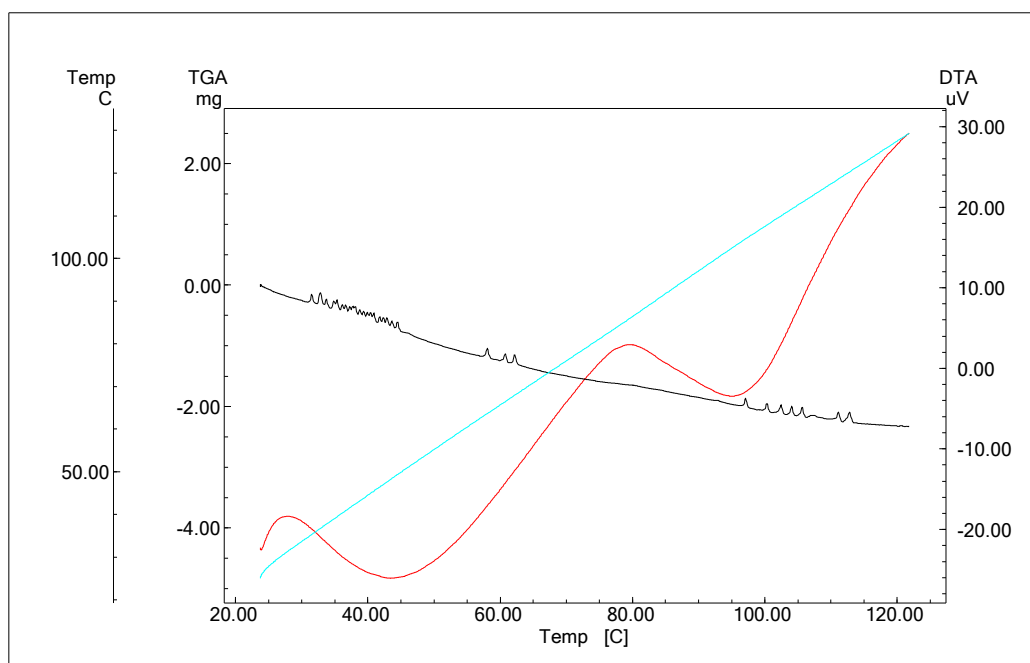
2.1.9.attēls. E-stikla šķiedras (sārmota ar US 40 min) absorbcijas izoterma un poru struktūra.



2.2.10.attēls. K-stikla šķiedras (sārmota ar US 25 min) absorbcijas izoterma un poru struktūra.

### 2.1.6.H<sub>2</sub>O sorpcija-desorpcija

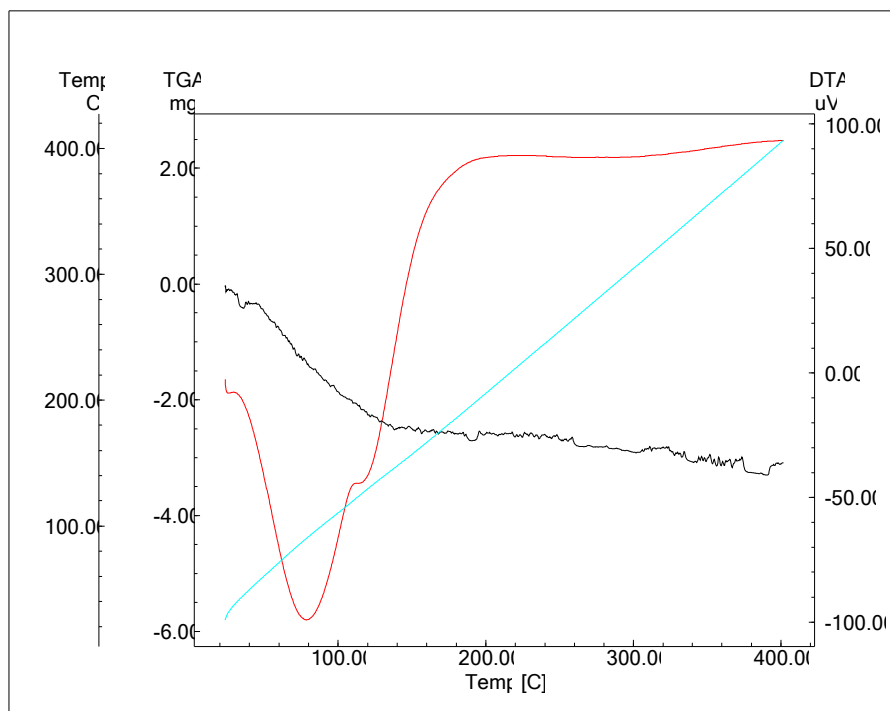
Poru virsmas laukums un uz tā no vides absorbētā mitruma daudzums ir proporcionāli lielumi. Šos lielumus raksturo termogravimetrijas (TG) un diferencilaikās termiskās analīzes(DTA) mērījumi. Analīze tika veikta ar *Shimadzu* DTG-60 (CFI) instrumentu. Kā likums, ja E stikla šķiedra ar diametru 100-150 μm sārnota mazāk par 5-6 min , DTA līknē novērojami 2 minimumi (skat. 2.1.11. attēls), pie tam pirmais minimums pie 40 °C izzūd, ja sārmošanas laiks pārsniedz 5-6 min (skat. 2.1.12.attēls). Fizikāli pirmo minimums pie 40 °C var saistīt ar mitruma absorbciju un desorbciju no daļēji izsārnotas E-stikla šķiedras plīsumiem (skat.2.1.5. attēlu), kurš izzūd pie pilnīgas šķiedras izsārmošanas pa elementāršķiedras diametru.



2.1.11. attēls **Paraugs EA-33, atsārmots ar US 5 min**

Otrais minimums 90-120 °C temperatūras intervālā ir raksturīgs kā izsārnotai K-stikla šķiedrai, tā pilnīgi izsārnotai E-stikla šķiedrai. Tas acīmredzami saistīts ar mitruma absorbciju un desorbciju no izsārnotās stikla šķiedras poru struktūras. Par poru struktūru var izdarīt secinājumus no Sorptometra Kelvin 1042 mērījumiem. Principā sorptometrs Kelvin 1042 nomēra sorbcijas- desorbcijas izotermu šim dotajam paraugam, no kuras ar datu apstrādes programmu aprēķina pārējos poru raksturojošos lielumus. No sorbtometra mērījumiem interesē poru laukums pēc BET teorijas (gāzes absorbcija notiek visā poru

tilpumā) un Lengmura teorijas (gāzes absorbcija notiek uz poru virsmas), poru sadalījums pa diametriem. Izsārotā E-stiklā pie 90°C 30 min poru virsma pēc BET vidēji sastāda 500 m<sup>2</sup>/g (pēc Lengmura teorijas 650 m<sup>2</sup>/g), tajā pat laikā pēc sorbtometra Kelvin 1042 mērījumiem K-stikla šķiedrai vidēji šis lielums sastāda 0,3 m<sup>2</sup>/g un 0,5 m<sup>2</sup>/g attiecīgi. Poru diametrs izsārotai E-stikla šķiedrai pēc sorbtometra Kelvin 1042 mērījumiem ir robežās 2-40 nm (K-stikla šķiedrai robežās 2-60 nm).



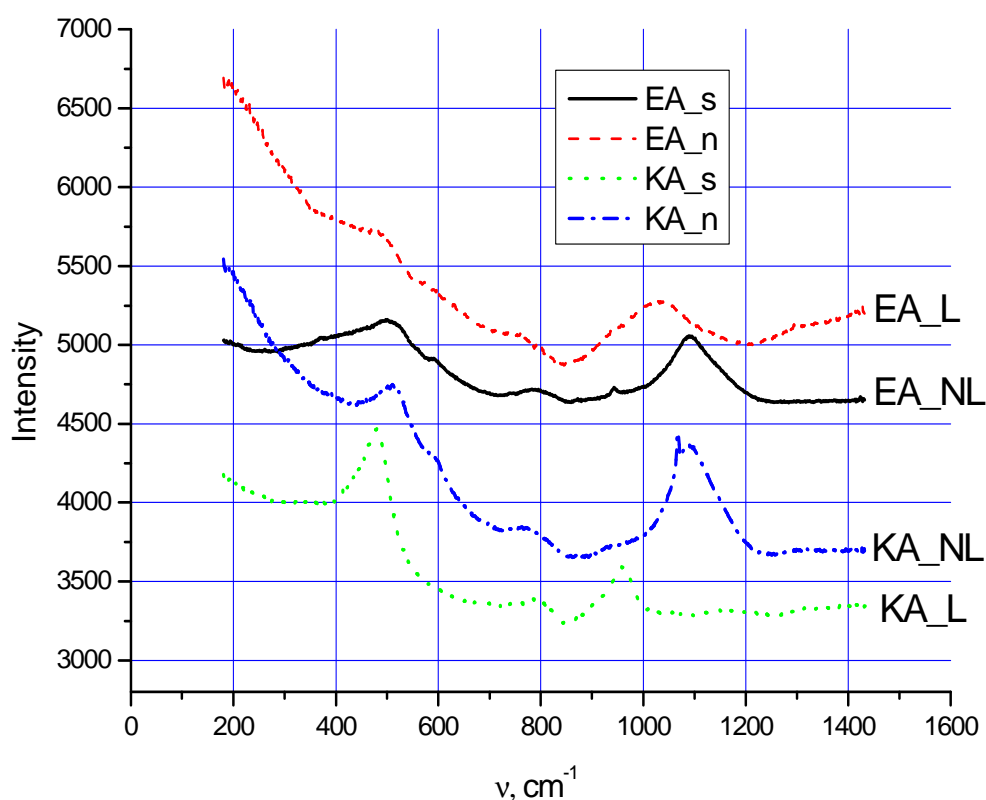
2.1.12. attēls. Paraugs EA-25, atsārots ar US 30 min.

### 2.1.7. Ramana spektri

Paraugiem tika uzņemts Ramana spektrs un veikta tā analīze. Analizējot Ramana spektrus var noteikt kādas izmaiņas notiek stikla šķiedras režģa struktūrā.

2.1.13.attēlā var aplūkot kā atšķiras Ramana spektri E-stikla šķiedrai un K-stikla šķiedrai. Kā arī kā atšķiras sārnota stikla šķiedra no nesārnotas.

E-stikla šķiedras un masīva stikla Ramana spektros joslu novietojums sakrīt. Izsārojot E-stikla šķiedru, augstfrekvences josla nobīdās no 1035 uz 1095 cm<sup>-1</sup>. Zemfrekvences joslas nobīde ir neliela. Augstfrekvences joslas nobīde uz augstākām frekvencēm norāda uz iespējamo Si-O tīkla polimerizācijas pakāpes palielināšanos

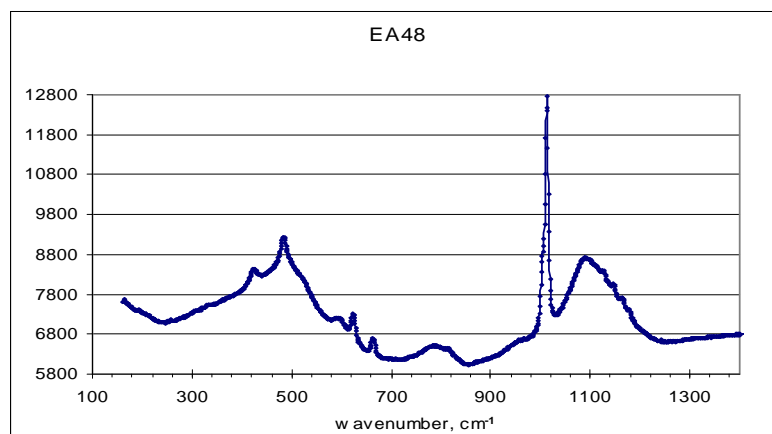


2.1.13.attēls. Ramana spektri sārmatā un nesārmatā K un E-stikla šķiedrai.

Ramana spektraskopijas dati liecina, ka atsārmatā šķiedrā ir liela koncentrācija silanolu grupu.

2.1.14.attēlā var aplūkot E-stikla šķiedras Ramana spektru.

Interesi izraisīja pīķis pie  $\sim 1000\text{cm}^{-1}$ . Veicot tālākus pētījumus un analīzi, ar rentgendifraktogrammu tika noteikts, ka atsārmatie produkti satur  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  un  $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ . Tas ir saistīts ar  $\text{CaSO}_4$  hidrotētām fāzēm.



2.1.14.attēls. Ramana spektrs E-stiklam.

K-stikla paraugu Ramana spektri praktiski sakrīt un to joslu stāvoklis atbilst disilikātam. K-stikla šķiedrai Ramana spektrs sakrīt ar masīva K-stikla Ramana spektru. Izsārmojot K-stikla audumu, būtiski mainās augstfrekvences un zemfrekvences joslu novietojums. Par struktūras izmaiņām liecina joslu pārvietošanās:

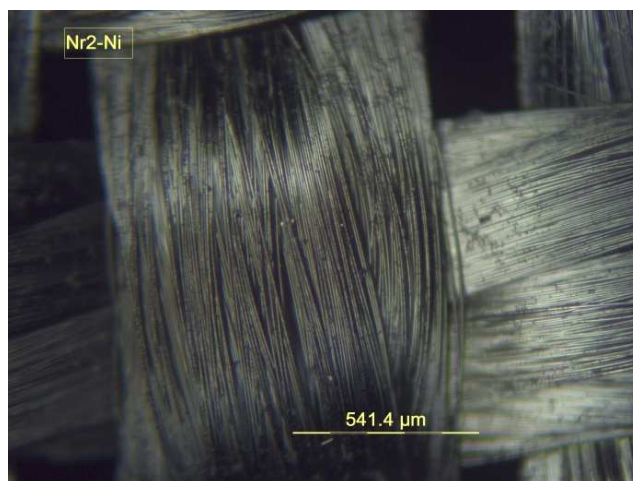
- augstfrekvences no 1095 uz 967  $\text{cm}^{-1}$  un
- zemfrekvences josla no 520 uz 482  $\text{cm}^{-1}$ .

Augstfrekvences joslas nobīde norāda uz struktūras izmaiņu metasilikāta virzienā, kaut gan zemfrekvences joslas nobīde to neapstiprina. E-stikla šķiedras izsārmošana noved pie Ramana joslu nobīdes pretējā virzienā, salīdzinot ar K-stikla izsārmošanas gadījumu.

## **2.2. Elektrisko un elektroķīmisko īpašību pētījumu modificētam stikla šķiedras audumam ar metāla pārklājumiem.**

Šajā darba uzdevumā kā pētāmais objekts tiek izmantots VŠŠ rūpnīcā ražots rūpnieciski sārmons un nesārmons K-300 stikla šķiedras audums. K-stikla šķiedras auduma atsārmošanas procesā uz virsmas un tilpuma veidojas poras. Putināšanas procesā porās tiek ievadīts metālu nanodaļiņas, kā rezultātā iespējams iegūt stikla šķiedras audumu ar jaunām fizikālķīmiskām īpašībām, tai skaitā ar katalītiskām. Šajā procesā K-stikla šķiedru izmanto kā katalizatora nesēju, bet metālu kā heterogēnu katalizatoru.

Eksperimentam tiek sagatavoti 10cm x 10cm lieli K-300 auduma paraudziņi, kuri pirms putināšanas tika izturēti vārošā  $\text{H}_2\text{O}$  un vēlāk pie dažādām temperatūrām izkarsēti. Metāla pārklājumi uznešana tika izdarīta vakuumiekārtā UVN-2 ar līdzstrāvas magnetrons metodi. Metālu pārklājumu uznešanai tiek izmantots līdzstrāvas režīms. Darba gāze ir argons. (Vizuāli K-stikla šķiedras audumu ar Ni pārklājumu var aplūkot 2.2.1.attēlā ). Dažiem paraugiem visus putināšanas parametrus var aplūkot 4.pielikumā.



2.2.1.attēls. K-stikla šķiedra ar Ni pārklājumu.

### **2.2.1.Stikla šķiedras ar metālu pārklājumiem raksturošana.**

Katram putinātajam paraugam, pirmkārt, tik nomērīta pretestība. Paraugs tika ievietots HP 16451B iekārtas paraug turētājā ar voltmetru tika noteikta parauga pretestība. Pretestības mērījumus var aplūkot 2.2.1.tabulā.

2.2.1.tabula.

**Pretestības mērījumi.**  
(K-stikla audums, atsārmots varošā H<sub>2</sub>O un izkarsēts pie 320 C<sup>0</sup>).

Parauga numurs	Mērķa materials	Režīms	Laiks, min	Jauda, kWmin	Biezums, μm	Tilpuma pretestība	Virsmas pretestība
N31	Dur.Al abas puses	500V,1A	15	7,5		∞	∞ ∞
N32	Dur Al Ni	550V,2A 550V,0,40A	30 35	33 7,7	0,9	170Ω	0.5MΩ 4kΩ
N33	Ni Ni	550V,0,40A 550V,0,40A	35 35	7,7 7,7	0,9 0,9	18Ω	150kΩ 6-8kΩ
N34	Ni Ni	550V,0,50A 550V,0,40A	35 35	9,6 7,7	1,1 0,9	9Ω	1-2kΩ 2.8-3.1kΩ
N35	Dur.Al Dur.Al	420V,0,65A 450V,0,62A	35 35	9,6 9,8		∞ ∞	∞ ∞
N36	Al(Sidr.) Al(Sidr.)	900W 900W	35 35	31,5 31,5		9.13kΩ	∞ 15kΩ
N37	Cu Cu	700W 700W	35 35	24,5 24,5	1,2 1,2	0.34Ω	0.5Ω 0.5Ω

2.2.1.tabulas turpinājums.

N38	Cu	700W	16	11,2	0,6	0.43Ω	1.5Ω
	Cu	700W	16	11,2	0,6		
N39	Cu	700W	7	4,9	0,2		
	Cu	700W	7	4,9	0,2		
N40	Cu	700W	7	4,9	0,2		
	Cu	700W	7	4,9	0,2		
N41	Ni	700W	36	25,2	3,0	0,82 Ω	4,7Ω
	Ni	700W	36	25,2	3,0	0,61 Ω	22Ω
N42	Ni	700W	30	21	2,5	0,82 Ω	22 Ω
	Cu	700W	30	21	1,0	0,61 Ω	4.7 Ω

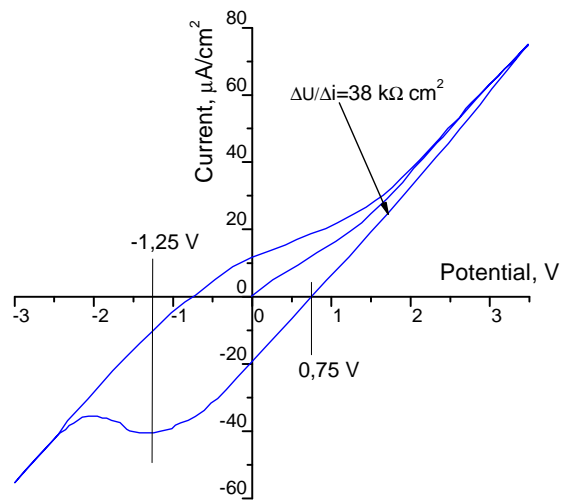
$$V_{Ni}=120\text{nm/kWmin}$$

$$V_{Cu}=50\text{nm/kWmin}$$

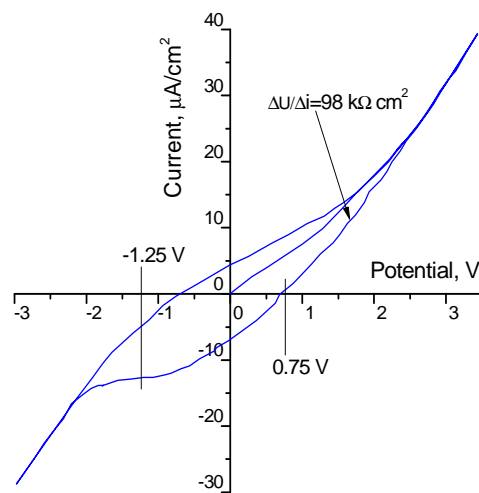
Analizējot 2.2.1.tabulu var redzēt, ka audumiem, kuri no abām pusēm pārklāti ar Ni tilpuma un virsmas pretestības robežas ir ļoti plašas, kas mainās atkarībā no parauga biezuma. Ar Al pārklātiem audumiem nebija iespējams noteikt pretestības vērtību, jo tā bija ļoti liela. Apskatot jaukto pārklājumus (Ni/Cu, Ni/Al) var secināt, ka pieaug gan virsmas, gan tilpuma pretestība salīdzinot, ja būtu uzklāts tikai Ni pārklājums, līdz ar to materiāls kļūst mazāk vadošs. Ni/Al pārklājuma augsto pretestību var skaidrot ar to, ka Al savas lielās pretestības dēļ veido tādu kā bloķējošu kārtiņu uz auduma, un līdz ar to vadošā daļa ir tikai Ni pārklājuma pusē. Tātad labāk vadošu materiālu veido Ni pārklājums.

Tad, lai nomērītu audumiem lapas pretestību, tiek izmantota trīs elektrodu elektroķīmiskā šūna, kurā pētāmais audums darbojas kā elektrods, un pieslēdzot šo šūnu PAR 170 tiek mērīta lapas pretestība paraugam. Sistēmā kā elektrolīts darbojas NaOH šķīdums.

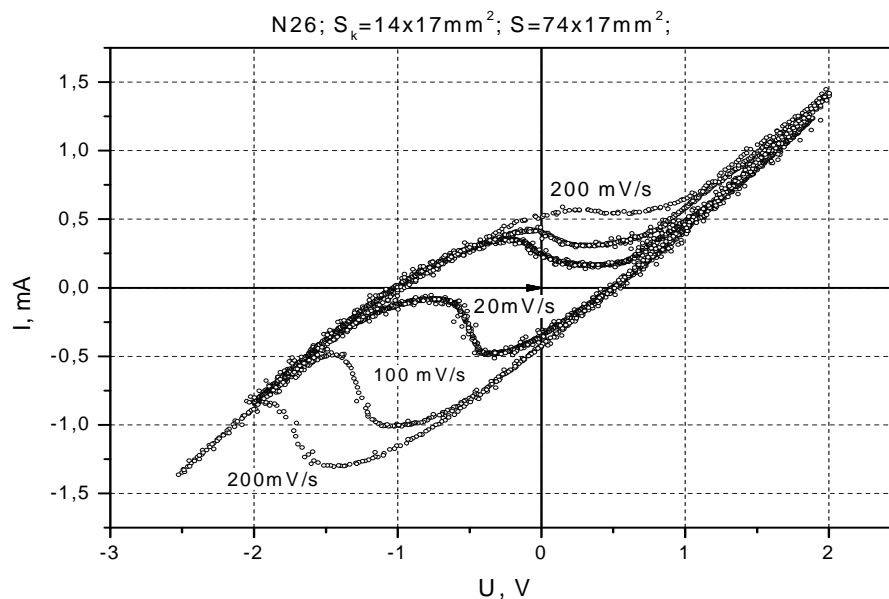
Atsārmotam stikla šķiedra audumam ar Ni pārklājumu paraugiem cikliskās voltampērlīknes uzrāda raksturīgās Ni elektrodiem elektroķīmiskās īpašības (2.2.2. un 2.2.3.attēli).2.2.4.attēlā var aplūkot pirmā eksperimenta rezultātu, kurā var aplūkot ciklisko voltampērlīkni atkarībā no izvērzes ātrumiem..



2.2.2.attēls. Cikliskā voltampērlikne K-stikla audumam, kas izturēts karstā ūdenī un karsēts  $220^\circ\text{C}$ , pārklāts ar Ni



2.2.3. attēls. Cikliskā voltampērlikne K-stikla audumam (sārmota un izkarsēta pie  $700^\circ\text{C}$ ), kas pārklāts ar Ni.



2.2.4.attēls. Cikliskā voltampērlīkne pie dažādiem izvēršanas ātrumiem.

K-stikla šķiedras audumam ar Ni pārklājumu kā elektrodam lapas pretestību nosaka stikla šķiedras virsmas morfoloģija (poru struktūra) un tā paraugiem 2.2.2. un 2.2.3. attēlos ir 38 un  $98 \text{ k}\Omega \cdot \text{cm}^2$ .

Šādi poraini stiklveida materiāli ar augstu  $\text{SiO}_2$  saturu kā membrānas un kā augsttemperatūras vide, kurā var ievadīt funkcionālas nanodispersas daļiņas, ir pamatne katalizatoriem, kas paver iespējas izstrādāt jaunus funkcionālus materiālus

### 2.2.2.Impedance

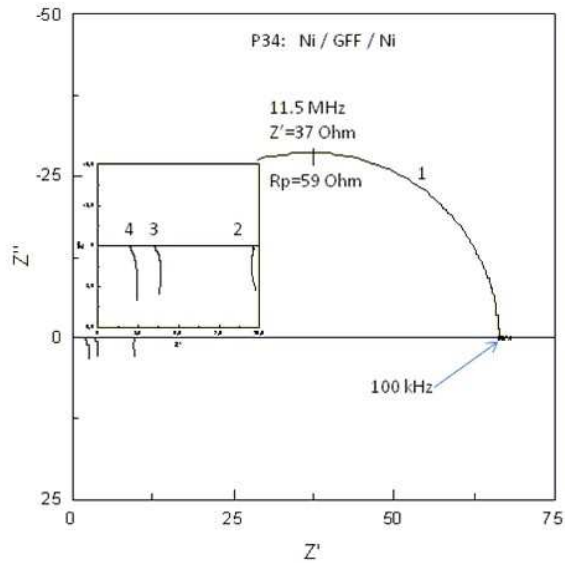
Impedances spektri tika mērīti ar HP 4194A IMPEDENCE/GAIN-PHASE ANALYSER.

Tika izveidoti arī paraugi, kuriem putināšana tika veikta uz abām auduma pusēm. Piemēram, paraugam P34 uz abām pusēm ir uzputināts Ni (2.2.5.attēls), P32 paraugam uz vienas puses uzputināts Ni uz otras Al (2.2.6.attēls). Impedances līkņu mērķis ir konstatēt vai pastāv starpība starp 2 dažādiem elektrodiem Tiek salīdzināti sausi, izkarsēti un mitrināti paraugi. 2.2.5. un 2.2.6.attēlos ar 1.apzīmē sākotnējo parauga stāvokli pēc metāla uznešanas paraugam, ar 2. apzīmē karsētu paraugu un ar 3. un 4.apzīmē mitrinātu.

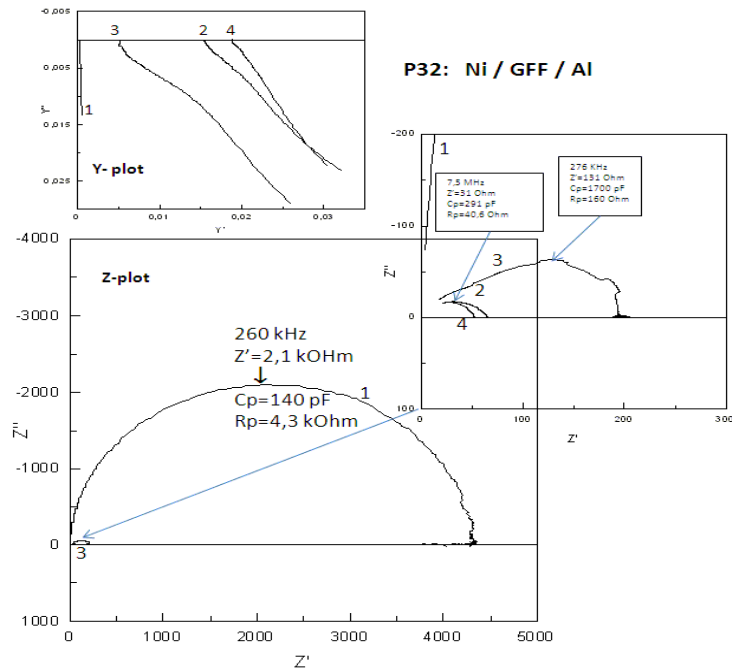
Paragā, kur abi elektrodi ir Ni (skat.2.2.5.attēls), karsējot paraugus aktīvā pretestība ievērojami pieaug, veidojas metāliski vadāmības kanāli. Notiek arī paraugu segregācija, un paraugs pēc karsēšanas neiegūst iepriekšējās pretestības vērtības. Mitrinot tiek parādīta ūdens

loma porās, starptelpās starp elektrodiem. Rezultātā aktīvā pretestībā no kapacitīvas pāriet uz induktīvu.

Paraugā, kur ir dažādi elektrodi (skat. 2.2.6.attēls), pēc karsēšanas notiek jaunu vadāmības kanālu veidošanās, bet pēc mitrināšanas saglabājas kapacitīvā vadāmība. Tas skaidrojams ar to, ka Al veido oksīdu slāni, un tas kļūst par blokējošu slāni, un dod lielu pretestību.



2.2.5.attēls. Impedances mērījums paraugam, kas no abām pusēm pārklāts ar Ni.



2.2.6.attēls. Impedances mērījumi paraugam, kas no vienas puses pārklāts ar Ni, no otras puses ar Al.

Tad tika pētīti impedances spektri un paraugiem noteikta  $\epsilon$  un  $\sigma$ . 2.2.2.tabulā var aplūkot no impedances grafikiem nolasītās C un R vērtības, kā arī aprēķinātas  $\epsilon$  un  $\sigma$  vērtības.

2.2.2.tabula.

**K-stikla šķiedras audumu pārklātu ar Cu un Ni  $\epsilon$  un  $\sigma$  vērtības.**

Paraugi	C1( $10^5$ Hz) pF	C2( $10^7$ Hz) pF	R1( $10^5$ Hz), $\Omega$	R2( $10^7$ Hz) $\Omega$	$\epsilon_1$	$\epsilon_2$	$\sigma_1$ , S/cm	$\sigma_2$ , S/cm
P31	120	116	$6,11 \cdot 10^5$	$4,47 \cdot 10^3$	6,0	5,8	$7,2 \cdot 10^{-9}$	$9,9 \cdot 10^{-7}$
P31k	100	98	$2,52 \cdot 10^6$	$244 \cdot 10^3$	5,0	4,9	$1,7 \cdot 10^{-9}$	$1,81 \cdot 10^{-6}$
P31m	122	116	$9,63 \cdot 10^5$	$1,04 \cdot 10^4$	6,1	5,8	$4,6 \cdot 10^{-9}$	$4,2 \cdot 10^{-7}$
P31mm	124	118	$8,56 \cdot 10^5$	$1,14 \cdot 10^4$	6,2	5,9	$5,2 \cdot 10^{-9}$	$3,8 \cdot 10^{-7}$
P32	1488	270	$6,30 \cdot 10^1$	$3,70 \cdot 10^1$	74,4	13,5	$7,0 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$
P32k	145	140	$4,25 \cdot 10^3$	$2,13 \cdot 10^3$	7,2	7,0	$1,0 \cdot 10^{-6}$	$2,1 \cdot 10^{-6}$
P32m	2258	331	$1,82 \cdot 10^2$	$4,80 \cdot 10^1$	112,9	16,5	$2,4 \cdot 10^{-5}$	$9,2 \cdot 10^{-5}$
P32mm	1061	247	$5,20 \cdot 10^1$	$3,80 \cdot 10^1$	53,1	12,3	$8,5 \cdot 10^{-5}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$
P33	379	255	$2,80 \cdot 10^1$	$2,40 \cdot 10^1$	18,9	12,7	$1,6 \cdot 10^{-4}$	$1,8 \cdot 10^{-4}$
P33k	138	137	$2,97 \cdot 10^5$	$6,51 \cdot 10^3$	6,9	6,85	$1,5 \cdot 10^{-8}$	$6,8 \cdot 10^{-7}$
P33m	neg	?	6,00	7,00			$7,4 \cdot 10^{-4}$	$6,3 \cdot 10^{-4}$
P33mm	neg	?	$9,50 \cdot 10^1$	?			$4,6 \cdot 10^{-5}$	
P34	neg	neg	$1,00 \cdot 10^1$	?			$4,4 \cdot 10^{-4}$	
P34k	187	179	$6,70 \cdot 10^1$	$6,80 \cdot 10^1$	9,3	8,9	$6,6 \cdot 10^{-5}$	$6,5 \cdot 10^{-5}$
P34m	neg	neg	3,00	5,00			$1,5 \cdot 10^{-3}$	$8,8 \cdot 10^{-4}$
P34mm	neg	neg	2,00	4,00			$2,2 \cdot 10^{-3}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$
P35	108	103	$6,77 \cdot 10^5$	$6,20 \cdot 10^3$	5,4	5,1	$6,5 \cdot 10^{-9}$	$7,1 \cdot 10^{-7}$
P35k	94	93	$1,51 \cdot 10^6$	$1,52 \cdot 10^4$	4,7	4,6	$2,9 \cdot 10^{-9}$	$2,9 \cdot 10^{-7}$
P35m	107	102	649 000	$5,35 \cdot 10^3$	5,3	5,1	$6,8 \cdot 10^{-9}$	$8,2 \cdot 10^{-7}$
P35mm	110	105	$6,33 \cdot 10^5$	$4,74 \cdot 10^3$	5,5	5,2	$7,0 \cdot 10^{-9}$	$9,3 \cdot 10^{-7}$
P36	3215	129	8,00	4,00	160,7	6,4	$5,5 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-3}$
P36k	neg	neg	6,00	6,00			$7,4 \cdot 10^{-4}$	$7,4 \cdot 10^{-4}$
P36m	1239	686	$2,50 \cdot 10^1$	$1,40 \cdot 10^1$	61,9	34,3	$1,8 \cdot 10^{-4}$	$3,1 \cdot 10^{-4}$
P36mm	443	298	$2,90 \cdot 10^1$	$2,30 \cdot 10^1$	22,1	14,9	$1,5 \cdot 10^{-4}$	$1,9 \cdot 10^{-4}$

\*k – karsēts; m – mitrināts ; mm – mitrināts ilgāku laiku; ? – nevar nomērīt kapacitāti, jo pārāk maza pretestība, neg- imaginārai daļai mainās raksturs- impedances komponentei vairs nav kapacitīvs, bet ir induktīvs raksturs.

No 2.2.2.tabulas var secināt, ka  $\epsilon$  mainās no 4,7 līdz 160,7, bet  $\sigma$  mainās robežās no  $10^{-3}$  līdz  $10^{-7}$ S/cm. Iegūtajos paraugos dielektriskā caurlaidība ir diezgan liela, bet elektrovadāmība ļoti maza, jo to ietekmē ūdens daudzums, izveidojušās silanola grupas. Aplūkojot iegūtās  $\epsilon$  vērtības, var spriest par modificētā K-stikla šķiedras auduma elektrovadītspēju un to izmantot kā elektrodu.

Tika veikts pētījums arī par to, kā atšķiras impedances mērījumi, ja stikla šķiedras paraugu, kas pārklāts ar metālu, samaļ un sapresē tabletē. Parauga malšana tika veikta ar Retsch MM 301 iekārtu. Tad iegūtais pulveris tika sapresētas tabletē. Iegūtie mērījumi ir attēloti 2.2.3.tabulā.

2.2.3.tabula

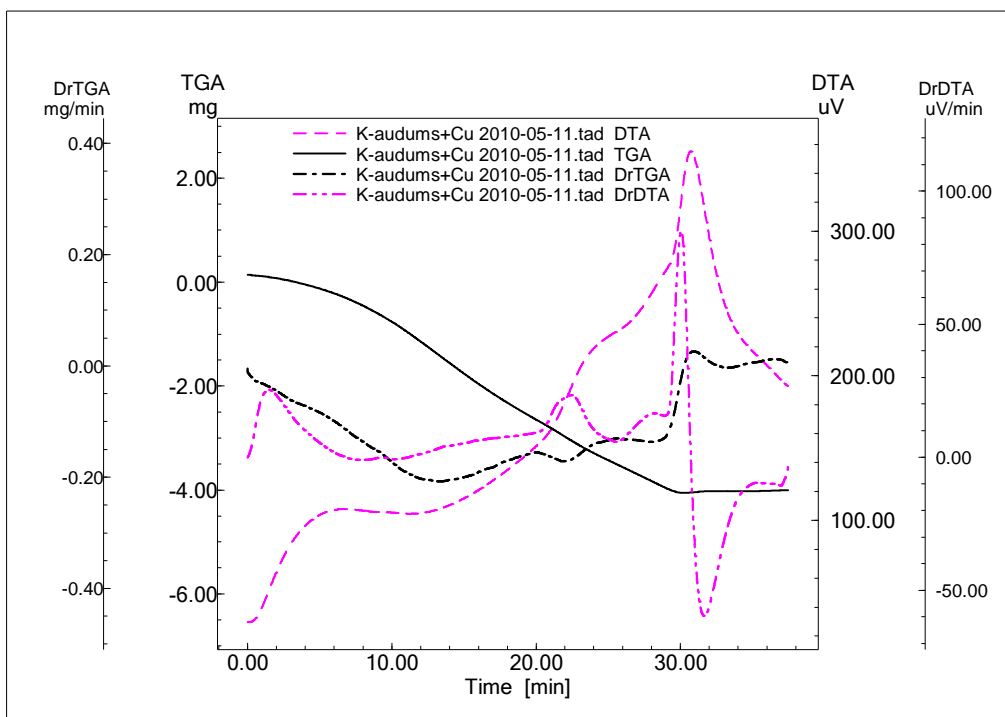
**Impedances mērījumi pulverim (ar Ni vai Cu pārklāts K-stikla šķiedras audums).**

	m, g	1·10 <sup>3</sup> Hz			1·10 <sup>5</sup> Hz		1·10 <sup>7</sup> Hz	
		C <sub>1</sub> , pF	C/m	ε <sub>1</sub>	C <sub>2</sub> , pF	ε <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> , pF	ε <sub>3</sub>
Cu40	0,0501	23	459	14,1	9,3	5,7	8,4	5,1
Cu39	0,0410	10	244	5,0	6,4	3,2	6,2	3,1
Cu/Ni	0,0460	15	326	8,4	10,0	5,6	9,8	5,5
Ni25	0,0391	14	358	6,7	9,4	4,5	8,8	4,2
Ni26	0,0503	10	199	6,1	6,5	4,0	6,2	3,8

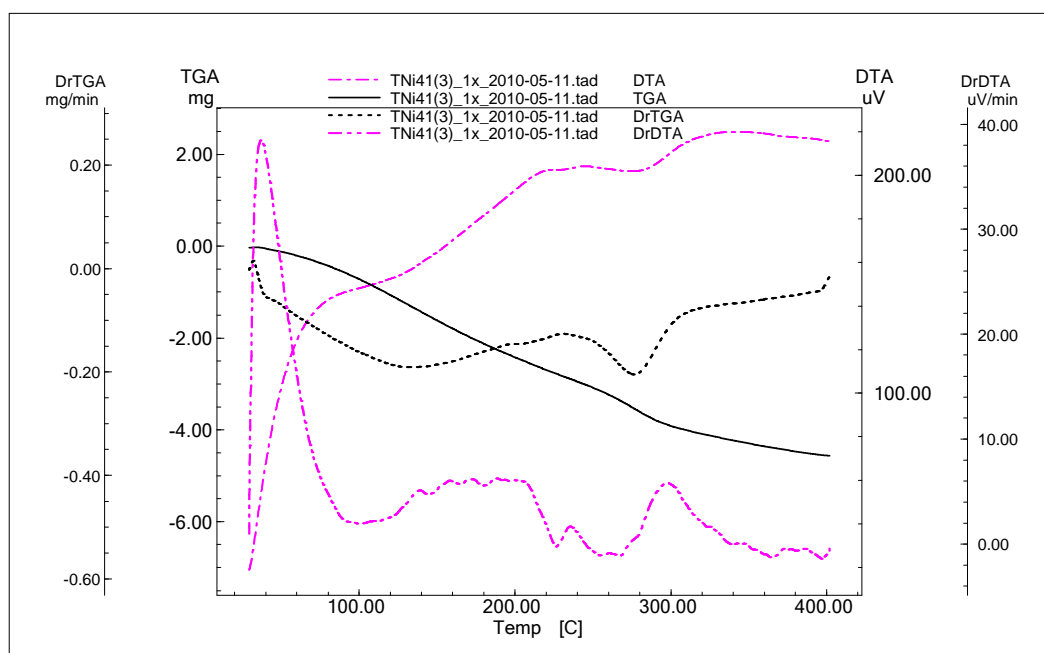
Salīdzinot iegūtās pulveru ε vērtības ar iepriekš noteiktajām auduma ε vērtībām, var secināt, ka tās ir ļoti tuvas pēc skaitliskajām vērtībām. Tas paver iespējas šo metalizētā auduma pulveri nākotnē izmantot kā aktīvu daļiņu kompozītu veidotāju.

Metalizētajiem auduma paraugiem tika veikta arī TGA/DTA analīze. Tika analizēti paraugi ar Cu (2.2.8.attēls) un Ni (2.2.9.attēls) pārklājumiem. Paraugam ar Ni pārklājumu masas zudumi ir 4,5mg jeb 5,3% no sākuma svara. Paraugam ar Cu pārklājumu 4,1mg jeb 4,3% no sākuma svara. Tad paraugi tika uz 24h atstāti mitrā vidē, un tad atkārtoti veikta analīze, lai noteiktu kā paraugi absorbēs apkārtējo mitrumu. Pēc mitrināšanas paraugs ar Ni pārklājumu zaudē vēl 3,1mg jeb 3,7% svara, bet paraugs ar Cu pārklājumu zaudē 2,6mg jeb 2,8% svara. Tātad pārklājumi ar Ni vairāk absorbē ūdeni nekā pārklājumi ar Cu.

Salīdzinot iegūtos rezultātus ar nemetalizēta auduma mērījumiem, var secināt, ka audumi ar metāla pārklājumu ir absorbējuši mazāku ūdens daudzumu. Tātad metāla pārklājumi samazina ūdens adsorbciju K – stikla šķiedras audumam.



2.2.8.attēls. TGA/TG līknes K-stikla šķiedras audumam pārklātam ar Cu.



2.2.8.attēls. TGA/TG līknes K-stikla šķiedras audumam pārklātam ar Ni

## REZULTĀTU KOPSAVILKUMS

Ultraskaņas ietekmes pētījumi stikla šķiedras modificēšanā:

- ✓ US intensificē izsārmošanas procesu E-stikla šķiedras gadījumā apmēram par 10%.
- ✓ Sārmojot bez US lineārie izmēri samazinājās par 6-11%, bet sārmojot ar US 9-13%, kas atkārtoti pierāda US ietekmi uz izsārmošanas procesu.
- ✓ Ultraskaņa nobīda poru sadalījumu E-stikla šķiedrā mikro poru virzienā, samazinot meza poru tilpumu un sekmējot šķiedras sarukšanu- rezultātā samazinās absorbētā H<sub>2</sub>O daudzums.
- ✓ Ramana spektraskopijas dati liecina, ka atsārmoātā šķiedrā ir liela koncentrācija silanolu grupu.
- ✓ Ultraskaņa saīsina atsārmošanas laiku.

Metālu pārklājumu pētījumi:

- ✓ Uz stikla šķiedras auduma uznestie metāli – Cu, Al, Ni, nodrošina tā elektrovadītspēju un var tikt izmantoti kā elektrodi elektroķīmiskajās šūnās. Ni pārklājums uzrāda augstākas elektrisko parametru vērtības, nekā Al un Cu.
- ✓ Metalizētam audumam dielektriskā caurlaidība  $\epsilon$  mainās no 4,7 līdz 160,7, bet elektriskā vadāmība  $\sigma$  mainās robežās no  $10^{-3}$  līdz  $10^{-7}$  S/cm.
- ✓ Metāla pārklājumi samazina ūdens adsorpciju K – stikla šķiedras audumam.
- ✓ Adsorpētais ūdens dod ieguldījumu impedances spektrā līdz  $10^3$  Hz, bet pie frekvencēm augstākām  $10^5$  Hz ūdens polarizācija nedod ieguldījumu impedancē.
- ✓ Metāla pārklājuma ieguldījumu impedancē var novērot pie frekvencēs, kas lielākas par  $10^5$  Hz.
- ✓ Metāla pārklājumi samazina ūdens adsorpciju audumā.

## SECINĀJUMI

Darba mērķis bija noteikt stikla šķiedras auduma funkcionalizēšanas iespējas ar metālu pārklājumiem uz modificētas stikla šķiedras auduma. Pirmajā darba uzdevumā tika veikta stikla šķiedras modificēšana ar nanostrukturēšanas palīdzību. Darba tika pierādīta ultraskaņas ietekme uz stikla šķiedras poru struktūru, novērota izsārmošanas kinemātika atkarība no izsārmošanas laika, ultraskaņas ietekme uz sārmošanas procesa kinemātiku. Kā ultraskaņas klātbūtnē, tā arī bez tās atsārmošanas procesa laikā notiek poru sarūkšana, samazinās poru izmēri un samazinās E-stikla šķiedras un tās izstrādājumu lineārie izmēri. Darbā tika arī vizuāli parādītas stikla šķiedras virsmas izmaiņas sārmošanas procesā. Augstāk minētie procesi un analīze nodrošina porainu materiālu ar galvenajiem raksturparametriem- poru izmērs, virsma un tilpums.

Uz nātrija alumosilikātsikla šķiedras auduma virsmas uznestie metāli – Cu, Al, Ni, nodrošina elektrovadītspēju un var tikt izmantoti auduma elektroķīmisko īpašību iegūšanai. No izmantotajiem metāliem, Ni uzrāda labākas elektriskās īpašības nekā Al un Cu. Metāla pārklājumi samazina ūdens adsorbciju audumam, taču vēl piesaista daudz ūdens, kas samazina elektrovadītspēju. Aplūkojot iegūtos rezultātus var secināt, ka ir iegūts jauns funkcionāls materiāls ar jaunām elektroķīmiskām īpašībām.

Nākotnē ir plānots turpināt maģistra darbā iesākto. Pētot objektu kā mikro un nano strukturētu heterogēnu sistēmu, saistīt ar struktūru, sastāvu pētījumi, jonu un elektronu vadāmību, un elektroķīmiskajās īpašībām. Turpmāk pētījumi tiks vērsti uz pārklājuma katalītiskās īpašības, uznest pārklājumus uz E-stikla šķiedras, izmantot citus metālus pārklājuma veidošanai un veikt to analīzi.

Maģistra darbā rezultāti pa daļām ir prezentēti vairākās konferencēs, kuru sarakstu var aplūkot 1.pielikumā.

## **PATEICĪBA**

Izsaku pateicību darba vadītājam A. Lūsim un LU CFI pusvadītāju nodaļas kolektīvam par konsultācijām maģistra darba izstrādāšanas laikā.

## IZMANTOTĀ LITERATŪRA UN AVOTI

1. <http://www.vss.lv/lat/>
2. Ģ. Vēveris, V. Eglītis, A. Lūsis, D. Erts. *Stikla šķiedras termiskās izturības paaugstināšanas iespēju izpēte*. Latvijas Universitāte Fizikas Cietvielu institūts Rīga 1999.
3. *Strong Fibers*. Editors **W. Watt, B.V. Perov** in: *Handbook of Composites*, vol. 1, Editors **A. Kelly, Yu.N. Rabotnov** (North Holland, Amsterdam, 1985) p. 752
4. **L. Pētersone, A. Lūsis, V. Eglītis** *Ultraskaņas ietekme uz rūpnieciskas stikla šķiedras izsārmošanas procesu*, LU CFI konference. Rīga 2008.
5. **Павлушкин Н.М.** *Основы технологии ситаллов*. – М. Стройиздат. 1979. 360 с.
6. **Жданов С.П.** *Химическая устойчивость щелочносиликатных стекол и ее связь с координацией катионов. Вакансионный механизм выщелачивания*. Физика и химия стекла. 1978. т.4. вып. 5. с.515-521.
7. **Жданов С.П.** *Зависимость химической устойчивости щелочносиликатных стекол от особенностей их катионной структуры*. Физика и химия стекла. 1978. т.4. вып. 5. с.515-521.
8. **Boksay Z., Bouquet G.** *On the reaction of water molecules with the silicija network in the glass phase*.- Phys. Chem. Glasses, 1975, v.16, No.4, p. 81-82.
9. **Clark D.E., Dilmore M.F., Ethridge E.C., Hench L.L.** *Aqueous corrosion of soda silisia and soda-lime-silicia glass*.- J. of the Amer. Cer. Soc., 1976, v.59, No.1-2., 62-65.
10. **Rauschenbach B., Blasek G.** *Investigation of near region of surface of soda-lime-silicia glass and lithium silicija glass with secondary ion mass spectrometry*. – Appl. Phys., 1980, v.22, p.233-236.
11. **Tsong I.S.T., Houser C.A., White W.B., Power G.L., Tong S.S.C.** *Glass leaching studies by sputter-induced photon spectrometry (SIPS)*.- J. Non.-Cryst. Solids, 1980, v.38-39, p. 649-654.
12. **Белюстин А.А.** *Концентрационное распределение ионов в поверхностных слоях щелочносиликатных стекол в результате взаимодействия их с водными растворами*.- Физика и химия стекла, 1981. т.7. вып. 3. с. 257-277.
13. **Щульц, Т.П., Белюстин А.А., Могилева В.В., И.С. Ивановская И.С.** – *Концентрационное распределение и взаимодействие ионов в поверхностных слоях натриевоалюмосиликатного стекла, обработанного водными растворами*. Докл. АН СССР, 1978, т. 241, вып.1, с.155-158.

14. **Veal B.W., Lam D.J., Karim D.P.** *XPS studies of silicate glasses: implications to bonding and leaching.*-Nuclear Technology, 1980, v.51, No.2, p.136-142.

15. **Ивановская И.С. и др.** *Распределение натрия в поверхностных слоях натриевосиликатных стекол в результате взаимодействия их с водными растворами.*- Физика и химия стекла, 1975, т.1. вып. 2. с. 156-161.

16. **Семенов Н.Н., Харин А.С., Петухова Л.В., Шулов С.Я., Костин К.Б., Самсонова Л.А.** *Исследование поверхностного слоя электрохимически окрашенных стекол методом Оже-электронной спектроскопии.*- Физика и химия стекла, 1981. т.7, вып. 1. с. 123-126.

17. **Кокорина В.Ф.** *Влияние окислов щелочноземельных металлов на химическую устойчивость стекла.*- В кн. Стеклообразное состояние. Тр. 3-го Всес. совещ., М.- Л., 1960, с. 428-431.

18. **Аверьянов В.И., Аршев М.П., Голубков В.В., Доронина Л.А.** *Фазовый распад в системе  $Al_2O_3$  -  $SiO_2$ .* Физика и химия стекла, т.10, вып.3, 1984, стр. 256-265.

19. **Жданов С.П., Коромальди Е.В., Ястребова А.С.** *Выщелачивание и деалюминирование калиевосиликатных стекол с малыми содержаниями  $Al_2O_3$  при действии соляной кислоты.*- Физика и химия стекла, т.7, вып.5, 1981, стр. 611-617.

20. **Ястребова А.С., Витковская Е.В., Бессонов А.А.** *О влиянии малых добавок окиси алюминия на химическую устойчивость и структуру*

21. **Elmer T. H.** *Leaching of E-Glass, J. Am. Ceram. Soc.* **67** New York (1984) 778

22. **J. Seifert, R. Barthel, Acta Polymerica** **32** (1981) 41

23. **R. Barthel, H. Hermel, H.-J. Jacobasch, J. Seifert, Acta Polymerica** **32** (1981) p. 108.

24. **Ģ. Vēveris, A. Lūsis, V. Eglītis, D. Erts** *Temperatūras ietekme uz mikroporu izmēriem izsārmotā NaAlSi stikla šķiedrā.* LU Cietvielu fizikas Institūts, 2007.

25. **(9. G. Veveris, V. Eglītis, A. Lūsis, E. Pentjuss.** *Leaching as method for surface nanostructuring of sodium aluminosilicate glass fibres.* Latvian Journal of Phys. and Techn. Sciences, 2007.

26. **(8. G. Grabovskis** *Fizika.* Rīga „Zvaigzne” 1983.g. 645.lpp (121. lpp)

27. **(5. Doktycz, S. J.; Suslick, K. S.** *"Interparticle Collisions Driven by Ultrasound,"* Science, 1990, vol 247, pp. 1067-1069.

28. **(20.1.Suslick, K. S.** *"The Chemical Effects of Ultrasound,"* Scientific American, 1989 (2), 260, pp 80-86.

- 29.(22. Suslick, K. S.; Choe, S. B.; Cichowlas, A. A.; Grinstaff, M. W.** *"Sonochemical Synthesis of Amorphous Iron,"* Nature 1991, vol 353, pp. 414-416.
- 30.(4. Didenko, Y. T.; McNamara III, W. B.; Suslick, K. S.** *"Hot Spot Conditions During Cavitation in Water,"* J. Am. Chem. Soc., 1999, vol 121, p.5817-5818.
- 31.(7. Flint, E. B.; Suslick, K. S.** *"The Temperature of Cavitation,"* Science 1991, vol. 25, pp.1397-1399.
- 32.(20. Suslick, K. S.** *"Sonochemistry,"* Science, 1990, vol 247, pp. 1439-45.
- 33.(3. Cru L. A.; Mason, T. J.; Reisse, J.; Suslick, K. S.,** eds. *Sonochemistry and Sonoluminescence,*Kluwer Publishers: Dordrecht, Netherlands, 1999; NATO ASI Series C, v. p. 524, 404
- 34.(19. Suslick, K. S.** *"Applications of Ultrasound to Materials Chemistry,"* Annual Rev. Mat. Sci., 1999, vol 29, pp. 295-326.
- 35.( 21. Suslick, K. S.** *"The Chemistry of Ultrasound,"* Encyclopaedia Britannica Yearbook of Science and the Future 1994, Britannic ,Chicago; 1994; pp. 138-155
- 36. Alksnis U., Kļaviņš Z., Kūka P., Rupulis A.,** *Fizikālā un koloīdālā ķīmija.* Rīga, Zvaigzne, 1990, 425. lpp.
- 37. <http://en.wikipedia.org/wiki>**
- 38. Tamas Pajkossy.***First Regional Symposium Elektrochemistry of South-East-Europe. Fundamentals of Elektrochemical Impedance spectroscopy..* Institute of Materials and Environmental Chemistry, Chemical Research Center, Hungarian Academy of Sciences, Budapest, POB. 17, H-1525 Hungary

# **PIELIKUMS**

## 1.Pielikums. Konferenču saraksts.

Šajā pielikumā var aplūkot pēdējo trīs gadu dalību konferencēs:

L.Pētersone, A.Lūsis, V.Eglītis. „Ultraskaņas ietekme uz rūpnieciskas stikla šķiedras izsārmošanas procesu” LU CFI konference. 2008.gads.

L.Pētersone, V.Eglītis, J.Gabrusenoks, A.Lūsis. „Ultraskaņas un atsārmošanas temperatūras un laika ietekme uz stikla šķiedru un to poru struktūru.” 25. CFI zinātniskā konference. 2009.gads.

A.Lūsis, V.Eglītis, G.Gabrusenoks, L.Pētersone, G.Vēveris. „Development of leaching technology and sonochemistry for nanostructuring and functionalization technical silicate glass fibers”. International conference “Functional materials and nanotechnologies” Rīga, 2009, PO-80.

L. Pētersone, E. Pentjušs, E. Gabrusenoks, J. Balodis, A. Lūsis „Niķeļa pārklājuma īpašības uz fizikālķīmiski modificētas stikla šķiedras auduma.” LU CFI konference. 19.02.2010.

A. Lūsis, E. Pentjušs, L. Pētersone, J.Balodis.. „Application of metal coating for functionalization of leached glass fibers.” LU CFI Nanotehnoloģiju konference 16.03.2010.-19.03.2010.

## 2. Pielikums. Eļļotāja sastāvs.

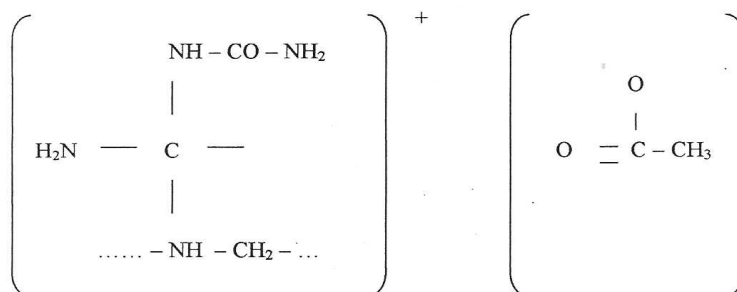
Šajā pielikumā var aplūkot VŠŠ rūpnīcā izmantotā eļļotāja sastāva paraugu.

### 1. a/s VŠŠ pielietotā IS eļļotāja (saistvielas) sastāvs;

1. taukskābes spirta polioksietilēnglikols



2. diciāndiamīda – formaldehīda kondensācijas produkts, hidrolizēts etiķsskābē



3. dibutilsebacināts (DBS –  $C_4H_9OOC-(CH_2)_8-COOC_4H_9$ ).
4. Politerpēni
5. Cinka acetāts  $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$

### 3. Pielikums. E, R, D stiklu sastāvs un mehāniskās īpašības.

#### 2. E, R, D stiklu sastāvs un mehāniskās īpašības;

## E, R and D glass properties

Technical data sheet



#### Glass composition (weight %)

Composition	E (glass)	R (glass)	D (glass)
Silica SiO <sub>2</sub>	53 to 57	58 to 60	72 - 75
Alumina Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12 to 15	23.5 to 25.5	-
Calcium Oxide CaO + Magnesium Oxide MgO	22 to 26	14 to 17	-
Boron Oxide B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5 to 8	-	up to 23
F <sub>2</sub>	0 to 0.6	-	-
Na <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> O	< 1	-	< 4
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	= 0.5	-	-
Miscellaneous	-	< 2	< 1

VSS

#### Physical properties

Properties	Unit	E glass	R glass	D glass
Density	g/cm <sup>3</sup>	2.60	2.53	2.14
Hardness (Vickers 50 g - 15 s)	-	5.6	6.2	-
Sound velocity	m/s	5680	5940	-

#### Mechanical properties

Properties	Unit	E glass	R glass	D glass
Virgin filament tensile test	MPa	3400	4400	2500
	ksi	493	638	363
Impregnated strand tensile test (calculated on fiber cross section)	MPa	2400	3400	1700
	ksi	348	493	246
Tensile modulus	GPa	73	86	55
	msi	10.5	12.5	8
Tenacity (sized yarns)	cN/Tex	Min. 50		
Elongation at break for sized yarns according to binder system	%	2.2 - 2.5		
Elastic recovery	%	100	100	100

SAINT-GOBAIN  
VETROTEX

Šajā pielikumā var aplūkot E, R un D stiklu sastāvu un mehāniskās īpašības.

#### 4.Pielikums. Putināšanas paraugu datu tabula.

Parauga numurs	Pamatnes materiāls	Pamatnes apstrāde	Darba gāze	Gāzes plūsma	Sākotnējais vakuums	Darba vakuums	Izlādes parametri	Mērķa materiāls	Putināšanas ilgums
N7 13.05.09.	K-stikla šķiedras audums	Atsārmots,karsēts pie 320°C	Ar	6sccm	1.10 <sup>-5</sup>	2-7.10 <sup>-3</sup>	560V, 1A	Ni	6min.
N1 26.05.09.	K-stikla šķiedras audums	Neatsārmots,turēts vārošā H <sub>2</sub> O,karsēts pie 220°C	Ar	5sccm	2.10 <sup>-5</sup>	1-7.10 <sup>-3</sup>	800V,0.70A	Ni	5min.
N2 28.05.09.	K-stikla šķiedras audums	Neatsārmots,turēts vārošā H <sub>2</sub> O 3min, karsēts pie 180°C	Ar	7sccm	1.10 <sup>-5</sup>	2-6.10 <sup>-3</sup>	750V,0.70A	Ni	10min.
NC 12.05.09.	K-stikla šķiedras audums	Neatsārmots,karsēts pie 220°C 2h.	Ar	6sccm	2.10 <sup>-5</sup>	1.10 <sup>-2</sup>	700,1A	Ni	5min
ND 2.06.09.	K-stikla šķiedras audums	Neatsārmots,turēts vārošā H <sub>2</sub> O 3min, karsēts pie180°C	Ar	7sccm	3.10 <sup>-5</sup>	3-6.10 <sup>-3</sup>	650V,0.70A	Ni	10min.
N20 17.07.09.	K-stikla šķiedras audums	Neatsārmots,turēts vārošā H <sub>2</sub> O,karsēts pie 180°C	Ar	4,5sccm	1,5.10 <sup>-5</sup>	5.10 <sup>-3</sup> - 1.10 <sup>-2</sup>	450V,1A	Al	5min.
N21 21.07.09.	K-stikla šķiedras audums	Atsārmots,turēts vārošā H <sub>2</sub> O,karsēts pie 350°C	Ar	4,5sccm	1,4.10 <sup>-5</sup>	2.10 <sup>-3</sup> - 6.10 <sup>-3</sup>	450V,1,2A	Al	5min.
N22 27.07.09.	K-stikla šķiedras audums	Neatsārmots,turēts vārošā H <sub>2</sub> O,karsēts pie180°C	Ar	7,5sccm	1,8.10 <sup>-5</sup>	2.10 <sup>-3</sup> - 6.10 <sup>-3</sup>	400V,1,25A	Al 'Sidrabes"	5min.
N23 30.07.09.	K-stikla šķiedras audums	Atsārmots,turēts vārošā H <sub>2</sub> O,karsēts pie 350°C	Ar	5,5sccm	1.10 <sup>-5</sup>	2.10 <sup>-3</sup> - 6.10 <sup>-3</sup>	450V,2,20A	Al 'Sidrabes"	5min.

Šajā tabulā var aplūkot putināšanas procesa svarīgākos parametrus