



Научная статья

2.6.11 – Технология и переработка синтетических и природных полимеров и композитов (технические науки)

2.6.17 – Материаловедение (по отраслям) (технические науки)

УДК 620.18

doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2024.03.024



АГЛОМЕРАЦИЯ ДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ НАПОЛНЕННОГО ПОЛИМЕРНОГО МАТЕРИАЛА

Елена Андреевна Бобина ¹, Максим Петрович Данилаев ²,
Владимир Александрович Куклин ³, Сергей Алексеевич Карандашов ⁴,
Константин Владимирович Файзуллин ⁵

^{1, 2, 3, 4, 5} Казанский национальный исследовательский технический университет им. А. Н. Туполева – КАИ, Казань, Россия

¹ eabobina@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0196-1693>

² danilaev@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7733-9200>

³ iamkvova@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4254-5837>

⁴ seregak2005@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7608-6531>

⁵ KVFayzullin@kai.ru, <https://orcid.org/0009-0003-4507-058X>

³ Казанский федеральный университет, Казань, Россия

Аннотация. В статье рассматривается актуальная проблема агломерации дисперсных частиц при формировании наполненных полимерных материалов. В исследовании проведен анализ влияния предварительной обработки дисперсных частиц и выбора товарной формы исходного полимерного материала на размеры и концентрацию агломератов. В качестве объекта исследования выбраны композиты на основе ПММА с субмикронными частицами оксида алюминия. Применение ультразвуковой обработки и капсулирования частиц полистиролом показало их высокую эффективность в снижении концентрации и размеров агломератов. Результаты экспериментов подтвердили, что наиболее оптимальные параметры агломерации достигаются при сочетании ультразвуковой обработки с капсулированием, а также выборе оптимальной товарной формы полимера.

Ключевые слова: полимерные композиты, агломерация дисперсных частиц, капсулирование, полиметилметакрилат, субмикронные частицы оксида алюминия, размер агломератов частиц.

Благодарности: Научные исследования проведены при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках исполнения обязательств по Соглашению номер № 075-03-2024-067 от 17.01.2024.

Для цитирования: Агломерация дисперсных частиц при формировании наполненного полимерного материала / Е. А. Бобина [и др.]. // Ползуновский вестник. 2024. № 3. С. 160 – 168. doi: 10.25712/ASTU.2072-8921.2024.03.024, EDN: <https://elibrary.ru/NPLSYO>.

Original article

DISPERSED PARTICLES AGGLOMERATION DURING FORMATION OF FILLED POLYMER MATERIAL

Elena A. Bobina ¹, Maxim P. Danilaev ², Vladimir A. Kuklin ³,
Sergej A. Karandashov ⁴, Konstantin V. Fayzullin ⁵

^{1, 2, 3, 4, 5} Kazan National Research Technical University named after A.N. Tupolev-KAI, Kazan, Russia

¹ eabobina@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0196-1693>

² danilaev@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7733-9200>

³ iamkvova@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0003-4254-5837>

⁴ seregak2005@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7608-6531>

⁵ KVFayzullin@kai.ru, <https://orcid.org/0009-0003-4507-058X>

³ Kazan Federal University, Kazan, Russia

Abstract. The article deals with the urgent problem of agglomeration of dispersed particles in the formation of filled polymeric materials. The study analyzes the influence of pretreatment of dispersed particles

© Бобина Е. А., Данилаев М. П., Куклин В. А., Карандашов С. А., Файзуллин К. В., 2024

АГЛОМЕРАЦИЯ ДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ НАПОЛНЕННОГО ПОЛИМЕРНОГО МАТЕРИАЛА

and the choice of commercial form of the initial polymeric material on the size and concentration of agglomerates. Composites based on PMMA with submicron particles of alumina oxide were chosen as the object of research. The application of ultrasonic treatment and encapsulation of particles with polystyrene showed their high efficiency in reducing the concentration and size of agglomerates. The experimental results confirmed that the most optimal parameters of agglomeration are achieved by combining ultrasonic treatment with encapsulation, as well as by choosing the optimal commercial form of polymer.

Keywords: *polymer composites, agglomeration of dispersed particles, encapsulation, polymethyl methacrylate, submicron aluminum oxide particles, particle agglomerate size.*

Acknowledgements: *Scientific research was carried out with the financial support of the Russian Ministry of Education and Science, Agreement No. 075-03-2024-067 dated 01/17/2024.*

For citation: Bobina, E. A., Danilaev, M. P., Kuklin, V. A., Karandashov, S. A. & Fayzullin, K. V. (2024). Dispersed particles agglomeration during formation of filled polymer material. *Polzunovskiy vestnik*. (3), 160-168. (In Russ). doi: 10/25712/ASTU.2072-8921.2024.03.024. EDN: <https://elibrary.ru/NPLSYO> .

ВВЕДЕНИЕ

Разработка полимерных композитов с дисперсными наполнителями представляет собой важное направление в современной науке материаловедения. Основная цель таких разработок – создание материалов с определенным набором требуемых свойств [1, 2]. В таких исследованиях особое внимание уделяется комбинированию функциональных и механических характеристик в дисперсно-наполненных полимерных композиционных материалах (ДПКМ).

В последнее время наблюдается рост числа публикаций, посвященных разработке и исследованию ДПКМ с комплексом различных физико-технических свойств [1–9]. Так, в работах [1, 3] приводятся результаты исследований ДПКМ, обладающих биоцидным эффектом в сочетании с повышенными прочностными характеристиками. Например, в работе [1] предложен ДПКМ на основе полиметилметакрилата (ПММА) с добавлением частиц ZrO_2 , проявляющих не только биоцидный эффект, но и упрочняющих полимер. Наряду с повышенными механическими характеристиками ДПКМ обеспечивают стабильность тепловых характеристик [2, 5], требуемые реологические характеристики [4, 10], снижение радиозаметности [11–13] изделий из полимерных материалов. Несмотря на то, что большая часть проблем, стоящих на пути создания таких материалов уже решена, основным ограничением их практического применения остается недостаточная адгезия между дисперсными частицами и полимерной матрицей [14]. Эта проблема приводит к формированию вакуолей вокруг частиц и агломератов, что негативно сказывается не только на механических, но и на функциональных характеристиках таких ДПКМ [15–17].

Обобщение результатов исследований по агломерации дисперсных частиц в ДПКМ [3, 18–21] указывает на то, что основной механизм агломерации связан с неупругими столкновениями дисперсных частиц наполнителя на различных стадиях формирования материала, например, в процессе предварительной подготовки порошка дисперсных частиц, а также в процессе гомогенизации дисперсных частиц с полимером.

Важно подчеркнуть, что частота столкновений ν дисперсных частиц на стадии гомогенизации ДПКМ зависит не только от их концентрации [22], но и от характера их взаимодействия с полимерной матрицей, в частности, от трения и изменения вязкости. Например, в работе [3] показано изменение частоты столкновений частиц в зависимости от изменения вязкости расплава ДПКМ при его наполнении дисперсными частицами. Повышение концентрации частиц увеличивает частоту столкновений ν , в то же время улучшение их взаимодействия с полимерной матрицей и повышение вязкости расплава ДПКМ приводит к её уменьшению и, следовательно, к снижению концентрации агломератов. Одновременное действие этих двух механизмов агломерации предполагает наличие экстремумов в концентрационной зависимости параметров агломерации, что косвенно подтверждается в литературе [3, 23]. Оценить частоту столкновений дисперсных частиц при гомогенизации ДПКМ, учитывая многофакторности этого процесса, фактически невозможно.

Отсутствие количественных методов оценки параметров процесса агломерации и их связи с параметрами технологического процесса затрудняет разработку методик уменьшения агломерации в ДПКМ. Анализ результатов исследований физико-технических свойств различных ДПКМ [22–24] позволяют установить только качественную зависимость параметров агломерации с технологией формирования ДПКМ. При этом, обычно в качестве параметра технологического процесса рассматривают только концентрацию частиц наполнителя [22, 23].

Целью данной работы является определение влияния параметров технологического процесса (предварительной обработки дисперсных частиц, товарной формы исходного полимерного материала) на изменение размеров и концентрации агломератов дисперсных частиц.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Образование агломератов возможно в порошке до его введения в полимерную матрицу и

при гомогенизации порошка в полимере. Поэтому в данной работе получали два типа образцов I и II, соответствующие двум вариантам образования агломератов: в исходном порошке и в полимерной матрице соответственно.

При исследованиях в качестве полимерной матрицы выбран ПММА в силу его прозрачности в видимой области, что позволило наблюдать и анализировать параметры неоднородностей в объеме образцов с применением оптической микроскопии. Под товарной формой исходного полимерного материала будем понимать форму бисера (размером 30-500 мкм) и гранул (размером 2-3 мм). В качестве наполнителя использовались субмикронные частицы оксида алюминия (Al_2O_3), обладающие формой, близкой к сферической. Это существенно упрощало обработку микрофотографий электронного микроскопа.

Для исследования влияния изменения взаимодействия между наполнителем и полимерной матрицей использовалась предварительная обработка субмикронных частиц Al_2O_3 путем их капсулирования полистиролом, обладающим хорошей, вплоть до сополимеризации, совместимостью с ПММА [25].

При капсулировании на поверхности дисперсных частиц Al_2O_3 формировалась полимерная оболочка из полистирола с использованием парофазного метода, описанного в [26]. Суть метода заключается в создании двухфазного газового потока исходных частиц Al_2O_3 , их диспергирова-

ровании в коронном электрическом разряде и последующим смешиванием с парами стирола. В процессе конденсации стирола и его полимеризации на поверхности диспергированных и заряженных частиц формируется полимерная оболочка. Наличие оболочки на поверхности фиксировалось с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), а ее толщину определяли по разности размеров исходных и капсулированных частиц. Размеры частиц определялись по результатам статистической обработки микрофотографий [26].

Образцы типа I получали на предметном стекле после испарения воды, в которой происходило диспергирование частиц Al_2O_3 . Диспергирование частиц осуществляли двумя методами, указанными в таблице 1 (механическим и ультразвуковым перемешиванием).

Образцы типа II на основе ПММА и диспергированных частиц Al_2O_3 формировались методом литья под давлением при следующих условиях: температура расплава 190 ± 5 °С, температура формы – 200 ± 5 °С; длительность выдержки образцов под давлением – 10 минут; время охлаждения образцов – 60 ± 10 минут. Охлаждение происходило естественным путем при температуре окружающего воздуха 24 ± 2 °С. Размеры образцов составляли 120x20x3 мм. Концентрация частиц Al_2O_3 составляла $1 \pm 0,1$ % (по массе).

Условия получения различных типов образцов представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Классификация образцов

Table 1 – Classification of samples

Тип образцов	Номер образцов	Материал	Тип частиц полимера	Наличие оболочки полистирола	Тип перемешивания
I	1	Al_2O_3	-	Нет	Мех.
	2	Al_2O_3		Нет	УЗ
	1'	Al_2O_3		Да	Мех.
	2'	Al_2O_3		Да	УЗ
II	3	ПММА+ Al_2O_3	бисер	Нет	Мех.
	4	ПММА+ Al_2O_3		Нет	УЗ
	3'	ПММА+ Al_2O_3		Да	Мех.
	4'	ПММА+ Al_2O_3		Да	УЗ
	5	ПММА+ Al_2O_3	гранулы	Нет	Мех.
	6	ПММА+ Al_2O_3		Нет	УЗ
	5'	ПММА+ Al_2O_3		Да	Мех.
	6'	ПММА+ Al_2O_3		Да	УЗ

Для установления взаимодействия капсулированных и исходных частиц с ПММА анализировались изображения, полученные на сканирующем электронном микроскопе. Микрофотографии поверхности сколов образцов получали на электронном микроскопе Carl Zeiss AURIGA Cross Beam с ЭДВ Inca X-Max 80 мм².

Для анализа размеров и определения концентрации агломератов применялся метод оптической микроскопии и статистический анализ

снимков в программном комплексе ImageJ. Микрофотографии получали на различных участках по длине образцов, с изменением фокусного расстояния по глубине материала. С использованием векторного графического редактора Adobe Illustrator фиксировались те агломераты, которые находились в фокусной плоскости и обладали четко выраженными контурами.

Статистическая обработка изображений агломератов проводилась в программе ImageJ, на

АГЛОМЕРАЦИЯ ДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ НАПОЛНЕННОГО ПОЛИМЕРНОГО МАТЕРИАЛА

основе которой формировалась функция распределения агломератов по их размерам. Применяемый оптический микроскоп марки Микромед с адаптером FMA050 от Touptek Photonics и увеличением в 40 раз позволял оценить диаметры агломератов до $\sim 1 \pm 0.1$ мкм.

Микрофотографии исходных и капсулированных частиц, полученных на электронном микроскопе Carl Zeiss AURIGA Cross Beam с ЭДВ Inca X-Max 80 мм², без полимерной матрицы использовались для анализа их размеров в диапазоне 10-200 нм. Методика обработки микрофотографий аналогична описанной выше.

В [27] показано, что распределение субмикронных частиц описывается логарифмически нормальным распределением (ЛНР). В большинстве случаев для всего ансамбля частиц свойственно бимодальное распределение с ЛНР для каждой моды [19,28]. Поэтому для контроля размеров частиц в диапазоне от 10 нм до 20 мкм использованы оба метода электронной и оптической микроскопии.

По результатам обработки микрофотографий СЭМ и оптического микроскопа построены функции плотности вероятности $P(d)$ логнормального распределения размеров исходных частиц и их агломератов для каждого образца с помощью обобщенной формулы:

$$P(d) = \frac{1}{d \cdot \sigma \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(\ln d - \mu)^2}{2\sigma^2}} \quad (1)$$

где d – диаметр исходных частиц и их агломератов; μ – математическое ожидание величины $\ln d$; σ – стандартное отклонение величины d .

Для построения бимодального распределения в случае образцов типа II воспользовались постоянством концентрации (по массе) частиц оксида алюминия при допущении, что плотность частиц оксида алюминия и плотности их агломератов равны:

$$m_1 + m_2 = \rho \cdot (V_1 \cdot K_1 + V_2 \cdot K_2) = \rho_{\text{дисп}} \quad (2)$$

где m_1, m_2 – масса наноразмерных частиц и агломератов частиц соответственно; V_1 и K_1 – средний объем одной частицы и концентрация частиц нанометрового размера в измерительном объеме, V_2 и K_2 – средний объем одного агломерата и концентрацию агломератов в измерительном объеме; ρ – плотность оксида алюминия, $\rho_{\text{дисп}}$ – плотность дисперсной фазы.

Концентрация агломератов K_2 образцов типа II определялась как:

$$K_2 = \frac{N_2}{V_{\text{изм}}}, \left[\text{шт} / \text{см}^3 \right] \quad (3)$$

где $V_{\text{изм}}$ – измерительный объем образцов, исследуемый с помощью микроскопа, N_2 – количество агломератов, содержащееся во всем измерительном объеме.

Далее, по измеренной концентрации агло-

мератов K_2 , определялась концентрация наноразмерных частиц K_1 по формуле (2).

Тогда функция распределения частиц или их агломератов по размерам в общем виде:

$$C_i(d) = K_i \cdot P_i(d), \quad (4)$$

где K_i – концентрация наноразмерных частиц или агломератов, $i = 1$ для наноразмерных частиц, $i = 2$ для агломератов.

Для образцов типа I использовались аналогичные выражения, но величина C_i рассчитывалась исходя из концентрации частиц на измерительной площади образца, исследуемой с помощью микроскопа.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Исследование взаимодействия диспергированных частиц Al_2O_3 (капсулированных и не капсулированных), с ПММА осуществлялось с помощью анализа изображений, полученных с использованием сканирующего электронного микроскопа. На рисунке 1 представлены изображения, полученные с поверхностных сколов образцов типа II (таблица 1).

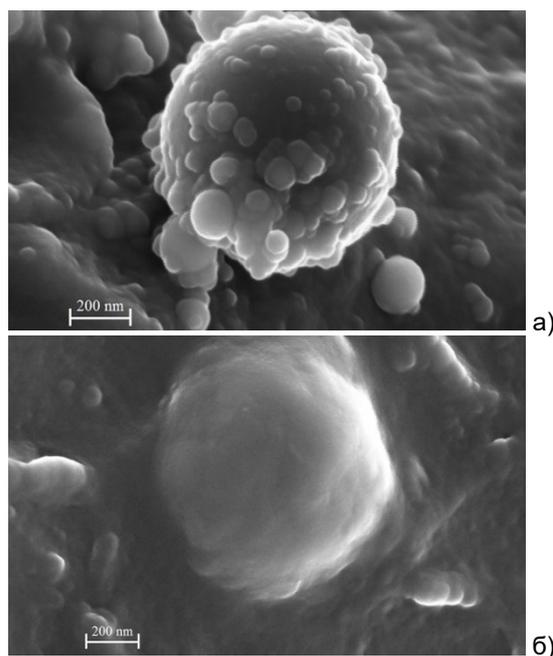


Рисунок 1 – СЭМ-изображения образцов ДПКМ с частицами Al_2O_3 а – исходными, б – капсулированными

Figure 1 – SEM images of DPKM samples with Al_2O_3 particles a - initial, b - encapsulated ones

Следует отметить, что изображение капсулированных частиц возможно было получить только в режиме отраженных электронов (рис.1б), а не вторичных электронов [29]. Фактически капсулированные частицы находились на

сколах образцов под слоем матричного полимера, в отличие от частиц не капсулированных. Это подтверждает более эффективное взаимодействие капсулированных частиц с полимерной матрицей по сравнению с некапсулированными частицами [26].

По результатам обработки микрофотографий некапсулированных и капсулированных наноразмерных частиц определены их размеры, математическое ожидание и стандартное отклонение. По формуле (1) определены функции распределения для некапсулированных и капсули-

рованных наноразмерных частиц. Мода некапсулированных наноразмерных частиц составила 34,7 нм, капсулированных – 37 нм.

Результаты экспериментальных исследований по определению размеров агломератов частиц Al_2O_3 и их концентрации в этих образцах приведены в таблице 2.

Здесь D – мода агломератов, C_{lmax} (C_{llmax}) – концентрация агломератов, соответствующая моде.

На основании полученных параметров построены функции распределения агломератов по их размерам (рис. 2 и 3).

Таблица 2 – Основные параметры бимодальных функций с ЛНР

Table 2 – Basic parameters of bimodal functions with Log-normal distribution

Тип образца	Номер образца	Мат. ожидание μ	Дисперсия σ	D , мкм	C_{lmax} (C_{llmax}), шт/см ² (шт/см ³)	Амплитуда моды наноразмерных частиц, $\cdot 10^6$
I	1	8,6	0,2	5,0	70,82	-
	2	8,5	0,3	4,6	64,7	-
	1'	8,6	0,2	4,9	66,9	-
	2'	8,6	0,3	4,9	54,5	-
II	3	9,7	0,6	10,9	(8,3)	1,4
	4	9,5	0,4	11,2	(0,1)	1,4
	3'	9,6	0,7	9,0	(0,2)	1,3
	4'	9,7	0,7	9,5	(0,1)	1,3
	5	9,4	0,6	8,1	(2,2)	1,9
	6	8,9	0,4	6,6	(0,7)	1,9
	5'	9,3	0,6	7,1	(4,4)	1,9
	6'	9,3	0,6	7,1	(1,6)	1,9

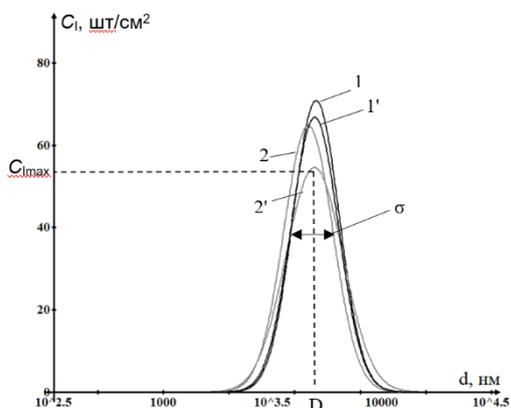


Рисунок 2 – Функции распределения агломератов по их размерам для образцов типа I

Figure 2 – Agglomerate size distribution functions for type I samples

Результаты показывают, что в исходных частицах образуются агломераты. Мода этих агломератов практически не зависит от способа перемешивания и от наличия полимерной оболочки. Концентрация агломератов уменьшается при использовании ультразвукового воздействия и уменьшается при капсулировании. Как показал анализ микрофотографий СЭМ и оптической

микроскопии, функция распределения по размерам исходных частиц является бимодальной с отчетливо различимыми модами нанометрового и микронного размеров. В области перекрытия диапазонов измерения электронной и оптической микроскопии на экспериментальных функциях распределения частиц по размерам не наблюдается каких-либо дополнительных пиков. Каждая из экспериментально наблюдаемых мод имеет близкое к логарифмически нормальному распределению.

Здесь левая часть бимодальных распределений представляет собой распределение дисперсных частиц, а правая часть – их агломератов. Характер изменений в функциях распределения, для остальных образцов с различной товарной формой выпуска исходного полимерного материала, аналогичен рисунку 3.

Из таблицы 2 видно, что образцы 3', 4', 5', 6' по сравнению с 3, 4, 5, 6 показали уменьшение моды агломератов (D), а образцы 5' и 6' показали увеличение концентрации агломератов, соответствующей моде (C_{llmax}) по сравнению с образцами 5 и 6, что указывает на меньшую склонность к агломерации капсулировании дисперсных частиц. Следовательно, применение капсулирования может способствовать уменьшению

АГЛОМЕРАЦИЯ ДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ НАПОЛНЕННОГО ПОЛИМЕРНОГО МАТЕРИАЛА

размеров агломератов частиц в ДПКМ, но с увеличением их концентрации.

Размеры агломератов в образцах I типа почти в 2 раза ниже размеров агломератов в образцах II типа. Однако следует отметить, что в образцах II типа на размеры агломератов влияет

товарная форма выпуска исходного полимерного материала (бисер, гранулы). При использовании бисера размеры агломератов увеличиваются, но их концентрация падает. При использовании гранул размеры агломератов меньше, чем для бисера, но их концентрация растёт.

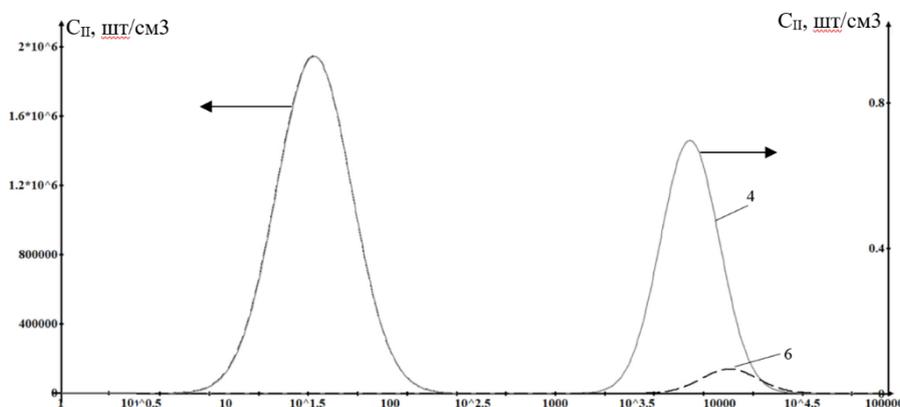


Рисунок 3 – Бимодальные функции распределения агломератов по их размерам для образцов типа II, № 4 и 6

Figure 3 – Bimodal distribution functions of agglomerates by their sizes for samples of type II, no. 4 and 6

Из таблицы 2 также видно, что образцы с механическим перемешиванием и с предварительной обработкой в ультразвуковой ванне (УЗВ) имеют существенные отличия по концентрации агломератов. Это в свою очередь влияет на амплитуду моды исходных наноразмерных частиц, поскольку суммарное количество частиц Al_2O_3 во всех образцах остается одинаковой. Следует отметить, что амплитуда моды агломератов $C_{II\max}$ в образцах с механическим перемешиванием больше, чем амплитуда моды агломератов в соответствующих образцах с УЗ перемешиванием. При этом мода агломератов имеет один порядок. Исходя из этого можно утверждать, что тип предварительной обработки влияет только на амплитуду мод бимодальной функции распределения – изменяется только концентрация частиц и их агломератов, а их размеры остаются практически неизменными.

ВЫВОДЫ

Результаты исследований показали, что наименьшие размеры и концентрацию агломератов можно достигнуть при использовании УЗ обработки в сочетании с капсулированием частиц, что показывает эффективность этих технологических приемов для улучшения свойств композитов.

Выбор товарной формы полимерного материала также существенно влияет на процесс агломерации. Обнаружено, что бисерная форма влияет на образование более крупных агломератов, но при этом их концентрация оказывается меньше, чем при использовании гранул.

Таким образом, комплексное применение ультразвукового воздействия и капсулирования частиц, в сочетании с выбором товарной формы выпуска

полимерного материала, позволяет получить наименьшую концентрацию и размер агломератов.

Важно отметить, что на процесс агломерации полимерная матрица оказывает существенное влияние, приводящее к двукратному увеличению размеров агломератов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Oleiwi J.K., Hamad Q.A. Studying the mechanical properties of denture base materials fabricated from polymer composite materials // Al-Khwarizmi Engineering Journal. 2018. Т. 14, № 3. С. 100–111. <https://doi.org/10.22153/kej.2018.01.006>.
2. Experimental analysis of mechanical and thermal characteristics of luffa/epoxy polymer composite under the influence of nanosilica / Saminathan R. [и др.]. // Advances in Materials Science and Engineering. 2022. Т. 2022. С. e6040629. <http://dx.doi.org/10.1155/2022/6040629>.
3. Novel epoxy-based biocidal composite material filled with polylactide-capsulated copper (I) oxide particles / Danilaev M. [и др.]. // Karbala International Journal of Modern Science. 2023. Т. 9, № 3. С. 417–428. <https://doi.org/10.33640/2405-609X.3309>.
4. Magnetic polymer composite particles: design and magnetorheology / Lu Q. [и др.]. // Polymers. 2021. Т. 13, № 4. С. 512. <https://doi.org/10.3390/polym13040512>.
5. Selection, processing, properties and applications of ultra-high temperature ceramic matrix composites, UHTCMCs – a review / Binner J. [и др.]. // International Materials Reviews. 2020. Т. 65, № 7. С. 389–444. <https://doi.org/10.1080/09506608.2019.1652006>
6. Impact of the nanocarbon on magnetic and electrodynamic properties of the ferrite/polymer

- composites / Trukhanov A.V. [и др.]. // *Nanomaterials*. 2022. Т. 12, № 5. С. 868. <https://doi.org/10.3390/nano12050868>.
7. Intrinsic self-healing epoxies in polymer matrix composites (PMCs) for aerospace applications / Paolillo S. [и др.]. // *Polymers*. 2021. Т. 13, № 2. С. 201. <https://doi.org/10.3390/polym13020201>.
8. Tański T., Matysiak W., Hajduk B. Manufacturing and investigation of physical properties of polyacrylonitrile nanofibre composites with SiO₂, TiO₂ and Bi₂O₃ nanoparticles // *Beilstein J. Nanotechnol.* 2016. Т. 7, № 1. С. 1141–1155. <https://doi.org/10.3762/bjnano.7.106>.
9. Ruoff R.S., Lorents D.C. Mechanical and thermal properties of carbon nanotubes // *Carbon*. 1995. Т. 33, № 7. С. 925–930. [https://doi.org/10.1016/0008-6223\(95\)00021-5](https://doi.org/10.1016/0008-6223(95)00021-5).
10. Mechanical, thermal and rheological properties of polyethylene-based composites filled with micrometric aluminum powder / Mysiukiewicz O. [и др.]. // *Materials*. 2020. Т. 13, № 5. С. 1242. <https://doi.org/10.3390/ma13051242>.
11. Ultrabroad microwave absorption ability and infrared stealth property of nano-micro CuS@rGO lightweight aerogels / Wu Y. [и др.]. // *Nano-Micro Lett.* 2022. Т. 14, № 1. С. 171. <https://doi.org/10.1007/s40820-022-00906-5>.
12. A lightweight, elastic, and thermally insulating stealth foam with high infrared-radar compatibility / Gu W. [и др.]. // *Advanced Science*. 2022. Т. 9, № 35. С. 2204165. <https://doi.org/10.1002/adv.202204165>.
13. Carbon fiber assisted glass fabric composite materials for broadband radar cross section reduction / Pang Y. [и др.]. // *Composites Science and Technology*. 2018. Т. 158. С. 19–25. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2018.02.001>.
14. Carbonaceous materials coated carbon fibre reinforced polymer matrix composites / Salahuddin B. [и др.]. // *Polymers*. 2021. Т. 13, № 16. С. 2771. <https://doi.org/10.3390/polym13162771>.
15. Impact of micro silica filler particle size on mechanical properties of polymeric based composite material / Siraj S. [и др.]. // *Polymers*. 2022. Т. 14, № 22. С. 4830. <https://doi.org/10.3390/polym14224830>.
16. Effects of filler size on the mechanical properties of polymer-filled dental composites: A review of recent developments / Kundie F. [и др.]. // *JPS*. 2018. Т. 29, № 1. С. 141–165. <http://dx.doi.org/10.21315/jps2018.29.1.10>.
17. Cazan C., Enesca A., Andronic L. Synergic effect of TiO₂ filler on the mechanical properties of polymer nanocomposites // *Polymers*. 2021. Т. 13, № 12. С. 2017. <https://doi.org/10.3390/polym13122017>.
18. A predictive model towards understanding the effect of reinforcement agglomeration on the stiffness of nanocomposites / Demir E.C. [и др.]. // *Journal of Composite Materials*. 2022. Т. 56, № 10. С. 1591–1604. <https://doi.org/10.1177/00219983221076639>.
19. Quantitative assessment of particle dispersion in polymeric composites and its effect on mechanical properties / Rani G.E. [и др.]. // *Journal of Materials Research and Technology*. 2022. Т. 19. С. 1836–1845. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.05.147>.
20. Ahmed S., Jones F.R. A review of particulate reinforcement theories for polymer composites // *J Mater Sci*. 1990. Т. 25, № 12. С. 4933–4942. <https://doi.org/10.1007/BF00580110>.
21. Particle–particle and particle–matrix interactions in calcite filled high-density polyethylene—steady shear / Osman M.A. [и др.]. // *Journal of Rheology*. 2004. Т. 48, № 5. С. 1167–1184. <http://dx.doi.org/10.1122/1.1784782>.
22. The effect of agglomeration on the electrical and mechanical properties of polymer matrix nanocomposites reinforced with carbon nanotubes / Tamayo-Vegas S. [и др.]. // *Polymers*. 2022. Т. 14, № 9. С. 1842. <https://doi.org/10.3390/polym14091842>.
23. Effect of interphase, curvature and agglomeration of SWCNTs on mechanical properties of polymer-based nanocomposites: Experimental and numerical investigations / Maghsoudlou M.A. [и др.]. // *Composites Part B: Engineering*. 2019. Т. 175. С. 107119. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107119>.
24. Agglomeration effect on biomechanical performance of CNT-reinforced dental implant using micromechanics-based approach / Elleuch S. [и др.]. // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2023. Т. 145. С. 106023. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2023.106023>.
25. Structure dependent interface adsorption in polymer nanocomposites / Ciprari D. [и др.]. // 15th European Conference on Composite Materials: Composites at Venice, ECCM 2012.
26. Influence of the thickness of a polymer shell applied to surfaces of submicron filler particles on the properties of polymer compositions / Akhmadeev A.A. [и др.]. // *Mech Compos Mater*. 2020. Т. 56, № 2. С. 241–248. <https://doi.org/10.1007/s11029-020-09876-4>.
27. Гаврилова Н.Н., Назаров В.В., Яровая О.В. Микроскопические методы определения размеров частиц дисперсных материалов: учеб. пособие. М.: РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2012. 52 с.
28. Зависимость диэлектрической проницаемости и удельного объемного сопротивления полимерных композитов от концентрации наноразмерных частиц наполнителей алюминия и сажи / Ахриев А.С. [и др.]. // *Вестник ДГТУ. Технические науки*. 2017. Т. 44, №2. С.18–27. <https://doi.org/10.21822/2073-6185-2017-44-2-18-27>.
29. Formation mechanism of residual stresses in micro-injection molding of PMMA: A molecular dynamics simulation / Weng C. [и др.]. // *Polymers*. 2020. Т. 12, № 6. С. 1368. <https://doi.org/10.3390/polym12061368>.

Информация об авторах

Е. А. Бобина – кандидат технических наук, доцент кафедры «Электронных и квантовых средств передачи информации» Казанского национального исследовательского технического университета им. А.Н. Туполева – КАИ.

М. П. Данилаев – доктор технических наук, профессор кафедры «Электронных и

ПОЛЗУНОВСКИЙ ВЕСТНИК № 3 2024

АГЛОМЕРАЦИЯ ДИСПЕРСНЫХ ЧАСТИЦ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ НАПОЛНЕННОГО ПОЛИМЕРНОГО МАТЕРИАЛА

квантовых средств передачи информации» Казанского национального исследовательского технического университета им. А.Н. Туполева – КАИ.

В. А. Куклин – кандидат физико-математических наук, инженер-исследователь междисциплинарной межвузовской лаборатории Казанского национального исследовательского технического университета им. А.Н. Туполева – КАИ.

С. А. Карандашов – инженер-исследователь междисциплинарной межвузовской лаборатории Казанского национального исследовательского технического университета им. А.Н. Туполева – КАИ.

К. В. Файзуллин – кандидат технических наук, заместитель начальника управления научно-исследовательской работы (УНИР) Казанского национального исследовательского технического университета им. А.Н. Туполева – КАИ

REFERENCES

1. Olewi, J.K. & Hamad, Q.A. (2018). Studying the mechanical properties of denture base materials fabricated from polymer composite materials. *Al-Khwarizmi Engineering Journal*, 14(3), 100–111. doi: 10.22153/kej.2018.01.006.
2. Saminathan, R., Hadidi, H., Fageehi, Y.A., Kumar, P.M., Venkatasudhahar, M., Ankit, Ram, S. & Gebreyohannes, D.T. (2022). Experimental analysis of mechanical and thermal characteristics of luffa/epoxy polymer composite under the influence of nanosilica. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2022, e6040629. doi: 10.1155/2022/6040629.
3. Danilaev, M., Hussein, S.M.R.H., Bobina, E., Karandashov, S., Kuklin, V., Klabukov, M., Le, H.Q., Mironskaya, E., Yakovleva, G. & Ilinskaya, O. (2023). Novel epoxy-based biocidal composite material filled with polylactide-capsulated copper (I) oxide particles. *Karbala International Journal of Modern Science*, 9(3), 417–428. doi: 10.33640/2405-609X.3309.
4. Lu Q., Choi K., Nam J.-D., Choi H.J. (2021). Magnetic polymer composite particles: design and magnetorheology. *Polymers*, 13(4), 512. doi: 10.3390/polym13040512.
5. Binner, J., Porter, M., Baker, B., Zou, Ji., Venkatachalam, V., Diaz, V.R., D'Angio, A., Ramanujam, P., Zhang, T. & Murthy, T. S.R.C. (2020). Selection, processing, properties and applications of ultra-high temperature ceramic matrix composites, UHTCMCs – a review. *International Materials Reviews*, 65(7), 389–444, doi: 10.1080/09506608.2019.1652006.
6. Trukhanov, A.V., Tishkevich, D.I., Podgornaya, S.V., Kaniukov, E., Darwish, M.A., Zubar, T.I., Timofeev, A.V., Trukhanova, E.L., Kostishin, V.G. & Trukhanov, S.V. (2022). Impact of the nanocarbon on magnetic and electrodynamic properties of the ferrite/polymer composites. *Nanomaterials*, 12(5), 868. doi: 10.3390/nano12050868.

7. Paolillo, S., Bose, R.K., Santana, M.H. & Grande, A.M. (2021). Intrinsic self-healing epoxies in polymer matrix composites (PMCs) for aerospace applications. *Polymers*, 13(2), 201. doi: 10.3390/polym13020201.

8. Tański, T., Matysiak, W. & Hajduk B. (2016) Manufacturing and investigation of physical properties of polyacrylonitrile nanofibre composites with SiO₂, TiO₂ and Bi₂O₃ nanoparticles. *Beilstein J. Nanotechnol.*, 7(1), 1141–1155. doi: 10.3762/bjnano.7.106.

9. Ruoff, R.S. & Lorents, D.C. (1995). Mechanical and thermal properties of carbon nanotubes. *Carbon*, 33(7), 925–930. doi: 10.1016/0008-6223(95)00021-5.

10. Mysiukiewicz, O., Kosmela, P., Barczewski, M. & Hejna, A. (2020). Mechanical, thermal and rheological properties of polyethylene-based composites filled with micrometric aluminum powder. *Materials*, 13(5), 1242. doi: 10.3390/ma13051242.

11. Wu, Y., Zhao, Y., Zhou, M., Tan, Sh., Peymanfar, R., Aslibeiki, B. & Ji, G. (2022). Ultrabroad microwave absorption ability and infrared stealth property of nano-micro CuS@rGO lightweight aerogels. *Nano-Micro Lett*, 14(1), 171. doi: 10.1007/s40820-022-00906-5.

12. Gu, W., Ong, S.J.H., Shen, Y., Guo, W., Fang, Y., Ji, G. & Xu, Z.J. (2022). A lightweight, elastic, and thermally insulating stealth foam with high infrared-radar compatibility. *Advanced Science*, 9(35), 2204165. doi: 10.1002/advs.202204165.

13. Pang, Y., Li, Y., Wang, J., Yan, M., Chen, H., Sun, L., Xu, Zh. & Qu, Sh. (2018). Carbon fiber assisted glass fabric composite materials for broadband radar cross section reduction. *Composites Science and Technology*, 158, 19–25. doi: 10.1016/j.compscitech.2018.02.001.

14. Salahuddin, B., Faisal, S.N., Baigh, T.A., Alghamdi, M.N., Islam, M.S., Song, B., Zhang, X., Gao, S. & Aziz, S. (2021). Carbonaceous materials coated carbon fibre reinforced polymer matrix composites. *Polymers*, 13(16), 2771. doi: 10.3390/polym13162771.

15. Siraj, S., Al-Marzouqi, A.H., Iqbal, M.Z. & Ahmed, W. (2022). Impact of micro silica filler particle size on mechanical properties of polymeric based composite material. *Polymers*, 14(22), 4830. doi: 10.3390/polym14224830.

16. Kundie, F., Azhari, Ch.H., Muchtar, A. & Ahmad, Z.A. (2018). Effects of filler size on the mechanical properties of polymer-filled dental composites: A review of recent developments. *JPS*, 29(1), 141–165. doi: 10.21315/jps2018.29.1.10.

17. Cazan, C., Enesca, A. & Andronic, L. (2021). Synergic effect of TiO₂ filler on the mechanical properties of polymer nanocomposites. *Polymers*, 13(12), 2017. doi: 10.3390/polym13122017.

18. Demir, E.C., Benkaddour, A., Aldrich, D.R., McDermott, M.T., Kim, C.I. & Ayranci, C. (2022). A predictive model towards understanding the effect of reinforcement agglomeration on the stiffness of nanocomposites. *Journal of Composite Materials*, 56(10), 1591–1604. doi: 10.1177/00219983221076639.

19. Rani, G.E., Murugeswari, R., Siengchin, S.,

- Rajini, N. & Kumar, M.A. (2022). Quantitative assessment of particle dispersion in polymeric composites and its effect on mechanical properties. *Journal of Materials Research and Technology*, 19, 1836–1845. doi: 10.1016/j.jmrt.2022.05.147.
20. Ahmed, S. & Jones, F.R. (1990). A review of particulate reinforcement theories for polymer composites. *J Mater Sci.*, 25(12), 4933–4942. doi: 10.1007/BF00580110.
21. Osman, M.A., Atallah, A., Schweizer, T. & Öttinger, H.Ch. (2004). Particle–particle and particle–matrix interactions in calcite filled high-density polyethylene—steady shear. *Journal of Rheology*, 48(5), 1167–1184. doi: 10.1122/1.1784782.
22. Tamayo-Vegas, S., Muhsan, A., Liu, C., Tarfaoui, M. & Lafdi, K. (2022). The effect of agglomeration on the electrical and mechanical properties of polymer matrix nanocomposites reinforced with carbon nanotubes. *Polymers*, 14(9), 1842. doi: 10.3390/polym14091842.
23. Maghsoudlou, M.A., Isfahani, R.B., Saber-Samandari, S. & Sadighi, M. (2019). Effect of interphase, curvature and agglomeration of SWCNTs on mechanical properties of polymer-based nanocomposites: Experimental and numerical investigations. *Composites Part B: Engineering*, 175, 107119. doi: 10.1016/j.compositesb.2019.107119.
24. Elleuch, S., Jrad, H., Wali, M. & Dammak, F. (2023). Agglomeration effect on biomechanical performance of CNT-reinforced dental implant using micromechanics-based approach. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 145, 106023. doi: 10.1016/j.jmbbm.2023.106023.
25. Ciprari, D., Nunnery, L., Jasiuk, I., Tannenbaum, R., & Jacob, K. I. (2012). Structure dependent interface adsorption in polymer nanocomposites. In *ECCM 2012 - Composites at Venice, Proceedings of the 15th European Conference on Composite Materials* (ECCM 2012 - Composites at Venice, Proceedings of the 15th European Conference on Composite Materials). European Conference on Composite Materials, ECCM.
26. Akhmadeev, A.A., Bogoslov, E.A., Danilaev, M.P., Klabukov, M.A. & Kuklin, V. A. (2020). Influence of the thickness of a polymer shell applied to surfaces of submicron filler particles on the properties of polymer compositions. *Mech Compos Mater.*, 56(2), 241–248. doi: 10.1007/s11029-020-09876-4.
27. Gavrilova, N.N., Nazarov, V.V. & Yarovaya, O.V. (2012). *Microscopic methods of determination of particle sizes of dispersed materials: textbook*. Moscow: D. I. Mendeleev Russian Chemical Technology University. (In Russ.).
28. Akhriev, A.S., Gaytukieva, Z.Kh., Kunizhev, B.I. & Tkhakakhov, R.B. (2017). The dependence of dielectric permeability and specific volume resistance of polymer composites on the concentration of nano-dimensional aluminium particles and carbon black fillers. *Herald of Dagestan State Technical University. Technical Sciences*, 44(2), 18–27. (In Russ.). doi: 10.21822/2073-6185-2017-44-2-18-27.
29. Weng, C., Ding, T., Zhou, M., Liu, J. & Wang, H. (2020). Formation mechanism of residual stresses in micro-injection molding of PMMA: A molecular dynamics simulation. *Polymers*, 12(6), 1368. doi:10.3390/polym12061368.2. Skurihin, I.M. & Tutel'yan, V.A. (2002). *Chemical composition of Russian food products: Handbook*. Moscow: DeLiprint. (In Russ.). doi: 10.258.1232.
3. Antipova, L.V., Glotova, I.A. & Rogov, I.A. (2001). *Methods of research of meat and meat products*. Moscow: Kolos. (In Russ.).

Information about the authors

E. A. Bobina – PhD, Associate Professor of the Department of “Electronic and Quantum Means of Information Transmission” of Kazan National Research Technical University named after A.N. Tupolev - KAI.

M. P. Danilaev – Doctor of Sciences, Professor of the Department of “Electronic and Quantum Means of Information Transmission” of Kazan National Research Technical University named after A.N. Tupolev - KAI.

V. A. Kuklin – PhD, research engineer, interdisciplinary interuniversity laboratory, Kazan National Research Technical University named after A.N. Tupolev - KAI.

S. A. Karandashov – research engineer, interdisciplinary interuniversity laboratory, Kazan National Research Technical University named after A.N. Tupolev - KAI.

K. V. Fayzullin – PhD, Deputy Head of the Research and Development Department (RDD) of Kazan National Research Technical University named after A.N. Tupolev - KAI.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 25 мая 2024; одобрена после рецензирования 20 сентября 2024; принята к публикации 04 октября 2024.

The article was received by the editorial board on 25 May 2024; approved after editing on 20 Sep 2024; accepted for publication on 04 Oct 2024.