



УДК 621.775.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-2-3-3

**СПОСОБЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОЩАДИ СЕЧЕНИЯ
МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВОЛОКОН Al_2O_3
ДЛЯ РАСЧЕТА ПРОЧНОСТИ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ**

В.Ю. Никитина

С.Г. Кольшев

Р.С. Купцов

Февраль 2014

Всероссийский институт авиационных материалов (ФГУП «ВИАМ» ГНЦ) – крупнейшее российское государственное материаловедческое предприятие, на протяжении 80 лет разрабатывающее и производящее материалы, определяющие облик современной авиационно-космической техники. 1700 сотрудников ВИАМ трудятся в более чем тридцати научно-исследовательских лабораториях, отделах, производственных цехах и испытательном центре, а также в четырех филиалах института. ВИАМ выполняет заказы на разработку и поставку металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов защиты от коррозии, а также средств контроля исходных продуктов, полуфабрикатов и изделий на их основе. Работы ведутся как по государственным программам РФ, так и по заказам ведущих предприятий авиационно-космического комплекса России и мира.

В 1994 г. ВИАМ присвоен статус Государственного научного центра РФ, многократно затем им подтвержденный.

За разработку и создание материалов для авиационно-космической и других видов специальной техники 233 сотрудникам ВИАМ присуждены звания лауреатов различных государственных премий. Изобретения ВИАМ отмечены наградами на выставках и международных салонах в Женеве и Брюсселе. ВИАМ награжден 4 золотыми, 9 серебряными и 3 бронзовыми медалями, получено 15 дипломов.

Возглавляет институт лауреат государственных премий СССР и РФ, академик РАН, профессор Е.Н. Каблов.

УДК 621.775.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-2-3-3

В.Ю. Никитина, С.Г. Колышев, Р.С. Купцов

СПОСОБЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОЩАДИ СЕЧЕНИЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВОЛОКОН Al_2O_3 ДЛЯ РАСЧЕТА ПРОЧНОСТИ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ

Приведены примеры измерения площади излома монокристаллических волокон тремя способами, выбраны оптимальные варианты и представлены результаты определения предела прочности указанных волокон, испытанных при комнатной температуре и при $1400^\circ C$. Проведена оценка погрешности при определении площади сечения при высокотемпературных испытаниях, вызванной тепловым расширением материала.

Ключевые слова: монокристаллическое волокно, площадь сечения, температура, погрешность, прочность.

V.J. Nikitina, S.G. Kolyshev, R.S. Kuptsov

THE METHODS OF DETERMINATION OF Al_2O_3 SINGLE-CRYSTAL FIBERS CROSS-SECTION AREA FOR TENSILE STRENGTH CALCULATION

Three methods of determination of single-crystal fibers cross-section area are presented in this paper, the optimum variants are chosen and the results of fiber strength calculation after room and high-temperature tensile tests are set out. The inaccuracy caused by temperature expansion of the material is estimated.

Keywords: single-crystal fiber, cross-section area, temperature, inaccuracy, strength.

Прочностные характеристики волокон Al_2O_3 (моно- и поликристаллических), полученные как при комнатной, так и при высоких температурах испытания, являются одним из основных критериев при использовании их в качестве упрочняющего наполнителя композиционных материалов, что является перспективным направлением в современном материаловедении [1–7].

На данном этапе обработки получения монокристаллических волокон (МКВ) исследовали прочностные характеристики штабиков (заготовки для получения монокри-

сталлических волокон с меньшим диаметром) с эквивалентным диаметром 150–350 мкм, вытянутых из расплава по методу Степанова (ИФТТ, г. Черноголовка) [8–15].

Измерение предела прочности при комнатной температуре проводили на установке Instron 5882 по методу рамки при скорости перемещения захватов 2 мм/мин.

Для определения прочности при температуре (~1400°C) монокристаллических заготовок Al₂O₃ было спроектировано и создано экспериментальное приспособление к установке Instron 1195, обеспечивающее локальный нагрев до требуемой температуры. Удалось также решить проблему фиксации образцов в зажимах.

Альтернативный способ проведения высокотемпературных механических испытаний представлен в работе [16], где для нагрева волокон используется лучевая печь, однако при этом требуется значительно бóльшая длина экспериментальных образцов – не менее 350–400 мм.

Предел прочности монокристаллических заготовок вычисляли, исходя из значений нагрузки разрушения и площади излома:

$$\sigma = P/S,$$

где P – нагрузка, зафиксированная в момент разрушения; S – площадь сечения волокна в месте разрушения.

Площадь сечения образца использовали также для вычисления эффективного диаметра – диаметра круга с площадью, равной площади сечения волокна:

$$D_{\text{эф}} = 2\sqrt{(S_{\text{сечения}}/\pi)},$$

который принимался в качестве оценки толщины монокристаллических заготовок, отклоняющихся от цилиндрической формы.

На практике диаметр волокон более 10–20 мкм определяют обычно на оптическом микроскопе, производя замеры их толщины. Известен также метод определения диаметра непрерывных волокон с помощью дифракции пучка лазерного излучения, однако к монокристаллическим волокнам Al₂O₃ он напрямую не пригоден, поскольку они прозрачны для используемого при этом лазерного излучения с длиной волны 632 нм. Возможно в принципе нанесение тонкого покрытия, обеспечивающего непрозрачность волокон, однако характерными особенностями исследованных МКВ Al₂O₃ являлись отклонения сечения от округлой формы, часто значительные (рис. 1), и колебания толщины по длине (рис. 2). Все это обусловило необходимость использования при определении прочностных свойств площади сечения волокна в месте излома.

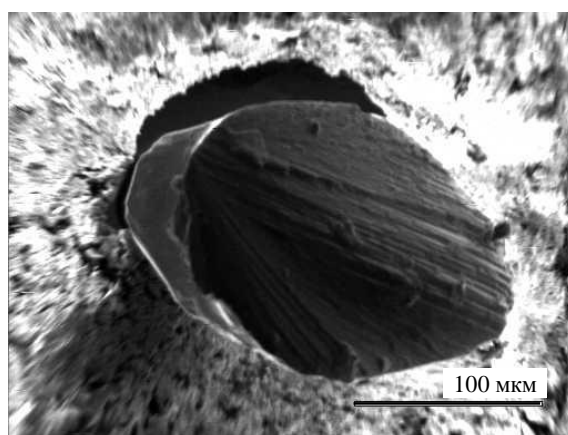
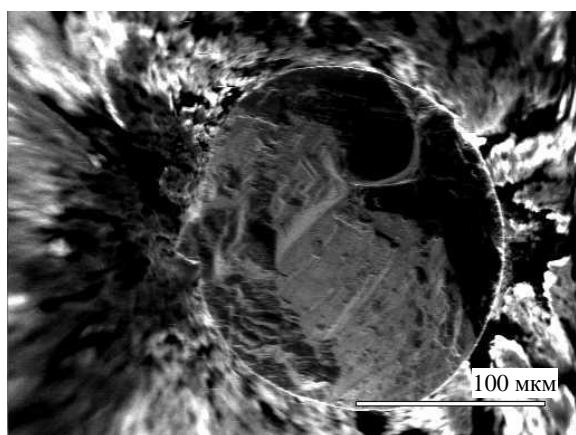


Рисунок 1. Сечение монокристаллического волокна Al_2O_3 , сильно отклоняющееся от округлой формы ($\times 350$)



Рисунок 2. Колебания толщины монокристаллического волокна Al_2O_3 по длине ($\times 50$)

a)



б)

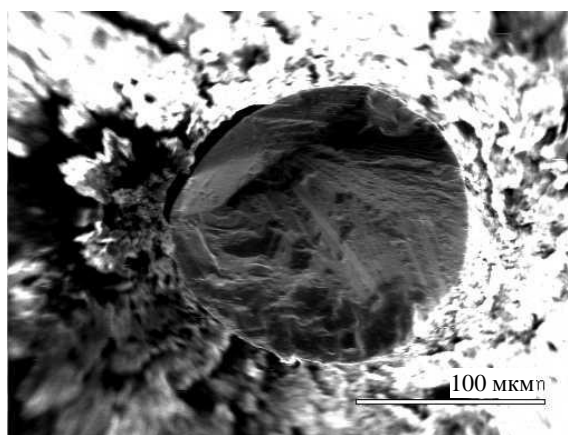


Рисунок 3. Вид изломов монокристаллического волокна Al_2O_3 после испытаний при комнатной температуре ($\times 350$)

Изображение сечения волокон в месте разрушения получали с помощью сканирующего электронного микроскопа S-405A при увеличении от $\times 100$ до $\times 350$. Для этого после проведения испытаний на прочность при растяжении, образец фиксировали на столике объектов изломом вверх. Для обеспечения стока зарядов, методом ионного напыления наносили токопроводящий слой золота, и фотографировали излом. Типичные фотографии изломов образцов, испытанных при комнатной температуре, приведены на рис. 3.

Для образцов с формой сечения, близкой к кругу (см. рис. 3), площадь сечения в месте разрушения определяли по среднему диаметру, полученному из двух взаимно перпендикулярных замеров, проведенных непосредственно на мониторе сканирующего микроскопа.

Для образцов с сильным отклонением от цилиндрической формы площадь сечения получали тремя методами:

- усреднением из 4–6 замеров, произведенных непосредственно на мониторе СЭМ;
- весовым, для чего на аналитических весах с точностью до 10^{-5} г взвешивали вырезанное изображение сечения, затем полученные значения нормировали по массе квадрата со стороной 100 мкм (площадью 10^4 мкм²), построенного по масштабной метке на данной фотографии;

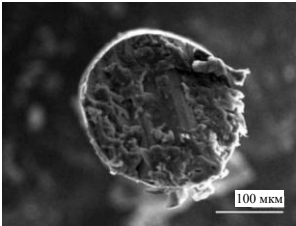
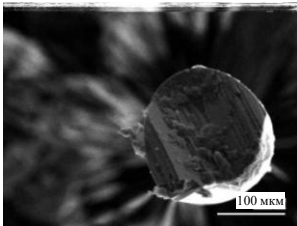
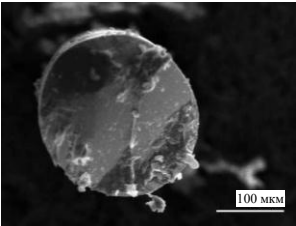
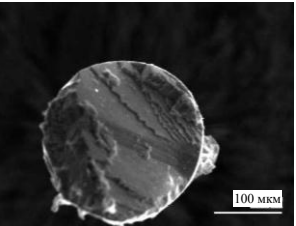
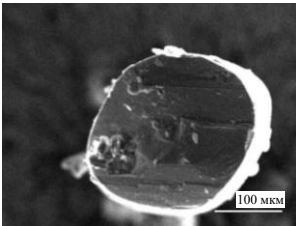
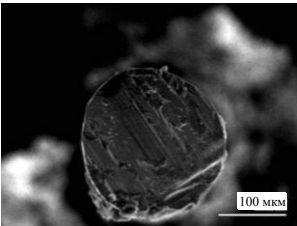
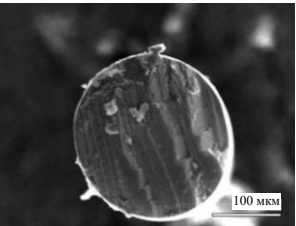
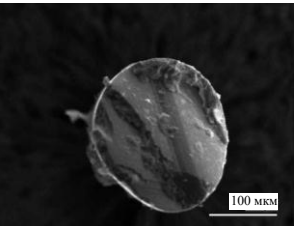
- с использованием графического редактора Photoshop [17]. Данная программа позволяет выделять объекты неправильной формы при помощи инструмента «магнитное лассо», при этом в рабочем окне «гистограмма» отображается площадь выделенной области в пикселях, нормируя которую на площадь квадрата со стороной, равной масштабной метке, имеющейся на каждой фотографии, получали площадь излома в мкм².

Из перечисленных способов наиболее трудоемок весовой метод, измерение на мониторе СЭМ – самое оперативное.

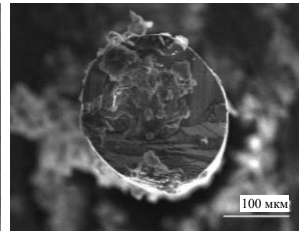
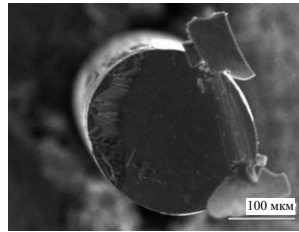
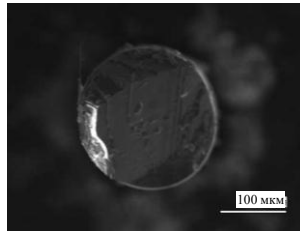
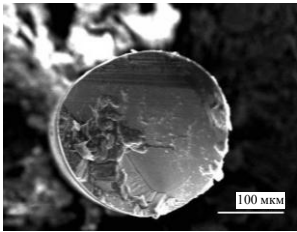
Для оценки сходимости результатов была определена площадь сечения всеми тремя методами (табл. 1).

Таблица 1

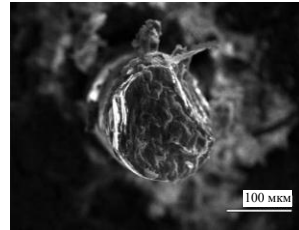
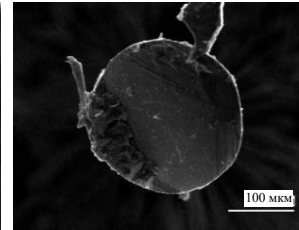
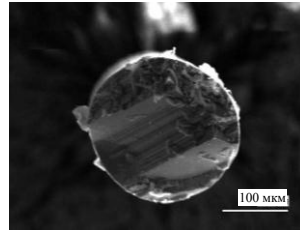
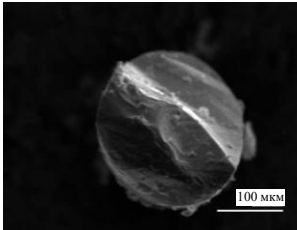
Сравнение площадей изломов (средние значения S_{cp} в мкм²) волокон, полученных разными методами (1 – замеры на мониторе СЭМ; 2 – весовой метод; 3 – программа Photoshop)

			
1 $58 \cdot 10^3$	1 $41 \cdot 10^3$	1 $62 \cdot 10^3$	1 $61 \cdot 10^3$
2 $56 \cdot 10^3$	2 $42 \cdot 10^3$	2 $61 \cdot 10^3$	2 $58 \cdot 10^3$
3 $59 \cdot 10^3$	3 $43 \cdot 10^3$	3 $63 \cdot 10^3$	3 $61 \cdot 10^3$
			
1 $61 \cdot 10^3$	1 $52 \cdot 10^3$	1 $62 \cdot 10^3$	1 $48 \cdot 10^3$

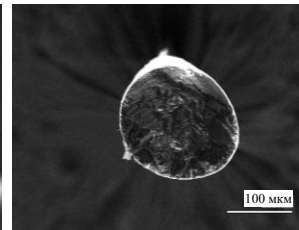
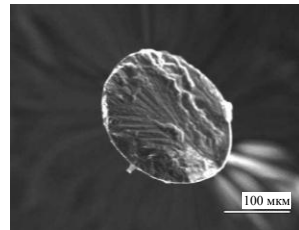
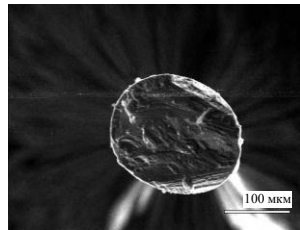
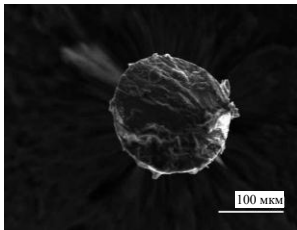
2	$58 \cdot 10^3$	$48 \cdot 10^3$	$59 \cdot 10^3$	$47 \cdot 10^3$
3	$60 \cdot 10^3$	$49 \cdot 10^3$	$64 \cdot 10^3$	$48 \cdot 10^3$



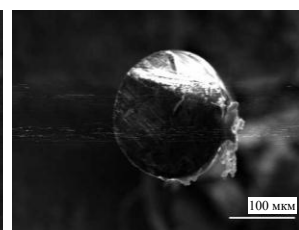
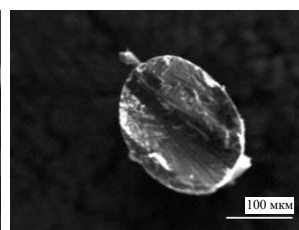
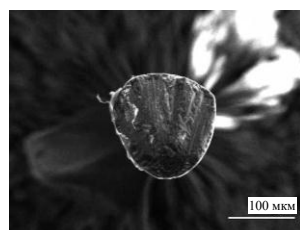
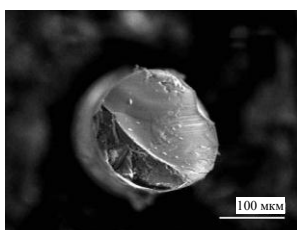
1	$55 \cdot 10^3$	$52 \cdot 10^3$	$64 \cdot 10^3$	$71 \cdot 10^3$
2	$52 \cdot 10^3$	$48 \cdot 10^3$	$64 \cdot 10^3$	$65 \cdot 10^3$
3	$54 \cdot 10^3$	$49 \cdot 10^3$	$65 \cdot 10^3$	$72 \cdot 10^3$



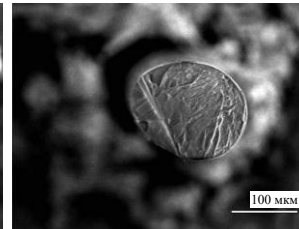
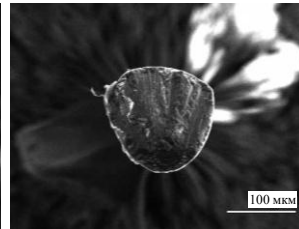
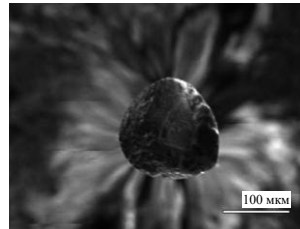
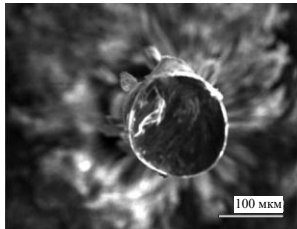
1	$61 \cdot 10^3$	$55 \cdot 10^3$	$58 \cdot 10^3$	$35 \cdot 10^3$
2	$58 \cdot 10^3$	$57 \cdot 10^3$	$58 \cdot 10^3$	$29 \cdot 10^3$
3	$60 \cdot 10^3$	$55 \cdot 10^3$	$62 \cdot 10^3$	$34 \cdot 10^3$



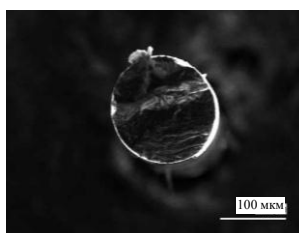
1	$39 \cdot 10^3$	$45 \cdot 10^3$	$46 \cdot 10^3$	$38 \cdot 10^3$
2	$33 \cdot 10^3$	$37 \cdot 10^3$	$38 \cdot 10^3$	$36 \cdot 10^3$
3	$40 \cdot 10^3$	$43 \cdot 10^3$	$46 \cdot 10^3$	$38 \cdot 10^3$



1	$38 \cdot 10^3$	$29 \cdot 10^3$	$45 \cdot 10^3$	$43 \cdot 10^3$
2	$38 \cdot 10^3$	$28 \cdot 10^3$	$43 \cdot 10^3$	$40 \cdot 10^3$
3	$40 \cdot 10^3$	$30 \cdot 10^3$	$45 \cdot 10^3$	$42 \cdot 10^3$



1	$28 \cdot 10^3$	$29 \cdot 10^3$	$29 \cdot 10^3$	$28 \cdot 10^3$
2	$25 \cdot 10^3$	$28 \cdot 10^3$	$33 \cdot 10^3$	$28 \cdot 10^3$
3	$27 \cdot 10^3$	$27 \cdot 10^3$	$30 \cdot 10^3$	$30 \cdot 10^3$



1	$31 \cdot 10^3$
2	$29 \cdot 10^3$
3	$31 \cdot 10^3$

Проведенный расчет погрешности измерения площади показал, что в случае использования метода измерения на мониторе СЭМ погрешность составила 1,9%, весового метода: 2,6%, метода с использованием графического редактора Photoshop: 0,8%. Ошибка при вычислении предела прочности МКВ Al_2O_3 пропорциональна погрешностям, возникающим при определении площади сечения.

На основании анализа сходимости результатов по всем трем методам, а также учитывая погрешности измерения, можно сделать вывод, что самым точным методом является программа Photoshop. В то же время представляется достаточно рациональным метод определения площади сечения МКВ Al_2O_3 через усреднение нескольких сечений излома, выполненных в разных направлениях, проведенных непосредственно на изображении, выведенном на монитор СЭМ.

Исследованные волокна по форме сечения можно разбить на три условные группы:

- округлые;
- треугольные со сглаженными углами;
- эллиптические.

Проведенный анализ не выявил зависимости прочностных характеристик от формы излома МКВ Al_2O_3 . На рис. 4 приведены фотографии изломов образцов, испытанных на прочность при $1400^\circ C$.

Для расчета предела прочности МКВ при высокотемпературных испытаниях использовалась площадь сечения волокна, полученная из фотографий на СЭМ. С учетом поправки на величину температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) материала получено, что при температуре испытаний $1400^\circ C$ площадь поперечного сечения волокна увеличивается на 2,6%, что приводит к пропорциональному снижению прочности. Примеры поправок при расчете прочности приведены в табл. 2.

**Введение поправок в значения высокотемпературной прочности МКВ
с учетом температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР)**

Прочность без учета ТКЛР, МПа	Скорректированная прочность, МПа
445	435
315	305
515	500
285	275

Показано, что, при обработке больших партий монокристаллических волокон, для определения площади поперечного сечения МКВ, необходимого для последующего расчета прочности, целесообразно использовать метод усреднения нескольких замеров, сделанных непосредственно на мониторе СЭМ.

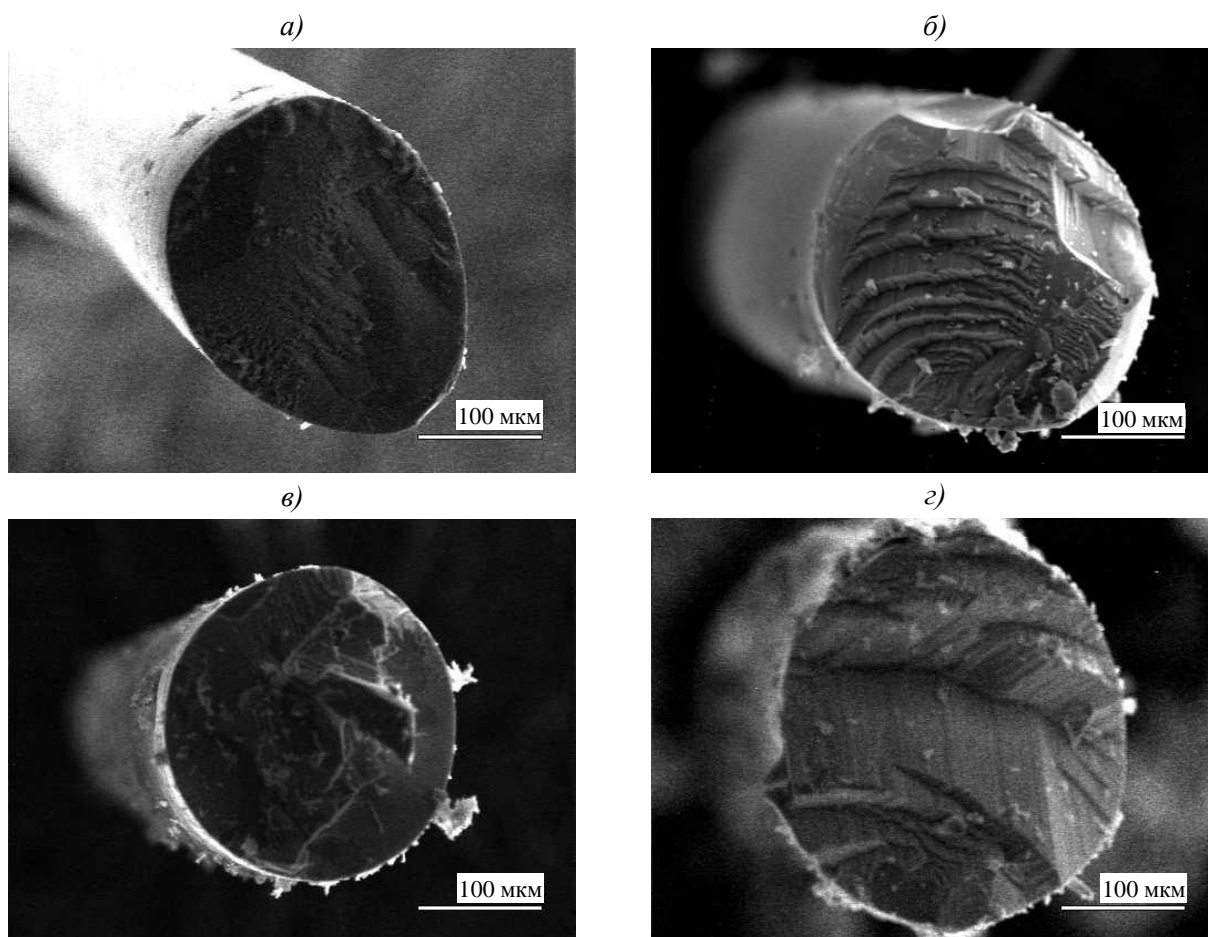


Рисунок 4. Вид изломов монокристаллических образцов Al_2O_3
после прочностных испытаний при температуре 1400°C ($\times 200$; СЭМ)

Для проведения особо точных замеров прочности необходимо определять площадь излома МКВ с помощью графического редактора Photoshop.

Для определения предела прочности МКВ при температуре следует учитывать поправку на ТКЛР, особенно в случае высокопрочных волокон.

Зависимость предела прочности от формы сечения волокон не обнаружена.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 7–17.
2. Гращенков Д.В., Чурсова Л.В. Стратегия развития композиционных и функциональных материалов //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 231–242.
3. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Ивахненко Ю.А., Балинова Ю.А. Перспективные армирующие высокотемпературные волокна для металлических и керамических композиционных материалов //Труды ВИАМ. 2013. №2. Ст. 05 (viam-works.ru).
4. Ерасов В.С. Физико-механические характеристики, как основные интегральные показатели качества авиационных конструкционных материалов: Методич. пособ. М.: ВИАМ. 2011. 16 с.
5. Щетанов Б.В., Берсенев А.Ю., Селиванов Е.А. и др. Некоторые особенности разрушения оксидных керамических композиционных материалов //Авиационные материалы и технологии. 2003. №3. С. 3–7.
6. Тинякова Е.В., Гращенков Д.В. Теплоизоляционный материал на основе муллитокорундовых и кварцевых волокон //Авиационные материалы и технологии. 2012. №3. С. 43–47.
7. Орлов М.Р. Стратегические направления развития Испытательного центра ФГУП «ВИАМ» //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 387–392.
8. Россоленко С.Н., Курлов В.Н., Асрян А.А. Анализ профильных кривых менисков для процесса выращивания кристаллов по способу Степанова. Ч. 1. //Материаловедение. 2008. №9. С. 6–16.
9. Россоленко С.Н., Курлов В.Н., Асрян А.А. Анализ профильных кривых менисков для процесса выращивания кристаллов по способу Степанова. Ч. II //Материаловедение. 2008. №10. С. 2–8.
10. Rossolenko S.N., Kurlov V.N., Asrian A.A. Analysis of the profile curves of the menisci for the sapphire tubes growth by EFG (Stepanov) technique //Crystal Research and Technology. 2009. V. 44. №7. P. 689–700.

11. Rossolenko S.N., Kurlov V.N., Asrian A.A. Analysis of the profile curves of the menisci for the sapphire capillaries and fibers growth by EFG (Stepanov) technique //Crystal Research and Technology. 2009. V. 44. №7. P. 701–706.
12. Россоленко С.Н., Курлов В.Н., Асрян А.А. Исследование профильных кривых менисков для процесса выращивания кристаллов по способу Степанова //Известия РАН. 2009. Т. 73. №10. С. 1398–1402.
13. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В. Методы получения монокристаллических волокон оксида алюминия для композиционных материалов /В сб. материалов 29-й ежегодной Международной конф. и семинара «Композиционные материалы в промышленности». Ялта: 2009. С. 150–155.
14. Милейко С.Т., Серебряков А.В., Кийко В.М., Колчин А.А., Курлов В.Н., Новохатская Н.И., Толстун А.Н. Монокристаллические волокна муллита, получаемые методом внутренней кристаллизации //Композиты и наноструктуры. 2009. №2. С. 47–60.
15. Щетанов Б.В., Купцов Р.С., Свистунов В.И. Методы получения монокристаллических волокон оксида алюминия для создания композиционных материалов и высокотемпературной волоконной оптики //Труды ВИАМ. 2013. №4. Ст. 01 (viam-works.ru).
16. Басаргин О.В., Никитина В.Ю., Щеглова Т.М., Кольшев С.Г. Особенности проведения прочностных испытаний в печи лучевого нагрева //Стекло и керамика. 2013. №2. С. 6–9.
17. Учебник Photoshop. 2009.

References list

1. Kablov E.N. Strategicheskie napravlenija razvitija materialov i tehnologij ih pererabotki na period do 2030 goda [Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №5. S. 7–17.
2. Grashhenkov D.V., Chursova L.V. Strategija razvitija kompozicionnyh i funkcional'nyh materialov [Strategy of development of composite and functional materials] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №5. S. 231–242.
3. Kablov E.N., Shhetanov B.V., Ivahnenko Ju.A., Balinova Ju.A. Perspektivnye armirujushhie vysokotemperaturnye volokna dlja metallicheskih i keramicheskikh kompozicionnyh materialov [Perspective reinforcing high-temperature fibers for metal and ceramic composite materials] //Trudy VIAM. 2013. №2. St. 05 (viam-works.ru).

4. Erasov V.S. Fiziko-mehaničeskie harakteristiki, kak osnovnye integral'nye pokazateli kachestva aviacionnyh konstrukcionnyh materialov [Physicomechanical characteristics, as main integrated indicators of quality of aviation constructional materials]: Metodich. posob. M.: VIAM. 2011. 16 s.
5. Shhetanov B.V., Bersenev A.Ju., Selivanov E.A. i dr. Nekotorye osobennosti razrushenija oksidnyh keramicheskikh kompozicionnyh materialov [Some features of destruction of oxidic ceramic composite materials] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2003. №3. S. 3–7.
6. Tinjakova E.V., Grashhenkov D.V. Teploizoljacionnyj material na osnove mullitokorundovyh i kvarcevyh volokon [Heat-insulating material on a basis the mullitokorundovykh and quartz fibers] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №3. S. 43–47.
7. Orlov M.R. Strategičeskie napravlenija razvitija Ispytatel'nogo centra FGUP «VIAM» [Strategic directions of development of the Test center Federal State Unitary Enterprise VIAM] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 387–392.
8. Rossolenko S.N., Kurlov V.N., Asrjan A.A. Analiz profil'nyh krivyh meniskov dlja processa vyrashhivanija kristallov po sposobu Stepanova [The analysis of profile curve meniscuses for process of cultivation of crystals on a way of Stepanov]. Ch. I. //Materialovedenie. 2008. №9. S. 6–16.
9. Rossolenko S.N., Kurlov V.N., Asrjan A.A. Analiz profil'nyh krivyh meniskov dlja processa vyrashhivanija kristallov po sposobu Stepanova [The analysis of profile curve meniscuses for process of cultivation of crystals on a way of Stepanov]. Ch. II //Materialovedenie. 2008. №10. S. 2–8.
10. Rossolenko S.N., Kurlov V.N., Asrjan A.A. Analysis of the profile curves of the menisci for the sapphire tubes growth by EFG (Stepanov) technique //Crystal Research and Technology. 2009. V. 44. №7. P. 689–700.
11. Rossolenko S.N., Kurlov V.N., Asrjan A.A. Analysis of the profile curves of the menisci for the sapphire capillaries and fibers growth by EFG (Stepanov) technique //Crystal Research and Technology. 2009. V. 44. №7. P. 701–706.
12. Rossolenko S.N., Kurlov V.N., Asrjan A.A. Issledovanie profil'nyh krivyh meniskov dlja processa vyrashhivanija kristallov po sposobu Stepanova [Research of profile curve meniscuses for process of cultivation of crystals on a way of Stepanov] //Izvestija RAN. 2009. T. 73. №10. S. 1398–1402.
13. Kablov E.N., Shhetanov B.V. Metody poluchenija monokristallicheskih volokon oksida aljuminija dlja kompozicionnyh materialov [Methods of receiving single-crystal

fibers of oxide of aluminum for composite materials] /V sb. materialov 29-j ezhegodnoj Mezhdunarodnoj konf. i seminara «Kompozicionnye materialy v promyshlennosti». Jalta: 2009. S. 150–155.

14. Milejko S.T., Serebrjakov A.V., Kijko V.M., Kolchin A.A., Kurlov V.N., Novohatskaja N.I., Tolstun A.N. Monokristallicheskie volokna mullita, poluchaemye metodom vnutrennej kristallizacii [The single-crystal fibers of mullite received by a method of internal crystallization] //Kompozity i nanostruktury. 2009. №2. S. 47–60.
15. Shhetanov B.V., Kupcov R.S., Svistunov V.I. Metody poluchenija monokristallicheskih volokon oksida aljuminija dlja sozdaniya kompozicionnyh materialov i vysokotemperaturnoj volokonnoj optiki [Methods of receiving single-crystal fibers of oxide of aluminum for creation of composite materials and high-temperature fiber optics] //Trudy VIAM. 2013. №4. St. 01 (viam-works.ru).
16. Basargin O.V., Nikitina V.Ju., Shheglova T.M., Kolyshev S.G. Osobennosti provedeniya prochnostnyh ispytanij v pechi lucheвого nagreva [Features of carrying out strength tests in the furnace of beam heating] //Steklo i keramika. 2013. №2. S. 6–9.
17. Uchebnik Photoshop [Textbook Photoshop]. 2009.