



УДК 629.7.018.4

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-4-3-3

**СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОЧНОСТИ
ПРИ РАСТЯЖЕНИИ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ
ВОЛОКОН Al_2O_3 ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ 1400°C**

О.В. Басаргин

Т.М. Щеглова

В.Ю. Никитина

В.И. Свистунов

Апрель 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 629.7.018.4

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-4-3-3

О.В. Басаргин, Т.М. Щеглова, В.Ю. Никитина, В.И. Свистунов

**СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРОЧНОСТИ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ
МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВОЛОКОН Al_2O_3
ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ 1400°C**

Приводится описание способа определения прочности при растяжении монокристаллических волокон оксида алюминия при высоких температурах с использованием лучевой печи.

Ключевые слова: *лучевая печь, монокристаллическое волокно, прочность при растяжении, температура, керамическая трубка.*

O.V. Basargin, T.M. Scheglova, V.J. Nikitina, V.I. Svistunov

**HIGH-TEMPERATURE TENSILE STRENGTH DETERMINATION
OF SINGLE CRYSTAL ALUMINA FIBERS**

The description of high-temperature tensile strength determination of alumina single crystal fibers in gold image furnace is presented in this paper.

Key words: *gold image furnace, single crystal fiber, tensile strength, temperature, ceramic tube.*

¹ Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation] E-mail: admin@viam.ru

Монокристаллические волокна Al_2O_3 – относительно новое направление в классе упрочняющих волокон, предназначенных для армирования композиционных материалов [1–4]. Одним из основных требований к подобным материалам является уровень прочности при рабочих температурах, это относится и к армирующим волокнам [5, 6].

Для проведения экспериментов по определению прочности монокристаллических волокон Al_2O_3 при температуре 1400°C был опробован способ нагрева волокна в печи лучевого нагрева, установленной в рабочем пространстве разрывной машины типа Instron 5965 [7].

Монокристаллические волокна Al_2O_3 , полученные в ИФТТ РАН (Черноголовка), выращены из расплава по способу Степанова [8–13].

В работе [14] на примере определения разрывной нагрузки нитей из поликристаллических оксидных волокон системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--SiO}_2$ при температурах до 1300°C была показана возможность использования для этих целей лучевых печей ИК-спектра типа VHT-E44 производства фирмы Ulvac-Riko, Япония (далее – лучевая печь) [15]. Общая высота печи лучевого нагрева 216 мм, что определяет длину испытываемых образцов (~300 мм), при этом длина рабочей зоны печи составляет 110 мм.

Поскольку температура испытания (1400°C) монокристаллических волокон была выше, чем приведенная в работе [14], теплоизоляция захватов установки Instron была усилена: верхний и нижний выходы печи экранировались – помимо пластин из волокнистой керамики [16] – несколькими слоями стеклоткани. В результате материал пневматических захватов не нагревался $>50\text{--}60^\circ\text{C}$.

По тем же причинам, что и в работе [14] (прозрачность материала волокон для излучаемого спектра и сложность крепления термопары к испытываемому образцу), определение прочностных свойств монокристаллических волокон при высоких температурах проводили в алундовой трубке (внутренний диаметр 5 мм, толщина стенки 1,5 мм), нагреваемой излучением, внутри которой посредством конвективного теплообмена формировалась высокотемпературная зона.

Для уточнения характера изменения температурного поля внутри алундовой трубки и определения задаваемой на программаторе температуры, обеспечивающей нагрев образца до 1400°C , были проведены дополнительные эксперименты. При этом использовали термопару типа *R* диаметром 0,2 мм, закрепленную в пневматическом зажиме на траверсе разрывной машины. Перемещая траверсу с термопарой относительно печи, что позволяло однозначно определять координату положения спая, с шагом 10 мм фиксировали температуру внутри трубки с помощью регистрирующего прибора («Термодат» модель 12К2).

Кривые распределения температуры по высоте трубки, полученные при различных программных температурах, приведены на рис. 1.

Из полученных кривых видно, что распределение температуры по оси трубки имеет два максимума, причем наивысшая температура (температура эксперимента) достигается на 10 мм выше середины трубки (рабочей зоны печи). На основании проведенных замеров выбрана температура задающей термопары, обеспечивающая достижение необходимого уровня температуры на оси трубки.

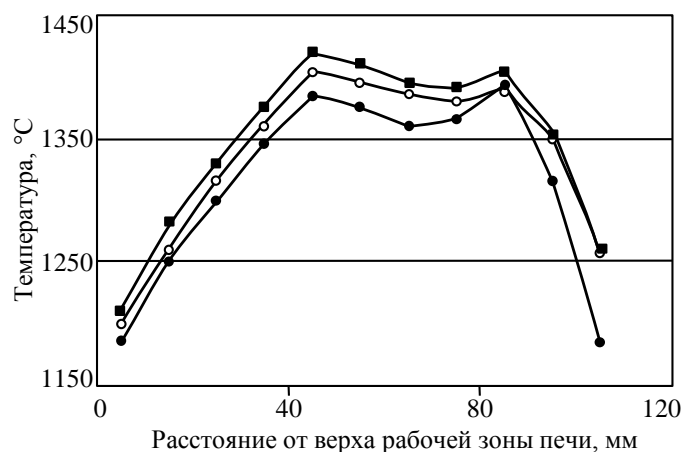


Рисунок 1. Экспериментальные кривые распределения температуры по оси керамической трубки при различных программных температурах

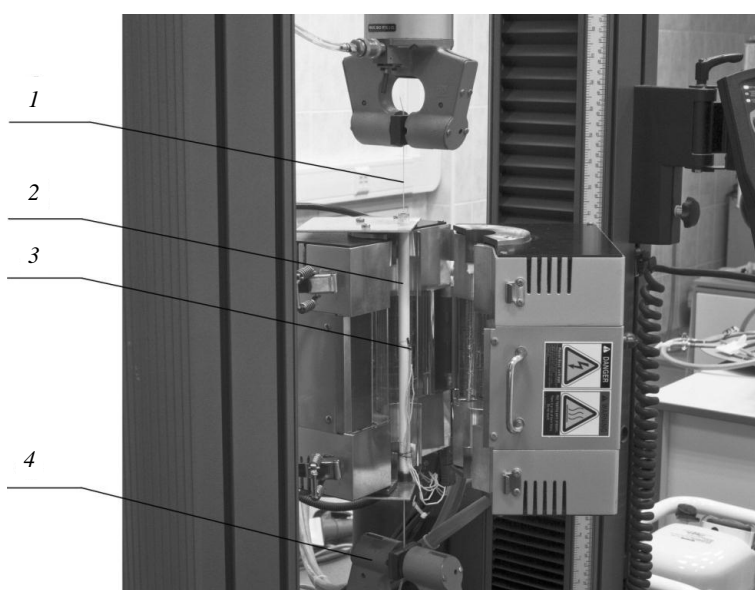


Рисунок 2. Установка для механических испытаний Instron 5965 с введенной в рабочую зону печью лучевого нагрева: 1 – монокристаллическое волокно; 2 – алундовая трубка; 3 – управляющая термopара; 4 – нижний захват

На рис. 2 показана установка Instron 5965 с введенной в рабочее пространство высокотемпературной печью лучевого нагрева (открыта), по оси которой вмонтирована керамическая трубка, куда помещается испытываемое волокно. Выше и ниже печи видны пневматические захваты, фиксирующие волокно.

Программа нагрева предусматривала две промежуточные выдержки при 500 и 1200°C для выравнивания температурного поля внутри трубки. Скорость нагрева между изотермическими участками не превышала 100°C/мин. По достижении заданной температуры после выдержки в течение 2 мин, необходимой для выравнивания температурного поля, что позволяло испытывать образец в равновесных условиях при 1400°C, начинали нагружение волокна.

На рис. 3 приведены типичные экспериментальные кривые разрушения монокристаллических волокон при температуре 1400°С. Для вычисления прочности волокна, помимо значения нагрузки, необходимо знать площадь сечения в месте разрушения.

При испытании монокристаллических волокон сложность заключалась в том, что практически во всех случаях волокно при разрушении распадалось на несколько фрагментов. В таком случае величиной диаметра излома считали среднее значение по всем этим осколкам. Диаметр сечения каждого фрагмента определяли на сканирующем микроскопе по способу, описанному в работе [17], при этом разброс значений диаметров по фрагментам одного волокна не превышал 10%.

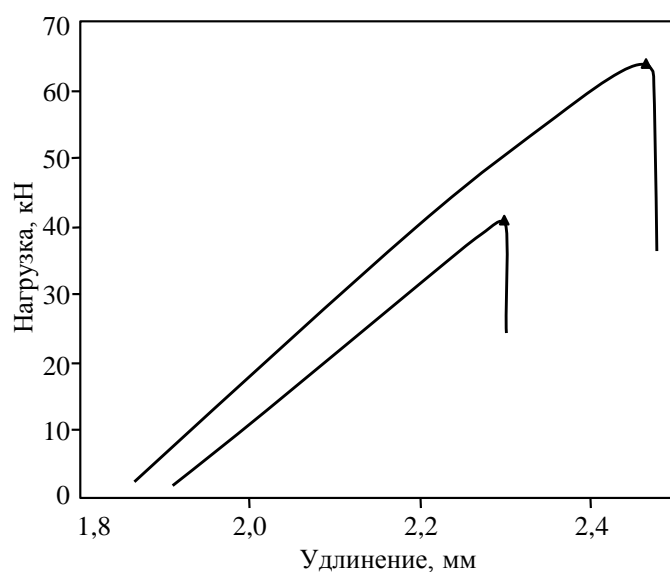


Рисунок 3. Типичные кривые разрушения монокристаллических волокон при температуре 1400°С

Таким образом, основная погрешность предлагаемого способа измерения прочности монокристаллических волокон при высокой температуре связана с определением сечения образца в месте разрушения. Эта неопределенность, по мнению авторов, является основным недостатком данного метода, который в целом позволяет дать оценку прочности волокон при высоких температурах.

Авторы выражают благодарность сотрудникам ВИАМ Г.Н. Зайцеву и С.Г. Колышеву за помощь в проведении экспериментов.

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. Светлов И.Л. Высокотемпературные Nb–Si-композиты [High-Nb-Si-Composites] //Материаловедение. 2010. №9. С. 29–38.
5. Орлов М.Р. Стратегические направления развития Испытательного центра ФГУП «ВИАМ» //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 387–393.
6. Ерасов В.С., Яковлев Н.О., Нужный Г.А. Квалификационные испытания и исследования прочности авиационных материалов //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 440–448.
7. Instron series 5800-8800 Test Control Systems Reference Manual M21-13770-En Rev. C. 2009.
8. 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.
9. 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.
10. 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.
11. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В. Методы получения монокристаллических волокон оксида алюминия для композиционных материалов /В сб. материалов 29 ежегодной Международной конф. и семинара «Композиционные материалы в промышленности». Ялта. 2009. С. 150–155.
12. 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.
13. 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).

14. Басаргин О.В., Никитина В.Ю., Щеглова Т.М., Колышев С.Г. Особенности проведения прочностных испытаний в печи лучевого нагрева //Стекло и керамика. 2013. №2. С. 6–9.
15. Ulvac-Riko Infrared gold image furnace. Instruction manual. Ulvac-Riko, Inc. (www.ulvac.co.jp) 2010.
16. Тинякова Е.В., Гращенко Д.В. Теплоизоляционный материал на основе муллит-корундовых и кварцевых волокон //Авиационные материалы и технологии. 2012. №3. С. 43–46.
17. Никитина В.Ю., Колышев С.Г., Купцов Р.С. Способы определения площади сечения монокристаллических волокон Al_2O_3 для расчета прочности при растяжении //Труды ВИАМ. 2014. №2. Ст. 03 (viam-works.ru).

REFERENCES LIST

1. Kablov E.N. Strategicheskie napravlenija razvitija materialov i tehnologij ih pererabotki na period do 2030 goda [Strategic directions of development of materials and technologies to process them for the period up to 2030] //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 7–17.
2. Grashhenkov D.V., Chursova L.V. Strategija razvitija kompozicionnyh i funkcional'nyh materialov [Development Strategy composite and functional materials] //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 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 [Prospective reinforcing fiber for high temperature ceramic composites and metal materials] //Труды ВИАМ. 2013. №2. Ст. 05 (viam-works.ru).
4. Svetlov I.L. Vysokotemperaturnye Nb–Si-kompozity //Materialovedenie. 2010. №9. С. 29–38.
5. Orlov M.R. Strategicheskie napravlenija razvitija Ispytatel'nogo centra FGUP «VIAM» [Strategic directions of development of the Testing Center FSUE «VIAM»] //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 387–393.
6. Erasov V.S., Jakovlev N.O., Nuzhnyj G.A. Kvalifikacionnye ispytaniya i issledovaniya prochnosti aviacionnyh materialov [Qualification testing and research strength of aircraft materials] //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 440–448.
7. Instron series 5800-8800 Test Control Systems Reference Manual M21-13770-En Rev. C. 2009.

8. 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.
9. 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.
10. Rossolenko S.N., Kurlov V.N., Asrjan A.A. Issledovanie profil'nyh krivyh me-niskov dlja processa vyrashhivaniya kristallov po sposobu Stepanova [Study profile curves menisci process of crystal growth in a manner Stepanova] //Izvestija RAN. 2009. T. 73. №10. S. 1398–1402.
11. Kablov E.N., Shhetanov B.V. Metody poluchenija monokristallicheskih volokon oksida aljuminija dlja kompozicionnyh materialov [Methods for producing single crystal alumina fibers for composite materials] /V sb. materialov 29 ezhegodnoj Mezhdunarodnoj konf. i seminaru «Kompozicionnye materialy v promyshlennosti». Jalta. 2009. S. 150–155.
12. 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 [Monocrystalline mullite fibers, obtained by internal crystallization] //Kompozity i nanostruktury. 2009. №2. S. 47–60.
13. 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 producing single crystal alumina fibers to create a high-temperature composite materials and fiber optics] //Trudy VIAM. 2013. №4. St. 01 (viam-works.ru).
14. Basargin O.V., Nikitina V.Ju., Shheglola T.M., Kolyshev S.G. Osobennosti provedenija prochnostnyh ispytanij v pechi lucheвого nagreva [Features of the strength tests in beam heating furnace] //Steklo i keramika. 2013. №2. S. 6–9.
15. Ulvac-Riko Infrared gold image furnace. Instruction manual. Ulvac-Riko, Inc. (www.ulvac.co.jp) 2010.
16. Tinjakova E.V., Grashhenkov D.V. Teploizoljacionnyj material na osnove mullitokorundovyh i kvarcevyh volokon [Thermal insulation material on the basis of mullitecorundum and quartz fibers] //Aviacionnye materialy i tehnologii. 2012. №3. S. 43–46.
17. Nikitina V.Ju., Kolyshev S.G., Kupcov R.S. Sposoby opredelenija ploshhadi sechenija monokristallicheskih volokon Al_2O_3 dlja rascheta prochnosti pri rastjazhenii [Methods

for determining the cross-sectional area of single crystal Al_2O_3 fibers for calculating the tensile strength] //Trudy VIAM. 2014. №2. St. 03 (viam-works.ru).