



УДК 620.179

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-6-5-5

**ИЗМЕРЕНИЕ МОДУЛЯ УПРУГОСТИ
ВОЛОКОН ИЗ ТУГОПЛАВКИХ ОКСИДОВ**

А.М. Зимичев

кандидат технических наук

Н.М. Варрик

М.А. Далин

Июнь 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 620.179

DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-6-5-5

А.М. Зимичев¹, Н.М. Варрик¹, М.А. Далин¹

ИЗМЕРЕНИЕ МОДУЛЯ УПРУГОСТИ ВОЛОКОН ИЗ ТУГОПЛАВКИХ ОКСИДОВ

Определен модуль упругости высокотемпературных волокон на основе оксида алюминия. Приведены результаты испытания акустическим методом непрерывных волокон на основе тугоплавких оксидов, предназначенных для изготовления гибкой уплотнительной теплоизоляции.

Ключевые слова: *модуль упругости, керамическое волокно, ультразвуковой метод, оксид алюминия.*

A.M. Zimichev, N.M. Varrik, M.A. Dalin

ESTIMATION OF THE ELASTIC MODULUS OF REFRACTORY OXIDES BASED FIBERS

The elastic modulus of high temperature fibers based on aluminum oxide are estimated. The results of the acoustic testing of refractory oxides based filaments intended for the manufacture of flexible sealing insulation are described.

Keywords: *modulus of elasticity, ceramic fiber, ultrasonic method, alumina.*

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

Гибкие высокотемпературные уплотнительные теплоизоляционные материалы, работающие при температурах $>1000^{\circ}\text{C}$, в настоящее время являются одним из приоритетных направлений для разработчиков материалов [1–14]. Из непрерывных тугоплавких волокон получают гибкие тканые и нетканые теплозащитные и теплоизоляционные материалы, уплотнительные шнуры и композиционные материалы на основе металлических и керамических матриц.

Оксидное волокно, изготовляемое золь-гель методом, получают из волокнообразующего раствора, включающего прекурсоры оксидов алюминия и кремния (оксихлорид алюминия и силиказоль). Раствор для прядения пропускают через многоканальные фильеры для формования волокна, которое в результате последующей термической обра-

ботки становится оксидным волокном. Оксидное волокно обладает высокой термической и химической стойкостью и применяется для изготовления гибкой высокотемпературной уплотнительной теплоизоляции, работающей при температурах $>1000^{\circ}\text{C}$ [15, 16].

Механический (статический) способ измерения модуля упругости химических волокон основан на расчете модуля упругости E на начальном участке диаграммы «напряжение–деформация» [17] по формуле:

$$E=d\sigma/dx, \quad (1)$$

где $d\sigma$ – приращение напряжения; dx – приращение деформации.

Однако при измерении модуля упругости тугоплавких керамических волокон такой способ затруднен из-за высокой трудоемкости и необходимости применения высокоточных испытательных приборов, обеспечивающих запись процесса деформирования. Данные, полученные при испытаниях тугоплавких волокон из одной партии на машине «Инстрон» на основе диаграммы «напряжение–деформация», имели большой разброс. Значения модуля упругости волокон из одной партии составляли – от 4 до 200 ГПа.

В ВИАМ проводятся работы по определению различных параметров и свойств материалов акустическими методами [18–20].

Стандартный ультразвуковой способ измерения модуля упругости волокна [21] основан на измерении промежуточной физической величины – скорости распространения упругой волны в материале. С помощью датчика при непосредственном механическом контакте с одного конца волокна возбуждается ультразвуковая волна, на другом конце волокна приемный датчик принимает ультразвуковой сигнал. По этому принципу разработана методика и создана лабораторная установка для определения модуля упругости ряда материалов, в том числе керамических волокон на основе тугоплавких оксидов (рис. 1).

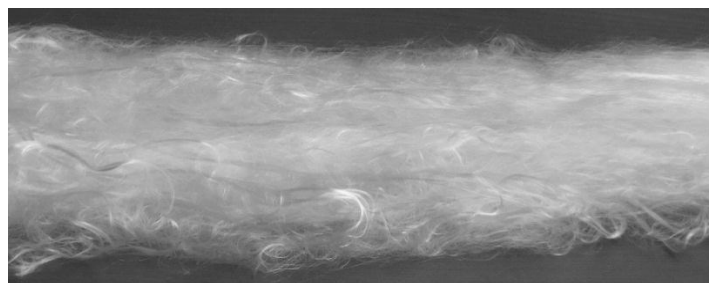


Рисунок 1. Непрерывное волокно на основе оксида алюминия

Согласно этому методу измеряется интервал времени распространения ультразвуковых колебаний между датчиками. При этом скорость ультразвука находят по формуле:

$$C=L/t, \quad (2)$$

где L – база, т. е. расстояние между передатчиком ультразвука и приемником; t – измеренное время прохождения ультразвуком базы.

Модуль нормальной упругости рассчитывается по формуле:

$$E=\rho \cdot C^2, \quad (3)$$

где ρ – плотность материала; C – скорость продольных УЗ-волн в волокне.

Эта схема взята за основу для измерения скорости УЗ-волн в нитях на основе тугоплавких оксидов. С целью повышения точности измерения частота увеличена с 0,8 до 1,25 МГц. При более высоких частотах происходит быстрое затухание ультразвука в нити.

Для исследований собрана установка, состоящая из ультразвукового дефектоскопа марки USIP-12 с модулем измерения временных интервалов DTM-12 и двух датчиков с регулируемым углом наклона и расстоянием между ними. Датчики соединены с генератором и приемником дефектоскопа низкочастотным коаксиальным кабелем ИКМ.

Для отработки методики изготовлены приемный и передающий ультразвуковые преобразователи (датчики), состоящие из пьезопластин марки ЦТС-19, с нанесенными по торцам серебряными электродами. Торцы исследуемых нитей закреплялись на поверхности пьезопластин при помощи расплавленной канифоли.

Опробование лабораторной установки проведено на многофиламентных нитях из кварцевого волокна и волокна Al_2O_3 . В волокне Al_2O_3 получены значения скорости распространения продольной ультразвуковой волны от 5357 до 3800 м/с в зависимости от длины используемого отрезка нити (от 5 до 30 см) и настроек порога измерителя временных интервалов.

При отладке методики установка для измерения скорости распространения ультразвуковых колебаний в волокнах доработана: вместо пьезопластин изготовлены электромагнитоакустические преобразователи в виде магнитопровода из никеля с обмоткой из медной проволоки. Внешнее подмагничивание магнитопровода не применяли, а использовали его собственную остаточную намагниченность. Кроме никеля в качестве материала магнитопровода опробован сплав типа пермаллой марки 79НМ (с внешним подмагничиванием), однако он показал худшие результаты.

Усовершенствование установки позволило повысить точность измерения путем лучшей формы фронтов принимаемых импульсов и улучшить повторяемость результатов путем увеличения амплитуды принимаемых сигналов.

Для учета собственной задержки распространения ультразвуковых колебаний в электромагнитоакустическом преобразователе проведена калибровка установки по отрезкам волокна разной длины. Калибровку установки проводили на нити из волокон оксида алюминия. При измерениях на отрезках длиной от 50 до 250 мм получено значение задержки $t_3=2,4$ мкс. Собственную задержку преобразователей t_3 вычисляли путем регрессии полученных значений (времени распространения сигнала t и длины волокна L) прямой вида:

$$t=L/C+t_3, \quad (4)$$

где t – время распространения волны; L – длина волокна; C – скорость продольных волн в волокне; t_3 – время затухания волны при испытании.

Регрессия проводилась методом наименьших квадратов. Результаты измерения приведены на рис. 2. Полученное в результате регрессии значение скорости ультразвука в этой нити составило 5680 м/с. Видно, что все замеры достаточно хорошо ложатся на одну прямую. Однако для получения точного значения скорости распространения ультразвука целесообразно проводить несколько измерений.

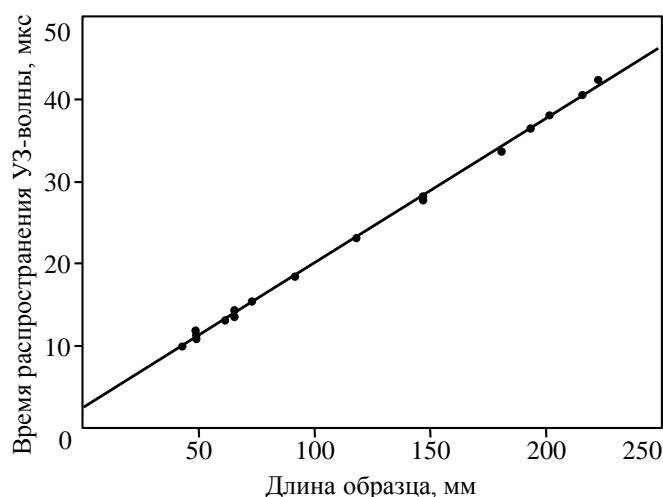


Рисунок 2. Зависимость времени распространения УЗ-волн от длины волокна

Оценена погрешность измерения скорости ультразвука, которая при одиночном измерении для отрезков нити длиной 100 мм составила 4,7%, что приводит к погрешности измерения модуля упругости, равной 9,4%. Показано, что погрешность измерения уменьшается при увеличении длины исследуемого отрезка нити, однако

использование отрезков длиннее 100 мм не рекомендуется из-за значительного затухания ультразвуковых волн.

Среднее по результатам пяти замеров значение скорости ультразвука в этой марке волокна составило 6140 м/с, что при плотности волокна 3500 кг/м³ соответствует нормальному модулю упругости $E = 132$ ГПа.

Полученные результаты сравнили с результатами измерения модуля упругости механическим методом на машине «Инстрон». Очевидно, что такой способ требует применения высокоточных испытательных приборов, обеспечивающих запись процесса деформирования и проверки выполнения на данном участке диаграммы закона Гука, что не всегда возможно. Чем выше модуль упругости испытываемых волокон, тем выше требования к точности датчиков. Кроме того, механический метод не может быть использован для структурных исследований волокон из-за релаксационных процессов, протекающих в них за время измерения.

Разработанная методика акустических измерений существенно упростит процедуру испытания образцов и позволит с большей точностью измерять модуль упругости керамических волокон.

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. Ивахненко Ю.А., Бабашов В.Г., Зимичев А.М., Тинякова Е.В. Высокотемпературные теплоизоляционные и теплозащитные материалы на основе тугоплавких соединений //Авиационные материалы и технологии. 2012. №5. С. 380–385.
3. Тинякова Е.В., Гращенков Д.В. Теплоизоляционный материал на основе муллитокорундовых и кварцевых волокон //Авиационные материалы и технологии. 2012. №3. С. 43–46.
4. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Абузин Ю.А., Ивахненко Ю.А. Металлические и керамические композиционные материалы /В сб. материалов Международной науч.-практич. конф. «Современные технологии – ключевое звено в возрождении отечественного авиастроения». Т. 1. Казань. 2008. С. 181–188.
5. Каблов Е.Н., Гращенков Д.В., Исаева Н.В., Солнцев С.С. Перспективные высокотемпературные керамические композиционные материалы //Российский химический журнал. 2010. Т. LIV. №1. С. 20–24.

6. 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).
7. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России: Сб. науч.-информ. материалов. М.: ВИАМ. 2013. 543 с.
8. Доспехи для «Бурана». Материалы и технологии ВИАМ для МКС «Энергия–Буран» /Под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: Фонд «Наука и жизнь». 2013. 128 с.
9. Щетанов Б.В., Ивахненко Ю.А., Бабашов В.Г. Теплозащитные материалы //Российский химический журнал. 2010. Т. LIV. №1. С. 12–20.
10. Krenkel W., Lamon J. High-Temperature Ceramic Materials and Composites /In: 7-th International Conference on Ceramic Matrix Composites (HT-CMC 7). 2010. 938 p.
11. Ceramic Fibers and Coatings. Advanced Materials for the Twenty-First Century Committee on Advanced Fibers for High-Temperature Ceramic Composites. Washington: National Academy Press. 1998. 95 p.
12. Wilson D.M., Visser L.R. High performance oxide fibers for metal and ceramic composites /In: Processing of fibers & composites. Barga. 2000. 31 p.
13. Parlier M., Ritti M.-H., Jankowiak A. Potential and Perspectives for Oxide-Oxide Composites //Journal Aerospacelab. 2011. №3. P. 1–12.
14. Jessen T., Ustundag E. 24-th Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials and Structures. B /In: Ceramic Engineering and Science Proceedings. 2000. V. 21. №4. P. 760.
15. Bunsell A.R. Oxide fibers for high-temperature reinforcement and insulation //JOM. 2005. V. 57. №2. P. 48–51.
16. Kirienko T.A., Solov'eva E.P., Balinova Yu.A. Physical-chemical Properties of Spinning Solutions for Aluminum-Silicate Fibrous Materials //Glass and Ceramics. 2013. V. 70. №7–8. P. 300–302.
17. Яворский Б.М., Детлаф А.А., Лебедев А.К. Справочник по физике. М.: «Оникс 21 век». 2008. 1056 с.
18. Далин М.А., Генералов А.С., Бойчук А.С., Ложкова Д.С. Основные тенденции развития акустических методов неразрушающего контроля //Авиационные материалы. 2013. №1. С. 64–69.
19. Генералов А.С., Мурашов В.В., Далин М.А., Бойчук А.С. Диагностика полимерных композитов ультразвуковым реверберационно-сквозным методом //Авиационные материалы и технологии. 2012. №1. С. 42–47.

20. Способ определения прочностных характеристик полимерных композиционных материалов: пат. 2461820 Рос. Федерация; опубл. 20.09.2012. Бюл. №26. 14 с.
21. ГОСТ 28007–88. Государственный комитет по стандартам.

REFERENCES LIST

1. Kablov E.N. Strategicheskie napravleniya razvitiya materialov i technologii ih pererabotki na period do 2030 goda [Strategic directions of development of materials and technologies to process them for the period up to 2030] //Aviationnie materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 7–17.
2. Ivahnenko Yu.A., Babashov V.G., Zimichev A.M., Tinyakova E.V. Visokotemperaturnie teploizoljazionnie i teplozachitnie materialy na osnove tugoplavkikh soedinenii [High-temperature and heat-insulating materials based on refractory compounds] //Aviationnie materialy i tehnologii. 2012. №S. S. 380–386.
3. Grashchenkov D.V., Tinyakova E.V. Teploizoljazionnii material na osnove mullitokorundobih i kvarzevikh volokon [Thermal insulation material on the basis of mullite-corundum and quartz fibers] //Aviationnie materialy i tehnologii. 2012. №3. S. 43–47.
4. Kablov E.n., Shchetanov B.v., Abuzin Y.a., Ivahnenko Yu.a. Metallicheskie i keramicheskie kompozicionnie materialy [Metal and ceramic composite materials] /V sb. materialov Mezhdunarodnoi nauch-praktich. konf. «Sovremennye tehnologii – kluchevoe zveno v vozrozhdenii otechestvennogo aviaostroenia». T. 1. Kazan'. 2008. S. 181–188.
5. Kablov E.N., Grashchenkov D.V., Isayeva N.V., Solntsev S.S. Perspektivnye visokotemperaturnie keramicheskie kompozicionnie materialy [Promising high-temperature ceramic composites] //Rossiiskii himicheskii zhurnal. 2010. T. LIV. №1. S. 20–24.
6. Kablov E.N. Shchetanov B.V., Ivakhnenko Yu.A., Balinova Yu.A. Perspektivnye armirujuchie visokotemperaturnie volokna dlia metallicheskih and keramicheskih kompozicionnie materialy [Prospective reinforcing fiber for high temperature ceramic composites and metal materials] //Trudi VIAM. 2013. №2. St. 05 (viam-works.ru).
7. Kablov E.N. Tendencii i orientiri innovatsionnogo razvitiya Rossii [Trends and benchmarking innovation development in Russia]: Sb. nauch.-informatsionnykh materialov. M.: VIAM. 2013. 543 s.
8. Dosphehi dlia «Burana». Materialy i tehnologii VIAM dlia MKS «Energiya-Buran» [Armor for the «Buran». Materials and technologies for VIAM ISS «Energiya-Buran»] /Pod obchei. red. E.N. Kablov. M.: Fond «Nauka i zhizn». 2013. 128 s.
9. Shchetanov B.V., Ivakhnenko Yu.A., Babashov V.G. Teplozachitnie materialy [Heat-proof materials] //Rossiiskii himicheskii zhurnal. 2010. T. LIV. №1. S. 12–20.

10. Krenkel W., Lamon J. High-Temperature Ceramic Materials and Composites /In: 7-th International Conference on Ceramic Matrix Composites (HT-CMC 7). 2010. 938 p.
11. Ceramic Fibers and Coatings. Advanced Materials for the Twenty-First Century Committee on Advanced Fibers for High-Temperature Ceramic Composites. Washington: National Academy Press. 1998. 95 p.
12. Wilson D.M., Visser L.R. High performance oxide fibers for metal and ceramic composites /In: Processing of fibers & composites. Barga. 2000. 31 p.
13. Parlier M., Ritti M.-H., Jankowiak A. Potential and Perspectives for Oxide-Oxide Composites //Journal AerospaceLab. 2011. №3. P. 1–12.
14. Jessen T., Ustundag E. 24-th Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures. B /In: Ceramic Engineering and Science Proceedings. 2000. V. 21. №4. P. 760.
15. Bunsell A.R. Oxide fibers for high-temperature reinforcement and insulation //JOM. 2005. V. 57. №2. P. 48–51.
16. Kirienko T.A., Solov'eva E.P., Balinova Yu.A. Physical-chemical Properties of Spinning Solutions for Aluminum-Silicate Fibrous Materials //Glass and Ceramics. 2013. V. 70. №7–8. P. 300–302.
17. Yavorsky B.M., Detlaf A.A., Lebedev A.K. Spravochnik po fizike [Handbook of Physics]. M.: Oniks 21 vek. 2008. 1056 s.
18. Dalin M.A., Generalovof A.S., Boychuk A.S., Lozhkova D.S. Osnovnie tendencii of razvitiia akusticheskikh methodov of neraztushajuchego kontrolia [The main trends in the development of acoustic methods of nondestructive testing] //Aviationnie materiali i tehnologii. 2013. №1. S. 64–68.
19. Generalovof A.S., Murashov V.V., Dalin M.A., Boychuk A.S. Diagnostika polimernih kompositov ultrazvukovim reverbazionno-skvoznim metodom [Diagnosis polymer composites ultrasonic reverberation-through-method] //Aviationnie materiali i tehnologii. 2012. №1. S. 42–47.
20. Sposob opredelenia prochnostnih harakteristik polimernih kompozitsionnih materialov [A method for determining the strength characteristics of polymeric composite materials]: pat. 2461820 Ros. Federatsia; opubl. 20.09.2012. Bull. №26. 14 s.
21. GOST 28007–88 Gosudarstvennii komitet po standartam.