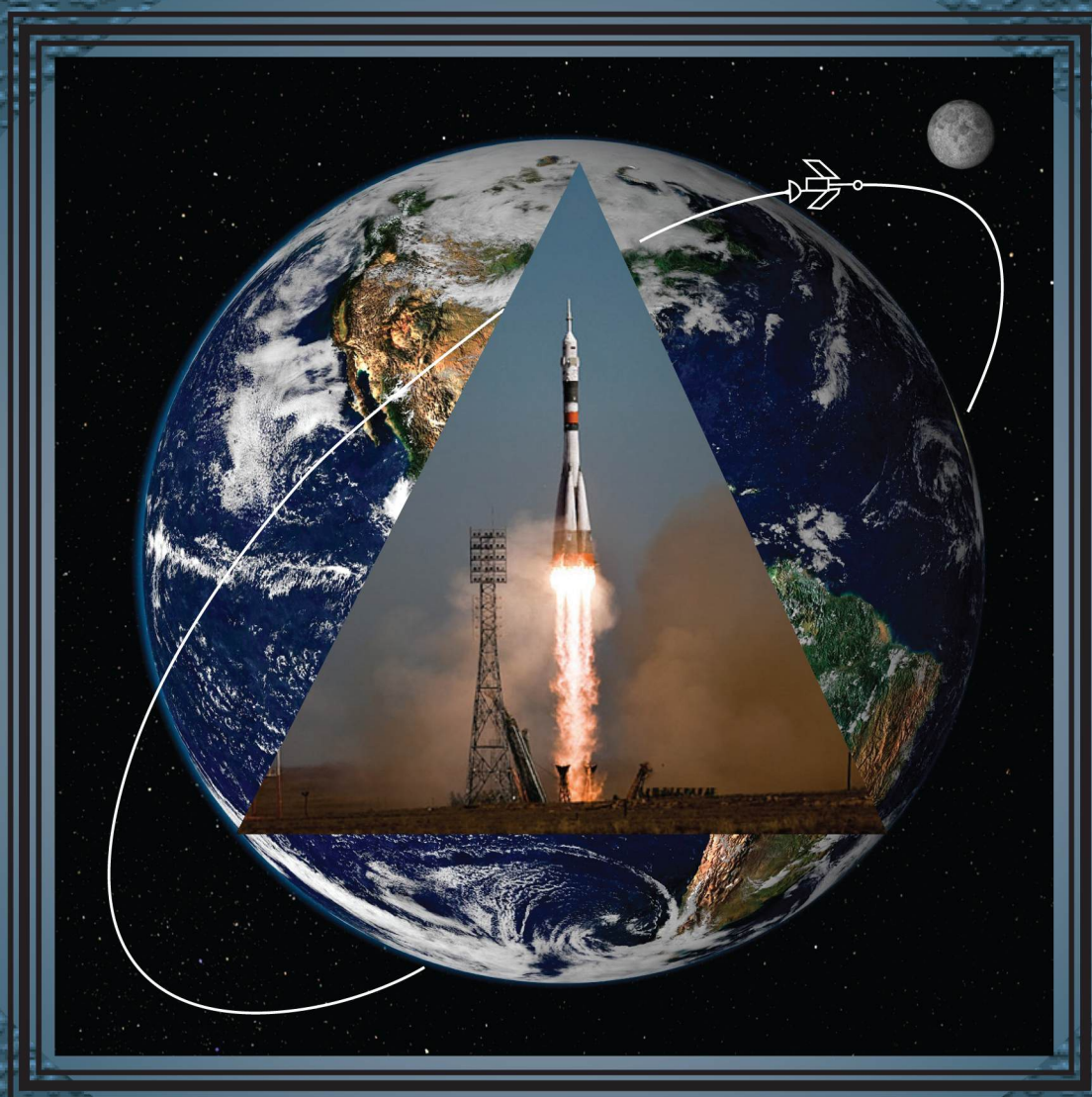


КОНСТРУКЦИИ ИЗ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

3



Москва 2020



Все новейшие достижения и современные разработки предприятий оборонного комплекса — в научно-технических журналах ФГУП «НТЦ оборонного комплекса «Компас»

ФГУП «Научно-технический центр оборонного комплекса «Компас» является издателем следующих научных журналов:



Межотраслевой научно-технический журнал

Оборонный комплекс — научно-техническому прогрессу России
(4 выпуска)

Подписной индекс **79379**

Издается с 1984 года



Межотраслевой научно-технический журнал

Конструкции из композиционных материалов
(4 выпуска)

Подписной индекс **80089**

Издается с 1981 года



Научно-технический журнал

Информационные технологии в проектировании и производстве
(4 выпуска)

Подписной индекс **79378**

Издается с 1976 года



Межотраслевой научно-практический журнал

Экология промышленного производства
(4 выпуска)

Подписной индекс **80090**

Издается с 1993 года



Научно-практический журнал

Вопросы защиты информации
(4 выпуска)

Подписной индекс **79187**

Издается с 1974 года

Все издания ФГУП "Научно-технический центр оборонного комплекса «Компас»:

✓ включены решением ВАК Министерства образования и науки России в перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, в которых должны быть опубликованы основные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата и доктора наук;

✓ метаданные выпусков включены в базу данных Российского индекса научного цитирования (РИНЦ).

Более подробную информацию об изданиях, подписке, дополнительных услугах можно получить по тел.: 8 (495) 491-43-17, 8 (495) 491-77-67, 8 (495) 491-77-20 (подписка);

факс: 8 (495) 491-44-80.

E-mail: izdanie@ntckompas.ru

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЦЕНТР ОБОРОННОГО КОМПЛЕКСА "КОМПАС"»

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РАКЕТНЫЙ ЦЕНТР имени АКАДЕМИКА В. П. МАКЕЕВА»

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«ИНФОРМАЦИОННЫЕ СПУТНИКОВЫЕ СИСТЕМЫ»
имени АКАДЕМИКА М. Ф. РЕШЕТНЕВА»

МЕЖОТРАСЛЕВОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

КОНСТРУКЦИИ ИЗ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Орган Научного совета РАН по механике
конструкций из композиционных материалов

Выпуск 3 (159)

Издается с 1981 г.

Москва 2020

СОДЕРЖАНИЕ

ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕННО- ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ И РАСЧЕТ КОНСТРУКЦИЙ

Мокин Ю. А., Калашиников С. Т., Швалева Р. К. Оценка дисперсии коэффициента возмущающей аэродинамической нормальной силы тела вращения с малыми случайными искажениями поверхности композитного теплозащитного покрытия при сверхзвуковом обтекании..... 3

МОДЕЛИРОВАНИЕ МАТЕРИАЛОВ, ПРОЦЕССОВ И КОНСТРУКЦИЙ

Смотрова С. А., Гарифуллин М. Ф., Смотров А. В. Построение математической модели повреждаемости авиационных конструкций из полимерных композиционных материалов при ударном воздействии..... 9

ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ, ОБРАБОТКИ И СОЕДИНЕНИЯ ИЗДЕЛИЙ

Каблов Е. Н., Ефимочкин И. Ю., Большакова А. Н., Аткин О. Н. Термическая обработка композиционных материалов системы Nb-Si..... 14

КОНСТРУКЦИОННЫЕ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Дудкина С. И., Шилкина Л. А., Андрияшин К. П., Андрияшина И. Н., Павелко А. А., Вербенко И. А., Резниченко Л. А. Материалы с высокой механической добротностью на основе четырехкомпонентных систем для устройств, работающих в силовых режимах..... 20

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Степанова Л. Н., Рамазанов И. С., Чернова В. В. Анализ процесса разрушения углепластика, изготовленного автоклавным формованием, по параметрам сигналов акустической эмиссии..... 25

Смердов А. А., Таирова Л. П., Тимофеев И. А., Тимофеев П. А. Экспериментальное исследование коэффициентов линейного теплового расширения углерод-керамических композиционных материалов на трубчатых образцах, изготовленных методом плетения..... 32

Андрияшин К. П., Андрияшина И. Н., Шилкина Л. А., Глазнова Е. В., Вербенко И. А., Резниченко Л. А. Поверхности температур Кюри в многокомпонентных системах сегнетоэлектрических твердых растворов — основ композиционных материалов..... 40

КОНТРОЛЬ И ИСПЫТАНИЕ КОНСТРУКЦИЙ

Беловолов М. И., Беловолов М. М., Семенов С. Л., Будадин О. Н., Козельская С. О., Кутюрин Ю. Г. Разработка волоконно-оптических датчиков контроля технических характеристик и оценки работоспособности композитных узлов изделий авиационной и ракетно-космической техники (Обзор)..... 45

Высотина Е. А., Ризаханов Р. Н., Сигалаев С. К., Полушин Н. И., Спицын Б. В., Алексенко А. Е., Волков В. С. Использование слоев из поликристаллического алмаза для создания чувствительного элемента высокотемпературного датчика давления..... 54

Главный редактор В. Г. Дегтярь, акад. РАН, д-р техн. наук,
генеральный директор, генеральный конструктор АО «ГРЦ Макеева»

Заместитель главного редактора Н. А. Тестоедов, чл.-кор. РАН, д-р техн. наук,
генеральный директор АО «ИСС»

Ответственный секретарь Л. А. Жарких,
ФГУП «НТЦ оборонного комплекса «Компас»

Редакционная коллегия:

А. В. Беляков, д-р хим. наук, проф., РХТУ им. Д. И. Менделеева; **А. А. Боков**, д-р физ.-мат. наук, проф., Университет им. Саймона Фрайзера, Канада; **П. И. Болтаев**, д-р техн. наук, АО "ГРЦ Макеева";
О. Н. Будадин, д-р техн. наук, проф., АО «ЦНИИСМ»; **С. В. Бухаров**, д-р техн. наук, проф., МАИ (НИУ);
В. В. Васильев, акад. РАН, д-р техн. наук, ИПМ РАН; **В. Г. Дмитриев**, чл.-кор. РАН, д-р техн. наук, проф., ФГУП "ЦАГИ"; **С. Т. Калашников**, канд. техн. наук, АО "ГРЦ Макеева"; **А. Л. Каменева**, д-р техн. наук, доцент, ПНИПУ; **А. Н. Лихачев**, д-р техн. наук, проф., БГТУ «ВОЕНМЕХ» им. Д.Ф. Устинова; **Е. С. Лукин**, д-р техн. наук, проф., РХТУ им. Д. И. Менделеева; **С. А. Оглезнева**, д-р техн. наук, доцент, ПНИПУ; **А. В. Острик**, д-р техн. наук, проф., ИПХФ РАН; **Н. Г. Паничкин**, канд. физ.-мат. наук, доцент, ФГУП "ЦНИИМаш"; **Л. А. Резниченко**, д-р физ.-мат. наук, проф., НИИ физики ЮФУ; **С. Б. Сапожников**, д-р техн. наук, проф., НОЦ "Нанотехнологии" ЮУГУ;
Б. С. Сарбаев, д-р техн. наук, проф., МГТУ им. Н. Э. Баумана; **И. Д. Симонов-Емельянов**, д-р техн. наук, проф., МИРЭА-Российский технологический университет (ИТХТ им. М. В. Ломоносова); **М. И. Соколовский**, чл.-кор. РАН, д-р техн. наук, проф., ПАО "НПО Искра"; **А. Н. Тимофеев**, д-р техн. наук, ОАО "Композит";
В. И. Халиманович, канд. физ.-мат. наук; проф., АО "ИСС" **В. И. Хлыбов**, д-р физ.-мат. наук, АО "ГРЦ Макеева";
Б. В. Щетанов, д-р техн. наук, проф., ФГУП "ВИАМ" ГНЦ РФ

Тел. (495) 491-77-67
E-mail: izdanie@ntckompas.ru

Перепечатка материалов и использование их в любой форме, в том числе электронной, без предварительного письменного разрешения редакции не допускаются.

- © Федеральное государственное унитарное предприятие «Научно-технический центр оборонного комплекса «Компас» (ФГУП «НТЦ оборонного комплекса «Компас»), 2020;
- © Акционерное общество «Государственный ракетный центр имени академика В. П. Макеева» (АО «ГРЦ Макеева»), 2020;
- © Акционерное общество «Информационные спутниковые системы» имени академика М. Ф. Решетнева» (АО «ИСС»), 2020

ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ И РАСЧЕТ КОНСТРУКЦИЙ

УДК 533.601.1; 629.7

Оценка дисперсии коэффициента возмущающей аэродинамической нормальной силы тела вращения с малыми случайными искажениями поверхности композитного теплозащитного покрытия при сверхзвуковом обтекании

Ю. А. МОКИН, д-р физ.-мат. наук; С. Т. КАЛАШНИКОВ, канд. техн. наук; Р. К. ШВАЛЕВА
Южно-Уральский федеральный научный центр минералогии и геоэкологии УрО РАН,
г. Миасс, Челябинская обл., Россия

АО «Государственный ракетный центр имени академика В. П. Макеева», г. Миасс, Челябинская обл., Россия

Рассмотрен один из проблемных вопросов определения аэродинамических характеристик скоростных спускаемых летательных аппаратов (СЛА), имеющих форму тела вращения с малыми случайными вариациями поверхности композитного теплозащитного покрытия, — вопрос оценки масштаба дисперсии коэффициентов возмущающей аэродинамической силы при нулевом угле атаки $D\{c_{y0}\}$, $D\{c_{z0}\}$ в зависимости от определяющих параметров. На основе метода дифференциальной гипотезы локальности, используемого для расчета вариаций давления, и разложения вариации поверхности в ряд Фурье получено аналитическое интегральное решение поставленной задачи для тела вращения с заданной автокорреляционной функцией случайных вариаций его поверхности. Представлены графики, иллюстрирующие зависимость практически предельных значений нормальной c_{y0} и поперечной c_{z0} сил на уровне $3\sigma\{c_{y0}\}$ от степени корреляционной зависимости для модельных автокорреляционных функций случайных искажений поверхности острого конуса с углом полураствора 45° при его обтекании с $M_\infty \cong 10$. Проведен качественный анализ полученной зависимости.

Ключевые слова: сверхзвуковое обтекание, тело вращения, острый конус, композитный теплозащитный материал, слабая случайная вариация поверхности, малый угол атаки, коэффициент аэродинамической нормальной силы.

В числе проблемных вопросов определения аэродинамических характеристик тел вращения с малыми случайными пространственными искажениями внешней поверхности композитных теплозащитных материалов при сверхзвуковом и гиперзвуковом обтекании под малым углом атаки, рассмотренных в работе [1], наряду с другими отмечен вопрос оценки величины возмущающей аэродинамической силы, характеризуемой коэффициентами нормальной c_{y0} и поперечной c_{z0} сил в связанной системе координат при нулевом пространственном угле атаки.

Величины c_{y0} , c_{z0} являются аддитивными добавками к номинальным коэффициентам c_y , c_z при

малых углах атаки α и скольжения β . В линейном приближении для заданных условий обтекания тела вращения с малыми искажениями поверхности справедливы равенства

$$c_y(\alpha, \beta) = c_{y0} + c_y^\alpha \alpha; \quad c_z(\alpha, \beta) = c_{z0} + c_z^\alpha \beta,$$

где $c_y^\alpha = dc_y(\alpha) / d\alpha|_{\alpha=0}$.

Проблемный характер вопроса оценки величин c_{y0} , c_{z0} усугубляется в условиях неопределенности, отсутствия полной априорной информации о возможном качественном виде искажений поверхности, обусловленных многочисленностью влияющих факторов, в том числе случайного характера. Практическая значимость получения рациональных оценок величин возмущающих аэродинамических сил и моментов для задач динамики СЛА отражена в [2—4]. В работах [2, 4] приведены интегральные выражения для расчета c_{y0} , c_{z0} при обтекании неосесимметричных тел по теории Ньютона.

В работе рассмотрена задача оценки дисперсии $D\{c_{y0}\}$, $D\{c_{z0}\}$ коэффициентов возмущающих аэродинамических нормальной и поперечной сил тела вращения с малыми случайными искажениями поверхности. Случайные искажения поверхно-

Мокин Юрий Александрович, старший научный сотрудник, главный научный сотрудник.

E-mail: src@makeyev.ru

Калашников Сергей Тимофеевич, начальник отдела "Фундаментальные проблемы аэрокосмических технологий", главный ученый секретарь.

E-mail: src@makeyev.ru

Швалева Роза Камиловна, младший научный сотрудник, инженер I категории.

E-mail: src@makeyev.ru

Статья поступила в редакцию 23 июня 2020 г.

© Мокин Ю. А., Калашников С. Т., Швалева Р. К., 2020

сти характеризуются заданной автокорреляционной функцией (АКФ). Модельный характер иллюстративного примера обусловлен не только выбором простейшей геометрии СЛА в форме острого конуса, но и априорным выбором качественного вида нескольких конкретно использованных стационарных автокорреляционных функций, что отражает общую тенденцию к ослаблению корреляционной зависимости с увеличением расстояния между рассматриваемыми точками поверхности.

Представим уравнение поверхности тела вращения, затупленного или типа острого конуса (рис. 1) с малыми искажениями поверхности в цилиндрической системе координат (x, r, φ) , ось Ox которой направлена от носка к торцу, в виде

$$r(x, \varphi) = y(x) + \varepsilon \delta r(x, \varphi), \quad 0 \leq x \leq L; \quad 0 \leq \varphi \leq 2\pi, \quad (1)$$

где $y(x)$ — уравнение образующей исходного тела;
 $\delta r(x, \varphi)$ — слабая случайная вариация поверхности;
 L — длина тела;
 ε — параметр малости.

Обозначим через R_m и $S_m = \pi R_m^2$ радиус и площадь миделевого сечения тела; $p(x) = y'(x) = \tan \theta_s$; θ_s — угол наклона образующей тела к оси Ox . Для частных производных функции (1) используем стандартные обозначения: $p(x, \varphi) = \partial r(x, \varphi) / \partial x$; $q(x, \varphi) = \partial r(x, \varphi) / \partial \varphi$.

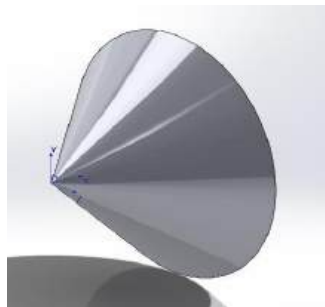


Рис. 1. Схема острого конуса

Предположим, что случайная функция (СФ) двух переменных $\delta r(x, \varphi)$ удовлетворяет следующим условиям и допущениям:

- $\delta r(x, \varphi) \ll R_m$;
- $\frac{\partial [\delta r(x, \varphi)]}{\partial x} = \delta p \ll 1, \quad \frac{\partial [\delta r(x, \varphi)]}{\partial \varphi} = \delta q \ll 1$;
- $M \{ \delta r(x, \varphi) \} = 0$ (математическое ожидание);
- задана АКФ вариаций поверхности

$$K_{\delta r}(x_1, x_2, \varphi_1, \varphi_2) = M \{ \delta r(x_1, \varphi_1) \delta r(x_2, \varphi_2) \};$$

- любая статистическая характеристика St вариаций поверхности инвариантна относительно

операций их поворота на произвольный угол $\Delta \varphi$ и зеркального отражения:

$$St \{ \delta r(x, \varphi \pm \Delta \varphi) \} = St \{ \delta r(x, \varphi) \};$$

$$St \{ \delta r(x, -\varphi \pm \Delta \varphi) \} = St \{ \delta r(x, \varphi) \}.$$

Первые два условия определяют слабость вариаций $\delta r(x, \varphi)$. Третье условие исключает из рассмотрения детерминированные вариации поверхности. Четвертое постулирует статистическое "равноправие" всех меридиональных сечений ($\varphi = \text{const}$) и отсутствие априорного различия в окружных направлениях (по и против часовой стрелки) относительно оси Ox . Сделанные предположения позволяют рассматривать коэффициенты c_{y0}, c_{z0} при заданных условиях обтекания тела с искажениями поверхности как случайные величины (СВ).

Последнее условие имеет следствия. Во-первых, математическое ожидание СВ c_{y0}, c_{z0} из соображений симметрии равно нулю: $M \{ c_{y0} \} = M \{ c_{z0} \} = 0$, а их дисперсии равны: $D \{ c_{y0} \} = D \{ c_{z0} \} = 0$. Таким образом, из основных статистических характеристик СВ c_{y0}, c_{z0} требуется оценить только дисперсию $D \{ c_{y0} \}$. Во-вторых, АКФ стационарна по окружной координате φ , являясь функцией трех аргументов:

$$K_{\delta r}(x_1, x_2, \varphi_1, \varphi_2) \Rightarrow K_{\delta r}(x_1, x_2, \omega), \quad (2)$$

где $\omega = \varphi_2 - \varphi_1$,

при этом — четной по ω и инвариантной относительно перестановки $x_1 \Leftrightarrow x_2$. Заметим, что $K_{\delta r}(x, x, 0) = D \{ \delta r(x, \varphi) \} = D_0(x) = \sigma_0^2(x)$ определяет дисперсию вариаций поверхности ($\sigma_0(x)$ — среднее квадратическое отклонение (СКО) вариаций поверхности).

Рассмотрим обтекание тела вращения с малыми искажениями поверхности (1) идеальным газом с заданным числом Маха M_∞ при $\alpha = \beta = 0$. В случае обтекания острого конуса с углом полураствора θ предполагается реализация присоединенного скачка уплотнения, что гарантированно имеет место при $\theta \leq 50^\circ$. Для расчета коэффициента c_{y0} используем метод дифференциальной гипотезы локальности (ДГЛ) [5]. Особенности его применения для острого конуса описаны в [6].

Расчет коэффициента давления Φ на поверхности тела (1) в рамках метода ДГЛ [5] при малых

углах атаки производят на основе зависимости типа формулы Тейлора:

$$\Phi(x, \varphi) \approx \Phi(x) + \Phi_t(x) \Delta t + \frac{1}{2} \Phi_{tt}(x) \Delta t^2, \quad (3)$$

где $t = \operatorname{tg}(\alpha_m)$ — тангенс местного угла атаки; $\Delta t = t(x, \varphi) - p(x)$; $\Phi(x)$, $\Phi_t(x)$, $\Phi_{tt}(x)$ — коэффициенты-функции (3), вычисляемые для заданных условий обтекания для исходного контура тела с использованием "точных" методов и программ.

Зависимость коэффициента давления Φ от угла θ на поверхности острого конуса для заданных условий обтекания предполагаем заданной в виде дважды дифференцируемой функции $\Phi = \Phi(p)$. Расчет коэффициента давления на искаженной поверхности конуса (1) при малом угле атаки проведем в рамках метода касательных конусов с использованием заданной функции в форме $\Phi = \Phi(t)$. Последнее позволяет применить для расчета коэффициента Φ на поверхности конуса (1) зависимость в формате метода ДГЛ [5]:

$$\Phi(x, \varphi) \approx \Phi(p) + \Phi_t(p) \Delta t + \frac{1}{2} \Phi_{tt}(p) \Delta t^2,$$

где $\Phi_t = \Phi_p$; $\Phi_{tt} = \Phi_{pp}$. При гиперзвуковых скоростях для расчета коэффициента давления $\Phi(p)$ на поверхности острого конуса может быть использована зависимость [7]

$$\Phi(\theta) = \left[\frac{2(k+1)(k+7)}{(k+3)^2} \right] \sin^2 \theta \quad (4)$$

(k — показатель адиабаты), называемая усовершенствованной формулой Ньютона для конуса. При сверхзвуковом обтекании известна приближенная аппроксимация [7]:

$$\Phi(\theta, M_\infty) = (0,0016 + 0,002 M_\infty^{-2}) \theta^{1,7}, \quad (5)$$

где θ — угол конуса в градусах. Для острого конуса с фиксированным углом θ для заданных условий обтекания величины Φ_t , Φ_{tt} не зависят от координаты x , являются постоянными. Отметим также справедливость равенства $\Phi_t = c_y^\alpha \sin 2\theta$.

При известном распределении коэффициента давления $\Phi(x, \varphi)$ на поверхности тела (1) коэффициент нормальной силы c_y выражается двойным интегралом [5]:

$$c_y = -\frac{1}{S_{M00}} \int_0^{L2\pi} \int_0^{\pi} \Phi(x, \varphi) \left[\cos \varphi r(x, \varphi) + \sin \varphi q(x, \varphi) \right] dx d\varphi. \quad (6)$$

Представим вариацию поверхности тригонометрическим рядом Фурье:

$$\delta r(x, \varphi) = \varepsilon \left\{ \frac{a_0(x)}{2} + \sum_{n=1}^{\infty} \left[\frac{a_n(x) \cos n\varphi}{2} + \frac{b_n(x) \sin n\varphi}{2} \right] \right\}. \quad (7)$$

Исходя из выражения (6) с учетом равенства (7) и используя элементы вариационного анализа, технологию метода ДГЛ, соотношения ортогональности для круговых интегралов от произведений гармоник ($\sin n\varphi \sin k\varphi$; $\sin n\varphi \cos k\varphi$; $\cos n\varphi \cos k\varphi$), интегрирование по φ , интегрирование по частям по x , получим приближенное равенство:

$$c_{y0} \approx \delta c_y = \frac{-\varepsilon}{R_{M0}^2} \int_0^L y(x) \Phi_t(x) a_1'(x) dx, \quad (8)$$

где δc_y — первая вариация интеграла (6) в точке $(y(x), y'(x), 0, 0, 0)$ "фазового пространства" ($r(x, \varphi)$, $p(x, \varphi)$, $q(x, \varphi)$, α , β) за счет вариации поверхности (7). В линейном по малому параметру ε приближении величина c_{y0} для фиксированной исходной геометрии тела и заданных условий обтекания зависит только от производной коэффициента $a_1(x)$ ряда (7). Аналогичная зависимость связывает величины c_{z0} и $b_1(x)$.

Для цилиндрических и цилиндроконических деталей величины $a_n(x)$, $b_n(x)$ определяют смещения центров нормальных круговых сечений относительно продольной оси по длине детали [8].

Левая часть (7) — СФ двух аргументов. Аналогично коэффициенты-функции $a_n(x)$, $b_n(x)$ в правой части (7) являются СФ. Коэффициент $a_0(x)$ в (7) определяет "отклонение размера" — осесимметричную составляющую искажения поверхности тела, не влияющую на главную часть c_{y0} , c_{z0} (8). Далее предположим, что

$$a_0(x) = 0. \quad (9)$$

Представим АКФ (2) с учетом ее четности по ω и условия (9) рядом Фурье:

$$K_{\delta r}(x, u, \omega) = \sum_{n=1}^{\infty} \lambda_n(x, u) \cos n\omega, \quad x, u \in [0, L]. \quad (10)$$

Можно показать [9], что при последних трех условиях для коэффициентов-функций в (7) справедливы соотношения

$$\begin{cases} M\{a_n(x)\} = M\{b_n(x)\} = 0, & x \in [0, L]; n = 1, 2, \dots; \\ M\{a_n(x) b_k(u)\} = 0, & x, u \in [0, L]; n, k = 1, 2, \dots; \\ M\{a_n(x) a_k(u)\} = M\{b_n(x) b_k(u)\} = \delta_{n,k} \lambda_n(x, u), \end{cases} \quad (11)$$

т. е. указанные коэффициенты являются корреляционно независимыми СФ с АКФ $\lambda_n(x, u)$ из разложения (10) ($\delta_{n,k}$ — символ Кронекера).

Математическое ожидание квадрата правой части (8) определяет искомую дисперсию $D\{c_{y0}\}$. С учетом (11) на основе [10] получим интегральное соотношение

$$D\{c_{y0}\} = \frac{\varepsilon^2}{R_m^4} \int_0^L \int_0^L \Phi_t(x) \Phi_t(u) y(x) y(u) \times \times \frac{\partial^2 \lambda_1(x, u)}{\partial x \partial u} du dx. \quad (12)$$

Двойной интеграл (12) определяет общее аналитическое решение поставленной задачи. Для частного случая обтекания острого конуса (1) формула (12) принимает вид

$$D\{c_{y0}\} = \frac{\varepsilon^2 p^2 \Phi_t^2}{R_m^4} \int_0^L \int_0^L x u \frac{\partial^2 \lambda_1(x, u)}{\partial x \partial u} du dx. \quad (13)$$

Используем выражение (13) для оценки $D\{c_{y0}\}$ острого конуса с углом $\theta = 45^\circ$ со случайными смещениями центров круговых сечений поверхности, характеризуемыми модельными двухпараметрическими АКФ трех видов:

$$\lambda_1(x, u) = \sigma_0^2 e^{-(x-u)^2/(\tau L)^2}, \quad x, u \in [0, L]; \quad (14)$$

$$\lambda_1(x, u) = \sigma_0^2 \left(x u / L^2 \right) e^{-(x-u)^2/(\tau L)^2}, \quad x, u \in [0, L]; \quad (15)$$

$$\lambda_1(x, u) = \sigma_0^2 e^{-(x-u)^2/(\tau L)^2} \cos \left[\frac{\pi(x-u)}{L} \right], \quad (16) \\ x, u \in [0, L]$$

АКФ (14) описывает искажения поверхности с постоянной дисперсией $D\{a_1(x)\} = \sigma_0^2 = \text{const}$ по длине конуса. Линейный параметр СКО σ_0 выберем постоянным из условия $3\sigma_0 = 0,01R_m$. При этом практически предельная величина искажений поверхности составляет 1 % радиуса миделевого сечения. Предположим, что корреляционная зависимость искажений поверхности в различных сечениях стационарна также и по продольной координате и убывает с увеличением расстояния между ними по экспоненциальному закону. Второй безразмерный параметр, $0 < \tau < \infty$, определяет скорость уменьшения корреляционной зависимости вариаций поверхности с увеличением расстояния между сечениями. Например, при $\tau = 1$ коэффициент корреляции величин СФ $a_1(x)$ в начале и середине конуса равен $k \cong 0,779$, а в начале и

конце конуса $k \cong 0,368$. При малых величинах $\tau (\tau \rightarrow +0)$ корреляция быстро уменьшается, а при $\tau \rightarrow \infty$ коэффициент корреляции приближается к единице по всей длине конуса. В последнем случае искажение поверхности становится эквивалентным малому случайному смещению конуса как жесткого тела по направлению оси y .

Функция (15) в отличие от предыдущей описывает искажения поверхности конуса с линейной зависимостью СКО $\sigma_0(x) = \sigma_0(x/L)$. При указанной величине σ_0 практически предельная величина искажений поверхности составляет 1 % текущего радиуса конуса. Нормированные АКФ для зависимостей (14) и (15) идентичны, коэффициент корреляции при $\tau \rightarrow +0$ и $\tau \rightarrow \infty$ изменяется аналогично. В отличие от предыдущего случая искажения поверхности при $\tau \rightarrow \infty$ становятся близкими к случайному повороту конуса на малый угол α^* относительно оси z , проходящей через его вершину. Угол α^* имеет нулевое математическое ожидание и СКО, равное

$$3\sigma\{\alpha^*\} \approx \left(\frac{3\sigma_0}{L} \right) \cos^2 \theta = 0,0050.$$

Функция (16), как и функция (14), описывает искажения поверхности с постоянным СКО σ_0 по длине конуса. Однако искажения в начале и конце конуса слабо коррелированы с искажениями в его середине и отрицательно коррелированы друг с другом. При $\tau \rightarrow \infty$ коэффициент корреляции искажений в начале и конце конуса $k \cong -1$. Возможные случайные искажения поверхности конуса в этом случае при $\tau > 1$ можно грубо ассоциировать с его прогибом в средней части и поворотом на малый угол в практически допустимых пределах ($\pm 1 \% R_m$) относительно прямой, параллельной оси z , проходящей через его середину ($L/2, 0, 0$).

Значение производной Φ_t у острого конуса с углом $\theta = 45^\circ$ при числе Маха $M_\infty = 10$ согласно (3), (4) приближенно примем равным $\Phi_t \cong 1,0$. Результаты вычислений по формуле (13) с функциями (14)–(16) представлены в форме $3\sigma\{c_{y0}\}(\tau) = 3\sqrt{D\{c_{y0}\}}$, характеризующей практически предельный диапазон изменения СВ c_{y0} при определенных практически предельных диапазонах вариаций поверхности в зависимости от параметра τ . Ввиду сложности численного интегрирования (13) при малых величинах τ графики на рис. 2 приведены для $\tau \in [0,15; 5]$.

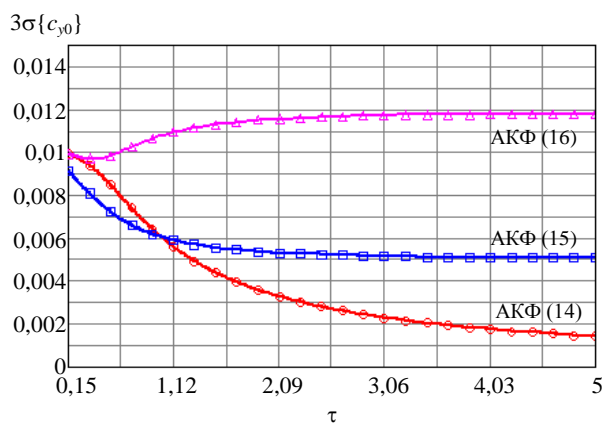


Рис. 2. Зависимость $3\sigma\{c_{y0}\}(\tau)$ практически предельных уровней коэффициента возмущающей нормальной силы для острого конуса $\theta = 45^\circ$ при $M_\infty = 10$ для случайных вариаций поверхности, описываемых автокорреляционными функциями (14)–(16) от параметра τ

При $\tau \rightarrow +0$ все три кривые приближаются к предельному значению $3\sigma\{c_{y0}\} = \Phi_t \left(\frac{3\sigma_0}{R_m} \right) = 0,01$.

Математически это может быть строго доказано на основе равенства (8). С физической точки зрения этот неочевидный результат можно трактовать как утверждение о том, что при исчезающе-малой корреляции вариаций поверхности главная часть c_{y0} определяется вариацией поверхности в окрестности кормового сечения конуса. Здесь, оставаясь в рамках метода, не рассматриваем вопрос об условиях возможного нарушения слабости вариаций поверхности при $\tau \rightarrow +0$.

При $\tau \rightarrow \infty$ каждая из кривых асимптотически приближается к своему предельному значению. Для АКФ (14) $\lim_{\tau \rightarrow \infty} \sigma\{c_{y0}\} = +0$, что соответствует указанной предельной геометрии искажения поверхности конуса.

Для АКФ (15) $\lim_{\tau \rightarrow \infty} 3\sigma\{c_{y0}\} = 5 \cdot 10^{-3}$, что также точно соответствует величине коэффициента c_y исходного конуса при угле атаки $\alpha = 3\sigma\{\alpha^*\}$. Для АКФ (16) $\lim_{\tau \rightarrow \infty} 3\sigma\{c_{y0}\} = 0,012$, что близко к 60 % относительно экстремальной, максимально возможной оценки для выбранного значения σ_0 .

Величина $3\sigma\{c_{y0}\}(\tau)$ для АКФ (14) и (15) при $\tau \rightarrow \infty$ приближается к своему предельному значению: сверху, монотонно убывая, а для АКФ (16) — возрастаая. Зависимость $3\sigma\{c_{y0}\}(\tau)$ для АКФ (16) имеет локальный, являющийся одновременно и глобальным минимум при $\tau \approx 0,375$, равный $\approx 9,681 \cdot 10^{-3}$.

Соответствие оценок коэффициента c_{y0} для модельных АКФ в предельных случаях (при $\tau \rightarrow 0$ и $\tau \rightarrow \infty$) ожидаемым величинам, полученным на основе детерминированного подхода, можно рассматривать в качестве условной "верификации" разработанной методики. Подтвержденное соответствие делает более правдоподобными результаты оценок описанным способом и для промежуточных значений параметра τ для острого конуса, и для тел вращения иной исходной формы и возможных АКФ других типов.

Аналогичные оценки справедливы и для дисперсии $D\{c_{z0}\}$. Отметим также, что в данной работе в рамках дисперсионного анализа не ставились и не рассматривались вопросы ни о законах распределения случайных искажений поверхности, ни о законе распределения СВ c_{y0}, c_{z0} , ни о возможных связях этих распределений. Однако, например, при оценке математического ожидания и дисперсии СВ коэффициента $c_{n0} = \sqrt{c_{y0}^2 + c_{z0}^2}$ рассмотрение указанных вопросов является необходимым.

Выводы

Разработана методика и представлено в аналитической интегральной форме общее решение задачи определения дисперсии аэродинамических коэффициентов возмущающих нормальной и поперечной сил $D\{c_{y0}\}$, $D\{c_{z0}\}$ тела вращения с заданной АКФ малых случайных искажений поверхности композитного теплозащитного покрытия при сверхзвуковом обтекании.

Получены численные оценки дисперсии $D\{c_{y0}\}$, $D\{c_{z0}\}$ (СКО) для острого конуса с углом $\theta = 45^\circ$ при числе Маха $M_\infty \approx 10$ для трех модельных АКФ случайных вариаций его поверхности.

Проведен иллюстративный качественный анализ различных возможных видов зависимости дисперсии $D\{c_{y0}\}$, $D\{c_{z0}\}$ от степени и вида корреляционной зависимости случайных вариаций поверхности острого конуса для заданных условий обтекания. Подтверждена существенность влияния корреляционной зависимости вариаций поверхности на дисперсию аэродинамических коэффициентов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Degtyar V. G., Kalaschnikov S. T., Mokin Yu. A. On problem of analyzing aerodynamic properties of blunted rotary bodies with small random surface distortions under supersonic and hypersonic flows: Proceedings of the XXV Conference on High-Energy Processes in Condensed Matter (HEPCM 2017), AIP Conf. Proc. 1893, 020004-1–020004-6. <https://doi.org/10.1063/1.5007442>.

2. Ярошевский В. А. Движение неуправляемого тела в атмосфере. — М.: Машиностроение, 1978. — 168 с.
3. Дегтярь В. Г., Костин Г. Ф., Савельев В. Н., Тюменцев В. А., Хлыбов В. И. Влияние структуры углерод-углеродных композиционных материалов на обгарные формы и аэродинамические характеристики гиперзвуковых летательных аппаратов // Конструкции из композиционных материалов. 2014. № 4. С. 15—26.
4. Липницкий Ю. М., Красильников А. В., Покровский А. Н., Шманенков В. Н. Нестационарная аэродинамика баллистического полета. — М.: Физматлит, 2003. — 176 с.
5. Мокин Ю. А. О возможностях решения задач гиперзвуковой аэродинамики на основе дифференциальной формы представления обобщенной гипотезы локальности и ее композиции с точными численными методами // Космонавтика и ракетостроение. 2008. Вып. 2 (51). С. 136—145.
6. Калашников С. Т., Мокин Ю. А., Швалева Р. К. Об изменении положения центра давления острого конуса с малыми вариациями поверхности при гиперзвуковом обтекании // Труды МАИ. 2017. № 96. <http://trudymai.ru/pulished.php?ID=85668>
7. Краснов Н. Ф., Кошевой В. Н., Данилов А. Н., Захарченко В. Ф. Аэродинамика ракет / под ред. Краснова Н. Ф. — М.: Высш. школа, 1968. — 772 с.
8. Бородачев Н. А., Абдрашитов Р. М., Веселова И. М., Колемаев В. А., Курапов А. Н., Райбман Н. С., Сизенов Л. К. Точность производства в машиностроении и приборостроении / под ред. Гаврилова А. Н. — М.: Машиностроение, 1973. — 567 с.
9. Вентцель Е. С. Теория вероятностей. — М.: Наука, 1964. — 464 с.
10. Абезгауз Г. Г., Тронь А. П., Копенкин Ю. Н., Коровина И. А. Справочник по вероятностным расчетам. — М.: Воениздат, 1970. — 536 с.

Estimate of variance of disturbance aerodynamic normal force coefficient of rotary body with small irregular surface distortions of composite thermal protection coating at supersonic flow

Yu. A. MOKIN, S. T. KALASHNIKOV, R. K. SHVALEVA

South Urals Federal Research Centre of Mineralogy and Geoecology of the UB RAS,

Miass, Chelyabinsk Region, Russia

Joint Stock Company "Academician V. P. Makeyev State Rocket Centre", Miass, Chelyabinsk Region, Russia

The article is devoted to one of acute issues of definition of aerodynamic characteristics of high-speed re-entry vehicles (RVs) of the rotary-body shape with small irregular surface distortions of a composite thermal protection coating, i. e. an issue of assessment of a scale of variance of aerodynamic disturbance normal force coefficients at zero attack angle $D\{c_{y0}\}$, $D\{c_{z0}\}$ versus governing parameters. An analytical integral solution of a set modeled problem for a rotary body with a given autocorrelated function of irregular distortions of its surface is obtained on the basis of Fourier expansion of the surface distortion and a method of differential locality hypothesis used to evaluate pressure variations. Curves of practically ultimate values c_{y0} , c_{z0} at $3\sigma\{c_{y0}\}$, versus a degree of correlation dependence for modeled autocorrelated functions of irregular surface distortions of a sharp 45° -cone flown around at $M_\infty \cong 10$ are provided. The obtained curves are qualitatively analyzed.

Keywords: supersonic flow, rotary body, sharp cone, composite thermal protection material, small random surface distortion, small attack angle, aerodynamic normal force coefficient.

Построение математической модели повреждаемости авиационных конструкций из полимерных композиционных материалов при ударном воздействии

С. А. СМОТРОВА, канд. техн. наук; М. Ф. ГАРИФУЛЛИН, д-р техн. наук;

А. В. СМОТРОВ, канд. техн. наук

Центральный аэрогидродинамический институт им. Н. Е. Жуковского,
Москва, Россия

На основе корреляционно-регрессионного анализа экспериментальных результатов неразрушающего контроля размеров повреждений образцов угле- и стеклопластиков, вызванных нормированными ударами, построены математические модели их повреждаемости в зависимости от энергии воздействия. Корреляционно-регрессионная модель для углепластиков описывается параболическими, а для стеклопластиков — линейными уравнениями. Коэффициенты корреляции и детерминации показали удовлетворительное качество созданных моделей.

Ключевые слова: полимерные композиционные материалы, воздушные суда, нормированный удар, размер повреждения, корреляционно-регрессионный анализ, математическая модель.

На режимах взлета, посадки и при рулении обшивка воздушного судна (ВС) может подвергаться воздействию различного рода случайных ударных нагрузок [1]. При движении по грунтовым взлетно-посадочным полосам вращающиеся пневматики шасси могут захватывать фрагменты грунта, мелкие камни, куски льда и прочие инденторы, которые, сталкиваясь с элементами авиаконструкции и двигаясь с большой скоростью, могут вызывать повреждения.

Аналогичное воздействие на верхние поверхности крыла и оперения оказывает град. Масса таких инденторов может составлять десятки грамм, а скорость в момент удара способна достигать десятков метров в секунду.

Одним из характерных случайных повреждений авиационных конструкций, изготовленных из полимерных композиционных материалов (ПКМ), является нарушение их структуры и целостности в результате ударов посторонних предметов при эксплуатации [2]. Для обеспечения безопасности

полетов ВС все полученные повреждения авиаконструкций должны быть своевременно диагностированы. Крупные повреждения легко выявляют при визуальном осмотре. Сложность представляет обнаружение небольших, малозаметных повреждений, которые часто остаются неотмеченными при визуальном осмотре. Возникновение в конструкциях из ПКМ малозаметных ударных повреждений в виде вмятин и сколов сопровождается расслоением и растрескиванием внутренних слоев с существенным ухудшением прочностных характеристик. Более сильный удар сопровождается не только растрескиванием полимерной матрицы, расслоением материала, но и разрушением армирующего наполнителя [3]. Поэтому для композитных конструкций особенно актуальны своевременная оценка влияния технологических дефектов и эксплуатационных повреждений на их работоспособность и безопасность, оценка риска авиационного происшествия.

В соответствии с требованиями к надежности ответственных элементов авиаконструкций [4, 5] одним из основных качеств применяемых материалов является их контролепригодность. Количественным критерием ее при обеспечении прочности композитной конструкции по условиям допускаемых повреждений служит понятие BVID (*Barely Visible Impact Damage* — малозаметные ударные повреждения), которое подразделяет все ударные повреждения на видимые (обнаруживаемые) и невидимые (невывяляемые). Поэтому важными факторами безопасности эксплуатации воздушных судов являются выявление, измерение параметров BVID, а также предварительная математическая

Смотрова Светлана Александровна, начальник научно-исследовательской лаборатории "Перспективные методы испытаний и контроля состояния конструкций".

E-mail: svetlana.smotrova@tsagi.ru

Гарифуллин Мансур Фоатович, главный научный сотрудник.

E-mail: svetlana.smotrova@tsagi.ru

Смотров Андрей Васильевич, ведущий научный сотрудник комплекса "Прочность летательных аппаратов".

E-mail: andrey.smotrov@tsagi.ru

Статья поступила в редакцию 11 августа 2020 г.

© Смотрова С. А., Гарифуллин М. Ф., Смотров А. В., 2020

оценка повреждаемости авиационных конструкций из ПКМ.

Цель данной работы — построение математических моделей повреждаемости авиационных конструкций из ПКМ в зависимости от энергии удара.

Материалы и методы исследования

В ФГУП "ЦАГИ" выполнен комплекс работ по выявлению малозаметных ударных повреждений авиаконструкций из ПКМ на конструктивно подобных образцах угле- и стеклопластиков на основе эпоксидного связующего КПП-150 [6]. Образцы представляли собой пластины размерами $L_1 \times L_2 \times L_3 = 150 \times 100 \times 6$ мм, имели следующие схемы укладки армирующего наполнителя (схемы армирования):

- углепластики $[+45/0/-45/0/0/90/0/0/-45/0/+45]_3$, $[-45/90/+45/90/90/0/90/90/+45/90/-45]_3$ и $[0/+45/-45/0/0/90/0/0/-45/+45/0]_3$;
- стеклопластики $[0/90]_S$ и $[90/0]_S$.

Нормированные удары в соответствии с [7] наносили на образцы вертикально падающим грузом — стальным цилиндрическим бойком массой 5,5 кг с гладким полусферическим наконечником $\varnothing 25,4$ мм. Энергию удара варьировали в диапазоне 5—45 Дж с шагом 5 Дж.

Количественную оценку повреждений выполняли как ультразвуковыми методами контроля (УЗК), так и с применением инфракрасной термографии [8—11]. Характерные картины ударных повреждений образцов угле- и стеклопластиков, визуализированные при помощи ультразвукового сканирования по двум осям в иммерсионной ванне, представлены на рис. 1.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Рассмотрены результаты количественной оценки ударных повреждений 183 углепластиковых и 107 стеклопластиковых образцов, полученные ультразвуковыми методами с использованием дефектоскопов HARFANG VEO и Sonatest SiteScan D20 (фирма "Sonatest Ltd.", Великобритания). Контроль выявил, что вид армирующего наполнителя значительно влияет на порог повреждаемости. Так, при воздействии ударов с энергией $E_n \leq 5$ Дж повреждений углепластиков не выявлено. Аналогично дело обстоит и со стеклопластиками, но при значениях $E_n \leq 20$ Дж. Размер зарегистрированных повреждений измеряли как вдоль длинной (L_1), так и вдоль короткой (L_2) сторон образцов. Этот параметр был выбран в качестве показателя повреждаемости, поскольку при одинаковой относительной энергии удара ударостойкость композитных конструкций зависит от поперечного размера повреждения, обнаруживаемого, например, с помощью УЗК [12]. Имеющийся разброс данных измерений L_1 и L_2 обусловлен погрешностями определения размеров повреждений, а также вариацией свойств ПКМ.

Для построения упрощенных математических моделей зависимости повреждаемости композитных авиаконструкций от энергии удара выполнена статистическая обработка (корреляционно-регрессионный анализ) результатов указанных экспериментов в целях выявления общих закономерностей, которые с достаточной степенью точности приближения отражают закономерности процессов разрушения ПКМ [13—15].

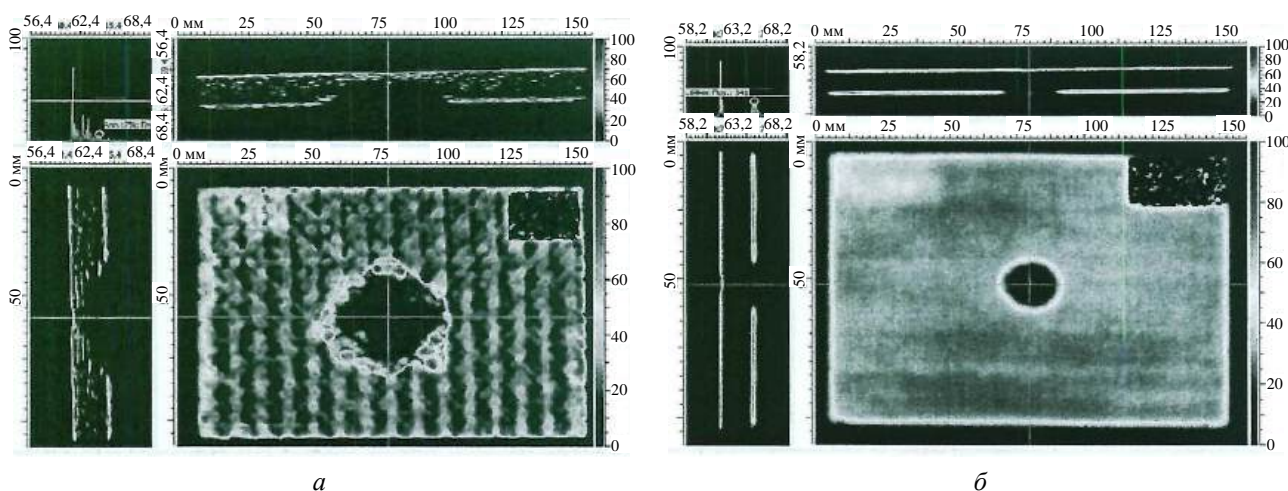


Рис. 1. Характерные картины ударных (25 Дж) повреждений на углепластиковых (а) и стеклопластиковых (б) образцах — развертки типа А-скан, В-скан и С-скан, полученные с использованием ультразвукового дефектоскопа на фазированных решетках HARFANG VEO

Для каждого варианта схемы армирования построены математические модели повреждаемости при ударе с заданной энергией воздействия — функции парных регрессий между двумя переменными, L_i и E_n :

$$L_i = f(E_n) + \varepsilon,$$

где L_i — выявленный УЗК размер повреждения ($i = 1, 2$; 1 — вдоль длинной стороны, 2 — вдоль короткой стороны), зависимая переменная (результативный признак);

E_n — энергия ударного воздействия, независимая, объясняющая переменная (признак-фактор);

ε — возмущение, стохастическая переменная, включающая влияние неучтенных в математической модели факторов.

Для построения математических моделей повреждаемости угле- и стеклопластиков при количественной оценке связей результативного признака с признаком-фактором использованы два основных типа функций: линейные и параболические (полиномы 1-го и 2-го порядка). Аппроксимирующие линии при графическом представлении моделей рассчитаны с применением метода наименьших квадратов [14]:

$$Q = \sum_{j=1}^m [L_{ij} - f(E_{nj})]^2 \rightarrow \min,$$

где L_{ij} — выявленный УЗК размер повреждения ($i = 1, 2$) в j -м эксперименте ($j = 1-m$), статистические значения зависимой переменной;

$f(E_{nj})$ — энергия ударного воздействия в j -м эксперименте, теоретические значения зависимой переменной, рассчитанные с помощью уравнения регрессии.

В таблице для построенных математических моделей приведены коэффициенты, характеризующие качество корреляционно-регрессионного анализа:

- $R(L_i)$ — коэффициент корреляции, свидетельствующий о наличии или отсутствии линейной связи между результативным признаком и признаком-фактором;

- $R^2(L_i)$ — коэффициент детерминации результативного признака, ключевой показатель, характеризующий качество построенной математической модели.

Графическая зависимость размеров повреждений, выявленных УЗК, от энергии удара для испытанных образцов угле- и стеклопластика представлена на рис. 2, 3. Здесь же представлены уравнения регрессий для результативных признаков L_1 и L_2 .

Коэффициенты корреляционно-регрессионного анализа

| Схема армирования | $R(L_1)$ | $R(L_2)$ | $R^2(L_1)$ | $R^2(L_2)$ |
|---|----------|----------|------------|------------|
| Углепластики | | | | |
| [+45/0/-45/0/0/90/0/0/-45/0/+45] ₃ | 0,92654 | 0,92102 | 0,85848 | 0,84483 |
| [-45/90/+45/90/0/90/0/90/+45/90/-45] ₃ | 0,88317 | 0,88171 | 0,77998 | 0,77742 |
| [0/+45/-45/0/0/90/0/0/-45/+45/0] ₃ | 0,88701 | 0,90277 | 0,78679 | 0,81500 |
| Стеклопластики | | | | |
| [0/90] _s | 0,85386 | 0,82582 | 0,72908 | 0,68197 |
| [90/0] _s | 0,85521 | 0,84522 | 0,73139 | 0,71440 |

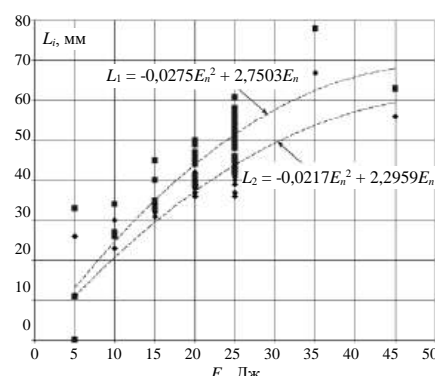
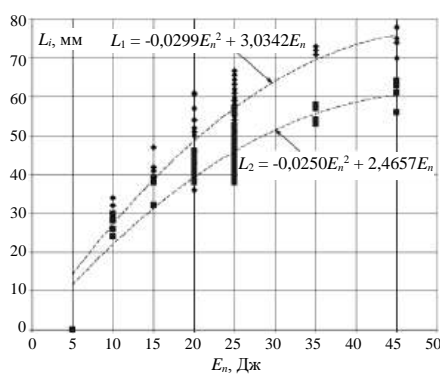
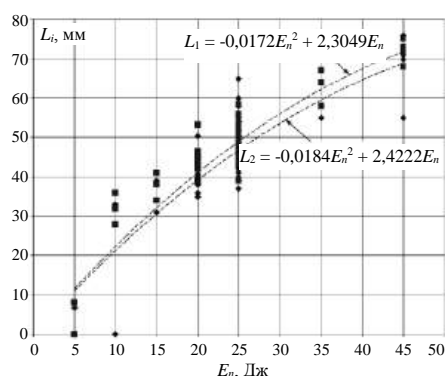


Рис. 2. Поле корреляции — графическое представление регрессионной параболической модели связи повреждаемости (■ — L_1 , ♦ — L_2) и энергии удара образцов углепластика:

а — схема армирования [+45/0/-45/0/0/90/0/0/-45/0/+45]₃; б — схема армирования [-45/90/+45/90/0/90/0/90/+45/90/-45]₃; в — схема армирования [0/+45/-45/0/0/90/0/0/-45/+45/0]₃

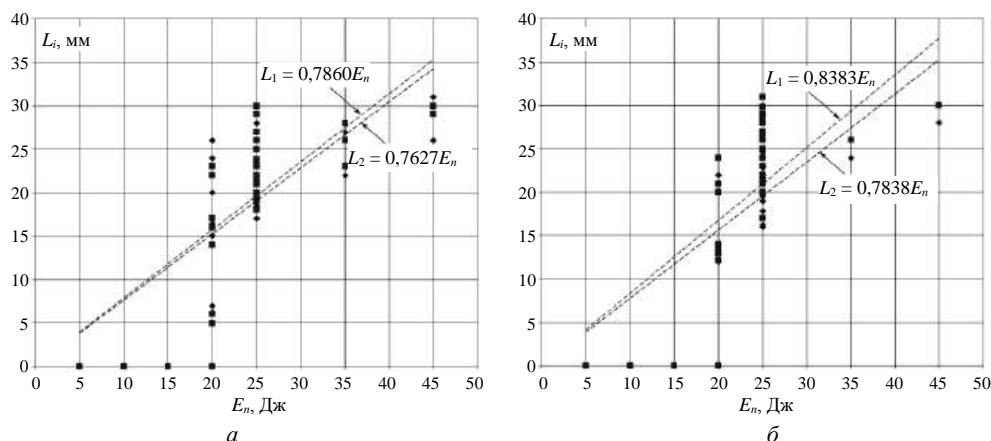


Рис. 3. Поле корреляции — графическое представление регрессионной модели линейной связи повреждаемости (■ — L_1 , ♦ — L_2) и энергии удара образцов стеклопластика: а — схема армирования $[0/90]_s$; б — схема армирования $[90/0]_s$

При построении математических моделей повреждаемости применяют и другие нелинейные функции [15]. Однако в проведенном корреляционно-регрессионном анализе из-за значительной вариативности результативного признака (повреждаемости) сложной многопараметрической зависимости при формировании математических моделей не применяли.

Наличие большего объема наблюдений позволяет непосредственно использовать связи результативных признаков с признаками-факторами (без предварительного осреднения и сортировки данных), функциональная зависимость которых может быть сглажена, например, "сплайнами".

Совокупность графического представления регрессионных моделей связи повреждаемости и энергии удара, построенных для угле- и стеклопластиков с различными схемами армирования, может служить градуировочной зависимостью для решения обратной задачи — оценки возможной величины энергии удара индентора по значению измеренного повреждения. Такие данные необходимы для расчета ресурса и живучести силовых конструкций из ПКМ, а также назначения допусков на повреждения и коэффициентов безопасности композитных элементов планера ВС.

Известно [16], что если коэффициент корреляции $R(L_i) = 1$, то наблюдается строгая положительная линейная связь между результативным признаком и признаком-фактором, при $R(L_i) = -1$ существует строгая отрицательная связь, при $R(L_i) = 0$ линейная связь отсутствует, при $R(L_i) < 0,3$ корреляционная связь слабая, при $R(L_i) = 0,3—0,7$ — средняя, при $1 > R(L_i) > 0,7$ — сильная. Качество построенной математической модели считают приемлемым, если $R^2(L_i) \geq 0,5$.

Из представленных в таблице данных следует, что построенные математические модели повреждаемости авиаконструкций из ПКМ в зависимости от энергии удара удовлетворительно

отражают закономерности процессов разрушения и существует сильная корреляционная связь между результативным признаком и признаком-фактором.

Анализ полей корреляции, представленных на рис. 2 и 3, показал, что образцы стеклопластика обладают большей устойчивостью к ударным воздействиям, чем образцы углепластика. Пороговыми значениями для первых является величина 20 Дж, а для вторых — 5 Дж. Этот факт объясняется высокой демпфирующей способностью стеклопластиков, в среднем на 20 % превышающей значение этой характеристики у углепластиков [17].

Выводы

Построены математические модели повреждаемости угле- и стеклопластиков в зависимости от энергии удара, адекватно отражающие связь результативного признака (линейный размер повреждения) с признаком-фактором (энергией ударного воздействия). При этом корреляционно-регрессионная модель для углепластиков описана параболическими уравнениями (полиномы 2-го порядка), а для стеклопластиков — линейными уравнениями.

Корреляционно-регрессионный анализ выявил влияние на результативный признак других признаков-факторов (вида армирующего наполнителя и схемы армирования), что свидетельствует о наличии множественной регрессии. Можно предположить, что другие параметры (габаритные размеры, условия подкрепления и т. п.) также влияют на общую ударостойкость конструкции.

Неразрушающий контроль образцов стеклопластиков ($150 \times 100 \times 6$ мм), выполненный в ФГУП "ЦАГИ", выявил наличие достаточно большого уровня пороговой чувствительности использованных УЗК-дефектоскопов. Решением этой проблемы является применение специальных ударочув-

ствительных индикаторных покрытий [18, 19], наносимых на внешнюю поверхность агрегатов ВС, настроенных на меньшие значения энергии диагностируемых ударных воздействий. Эти покрытия позволят в ходе послеполетного осмотра ВС установить факт удара, а количественную оценку повреждаемости можно выполнить штатными средствами неразрушающего контроля.

Авторы выражают благодарность Гулевскому И. В. и Гришину Д. А. за предоставленные материалы.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-29-13019.

ЛИТЕРАТУРА

1. Фейгенбаум Ю. М., Дубинский С. В. Влияние случайных эксплуатационных повреждений на прочность и ресурс конструкции воздушных судов // Научный вестник МГТУГА. 2013. № 187. С. 83—91.
2. Дубинский С. В., Фейгенбаум Ю. М., Селихов А. А., Гвоздев С. А., Ордынцев В. М. Закономерности реализации случайных ударных воздействий на конструкцию крыла коммерческого самолета // Изв. Самарского научного центра РАН. 2016. Т. 18. № 4 (3). С. 604—611.
3. Смотров С. А., Смотров А. В. Особенности повреждаемости авиационных конструкций из ПКМ: сб. статей "Результаты фундаментальных исследований в прикладных задачах авиастроения". — М.: Наука, 2016. С. 418—429.
4. Composite Aircraft Structure. Advisory Circular, AC № 20-107B, Change 1, August 24, 2010. — USA, U.S. Department of Transportation, Federal Aviation Administration, AIR-100. — 11 p. [Электронный ресурс]. URL: https://www.faa.gov/documentLibrary/media/Advisory_Circular/AC_20-107B_with_change_1.pdf (дата обращения: 21.07.2020).
5. Авиационные правила. Ч. 25. Нормы летной годности самолетов транспортной категории. — М.: Авиаиздат, 2015. С. 76—78.
6. Vavilov V., Chulkov A., Smotrov A., Smotrova S., Moskovchenko A. Characterizing impact damage in GFRP/CFRP composites by determining thermal effusivity/diffusivity // Measurement Science and Technology, 30, 034003, 2019 [Электронный ресурс]. URL: <https://doi.org/10.1088/1361-6501/ab018e> (дата обращения: 21.07.2020).
7. ГОСТ 33496-2015 Композиты полимерные. Метод испытания на сопротивление повреждению при ударе падающим грузом. — М.: Стандартинформ, 2016. — 18 с.
8. ГОСТ Р 56787-2015 Композиты полимерные. Неразрушающий контроль. — М.: Стандартинформ, 2016. — 71 с.
9. ГОСТ Р 57861-2017 Композиты полимерные. Акустико-ультразвуковой контроль многослойных композитов и клеевых соединений. — М.: Стандартинформ, 2016. — 19 с.
10. Вавилов В. П. Инфракрасная термография и тепловой контроль. — М.: Спектр, 2013. — 542 с.
11. ГОСТ Р ИСО 18434-1-2013 Контроль состояния и диагностика машин. Термография. Ч. 1. Общие методы. — М.: Стандартинформ, 2016. — 26 с.
12. Смотров С. А., Наумов С. М., Смотров А. В. Технологии изготовления силовых агрегатов авиационных конструкций из полимерных композиционных материалов. — М.: Техносфера, 2015. С. 139.
13. Шашков В. Б. Прикладной регрессионный анализ. Многофакторная регрессия: учеб. пособие. — Оренбург: ГОУ ВПО ОГУ, 2003. — 363 с.
14. Дрейпер Н., Смит Г. Прикладной регрессионный анализ. В 2 кн. Кн. 1/ пер. с англ. Изд. 2, перераб. и доп. — М.: Финансы и статистика, 1986. — 366 с.
15. Дрейпер Н., Смит Г. Прикладной регрессионный анализ. В 2 кн. Кн. 2/ пер. с англ. Изд. 2, перераб. и доп. — М.: Финансы и статистика, 1987. — 351 с.
16. Кочетков П. А. Краткий курс теории вероятностей и математической статистики: учеб. пособие. — М.: МГИУ, 1999. С. 28—29.
17. Бабаевский П. Г., Виноградов В. М., Головкин Г. С., Кобец Л. П., Машинская Г. П., Тюкаев В. Н. Пластики конструкционного назначения (реактопласты) / под ред. Тростянской Е. Б. — М.: Химия, 1974. — 304 с.
18. Чернышев С. Л., Зиченков М. Ч., Смотров С. А., Смотров А. В., Новоторцев В. М., Еременко И. Л., Доброхотова Ж. В., Музафаров А. М. Люминесцентное полимерное покрытие для обнаружения повреждений конструкции. Патент РФ на изобретение № 2644917. Заявл. 02.12.2016, № 2016147380. Оpubл. 14.02.2018. Бюл. № 5.
19. Чернышев С. Л., Зиченков М. Ч., Смотров С. А., Смотров А. В., Новоторцев В. М., Еременко И. Л., Доброхотова Ж. В., Музафаров А. М. Способ обнаружения ударных повреждений конструкции. Патент РФ на изобретение № 2645431. Заявл. 02.12.2016, № 2016147381. Оpubл. 21.02.2018. Бюл. № 6.

The mathematical model creation of polymer composite materials airframes damageability at shock influence

S. A. SMOTROVA, M. F. GARIFULLIN, A. V. SMOTROV

Federal State Unitary Enterprise "Central Aerohydrodynamic Institute named after professor N. E. Zhukovsky", Moscow, Russia

Mathematical models of carbon- and fibreglass samples damageability depending on energy of influence are created. Models are created on the basis of the correlatively-regression analysis of the experimental results of nondestructive testing. Damageability was estimated on the damage sizes of carbon- and fibreglass samples caused by the normalized impacts. Correlatively-regression model for carbon plastics is described by parabolic associations, for fibreglass plastics — simple equations. Coefficients of correlation and determination showed satisfactory quality of the created models.

Keywords: polymer composite materials (PCM), aircrafts, normalized shock, damage size, correlatively-regression analysis, mathematical model.

Термическая обработка композиционных материалов системы Nb—Si

Е. Н. КАБЛОВ, акад. РАН; И. Ю. ЕФИМОЧКИН;
А. Н. БОЛЬШАКОВА, канд. хим. наук; О. Н. АТКИН

Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов, Москва, Россия

Исследовано изменение фазового состава, структуры и свойств металлических композиционных материалов на основе системы Nb—Si в зависимости от параметров термической обработки. Исследование по влиянию термической обработки проведено на системе Nb—Si, полученной методом механического легирования по двум технологическим схемам: синтез из элементарных порошков и с использованием предварительно синтезированного Nb₅Si₃. Установлено, что термическая обработка металлических композиционных материалов на основе системы Nb—Si приводит к изменению структуры и фазового состава материала, образованию устойчивых соединений и, как следствие, к повышению механических свойств материала.

Ключевые слова: высокотемпературные материалы, композиционные материалы, механическое легирование, силициды ниобия, система Nb—Si, термообработка.

Введение

Развитие научно-технического прогресса требует создания новых материалов, обладающих высокими теплофизическими и механическими свойствами, способных работать в условиях высоких температур, скоростей, нагрузок и агрессивных сред.

Особое место среди высокотемпературных материалов занимают металлические композиционные материалы (МКМ) системы Nb—Si, которые обеспечивают повышение температуры на 100—200 °С в сравнении с широко используемыми высокотемпературными сплавами [1–4].

В начале 1990-х гг. такие зарубежные фирмы, как Allison Advanced Development Company, General Electric Company, Rolls-Royce Corporation, стали проводить работы в области МКМ на основе системы ниобий—кремний (Nb—Si). Материалы на основе такой системы с температурой плавления ~1750 °С и плотностью 6,6—7,4 г/см³ рассматривают как замену никелевым суперсплавам при

производстве лопаток газовых турбин перспективных двигателей. Их использование позволит поднять рабочие температуры на 100—200 °С. Основа материалов системы Nb—Si — твердый раствор ниобия, упрочненный силицидными фазами Nb₅Si₃ и Nb₃Si [5—13].

Вследствие того что материалы системы Nb—Si в основном предназначены для использования в теплонагруженных узлах и деталях перспективных летательных аппаратов авиационного и космического назначения, исследование влияния высоких температур на фазовую стабильность таких материалов является особенно актуальной задачей [14].

Материалы и методика эксперимента

МКМ системы Nb—Si изготавливали, используя технологии порошковой металлургии: механическим легированием получали композитные гранулы заданного состава, затем проводили их консолидацию. Как уже упоминалось, основными армирующими фазами МКМ системы Nb—Si являются силициды Nb₅Si₃ и Nb₃Si. При использовании порошковых способов получения бывает затруднительно, а иногда и невозможно, контролировать структурную модификацию образуемых силицидов, не говоря уже об объемном содержании. Одним из путей решения этой проблемы является использование прекурсоров — готовых силицидов, вводимых в шихту в виде порошка в заданном количестве. В данной работе для получения материала использовали два варианта приготовления порошковой шихты: из элементарных порошков и с использованием порошка силицида ниобия (Nb₅Si₃).

Каблов Евгений Николаевич, генеральный директор.

E-mail: admin@viam.ru

Ефимочкин Иван Юрьевич, заместитель начальника лаборатории.

E-mail: iefimochkin@mail.ru

Большакова Александра Николаевна, начальник лаборатории.

E-mail: alexa20486@mail.ru

Аткин Олег Николаевич, техник.

E-mail: oleg-atkin2011@mail.ru

Статья поступила в редакцию 7 августа 2020 г.

© Каблов Е. Н., Ефимочкин И. Ю., Большакова А. Н., Аткин О. Н., 2020

Для получения материалов системы Nb—Si использовали порошок ниобия по ТУ 48-4-284-73, порошок кремния получали размолотом кристаллического кремния Кр-00 на щековой дробилке ВВ 50 фирмы Retsch (Германия). Порошок силицида ниобия (Nb_5Si_3) также получали размолотом монолитного образца силицида ниобия, полученного по методу, описанному авторами работы [15], но с использованием дисковой мельницы DM 400 фирмы Retsch (Германия).

Получение композитных гранул осуществляли в планетарной шаровой мельнице РМ 400 фирмы Retsch (Германия) в этиловом спирте и атмосфере аргона. Консолидацию композитных гранул проводили на установке гибридного искрового плазменного спекания (модель Н-НР D 25-SD, FAST/SPS + индукционный нагрев) компании FCT (Германия). Термообработку проводили в камере вакуумной электропечи с экранной изоляцией Термионика Т1-2000-160 (Россия) с вольфрамовыми нагревателями.

Плотность материала определяли методом гидростатического взвешивания по ГОСТ 18898-89. Анализ поверхностного слоя образцов выполняли с применением дифрактометра Empyrean в монокроматическом $\text{Cu}_{K\alpha}$ -излучении ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$) в диапазоне $10\text{--}100^\circ/(2\theta)$ с шагом $\Delta(2\theta) = 0,016^\circ$ и выдержкой 40 с. Расшифровку дифрактограмм осуществляли с применением специализированной программы HighScore и базы данных PDF-2.

Микроструктурные исследования с получением изображений объектов во вторичных и отражен-

ных (обратно-рассеянных) электронах и микро-рентгеноспектральный анализ композитных гранул проводили на растровом электронном микроскопе Hitachi SU8010 (Япония), оснащенный приставкой с твердотельным кремниевым детектором X-max N 80. Построение карт распределения элементов, визуализацию энергодисперсионных спектров и расчеты локального состава выполняли с использованием программных модулей AzTec.

Результаты исследований и их обсуждение

В работах [16, 17] показана возможность получения ниобиевых *in situ* композитов различного состава методом механического легирования с последующей консолидацией полученного порошка горячим прессованием. В процессе механического легирования с обрабатываемыми частицами происходит ряд структурных процессов. На начальном этапе пластичные частицы ниобия деформируются в пластины или чешуйки, которые с увеличением времени обработки разрушаются, одновременно в них внедряются более твердые упрочняющие частицы кремния/силицида ниобия. Постепенно слоистый характер структуры исчезает, композитные гранулы приобретают округлую форму, в их объеме происходит образование однородного материала, состоящего из ниобиевой матрицы и равномерно распределенных в ней частиц кремния/силицида ниобия. Морфологические особенности микроструктуры композитных гранул при разном времени проведения процесса механического легирования представлены на рис. 1.

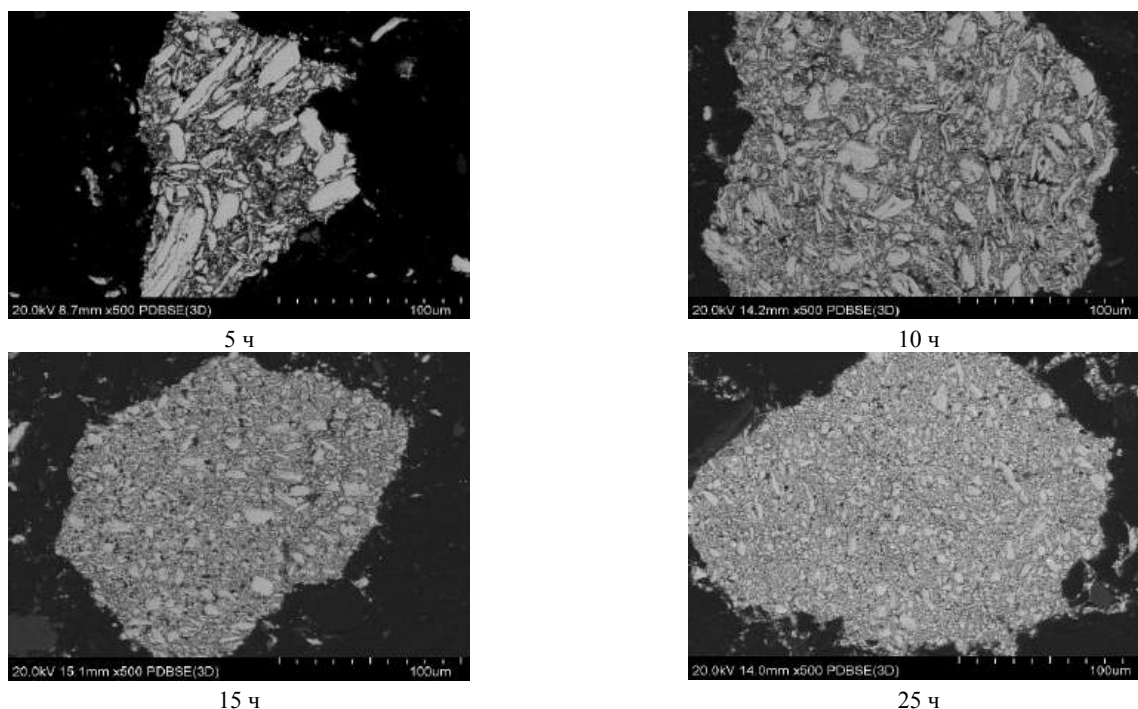


Рис. 1. Общий вид и структура композитных гранул состава Nb—16Si в зависимости от времени механического легирования

Технологические свойства полученных композитных гранул представлены в табл. 1.

Таблица 1

Технологические свойства композитных гранул

| Состав материала, ат. % | Размер частиц, мкм | Насыпная плотность, г/см ³ | Плотность утряски, г/см ³ |
|-------------------------------------|--------------------|---------------------------------------|--------------------------------------|
| Nb—16Si | 0,5—40 | 1,7 | 2,1 |
| Nb—8Nb ₅ Si ₃ | 0,5—30 | 1,4 | 1,9 |

Из табл. 1 видно, что насыпная плотность и плотность утряски у состава Nb—16Si несколько выше, чем у состава Nb—8Nb₅Si₃. Это объясняется разницей в размерах композитных гранул.

Полученные композитные гранулы двух составов консолидировали методом искрового плазменного спекания. Изготовленный методом искрового плазменного спекания материал имел пористость не более 3,5 %.

Результаты рентгенофазового анализа полученных консолидированных образцов двух составов представлены на рис. 2.

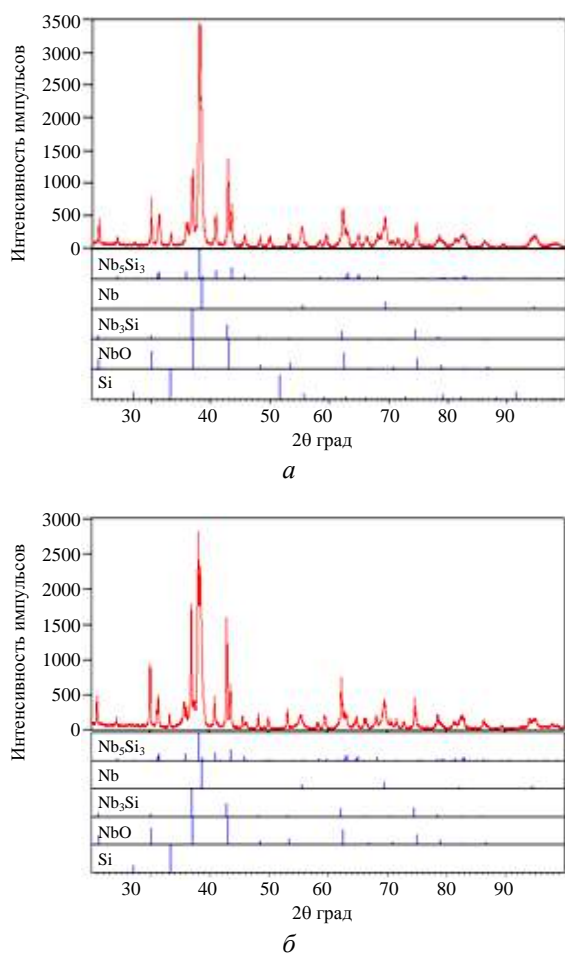
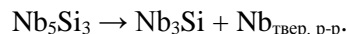


Рис. 2. Дифрактограммы и штрих-диаграммы обнаруженных фаз образцов после консолидации композитных гранул:

а — состав Nb—16Si; б — состав Nb—8Nb₅Si₃

Результаты рентгенофазового анализа показывают, что после процесса консолидации на всех дифрактограммах присутствуют пики, соответствующие фазам Nb, NbO, Nb₅Si₃ и Nb₃Si, а также следы чистого Si. Однако в образце состава Nb—16Si в процессе консолидации произошло формирование двух фаз силицидов ниобия: Nb₅Si₃ и Nb₃Si, а в образце, содержащем в составе готовый силицид ниобия (Nb₅Si₃), произошел обратный процесс, т. е. частичный распад фазы силицида ниобия Nb₅Si₃ с образованием силицида ниобия Nb₃Si и твердого раствора ниобия по реакции



Далее полученные образцы подвергли высокотемпературной термообработке в диапазоне температур 1500—1750 °C с шагом 50 °C и временем выдержки 1 ч. В ходе проведения термообработки установлено, что при температуре 1500 °C и указанном времени выдержки видимых изменений фазового состава в образцах не наблюдается. Увеличение температуры термообработки с 1500 до 1550 °C приводит к полному распаду силицида ниобия Nb₅Si₃ в образцах (рис. 3), при дальнейшем увеличении температуры вплоть до 1700 °C изменения фазового состава не происходит, а при температуре 1750 °C наблюдается частичное оплавление образцов.

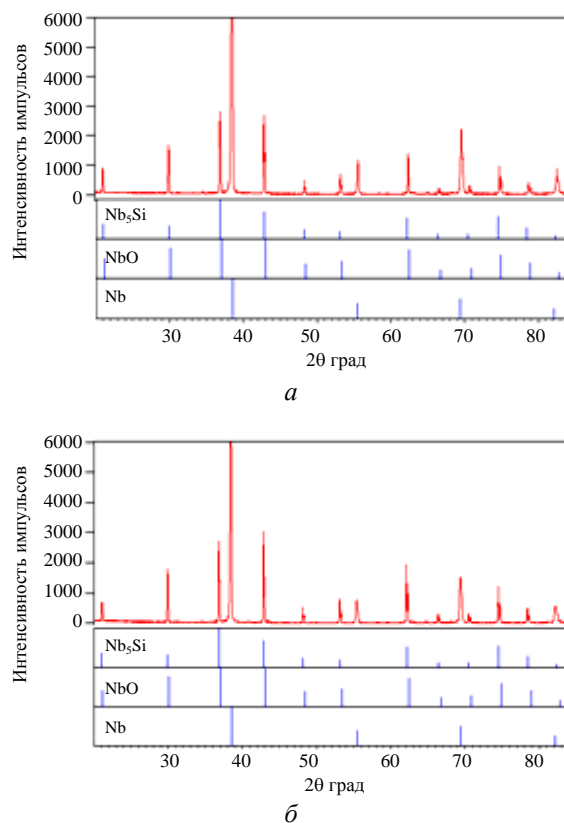


Рис. 3. Дифрактограммы и штрих-диаграммы обнаруженных фаз образцов после проведения термической обработки при 1550 °C в вакууме:

а — состав Nb—16Si; б — состав Nb—8Nb₅Si₃

Исследования микроструктуры образцов составов Nb—16Si и Nb—8Nb₅Si₃ после проведения термообработки при температуре 1550 °С показали, что структура материала состоит из твердого раствора ниобия с распределенными в нем фазами силицида ниобия Nb₃Si игольчатой формы, также встречаются включения оксида ниобия NbO (рис. 4). Оксид образуется в процессе взаимодействия ниобия и свободного кислорода, содержащегося в композитных гранулах.

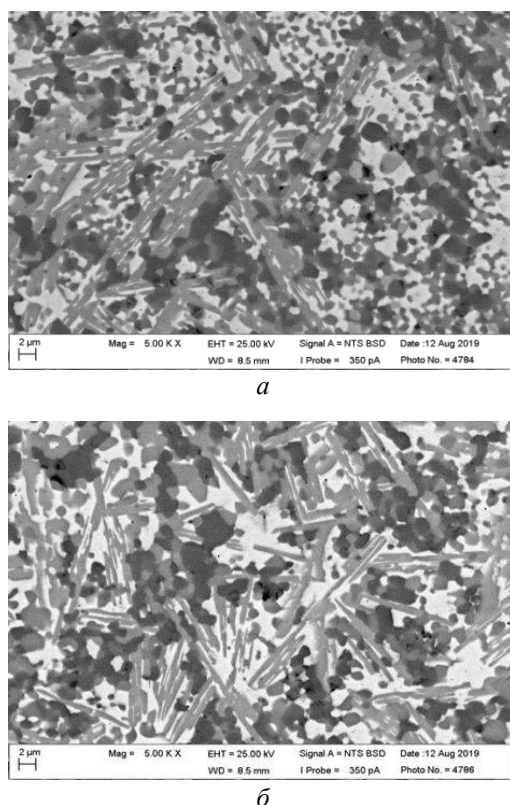


Рис. 4. Микроструктура образцов составов Nb—16Si (а) и Nb—8Nb₅Si₃ (б) после проведения термической обработки при 1550 °С

Повышение температуры термообработки до 1650 °С приводит к интенсивному росту размера

фаз как упрочняющего силицида, так и твердого раствора ниобия (рис. 5).

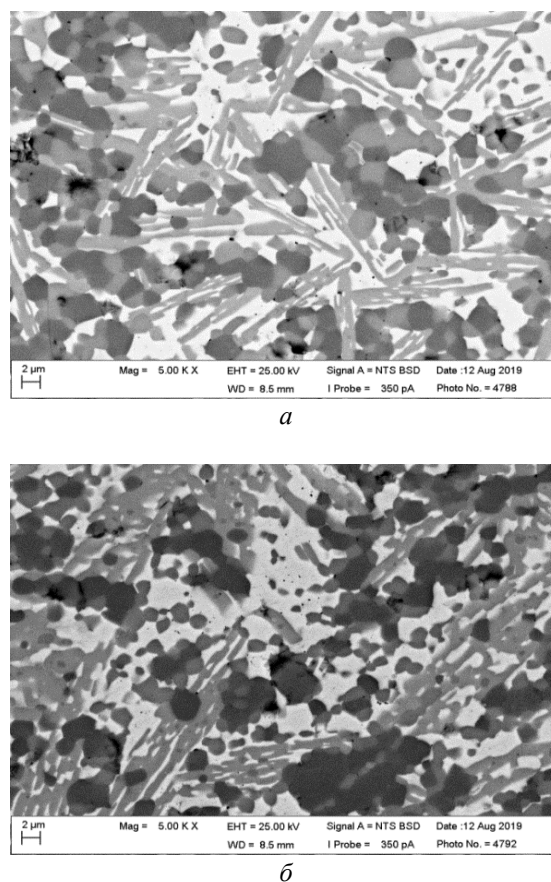


Рис. 5. Микроструктура образцов составов Nb—16Si (а) и Nb—8Nb₅Si₃ (б) после проведения термической обработки при 1650 °С

Для определения влияния параметров термообработки на физико-механические свойства изготовлены образцы, проведена их термообработка при температурах 1550 и 1650 °С и определены их свойства (прочность при изгибе, ударная вязкость, твердость). Полученные результаты представлены в табл. 2.

Таблица 2

Физико-механические свойства образцов в исходном состоянии и после проведения термической обработки

| Свойства | После SPS при 1450 °С | | После ТО при 1550 °С | | После ТО при 1650 °С | |
|---|--------------------------|-------------------------------------|--------------------------|-------------------------------------|------------------------|-------------------------------------|
| | Nb—16Si | Nb—8Nb ₅ Si ₃ | Nb—16Si | Nb—8Nb ₅ Si ₃ | Nb—16Si | Nb—8Nb ₅ Si ₃ |
| Прочность при изгибе (20 °С), МПа | <u>435</u> 420—450 | <u>325</u> 315—330 | <u>645</u> 625—665 | <u>620</u> 580—660 | <u>600</u> 540—660 | <u>565</u> 550—580 |
| Твердость, HV | <u>1090</u> 1082—1094 | <u>1045</u> 1035—1055 | <u>1025</u> 1010—1035 | <u>1035</u> 1025—1040 | <u>995</u> 985—1005 | <u>1030</u> 1005—1055 |
| Ударная вязкость* (20 °С), кДж/м ² | 8,3 | 12,1 | 10,2 | 12,1 | 9,7 | 12,0 |
| Плотность*, г/см ³ | 7,7 | 7,7 | 7,8 | 7,8 | 7,8 | 7,8 |

* Указаны средние значения.

Из представленных данных видно, что прочность при изгибе образцов состава Nb—16Si, полученных из простых исходных порошков Nb и Si, составляет 435 МПа, а прочность образцов состава Nb—8Nb₅Si₃, полученных с использованием готового силицида, на 25 % меньше. Термическая обработка при 1550 °С значительно повышает прочностные характеристики образцов обоих составов. Прочность при изгибе образцов состава Nb—16Si увеличилась в 1,5 раза при среднем значении 645 МПа, а образцов состава Nb—8Nb₅Si₃ — практически в 2 раза при среднем значении 620 МПа. Термическая обработка при 1650 °С также приводит к повышению прочностных характеристик по сравнению с исходным состоянием, но прирост значений прочности меньше, чем при ТО, проведенной при температуре 1550 °С. Это связано с тем, что при температуре 1650 °С в структуре композиционного материала происходит рост зерен (см. рис. 5), что оказывает негативное влияние на прочностные характеристики материала.

Значения твердости и ударной вязкости практически не изменяются, лишь у состава Nb—16Si происходит некоторое изменение значений ударной вязкости, что, вероятнее всего, связано со стабилизацией фазового состава в процессе термообработки.

Заключение

Термообработка образцов при температурах до 1500 °С не приводит к видимым изменениям фазового состава образцов. При температурах термообработки 1550—1700 °С происходит распад фазы силицида ниобия Nb₅Si₃ в образцах, полученных по двум вариантам. Увеличение температуры до 1750 °С приводит к частичному оплавлению образцов.

Получение высокотемпературных композиционных материалов системы Nb—Si методом механического легирования предпочтительнее из элементарных порошков, т. к. без дополнительного легирования элементами, стабилизирующими силицид ниобия Nb₅Si₃, при воздействии высоких температур происходит его распад.

Значение прочности при изгибе образца, полученного с использованием порошка готового силицида ниобия, после консолидации на 25 % ниже, чем у образца, полученного с использованием элементарных порошков.

Термообработка образцов приводит к увеличению значений прочности при изгибе. Максимального значения прочности достигают при температуре термообработки 1550 °С. Дальнейшее повышение температуры до 1650 °С также приводит к увеличению значений прочности, однако при-

рост значений несколько ниже. Такая разница, вероятнее всего, связана с размером фазовых составляющих материала: при температуре термообработки 1650 °С размер фаз несколько больше, чем при 1550 °С. При этом такое поведение микроструктуры после воздействия высокой температуры характерно для материалов, полученных как с использованием элементарных порошков, так и в случае использования готовой армирующей фазы (силицид ниобия). Влияния на значения твердости и ударной вязкости температура термообработки для обоих вариантов практически не оказывает.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 12.3 "Металлические композиционные материалы (МКМ) на основе Nb, Mo и их интерметаллидов" ("Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года").

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е. Н., Петрова А. П. История авиационного материаловедения. ВИАМ — 75 лет поиска, творчества, открытий. — М.: Наука, 2007. — 343 с.
2. Каблов Е. Н. Материалы нового поколения — основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. № 2 (14). С. 16—21.
3. Бондаренко Ю. А. Тенденции развития высокотемпературных металлических материалов и технологий при создании современных авиационных газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 1. С. 88—94. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-88-94.
4. 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.
5. Каблов Е. Н. Инновационные разработки ФГУП "ВИАМ" ГНЦ РФ по реализации "Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года" // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1. С. 3—33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
6. Chang K. M., Bewley B. P., Sattley J. A., Jackson M. R. Cold-Crusicible Directional Solidification of Refractory Metal-Silicide Eutectics // J. Metals. 1992. V. 44. № 6. P. 59.
7. Subramanian P. R., Mendiratta M. G., Dimiduk D. M. Development of Nb-based Advanced Intermetallic Alloys for Structural Application (Overview) // J. Metals. 1996. V. 48. № 1. P. 33—38.
8. Jackson M. R., Bewley B. P., Rowe R. G., Skelly D. W. Lipsitt High Temperature Refractory Metall-Intermetallic Composites // J. Metals. 1996. V. 48. № 1. P. 39—44.
9. Bewley B. P., Levandovsky J. J., Jackson M. R. Refractory Metall-Intermetallic in Situ Composites for Aircraft Engine (Overview) // J. Metals. 1997. V. 49. № 8. P. 44—67.
10. Bewley B. P., Jackson M. R., Subramanian P. R. Processing High Temperature Refractory Metall-Silicide in Situ Composites (Overview) // J. Metals. 1999. V. 51. № 4. P. 32—36.
11. Bewley B. P., Jackson M. R., Zhao J. C., Subramanian P. R. A Review of Very-High-Temperature Nb-Silicide-based Composites // Metallurgical and Materials Transactions. 2003. V. 34A. № 10. P. 2043—2052.

12. Гращенков Д. В., Щетанов Б. В., Ефимочкин И. Ю. Развитие порошковой металлургии жаропрочных сплавов // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2011. № 5. С. 13—26.
13. Светлов И. Л., Кузьмина Н. А., Заводов А. В., Зайцев Д. В. Термическая стабильность поверхностей раздела между ниобиевой матрицей и γ -Nb₅Si₃ силицидом в композите на основе системы Nb—Si // Труды ВИАМ. 2018. № 8 (68). С. 28—37. <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-8-28-37.
14. Каблов Е. Н., Светлов И. Л., Ефимочкин И. Ю. Высокотемпературные Nb—Si-композиты // Вестник Московского государственного технического университета им. Н. Э. Баумана. Сер. "Машиностроение". 2011. № S2. С. 164—173.
15. Ефимочкин И. Ю., Кузьмина Н. А., Гращенков Д. В., Светлов И. Л., Бобровский А. П. Синтез силицида ниобия методом гибридного электронно-ионного плазменного спекания порошков // Тр. ВИАМ. 2018. № 11 (71). С. 54—63. <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-11-54-63.
16. Светлов И. Л., Абузин Ю. А., Власенко С. Я., Ефимочкин И. Ю. и др. Высокотемпературные ниобиевые композиты, упрочненные силицидами ниобия // Журнал функциональных материалов. 2007. Т. 1. № 2. С. 48—53.
17. Гращенков Д. В., Щетанов Б. В., Ефимочкин И. Ю., Севостьянов Н. В. Композиционные материалы на основе тугоплавких металлов // Конструкции из композиционных материалов. 2016. № 4. С. 16—23.

Heat treatment of composite materials of system Nb—Si

E. N. KABLOV, I. Yu. EFIMOVCHIN, A. N. BOLSHAKOVA, O. N. ATKIN
All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials, Moscow, Russia

Investigations on change of phase composition, structure and properties of metal composite materials based system Nb—Si depend on parameters of heat treatment were taken. Studies on influence of heat treatment carry out on system Nb—Si received on two technological schemes: synthesis from elemental powders and with use of preliminary synthesized Nb₅Si₃. It is established that heat treatment of metal composite materials based system Nb—Si take to change of phase composition and structure material, formation of steady compounds and as consequence to increase mechanical properties of material.

Keywords: high temperature materials, composite materials, mechanical alloying, niobium silicide, system Nb—Si, heat treatment.

Материалы с высокой механической добротностью на основе четырехкомпонентных систем для устройств, работающих в силовых режимах

С. И. ДУДКИНА; Л. А. ШИЛКИНА; К. П. АНДРЮШИН, канд. физ.-мат. наук;
И. Н. АНДРЮШИНА, канд. физ.-мат. наук; А. А. ПАВЕЛКО, канд. физ.-мат. наук;
И. А. ВЕРБЕНКО, д-р физ.-мат. наук; Л. А. РЕЗНИЧЕНКО, д-р физ.-мат. наук

Научно-исследовательский институт физики Южного федерального университета, г. Ростов-на-Дону, Россия

Изготовлены и исследованы твердые растворы четырехкомпонентных систем $x\text{PbTiO}_3\text{—}y\text{PbZrO}_3\text{—}z\text{PbNb}_{2/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_3\text{—}i\text{PbB}_{1-\alpha}\text{Mg}_\alpha\text{O}_3$, $0,35 \leq x \leq 0,45$, $\Delta x = 0,025$, $\alpha = 1/2$ для В—W (система 1), $\alpha = 1/3$ для В—Nb (система 2), выбранные в аппроксимированных морфотропных областях, определенных на основе данных о составляющих их более простых системах. Разработаны составы с высокими значениями механической добротности, пьезоэлектрических параметров и низкими диэлектрическими потерями в сильных полях, которые можно использовать в устройствах, работающих в силовых режимах: электроакустических излучателях, понижающих пьезотрансформаторах, пьезодвигателях и т. д.

Ключевые слова: твердые растворы, многокомпонентные системы, морфотропная область, электрофизические параметры, механическая добротность.

Работы в области исследования пьезокерамических материалов привели к созданию следующих основных групп материалов: на основе титаната бария, цирконата-титаната свинца (ЦТС), ниобата свинца, ниобата натрия-калия [1, 2]. Из них наиболее широкое применение получили материалы на основе ЦТС [3—5], что объясняется как высокими пьезоэлектрическими параметрами этих материалов, так и возможностью изменять их в широких пределах.

В первый период создания промышленных материалов на основе ЦТС в 50–60-е гг. XX в. системе модифицировали монооксидами различных металлов. С конца 1960-х гг. в нее начали вводить в качестве третьего компонента сложные (тройные) оксиды. Наконец, с 1970-х гг. началась разработка материалов на основе многокомпонентных систем с обязательным участием ЦТС. Материалы на основе многокомпонентных систем оказались значительно более эффективными и обладающими большим разнообразием свойств по сравнению с ранее полученными материалами.

Принятый авторами метод создания новых материалов на основе исследования фазовых диаграмм многокомпонентных систем в отличие от модифицирования значительно облегчает поиск и прогнозирование твердых растворов (ТР) с заданными свойствами, так как позволяет устанавливать непосредственную связь между структурой ТР, их макрооткликами и областями применений. Морфотропная область (МО) при этом рассматривается как важный ориентир, делящий систему на области ромбоэдрической и тетрагональной фаз. При изучении многокомпонентных систем использовали приближенные положения их МО, полученные на основе данных о составляющих их более простых системах, а именно двухкомпонентных [6—8], трехкомпонентных [9—15], в том числе модифицированных оксидами металлов [16—22].

В данной работе исследованы две четырехкомпонентные системы, созданные на базе бинарной ($\text{PbTiO}_3\text{—PbZrO}_3$) и тройных ($\text{PbTiO}_3\text{—PbZrO}_3\text{—}$

Дудкина Светлана Ивановна, научный сотрудник отдела "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: s.i.dudkina@yandex.ru

Шилкина Лидия Александровна, старший научный сотрудник отдела "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: lid-shilkina@yandex.ru

Андрюшин Константин Петрович, научный сотрудник отдела "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: vortexblow@gmail.com

Андрюшина Инна Николаевна, старший научный сотрудник отдела "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: futur6@mail.ru

Павелко Алексей Александрович, ведущий научный сотрудник отдела "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: dipoleglass@gmail.com

Вербенко Илья Александрович, директор.

E-mail: ilich001@yandex.ru

Резниченко Лариса Андреевна, заведующая отделом "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: lareznichenko@sfedu.ru

Статья поступила в редакцию 22 июня 2020 г.

© Дудкина С. И., Шилкина Л. А., Андрюшин К. П., Андрюшина И. Н., Павелко А. А., Вербенко И. А., Резниченко Л. А., 2020

$\text{PbB}'_{1-\alpha}\text{B}''_{\alpha}\text{O}_3$, где $\alpha = 1/2$ для $\text{B}'\text{—W}$ и $\alpha = 1/3$ для $\text{B}'\text{—Nb}$; $\text{B}''\text{—Mg}$, Mn) систем твердых растворов для поиска материалов в качестве основ для устройств, работающих в силовых режимах.

Объекты. Методы получения и исследования образцов

Объектами исследования выбраны ТР четырехкомпонентных систем $x\text{PbTiO}_3\text{—}y\text{PbZrO}_3\text{—}z\text{PbNb}_{2/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_3\text{—}t\text{PbB}_{1-\alpha}\text{Mg}_{\alpha}\text{O}_3$, $0,35 \leq x \leq 0,45$, $\Delta x = 0,025$, $\alpha = 1/2$ для B—W (система 1), $\alpha = 1/3$ для B—Nb (система 2), полученные путем двукратного твердофазного синтеза. Синтез керамических образцов проводили при температурах $800\text{—}850\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 4 ч в защитной атмосфере PbO . Образцы спекали методом горячего прессования при следующих режимах: температура $T_{\text{спек}} = 1130\text{—}1215\text{ }^{\circ}\text{C}$ для системы 1 и $T_{\text{спек}} = 1250\text{—}1260\text{ }^{\circ}\text{C}$ для системы 2, давление $P_{\text{п}}$ и время выдержки $\tau_{\text{п}}$ для всех образцов постоянны и равны $P_{\text{п}} = 20,0\text{ МПа}$, $\tau_{\text{п}} = 40\text{ мин}$. Оптимальную температуру спекания $T_{\text{спек}}$ образцов подбирали на серии проб каждого состава с рентгенографическим контролем и определением экспериментальной плотности $\rho_{\text{эк}}$ образцов. Для определения электрофизических параметров изготавливали образцы диаметром 10 мм и толщиной 1 мм. Электроды наносили двукратным вжиганием серебряно-содержащей пасты при температуре $800\text{ }^{\circ}\text{C}$. Поляризацию образцов проводили в силиконовом масле при температуре $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 30 мин в поле напряженностью $2,5\text{—}4,5\text{ кВ/мм}$.

Электрофизические параметры (температуру Кюри $T_{\text{К}}$, относительную диэлектрическую проницаемость поляризованных образцов $\varepsilon_{33}^T/\varepsilon_0$, тангенс угла диэлектрических потерь $\text{tg}\delta$, коэффициент электромеханической связи $K_{\text{р}}$, пьезомодули (динамический $|d_{31}|$ и статический $d_{33}^{\text{стат}}$), механическую добротность $Q_{\text{м}}$) определяли в соответствии с ОСТ 11 0444-87 [23]. Погрешности измерений параметров: $\Delta\varepsilon/\varepsilon = \pm 1,0\%$; $\Delta\text{tg}\delta/\text{tg}\delta = \pm 5\%$; $\Delta K_{\text{р}}/K_{\text{р}} = \pm(1,0\text{—}2,0)\%$; $\Delta|d_{31}|/|d_{31}| = \pm 2,0\%$; $\Delta d_{33}^{\text{стат}}/d_{33}^{\text{стат}} = \pm 5,0\%$; $\Delta Q_{\text{м}}/Q_{\text{м}} = \pm 10\%$; $\Delta T_{\text{К}}/T_{\text{К}} = \pm 2,0\%$.

Поиск МО исследованных систем подробно рассмотрен на примере системы 1. Фазовые диаграммы исходных трехкомпонентных систем при комнатной температуре показаны на развертке боковых граней тетраэдра составов (рис. 1).

Пунктирными линиями на гранях обозначены МО этих систем, на которых штрихами выделены участки составов с лучшими свойствами, прямыми линиями — следы аппроксимирующей плоскости.

По положению МО в соответствующих трехкомпонентных системах построена плоскость, аппроксимирующая МО системы 1 в области составов с лучшими пьезоэлектрическими параметрами. Следы этой плоскости приведены на рис. 1, а, положение секущих разрезов I и II — на рис. 1, б.

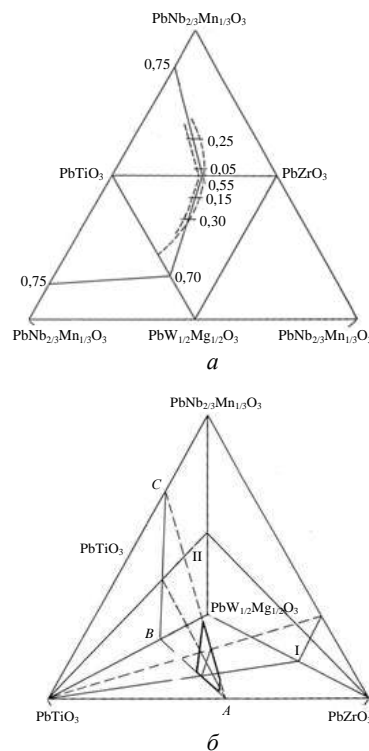


Рис. 1. Развертка боковых граней тетраэдра составов со следами аппроксимирующей плоскости (а); положение секущих разрезов в тетраэдре составов (б)

Разрезы I и II изучены тремя лучами. Лучи пересекают аппроксимирующую плоскость в точках, указанных на рис. 2, а. На каждом луче синтезировано по четыре состава с интервалом концентраций PbTiO_3 2,5 мол. %. Эти составы отмечены на рис. 2, б, в точками на лучах.

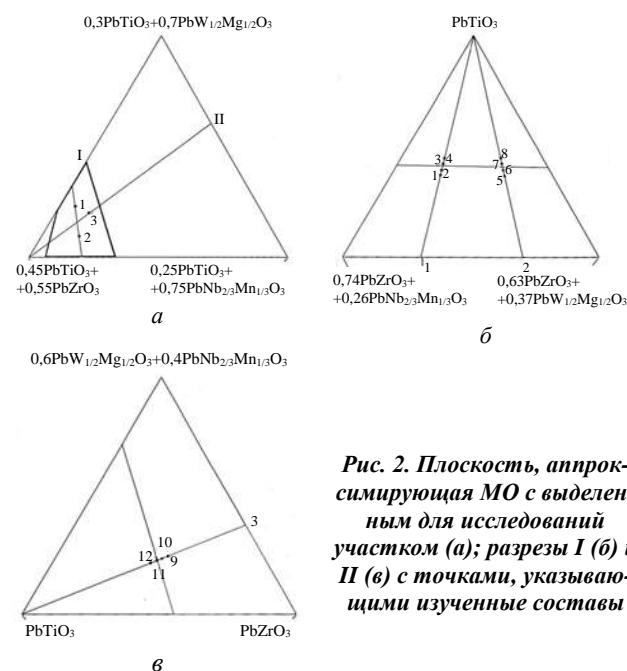


Рис. 2. Плоскость, аппроксимирующая МО с выделенным для исследований участком (а); разрезы I (б) и II (в) с точками, указывающими изученные составы

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Система 1:

$x\text{PbTiO}_3\text{—}y\text{PbZrO}_3\text{—}z\text{PbNb}_{2/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_3\text{—}t\text{PbW}_{1/2}\text{Mg}_{1/2}\text{O}_3$.

На рис. 3 показана зависимость диэлектрических и пьезоэлектрических параметров ($\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$, $\text{tg}\delta$, K_p , $|d_{31}|$, $d_{33}^{\text{стат}}$, Q_m) и температуры Кюри T_K от содержания PbTiO_3 для всех лучей разрезов I и II. Практически во всех случаях вблизи МО наблюдается экстремальный характер поведения диэлектрических и пьезоэлектрических параметров, значения которых имеют максимум ($\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$, $\text{tg}\delta$, K_p , $|d_{31}|$, $d_{33}^{\text{стат}}$) или минимум (Q_m) при определенной концентрации PbTiO_3 , и излом в ходе T_K .

Такой характер поведения параметров обусловлен уменьшением спонтанной деформации в МО, что приводит к наибольшей подвижности доменных границ и, следовательно, к увеличению механических потерь (т. е. снижению Q_m). Возрастание $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ в районе МО вызвано тем, что диэлектрическая проницаемость в первом приближении обратно пропорциональна спонтанной деформации [24].

Коэффициент электромеханической связи K_p и пьезомодули $|d_{31}|$, $d_{33}^{\text{стат}}$ зависят в основном от двух величин: диэлектрической проницаемости ϵ^T и остаточной поляризации P_r , как это следует из соотношений $d \sim \epsilon^T P_r$, $K \sim \sqrt{\epsilon^T} P_r$ [24]. Их максимальные значения совпадают с максимумом диэлектрической проницаемости.

Большинство рассмотренных составов обладает повышенной добротностью ($Q_m = 510\text{—}1790$). Составы, принадлежащие МО (I 3, I 7 и II 12), имеют

высокие электрофизические параметры ($\epsilon_{33}^T/\epsilon_0 = 1225\text{—}1890$, $K_p = 0,542\text{—}0,615$) и низкие диэлектрические потери и могут быть применены, в частности, для изготовления пьезопреобразователей, работающих в режиме приема и излучения. Некоторые составы (например, I 1, I 2) обладают низкой величиной $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0 = 462\text{—}556$ при относительно высоких значениях $K_p = 0,454\text{—}0,504$, что позволяет применять их в линиях задержки и в других областях.

Система 2:

$x\text{PbTiO}_3\text{—}y\text{PbZrO}_3\text{—}z\text{PbNb}_{2/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_3\text{—}t\text{PbNb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3}\text{O}_3$.

Зависимость диэлектрических и пьезоэлектрических параметров ($\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$, $\text{tg}\delta$, K_p , $|d_{31}|$, $d_{33}^{\text{стат}}$, Q_m) исследованных составов от содержания PbTiO_3 приведена на рис. 4.

Экстремальные значения различных параметров занимают некоторую область концентраций на луче I 1 (рис. 4, а). На других лучах изменения параметров менее выражены. С ростом содержания PbTiO_3 температура Кюри T_K растет и достигает значений $280\text{—}308^\circ\text{C}$. Все рассмотренные составы имеют высокие значения механической добротности ($Q_m = 1130\text{—}3100$) при значениях $K_p = 0,460\text{—}0,567$, $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0 = 700\text{—}1317$ и низких диэлектрических потерях в слабых и сильных полях.

Следует отметить, что максимальные значения механической добротности наблюдаются при уменьшении содержания PbTiO_3 (т. е. при смещении из МО в ромбоэдрическую область), что обусловлено резким снижением спонтанной деформации в этой области и значительным уменьшением числа доменных границ, движение которых вносит вклад в механические потери.

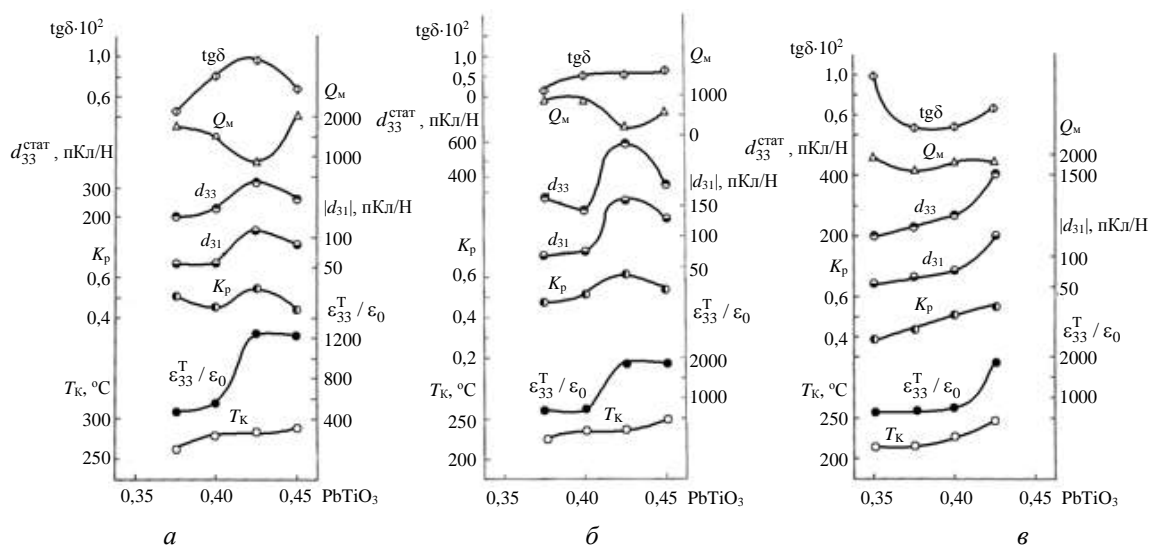


Рис. 3. Зависимость электрофизических параметров от содержания PbTiO_3 вдоль лучей разрезов I и II системы 1: I 1 (а), I 2 (б), II 3 (в)

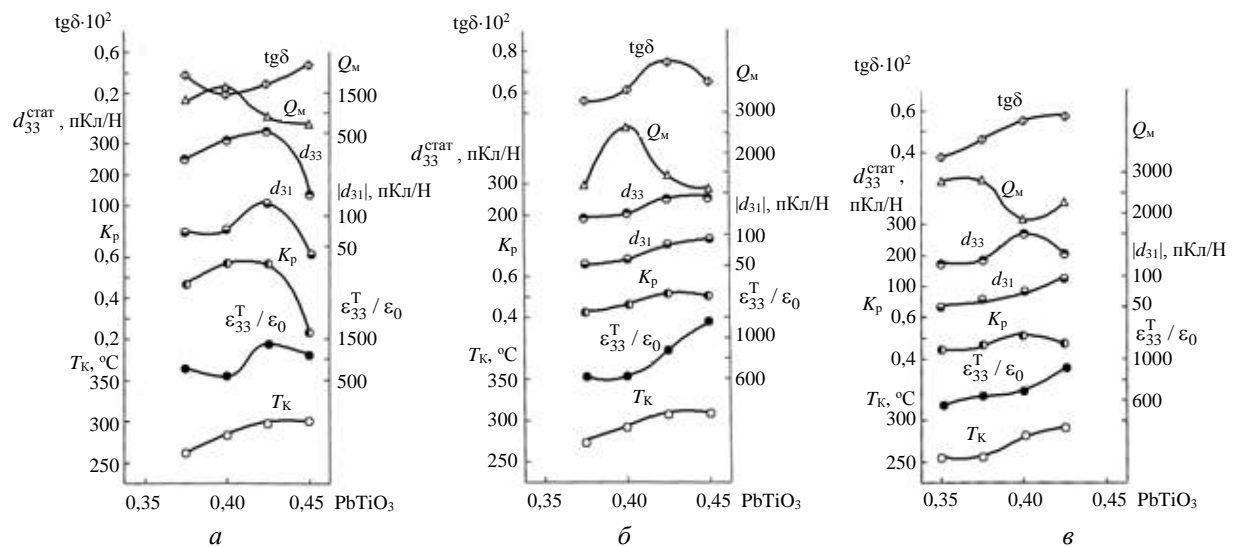


Рис. 4. Зависимости электрофизических параметров от содержания PbTiO_3 вдоль лучей разрезов I и II системы (2): I 1 (а), I 2 (б), II 3 (в)

Максимальные значения K_p и пьезомодулей $|d_{31}|$, $d_{33}^{\text{стат}}$ совпадают с максимумом диэлектрической проницаемости $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ для составов вдоль луча I 1 (рис. 4, а). Вдоль других лучей $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ продолжает расти при увеличении содержания PbTiO_3 , а K_p , $|d_{31}|$ и $d_{33}^{\text{стат}}$ либо достигают насыщения, либо проходят через небольшой максимум.

Параметры лучших составов исследованных систем 1 и 2 приведены в табл. 1.

Из табл. 1 видно, что более эффективны составы системы 1, содержащей магно-вольфрамат свинца. Они имеют более высокие значения $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$, K_p , пьезомодулей $|d_{31}|$, $d_{33}^{\text{стат}}$ по сравнению

с составами системы 2, содержащей ниобаты, при достаточно высоких значениях механической добротности, что позволяет отнести их к составам средней жесткости. Составы системы 2 можно характеризовать как сегнетожесткие, с высокой механической добротностью Q_m , высокими пьезоэлектрическими параметрами K_p , $|d_{31}|$, $d_{33}^{\text{стат}}$ и низкими диэлектрическими потерями в сильных полях. Эти материалы могут представлять интерес для устройств, работающих в силовых режимах (электроакустические излучатели, понижающие пьезотрансформаторы, пьезодвигатели и т. д.).

По основным параметрам исследованные системы превосходят их составляющие — более простые системы (табл. 2).

Таблица 1

Электрофизические параметры составов систем $x\text{PbTiO}_3$ — $y\text{PbZrO}_3$ — $z\text{PbNb}_{2/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_3$ — $t\text{PbB}_{1-\alpha}\text{Mg}_\alpha\text{O}_3$,
В—W, $\alpha = 1/2$ (система 1); В—Nb, $\alpha = 1/3$ (система 2)

| Система | № составов вдоль лучей | $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ | tgδ·10 ² при напряженности электрического поля E | | K_p | $ d_{31} $, пКл/Н | $d_{33}^{\text{стат}}$, пКл/Н | Q_m |
|---------|---------------------------|------------------------------|--|---------------|-------|-----------------------|-----------------------------------|-------|
| | | | E = 50 В/мм | E = 2,0 кВ/мм | | | | |
| 1 | 1—3 | 1225 | 0,96 | 2,0 | 0,542 | 112 | 314 | 885 |
| | 2—7 | 1890 | 0,50 | 2,4 | 0,615 | 165 | 620 | 200 |
| | 2—8 | 1885 | 0,60 | 1,6 | 0,540 | 135 | 366 | 510 |
| | 3—12 | 1840 | 0,66 | 1,6 | 0,550 | 134 | 406 | 1780 |
| 2 | 1—3 | 1317 | 0,29 | 1,6 | 0,567 | 121 | 336 | 1130 |
| | 2—6 | 631 | 0,62 | 1,9 | 0,460 | 62 | 207 | 3100 |
| | 2—8 | 1126 | 0,65 | 1,6 | 0,500 | 89 | 254 | 1670 |
| | 3—12 | 905 | 0,57 | 1,4 | 0,482 | 79 | 240 | 2230 |

Таблица 2

Основные электрофизические параметры составов исследованных систем 1 и 2 и систем, их составляющих [2]

| Системы | $\epsilon_{33}^T/\epsilon_0$ | K_p | Q_m |
|---|------------------------------|-----------|-----------|
| PbTiO_3 — PbZrO_3 | 750—850 | 0,40—0,50 | 500 |
| PbTiO_3 — PbZrO_3 — $\text{PbNb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3}\text{O}_3$ | 1000—1600 | 0,48—0,50 | 100 |
| PbTiO_3 — PbZrO_3 — $\text{PbW}_{1/2}\text{Mg}_{1/2}\text{O}_3$ | — | 0,25—0,50 | 295—300 |
| PbTiO_3 — PbZrO_3 — $\text{PbNb}_{2/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_3$ | 630—1000 | 0,35—0,61 | 1900—2300 |
| PbTiO_3 — PbZrO_3 — $\text{PbNb}_{2/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_3$ — $\text{PbW}_{1/2}\text{Mg}_{1/2}\text{O}_3$ (система 1) | 1225—1890 | 0,54—0,62 | 510—1780 |
| PbTiO_3 — PbZrO_3 — $\text{PbNb}_{2/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_3$ — $\text{PbNb}_{2/3}\text{Mg}_{1/3}\text{O}_3$ (система 2) | 630—1317 | 0,46—0,57 | 1130—3100 |

Выводы

Изготовлены и изучены твердые растворы четырехкомпонентных систем $x\text{PbTiO}_3\text{—}y\text{PbZrO}_3\text{—}z\text{PbNb}_{2/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_3\text{—}t\text{PbB}_{1-\alpha}\text{Mg}_\alpha\text{O}_3$, $B\text{—}W$, $\alpha = 1/2$ (система 1); $B\text{—}Nb$, $\alpha = 1/3$ (система 2), в морфотропной области и ее окрестности. Получены составы с высокими значениями механической добротности, пьезоэлектрических параметров K_p , $|d_{31}|$ и $d_{33}^{\text{стат}}$ и низкими диэлектрическими потерями в сильных полях, перспективные для использования в устройствах, работающих в силовых режимах.

Полученные в работе результаты могут быть использованы для разработки высокоэффективных материалов различного назначения.

*Работа выполнена при финансовой поддержке
Министерства науки и высшего образования
Российской Федерации (государственное задание
в области научной деятельности,
Южный федеральный университет, 2020 г.).*

ЛИТЕРАТУРА

1. Яффе Б., Кук У., Яффе Г. Пьезоэлектрическая керамика. — М.: Изд-во "Мир", 1974. — 288 с.
2. Данцигер А. Я., Разумовская О. Н., Резниченко Л. А., Сахненко В. П., Клевцов А. Н., Дудкина С. И., Шилкина Л. А., Дергунова Н. В., Рыбнянец А. Н. Многокомпонентные системы сегнетоэлектрических сложных оксидов: физика, кристаллохимия, технология. Аспекты дизайна пьезоэлектрических материалов. — Ростов-на-Дону: МП "Книга", 2001. Т. 1. — 408 с.
3. Клевцов А. Н. Исследование морфотропных областей в четверных свинцовых системах оксидов со структурой типа перовскита. Дисс. ... канд. физ.-мат. наук. — Ростов-на-Дону, 1971. — 102 с.
4. Andryushina I. N., Reznichenko L. A., Shilkina L. A., Andryushin K. P., Yurasov Yu. I., Dudkina S. I. // *Ceramics International*. 2013. V. 39. № 7. P. 7635—7640.
5. Andryushin K. P., Andryushina I. N., Shilkina L. A., Nagaenko A. V., Dudkina S. I., Pavelko A. A., Verbenko I. A., Reznichenko L. A. // *Ceramics International*. 2018. V. 44. № 15. P. 18303—18310.
6. Singh A. K., Singh A. K. // *Integr. Ferroelectr.* 2010. V. 117. P. 129—138.
7. Vittayakorn N., Charoonsuk P., Kasiansin P., Wirunchit S., Boonchom B. // *J. Appl. Phys.* 2009. V. 106. P. 064104-1—064104-6.
8. Andryushina I. N., Reznichenko L. A., Shilkina L. A., Andryushin K. P., Dudkina S. I. // *Ceramics International*. 2013. V. 39. № 2. P. 1285—1292.
9. Cheng L.-Q., Xu Z., Thong H.-C., Zhao C., Sun X.-Y., Du Y.-J., Wang K. // *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 2019. V. 30. P. 5691—5697.
10. Cheng L.-Q., Xu Z., Zhao C., Thong H.-C., Cen Z.-Y., Lu W., Lan Y., Wang K. // *RSC Adv.* 2018. V. 8. P. 35594—35599.
11. Prasatkhetragarn A., Yimmirun R. // *Ceramics International*. 2013. V. 39. P. S91—S95.
12. Li B., Li G., Zhang W., Ding A. // *Mater. Sci. Eng. B.* 2005. V. 121. P. 92—97.
13. Yamaguchi M., Kobune M., Okuda H., Kikuchi T. // *J. Korean Phys. Soc.* 2015. V. 66. P. 656—660.
14. Upadhyay A., Cha H. A., Jeon J.-H. // *J. Mater. Sci.* 2019. V. 54. P. 6799—6806.
15. Wang L., Liang R., Mao C., Du G., Wang G., Dong X. // *Ceramics International*. 2013. V. 39. P. 8571—8574.
16. Huang X., Peng J., Zeng J., Zheng L., Li G., Karaki T. // *Ceramic International*. 2019. V. 45. P. 6523—6527.
17. Tsai C.-C., Hong C.-S., Shih C.-C., Chu S.-Y. // *J. Alloys Compd.* 2012. V. 511. P. 54—62.
18. Tsai C.-C., Chu S.-Y., Hong C.-S., Chen S.-F. // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2011. V. 31. P. 2013—2022.
19. Tsai C.-C., Chu S.-Y., Liang C.-K. // *J. Alloys Compd.* 2009. V. 478. P. 516—522.
20. Talanov M. V., Verbenko I. A., Shilkina L. A., Reznichenko L. A. // *Inorganic Materials*. 2012. V. 48. № 4. P. 386—390.
21. Talanov M. V., Shilkina L. A., Verbenko I. A., Reznichenko L. A. // *J. Am. Ceram. Soc.* 2015. V. 98. № 3. P. 838—847.
22. Pavelko A., Shilkina L., Reznichenko L. // *J. Adv. Dielectr.* 2020. V. 10. P. 2060011-1—2060011-6.
23. ОСТ 11 0444-87 Материалы пьезокерамические. Технические условия. Введ. 01.01.88. — 140 с.
24. Фесенко Е. Г., Данцигер А. Я., Разумовская О. Н. Новые пьезокерамические материалы. — Ростов-на-Дону: Изд-во Ростовского ун-та, 1983. — 156 с.

Materials with high mechanical quality factor based on four-component systems for devices operating in power modes

S. I. DUDKINA, L. A. SHILKINA, K. P. ANDRYUSHIN, I. N. ANDRYUSHINA,
A. A. PAVELKO, I. A. VERBENKO, L. A. REZNICHENKO
Research Institute of Physics Southern Federal University, Rostov-on-Don, Russia

The solid solutions of the four-component systems $x\text{PbTiO}_3\text{—}y\text{PbZrO}_3\text{—}z\text{PbNb}_{2/3}\text{Mn}_{1/3}\text{O}_3\text{—}t\text{PbB}_{1-\alpha}\text{Mg}_\alpha\text{O}_3$, $0.35 \leq x \leq 0.45$, $\Delta x = 0.025$, $B\text{—}W$, $\alpha = 1/2$ (system 1), $B\text{—}Nb$, $\alpha = 1/3$ (system 2), selected in the approximated morphotropic regions, defined on the basis of data on their simpler systems, were prepared and studied. Compositions with high values of the mechanical Q-factor, piezoelectric parameters and low dielectric losses in strong fields were developed. They can be used in devices operating in power modes: electro-acoustic emitters, step-down piezotransformers, piezoelectric motors, etc.

Keywords: solid solutions, multicomponent systems, morphotropic region, electrophysical parameters, mechanical quality factor.

Анализ процесса разрушения углепластика, изготовленного автоклавным формованием, по параметрам сигналов акустической эмиссии

Л. Н. СТЕПАНОВА, д-р техн. наук; И. С. РАМАЗАНОВ

Сибирский научно-исследовательский институт авиации им. С. А. Чаплыгина, Новосибирск, Россия

В. В. ЧЕРНОВА, канд. техн. наук

Сибирский государственный университет путей сообщения, Новосибирск, Россия

Приведены результаты испытаний трех групп образцов из углепластика Т800 при их статическом нагружении на растяжение при температурах $T_1 = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $T_2 = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Углепластики изготовлены автоклавным формованием при температурах 80, 135 и 180 $^{\circ}\text{C}$. В процессе статического нагружения образцов методом акустической эмиссии (АЭ) регистрировали сигналы от дефектов в них. По анализу изменения активности сигналов АЭ, коэффициента роста активности и энергетического параметра MARSE определены этапы разрушения углепластика. Установлено, что предложенный критерий оценки начала разрушения углепластика, основанный на анализе параметров сигналов АЭ, позволяет определить моменты перехода процессов накопления повреждений к началу активного разрушения конструкции.

Ключевые слова: углепластик, автоклавное формование, статическое нагружение, акустическая эмиссия, нагрев, активность, коэффициент роста активности, энергетический параметр MARSE, структурный коэффициент.

Полимерные композиционные материалы (КМ), в частности углепластики, используемые при производстве изделий авиационно-космической техники, обладают повышенными прочностными свойствами, низкой плотностью, широкими возможностями при эксплуатации изделий из них. К ним предъявляют высокие требования по прочности, стойкости к тепловому удару, облучению [1–3]. Причинами разрушения композитной конструкции могут быть растрескивания матрицы, разрывы упрочняющих волокон, расслоения, являющиеся следствием ударов, перегрузок, усталости материала, что в значительной степени снижает их прочностные и жесткостные характеристики. С расширением области использования композитов возросла потребность в определении механизмов и особенностей их разрушения.

Степанова Людмила Николаевна, начальник сектора по разработке акустико-эмиссионной и тензометрической аппаратуры.

E-mail: aergru@ngs.ru

Рамазанов Илья Сергеевич, ведущий инженер по разработке акустико-эмиссионной и тензометрической аппаратуры.

E-mail: aergru@ngs.ru

Чернова Валентина Викторовна, доцент кафедры "Электро-техника, диагностика, сертификация".

E-mail: chernova.vv@yandex.ru

Статья поступила в редакцию 2 марта 2020 г.

© Степанова Л. Н., Рамазанов И. С., Чернова В. В., 2020

Дефекты в изделиях из углепластика могут быть вызваны низкой степенью отверждения полимерной матрицы, расслоением, наличием трещин. При появлении несплошностей или разрывов волокон в материале конструкции дальнейшее нагружение может привести к ее разрушению. Это вызывает необходимость совершенствования методов и средств неразрушающего контроля (НК). Одним из основных этапов разработки технологии изготовления композитных деталей является подбор методов НК, позволяющих оценивать прочностные свойства композитов. Армирующие элементы и матрица композита обладают различными свойствами. При нагружении конструкции изменение их свойств отличается от изменения свойств однородных материалов. Так, при прочностных испытаниях отношение сигнал/шум у композитов ниже, чем у металлов. Поэтому важно обеспечить необходимую чувствительность и разрешающую способность методов НК, применяемых при оценке композитных конструкций [4–6].

Установлено, что характерными производственными дефектами в нитях являются разрывы, искривленность волокон, несоответствие их расположения проектным требованиям. К числу наиболее распространенных дефектов в матрице принадлежит пористость, а к дефектам на границе раздела — расслоения.

Для непрерывного контроля конструкций из углепластика в процессе нагружения используют метод АЭ [1—6]. При решении практических задач по контролю несущих композитных конструкций необходимо определить связь изменения структуры сигналов АЭ с механизмами разрушения композита, при которых наблюдается излучение энергии от дефектов на стадии их зарождения, задолго до нарушения целостности конструкции [3, 6]. С использованием метода АЭ осуществляют локацию дефектов в конструкции в режиме реального времени, достигая высокой чувствительности, поэтому данный метод эффективен при контроле ранней стадии развития разрушения.

Согласно результатам исследования NASA микроструктура композитов оказывает влияние не только на прочность и механические свойства, но и на структуру сигналов АЭ, что сказывается на интерпретации результатов контроля при обработке информации [1]. Методом АЭ можно обнаружить все четыре типа повреждений в углепластике: растрескивание матрицы, разрывы волокон, расслоения и отслоения. Сигналы АЭ регистрируют при наличии трещин размерами от нескольких сотен микрометров, поэтому дефекты выявляют на стадии их зарождения, задолго до нарушения целостности какого-либо элемента.

Однако сигналы АЭ являются нестационарными и состоят из нескольких волновых составляющих (мод). Во время АЭ-события могут генерироваться быстрые и медленные моды, которые определяются динамическими свойствами упругих волн. При распространении многомодовых сигналов в конструкции происходит их искажение, что затрудняет определение связи основных информативных параметров сигналов АЭ со структурой композита.

При изготовлении авиационных конструкций наибольшее распространение получили технологии, основанные на автоклавном и вакуумном формовании [7, 8]. Вакуумное формование используют для изготовления конструкций сложной формы в случае, если нельзя обеспечить высокое давление. К достоинствам данного метода относят простоту изготовления и минимальные затраты на подготовку и проведение процесса формования. Автоклавное формование изделий осуществляют под действием давления сжатых газов и жидкостей, что позволяет получать изделия с повышенными физико-механическими свойствами, улучшенным качеством поверхности и равномерной толщиной. Автоклавное формование позволяет

изготавливать крупногабаритные изделия, к которым предъявляют высокие требования по качеству. Вместе с тем эта технология энергоемка, обладает высокой стоимостью, её используют при создании крупногабаритных конструкций с низкой пористостью пластиков. Температура изготовления углепластиков автоклавным формованием оказывает значительное влияние на свойства и технические характеристики материалов [8].

Контроль процесса разрушения трех групп образцов из углепластиков, изготовленных автоклавным формованием при различных температурах, осуществляли путем сравнительной оценки основных информативных параметров сигналов АЭ, регистрируемых в процессе нагружения.

Цель работы — обосновать использование основных информативных параметров сигналов АЭ для определения начала разрушения образцов из углепластиков, изготовленных автоклавным формованием.

Методика исследования

Разрушающую нагрузку определяли в процессе статического нагружения трех различных групп образцов из углепластика Т800, изготовленных автоклавным формованием при температурах 80, 135, 180 °С. Каждый образец состоял из девяти монослоев с укладкой $[\pm 45/90/0_3/90/\pm 45]$ препрега Torayca Т800 и имел геометрические размеры 600×100×0,9 мм. Для ослабления сечения в средней части каждого образца создавали концентратор напряжений в виде отверстия диаметром 12 мм.

Статическое нагружение образцов осуществляли с помощью электрогидравлической нагружающей машины МТС-100. Растягивающую нагрузку изменяли через каждые $\Delta t = 120$ с ступенчато через интервал $\Delta P = 10$ кН до полного разрушения образцов. В процессе исследования одну часть образцов испытывали при $T = 20$ °С, а другую подвергали нагреву до температуры $T = 100$ °С в области концентратора напряжений. Площадь нагрева составляла 60×100 мм. Нагрев выполняли инфракрасным нагревающим устройством, а температуру контролировали термопарой "хромель—алюмель", прикрепленной к поверхности образца и подключенной к терморегулятору ТРМ-10. Температуру нагрева поддерживали с погрешностью не выше 1—1,5 °С.

В табл. 1 приведены основные характеристики трех групп образцов из углепластиков, изготовленных автоклавным формованием.

Таблица 1

Разрушающая нагрузка и нагрузка начала локации трех групп образцов из углепластиков Т800

| Номер группы | Температура формования, °С | № образца | Температура нагружения, °С | Разрушающая нагрузка, кН | Нагрузка начала локации, кН |
|--------------|----------------------------|-----------|----------------------------|--------------------------|-----------------------------|
| 1 | 80 | 1 | 20 | 94 | 40 |
| | | 3 | | 86 | 30 |
| | | 4 | | 88 | 30 |
| | | 5 | | 90 | 20 |
| | | 6 | | 80 | 30 |
| | | 2 | 100 | 80 | 30 |
| | | 7 | | 90 | 30 |
| | | 8 | | 90 | 30 |
| 2 | 135 | 1 | 20 | 70 | 40 |
| | | 3 | | 88 | 30 |
| | | 5 | | 87 | 30 |
| | | 2 | 100 | 80 | 30 |
| | | 4 | | 80 | 30 |
| | | 6 | | 80 | 30 |
| | | 7 | | 85 | 30 |
| | | 8 | | 92 | 30 |
| 3 | 180 | 1 | 20 | 80 | 30 |
| | | 3 | | 95 | 20 |
| | | 4 | | 86 | 30 |
| | | 2 | 100 | 70 | 20 |
| | | 5 | | 70 | 30 |

Для локации источников сигналов АЭ в процессе разрушения образцов устанавливали прямоугольную пьезоантенну, состоящую из четырех преобразователей акустической эмиссии (ПАЭ) типа ПК-01-07 с полосой пропускания 100—700 кГц, равноудаленных от нагревающего устройства на расстояние 90 мм. Регистрацию и обработку АЭ-информации проводили сертифицированной системой СЦАД-16.10 с "плавающими" порогами селекции (свидетельство RU.C.27. 007.А № 40707; зарег. в Государственном реестре средств измерений под номером 45154-10).

Процесс развития разрушения образцов характеризовался повышением активности сигналов АЭ. Активность сигналов АЭ определяли как отношение числа сигналов, зарегистрированных при данной нагрузке, к интервалу времени нагружения [9]:

$$\dot{N}_{\Sigma}(P) = N(P)/\Delta t,$$

где P — нагрузка;

$N(P)$ — количество сигналов АЭ, зарегистрированных при нагрузке P ;

Δt — интервал времени, в течение которого сохранялась данная величина нагрузки, с.

Коэффициент роста активности $R(P)$ сигналов АЭ — это отношение текущей активности сигналов АЭ при заданной нагрузке P к предыдущей активности, зарегистрированной при нагрузке $(P - \Delta P)$:

$$R(P) = \frac{\dot{N}_{\Sigma}(P)}{\dot{N}_{\Sigma}(P - \Delta P)},$$

где $\Delta P = 10$ кН — величина, на которую нагрузку увеличивали при ступенчатом нагружении.

На каждой ступени нагружения образца 1 первой группы, нагружаемого при $T = 20$ °С, проанализировано изменение активности сигналов АЭ, коэффициента ее роста, энергетического параметра MARSE (табл. 2).

Таблица 2

Активность, коэффициент роста активности и энергетический параметр MARSE сигналов АЭ образца 1 первой группы при различной нагрузке

| Нагрузка, кН | Активность АЭ [\dot{N}_{Σ}], с ⁻¹ | Коэффициент роста активности | Параметр MARSE, мВ·мкс |
|--------------|---|------------------------------|------------------------|
| 10 | 1,26 | — | 21,73 |
| 20 | 0,96 | 0,76 | 17,42 |
| 30 | 3,46 | 3,62 | 14,73 |
| 40 | 8,27 | 2,39 | 26,03 |
| 50 | 11,12 | 1,34 | 26,99 |
| 60 | 46,98 | 4,23 | 41,78 |
| 70 | 81,80 | 1,74 | 41,02 |
| 80 | 123,86 | 1,51 | 55,67 |
| 90 | 57,36 | 0,46 | 44,46 |

Энергетический параметр MARSE определяли по формуле [2, 3]

$$\text{MARSE} = \int_0^t U(t) dt, \text{ мВ} \cdot \text{мкс},$$

где $U(t)$ — сигнал АЭ, мВ.

С использованием вейвлет-преобразований рассчитывали структурный коэффициент [2, 3]:

$$P_{D_{42}}(f) = \frac{\max D_4}{\max D_2},$$

где D_4 , D_2 — наборы коэффициентов вейвлет-разложения 4-го и 2-го уровней детализации, соответствующие полосам частот 63—125 и 250—500 кГц.

Полученные результаты и их обсуждение

Проанализируем изменение активности сигналов АЭ, коэффициента ее роста и энергетического параметра MARSE на каждой ступени нагружения образцов всех трех групп.

В образце 1 первой группы при температуре $T_1 = 20^\circ\text{C}$ и нагрузках $P = (10\text{—}30)$ кН наблюдалось увеличение активности сигналов АЭ в 3,6 раза (см. табл. 2, рис. 1, а). Значение MARSE при нагрузке $P = 10$ кН составило 21,73 мВ·мкс, при увеличении нагрузки до $P = 30$ кН оно уменьшилось до 14,73 мВ·мкс. Это характеризует процессы первичного дефектообразования в материале образца при приложении начальной нагрузки.

При нагрузках $P = (40\text{—}50)$ кН активность сигналов увеличилась на $2,85\text{ с}^{-1}$. Отметим, что в рассматриваемом диапазоне нагрузок параметры MARSE оставались практически постоянными, а незначительное увеличение активности соответствовало стабилизации процесса распространения разрушения в данном образце при данной нагрузке.

При нагрузке $P = 60$ кН число регистрируемых сигналов АЭ увеличилось в 4,2 раза. Кроме того, наблюдался значительный рост параметра MARSE (см. табл. 2). Такое изменение параметров сигналов АЭ свидетельствует о смене процесса накопления повреждений на начало активного разрушения образца. При повышении растягивающей нагрузки до $P = 80$ кН активность сигналов АЭ возросла с 81,8 до $123,86\text{ с}^{-1}$, что свидетельствует о переходе образца в предразрушающее состояние. Увеличение нагрузки до $P = 90$ кН привело к резкому уменьшению активности сигналов АЭ, что

соответствует полному разрушению образца (см. рис. 1, а).

Образец 2 первой группы испытывали при нагреве области концентратора напряжений до $T_2 = 100^\circ\text{C}$. Анализ полученных результатов показал, что активность сигналов АЭ и их локация близки к аналогичным результатам, полученным для образца 1 первой группы. Однако после первоначального роста активности сигналов АЭ при нагрузке $P = 30$ кН вместо ее стабилизации, как было получено для образца 1, в образце 2 наблюдали дальнейшее увеличение средней активности при нагрузках $P = 40$ и 50 кН (см. рис. 1, б).

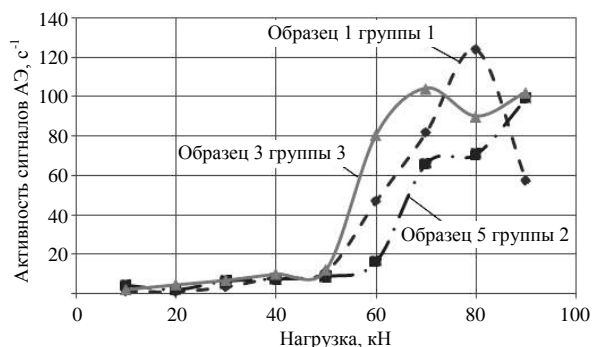


Рис. 1. Зависимость активности сигналов АЭ от нагрузки при нагружении образцов при температурах 20°C (а) и 100°C (б)

Наибольшее значение коэффициента роста активности отмечено при нагрузке $P = 40$ кН (табл. 3).

Таблица 3

Активность, коэффициент роста активности и энергетический параметр MARSE сигналов АЭ для образца 2 первой группы при различной нагрузке

| Нагрузка, кН | Активность сигналов АЭ [\dot{N}_Σ], с^{-1} | Коэффициент роста активности | Параметр MARSE, мВ·мкс |
|--------------|--|------------------------------|------------------------|
| 10 | 1,58 | — | 35,03 |
| 20 | 1,43 | 0,91 | 20,17 |
| 30 | 2,65 | 1,85 | 18,62 |
| 40 | 17,43 | 6,58 | 36,53 |
| 50 | 30,54 | 1,75 | 21,94 |
| 60 | 29,12 | 0,95 | 22,95 |
| 70 | 36,98 | 1,27 | 25,22 |
| 80 | 183,22 | 4,95 | 48,41 |

Переход на данную ступень нагружения также сопровождался увеличением MARSE в два раза по сравнению с результатами, полученными при нагрузке $P = 30$ кН. Это соответствует началу распространения разрушения от концентратора напряжений вдоль направления приложения нагрузки.

Уменьшение средней активности сигналов АЭ произошло при нагрузке $P = 60$ кН. Затем при нагрузке $P = 80$ кН образец 2 первой группы быстро перешел в разрушающее состояние и разрушился при меньшей нагрузке по сравнению с образцом 1 первой группы. Механическое нагружение образца при температуре 100°C привело к снижению его нагрузочной способности.

Анализ результатов испытаний образцов второй и третьей групп (см. табл. 1) показал, что при нагружении при $T_1 = 20^\circ\text{C}$ изменение активности до нагрузки $P = 50$ кН происходило так же, как и при испытании образца 1 первой группы (см. рис. 1, а). При этом значения коэффициентов роста активности для образцов, нагружаемых при температуре 20°C , таких как образец 5 второй группы, в данном интервале нагрузок близки к значениям, полученным для образца 1 первой группы (см. табл. 2 и 4).

Коэффициенты роста активности сигналов АЭ, зарегистрированные при нагружении образца 3 третьей группы (табл. 5) при нагрузках $P = (20\text{—}30)$ кН, отличались от значений, полученных при испытании образца 1 первой группы (табл. 2) и образца 5 второй группы (табл. 4).

При нагрузке $P = 20$ кН наблюдали увеличение коэффициента роста активности до 2,21 с последующим уменьшением до 1,51. У образцов группы 1 (табл. 2) и группы 2 (табл. 4) отмечено противоположное изменение: при нагрузке $P = 20$ кН коэффициент не превышал 1, а на следующей ступени нагружения он увеличился до значений 3,62 и 3,29.

Повышение нагрузки более $P = 50$ кН сопровождалось резким изменением активности сигналов АЭ, регистрируемых в образцах группы 3. Подобное изменение в образце группы 2 наблюдали только после превышения нагрузкой значения $P = 60$ кН (см. рис. 1, а). Далее у образцов всех групп активность принимала значения не менее 60 с^{-1} . Таким образом, можно предположить, что при нагрузках $P = (50\text{—}60)$ кН происходил переход в предразрушающее состояние образцов группы 3.

Таблица 4

Активность, коэффициент роста активности и энергетический параметр MARSE сигналов АЭ для образцов 4 и 5 второй группы при различной нагрузке

| Нагрузка, кН | Образец 4 | | | Образец 5 | | |
|--------------|--|------------------------------|------------------------|--|------------------------------|------------------------|
| | Активность сигналов АЭ $[\dot{N}_\Sigma], \text{с}^{-1}$ | Коэффициент роста активности | Параметр MARSE, мВ·мкс | Активность сигналов АЭ $[\dot{N}_\Sigma], \text{с}^{-1}$ | Коэффициент роста активности | Параметр MARSE, мВ·мкс |
| 10 | 2,77 | — | 24,89 | 4,02 | — | 30,62 |
| 20 | 3,82 | 1,38 | 21,62 | 1,88 | 0,47 | 26,61 |
| 30 | 6,15 | 1,61 | 24,35 | 6,17 | 3,29 | 28,35 |
| 40 | 6,84 | 1,11 | 19,44 | 7,23 | 1,17 | 24,77 |
| 50 | 13,59 | 1,99 | 14,12 | 8,48 | 1,17 | 29,01 |
| 60 | 46,29 | 3,41 | 20,89 | 16,02 | 1,89 | 25,10 |
| 70 | 40,46 | 0,87 | 22,43 | 65,94 | 4,12 | 30,19 |
| 80 | 84,89 | 2,10 | 30,84 | 70,69 | 1,07 | 33,33 |
| 87 | | | | 99,11 | 1,40 | 48,88 |

Таблица 5

Активность, коэффициент роста активности и энергетический параметр MARSE сигналов АЭ для образцов 2 и 3 третьей группы при различной нагрузке

| Нагрузка, кН | Образец 2 | | | Образец 3 | | |
|--------------|--|------------------------------|------------------------|--|------------------------------|------------------------|
| | Активность сигналов АЭ $[\dot{N}_\Sigma], \text{с}^{-1}$ | Коэффициент роста активности | Параметр MARSE, мВ·мкс | Активность сигналов АЭ $[\dot{N}_\Sigma], \text{с}^{-1}$ | Коэффициент роста активности | Параметр MARSE, мВ·мкс |
| 10 | 0,94 | — | 30,02 | 2,03 | — | 38,49 |
| 20 | 2,84 | 3,03 | 19,62 | 4,48 | 2,21 | 22,29 |
| 30 | 9,40 | 3,31 | 28,08 | 6,75 | 1,51 | 24,77 |
| 40 | 20,17 | 2,15 | 26,09 | 9,90 | 1,47 | 21,91 |
| 50 | 23,56 | 1,17 | 25,99 | 12,05 | 1,22 | 21,80 |
| 60 | 52,71 | 2,24 | 25,83 | 80,48 | 6,68 | 25,51 |
| 70 | 134,88 | 2,56 | 31,65 | 104,02 | 1,29 | 29,82 |
| 80 | | | | 89,77 | 0,86 | 32,56 |
| 90 | | | | 102,04 | 1,14 | 31,72 |

Отличие характера изменения активности сигналов при $T_2 = +100^\circ\text{C}$ от образцов, испытанных при $T_1 = 20^\circ\text{C}$, заключается в том, что при нагреве при нагрузках $P = (40\text{—}50)$ кН наблюдался ее рост (см. рис. 1, б). Кроме того, максимальное количество сигналов регистрировали в момент достижения нагрузкой разрушающего значения. О переходе в предразрушающее состояние судили по увеличению активности сигналов АЭ более чем в два раза. Такое изменение отмечали при нагрузке $P = 60$ кН (см. табл. 4, 5, рис. 1, б).

Для анализа изменения структурных коэффициентов P_{D42} сигналов АЭ, локализованных в рабочей области образцов, все время нагружения было разделено на интервалы по $\Delta t = 50$ с, а для регистрируемых сигналов рассчитывали средние значения структурных коэффициентов. Затем выполняли аппроксимацию полученных значений (рис. 2).

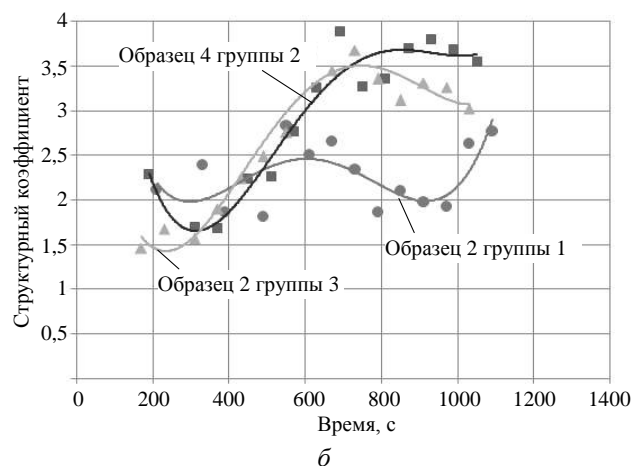
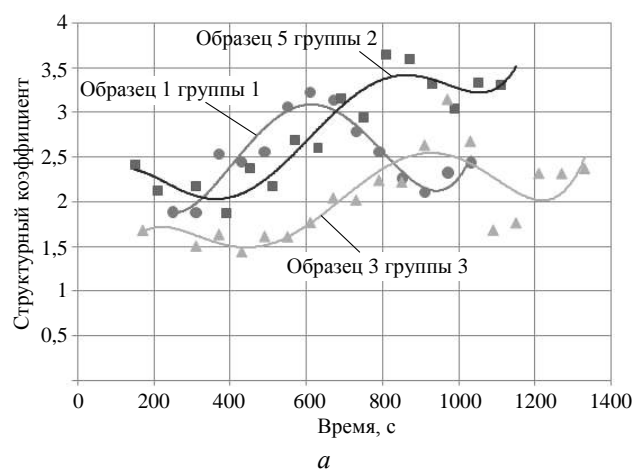


Рис. 2. Временная зависимость структурного коэффициента сигналов АЭ при нагружении образцов при температурах 20°C (а) и 100°C (б)

В образцах, испытанных при $T = 20^\circ\text{C}$, при повышении нагрузки со временем отмечали постепенное увеличение структурного коэффициента. Переход в предразрушающее состояние характеризовался достижением данным параметром мак-

симального значения (см. рис. 2, а). При этом у образцов первой группы максимум был более выражен. Период времени $\Delta t = (550\text{—}650)$ с соответствовал нагрузке $P = 60$ кН, при которой происходили резкое увеличение активности сигналов АЭ (см. табл. 2) и смена процессов разрушения. В образцах второй и третьей групп также наблюдали максимальные значения структурного коэффициента в период времени, при котором к образцу прикладывали нагрузку $P = (50\text{—}60)$ кН (см. рис. 2, а).

В работах [3, 6] установлено, что при разрушении матрицы значения структурных коэффициентов уменьшаются, а при разрушении волокна — увеличиваются. Так, при температуре нагружения $T = 20^\circ\text{C}$ при увеличении нагрузки сначала доминирующим механизмом разрушения было растрескивание матрицы, а затем начинали разрушаться волокна. В момент времени, когда нагрузка становилась более 60 кН, сигналы АЭ локализовались по всей рабочей области, что соответствовало активному разрушению и расслоению углепластика. При этом сигналы регистрировали с максимальным значением структурных коэффициентов.

Значения структурных коэффициентов сигналов АЭ, зарегистрированных в образцах при $T = 100^\circ\text{C}$, с увеличением нагрузки также возрастали. Отмечалось более быстрое возрастание кривой аппроксимации, что характеризовало смещение энергии сигналов АЭ в низкочастотную область $f = (63\text{—}125)$ кГц (см. рис. 2, б). Изменение структурного коэффициента образца 2 первой группы отличалось тем, что в момент достижения разрушающей нагрузки $P = 80$ кН ($t = 1000$ с) наблюдали его увеличение. При этом в интервал времени, соответствующий нагрузкам 60 кН и более ($t = 800$ с), в образцах второй и третьей групп структурный коэффициент изменялся незначительно (образец 2 группы 3) или оставался практически постоянным (образец 4 группы 2).

Заключение

Проведены прочностные испытания трех групп образцов из углепластиков Т800, изготовленных автоклавным формованием. К каждой группе образцов прикладывали статическую нагрузку, изменяемую через $\Delta P = 10$ кН до разрушения. Испытания проводили при температурах 20 и 100°C . Нагреву до 100°C подвергали область образца с концентратором напряжений.

Контроль за процессом разрушения образцов осуществляли методом АЭ. В качестве основных информативных параметров сигналов АЭ использовали активность, коэффициент роста активно-

сти, MARSE и структурный коэффициент. Анализ зависимости активности, коэффициента роста активности и MARSE от нагрузки и температуры позволил определить моменты смены процесса накопления повреждений в углепластике. Было отмечено, что в начале нагружения происходила стабилизация роста активности сигналов АЭ, после чего имел место процесс первичного дефектообразования и затем — начало активного разрушения образца. При дальнейшем нагружении образцов осуществлялся переход в предразрушающее состояние и наконец происходило их полное разрушение. Дополнительный нагрев образцов до 100 °C приводил к полному разрушению образцов при меньшей нагрузке. Введение структурного коэффициента сигналов АЭ позволило подтвердить полученные результаты по разрушению образцов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Madaras E. Highlights of NASA's role in developing state-of-the-art nondestructive evaluation for composites: NASA Document ID 20050050900: Presented at the American Helicopter Society Hampton Roads Chapter Structure Specialist Meeting. Williamsburg, VA, 30 Oct. 1 Nov. 2001.
2. Барсук В. Е., Серьезнов А. Н., Степанова Л. Н., Чернова В. В. Акустико-эмиссионный контроль кессона крыла самолета из углепластика в процессе статического и ударного нагружений // Полет. 2019. № 5. С. 17—24.
3. Степанова Л. Н., Батаев В. А., Чернова В. В. Определение связи структуры образцов из углепластика с параметрами сигналов акустической эмиссии при одновременном статическом и тепловом нагружении // Контроль. Диагностика. 2019. № 11. С. 4—13.
4. Степанова Л. Н., Кабанов С. И., Чернова В. В. Акустико-эмиссионный способ определения дефектов структуры образца из углепластика. Патент № 2 704 144 РФ. МПК G 01 N 29/14. Заявл. 09.01.2019. Оpubл. 24.10.2019. Бюл. № 30. — 13 с.
5. Степанова Л. Н., Кабанов С. И., Рамазанов И. С., Чернова В. В. Способ акустико-эмиссионного контроля дефектов в композиционных конструкциях на основе углепластика. Патент № 2 674 573 РФ. МПК G 01 N 29/14. Заявл. 14.06.2017. Оpubл. 11.12.2018. Бюл. № 35. — 18 с.
6. Степанова Л. Н., Батаев В. А., Лапердина Н. А., Чернова В. В. Акустико-эмиссионный способ определения типа дефекта структуры образца из углепластика. Патент № 2 676 209 РФ. МПК G 01 N 29/14. Заявл. 25.12.2017. Оpubл. 26.12.2018. Бюл. № 36. — 17 с.
7. Дегтярева М. А., Жирнова Е. А. Анализ методов формирования композитных конструкций // Технология и мехатроника в машиностроении. Решетневские чтения. 2014. С. 391—393.
8. Душин М. И., Хрульков А. В., Мухаметов Р. Р. Выбор технологических параметров автоклавного формования деталей из полимерных композиционных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2011. № 3. С. 20—26.
9. ГОСТ Р 55045–2012. Акустико-эмиссионная диагностика. Термины, определения и обозначения. — М.: Стандартинформ, 2013. — 12 с.

Analysis of the autoclave-made carbon fiber reinforced plastics process of destruction by the acoustic emission signals parameters

L. N. STEPANOVA, I. S. RAMAZANOV

Siberian Aeronautical Research Institute named after S. A. Chaplygin, Novosibirsk, Russia

V. V. CHERNOVA

Siberian State Transport University, Novosibirsk, Russia

The test results of three groups of T800 carbon fiber reinforced plastics (CFRP) under their static tensile loading under temperatures of $T_1 = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ and $T_2 = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ are presented. CFRPs were fabricated using autoclave molding technology at temperatures of 80, 135, 180 °C. During the static loading of samples signals from defects were registered by acoustic emission (AE) method. The stages of destruction of the CFRP are determined from the analysis of changes in activity, activity growth coefficient, and MARSE energy parameter. The proposed criterion for assessing the onset of destruction of CFRP, based on the parameters of AE signals analysis, made it possible to determine the moments of change of damage accumulation processes at the beginning of active destruction.

Keywords: carbon fiber reinforced plastics, autoclave molding, static tensile loading, acoustic emission, heating, activity of signal, activity growth coefficient, MARSE energy parameter, structure coefficient.

УДК 539.3

Экспериментальное исследование коэффициентов линейного теплового расширения углерод-керамических композиционных материалов на трубчатых образцах, изготовленных методом плетения

А. А. СМЕРДОВ, д-р техн. наук; Л. П. ТАИРОВА, канд. техн. наук
Московский государственный технический университет им. Н. Э. Баумана, Москва, Россия

И. А. ТИМОФЕЕВ, канд. техн. наук; П. А. ТИМОФЕЕВ, канд. техн. наук
АО «Композит», г. Королев, Московская обл., Россия

Представлены результаты экспериментального исследования характера температурных деформаций на трубчатых образцах на основе плетеных цельнотканых каркасов из армирующих углеродных нитей УМТ40-3К и углерод-керамической матрицы. Деформации измерены с помощью тензодатчиков в диапазоне температур от -40 до +70 °С в климокамере ИЛКА-КРК400. Исследованы образцы со схемами укладки нитей 0/±45°, ±45°, 0/±60°, ±60° относительно продольной оси. Приведены основные результаты испытаний и анализ влияния пористости, соотношения компонентов исследуемого материала, схем укладки нитей на величину и закономерности изменения коэффициентов линейного теплового расширения (КЛТР) в направлениях осей ортотропии. Показано, что высокая пористость (20—30 %) и малые КЛТР компонентов материала являются причинами нетипичных соотношений температурных деформаций в образцах с исследованными схемами укладки нитей.

Ключевые слова: углерод-керамический композиционный материал, технология плетения, эксперимент, трубчатые образцы, коэффициенты линейного теплового расширения, тензометрия.

Технологии изготовления элементов композитных конструкций на основе плетеных цельнотканых каркасов уделяется все больше внимания [1—4]. Широкие перспективы имеют изделия из высокотемпературных композитов с углерод-керамической матрицей, состоящей из углерода и частиц карбида кремния (SiC). Первым этапом исследования свойств таких композитов являются испытания при температуре, незначительно отличающейся от комнатной, т. к. в этом случае можно получить большой объем информации о свойствах материала без использования сложного и дорогостоящего оборудования. Поскольку реальные изделия из этих материалов используют при высокой изменяющейся температуре, важно в качестве первого этапа оценить уровень и закономерности изменения КЛТР при небольшой температуре, исследовать степень влияния на эти характеристики

структуры материала и особенностей проведения испытаний.

Углерод-керамические композиционные материалы (УККМ), изготовленные методом плетения, имеют высокую пористость, а также разбросы содержания углерода и SiC в матрице [1], вызванные сложностью технологии изготовления и зависящие от особенностей технологии и схем укладки нитей. Поскольку температурные деформации больше зависят от неоднородностей материала, чем деформации при силовом нагружении [5], особенно важно рассмотреть закономерности изменения этих деформаций для УККМ с различными углами укладки нитей и разным соотношением компонентов.

Исследования КЛТР являются частью комплексных исследований УККМ, изготовленных методом плетения [1, 2]. Для контроля характеристик прочности, упругости и изучения особенностей деформирования материала были изготовлены трубчатые образцы. Применение методов тензометрии [5] позволило определить КЛТР на этих же образцах, поэтому температурные деформации были исследованы на трубчатых образцах перед проведением силовых испытаний.

Цель испытаний — исследование с помощью тензодатчиков температурных деформаций, измеренных на наружной поверхности трубчатых образцов с углами укладки нитей относительно продольной оси 0/± 45°, ± 45°, 0/± 60° и ± 60°.

Смердов Андрей Анатольевич, профессор.
Таирова Людмила Павловна, старший научный сотрудник.
E-mail: com-or@yandex.ru
Тимофеев Иван Анатольевич, начальник отдела.
E-mail: timofeev.ivan@mail.ru
Тимофеев Павел Анатольевич, начальник сектора.
E-mail: pa.timofeev@gmail.ru

Статья поступила в редакцию 5 марта 2020 г.

© Смердов А. А., Таирова Л. П., Тимофеев И. А., Тимофеев П. А., 2020

Объекты исследования

Температурные деформации определяли на трубчатых образцах с номинальным внутренним диаметром 60 мм, концы которых были подкреплены кольцевой намоткой, необходимой для проведения силовых испытаний. Длина (расстояние между краями подкреплений) рабочей части (110 ± 1) мм. Материал образцов в среднем ортотропен, оси ортотропии: OX в осевом, OY в окружном направлении. На каждый образец приклеивали три датчика в направлении OX и три — в направлении OY вблизи центрального поперечного сечения. Расстояния между соседними датчиками в окружном направлении были равны между собой.

Поскольку экспериментальные значения КЛТР зависят от состава связующего и плотности укладки нитей, для каждого образца определяли процентное объемное содержание нитей v_n^v , SiC v_{SiC}^v , углерода, находящегося в составе связующего v_c^v , пор v_p^v .

Исходными данными для определения этих параметров являлись:

- средняя измеренная толщина каждого образца $h_{из}$;
- площадь $S_{ж}$ поперечного сечения углеродной нити, используемой при плетении;
- плотность материала нитей ρ_n , сплошного материала SiC ρ_{SiC} , сплошного углерода (графита) ρ_r , трубчатого образца ρ_r ;
- число проходов (полных слоев) при плетении N ;
- число нитей каждого направления, используемых при намотке;
- процентное массовое содержание SiC по отношению к массе сухих нитей в образце η_{SiC}^M .

Алгоритм определения технологических параметров приведен в [1].

В таблице представлены технологические параметры всех исследованных образцов (обозначения этих параметров соответствуют приведенным). Схемы укладки нитей даны относительно продольной оси OX . В этой же таблице приведены средние экспериментальные значения КЛТР $\alpha_x^{ЭК}$, $\alpha_y^{ЭК}$ в направлениях осей ортотропии, особенности определения которых и анализ полученных результатов приведены далее.

Технологические параметры и КЛТР трубчатых образцов на основе плетеных цельнотканых каркасов из углеродных нитей и углерод-керамической матрицы

| № образца | Схема плетения | $h_{из}$, мм | v_n^v , % | v_{SiC}^v , % | v_c^v , % | v_p^v , % | № испытания | $\bar{\alpha}_x^{ЭК} \cdot 10^6$, (min/max), K^{-1} | $\bar{\alpha}_y^{ЭК} \cdot 10^6$, (min/max), K^{-1} |
|-----------|------------------|---------------|-------------|-----------------|-------------|-------------|-------------|--|--|
| 1_1 | $\pm 45^\circ$ | 2,40 | 49,0 | 8,0 | 19,2 | 23,3 | 1, 2 | 0,9 (0,6 / 1,1) | 3,8 (3,3 / 4,4) |
| | | | | | | | 3, 4 | -0,2 (-0,6 / 0,3) | 1,9 (1,6 / 2,2) |
| 2_1 | $0/\pm 45^\circ$ | 3,94 | 39,8 | 7,1 | 23,0 | 30,1 | 1, 2 | — | 2,5 (1,9 / 2,9) |
| | | | | | | | 3, 4 | -0,08 (-0,20 / 0,09) | 1,3 (0,8 / 1,6) |
| 2_2 | | 3,09 | 47,1 | 6,9 | 16,8 | 29,2 | 1 | 0,8 (0,2 / 1,4) | 2,9 (2,8 / 3,1) |
| | | | | | | | 2—4 | 0,5 (-0,3 / 1,3) | 2,7 (2,5 / 3,0) |
| 2_3 | | 2,89 | 50,2 | 8,0 | 19,5 | 22,3 | 1 | -1,2 (-0,9 / -1,4) | 1,5 (1,2 / 1,8) |
| | | | | | | | 2 | -0,14 (-0,13 / -0,15) | 2,6 (2,2 / 3,0) |
| 2_4 | | 3,69 | 42,7 | 7,0 | 21,7 | 28,6 | 1, 2 | -1,1 (-0,5 / -1,6) | 2,3 (1,8 / 2,8) |
| 3_1 | $\pm 60^\circ$ | 2,76 | 60,4 | 9,0 | 10,1 | 20,5 | 1, 2 | 1,2 (1,0 / 1,5) | 0,7 (0,1 / 1,6) |
| 4_1 | $0/\pm 60^\circ$ | 4,38 | 46,4 | 5,9 | 20,7 | 27,0 | 1, 2 | 1,1 (0,7 / 1,8) | 2,2 (2,1 / 2,3) |
| 4_2 | | 4,17 | 49,2 | 7,5 | 16,1 | 27,3 | 1 | 1,3 (1,2 / 1,4) | 3,0 (один датчик) |

Приведенные в таблице данные позволяют отметить следующее. Прежде всего обращает на себя внимание большой объем пор, что должно оказывать влияние на экспериментальные значения КЛТР. Различия всех технологических параметров образцов даже при одной и той же схеме укладки нитей весьма существенны. Так, процентное объемное содержание нитей изменяется примерно от 40 до 60 %, содержание углеродной составляющей связующего — от 10 до 23 %. Объемное содержание SiC и пор различается для разных образцов меньше, но тоже весьма значительно. Следует иметь в виду, что в таблице приведены средние значения компонентов в образце. Реальное распределение компонентов связующего по объему образца неизвестно.

Как упомянуто в [1], при снятии образцов с оправки после окончания насыщения графитом и SiC иногда наблюдалось отделение и разрушение внутреннего слоя, что косвенно подтверждает наличие большей пористости вблизи внутренних слоев, приводящее к уменьшению межслоевой прочности.

Особенности методики испытаний

Методика измерения температурных деформаций предполагает использование условий квазистационарности процесса, т. е. прогрев всего объема материала образцов до заданной температуры во время измерения деформаций и отсутствие изменения характеристик упругости в диапазоне температур исследования. Во время испытаний образцы размещали в климатической камере (рис. 1) с регулируемым законом изменения температуры и влажности.



Рис. 1. Типичный вид образцов в климатической камере (белая пластинка — эталонный материал, на который наклеены компенсационные датчики)

Для регистрации деформаций во время всех испытаний на наружную поверхность каждого образца приклеивали три продольных и три поперечных датчика типа PFL-20-11 (база 20 мм) вблизи центрального поперечного сечения каждого образца. Расстояния между соседними датчиками в окружном направлении были равны между собой. Такие же тензодатчики были наклеены на образец-пластинку из керамики с известным КЛТР $\alpha_k = (0,6 \pm 0,2) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Во время испытаний они являлись компенсационными. Измерение деформаций вели прибором СИИТ-3 по схеме "полумост", когда регистрирующий прибор фиксирует разницу сопротивлений компенсационного и активного, т. е. наклеенного на исследуемом материале датчика. В этом случае температурная зависимость свойств самого датчика не отражается на показаниях прибора, поскольку предполагается, что для всех датчиков одного типа эта зависимость одинакова [5]. Показания прибора периодически записывали на компьютер.

Для образцов проводили циклы "нагрев—охлаждение—нагрев" при изменении температуры примерно от 25 до 70 °С, затем до минус 40 °С и до плюс 25 °С. В течение одного испытания проводили 1—1,5 таких цикла со ступенчатым изменением температуры по времени. Типичный вид данной зависимости приведен на рис. 2.

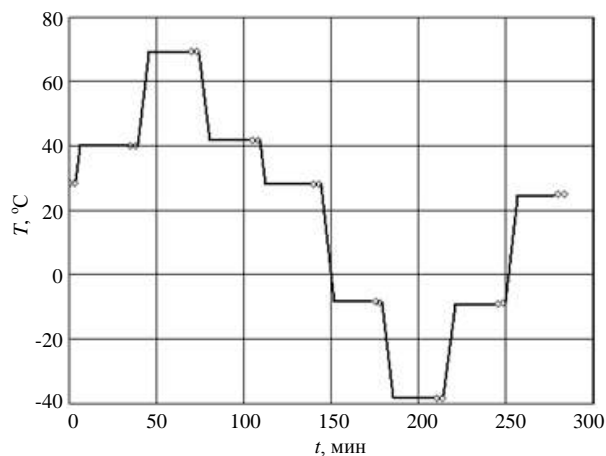


Рис. 2. Типичная зависимость температуры от времени испытаний

Замер показаний тензодатчиков проводили при каждом уровне температуры: дважды для каждого уровня в конце ступени с интервалом между замерами 3 мин. Совпадение повторных замеров деформаций (в пределах возможных погрешностей измерений) считали косвенным подтверждением полного прогрева материала образца до заданной температуры. Время выдержки при постоянной температуре составляло около 30 мин. Опыт показал, что при толщине образцов не более 5 мм этого

времени достаточно для прогрева материала образцов из УККМ. Влажность во время испытаний поддерживали на уровне $(40 \pm 5) \%$, чтобы избежать заметного влияния на показания датчиков.

Соединение датчиков с регистрирующим прибором осуществляли таким образом, чтобы части проводов, находящиеся внутри камеры, по длине были равны между собой и количество припоя, соединяющего выводы датчиков с проводами, составляло около 1 мм^3 . Это обеспечивало минимизацию погрешностей измерения температурных деформаций [5].

Влияние деформаций, поперечных к продольным осям датчиков, на их показания не учитывали, так как используемые датчики имели низкие коэффициенты поперечной тензочувствительности [5], обеспечивающие погрешности такого неучета не более 2% от измеряемых деформаций. Эти погрешности значительно меньше разброса экспериментальных значений деформаций из-за нестабильности свойств исследуемого материала. Экспериментальное значение КЛТР вычисляли следующим образом:

$$\alpha^{\text{эк}} = \alpha_k + \Delta \varepsilon^{\text{из}} / \Delta T, \quad (1)$$

где α_k — КЛТР материала, на который наклеен компенсационный датчик;

ΔT — приращение температуры;

$\Delta \varepsilon^{\text{из}}$ — измеренное с помощью тензодатчика приращение деформаций, соответствующее этому приращению температуры.

Величины $\Delta \varepsilon^{\text{из}} / \Delta T$ вычисляли с использованием линейной аппроксимации по методу наименьших квадратов.

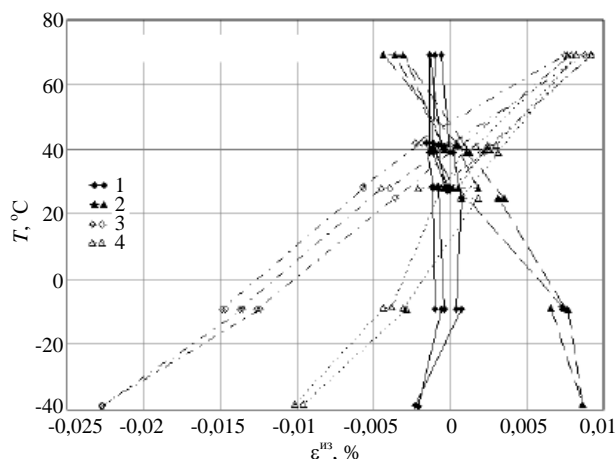
Представленная методика позволяет не только определить средние значения КЛТР вдоль осей ортотропии исследуемых образцов, но и оценить неоднородность температурных деформаций в центральных поперечных сечениях образцов.

Результаты испытаний

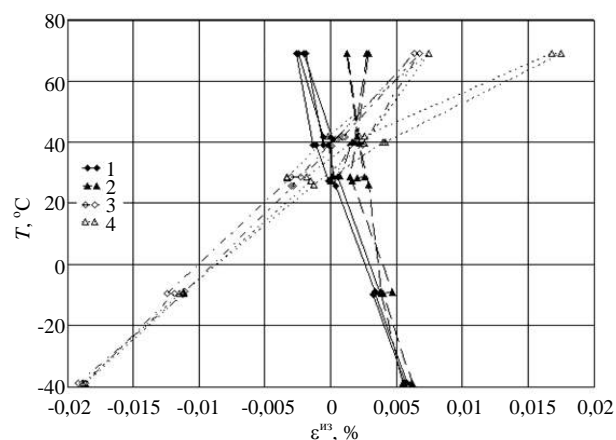
Образец с укладкой нитей $\pm 45^\circ$. Было проведено 4 испытания данного образца. Интервал между первым и вторым испытаниями и между третьим и четвертым испытаниями составил 1–2 дня, а между двумя первыми и двумя последними — около месяца, в течение которого образцы лежали в камере при комнатной температуре. Различия результатов испытаний, проведенных с интервалом 1–2 дня, меньше, чем разброс измеренных деформаций по поверхности образца во время од-

ного и того же испытания, поэтому в таблице экспериментальные значения этих испытаний объединены.

На рис. 3 приведена экспериментальная зависимость для одного датчика, наклеенного в осевом направлении, и одного — в окружном направлении для второго и четвертого испытаний. Эта зависимость показывает характерные особенности изменения температурных деформаций для данного образца.



а



б

Рис. 3. Экспериментальная зависимость измеренных температурных деформаций $\varepsilon^{\text{из}}$ образца с укладкой нитей относительно оси $OX \pm 45^\circ$ (а) и образца 2_2 с укладкой нитей относительно оси $OX 0/\pm 45^\circ$ (б):

- 1, 2 — для одного из датчиков в направлении OX ;
3, 4 — для одного из датчиков в направлении OY ;
1, 3 — для второго испытания; 2, 4 — для четвертого (а) и первого (б) испытаний

Несмотря на одинаковые углы укладки нитей относительно обеих осей ортотропии, экспериментальные значения КЛТР вдоль OX и OY существенно различны. С течением времени КЛТР сильно уменьшаются. Наблюдаются большие разбросы температурных деформаций по поверхности об-

разца. Для этого образца характерно относительно небольшое объемное содержание нитей и большое объемное содержание углеродной составляющей связующего.

Образцы с укладкой нитей $0/\pm 45^\circ$. В общей сложности испытано 4 образца, причем один из них (2_4) — после нагружения на растяжение до напряжений, примерно равных 0,9 от разрушающих.

Для образца 2_1 проведено 4 испытания (таблица). КЛТР всех образцов, как и следовало ожидать, в продольном направлении OX значительно меньше, чем в окружном. Это говорит о малых КЛТР продольных нитей, значительно меньших, чем КЛТР связующего. Однако в целом значения КЛТР, особенно образцов 2_1 и 2_2, вполне сопоставимы с КЛТР образца с укладкой $\pm 45^\circ$. Эти данные свидетельствуют о том, что существуют факторы, вносящие вклад в величину КЛТР образцов, сопоставимый с влиянием схемы укладки нитей. Обсуждение этих факторов приведено далее.

Проведено по 2–4 испытания всех образцов. Для образца 2_1 проведены такие же 4 испытания, как и для образца 1_1 (см. таблицу), т. е. время между двумя первыми и двумя последними испытаниями составляло около месяца. У образца 2_1 наблюдалось такое же уменьшение КЛТР после выдержки в камере при комнатной температуре, как и у образца 1_1 (продольные деформации при первых испытаниях образца 2_1 не измерены по техническим причинам).

Проведены также 4 испытания образца 2_2, а выдержка в камере в течение примерно месяца проведена между первым и вторым испытаниями. Между вторым и третьим она составила 10 дней, между третьим и четвертым — 2 недели. Наблюдалось уменьшение КЛТР со временем по показаниям всех датчиков, особенно существенное — между первым и вторым испытаниями. Между вторым и третьим испытаниями различия незначительны, результаты для них в таблице объединены. В образце 2_2 обнаружен значительно больший разброс температурных деформаций по поверхности образца, чем в образцах 1_1 и 2_1, что говорит о большей неоднородности распределения компонентов связующего для образца. На рис. 3, б приведена экспериментальная зависимость деформаций образцов для одного датчика, наклеенного в осевом направлении, и одного — в окружном направлении, при первом и втором испытаниях образца 2_2. Можно отметить, что при первом нагреве до 70°C во время первого испытания (см. кривую 4 на рис. 3, б) наблюдалось увеличение температурных деформаций, которое не наблюдалось при повторном нагреве и втором испытании. Этот эффект получен для всех трех дат-

чиков, измеряющих деформации в окружном направлении.

Проведены два испытания образца 2_3 с временной выдержкой между ними полтора месяца. С течением времени наблюдалось увеличение КЛТР в отличие от предыдущих образцов. Следует отметить, что испытания проводили в августе и сентябре, до начала отопительного сезона, когда влажность в помещении с камерой составляла $\sim 80\%$, а предыдущие образцы были испытаны зимой при влажности в помещении $\sim 60\%$. Возможно, на температурные деформации пористого материала влияет диффузия паров воды в поры (подробнее см. далее).

КЛТР образца 2_4, испытанного после нагружения на растяжение до уровня напряжений, вызывающих появление микрповреждений в связующем, примерно соответствуют КЛТР других образцов с той же схемой укладки нитей. Это свидетельствует о том, что количество пор в исходном состоянии больше влияет на температурные деформации, чем возможные повреждения при нагружении.

Образец с укладкой нитей $\pm 60^\circ$. Проведены 2 испытания данного образца с интервалом в 3 дня. Получены близкие значения температурных деформаций для одних и тех же датчиков, поэтому в таблице эти данные объединены. В случае, если КЛТР армирующих нитей ниже, чем у связующего, температурные деформации должны быть существенно меньше в направлении оси, ближе к которой расположены нити, в данном случае — относительно OY . Это наблюдалось для всех датчиков, кроме одного, расположенного вдоль OY , деформации которого оказались примерно такими же, как и у рядом с ним расположенного вдоль OX датчика. Такое anomальное значение температурных деформаций может быть вызвано повышенным содержанием пор в зоне наклейки этих датчиков. Без учета показаний датчика с высокими температурными деформациями среднее значение $\alpha_y^{\text{ЭК}} = 0,24 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

На рис. 4, а приведены экспериментально полученные деформации образца для одного датчика, наклеенного в осевом направлении и одного — в окружном направлении, не относящиеся к числу показавших максимальные деформации, при первом и втором испытаниях образца. Видно, что для окружных датчиков $\Delta \varepsilon_y^{\text{ЭК}} / \Delta T$ — отрицательные величины (с увеличением температуры деформации уменьшаются), но $\alpha_y^{\text{ЭК}}$ — положительные, потому что $\Delta \varepsilon_y^{\text{ЭК}} / \Delta T$ по абсолютной величине меньше, чем КЛТР керамики, на которую наклеен компенсационный датчик.

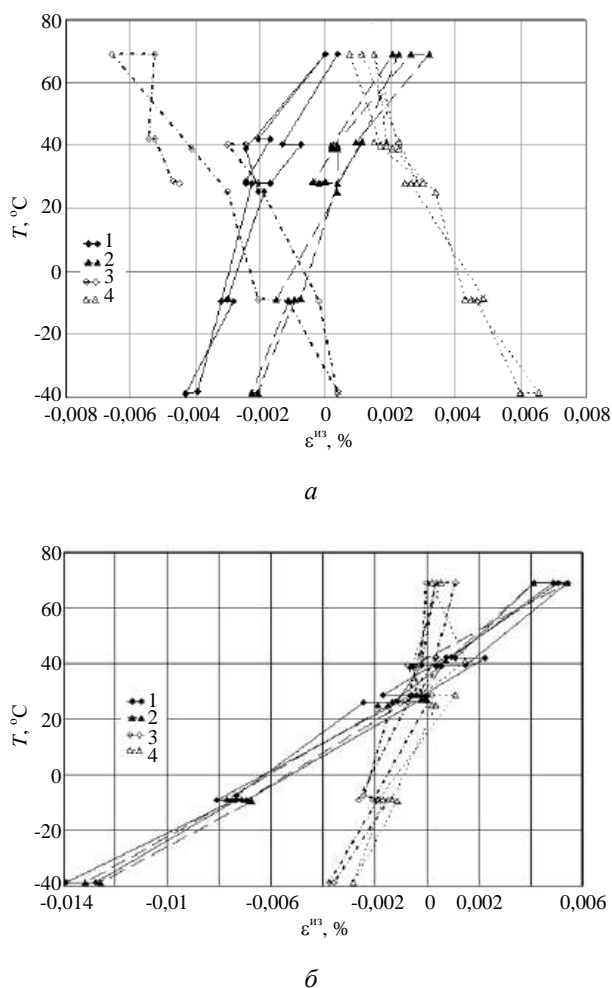


Рис. 4. Температурная зависимость для измеренных деформаций $\varepsilon^{из}$ образца с укладкой нитей относительно оси $0X \pm 60^\circ$ (а) и образца 4_1 с укладкой нитей относительно оси $0X 0/\pm 60^\circ$ (б):

1, 2 — для одного из датчиков в направлениях $0X$ (а) и $0Y$ (б);
3, 4 — для одного из датчиков в направлениях $0Y$ (а) и $0X$ (б);
1, 3 — для первого испытания; 2, 4 — для второго испытания

Образцы с укладкой нитей $0/\pm 60^\circ$. В общей сложности испытаны 2 таких образца. Для образца 4_1 проведены 2 испытания с интервалом 10 дней. Различия в показаниях одних и тех же датчиков незначительны. Поэтому в таблице экспериментальные значения этих испытаний объединены. Для образца 4_2 проведено одно испытание. Обращают на себя внимание большие экспериментальные значения КЛТР в продольном направлении обоих образцов — близкие к полученным на образцах с укладкой нитей $\pm 60^\circ$, т. е. без продольных жгутов. Для одного из осевых датчиков образца 4_1 деформации оказались примерно в 2 раза больше, чем для двух других. Без учета показаний этого датчика среднее значение $\alpha_y^{эк} = 0,86 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Для образца 4_2 разброс продольных деформаций невелик, окружные деформации зарегистрированы по показаниям одного датчика.

На рис. 4, б приведена экспериментальная зависимость деформаций образца 4_1 для одного датчика, наклеенного в окружном направлении, и одного — в осевом, показавшего деформации, соответствующие $\alpha_y^{эк} = (0,95 \pm 0,05) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ для двух испытаний.

Анализ результатов испытаний

Одной из главных отличительных особенностей исследуемого материала является повышенная пористость (поры занимают 20—30 % объема материала), причем, как было сказано ранее, на внутренней поверхности образцов содержание пор выше, чем на наружной. Некоторые поры являются замкнутыми, заполненными газом, точный состав которого неизвестен. Вероятно, есть и поры, соединенные с наружной средой через микроканалы с малой пропускной способностью газовых молекул (частично замкнутые).

При изменении температуры естественно ожидать изменения давления газа внутри пор, замкнутых полностью и частично, что должно приводить к возникновению деформаций, не связанных с температурным расширением исследуемого материала. Для трубчатого образца это эквивалентно воздействию на образец изнутри распределенного давления p , пропорционального изменению температуры. Из условий равновесия с учетом закона Гука можно записать приближенно для приращения окружных деформаций $\Delta \varepsilon_y^p$, вызванных приращением давления Δp :

$$\Delta \varepsilon_y^p = \Delta p R / (h E_y), \quad (2)$$

где R — средний радиус образца;
 h — средняя толщина образца;
 E_y — средний модуль упругости в направлении $0Y$.

В осевом направлении это приращение давления вызовет приращение деформаций:

$$\Delta \varepsilon_x^p = -\Delta p R v_{xy} / (h E_x) + \Delta p / E_x, \quad (3)$$

где v_{xy} — коэффициент Пуассона;
 E_x — средний модуль упругости в направлении $0X$.

В (3) второе слагаемое приближенно отражает влияние на деформации осевой составляющей давления в порах и меньше первого слагаемого в $(R v_{xy} / h)$ раз, т. е. существенно меньше первого слагаемого, так что вторым слагаемым можно пренебречь.

Удобнее всего оценить уровень Δp по результатам испытаний образца с укладкой нитей $\pm 45^\circ$, для которого КЛТР материала $\alpha_x = \alpha_y = \alpha$. Для этого образца можно записать

$$\alpha_y^{\text{ЭК}} \Delta T = \alpha \Delta T + \Delta p R / (h E_y); \quad (4)$$

$$\alpha_x^{\text{ЭК}} \Delta T = \alpha \Delta T - \Delta p R v_{xy} / (h E_x). \quad (5)$$

Поделив почленно выражения (4) и (5) на ΔT , получим систему из двух уравнений с двумя неизвестными: α и $(\Delta p / \Delta T)$.

Если в соответствии с таблицей принять, что $\alpha_x^{\text{ЭК}} = 0,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $\alpha_y^{\text{ЭК}} = 3,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, значения ранее экспериментально определенных характеристик упругости $E_x = E_y = 30 \text{ ГПа}$, $v_{xy} = 0,65$, размеры $R = 31 \text{ мм}$, $h = 2,5 \text{ мм}$, то получим $(\Delta p / \Delta T) = 4,2 \text{ Па/К}$, $\alpha = 2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Если взять $\alpha_x^{\text{ЭК}} = -0,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $\alpha_y^{\text{ЭК}} = 1,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, то получим $(\Delta p / \Delta T) = 3,0 \text{ Па/К}$, $\alpha = 0,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Полученные результаты расчетов говорят о том, что даже очень маленькие давления в порах способны внести искажения в экспериментально определяемые значения КЛТР пористых материалов. Различия результатов расчетов для первого и второго вариантов $\alpha_x^{\text{ЭК}}$ и $\alpha_y^{\text{ЭК}}$ для образца с укладкой нитей $\pm 45^\circ$ могут быть объяснены дополнительным осаждением графита и SiC из газовой фазы в порах с течением времени, а также диффузией газов из пор в окружающую среду. Поскольку КЛТР исследуемого материала малы по величине (измеряемые температурные деформации равны сотым и тысячным долям процента), то на экспериментальные значения КЛТР начинают оказывать существенное влияние даже незначительные изменения в структурном составе материала. Так, наблюдаемое для большинства образцов уменьшение КЛТР со временем связано, вероятнее всего, с диффузией газов из пор в окружающую среду и, соответственно, с уменьшением вклада давления в порах в измеряемые деформации. Обратное явление — увеличение КЛТР со временем для образца 2_3, испытанного после выдержки при повышенной влажности окружающей среды, — возможно, является следствием диффузии паров воды в поры материала.

Эксперименты показали, что для исследуемого материала характерна существенно большая, чем для композитов с небольшой пористостью, неоднородность деформаций по поверхности образцов, вызванная неоднородностью распределения пор и других компонентов материала.

Итак, показана реальность существенного изменения температурных деформаций трубчатых образцов из исследуемого материала из-за влияния зависимости давления газа в порах от температуры. Этот эффект в сочетании с близкими малыми значениями КЛТР углеродных нитей, аморфного графита и SiC может приводить к нетипичной для малопористых материалов зависимости температурных деформаций от углов укладки нитей. В частности, обнаружены близкие значения $\alpha_x^{\text{ЭК}}$ (в осевом направлении) для образцов с продольными нитями и без них при укладке винтовых нитей как под углами $\pm 45^\circ$, так и под углами $\pm 60^\circ$ (см. таблицу). При этом $\alpha_y^{\text{ЭК}}$ (в окружном направлении) заметно различаются у образцов с продольными нитями и без них, особенно у образцов с укладкой нитей $\pm 60^\circ$ и $0/\pm 60^\circ$.

В основном зависимость температурных деформаций от температуры близка к линейной (см. рис. 3, 4). Однако для большинства образцов получены увеличения $\Delta \epsilon^{\text{из}} / \Delta T$ при температурах $40 \dots 70^\circ \text{C}$ и $-10 \dots -40^\circ \text{C}$. Эти увеличения различны для разных образцов и даже разных датчиков одного образца. Причиной таких увеличений при высокой температуре может быть испарение сконденсированных на стенках пор компонентов веществ и увеличение за счет этого давления в порах, а при отрицательной температуре — замерзание сконденсированных на стенках пор компонентов веществ и совместное деформирование их со связующим композита (если КЛТР замерзшей пленки больше, чем связующего, то это приведет к некоторому увеличению КЛТР композита). Поскольку изготовление УККМ включает длительное осаждение из газовой фазы сначала графита, потом SiC, предположения о сложном составе компонентов веществ внутри пор являются вполне правдоподобными.

Проверка достоверности высказанных предположений о причинах нетипичных для композитов закономерностей изменения температурных деформаций и КЛТР исследуемого материала требует дополнительных исследований, которые планируется провести в будущем.

Заключение

Проведены испытания на температурные воздействия трубчатых образцов на основе плетеных каркасов с двух- и трехосевой схемами плетения. Построена температурная зависимость продольных и поперечных деформаций. Определены средние коэффициенты линейного теплового расширения вдоль осей ортотропии материала на ос-

нове углеродных нитей UMT40-3K и углерод-керамического связующего.

Приведены значения основных технологических параметров материала образцов: объемного процентного содержания нитей, пироуглерода (графита), SiC и пор. Объем проведенных испытаний недостаточен для установления связей между отдельными средними для образца значениями технологических параметров и экспериментальными значениями КЛТР. Однако можно отметить, что случайная неоднородность распределения компонентов связующего по поверхности образца приводит к большим разбросам температурных деформаций, чем изменение средних для образца технологических параметров от образца к образцу.

Полученные экспериментальные результаты позволили выявить специфические особенности изменения температурных деформаций материала, связанные с высокой пористостью при малых КЛТР связующего и нитей.

Отмечена заметная зависимость экспериментальных значений КЛТР от конструктивных особенностей исследуемых образцов и от времени между испытаниями. Наиболее вероятная причина такой зависимости — влияние изменения давления газа в порах при изменении температуры, сопровождаемого еще и адсорбцией-десорбцией газа в порах.

Полученные результаты могут быть использованы при совершенствовании технологии изготовления и при разработке расчетных моделей для композитных конструкций на основе плетеных цельнотканых многослойных каркасов из углеродных нитей и углерод-керамической матрицы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Смердов А. А., Таирова Л. П., Тимофеев П. А., Тимофеев И. А. Экспериментальное исследование степени влияния особенностей формирования и состава углерод-керамической матрицы на характеристики трубчатых образцов из углерод-керамического композиционного материала // Конструкции из композиционных материалов. 2019. № 4. С. 30—39.
2. Смердов А. А., Таирова Л. П., Тимофеев И. А. Экспериментальные исследования характеристик трубчатых образцов из композиционных материалов на основе плетеных цельнотканых многослойных углеродных каркасов и полимерной, углеродной и керамической матриц // Конструкции из композиционных материалов. 2018. № 2. С. 52—59.
3. Донецкий К. И., Караваев Р. Ю., Раскутин А. Е., Дун В. Углепластик на основе объемно-армирующей триаксиальной плетеной преформы // Труды ВИАМ. 2019. № 1. <http://www.viam-works.ru>
4. Carey J. P., Melenka G. W., Hunt A. J., Ayranci C. Introduction to braided composite material behavior // Handbook of Advances in Braided Composite Materials. Woodhead Publishing. 2017. P. 207—237.
5. Таирова Л. П. Экспериментальное определение коэффициентов линейного термического расширения композитов. — М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2017. — 36 с.

Experimental study of thermal expansion coefficients of carbon ceramic composites With the aid of braided tubular specimens

A. A. SMERDOV, L. P. TAIROVA

Bauman's Moscow State Technical University, Moscow, Russia

I. A. TIMOFEEV, P. A. TIMOFEEV

OJSC "Kompozit", Korolev, Moscow Region, Russia

The paper presents the results of the experimental study of thermal strains and thermal expansion coefficients (TEC) for tubular specimens made from solid-braided reinforcements based on UMT40-3K carbon fibers and a carbon ceramic matrix. The strains were measured with the aid of strain gauges within the temperature range from -40 to +70 °C in the ILKA-KPK400 thermal chamber. The specimens had the following reinforcing structures: 0/±45°, ±45°, 0/±60°, ±60° relatives to the longitudinal axis. Main experimental results are given. Analyzed was the effect of porosity, ratio of material components, reinforcing structures on the values and the rules of TEC variations along orthotropic axes. It was shown that high porosity (20—30 %) and low TCE values of material components were the main reasons for non-typical ratios between thermal strains of the specimens with examined reinforcing structures.

Keywords: carbon ceramic composites, braiding process, experiment, tubular specimens, thermal expansion coefficients, strain-gauge measurement.

УДК 538.91, 538.95.

Поверхности температур Кюри в многокомпонентных системах сегнетоэлектрических твердых растворов — основ композиционных материалов

К. П. АНДРЮШИН, канд. физ.-мат. наук; И. Н. АНДРЮШИНА, канд. физ.-мат. наук;
Л. А. ШИЛКИНА; Е. В. ГЛАЗУНОВА; И. А. ВЕРБЕНКО, д-р физ.-мат. наук;
Л. А. РЕЗНИЧЕНКО, д-р физ.-мат. наук

Научно-исследовательский институт физики Южного федерального университета,
г. Ростов-на-Дону, Россия

Описана методика, которая может быть использована при разработке многокомпонентных систем сегнетоэлектрических (СЭ) твердых растворов (ТР) — основ промышленно выпускаемых функциональных материалов.

Ключевые слова: сегнетоэлектрики, температура фазового перехода, диэлектрические характеристики.

В условиях характерного для современной науки сжатия инновационных циклов, заключающегося в существенном сокращении времени между получением новых знаний и выходом на рынок созданной технико-технологической продукции, а также исчерпанности многих видов сырьевых ресурсов из-за их экстенсивной эксплуатации, усиливается роль научного прогнозирования, затрагивающего практически все отрасли мировой экономики [1]. Особенно остро эта проблема стоит в функциональном материаловедении в связи с переходом в последнее время к многоэлементным интеллектуальным (с особыми электрическими и/или магнитными состояниями) средам, компоненты которых обладают принципиально разными свойствами [2]. Последнее требует изготовления огромного количества образцов и проведения многочисленных трудоемких измерительных операций, в связи с чем приобретает особую важность разработка расчетных методов определения *a priori*

свойств твердых растворов (ТР) многокомпонентных ($n > 2$, n — число компонентов) систем — основ промышленно выпускаемых материалов [3] — по известным характеристикам составляющих их базовых соединений и/или ТР бинарных систем.

Поскольку одной из важнейших характеристик функциональных (сегнетоактивных) материалов является температура Кюри T_K , определяющая рабочий интервал их эксплуатации в реальных устройствах, представлялась актуальной разработка сравнительно простого метода оценки характера концентрационных зависимостей T_K , что и было сделано в 1960 — 80-е гг. [4, 5] для случая простых бинарных систем. Показано, что в таких объектах, если крайние компоненты (сегнето- или антисегнетоэлектрики) изоструктурны, имеют общий катион и фазовые диаграммы состояний не осложнены морфотропными переходами или другими видами структурных неустойчивостей, T_K линейно зависит от концентрации компонентов. В противном случае кривая $T_K(x)$ имеет минимум, положение которого и соответствующая $T_{K_{\min}}$ могут быть приближенно рассчитаны по формулам

$$T_{K_{\min}} = \frac{4T_{11}T_{22} - (T_{12} + T_{21})^2}{4(T_{11} + T_{22} - T_{12} - T_{21})},$$

$$x_{\min} = \frac{2T_{11} - T_{12} - T_{21}}{2(T_{11} + T_{22} - T_{12} - T_{21})},$$

где T_{ik} — температуры Кюри соединений $A^iB^kO_3$, $T_{12} = T_{21} = 0$ К.

Последнее допущение сделано для случая, если промежуточные соединения $A^1B^2O_3$ и $A^2B^1O_3$ не являются сегнетоэлектриками. В более поздней работе [6] показано, что лучшее согласие с экспериментом достигается при учете неравенства нулю T_K даже одного из промежуточных соединений.

Андрюшин Константин Петрович, научный сотрудник отдела "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: vortexblow@gmail.com

Андрюшина Инна Николаевна, старший научный сотрудник отдела "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: futur6@mail.ru

Шилкина Лидия Александровна, старший научный сотрудник отдела "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: lid-shilkina@yandex.ru

Глазунова Екатерина Викторовна, научный сотрудник отдела "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: kate93g@mail.ru

Вербенко Илья Александрович, директор.

E-mail: ilich001@yandex.ru

Резниченко Лариса Андреевна, заведующая отделом "Интеллектуальные материалы и нанотехнологии".

E-mail: ilich001@yandex.ru

Статья поступила в редакцию 18 марта 2020 г.

© Андрюшин К. П., Андрюшина И. Н., Шилкина Л. А., Глазунова Е. В., Вербенко И. А., Резниченко Л. А., 2020

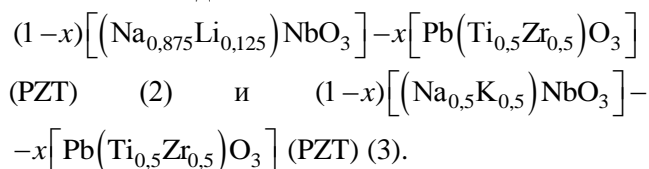
Описанная методика определения экстремальных значений $T_{K_{\min}}$ и x_{\min} может быть применена и к более сложным системам ТР, которые, как правило, разрабатывают на основе уже исследованных двух- или трехкомпонентных систем [3]. В этом случае многокомпонентную систему можно представить как двухкомпонентную, если в качестве крайних точек последней выбрать нужные точки на фазовых диаграммах исходных систем. Изменяя положение выбранных точек, можно получить различные сечения поверхности температур сегнетоэлектрических фазовых переходов n -компонентной системы, по которым можно составить представление о характере этой поверхности. В целях проверки правомерности такого рассмотрения авторами с помощью комплексных (рентгенографических и диэлектрических) исследований изучены концентрационные зависимости T_K в трех- и четырехкомпонентных системах вида $\text{NaNbO}_3\text{—LiNbO}_3\text{—PbTiO}_3$, $\text{NaNbO}_3\text{—LiNbO}_3\text{—PbTiO}_3\text{—PbZrO}_3$, $\text{NaNbO}_3\text{—KNbO}_3\text{—PbTiO}_3\text{—PbZrO}_3$.

Объекты, методы получения и исследования образцов

Объектами исследования явились ТР:

- трехкомпонентной системы $x\text{NaNbO}_3\text{—}y\text{LiNbO}_3\text{—}z\text{PbTiO}_3$ (1) (x, y, z — содержание NaNbO_3 , LiNbO_3 , PbTiO_3 соответственно), изученной выбранными по треугольнику Гиббса двумя группами сечений: десятью сечениями, соответствующими содержанию PbTiO_3 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0; 35,0; 40,0; 45,0 мол. % (z -сечения), и девятью сечениями, соответствующими содержанию LiNbO_3 3,5; 5,0; 7,0; 9,0; 10,0; 11,0; 12,5; 13,0; 13,5 мол. % (y -сечения). В z -сечениях синтезированы составы с 3,0—13,5 мол. % LiNbO_3 , в y -сечениях — с 2,5—4,5 мол. % PbTiO_3 ;

- квазибинарных сечений четырехкомпонентных систем вида



Синтез ТР всех изученных систем осуществляли двухстадийным методом твердофазных реакций при $T_1 = 1123$ К, $T_2 = 1173$ К, $\tau_1 = \tau_2 = 4$ ч (1); $T_1 = T_2 = 1123$ К, $\tau_1 = \tau_2 = 5$ ч (2); $T_{\text{син1}} = 1123$ К, $T_{\text{син2}} = 1143$ К, $\tau_1 = \tau_2 = 6$ ч (3), спекание — методом горячего прессования (с извне приложенным давлением) при $T_{\text{спек}} = (1220\text{—}1450)$ К (в зависимости от состава), $\tau_{\text{спек}} = 40$ мин, $P = 20$ МПа (1); $T_{\text{спек}} = (1228\text{—}1498)$ К (в зависимости от состава), $\tau_{\text{спек}} = 40$ мин, $P = 20$ МПа (2) и по обычной керамической технологии при $T_{\text{спек}} = 1410$ К, $\tau_{\text{спек}} = 2$ ч (3).

Использовали реактивы (исходные монооксиды и карбонаты) достаточно высокой степени чистоты (квалификаций "чда" — чистый для анализа и "хч" — химически чистый с содержанием основного элемента не ниже 98,9 %).

Рентгенофазовый и прецизионный рентгеноструктурный анализы проводили при 300 К на дифрактометре ДРОН-3 ($\text{Co}_{K\alpha}$ -излучение; Fe-фильтр; схема фокусировки по Брэггу—Брентано). Исследовали объемные и измельченные керамические объекты, что позволило исключить влияние поверхностных эффектов, напряжений и текстур, возникающих в процессе получения керамик. Расчет структурных параметров производили по стандартным методикам [7], аппроксимацию профилей дифракционных линий проводили функцией Lorentz. Однородный параметр деформации δ рассчитывали по формулам $\delta = \cos a$ для ромбоэдрической (Рэ) фазы и $\delta = \frac{2}{3}\left(\frac{c}{a} - 1\right)$ для тетрагональной (Т) фазы [8]. Погрешности измерения

структурных параметров составляли $\Delta a = \Delta b = \Delta c = (\pm 0,003\text{—}0,005)$ Å, $\Delta\beta = \pm 0,05^\circ$, $\Delta V = (\pm 0,1\text{—}0,2)$ Å³, где a, b, c, β — параметры, V — объем ячейки.

Плотность керамики $\rho_{\text{эк}}$ определяли методом гидростатического взвешивания. В качестве жидкой среды использовали октан. Формула для расчета имеет вид $\rho_{\text{эк}} = (\rho_{\text{ок}}m_1)/(m_2 - m_3 + m_4)$, где $\rho_{\text{ок}}$ — плотность октана; m_1 — масса сухой заготовки; m_2 — масса заготовки, насыщенной октаном; m_3 — масса насыщенной заготовки, взвешенной в октане с подвесом; m_4 — масса подвеса без заготовки. Расчет рентгеновской плотности $\rho_{\text{рен}}$ проводили по формуле $\rho_{\text{рен}} = MZ/(N_A V)$, где M — молекулярная масса; Z — число формульных единиц, приходящихся на элементарную ячейку; N_A — число Авогадро; V — объем элементарной ячейки. Относительную плотность $\rho_{\text{от}}$ рассчитывали по формуле $(\rho_{\text{эк}}/\rho_{\text{рен}}) 100$ %.

Определение T_K осуществляли на основе исследования температурной зависимости действительной ($\varepsilon'/\varepsilon_0$) и мнимой ($\varepsilon''/\varepsilon_0$) частей относительной комплексной диэлектрической проницаемости в интервале $T = (300\text{—}943)$ К с помощью специально сконструированного стенда, включающего LCR-meter Agilent 4980A ($f = 10^3$ Гц) (фирма-производитель Agilent Technologies, Inc., Santa Clara, CA).

Экспериментальные результаты, обсуждение

Значения $\rho_{\text{эк}}$ всех анализируемых керамик достаточно высоки ($\sim 0,95\text{—}0,97 \rho_{\text{рен}}$), что определяет надежность и достоверность полученных в работе результатов.

На рис. 1 показаны фазовые диаграммы систем 1—3, построенные с привлечением данных из [2, 6, 9], а на рис. 2 — зависимость $T_K(x)$ и $\delta(x)$ для всех выбранных y -сечений с совпадающими (по x) минимумами (в силу однозначной связи между этими величинами [10]), соответствующими областям морфотропных фазовых переходов в системах. Заметим, что более детальные исследования зависимости $T_K(x)$, проведенные в данной работе, позволили уточнить фазовые диаграммы систем: в 2 выделена морфотропная область с сосуществующими псевдокуби-

ческой (Пск) и T -фазами (рис. 3, а), а в 3 — Пск-область со следами T -фазы (рис. 3, б).

Отметим, что при "движении" вдоль z -сечений (см. рис. 1) такая картина наблюдается только при увеличенных содержаниях PbTiO_3 , когда в наибольшей степени проявляются "разноэлементность" и гетеровалентность в A - и B -подрешетках перовскитовой структуры. При этом даже в однофазной T -области это имеет место, что свидетельствует о неких внутрифазовых превращениях, провоцирующих экстремальное "поведение" T_K и δ в области, обогащенной титаном свинца.

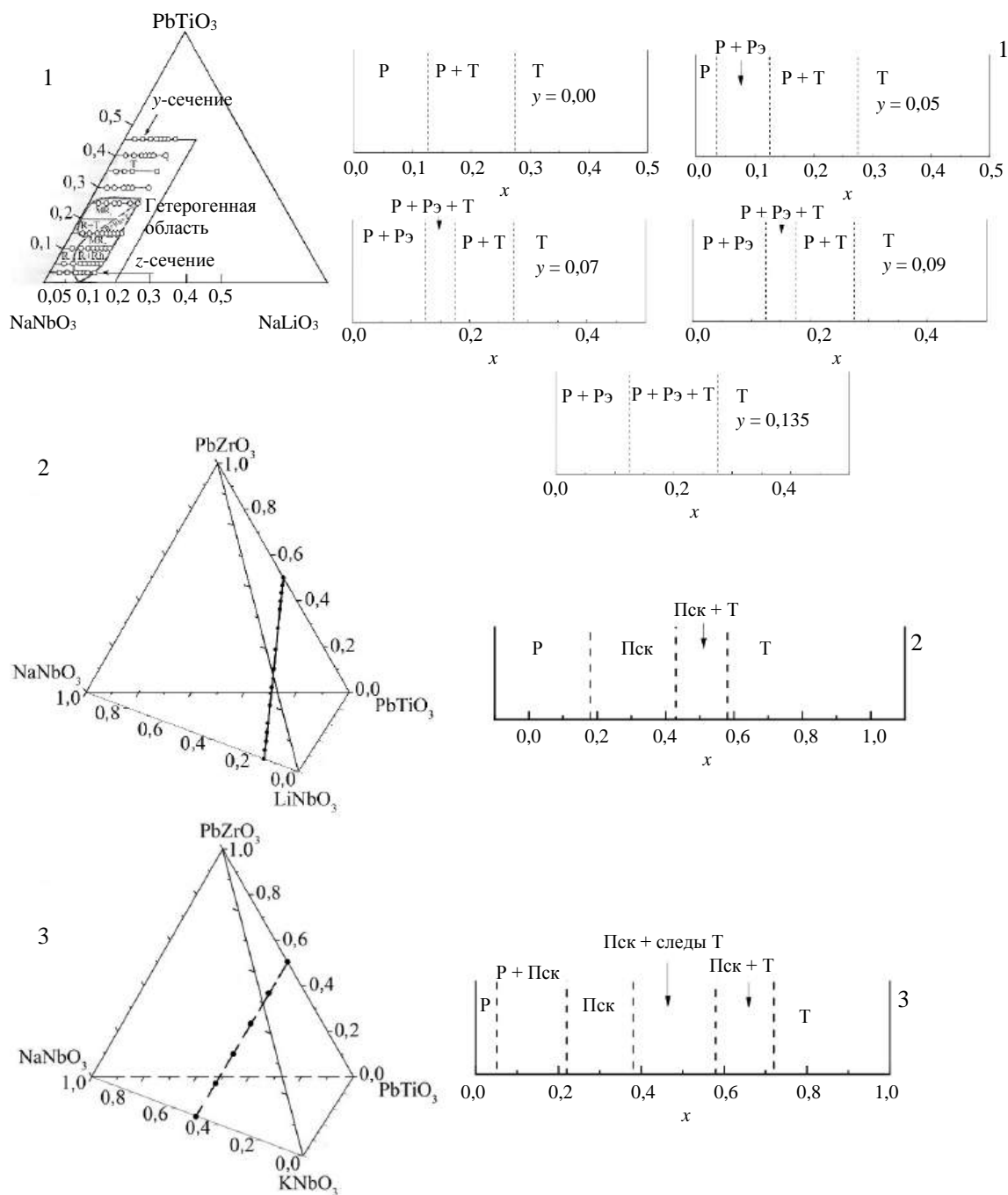


Рис. 1. Реальные диаграммы состояний систем 1—3:

P — ромбическая фаза; Pz — ромбоэдрическая; Пск — псевдокубическая; T — тетрагональная

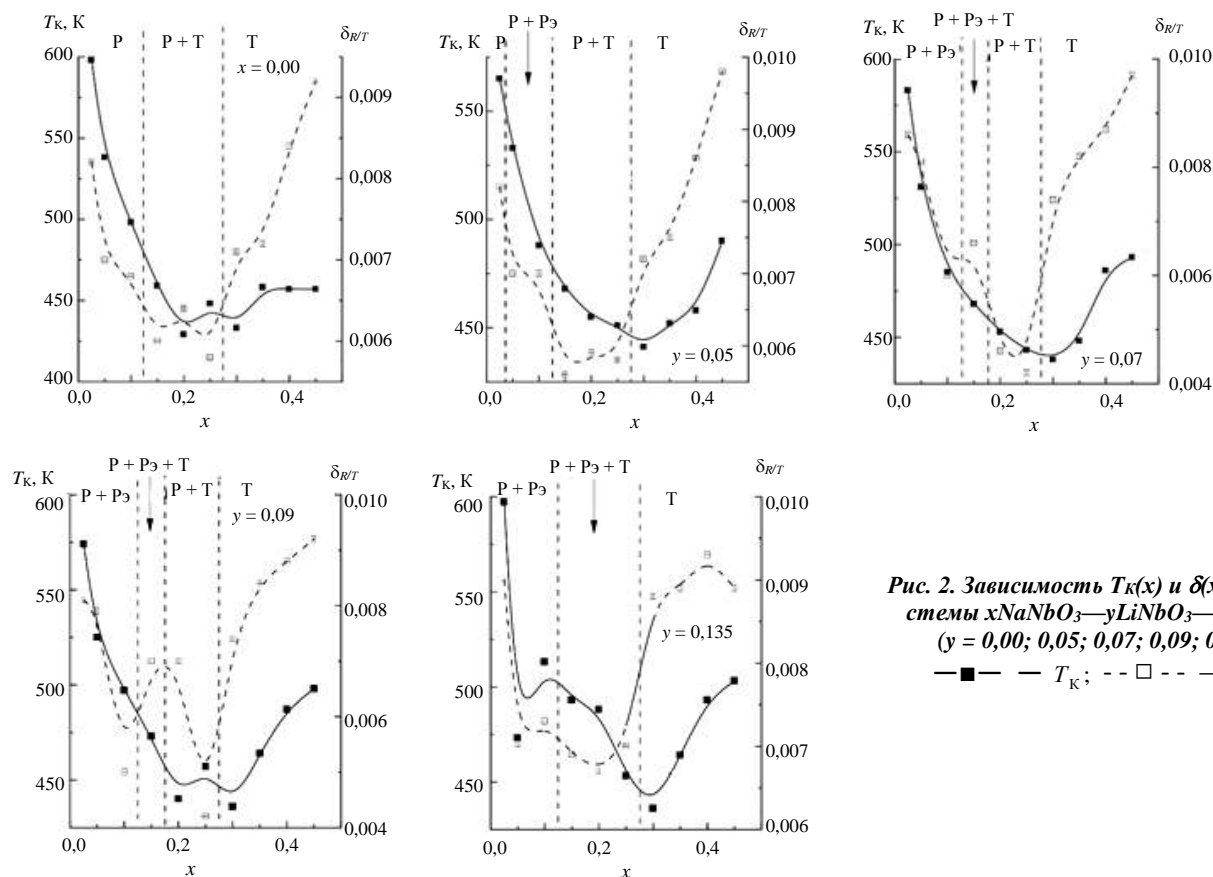


Рис. 2. Зависимость $T_K(x)$ и $\delta(x)$ в ТР системы $x\text{NaNbO}_3-y\text{LiNbO}_3-z\text{PbTiO}_3$ ($y = 0,00; 0,05; 0,07; 0,09; 0,135$)

—■— — T_K ; - - □ - - $\delta_{R/T}$

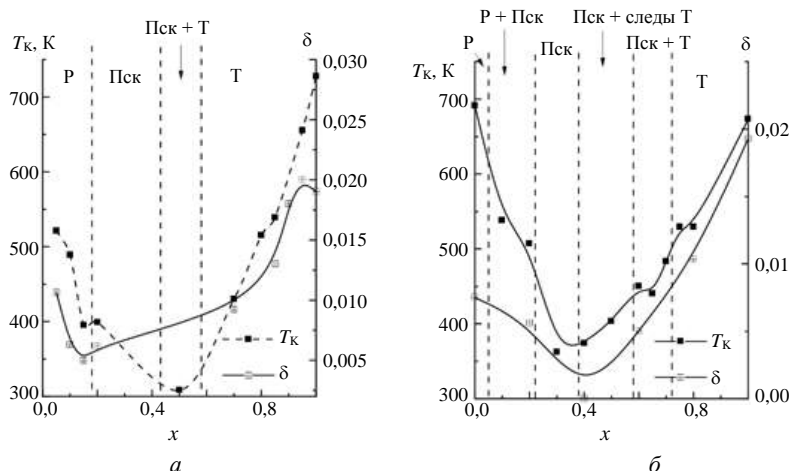


Рис. 3. Зависимость $T_K(x)$ и $\delta(x)$ в ТР систем $(\text{Na}, \text{Li})\text{NbO}_3\text{—PZT}$ (а) и $(\text{Na}, \text{K})\text{NbO}_3\text{—PZT}$ (б)

В таблице приведены значения T_K , соответствующие экстремуму (минимуму) ее концентрационной зависимости в исследуемых системах. Хорошо видно, что лучшее совпадение расчетных

и экспериментальных значений $T_{K_{\min}}$ и x_{\min} наблюдается при учете неравенства нулю одного из промежуточных соединений, как это отмечено в [6].

Значения температуры Кюри, соответствующие экстремуму ее концентрационной зависимости в исследуемых n-компонентных системах твердых растворов на основе ниобата натрия

| Система | Экспериментальное значение температур, К | | | Расчетное значение температуры, К | | |
|--|--|----------|----------------|-----------------------------------|------------------------|----------------|
| | T_{11} | T_{22} | $T_{K_{\min}}$ | $T_{12} = T_{21} = 0 \text{ К}$ | $T_{12} = 0 \text{ К}$ | |
| $(100-x)\text{Na}_{1-y}\text{Li}_y\text{NbO}_3-x\text{PbTiO}_3$ | | | | $T_{K_{\min}}$ | T_{21}^* | $T_{K_{\min}}$ |
| $y = 3,0$ | 565 | 760 | 405 | 325 | 220 | 375 |
| $y = 5,0$ | 590 | 760 | 425 | 330 | 220 | 385 |
| $y = 9,0$ | 570 | 760 | 435 | 325 | 220 | 380 |
| $(\text{Na}, \text{Li})\text{NbO}_3\text{—Pb}(\text{Ti}, \text{Zr})\text{O}_3$ | 620 | 690 | 340 | 325 | 220 | 380 |
| $(\text{Na}, \text{K})\text{NbO}_3\text{—Pb}(\text{Ti}, \text{Zr})\text{O}_3$ | 565 | 760 | 324 | 325 | 760 | 315 |

* Значение T_{21} для $\text{Pb}_{0,5}\text{NbO}_3$ получено экстраполяцией T_K в системе $\text{NaNbO}_3\text{—Pb}_{0,5}\text{NbO}_3$ [11].

Заключение

Предложенная методика может быть использована при разработке многокомпонентных систем сегнетоэлектрических ТР для предварительной оценки характера поведения T_K в них, в частности в наиболее интересных с точки зрения практического использования частях фазовых диаграмм — морфотропных областях.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (Государственное задание в области научной деятельности, Южный федеральный университет, 2020 г.) с использованием оборудования ЦКП "Электромагнитные, электромеханические и тепловые свойства твердых тел" (НИИ физики).

ЛИТЕРАТУРА

1. Стратегия научно-технологического развития Российской Федерации. Утв. Указом Президента Российской Федерации от 1 декабря 2016 г. № 642.
2. Nagaenko A. V., Shun-Hsyung Chang, Andryushin K. P., Shilkina L. A., Mazurickiy M. I., Andryushina I. N., Glazunova E. V., Pavelko A. A., Trusov Yu. A., Verbenko I. A., Reznichenko L. A. Multi-element ferroactive materials based on KNN-PZT compositions with fundamentally different physical properties // *Heliyon*. 2020. № 6. P. e03497. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e03497>

3. Reznichenko L. A., Verbenko I., Shilkina I. A., Pavlenko A. V., Dudkina S. I., Andryushina I. N., Andryushin K. P., Abubakarov A. G., Krasnyakova T. V. Binary, ternary and four-component systems based on sodium niobate: Phase diagrams of states, the role of the number of components and defectiveness in the formation of the properties // *Springer Proceedings in Physics*. 2018. V. 207. P. 3—23.
4. Tien T. Y., Subbarao E. S., Hrizo J. Ferroelectric phase transitions in the system $\text{PbTiO}_3\text{--KNbO}_3$ // *J. Amer. Ceram. Soc.* 1962. V. 45. № 12. P. 572—575.
5. Прокопало О. И., Фесенко Е. Г., Гавриляченко В. Г., Спинко Р. И., Бондаренко В. С. Титанат бария. — Ростов-на-Дону: Изд-во Ростовского государственного ун-та, 1971. — 214 с.
6. Раевский И. П., Резниченко Л. А., Прокопало О. И., Фесенко Е. Г. Фазовые переходы в сегнетоэлектрических твердых растворах // *ЖТФ*. 1978. № 12. С. 2601—2602.
7. Guinier A. *Theorie et Technique de la Radiocristallographie*, 2nd. Ed. — Paris: Dunod, 1956. — 736 с.
8. Семейство перовскита и сегнетоэлектричество. — М.: Атомиздат, 1972. — 248 с.
9. Дудкина С. И., Болдырев Н. А., Андрюшина И. Н., Шилкина Л. А., Андрюшин К. П., Вербенко И. А., Резниченко Л. А. Композиционные материалы на основе четырехкомпонентной системы $(\text{Na,Li})\text{NbO}_3\text{--Pb}(\text{Ti}, \text{Zr})\text{O}_3$ // *Конструкции из композиционных материалов*. 2016. № 2. С. 42—47.
10. Данцигер А. Я., Разумовская О. Н., Резниченко Л. А., Сахненко В. П., Клевцов А. Н., Дудкина С. И., Шилкина Л. А., Дергунова Н. В., Рыбачев А. Н. Многокомпонентные системы сегнетоэлектрических сложных оксидов: физика, кристаллохимия, технология. Аспекты дизайна пьезоэлектрических материалов. — Ростов-на-Дону: Изд-во Ростовского гос. ун-та. 2001, 2002. — 800 с.
11. Francombe M. H., Lewis B. Structure and Phase Transitions of Ferroelectrics Sodium- Lead Niobates and other Sodium Niobate type ceramics // *J. Ferroelectrics*. 1957. V. 2 (4). P. 387—402.

Curie temperature surfaces in multicomponent systems of ferroelectric solid solutions — the foundations of composite materials

K. P. ANDRYUSHIN, I. N. ANDRYUSHINA, L. A. SHILKINA, E. V. GLAZUNOVA,
I. A. VERBENKO, L. A. REZNICHENKO

Research Institute of Physics Southern Federal University, Rostov-on-Don, Russia

In this work, it is shown that the proposed method can be used to develop multicomponent systems of ferroelectric (FE) SS-based industrially produced functional materials.

Keywords: ferroelectrics, phase transition temperature, dielectric characteristics.

Разработка волоконно-оптических датчиков контроля технических характеристик и оценки работоспособности композитных узлов изделий авиационной и ракетно-космической техники (Обзор)

М. И. БЕЛОВОЛОВ, канд. физ.-мат. наук; М. М. БЕЛОВОЛОВ
Институт общей физики им. А. М. Прохорова РАН, Москва, Россия

С. Л. СЕМЕНОВ, д-р физ.-мат. наук
Научный центр волоконной оптики им. Е. М. Дианова, Москва, Россия

О. Н. БУДАДИН, д-р техн. наук; С. О. КОЗЕЛЬСКАЯ, канд. техн. наук;
Ю. Г. КУТЮРИН, канд. техн. наук

АО «Центральный научно-исследовательский институт специального машиностроения», Москва, Россия

Рассмотрены волоконно-оптические датчики (ВОД) на волоконных брегговских решетках (ВБР), методы их интеграции в полимерные композиционные материалы (ПКМ) и контроля их характеристик. Выявлены направления разработки ВОД для контроля качества элементов и узлов изделий летательного аппарата (ЛА), изготовленных из ПКМ. Определены максимально допустимые воздействия на оптическое волокно и датчики на его основе. Проанализирована тенденция изготовления многосенсорных конструкций ВОД на монолитном волокне с записанными в сердцевине ВБР или миниатюрных конструкций для одновременной работы двух-четырех и большего количества независимых сенсоров на одном волокне без увеличения поперечных габаритов волоконного датчика. Выявлена возможность использования протяженного целостного волокна как распределенного многосенсорного чувствительного элемента, встроенного в конструкцию крыла самолета или в корпус космического ЛА. Выявлена и экспериментально подтверждена возможность создания волоконно-оптических датчиков акустической эмиссии (ВОД АЭ) для мониторинга ресурса прочности и долговечности конструкций из КМ со встроенными оптическими волокнами.

Ключевые слова: оптическое волокно, волоконные брегговские решетки, композиционные материалы, односторонние лазеры, прочность конструкций, диагностика состояния.

Исследованию возможности создания и применения ВОД для контроля технических характеристик и оценки работоспособности композитных элементов и узлов изделий авиационной и ракетно-космической техники (АРКТ) во многом способствовали удачные эксперименты и натурные испытания ВОД на ВБР, записанных в сердцевине

одномодовых оптических волокон [1, 2]. Установлено, что датчики на ВБР обеспечивают удобное измерение одних из основных физических величин в конструкциях — температуры, а также статических и медленно меняющихся механических напряжений. Однако перечень ВОД и физических воздействий на конструкции ЛА гораздо шире и требует разработки других разновидностей датчиков. Волоконно-оптические датчики акустической эмиссии позволяют полностью заменить пьезоэлектрические преобразователи и могут встраиваться в конструкции ЛА, не изменяя их габариты, массу и прочностные характеристики. ВОД АЭ могут предоставлять важнейшую информацию о зарождающихся дефектах, влияющих на усталостную прочность и ресурс работоспособности изделий как в процессе изготовления, так и при испытаниях и рабочих режимах эксплуатации в реальном времени.

Возможность встраивать ВОД в элементы и узлы двигателя или корпуса ЛА позволяет качественно на новом уровне подойти к разработке, испытаниям и эксплуатации аппаратов. Отмечено

Беловолов Михаил Иванович, ведущий научный сотрудник.
E-mail: bmi@fo.gpi.ru

Беловолов Михаил Михайлович, старший научный сотрудник.
E-mail: bmi@fo.gpi.ru

Семенов Сергей Львович, научный руководитель.
E-mail: sls@fo.gpi.ru

Будадин Олег Николаевич, начальник отдела технической диагностики и неразрушающего контроля.
E-mail: oleg.budadin@yandex.ru.

Козельская Софья Олеговна, старший научный сотрудник.
E-mail: kozelskaya.sofik1977@yandex.ru

Кутюрин Юрий Григорьевич, ведущий научный сотрудник.
E-mail: coinhobby@yandex.ru

Статья поступила в редакцию 26 июня 2020 г.

© Беловолов М. И., Беловолов М. М., Семенов С. Л., Будадин О. Н., Козельская С. О., Кутюрин Ю. Г., 2020

но [1], что применение оптоволоконных технологий и ВОД позволяет создавать встроенные системы самодиагностики авиационных конструкций и перейти от технической эксплуатации авиационной техники по ресурсу к эксплуатации по состоянию. Однако только наличия данных статического напряжения конструкции, которое может быть измерено ВОД на ВБР, недостаточно, необходимы регистрация и картографирование всех зарождающихся и развивающихся в конструкции дефектов с определением их местоположения на корпусе или в двигателе ЛА, определение их концентрации, а также проведение сравнения их величин с критическими значениями. Это возможно только с привлечением сети ВОД АЭ, при ведении электронного паспорта состояния дефектности и обоснованного ресурса прочности изделия, чтобы во всех ответственных частях конструкции знать функцию прочности — зависимость плотности импульсов акустической эмиссии, излученных с данного участка или элемента конструкции, от эксплуатационной нагрузки.

Волоконные датчики и системы: направления создания и проблемы

Для оценки работоспособности композитной части конструкции сети ВОД различных физических воздействий на изделие АРКТ должны охватывать все критически важные узлы. Очевидно, что сети должны быть комбинированными и состоять из разнородных датчиков [1—6], а их количество не должно быть аномально большим. На рис. 1 показана схема расположения сети ВОД АЭ на летательном аппарате, элементы и узлы которого изготовлены из ПКМ.

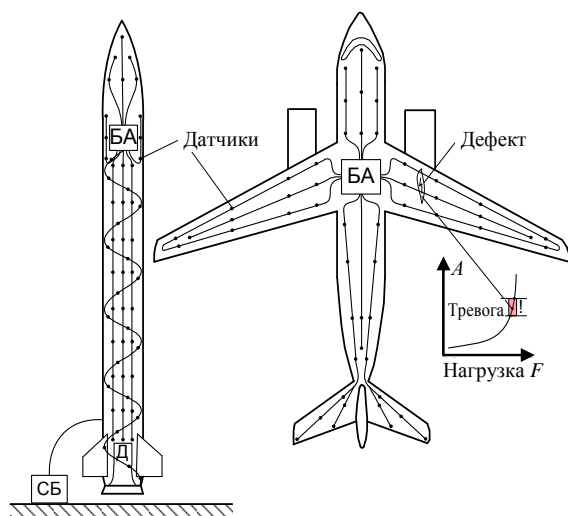


Рис. 1. Схема расположения сети волоконно-оптических датчиков акустической эмиссии на ЛА:

БА — бортовая аппаратура; СБ — стартовый блок.

На вставке — характеристика локальной прочности изделия по данным сети ВОД АЭ

Импульсы акустической эмиссии занимают полосу частот сигналов от ~ 30 до 500 кГц, и их оцифровка и запоминание требуют наличия вычислительной техники с достаточно высокими производительностью и объемом памяти. Поэтому с учетом резервирования количество ВОД АЭ должно быть разумно ограничено. Данные о возникающем в конструкции дефекте должны появляться в режиме реального времени и отображаться основной нагрузочной функцией прочности — зависимостью числа импульсов акустической эмиссии A с единицы поверхности от нагрузки F и индикацией опасной зоны значений A , при которых вырабатывается сигнал тревоги. Возможные случаи применения волоконных датчиков приведены в [4, 5].

С учетом возрастающего количества волоконных датчиков, разрабатываемых в расчете на их применение в АРКТ, для создания эффективно действующих систем мониторинга необходимо разработать [1—6]:

- архитектуру облика и экспериментальные модели распределенных волоконных и точечных датчиков (в том числе температуры, давления, деформации, ускорения, вибрации, обледенения и т. д.) для металлических и неметаллических несущих конструкций ЛА и наземную инфраструктуру;
- бортовую аппаратуру, регистраторы и преобразователи сигналов с ВОД, обеспечивающие непрерывность измерения данных при регламентных работах и всех режимах эксплуатации. При этом обеспечить миниатюризацию БА, интегральное исполнение и снижение энергопотребления;
- серийные методики интеграции/установки ВОД в элементы и узлы конструкции из полимерных композиционных материалов и других КМ;
- специальную аппаратуру и комплекс методов технической диагностики и неразрушающего контроля по обнаружению опасных дефектов, в том числе образующихся в процессе эксплуатации;
- алгоритмы прогнозирования сроков службы и оценки показателей надежности изделий из КМ для принятия решения о дальнейшей эксплуатации.

Решение отмеченных задач должно происходить на фоне развитой микроэлектронной техники [3] и зарождающихся технологий производства ВОД и новых средств измерения различных физических воздействий [7].

Уровень развития технологий изготовления волоконно-оптических систем связи и датчиков

Преимуществами современных оптических волокон являются их широкополосные частотные

свойства, многоканальность, малые габариты и масса, полная электро-, искро- и пожаробезопасность, безиндуктивность, механическая и функциональная гибкость при интеграции (встраивании) в корпуса ЛА и в двигатели. Отметим, что к моменту рассмотрения возможностей применения волоконных датчиков в указанных целях уже получило развитие оснащение отрасли полупроводниковой электроникой и предельно компактными функциональными элементами, сигналы в которых формируются и передаются по электрическим проводникам [3]. Оптические методы развязки, формирования и передачи сигналов широко реализуются средствами оптоэлектроники и интегральной оптики [4—7]. Однако на значительные расстояния сигналы передаются в основном по электрическим проводникам, как правило медным и/или посеребренным. Оптические волокна, применение которых позволило существенно сэкономить цветные металлы, расширить широкополосность передачи сигналов и снизить массу ЛА, впервые были использованы в качестве каналов для передачи информации при межплатных и межблоковых соединениях. Этот вопрос приобретает особую актуальность в связи с развитием лазеров, малощумящих фотоприемников и современных оптических волокон с малыми потерями. Волоконные датчики, предполагаемые к разработке и применению в композитных частях изделий АРКТ, должны составить конкуренцию полупроводниковым датчикам и занять "экологическую нишу" среди средств измерения как по номенклатуре, так и по количеству внедрений.

Оценка максимальных физических нагрузок на волокно и датчики для тяжелых условий эксплуатации

Волоконно-оптические датчики для композитных частей изделий АРКТ должны выполнять требуемые функции измерительных устройств в максимально компактном виде и быть рассчитаны на предельные эксплуатационные нагрузки, прежде всего по механическим напряжениям, рабочим температурам и давлению. Срок их службы должен быть не менее 10 лет. Датчики должны работать вплоть до физического разрушения всей конструкции, в которую они встроены.

Известно [8, 9], что при быстрых растяжениях (несколько секунд) перед обрывом волокно остается работоспособным вплоть до относительных удлинений до ~8 %. Это соответствует давлению в осевом направлении ~5,5 ГПа или силе растяжения ~65 Н для волокна с внешним диаметром 125 мкм. При медленном растяжении разрывная

прочность и относительное удлинение уменьшаются из-за эффектов статической усталости. Также серьезной проблемой является проскальзывание (выползание) волокна в заклейке при удлинении. Особенно заметно это происходит при удлинении < 1 %. Поэтому при оценке максимально допустимых физических воздействий на волокно или конструкцию ВОД в ПКМ авторы исходят из недопущения более 1 % относительного удлинения волокна, вызванного внешней силой (механическим растяжением, давлением, температурой и т. д.), приложенной к длине волокна $\Delta L \approx 10$ мм. То есть предполагается, что волоконные датчики, ВБР или локальные отрезки волокна должны занимать длину не более $\Delta L \approx 10$ мм. Для оценки силы приложенного физического воздействия необходимо знать коэффициенты чувствительности — преобразования величины силы воздействия F и вида воздействия (осевое натяжение, гидростатическое давление, звуковое воздействие, температура и т. д.) в величину удлинения волокна ΔL_F по абсолютной величине, чтобы не превысить требуемый предел относительного удлинения участка волокна 1 %.

Соответствующие коэффициенты чувствительности для ряда основных видов физических воздействий можно найти в работе [10, табл. 2], где показано, что наиболее существенное воздействие на фазу оптического излучения в волокне $\Delta\varphi$ производят аксиальное и радиальное растяжения ε волокна с коэффициентом пропорциональности $\sim 1,3 \cdot 10^7$ рад при длине волокна $L = 1$ м. Если длина волокна в компактном волоконном датчике ВОД составляет $L = 10$ мм, то допустимое максимальное относительное удлинение 1 % приведет к абсолютному удлинению на $\Delta L = 100$ мкм, что на рабочей длине волны оптического излучения $\lambda = 1,5$ мкм приведет к максимальному сдвигу фазы $\Delta\varphi \approx 400$ рад. Используя коэффициенты чувствительности к сдвигу фазы $\Delta\varphi$ для различных физических воздействий, можно оценить максимально допустимые рабочие значения воздействий, при которых ВОД и волокно в них сохраняют целостность и работоспособность:

- аксиальные и радиальные напряжения — до $\varepsilon \approx 10^4$ микрострейн ($\mu\varepsilon$);
- гидростатическое и акустическое давление до ~800 атм;
- перепад температуры — до $\Delta T \sim 400$ °C;
- ускорения $\gg 100g$ (из-за малой инерционной массы m).

На практике по оценочным значениям приведенных максимальных величин существует двойной-тройной запас, поскольку для применений в экстремальных условиях работы волокна и изде-

лия с использованием ВОД должны проходить специальные испытания и отбор. Так, если оптическое волокно встраивать в сопло реактивного двигателя, то следует использовать и волоконные наконечники из тугоплавкого и оптически прозрачного материала — лейкосапфира с верхней рабочей температурой до $\sim 3000^\circ\text{C}$.

Важно иметь встроенные в конструкцию волоконные сенсорные средства слежения за удлинением волокна. Простым и точным средством для мониторинга абсолютного и относительного удлинения волокна может быть встроенный в волоконную линию волоконный интерферометр типа Фабри-Перо [11—13]. При удлинении резонатора Фабри-Перо один период синусоидальной осцилляции проходящего или отраженного излучения соответствует удлинению на величину рабочей длины волны λ системы мониторинга. Как правило, рабочая длина волны составляет $\sim 1,5$ мкм, а источником служит одночастотный лазер (полупроводниковый или волоконный). Такая система мониторинга позволит легко отследить как динамику, так и статику удлинений вдоль волоконной линии по числу синусоидальных осцилляций оптического сигнала с нее. Так, удлинение на 1 % участка волокна длиной 10 мм приведет к интерферометрической регистрации около 70 периодов осцилляций сигнала и даже в режиме счета числа периодов обеспечит точность ~ 1 %. При слежении за фазой интерференционного отклика точность регистрации деформации и ее динамика могут повыситься на 1—3 порядка и составить ~ 1 нм.

Вопросы технологии встраивания оптических волокон с ВБР в ПКМ интенсивно изучают, накапливают практические данные в ходе технологии изготовления ПКМ с интегрированными в них ВОД [14—20].

Для обеспечения живучести волокна и датчиков на его основе важны как выбор первичного покрытия с точки зрения недопущения абразивных воздействий при практическом применении, так и обеспечение герметичности покрытий во избежание проникновения таких реагентов, как гидроксильные группы (OH^-), из внешней среды, которые могут стимулировать рост микротрещин и снижать прочность и живучесть волокна в конструкциях [8, 9]. Кроме типовых высокомолекулярных и высокотемпературных полимерных покрытий типа полиимида [21], значительное внимание привлекают металлические покрытия оптических волокон, а также герметичные покрытия из пиролизованного углерода, которые препятствуют проникновению в сердцевину волокна не только воды (групп OH^-), но и ионов атомарного водорода (H^+).

Допустимы пайка и герметичное встраивание волокон с металлическими покрытиями в некото-

рые конструкции, в частности в конструкции двигателя с высокими рабочими температурами. Возможности использования волокон в специальных покрытиях для физических измерений и работы в тяжелых внешних условиях более подробно изложены в работе [7].

Многофункциональные ВОД на одномодовой волоконной линии

Создание многофункциональных ВОД на одной одномодовой волоконной линии позволит более рационально проектировать и строить распределенные волоконно-оптические сети датчиков для ЛА (см. рис. 1). На рис. 2 приведена схема извлечения информации из трехсенсорной конструкции ВОД [22].

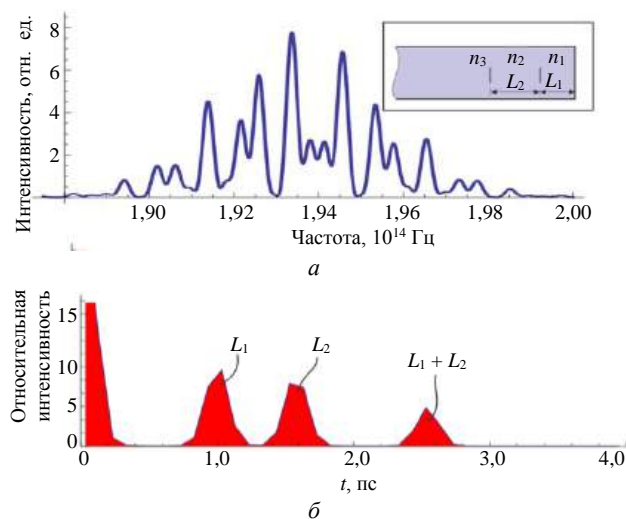


Рис. 2. Схема образования трехрезонаторного волоконного датчика на интерферометрах типа Фабри-Перо и способы отображения информации с них в спектральной (а) и временной (б) областях

Если в одномодовом волокне внешним облучением или иным способом внести три штриха — зеркала с показателями преломления n_1 , n_2 , n_3 , то они образуют три микрорезонатора типа Фабри-Перо с длинами L_1 , L_2 и $L_1 + L_2$. Отклики в спектральной области будут иметь вид, показанный на рис. 2, а, а при импульсном опросе всех трех резонаторов отклики на временной шкале рис. 2, б будут хорошо различимы и идентифицируемы. Физические воздействия (температура, механическое растяжение/сжатие) будут проявляться в виде сдвигов по шкале времени и дублироваться по спектральной развертке или по шкале частот оптической несущей. Этот принцип опроса и разделения откликов может быть распространен на большее число датчиков с чувствительными элементами в виде мультиплексированных волоконных резонаторов типа Фабри-Перо. В работе [22]

приведены примеры мультиплексирования в одномодовом волокне разных по конфигурациям датчиков и показано, с помощью каких технологических приемов они могут быть практически реализованы.

Мультиплексированные квазираспределенные датчики экономят волоконно-оптические линии и перспективны для применения в композитных частях летательных аппаратов, так как сохраняют компактность и гибкость распределения по корпусу ракеты или самолета [23—27].

Применение оптических волокон вызывает и некоторые технические проблемы. Так, в волоконных датчиках и измерительных системах на стандартном телекоммуникационном одномодовом волокне с круглой сердцевиной существует явление замирания сигнала в конечном устройстве — фотоприемнике и преобразователях световых сигналов в выходной электрический сигнал. Это связано с разбиением излучения на две моды по поляризации и независимой их флуктуацией в волоконной линии. На фотоприемник две поляризационные моды могут приходить взаимно ортогональными и приводить к нулевому интерферометрическому сигналу биений. Это вынуждает либо изменять состояние поляризации, применяя поляризационные контроллеры, либо разрабатывать системы автоматического согласования суммарных сигналов по поляризации, применяя фарадеевские ячейки или зеркала на концах волокна, если такие возможности имеются. Поляризационно-независимые системы датчиков и линейки антенн разработаны и исследованы во многих работах [24—27]. Волоконные схемы с мультиплексированием датчиков являются сложными. Возможность их применения в компактных и стесненных условиях, характерных для ЛА, неясна. На данном этапе основные усилия направлены на то, чтобы сами ВОД изготавливать максимально компактными с улучшенными метрологическими характеристиками, незначительно отклоняясь от основных физических схем и принципов функционирования.

Появление новых типов оптических волокон, в частности одномодовых волокон типа фотонный кристалл с полый или твердой сердцевиной, позволило конструировать ВОД с улучшенными свойствами. Так, миниатюрный волоконный интерферометр типа Фабри-Перо изготовлен сваркой обычного одномодового волокна с отрезком волокна типа фотонный кристалл (или дырчатый световод) с полый сердцевиной, образующий воздушный резонатор датчика [23]. Показано, что при длине резонатора 3,7 мм реализуются низкий температурный дрейф отклика (дрейф резонансов интерферометра составляет всего ~ 1 нм/°C) и высо-

кая верхняя рабочая температура (до 600 °C). Из-за дырчатой структуры волокна в резонаторе проявляется повышенная чувствительность к осевому натяжению, составляющая $\sim 5,93$ нм/мк.

Проблемы оптического замирания (фединга) сигналов при конструировании ВОД практически отсутствуют, если резонатор датчика является коротким и воздушным. В этом случае с поляризацией практически ничего не происходит, сохраняются температурная стабильность откликов, чувствительности и компактность. Так, интерферометр Фабри-Перо датчика давления был изготовлен на конце волокна, длина воздушного резонатора составила 50 мкм, а размер диафрагмы — не более 200 мкм, что обеспечило сравнительно высокую резонансную частоту и высокочастотные свойства вплоть до ~ 50 кГц при хорошей температурной стабильности [11—13].

Особенности распределенных ВОД на интерферометрах Саньяка

Волоконная линия как распределенный датчик может быть включена в схему волоконного интерферометра Саньяка, который единственный из всех разновидностей волоконных интерферометров обладает координатной чувствительностью, т. е. оптический отклик от локального времязависимого физического воздействия на волокно зависит от координаты X воздействия вдоль волоконной линии [28—31]. При этом амплитуда отклика линейно зависит от координаты X удаления точки воздействия от центра кольцевой петли интерферометра Саньяка и достигает максимального значения около волоконного направленного ответвителя X -типа, используемого для образования кольцевого контура циркуляции зондирующего лазерного излучения. Главным требованием в данном случае является низкий уровень собственных шумов оптического источника. В работе [28] для определения координаты воздействия использованы два совмещенных волоконных интерферометра Саньяка. Использование однородной волоконной линии в качестве распределенного датчика возможно при многих физических воздействиях, например акустических и вибрационных [30], которые могут осуществлять модуляцию фазы оптической несущей используемого излучения. Алгоритм извлечения данных о координате может усложниться, и потребуется независимо и одновременно регистрировать изменение амплитуды и фазы сигнала оптической несущей лазерного излучения, для чего в схеме включения волокна датчика используют совмещенные интерферометры Саньяка и, например, Майкельсона [30, 31].

Особенности использования однородного волокна в качестве датчика по схеме регистрации на основе интерферометра Саньяка заключаются в следующем:

- рабочая точка такого волоконного преобразователя физического воздействия в выходной сигнал находится в нуле функции отклика, а амплитуда отклика пропорциональна силе физического воздействия [31], т. е. выходной сигнал отображает форму физического воздействия;
- при использовании схемы включения с интерферометром Саньяка, который широко служит для создания волоконных гироскопов, выходной сигнал является нечувствительным к низкочастотным и статическим воздействиям [31, 32]. Чувствительность к локальным физическим воздействиям возрастает с ростом частоты знакопеременного физического воздействия. Амплитудно-частотная характеристика таких волоконных датчиков-регистраторов начинается от частот ~ 10 Гц и линейно возрастает вплоть до 1 МГц и выше. Последнее свойство благоприятствует регистрации, например, сигналов акустической эмиссии и/или ударных воздействий на конструкцию ЛА. Координаты и силу удара или разрушения на поверхности ЛА поможет определить система, состоящая всего из трех локальных ВОД АЭ, установленных в требуемых местах. Важно, что при таких сравнительно высоких частотах воздействий их регистрация производится с отстройкой частоты сигналов АЭ $\sim (100\text{--}1000)$ кГц от низкочастотных звуковых сигналов и вибраций до ~ 30 кГц;

• возможна работа ВОД как квазиточечных волоконных датчиков. Точность определения координаты воздействия ΔX на волокне может достигать практически $\sim (10\text{--}20)$ см. Как доказано теоремой о сравнительной чувствительности волоконных интерферометрических датчиков [31, 32], чувствительность ВОД на интерферометрах Саньяка пропорциональна не длине локального чувствительного элемента волокна ($\sim \Delta L$) (как в случае интерферометров типа Майкельсона, Маха-Цандера или Фабри-Перо), а квадрату длины этого участка ($\sim \Delta L^2$) и квадрату его координаты ($X^2 = L^2$). Поэтому волоконные интерферометры Саньяка работают как своего рода усилители оптических сигналов — откликов на локальное физическое воздействие, особенно подходящие для регистрации сигналов АЭ и ударных воздействий.

Разработан миниатюрный волоконный датчик давления мембранного типа на конце одномодового волокна [11—13]. Размеры мембраны могут составлять ~ 200 мкм, а ее упругость можно подобрать для регистрации определенного диапазона гидростатического давления от 0—1 до 0—10 атм и шире. В связи с малыми размерами мембраны

достигаются сравнительно высокие верхние частоты диапазона чувствительности (до ~ 50 кГц). Один из вариантов волоконного датчика давления [11] рассчитан на монтаж на лопастях вертолета для изучения эффектов турбулентности при испытании лопастей в аэродинамической трубе.

Предполагается, что покрытие волоконными датчиками определенной площади композитной части изделия ЛА позволит получить максимальную информацию при минимальной длине волоконной линии. На рис. 3 показан пример реконструкции распределения температуры от миниатюрной лампочки около поверхности композиционного материала с сеткой волоконных интерферометров типа Фабри-Перо. Восстановление пространственного распределения физического поля по массиву интегральных образов (проекций) производится программными средствами путем процедуры обратного преобразования Радона и может происходить достаточно быстро, что позволяет наблюдать за физическим полем практически в реальном времени для восприятия человеком или прибором распознавания.

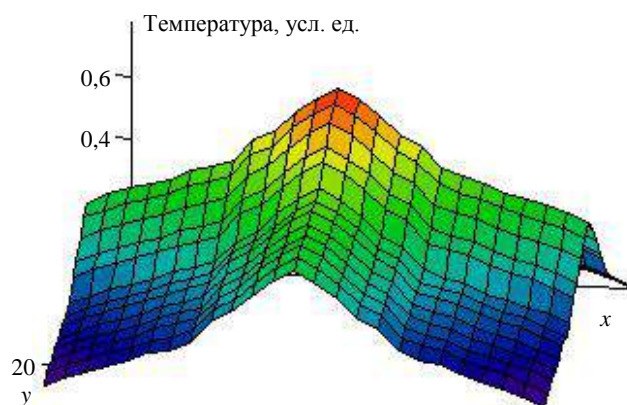


Рис. 3. Статическое двухмерное распределение температурного поля галогенной лампы

Пути усовершенствования имеющихся разработок по волоконно-оптическим датчикам и проблемные исследования

Постоянно появляются новые материалы, волокна и схемы построения ВОД с улучшенными или многообещающими характеристиками. Отметим наиболее перспективные направления совершенствования существующих разработок по ВОД и те исследования, которые являются проблемными с неясностями фундаментального порядка.

Волоконные датчики акустической эмиссии. АЭ широко применяют в качестве средства мониторинга дефектов, контроля ресурса прочности и долговечности силовых конструкций и деталей, которые при разработке проходят испытания на

разрыв или изгиб. При этом в качестве датчиков АЭ используют пьезоэлектрические датчики-преобразователи акустических сигналов в выходной электрический сигнал.

Разработана простая и технологически реализуемая конструкция ВОД на основе резонатора Фабри-Перо длиной 10 мм при малогабаритной сборке с помощью прецизионных капилляров из кварцевого стекла с внутренним диаметром отверстия 126 мкм и внешним диаметром 240 мкм, не превышающим внешний диаметр стандартного волокна типа SMF-28 [33, 34].

Проведены испытания чувствительности волоконных и пьезоэлектрических датчиков АЭ в качестве преобразователей-регистраторов сигналов тестовой акустической эмиссии в композиционном материале. На рис. 4 приведена экспериментальная зависимость числа зарегистрированных импульсов A для пьезоэлектрического и волоконного датчиков АЭ от растягивающей нагрузки.

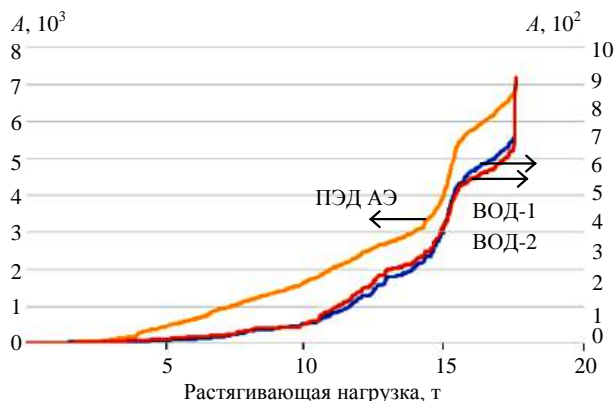


Рис. 4. Число импульсов АЭ, зарегистрированных ПЭД АЭ и ВОД АЭ в совместных испытаниях на разрыв образца из ПКМ

Полученные зависимости можно сравнить качественно и в некоторой степени количественно. Видно, что они подобны друг другу. Следовательно, они адекватно отображают динамику развития внутренних разрушений, регистрируемых датчиками. Сигналы от двух волоконных датчиков практически совпадают друг с другом. Разрушение образца произошло при растягивающей нагрузке около 18 т, волоконные датчики сохранили работоспособность вплоть до полного разрушения образца. Полученные результаты подтверждают, что зависимость числа импульсов АЭ для ВОД АЭ можно использовать для оценки остаточного ресурса прочности и предельной прочности элементарных образцов испытываемых материалов. На практике технологическими проблемами остаются воспроизводимость паспортных свойств ВОД АЭ и организация производства датчиков в герметичных и высокотемпературных

покрытиях для дальнейших испытаний и внедрения их в композитные части изделий АРКТ.

Лазеры и источники излучения. Развитие и использование современных ЛА невозможно без осуществления оптической связи внутри них, между аппаратами и между Землей и спутниками. Развиваются системы контроля и мониторинга как ближнего, так и дальнего космоса [4, 35]. Для этого прежде всего нужны лазерные источники со свойствами живучести в условиях радиации, глубокого вакуума и перепадов температур при обогреве солнцем. Внутри космических ЛА необходимо поддерживать условия обитания людей или техники с близкими к земным условиям работы. Проблемы использования лазеров в оптических системах обсуждаются на мировом уровне, о чем свидетельствуют доклады и охват проблем, рассмотренных, например, на международном конгрессе по лазерам [35].

Идет разработка когерентных многоканальных систем связи Земля—спутник и спутник—спутник, а также одноканальных систем коммуникаций, оптических вычислений и распределения ключей, обеспечивающих многоканальную широкополосную связь с предельно высокой чувствительностью по открытому космическому пространству. Оптическое волокно используют только для доставки излучения до приемопередающих оптических антенн. Одномодовое волокно на длинах волн около 1,55 мкм является удобным средством формирования оптического поля излучения или приема для оптического (гетеродинного) смешения на фотоприемнике. Разработан суперлюминесцентный источник на длине волны 1,73 мкм на одномодовом волокне, легированном висмутом [36]. Особенности источника являются его уникальные возможности работы при вариациях температуры в широких пределах и высокая радиационная стойкость висмутового волокна по отношению к мощной γ -радиации. Проблема радиационной стойкости источников излучения (лазеров, светодиодов), оптического волокна и ВОД для космических летательных объектов очень актуальна и решается на высоком научном уровне.

Выводы

Показана возможность использования однородного волокна в качестве распределенного датчика физических воздействий в композитной части изделий ЛА. При этом волокно может быть включено в волоконную схему интерферометра Саньяка.

Отмечено, что при некоторых усовершенствованиях и применении новых методов обработки

данных параметры точности и пространственного разрешения ВОД могут быть повышены до сантиметровых размеров.

Установлено, что в волоконных системах мониторинга типа оптических рефлектометров в случае, если волокно опрашивают с одного конца, измерять локальное натяжение в волокне можно с применением корреляционной обработки сигналов обратного рэлеевского рассеяния и сравнением фазового спектра со спектром от опорного отрезка волокна. Теоретические расчеты и численное моделирование показывают, что достижима абсолютная точность локализации воздействия на волокно длиной 10 см при длине волоконной линии 1 км.

ЛИТЕРАТУРА

- Серьезнов А. Н., Кузнецов А. Б., Лукьянов А. В., Брагин А. А. Применение оптоволоконных технологий при создании встроенных систем самодиагностики авиационных конструкций // Авиационная и ракетно-космическая техника, Научный вестник НГТУ. 2016. Т. 64. № 3. С. 95—105.
- Васильев С. А., Медведков О. И., Королев И. Г., Божков А. С. Волоконные решетки показателя преломления и их применения // Квантовая электроника. 2005. № 12. С. 1085—1103.
- Российская микроэлектроника для космоса: кто и что производит [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://habrahabr.ru/post/217427/>
- Пономарев А. К., Романов А. А., Тюлин А. Е. Фотонные технологии в космическом приборостроении // Ракетно-космическое приборостроение и информационные системы. 2016. Т. 3. Вып. 2. С. 4—23.
- Сидоров А. И. Сенсорная фотоника: учеб. пособие. — СПб: ЛИТМО, 2019. — 96 с.
- Качура С. М. Перспективные оптоволоконные датчики и их применение: III Всерос. науч.-техн. конф. "Полимерные композиционные материалы и производственные технологии нового поколения". 29 ноября 2018 г. Электронное издание. — М., 2018. С. 174—186.
- Беловолов М. И., Козельская С. О., Будадин О. Н., Кутюрин В. Ю. Современное состояние методов и средств регистрации высоких температур и механических напряжений в конструкциях // Контроль. Диагностика. 2020. В печати.
- Семенов С. Л. Физические процессы, определяющие прочность и долговечность волоконных световодов: дисс. ... канд. физ.-мат. наук. 01.04.10. — М., 1997. — 125 с.
- Богатырев В. А., Бубнов М. М., Семенов С. Л. Методы оценки срока службы волоконных световодов // Квантовая электроника. 1984. № 11. С. 2370—2372.
- Егорова О. Н., Васильев С. А., Лихачев И. Г., Сверчков С. Е., Галаган Б. И., Денкер Б. И., Семенов С. Л., Пустовой В. И. Интерферометр Фабри-Перо, сформированный в сердцевине композитного волоконного световода с высоким содержанием оксида фосфора // Квантовая электроника. 2019. Вып. № 12. С. 1140—1144.
- Belovolov M. I., Bubnov M. M., Semjonov S. L. High Sensitive Fiber Interferometric Pressure Sensor. — Proc. CLEO/Europe'96, Hamburg, Germany. 1996. Paper SWF57. P. 192.
- Беловолов М. И., Бубнов М. М., Дианов Е. М., Семенов С. Л. Волоконно-оптический датчик давления (его варианты) и способ его изготовления. Патент РФ № 2152601 от 10 июля 2000. Приоритет от 16.06.98 г.
- Dianov E. M., Belovolov M. I., Bubnov M. M., Semjonov S. L. Fiber-optic pressure sensor, variants and method for producing a resilient membrane. United State Patent № US 6,539,136 B1, Date of Patent: Mar. 25, 2003, Priority Data: Jun. 16, 1998 (RU). Pub. Date: Dec. 23, 1999.
- Pitropakis I., Pfeiffer H., Wavers M. Impact damage detection in composite materials of aircrafts by optical fiber sensors. PDF | On Jan 1, 2010. [Электронный ресурс]. Режим доступа: https://www.ndt.net/article/ecndt2010/reports/1_10_10.pdf
- Федотов М. Ю., Будадин О. Н., Козельская С. О. Технологические аспекты создания волоконно-оптической системы неразрушающего контроля трехслойных композитных конструкций // Контроль. Диагностика. 2019. № 7. С. 24—29.
- Федотов М. Ю., Будадин О. Н., Васильев С. А. и др. Влияние интеграции волоконно-оптических датчиков на механические свойства полимерных композиционных материалов // Контроль. Диагностика. 2019. № 2. С. 22—31.
- Федотов М. Ю., Будадин О. Н., Васильев С. А. и др. Исследование встроенной волоконно-оптической системы диагностики углепластика после воздействия технологических режимов формования // Контроль. Диагностика. 2019. № 1. С. 42—49.
- Федотов М. Ю., Будадин О. Н., Васильев С. А. и др. Возможности контроля внешних механических воздействий волоконно-оптической системой диагностики, встроенной в углепластики различных типов // Контроль. Диагностика. 2019. № 3. С. 38—47.
- Федотов М. Ю., Шиенок А. М., Мухаметов Р. Р. и др. Исследование границы раздела полимерных матриц с оптическими световодами в информкомпозитах // Вопросы материаловедения. 2017. № 1. С. 155—168.
- Федотов М. Ю., Бухаров С. В., Мухаметов Р. Р. Исследование защитных покрытий волоконно-оптических сенсоров, предназначенных для интеграции в полимерные композиционные материалы // Конструкции из композиционных материалов. 2017. № 4 (148). С. 61—67.
- Семенов С. Л., Сапожников Д. А., Ерин Д. Ю., Забегаяева О. Н., Кушавкина И. А., Нищев К. Н., Выгодский Я. С., Дианов Е. М. Высокотемпературное полиимидное покрытие для волоконных световодов // Квантовая электроника. 2015. № 45 (4). С. 330—332.
- Pevec S., Donlagic D. Multiparameter fiber-optic sensors: a review // Opt. Eng. 2019. № 58 (7). P. 072009. DOI: 10.1117/1.OE.58.7.072009.
- Rao Y.-J., Deng M., Zhu T., Li H. In-Line Fabry-Perot Sensors based on Hollow-Core Photonic Bandgap Fibers for High Temperature Applications: 20th International Conference on Optical Fiber Sensors, Proc. Of SPIE V. 7503.
- Kersey A. D., Dandridge A., Dorsey K. L. Transmissive Serial Interferometric Fiber Sensor Array // J. Lightwave Technology. 1989. V. 7. № 5. P. 846—854.
- Kersey A. D. Multiplexed Fiber Optic Sensors. Overview // SPIE. 1992. V. 1797. P. 161—185. + 2D-матрицы.
- Беловолов М. И., Платанов С. В., Романовский А. С., Черников А. С., Чухров С. Ю. Распределенные волоконно-оптические измерительные системы: принципы построения и обработки сигналов // Контрольно-измерительные приборы и системы. 1999. № 2. С. 28—30.
- Marrone M. J., Kersey A. D., Dandridge A. Polarization Independent Array Configurations Based on Michelson Interferometer Networks // SPIE. 1992. V. 1797. P. 196—200.
- Eric Udd (MC Donnel Douglas Corp). Distributed Sagnac sensor system. U. S. Patent 5402231, Mar. 28.1995.
- Udd E. Fiber-optic acoustic sensor based on the Sagnac interferometer // Proceedings of the SPIE. 1983. V. 425. P. 90—100.
- Belovolov M. I., Belov V. S., Zykov-Myzin K. A., Orlov A. P., Gladyshev A. V., Gorskiy M. A., Dianov E. M. Novel

Fiber Optic Acoustic Sensor Based on Asymmetrically Sensitive Sagnac Interferometer: OFS-17, 17th International Conference on Optical Fiber Sensors, 23–27 May 2005. Bruges, Belgium, Proceedings of SPIE. 2005. V. 5855. P. 948–951.

31. Беловолов М. И., Парамонов В. М., Беловолов М. М. Теорема сравнительной чувствительности волоконных датчиков // Квантовая электроника. 2017. № 12. С. 1128–1134.

32. Беловолов М. И. Теорема волоконных датчиков и новые возможности для высокочувствительных измерений: ВКВО-2019, Всероссийская конференция по волоконной оптике. Рег. № 658. СПЕЦВЫПУСК "ФОТОН—ЭКСПРЕСС—НАУКА 2019". 2019. № 6. С. 50–51. DOI 10.24411/2308-6920-2019-16020.

33. Беловолов М. И., Беловолов М. М., Белоусов А. М., Дианов Е. М., Иванов В. М., Парамонов В. М., Северов П. Б. Акустическая эмиссия и возможности ее реги-

страции волоконными датчиками: V Всеросс. конф. по волоконной оптике (ВКВО-2015). — Пермь: В8-5, Фотон-Экспресс, 2015. Вып. 6. С. 184.

34. Беловолов М. И., Белоусов А. М., Беловолов М. М., Иванов В. И., Парамонов В. М., Северов П. Б. Прогнозирование прочности конструкций по данным волоконных датчиков акустической эмиссии: Всеросс. конф. по волоконной оптике ВКВО-2017. 3–6 октября 2017. — Пермь: Фотон—Экспресс. 2017. № 6 (142). С. 177–178.

35. Отечественная система контроля космоса. Социально-просветительский интернет портал. "Труженики космоса". Союз ветеранов Космических войск. 14.01.2015 [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://cosmosinter.ru/articles/history/detail.php?ID=2949>.

36. Wrihgt M., Peng M. JPL, USA. Lasers for Deep Space Optical Communications. OSA Laser Congress, 30 October — 3 November 2016. Massachusetts, USA. Paper LTh1B. 3.

Development of fiber-optic sensors for monitoring of technical characteristics and assessing of efficiency of composite assemblies of articles for aviation and rocket-space technology (Review)

M. I. BELOVOLOV, M. M. BELOVOLOV

General Physics Institute A. M. Prokhorov of the RAS, Moscow, Russia

S. L. SEMENOV

Scientific Center for Fiber Optics E. M. Dianova, Moscow, Russia

O. N. BUDADIN, S. O. KOZELSKAYA, Yu. G. KUTYURIN

JSC "Central Research Institute of Special Mechanical Engineering ", Moscow, Russia

Fiber-optic sensors (FOS) based on fiber Bragg gratings (FBG), methods of their integration into polymer composite materials (PCM) and control of their characteristics are considered. The directions of FOS development for quality control of elements and assemblies of articles of aircraft products made of PCM are identified. The maximum permissible impacts on optical fiber and sensors based on it have been determined. The trend in the manufacture of multi-sensor FOS designs based on monolithic fiber with FBGs written in the core or miniature designs for the simultaneous operation of two to four or more independent sensors on one fiber without increasing the transverse dimensions of the fiber sensor is analyzed. The possibility of using an extended integral fiber as a distributed multi-sensor sensitive element built into the structure of an aircraft wing or into the body of a space craft is revealed. The possibility of creating fiber-optic acoustic emission sensors (FOS AE) for monitoring the strength and durability of CM structures with embedded optical fibers has been revealed and experimentally confirmed.

Keywords: optical fiber, fiber Bragg gratings, composite materials, single-frequency lasers, structural strength, condition diagnostics.

УДК 531.78.084.2

Использование слоев из поликристаллического алмаза для создания чувствительного элемента высокотемпературного датчика давления

^{1,2}Е. А. ВЫСОТИНА; ¹Р. Н. РИЗАХАНОВ, канд. физ.-мат. наук;
¹С. К. СИГАЛАЕВ, канд. физ.-мат. наук; ²Н. И. ПОЛУШИН, канд. техн. наук

¹ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша», Москва, Россия

²НИТУ «МИСиС», Москва, Россия

Б. В. СПИЦЫН, д-р хим. наук; А. Е. АЛЕКСЕНКО, канд. хим. наук
ФГБУ ИФХЭ им. А. Н. Фрумкина РАН, Москва, Россия

В. С. ВОЛКОВ, канд. техн. наук

АО «Научно-исследовательский институт физических измерений», Москва, Россия

Проанализированы свойства структур на основе полупроводниковых широкозонных материалов. Подробно рассмотрены конструкция и технология изготовления чувствительного элемента датчика давления на основе поликристаллического алмаза. Предложенная конструкция датчика давления работоспособна в диапазоне давлений от 0,1 до 10 МПа и в диапазоне температур от -60 до 400 °С.

Ключевые слова: датчик давления, чувствительный элемент, поликристаллический алмаз, тензорезистор, МЭМС-структура, карбид кремния, кремний-на-диэлектрике, широкозонный полупроводник, легирование бором.

Постоянно усложняющиеся условия работы и техническое совершенствование энергетических установок ракетно-космической техники (РКТ) (большое количество специальных технических систем, информационно-измерительных комплексов, систем управления и контроля физических параметров, значительный рост количества взаимосвязей и взаимодействий этих систем) требуют увеличения объемов измерений и контроля параметров. При этом одними из наиболее распространенных измерений являются измерения давления [1, 2]. В авиационной и ракетно-космической технике широкое распространение получили тензорезистивные датчики давления (ТДД). Номенклатура параметров, измеряемых с помощью ТДД на изде-

лиях, РКТ достигает 30 % от общего объема измерений. Изготавливают ряды унифицированных по параметрам датчиков избыточных давлений с диапазоном измерений от (0—1,0) до 125 МПа, датчиков абсолютных давлений с диапазоном измерений до 45,0 МПа и выше.

Кроме того, к ТДД предъявляют качественно новые требования по миниатюризации, точности, быстродействию, надежности и долговременной стабильности. В силу этих причин разрабатывают датчики с обширным внедрением технологий микроэлектроники и микромеханических систем (МЭМС). Прогресс в этих областях вывел на лидирующие позиции в практическом применении на изделиях РКТ полупроводниковые и металлопленочные ТДД. В них нашли применение классические принципы электроники, физики твердого тела, технологии тонкопленочной микроэлектроники, механики, электротехники, реализуемые в технических решениях на микроуровне [3, 4].

Требования заказчиков на перспективные ТДД направлены на повышение точности измерений в 3—5 раз, расширение диапазона измеряемых параметров, особенно в области малых значений, рост долговременной стабильности метрологических характеристик в течение 15—20 лет (до $\pm 0,01$ % в год), расширение частотного диапазона до 12000 Гц, снижение погрешности преобразования в эксплуатационных условиях до $\pm 1,0$ %, увеличение температурного диапазона эксплуатации до $-253...+600$ °С, увеличение допустимой амплитуды вибраций до 5000 g, увеличение ресурса до 50000 ч и надежности до 0,999 [1].

Высотина Елена Александровна, научный сотрудник, аспирант.

E-mail: evysotina@gmail.com

Ризаханов Ражудин Насрединович, начальник отдела.

E-mail: nanocentre@kerc.msk.ru

Сигалаев Сергей Константинович, ведущий научный сотрудник.

E-mail: nanocentre@kerc.msk.ru

Полушин Николай Иванович, заведующий лабораторией.

E-mail: polushin@misis.ru

Спицын Борис Владимирович, профессор, главный научный сотрудник.

E-mail: bvspitsyn@gmail.com

Алексенко Александр Евгеньевич, ведущий электроник.

E-mail: bvspitsyn@gmail.com

Волков Вадим Сергеевич, старший научный сотрудник.

E-mail: distortions@rambler.ru

Статья поступила в редакцию 3 июня 2020 г.

© Высотина Е. А., Ризаханов Р. Н., Сигалаев С. К., Полушин Н. И., Спицын Б. В., Алексенко А. Е., Волков В. С., 2020

Достижение перечисленных характеристик требует применения новых материалов для изготовления чувствительных элементов (ЧЭ) ТДД. Поэтому актуальной задачей являются поиск материалов, превосходящих кремний по своим электрофизическим и механическим свойствам, а также отработка технологических решений по созданию ЧЭ на базе этих материалов [5—7].

Чувствительные элементы высокотемпературных датчиков давления

Современной тенденцией в микроэлектронике и микросистемной технике является применение в изделиях приборостроения новых элементов, материалов, структур, имеющих уникальные технические показатели, для их использования при разработке и построении ТДД. Такими элементами являются структура "кремний-на-диэлектрике" (КНД), карбид кремния (SiC), а также пленки поликристаллического алмаза, подходящие по своим параметрам и работоспособные в особо жестких условиях эксплуатации ракетно-космической, авиационной и гражданской техники [8—10].

ЧЭ на основе КНД-структуры. Чувствительный элемент ТДД на основе КНД-структуры конструктивно представляет собой гетерогенную многослойную структуру, в которой можно выделить следующие характерные слои:

- подложка (материал — кремний), обладающая высокой прочностью, твердостью, высокой температурой плавления, анизотропией прочностных и упругих характеристик и имеющая толщину от 30 до 600 мкм в зависимости от значения измеряемого давления;
- слой диэлектрика, служащий для электрической изоляции элементов схемы между собой и подложкой. Физико-химические свойства диэлектрика существенно отличаются от характеристик кремния и зависят от целого комплекса конструктивных (толщина, линейные размеры) и технологических (температура, время и атмосфера осаждения и т. д.) параметров. Как правило, полученные диэлектрические пленки являются аморфными, при последующих термообработках в них могут появиться кристаллиты, иногда они полностью кристаллизуются;
- высоколегированный p^+ -слой кремния, составляющий часть мембраны и расположенный между подложкой и слоем диоксида кремния. Данный слой выполняет две функции:
 - обеспечивает компенсацию механических напряжений и дополнительную защиту слоя диоксида кремния и всей мембраны от механического разрушения;
 - позволяет при выборе определенной концентрации носителей данного слоя методами

анизотропного "стоп"-травления формировать мембраны минимальной толщины (до 4 мкм) без разрушения структуры во время травления профиля.

Входящие в состав ЧЭ тензорезисторы, расположенные на мембране в местах наибольших поверхностных механических напряжений, составляют четвертый слой, представляющий собой высоколегированную бором p^+ -область, существенно не влияющую на механические свойства всей структуры.

Таким образом, ЧЭ на основе КНД-структуры позволяет обеспечить высокую чувствительность при измерении малых давлений за счет малой толщины мембраны и высокой тензочувствительности кремниевых тензорезисторов, а также работоспособность при повышенной температуре вплоть до 300 °C. В то же время наличие в составе ЧЭ слоя диоксида кремния, имеющего температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР), отличный от ТКЛР кремния, вызывает появление дополнительных термомеханических напряжений и, как следствие, дополнительной температурной погрешности выходного сигнала, что требует дополнительных мер по температурной компенсации ТДД.

ЧЭ на основе карбида кремния. Для построения ЧЭ ТДД наиболее оптимально с точки зрения конструктивно-технологических аспектов использовать структуру n -3C—SiC—Si (карбид кремния кубического поли типа электронного типа проводимости, сформированный на кремниевой подложке), в первую очередь по причине значительно более низкой ее стоимости и относительно меньших временных затрат на выращивание слоев 3C—SiC на кремнии по сравнению с гексагональными поли типами 4H и 6H (получаемыми на подложке из SiC). Несмотря на то что существующие методы формирования 3C—SiC позволяют получать слои с улучшенными электрофизическими характеристиками, относительно сдерживающим фактором по использованию 3C—SiC до последнего времени являлось наличие остаточных напряжений на границе раздела 3C—SiC—Si, что значительно уменьшало соотношение сигнал/шум в случае использования тензорезистивного принципа преобразования.

Использование материала именно электронного типа проводимости обусловлено следующими причинами:

- 3C—SiC, получаемый гетероэпитаксией на кремнии, обладает электропроводностью n -типа, при этом концентрация основных носителей является достаточной для формирования ЧЭ ТДД;
- метод формирования омических высокотемпературных контактов для n -3C—SiC исследован

и технологически освоен в большей степени, чем для других политипов SiC;

- тензорезистивные свойства n -3C—SiC исследованы в большей степени, чем аналогичные свойства p -3C—SiC;

- методы травления n -3C—SiC с точки зрения формирования измерительной схемы с использованием p -3C—SiC в качестве стоп-слоя исследованы и широко применяемы, в то время как аналогичное травление p -3C—SiC и использованием n -3C—SiC в качестве стоп-слоя не освоено в достаточной степени.

Среди относительных недостатков карбида кремния, в частности структуры n -3C—SiC—Si, для построения ЧЭ ТДД для особо жестких условий эксплуатации можно выделить следующие:

- определенные трудности обеспечения надежной и адекватной жестким условиям применения контактной металлизации, так как при температурах около 600 °C SiC, реагируя с металлами, проявляет склонность к образованию карбидов и/или силицидов, что отрицательно влияет на омические металлические контакты, ухудшая характеристики ТДД, когда колебания контактного сопротивления при повышенных температурах могут быть неотличимы от изменения вследствие тензорезистивного эффекта;

- относительно низкий коэффициент тензочувствительности карбида кремния (30 ед. при нормальных условиях и 15 ед. при температурах более 500 °C, в сравнении с 90 ед. для кремния), что уменьшает амплитуду выходного сигнала ТДД, особенно при повышенной температуре;

- значительная остаточная термическая деформация ЧЭ на основе карбида кремния, выраженная в наличии выходного сигнала с датчика после воздействия температур более 500 °C при отсутствии входного воздействия;

- нелинейное изменение сопротивлений тензорезисторов из SiC в широком интервале температур, в связи с чем необходимо введение в измерительную схему ЧЭ температурной компенсации, что создает определенные проблемы, прежде всего технологического характера;

- наличие кремниевого основания, которое практически исключает использование ТДД при температурах более 550 °C. В некоторых решениях, когда кремний и является основанием, ЧЭ не выступает в роли воспринимающего давление элемента и его механические характеристики остаются постоянными в процессе измерений во всем интервале температур. Удалось устранить данный недостаток, но ценой ухудшения технологичности изготовления ЧЭ [11].

ЧЭ на основе поликристаллического алмаза. Из всех широкозонных полупроводников у алмаза

наилучшее для твердотельных приборов сочетание основных электрофизических параметров. В этой группе алмаз выделяется низкой диэлектрической проницаемостью ($\epsilon = 5,7$), способствующей снижению диэлектрических потерь в СВЧ-приборах, и высокой радиационной стойкостью, а также высокой дрейфовой скоростью насыщения как электронов, так и дырок ($\mu_e = 4500 \text{ см}^2/(\text{В}\cdot\text{с})$ и $\mu_p = 3800 \text{ см}^2/(\text{В}\cdot\text{с})$) и высокой напряженностью поля электрического пробоя. У алмаза одна из самых высоких среди всех известных материалов теплопроводность (20—24 Вт/(см·К) при комнатной температуре). Это связано с его высокой температурой Дебая ($T_D = 1860 \text{ К}$), благодаря чему комнатная температура является "низкой" в отношении динамики решетки алмаза. В результате алмаз может служить "идеальной" теплоотводящей диэлектрической подложкой. Более того, в очищенном от изотопов алмазе (природные кристаллы содержат 1,1 % изотопа ^{13}C) теплопроводность может достигать 33 Вт/(см·К) [12]. При легировании алмаза его удельное сопротивление может изменяться в широком интервале, что превращает его в широкозонный полупроводник с шириной запрещенной зоны 5,4 эВ. ТКЛР поликристаллического алмаза при комнатной температуре равен $\sim 1 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, что в два с лишним раза меньше, чем ТКЛР кремния, а модуль Юнга стабилен в диапазоне температур от комнатной до 750 °C [12]. Это делает поликристаллический алмаз перспективным материалом для изделий, работающих в экстремальных условиях, в том числе для ТДД [10].

Новые перспективы применения алмаза появились в результате разработки технологии его синтеза при низких давлениях. Так, CVD-метод (*Chemical Vapor Deposition* — химическое осаждение из газовой фазы) позволяет получать достаточно чистые поликристаллические алмазные пленки и пластины диаметром более 100 мм и толщиной от единиц микрон до 1—3 мм. Таким образом, алмазные пластины приобрели форму, привычную для принятых в микроэлектронике технологий.

Важнейшие преимущества газофазного поликристаллического алмаза:

- большие размеры пластин;
- высокая воспроизводимость физических параметров благодаря тщательному контролю условий роста и чистоты используемых газов;
- возможность выращивания пленок (изделий) заданной формы на профилированных подложках (метод реплики);
- возможность нанесения алмазных слоев на поверхности различных материалов.

В отличие от алмазной керамики, получаемой путем спекания алмазного порошка, синтезиро-

ванный из газовой фазы полиалмаз не содержит ни пор, ни связующего материала. По своим характеристикам он сопоставим с монокристаллами алмаза. При достаточно высокой чистоте реакционных газов содержание азота (основная примесь в природных и синтетических кристаллах) в алмазе легко может быть доведено до 1 ppm и ниже. В поликристаллических пленках в заметных количествах (порядка 10—1000 ppm) присутствует примесный водород, который локализуется преимущественно на границах зерен.

Для придания пленке поликристаллического алмаза электропроводности алмаз легируют в процессе роста акцепторной примесью (бором), получая материал *p*-типа проводимости. Для этого в газовую фазу вводят летучее соединение бора, например триметилбор в количестве 10—10000 ppm. Эмпирическим путем установлено, что содержание бора в растущей пленке приблизительно пропорционально его содержанию в газовой фазе. Однако коэффициент пропорциональности бора варьируется в широких пределах в зависимости от условий осаждения. В частности, внедрение бора в грани {111} монокристаллов происходит интенсивнее, чем в грани {100}. Удельное сопротивление алмаза зависит от содержания бора в пленке и с ростом его может меняться от, например, 10^4 Ом·см (в умеренно легированных образцах при содержании бора в алмазе $\sim 10^{18}$ см $^{-3}$) до десятых и даже тысячных долей Ом·см (в сильно легированных пленках при содержании бора 10^{21} см $^{-3}$). Соответственно алмаз, начиная от диэлектрика, последовательно приобретает свойства широкозонного полупроводника (ширина запрещенной зоны 5,4 эВ), вырожденного полупроводника и даже полуметалла [12].

Относительным ограничением по применению пленок поликристаллического алмаза в ЧЭ ТДД могут являться следующие его недостатки:

- графитизация в присутствии кислорода при температуре выше 600 °С;
- трудности механической обработки (шлифовка, полировка) и проведения традиционных технологических операций (формирование обла-

стей *p*- и *n*-типа, диффузия, ионное легирование, "сухого" и "мокрого" травления), поскольку алмаз — самый твердый и химически стойкий материал;

- трудность в легировании алмаза примесями *n*-типа. Введение примесей *p*-типа является относительно простой задачей, так как добавка к газовой смеси нескольких процентов B_2H_6 в CVD-процессе — это все, что требуется, чтобы включить атом бора в решетку растущего алмаза. Однако плотная упаковка и жесткость алмазной решетки делают введение примесей с большим, чем у атомов углерода, диаметром, очень трудной задачей. Это означает, что те легирующие примеси, которые обычно используют в качестве *n*-лигандов в кремнии (типа Р или As), нельзя так просто применять для алмаза. Как вариант решения данной проблемы исследуют использование в качестве легирующей примеси лития. Также есть сообщения о том, что сера служит донорной примесью в алмазе с приемлемой энергией ионизации (0,36—0,38 эВ) [12]. Тем не менее практически все исследования по электрохимии алмаза до сих пор выполнены с легированными бором образцами *p*-типа. Кроме того, большинство исследованных примесей алмаза имеет очень глубокие примесные энергетические уровни, не позволяющие создавать приборы, стабильно работающие при обычных температурах (для бора энергия ионизации $E_a = 0,37$ эВ, для фосфора $E_a = 0,6$ эВ, донорный уровень азота — 1,7 эВ — еще более глубокий и не может быть активирован при комнатной температуре);

- отсутствие научно обоснованного подхода, исследований и развития технологических основ проектирования и изготовления ТДД на основе поликристаллического алмаза, что ведет за собой отсутствие промышленной алмазной технологии.

Анализ различных конструктивно-технологических решений изготовления высокотемпературных ЧЭ ТДД. Преимущества и недостатки применения структур на основе КНД, карбида кремния и поликристаллического алмаза для изготовления ЧЭ ТДД приведены в табл. 1.

Таблица 1

Преимущества и недостатки применяемых структур

| Материал (структура) | Преимущества | Недостатки |
|---------------------------|--|--|
| КНД-структура | Высокая чувствительность; высокая технологичность; устойчивость к дестабилизирующим факторам достигают технологическим путем | Рабочая температура ограничена величиной 300—400 °С вследствие термомеханической и пластической деформации кремния; наличие термомеханических напряжений вследствие различия ТКЛР кремния и диоксида кремния |
| Карбид кремния | Высокая рабочая температура (~550 °С); повышенная радиационная стойкость | Чувствительность в 3—5 раз ниже, чем у КНД-структуры; существенная температурная зависимость характеристик; технологичность меньше, чем у КНД |
| Поликристаллический алмаз | Высокая рабочая температура (~600 °С); наилучшие механические и упругие свойства; повышенная радиационная стойкость | Чувствительность ниже, чем у карбида кремния; низкая технологичность; сложность применения традиционных методов формирования упругих элементов в виде тонких мембран |

Анализ табл. 1 показывает, что ЧЭ на основе поликристаллического алмаза наиболее полно удовлетворяют требованиям со стороны информационно-измерительных систем объектов РКТ. Относительно низкая тензочувствительность поликристаллического алмаза тем не менее составляет порядка 5—10 единиц, что в 2,5—5 раз превышает чувствительность металлопленочных тензорезистивных ЧЭ, применяемых в объектах РКТ.

Применение алмаза в ЧЭ датчиков давления сдерживается отсутствием надежного источника материала требуемого качества. Поэтому при создании ЧЭ на основе алмазных материалов приходится разрабатывать конструкции и технологии с учетом уже имеющихся технических решений, реализованных в серийных полупроводниковых ТДД, и комбинировать их с новыми техническими решениями, основанными на использовании поликристаллического алмаза. Сложность формирования тонких алмазных мембран для решения задач измерения малых давлений может быть преодолена путем использования традиционной кремниевой технологии, когда упругий элемент формируют из кремния, а тензорезисторы изготавливают из поликристаллического алмаза. По сути, данная технология является развитием технологии КНД, причем в качестве слоя, изолирующего тензорезисторы от кремниевой подложки, можно использовать нелегированный поликристаллический алмаз, так как он является диэлектриком. Таким образом, используя структуру "легированный алмаз—нелегированный алмаз—кремний", можно изготовить ЧЭ, работоспособный при температурах выше 400 °С и имеющий коэффициент тензочувствительности ~5—10.

Как известно, в системах телеметрии энергетических установок РКТ реализуют как измерения малых и сверхмалых давлений при относительно невысоких температурах, так и высокотемпературные измерения давлений, например измерение пульсации давлений в камере сгорания жидкостного реактивного двигателя (ЖРД) в целях непрерывного мониторинга и контроля процесса сгорания топлива. На рис. 1 представлена упрощенная схема камеры сгорания с возможным закреплением на ней ТДД.



Рис. 1. Схема расположения ТДД в камере сгорания ЖРД

В данном случае требуемые регистрации давления доходят до десятков МПа, а температурные воздействия на измерительную мембрану ЧЭ ТДД со стороны контролируемого газа (рабочая среда) — до 600 °С и в наибольшей степени проявляются на переходных режимах работы двигателя. В ЖРД для этих целей применяют металлопленочные ТДД, толщина мембраны которых ~500—800 мкм. При этом коэффициент тензочувствительности тензорезисторов не превышает 2. К тому же их частотный диапазон узок (не превышает десятков Гц). Поэтому для создания ЧЭ высокотемпературных ТДД, регистрирующих высокие давления, разработана и технологически реализована структура "кремниевая подложка—алмазная диэлектрическая пленка—кремниевые тензорезисторы—высокотемпературные омические контакты".

Технология изготовления ЧЭ высокотемпературного ТДД с использованием слоев поликристаллического алмаза

Конструктивно чувствительный элемент (рис. 2) [13] представляет собой плоский кремниевый кристалл диаметром 6 мм и толщиной от 100 до 800 мкм в зависимости от диапазона измеряемого давления (для толщины 100 мкм — 0,5 МПа, для толщины 800 мкм — 60 МПа).

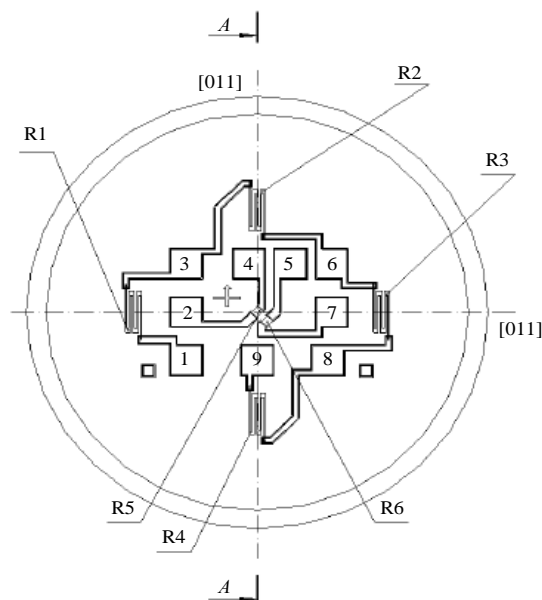


Рис. 2. Чертеж ЧЭ высокотемпературного ТДД: R1—R4 — тензорезисторы; R5, R6 — терморезисторы для компенсации дополнительной температурной погрешности



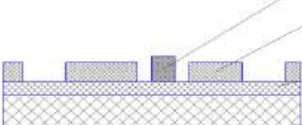
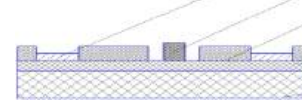
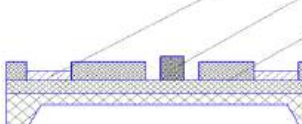
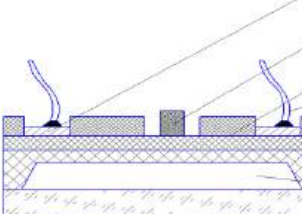
Мембраны получены из кремниевой пластины прецизионной механической обработкой на пятикоординатном станке Corytec. На кристалле с планарной стороны CVD-методом выращена алмазная диэлектрическая пленка, которая служит заменой защитной пленки из диоксида кремния.

На алмазной поликристаллической пленке расположены тензорезисторы из легированного поликристаллического кремния (R1—R4) с сопротивлением 500 Ом каждый ($\rho_s = 6 \text{ Ом}/\square$), объединенные в мостовую измерительную схему. Измерение удельного электрического сопротивления проведено четырехзондовым методом с помощью комплекса сбора и обработки информации на основе зондовой станции Everbeing SR-4-6L (Тайвань) и с помощью установки ВИК-УЭС. Терморезисторы R5 и R6, не чувствительные к прилагаемому давлению, составляют схему температурной компенсации. Алмазная диэлектрическая пленка сформирована на засеянных кремниевых подложках CVD-методом на

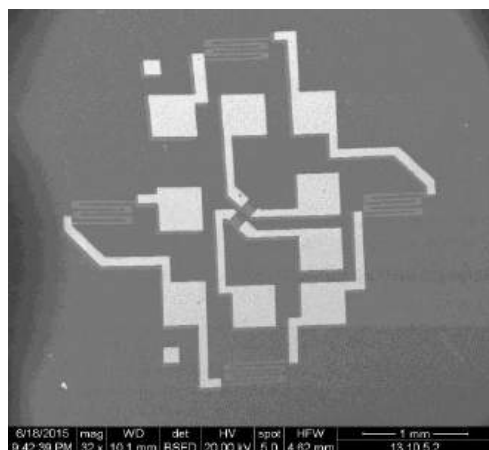
установке плазмохимического синтеза с СВЧ-реактором УПСА-100. В качестве рабочего газа использована смесь метана и водорода. Засев проведен с помощью ультразвуковой обработки кремниевой подложки в спиртовом растворе, содержащем наноалмазы размером $\sim 5 \text{ нм}$. Тензорезисторы и терморезисторы сформированы методом осаждения поликристаллического кремния, ионного легирования его бором с последующим применением фотолитографии и реактивного ионного травления. Высокотемпературные контакты сформированы магнетронным распылением при температуре 200°C с последующей фотолитографией. Технологический маршрут изготовления ЧЭ представлен в табл. 2.

Таблица 2

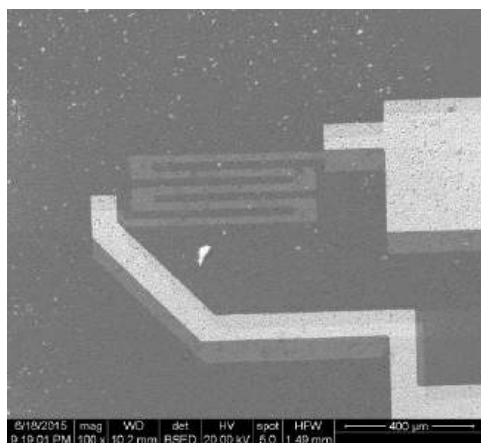
Технологический маршрут изготовления ЧЭ

| Укрупненный блок операций | Технологические операции |
|--|---|
| Подготовка кремниевых пластин и осаждение слоя диэлектрического поликристаллического алмаза |  <p>Нелегированный поликристаллический алмаз Si</p> |
| Формирование тензорезисторов из легированного бором поликристаллического кремния с использованием фотолитографии и реактивного ионного травления |  <p>Тензорезисторы из поликристаллического кремния Нелегированный поликристаллический алмаз Si</p> |
| Формирование терморезисторов из легированного поликристаллического кремния |  <p>Терморезисторы из поликристаллического кремния Тензорезисторы из поликристаллического кремния Нелегированный поликристаллический алмаз Si</p> |
| Формирование алюминиевых проводящих дорожек и контактных площадок |  <p>Контактные площадки из алюминия Терморезисторы из поликристаллического кремния Тензорезисторы из поликристаллического кремния Нелегированный поликристаллический алмаз Si</p> |
| Формирование мембраны |  <p>Контактные площадки из алюминия Терморезисторы из поликристаллического кремния Тензорезисторы из поликристаллического кремния Нелегированный поликристаллический алмаз Si</p> |
| Формирование вакуумированной полости методом электростатического соединения кремния со стеклом |  <p>Контактные площадки из алюминия Терморезисторы из поликристаллического кремния Тензорезисторы из поликристаллического кремния Золотые проводники Нелегированный поликристаллический алмаз Si Вакуумированная полость Стеклянная пластина</p> |

Исследование структур ЧЭ высокотемпературного ТДД. Исследование макета чувствительного элемента датчика давления проводили на растровом электронном микроскопе (РЭМ) FEI Quanta 600 FEG (FEI, США) с системой энергодисперсионного микроанализа EDAX Trident XM 4. На рис. 3 представлены общий внешний вид схемы ЧЭ датчика давления (рис. 3, а) и отдельный его элемент — тензорезистор (рис. 3, б).



а



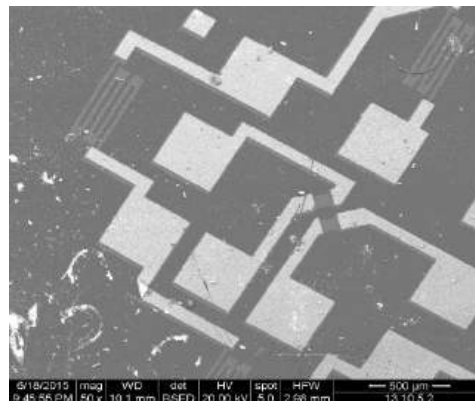
б

Рис. 3. РЭМ-изображения поверхности макета ЧЭ датчика давления:

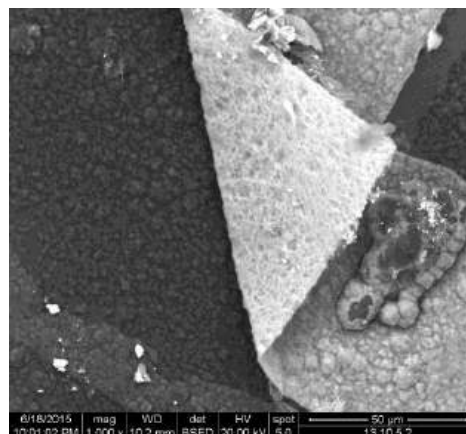
а — общий внешний вид схемы ЧЭ датчика давления (увеличение 32×); б — увеличенное изображение тензорезистора (увеличение 100×)

Рисунок тензосхемы макета ЧЭ перенесен и сформирован на алмазной диэлектрической пленке достаточно точно. Однако в некоторых местах наблюдаются отслоение алюминиевой металлизации (рис. 4) и смещение слоя металлизации относительно нижнего слоя (см. рис. 3, а). Рельеф отслоившейся пленки алюминиевой металлизации с обратной стороны полностью повторяет рельеф лежащей под ней алмазной поликристаллической пленки. Проведенный энергодисперсионный микроанализ показал, что пленка алюминиевой метал-

лизации отслоилась вместе с нижним слоем кремния, что также заметно на рис. 4, б. Снижение шероховатости получаемых алмазных диэлектрических пленок может стать решением данной проблемы.



а



б

Рис. 4. РЭМ-изображения макета ЧЭ датчика давления в месте отслоения алюминиевой металлизации, снятые с различным увеличением:

а — 50×; б — 1000×

Тем не менее проведение испытаний датчика давления с разработанным чувствительным элементом при толщине мембраны 300 мкм показало его работоспособность в диапазоне давлений от 0,1 до 10 МПа и в диапазоне температур от -60 до 400 °С.

Заключение

Проанализировав основные структуры на основе широкозонных полупроводников, можно сделать вывод о том, что чувствительные элементы, имеющие слои из поликристаллического алмаза, являются наиболее перспективными. Созданные на их основе ТДД применимы в современной авиационной и ракетно-космической технике, так как удовлетворяют требованиям заказчиков в ча-

сти повышения точности измерений в несколько раз, роста долговременной стабильности метрологических характеристик, расширения температурного диапазона эксплуатации, увеличения ресурса и повышения надежности.

ЛИТЕРАТУРА

1. Мокров Е. А. Состояние, проблемы и пути развития датчикоостроения на 2006–2015 гг. // Электронные компоненты. 2007. № 3. С. 64–70.
2. Баринов И. Н., Волков В. С., Евдокимов С. П. Разработка и изготовление микроэлектронных датчиков давления для особо жестких условий эксплуатации // Датчики и системы. 2014. № 2. С. 49–61.
3. Korvink J. G., Paul O. MEMS: a practical guide to design, analysis, and application. — William Andrew, Inc. 2006.
4. The MEMS handbook / ed by Mohamed Gad-el-Hak. p. cm. — 2002 (Mechanical engineering handbook series).
5. Гурин С. А. Технологические методы повышения стабильности тонкопленочных датчиков давления // Приборы. 2015. № 2. С. 36–42.
6. Гурин С. А., Песков Е. В., Вергазов И. Р. Методика термостабилизации тонкопленочных гетерогенных структур // Нано- и микросистемная техника. 2014. № 11. С. 12–16.
7. Волохов И. В., Гурин С. А., Вергазов И. Р. Исследование свойств высокочувствительных термостабильных тонкопленочных тензорезисторов для интегральных датчиков давления // Измерительная техника. 2016. № 1. С. 55–60.
8. Баринов И. Н. Высокотемпературные тензорезистивные датчики давлений на основе карбида кремния. Состояние разработок и тенденции развития // Компоненты и технологии. 2010. № 8. С. 64–71.
9. Баринов И. Н., Волков В. С. Обеспечение долговременной стабильности параметров высокотемпературных полупроводниковых тензорезистивных датчиков абсолютного давления // Приборы. 2012. № 9. С. 29–35.
10. Баринов И. Н., Дарвин Ю. Применение поликристаллического алмаза в качестве чувствительного элемента // Отраслевые аспекты технических наук. 2012. № 5. С. 21–23.
11. Ned A. A., Kurtz A. D., Beheim G., Fawzia Masheeb, Sorin Stefanescu. Improved SiC Leadless Pressure Sensors For High Temperature, Low and High Pressure Applications. Kulite Semiconductor Products, Inc. Twenty-First Transducer Workshop Lexington, Maryland, June 22–23, 2004.
12. Плесков Ю. В. Электрохимия алмаза. — М.: Эдиториал УРСС, 2003. — 104 с.
13. Баринов И. Н. Результаты исследования высокотемпературных полупроводниковых чувствительных элементов датчиков давления на основе структуры "кремний-на-диэлектрике" // Компоненты и технологии. 2008. № 11. С. 30–32.

Using of polycrystalline diamond layers to create sensitive element of high-temperature pressure sensors

^{1,2}E. A. VISOTINA, ¹R. N. RIZAKHANOV, ¹S. K. SIGALAEV, ²N. I. POLUSHIN

¹ Keldysh Research Center, Moscow, Russia

² NITU "MISIS", Moscow, Russia

B. V. SPITSYN, A. E. ALEXENKO

A. N. Frumkin Institute of Physical Chemistry and Electrochemistry RAS, Moscow, Russia

V. S. VOLKOV

Joint-Stock Company "AO "NIIFI", Moscow, Russia

The properties of structures based on wide-gap semiconductor materials were analyzed. The design and manufacturing technology of the sensitive element of the pressure sensor based on polycrystalline diamond was considered in detail. The proposed design of the pressure sensor is operable in the pressure range from 0.1 to 10 MPa and in the temperature range from -60 to 400 °C.

Keywords: pressure sensor, sensitive element, polycrystalline diamond, strain gauge, MEMS structure, silicon carbide, silicon-on-dielectric, wide-gap semiconductor, doping by boron.

Конструкции из композиционных материалов: Межотр. науч.-техн. журн. / Федеральное государственное унитарное предприятие «Научно-технический центр оборонного комплекса «Компас»; Акционерное общество «Государственный ракетный центр имени академика В. П. Макеева»; Акционерное общество «Информационные спутниковые системы» имени академика М. Ф. Решетнева». 2020. Вып. 3 (159). С. 1—64.

Редактор ***О. А. Константинова***
Компьютерная верстка ***Н. В. Ильина, К. В. Трыкина***

Подписано в печать 16.09.2020. Формат 60x84 1/8.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 7,4, Уч.-изд. л. 7,7.
Тираж 250 экз. Заказ 1955. Свободная цена.
Адрес редакции: 125424, Москва, Волоколамское ш., д. 77,
ФГУП «НТЦ оборонного комплекса «Компас».
www.ntckompas.ru E-mail: izdanie@ntckompas.ru
Отпечатано в ООО "РАПИТОГРАФ".
117342, Москва, ул. Бутлерова, д. 17Б.
Индекс 80089.

Правила для авторов по оформлению рукописей статей, предлагаемых к публикации в журналах

Направляя рукопись статьи в редакцию журнала, авторы передают редколлегии и издателю журнала безвозмездное неисключительное право опубликовать ее на русском языке в качестве статьи в печатной и электронной версиях журнала в сети Интернет. При этом за авторами сохраняются их интеллектуальные права на рукопись статьи (в том числе "авторское право"). В связи с этим и с учетом Четвертой части (Раздел VII) Гражданского кодекса РФ авторами должно быть представлено в редакцию письмо в следующей форме:

Лицензионный договор о передаче права на публикацию (издательский лицензионный договор)

Мы, нижеподписавшиеся, авторы рукописи,
предоставляем редколлегии журнала и издателю ФГУП «НТЦ оборонного комплекса
«Компас»

.....
(название журнала)

безвозмездную простую (неисключительную) лицензию на публикацию рукописи статьи как в печатной, так и в электронной версиях журнала.

Мы подтверждаем, что данная публикация не нарушает интеллектуальных прав других лиц или организаций.

Подписи авторов: (ф.и.о., ученая степень, дата)

Статья должна быть подписана всеми авторами. В случае нескольких авторов указывается фамилия автора, ответственного за переписку с редакцией. Рукопись статьи направляется на адрес редакции журнала: 125424, Москва, Волоколамское ш., д. 77, ФГУП «НТЦ оборонного комплекса «Компас», Редакция журнала.

Дополнительная информация может быть получена в редакции при обращении по телефону: 8 (495) 491-43-17 или по E-mail: izdanie@ntckompas.ru.

Каждая статья рецензируется в соответствии с решением редколлегии журнала. Рецензенты выбираются из числа ученых и специалистов, компетентных в вопросах, рассматриваемых в статье, и имеющих собственные публикации в данном направлении. Решение о порядке публикации статьи принимается редколлгией с учетом мнения рецензентов. В случае разногласий среди членов редколлегии окончательное решение принимает главный редактор. При полном отклонении рукописи статьи от публикации редакция журнала направляет авторам мотивированный отказ. По этому факту редакция не вступает в полемику с авторами.

Комплектование статьи (обзора)

Статья должна быть представлена в редакцию в следующем комплекте:

- сопроводительное письмо, подписанное руководством организации;
- экспертное заключение о возможности опубликования в открытой печати и распространения в

Российской Федерации и других государствах. При отсутствии в организации экспертной комиссии вместо экспертного заключения может быть представлено соответствующее заявление на имя главного редактора журнала от имени руководства организации, где работают авторы. В экспертном заключении или заявлении в обязательном порядке должна быть отражена возможность открытой публикации и передачи публикуемых материалов за границу.

- лицензионный договор по приведенному образцу;
- рукопись статьи — объем статьи (без рисунков) не должен превышать 10 страниц формата А4 при 1,5 межстрочных интервалах, а объем статьи обзорного характера — 20 страниц. Рекомендуемая гарнитура — New Times Roman. Размер шрифта — 12;
- Материал статьи представляется в редакцию в печатном виде (на бумажном носителе) и в электронном варианте на CD/DVD-диске с текстом в формате Word.

Оформление статьи:

- статья начинается с указания УДК;
- название статьи набирается строчными буквами (кроме начальной прописной) полужирным шрифтом, размер шрифта 14, для остального текста используется простой шрифт размером 12, причем рекомендуемая гарнитура шрифта — Times New Roman;

- после названия — список авторов, инициалы авторов предшествуют их фамилиям;
- с отступлением в 2 строки представляется аннотация статьи;
- далее приводится список ключевых слов для данной статьи (не более десяти);
- страницы текста нумеруются без пропусков и добавлений литературных обозначений (типа 1а, 2б и т. п.), причем в сквозную нумерацию должны быть включены все элементы статьи;
- внизу первой страницы текста помещается отдельный абзац (с полужирным шрифтом), содержащий контактную информацию об авторе (или авторах) в следующем виде: фамилия, имя, отчество, должность, ученая степень, почтовый адрес предприятия, телефон, E-mail;
- основной текст статьи должен начинаться с четкой постановкой цели и задач работы, сопровождаемой аргументами в пользу ее выполнения на фоне существующего состояния затронутой в статье проблемы. Дальнейший текст статьи также должен иметь смысловые рубрикаторы (разделы и подразделы) без их нумерации. Заканчиваться статья должна отдельным разделом «Заключение» с перечислением основных результатов, следующих из них выводов и, по возможности, предложений по развитию исследований и использованию их результатов.
- после основного текста — список использованных источников "Литература" (не менее 5 источников); Список использованной литературы должен соответствовать всем ссылкам на внешние источники в тексте статьи. Ссылки оформляются в квадратных скобках, например, [1—6], [7, 8]. Внутренние ссылки, т. е. ссылки на формулы, рисунки и таблицы статьи оформляются с использованием круглых скобок, например, формула (1), уравнение (4), (рис. 3), (табл. 2). Любые ссылки в подписях к рисункам и в самих рисунках не рекомендуются;
- далее размещается подробная англоязычная информация о статье: название статьи, фамилия и инициалы авторов (английская транслитерация), предприятие, аннотация, ключевые слова (Keywords).

Оформление рисунков:

- рисунки и графики вставляются непосредственно в нужном месте в статье и в желаемом масштабе.
- рядом с осями графиков указываются отображаемые физические величины только в символьной (буквенной) форме, а через запятую — размерность величины по-русски (прямым шрифтом). Различные кривые на графиках рекомендуется нумеровать, даже если они характеризуются отдельным цветом или типом линии. Графики представляются только на

белом фоне. Вспомогательные сетки на площади графика не допускаются;

- подписи под соответствующими рисунками (полужирный курсивный) представляются в нужных местах текста. Каждая подпись должна быть по возможности лаконичной, но емкой по содержанию.

Оформление формул:

- простые формулы вводить в текст в формате используемого текстового редактора, более сложные формулы — с использованием редактора формул MathType;
- стандартные математические обозначения (например, \max , \log , \sin , \exp и т. д.) должны быть набраны прямо. То же относится к цифрам и числам;
- для символьного обозначения не векторных физических (технических) величин использовать только латинский и греческий алфавиты, при этом в тексте для греческих букв использовать прямой шрифт, для латинских букв — наклонный шрифт (курсив);
- векторы и матрицы обозначать полужирным прямым шрифтом;
- для нижних и верхних индексов применять арабские цифры, латинские или греческие буквы. Если индекс представляет собой сокращенную форму русского слова — характеристики, то допустимо использовать в его обозначении русские буквы (прямой шрифт), например $U_{\text{вх}}$, $I_{\text{вых}}$, $v_{\text{гр}}$ и т. п.
- размерность физических величин обозначается всегда только по-русски прямым шрифтом.

Оформление таблицы:

- содержание таблицы не должно дублировать данные, приводимые на графиках или в тексте;
- графы должны иметь название без сокращения отдельных слов.

Рисунки, формулы и таблицы должны иметь свою отдельную сквозную нумерацию. Если на конкретную формулу нет дополнительных (возвратных) ссылок в тексте или она в единственном числе, то нумерация ее не нужна. Единственные таблица и/или рисунок также не нумеруются.

При публикации в журнале каждая статья (в контактной информации) сопровождается сноской со знаком охраны авторского права ©, поставленным перед фамилией автора (фамилиями авторов) и годом издания.

Авторы (или автор) каждой статьи после выхода журнала в свет имеют право на получение от редакции электронной версии статьи в PDF-формате (редактор Adobe Acrobat).