

Прочность оптических кварцевых волокон при испытании в жидком азоте

© Л.Г. Байкова,¹ Т.И. Песина,¹ М.Ф. Киреенко,¹ Л.В. Тихонова,¹ С.Р. Kurkjian²

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: lida@sglass.ioffe.ru

² Department of Material Science and Engineering, Rutgers University,
Piscataway, NJ08854, USA

(Поступило в Редакцию 8 октября 2014 г.)

Измерена прочность в жидком азоте оптического кварцевого волокна с полимерным покрытием и непосредственно самого покрытия методом трехточечного изгиба. Установлено, что средняя прочность кварцевого волокна равна 14 GPa, а прочность покрытия — 0.43 GPa. Показано, что разрушение покрытия в процессе испытания в жидком азоте приводит к увеличению дисперсии прочности оптического кварцевого волокна по сравнению с испытанием на воздухе.

Введение

Методические вопросы определения прочности приобретают большое значение при разработке новых высокопрочных материалов или при исследовании малых наноразмерных объектов из известных материалов. Например, было обнаружено, что кварцевые нановолокна диаметром 50–300 nm имеют прочность более 10 GPa [1], что в 2 раза больше прочности бездефектных кварцевых волокон при испытании в обычных атмосферных условиях [2]. Известно, что уменьшение количества влаги во внешней среде при испытании в высоком вакууме или в жидком азоте приводит к повышению прочности в 2 раза и более [3,4]. Таким образом, на нановолокнах при испытании в атмосферных условиях была достигнута прочность, равная инертной прочности кварцевых волокон. При этом максимальные значения прочности нановолокон при растяжении достигали 25 GPa [1]. К сожалению, погрешность измерения в этих опытах оказалась равной почти половине полученного значения прочности. Хотя методика испытания волокон на растяжение дает возможность прямого определения разрушающего напряжения, но применение этой методики сопряжено с большими трудностями установки и крепления образцов, возможностью их повреждения в процессе установки, погрешностью определения диаметра образца в месте разрушения и точностью определения нагрузки, что, в конечном счете, сказывается на достоверности результатов.

На практике при исследовании прочности оптических кварцевых волокон широкое распространение получила методика двухточечного изгиба [5,6]. При использовании этой методики определяется не разрушающее напряжение (прочность), а разрушающая деформация. Преимуществом методики двухточечного изгиба является уменьшение вероятности повреждения волокна в процессе испытания и как результат низкая дисперсия значений деформации, измеряемых при разрушении во-

локна [4,7]. Недостатком этой методики является то, что для вычисления разрушающего напряжения (прочности) в этом случае необходимо знать зависимость модуля упругости от деформации. В работе [8] была разработана модель расчета прочности волокна при испытании на двухточечный изгиб с учетом нелинейной зависимости модуля Юнга от деформации. Следует, однако, отметить, что из-за недостатка экспериментальных данных по исследованию упругих свойств кварцевого и других неорганических стекол при больших деформациях эту задачу нельзя считать окончательно решенной.

В работах Физико-технического института им. А.Ф. Иоффе РАН для исследования структурной прочности стекол различных составов был разработан метод поперечного трехточечного изгиба стеклянных волокон [9–11]. Преимуществом этой методики является возможность прямого расчета разрушающего напряжения (прочности) непосредственно по величине силы, вызывающей разрушение. Измерения проводились на свежеснятых волокнах в „нетронутom“ состоянии. Было показано, что эта методика позволяет наблюдать влияние среды и состояния поверхности волокна на прочность и определять потенциальный уровень прочности, присущей структуре стекла. Однако большая дисперсия прочности, обусловленная повреждением незащищенной поверхности волокна на опорах, снижала точность определения истинной прочности стекла [11]. Эта трудность преодолевалась при исследовании оптических кварцевых волокон (световодов) с полимерным покрытием, так как в этом случае вероятность повреждения волокна на опорах при испытании резко снижалась. Это позволило провести сравнительные измерения прочности при использовании обоих методов [12]. Было показано, что прочность волокна, полученная при испытании на трехточечный изгиб, и прочность того же волокна, вычисленная по величине разрушающей деформации при двухточечном изгибе, имеют близкие значения. Небольшое различие (~ 12%) обусловлено различием в

режимах нагружения, что имеет существенное значение при испытании в среде, содержащей влагу [13].

В связи с этим представляет большой интерес измерить прочность бездефектного кварцевого волокна в условиях, исключающих влияние среды, например, в жидком азоте.

Методика измерения

Работа проводилась на оптическом кварцевом волокне диаметром $125\ \mu\text{m}$ с полимерным покрытием толщиной $60\ \mu\text{m}$. Испытания в жидком азоте проводились с помощью методики трехточечного изгиба [9]. Разрушающее напряжение или прочность σ определялась по формуле

$$\sigma = \frac{16PL}{\pi d^3}, \quad (1)$$

где P — приложенная сила, L — половина пролета между опорами, d — диаметр волокна. Расстояние между опорами было $1.02\ \text{mm}$. Скорость нагружения была $1.4\ \text{GPa/s}$. Перед нагружением образцы выдерживались в жидком азоте в течение $30\ \text{s}$. Количество испытанных образцов равно 50 .

Статистическая обработка результатов измерений прочности проводилась с использованием распределения Вейбулла [14], представленного в виде зависимости функции вероятности от значений прочности σ_i , получаемых при испытании:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1 - F_i} \right) = m \ln \sigma_i - \ln A, \quad (2)$$

где F_i — вероятность разрушения при напряжениях, которые меньше или равны σ_i , A — параметр положения, m — параметр, обратная величина которого характеризует дисперсию прочности. Вероятность $F_i = n_i / (N + 1)$, где n_i — номер образца с прочностью σ_i в ряду образцов, расположенных по мере возрастания прочности, N — общее число образцов.

Результаты

Результаты непосредственного измерения прочности оптического кварцевого волокна с полимерным покрытием в жидком азоте и на воздухе при комнатной температуре методом трехточечного изгиба представлены на рис. 1.

Чтобы оценить поведение полимерного покрытия в жидком азоте и его вклад в сопротивление изгибу при испытании волокна с покрытием, были сделаны измерения прочности самого покрытия. Покрытие, стянутое с волокна в виде трубочек длиной $10\ \text{mm}$, наружным диаметром $d_c = 245\ \mu\text{m}$ и внутренним диаметром $d = 125\ \mu\text{m}$, было испытано также методом трехточечного изгиба в жидком азоте. Перед нагружением покрытие также выдерживалось в жидком азоте в течение $30\ \text{s}$.

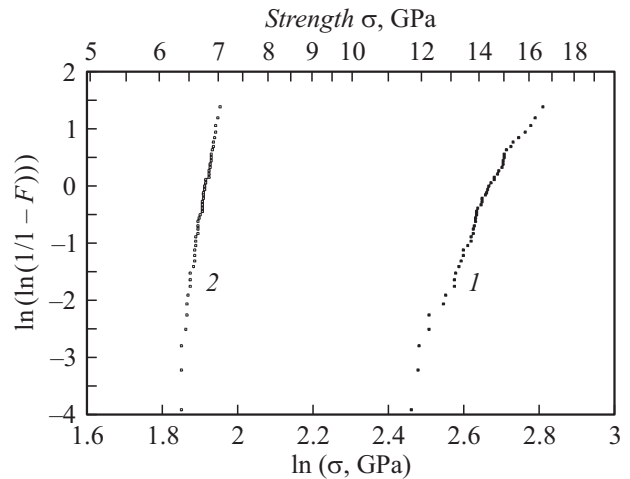


Рис. 1. Прочность оптического кварцевого волокна диаметром $125\ \mu\text{m}$ с полимерным покрытием толщиной $60\ \mu\text{m}$ при испытании на трехточечный изгиб: 1 — испытание в жидком азоте ($\sigma = 14\ \text{GPa}$, $m = 15$), 2 — испытание на воздухе при 20°C , $35\%RH$ ($\sigma = 6.7\ \text{GPa}$, $m = 43$) (в скобках указаны средние значения прочности).

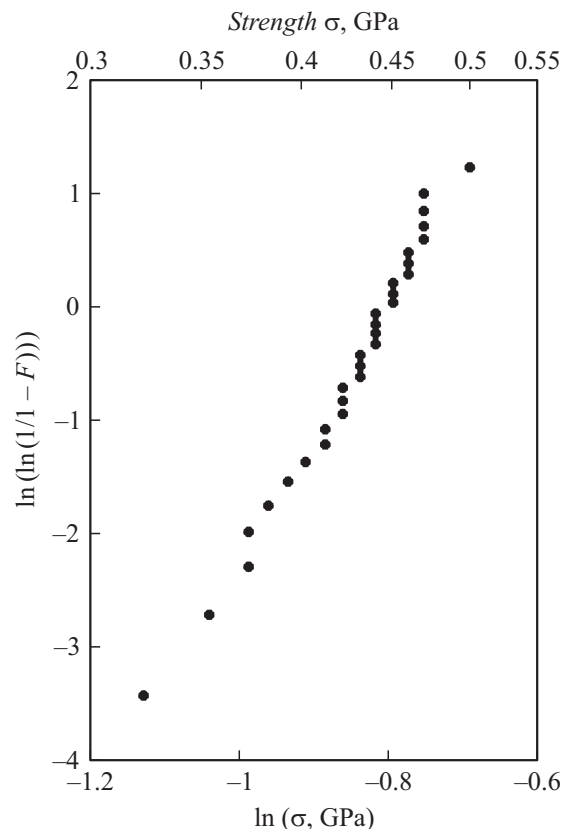


Рис. 2. Прочность образцов полимерного покрытия в виде трубочек длиной $10\ \text{mm}$, (внешний диаметр $240\ \mu\text{m}$, внутренний диаметр $125\ \mu\text{m}$) при испытании на трехточечный изгиб в жидком азоте ($\sigma = 0.43\ \text{GPa}$, $m = 12$).

При погружении в жидкий азот оно становилось твердым и хрупким. Прочность покрытия определялась по

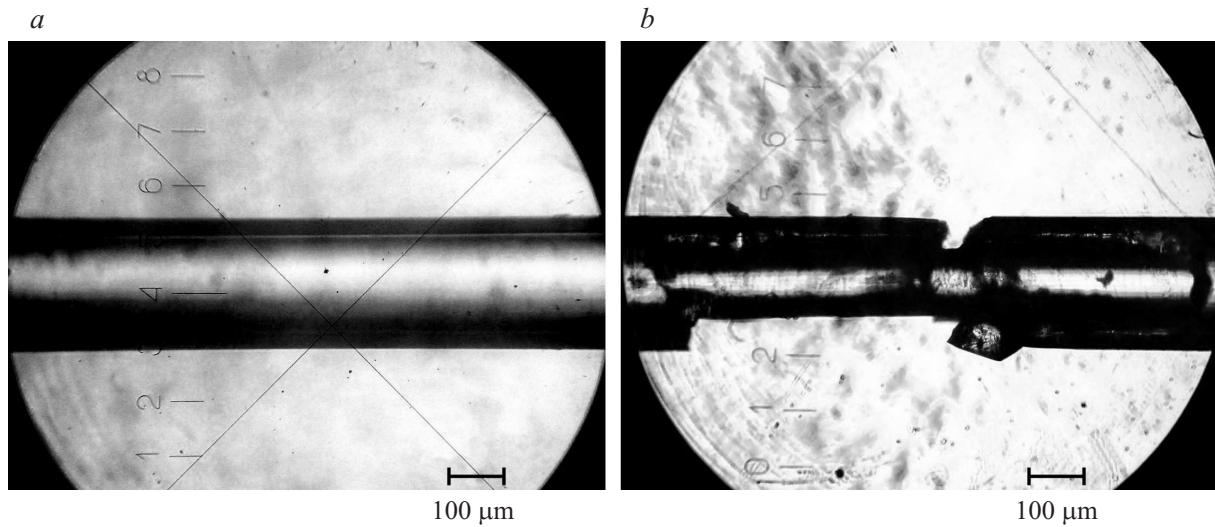


Рис. 3. Фотографии оптического кварцевого волокна с полимерным покрытием: *a* — в исходном состоянии, *b* — после его нагружения в жидком азоте до половины разрушающей нагрузки.

формуле

$$\sigma = \frac{16PLd_c}{\pi(d_c^4 - d^4)}, \quad (3)$$

где d_c — наружный диаметр трубочки, d — ее внутренний диаметр, P — приложенная сила, L — половина пролета между опорами.

На рис. 2 представлены результаты измерения прочности покрытия. Средняя прочность собственно покрытия в жидком азоте оказалась равной 0.43 GPa, что значительно ниже прочности оптических кварцевых волокон [12]. Этот результат позволил сделать предположение о том, что разрушение покрытия при испытании в жидком азоте происходит на начальной стадии нагружения волокна с покрытием. Это подтверждается визуальным наблюдением. Фото на рис. 3 показывает вид поверхности волокна после его нагружения в жидком азоте до половины разрушающей нагрузки. Как видно из рисунка, покрытие потеряло свою сплошность, растрескалось и даже отвалилось от волокна в зоне максимальных растягивающих напряжений. Это наблюдение позволяет полагать, что при испытании волокна с покрытием в жидком азоте само покрытие не вносит вклад в сопротивление образца на конечной стадии нагружения, и расчет прочности можно проводить по формуле (1) без учета покрытия.

Обращает на себя внимание повышенная дисперсия прочности волокон при испытании в жидком азоте по сравнению с испытанием на воздухе. Как видно из рис. 1, при испытании на воздухе при температуре 20°C, когда покрытие является мягким и эластичным, наблюдаемая дисперсия прочности почти в 3 раза меньше ($m = 43$). Увеличение дисперсии прочности в жидком азоте, по нашему мнению, можно объяснить разрушением покрытия, его отслаиванием от поверхности волокна в процессе испытания. Можно предположить, что разру-

шение и отслаивание покрытия в процессе нагружения создают на поверхности волокна локальные напряжения вследствие отрыва твердых микрочастиц покрытия от поверхности волокна, что и приводит к увеличению дисперсии прочности.

Таким образом, наблюдаемое увеличение дисперсии прочности в жидком азоте, по нашему мнению, обусловлено разрушением покрытия. Это дает основание предположить, что наиболее высокие зафиксированные значения разрушающего напряжения соответствуют истинной прочности волокна. Выборка 10% испытанных образцов, показавших максимальные значения прочности, дает среднюю прочность 16 GPa, которая, по нашему мнению, в большей степени характеризует истинную прочность кварцевого волокна в жидком азоте. Отметим, что такая же максимальная величина прочности была получена при испытании на растяжение в жидком азоте тонких кварцевых волокон [15].

Заключение

Проведены измерения прочности оптического кварцевого волокна с покрытием при испытании в жидком азоте.

Показано, что полимерное покрытие в жидком азоте имеет низкую прочность, равную 0.43 GPa. Разрушение покрытия происходит на начальной стадии нагружения волокна с покрытием, и покрытие не вносит вклад в окончательный расчет прочности.

Установлено, что среднее значение прочности оптического кварцевого волокна в жидком азоте равно 14 GPa, максимальные значения для 10% испытанных образцов равны ~ 16 GPa.

Сделано предположение, что разрушение покрытия в процессе испытания в жидком азоте приводит к увели-

чению дисперсии прочности кварцевого волокна и соответственно снижению ее среднего значения до 14 ГПа.

Список литературы

- [1] *Bramilla G., Payne D.* // *Nano Lett.* 2009. Vol. 9. N 2. P. 831–835.
- [2] *Kurkjian C.R., Paek U.C.* // *Appl. Phys. Lett.* 1983. Vol. 42. N 9. P. 251–253.
- [3] *Proctor B.A., Whitney I., Johnson J.W.* // *Proc. Roy. Soc. A.* 1967. Vol. 297. P. 168–172.
- [4] *Kurkjian C.R., Gupta P.K., Brow R.K., Lower N.* // *J. Non-Cryst. Sol.* 2003. Vol. 316. P. 114–124.
- [5] *Matthewson M.J., Kurkjian C.R., Gulaty S.T.* // *J. Amer. Ceram. Soc.* 1986. Vol. 69. N 11. P. 815–821.
- [6] *Kurkjian C.R., Gupta P.K., Brow R.K.* // *Int. J. Appl. Glass Sci.* 2010. Vol. 1. N 1. P. 27–37.
- [7] *Lower N., Brow R.K., Kurkjian C.R.* // *J. Non-Cryst. Sol.* 2004. Vol. 349. P. 168–172.
- [8] *Gupta K.G., Kurkjian C.R.* // *J. Non-Cryst. Sol.* 2005. Vol. 351. P. 2324–2328.
- [9] *Пух В.П., Песина Т.И., Иванов М.И.* // *Физика и химия стекла.* 1981. Т. 7. Вып. 3. С. 328–331.
- [10] *Пух В.П., Байкова Л.Г., Киреенко М.Ф., Тихонова Л.В., Казанникова Т.П., Синани А.Б.* // *ФТТ.* 2005. Т. 47. Вып. 5. С. 850–855.
- [11] *Байкова Л.Г., Пух В.П., Песина Т.И.* // *Физика и химия стекла.* 1983. Т. 9. Вып. 6. С. 654–659.
- [12] *Байкова Л.Г., Песина Т.И., Kurkjian C.R., Tang Zh., Киреенко М.Ф., Тихонова Л.В., Пух В.П.* // *ЖТФ.* 2013. Т. 8. № 10. С. 55–60.
- [13] *Armstrong J.L., Matthewson M.J., Kurkjian C.R.* // *J. Am. Cer. Soc.* 2000. Vol. 83. N 12. P. 3100–3108.
- [14] *Weibull W.J.* // *J. App. Mech.* 1951. Vol. 18. N 3. P. 293–297.
- [15] *Morley J.G., Andrews P., Whitney I.* // *Phys. Chem. Glasses.* 1964. Vol. 5. N 1. P. 1–10.