

УДК: 575.317: 681.7.066.6

**ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ В МОНОКРИСТАЛЛАХ
ЛЕЙКОСАПФИРА НА ЕГО БАЛЛИСТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА**

**INFLUENCE OF STRUCTURAL DEFECTS IN LEUCOSAPPHIRE
MONOCRYSTALS ON ITS BALLISTIC PROPERTIES**

*Канд. техн. наук Ю.Ю. Меркулов¹, д-р техн. наук С.В. Солк¹, Б.Н. Добряков¹,
канд. техн. наук С.Е. Шевцов¹, д-р техн. наук А.И. Михайлин²*

PhD Yu. Yu. Merkulov, DPhil S.V. Solk, B.N. Dobryakov, PhD S.E. Shevtsov, DPhil A.I. Mikhailin

¹АО «НИИ ОЭП», ²ЗАО «НПО СМ»

В статье рассмотрены современные проблемы в области создания защиты с применением прозрачной брони. Показаны основные физические свойства монокристаллического лейкосапфира, а также способы его выращивания из расплава. Было рассмотрено использование различных перспективных оптических керамик, которые можно применить в качестве фронтального слоя прозрачной брони. Рассмотрено влияние структурных дефектов монокристаллического лейкосапфира на его баллистические свойства. Показана актуальность применения лейкосапфира в качестве фронтального слоя прозрачной брони для защиты оптико-электронных приборов в различных областях, в том числе и в космосе.

Ключевые слова: прозрачная броня, оптическая керамика, выращивание кристаллов, лейкосапфир, структурные дефекты, космический мусор, космический терроризм.

The article deals with modern problems in the field of creating protection with the use of transparent armor. The basic physical properties of monocrystalline leucosapphire are shown, as well as methods for its growth from the melt. The use of various perspective optical ceramics, which can be used as the front layer of transparent armor, was considered. The effect of structural defects of monocrystalline leucosapphire on its ballistic properties is considered. The relevance of the use of leucosapphire as a front layer of transparent armor is shown to protect optoelectronic devices in various fields, including in space.

Keywords: space terrorism, space debris, optical ceramics, transparent armor, growing crystals, leucosapphire, structural defects.

В настоящее время всё больший интерес приобрели, а в ближайшее время, по мнению авторов, будут становиться еще более актуальными вопросы, связанные с производством, использованием и качеством прозрачной брони. Это вызвано несколькими аспектами:

– изменение в обществе представлений о человеческой жизни, «рост» её ценности [1];

– рост террористической опасности, когда всё большее количество объектов необходимо подвергать бронированию [2];

– появление новых объектов, защита которых представляется крайне необходимой.

К последним можно отнести, например, дистанционно управляемые боевые модули (ДУБМ). Их популярность объясняется тем, что оператор во время боевых действий находится на значительном удалении и не подвергается непосредственной опасности. Основным источником информации о местоположении таких систем и окружающей обстановке, как следует из доступных источников, являются оптико-электронные

приборы (ОЭП). В боевых условиях ДУМБ подвергаются воздействию высокоскоростных поражающих факторов, которыми являются пули и осколки. Маленький осколок может вывести из строя сложный и дорогостоящий ОЭП. В первую очередь это касается оптических элементов (ОЭ) [3].

В последние годы серьёзной проблемой становится защита космических станций от баллистического воздействия на них «космического мусора», к которому относят в первую очередь детали отработавших космических аппаратов. В доступной литературе приводится большое количество информации о распределении космического мусора по орбитам, размерам и массе, а также количеству отслеживаемых объектов [4]. Космический мусор представляет реальную угрозу для космических станций, а его количество будет только увеличиваться вследствие активного использования околоземного пространства и взаимного столкновения объектов и частиц космического мусора (так называемый синдром Кesslera). Особенно актуальной становится защита ОЭ ОЭП космического базирования [5]. По нашему мнению необходимо учитывать и тот факт, что с каждым годом растёт количество государственных и частных компаний, занимающихся космической деятельностью, и быть готовыми к противодействию «космическому терроризму».

В качестве материалов для изготовления прозрачной брони наиболее широко используются неорганические стекла и прозрачные полимеры (органические стекла) [6]. Более высокими защитными свойствами обладают прозрачные керамические материалы: лейкосапфир (монокристаллический оксид алюминия Al_2O_3), поликристаллический оксинитрид алюминия $Al_{23}O_{27}N_5$ (ALON), магнийалюминиевая шпинель

$MgAl_2O_4$ [3]. Причём эти материалы прозрачны в широком (в том числе в инфракрасном (ИК) диапазоне) спектральном диапазоне. Однако их существенным недостатком является их высокая стоимость.

Наиболее доступной керамикой (по соотношению цена–качество) для применения в прозрачной броне на сегодняшний день является лейкосапфир.

Лейкосапфир представляет собой оптически прозрачный бесцветный монокристаллический оксид алюминия (Al_2O_3). Широкое распространение получил синтетический лейкосапфир, получаемый путем выращивания монокристаллов из расплава (метод Чохральского, метод Вернейля, метод Киропулуса, метод Степанова) [7]. Прозрачность в широком спектральном диапазоне (0,17–5,5 мкм), высокая механическая прочность, износостойкость, термическая стабильность до $1600^\circ C$, а также химическая инертность делают лейкосапфир одним из самых востребованных материалов в различных отраслях науки и техники (медицина, электроника, ювелирная промышленность, оборонная техника и т.д.) (рис. 1).

Из лейкосапфира изготавливаются обтекатели устройств самонаведения, защитные окна технологического оборудования. В оптических устройствах лейкосапфир применяется в качестве линз и призм изделий, работающих в широком спектральном диапазоне — от ультрафиолетовой до инфракрасной области спектра — и эксплуатируемых в экстремальных условиях. Также лейкосапфир применяется при изготовлении оптики эндоскопов, фоконов (фокусирующих волноводов), оболочек газоразрядных ламп, а также в светодиодной технике в качестве изоляционных подложек и микроэлектронике.

В конце XIX – начале XX века французскому химику Огюсту Вернейлю удалось разработать

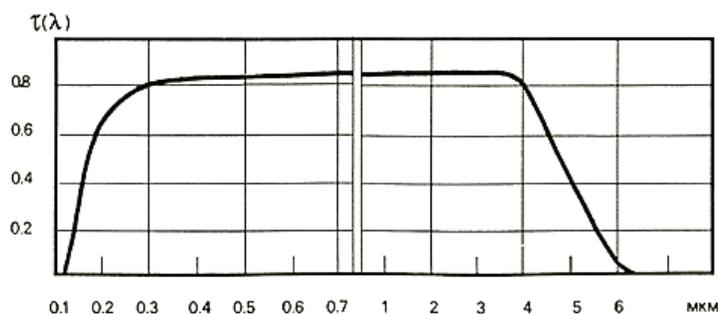


Рис. 1. График спектрального пропускания лейкосапфира толщиной 10 мм

метод серийного выращивания кристаллов рубина. Метод Вернейля позволил впервые осуществить систематические исследования процессов высокотемпературной кристаллизации. Были развиты представления о дефектах, определяющих структуру монокристаллов. Потребность в расширении номенклатуры материалов способствовала развитию новых методов выращивания кристаллов, в том числе и методов горизонтально направленной кристаллизации (ГНК), позволяющей получать монокристаллы синтетического корунда (лейкосапфира) до размеров 450×600 мм [8–10].

Основные физические свойства лейкосапфира приведены в табл. 1.

Для выращивания особо чистых монокристаллов сапфира большого размера, пригодных для получения пластин для изготовления подложек с различной ориентацией и других изделий с высокими оптическими свойствами, обычно используют метод Киропулоса. Сырьем для него является порошок или кристаллический оксид алюминия. Этот сравнительно недорогой метод основан на выращивании кристаллов из

расплава. При методе Киропулоса направленная кристаллизация обеспечивается за счет изменения температуры расплава при неподвижном тигле. Постепенное нарастание кристалла в виде полусферы происходит на затравке за счет непрерывного отвода тепла через кристалл с помощью водоохлаждаемого кристаллодержателя. По мере роста кристалл постепенно вытягивают из расплава, вращая его вокруг собственной оси. При выращивании методом Киропулоса диаметр выращиваемого кристалла ограничивается лишь размерами тигля и может достигать 350 мм и более. Для снижения остаточных напряжений, приводящих к растрескиванию и поколу, выращенные кристаллы подвергаются послеростовому отжигу в специальных высоковакуумных отжиговых установках.

Другие методы выращивания из расплава (Чохральского, Мусатова, Степанова, Бриджмена–Стокбаргера) [11] основаны на перемещении кристалла или тигля с расплавом в поле температурного градиента. Метод Чохральского, например, заключается в вертикальном вытягивании затравочного кристалла из расплава в горячем тигле,

Таблица 1

Основные физические свойства лейкосапфира

Химическая формула	Al ₂ O ₃
Тип кристаллической структуры, класс симметрии	гексагональная, 3 m
Параметры решетки, Å	a = 4,758, c = 12,991
Плотность, г/см ³	3,98
Твердость по Моосу	9
Диапазон оптической прозрачности, микрон	0,17–5,5
Показатель преломления (на длине волны 0,532 мкм)	n _o = 1,7717, n _e = 1,76355
Влагопоглощение	отсутствует
Модуль Юнга, ГПа	345
Модуль сдвига, ГПа	145
Модуль объемной упругости, ГПа	240
Предел упругости, МПа	275
Модуль разрыва, МПа	420 при 20°C, 280 при 500°C, 420 при 1000°C
Коэффициенты упругости	C ₁₁ = 496, C ₁₂ = 164, C ₁₃ = 115, C ₃₃ = 498, C ₄₄ = 148
Коэффициент Пуассона	0,25–0,3
Коэффициент трения	0,15 на стали, 0,1 на сапфире

чаще всего молибденовом. Методы горизонтально направленной кристаллизации (ГНК) и Шубникова–Обереимова основаны на создании температурного градиента за счет движения кристаллической затравки в горизонтальном направлении или охлаждения дна тигля путем газового обдува. Методы получения кристаллов лейкосапфира из раствора — гидротермальный и метод «из раствора в расплаве» используют фтористые, свинцовые и водные растворы окиси алюминия.

В табл. 2 приведены сравнительные свойства некоторых прозрачных керамик, которые используются в качестве фронтального слоя в прозрачной броне.

За рубежом применение в броневой защите прозрачных керамик является весьма распространенным. В США для производства лейкосапфира используется технология т. н. «краевого роста» лейкосапфиров, что позволяет получить пластины больших размеров 12 × 18,5 дюймов (≈ 300 × 470 мм), толщиной 10,9 мм.

В России также имеются возможности получения лейкосапфировых пластин, налажено производство этого материала для различных отраслей промышленности. Существуют различные методы выращивания лейкосапфира. При этом в целях создания прозрачной брони необходимым является получение крупных и особо крупных монокристаллов лейкосапфира. Поставленной задаче наиболее полным образом отвечает тигельный метод Багдасарова (с неограниченной зоной расплава), основанный на перемещении контейнера с исходным веществом и затравочным монокристаллом в горизонтальном направлении. При реализации метода Багдасарова технически не очень сложно создать управляемое температурное поле, крайне необходимое для выращивания

высокосовершенных крупных монокристаллов. В настоящее время по методу Багдасарова могут быть получены монокристаллы лейкосапфира размерами 320 × 400 × 20–30 мм.

Как показали проведенные испытания, перспективным вариантом при создании прозрачных бронепреград высоких классов защиты может быть использование пластин монокристалла лейкосапфира толщиной 4–8 мм в качестве лицевого слоя с формированием средних слоёв из силикатного (в т.ч. кварцевого) стекла и тыльного слоя из поликарбоната. Указанная многослойная структура позволяет минимум в 1,5 раза уменьшить толщину и массу преграды для защиты от обстрела пулями Б-32 из винтовки СВД [12].

Испытания различных опытных слоистых структур с лицевым слоем из лейкосапфира показали экономию по массе и толщине в сравнении с существующими прозрачными преградами не менее 30%. С точки зрения своих свойств лейкосапфир является наиболее перспективным материалом для прозрачной брони, хотя его стоимость высока из-за высокотемпературной технологии производства и необходимости механической обработки и полировки. Также проблемой является получение не плоских пластин, а деталей криволинейной формы.

Для изготовления элементов из поликристаллического оксинитрида алюминия $Al_{23}O_{27}N_5$ (АЛОН) требуются очень специфическое оборудование (печи аэродинамической левитации) и сверхчистое исходное сырье и технологические газы, этого в России сегодня нет. Кроме того, имеются ограничения в изготовлении элементов больших размеров, поэтому применение АЛОН в России для использования в прозрачной броне в настоящее время является проблематичным.

Таблица 2

Сравнительные свойства некоторых прозрачных керамик, которые используются в качестве фронтального слоя в прозрачной броне

Характеристики	ALON	Лейкосапфир	Шпинель
Плотность г/см ³	3,69	3,97	3,59
Модуль Юнга, ГПа	334	344	260
Средний предел напряжений при изгибе, МПа	380	742	184
Ударная вязкость, МПа•м ^{1/2}	2,4	–	1,7
Твердость по Кнуппу, НК	17,7	19,6	14,9

Магнийалюминиевая шпинель ($MgAl_2O_4$) является еще большей экзотикой, о ее применении в отечественных защитных стеклах авторам не известно.

В последние годы отмечается ряд тенденций, подтверждающих перспективность использования прозрачных оптических керамик:

- широкое использование ОЭП, работающих в широком спектральном диапазоне, в том числе среднем и дальнем ИК;

- необходимость использования прозрачной брони, незначительно ухудшающей качество изображения и незначительно уменьшающей коэффициент пропускания оптической системы;

- снижение качества прозрачной брони в зависимости от времени ее эксплуатации [13].

Данная работа посвящена выявлению дефектов, которые образуются при изготовлении лейкосапфира и оказывают влияние на баллистические свойства прозрачной брони.

Для исследований ЗАО «НПО Специальных материалов» была предоставлена пластина из монокристалла лейкосапфира размерами $7,5 \times 78 \times 150$ мм (рис. 2). Аналогичный образец был использован в стандартной схеме прозрачного броневоего композита в качестве фронтального слоя, и испытаний по 5-му классу ГОСТ Р 51136-2008 для пулестойких стекол не выдержал, несмотря на свою исключительную твердость.

Поскольку монокристалл лейкосапфира представляет собой пластину весьма больших размеров, предполагается, что для его изготовления применялся метод ГНК (горизонтально-направленной кристаллизации — метод Багдасарова, метод зонной плавки). Известно, что в данном мето-

де требования по чистоте исходных материалов несколько ниже, чем в других методах. При этом технически осуществимо создание малого температурного градиента в процессе поддержания роста монокристаллов. Однако, как отмечено в работе [14], даже мизерное количество примеси, не вызывающее дефектности, может испортить монокристалл лейкосапфира, облегчая захват газовых частиц. В свою очередь, это может объяснить появление характерных микропустот — пузырей в структуре монокристалла.

В исследованиях использовались полярископ-поляриметр ПКС-250, интерферометр ИТ-40, фотоаппарат Nikon D7100, полупроводниковый лазер с длиной волны 450 нм, образец сравнения из стекла К8 (рис. 2), экран и светофильтры.

Результаты исследований

1. Обнаружить какие-либо напряжения в поляризованном свете в пластине монокристалла лейкосапфира не удалось. В пластине из стекла К8 они имеются, хотя и незначительные.

2. При исследовании поверхностей образца из монокристалла лейкосапфира на интерферометре ИТ-40 из-за низкого качества обработки поверхностей не наблюдалась интерференционная картина. Отчетливо видны следы обработки (рис. 3).

3. Исследование структурных дефектов в монокристалле лейкосапфира на микроскопе МБС-10, проведенное путем фотографирования отдельных выбранных участков образца при различных способах освещения и различных увели-

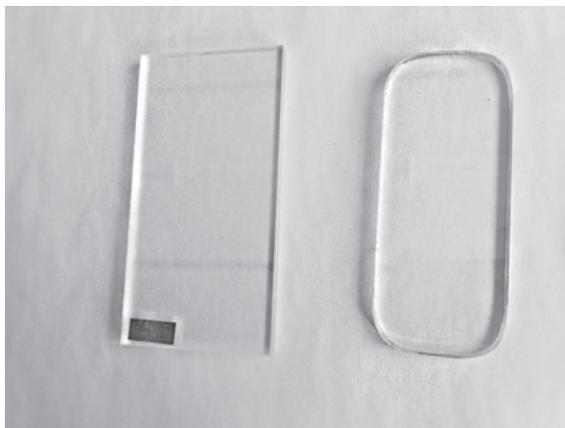


Рис. 2. Монокристалл лейкосапфира (слева) и образец сравнения из стекла К8

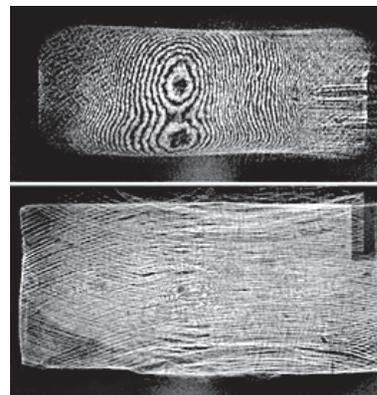


Рис. 3. Исследование качества поверхности монокристалла лейкосапфира (внизу) и образца сравнения из стекла К8 на интерферометре ИТ-40

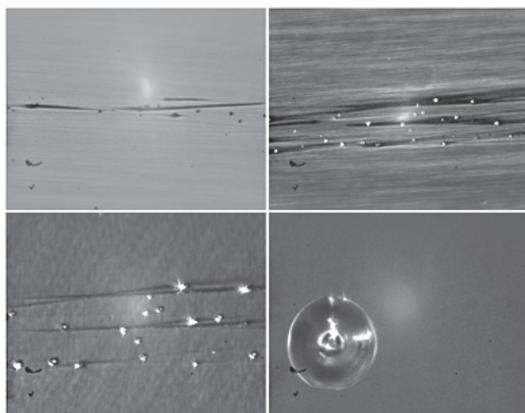


Рис. 4. Исследование структурных дефектов в монокристалле лейкосапфира на микроскопе МБС-10

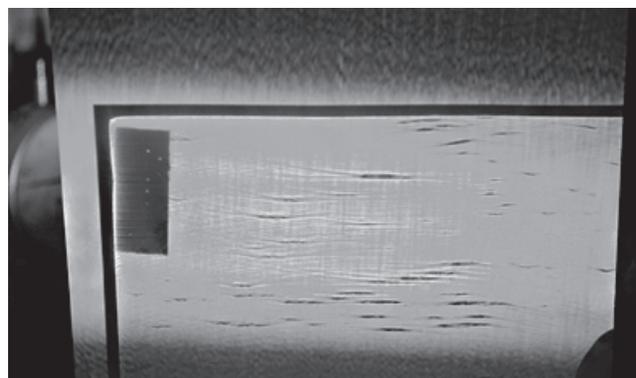


Рис. 5. Исследование структурных дефектов в монокристалле лейкосапфира в проходящем свете

чениях, показало наличие нитевидных поверхностных дефектов (царапин) различной длины и глубины и объемные включения в виде как отдельных пузырей, так и их групп (по оптической технологии — «мошка»).

4. Исследование монокристалла лейкосапфира в проходящем свете (рис. 5) на основе метода определения оптической однородности выявило значительное количество поверхностных и объемных дефектов различной природы.

Выводы

С достаточной степенью вероятности можно предположить, что выявленные дефекты (как поверхностные, так и объемные) оказывают существенное влияние на баллистические свойства монокристаллического лейкосапфира.

Необходимо совершенствование технологии выращивания монокристаллического лейкосапфира, а также технологии изготовления пластин для использования в прозрачной броне.

Необходимо проведение дополнительных комплексных исследований с целью выявления зависимости между различными технологиями выращивания и обработки, возникающими при этом дефектами и баллистической стойкостью монокристаллического лейкосапфира.

Литература

1. Зубец А.Н., Новиков А.В., Сазанаква А.С. Оценка «стоимости» человеческой жизни с учётом морального ущерба // Гуманитарные науки. Вест-

ник Финансового университета. 2016. № 2 (22). С. 6–15.

2. Молотникова А.А., Звонкова Д.В. Очерк проблем терроризма и прогнозирование терактов с использованием искусственных нейронных сетей // Наука и образование: хозяйство и экономика; предпринимательство; право и управление. 2018. № 3. С. 121–131.

3. Солк С.В., Меркулов Ю.Ю., Лебедев О.А. Проблемы защиты оптико-электронных приборов от высокоскоростных поражающих элементов // Сб. тр. Междунар. конф. «Прикладная оптика — 2016». — СПб., 2016. Т. 2. С. 144–148.

4. Adushkin V., Veniaminov S., Kozlov S., Silnikov M. Orbital missions safety — A survey of kinetic hazards // Acta Astronautica. 2016. V. 127. P. 1–7.

5. Merkulov Yu.Yu., Solk S.V., Lebedev O.A. Protection of orbital station optics against high — speed damaging elements // Acta Astronautica. 2017. V. 135. P. 21–25.

6. Кобылкин И.Ф., Селиванов В.В. Материалы и структуры легкой бронезащиты // Учебник для вузов. — М.: Издательство МГТУ им. Н.Э. Баумана. 2014. С. 161.

7. Физический энциклопедический словарь / Гл. ред. А.М. Прохоров, ред. кол. Д.М. Алексеев, А.М. Бонч-Бруевич, А.С. Боровик и др. — М.: Сов. энциклопедия. 1983. 982 с.

8. Багдасаров Х.С. Высокотемпературная кристаллизация из расплава. — М.: ФИЗМАТЛИТ, 2004. 160 с. ISBN 5–9221–0482–9

9. Данько А.Я., Сидельникова Н.С., Адонкин Г.Т. и др. Выращивание больших кристал-

лов сапфира методом горизонтально направленной кристаллизации в газовых средах // Функциональные материалы для науки и техники / Под ред. В.П. Семиноженко. — Харьков: Институт монокристаллов. 2001. 624 с.

10. Мочалов И.В. Выращивание оптических кристаллов. Часть 2. Конспект лекций. — СПб.: НИУ ИТМО. 2012. 122 с.

11. Вильке К.Т. Методы выращивания кристаллов. — Л.: Издательство «Недра». 1977. 600 с.

12. Чусов С.Ю., Щербаков А.В., Яньков В.П. Инициативы российских разработчиков по созданию новой брони нуждаются в господдержке <http://www.arms-expo.ru/news/science/> 19.08.14

13. Шевцов С.Е., Меркулов Ю.Ю., Солк С.В., Добряков Б.Н. Исследование зависимости оптических характеристик броневых стёкол от времени их эксплуатации // Вопросы оборонной техники. Серия 16. 2017. Вып. 11–12 (113–114). С. 58–62.

14. Малуков С.П., Стефанович В.А., Черденченко Д.И. Релаксация пузырей в расплаве лейкосапфира при получении кристаллов методом горизонтальной направленной кристаллизации // Кристаллография. 2007. Т. 52. № 6. С. 1137–1140.

References

1. Zubets A.N., Novikov A.V., Sazanakova A.S. Evaluation of «cost» of human life in view of moral damage // Humanitarian sciences. Bulletin of the Financial University. 2016. № 2 (22). P. 6–15.

2. Molotnikova A.A., Zvonkova D.V. Overview of the problems of terrorism and prediction of terrorist acts using artificial neural networks // Science and Education: economy and economics, entrepreneurship, law and management, 2018. № 3. P. 121–131.

3. Solk S.V., Merkulov Yu.Yu., Lebedev O.A. Problems of protection of optoelectronic devices against high-speed damaging elements // Proc. of International Conference «Applied Optics–2016». Saint-Petersburg. 2016. V. 2. P. 144–148.

4. Adushkin V., Veniaminov S., Kozlov S., Silnikov M. Orbital missions safety — A survey of

kinetic hazards // Acta Astronautica. 2016. V. 127. P. 1–7.

5. Merkulov Yu.Yu., Solk S.V., Lebedev O.A. Protection of orbital station optics against high-speed damaging elements // Acta Astronautica. 2017. V. 135. P. 21 – 25.

6. Kobylkin I.F., Selivanov V.V. Materials and structures of light armor protection — Textbook for High School. — Moscow: Publishing house of Bauman Moscow State Technical University. 2014. P. 161.

7. Physical Encyclopedic Dictionary / A.M. Prokhorov (chief ed.), D. M. Alekseev, A. M. Bonch-Bruevich, A.S. Borovik et al. (ed.). — Moscow. Soviet Encyclopedia. 1983. P. 982.

8. Bagdasarov Kh.S. High-temperature crystallization from melt Moscow, FIZMATLIT, 2004. p.160. ISBN 5–9221–0482–9

9. Dan’ko A.Ya., Sidel’nikova N.S., Adonkin G.T. et al. Growth of big sapphire crystals in gaseous medium using the method of horizontal oriented crystallization // Functional materials for science and technology / V.P. Seminozhenko (ed.). Khar’kov Institute of monocrystals. 2001. P. 624.

10. Mochalov I.V. Growth of optical crystals. Part 2. Summary of lectures. — Saint-Petersburg: ITMO University. 2012. P. 122.

11. Vil’ke K.T. Methods of crystal growth. — Leningrad. Publishing House «Nedra». 1977. P. 600.

12. Chusov S.Yu., Shcherbakov A.V., Yan’kov V.P. Initiatives of Russian designers on development of a new armor require the government support Available at: <http://www.arms-expo.ru/news/science/> 19.08.14

13. Shevtsov S.Ye., Merkulov Yu.Yu., Solk S.V., Dobryakov B.N. Study of dependences of optical characteristic of armor glasses on its service life // Problems of defense equipment. Series 16. 2017. № 11–12 (113–114). P. 58–62.

14. Malyukov S.P., Stefanovich V.A., Cherdnichenko D.I. Relaxation of bubbles in the melt of leucosapphire during crystals growth by horizontal oriented crystallization. // Crystallography. 2007. V. 52. № 6, P. 1137–1140.