

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Неразрушающего Контроля

Направление подготовки Приборостроение

Кафедра Точного Приборостроения

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы
Сочетание рентгеновской томографии и in-situ микромеханических испытаний в исследовании композиционных материалов

УДК 620.178.5

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4Н	Кутукова Кристина Олегована		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Чахлов Сергей Владимирович	Кандидат физико-математических наук		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Спицын Владислав Владимирович	Кандидат экономических наук		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Панин Владимир Филиппович	Доктор технических наук		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Точного Приборостроения	Бориков Валерий Николаевич	Доктор технических наук, профессор		

Томск – 2016 г.

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
P1	Способность совершенствовать и повышать свой интеллектуальный и общекультурный уровень и специальные знания в области математических, естественных, гуманитарных и экономических наук в комплексной инженерной деятельности на основе целостной системы научных знаний об окружающем мире;
P2	Способность адаптироваться к новым ситуациям, переоценивать накопленный опыт, анализировать свои возможности в понимании сущности и значения информации в развитии современного общества, владение основными методами, способами и средствами получения, хранения, переработки информации; использование для решения коммуникативных задач современных технических средств и информационных технологий <i>в профессиональной области.</i>
P3	Способность использовать на практике умения и навыки в организации исследовательских и проектных работ, в управлении коллективом; эффективно работать индивидуально и в качестве члена команды, демонстрируя навыки руководства отдельными группами исполнителей; в том числе над междисциплинарными проектами, уметь проявлять личную ответственность, приверженность профессиональной этике и нормам ведения профессиональной деятельности.
P4	Способность к самостоятельному обучению новым методам исследования, к изменению научного и научно-производственного профиля своей профессиональной деятельности; разрабатывать самостоятельно техническую документацию; четко излагать и защищать результаты комплексной инженерной деятельности <i>в областях контроля качества продукции предприятий измерительной техники и точного приборостроения</i> ; приобретать с помощью информационных технологий и использовать в практической деятельности умения непосредственно не связанных со сферой деятельности.
P5	Умение использовать основные законы естественнонаучных дисциплин, методы математического анализа и моделирования, основы теоретического и экспериментального исследования в комплексной инженерной деятельности при разработке средств измерения и контроля, используя стандартные пакеты и средства автоматизированного проектирования в приборостроении.
P6	Умение профессионально эксплуатировать современное оборудование и приборы в соответствии с целями магистерской программы, организовывать технологическую подготовку производства приборных систем различного назначения и принципа действия, разрабатывать и внедрять новые технологические процессы с использованием гибких САПР и оценивать их экономическую эффективность и инновационные риски при их внедрении.
P7	Способность проектировать приборные системы и технологические процессы с использованием средств САПР и опыта разработки конкурентоспособных изделий; осуществлять проектную деятельность в профессиональной сфере на основе системного подхода.
P8	Умение разрабатывать методики проведения теоретических и экспериментальных исследований по анализу, синтезу и оптимизации методов измерения контроля и диагностики, используемых в приборостроении; способность разработать и проводить оптимизацию натурных экспериментальных исследований приборных систем с учётом критериев надёжности; использовать результаты научно-исследовательской деятельности и пользоваться правами на объекты интеллектуальной собственности.

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
Р9	Умение организовывать современное метрологическое обеспечение технологических процессов производства приборных систем и разрабатывать новые методы контроля качества выпускаемой продукции и технологических процессов; решать экономические и организационные задачи технологической подготовки приборных систем и выбирать системы обеспечения экологической безопасности в производстве и при технологическом контроле.
Р10	Способность проектировать математические модели анализа и оптимизации объектов исследования, выбирать численные методы их моделирования или разработать новый алгоритм решения задачи; выбирать оптимальные методы и программы экспериментальных исследований и испытаний, проводить измерения с выбором современных технических средств и обработкой результатов измерений.
Р11	Способность формулировать цели, определять задачи, выбирать методы исследования в области приборостроения на основе подбора и изучения литературных и патентных и других источников; разрабатывать методические и нормативные документы, техническую документацию на объекты приборостроения, а также осуществлять системные мероприятия по реализации разработанных проектов и программ; составлять научно-технические отчеты, обзоры, публикации по результатам исследовательской деятельности

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Неразрушающего Контроля
Направление подготовки Приборостроение
Кафедра Точного Приборостроения

УТВЕРЖДАЮ:
Зав. кафедрой
_____ Бориков В.Н.

ЗАДАНИЕ
на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
1БМ4Н	Кутукова Кристина Олеговна

Тема работы:

Сочетание рентгеновской томографии и in-situ микро-механических испытаний в исследовании композиционных материалов

Утверждена приказом директора

Срок сдачи студентом выполненной работы:

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Объектом исследования является разработка и применение комбинированной установки проекционного рентгеновского микроскопа, обладающего высокой разрешающей способностью, с микромеханическим устройством для исследования микроструктуры композиционных материалов. Предмет исследования – применение in-situ микромеханические испытаний, в частности, микро-индентирование, в изучении композиционных материалов. Цель исследования – продемонстрировать работоспособность комбинированной установки в применении к таким композиционным материалам, как армированный углеродными волокнами алюминий CF-Al. Ожидаемые результаты: экспериментальная проверка работоспособности лабораторной установки нано-КТ с устройством МИУ, оптимизация по управлению устройством МИУ, разработка пользовательского графического интерфейса для устройства МИУ, перечень рекомендаций по проведению in-situ микромеханических испытаний и подготовки образцов.
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	Рентгеновская микроскопия и рентгеновская компьютерная томография, in-situ микромеханические испытания композиционных материалов Техника микро-индентирования Разработка пользовательского графического интерфейса на языке программирования Java Интеграция микро-механического устройства МИУ в рентгеновский микроскоп Xradia nano-XCT-100 Экспериментальная проверка работоспособности лабораторной установки и ее эффективности через практические эксперименты на вдавливание Применение комбинированной установки Xradia nano-XCT-100 и устройства

	<i>МИУ в исследовании композиционных материалов</i> <i>SWOT-анализ</i> <i>План проекта</i> <i>Бюджет научного исследования</i> <i>Реестр рисков проекта</i> <i>Анализ выявленных вредных проявлений факторов производственной среды</i> <i>Анализ выявленных опасных проявлений факторов производственной среды</i> <i>Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности</i>
Перечень графического материала	Презентация Power Point
Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Спицын Владислав Владимирович, к.э.н., доцент
Социальная ответственность	Панин Владимир Филиппович, д.т.н., профессор
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
1. Аналитический обзор литературы	
2. Рентгеновское излучение в области изучения характеристик материалов	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	
---	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Чахлов Сергей Владимирович	Кандидат физико-математических наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4Н	Кутукова Кристина Олеговна		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
1БМ4Н	Кутуковой Кристине Олеговне

Институт	Неразрушающего контроля	Кафедра	Точного приборостроения
Уровень образования	Магистр	Направление/специальность	Приборостроение

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	1. Зарплата научного сотрудника Fraunhofer IKTS по TVöD E13
--	---

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Потенциальные потребители результатов исследования
2. SWOT-анализ
3. Цели и результат проекта
4. Организационная структура проекта
5. План проекта
6. Бюджет НТИ
7. Реестр рисков НТИ

Перечень графического материала:

1. «Портрет» потребителя результатов НТИ
2. Матрица SWOT
3. Календарный план проведения НТИ
4. Диаграмма Ганта
5. Бюджет НТИ
6. Реестр рисков НТИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Спыцин Владислав Владимирович	Кандидат экономических наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4Н	Кутукова Кристина Олеговна		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
1БМ4Н	Кутуковой Кристине Олеговне

Институт	Не разрушающего контроля	Кафедра	Точного приборостроения
Уровень образования	Магистр	Направление	Приборостроение

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1 Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения: 1.1 вредных проявлений факторов производственной среды (метеоусловия, вредные вещества, освещение, шум, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения) 1.2 опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы) 1.3 негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу) 1.4 чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера)	Рабочее место находится в корпусе Исследовательского института керамических систем и технологий (Дрезден, Германия). Необходимо поддержание: 1.1. Нормативных метеоусловий, качества воздушной среды, освещения, шума и ЭМП; 1.2. Нормативных мер обеспечения электро- и пожаробезопасности. 1.3. Использование ПЭВМ.. 1.4. Наиболее вероятные ЧС: загорания (пожары).
2 Ознакомление с законодательными и нормативными документами по теме и отбор их.	ГОСТ 12.0.003-74 «ОиВПФ»; ГОСТ 12.1.003-83 «Шум. Общие требования безопасности»; ГОСТ 12.1.01290 «Вибрационная безопасность»; ГОСТ 12.1.005-88 «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»; ПУЭ, утвержденный министерством энергетики России от 08.07.2002, №204, Глава 1.7.; №123-ФЗ «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности»; Постановление Правительства РФ от 03.09.2010 №681; Постановление Администрации г. Томска от 11.11.2009 №1110 (с изменениями от 24.12. 2014).

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: 1.1. физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой; 1.2. действие фактора на организм человека; 1.3. приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); 1.4. предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства)	Обоснование выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: - Ненормативные метеоусловия - Ненормативное освещение - Шум - приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ); - предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства)
--	--

Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: 2.1.механические опасности (источники, средства защиты); 2.2.термические опасности (источники, средства защиты); 2.3.электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства защиты); 2.4.пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения)	Обоснование выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности: - электрический ток - возможность возникновения пожара - Определение степени опасности (обоснование) СКЗ, СИЗ
Охрана окружающей среды: 3.1.защита селитебной зоны 3.2.анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы); 3.3.анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы); 3.4.анализ воздействия объекта на литосферу (отходы); 3.5.разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды.	Проводимые испытания и исследования оказывают могут оказывать негативное влияние на окружающую среду.
Защита в чрезвычайных ситуациях: 4.1.перечень возможных ЧС на объекте; 4.2.выбор наиболее типичной ЧС; 4.3.разработка превентивных мер по предупреждению ЧС; 4.4.разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС.	Разработать мероприятия по предупреждению загораний, ожогов и электропоражений и мер по ликвидации их последствий.
Правовые и орг. вопросы обеспечения безопасности: 5.1.орг. мероприятия при компоновке рабочей зоны	
Перечень графического и инструктивного материалов:	
Обязательные графические материалы к расчётам по заданию (обязательно для специалистов и магистров).	План эвакуации

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Панин Владимир Филиппович	Доктор технических наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4Н	Кутукова Кристина Олеговна		

Реферат

Выпускная квалификационная работа содержит 152 страницы, 46 рисунков, 14 таблиц, 47 источников, 1 приложение.

Ключевые слова: рентгеновская микроскопия, рентгеновская компьютерная томография, in-situ микромеханические испытания, микро-индентирование, микро-индентер Берковича, композитные материалы с металлической матрицей, армированный углеродными волокнами алюминий.

Объектом исследования является разработка и применение комбинированной установки проекционного рентгеновского микроскопа, обладающего высокой разрешающей способностью, с микромеханическим устройством для исследования микроструктуры композиционных материалов.

Предмет исследования – применение in-situ микромеханические испытаний, в частности, микро-индентирование, в изучении композиционных материалов.

Цель исследования – продемонстрировать работоспособность и эффективность комбинированной установки в применении к таким композиционным материалам, как армированный углеродными волокнами алюминий CF-Al.

Для достижения цели необходимо решить следующие задачи:

- Интегрировать микромеханическое устройство МИУ в инструмент нано – КТ (Xradia nano-XCT-100).
- Разработать пользовательский графический интерфейс для устройства МИУ.
- Провести анализ эффективности комбинированной установки посредством экспериментов микро-индентирования и компьютерной томографии.
- Разработать метод по подготовке образцов для in-situ микро-индентирования.

- Продемонстрировать поведение композиционного материала под нагрузкой, сопровождающееся микроструктурными изменениями.

Определения, обозначения, сокращения

В данной работе применены следующие термины с соответствующими определениями:

Рентгеновский микроскоп – прибор для исследования микроскопического строения объектов с помощью рентгеновского излучения.

Растровый электронный микроскоп – прибор, предназначенный для получения изображения поверхности объекта с использованием пучка электронов.

Разрешающая способность микроскопа – это способность выдавать чёткое раздельное изображение двух близко расположенных точек объекта.

Поле зрения микроскопа – характеристика микроскопа, зависящая от углового поля окуляра, в пределах которого получается изображение достаточно хорошего качества.

Томограф – прибор для получения послойного изображения внутренней структуры объекта.

In-situ микро-механические испытания – испытания материалов на микроуровне, с наблюдением явлений зарождения и развития разрушения, в месте и во время их образования.

Индентирование – испытание материала методом индентирования (вдавливании в поверхность образца специального инструмента — индентора).

Характеризация (материаловедение) – определение механических и физических характеристик материала.

Композиционные материалы – или композиты – структурные материалы, состоящие из двух или более материалов.

Интерфейс (материаловедение) – межфазная граница раздела материалов.

Графический пользовательский интерфейс — интерфейс пользователя, реализованный с помощью формирования графических изображений и манипулирования ими на основе программного обеспечения.

В настоящей работе использованы следующие обозначения и сокращения:

КТ – компьютерная томография;

ККМ – композитные материалы с керамической матрицей;

КММ – композитные материалы с металлической матрицей;

МИУ - микро-механическое испытательное устройство;

ИСП – интегрированная среда разработки;

ГПИ – графический пользовательский интерфейс;

РЭМ – растровый электронный микроскоп.

CF – Carbon Fiber (углеродное волокно)

Al – Aluminium (алюминий)

Оглавление

Введение.....	15
1 Аналитический обзор литературы.....	16
1.1 Современное применение рентгеновской компьютерной томографии	17
1.2 Примеры устройств для in-situ механических испытаний	18
1.3 In-situ микромеханические испытания композиционных материалов.....	20
2 Использование рентгеновского излучения для изучения характеристик материалов	22
2.1 Рентгеновская микроскопия	22
2.2 Рентгеновская компьютерная томография.....	25
2.3 In-situ микромеханические испытания	27
2.3.1 Основные принципы индентирования и его практическое применение в материаловедении	28
2.4 Характеристики композиционных материалов	35
2.4.1 Общие свойства композиционных материалов	35
2.4.2 Применение ККМ и ММС в промышленности	37
3 Сочетание КТ с in-situ микромеханическими испытаниями	40
3.1 Лабораторный инструмент нано-КТ и его применение.....	40
3.2 Микромеханическое устройство (МИУ)	45
3.2.1 Конструкция и возможные модификации МИУ.....	46
3.2.2 Описание графического пользовательского интерфейса	48
4 Интеграция и производительность устройства МИУ	54
4.1 Анализ возможных артефактов вследствие ограниченного угла вращения	54
4.1.1 Подготовка образцов и компьютерная томография	56

4.2 Сравнение данных полученных различными методами	60
4.2.1 Подготовка образцов и процедура эксперимента.....	61
4.2.2 Анализ данных	62
5 Изучение композитных материалов с использованием комбинированной установки КТ и МИУ	67
5.1 Характеристика CF-Al композита с использованием техники микро- индентирования.....	67
5.1.1 Подготовка образцов и процедура эксперимента.....	67
5.1.2 Представление данных и их анализ	69
5.2 In-situ микромеханические испытания CF-Al композита в установке КТ.	72
5.2.1 Подготовка образцов	72
5.2.2 Первый эксперимент и анализ данных	73
5.2.3 Второй эксперимент и анализ данных	76
Заключение	82
Список публикаций.....	85
Список использованной литературы.....	86

Введение

Рентгеновская микроскопия и рентгеновская компьютерная томография обладают высоким разрешением и являются оптимальными методами для исследования и изучения наноструктурных материалов в трехмерном изображении. В сочетании с микромеханическими устройствами, например, с прибором для нано - или микро – вдавливания индентора (индентирование), позволяют объединить преимущества трехмерной визуализации структуры материалов с наблюдением микроструктурных изменений во время нагрузки в высоком разрешении, что позволяет исследовать явления зарождения и распространения трещин, а также расслаивание в композиционных материалах. Экспериментальные исследования с использованием комбинированной установки предоставляют необходимую информацию для фундаментального понимания деформационного поведения, а также механизма деградации и разрушения современных материалов.

Актуальность работы обосновывается необходимостью внедрения нового модульного микромеханического устройства в рентгеновский микроскоп (нано - КТ/Xradia nanoXCT-100) с целью применения данной комбинированной лабораторной установки для изучения и создания современных композиционных материалов.

Объектом исследования является разработка и применение комбинированной установки проекционного рентгеновского микроскопа, обладающего высокой разрешающей способностью, с микромеханическим устройством для исследования микроструктуры композиционных материалов.

Предмет исследования – in-situ микромеханические испытания, применяемые к композиционным материалам. В частности микро-вдавливание (микро-индентирование), обычно сопровождающееся явлениями возникновения и распространения микротрещин, что и демонстрируется в

данной работе на примере композита с металлической матрицей (армированный углеродными волокнами алюминий CF-Al).

1 Аналитический обзор литературы

Рентгеновское излучение (на немецком языке Röntgenstrahlung и на английском языке X-rays) обнаружил немецкий ученый Вильгельм Конрад Рентген в 1895 году, которое с тех пор используется в различных областях, таких как медицина и наука о материалах. Способность рентгеновских лучей проникать через вещество, непрозрачное в видимом свете стало первым применением. Микроструктурный анализ посредством рентгеновской томографии играет важную роль для визуализации, так как не разрушает внутреннюю структуру материалов и компонентов, отсюда способствует выявлению и локализации дефектов таких как включения, поры, микротрещины. Проникающая способность излучения зависит от энергии фотонов и электронной плотности материала. Современные материалы и системы часто характеризуются микро - и нано - размерными характеристиками. Микроэлектронные изделия и композиционные материалы имеют сложную структуру, объединяющую несколько материалов, для достижения новых или улучшенных свойств. Чтобы понять поведение таких миниатюрных систем, желательно, чтобы предоставляемая информация об объекте исследования, полученная в высоком разрешении и объёмном 3D изображении, была достигнута не инвазивным методом, т.е. без разрушения, а так же изучена *in - situ* – для фундаментального понимания механизмов предела надежности материалов и устройств. Рентгеновская компьютерная томография (КТ) представляет собой метод реконструкции серий рентгеновских изображений (проекций), собранных под разными углами при вращении объекта для получения объёмного набора данных. Данная методика позволяет анализировать внутреннюю структуру, без разрезания или секционирования

интересующей области, следовательно, она обеспечивает 3D изображения без разрушения объекта. Рентгеновское изображение производится либо с использованием микро размерного источника рентгеновского излучения (микро рентгеновская компьютерная томография, микро-КТ) либо с использованием рентгеновской оптики в установке микроскопа (проекционный рентгеновский микроскоп/нано-КТ).

Кроме традиционной томографии микро размерных материалов в установке микро - нано - КТ с in-situ микромеханическими испытаниями могут быть изучены так же их свойства, такие как модуль Юнга, вязкоупругие свойства, предел ползучести и адгезия.

В данной работе используется специальная установка проекционного рентгеновского микроскопа с in-situ микромеханическим устройством для изучения поведения современных композиционных материалов под нагрузкой для фундаментального понимания механизмов их разрушения на микроуровне, что позволит улучшить и ускорить разработку новых материалов.

1.1 Современное применение рентгеновской компьютерной томографии

В последние годы метод микро-КТ все чаще используется в качестве 3D визуализации во многих научных областях, и стал играть важную роль как метод неразрушающего контроля в развитии современных материалов.

Современные материалы разрабатываются с целью улучшения свойств по сравнению с традиционными материалами. Часто они имеют сложную микроструктуру [1]. Влияние микроструктуры на механическое поведение материалов может быть исследовано под нагрузкой, т.е. посредством механических испытаний, и продемонстрировано в 3D, с использованием микро-КТ и нано-КТ. Например, изучение современных материалов из углеродных волокон - армированных полимеров (углепластика) описано в

работе [2]. Статья демонстрирует потенциал микро-КТ в качестве эффективного метода для количественной оценки степени повреждения в слоях углепластика. В некоторых отраслях существует необходимость улучшения пространственного разрешения, поэтому современная тенденция в развитии КТ направлена на: увеличение разрешения от нескольких суб-микрон, и даже в пределах 100 нм; сокращение времени сбора данных и использование модернизированных алгоритмов реконструкции для уменьшения возможных артефактов. Скорость получения изображений в высоком разрешении требуется для изучения кинетических процессов в материалах, т. е. для in-situ исследования материалов. Такие типичные динамические процессы - механические нагрузки (растяжение, сжатие и индентирование) и химические реакции: формирование и преобразование фаз, диффузионные процессы и т.д.

Недавние исследования продемонстрировали возможность использования в режиме реального времени принципа синхротронного излучения микро-КТ в сочетании с механическим устройством для in-situ испытаний на усталость, чтобы визуализировать изменения в материале в микрометровом масштабе. Во время in-situ тестирования на усталость, под циклической загрузкой, было визуализировано открытие микро разрыва в зубных имплантатах [3].

Определение характеристик материала при помощи метода in-situ микро-КТ требует специальной конструкции нагружающей системы, которая должна входить в установку КТ таким образом, чтобы в результате экспериментов полученные результаты были надежны и воспроизводимы. Эта проблема решается с помощью специально разработанного и интегрированного механического устройства для нашей установки КТ.

1.2 Примеры устройств для in-situ механических испытаний

Необходимость комбинирования методов получения рентгеновских изображений (и/или КТ) с in-situ механическими испытаниями способствует

созданию новых нагружающих систем. Установки, которые обычно разрабатываются и изготавливаются для определенного микро- или нано – КТ, должны выполнять требование о том, что механические испытания должны меньше влиять на сбор изображений. Данными устройствами можно управлять с помощью программного обеспечения, независимо от основной программы управления рентгеновского микроскопа или иной системы КТ. Специальное *in-situ* микромеханическое устройство представляет собой подставку, которую можно легко установить вместо стандартного держателя исследуемого образца. Обычно основными аспектами, которые должны быть приняты во внимание при проектировании такого устройства, являются:

- цель исследования / определение режимов нагружения, например, растяжение, сжатие и т.д.,
- вид изучаемого материала и следовательно диапазоны нагрузок,
- характеристика КТ (тип источника, оптика, поле зрения).

Этот раздел описывает обзор нескольких существующих и используемых нагружающих устройств доступных на коммерческом рынке:

- Bruker microCT (ранее известный как SkyScan) производит устройство SkyScan Material Testing Stage [4], которое позволяет пользователю комбинировать рентгеновские изображения микро- КТ с испытаниями на сжатие и растяжение. В целом система состоит из пластмассовой колбы, которая является прозрачной для рентгеновского излучения, а также включает тензодатчик и датчик смещения, с высоким диапазоном нагрузок 42 N, 21 N и 420 N, что используется для относительно жестких материалов с максимальным размером образца до 20 мм.

- Deben производит несколько устройств для микро- КТ [5]: СТ5000 для испытаний на растяжение в диапазоне нагрузок от 5 кН, также включает варианты нагрева и охлаждения; СТ25Т на сжатие, растяжение и кручение с прикладываемой силой до 25 кН и разрешением до 25 мН. Дизайн похож на предыдущий пример и также включает пластиковую колбу.

- Carl Zeiss Microscopy производит Ultra Load Stage для Xradia Ultra 3D X-ray Microscope (рентгеновский микроскоп) [6]. Устройство позволяет проводить in-situ нано-механические испытания – на сжатие, растяжение, индентирование с диапазонами нагрузок 0,8 N и 9 N. Обеспечивает 3D информацию и наблюдение внутренних кинетических процессов в суб-микрометровом разрешении.

Рассмотренные доступные микромеханические нагружающие устройства такие как SkyScan Material Testing Stage и Deben не могут быть использованы в данной работе, в представленной установке Xradia nano-CT (нано-КТ), по причине габаритов устройств, а также непрозрачного материала колбы, для используемой энергии фотонов. Ultra Load Stage может иметь недостаточную жесткость системы, особенно для высоких диапазонов нагрузки.

В данной работе новое микромеханическое нагружающее устройство предназначено для микро-КТ / нано-КТ, т. е. для исследования in-situ на сжатие и индентирование. Индентирование позволяет определять количественные характеристики твердости и упругости, а также информацию о упругопластическом поведении. Это знание может быть использовано в разработке материалов, изучении механизмов поведения армированных изделий или деформации в волокнах [7].

1.3 In-situ микромеханические испытания композиционных материалов

Комбинирование методов как in-situ микромеханических испытаний и КТ предоставляет информацию о композиционных материалах, их внутренней неоднородности. Такая мультислойная микроструктура требует углубленного изучения ее поведения под нагрузкой [7]. В работе [8], потенциал экспериментов in-situ КТ для изучения механического поведения материалов был продемонстрирован. Представленные результаты показывают, что высокоскоростное сканирование с использованием синхротронного излучения

КТ без остановки эксперимента сопровождается извлечением полезной информации о деформации клеточных / волокнистых материалов. Другой пример показывает комбинирование синхротронного КТ с in-situ нагружения композитов до отказа, что позволяет количественно характеризовать накопленный объем поврежденных волокон в двух углерод / эпоксидных системах [9]. Кроме того, 3D исследование повреждений в композите посредством комбинирования рентгеновской томографии и цифровой объемной корреляции предоставлено в [10]. В этой статье сообщают о таких явлениях как: распространение трещин в квазихрупком пористом материале (полигранулированный графит), суб-индентирование с радиальной и боковой трещиной в поликристаллическом керамическом материале (глинозем); пластическая деформация и развитие повреждений от вдавливания в композите с металлической матрицей (Al / SiC, Рисунок 1.1) и с керамической (волокна SiC / SiC).

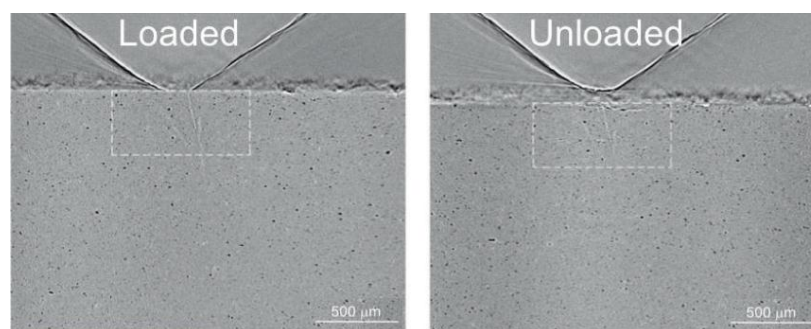


Рисунок 1.1 - Индентирование по Викерсу в Al_2O_3 : вертикальные томографические сечения керамического образца под нагрузкой (loaded) и без нагрузки unloaded [10]

Рассмотренные примеры исследований показывают эффективность комбинирования КТ с микромеханическими экспериментами, в частности микро и нано индентировании, в применении к композиционным материалам. Основные эффекты такие как, вытягивание волокна из матрицы, перелом волокна, разрушения связей в интерфейсе волокно-матрица, а также

микротрещин в матрице можно визуализировать без разрушения и сечения образца.

2 Использование рентгеновского излучения для изучения характеристик материалов

2.1 Рентгеновская микроскопия

Рентгеновские лучи являются частью электромагнитного спектра с энергией квантов в диапазоне 100 эВ и 100 кэВ, между ультрафиолетовым и гамма-излучением. Рентгеновское излучение с энергией фотонов ниже 5 кэВ называется мягким.

Рентгеновские лучи получают с помощью лабораторных рентгеновских источников (рентгеновские трубки) или синхротронов (ускорители частиц). В рентгеновских трубках электроны, испущенные катодом, ускоряются под высоким напряжением, ударяются об анод и их энергия преобразуется в рентгеновские лучи [11]. По сравнению с обычной рентгеновской трубкой, источник синхротронного излучения обеспечивает высоко-коллимированное полихроматическое излучение с высокой интенсивностью. Пик низких энергий дает некоторые артефакты на изображении. Для улучшения качества изображений используют фильтры и / или монохроматоры, чтобы извлечь одну длину волны [10]. Рентгеновские трубки генерируют два типа излучения: непрерывный спектр тормозного излучения, испускаемый при торможении электронов, и характеристическое излучение, возникающее, когда энергия бомбардирующих анод электронов становится достаточной для вырывания электронов из внутренних оболочек (K) атома мишени - рисунок 2.1 (а). Энергия излучения зависит от материала мишени и характеризуется линиями в спектре - рисунок 2.1 (б).

Способность рентгеновских лучей проникать в ткани широко используется в медицинских целях. В настоящее время, рентгеновские лучи применяются во многих областях, в том числе и в рентгеновской микроскопии.

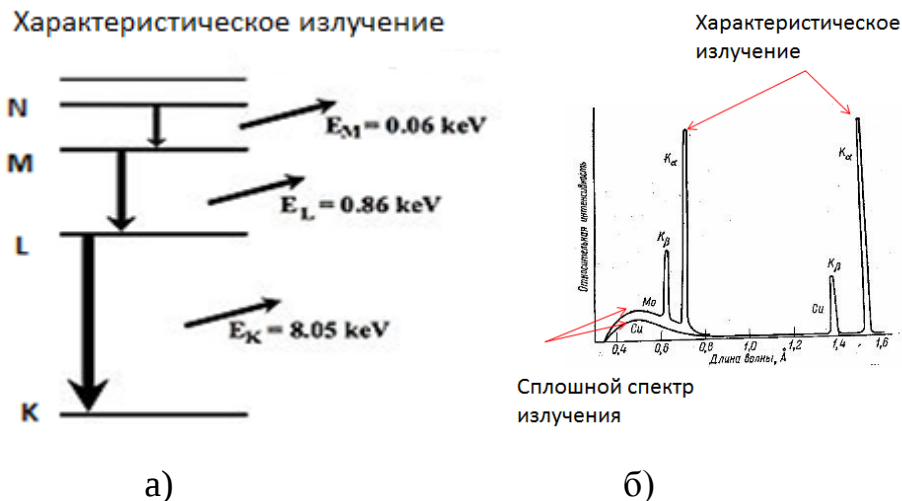


Рисунок 1.1- а) Процесс излучения энергии фотонов с внутренних оболочек (атомы меди); б) Рентгеновский непрерывный спектр, соответствующий тормозному и характеристическому излучению с двумя пиками K_{α} и K_{β} молибдена (Mo) и меди (Cu)

Типичный рентгеновский микроскоп состоит из следующих частей: источник рентгеновского излучения, коллимирующая оптика (также называемая конденсатором), объект исследования, рентгенооптическая система с фокусирующими элементами (объектив) и система регистрации (детектор).

Рентгеновские лучи, проходящие через объект, ослабляются за счет рассеяния и поглощения. Процесс абсорбции может быть описан уравнением закона Ламберта:

$$I = I_0 \exp(-\mu x), \quad (1)$$

где I_0 начальная интенсивность рентгеновских лучей, которые проходят путь x через образец (объект) с массовым коэффициентом поглощения материала μ ,

который зависит от атомного номера и от используемой энергии рентгеновского излучения.

В целом, абсорбция тем ниже, чем выше энергия фотонов. Однако, если энергия фотона достаточно велика для возбуждения атомов, коэффициент поглощения резко возрастает (край полосы поглощения).

Лабораторные рентгеновские источники, имеющие трубки с вращающимся анодом генерируют излучение с достаточным потоком, и излучение может быть синхронизировано с использованием специально разработанных монохроматоров.

В данной работе, в лабораторной установке используется проекционный рентгеновский микроскоп (нано-КТ, нанотомограф) - Xradia nano-XCT-100, имеющий рентгеновскую трубку с вращающимся анодом. Мишень, сделанная из меди (Cu) обеспечивает Cu-K α излучение с энергией фотонов 8,05 кэВ. Опционный никелевый фильтр поглощает нежелательное K β излучение. Далее на пути луча монокапиллярная система с центральной остановкой пучка (*beam stop*), после которой используется микрофокусное отверстие (*pinhole*) для направления луча на образец. В этом диапазоне энергий, взаимодействие рентгеновских лучей с веществом может быть описано явлением фотоэлектрического поглощения, при котором прошедшее излучение после образца начинает расходиться. Для того чтобы сфокусировать излучение, используется объектив - зонные пластины Френеля (раздел 3.1). Последним компонентом является система детектора. Нано-КТ имеет детекторную систему, которая включает сцинтилляционный кристалл, преобразующий рентгеновское излучение в видимый свет. Полученное флуоресцентное изображение на сцинтилляторе увеличивается и проецируется с помощью оптического микроскопа на ПЗС, с системой охлаждения (термоэлектрический элемент Пельтье). Такая система обеспечивает высокое качество 2D рентгенографических изображений.

Часто 2D проекции объекта не достаточно, чтобы визуализировать и полностью описать поведение материала, который по своей сути является

трехмерным. Чтобы получить 3D информацию специальный метод компьютерной томографии (КТ) образца должен быть осуществлен.

2.2 Рентгеновская компьютерная томография

КТ это неразрушающий метод анализа, применяющийся для получения изображений поперечного сечения объекта, которые зависят от химического состава (и плотности) согласно уравнению (1). Обычная система КТ, показанная на рисунке 2.2, состоит из рентгеновского источника, столика вращения, образца и детектора. Рентгеновские лучи проникают в образец, вращающийся на 180 или 360 градусов, и детектор измеряет интенсивность рентгеновского пучка, прошедшего через этот образец (двумерные рентгеновские проекции). Проекционный рентгеновский микроскоп (Xradia папо-ХСТ-100) работает по аналогичной схеме, как и обычные КТ, однако имеет интегрирующую фокусирующую линзу на пути луча, которая позволяет достичь гораздо более высокого пространственного разрешения по сравнению с проекционной геометрией (расстояние источник – объект - детектор), применяющейся в обычном микро КТ.

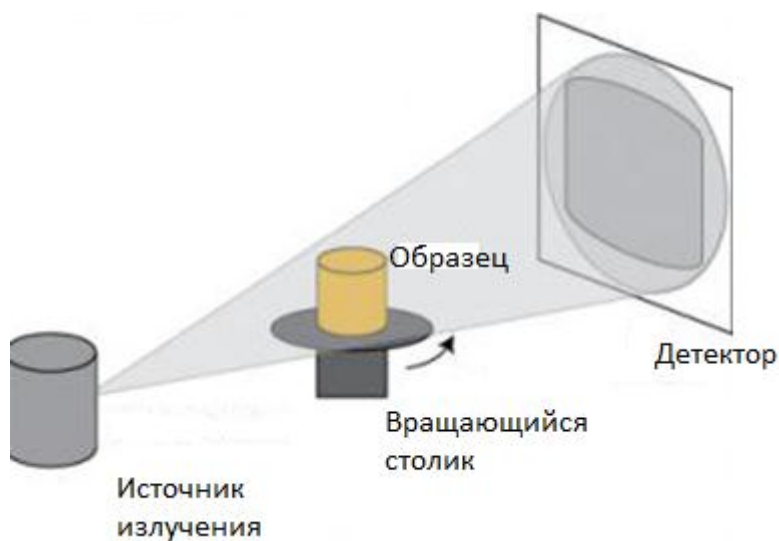


Рисунок 2.2 - Схематическое изображение обычной системы КТ

3D изображение получается путем преобразования набора 2D рентгеновских проекций, с применением математического процесса, называемого томографической реконструкцией. Реконструкция сочетает в себе все проекции для получения локального коэффициента линейного ослабления для каждого элемента 3D-объема. Наиболее распространенный метод для преобразования полученных данных в изображение поперечного сечения называют алгоритм обратного проецирования (метод обратных проекций). Геометрически, операция обратных проекций это проецирование измеренной интенсивности обратно в пространство изображений вдоль пути проекции. Существуют улучшенные алгебраические алгоритмы: метод одномерной фильтрации (метод фильтрованных обратных проекций), который основан на сочетании метода обратных проекций и рамп фильтра, и итерационные методы, которые имеют преимущество реконструировать изображение с недостающими данными, однако требуют большего количества вычислений.

Полученные 3D реконструированные данные обеспечивают полную структуру объекта, для измерения точного размера, формы и расположения любого внутреннего элемента или дефекта. В сфере оценки характеристик материалов, получение данных о микроструктуры неразрушающим способом является важной особенностью, для изучения морфологии и топологии таких элементов в образце. Кроме того, к исследованию кинетических процессов внутри материала в последнее время имеется повышенный интерес.

Для изучения кинетических процессов, как правило, к образцу применяют внешнюю силу, повышение температур, химическое воздействие или механическое напряжение. Например, каждый шаг нагрузки до первоначального повреждения, а так же дальнейшего отказа могут быть изучены посредством приложенной внешней нагрузки и КТ. Такие эксперименты позволяют исследовать механическое поведение образца под нагрузкой, с обеспечением 3D визуализации локальных деформационных процессов. Поскольку КТ предоставляет полную 3D информацию, не влияя на исследуемую систему, то в сочетании с in-situ микромеханическими

испытаниями такие исследования являются уникальными для характеристики современных материалов.

2.3 In-situ микромеханические испытания

За последние несколько лет интерес в области микро- и нано - механики экспоненциально вырос [13-14]. В частности были разработаны специальные испытательные системы для in-situ механических испытаний, для обеспечения исследований деформационного поведения при приложенной нагрузке, а так же количественных характеристик в микро- или нано размерных образах. Значение in-situ тестирования включает в себя исследование и изучение явления в месте его первичного возникновения. Корреляция между деформационными событиями и измерениями различных свойств может быть получена непосредственно с помощью КТ, и в частности, нано-КТ, при этом обеспечивая высокую разрешающую способность сканирования в режиме реального времени или после каждого шага нагружения. Во время исследования in-situ природа процессов, возникающих в материале, зависит от направления и значения приложенной нагрузки. Следовательно, основной особенностью проектирования механического устройства является дизайн нагружающей ячейки (поршень). Система нагружения, как правило, состоит из рамки, испытываемого образца, нагружающего поршня (с плоской поверхностью или с индентором) и измерительная система. В разделе 1.3 описаны типовые системы нагружения доступных коммерческих механических устройств с рабочими режимами, такими как сжатие, растяжение и индентирование.

В режиме сжатия, деформация и разрушение материала происходит при предложенном одноосном напряжении. Как правило, конструкция экспериментального устройства состоит из плоской верхней нагружающей ячейки (поршня) и нижней опоры, для приложения сил к расположенному между ними образцу. Исследование упругой и пластической деформации, определение соответствующих явлений равномерны, анизотропны или

локальны по отношению к микро - или нано-структурным особенностям, таким как пустоты, включения или межфазные соединения. При растяжении, механические свойства, такие как модуль упругости и предел текучести могут быть измерены и сопоставлены с конкретным микро - и нано-структурными особенностями материала. Например, механические устройства на сжатие и растяжение, произведенные компанией Deben [5], были использованы в установке микро-КТ для исследований микромасштабных процессов в геоматериалах, в частности, для исследования кинетических процессов зарождения и распространения трещин в горных породах, карбонизации, растворения, выпадение осадков, а так же процессов кристаллизации в пористых камнях [15]. Эти процессы: зарождение и распространение трещин, расслоение покрытий и слоистых структур, ползучести и адгезии также можно изучать, совмещая режим индентирования и рентгеновское КТ. Индентирование (инструментальное) также известно как тест на твердость, где твердость это способность материала сопротивляться вдавливанию (внедрению) индентора (наконечника). Посредством теста на вдавливание (индентирование) могут быть определены твердость и модуль упругости (модуль Юнга) материала.

2.3.1 Основные принципы индентирования и его практическое применение в материаловедении

Техника индентирования широко используется во многих исследованиях по всему миру с целью изучить твердость, модуль Юнга, вязкость разрушения (для хрупкого материала), упругие свойства и другие механические свойства материалов, частично композитных материалов, тонких пленок и покрытий. В общем случае, процедура определения твердости производится при вдавливании твердого наконечника с известными механическими свойствами и геометрией в образец, свойства которого не известны. Классический метод

определения твердости H основан на отношении максимальной приложенной нагрузки $P_{\max}$ к площади контакта A остаточного отпечатка (индента) от наконечника (индентора):

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (2)$$

Площадь контакта A вычисляется из прямого измерения периметра отпечатка (индента) на поверхности образца. При нано - или микро-индентировании, размер остаточного отпечатка находится в диапазоне суб-микронной шкалы и слишком мал для точного измерения.

Последние исследования, касающиеся нано-твердости материала, основаны на анализе кривых нагрузка – смещение, полученных в результате испытаний нано-индентирования с использованием метода Оливера и Фарра [16]. Метод Оливера - Фарра позволяет проводить измерения твердости без визуализации отпечатка на поверхности, посредством корреляции следующих величин: проектируемая площадь индента, максимальная глубина вдавливания $h_{\max}$ и контактная жесткость материала S , измеряемая по кривой смещения.

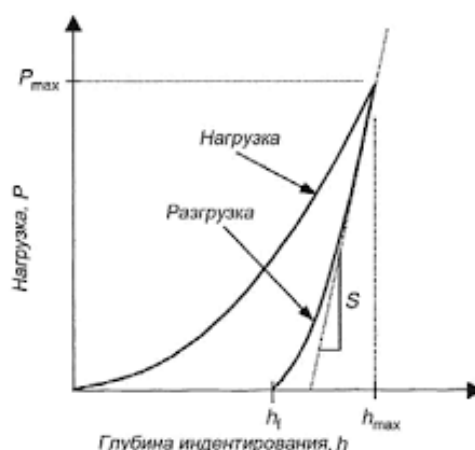


Рисунок 2.3- Схематическое изображение кривой нагрузка – смещение с важными измеряемыми параметрами

Как правило, кривая нагрузка – смещение (P-h) строится путем записи прикладываемых нагрузок с соответствующей глубиной проникновения, в то время как прилагаемая нагрузка начинается от нуля до некоторого максимума, а затем разгружение с максимальной нагрузки до нуля - рисунок 2.3. Есть несколько важных величин, которые должны быть извлечены из кривой P-h: максимальная нагрузка P_{max} , максимальное смещение, h_{max} , конечная глубина h_f , постоянная глубина проникновения индентора после полной разгрузки, контактная жесткость материала S , определяется как градиент в верхней части кривой на начальных этапах разгрузки:

$$S = \frac{dP}{dh}, \quad (3)$$

При внедрении индентора вблизи области контакта деформация, распространяющаяся вглубь материала, имеет как упругую (обратимую), так и пластическую (необратимую) составляющую. Поэтому, предполагается, что только упругие деформации существуют на кривой разгрузки, что облегчает анализ.

Используя метод Оливера - Фарра, с кривой разгрузки можно определить глубину контакта индентора с образцом h_c согласно уравнению (3). Площадь контакта A при полной нагрузке определяется исходя из геометрии индентора (угол или радиус):

$$h_c = h_{max} - \epsilon \frac{P_{max}}{dP/dh} \quad (4)$$

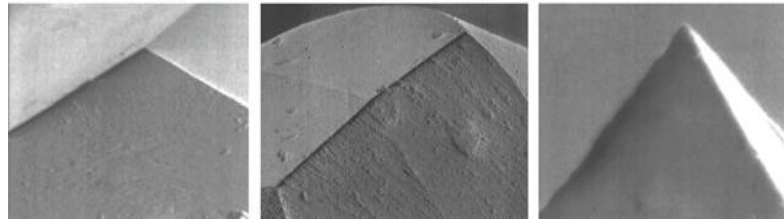
На основе эмпирических наблюдений Оливера и Фарра, было выведено, что кривая разгрузки имеет лучшую аппроксимацию с индентором, который вращается по параболе ($m = 1,5$), отсюда рекомендованное значение $\epsilon = 0,75$,

что в дальнейшем и стало стандартным значением, используемым для данного типа анализа [17].

Отклонение данных с кривой разгрузки можно объяснить тем, что при контакте удар от индентора, с заданной геометрией, способствует непрерывному изменению площади контакта в процессе снятия нагрузки. Кроме контактной жесткости на величину твердости также влияет микроструктура материала и тип наконечника индентора [18].

Микро- и нано - индентирование, как правило, осуществляется с индентором со сферической или пирамидальной формой наконечника. Последние могут быть классифицированы по углу при вершине: индентор Берковича - рисунок 2.4 (а), как правило, используется для тестирования нано-твердости и имеет угол $65,27^\circ$. Используется при малых, так как имеет преимущество конструкции граней пирамиды, позволяющих более легко найти их пересечение одной точке. Изначальный радиус Берковича составляет 50 - 100 нм, но, как правило, он увеличивается при использовании примерно до 200 нм. Индентор Кнопа - Рисунок 2.4 (б), представляет собой усечённую четырёхгранную алмазную пирамиду с ромбическим основанием. Измерение неравных длин диагоналей отпечатка (индента) часто используется в исследованиях анизотропных свойств поверхности образца. Первоначально этот индентор был разработан, для испытаний очень твердых материалов, где диагональная линия может легко быть измерена в малых отпечатках. Индентор «угол куба» - Рисунок 2.4 (в), чаще всего используется при нано индентировании. Похож на индентор Берковича, но при этом имеет угол при вершине $35,26^\circ$.

Описанные выше типы инденторов подходят для более малых масштабов, по сравнению со сферическими наконечниками, которые обычно используются в измерениях с более крупным масштабом.



а)

б)

в)

Рисунок 2.4 - РЭМ изображения наконечников (а) Берковича, (б) Кнопа, и (в) индентор «угол куба»

Из уравнения (4), находится значение глубины проникновения h_c для индентора с известной геометрией и затем рассчитывается контактная площадь. В качестве примера, для идеального Берковича с углом при вершине θ равным $65,27^\circ$ ниже контактная площадь рассчитывается A в уравнение (5).

$$A = 3\sqrt{3} h_c^2 \tan^2 \theta = 24,49 \times h_c^2 \quad (5)$$

По кривой контактной жесткости может быть измерена так же еще одна важная количественная характеристика материала как модуль упругости, через следующее соотношение:

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{eff} \sqrt{A}, \quad (6)$$

где E_{eff} это эффективный модуль упругости, который можно определить по уравнению:

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}. \quad (7)$$

Эффективный модуль упругости принимается во внимание, так как упругие смещения происходят в обоих материалах: инденторе и образце. Для алмазного индентора: модуль Юнга E и коэффициент Пуассона ν имеют постоянные значения, соответственно $E_i = 1141$ ГПа и $\nu_i = 0,07$ [19, с.22].

В классическом индентировании площадь контакта между индентором и образцом при максимальной нагрузке обычно рассчитывается исходя из размера отпечатка (периметр), оставленного после снятия нагрузки, которая затем используется для определения площади проекции контакта в расчетах твердости. Наиболее серьезное влияние на измерения реальной площади контакта, которое приводит к искажению результатов, оказывает так называемый размерный эффект, а так же вдавливание (sink-in) или выдавливание (pile-up) материала образца вдоль граней индентора, как показано на рисунке 2.5 [19, с.90].

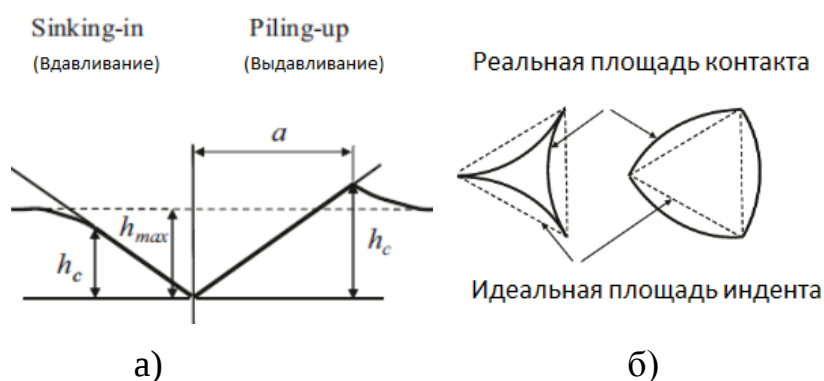


Рисунок 2.5 - Влияние вдавливания (sink-in) или выдавливания (pile-up) материала на реальную площадь контакта: а) вид в поперечном сечении и б) вид сверху

По поведению материала под нагрузкой некоторые свойства, присущие ему, возможно так же оценить по геометрии отпечатков, и которые условно можно разделить на три типа [20]: "вдавливание (sink-in)", "выдавливание (pile-up)" и "трещина (crack)". Твердость материалов с "sink-in" морфологией говорит о закаленном состоянии материала. Твердость материалов с "crack"

морфологией связано с характером разрушения. Также, твердость материалов с "pile-up" морфологией может представлять собой внутренние свойства материала, например ползучесть.

Индентирование используется для изучения механических свойств материалов в малых масштабах, и, кроме расчетов твердости может предоставлять информацию также о других свойствах материала. Согласно [20], на соотношение твердости и прочности в материалах с "pile-up" морфологией влияет взаимодействие между нормальным и касательным напряжениями, и выдавливание материала во время проникновения индентора. Другие исследования о корреляции напряженности и твердости показывают, что значения твердости могут быть использованы для прогнозирования предела текучести стали (API X65) с достаточной степенью точности [21], а также для облученных аустенитных и ферритных сталей [22].

С изменением скорости проникновения или скорости разгрузки, могут быть изучены такие свойства, как модуль Юнга (уравнение 6) и ползучесть материала [13]. Ползучесть определяется как тенденция твердого материала к медленной деформации под постоянным действием механических напряжений. С использованием нано-индентирования при постоянной нагрузке 5 мН было продемонстрировано поведение ползучести обычных и сверхтонких гранулированных металлических материалов. Скорость деформации определялась по данным перемещений и экспоненты напряженности, что свидетельствует о зависимости поведения ползучести этих материалов от скольжения межзерновых дислокаций [23]. Исследования вязкоупругих свойств с помощью 3D наблюдения в КТ предоставляют уникальные данные о кинетических механизмах и явлениях, как зарождение и распространение трещин во время in-situ микро- или нано-индентирования. Этот метод подходит для изучения современных материалов, таких как композиты [24]. Однако, большинство из этих in-situ КТ исследований были проведены с разрешением в несколько микрометров.

2.4 Характеристики композиционных материалов

Прогресс в разработке техники с высоким разрешением для определения и изучения характеристик материалов, особенно в области КТ, является прочной основой для понимания свойств и поведения композитов в микро- и нано- масштабе. Многие исследования [24, 25], посвящены изучению наноструктурированных композитных материалов и их физических свойств, в частности, их механическому поведению, которое в свою очередь зависит от внутренней микроструктуры [26].

2.4.1 Общие свойства композиционных материалов

Композиционные материалы (композиты) - это искусственно созданные многокомпонентные материалы с улучшенными свойствами, состоящие из основного (матрицы) и армирующего материала (наполнителя), где последний добавлен в первую очередь, для повышения механической прочности и жесткости матрицы, также непосредственно влияющий на механические, электрические и тепловые свойства всего компонента.

Композиты могут быть классифицированы по связующему материалу - матрицы на три основных класса:

- композиты с полимерной матрицей (КПМ), где в качестве матрицы используются разные виды полимеров (термопласты, реактопласты, эластомеры), и в качестве наполнителя, такие как углеродные моно нити или полиамид,

- композиты с керамической матрицей (ККМ), где керамическая матрица обычно армирована волокнами (карбид кремния или нитрида бора), которые обладают коррозионной стойкостью и так же могут быть использованы при высоких температурах,

- композиты с металлической матрицей (КММ) обычно имеют в качестве матрицы алюминий или магний, и наполнитель из керамических волокон (или угле волокна) для обеспечения высокой жесткости и коррозионной стойкости, а так же в некоторых случаях для получения специальных электрических и тепловых свойств [27].

В общем случае, по форме, наполнители можно разделить на частицы и волокна. Частицы могут быть сферическими, следовательно, они имеют во всех направлениях определенное отношение длины окружности к диаметру, когда у волокон, которые можно разделить на короткие и длинные, нет. Например, в случае длинных волокон, можно рассмотреть их ориентацию в матрице в двух направлениях, параллельно и перпендикулярно. Следовательно, у них отношение длины к диаметру неодинаково, и можно рассмотреть два случая:

- нагрузка по направлению волокон, переносится волокнами и матрицей, и с условием хорошей адгезии на границе раздела, оба материала растягиваются одинаково. Это означает, что их растяжение равно - так называемое *isostrain* условие - в то время как напряжение, на различных площадях поперечного сечения матрицы и волокон различно.

- нагрузка, перпендикулярная к направлению волокон, поддерживается сопротивлением волокон и матрицы, при этом возникающие напряжения равны - так называемое *isostress* состояние [27]. Такой тип нагрузки влияет на некоторые свойства разрушения. Например, растущая трещина вдоль границы раздела, часто сопровождается отслаиванием и выталкиванием волокна из матрицы.

Кроме ориентации волокон на количество арматуры в композите оказывают влияние также и другие свойства, такие как геометрия волокна, адгезия между волокном и матрицей, а так же механизм повреждения волокон. Вследствие проблем при обработке и из-за хрупкости наполнителей, обычно, армированные частицами композиты содержат меньше армирующего материала (до 40 до 50 объемных процентов), в то время как композиты с длинным волокном содержат большее количество арматуры (до 60 до 70

объемных процентов). Таким образом, они имеют более высокую прочность и жесткость [28]. Например, целью армированных керамических материалов является повышение ударной вязкости без потери иных привлекательных свойств исходного керамического материала, таких как жесткость, износостойкость и огнеупорность [29]. Следовательно, матрица керамического композита является достаточно жесткой, где роль волокна - остановить развитие роста трещины [30, с.74].

2.4.2 Применение ККМ и ММС в промышленности

Композитные материалы с керамической матрицей (ККМ) являются привлекательными материалами из-за их особых свойств, таких как: высокая термомеханическая прочность в широком диапазоне температур (высокая термостойкость), относительное удлинение на разрыв до 1%, повышенная вязкость разрушения, улучшенная способность к динамической нагрузке и анизотропные свойства посредством определенной ориентации волокон. Благодаря этим свойствам, ККМ подходящий материал для промышленного применения оборудования в условиях высоких температур, например в горелках и газоходах с температурой выше 1000 °С [30, с.607, 31, с.66]. Последние исследования направлены на получение их характеристик, механических свойств и поведения под внешним воздействием [32, 33].

Углеродные волокна являются наиболее развитой группой волокон из-за их отличительных свойств: низкая плотность, высокая прочность и модуль Юнга, высокая устойчивость к расплавлению в различных металлических системах, низкий коэффициент теплового расширения, хорошая тепло- и электропроводность. Например, углерод / углеродные материалы используются в промышленности для структуры самолетов и для дисковых тормозов гоночных автомобилей.

Оксидные керамические волокна отличаются хорошей устойчивостью в воздухе и в инертной атмосфере, высокой стабильностью при повышенных

температурах, низким коэффициентом теплового расширения, низкой тепло- и электропроводностью, и по сравнению с углеродными волокнами они обладают изотропными свойствами [34]. На сегодняшний день доступны тщательно спроектированные микроструктуры для оптимизации керамических материалов с учетом конкретных потребностей, таких как высокая твердость, сопротивление к ползучести и высокая прочность, особенно в области космического строения, к примеру, предотвращение процесса ползучести при высокой приложенной нагрузке, а также при высокой температуре.

Как и многие другие передовые материалы, ККМ первоначально использовались в аэрокосмической промышленности, с целью уменьшения веса и получения высокой производительности. Удельная прочность (прочность, деленная на плотность) ККМ в сочетании с их специфической жесткостью делает их полезными для производства частей самолета как киль, компонентов ротора вертолета и выходных лопастей в газотурбинных двигателях. Кроме того, потенциал ККМ в автомобильной промышленности удовлетворяет важные критерии при выборе материала, как: жесткость, износостойкость сопротивление на усталость, а так же получение требуемого веса [31, с.83]. Композиты с алюминиевой матрицей сочетают в себе низкую плотность и свойства, присущие керамическим материалам, однако есть и недостаток, как уменьшенная пластичность композита в целом. Этот тип композитов применяется в автомобильной и авиационной промышленности, из-за его высокой удельной прочности, высокой электро- и теплопроводности, а также устойчивости к износу [35].

С учетом различных сфер индустрии, важно разработать композитные материалы, соответственно подходящие под условия использования этих определенных отраслей, где главные критерии конструкции включает в себя содержание арматуры, ориентации волокон и т.д.

Практически все инновации требуют передовых материалов, с конкретными показателями производительности, надежности и безопасности. Для их достижения требуется комплексная характеристика современных

материалов, что так же позволяет понять их природу и свойства, в особенности композиционных материалов.

С помощью in-situ микромеханических испытаний можно получить механические свойства материала, такие как модуль Юнга, твердость, а так же изучить зарождение и распространение трещин, ориентацию волокон и расслаивание, непосредственно с прямым наблюдением и учетом.

3 Сочетание КТ с in-situ микромеханическими испытаниями

Систематическое развитие новых материалов, которые обладают улучшенными свойствами и структурой, адаптированы к определенным условиям применения, нуждается в новых, или усовершенствованных существующих методах изучения характеристик данных материалов. В предыдущих главах продемонстрированы проблемы в области исследований характеристик современных материалов посредством анализа их деформационных процессов, разрушения, производительности, надежности и структурной целостности, что доказывает необходимость определения характеристик материалов в высоком разрешении. Такие исследования включают в себя данные о внутренней структуре материалов и протекающих внутри материала кинетических процессов, с применением неразрушающих методов контроля в высоком разрешении. Высокое разрешение нано-/микро-КТ и in-situ микромеханические эксперименты предоставляют нужную информацию, а сочетание этих методов позволяет исследовать поведение материалов под нагрузкой, описать кинетические процессы, основываясь на 3D визуализации микро- и нано размерных структур, и их изменений. В этой главе описана установка, использованная в предоставляемых исследованиях, которая включает в себя нано-КТ и специально разработанное микромеханическое устройство, сопровождаемое графическим интерфейсом пользователя, разработанным в рамках данного проекта.

3.1 Лабораторный инструмент нано-КТ и его применение

Лабораторное устройство нано-КТ является коммерческим проекционным рентгеновским микроскопом широкого поля зрения Xradia Nano-XCT-100. В целом установка состоит из трех основных частей: источник

рентгеновского излучения с вращающимся анодом, рентгеновская оптика и детектор с высоким разрешением - рисунок 3.1.

Рентгеновская трубка (*X-ray tube*), включающая вращающийся анод является источником рентгеновского излучения с медной мишенью. Как упоминалось ранее (глава 2.2), такой источник генерирует Cu-K α излучение (8,05 кэВ), которое используется для получения изображений. Фотоны выходят из источника рентгеновского излучения, которое расходится во все направления. В качестве конденсатора оптического устройства для увеличения интенсивности освещения используется коллиматор (*Collimator*). Его внутренняя поверхность имеет эллипсоидальную геометрию, которая вследствие внешнего полного отражения передает точечный пучок источника рентгеновского излучения в плоскость объекта. Для блокировки нежелательных прямых лучей от источника, используется система с центральной остановкой пучка (*beam stop*) и микрофокусное отверстие (*pinhole*). Образовавшееся освещение имеет форму полого конуса, и таким образом, следуя концепции Цернике идеально подходит для реализации фазового контраста [36].

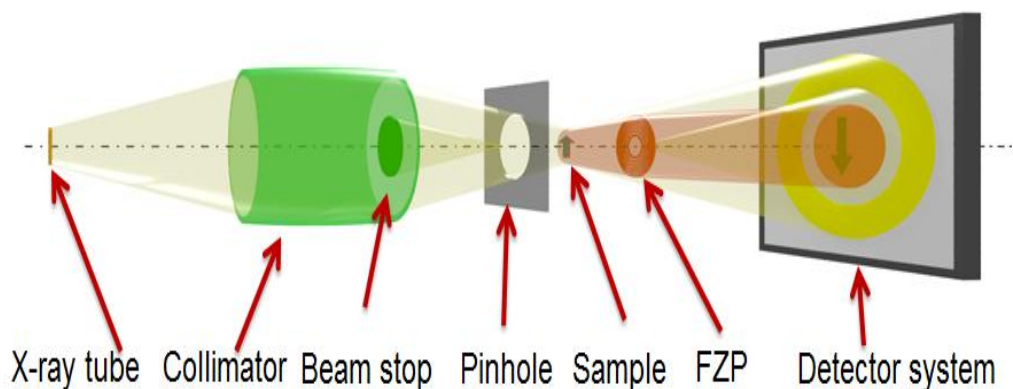


Рисунок 3.1- Схематическое представление основных частей лабораторного инструмента Xradia Nano-CT-100

После того как пучок проходит через фокус (в позиции образца (*Sample*), что за конденсатором и микрофокусным отверстием), он начинает расходиться.

Изображение образца проецируется на экран сцинтиллятора при помощи линзы объектива - нано-КТ использует зонную пластинку Френеля (FZP на рисунке 3.2).

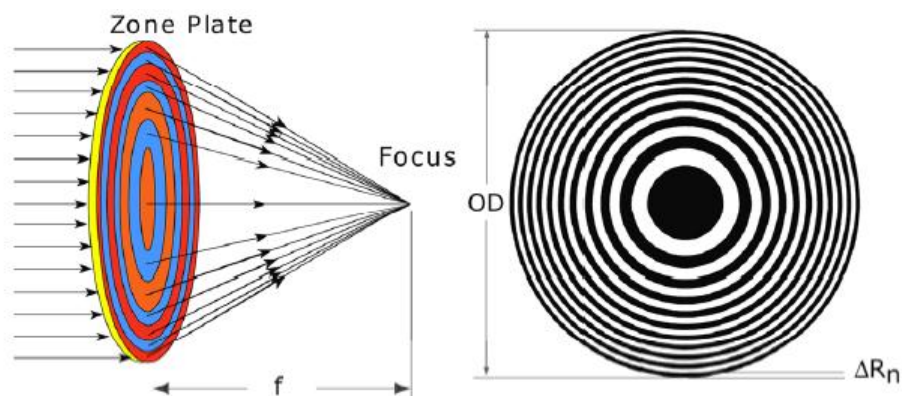


Рисунок 3.2 Зонная пластинка (FZP)

Зонные пластины в дифракционной оптике, изготавливаются из круглых плотных "зон" (золото (Au)) и легкого материала в данном случае воздух, где фокусное расстояние f , глубина резкости, и разрешение изображения ограничены шириной зоны ΔR_n . Фокусное расстояние f имеет сильную зависимость от длины волны, и, следовательно, требует монохроматический пучок:

$$f = \frac{OD \Delta R_n}{\lambda} \quad (3)$$

В этом случае используется спектральная линия излучения - $K\alpha$ соответствующая материалу мишени (Cu). Однако, спектр излучения содержит также тормозное излучение и $K\beta$ (Cu) спектральную линию. Для получения монохроматического пучка используется капиллярный конденсатор, описанный ранее, который отсекает энергию фотонов выше выбранной энергии, когда

мягкие рентгеновские лучи поглощаются воздухом вдоль пути луча. Для оптимизации отношения интенсивностей $K\beta$ к $K\alpha$ можно использовать $K\beta$ -фильтр, изготовленный из тонкой никелевой (Ni) фольги. Оставшееся тормозное излучение будет сосредоточено и добавлено к фоновой интенсивности рентгенограммы.

Система нано-КТ включает в себя две зонные пластинки Френеля (объектив): с фокусным расстоянием $f = 18$ мм для высокого разрешения с полем зрения $16,5 \times 16,5$ мкм², и $f = 75$ мм для стандартного разрешения с полем зрения 65×65 мкм² соответственно. Фактический размер изображения на сцинтилляционном экране составляет 680×680 мкм². Система передачи состоит из двух сцинтилляционных линз (с разным увеличением $40\times$ и $10\times$), которые в дальнейшем преобразуют рентгеновские фотоны в свет видимого спектра на ПЗС-камеру размером 1024×1024 пикселей. С помощью данной схемы возможно получение изображений с параллельным пучком. Контраст изображения, основанный на поглощении рентгеновских лучей (контраст поглощения), описывается законом Ламберта - Бэра (1).

Нано-КТ имеет также возможность формирования изображения при помощи фазового контраста. Для этого в задней фокальной плоскости относительно центра освещения и объектива помещается кольцевая фазовая пластина ("фазовое кольцо"), которая задерживает фазу на $\pi / 2$ для получения положительного фазового контраста. В этом случае за счет ослабления фазового кольца интенсивность уменьшается примерно на 50%. Если на пути луча объект не присутствует, весь свет проходит через фазовое кольцо и в плоскости изображения получается светлое поле. Если объект находится внутри оптического пути, то рентгеновские лучи рассеиваются, и, сильно рассеянная часть света не проходит через фазовое кольцо, следовательно, никакого дополнительного фазового сдвига происходить не будет. Далее используются зонные пластинки Френеля в качестве собирающей линзы. Таким образом весь свет, излучаемый в плоскость объекта, будет сфокусирован в

плоскости изображения, где, в конечном счете, и интерферируют обе части волны [37].

Использование этого режима обработки изображений, позволяет достичь лучшего контраста для легких материалов с четко выраженным интерфейсом. Для быстрого определения координат образцов и области интереса, нано-КТ оснащен вспомогательным оптическим микроскопом, называемым микроскопом для предварительного выравнивания, рисунок 3.3.

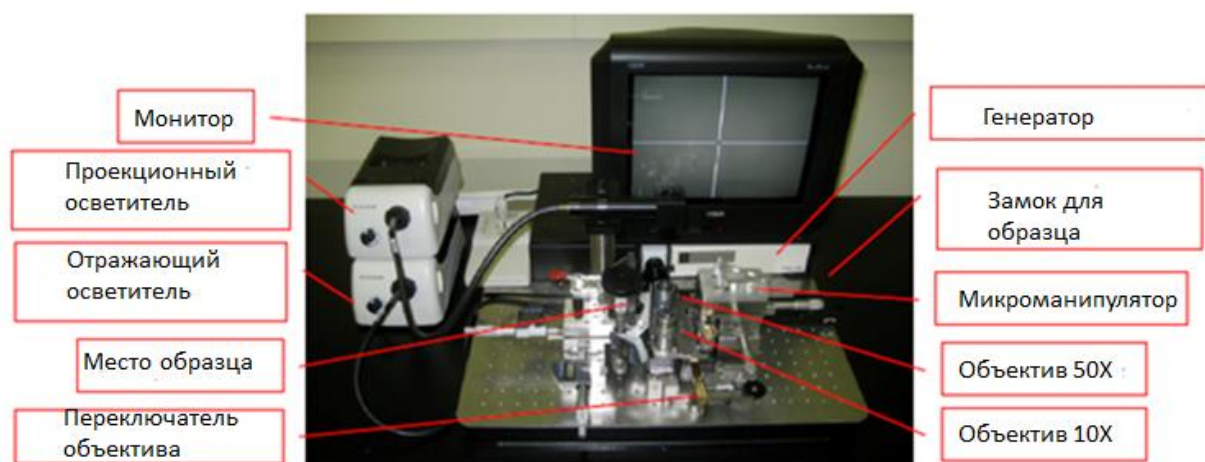
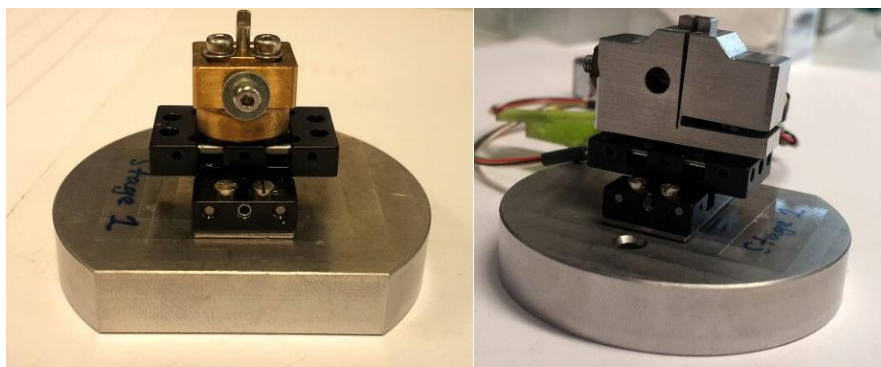


Рисунок 3.3 - Схема микроскопа для предварительного выравнивания

Образец обычно устанавливается на специальный держатель образца (держатель образца), который находится в центре вращающейся подставки. Помимо стандартных держателей для обычного КТ, см Рисунок 10 (а), можно использовать специальные держатели образцов для *in-situ* испытаний. Например, была успешно интегрирована миниатюризированная установка для экспериментов на образцах типа двух консольной балки (микро ДКБ), рисунок 3.4 (б). Данный вид экспериментов позволяет наблюдать инициирование и распространение трещин в меж соединительных слоях интегральных микросхем. Описанная конструкция не включает в себя измерений приложенной силы к образцу, а использует измерение перемещений консольной балки [37].



а)

б)

Рисунок 3.4 Существующие устройства, используемые в инструменте Nano-XCT: а) стандартная вращающаяся подставка с держателем образца в верхней части; б) микромеханическое устройство микро ДКБ (MicroDCB)

Чтобы расширить область применения in-situ механических испытаний в сочетании с высоким разрешением КТ, а также внести вклад в науку, в области композиционных материалов, одна из задач этого тезиса заключается в разработке универсального модульного микромеханического устройства с возможностью измерения приложенных нагрузок.

3.2 Микромеханическое устройство (МИУ)

На основе обзора существующих нагружающих устройств на рынке, (раздел 1.2), были изучены и адаптированы их принципы построения и работы. Для микро - или нано-механического изучения материалов, нагружающее устройство должно быть достаточно устойчивым (жестким), чтобы проводить эксперименты с требуемой точностью, т. е. установка должна включать в себя специальные датчики для точных измерений силы. С другой стороны, устройство должно соответствовать существующей установке нано-КТ, как уже говорилось ранее (раздел 2.3). В конкретном случае ограничительные критерии это: доступное пространство внутри самого микроскопа, и характеристики формирования изображения (поле зрения и максимальная толщина образца). В соответствии с этими основными критериями, был спроектировано и построено

модульное нагружающее устройство - микромеханическое испытательное устройство (МИУ) для in-situ микромеханических экспериментов, которое может работать в нескольких режимах, таких как индентирование и сжатие (раздел 2.2.1).

3.2.1 Конструкция и возможные модификации МИУ

Разработанное нагружающее устройство МИУ включает в себя основные части, показанные на рисунке 3.5:

- нагружающий поршень (2), который управляется в двух плоскостях при помощи x-y координатного столика (1), а также при помощи винта с мелкой резьбой в направлении третьей оси z для грубого выравнивания,
- стандартное основание Xradia (5) для крепления устройства на предметный вращающийся столик внутри нано-КТ,
- рамка из латуни (4) для поддержки сил реакции во время нагрузки / разгрузки; силовой механизм (пьезодатчик) (7), сменный датчик силы (тензодатчик) (6) и держатель образца (3).

Предполагаемая конструкция устройства должна включать: тензодатчик, со способностью измерять силы в диапазоне микро-ньютон, и пьезоэлектрический привод, для перемещения в диапазоне от 10 мкм до 100 мкм. Для выполнения этих требований были выбраны соответствующие датчики с требуемыми параметрами.

В обоих режимах (индентирование/ сжатие), процедура нагрузки / разгрузки осуществляется путем линейного перемещения пьезо привода (пьезодатчика). Пьезодатчик представляет собой коммерческое устройство PI P-603, управляемое контроллером PI-709 (Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG, Германия). В текущей установке, контроллер использует режим открытого цикла, т. е. контроллер обеспечивает только напряжение возбуждения для пьезоэлектрического перемещения, которое не корректируется. Линейный привод перемещает блок с держателем образца,

следовательно, и сам образец к верхнему поршню (вверх) при нагрузке, и при разгрузке от верхнего поршня (вниз) соответственно.

Датчик силы, измеряющий приложенную нагрузку, основан на принципе тензометрии и сопряжён с измерительным мостом Уитстона (PhidgetBridge 4 европейской компании Phidgets Inc. Europe). Диапазон измерений силы до 1000 мН с разрешением лучше, чем 0,25 мН, что в целом требуется для композитного материала со значениями твердости от нескольких гигапаскаль до нескольких десятков гигапаскаль.

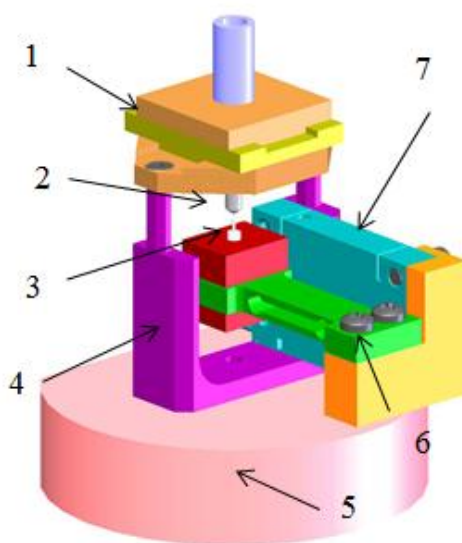


Рисунок 3.5 - Схема устройства МИУ: 1- x-y координатный столик; 2 - верхний поршень; 3-образец; 4 рамка; 5- вращающееся основание; 6 - датчик силы; 7- пьезодатчик

Эксперименты на сжатие и вдавливание могут быть выполнены при использовании разных нагружающих поршней соответственно: с плоской поверхностью или форме индентора (сфера, конус, пирамида), вкручивающиеся в верхнее основание поршня и соединяющиеся с x-y координатным столиком. Контроль положения и реализация нагрузки / разгрузки внутри микроскопа, непосредственно в ходе эксперимента могут осуществляться оператором с помощью разработанного графического пользовательского интерфейса (ГПИ).

3.2.2 Описание графического пользовательского интерфейса

Графический пользовательский интерфейс (ГПИ) представляет собой интерфейс, позволяющий пользователям взаимодействовать с электронными устройствами, например, как МИУ, рисунок 3.5. Действия, как правило, осуществляются путем прямого манипулирования графическими элементами и объектами, такими как иконки, кнопки, полосы прокрутки, текстовые поля, являющиеся частью основной рамки или определенной функциональной панели. Объекты имеют набор свойств и набор событий, которые изменяют параметры определенных объектов. Обычно такая структура иерархическая, которая отражает совокупность событий в панелях и диалогах, что удобно для общения с пользователем. В этой работе, фундаментальная основа ГПИ была создана в интегрированной среде разработки (ИСР) Eclipse на языке программирования Java с помощью плагина Windows Builder, который использует специальные библиотеки для связи с контроллером пьезоэлектрическим приводом и датчиком силы.

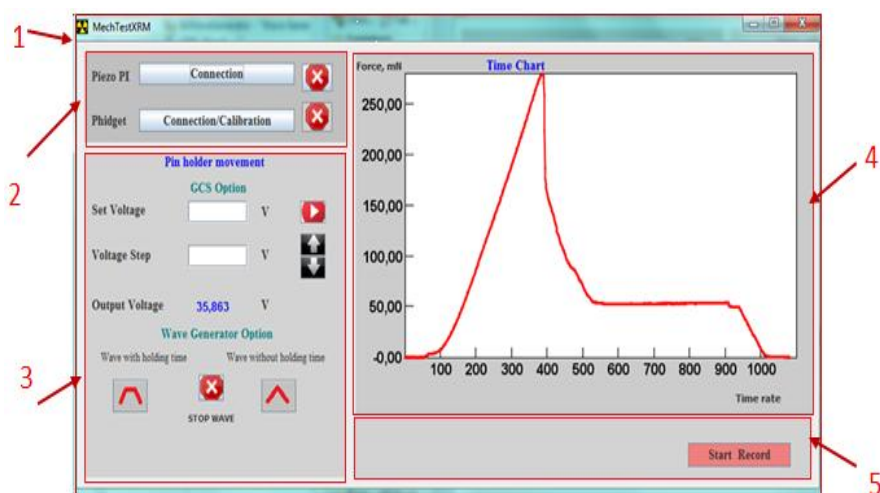


Рисунок 3.6 Основная рамка графического пользовательского интерфейса (ГПИ) – 1 и функциональные панели 2-5

Основной каркас графического интерфейса пользователя, на рисунке 3.6 (1), состоит из четырех функциональных панелей (2-5), которые включают в себя набор объектов, такие как кнопки, названия текстовых полей и график для выполнения действий и событий через входные / выходные данные.

Первая панель, рисунок 3.7 (2), имеет набор кнопок, тумблеров, которые отвечают за подключение пьезоэлектрического привода и датчика силы. Когда кнопки-переключатели активируются, выполняется код, описанный в листинге 1 и 2, производится запуск связи и инициирование пьезо- и тензо- датчиков соответственно.

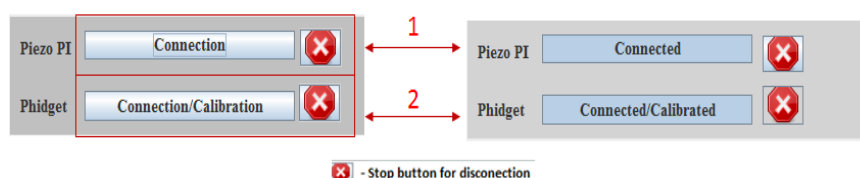


Рисунок 3.7 - Первая панель с изменением состояния от Disconnected к Connected: 1-для PI-603, 2- для датчика силы Phidget

```

JToggleButton tglbtnPiezoConnection = new JToggleButton("Connection");
StopPiezo.addActionListener(new ActionListener() { -
    public void actionPerformed(ActionEvent e) {
        PI_GCS2_DLLLibrary.PI_SetErrorCheck(myID, iBufferSize);
        PI_GCS2_DLLLibrary.PI_CloseConnection(myID); myID = 0;
        tglbtnPiezoConnection.doClick();});
    tglbtnPiezoConnection.addItemListener(new ItemListener() {
        public void itemStateChanged(ItemEvent e) {
            int state = e.getStateChange();
            if (state == ItemEvent.SELECTED) {
                tglbtnPiezoConnection.setText("Connected");
                panel.add(StopPiezo);
                StopPiezo.setEnabled(true);
                PiezoPi(null);
                new Thread(new vReader()).start();else {
                tglbtnPiezoConnection.setText("Connection");
            }
        }
    });
}

```

Создание кнопки "Connection"

Производится соединение пьезодатчика после активации кнопки "Connection" и ее состояние изменяется кнопки в "Connected"

Создание "Stop" button и после нажатия контакт разъединяется и положение возвращается на "Connection"

Листинг 3.1- Фрагмент исходного текста программы на языке Java для набора кнопок на рисунке 3.7 (1)

<pre> JToggleButton tglbtnPhidgetConnection = new JToggleButton("Connection/Calibration"); public void readCalData(){ File f=new File("calibration_data.dat"); if(!f.exists()) return; BufferedReader br=null; try{ br=new BufferedReader(new FileReader(f)); calM=Double.valueOf(br.readLine()); calN=Double.valueOf(br.readLine()); if(br!=null) br.close(); } catch(IOException e){ public void itemStateChanged (Item Event e) { int state = e.getStateChange(); if (state == ItemEvent.SELECTED) { tglbtnPhidgetConnection.setText("Connected/Calibrated"); btnStop.setEnabled(true); readCalData(); try {GetData(); }catch (InterruptedException e1) {} } else { tglbtnPhidgetConnection.setText("Connection/Calibration"); </pre>	} Создание кнопки "Connection/Calibration" } После активации считываются с файла данные калибровки } Меняется состояние в Connected и Calibrated как на рис.13(2) и после активации кнопки "Stop" происходит разъединение и возвращение кнопки в начальное состояние
---	--

Листинг 3.2 - Фрагмент исходного текста программы на языке Java для набора кнопок на рисунке 3.7 (2)

При изменении массы необходима калибровка тензодатчика, например, вследствие замены держателя образца, а так же при переключении режима работы (между сжатием и вдавливанием). Данные калибровки записываются в "calibration data" файл, который считывается во время работы программного обеспечения. Эти действия с описанием представлены выше в листинге 3.2. Вторая панель, на рисунке 3.6 (2), с заголовком "Pin holder movement", на рисунке 3.8 (1), включает в себя кнопки, которые выполняют действия системы по управлению движением держателя образца с помощью двух опций контроллера (2, 3).

При использовании опции общего набора команд (General Command Settings, GCS Option) [39], можно посылать требуемое значение напряжения на пьезоэлектрический привод (в диапазоне от – 20 В - + 120 В), введя в текстовом поле (сектор 4) и нажатия красной кнопки "ON". Это абсолютное значение напряжения, которое отвечает за микро шаговое движение. Например,

напряжение в 1 В соответствует приблизительно 0,6 мкм свободного хода в воздухе.

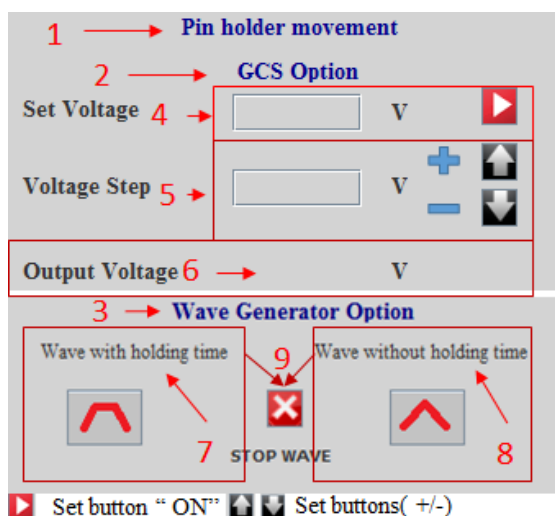


Рисунок 3.8 - Основные объекты второй функциональной панели: 1) название панели; 2) первая опция (общего набора команд) для выполнения действий с пьезоэлектрическим приводом ; 4) и 5) текстовые поля для ввода значений и 6) – для выходного значения; вторая опция 3) - генерирование волн, с таблицами параметров волн 7) и 8), и кнопки 9) для остановки волн

Абсолютное напряжение, посылаемое на пьезодатчик также может быть увеличено или уменьшено, с малым размером шага, вводимым в текстовое поле "Voltage Step" (сектор 5) и нажатия указателя вверх (+) - добавление, и соответственно вниз (-) - вычитание шага из абсолютной величины. Выходное значение напряжения отображается в текстовом поле (секторе 6). Все значения напряжения записываются в вольтах (В). Опция генератора волны 3 имеет две кнопки переключения (7, 8), которые используются для записи цикла нагрузок (волны) к контроллеру. Для заданных параметров генерируется таблица волны (амплитуды, крутизна напряжения, время задержки/пауза). Эта процедура необходима для непрерывного микро движения пьезодатчика.

В обоих случаях движение пьезодатчика происходит автоматически, после нажатия любой из этих кнопок. Величина выходного напряжения появляется в

строке 6, для всех опций. В чрезвычайной ситуации, существует кнопка "Stop wave" для быстрого отключения PI-603 от контроллера E-709.

Третья панель представляет собой график профиля с функцией прикладываемой силы во времени (временная диаграмма), с названием "Time chart ", рисунок 3.6 (4). Выходное значение силы по оси Y появляется автоматически, как только открывается соединение с тензодатчиком. Чтобы сохранить выходные данные в файл, четвертая панель имеет кнопку "Start Record". Кнопка-переключатель "Start Record" имеет два состояния, обозначенных различными цветовыми оттенками и названиями, появляющимися после выполнения действий (на рисунке 3.9), описанных в Java коде (листинг 3.3).



Рисунок 3.9 - Два состояния кнопки "Start Record" с различными цветами и названиями

Изменение состояния с " Start Record " на "Stop Record" сопровождается сохранением выходных данных в файл, включающих темп времени, значение выходного напряжения, силы и времени в формате [чч: мм: cc].

```

JToggleButton tglbtnStartRecord = new JToggleButton("Start Record");
public void itemStateChanged(ItemEvent e) {
    int state = e.getStateChange();
    if (state == ItemEvent.SELECTED) {
        System.out.println("Start Record");
        tglbtnStartRecord.setText("Stop Record");
        int fNumber=0;
        File fi = null;
        do{
            fi = new File(String.format("bridge_data_%04d.txt", fNumber));
            fNumber++;
        } while(fi.exists());
        try{
            P = new PrintWriter(fi)
        } catch (IOException e) {}
    }
}
```

Creating "Start Record" toggle button and after pushing it changed state and force data starts recording

Листинг 3.3 - Фрагмент исходного текста программы на языке Java для кнопки-переключателя "Start Record" на рисунке 3.9

Успешное использование разработанного ГПИ для МИУ представлено в следующих главах, как и в целом, эффективное применение комбинированной установки для изучения поведения композиционных материалов под нагрузкой.

4 Интеграция и производительность устройства МИУ

В этой главе продемонстрированы несколько экспериментов для проверки способности устройства к точным измерениям, а так же использование комбинированной установки в целом. Например, дополнительные эксперименты с нано-КТ были проведены с интегрированным устройством, для оценки возможных артефактов, вызванных геометрическими ограничениями, такими как ограниченный угол вращения при томографии.

4.1 Анализ возможных артефактов вследствие ограниченного угла вращения

Свободное пространство внутри микроскопа позволяет легко вставлять и вынимать устройство МИУ (рисунок 16). Тем не менее, существуют некоторые геометрические ограничения, являющиеся причиной ограниченного угла поворота во время КТ. Например, близкое расположение микрофокусного отверстия (*pinhole*) к основной рамке устройства (*pillar*) может привести к их нежелательному касанию. В результате реконструкции неполного набора данных образуются артефакты, влияние которых на качество изображений должно быть проанализировано.

Более наглядно причины ограниченного угла вращения показаны на рисунках 4.1 и 4.2.

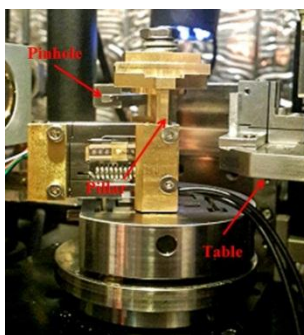


Рисунок 4.1 Установка МИУ внутри инструмента нано-КТ

Первый предел угла поворота во время КТ задается возможным контактом между винтом на датчике силы и столика для линз (*table*) на рисунке 4.2 (а) -1. В этом случае максимально возможный угол поворота без соприкосновения равен $+120^\circ$. Для достижения большего угла вращения был заменен винт на другой, с более тонкой резьбой. Эта модификация расширяет угол до $+127^\circ$. Второе геометрическое ограничение задается возможным столкновением между столбиком рамки и микро точечным отверстием при вращении в пределах: -15° и -117° , рисунок 4.2 (б) - 2.

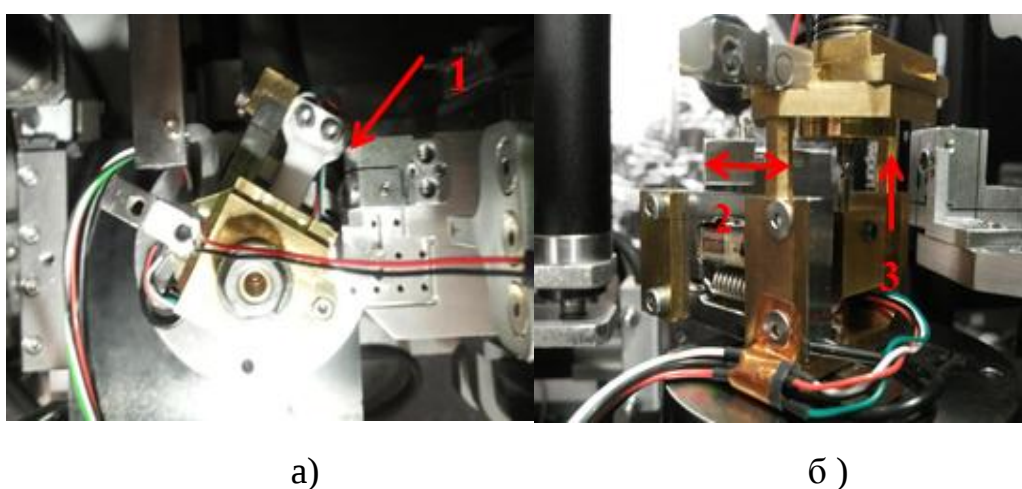


Рисунок 4.2 - Геометрические ограничения: а) 1- Вид сверху: возможный контакт винта и таблицы; б) вид спереди: 2- возможный контакт столбика с точечным отверстием, 3- тень от столбика

Третий предел, ограничивающий угла вращения, задается тенью от столбиков рамки устройства в диапазоне угла поворота от -99.5° до -80.5° , на рисунке 4.2 (б) -3. Следовательно, общая ширина тени составляет 19° . Для сокращения диапазона тени ширина каждого столбика была уменьшена на 1,5 мм, что увеличивает угол вращения на 7° и общий диапазоне составляет от -90° до $+5,5^\circ$ и $24,5^\circ$ до 45° градусов.

Основываясь на выше приведенных расчетах, серия радиологических проекций была записана с ее последующей реконструкцией, согласно

максимально возможного диапазона угла поворота для первоначальной и модифицированной установки.

4.1.1 Подготовка образцов и компьютерная томография

Образец с диаметром приблизительно 2 мм и острым коническим наконечником был изготовлен из закаленного алюминия (серия 3xxx). Наконечник отшлифовали с помощью наждачной бумаги из карбида кремния SiC (зернистость 4000), таким образом, что его форма вписывается в поле зрения инструмента нано-КТ (дальнее поле зрения, 65 мкм в ширину). Изображения образца, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ), показаны на рисунке 4.3.

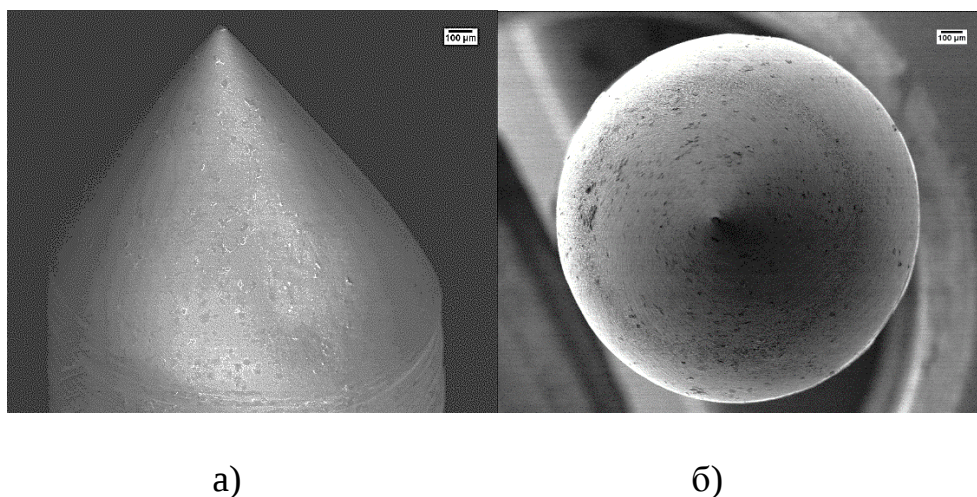


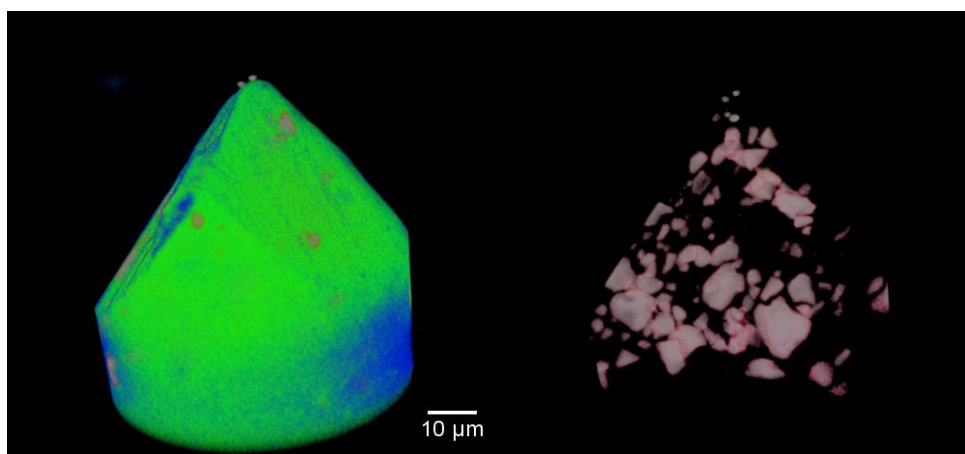
Рисунок 4.3- СЭМ изображение образца сплава алюминия: а) вид сбоку; б) вид сверху

С использованием режима контраста поглощения был записан полный набор радиологических данных с углом вращения от -90° до 90° в большом поле зрения с использованием стандартного держателя образца, показанного на рисунке 3.4 (а). Набор данных в общей сложности содержит 801 изображений, с выдержкой 68 сек на каждое изображение и разрешением 1024 x 1024 пикселей.

Для реконструкции были использованы два пакета программного обеспечения: XMReconstructor 9.0 с методом одномерной фильтрации (метод фильтрованных обратных проекций, FBP); и в качестве альтернативного метода реконструкции (итерационный метод) программное обеспечение Simultaneous Iterative Reconstructive Technique (SIRT) [40].

4.1.2 Анализ данных

Реконструированные данные КТ из полного набора данных, представлены на рисунке 4.4. Восстановленные данные с помощью XMReconstructor 9.0, рисунок 4.4 (б) предоставляют информацию о распределении первичных осадков по всему объему, которая может быть использована при анализе возможных артефактов.



а)

б)

Рисунок 4.4- Набор полных данных КТ алюминиевого сплава: а) 3D-данные, б) реконструированные данные XMReconstructor 9.0

На представленных реконструированных горизонтальных и вертикальных изображениях поперечного сечения, рисунок 4.5 (а, б, в), отсутствуют явно видимые артефакты. Восстановленные изображения с полного набора данных (-90° до 90°) были урезаны в соответствии с вычисленным ограниченным и

улучшенным углом вращения. Полученные горизонтальные и вертикальные изображения поперечного сечения с ограниченным диапазоном вращения (г, д, е) и увеличенным диапазоном, т.е. улучшенной установкой (ж, з, и) представлены на рисунке 4.5.

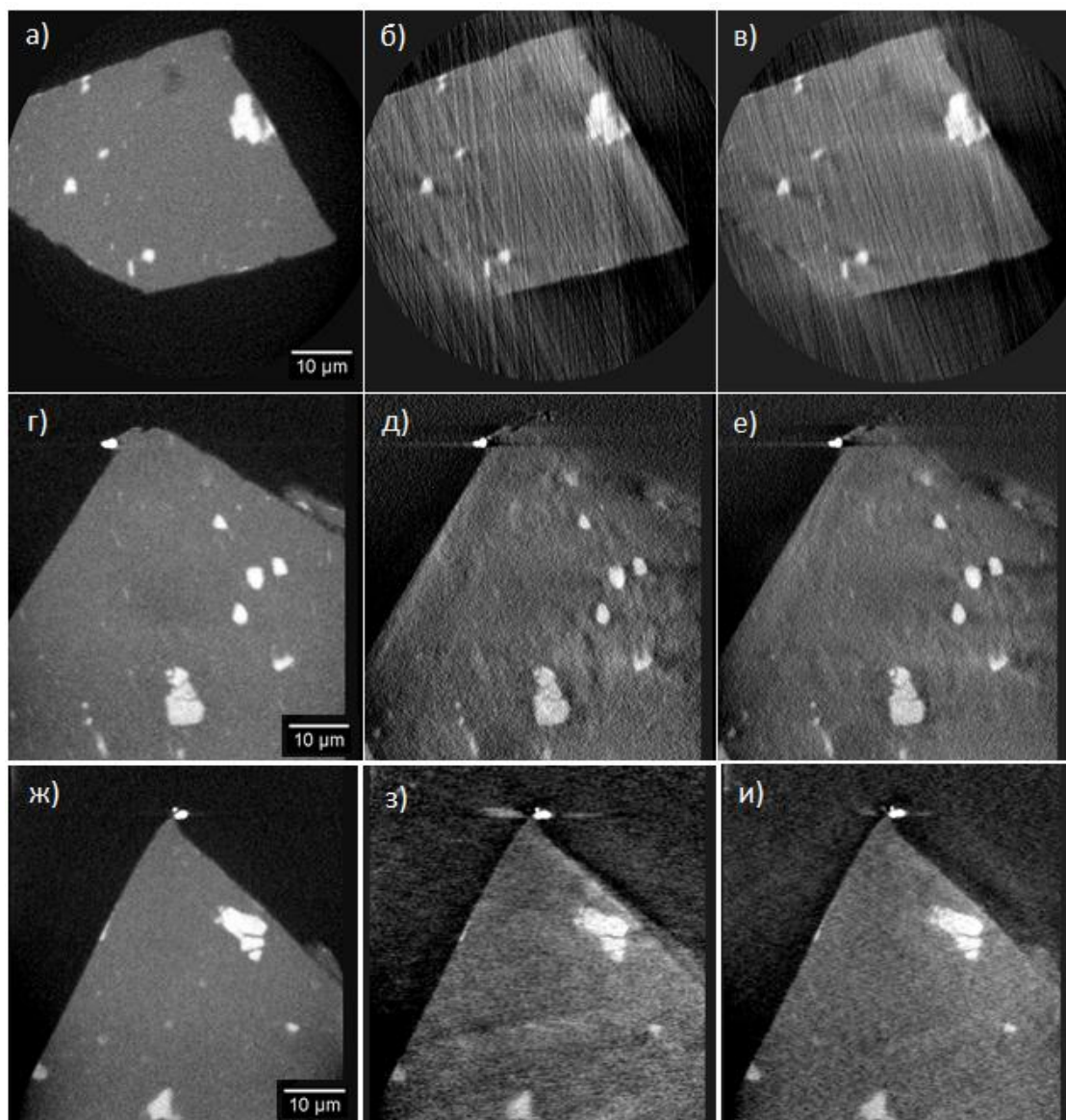


Рисунок 4.5 - Реконструированные данные сплава алюминия с а) по е) горизонтальные и с ж) по и) вертикальные сечения с полным набором данных (а, г, ж), с ограниченным диапазоном вращения (б, д, з) и с улучшенной установкой (в, е, и).

Полученные данные с двумя возможными модификациями по увеличению диапазона вращения (раздел 4.1) были сравнены с данными, полученными с первоначальной установкой. На изображениях с начальной установкой (б, д, з) вследствие отсутствующих данных, наблюдаются явные артефакты в виде полос, которые менее заметны на восстановленных изображениях с улучшенной установкой (в, е, и). Несмотря на артефакты, данные, полученные с применением улучшенной установки достаточно удовлетворительны для обнаружения и характеристики распределения даже небольших первичных осадков.

Ограниченный по углу набор данных был также реконструирован с помощью SIRT (200 итераций), и результат (а, б, в) сравнен с результатами метода одномерной фильтрации (метод фильтрованных обратных проекций, FBP) (г, д, е) и представлены на рисунке 4.6.

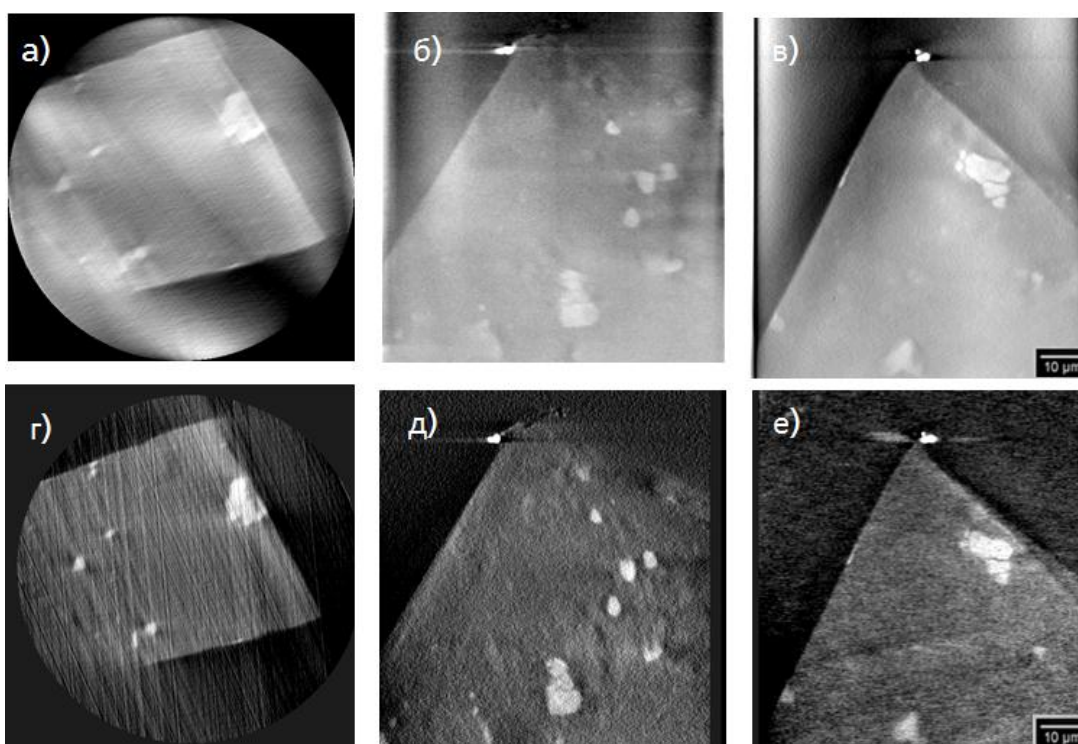


Рисунок 4.6 - Реконструированные данные после 200 итераций с программным обеспечением SIRT (а-в) и (г-е) методом одномерной фильтрации (метод фильтрованных обратных проекций, FBP) (XMReconstructor 9.0).

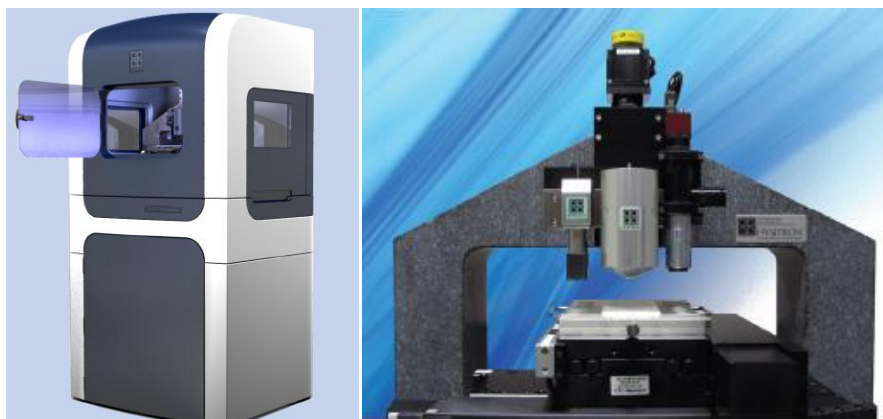
С одной стороны восстановленные данные с SIRT (а-в) показывают меньше шума на изображениях, что позволяет получить более подробные данные меньших объектов, с другой стороны, фон затрудняет определение точной формы больших контуров, в отличие от метода фильтрованных обратных проекций. В результате можно заключить, что оба подхода позволяют определить и охарактеризовать внутренние особенности образца.

Результаты этого эксперимента показывают качество формирования изображений в инструменте нано-КТ с интегрированной установкой устройства МИУ. Следующим шагом является исследование точности измерений тензодатчика и устойчивости (жесткости) всей экспериментальной установки, с использованием разработанного графического интерфейса.

4.2 Сравнение данных полученных различными методами

Коммерческий инструмент Nysitron TI 950 TriboIndenter с возможностью обработки изображений посредством зондовой микроскопии обеспечивает микро- и нано - вдавливание, а также скретч тесты с высокой точностью детализации и воспроизводимости данных. На рисунке 4.7 (а) представлена система нагружения, включающая в себя модуль нагрузки, рисунок 4.7 (б), который обеспечивает широкий диапазон сил, доступных для нано механических испытаний, приблизительно от ≤ 30 нН до 10 Н. Основные характеристики позиционирования оптического зонда - это поле зрения: максимальное 625мкм×550мкм и минимальное 28мкм×22мкм с оптическим увеличением 20х [41].

Программное обеспечение Nysitron TI 950 обеспечивает предварительно запрограммированные, а так же определяемые пользователем процессы автоматизации. Для тестирования с высокой пропускной способностью система включает в себя управление с обратной связью. Эта специальная методика тестирования вдавливания позволяет проводить измерения твердости и анализ, основанный на методе Оливера - Фарра (раздел 2.3).



а)

б)

Рисунок 4.7. а) Nysitron TriboIndenter TI 950 Система с шумоизоляцией; б) модуль нагрузки с системой позиционирования

В данном исследовании для оценки точности измерения тензодатчика устройства МИУ были проведены испытания на твердость и сравнены результаты измеренных данных, полученных при помощи Nysitron TI 950 и механического устройства, которые в свою очередь были достигнуты при одинаковых условиях и на идентичных образцах.

4.2.1 Подготовка образцов и процедура эксперимента

Образцы изготовлены из того же сплава алюминия (3xxx), как и в предыдущем эксперименте (раздел 4.2.1), однако, имеют разную геометрию, вследствие выполнения требований для испытаний на твердость, т. е. образцы должны иметь плоскую поверхность. Два образца были изготовлены при одинаковых условиях. Процедура подготовки включает в себя распиливание образца (3xxx), на две пластины с толщиной в несколько миллиметров. Каждая пластина шлифуется и полируется с помощью RotoPol – 25, инструментом для полировки (Struers ApS). Процедуру мокрого шлифования проводили с использованием наждачной бумаги из карбида кремния (SiC), с зернистостью в

диапазоне от 500 до 4000. Для финальной полировки были использованы тканевая бумага и алмазная суспензии с размером зерен 3 мкм и 1 мкм.

Были проведены два эксперимента на микро-твердость с использованием: разработанного в данном исследовании механического устройства нагружения МИУ, и инструмента Hysitron TI 950. В обоих случаях эксперимент состоял из 10 одиночных вдавливаний алмазным микро-индентором Берковича (рисунок 4.8). Испытания проводились в одинаковом диапазоне нагрузок: от 95 мН до 236 мН.

Испытания на твердость, осуществляемые на механическом устройстве нагрузки МИУ контролировались пользовательским графическим интерфейсом, как и измерения силы, записываемые во время загрузки.

Измерения твердости, выполненные в инструменте Hysitron TI 950, были получены и записаны автоматически.



Рисунок 4.8 - РЭМ изображение 10 одиночных углублений, полученных в инструменте Hysitron TI 950

4.2.2 Анализ данных

Значения твердости, по данным, полученным с использованием устройстве нагрузки МИУ, были рассчитаны с использованием традиционного способа, согласно уравнению 2 (раздел 2.3) из отношения максимальной силы к площади отпечатка рисунок 4.9 (б). Максимальная сила была взята как среднее значение из первых 10 точек измеренной силы с кривой разгрузки, что соответствует

упругой деформации. Контактная площадь была измерена, как площадь остаточного отпечатка от каждого индента на РЭМ изображениях. В качестве примера, на рисунке 4.9 (а) показаны остаточный отпечаток (индент) от наконечника Берковича и (б), измеренная контактная площадь.

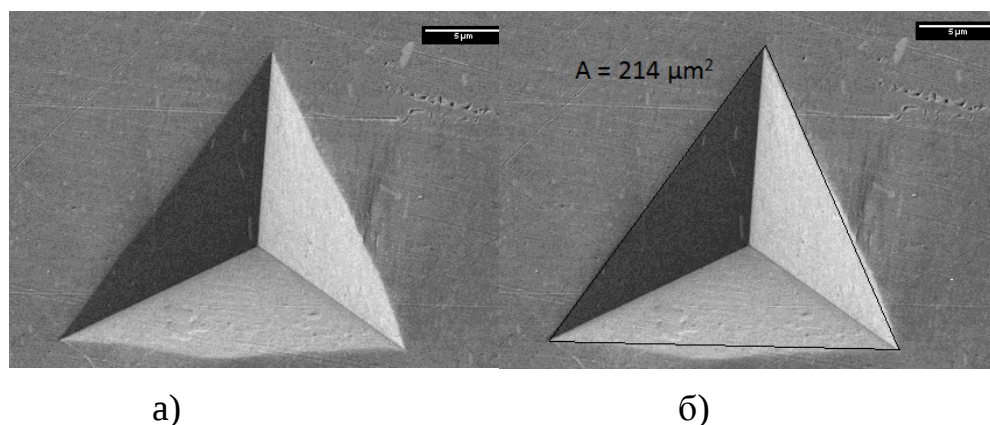


Рисунок 4.9 - РЭМ изображения пластины после испытаний на вдавливание, с использованием механического устройства MMR: а) индент; б) измеренная контактная площадь

Результаты расчетных значений твердости и значения твердости, полученные с использованием инструмента Hysitron TI 950, представлены на рисунке 4.11.

Расчетные Hysitron данные на 12% больше по сравнению с данными, полученными с использованием устройства МИУ. Это расхождение вызвано несколькими причинами, которые можно объяснить. Во-первых, были использованы различные методы измерения и алгоритмы расчета твердости, которые основаны на различных физических моделях [19]. Как уже упоминалось выше, программное обеспечение Hysitron основано на методе Оливер-Фарр (кривая нагрузки смещения), в то время как значения твердости для стадии механической нагрузки были рассчитаны с помощью традиционного метода, т. е. путем измерения площади контакта остаточного отпечатка.

Во-вторых, отличается операционная система инструментов. Hysitron имеет управление с обратной связью, в то время как устройства МИУ работает

с управлением разомкнутого контура. В-третьих, различная жесткость систем, которая может способствовать разности полученных значений. И, наконец, система управления Hysitron TI 950 может принимать во внимание такие процессы как вдавливания (sink-in) или выдавливания (pile-up) материала, температурный дрейф и т.д. Для демонстрации, несколько процессов, влияющих на измерения твердости, показаны на рисунке 4.10: вдавливание материала (sink-in), выдавливание материала (pile-up) и осаждение.

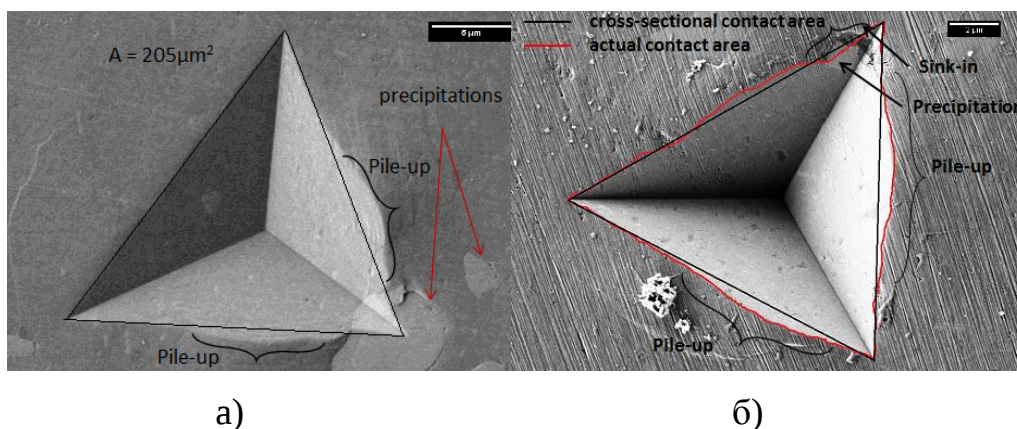


Рисунок 4.10 - РЭМ изображения остаточных отпечатков (индентов): а) полученных в устройстве МИУ с видимыми осаждениями и измеренной контактной площадью; б) произведённых с использованием Hysitron TI 950 с процессами, вдавливание материала (sink-in), выдавливания материала (pile-up) и осаждениями, а также контактная и фактическая площадь (красная линия)

Значения твердости не существенно увеличились, при присутствии первичных осаждений, расположенных в пределах зоны индента. Это наблюдение можно объяснить тем фактом, что первичные осаждения не являются единственными, способствующими дисперсионному отвердеванию [42]. Для сравнения результатов, полученных при помощи одинаковых методов расчёта твердости, были так же использованы данные контактных площадей индентов, произведенных в инструменте Hysitron.

Результаты, полученные традиционным методом, включены в диаграмму (рисунок 4.11).

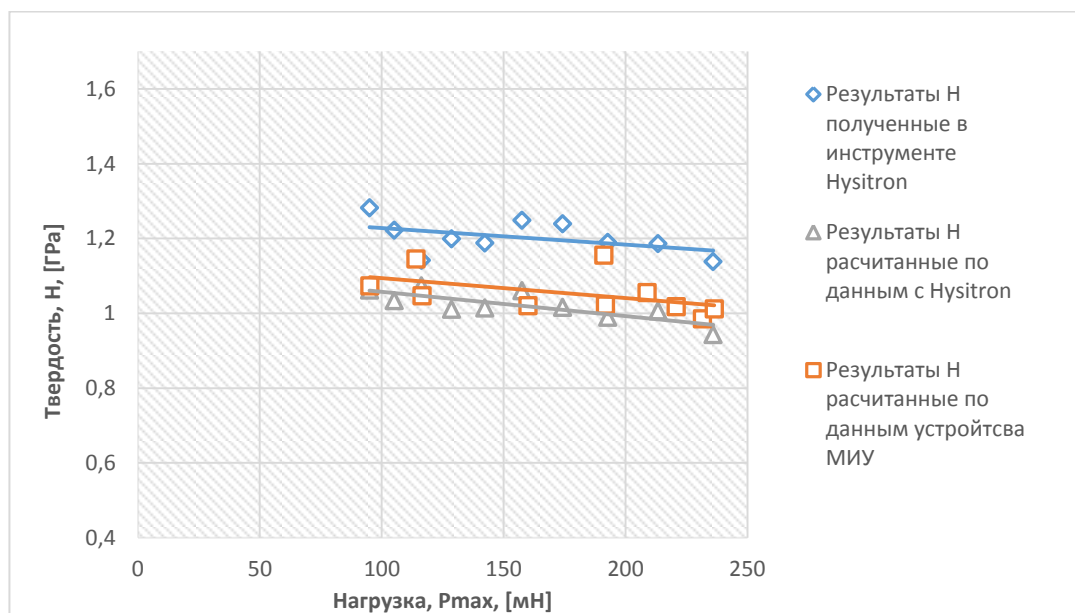


Рисунок 4.11 - Результаты измерений твердости сплава алюминия (3xxx) с использованием алмазного микро индентора Берковича

Значения твердости, с использованием как разработанного устройства МИУ, так и коммерческого инструмента Hysitron находятся в хорошем согласии при использовании одинаковых методов расчета твердости. Это свидетельствует о том, что устройство МИУ позволяет достичь точных измерений, сопоставимых с коммерчески доступным инструментом.

Помимо оценки твердости, приведённые эксперименты дают возможность изучения других свойств алюминия. В целом механические свойства и особенности материалов изменяются под приложенным постоянным напряжением как, например, ползучесть. Ползучесть это зависящая от времени медленная деформация материалов при воздействии постоянной нагрузки. Такое поведение наблюдалось во время микро индентирования на образце из алюминиевого сплава.

Как указывалось ранее, ползучесть, а также некоторые явления и процессы, которые появляются при вдавливании (индентировании), такие как

вдавливание материала (sink-in) и выдавливания материала (pile-up) оказывают влияние на измерения твердости. В целом это позволяет найти надлежащие условия для выполнения микро- или нано - механических испытаний, таких как скорость и время выдержки при нагрузке / разгрузке.

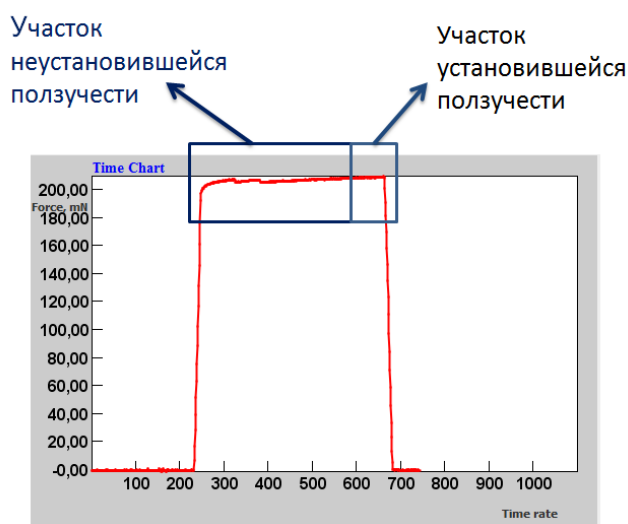


Рисунок 4.12 - Окно графического интерфейса с профилем силы от времени в процессе испытаний на вдавливание (сплав алюминия)

Процесс нагрузки – разгрузки в процессе микро- или нано - индентирования для алюминиевых сплавов должен включать время выдержки (паузу), чтобы выйти за пределы первичной ползучести, как показано на рисунке 4.12. В этом исследовании время выдержки составляет 200 секунд, в то время как скорость нагрузки и разгрузки составляет 20 секунд. Полученные характеристики поведения алюминиевых сплавов под нагрузкой имеют большое значение для дальнейшего изучения композитов с металлической матрицей (ММС), в частности, включающей с алюминиевые сплавы, как армированный углеродом композит с алюминиевой матрицей (CF-Al), рассмотренный в следующей главе.

5 Изучение композитных материалов с использованием комбинированной установки КТ и МИУ

В этой главе продемонстрировано использование комбинированной установки КТ с разработанным устройством для микромеханических экспериментов МИУ в изучении характеристик композиционных материалов.

Характеристики современных композиционных материалов в микро- и нано - масштабах, например как армированного углеродом композита с алюминиевой матрицей (CF - Al), включают в себя информацию об отдельных компонентах, таких как матрица и углеродные волокна (арматура). В частности, проведённый анализ алюминиевых сплавов (глава 4) позволяет лучше понять внутренние процессы композитов с алюминиевой матрицей.

5.1 Характеристика CF-Al композита с использованием техники микро-индентирования

Механические свойства композитов в основном зависят от микроструктуры матрицы и арматуры. CF-Al композит относится к легким конструкционным материалам, которые имеют высокую удельную прочность и высокий модуль Юнга. Однако, изготовление алюминиевой матрицы включает в себя общую термообработку, а иногда и локальную (например во время процесса сварки), которая влияет на свойства матрицы и межфазные соединения на границе раздела между волокнами и матрицей.

5.1.1 Подготовка образцов и процедура эксперимента

Тонкая пластина композита с длиной нескольких миллиметров и с толщиной менее 1 мм была получена с использованием метода мокрого шлифования абразивной бумагой (SiC) с зернистостью в диапазоне от 500 до

4000 на устройстве RotoPol - 25. Пластина была приклеена к металлической подложке на поверхности нагружающего модуля, перпендикулярно к нагружающему поршню (микро-индентеру Берковича).

Микро-индентирование проводилось с использованием устройства МИУ. На рисунке 5.1 продемонстрирована поверхность композита CF-Al, имеющая неоднородную микроструктуру: фазы с углеродным волокном в продольном и поперечном направлениях, и фазу без армирующих волокон (матрица).

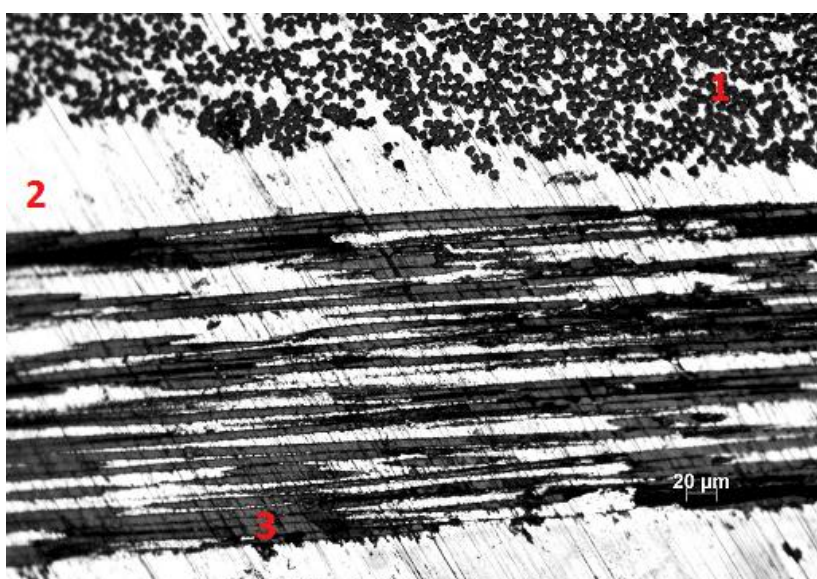


Рисунок 5.1 - Изображение (оптический микроскоп) микроструктуры CF-Al с тремя фазами: 1) углеродные волокна в поперечном направлении, 2) алюминиевая матрица, 3) углеродные волокна в продольном направлении

Нагружающий поршень МИУ позволяет перемещать микро-индентер по двум осям, что необходимо для позиционирования наконечника в требуемое положение на поверхности образца. Экспериментальные данные были записаны для восьми отдельных отпечатков, произведённых при нескольких значениях нагрузок, а так же в разных фазах микроструктуры композита. На основании предыдущих экспериментальных данных (раздел 4.2.2), вдавливание было выполнено при одинаковых же условиях: время нагрузки и разгрузки 20 с,

время выдержки 200 с. После эксперимента поверхность образцы была исследована по РЭМ изображениям.

5.1.2 Представление данных и их анализ

Отпечатки (инденты) в каждой микро фазе образца показывают различные свойства по отношению к композитной микроструктуре CF-Al. Инденты, сделанные на алюминиевой матрице (рисунок 5.3) не показывают значительной ползучести материала на рисунке 5.2 (стрелка).

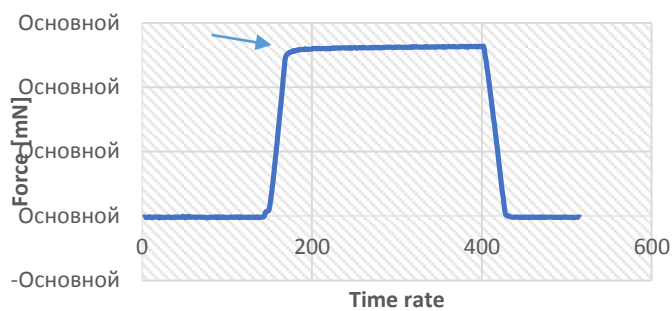


Рисунок 5.2 Профиль силы во время индентирования матрицы

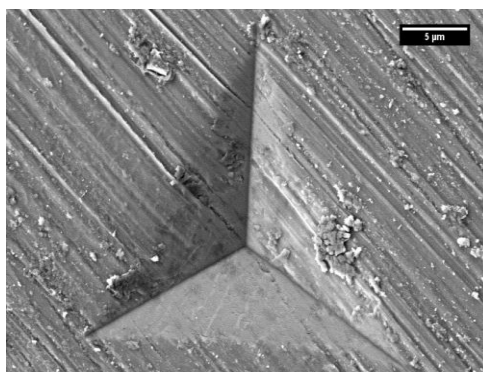


Рисунок 5.3 РЭМ изображение индента в матрице

В микро фазе, содержащей углеродные волокна в продольном направлении, рядом с индентом происходит образование трещин углеродного волокна как показано на рисунке 5.4.

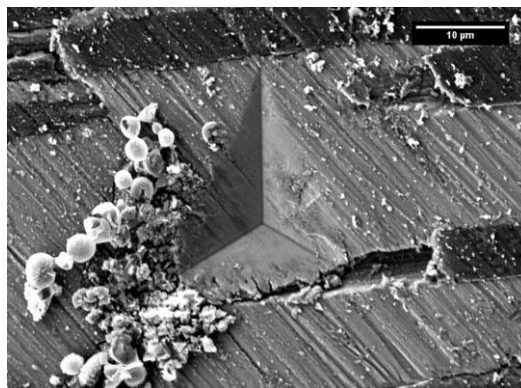


Рисунок 5.4 - РЭМ изображение индента в фазе с продольной ориентацией углеродных волокон

Инденты, выполненные в микро фазе с поперечной ориентацией углеродных волокон, сопровождаются процессом вдавливания волокон (push - in). На рисунке 5.5, видно расслаивание на границе волокна и матрицы, объясняемое тем, что связи на границе между матрицей и волокном начинают разрушаться при предложенной нагрузке. Процесс вдавливания волокон появляется под индентором после того, как нагрузка приложена.

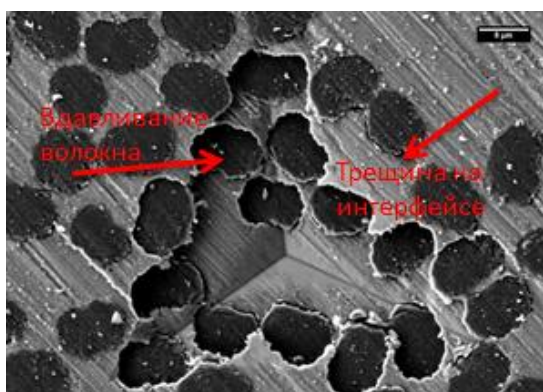
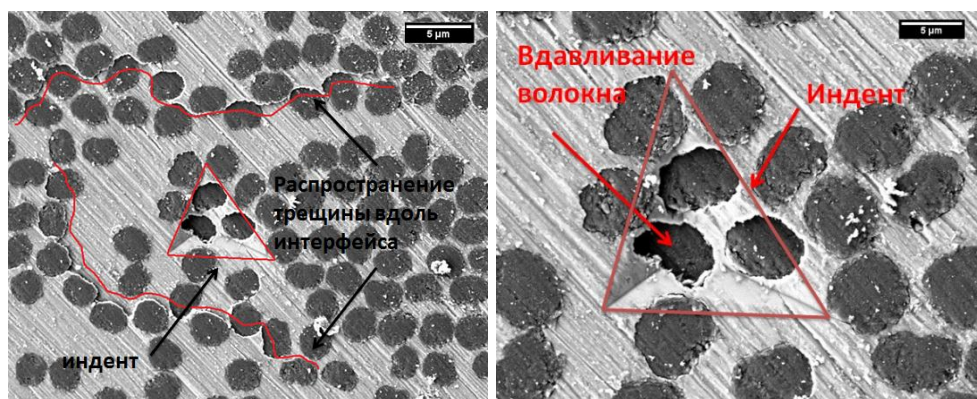


Рисунок 5.5 - РЭМ изображение индента в фазе с поперечной ориентацией углеродных волокон направлении с явлением вдавливания волокон (push-in)

Распространение трещины вдоль границы раздела между углеродных волокон (CF) и алюминиевой матрицей (Al) является показателем слабых связей и адгезии. Такое поведение разрушения на границе раздела в композитах, сопровождающееся распространением трещины, позволяет изучать энергию диссипации в хрупких композитных материалах, в частности систему матрица-волокно и объясняет модели, описывающие нарушение адгезии и вдавливания волокон [43, 44].

Зарождение и распространение трещины и во время приложенной нагрузки происходит точно вдоль границы раздела, а не близко к инденту, как следствие распределения напряжений, рисунок 5.6 (а).



а)

б)

Рисунок 5.6 - РЭМ изображения индентов, произведенных в микро фазе с поперечной ориентацией углеродных волокон: а) при распространении трещины вдоль слабого CF / Al интерфейса, б) явление вдавливания

Поведение композита под нагрузкой сопровождается множеством явлений и процессов, в зависимости от ориентации волокон и величины приложенной нагрузки. Это исследование позволяет анализировать механизмы зарождения повреждений поверхности, как описано выше. Поведение и характеристика механизмов повреждений в микроструктуре композита, появляющихся во

время загрузки должны быть изучены с применением in-situ экспериментов посредством КТ.

5.2 In-situ микромеханические испытания CF-Al композита в установке КТ

Для получения информации о механизмах разрушения в 3D, а также изучения влияния внутренних компонентов и интерфейсов на механические свойства CF-Al композитного материала, были проведены in-situ микромеханические испытания с применением технологии КТ. Наблюдения на уровне микро - и нано - размеров позволяют понять явления, которые появляются в композите. Для достижения желаемого разрешения, ранее описанной установки инструмента нано-КТ с МИУ необходимы образцы соответствующего размера.

5.2.1 Подготовка образцов

Образцы из армированного углеродом композита с алюминиевой матрицей (CF-Al), согласно размеру, подходящему в поле зрения нано-томографа (65 мкм), были подготовлены в несколько этапов.

CF-Al композит был разрезан на мелкие пластинки, каждая из которых была отшлифована наждачной бумагой для достижения параллельной тонкой поверхности, с толщиной в диапазоне миллиметра. Далее обработка включала распиливание пластины (инструмент DISCO) с высокой точностью: 5 на 5 ортогональных линий, с расстоянием между ними около 60 мкм, с глубиной проникновения около 150 мкм. Затем, после распиливания, пластинка была перевернута и отшлифована и, далее, отполирована наждачной бумагой карбида кремния 2400 и 4000 (инструмент RotoPol – 25), до тех пор, пока отдельные столбцы не были видны в оптическом микроскопе. Изготовленные примерно квадратной формы образцы (с длиной ребра от 40 мкм до 100 мкм) были отделены от клея с помощью ацетоновой ванны.

5.2.2 Первый эксперимент и анализ данных

Каждая установка КТ имеет определенные требования к эксплуатации, а так же подготовки к эксперименту. Процедура для выполнения индентирования с помощью МИУ и инструмента нано-КТ, согласно с размером образцов от 40 мкм до 100 мкм, была разработана входе эксперимента. Манипуляции с такими маленькими образцами являются наиболее сложной частью эксперимента.

Первый шаг включает в себя выбор образца с нужным размером и транспортировку его на держатель образца, где он фиксируется клеем (Gorilla Super Glue). Для испытаний на вдавливание, верхняя поверхность образца должна быть перпендикулярна к нагрузке и параллельна к нормальной плоскости индентора, следовательно, образец должен быть приклеен ровно, поэтому держатель, как правило, имеет плоскую поверхность. Клей затвердевает в течение нескольких часов. Эта процедура выполняется при помощи микроскопа для предварительного выравнивания, с оптическим увеличением 10х и 50х, как показано на рисунке 3.3 (раздел 3.1). После установки образца, на его поверхность устанавливается сферический золотой шарик, который необходим для правильного выравнивания проекционных изображений, еще до томографической реконструкции. Далее в том же микроскопе (50X) производится грубое выравнивание кончика индентора с поверхностью образца, с помощью ручного управления x-y столика устройства МИУ. Производительность и, в частности, разрешение микроскопа для предварительного выравнивания позволяют добиться точного выравнивания наконечника и образца, однако, в выравнивании существует систематическое несоответствие нескольких микрометров. Таким образом, более точное и окончательное центрирование должно быть сделано в рентгеновском микроскопе.

Перенос устройства из микроскопа для предварительного выравнивания на вращающийся столик рентгеновского микроскопа должен быть выполнен аккуратно, чтобы избежать любого соприкосновения устройства с оптическими элементами внутри микроскопа, так как устройство МИУ имеет рамку, в отличие от держателя стандартного образца. Для того чтобы избежать этого контакта, вращающийся столик (θ) должен быть установлен на несколько градусов в положительном направлении. Затем координаты нано-КТ корректируются, и находится область интереса, соответственно координатам с микроскопа для предварительного выравнивания.

Положение наконечника индентера может быть определено по прямым измерениям относительно оси x на рентгенографических изображениях. Для нахождения правильной позиции наконечника по направлению пучка (z), была разработана методика, основанная на методе фотограмметрии. Z -позиция вычисляется по нескольким изображениям, взятым под разными углами при помощи тригонометрических формул. Затем расхождение наконечника в соответствии с вычисленным отклонением корректируют посредством перемещения x - y -столика наконечника. Как правило, расхождение составляет несколько микрометров. После окончательного выравнивания и фокусировки область интереса, выполняется испытание на вдавливание, которое сопровождается визуализацией во времени. Выше описанная предварительная процедура для эксперимента приблизительно занимает несколько часов.

В целях изучения морфологии образца было проведено КТ сканирование, еще до индентирования со следующими параметрами: стандартное разрешение, в режиме поглощения контраста, 601 проекция со временем экспозиции 90 секунд на каждое изображение. В ходе КТ образец наклонился приблизительно на 4° градуса, однако, последующий эксперимент на вдавливание представил информацию о поведении материала под нагрузкой. В частности, наблюдалось раскрытие трещины (рисунок 5.7).

Кроме рентгенографических снимков, после эксперимента были проанализированы РЭМ изображения, с предположением, что микротрещины уже были до испытания на вдавливание.

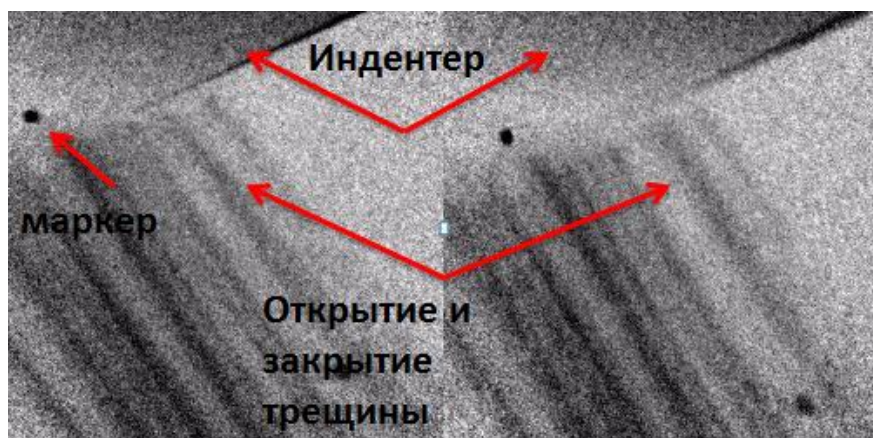


Рисунок 5.7 - Рентгенографические изображения во время микроиндентирования CF-Al, с непараллельной поверхностью к индентеру

На РЭМ изображениях (рисунок 5.8) в некоторых регионах CF-Al композита потеряны связи между CF и Al матрицей, что свидетельствует о наличии первоначальных трещин, которые были сформированы и далее, росли под нагрузкой вдоль слабых интерфейсов.

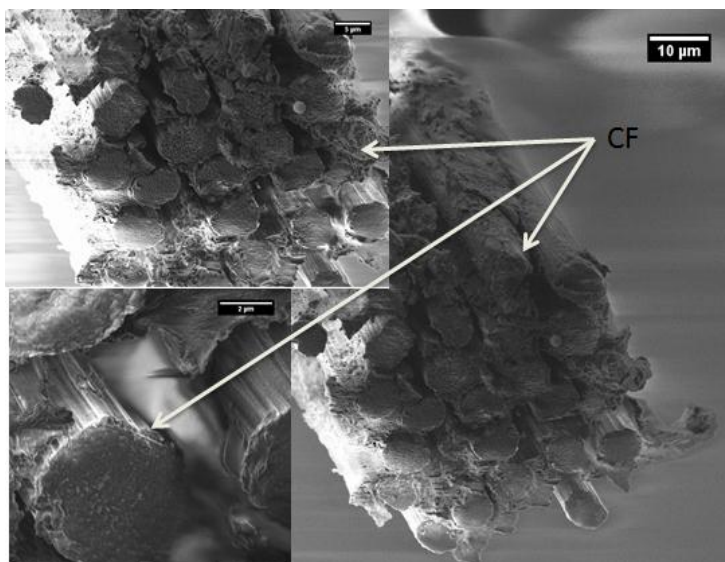


Рисунок 5.8 - РЭМ изображения CF-Al композита с поврежденной микроструктурой

По итогам этого эксперимента можно заключить, что должен быть использован больший размер образцов, так как больший объем может содержать неразрушенную матрицу, так и периферийные зоны.

5.2.3 Второй эксперимент и анализ данных

Второй эксперимент был проведен с размером образца больше чем 65 мкм. Образец был зафиксирован клеем и оставлен для отвердевания приблизительно на 12 ч. После этого, маркер (золотой шарик) был помещен на поверхность образца, а также на кончик индентора Берковича для того, чтобы отслеживать проникновение индентора в материал.

Образец был исследован с помощью растрового сканирующего электронного микроскопа (РЭМ) до КТ, с целью определить область с неповреждённой поверхностью для индентирования, рисунок 5.9.

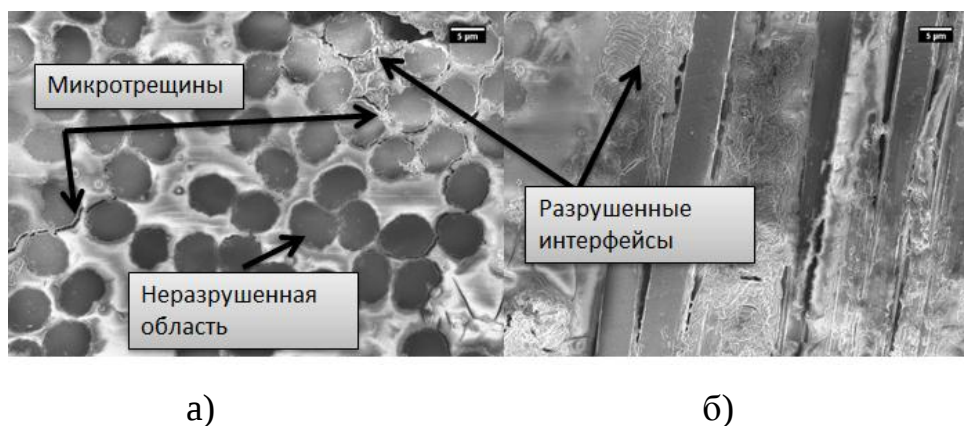


Рисунок 5.9 - РЭМ изображения CF-Al композита перед индентированием с наличием начальных трещин и неповрежденной поверхностью; поврежденный интерфейс, с а) поперечной и б) продольной ориентацией волокон

После выравнивания индентора с неповрежденной поверхностью образца, было произведено индентирование посредством комбинированной установки

нано-КТ и устройства МИУ, управляемого разработанным графическим интерфейсом. В ходе эксперимента была записана серия изображений с временем экспозиции 15 с на каждое изображение.

На основе записанных данных кривая нагрузки/разгрузки характеризуется следующими свойствами (рис 5.10 и 5.11):

- первый контакт (а) и начало образования трещины при нагрузке 70 мН, далее распространение трещины вдоль слабого интерфейса при 158 мН
- при максимальной приложенной силе - открытие трещины и начало ее распространения в вертикальном направлении
- остановка распространения трещины в вертикальном направлении при 217 мН, и начало ее распространения в горизонтальном направлении при максимальной приложенной силе в 211 мН (b)
- начало процесса разгрузки с частичным закрытием трещины при 209 мН, и далее непрерывного уменьшения силы до нуля.

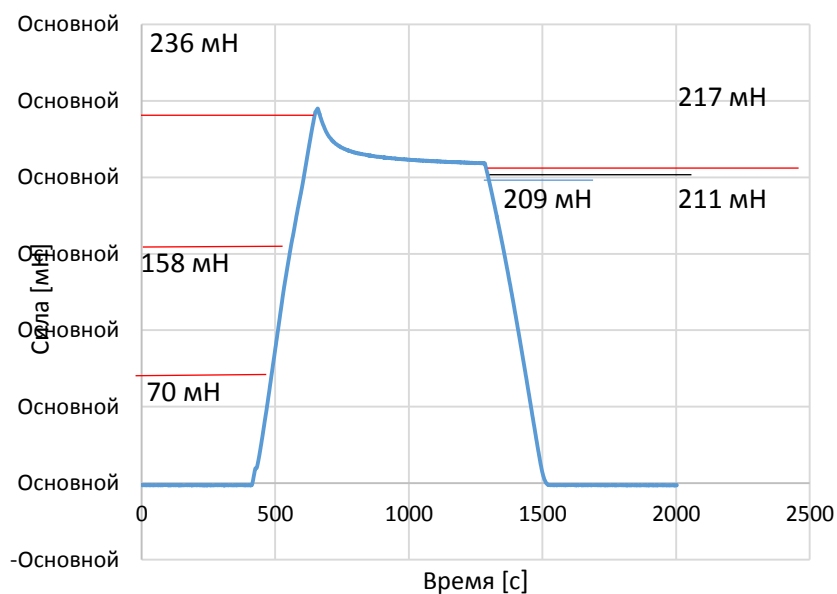


Рисунок 5.10 - Профиль выходных данных силы во времени для CF-Al композита при микро-индентировании

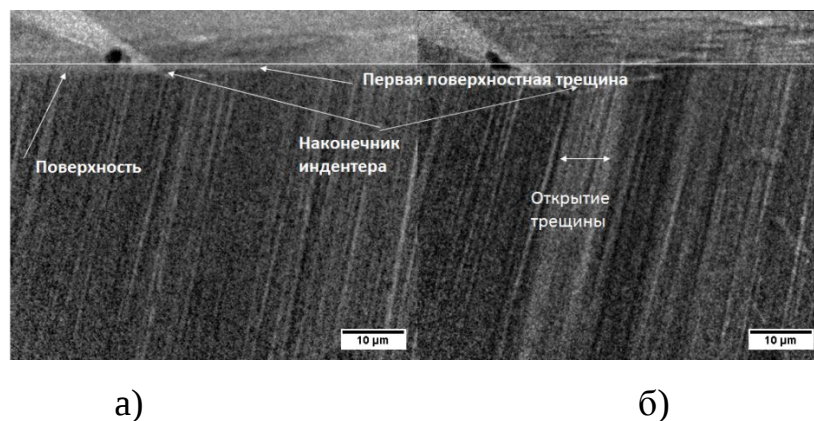


Рисунок 5.11 - Рентгенографические изображения во время микроиндентирования CF-Al: а) первый контакт, б) открытие трещины и ее распространение.

Рентгенографические изображения показывают трещинообразование на поверхности и распространение трещин в объеме образца. Изображения, сделанные до и после индентирования, РЭМ рисунок 5.12 (а, в), а также рентгенографические изображения, рисунок 5.12 (б, г).

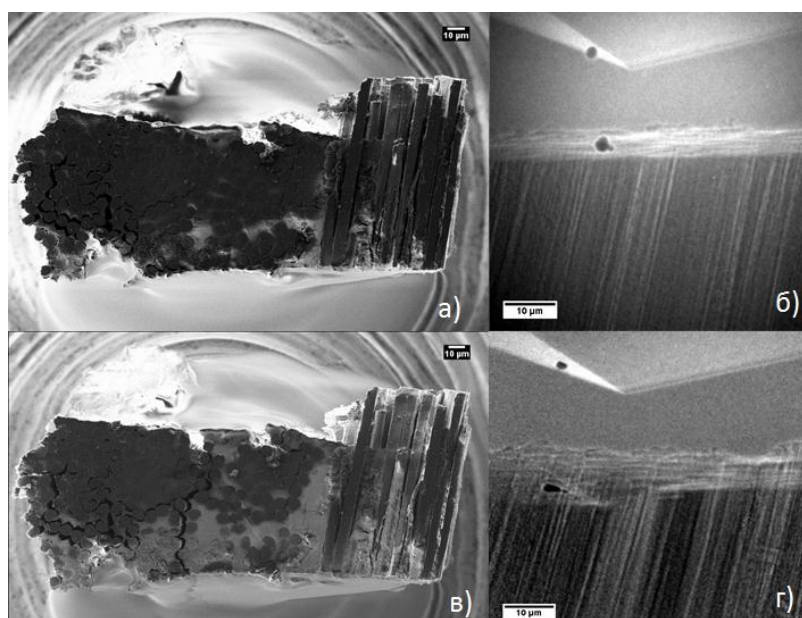


Рисунок 5.12 - Изображения, сделанные до и после индентирования: топографии поверхности (РЭМ), вид сверху (а, в), рентгенографические изображения, вид сбоку (б, г).

Расположение места индента на поверхности композита после экспериментов показано на рисунке 5.13, где видна трещина между матрицей и волокном (слабый интерфейс), а также явление вдавливание волокон.



Рисунок 5.13 - РЭМ изображение поверхности композита после вдавливания индентера Берковича

Высокое разрешение серии рентгенографических изображений, снятой во время эксперимента на вдавливание, позволяет визуально наблюдать поведение композита под разными условиями нагрузки, а так же особенности открытия и распространения межфазной трещины в интерфейс CF / Al. Для получения 3D данных о разрушении волокон в области межфазной трещины необходимо проведение КТ.

Как было указано ранее, образец имеет размер больший чем требуется для инструмента Xradia нано-КТ, поэтому КТ было произведено с использованием микро-КТ (Xradia Versa-520).

Xradia Versa-520 представляет собой инструмент микро-КТ с пределом разрешения до 0,7 мкм. Эффективный размер пикселей зависит от отношения расстояний источник-детектор и источник-образец. Поле зрения при самом высоком разрешении составляет 450 мкм в ширину, что достаточно для выполнения КТ выше описанного образца (размер 120 мкм). Образец CF-Al

был перенесен на стандартный держатель для КТ, и после этого, с указанием области интереса, были получены КТ данные по следующим параметрам: напряжение трубки 30 кВ, мощность 2 Вт, количество проекций 1601. Реконструкция была выполнена с использованием программного обеспечения XMReconstructor 9.0, а так же, для дальнейшего анализа изображений программное обеспечение ImageJ. Восстановленные данные показывают отпечаток индентора Берковича вблизи начальной трещины и, рисунок 5.14 (а), и сам наконечник (зеленый треугольник), рисунок 5.14 (а). Распространение трещины (красная линия) вдоль слабого интерфейса CF-Al композитного материала показано на рисунке 5.14 (в).

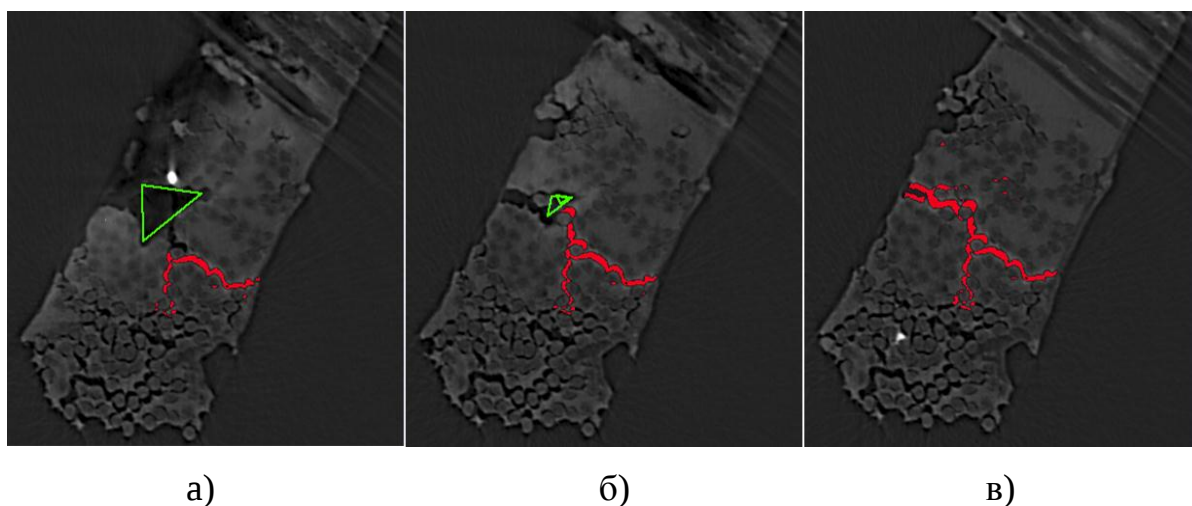


Рисунок 5.14 - Реконструированный данные, представленные как горизонтальные изображения сечений по всей толщине CF-Al образца

Индивидуальные изображения горизонтальных сечений позволяют отслеживать отдельные интерфейсы по всей толщине образца, обеспечивая информацией об отслоении углеродных волокон (CF) от матрицы (Al).

Реконструированные 3D данные, показывающие наконечник индентора в образце и трещину на границе раздела CF / Al, выделенную через толщину образца представлены на рисунке 5.15.

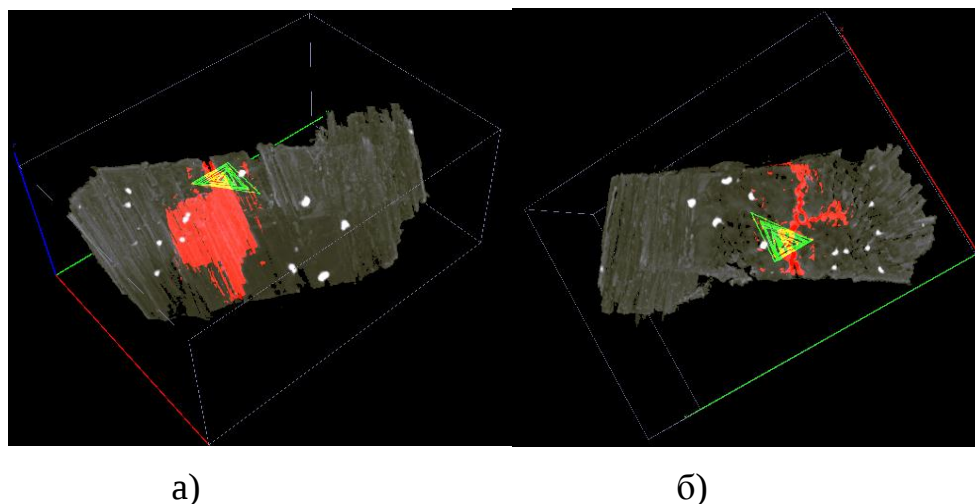


Рисунок 5.15 Реконструированные 3D данные CF-Al композита после вдавливания

Механизм деформации вследствие отслоений вдоль границы раздела матрица - углеродное волокно может быть вызван в результате химической реакции между Al и CF. Некоторые исследования предполагают, что два вида интерфейсов существуют между углеродом и алюминиевой матрицей. Они имеют различные природные механизмы формирования, а также плохую смачиваемость углеродного волокна жидким алюминием [45]. Образование хрупкого карбида алюминия Al_4C_3 , возможно, во время термической обработки при производстве, вследствие чего композит теряет прочность и эластичность [46]. Реакция образования Al_4C_3 в области интерфейса волокно-матрица может привести к деградации свойств композита. Чтобы предотвратить образование карбида, на углеродное волокно может быть нанесено никелевое (Ni) или медное (Cu) покрытие, однако, это так же приводит к изменению свойств композита [47].

Изучение и характеристика такого композиционного материала, как CF-Al, включая исследование его микроструктуры, является перспективным. Методы микро- и нано - вдавливания в сочетании с КТ позволяют наблюдать и описывать механические свойства современных композиционных материалов.

Заключение

Практическая значимость магистерской диссертационной работы заключается в интеграции новой конструкции микромеханического устройства для in-situ микромеханических испытаний в инструмент нано-КТ, с дальнейшим применением этой комбинированной установки для изучения современных материалов, в частности композитов.

Лабораторная установка рентгеновского микроскопа, Xradia nano-XСТ-100 (нано-КТ), включает в себя источник монохроматического Cu-K α -излучения с энергией 8,05 кэВ и обладает высокой разрешающей способностью при получении томографических данных. Для in-situ исследований в нано-КТ было успешно интегрировано микромеханическое испытательное устройство (МИУ). Эффективность концепции экспериментально доказана и продемонстрирована на примерах исследований явлений зарождения и распространения трещин в микроструктуре материалов, таких как алюминиевые сплавы и композитные материалы.

МИУ имеет модульную конструкцию. Механическая часть была разработана, таким образом, чтобы вся система была устойчивой (жесткой) и достаточно прозрачной рентгеновскому излучению, чтобы как можно меньше влиять на качество изображений. Устройство состоит из двух основных модулей: (i) измерительной системы, включающей пьезоэлектрический датчик для нагружения образца и сменный датчик измерения силы; (ii) нагружающий сменный модуль в виде микро индентора со свободным позиционированием наконечника. Для управления устройством МИУ было разработано программное обеспечение с графическим пользовательским интерфейсом (ГПИ) с использованием IDE Eclipse на языке программирования Java. Интерфейс позволяет легко управлять движением посредством пьезодатчика, а также записывать автоматически выходные данные, такие как профиль силы в реальном времени, что необходимо в изучении явлений разрушения или

ползучести в образце. Подробный анализ выходных данных в сочетании с изображениями высокого качества КТ позволяют характеризовать свойства и поведение материалов под нагрузкой.

В данной работе, некоторые из экспериментов посвящены анализу производительности и точности измерений устройства МИУ. Производительность устройства в установке КТ была оценена посредством анализа возможных артефактов на изображениях, вызванных ограниченным углом вращения из-за геометрических ограничений. Эксперимент основывается на проведении КТ алюминиевого сплава с полным углом вращения 180° , и последующей реконструкцией объема данных: i) всех данных ii) с ограниченным углом, а также с модернизацией и использованием метода фильтрованных обратных проекций, iii) с ограниченным углом, с использованием альтернативного метода реконструкции (SIRT). В результате, все выше описанные варианты не показали существенных артефактов на изображениях (раздел. 4.1). Второй набор экспериментов (раздел. 4.2) был посвящен проверке точности измерений самого устройства МИУ. Были проведены испытания на твердость алюминиевого сплава с использованием алмазного микро-индентора Берковича и определенного диапазона нагрузок. Полученные результаты были сопоставлены с измерениями твердости в коммерческом инструменте Hysitron TI 950. Сравненные данные находятся в хорошем согласии, что подтверждает точность измерений устройства МИУ. Также в данном исследовании было изучено поведение алюминиевого сплава под нагрузкой, сопровождающееся наблюдением явлений вдавливания материала (sink-in), выдавливания материала (pile-up) и ползучести.

С использованием комбинированной установки нано-КТ и МИУ было исследовано поведение внутренней структуры композиционных материалов под нагрузкой (глава 5). Это исследование включает в себя несколько экспериментов на микро-вдавливании (индентор Берковича) армированного углеродом композита с алюминиевой матрицей (CF-Al). Несколько образцов были подготовлены в соответствии с полем зрения нано-КТ, которое составляет

в ширину и высоту 65 мкм. Была разработана специальная процедура по подготовке образцов с прямоугольной формой и размером 50-70 мкм, а также ряд процедур по манипуляции такими маленькими образцами для in-situ микро-вдавливания. В целях снижения риска образования первичных трещин при подготовке образцов, рекомендуется более аккуратное распиливание и полировка материала образцов, или в качестве альтернативы можно использовать фрезерование с фокусированным ионным пучком (ФИЛ).

В ходе испытаний на микро-индентирование внутри инструмента нано-КТ наблюдалось раскрытие и распространению трещин в CF-Al композите. Реконструированные 3D данные, полученные из микро-КТ после загрузки CF - Al композита, показывают хрупкое разрушение и распространение трещины вдоль слабого интерфейса между углеродными волокнами и металлической матрицей.

Для будущих экспериментов с устройством МИУ внутри нано-КТ предпочтительно использование более острого наконечника. Например, индентор с наконечником в виде кубического угла («угол куба»), который имеет угол при вершине - $35,26^\circ$, по сравнению с наконечником Берковича ($65,27^\circ$). Во избежание сложной процедуры ручного выравнивания наконечника возможна модернизация модуля с наконечником в виде моторизованного движения координатного столика в x- и y- направлении. Это повысит производительность и позволит сократить время подготовки к экспериментам. Использование новых источников рентгеновского излучения с более высокими энергиями фотонов позволит значительно уменьшить время экспозиции, и тестировать более толстые образцы, и тем самым еще больше расширить сферу in-situ микромеханических исследований, продемонстрированных в данной работе.

Список публикаций

1. К. Кутукова., «Combining micro-indentation with high-resolution XCT for characterization of composites» // «Объединение микро-индентирования с высокой разрешающей способностью нано-КТ для характеризизации композитов», стендовый доклад на конференцию PRORA 2015., Берлин, 2015

Список использованной литературы

1. B. Buchan, Nanotribology and Nanomechanics, Second Edition, Berlin: Springer, 2008, p. 783, ISBN 978-3-540-77608-6.
2. G. P. McCombe, J. Rouse, R. S. Trask, P. J. Withers, I. P. Bond, X-ray damage characterization in self-healing fibre reinforced polymers, Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 43 (2012) 613-620.
3. W. Wiest, S. Zabler, A. Rack, C. N Fella, A. Balles, K. Nelson, R. Schmelzeisen, R. Hanke, In situ microradioscopy and microtomography of fatigue-loaded dental two-piece implants, Journal of Synchrotron radiation, 2015, ISSN 1600-5775.
4. SkyScan Material Testing Stage,
<http://bruker-microct.com/products/stages.htm>, (Дата обращения 04.04.2015).
5. CT500 500 N Stage <http://deben.wpengine.com/products/%C2%B5xct-in-situ-holders-testing-stages/ct500-500n-in-situ-tensile-stage-%C2%B5xct-applications/>. (Дата обращения 05.04.2015)
CT5000 5kN, <http://deben.wpengine.com/products/%C2%B5xct-in-situ-holders-testing-stages/tensile-stages-for-x-ray-ct-tomography/> (Дата обращения 04.11.2015).
6. Xradia Ultra Load Stage,
http://www.zeiss.de/microscopy/de_de/produkte/roentgenmikroskopie/zeiss-xradia-800-ultra.html#ultra-load-stage, (Дата обращения 04.04.2015).
7. R. Brault, A. Germaneau, J. C. Dupré, P. Doumalin, S. Mistou, et al.. In-situ Analysis of Laminated Composite Materials by X-ray Micro-Computed Tomography and Digital Volume Correlation. Experimental Mechanics, Society for Experimental Mechanics (SEM), 2013, DOI: 10.1007/s11340-013-9730-9.
8. J.-Y. Buffiere, E. Maire, J. Adrien, J.-P. Masse, E. Boller, In -Situ Experiments with X ray Tomography An Attractive Tool for Experimental

Mechanics, Experimental Mechanics (2010) 50:289–305, DOI 10.1007/s11340-010-9333-7.

9. P. Zhang, S. X. Li, Z. F. Zhang, General relationship between strength and hardness, Materials Science and Engineering A 529 (2011) 62– 73.

10. J. Marrow, C. Reinhard, Y. Vertyagina, L. Saucedo-Mora, D. Collins, M. Mostafavi, 3D Studies of damage by combined X-ray tomography and digital volume correlation, 20th European Conference on Fracture (ECF20) Procedia Materials Science 3 (2014) 1554 – 1559.

11. G. Zschornack, handbook of X-ray Data, Berlin: Springer, 2007, p.24.

12. M. Hoheisel, P. Bernhardt, R. Lawaczek, H. Pietsch, Comparison of Polychromatic and Monochromatic X-rays for Imaging, Medical Imaging 2006: Physics of Medical Imaging, edited by M. J. Flynn, J. Hsieh, Proceedings of SPIE Vol. 6142, 614209, (2006), DOI: 10.1117/12.651037.

13. Mark R. van Landingham, Review of Instrumented Indentation, J Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, 108, number 4, 249-265 (2003).

14. G. Lewis, J. S. Nyman, The Use of Nanoindentation for Characterizing the Properties of Mineralized Hard Tissues: State-of-the Art Review, Wiley InterScience 2008, DOI: 10.1002/jbm.b.31092.

15. Deben UK Limited, Tensile and Compressive Strength Tests at Centre for X-ray Tomography,

<http://www.spectroscopynow.com/details/news/14f1c47bfb7/Deben-reports-on-the-use-of-their-CT5000-tensilecompression-stage-at-the-Centre-.html?&tzcheck=1>, (Дата обращения 14.11.2015)

16. W. C. Oliver, G. M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, Journal of Materials Research, Vol. 19, No. 1, Jan 2004.

17. N. Panich, S. Yong, Improved method to determine the hardness and elastic moduli using nano-indentation, KMITL Sci. J. Vol. 5 No. 2 Jan-Jun 2005.

18. L. Calabri, N. Pugno, S. Valeri, AFM Nanoindentation Method: Geometrical Effects of the Indenter Tip, Applied Scanning Probe Methods XI, Scanning Probe Microscopy Techniques, 2009, pp. 139-164, ISBN: 978-3-540-85036-6.
19. A. C. Fischer-Cripps, Nanoindentation, Third Edition, Springer, New York, 2011, DOI 10.1007/978-1-4419-9872-9.
20. P. Zhang, S. X. Li, Z. F. Zhang, General relationship between strength and hardness, Materials Science and Engineering A 529 (2011) 62-73.
21. S. H. Hasemi, Strength–hardness statistical correlation in API X65 steel, Materials Science and Engineering A, 528(3):1648-1655 2011, DOI: 10.1016/j.msea.2010.10.089.
22. J. T. Busby, M. C. Hash; G. S. Was, The relationship between hardness and yield stress in irradiated austenitic and ferritic steels, Journal of Nuclear Materials. 2005;336(2-3):267-278.
23. P. Kral, J. Dvorak, M. Kvapilova, J. Lukes, V. Sklenicka, Constant Load Testing using Nanoindentation Techniqgue, Key Engineering Materials Vol.606 (2014) pp. 69-72.
24. B. R. Müller, R. Trappe, J. Goebbels, S. Hickmann, F. Grasse, Non-destructive Characterization of Composites: From Small Scale to Complex Component Testing - A Challenge, 2nd International Symposium on NDT in Aerospace 2010 - Tu.2.B.1.
25. H. Zauner, D. Salaberger, C. Heinzl, J. Kastner, 3D image processing for single fibre characterization by means of XCT, 14th International Congress for Stereology and Image Analysis, 2015.
26. R. W. Rice, Mechanical Properties of Ceramics and Composites: Grain And Particle Effects, INC. New York Basel, 2005, Mechanical properties of ceramics and composites, ISBN: 0-8247-8874-5, p.570.
27. F. Cardarelli, Materials Handbook, A Concise Desktop Reference, 2-nd Edition, Springer, London 2000, ISBN-13: 9781846286681, chapter 18.

28. F. C. Campbell, Structural Composite Materials, ASM International, 2010, chapter 1.
29. P. A. Smith, J. A. Yeomans, Benefit of fiber and particle reinforcement, Material Science and Engineering, Vol.2, 2009, ISBN: 978-1-84826-033-7.
30. N. P. Bansal, J. Lamon, Ceramic Matrix Composites, materials, modeling and technology, Wiley, Canada, 2015, ISBN 978-1-118-23116-6.
31. J. K. Wessel, The Handbook of Advanced Materials: Enabling New Designs, 2004, ISBN: 978-0-471-45475-5.
32. J. C. Apesteguy, S. E. Jacobo, Preparation and Characterization of Nanocomposites for Technological Application, Solid State Phenomena Vol.202 (2013) pp. 97-111.
33. W. Sun, H. Li, Q. Fu, S. Zhang, Influence of Carbon Fiber Pre-treatments on Interlaminar Shear Strength and Fracture Behavior of C/C Composites, Material Science Forum Vol.686 (2011) pp. 482-487.
34. K. U. Kainer, Metal Matrix Composites: Custom-made Materials for Automotive and Aerospace Engineering, Wiley 2006, ISBN: 978-3-527-31360-0, chapter 3.
35. J. W. Kaczmar, K. Naplocha, J. Morgiel, Microstructure and Strength of Al₂O₃ and Carbon Fiber Reinforced 2024 Aluminum Alloy Composites, JMEPEG (2014) 23:2801–2808, DOI: 10.1007/s11665-014-1036-2.
36. F. Zernike, How I discovered Phase Contrast, Science 121 (3141): 345–349, 1995, DOI: [10.1126/science.121.3141.345](https://doi.org/10.1126/science.121.3141.345).
37. S. Niese, Lab-based in-situ X-ray Microscopy - Methodical Developments and Applications in Materials Science and Microelectronics, PhD Thesis, 2015, publica.fraunhofer.de/dokumente/N-362428.html.
38. Xradia Nano-CT-100, Laboratory Tool User Manual. Version 1.0 Part Number: G000246.
39. PI E-709 Controller User Manual,

www.physikinstrumente.com%2Fproduct-detail-page%2Fe-709-605200.html%3F_ga%3D1.121517256.1594377440.1449504536, (Дата обращения 24.12.2015).

40. Tomo3D 2.0 - Exploitation of Advanced Vector eXtensions (AVX) for 3D reconstruction. J.I. Agulleiro, J.J. Fernandez J. Struct. Biol., 189:147–152, 2015.

41. Hysitron TI 950 TriboIndenter, <https://www.hysitron.com/products-services/standalone-instruments/ti-950-triboindenter>, (Дата обращения 05.11.2015).

42. D. R. Askeland, P. P. Fulay, W. J. Wright, The Science and Engineering of Materials, Sixth Edition, 2010, ISBN-13: 978-0-495-29602-7.

43. J. W. Hutchinson, H. M. Jensen, Models of fiber debonding and pullout in brittle composites with friction, Mechanics of Material 9 (1990) 139-163.

44. G. Lin, P. H. Geubelle, N. R. Sottos, Simulation of fiber debonding with friction in a model composite push-out test, International Journal of Solids and Structures 38 (2001) 8547-8562.

45. P. Baumli, J. Sychev, I. Budai, J. T. Szabo, G. Kaptay, Fabrication of carbon fiber reinforced aluminum matrix composites via a titanium-ion containing flux, Composites: Part A 44 (2013) 47–50.

46. S-H. Li, C-G. Chao, Effects of Carbon Fiber/Al Interface on Mechanical Properties of Carbon-Fiber-Reinforced Aluminum-Matrix Composites, metallurgical and materials transactions a, volume 35a, 2004.

47. A. Urena, J. Rams, M. D Escalers, M. Sanchez, Characterization of interfacial mechanical properties in carbon/aluminum matrix composites by nanoindentation technique, Composite Science and Technology 65 (2005) 2025-2038.

Приложение А
(обязательное)

Раздел 1. Analytical literature review
(Аналитический обзор литературы)

Раздел 2. X-rays in the field of material characterization
(Рентгеновское излучение в области изучения характеристик материалов)

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4Н	Кутукова Кристина Олегована		

Консультант кафедры ИЯФТИ:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент каф. ИЯФТИ	Устюжина Анна Константиновна	к.ф.н.		

Консультант – лингвист кафедры ИЯИК:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель каф. ИЯИК	Шепетовский Денис Владимирович			

1 Analytical literature review

X-rays (in German language *Röntgenstrahlung* and in Russian language *рентгеновское излучение*) were discovered by German scientists Wilhelm Conrad Röntgen in 1895, and since then they have been used in many applications in different fields, like medicine and materials science. The ability of X-rays to penetrate matter which is opaque in visible light was the first application. Until today, the X-ray macrostructure analysis has played an important role to visualize non-destructively the inner structure of materials and components to identify and to localize defects like inclusions and pores. The penetration depends on the photon energy and on the electron density of the material. Modern materials and systems are often characterized by micro- and nano-sized features. In microelectronic products and in composites several materials and structures are combined to accomplish new or improved material properties and product performance. To understand the behavior of such minimized systems, it is desired to image them nondestructively in high resolution to get 3D information, and to study them in-situ/in-operando to understand reliability-limiting mechanisms in these materials and devices. X-ray Computed Tomography (XCT) is a method to reconstruct a volumetric data set from a series of radiographic images collected from many view directions. The technique allows to analyze the internal structure, without cutting or sectioning of the region of interest, hence it provides non-destructively 3D image data. X-ray imaging is performed either in projection mode using a micro-sized X-ray source (micro X-ray computed tomography, μ -XCT) or in the microscopy mode using an X-ray lens in a microscope setup (transmission X-ray microscopy, TXM or XRM). Many material properties, like Young's modulus, viscoelastic properties, creep behavior and adhesion, are determined by mechanical testing.

In this thesis non-destructive imaging using μ -XCT and XRM/nano-XCT combined with in-situ mechanical testing to gain better understanding of failure

mechanisms of composites at the micro-scale. This knowledge will improve and speed up the development of novel materials.

1.1 Current application of X-ray computed tomography

In recent years XCT is increasingly used as a 3D imaging technique in many scientific fields, and it has been started to play an important role for the development of advanced materials.

The most advanced materials are developed with the goal to enhance the properties compared to traditional materials. Often they have a complex microstructure [1]. Combining μ -XCT and XRM/nano-XCT with mechanical testing, the effect of microstructure on the mechanical behavior of materials and on their mechanical properties can be demonstrated. Both imaging modes have been used in advanced materials characterization, for instance of carbon-fiber reinforced polymers (CFRP) as reported in [2]. The paper demonstrates the potential of μ -XCT as an effective technique, to quantify the degree of damage that is created in CFRP laminates. In some applications it is necessary to improve the resolution and nowadays the tendency in XCT development is to increase the resolution into the sub-mm and even into the sub-100 nm range. In addition, shorter data acquisition times and better reconstruction algorithms with less image artifacts are requested. High speed imaging at high resolution is needed to study kinetic processes in materials, i. e. for in-situ materials characterization. Such typical time-depended processes are – mechanical loading (tension, compression and indentation) and chemical reactions, phase formation and transformation, diffusion processes, etc.

One recent study demonstrated the possibility to use real time synchrotron μ -XCT in combination with in-situ fatigue testing, to visualize changes in the material at the micrometer scale. During in-situ fatigue testing, the opening of micro gap in dental implants under cyclic-loading has been visualized [3].

The material characterization using in-situ XCT a suitable in-situ setup, for example loading stage, has to be designed and integrated into the XCT tool in such

way that the experiments provide reliable and reproducible results. This problem is solved by a specially designed, dedicated loading stage for XCT.

1.2 Examples of mechanical loading devices

The need to combine X-ray imaging and in-situ mechanical testing has stimulated the development several setups. All these setups have to fulfill the requirement that the mechanical testing should interfere as little as possible with the image acquisition of XCT tilt series. Usually own custom-made setups of μ -XCT or XRM/nano-XCT tools are designed and built, which can be controlled by software independent of the main scanner control program. A specific in-situ loading device represents the stage that can easily be installed at the position of the standard specimen holder. Usually the main issues, which should be taken into account for the stage design, are:

- the chose/identification of the loading modes, i. e. tensile, compression and etc.,
- the material type under study and hence load range,
- the XCT performance itself (type of source, type of optics, field of view).

This section will provide a survey describing several loading devices used:

- Bruker microCT (formerly known as SkyScan) is producing the SkyScan Material Testing Stage [4] which allows the user to combine μ -XCT imaging with tensile and compression testing. The load stage in general consists of a plastic tube, which is transparent for the applied radiation, and it includes load cell and displacement sensor with a load range of 42 N, 21 N and 420 N which is relatively high. It is used for relatively hard materials with a maximum sample size of 20 mm.
- Deben is producing several stages for μ -XCT [5]: CT5000 for tensile testing in the range of 5 kN of loading, which provides heating and cooling options, CT25T

for compression, tensile and torsion testing with forces up to 25 kN and resolutions down to 25 mN. Design is similar to the previous example including the plastic tube.

- Carl Zeiss Microscopy is producing an Ultra Load Stage for Xradia Ultra 3D X-ray microscope (XRM) [6]. The stage enables *in-situ* nanomechanical testing - compression, tension, indentation with load ranges of 0.8 N and 9 N, and it provides 3D tomographic information and the observation of internal kinetic processes at sub-micrometer resolution.

The commercially available stages as the SkyScan Material Testing Stage and the Deben CT stages cannot be used in the presented XRM in this work because of tool range size and the non-transparent material of the tube for the used photon energy. The Ultra Load Stage might be not stiff enough particularly for high load ranges.

In this thesis, a new stage is designed for XRM/nano-XCT, e. g. for in-situ compression and indentation modes.

The indentation mode provides quantitative data for hardness and elastic modulus, and information of the elastic-plastic behavior. This knowledge can be used in material development, to study of effects like mechanical reinforcement behavior or deformation mechanisms in fibers [7].

1.3 Composite materials and micromechanical testing

The combination of in-situ micromechanical testing with XCT technique provides information about the composite materials. The internal heterogeneity and multi-layered composition demand deeper studies of behavior under applied load [7].

In [8], the potential of in-situ XCT experiments to study the mechanical behavior of materials was demonstrated. The reported results show that fast in-situ imaging with synchrotron XCT without stopping the experiment provide useful information about deformation in cellular/fibrous materials. Another example shows synchrotron XCT in-situ loading of composites till failure. A volume-based

quantification of the accumulation of broken fibers in two carbon/epoxy laminate systems is provided in [9]. 3D studies of damage by combined X-ray tomography and digital volume correlation are shown in [10]. The phenomena reported in this paper include: crack propagation in a quasi-brittle porous material (polygranular graphite), sub-indentation radial and lateral cracking in a polycrystalline ceramic (alumina); plastic deformation and damage development underneath indentations in a MMC (Al/SiC, Figure 1.1) and in a CMC (SiC/SiC fiber).

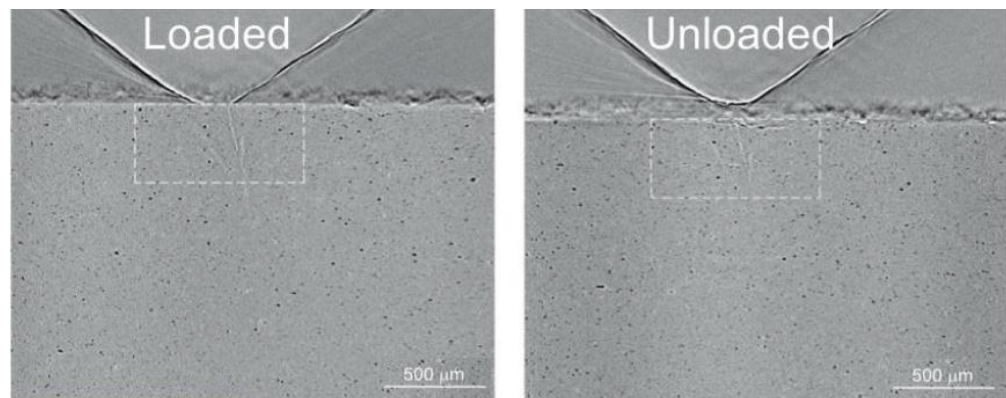


Figure 1.1 - Vickers's indentation of Al_2O_3 : Tomographic vertical cross-sections of a ceramic sample under load and unloaded [10]

These studies show the efficiency of the combination of XCT with micro mechanical experiments, particularly nanoindentation, in application to composite materials. Major effects like fiber pull-out, fiber fracture, fiber-matrix debonding and matrix cracks are visualized nondestructively.

2 X-rays in the field of material characterization

2.1 X-ray microscopy

X-rays are a part of the electromagnetic spectrum with photon energies in range between 100 eV and 100 keV, between ultraviolet and gamma radiation. X-rays with photon energies below 5 keV are called soft X-rays.

X-rays can be generated with laboratory X-ray sources and at synchrotrons. In laboratory XRM, in a X-ray tube electrons strike a metal target, liberated from the heated filament electrons accelerated by a high voltage towards the metal target and their energy is converted to X-rays. [11]. Compared to a conventional X-ray tube a synchrotron radiation source provides highly collimated polychromatic radiation with high intensity. Low energy peak noise can cause some artifacts on image. The image quality can be improved using filters and/or monochromators to extract one wavelength [10]. X-ray tubes deliver two types of radiation: the continuous bremsstrahlung spectrum, which is emitted when the electrons are decelerated in the electric field of the atoms, and characteristic radiation, which occurs when a high energy electron impacts and excites an inner shell (K) electron of an atom of the target - see Рисунок 1 (a). The energy of the radiation depends upon the target material and it is characterized by a line in the spectrum - see Figure 2.1 (b).

Historically, due to the ability of X-rays to penetrate tissue well, they were firstly applied to medical purposes. Nowadays, X-rays are used for many applications, including laboratory based X-ray microscopy. A typical X-ray microscope consists of the following parts: an X-ray source, illumination (also called condenser) optic, an object under investigation, focusing projection optics and a detector system for imaging.

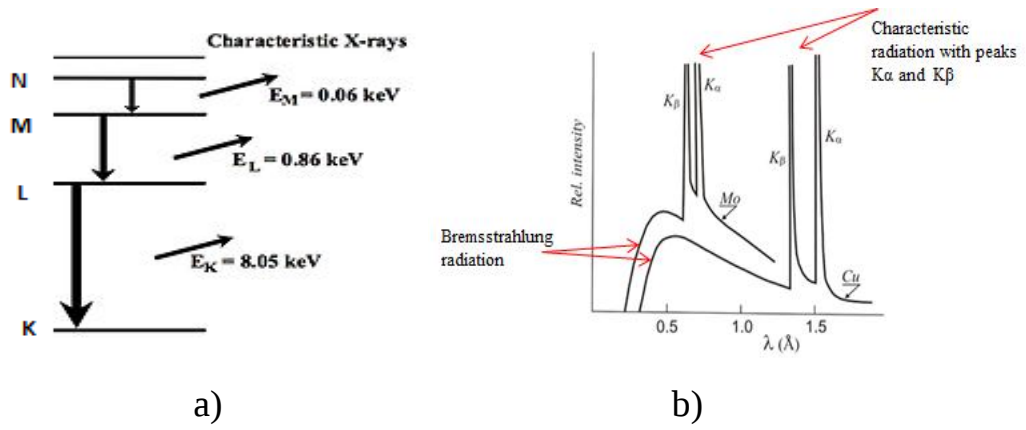


Figure 2.1 - a) Process of emitting photon energy from inner shells for copper atoms; b) X-ray continuous spectrum corresponding to the bremsstrahlung and characteristic radiation with two peaks $K\alpha$ and $K\beta$ for molybdenum (Mo) and copper (Cu)

When the X-rays beam passes the object, the beam is attenuated by scattering and absorption. The absorption process can be described by Beer-Lambert's law equation:

$$I = I_0 \exp(-\mu x), \quad (4)$$

where I_0 is the initial X-ray intensity transmitting along X-ray path x through the sample (object), μ is the mass absorption coefficient of the sample material, which depends of the atomic number and on the energy of the X-rays used.

In general, the absorption is lower for higher photon energies. However if the photon energy is high enough to excite an atom, the absorption coefficient increases abruptly at this characteristic energy (absorption edge).

Laboratory X-ray sources such as rotation anode tubes provide radiation with reasonable flux, and the radiation can be monochromized using specially designed monochromators.

For this thesis, a commercial laboratory-based transmission X-ray microscope (XRM), Xradia nano-XCT-100, with a rotating anode tube was used. The Cu target

provides Cu-K α radiation with a photon energy of 8.05 keV. An optional Ni-filter removes K β radiation. A mono capillary with a central beam stop is positioned in the beam path, and a pinhole is used to refocus the light to the sample position. In this range of energies, the interaction of X-rays with matter can be described by photoelectric absorption, after the sample the radiation begins to diverge. To collect and to focus the radiation, the objective lens – a Fresnel Zone Plate – is positioned in the beam path (section 3.1). The final component is the detector system. The nano-XCT has an X-ray camera system that consist of a this scintillator crystal that transforms the X-ray to visible light. This fluorescent image at the scintillator is enlarged and projected by a visible light optical microscope (basically an objective lens and a mirror) onto a Peltier cooled CCD outside the X-ray beam path. This system provides high quality of 2D radiographic images.

Often a 2D projection of an object is not sufficient to visualize and to describe the material behavior which is inherently three-dimensional. To access 3D information of the sample computed tomography has to be used.

2.2 X-ray computed tomography

XCT is a nondestructive analysis technique used for obtaining virtual cross-sectional images of objects as a function of chemical composition (and density) according equation (1). Conventional XCT systems consist of X-ray source, rotation stage with the sample and detector, shown in Figure . The X-ray beam penetrates the sample while it is rotating around of 180 or 360 degrees and the detector measures the intensity of the X-ray beam transmitted through the sample (two-dimensional X-ray projections). The nano-XCT is used in a similar fashion as conventional XCT, but integrating a focusing lens into the beam path, a much higher spatial resolution compared to the projection geometries as applied in conventional of XCT and μ -XCT devises is achievable.

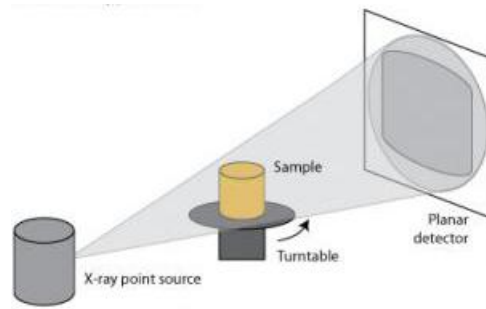


Figure 2.2 - Schematic representation of a conventional XCT system in projection geometry

The final 3D image is produced by transforming a set of 2D X-ray projections applying a mathematical process called tomographic reconstruction. The reconstruction combines all projections to obtain a map of the local linear attenuation coefficient for each element of the 3D volume. The most common method to convert the X-ray attenuation data into a cross-sectional image is called back projection. Geometrically, the back projection operation simply propagates the measured intensity back into the image space along the projection paths. Improved algebraic algorithms are: filtered back projection, which is based on combination of back projection and ramp filtering, and iterative methods, which have the advantage to reconstruct the image with missing data, however more computational efforts are needed.

The reconstructed 3D data provide the complete structure of an object. It can be examined to measure precise size, shape and location of any internal feature or defect. In material characterization the non-destructive evaluation of materials and microstructure data is an important feature, studying the morphology and the topology of them within the sample. Furthermore, kinetic processes inside the material are an increasing field of research.

For the study of kinetic processes usually external forces or energies have to be applied to the sample, such as evaluated temperature, chemical species or mechanical stress. For example, every step of loading till initial cracking and further failure can

be studied while applying an external load. These studies allow to investigate the mechanical behavior of the sample and they provide a 3D visualization of the local deformation processes. Since the XCT generates the complete 3D information without affecting the studied system, the in-situ micromechanical investigations represented a powerful method for the characterization of advanced materials.

2.3 In-situ micromechanical experiments

Over last few years the interest in the field of micro- and nano- mechanics has grown exceptionally [13-14]. Particular in-situ mechanical testing systems have been developed to provide the quantitative study of deformation behavior in micro- or nano-sized specimens under applied loading. The meaning of in-situ testing includes the examination of a phenomenon exactly in the place where it occurs. The correlation between deformation events and the measurement of properties can be directly obtained with the XCT tool, and particularly the nano-XCT tool, providing high resolution images in real time or after every step of loading. During an in-situ study of processes that arise inside the material, the effects depend on the direction and the value of the applied load, thereby the main feature of the design stage are the loading anvil.

The loading system usually consists of the loading frame, the sample under test, the loading anvils and measuring system. In section 1.3 have typical loading systems of available commercial loading devices with operating modes, such as compression, tension and indentation were mentioned.

With the compression mode, deformation and failure of materials under uniaxial compressive load is studied. Usually the design consists of a flat load top and a bottom anvils to load specimen positioned between them. The study of elastic and plastic deformation and the determination of the respective effects are uniform, anisotropic or localized relative to micro- or nano-structural features such as voids, inclusions or interfaces. Mechanical properties like elastic modulus and tensile yield strength can be measured and related to the specific micro- and nano-structural

features of the specimen in tension mode. For example, the compression and tension cell, made by Deben Company [5], was applied for μ -XCT studies of micro-scale processes in geomaterials, particularly to investigate kinetic processes in geomaterials fracture nucleation and propagation in rocks, carbonization, dissolution, precipitation and crystallization processes in porous stones [15].

The processes like crack generation and propagation, or delamination of coatings and layered structures, creep and adhesion can be studied combining indentation mode and XCT technique. Indentation is also known as hardness test, describing the hardness as the ability of a material to resist indentation. Hardness and elastic modulus (Young's modulus) of a material can be determined based on the indentation test.

2.3.1 Basic principles of indentation and applications in material science

The nanoindentation technique has been extensively exploited by many researches all over the world in order to study hardness, Young's modulus, and other mechanical properties, partially of composite materials, thin films and coatings, such as the fracture toughness (for brittle material) and viscoelastic properties. In general, a hardness test procedure is performed when a hard tip with known mechanical properties and geometry is pressed into a sample whose properties are unknown. The traditional hardness H is defined as ratio of maximum applied load P_{max} and contact area A of residual impression of tip (indent):

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad 5)$$

The contact area of the indentation is calculated from direct measurements of the indent that is left on the specimen's surface. In nano- or micro indentation tests, the size of the residual impression is in the sub-micrometer range and too small to be conventionally measured.

Most recent studies concerning material nano-hardness are based on the analysis of the load-displacement curves resulting from the nanoindentation test using the Oliver and Pharr method (O-P method) [16]. The O-P method allows to perform hardness measurements without imaging of the indentation impression, since it established a relationship between projected area of the indentation impression, the maximum depth of indentation h_{max} , and the initial unloading stiffness S , measurable from the load-displacement curve.

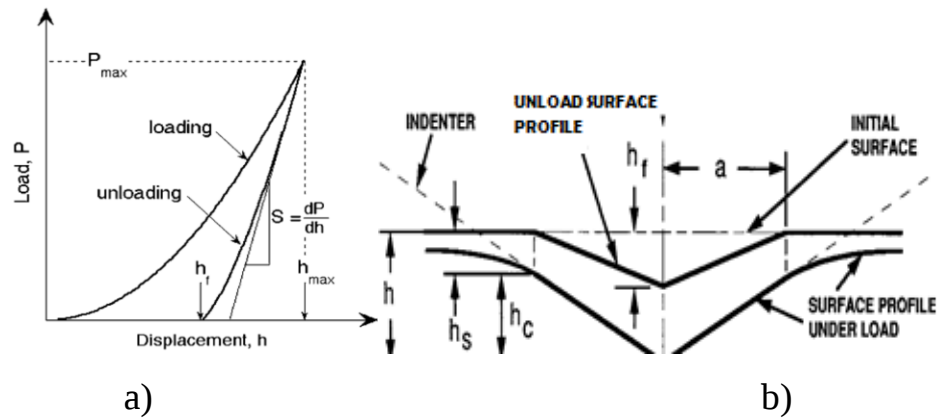


Figure 2.3 - a) Schematic illustration of indentation load-displacement data showing important measured parameters, b) schematic representation of a section through an indentation showing various quantities used in the analysis.

Generally, the load-depth (P - h) compliance curves can be plotted by recording the load and the penetration depth while the applied load starts from zero to some maximum, followed by an unloading from maximum load back to zero - see Figure (a). There are several important quantities that have to be extracted from the P - h curves: the maximum load, P_{max} , the maximum displacement, h_{max} , the is final depth h_f , the permanent depth of penetration after the indenter is fully unloaded, the elastic unloading stiffness S , defined as the slope of the upper portion of the unloading curve during the initial stages of unloading:

$$S = \frac{dP}{dh},$$

3)

The deformation during loading is assumed to be both elastic and plastic in nature as the permanent hardness impression forms. During unloading, it is assumed that only the elastic displacements are recovered, it is the elastic nature of the unloading curve that facilitates the analysis.

Utilizing the O-P method, unloading data provide the contact depth value h_c , according equation (4). The area of contact A at full load is determined from the known angle or radius of the indenter:

$$h_c = h_{max} - \epsilon \frac{P_{max}}{dP/dh} \quad 6)$$

Based on the empirical observation (Oliver and Pharr) that the unloading curves are best approximated by an indenter that behaves like a parabolic of revolution ($m = 1.5$), the value $\epsilon = 0.75$ was recommended and has become the standard value used for this analysis [17].

The curvature in the unloading data can be accounted by assuming that the indenter behaves as a punch whose geometry is such that the contact area changes continuously during unloading. Beside shape and contact stiffness the hardness measurement also depends of material microstructure and type of indenter tip [18].

Micro- and nano-indentation hardness tests are generally performed with either spherical or pyramidal indenters. The pyramidal ones can be classified by their semi-angles: The face angle of the Berkovich indenter - Figure (a) -, normally used for nanoindentation testing, is 65.27° . The Berkovich indenter is generally used in small-scale indentation studies since it has the advantage that the edges of the pyramid are more easily constructed to meet at a single point. Typical new Berkovich indenters have radii in the order of 50–100 nm, but usually they increase to about 200 nm during use. The Knoop indenter - Figure (b) -, is a four-sided pyramidal indenter with two different face angles. The measurement of the unequal lengths of the diagonals of the residual impression is very useful for investigating anisotropy of the surface of the specimen. The indenter was originally developed to allow the testing of

very hard materials where a longer diagonal line could be more easily measured for shallow residual impressions. The cube corner indenter - Figure (c) -, has been increasingly used in nanoindentation testing. It is similar to the Berkovich indenter but has a semi-angle at the faces of 35.26° .

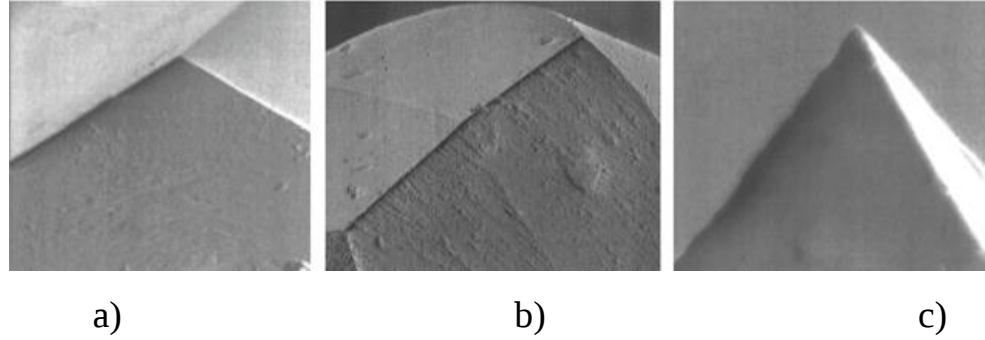


Figure 2.4 - SEM images of the tip of (a) Berkovich, (b) Knoop, and (c) cube-corner indenters

For small scales, the indenters mentioned above are more suitable, compared to the spherical indenter, which is usually used for larger scales.

From equation (4), the displacement of the indenter is measured and the size of the contact area is estimated from the depth of penetration h_c with the known geometry of the indenter. As an example, for the ideal Berkovich tip the semi-angle θ is equal to 65.27° .

$$A = 3\sqrt{3} h_c^2 \tan^2 \theta = 24,49 \times h_c^2 \quad (7)$$

From the P-h relation particular from the stiffness curve the second quantity can be measured. The elastic modulus follows the contact area and the measured unloading stiffness through the relation

$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{eff} \sqrt{A}, \quad 8)$$

can be defined, where E_{eff} is the effective elastic modulus determined by

$$\frac{1}{E_{eff}} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}. \quad 9)$$

The effective elastic modulus takes into account the fact that elastic displacements occur in both the specimen, with Young's modulus E and Poisson's ratio ν , and the indenter, with elastic constants E_i and ν_i , usually $E_i = 1141$ GPa and $\nu_i = 0.07$ for the diamond indenters can be used [19, p.22].

In conventional indentation tests, the area of contact between the indenter and the specimen at maximum load is usually calculated from the size of the residual impression after the load has been removed. These measurements are then used to determine the projected area of contact for the purpose of calculating hardness and the most serious impact of measurement are an indentation size effect and the phenomenon of piling-up and sinking-in Figure [19, p.90].

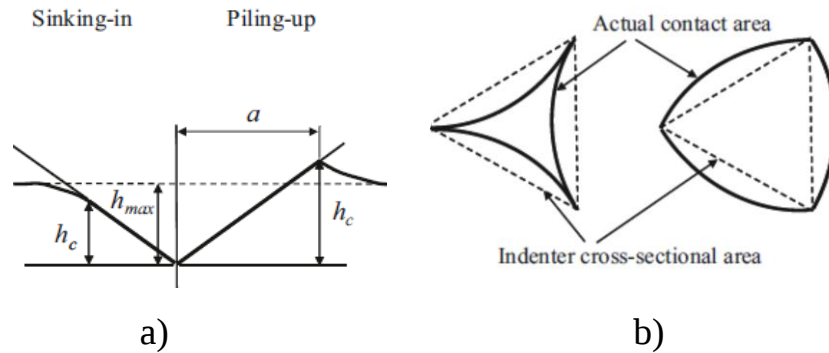


Figure 2.5 - Effect of piling-up and sinking-in on actual contact area: a) cross-sectional view and b) plan view

The geometry of indentations can be classified into three types [20]: “sink-in”, “pile-up” and “crack”. The hardness of materials with “sink-in” morphology only represents a hardened state of the material. The hardness of materials with “crack”

morphology is related to the fracture behavior, but differently to the tensile fracture strength due to the different stress state. However, the hardness of materials with “pile-up” morphology can represent the intrinsic property of materials.

Indentation is commonly used to study mechanical properties of materials on small scale. Besides hardness values, indentation tests provide knowledge about other material properties too. According to [20], the relationship of hardness and strength in materials with “pile-up” morphology are affected by interactions between normal and shear stresses, and the piling-up behaviors of materials during penetration of the indenter. Other studies of the stress-hardness correlation conclude that hardness data can be used for yield strength prediction in APIX65 steel with reasonable accuracy [21], as well as for irradiated austenitic and ferritic steels [22].

With a changing rate of penetration or holding time of unloading rate, properties like elastic modulus equation (7) and creep can be studied [13]. Creep is defined as tendency of a solid material to move slowly or to deform permanently under the influence of mechanical stresses. The creep behavior of conventional and ultrafine grained metallic materials using the nanoindentation technique was demonstrated, under constant load of 5mN. The strain rate was determined from those displacement data, as well as the stress exponent, which indicates that creep behavior of these materials is influenced by slip of intergranular dislocations [23].

A study of viscoelastic properties by in-situ 3D observation by XCT can provide unique data of kinetic mechanisms and phenomena, like crack initiation and propagation during the micro- or nano-indentation test. This technique is appropriate to study advanced materials such as composites [24]. However, most of those in-situ XCT studies have been performed at the meso-scale (several micrometer resolution).

2.4 Characterization of composite materials

The progress in the development of high resolution techniques for characterizing materials, especially in the field of XCT, is a solid basis to improve the understanding of composites and their properties/behavior at the micro- and nano- scale. Many

studies, see e. g. [24, 25], are devoted to nanostructural composite materials and their physical properties and, in particular, the mechanical behavior which depends on the internal (micro-) structure [26].

2.4.1 General properties of composites

Composites are artificially produced multicomponent materials with improved desired properties, combining a matrix material and a reinforcement material or filler, added primarily to increase the mechanical strength and stiffness of the matrix, and also to affect mechanical, electrical and thermal properties.

Composites can be classify according bulk material (matrix) in to three major classes:

- polymer matrix composites (PMCs), with polymer-based resin as the matrix and a variety of reinforcements, like carbon monofilaments or polyamide
- ceramic matrix composites (CMCs), with ceramic matrix and a reinforcement made of fibers, as silicon carbide or boron nitride, for high temperature use and with corrosion resistance
- metal matrix composites (MMCs), with metal matrix like aluminum or magnesium and a reinforcement made of ceramic fibers, for high stiffness and high corrosion resistance, in some cases with special electrical and thermal properties [27].

The reinforcements usually consist of particles or fibers. Particles can be spherically, hence they are approximately unidirectionally, or platelet shaped, with a defined length-to-diameter ratio. In case of continuous fiber orientation we can assume two directions of their distribution in the matrix, parallel and perpendicular. In continuous fiber reinforcement composites:

- with loading along the fiber direction, the load is carried by the fibers and the matrix, assuming good bonding at the interface, and both stretch similarly. That means the strains are equal – so called isostrain condition - while the stress, according different cross-sectional areas of matrix and fibers are not the same.

- with loading perpendicular to the fiber direction, the load is supported by a series of resistances of the fibers and the matrix, and the stresses encountered are equal - so called isostress condition [27]. This loading scheme has influence to some failure properties: If the crack is growing along the interface, with phenomena like fiber de-bonding from the matrix and fiber pull-out.

Besides the fiber orientation also other properties like fiber geometry, fiber-matrix adhesion and fiber damage mechanism have an influence on the amount of reinforcement. Due to processing issues and brittleness of the reinforcements, usually particle-reinforced composites contain less reinforcement material (up to 40 to 50 volume percent), while continuous fiber composite contain larger amounts of reinforcement (up to 60 to 70 volume percent). Therefore, they have usually higher strength and stiffness [28]. For example, the purpose of reinforced ceramic materials is to increase the toughness without compromising the many attractive properties of the original ceramic such as stiffness, wear resistance and refractoriness [29]. Hence, the matrix of ceramic composite is stiff enough and the role of the fiber is to stop the crack evolution [30, p.74].

2.4.2 Application of CMC and MMC in industry

Ceramic matrix composites (CMCs) are attractive materials due to their special properties like: high thermo mechanical strength over a wide range of temperatures (extreme thermal shock resistance), elongation to rupture up to 1%, strongly increased fracture toughness, improved dynamical load capability, anisotropic properties following the orientation of fibers. Due to these properties, CMCs are desired material for industrial applications in high temperature equipment such as burner and hot gas ducts with temperature above 1000 °C [30,p.607, 31,p.66]. Examples for recent studies which have been directed on the characterization of mechanical properties and behavior are [32, 33].

Carbon fibers are the most developed fiber group, because of excellent properties: low density, high strength and Young's modulus, high stability to molten mass in various metal systems, low coefficient of thermal expansion, good thermal and electrical conductivity. For example carbon/carbon materials are used in industrial applications, e. g. for airplanes structures and for disk brakes of racing cars.

Oxide ceramic fibers are characterized by good resistance in air and inert atmosphere, high stability at elevated temperatures, low thermal expansion, low thermal and electrical conductivity and compared to carbon fiber they have isotropic properties [34]. Carefully engineered microstructures are now available to optimize individual ceramic material for specific needs such as high hardness, creep resistance, and high toughness, especially in space application to prevent creep behavior under high applied load as well as high temperature.

Like many advanced materials, MMCs were initially used in the aerospace industry, with the targets weight saving and high performance. The specific strength (strength divided by density) of MMCs coupled with their specific stiffness makes them useful in aircraft fins, helicopter rotor components and exit vanes in turbine engines. Also for automotive industry, stiffness, wear resistance fatigue resistance, and weight saving are important criteria for materials selection, and there exist evaluations of the potential of MMCs [31, p.83]. Aluminum matrix composites combine the low matrix density with benefits of ceramic enhancements, however there are also disadvantages like decreased ductility. This composite type is applied in automotive and aviation industry, due to their high specific strength, high electrical and thermal conductivity, as well as good wear resistance [35].

Considering various applications, it is important to design the composite materials according their use conditions. This design includes content of reinforcement, fiber orientation, etc.

Practically all innovations require advanced material, with specific performance, reliability and safety requirements. To ensure these challenging requirements, a comprehensive characterization of these advanced materials is needed, which allows

to understand nature and properties of these materials, including and particularly composites, in a better way.

With in-situ micromechanical testing in a XCT it is possible to obtain mechanical properties like Young's modulus, hardness, including the study of crack propagation, as well as fiber orientation, delamination with direct observation and recording data.