

Государственный научный центр РФ Акционерное общество
«Обнинское научно-производственное предприятие «Технология»
имени А.Г. Ромашина»

На правах рукописи



Маслова Екатерина Валерьевна

**ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ТЕХНОЛОГИИ
ИЗГОТОВЛЕНИЯ КРУПНОГАБАРИТНЫХ
КЕРАМИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ**

2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук,
Харитонов Д.В.

Москва – 2024

Содержание

Введение.....	4
Глава 1. Обзор литературы	12
1.1 Головной антенный обтекатель и материалы для его изготовления	12
1.2 Изготовление головных антенных обтекателей из кварцевой керамики в АО ОНПП "Технология" им. А.Г. Ромашина"	17
1.2.1 Получение высокоплотного шликера.....	18
1.2.2 Формование керамических заготовок	22
1.2.3 Сушка и высокотемпературный обжиг керамических заготовок.	24
1.2.4 Механическая обработка заготовок, получение оболочек антенных обтекателей	28
1.2.5 Влагозащита керамической оболочки и ее сборка с металлическим шпангоутом	30
1.2.6 Анализ технологического процесса изготовления антенных обтекателей.....	32
Выводы по главе 1	33
Глава 2. Методы исследования.....	34
2.1 Определение содержания примесей в кварцевом стекле труб и стержней.....	34
2.2 Определение кристаллических фаз.....	35
2.3 Методы определения свойств шликера.....	36
2.4 Методы определения свойств керамики	38
2.5 Метод визуально-оптического контроля изделий.....	40
Глава 3. Анализ технологических и производственных факторов, влияющих на образование дефектов в керамических обтекателях	42
Глава 4. Исследование параметров кварцевого стекла и совершенствование процесса его измельчения	54
4.1 Оценка влияния массовой доли примесей в кварцевых концентратах на качество труб, стержней и заготовок из кварцевой керамики	55
4.2 Оценка влияния дополнительной очистки кварцевых труб на технологические параметры изготовления и качество изделий	65

4.3 Исследование свойств и структуры материала изготавливаемых изделий	74
4.4 Исследование возможности оптимизации процесса измельчения кварцевого стекла.....	78
4.5 Оценка влияния параметров футеровки шаровой мельницы на процесс измельчения кварцевого стекла	91
Выводы по главе 4	95
Глава 5. Совершенствование технологии формования крупногабаритных керамических заготовок	96
5.1 Общие сведения технологии формования керамических заготовок антенных обтекателей.....	96
5.2 Исследование влияния геометрических параметров формообразующих полостей на качество керамических заготовок.....	101
5.3 Оптимизация процесса сушки заготовок	116
Выводы к главе 5.....	126
Глава 6. Применение усовершенствованных методов и разработка алгоритма оперативного поиска причин технологических потерь в процессе производства антенных обтекателей.....	127
Выводы по главе 6	139
Общие выводы по работе	140
Список литературы	142
Приложение А – Акт внедрения результатов диссертационной работы	154
Приложение Б – Патенты.....	156
Приложение В – Акты использования изобретений	162

Введение

Актуальность темы исследования

Важной составной частью конструкции радиоуправляемых ракет является антенный обтекатель, на который возлагаются сложные функции: защита антенного блока от аэродинамической нагрузки и от воздействия климатических факторов с обеспечением радиопрозрачности в заданном диапазоне частот. Антенный обтекатель представляет собой конструкцию из двух основных элементов: оболочка из радиопрозрачного материала и переходного металлического шпангоута.

В качестве радиопрозрачного материала для оболочки антенного обтекателя чаще всего применяют кварцевую керамику, получаемую по технологиям, разработанным еще в конце 60-х годов прошлого века.

Процесс изготовления оболочки из кварцевой керамики, обладающей комплексом необходимых свойств, состоит из десятков технологических операций и характеризуется высокой трудоемкостью и достаточно продолжительным технологическим циклом. Керамической технологии свойственно образование дефектов – раковины, включения, трещины и микротрещины. Дефекты могут быть вызваны неудовлетворительным качеством сырья, или его подготовкой, неудовлетворительным формованием, сушкой, обжигом.

В керамических оболочках антенных обтекателей данные дефекты регламентированы, поэтому их образование может привести к технологическим потерям. Дополнительную сложность вносит проблема выявления причины образования дефектов, что приводит к повышенному уровню технологических потерь, и, как следствие, к срыву поставок изделий.

Начиная с 2014-2015 гг., наблюдается рост объемов государственных оборонных заказов (ГОЗ), а в 2022 г в показатель вырос в разы, поэтому в АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина» потребовалось наращивать объемы производства керамических антенных обтекателей на имеющихся

производственных мощностях. В связи с этим возникла необходимость в сокращении технологического цикла изготовления антенных обтекателей и своевременная минимизации технологических потерь.

Техническое совершенствование базовых технологических операций изготовления керамической оболочки с заданным уровнем свойств - повышение эффективности технологии, которое приведет к сокращению технологических потерь и снижению трудоемкости изготовления антенного обтекателя, что в совокупности с выработкой новых принципов и способов поиска и предотвращения возможных причин образования дефектов является актуальной задачей в современной оборонной промышленности.

Степень разработанности темы

АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина» является разработчиком и единственным изготовителем в РФ радиопрозрачных керамических антенных обтекателей для ракет различного класса: «воздух–воздух», «воздух-поверхность»; «поверхность-воздух», «поверхность-поверхность».

Технологии шликерного литья в пористые формы водных шликеров на основе кварцевого стекла в промышленном масштабе были разработаны в 1970-х годах в АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина». За время своего существования по результатам научно-исследовательских работ технология претерпевала различные усовершенствования начиная от изменения вида основного материала – кварцевого стекла, включая оптимизацию процесса получения водных высококонцентрированных вяжущих суспензий кварцевого стекла, а также решение задач по конструктивному улучшению технологической оснастки.

Проведенные исследования процесса измельчения кварцевого стекла в значительной части направлены на достижение возможности получать суспензию с высоким содержанием твердой фазы и седиментационной устойчивостью, оптимальной текучестью, достаточной для получения высокого качества изделий. Несмотря на достигнутый высокий уровень технологии, процессы получения шликера требуют оптимизации для

сокращения технологического цикла изготовления изделий и снижения технологических потерь.

Немаловажную роль в процессе формования керамической заготовки играет формовой комплект, а именно качество материала и геометрические особенности его деталей. В последние годы ряд исследований посвящен проблемам по улучшению качества материала поверхности деталей формовых комплектов. Формовые комплекты разрабатываются индивидуально для каждого вида изделия с учетом их геометрических особенностей. При росте объемов производства возникает необходимость увеличивать количество формовых комплектов для тех или иных изделий. Вопрос влияния геометрических особенностей деталей формового комплекта на образование дефектов, таких как трещины и сколы, в керамических заготовках остается недостаточно изученным и актуальным в условиях роста объема производства.

В научной литературе встречается ограниченное количество работ, посвященных дефектам и причинам их образования в керамических оболочках антенных обтекателей. Несколько работ посвящены методам их обнаружения и идентификации. В других работах установлено, что 95 % дефектов, приводящих к технологическим потерям и выявленных на стадии механической обработки, возникают на предыдущих операциях: формования и обжига заготовки. Отсутствуют исследования по разработке принципов и способов поиска и своевременного предотвращения причин образования дефектов, с последующим формированием рекомендаций по их устранению.

Цель работы заключается в повышении эффективности технологии изготовления керамических антенных обтекателей за счет снижения уровня образования дефектов и сокращения длительности производственного цикла.

Для достижения поставленной цели были определены следующие **задачи**:

1. Провести анализ возникающих видов дефектов, научно-технический обзор и анализ производственных и технологических факторов, влияющих на образование дефектов в керамических оболочках.

2. Исследовать влияние качества исходного сырья на параметры технологического процесса изготовления и свойства материала изделий. Провести анализ факторов, способствующих оптимизации процесса измельчения кварцевого стекла.

3. Установить факторы, которые влияют на образование трещин в процессе формования заготовок. Разработать эффективный способ по их сокращению.

4. Спроектировать оснастку для повышения равномерности сушки заготовок и выполнить проверку ее эффективности путем физического эксперимента и определения влажности фрагментов заготовки.

5. Разработать комплекс инструментов по выявлению и предотвращения возможных причин образования дефектов и последующего формирования оптимальных путей для снижения уровня дефектов в процессе изготовления оболочек антенных обтекателей.

Область исследования соответствует паспорту специальности 2.6.14 п. 2: «Физико-химические принципы технологии материалов и изделий из силикатных и тугоплавких неметаллических материалов, включают стадии подготовки исходных материалов, смешивания и гомогенизации компонентов, формования заготовок или изделий, их упрочнения, высокотемпературных процессов, обработки материалов и изделий для придания им требуемых свойств, формы и размеров. Конструирование изделий и оснастки. Технологические схемы производства материалов и изделий. Ресурсо- и энергосбережение».

Научная новизна диссертационного исследования заключается в научно-практическом совершенствовании технологии изготовления керамических антенных обтекателей и инструменте поиска и предотвращения причин образования дефектов:

1. Установлена причинно-следственная связь возникновения дефектов на различных технологических операциях изготовления

крупногабаритных керамических изделий из кварцевой керамики. Разработан комплекс алгоритмов мониторинга качества и причин образования дефектов.

2. Разработан 3D-метод комбинирования деталей формового комплекта, заключающийся в получении формообразующей полости с помощью 3D-изображений сердечника, модели и крупногабаритного изделия во всех вариантах взаимного расположения для выбора оптимального угла разворота, обеспечивающего соосность формового комплекта.

3. Установлены зависимости качества кварцевого концентрата и помола кварцевого стекла для получения крупногабаритных керамических изделий.

4. Определены зависимости скорости движения воздушного потока теплоносителя и его температуры на качество крупногабаритных заготовок при операции сушки.

Практическая значимость

1. Теоретически обосновано и доказано, что на образование дефектов в керамических оболочках могут влиять: процесс измельчения кварцевого стекла, геометрические параметры формовых комплектов, параметры и режимы сушки заготовок после формования.

2. Показано, что нецелесообразно использовать высший сорт кварцевого концентрата RQ-2К (меньшее содержание примесных элементов) для изготовления кварцевых труб и стержней. Наличие поверхностной кристаллизации на кварцевых трубах и стержнях не влияет на технологические параметры изготовления заготовок из кварцевой керамики и на ее физико-механические характеристики.

3. Установлен оптимальный интервал частоты вращения мельниц - 42,5-43,0 об/мин, который позволил снизить среднюю продолжительность помола более, чем на 25%.

4. Установлена возможность определения предпочтительного взаимного расположения (разворота вокруг оси) сердечника и формы, которое позволяет уменьшить несоосность основания будущей заготовки, в результате чего

снижается доля трещин и сколов, более чем на 5%. Новизна технического решения подтверждается патентом Российской Федерации на изобретения № 2759878.

5. Разработанная конструкция воздуховода для сушки заготовок, обеспечивающая переменное поперечное сечение от основания до носка, увеличила равномерность сушки и снизила более, чем на 15% образование трещин в керамической оболочке. Новизна технического решения подтверждается патентом Российской Федерации на изобретения № 2773350.

6. Предложенные усовершенствования и разработанный комплекс алгоритмов установления причин образования дефектов позволили существенно нарастить производственные объемы выпуска продукции.

Методология и методы исследования

Содержание примесных элементов в кварцевом стекле определяли методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП) на спектрометре iCAP 6300 DUO. Определение кристаллических фаз в кварцевом стекле и кварцевой керамике проводили методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре Empyrean. Определение условной вязкости шликера проводили с помощью вискозиметра Энглера. Относительную влажность шликера определяли на анализаторе влажности марки AND MX-50. Для определения содержания частиц твердой фазы размером более 63 мкм проводили «мокрый» ситовой анализ, для определения количества частиц размером до 5 мкм использовали метод лазерной дифракции (статического лазерного рассеяния). Определение кажущейся плотности керамического материала осуществляли методом гидростатического взвешивания согласно ГОСТ 2409-2014 «Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения». Исследование прочностных характеристик керамических образцов проводили путем определения предела прочности материала при трехточечном статическом изгибе. Для выявления дефектов использовали метод визуально-оптического контроля.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Классификация причинно-следственной связи возникновения дефектов на различных технологических операциях изготовления крупногабаритных керамических изделий из кварцевой керамики.

2. Отсутствие влияния на технологические параметры изготовления заготовок из кварцевой керамики и на ее физико-механические характеристики используемого сорта концентрата (RQ-2К, RQ-3К), а также наличие поверхностной кристаллизации на кварцевых трубах и стержнях.

3. Оптимальный интервал частоты вращения мельниц, определенный из зависимости продолжительности помола от частоты вращения мельницы, - 42,5-43,0 об/мин, который позволяет снизить среднюю продолжительность помола на более чем 25% и сократить количество дефектов.

4. Различие в формовых комплектах - величина несоосности основания формообразующей полости деталей формового комплекта, которая влияет на образование трещин и сколов. Выбор оптимального угла разворота деталей формового комплекта приводит к снижению несоосности основания.

5. Конструкция воздуховода для сушки заготовок, который создает во внутренней полости зазор между воздухопроводом и заготовкой сечением, увеличивающимся от основания до носка на 10%, повышающая равномерность сушки.

Личный вклад автора заключается в постановке цели и задач, анализе научно-технической литературы, планировании и непосредственном участии в проведении экспериментальной работы, обработке и обобщении полученных экспериментальных и статистических данных, разработке методов повышения эффективности технологии производства керамических изделий, внедрении результатов исследований в технологический процесс производства, подготовке публикаций по теме работы.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность результатов исследований свойств и структуры кварцевого стекла и керамики на его основе подтверждается их

воспроизводимостью в лабораторных и производственных условиях, обеспечивается большим объемом статистически обработанных данных в части технологии изготовления керамических изделий и соответствием результатов промышленных экспериментов теоретическим данным.

Результаты исследования представлены на международных конференциях: Приоритетные направления развития науки и технологий: XXIX Международная научно-практическая конференция, Тула, 2021 г., Международная научно-практическая конференция, Комсомольск-на-Амуре, 2022 г.

Результаты диссертационной работы нашли применение в производстве керамических обтекателей в АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина» (г. Обнинск).

Публикации Основные результаты диссертационной работы изложены в 15 публикациях, в том числе 7 статей в рецензируемых научных изданиях, включенных в перечень ВАК, 2 из них в журналах по научной специальности 2.6.14. Получено 5 патентов на изобретение и 1 свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ.

Объем и структура работы. Диссертация состоит из введения, 6 глав, заключения, и списка литературы из 103 наименований. Объем диссертации составляет 166 страниц машинописного текста, включая 59 рисунков и 19 таблиц.

Глава 1. Обзор литературы

1.1 Головной антенный обтекатель и материалы для его изготовления

Антенный обтекатель в конструкции радиоуправляемых ракет является оболочкой, которая не только защищает находящийся внутри него антенный блок от воздействия жестких внешних нагрузок, зависящих от скорости полета, но и определяет основные тактико-технические характеристики ракеты.

При проектировании антенного обтекателя, особое внимание уделяют теплоизоляционным свойствам и радиотехническим характеристикам выбираемого материала. В процессе полета наружная поверхность обтекателя может достигать температуры от 1000 °С и выше, при этом температура антенного блока не должна превышать 200 °С [22, 23]. Радиотехнические характеристики, такие как диэлектрическая проницаемость, тангенс угла диэлектрических потерь и пеленгационные характеристики являются основными. Важную роль играют также их температурные изменения при рабочих температурах обтекателя. Диэлектрическая проницаемость – одно из важных свойств, которое определяет радиотехнические характеристики антенного обтекателя. Величина диэлектрической проницаемости в значительной степени зависит от материала, его структуры и свойств [24]. К радиопрозрачным материалам выставляют требования по низкому уровню диэлектрической проницаемости и ее стабильности в широком диапазоне температур. Низкие значения диэлектрической проницаемости существенно упрощают технологический процесс механической обработки оболочек.

В процессе эксплуатации антенные обтекатели ракет аэродромного и корабельного базирования подвергаются воздействию климатических факторов, таких как дождь и пыль, в связи с этим используемый материал должен обладать высокой эрозионной устойчивостью к дождевому и пылевому воздействию, ведь унос материала и, как следствие, изменение толщины стенки

обтекателя, а также поглощение влаги приведет к существенным изменениям радиотехнических характеристик.

Антенные обтекатели в основном изготавливают из неметаллических материалов, такие как стеклопластик, кварцевая и стеклокерамика. Ранее стеклопластик был самым распространенным материалом. Однако со временем его термостойкость стала низкой для новейших требований. Кроме того, нестабильные диэлектрические характеристики и неоднородность материала в оболочке снизили его использование при разработке новых антенных обтекателей [25].

АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина» является разработчиком ряда радиопрозрачных материалов. Для оболочек антенных обтекателей в конструкциях ракет ЗРК применяются кварцевая керамика НИАСИТ (ТУ-1-596-195-2009) и литийалюмосиликатная стеклокерамика ОТМ-357 (ТУ-1-596-403-2000), а с недавнего времени и кварцевая керамика ОТМ-609 (ТУ 1-596-501-2012). Основные свойства материалов представлены в таблице 1.1 [12].

Таблица 1.1. Свойства материалов для антенных обтекателей.

Наименование показателя	НИАСИТ	ОТМ-357	ОТМ-609
Плотность кажущаяся, г/см ³	1,94-2,05	2,41-2,55	1,99-2,07
Водопоглощение, %	>4	≤0,1	≤0,1
Предел прочности при статическом изгибе, МПа	≥34	≥90	≥50
Температурный коэффициент линейного расширения (средний), $\alpha \cdot 10^7 \text{ K}^{-1}$, в интервале температур от 20 до 1100 °С	≤7	≤16	≤12
Коэффициент теплопроводности, Вт/м·К, при температуре			
100 °С	0,88±0,12	1,73±0,17	0,97±0,10
900 °С	1,17±0,17	1,82±0,25	1,48±0,15
Коэффициент температуропроводности, $a \cdot 10^6$, м ² /с, при температуре			
100 °С	0,52±0,08	0,79±0,09	0,57±0,06
900 °С	0,47±0,07	0,61±0,06	0,52±0,05
Относительная диэлектрическая проницаемость при частоте $f=10^{10}$ Гц и температуре 20 °С	3,30-3,53	6,5-7,5	3,40-3,70
Тангенс угла диэлектрических потерь при частоте 10^{10} Гц в вакууме, $\text{tg} \delta \cdot 10^4$, не более, при температуре 20 °С	40	150	40
700 °С	-	580	-
1200 °С	100	-	100

Несмотря на то, что у стеклокерамики ОТМ-357 практически отсутствует пористость и водопоглощение, она существенно уступает кварцевой керамике по термостойкости и диэлектрическим характеристикам. Кварцевая керамика ОТМ-609 имеет одновременно высокую термостойкость и стабильные диэлектрические характеристики, и практически нулевую пористость, такое сочетание свойств позволяет применять данный материал для антенных обтекателей различных классов ракет, даже морского базирования.

Кварцевая керамика обладает относительно низкими значениями упругих и прочностных характеристик. Однако в процессе эксплуатации, а именно нагрева эти значения увеличиваются и становятся равными со значениями стеклокерамики. Антенные обтекатели из кварцевой керамики

могут использоваться при температурах до 1700-2000 °С благодаря тому, что в ходе одностороннего нагрева конструкционная прочность керамики увеличивается [4].

Для оболочек антенного обтекателя ракет ЗРК наиболее распространенным материалом является кварцевая керамика. Термин «кварцевая керамика» был впервые введен авторами статьи [27]. В конце 60-х годов прошлого столетия этим термином называли все материалы, получаемые по керамической технологии на основе следующих материалов: кварцевое стекло (прозрачное или непрозрачное), синтетический аморфный SiO_2 или кристаллический кремнезем [5, 7, 8, 27].

Создание керамических материалов на основе кварца было связано с технологическими сложностями и особенностями для изготовления крупногабаритных и сложнопрофильных изделий из этих материалов. Кроме этого, при получении кварцевой керамики приходилось учитывать некристаллический характер исходного материала, его склонность к кристаллизации, затрудняющей процесс спекания [5, 6, 26, 27].

Кварцевая керамика, которая была получена в конце 60-х годов XX века, стала широко применяться как в области производства технической керамики (в частности в ракетной технике), так и при изготовлении различных видов огнеупоров [7]. Кварцевая керамика – это аморфный материал, который состоит из частиц кварцевого стекла, спеченных между собой. Данная особенность обеспечивает однородность характеристик керамики в объеме. В кварцевой керамике не происходит фазовых превращений, связанных с изменением ее объема при изменении температуры в пределах до 1000 °С.

Одной из причин, почему кварцевая керамика НИАСИТ стала так широко применяться в качестве материала для антенного обтекателя стало то, что она обладает комплексом свойств (зачастую противоречивых), которые необходимы для него. К этим свойствам относятся: невысокая теплопроводность, низкая диэлектрическая проницаемость и ее стабильность в широком диапазоне температур, высокая термостойкость [7, 23, 27]. Несмотря

на ряд преимуществ, кварцевая керамика обладает некоторыми недостатками. На рис.1.1 представлены основные достоинства и недостатки кварцевой керамики.



Рисунок 1.1 – Достоинства и недостатки кварцевой керамики НИАСИТ.

Кварцевая керамика обладает низким коэффициентом теплового расширения, что позволяет получать изделия из нее с высокой термостойкостью. Этот материал способен выдерживать существенные перепады температур, начиная от комнатной и до ее расплавления. Такая особенность позволяет изделиям из кварцевой керамики выдерживать термоудары без повреждений. Благодаря низкой теплопроводности кварцевая керамика является хорошим теплоизоляционным материалом, что позволяет защищать антенные блоки от высоких температур во время эксплуатации [5, 23, 27].

Низкая механическая прочность упрощает процесс механической обработки существенно, а благодаря небольшим усадкам (до 1,7 %), происходящим в процессе обжига, закладывается небольшой технологический припуск, что позволяет сокращать расход сырьевых материалов и уменьшает

трудоемкость операции. Более подробно технология изготовления антенных обтекателей из кварцевой керамики будет рассмотрена в следующей главе.

Несмотря на имеющиеся недостатки, которые были решены рядом технологических приемов, кварцевая керамика и ее модификация на сегодняшний день является распространенным материалом для применения ее в конструкции антенного обтекателя, в частности для изделий, которые являются обтекателями для таких ракет комплекса как С-300, 400 и крылатой ракеты «Калибр».

1.2 Изготовление головных антенных обтекателей из кварцевой керамики в АО ОНПП "Технология" им. А.Г. Ромашина"

Технология изготовления антенных обтекателей из кварцевой керамики состоит из нескольких основных стадий и представлена схематично на рис.1.2:



Рисунок 1.2. Схема изготовления обтекателей из кварцевой керамики.

Для получения керамической оболочки антенного обтекателя с требуемым уровнем свойств, формы и размеров наиболее важными стадиями являются: получение высокоплотного шликера, формование, сушка и обжиг заготовки. Для получения шликера с необходимыми физическими свойствами, такими как плотность, вязкость и дисперсность, кварцевое стекло должно быть измельчено и получена высокоплотная суспензия. В результате формования заготовка приобретает требуемую форму и размер, учетом последующих изменений в объеме во время сушки и обжига. В полученной заготовке должна быть обеспечена однородность структуры и необходимая механическая прочность, чтобы обеспечить транспортировку и последующие технологические операции. Сушка керамической заготовки проводится с целью уменьшить содержание связующей воды. Количество воды уменьшают до необходимого уровня, чтобы исключить негативное влияние на последующий этап обжига. В процессе обжига происходят сложные физико-химические процессы, которые придают заготовке нужные физические и технические свойства.

1.2.1 Получение высокоплотного шликера

Для формования керамических заготовок антенных обтекателей из кварцевой керамики применяют метод **водного шликерного** литья в пористые формы. Шликер – это высокоцентрированная керамическая вяжущая суспензия (ВКВС), полученная одностадийным мокрым измельчением кварцевого стекла в шаровых мельницах.

Процесс мокрого помола кварцевого стекла тщательно и долгие годы исследовался, в результате чего была достигнута возможность получать суспензию с высоким содержанием твердой фазы и седиментационной устойчивостью, оптимальной текучестью, достаточной для качественного заполнения литейной формы.

Качество получаемого шликера в значительной степени оказывает влияние на основные свойства получаемых заготовок: плотность и пористость,

в связи с этим все стадии подготовки, измельчения кварцевого стекла и приготовления шликера являются наиболее важными и служат будущим фундаментом качества керамического материала.

В работах [5, 27, 36] было установлено, что на качество и производительность помола влияет ряд факторов: количество, размеры, формы и твердость мелющих тел; количество, фракция измельчения и физико-механические характеристики кварцевых труб; температура загружаемого материала и температура суспензии, достигнутая в процессе измельчения; скорость вращения мельницы, ее размеры, степень заполнения и т.д.

Для получения кварцевой керамики НИАСИТ используют аморфное кварцевое стекло в виде кварцевых труб и стержней. Фрагменты стержней используют в качестве мелющих тел.

Одним из факторов, который существенно влияет на свойства готового кварцевого стекла, является исходный сырьевой материал. Для получения кварцевых стекол в промышленном масштабе используют: различные виды кварца (горный хрусталь, искусственный, гранулированный и молочно-белый кварц), синтетическая двуокись кремния SiO_2 и летучие соединения кремния. Каждый вид сырья содержит набор примесных элементов, которые в свою очередь наследуются стеклом и оказывают существенное влияние на его свойства. Также на целый ряд свойств кварцевого стекла влияет специфика физико-химических условий плавки.

В настоящее время кварцевое стекло получают несколькими существенно различающимися способами: электротермическим, газопламенным и парофазным, при этом каждый способ имеет множество модификаций. Для получения кварцевых труб используют первые два способа, третий в основном используется для получения оптических волокон. При электротермическом способе кварцевое стекло получают в вакуумных тигельных и стержневых печах, а также в тигельных печах в среде быстро диффундированных газов – He, H_2 . Плавка электротермическим способом идет как в условиях активного взаимодействия крупки кремнезема с

восстановителями с сопровождением образования летучего монооксида кремния, так и в условиях без взаимодействия с восстановителем. При газофазном способе плавления частиц кварца происходит в водородно-кислородном пламени с большой скоростью, благодаря чему практически полностью исключаются фазовые переходы кварц-кристобаллит [28-30].

Кварцевые трубы и стержни для получения кварцевой керамики НИАСИТ должны соответствовать требованиям ТУ 1-596-476-2011, они должны быть получены по одностадийной технологии из кварцевого концентрата из сырья жилы №175 Кыштымского месторождения.

Поступающие кварцевые трубы и стержни проходят контроль в объеме ТУ 1-596-476-2011: контроль геометрических размеров, массовой доли примесей (Fe, Ca, Mg, Mn, Cu, Na, Ti, Al, K) и устойчивости к кристаллизации. После получения положительных результатов кварцевые трубы и стержни поступают в производство. Проблема оценки влияния параметров кварцевых труб и стержней на качество керамических обтекателей является важной и актуальной.

Поступившие в производство кварцевые трубы промывают, дробят (до размеров до 60 мм) и загружают в мельницу вместе с дистиллированной водой и мелющими телами [5, 7, 27]. Шаровая мельница представляет собой металлический барабан с футеровкой из кварцевой керамики в виде дисков (боковые элементы футеровки) и колец (центральные элементы). Все элементы футеровки прочно склеиваются между собой [31, 32]. Схема используемой шаровой мельницы представлена на рисунке 1.3. Для более равномерного износа элементы футеровки подбираются с минимальной разницей кажущейся плотности (до 0,02 г/см³).

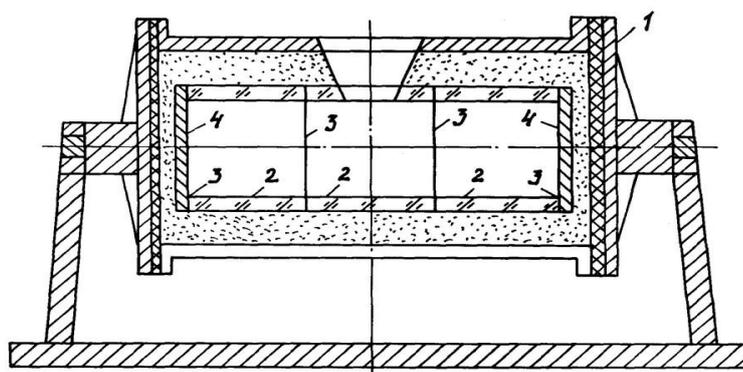


Рисунок 1.3 – Схема шаровой мельницы [31]: 1 – металлический барабан; 2 – керамическое кольцо; 3 – клеевые швы; 4 – керамические диски.

Конструкция и материал футеровочных элементов претерпевали изменения: сосуды из непрозрачного кварцевого стекла, отдельные пластины в виде кварцевых стеклобрусков, плотноспеченные цилиндры и торцы из кварцевой керамики с добавками 0,5-1,0% нитрида бора (BN), выступающего в качестве активатора спекания [31-33]. Таким образом конструкция и материал футеровки постоянно совершенствуется для повышения срока службы футеровки и качества проводимых помолов.

Использование предварительно дробленого кварцевого стекла позволяет получать предельно концентрированные суспензии, а после их стабилизации достигать высокой степени упаковки твердого вещества в отформованном материале [27, 34, 35]. Мокрый помол представляет собой два непрерывных процесса, происходящих в одном объеме, - это процесс дробления и тонкого измельчения. Дробленые кварцевые трубы с исходным размером до 60 мм в течение 1 - 2 ч измельчаются до кусков размером 1 – 2 мм, таким образом завершается этап дробления, после чего осуществляется тонкий помол. Кварцевое стекло по мере тонкого измельчения из крупнокускового состояния превращается в состояние суспензии, при этом происходит постепенное увеличение плотности самой суспензии, которая стремится к необходимой. [5, 27].

Мокрый помол кварцевого стекла является комбинированным процессом, т.к. во время помола в получаемой суспензии происходят

механохимические эффекты при активации частиц дисперсной фазы. Эти эффекты объясняют различные процессы, которые определяют заданную дисперсность [37]. Сразу после получения, суспензии на основе кварцевого стекла обладают повышенной вязкостью, низкими вязущими свойствами и стойкостью к оседанию. Полученная суспензия проявляет нехарактерное реологическое поведение, например, дилатансию. Чтобы улучшить эти характеристики, применяют стабилизацию или разжижение суспензий, основанных на гравитационном перемешивании.

Несмотря на достигнутый уровень технологии, процессы получения шликера на основе кварцевого стекла постоянно анализируются и повышается качество готовых суспензий, хоть и технология остается неизменной, однако свойства основных компонентов меняются со временем, что требует периодического вмешательства [38, 39].

1.2.2 Формование керамических заготовок

Для формования керамических заготовок антенных обтекателей из кварцевой керамики применяют метод водного шликерного литья в пористые формы. Чаще всего в качестве материала пористых форм выступают гипсовые вязущие [7, 27, 40-43]. Кроме гипсовых форм могут быть использованы формы из полимерного пористого материала, литье при этом происходит с приложением давления 0,5-0,8 МПа [44]. Использование формы из пористого полимера позволяет сократить длительность набора заготовки, дополнительным преимуществом формования стало отсутствие необходимости сушки форм после извлечения заготовки. Такой способ формования имеет ряд преимуществ, однако пока не используется в серийном изготовлении антенных обтекателей по причине сложности изготовления пористых полимерных форм и необходимого оборудования.

Ключевой составляющей процесса формования керамических заготовок методом шликерного литья в пористые формы является формовой комплект (рис.1.4). Формовой комплект состоит из двух главных деталей: сердечник 5 и

пористой формы 6. Эти детали формируют внутренний и внешний контур будущей заготовки соответственно.

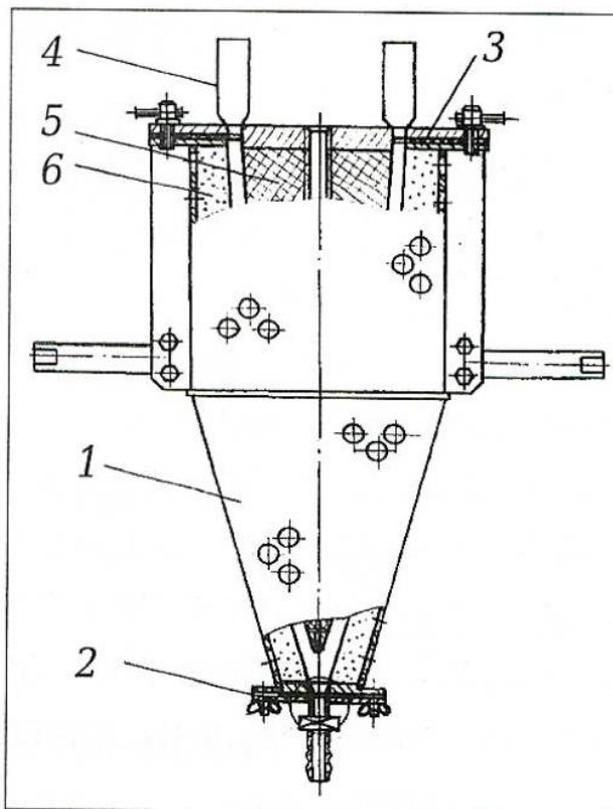


Рисунок 1.4 - Принципиальная схема формового комплекта для литья керамических заготовок из водных шликеров [40]: 1 – перфорированный металл, 2 – нижний фланец со штуцером для заполнения полости формы шликером, 3 – опорный фланец, 4 – подпиточные емкости, 5 – сердечник, 6 – активная поверхность пористой формы.

Процесс изготовления пористой формы происходит путем заливки гипсового материала в полость между металлическим каркасом формы и помещенной в него моделью – таким образом формируется внешний контур керамической заготовки.

Технологии изготовления модели и сердечника для формовых комплектов постоянно совершенствуется с целью увеличения сроков их службы и получения более точного и стабильного контура [45-47].

В качестве материала для изготовления пористых форм выступает гипсовые вяжущие. Работы [40, 48] посвящены проблемам по улучшению качества материала рабочей поверхности формовых комплектов. Однако из-за активного роста изготавливаемой продукции проблема увеличения срока службы и качества пористых форм остается актуальной.

Формовые комплекты разрабатываются индивидуально для каждого вида изделия с учетом их геометрических особенностей. В процессе освоения производства и в зависимости от объемов ГОЗ возникает необходимость увеличивать количество формовых комплектов для тех или иных изделий. С годами технология и производственная оснащённость подразделения-изготовителя растет и совершенствуется, в виду этого, а также с учетом возможных отклонений размеров (в пределах заложенных допусков) для одного и того же вида изделия изготовлено множество формовых комплектов.

Процесс формования сложный, т.к. в процессе него происходит структурообразование в несколько этапов, в ходе которых могут закладываться дефекты. Поэтому изучению процесса формования уделяется не мало внимания и постоянно проводится ряд исследований, которые нацелены на выявление и контроль факторов при формовании с целью сокращения технологических потерь [40, 41, 49-51].

В процессе формования керамической заготовки немаловажную роль играет формовочная оснастка с учетом ее геометрических особенностей.

1.2.3 Сушка и высокотемпературный обжиг керамических заготовок.

Сушка сырых заготовок является одним из важных этапов в керамическом производстве. После извлечения из формы заготовка обладает низкой прочностью, сушка в свою очередь придает ей необходимую механическую прочность и снижает влажность, что позволяет приступить к высокотемпературному обжигу [52, 53].

Процесс сушки сырых керамических материалов относится не только к теплотехническому (тепло- и массообмен, виды связи влаги с материалом), но и к технологическому (учет поведения материала в процессе сушки). Поэтому исследование процесса сушки является комплексным [53].

Согласно классификации П.А. Ребиндера существует три формы связи влаги с материалов: химическая, физико-химическая и физико-механическая [54]. В процессе сушки удаляется только физико-химически и физико-механически связанная влага. Химически связанная влага при сушке не удаляется, т.к. входит в состав молекул керамических материалов и наиболее прочно удерживается в материале [52].

Большое внимание необходимо уделять процессу формирования структуры во время высыхания материала заготовки, т.к. шликер на основе кварцевого стекла – это высококонцентрированная суспензия. Формирование структуры происходит в несколько этапов:

1) изначально происходит удаление воды путем ее испарения с поверхности заготовки. Данный этап характеризуется усадкой заготовки за счет осушения капилляров, образования менисков в области контакта между частицами и удаления слоя гидратно-диффузионной воды. По завершению этого этапа усадка заготовки прекращается и ее прочность увеличивается примерно в 2 раза.

2) увеличение объема заготовки. Второй этап происходит из-за значительно бóльшего давления в безобжиговом геле по сравнению с капиллярным давлением.

3) сенерезис геля. Этот этап вызывает коагуляционные эффекты в гелеобразных слоях, приводит к исчезновению двойного электрического слоя и установлению прямых контактов между поверхностями коллоидных частиц, а также к образованию водородных связей и их превращению в силоксановые связи. По завершению третьего этапа заготовка приобретает водостойкость благодаря необратимым структурным изменениям [55].

Весь процесс структурообразования при высыхании сопровождается созданием в системе значительных деформационных напряжений, которые в значительной степени определяются дисперсностью и содержанием наночастиц в исходной суспензии и в том числе процессами усадки по толщине отливки, которые в свою очередь протекают неодновременно [55].

Согласно литературным данным [52, 59] основными причинами образования трещин в керамических материалах в процессе сушки являются: неравномерная усадка, существенный перепад влажности по толщине изделия (причиной которой может быть высокая интенсивность сушки, которая сопровождается опережением высыхания отдельных частей и неравномерным удалением влаги из материала), поглощение высушенным материалом влаги из воздуха окружающей среды. Важным параметром процесса сушки керамических заготовок является скорость удаления влаги из него, которая в свою очередь зависит от температуры, влажности окружающей среды, воздухообмена; от формы и габаритов высушиваемого изделия [52].

Среди всех возможных наибольшее распространение нашел конвективная сушка, при котором испарение влаги происходит за счет тепла, передаваемого материалу соприкосновением от движущегося потока нагретого воздуха [56, 57]. Данный способ применяется и для сушки заготовок антенных обтекателей [58].

Способы сушки, а именно способы подачи тепла и удаления испаряемой влаги, и ее режимы (температура подачи, влажность и температура окружающей среды) необходимо подбирать так, чтобы, не превышая безопасной скорости сушки, достигать, по возможности низкой, общей продолжительности процесса.

Таким образом, процесс сушки керамических заготовок антенных обтекателей является сложным многофакторным процессом и требует тщательного подбора его параметров и их корректировки с течением времени в условиях смены времен года, наличия осадков, которые сопровождаются существенными изменениями температуры и влажности окружающей среды.

Далее высушенная заготовка подвергается высокотемпературному обжигу. Обжиг – это процесс высокотемпературной обработки керамической заготовки, при котором материал нагревается, выдерживается при максимальной температуре и затем охлаждается до комнатной. В результате происходит спекание материала. Спекание представляет собой термически активируемый процесс, который происходит в пористой заготовке под воздействием сил поверхностного натяжения. Этот процесс приводит к укреплению системы и переходу ее в более устойчивое термодинамическое состояние [5, 27, 60-62].

В технологии изготовления кварцевой керамики для антенных обтекателей важную роль играет аморфная структура. В связи с этим процесс спекания происходит по механизму «вязкого течения», теория которого была сформулирована в середине XX в. Френкелем [63] и на протяжении многих лет корректировалась [64, 65]. В конечном счете были сформулированы два основных положения, отличающие вязкое течение от остальных механизмов [64, 65]:

- спекание происходит вследствие переноса вещества по всему объему;
- границ зерен нет, поэтому укрупнение и рост зерен невозможны.

Основной задачей получения кварцевой керамики для антенного обтекателя - это достижение ее достаточного уплотнения в процессе спекания. Особенность этой задачи связана с возникновением нежелательного процесса кристобалитизации, при котором ухудшаются как механические, так и электрофизические свойства, а также возрастает вероятность разрушения заготовки из-за его объемных изменений, вызванных переходом высокотемпературного α -кристобалита в низкотемпературный β -кристобалит [66]. Исследования [66, 67] показывают, что содержание кристобалита в кварцевой керамике не должно превышать 2-3%. Превышение этого уровня может привести к снижению прочности. Превращение из α - в β -кристобалит сопровождается значительным уменьшением объема, что может вызвать

разрывы в кварцевой керамике. Это приводит к появлению локальных дефектов и, как следствие, технологическим потерям.

Основными факторами, влияющими на возникновение кристобалита, являются: гранулометрический состав шликера, метод формования, режим обжига, газовая среда в печи, наличие примесей, способы получения исходного сырья [66-70]. Многие из представленных факторов являются регулируемыми, а вот виды и количество примесных элементов во многом зависят от месторождения исходного кварцевого концентрата. Основными примесями, которые приводят к кристаллизации, являются оксиды щелочных и щелочноземельных металлов. Результаты подробного исследования представлены в работах [71-73].

На свойства и структурообразование керамических материалов оказывает влияние режим обжига, поэтому определению оптимального режима обжига изделий из кварцевой керамики посвящено немало исследований [5, 27, 74-78].

При изготовлении изделий из кварцевой керамики в настоящее время обжиг проводят при температурах 1190-1280 °С с выдержкой от 1 до 3 ч. Температуру и время обжига выбирают исходя из результатов обжига предыдущих изделий, полученных из аналогичных сырьевых материалов, обращая внимание на значение полученных усадок и плотности. Также особое внимание при выборе режима обжига уделяют параметрам шликера и длительности его стабилизации.

1.2.4 Механическая обработка заготовок, получение оболочек антенных обтекателей

Основная задача механической обработки керамических заготовок – это получение оболочки будущего антенного обтекателя необходимого геометрического профиля и достижения требуемого уровня радиотехнических характеристик.

Керамическую заготовку механически обрабатывают в два этапа: обработка внутренней поверхности и обработка наружной поверхности [6]. Для обработки керамики высокой твердости и хрупкости применяется алмазное шлифование, которое включает три этапа: черновая обработка, чистовая обработка и финишная обработка [79].

Проблеме совершенствования операции механической обработки керамических изделий и оптимизации необходимой для этого технологической оснастки уделяется не мало внимания [80-85].

В ходе предыдущей операции – обжига керамической заготовки происходит усадка. Величина, на которую происходит усадка материала не постоянна и зависит от множества факторов случайного характера, поэтому получение заготовок из раза в раз с одинаковыми геометрическими размерами невозможно. С учетом этого керамическая заготовка имеет припуск большой величины (до 55% от толщины) для возможности получения будущей оболочки антенного обтекателя.

Черновой этап механической обработки проводится для снятия технологического припуска. Этап чистовой обработки позволяет приблизиться к точной геометрической форме и снять дефектный слой, полученный на предыдущем этапе. На этапе доводки получают точные размеры керамической оболочки и поверхности с требуемой шероховатостью [79].

В процессе механической обработки происходит снятие технологического припуска немалой величины, поэтому на обработанной поверхности может быть выявлен дефект, который образовался в теле керамической заготовки на предыдущих операциях – приготовление шликера, формование или обжиг.

Размеры и количество допустимых дефектов на поверхности изделия определены требованиями конструкторской и технологической документации для каждого вида изделия. Допустимые дефекты на поверхности изделий не должны приводить к снижению их технических характеристик.

Одним из критически важных моментов окончания операции механической обработки является обнаружение и идентификация вышеперечисленных дефектов. В работах [85, 86] был разработан метод визуально-оптического контроля, основанный на ослаблении интенсивности светового потока при его прохождении через дефекты в материале. При разработке метода использовались принципы прохождения и преломления света в материалах, прозрачных для оптического диапазона, с целью достижения максимального контраста между дефектом и основным материалом. Для этого были подобраны углы освещения и наблюдения, спектры и интенсивность источника. Немало внимания было уделено повышению прозрачности контролируемых материалов.

В виду того, большая часть заложенных дефектов выявляется на последних этапах механической обработки керамической оболочки и в условиях роста объемов ГОЗ [17-21] актуальной задачей современного производства антенных обтекателей остается сокращение и предотвращение причин образования этих дефектов.

1.2.5 Влагозащита керамической оболочки и ее сборка с металлическим шпангоутом

Одним из недостатков кварцевой керамики является ее открытая пористость (7-11%), поэтому данному материалу свойственно поглощение влаги как из воздуха окружающей среды, так и благодаря условиям эксплуатации антенных обтекателей. Содержание влаги в порах отрицательно влияет на диэлектрические характеристики [5], что недопустимо для радиопрозрачных материалов. Кроме того, кварцевой керамике свойственна невысокая прочность, что приводит к ограничению ее применения.

Для увеличения прочности и защиты кварцевой керамики от влаги можно использовать специальные полимерные растворы, которыми пропитывают керамику полностью или частично, на небольшую глубину. Одно из ключевых требований к таким полимерам - их высокая термостойкость, так

как керамические обтекатели эксплуатируются в условиях высоких температур. Кремнийорганические полимеры, которые имеют широкий диапазон стабильности диэлектрических характеристик, чаще всего используются для пропитки. Пропитку можно проводить полностью, одностороннюю на небольшую глубину или с переменной глубиной в зависимости от высоты [11-12].

В случае применения односторонней пропитки, чаще всего это внутренняя поверхность керамического обтекателя, для влагозащиты наружной поверхности применяют различные виды лакокрасочных покрытий.

Заключительной и важной частью технологии изготовления керамических антенных обтекателей является сборка оболочки с металлическим шпангоутом. Металлический шпангоут выступает в роли переходного элемента между керамической оболочкой и металлическим корпусом ракеты. Для соединения металлического шпангоута и керамической оболочки применяют специальные кремнийорганические клеи-герметики. Такой способ соединения компенсирует различия в температурных расширениях металла и керамики, т.к. после отверждения клей-герметик образует прочное эластичное соединение. Типовая схема узла соединения керамической оболочки и металлического шпангоута представлена на рис.1.5 [87].

В работах [88-91] большое внимание уделялось исследованиям по улучшению прочности клеевого соединения, также изучению процесса термодеструкции клеевого соединения.

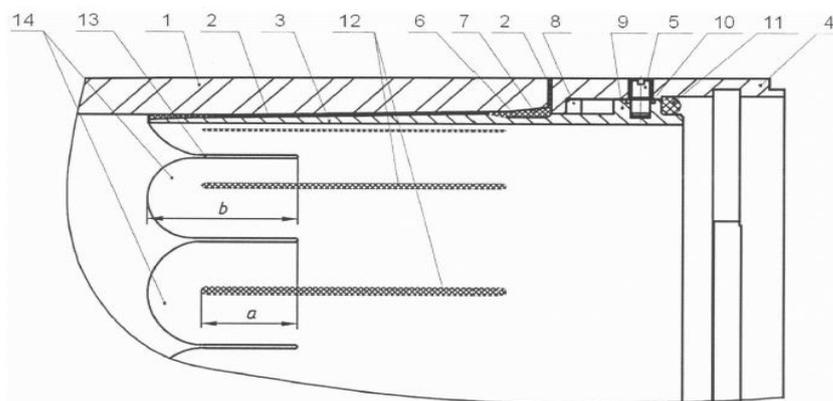


Рисунок 1.5 - Схема узла соединения антенного обтекателя [88]: 1 – керамическая оболочка; 2 – клей-герметик; 3 – переходник металлического шпангоута; 4 – стыковой элемент шпангоута; 5 – штифт; 6, 10 – кольцевая проточка; 7 – эластичная обечайка; 8 – опорный элемент; 9 – крепежный элемент; 11 – гермошнур; 12 – сквозные пазы; 13 – сквозные прорези; 14 – лепестки со скруглениями.

1.2.6 Анализ технологического процесса изготовления антенных обтекателей

Кварцевая керамика на сегодняшний день остается наиболее востребованным материалом для антенных обтекателей, а с учетом современных разработок [9-12] она нашла более широкое применение в современных образцах военной техники.

Из приведенных выше литературных данных следует, что технологический процесс изготовления антенных обтекателей из кварцевой керамики довольно трудоемкий, который состоит из десятков операций, которые могут выполняться как последовательно, так и параллельно. Для каждого антенного обтекателя из-за его конструктивных и технологических особенностей разработан уникальный технологический процесс. Однако можно выделить ряд операций, которые являются типовыми для всех видов керамических антенных обтекателей: приготовление шликера, формование и сушка заготовки. Поиск и последующее регулирование факторов, отвечающих за образование дефектов, именно на этих операциях является важной и

актуальной задачей, т.к. разработанные решения можно будет распространить на все виды изделий и таким образом существенно снизить количество технологических потерь.

Выводы по главе 1

1. Наиболее распространённым конструкционным материалом для антенных обтекателей современных ракет различного класса является кварцевая керамика, благодаря ее сочетанию электрофизических и теплофизических свойств.

2. Технология изготовления антенных обтекателей из кварцевой керамики была разработана в конце 60-х и начале 70-х годов прошлого века, несмотря на это, и с учетом ее современной модификации проблема ее усовершенствования при одновременном росте объемов ГОЗ и требований к качеству и надежности военной техники остается актуальной.

3. На начальных этапах изготовления керамических заготовок (приготовление шликера, формование и обжиг заготовок) свойственно образование различного рода дефектов (трещина, раковина и т.д.), обнаружение которых чаще всего происходит на этапе завершения механической обработки. Из-за многофакторного технологического процесса зачастую сложно оперативно определить причину образования того или иного дефекта, а из-за высокой длительности операций вовремя скорректировать технологические параметры и режимы.

4. Важную роль в получении качественной заготовки из кварцевой керамики играют такие факторы, как качество исходного сырья (труб и стержней из кварцевого стекла), параметры мокрого измельчения кварцевого стекла, формовочная оснастка и параметры сушки заготовок.

Глава 2. Методы исследования

2.1 Определение содержания примесей в кварцевом стекле труб и стержней

Содержание примесных элементов в кварцевом стекле, таких как алюминий, кальций, медь, железо, калий, магний, марнец, натрий, титан определяют методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой (АЭС-ИСП).

Метод основан на разложении пробы стекла фтористоводородной и азотной кислотами и измерении интенсивности эмиссии элементов в индуктивно связанной плазме аргона на установленных длинах волн.

Образец кварцевого стекла промывают дистиллированной водой, протирают спиртом и высушивают при температуре 105-110 °С. Затем измельчают и растирают в ступке до состояния тонкой пыли.

Навеску полученного порошка стекла массой от 1 до 10 г помещают в платиновую чашку, смачивают бидистиллированной водой, добавляют 20 см³ фтористоводородной кислоты и 1 см³ азотной кислоты, выпаривают на электроплитке при периодическом помешивании до влажных солей. Затем добавляют еще 20 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха.

Сухой остаток растворяют в 10 см³ горячей (более 65 °С) бидистиллированной воды, переносят через фильтр «синяя лента» в мерную колбу вместимостью 50 см³, охлаждают и доводят до метки бидистиллированной водой. Одновременно через все стадии испытаний проводят три контрольных опыта.

Измерения интенсивности атомной эмиссии проводят на спектрометре iCAP 6300 DUO. Измеряют атомную эмиссию градуировочных растворов, растворов холостых опытов и растворов проб на соответствующих длинах волн. По полученным данным автоматически строится градуировочный график по алгоритму, заложенному в встроенном программном обеспечении. Расчет среднего значения массовой концентрации для каждого элемента в пробе также проводится автоматически.

Массовую долю элементов находят по формуле:

$$X = \frac{(c-cl) \cdot 50 \cdot 100}{m} \cdot 10^{-6}, \quad (2.1)$$

где C – массовая концентрация элемента в пробе, мкг/см³, Cl – средняя массовая концентрация элемента в холостом опыте, мкг/см³, 50 – объем анализируемого раствора, см³, m – масса навески, г.

2.2 Определение кристаллических фаз

Определение кристаллических фаз в кварцевом стекле и кварцевой керамике проводят методом рентгенофазового анализа (РФА), который основан на изучении дифракции рентгеновского излучения на поликристаллических образцах и расшифровке полученных экспериментальных данных.

Метод заключается в сопоставлении значений межплоскостных расстояний и относительных интенсивностей дифракционных максимумов экспериментальной рентгенограммы материала с данными дифракционных эталонных стандартов для отдельных соединений. Такой подход позволяет определить наличие или отсутствие конкретных кристаллических фаз в исследуемом образце.

РФА проводят на монолитных или на порошковых образцах. Монолитные образцы перед проведением рентгеносъемки протирают спиртом. Для порошковых образцов кусок исследуемого материала измельчают в ступке до мелкодисперсного порошка.

РФА проводят на дифрактометре Empyrean. Полученные рентгенограммы визуально сопоставляют с дифракционными рефлексамии всех эталонных соединений по значениям межплоскостных расстояний d_i (Å) и относительным интенсивностям I_i (%).

Если различия между эталонными и полученными экспериментальными значениями d_i не превышают значения 0,005 (Å) в диапазоне межплоскостных расстояний более 2,5 (Å); значения 0,003 (Å) в диапазоне от 2,5 (Å) до 1,5 (Å) и

0,002 (Å) в диапазоне менее 1,5 (Å), то данная фаза присутствует в исследуемом образце.

2.3 Методы определения свойств шликера

На стадии получения шликера из кварцевого стекла основными контролируруемыми параметрами являются: условная вязкость, плотность, относительная влажность и зерновой состав.

2.3.1 Условная вязкость шликера

Для определения условной вязкости шликера используют вискозиметр Энглера. Установку вискозиметра производят таким образом, чтобы сливная трубка была вертикальной относительно дна. Сливное отверстие перекрывают запорным стержнем, под ним устанавливают мерную колбу объемом 100 мл. Шликер заливают во внутрь вискозиметра, после чего открывают сливное отверстие и запускают секундомер. При достижении шликера отметки в колбе, секундомер останавливают и перекрывают сливное отверстие.

2.3.2 Плотность шликера

Исследуемый шликер помещают в стеклянную колбу объемом 100 мл. Затем колбу устанавливают на лабораторные весы технические ВЛТ-1кг-1 для определения массы шликера (вес колбы предварительно учитывали, фиксируя вес пустой колбы и обнуляя весы).

Плотность шликера $\rho_{\text{шл}}$, г/см³ рассчитывается по формуле:

$$\rho_{\text{шл}} = \frac{m_{\text{шл}}}{V_{\text{шл}}}, \quad (2.2)$$

где $m_{\text{шл}}$ - масса шликера, г; $V_{\text{шл}}$ - объем шликера, г/см³.

2.3.3 Относительная влажность шликера

Относительную влажность шликера определяют на анализаторе влажности марки AND MX-50. Отобранную пробу шликера весом 4-6 г

помещают на чашу для образца внутри прибора и высушивают до постоянной массы.

2.3.4 Зерновой состав шликера

Для определения содержания частиц размером более 0,63 мкм проводят предварительную сушку тигля до постоянной массы. В тигель помещают 50 г шликера и выливают его на сито с размером ячейки 0,063 мм, промывая осадок водой. Шликер, промытый водой, сливают через сито и повторяют эту операцию до тех пор, пока последняя порция воды не станет прозрачной.

Промытый на сите остаток помещают под лампу прибора для ускоренного определения влажности 062М, сушат 20 мин. Сухой остаток на сите взвешивают.

Влажность шликера определяют на приборе МХ-50 по п. 2.3.3. Расчет содержания частиц размером более 0,63 мкм в шликере, T , %, производят по формуле:

$$T = \frac{q \cdot 100}{P \cdot \frac{100 - W_{от}}{100}}, \quad (2.3)$$

где T - остаток на сите, %; q - масса сухого остатка на сите, г; P - масса шликера в тигле, г; $W_{от}$ - относительная влажность, %.

Количество частиц твердой фазы размером до 5 мкм определяют методом лазерной дифракции (статического лазерного рассеяния) на лазерном анализаторе распределения размеров частиц Partica LA-950.

Данный метод основан на анализе пространственного распределения рассеянного излучения для определения размеров частиц. В дифракционном анализаторе используют лазер и светодиод (красный и синий спектры соответственно), чтобы рассеять свет на частицах в потоке жидкости, проходящем через измерительную ячейку. Распределение излучения в плоскости рассеяния регистрируется при помощи матрицы датчиков. Для интерпретации картины рассеяния используют теорию рассеяния Ми или дифракции Фраунгофера. Используя встроенные программные средства,

картина рассеяния автоматически интерпретируется. Теория рассеяния Ми применяют, когда известен показатель преломления суспензии и предполагают, что рассеивающие частицы - сфера. Теория Фраунгофера используют, когда оптические свойства рассеивающих материалов неизвестны, и представляют частицы в виде непрозрачных дисков, диаметр которых определяется в процессе измерения. Компьютерная программа выводит графики и таблицы, отображающие распределение частиц по размерам - объемное, числовое и поверхностное.

2.4 Методы определения свойств керамики

Качество материала керамических антенных обтекателей подтверждают путем определения свойств керамических образцов-спутников, которые изготавливают из припуска заготовки.

Контроль качества материала проводят по определению кажущейся плотности и механической прочности, в качестве показателя которой выступает предел прочности при статическом изгибе.

Сущность метода определения *кажущейся плотности* заключается в определении: 1) массы сухого образца путем взвешивания его на воздухе; 2) объема пор путем взвешивания образца, насыщенного водой; 3) объема образца методом гидростатического взвешивания.

Керамические образцы высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре $(160 \pm 40)^\circ\text{C}$. После чего определяют массу высушенных и охлажденных образцов на весах ВЛТ - 1 кг-1.

Насыщение образцов водой производят на вакуумной установке (рис. 2.1). Гидростатическое взвешивание проводят с применением приспособления, показанного на рисунке 10. Насыщенные водой образцы взвешивают на воздухе.

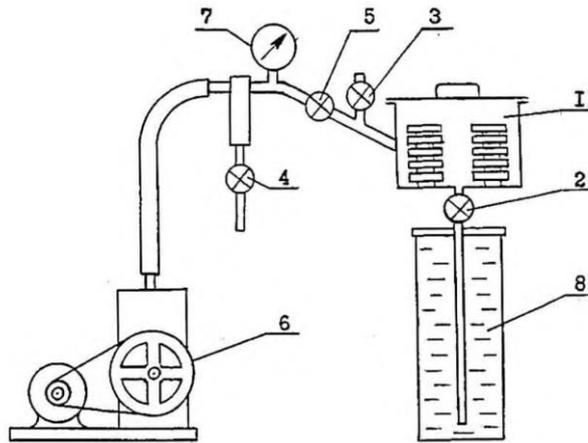


Рисунок 2.1 - Схема оснастки для насыщения водой образцов: 1 - камера; 2, 3, 4, 5 - вентили; 6 - вакуумный насос; 7 - вакуумметр; 8 - бак с дистиллированной водой.

Кажущуюся плотность, γ , г/см³, вычисляют по формуле:

$$\gamma = \frac{m_c \cdot \gamma_B}{m_H - m_T}, \quad (2.4)$$

где m_c - масса высушенного образца, г; m_H - масса насыщенного водой образца при взвешивании в воздухе, г; m_T - результат гидростатического взвешивания насыщенного образца, г; γ_B - плотность воды, г/см³.

Предел прочности при статическом изгибе, $\sigma_{изг}$, - это нормальное напряжение, вычисленное условно по формулам для упругого изгиба и соответствующее наибольшей нагрузке, предшествующей разрушению образца.

Сущность метода заключается в определении величины разрушающей нагрузки при изгибе образца, свободно лежащего на двух опорах, сосредоточенной силой, приложенной в середине пролета, с последующим вычислением максимального напряжения, возникающего в среднем сечении образца или в плоскости его разрушения (рис. 2.2).

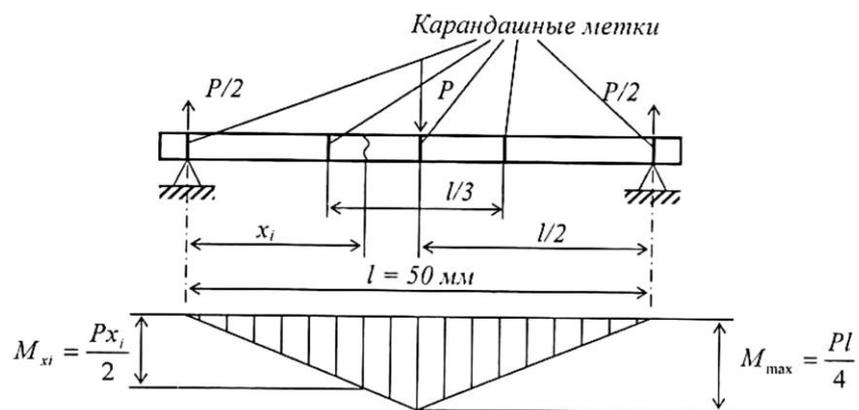


Рисунок 2.2 - Схема нагружения образца.

Образцы помещают в приспособление установки. Испытание проводят постепенным наращиванием нагрузки со скоростью перемещения подвижной траверсы, равной 4 мм/мин (скорость возрастания нагрузки не более 40 Н/с) вплоть до разрушения образца. Фиксируют наибольшую разрушающую нагрузку, достигнутую при испытании.

Предел прочности образца при статическом изгибе, $\sigma_{\text{изг}}$, кгс/мм², в области упругой деформации по максимальному моменту M_{max} вычисляют по формуле:

$$\sigma_{\text{изг}} = \frac{M_{\text{max}}}{W} = \frac{3Pl}{2bh^2} \quad (2.5)$$

где M_{max} - максимальный момент, кгс·мм; W - момент сопротивления, для образцов прямоугольного сечения равен $\frac{bh^3}{6}$, мм³; P - величина разрушающей нагрузки, кгс; l - расстояние между опорами, мм; b и h - ширина и высота образца, соответственно, мм.

2.5 Метод визуально-оптического контроля изделий

Визуально-оптический контроль поверхности изделий из кварцевой керамики для обнаружения дефектов основан на использовании эффекта

ослабления интенсивности светового потока при его прохождении через дефекты в структуре материала.

Для обеспечения более высокой оптической прозрачности изделия перед проведением контроля его помещают в воду на 20 минут, после чего высушивают до полного исчезновения блеска водяной пленки на поверхности. Погружение в воду позволяет заполнить поры и улучшить однородность материала, а также снизить рассеяние света на границах раздела сред (рис.2.3).

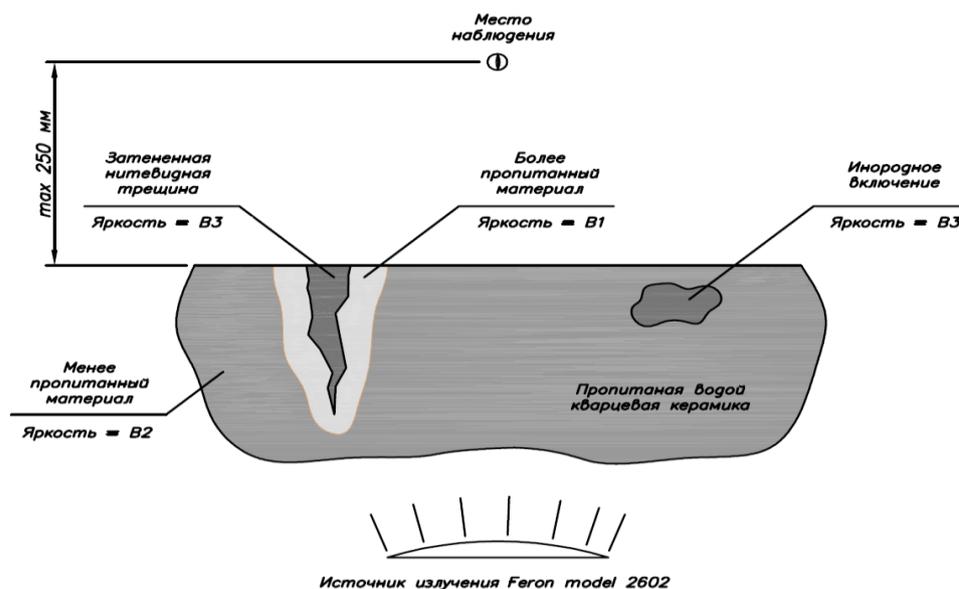


Рисунок 2.3 - Схема проявления дефектов на поверхности керамического изделия в проходящем излучении.

Контроль поверхности изделий проводят в специально оборудованной комнате, где используют прожекторы для освещения. Прожекторы установлены в специальные устройства для контроля наружной и внутренней поверхностей оболочки. На первом этапе обнаруживают дефекты на наружной и внутренней поверхностях, используя прошедшее излучение. На втором этапе определяют местоположение обнаруженных дефектов, применяя отраженное излучение.

Трещина на поверхности изделия в прошедшем излучении представляет собой темную серую линию. Обнаруженная линия окружена светлым ореолом, который светится ярче, чем остальная подсвечиваемая поверхность. Включение в прошедшем излучении представляет собой светлое или темное пятно, имеющее четкие границы, которые зависят от природы включения.

Глава 3. Анализ технологических и производственных факторов, влияющих на образование дефектов в керамических обтекателях

В АО «ОНПП «Технология» им.А.Г.Ромашина» разработан стандарт 596.03.249-2008 «Изделия керамические. Качество поверхности. Термины и описание дефектов», в котором приводится классификация дефектов, свойственных керамическим обтекателям. Согласно ему, различают следующие виды дефектов:

- трещина – нарушение сплошности материала, длина и глубина которого существенно превышает ширину;
- царапина, риска – углубление, длина которого существенно превышает глубину и ширину;
- открытая пора (раковина) – углубление любой формы и размера как на обработанной, так и на необработанной поверхности;
- скол – нарушение поверхности в результате скалывания части материала;
- разнотонность – часть поверхности, отличающаяся по цвету (оттенку) от остальной поверхности изделия;
- включение – включение, отличающееся от основного материала по химическому составу и структуре;
- посечка – сетка мелких трещин, длина, глубина и ширина которых сравнима по размеру;
- разноплотность – неоднородность структуры и плотности материала по поверхности;
- недолив – не полностью заполненная шликером гипсовая форма, приводящая к несформированной верхней части заготовки.

Наличие таких дефектов, как трещина, включение и раковина (размерами, превышающими требования конструкторской документации) может привести к существенному снижению качества, надежности или вовсе к

полному разрушению изделия в процессе его эксплуатации (см. рисунок 3.1). Зачастую инициатором таких разрушений является скрытый дефект.



Рисунок 3.1. Разрушенный керамический обтекатель.

К сожалению, существующий стандарт только описывает возникающие дефекты в керамических изделиях, но не указывает на предполагаемую причину их образования и возможные решения по их снижению или вовсе устранению.

Для поиска возможных причин образования дефектов в керамических обтекателях был проведен статистический анализ видов дефектов, выявленных в изделиях за 2018-2020 гг.



Рисунок 3.2 – Виды дефектов и их соотношение в керамических обтекателях за 2018-2020 гг.

На рисунке 3.2 представлены виды дефектов керамических обтекателей и их соотношение. Наибольшую долю составляют трещины (68 %), после них - включения, несоответствие свойств, скол носка (несоответствие высоты), раковины и прочие дефекты.

В связи с тем, что наибольшую долю дефектов составляют трещины, для более детального анализа возможных причин их образования, трещины были разделены на подтипы:

- множественные и единичные с раскрытием;
- на носке;
- в теле заготовки без раскрытия;
- сетка трещин (кристобалит).

Перечисленные выше подтипы трещин схематично представлены на рисунке 3.3.

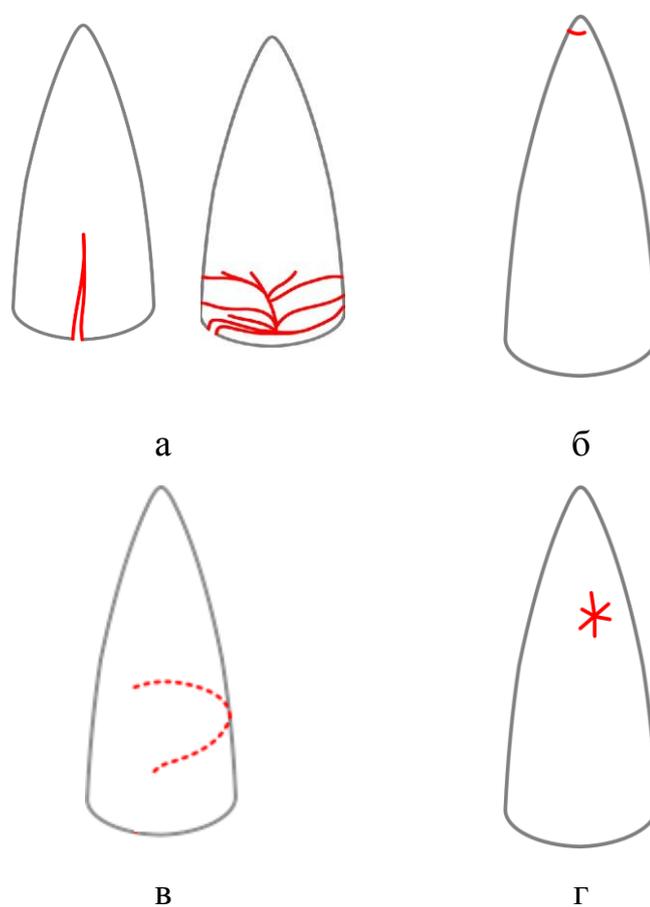


Рисунок 3.3 – Виды трещин в керамических обтекателях: а) единичные и множественные с раскрытием; б) на носке; в) в теле изделия без раскрытия; г) кристобалит

Для установления возможных причин образования дефектов на фрагментах керамических изделий с различными дефектами были проведены фрактографический и микроструктурный анализ. На рисунках 3.4 - 3.10 представлены фотографии и микроструктура основных видов дефектов.

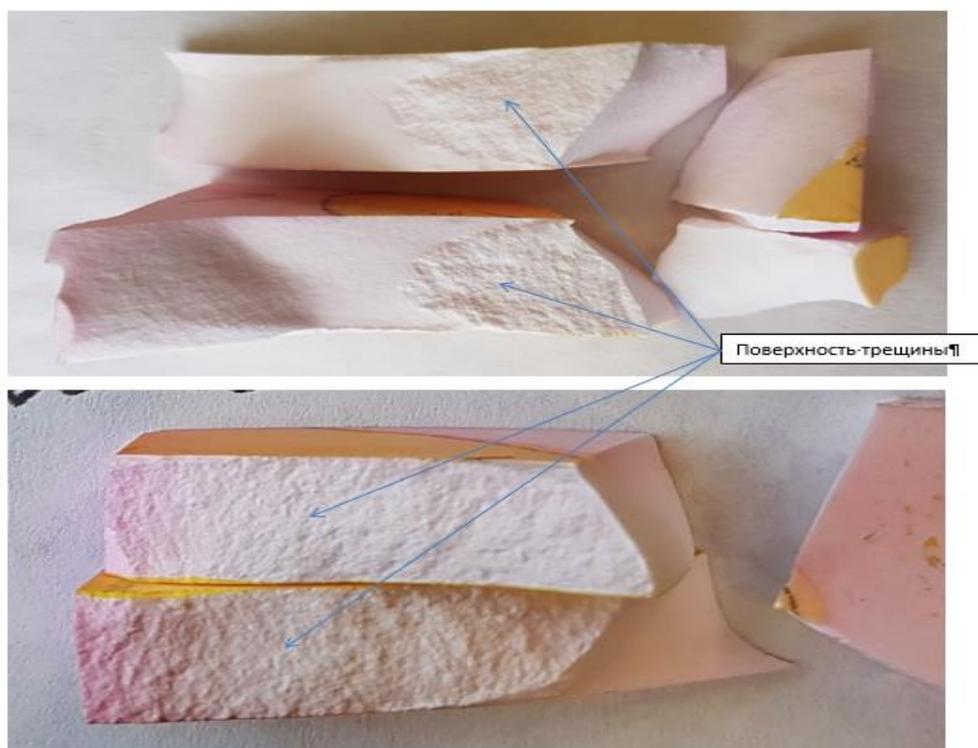


Рисунок 3.4 – Фотографии фрагментов заготовки с трещинами.



Рисунок 3.5 - Фрагменты заготовки с гладкой и грубой поверхностью разрушения.

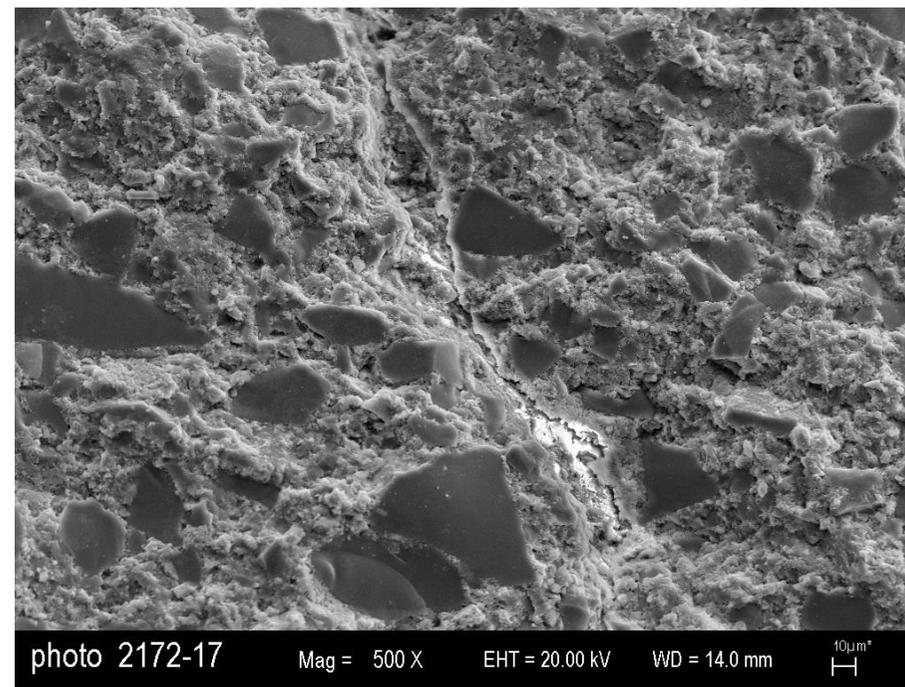
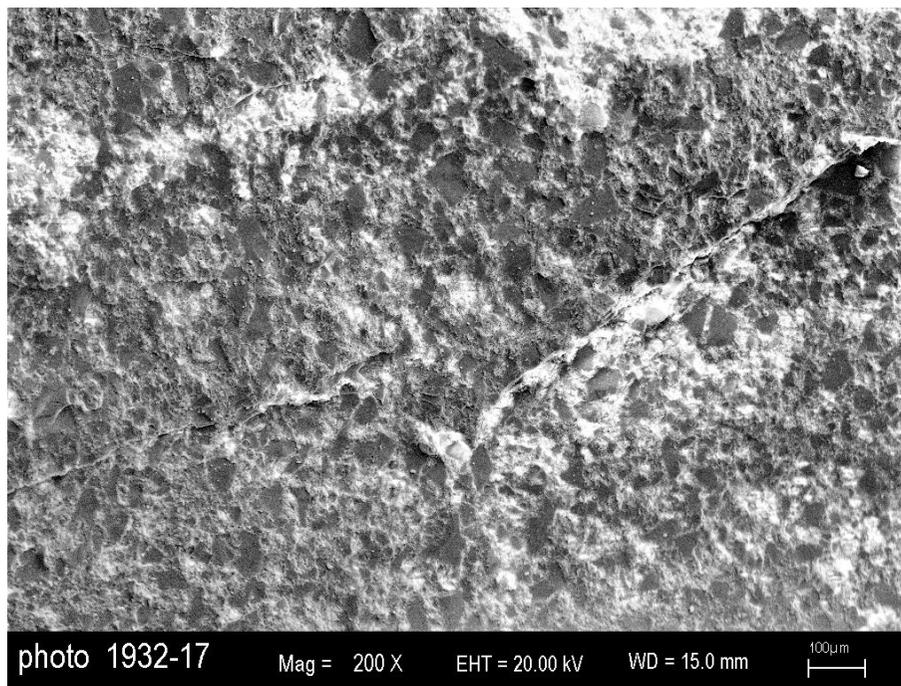


Рисунок 3.6 – Микроструктура фрагмента с трещиной.

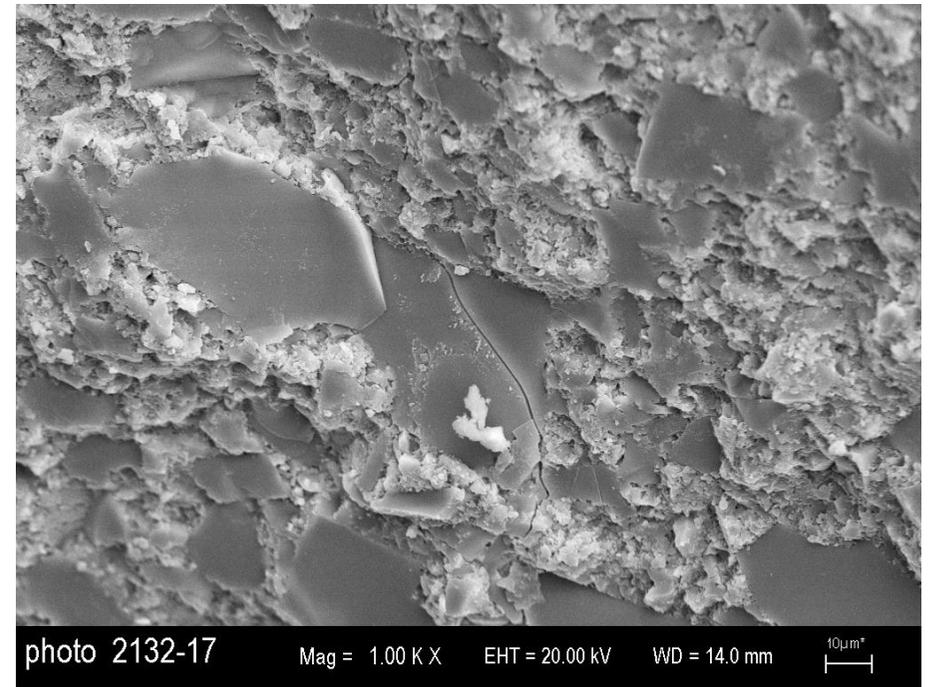
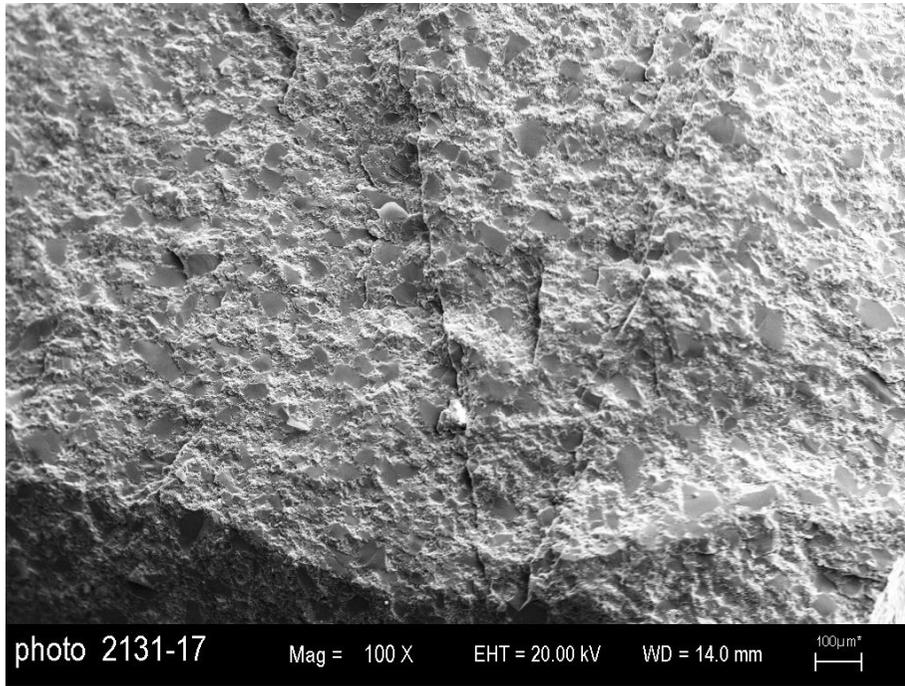
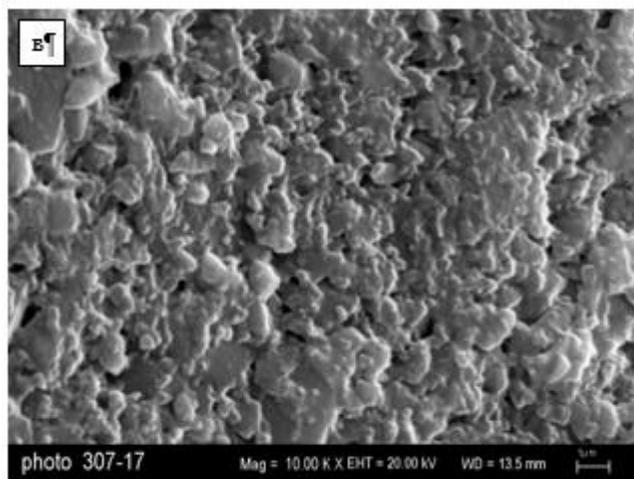
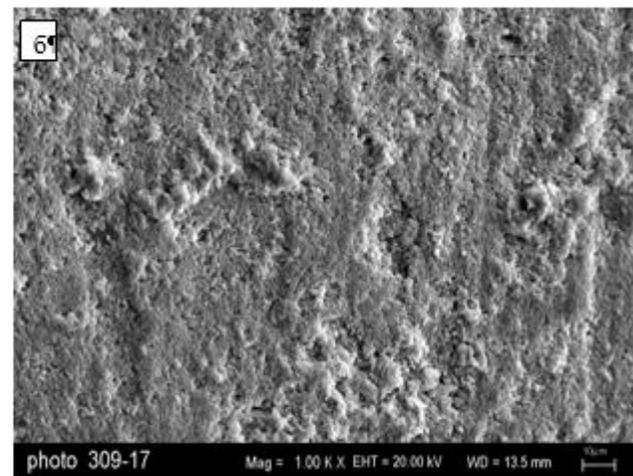
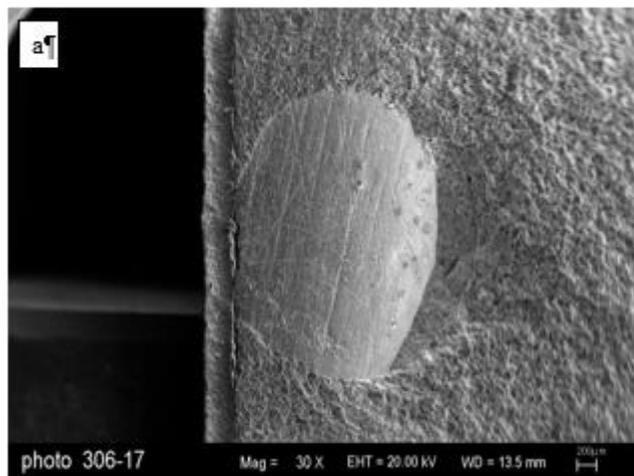


Рисунок 3.7 – Микроструктура фрагмента с множественными трещинами.



Spectrum: Acquisition: 2691-17

El	W	Series	un	C	norm	C	Atom	C	Error	(1	Sigma)
			[wt.%]		[wt.%]		[at.%]				[wt.%]
Q	8	K-series	36,35	44,54	62,37						4,57
Al	13	K-series	0,29	0,36	0,30						0,04
Si	14	K-series	37,07	45,42	36,24						1,61
Au	79	L-series	7,90	9,68	1,10						0,34
Total			81,62	100,00	100,00						

Рисунок 3.8 – Микроструктура фрагмента с включением.

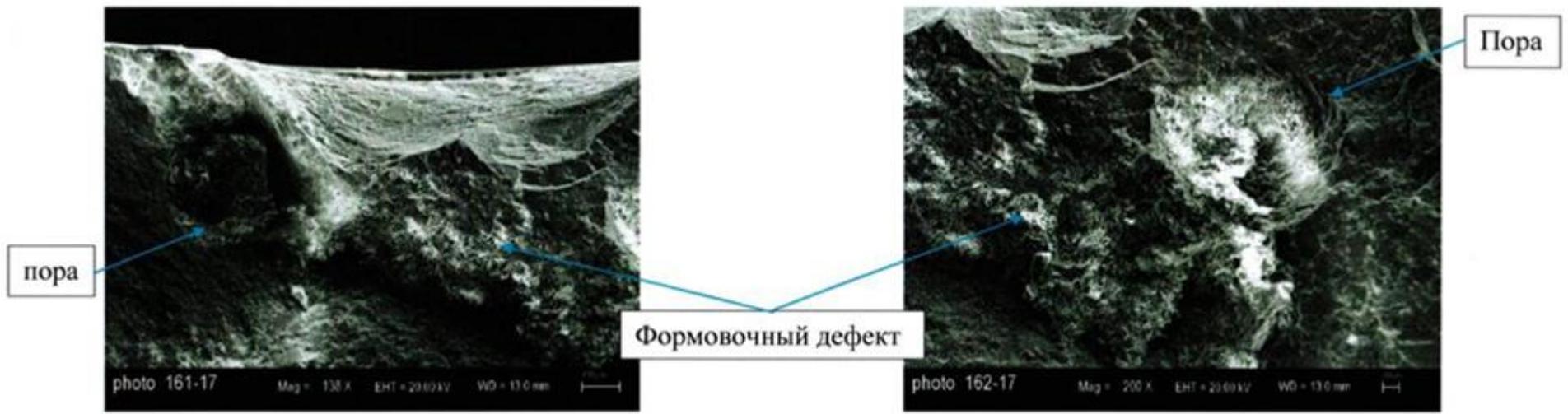


Рисунок 3.9 – Микроструктура фрагмента с порой.

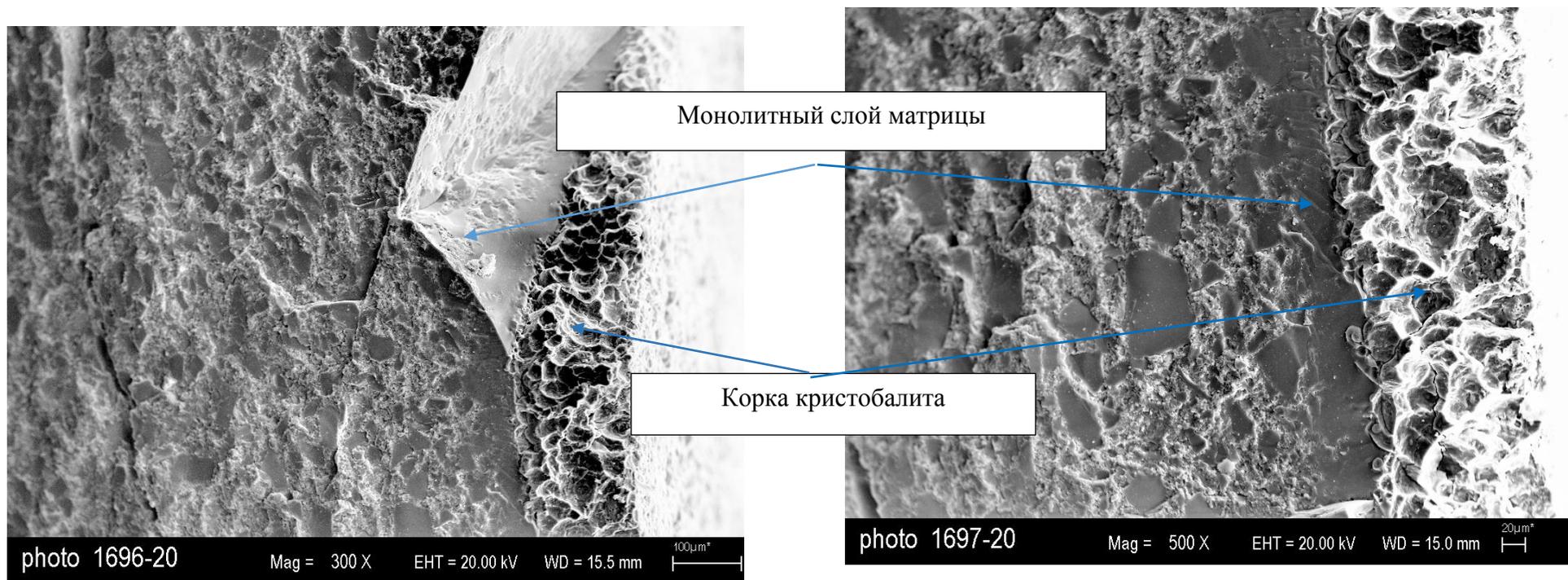


Рисунок 3.10 – Микроструктура фрагмента в зоне кристаллизации.

Фрактографические и микроструктурные исследования показали:

1) Трещины могут быть *формовочными* (сформированные на этапе набора заготовки или ее сушки) или обжиговые (образованные в процессе обжига в монолитном, сформированном материале).

Поверхность *формовочных* трещин на изломе шероховатая с неровными границами (рисунок 3.4). Макроструктура поверхностей трещин хорошо выражена и они имеют четкие границы, для таких трещин характерна прерывистость.

Поверхность *обжиговых* трещин гладкая с ровными границами (рисунок 3.5), их микроструктура не отличается от характерной микроструктуры материала заготовки. Как правило траектория трещины не прерывается.

2) В состав большинства включений входят O и Si, которые и являются основными элементами материала самой заготовки.

3) В зоне трещин характер разрушения может быть как внутрикристаллический, так и межкристаллитный.

4) Природа образования большей части исследованных дефектов связана с формированием микроструктуры материала, меньшей части – с человеческим фактором.

На основании проведенного анализа литературных данных, статистических данных по дефектам и их соотношению, результатов микроструктурного анализа дефектов можно выделить их причины образования. На рисунке 3.11 представлен перечень возможных этапов образования дефектов в процессе изготовления керамического антенного обтекателя.

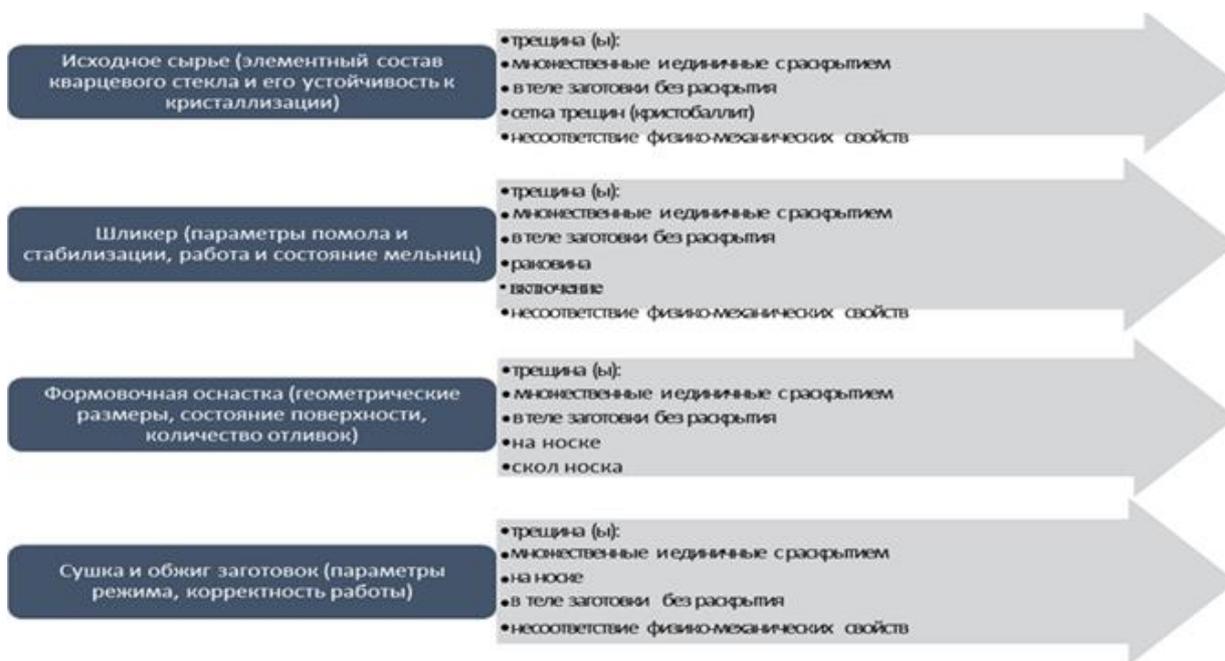


Рисунок 3.11 - Дефекты и возможные этапы образования в керамических антенных обтекателях в процессе их изготовления.

Как видно из рисунка 3.11 чаще всего вероятные причины образования дефектов могут быть связаны с качеством исходного сырья, особенностями формовочной оснастки, заложены в процессе приготовления шликера и (или) сушки заготовки.

Дальнейшая работа направлена на исследования влияния качества исходного сырья, параметров процесса измельчения кварцевого стекла и особенностей формования и сушки керамических заготовок.

Глава 4. Исследование параметров кварцевого стекла и совершенствование процесса его измельчения

В настоящее время в качестве сырьевых материалов для производства обтекателей из кварцевой керамики используют трубы и стержни из прозрачного кварцевого стекла.

В зависимости от исходного сырья для кварцевого стекла, в качестве которого выступает кварцевый концентрат сорта RQ-2К или RQ-3К из сырья жилы №175 Кыштымского месторождения, и метода его производства могут следующие основные макро и микродефекты, главным образом оказывающие влияние на его свойства:

- реликты кварца, кристобалита, в том числе новые образования кристобалита. При воздействии температур выше 1450 °С идет превращение кварца в кристобалит а также прямое плавление кварца с образованием кварцевого стекла [92];

- оксиды и прочие соединения металлов, которые формируют точечные стеклообразные включения различного химического состава;

- соединения кремния низшей степени окисления;

- гидроксильные группы, хлор, водород, оксиды углерода и ряд других газов.

Включения кристобалита могут быть следствием расстекловывания стекла в процессе его плавного охлаждения, если образования кварца в стекле носят в основном только реликтовый характер. Центрами кристаллизации будут выступать пузыри и сторонние включения. На активацию кристаллизации кварцевого стекла оказывает влияние наличие в нем кристаллических модификаций.

Операция мокрого измельчения дробленного кварцевого стекла и приготовление шликера является наиболее важной и служит будущим фундаментом качества керамического материала, т.к. от качества полученного шликера зависит пористость, плотность и целостность будущей заготовки. Склонность труб и стержней к кристаллизации может оказать влияние на

технологические и производственные характеристики процесса изготовления керамических заготовок, а также на основные свойства и микроструктуру материала изделий из кварцевой керамики.

Длительность приготовления шликера для изделий из кварцевой керамики влияет на динамику и скорость изготовления изделий в АО «ОНПП «Технология им.А.Г.Ромашина», являясь «узким» местом производственного цикла изготовления заготовок, и варьировалась от 24 до 40 ч. Стабилизация продолжительности помола кварцевого стекла поможет повысить стабильность параметров шликера, что в свою очередь уменьшит вероятность возникновения сбоев в производстве. Уменьшение продолжительности помола кварцевого стекла при приготовлении шликера позволит уменьшить производственный цикл изготовления керамических изделий.

4.1 Оценка влияния массовой доли примесей в кварцевых концентратах на качество труб, стержней и заготовок из кварцевой керамики

Процесс кристобалитизации кварцевого стекла интенсифицируется многочисленными примесными ионами. Выявлено отрицательное воздействие щелочных элементов и их оксидов в ряду $\text{Na}_2\text{O} \rightarrow \text{K}_2\text{O} \rightarrow \text{CaO} \rightarrow \text{MgO}$. С ростом содержания указанных элементов и их оксидов увеличивается способность к появлению кристаллизации. Примеси Al_2O_3 , в зависимости от выступающей роли иона Al^{3+} : стеклообразователь или модификатор, оказывают неоднозначное влияние: определенное его количество приводит к замедлению кристаллизации, а повышенное содержание, наоборот, усиливает кристаллизацию [94].

Сорта кварцевого концентрата сорта RQ-2К и RQ-3К отличаются по количеству примесей. RQ-3К специально разработан как недорогой материал для внешнего слоя тиглей для солнечной индустрии, а также для производства кварцевых труб мелкого и среднего диаметров, общее количество примесей <12 ppm. RQ-2К разработан для внутреннего слоя тиглей для солнечной и

полупроводниковой индустрии, а также для производства кварцевых труб и кварцевых заготовок, общее количество примесей <10 ppm. Типичные значения по массовой доле элементов обоих сортов представлены в таблице 4.1 [95].

Таблица 4.1. Типичные значения по массовой доле элементов для концентрата сорта RQ-2К и RQ-3К [95].

Сорт	Содержание элементов, ppm												
	Al	B	Ca	Cr	Cu	Fe	K	Li	Mg	Mn	Na	Ni	Ti
RQ-2К	4,1	0,07	0,14	0,02	0,01	0,21	0,15	0,29	0,06	0,01	0,34	0,01	2,9
RQ-3К	5,2	0,08	0,39	0,01	0,01	0,39	0,25	0,29	0,11	0,01	0,5	0,01	2,8

При проведении входного контроля в АО «ОНПП «Технология» им. А.Г.Ромашина» в 2020 г было установлено, что несколько партий труб из кварцевого стекла и стержней из кварцевого стекла не соответствуют требованиям п.1.1.12 ТУ 1-596-476-2011 по устойчивости к кристаллизации: на поверхности образцов труб и стержней после термической обработки при T=1250 °С в течение 2-х часов по п. 4.6 ТУ 1-596-476-2011 были обнаружены следы кристаллизации (см. рис.4.1).

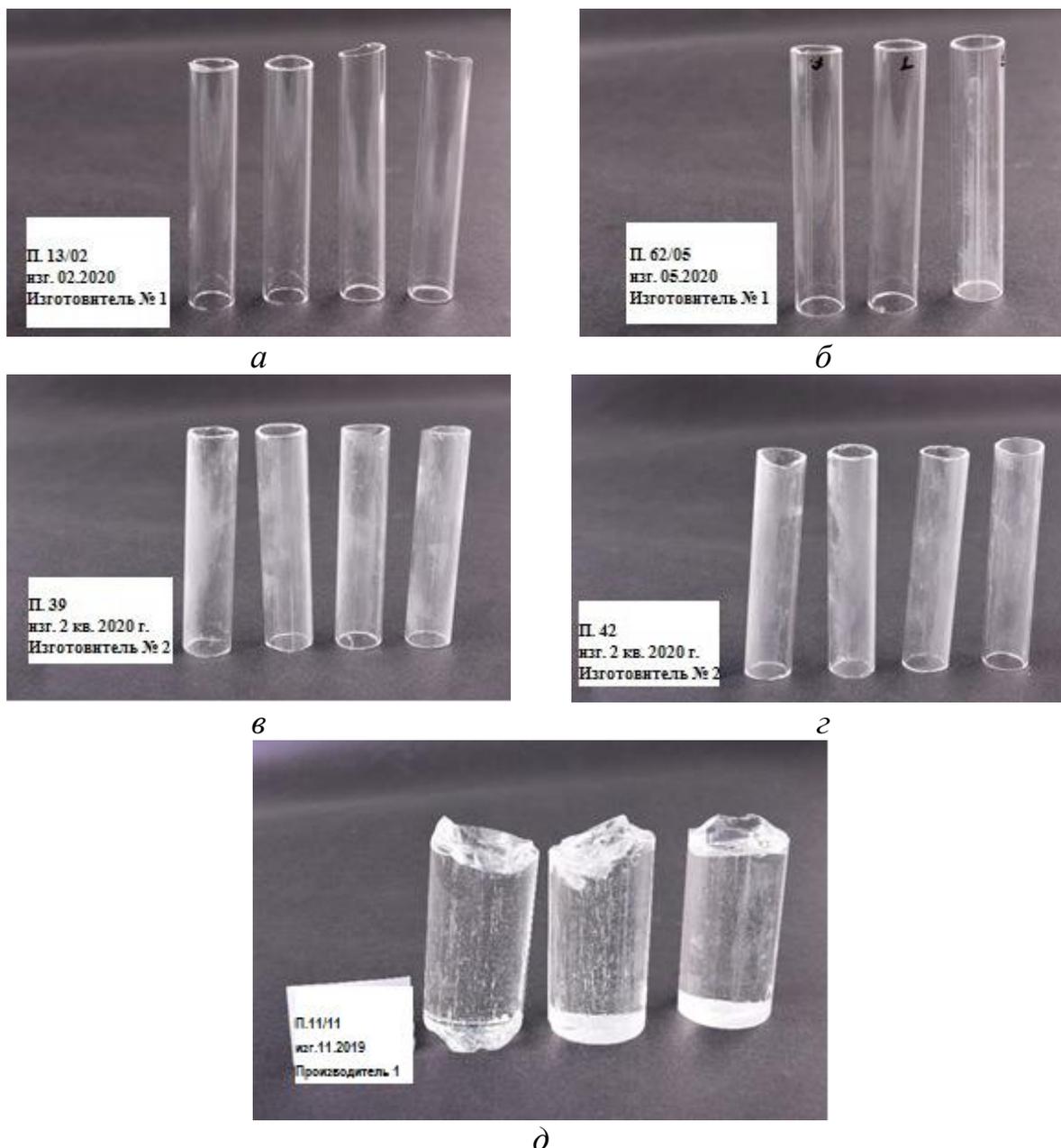


Рисунок 4.1 – Внешний вид образцов от партий труб и стержней из кварцевого стекла, запущенных в производство после испытаний на устойчивость к кристаллизации: а – поверхностная кристаллизация в виде точек; б – поверхностная кристаллизация в виде точек, рисок и пятен; в, г - поверхностная кристаллизация в виде пятен; д – стержни с поверхностной кристаллизацией в виде пятен.

На образцах кварцевых труб и стержней со следами поверхностной кристаллизацией (разного характера) был проведен рентгенофазовый анализ (РФА) в соответствии с внутренней методикой ПМ 596.1910-2018.

Проведенный РФА с поверхности образца (в местах белого налета) показали наличие рентгеноаморфной фазы и присутствие следов следующих кристаллических фаз: β -кварца (гексагональной сингонии) и тридимита (гексагональной сингонии). РФА на порошке показал аморфную фазу.

Согласно требованиям ТУ 1-596-476-2011 поверхности труб и стержней не должны иметь какие-либо загрязнения. Используемый метод приготовления шликера не включает в себя дополнительную очистку поверхности, за исключением промывки дробленых труб в проточной питьевой воде, а затем в дистиллированной воде. Поэтому испытания на устойчивость кристаллизации труб из кварцевого стекла приближены к процессу изготовления изделий из кварцевой керамики. Обжиг изделий осуществляется путем нагрева изделия вместе с печью до заданной температуры, выдерживая его в течение определенного времени, а затем охлаждая изделие в печи. Именно поэтому испытания на устойчивость к кристаллизации труб и стержней осуществляется в печах по режимам обжига заготовок:

- нагрев 200-300 °С/ч
- заданная температура 1250 ± 10 °С;
- заданная выдержка $2 \pm 0,2$ ч;
- охлаждение до температуры 900 ± 10 °С – инерционное, до комнатной температуры – произвольное.

Размещение образцов для испытания на устойчивость к кристаллизации может осуществляться тремя различными способами: на подложке из кварцевой керамики, на кварцевом песке или в стакане из кварцевого стекла.

Чтобы исключить возможное влияние способов подготовки образцов на их устойчивость к кристаллизации, были проведены эксперименты на нескольких партиях труб с применением и без применения ультразвуковой мойки.

Промытые образцы разместили на плоскость. В процессе сушки и термообработки в печи испытуемые образцы относительно плоскости располагались горизонтально (контакт наружной поверхности) и вертикально (контакт торцом). После термообработки провели оценку внешнего вида для выявления признаком кристаллизации.

Установлено, что различные методы сушки образцов и их установки в процессе сушки и термообработки в печи не влияют на появление поверхностной кристаллизации на кварцевых трубах. Также было отмечено, что используемые нагреватели в печах, которые могут быть изготовлены из керамических материалов или металла, также не способствуют образованию поверхностной кристаллизации.

Поэтому далее работа была направлена на исследование влияния химического состава исходного кварцевого концентрата (сорта) на качество получаемых труб и заготовок из кварцевой керамики. Для этого исследуемые кварцевые трубы были разделены на три группы:

- группа 1: кварцевые трубы, запущенные в производство, которые не имели следов кристаллизации на поверхности;

- группа 2: кварцевые трубы, запущенные в производство, на которых при входном контроле наблюдались следы кристаллизации в виде точек, рисок, пятен, но при проведении РФА на порошке кристаллических фаз не было обнаружено.

- группа 3: кварцевые трубы, запущенные в производство с кристаллизацией сплошным слоем, но при проведении РФА на порошке кристаллических фаз не было обнаружено.

Отдельно были рассмотрены партии труб, изготовленных из кварцевого концентрата сорта RQ-2K и трубы из сорта RQ-3K, травленные в плавиковой кислоте HF.

На рисунках 4.2 - 4.3 приведены массовые доли элементов-примесей по результатам входного контроля партий труб, изготовленных из кварцевых концентратов сортов RQ-3K и RQ-2K. На рисунках красными точками

отмечены массовая доля примесей в партиях труб, использованных для изготовления заготовок, на которых обнаружена поверхностная кристаллизация

Партии труб пронумерованы в порядке их использования в производстве в период 08.2020 – 02.2021 г. На рисунках 4.2 - 4.10 показано варьирование содержания элементов в различных партиях кварцевых труб.

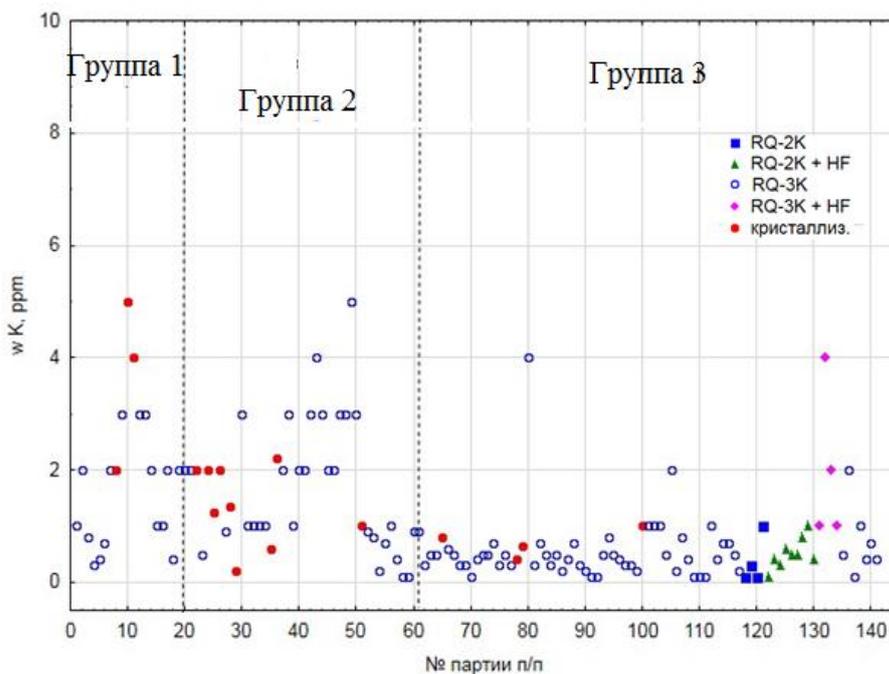
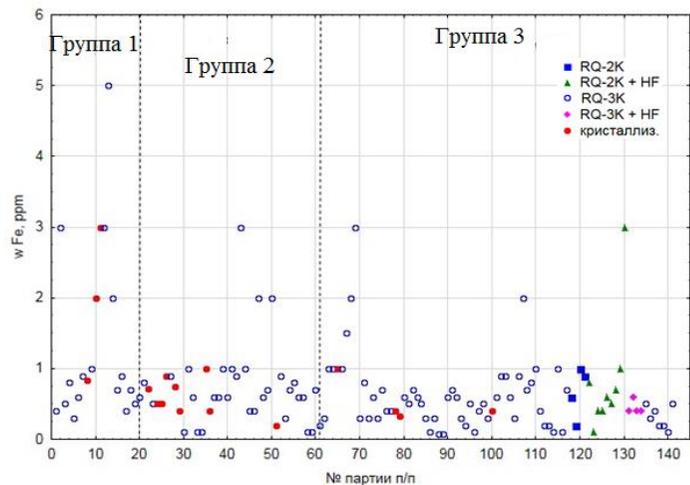
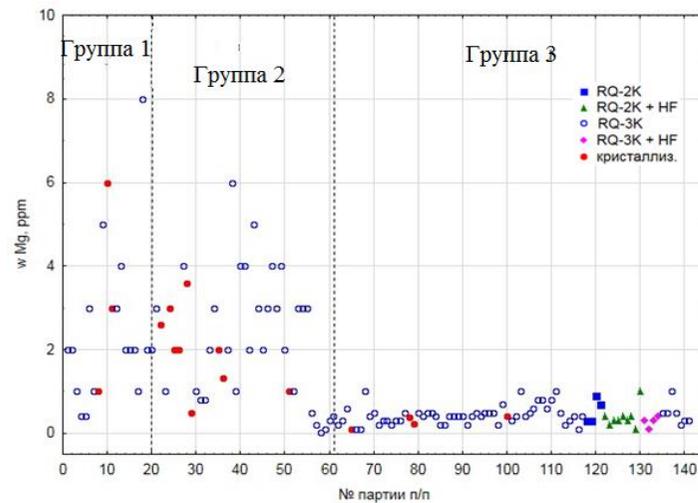


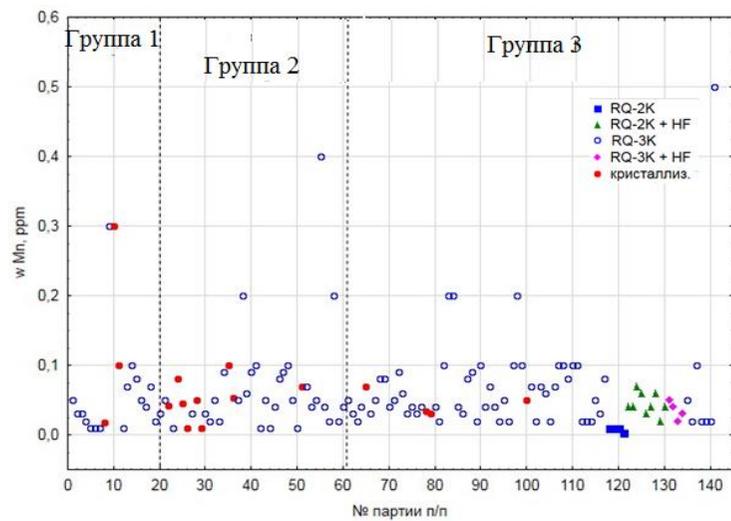
Рисунок 4.2. Массовая доля калия в партиях кварцевых труб.



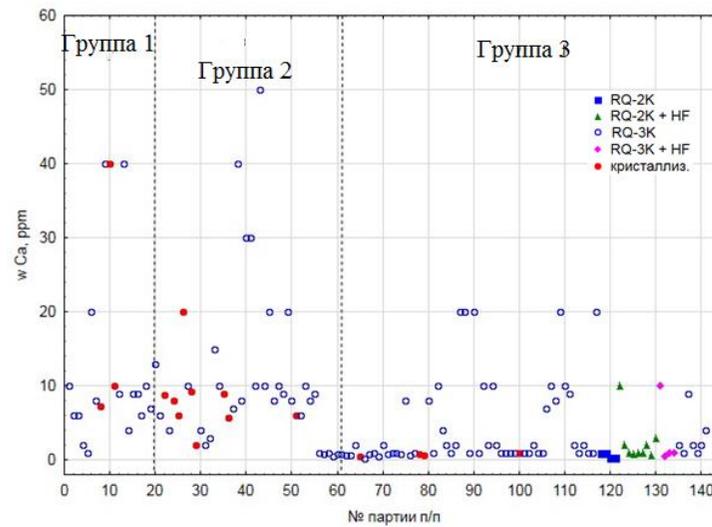
а)



б)

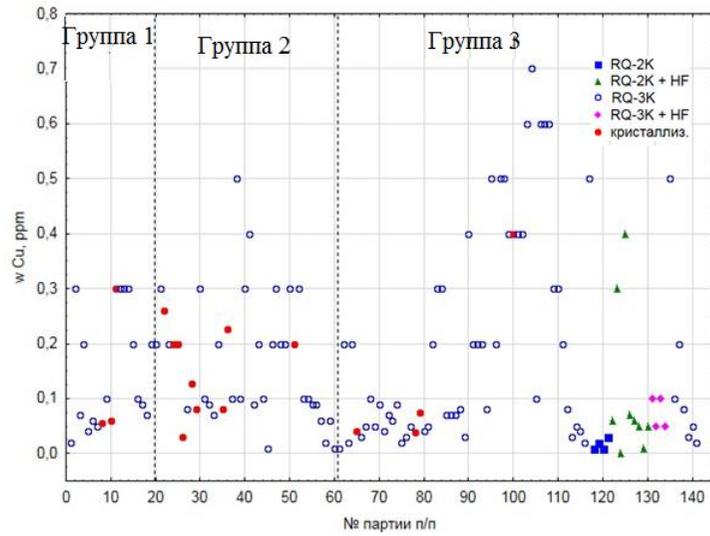


в)

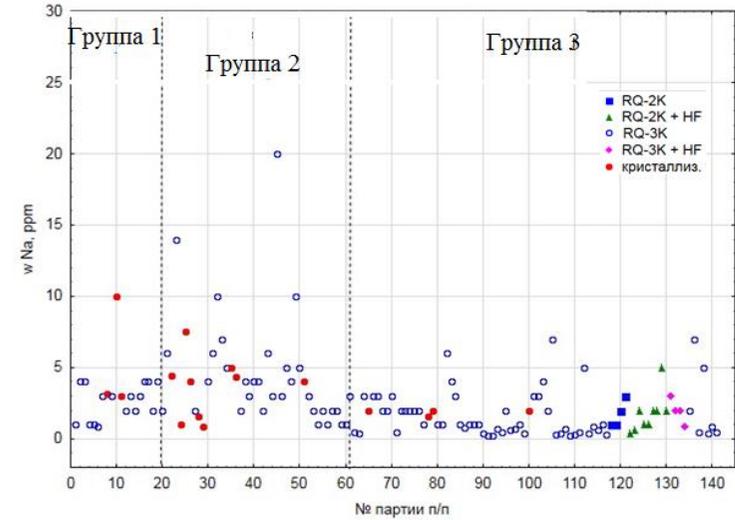


г)

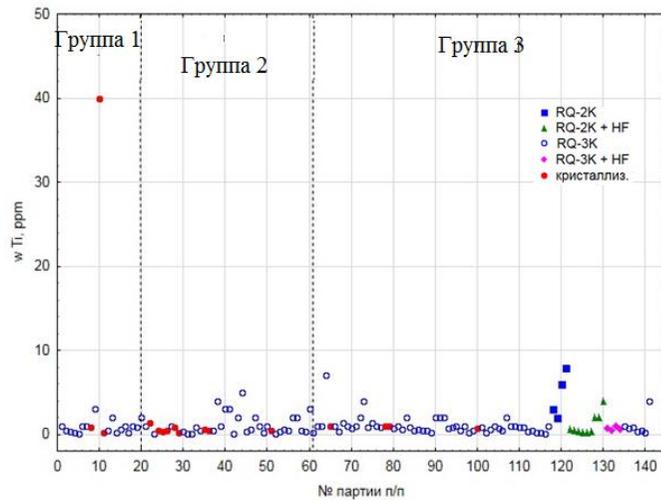
Рисунок 4.2 - Массовая доля элементов в партиях кварцевых труб: а) железа; б) магния; в) марганца; г) кальция



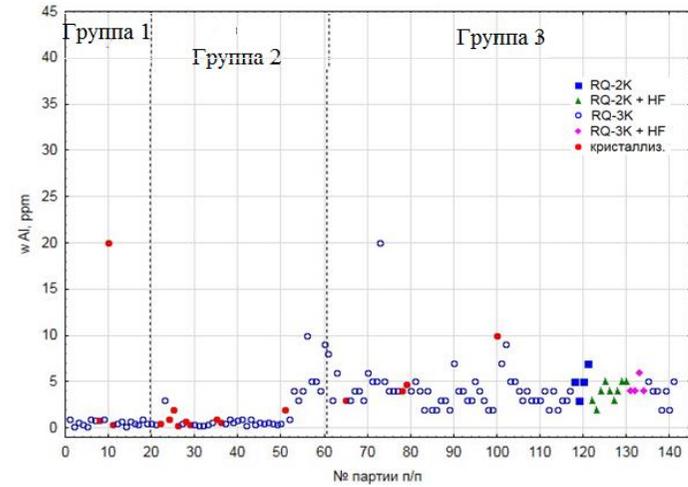
а)



б)



в)



г)

Рисунок 4.3 - Массовая элементов в партиях кварцевых труб: а) меди; б) натрия; в) титана; г) алюминия.

Среди анализируемых партий, партия труб № 47/04 существенно отличается по составу практически по всем элементам (особенно Ti и Al), за исключением Cu. Из данной партии было изготовлено 4 керамических заготовки и лишь на одной была обнаружена поверхностная кристаллизация.

Массовая доля элементов-примесей в партиях труб, использованных в производстве других заготовок с поверхностной кристаллизацией, значимо не отличается от массовой доли элементов-примесей в партиях труб, из которых изготовлены заготовки без поверхностной кристаллизации.

Отмечаются партии труб с повышенным содержанием отдельных элементов-примесей (например, партия № 43/03 – содержит повышенное содержание Fe, Ca; партии № 48/04, 11/02 – Ca, Mn; партия № 32 – Na, K и др.), однако это не привело к кристаллизации изготовленных из них заготовок.

Если сравнивать массовую долю элементов-примесей по группам кварцевых труб, то:

- по массовой доле Fe, Mn, Cu, Na и Ti группы 1, 2, 3 значимо не различаются;
- медиана распределения массовой доли Ca в трубах группы 3 составляет значение, близкое к нулю, тогда как в группах 1 и 2 на порядок больше и больше рассеяние;
- распределение содержания Mg в партиях труб группы 3 значимо уже, меньше разброс;
- разброс содержания Al в партиях труб группы 3 значимо возрос по сравнению с группами 1 и 2;
- медиана распределения массовой доли K в трубах группы 3 значимо меньше и меньше рассеяние, чем в группах 1-2.

Кварцевые трубы из группы 1 и 2 идентичны по массовой доле примесей, однако на трубах из группы 2 имелись следы кристаллизации. Это объясняется тем, что устойчивость к кристаллизации кварцевого стекла

зависит не только от массовой доли примесей, но и от технологических параметров наплава.

За время проведения исследований было изготовлено более 1000 керамических заготовок разных габаритов (от 500 до 1100 мм в высоту). Среди них только на 18 была обнаружена поверхностная кристаллизация в виде сетки трещин. Кристаллизация возникала на одной из 5-6 заготовок, отформованных из одной партии шликера.

Это позволяет сделать вывод, что поверхностная кристаллизация труб при испытаниях на устойчивость к кристаллизации (при входном контроле) в незначительной степени, когда при анализе по методике ПМ 596.1910-2018 в порошке не обнаруживаются следов кристаллизации, не коррелирует с кристаллизацией кварцевой керамики в заготовках. Одной из причин такого несоответствия может быть повышенная температура и продолжительность обжига заготовок (1275 °С – 2 ч 40 мин) по сравнению с испытаниями труб на устойчивость к кристаллизации (1250 °С – 2 ч).

Основное и наиболее существенное влияние на поверхностную кристаллизацию заготовок из кварцевой керамики оказывает загрязнение поверхности материалом гипсовых форм. Перед обжигом заготовки зачищаются. Однако из-за одинакового белого цвета гипса и кварцевой керамики сложно осуществить зачистку от гипса всей поверхности заготовки. Из 18 заготовок с обнаруженной поверхностной кристаллизацией технологическими потерями стало 11 шт. на различных операциях. Кристаллизация не стала причиной технологических потерь этих заготовок, место расположения трещин в этих заготовках не совпадает с местом обнаруженной поверхностной кристаллизации.

После проверки партий труб, сделанных из кварцевых концентратов RQ-3K и RQ-2K, не было обнаружено разницы в содержании примесей. Массовые доли элементов-примесей в партиях труб, из которых изготовлены заготовки с обнаруженной поверхностной кристаллизацией с посечками и без кристаллизации, как правило, значимо не отличаются. Вероятно, кристаллизация на заготовках связана с случайными причинами, такими как загрязнение поверхности материалом гипсовых форм.

4.2 Оценка влияния дополнительной очистки кварцевых труб на технологические параметры изготовления и качество изделий

Для исследования влияния дополнительной очистки поверхности труб, изготовленных из кварцевого концентрата RQ-3K, путем промывки (травления) в растворе фтористоводородной кислоты HF с последующей промывкой в проточной питьевой воде, затем в проточной деионизированной воде были исследованы две партии труб от двух изготовителей.

Образцы труб после испытаний на устойчивость к кристаллизации (термообработки в печи) представлен на 4.4 и 4.5.

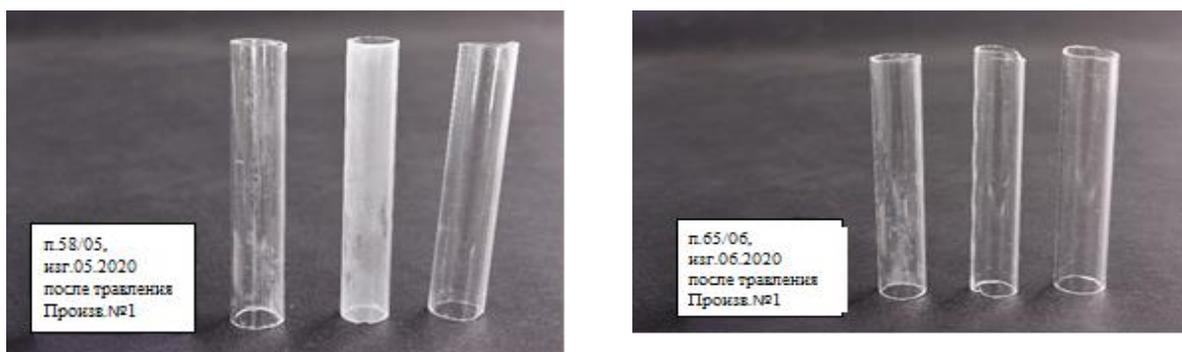


Рисунок 4.4 - Внешний вид труб партий №№ 58/05 и 65/06 (производителя №1) после испытаний на устойчивость к кристаллизации.



Рисунок 4.5 - Внешний вид труб партий №№ 9К и 10К (производителя №2) после испытаний на устойчивость к кристаллизации.

Как представлено на рисунках 4.4 и 4.5 после испытаний на устойчивость к кристаллизации при входном контроле на одном из трёх образцов п. № 58/05 наблюдалась кристаллизация сплошным слоем по всей поверхности, на образцах партий №№ 65/06, 9К, 10К имела место локальная кристаллизация в виде пятен, что свидетельствует о том, что очистка поверхности труб путем промывки в растворе HF не исключает поверхностную кристаллизацию труб при испытаниях на устойчивость к кристаллизации при входном контроле.

Для оценки влияния травления кварцевых труб на качество приготавливаемого шликера и изготовленных из него изделий был приготовлен шликер и изготовлены изделия в соответствии с действующей документацией.

В таблице 4.2 представлены требования к параметрам шликера для изготовления изделий из кварцевой керамики, а в таблице 4.3 приведены и параметры полученных шликеров.

Таблица 4.2. Требования к шликеру из кварцевого стекла.

Параметры окончания помола кв.труб				Параметры шликера, пригодного для формования заготовки					
ρ , г/см ³	W, %	T ₀₀₆₃ , %	pH	ρ , г/см ³	η , с	W, %	pH	T ₆₃ , %	T ₀₅ , %
≥1,86	-	2,5-11,00	≥4	1,87-1,90	40-75	-	4,0-6,4	4,0-7,6	20-35

Согласно действующей документации дроблённые кварцевые трубы необходимо промывать сначала в проточной, затем в дистиллированной воде. При промывке дробленых труб производили измерения pH как проточной, так и дистиллированной воды до и после промывки травленных труб, понижения pH при этом не наблюдалось.

Таблица 4.3 – Параметры шликеров, полученных из труб, травленных в растворе HF.

Номер помола	После помола				После стабилизации					
	ρ , г/см ³	W, %	T ₀₀₆₃ , %	pH	ρ , г/см ³	η , с	W, %	pH	T ₀₀₆₃ , %	C, %
Партия труб 58/05										
1	1,87	15,10	5,8	5,03	1,87	70	15,54	5,18	6,6	26,23
2	1,87	15,58	5,5	4,54						
3	1,88	15,20	7,4	4,97						
4	1,87	15,20	7,0	4,33						
1	1,88	15,02	5,7	5,00	1,88	70	14,64	4,94	6,6	23,92
2	1,87	15,36	7,1	4,60						
3	1,88	14,38	6,4	4,77						
4	1,88	14,07	6,4	4,72						
Партия труб 65/06										
1	1,89	13,90	7,0	5,21	1,88	73,6	14,97	5,52	6,8	23,44
2	1,88	14,64	6,5	4,70						
3	1,88	14,73	7,0	4,82						
4	1,87	15,03	7,0	4,46						
1	1,87	15,16	6,0	5,47	1,87	57	15,37	6,09	6,2	23,77
2	1,86	15,49	6,2	5,42						
3	1,86	15,37	6,71	5,31						
4	1,87	15,71	6,0	5,89						
Партия труб 9К										
1	1,87	15,32	6,5	5,89	1,88	61	14,70	5,65	6,7	21,87
2	1,87	15,77	6,0	5,76						
3	1,88	14,50	6,6	5,53						
4	1,88	15,11	7,0	5,28						
5	1,88	14,95	6,7	5,41						
1	1,88	14,79	6,8	5,42	1,87	58	15,28	5,49	6,0	24,58
2	1,87	15,08	6,6	5,31						
3	1,88	15,24	6,9	5,64						
Партия труб 10К										
4	1,87	15,59	5,0	5,05	1,87	56	14,88	5,72	6,6	23,33
5	1,87	15,39	5,2	5,72						
1	1,87	14,91	7,0	5,47						
2	1,88	14,66	6,9	5,62						
3	1,88	14,54	5,3	5,48						
4	1,87	14,96	6,9	4,98						
5	1,87	15,07	6,2	5,16						

Самое низкое значение рН шликера перед стабилизацией составляет 4,33. Самое низкое рН стабилизированного шликера - 4,94, что соответствует требованиям действующей документации. Параметры шликера, приготовленного из травленных кварцевых труб, существенно не отличались от шликера, приготовленного из кварцевых труб без травления.

Параметры формования и обжига, а также свойства полученных изделий представлены в таблице 4.4.

Таблица 4.4. Технологические параметры изготовления и свойства изделий, изготовленных из шликера на основе труб, травленных в HF.

	Номер изделия	Время набора, ч : мин	$t_{\text{обж}}, ^\circ\text{C}$	$T_{\text{выд}}, \text{ч} : \text{мин}$	Усадка, %		$\rho_{\text{каж.}}, \text{г/см}^3$	$\sigma_{\text{изг.}}, \text{кгс/мм}^2$	Дефекты
					→	↑			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Трубы п. 58/05									
Изделия высотой ≈1000 мм									
1	92-1	10:05	1270	2:40	1,47	1,27	1,98		Трещина $\ell=4$ мм, на $h=650$ мм от торца
2	92-2	09:15	1265	2:40	1,53	1,42	1,98	8,21 п.п.	
3	92-3	08:55	1265	2:40	1,40	1,10	1,98	7,24	
4	92-4	09:25	1265	2:40	1,45	1,37	1,97		Скол носка на 60 мм
5	92-5	09:05	1265	2:40	1,4	1,22	1,97		Скол носка на 60 мм
6	92-6	10:15	1265	2:40	1,28	1,22	1,97		Скол носка на 80 мм
7	92-7	08:40	1265	2:40	1,32	1,27	1,98		Раковина $\ell=10$ мм от носка
Изделия высотой ≈500 мм									
8	802-1	05:45	1275	2:45	1,60	1,47	1,99	7,2.	
9	802-2	05:45	1270	2:40	1,50	1,50	1,97	6,1	
10	802-3	05:35	1270	2:40	1,55	1,50	1,98	6,6	
11	802-4	05:05	1260	2:30	1,6	1,57	1,99	7,4	
12	802-5	05:20	1265	2:40	1,65	1,37	1,98	7,1	
13	802-6	05:25	1265	2:40	1,67	1,42	1,99	6,7	
14	802-7	05:50	1265	2:40	1,55	1,5	1,98	6,3	
15	802-8	05:45	1265	2:40	1,62	1,57	1,98	7,1	
16	802-9	05:55	1275	2:40	1,65	1,67	1,99	6,4	
17	802-10	05:35	1265	2:40	1,37	1,57	1,98	6,3	

Продолжение Таблицы 4.4.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
18	802-11	06:00							Скол носка
19	802-12	06:00	1265	2:40	1,65	1,35	1,99	6,6	
20	802-13	06:10	1265	2:45	1,35	1,65	1,98	6,6	Трещина $\ell=3$ мм, на $h=80$ мм
Трубы п. 65/06									
Изделия высотой ≈ 1000 мм									
21	92-1	06:35	1260	2:40	1,47	1,12	1,96		Включение и трещина на $h=500$ мм от торца $\ell=2,1$ мм
22	92-2	08:30	1260	2:40	1,17	1,05	1,96	6,57	Скол носка на 60 мм.
23	92-3	07:40	1265	2:40	1,45	1,37	1,97		Скол носка на 40 мм.
24	92-4	05:30	1265	2:45	1,57	1,52	1,97		Включение на $h=150$ мм от носка 2×2 мм
25	92-5	07:50	1265	2:45	1,50	1,46	1,96		Скол носка на 40 мм.
26	92-6	05:45	1260	2:40	1,47	1,12	1,96		Включение и трещина на $h=500$ мм от торца $\ell=2,1$ мм
Изделия высотой ≈ 500 мм									
27	802-1	03:35	1265	2:50	1,57	1,57	1,98	6,57	Включения более $2,5 \times 2,5$ мм
28	802-2	03:35	1265	2:50	1,62	1,55	1,98	6,34	
29	802-3	03:45	1270	3:00	1,80	1,55	1,97	5,82	
30	802-4	03:45	1270	3:00	1,75	1,60	1,96		ρ не в допуске
31	802-5	03:10	1270	3:00	1,60	1,75	1,95		ρ не в допуске
32	802-6	03:15	1270	2:40	1,62	1,67	1,97	6,65	
33	802-7	04:45	1270	2:45	1,60	1,75	1,97	6,76	
34	802-8	03:50	1270	2:45	1,70	1,75	1,97	5,61	
35	802-9	04:25	1275	3:00	1,75	1,57	1,98	6,91	
36	802-10	03:50	1275	2:45	1,77	1,67	1,98	7,03	Трещина $\ell=25$ мм, на $h=60$ мм от торца
37	802-11	03:55	1275	2:45	1,75	1,57	1,97	6,75	
38	802-12	04:15	1275	2:45	2,05	1,75	1,97	7,10	
39	802-13	04:40	1275	2:45	2,00	1,80	1,97	6,55	
40	802-14	03:55	1275	2:45	2,10	1,65	1,98	7,00	Раковина $4 \times 4 \times 1$ мм на

Продолжение таблицы 4.4.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
41	802-15	04:00	1275	2:45	1,95	1,80	1,98	6,23	
42	802-16	04:05	1275	3:00	1,87	1,57	1,98	6,53	Трещина $\ell = 8$ мм на носке
43	802-17	03:45	1265	2:50	1,57	1,57	1,98	6,57	Включения более $2,5 \times 2,5$ мм
44	802-18	03:20	1275	2:45	1,87	1,67	1,98	6,90	
45	802-19	03:40	1275	2:50	1,75	1,50	1,98	6,57	
46	802-20	03:40	1275	2:50	1,55	1,37	1,97	6,79	
47	802-21	03:10	1275	2:50	1,72	1,35	1,97	6,81	
48	802-22	04:05	1260	2:40	1,6	1,5	1,98	6,10	
49	802-23	04:20	1260	2:40	1,5	1,3	1,97	5,90	
50	802-24	05:10	1260	2:40	1,20	1,25	1,97	5,80	
51	802-25	03:55	1260	2:40	1,35	1,25	1,97	6,20	
52	802-26	04:30	1265	2:40	1,55	1,17	1,99	6,90	
53	802-27	04:50	1265	2:40	1,62	1,30	1,99	6,50	
54	802-28	04:25	1260	2:30	1,3	1,3	1,98	6,20	
55	802-29	04:50	1260	2:30	1,25	1,27	1,98	5,80	
Трубы п. 9К									
Изделия высотой ≈ 1000 мм									
56	92-1	05:00	1265	2:45	1,26	1,15	1,95		ρ не в допуске
57	92-2	06:00	1270	2:50	1,32	1,02	1,95		Скол носка на 60 мм.
58	92-3	05:15	1270	2:50	1,42	1,05	1,95	6,4	.
59	92-4	05:40	1270	2:55	1,52	1,45	1,95		Скол носка на 40 мм
Трубы п. 9, 10К									
Изделия высотой ≈ 1000 мм									
60	92-1	05:55	1270	2:40	1,72	1,62	1,96	7,75	
61	92-2	06:15	1270	2:40	1,56	1,72	1,97	8,88	
62	92-3	05:30	1270	2:40	1,63	1,60	1,96	7,64	
63	92-4	06:30	1270	2:45	1,77	1,55	1,98 _{зк}		Скол носка на 40 мм
64	92-5	05:45							Трещина. $\ell = 250$ мм от
65	92-6	06:20	1270	2:45	1,70	1,55	1,97	7,97	
66	92-7	06:30							Скол носка на 80 мм
67	92-8	06:15	1270	2:45	1,60	1,45	1,97	9,05	
68	92-9	06:15	1270	2:45	1,56	1,45	1,96	7,64	

Длительность набора заготовок осталась на уровне, характерном для каждого типа изделия. При осмотре заготовок после обжига на наружной поверхности следов кристаллизации не обнаружено.

У крупногабаритных изделий (высотой ≈ 1000 мм) было выявлено много дефектов – скол носка. Установлено, что данный дефект связан с особенностями формового комплекта.

На рисунках 4.6-4.7 представлены сравнительные данные по плотности и прочности при изгибе двух типов оболочек, изготовленных из различных групп труб. Значения предела прочности при изгибе и кажущейся плотности материала изделий, изготовленных из различных групп труб, значимо не отличаются.

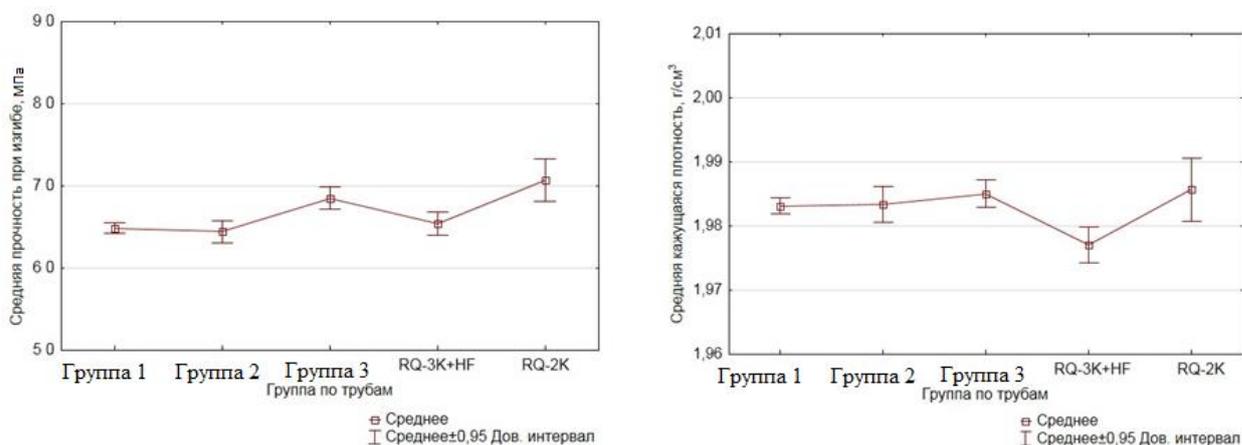


Рисунок 4.6 – Диаграмма размаха средней плотности и прочности при изгибе материала изделий высотой ≈ 500 мм.

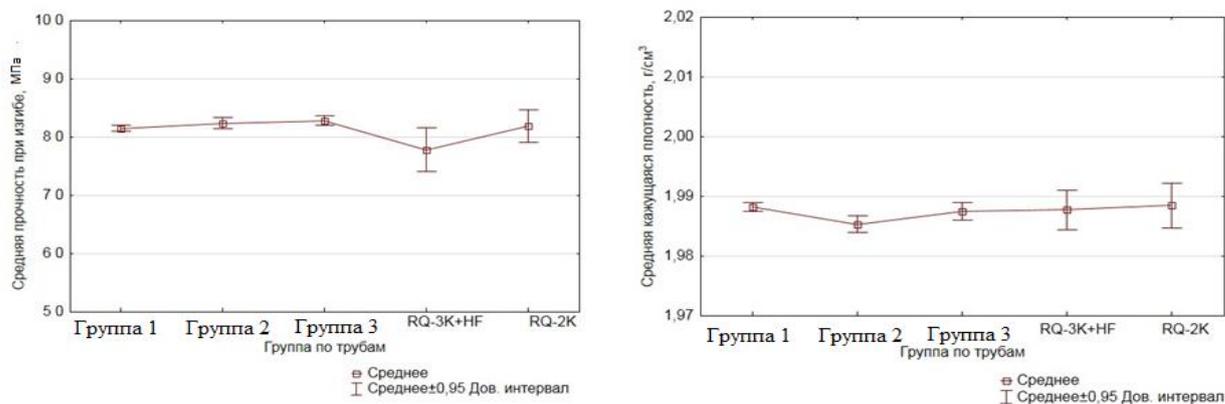


Рисунок 4.7 – Диаграмма размаха средней плотности и прочности при изгибе материала изделий высотой ≈ 1000 мм

Образцы материала от технологических припусков обожженных заготовок от каждой партии шликера, а также образцы от фрагментов нижней, средней и носовой части заготовок исследовались на наличие кристаллических фаз. Установлено, что материал аморфный.

Электронно-микроскопический анализ показал, что микроструктура изделий соответствует микроструктуре материала НИАСИТ. Наличие кристаллических образований и микротрещин на сколах фрагментов изделий не установлено (рисунок 4.8).

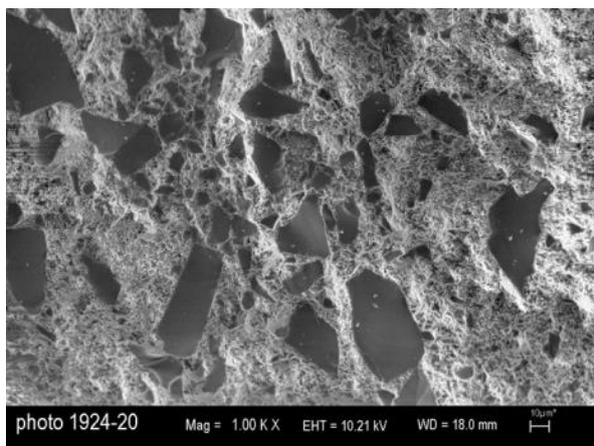


Рисунок 4.8 – Микроструктура изделий, изготовленных из травленых кварцевых труб.

Таким образом, технологические параметры операций приготовления шликера, формования и обжига заготовок, а также свойства материала, изготовленного из труб, травленых в плавиковой кислоте HF, не отличаются от иных заготовок. Травление труб не исключает поверхностную кристаллизацию труб. В связи с этим, нецелесообразно проводить дополнительную очистку кварцевых труб для производства изделий из кварцевой керамики.

4.3 Исследование свойств и структуры материала изготавливаемых изделий

Для исследования материала изделий, изготавливаемых из кварцевых труб трех разных групп (без следов кристаллизации, со следами кристаллизации и с локальной кристаллизацией), на наличие кристаллических фаз использовали качественный метод РФА и электронно-микроскопический анализ. Для этого отбирали образцы от технологического припуска изделия от каждой партии шликера, приготовленного из каждой группы кварцевых труб. Дополнительно были изготовлены образцы из разной высоты изделий, в которых были обнаружены дефекты (трещины, раковины и т.д.).

Проведенный электронно-микроскопический анализ фрагментов изделий с дефектами показал, что микроструктура всех образцов соответствует микроструктуре материала НИАСИТ (рисунок 4.9). Наличие кристаллических образований и микротрещин на сколах фрагментов заготовок не установлено. Только в фрагменте одного из изделий (кварцевые трубы группы 2), имеющего после обжига трещину, был обнаружен участок с четырьмя дефектами в виде рыхлых структур размером ~ 60 мкм (рисунок 4.10). Рентгеноспектральный анализ дефектов показал наличие в их составе, кроме Si и O (это матрица), Ca ($\sim 9-22$ %), F ($\sim 7-12$ %) и S ($\sim 0,5 - 1,3$ %); Al ($\sim 0,3-0,6$ %). На участке материала вне дефектов этих элементов не установлено. Можно предположить, что это включения гипса.

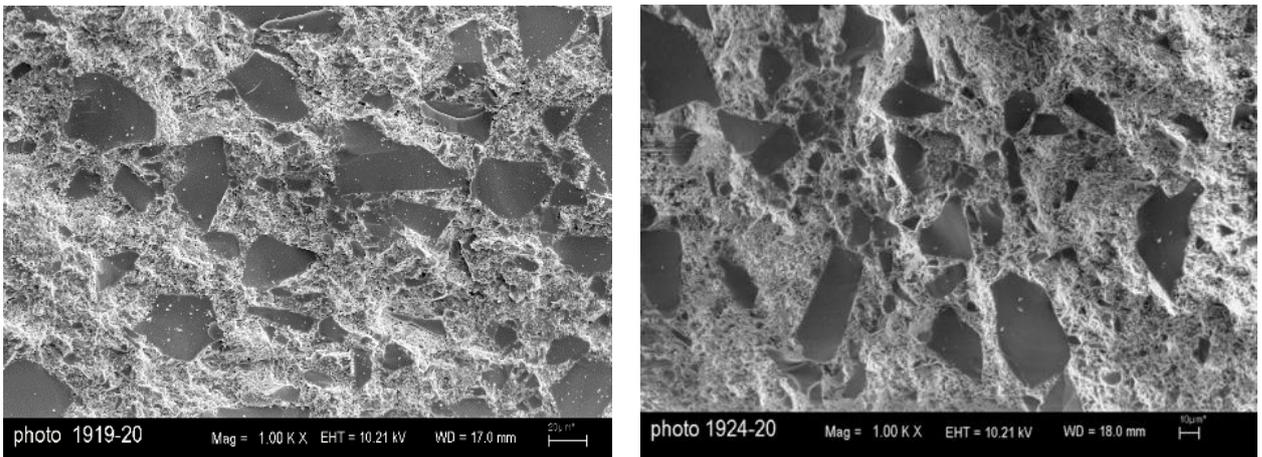


Рисунок 4.9 - Типичная микроструктура НИАСИТа образцов от исследуемых изделий.

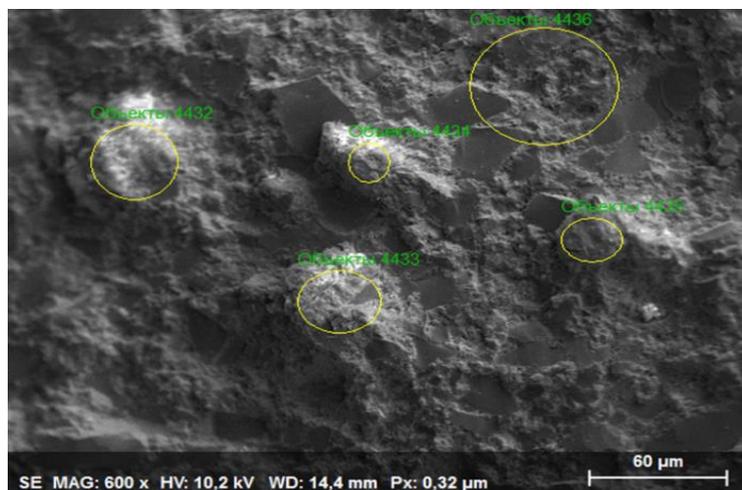


Рисунок 4.10 – Дефекты, выявленные на сколе фрагмента от изделия (кварцевые трубы группы 2).

На срезе одного из исследуемых образцов с белыми включениями электронно-микроскопическим анализом была обнаружена кристаллическая фаза гипса $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (моноклин.).

Подробное исследование было проведено на образцах от изделий, на которых была обнаружена поверхностная кристаллизация. Следует отметить, что такая кристаллизация снимается вместе с материалом в процессе механической обработки. Методом РФА в зоне кристаллизации обнаружены α -кristобалит SiO_2 (тетр.) и β -кristобалит SiO_2 (куб.). Вне зоны дефекта на поверхности обнаружены очень слабые следы α -кristобалита (тетр.). При анализе порошка (в объеме образца от зоны дефекта) кристаллических фаз не

обнаружено. Видимо, содержание кристаллических фаз в исследуемом порошке ниже предела обнаружения дифрактометра при рентгеносъемке. Методом электронной микроскопии со стороны наружной поверхности обнаружен слой материала, в котором присутствуют аморфноподобные структуры с большим количеством С, F, Са, Ti, Fe. На глубину до 600 мкм со стороны наружной поверхности на зернах SiO₂ обнаружены зародыши кристаллизации (рис.4.11).

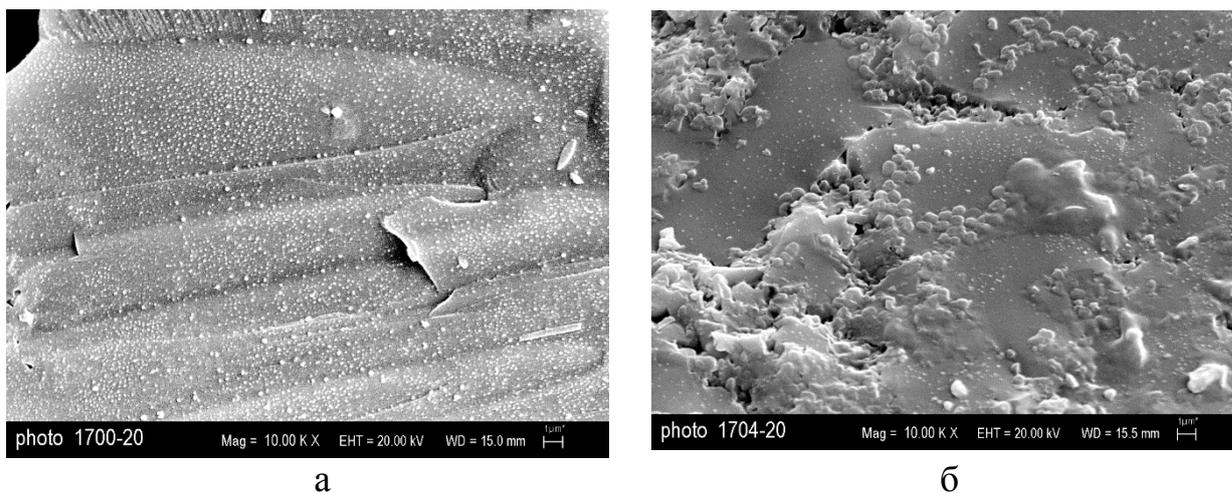


Рисунок 4.11 - Микроструктура образца с поверхностной кристаллизацией: а, б - зародыши кристаллизации в плотном слое материала рядом со слоем кристобалита.

Таким образом, исследования фрагментов изделий, изготовленных из трех различных групп кварцевых труб, показали, что микроструктура всех образцов соответствует микроструктуре материала НИАСИТ и не отличается друг от друга, кристаллических фаз не обнаружено.

Причиной образования зародышей кристаллизации в материале заготовок может быть как кристаллизация при обжиге частиц кварцевого стекла, образовавшихся при помоле труб и стержней, так и намол частиц футеровки из кварцевой керамики как уже закристаллизованных, так и кристаллизующихся при обжиге заготовок, поскольку для этих частиц это уже второй обжиг, а также примеси гипса от форм и из крепления футеровки

мельниц при полном срабатывании футеровки, примеси из воды, которые при обжиге могут как активировать кристаллизацию, так и оплавляться, давая стекло, с отличающимся от кварцевого стекла коэффициентом преломления.

Известно, что наличие даже незначительного количества кристобалита в кварцевой керамике приводит к существенному снижению прочностных свойств материала [5, 6, 27].

С целью определения влияния кристаллизуемости труб при входном контроле на возможное снижение прочностных свойств и на процесс спекания кварцевой керамики НИАСИТ проведено сравнение предела прочности при изгибе и кажущейся плотности материала изделий двух габаритов (395 – высотой ≈ 1000 мм, 802 – высотой ≈ 500 мм), изготовленных из ранее описанных трех групп труб.

На рисунке 4.12 представлены значения прочности при изгибе материала изделий.

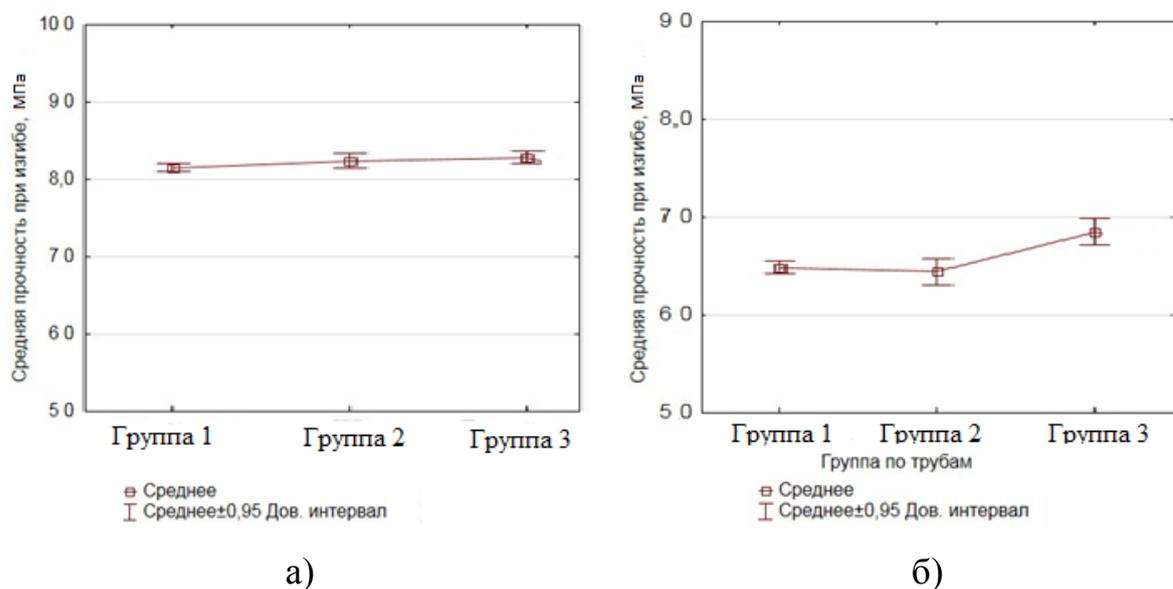


Рисунок 4.12 - Диаграмма размаха средней прочности при изгибе изделий, изготовленных из различных групп труб: а) 395 (высотой ≈ 1000 мм); б) 802 (высотой ≈ 500 мм).

Средняя прочность при изгибе изделий 395 (высотой ≈ 1000 мм) и 802 (высотой ≈ 500 мм), изготовленных из различных групп кварцевых труб, существенно между собой не различается.

Наличие следов кристаллизации на кварцевых трубах, образованных при проведении входного контроля, не повлияли на значения средней плотности и прочности при изгибе материала изготавливаемых изделий 395 (высотой ≈ 1000 мм) и 802 (высотой ≈ 500 мм). Также наличие кристаллизации на трубах не привело к снижению прочностных свойств кварцевой керамики.

Результаты проведенной работы показали, что кристаллизация на поверхностях труб и стержней в виде точек, рисков и пятен, не оказывает влияние качество изготавливаемых изделий и кварцевой керамики. Поэтому в ТУ 1-596-476-2011 на кварцевые трубы и стержни было внесено изменение, в котором установлен следующий порядок запуска в производство труб и стержней:

- в случае отсутствия следов кристаллизации или в случае наличия локальной кристаллизации, к которой относятся точки, риски, пятна и т.д., трубы и стержни запускаются в производство. Образцы с кристаллизацией сплошным слоем по всей поверхности должны быть проанализированы на наличие кристаллических фаз методом РФА на порошкообразных пробах, полученных измельчением данных образцов. В случае отсутствия следов кристаллизации при РФА партии труб и стержней запускаются в производство.

4.4 Исследование возможности оптимизации процесса измельчения кварцевого стекла

Водный шликер на основе кварцевого стекла является высококонцентрированной керамической вяжущей суспензией (ВКВС). Для получения такого шликера используют шаровые мельницы объемом 170 л. Для этого кварцевые трубы дробят до кусков примерно 40 мм, промывают и

загружают в мельницу для помола. На каждые 60 кг стекла используется 78 кг мелющих тел. Для достижения плотности шликера в пределах 1,87-1,90 г/см³ определяется необходимое количество воды. Соотношение стекла к мелющим телам составляет 1:1,3.

Отличительным свойством мокрого помола кварцевого стекла считается сочетание дробления и тонкого измельчения, проходящих в разном шаровой мельнице. Полученный бой кварцевого стекла определенного размера (до 40 мм), дробится до размеров 1-2 мм на первой стадии измельчения, которая длится обычно 1-3 часа. После чего происходит тонкий помол. По мере измельчения материал переходит из крупнокускового состояния в состояние суспензии. Плотность суспензии постепенно увеличивается и приближается к требуемой величине. На начальном этапе помола вода, рассчитанная для достижения нужной плотности суспензии, избыточна из-за наличия крупных кусков материала. Постепенно вода расходуется на смачивание поверхности измельчающихся частиц стекла.

Исследование измельчения кварцевого стекла [27, 34-36] позволило выявить, что на его эффективность оказывают влияние различные параметры. Среди этих параметров, можно выделить скорость вращения мельницы помола, количество и свойства материала мелющих тел, размеры и характеристики измельчаемого материала, влажность суспензии, степень заполнения мельницы, температура и другие параметры.

Одним из основных показателей, характеризующих степень измельчения, является степень заполнения барабана шаровой мельницы мелющими телами ($\phi_{ш}$) и суммарное заполнение (ϕ_c). Под последним понимается отношение общего объема мелющих тел и суспензии к объему барабана мельницы, т.е.:

$$\varphi_c = \frac{V_{ш} + V_c}{V_б} \quad , \quad (4.1)$$

где $V_{ш}$ – объем мелющих тел, V_c – объем суспензии, $V_б$ - объём барабана мельницы.

Для оценки соотношения загрузки измельчаемого материала и мелющих тел применяют такой параметр, как показатель активной зоны измельчения α :

$$\alpha = \frac{\left(\frac{G_{ш}}{\rho_{нас}} - \frac{G_{ш}}{\rho_{ш}} \right)}{V_{ш}} \quad (4.2)$$

где $G_{ш}$ – масса мелющих тел (шаров); $\rho_{нас.}$, $\rho_{ш.}$ – насыпная и объёмная плотность мелющих тел; V_c - объем суспензии, рассчитываемый как:

$$V_c = \frac{G_m}{\rho_m} + V_v \quad , \quad (4.3)$$

где G_m , ρ_m – масса и плотность материала; V_v – объём воды.

При α равной 1, все пустые пространства между мелющими телами занимает суспензия. При этом объем суспензии сопоставим с объемом мелющих тел. Если α ниже 1, в продолжении заполнения пустот начинает находиться над мелющими телами в определенном объеме. При снижении значения α происходит снижение скорости помола

Плотность суспензии и мелющих тел также оказывают влияние на ход мокрого измельчения кварцевого стекла. Установлено, что эффективная плотность мелющих тел начинает снижаться с одновременным ростом плотности суспензии (ρ_c). Эффективная плотность мелющих определяется разностью плотности мелющих тел ($\rho_{м.т.}$) и суспензии (ρ_c), т.е. $\Delta\rho = \rho_{м.т.} - \rho_c$. С ростом значения плотности суспензии (соответственно, и ее вязкости) в ходе помола, изменяется тип механизма измельчения от ударного до истирающего.

Помимо состава и плотности, мелющие тела разделяют по размерам (диаметром шара, длиной и диаметром цилиндра). К объемным характеристикам мелющих тел можно отнести плотность упаковки и

пустотность. Показатели последних двух характеристик взаимосвязаны. Для исходного состояния значения коэффициента упаковки мелющих тел лежат в диапазоне 60-65%, при этом пустотность составляет от 35 до 40%.

Вероятно, плотность упаковки мелющих тел подвергается изменению в ходе помола кварцевого стекла. На первом этапе измельчения между мелющими телами могут образовываться слои измельчаемой суспензии толщиной до 1-3 мм, то на последнем этапе они, видимо, уменьшаются до 0,1-0,2 мм. Очевидно, что толщина слоя зависит от дисперсности и вязкости суспензии. В результате, предположительная величина коэффициента упаковки возрастают с 50-55% до 58-62%.

Ключевым аспектом при создании высококонцентрированной системы является формирование литейной системы с требуемыми параметрами, которые определяются через ряд свойств. К таким свойствам относятся вязкость и рН полученной суспензии, а также объемная концентрация и дисперсность. Указанные свойства окончательно формулируются в процессе последующей стабилизации. Именно в этом заключается ключевое различие между технологией мокрого помола в технологии ВКВС и стандартным мокрым помолом минералов [55].

Ключевой особенностью процесса получения ВКВС методом мокрого измельчения кварцевого стекла является образование в получаемой массе наночастиц или коллоидного компонента. Специфика этого образования наночастиц в результате получения и стабилизации кварцевого шликера заключается в том, что в ходе мокрого помола при максимальной концентрации и повышенной температуре, которая приводит к растворению кремнезема, в системе формируется некоторое количество кремневой кислоты. Кроме кремневой кислоты образуются тончайшие частицы кремнезоля, полученные путем диспергирования. Им свойственна значительная полидисперсность, так как включают как относительно крупные частицы, полученные диспергированием (0,5-0,3 мкм), так и малые (0,01-0,02 мкм), образованные в процессе поликонденсации кремниевой кислоты. Это

обеспечивает высокую стабильность объема материалов на этапах сушки и термической обработки.

Решающим фактором, влияющим на скорость помола материала в барабанной мельнице, является характер движения мелющих тел. Из литературных данных [34, 35] известно, что помол может проходить в разных режимах, среди которых есть «каскадный» и «водопадный».

Наиболее эффективным с точки зрения скорости помола является «каскадный» режим, обеспечивающий измельчение за счет раздавливания и истирания, и характеризуется умеренными частотами вращения мельницы — меньшими, чем в случае «водопадного» режима.

Для определения оптимальной скорости вращения барабана шаровой мельницы, при которой эффективно идет процесс измельчения материала, используют формулу расчета критической скорости вращения мельниц [5, 7, 27]:

$$\omega_{кр} = \frac{42}{\sqrt{D}} \quad (4.4)$$

где D – диаметр мельницы.

Как было отмечено в главе 1, в АО «ОНПП «Технология им.А.Г.Ромашина» для мокрого помола кварцевого стекла используют шаровые мельницы, где в качестве футеровки выступают подобранные и склеенные между собой кольца и диски из кварцевой керамики. Внутренний диаметр таких мельниц составляет около 540 мм. Для водопадного режима оптимальная скорость вращения должна составлять 70-80 %, а для каскадного 50-60 % от критической. Подставив данные значения в формулу 5.4, мы получаем, $\omega_{кр}=57,5$ об/мин, т.е. рекомендуемый интервал частот вращения мельниц – 40,2...46 об/мин.

Процесс мокрого измельчения ВКВС не совсем соответствует общепринятым схемам. Если на начальной стадии измельчения осуществляется водопадный режим, то по мере повышения вязкости суспензии он переходит в каскадный.

Конструктивные особенности мельницы, которые задают теплопроводность корпуса, оказывают существенное влияние на кинетику процесса и возможность ВКВС с необходимыми значениями C_v . На теплопроводность корпуса влияют толщина и тип футеровки, а также наличие специального теплозащитного покрытия.

Помимо этого, интенсификация процесса измельчения может быть достигнута путем повышения температуры на первой его стадии. Это можно осуществить путем предварительного нагрева материала загрузки или корпуса мельницы перед началом помола. Такой предварительный нагрев позволяет повысить температуру при помолу и увеличить его скорость на 20-40% путем уменьшения начального периода измельчения [36].

При возрастании степени заполнения $\varphi_{ш}$ более 0,30-0,35 при том же значении α происходит снижение скорости помола. Можно сказать, об увеличении производительности мельницы более, чем на 10%, т.к. с ростом $\varphi_{ш}$ возрастает и доля перемолотого материала.

Для процесса измельчения важным фактором является показатель суммарного заполнения барабана мельницы мелющими телами и суспензией, обозначим его как φ_c . При росте φ_c с 0,45 до 0,65 при $\alpha = 0,75$ скорость перемалывания снижается примерно в 1,5 раза. Интересно отметить, что при увеличении φ_c происходит рост количества фракций размером более 0,5 мм (недомол). Например, при $\varphi_c = 0,45$ — недомола нет, а при $\varphi_c = 0,58$ его значение достигает 5%, при $\varphi_c = 0,65$, его значение составляет 10%.

Значительное сжижение скорости измельчения при росте значения ρ_c свыше 1,92-1,93 г/см³ объясняется сильным повышением вязкости и дилатансии системы, а также снижением "мелющей способности" (эффективной плотности) мелющих тел, в связи с уменьшением разности плотностей $\Delta\rho$.

Размер мелющих тел играет ключевую роль в процессе измельчения. Сокращение их размера в процессе помола приводит к увеличению скорости помола. При этом некоторая доля материала может оставаться недомолотой. Этому способствует низкая ударная сила мелющих тел в начале процесса измельчения.

Именно по этой причине в загрузке мельницы для помола должны быть и крупные мелющие тела.

При проведении помола в шаровой мельнице, объём барабана которой составляет 170 л при загрузке по действующему технологическому процессу: стекло - 60 кг, мелющие тела - 78 кг, соотношение стекло: мелющие тела равно 1:1,3, $\varphi_{ш} = 0,34$, $\varphi_c = 0,56$, $\alpha = 0,57$. Как было установлено в ранее проведенных исследованиях, оптимальные значения φ_c находятся в пределах 0,35-0,50.

Для повышения эффективности процесса измельчения было предложено изменить загрузку мельницы и ее скорость вращения.

Для проведения эксперимента по изменению загрузки мельницы была проведена оценка по основным величинам, характеризующим помол. Исходя из полученных значений анализируемых величин было выбрано наиболее оптимальное соотношение кварцевое стекло: мелющие тела – 1 : 1,8. В табл. 4.5 представлены значения величин, характеризующих помол.

Таблица 4.5. Основные показатели, характеризующие помол при выбранном соотношении кварцевое стекло : мелющие тела.

Параметры	Эксперимент		По технологии	Оптимально
	1 вариант	2 вариант		
Трубы из кварцевого стекла, кг				
Мелющие тела, кг				
Соотношение масс. стекло : мелющие тела				
Степень заполнения барабана мелющими телами $\varphi_{ш}$	35	0,43	34	
Суммарное заполнение барабана φ_c	58	0,66	57	$\leq 0,70$
Показатель активной зоны измельчения α	59			
Эффективная плотность мелющих тел $\Delta\rho = \rho_{мт} - \rho_c$	0,32	0,34	0,31 – 0,34	

Перед проведением серии помолов с выбранной по расчетам загрузкой, были проведены помолы с загрузкой кварцевое стекло: мелющие тела – 1 : 1,4; 1,5; 1,6; 1,8; 1,9; 2,0. Полученные результаты подтвердили теоретические расчеты. Основным эксперимент по изменению загрузки мельницы основан на соотношении кварцевое стекло: мелющие тела – 1 : 1,8.

Было проведено 6 помолов: 3 помола по каждому варианту. Шликеры трех помолов сливали в одну мельницу для стабилизации. Параметры полученных шликеров представлены в табл. 4.6. Полученные шликера по параметрам соответствует действующей технологии.

Как видно из табл.4.6 проведение помола по первому варианту не позволяет сократить длительность помола, наоборот, даже увеличивается почти в 2 раза по сравнению с загрузкой по действующей технологии. Вероятно, помол идет по каскадному режиму с повышенным истиранием шаров – в среднем 12 кг за помол.

Второй вариант по параметрам приближен к загрузке по действующей технологии.

Таблица 4.6. Продолжительность помола и параметры шликеров.

Длительность помола, ч	Плотность, г/см ³	Влажность, %	Частицы > 63 мкм, %	pH	Истирание мелющих тел, кг	Плотность, г/см ³	Вязкость, с	Влажность, %	Частицы > 63 мкм, %	Частицы < 5 мкм, %	pH
Вариант № 1											
42	1,86	15,92	5,2	6,37	11,7	1,87	73	15,48	5,2	24,90	6,03
57	1,86	16,09	4,8	6,06							
76,5	1,87	15,59	6,3	5,2							
Вариант № 2											
35	1,88	14,79	6,3	5,18	9,2	1,87	60	15,54	6,4	24,40	4,94
32	1,86	17,47	5,3	5,62							
38,2	1,86	17,19	7,07	5,46							
Вариант № 3											
21	1,86	15,46	5,0	6,18	6	1,87	71	15,48	5,8	23,90	5,83
19	1,86	17,71	6,8	5,04							
19	1,87	15,19	6,3	4,52							
По действующей технологии											
28-35	1,86-1,90	-	4 – 7,6	4,0-6,4	7,0	1,87-1,90	40-75	-	4,0-7,6	20,0-35,0	4,0-6,4

Как было сказано выше, рекомендуемый интервал частот вращения мельниц – 40,2...46 об/мин.

Анализ фактической зависимости продолжительности помола от частоты вращения мельницы позволит определить более узкие границы допустимого интервала, в том числе поможет выявить номинальное значение оптимальной частоты вращения мельницы при помоле материала. Для выявления необходимой зависимости были проанализированы производственные данные работы 6 мельниц за 3,5 года (2017- середина 2020 гг.). На рисунке 4.13 приведена полученная зависимость продолжительности помола кварцевых труб от частот вращения мельниц.



Рисунок 4.13 – Средняя продолжительность помола кварцевого стекла в зависимости от частоты вращения мельниц за 01.2017 – 07.2020 гг.

Исходя из полученных результатов, интервал частот вращения мельниц 44–47 об/мин соответствует длительным помолам со средней продолжительностью 28–28,5 ч, тогда как использование более низкой частоты вращения мельницы 42 об/мин снижает среднюю продолжительность помола до 26,7 ч. Можно сделать вывод, что наименьшая продолжительность помола соответствует более эффективному режиму помола.

Частота вращения мельницы, равная 42 об/мин, наглядно уменьшает продолжительность помола и может быть рекомендована в качестве лучшей альтернативы для текущего использования. Для продолжения работы в направлении оптимизации процесса измельчения была выбрана частота

вращения – 42 об/мин и была проведена еще одна серия помолов (вариант 3). В таблице 4.7 представлены параметры полученных шликеров. Проведение помолов по данному варианту позволило сократить их длительность до 20 ч и снизить расход мелющих тел.

Таблица 4.7. Основные параметры, характеризующие различные помолы в шаровой мельнице.

Параметры	По плану экспериментальных работ			По действующей технологии	Оптимально
	1 вариант	2 вариант	3 вариант		
Трубы из кварцевого стекла, кг	45	55	55	60	
Мелющие тела, кг	81	99	99	78	
Соотношение масс. стекло : мелющие тела	1 : 1,8	1 : 1,8	1 : 1,8	1 : 1,3	1:1,3-12,4
Скорость вращения барабана, об/мин	46	46	42	46	
Степень заполнения барабана мелющими телами $\varphi_{\text{м}}$	0,35	0,43	0,43	0,34	0,35-0,50
Суммарное заполнение барабана $\varphi_{\text{с}}$	0,58	0,66	0,66	0,57	Не должно превышать 0,7
Показатель активной зоны измельчения α	0,59	0,73	0,73	0,57	
Эффективная плотность мелющих тел $\Delta\rho = \rho_{\text{м.т}} - \rho_{\text{с}}$	0,32	0,34	0,34	0,31 - 034	
Плотность шликера, г/см ³	1,87	1,87	1,87	1,87-1,90	
Содержание частиц размером более 63 мкм (T_{0063}), %	5,2	6,4	5,4	4,0 – 7,6	
Содержание частиц размером менее 5 мкм, %	24,90	24,40	24,90	20 - 35	
Средняя продолжительность помола, ч	56	35	20	28-35	
Количество шликера, л	32	34	34	38	
Истирание мелющих тел за помол, кг	12,0	9,2	6,0	7,0	
Производительность мельницы, л/ч	0,57	0,70	1,7	1,36	

Оценка эффективности помолов в шаровой мельнице является многокритериальной. При достижении максимальной производительности необходимо получить определенные свойства шликера при минимальных

трудо- и энергозатратах. Учитывая все представленные критерии, можно сказать, что помол по варианту 3 является более эффективным.

В связи с тем, что на предприятиях ОПК сложно и очень длительно проводить изменения в действующих серийных технологических процессах, было принято решение провести работы по подбору оптимальной частоты вращения мельницы с действующей загрузкой.

Для проведения работы было задействовано шесть мельниц текущего производства, которые на момент начала эксперимента были оборудованы частотными преобразователями тока для электроприводов (мотор-редукторов червячного типа). Для расчета значений частоты вращения мельниц с дискретностью 0,1 об/мин регистрировали количество оборотов мельниц за 10 мин. Варьирование частот вращения мельниц производили в случайном порядке после окончания одного и перед началом другого помола. Корректировка частоты вращения мельниц проводилась в среднем после каждого третьего помола.

На рис. 4.14 приведена зависимость продолжительности помола кварцевого стекла от частоты вращения мельниц, полученная по данным для всех экспериментальных помолов (более 1500). На графике однозначно выделяются несколько минимумов в интервале значений 40–44 об/мин. На этом графике присутствует широкий минимум продолжительности помола в интервале значений частоты вращения 42,4–43 об/мин, который и определяет искомый интервал значений.

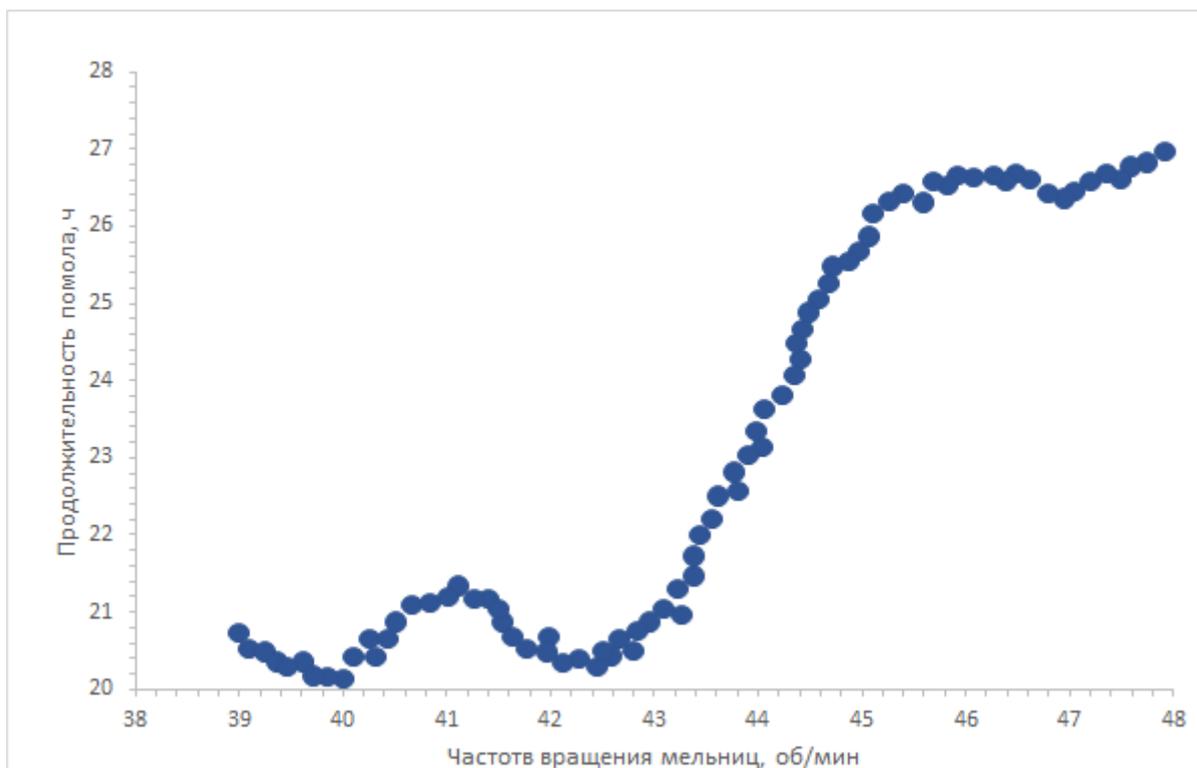


Рисунок 4.14 - Зависимость продолжительности помола кварцевого стекла от частоты вращения мельниц.

Увеличение продолжительности помола при оборотах более 44 об/мин вероятнее всего свидетельствует о переходе на водопадный режим помола. Согласно оценочным расчетам при частотах вращения мельниц менее 38,7 об/мин все частицы и мелющие тела переходят в скользящее движение и скорость помола кварцевого стекла резко снижается, основной силой, действующей на размалывание материала, является трение, при этом преобладает процесс истирания.

На данный момент техническая точность поддержания частоты вращения составляет $\pm 0,3$ об/мин. С учетом имеющейся технической точности поддержания частоты вращения мельниц из двух минимумов (в интервалах 40–40,4 и 42,4–43 об/мин) для задания оптимального интервала лучше всего подходит широкий минимум в интервале значений 42,4–43 об/мин.

Согласно полученной зависимости при использовании частот вращения мельниц из области выбранного минимума средняя продолжительность помола составляет $20,5 \pm 0,1$ ч. В период, когда частоты

вращения мельниц находились в интервале 44–47 об/мин —средняя продолжительность помолов кварцевого стекла составляла 28,7 ч. Таким образом, использование оптимальной частоты вращения мельниц позволит снизить продолжительность помола кварцевого почти на 30%.

4.5 Оценка влияния параметров футеровки шаровой мельницы на процесс измельчения кварцевого стекла

Футеровочные элементы мельницы для помола кварцевого стекла изготавливаются из кварцевой керамики по той же технологии, что и антенные обтекатели.

На качество приготавливаемого шликера влияние оказывает качество футеровочных элементов: колец и дисков. В процессе помола кварцевого стекла происходит истирание поверхности колец и дисков и, соответственно, в шликер попадают их частицы. Иногда в процессе помола происходило разрушение кольца или диска до металлического каркаса и частицы эпоксидной смолы и гипса, с помощью которых происходит склейка футеровочных элементов, попадают в шликер. Такой шликер непригоден для формования заготовок, он может быть перелит в стабилизатор для стабилизации и последующего формования заготовок. Полученные заготовки из подобного шликера с большой вероятностью будут иметь различные дефекты: трещины, раковины, включения.

Долгое время в АО «ОНПП «Технология им.А.Г.Ромашина» срок службы мельницы колебался от 10 до 60 циклов (проведенных помолов). Такая нестабильность и непредвиденный выход из строя одной (или нескольких) мельниц приводило к сбоям в производстве. Одной из важных задач является повышение и стабилизация срока службы мельниц. Одним из решений является подбор колец, имеющих разницу значений плотности не более $0,02 \text{ г/см}^3$ [32]. Данное решение существенно улучшило ситуацию, но окончательно проблему не решило.

Формование колец производят методом водного шликерного литья в пористые формы, для чего используют схожие по конструкции формовые комплекты, что и для антенных обтекателей (рис.4.14). Для быстрого и безопасного извлечения сердечника после окончания набора заготовки форма сердечника должна быть в виде усеченного конуса. В связи с этим внутренний диаметр кольца сужается к одному из краев кольца. Склежку подобранных по плотности колец производили по произвольному сечению, не обращая внимание на внутренние диаметры. Соответственно получали три варианта склейки колец в мельнице (рис.4.15). Повествование должно быть в одном времени (до этого было «производят»).

При склейке колец по наименьшему диаметру в процессе вращения бой кварцевого стекла и мелющие тела распределялись по краям мельницы, в результате чего износ боковых элементов мельницы – дисков происходил быстрее, а из-за неравномерного распределения измельчаемого материала и мелющих тел длительность помола существенно увеличивалась. Склежка колец по различным диаметрам приводит к неравномерному распределению измельчаемого материала и мелющих тел. Единственным верным вариантом склейки колец является склейка по наибольшему диаметру. В таком случае измельчаемый материал и мелющие тела равномерно распределены в барабане мельницы и износ футеровочных элементов происходит равномерно.

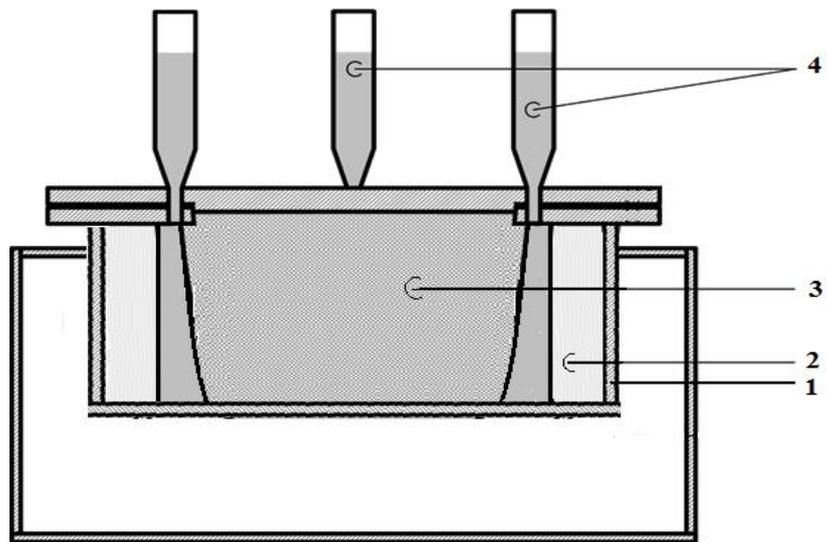


Рисунок 4.14 – Схема формового комплекта для футеровочного элемента – кольца: 1 - перфорированный металлический каркас; 2 - влагопоглощающая форма; 3 - непористый сердечник; 4 - подпиточные емкости для шликера.

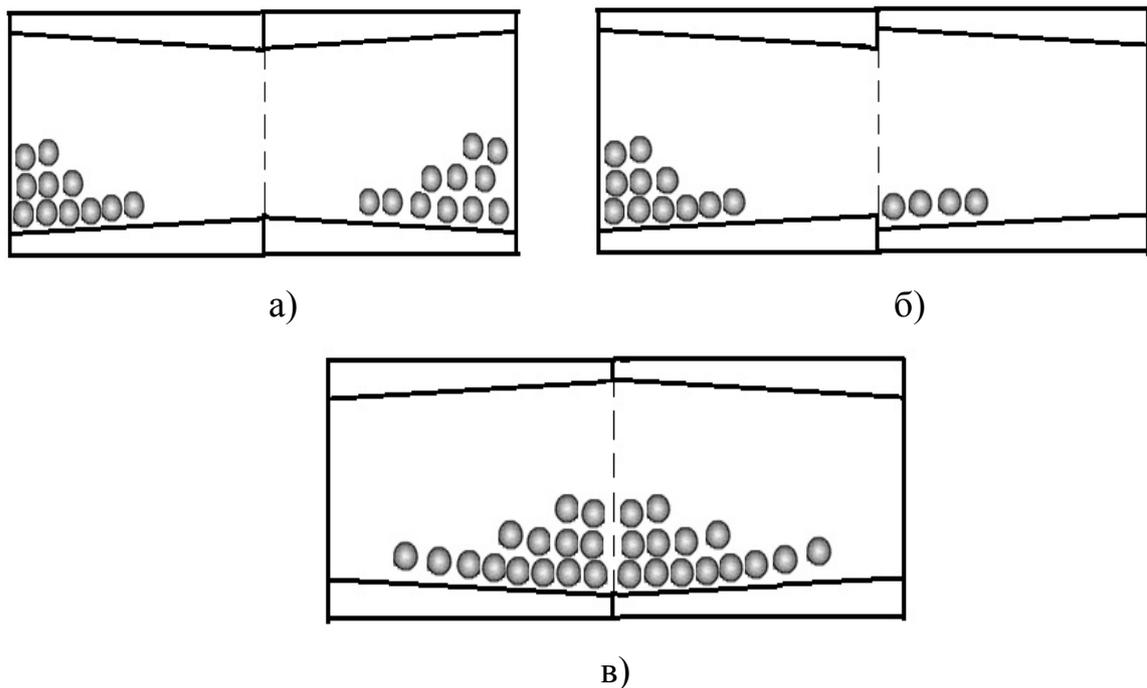


Рисунок 4.15 – Возможные варианты склейки колец для мельницы помола: а) по наименьшему диаметру; б) по различным диаметрам; в) по наибольшему диаметру.

Решение о склейке подобранных по плотности колец по наибольшему диаметру внедрено в производство¹. Благодаря данному решению существенно стабилизировали и увеличили срок службы элементов футеровки почти в 3 раза и одновременно уменьшили длительность помола кварцевого стекла за счет равномерного распределения измельчаемого материала и мелющих тел барабане мельницы.

После стабилизации износа футеровочных элементов остался не исследован вопрос о влиянии износа кольца на продолжительность помола кварцевого стекла.

В процессе эксплуатации мельниц для помола кварцевого стекла цилиндрическая футеровка (кольцо) уменьшается в толщине. Износ футеровки приводит одновременно к увеличению внутреннего диаметра и вместимости мельницы. После 75 помолов внутренний диаметр мельниц в среднем увеличивается от 540 до 590 мм (до 9,3%). При этом вместимость мельниц увеличивается в среднем до 19,3%. Вместимость мельниц, в свою очередь, напрямую связана с коэффициентом заполнения мельниц. Последний фактор более всего влияет на эффективность помола на его первых стадиях, когда массив крупных частиц измельчаемого кварцевого стекла сокращает траекторию движения мелющих тел.

На рис. 4.16 представлена зависимость продолжительности помола кварцевого стекла от количества помолов, полученная при анализе совокупности всех экспериментальных данных вне зависимости от выбранных частот вращения мельниц. При этом средние значения частот вращения мельниц приведены на правой оси графика. Несмотря на то, что с увеличением количества помолов случайный характер выбора частот вращения мельниц теряется, в целом в интервале от первого до 70-го помола полученная зависимость выглядит монотонной.

¹Получен патент РФ №2798973

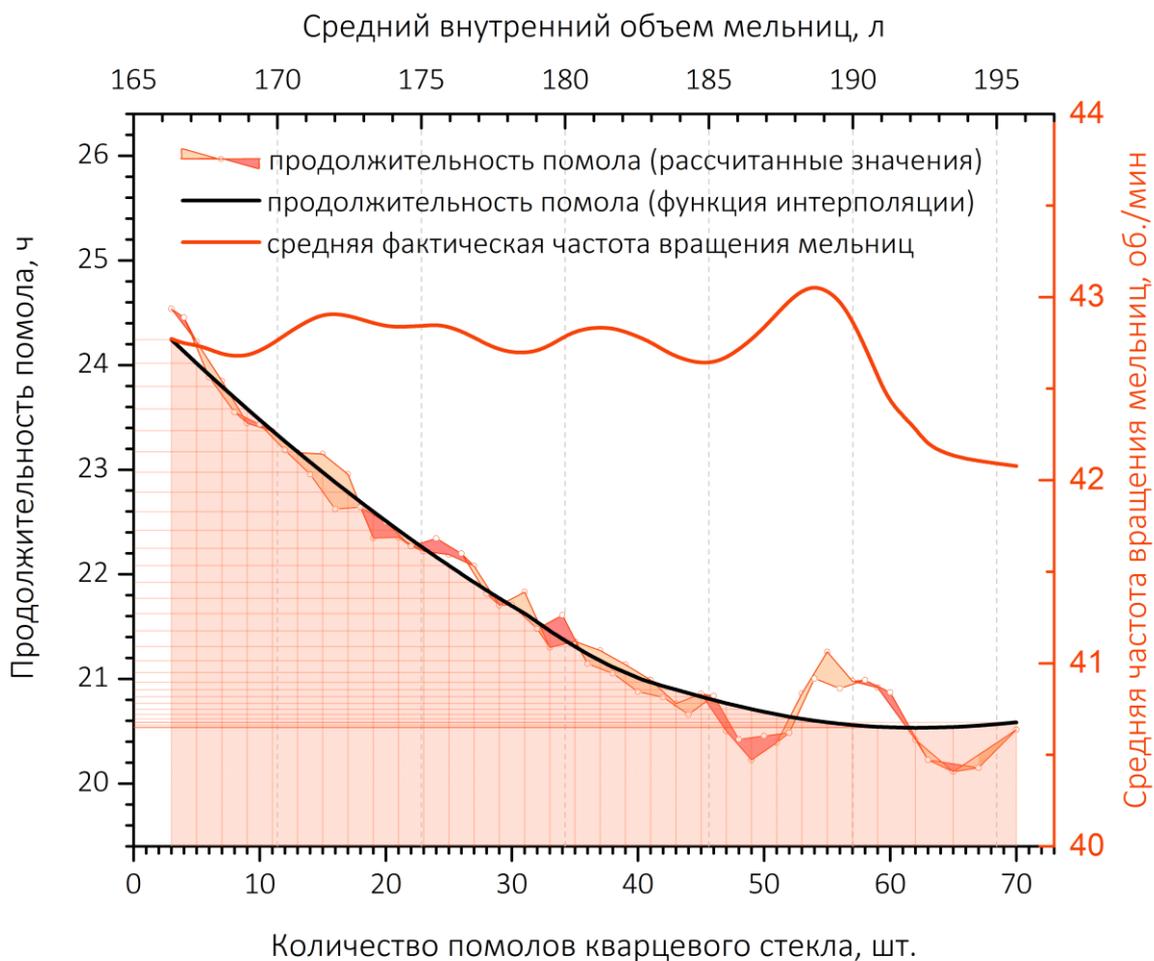


Рисунок 4.16 - Зависимость продолжительности помола кварцевого стекла от количества помолов.

Выводы по главе 4

В ходе исследования влияния качества исходного сырья было показано, что нецелесообразно использовать высший сорт кварцевого концентрата RQ-2К для изготовления кварцевых труб и дополнительно их очищать плавиковой кислотой HF. Наличие поверхностной кристаллизации на кварцевых трубах и стрелках не влияют на технологические параметры изготовления заготовок из кварцевой керамики и на ее физико-механические характеристики.

В ходе оптимизации процесса измельчения кварцевого стекла получена зависимость продолжительности помола кварцевого стекла от частоты вращения мельниц для получения шликера с оптимальным зерновым

составом. Определен оптимальный интервал частоты вращения мельниц - $42,5 \pm 43,0$ об/мин. Это позволило снизить среднюю продолжительность помола на более чем 25% и сократить количество дефектов на 10%. Подбор футеровочных элементов по геометрическим размерам позволил увеличить срок службы футеровки шаровых мельниц почти в 3 раза.

Глава 5. Совершенствование технологии формования крупногабаритных керамических заготовок

5.1 Общие сведения технологии формования керамических заготовок антенных обтекателей

Основные элементы формового комплекта: сердечник и модель (рис.5.1) изготавливают путем нанесения на их металлический каркас последовательно двух слоев полимерно-композиционных материалов (ПКМ) с различным наполнителем. Непосредственно на сам каркас наносится ПКМ из эпоксидной смолы ЭД-20 и боя керамических отходов, с последующей механической обработкой на станке до необходимых размеров и профиля [45].



Рисунок 5.1 – Сердечник (или модель) для формования керамических изделий [46]: а) схематическое представление; б – внешний вид.

Хотя обработка и выполняется на станках с числовым программным управлением (ЧПУ), но поверхности сердечника и модели имеют свои индивидуальные отклонения (в пределах заложенного допуска) от теоретического контура. При сборке формового комплекта возможны различные варианты совмещения сердечника и гипсовой формы, изготовленной с моделью, относительно друг друга. Таким образом, геометрия заготовок определяется геометрией и взаимным расположением формообразующих поверхностей модели и сердечника. Разворот и индивидуальные геометрические размеры модели и сердечника формируют теоретическую будущую керамическую заготовку, т.е. формообразующую полость. Эти нюансы могут привести к получению разнотолщинной керамической заготовки и, как следствие, к возникновению в ней дефектов.

Один из способов решения указанной проблемы заключается в точной центровке сердечника относительно гипсовой поверхности формы. Результат выполненной центровки может влиять как на качество будущих заготовок, так и на величину технологического припуска, а в последствии и на процесс механической обработки.

Для обеспечения высокой точности центровки сердечника относительно формы с рабочей поверхностью используется множество различных устройств и методов, которые решают обозначенную проблему. Особенно это широко применяется в производстве формования крупногабаритных заготовок. Все известные методы центровки сердечника относительно гипсовой формы можно разделить на 2 группы: механические и электронные. К механическим методам относятся различные устройства, встроенные в сам формовой комплект [96-98]. К электронным методам центровки относится лазерная центровка и видеоцентровка [99].

Таким образом вопросам улучшения центровки носовой части сердечника относительно гипсовой формы посвящено много работ.

Что касается проверки геометрии сердечника и модели, то в АО «ОНПП «Технология им.А.Г. Ромашина» существует только один метод – с помощью изготовленных шаблонов наружного контура модели и сердечника. Данный метод не позволяет в целом оценить отличительные геометрические особенности каждой формовочной детали.

Как показывает многолетняя практика, когда в производстве антенных обтекателей одного наименования используется одновременно несколько формовых комплектов, которые, следует отметить, проходят периодическую проверку шаблонами контура, один или более формовых комплектов могут показывать отрицательную статистику по частоте возникновения дефектов. При первичном анализе не всегда становится понятно причина этого.

Традиционно считалось, что разброс значений геометрических параметров деталей формовочной оснастки, если они выполнены в соответствии с требованиями конструкторской документации, не оказывает влияния на выход несоответствующих изделий.

Одним из распространённых дефектов является скол носка. В ходе многолетнего опыта производства керамических заготовок было установлено, что основной причиной образования данного дефекта являются геометрические особенности носовой части гипсовой формы, которая задается моделью, или состояние гипсовой поверхности в носовой части, которая меняется в процессе эксплуатации формы. Перед формованием очередной заготовки поверхность высушенной гипсовой формы необходимо зачистить от остатков шликера. Зачистка производится вручную шлифовальной шкуркой. Из-за труднодоступности носовой части для зачистки и того факта, что операция производится вручную, возникают различные дефекты на поверхности формы, которые препятствуют свободному извлечению заготовки, что приводит к сколу носка заготовки. Образованные дефекты в носовой части формы зачастую не видны, поэтому исключить образование

таких дефектов или уменьшить их влияние на образование сколов носков заготовки является немаловажной задачей.

Перед проведением обжига отформованную керамическую заготовку необходимо высушить. Процесс сушки влажных керамических заготовок обуславливается в основном видом связи влаги с материалом и воздействием внешней среды на поверхность тела.

В ходе сушки материала заготовки движение влаги внутри него под влиянием различных сил. Эти силы возникают из-за различия концентрации влаги в разных частях материала, разности температур и избыточного давления пара внутри него. Важно отметить, что внутренний перенос влаги неразрывно связан с внешним процессом сушки.

В процессе высушивания заготовки неодинаковое распределение влаги приводит к неравномерной усадке ее слоев. Внешние слои, высыхающие с большей скоростью, уменьшаются в размерах, тогда как внутренние слои сохраняют свой исходный размер, сдерживая таким образом усадку поверхностных слоев. Это приводит к усадке поверхностных слоев и возникновению растягивающих напряжений на поверхности изделия, а также к сжимающим напряжениям внутри тела. Эти напряжения могут привести к критической деформации, короблению или даже трещинам в изделии [101, 103].

Из практики сушки керамических изделий известно [59], что трещины в изделиях обычно возникают в начальный период сушки при стабилизации температуры. После этого трещины не возникают, хотя перепад влагосодержания по толщине изделия остается тот же и даже несколько увеличивается на определенном этапе сушки (в зависимости от принятого режима), а средняя влажность изделий уменьшается. В работе [100] автор рекомендует обеспечивать небольшую (возможно меньшую) невысокую скорость сушки при удалении 4-6 % начальной влажности, а затем вести процесс с большими высокими скоростями.

Устанавливать оптимальный режим сушки необходимо для каждого материала и изделия, т.е. определять допустимую скорость сушки, температуру материала и параметры сушильного агента, которые бы обеспечивали качественную сушку. Под оптимальным режимом сушки керамических изделий следует понимать такой, при котором изделие высыхает в минимальные сроки без трещин и обладает высоким качеством [100]. Для каждого материала и изделия необходимо устанавливать оптимальный режим сушки, т.е. определять допустимую скорость сушки, температуру материала и параметры сушильного агента. Под оптимальным режимом сушки следует понимать такой, при котором происходит равномерное удаление влаги по всему объему и высоте материала заготовки при минимальной длительности процесса.

На сегодняшний день сушку керамических заготовок антенных обтекателей осуществляют двумя способами:

- в естественных условиях производственных помещений в течение трех суток; сушка на воздухе в условиях производственных помещений в течение трех суток;

- конвективная сушка, которая заключается в подаче теплоносителя во внутреннюю полость заготовки. Сушку осуществляют при температуре 60-80°C в течение 4-14 часов. В условиях постоянного роста объемов производства, преимущество, отдается конвективной сушке.

Таким образом, для совершенствования технологии формования керамических заготовок, необходимо:

- оценить влияние геометрических особенностей формообразующих поверхностей на образование дефектов в заготовках;

- разработать метод формования заготовок, исключающий образование дефектов в носовой части гипсовой поверхности;

- оптимизировать сушку для повышения равномерности удаления влаги из керамической заготовки.

5.2 Исследование влияния геометрических параметров формообразующих полостей на качество керамических заготовок

Было предположено, что геометрические особенности полостей, формирующих контуры заготовки, могут оказывать влияние на результаты процесса формования и обжига заготовок, включая возникновение трещин. Разница в толщине стенки сырых заготовок может увеличить вероятность образования механических повреждений и возникновения трещин и сколов при изъятии сердечника и заготовки из формы. Причиной образования дефектов заключается в неоднородном распределении механических напряжений. Кроме этого, в заготовках с неравномерной толщиной могут возникать термомеханические напряжения в процессе их обжига и, следовательно, повысить количество некондиционной продукции (уровень технологических потерь), из-за образовавшихся трещин в заготовках.

Для анализа использовали данные о производстве керамического антенного обтекателя высотой около 1000 мм. Формование заготовок осуществляют в 8-ми формовых комплектах, гипсовые поверхности которых изготавливают с использованием 2 моделей.

Диаграмма с результатами анализа влияния выбора формового комплекта на образование трещин и сколов керамики, построенная по производственным данным для рассматриваемых изделий за трехлетний период, приведена на рис. 5.2. Из представленной диаграммы видно, что при использовании формовых комплектов №2 и 8 образование трещин и сколов в 1,5 раза больше, чем в случае использования формового комплекта №6.

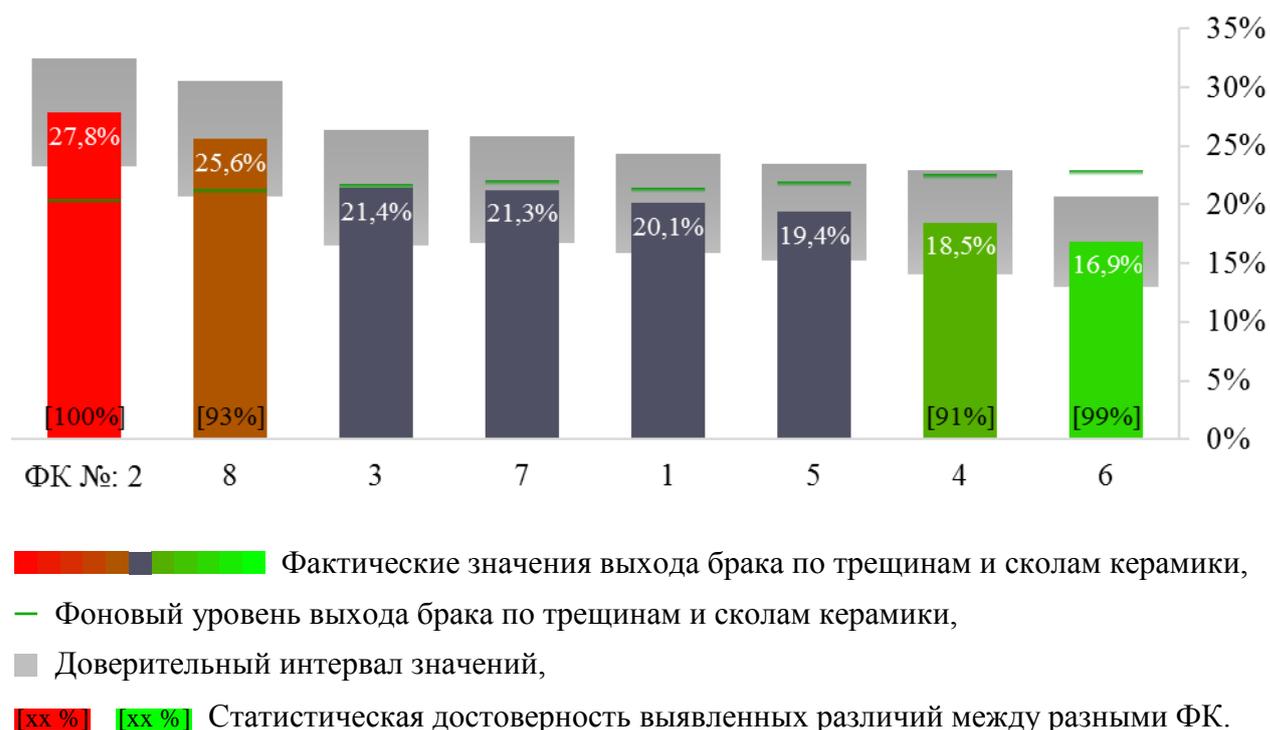


Рисунок 5.2 - Диаграмма оценки влияния выбора формового комплекта на образование трещин и сколов за трехлетний период.

За последние три года формовые комплекты (ФК) прошли несколько замен гипсовых форм. Вероятно поэтому, обнаруженные различия по доле возникающих трещин и сколов на керамике при использовании разных ФК связаны с геометрическими параметрами формообразующих полостей, которые определяются геометрией оснастки. Чтобы выявить, какие геометрические параметры формообразующих полостей влияют в большей степени на возникновение трещин и сколов, были отобраны ФК №6 и 8. Особенностью этих ФК является то, что для изготовления формы для ФК №6 использовали только модель №1, а форма для ФК №8 – только модель №2. При условии, что модели №1 и №2 имеют существенные различия по геометрическим параметрам, то, вероятно, можно будет выявить и отличия геометрических параметров формообразующих полостей.

Для определения отличительных признаков необходимо было сравнить геометрию формообразующих полостей, составленных тремя сочетаниями формообразующих деталей:

1. Сердечник № 6 и модель № 1,
2. Сердечник № 8 и модель № 2,
3. Сердечник № 8 и модель № 1.

Цифровые изображения формообразующих полостей в ФК были получены путем совмещения 3D-отображений сердечников и соответствующих моделей. Совмещение 3D-отображений деталей проводилось по фланцам у оснований формообразующих поверхностей с выравниванием положений узлов фиксации положения сердечника (платиков) на фланцах сердечников и соответствующих моделей для четырех вариантов взаимного расположения – разворота друг относительно друга вокруг оси вращения деталей. Такой метод совмещения соответствует тому, как формы с сердечниками совмещают при сборке ФК.

С помощью программного обеспечения лазерного трекера была проведена предварительная оценка геометрии формообразующих полостей. В ходе нее было обнаружено, что полости имеют разнотолщинность. На рис.5.3-5.5 представлены цветные диаграммы, которые показывают отклонения толщины поперечных сечений этих полостей (вид сверху). В центре цветного круга находится носок, а изменение толщины сечений изображено с помощью цветов от меньших значений (имеющих желто-оранжево-красными цвета) к большим значениям (обладающие «холодными» оттенками).

Однако особое внимание следует обратить на изменение толщины полостей вдоль окружностей в поперечных сечениях и неравномерное изменение толщины полостей от основания к вершине в продольных сечениях - вдоль образующих.

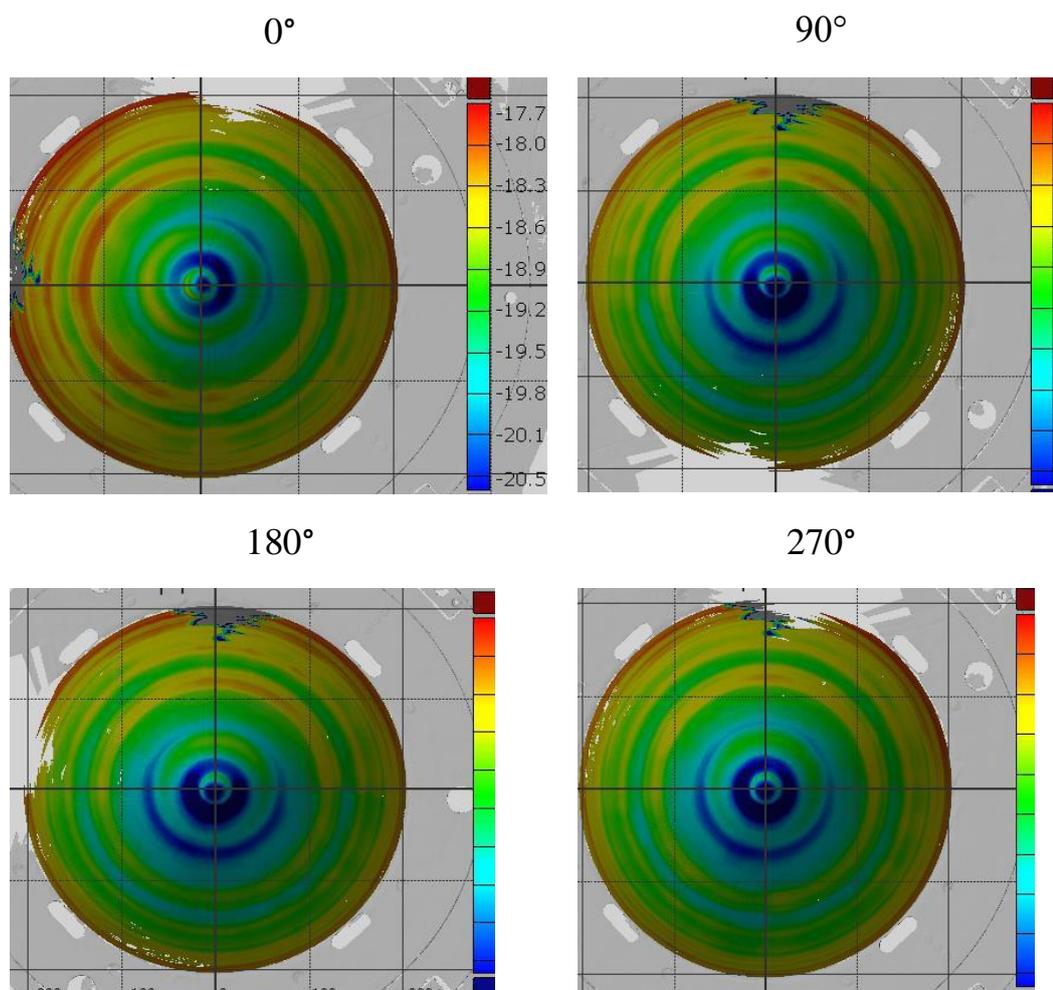


Рисунок 5.3 – Цветовые диаграммы отклонений по толщине поперечных сечений формообразующей полости в ФК №6 с моделью №1.

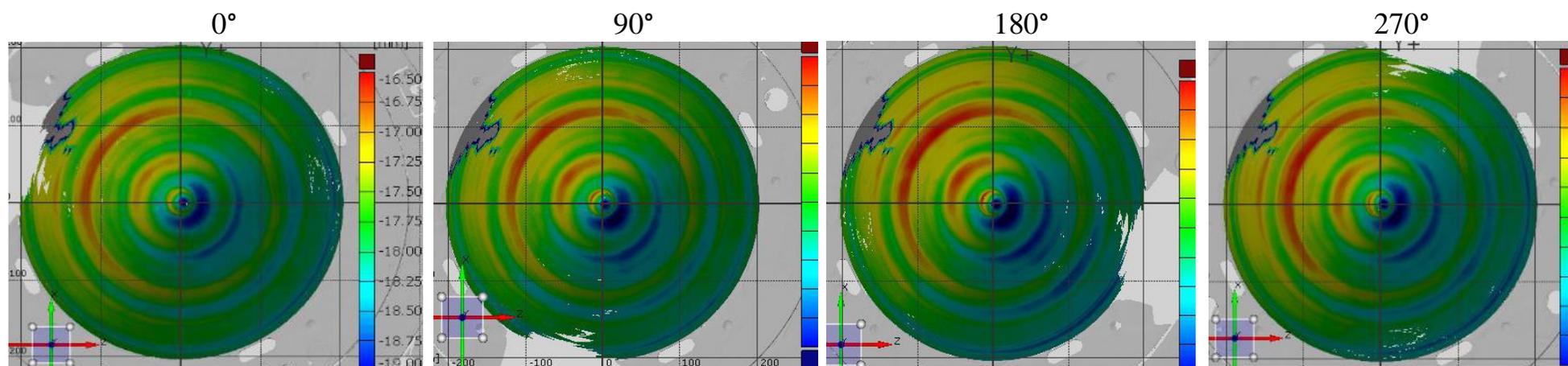


Рисунок 5.4 – Цветовые диаграммы отклонений по толщине поперечных сечений формообразующей полости в ФК №8 с моделью №2.

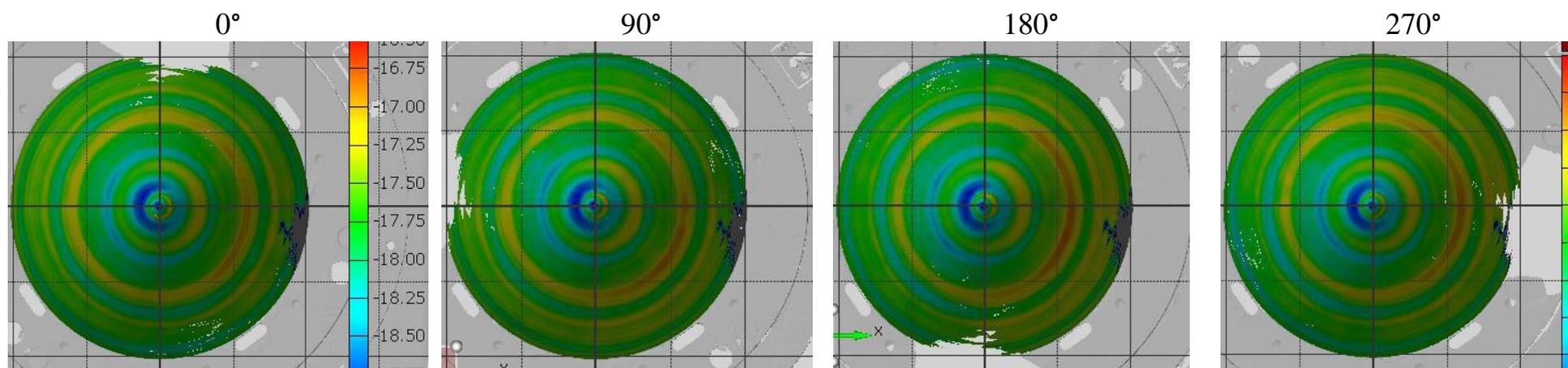


Рисунок 5.5 – Цветовые диаграммы отклонений по толщине поперечных сечений формообразующей полости в ФК №8 с моделью №1.

Для статистической обработки данных, касающихся геометрии формообразующих полостей, были собраны данные по толщине поперечных сечений полостей на различных высотах от фланца сердечника, т.е. основания. Шаг был задан равномерно по 32-м точкам на каждой окружности сечения.

Для анализа обнаруженной разнотолщинности формообразующих полостей предлагается использовать классификацию видов разнотолщинности, приведенную на рис.5.6.

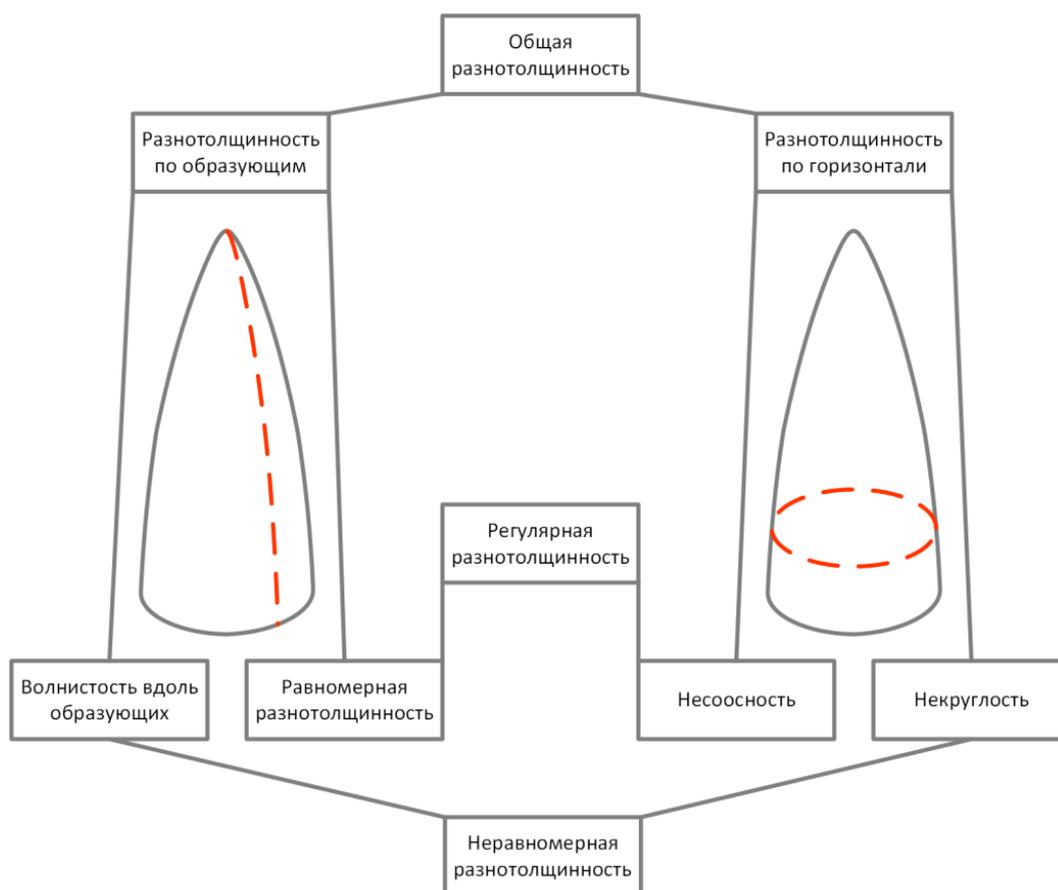


Рисунок 5.6 – Принятая классификация видов разнотолщинности.

Для оценки общей разнотолщинности формообразующих полостей определен относительный статистический параметр - коэффициент вариации значений толщины полостей. Коэффициент вариации рассчитывается в процентах и представляет собой отношение среднего квадратического отклонения к среднему арифметическому значению. В данном случае, этот параметр был разделен на два компонента: первый связан с равномерным

изменением толщины полости от основания к вершине (п. 1 в табл. 5.1), а второй - с другими видами разнотолщинности. Второй компонент включает в себя вклад "волнистости" изменения толщины полости вдоль образующих (п.2 в табл. 5.1) и вклад разнотолщинности полости по окружностям поперечных сечений, включая несоосность и некруглость (п. 3 в табл. 5.1). В последующем анализе несоосности полостей были получены абсолютные значения несоосности на различных высотах от основания. Особое внимание следует уделить несоосности основания, так как она не может быть устранена формовщиком при центровке сердечника в процессе сборки формового комплекта, в отличие от "несоосности носка".

Таблица 5.1. Расчет параметров, описывающих различные виды разнотолщинности формообразующих полостей.

Параметр	Способ расчета
Общая разнотолщинность (%)	Коэффициент вариации для выборки известных значений толщины формообразующей полости
1. Равномерная разнотолщинность (%)	Разность между «общей разнотолщинностью» и «другими видами разнотолщинности»
Другие виды разнотолщинности (%):	Коэффициент вариации для выборки отклонений значений толщины формообразующей полости от значений линейной зависимости толщины от расстояния до основания полости
2. «Волнистость» вдоль образующих (%)	Разность между «другими видами разнотолщинности» и значением параметра «несоосность и некруглость»
3. Несоосность и некруглость (%)	Коэффициент вариации для выборки отклонений значений толщины формообразующей полости от средних значений толщины полости на выбранном расстоянии до основания полости
Несоосность основания (мм)	Отклонение положения оси вращения сердечника относительно оси вращения модели на условном расстоянии 0 мм от до основания полости, определяемое исходя из геометрических данных

Результаты расчета коэффициентов вариации толщины формообразующих полостей, вкладов в этот параметр и несоосности взаимного расположения сердечника и модели, согласно описанной методике в таблице 5.1, представлены в таблице 5.2.

Таблица 5.2. Коэффициенты вариации значений толщины полостей в формовых комплектах для трех сочетаний сердечников и моделей.

Параметр	Сердечник № 6 с моделью № 1	Сердечник № 8 с моделью № 2	Сердечник № 8 с моделью № 1
Кол-во точек измерения толщины:	383 шт.	381 шт.	379 шт.
Общая разнотолщинность	4,04%	3,33%	3,58%
1. Равномерная разнотолщинность	1,95%	1,42%	1,65%
2. «Волнистость» вдоль образующих	0,88%	0,86%	0,91%
3. Несоосность и некруглость	1,22%	1,06%	1,02%

При разных комбинациях сердечников и моделей не было проведено сравнение значений коэффициентов вариации, связанных с монотонным изменением толщины полостей. Это связано с тем, что при равномерном, включая линейное, изменении толщины полостей от основания к вершине, необходимо обеспечить более равномерное распределение механического напряжения на керамическую заготовку при разборке формового комплекта, чтобы минимизировать повреждения заготовки. В связи с этим особый интерес представляет анализ разнотолщинности формообразующих полостей, таких как несоосность, "волнистость" вдоль образующих и некруглость, с точки зрения возможного влияния на образование трещин и сколов керамики.

Сопоставление проверенных комбинаций сердечников и моделей показывает, что различия в формообразующих полостях в основном связаны с некруглостью и несоосностью, различие между минимальными и максимальными значениями составляет 20% (см. табл. 5.2). Однако максимальная разница между «волнистостью» вдоль образующих составляет 3% (табл. 5.2). Несмотря на это, эти факты не объясняют, почему комбинация ФК №8 с моделью №2 приводит к повышенному образованию трещин и сколов в керамике, в то время как комбинация ФК №6 с моделью №1, наоборот снижает. Поэтому для последующего сопоставления геометрии

рассматриваемых полостей были определены и проанализированы абсолютные значения несоосности их внутренних и внешних поверхностей.

На основе данных о толщине формообразующих полостей в двух перпендикулярных плоскостях были получены значения несоосности на различных высотах от основания. Из геометрических соображений можно сделать вывод, что абсолютная несоосность полости может быть в полном объеме охарактеризована двумя параметрами: несоосностью основания и несоосностью вершины.

Причина несоосности основания полости связана с геометрическими параметрами и нюансами соединения формовых деталей. Причиной несоосности вершины является некачественная ручная центровка вершины в процессе сборки формовых комплектов. Однако несоосность вершины в большей степени зависит от человеческого фактора и может отличаться от заготовки к заготовке. Поэтому, при сопоставлении 3D-изображений разных формообразующих полостей, следует обращать внимание на несоосность основания, так как она является более постоянной характеристикой, значениями несоосности вершины пренебречь. В табл. 5.3 представлена несоосность основания для трех комбинаций сердечников и моделей. Из таблицы видно, что несоосность основания для ФК №6 (0,16 мм) в три раза меньше, чем для комбинации сердечника №8 и модели №2 (0,52 мм).

Таблица 5.3. Абсолютные значения несоосности основания формообразующих полостей.

Формообразующая полость	Сердечник № 6 с моделью № 1	Сердечник № 8 с моделью № 2	Сердечник № 8 с моделью № 1
Несоосность основания	0,16 мм	0,52 мм	0,19мм

Из представленной на рис. 5.2 диаграммы видно, что использование модели №1 с формовым комплектом №6 приводит к значительно меньшему образованию трещин и сколов, по сравнению с использованием модели №2 с

формовым комплектом №8. Это свидетельствует о том, что большая несоосность основания полости имеет связана с высоким уровнем образования трещин и сколов соответствующих заготовок (табл. 5.4).

Таблица 5.4. Сопоставление выхода брака по трещинам и сколам керамики, отформованных в ФК № 6 и 8, и абсолютных значений несоосности оснований соответствующих формообразующих полостей.

Формообразующая полость	Выход брака по трещинам и сколам, %	↑ или ↓ брака относительно фона, ±%	Несоосность основания полости, мм
Сердечник № 6 с моделью № 1	17,3	-25	0,16
Сердечник № 8 с моделью № 2	25,6	+21	0,52

Выдвинутое предположение о том, что снижение несоосности основания формообразующей полости приведет к уменьшению технологических потерь (снижению образованию трещин и сколов), было реализовано в последующем для изготовления гипсовых форм в ФК № 8: использовать исключительно модель № 1.

При анализе также было принято во внимание, что и сердечник, и модель могут обладать собственной несоосностью относительно своих фланцев. Это означает что разные взаимные расположения (развороты вокруг оси друг относительно друга) сердечника и модели/формы приводят к отличающимся параметрам несоосности формообразующей полости. Поэтому каждый из четырех возможных вариантов взаимного расположения (разворота) сердечника и модели проанализирован отдельно. В табл.5.5-5.7 приведены результаты анализа всех возможных вариантов разворота для трех сочетаний сердечников №6 и 8 и моделей №1 и 2.

Таблица 5.5. Результаты анализа данных по толщине полости в ФК №6 при использовании гипсовых форм модели №1 для четырех вариантов разворота сердечника.

Параметр	Угол разворота сердечника				Среднее значение
	0°	90°	180°	270°	
Общая разнотолщинность, %	3,79	4,04	4,04	3,95	3,96
1. Равномерная разнотолщинность, %	1,81	1,95	1,95	2,01	1,91
2. Другие виды разнотолщинности, %	1,98	2,09	2,09	1,95	2,05
2.1 «Волнистость» вдоль образующих, %	1,03	0,90	0,88	1,01	0,96
2.2 Несоосность и некруглость, %	0,95	1,19	1,22	0,94	1,08
3. Несоосность средняя, мм	0,31	0,38	0,39	0,32	0,35
3.1 Несоосность основания, мм	0,2	0,09	0,14	0,21	0,16
3.2 Несоосность носка, мм	0,47	0,70	0,64	0,42	0,55

Таблица 5.6. Результаты анализа данных по толщине полости в ФК №8 при использовании гипсовых форм модели №2 для четырех вариантов разворота сердечника.

Параметр	Угол разворота сердечника				Среднее значение
	0°	90°	180°	270°	
Общая разнотолщинность, %	3,33	3,32	3,51	3,55	3,43
1. Равномерная разнотолщинность, %	1,42	1,43	1,24	1,26	1,33
2. Другие виды разнотолщинности, %	1,91	1,89	2,28	2,29	2,10
2.1 «Волнистость» вдоль образующих, %	0,86	0,89	0,68	0,66	0,77
2.2 Несоосность и некруглость, %	1,06	1,01	1,60	1,62	1,33
3. Несоосность средняя, мм	0,37	0,34	0,56	0,57	0,46
3.1 Несоосность основания, мм	0,46	0,24	0,63	0,75	0,52
3.2 Несоосность носка, мм	0,38	0,44	0,5	0,43	0,44

Таблица 5.7. Результаты анализа данных по толщине полости в ФК №8 при использовании гипсовых форм модели №1 для четырех вариантов разворота сердечника.

Параметр	Угол разворота сердечника				Среднее значение
	0°	90°	180°	270°	
Общая разнотолщинность, %	3,54	3,50	3,58	3,52	3,53
1. Равномерная разнотолщинность, %	1,65	1,68	1,65	1,68	1,66
2. Другие виды разнотолщинности, %	1,89	1,82	1,93	1,84	1,87
2.1 «Волнистость» вдоль образующих, %	0,98	1,08	0,91	1,05	1,01
2.2 Несоосность и некруглость, %	0,91	0,74	1,02	0,78	0,86
3. Несоосность средняя, мм	0,30	0,25	0,2	0,27	0,25
3.1 Несоосность основания, мм	0,20	0,20	0,15	0,21	0,19
3.2 Несоосность носка, мм	0,43	0,45	0,42	0,35	0,41

Другим результатом анализа несоосности формообразующих полостей является найденная возможность выбора предпочтительного взаимного расположения (разворота вокруг оси) сердечника и формы, характеризующегося наименьшей несоосностью основания. Предпочтительные углы разворота сердечников относительно меток на моделях/формах, обеспечивающих наименьшие значения несоосности основания формообразующих полостей при совмещении сердечника №6 с моделью №1 и сердечника №8 с моделью №1, составлены на основе анализа табл.5.5 и 5.7 и приведены в табл.5.8. Наибольший эффект от использования предпочтительных углов возможен при обеспечении точного позиционирования сердечников и моделей относительно каркаса формы.

Таблица 5.8. Рекомендуемые углы разворота сердечника относительно меток на моделях/формах, обеспечивающих наименьшее значения несоосности основания.

Параметр	Сердечник №6 С моделью №1	Сердечник №8 С моделью №1
Рекомендуемый угол разворота	90°	180°
Несоосность основания	0,09 мм	0,15 мм
Снижение несоосности основания относительно режима со случайным взаимным расположением	- 44%	- 21 %

Для подтверждения достоверности представленных расчетов в производстве изготовления гипсовой формы в ФК 8, была использована только модель №1 с выбранным углом разворота сердечника относительно модели (формы). Это было сделано из-за того, что формообразующая полость в ФК 8 в комбинации с моделью №1 имеет наименьшую несоосность основания по сравнению с моделью №2. По выбранному технологическому решению проведена его оценка по значениям несоосности формуемых заготовок. Для этого была измерена толщина стенки заготовки на различных расстояниях от основания, применив специализированную измерительную

оснастку. Результаты проведенного анализа заготовки представлены в табл. 5.9.

Согласно полученным результатам после перехода от модели №2 к модели №1 несоосность основания полости снизилась с 0,52 мм до текущего значения 0,17 мм (на 67%), что соответствует предварительно рассчитанному ожидаемому изменению несоосности основания заготовок. Полученные результаты также показали целесообразность контроля несоосности обожженных заготовок в том случае, когда требуется дополнительная проверка эффективности принятия решений о выборе оптимальной конфигурации при сборке формовых комплектов.

Таблица 5.9. Результаты статистического анализа данных по толщине обожженной заготовки, отформованной в ФК №8 после изготовления гипсовой формы с помощью модели №1 с углом разворота сердечника относительно формы – 180 °.

Параметр		Значение
Кол-во точек измерения толщины:		352 шт.
Общая разнотолщинность		3,66%
1. Равномерная разнотолщинность		1,36%
2. Другие виды разнотолщинности		2,30%
3. Несосоосность средняя		0,16 мм
3.1 Несосоосность основания	фактическая	0,17 мм
	ожидаемая	0,15 мм
3.2 Несосоосность носка	фактическая	0,15 мм

Для оценки эффективности принятого решения применять модель №1 взамен модели №2 при изготовлении гипсовых форм для ФК 8, был проведен анализ статистических данных по сравнению уровня технологических потерях, по таким причинам, как трещины или сколы носка. На рис. 5.7 представлена гистограмма, показывающая уровень дефектов (трещин и сколов) в случае применения ФК №8 по сравнению с другими формовыми комплектами. Видно, что ФК №8 уже не показывает высокий уровень технологических потерь, чем раньше (см. рис. 5.2), и количество дефектов в

заготовках с применением этого формового комплекта снизилась до среднестатистического уровня - даже ниже фонового уровня.

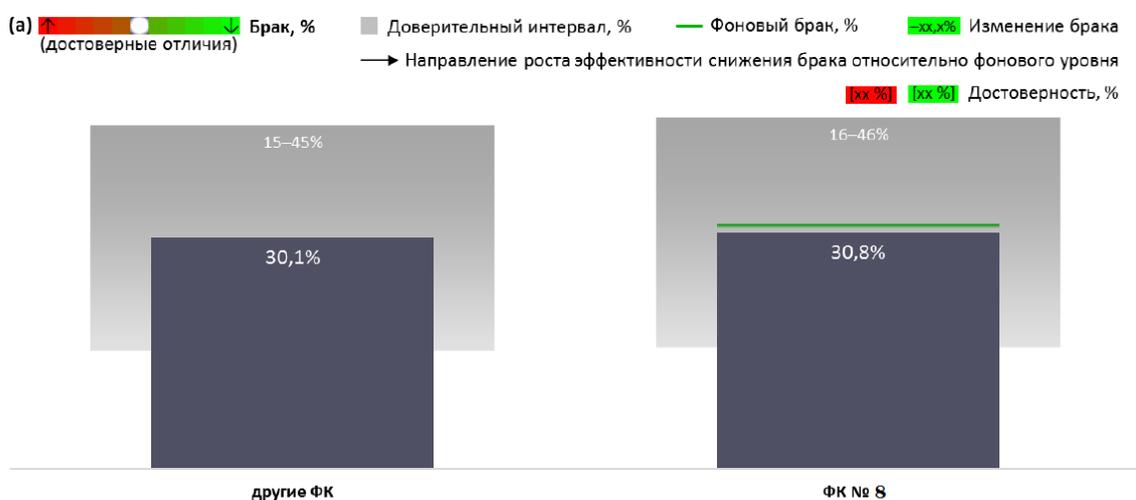


Рисунок 5.7 – Уровень трещин и сколов заготовок изделий ..., отформованных с использованием ФК №8 после перехода на модель №1 и с углом разворота сердечника относительно формы – 90 °.

Полученные выше результаты подтверждают эффективность принятого решения по переходу к использованию модели №1 вместо №2 и выбора рекомендованного угла разворота 180 ° при подготовке гипсовых форм для ФК №8.

Проведенный анализ по выявлению причин повышенного уровня доли технологических потерь изделий из одного ФК и полученные результаты измерений геометрических размеров деталей ФК установили, несоосность основания формообразующей полости оказывает влияние на повышенную долю трещин и сколов и что ее снижение. В основу разработки метода подбора деталей формового комплекта путем выбора оптимального разворота сердечника относительно формы (модели) позволит уменьшить вероятность образования дефектов, таких как трещины и сколы. На основе этого был разработан метод комбинирования деталей формовых комплектов.

Разработанный метод заключается в следующем:

1. Проведение 3D-измерений вновь изготовленных или отремонтированных модели и сердечника.
2. Совмещение полученных 3D-изображений по фланцам с выравниванием позиций посадочных мест для крепления сердечника и модели в трех (или) четырех вариантах взаимного расположения (разворота друг относительно друга).
3. Выбор оптимальной «пары» модели и сердечника и их взаимное расположение (угол разворота), основываясь на наименьшем значении несоосности основания.
4. Нанесение меток на каркас формы и сердечника, сборка формового комплекта по нанесенным меткам для обеспечения наименьшей несоосности основания будущей заготовки.

Метод был опробован и успешно внедрен в серийное производство головных антенных обтекателей изделий.²

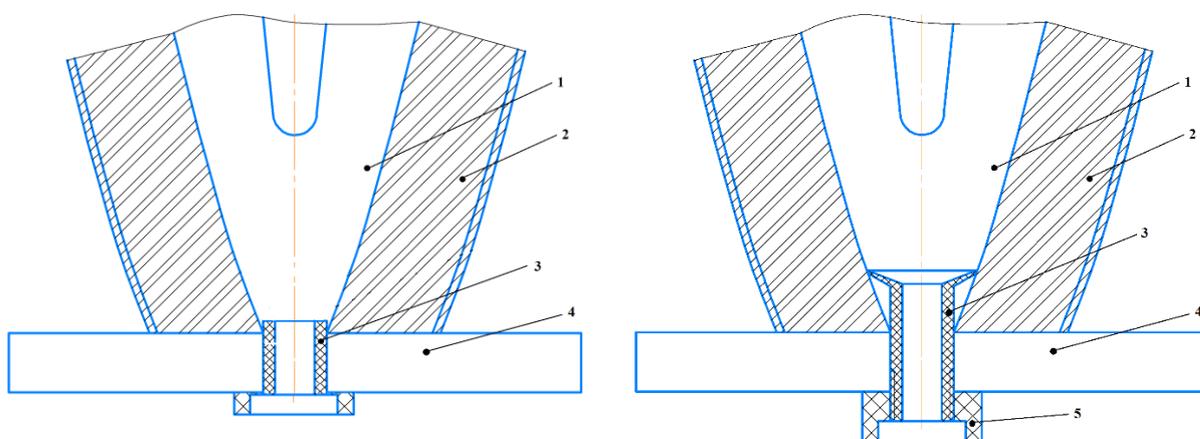
Как было отмечено выше, причиной образования сколов носков керамических заготовок являются геометрические особенности модели или дефекты гипсовой поверхности, образованные при зачистке в процессе эксплуатации формы.

При регулярном осмотре гипсовой поверхности в носовой части формы на протяжении всего ее жизненного цикла были отмечены такие дефекты, как глубокие борозды, обратный конус, многогранная форма вместо округлой. Такие дефекты «удерживают» заготовку при ее извлечении, а под воздействием силы тяжести заготовка быстро опускается на носилки, фрагмент носовой части остается в форме.

Предложено решение, позволяющее изолировать «проблемную» зону носовой части формы от шликера, и, как следствие» исключить

²На данный способ получен патент РФ №2759878

необходимость зачистки гипсовой поверхности. Таким решением стала специальная заливочная втулка, которая представлена на рисунке 5.8



действующая конфигурация

предложенная конфигурация

Рисунок 5.8. – Фрагмент формового комплект: 1 – керамическая заготовка; 2- гипсовая форма; 3 –заливочная втулка; 4 – фланец формы; 5 – фиксатор заливочной втулки.

После внедрения предложенной заливочной втулки для формования керамических заготовок доля дефектов – скол носка снизилась практически до нуля.

5.3 Оптимизация процесса сушки заготовок

Основными средствами сушки заготовок являются установки сушки и тепловентиляторы (рис.5.9 и 5.10).

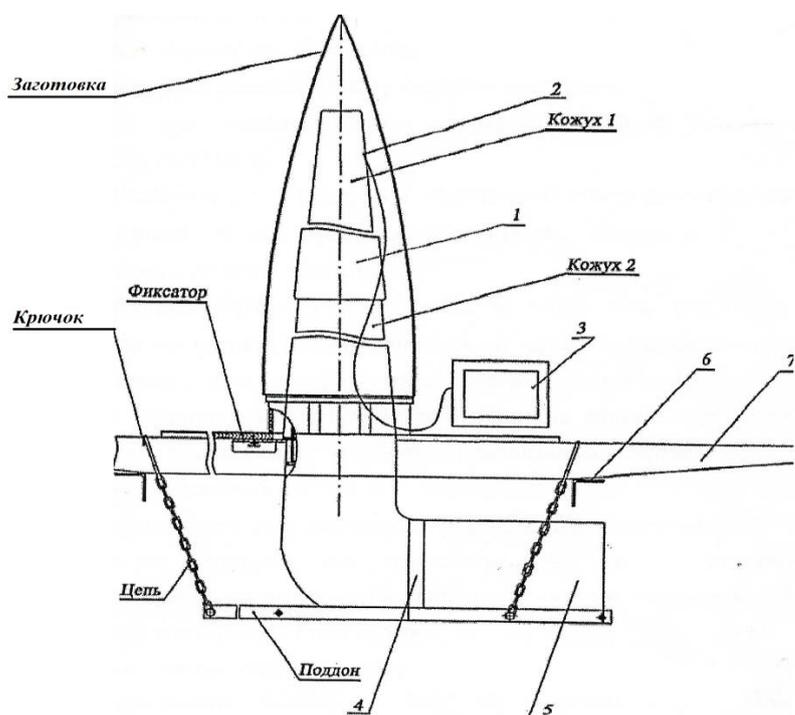


Рисунок 5.9 – Схема устройства для сушки отформованных заготовок тепловентилятором: 1 – приспособление для сушки; 2 – термопреобразователь; 3 – регистратор температуры; 4 – рукав; 5 – тепловентилятор; 6 – стеллаж; 7 – носилки.

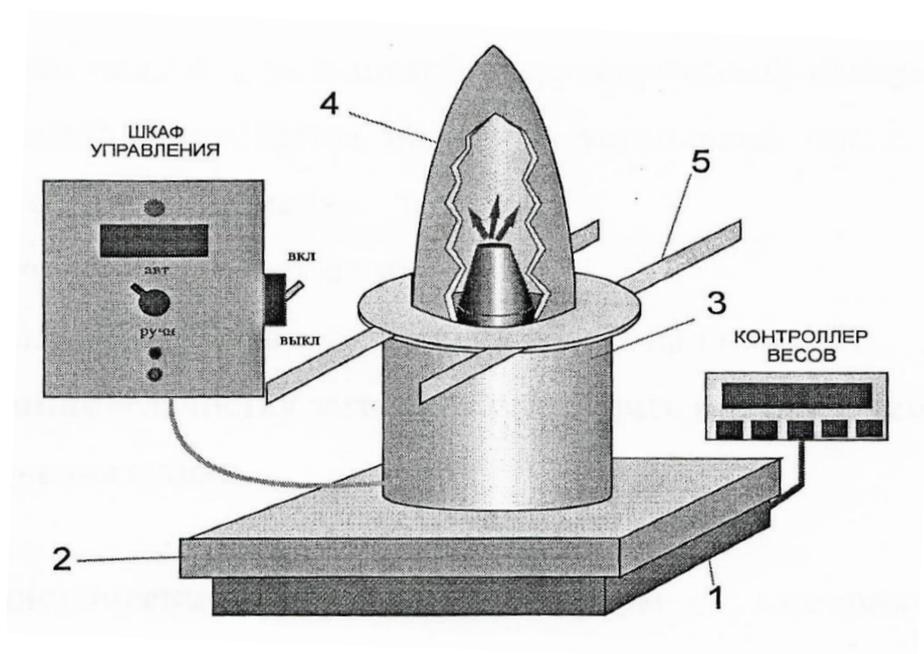


Рисунок 5.10 – Схема установки для сушки отформованных заготовок: 1 – грузоприемная измерительная платформа (весы); 2 – поддон; 3 – наружная емкость; 4 – направляющий аппарат; 5 – носилки.

В процессе сушки керамических заготовок с использованием конвективного метода, влага испаряется за счет передачи тепла от потока нагретого воздуха, который контактирует с заготовкой в сушильной установке. Рост скорости теплового потока и интенсивности теплообмена приводит к повышению скорости сушки [57].

Перемещение влаги в ходе сушки происходит от внутренних к внешним слоям заготовки посредством влагопроводности, обусловленной разницей влажности по всей толщине стенки заготовки. Поверхностная температура при этом заготовки выше, чем внутри нее, особенно в процессе прогрева. Это приводит к ограниченному передвижению влаги внутрь заготовки из-за термовлагопроводности, что затрудняет ее передвижение к поверхности заготовки и создает существенные различия по содержанию влаги [52, 53, 57]. Эта особенность конвективного метода сушки керамических заготовок является недостатком.

Для определения направления оптимизации сушки отформованных заготовок был проведен анализ видов трещин, которые обнаруживают после их обжига. На рис.5.11 представлена диаграмма видов трещин после обжига и их соотношение.

Виды трещин после обжига

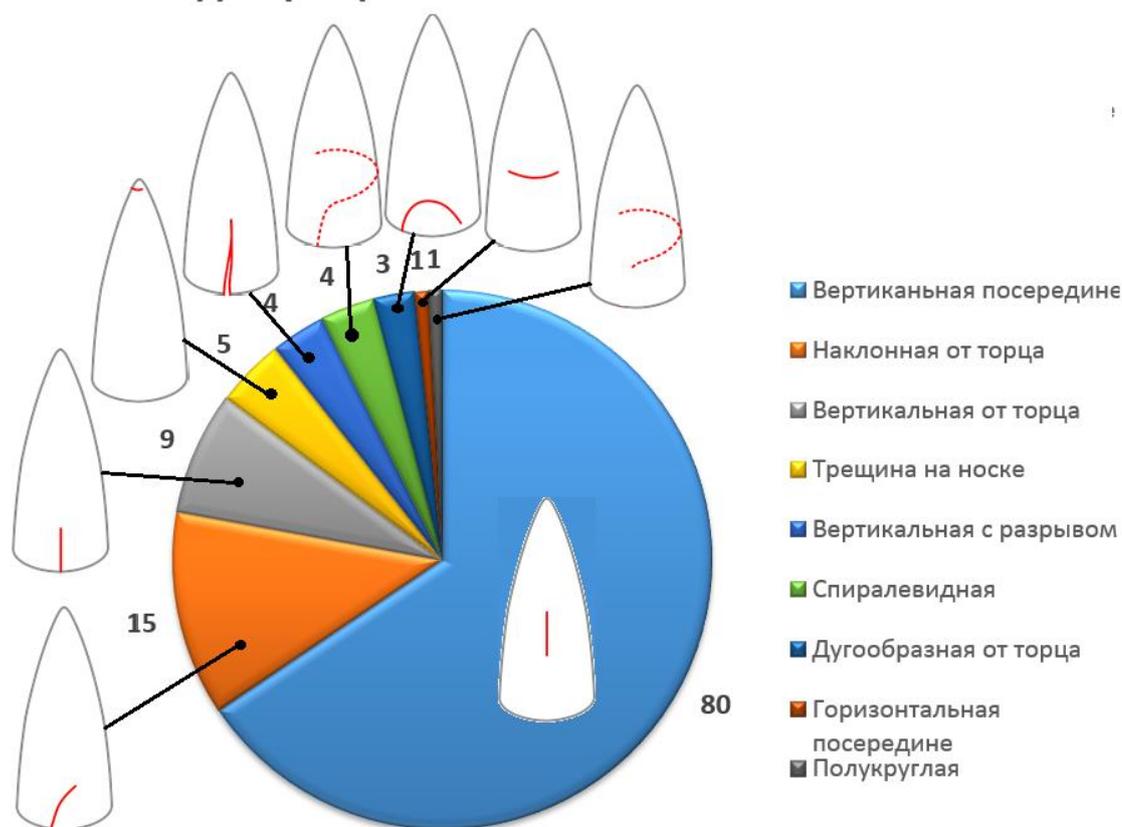


Рисунок 5.11 - Виды трещин на заготовках после обжига и их соотношение.

Как видно из представленных данных, преобладающим видом трещин является вертикальная посередине заготовки. Сопоставив данные о конструкции установок для сушки заготовок с расположением этих трещин, было установлено, что высота воздуховода, который располагается внутри заготовки, практически совпадает с местом образования трещины. Возможно поток горячего воздуха из воздуховода локально пересушивает и создает градиент влажности по толщине заготовки. Также было выдвинуто предположение, что на образование трещин возможно влияет температурный градиент по высоте заготовки, который создается в процессе конвективной сушки.

Для определения причин образования преобладающего вида трещин были смоделированы физические процессы в установке сушки с действующей

конструкцией воздуховода – параметры воздушного потока и тепловое взаимодействие со стенкой заготовки.

Принятые начальные и граничные условия:

- Воздух – несжимаемый идеальный газ со значениями $C_p=1006.43$ Дж/кг·К, $\lambda=0,0242$ Вт/м·К, $\mu=1,7894e-5$ Па·с;

- Свойства материала заготовки со значениями $\rho=1910$ кг/м³, $C_p=750$ Дж/кг·К, $\lambda=0,9$ Вт/м·К

- Параметры на входе: скорость (три варианта значений 0,5; 1,0; 1,5 м/с), давление, температура.

- Параметры на выходе: нулевое избыточное давление при абсолютном атмосферном.

- Внутренняя стенка заготовки: связанное конвективное тепловое взаимодействие с обтекающим воздухом.

- Наружная стенка заготовки: естественная конвекция 10 Вт/м²·К с окружающим воздухом 28°C .

- Стенки воздуховода и торец оболочки: адиабатная граница.

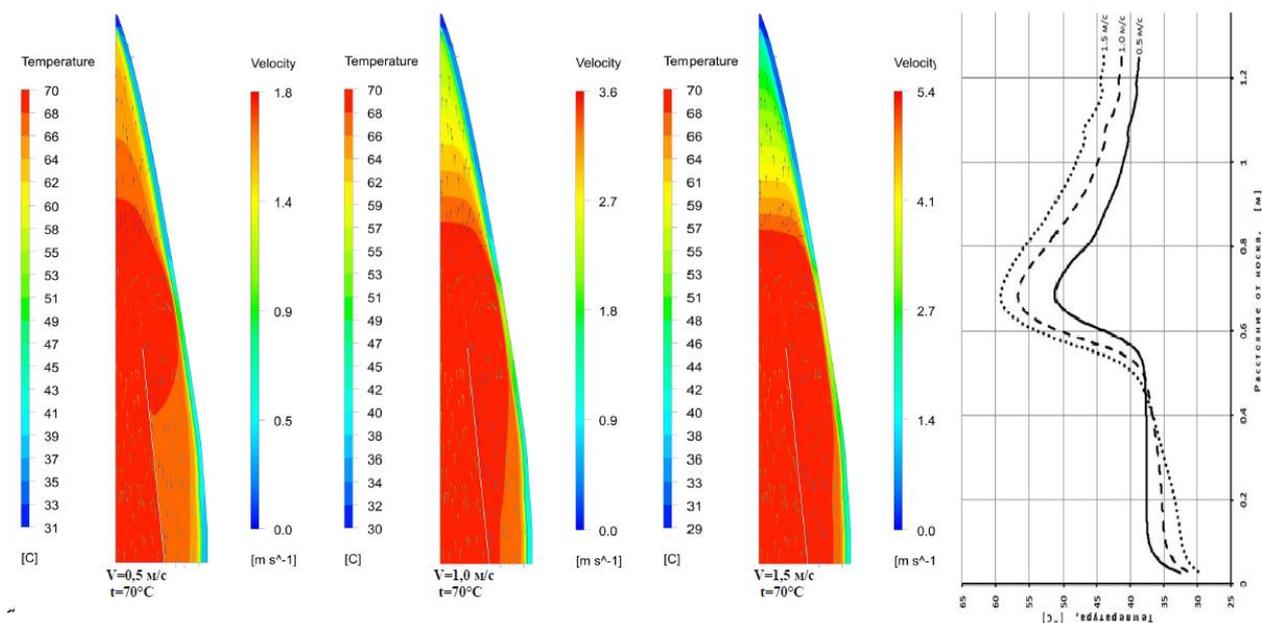


Рисунок 5.12 – Модель физических процессов при сушке заготовки с действующим устройством сушки.

На рис.5.12 представлена полученная модель физических процессов сушки заготовки с использованием действующего устройства сушки заготовок. Видно, что в месте выхода из воздуховода наблюдается скачок температуры стенки. При этом в носовой части создается закупорка и теплый воздух туда не попадает.

Для подтверждения выдвинутых предположений и результатов расчетов была проведена съемка процесса сушки заготовки с помощью тепловизора. Результаты представлены на рис.5.13. Из представленных данных видно, что больше половины длительности сушки заготовка разогрета неравномерно и лишь только на 8-9 ч заготовка становится полностью равномерно прогретой.

Имеющиеся способ и устройство для сушки заготовок приводят к неравномерности сушки разных участков. Разные участки заготовки в процессе сушки могут получать разное количество тепловой энергии из-за неравномерной теплопередачи от остывающего потока и, поэтому с разной скоростью отдавать молекулы жидкости. Таким образом, необходимо повысить равномерность сушки всех участков заготовки для снижения количества дефектов.

Для обеспечения равномерности сушки заготовок была предложена новая конструкция воздуховода для вентилятора (рис. 5.14), форма которого на всем пути соприкосновения потока нагретого воздуха из вентилятора с внутренней поверхностью изделия обеспечивает приблизительно одинаковую эффективную площадь сечения, через которую проходит поток воздуха.

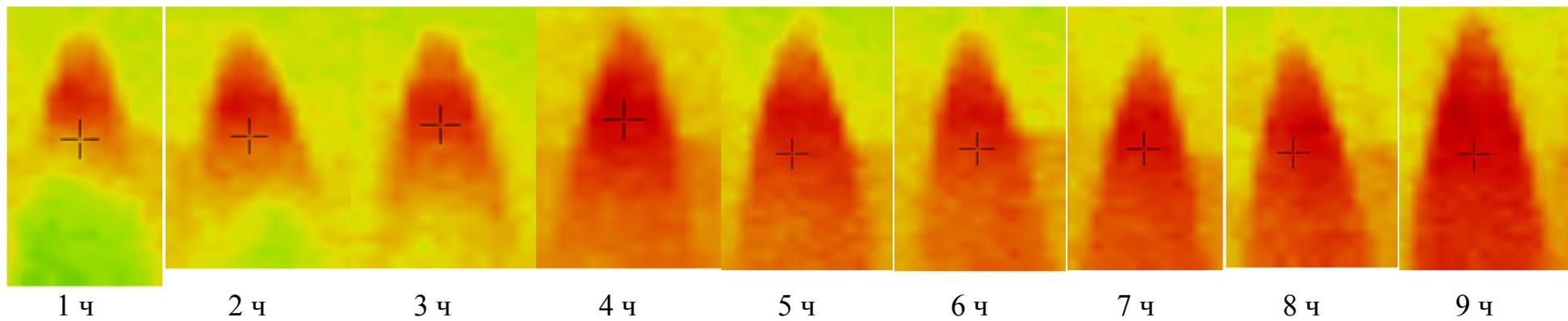


Рисунок 5.13 – Оценка равномерности прогрева заготовки в процессе ее сушки.

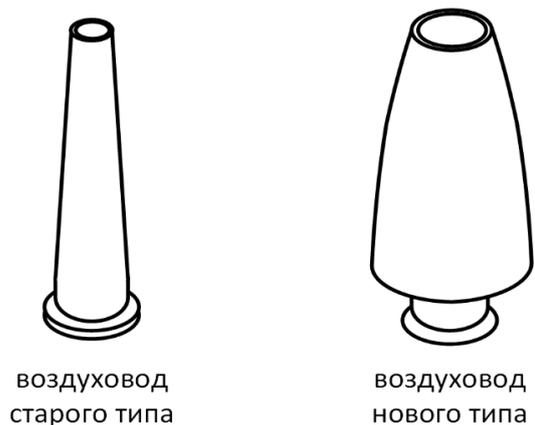


Рисунок 5.14 - Эскизы воздуховодов старого и нового типов.

Отличительным признаком нового воздуховода является то, что площадь поперечного сечения полости, ограниченной внутренней поверхностью изделия и наружной поверхностью воздуховода, имеет переменное значение: на уровне выходного отверстия воздуховода величина площади просвета между наружной поверхностью газохода и внутренней поверхностью изделия более чем на 10% больше, чем величина площади просвета на уровне входа воздуховода в полость изделия.

Для подтверждения эффективности воздуховода предложенной конструкции были смоделированы физические процессы сушки заготовки по тем же начальным и принятым условиям. Результаты представлены на рис.5.15.

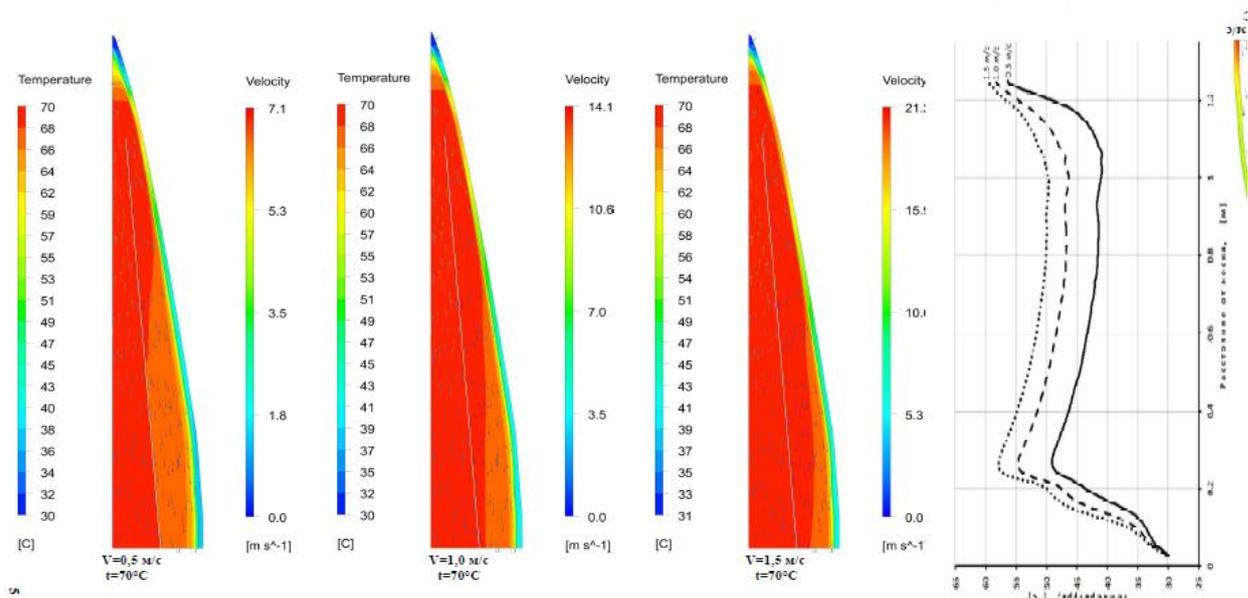


Рисунок 5.15 - Модель физических процессов при сушке заготовки с воздуховодом предложенной конструкции.

При скорости 3 м/с параметры движения в разнотолщинном зазоре не изменяются по высоте, тем самым обеспечивая равномерность температуры.

Обеспечение высокой равномерности сушки всех участков изделия достигается путем выравнивания скорости переноса молекул жидкости с поверхности изделия в газовую фазу и уменьшения неоднородности температурного поля для всех участков изделия вдоль полости, ограниченной наружной поверхностью воздуховода и внутренней поверхностью изделия. Повышение равномерности сушки происходит благодаря компенсации эффектов повышения фугитивности паров жидкости и снижения температуры подогретого сушильного воздуха в направлении его движения в полости, ограниченной наружной поверхностью воздуховода и внутренней поверхностью изделия, за счет постепенного уменьшения площади поперечного сечения указанной полости в направлении от уровня выходного отверстия воздуховода до уровня входа воздуховода в полость изделия. Пороговое значение 10% для разницы величин площадей поперечного сечения рассматриваемой полости выбрано для разграничения эффективно работающих конфигураций, обеспечивающих повышение равномерности сушки изделий, и конфигураций, когда компенсации эффектов повышения фугитивности паров жидкости и снижения температуры подогретого воздуха в направлении его движения не происходит.

Оптимальная разница между величинами площадей поперечного сечения рассматриваемой полости и подходящий вид зависимости, по которой должны меняться значения площади поперечного сечения рассматриваемой полости на отрезке от уровня выходного отверстия газохода до уровня входа газохода в полость изделия, должны определяться с учетом геометрии высушиваемого изделия и режимов сушки с использованием экспериментальных данных. Вид необходимой зависимости вместе с конфигурацией полости внутри изделия определяет требуемую геометрию наружной поверхности воздуховода.

Эффективность предложенной конструкции воздуховода оценивали по экспериментальной выборке керамических заготовок относительно результатов использования сравнительного способа сушки с действующим воздуховодом. При этом использование предложенного и сравнительного способов сушки распределялось среди заготовок случайным образом. В начале сравнительного эксперимента для оценки равномерности сушки при испытании двух способов выделили по три заготовки, сушку которых прерывали через два часа, когда вода из заготовок не была удалена полностью, и определили влажность отдельных участков заготовок на разной высоте от основания. Влажность образцов материала определяли гравиметрическим методом. Значения влажности заготовок перед сушкой находились в интервале 6-7%. В табл.5.10 для двух способов приведены средние значения влажности образцов, взятых от участков заготовок на разной высоте от основания после прерывания процесса сушки. Исходя из размаха варьирования этих значений для каждого из сравниваемых способов видно, что предложенная конструкция воздуховода обеспечивает более равномерное удаление влаги.

Таблица 5.10. Влажность фрагментов заготовок в зависимости от способа сушки.

Высота от основания заготовки, мм	Средние значения влажности образцов заготовок после прерывания процесса сушки, %	
	Старый воздуховод	Новый воздуховод
20	2,3	1,5
420	1,9	1,4
820	1,4	1,2
1220	0,8	1,1

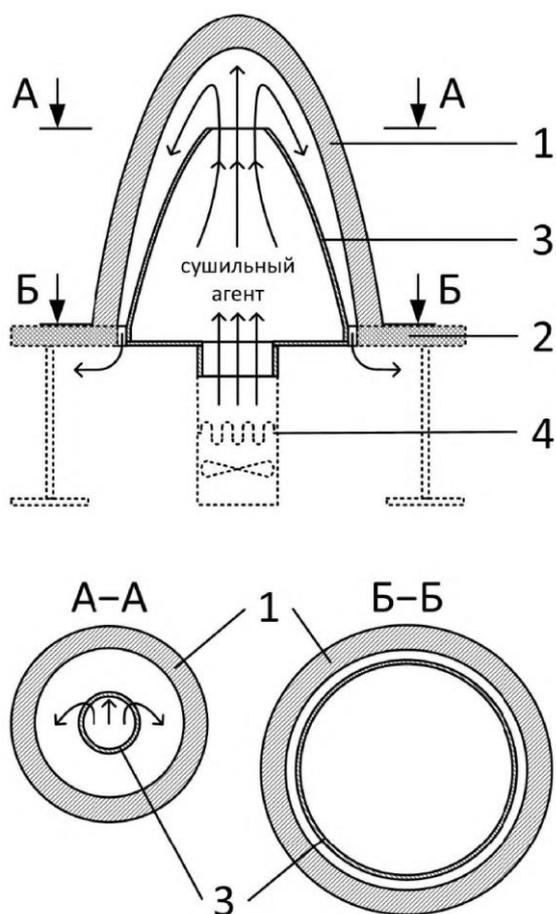


Рисунок 5.16 – Схема предложенного воздуховода: 1 – керамическая заготовка; 2 – платформа; 3 – воздуховод; 4 – тепловентильатор.

По окончании сравнительного эксперимента было установлено, что выход годных изделий после обжига при использовании предложенного воздуховода составил – 96%, при использовании старого воздуховода – 81%. Полученные результаты сравнительного испытания нового типа воздуховода на примере отформованных заготовок подтвердили достижение цели: повысилась равномерность сушки и снизилось количество дефектов.

Предложенная конструкция воздуховода, представленная на рис.5.16, успешно внедрена в технологию изготовления керамических заготовок антенных обтекателей³.

Выводы к главе 5

В ходе исследования особенностей формования заготовок установлено, что за различие формовых комплектов в образовании трещин и сколов отвечают неравномерность толщины и несоосность основания формообразующей полости. Разработан метод комбинирования деталей формовой оснастки, основанный на определении оптимального взаимного расположения модели и сердечника, который позволяет формовать заготовки

³ Получен патент РФ №277335

с наименьшей несооностью основания. Данный метод привел к снижению дефектов на 5%.

Исследование особенностей процесса сушки керамических заготовок позволило разработать новую конструкцию воздуховода. Показано, что при сушке керамических заготовок антенных обтекателей с его использованием позволяет повысить равномерность сушки всех участков заготовки. Полученная равномерность сушки снижает более, чем на 15% образование трещин в теле заготовки, выявляемых на протяжении всего производственного цикла изготовления.

Глава 6. Применение усовершенствованных методов и разработка алгоритма оперативного поиска причин технологических потерь в процессе производства антенных обтекателей.

Технология производства керамических обтекателей имеет несколько особенностей, таких как энергозатратность, высокий уровень трудозатрат и немалая степень вариантности технологической операций, обусловленных требованиями к высоким показателям прочности, герметичности и геометрической точности готовых изделий. Одной из сложностей является обнаружение дефектов на ранних стадиях производства, что ведет к значительным потерям на поздних этапах.

Дефекты, образующиеся в керамических заготовках, зачастую вызывают их разрушению без возможности устранения, поэтому для мониторинга качества производственного процесса пользуются принятым параметром, называемым коэффициентом запуска (КЗ). КЗ определяется (7.1) как отношение количества изделий, запущенных в производство за определенный период, к количеству годных изделий.

$$Кз = \frac{Nз}{Nг}, \quad (6.1)$$

- где N_z - запущенное в производство (на операцию) число заготовок, N_g – число годных изделий (заготовок) на конец периода. В случае увеличения показателя выше нормативно установленного значения, производится расследование причин ухудшения качества, разработка и реализация плана мероприятий по их устранению.

Кроме нормативно установленного значения КЗ в технологической группе сопровождения серийного производства установлен уровень предупредительного КЗ, который ниже установленного, но при достижении которого осуществляется проверка технологической дисциплины, сбор технологических параметров изготовления, проверка состояния оснастки и оборудования для выявления возможных источников отклонений. При расследовании причин, вызвавших отклонение продукции установлено, что каждый вид дефекта, имеет свою основную причину его вызывающую.

Выявленные производственные и технологические факторы, влияющие на образование дефектов, разработанные инструменты и методы совершенствования технологии, позволили снизить уровень технологических потерь и увеличить производительность некоторых операций.

Для обеспечения качества керамических изделий с комплексной производственной цепочкой изготовления необходимо непрерывно контролировать состояние оснастки и оборудования, применяемых материалов, использовать проверки навыков и знаний исполнителей, а также выявлять параметры, влияющие на образование дефектов. Однако сложность этой задачи возрастает из-за длительности производственного процесса. Это связано с тем, что дефекты, возникшие на ранних этапах, могут быть выявлены только на этапе механической обработки. В то же время, причина этих дефектов может оставаться неизвестной, что приводит к продолжению производства изделий, имеющих аналогичные дефекты.

Таким образом, одним из продуктивных способов решения этих проблем является разработка алгоритма, который позволит анализировать и

своевременно обнаруживать аномалии и сбои в производственной цепочке изготовления антенных обтекателей, а также рекомендовать возможные решения этих проблем.

Для разработки алгоритма статистического анализа производственных данных для выявления причин образования дефектов и выдачи рекомендаций по их устранению или уменьшению были взяты наиболее частые дефекты, представленные на рисунке 3.2:

- 1) трещины;
- 2) включения;
- 3) раковины;

4) прочие дефекты, которые чаще всего проявляются в единичных случаях и (или) носят эпизодический характер, которые требуют индивидуального выяснения их причин образования.

При разработке алгоритма были учтены подвиды трещин, представленных на рис.3.11, периодичность возникновения дефекта (постоянная или периодическая, по исполнителю или по расположению) и результаты исследований данной работы.

Принципиальная схема алгоритма поиска причины образования дефектов и выдачи рекомендаций по их устранению представлены на рис.6.1. На рис. 6.2-6.7 представлены алгоритмы по каждому виду дефекта.

Разработанные алгоритмы выявления причин образования дефектов в заготовках и оболочках керамических антенных обтекателей, основанные на проведенных исследованиях в данной работе, позволили оперативно (до 5 дней) предпринимать меры по их исключению или существенному снижению. Полученный эффект повреждается снижением КЗ по трем наиболее массовым изделиям (рис.6.8).

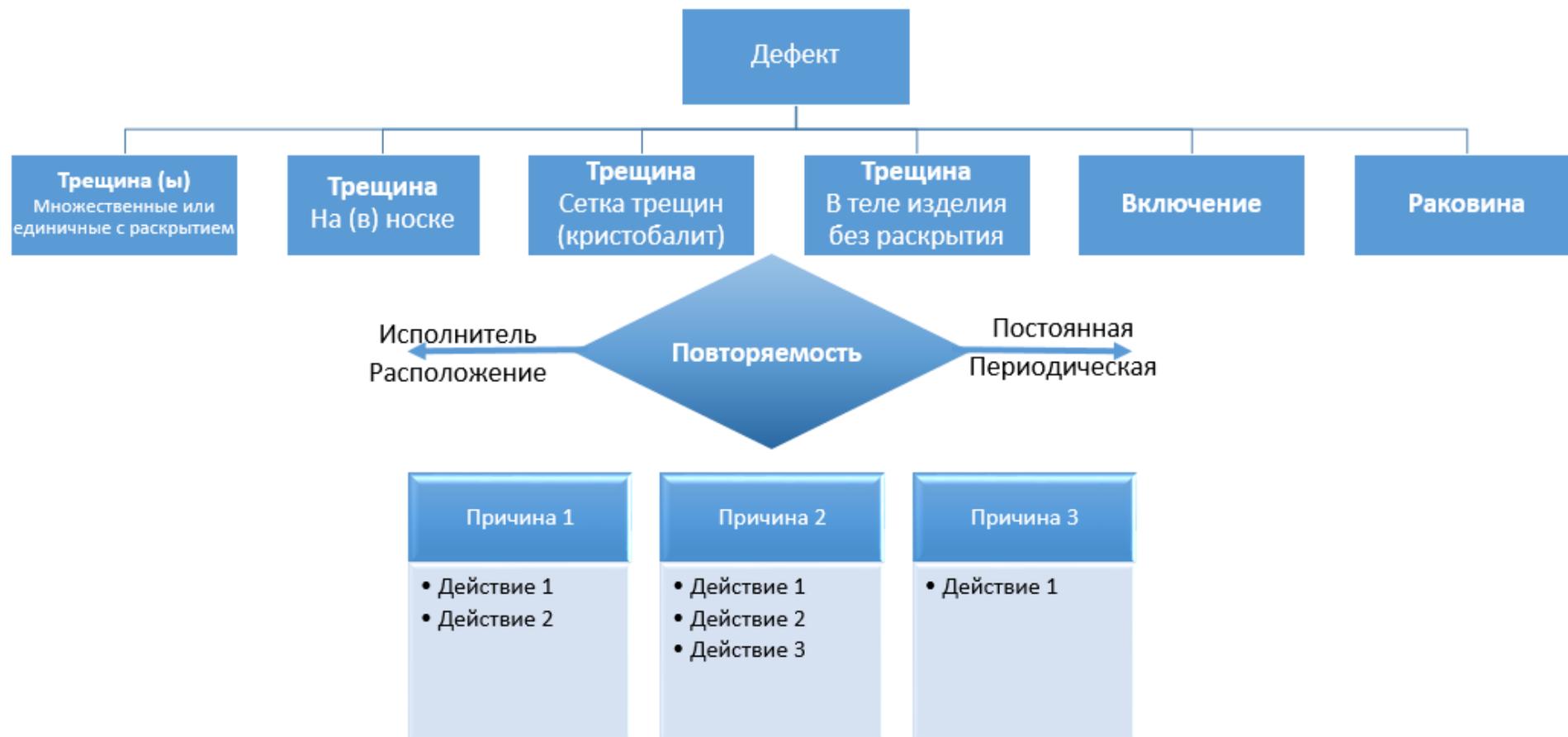


Рисунок 6.1 – Принципиальная схема алгоритма поиска причины образования дефектов и выдачи рекомендаций по их устранению.

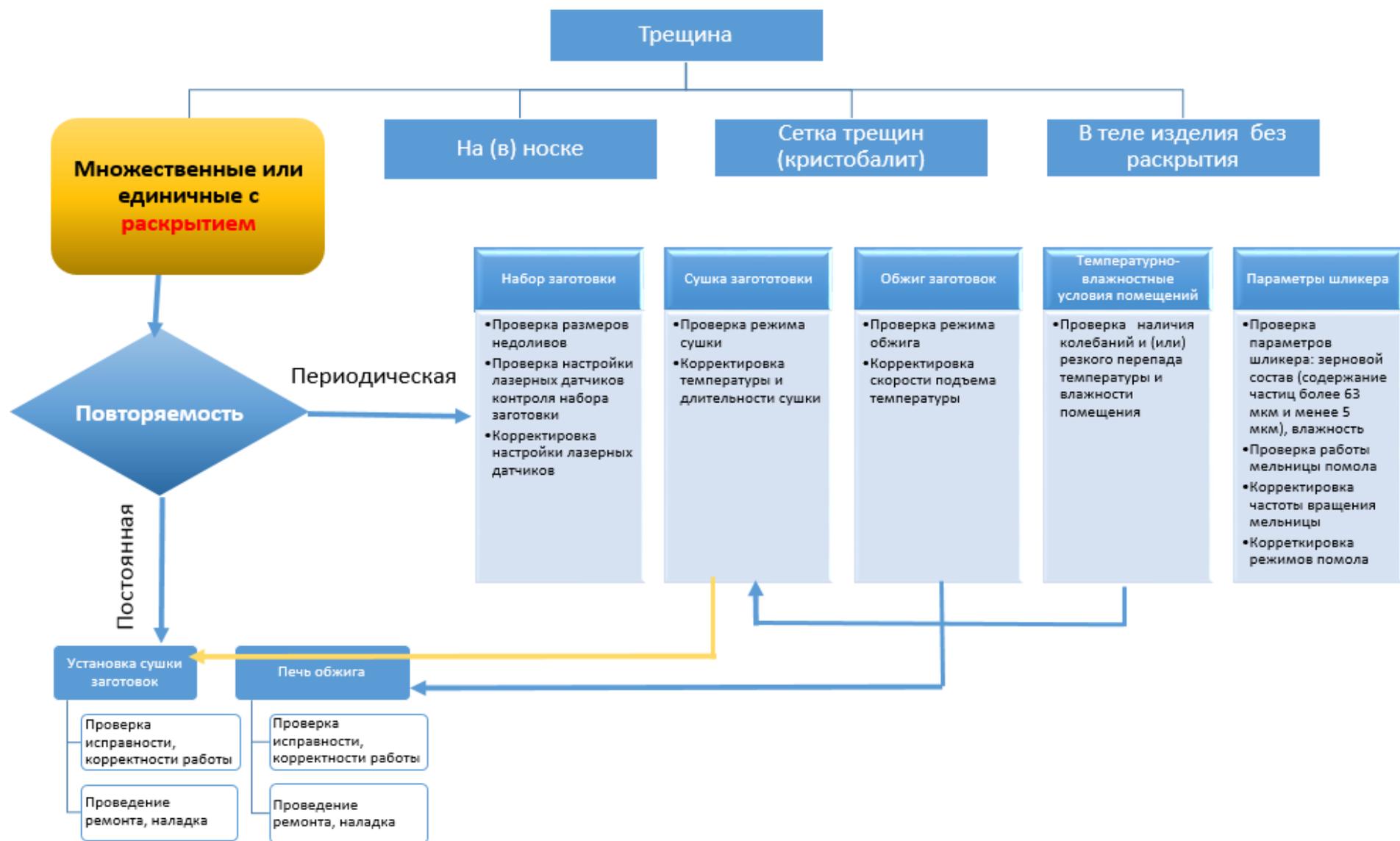


Рисунок 6.2 – Схема алгоритма поиска причины образования трещины с раскрытием.



Рисунок 6.3 – Схема алгоритма поиска причины образования трещины на носке.

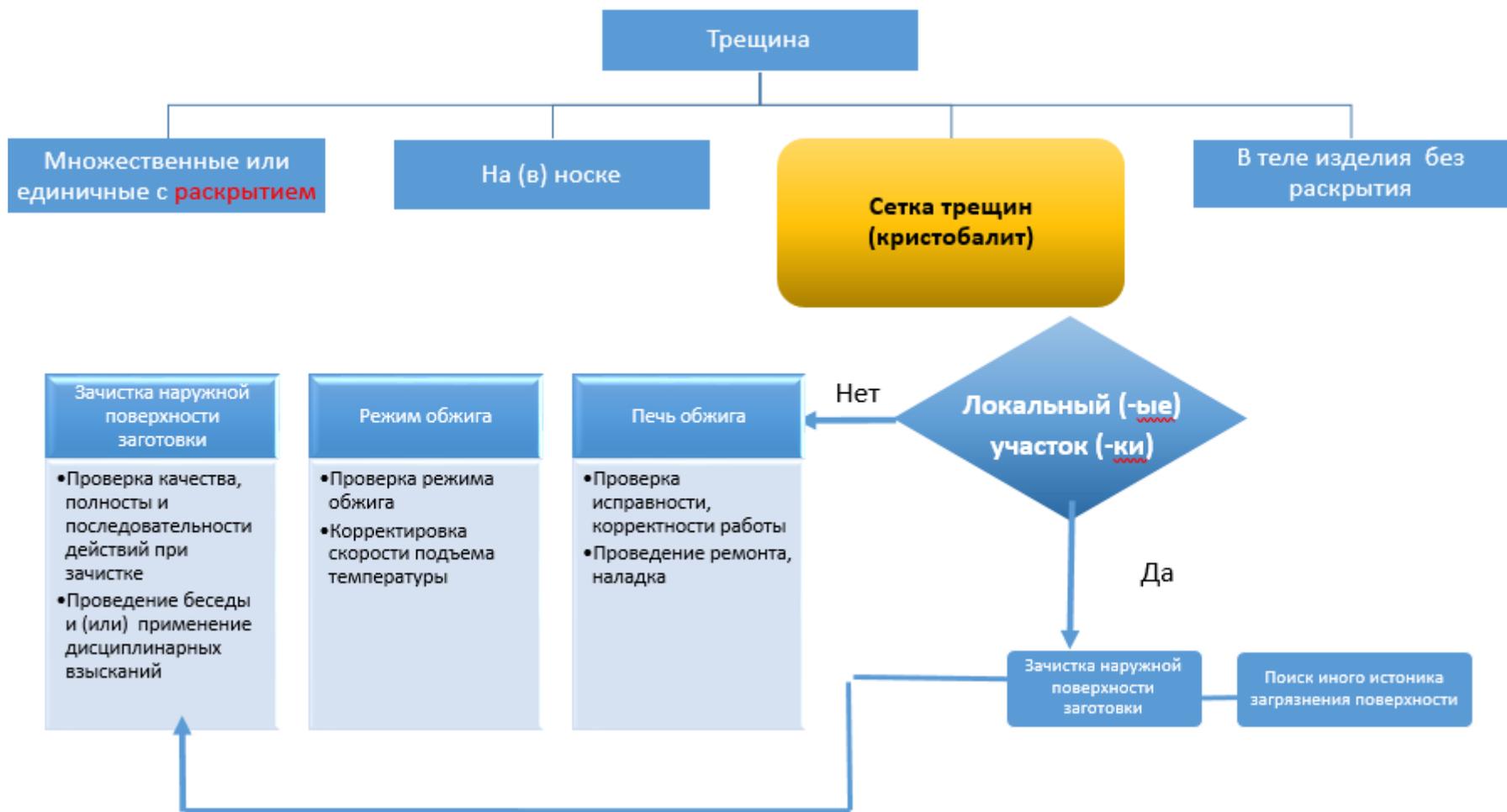


Рисунок 6.4 – Схема алгоритма поиска причины образования сетки трещин.

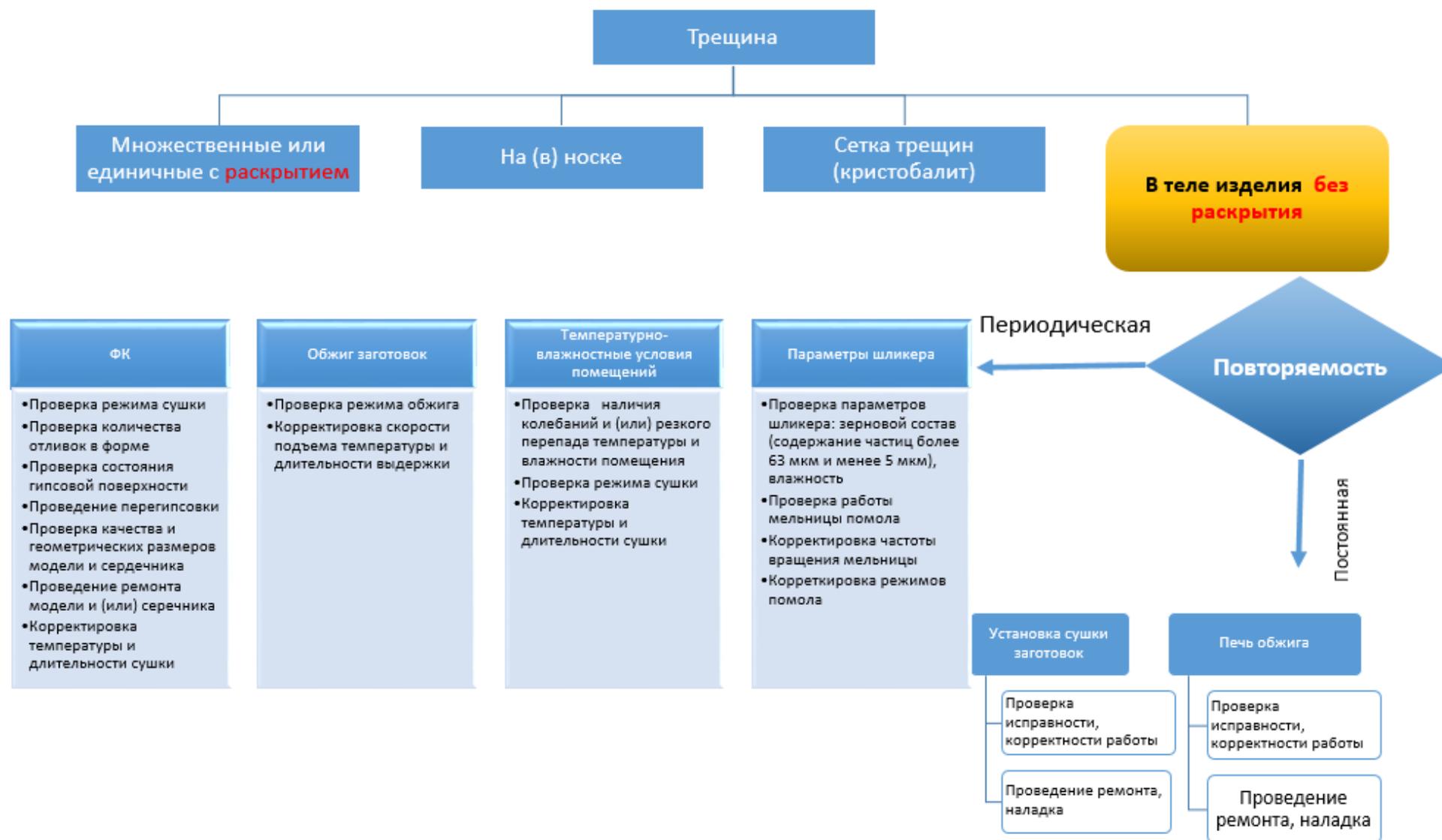


Рисунок 6.5 – Схема алгоритма поиска причины образования трещины без раскрытия.



Рисунок 6.6 – Схема алгоритма поиска причины образования включения.



Рисунок 6.7 – Схема алгоритма поиска причины образования раковины.

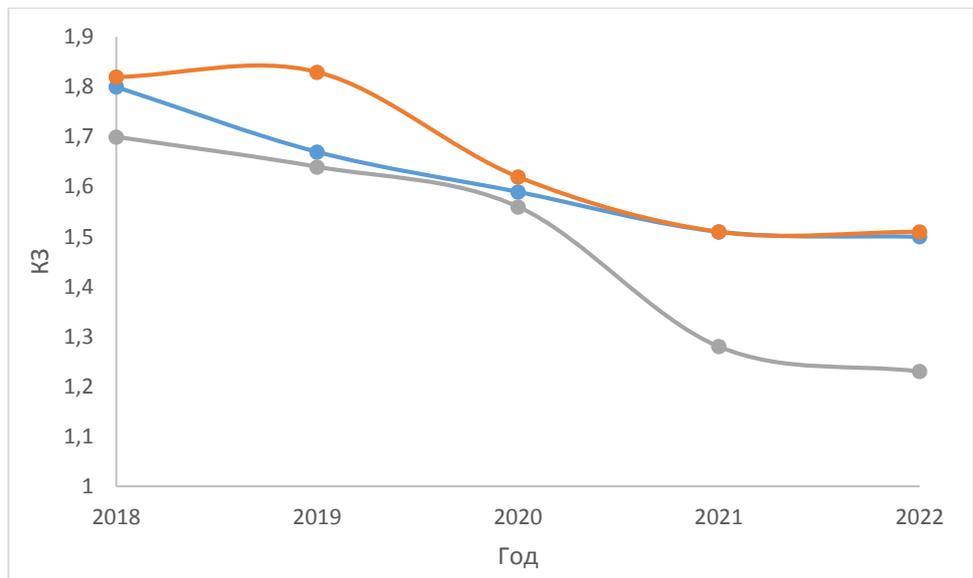


Рисунок 6.8 - КЗ за 2018-2022 гг по трем видам керамических антенных обтекателей.

Эффективность предложенных усовершенствований нельзя оценивать лишь с точки зрения снижения доли дефектов и длительности технологических операций. Одним из важнейших показателей является также сокращение единиц технологического оборудования и специальной оснастки, предназначенных для производства определенного количества изделий. Анализуются только технологические операции, усовершенствованные в результате проведенных исследований и дающие наибольший экономический эффект. В основу расчета был взят объем отгруженных изделий за 1,5 года после внедрения предложенных усовершенствований. Результаты анализа представлены в табл.6.1.

Таблица 6.1. Расчет эффективности усовершенствованной технологии на примере одного типа изделия.

Показатели для производства	Технология без усовершенствования	Усовершенствованная технология, действующий алгоритм
Кз общий	1,8	1,45
Шликер, л	111024	89436
Исходное сырье, т	185	149
Количество помолов, шт	3084	2484
Количество помолов в 1 мельнице в год (с учетом простоя на ремонт и средней продолжительности помола), шт	277	404
Количество мельниц (с учетом суточной потребности для формования), шт	11	8
Количество формовых комплектов (с учетом простоя на перегипсовку), шт	13	11
Труд-ть изготовления заготовки, чел/ч	89633	72205
Итоговая экономическая эффективность (расчет по кварцевому стеклу, трудоемкости изготовления заготовки), руб	63 117 570	

Предложенные усовершенствования и разработанный комплекс алгоритмов поиска причин дефектов позволили существенно нарастить производственные объемы выпуска продукции. Для выполнения запрашиваемых объемах изделий потребовалось лишь подготовить незадействованные помещения и расширить участок по подготовке сырья для приготовления шликера и формования заготовок.

Выводы по главе 6

Показано, что повышение эффективности технологии изготовления керамических антенных обтекателей, позволили снизить уровень технологических потерь на 30%. Разработанный комплекс алгоритмов выявления причин образования дефектов позволяет оперативно (до 5 дней) предпринимать меры по их исключению или существенному снижению.

Общие выводы по работе

Предложено решение важной научно-технической задачи, направленной на повышение эффективности технологии изготовления керамических антенных обтекателей. В ходе достижения установленной цели в диссертационной работе получены следующие основные научные и практические результаты:

1. Показано, что вероятные причины образования дефектов в оболочках антенных обтекателей могут быть связаны с особенностями формовочной оснастки, заложенны в процессе помола кварцевого стекла и (или) сушки заготовки.

2. Установлено, что наличие поверхностной кристаллизации на кварцевых трубах и стрижнях не влияет на технологические параметры изготовления заготовок из кварцевой керамики и на ее физико-механические характеристики.

3. Определена оптимальная загрузка шаровой мельницы для получения шликера на основе кварцевого стекла с требуемыми параметрами суспензии, при которой соотношение кварцевое стекло : мелющие тела составляет 1:1,8. Установлена зависимость продолжительности помола кварцевого стекла от частоты вращения мельниц, на основании которой определена оптимальная частота вращения мельниц – 42,5-43,0 об/мин, которая позволяет сократить продолжительность помола кварцевого стекла на 25%, что приводит к снижению уровня образования дефектов.

4. Показано, что на образование трещин и сколов влияет различие формовых комплектов, которое связано с несоосностью основания формообразующей полости. Разработан метод комбинирования деталей формовочной оснастки, позволяющий получать заготовки с наименьшей несоосностью основания и снижает долю трещин и сколов в керамических заготовках, более чем на 5%.

5. Доказана эффективность использования для сушки керамических заготовок воздуховода предложенной конструкции, которая обеспечивает воздушный зазор между заготовкой и воздуховодом, поперечное сечение которого увеличивается от основания до носка на 10%. Полученная равномерность сушки

снижает более чем на 15% образование трещин в теле заготовки, выявляемых на протяжении всего производственного цикла изготовления.

6. Разработан комплекс алгоритмов мониторинга и управления качеством, действий по выявлению причин образования дефектов в керамических обтекателях, который позволяет оперативно предпринимать меры по их исключению или существенному снижению.

Список литературы

1. Русин, М.Ю. Проектирование головных обтекателей ракет из керамических и композиционных материалов: учеб. пособие / М.Ю. Русин. - М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана. - 2005. - 64 с.
2. Патент 2644453. Российская Федерация, МПК H01Q 1/42. Антенный обтекатель ракеты из кварцевой керамики и способ его изготовления: № 2016144621: заявл. 14.11.2016: опубл. 12.02.2018/ В.В. Антонов, Ф.Я. Бородай, С.Б. Воробьев, В.Г. Ромашин, М.Ю. Русин, А.С. Хамицаев. – 6 с.
3. Патент 2494504. Российская Федерация, МПК H01Q1/42. Антенный обтекатель: № 2012114022: заявл. 10.04.2012: опубл. 27.09.2013/ С.Б. Воробьев, Г.Д. Зарюгин, Л.И. Колоколов, С.М. Кубахов, Д.А. Рогов, М.Ю. Русин. – 8 с.
4. Суздальцев, Е.И. Керамические радиопрозрачные материалы: вчера, сегодня, завтра / Е.И. Суздальцев // Новые огнеупоры. 2014.- №10. - С.5-18.
5. Пивинский, Ю.Е. Кварцевая керамика и огнеупоры. Том 1. Теоретические основы и технологические процессы: Справочное издание/ Ю.Е. Пивинский, Е.И. Суздальцев, под редакцией Ю.Е. Пивинского. – М.: «Теплоэнергетик», 2008. – 672 с.
6. Пивинский, Ю.Е. Кварцевая керамика и огнеупоры. Т.2 Материалы, их свойства и области применения: Справочное издание / Ю.Е. Пивинский, Е.И. Суздальцев, под ред. Ю.Е. Пивинского – М. : Теплоэнергетик, 2008. – 464 с.
7. Пивинский, Ю.Е. Полувековая эпоха развития отечественной кварцевой керамики. Часть 1/ Ю.Е. Пивинский // Новые огнеупоры.- 2017. - № 3. – С.105-112.
8. Пивинский, Ю.Е. Полувековая эпоха развития отечественной кварцевой керамики. Часть 2/ Ю.Е. Пивинский // Новые огнеупоры.- 2017. - № 5. - С.31-36.
9. Харитонов Д.В. Улучшение эксплуатационных свойств кварцевой керамики. /Д.В. Харитонов, Е.В. Миронова // «Техника и технология силикатов», 2021. - №4. – С.201-208.

10. Харитонов Д.В. Влияние модифицирования сырца кварцевой керамики на спекание. /Д.В. Харитонов, Е.В. Миронова, А.А. Анашкина // Международный научно-исследовательский журнал, 2022- №1. – С.48-51.
11. Миронова Е.В. Влияния технологических параметров при пропитке на свойства модифицированной кварцевой керамики. / Е.В. Миронова, Д.В. Харитонов, А.А. Анашкина, М.Ю. Русин, Е.Б. Корендович // Новые огнеупоры, 2022. - №4. – С.9-13.
12. Миронова Е.В. Модифицирование кварцевой керамики кремнийорганическими соединениями Дис.канд.техн.наук/ Е.В. Миронова – Москва – 2022. – 169 с.
13. Ушаков Е.Ю. Стандартизация оборонной продукции — основа обеспечения заданного качества вооружения, военной и специальной техники. / Е.Ю. Ушаков, А.М.Ковинько Военная мысль 2020. - №4. - с.88-94.
14. Антамошкин А.Н. Специфика оценки рисков инноваций на предприятиях оборонно-промышленного комплекса. / А.Н. Антамошкин, А.Н. Антамошкина, Т.Е. Балобан. // Вестник Сибирского государственного аэрокосмического университета имени академика М.Ф.Решетнева. 2010. - №3 (29). - С.181-183.
15. Бакунов В.С. Влияние структуры керамики на ее прочность / В.С. Бакунов, А.В. Беляков. // Неорганические материалы. - 2002. - Т. 38. - № 4. - С. 502-507.
16. Peterlik H. Relationship of Strengths and Defects of Ceramic Materials and Their Treatment by Weibull Theory. / H. Peterlik // Journal of the Ceramic Society of Japan. - 2001. - № 1272. - P. 121-126.
17. Харитонов Д. В. Применение инструментов «бережливого производства» для оптимизации выпуска мелких серий изделий из стеклокерамики. 1. Общие сведения о принципах «бережливого производства». / Д. В. Харитонов, А. В. Беляков, Д. А. Анашкин // Новые огнеупоры. — 2017. — № 11. — С. 27–30.

18. Харитонов Д. В. Применение инструментов «бережливого производства» для оптимизации выпуска мелких серий изделий из стеклокерамики. 2. Поиск «узких мест» устоявшегося технологического процесса. / Д. В. Харитонов, А. В. Беляков, Д. А. Анашкин // Новые огнеупоры. — 2017. — № 12. — С. 20–26.

19. Харитонов Д. В. Применение инструментов «бережливого производства» для оптимизации выпуска мелких серий изделий из стеклокерамики. 3. Результаты проведенного анализа и пути уменьшения количества дефектов./ Д. В. Харитонов, А. В. Беляков, Д. А. Анашкин // Новые огнеупоры. — 2018. — № 12. — С. 13-21.

20. Лукашов А.М. Опережающее создание научно-технического задела в интересах развития вооружения, военной и специальной техники. / А.М. Лукашов, В.В. Максимов, С.М. Рождественская. // Военная мысль 2018. - №12. - С.23-32

21. Ибрагимов О.Е. Проблемы организации устойчивого развития оборонно-промышленного комплекса в России. / А.М. Лукашов // Управление устойчивым развитием. 2016. - №6. – С.36-42.

22. Ромашин А.Г. Конструкционные керамические и волокнистые материалы на основе кварцевого стекла. / А.Г. Ромашин, М.Ю. Русин, Ф.Я. Бородай // Новые огнеупоры. 2004. - №10. - С.12-18.

23. Суздальцев Е.И. Керамические радиопрозрачные материалы: вчера, сегодня, завтра / Е.И. Суздальцев // Новые огнеупоры. 2014.- №10. - С.5-18.

24. Крылов, В.П. Моделирование структуры материала для описания частотной зависимости диэлектрической проницаемости кварцевого стекла Радиотехника/ В.П. Крылов // Радиотехника - 2021. -№ 8. - С.148-154.

25. Суздальцев Е.И. Материалы антенных обтекателей. / Е.И. Суздальцев // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2006. - №3. - С.18-29.

26. Будников П.П. Новые керамические материалы. / П.П. Будников Ю.Е. Пивинский. – М.: Знание. - 1968. - 48 с.

27. Пивинский, Ю.Е. Кварцевая керамика. / Ю.Е. Пивинский, А.Г. Ромашин. - М.: Металлургия. - 1974.- 264 с.

28. Ходкевич Л.П. Кварцевое стекло в производстве электровакуумных изделий. Л.П.Ходкевич, В.К.Леко. – М.: Энергоиздат, 1981. – 88 с.
29. Леко В.К. Свойства кварцевого стекла. В.К.Леко, О.В. Мазурин. – Л.:Наука, 1985 – 166 с.
30. Базаров Е.Н. Теоретические основы волоконно-оптической техники. Е.Н. Базаров, В.Д. Бурков, А.Д. Шатров. – М.: Изд-во МГУ, 2004. – 203 с.
31. Патент 2460582. Российская Федерация, МПК В02С17/22. Шаровая мельница для получения водного шликера кварцевого стекла: №2011104829: заявл. 09.02.2011: опубл. 10.09.2012/ Ф.Я. Бородай, С.М. Иткин, И.Л. Шкарупа, В.И. Самсонов, Л.А. Веднева. – 6 с.
32. Патент 2650308. Российская Федерация, МПК В02С 17/00. Способ изготовления футеровки шаровых мельниц для получения водного шликера варцевого стекла: № 8201712899: заявл. 14.08.2017: опубл. 11.04.2018/Д.В. Харитонов, М.Ю. Русин, А.А. Анашкина, О.П. Шушкова, Р.С. Конкина. – 4 с.
33. Патент 2254168. Российская Федерация, МПК В02С 17/22. Конструкция шаровой мельницы: №2003129448/03: заявл. 01.10.2003: опубл. 20.06.2005/ Е.И.Суздальцев.
34. Пивинский, Ю.Е. Теоретические аспекты технологии керамики и огнеупоров/ Ю.Е. Пивинский - СПб.: Стройиздат СПб, 2003. - 544 с.
35. Пивинский Ю.Е. Основные принципы получения высококонцентрированных суспензий кварцевого песка/ Ю.Е. Пивинский, В.А. Бевз, П.Л. Митякин и др.// Огнеупоры. - 1978. - № 2. - С. 34-42.
36. Пивинский Ю.Е. Исследование процессов получения шликера и литья кварцевой керамики / Ю.Е. Пивинский //Огнеупоры. 1971. - №7. - С. 49-57.
37. Бутягин П.Ю. Химическая физика твердого тела/ П.Ю. Бутягин. М. Изд. МГУ, 2006 - 270 с.
38. Патент 2694116. Российская Федерация, МПК G01N 15/02. Способ определения содержания высокодисперсного диоксида кремния в шликере на основе кварцевогостекла: № 2018127121: заявл. 23.07.2018: опубл. 09.07.2019/ Д.В. Харитонов, М.Ю. Русин, А.А. Анашкина, М.С. Моторнова. – 6 с

39. Тычинская, М.С. Влияние вакуумированияшликера на свойства крупногабаритных изделий из кварцевой керамики/ М.С. Тычинская, Д.В. Харитонов, А.А. Анашкина // Стекло и керамика.- 2021 - № 7 - С.28-34.

40. Суздальцев, Е.И. Комплексная оценка совершенствования формовочных комплектов при изготовлении крупногабаритных изделий из водных шликеров. Часть 1. Материал активной части формовочного комплекта/ Е.И. Суздальцев, Д.В. Харитонов, А.В. Дмитриев // Новые огнеупоры. 2006. №3. - С.47-53.

41. Суздальцев, Е.И. Комплексная оценка совершенствования формовочных комплектов при изготовлении крупногабаритных изделий из водных шликеров. Часть 2. Интенсификация процесса шликерного литья заготовок в пористые формы/ Е.И. Суздальцев, Д.В. Харитонов, А.В. Дмитриев //Новые огнеупоры. - 2006. - №5 – С.21-26.

42. Патент 2438865. Российская Федерация, МПК В28В1/26. Формовой комплект для формования сложнопрофильных керамических заготовок: №2010130291: заявл. 19.07.2010: опубл. 10.01.2012/ Е.И. Суздальцев, Д.В. Харитонов, А.А. Анашкина, В.В. Антонов, М.А. Волков. – 6 с.

43. Патент 2242359. Российская Федерация, МПК В28В 1/26. Устройство для формования равнотолщинных крупногабаритных керамических изделий из водных шликеров: №2003127332/03/: заявл. 08.09.2003: опубл. 20.12.2004/ Суздальцев Е.И., Харитонов Д.В., Сулова М.А., Ипатова Н.И. – 7 с.

44. Патент 2648749. Российская Федерация, МПК С04В 35/14, В28В 1/26. Способ формования заготовок из кварцевой керамики: №201711885: заявл. 30.05.2017: опубл. 28.03.2018/ Д.В. Харитонов, А.А. Анашкина, М.Ю. Русин. – 5 с.

45. Патент 2647543. Российская Федерация, МПК В28В 7/34. Способ изготовления формообразующего пуансона: №2017118852: заявл. 30.05.2017: опубл. 16.03.2018/ Харитонов Д.В., Анашкина А.А., Русин М.Ю., Савенков Г.Н., Нефедов М.Н., Анашкин Д.А. – 5 с.

46. Харитонов Д.В. Оценка влияния технологической оснастки на качество отформованных керамических заготовок. Харитонов Д.В., Анашкина А.А.,

Новикова А.А., Анашкин Д.А., Савенков Г.Н. // Огнеупоры и техническая керамика. – 2017. - №11-12. – С.17-24.

47. Харитонов Д.В. Подбор оптимального состава композиции из эпоксидной матрицы и наполнителя в виде микропорошка аморфного SiO₂ для изготовления формообразующих пуансонов. Анашкина А.А., Новикова А.А., Анашкин Д.А. // Огнеупоры и техническая керамика. – 2019. - №3. – С.20-25.

48. Федорова В.В. Влияние пластифицирующих добавок на прочностные характеристики формовочного гипса. Сычева Л.И., Харитонов Д.В., Анашкина А.А., Белова А.И.

49. Суздальцев, Е.И. Научные и практические основы получения высокоплотной кварцевой керамики. Часть 2. Способы формования/ Е.И. Суздальцев // Новые огнеупоры. - 2005. - №9 – С.26-34.

50. Патент 2671380. Российская Федерация, МПК В28В 1. Способ формования крупногабаритных керамических заготовок: № 2017137468: заявл. 25.10.2017: опубл. 30.10.2018/ Д.В. Харитонов, М.Ю. Русин, Р.С. Конкина, А.А. Анашкина, А.К.Хмельницкий. – 5 с.

51. Патент 2707618. Российская Федерация, МПК С04В 35/19, С04В 35/626, С04В 33/28. Способ изготовления керамических изделий: № 2018127904: заявл. 30.07.2018: опубл. 28.11.2019 / Д.В. Харитонов, М.Ю.Русин, А.А.Анашкина.– 5 с.

52. Чижский, А.Ф. Сушка керамических материалов и изделий / А.Ф. Чижский. – М.: Стройиздат, 1971. – 177 с.

53. Захаров, А.И. Основы технологии керамики: Учебное пособие / А.И. Захаров. – М.: РХТУ, 1999. – 82 с.

54. Ребиндер, П.А. Поверхностные явления в дисперсных системах. Коллоидная химия. Избранные труды / П.А. Ребиндер. – М.: Наука, 1978. – 368 с.

55. Пивинский, Ю.Е. Высококонтрированные керамические вяжущие суспензии. Механизм и особенности структурообразования при высыхании / Ю.Е. Пивинский, С.Г. Семикова, Ф.С. Каплан, О.Н. Самарина, М.А. Трубицын // Огнеупоры. – 1989. – №5. – С.11-16.

56. Рудобашта, С.П. Тепломассообмен в аппарате с кольцевым стационарным слоем зернистого материала / С.П. Рудобашта, В.М. Дмитриев, Э.М. Карташов // Теоретические основы химической технологии – 2002. – Т. 36. – № 5. – С.456-460.
57. Толкачева, А.С. Общие вопросы технологии тонкой керамики: учеб. пособие / А.С. Толкачева, И.А. Павлова. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2018. – 184 с.
58. Патент №2625579. Российская Федерация, МПК С04В 33/30, F26В 3/00. Способ сушки керамических изделий: № 2016103851: заявл. 05.02.2016: опубл. 17.07.2017/ Д.В. Харитонов, М.Ю. Русин, А.А. Анашкина, Р.С. Конкина, К.В. Грошев – 5 с.
59. Чижский, А.Ф. Сборник докладов Всесоюзного научно-технического совещания по интенсификации процессов сушки. ВСНТО, секция «Строительной керамики». – М.: Профиздат, 1958.
60. Стрелов, К.К. Теоретические основы технологии огнеупорных материалов / К.К. Стрелов. - М.: Metallurgy. - 1985. - 480 с.
61. Ивенсен, В.А. Феноменология спекания / В.А. Ивенсен. - М.: Metallurgy. - 1985. - 246 с.
62. Скороход, В.В. Физико-металлургические основы спекания порошков / В.В. Скороход, С.М. Солонин. - М.: Metallurgy. - 1984. - 158 с.
63. Frenkel, J. J. Viscous flow of crystalline bodies under the action of surface tension / F. F. Frenkel // J. Phys. (Moscow). — 1945. — Vol. 9. — P. 385–391.
64. Kang, S. J. L. Sintering: densification, grain growth and microstructure / S. J. L. Kang. — Elsevier : Oxford, 2005. — 266 p.
65. Rahaman, M. N. Sintering of ceramics / M. N. Rahaman. — Boca Raton : CRC Press, 2007. — 388 p.
66. Ботвинкин, О.К. Кварцевое стекло / О.К. Ботвинкин, А.И. Запорожский/ - М.: «Издательство литературы по строительству», 1965. – 260 с.

67. Будников П.П., Пивинский Ю.Е. Горобец Ф.Т. О влиянии спекания и кристаллизации кварцевой керамики на ее прочность. Доклады АН СССР.1968, Т.180. № 6. с.1411-1414.
68. Suzdal'tsev, E. I. Fabrication of high-density quartz ceramics: Research and practical aspects. Part 3. Sintering of quartz ceramics / E. I. Suzdal'tsev // *Refract. Ind. Ceram.* — 2005. — Vol. 46, № 5. — P. 384–390.
69. Суздальцев, Е. И. Научные и практические основы получения высокоплотной кварцевой керамики. Часть 3. Спекание кварцевой керамики / Е. И. Суздальцев // *Новые огнеупоры.* — 2005. — № 10. — С. 60–67.
70. Боганов, А. Г. Закономерности кристаллизации и природа кварцевого стекла / А. Г. Боганов, В. С. Руденко, Г. Л. Башнина // *Неорганики* — 1966. — Т. 2, № 2. — С. 363–379
71. Кинд, Н. Е. Влияние различных добавок на свойства непрозрачного плавленного кварца / Н. Е. Кинд, Г. А. Махлина // *Стеклообразное состояние.* Тр. третьего Всесоюзного совещания, Ленинград, 1960. — С. 331–334.
72. Суздальцев, Е. И. Научные и практические основы получения высокоплотной кварцевой керамики. Часть 1. Основные сведения о кварцевом стекле и кварцевой керамике / Е. И. Суздальцев // *Новые огнеупоры.* — 2005. — № 8. — С. 48–54.
73. Ma, Fei. Effect of rare earth nano-oxide on sintering and crystallization of fused quartz ceramic materials /Fei Ma, Zhifa Wang, Jinglong Bu [et al.] // *Adv. Mater. Res.* — 2010. — Vol. 97–101. — P. 880–883.
74. Суздальцев, Е.И. Научные и практические основы получения высокоплотной кварцевой керамики. Часть 3. Спекание кварцевой керамики / Е.И. Суздальцев // *Новые огнеупоры.* - 2005. - № 10. - С. 60-67.
75. Пивинский, Ю.Е. Исследования в области получения формованных и неформованных огнеупоров на основе высокоглиноземистых ВКВС. Часть 10. Влияние температуры обжига на свойства материалов, полученных на основе ВКВС смешанного состава из плавленного бокситокорунда, кварцевого стекла,

реактивного глинозема/ Ю.Е. Пивинский, П.В. Дякин // Новые огнеупоры.- 2017 - № 4 - С.37-43.

76. Павлюкевич, Ю.Г. Влияние структурных факторов и режимов термообработки на физико-механические характеристики кварцевой керамики для огнеупорного припаса/ Ю.Г. Павлюкевич, Н.Н. Гундилович // Огнеупоры и техническая керамика.- 2020 - № 7/8. - С.20-24.

77. Харитонов, Д.В. Влияние высокодисперсных частиц SiO₂ на процесс спекания кварцевой керамики. Выбор режима обжига изделий из кварцевой керамики и понятие коллоидного компонента/ Д.В. Харитонов, Н.А. Макаров, А.А. Анашкина // Стекло и керамика.- 2018 - № 5 - С.24-29.

78. Харитонов, Д.В. Влияние содержания коллоидного компонента в шликере на основе кварцевого стекла на процесс спекания кварцевой керамики/ Д.В. Харитонов, А.А. Анашкина, М.С. Моторнова // Стекло и керамика.- 2019. -№ 5. – С.16-20.

79. Королев, Д.А. Автоматизация технологического процесса механической обработки и контроля оболочек двойной кривизны из керамических материалов: на примере головного антенного обтекателя летательного аппарата: Дис. канд. техн. наук. / Д.А. Королев. - Москва. - 2010. - 148 с.

80. Патент 2706918. Российская Федерация, МПК В24В 11/00.Способ механической обработки внутренних сферических поверхностей: № 2019115659: заявл. 22.05.2019: опубл. 21.11.2019/ Д.В. Харитонов, А.А. Анашкина, М.Ю. Русин, И.Ю. Тимохин. – 7 с.

81. Патент 2698009.Российская Федерация, МПК В24В 1/00, В24В 5/16. Способ механической обработки крупногабаритных сложнопрофильных керамических изделий: № 2019113861: заявл. 07.05.2019: опубл. 21.08.2019/ Д.В. Харитонов, А.А. Анашкина, М.Ю. Русин, Г.Н. Савенков, М.Н. Нефедов. – 7 с.

82. Патент 2713258. Российская Федерация, МПК В28В 11/08, В24В 5/01Способ механической обработки крупногабаритных сложнопрофильных керамических изделий: № 2019109925: заявл. 04.04.2019: опубл. 04.02.2020/153

Д.В. Харитонов, А.В. Грошев, А.А. Анашкина, М.Ю. Русин, Г.Н. Савенков, М.Н. Нефедов, А.К. Хмельницкий – 5 с.

83. Патент 2715269. Российская Федерация, МПК В24В 11/00, В24В 5/16. Способ механической обработки керамических изделий с наружной сферической поверхностью: № 2019131706: заявл. 08.10.2019: опубл. 26.02.2020/ Д.В. Харитонов, А.А. Анашкина, М.Ю. Русин, Тимохин Илья Юрьевич, М.Н. Нефедов, А.С. Хамицаев – 6 с.

84. Патент 2739183. Российская Федерация, МПК В28В 11/08, В24В 5/16. Способ механической обработки крупногабаритных сложнопрофильных керамических изделий: № 2020111359: заявл. 19.03.2020: опубл. 21.12.2020/ Д.В. Харитонов, Тимохин Илья Юрьевич, А.А. Анашкина, А.И. Осипов, А.С. Хамицаев, М.Ю. Русин – 7 с.

85. Тычинская, М.С. Исследование по совершенствованию технологии изготовления крупногабаритных изделий на основе водных суспензий кварцевого стекла. Дис.канд.техн.наук./М.С. Тычинская – Москва. – 2020.- 137 с.

86. Патент 2746674. Российская Федерация, МПК G01N 21/93, G01N 21/952, G01N 21/954, G01N 21/29, G01N 21/896 . Способ визуально-оптического контроля поверхности. №2020128097: заявл.:24.08.2020: опубл. 19.04.2021/ Д.В. Харитонов, А.В.Терехин, А.И.Амосов, М.С.Тычинская, М.Е.Типикин, М.Ю. Русин А.С.Хамицаев. – 14 с.

87. Патент 2690040. Российская Федерация, МПК Н01Q /42. Антенный обтекатель. №2018133374: завял.: 20.09.2018: опубл.:30.05.2019/ Русин М.Ю., Воробьев С.Б., Колоколов Л.И., Часовский Е.Н., Рогов Д.А. – 12 с.

88. Суздальцев, Е.И. Влияние толщины клеевого шва и шероховатости металлической подложки на прочностные свойства клеевого соединения металл-керамика» /Е.И.Суздальцев, Е.В. Миронова, П.Ю. Якушкин // Все материалы. Энциклопедический справочник. – 2013. - № 8 - С.50-58.

89. Суздальцев, Е.И. Влияние технологических факторов на качество соединения керамики и металла герметиками Виксинт У-2-28(НТ) и Виксинт У-1-

18(НТ)/ Е.И. Суздальцев, Е.В. Миронова //Новые огнеупоры – 2013. - № 12. – С.40-43.

90. Харитонов, Д.В. Технологические аспекты приготовления кремнийорганического герметика Виксинт У-2-28НТ для использования в силовых конструкциях керамических изделий/ Д.В. Харитонов, А.А. Анашкина, М.С. Моторнова// Клеи. Герметики. Технологии. - 2018. - № 1 - С.26-31.

91. Харитонов, Д.В. Повышение надежности клеевого соединения в конструкциях керамических головных антенных обтекателей. Часть 2. Оценка влияния кинематических параметров перемешивания герметика «Виксинт У-2-28НТ» на прочность клеевого соединения в системе керамика-металл / Д.В. Харитонов, А.А. Анашкина, М.С. Моторнова // Огнеупоры и техническая керамика. - 2017 -№ 6 – С.10-13.

92. Прянишников В.П. Система кремнезема. / В.П. Прянишников. - Л.: Стройиздат. - 1971. – 237 с.

93. Ainslie N.G., Mackenzie J.D. and Turnbull D. Melting Kinetics of Quartz and Cristobalite. - “Journ. Physikal Chem.”, vol. 65, № 10, 1961, pp. 1718-1724.

94. Кайнарский И.С. Динас. / И.С. Кайнарский И.С. - М.: Госстройиздат. – 1961. – 470 с.

95. Брошюра Продукция ООО «Русский кварц» // Систем. требования: Power Point. URL: <https://russianquartz.com/upload/iblock/f81/Broshyura-Produktsiya-RK-variant-as-of-11.09.2019.pptx> (дата обращения: 26.07.2022).

96. Патент 2123928. Российская Федерация, МПК В28В1/26. Устройство для формования керамических изделий из водных шликеров. №97105946/03: заявл. 14.07.1997: опубл. 27.12.1998/ Платонов В.В., Русин М.Ю. - 7 с.

97. Патент 2137599. Российская Федерация, МПК В28В1/26. Устройство для формования керамических изделий из водных шликеров. №98113201/03: заявл. 06.07.1998, опубл. 20.09.1999. Платонов В.В. - 6 с.

98. Патент 2242359 Российская Федерация, МПК В28В1/26. Устройство для формования равнотолщинных крупногабаритных керамических изделий из

водных шликеров. №№2003127332/03: заявл. 08.09.2003, опубл. 20.12.2004.

Суздальцев Е.И., Харитонов Д.В., Сулова М.А., Ипатова Н.И. - 7 с.

99. Суздальцев Е.И., Харитонов Д.В., Храмов А.Н. О проблеме центровки формовочных комплектов // Новые огнеупоры. 2008. №12. С.13-18.

100. Лыков А.В. Теория сушки: Учебное пособие / А.В. Лыков. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Энергия, 1968. – 472 с.

101. Цепин А.Д. Влияние пластических деформаций при сушке керамических изделий на свойства готовой продукции. / А.Д. Цепин // Керамический сборник ГИКИ. – 1947. - № 17. - с.13-18.

102. Роде А.А. Основы учения о почвенной влаге. Том 1: Водные свойства почв и передвижение почвенной влаги / А.А. Роде. – Л.: Гидрометеиздат. - 1965. – 664 с.

103. Чаус К.В. Технология производства строительных материалов, изделий и конструкций: учеб. издание / К.В. Чаус, Ю.Д. Чистов, Ю.В. Лабзина. — М.: Стройиздат, 1988. — 448 с.

Приложение А – Акт внедрения результатов диссертационной работы

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

АО «ОНПП «Технология»

им. А.Г. Ромашина»

А.Н. Силкин



АКТ

внедрения результатов диссертационной работы
Масловой Екатерины Валерьевны на тему «Повышение
эффективности технологии изготовления керамических изделий
радиотехнического назначения»

Настоящий акт составлен о том, что результаты диссертационной работы Е.В.Масловой, представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, внедрены в производство и используются в АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина» при изготовлении керамических оболочек антенных обтекателей.

В рамках диссертационной работы определены возможные причины образования дефектов в керамических обтекателях: процесс измельчения кварцевого стекла, геометрические параметры формовых комплектов, параметры и режимы сушки заготовок после формования. Благодаря совершенствованию процесса измельчения кварцевого стекла за счет установления оптимальной частоты вращения мельниц удалось снизить среднюю продолжительность помола более, чем на 25%, а за счет подбора футеровочных элементов увеличить срок службы футеровки шаровых мельниц почти в 3 раза.

Для формования керамических заготовок разработан метод комбинирования деталей формовой оснастки, позволяющий получать заготовки с наименьшей несоосностью основания и снижает долю трещин и сколов в керамических заготовках, более чем на 5%. Эффективность последующей операции сушки заготовок была увеличена благодаря воздуховоду предложенной конструкции. В результате его использования увеличилась равномерность сушки и снижено более чем на 15% образование трещин в теле заготовки, выявляемых на протяжении всего производственного цикла изготовления.

Разработанный комплекс алгоритмов выявления причин образования дефектов позволяет группе авторского сопровождения производства изделий, возглавляемой Е.В. Масловой, в течение 5 дней принять меры по их исключению или снижению. Данный комплекс планируется внедрить систему «ПАУК», что позволит анализировать и выявлять сбои в технологической цепочке изготовления изделий в автоматическом режиме.

Предложенные усовершенствования и разработанный комплекс алгоритмов поиска причин дефектов позволили снизить уровень технологических потерь керамических оболочек на 30%.

Начальник научно-исследовательской
лаборатории 12, к.т.н.



А.А. Анашкина

Заместитель начальника цеха 19
по производству



Е.М. Потапова

Приложение Б – Патенты



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2759878

Способ формования керамических заготовок

Патентообладатель: *Акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г.Ромашина» (RU)*

Авторы: *Харитонов Дмитрий Викторович (RU), Маслова Екатерина Валерьевна (RU), Анашкина Антонина Александровна (RU), Русин Михаил Юрьевич (RU), Хамицаев Анатолий Степанович (RU), Савенков Григорий Николаевич (RU), Охлупин Юрий Сергеевич (RU)*

Заявка № 2021107916

Приоритет изобретения 25 марта 2021 г.

Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации 18 ноября 2021 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 25 марта 2041 г.

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

ФГУП «ФИПС»
документ подписан электронной подписью
Сертификат Федеральной службы по интеллектуальной
собственности № 2021107916
Издатель: Ильяшев Евгений Петрович
Действителен с 18.11.2021 по 15.01.2035

Г.П. Ильяшев



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2773350

Способ сушки полых изделий

Патентообладатель: *Акционерное общество "Обнинское научно-производственное предприятие "Технология" имени А.Г. Ромашина" (RU)*

Авторы: *Харитонов Дмитрий Викторович (RU), Клыков Павел Леонидович (RU), Охлупин Юрий Сергеевич (RU), Осипов Алексей Иванович (RU), Маслова Екатерина Валерьевна (RU), Анашкина Антонина Александровна (RU), Михалевский Дмитрий Андреевич (RU), Русин Михаил Юрьевич (RU)*

Заявка № 2021133257

Приоритет изобретения 16 ноября 2021 г.

Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации 02 июня 2022 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 16 ноября 2041 г.

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Документ подписан электронной подписью
Сертификат 68b92077c14-10102340824049b5c7
Владислав Зубов Юрий Сергеевич
Действителен с 02.06.2022 по 26.05.2023

Ю.С. Зубов



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2796118

Способ изготовления гипсовых форм для литья керамических изделий

Патентообладатель: *Акционерное общество "Обнинское научно-производственное предприятие "Технология" им. А.Г. Ромашина" (RU)*

Авторы: *Анашкина Антонина Александровна (RU), Северенкова Валерия Васильевна (RU), Харитонов Дмитрий Викторович (RU), Маслова Екатерина Валерьевна (RU), Русин Михаил Юрьевич (RU), Кубахов Сергей Михайлович (RU)*

Заявка № 2022127947
Приоритет изобретения **28 октября 2022 г.**
Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации **17 мая 2023 г.**
Срок действия исключительного права
на изобретение истекает **28 октября 2042 г.**

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Этот документ подписан электронной подписью
Сертификат: 618f0c07914e4391a94eeb241452bc7
Владимир Зубов **Юрий Сергеевич**
действителен с 18.08.2024 по 25.05.2033

Ю.С. Зубов



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ
№ 2798973

Способ изготовления футеровки шаровых мельниц для получения водного шликера кварцевого стекла

Патентообладатель: *Акционерное общество "Обнинское научно-производственное предприятие "Технология" им. А.Г.Ромашина" (RU)*

Авторы: *Харитонов Дмитрий Викторович (RU), Маслова Екатерина Валерьевна (RU), Анашкина Антонина Александровна (RU), Русин Михаил Юрьевич (RU), Терехин Александр Васильевич (RU), Хмельницкий Анатолий Казимирович (RU), Северенкова Валерия Васильевна (RU)*

Заявка № 2022112810

Приоритет изобретения 12 мая 2022 г.

Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации 29 июня 2023 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 12 мая 2042 г.



*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

ДОКУМЕНТ ПОДПИСАН ЭЛЕКТРОННОЙ ПОДПИСЬЮ
СЕРВИСом "ЭЛЕКТРОННАЯ ПОДПИСЬ"
Выдана Юридическим Центром
Буклетинский с. 1843 0021 по 0234 2024

Ю.С. Зубов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2022618222

**«Программный модуль «Диспетчеризация»
производственного автоматизированного
управленческого комплекса «ПАУК»**

Правообладатель: *Акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г.Ромашина» (RU)*

Авторы: *Харитонов Дмитрий Викторович (RU), Грошев Алексей Валерьевич (RU), Баршевцев Сергей Александрович (RU), Маслова Екатерина Валерьевна (RU), Анашкина Антонина Александровна (RU), Хмельницкий Анатолий Казимирович (RU)*

Заявка № 2022617087

Дата поступления 19 апреля 2022 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ 05 мая 2022 г.



Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов

Приложение В – Акты использования изобретений

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель
генерального директора
АО «ОНПИТехнология»
им. А.Г.Ромашина»
А.И. Опарин
2023 г.



А К Т

об использовании изобретения
по патенту № 2759211

г. Обнинск

«02» 11 2023

Изобретение СПОСОБ ФОРМОВАНИЯ КРУПНОГАБАРИТНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ (патент Российской Федерации №2759211; дата приоритета: «29» апреля 2021 года)

авторов Д.В. Харитонова, А.А. Анашкиной, М.Н. Нефедова, Е.В. Масловой, М.Ю. Русина, А.К. Хмельницкого, Д.О. Лемешева

использовано в цехе 19

при изготовлении изделий 64Г6 (48Н6), 64Г6Д (48Н6Д), 9Б516 (ОТИ 349), 9Б516МД (ОТИ 1134), 3А11-1 (ОТИ 753), 51 (ОТИ 1111), 610МШ (ОТИ 1165), 1801-1 (ОТИ 1047), 1801-2 (ОТИ 1048), 3У96.6 (ОТИ 802), 28К6А (ОТИ 92),

что подтверждается технологической инструкцией 596.25000.180, ссылка на которую внесена в комплекты технологической документации 596.01000.380, 596.01000.571, 596.01000.1146, 596.01000.1189, 596.01000.1239, 596.01000.1177, 596.01000.1380, 596.01000.1281, 596.01000.879.

Формула изобретения: Способ формования крупногабаритных керамических изделий, включающий установку в гипсовую форму сердечника, подачу шликера в заливочное отверстие формы, выдержку до полного набора изделия, извлечение сердечника, извлечение изделия, отличающийся тем, что после извлечения сердечника изделие выдерживают в форме не менее 30 мин, а затем в заливочное отверстие формы устанавливают втулку из материала с низким коэффициентом трения и подают воздух под давлением 0,1-0,6 МПа в носовую часть изделия, при этом время подачи воздуха составляет от 2 до 20 с.
Изобретение использовано в 2023 календарном году.

УТВЕРЖДАЮ
 Первый заместитель
 генерального директора
 АО «ОИГП «Технология»
 им. А.Г. Ромашина»
 А.И. Опарин
 » 2023 г.



А К Т
 об использовании изобретения
 по патенту № 2759878

г. Обнинск

«02» 11 2023

Изобретение СПОСОБ ФОРМОВАНИЯ КЕРАМИЧЕСКИХ ЗАГОТОВОК
 (патент Российской Федерации №2759878; дата приоритета: «25» марта 2021
 года)

авторов Д.В. Харитонова, Е.В. Масловой, А.А. Анашкиной, М.Ю. Русина,
А.С. Хамицаева, Г.Н. Савенкова, Ю.С. Охлупина

использовано в цехе 19

при изготовлении изделий 64Г6 (48Н6), 64Г6Д (48Н6Д), 9Б516 (ОТИ 349), 3А14
(ОТИ 436), 3А11-1 (ОТИ 753), 51 (ОТИ 1111), 610МШ (ОТИ 1165), 1801-1
(ОТИ 1047), 1801-2 (ОТИ 1048), 3У96.6 (ОТИ 802),

что подтверждается технологической инструкцией 596.25000.180, ссылка на
 которую внесена в комплекты технологической документации 596.01000.380,
596.01000.571, 596.01000.1169, 596.01000.1146, 596.01000.1189, 596.01000.1239,
596.01000.1177, 596.01000.1380, 596.01000.1281.

Формула изобретения: Способ формования керамических заготовок,
 включающий установку в высушенную влагопоглощающую матрицу,
 повторяющую наружный контур изделия, сердечника, повторяющего
 внутренний контур изделия, заполнение образовавшегося зазора водным
 шликером, выдержку до полного набора заготовки, извлечение сердечника,
 выдержку набранной заготовки в форме, извлечение заготовки, отличающийся
 тем, что для изготовления влагопоглощающей матрицы проводят 3D-измерения
 модели и сердечника, совмещают полученные 3D-сканы, получают 3D-модели
 заготовок по различным вариантам разворота сердечника относительно модели,
 выбирают оптимальный разворот, обеспечивающий наименьшую несоосность

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель

генерального директора

АО «ОИП «Технология»

им. А.Г.Ромашина»

А.И. Опарин

2023 г.



А К Т

об использовании изобретения
по патенту № 2796118

г. Обнинск

«05» 12 2023

Изобретение СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ГИПСОВЫХ ФОРМ ДЛЯ ЛИТЬЯ КЕРАМИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ (патент Российской Федерации №2796118; дата приоритета: «28» октября 2022 года)

авторов А.А. Анашкиной, В.В. Северенковой, Д.В. Харитоновой, Е.В. Масловой, М.Ю. Русина, С.М. Кубахова

использовано в цехе 19

при изготовлении формующей поверхности форм ТСГ 283.01 (для изделий 64Г6 (48Н6), 64Г6Д (48Н6Д)), форм ОТГ 5650.01 (для изделий 9Б516 (ОТИ 349), 9Б516МД (ОТИ 1134)), форм ОТГ 6080.01 (для изделий 610МШ (ОТИ1165)), форм ОТГ 4560.02 (для изделий 51 (ОТИ 1111)), форм ОТГ 4100.01 (для изделий 1801-1 (ОТИ 1047)), форм ОТГ 7009.01 (для изделий 1801-2 (ОТИ 1048)), форм ОТГ 3579.02 (для изделий 3У96.6 (ОТИ 802)), форм ОТГ 3750.02 (для изделий 3А11-1 (ОТИ 753)), форм ОТГ 4314.01 (для изделий 3А14 (ОТИ 436)), форм ОТГ 5764.01 (для изделий 28К6А (ОТИ 92)), форм ОТГ 7363.01 (для изделий 9Б198 (ОТИ 1330)),

что подтверждается технологической инструкцией 596.25000.180 «Изготовление формующих поверхностей формовых комплектов для крупногабаритных изделий», которая внесена в комплекты технологической документации 596.01000.380, 596.01000.571, 596.01000.1239, 596.01000.1189, 596.01000.1177, 596.01000.1380, 596.01000.1281, 596.01000.1146, 596.01000.1169, 596.01000.879, 596.01000.1269.

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель
генерального директора
АО «ОНИП «Технология»
им. А.Г.Ромашина»
А.И. Опарин
2023 г.



А К Т

об использовании изобретения
по патенту № 2798973

г. Обнинск

«05» 12 2023

Изобретение СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ФУТЕРОВКИ ШАРОВЫХ МЕЛЬНИЦ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ВОДНОГО ШЛИКЕРА КВАРЦЕВОГО СТЕКЛА (патент Российской Федерации № 2798973; дата приоритета: «12» мая 2022 года)

авторов Д.В. Харитонов, Е.В. Масловой, А.А. Анашкиной, М.Ю. Русина, А.В. Терехина, А.К. Хмельницкого, В.В. Северенковой

использовано в цехе 19

при изготовлении футеровки шаровых мельниц ТСГ 114.00.000 (инв. № 0505254, 0505253, 0514356, 0514357, НМ 82963, НМ 71917), ТСА 115.00.000 (инв. № 0505252, 0505251, 0505249, 0505248, 0501060, 0509119, НМ 71911, НМ 86540, 0505293, 0510107, 0510108, 0510109, 0514363, 0514364, 0514365),

что подтверждается технологической инструкцией 596.25000.327 «Изготовление футеровки и футеровка шаровых мельниц и емкостей для стабилизации шликера», ссылка на которую внесена в комплект технологической документации 596.01000.475, который внесен в комплекты технологической документации 596.01000.380, 596.01000.571, 596.01000.1281, 596.01000.1146, 596.01000.1169, 596.01000.879, 596.01000.1269.

Формула изобретения: Способ изготовления футеровки шаровых мельниц для получения водного шликера кварцевого стекла, включающий приготовление шликера кварцевого стекла с плотностью 1,86-1,91 г/см³, тониной с остатком на сите 63 мкм 4-10%, формование керамической заготовки составной