



На правах рукописи

Петрачков Дмитрий Николаевич

**Сложнопрофильные изделия из силикатного стекла
с токопроводящим покрытием**

2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких
неметаллических материалов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 2023

Работа выполнена в Государственном научном центре Российской Федерации акционерном обществе «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина»

Научный руководитель: **Сигаев Владимир Николаевич**
доктор химических наук, профессор,
заведующий кафедрой химической технологии
стекла и ситаллов РХТУ им. Д.И. Менделеева

Официальные оппоненты: **Сысоев Валентин Константинович**
доктор технических наук
начальник отдела научно-исследовательских
работ АО «Научно производственное
объединение им. С.А. Лавочкина»

Чайникова Анна Сергеевна
кандидат технических наук
начальник научно-исследовательского
отделения НИЦ «Курчатовский институт» -
ВИАМ

Ведущая организация: Акционерное общество «Лыткаринский завод
оптического стекла» (ЛЗОС)

Защита диссертации состоится «21» декабря 2023 г. в _____ на заседании диссертационного совета 24.1.078.04, созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН), по адресу: 119334, г. Москва, Ленинский проспект, д. 49, БКЗ.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) и на сайте ИМЕТ РАН <https://www.imet.ac.ru>. Автореферат диссертации размещен на официальных сайтах ИМЕТ РАН <https://www.imet.ac.ru> и ВАК <https://vak.minobrnauki.gov.ru/main>.

Автореферат диссертации разослан _____ 2023 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета 24.1.078.04,
кандидат геолого-минералогических наук



Ивичева И.Н.

БЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. К изделиям остекления сухопутного, воздушного и водного транспорта предъявляются требования, связанные с обеспечением безопасности движения, сохранением жизни и здоровья людей, снижением вероятности возникновения аварийных ситуаций. В связи с тенденцией увеличения скоростей вновь создаваемых тягово-подвижных составов (ТПС), растут требования к прочностным и оптическим характеристикам электрообогреваемых лобовых стекол кабин водителей. Конструкции лобового остекления изготавливаются из высококачественного листового стекла с низкоэмиссионным токопроводящим покрытием, они имеют сложную геометрическую форму, соединены в стеклопакет с помощью специальных рамок и герметиков. Применяемые промышленные технологии не позволяют обеспечить выпуск крупногабаритных сложнопрофильных изделий с повышенными техническими характеристиками: электропроводностью покрытия на требуемом нормативными документами уровне в сочетании со светопропусканием не ниже 65%, равномерным распределением температурного поля по площади обогрева при потребляемой мощности до 7кВт/м^2 с разбросом не более 10°C , что обуславливает необходимость разработки новых технологических решений.

Степень разработанности темы. Из рассмотрения типовых технологий производства изделий конструкционной оптики для ТПС следует, что наиболее проблемным является процесс изготовления электронагревательного элемента (ЭНЭ), особенно для крупногабаритного сложнопрофильного панорамного остекления. Это связано с многостадийностью, трудоемкостью, материалоемкостью и вредностью технологических операций, отсутствием оптимизации самого процесса изготовления ЭНЭ при использовании традиционных способов производства, а также противоречивостью требований, предъявляемых к материалам и изделиям. Поэтому проблема создания высокоэффективных, экологически «чистых» технологий, превосходящих по своему техническому уровню существующие методы формирования ЭНЭ электрообогреваемого остекления, является в настоящее время весьма актуальным научно-техническим направлением.

Исследования, представленные в диссертационной работе, были выполнены в АО ОНПП «Технология им. А.Г. Ромашина», в том числе в рамках федеральных целевых программ «Композиция» и «Триплекс».

Целью диссертационного исследования является разработка и внедрение методов совершенствования технологии изготовления электрообогреваемых элементов сложнопрофильных изделий из стекла для обеспечения их эксплуатационной надежности и работоспособности, с одновременным повышением эффективности и экологической безопасности производства.

Достижение поставленной цели обеспечивается решением следующих **ключевых задач**:

- выбор состава токопроводящего покрытия (ТПП) на поверхности силикатного стекла;
- исследование и разработка режимов получения сплошных и градиентных токопроводящих покрытий на поверхности силикатных стекол методом магнетронного напыления;
- выбор способа удаления токопроводящего покрытия по периметру сложнопрофильного элемента транспортного остекления (формирование зоны обогрева);
- создание технологии нанесения токопроводящих шинок – разработка состава покрытия на основе алюминия и меди, а также условий его нанесения газодинамическим методом;
- разработка метода нанесения токопроводящих шинок на органическое стекло с токопроводящим покрытием с помощью технологии гальваники.

Научная новизна.

1. Установлено, что равномерный обогрев поверхности сложнопрофильных элементов остекления транспортных средств зависит от эффективной толщины и электросопротивления покрытия: для плоских изделий толщина покрытия должна быть одинаковой по всей площади, а для криволинейных – градиентной. Определены условия формирования одномерного и градиентного покрытий из оксида индия, допированного оксидом олова, методом магнетронного напыления на поверхности силикатного стекла, обеспечивающие равномерное распределение температурного поля на поверхности изделия.

2. Установлено влияние параметров лазерной обработки на абляцию различных типов токопроводящего покрытия с поверхности листового силикатного стекла. Выявлено, что при лазерном воздействии одновременно с процессом удаления покрытия происходит термическое «залечивание» дефектов в поверхностном слое стекла, благодаря чему прочностные характеристики изделия возрастают.

3. Установлено, что процесс газодинамического напыления медно-алюминиевых токопроводящих шин не оказывает влияния на состояние электрообогреваемой поверхности и прочностные характеристики стекла, а электропроводность медно-алюминиевых шин в пять раз выше, чем силикатно-серебряных, нанесенных традиционным методом; при этом достигается высокая адгезионная прочность контакта шинки с токопроводящим покрытием.

Теоретическая и практическая значимость.

1. Разработаны режимы магнетронного напыления одномерных и градиентных токопроводящих покрытий на основе оксида индия, допированного оксидом олова, с удельным поверхностным сопротивлением от 10 до 100 Ом/□ на плоскую и криволинейную поверхности стекла.

2. Разработана новая высокоэффективная технология локального снятия токопроводящего покрытия для выделения зоны электрообогрева и изоляции края изделия из стекла с токопроводящим покрытием при помощи лазерного технологического комплекса, позволяющая в десятки раз повысить производительность труда и исключить вредное экологическое воздействие на окружающую среду.

3. Определены составы и разработаны режимы «холодного» газодинамического нанесения медно-алюминиевых токопроводящих шин на поверхность силикатного стекла, позволяющие осуществлять крупногабаритное остекление с увеличенной площадью обогрева и повысить производительность труда.

4. Разработана технология нанесения токопроводящих шин на органические криволинейные стекла гальваническим методом, что позволяет создавать облегченные электрообогреваемые композиции остекления транспортных средств (технологическая инструкция 596.25000.1629 АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина).

5. Организовано промышленное производство сложнопрофильных электрообогреваемых изделий остекления с использованием новых технологий и

современного технологического оборудования. С учетом новых возможностей разработаны и серийно производятся изделия для локомотивов, подвижных составов (электровозы типа ЭП20, тепловозы типа 2ТЭ25МК, рельсовые автобусы типа РА-3, электропоезда типа ЭП2Д), вагонов метро типа «Москва-2020», судовых рубок типа РV-300, отвечающие всем требованиям, предъявляемым к изделиям, что подтверждено соответствующими Сертификатами соответствия «Регистра сертификации на федеральном железнодорожном транспорте» и Свидетельством о типовом одобрении «Изделия остекления» Российского морского регистра судоходства.

6. По результатам проведенных работ получены патенты на изобретения Российской Федерации: 2391304 (2010 г.), 2443646 (2012 г.), 2444478 (2012 г.), 2515659 (2014 г.), 2515658 (2014 г.), 2687999 (2019 г.).

Методология и методы исследования. Методология изготовления образцов с использованием листового стекла марки М0 основана на использовании методов аэрозольного и магнетронного напыления токопроводящих покрытий, растворной и лазерной технологий удаления токопроводящего слоя, газодинамического метода нанесения токопроводящих шин, а также электролитического нанесения токопроводящего слоя на органические стекла. Свойства образцов были изучены с помощью стандартных методов определения механических, электрофизических и оптических характеристик стекол и материалов на основе стекла.

Положения, выносимые на защиту:

1. Метод магнетронного нанесения токопроводящего покрытия из оксида олова и оксида индия, допированного оксидом олова, на плоские и криволинейные поверхности элементов лобового остекления транспортных средств обеспечивает равномерное распределение температурных полей на поверхности изделий.

2. Метод лазерной абляции для прецизионного удаления токопроводящего покрытия с поверхности силикатного стекла способствует термическому «залечиванию» дефектов в поверхностном слое стекла, что приводит к повышению прочностных характеристик изделия.

3. Технология «холодного» газодинамического нанесения токопроводящих медно-алюминиевых шин на листовое силикатное стекло с электропроводящим покрытием позволяет исключить высокотемпературную стадию спекания и

обеспечивает необходимую проводимость токоподводов для электрообогреваемых изделий.

Степень достоверности результатов. Достоверность результатов исследований механических, электрофизических и оптических свойств материалов и изделий подтверждается их воспроизводимостью в лабораторных условиях и стабильностью характеристик изделий остекления транспортных средств, выпускаемых в серийном производстве.

Апробация результатов работы. Основные результаты работы доложены и обсуждены на конференциях: XIX Международной научно-технической конференции «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов», ФГУП «ОНПП «Технология», г. Обнинск, 2010г.; 6-й Международной конференции «Стеклопрогресс-XXI» г. Саратов, 2012г.; XX Международной научно-технической конференции «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов», ОАО «ОНПП «Технология», г. Обнинск, 2013г.; 7-й Международной конференции «Стеклопрогресс-XXI» г. Саратов, 2014г.; XXII Международной научно-технической конференции «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов», АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», г. Обнинск, 2019г.; Всероссийской научно-технической конференции «Функциональные и полимерные материалы для авиационного остекления», НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, г. Москва, 2021г.

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 18 научных работ, в том числе 3 в рецензируемых научных изданиях, включенных в перечень ВАК, индексируемых в международных базах данных Web of Science и Scopus. Результаты научного исследования подтверждены участием в научных мероприятиях всероссийского и международного уровня: опубликовано 9 работ в материалах конференций. Получены 6 патентов на изобретения РФ.

Личный вклад автора заключается в постановке целей и задач исследования, анализе литературных и патентных источников, разработке новых подходов к формированию токопроводящих покрытий, зон электрообогрева, изоляции края стекла и токопроводящих шинок в электрообогреваемом изделии; изготовлении опытных образцов конструкций лобовых стекол для ТПС; подборе оборудования и организации серийного производства электрообогреваемых изделий, а также подготовке статей,

тезисов, заявок на патенты, технологических инструкций и регламентов, участия в конференциях.

Объем и структура диссертации. Диссертация состоит из введения, 3 глав, заключения и списка литературы. Общий объем работы 130 страниц, включая 45 рисунков, 11 таблиц, библиографию из 64 наименований, список работ, опубликованных автором и приложения.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении представлено обоснование актуальности выбора темы диссертации, сформулированы цель и ключевые задачи исследования, описана научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы, личный вклад автора в получении результатов и положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен анализ литературных и патентных источников, описывающих виды изделий для остекления транспортных средств и требования к ним; электрофизические свойства стекол, виды, свойства и способы нанесения оптически прозрачных токопроводящих покрытий; виды и технологии токопроводящих элементов в конструкции электрообогреваемых стекол; технологии электрообогреваемых изделий транспортного остекления.

Во второй главе описана методика эксперимента: представлены характеристики исходных стекол, материалов для формирования токопроводящих покрытий и изготовления токопроводящих шинок; методики аэрозольного и магнетронного нанесения токопроводящих покрытий; методики нанесения шинок на силикатные стекла с применением силикатно-серебряной пасты и медно-алюминиевых порошковых материалов, а на органические стекла гальваническим методом; методика удаления ТПП и формирования зоны обогрева с использованием иттербиевого импульсного волоконного лазера; методы определения электрических, механических и оптических свойств стекол с покрытиями и шинками.

В третьей главе представлены результаты экспериментальных исследований и их анализ. Первый и второй разделы посвящены определению составов и способов формирования токопроводящих покрытий на плоских и гнутых поверхностях, их ведущих характеристик, а также режимы их нанесения. В третьем разделе описаны результаты разработки режимов лазерной абляции токопроводящего слоя для формирования токопроводящих шинок. В четвертом описан газодинамический метод

нанесения токопроводящих шин и определены их характеристики, а в пятом представлены результаты опробования гальванического метода формирования токопроводящего слоя на органическом стекле.

Раздел 3.1 посвящен сравнительному исследованию свойств покрытий, полученных термохимическим (оксидно-оловянное) и магнетронным (оксидно-индиевое) способами для электрообогреваемых конструкций (таблица 1).

Таблица 1 – Основные характеристики стекол с оксидно-оловянным и оксидно-индиевым покрытием (термохимическое (ТХ) и магнетронное (М) нанесение)

Состав покрытия	Визуальная оценка	Интегральный коэффициент светопропускания, %	Сопротивление электронагревательного элемента, Ом	
SnO ₂ (ТХ) «твердое»		требуемое ≥ 70 фактическое - 78	25,3 - 30,2	
In ₂ O ₃ (Sn) (М) «мягкое»		требуемое ≥ 70 фактическое - 80	Сопротивление секций	Сопротивление между фазами
			26,6 ^{+4,0} _{-4,3}	17,7 ^{+2,7} _{-2,8}

Несмотря на разные способы нанесения и механизмы формирования покрытий, как оптические, так и электрофизические свойства изделий близки и соответствуют уровню современных требований. Однако, магнетронное напыление имеет ряд преимуществ, связанных с отсутствием вредных выбросов, присущих термохимическому методу, а также более широкими возможностями варьирования состава наносимых покрытий в пределах одной производственной цепочки.

Раздел 3.2. посвящен разработке режимов формирования токопроводящего покрытия с разной толщиной токопроводящего слоя и переменным удельным поверхностным сопротивлением на поверхности сложного профиля, что обеспечивает ее равномерное освобождение от наледи. Для создания такого покрытия

был использован метод модифицирования покрытия из диоксида олова бомбардировкой ионами аргона со средней энергией 1500-1700 эВ и давлении $(2-3)10^{-2}$ Па (см. рисунок 1).

В результате бомбардировки происходит уплотнение токопроводящего слоя с уменьшением толщины (частичное снятие ТПП). Меняя интенсивность обработки, мы получаем возможность управления толщиной покрытия в зависимости от площади и кривизны поверхности стекла, и распределения величины удельного поверхностного сопротивления ТПП, обеспечивающего равномерный обогрев поверхности изделия.

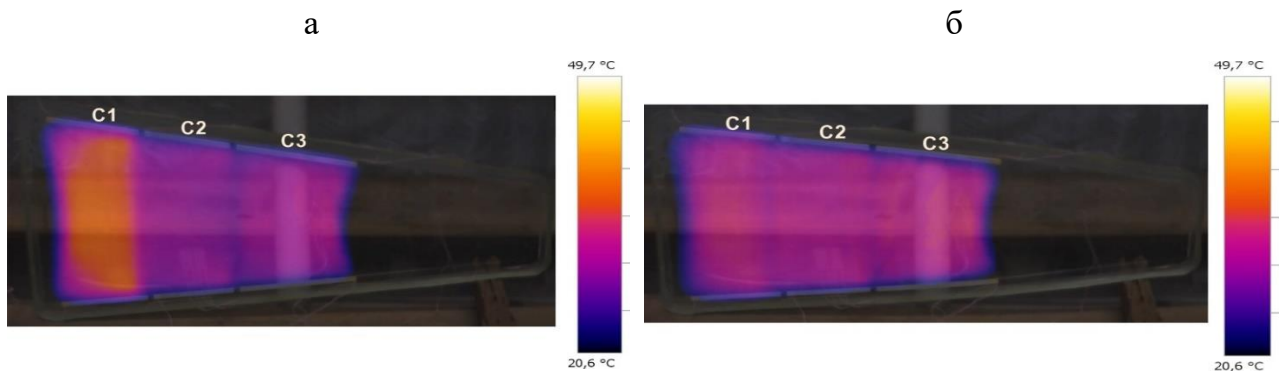


Рисунок 1 – Распределение температурного поля по поверхности трех секций в изделии с оксидно-оловянным покрытием, параметры секции 1: а – до модифицирования, $\rho_1 = 77 - 91$ Ом/м, $R_{c1}=225$ Ом; б – после модифицирования, $\rho_1 = 87 - 101$ Ом/м, $R_{c1}=260$ Ом

Раздел 3.3 посвящен сравнительному исследованию способов частичного удаления токопроводящего слоя с поверхности стекла для формирования зоны обогрева и изоляции края стекла (рисунок 2).

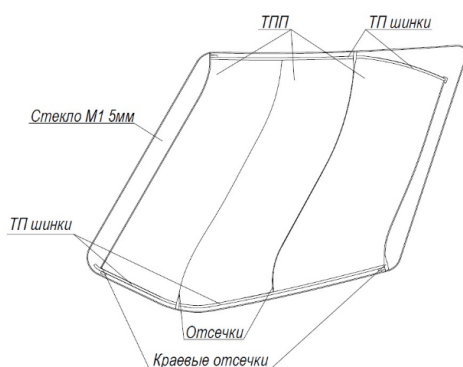


Рисунок 2 – Схема расположения электрообогревного элемента токопроводящего покрытия и токопроводящих шинок на поверхности стекла

Традиционно формирование зоны обогрева производят химическим травлением соляной кислотой, смешанной с цинковым порошком, или механической обработкой края изделия. Оба метода трудозатратны и не экологичны. В качестве альтернативы был опробован метод удаления ТПП с использованием иттербиевого импульсного

волоконного лазерного комплекса ЛТК с длиной волны 1060 нм, средней мощностью пучка 20-30 Вт и длительностью импульса 70-90 нс.

Влияние способа удаления оксидных пленок с поверхности стекла оценивали по механическим свойствам стекол, у которых оксидно-оловянное покрытие удаляли методами травления кислотой, механической обработкой, лазерным излучением в сравнении с прочностью исходных стекол с токопроводящим покрытием (рисунок 3).

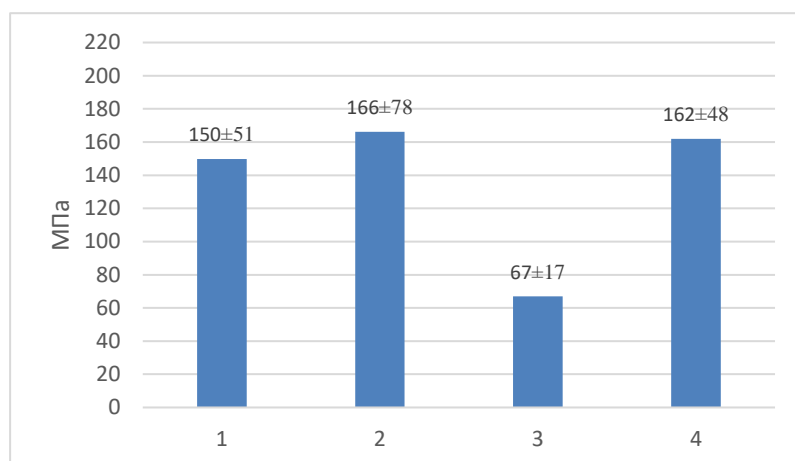


Рисунок 3 – Влияние способа удаления ТПП на прочность стекол с оксидно-оловянным покрытием, где: 1 – исходное стекло, 2 – химическое травление, 3 – механическая обработка, 4 – лазерная обработка

Снижение прочности при удалении ТПП с помощью механической обработки связано с ростом числа микротрещин в краевой зоне изделия. Лазерное и химическое воздействие способствуют залечиванию дефектов в краевой зоне, прочность изделия становится несколько выше, чем у исходного стекла с покрытием. Однако, химическое травление проигрывает в сравнении с лазерной абляцией, и по скорости, и по экологической безопасности процесса формирования зоны обогрева.

Раздел 3.4 посвящен разработке технологии формирования токоведущих шинок, которые обеспечивают распределение напряжения питания по ТПП изделия с электрообогревом. Оценку качества изделий с шинками, нанесенными разными методами, осуществляли сравнением прочностных и адгезионных характеристик, а также удельного поверхностного сопротивления.

Компоненты с высокой электропроводностью, такие как серебро, медь, алюминий и другие металлы наносят на очищенную поверхность стекла с покрытием в не смотровой краевой зоне (определяется конструкторской документацией). Процесс нанесения шинок аэрозольный методом характеризуется большими потерями распыляемого вещества и сложностью обеспечения необходимой геометрии и однородности толщины токопроводящего слоя. На основе анализа литературных источников было принято решение опробовать газодинамический метод, широко

применяемый для нанесения покрытий на металлы и керамику. Разработанная схема нанесения и экспериментальная установка представлены на рисунке 4.

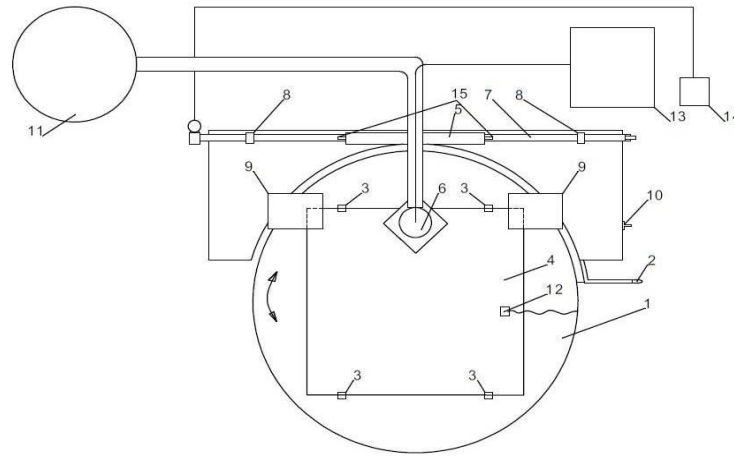


Рисунок 4. Схема экспериментальной установки для нанесения порошковых материалов на стекло газодинамическим методом, где: 1 – поворотная часть стола, 2 – фиксатор, 3 – упоры резиновые, 4 – стекло с нанесённым ЭПП, 5 – каретка, 6 – напылитель, 7 – труба для перемещения каретки с распылителем, 8 – кольцо, 9 – пластина из стали, 10 – тумблер «перемещение и подача порошка», 11 – пылесос, 12 – токопроводящая медная пластина, 13 – блок контроля управления, 14 – преобразователь частоты переменного тока, 15 – концевой выключатель

Определение прочности образцов с шинками методом центрально-симметричного изгиба показало, что среднее значение прочности образцов с медно-алюминиевыми, силикатно-серебряными шинками и исходного стекла без шинок близки (рисунок 5).

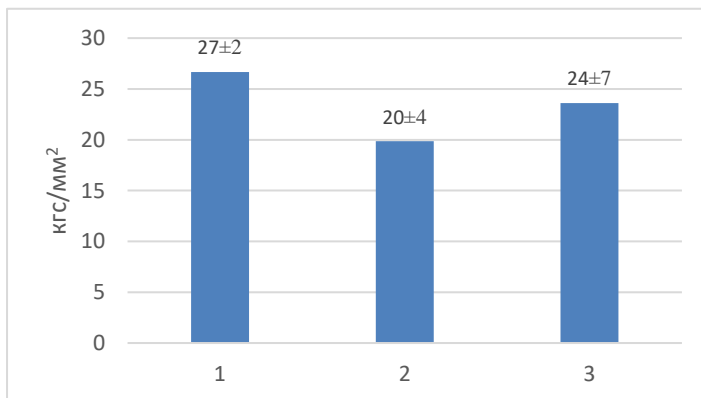


Рисунок 5 – Прочность при статическом центрально-симметричном изгибе стекол с оксидно-оловянным покрытием, где: 1 – исходное стекло, 2 – с силикатно-серебряной шинкой, 3 – с медно-алюминиевой шинкой

Следовательно, метод нанесения шинки не оказывает существенного влияние на прочность стекла. Однако, газодинамический метод обеспечивает более высокое качество шинки, а именно плотность распределения частиц, точность геометрических

размеров, что приводит к повышению стабильности как ее эксплуатационных характеристик так и в целом изделия с электрообогревом.

Сравнительное исследование адгезионных свойств и электрофизических свойств токопроводящих шинок проводили на образцах, изготовленных аэрозольным (силикатно-серебряные шинки) и газодинамическим (медно-алюминиевые шинки) методами. При нанесении газодинамических покрытий на основе алюминия и цинка (марки А-20-10) и меди и цинка (марки С-03-10) варьировали соотношение компонентов, толщину и площадь нанесения.

Определение работы адгезии к стеклу и поливинилбутиральной (ПВБ) пленке «Сафлекс» марки Rb методом постепенного наращивания нагрузки при скорости перемещения подвижного захвата 10 мм/мин до разрушения клеевого соединения (см. таблицу 3) показало, что разрыв образцов происходит по линии склейки, отрыва покрытия от стекла не наблюдается. Работа адгезии для образцов с силикатно-серебряными шинками выше, чем у образцов с медно-алюминиевыми. Однако, прочность сцепления в случае медно-алюминиевых шинок толщиной $\Gamma/0,045-0,055\text{мм} + 0,075 - 0,085\text{мм}$ вполне удовлетворяет эксплуатационным требованиям изделий. Таким образом оптимальный состав медно-алюминиевых шинок – алюминий как адгезионный слой и медь как основной проводник (см таблицу 3).

Таблица 3 – Свойства образцов с шинками, нанесенными аэрозольным (А) и газодинамическим (Г) методами

№	метод/толщина шинки	Адгезия, кгс/см ²	Средняя нагрузка, кгс	Удельное поверхностное сопротивление, Ом·10 ⁻³
1	А/0,01 – 0,02мм	155 ± 16	619	4,26±0,12
2	Г/0,045 - 0,055мм	100 ± 30	398	не измерялось
3	Г/>0,055мм	74 ± 37	295	не измерялось
4	Г/0,045-0,055мм + 0,075 – 0,085мм	105 ± 13	418	0,9±0,02

Проводимость медно-алюминиевых шинок в несколько раз выше, чем у силикатно-серебряных, а использование в качестве проводников меди и алюминия более экономично в сравнении с серебром, особенно для изделий большого размера,

что определяет преимущество использования газодинамического метода для нанесения токопроводящих шинок.

Раздел 3.5 посвящен опробованию методик и разработке технологии нанесения токопроводящих шин на органическое стекло гальваническим способом и исследование их характеристик.

Тенденция создания сверхлегких и прочных электрообогреваемых стекол для транспортного остекления предусматривает использование метилметакрилатных и поликарбонатных полимерных стекол, обладающих оптическими характеристиками близкими к свойствам листового силикатного стекла. Прозрачные токопроводящие покрытия для таких стекол наносят с помощью магнетронного метода. Однако, технологии нанесения токопроводящих силикатно-серебряных и медно-алюминиевых шинок, используемые для силикатных стекол, не применимы к полимерным материалам. Температура закрепления силикатно-серебряных шинок выше температуры эксплуатации полимерных стекол, а газодинамический метод формирования медно-алюминиевой шинки приводит к снижению прочности изделия и разрушению по линии стекло-шинка. В связи с этим, нами была разработана схема гальванического нанесения шинок на органическое стекло с токопроводящим покрытием (схема нанесения шинок – рисунок 6) и смонтирован вакуумно-гальванический стенд.

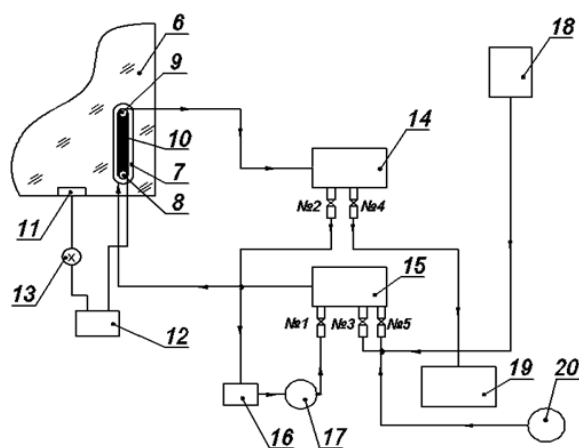


Рисунок 6 – Схема нанесения шинок на органическое стекло с токопроводящим покрытием, где: 1, 2, 3, 4, 5 – вентили; 6 - стекло с ЭПП; 7 – вакуумно-гальваническая оснастка; 8 – штуцер входной с подпаянной медной проволокой; 9 – штуцер выходной; 10 – медная пластина с подпаянным выводом (анод); 11 – съемный контакт (медная фольга – катод); 12 – источник питания; 13 – тумблер; 14, 15 – коллектор; 16 – емкость с электролитом; 17 – насос циркуляционный; 18 – емкость с дистиллированной водой; 19 – емкость для отходов; 20 – сжатый воздух

11 – съемный контакт (медная фольга – катод); 12 – источник питания; 13 – тумблер; 14, 15 – коллектор; 16 – емкость с электролитом; 17 – насос циркуляционный; 18 – емкость с дистиллированной водой; 19 – емкость для отходов; 20 – сжатый воздух

Работоспособность системы электрообогрева изделия с ТПП и шинкой была проверена после предварительно проведенных климатических испытаний путем подсоединения источника питания к токопроводящим шинкам. (рисунок 7).

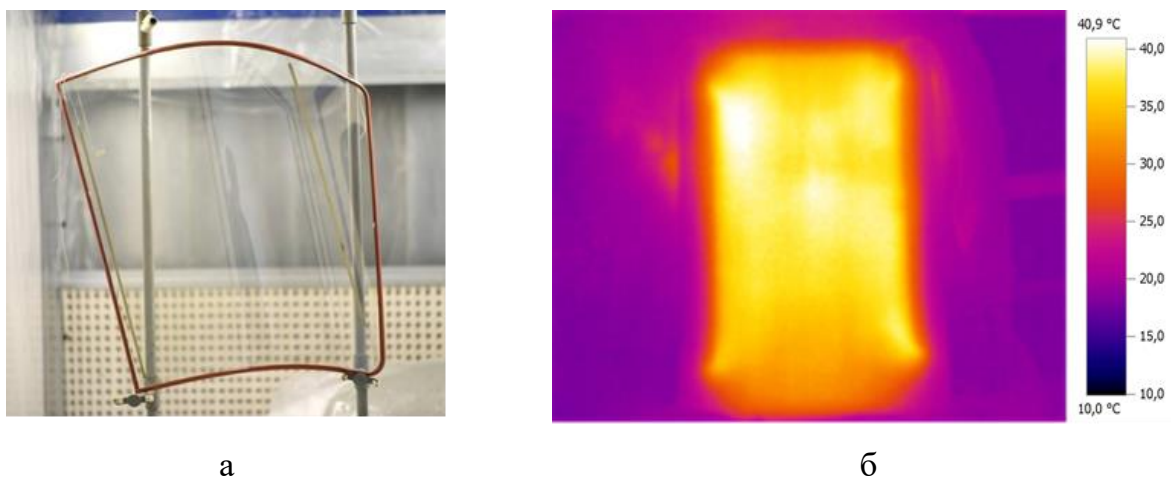


Рисунок 7 – Система электрообогрева на основе органического стекла: а – органо-органический триплекс с токопроводящим покрытием и шинкой, нанесенной гальваническим методом; б – распределение температурных полей в зоне обогрева опытного изделия ОТИ 1994

Работоспособность системы электрообогрева проверяли путем подсоединения источника питания к токопроводящим шинкам в диапазоне напряжений от 1 до 100 В с использованием тепловизора «Testo 875-1». Исследования показали равномерность температурного поля на поверхности стекла и отсутствие местного перегрева в районе расположения шинок. Адгезия медной шинки к стеклу проверялась методом параллельных надрезов с использованием ленты липкой на полиэтиленовой основе. На гальваническом слое шинки наносились надрезы, а затем приклеивался скотч и после резки отрывался. Результаты показали хорошую адгезию (Балл 1₁ (края надрезов гладкие) по Таблице 2 ГОСТ 15140-78). Прочность при центрально-симметричном изгибе образцов стекла без шинок и с шинками, нанесенными гальваническим методом, практически одинакова.

По результатам исследований разработана технологическая инструкция на промышленное изготовление изделий ТИ 596.25000.1629 и получен патент [Пат. 2687999 Российская Федерация].

Раздел 3.6 посвящен технологической линии изготовления многослойных стекол с функцией электрообогрева для транспортного остекления.

Комплексное исследование способов нанесения и свойств прозрачных электропроводящих покрытий, токопроводящих шин, методов удаления токопроводящего слоя и условий изготовления сложнопрофильных моллированных изделий, позволило оптимизировать технологическую линию в ОНПП «Технология» им. А.Г.Ромашина» и наладить выпуск изделий с повышенными эксплуатационными характеристиками.

На технологической схеме (рисунок 8) изготовления электрообогреваемого изделия остекления представлены основные этапы для стандартной и модифицированных линий производства изделий транспортного остекления с электроподогревом.

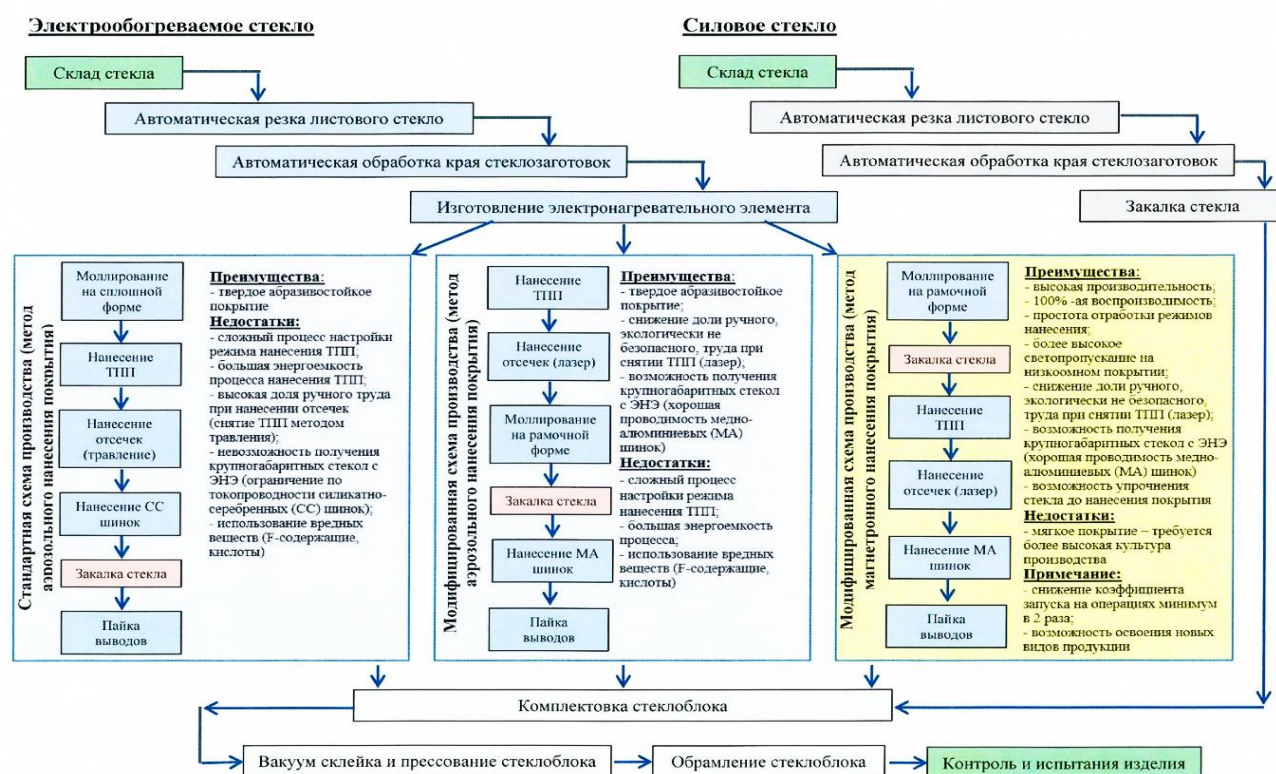


Рисунок 8 – Технологическая схема изготовления электрообогреваемого изделия остекления

Стандартная технологическая схема изготовления стекла с ТПП включала шесть операций: моллирование индивидуальной заготовки на сплошной форме, нанесение ТПП на основе оксида олова (твердое) аэрозольным методом на моллированную заготовку, формирование зоны обогрева методом кислотного травления, нанесение

токопроводящей силикатно-серебряной шинки, закалка со спеканием силикатно-серебряной пасты и затем пайка подводящих проводов.

Внедрение технологии одновременного моллирования двух и более стеклянных заготовок [Пат. 2444478; Пат. 2515659 Российская Федерация], с заранее сформированным ТПП на основе оксида олова (твердое) и сформированной лазером зоной обогрева на одной из плоских заготовок, и последующее газодинамическое нанесение медно-алюминиевых шинок позволило увеличить производительность линии и снизить брак при формировании ТПП.

Использование в качестве ТПП оксида индия, легированного оловом (мягкое) привело к изменению последовательности производственных стадий изготовления изделий. ТПП наносят на одну из моллированных в пакете [Пат. 2515658 Российская Федерация] и закаленных заготовок, далее производят лазерное формирование зоны обогрева, и, наконец, газодинамическое нанесение токопроводящего элемента. Что позволяет обеспечить требуемые характеристики изделий, увеличить производительность труда, снизить процент брака и вредных выбросов.

Заключение

1. Разработаны научно-технологические основы производства сложнопрофильных крупногабаритных элементов транспортного остекления, заключающиеся в использовании магнетронного напыления ТПП с последующей лазерной абляцией покрытия по периметру изделий и газодинамического напыления токопроводящих шинок на поверхности силикатных стекол.

Внедрение технологии одновременного моллирования двух и более стеклянных заготовок, с заранее сформированным токопроводящим покрытием на основе оксида олова («твердое» покрытие) и сформированной лазером зоной обогрева на одной из плоских заготовок, и последующее газодинамическое нанесение медно-алюминиевых шинок позволило увеличить производительность линии и снизить брак при формировании токопроводящего покрытия более чем в два раза.

2. Изучены технологические особенности создания эффективных токопроводящих покрытий на поверхности силикатных стекол, обеспечивающие эффективный обогрев крупногабаритных сложнопрофильных элементов транспортного остекления. Установлено, что покрытие из оксида индия, легированного оловом $\text{In}_2\text{O}_3(\text{Sn})$, нанесенное методом магнетронного напыления с

использованием скрещенных магнитного и электрического полей, обладает высокой оптической прозрачностью (90 %) в видимой области спектра и одновременно высокой электропроводностью (концентрация электронов проводимости $\sim 10^{21} \text{ см}^{-3}$).

3. Исследована возможность создания зоны обогрева на поверхности стекла с токопроводящим покрытием при помощи воздействия лазерного излучения. Установлены оптимальные параметры луча иттербиевого импульсного волоконного лазера с длиной волны 1060 нм – плотность мощности не более $30 \times 10^{-3} \text{ Вт/мм}^2$ и диаметр пятна нагрева не менее 20 мкм, обеспечивающие высокоточную абляцию токопроводящего покрытия с плоских и криволинейных поверхностей элементов транспортного остекления. Выявлено, что лазерная технология удаления токопроводящего покрытия с поверхности листового силикатного стекла, в отличие от традиционно используемых, способствует сохранению прочностных характеристик изделия и увеличивает производительность технологической стадии нанесения отсечек в 10 раз.

4. Разработана технология нанесения медно-алюминиевых токопроводящих шинок на поверхность силикатного стекла газодинамическим методом, позволяющая исключить перегрев изделия в зоне шинок при подаче питания к электронагревательному элементу.

Исследование составов, режимов нанесения медно-алюминиевых шинок, их электрических и механических свойств показало, что электропроводность шинок данного типа в 5 раз выше, чем у традиционно используемых силикатно-серебряных, а прочностные и адгезионные характеристики соответствуют требованиям, предъявляемым к изделиям крупногабаритного остекления с увеличенной площадью обогрева.

5. Разработана технология нанесения токопроводящих шинок на криволинейную поверхность органического стекла гальваническим методом для производства облегченных электрообогреваемых конструкций остекления транспортных средств. Установлено, что метод позволяет создавать равномерное покрытие, гарантирующее одновременное освобождение зоны обогрева от наледи, а адгезионные, прочностные и электрические характеристики шинок, полученных гальваническим методом, полностью соответствуют требованиям, предъявляемым к электрообогреваемому остеклению.

6. Организовано промышленное производство сложнопрофильных электрообогреваемых элементов остекления с использованием новых технологий и современного технологического оборудования, на котором изготавливаются изделия для локомотивов, подвижного состава, вагонов метро, судовых рубок, отвечающие всем техническим требованиям, предъявляемым к изделиям, что подтверждено соответствующими Сертификатами соответствия «Регистра сертификации на федеральном железнодорожном транспорте» и Свидетельством о типовом одобрении «Изделия остекления» Российского морского регистра судоходства (Приложение 5 Сертификат соответствия № ТС RU C-RU.ЖТ0.В.01692; Свидетельство о типовом одобрении №19.06872.120).

Разработанные технологии и подходы могут быть распространены на профильные предприятия.

Дальнейшее развитие работ связано:

- с исследованием возможностей моллирования (силикатное стекло) или формования (органическое или поликарбонатное стекло) стеклозаготовок с заранее сформированным на них в вакууме магнетронным способом токопроводящим покрытием на основе оксида индия, допированного оксидом олова;

- с проведением исследований и введения в практику формирования токопроводящих медно-алюминиевых шинок в изделиях авиационного назначения, что должно позволить при сохранении тактико-технических характеристик изделия в целом снизить количество брака на операциях формирования токопроводящих шинок.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ АВТОРОМ

1. Петрачков Д.Н. Лазерная технология удаления токопроводящих покрытий с электрообогреваемых изделий остекления (обзор) / **Д.Н. Петрачков**, В.И. Самсонов, В.Н. Сигаев, Н.А. Рукавичкин, Е.О. Козлова // Стекло и керамика. – 2019. – № 5. – С. 3-7.

2. Петрачков Д.Н. Формирование токоведущих шин на стекле с электропроводящим покрытием газодинамическим методом / **Д.Н. Петрачков**, В.И. Самсонов, В.Н. Сигаев, Н.А. Рукавичкин, Е.О. Козлова // Стекло и керамика. – 2020. – № 8. – С. 3-7.

3. Петрачков Д.Н. Технологические аспекты нанесения клея МТК / Н.Р. Глембовский, **Д.Н. Петрачков**, В.А. Шаталин, Н.В. Шаталин, Д.А. Остролуцкий, П.Н.

Чижов, Н.В. Садков, В.А. Роговицкий, Н.С. Скрылев // Клеи. Герметики. Технология. – 2021. – № 11. – С. 42-47.

4. Пат. 2391304 Российская Федерация, МПК С03С 27/12. Электрообогревное стеклоизделие / Пигалев А.Е., **Петрачков Д.Н.**, Пестов А.В., Кузьмина Е.В., Темных В.И.; заявитель и патентообладатель акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина» - № 2009103187/03; заявл. 30.01.2009; опубл. 10.06.2010.

5. Пат. 2443646 Российская Федерация, МПК С03С 17/23. Способ получения на стеклянном изделии токопроводящего покрытия из двуокиси олова / Пигалев А.Е., **Петрачков Д.Н.**, Левкин И.Н., Пестов А.В., Кауппонен Б.А.; заявитель и патентообладатель акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина» - № 2010138898/03; заявл. 21.09.2010; опубл. 27.02.2012.

6. Пат. 2444478 Российская Федерация, МПК С03В 23/025. Способ моллирования листового стекла / Пигалев А.Е., **Петрачков Д.Н.**, Пестов А.В., Кауппонен Б.А., Самсонов В.И.; заявитель и патентообладатель акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина» - № 2010136610/03; заявл. 31.08.2010; опубл. 10.03.2012.

7. Пат. 2515658 Российская Федерация, МПК С03В 23/023. Форма для моллирования листового стекла / Пестов А.В., Пигалев А.Е., **Петрачков Д.Н.**, Ворвуть М.М., Безвершук С.Н.; заявитель и патентообладатель акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина» - № 2013106353/03; заявл. 13.02.2013; опубл. 20.05.2014.

8. Пат. 2515659 Российская Федерация, МПК С03В 23/03. Способ получения гнутого электрообогревного слоистого изделия / Пигалев А.Е., **Петрачков Д.Н.**, Пестов А.В., Николаев С.Д., Ярчихина О.С.; заявитель и патентообладатель акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина» - № 2012119123/03; заявл. 10.05.2012; опубл. 20.05.2014.

9. Пат. 2687999 Российская Федерация, МПК С25D 5/54. Способ нанесения токопроводящих шинок на токопроводящую поверхность полимерного стекла / **Петрачков Д.Н.**, Чумбаров М.Ю., Самсонов В.И., Глембовский Н.Р., Шаталин Н.В.;

заявитель и патентообладатель акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина» - № 2018130931; заявл. 27.08.2018; опубл. 17.05.2019.

10. Петрачков Д.Н. Электрообогревное стеклоизделие / А.Е. Пигалев, **Д.Н. Петрачков**, А.В. Пестов, Е.В. Кузьмина, В.И. Темных // Сборник материалов XIX Международной научно-технической конференции «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов», ФГУП «ОНПП «Технология», — Обнинск, 2010. — С. 154-155.

11. Петрачков Д.Н. Способ модификации поверхности отбракованных электрообогреваемых изделий остекления / **Д.Н. Петрачков**, Е.В. Кузьмина, А.Е. Пигалев // Сборник материалов XX Международной научно-технической конференции «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов», ОАО «ОНПП «Технология», — Обнинск, 2013. — С. 366-367.

12. Петрачков Д.Н. Способ получения гнutoго электрообогреваемого стеклоизделия / **Д.Н. Петрачков**, С.Д. Николаев, А.Е. Пигалев, В.И. Самсонов // Сборник материалов 7-й Международная конференция «СТЕКЛОПРОГРЕСС – XXI», ОАО «Саратовский институт стекла», — Саратов, 2014. — С. 130-133.

13. Петрачков Д.Н. Безопасное электрообогреваемое изделие стеклоизделие / А.Е. Пигалев, **Д.Н. Петрачков**, Е.В. Кузьмина, С.Д. Николаев // Сборник материалов 7-й Международная конференция «СТЕКЛОПРОГРЕСС – XXI», ОАО «Саратовский институт стекла», — Саратов, 2014. — С. 137-140.

14. Петрачков Д.Н. Разработка технологии формования и триплексования сложнопрофильных оптических изделий остекления / Д.Е. Чечин, Н.В. Шаталин, **Д.Н. Петрачков** // Сборник материалов XXII Международной научно-технической конференции «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов», АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», — Обнинск, 2021. — С. 278-279.

15. Петрачков Д.Н. Получение и исследование износостойких и абразивостойких функциональных покрытий с высокими эксплуатационными характеристиками методом магнетронного напыления с ионным ассистированием / О.Ф. Просовский, А.Ю. Буднев, А.Б. Гвоздев, А.Н. Исамов, **Д.Н. Петрачков** // Сборник материалов XXII Международной научно-технической конференции «Конструкции и

технологии получения изделий из неметаллических материалов», АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина», — Обнинск, 2021. — С. 289-290.

16. Петрачков Д.Н. Гетерогенное остекление с электрообогревным покрытием для гражданской авиационной техники / Ф.И. Паршин, **Д.Н. Петрачков**, Б.А. Кауппонен, С.В. Степанов, М.В. Крыскин // Сборник материалов Всероссийской научно-технической конференции «Функциональные и полимерные материалы для авиационного остекления», НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ — Москва, 2021. — С. 85-91.

17. Петрачков Д.Н. Технология изготовления сложнопрофильных изделий авиационного остекления с высокими оптическими характеристиками на основе монолитного поликарбоната / Д.Е. Чечин, **Д.Н. Петрачков**, В.А. Шаталин, Н.В. Шаталин, А.М. Розман, Н.Ю. Цымбалюк // Сборник материалов Всероссийской научно-технической конференции «Функциональные и полимерные материалы для авиационного остекления», НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ — Москва, 2021. — С. 92-104.

18. Петрачков Д.Н. Разработка и испытания птицестойкого многослойного остекления летательных аппаратов / **Д.Н. Петрачков**, В.А. Шаталин, Н.Ю. Цымбалюк, Д.Е. Чечин, А.М. Розман, Н.В. Шаталин // Сборник материалов Всероссийской научно-технической конференции «Функциональные и полимерные материалы для авиационного остекления», НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ — Москва, 2021. — С. 105-113.