

**Государственный научный центр Российской Федерации
Акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие
«Технология» им. А.Г. Ромашина»**

На правах рукописи

Петрачков Дмитрий Николаевич

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

2.6.14 – Технология силикатных и тугоплавких
неметаллических материалов

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель
д.х.н., профессор Сигаев В.Н.

Москва – 2023

Оглавление

Введение.....	4
Глава 1. Сложнопрофильные изделия с электрообогревом для транспортного остекления.....	10
1.1. Виды изделий для остекления транспортных средств и требования к ним.....	11
1.2. Электрофизические свойства стекол, виды и свойства токопроводящих покрытий и способы их нанесения.....	16
1.3. Токопроводящие элементы в конструкции электрообогреваемых стекол.....	27
1.4. Технология электрообогреваемых изделий транспортного остекления.....	34
1.5. Выводы по главе 1.....	41
Обоснование выбора направлений исследования.....	42
Глава 2. Методика экспериментальных исследований.....	44
2.1. Характеристика исходных материалов.....	44
2.2. Методики нанесения токопроводящих покрытий.....	45
2.3. Способы нанесения шинок.....	47
2.4. Методика удаления токопроводящего слоя.....	51
2.5. Методы определения электрических и механических свойств стекол с покрытиями и шинками.....	52
Глава 3. Экспериментальная часть.....	63
3.1. Влияние вида токопроводящего покрытия и способа его нанесения на свойства изделия.....	63
3.2. Токопроводящее покрытие с переменным удельным поверхностным сопротивлением.....	65
3.3. Формирование зоны обогрева и изоляция края стекла (удаление оксидных пленок с поверхности стекла).....	67
3.4. Формирование токоведущих шин на ТПП и исследование их свойств.....	74
3.5. Нанесение электроподводящих шин на органическое стекло гальваническим способом и исследование их характеристик.....	84

3.6 Технологическая линия изготовления многослойных стекол с функцией электрообогрева для транспортного остекления	87
Заключение	90
Список литературы	93
Список работ, опубликованных автором.....	100
Приложения	104

Введение

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 7 кВт/м² с разбросом не более 10 °С, 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 шинок 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 PV-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 шинок, а также электролитического нанесения токопроводящего слоя на органическое стекло. 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 шинок 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: XIX Международной научно-технической конференции «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов», ФГУП «ОНПП «Технология», г. Обнинск, 2010 г.; 6-й Международной конференции «Стеклопрогресс-XXI» г.Саратов, 2012 г.; XX Международной научно-технической конференции «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов», ОАО «ОНПП «Технология», г. Обнинск, 2013 г.; 7-й Международной конференции «Стеклопрогресс-XXI» г.Саратов, 2014 г.; XXII Международной научно-технической конференции «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов», АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина»,

г. Обнинск, 2019 г.; Всероссийской научно-технической конференции «Функциональные и полимерные материалы для авиационного остекления», НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, г.Москва, 2021 г.

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 всероссийских и международных конференций и симпозиумов. Получены 6 патентов РФ на изобретения.

Личный вклад 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 шин 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.

Глава 1. Сложнопрофильные изделия с электрообогревом для транспортного остекления.

Рост скоростей движения железнодорожного, авиационного и других видов транспорта, усложнение конфигурации конструкций всех видов внешнего остекления приводят к постоянно усложняющимся требованиям к их оптическим и механическим характеристикам. Особую важность приобретают динамическая прочность и видимость в разных метеорологических условиях. Наиболее жесткие требования предъявляют к изделиям, которые отвечают за обзор в кабине машиниста (летчика, водителя и т.п.).

В кабинах машинистов железнодорожных транспортных средств установлены панорамные, сложнопрофильные электрообогреваемые изделия из моллированных стекол. Существенный недостаток технологий, которые используют в настоящее время для их изготовления, заключается в том, что они исчерпали ресурс повышения характеристик готовой продукции, которая, в результате, не может в полной мере соответствовать современным техническим требованиям. Кроме того, некоторые стадии их производства оказывают негативное воздействие на окружающую среду.

В связи с этим, актуальными являются научные исследования, направленные на повышение технических характеристик, эксплуатационной надежности и работоспособности электрообогреваемых изделий для остекления транспортных средств, а также разработка технологических приемов и методик, способных повысить эффективность и экологическую безопасность их производства.

Современные транспортные средства могут доставить человека в любую точку земного шара в течение короткого времени. Их конструкции постоянно совершенствуются и обеспечивают быстроту, комфортность и безопасность перевозок. Увеличение скорости передвижения транспорта, выдвигает новые требования к оснащению кабины машиниста, и в частности, к улучшению обзора, вне зависимости от скоростных и погодных условий. На смену сложным конструкциям, состоящим из нескольких плоских прозрачных стекол

стандартных размеров, вставленных в рамы, пришли моллированные многослойные панорамные лобовые стекла сложного профиля, отвечающие параметрам кабины машиниста. Это умные изделия, функционал которых включает высокую прочность, прозрачность, способность изменять светопропускание и поддерживать нормальную видимость вне зависимости от погодных условий. Это достигается сочетанием технологий горячей обработки стекла, нанесения функциональных покрытий на его поверхность, получения многослойных композиций, операций, связанных с обеспечением электрообогрева поверхности и других свойств, позволяющих готовому изделию выполнять заданные функции.

1.1. Виды изделий для остекления транспортных средств и требования к ним.

Основным материалом, наиболее широко используемым в настоящее время для заполнения абсолютного большинства оконных проемов, является листовое натрийкальцийсиликатное стекло марок М0 и М1 (ГОСТ 111-2014) Межгосударственный стандарт Стекло листовое бесцветное Технические условия Clear sheet glass. Specifications МКС 81.040.30. Дата введения 2016-04-01) со следующими характеристиками (см. таблицу 1).

Таблица 1 – Основные свойства листового стекла

Характеристики	Справочное значение
1	2
Плотность (при 18°C), кг/м ³	2500
Прочность при сжатии, МПа	700-900
Прочность при растяжении, МПа	30
Прочность при изгибе для проектирования, МПа	15
Показатель преломления	1,5
Коэффициент направленного отражения света для марок М0, М1, не более	0,08

Продолжение Таблицы 1

1	2
Коэффициент направленного пропускания света для марок М0, М1, толщиной 1 мм не менее	0,9
Оптические искажения для марок М0, М1, толщиной до 3 мм, в проходящем свете, при использовании экрана «зебра»	45
Оптические искажения для марок М0, М1, толщиной 3 и более мм, в проходящем свете, при использовании экрана «зебра»	50°
Оптические искажения для марок М0, М1 в отраженном свете, не более	5

Наряду с ним, в автомобилестроении все шире применяют органическое стекло на основе поликарбонатов и метилметакрилатов, обладающее близкими оптическими характеристиками.

Существует несколько классификаций изделий, используемых для остекления транспортных средств. Приведем ту, которую применяют в отношении изделий для железнодорожного транспорта, поскольку в ней широко представлены основные виды подобных изделий, используемых и для других транспортных средств [1].

Изделия остекления железнодорожного подвижного состава подразделяют:
по месту закрепления:

лобовые стекла - установлены в передние проемы окон кабины машиниста с кузовом вагонного типа, или на передних или задних стенках кабины машиниста с кузовом капотного типа;

боковые стекла – установлены в боковые окна (кабины машиниста, технологической кабины, вагонов;

прочие стекла - дверей, служебных и бытовых помещений железнодорожного подвижного состава, стеклянные перегородки, зеркала внутри помещений и заднего вида.

по форме профиля: *плоские, гнутые;*

по форме в плане: *многоугольные, круглые, овальные, комбинированные - плоскогнутые или овально-многоугольные;*

по типу стекла:

листовое силикатное – многослойные (триплекс), закаленные (безопасные) (закрепляют в стенку вагона, кабины, перегородки или дверное полотно);

зеркальное - зеркала заднего вида и устанавливаемые внутри помещений вагона;

огнестойкое - светопропускающие элементы;

аварийные стеклопакеты.

по цветности:

бесцветное прозрачное листовое стекло - лобовые и боковые одинарные, в составе стеклопакетов, дверные, огнестойкие, зеркальные;

цветное - тонированные, окрашенные в массу в составе стеклопакетов для боковых стекол;

матированное и *узорчатое* - для стеклянных перегородок в туалетах, душевых, служебных и бытовых помещениях железнодорожного подвижного состава.

по наличию системы электрообогрева стекла изделия остекления:

электрообогреваемые – лобовые и боковые стекла кабины машиниста;

необогреваемые – прочие стекла и изделия из них.

Для каждого вида изделий существуют технические условия, ГОСТы и инструкции, содержащие все виды характеристик, необходимые для их изготовления и эксплуатации.

Основная группа требований, предъявляемых к остеклению транспорта, регламентирует прочность и оптические свойства конструкций в условиях эксплуатации в зависимости от вида и скорости перемещения транспортного средства (ж/д согласно НБ ЖТ ЦТ-ЦЛ 135-2003 [2-3]) (таблица 2);

Таблица 2 – Основные требования к остеклению транспортных средств

Параметр	Вид транспорта			
	Автотранспорт	Железнодорожный	Авиационный	
Лобовое стекло	V_1 - скорость движения транспортного средства, V_2 – скорость перемещения предмета, км/час. Угол между направлением удара и поверхностью стекла должен соответствовать углу между вектором скорости и поверхностью стекла в его рабочем положении.			
		$V_1 \leq 160$	$V_1 \geq 160$	$V_1=300\div 600$ (зависит от типа летательного аппарата)
Динамическая прочность	не регламентируется	камень/ бутылка 0,5кг/0,7л, $V_2 = 2 \cdot V_1$	Металлический снаряд, 1000г, $V_2 = V_1 + 160$	тушка птицы 1,0÷1,8 кг, $V_2 = V_1$
Боковое стекло		$V_1 \leq 160$	$V_1 \geq 160$	$V_1=300\div 600$ (зависит от типа летательного аппарата)
Динамическая прочность		камень/бутылка 0,5кг/0,7л, $V_2 = 100$		тушка птицы 1,0÷1,8 кг, $V_2 = V_1$
Светопропускание для всех видов стекол, %	≥ 75 (лобовое), ≥ 70 (боковые передние)	≥ 70		≥ 60
Удельная мощность электрообогрева, Вт/см ²	0,03 (отдельная не обязательная опция)	не менее 0,1 (лобовое) не менее 0,05 (боковое)		0,3÷0,7 (зависит от типа летательного аппарата)

Прочность и светопропускание остекления зависят от свойств исходного стекла, свойств клеящего агента, и количества слоев в конструкции типа триплекс.

Безопасное остекление кабин машиниста - многослойная конструкция, которая включает два или более стекол, соединенных с помощью оптически прозрачного клея или пленки. В составе конструкции могут быть использованы только бесцветные прозрачные стекла. Для наружных стекол вагонов, наряду с

простым, используют закаленное стекло, а для лобового остекления - стекло с функциональным покрытием.

Количество и толщина стекол в конструкции зависит от требований к изделиям для конкретного вида транспортного средства. При остеклении железнодорожного транспорта традиционно использование двухслойных композиций из стекол одинакового номинала в 6 мм и толщиной склеивающего слоя 2 мм. Для остекления судовых рубок морского и речного транспорта в составе триплекса одно стекло толщиной 15 мм, другое 6 мм и толщина склейки – 1,5 мм. В конструкциях для кабин пилотов, как один из вариантов, используют три стекла толщиной 5 мм, одно – 3 мм, общая толщина трех склеивающих слоев составляет 7 мм. Токопроводящий слой наносят на нижнюю поверхность наружного стекла. Примеры электрообогреваемого триплекса для разных видов транспорта представлены на рисунке 1.

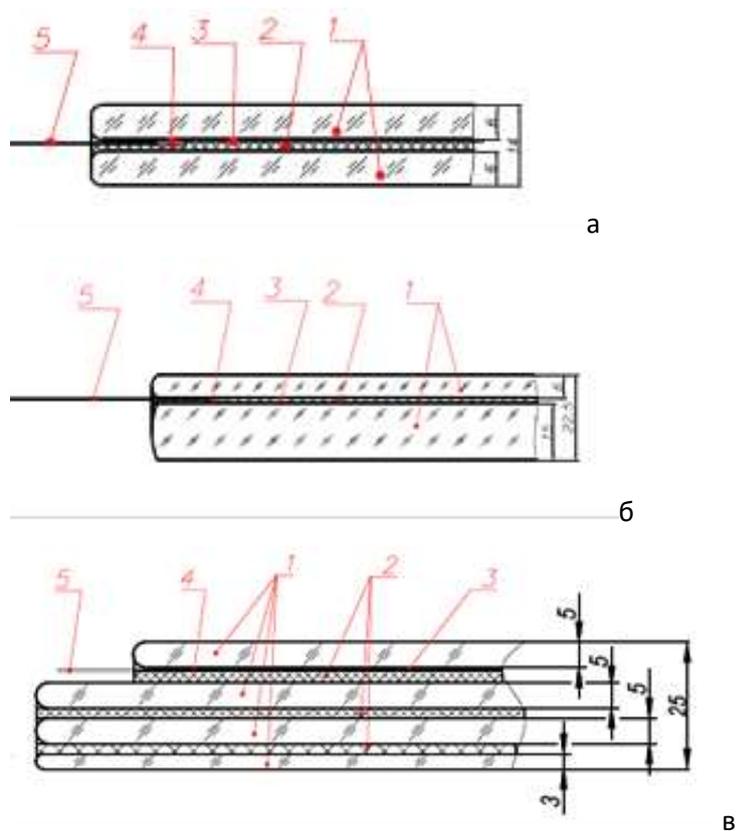


Рисунок 1 –
Электрообогреваемые
конструкции лобового
остекления: а –
железнодорожного транспорта,
б – судовой рубки, в – кабины
пилота, где:
1 – листовое стекло марки М0,
2 – склеивающий слой,
3 – токопроводящее покрытие,
4 – токопроводящая шинка,
5 – токоподводящий ввод

Особенность электрообогреваемых изделий состоит в том, что на поверхность одного из стекол наносят токопроводящее покрытие, ток к которому подводят через специальное устройство, которое называется шинка (или шина). Это дополнительный токопроводящий слой большей толщины, к которому

подсоединяют медный провод, идущий от внешнего источника питания. Создание конструкций лобового остекления базируется на разработке составов токопроводящих покрытий и шин с заданными характеристиками, отработке способов их нанесения и адаптации их к условиям массового производства, с учетом экономической целесообразности и экологичности.

1.2. Электрофизические свойства стекол, виды и свойства токопроводящих покрытий и способы их нанесения.

подавляющее большинство силикатных стекол, к которым относится и листовое стекло, в твердом состоянии является изолятором - их объемная проводимость составляет $10^{-7} - 10^{-15} \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}$ [4-6]. Способность проводить электрический ток основана на свободном перемещении заряженных частиц – электронов, ионов или квазичастиц – дырок в полупроводниках, под действием электрического поля. В составе стекол нет в необходимом количестве d и f элементов – потенциальных переносчиков заряда, а в структуре отсутствует дальний порядок, который необходим для свободного перемещения заряженных частиц. Дополнительным фактором запрета перемещений заряженных частиц, является характер связи, а именно наличие ковалентной, а не ионной связи между ионами в структуре стекла [7].

Тем не менее, для стекол, особенно для стекол, в состав которых входят щелочные оксиды, характерна поверхностная проводимость, величина которой в значительной степени определяется видом и содержанием щелочного катиона, дефектностью поверхностного слоя стекла, а также температурой и влажностью внешней среды.

Повышение поверхностной электропроводности есть единственно возможный путь придания оксидным стеклам опции проводимости. Попытки увеличения объемной электропроводности оксидных стекол, на десять и более порядков для перевода их из разряда диэлектриков в проводники путем изменения их химического состава не представляется возможным. Повышение ионной проводимости, характерной для оксидных стекол, достигается нагревом до температур, близких температуре стеклования T_g , а значительный рост

электропроводности достигается в области температур 1000°C и выше, т.е. когда стекло переходит в жидкое состояние.

Повышение поверхностной электропроводимости стекол может быть осуществлено путем создания на стекле тонких прозрачных токопроводящих покрытий, предохраняющих детали от обмерзания, запотевания, снимающие накапливающиеся электростатические заряды. Пленкообразующие растворы, из которых получают токопроводящие пленки, представляют собой растворы гидролизующихся соединений. Образование пленок – это процесс постепенного изменения химического состава исходного вещества. Изменения происходят в растворе на стадии формирования пленки на поверхности стекла и при термообработке. Способность образовывать стабильные пленки имеют преимущественно высшие оксиды элементов типа R_2O_3 , RO_2 , R_2O_5 , (например, SnO_2 , CdO , TiO_2 , In_2O_3). В качестве пленкообразующих соединений используют эфиры ортокислот элементов группы IV (Si, Ti), ряд элементов группы III (In, Sc, Al и др.), группы V (V, Nb, Ta и др.) и группы VI, растворы некоторых неорганических соединений в спирто - и ацетоноводных смесях [8, 9].

Прочность сцепления пленки с подложкой зависит от природы материала подложки, вещества пленки, ее толщины, структуры поверхности подложки, ее температуры в процессе нанесения пленки и при термообработке, относительной влажности и температуры воздуха помещения. Наибольшая адгезия пленки к поверхности стекла имеет место при наличии в составе пленкообразующих веществ функциональных групп OH, Cl, NH_2 , OC_2H_5 и других, которые обеспечивают закрепление пленок за счет образования химических связей.

Задача создания токопроводящего слоя на поверхности стекла может быть решена путем нанесения металлических или оксидно-металлических покрытий. При этом, в зависимости от состава токопроводящего покрытия и способа его нанесения, можно получать как прозрачные, так и полупрозрачные и непрозрачные стеклянные элементы. Покрытия на основе металлов обладают высокой проводимостью, однако получить с их помощью изделие с высоким светопропусканием в видимой области невозможно.

Прозрачные проводящие оксиды (transparent conductive oxide - TCO) - материалы с высокой оптической прозрачностью и электропроводностью, являются альтернативой металлам и находят широкое применение для создания токопроводящего слоя на поверхности изделия из стекла [9-13]. Соединения, образующие эту группу, относятся к полупроводникам n-типа, где ионы металлов служат донорами электронов, и их проводимость сравнима с проводимостью чистых металлов.

Началом исследований в области прозрачных проводящих покрытий можно считать изучение свойств тонких пленок на основе CdO [14] в пятидесятые годы двадцатого столетия. Позже было обнаружено, что в качестве TCO могут быть использованы покрытия из оксидов ZnO, SnO₂, In₂O₃ и их соединений [15]. Было установлено, что высокая проводимость таких материалов обусловлена их нестехиометрическим составом и возможностью легирования большой группой металлов и неметаллов. В настоящее время к TCO относят многочисленные виды двойных: ZnO, In₂O₃, SnO₂ и CdO, тройных: Zn₂SnO₄, ZnSnO₃, Zn₂In₂O₅, Zn₃In₂O₆, In₂SnO₄, CdSnO₃ и многокомпонентных соединений, состоящих из комбинаций оксидов цинка, индия и олова. В таблице 3, собраны наиболее распространенные легирующие добавки для TCO с различной проводимостью [16–19].

Таблица 3 – Наиболее распространенные компоненты прозрачных токопроводящих покрытий

TCO	Легирующие добавки
SnO ₂	Sb,F,As,Nb,Ta
ZnO	Al,Ga,B,In,Y,Sc,F,V,Si,Ge,Ti,Zr,Hf,Mg,As,H
In ₂ O ₃	Sn,Mo,Ta,W,Zr,F,Ge,Nb,Hf,Mg
CdO	In,Sn
GaInO ₃	Sn,Ge
CdSb ₂ O ₃	Y

Наиболее подробно исследованы TCO на основе оксидов олова, цинка и индия. Большинство публикаций, посвященных исследованиям области токопроводящих покрытий по стеклу, представляет покрытия на основе оксидов олова и индия.

Пленки, содержащие смесь оксидов и восстановленное до металлического состояния олово, обладают полупроводниковыми свойствами, и удельной проводимостью от 1 до 10^{-6} См/м.

Оксидно-оловянные покрытия обладают высокой стойкостью к воздействию внешней среды: многолетнее хранение в нормальных условиях, при 98%-ной влажности при комнатной температуре и при длительном кипячении в воде не оказывают существенного влияния на их проводимость.

По отношению к большинству растворов кислот, солей и щелочей стойкость оксидно-оловянной пленки выше, чем у стекла-подложки. Пленку можно разрушить воздействием раствора плавиковой кислоты или кипящей щелочи.

Известно, что оптическая прозрачность в видимой области и одновременно высокая электропроводность пленки достигаются за счет создания электронной вырожденности в широкозонном оксиде индия путем создания контролируемой нестехиометричности состава добавкой оксида олова SnO_2 [20]. Такое легирование позволяет значительно (в десятки раз) увеличить концентрацию свободных электронов вследствие того, что четырехвалентный ион олова (Sn^{4+}), замещая трехвалентный ион индия (In^{3+}), добавляет электрон в зону проводимости [21]. Кроме того, легирующий и основной оксиды в данном случае не образуют химических соединений. Поэтому $\text{In}_2\text{O}_3(\text{Sn})$ обладает высокими значениями концентрации электронов проводимости ($\sim 10^{21} \text{ см}^{-3}$), обеспечивая необходимые значения удельной электропроводности [22]. Вследствие электронного характера проводимости пленки прохождение электрического тока через нее не связано с переносом вещества, поэтому покрытие устойчиво к воздействию как переменного, так и постоянного тока [23].

Свойства покрытий определяются химическим составом и толщиной пленки. В таблице 4 приведена классификация пленок по толщине от нанометрового до миллиметрового диапазонов.

Таблица 4 – Классификация пленок по толщине

Наименование	Толщина пленки
толстые пленки	≥ 2500 нм
тонкие пленки	≤ 2500 нм
Субмикронные	1000–1000 нм
Нанометровые	10–100 нм
Ультратонкие	0,1–10 нм

Обычно пленка сохраняет присущие ей свойства до толщины порядка 1000-1500 нм, выше которой она становится рыхлой, проводимость ее практически не изменяется, но прозрачность резко падает, а химическая стойкость и механическая прочность снижаются [24].

В качестве примера, иллюстрирующего соотношения между светопропусканием пленки, ее сопротивлением и плотностью тока, приведем данные работы [25] для SnO_2 с примесями Sb и F. При сопротивлении 20–25 Ом/м и плотности тока 12 А/мм² светопропускание лежит в пределах 85-95%.

Исследования токопроводящих покрытий на основе оксида олова [26] показали, что регулировать величину проводимости покрытий можно различными способами. Так, при введении в состав оксидно-оловянного покрытия малых добавок фтора и сурьмы проводимость растет, а в присутствии индия, висмута, железа и др. – уменьшается. С увеличением толщины покрытия проводимость повышается, а прозрачность снижается и наоборот. Однако, поскольку показатель преломления пленки из оксида олова ($n = 1,94$), существенно выше, чем у стекла ($n \sim 1,5$), то в результате нанесения покрытия светопропускание стекла снижается.

Пленка на основе оксида олова является полупроводником электронного типа, допирование SnO_2 ионом сурьмы приводит к образованию донора электронов Sb^{5+} . С введением сурьмы до 1 мас.% число электронов (N) в ней растет от $1 \cdot 10^{19}$ до $1 \cdot 10^{21}$ см³. Светопропускание при этом сохраняется на уровне – 85-90%, а избирательное поглощение в видимой области спектра отсутствует. Дальнейшее увеличение содержания сурьмы приводит к появлению Sb^{3+} , т.е.

связыванию подвижных электронов и повышению сопротивления покрытия [27]. Светопропускание фторсодержащих оксидно-оловянных пленок на 3-4% выше, чем у сурьмасодержащих. Легирование SnO₂ фтором увеличивает подвижность и концентрацию носителей электронов примерно в два раза [28].

Пленки из оксида олова, допированные сурьмой, азотом, фтором и т.д., обладают рабочим диапазоном сопротивлений от 10⁵ до 10 Ом/см² и устойчивы при приложении напряжения до 5 кВ и плотности тока до 12 А/мм² [26].

Еще одна группа токопроводящих покрытий по стеклу основана на оксиде индия и его соединениях. Наибольший интерес представляют ИТО, в которых оксид индия легирован оловом [9, 29]. Частичная замена In³⁺ на Sn⁴⁺ высвобождает электрон и приводит к росту концентрации свободных носителей заряда в единице объема до 2,5·10²¹ на см⁻³ и получению удельного сопротивления покрытия на уровне $\rho = 7,7 \times 10^{-5}$ Ом·см [29, 30]. Легирование полупроводниковых оксидов неметаллами ZnO:Ge (GZO), SnO₂:F (FTO), SnO₂:Sb (ATO), ZnO: Sn (AZO) позволяет получить твердые покрытия с удельным сопротивлением на уровне 8,1-8,5·10⁻⁵ [31-34].

Существует целый ряд методов формирования прозрачных токопроводящих покрытий, основанных на процессах испарения-осаждения токопроводящих оксидов и их соединений. Наибольшее распространение в технологии стекла получили методы физического (PVD) или химического (CVD) взаимодействия частиц с поверхностью стекла [35]. Методы PVD реализуют с помощью магнетронного напыления разной частоты [36-37], ионно-лучевого и лазерного испарения [38-40], а CVD посредством спрей-пиролиза, золь-гель метода, термического испарения [40]. Основные параметры сравнения способов нанесения - скорость формирования и толщина покрытия. Сравнительная характеристика наиболее распространенных методов нанесения покрытий представлена в таблице 5. Легко видеть, что практически все разновидности магнетронного напыления позволяют наносить прозрачные токопроводящие покрытия.

Таблица 5 – Сравнительная характеристика методик магнетронного напыления [41]

Наименование	Условия реализации	Виды покрытий	Преимущества	Недостатки
Термовакuumное испарение резистивным нагреванием	вакуум 10^{-2} - 10^{-3} Па.	Металлические: Al, Ag, Cu, Zn, Cd, Cr, Ni, Co, Si	Высокая скорость осаждения, толщина покрытий ≥ 200 мкм	Недостаточная плотность структуры покрытия, низкие механические свойства
Электронно-лучевое испарение сфокусированным электронным пучком с дополнительной ионизацией	вакуум 10^{-4} - 10^{-3} Па в среде N_2 , O_2 , CH_4 .	Металлические: Al, Ag, Cu, Ti, Cr, Ni, Co, Si Полупроводниковые: TiN, ZrN, TiC, ZrC, TiCN, ZrCN, Al_2O_3 , TiO_2 , SiO_2 , ZrO_2 , ZrO_2/Y_2O_3	Высокая скорость осаждения, толщина покрытий около 200 мкм, минимальное содержание вредных примесей	Сложность нанесения однородного покрытия заданного состава на криволинейные изделия, малый объем рабочей камеры
Лазерное испарение (абляция) материалов лазерным импульсом длительностью от мкс до фс	вакуум 10^{-5} - 10^{-3} Па.	для микроэлектроники: Sb_2S_3 , As_2S_3 , $SrTiO_3$, $BaTiO_3$, GaAs алмазоподобные (DLC)	Получение покрытий сложного состава и высокой чистоты	Сложность реализации
Вакуумно-дуговое испарение материала в катодном пятне дугового разряда, осаждение покрытия в условиях высокой ионизации среды	вакуум 10^{-3} - 10^{-2} Па газовая среда N_2 , O_2 , CH_4 ; $P = 0,01$ - 1 Па, $T = 300$ - $600^\circ C$.	Металлические: Ti, Zr, Hf, Cr, Ta, Ni, Co, Si, MCrAlY (M=Ni, Co) полупроводниковые: TiN, ZrN, CrN, TiC, TiCN, ZrCN, TiAlN, AlCrN, TiO_2 , ZrO_2 нанокomпозиты: TiAlN/ Si_3N_4 , AlCrN/ Si_3N_4 . покрытия DLC	Высокая скорость осаждения, простота технической реализации, ионная очистка поверхности перед нанесением покрытия, высокие эксплуатационные характеристики покрытий	Наличие в структуре покрытий микрокапельной металлической фазы, высокие температуры осаждения покрытий
Магнетронное распыление металлов и ионов в магнетронном разряде	газовая среда: Ar, N_2 , O_2 , CH_4 ; $P = 0,05$ – 1 Па, $T = 60$ - $6000^\circ C$	металлические: Al, Ag, Au, Cu, Zn, Sn, Cd, Ti, Zr, Hf, Cr, Ta, Ni, Co, Si, MCrAlY (M=Ni, Co) и др., полупроводниковые: TiN, ZrN, CrN, TiC, TiCN, ZrON, TiAlN, AlCrN, TiBN, CrAlTiYN, TiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 , SiO_2 , Нанокomпозиты: 3D: TiAlN/ Si_3N_4 , TiN/BN, AlCrN/ Si_3N_4 , ZrN/Cu, ZrO_2/Al_2O_3 . 2D: TiN/NbN, TiN/CrN, TiN/AlN, CrN/AlN, TiN/CN. Покрытия DLC	Высокая скорость осаждения, широкий ассортимент составов, плотная однородная кристаллическая структура, отсутствие капельной фазы, высокий уровень свойств, возможность нанесения на термочувствительные материалы при низких температурах	Сложность технической реализации метода при получении многокомпонентных покрытий

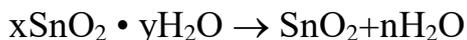
Покрyтия, получаемые методом PVD, относятся к мягким, а CVD – к твердым, из-за большей стойкости последнего к механическому воздействию. Причина разных свойств и структуры покрyтий кроется в механизме закрепления элементов покрyтия на поверхности стекла.

В технологии стекла оксид олова широко используют в качестве упрочняющего покрyтия, которое наносят аэрозольным методом в производстве стеклянной тары. Механизм его закрепления на горячей поверхности силикатного стекла детально изучен. При использовании раствора тетраоксида олова, который разбрызгивают в зоне нанесения покрyтия, последовательно протекают следующие реакции:

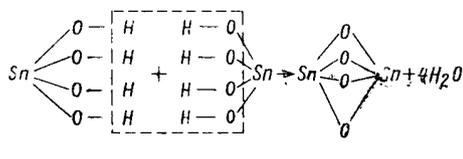
- гидролиз тетраоксида олова в водном растворе с образованием основания:



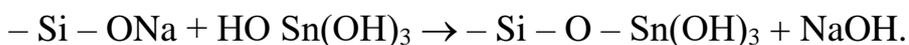
→ дегидратация основания и получение оксида олова:



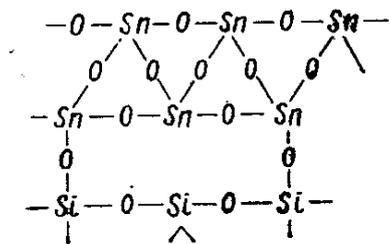
→ конденсация оксида, формирование пространственной структуры:



→ взаимодействие структурированного оксида олова с гидратированной поверхностью стекла, образование связей Si-O-Sn:



В результате в поверхностном слое стекла происходит частичная замена катиона водорода и щелочных катионов на катионы олова и структуру поверхности стекла с покрyтием можно описать следующей схемой:



Главным достоинством этого процесса является то, что образование химической связи обеспечивает высокую, на уровне 220 Кг/мм^2 , адгезию покрытия к подложке при комнатной температуре, при нагревании до $550\text{-}700^\circ\text{C}$, при охлаждении до -60°C , несмотря на значительную разницу коэффициентов линейного расширения стекла ($9,8 \cdot 10^{-6} 1/^\circ\text{C}$) и диоксида олова ($4,5 \cdot 10^{-6} 1/^\circ\text{C}$).

При нанесении покрытий методом PVD взаимодействие ионизированных частиц материала покрытия с подложкой происходит в вакууме. Материал покрытия испаряют с применением, например, дугового разряда, и образовавшиеся атомы или молекулы с высокой скоростью бомбардируют поверхность подложки. Схематично этот процесс представлен на рисунке 2.

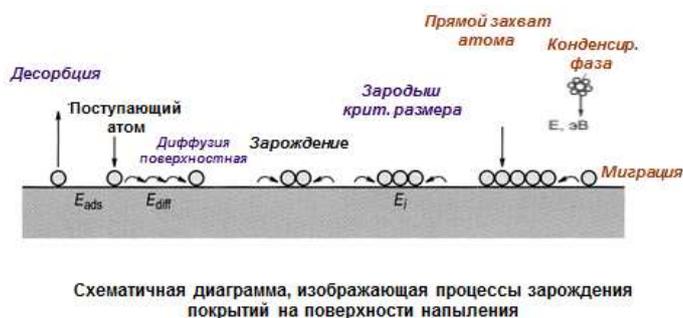


Рисунок 2 – Схема процессов формирования PVD покрытия на поверхности стекла: механизмы зарождения [<https://ppt-online.org/269527>]

Формирование слоя покрытия происходит благодаря следующим физическим процессам:

- адсорбции и десорбции заряженных частиц на поверхности стекла;
- адгезии - соединению частиц между собой и с поверхностью подложки;
- диффузии - проникновению частиц в поверхностный слой стекла;

- конденсации частиц на поверхности и образованию зародышей критического размера;

- притяжению частиц к подложке, имеющей разноименный заряд.

Оба метода позволяют наносить на стекло широкую гамму покрытий, при этом каждый имеет свои преимущества и недостатки. Метод CVD более прост в аппаратном отношении, поскольку не требует вакуумирования, но процесс протекает при более высокой температуре, чем PVD и создает проблему утилизации продуктов разложения раствора, содержащего токопроводящий оксид. Метод PVD более экологически чистый, однако требует не только создания вакуума, но и источника, позволяющего перевести тугоплавкое соединения в газообразное состояние.

На схемах (рисунок 3 и 4) представлены температурные параметры процессов формирования твердого и мягкого покрытий и энергетические затраты на разных стадиях их нанесения [42].



Рисунок 3 – Температурные интервалы нанесения покрытий методами PVD и CVD [42]

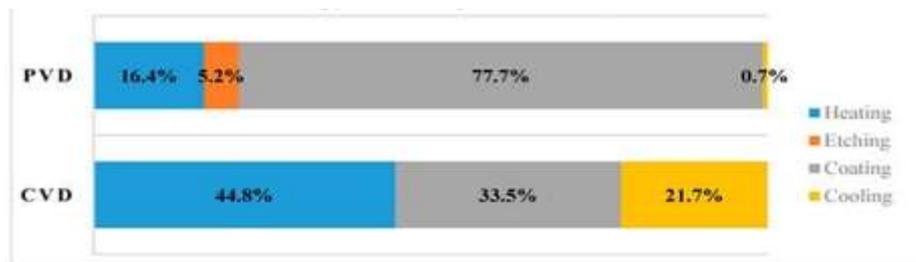


Рисунок 4 – Энергетические затраты на разных стадиях процесса нанесения покрытий методами PVD и CVD [42]

Основными критериями оценки способов нанесения являются скорость формирования и толщина покрытия. Для метода PVD эти параметры находятся в пределах 1-1000 мкм/ч и 0,01-100 мкм, для CVD – 100-1000 мкм/ч и 0,1-1000 мкм.

Как показывает анализ литературных данных [24], для нанесения токопроводящих покрытий на основе оксида индия (ITO) преимущественно пользуются методом PVD. Существуют разные конструкции магнетронных распылительных систем, отличающиеся способом создания магнитного поля, конструкцией катодного узла и геометрией мишени. Магнетронные системы относятся к системам ионного распыления, в которых напыление материала происходит путем бомбардировки поверхности подложки ионами мишени, которые образуются в результате выбивания их из мишени ионами рабочего газа (обычно аргона), образующихся в плазме аномального тлеющего разряда. Высокая скорость распыления, характерная для этих систем, достигается увеличением плотности ионного тока и локализацией плазмы у распыляемой поверхности мишени с помощью сильного поперечного магнитного поля.

Одна из них представляет собой двухэлектродную распылительную систему: анод и катод. Катодом является мишень из напыляемого материала, находящаяся под отрицательным потенциалом. Для формирования плазмы используется магнитное поле, линии которого перпендикулярны линиям электрического поля. Они имеют значительную кривизну и проходят через поверхность катода-мишени. Зона тлеющего разряда плотной плазмы низкого давления имеет замкнутую конфигурацию и локализована над определенным участком поверхности катода-мишени в области действия магнитного поля, где и происходит интенсивное распыление материала [43].

Основные рабочие параметры магнетронных распылительных систем – напряжение на электродах, ток разряда, плотность тока на мишени и удельная мощность, величина магнитного поля и рабочее давление. От величины и стабильности перечисленных параметров, которые взаимно связаны между собой, зависят стабильность разряда и воспроизводимость свойств получаемых покрытий [44].

1.3. Токпроводящие элементы в конструкции электрообогреваемых стекол

Основные требования, предъявляемые к токпроводящим элементам (шинкам): адгезия шинки к токпроводящему покрытию (предотвращение электрического пробоя); токпроводящие свойства шинки (падение сопротивления на длине проводника); формирование шинки на поверхности стекла с токпроводящим покрытием не должны ухудшать видимость в смотровой зоне изделия и его прочностные свойства.

Традиционно носителем тока в составе токпроводящего слоя на поверхности электрообогреваемого изделия является металлическое серебро. Как видно из рисунка 5, конфигурация серебряного слоя четко задана, его размещают по краям стекла, чтобы обеспечить максимально возможную равномерность передачи тока оксидно-металлическому покрытию.

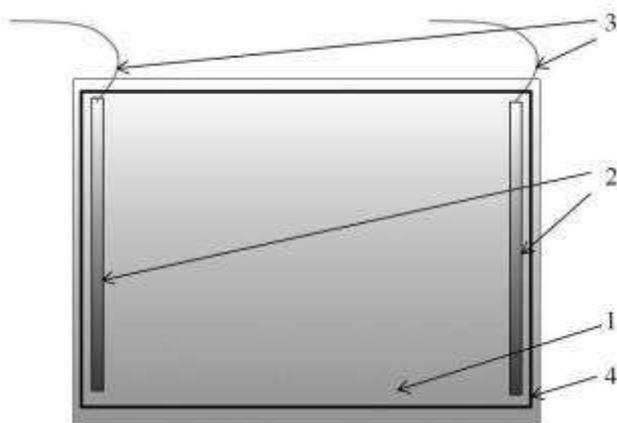


Рисунок 5 – Электронагревательный элемент на поверхности стекла, где:

1- поверхность листового стекла с ТПП; 2- силикатно-серебряные токпроводящие шинки; 3- электропроводные выводы; 4 – зона, очищенная от ТПП (отсечка)

Аэрозольный метод нанесения токпроводящих шинок широко распространен благодаря простоте оборудования и широкой гамме составов паст и растворов. Существенными недостатками этого метода является сложность получения равномерного покрытия на криволинейных изделиях, вредность продуктов разложения паст и растворов и необходимость их утилизации.

Для получения токопроводящей шинки серебряный порошок смешивают с легкоплавким с флюсом и канифолью. В качестве флюса применяют легкоплавкие некристаллизующиеся свинцовоборатные стекла с добавками оксида кремния и других модифицирующих добавок, имеющие коэффициент термического расширения (ТКЛР) в пределах $(60-130) \cdot 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$, предназначенные для спаивания различных материалов при низких температурах [45-48]. Следует отметить, что в настоящее время наряду с традиционными припоечными материалами - легкоплавкими некристаллизующимися стеклами, - широкое применение получили композитные материалы и стекло – и ситаллоцементы. В состав композитных материалов наряду с легкоплавким стеклом входят добавки тонкодисперсных кристаллических или стеклокристаллических материалов, которые позволяют прецизионно регулировать ТКЛР припоя. Стекла и ситаллоцементы, благодаря вязущим свойствам, обеспечивают более высокую прочность спая в сравнении с традиционными припоями.

Спаи, полученные с помощью легкоплавких стекол, однородны и при соответствующем подборе термических характеристик, не формируют в области перехода материал-спай критических напряжений. Легкоплавкие стекла выдерживают воздействие достаточно высоких температур, что позволяет их использовать в условиях резких перепадов температур [1, 16]. Порошки стекла и серебра смешивают и загружают в барабан для лучшего перемешивания и усреднения размера частиц, затем смешивают с канифолью, которая обеспечивает дополнительное сцепление между частицами и загустителем, чтобы получить смесь, пригодную к пульверизации. Качество пасты оценивают по ее плотности и текучести.

Затем, поверхность стекла закрывают специальным шаблоном, в котором оставлены прорезы для нанесения покрытия, а пасту через шаблон напыляют на поверхность стекла, а затем спекают при температуре $600-650^{\circ}\text{C}$. В результате, на поверхности формируется стекловидное покрытие, содержащее металлическое серебро, которое закрепляется посредством работы адгезии.

К недостаткам этого метода относится использование дорогостоящего серебра, сложная и продолжительная технология изготовления силикатно-серебряной пасты, проведение термообработки для закрепления шинки, которая приводит к частичному выгоранию токопроводящего покрытия, повышению стоимости электрообогревных стеклоизделий и снижению их конкурентоспособности.

Газодинамический метод позволяет получать равномерные многослойные покрытия на поверхности разной конфигурации, является более экологичным, поскольку использует чистые металлы и их оксиды. К недостаткам следует отнести необходимость использования специальной газодинамической установки

Газодинамический метод нанесения покрытий был разработан в 80-е годы двадцатого века для нанесения на металлическую поверхность порошковых металлических или металлокерамических покрытий разного назначения. Он основан на внедрении в поверхность материала частиц, ускоренных с помощью сверхзвукового газового потока, который создается подачей газа высокого давления на вход сверхзвукового сопла (схема приведена на рисунке 6).

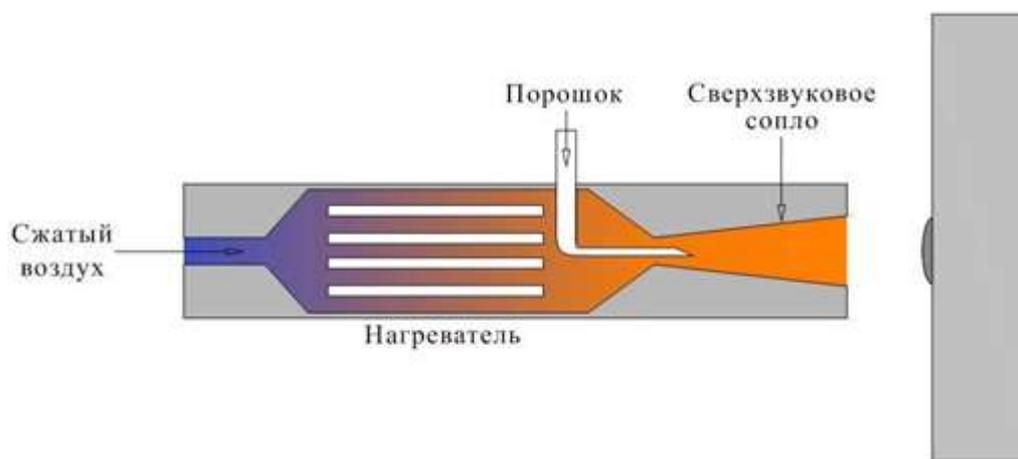


Рисунок 6 – Схема установки для нанесения порошковых материалов газодинамическим методом

В настоящее время для ускорения частиц можно использовать целый ряд газовых сред. Для увеличения скорости воздушного потока, несущего частицы порошка, воздух, который находится в напылительном блоке, подогревается до температур (423...573К).

При столкновении частиц порошка, обладающих высокой кинетической энергией, с поверхностью детали частицы внедряются в поверхностный слой детали, интенсивное соударение активирует обе соприкасающиеся поверхности и обеспечивает их плотный физический контакт [49]. Процесс формирования контакта частиц с подложкой – поверхностью изделия - может быть условно разделен на три стадии.

Первая стадия – подготовка контакта - очистка поверхности подложки от загрязнений, формирование развитого микрорельефа и механоактивация.

Вторая стадия – формирование зоны контакта покрытия с подложкой - внедрение частиц в поверхностный слой с образованием механического сцепления частицы с подложкой, а также пластическая деформация металлических частиц на поверхности, формирование химических связей в пятне контакта.

Третья стадия - «наращивание» покрытия - формирование последующих слоев путем взаимодействия падающих частиц с частицами, закрепившимися в первом слое.

Последовательные удары падающих частиц по закрепившимся на поверхности дополнительно деформируют их, уплотняя покрытие, уменьшая и устраняя зазоры между частицами (снижение пористости), увеличивая зоны контакта соседних частиц (повышение когезионной прочности покрытия) [50].

Сцепление частиц покрытия с подложкой и друг с другом может быть реализовано следующим образом (см. рисунок 7):

- Тесное соприкосновение кристаллических решеток частиц и подложки (или разных частиц) без плавления в пятне контакта до образования металлических связей, а также механическое сцепление частиц с подложкой при глубоком проникновении (сварка взрывом);

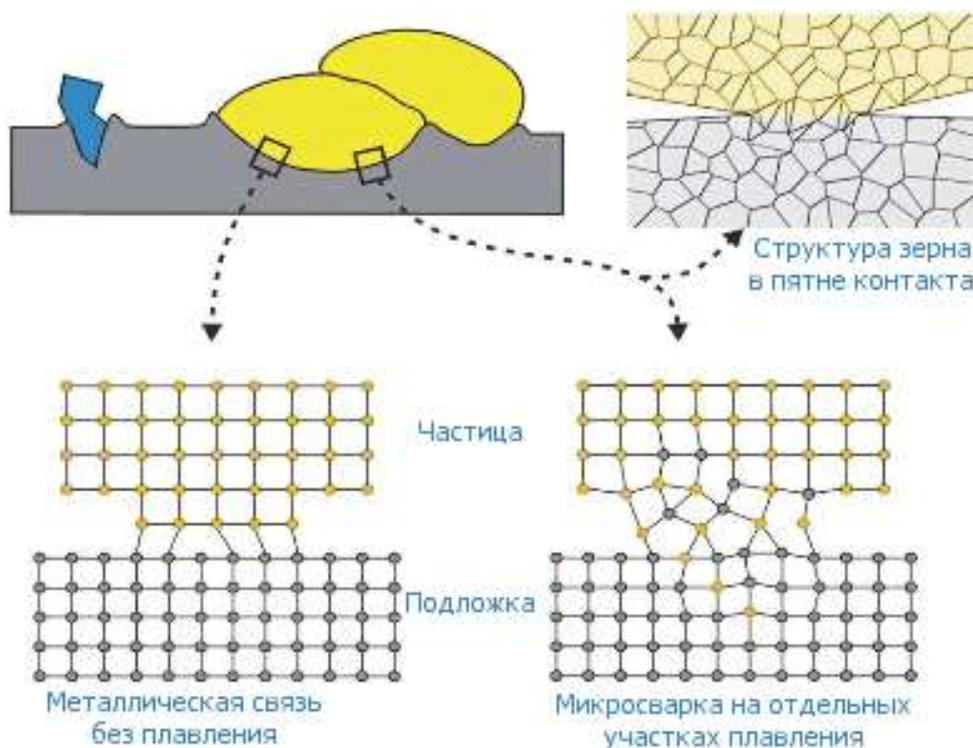


Рисунок 7 – Механизмы, ответственные за сцепление частиц покрытия с подложкой и друг с другом

- Плавление и точечная микросварка падающих частиц на отдельных выступах активированной поверхности подложки;

Межмолекулярное взаимодействие при тесном контакте очищенной и активированной поверхности подложки и напыляемого материала (типичный пример такого механизма можно наблюдать при напылении зеркального алюминиевого покрытия на стекло).

Таким образом, учитывая высокую точность геометрических размеров шинки и скорость ее формирования на поверхности стекла с покрытием [50], необходимо исследование возможности использования газодинамического метода для нанесения токопроводящего слоя на поверхность стекла.

Еще один способ, широко используемый при получении металлических покрытий на поверхности материалов разной природы – электрохимическое осаждение.

Электрохимическое нанесение широкой гаммы металлических, комбинированных и неметаллических покрытий используется в металлургии,

тяжелом машиностроении, микроэлектронике, нанотехнологиях и многих других отраслях массового и эксклюзивного производства изделий [51]. При этом состав покрытий включает большинство металлов - от железа до родия – и в структуре покрытий могут присутствовать как слои чистых металлов, так и сложных многокомпонентных составов, а толщина покрытий составляет от 0,1 до нескольких десятком мкм. Такое многообразие составов покрытий и видов изделий, на которые их наносят, усложняет классификацию. Существует самое простое разделение всех электрохимических покрытий на три типа - функциональные, коррозионно-защитные и защитно-декоративные.

Суть процесса электрохимического осаждения состоит в том, что изделие, обладающее электропроводностью, помещают в токопроводящий раствор, содержащий компоненты будущего покрытия в виде ионов (катодный процесс) или незаряженных частиц (анодный процесс).

В первом случае покрываемое изделие подключают к отрицательному полюсу источника постоянного тока (обычно выпрямителя, иногда аккумуляторной батареи) в качестве катода. При включении тока положительно заряженные ионы покрытия перемещаются на поверхность отрицательно заряженной поверхности изделия, происходит компенсация положительного заряда и атом металла закрепляется на поверхности. Получаемая новая поверхность остается металлической, т.е. токопроводящей, и процесс продолжается до тех пор, пока не будет выключен ток или пока не израсходуются ионы покрывающего металла. Емкость электролизера может составлять от нескольких миллилитров до тысяч литров. Конструкции электролизеров разнообразны и обычно содержат ряд дополнительных, обеспечивающих подогрев и перемешивание раствора, удаление выделяющихся газов, и т.д.

Второй случай двухэлектродный, когда в раствор помещают еще один электрод – положительно заряженный анод, который может быть нерастворимым, а может растворяться и служить источником ионов, осаждающихся на катоде. На поверхности нерастворимого анода обычно происходит выделение кислорода, образуемого из молекул воды (см. рисунок 8).

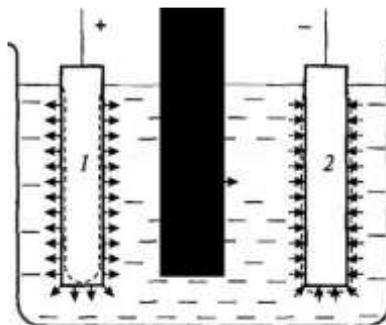


Рисунок 8 – Схема процесса электрохимического осаждения: 1 - анод (растворяется); 2 - катод-подложка (осаждается металл)

Электрохимические процессы, которые происходят при формировании гальванических покрытий, включают химические реакции с участием самого материала поверхности изделия или электрохимические реакции, происходящие на аноде. Толщина покрытия и время его формирования зависит от плотности тока в электролизере. На рисунке 9 показана зависимость толщины серебряного покрытия от времени при различных плотностях тока.

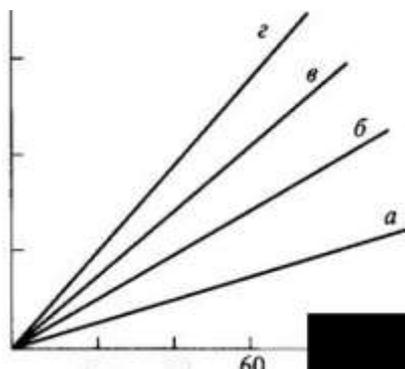


Рисунок 9 – Толщина серебряного покрытия, получаемого при плотности тока (A/dm^2): а - 1, б - 2, в - 3, г - 4. [40, стр.19, рис. 1.2]

Температура также является параметром, оказывающим влияние на толщину и качество покрытия. Обычно процесс осаждения протекает при 18-60 °С. Повышение температуры приводит к увеличению размера кристаллов в структуре покрытия, и соответственно большей его шероховатости. Снижение температуры провоцирует рост внутренних напряжений в покрытии и ухудшение его адгезия к поверхности подложки. Положительно на однородности покрытия сказывается перемешивание раствора электролита и перемещение катода. Длительность получения покрытия может составлять от нескольких секунд до нескольких часов, чаще всего от нескольких минут до десятков минут.

Достоинства метода – возможность формирования многослойного, химически чистого покрытия, с хорошей адгезией, а также относительная простота устройства электролизера.

Основным недостатком метода электрохимического осаждения покрытий является использование агрессивных химических растворов, которые приводят к необходимости утилизации продуктов электролиза и использовании оборудования очистки воздуха.

1.4. Технология электрообогреваемых изделий транспортного остекления

Обмерзание поверхности лобового стекла транспортного средства повышает риск возникновения аварийной ситуации из-за того, что приводит к существенному уменьшению видимости и панорамного обзора. Как показала практика, очистка поверхности стекла с помощью ветровых щеток, даже с использованием антифриза, в случае образования наледи, недостаточно эффективна. Были опробованы и нашли применение в автомобильной промышленности такие способы очистки, как токопроводящая металлическая сетка, закрепленная на внутренней поверхности стекла, обогреваемые щетки-дворники и т.п. Тонкая токопроводящая металлическая сетка хорошо работает при очистке от обледенения задних стекол в автомобилях. При использовании этого метода для очистки лобового стекла обнаружилось два серьезных минуса – снижение светопропускания до уровня менее 80% и бликование сетки при ясной погоде и встречном освещении.

Современные изделия транспортного остекления с электрообогревом представляют собой прозрачные многослойные композиции, состоящие из двух или более стекол, соединённых склеивающим слоем по технологии триплекса, помещенная в раму из легкого прочного металла или в резиновый профиль. Триплексом называют изделия из двух или более стекол, соединенных оптически прозрачным клеящим слоем, они предназначены для остекления лобовых стекол большинства транспортных средств. Такое остекление является безопасным для водителя и пассажиров, поскольку при разрушении осколки стекла не

разлетаются. По такой же технологии можно одновременно склеивать и более двух стекол.

Классическая технология триплекса (ТП 596.01000.1045) [52] включает следующие стадии:

- раскрой заготовок из листового стекла с учетом технологического припуска, обработка края (механизированный или ручной);

- перемещение заготовок в печь моллирования и обработка в заданном температурно-временном режиме для получения необходимой кривизны поверхности, отжиг изделия;

- нанесение необходимой разметки, например, для точного размещения токопроводящих шин и выводов (для изделий с функцией электрообогрева) или правильного взаимного расположения стекол с покрытием и без после склейки;

- нанесение функционального покрытия (энергосберегающих, просветляющих, фотохромных и т.д.) (аэрозольные методы, CVD, PVD);

- сборка конструкции и перемещение в камеру для склейки (триплексования) с помощью полимерной пленки или жидкой композиции;

- сборка изделия, контроль качества, упаковка, складирование.

При изготовлении изделий с электрообогревом, важно не только нанести на поверхность стекла токопроводящий слой, но и организовать его подключение к источнику питания. Устройство токопровода схематично показано на рисунке 10.

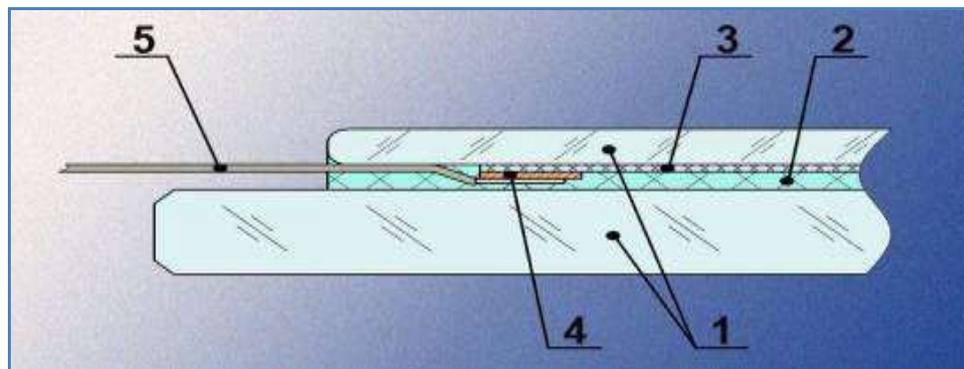


Рисунок 10 – Взаимное расположение элементов, подводящих ток в конструкции изделия с электрообогревом, где:

1 – силикатное стекло; 2 – склеивающий слой; 3 – токопроводящее покрытие; 4 – токопроводящая шинка; 5 – вывод

Токопроводящее покрытие расположено на внутренней поверхности стекла, наружная сторона которого «смотрит» на улицу. Токопроводящая шинка наносится на поверхность покрытия и является слоем заданной площади и геометрии из электропроводящего материала с низким сопротивлением, роль которого заключается в передаче тока покрытию и предотвращению его электрического пробоя. К шинке прикрепляется провод питания, соединенный с регулятором температуры.

Таким образом, к классическим стадиям изготовления многослойного изделия добавляются переделы, включающие:

- очищение токопроводящего покрытия для формирования зоны обогрева на гнутом стекле методом травления;
- нанесение на очищенную поверхность токопроводящих шинок, подпайка выводов питания.

В массовом производстве триплекса на автоматизированных линиях практикуется моллирование пары стекол, предназначенных для одной конструкции, которые размещают в форме одно над другим. Разметка, которую наносят в таком случае, предохраняет их от склеивания в процессе термообработки и маркирует поверхность, предназначенную для нанесения покрытия.

Производство сложнопрофильных многослойных изделий для сверхскоростных и многотонных транспортных средств, сосредоточено на изготовлении серий, основанных на индивидуальности разных видов транспортных средств, и нуждается в непрерывном совершенствовании. Существующая технология гнутого электрообогревного стеклоизделия имеет ряд существенных недостатков:

- формы для моллирования – индивидуальны для каждого вида изделий и успех процесса моллирования зависит от качества поверхности и жесткости формы. Известно, что поверхность цельнометаллических форм «выгорает» при эксплуатации, что увеличивает энергетические затраты на их нагрев, снижает

точность габаритных размеров и ухудшает оптические характеристики моллированного изделия.

- ручная механическая обработка края гнутого стекла на фасетных и ленточных станках ведет к высокому проценту брака по габаритным размерам и качественным показателям, вследствие чего возникает проблема достижения эквидистантного зазора между двумя заготовками для склейки, что приводит к увеличению брака, связанного с оптическим искажением;

- нанесение токопроводящего слоя методом разбрызгивания раствора через форсунки не позволяет получить требуемую однородность и проводимость покрытия даже при относительно малом радиусе кривизны крупногабаритных сложнопрофильных электрообогреваемых стекол лобового железнодорожного и авиационного остекления;

- технология ручного травления, используемая для формирования зоны подключения тока - удаления ТПП – малопроизводительна и не предназначена для качественного изготовления изделий сложного профиля с большой площадью обогреваемой поверхности.

Повышение качества ЭНЭ требует замены малопроизводительных технологических операций, в которых велика доля ручного труда, на разработанные в настоящее время новые методики, которые нуждаются в адаптации к условиям конкретного производства.

В связи с этим, перспективным выглядит замена аэрозольного метода нанесения токопроводящего покрытия вакуумным, поскольку токопроводящий слой в готовом изделии не подвергается механическому воздействию и не требует высокой прочности к истиранию.

Кроме того, магнетронные установки позволяют создавать покрытия с градиентом толщины и, соответственно, формировать удельное поверхностное сопротивление таким образом, чтобы обеспечить равномерность нагрева стекла не зависимо от его геометрии (рисунок 11).

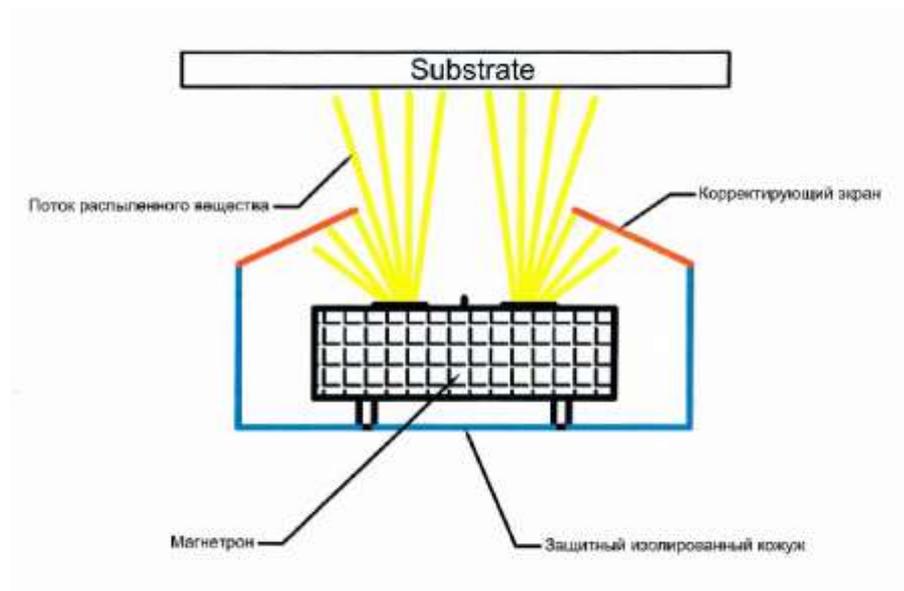


Рисунок 11 – Схема магнетрона с корректирующими экранами

Электрообогреваемое изделие остекления может иметь сложную геометрию, (см., например, рисунок 12). В таком случае, одинаковое подаваемое напряжение на покрытие одинаковой толщины, приведет к градиенту температуры по площади изделия, риску разрушения изделия из-за возможных термических напряжений, и неравномерности освобождения стекла от наледи.

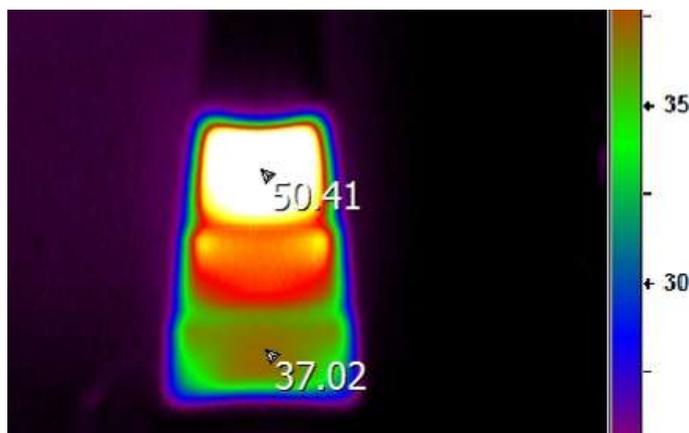


Рисунок 12 – Распределение температурного поля на поверхности изделия сложной конфигурации с токопроводящим покрытием одинаковой толщины

Изменяя толщину токопроводящего покрытия, можно добиться однородности температурного поля покрытия, благодаря градиенту электросопротивления.

Для оптимизации способа частичного удаления токопроводящего покрытия наряду с механическим и химическим удалением оксидного слоя необходимо опробование, например, лазерной обработки, как перспективного способа работы с поверхностным слоем.

Классическим методом удаления пленочного покрытия с поверхности стекла является химический способ травления в ванне азотной кислоты, содержащей ионы бериллия, алюминия и цинка, в течение нескольких часов, затем после промывки образца водой он обрабатывается щелочно-перекисным раствором и повторно промывается. Основными недостатками способа являются низкая производительность, вредность, необходимость утилизации промывных вод. Еще один метод удаления покрытий – механическое удаление с помощью шлифовально-полировального инструмента, весьма трудоемкий и малоточный.

Наиболее экономически целесообразным является прецизионное удаление токопроводящего покрытия лазерным излучением. Благодаря появлению волоконных лазеров, прогрессу в технологии производства лазерных диодов (как эффективных источников накачки), использованию новых лазерных сред и методов получения импульсов ультракороткой длительности появилась возможность применения лазерного излучения для снятия различных покрытий, в том числе и ИТО-пленок [20].

Снятие ИТО-покрытий со стеклянных подложек может осуществляться с помощью лазеров различного типа: для удаления (абляции) пленок оксида индия, легированного оловом использовали импульсный иттриевый лазер Nd:YVO₄ (длина волны 1064 нм), а также эксимерный KrF и Nd:YAG лазеры [16 - 18]. Экспериментами, в которых варьировалась энергия импульса лазера и размер фокального пятна, показана возможность удаления пленки оксида индия, легированного оловом ИТО, без повреждения стеклянной подложки с помощью фемтосекундного иттербиевого лазера [53].

Авторами [54] проведено сравнение различных методов частичного снятия ИТО-пленок со стеклянных поверхностей при производстве плазменных дисплеев и установлено преимущество лазерной технологии перед литографией в скорости

и стоимость процесса. В работе [55] представлены результаты удаления пленок оксида индия, легированного оловом, толщиной 120-160 нм с поверхности стеклянных подложек с использованием фемтосекундного лазера при производстве тонкопленочных солнечных батарей.

Широкое использование технологии лазерной абляции ИТО-пленок в различных областях промышленности показало надежность, удобство и возможность четко контролировать параметры очищаемой поверхности, что представляет несомненный интерес для опробования этой технологии в производстве электрообогреваемых изделий остекления транспортным средств, имеющим сложную конструкцию.

Токопроводящее покрытие на поверхности стекла обладает хорошей электропроводностью, но для подачи напряжения питания к ТПП необходимо наличие токоподводов. Подвод тока к ТПП электрообогреваемых стекол осуществляется при помощи контактов - шинок, которые наносят по краям поля обогрева стекла.

Многочисленные исследования в области составов и способов нанесения шинок показывают, что наиболее часто в производстве электрообогреваемых изделий из стекла пользуются аэрозольным методом.

Они имеют как преимущества, так и недостатки и в силу этого свои области применения. В таких известных способах нанесения покрытий, как газопламенный, магнетронный, электродуговой, аэрозольный используют высокотемпературные двухфазные потоки, что приводит к плавлению частиц напыляемых порошков и их взаимодействию с газовой средой с образованием различных соединений, вызывающих в ряде случаев нежелательное изменение исходных свойств порошков и самого покрытия. К существенным недостаткам этих способов следует также отнести значительный разогрев деталей и их деформацию, вызванную высокими остаточными напряжениями, недостаточную прочность сцепления частиц между собой и с подложкой, высокую пористость получаемого покрытия, сложность в обслуживании оборудования.

1.5. Выводы по главе 1

1. Разнообразие видов изделий для остекления транспортных средств, постоянное усложнение профиля и габаритов конструкций лобовых стекол приводит к необходимости ревизии и оптимизации технологий их изготовления, в особенности для систем с электрообогревом.

2. Конструкция остекления с электрообогревом включает стекло с токопроводящим покрытием и токопроводящие шинки, характеристики которых должны обеспечивать температуру поверхности, необходимую для очистки от снега и наледи. В связи с этим, наибольший интерес представляют покрытия на основе оксида индия, обладающие высокой оптической прозрачностью. В качестве метода нанесения метод магнетронного напыления позволяет наносить на стекло покрытия в широком диапазоне толщин, причем позволяет регулировать толщину покрытия в зависимости от профиля поверхности.

3. Точность конфигурации токопроводящей шинки является залогом эффективной работы системы электрообогрева. Лазерные технологии очистки поверхности стекла от электропроводящей пленки, в отличие от традиционно используемых методов, обеспечивают необходимые параметры токовводов в кратчайшее время и с минимальным воздействием на поверхность стекла.

4. Газодинамический метод, широко используемый при нанесении покрытий на поверхность металлов, обладает рядом преимуществ, таких как одновременная очистка и механоактивация поверхности, высокая скорость формирования покрытия, возможность создавать многослойные покрытия с разными составами слоев. В связи с этим кажется перспективным его использование для получения токопроводящих шинок.

5. Эффективность технологии конструкций остекления транспортных средств с электрообогревом определяется качеством полуфабриката на каждом этапе производства изделия. Таким образом, введение в технологический цикл новых приемов, методик и оборудования позволит выпускать электрообогреваемое остекление, соответствующее современным требованиям транспортных средств.

Обоснование выбора направлений исследования

Образование наледи и конденсата на поверхности лобового стекла кабины водителя транспортного средства предотвращается электрообогревом. Для его реализации в конструкции остекления формируют электронагревательный элемент, состоящий из стекла с токопроводящим покрытием из оксида олова, токопроводящих шин на основе серебра, и подводящего к шинке провода из системы электроснабжения. Покрытие и шинку наносят методами аэрозольной технологии, общую изоляцию краев изделия обеспечивают путем механического или химического удаления токопроводящего покрытия в краевой зоне по периметру изделия. Таким образом, получают изделие со следующими характеристиками: светопропускание не менее 65% при удельном поверхностном сопротивлении покрытия не менее 20 Ом/□, градиент температуры на поверхности изделия достигал 30°C.

Методы, заложенные в традиционной схеме производства, не отвечают современным требованиям экологической безопасности, малоэффективны из-за необходимости использования дополнительного технологического оборудования и ручного труда, и не могут обеспечить выпуск изделий с повышенными оптическими, механическими и электрофизическими характеристиками.

Вместе с тем есть целый ряд научно-технических разработок в области составов, свойств и способов нанесения токопроводящих покрытий, включение которых в технологическую схему производства электрообогреваемых изделий приведет к повышению эффективности и экологической чистоты производства и выпуску продукции с необходимым уровнем технических и эксплуатационных характеристик.

Основные направления исследований:

- выбор состава токопроводящего покрытия (ТПП) по стеклу – исследование возможности замены оксида олова оксидом индия, легированного оловом $\text{In}_2\text{O}_3(\text{Sn})$;

- исследование и разработка режимов получения сплошных и градиентных ТПП на поверхности силикатных стекол методом магнетронного напыления;

- выбор способа удаления токопроводящего покрытия по периметру сложнопрофильного элемента транспортного остекления – выявление возможности замены ручных методов, снижающих прочностные характеристики изделия, на прецизионную лазерную обработку;

- создание технологии нанесения токопроводящих шинок – разработка состава однослойного и двухслойного покрытия на основе модификаций алюминия, а также условий его нанесения с использованием газодинамического метода;

- оптимизация температурно-временного режима моллирования стекол с токопроводящим покрытием и их комплектов для получения конструкций лобового остекления с электрообогревом;

- разработка метода нанесения токопроводящего покрытия (ТПП) на поликарбонатное органическое стекло с помощью технологии гальваники.

Глава 2. Методика эксперимента

2.1. Характеристика исходных материалов

Для проведения экспериментальных и опытно-промышленных исследований использовали бесцветное прозрачное листовое стекло марки М0 или М1 толщиной от 4 до 10 мм согласно ГОСТ 111-2014. Образцы с заданными габаритными размерами нарезали с помощью стеклореза и стола резки MTS42M, края обрабатывали на многофункциональном обрабатывающем центре ALPA (оба фирма Z. Bavelloni).

Склейка листов стекла производилась с помощью поливинилбутиральной пленки Сафлекс марки Rb в автоклаве фирмы «Sholcz».

Для нанесения токопроводящих покрытий использовали следующие соединения:

- для оксидно-оловянных – раствор SnCl_4 ,
- для оксидно-индиевых - сплав InSn (10% Sn) на медной подложке,

Для изготовления токопроводящих шинок использовали следующие материалы:

- силикатно-серебряная паста - дисперсное серебро (размер сита ячейки 0,05мм), а также легкоплавкий флюс состава (мас.%) 79,4 PbO , 15,7 B_2O_3 , 4,9 SiO_2 , канифоль и скипидар (выпаренный) в соотношении 10гр., 2,5гр. и 54мл соответственно на 100гр. порошка дисперсного серебра.

- порошки металлов: (Al-Zn) - адгезионный слой (ТУ 24.42.21-011-40707672-2020 «Порошковые материалы алюминиевые для нанесения покрытий» марки А-20-10 (массовое содержание 50х50)), (Cu-Zn) – токопроводящий слой (ТУ 24.44.21-012-40707672-2020 «Порошковые материалы медные для нанесения покрытий» марки С-03-10 (массовое содержание 70х30)), с насыпной плотностью ($\text{кг}/\text{дм}^3$) порошков $1,7 \div 2,0$ и $1,9 \div 2,2$ соответственно.

- гальванические растворы.

2.2. Методики нанесения токопроводящих покрытий и шинок

Аэрозольная камера

Токопроводящие покрытия на основе SnO_2 на поверхность экспериментальных образцов и опытных изделий наносили методом пиролиза раствора тетраоксида олова в аэрозольной камере типа ОТЛ-4 (см. рисунок 13).

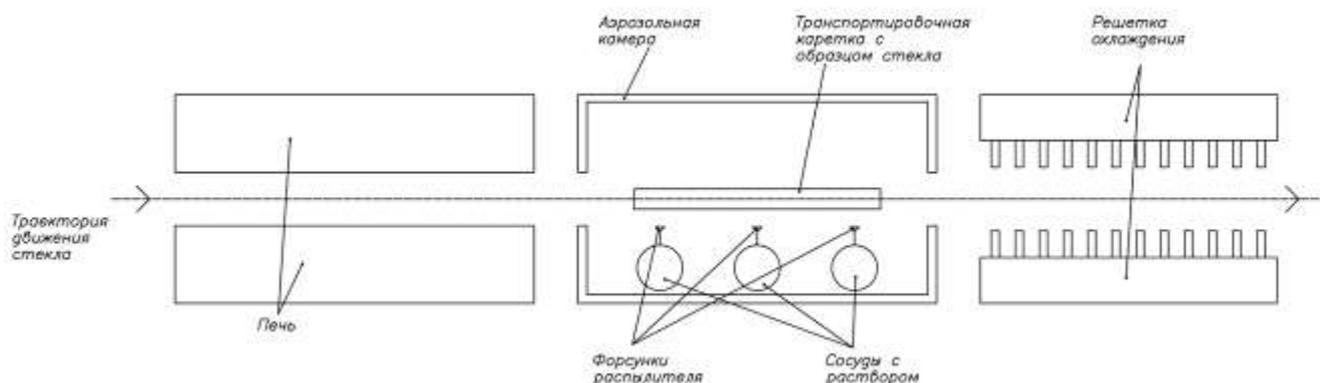
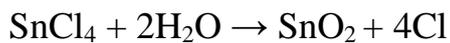


Рисунок 13 – Схема аэрозольной камеры ОТЛ-4 для нанесения токопроводящего покрытия

Покрытия наносили следующим образом:

- подготавливали поверхность стекла к нанесению покрытия (обрабатывали поверхность образца стекла с помощью моечной машины),
- образец закрепляли в транспортировочной каретке установки в вертикальном положении,
- каретку с образцом стекла перемещали в печь, нагревали до температуры 550°C , затем перемещали каретку с образцом стекла в аэрозольную камеру и устанавливали перед распылителем,
- начинали напыление и в режиме качания перемещали форсунки распылителя до полного завершения процесса нанесения покрытия на поверхность образца стекла,
- перемещали каретку с образцом стекла в воздушнодувочную решётку для охлаждения образца, после чего образец извлекали из установки.

Пары оксида олова образуются в результате разложения SnCl_4 в соответствии со следующими реакциями [9]:



Магнетронное напыление

Для нанесения ТПП из оксида индия, легированного оловом $\text{In}_2\text{O}_3(\text{Sn})$ использовали вакуумную магнетронную установку ВУ-1,5-О-ИП (рисунок 14).

1



2



Рисунок 14 – Вакуумная установка типа ВУ-1,5-О-ИП (1) и вакуумная камера (2) с возможностью вращения заготовки вокруг неподвижно установленного ионного источника с анодным слоем, создающим при высоковольтном режиме коллимированный пучок ионов аргона со средней энергией от 1500 до 1700 эВ

Методика нанесения покрытия представляет собой следующую последовательность действий:

- подготовка поверхности стекла к нанесению покрытия с помощью моечной машины;
- установка заготовки во вращающуюся оснастку вакуумной камеры;
- вакуумирование до давления $(2-3) \cdot 10^{-2}$ Па, создание инертной атмосферы путем подачи аргона в камеру;

- включение источника $\text{In}_2\text{O}_3(\text{Sn})$ и вращения вокруг него заготовки, количество оборотов рассчитывают исходя из значений удельного сопротивления покрытия, образующегося за один проход заготовки над источником;
- завершение процесса напыления, остановка магнетрона, выравнивание давления и открытие камеры нанесения покрытия;
- извлечение изделий из камеры и контроль качества ТПП.

2.3. Методики нанесения шинок

Метод серебряной пасты

Приготовление силикатно-серебряной пасты согласно технологической инструкции 596.25000.1034 [56].

1. Приготовление порошка серебра с помощью реакции восстановления азотнокислого серебра глюкозой: в водный раствор азотнокислого серебра ГОСТ 1277-75 постепенно добавляют 12,5% раствор аммиака до полного растворения образующегося осадка. Полученный раствор подогревают до температуры $95 \pm 5^\circ\text{C}$, и при непрерывном помешивании постепенно вливают раствор глюкозы, затем сливают просветленный раствор через капроновое сито. Осадок в виде светло-серого порошка отфильтровывают на воронке Бюхнера, тщательно промывают дистиллированной водой, сушат при температуре 100° и просеивают через два сита №№ 0,16 и 0,05

2. Приготовление флюса состава (мас.%): PbO - 79,4, V_2O_3 - 15,7, SiO_2 - 4,9. Оксид свинца и борную кислоту просушивают и растирают в фарфоровой ступке. Кремниевую кислоту ЧДА ГОСТ 4214-73 прокаливают в муфеле 1 ч при температуре 1000°C и просеивают через сито (0,05). Все компоненты перемешивают, помещают в корундовый тигель ГОСТ 9147-80 и плавят в муфельной печи при температуре 800°C (4 ч выдержка). Полученную стекломассу выливают в сосуд с водой, затем воду сливают, а полученные гранулы высушивают, растирают и просеивают через сито № 0,05.

3. Приготовление пасты: порошки серебра, флюса и канифоли помещают в сосуд из стекла молибденовой группы с мялящими шариками из того же стекла, добавляют выпаренный скипидар, упаковывают и загружают в металлический

барaban мельницы и производят помол. Полученную пасту освобождают от шариков и корректируют по плотности [27].

Установка для нанесения пасты представлена на схеме рисунок 15.

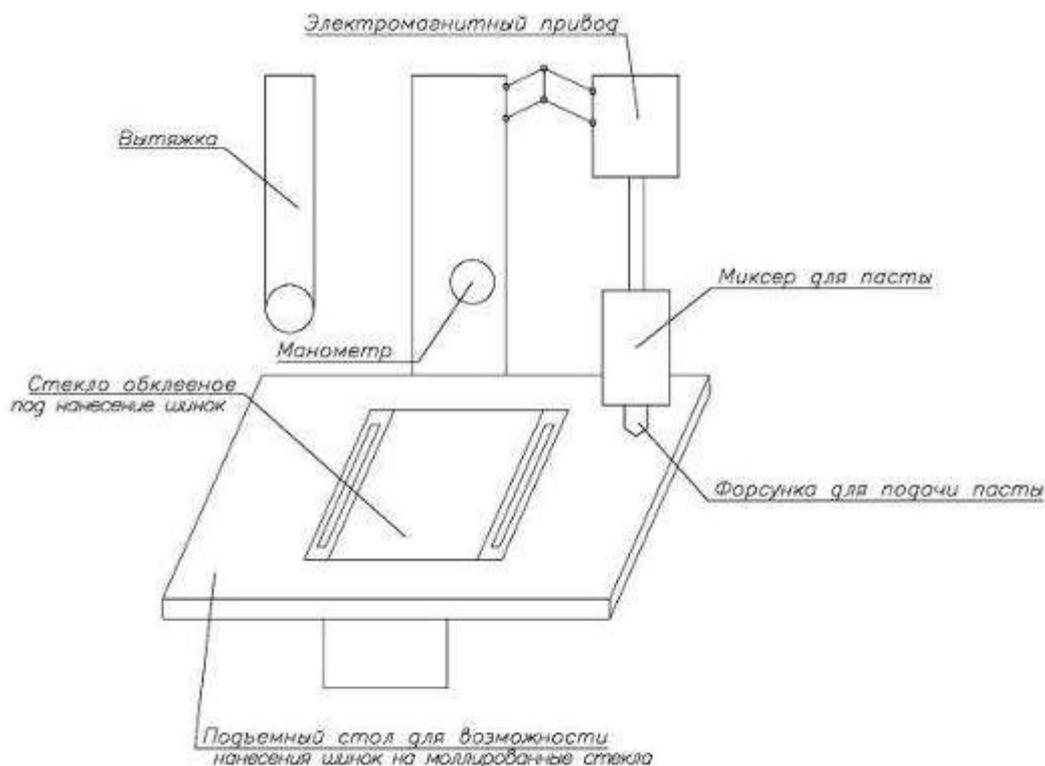


Рисунок 15 – Схема установки для нанесения на поверхность стекла с ТПП силикатно-серебряной пасты

Шинка наносится следующим образом: на поверхность стекла с ТПП укладывают дюралевый шаблон с прорезями заданной ширины и формы, в местах расположения шинок. Шаблон фиксируют относительно стекла упорами из органического стекла, расположенными на внутренней поверхности, свободной от покрытия, и прижимают к стеклу грузами. Форсунки промывают скипидаром и заливают, постоянно помешивая, приготовленную пасту в расходную емкость форсунки. Устанавливают скорость движения форсунки и давление сжатого воздуха. Стекло с закрепленным шаблоном закрывают полиэтиленовой пленкой или прозрачной бумагой. За 30 мм до прорези из форсунки подают пасту, и

перемещают стекло таким образом, чтобы пасты попала на поверхность стекла в прорези шаблона. Нанесение проводится в два прохода форсунки. Затем стекла с нанесенным слоем пасты сушат на воздухе не менее часа. Полученные образцы термообрабатывают в закалочной печи по режиму, указанному в технологическом регламенте для конкретного изделия, и получают силикатно-серебряную шинку на поверхности стекла с ТПП.

Газодинамический метод на установке с оборудованием ДИМЕТ.

Газодинамический метод представляет процесс нанесения медно-алюминиевых шинок по технологической инструкции 596.25000.1408 [57] (с применением оборудования ДИМЕТ (рисунок 16)) на стекло с токопроводящим покрытием состоит из следующих операций:

- подготовка оборудования к нанесению медно-алюминиевых шинок на стекло;
- нанесение медно-алюминиевых шинок на стекло;
- продувка (замена) сменной вставки напылителя, замена воздушного фильтра, чистка локальной аспирационной установки (ЛАУ);
- отключение оборудования для нанесения медно-алюминиевых шинок;
- контроль стекла с нанесёнными шинками.

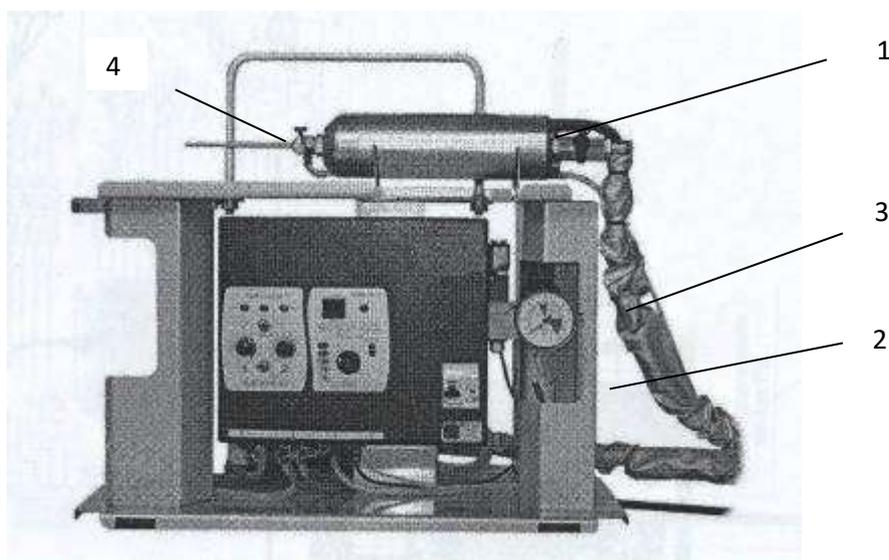


Рисунок 16 – Общий вид комплекта оборудования ДИМЕТ, где: 1 – напылитель; 2 – регулятор давления; 3 – манометр; 4 – сменная вставка

Методика нанесения покрытия заключается в следующем:

- положить опытное стекло на стол электропроводящим покрытием (ЭПП) вверх, прижать его к упорам стола;
- установить каретку с напылителем для нанесения шинки в соответствии с чертежом на конкретное изделие;
- нанести на стекло с ТПП алюминиевую шинку, для чего включить тумблер «Перемещение каретки» на пульте в положение «вперед»;
- определить толщину алюминиевой шинки при помощи глубиномера (требуемые значения 0,045 - 0,055 мм);
- нанести медную шинку на поверхность алюминиевой, для чего включить тумблер «Перемещение каретки» на пульте в положение «назад»;
- определить толщину медно-алюминиевой шинки при помощи глубиномера (требуемые значения 0,12 - 0,14 мм);
- визуально оценить качество нанесения шинки с наружной и внутренней стороны (шинка должна быть гладкой, без видимых включений и отслоений);
- проверить соответствие геометрических размеров и расположения нанесённой шинки чертежу на конкретное изделие;
- проверить общее сопротивление стекла с ЭПП на соответствие указанному в чертеже на конкретное изделие (производить измерение сопротивления при помощи мультиметра типа АРРА 106);
- проверить сопротивление изоляции, оно должно быть не менее 100 МОм (производить измерение сопротивления изоляции при помощи мегаомметра типа Е6-24/1).

Гальванический метод

На крупногабаритные криволинейные изделия из органического стекла с токопроводящим покрытием шинки наносили гальваническим методом (схема вакуумно-гальванического стенда представлена на рисунке 17).

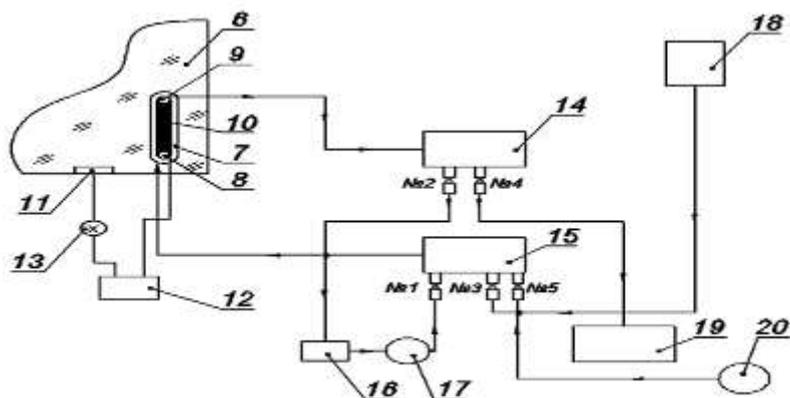


Рисунок 17 – Схема нанесения шинки на органическое стекло с токопроводящим покрытием, где: 1, 2, 3, 4, 5 – вентили; 6 - стекло с ЭПП; 7 – вакуумно-гальваническая оснастка; 8 – штуцер входной с подпаянной медной проволокой; 9 – штуцер выходной; 10 – медная пластина с подпаянным выводом (анод); 11 – съемный 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

Метод заключается в следующем: ванну с электропроводящим раствором и закрепленным в ней медным электродом размещают на поверхности стекла с ТПП в зоне нанесения шинки. Стык гальванической ванны с поверхностью стекла вакуумируют и подают напряжение на медный электрод. В результате происходит гальваническое осаждение меди на поверхность стекла в зоне расположения шинки.

2.4. Методика удаления токопроводящего слоя

Локальная абляция ТПП осуществлялась с использованием иттербиевого импульсного волоконного лазера с длиной волны 1060 нм, средней мощностью пучка 20-30 Вт и длительностью импульса 70-90 нс по технологической инструкции 596.25000.1034 [56] в соответствии с руководством по эксплуатации установки лазерного снятия покрытия УЛСП-25/16 [58].

2.5. Методы определения электрических, механических и оптических свойств стекол с ТПП и шинками

-электрические свойства:

Удельное поверхностное сопротивление токопроводящих покрытий

Удельное поверхностное сопротивление шинок измеряли на установке контроля качества шинок ОТГ 4423, состоящей из милливольтметра, контактора и генератора стабильного тока.

Исследования равномерности нагрева (температурного поля) поверхности опытных изделий проводилось с использованием тепловизора типа Testo 875-1.

Контроль ТПП по величине удельных поверхностных сопротивлений осуществлялся на измерителе удельного сопротивления ОТГ 2295. (рисунок 18).

Суть измерения заключается в замере падения напряжения на ножках контактора, расположенных на одинаковом расстоянии друг от друга.



Рисунок 18 – Измеритель удельного сопротивления ОТГ 2295

Измерение происходит следующим образом:

- положить на стол шаблон для контроля удельного поверхностного сопротивления, на него положить стекло покрытием вверх;
- установить контактор установки ОТГ 2295 на контрольную точку шаблона и нажать кнопку;
- показания прибора записать в рабочий журнал;
- провести измерение удельных поверхностных сопротивлений в контрольных точках по шаблону;

- сравнить полученные удельные сопротивления ТПП с допустимыми значениями. Сравнение производится по «Расчетной таблице удельных поверхностных сопротивлений электропроводящего поля».

Удельное поверхностное сопротивление токопроводящих шин

Оценку электропроводящих свойств шин проводили по падению напряжения между контактами с помощью милливольтметра ВЗ – 13.

Образцы для исследований готовили следующим образом: из листового стекла марки М0 толщиной 6мм вырезали квадраты размерами 1000х1000 мм с припусками на обработку края, обрабатывали края и притупляли кромки. На одно стекло аэрозольным методом наносили 5 силикатно-серебряных шин, а на другое - газодинамическим методом 5 медно-алюминиевых шин.

Контактор на шинку накладывали так, чтобы контактные лопатки были перпендикулярны продольной оси шинки и производили отсчет показаний по шкале милливольтметра, соответствующей установленному пределу измерений. Замер сопротивления проводили в 5–ти точках через равные расстояния по длине шинки.

Расчет удельного поверхностного сопротивления проводили по формуле:

$R_{\text{пов}} = U \cdot b / I \cdot d$, где U - подаваемое напряжение, I – сила тока, равная 1 А, b – ширина шинки, мм, d - расстояние между контактами контакторного устройства, равное 8 мм.

-механические свойства, прочность

Прочность при статическом трехточечном поперечном изгибе

Оценку влияния метода нанесения шин на прочностные характеристики закаленного стекла проводили с помощью определения прочности при статическом трехточечном поперечном изгибе по стандартной методике ПМ 596.1552 – 2003 на воздухе [59].

Предел прочности при статическом изгибе, $\sigma_{\text{изг}}$, есть нормальное напряжение, вычисленное 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 (рисунок 19).

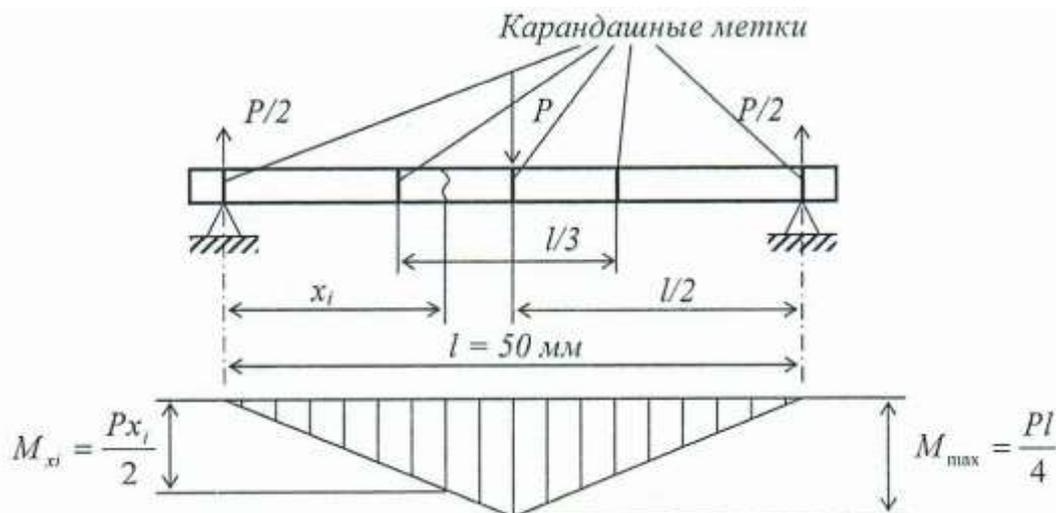


Рисунок 19 – Схема нагружения и эпюра изгибающего момента образца

Испытания проводили на разрывной машине ИР 5047-50 с дополнительными приспособлениями (рисунок 20).

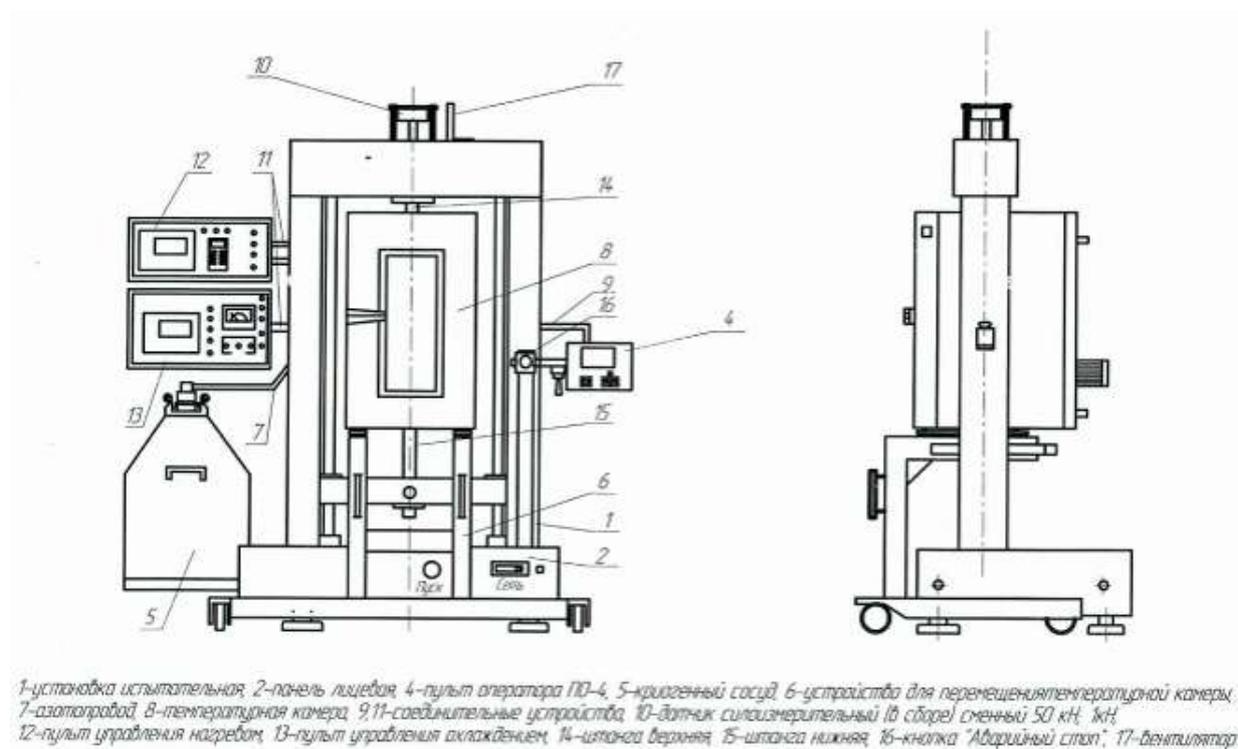


Рисунок 20 – Машина разрывная ИР 5047 (общий вид установки)

Для проведения исследований были подготовлены 20 шт. образцов размерами 120x20 мм, вырезанные из листового стекла марки М0 толщиной 6 мм с краями, обработанными шлифованием сначала на шайбе (грубая обработка) затем на ленточном станке до заданной чистоты. На вымытые и высушенные образцы аэрозольным методом наносили оксидно-оловянное токопроводящее покрытие. После этого образцы делили на две серии по 10 шт.: первая серия – образцы с токопроводящим покрытием, вторая - на поверхность токопроводящего покрытия газодинамическим методом наносили порошки А-20-10 и С-03-10 в соответствии с эскизом (рисунок 21) для получения медно-алюминиевых шинок.

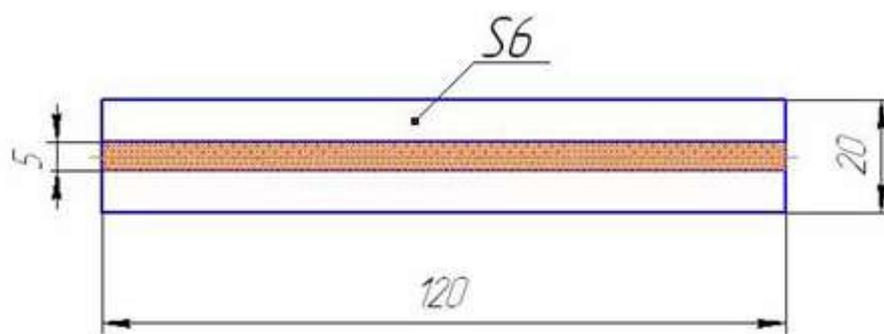


Рисунок 21 – Эскиз экспериментального образца с оксидно-оловянным покрытием и медно-алюминиевой шинкой шириной 5 мм, нанесенной поверх покрытия

Использовали опоры, в которых, в отличие от стандартных, делали проточки в центре (рисунок 22), куда помещали шинку.

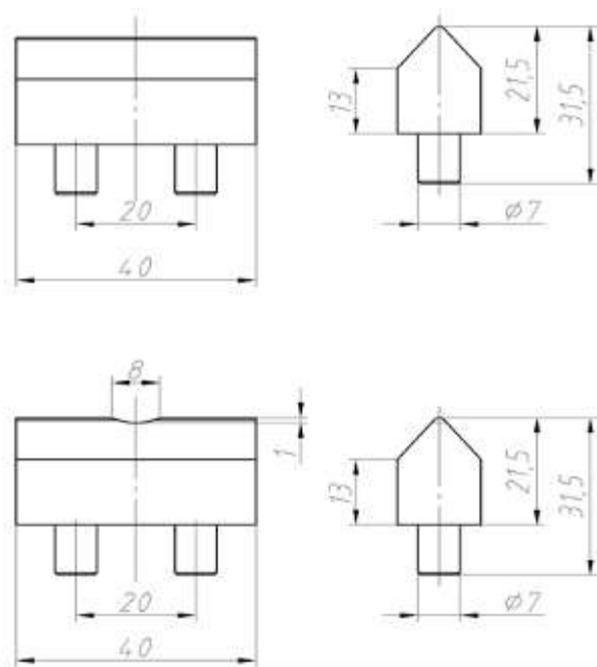


Рисунок 22 – Стандартная опора (вверху), опора с проточкой (внизу)

Испытания проводили постепенным наращиванием нагрузки вплоть до разрушения образца, скорость перемещения подвижной траверсы 4 мм/мин.

Предел прочности отдельного образца при статическом изгибе, σ_i , кгс/мм², в области упругой деформации по максимальному моменту M_{max} вычисляется по формуле (1):

$$\sigma_{изг\ i} = \frac{M_{max}}{W} = \frac{3P_i l}{2b_i h_i^2}, \quad (1)$$

где: M_{max} – максимальный момент, кгс·мм; W – момент сопротивления, для образцов прямоугольного сечения равен $\frac{b_i h_i^2}{6}$, мм³; P_i - величина разрушающей нагрузки, кгс; l - расстояние между опорами, мм; b_i , h_i - ширина и высота образца, соответственно, мм; i - порядковый номер образца в партии.

Определение прочности при статическом центрально-симметричном изгибе, после удаления ТПП и нанесения шинок

Прочность стекла после удаления покрытия методами лазерной и абразивной обработки, травления смесью соляной кислоты с цинковым порошком определяли методом статического центрально-симметричного изгиба (ЦСИ) ПМ 596.963 [60] на разрывной машине с тензорезисторным измерителем силы ИР 5047-50 (предельная нагрузка 50 кН, погрешность измерения не более 1%) (рисунок 20), а оценку влияния метода нанесения шинок на прочностные характеристики закаленного стекла тем же методом статического ЦСИ на установке ЦД 10/90 (рисунок 23).

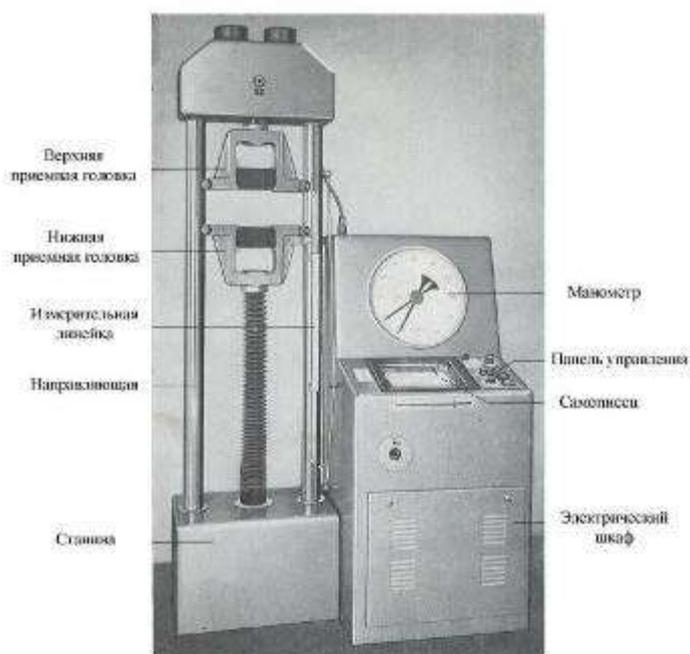


Рисунок 23 – Установка ЦД 10/90 (общий вид установки)

Предел прочности стекла определяли по нагрузке разрушения образцов, свободно лежащих на кольцевой опоре, приложенной в центральной части образцов нагружающим пуансоном, в условиях кратковременного статического нагружения (рисунок 24).

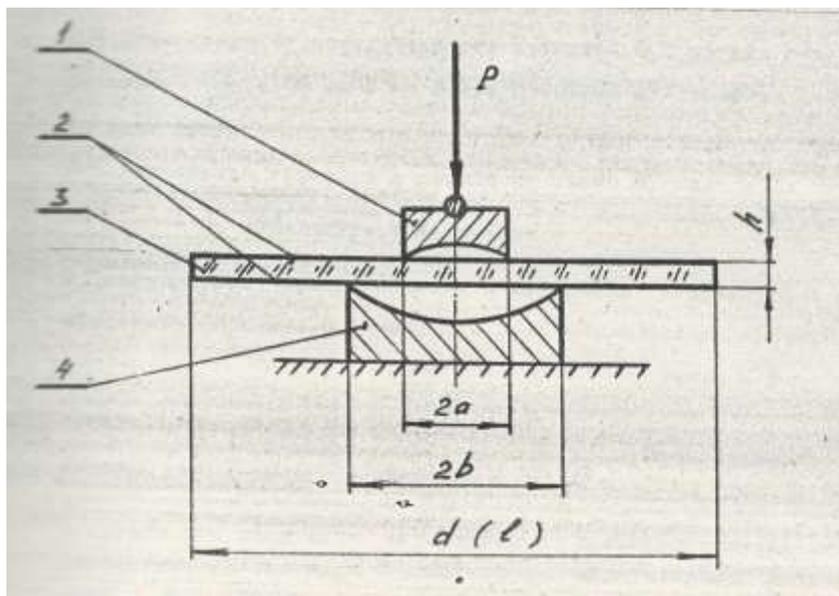


Рисунок 24 – Схема нагружения образца, где: 1-пуансон, 2-прокладка бумажная, 3-образец, 4-опора

Для определения прочности после удаления ТПП было изготовлено 49 образцов стекла с ТПП размером 120x120x6 мм. Покрытие снимали в центре образца на участке размером 30x5 мм. Измерения прочности проводили на следующих сериях образцов:

- 19 шт. - исходное стекло с ТПП;
- 10 шт. - покрытие удалено методом травления;
- 10 шт. - покрытие удалено при помощи абразивного инструмента;
- 10 шт. - покрытие удалено при помощи лазерного технологического комплекса.

Для определения прочности изделий после нанесения шинок было изготовлено 34 образца стекла с ТПП размером 120x120x6мм. Шинки наносили в центре образца на участке размером 30x5 мм. Измерения проводили на следующих сериях образцов:

- 14 шт. - исходное закаленное стекло с ТПП;
- 10 шт. - закаленное стекло с ТПП и силикатно-серебряными шинками;
- 10 шт. - закаленное стекло с ТПП и медно-алюминиевыми шинками.

Расчет прочности при статическом центрально-симметричном изгибе σ производили по формуле (2):

$$\sigma = 0,426 \frac{P}{h^2}, \quad (2)$$

где: P – разрушающая нагрузка, кгс; h – толщина образца, мм. С помощью статистической обработки значений прочности определяли доверительный интервал.

Адгезионная прочность

Испытания проводили на разрывной машине Tinius Olsen H10КТ (рисунок 25). Наряду с количественной характеристикой прочности адгезионного соединения определялся характер разрушения: адгезионный (по плоскости склеивания), когезионный (по клеевому слою), смешанный.



Рисунок 25 – Разрывная машина Tinius Olsen H10КТ общий вид (слева), положение образца в упорном приспособлении (справа)

Испытания проводили на образцах, в которых стеклянные пластины соединены склеивающими (поливинилбутиральная пленка) и электропроводными материалами (силикатно-серебряная паста, медно-алюминиевые порошки А-20-10 и С- 03-10 [25].). Методика определения адгезии – испытания на сдвиг.

Образцы, не менее 5 шт. каждого вида, представляют собой две плоские пластины из стекла, склеенные между собой испытуемым материалом (см. рисунок 26).

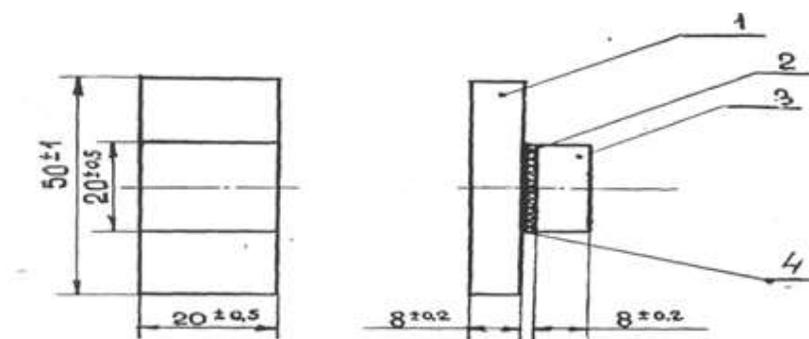


Рисунок 26 – Образцы клеевого соединения для определения адгезии методом сдвига: 1 – стеклянная пластина большая; 2 - склеивающий материал; 3 – стеклянная пластина малая; 4 – шинка силикатно-серебряная или медно-алюминиевая

Требования к склейке для образцов: относительное смещение пластин по ширине не должно превышать 0,5 мм, продольные оси пластин образца и клеевого соединения не должны иметь смещения в плоскости клеевого шва. Подтеки пленки на торцах клеевого шва должны быть зачищены до испытаний.

Склеенные образцы, не менее 5 шт. каждого вида, выдерживали до испытания не менее 12 ч в камере с контролем температуры и влажности. Далее штангенциркулем измеряли длину и ширину склейки с точностью до 0,1 мм. Маркировку образцов наносили стеклографом на край образца.

Климатические условия при проведении испытаний устанавливаются заказчиком на основании действующей технической документации на испытуемый материал. Образец закрепляли в упорном приспособлении (рисунок 27).

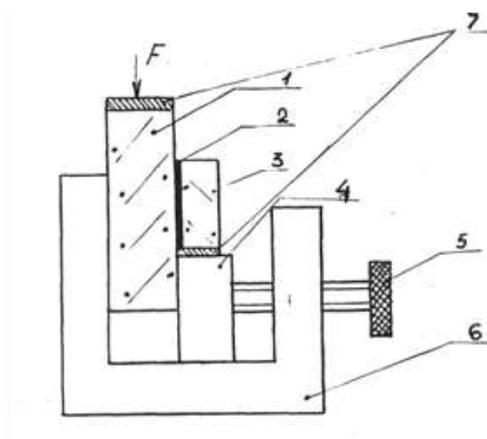


Рисунок 27 – Схема установки образца в упорном приспособлении, где: 1 - стеклянная пластина большая; 2 - склеивающий материал; 3 – стеклянная пластина малая; 4 - подвижной упор; 5 - стопорный винт; 6 - обойма; 7 - резиновая прокладка

Для проведения испытаний были изготовлены четыре партии по 6 образцов, каждый из которых состоял из одной прямоугольной пластинки 50x20 мм и одной квадратной пластинки размером 20x20 мм, вырезанных из листового стекла марки М0, толщиной 6 мм с краями обработанными до заданной чистоты на шайбе и ленточном станке. На образцы, размером 20x20 мм пиролитическим методом нанесли оксидно-оловянное токопроводящее покрытие и разделили на четыре серии по 6 образцов для нанесения шинок:

- первая серия - силикатно-серебряная паста
- вторая - порошковый материал А-20-10 толщиной в пределах 0,045-0,055мм - газодинамический метод;
- третья - порошковый материал А-20-10 толщиной $> 0,055$ мм - газодинамический метод;
- четвертая - порошковые материалы А-20-10 толщиной в пределах 0,045-0,055мм и С-03-10 толщиной 0,075 – 0,085мм - газодинамический метод.

Затем малые пластинки склеивали с большими с использованием клеящей ПВБ пленки Сафлекс марки Rb в автоклаве по заданному режиму.

Испытания проводили в соответствии с методикой 1.32.14-89 [61] постепенным наращиванием нагрузки со скоростью движения подвижного

захвата 10 мм/мин, вплоть до разрушения клеевого соединения. Фиксировали величину разрушающей нагрузки и проводили визуальную (по клеящему слою, по плоскости склейки, по материалу одной из пластин), а также количественную оценку (в процентах от расчетной площади склеивания с погрешностью до 5-10 %) испытываемых образцов. Прочность клеевого соединения при сдвиге (адгезию) $\tau_{сдв}$ определяли по формуле (3):

$$\tau_{сдв} = \frac{P}{F}, \quad (3)$$

где: P – разрушающая нагрузка, Н (кгс); F – площадь склеивания в м² (см²), вычисляемая по формуле (4):

$$F = a \times b, \quad (4)$$

где: a – длина клеевого соединения, м (см); b – ширина клеевого соединения, м (см).

- оптические свойства

Коэффициент светопропускания определяли в области длин волн от 380 до 780 нм при температуре воздуха 15 - 30 °С и влажности не более 80% без конденсации влаги в соответствии с ПМ 596.1889-2017 [62].

Измерение спектрального коэффициента светопропускания (τ_λ) основано на сравнении монохроматического светового потока, ослабленного образцом, с неослабленным световым потоком той же длины волны.

Измерения проводились с применением спектрофотометра Cary-300.

Расчет коэффициента светопропускания проводился по ГОСТ EN 410-2014 (формула (1) и таблица (1)) [63].

Глава 3. Экспериментальная часть

3.1. Влияние вида токопроводящего покрытия и способа его нанесения на свойства изделия.

Выбор состава и способа нанесения токопроводящего покрытия для электрообогреваемых изделий транспортных средств проводили путем сравнения свойств покрытий на основе оксидов олова и индия, полученных методами термохимического и магнетронного напыления. Выбор составов покрытий основан на данных многочисленных исследований в области прозрачных токопроводящих покрытий и их свойств. Основными критериями оценки пригодности состава к использованию для электрообогрева изделия транспортного остекления являются величина светопропускания не ниже 75 % в двухслойной конструкции при удельном поверхностном сопротивлении не более 10 Ом/□.

В разделе представлены результаты нанесения токопроводящих покрытий на листовое стекло марки М0 толщиной 6 мм аэрозольным и магнетронным способами (см. методики, глава 2.2).

Покрытие SnO₂ наносили на плоскую поверхность образцов из раствора четыреххлористого олова термохимическим способом по стандартной методике (Технологическая инструкция ТИ 596.25000.1034 «Изготовление электронагревательного элемента»), а In₂O₃(Sn) методом магнетронного напыления (Технологическая инструкция ТИ 578.25200.01042 «Нанесение токопроводящих прозрачных покрытий (ITO)») для испытаний на прочность и электропроводность.

Качество покрытий оценивали с помощью визуальной оценки, величины оптического светопропускания, электропроводности (удельного электросопротивления).

В таблице 6 представлены внешний вид и основные характеристики полученных образцов.

Таблица 6 – 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	
			Сопротивление секций	Сопротивление между фазами
SnO ₂ (ТХ) «твердое»		требуемое ≥ 70 фактическое - 78	25,3 - 30,2	
In ₂ O ₃ (Sn) (М) «мягкое»		требуемое ≥ 70 фактическое - 80	26,6 ^{+4,0} _{-4,3}	17,7 ^{+2,7} _{-2,8}

Из полученных данных видно, что магнетронное покрытие по оптическим (светопропускание) и электрическим (удельное поверхностное сопротивление) свойствам соответствует требованиям, предъявляемым к термохимическому покрытию. Магнетронный способ экологически более безопасный, но он менее производительный, так как требуется значительное время на создание высокого вакуума в рабочей зоне вакуумной установки. Также магнетронное покрытие является «мягким» по сравнению с термохимическим «твердым» покрытием, что в свою очередь требует большей аккуратности при работе для сохранения его целостности (царапины ТПП не допускаются). Наиболее эффективное

применение магнетронного покрытия относительно термохимического возможно при формировании ТПП на стекла с толщиной не более 4 мм.

Несмотря на разные способы нанесения и механизмы формирования покрытий, и оптические 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 варьированием состава наносимых покрытий в пределах одной производственной цепочки.

3.2. Токпроводящее покрытие с переменным удельным поверхностным сопротивлением

Электрообогреваемое изделие остекления может иметь сложную геометрическую форму и криволинейную поверхность, такую как стекло штурмана самолета Ил-76 (рисунок 28). В этом случае, при равномерном нанесении покрытия на поверхность стекла получаем неоднородную по температуре поверхность изделия (см рисунок 12). В связи с этим, необходимо получение ТПП разной толщины и, соответственно, с разными значениями удельного поверхностного сопротивления для получения равномерного температурного поля.

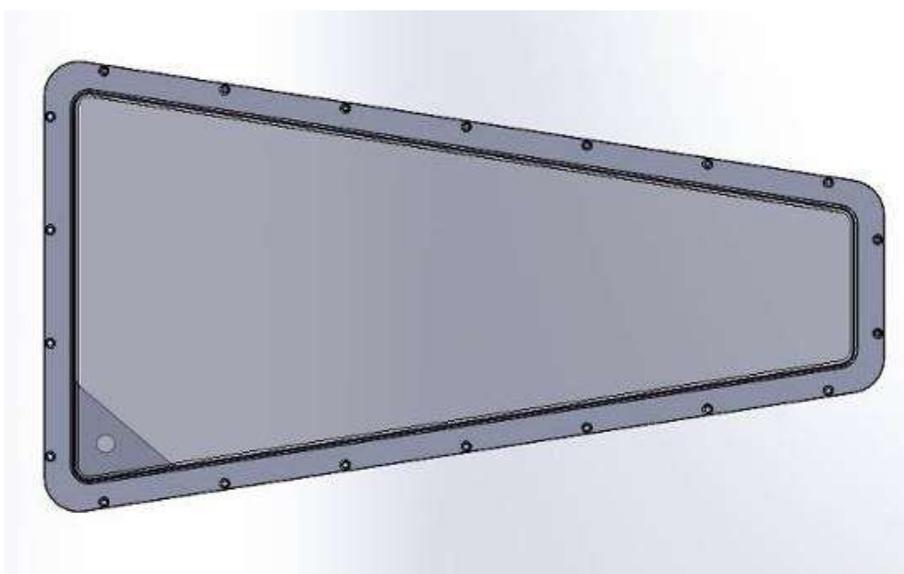


Рисунок 28 – Стекло штурмана переднее нижнее самолета ИЛ-76 (ТСК 079М.04.000, габаритные размеры 690x380x40 мм)

На рисунке 29 приведен пример расчета удельного поверхностного сопротивления покрытия для обеспечения равномерности нагрева по трем секциям стекла штурмана (общие сопротивления секций равны).

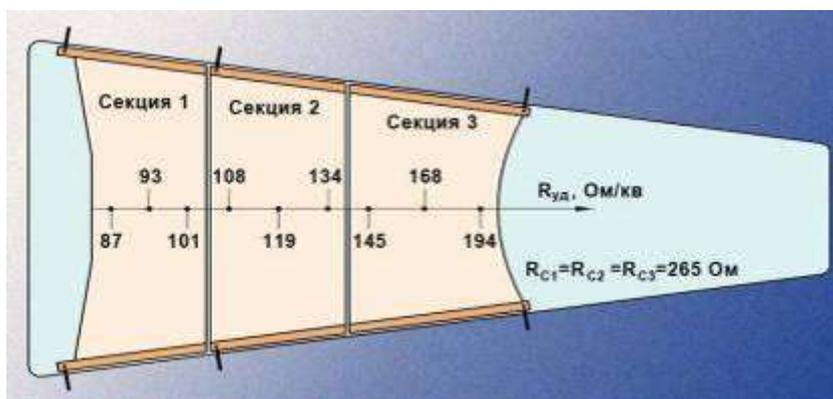


Рисунок 29 – Схема распределения удельного поверхностного сопротивления изделия ТПП на стекле штурмана Ил-76

Получение на стекле электропроводящего покрытия с переменным удельным поверхностным сопротивлением представляет собой нетривиальную задачу. Для ее решения был использован метод модифицирования покрытия из диоксида олова бомбардировкой ионами аргона со средней энергии 1500-1700 эВ и давления $(2-3) \cdot 10^{-2}$ Па.

Установлено, что ионная бомбардировка приводит к уменьшению толщины оксидно-оловянного покрытия и увеличению его удельного поверхностного сопротивления. Использование ионного источника с анодным слоем при высоковольтном режиме позволяет рассчитать количество воздействий коллимированного пучка ионов аргона на поверхность покрытия из двуоксида олова, исходя из заданных значений удельного электросопротивления. При разнице значений удельного сопротивления нанесенного покрытия и заданной величины ≤ 4 Ом/м используется средняя энергия ионов аргона 1500 эВ, а при разнице значений ≥ 6 Ом/м – 1700 эВ. Количество оборотов изделия вокруг ионного источника рассчитывают исходя из величины прироста удельного электросопротивления за один проход над источником. На рисунке 30 показано

распределение температурных полей на изделии с оксидно-оловянным покрытием до и после модифицирования поверхности.

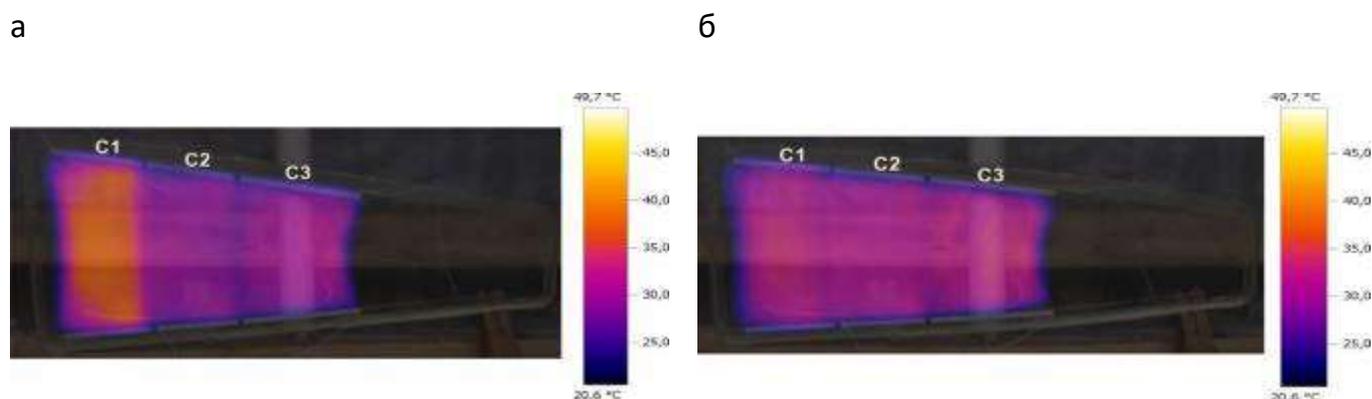


Рисунок 30 – Распределение температурного поля по поверхности трех секций в изделии с оксидно-оловянным покрытием, параметры секции 1:

- а) до модифицирования, $\rho_1 = 77 - 91 \text{ Ом/м}$, $R_{c1}=225 \text{ Ом}$;
- б) после модифицирования $\rho_1 = 87 - 101 \text{ Ом/м}$, $R_{c1}=265 \text{ Ом}$)

Использование разработанной методики модифицирования поверхности криволинейных электрообогреваемых стёкол позволяет увеличить выход годных изделий путем точной корректировки величины и разброса значений поверхностного сопротивления по их поверхности. Это приводит к повышению качества выпускаемой продукции, снижению количества бракованных изделий, затрат на их утилизацию и переработку, а, в конечном счете, на себестоимость продукции [Пат. 2443646 Российская Федерация].

3.3. Формирование зоны обогрева и изоляция края стекла (удаление оксидных пленок с поверхности стекла)

Технология изготовления электрообогреваемого изделия остекления транспортных средств, предусматривает полное покрытие токопроводящим слоем одной из поверхностей стекла. Однако, при сборке готового изделия возникает необходимость частичного удаления токопроводящего слоя с целью формирования зоны обогрева и обеспечения электроизоляции края стекла (рисунок 31).

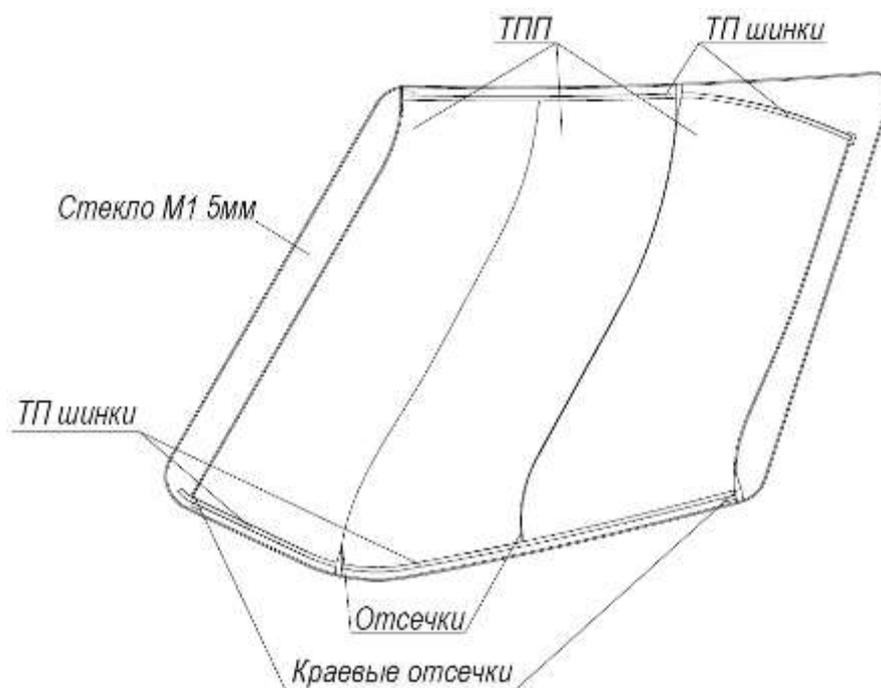


Рисунок 31 – Схема расположения электрообогревного элемента токопроводящего покрытия и токопроводящих шинок на поверхности стекла

Классическим методом удаления покрытия является его травление соляной кислотой, смешанной с цинковым порошком. Основные недостатки этого способа - низкая производительность, экологическая опасность, необходимость утилизации вредных продуктов. В качестве альтернативы был опробован метод удаления тонкопленочного покрытия с использованием иттербиевого импульсного волоконного лазерного комплекса ЛТК (рисунок 32-33) с длиной волны 1060 нм, средней мощностью пучка 20-30 Вт и длительностью импульса 70-90 нс (см. главу 2 работы).

Электроизоляция краёв стеклоизделия проводится в данной работе удалением токопроводящей пленки путем абляции электропроводящего покрытия без разрушения стекла за счет воздействия сфокусированного импульсного лазерного излучения. Лазер позволяет сочетать высокую скорость работы и точность нанесения отсечек. Отсечка – это полоса чистого стекла (без ТПП), сформированная при удалении покрытия с поверхности стекла. Ширина полосы может быть разной (от 0.05 мм и до нескольких миллиметров), в зависимости от

требований конструкторской документации. Минимальная ширина отсечки (0.05 мм) позволяет выдерживать напряжение пробоя 600 В. [64].

В результате воздействия лазера с мощностью излучения $(20 - 30) \cdot 10^{-3}$ Вт/мм² при диаметре нагрева не менее 20 мкм происходит выгорание и оксидно-оловянного и оксидно-иттриевого покрытия, при этом, локальный разогрев стекла не создает разрушающих напряжений. Повышение мощности лазерного излучения на 10% и более позволяет удалить покрытие, но при этом приводит к возникновению дефектов на поверхности образца. Опробованная технология позволяет получить краевую зону – отсечку, свободную от покрытия, шириной не более 0,05 мм, способную выдерживать напряжение пробоя 600 В, что удовлетворяет требованиям к электроизоляционным свойствам краевой зоны изделия.



Рисунок 32 – Лазерный технологический комплекс (общий вид)

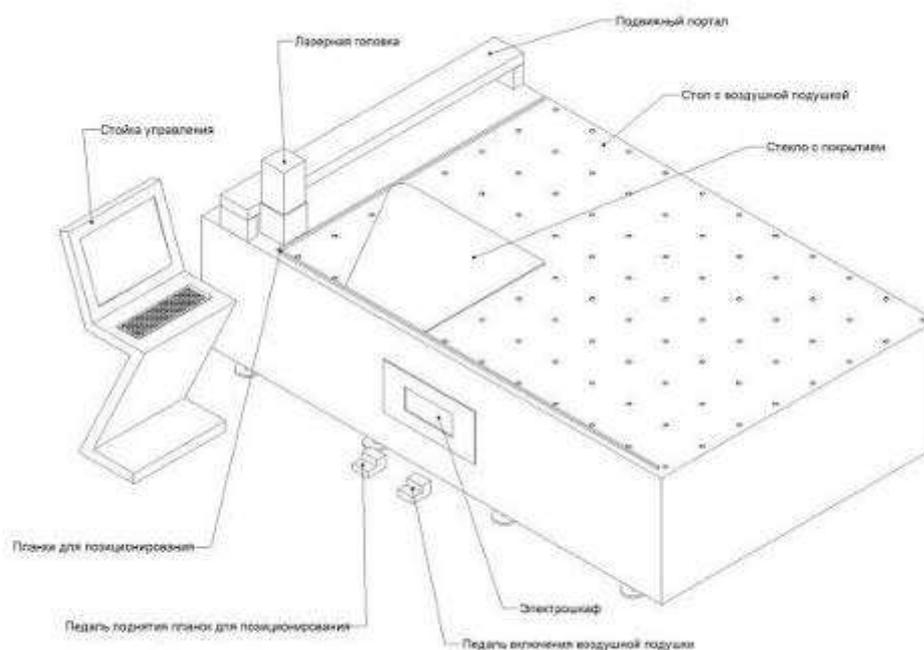


Рисунок 33 – Схема лазерного технологического комплекса

В целом, опробованная технология экологичнее традиционной, и позволяет в разы сократить время формирования свободной от покрытия краевой зоны, без нанесения видимого ущерба самому изделию.

Для оценки влияния лазерной обработки на прочность изделия было проведено сравнительное исследование механических свойств стекол, у которых оксидно-оловянное покрытие удаляли методами травления кислотой (первая серия, 10 образцов), механической обработкой (вторая серия, 10 образцов) и лазерным излучением (третья серия, 10 образцов). Еще одна серия (четвертая серия, 19 образцов) состояла из стекол, у которых покрытие не удаляли (см. методическую часть).

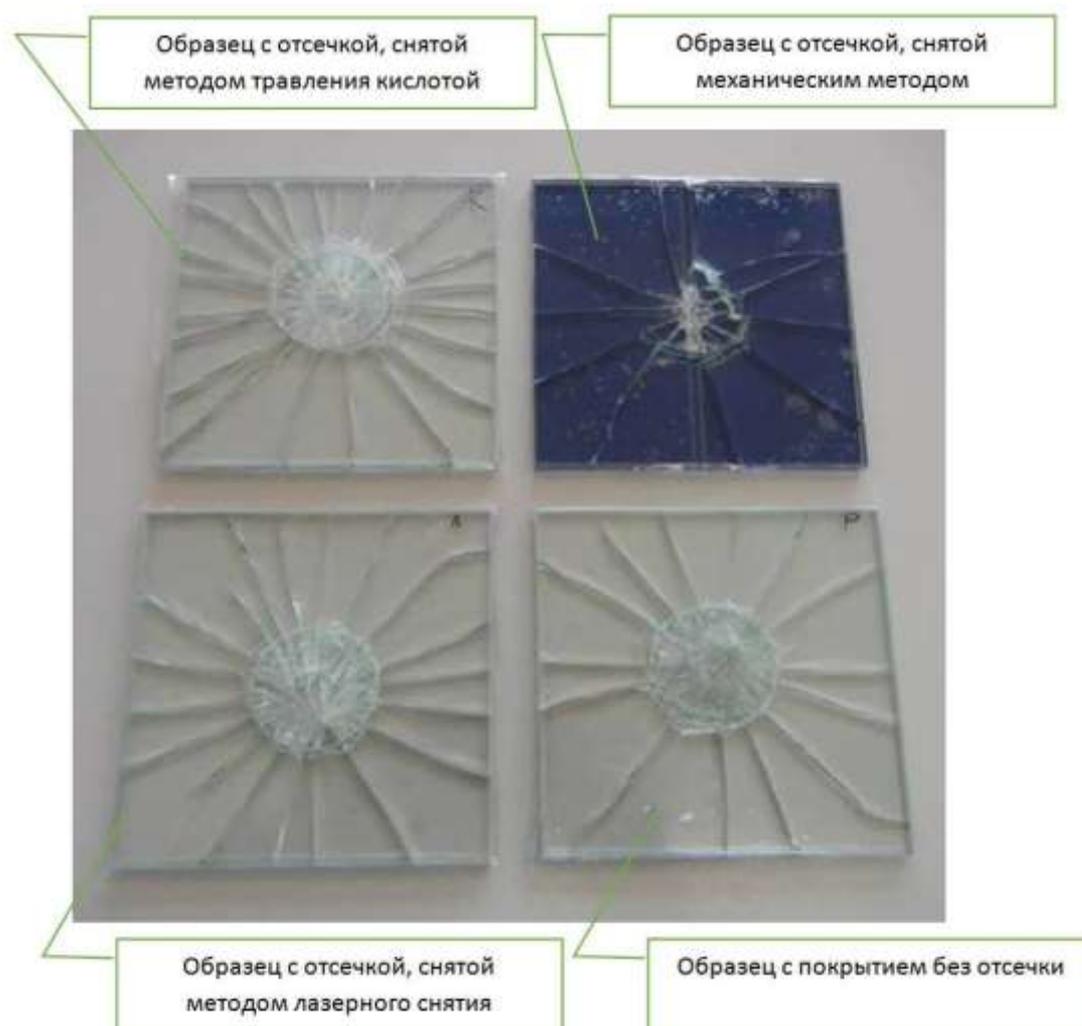


Рисунок 34 – Внешний вид стекол с частично удаленным покрытием после определения прочности методом статического ЦСИ (методика глава 2.5)

На рисунке 34 представлен внешний вид образцов стекол, с частично удаленным покрытием, после испытаний на прочность (Приложение 1 протоколы №№ 230 от 02.03.2012). Видно, что характер разрушений стекол одинаков, линии разрушения идут от центра приложения нагрузки к краю, количество трещин зависит от способа повреждения поверхности.

Визуальная оценка разрушения образцов хорошо согласуется с результатами расчета прочности и статической обработки стекол, представленными в таблице 7.

Таблица 7 – Прочность образцов при центрально-симметричном изгибе после удаления токопроводящего покрытия

Параметры	Способ снятия ТПП			
	Стекло с ТПП	травление	механическая обработка	лазерное излучение
σ_{\min} , МПа	77,4	93,2	57,0	108,3
$\sigma_{\text{ср}}$, МПа	149,8	166,1	67,0	161,9
σ_{\max} , МПа	372,3	270,2	75,3	236,8
Коэффициент вариации v , %	47,4	40	8	25,6
Среднее квадратичное отклонение S , МПа, (доверительный интервал - 95%)	34,2	47,5	3,8	29,7

Видно, что прочность образцов зависит от способа повреждения поверхности при снятии токопроводящего покрытия. Исходное стекло с покрытием дает среднее значение прочности, характерное для листового стекла, упрочненного методом закалки, стекло с механически повреждением поверхности обладает прочностью, величина которой ниже, чем у свежеработанных листовых стекол. Для стекол, у которых покрытие удаляли методами химической и лазерной обработки, величины средней прочности близки и выше, чем у механически поврежденного и исходного стекол (см. рисунок 35). При этом разброс значений прочности так же зависит от способа удаления покрытия, и, по мере возрастания разброса, они выстраиваются в следующей последовательности: стекло с механическим повреждением → стекло после лазерной обработки → исходное стекло → образцов после химического травления.

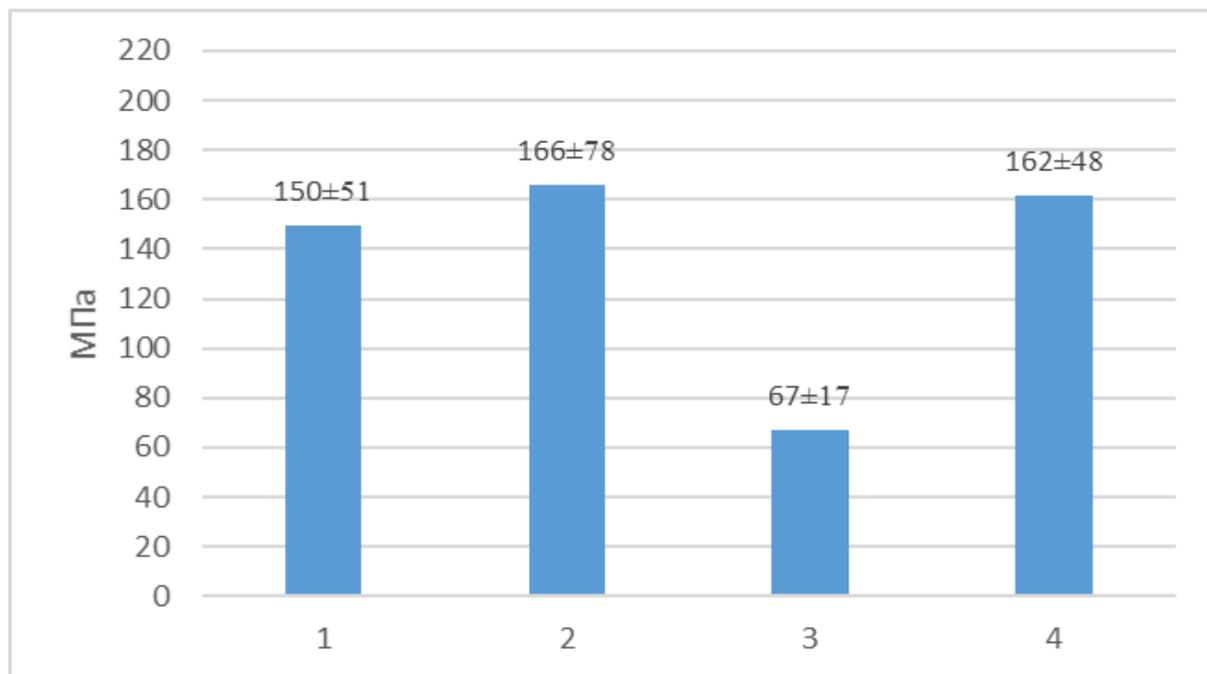


Рисунок 35 – Прочность стекол с оксидно-оловянным покрытием, где: 1- исходное, 2- удаление ТПП химическим травлением, 3 - удаление ТПП механической обработкой, 4 – удаление ТПП лазерной обработкой

Полученные результаты коррелируют с процессами, происходящими на поверхности стекла при удалении покрытия. В поверхностном слое исходного стекла существуют дефекты, возникшие в процессе его изготовления, статистическое распределение которых зависит от способа производства. На его поверхности есть области с высоким содержанием дефектов и практически бездефектные, что и является причиной среднего столь большой разницей между максимальным и минимальным значениями прочности. При механическом повреждении поверхности методом шлифования частично снят трещиноватый слой, абразивным материалом нанесены дефекты, более глубокие, чем у поверхностного слоя, что и приводит к столь заметному снижению величины прочности и незначительной разнице между минимумом и максимумом. При химическом травлении протекают процессы частичного растворения поверхностного слоя стекла, выравнивание и разъедание трещин и залечивание дефектов осажденными продуктами реакции растворения. Что, соответственно приводит к улучшению качества поверхности и повышению прочностных

характеристик изделия в целом. Те же процессы – выравнивания поверхности и залечивания трещин, протекают и при лазерной обработке за счет частичного испарения неровностей и текучести локально разогретой поверхности. Мы видим, что значения прочности химически и термически обработанных образцов близки, при этом разброс значений после лазерной обработки меньше.

Таким образом, результаты проведенного исследования показали, что лазерная технология удаления токопроводящего слоя с краевой поверхности электрообогреваемых транспортных изделий остекления позволяет сохранить необходимый уровень прочности изделий, а по производительности и экологичности имеет явное преимущество перед традиционно используемыми способами.

3.4. Формирование токоведущих шинок на ТПП и исследование их свойств

Токопроводящее покрытие на поверхности стекла обладает хорошей электропроводностью, но для подачи к нему питания необходимы токоподводы равномерного распределения напряжения. Это специальные контакты (шинки), которые наносят по краям поверхности обогрева, толщина которых больше толщины токопроводящей пленки. В состав шинок входят компоненты с высокой электропроводностью, такие как серебро, медь, алюминий и другие металлы. Для их нанесения используют традиционные способы нанесения покрытий на поверхность стекла. При выборе способа, кроме удобства и качества нанесения покрытия, следует учитывать необходимость точной геометрии и однородности токопровода.

Сравнительное исследование свойств токопроводящих шинок проводили на образцах, изготовленных аэрозольным и газодинамическим методами. Методика аэрозольного способа описана в главе 3.3, с ее помощью были получены образцы для определения их адгезионных характеристик и электрических свойств.

Для нанесения медно – алюминиевых шинок была разработана схема газодинамического нанесения (рисунок 36) и собрана экспериментальная установка (рисунок 37).

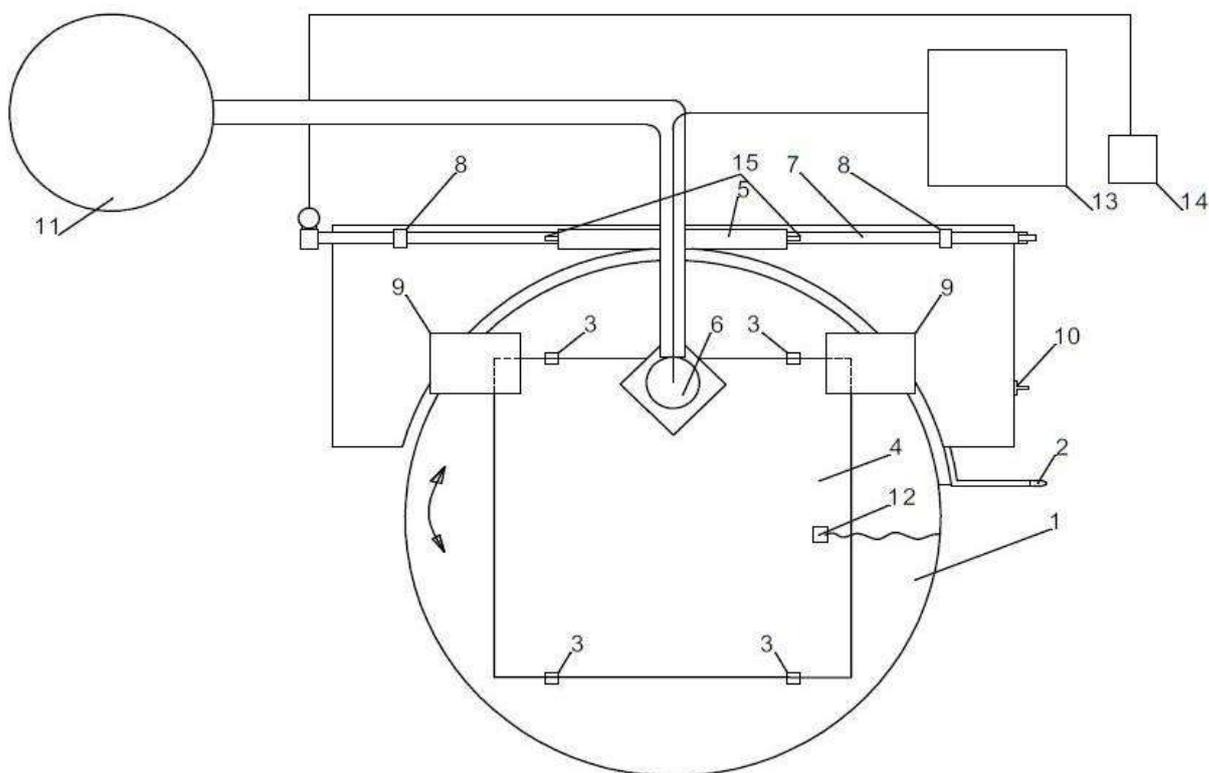


Рисунок 36 – Схема экспериментальной установки для нанесения порошковых материалов на стекло газодинамическим методом, где: 1 – поворотная часть стола, 2 – фиксатор, 3 – упоры резиновые, 4 – стекло с нанесённым ЭПП, 5 – каретка, 6 – напылитель, 7 – труба для перемещения каретки с распылителем, 8 – кольцо, 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



Рисунок 37 – Внешний вид установки нанесения шинок на стекло газодинамическим методом

Покрyтия из порошковых смесей на основе алюминия и цинка (марки А-20-10) и меди и цинка (марки С-03-10) наносили на поверхность стекол с токопроводящим покрытием и варьировали состав покрытия, его толщину и площадь нанесения.

Оценку качества нанесения токопроводящих шинок, проводили путем определения их адгезионных свойств к стеклу и поливинилбутиральной (ПВБ) пленке «Сафлекс» марки Rb. Испытания проводили методом постепенного наращивания нагрузки (см. методическую часть, глава 2.5) со скоростью перемещения подвижного захвата 10 мм/мин до разрушения клеевого соединения (таблица 8).

Таблица 8 – Визуальная оценка разрушения образцов с шинками, нанесенными аэрозольным и газодинамическим методами

силикатно-серебряное покрытие, толщина от 0,01 до 0,02 мм	покрытие А-20-10, толщина от 0,045 до 0,055 мм	покрытие А-20-10 толщина >0,055 мм	покрытие А-20-10 толщина 0,045-0,055 мм + С-03-10 толщина 0,075 – 0,085 мм
			

Как видно из таблицы, во всех случаях наблюдаем разрушение образца по стеклу с шинкой в месте склейки. При этом разрушающая нагрузка для каждой серии образцов существенно различалась (Приложение 2 протоколы от 15.04.2011). Результаты расчетов работы адгезии и разрушающей нагрузки (см. таблицу 9).

Таблица 9 – Результаты расчета работы адгезии склеивающих материалов к стеклу и токопроводящим шинкам, нанесенным аэрозольным (А) и газодинамическим (Г) методами

Номер образца	метод/толщина шинки	Адгезия, кгс/см ²	Доверительный интервал, кгс/см ²	Средняя нагрузка, кгс
1	А/0,01 – 0,02 мм	155	± 16	619
2	Г/0,045 - 0,055 мм	100	± 30	398
3	Г/>0,055 мм	74	± 37	295
4	Г/0,045-0,055 мм + 0,075 – 0,085 мм	105	± 13	418

Полученные результаты свидетельствуют о том, что метод нанесения шинки оказывает существенное влияние на прочность электрообогреваемой конструкции транспортного остекления. С точки зрения общих требований к работе адгезии для изделий транспортного остекления, которая не должна быть менее 90 кгс/см² (для авиации) образцы 1, 2 и 4 удовлетворяют необходимым

требованиям. При этом наилучшие показатели по величине работы адгезии наблюдаются у серии образцов с силикатно-серебряной пастой, что объясняет долговременность использования таких шинок в промышленных изделиях.

Для образцов, полученных газодинамическим методом, выявлены два параметра, влияющие на адгезию – толщина и состав шинки. Так в образцах серии 3 с толщиной более 0,055 мм минимальное значение величины адгезии, по-видимому, связано со снижением прочности связи между частицами алюминия, при превышении толщины 0,055 мм. Образцы с толщиной слоя алюминия в пределах 0,045 - 0,055 мм удовлетворяют требованиям, предъявляемым к его прочности сцепления с подложкой, однако этой толщины недостаточно, чтобы обеспечить прохождение необходимой величины тока при подаче питания к электронагревательному элементу. Образцы с двуслойными шинками, где толщиной слоя алюминия в пределах 0,045 - 0,055 мм, а меди - 0,075 – 0,085 мм обладают необходимой прочностью сцепления, а суммарная толщина шины составляет 0,12 – 0,14 мм, что вполне достаточно для пропускания тока до 10-15 А при ширине шины $5 \pm 0,5$ мм. К тому же припаивание тоководных контактов к слою меди не требует применения специальных флюсов в отличие от алюминия.

Таким образом, наибольшая прочность склейки наблюдается у образцов с силикатно-серебряной шинкой, несколько ниже у изделий с двуслойным покрытием, нанесенным газодинамическим методом, и еще ниже у изделия с однослойным покрытием толщиной более 0,055 мм.

Измерение прочности методом центрально-симметричного изгиба проводилось по методике ПМ 596.963 (см. методическую часть, глава 3.5).

Для проведения эксперимента были изготовлены образцы следующего вида (см. рисунок 38).

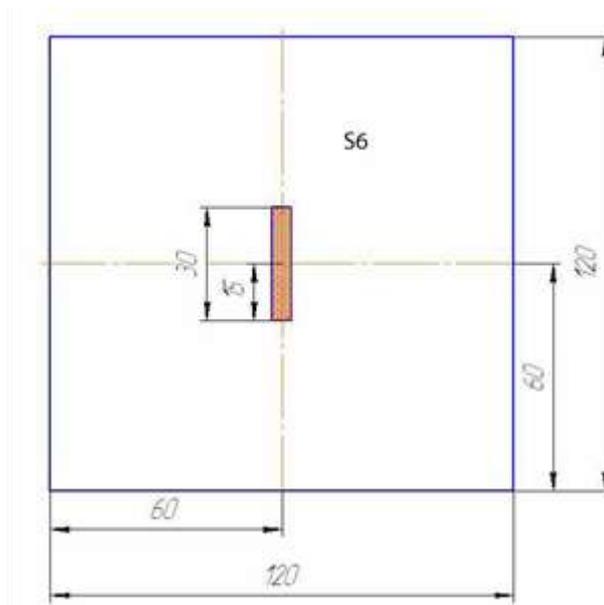


Рисунок 38 – Эскиз образца для определения прочности методом статического центрально-симметричного изгиба

Испытания проводили путем постепенного наращивания нагрузки со скоростью перемещения подвижной траверсы, равной 4 мм/мин вплоть до разрушения образца. Результаты испытаний представлены на рисунке 39.

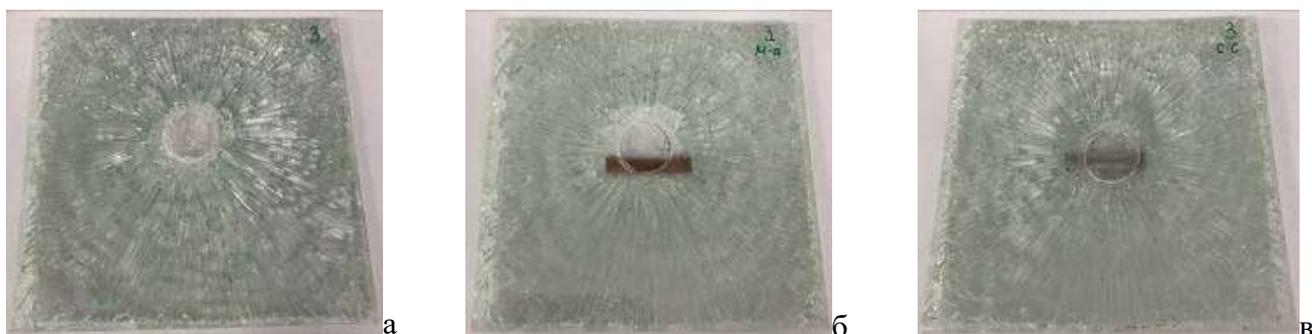


Рисунок 39 – Образцы после испытаний методом статического ЦСИ (общий вид): а - закалённое стекло, б - закалённое стекло с медно-алюминиевой шинкой, в - закалённое стекло с силикатно-серебряной шинкой

Визуальная оценка картины разрушения образцов хорошо согласуется с результатами расчета прочности и статистической обработки образцов стекол, представленными в таблице 10.

Таблица 10 – Прочность при центрально-симметричном изгибе

№ образца, i		Без шинок, σ_i , кгс/мм ²	Si-Ag, σ_i , кгс/мм ²	Cu-Al, σ_i , кгс/мм ²
1		39,80	15,10	20,20
2		34,70	11,40	36,60
3		28,90	21,40	31,80
4		23,70	17,90	20,30
5		25,80	24,20	15,60
6		20,20	23,20	24,60
7		29,30	22,70	16,40
8		27,00	21,20	19,90
9		20,90	21,80	21,90
10		27,00	19,60	28,70
11		22,90		
12		25,20		
13		20,40		
14		27,50		
	σ_{\min} , кгс/мм ²	20,2	11,4	15,6
	$\sigma_{\text{ср}}$, кгс/мм ²	26,7	19,9	23,6
	σ_{\max} , кгс/мм ²	39,8	24,2	36,6
	СКО	5,5	4,0	6,8
	Коэффициент вариации v, %	20,5	20,2	28,9
	Среднее квадратичное отклонение S, кгс/мм ² , (доверительный интервал - 95%)	3,2	2,9	4,9

Результаты определения прочности при статическом центрально-симметричном изгибе (Приложение 3 протоколы испытаний №№ 19-М-20-1, 19-М-20-2 и 19-М-20-3 от 30.01.2019) показали, что среднее значение прочности образцов с медно-алюминиевыми ($\sigma_{\text{ср,Cu-Al}} = 23,6 \text{ кгс/мм}^2$), выше, чем у образцов с силикатно-серебряными шинками ($\sigma_{\text{ср,Si-Ag}} = 19,9 \text{ кгс/мм}^2$), однако несколько ниже, чем у стекла без шинок $\sigma_{\text{ср}} = 26,7 \text{ кгс/мм}^2$, (рисунок 40).



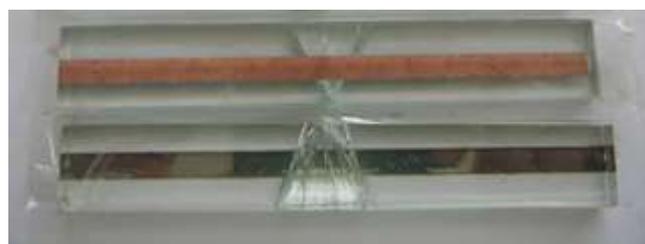
Рисунок 40 – Прочность при статическом центрально-симметричном изгибе стекол с оксидно-оловянным покрытием, где: 1 – исходное стекло без шинки, 2 - с силикатно-серебреными шинками, 3 - с медно-алюминиевыми шинками

Сопоставляя полученные результаты, видим, что шинки, нанесенные газодинамическим методом, привели к снижению прочности стекла приблизительно на 12%, но в сравнении с силикатно-серебреными материалами улучшили этот показатель в два раза.

По результатам протоколов испытаний прочности образцов при трехточечном поперечном изгибе (Приложение 4 протоколы испытаний №№ 219 и 220 от 05.05.2011) мы видим, что средние значения у образцов с медно-алюминиевыми шинками ($y_{ТПИ, Cu-Al} = 68 \pm 5$ МПа) и образцов стекла без шинок ($y_{ТПИ} = 68 \pm 38$ МПа) практически равны (рисунок 41).



образцы стекла без шинок



образцы стекла с медно-алюминиевыми шинками

Рисунок 41 – Разрушенные образцы при испытаниях на прочность методом статического трехточечного поперечного изгиба (ТПИ) (общий вид)

Следовательно, метод нанесения шинки не оказывает существенного влияния на прочность стекла. Однако, газодинамический метод обеспечивает более высокое качество шинки, а именно плотность расположения частиц, точность геометрических размеров, что приводит к повышению стабильности ее эксплуатационных характеристик и в целом изделия с электрообогревом.

Токопроводящие свойства силикатно-серебряных и медно-алюминиевых шинок

Эффективность работы плёночного ЭНЭ определяется величиной сопротивления токопроводящих шинок. Главным критерием оценки работы токоподводов является значение удельного поверхностного сопротивления. В таблице представлены результаты определения удельного поверхностного сопротивления образцов с шинками, обладающими лучшими показателями прочности сцепления с подложкой. Это образцы с силикатно-серебряными шинками, нанесенными методом спекания, и медно-алюминиевыми, нанесенными газодинамическим методом (см. методическую часть, глава 2.3).

Таблица 11 – Удельное поверхностное сопротивление силикатно-серебряной и медно-алюминиевой шинок

Состав шинки	Удельное поверхностное сопротивление, Ом·10 ⁻³					
	1	2	3	4	5	Среднее значение
силикатно-серебряная	4,15	4,20	4,30	4,24	4,40	4,26±0,12
медно-алюминиевая	0,91	0,92	0,88	0,88	0,91	0,9±0,02

Анализируя полученные значения удельного поверхностного электросопротивления, видим, что проводимость медно-алюминиевых шинок гораздо выше, чем у силикатно-серебряных. То есть, применение медно-алюминиевых шинок, получаемых газодинамическим методом, в

электронагревательном элементе (ЭНЭ) не только может заменить силикатно-серебряные шинки, но и расширить возможности разработки и изготовления новых электронагревательных элементов. Применение новой технологии и новых материалов дает возможность изготовления крупногабаритных ИКО с шинками во всю длину ЭНЭ, сопротивление шинок по длине растет незначительно, следовательно, не будет происходить ненужный перегрев изделия в зоне шинок при подаче питания к электронагревательному элементу.

Использование газодинамического метода нанесения шинок в серийном производстве показало, что он обладает рядом преимуществ по сравнению с традиционными методами [Пат. 2391304 Российская Федерация]:

- покрытие наносится в воздушной атмосфере при нормальном давлении, при этом значения температуры и влажности атмосферного воздуха строго не регламентируются;
- возможно нанесение различных типов покрытий простых и сложных составов, а также многокомпонентных покрытий с переменным содержанием компонентов по его толщине;
- покрываемое изделие не требует предварительного подогрева, тепловое воздействие на покрываемое изделие в процессе нанесения покрытия незначительно;
- поток напыляемых частиц является узконаправленным и имеет небольшое поперечное сечение; это позволяет, в отличие от традиционных газотермических методов напыления, наносить покрытия на локальные (с четкими границами) участки поверхности изделий;
- оборудование отличается компактностью, мобильностью, технически доступно практически для любого промышленного предприятия, может встраиваться в автоматизированные линии, не требует высококвалифицированного персонала для своей эксплуатации;
- технология нанесения покрытий экологически безопасна (отсутствуют высокие температуры, опасные газы и излучения, нет химически агрессивных отходов, требующих специальной нейтрализации);

- путем простой смены технологического режима оборудование позволяет проводить микроэрозионную (струйно-абразивную) обработку поверхностей для последующего нанесения покрытий или достижения декоративного эффекта.

3.5. Нанесение токопроводящих шин на органическое стекло гальваническим способом и исследование их характеристик.

Тенденция создания сверхлегких и прочных электрообогреваемых стекол для транспортного остекления предусматривает использование полимерных стекол (полиметилметакрилатных, поликарбонатных). 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.

Для проведения экспериментальных работ был разработан и смонтирован вакуумно-гальванический стенд (схема нанесения шинок – рисунок 17, стенд – рисунок 42).



Рисунок 42 – Вакуумно-гальванический стенд

В качестве электропроводящего раствора используется раствор медного купороса, а материалом ванны служит пластиковый материал «Виксинт». Получаемый слой (толщина) шинки составляла примерно 0,015 мм. Поэтому, с целью повышения проводящей способности шинки, к ней с помощью серебрясодержащей пасты приклеивалась лента медной фольги толщиной 0,1 мм.

В ходе работы на образцах были отработаны приемы и методы нанесения шинки необходимой длины и ширины путем дозированной подачи электролита. Обработка проводилась на опытных изделиях ОТИ 1994 (рисунок 43) представляющих собой органо-органическую композицию.

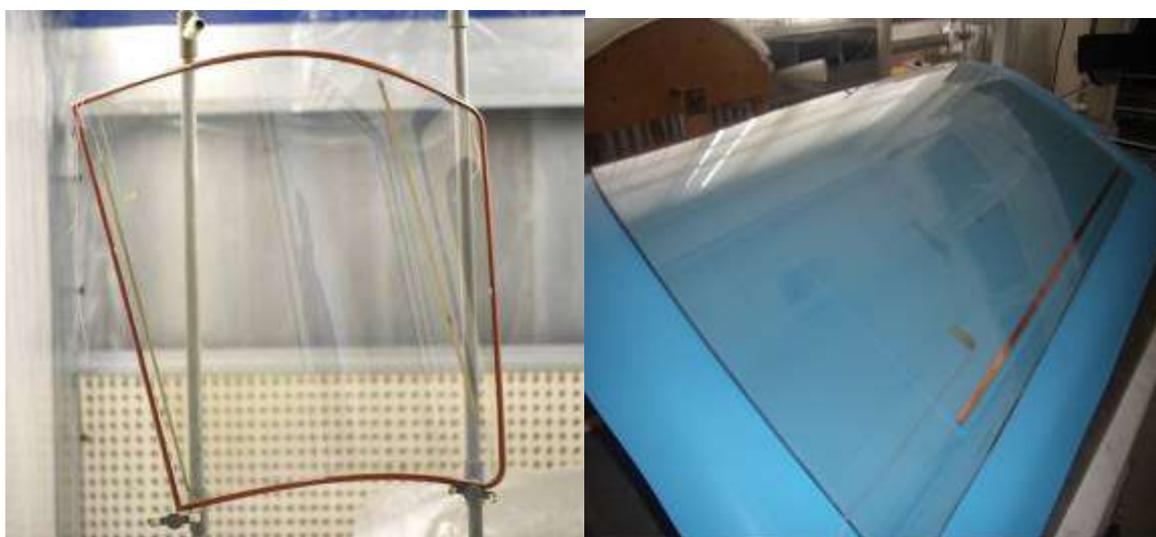


Рисунок 43 – Органо-органический триплекс с шинками, нанесенными гальваническим способом

Работоспособность системы электрообогрева проверялась после предварительно проведенных климатических испытаний путем подсоединения источника питания к токопроводящим шинкам. Проверка проводилась в диапазоне напряжений от 1 до 100 В. Проведенные исследования равномерности нагрева с использованием тепловизора «Testo 875-1» показали равномерность температурного поля на поверхности стекла и отсутствие местного перегрева в районе расположения шинок (рисунок 44).

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 резко отрывался. Результаты показали хорошую адгезию (Балл 1₁ (края надрезов гладкие) по Таблице 2 ГОСТ 15140-78).

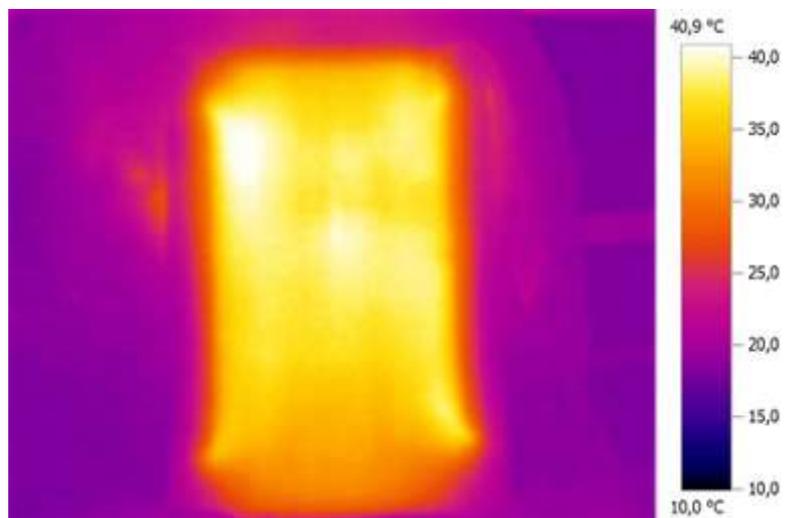


Рисунок 44 – распределение температурных полей в зоне обогрева опытного изделия ОТИ 1994

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].

3.6 Технологическая линия изготовления многослойных стекол с функцией электрообогрева для транспортного остекления.

Комплексное исследование способов нанесения и свойств прозрачных электропроводящих покрытий, токопроводящих шинок, 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 45) изготовления электрообогреваемого изделия остекления представлены основные этапы для стандартной и модифицированных линий производства изделий транспортного остекления с электроподогревом.

Технологическую схему можно разделить на три крупных этапа. На первом из листового (или органического) стекла вырезают заготовки для будущего стеклопакета и обрабатывают их края. На втором, на стекло наносят ТПП и токопроводящие элементами. На третьем собирают электрообогреваемый стеклопакет – изделие транспортного 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.

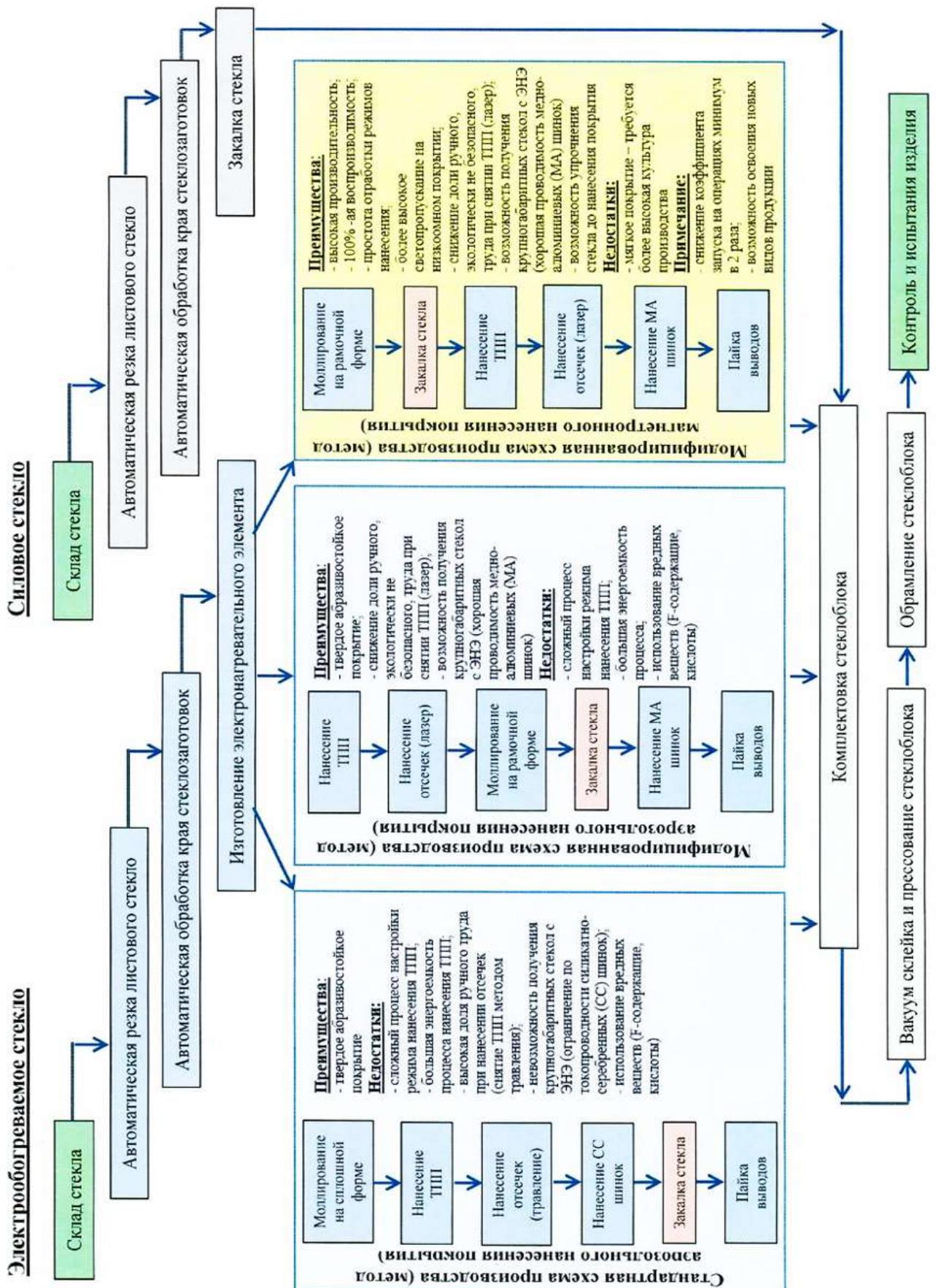


Рисунок 45 – Технологическая схема изготовления электрообогреваемого изделия остекления

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 шин на поверхность силикатного стекла газодинамическим методом, позволяющая исключить перегрев изделия в зоне шин при подаче питания к электронагревательному элементу.

Исследование составов, режимов нанесения медно-алюминиевых шин, их электрических и механических свойств показало, что электропроводность шин 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 шин 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 шин, 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 литературы

1. Конструкционная оптика / М. А. Артюхина, С. Р. Бекмухамедова, В. А. Брест [и др.]; Под ред. В. Ф. Солинова – Москва : АБ «Интер», 2017. – 284 с. : а-ил / АО «РТ – Химические технологии и композиционные материалы» и АО «Научно-исследовательский институт технического стекла». – ISBN 978-5-00077-586-8.
2. НБ ЖТ ЦТ-ЦЛ 135-2003 Изделия остекления безопасные подвижного состава железных дорог. Высокопрочные стекла кабины машиниста тягового и моторвагонного подвижного состава : Нормы безопасности на железнодорожном транспорте : дата введения 2003-06-27 / ГУП ВНИИЖТ МПС России. – Изд. официальное. – Москва : Нормы безопасности, 2003.
3. РИАТ. Испытания изделий авиационного остекления. Вып. 20. Определение характеристик изделий авиационного остекления из силикатного стекла : Руководство по испытаниям авиационной техники [Текст] : Утверждено Заместителем командира в/ч 15650 25 декабря 1969 г. [и др.]. / Войсковая часть 15656. Предприятие почт. ящик А-7727. Предприятие почт. ящик В-8759. — Москва : [б. и.], Ч. 4. — 1971. — 122 с. — 23 см.
4. Машкович М. Д. Электрические свойства неорганических диэлектриков в диапазоне СВЧ / М. Д. Машкович. – Москва : Советское радио, 1969. – 237 с.
5. Диэлектрические свойства промышленных неорганических стекол и стеклокристаллических материалов в субмиллиметровом диапазоне волн / В. П. Быстров, Ю. Г. Гончаров, Г. В. Козлов, В. Н. Сигаев, Э. Н. Смелянская. – Москва, 1990. – Т. 16 : Физика и химия стекла, №3 – С. 397-401.
6. Сигаев В. Н. Диэлектрические свойства стекол и ситаллов. / В. Н. Сигаев, Е. В. Лопатина. Учебное пособие – Москва : РХТУ им. Д.И. Менделеева, 2013. – 47 с.
7. Технология стекла: Справочные материалы / ред. П. Д. Саркисов, В. Е. Маневич, В. Ф. Солинов, К. Ю. Субботин. – Москва : ИПК «Чувашия», 2012. – 647 с.

8. Afre R. A. Transparent conducting oxide films for various applications / R. A. Afre, N. Sharma, M. Sharon // A review. Reviews on advanced materials science. – 2018. – 53(1) – P. 79-89.
9. Castañeda L. Present Status of the Development and Application of Transparent Conductors Oxide Thin Solid Films / L. Castañeda, D. S. Ginley, C. Bright. // Materials Sciences and Applications MRS Bull. – 2011. – No. 2. – P. 1233-1242.
10. Gordon R. G. Criteria for Choosing Transparent Conductors / R. G. Gordon // Materials Research Society 2000 MRS Bull. – 2000. – Volume 25, Issue 08, August. – P. 52-57.
11. Hamberg I. Evaporated Sn-doped In_2O_3 films: Basic optical properties and applications to energy-efficient windows / I. Hamberg and C. G. Granqvist // Physics Department, Chalmers University of Technology. – Sweden 6 August 1986. J. Appl. Phys. 60.
12. Granqvist C. G. Transparent conductors as solar energy materials: A panoramic review / C. G. Granqvist // Solar Energy Materials and Solar Cells. – 2007. – Volume 91, Issue 17, 15 October. – P. 1529–1598.
13. Minami T. Transparent conducting oxide semiconductors for transparent electrodes / T. Minami // Semicond. Sci. Technol. – 2005. – No. 20. – P. 35.
14. Bädeker K. Über die elektrische Leitfähigkeit und die thermoelektrische Kraft einiger Schwermetallverbindungen / K. Bädeker // Annalen Der Physik. – 1907. Vol. 22, No. 4, March. – P. 749-766.
15. Haacke G. Transparent Conducting Coatings / G. Haacke, // Annual Review of Materials Science. – 1977. – Vol. 7, August. – P. 73-93.
16. Shannon R. D. Single Crystal Synthesis and Electrical Properties of CdSnO_3 , Cd_2SnO_4 , In_2TeO_6 and CdIn_2O_4 / R. D. Shannon, J. L. Gilson and R. J. Bouchard // Journal of Physics and Chemistry of Solid. – 1977. – Vol. 38, No. 8, September. – P. 877-881.
17. Kawazoe H. Generation of Electron Carriers in Insulating Thin Film of MgIn_2O_4 Spinel by Li^+ Implantation / H. Kawazoe, N. Ueda, H. Un'no, T. Omata, H.

Hosono and H. Tanoue, // Journal of Physics. – 1994. – Vol. 76, December. - P. 7935-7941.

18. Cava R. J. A New Transparent Conducting Oxide / R. J. Cava, J. M. Phillips, J. Kwo, G. A. Thomas, R. B. van Dover, S. A. Carter, J. J. rajewski, W. F. Peck Jr., J. H. Marshall and D. H. Rapkine // Applied Physics Letters. – 1994. – Vol. 64, No. 16, April. – P. 2071-2072.

19. Minami T. New n-Type Transparent Conducting Oxides / T. Minami // Materials Research ulletin. – 2000. – Vol. 25, No. 8, January. – P. 38-44.

20. Chopra K. L. Transparent conductors – a status review / K. L. Chopra, S. Majoz, D. K. Pandya // Thin Solid Films. – 1983. – Vol. 102. – P. 1-46.

21. Mitzuhashi M. Electrical properties of vacuum deposited indium oxide and indium tin oxide films / M. Mitzuhashi // Thin Solid Films. – 1980. – Vol. 70. – P. 91-100.

22. Лазарев И. Б. Электропроводность окисных систем и пленочных структур / И. Б. Лазарев, В. Г. Краснов, И. С. Шаплыгин – Москва : Наука, 1979. – 168 с.

23. Стефанюк И. В. Влияние условия формирования на каталитические свойства самоочищающихся покрытий / И. В. Стефанюк, В. В. Тавгень, В. Г. Шкадрцова, Е. Л. Олейникова, В. Г. Маркевич, И. Н. Потронникова // Стекло и керамика. – 2003. – №6. – С. 27-29.

24. Batzill M. The surface and materials science of tin oxide / M. Batzill, U. Diebold // Progress in Surface Science. – 2005. – Vol. 79. – P. 47-154.

25. Solieman A. Modeling of optical and electrical properties of In_2O_3 : Sn coatings made by various techniques / A. Solieman, M. A. Aegerten // Thin Solid Films. – 2006. – Vol. 502. – P. 205-211.

26. Stadler A. Transparent Conducting Oxides – An Up-To-Date Overview / A. Stadler // Materials. – 2012. – N 5. – P. 661-683.

27. Thangaraju B. Structural and Electrical Studies on Highly Conducting Spray Deposited Fluorine and Antimony Doped SnO_2 Thin Films from SnCl_2 Precursor / B. Thangaraju // Thin Solid Films. – 2002. – Vol. 402, No. 1, January. – P. 71–78.

28. Shanthi E. Electrical and Optical Properties of Tin Oxide Films Doped with F and (Sb+F) / E. Shanthi, A. Banerjee, V. Dutta and K.L. Chopra // Journal Applied Physics. – 1982. – Vol. 53, No. 3, March. – P. 1615-1621.
29. Marcovitch O. Transparent Conductive Indium Oxide Film Deposited on Low Temperature Substrates by Activated Reactive Evaporation / O. Marcovitch, Z. Klein, I. Lubezky // Applied Optics. – 1989. – Vol.28 (14). – P. 2792.
30. Freeman A. J. Chemical and Thin-Film Strategies for New Transparent Conducting Oxides / A. J. Freeman, K. R. Poeppelmeier, T. Q. Mason, R. P. Chang and T. J. Marks // Journal of Materials Research Society Bullet. – 2000. – Vol. 25, August. – P. 45-51.
31. Minami T. Highly Conductive and Transparent Silicon Doped Zinc Oxide Thin Films Prepared by RF Magnetron Sputtering / T. Minami, H. Sato, H. Nanto, and S. Takata // Japanese Journal of Applied Physics Part 2: Letter. – 1986. – Vol. 25, July – P. L776-L776.
32. Bae J. W. Doped-Fluorine on Electrical and Optical Properties of Tin Oxide Films Grown by Ozone-Assisted Thermal CVD / J. W. Bae, S. W. Lee and G. Y. Yeom // Journal of The Electrochemical Society. – 2007. – Vol. 154, March. – P. D34-D37.124
33. Agura H. Low Resistivity Transparent Conducting Al-Doped ZnO Films Prepared by Pulsedlaser Deposition / H. Agura, H. Suzuki, T. Matsushita, T. Aoki and M. Okuda // Thin Solid Films. – 2006. – Vol. 445, No. 2, July. – P. 263-267.
34. Park S. M. Effects of Substrate Temperature on the Properties of GaDoped ZnO by Pulsed Laser Deposition / S. M. Park, T. Ikegami and K. Ebihara // Thin Solid Films. – 2006. – Vol. 513, August. – P. 90-94.
35. Molzen W. W. Characterization of Transparent Conductive Thin Films of Indium Oxide / W. W. Molzen // J. Vac. Soc. Technol. – 1975. – Vol. 12 (1) – P. 99.
36. Morton Dale E. Ion-Assisted Deposition of E-gun Evaporated ITO Films at Low Substrate Temperatures / Dale E. Morton, Andreea Dinca // Denton Vacuum LLC. – URL: <http://www.dentonvacuum.com>.

37. Bright C. Optical Constants of Evaporated and Sputtered Transparent Conductive Oxides / C. Bright // 36th Annual Technical Conference Proceedings of the SVC. – 1993. – P. 63.
38. Marcovitch O. Transparent Conductive Indium Oxide Film Deposited on Low Temperature Substrates by Activated Reactive Evaporation / O. Marcovitch, Z. Klein, I. Lubezky // Applied Optics. – 1989. – Vol. 28 (14). – P. 2792.
39. Gibbons K. P. ITO Coatings for Display Applications / K. P. Gibbons, C. K. Carniglia, R. E. Laird, R. Newcomb, J. D. Wolfe, S. W. T. Westra // 40th Annual Technical Conference Proceedings of the SVC. – 1997. – Vol. 216.
40. John R. Ion-assisted deposition of optical films: low energy vs high energy bombardment / R. John, McNeil, C. Alan, S. R. Barron, Wilson and W. C. Jr. Herrmann // Applied Optics. – 1984. – Vol. 4 (23). – P. 552.
41. Иванов А. Технология нанесения тонких пленок / А. Иванов // Современная светотехника. – 2010. – №1. – С. 45-47.
42. Baptista A. Sputtering Physical Vapour Deposition (PVD) Coatings: A Critical Review on Process Improvement and Market Trend Demands / A. Baptista, F. Silva, J. Porteiro, J. Míguez, G. Pinto // Coatings. – 2018. – Vol. 8(11). – P. 402.
43. Черняев В. Н. Технология производства интегральных микросхем и микропроцессоров: Учебник для вузов / В. Н. Черняев – 2-е изд. – Москва: Радио и связь, 1987. – 464 с. : ил.
44. Берлин Е. В. Вакуумная технология и оборудование для нанесения тонких пленок / Е. В. Берлин, С. А. Двинин, Л. А. Сейдман – Москва: Техносфера, 2007. – 176 с. : ил.
45. Павлушкин Н. М. Легкоплавкие стекла / Н. М. Павлушкин, А. К. Журавлев – Москва: Энергия, 1970. – 144 с.
46. Калинин В. Б. Новые наполнители для легкоплавких припоечных стеклокомпозиций / В. Б. Калинин, Г. Б. Княжер, А. Г. Лаптев, А. Ю. Шашков, В. Н. Сигаев // Электронная промышленность. – 1987. – № 6. – вып.164. – С. 31-34.
47. Чакветадзе Д. К. Влияние гранулометрического состава титаната свинца на ТКЛР легкоплавких стеклокомпозиционных материалов для

вакуумплотного низкотемпературного спаивания изделий из корунда / Д. К. Чакветадзе, Ю. А. Спиридонов, В. И. Савинков, Е. Н. Карпов, Э. М. Зинина, В. Н. Сигаев // *Стекло и Керамика*. – 2017. – № 5. – С. 34-37.

48. Патент № 2614844 Российская Федерация, МПК С03С 8/24 (2006.01), С03С 8/14 (2006.01). Способ получения легкоплавкой композиции : №2016112576 : заявл. 04.04.2016 : опубл. 29.03.2017 / Чакветадзе Д. К., Спиридонов Ю. А., Савинков В. И., Сигаев В. Н. ; заявитель РХТУ им. Д.И. Менделеева. – 8 с. : ил. – Текст : непосредственный.

49. Недайвода А. К. Композитные покрытия в космической технике, получаемые «холодным» газодинамическим напылением / А. К. Недайвода, В. И. Михеев, В. А. Половцев // *Полет*. – 2002. – №11. – С. 19-25.

50. Ключев О. Ф. Технология газодинамического нанесения металлических покрытий. Часть 1. Процесс формирования покрытий. / О. Ф. Ключев, А. И. Каширин, А. В. Шкодкин, Т. В. Бuzдыгар // *Сварщик*. – 2003. – №4 (32). – С. 25-27.

51. Гамбург Ю. Д. Гальванические покрытия. Справочник по применению / Ю. Д. Гамбург – Москва: Техносфера, 2006. – 216 с. – ISBN 5-94836-079-2.

52. ТП 596.01000.1045 Комплект технологической документации. Изготовление изделий (специальный процесс). Изделия остекления ж/д транспорта – ОНПП «Технология», 1996. – 1243 с.

53. Wang J. X. Nd:YVO₄. Laser direct ablation of indium tin oxide films deposited on glass and polyethylene terephthalate substrates / J. X. Wang, S. J. Kwon, J. H. Han, E. S. Cho // *Nanotechnology*. – 2015. – Vol. 13, № 9. – P. 6280-6285.

54. Lee K. C. Comparison of ITO ablation characteristics using KrF excimer laser and Nd:YAG laser / K. C. Lee, C. Lee // *Proceedings of SPIE (Second International Symposium on Laser Precision Microfabrication)*. – 2002. – Vol. 4426. – P. 260-263.

55. Choi H. W. Direct-write patterning of indium-tin-oxide film by high pulse repetition frequency femtosecond laser ablation / H. W. Choi, D. F. Farson, J. Bovatsek, A. Arai, D. Ashkenasi // *Applied Optics*. – 2007. – Vol. 46, № 23. – P. 5792-5799.
56. ТИ 596.25000.1034 Технологическая инструкция изготовления электронагревательного элемента – ОНПП «Технология», 2000. – 47 с.
57. ТИ 596.25000.1408 Технологическая инструкция нанесения медно-алюминиевых шинок на стекло – ОНПП «Технология», 2012. – 18 с.
58. Руководство по эксплуатации. Установка лазерного снятия покрытия УЛСП-25/16 / составитель В. С. Чадин [и др.]. – Дубна : ООО «ПЭЛКОМ Дубна Машиностроительный завод», 2010. – 21 с.
59. Методика ПМ 596.1552–2003 Определение предела прочности керамических и стеклообразных материалов при статическом изгибе в интервале температур 20-1500°С на воздухе – ОНПП «Технология», 2003. – 17 с.
60. Методика ПМ 596.963 Определение предела прочности стекла, стеклокристаллических и керамических материалов методом статического центрально-симметричного изгиба – предприятие п/я А-7840, 1986. – 9 с.
61. Методика 1.32.14-89 Определение адгезии склеивающих и обрамляющих материалов к стеклу или металлу – НИТС, 1989. – 22 с.
62. Методика ПМ 596.1889-2017 Определение коэффициента светопропускания – ОНПП «Технология», 2017. – 10 с.
63. ГОСТ EN 410-2014. Стекло и изделия из него. Методы определения оптических характеристик. Определение световых и солнечных характеристик : национальный стандарт Российской Федерации : дата введения 2016-04-01 / ТК 41 «Стекло». – Изд. официальное. – Москва : Стандартинформ, 2016. – 53 с.
64. Мотузюк А. В. Лазерная обработка тонкоплёночных покрытий электрообогреваемых стекол / А. В. Мотузюк // Принципы и механизмы формирования национальной инновационной системы в 2015 году – Развитие кооперации в крупных высокотехнологичных проектах : труды VI Всероссийской конференции – Дубна, 2015. – С. 112-114.

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.**, Ворвуль 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 шин 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 «ОНИИ «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 «ОНИИ «Технология», — Обнинск, 2013. — С. 366-367.

12. Петрачков Д.Н. Способ получения гнутого 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.

Куда: лаборатория 34		ПРОТОКОЛ №230					
Вид испытания центрально-симметричный изгиб							
Тип стекла: стекло K-glass; образцы 120x120x6мм; ТПП покрытие в растяжении; отсечки - лазер, Zn-НСI, шлифовка							
Температура, °С: 20		Скорость, мм/мин: 4		Примечание:			
Радиус опоры, мм: 20		Радиус верхнего пуансона: 10		Коэффициент Пуассона: 0,22			
Образец №	b мм	h мм	R Н	σ МПа	A Дж	Примечание	
25	120	5,87	15236	183,24	1,3772	лазер	
26	120	5,87	9001	108,25	1,0577	лазер	
27	120	5,87	13106	157,63	1,9188	лазер	
28	120	5,87	10331	124,25	1,2902	лазер	
29	120	5,87	15236	183,24	2,5691	лазер	
30	120	5,87	11872	142,78	1,6462	лазер	
31	120	5,87	16934	203,67	3,1491	лазер	
32	120	5,87	13957	167,86	1,2342	лазер	
33	120	5,87	9281	111,62	1,1423	лазер	
34	120	5,87	19692	236,84	2,0751	лазер	
<p>Напряжение изгиба растяжения: $y = 161,94$ МПа ; СКО = 41,52 (25,638%); ДИ(95%) = 29,7</p> <p>Работа: $A = 1,746$ Дж; СКО = 0,6862 (39,302%); ДИ(95%) = 0,4909</p> <p>Заключение: Отсечка лазером</p> <p>Измерения произведены на уст. ИР 5047-50</p> <p>Дата 02.03.2012</p>							

Куда: лаборатория 34		ПРОТОКОЛ №230				
Вид испытания центрально-симметричный изгиб						
Тип стекла: стекло K-glass; образцы 120x120x6мм; ТПП покрытие в растяжении; отсечки - лазер, Zr-NiCl, шлифовка						
Температура, °С: 20		Скорость, мм/мин: 4		Примечание:		
Радиус опоры, мм: 20		Радиус верхнего нуансона: 10		Коэффициент Пуассона: 0,22		
Образец №	b мм	h мм	P Н	σ МПа	Λ Дж	Примечание
15	120	5,87	5781	69,528	0,73106	шлифовка
16	120	5,87	5392	64,85	0,60387	шлифовка
17	120	5,87	5568	66,966	0,65439	шлифовка
18	120	5,87	5774	69,444	0,71125	шлифовка
19	120	5,87	4740	57,008	0,44846	шлифовка
20	120	5,87	6262	75,313	0,7927	шлифовка
21	120	5,87	4982	59,918	0,51007	шлифовка
22	120	5,87	5918	71,176	0,69106	шлифовка
23	120	5,87	5549	66,738	0,6173	шлифовка
24	120	5,87	5745	69,095	0,63954	шлифовка
<p>Напряжение изгиба растяжения: $y = 67,004$ МПа ; СКО = 5,354 (7,9905%); ДИ(95%) = 3,83</p> <p>Работа: $A = 0,63997$ Дж; СКО = 0,10268 (16,045%); ДИ(95%) = 0,07345</p> <p>Заключение: Отсечка шлифованием</p> <p>Измерения произведены на уст. ИР 5047-50</p> <p>Дата 02.03.2012</p>						

Кула: лаборатория 34		ПРОТОКОЛ №230				
Вид испытания						
центрально-симметричный изгиб						
Тип стекла: стекло K-glass; образцы 120x120x6мм; ТПП покрытие в растяжении; отсечки - лазер, Zn-NCl, шлифовка						
Температура, °С: 20		Скорость, мм/мин: 4		Примечание:		
Радиус опоры, мм: 20		Радиус верхнего пуансона: 10		Кoeffициент пуассона: 0,22		
Образец №	b мм	h мм	P Н	σ МПа	A Дж	Примечание
1	120	5,87	14554	175,04	2,4313	без отсечек
2	120	5,87	8909	107,15	0,87402	без отсечек
3	120	5,87	30956	372,31	11,375	без отсечек
4	120	5,87	6916	83,179	0,51372	без отсечек
35	120	5,87	12383	148,93	1,737	без отсечек
36	120	5,87	11341	136,4	1,5201	без отсечек
37	120	5,87	9558	114,95	0,79051	без отсечек
38	120	5,87	14013	168,53	1,2045	без отсечек
39	120	5,87	7930	95,374	0,86772	без отсечек
40	120	5,87	6599	79,366	0,6856	без отсечек
41	120	5,87	20445	245,89	4,8526	без отсечек
42	120	5,87	7044	84,718	0,74784	без отсечек
43	120	5,87	11651	140,13	0,96202	без отсечек
44	120	5,87	12897	155,11	1,9734	без отсечек
45	120	5,87	9297	111,81	0,76488	без отсечек
46	120	5,87	6433	77,37	0,48314	без отсечек
47	120	5,87	16364	196,81	3,1132	без отсечек
48	120	5,87	16324	196,33	3,0101	без отсечек
49	120	5,87	13013	156,51	1,1118	без отсечек
<p>Напряжение изгиба растяжения: $y = 149,78$ МПа ; СКО = 71,01 (47,41%); ДИ(95%) = 34,23</p> <p>Работа: A = 2,0536 Дж; СКО = 2,5228 (122,85%); ДИ(95%) = 1,216</p> <p>Заключение: Образцы без отсечек</p> <p>Измерения произведены на уст. ИР 5047-50</p> <p>Дата 02.03.2012</p>						

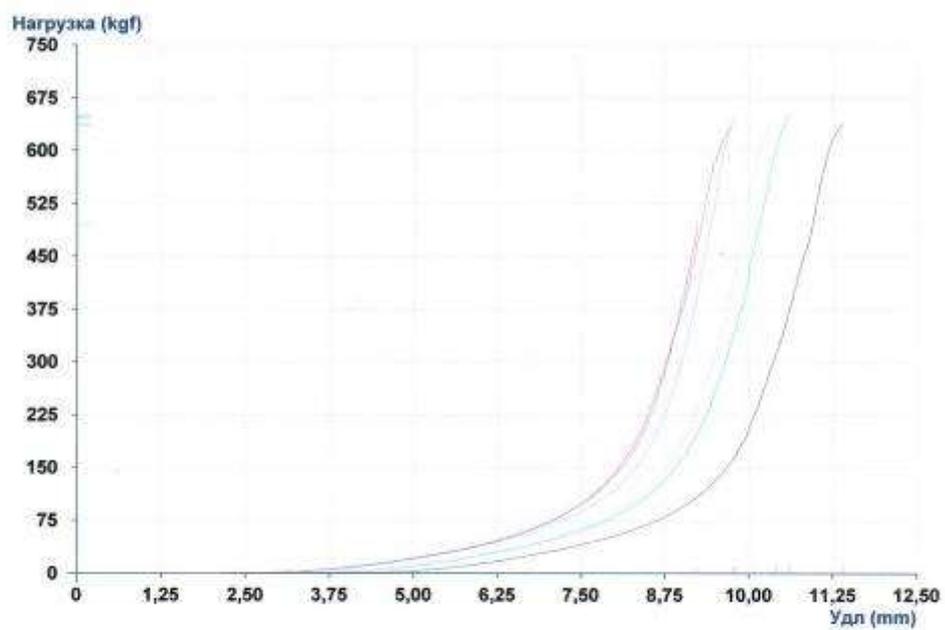
Куда: лаборатория 34		ПРОТОКОЛ №230				
Вид испытания центрально-симметричный изгиб						
Тип стекла: стекло K-glass; образцы 120x120x6мм; ТПП покрытие в растяжении; отсечки - лазер, Zn-HCl, шлифовка						
Температура, °С: 20		Скорость, мм/мин: 4		Примечание:		
Радиус опоры, мм: 20		Радиус верхнего пуансона: 10		Коэффициент Пуассона: 0,22		
Образец №	b мм	h мм	P Н	σ МПа	A Дж	Примечание
5	120	5,87	16625	199,95	1,7194	Zn-HCl
6	120	5,87	22469	270,23	2,7018	Zn-HCl
7	120	5,87	11585	139,33	1,69	Zn-HCl
8	120	5,87	8618	103,65	0,98362	Zn-HCl
9	120	5,87	9783	117,66	0,8257	Zn-HCl
10	120	5,87	13035	156,77	1,1289	Zn-HCl
11	120	5,87	21339	256,64	5,2127	Zn-HCl
12	120	5,87	18414	221,46	3,8535	Zn-HCl
13	120	5,87	8466	101,82	1,0422	Zn-HCl
14	120	5,87	7753	93,245	0,85902	Zn-HCl
<p>Напряжение изгиба растяжения: $y = 166,08$ МПа ; СКО = 66,45 (40,013%); ДИ(95%) = 47,53</p> <p>Работа: $A = 2,0017$ Дж; СКО = 1,4838 (74,126%); ДИ(95%) = 1,0614</p> <p>Заключение: Отсечка травлением Zn - HCl</p> <p>Измерения произведены на уст. ИР 5047-50</p> <p>Дата 02.03.2012</p>						

ССП

Изделие : RB-411
 Партия : опыт ССП
 Дата : 15.04.2011
 Оператор h : Богданов Н.Ю.

Диапазон Нагрузки : 714 kgf
 Диапазон Перемещения : 15 mm
 Скорость Испытания : 100 mm/min

Образец	Area cm ²	Адгезия kgf/cm ²	Макс Нагр. kgf
1	4,000	161,8	647
2	4,000	123,5	494
3	4,000	161,9	648
4	4,000	158,7	635
5	4,000	162,7	651
6	4,000	159,6	639
Среднее		154,7	619

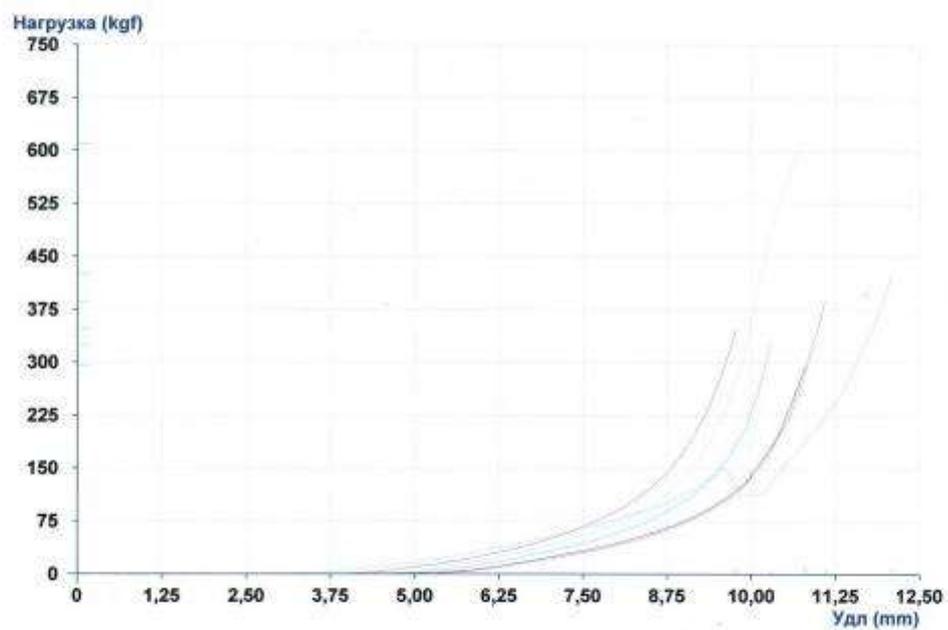


Алюминий 1 слой

Изделие : RB-411
 Партия : опыт AJ 1 слой
 Дата : 15.04.2011
 Оператор И : Богданов Н.Ю.

Диапазон Нагрузки : 714 kgf
 Диапазон Перемещения : 15 mm
 Скорость Испытания : 100 mm/min

Образец	Area cm ²	Адгезия kgf/cm ²	Макс Нагр. kgf
1	4,000	106,6	426,2
2	4,000	86,9	347,5
3	4,000	152,4	609,5
4	4,000	96,8	367,1
5	4,000	81,1	324,3
6	4,000	73,7	284,9
Среднее		99,6	358,3

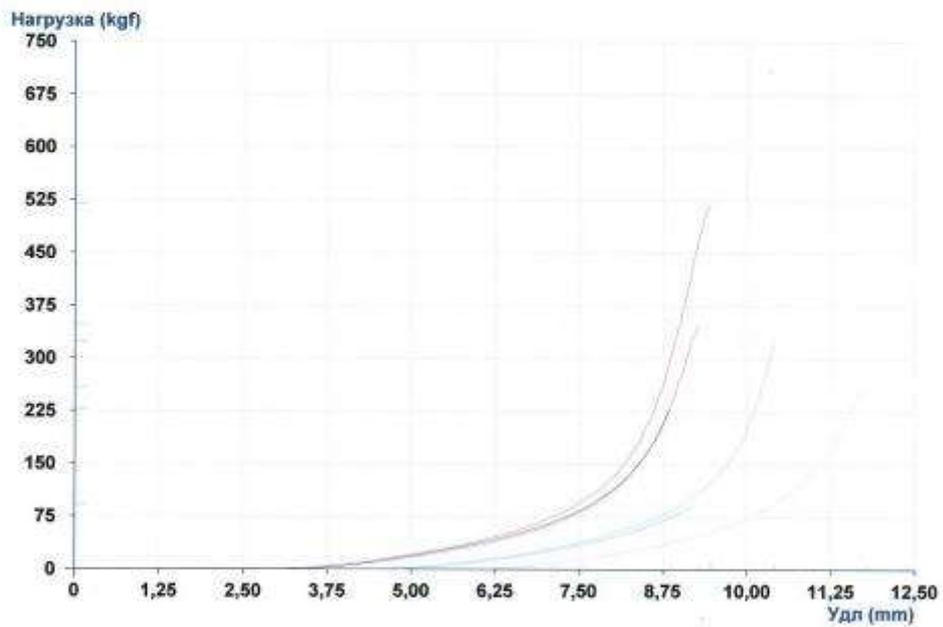


Алюминий 3 слоя

Изделие : RB-411
 Партия : опыт Al 3 слоя
 Дата : 15.04.2011
 Оператор h : Богданов Н.Ю.

Диапазон Нагрузки : 714 kgf
 Диапазон Перемещения : 15 mm
 Скорость Испытания : 100 mm/min

Образец	Area cm*2	Адгезия kgf/cm*2	Макс Нагр. kgf
1	4,000	81,0	323,9
2	4,000	129,6	518,5
3	4,000	64,4	257,8
4	4,000	87,3	349,2
5	4,000	23,1	92,6
6	4,000	57,2	228,7
Среднее		73,8	295,1

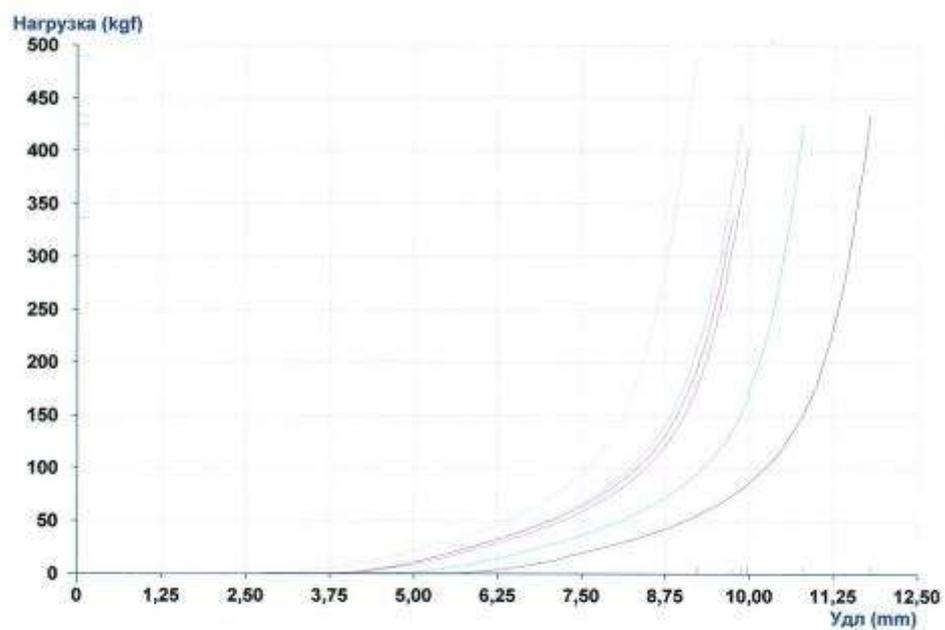


Медь-алюминий

Изделие : RB-411
 Партия : опыт Cu-Al
 Дата : 15.04.2011
 Оператор h : Богданов Н.Ю.

Диапазон Нагрузки : 714 kgf
 Диапазон Перемещения : 15 mm
 Скорость Испытания : 100 mm/min

Образец	Area cm ²	Адгезия kgf/cm ²	Макс Нагр. kgf
1	4,000	108,2	424,7
2	4,000	84,2	338,9
3	4,000	122,2	489,0
4	4,000	100,4	401,8
5	4,000	106,2	424,7
6	4,000	108,6	434,4
Среднее		104,6	418,6



ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ № 19-М-20-1

По направлению от 30.01.2019 г.

от лаб. 34

Проведены испытания 14 образцов.

Материал – Силикатное закаленное стекло с токопроводящим покрытием
(материал, партии)на определение прочности при центрально-симметричном изгибе.
(характеристики)

По ПМ 596.963 при температуре испытания 23 °С.

[ГОСТ, ГОСТ, методика]

Использовано оборудование

установка ЦД 10/90
(тип, марка, характеристика)

№ п/п	Контролируемые параметры	Результаты испытаний
1	σ , кгс/мм ²	39,8
2	σ , кгс/мм ²	34,7
3	σ , кгс/мм ²	28,9
4	σ , кгс/мм ²	23,7
5	σ , кгс/мм ²	25,8
6	σ , кгс/мм ²	20,2
7	σ , кгс/мм ²	29,3
8	σ , кгс/мм ²	27,0
9	σ , кгс/мм ²	20,9
10	σ , кгс/мм ²	27,0
11	σ , кгс/мм ²	22,9
12	σ , кгс/мм ²	25,2
13	σ , кгс/мм ²	20,4
14	σ , кгс/мм ²	27,5
	$(\sigma_{14} \pm S)$, кгс/мм ²	26,7 ± 2,2
	γ , %	8

Примечание: образцы квадратной формы со стороной 120 мм.
для образцов с h=6 мм диаметры опоры и пуансона равны 40 и 20 мм соответственно.

Дата испытания

31.01.2019

Испытания выполнил

Емельянова А.В.

Начальник лаборатории 13

Комаров С.В.
Заведующий М.О.

Отв. за проведение испытаний

Якушкин П.Ю.

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ № 19-М-20-2

По направлению от 30.01.2019 г.

от лаб. 34Проведены испытания 10 образцов.Материал – Силикатное закаленное стекло с токопроводящим покрытием и силикатно-серебристой шинкой

[материал, партия]

на определение прочности при центрально-симметричном изгибе,

[характеристика]

По ПМ 596.963 при температуре испытания 23 °С.

[ГОСТ, ОСТ, методика]

Использовано оборудование

установка ЦД 10/90

[тип, марка, характеристика]

№ п/п	Контролируемые параметры	Результаты испытаний
1	σ , кгс/мм ²	15,1
2	σ , кгс/мм ²	11,4
3	σ , кгс/мм ²	21,4
4	σ , кгс/мм ²	17,9
5	σ , кгс/мм ²	24,2
6	σ , кгс/мм ²	23,2
7	σ , кгс/мм ²	22,7
8	σ , кгс/мм ²	21,2
9	σ , кгс/мм ²	21,8
10	σ , кгс/мм ²	19,6
	$(\bar{\sigma}_{10} \pm S)$, кгс/мм ²	19,9 ± 4,0
	γ , %	20

Примечание: образцы квадратной формы со стороной 120 мм.
для образцов с h=6 мм диаметры опоры и пуансона равны 40 и 20 мм соответственно.

Дата испытания

01.02.2019

Испытания выполнил  Емельянова А.В.Начальник лаборатории 13  Комаров С.В.

Забейайлов М.О.

Отв. за проведение испытаний  Якушкин Н.Ю.

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ № 19-М-20-3

По направлению от 30.01.2019 г.

от лаб. 34

Проведены испытания 10 образцов.

Материал – Силикатное закаленное стекло с токопроводящим покрытием и медно-алюминиевой шинкой

[материал, партии]

на определение прочности при центрально-симметричном изгибе.

[характеристики]

По ПМ 596.963 при температуре испытания 23 °С.

[ГОСТ, ГОСТ, методики]

Использовано оборудование

установка ЦД 10/90

[тип, марка, характеристика]

№ п/п	Контролируемые параметры	Результаты испытаний
1	σ , кгс/мм ²	20,2
2	σ , кгс/мм ²	36,6
3	σ , кгс/мм ²	31,8
4	σ , кгс/мм ²	20,3
5	σ , кгс/мм ²	15,6
6	σ , кгс/мм ²	24,6
7	σ , кгс/мм ²	16,4
8	σ , кгс/мм ²	19,9
9	σ , кгс/мм ²	21,9
10	σ , кгс/мм ²	28,7
	$(\bar{\sigma} \pm S)$, кгс/мм ²	26,3 ± 6,8
	γ , %	29

Примечание: образцы квадратной формы со стороной 120 мм.

для образцов с h=6 мм диаметры опоры и пуансона равны 40 и 20 мм соответственно.

Дата испытания

01.02.2019

Испытания выполнил

Емельянова А.В.

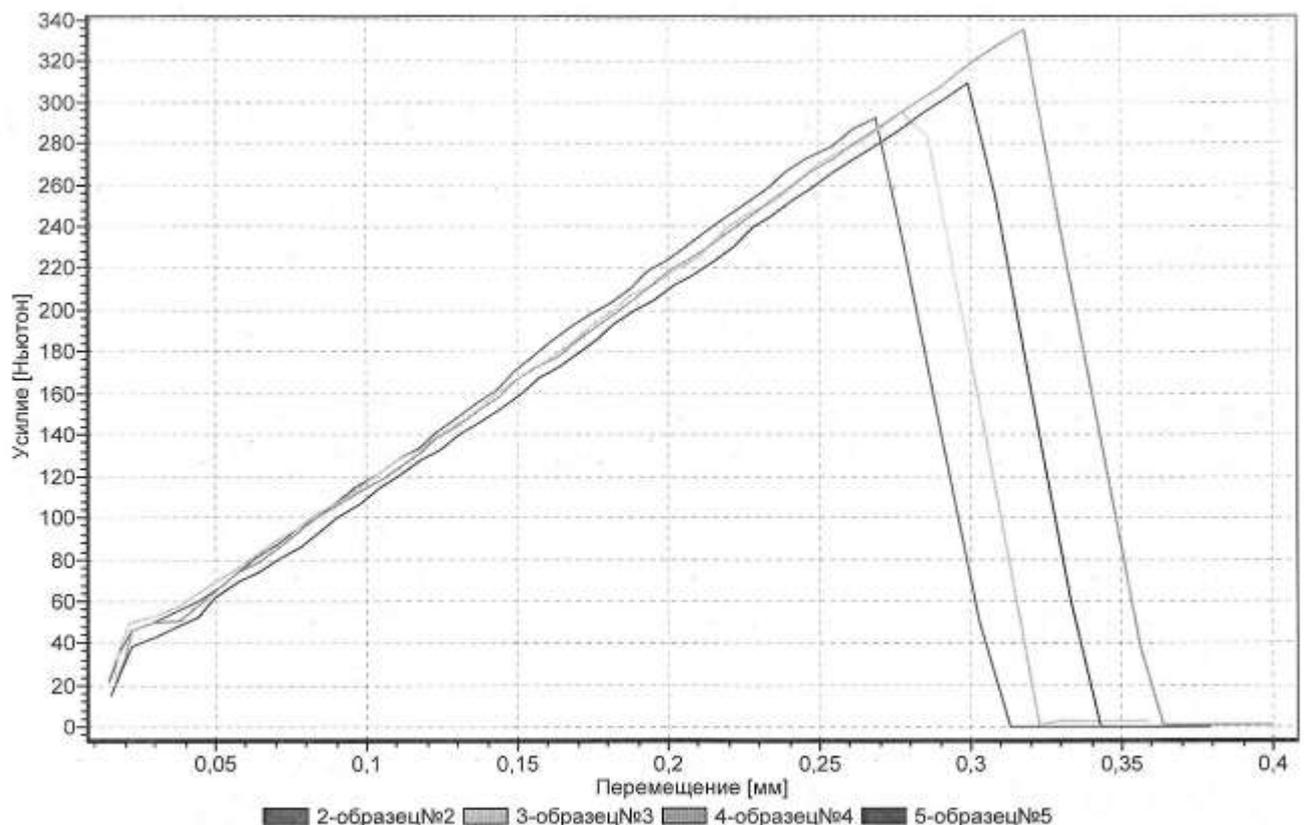
Начальник лаборатории 13

Комаров С.В.
Забейайлов М.О.

Отв. за проведение испытаний

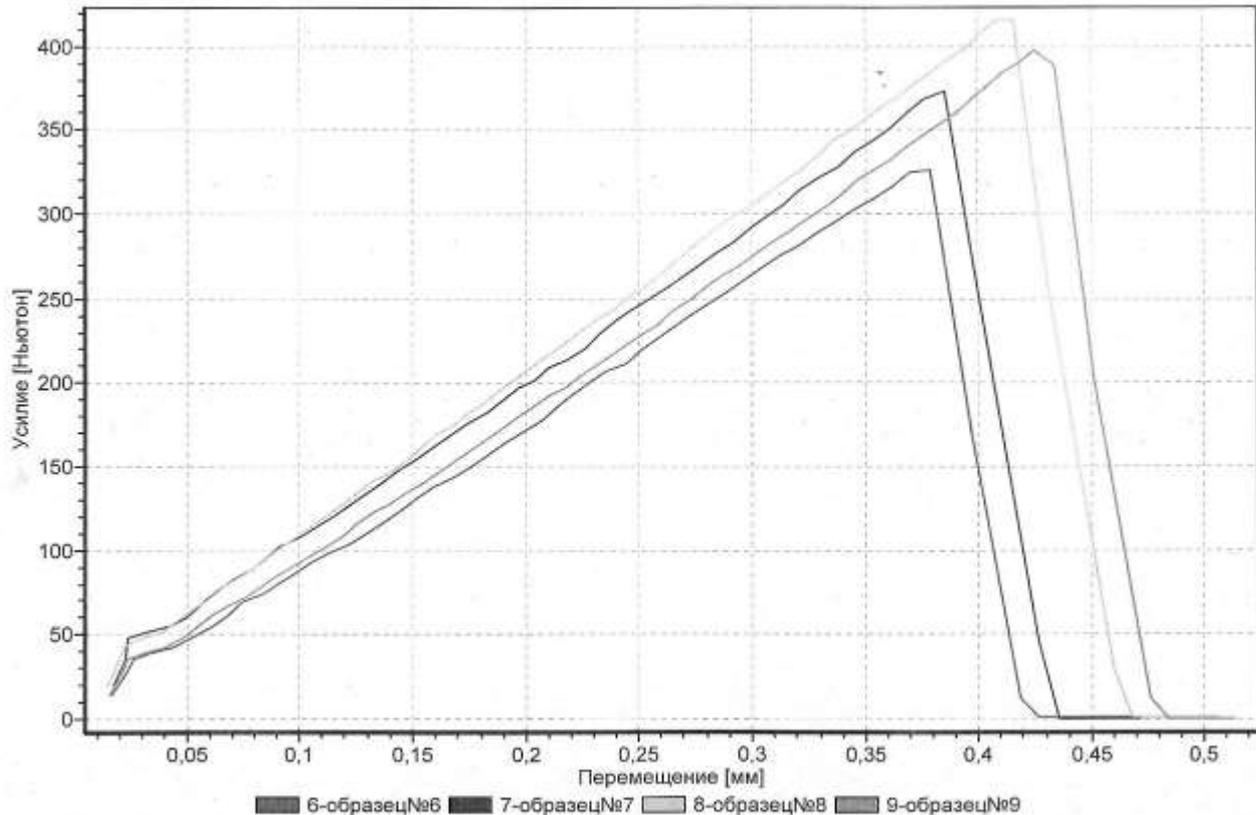
Якушкин И.Ю.

Куда: лаборатория 34	ПРОТОКОЛ №219								
Вид испытания поперечный трехточечный изгиб									
Тип стекла: стекло K-glass; образцы 120x20x6мм; исходные, шлифованный край; с Cu-Al шинками									
Температура, °C: 20	Скорость, мм/мин: 4	Примечание:							
Расстояние между опорами, мм: 60	Модуль упругости стекла, МПа: 68000								
Образец №	b мм	h мм	x мм	f мм	P Н	σ усил. МПа	σ деформ. МПа	A Дж	Примечание
2	19,45	5,86	50	0,269	292	65,578	178,65	0,041499	образец№2
3	19,45	5,86	50	0,277	295	66,252	183,96	0,043001	образец№3
4	20,4	5,86	50	0,318	335	71,732	211,19	0,055476	образец№4
5	19,57	5,86	50	0,299	309	68,971	198,58	0,047458	образец№5
Напряжение изгиба растяжения (по усилию): $y = 68,133$ МПа ; СКО = 2,812 (4,1268%) ; ДИ(95%) = 4,473 Напряжение изгиба растяжения (по деформации): $y = 193,1$ МПа ; СКО = 14,71 (7,6205%) ; ДИ(95%) = 23,41 Работа: $A = 0,046859$ Дж ; СКО = 0,006277 (13,396%) ; ДИ(95%) = 0,009987									
Заключение:									
Измерения произведены на уст. ИР 5047-50									
Дата	05.05.2011	Нач. лаборатории	Пестов А.В.	Оператор	Ромакин А.Н.				



Дата: 05.05.2011; Время: 12:01:19; Вид испытания: 3-х точ. изгиб; Серия испытаний №219
 Тип стекла: стекло K-glass с шинками

Куда: лаборатория 34	ПРОТОКОЛ №220								
Вид испытания поперечный трехточечный изгиб									
Тип стекла: стекло K-glass; образцы 120x20x6мм; исходные, шлифованный край; без Cu-Al шинок									
Температура, °С: 20	Скорость, мм/мин: 4	Примечание:							
Расстояние между опорами, мм: 60	Модуль упругости стекла, МПа: 68000								
Образец №	b мм	h мм	x мм	f мм	P Н	σ усилие МПа	σ деформ. МПа	A Дж	Примечание
6	20	5,88	31,4	0,379	326	44,41	252,57	0,062826	
7	19,9	5,88	50	0,385	373	81,319	256,56	0,074005	
8	19,1	5,87	50	0,408	415	94,587	271,43	0,086161	
9	20,2	5,87	30	0,425	397	51,334	282,74	0,08324	
<p>Напряжение изгиба растяжения (по усилию): $y = 67,913$ МПа ; СКО = 23,934 (35,242%); ДИ(95%) = 38,078 Напряжение изгиба растяжения (по деформации): $y = 265,82$ МПа ; СКО = 13,89 (5,2264%); ДИ(95%) = 22,1 Работа: $A = 0,076558$ Дж; СКО = 0,010519 (13,74%); ДИ(95%) = 0,016735</p>									
Заключение:									
Измерения произведены на уст. ИР 5047-50									
Дата 05.05.2011 Нач. лаборатории _____ Пестов А.В. Оператор _____ Ромакин А.Н.									



Дата: 03.06.2011; Время: 10:45:21; Вид испытания: 3-х точ. изгиб; Серия испытаний №220
 Тип стекла: стекло K-glass - без шинок

ТАМОЖЕННЫЙ СОЮЗ	
СЕРТИФИКАТ СООТВЕТСТВИЯ	
№ ТС RU C-RU.ЖТ02.B.01692	
Серия RU № 0651937	
<p>ОРГАН ПО СЕРТИФИКАЦИИ Орган по сертификации на железнодорожном транспорте федерального бюджетного учреждения «Регистр сертификации на федеральном железнодорожном транспорте»; Россия, Москва (3-я Мытищинская улица, дом 10, Москва, 129626); аттестат аккредитации № РОСС RU.0001.11ЖТ02, дата регистрации 26.06.2014; телефон: +7(495) 646-27-15; адрес электронной почты: register@rsfgt.ru</p>	
<p>ЗАЯВИТЕЛЬ Акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина»; Россия, Калужская область, город Обнинск (Киевское шоссе, 15, город Обнинск, Калужская область, 249031); основной государственный регистрационный номер 1114025006160; телефон: +7 (484) 396-10-12; адрес электронной почты: info@technology.ru</p>	
<p>ИЗГОТОВИТЕЛЬ Акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина»; Россия, Калужская область, город Обнинск (Киевское шоссе, 15, город Обнинск, Калужская область, 249031)</p>	
<p>ПРОДУКЦИЯ Высокопрочные изделия остекления безопасные лобовые железнодорожного подвижного состава (кабины машиниста тягового подвижного состава) ОТИ 1074, ОТИ 1074-01, ОТИ 1838, ОТИ 1838-01, ОТИ 1840, ОТИ 1841, ОТИ 1876, ОТИ 1876-01, ОТИ 1877, ОТИ 1877-01, ОТИ 1878 ОТИ 961 ТУ «Изделия остекления. Технические условия», конструкторская документация ОТИ 1074 (исполнения ОТИ 1074, ОТИ 1074-01) «Изделия остекления», ОТИ 1838 (исполнения ОТИ 1838, ОТИ 1838-01) «Изделия остекления», ОТИ 1840 «Изделия остекления», ОТИ 1841 «Изделия остекления», ОТИ 1876 (исполнения ОТИ 1876, ОТИ 1876-01) «Изделия остекления», ОТИ 1877 (исполнения ОТИ 1877, ОТИ 1877-01) «Изделия остекления», ОТИ 1878 «Изделия остекления» серийный выпуск</p>	
КОД ТН ВЭД ТС 7007 21 200 9	
<p>СООТВЕТСТВУЕТ ТРЕБОВАНИЯМ «О безопасности железнодорожного подвижного состава» (ТР ТС 001/2011)</p>	
<p>СЕРТИФИКАТ ВЫДАН НА ОСНОВАНИИ Протокол сертификационных испытаний от 02.02.2018 № ИЦ 133/147-18-2 с дополнениями от 15.02.2018 № 1, от 27.02.2018 № 2 Испытательного центра Общества с ограниченной ответственностью «Испытательный центр технических и программных средств железнодорожного транспорта», аттестат аккредитации № RA.RU.21AK70. Акт визуального контроля от 24.11.2017 № 2. Экспертное заключение от 30.01.2018 № 01704/23734. Акт о результатах проверки состояния производства от 29.01.2018 № 04463/23734. Схема сертификации 4с</p>	
<p>ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ИНФОРМАЦИЯ Пункты 5.1.3, 5.1.7, 5.1.8, 5.1.9, 5.1.11, 5.1.12, 5.1.13, 5.1.19 ГОСТ Р 57214-2016 «Изделия остекления железнодорожного подвижного состава. Общие технические условия»; пункт 4.13 ГОСТ 2.601-2013 «Единая система конструкторской документации. Эксплуатационные документы»; ГОСТ 27.301-95 «Надежность в технике. Расчет надежности. Основные положения». Назначенный срок службы не установлен. Срок службы – не менее 20 лет. Условия хранения – 2(С) по ГОСТ 15150-69 «Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды» с нижним значением температуры воздуха в помещении ниже 3 градусов Цельсия</p>	
<p>СРОК ДЕЙСТВИЯ С 12.03.2018 ПО 11.03.2023 ВКЛЮЧИТЕЛЬНО</p>	
	<p>Руководитель (уполномоченное лицо) органа по сертификации</p> <p>Эксперт (эксперт-аудитор) (эксперты (эксперты-аудиторы))</p>
	<p>А.В. Каракин (инициалы, фамилия)</p> <p>А.В. Бабаев (инициалы, фамилия)</p>
<p>Бюро аккредитации ЗАО «ИПЦОИФ», www.rosstandart.ru (бульвар Ломоносова № 05-05-100003 ФНЦ РАЕ), тел. (495) 726-4742, Москва, 2013</p>	

РОССИЙСКИЙ МОРСКОЙ РЕГИСТР СУДОХОДСТВА
RUSSIAN MARITIME REGISTER OF SHIPPING

Стр. 1 / 2
 Page.

6.8.3



СВИДЕТЕЛЬСТВО О ТИПОВОМ ОДОБРЕНИИ
TYPE APPROVAL CERTIFICATE

Изготовитель
 Manufacturer

АО "ОНПП "Технология" им. А.Г. Ромашина" (ИНН 4025431260)
 JSC "ONPP "Technologiya" named after A.G. Romashin"

Адрес
 Address

Россия, 249031, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское шоссе, 15
 15, Kievskoe Highway, Obninsk, Kaluga region, 249031, Russia

Изделие*
 Product*

Изделие остекления
Glazing product

Код номенклатуры
 Code of nomenclature **03060101**

На основании освидетельствования и проведенных испытаний удостоверяется, что вышеупомянутое(ые) изделие(я) удовлетворяет(ют) требованиям Российского морского регистра судоходства.
 This is to certify that on the basis of the survey and tests carried out the above mentioned item(s) complies(ly) with the requirements of Russian Maritime Register of Shipping.

*Глава 7.2 части III «Правил классификации и постройки морских судов» (2019), Приложения 5 раздела 3 части IV «Правил технического наблюдения за постройкой судов и изготовлением материалов и изделий для судов» (2018).
 Chapter 7.2 of part III of "Rules for the Classification and Construction of Sea-Going Ships" (2019), Annex 5 to section 3 of part IV "Rules for Technical Supervision During Construction of Ships and Manufacture of Materials and Products for Ships" (2018).*

Настоящее Свидетельство о типовом одобрении действительно до **03.04.2024**
 This Type Approval Certificate is valid until

Настоящее Свидетельство о типовом одобрении теряет силу в случаях, установленных в Правилах технического наблюдения за постройкой судов и изготовлением материалов и изделий для судов.
 This Type Approval Certificate becomes invalid in cases stipulated in Rules for the Technical Supervision during Construction of Ships and Manufacture of Shipboard Materials and Products.

Дата выдачи
 Date of issue **03.04.2019**

№ **19.06872.120**

Российский морской регистр судоходства
 Russian Maritime Register of Shipping

М.П.
 L.S.

(подпись)
 signature

Кутеев М.Н. / M. Kuteev
 (фамилия, инициалы)
 name

*Дополнительную информацию смотри на обороте.
 Additional information see overleaf.

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2391304

ЭЛЕКТРООБОГРЕВНОЕ СТЕКЛОИЗДЕЛИЕ

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное унитарное предприятие "Обнинское научно-производственное предприятие "Технология" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2009103187

Приоритет изобретения 30 января 2009 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 10 июня 2010 г.

Срок действия патента истекает 30 января 2029 г.

Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам



Б.И. Симонов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(19) **RU**⁽¹¹⁾ **2 391 304**⁽¹³⁾ **C1**(51) МПК
С03С 27/12 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2009103187/03, 30.01.2009

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
30.01.2009

(45) Опубликовано: 10.06.2010 Бюл. № 16

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2292675 C2, 27.01.2007. RU 54078 U1,
10.06.2006. WO 0058051 A1, 05.10.2000. US
2004159645 A1, 19.08.2004. US 5099104 A,
24.03.1992.

Адрес для переписки:
249035, Калужская обл., г. Обнинск,
Киевское ш., 15, ФГУП "ОНИП "Технология"

(72) Автор(ы):

Пигалев Александр Евгеньевич (RU),
Петрачков Дмитрий Николаевич (RU),
Пестов Александр Васильевич (RU),
Кузьмина Евгения Владимировна (RU),
Темных Валерий Иванович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное унитарное
предприятие "Обнинское научно-
производственное предприятие
"Технология" (RU)

(54) ЭЛЕКТРООБОГРЕВНОЕ СТЕКЛОИЗДЕЛИЕ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области
разработки и эксплуатации
электрообогреваемых стеклоизделий,
представляющих собой прозрачные элементы
кабин различных видов транспортных средств.
Технический результат изобретения
заключается в повышении степени надежности
при эксплуатации электрообогреваемого
стеклоизделия. Электрообогревное
стеклоизделие включает, по крайней мере, два
стекла, соединенных склеивающим слоем. На
внутренней стороне одного из стекол имеется

токопроводящее покрытие из двуокиси олова и
контактирующие с токопроводящим
покрытием токопроводящие медные шинки.
Медные шинки расположены в краевых
областях стекла и соединены с
электропроводными выводами.
Токопроводящие шинки дополнительно
содержат алюминиевое покрытие шириной 4-5
мм, толщиной 0,045-0,055 мм. Покрытие из
меди шириной 5±0,5 мм, толщиной 0,075-0,085
мм контактирует с алюминиевым покрытием, 2
ил.

RU 2 391 304 C1

RU 2 391 304 C1

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

КОПИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2443646

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НА СТЕКЛЯННОМ ИЗДЕЛИИ
ТОКОПРОВОДЯЩЕГО ПОКРЫТИЯ ИЗ ДВУОКИСИ
ОЛОВА**

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное унитарное
предприятие "Обнинское научно-производственное
предприятие "Технология" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2010138898

Приоритет изобретения **21 сентября 2010 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Российской Федерации **27 февраля 2012 г.**

Срок действия патента истекает **21 сентября 2030 г.**



*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Simonov".

Б.П. Симонов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU**⁽¹¹⁾ **2 443 646**⁽¹³⁾ **C1**(51) МПК
С03С 17/23 (2006.01)ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010138898/03, 21.09.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
21.09.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.09.2010

(45) Опубликовано: 27.02.2012 Бюл. № 6

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: SU 1700906 А1, 15.12.1989. SU 1564951
А1, 20.06.2005. EP 1184481 А3, 03.12.2003. JP
58020754 А, 07.02.1983. FR 2911336 А1,
18.07.2008.

Адрес для переписки:

249035, Калужская обл., г. Обнинск,
Киевское ш., 15, ФГУП "ОНПП "Технология"

(72) Автор(ы):

Пигалев Александр Евгеньевич (RU),
Петрачков Дмитрий Николаевич (RU),
Левкин Илья Николаевич (RU),
Пестов Александр Васильевич (RU),
Каушпонен Борис Аарнесевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное унитарное
предприятие "Обнинское научно-
производственное предприятие
"Технология" (RU)(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НА СТЕКЛЯННОМ ИЗДЕЛИИ ТОКОПРОВОДЯЩЕГО
ПОКРЫТИЯ ИЗ ДВУОКИСИ ОЛОВА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области разработки и эксплуатации электрообогреваемых стеклоизделий, представляющих собой прозрачные элементы кабины различных видов транспортных средств. Способ получения на стеклянном изделии токопроводящего покрытия из двуокиси олова осуществляют путем нагрева изделия, формирования покрытия распылением, измерения удельного

сопротивления в контрольных точках и разбросовки. После разбросовки осуществляют модификацию поверхности отбракованных изделий ионной бомбардировкой покрытия из двуокиси олова ионами аргона при средней энергии 1500-1700 эВ и давлении $(2-3) \cdot 10^{-2}$ Па. Технический результат изобретения - снижение трудоемкости и себестоимости изготовления изделий. 5 пр.

RU 2 4 4 3 6 4 6 C 1

RU 2 4 4 3 6 4 6 C 1

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2444478

СПОСОБ МОЛЛИРОВАНИЯ ЛИСТОВОГО СТЕКЛА

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное унитарное предприятие "Обнинское научно-производственное предприятие "Технология" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2010136610

Приоритет изобретения **31 августа 2010 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации **10 марта 2012 г.**

Срок действия патента истекает **31 августа 2030 г.**

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Б.П. Симонов



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) RU⁽¹¹⁾ 2 444 478⁽¹³⁾ C1(51) МПК
C03B 23/025 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010136610/03, 31.08.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
31.08.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 31.08.2010

(45) Опубликовано: 10.03.2012 Бюл. № 7

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 2005275924 A1, 15.12.2005. SU 743954
A1, 30.06.1980. RU 2029743 C1, 27.02.1995. CA
2008166 A1, 28.07.1990. JP 58185444 A,
29.10.1989.

Адрес для переписки:

249035, Калужская обл., г. Обнинск,
Киевское ш., 15, ФГУП "ОНИИ "Технология"

(72) Автор(ы):

Пигалев Александр Евгеньевич (RU),
Петрачков Дмитрий Николаевич (RU),
Пестов Александр Васильевич (RU),
Кауштонен Борис Аарнеевич (RU),
Самсонов Вячеслав Иванович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное унитарное
предприятие "Обнинское научно-
производственное предприятие
"Технология" (RU)

(54) СПОСОБ МОЛЛИРОВАНИЯ ЛИСТОВОГО СТЕКЛА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области изготовления гнутого стекла, которое может быть использовано в качестве анаэричного остекления. Технический результат изобретения заключается в снижении оптических дефектов. На формующей поверхности формы рамочного типа размещают, по меньшей мере, две стеклозаготовки. Перед размещением

стеклозаготовок на формующую поверхность формы помещают подложечную стеклозаготовку, на верхней поверхности которой имеется токопроводящее покрытие с удельным электросопротивлением величиной 15-20 Ом/□. Далее стеклозаготовки нагревают в печи до температуры размягчения стекла с последующим изгибанием под действием собственного веса. 1 табл.

RU 2 4 4 4 4 7 8 C 1

RU 2 4 4 4 4 7 8 C 1

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2515658

ФОРМА ДЛЯ МОЛЛИРОВАНИЯ ЛИСТОВОГО СТЕКЛА

Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество
"Обнинское научно-производственное предприятие
"Технология" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2013106353

Приоритет изобретения 13 февраля 2013 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Российской Федерации 18 марта 2014 г.

Срок действия патента истекает 13 февраля 2033 г.



Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Б.И. Симонов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11)(13) **C1**

(51) МПК
С03В 23/023 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2013106353/03, 13.02.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
13.02.2013

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.02.2013

(45) Опубликовано: 20.05.2014 Бюл. № 14

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 4119424 A (PPG INDUSTRIES
INC) 10.10.1978, SU 138714 A1 (Луконин Г.А.
и др.) 01.01.1961, RU 81193 U1 (ООО
"ТЕХНОСОЮЗСЕРВИС") 10.03.2009, US
5906667 A (FORD MOTOR CO) 25.05.1999, JP
6211532 A (MOULDING FRANK EDWARD)
02.08.1994

Адрес для переписки:

249031, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское
ш., 15, ОАО "Обнинское научно-
производственное предприятие "Технология"

(72) Автор(ы):

Пестов Александр Васильевич (RU),
Пигалев Александр Евгеньевич (RU),
Петрачков Дмитрий Николаевич (RU),
Ворвиль Михаил Михайлович (RU),
Безвершук Сергей Николаевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Открытое акционерное общество "Обнинское
научно-производственное предприятие
"Технология" (RU)

(54) ФОРМА ДЛЯ МОЛЛИРОВАНИЯ ЛИСТОВОГО СТЕКЛА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области
изготовления гнутого стекла. Технический
результат изобретения заключается в улучшении
оптических и геометрических показателей
остекления с заданной кривизной поверхности.
Форма для моллирования листового стекла
содержит основание и установленные на нем
опорные стойки, удерживающие формующую
раму с заданной кривизной формующей

поверхности. Опорные стойки выполнены в виде
двух элементов, расположенных под острым
углом относительно друг друга с возможностью
коррекции кривизны формующей рамы. Форма
дополнительно содержит опорные планки,
установленные на основании формы параллельно
друг другу и расположенные вне пространства
формующей рамы. 2 ил.

RU 2 5 1 5 6 5 8 C 1

RU 2 5 1 5 6 5 8 C 1

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2515659

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГНУТОГО
ЭЛЕКТРОБОГРЕВНОГО СЛОИСТОГО
СТЕКЛОИЗДЕЛИЯ**

Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество
"Обнинское научно-производственное предприятие
"Технология" (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2012119123

Приоритет изобретения **10 мая 2012 г.**

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Российской Федерации **18 марта 2014 г.**

Срок действия патента истекает **10 мая 2032 г.**

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Б.И. Симонов



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11)(51) МПК
C03B 23/023 (2006.01)(13) **C2****(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: 2012119123/03, 10.05.2012

(24) Дата начала отчета срока действия патента:
10.05.2012

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 10.05.2012

(43) Дата публикации заявки: 20.11.2013 Бюл. № 32

(45) Опубликовано: 20.05.2014 Бюл. № 14

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: US 3762902 A, 02.10.1973 SU 626059
A, 30.09.1978 SU 660946 A1, 05.05.1979 SU
162640 A, 08.05.1964 RU 2024452 C1,
15.12.1994 EP 1216147 A1, 26.06.2002.

Адрес для переписки:

249031, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское
ш., 15, ОАО "Обнинское научно-
производственное предприятие "Технология"

(72) Автор(ы):

Пигалев Александр Евгеньевич (RU),
Петрачков Дмитрий Николаевич (RU),
Пестов Александр Васильевич (RU),
Николаев Сергей Дмитриевич (RU),
Ярчихина Ольга Сергеевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Открытое акционерное общество "Обнинское
научно-производственное предприятие
"Технология" (RU)

RU 2 5 1 5 6 5 9 C 2

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГНУТОГО ЭЛЕКТРООБГРЕВНОГО СЛОИСТОГО СТЕКЛОИЗДЕЛИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к электрообогревным гнутым слоистым стеклоизделиям. Технический результат изобретения заключается в улучшении оптических показателей стеклоизделия с заданной величиной удельного сопротивления токопроводящего покрытия. На одну из поверхностей вертикально расположенной плоской стеклозаготовки наносят

токопроводящее покрытие на основе двуокиси олова путем пульверизации аэрозоля. Нанесение осуществляют равномерно по всей площади стеклозаготовки. Затем проводят моллирование не менее чем двух стеклозаготовок одновременно на форме рамочного типа с последующей склейкой стеклозаготовок. 2 ил., 2 пр.

RU 2 5 1 5 6 5 9 C 2

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2687999

**Способ нанесения токоподводящих шин на
токопроводящую поверхность полимерного стекла**

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

Авторы: *Петрачков Дмитрий Николаевич (RU), Чумбаров Михаил Юрьевич (RU), Самсонов Вячеслав Иванович (RU), Глембовский Николай Робертович (RU), Шаталин Никита Викторович (RU)*

Заявка № 2018130931

Приоритет изобретения 27 августа 2018 г.

Дата государственной регистрации в
Государственном реестре изобретений
Российской Федерации 17 мая 2019 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 27 августа 2038 г.



*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Г.П. Изюев Г.П. Изюев

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11) **2 687 999** (13) **C1**(51) МПК
C25D 5/54 (2006.01)(12) **ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**(52) СПК
C25D 5/54 (2019.02)

(21)(22) Заявка: 2018130931, 27.08.2018
(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
27.08.2018
Дата регистрации:
17.05.2019
Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: 27.08.2018
(45) Опубликовано: 17.05.2019 Бюл. № 14
Адрес для переписки:
249031, Калужская обл., г. Обнинск, Киевское
ш., 15, АО "ОНПП "Технология" им. А.Г.
Ромашина"

(72) Автор(ы):
Петрачков Дмитрий Николаевич (RU),
Чумбаров Михаил Юрьевич (RU),
Самсонов Вячеслав Иванович (RU),
Глембовский Николай Робертович (RU),
Шаталин Никита Викторович (RU)
(73) Патентообладатель(и):
Акционерное общество "Обнинское
научно-производственное предприятие
"Технология" им. А.Г. Ромашина" (АО
"ОНПП "Технология" им. А.Г. Ромашина")
(RU)
(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2391304 C1, 10.06.2010. RU
2624990 C1, 11.07.2017. RU 2026839 C1,
20.01.1995. WO 0058051 A1, 05.10.2000.

(54) Способ нанесения токоподводящих шин на токопроводящую поверхность полимерного стекла

(57) Формула изобретения

1. Способ нанесения токоподводящих шин на токопроводящую поверхность полимерного стекла, включающий очистку стекла, нанесение адгезионного слоя металла на его токопроводящую поверхность и последующее нанесение на него проводящего слоя, отличающийся тем, что на токопроводящей поверхности стекла на участке нанесения шинки размещают ванну с электропроводящим раствором и закрепленным в ней медным электродом, проводят герметизацию стыка ванны с поверхностью стекла, подают на медный электрод напряжение и наносят адгезионный слой меди методом гальванического осаждения, на который присоединяют ленту из токопроводящего материала.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве электропроводящего раствора используют раствор медного купороса.

3. Способ по п. 1 или 2, отличающийся тем, что лента из токопроводящего материала выполнена из меди, серебра, алюминия.

RU 2 687 999 C 1

RU 2 687 999 C 1