

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

На правах рукописи



Тычинская Мария Сергеевна

**Исследование по совершенствованию технологии изготовления
крупногабаритных изделий на основе водных суспензий
кварцевого стекла**

05.17.11 - Технология силикатных и тугоплавких неметаллических
материалов

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
д.т.н., Харитонов Д.В.

Москва – 2021

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. ОБЗОР НАУЧНОЙ И ПАТЕНТНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	14
1.1. Основные керамические радиопрозрачные материалы для производства головных антенных обтекателей	14
1.2. Особенности технологического процесса производства головных антенных обтекателей из кварцевой керамики	28
1.2.1. Процесс получения высокоплотного шликера на основе кварцевого стекла методом мокрого помола в шаровых мельницах	28
1.2.2. Процесс формования заготовок методом шликерного литья в гипсовые формы	31
1.2.3. Процесс сушки заготовки	33
1.2.3. Процесс спекания керамического материала	34
1.2.4. Механическая обработка обтекателей	37
1.2.5. Влагозащита керамической оболочки	39
1.2.6. Сборка керамической оболочки с металлическим шпангоутом	40
1.3. Выводы из обзора литературы	43
ГЛАВА 2. МЕТОДИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ	46
2.1. Определение плотности шликера	46
2.2. Определение рН шликера	46
2.3. Определение условной вязкости шликера	46
2.4. Определение относительной влажности шликера	47
2.5. Определение содержания частиц размером > 0,63 мкм в шликере	47
2.6. Определение кажущейся плотности сырца керамического материала	47
2.7. Определение кажущейся плотности, открытой пористости и водопоглощения керамического материала	49
2.8. Титрование золя SiO ₂ соляной кислотой в присутствии NaF	50
2.9. Метод высушивания золя SiO ₂ до постоянной массы	51
2.10. Метод определения прочности клеевого соединения при сдвиге в системе керамика-металл	51
2.11. Метод определения предела прочности керамического материала при статическом изгибе	53

ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СОКРАЩЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА ТРЕЩИН В ИЗДЕЛИЯХ ИЗ КВАРЦЕВОЙ КЕРАМИКИ.....	55
3.1. Разработка методики определения количественного содержания субмикрочастиц SiO ₂ в шликере на основе кварцевого стекла.....	55
3.2. Оценка влияния количественного содержания в шликере субмикрочастиц SiO ₂ на плотность кварцевой керамики.....	61
3.3. Оценка влияния физико-химического состояния субмикрочастиц SiO ₂ в шликере на образование трещин в изделиях из кварцевой керамики.....	63
ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПОВЫШЕНИЯ ОДНОРОДНОСТИ ЗНАЧЕНИЙ ПЛОТНОСТИ КЕРАМИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА И СОКРАЩЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА РАКОВИН В ЕГО СТРУКТУРЕ.....	73
4.1. Апробация и подбор режима вакуумирования шликера.....	73
4.2. Оценка влияния вакуумирования шликера на свойства образцов из кварцевой керамики до и после обжига.....	79
4.3. Оценка влияния вакуумирования шликера на плотность и пористость материала необожженных заготовок из кварцевой керамики.....	81
4.4. Оценка влияния вакуумирования шликера на плотность, пористость и водопоглощение материала заготовок из кварцевой керамики после обжига.....	84
4.5. Оценка влияния вакуумирования шликера на прочность материала оболочек из кварцевой керамики и наличие в нем раковин.....	89
ГЛАВА 5. РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ВИЗУАЛЬНО-ОПТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ОБОЛОЧЕК ИЗ КВАРЦЕВОЙ КЕРАМИКИ ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ.....	91
ГЛАВА 6. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПОВЫШЕНИЯ И СТАБИЛИЗАЦИИ ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ КЛЕЕВОГО СОЕДИНЕНИЯ МЕЖДУ КЕРАМИЧЕСКОЙ ОБОЛОЧКОЙ И МЕТАЛЛИЧЕСКИМ ШПАНГОУТОМ.....	98
6.1. Анализ проблем при сборке головных антенных обтекателей на герметик «Виксинт У-2-28НТ».....	98
6.2. Разработка технологии автоматического перемешивания компонентов герметика «Виксинт У-2-28НТ».....	109
ВЫВОДЫ.....	116
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ.....	118
Приложение А.....	127
Приложение Б.....	129

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность исследования

В современном мире наблюдается постоянный рост требований к безопасности летательных аппаратов и их составных элементов. Вследствие усложнения конструктивных схем и роста скорости полета современных ракет, актуальной проблемой при их изготовлении является совершенствование существующей технологии и обеспечение высокого качества готовых изделий [1,2].

Одним из основных элементов высокоскоростных ракет является головной антенный радиопрозрачный обтекатель, который представляет собой конструкцию из радиопрозрачной оболочки и металлического шпангоута, соединенных между собой посредством адгезионного слоя [3]. Главной задачей головного антенного обтекателя является защита антенного блока от воздействия внешних факторов. Кроме этого, обтекатель определяет тактико-технические характеристики ракеты и регулирует точность наведения на цель.

Ключевыми моментами при создании головных антенных обтекателей являются выбор материала радиопрозрачной части и обеспечение прочного и герметичного соединения радиопрозрачной оболочки с металлическим шпангоутом.

Ранее основным конструкционным материалом для ракет служил стеклопластик, однако в современных летательных аппаратах температура на поверхности обтекателя может достигать 2000 °С, что делает данный материал не пригодным для таких жестких условий эксплуатации. В настоящее время основными материалами для изготовления головных антенных обтекателей являются керамика и ситаллы. В последнее время керамика выходит на первый план, поскольку обладает высокими механическими характеристиками и эрозионной устойчивостью, а также высокой термостойкостью и низкой теплопроводностью [4-8]. В частности, в

качестве материала для изготовления крупногабаритных головных антенных обтекателей лидером является кварцевая керамика – материал, получаемый преимущественно из прозрачного и непрозрачного кварцевого стекла по керамической технологии. Термин «кварцевая керамика» был впервые предложен Ю.Е. Пивинским в 1967 году и стал общепринятым.

Значительный вклад в разработку технологии изготовления головных антенных обтекателей из кварцевой керамики и ее внедрение внесли Ю.Е. Пивинский, Е.И. Суздальцев, А.Г. Ромашин, М.Ю. Русин, А.И. Аноприенко и многие другие.

Несмотря на все преимущества керамического материала, главным недостатком является наличие случайного распределения дефектов (раковин, включений, микротрещин) в его структуре [9-14], которые оказывают негативное влияние на механические свойства керамики.

Кроме того, в случае кварцевой керамики важным требованием при изготовлении обтекателей является обеспечение однородности и высокого уровня физико-механических свойств материала. В частности, для исключения влияния на радиотехнические характеристики изделия и избежания получения разных распределений толщины стенки по высоте, необходимо обеспечить однородность значений плотности кварцевой керамики по высоте изделия.

Герметичное и прочное соединение керамической оболочки и металлического шпангоута в конструкциях головных антенных обтекателей обеспечивается за счет использования кремнийорганических герметиков в качестве эластичного адгезива. Такой подход позволяет избежать проделывания отверстий в материале оболочки и сохранить ее целостность, в отличие от соединения посредством болтов и зажимов. Однако использование герметиков требует поддержания высоких показателей прочностных характеристик клеевого соединения и полной герметичности готовых изделий.

Таким образом, повышение однородности и уровня физико-механических свойств кварцевой керамики, сокращение количества дефектов в структуре материала, а также увеличение прочностных характеристик клевого соединения радиопрозрачной керамической оболочки с металлическим шпангоутом, несомненно, является актуальной задачей в современной оборонной промышленности.

Цель и задачи работы

Цель работы заключается в разработке методов совершенствования технологии изготовления головных антенных обтекателей из кварцевой керамики для повышения однородности и уровня физико-механических свойств керамического материала, сокращения количества дефектов и их точной идентификации в структуре материала, а также повышения прочности и герметичности соединения керамической оболочки с металлическим шпангоутом.

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

1. Разработать методику определения количественного содержания субмикрочастиц SiO_2 в шликере на основе кварцевого стекла и оценить их влияние на значения плотности заготовок из кварцевой керамики после обжига и вероятность возникновения трещин в изделиях.
2. Исследовать возможность вакуумирования шликера на основе кварцевого стекла с целью повышения однородности и уровня значений плотности керамического материала и сокращения количества раковин в его структуре.
3. Разработать методику визуально-оптического контроля оболочек из кварцевой керамики для своевременного выявления и устранения дефектов (раковин, трещин, включений) в процессе механической обработки.

4. Разработать технологию приготовления герметика «Виксинт У-2-28НТ» для повышения и стабилизации прочностных свойств клеевого соединения между керамической оболочкой и металлическим шпангоутом.

Научная новизна результатов исследования

1. На основе анализа физико-химических превращений субмикрочастиц SiO_2 в шликере на основе кварцевого стекла и данных по дзета-потенциалу системы выявлено влияние рН и продолжительности стабилизации шликера на вероятность возникновения трещин в изделиях из кварцевой керамики.

3. Установлено, что вакуумирование шликера возможно осуществлять в рамках технологии изготовления крупногабаритных изделий из кварцевой керамики для повышения однородности и уровня значений плотности керамического материала, а также для сокращения количества раковин в изделиях.

4. Показано, что для выявления и идентификации дефектов в структуре кварцевой керамики целесообразно использовать визуально-оптический метод, основанный на эффекте ослабления интенсивности светового потока при прохождении света через дефект в структуре материала. Разработана научно-обоснованная методика визуально-оптического контроля поверхности изделий из кварцевой керамики.

5. Установлено, что автоматический способ перемешивания герметика «Виксинт У-2-28НТ» в условиях вакуума позволяет добиться увеличения и стабилизации значений прочности клеевого соединения при сдвиге в системе кварцевая керамика-металл, а также сократить количество воздушных включений в структуре герметика после вулканизации. Впервые разработана технология приготовления герметика «Виксинт У-2-28НТ» в условиях вакуума для использования в качестве эластичного адгезива при соединении оболочки из кварцевой керамики с металлическим шпангоутом.

Новизна технических решений подтверждена тремя патентами Российской Федерации: № 2640778, 2018 г.; № 2661216, 2018 г.; № 2694116, 2019 г. Кроме того, по результатам работы соискателем подано две заявки на выдачу патентов Российской Федерации.

Практическая значимость работы

1. Разработаны рекомендации по регулированию технологических параметров приготовления шликера на основе кварцевого стекла, обеспечивающие снижение количества трещин при производстве головных антенных обтекателей (рН шликера в диапазоне 6-7, продолжительность стабилизации шликера 5-6 суток).

2. Установлено, что вакуумирование шликера на основе кварцевого стекла перед формованием крупногабаритных заготовок позволяет повысить уровень значений плотности керамического материала на $0,01 \text{ г/см}^3$ и улучшить ее однородность более, чем на 30 %, а также сократить количество раковин в изделиях из кварцевой керамики за счет удаления воздуха из шликера.

3. Разработана методика визуально-оптического контроля изделий из кварцевой керамики на наличие дефектов (трещин, раковин, включений) в процессе механической обработки оболочек. Внедрение методики визуально-оптического контроля в технологический процесс производства головных антенных обтекателей из кварцевой керамики позволило уменьшить трудоемкость процесса механической обработки в 2 раза и сократить количество несоответствующей продукции на 13 %.

4. Разработана технология автоматического перемешивания компонентов герметика «Виксинт У-2-28НТ», внедрение которой в серийное производство головных антенных обтекателей из кварцевой керамики позволило добиться увеличения прочности клеевого соединения при сдвиге в системе кварцевая керамика-металл до 17 % и уменьшения разброса

значений прочности на 37 %, а также сократить количество воздушных включений в структуре герметика после вулканизации.

На защиту выносятся следующие положения:

1. Методика определения количественного содержания субмикрочастиц SiO_2 в шликере на основе кварцевого стекла.

2. Результаты исследования физико-химических превращений субмикрочастиц SiO_2 в шликере на основе кварцевого стекла и дзета-потенциала системы в зависимости от pH и длительности стабилизации шликера, оценка их влияния на значения плотности заготовок из кварцевой керамики после обжига и вероятность возникновения трещин в изделиях.

3. Результаты исследования возможности вакуумирования шликера на основе кварцевого стекла для повышения однородности и уровня значений плотности кварцевой керамики и сокращения количества раковин в керамическом материале.

4. Методика визуально-оптического контроля оболочек из кварцевой керамики для обнаружения структурных дефектов в материале и результаты ее опробования и внедрения в серийное производство головных антенных обтекателей из кварцевой керамики

5. Технология автоматического перемешивания компонентов герметика «Виксинт У-2-28НТ» и результаты ее опробования и внедрения в серийное производство головных антенных обтекателей из кварцевой керамики.

Апробация и внедрение результатов работы

Основные результаты работы представлены на международных и всероссийских конференциях: Научно-технической конференции «Адгезионные материалы», г. Москва, 2016 г.; II Международной научно-технической конференции «Современные достижения в области клеев и герметиков: материалы, сырье, технологии», г. Дзержинск, 2016 г.; XXI Международной научно-технической конференции «Конструкции и

технологии получения изделий из неметаллических материалов», г. Обнинск, 2016 г.; XVIII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени профессора Л.П. Кулёва «Химия и химическая технология в XXI веке», г. Томск, 2017 г.; III Всероссийской научной конференции с международным участием, посвященной 60-летию ИХТРЭМС ФИЦ КНЦ РАН «Исследования и разработки в области химии и технологии функциональных материалов», г. Апатиты, 2018 г.; 13-й Международной научно-технической конференции «Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка», г. Минск, 2018 г.; VII Международной конференции с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества», г. Суздаль, 2018 г.; XX Международной научно-практической конференции имени профессора Л.П. Кулёва студентов и молодых ученых «Химия и химическая технология в XXI веке», г. Томск, 2019 г.; XXII Международной научно-технической конференции «Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов», г. Обнинск, 2019 г.; XII Всероссийском межотраслевом молодёжном конкурсе научно-технических работ и проектов «Молодежь и будущее авиации и космонавтики», г. Москва, 2020 г.

Результаты работы нашли применение в серийном производстве головных антенных обтекателей из кварцевой керамики в АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина» (г. Обнинск).

Публикации

По материалам исследования опубликованы 7 работ в научных изданиях, рецензируемых Web of Science и Scopus, 3 патента на изобретения, а также тезисы 7 докладов на международных и всероссийских конференциях.

Объем и структура работы

Работа состоит из введения, шести глав, выводов, списка литературы и приложений.

Материал работы изложен на 137 страницах машинописного текста, содержит 19 таблиц, 38 рисунков и 17 формул. Список литературы включает 78 источников.

Основное содержание диссертации изложено в следующих публикациях:

1. Харитонов Д. В., Анашкина А. А., Моторнова (Тычинская) М. С. Проблемы использования герметика Виксинт У-2-28НТ для крепления изделий в системе керамика-металл // Огнеупоры и техническая керамика. — 2016. — № 4-5. — С. 41–46.

2. Харитонов Д. В., Анашкина А. А., Моторнова (Тычинская) М. С. Повышение надежности клеевого соединения в конструкциях керамических головных антенных обтекателей. Часть 1. Разработка автоматической технологии перемешивания компонентов герметика Виксинт У-2-28НТ в условиях вакуума // Огнеупоры и техническая керамика. — 2016. — № 10. — С. 40–44.

3. Харитонов Д. В., Анашкина А. А., Моторнова (Тычинская) М. С. Повышение надёжности клеевого соединения в конструкциях керамических головных антенных обтекателей. Часть 2. Оценка влияния кинематических параметров перемешивания герметика Виксинт У-2-28НТ на прочность клеевого соединения в системе керамика-металл // Огнеупоры и техническая керамика. — 2017. — № 6. — С. 10–12.

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

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

Effect of highly disperse SiO₂ on the sintering of quartz ceramic: firing regime choice for quartz ceramic articles and the colloidal component concept / D. V. Kharitonov, N. A. Makarov, A. A. Anashkina, M. S. Motornova (Tychinskaya) // Glass and Ceramics. — 2018. — Vol. 75, №. 5-6. — P. 190–194.

6. Патент 2640778. Российская Федерация, МПК C08L83/04, C09J183/04, C09K3/10. Способ приготовления кремнийорганического герметика марки ВИКСИНТ: № 2016146969: заявл. 29.11.2016: опубл. 11.01.2018 / Д.В. Харитонов, М.Ю. Русин, А.А. Анашкина, М.С. Моторнова (Тычинская). – 6 с.

7. Патент 2661216. Российская Федерация, МПК B08B3/08, B08B7/00. Способ удаления кремнийорганического герметика марки ВИКСИНТ с поверхности перемешивающей фрезы: № 2017133384: заявл. 25.09.2017: опубл. 13.07.2018 / Д.В. Харитонов, М.Ю. Русин, М.С. Моторнова (Тычинская), А.А. Анашкина, Р.С. Конкина. – 6 с.

8. Харитонов Д.В., Анашкина А.А., Моторнова (Тычинская) М.С., Лемешев Д.О. Влияние содержания коллоидного компонента в шликере на основе кварцевого стекла на процесс спекания кварцевой керамики // Стекло и керамика. — 2019. — № 5. — С. 16–20.

Effect of the colloidal content in slip based on quartz glass / D. V. Kharitonov, A. A. Anashkina, M. S. Motornova (Tychinskaya), D. O. Lemeshev // Glass and Ceramics. — 2019. — Vol. 76, №. 5-6. — P. 174–177.

9. Патент 2694116. Российская Федерация, МПК G01N15/02. Способ определения содержания высокодисперсного диоксида кремния в шликере на основе кварцевого стекла: № 2018127121: заявл. 23.07.2018:

опубл. 09.07.2019 / Д.В. Харитонов, М.Ю. Русин, А.А. Анашкина, М.С. Моторнова (Тычинская). – 6 с.

10. Охлупин Ю.С., Моторнова (Тычинская) М.С., Харитонов Д.В., Анашкина А.А., Маслова Е.В. Влияние рН и продолжительности перемешивания шликера на выход брака по трещинам изделий из кварцевой керамики // Стекло и керамика. — 2020. — № 1. — С. 32–36.

ГЛАВА 1. ОБЗОР НАУЧНОЙ И ПАТЕНТНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1.1. Основные керамические радиопрозрачные материалы для производства головных антенных обтекателей

Радиопрозрачные материалы используют для защиты приемопередающих антенных устройств от внешних воздействий.

Данные материалы имеют очень малые значения диэлектрических потерь и практически не отражают радиоволн в интервале рабочих температур [15]. К радиопрозрачным материалам предъявляется ряд требований. Во-первых, они должны обладать высокой механической прочностью в широком интервале температур. И во-вторых, их теплоемкость и теплопроводность должны иметь невысокие значения. Кроме того, с целью снижения веса изделий, низкая плотность является преимуществом [16].

Потребность в радиопрозрачных антенных обтекателях возникла в 1960-х годах в связи с ужесточением требований к радиотехническим свойствам высокоскоростных ракет [15]. Тогда же были начаты исследования по разработке керамических материалов для радиопрозрачных элементов летательных аппаратов в СССР и США (оксидная и нитридная керамика, ситаллы [2, 4-8, 17-23]).

Классификация существующих радиопрозрачных материалов, применяемых в авиационной и ракетно-космической технике, приведена на рисунке 1 [16].

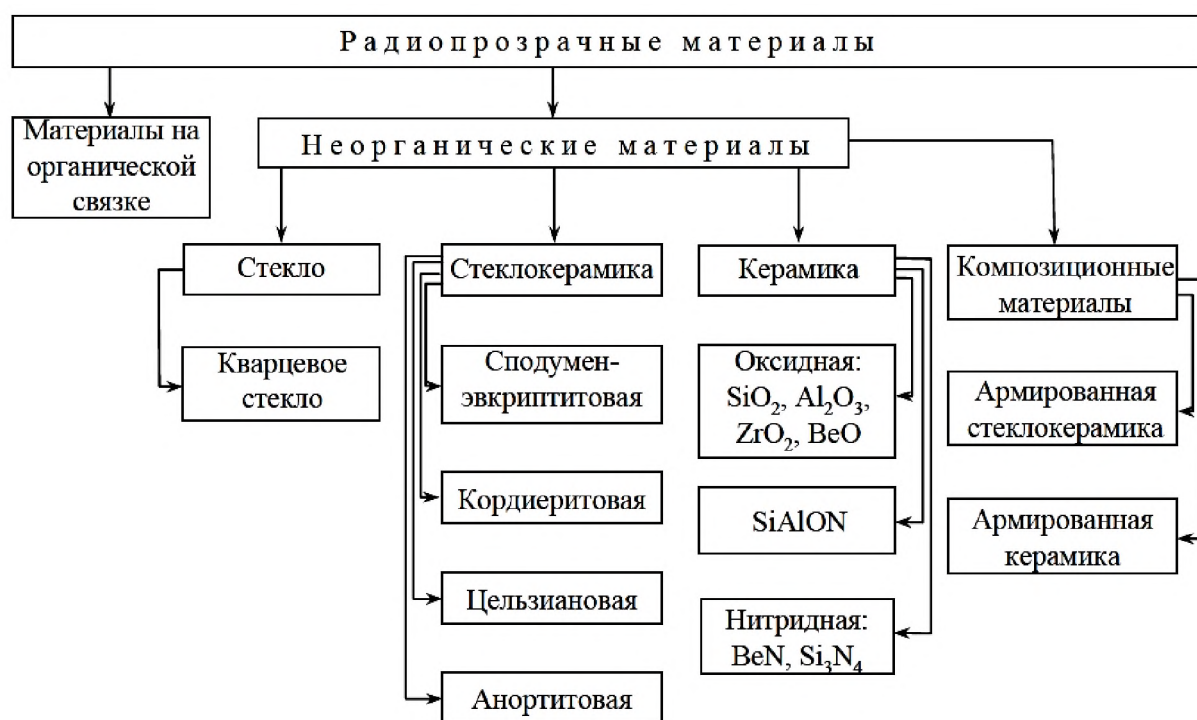


Рисунок 1 - Классификация существующих радиопрозрачных материалов, используемых в ракетно-космической и авиационной промышленности [16]

Из всех представленных материалов к настоящему моменту широко используются три вида высокотермостойких неорганических материалов: керамика на основе оксида алюминия (высокоглиноземистая), ситаллы и кварцевая керамика. Основные достоинства и недостатки всех трех материалов представлены в таблице 1.

Керамику на основе оксида алюминия отличают высокие показатели механической прочности, нулевое водопоглощение, а также низкие значения диэлектрических потерь и хорошая химическая устойчивость [4, 6, 17]. Однако данный материал имеет низкую термостойкость, а также низкий предел прочности уже при 600 °С, в связи с чем он может использоваться только при скоростях менее 4-4,5 М. Кроме того, технологические возможности алюмооксидной керамики ограничены, поскольку она имеет сравнительно высокую температуру обжига.

**Сравнительные характеристики высокотермостойких
неорганических материалов [24]**

Материал	Достоинства	Недостатки
Высокоглиноземистая керамика	<ul style="list-style-type: none"> – Высокая прочность материала и оболочки; – Устойчивость к дождевой эрозии и воздействию агрессивных сред. 	<ul style="list-style-type: none"> – Низкая устойчивость к термоудару; – Высокая температура спекания.
Стеклокристаллические материалы (ситаллы)	<ul style="list-style-type: none"> – Отсутствие пористости; – Высокая стойкость к климатическим воздействиям и морской воде. 	<ul style="list-style-type: none"> – Недостаточная термостабильность; – Недостаточная термостойкость; – Недостаточная стабильность тангенса угла диэлектрических потерь.
Кварцевая керамика	<ul style="list-style-type: none"> – Высокая термостойкость материала; – Хорошие термозащитные характеристики; – Стабильность диэлектрических характеристик в широком интервале температур и частот; – Технологичность производства изделий сложного профиля. 	<ul style="list-style-type: none"> – Низкая механическая прочность; – Низкая устойчивость к пылевой и дождевой эрозии; – Необходимость влагозащиты и герметизации;

Керамика на основе оксида алюминия широко применяется в США для обтекателей ракет типа «Sparrow».

Высокоглиноземистая керамика имеет большое преимущество перед другими материалами в плане огнеупорности, что является важным фактором для обтекателей высокоскоростных ракет [25]. Температура изменения агрегатного состояния для нее – 2050 °С, в то время как для ситаллов она составляет 1200 – 1350 °С, для керамических материалов на основе кварцевого стекла – не выше 1300 °С. Однако при одностороннем кратковременном тепловом нагреве работоспособность изделия определяется другими факторами.

У стеклокерамики и ситаллов (Пирокерам-9606, Пирокерам-9608, АС-370, АС-418 и др.) отсутствует пористость. Данные материалы имеют довольно высокие значения термостойкости, а также нулевое водопоглощение. Кроме того, они сохраняют свои диэлектрические и механические свойства при продолжительном нахождении в условиях воздействия влаги [7, 20-22]. К недостаткам стеклокерамики относятся невысокие прочностные характеристики и неустойчивость к термоудару.

Традиционно ситаллы получают по стекольной технологии, в то время как авторами [22, 23] была разработана стеклокерамика литийалюмосиликатного состава при использовании керамической технологии. С помощью данной технологии удалось добиться более однородных структур, а также значительно расширить составы получаемых материалов и повысить уровень их свойств.

Литийалюмосиликатная стеклокерамика значительно опережает произведенные по стекольной технологии иностранные аналоги по термостойкости и сохранению диэлектрических и прочностных характеристик вплоть до температур, равных 1170 °С [23, 26-28], при этом не проигрывает им по уровню основных физико-технических параметров. Кроме того, в данном материале присутствует небольшое количество закрытых пор, которые предотвращают распространение микротрещин.

Ситаллы используются во всем мире при производстве радиопрозрачных головных антенных обтекателей летательных аппаратов, эксплуатируемых на скоростях 4,5-7 М.

Материалы на основе аморфного диоксида кремния (кварцевая керамика) отличаются от других материалов выигрышем в прочностных характеристиках и термостойкости, а также высокими теплозащитными и стабильными диэлектрическими характеристиками [4-8, 18, 19].

Теплопроводность кварцевой керамики является самой невысокой, по сравнению с другими неорганическими диэлектрическими материалами. Этот вид керамики не меняет фазовый состав с изменением объема при

охлаждении и нагреве до 1300 °С, и может применяться до температуры плавления аморфного SiO₂, а непродолжительное время - до 2000 °С. Кроме того, кварцевая керамика обладает самой низкой диэлектрической проницаемостью, что упрощает процесс механической обработки за счет снижения требований на допуски по толщине стенки.

Несмотря на все достоинства, данный материал обладает высокой пористостью, что приводит к влагопоглощению. Но этот недостаток устраняют путем пропитывания внутренней поверхности керамики кремнийорганическими растворами полимеров, благодаря чему значительно повышается предел прочности керамики SiO₂ на растяжение.

Для неорганических огнеупорных материалов самым существенным фактором является термостойкость. Наиболее распространенный экспериментальный критерий этого качества - температурный перепад по толщине стенки, который материал способен выдержать без разрушения.

На рисунке 2 изображен перепад температур ΔT для кварцевой керамики, Пирокерама 9606 и высокоглиноземистой керамики в зависимости от значения $K = ad/2$ [25]. Существенное преимущество кварцевой керамики перед другими материалами по этому параметру объясняется выгодным сочетанием ее прочностных, теплофизических и деформационных свойств [29].

Температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) кварцевой керамики значительно ниже, чем у других керамических материалов (рис. 3) [25]. Кроме того, при нагреве кварцевой керамики и изделий на ее основе выше 900 °С происходит релаксация напряжений [30].

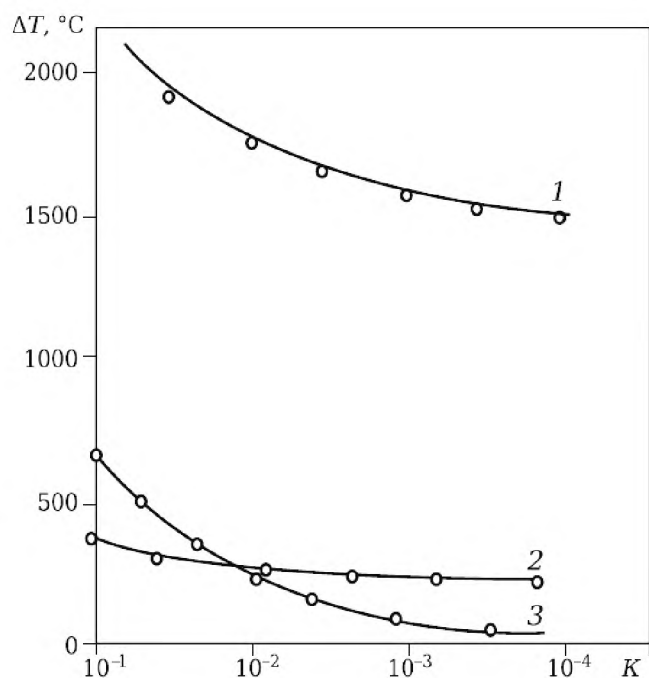


Рисунок 2 - Устойчивость радиопрозрачных неорганических материалов к термоудару ΔT : 1 - кварцевой керамики; 2 - Пирокерама 9606; 3 - керамики на основе Al_2O_3 ; $K = ad/2$, где d — толщина стенки изделия; a - коэффициент теплопередачи [25]

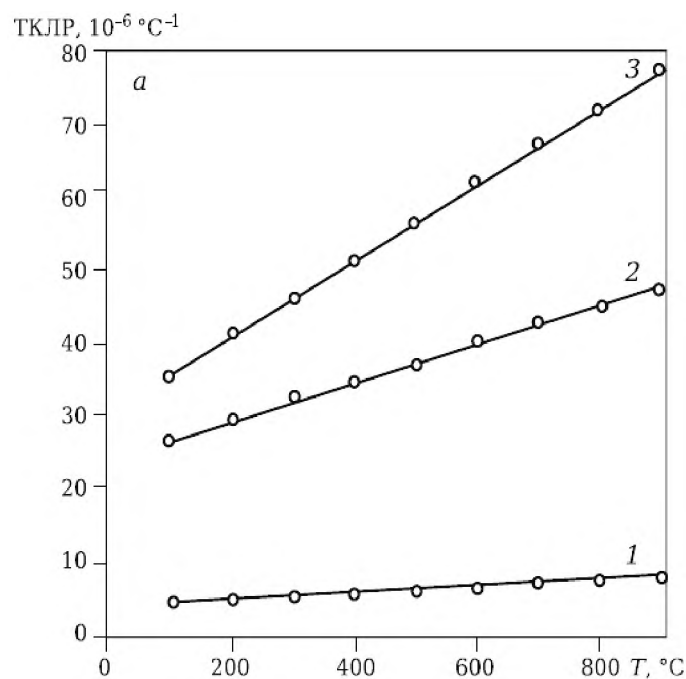


Рисунок 3 – Температурная зависимость ТКЛР неорганических материалов: 1 - кварцевой керамики; 2 - Пирокерама 9606; 3 - керамики на основе Al_2O_3 [25]

При изготовлении головного антенного обтекателя предпочтение отдается материалам с низкой теплопроводностью, поскольку температура наружной поверхности может превышать 1000 °С, а температура антенного блока должна оставаться не выше 200 °С. Материалы на основе аморфного диоксида кремния имеют самую низкую теплопроводность среди неорганических диэлектриков.

На рис. 4 показана температурная зависимость величины теплопроводности для кварцевой керамики, Пирокерама 9606 и беспористой высокоглиноземистой керамики [25]. Следует отметить, что только оболочки из кварцевой керамики обеспечивают достаточную теплозащиту головных антенных обтекателей для ракет земля – воздух, эксплуатируемых на скоростях 6–12 М [31-33].

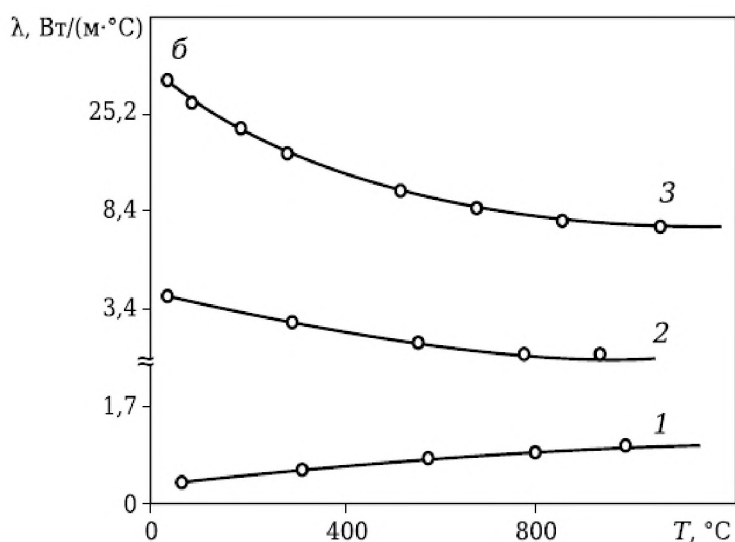


Рисунок 4 – Температурная зависимость теплопроводности λ неорганических материалов: 1 - кварцевой керамики; 2 - Пирокерама 9606; 3 - керамики на основе Al_2O_3 [25]

Среди рассматриваемых материалов керамика на основе диоксида кремния имеет самые низкие упругие и прочностные характеристики. Но при нагревании эти свойства во многом выравниваются (рис. 5) [25]. Причиной повышения прочности кварцевой керамики с увеличением температуры также является релаксация напряжений при появлении пластической

деформации [34]. При длительном воздействии высоких температур пористая кварцевая керамика при 1100 °С подвергается дополнительному спеканию, а затем выше 1200 °С — кристаллизации.

Однако при одностороннем нагреве конструкционная прочность материала в изделии увеличивается, а температурная область эксплуатации материала повышается до 1700–2000 °С.

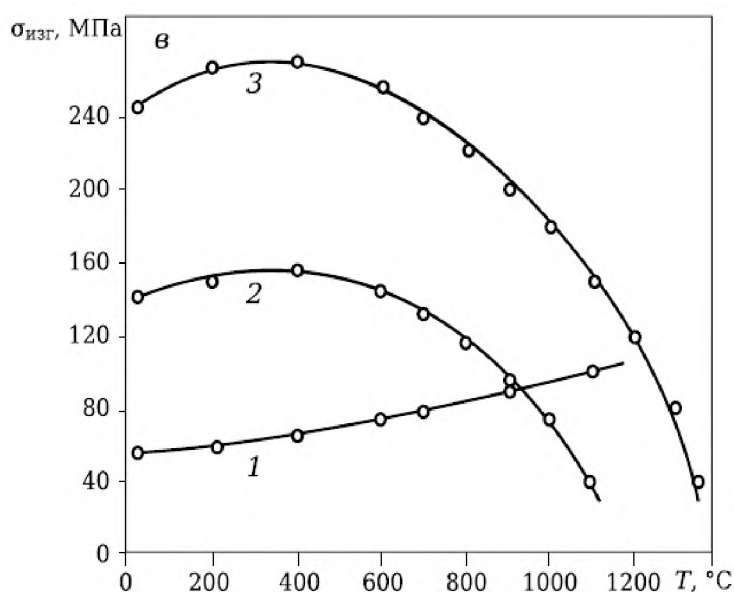


Рисунок 5 – Температурная зависимость предела прочности при изгибе $\sigma_{изг}$ неорганических материалов: 1 - кварцевой керамики; 2 - Пирокерама 9606; 3 - керамики на основе Al_2O_3 [25]

По результатам многочисленных отечественных и зарубежных исследований, благодаря высокой термостойкости и низкой теплопроводности, изделия из кварцевой керамики не теряют свою работоспособность даже при сокращении толщины стенки оболочки (из-за сублимации и плавления керамического материала) [35-38].

Важным фактором при выборе материала для реального обтекателя является сохранение значений диэлектрической проницаемости ϵ при сравнительно небольшой величине тангенса угла диэлектрических потерь $tg\delta$ (рис. 6). Изменение ее для кварцевой керамики, ситалла Пирокерам 9606 и высокоглиноземистой керамики составляет для интервала температур

25–500 °С: 1,0, 2,7 и 4,8 %, соответственно; для 25–1000 °С: 3,0, 6,2 и 18,0 %, соответственно (рис. 6) [25]. В интервале температур до 1200 °С изменение ε кварцевой керамики не превышает 4 %, и даже в случае доведения материала до расплава кварцевого стекла ($T = 1800 - 2000$ °С) ε не превышает 4,1 единицы [25].

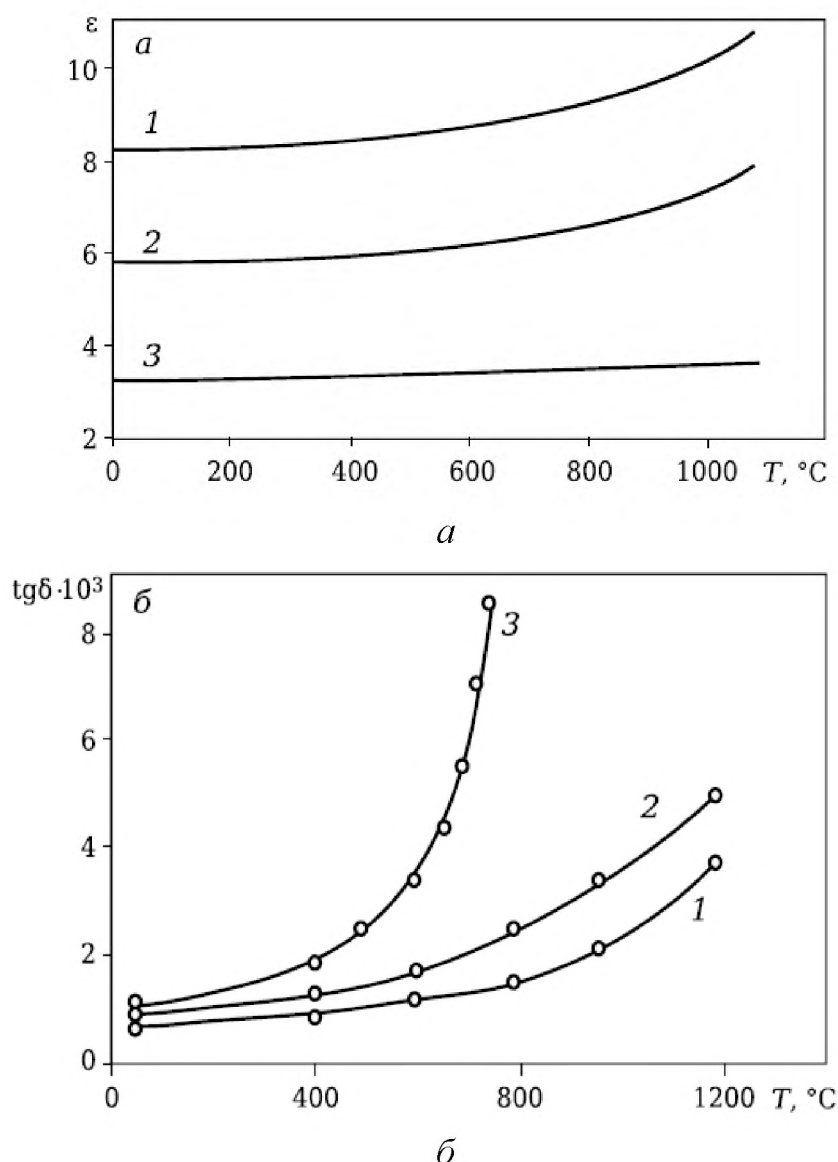


Рисунок 6 – Температурная зависимость диэлектрической проницаемости ε (а) и $\text{tg}\delta$ (б) радиопрозрачных неорганических материалов: 1 - керамики на основе Al_2O_3 ; 2 - Пирокерама 9606; 3 –кварцевой керамики [25]

Кварцевая керамика обладает самой низкой абсолютной величиной диэлектрической проницаемости (рис. 6, а) [25, 39]. По некоторым данным [40-44], диэлектрическая проницаемость материала обтекателя в рабочем

диапазоне температур не должна изменяться более чем на 10 %, а значения $\text{tg}\delta$ не должны превышать 0,01. Однако в реальных условиях эти требования могут быть сформулированы более жестко.

Кварцевая керамика является очень технологичным материалом, поскольку при изготовлении изделий из нее используется недорогое оборудование и доступное сырье. Формование заготовок из кварцевой керамики осуществляется методом шликерного литья в гипсовых формах, а для обжига заготовок при температурах 1250 – 1270 °С используют электрические печи, что намного менее энергозатратно, чем обжиг изделий из алюмооксидной керамики в газовых печах при высоких температурах, достигающих 1650 °С.

Механическая обработка изделий из кварцевой керамики упрощена за счет невысокой твердости материала и, более того, эти изделия имеют маленький припуск на механическую обработку благодаря небольшим линейным усадкам при обжиге (до 1,5 %). Все это делает технологию менее затратной с точки зрения расходов материалов, сырья и трудоемкости.

В настоящее время освоен выпуск крупногабаритных (до 1,5 м) изделий из кварцевой керамики, что для других материалов сделать пока не удается.

На основании анализа свойств всех трех материалов можно сделать вывод о том, что в мире в настоящий момент не существует единого материала, обладающего всем необходимым набором свойств, чтобы соответствовать всем требованиям, предъявляемым к головным антенным обтекателям. В связи с этим приходится разделять материалы по различным областям их использования. Например, кварцевая керамика находит широкое применение в ракетных комплексах, оснащенных защитными транспортно-пусковыми контейнерами. В то же время для обтекателей ракет корабельного и аэродромного базирования в США применяют ситаллы и керамику на основе Al_2O_3 , поскольку кварцевая керамика становится в этом случае непригодной [45, 46] вследствие недостаточно высокой механической

прочности, способности захватывать воду из окружающей среды (рис. 7) и низкой стойкости к дождевой и пылевой эрозии (рис. 8).

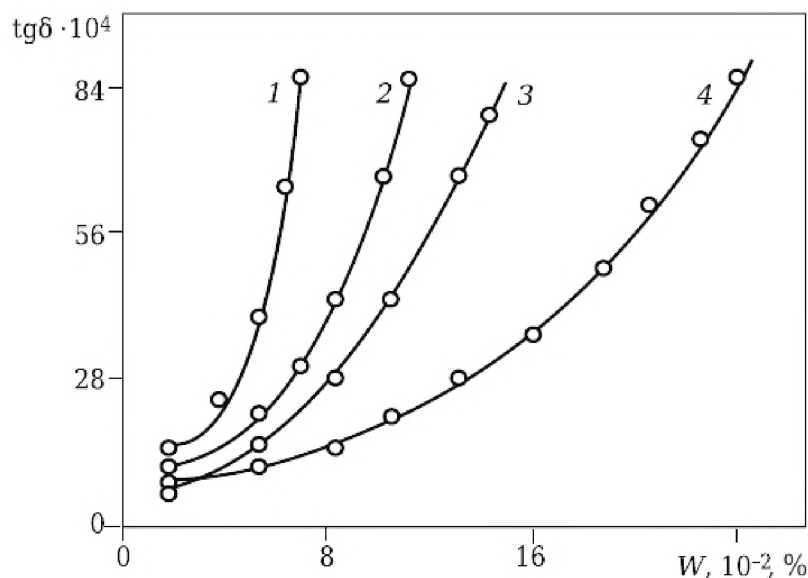


Рисунок 7 – Зависимость $tg\delta$ кварцевой керамики от влагопоглощения W и пористости, %: 1 — 6,8; 2 — 11,5; 3 — 16,3; 4 — 18,7 [25]

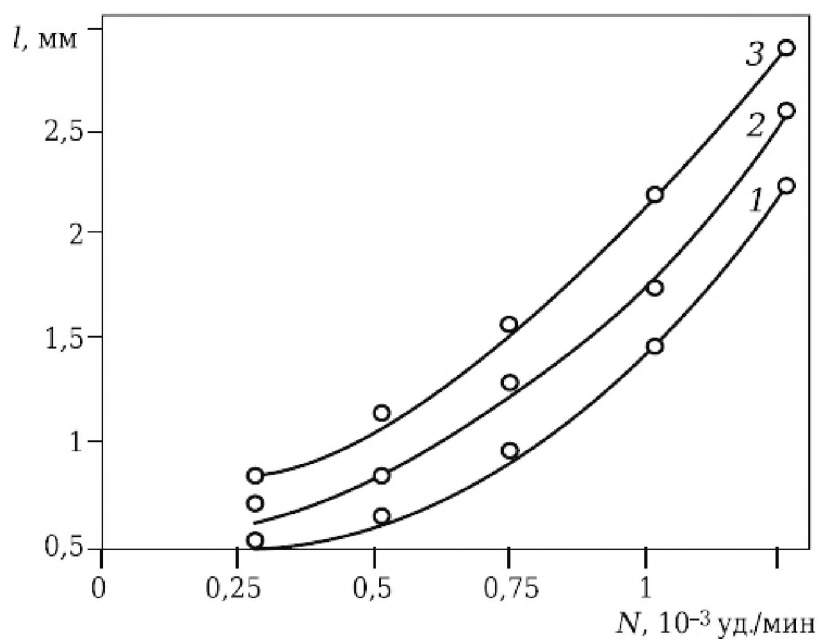


Рисунок 8 – Зависимость глубины повреждения l кварцевой керамики пористостью 8,5 % от интенсивности капельной нагрузки N при различных скоростях соударения, м/с: 1 — 120; 2 — 150; 3 — 180 [25]

В России ракеты аэродромного и корабельного базирования комплектуются главным образом обтекателями из ситаллов, поскольку эти материалы превосходят высокоглиноземистую керамику по своим физико-

техническим характеристикам. Кроме того, изделия из ситаллов могут быть получены по более простой технологии, по сравнению с алюмооксидной керамикой. Учитывая ценные свойства кварцевой керамики и ситаллов, делали неоднократные попытки объединить их в единый комплекс и создать один материал, отличающийся превосходным набором всех необходимых свойств. Но как показали исследования, таким путем удастся решить лишь те или иные локальные задачи, хотя и они являются важными [25].

Комплексно решить задачу не удалось по нескольким причинам. Во-первых, вследствие кристаллизации кварцевого стекла не получается спечь материал до беспористого состояния при введении большого количества модифицирующих добавок, а во-вторых, полученная беспористая кварцевая керамика не может быть заменой ситалловому обтекателю из-за сравнительно низких значений диэлектрической проницаемости и прочности, что приводит к увеличению толщины стенки обтекателя и его массы. Кроме того, промышленность уже сориентирована на изготовление средств управления исходя из свойств ситаллов, поэтому замена материала потребовала бы изменения конструкции летательных аппаратов и замены всей структуры производства управляющих ракетных систем, что является необычайно трудоемким, длительным и затратным процессом [25].

В таблице 2 приведены свойства материалов на основе аморфного SiO_2 с пористостью от 0 до 85 % [25].

Свойства радиопрозрачных керамических материалов на основе аморфного SiO₂ [25]

Показатели	Марка материала						
	ТСМ-109	ТСМ-107	НИАСИТ	ОТМ-920	ОТМ-921	ОТМ-607	ОТМ-605
Плотность, г/см ³	2,10- 2,15	2,15- 2,18	1,94- 2,05	1,70- 1,75	1,26- 1,33	0,5-0,6	0,3-0,4
Пористость, %	5-10	<0,5	8-10	21-25	40-43	70-80	82-86
Предел прочности при изгибе, МПа	65	55	45	28	20	9	3
Теплопроводность, Вт/(м·°С)	1,8	1,5	0,7	0,6	0,4	0,1	0,07
ТКЛР, 10 ⁻⁷ град ⁻¹	≤9,5	≤7,5	≤7,5	≤7,5	≤7,5	≤7,5	≤7,5
Диэлектрическая проницаемость, f=1010 Гц, 20°С	5,5	3,7	3,5	2,9	2,5	1,5	1,3

Кварцевая керамика используется в конструкции головных антенных обтекателей ракет различных классов, эксплуатируемых на скоростях 5-10 М.

Данная научно-исследовательская работа посвящена исследованию кварцевой керамики НИАСИТ, которая была разработана и используется в АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина» при производстве радиопрозрачных головных антенных обтекателей. Более подробные свойства данного материала приведены в таблице 3 [24].

Основные свойства материала НИАСИТ [24]

Свойство	Кварцевая керамика НИАСИТ
Плотность кажущаяся, кг/м ³	1940-2050
Водопоглощение, %	4-6
Пористость открытая, %	7-12
Предел прочности при статическом изгибе при температуре 20°C, МПа	≥ 34
Предел прочности при осевом сжатии при температуре 20°C, МПа	≥ 98
Модуль упругости статический при температуре 20°C, МПа	≥ 2,6x10 ⁴
Ударная вязкость, кДж/м ²	≥ 0,78
Микротвердость, МПа	5320
Коэффициент Пуассона	0,25
Температурный коэффициент линейного расширения (средний) в интервале температур, α·10 ⁷ , К ⁻¹	
(20-200)°C	6±2
(20-300)°C	5±2
(20-900)°C	5±2
Коэффициент теплопроводности, Вт/м·К при температуре	
20°C	0,83±0,12
300°C	0,95±0,14
500°C	1,01±0,15
1000°C	1,20±0,18
Удельная теплоемкость, кДж/кг·К при температуре	
20°C	0,74±0,07
300°C	1,04±0,10
500°C	1,14±0,11
1000°C	1,27±0,13
Коэффициент температуропроводности, α·10 ⁶ , м ² /с при температуре	
20°C	0,57±0,08
300°C	0,47±0,07

500°C	0,45±0,07
Диэлектрическая проницаемость при частоте $f=10^{10}$ Гц и температуре 20°C	3,30-3,53
Тангенс угла диэлектрических потерь при частоте $f=10^{10}$ Гц в вакууме, $\text{tg}\delta \cdot 10^4$, не более	
20°C	≤ 40
1200°C	≤ 100
Спектральный полусферический коэффициент излучения (степень черноты) при $\lambda=0,65$ мкм, $d=5$ мм, %	13,0-15,0

Приведенные свойства кварцевой керамики НИАСИТ обеспечиваются за счет особенностей технологии изготовления данного материала и изделий из него.

1.2. Особенности технологического процесса производства головных антенных обтекателей из кварцевой керамики

Процесс изготовления головных антенных обтекателей из кварцевой керамики включает в себя несколько основных стадий:

- Получение высокоплотного шликера на основе кварцевого стекла;
- Формование заготовки;
- Сушка, обжиг заготовки;
- Механическая обработка заготовки;
- Влагозащита оболочки;
- Сборка керамической оболочки с металлическим шпангоутом;

1.2.1. Процесс получения высокоплотного шликера на основе кварцевого стекла методом мокрого помола в шаровых мельницах

Операция измельчения исходного кварцевого стекла и приготовления водного шликера является одной из наиболее ответственных в технологии керамики, так как качество полученного шликера и его свойства оказывают

определяющее влияние на пористость, плотность и целостность отформованных заготовок.

Оптимальным способом получения шликера при изготовлении головных антенных радиопрозрачных обтекателей из кварцевой керамики является одностадийное мокрое измельчение кварцевого стекла в шаровых мельницах. Благодаря использованию данного метода есть возможность получить предельно концентрированные суспензии, позволяющие после их стабилизации добиться высокой степени упаковки твердого вещества в отформованной заготовке. При этом исключается операция сухого измельчения. Сущность метода заключается в том, что для получения суспензий осуществляют мокрый помол предварительно дробленого кварцевого стекла в шаровой мельнице [18].

Таким образом, при мокром измельчении кварцевого стекла в одной шаровой мельнице совмещаются сразу два процесса: дробление и тонкое измельчение. В качестве исходного материала для помола выступает бой кварцевого стекла – трубки с максимальным размером до 50 - 70 мм по длине, которые в течение первых 1 – 2 часов измельчения дробятся до размеров 1 – 2 мм, а затем осуществляется тонкий помол. По мере измельчения, материал из крупнокускового вида превращается в суспензию, плотность которой постепенно возрастает и приближается к рассчитываемой. Изначально в мельнице находится избыточное количество воды, поскольку материал представляет собой крупные куски, однако по мере дальнейшего измельчения, вода идет на смачивание вновь образующейся при помоле поверхности. В ходе процесса помола вязкость суспензии снижается за счет образования кремнекислоты [18].

Авторами [18, 30, 47] было установлено, что на производительность мокрого помола оказывает влияние ряд факторов: форма, размер, плотность и количество мелющих тел; скорость вращения барабана; размер, свойства и количество измельчаемого материала, влажность (количество воды), степень заполнения объема мельницы и др.

При одностадийном мокром измельчении кварцевого стекла в качестве мелющих тел используют стержни из прозрачного кварцевого стекла [30].

В технологии высококонцентрированных керамических вязущих суспензий (ВКВС) метод мокрого измельчения представляет собой сложный технологический процесс [18]. При мокром помоле в суспензиях протекают процессы, которые обуславливают выбранную дисперсность и механохимические эффекты при активации частиц дисперсной фазы [18, 48]. Главной задачей при получении ВКВС является разработка литейной системы, которая проявляет вязущие свойства, определяемые набором характеристик (дисперсность, объемная концентрация C_v , вязкость, рН и др.). Данные свойства формируются непосредственно в процессе мокрого помола и корректируются при дальнейшей стабилизации. В этом заключается основное различие между обычным мокрым помолом минеральных материалов и мокрым измельчением в технологии ВКВС – в первом случае, как правило, рассматривается кинетика процесса, а дисперсность является контрольным параметром.

Следует отметить, что одной из ключевых особенностей процесса мокрого измельчения в технологии получения ВКВС является образование субмикрочастиц (или коллоидного компонента) в продукте помола [18, 47, 49, 50].

В частности, на вязущие свойства суспензий на основе кварцевого стекла и качество полученных заготовок влияет содержание в шликере субмикрочастиц SiO_2 [18, 30, 47, 51-53].

Согласно литературным данным [54], при мокром помоле кварцевого стекла в шаровой мельнице образуется кремниевая кислота и мельчайшие частицы кремнезоля, которые способствуют повышению механической прочности отливок. В этом случае отсутствует необходимость искусственно вводить в систему кремнеземсодержащие связки, поскольку они синтезируются сами в процессе помола благодаря растворению диоксида кремния в воде из-за предельной концентрации и повышенной температуры

[18, 47, 52, 53]. Независимо от вида исходного материала, вязущие свойства суспензий определяются содержанием высокодисперсных частиц SiO_2 [18, 52-54].

Суспензии на основе кварцевого стекла непосредственно после их получения обладают повышенной вязкостью, низкими вязущими свойствами и седиментационной устойчивостью, а также проявляют некоторые аномалии реологического поведения (например, резко выраженную дилатансию). Для улучшения данных параметров применяют дополнительную стабилизацию или разжижение суспензий, а именно, гравитационное перемешивание [18]. Важным является тот факт, что при этом удаляется часть воздуха, захваченного при мокром измельчении, что в дальнейшем положительно влияет на качество отформованных заготовок и прочность спеченного керамического материала.

Известно, что при перемешивании вязко-текучих дисперсных систем возникает напряженное состояние, за счет сил потока и инерции [18]. Это способствует дезагломерации в системе твердой фазы, поскольку взвешенные частицы приводятся во вращательное движение. За счет этого возникают центробежные силы, которые являются дополнительной причиной образования напряжений на частицах. Вязкость суспензии уменьшается по мере роста доли в системе свободной воды (общая влажность при этом остается неизменной), а прочность и плотность отливок увеличивается вследствие падения толщины гидратных оболочек на частицах. Все эти факторы приводят к уменьшению усадки при сушке и скорости набора массы при формовании заготовок [18].

1.2.2. Процесс формования заготовок методом шликерного литья в гипсовые формы

В качестве способа формования крупногабаритных сложнопрофильных заготовок из кварцевой керамики применяют метод водного шликерного

литься в гипсовые формы. Этот метод пока что является единственным для формования оболочек головных антенных обтекателей [18].

Авторами [55, 56] показано, что процессы структурообразования в технологии материалов на основе ВКВС представляют собой набор структурных переходов, которые сопровождаются последовательным объединением частиц твердой фазы и изменением типа связей в пространственных структурах – точечные контакты и коагуляционные связи переходят к широкому срастанию по межкристаллическим и межфазовым границам, что в результате приводит к росту прочности. Схема переходов имеет следующий вид: ВКВС – дисперсное тело – дисперсное капиллярно-пористое тело – прочное капиллярно-пористое тело [18].

Первичное структурообразование (переход из текучего состояния в твердое) происходит за счет частичного обезвоживания с помощью пористой формы. Физическая сущность механизма структурообразования ВКВС заключается в частичном обезвоживании системы до состояния, которое соответствует критической концентрации твердого вещества $C_{вкр}$. Движущей силой процесса является давление пористой формы, определяемое ее активной пористостью P_ϕ и капиллярным давлением P_ϕ [18].

При переходе ВКВС из исходного состояния с концентрацией C_v в состояние $C_{вкр}$ происходит уменьшение объема системы или ее концентрирование, поскольку в поровой объем формы удаляется кинетически свободная жидкость $C_{вк}$. Пористость отливки определяется остающейся в набранной массе кинетически связанной жидкостью $C_{вс}$.

В технологии формования относительно толстостенных изделий из кварцевой керамики используется наливной метод литья, который, как правило, является достаточно продолжительным [18].

Процесс шликерного литья во многом определяется седиментационной устойчивостью шликера и проницаемостью (для дисперсионной среды) набираемого слоя массы и характеризуется несколькими основными параметрами: плотностью отформованной заготовки и скоростью набора

массы на пористую форму [30, 47]. Плотность заготовки в торце всегда ниже, чем в носке изделия. Актуальной задачей является повышение однородности и уровня значений плотности материала по высоте заготовки.

В качестве материала для изготовления пористых форм выступает формовочный гипс, который представляет собой тонкомолотый порошок полуводного гидрата сернокислого кальция – $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$.

Следует отметить, что в процессе формования заготовок из кварцевой керамики часто имеют случаи образования дефектов-раковин в структуре керамического материала, что снижает качество готовых изделий и приводит к появлению несоответствующей продукции.

После операции формования заготовок из кварцевой керамики следует процесс их сушки.

1.2.3. Процесс сушки заготовки

Сушка – это процесс удаления воды из свежесформованной керамической заготовки [18], которая представляет собой капиллярнопористое тело с определенной объемной долей воды. Согласно классификации П.А. Ребиндера, сушка бывает трех видов: механически, физико-механически и химически связанная [57]. В процессе сушки удаляется механически и физико-механически связанная вода.

Процесс сушки заготовки можно рассматривать в качестве одного из этапов структурообразования. Ранее уже было указано, что процессы формирования твердого материала в технологии ВКВС описываются рядом переходов с изменением характера связей между частицами твердой фазы. Первичное структурообразование ВКВС осуществляется при частичном обезвоживании суспензий за счет использования пористой формы [18].

Основными факторами, определяющими скорость сушки заготовок из кварцевой керамики, при условии отсутствия в них дефектов, являются усадка при сушке и дисперсность частиц твердой фазы. На начальной стадии освоения технологии изготовления изделий из кварцевой керамики часто

имели место случаи образования трещин в отливках в процессе сушке [51]. Было установлено, что главной причиной этому служило высокое содержание мелкодисперсных частиц в отливках. Как показали исследования [51], растрескиваются те отливки, которые содержат более 50-60 % частиц размером менее 3 мкм, и осаждаются шликер с содержанием более 10-15 % фракции крупнее 63 мкм. При плотности шликера более 1,80 г/см³ его устойчивость резко увеличивается [18].

Растрескивание отливок можно объяснить тем, что материал при измельчении в зависимости от тонины помола подвергается гидратации, которая сопровождается образованием в нем напряжений. Действительно, исследование отливок при 1000 °С показало, что при содержании в исходном шликере более 50 % частиц размером меньше 3 мкм, потери при прокаливании резко возрастают [18].

Трещины при сушке были устранены за счет увеличения содержания в шликере на основе кварцевого стекла частиц размером 50-300 мкм, а также за счет значительного повышения полидисперсности суспензий. Одновременно с этим суспензии стали получать более концентрированными, благодаря чему возросла также их седиментационная устойчивость. Все это привело к снижению величины усадки при сушке отливок до 0,1 %. В настоящее время, учитывая низкую исходную влажность полуфабриката (6 - 7 %) и незначительные значения усадок, процесс сушки в производстве даже крупногабаритных и толстостенных изделий сложностей не представляет [18].

1.2.3. Процесс спекания керамического материала

Спекание представляет собой термически активированный процесс, который происходит в пористом керамическом полуфабрикате под действием сил поверхностного натяжения, приводит к упрочнению системы и способствует ее переходу в термодинамически более равновесное состояние [18, 58-60]. С физико-химической точки зрения, спекание является

самопроизвольным процессом уменьшения свободной энергии дисперсно-пористого тела при нагревании, определяющую роль в котором играет свободная энергия частиц [18, 61-63]. Если рассматривать спекание с технологической точки зрения, можно заключить, что это процесс получения прочного малопористого кемневидого тела из полуфабриката при воздействии высоких температур [18]. В технологии керамики спекание осуществляется при помощи энергоемкого процесса - обжига, а именно, термической обработки, при которой происходит нагрев материала, выдержка при максимальной температуре и охлаждение до комнатной температуры.

При рассмотрении спекания керамических материалов на основе ВКВС кварцевого стекла можно выделить несколько особенностей, которые главным образом обусловлены высокой степенью упаковки дисперсных частиц уже на стадии отформованной заготовки. В случае кварцевой керамики высокие значения механической прочности материала достигаются при незначительных (до 1-1,5 %) показателях усадки [18, 30, 64], в связи с чем отсутствует необходимость достижения плотноспеченного состояния. Однако недостатком является возможное нежелательное образование кристобалита при спекании кварцевой керамики.

Одно из отличий кварцевой керамики от других керамических материалов заключается в ее аморфном (стеклообразном) состоянии и наличии в ней значительного количества кристаллических фаз, что приводит к снижению термостойкости. Таким образом, кварцевая керамика с точки зрения внутреннего строения и структуры представляет собой «спеченное стекло» или «аморфную керамику» [18].

Применительно к спеканию материалов, сформованных из аморфных порошков и не кристаллизующихся в процессе спекания, общепризнанным является механизм вязкого течения, который в середине 40-х годов впервые был сформулирован советским физиком Я.И. Френкелем. Согласно развитой им гипотезе, причиной уплотнения пористого тела является стремление к

уменьшению свободной поверхностной энергии частиц, из которых это тело состоит, при этом кинетика процесса определяется скоростью вязкого течения среды, в которой расположены поры. Основное условие осуществления процесса состоит в способности твердых тел течь при высоких температурах подобно очень вязким жидкостям [18, 65].

Теория спекания, в основу которой положен механизм вязкого течения, была рассмотрена на идеализированных моделях и впоследствии претерпела существенные изменения, однако основные идеи определили направление многих исследований в области физики спекания [18].

Как было отмечено ранее, основной трудностью получения кварцевой керамики является достижение достаточного ее уплотнения при спекании. Обусловлено это тем, что последнее может осложняться нежелательным процессом кристобалитизации. Образование в кварцевой керамике определенного (критического) количества кристобалита может привести к ее разрушению или разупрочнению, вызванному переходом образовавшегося высокотемпературного α -кристобалита в низкотемпературный β -кристобалит.

Определению оптимального режима обжига изделий из кварцевой керамики уделялось много внимания. Из данных, полученных в работе [66], следует, что при температурах обжига ниже 1100 °С спекание керамики происходит с невысокой скоростью. Интенсивное уплотнение материала начинается при температурах выше 1200 – 1280 °С, а также с ростом времени выдержки в этом температурном интервале. Выше 1300 °С, вследствие появления в образцах кристаллической фазы, прочностные свойства керамики снижаются, а коэффициент термического расширения возрастает. Причем, чем дольше образец выдерживается при высокой температуре, тем больше вероятность кристаллизации материала.

Можно утверждать, что спекание керамики на этапе подъема температуры до максимальной (≈ 1280 °С) незначительно, а термостойкость материала настолько высока, что разрушить его термоударом не представляется возможным. Следовательно, необходимость в выдержках при

промежуточных температурах для равномерности прогревания заготовки отсутствует, а скорости нагрева и охлаждения принципиального значения для качества керамики не имеют, ограничены лишь технологическими возможностями оборудования и техникой безопасности при проведении работ.

В настоящее время при изготовлении изделий из кварцевой керамики обжиг проводят при температуре 1200 - 1280 °С в течение 1-3 ч. Режим обжига выбирают на основе анализа параметров ранее проведенного обжига в данной печи – максимальной температуры, времени выдержки при этой температуре, величины усадки, полученной плотности спеченного керамического материала. При этом дополнительно учитывают параметры шликера и время его стабилизации.

1.2.4. Механическая обработка обтекателей

Несмотря на то, что исследования в области создания керамических радиопрозрачных обтекателей продолжаются уже несколько десятков лет, в процессе механической обработки оболочек возникает ряд проблем, связанных с профилями и габаритами готовых изделий, а также с достижением требуемого уровня свойств [18].

Основными радиотехническими характеристиками обтекателя являются угловые ошибки и радиопрозрачность. Они определяются реальным профилем изделия, то есть распределением электрической толщины стенки по всему объему. Следовательно, оптимальные радиотехнические характеристики обтекателя связаны как с рабочим диапазоном длин волн, так и с величиной диэлектрической проницаемости материалов, из которых они изготовлены, а также с их геометрией [18].

В реальном производстве обтекателей в геометрии заготовок и в однородности свойств материала всегда существуют определенные отклонения, которые связаны с заданным интервалом параметров в технологических операциях. Кроме того, механическая обработка

обтекателей необходима также вследствие усадок керамического материала после обжига, что вызывает некоторое изменение их формы (коробление). Чем выше исходная пористость заготовок и степень уплотнения, тем больше коробление.

Существующая технология обработки обтекателей из кварцевой керамики предусматривает отдельное шлифование внутренней и наружной поверхностей оболочки алмазным инструментом. Далее «вырезается» и доводится профиль стенки, который определяется отдельно для каждого конкретного обтекателя на основании ультразвукового контроля (УЗК) свойств керамики по длине и сечению обтекателя, с применением элементов суперфиниша алмазными брусками для окончательной доводки толщины стенки и шероховатости поверхности обтекателя [67].

Основным видом механической обработки керамики, обладающей высокой твердостью и хрупкостью, является алмазное шлифование, которое осуществляется в три стадии: черновая обработка, чистовая обработка и доводка [67].

Алмазная обработка керамики отличается от шлифования металлов наличием больших припусков на первой стадии. Поскольку на усадку при обжиге оказывают влияние множество факторов случайного характера, невозможно получить керамические заготовки с соблюдением точных размеров непосредственно после обжига. Толщина заготовок, подверженных спеканию, должна быть больше их окончательной толщины в конструкции изделия, поскольку тонкие керамические заготовки после обжига теряют форму [67].

Исходя из вышеизложенного, основная задача по съему больших припусков керамического материала ложится на черновое шлифование. Это возможно сделать при помощи алмазного инструмента.

Чистовое шлифование необходимо проводить для того, чтобы снять дефектный слой, который возникает на предыдущей стадии, а также чтобы приблизиться к точной геометрической форме.

Доводка нужна, чтобы снизить высоту неровности до заданной величины, при этом сохранив микрогеометрию, полученную до второй стадии. Также целью данного этапа является обеспечение точного размера и формы изделия и требований к качеству поверхности [67-69].

На этапе механической обработки керамическую оболочку доводят до конечной формы и до требуемого уровня радиотехнических характеристик. На этой стадии критическим является момент обнаружения дефектов в структуре материала. В процессе обработки важно не только зафиксировать, но и при возможности устранить вскрывшиеся дефекты (раковины, трещины, включения). Для этого важную роль играет наличие точного способа контроля поверхности изделий.

1.2.5. Влагозащита керамической оболочки

Необходимость влагозащиты и герметизации изделий из кварцевой керамики обусловлена тем, что поглощение материалом влаги приводит к резкому изменению его диэлектрических характеристик. Следовательно, на эксплуатационные характеристики головных антенных обтекателей сильно влияет открытая пористость керамики (8 – 11 %) [70]. Более того, кварцевая керамика обладает сравнительно невысокой прочностью, что значительно ограничивает область ее применения.

Для одновременного решения проблемы влагозащиты и упрочнения пористых материалов применяют частичную или полную пропитку оболочек растворами кремнийорганических полимеров с их дальнейшей полимеризацией. Поскольку кварцевая керамика используется в условиях высокотемпературных воздействий, при этом важным требованием является сохранение стабильности диэлектрических свойств, для ее упрочнения применяют термостойкие кремнийорганические полимеры, которые имеют широкий интервал стабильности диэлектрических свойств. Возможно использование нескольких видов пропитки: полная пропитка, односторонняя

пропитка на небольшую глубину (до 1 мм) или на глубину, переменную по высоте [70].

Наряду с пропиткой внутренней поверхности изделий из кварцевой керамики растворами кремнийорганических полимеров, на наружную поверхность наносят различные виды влагозащитных покрытий, обеспечивающих полную герметизацию обтекателей.

1.2.6. Сборка керамической оболочки с металлическим шпангоутом

Поскольку керамические материалы обладают невысокой конструкционной прочностью и хрупкостью, становится невозможным реализовать механический способ соединения оболочки со шпангоутом. В связи с этим узел крепления керамического обтекателя представляет собой телескопическое клеевое соединение, типовой вариант которого представлен на рисунке 9 [71].

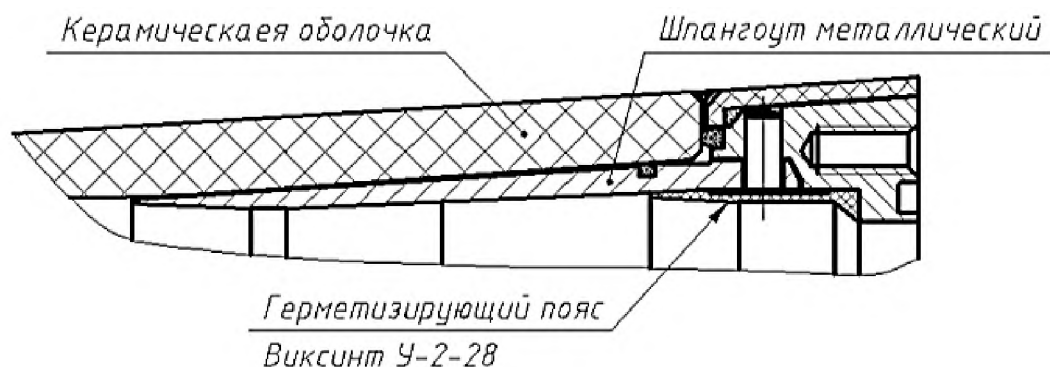


Рисунок 9 – Типовая схема узла соединения обтекателя [71]

Так как температура на поверхности оболочки современных ракет достигает 1800 °С, температура в клеевом слое достигает значений до 600 °С.

Прочность клеевого соединения при нагреве до температур выше 200 °С значительно снижается, что в сочетании с воздействующей на конструкцию силовой нагрузкой, в том числе, поперечной, приводит к разрушению конструкции обтекателя.

Таким образом, выбор эластичного адгезива для соединения керамической оболочки и металлического шпангоута представляет одну из основных проблем.

В отечественной промышленности в настоящее время имеется достаточно большой выбор клеев и герметиков. Известно несколько сотен клеев – герметиков, в число которых входят марки, работающие при высоких температурах (до 500 °С), а некоторые марки неорганических клеев возможно применять до 1200 °С [72, 73]. Однако, учитывая условия эксплуатации и применения, а также то, что в конструкции обтекателей ракет необходимо соединять разнородные материалы, диапазон применимости клеев очень сильно сужается.

Использование стеклопластиковых шпангоутов и шпангоутов из сплавов с согласованным с керамическим материалом температурным коэффициентом линейного расширения (ТКЛР) и жестких адгезивов на первых образцах обтекателей из кварцевой керамики приводило как к разрушению образцов, так и к нарушению работоспособности керамической оболочки. Это было связано с возникновением трещин в керамической оболочке на краях клеевого шва при термоциклическом эксплуатационном воздействии на конструкцию.

Кроме того, разность значений ТКЛР керамических материалов оболочки и металла шпангоута приводит к рассогласованию их температурных деформаций и появлению напряжений в керамике, что вызывает необходимость применения различных демпфирующих слоев между оболочкой и шпангоутом.

В рамках обеспечения работоспособности узла соединения обтекателя в температурном диапазоне эксплуатации клеевого соединения до 300 °С проблема была решена благодаря применению в качестве клея термостойких эластичных герметиков типа «Виксинт У-2-28НТ». Применение таких клеев одновременно позволило решить проблему герметизации отсека.

Найденное технологическое решение оказалось более простым и надежным, по сравнению с технологией соединения керамики и металла посредством «жестких клеев» (особенно горячего отверждения), требующей обязательного приложения давления на конструкцию при сборке и более тщательной подготовки поверхности.

Герметик «Виксинт У-2-28НТ» представляет собой уплотнительный материал, способный переходить из пастообразного в резиноподобное состояние после перемешивания скаталитатором № 28 и гидрофобизирующей жидкостью ГКЖ 136-41 [74]. В качестве подслоя, обеспечивающего адгезию герметика к поверхности герметизируемых изделий, применяют подслои П-11 в сочетании с подслоем холодной сушки П-9.

При сборке изделий герметик «Виксинт У-2-28НТ» наносят на поверхности керамической оболочки и металлического шпангоута, соблюдая фиксированную толщину клеевого шва. Вулканизация герметика происходит в течение 24 часов.

Ключевым моментом на этапе сборки обтекателя является процесс перемешивания компонентов герметика при его приготовлении. В связи с высокой вязкостью пасты и малым количеством остальных компонентов, равномерно перемешать герметик представляется затруднительным. Отсутствие равномерного перемешивания служит причиной появления градиента прочностных свойств в массе герметика, что может привести к снижению прочности клеевого соединения керамической оболочки с металлическим шпангоутом. Кроме того, при перемешивании герметика вручную, в него попадает воздух, который проявляется в виде полостей в структуре герметика после вулканизации, что значительно снижает прочность соединения в системе керамика-металл. Все перечисленные факторы могут привести к выходу антенного обтекателя в брак в процессе его изготовления и эксплуатации.

Таким образом, на заключительных этапах изготовления головных антенных обтекателей актуальной является проблема стабилизации и повышения значений прочности клеевых соединений конструкционных материалов, а также минимизации образования воздушных включений в структуре завулканизированного герметика, решение которой повысит качество клеевого соединения керамической оболочки с металлическим шпангоутом антенных обтекателей.

1.3. Выводы из обзора литературы

Анализ публикаций, посвященный проблеме исследования технологического процесса производства головных антенных обтекателей из кварцевой керамики, показал:

1. Основными радиопрозрачными материалами, используемыми при изготовлении головных антенных обтекателей для ракет, являются следующие высокотермостойкие неорганические материалы: керамика на основе оксида алюминия, ситаллы и кварцевая керамика. Кварцевая керамика отличается от других материалов выигрышем в прочностных характеристиках и термостойкости, а также высокими теплозащитными и стабильными диэлектрическими характеристиками. Кроме того, изготовление крупногабаритных изделий возможно только в случае использования кварцевой керамики.

2. Технология изготовления головных антенных обтекателей из кварцевой керамики известна с 60-х годов прошлого века, однако проблема ее совершенствования в настоящее время является актуальной и первоочередной, вследствие предъявления к изделиям повышенных требований по механическим, тепловым и радиотехническим свойствам.

3. Кварцевая керамика является хрупким материалом и обладает низкой трещиностойкостью. Вероятность возникновения в ее структуре дефектов достаточно велика. Согласно литературным данным, на механическую прочность отливок значительное влияние оказывает наличие в

шликере на основе кварцевого стекла некоторого количества субмикрочастиц SiO_2 (коллоидного компонента). Предположительно, от содержания и физико-химического состояния данных частиц в шликере может зависеть вероятность образования трещин в структуре керамических заготовок.

4. Особенности керамической технологии обуславливают образование в теле заготовок из кварцевой керамики при формовании крупных пор (раковин), вследствие захваченного шликером воздуха в процессе помола. Благодаря стабилизации (ротационному перемешиванию) шликера часть воздуха удаётся удалить из системы, однако необходимо использовать дополнительные методы для полного решения данной проблемы.

5. На этапе механической обработки керамической оболочки критическим является момент обнаружения дефектов в структуре материала – важно не только зафиксировать, но и устранить вскрывшиеся дефекты (раковины, трещины, включения). Для этого необходимо разработать точный способ неразрушающего контроля поверхности изделий.

6. При изготовлении изделий из кварцевой керамики имеет место неодородность механических свойств по высоте оболочки, в частности, плотность материала может значительно отличаться в торце и носке изделия. Для исключения влияния данного фактора на радиотехнические характеристики изделия и избежания получения разных распределений толщины стенки по высоте необходимо обеспечить однородные значения плотности кварцевой керамики по высоте изделия.

7. В технологии производства головных антенных обтекателей в качестве эластичного адгезива для соединения оболочки из кварцевой керамики с металлическим шпангоутом используют кремнийорганический герметик «Виксинт У-2-28НТ». Существующая технология его приготовления не обеспечивает стабильных высоких значений прочности клеевого соединения при сдвиге, что может привести к разрушению конструкции обтекателя. Кроме того, в структуре герметика после

вулканизации часто имеют место случаи образования воздушных включений, что снижает прочность и герметичность готовых изделий. Необходимо разработать новую технологию приготовления герметика «Виксинт У-2-28НТ» с учетом всех вышеперечисленных факторов.

ГЛАВА 2. МЕТОДИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

2.1. Определение плотности шликера

Исследуемый шликер помещали в стеклянную колбу объемом 100 мл. Затем колбу ставили на весы лабораторные технические ВЛТ-1кг-1 и определяли массу шликера (вес колбы предварительно учитывали, фиксируя вес пустой колбы и обнуляя весы).

Плотность шликера $\rho_{ш}$, г/см³ рассчитывали по формуле:

$$\rho_{ш} = \frac{m_{ш}}{V_{ш}}, \quad (1)$$

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

2.2. Определение рН шликера

Величину рН шликера определяли при помощи рН-метра-иономера И-500 с измерительным электродом марки «ЭС-10603» и «Эсп-10103» в качестве электрода сравнения.

2.3. Определение условной вязкости шликера

Определение вязкости шликера проводили с помощью вискозиметра Энглера. Вискозиметр устанавливали так, чтобы положение сливной трубки было вертикальным по отношению к плоскости дна. Затем отверстие сливной трубки закрывали запорным стержнем, под выпускное отверстие устанавливали мерную колбу емкостью 100 мл. Испытуемый шликер заливали в цилиндр вискозиметра, после чего открывали сливное отверстие, включив секундомер. Как только уровень шликера в колбе достигал метки, отключали секундомер и закрывали сливное отверстие.

2.4. Определение относительной влажности шликера

Относительную влажность шликера определяли на анализаторе влажности марки AND MX-50. Пробу шликера весом 4-6 г помещали на чашу для образца внутри прибора и высушивали до постоянной массы.

2.5. Определение содержания частиц размером > 0,63 мкм в шликере

В тигле, высушенном до постоянного веса, взвешивали 50 г шликера. Шликер выливали на сито № 0063 и промывали тигель водой с одновременной промывкой осадка на сите. Промытую воду сливали в сито. Операцию повторяли до прозрачности последней порции воды.

Промытый на сите остаток помещали под лампу прибора для ускоренного определения влажности 062М, сушили 20 мин. Сухой остаток на сите взвешивали.

Влажность шликера определяли на приборе MX-50 по п. 2.4. Расчет содержания частиц размером > 0,63 мкм в шликере, T , %, производили по формуле:

$$T = \frac{q \cdot 100}{P \cdot \frac{100 - W_{om}}{100}}, \quad (2)$$

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

2.6. Определение кажущейся плотности сырца керамического материала

Сущность метода заключается в определении объема запарафинированного образца известной массы методом гидростатического взвешивания.

Образцы сырца объемом не менее 50 см³ высушили в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре 105-110 °С. Высушенные

образцы охладили в эксикаторе до комнатной температуры и определили их массу на весах ВЛТ-1кг-1.

Парафин нагрели до температуры 65-70 °С на электроплитке в термостойком стакане. Каждый образец окунали в расплавленный парафин так, чтобы на нем осталась сплошная тонкая пленка. Запарафинированные образцы охладили при комнатной температуре в течение 2 ч и взвесили сначала на воздухе, а затем гидростатическим методом (рис. 10).

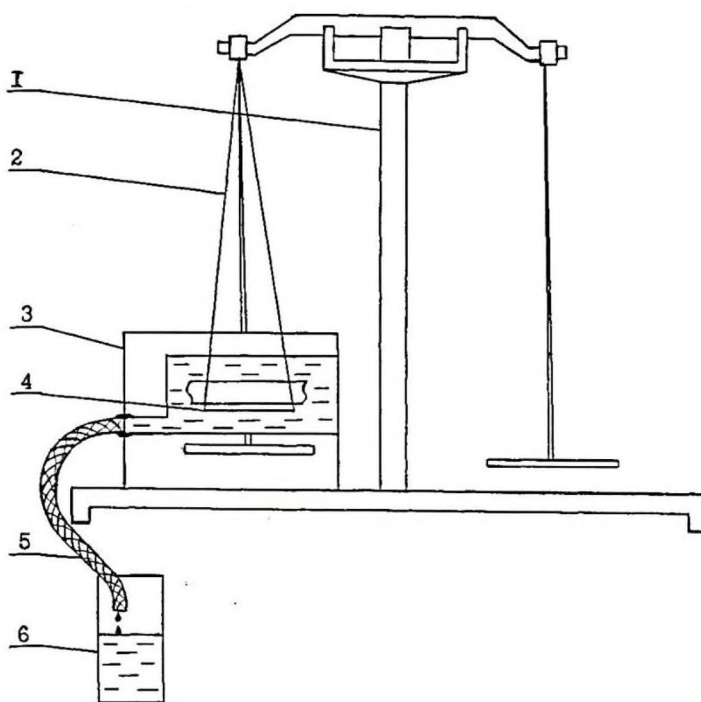


Рисунок 10 – Схема приспособления для гидростатического взвешивания: 1 – весы для взвешивания; 2 – подвеска; 3 – ванночка; 4 – платформа для образца; 5 – резиновая трубка; 6 – емкость для излишек дистиллированной воды

Кажущуюся плотность γ_c , г/см³, вычисляли по формуле:

$$\gamma_c = \frac{m_0}{\frac{m_1 - m_2}{\gamma_{ж}} - \frac{m_1 - m_0}{\gamma_n}}, \quad (3)$$

где m_0 – масса высушенного образца, г; m_1 – масса образца, покрытого слоем парафина, г; m_2 – результат гидростатического взвешивания образца,

покрытого слоем парафина, г; $\gamma_{\text{ж}}$ - плотность воды, г/см³; γ_n - плотность парафина, равная 0,91 г/см³.

2.7. Определение кажущейся плотности, открытой пористости и водопоглощения керамического материала

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

Керамические образцы высушили в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре (160±40) °С. Высушенные образцы охладили в эксикаторе до комнатной температуры и определили их массу на весах ВЛТ-1кг-1.

Насыщение образцов водой производили на вакуумной установке (рис. 11). Гидростатическое взвешивание проводили с применением приспособления, показанного на рисунке 10. Насыщенные водой образцы взвешивали на воздухе.

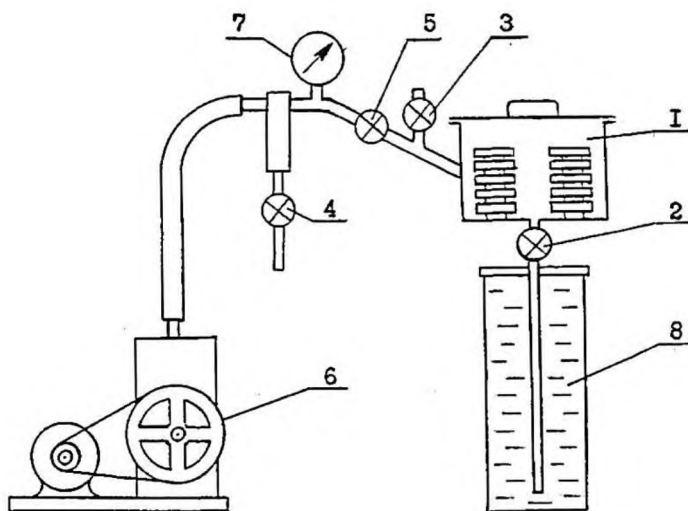


Рисунок 11 – Схема устройства вакуумной установки для насыщения образцов: 1 – камера; 2, 3, 4, 5 – вентили; 6 – вакуумный насос; 7 – вакуумметр; 8 – бак с дистиллированной водой

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

$$\gamma = \frac{m_c \gamma_6}{m_n - m_2}, \quad (4)$$

где m_c – масса высушенного образца, г; m_n – масса насыщенного водой образца при взвешивании в воздухе, г; m_2 – результат гидростатического взвешивания насыщенного образца, г; γ_6 – плотность воды, г/см³.

Открытую пористость, Π , %, вычисляли по формуле:

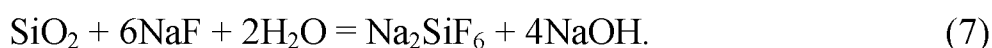
$$\Pi = \frac{m_n - m_c}{m_n - m_2} \cdot 100, \quad (5)$$

Водопоглощение, W , %, вычисляли по формуле:

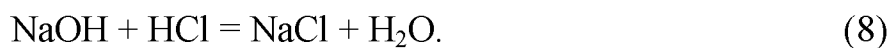
$$W = \frac{m_n - m_c}{m_c} \cdot 100. \quad (6)$$

2.8. Титрование золя SiO₂ соляной кислотой в присутствии NaF

Для определения концентрации SiO₂ в дисперсии навеску золя помещали в пластиковый стакан, добавляли немного дистиллированной воды и избыток NaF, который взаимодействует с кремнеземом по реакции:



Выделяющуюся в процессе реакции (7) щелочь титровали при перемешивании раствором 1N HCl до исчезновения желтого цвета индикатора:



Титрование заканчивали, когда последняя капля кислоты придавала раствору устойчивое бледно-розовое окрашивание.

Массу SiO₂ (г) в 100 г дисперсии рассчитывали по формуле:

$$m_{100\text{e}}(\text{SiO}_2) = 1.5 \cdot \frac{V(\text{HCl}) \cdot C(\text{HCl})}{m_{\text{аликвоты}}}, \quad (9)$$

где $V(HCl)$ – объем HCl, пошедший на титрование дисперсии, мл; $C(HCl)$ – концентрация HCl, г/л; $m_{аликвоты}$ – масса аликвоты дисперсии, г.

Концентрацию коллоидного компонента в дисперсии (г/л) рассчитывали по формуле:

$$C_{кк1} = \frac{m_{100г}(SiO_2) \cdot \rho_{дисп.}}{100г}, \quad (10)$$

где $\rho_{дисп.}$ – плотность дисперсии, г/л.

2.9. Метод высушивания золя SiO₂ до постоянной массы

Для определения концентрации SiO₂ дисперсию сушили в тигле при температуре 100 - 110 °С в течение 3 - 5 ч до неизменного значения массы сухого остатка. Концентрацию коллоидного компонента в дисперсии (г/л) рассчитывали по формуле:

$$C_{кк2} = \frac{m(SiO_2) \cdot \rho_{дисп.}}{m_{дисп.}}, \quad (11)$$

где $m(SiO_2)$ – масса сухого остатка в тигле после сушки, г; $m_{дисп.}$ – масса дисперсии, помещенной в тигель, г.

2.10. Метод определения прочности клеевого соединения при сдвиге в системе керамика-металл

Под прочностью при сдвиге $\tau_{сдв.}$, кгс/см² понимают касательное напряжение, вычисленное как отношение разрушающей нагрузки, сдвигающей одну половину образца относительно другой, к площади, по которой происходит сдвиг:

$$\tau_{сдв.} = \frac{P}{S}, \quad (12)$$

где P – разрушающая нагрузка, кгс; S – площадь склеивания, см².

Сущность методики испытаний заключается в определении величины разрушающей нагрузки при статическом нагружении образца растягивающими усилиями, стремящимися сдвинуть одну половину образца относительно другой по плоскости склеивания.

Образцы для испытаний представляли собой плоские металлические пластины, склеенные слоем герметика с керамической призмой (рис. 12).

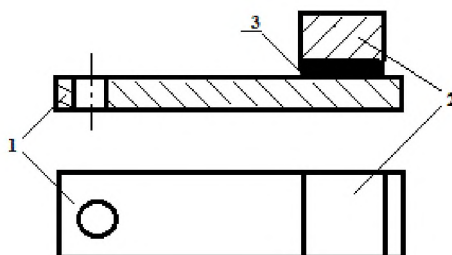


Рисунок 12 - Изображение образца для испытаний на прочность клеевого соединения при сдвиге ($\tau_{сдв.}$): 1 – металлическая пластина, 2 – керамическая призма; 3 – герметик

Склеенные образцы выдерживали до испытания при температуре помещения $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$, относительной влажности $(65 \pm 15) \%$ не менее 24 часов.

Для проведения испытаний использовали не менее шести образцов. Ширину и длину образцов измеряли по линии ожидаемого сдвига с погрешностью 0,1 мм согласно схеме, показанной на рисунке 13.

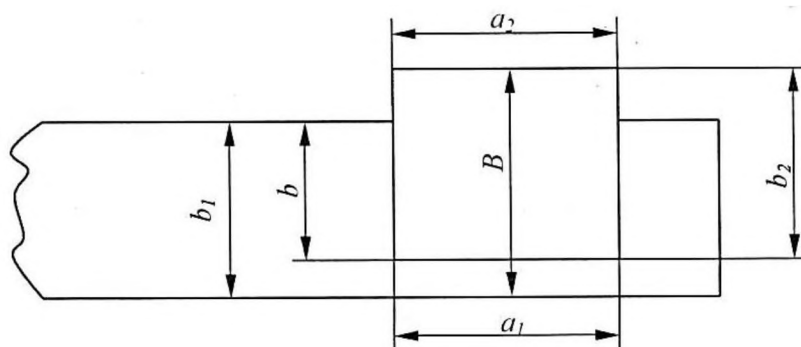


Рисунок 13 – Схема измерений геометрических размеров клеевого соединения

Ширину образца измеряли в трех местах: с двух сторон около соединения – b_1 и b_2 и по середине соединения – B . Ширину клеевого соединения вычисляли по формуле:

$$b = b_1 + b_2 - B. \quad (13)$$

Длину соединения измеряли с двух сторон (a_1, a_2) и вычисляли среднее арифметическое a .

$$a = (a_1 + a_2)/2 \quad (14)$$

По средним значениям ширины и длины склейки вычисляли площадь сдвига с погрешностью 1 мм^2 .

Образец устанавливали в приспособление, которое затем помещали в захваты испытательной машины таким образом, чтобы продольная ось образца совпадала с осью приложения нагрузки (рис. 14).

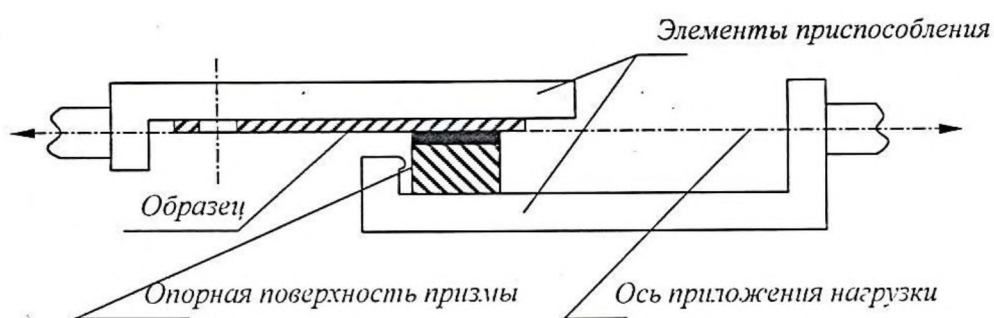


Рисунок 14 – Схема установки образца в приспособлении

Испытания проводили постепенным наращиванием нагрузки со скоростью движения подвижного захвата 10 мм/мин вплоть до разрушения клеевого соединения. Фиксировали наибольшую нагрузку, достигнутую в процессе испытания.

2.11. Метод определения предела прочности керамического материала при статическом изгибе

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

Сущность метода заключается в определении величины разрушающей нагрузки при изгибе образца, свободно лежащего на двух опорах, сосредоточенной силой, приложенной в середине пролета, с последующим

вычислением максимального напряжения, возникающего в среднем сечении образца или в плоскости его разрушения (рис. 15).

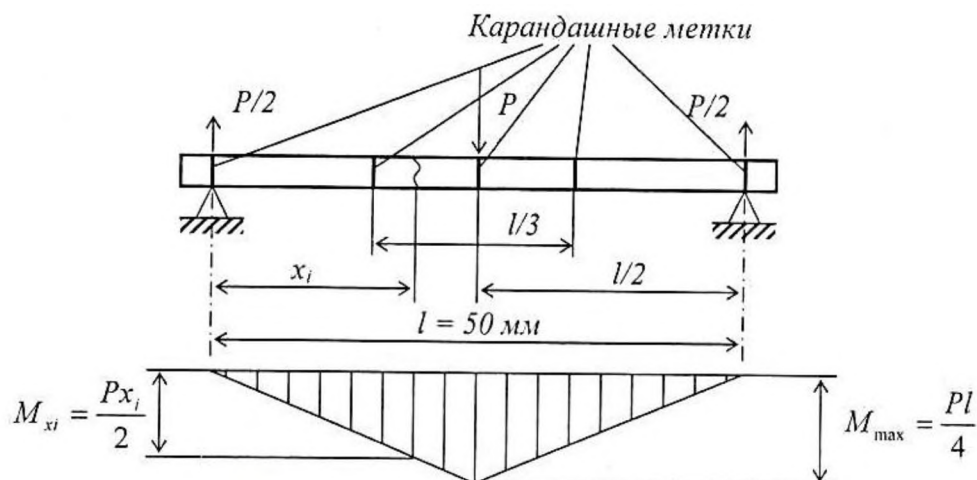


Рисунок 15 – Схема нагружения и эпюра изгибающего момента образца

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

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

$$\sigma_{изг.} = \frac{M_{max}}{W} = \frac{3Pl}{2bh^2}, \quad (15)$$

где M_{max} - максимальный момент, кгс·мм; W – момент сопротивления, для образцов прямоугольного сечения равен $\frac{bh^2}{6}$, мм³; P – величина разрушающей нагрузки, кгс; l – расстояние между опорами, мм; b и h – ширина и высота образца, соответственно, мм.

ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СОКРАЩЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА ТРЕЩИН В ИЗДЕЛИЯХ ИЗ КВАРЦЕВОЙ КЕРАМИКИ

По результатам анализа технологического процесса производства головных антенных обтекателей из кварцевой керамики было выявлено, что одним из факторов, снижающих качество материала оболочки, является наличие трещин в структуре материала.

Возникновение трещин в изделиях может быть обусловлено как технологическими особенностями процесса их изготовления (операции формования и обжига), так и исходными параметрами шликера (рН, плотность, вязкость, время стабилизации). Из литературных данных [18, 47, 49, 50] известно, что в процессе помола кварцевого стекла в шликере образуется некоторое количество субмикрочастиц диоксида кремния (коллоидного компонента), которые оказывают значительное влияние на механическую прочность отливок. В рамках настоящего исследования было выдвинуто предположение о том, что от содержания и физико-химического состояния данных частиц в шликере может зависеть вероятность образования трещин в структуре керамических заготовок.

Для оценки возможности сокращения количества трещин в изделиях из кварцевой керамики необходимо подтвердить образование в шликере субмикрочастиц SiO_2 , разработать методику определения их количественного содержания в шликере и провести анализ их влияния на свойства заготовок и образование в них трещин.

3.1. Разработка методики определения количественного содержания субмикрочастиц SiO_2 в шликере на основе кварцевого стекла

В качестве объектов для исследования были выбраны суспензии кварцевого стекла в воде (шликер).

В качестве сырья для приготовления шликера использовали трубы из кварцевого стекла, дробление которых осуществляли на щековой дробилке. Шликер на основе кварцевого стекла готовили в шаровой мельнице, загрузив в нее дробленые трубы из кварцевого стекла, дистиллированную воду и кварцевые мелющие теласоотношении 1,0 : 1,3 : 0,15. Помол проводили в течение 25-35 часов. Затем осуществляли стабилизацию шликера в шаровой мельнице без мелющих тел в течение 2-7 суток.

После приготовления шликера определяли его плотность, рН, относительную влажность, условную вязкость и дисперсность. Результаты анализа шликера приведены в таблице 4.

Таблица 4

Свойства исходных партий шликера на основе кварцевого стекла

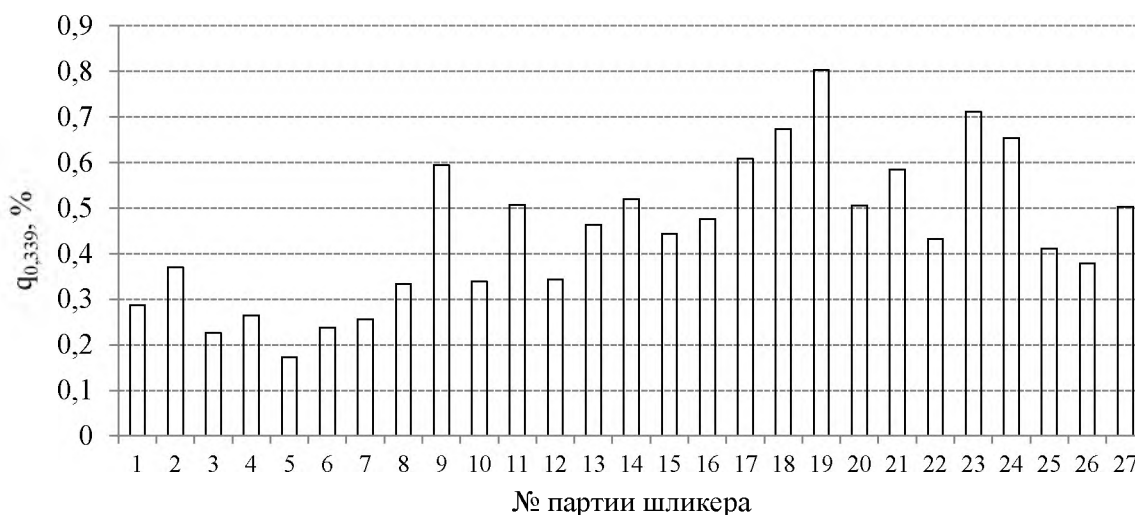
№ партии шликера	Плотность, г/см ³	Усл. вязкость, с	рН	Отн. влажность, %	Содержание частиц размером > 0,63 мкм, %	Содержание частиц размером > 0,05 мкм, %
1	1,87	57,4	5,33	15,21	5,9	23,09
2	1,87	61,6	5,04	14,86	7,0	23,24
3	1,87	55,8	5,74	14,79	6,0	23,37
4	1,88	55,2	6,31	15,00	6,9	22,35
5	1,88	66,8	5,42	14,82	5,9	23,26
6	1,87	49,4	6,40	15,01	6,7	21,97
7	1,87	55,0	6,10	15,18	6,9	21,78
8	1,88	57,6	6,29	14,93	6,3	22,15
9	1,88	52,6	6,24	14,68	6,5	22,73
10	1,87	55,0	5,40	15,27	6,8	22,57
11	1,87	54,2	5,43	14,94	6,4	23,43
12	1,87	52,4	6,30	14,80	6,3	24,01
13	1,88	61,0	6,30	14,38	7,1	25,06
14	1,88	60,0	6,36	14,54	6,9	22,81
15	1,87	56,8	6,39	15,08	6,5	23,12
16	1,88	72,0	6,25	14,72	6,7	22,52
17	1,87	65,6	6,35	15,23	6,4	23,96
18	1,88	64,0	6,39	14,84	6,9	23,57
19	1,88	73,0	6,37	14,79	7,1	23,29
20	1,87	69,0	6,39	14,68	7,0	22,98
21	1,87	63,0	6,27	15,15	6,5	23,82
22	1,88	74,6	5,42	14,46	6,9	24,69

Продолжение таблицы 4

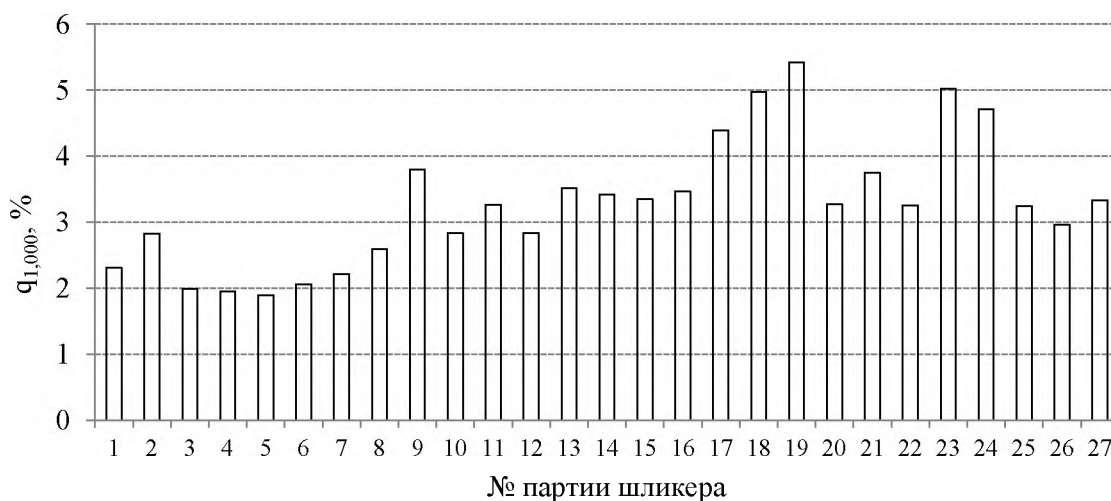
23	1,87	62,0	5,60	14,94	6,6	22,45
24	1,89	74,2	4,92	14,82	6,5	24,71
25	1,88	64,0	5,45	14,85	5,9	26,27
26	1,87	64,8	5,89	15,78	7,1	22,93
27	1,87	49,2	6,26	15,22	7,0	25,51

Видно, что все партии шликера имеют близкие свойства, кроме значений рН и дисперсности, что может являться следствием образования в системе различного количества субмикрочастиц SiO₂.

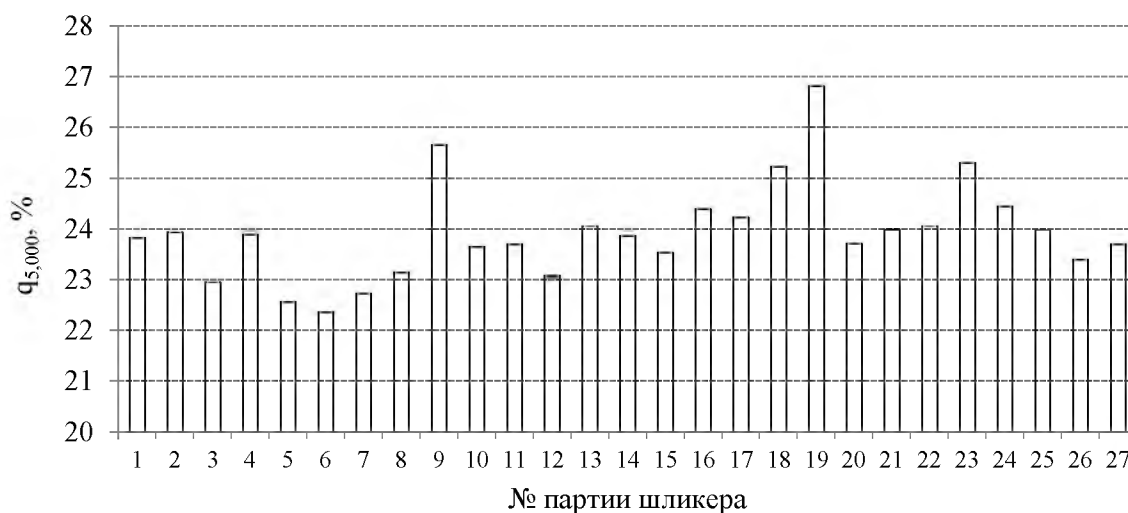
В связи с этим распределение частиц SiO₂ по размерам в каждой партии шликера было исследовано на лазерном анализаторе размера частиц более подробно (рисунок 16).



а



б



в

Рисунок 16 - Процентное содержание q частиц в шликере с размерами до:

$a - 0,339$ мкм; $b - 1,000$ мкм; $в - 5,000$ мкм

Видно, что во всех партиях шликера содержится в среднем от 0,2 до 0,6 % частиц с размером до 0,339 мкм, что соответствует размеру частиц коллоидного компонента, описанному в литературных данных [47]. Таким образом, следующей задачей было подтвердить наличие золя кремниевой кислоты в шликере на основе кварцевого стекла и исследовать его структуру.

Для отделения коллоидного компонента от частиц кремнезема большего размера использовали центрифугу с частотой вращения ротора 3000 об/мин. Центрифугирование проводили в течение 30 мин.

Анализ микроструктуры коллоидного компонента показал, что структура равномерная, состоит из частиц неопределенной морфологии размером $\sim 90-300$ нм (рис. 17), что согласуется с литературными данными [47] и подтверждает эффективность метода центрифугирования для отделения коллоидного компонента от более крупных частиц SiO_2 в шликере на основе кварцевого стекла.

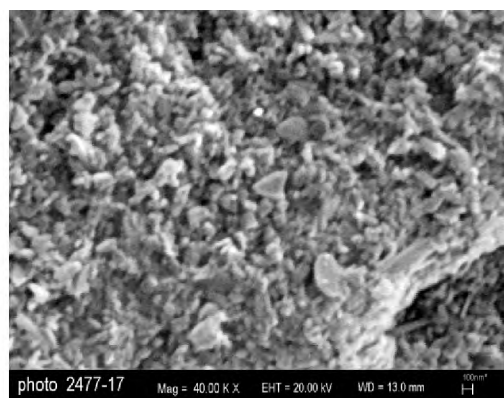
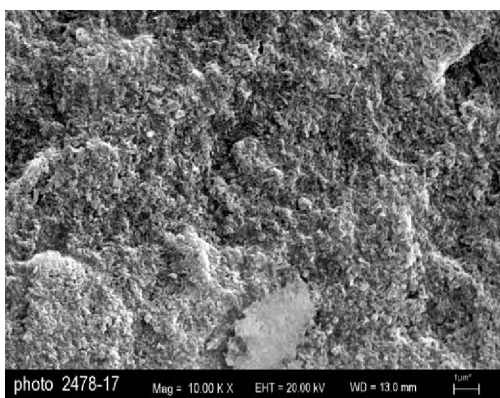


Рисунок 17 – Изображение микроструктуры коллоидного компонента

Так как наличие кремнезоля в шликере было подтверждено, на следующем этапе определяли концентрацию субмикрочастиц SiO_2 в выделенном из шликера золе. Для этого использовали два метода – титрование золя кислотой в присутствии фтористого натрия [75] и метод высушивания до постоянной массы.

Среднее значение концентрации коллоидного компонента в шликере на основе кварцевого стекла $\overline{C}_{\text{кк}}$ (г/л) рассчитывали по формуле:

$$\overline{C}_{\text{кк}} = \frac{C_{\text{кк}1} + C_{\text{кк}2}}{2}, \quad (16)$$

где $C_{\text{кк}1}$ - концентрация коллоидного компонента в дисперсии, определенная титриметрическим методом; $C_{\text{кк}2}$ - концентрация коллоидного компонента в дисперсии, определенная методом высушивания до постоянной массы.

Более точной величиной является концентрация коллоидного компонента, пересчитанная на весь объем шликера, или приведенная концентрация коллоидного компонента $\overline{C}_{\text{кк}}^{\text{np}}$ (%):

$$\overline{C}_{\text{кк}}^{\text{np}} = \frac{\overline{C}_{\text{кк}} \cdot C_{\text{w}}}{C_{\text{v}} \cdot \rho_s}, \quad (17)$$

где C_{w} – объемная доля дисперсионной среды; C_{v} – объемная доля твердой фазы; ρ_s – истинная плотность твердой фазы, г/л.

Результаты определения концентрации коллоидного компонента в дисперсии и в шликере для двадцати семи различных партий шликера на основе кварцевого стекла приведены в таблице 5.

Таблица 5

Результаты определения концентрации коллоидного компонента в дисперсии и в шликере на основе кварцевого стекла

№ партии шликера	$C_{кк1}$, Г/л	$C_{кк2}$, Г/л	$\overline{C_{кк}}$, Г/л	$\overline{C_{кк}^{np}}$, %
1	114	123	119	0,25
2	108	133	120	0,15
3	90	81	86	0,12
4	111	106	108	0,15
5	86	71	78	0,09
6	68	62	65	0,12
7	69	65	67	0,13
8	84	79	82	0,14
9	71	74	73	0,42
10	125	121	123	0,63
11	104	98	101	0,22
12	90	95	93	0,21
13	56	60	58	0,25
14	55	50	53	0,20
15	70	56	63	0,34
16	45	43	44	0,23
17	60	48	54	0,31
18	87	95	91	0,44
19	56	52	54	0,29
20	70	60	65	0,40
21	54	56	55	0,31
22	71	81	76	0,32
23	60	48	54	0,35
24	82	80	81	0,27
25	67	61	64	0,20
26	65	75	70	0,23
27	68	58	63	0,31

Видно, что для всех партий шликера приведенная концентрация коллоидного компонента составляет в среднем 0,1-0,6 %.

3.2. Оценка влияния количественного содержания в шликере субмикрочастиц SiO₂ на плотность кварцевой керамики

Поскольку субмикрочастицы SiO₂ могут являться активаторами спекания, были проведены эксперименты для анализа их влияния на плотность спеченного материала. Для этого из каждой из анализируемых партий шликера были отформованы образцы, которые затем одновременно обжигали в печи при температуре 1260 °С в течение 2 ч. Результаты определения кажущейся плотности каждого из образцов приведены в таблице 6.

Таблица 6

Результаты определения кажущейся плотности образцов из кварцевой керамики после обжига

№ партии шликера	$\overline{C_{\text{кк}}^{\text{нр}}}$, %	Кажущаяся плотность γ , г/см ³
1	0,25	1,96
2	0,15	1,95
3	0,12	1,97
4	0,15	1,96
5	0,09	1,97
6	0,12	2,04
7	0,13	2,03
8	0,14	2,05
9	0,42	2,05
10	0,63	2,03
11	0,22	1,99
12	0,21	1,99
13	0,25	2,03
14	0,20	2,03
15	0,34	2,05
16	0,23	2,07
17	0,31	2,03

18	0,44	2,03
19	0,29	2,06
20	0,40	2,09
21	0,31	2,04
22	0,32	2,00
23	0,35	-*
24	0,27	2,00
25	0,20	2,04
26	0,23	1,99
27	0,31	2,02

* - образец растрескался при обжиге

Из рисунка 18 видно, что отсутствует зависимость между содержанием в шликере коллоидного компонента и плотностью керамического материала после обжига. Предположительно, это можно объяснить тем, что концентрация высокодисперсных частиц кремнезема в шликере мала и практически не отличается для различных партий шликера.

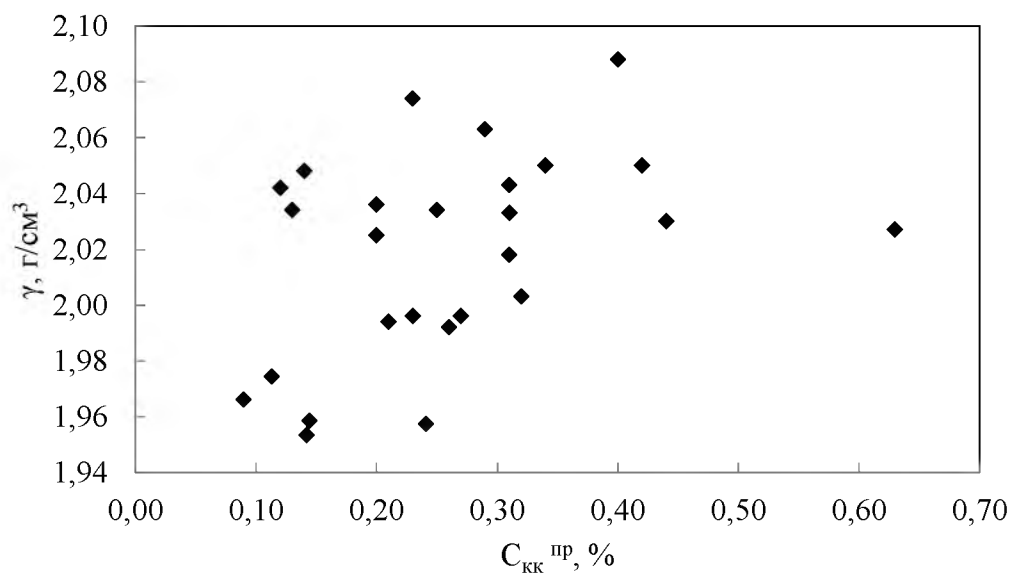


Рисунок 18 - Зависимость плотности керамических образцов после обжига от содержания в исходном шликере коллоидного компонента

Таким образом, было принято решение о переходе к следующему этапу исследования, а именно, к оценке влияния физико-химического состояния субмикрочастиц SiO_2 в суспензии кварцевого стекла.

3.3. Оценка влияния физико-химического состояния субмикрочастиц SiO₂ в шликере на образование трещин в изделиях из кварцевой керамики

Водная суспензия частиц кварцевого стекла, содержащая частицы менее 0,3 мкм (субмикрочастицы), как правило, содержит в себе кремнезоль, представляющий собой смесь различных форм кремниевой кислоты. При этом водная суспензия субмикрочастиц кварцевого стекла имеет три принципиальных отличия от классической дисперсной системы типа золь – гель. Первое отличие состоит в том, что субмикрочастицы кварцевого стекла, являющиеся прекурсором кремниевой кислоты, отличаются от золя кремниевой кислоты. Субмикрочастицы кварцевого стекла SiO₂ — это компактная форма оксида кремния (негидратированная форма или гидратированная только на поверхности частиц), которая образуется из стеклообразного оксида кремния путем измельчения. Золь кремниевой кислоты nSiO₂·mH₂O — это гидратированная форма оксида кремния, образующаяся в водной среде из геля кремниевой кислоты.

Второй отличительной особенностью суспензии субмикрочастиц кварцевого стекла является необратимость их гидратации с образованием кремниевой кислоты.

Третье отличие состоит в наличии обратимого химического равновесия между олигомерной формой кремниевой кислоты, которая образуется при необратимой гидратации субмикрочастиц кварцевого стекла, и между двумя типами производных веществ — гелем и низкомолекулярными формами кремниевой кислоты (например, мономером, димером и тримером). Таким образом, состояние водной суспензии субмикрочастиц кварцевого стекла может быть описано схемой, представленной на рисунке 19.

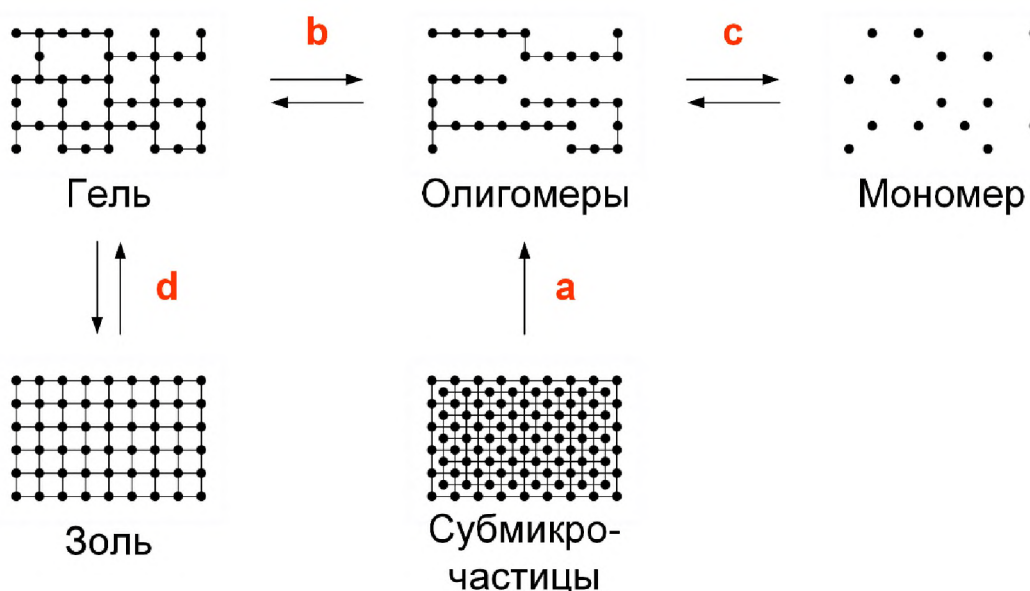


Рисунок 19 - Схема физико-химических превращений, описывающих состояние водной суспензии субмикрочастиц кварцевого стекла: необратимая гидратация субмикрочастиц (а), обратимые гидролиз и поликонденсация (b, c), обратимые коагуляция и набухание геля без изменения молекулярной массы (d)

Согласно литературным данным сдвиг в превращениях **a**, **b**, **c**, **d** зависит от pH системы [75]. При $\text{pH} < 5$ скорости превращений **a**[75], **b**[76] и **c**[75] малы. Повышение pH смещает состояние системы вверх — в сторону равновесий $\text{гель} \xrightleftharpoons{\text{b}} \text{олигомеры} \xrightleftharpoons{\text{c}} \text{мономер}$. В то же время повышение pH влияет на равновесия **b** и **c** по горизонтали, смещая состояние системы вправо. Для кремнезелей с низкой концентрацией кремниевой кислоты (менее 650 моль/м^3) максимальная скорость гелеобразования наблюдается при pH от 5,5 до 6, одновременно это и условная граница возникновения тиксотропных свойств [76].

При $\text{pH} \geq 6$ состояние кремнезоля смещается в правую сторону, до равновесия **c** между олигомерами и низкомолекулярными формами кремниевой кислоты, вплоть до крайнего состояния — мономера кремниевой кислоты. Фактически состояние субмикрочастиц кварцевого стекла в жидком шликере полностью описывается превращениями **a**, **b** и **c**.

Для подтверждения схемы физико-химических превращений, описывающих состояние водной суспензии субмикрочастиц кварцевого стекла, на примере производства головных антенных обтекателей были получены графические зависимости процента брака от значений рН шликера. Для этого использовали данные по производству изделий за двухлетний период в виде таблицы с колонками «№ изделия – значение параметра – наличие брака».

Для анализа этих данных был разработан специальный алгоритм, который сортирует строки таблицы по возрастанию значений параметра и затем делит отсортированные данные на несколько частей — последовательно идущих массивов с равным количеством строк. Для каждого массива рассчитываются два числа: среднее значение параметра и процента брака. Каждая такая пара чисел образует на графике одну точку. В данной работе для получения каждой точки использовали данные для 15% от всех строк таблицы (т.е. 15% от анализируемой выборки изделий). Построение необходимого количества точек на графике обеспечивается наложением дополнительных наборов точек. При этом каждый следующий набор точек формируется сдвигом границ для массивов на заданное количество строк по списку сортированных значений. График полученной зависимости процента брака по трещинам от рН шликера приведен на рисунке 20.

Важно отметить, что брак по трещинам является основным видом брака для рассматриваемого изделия и составляет 71 % от общего брака изделий. На рисунке 21 также показано, что характер зависимости общего брака по данному изделию повторяет зависимость брака по трещинам.

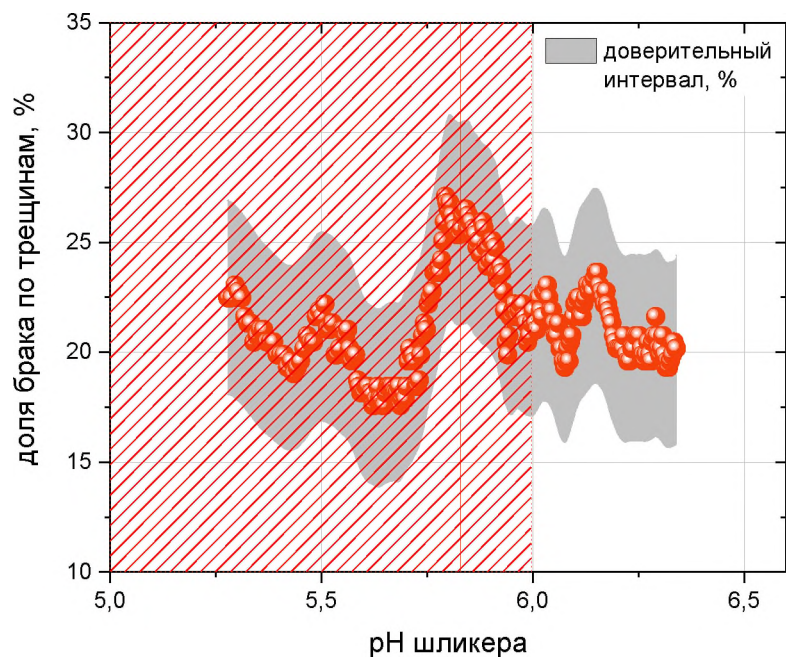


Рисунок 20 - Зависимость среднего процента брака по трещинам изделий из кварцевой керамики от pH шликера, построенная по данным за двухлетний период (оптимальная область pH не заштрихована)

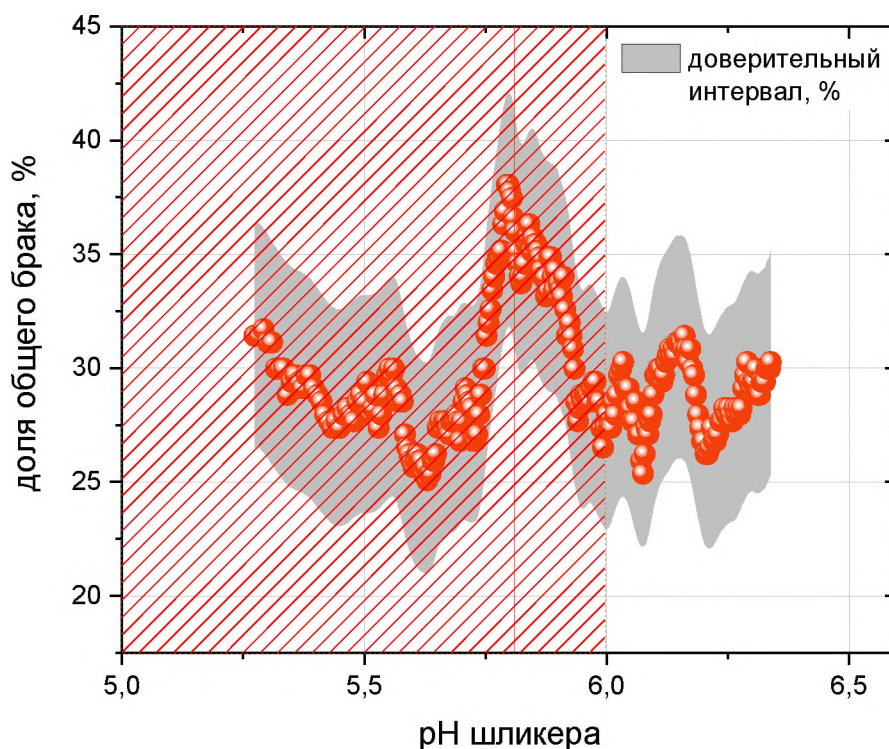


Рисунок 21 - Зависимость среднего процента общего брака изделий из кварцевой керамики от pH шликера, построенная по данным за двухлетний период (оптимальная область pH не заштрихована)

Наибольшие значения брака по трещинам на графике рассчитанной зависимости (рис. 20) соответствуют неоптимальным значениям параметра. При этом максимум на рис. 20 наблюдается при $pH \approx 5,83$ с шириной пика около 0,3. Очевидно, что оптимальные значения pH нужно искать среди значений левой и правой ветвей графика.

Узкий пик максимума брака по трещинам на кривой (рис. 20) при $pH \approx 5,83$ соответствует максимальной концентрации геля кремниевой кислоты, который может способствовать агрегации частиц шликера.

Левое плечо кривой при $pH \leq 5,5$ на рис. 20 соответствует превращению **a** с преобладанием субмикрочастиц, не перешедших в кремнезоль. Правое плечо кривой при $pH \geq 6$ соответствует равновесию **c** с преобладанием олигомеров и низкомолекулярных форм кремниевой кислоты (моно-, ди-, тримеров и т.п.). Согласно литературным данным [75] концентрация мономера кремниевой кислоты монотонно увеличивается при увеличении pH . При этом концентрация олигомеров проходит через максимум при некотором pH , значение которого определяется общей концентрацией кремниевой кислоты и другими параметрами системы. Применительно к исследуемому шликеру максимальная концентрация олигомеров может наблюдаться при $pH \approx 6$. Таким образом, оптимальная для работы область pH - значения $pH \geq 6$, в частности, интервал от 6 до 7, который можно получить, используя для приготовления шликера деионизованную или дистиллированную воду.

Агрегативная и седиментационная устойчивость шликера из кварцевого стекла также была проанализирована с точки зрения электростатического отталкивания одноименно заряженных коллоидных частиц, связанного со значением дзета-потенциала. Дзета-потенциал - это разность потенциалов между дисперсионной средой и неподвижным слоем жидкости, окружающим частицу. Чем выше значение дзета-потенциала, тем сильнее взаимное отталкивание частиц и стабильнее шликер. Минимальным значением дзета-потенциала, обеспечивающим устойчивость дисперсии,

условно считается 30 мВ по модулю. При меньших значениях дзета-потенциала дисперсные системы, как правило, седиментационно не устойчивы.

Зависимость дзета-потенциала частиц кварцевого стекла от рН шликера определили с помощью электроакустического анализатора Dispersion Technology DT1202. Пробные порции шликера разбавляли деионизованной водой в соотношении 1:1 предполагая, что разбавление влияет только на значение рН шликера, но не влияет на зависимость дзета-потенциала от рН. Титрование шликера проводили с помощью растворов соляной кислоты и гидроксида натрия. При каждом значении рН проводили по четыре замера дзета-потенциала.

На рис. 22 представлена усредненная зависимость дзета-потенциала от рН, построенная по двум партиям шликеров из кварцевого стекла. Поскольку дзета-потенциал, равный -30 мВ, приблизительно соответствует границе устойчивости шликера, рекомендованные значения рН шликера должны быть больше 6. Этот вывод совпадает с результатами статистического анализа данных по производству изделий за двухлетний период, рассмотренными выше, и вносит определенность в выбор диапазона рН из правой и левой частей графика (рис. 20). Таким образом, рекомендуемые значения рН шликера из кварцевого стекла от 6 до 7 снижают вероятность возникновения трещин в изделиях из кварцевой керамики.

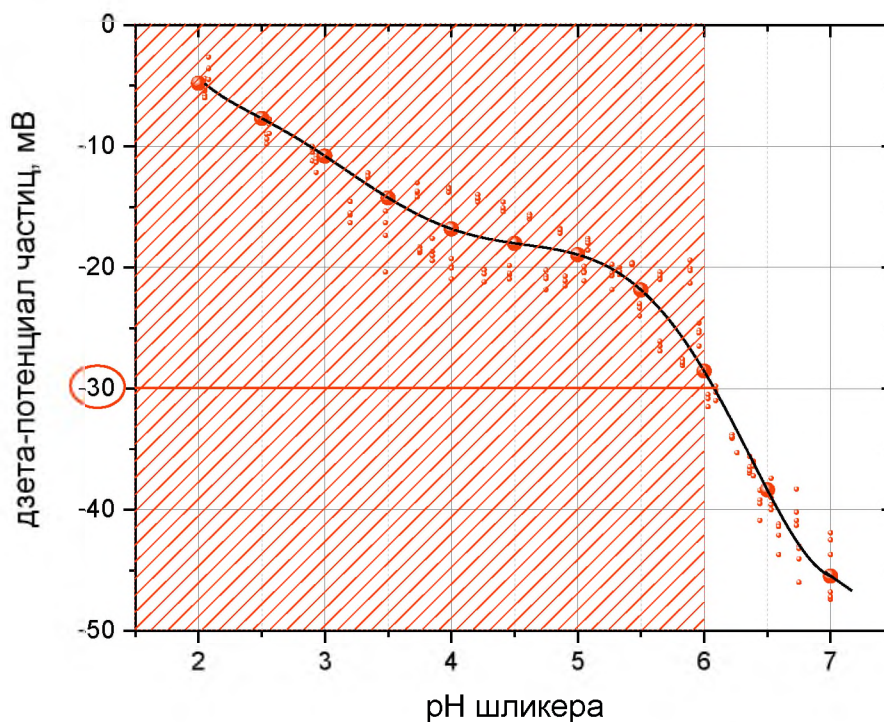


Рисунок 22 - Усредненная зависимость дзета-потенциала частиц от pH шликера из кварцевого стекла (область низкой устойчивости шликера заштрихована)

По литературным данным [75], образование и устойчивость золя кремниевой кислоты зависят не только от pH среды, но и от механического воздействия на дисперсию.

Технология приготовления шликера из кварцевого стекла включает в себя ротационное перемешивание шликера перед формованием изделий (стабилизацию шликера). Ротационное перемешивание шликера в мельницах без мелющих тел используется для гомогенизации состава и стабилизации параметров шликера. На рисунке 23 приведена диаграмма рассеяния для анализа корреляции pH и продолжительности стабилизации шликера, из которой следует, что эти параметры являются полностью независимыми, так как найденный коэффициент корреляции меньше 0,1. Поэтому продолжительность ротационного перемешивания может рассматриваться в качестве независимого параметра, влияющего на качество изделий.

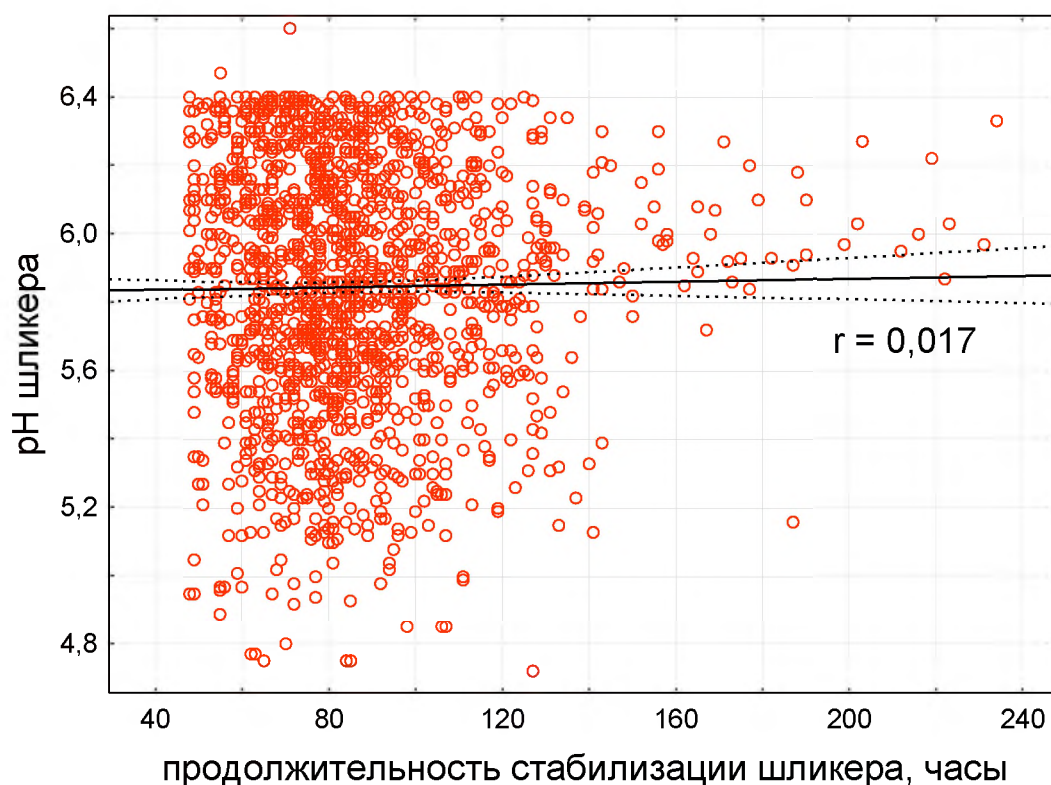


Рисунок 23 - Диаграмма рассеяния для анализа корреляции pH и продолжительности ротационного перемешивания шликера

Результаты анализа влияния продолжительности стабилизации шликера на процент брака по трещинам приведены на рисунке 24. Видно, что рассчитанная зависимость доли брака по трещинам изделий из кварцевой керамики от продолжительности перемешивания шликера обнаруживает наличие максимума и двух краевых минимумов.

Результаты анализа влияния продолжительности стабилизации шликера на процент брака по трещинам, так же, как и в случае pH шликера, могут быть объяснены присутствием в шликере кремнезоля. Из литературных данных [75] известно, что воздействие механического поля (перемешивание) смещает состояние дисперсии субмикрочастиц кварцевого стекла (рис. 19) вверх и вправо, по аналогии с влиянием повышения pH. Такое поведение системы объясняется тем, что гидратация субмикрочастиц кварцевого стекла и гидролиз геля кремниевой кислоты лимитируется диффузией гидроксид-ионов [77, 78]. Это означает, что перемешивание

ускоряет эти процессы и сдвигает состояние системы в сторону образования олигомеров и низкомолекулярных форм кремниевой кислоты (рис. 19).

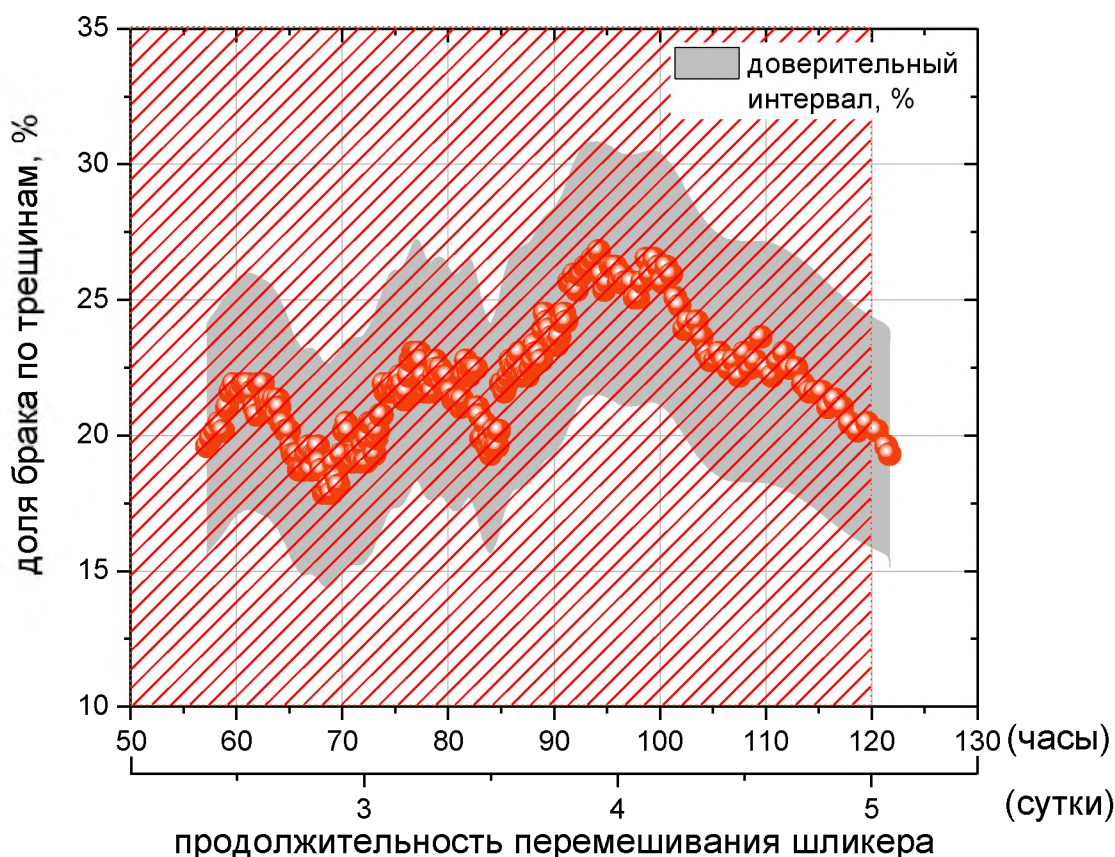


Рисунок 24 - Зависимость среднего процента брака по трещинам изделий из кварцевой керамики от продолжительности стабилизации шликера по данным за двухлетний период (оптимальная продолжительность стабилизации не заштрихована)

Максимум на графике зависимости брака по трещинам от продолжительности ротационного перемешивания шликера (рис. 24) может соотноситься с максимальным содержанием геля. Тогда левое плечо графика с продолжительностью перемешивания менее 3 суток соответствует превращению **a** (рис. 19) с преобладанием нерастворенных субмикрочастиц. Правое плечо графика с продолжительностью перемешивания 5 суток и более соответствует равновесию **b** (рис. 19) с преобладанием олигомеров и низкомолекулярных форм кремниевой кислоты (моно-, ди- и тримеров). По аналогии с результатами анализа влияния рН шликера на брак по трещинам

изделий, оптимальная продолжительность ротационного перемешивания шликера должна составлять не менее 5 суток, например, 5–6 суток.

Таким образом, для сокращения количества трещин в изделиях из кварцевой керамики были выданы следующие рекомендации: использовать шликер на основе кварцевого стекла с рН в диапазоне от 6 до 7 и продолжительностью стабилизации 5-6 суток.

Следующим этапом оптимизации технологии изготовления головных антенных обтекателей из кварцевой керамики является оценка возможности сокращения количества следующего вида дефектов - раковин в материале оболочек после операции формования.

ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПОВЫШЕНИЯ ОДНОРОДНОСТИ ЗНАЧЕНИЙ ПЛОТНОСТИ КЕРАМИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА И СОКРАЩЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА РАКОВИН В ЕГО СТРУКТУРЕ

Одним из способов сокращения раковин в керамическом материале и повышения однородности и уровня значений плотности шликера в керамической промышленности является вакуумирование. При вакуумировании удаляется часть воздуха, который был захвачен во время приготовления шликера и последующем его перемешивании. Удаление воздуха обеспечивает некоторое повышение плотности отливки и препятствует образованию в ней раковин.

На первом этапе исследования было необходимо провести апробацию метода и подобрать режим вакуумирования шликера.

4.1. Апробация и подбор режима вакуумирования шликера

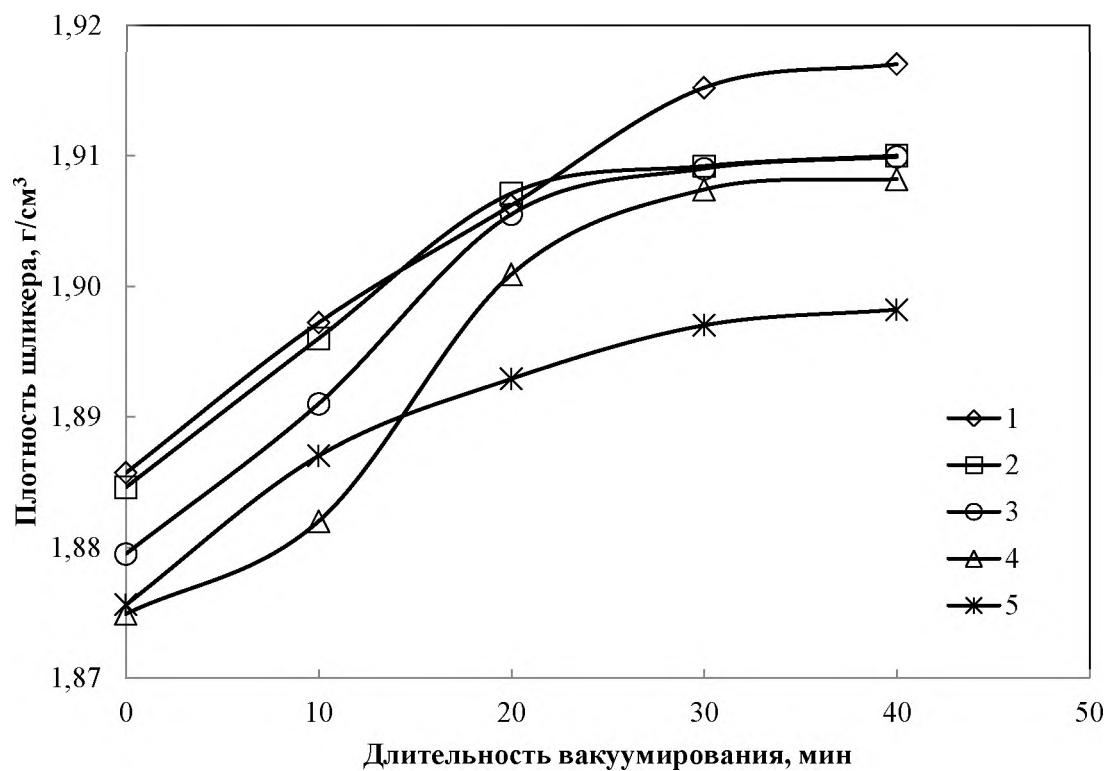
Вакуумирование шликера осуществляли на лабораторной установке в металлической емкости объемом 0,5 л при непрерывном механическом перемешивании. На начальном этапе скорость вращения перемешивающей фрезы была выбрана минимальной (50 об/мин), чтобы предотвратить седиментацию шликера в емкости диссольвера. Время вакуумирования находилось в пределах 10-40 мин. Параметры используемых партий шликера до и после вакуумирования приведены в таблице 7.

На рисунке 25 представлено изменение плотности образцов и параметров шликера в зависимости от времени его вакуумирования. Видно, что одновременно с повышением плотности шликера уменьшается его влажность. Это говорит о том, что помимо удаления воздуха, в процессе вакуумирования из шликера также частично испаряется вода.

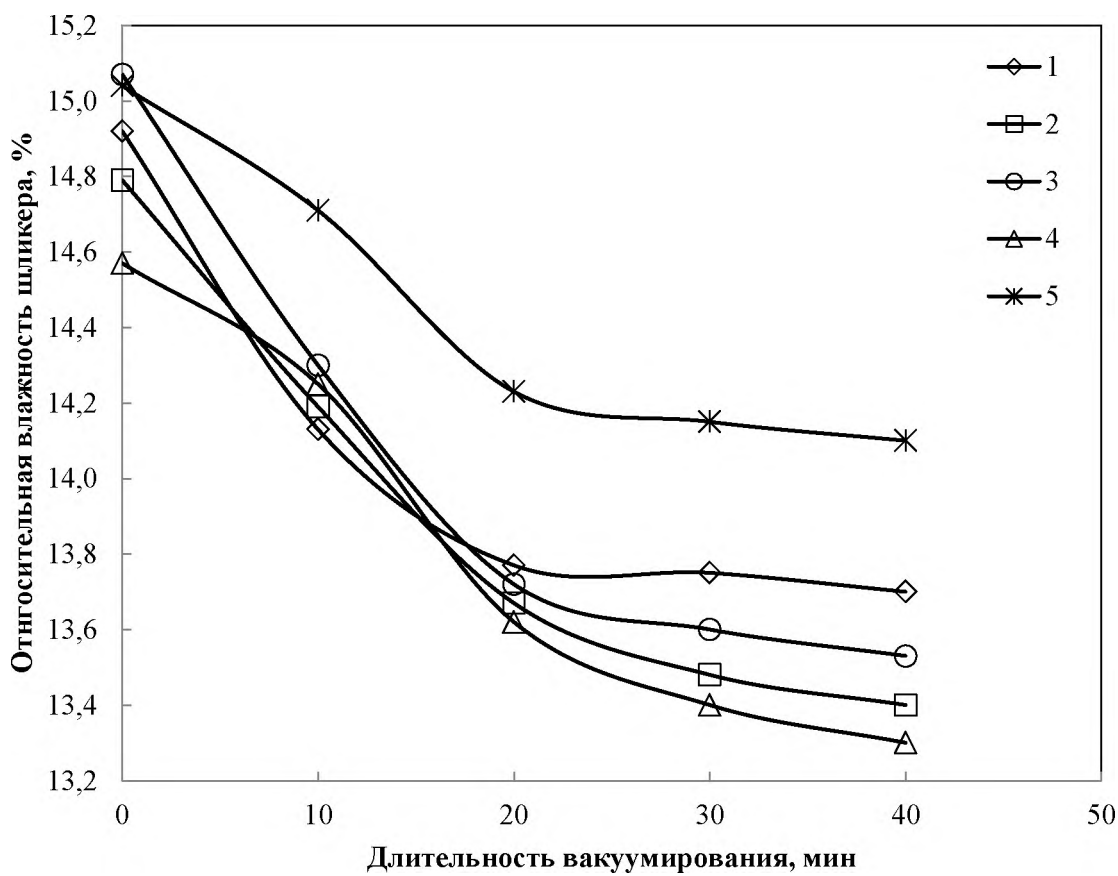
Таблица 7

Изменение параметров шликера и плотности отформованных образцов в зависимости от продолжительности вакуумирования

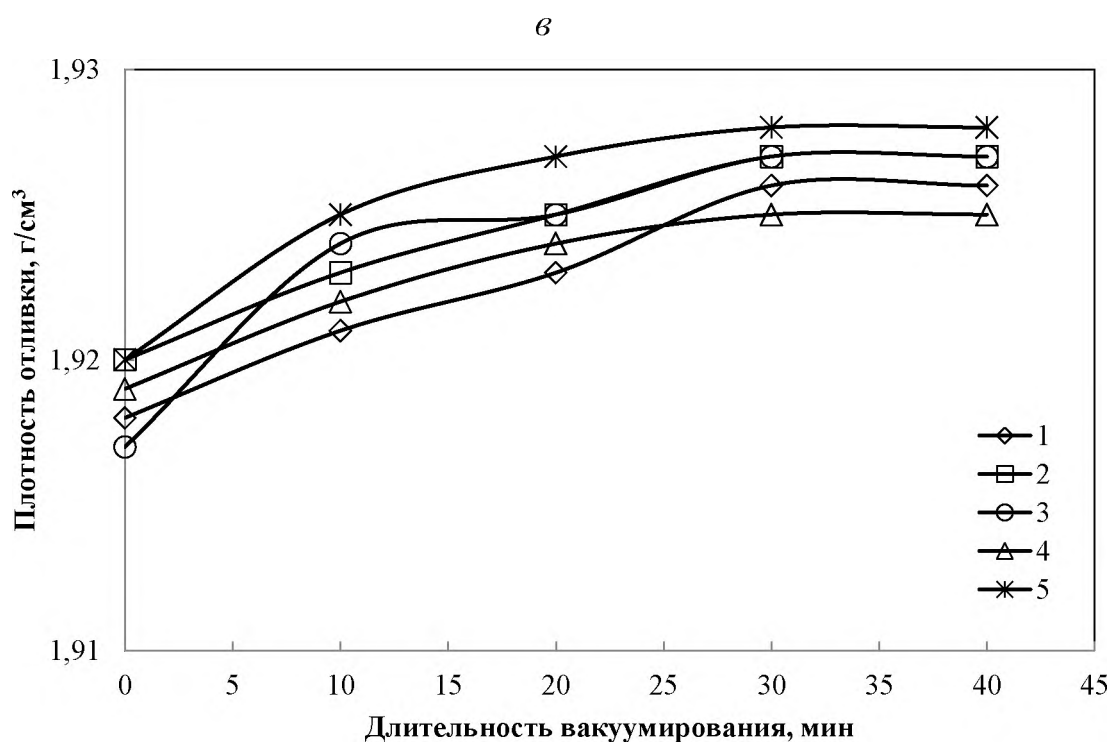
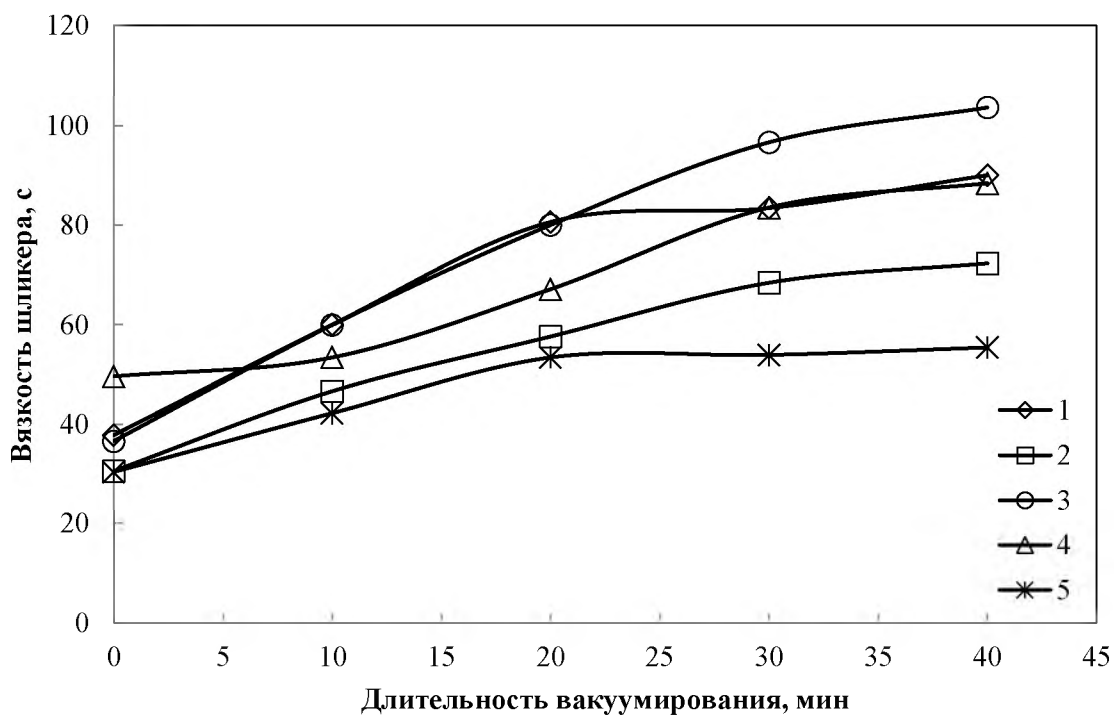
Порядковый номер шликера	Время вакуумирования, мин	Плотность шликера, г/см ³	Относительная влажность, %	pH	Вязкость, с	Содержание частиц размером > 0,63 мкм, %	Плотность отливки, г/см ³
1	0	1,89	14,9	6,2	37,8	6,3	1,92
	10	1,90	14,1	6,2	60,0	6,3	1,92
	20	1,91	13,8	6,2	80,6	6,3	1,92
	30	1,92	13,8	6,2	87,2	6,3	1,93
	40	1,92	13,7	6,2	90,0	6,3	1,93
2	0	1,89	14,8	6,2	30,6	7,9	1,92
	10	1,90	14,2	6,2	46,6	7,9	1,92
	20	1,91	13,7	6,2	57,6	7,9	1,93
	30	1,91	13,5	6,2	68,4	7,9	1,93
	40	1,91	13,4	6,2	72,3	7,9	1,93
3	0	1,88	15,1	5,5	36,6	8,2	1,92
	10	1,89	14,3	5,5	59,9	8,2	1,92
	20	1,91	13,7	5,5	80,0	8,2	1,93
	30	1,91	13,6	5,5	96,6	8,2	1,93
	40	1,91	13,5	5,5	103,6	8,2	1,93
4	0	1,88	14,6	5,8	49,6	6,4	1,91
	10	1,88	14,3	5,8	53,4	6,4	1,92
	20	1,90	13,6	5,8	67,1	6,4	1,92
	30	1,91	13,4	5,8	83,5	6,4	1,93
	40	1,91	13,3	5,8	88,4	6,4	1,93
5	0	1,88	15,0	6,1	30,4	6,1	1,92
	10	1,89	14,7	6,1	42,2	6,1	1,92
	20	1,90	14,2	6,1	53,4	6,1	1,93
	30	1,90	14,2	6,1	53,9	6,1	1,93
	40	1,90	14,1	6,1	55,4	6,1	1,93



a



б



2

Рисунок 25 – Изменение параметров партий шликера 1-5 и плотности отформованных образцов в зависимости от продолжительности вакуумирования: а – плотность шликера, г/см³; б – относительная влажность шликера, %; в – вязкость, с; г – плотность отливки, г/см³

Следует отметить, что вязкость суспензий увеличивается в первые 30 мин вакуумирования, далее с увеличением времени вакуумирования она практически не меняется. Рост вязкости объясняется падением температуры шликера в первые 30 мин (от 26 до 17 °С). Понижение температуры происходит за счет испарения воды.

Таким образом, видно, что изменение свойств шликера происходит в первые 30 мин вакуумирования. За это время разность значений плотности и влажности до и после вакуумирования достигает, соответственно, 0,03 г/см³ и 1,6 %. Плотность отливки при вакуумировании шликера повышается в среднем на 0,01 г/см³.

Далее на двух партиях шликера было опробовано изменение скорости вращения перемешивающей фрезы: 50, 150, 250 об/мин. Время вакуумирования составляло 30 мин. Проведенные эксперименты показали, что оптимальным значением является минимальная скорость перемешивания, достаточная для того, чтобы предотвратить седиментацию шликера в емкости для вакуумирования. В случае интенсивного вращения фрезы наблюдалось изменение реологических свойств шликера – природа суспензии изменялась с тиксотропной на дилатантную, что делало невозможным проведение дальнейших работ со шликером (таблица 8).

**Изменение параметров шликера в зависимости от скорости вращения
перемешивающей фрезы при вакуумировании**

Порядковый номер шликера	Скорость перемешивания, об/мин	Плотность шликера, г/см ³	Относительная влажность, %	pH	Вязкость, с	Содержание частиц размером > 0,63 мкм, %
1	50	1,91	13,7	5,6	80,9	7,7
	150	<i>Шликер перешел из тиксотропного в дилатантное состояние спустя 20 мин после начала вакуумирования</i>				
	250	<i>Шликер перешел из тиксотропного в дилатантное состояние спустя 10 мин после начала вакуумирования</i>				
2	50	1,91	13,4	6,0	87,3	6,4
	150	<i>Шликер перешел из тиксотропного в дилатантное состояние спустя 25 мин после начала вакуумирования</i>				
	250	<i>Шликер перешел из тиксотропного в дилатантное состояние спустя 15 мин после начала вакуумирования</i>				

Таким образом, экспериментальным путем было определено, что вакуумирование шликера следует проводить в течение 30 мин при минимальной скорости вращения перемешивающей фрезы. Для каждого нового устройства данную скорость следует подбирать индивидуально.

Далее необходимо проверить влияние вакуумирования шликера на плотность кварцевой керамики до и после обжига.

4.2. Оценка влияния вакуумирования шликера на свойства образцов из кварцевой керамики до и после обжига

На следующем этапе параллельно были отформованы 8 образцов (4 шт. - из шликера после вакуумирования, 4 шт. – из шликера без вакуумирования). Вакуумирование проводили на лабораторной установке при скорости перемешивания 50 об/мин в течение 30 мин. Затем на 4 образцах (2 шт. - из шликера после вакуумирования, 2 шт. – из шликера без вакуумирования) определили плотность и пористость сырца, а оставшиеся 4 образца обожгли в печи при температуре 1265 °С в течение 2 часов. Результаты определения плотности, пористости и водопоглощения образцов до и после обжига приведены в таблице 9.

Видно, что в случае вакуумирования керамический материал до обжига стал плотнее на 0,01 г/см³. Плотность обожженных образцов также увеличилась на 0,01 г/см³.

Таким образом, показано, что вакуумирование шликера дает положительные результаты на образцах из кварцевой керамики. Следовательно, целесообразно продолжать исследование и перейти от образцов к полноразмерным изделиям из кварцевой керамики и проверить на них эффективность выбранного метода.

Плотность, пористость и водопоглощение образцов из кварцевой керамики до и после обжига в результате вакуумирования шликера

Длительность вакуумирования, мин	Образцы до обжига				Образцы после обжига					
	Плотность, г/см ³		Пористость, %		Плотность, г/см ³		Пористость, %		Водопоглощение, %	
	По образцам	Среднее	По образцам	Среднее	По образцам	Среднее	По образцам	Среднее	По образцам	Среднее
0	1,91	1,92	13,4	13,3	1,97	1,97	10,4	10,4	5,3	5,3
	1,92		13,1		1,97		10,3		5,2	
30	1,92	1,93	12,9	12,9	1,98	1,98	10,3	10,2	5,2	5,1
	1,93		12,9		1,98		10,0		5,0	

4.3. Оценка влияния вакуумирования шликера на плотность и пористость материала необожженных заготовок из кварцевой керамики

Шликер на основе кварцевого стекла после стабилизации был отвакуумирован на промышленной установке (максимальный объем емкости для вакуумирования – 30 л). Из шликера была отформована партия оболочек. Шликер подавали в гипсовую форму под давлением непосредственно из емкости, где происходило вакуумирование. Параметры шликера до и после вакуумирования приведены в таблице 10.

Таблица 10

Изменение параметров шликера в результате вакуумирования

№ оболочки	Время вакуумирования, мин	Плотность шликера, г/см ³	Относительная влажность, %	pH	Вязкость, с	Содержание частиц размером > 0,63 мкм, %
1	0	1,88	14,9	6,2	37,9	6,3
	30	1,91	13,3	6,2	84,5	6,3
2	0	1,89	15,1	5,5	31,3	6,4
	30	1,91	13,3	5,5	73,1	6,4
3	0	1,88	14,8	6,1	30,5	6,3
	30	1,90	13,2	6,1	78,9	6,3
4	0	1,88	15,1	5,9	35,2	7,1
	30	1,91	13,5	5,9	89,6	7,1

Параллельно с каждой оболочкой формовали образцы (3 шт. – из обычного шликера, 3 шт. – из вакуумированного шликера). По два образца (1 шт. – из шликера после вакуумирования, 1 шт. – из шликера без вакуумирования) от каждой заготовки были отобраны для определения плотности и пористости сырца. Свойства необожженных образцов представлены в таблице 11.

Таблица 11

Изменение плотности и пористости необожженных образцов в результате вакуумирования

№ оболочки	Время вакуумирования, мин	Плотность отливки, г/см ³		Пористость отливки, %	
		По образцам	Среднее	По образцам	Среднее
1	0	1,92	1,92	13,0	13,0
		1,92		12,9	
	30	1,93	1,93	12,7	12,7
		1,93		12,6	
2	0	1,92	1,92	12,9	12,9
		1,92		12,9	
	30	1,93	1,93	12,9	12,8
		1,93		12,7	
3	0	1,94	1,94	12,1	12,1
		1,94		12,1	
	30	1,95	1,95	11,8	11,8
		1,95		11,8	
4	0	1,94	1,94	12,3	12,3
		1,94		12,3	
	30	1,94	1,95	12,0	12,0
		1,95		12,0	

Видно, что в случае всех четырех оболочек после вакуумирования плотность необожженного материала возросла на 0,01 г/см³.

Первая заготовка была разрезана на 5 сегментов по высоте, плотность и пористость которых приведены в таблице 12.

**Изменение плотности и пористости необожженного материала заготовки
№ 1 по высоте**

№ сегмента	Плотность, г/см ³		Пористость, %	
	По образцам	Среднее	По образцам	Среднее
1 (торец)	1,93	1,93	12,7	12,7
	1,93		12,7	
2	1,93	1,93	12,7	12,7
	1,93		12,6	
3	1,93	1,93	12,7	12,7
	1,93		12,6	
4	1,93	1,94	12,6	12,6
	1,94		12,5	
5 (носок)	1,93	1,94	12,5	12,5
	1,94		12,5	

Видно, что плотность необожженного материала заготовки из кварцевой керамики незначительно растет от торца к носку, а пористость, соответственно, уменьшается. Такое поведение характерно для оболочек, отформованных методом шликерного литья в гипсовые формы. Однако в случае использования метода вакуумирования разность плотности материала в носке и торце значительно сокращается и составляет 0,01 г/см³, в отличие от обычной технологии формования без использования вакуумирования, когда разность значений плотности достигает 0,03 г/см³. Таким образом, использование метода вакуумирования шликера позволяет повысить однородность значений плотности кварцевой керамики по высоте изделия.

4.4. Оценка влияния вакуумирования шликера на плотность, пористость и водопоглощение материала заготовок из кварцевой керамики после обжига

Далее заготовки № 2, 3, 4 вместе с оставшимися образцами (по 4 шт. к каждой заготовке: 2 шт. – из шликера после вакуумирования, 2 шт. – из шликера без вакуумирования,- а также 4 шт. от заготовки № 1) обжигали в печи (№ 2: 1260 °С, 2 ч 20 мин; № 3: 1260 °С, 2 ч 20 мин; № 4: 1265 °С, 2 ч 20 мин). Плотность, пористость и водопоглощение материала образцов после обжига приведены в таблице 13.

Таблица 13

Изменение плотности, пористости и водопоглощения образцов в результате вакуумирования шликера

№ оболочки	Время вакуум., мин	Плотность, г/см ³		Пористость, %		Водопоглощение, %	
		По образцам	Среднее	По образцам	Среднее	По образцам	Среднее
1	0	1,99	1,99	9,8	9,8	4,9	4,9
		1,98		9,8		4,9	
	30	1,99	1,99	9,6	9,6	4,8	4,8
		1,99		9,5		4,8	
2	0	1,98	1,98	9,6	9,7	4,8	4,9
		1,99		9,8		4,9	
	30	1,99	2,00	9,5	9,5	4,8	4,8
		2,00		9,4		4,7	
3	0	1,99	1,99	9,3	9,4	4,7	4,7
		1,99		9,4		4,7	
	30	2,000	2,00	9,2	9,2	4,6	4,6
		2,002		9,1		4,5	
4	0	2,00	2,00	8,8	8,8	4,4	4,4
		2,00		8,8		4,4	
	30	2,01	2,01	8,7	8,8	4,3	4,3
		2,01		8,8		4,3	

Видно, что материал обожженных образцов-спутников к заготовкам стал плотнее после вакуумирования в среднем на 0,01 г/см³. Полученные данные согласуются с результатами, полученными ранее на начальном этапе исследования. Однако дополнительно следует провести анализ плотности

отформованных заготовок после обжига методом ультразвукового контроля (УЗК), а также определение кажущейся плотности материала заготовок, чтобы получить информацию о свойствах непосредственно оболочек, а не образцов к ним (таблица 14).

Как показали результаты измерений, плотность всех трех оболочек находится в пределах $1,97 - 2,01 \text{ г/см}^3$. Более низкую плотность оболочки № 3 можно объяснить тем, что при формовании изделия именно на этой заготовке был опробован несколько иной способ подачи шликера в гипсовую форму. Если для всех остальных заготовок шликер подавали в форму под давлением из емкости для вакуумирования, то для оболочки № 3 способ формования был близок к тому, который используют в серийном производстве – емкость со шликером поднимали на определенную высоту и подавали его в форму без давления. Вероятно, при таком способе эффект от вакуумирования значительно снизился за счет попадания воздуха в шликер при заливке изделия.

Поскольку сравнение плотности обожженного материала в результате вакуумирования шликера и без него (таблица 13) проводили на образцах, что вносит определенную погрешность в результаты исследования, было принято решение одновременно отформовать дополнительно две заготовки – из обычного шликера и из шликера после вакуумирования (№ 5, 6, соответственно). Далее эти две заготовки обожгли в печи и определили их плотность методом УЗК (таблица 15).

Видно, что в среднем плотность материала заготовки № 6 незначительно выше, чем у заготовки № 5. Для получения более точной информации указанные заготовки разрезали на 5 сегментов по высоте и определили их плотность, пористость и водопоглощение (таблица 16). Как показал анализ, плотность материала после вакуумирования действительно возрастает на $0,01 \text{ г/см}^3$, при этом разность значений плотности в торце и носке заготовки уменьшается более, чем на 30 %.

Таблица 14

Карта измерений толщины стенки и кажущейся плотности оболочек из кварцевой керамики после обжига

№ оболочки	№ образующей	Расстояние от основания до точки измерения, мм	50	100	300	700	Кажущаяся плотность по п. 2.7, г/см ³
2	1	Толщина стенки, мм	16,18	15,62	15,56	15,05	2,00
		Плотность, г/см ³	1,998	2,005	2,003	2,002	
	2	Толщина стенки, мм	16,13	15,68	15,34	14,91	
		Плотность, г/см ³	2,002	2,002	2,004	2,007	
	3	Толщина стенки, мм	16,35	15,69	15,21	14,73	
		Плотность, г/см ³	2,002	2,005	2,003	2,008	
	4	Толщина стенки, мм	16,35	15,89	15,36	15,08	
		Плотность, г/см ³	2,003	2,004	2,003	2,023	
3	1	Толщина стенки, мм	16,13	15,70	15,49	15,05	1,97
		Плотность, г/см ³	1,990	1,993	1,991	1,997	
	2	Толщина стенки, мм	16,43	15,76	15,37	14,83	
		Плотность, г/см ³	1,991	1,993	1,998	2,004	
	3	Толщина стенки, мм	16,47	15,90	15,41	14,97	
		Плотность, г/см ³	1,988	1,993	2,001	2,000	
	4	Толщина стенки, мм	16,21	15,80	15,54	15,13	
		Плотность, г/см ³	1,988	1,994	1,995	2,002	
4	1	Толщина стенки, мм	16,09	15,70	15,33	14,96	1,99
		Плотность, г/см ³	1,979	1,983	1,982	1,988	
	2	Толщина стенки, мм	16,38	15,79	15,35	14,87	
		Плотность, г/см ³	1,979	1,983	1,984	1,989	
	3	Толщина стенки, мм	16,50	16,06	15,48	15,27	
		Плотность, г/см ³	1,977	1,981	1,979	1,984	
	4	Толщина стенки, мм	16,20	15,73	15,60	15,14	
		Плотность, г/см ³	1,980	1,982	1,984	1,985	

Карта измерений толщины стенки и кажущейся плотности оболочек после обжига по УЗК

№ оболочки	№ образующей	Расстояние от основания до точки измерения, мм	50	100	300	700
5 (без вакуумирования)	1	Толщина стенки, мм	16,05	15,34	14,79	14,23
		Плотность, г/см ³	1,976	1,982	1,987	1,988
	2	Толщина стенки, мм	16,20	15,64	15,26	14,59
		Плотность, г/см ³	1,977	1,981	1,986	1,989
	3	Толщина стенки, мм	16,42	15,98	15,66	15,48
		Плотность, г/см ³	1,982	1,983	1,985	1,990
	4	Толщина стенки, мм	16,17	15,67	15,29	14,87
		Плотность, г/см ³	1,982	1,982	1,985	1,985
6 (с вакуумированием)	1	Толщина стенки, мм	16,06	15,56	14,99	14,52
		Плотность, г/см ³	1,983	1,988	1,988	1,989
	2	Толщина стенки, мм	16,14	15,61	15,15	14,72
		Плотность, г/см ³	1,981	1,990	1,988	1,986
	3	Толщина стенки, мм	16,17	15,76	15,51	15,01
		Плотность, г/см ³	1,983	1,988	1,991	1,990
	4	Толщина стенки, мм	16,16	15,59	15,20	14,88
		Плотность, г/см ³	1,980	1,984	1,989	1,987

Таблица 16

Плотность, пористость и водопоглощение материала оболочек из кварцевой керамики по высоте после обжига

№ оболочки	Расстояние от торца, мм	Плотность, г/см ³		Пористость, %		Водопоглощение, %		
		По образцам	Среднее	По образцам	Среднее	По образцам	Среднее	
5 (без вакуумирования)	0-150	1,97	1,97	10,6	10,6	5,4	5,4	
		1,97		10,6		5,4		
	150-300	1,97	1,97	10,5	10,4	5,3	5,3	
		1,97		10,3		5,2		
	300-450	1,98	1,98	10,2	10,2	5,1	5,2	
		1,98		10,2		5,2		
	450-600	1,98	1,98	10,0	10,0	5,0	5,0	
		1,98		10,0		5,0		
	600-700	2,00	2,00	9,4	9,5	4,7	4,8	
		1,99		9,5		4,8		
	Среднее		1,98		10,1		5,1	
	6 (с вакуумированием)	0-150	1,98	1,98	9,9	9,9	5,0	5,0
			1,98		9,9		5,0	
		150-300	1,98	1,98	9,9	9,9	5,0	5,0
1,98			9,9		5,0			
300-450		1,98	1,99	9,9	9,8	5,0	5,0	
		1,99		9,7		4,9		
450-600		1,99	1,99	9,7	9,7	4,9	4,9	
		1,99		9,7		4,9		
600-700		1,99	2,00	9,4	9,3	4,7	4,7	
		2,00		9,2		4,6		
Среднее			1,99		9,7		4,9	

4.5. Оценка влияния вакуумирования шликера на прочность материала оболочек из кварцевой керамики и наличие в нем раковин

В таблице 17 приведены результаты определения прочности при статическом изгибе образцов для всех трех оболочек. Для сравнения из образцов, отформованных из тех же партий шликера, но без вакуумирования, также были изготовлены образцы для испытаний, что позволило четко оценить влияние вакуумирования на прочность керамического материала.

Таблица 17

Изменение прочности при статическом изгибе образцов $\sigma_{\text{изг.}}$ в результате вакуумирования шликера

№ оболочки	Время вакуумирования, мин	$\sigma_{\text{изг.}}$, кгс/мм ²
2	0	5,3 ± 0,6
	30	5,3 ± 0,4
3	0	5,5 ± 0,5
	30	5,2 ± 0,5
4	0	5,5 ± 0,5
	30	5,7 ± 0,3

Видно, что вакуумирование шликера не повлияло на прочность кварцевой керамики – в пределах погрешности значения $\sigma_{\text{изг.}}$ совпадают. Однако разброс значений прочности в случае вакуумирования для двух оболочек (№ 2, 4) уменьшился на 0,2 кгс/мм², что свидетельствует о стабилизации значений $\sigma_{\text{изг.}}$

Далее был проведен визуально-оптический контроль оболочек на наличие раковин в структуре материала, по результатам которого дефектов ни в одной из оболочек обнаружено не было.

Таким образом, исследование показало, что вакуумирование шликера на основе кварцевого стекла непосредственно перед формованием изделий позволяет стабилизировать и повысить уровень значений плотности

керамического материала, а также снизить его пористость и водопоглощение. Прочность кварцевой керамики при этом остается неизменной. Кроме того, поскольку раковин в оболочках после механической обработки обнаружено не было, вакуумирование шликера показало себя как эффективный способ для устранения дефектов внутри материала заготовок.

Для обнаружения и идентификации дефектов в структуре кварцевой керамики необходимо использовать метод, позволяющий оперативно и с высокой точностью определять характер, размер и расположение дефектов. Этим требованиям удовлетворяет визуально-оптический способ анализа структурных дефектов, методика проведения которого была разработана в рамках данного исследования.

ГЛАВА 5. РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ВИЗУАЛЬНО-ОПТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ ОБОЛОЧЕК ИЗ КВАРЦЕВОЙ КЕРАМИКИ ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ

Для осуществления задачи контроля качества изделий из кварцевой керамики использовали принципы прохождения и преломления света в материалах, прозрачных в оптической области света с целью обеспечения максимального контраста дефекта на фоне основного материала методом подбора углов освещения и наблюдения, спектра и интенсивности источника, а также повышения степени прозрачности контролируемых материалов. Такой принцип позволяет выявлять не только поверхностные, но и подповерхностные дефекты материала различного характера: трещины, царапины, поры, раковины, включения.

Было установлено, что перед проведением контроля необходимо увеличить оптическую прозрачность оболочки, прогрузив ее на 20 минут в наполненную водой механизированную ванну и затем высушить до исчезновения глянца водяной пленки на поверхности (рис. 26).

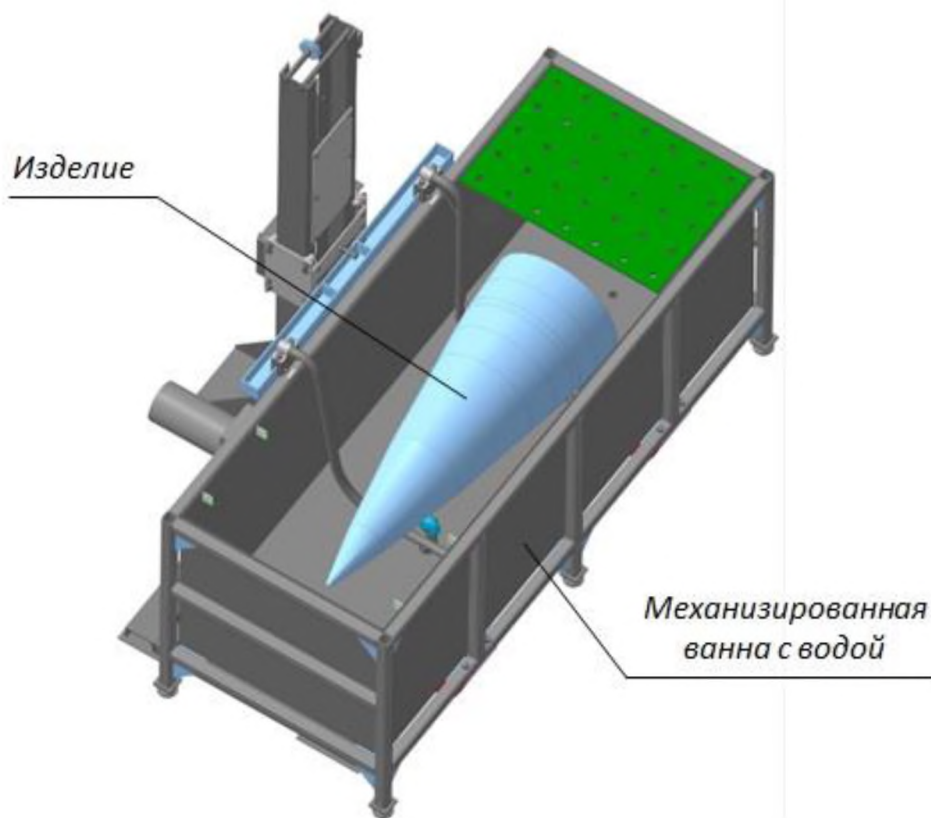


Рисунок 26 – Изображение процесса погружения изделия из кварцевой керамики в механизированную ванну с водой перед проведением визуально-оптического контроля поверхности

Погружение изделия на определенное время в емкость с водой перед проведением визуально-оптического контроля увеличивает прозрачность материала в оптической области света, что помогает обнаружить не только поверхностные, но и подповерхностные дефекты. Это происходит за счет того, что вода заполняет поры и повышает однородность материала, а также уменьшает рассеяние света на границах раздела сред. Пропитывание изделие водой также увеличивает чувствительность выявления поверхностных дефектов, так как вода, заполняя материал в месте несплошности, еще больше повышает прозрачность в районе дефекта, тем самым создавая характерный ареол, который гораздо светлее окружающего фона и дефекта. Освещенность поверхности пропитанного водой изделия увеличивается минимум на два порядка.

Контроль производился в светоизолированной комнате, где источником освещения служили прожекторы, находящиеся в составе установок для контроля наружной и внутренней поверхностей (рис. 27).

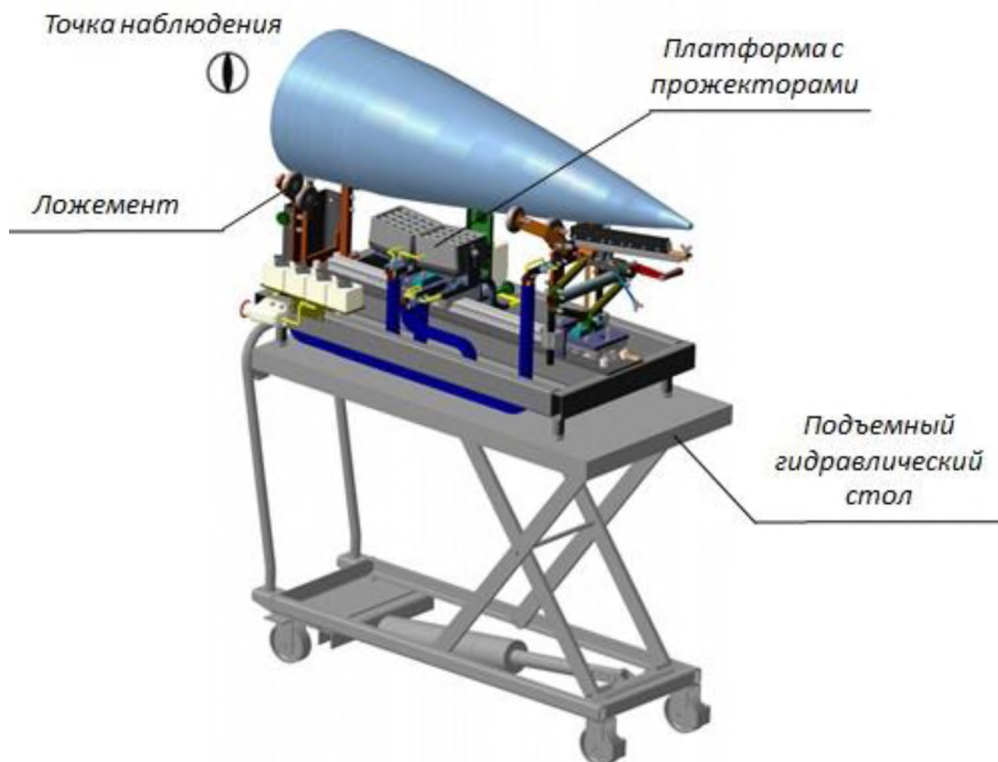


Рисунок 27 – Изображение установки для визуально-оптического контроля внутренней поверхности изделий из кварцевой керамики

Было установлено, что целесообразно разделить процесс контроля на два этапа: выявление дефектов вблизи наружной поверхности в прошедшем излучении и определение расположения обнаруженных дефектов в отраженном излучении (1); выявление дефектов вблизи внутренней поверхности в прошедшем излучении и определение расположения обнаруженных дефектов в отраженном излучении (2).

При проведении первого этапа предполагается поиск дефектов вблизи наружной и внутренней поверхности в проходящем излучении, что значительно повышает производительность и снижает утомляемость оператора, а также позволяет выявлять подповерхностные дефекты. При контроле изделия, не содержащего дефектов, это является несравнимым выигрышем в трудоемкости.

Установив изделие на поворотный стол устройства контроля наружной поверхности и поворачивая изделие вокруг своей оси на 360° , всю поверхность контролируемого изделия внимательно осматривали, последовательно перемещая источник освещения по высоте зоны не более 300 мм с помощью гидравлической тележки (рис.26).

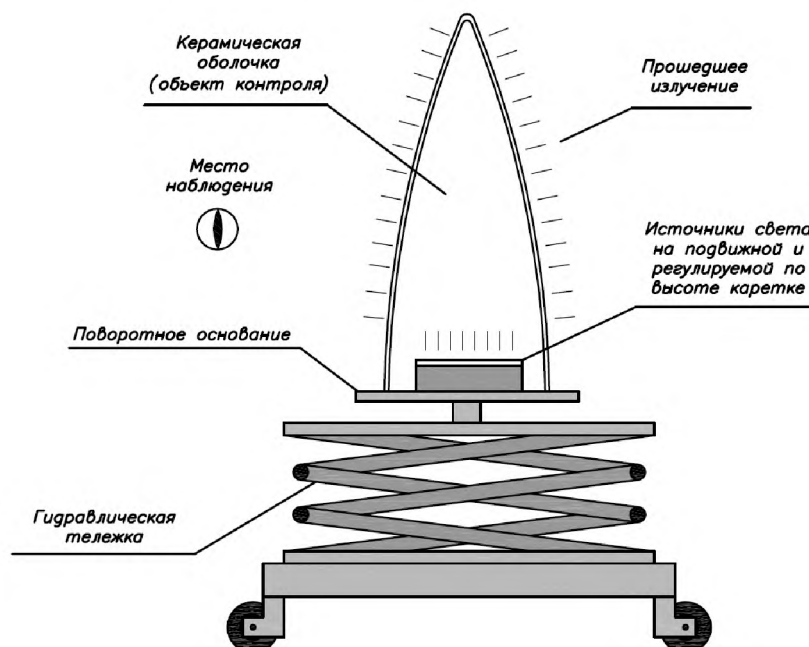


Рисунок 26 – Схема контроля наружной поверхности оболочки в проходящем излучении

Установив изделие на роликовые опоры устройства контроля внутренней поверхности и поворачивая изделие вокруг своей оси на 360° , внимательно осматривали всю поверхность контролируемого изделия, последовательно перемещая источник освещения на каретке по направляющей по зонам не более 300 мм (рисунок 27). Для контроля труднодоступных мест возможно использование электронной лупы или бароскопа.

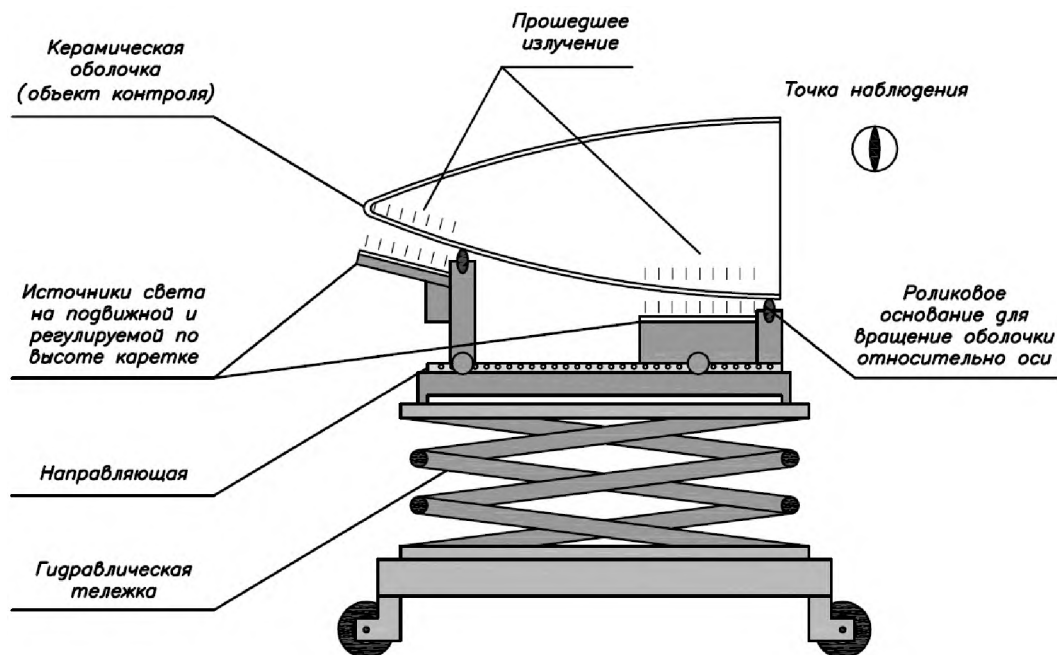


Рисунок 27 - Схема контроля внутренней поверхности оболочки в проходящем излучении

Трещина в прошедшем излучении определяется как нитевидная темно-серая линия на поверхности изделия, имеющая светлый ореол, отличающийся более ярким свечением по сравнению с общим фоном подсвечиваемой поверхности. Раковина в прошедшем излучении определяется как светлое пятно на поверхности изделия любой формы, имеющее четкие (не размытые) границы, и отличающееся более ярким свечением по сравнению с общим фоном подсвечиваемой поверхности. Включение в прошедшем излучении определяется как светлое или темное пятно (в зависимости от природы включения) любой формы, имеющее четкие (не размытые) границы.

В случае выявления дефектов в проходящем свете необходимо провести второй этап: анализ и отбраковку обнаруженного дефекта в отраженном свете. Использование метода контроля в отраженном свете дает возможность определить месторасположение дефекта (на поверхности или вблизи поверхности), получить более контрастную картину поверхностного дефекта, определить его действительные размеры и отбраковать по заданным параметрам. Для этого необходимо подобрать угол освещения поверхности и

угол наблюдения таким образом, чтобы обеспечить максимальный контраст неровностей контролируемой поверхности (следы от механической обработки и шагрень лакокрасочного покрытия). Придерживаясь выбранных углов, можно определить месторасположение (поверхностный или подповерхностный) и размеры выявленных дефектов (рисунок 28).

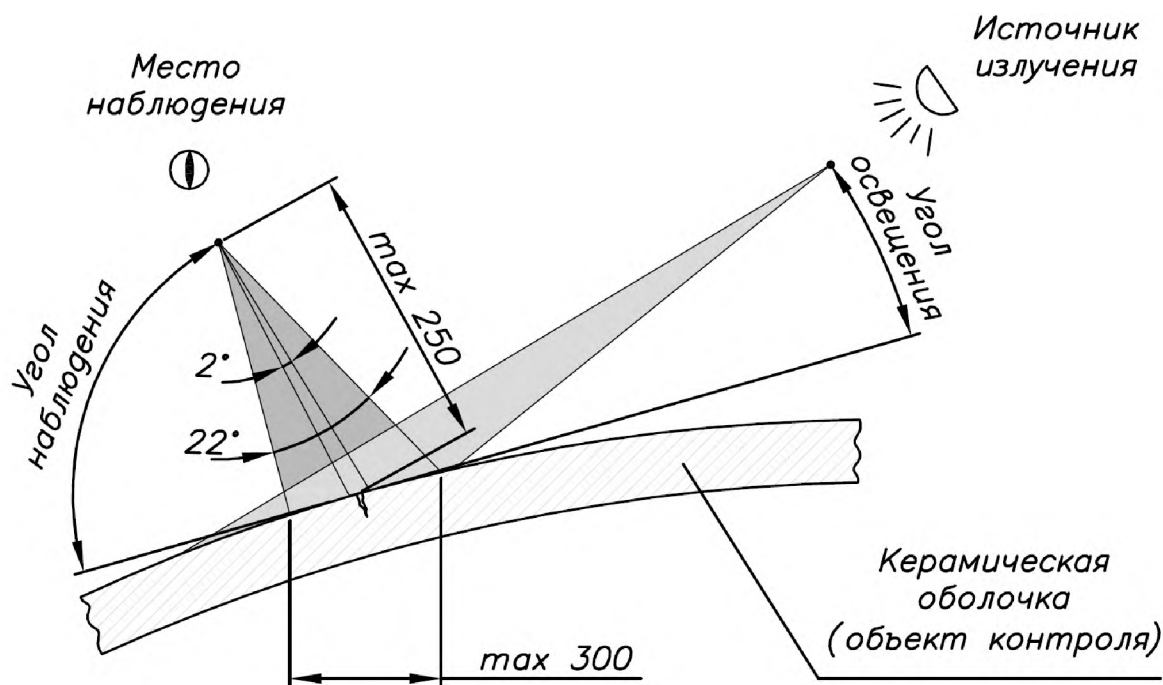


Рисунок 28 – Схема контроля поверхности оболочки в отраженном излучении

Следует отметить, что при поле зрения глаза в 180° максимальная четкость человеческого зрения соответствует углу в 2° , поэтому подсвеченный участок лучше всего осматривать сканированием с небольшим шагом на расстоянии не более 250 мм.

Визуально-оптический контроль согласно разработанной методике проводили на этапе механической обработки оболочек – между операциями обработки внутренней и наружной поверхностей изделия. Такой подход позволил выявлять дефекты в тот момент, когда у стенки керамической оболочки еще есть запас по толщине за счет необработанной наружной поверхности, и, таким образом, есть возможность доработать и устранить дефекты при их наличии. В случае если дефект имеет критические размеры и не подлежит доработке, изделие сразу отправляется в брак и не передается на

дальнейшие операции, что значительно сокращает трудоемкость и материальные затраты на его изготовление.

Согласно разработанной методике был проведен визуально-оптический контроль партии оболочек из кварцевой керамики. У 27 шт. были обнаружены дефекты, не соответствующие требованиям технологического процесса. Однако благодаря проведенному контролю удалось выявить эти дефекты, а у 17 шт. устранить их путем последующей доработки поверхности оболочек.

Таким образом, описанная технология позволяет обнаружить дефекты на внутренней поверхности изделия на этапе ее механической обработки и, при возможности, в кратчайшие сроки провести доработку внутренней поверхности до их полного устранения. Экспериментально установлено, что проведение промежуточного визуально-оптического контроля позволяет сократить количество несоответствующей продукции в процессе механической обработки на 13%, вследствие своевременного обнаружения поверхностных дефектов и их устранения. При наличии на внутренней поверхности изделия дефектов, превышающих допустимые размеры и не поддающихся устранению, проведение визуально-оптического контроля позволяет сразу же забраковать изделие и не проводить лишнюю операцию механической обработки его наружной поверхности, что сокращает трудоемкость процесса механической обработки в 2 раза. Методика была опробована и успешно внедрена в серийное производство головных антенных обтекателей из кварцевой керамики.

ГЛАВА 6. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПОВЫШЕНИЯ И СТАБИЛИЗАЦИИ ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ КЛЕЕВОГО СОЕДИНЕНИЯ МЕЖДУ КЕРАМИЧЕСКОЙ ОБОЛОЧКОЙ И МЕТАЛЛИЧЕСКИМ ШПАНГОУТОМ

Для повышения качества и надежности соединения оболочки из кварцевой керамики с металлическим шпангоутом в конструкциях головных антенных обтекателей прежде всего необходимо провести анализ проблем при выполнении операции сборки обтекателей.

В настоящее время крепление керамической оболочки к металлическому корпусу ракеты в конструкциях головных антенных обтекателей осуществляется посредством переходного металлического шпангоута через слой эластичного адгезива. В роли адгезива выступает кремнийорганический герметик марки «Виксинт У-2-28НТ».

Помимо крепления оболочки и шпангоута, герметик выполняет несколько основных функций. Во-первых, он позволяет обеспечить полную герметизацию внутреннего объема обтекателя, а также прочность, достаточную для того, чтобы выдержать силовые нагрузки. Кроме того, за счет своей эластичности, кремнийорганические герметики позволяют снизить вибродинамические нагрузки и напряжения, возникающие из-за разности ТКЛР керамики и металла.

Проблему сохранения высоких значений прочности клеевого соединения следует рассмотреть более подробно.

6.1. Анализ проблем при сборке головных антенных обтекателей на герметик «Виксинт У-2-28НТ»

Герметик «Виксинт У-2-28НТ» представляет собой уплотнительный материал, способный переходить из пастообразного в резиноподобное состояние после перемешивания скатализатором № 28 и гидрофобизирующей жидкостью ГКЖ 136-41. В качестве подслоя, обеспечивающего адгезию герметика к поверхности герметизируемых

изделий, применяют подслои П-11 в сочетании с подслоем холодной сушки П-9.

При сборке изделий герметик «Виксинт У-2-28НТ» наносят на поверхности керамической оболочки и металлического шпангоута, соблюдая фиксированную толщину клеевого шва. Вулканизация герметика происходит в течение 24 часов.

Согласно техническим условиям [74], компоненты герметика «Виксинт У-2-28НТ» смешиваются в определенном соотношении: паста У-2 – 100 м.ч., катализатор № 28 – 1,2 – 2 м.ч., гидрофобизирующая жидкость 136-41 – 0,7 – 2,0 м.ч.

Изначально изготовитель в паспорте на герметик указывает свою рецептуру его приготовления. Но для того, чтобы свойства герметика максимально подходили для сборки изделий из керамики, на производстве технологом подбирается так называемая «оптимальная» рецептура, а именно, рецептура с измененным количеством катализатора № 28 в пределах допусков по ТУ. Как правило, «оптимальная» рецептура отличается от рецептуры изготовителя и содержит большее количество катализатора. Для того чтобы определить, соответствует ли «оптимальная» рецептура требованиям технологии, на экспериментальных образцах определяют прочность клеевого соединения при сдвиге ($\tau_{сдв.}$).

Параметр $\tau_{сдв.}$ характеризует качество клеевого соединения. При его определении на испытываемых образцах моделируют поведение готового изделия в условиях его эксплуатации, а именно, при комплексе внешних воздействий, способных сместить керамическую оболочку относительно металлического шпангоута. Чем данный параметр выше, тем прочностные свойства собранного изделия лучше. Соответственно, если при увеличении количества катализатора относительно рецептуры изготовителя прочность клеевого соединения возросла, то это увеличенное количество катализатора будет являться «оптимальной» рецептурой.

Данные по средним значениям прочности клеевого соединения при сдвиге для разных партий герметика «Виксинт У-2-28НТ» при подборе рецептуры изображены на рисунке 28. Точки данных, выделенные цветом, соответствуют значениям, полученным по рецептуре изготовителя, полые точки данных – значениям при «оптимальной» рецептуре.

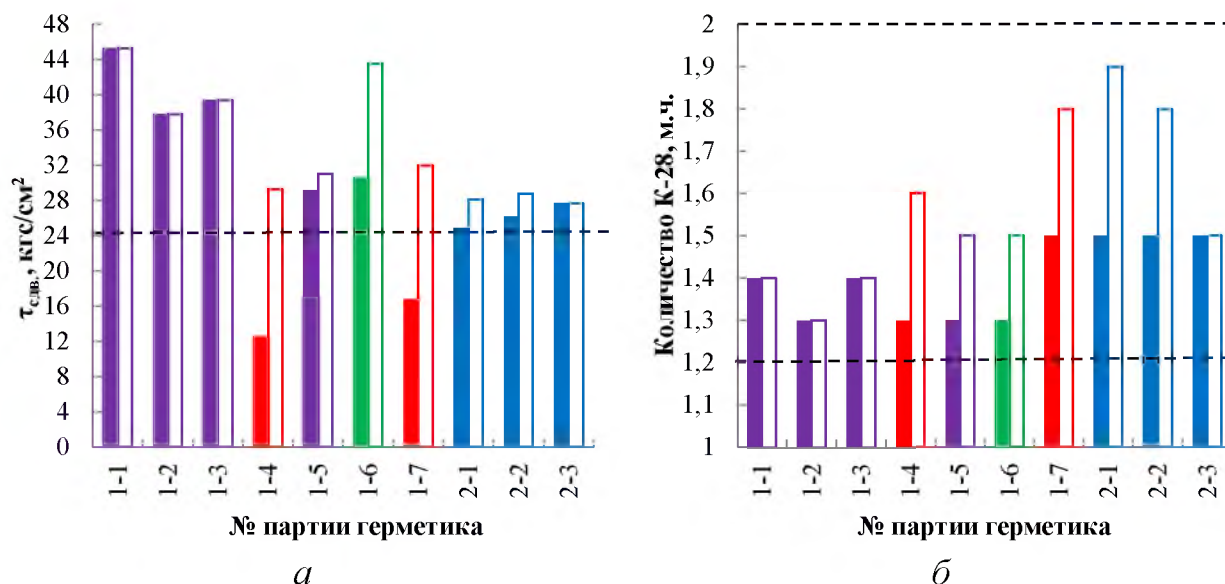


Рисунок 28 - Данные по подбору оптимальной рецептуры приготовления герметика «Виксинт У-2-28НТ» (• - производитель № 1 (розовый), • - производитель № 1 (белый), • - производитель № 1 (τсдв. при рецептуре изготовителя не соответствует ТУ [74]), • - производитель № 2): а – данные по τсдв. (пунктирной линией обозначен нижний предел допуска согласно ТУ [74]), б – данные по количеству катализатора К-28 (пунктирной линией обозначены верхний и нижний пределы допусков согласно ТУ [74])

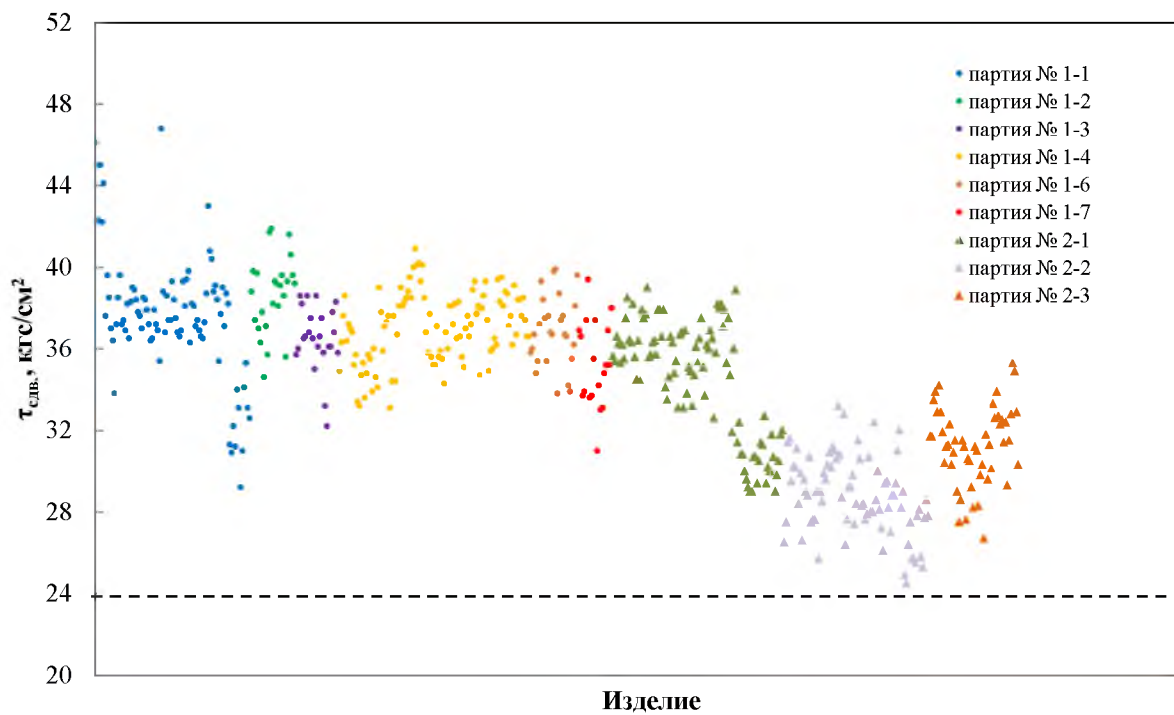
Из графиков видно, что при запуске в работу партий розового герметика «Виксинт У-2-28НТ» № 1-1, 1-2 и 1-3 рецептура изготовителя совпала с «оптимальной», то есть значения τсдв. были максимальными при количестве катализатора № 28, указанном в заключении о качестве на герметик. В случае последующих партий при увеличении количества катализатора значения прочности клеевого соединения при сдвиге также росли, то есть «оптимальная» рецептура не соответствовала рецептуре

изготовителя. Кроме того, у партий № 1-4 и 1-5 значения $\tau_{сдв.}$ изначально по рецептуре изготовителя были ниже допусков согласно технологии.

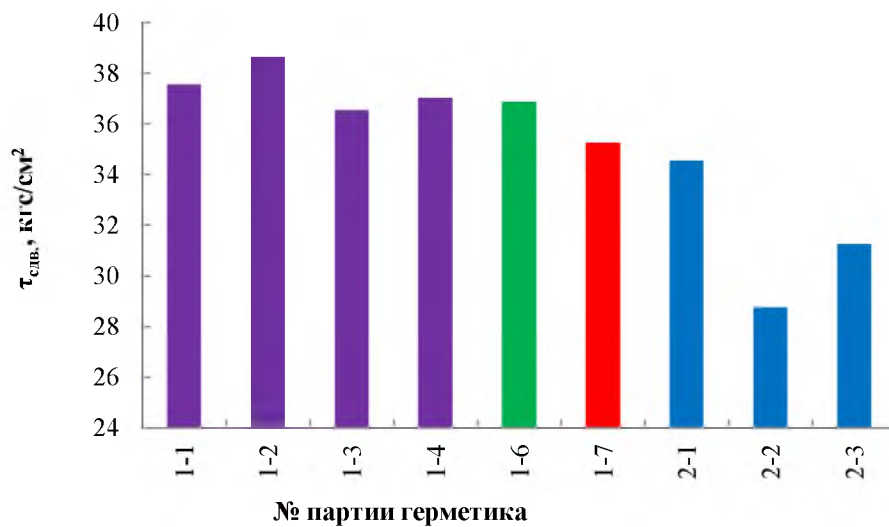
При запуске в работу партии № 1-7 первого производителя, а также партий № 2-1 и 2-2 второго производителя «оптимальная» рецептура герметика соответствовала практически максимально допустимому количеству катализатора (1,8-1,9 м.ч.), при этом значения $\tau_{сдв.}$ были низкими (28-32 кгс/см²). Данный фактор является отрицательным, поскольку при увеличении количества катализатора жизнеспособность герметика падает, а в случае партий № 2-1 и 2-2 жизнеспособность герметика изначально была низкой.

Глядя на общую картину по экспериментальным образцам, собранным на герметике «Виксинт У-2-28НТ», можно видеть спад прочности клеевого соединения при сдвиге от начала к концу года в 1,5 раза (от 45 до 25 кгс/см²), а также увеличение количества катализатора при подборе оптимальной рецептуры (от 1,3 до 1,9 м.ч.).

При сборке изделий данная картина не изменилась. На рисунке 29 приведена зависимость прочности клеевого соединения при сдвиге от порядкового номера изделий для разных партий герметика «Виксинт У-2-28НТ».



а



б

Рисунок 29 -Данные по прочности клеевого соединения при сдвиге: а – значения $\tau_{сдв.}$ для каждого собранного изделия по всем партиям герметика (пунктирная линия – граница допуска согласно ТУ [74]); б – средние значения $\tau_{сдв.}$ по всем партиям герметика (• - производитель № 1 (розовый), • - производитель № 1 (белый), • - производитель № 1 ($\tau_{сдв.}$ у нескольких изделий не соотв. ТУ [74]), • - производитель № 2)

Видно, что и в этом случае в самом начале значения $\tau_{сдв.}$ были в среднем на 15 % выше, чем у последних трех партий герметика.

Для подтверждения качества соединения керамической оболочки и шпангоута определяют также площадь непрочлея в изделиях после сборки с помощью рентген-контроля. Если непрочлей отсутствует или его площадь соответствует требованиям, то изделие считается герметичным и годным к эксплуатации.

В 2016-2017 гг. непрочлей имел место в небольшом количестве изделий. Но при использовании последних трех партий герметика практически в каждом изделии был обнаружен непрочлей, кроме того, у ряда изделий его площадь превышала предельно допустимую.

Рентгеновский снимок одного из участков с непрочлеем приведен на рисунке 30, а. Видно, что по всей поверхности шпангоута в зоне склейки просматривается наличие мелких воздушных включений. Изображение поверхности образца герметика приведено на рисунке 30, б.



а



б

Рисунок 30 - Изображение структуры герметика «Виксинт У-2-28НТ» производителя № 2: а – рентгеновский снимок зоны склейки оболочки и шпангоута; б – структура образца герметика после вулканизации

Кроме того, в изделиях, ушедших в брак, помимо мелких воздушных включений по всей области склейки, в некоторых зонах присутствуют крупные участки с непрочлеем, пример которых изображен на рисунке 31.

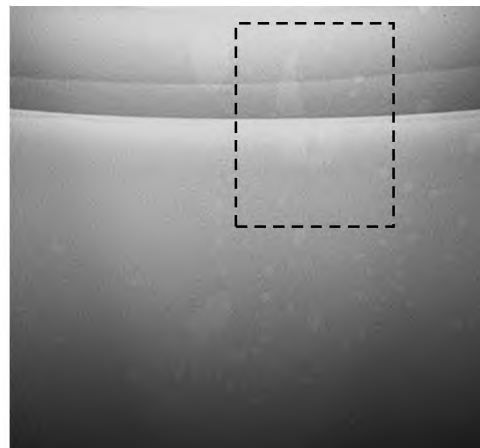
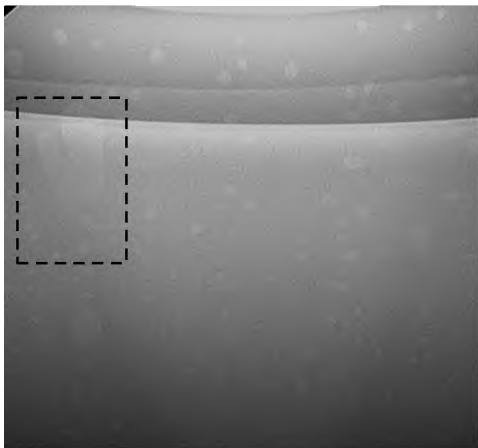


Рисунок 31 -Рентгеновское изображение участков с непрочлеем в изделиях, собранных с использованием герметика «Виксинт У-2-28НТ» производителя № 2

Таким образом, можно сделать вывод о том, что качество герметика из разных партий существенно различаются между собой, что может приводить к образованию непрочлея в изделиях.

На следующем этапе был проведен анализ паспортных данных на герметик «Виксинт У-2-28НТ» для различных партий и производителей (таблица18).

**Паспортные данные для разных партий герметика «Виксинт У-2-28НТ»
производителей № 1 и № 2**

Параметр № партии	Жизнеспособность, ч, в пределах	Усл. прочность при разрыве при 20°С, не менее	Отн. удлинение при разрыве при 20°С, не менее	Твердость по Шору А, усл. ед., в пределах	Прочность связи герметика при отслаивании и от алюминиевого сплава Д-16, кН/м, не менее	Деструктивная устойчивость, усл. ед., не менее
Нормы по ТУ [74]	3,0-8,0	2,0	275	35-50	1,5	18
Производитель № 1						
1	4,0	2,4	410	41	2,8	32
2	4,2	2,4	417	41	2,8	32
3	4,0	2,5	388	42	2,5	31
4	4,5	2,7	414	42	2,2	30
5	4,0	2,4	354	40	2,0	30
6	3,8	2,5	372	42	3,0	33
7	6,0	2,2	515	39	2,9	31
Производитель № 2						
А	4,0	2,3	320	43	2,1	26
Б	3,5	2,2	320	43	1,8	25
В	3,0	2,2	300	48	1,8	25

Согласно ТУ [74], жизнеспособность герметика «Виксинт У-2-28НТ» должна находиться в пределах от 3 до 8 ч. Видно, что в случае герметика

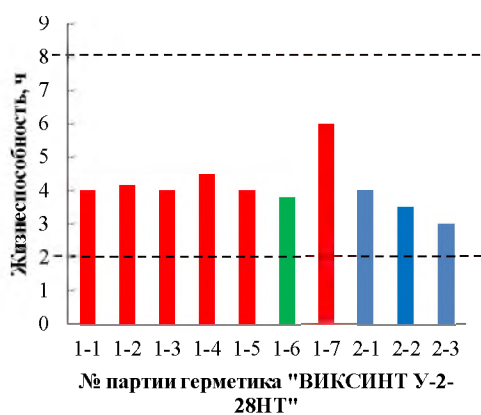
второго производителя его жизнеспособность низкая и находится у нижней границы допуска (рисунок 32, а). Данный фактор был отмечен исполнителями с момента приготовления первых порций герметика.

Значения условной прочности при разрыве у герметика обоих производителей примерно одинаковые (рисунок 32, б).

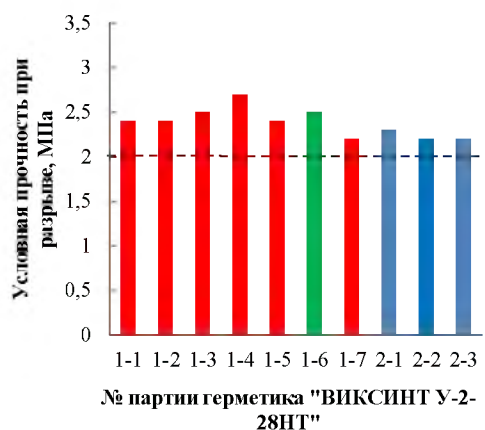
Значения относительного удлинения при разрыве в случае производителя № 2 значительно ниже, чем в случае производителя № 1 (рисунок 32, в). Этот фактор также был визуально отмечен при работе с первыми порциями герметика. Ранее герметик после вулканизации обладал высокой эластичностью. Затем, при смене производителя, эластичность герметика резко упала, и при его растяжении он тут же рвался.

Твердость герметика по Шору А у второго производителя выше, чем у первого (рисунок 32, д).

Прочность связи герметика при отслаивании от алюминиевого сплава Д-16 (рисунок 32, г), а также деструктивная устойчивость (или твердость по Шору А после выдержки при 250°С в течение 3 ч без доступа воздуха) (рисунок 32, е) у первого производителя в несколько раз выше, чем у второго.



а



б

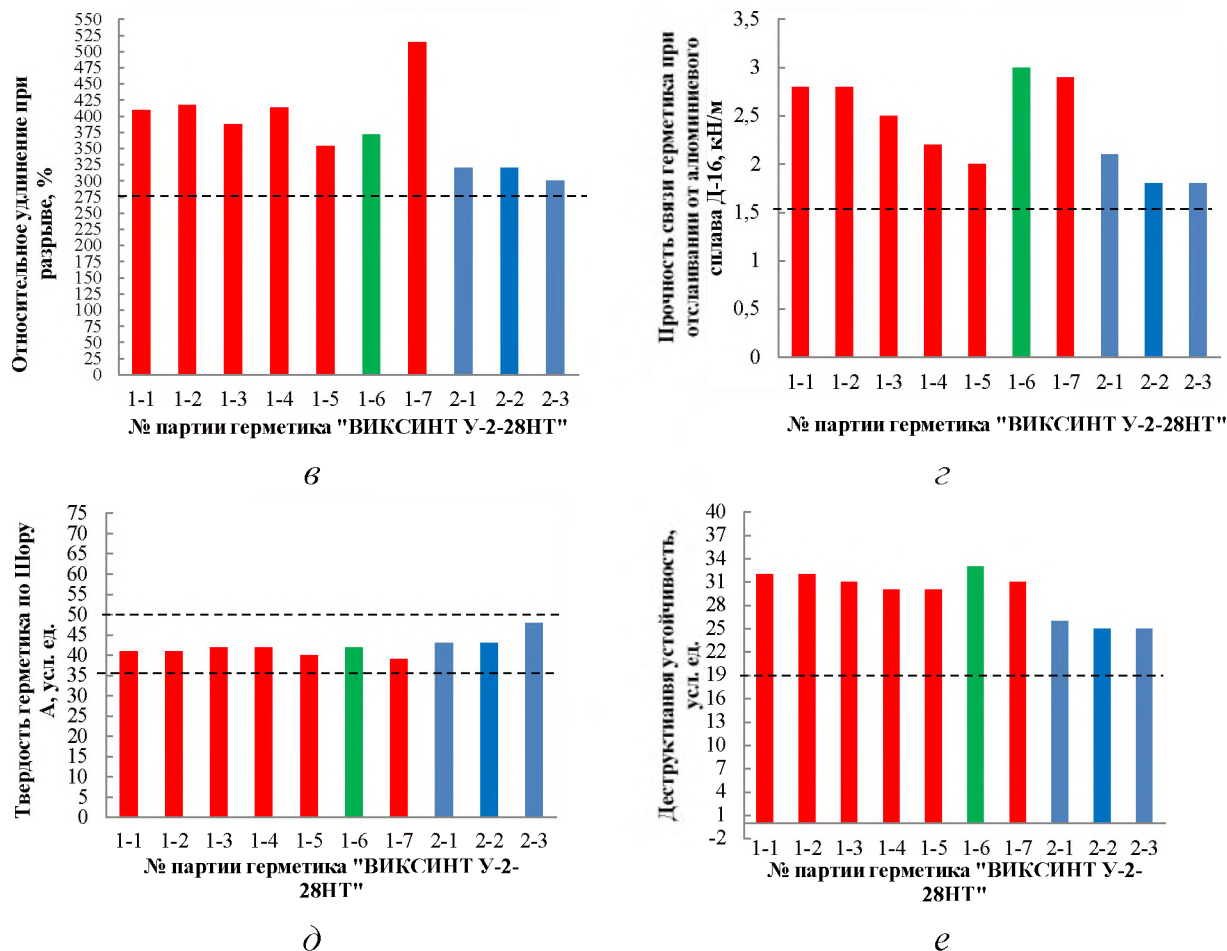


Рисунок 32 - Паспортные данные на разные партии герметика

«Виксинт У-2-28НТ», запущенные в работу в период проведения исследований: а – жизнеспособность герметика, б – условная прочность при разрыве, в – относительное удлинение при разрыве, г – прочность связи герметика при отслаивании, д – твердость герметика по Шору А, е – деструктивная устойчивость

Таким образом, на основе полученных данных можно сделать вывод о том, что герметик «Виксинт У-2-28НТ», изготовленный разными производителями, может значительно отличаться по своим свойствам, что зачастую приводит к низким прочностным характеристикам клеевого соединения, а также наличию непроклея в изделиях. Но следует отметить, что на эти два фактора также оказывает влияние процесс приготовления герметика, а именно, процесс перемешивания его компонентов.

Герметик «Виксинт У-2-28НТ» представляет собой смесь трех компонентов: пасты У-2, гидрофобизирующей жидкости ГКЖ 136-41 и

катализатора № 28. Процесс перемешивания компонентов герметика является ключевым при его приготовлении. Как правило, масса пасты У-2 на одно изделие не превышает 400 г, при этом масса жидких компонентов – катализатора № 28 и ГКЖ 136-41, не превышает 16 г. В связи с высокой вязкостью пасты (более 1200 Па·с) и малым количеством остальных компонентов (не более 4 % мас.), равномерно перемешать герметик представляется затруднительным. Отсутствие равномерного перемешивания приводит к наличию градиента физико-технических свойств по объему герметика, что может являться причиной снижения надежности клеевого соединения керамической оболочки с металлическим шпангоутом. Так, при ручном способе перемешивания разброс значений прочности клеевого соединения при сдвиге может достигать 40 %. Также при перемешивании герметика в него попадает воздух, который проявляется в виде полостей в его структуре после вулканизации, что значительно снижает прочность клеевого соединения в системе керамика-металл. Все вышеперечисленные факторы могут привести к выходу антенного обтекателя в брак в процессе его изготовления и эксплуатации.

На рисунке 33 показаны данные по разбросу значений прочности клеевого соединения при сдвиге в рамках каждой отдельной партии образцов за 2 месяца ручного перемешивания герметика. Видно, что величина относительного стандартного отклонения достигает 20 %.

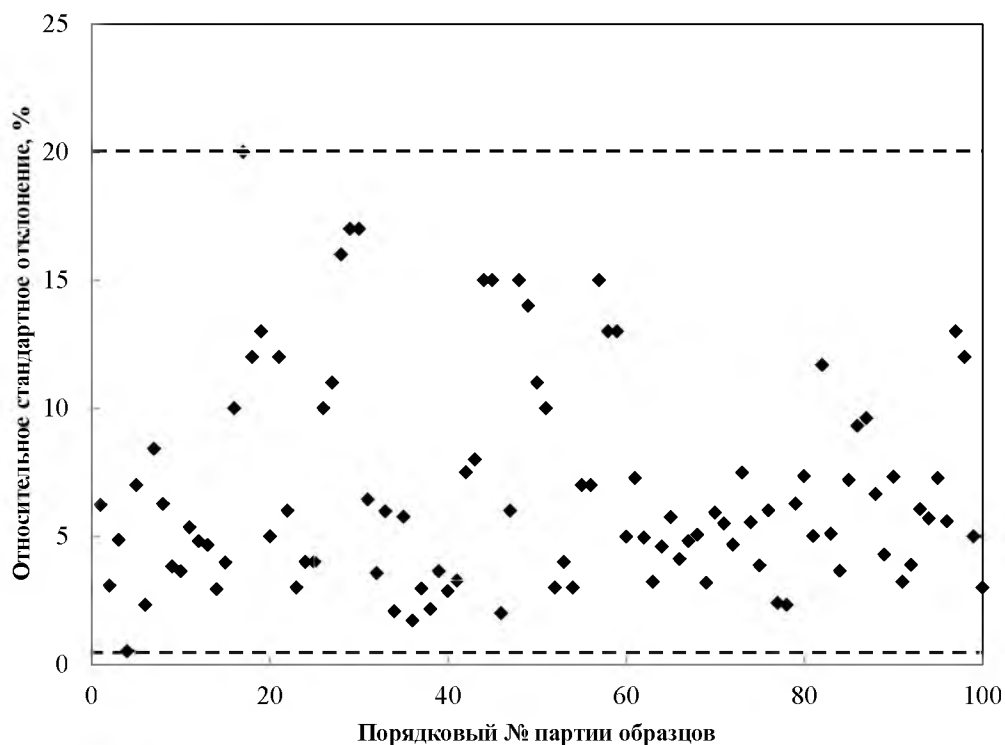


Рисунок 33 - Данные по разбросу значений прочности клеевого соединения при сдвиге при ручном способе перемешивания герметика

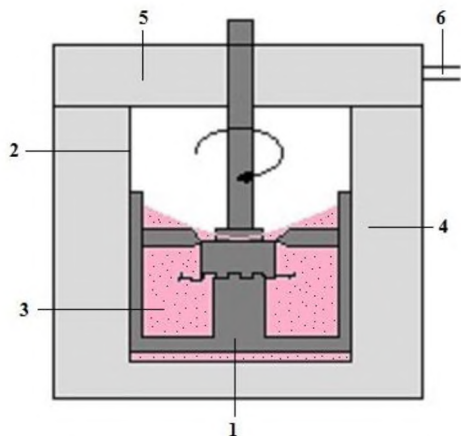
Проведенные исследования говорят о том, что в современном производстве головных антенных обтекателей из кварцевой керамики актуальной является проблема стабилизации прочности клеевых соединений конструкционных материалов, а также минимизации образования воздушных включений в структуре завулканизованного герметика, решение которой повысит надежность клеевого соединения керамической оболочки с металлическим шпангоутом антенных обтекателей.

Для решения поставленной задачи необходимо разработать технологию автоматического перемешивания компонентов герметика «Виксинт У-2-28НТ».

6.2. Разработка технологии автоматического перемешивания компонентов герметика «Виксинт У-2-28НТ»

Исходя из требований, предъявляемых к герметику «Виксинт У-2-28НТ», была разработана установка для его автоматического перемешивания.

Схематичное изображение процесса перемешивания герметика приведено на рисунке 34. Изначально в металлический стакан (2) помещают все компоненты герметика «Виксинт У-2-28НТ». Затем стакан (2) фиксируют внутри установки в двустенной емкости (4), опускают в него фрезу (1), сверху закрывают крышкой (5), запускают процесс перемешивания при заданных параметрах (скорость и время) и включают вакуумный насос (6).



- 1 – фреза
- 2 – металлический стакан
- 3 – герметик
- 4 – двустенная емкость
- 5 – крышка
- 6 – кран для стравливания воздуха

Рисунок 34 - Изображение процесса автоматического перемешивания герметика «Виксинт У-2-28НТ»

Фреза была разработана таким образом, чтобы равномерно распределять герметик не только в объеме, но и по стенкам стакана (рис. 35).

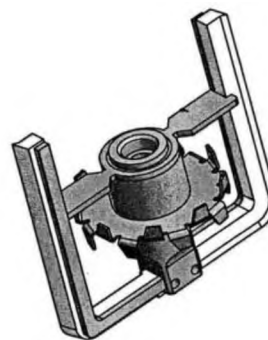
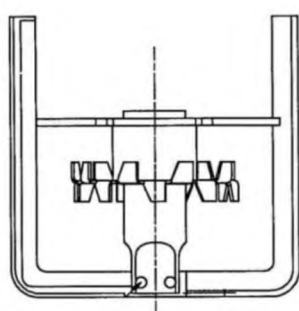


Рисунок 35 - Конструкция перемешивающей фрезы со скребком, разработанная специально для герметика «Виксинт У-2-28НТ»

Для подтверждения эффективности данной конструкции фрезы были проведены испытания образцов на прочность клеевого соединения при сдвиге. Результаты испытаний приведены в таблице 19.

Данные по прочности клеевого соединения при сдвиге образцов в случае использования двух различных фрез для перемешивания

Место отбора пробы герметика	№ образца	Стандартная фреза	Фреза со скребком	Перемешивание под вакуумом
		$\tau_{сдв.}, \text{ кгс/см}^2$		
с фрезы	1	30,7	32,2	42,3
	2	32,9	31,5	41,9
со стенки стакана	3	герметик не застыл	33,7	40,7
	4	25,3	31,6	43,8
из основной массы	5	герметик не застыл	31,2	43,7
	6	31,2	33,7	42,2
<i>Средние значения прочности</i>		$30,0 \pm 1,2$	$32,3 \pm 1,0$	$42,4 \pm 1,2$

Видно, что в случае использования фрезы со скребком герметик во всем объеме стакана равномерно застыл.

Таким образом, проблема неравномерного перемешивания герметика «Виксинт У-2-28НТ» была решена посредством разработки фрезы особой конструкции. Однако было обнаружено, что часто имеют место случаи снижения прочности клеевого соединения вследствие образования воздушных включений в структуре герметика после вулканизации. Решением данной проблемы стало использование вакуумной системы, которая позволяет избежать попадания воздуха в структуру герметика и предотвращает образование воздушных включений.

Пример структуры герметика до и после использования вакуумной системы представлен на рисунке 36.

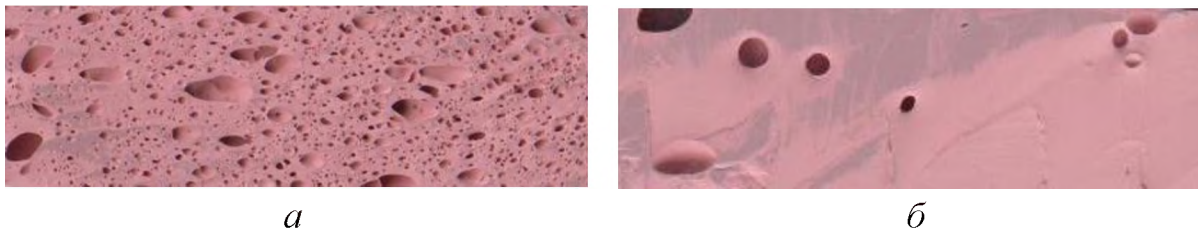


Рисунок 36 - Структура герметика без (а) и с вакуумированием (б)

Данные по прочности клеевого соединения при сдвиге образцов в случае использования вакуумной системы приведены в таблице 19. Видно, что вакуумирование герметика действительно позволило повысить прочность на 31 %. Важно отметить, что все данные в таблице 19 были получены в рамках одной партии герметика, то есть значения $\tau_{сдв}$ можно корректно сравнивать между собой. В то время как разброс не зависит от партии герметика, среднее значение прочности может варьироваться от партии к партии.

Далее было необходимо подобрать оптимальные параметры перемешивания.

На первой стадии работы с установкой были подобраны характеристики вращения, обеспечивающие сохранение рабочей жизнеспособности герметика (скорость перемешивания – 150 об/мин, время – 8 мин). Данные по прочности образцов, собранных двумя способами в разные дни за весь период исследования эффективности установки, представлены на рисунке 37.

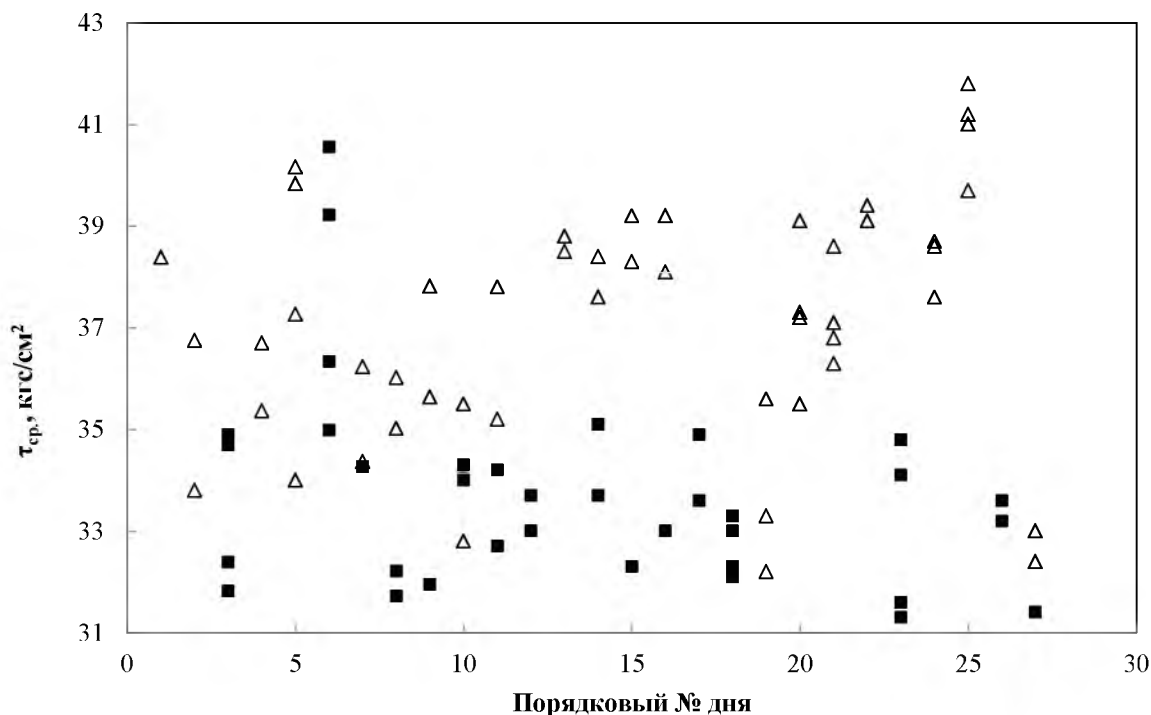


Рисунок 37 - Данные по прочности клеевого соединения при сдвиге образцов, собранных в разные дни с использованием двух способов перемешивания герметика – ручного (■) и автоматического (Δ)

Видно, что в среднем $\tau_{сдв.}$ в случае использования установки для перемешивания выше, чем при ручном способе $((37,0 \pm 1,9)$ кгс/см² и $(34,0 \pm 1,9)$ кгс/см², соответственно). При этом минимальное значение в случае установки составило 32,2 кгс/см², а максимальное – 41,8 кгс/см². В случае ручного способа перемешивания – 25,4 и 41,0 кгс/см², соответственно.

Для большей наглядности на рисунке 38 приведены данные по прочности образцов, собранных параллельно в одни и те же дни с использованием двух различных способов перемешивания герметика. Одинаковые условия сборки образцов (температура, влажность помещения) позволили получить наиболее достоверные для сравнения данные по прочности клеевого соединения при сдвиге.

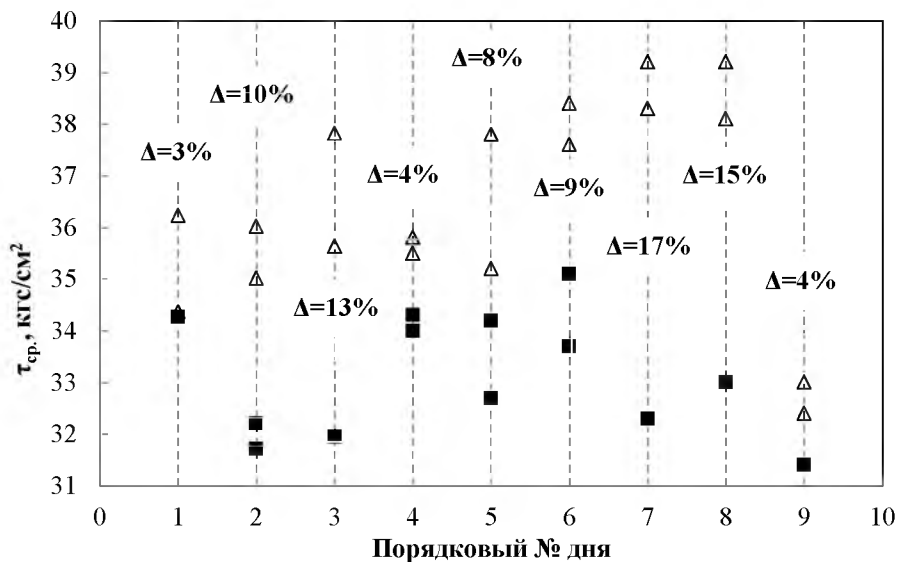


Рисунок 38 - Данные по прочности клеевого соединения при сдвиге образцов, собранных в одинаковых условиях в одни и те же дни с использованием двух различных способов приготовления герметика - ручного (■) и автоматического (Δ)

Видно, что прирост прочности в случае использования установки для перемешивания достиг 17 % (день № 7) по сравнению с образцами, собранными при тех же условиях с использованием ручного способа перемешивания.

Разброс значений прочности в ходе первых экспериментов практически не изменился, но следует учитывать, что данные были получены для различных навесок пасты У-2 (в случае ручного перемешивания – 150 г, в случае автоматического – 400 г). В дальнейшем при запуске установки в работу и перемешивании на ней герметика для всех типов изделий (в том числе, для изделий большого размера, масса герметика для сборки которых составляет 400 г), разброс уменьшился по сравнению с ручным способом на 37 % (от 1,9 до 1,2 кгс/см²). Исходя из этого, можно сделать вывод о том, что установка успешнее справляется с большей нагрузкой, показывая при этом лучшие результаты.

Таким образом, в результате проведенного исследования была разработана и внедрена в серийное производство головных антенных обтекателей установка для автоматического перемешивания герметика

«Виксинт У-2-28НТ» в условиях вакуума, которая не только успешно справилась с поставленной задачей равномерного перемешивания компонентов герметика, но и позволила добиться увеличения прочности клеевого соединения в системе керамика-металл до 17 % и уменьшения разброса значений $\tau_{сдв.}$ на 37 %, а также сокращения количества воздушных включений в структуре герметика после вулканизации.

Все эти факторы способствуют повышению качества клеевого соединения керамической оболочки с металлическим шпангоутом антенных обтекателей.

ВЫВОДЫ

В ходе исследования получены следующие основные результаты и сделаны выводы:

1. На основе анализа физико-химических превращений субмикрочастиц SiO_2 в шликере на основе кварцевого стекла и данных по дзета-потенциалу системы выявлено влияние рН и продолжительности стабилизации шликера на вероятность возникновения трещин в изделиях из кварцевой керамики. Выявлено, что рН шликера в диапазоне 6-7, продолжительность стабилизации шликера 5-6 суток обеспечивают снижение количества трещин при производстве головных антенных обтекателей.

2. Установлено, что вакуумирование шликера на основе кварцевого стекла перед формованием крупногабаритных заготовок позволяет повысить уровень значений плотности керамического материала на $0,01 \text{ г/см}^3$ и улучшить ее однородность более, чем на 30 %, а также сократить количество раковин в изделиях из кварцевой керамики за счет удаления воздуха из шликера.

3. Показано, что для выявления и идентификации дефектов в структуре кварцевой керамики целесообразно использовать визуально-оптический метод, основанный на эффекте ослабления интенсивности светового потока при прохождении света через дефект в структуре материала. Разработана научно-обоснованная методика визуально-оптического контроля поверхности изделий из кварцевой керамики в процессе механической обработки.

4. Установлено, что автоматический способ перемешивания герметика «Виксинт У-2-28НТ» в условиях вакуума позволяет добиться увеличения и стабилизации значений прочности клеевого соединения при сдвиге в системе кварцевая керамика-металл, а также сократить количество воздушных включений в структуре герметика после вулканизации. Разработана технология приготовления герметика «Виксинт У-2-28НТ» в условиях вакуума для использования в качестве эластичного адгезива при

соединении оболочки из кварцевой керамики с металлическим шпангоутом, внедрение которой в серийное производство головных антенных обтекателей из кварцевой керамики позволило добиться увеличения прочности клеевого соединения при сдвиге в системе кварцевая керамика-металл до 17 % и уменьшения разброса значений прочности на 37 %, а также сократить количество воздушных включений в структуре герметика после вулканизации.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. **Голубев, И.С.** Проектирование конструкций летательных аппаратов: Учебник для студентов вузов / И.С. Голубев, А.В. Самарин. – М.: Машиностроение. – 1991. – 512 с.
2. **Архангельский, И.И.** Проектирование зенитных управляемых ракет / И.И. Архангельский, П.П. Афанасьев, Е.Г. Болотов и др.; под ред. Голубева И.С. и Светлова В.Г. – М.: Изд-во МАИ. – 2001. – 732 с.
3. **Русин, М.Ю.** Проектирование головных обтекателей ракет из керамических и композиционных материалов: учеб. пособие / М.Ю. Русин. – М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана. – 2005. – 64 с.
4. **Шаталин, А.С.** Керамика – материал XXI века / А.С. Шаталин, А.Г. Ромашин // Наука производству. – 1999. – № 9. – С. 4-7.
5. **Ромашин, А.Г.** Силикатные материалы в объектах новой техники / А.Г. Ромашин // Труды международной научно-технической конференции. – М.: РХТУ им. Д.И. Менделеева. – 2003. – С. 92-107.
6. **Ромашин, А.Г.** Проблемы и перспективы создания головных обтекателей летательных аппаратов из керамических и композиционных материалов / А.Г. Ромашин, М.Ю. Русин // Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов: Сб. тезисов XVII науч.-техн. конф. – Обнинск. – 2004. – С. 7-13.
7. **Суздальцев, Е.И.** Материалы антенных обтекателей / Е.И. Суздальцев // Все материалы. Энциклопедический справочник. – 2006. – № 3. – С. 18-29.
8. **Русин, М.Ю.** Научно-технические проблемы создания перспективных конструкционных материалов для обтекателей управляемых ракет / М.Ю. Русин, В.В. Антонов, В.Г. Ромашин // Конструкции и технологии получения изделий из неметаллических материалов: Сб. тезисов XIX Междунар. науч.-техн. конф. – Обнинск. – 2010. – С. 78-80.

9. **Бакунов, В.С.** К вопросу об анализе структуры керамики / В.С. Бакунов, А.В. Беляков // Неорганические материалы. – 1996. – Т. 32. – № 2. – С. 502-507.
10. **Бакунов, В.С.** Влияние структуры керамики на ее прочность / В.С. Бакунов, А.В. Беляков // Неорганические материалы. – 2002. – Т. 38. – № 4. – С. 502-507.
11. **Peterlik, H.** Relationship of Strengths and Defects of Ceramic Materials and Their Treatment by Weibull Theory / H. Peterlik // Journal of the Ceramic Society of Japan. – 2001. – № 1272. – P. 121-126.
12. **Evans, A.G.** The Fracture Stress and its Dependence on Slow Crack Growth / A. G. Evans, H. Johnson // Journal of Material Science. – 1975. – № 10. – P. 214-222.
13. **Evans, A.G.** Crack Propagation in Ceramic Materials Under Cyclic Loading Conditions / A.G. Evans, E.R. Fuller // Metallurgical Transactions, Jan. – 1974. – P. 27-33.
14. **Johnson, C.A.** Fracture Statistics of Multiple Flaw Distributions in Fracture Mechanics of Ceramics / C.A. Johnson. – Plenum Press, NewYork. – 1983. – P. 365-386.
15. **Ивахненко, Ю.А.** Высокотемпературные радиопрозрачные керамические композиционные материалы для обтекателей антенн и других изделий авиационной техники (обзор) / Ю.А. Ивахненко, Н.М. Варрик, В.Г. Максимов // Труды ВИАМ. – 2016. – № 5. – С. 36-43.
16. **Уварова, Н.Е.** Высокотемпературные радиопрозрачные материалы: сегодня и завтра / Н.Е. Уварова, Д.В. Гращенков, Н.В. Исаева, Л.А. Орлова, П.Д. Саркисов // Авиационные материалы и технологии. – 2010. – № 1. – С. 16-21.
17. **Келин, Ю.И.** Исследование по разработке материала и техпроцесса изготовления антенных обтекателей из корундовой керамики ракет класса «воздух-воздух»: Дис. канд. техн. наук. / Ю.И. Келин. – М. – 1975. – 207 с.

18. **Пивинский, Ю.Е.** Кварцевая керамика и огнеупоры. Том. 1. Теоретические основы и технологические процессы: Справочное издание / Ю.Е. Пивинский, Е.И. Суздальцев; под ред. Ю.Е. Пивинского. – М.: Теплоэнергетик. – 2008. – 672 с.
19. **Пивинский, Ю.Е.** Кварцевая керамика и огнеупоры. Том 2. Материалы, их свойства и области применения: Справочное издание / Ю.Е. Пивинский, Е.И. Суздальцев; под ред. Ю.Е. Пивинского. – М.: Теплоэнергетик. – 2008. – 464 с.
20. **Богданова, Г.С.** Радиопрозрачный ситалл АС 370 / Г.С. Богданова, К.Т. Бондарев, Е.Ч. Гурвиц и др. // Сб. «Новые неорганические материалы», изд. АН СССР; под ред. акад. Семенова Н.Н. – 1968. – С. 16-17.
21. **Бессмертная, З. Г.** Радиопрозрачный термостойкий ситалл АС 418 / З.Г. Бессмертная, Г.С. Богданова, Л.Г. Гурвиц и др. // Сб. «Новые неорганические материалы», изд. АН СССР, выпуск 2. – 1972. – С. 12-13.
22. **Суздальцев, Е.И.** Исследования по получению стеклокерамики β -сподуменового состава с регулируемой диэлектрической проницаемостью / Е.И. Суздальцев // Огнеупоры и техническая керамика. – 2002. – № 5. – С. 15-17.
23. **Суздальцев, Е.И.** Синтез высокотермостойких, радиопрозрачных материалов и разработка технологии изготовления на их основе обтекателей летательных аппаратов: Дис. доктора техн. наук. / Е.И. Суздальцев // РХТУ им. Д.И. Менделеева. – М. – 2002. – 430 с.
24. **Кирюшина, В.В.** Исследование керамических материалов с применением методов вероятностного анализа при разработке и производстве элементов летательных аппаратов: Дис. канд. техн. наук. / В.В. Кирюшина. – Обнинск. – 2014. – 227 с.
25. **Суздальцев, Е.И.** Керамические радиопрозрачные материалы: вчера, сегодня, завтра / Е.И. Суздальцев // Новые огнеупоры. – 2014. – № 10. – С. 5-18.

26. **Суздальцев, Е.И.** Исследование прочностных и упругих свойств стеклокерамики литийалюмосиликатного состава / Е.И. Суздальцев // ИФЖ. – 2001. – Т. 74. № 6. – С. 131-135.

27. **Суздальцев, Е.И.** Анализ соответствия прочности стеклокерамики ОТМ-357 требованиям к конструкции обтекателя / Е.И. Суздальцев, М.Ю. Русин, В.С. Левшанов, В.И. Куракин, А.С. Хамицаев // Огнеупоры и техническая керамика. – 2004. – № 7. – С. 9-12.

28. **Суздальцев, Е.И.** К вопросу устойчивости стеклокерамики литийалюмосиликатного состава к воздействию эксплуатационных факторов летательных аппаратов / Е.И. Суздальцев, А.С. Хамицаев // Огнеупоры и техническая керамика. – 2005. – № 10. – С. 16-23.

29. **Шнейдерман, Я.А.** Новые материалы для антенных обтекателей сверхзвуковых самолетов и ракет / Я.А. Шнейдерман // Зарубежная радиоэлектроника. – 1971. – № 2. – С. 79–113.

30. **Пивинский, Ю.Е.** Кварцевая керамика / Ю.Е. Пивинский, А.Г. Ромашин. – М.: Металлургия. – 1974. – 264 с.

31. **Ромашин, А.Г.** Научные и практические аспекты изготовления крупногабаритных, сложнопрофильных изделий из кварцевой керамики / А.Г. Ромашин, Е.И. Суздальцев, М.Ю. Русин // Новые огнеупоры. – 2004. – № 9. – С. 34–40.

32. **Бородай, Ф.Я.** Перспективы разработки и применения керамических материалов на основе кварцевого стекла / Ф.Я. Бородай // Жаропрочные неорганические материалы. – М.: ОНТИ, НИТС. – 1977. – Вып. 4. – С. 63–75.

33. **Суздальцев, Е.И.** Свойства кварцевой керамики / Е.И. Суздальцев // Неорганические материалы. – 1984. – Т. 20. – № 2. – С. 335.

34. **Подобеда, Л.Г.** Высокотемпературная конструкционная радиопрозрачная керамика / Л.Г. Подобеда, А.Г. Ромашин, Ф.Я. Бородай // Жаропрочные неорганические материалы. – М.: ОНТИ, НИТС. – 1974. – Вып. 3. – С. 189–199.

35. **Суздальцев, Е.И.** Жаростойкие материалы на основе кварцевой керамики с повышенной эрозионной стойкостью / Е.И. Суздальцев, С.М. Бреховских, В.С. Цыганенко // *Авиационная промышленность*. – 1981. – № 7. – С. 63-64.
36. **Фролов, Г.А.** Характерные температуры изменения состояний кварцевой керамики при одностороннем нагреве / Г.А. Фролов, А.А. Король, В.В. Пасичный и др. // *Инженерно-физический журнал*. – 1986. – Т. 5. – № 6. – С. 932-939.
37. **Фролов, Г.А.** Измерение температурных полей в образцах стеклокерамики при уносе массы с поверхности / Г.А. Фролов, В.В. Пасичный, Е.И. Суздальцев и др. // *Инженерно-физический журнал*. – 1989. – Т. 57. – № 2. – С. 313-318.
38. **Пеньков, И.И.** Влияние рецептурных добавок на эрозионную стойкость кварцевой керамики / И.И. Пеньков, М.Ю. Русин, Е.И. Суздальцев // *Авиационная промышленность*. – 1984. – № 7. – С. 52-53.
39. **Павлов, В.В.** Материалы антенных обтекателей / В.В. Павлов. – М.: ОНТИ, ВИАМ. – 1966. – 117 с.
40. **Каплун, В.А.** Обтекатели антенн СВЧ / В.А. Каплун. – М.: Советское радио. – 1974. – 238 с.
41. **Шнейдерман, Я.А.** Материалы для антенных обтекателей сверхзвуковых самолетов и ракет / Я.А. Шнейдерман // *Зарубежная радиоэлектроника*. – 1966. – № 9. – С. 94-120.
42. **Пригода, Б.А.** Обтекатели антенн летательных аппаратов / Б.А. Пригода, В.С. Кокунько. – М.: Машиностроение. – 1970. – 287 с.
43. **Бересневич, Л.А.** Получение на основе матрицы кварцевого стекла керамики с повышенной диэлектрической проницаемостью и исследование ее свойств: Дис. канд. техн. наук / Бересневич Л.А. – М. – 1975. – 189 с.
44. **Демьянов, В.В.** Зависимость РТХ обтекателей от величины ϵ и $\operatorname{tg}\eta$ материала полуволновой стенки / В.В. Демьянов, Е.Б. Бриг // Тезисы 3-й

Всесоюзной конференции по обтекателям и антенным укрытиям, Харьков. – 1978. – С. 75-76.

45. **Суздальцев, Е.И.** Влияние технологических факторов на эрозионную стойкость кварцевой керамики / Е.И. Суздальцев, Ю.П. Семизоров // Авиационная промышленность. – 1978. – № 6. – С. 75-76.

46. **Соломин, Н.В.** Диэлектрические свойства кварцевой керамики / Н.В. Соломин, Ф.Я. Бородай, Н.Ю. Комиссарова // Электронная техника. – 1968. – Вып. 3 – С. 25–31.

47. **Пивинский, Ю.Е.** Керамические вяжущие и керамобетоны / Ю.Е. Пивинский. – М.: Металлургия. – 1990. – 274 с.

48. **Бутягин, П.Ю.** Химическая физика твердого тела / П.Ю. Бутягин. – М.: Изд. МГУ. – 2006. – 270 с.

49. **Пивинский, Ю.Е.** Теоретические аспекты технологии керамики и огнеупоров / Ю.Е. Пивинский. – СПб.: Стройиздат СПб, 2003. – 544 с.

50. **Пивинский, Ю.Е.** ВКВС. Коллоидный компонент и вяжущие свойства / Ю.Е. Пивинский, Ф.С. Каплан, С.Г. Семикова, М.А. Трубицын // Огнеупоры. - 1989. - № 2. - С.13-18.

51. **Пивинский, Ю.Е.** Высокоплотная кварцевая керамика / Ю.Е. Пивинский, Ф.Т. Горобец // Огнеупоры. – 1968. – № 6. – С. 45-51.

52. **Пивинский, Ю.Е.** Реология дисперсных систем, ВКВС и керамобетоны. Элементы нанотехнологий в силикатном материаловедении: избр. тр. Т. 3 / Ю.Е. Пивинский. – СПб.: Политехника. – 2012. – 682 с.

53. **Пивинский, Ю.Е.** ВКВС и керамобетоны в XXI веке – проблемы и перспективы применения технологий в области силикатного материаловедения / Ю.Е. Пивинский // Новые огнеупоры. – 2011. – № 3. Часть 1. – С. 120-130; № 4. Часть 2. – С. 39-50.

54. **Пивинский, Ю.Е.** Наночастицы и их эффективность в технологии ВКВС и керамобетонов. Часть 1 / Ю.Е. Пивинский, П.В. Дякин, Я.Ю. Пивинский, С.В. Вихман // Новые огнеупоры. – 2003. – № 8. – С. 34-39.

55. **Пивинский, Ю.Е.** Керамические и огнеупорные материалы / Ю.Е. Пивинский. – СПб.: Стройиздат СПб. – 2003. – 688 с.
56. **Пивинский, Ю.Е.** ВКВС. Механизм структурообразования и кинетика набора массы при частичном обезвоживании / Ю.Е. Пивинский // Огнеупоры. - 1988. - № 8. - С. 17-23.
57. **Лыков, А.В.** Теория сушки. 2-е изд. / А.В. Лыков. – М.: Энергия. – 1968. – 471 с.
58. **Стрелов, К.К.** Теоретические основы технологии огнеупорных материалов / К.К. Стрелов. – М.: Metallургия. – 1985. – 480 с.
59. **Ивенсен, В.А.** Феноменология спекания / В.А. Ивенсен. – М.: Metallургия. – 1985. – 246 с.
60. **Скорород, В.В.** Физико-mеталлургические основы спекания порошков / В.В. Скорород, С.М. Солонин. – М.: Metallургия. – 1984. – 158 с.
61. **Будников, П.П.** Реакции в смесях твердых веществ. 3-е изд. / П.П. Будников, А.М. Гинстлинг. – М.: Стройиздат. – 1971. – 487 с.
62. **Третьяков, Ю.Д.** Твердофазные реакции / Ю.Д. Третьяков. – М.: Химия. – 1978. – 359 с.
63. **Третьяков, Ю.Д.** Введение в химию твердофазных материалов / Ю.Д. Третьяков, В.И. Путляев. – М.: Изд. МГУ, Наука. – 2006. – 400 с.
64. **Суздальцев, Е.И.** Научные и практические основы получения высокоплотной кварцевой керамики. Часть 3. Спекание кварцевой керамики / Е.И. Суздальцев // Новые огнеупоры. – 2005. - № 10. – С. 60-67.
65. **Френкель, Я.И.** Вязкое течение в кристаллических телах / Я.И. Френкель // Журнал экспериментальной и теоретической физики. – 1946. – Т. 16. - Вып. 1 – С. 29-41.
66. **Суздальцев, Е.И.** Ускоренный обжиг деталей из кварцевой керамики / Е.И. Суздальцев, А.С. Шаталин, М.Ю. Русин // Авиационная промышленность. – 1989. – № 5. – С. 70.
67. **Королев, Д.А.** Автоматизация технологического процесса механической обработки и контроля оболочек двойной кривизны из

керамических материалов: на примере головного антенного обтекателя летательного аппарата: Дис. канд. техн. наук. / Д.А. Королев. – Москва. – 2010. – 148 с.

68. **Ваксер, Д.Б.** Алмазная обработка технической керамики / Д.Б. Ваксер, В.А. Иванов, Н.В. Никитков, В.Б. Рабинович. – Л.: Машиностроение. – 1976. – 160 с.

69. **Никитков, Н.В.** Скоростная алмазная обработка деталей из технической керамики / Н.В. Никитков, В.Б. Рабинович, В.Н. Субботин, Н.Н. Шипилов. – Л.: Машиностроение. – 1984. – 131 с.

70. **Суздальцев, Е.И.** Кварцевая керамика, объемно-пропитанная кремнийорганическим связующим спироциклического строения / Е.И. Суздальцев, Е.В. Горелова // Новые огнеупоры. – 2013. - № 7.- С. 27-29.

71 (53). Патент 2168815. Российская Федерация, МПК H01Q1/42. Головной обтекатель ракеты: № 2000112596/02: заявл. 19.05.2000: опубл. 10.06.2001 / А.Н. Хора, С.М. Кубахов, М.Ю. Русин, В.Ф. Соколов. – 4 с.

72. **Пинчук, Л.С.** Герметизирующие полимерные материалы / Л.С. Пинчук, А.С. Неверов. – М.: Машиностроение. – 1995. - 159 с.

73. **Ерасов, В.С.** Эрозионная стойкость авиационных материалов к воздействию твердых (пылевых) частиц / В.С. Ерасов, Е.А. Котова // Авиационные материалы и технологии. – 2011. - № 3. – С. 30-36.

74. ТУ 38.303-04-04-90. Герметики кремнийорганические.

75. **Шабанова, Н.А.** Основы золь-гель технологии нанодисперсного кремнезема / Н.А. Шабанова, П.Д. Саркисов. – М.: ИКЦ «Академкнига». – 2004. – 208 с.

76. **Шабанова, Н.А.** Влияние электролитов и рН на структурообразование в гидрозолях кремнезема / Н.А. Шабанова, Т.В. Савочкина, Ю.Г. Фролов, Е.Ю. Прищеп // Известия вузов. Химия и химическая технология. – 1984. –Т.27. –№ 7. – С.830-833.

77. **Дельмон, Б.** Кинетика гетерогенных процессов / Б. Дельмон. – М.: Мир. – 1972. – 554 с.

78. **Шабанова, Н.А.** Исследование поликонденсации кремниевой кислоты в водных растворах / Н.А. Шабанова, В.В. Попов, Ю.Г. Фролов // МХТИ им. Д.И. Менделеева. – М. – 1981 – 16 с.

Приложение А

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального
директора по производственной
деятельности



АО «ОНПП «Технология»
им. А.Г.Ромашина»

А.К.Хмельницкий

« 22 » 2021 г.

АКТ

внедрения результатов диссертационной работы

Тычинской Марии Сергеевны на тему «Исследование по совершенствованию технологии изготовления крупногабаритных сложнопрофильных изделий радиотехнического назначения на основе водных суспензий кварцевого стекла»

Настоящий акт составлен в том, что результаты диссертационной работы Тычинской М.С., представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, внедрены в производство и используются в АО «ОНПП» «Технология» им. А.Г.Ромашина» при изготовлении антенных обтекателей из кварцевой керамики ТСК 395 (технологический процесс 596.01000.380); ОТИ 436 (технологический процесс 596.01000.1169); ОТИ 92 (технологический процесс 596.01000.879); ОТИ 349 (технологический процесс 596.01000.571); ОТИ 753 (технологический процесс 596.01000.1146).

В рамках диссертационной работы разработана методика ПМ 596.1588 визуально-оптического контроля оболочек из кварцевой керамики на наличие дефектов (трещин, раковин, включений), которая внедрена в ряд технологических процессов механической обработки серийных изделий и используется на двух этапах: после обработки внутренней поверхности (промежуточный контроль) и после обработки наружной поверхности оболочек (окончательный контроль).

Применение методики на этапе промежуточного контроля позволило снизить трудоемкость процесса механической обработки в 2 раза за счет

выявления дефектов и отбраковки изделий на более ранней стадии, а также сократить количество некондиционной конечной продукции на 13 %.

Использование методики для окончательного контроля оболочек позволило исключить случаи разрушения готовых головных антенных обтекателей при проведении их испытаний методом опрессовки и проверке герметичности на завершающей стадии изготовления, и, таким образом, снизить потери изделий в составе с дорогостоящим шпангоутом.

Автором разработана технология автоматического перемешивания компонентов герметика «Виксинг У-2-28НГ» (ТИ 596.25000.1398) и внедрена в серийное производство головных антенных обтекателей из кварцевой керамики, что позволило добиться увеличения прочности клеевого соединения «кварцевая керамика–металл» до 17 %, уменьшения разброса значений $\tau_{сдв}$ этого соединения на 37 %, а также сокращения количества пузырей воздуха в структуре герметика после вулканизации. Стабилизация значений $\tau_{сдв}$ привела к увеличению качества и надежности изготавливаемых головных антенных обтекателей.

Начальник лаборатории 12 разработки материалов на основе тугоплавких оксидов, технологии изготовления из них радиопрозрачных обтекателей, к.т.н.

А.А.Анашкина

Начальник сектора 121 синтеза материалов на основе тугоплавких оксидов и разработки технологии получения материалов, к.т.н

Г.И.Куликова

Начальник лаборатории 16 обеспечения комплексных исследований работоспособности конструкций летательных аппаратов, к.т.н.

А.В.Терехин

Начальник лаборатории 13 комплексных исследований свойств конструкционных материалов, к.ф.-м.н

М.О.Забейайлов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2640778

**Способ приготовления кремнийорганического герметика
марки ВИКСИНТ**

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

Авторы: *Харитонов Дмитрий Викторович (RU), Русин Михаил Юрьевич (RU), Анашкина Антонина Александровна (RU), Моторнова Мария Сергеевна (RU)*

Заявка № 2016146969

Приоритет изобретения 29 ноября 2016 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 11 января 2018 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 29 ноября 2036 г.



*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Г.П. Павлов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2661216

Способ удаления кремнийорганического герметика марки ВИКСИНТ с поверхности перемешивающей фрезы

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

Авторы: *Харитонов Дмитрий Викторович (RU), Русин Михаил Юрьевич (RU), Моторнова Мария Сергеевна (RU), Анашкина Антонина Александровна (RU), Конкина Раиса Сергеевна (RU)*

Заявка № 2017133384

Приоритет изобретения 25 сентября 2017 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 13 июля 2018 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 25 сентября 2037 г.



Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев Г.П. Ивлиев

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2694116

Способ определения содержания высокодисперсного диоксида кремния в шликере на основе кварцевого стекла

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

Авторы: *Харитонов Дмитрий Викторович (RU), Русин Михаил Юрьевич (RU), Анашкина Антонина Александровна (RU), Моторнова Мария Сергеевна (RU)*

Заявка № 2018127121

Приоритет изобретения 23 июля 2018 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 09 июля 2019 г.

Срок действия исключительного права на изобретение истекает 23 июля 2038 г.



Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной собственности

 Г.П. Илев

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель
генерального директора
АО «ОНПП «Технология»
им. А.Г.Ромашина»



А.И. Будыкин
(инициалы, фамилия)

« _____ » 2020

А К Т
ОБ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ИЗОБРЕТЕНИЯ № 45/2020

г. Обнинск
«27» 11 2020

Изобретение СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ
КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКОГО ГЕРМЕТИКА МАРКИ ВИКСИИТ.

(название изобретения)

(патент Российской Федерации № 2640778; дата приоритета: «29» ноября 2016)

автора (-ов) Д.В. Харитонов, М.Ю. Русина, А.А. Анашкиной,
М.С. Моторной,

(инициалы, фамилия (-и))

использовано в цехе 19

(подразделение, в котором использовано изобретение)

при изготовлении / в изделиях кремнийорганического герметика марки
«Виксиит»,

(наименование, шифр изделий, оборудования (приспособления, оснастки) и пр.)

что подтверждается технологической инструкцией ТИ 596.25000.1398, ссылка на которую внесена в комплекты технологической документации 596.01000.380 (оп. 110) (изделия 64Г6, 64Г6Е, 64Г6Д), 596.01000.571 (оп. 130) (изделия 9Б516, 9Б516МД), 596.01000.1169 (оп. 125) (изделие 3А14), 596.01000.1146 (оп. 130) (изделие 3А11-1), 596.01000.1189 (оп. 145) (изделие 51), 596.01000.1182 (оп. 150) (изделие РПО 50), 596.01000.1243 (оп. 30) (изделие 610МШ), 596.01000.1177 (оп. 125) (изделие 1801-1), 596.01000.1381 (оп. 10) (изделие 1801-2).

(акт приемки в эксплуатацию, технический паспорт, техпроцесс, чертеж, методика и др. Для оборудования (приспособления, оснастки) указать дату изготовления, инвентарный номер, документ, подтверждающий постановку на бухгалтерский учет)

Формула изобретения: Способ приготовления кремнийорганического герметика марки ВИКСИНТ, включающий соединение всех компонентов, входящих в его состав: пасты - жидкого полисилоксанового каучука СКТН с добавлением аэросила и неорганического наполнителя типа ZnO, катализатора - раствора на основе диэтилдикаприлата олова в олигоэтилсилоксане, и, в случае необходимости, гидрофобизирующей жидкости - полиэтилгидридсилоксана, - их перемешивание и последующую вулканизацию герметика в течение 24 ч, при этом перемешивание осуществляют механически в условиях вакуума со скоростью 150-350 об/мин в течение 4-20 минут.

(первый пункт формулы изобретения)

Изобретение использовано в 2020 календарном году.

Заместитель

генерального директора
по науке


(подпись)

О.Н.Комиссар
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

Директор

научно-производственного
комплекса – главный конструктор


(подпись)

М.Ю.Русин
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

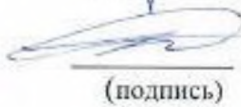
Начальник ООП и ОГОЗ
НПК «РПО»


(подпись)

В.И.Горгурова
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

Начальник ОИС


(подпись)

И.А.Дудов
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

Начальник цеха 19


(подпись)

Д.В.Харитонов
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

Исполнитель:


(подпись)

М.С.Тычинская
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

С началом использования изобретения ознакомлен (-ы):

Автор (-ы):


(подпись)

Д.В. Харитонов
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)


(подпись)

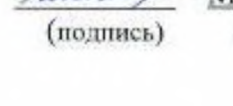
М.Ю.Русин
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)


(подпись)

А.А. Анашкина
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)


(подпись)

М.С. Тычинская
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)


И.И. Кубанова
06.10.2020

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель
генерального директора
АО «ОИПП «Технология»
им. А.Г.Ромашина»
А.И. Будыкин
(инициалы, фамилия)

« » 2020



А К Т
ОБ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ИЗОБРЕТЕНИЯ № 17/2020

г. Обнинск
«30» 11 2020

Изобретение СПОСОБ УДАЛЕНИЯ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКОГО ГЕРМЕТИКА МАРКИ ВИКСИНТ С ПОВЕРХНОСТИ ПЕРЕМЕШИВАЮЩЕЙ ФРЕЗЫ.

(название изобретения)

(патент Российской Федерации № 2661216; дата приоритета: «25» сентября 2017)

автора (-ов) Д.В. Харитонов, М.Ю. Русина, М.С. Моторновой, А.А. Анашкиной, Р.С. Конкиной.

(инициалы, фамилия (-и))

использовано в цехе 19

(подразделение, в котором использовано изобретение)

при изготовлении / в изделиях 64Г6 (48Н6), 64Г6Е (48Н6Е), 64Г6Д (48Н6Д), 9Б516 (ОТИ 349), 3А14 (ОТИ 436), 3А11-1 (ОТИ 753), 51 (ОТИ 1111), РПО 50 (ОТИ 742), 610МШ (ОТИ 1165), 1801-1 (ОТИ 1047), 1801-2 (ОТИ 1048)

(наименование, шифр изделий, оборудования (приспособления, оснастки) и пр.)

что подтверждается технологической инструкцией ТИ 596.25000.1398, ссылка на которую внесена в комплекты технологической документации 596.01000.380 (оп. 110), 596.01000.571 (оп. 130), 596.01000.1169 (оп. 125), 596.01000.1146 (оп. 130), 596.01000.1189 (оп. 145), 596.01000.1182 (оп. 150), 596.01000.1243 (оп. 30), 596.01000.1177 (оп. 125), 596.01000.1381 (оп. 10)

(акт приемки в эксплуатацию, технический паспорт, техпроцесс, чертеж, методика и др. Для оборудования (приспособления, оснастки) указать дату изготовления, инвентарный номер, документ, подтверждающий постановку на бухгалтерский учет)

Формула изобретения: Способ удаления кремнийорганического герметика марки ВИКСИНТ с поверхности фрезы после перемешивания его

компонентов, включающий механическое удаление герметика, отличающийся тем, что после перемешивания загрязненную остатками герметика фрезу выдерживают на воздухе в течение 3 – 24 часов до момента перехода герметика в резиноподобное состояние, а после механического удаления герметика вручную, окончательную очистку фрезы осуществляют при помощи тканевого материала, смоченного в нефрасе или ацетоне.
(первый пункт формулы изобретения)

Изобретение использовано в 2020 календарном году.

Заместитель
генерального директора
по науке


(подпись)

О.Н.Комиссар
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

Директор
научно-производственного
комплекса – главный конструктор


(подпись)

М.Ю.Русин
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

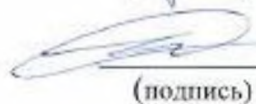
Начальник ООП и ОГОЗ
НПК «РПО»


(подпись)

В.И.Горгурова
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

Начальник ОИС


(подпись)

И.А.Дудов
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

Начальник цеха 19


(подпись)

Д.В.Харитонов
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

Исполнитель:


(подпись)

М.С.Тычинская
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

С началом использования изобретения ознакомлен (-ы):

Автор (-ы):


(подпись)

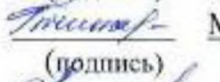
Д.В. Харитонов
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)


(подпись)

М.Ю.Русин
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)


(подпись)


М.С. Тычинская
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)


(подпись)

А.А. Анашкина
(инициалы, фамилия)

_____ (дата)

 О.Н.Кубахова
06.10.2020

**Федеральная служба по интеллектуальной собственности
Федеральное государственное бюджетное учреждение**



**«Федеральный институт промышленной собственности»
(ФИПС)**

Бережковская наб., д. 30, корп. 1, Москва, Г-59, ГСП - 3, 125993

Телефон (8-499) 240-60-15 Факс (8-495) 531-63-18

УВЕДОМЛЕНИЕ О ПРИЕМЕ И РЕГИСТРАЦИИ ЗАЯВКИ

24.08.2020	W20049891	2020128097
<i>Дата поступления (дата регистрации)</i>	<i>Входной №</i>	<i>Регистрационный №</i>

DATA ПОСТУПЛЕНИЯ <small>(дата поступления) дата приема заявки</small>	(21) РЕГИСТРАЦИОННЫЙ №	ВХОДНОЙ №
(07) DATA PEREVOZA <small>используется только в заявках на патент</small>		
<input type="checkbox"/> (01) <small>Изобретение: способ, устройство, способ и/или конструкция, способ, устройство, способ и/или конструкция</small> <input type="checkbox"/> (02) <small>Изобретение: способ, устройство, способ и/или конструкция</small> <input type="checkbox"/> (03) <small>Изобретение: способ, устройство, способ и/или конструкция</small> <input type="checkbox"/> (04) <small>Изобретение: способ, устройство, способ и/или конструкция</small>	АДРЕС ДЛЯ ПЕРЕИСКИ <small>используется для доставки документов по почте заказчиками</small> 240022, Российская Федерация, г. Москва, Ленинский проспект 15, Российский Институт Промышленной Собственности (240022, Российская Федерация, г. Москва, Ленинский проспект 15, Российский Институт Промышленной Собственности) Телефон: 4992406015 Факс: Адрес электронной почты: info@fips.ru АДРЕС ДЛЯ СЕКРЕТНОЙ ПЕРЕИСКИ <small>используется для доставки документов по почте заказчиками</small>	
ЗАЯВЛЕНИЕ <small>в форме заявки Российской Федерации на изобретение</small>	В Федеральном центре <small>по интеллектуальной собственности</small> Бережковская наб., д. 30, корп. 1, г. Москва, Г-59, ГСП-3 125993, Российская Федерация	
(54) НАЗВАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ <small>Способ выявления оптимального варианта твердости</small>		
(71) ЗАЯВИТЕЛЬ <small>(физическое или юридическое лицо) — гражданин Российской Федерации, лицо, не являющееся гражданином Российской Федерации, иностранное физическое или юридическое лицо, гражданин иностранного государства, лицо, не являющееся гражданином иностранного государства и не являющееся лицом без гражданства</small> Акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технополис» им. А.С.Долгушина (Акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технополис» им. А.С.Долгушина) 240022, Российская Федерация, г. Обнинск, Пушкинский бульв., Ленинский проспект 15, 240022, RU (240022, Российская Федерация, г. Обнинск, Пушкинский бульв., Ленинский проспект 15, 240022, RU)	ИДЕНТИФИКАТОРЫ ЗАЯВИТЕЛЯ ОГРН 1114075063404 ИНН ИНН СНИЛС ДОКУМЕНТ (серия, номер) КОД СТРАНЫ (код по международному №)	
<input type="checkbox"/> изобретение является в том числе изобретением двойного назначения Заявка является: <input type="checkbox"/> государственной собственностью <input type="checkbox"/> государственной собственностью (используется только в заявках на патент) <input type="checkbox"/> государственной собственностью <input type="checkbox"/> государственной собственностью <input type="checkbox"/> государственной собственностью (используется только в заявках на патент)		
(72) ПРЕДСТАВИТЕЛЬ ЗАЯВИТЕЛЯ <small>используется для доставки документов по почте заказчиками</small> (используется только в заявках на патент) (используется только в заявках на патент) (используется только в заявках на патент)		<input type="checkbox"/> изобретение является изобретением <input checked="" type="checkbox"/> изобретение является изобретением <input type="checkbox"/> изобретение является изобретением

Федеральная служба по интеллектуальной собственности
Федеральное государственное бюджетное учреждение



«Федеральный институт промышленной собственности»
(ФИПС)

Бережковская наб., д. 30, корп. 1, Москва, Г-59, ГСП - 3, 125993

Телефон (8-499) 240-60-15 факс (8-495) 531-63-18

УВЕДОМЛЕНИЕ О ПРИЕМЕ И РЕГИСТРАЦИИ ЗАЯВКИ

02.10.2020 <i>Дата поступления (дата регистрации)</i>	W20059351 <i>Входящий №</i>	2020132570 <i>Регистрационный №</i>
--	--------------------------------	--

(14) НАЗВАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ Способ выявления обработанной крупногабаритных словеснографических карманных ищелки		(11) РЕГИСТРАЦИОННЫЙ № (15) ДАТА ПЕРИОДА (если период охраны интеллектуальной собственности)	ВХОДЯЩИЙ №
(17) ЗАЯВИТЕЛЬ (организация или гражданин Российской Федерации или гражданин иностранного государства, действующий от имени организации или гражданина иностранного государства) АО «Иркутское общество «Обновление научно-производственных предприятий «Технология» им. А.Г.Ромоданова» (Иркутское общество «Обновление научно-производственных предприятий «Технология» им. А.Г.Ромоданова») 249032, Российская Федерация, г. Обнинск Калужской обл., Кузнецкое шоссе, 15, ИИ (Kuznetsovskaya Federatsiya, g. Obninsk Kaluzhskoy obl., Kuznetsovskoye shosse, 15, IИ)		АДРЕС ДЛЯ ПЕРИОДСКИХ ПЛАТЕЖЕЙ 249032, Калужская область, город Обнинск, Кузнецкое шоссе 15, Акционерное общество «Обновление научно-производственных предприятий «Технология» им. А.Г.Ромоданова» (249032, Kaluzhskaya oblast, gorod Obninsk, Kuznetsovskoye shosse 15, Kuznetsovskoye Mirovnoye Predpriyatiye) Тел:факс: 84042006782 Факс: Адрес электронной почты: info@firps.fips.ru АДРЕС ДЛЯ СЕКРЕТНОЙ ПЕРИОДСКИХ ПЛАТЕЖЕЙ (заполняется при наличии заявки на охрану интеллектуальной собственности)	
(18) ИЗОБРЕТЕНИЕ СОЗДАНО ЗА СЧЕТ СРЕДСТВ ФЕДЕРАЛЬНОГО БЮДЖЕТА <input type="checkbox"/> Земельный участок <input type="checkbox"/> государственное задание <input type="checkbox"/> муниципальное задание исполнение работ (услуг) по заказу заказчика		ИДЕНТИФИКАТОРЫ ЗАЯВИТЕЛЯ ОГРН 1114025000360 КПП ИНН СНИЛС ДОКУМЕНТ (серия, номер) КОД СТРАНЫ (если не российский) RU	
(19) ПРЕДСТАВИТЕЛЬ(Ы) ЗАЯВИТЕЛЯ (указывается фамилия для физических лиц) (при наличии) адрес электронной почты или адрес почтового ящика для корреспонденции		<input type="checkbox"/> патентный поверенный <input checked="" type="checkbox"/> представлять по доверенности	