

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

Брыкова Алексея Сергеевича
на диссертационную работу
Тычинской Марии Сергеевны

«Исследование по совершенствованию технологии изготовления крупногабаритных изделий на основе водных суспензий кварцевого стекла»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов

Актуальность темы диссертации:

В настоящее время в оборонной промышленности кварцевая керамика является основным материалом для производства крупногабаритных головных антенных обтекателей для ракет. Технология изготовления головных антенных обтекателей из кварцевой керамики известна с 60-х годов прошлого века, однако в связи с постоянным повышением требований к качеству и характеристикам готовых изделий, существующий технологический процесс требует доработки. Настоящая диссертационная работа посвящена 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. Выбранная тема диссертационной работы является **актуальной** для современной оборонной промышленности.

Структура и основное содержание работы:

Диссертация содержит 123 страницы, 38 рисунков, 19 таблиц и включает следующие разделы: введение, 6 глав, заключение, список использованных источников из 78 наименований.

В разделе «Введение» приводится краткое обоснование работы, формулируются положения научной новизны и практической значимости, приводится информация о методах исследования, положениях, выносимых на защиту, об апробации результатов работы.

В первой главе приведен обзор существующих радиопрозрачных материалов, представлена их сравнительная характеристика. Показано, что

основными радиопрозрачными материалами, используемыми при изготовлении головных антенных обтекателей ракет, являются керамика на основе оксида алюминия, ситаллы и кварцевая керамика. Выбор кварцевой керамики в качестве материала объектов исследования обоснован ее высокими прочностными характеристиками и термостойкостью, а также высокими теплозащитными и стабильными диэлектрическими характеристиками. Отмечено, что изготовление крупногабаритных изделий возможно только в случае использования кварцевой керамики.

Вероятность возникновения дефектов (трещин, раковин) в структуре кварцевой керамики автор связывает с содержанием и физико-химическим состоянием субмикрочастиц SiO_2 (коллоидного компонента) и обосновывает целесообразность поиска новых методов для сокращения количества раковин в изделиях. Автор отмечает, что на этапе механической обработки керамических оболочек критическим является момент обнаружения дефектов в структуре материала. Для этого необходимо разработать точный способ неразрушающего контроля поверхности изделий.

В обзоре уделено внимание проблеме неоднородности механических свойств по высоте оболочки, в частности, плотности материала. Отмечена важность решения этой проблемы для обеспечения стабильных радиотехнических характеристик изделия и постоянства толщины стенки по высоте при механической обработке оболочек.

Наконец, обосновывается необходимость разработки новой технологии приготовления герметика «Виксинт У-2-28НТ» для обеспечения стабильных высоких значений прочности клеевого соединения при сдвиге между керамической оболочкой и металлическим шпангоутом.

Во второй главе диссертантом приведено описание использованных методик исследования. В работе было проведено определение таких характеристик исходного шликера на основе кварцевого стекла, как плотность, рН, условная вязкость, относительная влажность, содержание частиц размером более 0,63 мкм. Также диссертант исследовал кажущуюся плотность сырца и обожженного материала керамических заготовок, открытую пористость и водопоглощение кварцевой керамики. Для определения концентрации SiO_2 в шликере были использованы титриметрический метод анализа и метод высушивания до постоянной массы. В работе также исследовали прочностные характеристики керамических образцов и клеевого соединения между оболочкой из кварцевой керамики и металлическим шпангоутом (определение предела прочности керамического

материала при статическом изгибе и прочности клеевого соединения при сдвиге, соответственно).

В третьей главе разработана методика определения количественного содержания субмикрочастиц SiO_2 в шликере кварцевого стекла, на которую диссертантом получен патент. На основе анализа физико-химических превращений этих частиц в шликере и данных по дзета-потенциалу системы выявлено влияние рН и продолжительности стабилизации шликера на вероятность возникновения трещин в изделиях из кварцевой керамики. Установлено, что при рН шликера в диапазоне 6-7 и продолжительности стабилизации шликера 5-6 суток обеспечивается снижение количества трещин при производстве головных антенных обтекателей.

Диссертантом применен новый подход к анализу брака в производстве головных антенных обтекателей из кварцевой керамики. Проведен статистический анализ данных за двухлетний период, благодаря чему удалось установить оптимальные значения параметров приготовления шликера. Данные статистического анализа были интерпретированы с учетом физико-химических процессов, протекающих в шликере.

Четвертая глава посвящена исследованию влияния вакуумирования шликера на основе кварцевого стекла перед формованием крупногабаритных заготовок из кварцевой керамики на плотность материала и наличие в нем раковин. Установлено, что вакуумирование шликера 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 за счет удаления воздуха из шликера.

Проделана большая работа по отработке методики вакуумирования шликера в реальном производстве головных антенных обтекателей из кварцевой керамики. Диссертант впервые осуществил вакуумирование больших объемов шликера (до 30 л) непосредственно перед формованием крупногабаритных заготовок, чего ранее не удавалось осуществить в рамках технологии изготовления головных антенных обтекателей.

В пятой главе разработана новая методика визуально-оптического контроля поверхности изделий из кварцевой керамики в процессе механической обработки, основанная на эффекте ослабления интенсивности светового потока при прохождении света через дефект в структуре материала. Установлено, что 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 визуально-оптического контроля и специальные технические средства для ее осуществления были разработаны в рамках данного исследования.

Данная методика внедрена диссертантом в технологический процесс производства головных антенных обтекателей из кварцевой керамики. Установлено, что проведение промежуточного визуально-оптического контроля позволяет существенно сократить количество несоответствующей продукции в процессе механической обработки.

В шестой главе разработана новая 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.

Диссертантом осуществлено внедрение разработанной технологии в серийное производство головных антенных обтекателей, что 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.

Практическая значимость заключается:

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

2) В разработке методики визуально-оптического контроля изделий из кварцевой керамики на наличие дефектов (трещин, раковин, включений) в процессе механической обработки оболочек, позволяющей уменьшить трудоемкость процесса механической обработки в 2 раза и сократить количество несоответствующей продукции на 13 %.

3) В разработке технологии приготовления герметика «Виксинт У-2-28НТ», внедрение которой в производство головных обтекателей из кварцевой керамики позволило добиться увеличения прочности клеевого соединения при сдвиге в системе керамика-металл до 17 % и уменьшения разброса значений прочности на 37 %, а также сократить количество воздушных включений в структуре герметика после вулканизации.

Научная новизна заключается:

1) в установлении, на основании анализа физико-химических превращений субмикрочастиц SiO_2 в шликере, влияния рН и продолжительности стабилизации шликера на вероятность возникновения трещин в изделиях из кварцевой керамики.

2) в осуществлении вакуумирования шликера в рамках технологии изготовления крупногабаритных изделий из кварцевой керамики в целях повышения однородности и уровня значений плотности керамического материала, сокращения количества раковин в изделиях.

3) в использовании визуально-оптического метода, основанного на эффекте ослабления интенсивности светового потока при прохождении света через дефект в структуре материала, для выявления и идентификации дефектов в структуре кварцевой керамики.

Результаты и выводы диссертации могут получить применение в оборонной промышленности, а именно, в серийном производстве головных антенных радиопрозрачных обтекателей для ракет из кварцевой керамики.

По диссертационной работе имеются следующие вопросы и замечания:

1 При ознакомлении с разделом 3 диссертации создается впечатление, что получение шликера – неуправляемый процесс, в результате которого получается материал со случайными значениями величины рН и других характеристик. Вопрос о том, каким образом параметры процесса приготовления шликера оказывают влияние на его характеристики, автором не раскрываются. В чем заключается операция стабилизации шликера?

2 Интерпретация физико-химических превращений в водных дисперсиях кварцевого стекла, выполненная в разделе 3.3 диссертации, включая весьма схематичный рисунок 19 и пояснения к нему, у автора получилась запутанной и малопонятной. В чем разница между субмикрочастицами и частицами золя (рисунок 19)?

3 Использовать титриметрический метод в присутствии NaF для определения содержания коллоидных частиц SiO_2 неправомерно. Данная методика основана на взаимодействии фторид-иона с анионами мономерной кремниевой кислоты и по этой причине используется только в анализе низкомолекулярных силикатных растворов (жидких стекол). Коллоидные частицы SiO_2 не титруются; соответственно, приведенные в таблице 5 значения не могут отражать реального содержания коллоидного компонента в системе. Поскольку автор в формуле (9) не учитывает огромную поправку на титрование кислотой самого NaF, очевидно, что полученные им значения характеризуют количество титранта, израсходованного на NaF.

Вышеуказанные замечания не снижают ценность представленной работы. В целом, диссертационная работа Тычинской Марии Сергеевны выполнена на современном научно-техническом уровне и представляет собой законченное исследование.

Диссертационное исследование соответствует отрасли технических наук, а именно формуле специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов: п. 1, 2, 3. Содержание автореферата Тычинской М.С. соответствует содержанию диссертации.

Считаю, что диссертационная работа «Исследование по совершенствованию технологии изготовления крупногабаритных изделий на основе водных суспензий кварцевого стекла» полностью удовлетворяет требованиям пункта 9 Положения «О присуждении ученых степеней» ВАК Министерства науки и образования РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Тычинская Мария Сергеевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.17.11 – Технология силикатных и тугоплавких неметаллических материалов.

Официальный оппонент:

Доктор технических наук

(специальность 05.17.11 –

Технология силикатных и тугоплавких
неметаллических материалов),

профессор кафедры химической технологии
тугоплавких неметаллических и
силикатных материалов

ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский
государственный технологический
институт (технический университет)»



Брыков Алексей Сергеевич

15.04.2021

190013, г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 26

Тел.: + 7 (921) 355-31-50

E-mail: binder@lti-gti.ru

Подпись Брыкова А.С. удостоверяю

Ja

Подпись <i>Брыкова Алексея Сергеевича</i>	Удостоверено
Начальник отдела кадров <i>Г.Ширяев</i>	