

**«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

(Н И У « Б е л Г У »)

ИНСТИТУТ ИНЖЕНЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

КАФЕДРА МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ И НАНОТЕХНОЛОГИЙ

**Исследование переходной зоны металл – стекло для производства
технологических смотровых окон высокого давления**

**Выпускная квалификационная работа
обучающегося по направлению подготовки**

28.03.03 Наноматериалы

очной формы обучения группы 07001416

Саенко Михаила Юрьевича

Научный руководитель:

к.ф.-м.н., доцент

Никулин И.С.

БЕЛГОРОД 2018

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	4
1.1 Соединения металл – стекло	4
1.2 Производство, классификация и свойства стекла	8
1.3 Механическая и химическая обработка поверхности стекла	15
1.3.1 Шлифовка стекла	15
1.3.2 Полировка стекла	17
1.3.3 Химическая обработка стекла с помощью фтористого водорода	19
2 МЕТОДИКИ И МАТЕРИАЛЫ ИССЛЕДОВАНИЙ	22
2.1 Методика сварки металлов со стеклообразными материалами	22
2.2 Методика расчета толщины слоя стекол, снимаемого в единицу времени выбранными фракциями абразива.....	23
2.3 Методика термической и механической обработки стекла.....	24
2.4 Методика оценки дефектности стекла.....	27
2.4 Оборудование	30
2.5 Материалы	32
2.6 Техника безопасности.....	34
3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	36
ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ЦЕЛЕСООБРАЗНОСТЬ.....	48
ВЫВОДЫ.....	49
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	51
ПРИЛОЖЕНИЕ 1	54
ПРИЛОЖЕНИЕ 2	55
ПРИЛОЖЕНИЕ 3	56

ВВЕДЕНИЕ

Для решения некоторых технологических задач необходима реализация механического сочленения стекла с другими материалами, например при изготовлении иллюминаторов, окон высокого давления, люков, смотровых приборов, наблюдательных окон и т.д. При производстве подобных изделий возникают трудности, напрямую связанные со свойствами стекла и особенностями его эксплуатации в контакте с другими материалами.

Цель данной выпускной квалификационной работы – определение оптимального температурного режима изготовления и производства смотровых окон высокого давления, а также исследовать параметры, влияющие на качество соединения материалов металл – стекло в рассматриваемых технологических процессах.

Задачи:

- провести анализ существующих технологических подходов в создании смотровых окон высокого давления;
- обосновать оптимальные режимы и материалы, используемые в технологическом процессе;
- изготовить экспериментальные образцы;
- провести механические испытания экспериментальных образцов на соответствие заявленным требованиям;
- разработать технологию изготовления смотровых окон высокого давления.

1 ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Соединения металл – стекло

В промышленности методики создания плотного стеклометаллического соединения различаются в зависимости от поставленных производственных задач.

Для создания герметичного разъемного соединения между стеклом и оправкой помещается пластичный материал – прокладка. Она компенсирует все неровности, и дефекты на краях стекла и оправки, создавая уплотненное соединение. Такое соединение прочно и герметично, оно компенсирует незначительные изменения размеров стекла и оправки в результате термического расширения и деформации. Однако применение такого соединения ограничено рабочей температурой и величиной максимальной нагрузки.

Для создания герметичного неразъемного соединения используется метод плавления стекла. В результате стекло фиксируется в оправке. Данная методика сопряжена со сложностями в различии в ТКЛР и прочности крепления стекла в оправке, однако прочность такого соединения значительно выше, оно способно работать при повышенных температурах и в агрессивных средах.

Особую трудность представляет соединение стекла с металлом. Это объясняется сложностью создания качественного и бездефектного соединения между различными по своей природе, структуре и свойствам материалами.

Основными препятствиями для получения качественного соединения между металлом и стеклом являются:

- низкий коэффициент трения между материалами,
- различие в ТКЛР для стекла и металла, который имеет различие при росте температуры, и их согласованность,

- различный характер изменения ТКЛР для стекла и металла,
- отсутствие эвтектики,
- высокая хрупкость стекла и его чувствительность к любым дефектам и концентраторам напряжений.

Требуемая степень согласованности коэффициентов термического расширения стекла и металла зависит от вида соединения, пластичности используемого металла и технологии отжига. Кроме того, представляет проблему получение вакуумно-плотного соединения металла и стекла из-за низкой когезии. Для повышения когезии обычно поверхность металла предварительно оксидируют; в процессе пайки слой оксида металла до некоторой степени растворяется в стекле.

Для некоторых сочетаний металл—стекло слой оксида образуется в процессе соединения, так что не требуется предварительное оксидирование металла. Еще одним условием получения хорошего соединения является тщательное обезгаживание металла, иначе в стекле в месте соединения могут образоваться пузырьки воздуха, которые могут стать источником натекания газа в вакуумной системе.

В случае стеклометаллического соединения, работающего в широком диапазоне температур, необходимо рассматривать поведение кривых термического расширения используемых материалов во всей области температур — от комнатной до температуры размягчения стекла. Термическое расширение стекла изменяется практически линейно вплоть до точки отжига, где резко возрастает.

Для чистых металлов термическое расширение близко к линейному при любых температурах. Следовательно, некоторые чистые металлы можно соединять со стеклами, не опасаясь возникновения значительных напряжений, за исключением вольфрама и молибдена. Для них пригодны лишь специальные боросиликатные стекла.

Для получения термокомпенсированных (согласованных) соединений стекла с металлом используют специальные сплавы железа. За основу

берется железоникелевый сплав, для которого можно подбирать в соответствии с сортом технического стекла за счет изменения содержания никеля (в пределах 35— 60%). Коэффициенты термического расширения этих сплавов начинают быстро возрастать при температуре магнитного перехода (точка Кюри T_K), что достаточно хорошо согласуется с поведением стекла при температуре отжига.

Хромистые стали имеют коэффициент линейного расширения в среднем $10...13 \cdot 10^{-6}$ град⁻¹, что является приемлемым для создания соединения между металлом и стеклом. Другие стали, имеющие близкие значения ТКЛР к значениям ТКЛР стекла приведены в таблице 1 [1]. ТКЛР стекла листового оконного в диапазоне температур 20...300°C равен $8,9 \cdot 10^{-6}$ /град [2].

Таблица 1

Температурный коэффициент линейного расширения сталей

ТКЛР стали, 10^{-6} /град	Температура, °C							
	100	200	300	400	500	600	700	800
СТ20	11,1	12,1	12,8	13,4	13,9	14,4	14,8	12,9
08X13	10,5	11,1	11,4	11,8	12,1	12,3	12,5	12,8
08X17	10,4	10,5	10,8	11,2	11,4	11,6	1,9	12,1
20X13	10,2	11,2	11,5	11,9	12,2	12,8	12,8	13
30X13	10,2	11	11,1	11,7	12	12,3	12,5	12,6
40X13	10,7	11,5	11,9	12,2	12,5	12,8	13	13,2
08X18Н10Т	16,1	16,7	17,4	18,2	18,6	19,1	-	-
12X18Н10Т	17,6	18	18,6	19,4	19,9	20,5	21,1	-

Изменение размеров деталей, вызванное структурными превращениями, по своей причине сравнительно небольшое. Оно зависит от содержания углерода в стали. Повышение содержания углерода на 0,1%

вызывает увеличение объема при сквозной закалке на мартенсит всего на 0,1%. При изготовлении точных изделий такое изменение недопустимо, однако данный механизм может оказаться полезным при изготовлении окон высокого давления, так как он может создавать напряжения, удерживающие стекло в оправке.

Сущность бездеформационной закалки заключается в следующем: деталь подвергается полной механической обработке на точные размеры до закалки, когда сталь имеет исходную структуру без мартенсита. При нагреве под закалку перлит превратится в аустенит. Если после закалки удалось полностью сохранить аустенитную структуру, то объем детали стал бы меньше исходного, который был при перлитной структуре. Если же при закалке аустенит полностью превратится в мартенсит, то объем станет больше исходного. Очевидно, если закалку произвести так, чтобы получить нужное соотношение мартенсита и аустенита, то объем детали изменится до нужного. Однако получить требуемое количество остаточного аустенита в углеродистой стали сложно. Регулирование количества остаточного аустенита достигается изменением температуры закалки и скорости охлаждения.

Несмотря на то, что при закалке на мартенсит объем увеличивается, это не означает, что все размеры детали равномерно возрастают. Так, при закалке цилиндра большой высоты диаметр, особенно в средней части, уменьшается, а высота увеличивается; при закалке цилиндров, у которых высота меньше диаметра, - наоборот, уменьшается высота, но увеличивается диаметр [3].

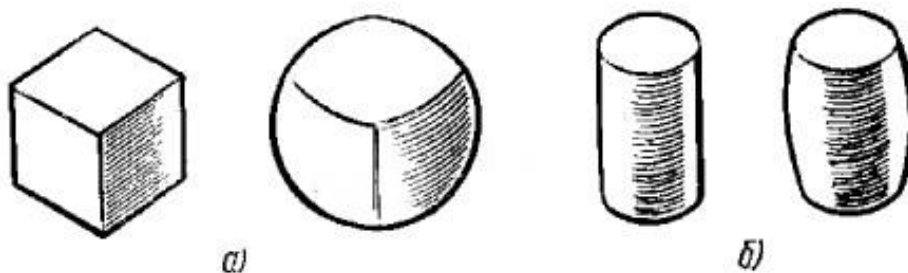


Рис. 1 Изменение формы под действием термических напряжений

Термические напряжения стремятся так изменить форму изделия, чтобы она приближалась к форме шара. Например, в детали в виде куба в результате воздействия термических напряжений грани становятся выпуклыми (рисунок 1, а), цилиндр сокращается по длине и увеличивается по диаметру (рисунок 1, б). В результате общая картина деформации настолько усложняется, что заранее предвидеть все возможные изменения размеров детали после закалки во многих случаях не представляется возможным, и вопрос решается опытным путем.

1.2 Производство, классификация и свойства стекла

Стеклом называют все аморфные тела, получаемые путем охлаждения расплава независимо от их химического состава и температурной области затвердевания и обладающие в результате постепенного увеличения вязкости механическими свойствами твердых тел, причем процесс перехода из жидкого состояния в стеклообразное должен быть обратимым. Это общее определение стекла, данное комиссией по терминологии при Академии наук СССР, охватывает наиболее характерные свойства, присущие любой стекловидной системе [4].

Стекловидные материалы являются веществами аморфными, изотропными, то есть такими, свойства которых не зависят от того направления, в котором они измерены. Стекла изотропны, потому что имеют по всем направлениям однородную структуру. Однородность структуры обуславливает отсутствие в стекле двойного лучепреломления. Лишь в результате механических напряжений в стекле может возникнуть временное двойное лучепреломление, которое исчезает с устранением приложенных напряжений [5].

Стандартный состав стекла представляет собой смесь чистого кварцевого песка, извести и соды. Для изменения свойств материала могут использоваться различные добавки, однако их доля незначительна.

Основным составляющим компонентом является именно чистый речной песок. Его количество составляет примерно 75% от всей смеси. Сода позволяет снизить температуру плавления песка почти в 2 раза. Известь защищает стекло от воздействия большинства химических веществ, а также добавляет прочности и блеска. К стеклообразующим веществам относятся: SiO_2 , B_2O_3 , P_2O_5 , TeO_2 , GeO_2 , AlF_3 .

Независимо от химического состава и температурной области затвердевания, стекло обладает физико-механическими свойствами твёрдого тела и сверхвязкой жидкости (течёт при нормальных условиях), сохраняя способность обратимого перехода из жидкого состояния в стеклообразное. Данное определение позволяет наблюдать, что фигурально к стёклам относят все вещества по аналогии процесса образования и ряда формальных свойств, так называемого стеклообразного состояния — на этом она исчерпывается, поскольку материал характеризуется своими практическими качествами, которые и определяют более строгую детерминацию стёкол как таковых в материаловедении. Однако вязкость стекла при комнатной температуре настолько велика, что не имеет никакого практического значения — текучесть стекла не проявляется сколь-нибудь заметным образом на периодах времени в десятки и сотни лет.

В твёрдом состоянии стёкла являются весьма устойчивым материалом к обычным реагентам (за исключением плавиковой кислоты, расплавов или горячих концентрированных растворов щелочей и расплавов некоторых металлов), и к действию атмосферных факторов. На этом свойстве основано их широчайшее применение: для изготовления предметов быта, оконных стёкол, стёкол для транспорта, стеклоблоков и многих других строительных материалов, предметов медицинского, лабораторного, научно-исследовательского назначения, и во многих других областях.

По назначению неорганические стекла делятся на технические, строительные и бытовые (стеклотара, посудное, бытовое и др.).

Также стекла классифицируются по составу. Различаются четыре главных вида стекла по составу: кварцевое, известково-натриевое, свинцовое и боросиликатное [6] (Таблица 2).

Таблица 2

Химический состав основных типов стекла

Тип стекла	Химический состав в весовых частях							
	SiO ₂	Na ₂ O	CaO	MgO	Al ₂ O ₃	PbO	K ₂ O	B ₂ O ₃
Кварцевое	100	-	-	-	-	-	-	-
Известково-натриевое	72	15	9	3	1	-	-	-
Свинцовое	68	10	1	-	-	15	6	-
Боросиликатное	80	4	-	-	2	-	-	14

Чисто кварцевое стекло получают плавлением кремнезёмистого сырья высокой чистоты (обычно кварцит, горный хрусталь), его химическая формула — SiO₂. Особенности кварцевого стекла — прозрачность для ультрафиолетовых лучей, тугоплавкость и близкий к нулю коэффициент температурного расширения. По последней причине оно устойчиво к перепадам температуры и неравномерному нагреву. Одна из основных современных областей использования — баллоны галогенных ламп и колбы ультрафиолетовых газоразрядных ламп. Также его используют в качестве материала для деталей точной механики, размеры которых не должны меняться при изменении температуры. Примером служит использование кварцевого стекла в точных маятниковых часах.

«Содовое стекло» («кронглас», «крон», известково-натриевое) можно с лёгкостью плавить, оно мягкое и потому легко поддаётся обработке, а кроме того, чистое и светлое. Применяется в строительстве в виде оконного и листового стекла

Свинцовое стекло (хрусталь, «флинтглас», «флинт») получается заменой окиси кальция окисью свинца. Оно довольно мягкое и плавкое, но весьма тяжёлое, отличается сильным блеском и высоким показателем

преломления, разлагая световые лучи на все цвета радуги и вызывая игру света.

В боросиликатных стеклах включение оксида бора вместо щелочных составляющих шихты придаёт стеклу свойства тугоплавкости, стойкости к резким температурным скачкам и агрессивным средам. Изменение состава и ряд технологических особенностей сказывается на себестоимости — оно дороже обычного силикатного. Используется для изготовления лабораторной посуды.

Промышленные составы стекол содержат, как правило, не менее 5 компонентов, а специальные и оптические стекла могут содержать более 10 компонентов [7,8].

Плотность стекол определяется их химическим составом. Из практических стекол наибольшую плотность имеют стекла со значительным содержанием окиси свинца, «тяжелые флинты». Минимальную плотность среди силикатных стёкол имеет чистое кварцевое стекло (плавленый кварц) — 2200 кг/м³. Плотность обычных натрий-кальций - силикатных стёкол, в том числе оконных, колеблется в пределах 2500—2600 кг/м³. С повышением температуры плотность стекол уменьшается и, соответственно, увеличивается удельный объем, который возрастает пропорционально температуре; в области размягчения стекла происходит более быстрое нарастание удельного объема.

Зависимость удельного объема стекла от состава приближенно, с точностью до двух трех единиц второго десятичного знака выражается формулой простого сложения (формула 1) [9]:

$$\frac{100}{D_{ст}} = \frac{P_1}{d_1} + \frac{P_2}{d_2} + \frac{P_3}{d_3} + \dots \quad (1)$$

где $D_{ст}$ – плотность стекла; P_1, P_2, P_3 – содержание окислов, входящих в состав стекла, в %; d_1, d_2, d_3 – коэффициенты (удельный вес) этих окислов в стекле (таблица 3). Существуют и другие формулы, позволяющие рассчитывать плотность стекол по их составу с большей точностью.

Удельный вес окислов в стекле

Окислы	Коэффициент d
Na ₂ O	3,2
K ₂ O	3,2
MgO	3,25
CaO	4,3
ZnO	5,94
BaO	7,2
PbO	10,3
B ₂ O ₃	2,9
Al ₂ O ₃	2,75
As ₂ O ₃	3,33
Sb ₂ O ₃	3
SiO ₂	2,24

Из механических свойств стекол прочность их на растяжение является одним из важнейших. Объясняется это тем, что стекло, как материал, работает на растяжение несравненно хуже, чем, например, на сжатие. Прочность при растяжении и обуславливает границы применения стекла при различных механических воздействиях на него. Этой же прочностью определяется в значительной степени его термостойкость. Интересные результаты были получены С.И. Журковым. Он установил, что прочность стеклянных палочек на изгиб значительно возрастает, если их поверхность обработать раствором плавиковой кислоты, то есть растворить поверхность палочек и тем самым устранить поверхностные дефекты и их влияние на прочность [10].

Прочность стекол при сжатии значительно выше, чем при растяжении. Для различных видов стекол значения прочности при сжатии лежат в пределах от 50 до 200 кг/мм². Измерения, как правило, имеют специфическую воспроизводимость: средняя ошибка может достигать 25% и даже больше [9]. Влияние различных окислов, входящих в состав стекла, на величину прочности при сжатии аналогично влиянию их на величину прочности при растяжении. Предел прочности у обычных стёкол на сжатие

составляет от 500 до 2000 МПа (у оконного стекла около 1000 МПа). Теоретическая прочность (разрывная) идеального стекла, по разным оценкам, в 20-30 раз больше прочности конструкционных сталей [11].

Твердостью называется свойство материалов, определяемое их способностью сопротивляться царапанию. Твердость стекол зависит от их химического состава. По шкале Мооса она составляет 6—7 единиц, что находится на уровне твердости таких материалов как апатит и кварц. К наиболее твердым сортам относятся кварцевое стекло, а также некоторые боросиликатные малощелочные стекла с содержанием B_2O_3 до 10-12%. Стекла, богатые щелочными окислами, имеют меньшую твердость. Наиболее мягкими являются многосвинцовые силикатные стекла, например тяжелые «свинцовые флинты». Характерно, что существует известное соответствие между механической прочностью стекол и их химической устойчивостью. Как правило, стекла с высокой химической стойкостью являются в то же время и механически прочными [12].

Хрупкими называют такие материалы, которые при небольшом превышении предела их прочности внезапно разрушаются. Хрупкость стекол определяется прочностью на удар и работой удара, отнесенной к единице объема разрушенного образца. Большая хрупкость стекол часто ограничивает их применение. Хрупкость зависит от формы испытываемого стекла и, главным образом, от его толщины (с увеличением толщины прочность на удар возрастает). Значительно влияет на ударную прочность термическая обработка образца – прочность закаленных образцов в 5-7 раз больше прочности таких же отожженных образцов.

Численное значение коэффициента расширения стекла определяется его химическим составом. В первом приближении зависимость коэффициента расширения стекла $a_{ст}$, от состава может быть выражена формулой (формула 2)[9]:

$$a_{ст} = a_1P_1 + a_2P_2 + a_3P_3 + \dots \quad (2)$$

где P1, P2, P3 – содержание окислов в стекле в весовых процентах; a1, a2, a3 – эмпирические коэффициенты для этих окислов в стекле (таблица 4).

Низкий Коэффициент расширения имеет кварцевое стекло: $a = 5,8 \times 10^{-7}$, и соответственно коэффициент объемного расширения $3a = 17,5 \times 10^{-7}$.

Таблица 4

Коэффициенты для расчета коэффициента линейного расширения (КЛР) стекла по химическому составу

Окислы	КЛР, $a \times 10^{-7}$
<i>SiO₂</i>	0,05
<i>P₂O₃</i>	-0,66
<i>Al₂O₃</i>	0,17
<i>MgO</i>	0,45
<i>CaO</i>	1,66
<i>BaO</i>	1,73
<i>Na₂O</i>	4,32
<i>K₂O</i>	3,9
<i>TiO₂</i>	1,37
<i>ZnO</i>	0,07
<i>PbO</i>	1,06
<i>As₂O₃</i>	0,67
<i>P₂O₅</i>	0,67
<i>Sb₂O₃</i>	1,2

В области относительно низких температур (ниже температуры плавления) стекло разрушается от механического воздействия без заметной пластической деформации и, таким образом, относится к идеально хрупким материалам (наряду с алмазом и кварцем). Данное свойство может быть отражено удельной ударной вязкостью. Как и в предыдущих случаях, изменение химического состава позволяет регулировать и это свойство: например, введение брома повышает прочность на удар почти вдвое. Для силикатных стёкол ударная вязкость составляет от 1,5 до 2 кН/м, что в 100 раз уступает железу.

Стекло — термопластичный материал, при нагреве оно постепенно размягчается и переходит в жидкость. Плавление происходит в некотором температурном интервале, величина которого зависит от химического состава стекла. Ниже температуры стеклования T_c стекло приобретает хрупкость. Для обычного силикатного стекла $T_c = 425...600^\circ\text{C}$. Выше температуры плавления стекло становится жидкостью. При этих температурах стекломасса перерабатывается в изделия.

1.3 Механическая и химическая обработка поверхности стекла

1.3.1 Шлифовка стекла

Шлифовка стекла имеет целью, во-первых, обеспечить правильную геометрическую форму изделия и придать ему точные размеры и, во-вторых, подготовить структуру шлифованной поверхности к состоянию, наиболее удобному для последующей обработки — полировки [13].

В качестве абразивных материалов используют твердые хрупкие вещества, их осколки и порошки природного или искусственного происхождения, по твердости превосходящие обрабатываемый материал.

К числу природных абразивных материалов относятся: кварцевый песок, алмаз, корунд, гранат и другие. Искусственными абразивными материалами являются электрокорунд, карбид кремния, карбид бора, окись железа, окись церия и другие. В зависимости от назначения в промышленности используют свободный (порошок) и связанный (шкурки, бруски, круги и т. п.) абразивы.

На производстве стекло обычно шлифуют с помощью «свободного» абразива, т. е. какого-либо порошкообразного материала, вводимого между движущимися относительно друг друга поверхностями обрабатываемого стекла и плоского металлического диска, называемого шлифовальником. Первую стадию шлифовки называют обдиркой, или грубой шлифовкой, на

этой стадии обычно применяют крупнозернистые абразивные порошки. Показателем успешности процесса является его производительность.

На второй стадии шлифовки, которую называют дистировкой, или тонкой шлифовкой, применяют последовательно все более и более мелкие фракции абразива. При обработке каждой последующей фракцией, состоящей из зерен, более мелких, чем предыдущая фракция, уменьшается глубина выколок шлифованной поверхности.

Сущность процесса шлифовки листового стекла заключается в следующем. Усилия, передаваемые отдельным зернам абразива при шлифовании, достигают значений, превосходящих значения усилий, достаточных для раздавливания этих зерен, поэтому процесс шлифовки стекла сопровождается измельчением абразивного материала. Очевидно, что усилие, передаваемое при этом зерном абразива стеклу, не может превзойти то значение, которое является для данного зерна раздавливающим, а потому зерна абразива играют роль своеобразного предохранителя, и при нормальном процессе шлифовки максимальные давления, передаваемые на стекло, зависят не от давления, а лишь от прочности зерен данного абразива.

В точках воздействия зерен на стекло возникают трещины, максимальная глубина которых при условии постоянства материала шлифовальника зависит только от природы и крупности выбранных абразивных зерен.

Крупные зерна более прочные, поэтому при работе на крупных фракциях трещины глубже, чем при работе на мелких. После многократных воздействий зерен весь поверхностный слой стекла покрывается трещинами. При последующем прокатывании зерен удаляются осколки, отделенные трещинами от основной массы стекла. В результате этого образуются так называемые «выколки», или «каверны». Система бесчисленного множества рядом расположенных выколок и образует матовую поверхность, характерную для шлифованного стекла. Глубина этих выколок колеблется примерно от 3 до 30 микрон [9].

Глубже этого рельефного, изрытого кавернами слоя, расположен другой слой, также затронутый шлифовкой, но с более слабыми признаками разрушения. Этот подслой образован трещинами, идущими глубже горизонта их пересечения, и является той зоной, где абразив проводит свою подготовительную работу. Его толщина в 1,2—1,3 раза больше толщины верхнего, рельефного слоя. Отдельные трещины проникают на еще большую глубину.

Таким образом, при шлифовке стекла происходят два параллельных, совпадающих по времени, но не по месту процесса: при первом, являющемся подготовительным, разрушается на некоторую глубину поверхность стекла, образуя систему трещин; при втором, являющемся производительным, из верхнего горизонта трещиноватого слоя извлекаются осколки, отделенные от основной массы стекла. При шлифовке все более и более мелкими фракциями абразива структура поверхности стекла готовится к следующей стадии процесса — полировке.

Зернистость — важнейшая характеристика любого абразивного материала. В мире наиболее распространен стандарт FEPA, он же ISO 6344, тот же стандарт в 2005 принят и в России (ГОСТ Р 52381-2005)[14]. Согласно стандарту зернистость шлифовальной бумаги обозначается буквой «Р» и имеет нумерацию от 12 до 2500 (к примеру, Р40, Р180). Чем выше значение, тем меньше размер зерна (число обозначает число проволок сита на дюйм).

1.3.2 Полировка стекла

Стекло после выплавки имеет определенное количество дефектов, которые могут негативно сказаться на качестве соединения металла и стекла, или же быть концентратором напряжений. Полировка стекла имеет целью окончательно сгладить микронеровности шлифованного стекла для придания его поверхности полной прозрачности и блеска.

На современных предприятиях стекло полируют на тех же станках, что и шлифуют, с той лишь разницей, что обрабатывающий инструмент заменяют полировальником, имеющим мягкую войлочную рабочую поверхность, иногда суконную, реже смоляную (в оптическом производстве), а абразив — тонкодисперсным порошком с некоторыми специфическими свойствами. Обычно для полировки применяют так называемый крокус (соответствующим образом приготовленную окись железа) или пасту ГОИ.

Как известно, на поверхности всякого искусственного или природного силиката, даже при наличии только атмосферной влаги, происходит процесс гидролиза, продукты которого образуют тончайшую поверхностную пленку, защищающую силикат от дальнейшего разрушения. По составу эта пленка представляет в основном кремневую кислоту.

Пленка на свежей поверхности стекла образуется чрезвычайно быстро. В зависимости от состава стекла и природы реагента толщина пленки колеблется от 10 до 100Å. Защитная пленка имеет большую адсорбционную способность и значительную механическую прочность.

Согласно И. В. Гребенщикову [15], механизм процесса полировки в основных чертах может быть представлен следующим образом: мягкий полировальник с закрепившимися на нем зернами полировального порошка снимает при своем движении защитную пленку с вершин бугорков шлифованной поверхности стекла. После этого на обнажившихся участках тотчас же вновь образуется пленка, которая опять снимается полировальником. Это происходит до тех пор, пока все микронеровности не будут удалены и поверхность стекла не приобретет блеска, свойственного полированному стеклу.

Принципиальная правильность такого представления о природе процесса полировки была подтверждена большим экспериментальным материалом.

Шлифовка и полировка листового стекла в подавляющем большинстве случаев осуществляются свободным абразивом и лишь для обработки края изделий применяют связанный абразив.

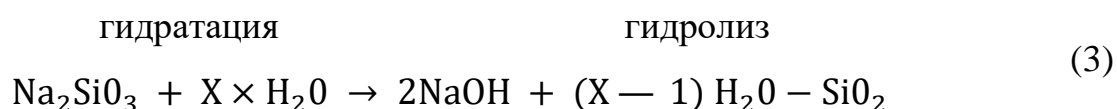
1.3.3 Химическая обработка стекла с помощью фтористого водорода

Травление поверхности стекла фтористоводородной или плавиковой кислотой широко применяют для украшения сортовой посуды и стеклянной тары для парфюмерии, в производстве светорассеивающих светильников, медицинских приборов, а также оптических деталей на заводах оптико-механической промышленности.

Для получения различных узоров, рисунков, шкал и сеток поверхность стекла «травят», т. е. обрабатывают парами фтористоводородной кислоты или растворами этой кислоты.

Наилучшее качество узора и штриха на стекле достигается при травлении парами. При травлении жидкостью рисунки или узоры нередко имеют дефекты: перерывы, сужения, уширения.

Большинство промышленных стекол под воздействием влажной среды претерпевает частичное разрушение. На поверхности стекла происходит сначала процесс гидратации щелочных компонентов стекла, а затем — гидролиз. Это явление схематически можно представить в следующем виде (формула 3)[9]:



Значительное большинство промышленных стекол инертно по отношению к большинству минеральных и органических кислот, за исключением фосфорной и плавиковой.

При травлении парами или с помощью раствора HF стремятся на поверхности стекла равномерно распределить мельчайшие капельки кислоты, которые активно смачивают его на обнаженных от защитного кислотоупорного грунта участках.

Нерастворимые и малорастворимые соли отлагаются и весьма прочно удерживаются на обрабатываемой поверхности стекла, придавая ему матовый, или диффузно-рассеивающий вид, поэтому матовость стекла обуславливается защитным действием нерастворимых соединений, препятствующих проникновению в стекло плавиковой кислоты. Незащищенные или мало защищенные участки стекла «травятся» сильнее.

Матовая поверхность получается в результате обработки стекла парами фтористоводородной кислоты. Поверхность же, обработанная плавиковой кислотой малой концентрации с добавкой концентрированной серной кислоты, как правило, приобретает блестящий вид. Это объясняется тем, что образующиеся на поверхности изделия растворимые соединения равномерно и на одинаковую глубину разрушают ее, делая гладкой и блестящей.

На этом принципе основана кислотная полировка стекла. При изменении состава травильной ванны путем насыщения ее фтористыми или серноокислыми солями щелочных металлов, а также сульфатом аммония и растворимыми солями щавелевой кислоты можно ограничить растворимость солей, образующихся при травлении стекла, и вызвать тем самым частичную кристаллизацию их на обрабатываемой поверхности изделия.

Стекло разрушается в большей мере на малых по размеру участках, свободных от кристаллов, вследствие чего травление протекает неравномерно. Поверхность становится шероховатой, матовой и непрозрачной

Для химической полировки стекла обычно пользуются плавиковой и серной кислотами. Скорость растворения внешнего слоя стекла в травильной ванне зависит не только от состояния его поверхности после шлифовки, но и от соотношения растворимых и нерастворимых солей в воде — продуктов

реакции между стеклом и компонентами травильной ванны. При этом весьма важно, удалялись ли продукты реакции с поверхности стекла в процессе травления или же сохранялись на ней в виде закрепленного кристаллического покрова. При удалении с поверхности стекла продуктов реакции травление, как правило, протекает равномерно: все выступы растворяются, и поверхность стекла, как отмечалось ранее, становится ровной, блестящей и прозрачной. Для этого процесса характерна еще одна деталь: растворение поверхности стекла при прочих равных условиях будет протекать с большей скоростью на выпуклых участках, чем во впадинах, так как в последнем случае продукты реакции из углублений вымываются с трудом и значительно медленнее. Поэтому изделия, предназначенные для кислотной полировки, должны быть отшлифованы самыми тонкими фракциями абразивного материала.

Производительность труда при полировке кислотой значительно выше, чем при обычной полировке. Однако при полировке стекла химическим методом на его поверхности остаются неровности, дающие заметное светорассеивание (тусклость).

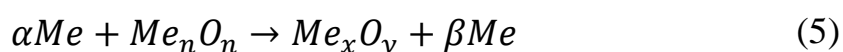
Наиболее эффективен метод химической полировки в сочетании с обычным методом. Например, при изготовлении оптических деталей после тонкой шлифовки или дистировки следует предварительно обработать их методом химической полировки, а затем обычным методом. В результате этого удастся значительно сократить продолжительность процесса полировки в целом как наиболее трудоемкого в химической обработке стекла.

2 МЕТОДИКИ И МАТЕРИАЛЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1 Методика сварки металлов со стеклообразными материалами

Способы сварки плавлением, как правило, непригодны для соединения металлов с керамическими и стеклообразными материалами вследствие природной несовместимости соединяемых композиций..

Необходимым условием образования сварного соединения металлов со стеклом и керамикой является химическое взаимодействие, механизм которого зависит от свойств элементов. В условиях диффузионной сварки наиболее вероятны две топохимические реакции — присоединения (формула 4) и замещения (5)[16]:



По механизму реакции (4) взаимодействуют d-элементы периодической системы Менделеева, практически все переходные металлы и сплавы на их основе (Fe, Ni, Co, W, Mo, Mn и т. д.), а по схеме реакции замещения (5) взаимодействуют s- и p-элементы — непереходные металлы (Al, Mg, Be, Li) и их сплавы. Поэтому разработка технологии диффузионной сварки стекла и керамики с металлами должна производиться как с учетом физико-химических свойств соединяемых композиций, так и с учетом топохимических процессов, происходящих в зоне контакта [17].

Наиболее распространенным дефектом металлостеклянных и металлокерамических узлов является образование трещин из-за высокого уровня остаточных напряжений, вызванных большим различием температурных коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) соединяемых материалов. Соединять материалы с несогласованными ТКЛР также возможно, но толщины металлической детали при этом сильно ограничены.

2.2 Методика расчета толщины слоя стекол, снимаемого в единицу времени выбранными фракциями абразива

Толщина слоя стекла, снимаемого на данном станке за время перемещения стекла под шлифовальником, характеризует производительность станка и определяет теоретическое время шлифовки при работе на данном абразивном порошке.

При проектировании технологических процессов шлифовки значения этой величины должны быть известны для каждой из фракций абразива, выбранных для шлифовки. Если величина толщины слоя известна для какой-либо одной фракции абразива, одного режима давления шлифовальника и скорости станка, то ее расчет для всех других выбранных фракций и других режимов легко может быть осуществлен на основе экспериментально установленных зависимостей сошлифовки стекла от максимального поперечника зерен основной фракции абразива, давления шлифовальника и скорости станка. При проектировании новых станков с новыми размерами шлифовальников приходится при расчете прибегать к экстраполяции ее величин, известных для одного станка, на другой, для которого величина должна быть определена.

После шлифовки самым тонким абразивным порошком на поверхности стекла остается разрушенный слой толщиной (формула 6) [9]:

$$F_i = KD_1 \quad (6)$$

где D_1 — максимальная размерная характеристика зерен основной фракции абразивного порошка, использованного на последней стадии тонкой шлифовки. Этот слой должен быть удален полировкой; K — плотность полирующего абразива.

Верхняя часть разрушенного слоя представляет собой рельефный слой, покрытый выколками и дефектами. Коэффициент заполнения стеклом этого слоя равен приблизительно половине. Поэтому при расчетах длительности

полировки для толщины подлежащего сполировке слоя стекла принимают не величину F_i а некоторую эффективную толщину (формула 7)[9]:

$$\Delta_{\text{пол}} = F_i - 0.5h \quad (7)$$

где h — глубина выколок окончательно отшлифованной поверхности стекла.

2.3 Методика термической и механической обработки стекла

Термическая обработка стеклоизделий проводится с целью повышения их механической прочности. Под термической обработкой стекла понимают нагрев и выдержку при определенной температуре, охлаждение изделий. Различают следующие виды термической обработки: отжиг, закалка, моллирование, кристаллизация. Из общих сведений о напряжениях и деформациях известно, что при механической нагрузке (растяжение, сжатие, изгиб) в твердом теле возникают механические напряжения, которые после снятия нагрузки частично или полностью исчезают. Напряжением называется нагрузка, приходящаяся на единицу площади. Под влиянием напряжений тело испытывает деформацию.

Отжиг и закалка являются важнейшими приемами тепловой обработки стекла. Изделие из стекла, быстро охлажденное от температуры размягчения или от более высокой температуры, будет иметь внутренние напряжения. В процессе быстрого охлаждения наружные слои охлаждаются и быстро твердеют. Охлаждение внутренних слоев и их термическое сжатие происходят уже под твердой поверхностной коркой. Эта корка создает растягивающие усилия во внутренних слоях, а наружные слои в свою очередь приобретают напряжения сжатия. Распределение внутренних напряжений зависит от формы изделия, толщины его стенок, режима охлаждения и химического состава стекла. На рисунке 2 дана схема распределения напряжений в плоском листовом стекле. Здесь наибольшие напряжения сжатия сосредоточены на поверхности. Слои, расположенные на

некоторой глубине от поверхности, имеют меньшие напряжения сжатия, и величина этих напряжений уменьшается по мере погружения внутрь образца.

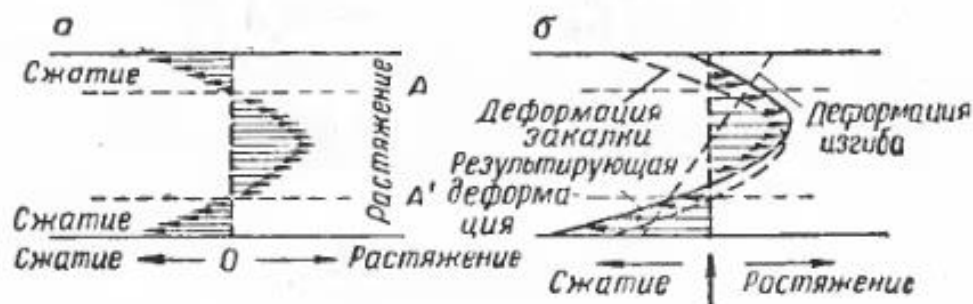


Рис. 2 Схема распределения внутренних напряжений в листовом стекле.

- а) Образец, не испытывающий внешней деформации;
- б) Образец, испытывающий деформацию изгиба

Аналогичные явления наблюдаются при тепловом воздействии на твердое тело. В момент формования изделия температура стекломассы находится в динамике. Причем между наружными и внутренними слоями возникает определенный перепад температур (ΔT), наружные слои, охлаждаясь быстрее, чем внутренние, испытывают сжатие, а внутренние слои – растяжение, создается поле напряжений. В стеклянной пластине или стенке полого изделия распределение температур и напряжений носит параболический характер. Температурный градиент является источником внутренних напряжений, которые возникают в результате воздействия одних частей тела на другие и уравниваются в пределах данного тела.

Отжиг — это процесс медленного охлаждения стекла, нужный для снятия внутренних напряжений в стекле после его создания. Процесс может осуществляться в печи с контролируемой температурой. Стекло, не прошедшее отжиг, трескается или разрушается при небольших изменениях температуры или слабых механических воздействиях. Отжиг стекла имеет большое значение для его долговечности. В не прошедшем отжиг стекле останутся многие тепловые напряжения, вызванные закалкой, что значительно снизит общую прочность стекла.

С увеличением температуры отжига и уменьшением вязкости стекла скорость снятия остаточных напряжений возрастает, однако при значительном повышении температуры может произойти деформация изделий. Отжиг стеклоизделий производят в определенном температурном интервале. Для обычных стекол интервал отжига составляет 400—600°С. Допустимая величина остаточных термоупругих напряжений для каждого вида изделий определяется опытным путем. Для обычных промышленных стекол величина остаточных растягивающих напряжений допускается 3,5 МПа (5% от разрушающей нагрузки)[12].

Отжиг изделий осуществляют по определенному режиму: нагревание остывшего изделия (или охлаждение отформованного изделия) до верхней температуры отжига, выдержка при этой температуре в течение времени, пропорционального квадрату полутолщины изделия, медленное охлаждение до нижней температуры отжига и быстрое охлаждение до температуры 20 — 50°С.

Для механической обработки, а именно шлифовки уже готовых отформованных изделий после всех стадий термообработки, применялся связанный абразив с номиналом шлифа Р500 с последующим переходом к абразиву с меньшим размером зерен Р800, Р1000, Р2000 и в качестве чистовой обработки Р4000. Шлифование производилось на станке со скоростью вращения 500 оборотов в минуту. Использование станка обеспечивает равномерность снятия поверхностного слоя стекла.

2.4 Методика оценки дефектности стекла

К порокам листового стекла относят любое несоответствие химического состава, инородные включения, а также механические повреждения (царапина, пузырь, камень и др.).

В настоящее время контроль пороков листового стекла проводится органолептическим методом в проходящем свете при рассеянном дневном освещении или подобном ему искусственном. Освещенность поверхности листа стекла должна быть не менее 300 люксов [18]. Определение класса порока и оценка его линейных размеров осуществляется визуально человеком. На основании произведенной оценки в соответствии с ГОСТ 111-2001 [18] принимается решение об отнесении объекта контроля к браку.

Видимость объекта контроля (степень различимости пороков стекла при их наблюдении) зависит от продолжительности просматривания, контраста, яркости, цвета, угловых размеров объекта, резкости контуров и условий освещенности. Каждое свойство имеет абсолютный порог видимости, ниже которого дефект не может быть виден, сколь бы благоприятными не были условия наблюдения с точки зрения других факторов. Человеческий глаз при слишком малой яркости или очень малом контрасте не может различить объект контроля даже при продолжительном рассматривании.

В реальных производственных условиях контроля стекла и изделий из стекол пороговое значение чувствительности выше и составляет около 0,05 (5 %), что объясняется малой яркостью дефектов, их небольшими угловыми размерами и другими факторами [19].

Видимость объекта контроля (степень различимости пороков стекла при их наблюдении) зависит от продолжительности просматривания,

Согласно ГОСТ 111-2001 [18], количество дефектов оценивается специальной методикой и нормируется в зависимости от марки стекла. По

видам и количеству допускаемых пороков стекло должно соответствовать нормам, приведенным в ГОСТ 111-2001 (таблица 5) [18].

Таблица 5

Нормирование количества дефектов в стекле

Марка стекла	Общее количество допускаемых пороков размером более 0,5 мм на один лист стекла площадью, м ²					Размеры пороков, мм, не более	
	до 1	свыше 1 до 5	свыше 5 до 10	свыше 10 до 15	свыше 15	локальные	линейные
M0	0	0	1	2	3	2	5
M1	1	2	3	4	5	2	10
M2	1	2	4	6	7	3	20
M3	1	3	5	8	12	3	30
M4	1	4	6	10	15	3	30
M5	2	6	10	15	20	3	50
M6	2	8	15	20	30	3	100
M7	Не нормируется					Не нормируется	

Для проведения исследований разработана лабораторная установка детектирования пороков стекла (рисунок 3). Работа устройства осуществляется следующим образом. Объект контроля 2 с дефектом закрепляется в держателе. Держатель устанавливается между светильником 1 и белым экраном 3. Свет из светильника 1 проходит через стекло 2 и на белом экране 3 будут заметны затемнения и искажения, источником которых являются дефекты в стекле. Контроль осуществляется в затемненном помещении.

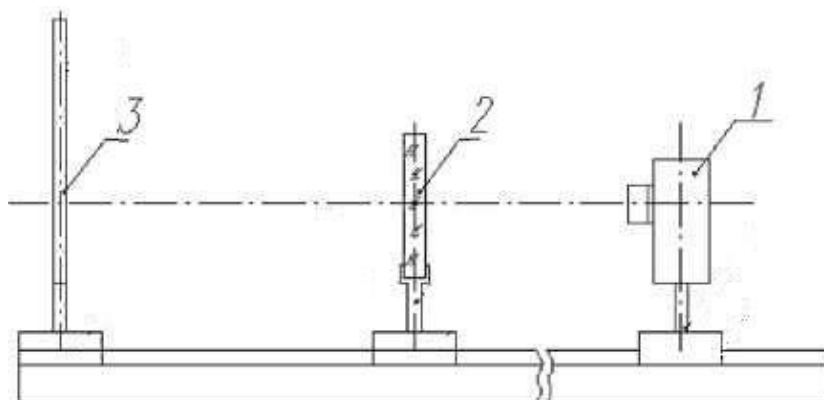


Рис. 3 Принципиальная схема лабораторной установки детектирования пороков стекла

Для получения высококонтрастного изображения необходима правильно подобранная система освещения образцов контроля. В предложенной схеме освещение экрана имеет равномерный характер и дает значение освещенности поверхности контролируемого объекта

Объект контроля имеет равномерную освещенность. Пороки листового стекла четко различимы и поддаются визуальному распознаванию. Пример обнаруженных дефектов в стекле приведен на рисунке 4. В дальнейшем количество дефектов подсчитывается и производится вычисление отношения бездефектной площади образца к поврежденной. Размер порока в миллиметрах вычисляется с учетом расстояния, на котором находится объект контроля от наблюдателя.

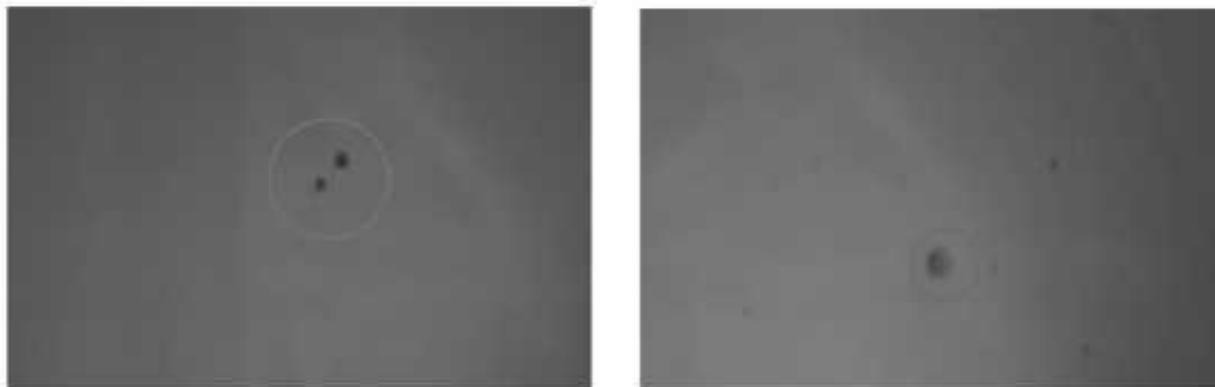


Рис. 4 – Дефект стекла и его проекция в виде затемнения на экране

2.4 Оборудование

В ходе выполнения квалификационной работы использовалось следующее оборудование:

- Микроскоп Метам-ЛВ-31 предназначены для исследования микроструктуры металлов, сплавов и других объектов в отраженном свете в светлом поле при прямом и косом освещении (рисунок 5).



Рис. 5 Микроскоп Метам-ЛВ-31

- Печь муфельная Nabertherm L5/12/B170 с максимальной температурой нагрева 1200°C (рисунок 6). Печь имеет интегрированный контроллер B170 с возможностью контроля температуры нагрева и выдержки;



Рис. 6 Nabertherm L5/12/B170

- Печь модульная горизонтальная трехзонная Carbolite GHS 12/600 с максимальной температурой нагрева 1200°C (рисунок 7). Печь имеет интегрированный программируемый контроллер 3508 P1, благодаря которому возможно программирование режима нагрева, выдержки и охлаждения;



Рис. 7 Carbolite GHS 12/600

- Двухколонная испытательная машина Instron 3369 с максимальным усилием 50кН на растяжение/сжатие и вертикальным испытательным пространством 1193 мм (рисунок 8). К данной машине имеется устанавливаемое на компьютер программное обеспечение «Bluehill», благодаря которому имеется возможность тонкого контроля и настройки испытательной машины, получения и анализа данных.



Рис. 8 Instron 3369

- Ультразвуковая ванна МЕГЕОН 76010 – это агрегат для очистки небольших по размеру деталей, а также изделий ювелирной отрасли (рисунок 9). Устройство позволяет качественно производить очистку деталей, при этом не деформируя и не повреждая их.



Рис. 9 Ультразвуковая ванна МЕГЕОН 76010

- Оптическая лабораторная установка для детектирования дефектов в стекле. Ее принципиальная схема предоставлена на рисунке 3.

2.5 Материалы

Для экспериментов использовались следующие материалы:

- стекло листовое марки М2 для остекления светопрозрачных строительных конструкций, транспорта, мебели. ГОСТ 111-2001 «Стекло листовое. Технические условия» [18];
- сталь марки 20Х13, ГОСТ 7417-75 «Сталь калиброванная круглая. Сортамент»[20];
- сталь марки СТ20, ГОСТ 1050-88 «Прокат сортовой, калиброванный, со специальной отделкой поверхности из углеродистой качественной конструкционной стали. Общие технические условия» [21];

- сталь марки 08X18H10T, ГОСТ 5949-75 «Сталь сортовая и калиброванная коррозионностойкая, жаростойкая и жаропрочная. Технические условия»[22];
- сталь марки 40X13, ГОСТ 7417-75 «Сталь калиброванная круглая. Сортамент»[20].

Из сталей вышеуказанных марок были изготовлены оправки, размеры которой соответствуют эталонному образцу окна высокого давления (рисунок 10, Приложение 1).



Рис. 10 Эталонный образец окна высокого давления

Эталонная оправка выполнена из низкоуглеродистой нелегированной стали. Поверхность покрыта слоем сплава олова и никеля. Сплав данного типа обладает исключительно высокой коррозионной стойкостью и высокой твердостью, при этом оставаясь пластичным. Главная особенность данного покрытия - высокая устойчивость в концентрированной азотной кислоте. При этом покрытие хорошо выдерживает воздействие серной и соляной кислоты, хлористого натрия, рабочую температуру до +350°C и до 100% влажности. Покрытие было нанесено гальваническим способом. Оправка выдерживает рабочее давление 100 атмосфер при рабочей температуре 200°C.

2.6 Техника безопасности

При производстве окон высокого давления используется оборудование и вещества, способные нанести вред здоровью человека, а также являться угрозой для жизни. Поэтому при выполнении любых технологических операций необходимо соблюдать технику безопасности. Общие требования по безопасности представлены в ГОСТ 12.2.003-91 «Оборудование производственное. Общие требования безопасности» [23]. Перед выполнением работ на любом оборудовании сотрудник обязан ознакомиться с общими правилами техники безопасности, указанными в ГОСТ 12.2.003-91 [23] и ГОСТ 12.0.004-90 [24].

Рабочее место у токарного станка – это место с повышенной опасностью. Вращающиеся с огромной скоростью заготовки и части машины, отлетающая стружка, напряжение 380В представляют угрозу жизни и здоровью человека. Необходимо поддерживать в чистоте и порядке оборудование, рабочие инструменты, а также спецодежду. К работе допускаются только сотрудники, прошедшие инструктаж по технике безопасности и обладающие необходимыми знаниями для работы за станком. [25].

При работе с химическими реактивами необходимо ознакомиться с методическими рекомендациями по технике безопасности при работе в аналитических лабораториях. [26]. Также необходимые требования к безопасности приведены в ГОСТ 12.1.007-76. [27].

Электрические печи являются в первую очередь устройствами, работающими под тем или иным напряжением, иногда очень высоким (ЭЛП). Поэтому во всех случаях при эксплуатации этих печей следует соблюдать общие правила работы с электрическими установками, а также систематически проверять исправность линий снабжения печей электроэнергией, особенно на участках между трансформаторами и печами, исправность электрической изоляции, заземление кожухов печей и наличие

ограждений у незащищенных участков токопроводов. Работа с печами также сопряжена с риском получения термических ожогов, поэтому необходимо избегать прикосновений к любым нагретым поверхностям печи. При работе необходимо использовать спецодежду.

3 РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Образцы из стали и стекла подвергались предварительной обработке от загрязнений с последующей термической обработкой. Целью данного исследования было получить образец с максимально приближенными к эталону характеристиками по прочности на сжатие, устойчивости к воздействию давлением и прозрачности. Оправка обязана выдерживать рабочее давление 100 атмосфер давления в условиях квазиизостатического давления.

Для материала оправки были выбраны стали СТ20, 20Х13, 40Х13 и 08Х18Н10Т, так как они обладают необходимой жаростойкостью при температуре около 1000°С в технической атмосфере, при этом их коэффициент термического расширения максимально близок к значениям выбранного стекла.

Стекланные изделия вырезались из листов стекла 250×250мм при помощи корончатого сверла (кольцевой фрезы) с алмазным напылением. Диаметр изделия - 17,8 мм, высота, 6,5 мм. После вырезания изделия тщательно промывались в дистиллированной воде и в спиртовом растворе, затем проводилась очистка в ультразвуковой ванне. При наличии трещин, крупных сколов или иных механических повреждений изделие отбраковывается.

Оправки изготавливались из сталей вышеуказанных марок согласно размерам эталонной оправки. После изготовления они также тщательно промывались в дистиллированной воде и в спиртовом растворе, а затем были очищены в ультразвуковой ванне.

Плавка стекла в формах сопряжена с некоторыми техническими сложностями, выявленными при проведении исследования. Непосредственно на качество готовых изделий влияют следующие факторы:

- режим нагрева и охлаждения;

- среда плавления;
- материал подкладки.

Режим плавления был определен следующий: стеклянное изделие в оправке нагревается в печи до требуемой температуры плавления (свыше 900°C), выдерживается в течение 30 минут, охлаждается до 700°C с последующим медленным охлаждением в течение четырех часов, а затем медленно охлаждается с печью (рисунок 11) [9]. Данный режим обеспечивает достаточное расплавление стекла и его равномерное растекание в стальной оправке на первом этапе при повышенной температуре (около 1000°C), а медленное охлаждение с 700°C до 400°C устраняет образуемые термическим сжатием внутренние напряжения в стекле [4]. При несоблюдении режима наблюдались различные дефекты, которые негативно сказываются на внешнем виде готового изделия. Необходимая температура плавления обеспечивает равномерность растекания стекла в оправке для создания плотного и герметичного соединения; при недостаточно высокой температуре стекло некачественно прилегает к оправке.

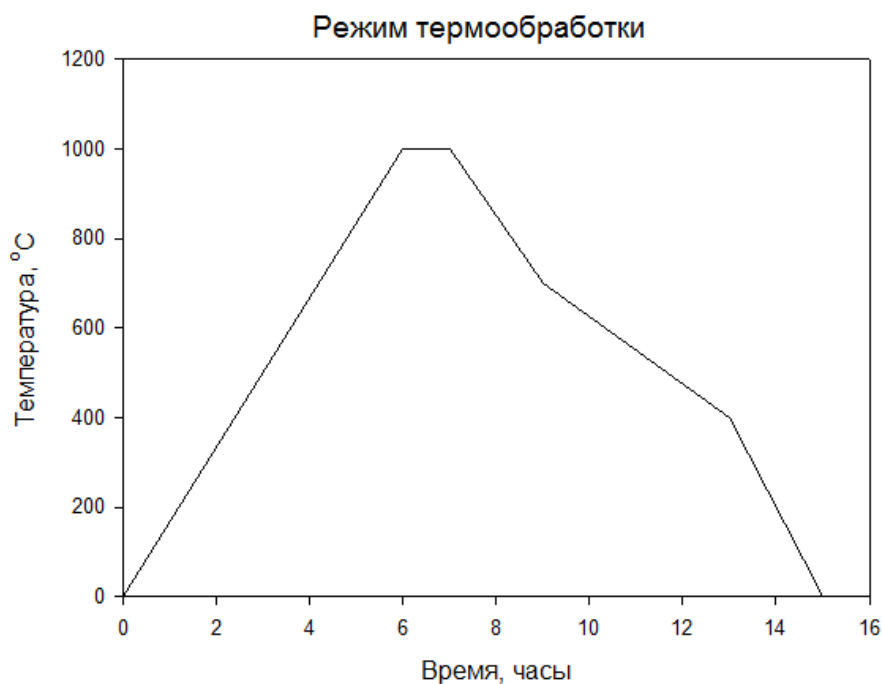


Рис. 11 Режим термообработки

Среда плавления влияет на степень окисления оправки металла, на количество дефектов внутри стекла и качество адгезии стекла к оправке. В исследовании были использованы следующие среды: атмосфера, вакуум, инертный газ (аргон). Плавка на воздухе приводит к выгоранию поверхности стали (СТ20; рисунок 12, А); в вакууме – к росту пузырьков воздуха на стыке сред «сталь-стекло» (сталь 20Х13; рисунок 12, Б). Лучшие результаты были получены при плавлении изделий в среде инертного газа – аргона, так как оправки по минимуму подвержены окислению, а дефекты в стекле не образуются (сталь 08Х18Н10Т; рисунок 12, В). Качество поверхности и количество дефектов поверхности в процентах от общей площади стекла после выполнения каждой плавки было проанализировано и приведено на графике (рисунок 13). Также хорошо зарекомендовала себя бескислородная среда – в ней происходит минимальное выгорание поверхности.

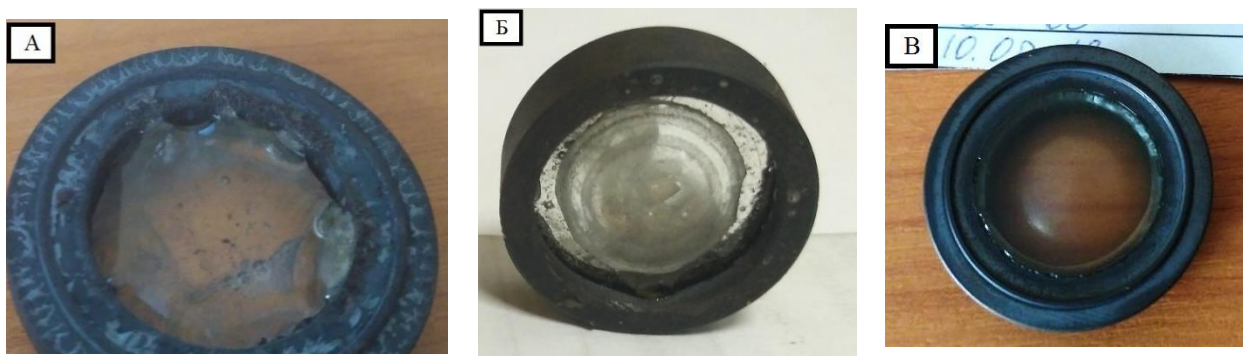


Рис. 12 Типовые дефекты в образцах:

- А) Дефект – обгорание оправки;
- Б) Дефект – образование пузырьков воздуха;
- В) Образец без критических дефектов

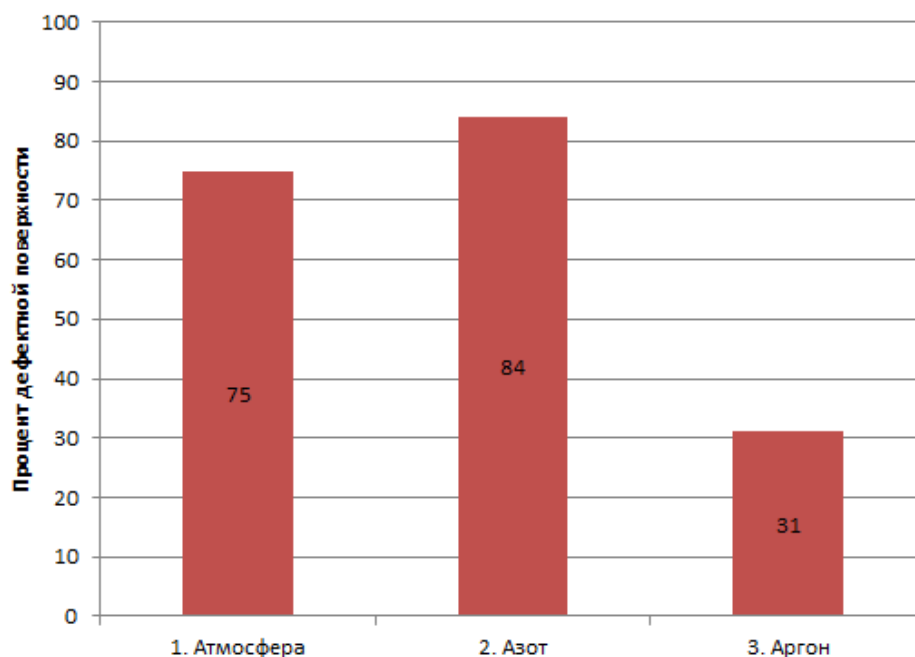


Рис. 13 Количество дефектов в зависимости от среды плавления, в процентах от общей площади стекла

Так как стали СТ20 и 08Х18Н10Т обладают высоким уровнем адгезии стекла к стали, принято решение в дальнейших исследованиях использовать именно эти марки сталей.

Материал подкладки оказывает значительное влияние на локальную скорость охлаждения образца. Изначально использовались подкладки из нержавеющей стали 20Х13 и 08Х18Н10Т, однако стекло при остывании скалывалось в месте контакта с подкладкой (рисунок 14, А). Было принято решение заменить сталь графитом. Такая замена была мотивирована тем, что:

1. Графит имеет высокую теплоемкость и более высокую теплопроводность, чем сталь;
2. Углеродная среда является восстановительной, а соединение углерода с кислородом образует летучее соединение. Это приводит к тому, что расплавленное стекло к графиту не прилипает, в результате чего не образуются напряжения, которые были зафиксированы при использовании металлической подложки.



а



б

Рис. 14 Дефектный и бездефектный образец:

А) Образец со сколом на дне от неравномерного охлаждения;

Б) Образец без критических дефектов

Поверхность графита шлифовалась и полировалась с помощью шлифовальной бумаги. Качество поверхности и количество дефектов поверхности в процентах от общей площади стекла после выполнения каждой плавки было проанализировано и приведено на графике (рисунок 15). В дальнейшем графитовая подкладка была выполнена непосредственно в тигле (рисунок 16).

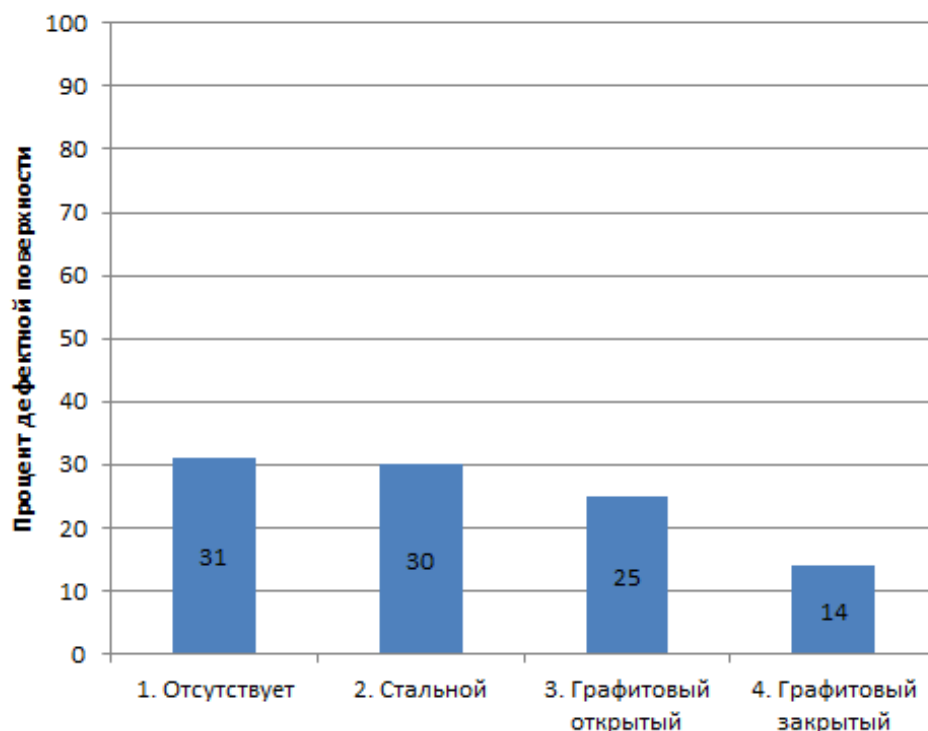


Рис. 15 Количество дефектов в зависимости от типа используемого тигля, в процентах от общей площади стекла



Рис. 16 Многоразовый графитовый тигель с крышкой и отполированной поверхностью под оправки

Так как печь нагревается и остывает неравномерно, в ней присутствует градиент температур. Этого градиента достаточно для неравномерного остывания оправок и образования дефектов в виде сколов и микротрещин в стекле. Закрытый графитовый тигель устраняет влияние градиента

температур, а также позволяет производить плавление изделий даже в воздушной (не инертной) среде с минимальным окислением, так как минимизируется приток кислорода к заготовке (рисунок 16; Приложение, Приложение 2, Приложение 3).

Однако при чрезмерно высокой температуре сталь оправки может вступить в реакцию с графитовой подкладкой. При переходе стекла в жидкое состояние его окончательная форма зависит от рельефа стенок оправки и графита, находящегося непосредственно на графитовой подкладке. Поэтому для высокого качества поверхности выполнялась предварительная полировка поверхности графита. Полировка устраняет рельеф, присутствующий после изготовления графитового тигля. Качество поверхности и количество дефектов поверхности в процентах от общей площади стекла после выполнения каждой плавки было проанализировано и приведено на графике (рисунок 17).

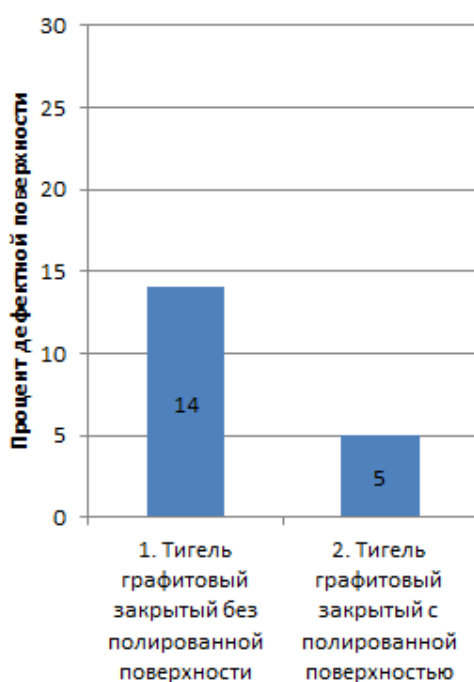


Рис. 17 Количество дефектов на поверхности стекла в зависимости от качества полировки поверхности используемого тигля, в процентах от общей площади стекла

Помимо термической обработки применяется и постобработка: очистка оправок от графитовой пыли, промывка в спиртовом растворе, шлифовка/полировка, а также травление во фтороводородном растворе.

В данном случае для шлифовки изделий применялся связанный абразив с номиналом шлифа P500 с последующим переходом к абразиву с меньшим размером зерен P800, P1000, P2000 и в качестве чистовой обработки P4000. Для полировки изделий применялась полировальная паста, состоящая из оксида хрома (паста ГОИ) и войлочного полировальника.

Травление осуществлялось в ванне с фтороводородным раствором с последующей тщательной промывкой в дистиллированной воде. В результате достигается высокая чистота поверхности образца, а в совокупности с операциями шлифовки и полировки достигается минимальное количество дефектов на поверхности и снижение количества концентраторов напряжения.

В качестве испытания на соответствие максимальному давлению было проведено испытание на двухколонной испытательной машине Instron 3369. К образцам прикладывалось давление 20 МПа (1 МПа \approx 10 атмосфер) с целью выдавливания стекла из оправки. Скорость движения траверсы машины равна 0,1 мм/мин. Данная скорость обеспечивает плавное и равномерное повышение напряжения.

Поскольку стекла склонны к образованию трещин при точечных нагрузках, между пуансоном и стеклом размещалась фторопластовая прокладка толщиной 5 миллиметров. Поскольку фторопласт легко деформируется под давлением (расплавляется), то можно считать, что испытания проводились в условиях квазиизостатического давления, что максимально приближено к условиям работы эталонного окна.

Диаграмма с графиками сжатия с использованием различных режимов термообработки, сред и подкладок, а также сравнение с эталоном приведены на рисунках 18 – 22.

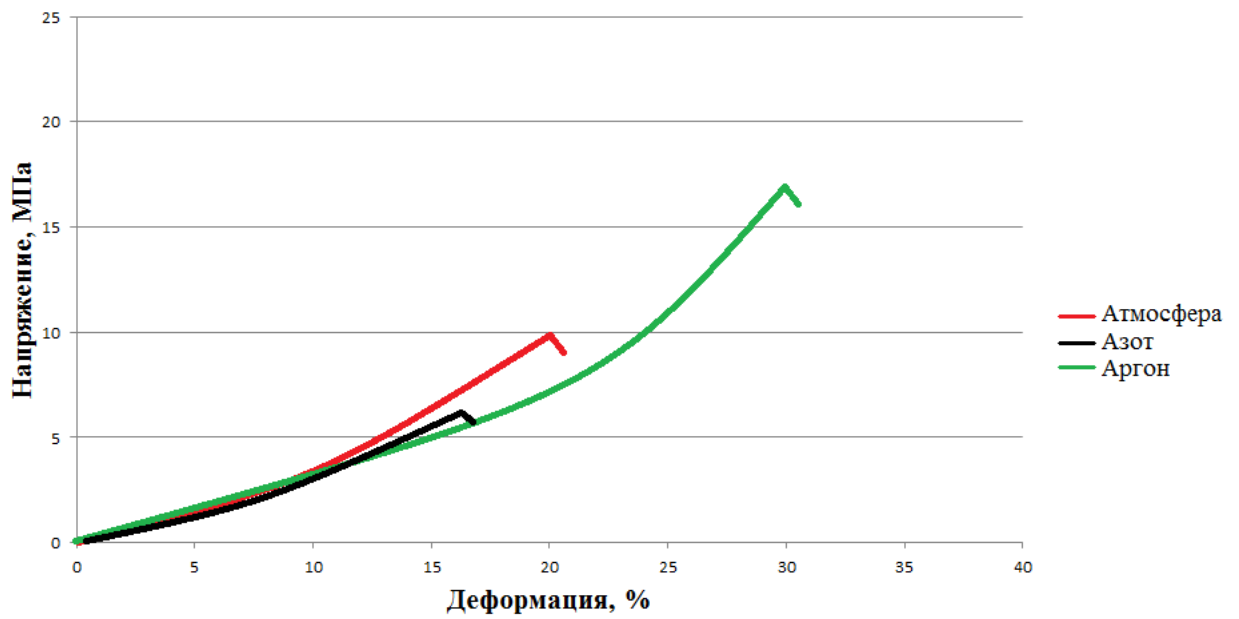


Рис. 18 Диаграмма сжатия образцов, изготовленных в различных средах:

- 1) Атмосфера;
- 2) Азотная среда;
- 3) Аргоновая среда

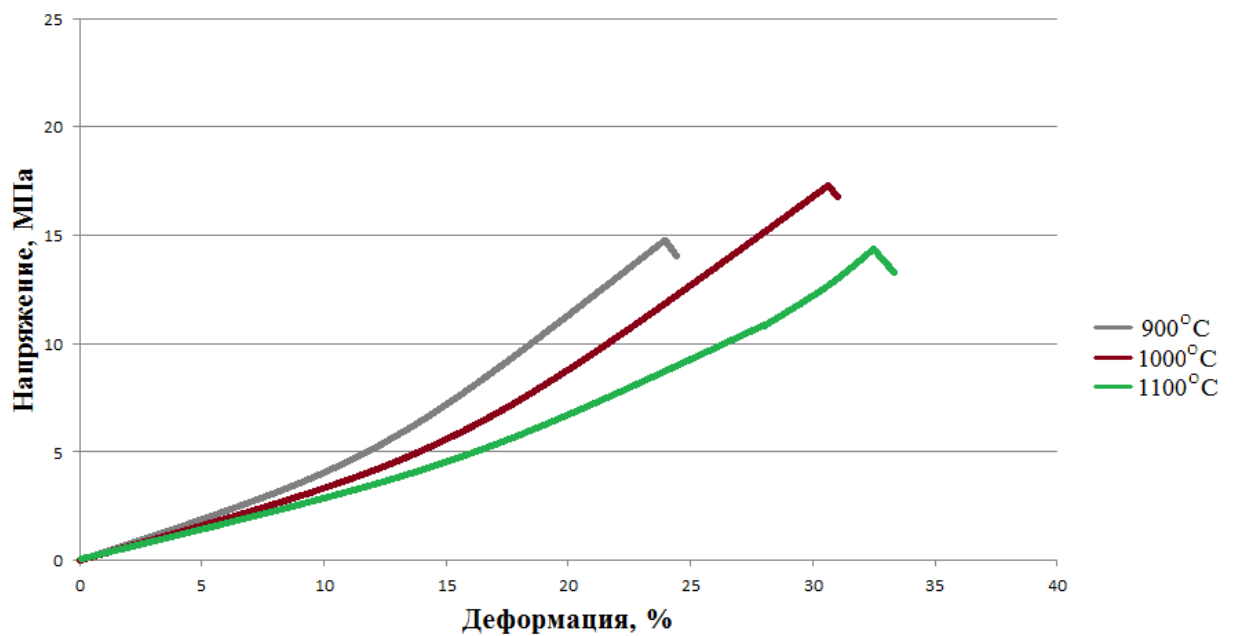


Рис. 19 Диаграмма сжатия образцов, изготовленных при различных температурах:

- 1) 900°C; 2) 1000°C; 3) 1100°C

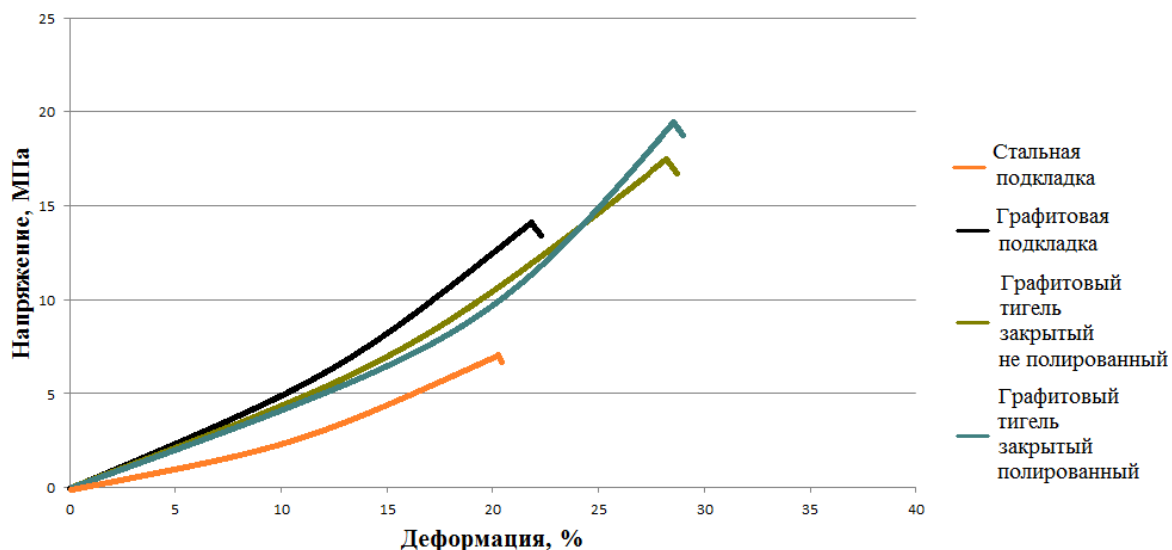


Рис. 20 Диаграмма сжатия образцов, изготовленных на различных подкладках:

- 1) Стальная подкладка; 2) Графитовая прокладка;
- 3) Графитовый тигель закрытый не полированный;
- 4) Графитовый тигель закрытый полированный

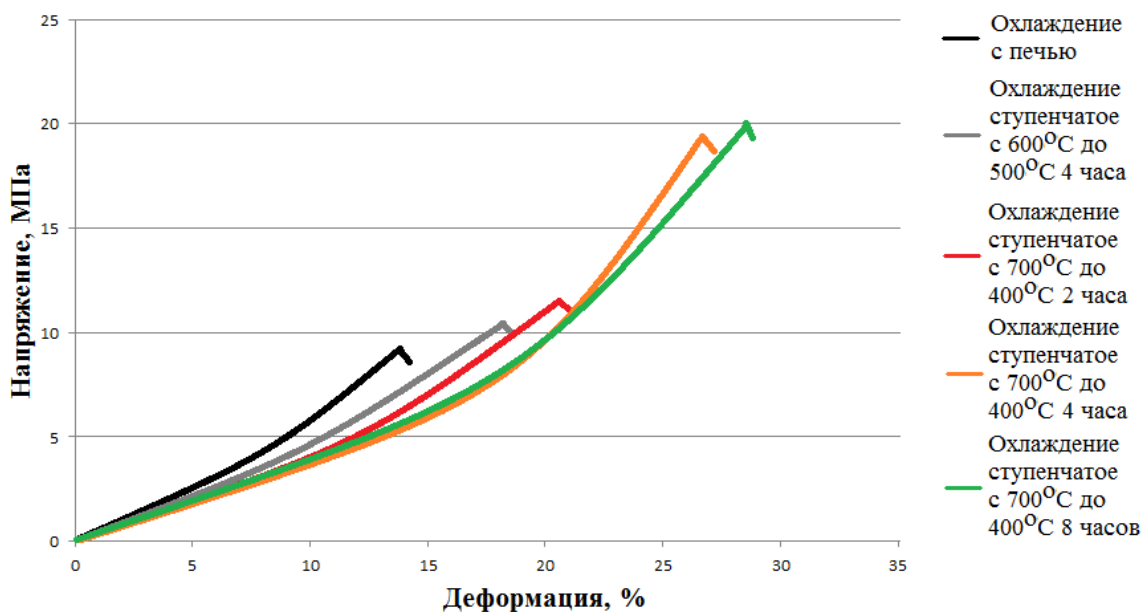


Рис. 21 Диаграмма сжатия образцов, изготовленных при различных режимах охлаждения: 1) Охлаждение с печью; 2) Охлаждение ступенчатое с 600°C до 500°C 4 часа; 3) Охлаждение ступенчатое с 700°C до 400°C 2 часа; 4) Охлаждение ступенчатое с 700°C до 400°C 4 часа; 5) Охлаждение ступенчатое с 700°C до 400°C 8 часов

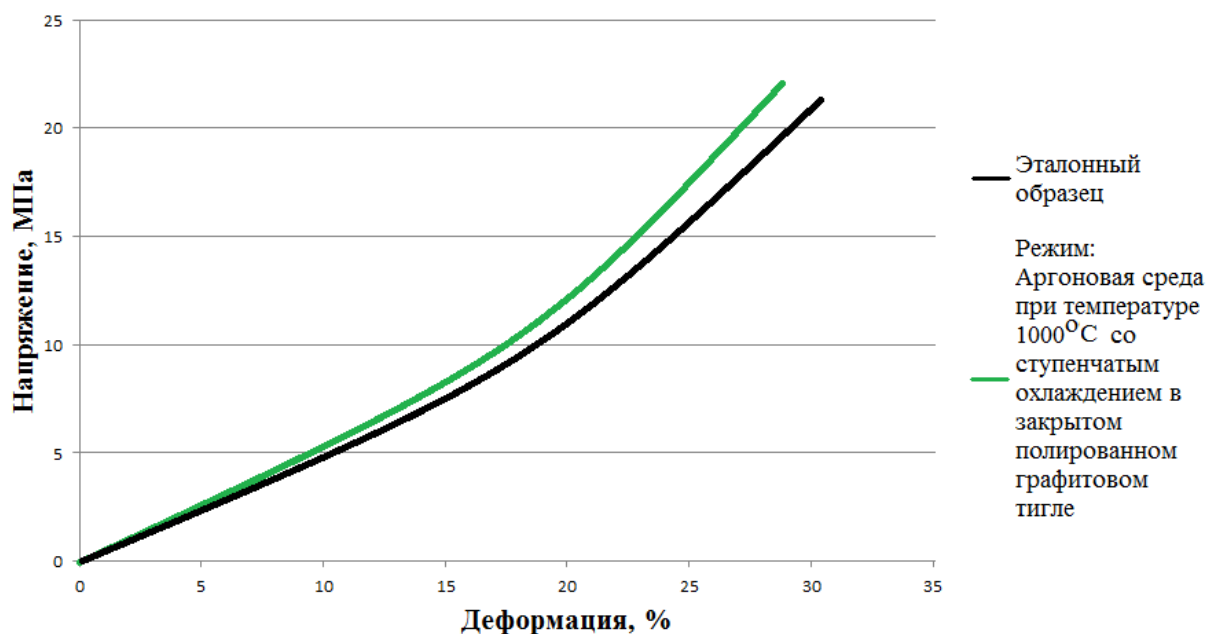


Рис. 22 Диаграмма сжатия эталонного образца (1) и образца, изготовленного при оптимальном режиме (2)

Оправки из сталей СТ20 и 08Х18Н10Т, изготовленных с применением закрытого многоразового полированного графитового тигля со ступенчатым охлаждением в течение 4 часов выдержали приложенное давление 100 атмосфер без критического разрушения стекла. Для оценки прочности готового изделия была приложена удвоенная нагрузка – 200 атмосфер.

Была также опробована методика обжата стекла в оправке с использованием структурных превращений. [3]. Оправка из стали 40Х13 закалялась в воду для получения мартенсита. При этом внутренний диаметр обрабатываемого изделия увеличился. Наличие мартенсита в закаленной оправке было подтверждено измерением твердости методом Роквелла, равной 57 НРС. Под диаметр закаленной оправки было изготовлено стеклянный диск с допуском на механическую обработку -0,02мм. Далее оправка с плотно подогнанным стеклянным изделием помещалась в печь, и производился отпуск при температурах 200°С, 400°С и 600°С. Отпуск при 200°С не дал видимых изменений габаритных размеров. При 400°С стекло фиксировалось в стальной оправке за счет перехода мартенсита в ферритную фазу. При этом проведенные механические испытания показали, что

напряжения, необходимые для разрушения системы (5 МПа), недостаточны для эксплуатации данного изделия. Отпуск при 600°C привел к структурным изменениям в оправке, создавая дополнительные напряжения, которые удерживают стекло в оправке.

ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ЦЕЛЕСООБРАЗНОСТЬ

Целью данной работы являлось производство окна высокого давления с характеристиками, соответствующими эталонными, а также себестоимостью ниже, чем цена эталонного окна. Для достижения данной цели были выбраны марки сталей и стекла, которые имеют невысокую стоимость, при этом обладая нужными характеристиками.

Для производства данного изделия было закуплено стекло листовое марки М2 ГОСТ 111-2001 [18] в виде листов 250х250 мм, а также прутки стали марок СТ20 (ГОСТ 1050-88) [21] и 08Х18Н10Т (ГОСТ 5949-75) [22]. Данные материалы обладают достаточно низкой ценой и соответствуют заявленным требованиям. Они являются оптимальным решением для производства окон высокого давления.

Оптовая цена продажи одного эталонного изделия равна 150 рублей.

В стоимость окна высокого давления входит стоимость прутков стали, стекла, механическая обработка, очистка, термическая обработка в инертной газовой среде, а также постобработка. Итоговая стоимость изделия оценена в 100 рублей. Данное изделие соответствует заявленным требованиям и при этом обладает конкурентоспособной стоимостью. Так как имеется спрос на данные изделия, их производство можно оценить как рентабельное.

ВЫВОДЫ

В результате выполнения выпускной квалификационной работы были получены следующие результаты:

- Было обнаружено, что недорогие стали марки 08X18H10T и Ст20 обладают свойствами, необходимыми для изготовления технологических окон высокого давления, а именно: не образуют дефектов в изделии при повышении температуры; обладают достаточной жаростойкостью, при этом их коэффициент термического расширения максимально близок к значениям выбранного стекла;
- Были проведены исследования влияния технологических параметров изготовления оптически прозрачных окон высокого давления на их механические свойства и прозрачность;
- Обнаружено, что отжиги в аргоновой среде приводят к уменьшению количества дефектов, улучшению прозрачности стекол и незначительному окислению оправки;
- Разработана форма замкнутого многоразового графитового тигля, обеспечивающего равномерный нагрев и охлаждение изделий во время термической обработки;
- Отжиги в замкнутом графитовом тигле обеспечивают равномерный нагрев и охлаждение образцов, препятствуют прилипанию стекла к подложке, чем обеспечивают минимальное количество дефектов и удовлетворительное качество поверхности стекла;
- Окончательная полировка поверхности стекол с последующим травлением во фтороводородном растворе обеспечивает низкую шероховатость поверхности и устраняет влияние поверхностных

концентраторов напряжений на общую прочность готового изделия;

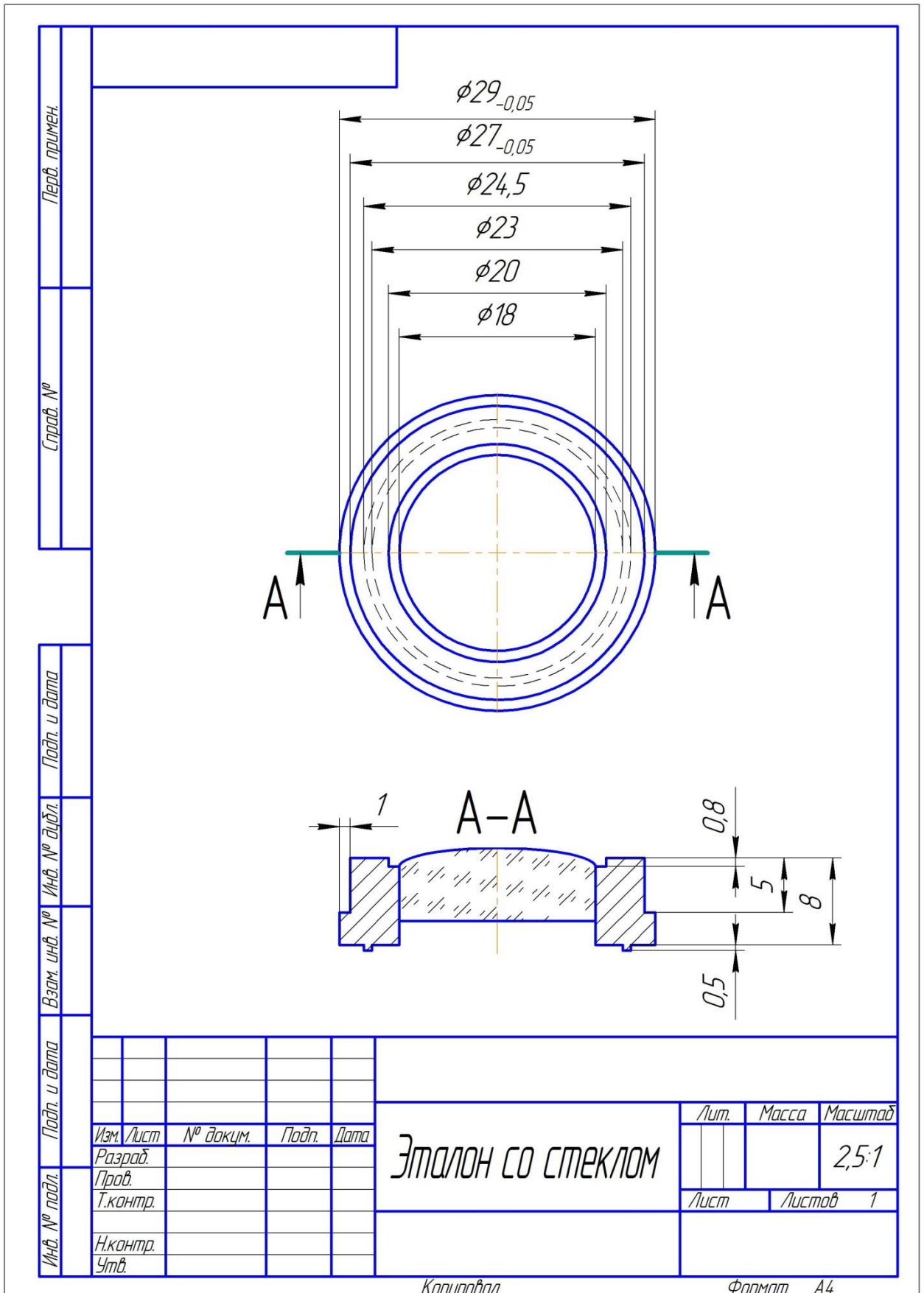
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Новицкий Л.А. Теплофизические свойства материалов при низких температурах / Новицкий Л.А., Кожевников И.Г.— М.: Машиностроение, 1975
2. Тепловое расширение стекла. Мазурин О. В., Тотеш А. С., Стрельцина М. В., Швайко-Швайковская Т. П. 1969. Изд-во «Наука», Л. 1—216
3. Райцес В.Б. Термическая обработка: В помощь рабочему – термисту. М.: Машиностроение, 1980. – 192 с., ил.
4. Н. Н. Качалов, Стекло. Изд. АН СССР, 1959
5. В.Д. Кузнецов. Физика твердого тела. Томск, 1941
6. Христофоров А.И. Расчет физико-химических свойств стекол/ Христофоров А.И., Христофорова И.А. – М.: Владимир, 2004
7. Павлушкин Н.М. Химическая технология стекла и ситаллов. – М.: Стройиздат, 1983
8. И. И. Китайгородский. К вопросу о классификации стекломассы и стеклянных изделий. Изд. МХТИ им. Д. И. Менделеева, 1938
9. Технология стекла. Китайгородский И.И., Качалов Н.Н., Варгин В.В. 1961. Изд-во «Москва», - 621с.
- 10.А. Александров, С.Н. Журков, Явление хрупкого разрыва. Гостехтеориздат, М., 1933
- 11.А.М.Бутаев. Прочность стекла. Ионообменное упрочнение, Махачкала, 1997
- 12.Л.А. Шрейнер, Твердость хрупких тел. Изд. АН СССР, 1949
- 13.Основы процессов шлифовки и полировки стекла / Н. Н. Качалов, чл. кор. Акад. наук СССР ; Акад. наук СССР. - Москва ; Ленинград : Изд-во Акад. наук СССР, 1946 (Л. : тип. "Печатный двор"). - 275 с. :
- 14.ГОСТ Р 52381-2005. Материалы абразивные. Зернистость и зерновой состав шлифовальных порошков. Контроль зернистого состава. Дата введения 01.07.2006. М.: Стандартинформ, 2005

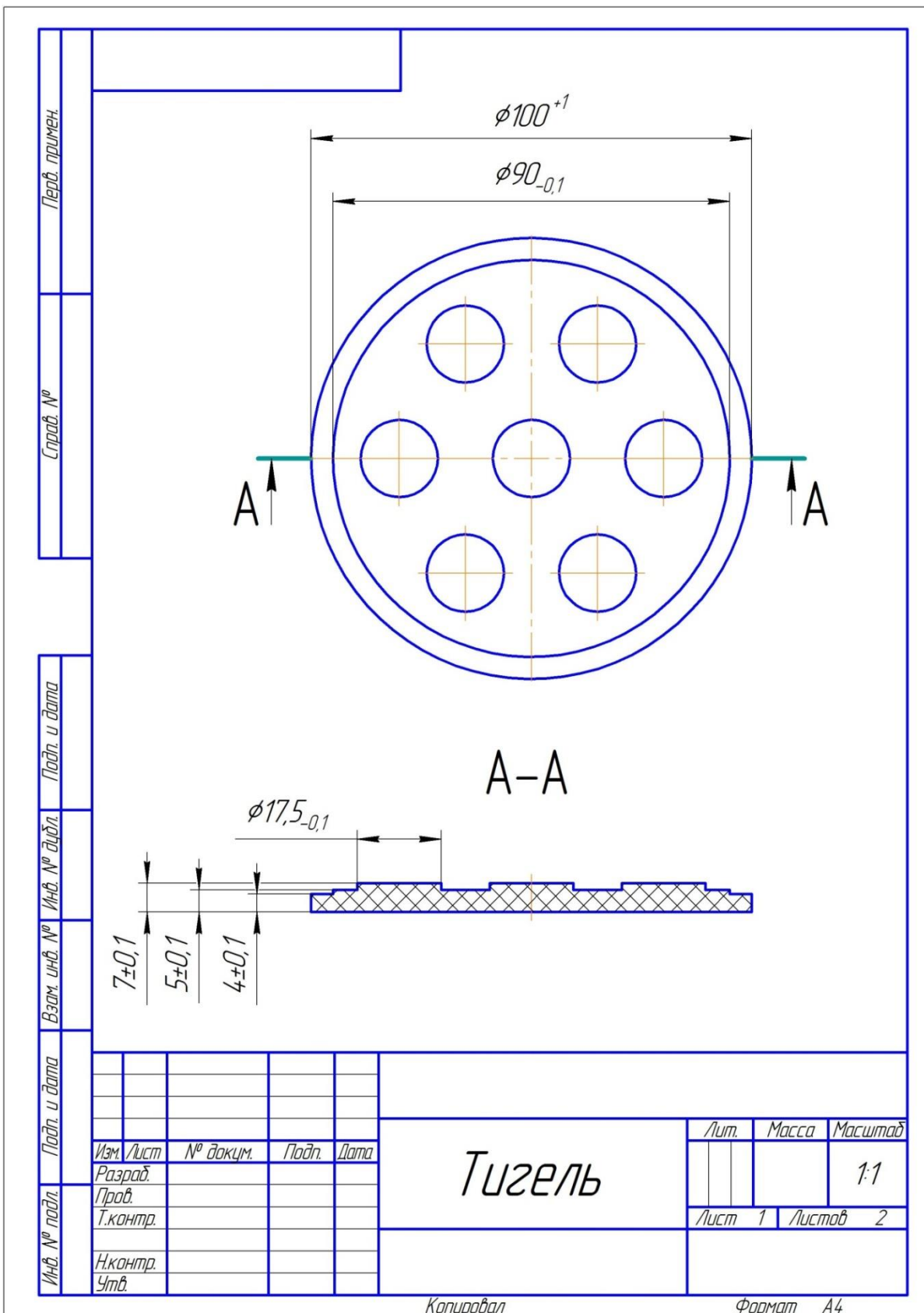
15. Гребенщиков И. В., Власов А. Г., Непорент Б. С, Суйковская Н. В. Просветление оптики. Уменьшение отражения света поверхностью стекла / Под ред. акад. И. В. Гребенщикова М.-Л.: ОГИЗ. 1946. 212 с.
16. Сварка и свариваемые материалы. Волченко В.Н., Макаров Э.Л., Шип В.В. 1991. Изд-во «Металлургия», — 610с.
17. Спаи металла со стеклом / М.Л.Любимов ; Ред.: Н.Д.Девятков . – М.; . : Госэнергоиздат, 1957 . – 206 с. : ил. - Библиогр.: с.205-206 .
18. ГОСТ 111-2001. Стекло листовое. Технические условия. Дата введения 01.01.2003 взамен ГОСТ 111-90 (СТ СЭВ 5447-85). М.: Госстрой России
19. ГОСТ 30698-2000 Стекло закаленное строительное. Технические условия. Дата введения 01.07.2001. М.: Госстрой России, ГУП ЦПП, 2001.
20. ГОСТ 7417-75. Сталь калиброванная круглая. Сортамент. Дата введения 01.01.76. Переиздание (декабрь 1990 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1986 г. и марте 1989 г. (ИУС 4-87, 5-89)
21. ГОСТ 1050-88. Прокат сортовой, калиброванный, со специальной отделкой поверхности из углеродистой качественной конструкционной стали. Общие технические условия. Дата введения 01.01.1991. М.: Стандартинформ, 2008.
22. ГОСТ 5949-75. Сталь сортовая и калиброванная коррозионностойкая, жаростойкая и жаропрочная. Технические условия. Дата введения 01.01.1977. М.: ИПК Издательство стандартов, 2004.
23. ГОСТ 12.2.003-91. Оборудование производственное. Общие требования безопасности. Дата введения 01.01.92. Москва, 1991
24. ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Организация обучения безопасности труда. Общие положения. Дата введения 01.07.1991. М.: Стандартинформ, 2010
25. Шамов Б.П. Техника безопасности при работе на токарных станках. Ленинградская кинолаборатория, 1964

26. ПНД Ф 12.13.1-03. Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения). Москва 2003 г.
27. ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда (ССБТ). Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности. Дата введения 01.01.1977. М.: Стандартинформ, 2007

Размеры эталонной оправки



Тигель графитовый закрытый многоразовый, нижняя часть



Тигель графитовый закрытый многоразовый, верхняя часть

