

УДК 666.968.13

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ФАКТОРОВ НА КАЧЕСТВО СОЕДИНЕНИЯ КЕРАМИКИ И МЕТАЛЛА ГЕРМЕТИКАМИ ВИКСИНТ У-2-28(НТ) И ВИКСИНТ У-1-18(НТ)

Работа относится к исследованиям в области соединения металла с керамическими материалами. Проведен анализ влияния вида керамики, наличия подслоев и температурной обработки на качество клеевого соединения.

Ключевые слова: соединение, металл, керамика, подслои.

В течение многих лет в ОАО «Технология» используют герметики Висксинт У-2-28(НТ) и Висксинт У-1-18(НТ) в качестве адгезива для соединения разнородных по физико-техническим свойствам материалов. Ранее отмечалось*, что в качестве показателя качества соединения керамических оболочек с металлическим шпангоутом условно выбран предел прочности при сдвиге ($\sigma_{сдв}$). В то же время при паспортизации собранных со шпангоутом оболочек посредством склейки и испытании образцов-спутников для подтверждения качества склейки встречаются заниженные результаты прочности клеевого соединения. В связи с этим проводятся многочисленные эксперименты и исследования по влиянию технологических факторов, так или иначе способных влиять на прочность клеевого соединения. При изготовлении образцов для паспортизации используют различные виды керамики в зависимости от материала керамической оболочки, что может оказать влияние на адгезию герметика к подложке. Применение герметиков в качестве адгезива связано с использованием различных видов подслоев, возможного температурного воздействия в зависимости от технологических особенностей производства конкретных изделий, и с целым рядом других факторов. В работе приводятся результаты исследований, касающихся возможного влияния трех очередных факторов: вида керамики, наличия подслоев и температурной обработки.

Влияние вида керамики

В настоящий момент в качестве материала оболочек используют литийалюмосиликатную стеклокерамику ОТМ 357 и кварцевую керамику НИАСИТ. Первая — беспористая и поэтому не нуждается в дополнительном покрытии или пропитке для герметизации. Вторая — пористая, и, как правило, для закрытия пор и увеличения

* Суздальцев, Е. И. Влияние толщины клеевого шва и шероховатости металлической подложки на прочностные свойства клеевого соединения металл – керамика / Е. И. Суздальцев, Е. В. Миронова, П. Ю. Якушкин [и др.] // Все материалы : энциклопедический справочник. — М. : ООО «Наука и технологии», 2013. — № 8. — С. 50–58.

прочности ее пропитывают кремнийорганической смолой МФСС-8 (метилфенилспироксаном) или ТМФТ (тетраakis-метилфенилсилоксангидрокси-титаном) с последующей термообработкой для полимеризации при 250–300 °С. По действующей технологии пропитанные керамические призмы перед сборкой зачищают до удаления глянца, образцы из стеклокерамики дополнительной обработке не подвергают.

По рис. 1, а–в различий в характере разрушения образцов с использованием той или другой керамики не обнаруживается. Во всех случаях при 20 °С разрыв происходит по герметику, т. е. при использовании герметика Висксинт У-2-28(НТ) влияние вида керамики на адгезию не проявляется. Более того, в некоторых случаях необходимо выполнять сборку образцов из керамики НИАСИТ без пропитки (рис. 1, з), т. е. с пористостью от 7 до 11 %, но на значениях прочности клеевого соединения и характере разрушения сборок это не сказывается.

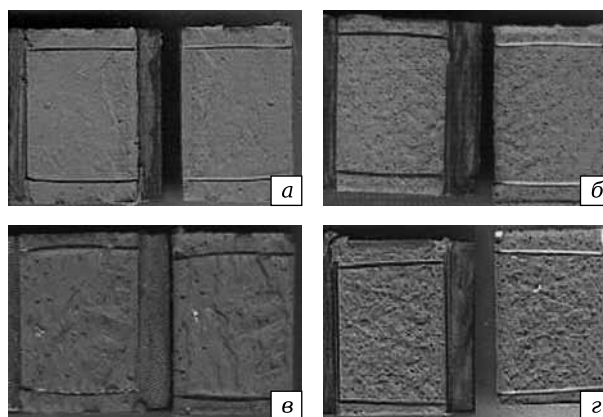


Рис. 1. Поверхности разрушения образцов металл – керамика, склеенных герметиком Висксинт У-2-28(НТ), после испытаний (слева — металлическая пластина, справа — керамический образец): а — металл со стеклокерамикой; б — металл с кварцевой керамикой НИАСИТ, пропитанной МФСС-8; в — металл с керамикой НИАСИТ, пропитанной ТМФТ; з — металл с керамикой НИАСИТ без пропитки

Между тем в редких случаях при испытании образцов происходит отслоения герметика от керамической поверхности независимо от ее вида. Предполагалось, что это происходит из-за недостаточной механической обработки пропитанных образцов перед сборкой. Однако эксперимент с различной степенью зачистки не подтвердил этого. Независимо от того, была проведена обработка образцов шлифовальной шкуркой или нет, в ходе эксперимента характер разрушения оказался когезионным.

Во всех рассмотренных случаях уровень значений прочности клеевых соединений оказался достаточно высоким и составил 2,5–3,5 МПа. Таким образом, любой рассмотренный тип керамики можно надежно соединить с металлической подложкой посредством герметика Виксинт У-2-28 (НТ).

Влияние наличия подслоев

Принято считать, что кремнийорганические клеи и герметики имеют низкую адгезию к подложкам, ввиду чего необходимо введение различных полярных модификаторов или использование специальных праймеров — подслоев, которые можно разделить на две основные группы: горячей и холодной сушки. Согласно техническим условиям на герметики Виксинт У-1-18(НТ) и Виксинт У-2-28(НТ) для обеспечения надежного адгезионного контакта рекомендуется использовать их вместе с подслоями холодной сушки П-9 и П-11, что в условиях производства изделий очень удобно.

В связи с этим на снижение $\sigma_{сдв}$ клеевого соединения, которое связано с частичным отрывом герметика от поверхности металла или керамики, может оказать влияние качество нанесения подслоев. Для установления этого влияния и уточнения, какой из подслоев — П-9 или П-11 играет решающую роль в адгезии, был проведен эксперимент без нанесения обоих подслоев и без нанесения одного из них на поверхность керамики и металла. При этом в сборке применяли герметик У-2-28(НТ). Главным критерием оценки влияния наличия подслоев на адгезию в рамках этого эксперимента был принят характер разрушения образцов при испытаниях, представленный как отношение части площади адгезионного отрыва от металла к части площади адгезионного отрыва от керамики (табл. 1, 2).

В отсутствие подслоя П-11 на керамических призмах при 20 °С на незначительной части образцов обнаружился адгезионный отрыв (5 % площади поверхности склейки); при 150 и 300 °С на всех испытанных образцах наблюдался когезионный разрыв, а при 400 °С на 60 % образцов из общего количества произошло отслоение герметика по керамике на площади от 20 до 70 %. Таким образом, установлено, что нанесение на керамику подслоя П-9 без П-11 ведет к снижению адгезии, что незначительно проявляется при 20 °С и более выражено при 400 °С.

При нанесении на керамику только подслоя П-11 испытания образцов при 20 и 300 °С не показали отрицательных эффектов, при 150 °С на незначительной части образцов произошло отслоение от керамики (не более 10 %), а при 400 °С на половине испытанных

Таблица 1. Характер разрушения образцов и прочность клеевого соединения при различной обработке керамической подложки подслоями

Температура испытания, °С	Отношение площадей адгезионного отрыва от металла и керамики	Количество образцов, %	Предел прочности при сдвиге клеевого соединения, МПа
<i>Без П-11</i>			
20	0/5	20	3,6
20	0/0	80	3,6
150	0/0	100	2,2
300	0/0	100	0,8
400	0/20	30	0,4
400	0/70	20	0,4
400	0/40	20	0,4
400	0/0	30	0,4
<i>Без П-9</i>			
20	0/0	100	3,0
150	10/0	20	1,7
150	0/0	80	1,7
300	0/0	100	1,2
400	0/30	20	0,4
400	0/10	30	0,4
400	0/0	50	0,4
<i>Без П-11 и П-9</i>			
20	0/0	100	2,5
150	0/0	100	1,7
300	0/0	100	1,1
400	0/90	20	0,5
400	0/10	20	0,5
400	0/0	60	0,5

образцов обнаружались участки с адгезионным отрывом, площадь которых составила от 10 до 30 %. Следовательно, при нанесении на керамические образцы только подслоя П-11 не приводит к значительному изменению адгезионных свойств склейки при температуре от 20 до 300 °С, но при 400 °С отсутствие подслоя П-11 оказывает неблагоприятное воздействие.

При полном отсутствии праймеров на керамике снижение адгезионной прочности наблюдалось только при 400 °С, участки с отслоением герметика составили от 10 до 90 %. Таким образом, можно однозначно утверждать, что при отсутствии подслоев (одного или двух) на керамической поверхности в диапазоне от 20 до 300 °С адгезия практически не ухудшается.

Рассмотрим ситуацию отсутствия подслоев на металлической поверхности. При нанесении на образцы подслоя П-11 без П-9 оказалось, что на адгезионные свойства это практически не повлияло, лишь при 400 °С на небольшой части образцов произошло отслоение герметика от металла на участке, составляющем 5 % площади склейки.

При нанесении на металлические поверхности только подслоя П-9 без П-11 наблюдали выраженное снижение адгезии на всех образцах из партии, испытанных при 20 °С, обнаружили отслоения, составившие до 50 % от площади склейки. Испытания при более высоких температурах также показали умень-

Таблица 2. Характер разрушения образцов и прочность клеевого соединения при различной обработке металлической подложки подслоями

Температура испытания, °С	Отношение площадей адгезионного отрыва от металла и керамики	Количество образцов, %	Предел прочности при сдвиге клеевого соединения, МПа
<i>Без П-9</i>			
20	0/0	100	3,6
150	0/0	100	2,1
300	0/0	100	1,0
400	5/0	20	0,8
400	0/0	80	0,8
<i>Без П-11</i>			
20	50/0	100	3,3
150	5/0	35	2,2
150	0/0	65	2,2
300	0/0	100	1,2
400	5/0	65	0,8
400	0/0	35	0,8
<i>Без П-9 и П-11</i>			
20	5/0	35	2,8
20	0/0	65	2,8
150	0/0	100	2,1
300	5/0	20	1,0
300	0/0	80	1,0
400	10/0	50	0,5
400	5/0	20	0,5
400	0/0	30	0,5

шение адгезии герметика к металлу, но в гораздо меньшей степени. Так, при 150 °С отслоения были обнаружены на 35 % образцов, а при 400 °С на 65 % образцов, причем площади участков с адгезионным отрывом составили около 5 % от площади склейки.

Установлен факт снижения адгезии при отсутствии подслоев на металлической поверхности при 20, 300 и 400 °С. Таким образом, если при сборке образцов на металлическую поверхность не нанесли подслои П-11 или оба подслоя (П-9 и П-11), то с большой вероятностью адгезионные свойства будут ухудшены, причем негативное влияние отсутствия праймера тем заметнее, чем ниже температура испытания. Очевидно, что подслои П-11 играют несколько большую роль в формировании прочного адгезионного слоя в образце, чем подслои П-9.

В результате эксперимента становится понятно, что при температурах от 20 до 300 °С керамика проявляет низкую чувствительность к наличию или отсутствию подслоев, при 400 °С отсутствие праймера становится более заметным. Металл оказался более зависим от наличия подслоев, особенно подслоя П-11. Также необходимо отметить, что в результате испытаний при 300 °С почти для всех образцов независимо от того, нанесли подслои или нет, обнаружился когезионный характер разрушения. Данный эффект может быть связан с тем, что при 300 °С проявляется собственная специфическая адгезия герметика. Возможно, это связано с тем, что длительное (5 мин) воздействие температуры 300 °С является предельным для эксплуатации

герметика Виксинт У-2-28(НТ), т. е. при ее воздействии начинаются деструктивные процессы.

Проведенный эксперимент дает достаточно четкое представление о возможности влияния человеческого фактора — случайного пропуска образца (или нескольких образцов) в ходе обработки всей партии подслоями — на исход испытаний образцов при паспортизации изделий. Очевидно, что грубейшее нарушение технологического процесса в виде пропуска операции нанесения подслоев может повлечь ухудшение адгезии, но такая ошибка не обязательно проявится на испытаниях образцов при 20 °С при паспортизации изделия. Кроме того, значения прочности, полученные в рамках проведенного эксперимента, оказались не менее 2 МПа при 20 °С, что соответствует величине предела прочности клеевого соединения, получаемого при выполнении полного технологического процесса склейки с нанесением обоих рассматриваемых подслоев.

Представленные данные касаются только герметика Виксинт У-2-28(НТ). Для герметика Виксинт У-1-18(НТ) были получены совсем иные результаты. Так, в отсутствие какого-либо подслоя наблюдалось ухудшение адгезионных свойств, что проявлялось в отслоении герметика от металлической или от керамической подложки с уменьшением $\sigma_{сдв}$ с 3,0–3,4 до 1,6–2,0 МПа при 20 °С и с 1,3–1,5 до 0,3–0,6 МПа при 300 °С. На рис. 2 изобра-

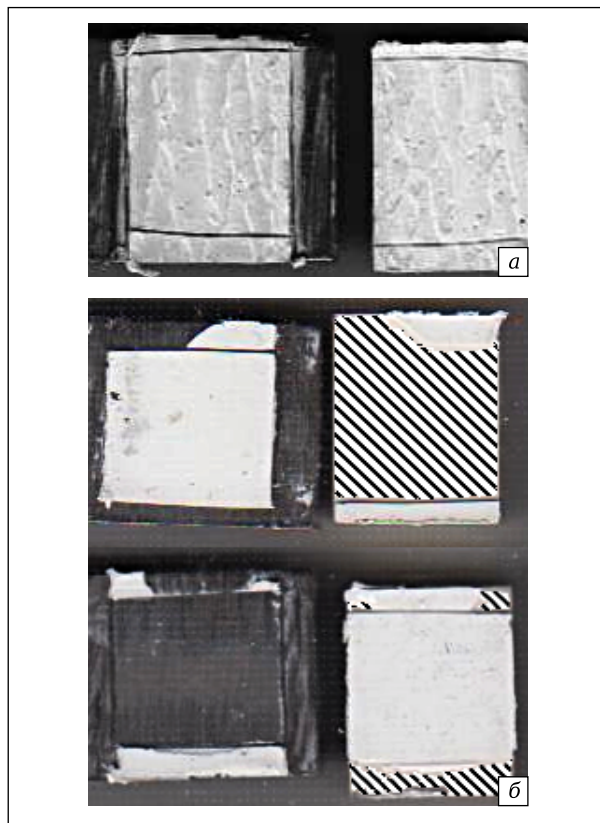


Рис. 2. Поверхности разрушения образцов металл – керамика, склеенных посредством герметика Виксинт У-1-18(НТ), после испытаний (слева — металлическая пластина, справа — керамический образец): а — при использовании подслоев П-9 и П-11; б — без использования подслоя П-11 (керамическая поверхность без герметика заштрихована)

жены образцы после испытаний, наглядно демонстрирующие роль подслоя П-11 для склейки металла и керамики: при отсутствии подслоя П-11 всегда происходит адгезионный отрыв, при этом отслоение происходит от керамической подложки (поверхность заштрихована для контраста, поскольку керамика и герметик одинакового цвета) либо от металлической.

Температурная обработка

Для большинства изделий из пористой кварцевой керамики предусмотрены такие операции, как сушка перед нанесением влагозащитного покрытия и термообработка после его нанесения по режиму 2–4 ч при температуре от 75 до 100 °С. Поэтому образцы-спутники к изделию, склеенные герметиком, также подвергаются сушке. Проведение этой операции, способно ускорить процесс вулканизации герметика. Однако поскольку образцы до испытаний всегда выдерживаются не менее 72 ч, что соответствует времени вулканизации герметика при комнатной температуре, то при высоком качестве компонентов герметика, при соблюдении технологии и рецептуры приготовления герметика увеличение прочности герметика совсем незначительно или его нет вовсе. Это хорошо демонстрирует следующий пример. Из одной порции приготовленного герметика были собраны две партии образцов, одна из которых была подвергнута дополнительной тепловой обработке, а вторая нет. По истечении 3 сут после склейки образцы испытали на прочность при сдвиге. При этом первая партия показала $\sigma_{сдв}$ на уровне 2,4 МПа, а вторая (без термообработки) 2,2 МПа. Разница между значениями менее 10 % и может быть отнесена к погрешности, поскольку, как правило, внутри одной партии образцов размах значений достигает более 15 %.

Заключение

Клеевые соединения посредством герметиков Виксинт У-2-28(НТ) и Виксинт У-1-18(НТ) представляют собой сложную композицию, прочность которой может зависеть от многочисленных факторов. Применение данных герметиков, несущих силовую нагрузку, в качестве основного средства для соединения разнородных материалов требует от исполнителей большой аккуратности и концентрации внимания. В ходе исследований было установлено, что для клеевого соединения при помощи рассматриваемых герметиков пригодна как беспористая керамика (стеклокерамика), так и пористая кварцевая керамика с открытой пористостью от 7 до 11 %, а также кварцевая керамика, пропитанная кремнийорганическими смолами ТМФТ или МФСС. Нанесение подслоев — важная операция. Качество ее исполнения влияет на конечные свойства соединения, несмотря на то что это может и не проявиться при использовании герметика Виксинт У-2-28(НТ) в снижении общей прочности клеевого соединения, но адгезия будет уменьшена, что приведет к ухудшению эксплуатационных свойств изделия. Для герметика Виксинт У-1-18(НТ) ошибка при нанесении подслоев может оказаться решающей и привести к браку. Термообработка клеевого соединения при 75–100 °С в течение 2–4 ч не ухудшает свойств клеевого соединения, но и не улучшает его при качественном исполнении операции склейки. ■

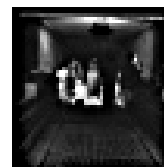
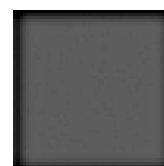
Получено 24.10.13

© Е. И. Суздальцев, Е. В. Миронова,
2013 г.

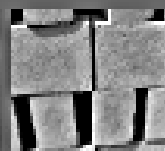
НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ

10-й МЕЖДУНАРОДНЫЙ КОНГРЕСС ПО ОГНЕУПОРАМ

IREFC 2014



15–18 января 2014 г.
г. Калькутта, Индия



www.irmaindia.org