Доланчи С.М.
Dolapchi S.M.

преподаватель кафедры
«Информационные, математические и
естественнонаучные дисциплины»,
Южно-Уральский институт
управления и экономики,
г. Коркино,
Российская Федерация

Денисова О.А.
Denisova O.A.

доктор физико-математических наук,
доцент, профессор кафедры «Физика»,
Уфимский государственный нефтяной
технический университет,
г. Уфа,
Российская Федерация

УДК 62-529

DOI:

АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ ИНФОРМАЦИОННО- ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ СИЛОКСАНОВОЙ ПОВЕРХНОСТИ ПОЛУСФЕРИЧЕСКИХ РЕЗОНАТОРОВ

Изотропия физических свойств и прочность кварцевого стекла делает его хорошим материалом для применения в качестве резонаторов в системах навигации летательных аппаратов, в сложных оптических системах и элементах автоматики. Для образования твёрдой поверхности необходимо создать на ней силоксановые связи, состоящие из соединений кремния с кислородом, образующих структурную единицу кварцевого стекла – тетраэдр SiO_4 , который может присутствовать в пяти своих модификациях Q^n , где n – количество мостиковых связей, определяемых методом комбинационного рассеяния света.

В процессе образования силоксановых связей наблюдается полимеризация с формированием линейных и кольцевых структур, что ведёт к упрочнению поверхности изделий из кварцевого стекла, а это достигается термической обработкой – отжигом. Определить прочность поверхности кварцевого стекла можно несколькими методами: Виккерса с алмазным индентором, фрактальной геометрии, а также лежачей капли с помощью дистиллированной воды или глицерина. В данной работе мы остановились на подробном описании метода лежачей капли с помощью дистиллированной воды. Для этой цели была разработана автоматизированная печь сопротивления, работающая под управлением персонального компьютера, а для обработки результатов качества поверхности – компьютерная программа «Метод лежачей капли», написанная на языке Delphi 7.0. По результатам двенадцати измерений для каждой температуры она выдаёт температуру отжига, среднее квадратическое отклонение, среднюю квадратическую ошибку выборки, величину угла смачивания, доверительный интервал, доверительную вероятность, коэффициент Стьюдента. Результаты расчётов можно вывести на экран монитора или в виде файла. Интерфейс программы удобен и понятен.

Для формирования качественной связи была составлена компьютерная программа для вычисления радиуса зародыша и свободной энергии Гиббса, необходимой для его формирования. Расчёты методом лежачей капли и фрактальной геометрии показали идентичность результатов. Обе программы запатентованы.

Ключевые слова: комбинационное рассеяние света, механический резонатор, силоксановая связь, тетраэдр, кварцевое стекло, отжиг, печь сопротивления, среднее квадратическое отклонение, средняя квадратическая ошибка выборки, угол смачивания, доверительный интервал.

AUTOMATED INFORMATION-MEASURING COMPLEX FOR OBTAINING A SILOXANE SURFACE OF A SEMISPHERICAL RESONATORS

The isotropy of physical properties and the strength of quartz glass make it a good material for use as resonators in aircraft navigation systems, in complex optical systems and automation elements. To form a solid surface, it is necessary to create siloxane bonds on it, consisting of silicon compounds with oxygen, forming a structural unit of quartz glass – the SiO_4 tetrahedron, which can be present in five of its modifications Q^n , where n is the number of bridge bonds that can be determined by Raman scattering.

In the process of formation of siloxane bonds, a polymerization process occurs with the formation of linear and ring structures, which leads to the hardening of the surface of a quartz glass product, and this is achieved by a heat treatment process – annealing. The surface strength of quartz glass can be determined in several ways: by the Vickers method with a diamond indenter, by the method of fractal geometry and by the method of a lying drop using distilled water or glycerin. In this paper, we stopped at a detailed description of the method of the recumbent drop using distilled water. For this purpose, an automated resistance furnace has been developed that runs under the control of a personal computer, and for processing the results of surface quality, the computer program “Laying drop method” written in Delphi 7.0. According to the results of twelve measurements for each temperature, it produces: annealing temperature, standard deviation, standard error of the sample, the value of wetting angle, confidence interval, confidence probability, Student's coefficient. The results of calculations can be displayed on the monitor or in an external file. The program interface is convenient and clear.

To form a quality connection, a computer program was compiled to calculate the radius of the nucleus and the Gibbs free energy necessary for its formation. Calculations using the method of a lying drop and fractal geometry showed the identity of the results. Both programs are patented.

Key words: Raman scattering, mechanical resonator, siloxane coupling, tetrahedron, quartz glass, annealing, resistance furnace, standard deviation, standard error of the sample, wetting angle, confidence interval.

Введение

Большой спрос на изделия из кварцевого стекла в авиационной и ракетно-космических

отраслях в качестве полусферических механических резонаторов (рис. 1) делает его незаменимым материалом.

Рисунок 1. Внешний вид резонатора

Одно из важнейших свойств кварцевых стёкол КУ-1 – изотропность физических свойств. Но только этого недостаточно, необходимо упрочнить поверхность изделия, так как в процессе эксплуатации может измениться форма резонатора, что повлечёт за собой изменение индуктивности контура и появление погрешности в гироскопах летательных аппаратов [1].

Добротность изделия из кварцевого стекла является одной из основных его характеристик, указывающих на его качество, которую можно оценить по следующей формуле [2]:

$$Q = \frac{1}{R} \sqrt{\frac{L}{C}}, \quad (1)$$

где Q – добротность изделия; R – активное сопротивление, Ом; L – индуктивность изделия, Гн; C – ёмкость изделия, Ф.

Рассмотрим влияние каждого фактора, входящего в формулу (1), на величину добротности. Кварцевое стекло является плохим проводником электрического тока, так как не имеет достаточного количества свободных носителей электрического заряда, следовательно, активное сопротивление – величина постоянная.

Ёмкость детали – способность накапливать электрический заряд, тоже является величиной постоянной.

Индуктивность будет переменной и зависящей от магнитной проницаемости среды, размеров и формы изделия.

Магнитная проницаемость среды – величина постоянная, повлиять на неё техническими или физическими методами мы не можем. Размеры изделия можно менять, но часто они задаются конструктивно, поэтому будем их считать неизменными.

Форму изделия тоже задаёт конструктор, но мы можем физическими методами повлиять на её качество, используя технологию получения силоксановой связи на поверхности изделия. Это даст не только упрочнение поверхности, что влечёт за собой увеличение прочности, пластичности и хрупкости, но эти параметры обеспечивают и сохранение формы детали в средствах автоматизации при многократном переключении или использовании его в качестве гироскопа.

При отжиге, в процессе создания силоксановой связи при большом градиенте температур, поверхность покрывается глобулами малого размера, что делает её ещё более прочной, подобно кольчуге. Малый размер глобул обеспечит хорошую соосность и малое биение детали, что увеличит индуктивность изделия, а следовательно, увеличит и его добротность.

Прочность поверхности на прямую связана со структурным строением стекла, а именно с размером глобул. Чем меньше размер глобул, тем более прочная силоксановая поверхность. Наименьший размер глобул достигается экспериментальным подбором температуры отжига.

Объекты исследования и методика эксперимента

Объектами исследования стали полусферические резонаторы, имеющие диаметр 30 мм и толщину 2 мм. Технология образования силоксановой поверхности на изделии из кварцевого стекла КУ-1 включает в себя отжиг.

Операция отжига проходила в течение 11 часов: 3 часа разогрев, 5 часов на отжиг и 3 часа на отпуск для медленного снятия напряжений. Для того чтобы избежать растрескивания образцов при прокаливании, образцы помещали в печь и нагревали со скоростью 300 °С/ч до заданной температуры. Для автоматизации и контроля процесса отжига изделий была специально сконструирована печь (рис. 2) таким образом, чтобы градиент температур, охватывающий поверхность изделия, был равномерным со всех сторон. Это обеспечивалось обмоткой нагревательного элемента 4 и корпусом камеры 3, а также большим объёмом рабочего пространства печи по сравнению с габаритами изделия. Рабочая температура поддерживалась термодатчиками 6 и контролировалась термопарой 7 с помощью датчиков 8 под управлением персонального компьютера. Время отжига отслеживалось таймером 5. Печь располагалась на основании 1. Изделия 10 в количестве 5 штук загружались в корпус печи 2 через загрузочное окно 9.

Рисунок 2. Схема термической печи сопротивления для отжига изделий из кварцевого стекла: 1 – основание печи; 2 – корпус; 3 – камера нагрева; 4 – обмотка нагревательного элемента; 5 – таймер; 6 – терморегулятор; 7 – термопара; 8 – один из двух датчиков термопары; 9 – загрузочное окно; 10 – изделие

По принципу работы печь является печью косвенного действия, так как тепло выделяется в нагревательных элементах, равномерно охватывающих камеру нагрева. Тепло выделяется в соответствии с законом Джоуля – Ленца. Камера нагрева выложена огнеупорной футеровкой и теплоизоляцией, помещенной в металлический кожух. Ни один из отожженных резонаторов в процессе эксперимента не имел дефектов.

Для обработки результатов был применён метод лежащей капли [4]. На рисунке 3 приведена микрофотография капли, полученная при помощи компьютера и микроскопа МИИ-4М, оснащенного видеоокуляром, соединённых USB-шиной. Высоту капли h и диаметр d основания измеряли, определяя количество пикселей на полученных микрофотографиях при помощи программы TSview v7.3.1.7.

Рисунок 3. Микрофотография капли дистиллированной воды на кварцевом стекле (x 500)

На рисунке 4 изображён интерфейс программы «Метод лежащей капли» [5], а на рисунке 5 – окно ввода исходных данных.

Рисунок 4. Интерфейс программы «Метод лежащей капли»

Ввод исходных данных

Температура отжига

	Время 1 минута				Время 3 минуты				Время 5 минут				Время 10 минут			
Диаметр капли																
	196	199	195	197	195	196	199	200	201	207	206	205				

	Время 1 минута				Время 3 минуты				Время 5 минут				Время 10 минут			
Высота капли																
	30	30	31	29	30	30	28	28	27	26	26	25				

Рисунок 5. Интерфейс окна ввода данных

На рисунке 6 представлены результаты расчёта.

Температура отжига (по Цельсию) равна **900**

Среднее квадратическое отклонение равно **0,0068**

Средняя квадратическая ошибка выборки равна **0,0020**

Величина угла (в градусах) равна **32,8541**

Доверительный интервал от **32,8530** до **32,8553**

При доверительной вероятности **95%**

Коэффициент Стьюдента равен **2,1788**

Рисунок 6. Результаты расчётов при температуре 900 °С

Все расчётные параметры можно записать в электронном виде в виде файла.

Результаты и их обсуждение

Проанализировав результаты расчётов, можно сделать вывод, что оптимальной тем-

пературой отжига стал диапазон температур 1050 – 1080 °С, что отражено в таблице 1.

Таблица 1. Зависимость угла смачивания поверхности дистиллированной водой от температуры отжига образца кварцевого стекла

Температура отжига, °С	Угол смачивания, градусы
20	39,33
900	32,85
950	35,50
1000	32,32
1025	32,04
1050	31,85
1100	32,78
1125	32,33

Из таблицы видно, что при температуре отжига 1050 °С угол смачивания самый минимальный, а это указывает на то, что поверхность кварцевого стекла имеет максимальную прочность, так как тетраэдры, входящие в состав глобул, растягивают молекулы дистиллированной воды. Образцы высокодобротных механических резонаторов прошли термическую обработку в нашей лаборато-

рии и показали высокий коэффициент добротности.

Существенную роль играет влияние размера глобул на качество механической обработки поверхности кварцевого стекла. С уменьшением размера глобул «рваность» поверхности уменьшается (рис. 7), так как снятие слоя при механической обработке происходит с разрушением связей между ними [6].

Рисунок 7. Влияние размера глобул на качество механической обработки. Микроскоп оптический МИИ-4М (х 500)

Теоретическая прочность на разрыв рассчитывается по формуле [7]:

$$\sigma_{\text{теор}} = \sqrt{\frac{\gamma_s E}{a}}, \quad (2)$$

где γ_s – удельная поверхностная энергия;

E – модуль упругости Юнга; a – расстояние между глобулами.

Нами были составлены компьютерные программы для вычисления радиуса зародыша и свободной энергии Гиббса, необхо-

димой для его формирования [8, 9] (рис. 8). Обе программы запатентованы.

Рисунок 8. Интерфейс «Программы расчёта радиуса зародыша глобулы и энергии Гиббса»

Исходными данными для программы являются удельная поверхностная энергия α и удельная объёмная энергия γ . Расчёт по формуле (2) для стёкол даёт значение $\sigma = 8 \cdot 10^9$ Па, однако реальная прочность составляет $\sigma = 8 \cdot 10^7$ Па [7]. Это связано с тем, что в твёрдом теле существуют микротрещины, которые концентрируют вокруг себя большие напряжения [7].

Одним из эффективных способов проверки качества поверхности является метод фрактальной геометрии, так как даёт хорошие результаты и не требует больших затрат, при этом качество поверхности будет характеризоваться одним числом [10]. Мы воспользовались способом предельной нагрузки. Значения микротвёрдости определяли по формуле [11]:

$$H_V = 1,854 \cdot \frac{P}{d^2}, \quad (3)$$

где P – нагрузка в г; d – длина диагонали отпечатка в мкм; H_V – значение микротвёрдости, кг·с/мм².

Значение микротвёрдости для каждого образца определяли как среднее значение по 10 измерениям. Ошибку измерения длины

диагонали по методу разности двух диагоналей определяли по формуле [12]:

$$\sigma = \pm \sqrt{\frac{\sum (d - d_{cp})^2}{n - 1}}, \quad (4)$$

где d – длина диагонали отпечатка в мкм; d_{cp} – среднее значение длины диагонали по всем измерениям в мкм; n – количество измерений.

Полученные результаты метода предельной нагрузки стекла представлены в таблице 2.

Замеры нагрузки проводили по 10 раз для каждой температуры отжига. Среднее квадратическое отклонение составило 0,022. Средняя квадратическая ошибка выборки – 0,005. При доверительной вероятности 95 % коэффициент Стьюдента – 2,21.

Таблица 2. Зависимость микротвёрдости поверхности от температуры отжига стеклянного образца, определённой методом фрактальной геометрии

Температура отжига, °С	Микротвёрдость, кг·с/мм ²
20	890
900	882
950	920
1000	968
1050	1023
1080	1077
1100	996

Вывод

Спроектированная нами автоматизированная установка (печь косвенного действия), использованная для отжига полусферических резонаторов, позволила существенно улучшить качество силоксановой поверхности изделий. Применение разработанных компьютерных программ дает возможность оценить физические параметры, характеризующие качество полученных образцов. Анализируя данные таблиц 1 и 2, можно заключить, что в результате математической обработки оптимальным является температурный диапазон отжига от 1050 до 1080 °С. Аналогичные результаты были получены при

определении твёрдости поверхности кварцевого стекла методом Виккерса с алмазным индентором [13].

В научной лаборатории ФГБОУ ВО «Южно-Уральский государственный гуманитарно-педагогический университет» были отожжены резонаторы, которые в заводских условиях увеличили коэффициент добротности от $10 \cdot 10^6$ до $22 \cdot 10^6$, что отвечает техническим требованиям.

Работа была выполнена по техническому заданию компании «Медикон» (г. Миасс, Челябинская область).

Список литературы

1. Долапчи С.М., Денисова О.А. Глобулы и их внутреннее строение // Электротехнические и информационные комплексы и системы. – 2017. – Т. 13. – № 2. – С. 106 – 111.
2. Воронков М.Г. Силоксановая связь / М.Г. Воронков. – Новосибирск: Наука, 1976. – С. 413.
3. Быков В.Н., Анфилов В.Н., Бобылев И.Б., Березикова О.А. Структура щелочно-силикатных стёкол по данным спектроскопии комбинационного рассеяния света // Расплавы. – 1990. – № 2. – С. 31 – 37.
4. Lyklema J., Rovillard S. and Coninck J. De. The Properties of the Stagnant Layer Unraveled // Langmuir. – 1998. – Vol. 14. – № 20. – P. 5659 – 5663.
5. Долапчи С.М., Брызгалов А.Н. Изучение структуры поверхности кварцевого стекла методом капли. Свидетельство о гос. рег. программы для ЭВМ. № 2016619827 от 31.08.2016 г.
6. Брызгалов А.Н., Долапчи С.М., Пихуля Д.Г., Живулин Д.Е., Зубов М.С. Структурные и фазовые переходы кварцевого КВ кремне-
- зёма // Академия естествознания, журнал «Современные наукоёмкие технологии». – 2016. – № 6. – Ч. 1. – С. 19.
7. Гриффитц Т. Прочность кварцевого стекла. – М.: Наука, 2008. – С. 127.
8. Долапчи С.М. Расчёт теоретической прочности кварцевого стекла. Свидетельство о гос. рег. программы для ЭВМ. № 2017661254 от 06.10.2017.
9. Долапчи С.М. Программа расчёта радиуса зародыша глобулы и энергии Гиббса. Свидетельство о гос. рег. программы для ЭВМ. № 2016613497 от 28.03.2016.
10. Сандитов Д.С., Мантатов В.В., Сандитов Б.Д. Коэффициент Пуассона и пластичность стёкол // Журнал технической физики. – 2009. – Т. 79. – № 4. – С. 150.
11. Владимирова Т.В., Горбань Н.Я., Маслов В.П., Мельник Т.С., Одарич В.А. Исследование оптических свойств и строения поверхностного слоя ситалла // ОМП. – 1979. – № 9. – С. 31 – 34.
12. Глазов В.М., Вигдорович В.Н. Микротвёрдость металлов. – М.: Металлургиздат, 1961. – С. 224.

13. Долапчи С.М., Денисова О.А. Кристаллы кварца, полученные гидротермальным методом, с заданными физическими свойствами // Электротехнические и информационные комплексы и системы. – 2017. – Т. 13. - № 4. – С. 115 – 122.

References

1. Dolapchi S.M., Denisova O.A. Globuly i ih vnutrenneje strojenije // Elektrotehnicheskije i informacionnyje komplekсы i sistemy. – 2017. – Т. 13. - № 2. – С. 106 – 111.
2. Voronkov M.G. Siloksanovaja svjaz'. – Novosibirsk: Nauka, 1976. – С. 413.
3. Bykov V.N., Anfilogov V.N., Bobylev I.B., Berezikova O.A. Struktura schelochno-silikatnyh stjokol po dannym spektroskopii kombinacionnogo rassejanija sveta // Rasplavy. – 1990. - № 2. – С. 31 – 37.
4. Lyklema J., Rovillard S. and Coninck J. De. The properties of the stagnant layer unraveled // Langmuir. – 1998. – Vol. 14. - № 20. – P. 5659 -5663.
5. Dolapchi S.M., Bryzgalov A.N. Izuchenije struktury poverhnosti kvartcevogo stekla metodom kapli. Svidetel'stvo o gos. reg. programmy dlja EVM. № 2016619827 ot 31.08.2016 g.
6. Bryzgalov A.N., Dolapchi S.M., Pihulja D.G., Zhivulin D.E., Zubov M.S. Strukturnyje i fazovyje perehody kvartcevogo KV kremnezjoma // Akademija jestestvoznaniya, zhurnal «Sovremennyye naukojomye tehnologii». – 2016. - № 6. – Ch. 1. – С. 19.
7. Griffiths T. Prochnost' kvartcevogo stekla. – M.: Nauka, 2008. – С. 127.
8. Dolapchi S.M. Raschjot teoreticheskoy prochnosti kvartcevogo stekla. Svidetel'stvo o gos. reg. programmy dlja EVM. № 2017661254 ot 06.10.2017.
9. Dolapchi S.M. Programma raschjota radiusa zarodysha globuly i energii Gibbsa. Svidetel'stvo o gos. reg. programmy dlja EVM. № 2016613497 ot 28.03.2016.
10. Sanditov D.S., Mantatov V.V., Sanditov B.D. Koeffitient Puassona i plastichnost' stjokol // Zhurnal tehnikeskoy fiziki. – 2009. – Т. 79. - № 4. – С. 150.
11. Vladimirova T.V., Gorban' N.Ja., Maslov V.P., Mel'nik T.S., Odarich V.A. Issledovanie opticheskikh svojstv i stroenija poverhnostnogo sloja sitalla // OMP. – 1979. - № 9. – С. 31 – 34.
12. Glazov V.M., Vigdorovich V.N. Mikrotverdost' metallov. – M.: Metallurgizdat, 1961. – С. 224.
13. Dolapchi S.M., Denisova O.A. Kristally kvartca, poluchennyye gidrotermal'nyim metodom, s zadannymi fizicheskimi svojstvami // Elektrotehnicheskije i informacionnyje komplekсы i sistemy. – 2017. – Т. 13. - № 4. – С. 115 – 122.