

На правах рукописи



Козицын Иван Петрович

**РАЗРАБОТКА МЕТОДА МОЛЛИРОВАНИЯ ЛИСТОВОГО СТЕКЛА
В ВАКУУМНУЮ ФОРМУ С ЗАКРЕПЛЕННЫМ КРАЕМ**

2.6.17. Материаловедение

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени кандидата
технических наук

Санкт-Петербург – 2024

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна»

Научный
руководитель
Официальные
оппоненты

доктор технических наук, профессор
Жукова Любовь Тимофеевна
Черных Михаил Михайлович, доктор технических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Ижевский государственный технический университет имени М.Т. Калашникова», профессор
Сычева Галина Александровна, кандидат химических наук, филиал Федерального государственного бюджетного учреждения «Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» — Институт химии силикатов, исполняющий обязанности заведующего лабораторией

Ведущая организация Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «**Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева**»

Защита состоится 11.12.2024 в 14-00 на заседании диссертационного совета 24.2.383.02 созданного на базе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)» по адресу: 190013, Санкт-Петербург, Московский пр., дом 24-26/49 литера А, Белоколонный зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте Санкт-Петербургского государственного технологического института (технического университета): <https://technolog.edu.ru/filecat/494>

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью, просим отправлять по адресу: 190013, Санкт-Петербург, Московский пр., дом 24-26/49 литера А, Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), Ученый совет, e-mail: dissowet@technolog.edu.ru

Автореферат разослан 15 октября 2024 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Воронков Михаил Евгеньевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Моллирование, как метод формования плоского стекла, известен уже не одно тысячелетие. Если до 20-го века он имел вспомогательное значение, как одна из стадий производства листового стекла, то с появлением современных способов изготовления листового стекла он приобрел новое направление применения. Это относится как изготовлению стекол в строительстве, созданию элементов машин и приборов, так и к изготовлению декоративно-художественных элементов.

Несмотря на усложнение требований к изделиям принципиальные приемы их изготовления остаются на прежнем уровне и сводятся в основном к методам гравитационного моллирования и плоской деформации листа стекла. В некоторых случаях в качестве вспомогательных применяют приемы механической или вакуумной деформации. При этом используется крайне узкий интервал температур для моллирования 620 – 750 °С, позволяющий проводить деформацию стекла лишь на больших радиусах кривизны. Использование преимуществ метода моллирования листового стекла для создания изделий с малыми радиусами кривизны и сложным рельефами поверхности известными методами не представляется возможным.

Одной из наиболее сложных технологических проблем при создании элементов оптических приборов является технология изготовления стеклянных широкоформатных линз Френеля и короткофокусных конденсорных линз малого диаметра.

В настоящее время широкоформатные линзы Френеля в основном изготавливаются из полимерных материалов, что не всегда удовлетворяет требуемым условиям их эксплуатации или же методом центробежного формования расплава стекла, но при этом возникают ограничения в размерах линзы, а также в геометрии преломляющих граней.

Кроме проблем формования этих объектов из стекла, возникает проблема их прецизионного шлифования, трудозатраты которого составляют до 90% себестоимости изделия. Короткофокусные конденсорные линзы малого диаметра, требующиеся в огромном количестве смартфонов и другой бытовой технике, производятся механическим шлифованием из цилиндрических заготовок-таблеток, что значительно удлиняет процесс их формования, а также требует сложной настройки линии шлифования при каждой смене типа линз.

Основным технологическим параметром в процессе моллирования является вязкость стекла, определяющая условия протекания процесса формования и качество готового изделия. При производстве листового стекла по ГОСТ 111-2014 зависимость вязкости от температуры нормируется косвенно на основании изменения температурного коэффициента линейного расширения в диапазоне 7–9 ppm K⁻¹. Широкий разброс входящих параметров исходного материала приводит к увеличению брака в процессе моллирования листового стекла, что требует разработки методов оперативного контроля вязкости листового стекла.

Известные в настоящее время способы определения температурно-вязкостных характеристик стекла трудоемки и длительны во времени. Главной особенностью всех известных методов определения вязкости является установление абсолютных зависимостей вязкости от температуры. Для определения изменения вязкости от температуры в диапазоне 10⁶ – 10⁹ Па требуется проведение достаточно большого

количества экспериментов, что не удовлетворяет требованиям оперативного контроля.

После процесса моллирования листового стекла возникает необходимость обработки поверхности стекла, контактировавшей с формой. В настоящее время отсутствуют эффективные способы шлифования несимметричных стеклянных поверхностей.

Немаловажным фактором, влияющим на актуальность проблемы, является то, что в настоящее время эти технологии практически утрачены в нашей стране и требуют не только их восстановления, но и разработки новых методов и методик формования и шлифования стекла. Это подтверждается государственной политикой РФ в исполнении указа Президента РФ от 1 декабря 2016 г. № 642 "О Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации", указом Президента РФ от 07.05.2018 № 204 «О национальных целях и стратегических задачах развития Российской Федерации на период до 2024 года» и «Концепцией технологического развития на период до 2030 года», утвержденной распоряжением Правительства Российской Федерации от 20 мая 2023 года № 1315-р.

Степень разработанности темы исследования

Проведенный анализ литературных источников показал недостаточную практическую проработку рассматриваемой темы. Это относится к вопросам оперативного определения вязкостно-температурных характеристик стекла в диапазоне $10^6 - 10^9$ П. Большинство заявленных решений представлено в виде патентов и относится к определению абсолютного значения вязкости стекол.

Наиболее близкой к рассматриваемой проблеме является работа В. П. Ключева по определению относительной вязкости стекла методом вдавливания конического индентора в пластины стекла. Также стоит отметить патент № 2702695 «Способ быстрого определения температурной зависимости вязкости и характеристических температур стекол и устройство для его реализации». Эти методы определения вязкости имеют существенный недостаток, так как определяют ее значение для конкретной температуры. Для определения зависимости вязкости от температуры на определенном участке требуется проведение нескольких экспериментов, что усложняет проведение оперативного контроля вязкости в производственной лаборатории. В результате возникает необходимость разработки метода экспресс-анализа вязкости стекла.

Результаты анализа литературных источников, описывающих процессы абразивной обработки стекла и практические приемы шлифования показали, что наиболее к близким можно отнести работу И. Ю. Маслова по разработке и проектированию метода шлифования и полирования поверхностей из стекла, а также патентные решения № 137497 и 2595283, описывающие методы шлифования стеклянных поверхностей. Однако эти методы применимы только для шлифования плоскостей или фигур вращения и не применимы для шлифования несимметричных стеклянных рельефов. Недостаточно сведений о влиянии входных параметров инструментов обработки (параметры абразивного материала и механического инструмента) на светопропускание готового изделия. Это требует дополнительного исследования и разработки метода шлифования подобных стеклянных поверхностей/

Цели и задачи

Целью работы является разработка метода моллирования листового стекла в вакуумную форму с закрепленным краем для создания изделий со сложным несимметричным рельефом.

В соответствии с поставленной целью были определены и решены следующие задачи:

- установление закономерностей процесса формования листового стекла при моллировании в вакуумную форму с закрепленным краем, возникающих при деформации листового стекла;
- определение функциональных зависимостей в системе деформация-температура-вязкость для технологических параметров процесса моллирования;
- анализ процесса абразивного шлифования стеклянных рельефов с несимметричной поверхностью и установление зависимости светопропускания стекла от параметров шлифования.

Научная новизна

1. Предложен и исследован метод моллирования плоского стекла в вакуумную форму с закрепленным краем. Представлена математическая зависимость, описывающая изменение толщины стекла в процессе моллирования от типа формы
2. Предложен относительный метод определения вязкости для стекла в диапазоне $10^6 - 10^9$ П (Пуаз, здесь и далее). Определены зависимости в системе деформация-температура-вязкость. Предложен расчет коэффициентов зависимости вязкости от температуры, дополняющий метод Охотина для диапазона $10^6 - 10^9$ П.
3. Установлены и исследованы зависимости изменения светопропускания стекол от параметров шлифования и представлена соответствующая математическая зависимость.
4. Впервые дано и научно обосновано определение «среднего угла рельефной поверхности» для несимметричного рельефа как объективного фактора его оценки.

Теоретическая и практическая значимость работы

1. Разработан метод изготовления рельефных поверхностей и объемов методом вакуумного моллирования из листового стекла с закрепленным краем, позволяющий изготавливать объемные изделия методом моллирования с малыми радиусами поверхности и с отрицательными углами моллирования.
2. Разработан способ вибрационного шлифования несимметричных рельефных стеклянных поверхностей, увеличивающий светопропускание матовых стекол с рельефной поверхностью и дающий возможность расчета светопропускания в зависимости от технологических параметров механической обработки.
3. Разработан метод относительного определения вязкости стекла, позволяющий корректировать температуру моллирования без проведения большого количества лабораторных экспериментов.

4. Предложен метод объективной оценки светопропускания несимметричной рельефной стеклянной поверхности для оптимизации процесса механического шлифования.
5. Разработанный метод изготовления рельефных объемов был принят к внедрению на ООО «Соляной городок».

Методология и методы исследования

В качестве метода определения зависимости вязкости от температуры применялся системный анализ, включающий в себя сравнительный анализ и метод имитационного моделирования в определении зависимостей в системе вязкость-температура-деформация в интервале $10^6 - 10^9$ П, заключающийся в моделировании процесса моллирования в вакуумную форму и сравнении деформационно-температурных и температурно-вязкостных характеристик стекла с эталоном.

Для измерения светопропускания использовался спектрофотометр HAZE-GARD i.

Измерение вязкости плоских стекол осуществлялось на спроектированной установке, показанной на рисунке 1, по методике, представленной в патенте № 2796330 С1 с погрешностью измерения $\pm 5\%$.

Для проведения термических процессов использовалась электрическая камерная печь СНОЛ 120/12-И2 с рабочей камерой 400x400x800 мм, с боковым и нижним нагревом, максимальной температурой 1200 °С и термопарой ТХА-3, терморегулятором «Варта 703-3», модернизированная для установки в печь вакуумной формы. Погрешность измерения температуры составляет ± 1 °С.

Для создания разряжения в форме использовался вакуумный насос 2ТW-3CV (VP270SG).

Расчет вязкости стекла в диапазоне $10^5 - 10^9$ П проводили интерполяцией данных метода Охотина для соответствующих стекол.

Определение состава стекла для расчета осуществлялось на рентгеновском энергодисперсионном микроанализаторе Oxford Instruments INCAx-act, Model 51-ADD0007 и автоматической напылительной установке Quorum Technologies Ltd Q150RE.

Геометрические размеры моллируемых образцов измерялись при помощи электронного штангенциркуля 31611 с погрешностью измерения 0.02 мм, глубиномера микрометрического ГМ 100, ГОСТ 7470-92, D102009, микрометра МК-50 ГОСТ6507-78

Положения, выносимые на защиту

1. Моллирование плоского стекла в вакуумную форму с закрепленным краем, обоснование зависимости изменения геометрии от параметров моллирования и свойств стекла.
2. Косвенное определение вязкости стекла по стеклу-эталону, для получения закономерностей моллирования плоских стекол в диапазоне $10^5 - 10^9$ П.
3. Оптимизация метода шлифования несимметричных стеклянных рельефов.
4. «Средний угол рельефной поверхности» как объективный фактор оценки рельефа.

Степень достоверности и апробации результатов

Основные результаты диссертационной работы докладывались, обсуждались и получили положительный отклик: на заседаниях кафедры технологии художественной обработки материалов и ювелирных изделий СПбГУПТД, на

Всероссийской научно-практической конференции «Наука и образование в области технической эстетики, дизайна и технологии художественной обработки материалов» (СПб, 2021-2023), на Всероссийской научно-практической конференции и смотр-конкурсе творческих работ студентов, магистров и аспирантов по направлению «Технология художественной обработки материалов» (СПб, 2021-2023), на всероссийской научно-практической конференции «Технология художественной обработки материалов» (Ростов-на-Дону, 2023), на всероссийской научно-практической конференции с международным участием «Современное состояние и перспективы дизайн-образования» (Иркутск, 2023).

Степень достоверности результатов подтверждается осуществлением комплексных исследований с использованием современных физико-механических методов анализа, воспроизводимостью экспериментальных данных и соответствием результатов современному уровню знаний, представленными в публикациях других ученых.

По теме диссертационной работы опубликовано 14 научных публикаций, включая 6 статей в журналах, рекомендованных ВАК при Минобрнауки России, 1 статья в международной базе Scopus и 1 монография. Получено 3 патента на изобретения.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность диссертационной работы, поставлены цель и задачи исследования.

В Главе 1 представлены основные технологические аспекты развития моллирования плоских стекол, рассмотрены исторические предпосылки и современные направления применения изделий, изготовленных по технологии моллирования. Проведен анализ современных способов определения вязкости и способов шлифования стекла и выявлены основные проблемы формования плоского стекла методом моллирования.

Главными выявленными проблемами при моллировании являются:

- различное изменение толщины листового стекла в процессе моллирования, зависящее от типа формы;
- значительный разброс вязкости, обусловленный нестабильным химическим составом листового (оконного) стекла;
- практическое отсутствие способов шлифования рельефных стеклянных поверхностей, а также объективных методов их оценки.

В Главе 2 проведено «Исследование процесса формования плоского стекла при моллировании в вакуумную форму с закрепленным краем».

В параграфе 2.1. предложен метод и представлена методика определения деформационно-вязкостных характеристик плоских стекол, а также определены характеристики вспомогательных материалов и оборудования, используемые в настоящей работе.

В параграфе 2.2. отражено «Исследование влияния геометрии формы на процесс моллирования плоского стекла в вакуумную форму с закрепленным краем» для выявления закономерностей, возникающих при моллировании листового стекла, определение математической зависимости изменения толщины стекла в процессе моллирования и выбор оптимальной.

В качестве фиксированных параметров взяли:

- листовое стекло, состава мас. %: Na_2O – 14,22; MgO –3,96; Al_2O_3 –0,69; SiO_2 –72,52; K_2O –0,12; CaO –8,14; TiO_2 – 0,07; Fe_2O_3 – 0,05;
 - толщина стекла 6 мм;
 - температура моллирования 800 °С;
 - остаточное разряжение в форме 0,05 МПа;
 - геометрия формы полусфера, открытый цилиндр, конус.
- Диаметр 100 мм. Угол конуса при вершине 45, 60 и 90°;
- для изготовления вакуумной формы применили гипсо-кristобалитовую смесь с газопроницаемой способностью 30 %.

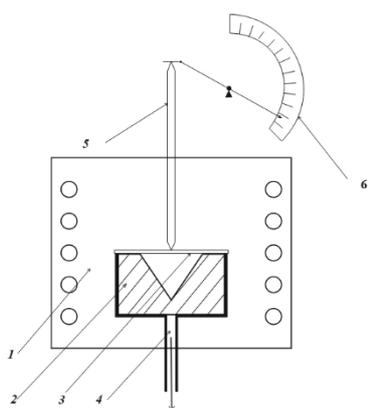
Была разработана экспериментальная установка, показанная на рисунке 1.

Образец стекла 3 уложили на вакуумную форму 2 и произвели нагрев стекла и формы до температуры 560 °С. На этой температуре форму выдержали в течении 30 мин. Далее форму прогрели до температуры моллирования 800 °С со скоростью 10 °С/мин и в момент начала деформации стекла, зафиксированный щупом 5, в форме создали постоянное остаточное разряжение 0,05 МПа.

При достижении полного заполнения формы печь охладили, образец извлекли и произвели замер изменения толщины стекла по высоте формы. В таблице 1 приведены экспериментальные данные изменения толщины стекла для различных типов форм. На рисунке 2 показаны измеряемые параметры моллированного стекла.

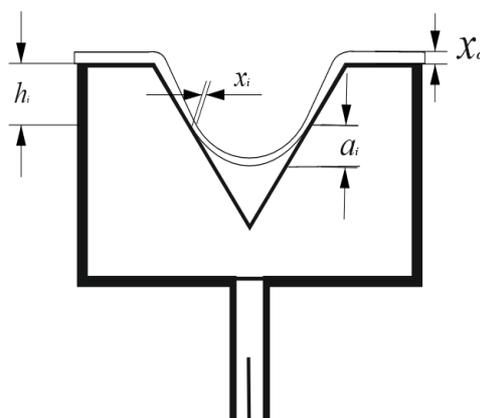
Для подтверждения правильности проведения эксперимента создали математическую зависимость, описывающую изменение толщины листового стекла в процессе моллирования, результаты которой представлены в таблице 2.

Как видно из представленных в таблице 2 зависимостей, линейное изменение толщины листового стекла наблюдается только в конусную форму с углом при вершине в 60°, поэтому все дальнейшие исследования процесса моллирования проводили в форму этого геометрического параметра.



- 1– камерная печь; 2–вакуумная формующая камера; 3– листовое стекло; 4– вакуумирующая система; 5 –щуп, фиксирующий изменение рельефа; 6 – микрометр

Рисунок 1 – Схема экспериментальной установки



- Геометрические параметры: x_0 – исходная толщина стекла, мм; h_i – глубина замера, мм; x_i – толщина стекла на глубине h_i , мм; a_i – высота провиса на глубине h_i , мм
- Рисунок 2 – Замеряемые параметры моллированного стекла

Таблица 1 – Изменение толщины моллируемого стекла от глубины и типа формообразующего элемента

№ изм.	Глубина замера, h_i мм	Толщина стекла x_i на глубине замера h_i , мм				
		Полусфера	Открытый цилиндр	Конус с углом при вершине		
				45	60	90
1	0	6,0	6,0	6,0	6,0	6,0
2	-10	2,9	2,5	3,5	4,0	4,8
3	-20	2,9	2,0	3,1	3,7	4,2
4	-30	3,0	1,75	2,6	3,1	3,6
5	-40	3,1	1,6	2,5	2,6	3,0
6	-50	3,2	1,5	2,2	2,4	2,0
7	-60	–	1,3	1,5	1,8	–
8	-70	–	1,2	1,3	1,3	–
9	-80	–	1,05	1,0	0,8	–
10	-90	–	0,9	0,8	–	–

Таблица 2 – Сравнение эмпирических формул и среднеквадратичных отклонений для выбора типа формы

Тип формы		Эмпирическая формула	R ²
Угол при вершине	45	$x_i = 0,0002 \cdot h_i^2 - 0,0592 \cdot h_i + 4,2864$	0,9863
	60	$x_i = -0,0472 \cdot h_i + 4,5867$	0,9888
	90	$x_i = -0,0007 \cdot h_i^2 - 0,0243 \cdot h_i + 5,0286$	0,9865
Цилиндр		$x_i = 0,0002 \cdot h_i^2 - 0,0405 \cdot h_i + 2,8823$	0,9788
Полусфера		$x_i = 3$	

В параграфе 2.3. представлено «Исследование влияния технологических параметров процесса моллирования плоского стекла в вакуумную форму с закрепленным краем», где основной задачей было определение соотношений технологических параметров разряжение-температура в процессе вакуумного моллирования. В качестве фиксированных параметров взяли:

– листовое стекло состава (масс. %) %: Na₂O – 14,22; MgO–3,96; Al₂O₃–0,69; SiO₂–72,52; K₂O–0,12; CaO–8,14; TiO₂ – 0,07; Fe₂O₃ – 0,05;

– толщина стекла 6 мм;

– геометрия формы конус. Диаметр основания 100 мм. Угол конуса при вершине 60°;

– материал для вакуумной формы - гипсо-кристобалитовая смесь с газопроницаемостью 30%.

Для исследования выбрали следующие параметры:

– температурный интервал моллирования 720 - 810 °С;

– остаточное разряжение камере 0,05 – 0,09 Мпа;

– временной интервал моллирования.

Использовали экспериментальную установку, показанную на рисунке 1.

Образец стекла 3 уложили на конусную вакуумную форму 2 которую установили в печь 1, в центр образца установили кварцевый щуп 5, один конец которого упирается в плоскость стекла, а другой в датчик 6, фиксирующий линейное перемещение щупа и произвели нагрев стекла и формы до температуры 560 °С. На этой температуре форму выдержали в течении 30 мин. Далее форму прогрели до

температуры моллирования 720 – 810 °С со скоростью 10 °С/мин и в момент начала деформации стекла в форме создали постоянное остаточное разряжение 0,05 – 0,09 МПа. В процессе эксперимента фиксировали: время, текущее значение температуры, разряжение в форме.

В результате проведенных экспериментов определили эмпирические зависимости, показанные на рисунке 3.

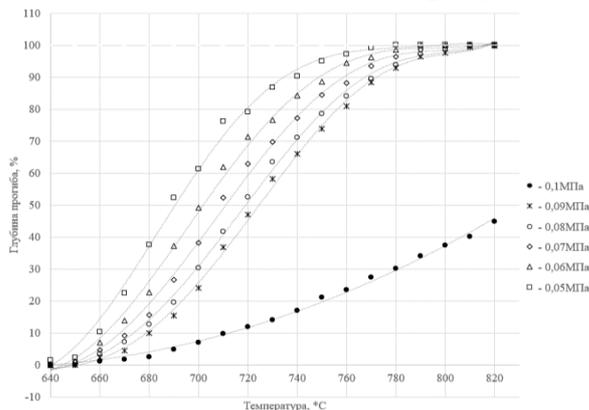


Рисунок 3 – Изменение глубины прогиба стекла при моллировании от температуры при фиксированной скорости нагрева системы и остаточном разряжении

Из данных представленных на рисунке 3 видно, что при отсутствии разряжения в форме листовое стекло при температурах до 820 °С не заполняло форму. С изменением остаточного разряжения в форме от 0,09 до 0,05 МПа происходило снижение температуры заполнения формы от 810 до 780 °С. Дальнейшее изменение остаточного разряжения не привело к значительному снижению температуры моллирования. Среднюю температуру полного заполнения формы для данного типа стекла, определили как среднеарифметическое значение. Оно составило 800 °С, а среднее остаточное разряжение в форме составило 0,06 МПа. Среднее время заполнения формы для данного типа стекла при скорости нагрева 10 °С/мин, составило 13 мин.

Для определения оптимального соотношения температура-разряжения в системе из данных представленных на рисунке 3 выделили период, при котором происходило заполнение формы. Анализ результатов исследования, представленный на рисунке 4, показал, что значения зависимости температуры и разряжения могут быть аппроксимированы кривой, которая представляется следующей формулой

$$T = 3,8 \exp(3,25 \cdot P) + 775,71 \quad (1)$$

В данной формуле свободный член практически совпадает с температурой при нулевом остаточном разряжении в форме и обозначив его как T_0 и сделав преобразование, выражение (1) приобретает следующий эмпирический вид:

$$P = 0,31 \ln(T - T_0) - 0,41 \quad (2)$$

где T – температура, °С;

T_0 – температура заполнения при нулевом значении разряжения в форме, °С;

P – остаточное разряжение в форме моллирования, МПа.

Коэффициент среднего квадратичного отклонения составляет $R^2=0,983$, что является удовлетворительным результатом.

Представленные на рисунке 4 эмпирические соотношения температура-разряжение позволяют определить оптимальное значение технологических параметров вакуумного моллирования листового стекла.

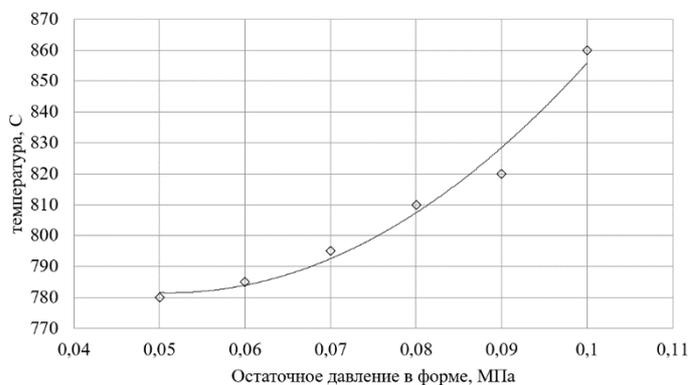


Рисунок 4 – Зависимость температуры от остаточного разряжения в форме при полном ее заполнении

В параграфе 2.4. было проведено «Уточнение констант расчета вязкости по методу Охотина в диапазоне $10^6 - 10^9$ П», обусловленное отсутствием справочных данных для этого диапазона вязкости и основывалось на анализе математических зависимостей коэффициентов от температуры с последующей интерполяцией данных. Результаты расчета представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Уточненные коэффициенты метода Охотина для интервала $10^6 - 10^9$ П

lg η	Константы			
	A	B	C	D
5	-15,37	-6,25	5	1194,27
6	-12,61	-3,01	4,70	1022,31
7	-10,95	-0,80	4,75	900,78
8	-9,85	0,68	5,00	814,62
9	-9,19	1,57	5,34	762,5

В параграфе 2.5. представлено «Исследование процессов зависимости деформации и вязкости при вакуумном моллировании плоских стекол», которое было основано на предположении об одинаковых деформационных изменениях образца плоского стекла при идентичных геометрических параметрах, состоянии вязкости и прилагаемых усилий при испытании.

Главной задачей данного этапа была разработка метода косвенного определения вязкости по стеклу-эталону. Были получены экспериментальные данные и определена зависимость вязкости от температуры и способы определения ее значений относительно известных параметров имеющегося образца, а также определены коэффициенты для расчета вязкости по методу Охотина в диапазоне вязкости $10^6 - 10^9$ П.

Для анализа системы вязкость-температура-деформация использовали сравнение деформации H при постоянной нагрузке и скорости нагрева от температуры $H=f(T)$, а также изменение соответствующей зависимости $lg(\eta)=f(T)$. На рисунке 1 представлена схема установки для проведения испытания.

Определение зависимости вязкости от температуры стекла состояло из двух этапов. На первом этапе определяли деформацию эталонного образца $H_{ан}$ от температуры при фиксированной скорости нагрева и постоянном разряжении. Зависимость изменения деформации от температуры представлена на рисунке 5.

В качестве эталонного образца взяли стекло, соответствующее по составу методу Охотина.

Температуру T , соответствующую значению логарифма вязкости $lg(\eta_{ан})$ рассчитали по формуле:

$$T = 15,14A + 10,76B + 1,36C + D \quad (3)$$

где T – температура, соответствующая заданному значению логарифма вязкости $^{\circ}\text{C}$;

A, B, C, D – безразмерные коэффициенты Охотина, зависящие от состава стекла

По значениям точек, рассчитанных по формуле 3, строили зависимость изменения логарифма вязкости $lg(\eta_{ан})$ от изменения температуры T , как функцию $lg(\eta_{ан}) = f(T)$ для стекла-эталоны, представленную на рисунке 6.

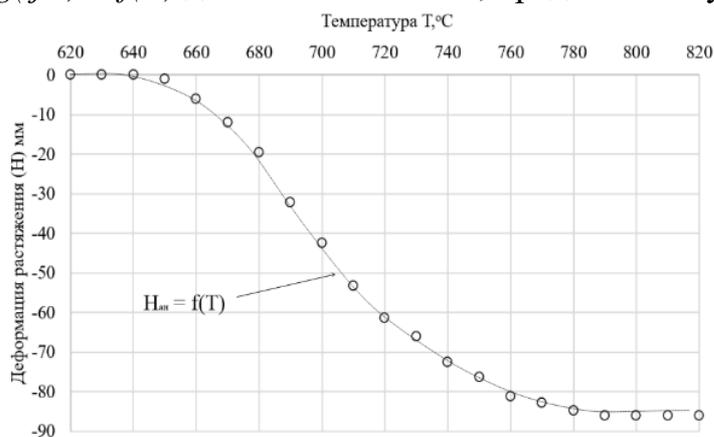


Рисунок 5 – Зависимость деформации образца стекла в форму от температуры

Далее совмещали диаграммы зависимостей изменения деформации растяжения $H_{ан}$ от температуры T и изменение логарифма вязкости стекла $lg(\eta_{ан})$ от температуры T , показанные на рисунках 5 и 6. Исходя из представленных совмещенных зависимостей изменения деформации стекла ($H_{ан}$) от температуры T и изменение логарифма вязкости $lg(\eta_{ан})$ от температуры T , определяли изменение логарифма вязкости эталонного стекла $lg(\eta_{ан})$ от изменения его деформации стекла $H_{ан}$. Показанную на рисунке 7 совмещенную зависимость применили в качестве эталонной для определения относительного значения логарифма вязкости $lg(\eta_{исп})$, испытываемого образца стекла неизвестного состава.

Проведенные исследования и расчеты подтвердили высказанное предположение о прямой зависимости деформации плоского стекла от вязкости при моллировании от вязкости.

Для обоснования метода косвенного определения вязкости плоского стекла провели испытание образца стекла неизвестного состава и определили зависимость логарифма вязкости стекла испытываемого образца $lg(\eta_{исп})$ относительно логарифма вязкости стекла-эталоны $lg(\eta_{ан})$.

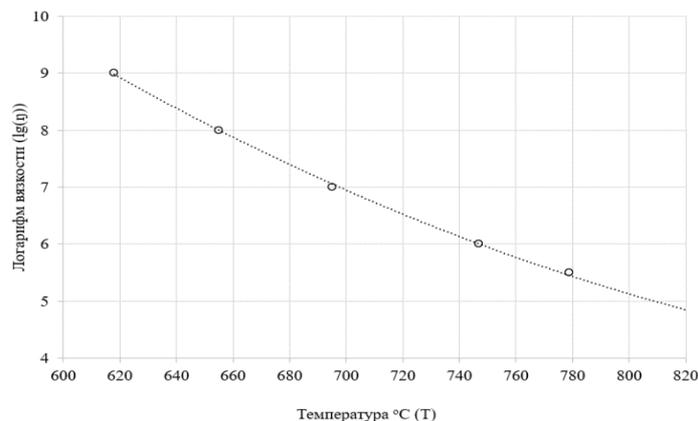


Рисунок 6 — Изменение логарифма вязкости $lg(\eta_{ан})$ эталонного образца от температуры

На основе полученных данных измерения деформации растяжения испытуемого образца $H_{исп}$ стекла и измерения изменения температуры T в диапазоне вязкости, соответствующем $10^6 - 10^9$ П, построили зависимость изменения деформации растяжения испытуемого образца $H_{исп}$ от изменения температуры T как функцию $H_{исп} = f(T)$, которую накладывали на построенную ранее зависимость изменения деформации $H_{ан}$ от температуры T эталонного образца стекла показанную на рисунке 5, совмещая по общей температурной оси T для сравнения. Представленные на рисунке 8 графики совмещенных зависимостей сравнивали по отклонению значений температур эталонного $T_{ан}$ и испытуемого $T_{исп}$ образцов стекла при условии равенства значений деформации растяжения испытуемого $H_{исп}$ и эталонного $H_{ан}$ образцов стекла: $T_{ан} \neq T_{исп}$ при $H_{исп} = H_{ан}$.

Из совмещенных зависимостей испытуемого $H_{исп}$ и эталонного $H_{ан}$ образцов стекла определяем отклонение температур ΔT :

$$\Delta T = T_{исп} - T_{ан} \quad (4)$$

Для построения зависимости изменения логарифма вязкости испытуемого стекла $lg(\eta_{исп})$ от температуры $T_{исп}$:

$$lg(\eta_{исп}) = f(T_{исп}) \quad (5)$$

значение логарифма вязкости $lg(\eta_{исп})$ определяли как:

$$lg(\eta_{исп}) = lg(\eta_{ан}) \quad (6)$$

а значение температуры $T_{исп}$ как:

$$T_{исп} = T_{ан} + \Delta T \quad (7)$$

По полученной зависимости определяли скорректированную рабочую температуру $(T_{исп})_{раб}$ при условии совпадения рабочих значений логарифма вязкости эталонного $lg(\eta_{ан})_{раб}$ и испытуемого $lg(\eta_{исп})_{раб}$ образца:

$$lg(\eta_{ан})_{раб} = lg(\eta_{исп})_{раб} \quad (8)$$

Был предложен метод косвенного определения вязкости стекла в диапазоне $10^6 - 10^9$ П. Отличительная особенность метода в том, что он позволяет оперативно определить зависимость вязкости от температуры на заданном участке при проведении всего одного эксперимента.

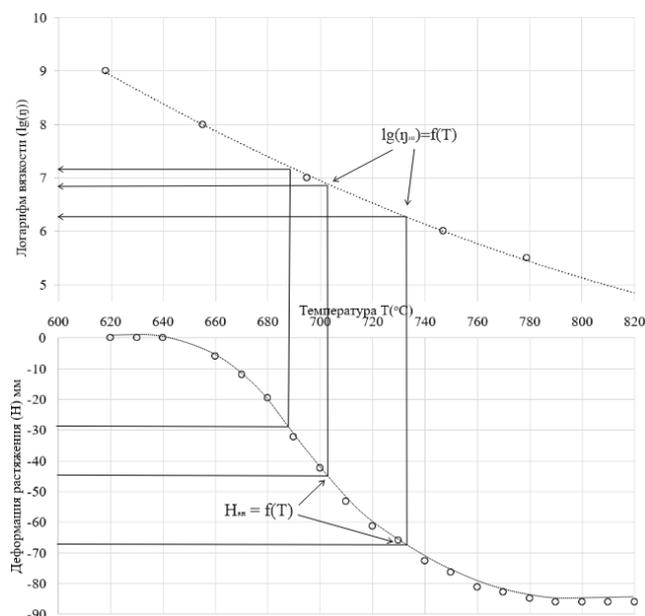


Рисунок 7 — Совмещенные графики зависимостей изменения деформации и логарифма вязкости от температуры

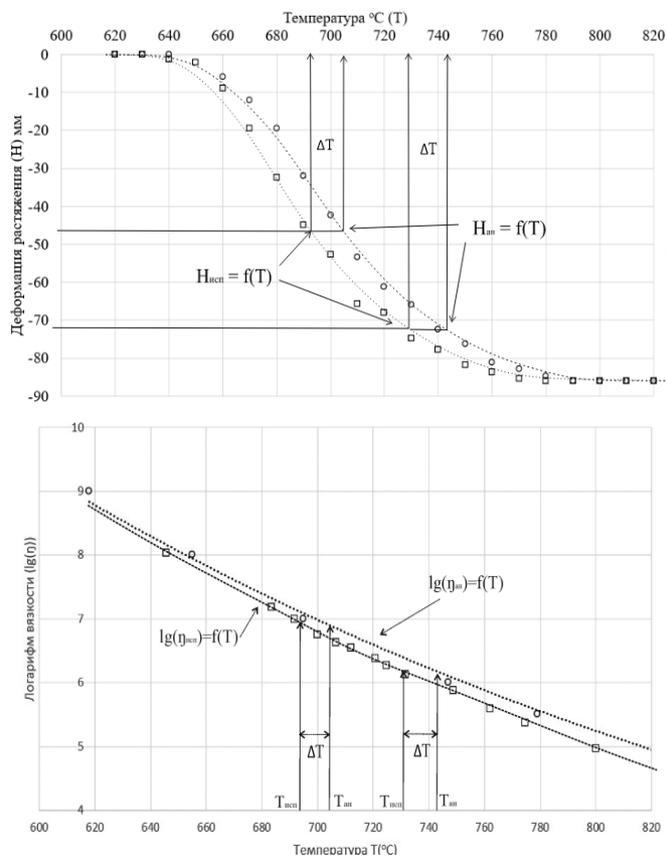


Рисунок 8 — Совмещенные зависимости изменения деформации эталонного и испытуемого образцов

Рисунок 9 — Построение отклонения зависимости логарифма вязкости испытуемого стекла $lg(\eta_{исп})$ от эталонного $lg(\eta_{ан})$

В параграфе 2.6. представлена методика определения относительной вязкости стекла по предложенному методу.

Результатами исследования, представленного в главе 2, является следующее:

- изменение толщины стекла при моллировании зависит от типа используемой формы. При этом линейная зависимость наблюдается в форме с углом при вершине 60° ;

- был предложен способ вакуумного моллирования плоского стекла в вакуумную форму с закреплённым краем, на который получен патент на изобретение;

- определены оптимальные соотношения давление-температура для процесса моллирования и рассчитана функциональная взаимозависимость температуры и давления;

- были уточнены коэффициенты расчета вязкости по методу Охотина;

- был предложен способ определения вязкости стекла относительно эталонного стекла, который позволяет проводить оперативный контроль вязкости плоских стекол без длительной подготовки образцов и без определения его химического состава.

В Главе 3 отражены результаты «исследования процесса вибрационной абразивного шлифования стеклянных рельефов с несимметричной поверхностью» для определения зависимости светопропускания стекла от технологических параметров шлифования.

В параграфе 3.1. предложена разработка метода и методики вибрационного шлифования стеклянного рельефа, а также введено и обосновано понятие «среднего угла рельефной поверхности», как объективного фактора оценки рельефа.

Был проведен выбор материалов, разработан метод определения зависимости светопропускания стекла от технологических параметров шлифования, определены оптимальные технологические параметры вибрационного шлифования, а также

исследовано влияние на светопропускание стеклянного образца параметров абразива и среднего угла рельефной поверхности.

В связи со сложностью объективного контроля светопропускания рельефных стекол, связанную с требованием плотного прилегания датчиков к поверхности стекла, было проведено моделирование рельефной несимметричной стеклянной поверхности.

Было введено понятие «среднего угла рельефной поверхности» α_{cp} , определяемое из уравнения:

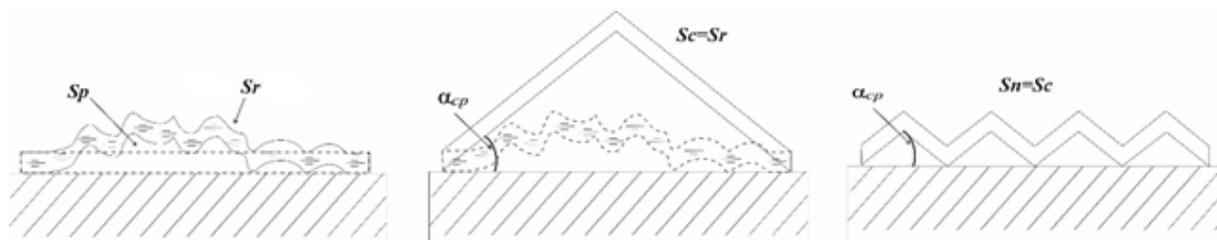
$$\alpha_{cp} = \arccos(S_p/S_r) \quad (9)$$

где α_{cp} – средний угол рельефной поверхности, °;

S_p – площадь проекции рельефной поверхности, см²;

S_r – площадь поверхности рельефа, см².

Для представления среднего угла рельефной поверхности фактическая рельефная поверхность была преобразована и упорядочена, как показано на рисунке 10.



S_p – площадь плоского исходного листа стекла; S_r – площадь поверхности рельефа;

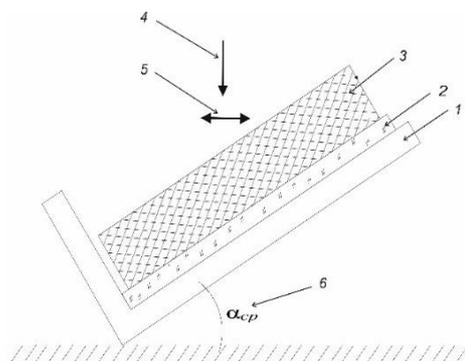
S_c – площадь боковой поверхности конуса; S_n – площадь поверхности упорядоченного рельефа; α_{cp} – средний угол рельефной поверхности

Рисунок 10 – Моделирование визуального представления среднего угла рельефной поверхности

Исходя из предложенного допущения, расчет среднего угла рельефной поверхности может быть осуществлен для рельефа, проекцией которого является круг или правильный многоугольник.

Обработка образца происходила на наклонном столе, схема которого показана на рисунке 11, с приложением усилия вибрационной обработки под углом равным среднему значению для данной рельефной поверхности.

На данном этапе был предложен метод вибрационного шлифования рельефных стеклянных поверхностей, способ моделирования рельефа для оценки светопропускания поверхности, а также предложен фактор объективной оценки рельефной поверхности.



1 – наклонный стол; 2 – плоское стекло; 3 – шлифовальный инструмент; 4 – вектор приложения усилия; 5 – плоскость вибрационного воздействия; 6 – (α_{cp}) средний угол рельефа

Рисунок 11 – Схема обработки плоского стекла на наклонном столе

В параграфе 3.2. представлены экспериментальные данные «Определения оптимальных технологических параметров вибрационного шлифования» согласно представленного метода. Был выбран ряд влияющих факторов:

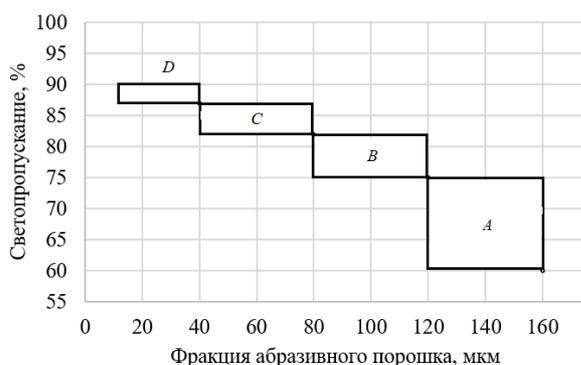
- усилие, прилагаемое к инструменту, при шлифовании;
- характеристики вибрационного воздействия на инструмент (амплитуда колебания, частота);
- время обработки между замерами светопропускания;
- изменение среднего угла рельефа;
- влияние фракции абразивного зерна на процесс шлифования.

Были выбраны средние и граничные значения воздействия на материал, обусловленные как спецификой обрабатываемого материала, так и доступными параметрами рабочего инструмента, показанными в таблице 4.

В результате были определены технологические параметры процесса вибрационного шлифования и представлены метод и методика оценки светопропускания от параметров шлифования.

Таблица 4– Технологические параметры шлифовального инструмента

Технологическое воздействие	Средний параметр
Прилагаемое усилие, Н	26±1
Характеристики вибрации: S - амплитуда колебания, мм, f – частота, Гц	0,8 10
Время обработки одного цикла, с.	120
Абразивное зерно инструмента. мкм	120–160; 80–120; 40–80; 10–40
Средний угол рельефной поверхности	0 – 90



Фракция абразива: А – 120–160; В – 80–120; С – 40–80; D – 10–40 мкм

Рисунок 12 – Изменение светопропускания стекла τ_v до и после механической обработки

В параграфе 3.3. Было проведено «Исследование влияния на светопропускание стеклянного образца параметров абразива и среднего угла рельефной поверхности» были получены зависимости относительного светопропускания τ_v от среднего угла рельефной поверхности α_{cp} и среднего размера фракции зерна абразивного порошка N , которые показаны на рисунке 13 и описываются формулой:

$$\tau_v = A \cdot \alpha_{cp}^2 + B \cdot \alpha_{cp} + \tau_{v0} \quad (10)$$

где τ_v - коэффициент светопропускания после обработки рельефной стеклянной поверхности шлифовальным инструментом с абразивной поверхностью, %;

τ_{v0} – коэффициент светопропускания до обработки рельефной стеклянной поверхности, %;

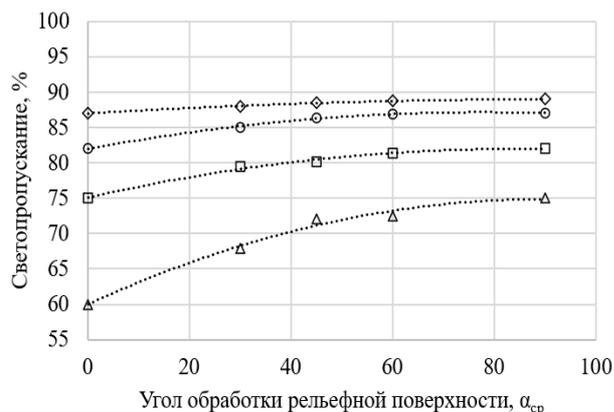
α_{cp} – средний угол рельефной поверхности, °;

A и B – безразмерные коэффициенты, определяемые по формулам:

$$A = 0,004 - N \cdot 10^{-5} \quad (11)$$

$$B = 0,06 + 0,002 \cdot N \quad (12)$$

где N – средний размер зерна фракции абразивного порошка, мкм.



Фракция абразива: 1 – 10-40; 2 – 40-80;
3 – 80-120; 4 – 120-160 мкм

Рисунок 13 – зависимости изменения светопропускания (τ_v) для различных фракций абразивного материала, в зависимости от изменения среднего угла рельефной поверхности

В результате проведенных и представленных в **Главе 3** исследований процесса вибрационной шлифовки стеклянных рельефов с несимметричной поверхностью были:

- предложен способ механической обработки несимметричной рельефной стеклянной поверхности, сформированный в патентное решение .

- впервые получено понятие «средний угол рельефной поверхности», которое позволяет ввести фактор объективной оценки несимметричных рельефов и может быть определен как как арккосинус отношения площади окружности, описанной вокруг проекции рельефа к фактической площади рельефной поверхности.

- определены параметры механического вибрационного шлифования несимметричных рельефных стеклянных поверхностей, позволяющие рассчитывать степень светопропускания обрабатываемого объекта для его дальнейшего использования.

- выведены закономерности изменения светопропускания рельефной поверхности от параметров рельефа «среднего угла рельефной поверхности» и параметров шлифовального инструмента.

- предложена математическая формула расчета зависимости светопропускания стеклянного рельефа от параметров механического воздействия на объект.

- предложены рекомендации по использованию метода вибрационного шлифования несимметричных рельефных стеклянных поверхностей.

Основные выводы

1. Разработан и систематизирован метод моллирования листового стекла в вакуумную форму с закрепленным краем для создания стеклянных изделий со сложным несимметричным рельефом.
2. Установлены зависимости и предложен расчет изменения толщины плоского стекла при моллировании в вакуумную форму от типа формы, температуры и разряжения.
3. Разработан метод изготовления рельефных объемов методом вакуумного моллирования из листового стекла с закрепленным краем. Преимущества метода – возможность изготовления объемных изделий методом моллирования с малыми радиусами поверхности и с отрицательными углами моллирования.

4. Исследованы и установлены зависимости в системе температура-деформация-вязкость для плоского стекла в диапазоне $10^6 - 10^9$ П. Разработан метод относительного определения вязкости стекла по имеющемуся эталону для листовых стекол, позволяющий корректировать температуру моллирования без проведения большого количества лабораторных исследований.
5. Исследованы и установлены зависимости изменение светопропускания матовых стекол от типа и фракции абразива, времени обработки поверхности и предложен способ расчета светопропускания стекла в зависимости от технологических параметров механической обработки (шлифования).
6. Предложен метод объективной оценки несимметричной рельефной стеклянной поверхности для оптимизации процесса механического шлифования. Впервые предложено и обосновано определение «среднего угла рельефной поверхности» для несимметричных рельефов как объективного фактора оценки рельефной поверхности. Разработан способ вибрационного шлифования несимметричных рельефных стеклянных поверхностей, позволяющий контролировать светопропускание матовых стекол с рельефной поверхностью. Преимущества метода – возможность расчета светопропускания в зависимости от технологических параметров механической обработки.
7. Разработанный метод изготовления рельефных объемов был принят к внедрению на ООО «Соляной городок».

Направления и перспективы дальнейших исследований по теме:

- составление таблиц относительной вязкости для стекол различных типов и диапазонов их моллирования по предложенному методу;
- исследование влияния формообразующих материалов на технологические параметры процесса моллирования и качества поверхности моллируемого стекла;
- создание технологии изготовления ламинированных стекол, обладающих сложным рельефом поверхности на основе предложенного метода формования стекла;
- разработка и публикация монографии по результатам диссертационной работы, создание практических рекомендаций по использованию метода моллирования в вакуумную форму с закрепленным краем.

Основные публикации по результатам диссертации

Монография:

1. Козицын, И. П. Развитие технологии пластической деформации стекла от Древнего Рима до наших дней / И. П. Козицын, А. В. Семенча. – Санкт-Петербург: ООО "Издательство ВВМ", 2022. – 128 с. – ISBN 978-5-9651-1442-9.

Публикации в изданиях, входящих в международную базу данных и систему цитирования Scopus:

2. Kozitcyn, I. P. Method of complex glass relief surfaces mechanical grinding / L. T. Zhukova, I. P. Kozitcyn // E3S Web of Conf. — 2023 — Volume 389. — URL: <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202338901012>

Публикации в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК при Минобрнауки России:

3. Козицын, И. П. Технологические проблемы применения объемного моллирования стекла в ювелирном искусстве / И. П. Козицын, Л. Т. Жукова // *Дизайн. Материалы. Технология.* – 2021. – № 1(61). – С. 90-95. – DOI 10.46418/1990-8997_2021_1(61)_90_95.
4. Козицын, И. П. Основные проблемы, возникающие при создании плоских фактурных и рифленых стекол, и их решения / И. П. Козицын, Л. Т. Жукова // *Дизайн. Материалы. Технология.* – 2021. – № 3(63). – С. 70-74. – DOI 10.46418/1990-8997_2021_3(63)_70_74.
5. Козицын, И. П. Исследование процесса моллирования плоского стекла в вакуумную форму / Л. Т. Жукова, И. П. Козицын // *Дизайн. Материалы. Технология.* – 2022. – № 3(67). – С. 94-100. – DOI 10.46418/1990-8997_2022_3(67)_94_100.
6. Козицын, И. П. Метод определения вязкости стекла по имеющемуся аналогу / Л. Т. Жукова, И. П. Козицын // *Дизайн. Материалы. Технология.* – 2022. – № 4(68). – С. 91-97. – DOI 10.46418/1990-8997_2022_4(68)_91_97.
7. Козицын, И. П. Анализ температурно-вязкостных параметров листового стекла / Л. Т. Жукова, И. П. Козицын // *Дизайн. Материалы. Технология.* – 2024. – № 1(73). – С. 91-97. – DOI 10.46418/1990-8997_2024_1(73)_91_97
8. Козицын, И. П. Интерполяция коэффициентов расчета вязкости по методу Охотина / Л. Т. Жукова, И. П. Козицын // *Дизайн. Материалы. Технология.* – 2022. – № 1(73). – С. 91-97. – DOI 10.46418/1990-8997_2024_2(74)_91_97

Публикации в сборниках научных трудов:

9. Козицын, И. П. Исследование влияния геометрии формирующих элементов на процесс вакуумного моллирования плоского стекла / Л. Т. Жукова, И. П. Козицын // *Технология художественной обработки материалов: материалы XXIV всероссийской научно-практической конференции, Санкт-Петербург, 08–12 ноября 2021 года.* – Санкт-Петербург: Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна, 2021. – С. 313-319.
10. Козицын, И. П. Факторы, приведшие к возрождению в конце 19 века технологии объемного моллирования, как самостоятельного способа декорирования стекла / Л. Т. Жукова, И. П. Козицын // *Наука и образование в области технической эстетики, дизайна и технологии художественной обработки материалов : материалы XIII международной научно-практической конференции вузов России, Санкт-Петербург, 12–16 апреля 2021 года.* – Санкт-Петербург: Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна, 2021. – С. 79-87.
11. Козицын, И. П. Особенности развития горячего художественного стеклоделия в современной России. Взгляд технолога / Л. Т. Жукова, И. П. Козицын // *Технология художественной обработки материалов: Материалы XXV всероссийской научно-практической конференции, Санкт-Петербург, 24–29 октября 2022 года.* – Санкт-Петербург: Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна, 2022. – С. 157-165.
12. Козицын, И. П. Особенности развития технологии изготовления листового стекла в средневековой Европе / Л. Т. Жукова, И. П. Козицын // *Наука и*

образование в области технической эстетики, дизайна и технологии художественной обработки материалов : Материалы XIV международной научно-практической конференции вузов России, Санкт-Петербург, 18–23 апреля 2022 года. – Санкт-Петербург: Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна, 2022. – С. 424-432.

Патенты:

13. Патент № 2607841 С1 Российская Федерация, МПК С03В 23/035. Способ вакуумного моллирования и устройство для его реализации: № 2015149541: заявлено 18.11.2015: опубликовано 20.01.2017 / И. П. Козицын; заявитель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургская Государственная художественно-промышленная Академия имени А.Л. Штиглица".
14. Патент № 2796330 С1 Российская Федерация, МПК G01N 11/00. Способ определения вязкости стекла: № 2022114962: заявлено 01.06.2022: опубликовано 22.05.2023 / И. П. Козицын, Л. Т. Жукова; заявитель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна.
15. Патент № 2804708 Российская Федерация, МПК В24В 1/00 (2006.01) В24В 13/01 (2006.01) В24D 3/28 (2006.01) Способ абразивной обработки рельефной стеклянной поверхности: заявлено 21.12.2022: опубликовано 04.10.2023 / И. П. Козицын, Л.Т. Жукова; заявитель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Санкт-Петербургский Государственный университет промышленных технология и дизайна.