

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
АВИАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ»
НАЦИОНАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ЦЕНТРА
«КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»**

На правах рукописи

Салимов Илья Эркинович

**ГИБКИЙ ТЕПЛОЗВУКОИЗОЛЯЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ
НИЗКОЙ ПЛОТНОСТИ НА ОСНОВЕ СТЕКЛОВОЛОКНА**

Специальность 2.6.11. «Технология и переработка синтетических и
природных полимеров и композитов»

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель

Кандидат технических наук

Беспалов Александр Сергеевич

Москва – 2025

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

ТЗИМ	Теплозвукоизоляционный материал
ВМ	Волокнистый материал
ФФ	Фенолформальдегид
ФФМ	Фенолформальдегид, модифицированный мочевиной
КФ	Карбамидоформальдегид
ПВС	Поливиниловый спирт
КУС	Контактный угол смачивания
СЭМ	Сканирующая электронная микроскопия
РСМ	Рентгеноспектральный микроанализ
ХМС	Газовая хромато-масс-спектрометрия
ПХМС	Пиролитическая газовая хромато-масс-спектрометрия
ОМП	Оптическая микроскопия в поляризованном свете

Оглавление

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ.....	2
ВВЕДЕНИЕ.....	6
ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР.....	15
1.1 Современные авиационные теплозвукоизоляционные материалы.....	15
1.1.1 Классификация современных авиационных теплозвукоизоляционных материалов....	15
1.1.2 Теплозвукоизоляционные материалы на основе стеклянных и минеральных волокон..	16
1.1.3 Сравнительный анализ характеристик современных авиационных теплозвукоизоляционных материалов	22
1.2 Стекловолокно как основа современных авиационных теплозвукоизоляционных материалов..	24
1.2.1 Химический состав и свойства стекловолокна как основы авиационных теплозвукоизоляционных материалов	24
1.2.2 Влияние параметров стекловолокна на функциональные свойства теплозвукоизоляционных материалов	25
1.3 Связующие компоненты в авиационных теплозвукоизоляционных материалах: состав, свойства и влияние на эксплуатационные характеристики.....	28
1.3.1 Органические связующие в авиационных теплозвукоизоляционных материалах: состав, свойства и перспективы развития.....	28
1.3.2 Неорганические связующие системы в авиационных теплозвукоизоляционных материалах: состав, свойства и области применения	36
1.4 Гидрофобизация авиационных теплоизоляционных материалов	39
1.5 Технологии создания гибких низкоплотных теплозвукоизоляционных материалов на основе стекловолокна	42
1.5.1 Оборудование для получения нетканых теплозвукоизоляционных материалов из стеклянных и минеральных волокон, получаемых из расплава	43
1.5.2 Оборудование для получения нетканых теплозвукоизоляционных материалов из минеральных волокон влажными методами обработки.....	50
1.5.3 Оборудование для получения нетканых теплозвукоизоляционных материалов из минеральных волокон сухими методами.....	53
1.6 Выводы к главе 1	67
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	68
2.1 Материалы.....	68
2.2 Методы исследования	68
2.2.1 Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ...	68

2.2.2	Газовая хромато-масс-спектрометрия и пиролитическая газовая хромато-масс-спектрометрия	73
2.2.3	Испытания по ГОСТ 17177-94.....	75
2.2.4	Измерение потери масс смол	82
2.2.5	Рентгеноструктурный анализ.....	83
2.2.6	Оптическая микроскопия в поляризованном свете	85
2.2.7	Измерение контактного угла смачивания.....	87
2.2.8	Определение массовой доли нелетучего остатка при поликонденсации смол по ГОСТ 20907-2016	88
2.2.9	Определение массовой доли щелочи в смолах ГОСТ 20907-2016.....	89
2.2.10	Измерение коэффициента теплопроводности	90
2.2.11	Измерение коэффициента звукопоглощения	92
2.2.12	Определение потери массы теплозвукоизоляционных материалов после выдержки в течение 168 ч при температуре 70 °С в соответствии с методикой из ГОСТ 2678-94.....	94
2.2.13	Испытания на распространение пламени в соответствии с НЛГ-25 приложение F часть VI.....	95
ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА И СВОЙСТВ ГИБКОГО ТЕПЛОЗВУКОИЗОЛЯЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НИЗКОЙ ПЛОТНОСТИ МАРКИ MICROLITE AA BLANKETS ПРОИЗВОДСТВА США		97
Выводы к главе 3		104
ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ГИБКИХ ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ НИЗКОЙ ПЛОТНОСТИ		105
4.1	Исследование влияния метода получения ТЗИМ на плотность и гибкость.....	105
4.2	Разработка экспериментальной установки для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон	106
4.3	Исследование влияния расхода воздуха в камере волокноосаждения на плотность ТЗИМ	112
4.4	Выводы к главе 4	113
ГЛАВА 5. РАЗРАБОТКА СОСТАВА И ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СВЯЗУЮЩЕГО ДЛЯ СКРЕПЛЕНИЯ СТЕКЛЯННЫХ ВОЛОКОН ТЕПЛОЗВУКОИЗОЛЯЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ		114
5.1	Исследование процессов отверждения смол при различных температурах	114
5.2	Исследование структуры и свойств смол	117
5.3	Исследование зависимости плотности, физико-механических и гидрофобных свойств гибкого ТЗИМ низкой плотности от состава связующего. Разработка состава и технологии изготовления связующего марки ВС-74.....	123

5.4	Выводы к главе 5	129
ГЛАВА 6.	ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАВИСИМОСТИ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ ОТ ПЛОТНОСТИ ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	131
	Выводы к главе 6.....	137
ГЛАВА 7.	РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ГИБКОГО ВОЛОКНИСТОГО ТЕПЛОЗВУКОИЗОЛЯЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НИЗКОЙ ПЛОТНОСТИ И ИССЛЕДОВАНИЕ ЕГО ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ.....	138
7.1	Исследование влияния режимов нанесения связующего на плотность, физико-механические и гидрофобные свойства гибкого ТЗИМ низкой плотности на основе стекловолокна.....	138
7.2	Исследование влияния режимов отверждения связующего на сорбционную влажность и потерю массы при нагревании. Разработка технологии изготовления ТЗИМ марки ВТИ-29.....	143
7.3	Исследование эксплуатационных свойств ТЗИМ марки ВТИ-29.....	145
7.4	Выводы к главе 7	151
	ВЫВОДЫ	153
	СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	156

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работ

Актуальность работы обусловлена комплексом взаимосвязанных технологических, экономических и климатических вызовов, стоящих перед российской гражданской авиацией, а также необходимостью обеспечения технологического суверенитета в сфере критических материалов. Интенсивный рост пассажиропотока и грузооборота на внутренних и международных маршрутах, обслуживаемых отечественными авиакомпаниями, требует не только увеличения парка воздушных судов нового поколения (таких как МС-21, Суперджет, ИЛ-114 и других перспективных разработок), но и их соответствия ужесточающимся глобальным стандартам (FAR-25, ICAO, CORSIA и другим) и требованиям российских авиационных правил (НЛГ-25). Эти требования формируют запрос на оптимизацию конструкции летательных аппаратов, где приоритетными направлениями выступают снижение массы для уменьшения расхода авиатоплива и эксплуатационных затрат, а также обеспечение акустического комфорта в пассажирском салоне и кабине экипажа, напрямую влияющего на конкурентоспособность авиаперевозчиков.

Теплозвукоизоляционные материалы (ТЗИМ) играют в этом контексте критически важную роль: они необходимы для обеспечения комфорта и безопасности, при этом их значительный объем и масса напрямую влияют на топливную эффективность. Традиционно применяемые изоляционные решения (минеральная вата, полимерные пены, комбинированные системы) зачастую не в полной мере удовлетворяют комплексным требованиям НЛГ-25 и специфике эксплуатации в России. Помимо фундаментального компромисса между низкой плотностью/массой и высокими теплозвукоизоляционными свойствами (особенно в низкочастотном диапазоне 100-1000 Гц, критичном для шума двигателей и аэродинамических шумов), особую остроту приобретает проблема гидрофобности. Материалы в конструкции воздушного судна неизбежно подвергаются воздействию конденсации влаги из-за перепадов температур и давления на высоте, а также при эксплуатации во влажном климате или в

условиях осадков на земле. Впитывание влаги существующими материалами приводит к катастрофическим последствиям: резкому росту теплопроводности, увеличению массы, снижению звукоизоляции, потере эластичности, промерзанию в условиях отрицательных температур, развитию микроорганизмов и коррозии элементов конструкции планера. Поэтому разработка материала с повышенной гидрофобностью, достигаемой за счет применения специальных связующих, придающих гидрофобные свойства, является критически важным требованием для обеспечения стабильности эксплуатационных характеристик и долговечности в реальных условиях.

Эксплуатация в арктическом климате также накладывает дополнительные экстремальные требования на ТЗИМ. Помимо стандартного для авиации диапазона температур (от минус 55 °С до +70 °С), материалы должны сохранять гибкость, механическую целостность и изоляционные свойства при длительном воздействии низких температур и высокой влажности воздуха (70-95 %). Разработка материала с высокой гидрофобностью становится стратегической задачей для обеспечения надежности и регулярности северных перевозок.

В свете обозначенных вызовов разработка нового класса гибких волокнистых ТЗИМ низкой плотности на основе стекловолокна приобретает высокую научно-техническую и практическую значимость. Стекловолокно как базовая матрица обладает уникальным сочетанием свойств, критически важных для авиации и отвечающих НЛГ-25: негорючестью, высокой термостабильностью (сохранение свойств до 500-700 °С), отличной химической стойкостью, высокой удельной прочностью и долговечностью при минимально возможной массе.

Создание такого многофункционального материала, сочетающего гибкость, предельно низкую плотность, высокое звукопоглощение, низкий коэффициент теплопроводности, низкое влагопоглощение, сохранение гибкости и целостности при температуре минус 65 °С, при полном соответствии нормам НЛГ-25 по пожаробезопасности, дымообразованию и токсичности, на сегодняшний день крайне актуально и позволит преодолеть ограничения существующих аналогов и создать конкурентоспособный отечественный продукт. Успешная реализация данного исследования и последующее внедрение материала в конструкции перспективных

(МС-21, Суперджет, Ил-114 и другие) и модернизируемых воздушных судов гражданской авиации будет способствовать достижению стратегических целей отрасли: снижению массы изоляционных систем, экономии топлива, сокращению выбросов, повышению акустического комфорта пассажиров на всех трассах, снижению эксплуатационных затрат, обеспечению независимости от импорта критических материалов и укреплению технологического суверенитета России в области авиастроения, особенно в условиях повышенного внимания к развитию арктических регионов и Северного морского пути.

Цель работы: разработка технологии изготовления нового гибкого теплозвукоизоляционного материала низкой плотности на основе стекловолокна методом аэрационного осаждения.

Для достижения поставленной цели были решены следующие **задачи:**

1. Создать оборудование для получения гибких волокнистых материалов с низкой плотностью методом аэрационного осаждения с одновременным послойным нанесением связующего;
2. Установить взаимосвязь между структурой и свойствами основных компонентов связующего для получения гибкого теплозвукоизоляционного материала низкой плотности на основе стекловолокна;
3. Разработать состав и технологию изготовления связующего для скрепления стеклянных волокон теплозвукоизоляционного материала, обеспечивающего ему высокую гибкость, низкую плотность, пожаробезопасные и гидрофобные свойства;
4. Установить зависимости физико-механических и гидрофобных свойств гибкого теплозвукоизоляционного материала низкой плотности на основе стекловолокна от состава связующего;
5. Выявить закономерности влияния плотности и состава гибких волокнистых материалов низкой плотности на коэффициент теплопроводности;
6. Разработать состав и технологию изготовления гибкого волокнистого теплозвукоизоляционного материала низкой плотности, отвечающего

современным требованиям авиастроения, и исследовать его эксплуатационные свойства.

Научная новизна работы:

1. Впервые выявлены закономерности изменения теплофизических свойств гибких материалов на основе стекловолокна и кварцевых волокон в диапазоне плотностей от 5 до 35 кг/м³. Показано, что увеличение температуры ведет к увеличению теплопроводности волокнистых материалов, а увеличение плотности в диапазоне 5-25 кг/м³ – для образцов, содержащих связующее, и в диапазоне плотностей 5-20 кг/м³ – для образцов, полученных без применения связующего, приводит к уменьшению теплопроводности.

2. Впервые установлены эффективные пороговые значения плотностей гибких материалов на основе стекловолокна и кварцевых волокон (9 кг/м³ – для теплозвукоизоляционных материалов на основе стекловолокна и 13 кг/м³ – для теплозвукоизоляционных материалов на основе кварцевого волокна), при которых коэффициент теплопроводности будет соответствовать современным требованиям авиастроения.

3. Впервые предложен способ получения гибких волокнистых материалов низкой плотности методом аэрационного осаждения волокон различной природы с одновременным послойным нанесением связующего и закреплением его на поверхности волокон без привязки к оборудованию формирования волокон.

4. Установлены закономерности изменения свойств теплозвукоизоляционных материалов от состава связующего, что позволило обосновать выбор состава многокомпонентного связующего, обеспечивающего получение гибкого волокнистого теплозвукоизоляционного материала, превосходящего зарубежный и отечественный аналоги по гидрофобным и звукоизоляционным свойствам.

Теоретическая значимость работы:

1. Установлено влияние интенсивности аэродинамического потока на плотность волокнистых матов, полученных методом аэрационного осаждения.

Определен диапазон расхода воздуха ($0,19-0,50 \text{ м}^3/\text{с}$) при котором достигается минимальная плотность осажденного волокнистого материала, соответствующая современным требованиям авиастроения.

2. Определены особенности смачивания поверхности стекла карбамид модифицированной фенолформальдегидной и карбамид меламиноформальдегидной смолами, являющимися основой связующего для получения гибких волокнистых теплозвукоизоляционных материалов низкой плотности. Показано, что карбамид модифицированная фенолформальдегидная смола имеет меньший контактный угол смачивания в зависимости от времени по сравнению с карбамид меламиноформальдегидной смолой.

3. Исследованы особенности процессов отверждения формальдегидных смол при различных температурных режимах и изучены структуры отвержденных смол. Показана необходимость двухэтапного отверждения смол для более полного протекания реакции поликонденсации.

4. Установлено влияние состава различных связующих и режимов их нанесения на физико-механические и гидрофобные свойства гибких теплозвукоизоляционных волокнистых материалов. Показано, что наилучшим комплексом свойств обладают образцы теплозвукоизоляционных материалов, полученных с применением связующего на основе карбамид модифицированной фенолформальдегидной смолы с добавлением полиэтилгидросилоксана в качестве гидрофобизатора при комнатной температуре с объемным расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, температура отверждения 160°C с выдержкой в течение 150 мин.

Практическая значимость работы:

1. Разработана и изготовлена установка для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон. Разработанная установка защищена патентом РФ на изобретение № 2023119229 «Устройство для получения нетканого теплоизоляционного материала».

2. Разработаны состав и технология изготовления связующего для получения гибкого теплозвукоизоляционного волокнистого материала низкой плотности. Разработаны технологическая инструкция ТИ 1.595-29-1693-2023 «Изготовление связующего марки ВС-74 для теплозвукоизоляционных материалов на основе стеклянных и керамических волокон» и технические условия ТУ 20.16.56-132-07545412-2023 «Связующее марки ВС-74 для теплозвукоизоляционных материалов на основе стеклянных и керамических волокон».

3. Разработаны состав и технология изготовления нового гибкого волокнистого теплозвукоизоляционного материала низкой плотности. Разработаны технологическая инструкция ТИ 1.595-29-1797-2024 «Изготовление гибкого теплозвукоизоляционного волокнистого материала марки ВТИ-29 на основе стекловолокна» и технические условия ТУ 23.99.19-204-07545412-2024 «Гибкий теплозвукоизоляционный волокнистый материал марки ВТИ-29 на основе стекловолокна».

4. Разработан гибкий теплозвукоизоляционный материал низкой плотности на основе стекловолокна с улучшенными гидрофобными свойствами и звукопоглощением по сравнению с аналогами. Подана заявка на изобретение № 2024130034 от 04.10.2024 г. на гибкий теплозвукоизоляционный волокнистый материал.

Положения, выносимые на защиту:

1. Показана высокая эффективность разработанного способа получения гибких волокнистых теплозвукоизоляционных материалов низкой плотности, заключающаяся в равномерности осаждения волокнистой основы и нанесения связующего.

2. Обоснован выбор основного компонента связующего – карбамид модифицированной фенолформальдегидной смолы. Показано, что карбамид модифицированной фенолформальдегидная смола обладает наименьшими влажностью 0,6 % и сорбционной влажностью 6,5 % и 15,4 % при экспозиции

образцов в течение 24 ч и 72 ч соответственно, обладает мелкозернистой частично кристаллической структурой, а также лучше смачивает поверхность стекла и имеет лучшую адгезию к стеклу по сравнению с фенолформальдегидными и карбамид меламиноформальдегидной смолами.

3. Исследовано влияние состава различных связующих и режимов их нанесения на физико-механические и гидрофобные свойства гибких теплозвукоизоляционных волокнистых материалов. Показано, что наилучшим комплексом свойств обладают образцы теплозвукоизоляционных материалов, полученных с применением связующего на основе карбамид модифицированной фенолформальдегидной смолы с добавлением полиэтилгидросилоксана в качестве гидрофобизатора при комнатной температуре с объемным расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, температура отверждения 160 °С с выдержкой в течение 150 мин. Разработаны состав и технология изготовления связующего для получения гибкого теплозвукоизоляционного материала низкой плотности на основе стекловолокна.

4. Исследованы зависимости коэффициента теплопроводности гибких волокнистых материалов низкой плотности от плотности и состава материала. Показано, что увеличение температуры ведет к увеличению теплопроводности волокнистых материалов, а увеличение плотности в диапазоне 5-25 кг/м³ для образцов, содержащих связующее, и в диапазоне плотностей 5-20 кг/м³ для образцов, полученных без применения связующего, приводит к уменьшению теплопроводности. Определены значения плотности, ниже которых происходит значительное ухудшение теплоизоляционных свойств в теплозвукоизоляционных материалах на основе стеклянных и кварцевых волокон (9 кг/м³ для материалов на основе стекловолокна и 13 кг/м³ для материалов на основе кварцевого волокна).

5. Разработаны состав и технология изготовления нового гибкого теплозвукоизоляционного материала низкой плотности на основе стекловолокна. Исследованы его эксплуатационные свойства. Показано, что по значениям плотности, коэффициента теплопроводности, и пожаробезопасности полученный

теплозвукоизоляционный материал не уступает материалам Microlite AA blankets и АТМ-1, а по значениям сорбционной влажности и коэффициента звукопоглощения при частотах, превышающих 800 Гц, превосходит их.

Личный вклад соискателя

Личный вклад соискателя заключается в постановке целей и задач исследования, выборе методов исследования, проведении анализа литературных и патентных источников, исследовании состава и свойств материала Microlite AA blankets (США), разработке экспериментальной установки для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон, отработке режимов получения гибких волокнистых теплозвукоизоляционных материалов, исследовании особенностей процессов отверждения смол, разработке состава и технологии изготовления связующего, изготовлении и исследовании свойств образцов теплозвукоизоляционных материалов, разработке состава и технологии изготовления гибкого теплозвукоизоляционного материала низкой плотности на основе стекловолокна, обобщении и анализе полученных данных, подготовке публикаций и представлении результатов работы.

Достоверность полученных в работе результатов подтверждается использованием стандартизованных методов испытаний, метрологически аттестованного, поверенного современного оборудования, статистической обработкой значительного (свыше двухсот образцов) объема экспериментальных данных.

Апробация результатов

Основные результаты диссертационной работы были представлены на XXII Менделеевском съезде по общей и прикладной химии (Федеральная территория «Сириус», 2024 г.), Международной научно-практической конференции «Материаловедение, формообразующие технологии и оборудование 2025 (ICMSSTE 2025)» (ФГАОУ ВО «КФУ им. В.И. Вернадского», 2025 г.).

Публикации

По материалам диссертации опубликовано 5 научных работ в рецензируемых журналах, из которых 4 включены в перечень ВАК при Минобрнауки России, 1 включена в международные базы данных Scopus и Web of Science, отражающих основное содержание работы. Получен 1 патент РФ и подана 1 заявка на изобретение.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, 7 основных глав (литературный обзор, экспериментальная часть, обсуждение результатов) и выводов, изложена на 174 страницах печатного текста, содержит 42 рисунка, 9 таблиц и библиографию из 150 источников.

ГЛАВА 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Современные авиационные теплозвукоизоляционные материалы

1.1.1 Классификация современных авиационных теплозвукоизоляционных материалов

Современные авиационные теплозвукоизоляционные материалы (ТЗИМ) представляют собой сложную многокомпонентную систему, классификация которых осуществляется по нескольким ключевым признакам: химическому составу, структурной организации и функциональным свойствам. По химическому составу выделяют три основные группы: неорганические (минеральная вата, стекловолокно, базальтовое волокно), органические (полиэфирные, полиимидные, меламиноформальдегидные пенопласты) и гибридные материалы, сочетающие компоненты различной природы [1-2]. Структурная классификация основана на морфологических особенностях материала: волокнистые (с ориентированной или хаотичной структурой волокон), ячеистые (закрыто- или открытопористые), гранулированные и многослойные композиции [3]. Особую группу составляют наноструктурированные материалы, содержащие углеродные нанотрубки или аэрогели, которые демонстрируют уникальное сочетание низкой теплопроводности ($0,012-0,018 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$) и высокой удельной прочности [4].

Современные авиационные ТЗИМ также систематизируются по ключевым эксплуатационным характеристикам таким как: теплопроводность, коэффициент звукопоглощения, температурный диапазон применения. Особое значение в авиации имеет массовая классификация, низкоплотные материалы (с плотностью $7-15 \text{ кг/м}^3$) применяются для изоляции фюзеляжа, а стандартные (с плотностью свыше 15 кг/м^3) – в зонах с механическими нагрузками. Выбор класса определяется балансом между топливной эффективностью и эксплуатационными требованиями [5-6].

Современные тенденции в развитии авиационных изоляционных

материалов связаны с созданием интеллектуальных multifunctional систем, сочетающих тепло- и звукоизоляционные свойства с дополнительными функциями: самодиагностикой, адаптацией к изменяющимся условиям эксплуатации, способностью к регенерации повреждений [7]. Особый интерес представляют фазопереходные материалы, способные аккумулировать и высвобождать тепловую энергию при изменении агрегатного состояния, что позволяет эффективно регулировать тепловой режим в кабине воздушного судна [8]. Перспективным направлением является разработка биоразлагаемых изоляционных материалов на основе природных волокон (лен, конопля, целлюлоза) с модифицированными связующими, отвечающими требованиям экологической безопасности и рециклинга [9-10]. Классификация таких инновационных материалов требует разработки новых критериев оценки, учитывающих не только традиционные теплофизические и акустические характеристики, но и показатели устойчивости в рамках концепции "зеленой" авиации [11].

1.1.2 Теплозвукоизоляционные материалы на основе стеклянных и минеральных волокон

В настоящее время материаловеды продолжают работу по совершенствованию и модификации существующих видов ТЗИМ на основе стеклянных и/или минеральных волокон, это связано с постоянно повышающимися требованиями к их эксплуатационным характеристикам, а также требованиями пожарной и экологической безопасности.

Теплозащитная система для летательных аппаратов, в частности, для самолетов гражданской авиации, как правило, содержит в качестве основы волокнистый материал (мат или войлок) из термостойкого негорючего волокна (такого как базальтовое, кварцевое, кремнезёмное, органическое, стеклянное или их смеси), связующее и защитную оболочку, в которую заключают этот волокнистый материал (ВМ), а также может дополнительно содержать компоненты, придающие теплозащитным системам огнестойкость и

гидрофобность, или снижающие их теплопроводность. Защитная оболочка должна, с одной стороны, препятствовать накоплению влаги в волокне и его осыпанию, с другой стороны, она должна позволять испаряться влаге, конденсирующейся в матах в процессе их циклического нагрева и охлаждения, а, кроме того, оболочка должна соответствовать противопожарным требованиям, изложенным в НЛГ-25 (FAR-25).

Самолетная теплоизоляция серийно производится во многих странах. Наиболее крупными производителями самолетной волокнистой теплоизоляции в США являются Johns Manville Corp., Thermal Ceramics, Unifrax Corporation, Orcon Aerospace, Hi-Temp Insulation Corp.

Компания Johns Manville (США) производит гибкую теплоизоляцию из стекловолокна, в качестве связующих использует содержащие и не содержащую смолу виды, а также без связующих, в качестве покрытия использует стеклосетки и металлическую фольгу [12].



а



б



в

Рисунок 1 – Волокнистая теплоизоляция от компании Johns Manville (США):

а) гофрированный материал Micro-Fiber Felt из боросиликатного стекловолокна без связующего. $T_{\text{макс}} = 478^{\circ}\text{C}$; б) – Microlite AA из боросиликатного стекла 902b и связующего из термоотверждаемой смолы с водоотталкивающими добавками, $T_{\text{макс}} = 232^{\circ}\text{C}$; в) – Microlite EQ из стекловолокна и не содержащего фенолформальдегида связующего с облицовкой из алюминиевой фольги.

Корпорация Thermal Ceramics (США) имеет филиалы во многих странах,

например, Австралии, Индии, Китае, Мексике, Канаде, Аргентине и других, производит различные виды теплоизоляции (блоки, бумаги, войлоки, маты) на основе волокон из щелочно-земельных оксидов Superwool и из оксида алюминия Saffil [13].

Одним из крупнейших производителей волокнистой теплоизоляции для самолётов Boeing в США является корпорация Hi-Temp Insulation. На рисунке 2 представлены образцы теплоизоляции на основе стекловолокна данной фирмы. Теплоизоляция производится трех видов: с фенольным связующим, с фенольным связующим и водоотталкивающими добавками и с силиконовым связующим, которое обеспечивает работу теплоизоляции вплоть до температуры 371°C. Неотвержденные смолы вводят в волокнистую массу, после чего отверждают в горячем прессе, получая теплоизоляцию требуемой толщины и плотности.

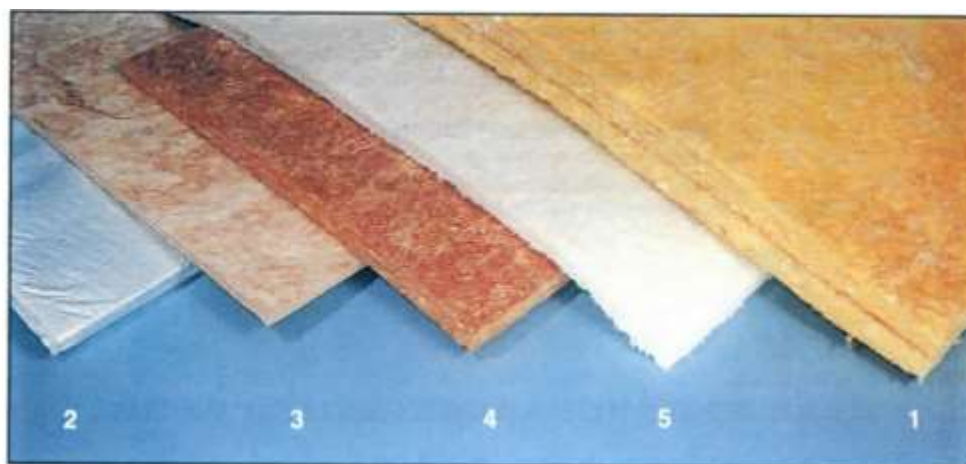


Рисунок 2 – Теплоизоляция Hi-Temp Insulation Inc (США) из стекловолокна:
 1 – слоистый материал; 2 – покрытый пленкой или тканью материал; 3 – материал из стекловолокна со связующим из термоотверждаемой фенольной смолы;
 4 – материал из стекловолокна с водоотталкивающими добавками в связующем;
 5 – материал из стекловолокна с силиконовым связующим.

Hi-Temp также производит облицованные тканями, сетками, металлической фольгой и пленками материалы из углеродных или керамических волокон [14].



Рисунок 3 – Прошивная машина компании Hi-Temp insulation Inc. для облицовки теплоизоляции

Американская корпорация Orcon – производитель авиационной теплозвукоизоляции с 50-летним стажем. Производит различные виды теплоизоляции, как из стеклянного волокна, так и из обработанного полиакрилонитрильного волокна марки Curlon. Особенно хорошие противопожарные свойства, по мнению компании, имеет теплоизоляция Curlon/Kapton – нетканый мат из ПАН-волокна, покрытый полиимидной пленкой марки Kapton, разработанной компанией DuPont. Для авиационного применения компания Orcon разработала технологию армирования полимерных пленок BOCS (Bond Oriented Continuous Strand) для нанесения армирующих нитей Nomex® на одну поверхность пленки. По этой технологии клей наносят только на нити в одном направлении. Это сводит к минимуму количество клея, делая армированные пленки ORCON намного легче по весу, чем армированные пленки других производителей, и в то же время удовлетворяют требованиям по отводу газов [15].



Рисунок 4 – Теплоизоляция Orcon Corporation

Немецкая компания Steinbach AG производит теплоизоляцию с использованием стекловолокна в виде необлицованного мата наименования glass fibre mats/-a и в виде двухслойного материала, содержащего слои волокнистого мата и флиса из стекловолокна, облицованного пленкой с одной стороны и алюминиевой фольгой с другой Isoglamat 4/21 ALU (рисунки 4 и 5) [16].



Рисунок 5 – Схема материала Isoglamat 4/21 ALU компании Steinbach AG



а



б

Рисунок 6 – Материалы glass fibre mats/-a (а) и Isoglamat 4/21 ALU (б) производства компании Steinbach AG (Германия)

В СССР в середине прошлого века был разработан самолетный ТЗИМ из стекловолокна с фенолформальдегидной смолой в качестве связующего на

рабочие температуры от минус 60 до 150 °С. Материал был изготовлен из супертонкого стеклянного волокна диаметром до 2 мкм, получаемого путем раздува горячими газами первичных грубых волокон диаметром 150-200 мкм. Состав волокна: SiO_2 – 71 %, Al_2O_3 – 3 %, CaO – 8 %, MgO – 3 %, Na_2O – 15 %. В качестве связующего использовалась фенолформальдегидная смола марки ВР-1, материал был облицован алюминиевой фольгой или синтетической пленкой. Первоначально материал обладал достаточной высокой гигроскопичностью из-за высокоразвитой поверхности супертонкого волокна – сорбционная влажность материала после выдержки 30 суток при атмосферной влажности 98% составляла 85%. Однако в 1962 г. благодаря замене стекловолокна сорбционная влажность снизилась до 30%, о чем в паспорт было внесено Изменение №1. Было использовано малооборное стекло № 20 следующего состава: SiO_2 – 61,56 %; B_2O_3 – 3,36 %; TiO_2 – 0,18 %; BaO – 0,3 %; Mn_3O_4 – 0,1 %; Al_2O_3 – 7,8 %; ZrO_2 – 4,25 %; Na_2O – 11,88 %; SO_3 – 0,3 %; Fe_2O_3 – 1,34 %; CaO – 7,65 %; K_2O – 1,27 %. Были также улучшены показатели теплопроводности и звукопоглощения. Разработчики пояснили, что снижение сорбционной влажности материала произошло благодаря пониженному содержанию Na_2O в волокне – вместо 15 % в первоначальном варианте его содержание в стекле марки № 20 составило 11,88 %, в результате чего его выщелачиваемость из стекла понизилась с 23,0 мг до 4,5 мг. Позднее в 1988 году в паспорт было внесено дополнение № 2, где указывалось, что выпускается модифицированный материал АТМ-1М, в котором в качестве связующего используется эмульсия из фенолформальдегидной смолы марки СФЖ-3012 и кремнийорганического соединения марки КЭ-38-18. Материал в одном из вариантов включает облицовку из стеклоткани марки СТФ [17]. Производство было освоено на Дороховском стеклозаводе Госагропрома СССР. В 1993 году технология получения материала была дополнена калибровкой – перед сушкой и полимеризацией стекломат сжимали сетчатыми калибрами до заданной толщины, что повысило его акустические свойства. В настоящее время производство отечественного теплозвукоизоляционного материала АТМ-1 прекращено.

Несмотря на широкий круг представленных на рынке теплоизоляции материалов из стекловолокна, потребителям необходимы новые материалы, отвечающие современным требованиям: системы авиационной теплозащиты должны обладать достаточной прочностью и гибкостью, чтобы сохранять свою целостность при изготовлении, транспортировке и монтажу в целевые объемы, достаточной упругостью, чтобы восстанавливать объем после сжатия, низким удельным весом, низким коэффициентом теплопроводности, стойкостью к воздействию пламени, низким дымовыделением и стойкостью к набору влаги при циклическом нагреве и охлаждении. Здесь важно качество всех составляющих компонентов теплозащитной системы, их соответствие современным стандартам, требованиям безопасности и экологическим требованиям.

1.1.3 Сравнительный анализ характеристик современных авиационных теплозвукоизоляционных материалов

Сравнительный анализ современных авиационных ТЗИМ выявляет существенные различия в их эксплуатационных характеристиках, определяющих область применения в конструкции воздушных судов. Минеральная вата на основе базальтовых волокон демонстрирует высокую термостойкость (до 700°C) и хорошие звукопоглощающие свойства (коэффициент звукопоглощения 0,7-0,9 в диапазоне 500-4000 Гц), однако ее гигроскопичность ограничивает применение в современных легких конструкциях [18]. Экспериментальные исследования показывают, что при увеличении влажности до 95 % теплопроводность минераловатных материалов может возрасти на 40-50 %, что существенно снижает их эффективность в условиях переменной влажности, характерных для авиационных применений [19]. Полимерные материалы, в частности вспененные полиимиды и меламинформальдегидные пенопласты, обладают исключительно низкой плотностью (8-30 кг/м³) и теплопроводностью (0,018-0,028 Вт/(м·К)), но их применение ограничено температурным диапазоном (от минус 60 до +150 °C) [3]. Особую проблему представляет горючесть большинства полимерных

материалов, несмотря на применение антипиренов, их группа горючести редко достигает Г1 по ГОСТ 30244, а дымообразующая способность (D_s 300-600) значительно превышает требования авиационных стандартов [20].

Стекловолоконистые материалы занимают промежуточное положение, сочетая относительно низкую плотность ($10-50 \text{ кг/м}^3$) с низкой теплопроводностью ($0,030-0,040 \text{ Вт/(м}\cdot\text{K)}$) и хорошими акустическими свойствами (коэффициент звукопоглощения $0,6-0,8$ в широком частотном диапазоне) [21]. Экспериментальные исследования Е-стекловолокна с фенолформальдегидными связующими демонстрируют сохранение $85-90 \%$ механических свойств после 10^6 циклов при амплитуде деформации $0,3-0,6 \text{ мм}$. Это превышает показатели полимерных пен на $20-25 \%$, что подтверждает преимущество эксплуатации стекловолоконистых материалов в условиях вибрационных нагрузок [22]. Однако традиционные стекловолоконные материалы имеют ограничения по температурной стойкости (до $250 \text{ }^\circ\text{C}$) и требуют специальной гидрофобизации для предотвращения ухудшения характеристик во влажных условиях [23]. Перспективные композиты на основе стекловолокна с аэрогелевыми наполнителями демонстрируют исключительно низкую теплопроводность ($0,018-0,022 \text{ Вт/(м}\cdot\text{K)}$) и высокое звукопоглощение ($0,65-0,85$), сочетая это с гидрофобностью и температурной стабильностью до $300 \text{ }^\circ\text{C}$ [24].

Многослойные структуры с градиентом плотности и чередованием различных типов материалов позволяют оптимизировать звукоизоляционные характеристики в широком частотном диапазоне при сохранении приемлемой массы конструкции [25]. Особое внимание уделяется разработке экологически безопасных материалов с пониженным содержанием летучих органических соединений и возможностью вторичной переработки, что соответствует современным тенденциям "зеленой" авиации [11]. Сравнительные испытания показывают, что новые поколения изоляционных материалов могут превосходить традиционные аналоги по комплексу характеристик на $20-30 \%$, обеспечивая существенный вклад в повышение топливной эффективности и экологичности воздушных судов [1].

1.2 Стекловолокно как основа современных авиационных теплозвукоизоляционных материалов

1.2.1 Химический состав и свойства стекловолокна как основы авиационных теплозвукоизоляционных материалов

В ТЗИМ в качестве термостойкого волокна используют полимерные, стеклянные, базальтовые, кремнеземные и другие оксидные волокна, стойкие к окислению и высоким температурам. В настоящее время существует большое количество запатентованных составов волокна различного назначения и с разными характеристиками.

Самым распространенным материалом для изготовления волокнистых матов самолетной теплоизоляции является высокотермостойкое стекловолокно. Стекловолокно содержит основную долю SiO_2 и может иметь рабочую температуру от 600 до 1000 °С, в зависимости от состава. Кроме SiO_2 , стекловолокна содержат добавки CaO , Al_2O_3 и других оксидов для корректировки механических свойств и температуры плавления [26-30].

Метод получения волокна, как правило, основан на распылении расплава стекла и его накоплении на подложке, как, например, в [31], либо на вытягивании из расплава непрерывного волокна [29].

За рубежом ассортимент серийно выпускаемых стекловолокон достаточно широк, однако имеется также большое количество новых разработок, направленных на повышение эксплуатационных характеристик волокна и их экологическую безопасность. В последние годы разработчики уделяют особое внимание безопасности производимых волокон для здоровья, в частности при попадании их в легкие, поэтому многие ведущие фирмы, разрабатывающие данный тип материалов, озабочены их растворимостью в физиологических жидкостях [32-38].

Авторы патента [39] предлагают использовать волокно состава (в моль %): 66-69,7 SiO_2 , 0-2,2 Al_2O_3 , 7-18 RO , 9-20 R_2O , 0-7,1 B_2O_3 , где RO – оксид щелочноземельного металла, такого как CaO и MgO , а R_2O – оксид щелочного металла, такого как Na_2O . Как установили заявители, химическое поведение

стекла зависит от трех соотношений его составляющих. Химическую стойкость к кислотной среде определяет соотношение $C_{\text{кисл}} = \text{SiO}_2 / (\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{B}_2\text{O}_3 + \text{R}_2\text{O} + \text{RO})$, оно должно превышать 1,95. Соотношение, связанное с биорастворимостью волокна, $C_{\text{био}} = (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3) / (\text{B}_2\text{O}_3 + \text{R}_2\text{O} + \text{RO})$ не должно превышать 2,30, а соотношение, способствующее сохранению свойств во влажной атмосфере, $C_{\text{влажн}} = (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{B}_2\text{O}_3) / (\text{R}_2\text{O} + \text{RO})$ должно быть не менее 2,40.

Следует, однако, отметить, что растворимость стеклянных волокон в физиологических растворах нельзя считать 100 %, так как несмотря на деградацию волокна в биожидкостях отдельные компоненты в составе волокна до конца не растворяются. Кроме того, такие волокна имеют пористую структуру и весьма восприимчивы к набору влаги, поэтому при использовании волокнистой теплоизоляции из биорастворимого стекла необходимо в разы увеличивать содержание гидрофобизирующих добавок в ней. Это приводит к существенному увеличению веса теплоизоляции. Срок службы биорастворимых волокон также снижен из-за их деградации во влажных средах, поэтому её надо чаще заменять.

В патентной литературе отмечены также варианты использования минеральных и керамических волокон в качестве альтернативы или одного из компонентов самолетной теплоизоляции. В частности, в японской заявке [40] теплоизоляция может быть выполнена также из кремнеземных, базальтовых, углеродных или керамических волокон. Согласно патенту [41] система теплозащиты включает теплоизоляционный слой из базальтового волокна и огнезащитный слой из арамидного и кремнеземного волокна.

1.2.2 Влияние параметров стекловолокна на функциональные свойства тепловозоноизоляционных материалов

Структурные и морфологические характеристики стекловолокна оказывают определяющее влияние на теплопроводность ТЗИМ. Экспериментальные исследования демонстрируют, что уменьшение диаметра минеральных волокон с 11-15 мкм до 3-7 мкм приводит к снижению теплопроводности на 25-30 % в диапазоне плотностей 100-300 кг/м³. Этот эффект объясняется увеличением количества контактных точек между волокнами и уменьшением эффективного

размера пор (просвета между соседними волокнами), что снижает кондукционную составляющую теплопередачи воздуха в порах.

Для материалов слоистой структуры минимальная теплопроводность достигается при ориентации теплового потока поперёк параллельно расположенных волокон, где эффективный размер пор минимален. Теплопроводность закономерно возрастает с увеличением диаметра волокна при одинаковой плотности, при этом зависимость от плотности носит нелинейный характер: при плотностях ниже оптимального значения, специфичного для каждого диаметра волокна, наблюдается аномальный рост теплопроводности.

Важным аспектом является структурная анизотропия: при направлении теплового потока вдоль волокон в слоистых структурах теплопроводность увеличивается на 15-20 % из-за роста эффективного размера пор [42]. Экспериментальные исследования с использованием микротомографии и 3D-реконструкции показывают, что при диаметре волокон менее 5 мкм формируется структура с преобладанием замкнутых ячеек размером 20-50 мкм, обеспечивающая оптимальное сочетание низкой теплопроводности (0,030-0,035 Вт/(м·К)) и механической прочности [43]. Однако дальнейшее уменьшение диаметра ниже 3 мкм приводит к резкому возрастанию аэродинамического сопротивления при формовании материала и увеличению его стоимости на 40-50%, что ограничивает экономическую целесообразность такого подхода [44].

Ориентация волокон в материале создает выраженную анизотропию свойств, что необходимо учитывать при проектировании авиационных изоляционных систем. Хаотичная ориентация волокон обеспечивает изотропные теплофизические характеристики, но приводит к снижению прочности на 30-40 % по сравнению с материалами с преимущественно параллельной ориентацией [45]. В авиационных панелях широко применяют комбинированные структуры, где внешние слои имеют преимущественно параллельную ориентацию волокон вдоль поверхности (для обеспечения механической прочности), а внутренние слои - хаотичную или поперечную ориентацию (для оптимизации теплоизоляционных

свойств) [3]. Современные кросс-масштабные исследования методом компьютерного моделирования демонстрируют выраженную зависимость эффективной теплопроводности от топологии волокон: при изменении угла ориентации волокон относительно направления теплового потока с 0° до 90° теплопроводность увеличивается на 40-55 %, что обусловлено изменением количества и площади контактных точек между волокнами [46]. Наибольший эффект анизотропии наблюдается в материалах с упорядоченной структурой, тогда как хаотичное расположение волокон обеспечивает более изотропные свойства. В авиации часто применяют комбинированные структуры, где внешние слои имеют преимущественно параллельную ориентацию волокон (для обеспечения прочности), а внутренние — хаотичную или градиентную (для оптимизации тепло- и звукоизоляционных свойств). Исследования показывают, что экспоненциальный градиент импеданса в таких структурах значительно улучшает функциональные характеристики за счет управления волновыми сопротивлениями слоёв [47].

Особый интерес представляют биоморфные структуры, имитирующие природные аналоги (например, структуру птичьих перьев), где сочетаются участки с разной плотностью и ориентацией волокон, демонстрирующие на 20-25 % лучшие характеристики по сравнению с традиционными материалами при той же плотности [48].

Влияние геометрических параметров волокна на эксплуатационные характеристики особенно важно в условиях авиационного применения. Циклические температурные нагрузки (минус 60 до $+120^\circ\text{C}$) и вибрационные воздействия (до 10 g) приводят к постепенной деградации структуры: исследования показывают, что после 10^6 циклов вибрации средний диаметр волокон в зоне контактов может уменьшаться на 15-20 % из-за абразивного износа, что увеличивает теплопроводность материала на 10-15 % [49]. Для повышения долговечности применяют волокна с модифицированной поверхностью (нанесение нанопокровов SiO_2 или Al_2O_3 толщиной 20–50 нм методом ALD), которые демонстрируют на 30–40 % меньший износ при

вибрационных нагрузках до 12 g и температурных циклах минус 65 до +125 °C [50]. Важным аспектом является влияние влажности: адсорбция воды на поверхности волокон диаметром 3-5 мкм происходит в 1,5-2 раза интенсивнее, чем для волокон 8-10 мкм, что требует специальных мер гидрофобизации [51]. Современные компьютерные модели, учитывающие взаимосвязь между геометрическими параметрами волокна, структурой материала и эксплуатационными характеристиками, позволяют оптимизировать состав и структуру изоляционных материалов для конкретных условий применения в авиационной технике. Развитие этих подходов направлено на создание нового поколения интеллектуальных изоляционных материалов с адаптивными свойствами, способных изменять свою структуру в ответ на внешние воздействия.

1.3 Связующие компоненты в авиационных теплозвукоизоляционных материалах: состав, свойства и влияние на эксплуатационные характеристики

1.3.1 Органические связующие в авиационных теплозвукоизоляционных материалах: состав, свойства и перспективы развития

В настоящее время разработано большое количество видов связующих, рассчитанных на разные условия эксплуатации. Здесь важны как доступность компонентов композиции и простая технология её применения, так и надежность соединения в широком диапазоне температур.

Широкий спектр полимерных связующих подразделяют на два больших класса: термопластичные и термореактивные. Термопластичные полимеры имеют невысокую теплостойкость не более 120 °C, поэтому их применяют для изготовления деталей интерьера, внутренних воздухопроводов и неответственных элементов внутренних конструкций. Преимуществом термореактивных связующих является высокая механическая прочность и теплостойкость. К термореактивным полимерам относятся эпоксидные смолы, полиэфирные смолы, фенолформальдегидные смолы и полиимидные олигомеры [52].

Наиболее часто используемым связующим является термоотверждаемая полимерная композиция. Примерами такой композиции являются комбинации акриловых полимеров и сшивающих агентов, в частности, из эпоксидной группы, например, эпоксидная смола. Такие композиции, отверждаемые при нагреве в процессе сушки, могут обеспечивать не только соединение волокон в одном слое материала, но и соединять слои разных материалов, если теплозащитный материал выполнен слоистым и состоит из нескольких слоев различной плотности или различного состава.

В изоляционных изделиях из стекловолокна термостойкие волокна обычно связаны вместе в единую структуру с помощью отверждаемого на водной основе связующего вещества, чаще всего смолы, содержащей формальдегид на водной основе.

Наиболее распространенными в группе формальдегидных смол являются термоотверждаемые, т.е. термореактивные смоляные системы типа фенолформальдегида (ФФ). В эту группу также входят смолы, модифицированные добавлением мочевины (ФФМ). Эти смолы обычно синтезируют в водной реакционной среде в условиях щелочной реакции, обычно проводимой с использованием гидроксида щелочного металла, чаще всего гидроксида натрия.

ФФ смолы, применяемые для этой цели, включают резола, получаемые конденсацией формальдегида и фенола в водном растворе, катализируемой сильными щелочами, и с использованием большого молярного избытка формальдегида по отношению к фенолу. Этот избыток формальдегида позволяет избежать возможности выделения фенола во время производства. В некоторых случаях в состав смолы включается мочевина для удаления некоторого количества непрореагировавшего избыточного формальдегида и для расширения смолы. При получении этих смол фенол реагирует с молярным избытком формальдегида, обычно до очень низкого уровня остаточного фенола. В случае ФФМ смол мочевины последовательно добавляют в количестве, достаточном для реакции с остаточным формальдегидом, и проводят реакцию, обычно в течение

времени от 4 до 16 часов.

Другим распространенным классом формальдегидсодержащих смол, часто используемых в качестве связующего при изготовлении изделий из тонкого волокна, являются термореактивные карбаминоформальдегидные (КФ) смолы. КФ смолы также производятся путем реакции в щелочных условиях. Такие связующие на основе формальдегидсодержащих смол обеспечивают прочную связь между волокнами с достаточной эластичностью и восстановлением толщины, чтобы обеспечить приемлемую деформацию волокнистых изделий из стекловолокна, при транспортировке и эксплуатации.

Функции сушки и отверждения могут быть осуществлены в две или более отдельных стадий, если это необходимо. Например, связующее можно сначала нагревать при температуре и в течение времени, достаточных для сушки, но не для отверждения связующей композиции, а затем нагревать второй раз при более высокой температуре и/или в течение более длительного периода времени для достижения эффекта полимеризации (термоусадки).

Такая предварительная процедура сушки, обычно называемая «стадией В», может использоваться для получения продукта, обработанного связующим, например, в форме рулона, который на более позднем этапе может быть отвержден с формованием в определенную конфигурацию одновременно с процессом отверждения или без него. Это позволяет, например, производить пропитанные связующим полуфабрикаты, которые можно формовать и отверждать в другом месте.

Кремнийорганические полимеры представляют собой термореактивные высокомолекулярные соединения, содержащие атомы кремния, углерода и других элементов в элементарном звене макромолекулы. Кремнийорганические смолы со смешанными радикалами при кремнии позволяют улучшить их эксплуатационные характеристики и расширить температурные интервалы их использования, так как природа органического радикала при кремнии придает специфические свойства кремнийорганическому полимеру. В частности, введение ароматических радикалов C_6H_5 повышает их теплостойкость, винильных радикалов CH_2CH –

адгезию, фторированные радикалы придают стойкость к органическим растворителям, водородные радикалы придают морозостойкость и гидрофобность. Создание новых композиций с требуемыми свойствами связано с поисками соотношений между радикалами и созданием технологий их получения. В последнее время активно развивается направление гибридных связующих, сочетающих термопластичные и термореактивные компоненты в смеси, что позволяет реализовать преимущества двух основных классов связующих. Также в состав связующих в зависимости от назначения теплозащитного материала вводят компоненты, повышающие огнестойкость и гидрофобность материала [53-55].

ФФ связующие характерны тем, что они обеспечивают образование наиболее прочных и водостойких соединений. Опыт промышленного применения фенольных связующих показывает, что материалы с ними приобретают способность хорошо переносить переменные воздействия влажности и температуры окружающей среды. Связующие, увеличивающиеся в объеме в процессе отверждения за счет частичного вспенивания, обладают преимуществом газопроницаемости при сохранении высоких прочностных показателей.

Другим положительным свойством ФФ связующих является их способность к сжимаемости и последующему восстановлению. Композиции «стекловолокно/отвержденное связующее» обычно очень объемные. Поскольку транспортировать такие материалы в несжатом состоянии непомерно дорого, войлок и рулоны упаковывают и сжимают в пакеты до 8–25 % их производственной толщины. В процессе транспортировки эти упаковки обычно находятся в условиях повышенной температуры и влажности. После того, как прессованный войлок или рулон достигает потребителя и извлекается из упаковки, он должен восстановить от 40 % до 100 % своего первоначального объема. Изоляционные материалы, не достигающие таких значений восстановления, не всегда соответствуют заявленным значениям тепловых свойств.

Традиционно эксплуатационные параметры этих типов изоляции, а также высокие коэффициенты сжимаемости и степень восстановления, требуемые для

продуктов из стекловолокна в целом, можно было получить только с фенолформальдегидными смолами. Поэтому в течение многих лет использовали связующие на основе ФФ смол. Эти системы обычно дополнительно включают аминопластовые смолы, такие как меламин и мочевины, силиконовые соединения, растворимые или эмульгированные масла, смачивающие агенты и наполнители или стабилизаторы [56, 57].

Ужесточение экологических норм стало причиной ограничения использования таких связующих. Это связано с тем, что фенольные связующие содержат большое количество низкомолекулярных соединений, включая фенол, формальдегид и летучие ФФ аддукты, такие как 2-метилфенол и 4-метилфенол. В процессе отверждения эти летучие низкомолекулярные компоненты выбрасываются в атмосферу в значительных объемах в виде летучих органических соединений. Поскольку процесс производства стекловолокна обычно включает распыление больших объемов ФФ связующих в больших потоках воздуха, с последующим отверждением продукта в конвекционных печах, производители стекловолокна стремятся к сокращению выбросов летучих органических соединений, особенно формальдегида, причем не за счет увеличения выбросов других соединений, таких как фурфуроловый спирт, бис-гидроксиметилфуран и т.п.

Были предприняты попытки снизить содержание свободного формальдегида в традиционных ФФ связующих. В частности, были оформлены в виде патентов предложения обработки изделий из минеральной ваты поглотителями формальдегида, которые реагируют со свободным формальдегидом, выделяющимся из нетканого материала. Так, один из способов, предложенный компанией Georgia Pacific Resins (США), заключается в использовании бисульфита натрия, метабисульфита натрия и тетраэтиленпентамина в качестве поглотителей формальдегида. Для снижения выделений формальдегида в процессе эксплуатации изоляция из стекловолокна снабжена подложкой, при этом подложка покрыта или пропитана эффективным количеством поглощающей формальдегид композиции, находящейся в

массообменном контакте с выделяющей формальдегид стекловолокнутой изоляцией [58]. Другой способ, предложенный французской компанией Sain-Gobain, заключается в использовании дигидразидов в качестве поглотителей формальдегида. В частности, мат из термопластичных полимерных волокон, содержащий также дигидразид, поверхностно-активное вещество и полимер, способный связывать волокна, может служить покрытием теплоизоляционного мата из минерального волокна [59]. Еще одно предложение этой же компании - использование веществ с активными метиленовыми группами в качестве поглотителей формальдегида [60].

Еще один вариант снижения выбросов состоит в использовании соединений, способных образовывать конденсаты, как с фенолом, так и с формальдегидом. Например, использование моноэтаноламина, взаимодействующего со свободным формальдегидом и фенолом посредством реакции Манниха [61], использование глицина или резорцина в качестве поглотителей формальдегида [62, 63].

Попытки преобразовать свободный формальдегид в менее опасные химические вещества включали добавление аммиака или мочевины. Такие добавки предназначались для превращения свободного формальдегида в гексаметиленetetрамин или смесь моно- и диметилолмочевины. Однако, к сожалению, мочевина, гексаметиленetetрамин, а также моно- и диметилолмочевины могут способствовать образованию триметиламина, который придает отвержденному фенольному связующему и готовому продукту нежелательный «рыбный» запах. Кроме того, азотсодержащие соединения могут разлагаться с образованием аммиака и других потенциально вредных летучих соединений.

Альтернативой использованию ФФ смол в производстве ТЗИМ являются полиэфирные смолы на основе карбоксилированных полимеров.

В феврале 2002 года на пресс-конференции, предварявшей международную строительную выставку Ассоциации строителей жилья США в Атланте, компания John Manville объявила о начале производства бесформальдегидной

стекловолокнистой изоляции для жилых и коммерческих объектов. Новая технология основана на использовании акриловых смол. Новый материал получен по технологии Acrylic Thermoset, разработанной партнером компании фирмой Rohm & Haas. Метод отверждения связующего на основе акриловой смолы представлен в патентах Rohm & Haas, где описано использование полиакриловой кислоты и либо гидроксиламинов (таких как триэтаноламин), либо глицерина в качестве сшивающих агентов [64, 65]. В совместном патенте Johns Manville International, Inc. и Rohm & Haas (США) описано связующее, состоящее из поликарбоксилатного полимера и полиола, такого как триэтаноламин, при pH не выше 3,5 для самолетной теплоизоляции из стекловолокна [66].

Акриловые смолы придают изделиям из минеральной ваты превосходные механические свойства. Однако стоимость этих смол примерно в два-три раза выше, чем у обычных смол на фенольной основе, что является существенным недостатком для их использования в промышленности. Кроме того, акриловые смолы обычно имеют технологический недостаток - относительно высокую вязкость, что ограничивает их использование для производства изделий из минеральной ваты высокой плотности.

Другая группа смол, не содержащих формальдегида, относится к биосмолам на основе углеводов и низкомолекулярной поликислоты, такой как лимонная кислота, в качестве сшивающего агента. Смолы отверждаются при высоких температурах в кислых условиях, в большинстве случаев за счет образования сложноэфирных связей. Как правило, предпочтительно использование углеводов, растворимых в воде, для облегчения обработки и отверждения смол.

Условно содержащие углеводы связующие можно разделить на две подгруппы. Одна из них основана на сахарах. Несколько вариантов таких связующих было предложено Knauf Insulation (США). Связующее может включать сложноэфирные или полиэфирные соединения в сочетании с растительным маслом, таким как соевое масло, либо калиевые и/или натриевые соли органических или неорганических кислот. Кроме того, связующие согласно изобретению, могут включать продукт реакции Майяра. В реакциях Майяра

образуются меланоидины, т. е. высокомолекулярные, фурановые и азотсодержащие полимеры, структура которых различается в зависимости от реагентов и условий их получения [67]. Другой вариант связующего включает полиэфирамины, содержащие две или более аминогруппы и одну или более эфирных связей и углеводы, такие как гидролизат сахаров, крахмалов, целлюлозы или лигноцеллюлозного материала [68] или бензойный сульфимидный компонент и углеводный компонент, содержащий один или несколько восстанавливающих сахаров [69]. В патентах компании Saint-Gobain Isover предложены связующая композиция, состоящая из невосстанавливающего сахара, такого как глюкоза, и соли одного неорганического кислого металла [70] и связующая композиция, состоящая из сахара, такого как глюкоза, и поликарбоновой кислоты [71].

Вторая подгруппа включает комбинации декстринов, полученных при химической или ферментативной обработке природных крахмалов. Например, использование водорастворимых углеводов, имеющих определенный эквивалент декстрозы в комбинации со сшивающими агентами [72], смеси водорастворимых крахмалов, содержащих более 80 массовых % амилопектина, и поликарбоновую кислоту в качестве сшивающего агента [73] или водонерастворимый нативный крахмал и один или несколько акриловых компонентов [74].

Считается, что декстринация для получения водорастворимых модифицированных крахмалов улучшает технологичность связующего из-за снижения вязкости и увеличения скорости отверждения в присутствии сшивающих агентов. Биосмолы на основе возобновляемых полиолов обладают важными преимуществами по сравнению с синтетическими смолами, в частности, более низкой стоимостью и лучшим профилем устойчивости. Тем не менее, эти биосмолы должны использоваться в более высоких концентрациях по сравнению с фенольными или акриловыми смолами, поскольку механические свойства, особенно при старении, придаваемые ВМ, обычно ниже, а также из-за больших потерь массы при термическом разложении в процессе отверждения. Процесс отверждения биосмол требует строгого контроля температуры в узких диапазонах. Это необходимо для достижения подходящих механических свойств

и предотвращения нежелательной термической деградации [75].

1.3.2 Неорганические связующие системы в авиационных теплозвукоизоляционных материалах: состав, свойства и области применения

Неорганические связующие системы занимают особую нишу в производстве авиационных ТЗИМ, предназначенных для работы в экстремальных температурных условиях. Эти системы на основе силикатов, фосфатов и коллоидных оксидов металлов обеспечивают сохранение структурной целостности материалов при температурах до 800-1100°C, что недостижимо для органических аналогов [76]. Основными представителями таких композиций являются водорастворимые силикаты натрия (жидкое стекло), модифицированные наночастицами кремнезема (SiO_2) и органическими стабилизаторами - поливиниловым спиртом (ПВС) или карбоксиметилцеллюлозой. Такие системы после отверждения образуют гибридные органо-неорганические сетки, где ПВС выполняет роль пластификатора, улучшая адгезионные свойства, а наночастицы SiO_2 повышают термическую стабильность. Полученные композиты демонстрируют температуру размягчения 700-900 °C [77]. Фосфатные связующие на основе магний-фосфатных композиций демонстрируют высокую термостойкость, сохраняя стабильность при температурах до 800-1000 °C, что подтверждено исследованиями методом дифференциально-термического анализа. Как показано в работе, эти связующие образуют прочные соединения с неорганическими наполнителями, обеспечивая прочность на сжатие до 130 МПа после термической обработки. Особенностью этих систем является кислотный механизм отверждения (pH 2-4), что требует применения специального коррозионностойкого оборудования [78]. Добавка коллоидного SiO_2 в алюмофосфатные связующие способствует формированию муллитовой фазы ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) при температуре спекания 1300-1500 °C, что значительно повышает механическую прочность композитов. Как показано в исследовании, оптимальное содержание SiO_2 (15 мас. %) обеспечивает рост прочности на изгиб

до 35 МПа за счет образования гомогенной микроструктуры с равномерным распределением фаз [79].

Технологические аспекты применения неорганических связующих в авиационных ТЗИМ имеют ряд существенных особенностей. Процесс нанесения силикатных систем обычно осуществляется методом пропитки из водных растворов с концентрацией 15-25 %, после чего материал подвергается сушке при 80-120 °С и последующему термоотверждению при 300-400 °С для формирования прочных силоксановых связей [80]. Фосфатные связующие требуют более сложной двухстадийной обработки: предварительной пропитки раствором фосфорной кислоты с последующей обработкой раствором оксида или гидроксида металла, что обеспечивает протекание реакции кислотно-основного отверждения непосредственно в объеме материала [81]. Основным недостатком неорганических связующих систем (таких как алюмофосфатные и силикатные) является их высокая хрупкость, что подтверждается исследованиями механических свойств муллитовых волокнистых теплоизоляционных материалов. Такие связующие образуют жесткую матрицу с низкой устойчивостью к циклическим термическим нагрузкам из-за несоответствия коэффициентов термического расширения между связующим и волокнами. При термоциклировании в интервале 25-1200 °С в материале наблюдается образование сетки микротрещин, что существенно ограничивает их применение в условиях вибрационных нагрузок [82]. Для улучшения механических характеристик фосфатных связующих в состав вводят гидроксид алюминия ($\text{Al}(\text{OH})_3$), который при взаимодействии с фосфорной кислотой образует алюмофосфатную матрицу с повышенной трещиностойкостью. Использование различных модификаторов на основе $\text{Al}(\text{OH})_3$ (гипс, боксит) позволяет оптимизировать структуру композита: при содержании 5-15 % формируется стабильная фаза AlPO_4 , обеспечивающая сохранение прочности на изгиб до 8-12 МПа после термообработки при 1500 °С [83].

Материалы с неорганическими связующими, особенно фосфатными и алюмофосфатными системами, обладают уникальным комплексом

эксплуатационных характеристик. Их ключевое преимущество – исключительная термостойкость, достигающая 1500 °С, что подтверждено исследованиями высокоглиноземистых литых огнеупоров [83]. Теплопроводность данных материалов в рабочем диапазоне 200–800 °С составляет 0,05–0,08 Вт/(м·К), что на 20–30 % ниже показателей органических аналогов вследствие отсутствия термической деградации матрицы [84]. Огнестойкость полностью соответствует строгим требованиям авиационных норм НЛГ-25 по горючести и отсутствию токсичных эмиссий при нагреве [20].

Существенным технологическим ограничением является гигроскопичность: водопоглощение может достигать 5–10 % масс. при относительной влажности 95 % [79]. Для решения этой проблемы применяют модификацию поверхности органосиланами, что снижает водопоглощение до 1–2 % без нарушения функциональных свойств [85]. Важной особенностью фосфатных связующих является способность к самовосстановлению микротрещин при термическом воздействии за счет образования новых фаз, что повышает коррозионную стойкость и долговечность покрытий [86].

Перспективные направления развития неорганических связующих систем включают несколько научно обоснованных стратегий. Наноструктурированные композиции, синтезированные золь-гель методом (например, системы $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$), обеспечивают формирование мезопористых структур с размером частиц 10-22 нм. Это позволяет снизить температуру отверждения до 200-300 °С при сохранении термостойкости до 800 °С за счет контроля фрактальной организации наноагломератов [87]. Гибридные органо-неорганические системы на основе полисилоксанов демонстрируют сочетание 60-80 % неорганической матрицы с органическими модификаторами. Такие композиты обеспечивают относительное удлинение до 6-9 % и термостойкость 550-650 °С благодаря образованию межфазных связей через силановые группировки [88]. Эти разработки расширяют возможности материалов для экстремальных условий эксплуатации в авиации.

1.4 Гидрофобизация авиационных теплоизоляционных материалов

Гидрофобизация ТЗИМ на основе стекловолокна является критически важным этапом их разработки и эксплуатации, особенно в условиях гражданской авиации, где материалы подвергаются воздействию перепадов температуры, влажности и конденсации водяных паров. Основная проблема, возникающая при увлажнении волокнистых материалов, заключается в резком ухудшении их теплоизоляционных свойств. Это связано с тем, что вода, обладающая высокой теплопроводностью ($\approx 0,6 \text{ Вт/(м}\cdot\text{K)}$) по сравнению с воздухом ($\approx 0,026 \text{ Вт/(м}\cdot\text{K)}$), заполняет поры материала, вытесняя воздух и создавая мостики теплопередачи [89]. Кроме того, накопление влаги приводит к увеличению массы конструкции, что недопустимо в авиации, где каждый килограмм влияет на топливную эффективность.

Еще одним негативным последствием увлажнения является снижение долговечности материала. Вода, проникая в структуру стекловолокна, может способствовать разрушению связующего компонента, что приводит к потере механической прочности и упругости [90]. Вибрационные нагрузки, характерные для авиационных конструкций, вызывают усадку материала, образование мостиков холода и снижение звукопоглощающей способности. Также экспериментально подтверждено, что при повышенной влажности демпфирующая способность материалов падает из-за деградации полимерной матрицы и нарушения адгезии на границе волокно-связующее [91]. Кроме того, влажная среда способствует развитию микроорганизмов, что не только снижает эксплуатационные свойства материала, но и создает риски для здоровья пассажиров и экипажа.

В авиации особое значение имеет устойчивость гидрофобизированных материалов к циклическим температурным воздействиям. При перепадах давления и температуры в салоне и за бортом возможно образование конденсата внутри изоляционного слоя. Если материал не обладает достаточной гидрофобностью, это приводит к постепенному накоплению влаги, что, в свою очередь, может вызвать коррозию металлических элементов конструкции [92].

Таким образом, гидрофобизация не только сохраняет тепло- и звукоизоляционные свойства материала, но и обеспечивает защиту смежных элементов воздушного судна.

Гидрофобизация волокнистых ТЗИМ на основе стекловолокна достигается за счет применения различных технологических подходов, направленных на придание материалу водоотталкивающих свойств без существенного изменения его основных физико-механических характеристик. Наиболее распространенным методом является химическая модификация поверхности волокон с помощью кремнийорганических соединений. Эти соединения образуют на поверхности стекловолокна гидрофобные алкильные группы, которые снижают поверхностную энергию материала и препятствуют смачиванию [93].

Альтернативным подходом является введение гидрофобизирующих добавок непосредственно в состав связующего. В качестве таких добавок используются кремнийорганические соединения, парафины, стеараты металлов (кальция, цинка) и фторполимеры. Преимущество этого метода заключается в равномерном распределении гидрофобного агента по всему объему материала, что особенно важно для низкоплотных волокнистых структур, где поверхностная обработка может быть недостаточно эффективной из-за высокой пористости. Однако введение гидрофобизаторов в связующее может негативно влиять на его адгезию к стекловолокну, что требует тщательного подбора состава и условий полимеризации.

В последнее время огромное внимание уделяется исследованию фторолигомеров в качестве гидрофобных и антиобледенительных покрытий. Фторолигомеры с длиной цепи в несколько десятков звеньев, в частности фторпарафины, пластичны и легко наносятся на твердые шероховатые поверхности. Их можно наносить жидкофазным способом, путем десублимации продуктов пиролиза [94] или из сверхкритических флюидов [95]. Одним из наиболее распространенных флюидов при этом является диоксид углерода. Удобство его применения можно связать не только с относительно низкими значениями температуры ($\sim 31^\circ\text{C}$) и давления ($\sim 7,3\text{ МПа}$) перехода в

сверхкритическое состояние, но и с тем, что он является более экологически безопасным в сравнении с большинством применяемых в промышленности растворителей и относится к «зеленой химии».

В работах [96-98] показано, что низкомолекулярные фракции фторполимерного продукта ФОРУМ и фторпарафинов растворяются в сверхкритическом диоксиде углерода, что позволяет наносить тонкие фторсодержащие покрытия толщиной в десятки нанометров. Привлекательность метода состоит в том, что в сверхкритическом состоянии молекулы CO_2 и растворимых веществ обладают подвижностью, характерной для газов, при плотности жидкости, что облегчает обработку пористых материалов.

Исследования по модификации высокопористых керамических материалов с помощью фторпарафина марки ППУ-90, растворенного в сверхкритическом диоксиде углерода, доказали эффективность его применения и технологии нанесения, когда контактный угол смачивания (КУС) достигал 155 градусов [99]. В работе [100] установлено, что низкокцентрированные растворы фторпарафина марки ППУ-90 в сверхкритическом диоксиде углерода обеспечивают высокогидрофобные свойства высокопористых керамических материалов (ВПКМ) на основе волокон оксида кремния. Влагопоглощение модифицированного ВПКМ при длительной (30 сут) экспозиции в условиях насыщенных водяных паров уменьшилось в 11 раз по сравнению с исходным материалом, а водопоглощение при принудительном погружении в воду в течение 30 сут уменьшилось более чем в 5 раз.

Перспективным направлением является плазменная обработка поверхности волокон, позволяющая создавать наноструктурированные гидрофобные покрытия без использования жидких химических реагентов [101]. Данный метод обеспечивает высокую степень гидрофобности (КУС выше 150°) за счет формирования микропапиллярных структур, аналогичных эффекту лотоса [102]. Однако широкое применение плазменных технологий в производстве авиационных ТЗИМ ограничено высокой стоимостью оборудования и сложностью масштабирования процесса.

Современные требования авиационных стандартов, таких как НЛГ-25 и FAR-25, предъявляют жесткие условия к влагостойкости изоляционных материалов. В частности, они должны сохранять свои свойства после длительного воздействия влаги [20, 103]. Это делает гидрофобизацию обязательным этапом разработки новых материалов для авиации. Выбор конкретного метода гидрофобизации определяется комплексом требований, включая технологичность процесса, стоимость, экологическую безопасность и соответствие нормативным документам. Для авиационных материалов предпочтительны методы, обеспечивающие не только высокие водоотталкивающие свойства, но и сохранение гибкости, огнестойкости и низкой токсичности.

1.5 Технологии создания гибких низкоплотных теплозвукоизоляционных материалов на основе стекловолокна

Создание новых видов теплоизоляционных материалов требует проведения работ по разработке, совершенствованию и модернизации оборудования для их производства.

Поскольку стеклянные, минеральные и керамические волокна не поддаются методам обработки, используемым для натуральных волокон, таких как шерсть и хлопок, в частности, рыхлению и кардочесанию, ввиду их хрупкости, то для получения гибких теплоизоляционных войлоков, одеял и матов из стеклянных и минеральных волокон традиционно используют иные методы обработки, например, можно отметить три основных метода.

Первый метод представляет собой производственную линию, объединяющую операции формования стекловолокна путем распыления расплава стекла, нанесение на него связующего, формование волокнистого материала на коллекторах с последующим их уплотнением и отверждением связующего.

Второй метод объединяет влажные методы обработки волокнистой массы, такие как традиционную бумажную технологию, включающую приготовление водной волокнистой пульпы из стеклянного или минерального волокна и вакуумное формование волокнистого мата на перфорированной подложке с

последующей термообработкой, и перепутывание волокон с помощью водных струй (гидрозапутывание) с последующим удалением воды, введением связующего и сушкой нетканого материала.

Третий метод включает последовательное получение массы минерального волокна, его скрепление и заключение в защитную оболочку для предотвращения осыпания волокна. Получение теплоизоляционного мата из массы волокна сухим методом чаще всего представляет собой иглопробивную обработку волокнистой массы, однако иногда могут быть использованы методы простегивания мата термостойкими нитями, их скрепления легкоплавкими органическими волокнами или другие методы фиксации. Далее будут рассмотрены подробнее некоторые виды оборудования для указанных методов производства нетканых волокнистых материалов на основе стеклянных и минеральных волокон.

1.5.1 Оборудование для получения нетканых теплозвукоизоляционных материалов из стеклянных и минеральных волокон, получаемых из расплава

Традиционно на протяжении нескольких десятилетий двадцатого века оборудование для производства теплоизоляции на основе стекловолокна включало плавильный агрегат, узел волокнообразования, камеру волокноосаждения, механизм подачи связующего, камеру отверждения связующего, ножи для резки получаемого волокна и участок нанесения облицовочного материала на нетканый ВМ. Иногда операции нанесения связующего на ВМ и облицовки его защитным покрытием осуществляют позже на другом оборудовании.

Примером установки для получения нетканого стекломата одновременно с формированием стеклянного волокна из расплава может служить оборудование, предложенное компанией Owens Corning. В патенте [31] предложена установка для получения нетканого волокнистого материала из стеклянного волокна, формуемого из расплава. Схема устройства для формирования стеклянных волокон представлена на рисунке 7.

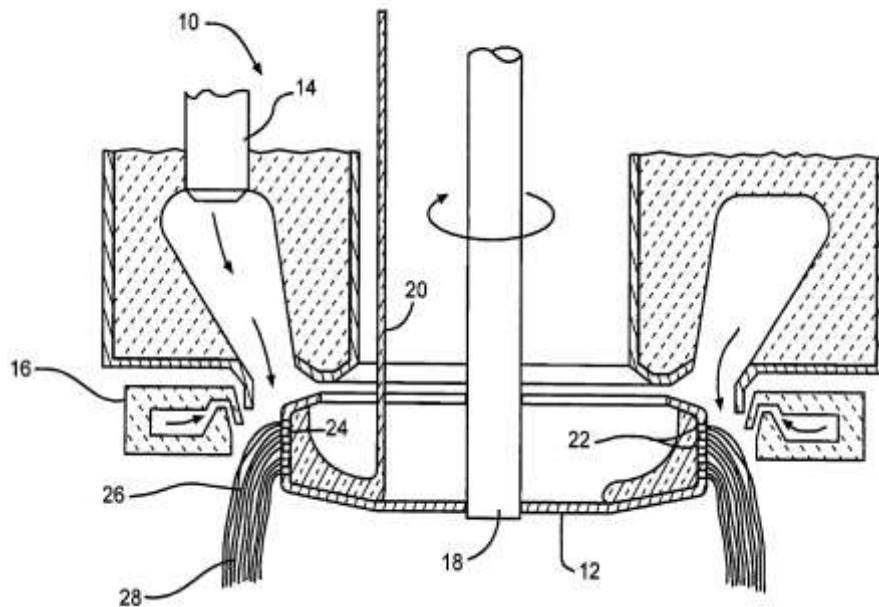


Рисунок 7 – Схема устройства для формирования стеклянных волокон

Волокнообразующее устройство 10 включает центрифугу 12, кольцевую горелку 14 и кольцевой вентилятор 16, который вращается на оси 18. Поток расплава стекла 20 подается из стекловаренной печи, не показанной на чертеже, и попадает внутрь вращающейся центрифуги 12. Центробежные силы вращающегося барабана вынуждают расплавленное стекло вытекать из барабана через отверстия 22 в периферийной стенке 24 барабана. Расплавленное стекло центрифугируется в виде тонких струек стекла 26, которые направляются вниз и превращаются в стекловолокна 28 под действием вентилятора 16. Продувочные газы и нагнетаемый воздух утончают стеклянные волокна 28 до 3-8 мкм, хотя можно получать волокна и других диаметров.

Горелка 14 обычно работает на газе и подает тепло на прядильную машину и среду для формирования волокна, в которую текут потоки 22 расплавленного стекла. После формования к стекловолокну 24 могут быть дополнительно добавлены различные добавки, например, масла, смазки и связующие вещества. Вода также может быть распылена вблизи волокон 28 для контроля окружающей среды. Стеклянные волокна 28 перемещаются вниз после охлаждения и собираются в виде изоляционных изделий с помощью соответствующего устройства для сбора волокон. После сбора стекловолокно упаковывается в

мешки или другую подходящую тару для транспортировки заказчику.

Оборудование, предложенное в патенте [104], также объединяет операции формования стеклянного волокна из расплава, его пропитку связующим и заключение в защитную оболочку. Данная производственная линия позволяет получить теплозащитную систему, имеющую нетканый стекломат, покрытый воздухопроницаемым листом на одной основной поверхности и непористой пленкой на другой. Воздухопроницаемый лист наносят на полотно перед отверждением связующего в полотне, либо стекловолокно наносят непосредственно на лист, в то время как его удерживает улавливающая цепь. На рисунке 8 представлено схематическое изображение предпочтительного способа изготовления изоляционного полотна из стекловолокна с подложкой, приклеенной к его основной поверхности.

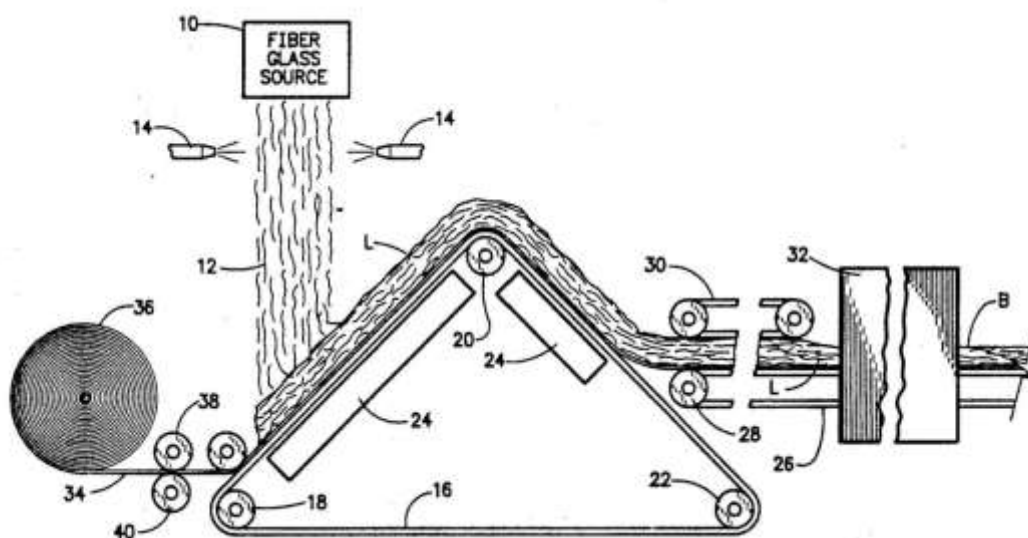


Рисунок 8 – Схема устройства для получения теплоизоляционного материала

Источник 10 подает формуемое из расплава стекловолокно 12, на которое наносят связующее с помощью форсунок 14 по мере того, как волокна движутся к движущемуся перфорированному накопительному конвейеру 16. Для формования волокна может быть использована роторная центрифуга, в которую вводят расплавленное стекло, и которая при быстром вращении заставляет расплавленное стекло выходить под действием центробежной силы через небольшие отверстия в боковых стенках, что приводит к образованию волокон.

Накопитель 16 обычно представляет собой бесконечный металлический конвейер с ажурным плетением, вращающийся вокруг роликов 18, 20 и 22. Всасывающие ящики 24, установленные непосредственно под перфорированным конвейером 16 на восходящих и нисходящих участках между роликом 20 и роликами 18 и 22. Отфильтрованные таким образом волокна оседают на конвейере и могут удерживать волокна, которые оседают на них. При этом создается слой стекловолокна заданной массы или толщины.

Устройство также включает конвейер 26, вращающийся вокруг ролика 28, расположенного рядом со сборочным конвейером 16. Волокнистый материал поступает на конвейер 26 и далее контактирует на верхней поверхности с роликом 30, и на нижней – с роликом 26 перед входом в печь 32 для достижения требуемой толщины волокнистого материала. Полотно воздухопроницаемого материала 34 вытягивается из рулона 36 роликами 38 и 40 и направляется на восходящий участок накопительного конвейера 16. Накопленные волокна нарастают на внешней поверхности полотна 34, образуя слой L, и на конвейер 26, полотно проницаемого материала и волокнистый слой L поступают в печь 32 как единое целое. Отверждение связующего в печи приводит не только к соединению волокон друг с другом, но и к соединению волокон с полотном 34. Готовое одеяло В показано на выходе из печи 32. Далее находится не показанный на этом рисунке участок облицовки, включающий устройство для нанесения облицовочного материала на одеяло. Облицовочный материал вытягивается из рулона в виде полотна, имеющего длину и ширину больше ширины волокнистого мата с нижним воздухопроницаемым полотном 34. Несколько роликов плотно прижимают согнутые края облицовочного полотна к нижней поверхности полотна 34 и приклеивают их, например, с помощью термосварки импульсного типа.

В качестве воздухопроницаемой подложки авторы изобретения предлагают использовать полиэфирную сетку, доступную от Snow Filtration Company и продаваемую под названием "Reemaу", а в качестве облицовочной пленки - непористые пленочные материалы, используемые при установке изоляционных

покрытий в самолетах, например, пленку Orcon, поставляемую Orcon Corporation. Оба покрытия, используемые и на одной и на второй стороне волокнистого мата, должны быть термосвариваемыми.

К этой же группе оборудования можно отнести устройство для получения гибкого мата из неорганического волокна, описанное в японском патенте [105]. На рисунке 9 представлена принципиальная схема устройства для изготовления мата из неорганических волокон.

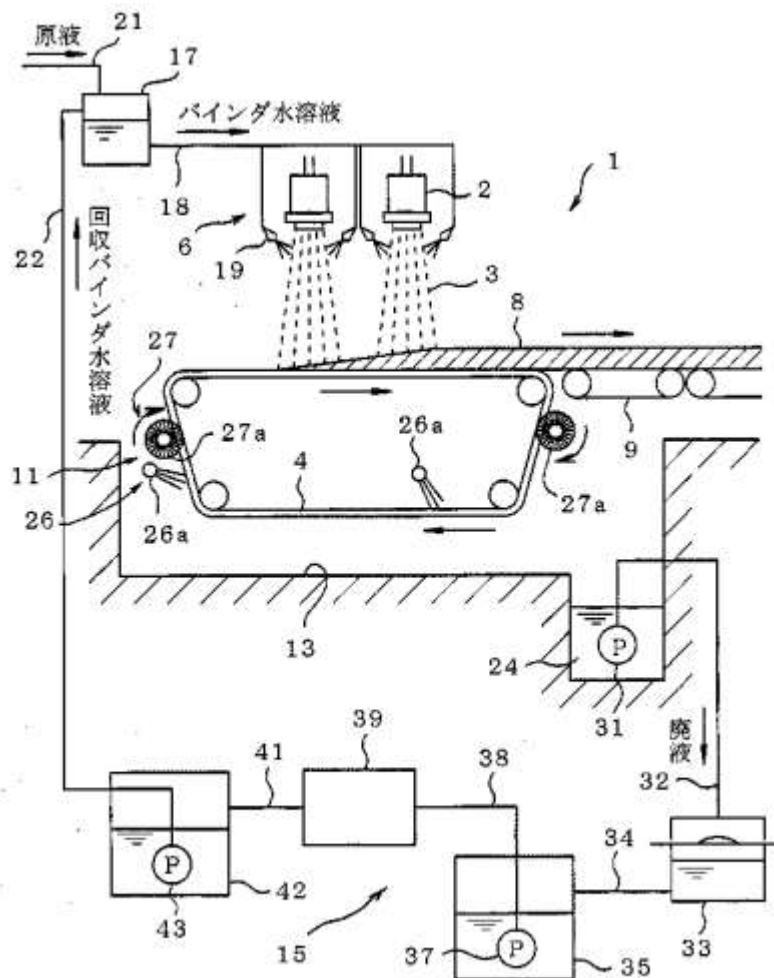


Рисунок 9 – Устройство для получения мата из неорганического волокна

Устройство 1 включает в себя прядильное устройство 2 для формирования и подачи неорганических волокон 3 на перфорированный конвейер 4 для их укладки в форме мата. Формование волокон в прядильном устройстве 2 может осуществляться такими методами, как раздув расплава или центрифугирование. Устройство 6 для нанесения связующего на сформованное волокно расположен

рядом с конвейером 4, волокно со связующим образуют на конвейере неорганический волокнистый мат 8, который направляется на конвейер 9 для дальнейшего прохождения отверждения связующего и резки ВМ.

Устройство 6 для нанесения связующего включает в себя резервуар 17 для получения водного раствора связующего требуемой концентрации и трубу 18 для подачи водного раствора связующего. Распылитель 19 расположен между прядильным устройством 2 и конвейером 4. Трубопровод 21 подает исходный раствор связующего в резервуар 17 для приготовления водного раствора связующего, трубопровод подачи водного раствора связующего 22 подключен к устройству 15 для извлечения связующего.

Непрерывный конвейер 4 проходит операции очистки от остатков связующего. Устройство 11 доставляет связующие вещества из жидких отходов в яме 13 в устройство для сбора/регенерации связующего 15. Альтернативно связующее можно наносить на осажденное на конвейере волокно, а не распылять на только что сформованное волокно.

В качестве связующего, обладающего влагостойкостью и негорючестью можно упомянуть термореактивную смолу, обладающую этими характеристиками. Предпочтительно использовать ФФ смолу, так как она обладает низкой стоимостью, термостойкостью, растворимостью в воде и проста в обращении, особенно предпочтительна резольная термоотверждаемая смола. Также можно использовать раствор, модифицированный добавлением мочевины. В дополнение к ФФ смоле, также может быть использована смесь, содержащая ускоритель отверждения, силановый связующий агент, пылезащитный агент, краситель, водоотталкивающее средство и тому подобное. Концентрация используемого здесь водного раствора связующего составляет примерно от 0,2 до 2,0 мас. %.

Описываемое устройство также содержит резервуар для отработанной жидкости 24, устройство для очистки 26 и форсунку для впрыска 26а, щеточное устройство 27 с вращающейся щеткой 27а, насосы 31, 37, 43, трубы 32, 34, 38, 41, устройство для разделения твердого вещества и жидкости 33, резервуар для

разделенной жидкости 35, фильтрующее устройство 39 и резервуар для водного раствора связующего 42.

Благодаря модификации устройства для получения мата из неорганического волокна связующее, удаленное с конвейера для сбора волокна, может быть эффективно извлечено и использовано повторно. Причем, не только связующее, содержащееся в восстановленном водном растворе связующего, но и вода могут быть использованы повторно.

В патенте [106] предложен способ получения теплоизоляционного материала на основе стекловолокна, включающий следующие стадии:

- 1) неорганические волокна, образованные центробежным процессом, продуваются вниз потоком горячего воздуха и покрываются распылением неотвержденного связующего;
- 2) совокупность покрытых связующим неорганических волокон (войлок, изготовленный из коротких стеклянных волокон) укладывается слоями на сетчатый конвейер с образованием ВМ заданной толщины (стадия сбора волокнистой массы);
- 3) связующее отверждают в печи с образованием неорганического волокнистого изоляционного материала, имеющего желаемую плотность и толщину.

Благодаря слоистой укладке полотна ВМ и его последующему уплотнению повышается число волокон, ориентированных перпендикулярно направлению прохождения тепла, что повышает теплоизоляционные свойства материала.

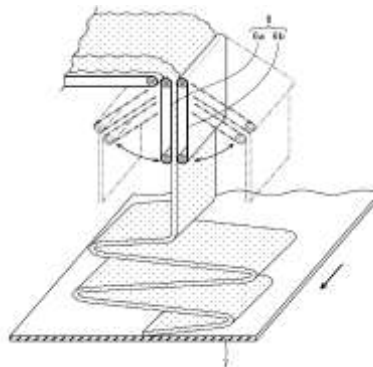


Рисунок 10 – Устройство, используемое на стадии укладки неорганического волокнистого мата

Устройство, используемое на стадии укладки ВМ, представлено на рисунке 10. Качающееся устройство 6 расположено на нижнем конце ленты для сбора волокон, а конвейерная лента 7 расположена под качающимся устройством 6. Качающееся устройство 6 содержит два качающихся ремня 6а и 6б, подвешенных параллельно друг другу, а приводное устройство (не показано) может сообщать им маятниковое движение. Конвейерная лента 7 продвигается вперед в направлении, указанном стрелкой. Устройство 6 совершает маятниковые движения по ширине конвейерной ленты 7, в результате чего волокнистый материал со связующим укладывается слоями на ленте конвейера. Уложенный таким образом волокнистый материал поступает в компрессионную зону и затем в нагревательное устройство, где происходит достижение требуемой толщины материала и отверждение связующего.

Аналогичное устройство для слоения непрерывного нетканого ВМ из прекурсора керамического волокна оксида алюминия предложено в [107]. Однако волокна, полученные золь-гель методом из прекурсора оксида алюминия, для керамизации направляются в печь для высокотемпературной термообработки. Также подобный метод использован в патенте [108], для дополнительного армирования в нетканый ВМ вводят упрочняющие элементы в виде стержней или проволоки.

Линия для получения минераловатного изделия из базальтового волокна, предложенная в патенте [109], включает дозатор породы, плавильную печь, устройство для охлаждения расплава до температуры формования, сливное устройство, устройство для раздува расплава, камеру для осаждения волокон и устройства для формирования изделий.

1.5.2 Оборудование для получения нетканых

теплозвукоизоляционных материалов из минеральных волокон влажными методами обработки

Метод, использующий бумажную технологию для получения теплоизоляционного материала, описан в патенте [110]. Метод включает

приготовление водной пульпы, содержащей минеральные волокна и связующее, вакуумное формование сырой волокнистой заготовки на перфорированной подложке и её обработку давлением путем холодной прокатки между валками, и ее сушку. В качестве минерального волокна могут быть использованы оксидные волокна, включающие оксиды кремния, алюминия, циркония, а в качестве связующего поливинилацетат.

В патенте [111] для производства ВМ с покрытием предложена линия (рисунок 11), на которой ВМ получают по влажной бумажной технологии, а затем наносят вспененное покрытие на влажное волокнистое полотно с последующей сушкой и отверждением. Способ изготовления ВМ с покрытием включает использование влажного процесса для формирования нетканого полотна из водной волокнистой суспензии низкой концентрации, частичное обезвоживание мата, добавление связующего в виде раствора смолы на водной основе, удаление некоторого, но не всего количества связующего, нанесение пены с высоким содержанием воздуха на верхнюю часть влажного мата, нагрев мата для удаления воды и отверждения связующего и покрытия.

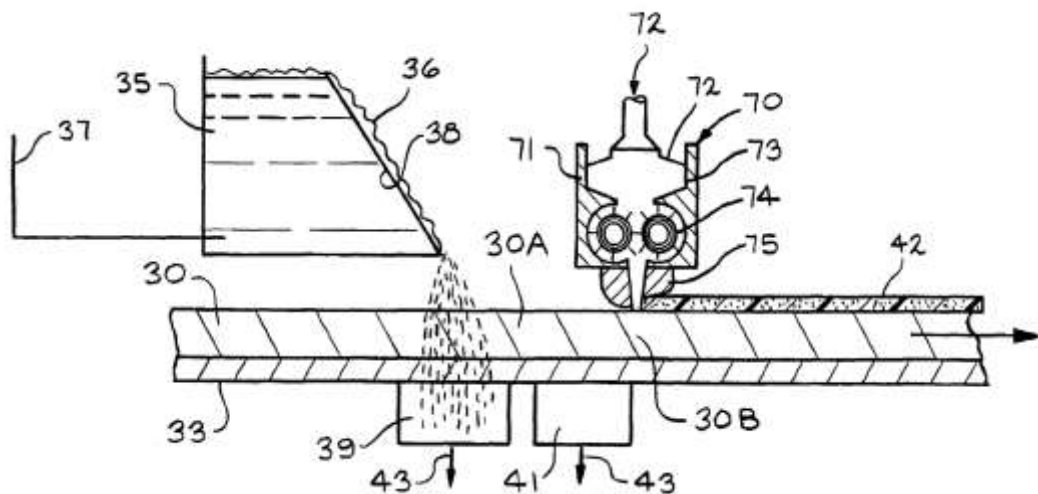


Рисунок 11 – Оборудование для получения нетканого волокнистого мата с покрытием

Нетканый ВМ 30 поступает по ленте конвейера в зону нанесения связующего 35. Пропитанный связующим нетканый ВМ 30А поступает в зону нанесения пены 72 через аппликатор 70 на его поверхность. Пена 72 стекает под

действием силы тяжести вниз через корпус 71 устройства для нанесения пены и попадает в две шестерни 73, 74, вращающиеся в противоположных направлениях, которые прокачивают пену с желаемой и контролируемой скоростью через экструзионную головку 75 на влажное, связанное полотно 30В для образования пены. В результате на выходе получается сырое волокнистое полотно 42 со связующим и покрытием.

Установка для получения нетканых материалов методом гидроперепутывания волокон высоконапорными струями жидкости (также называемый методом спанлейз) предложена в патенте [112]. Установка имеет перфорированный гибкий ленточный конвейер и сопловое устройство со средствами подачи жидкости под высоким давлением и возможностью воздействия на ВМ, размещенный на конвейере, а также средство для удаления жидкости, кроме того установка снабжена дополнительными устройствами для поворота и переворота накопленного материала.

Однако следует отметить не только сложность в использовании данной установки, связанную с необходимостью удаления больших объемов жидкости и обеспечения сушки ВМ после воздействия на него высоконапорных струй, но и тот факт, что воздействие высоконапорных струй на волокнистую массу может приводить к разрушению хрупких минеральных волокон и получению неравноплотного материала, а нанесение связующего на полученный материал возможно только после формования и сушки ВМ. Кроме того, известно, что фактура поверхности нетканого материала, полученного таким методом, неодинакова со стороны пористого конвейера и со стороны воздействия гидроструй, что может привести к неравномерности механических свойств материала.

Влажная технология использована также для получения поризованного огнестойкого ТЗИМ [113]. Оборудование для получения такого материала включает диспергационную камеру для исходной шихтовой смеси, содержащей минеральное волокно, неорганический наполнитель, поверхностно-активное вещество, гидрофобизирующий и связующий компонент, а также жидкую

дисперсионную среду, вспенивающее устройство, воздушный пульсатор, устройство для удаления жидкости, формы для разлива смеси и сушильный шкаф для термообработки.

1.5.3 Оборудование для получения нетканых теплозвукоизоляционных материалов из минеральных волокон сухими методами

Получение нетканых ВМ сухими методами, не использующими применение гидравлических устройств или плавильных установок, являются более простыми и недорогими в плане аппаратного оформления, хотя весь производственный цикл теплозащитной системы проходит в несколько отдельных этапов, разнесенных во времени. Однако это дает возможность получать теплоизоляционные материалы из смеси различных типов волокон, или различных слоев материалов, обеспечивающих теплозащитной системе градиент плотности и термостойкости. Кроме того, можно обеспечить мало- и среднесерийное производство большого числа вариантов теплозащитных систем невысокой стоимости.

Среди сухих методов изготовления нетканых материалов на основе стеклянных или минеральных волокон были отмечены методы с использованием легкоплавких органических волокон в качестве связующего, иглопробивные и аэродинамические методы.

В японском патенте [114] описано оборудование для изготовления теплоизоляции из стекловолокна со связующим в форме легкоплавких полимерных волокон или порошка из кристаллической смолы. Согласно данному изобретению, масса стеклянных или минеральных волокон содержит некоторое количество волокон из полиэфирных смол, таких как полиэфир, полиэтилен, полипропилен, нейлон, акрил, винилон и вискоза, и различные сополимеры или смешанные смолы, содержащие эти компоненты. Причем, эти волокна имеют структуру сердцевина-оболочка, то есть сердцевина имеет более высокую температуру плавления, а оболочка из более легкоплавкого материала, в

результате чего при нагреве массы волокна оболочка связующих волокон подплавляется и соединяет между собой неорганические волокна.

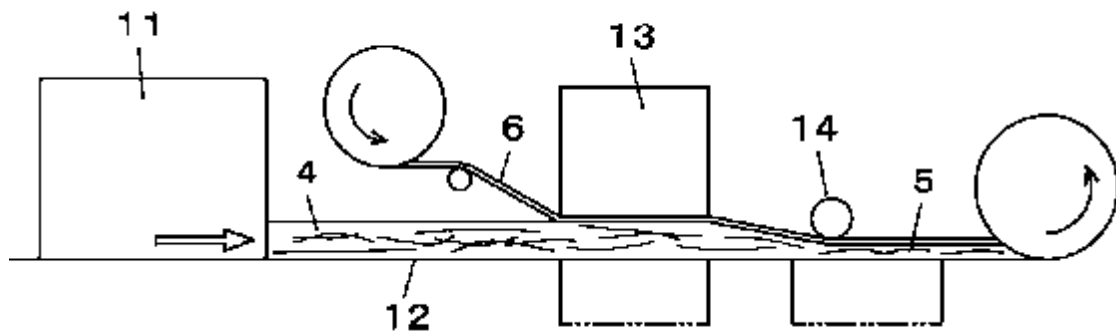


Рисунок 12 – Устройство для получения волокнистой теплоизоляции

На рисунке 12 представлена схема устройства для получения теплоизоляционного материала. В камере 11 происходит смешивание органических и неорганических волокон, затем нетканый волокнистый мат 4 по транспортеру 12 подают к печи 13. Ламинирующий материал покрытия 6 подают на поверхность мата 4 и нагревают при температуре 190°C , пропуская через нагревательную печь 13 для расплавления части связующего волокна. Нагретый материал сжимают в направлении толщины, пропуская его через обжимную машину 14 для склеивания под давлением и придания ему требуемой толщины и плотности, охлаждения и затвердевания с получением волокнистого ламинированного мата 5.

В патенте [115] предложено оборудование для изготовления мата из неорганического волокна, позволяющее дополнительно наносить на волокнистый мат поглотитель альдегидов для повышения экологической безопасности производства.

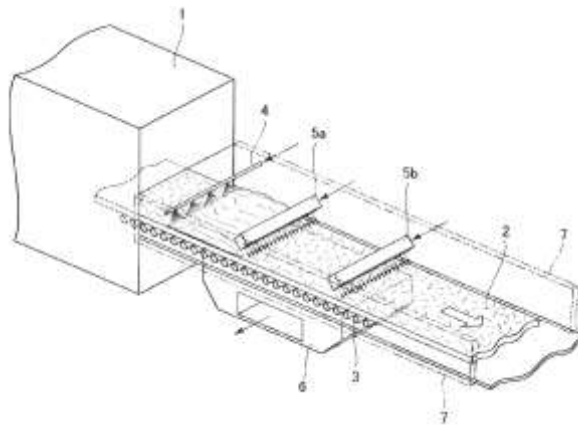


Рисунок 13 – Установка для получения волокнистой теплоизоляции

На рисунке 13 представлена схема предлагаемой установки. Перфорированный конвейер 3 для транспортировки мата 2 из неорганических волокон, в котором отверждено связующее, движется от нагревательной печи 1, используемой для отверждения связующего. Распылительные форсунки 4 для распыления поглотителя альдегидов, расположены над конвейерной линией 3. Наклон выпускного отверстия распылительного сопла на угол от 0 до 60° в направлении подачи мата из неорганического волокна приводит к увеличению площади мата из неорганического волокна, на которую наносится поглотитель альдегидов, что приводит к повышению эффективности нанесения. Над конвейерной линией 3 и на стороне выхода распылительных сопел 4 расположены воздушные сопла 5a и 5b для формирования воздушной завесы путем обдува мата из неорганических волокон на конвейерной линии 3 воздухом. Ниже конвейерной линии 3 и на стороне выхода участка А, где поглотитель альдегидов распыляют на мат из неорганических волокон 2 на конвейерной линии 3, предусмотрено всасывающее устройство 6, расположенное так, чтобы оно могло осуществлять всасывание с задней поверхности мата 2 непосредственно под местом, где воздушные сопла 5a и 5b подают воздух в мат из неорганического волокна 2. Разделительные пластины 7 расположены вдоль обеих боковых краевых частей конвейерной линии 3.

На таком оборудовании получают ТЗИМ на основе стеклянного или базальтового волокна. Связующее содержит термореактивную смолу, конденсирующую альдегид, такую как фенольная смола резольного типа,

фенолмочевинная смола резольного типа или меламинмочевинная смола. Термореактивная смола, конденсирующая альдегид, в процессе отверждения образует формальдегид. Поглотитель альдегидов представляет собой вещество, которое реагирует с альдегидами с образованием устойчивых соединений, растворяется или диспергируется в растворителе, таком как вода или спирт, и образует раствор, который можно распылять. Примеры такого вещества включают сульфиты или гидросульфиты натрия, калия, кальция, сульфит аммония, амидосульфоновую кислоту, амидосульфат аммония, мочевины, дициандиамида, цианоацетамид, диэтилентриамин, дигидразидадипат и др. Любое из этих веществ используют для приготовления водной композиции с содержанием твердых веществ от 5 до 40 % и pH от слабокислой до слабощелочной (pH примерно от 5 до 9).

В патенте [116] предложена иглопробивная машина, снабжённая устройством для измерения глубины проникания иглы в материал (рисунок 14). Так как от равномерности глубины пробивки зависит однородность получаемого материала, иглопробивная машина содержит устройство для контроля глубины проникания.

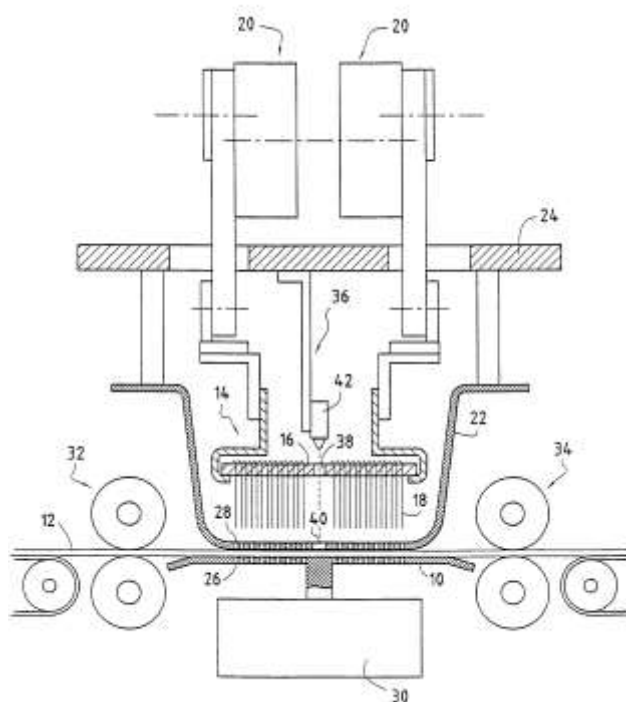


Рисунок 14 – Иглопробивная машина по FR 2821632

Иглопробивной стол 10 служит опорой для слоёв ВМ 12. Стол расположен под иглопробивной головкой 14, которая содержит определённое количество крючковых игл 18, установленных на планке 16. Иглопробивная головка 14 приводится в вертикальное возвратно-поступательное движение кривошипно-шатунным механизмом 20. Прижимная полоса 22, жёстко прикреплённая к раме 24 машины, установлена над иглопробивным столом и препятствует подъёму текстильной конструкции вместе с иглами при их выходе. Иглопробивной стол 10 и прижимная полоса 22 перфорированы отверстиями 26, 28 для прохода игл. Стол перемещается вертикально с помощью привода 30. Два комплекта приводных подающих роликов 32, 34, установленные перед машиной и за машиной по направлению движения текстильной конструкции, служат для её горизонтальной подачи к иглопробивной головке. Измерительное средство 36 расположено в иглопробивной головке 14 и служит для того, чтобы измерять действительную глубину проникания игл в текстильную конструкцию в то время, когда иглы иглопробивной головки находятся в нижней точке. Измерение может осуществляться бесконтактным методом (при этом положение верхней поверхности текстильной конструкции измеряется дистанционно) или контактным методом (путём опускания механического щупа на верхнюю поверхность текстильной конструкции). На рисунке 14 бесконтактное измерительное средство образовано оптическим измерительным устройством типа лазерный излучатель/приёмник 42. Излучатель посылает лазерный пучок через планку с иглами к верхней поверхности текстильной конструкции, которая отражает луч в направлении приёмника. Расстояние между излучателем и иглопробивным столом предполагается известным по предварительным измерениям, так что расстояние между излучателем и верхней поверхностью текстильной конструкции может быть определено путём анализа длины пути падающего и отражённого лазерного пучка, и этих данных достаточно для точной оценки толщины текстильной конструкции, находящейся на иглопробивном столе.

В патенте [117] предложен иглопробивной аппарат для изготовления

нетканых материалов. Аппарат имеет механизм, направляющий волокнистый продукт в продольном и поперечном направлении для проведения иглопробивания, что позволяет обрабатывать большое полотно ВМ. Иглопробивное оборудование предложено также в [118]. В британском патенте [119] нетканый материал дополнительно имеет облицовочные слои из базальтовой ткани, содержит связующее на основе смолы и антипирены. Оборудование для его изготовления обеспечивает приложение давления и тепла и воздействие игольчатым пуансоном на волокнистую заготовку.

Установка для получения нетканого ВМ аэродинамическим методом представлена в патенте [120]. Упрощенный вид в разрезе устройства для воздушной укладки нетканого материала представлен на рисунке 15.

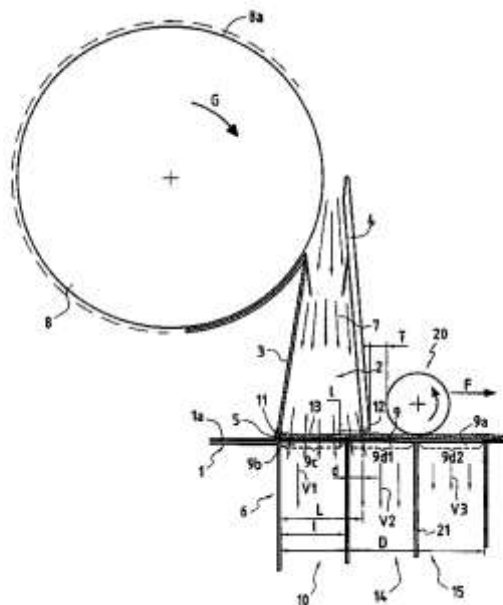


Рисунок 15 – Устройство для аэродинамического формования нетканого материала

Устройство для аэроукладки нетканого материала имеет конвейер, использующий пористую конвейерную ленту 1, установленную с натяжением на приводных роликах. Волокна, подаваемые внутрь диспергационной камеры 2 на периферии диспергирующего цилиндра 8, отделяются от зубцов 8а этого цилиндра под действием воздушного потока, создаваемого внутри камеры 2. Волокна выбрасываются внутрь диспергирующей камеры 2, рассеиваются

воздушным потоком по всему горизонтальному участку указанной камеры 2 и выбрасываются над верхним концом 1а конвейерной ленты 1.

Во время работы верхняя часть 1а конвейерной ленты 1, приводится в движение с постоянной заданной скоростью в направлении транспортировки, указанном стрелкой F. Камера для диспергирования волокон 2, имеющая переднюю стенку 3 и заднюю стенку 4, расположена над верхней частью 1а конвейерной ленты 1 и проходит по всей её ширине. Прокладка 5 опирается на верхнюю часть конвейерной ленты 1а, а под ней находится вакуумный бак, способный создавать воздушный поток 7 внутри камеры диспергирования 2, обозначенный стрелками, что позволяет диспергировать волокна внутри камеры 2 и осаждать их на верхнюю часть конвейера 1а.

Резервуар 6 (или вакуумная камера) проходит под верхним концом 1а над вакуумной зоной 9, причем скорость вакуума V1, V2, V3 может варьироваться в её различных зонах 9а, 9б и 9с, что позволяет получить равноплотный нетканый материал, несмотря на наличие неравномерных потоков воздуха в камере диспергирования.

Также следует отметить технические решения по оборудованию для проведения отдельных операций при изготовлении нетканых волокнистых теплоизоляционных материалов. Так, в патенте [121] предложено устройство для изготовления теплоизоляционного материала, содержащего оболочку из герметизирующего материала. Оболочка имеет два вида покрытия – на верхнюю поверхность ВМ наносят нетканый термопластичный гидрофобный материал, а на нижнюю и боковые поверхности – полимерную металлизированную перфорированную пленку. Верхняя облицовка состоит из случайно ориентированных натуральных или синтетических волокон, таких как полиолефины, полиэстер или вискоза со связующим на основе полимерного материала, такого как акриловая смола, винилакриловая смола т.п. Оборудование для герметизации ВМ имеет конвейер, по которому движется ВМ со связующим, аппликаторы для нанесения клея на его поверхности, рулоны с верхней и нижней облицовкой, доставляющие слои оболочки на волокнистый мат и устройство,

обеспечивающее вакуум под сердцевиной из минерального волокна для вытягивания материала покрытия, проходящего ниже боковых поверхностей.

В японском охранном документе [122] предложен способ изготовления мата из неорганического волокна, который предотвращает позиционное проскальзывание в случае укладки материала оболочки поверх мата – для этого используются гибочные ролики боковой части со спиральными канавками на наружных периферийных поверхностях, в результате чего противоположные боковые части обшивочного материала на стороне верхней поверхности изгибаются с приложенным к ним направленным вниз прижимным усилием.

В патенте [123] предложена формовочная головка для сухого формования нетканого мата из волокон различного типа, в том числе стеклянных и минеральных. Формовочная головка объединяет несколько разделительных блоков, содержащих вращающиеся валки с разделительными зубцами. Зубцы способствуют разрыхлению агрегатов волокнистой массы, причем не разрыхленные на первой ступени агломераты могут измельчаться в нижележащих блоках. Разъединенные и перемешанные волокна попадают на игольчатую формовочную ленту, образуя нетканый материал.

Подобное оборудование представлено в патенте [124]: предложенный процесс гравитационной укладки включает механическое разделение формованных из расплава неорганических волокон и сбор волокон и может включать смешивание формованных из расплава неорганических волокон с другими неорганическими волокнами и/или с неорганическими добавками в виде частиц. Устройство для реализации этого метода включает формовочную камеру для разрыхления массы волокон, внутри которой расположены имеющие зубцы вращающиеся ролики, и движущееся сито с бесконечной лентой, на которое под собственным весом хаотично укладываются разрыхленные волокна. Схема устройства представлена на рисунке 16.

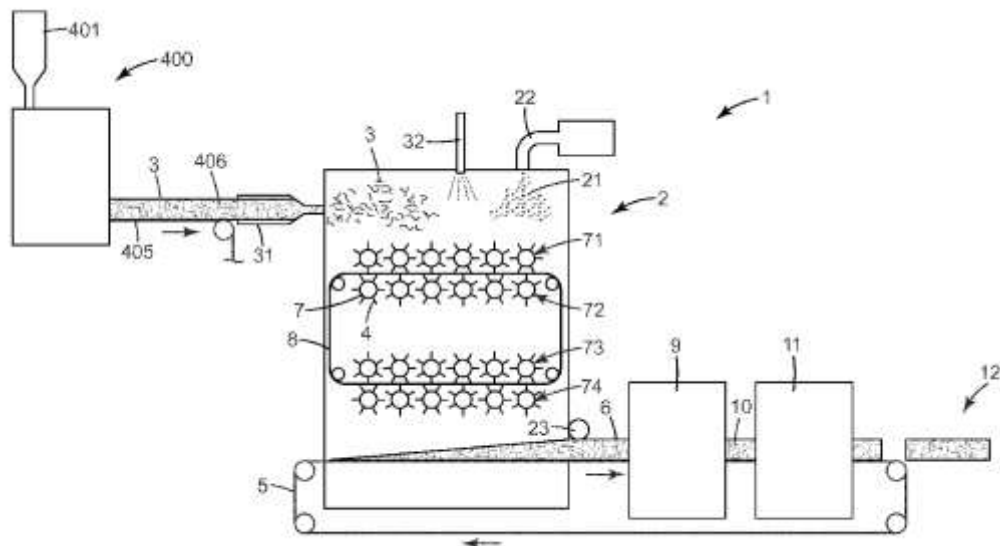


Рисунок 16 – Устройство для изготовления нетканого мата по US 8343400 B2

Согласно описанию изобретения устройство 1 работает следующим образом: формованные из расплава неорганические волокна 3 производятся блоком 400 и транспортируются из него в виде собранной волокнистой массы 406 с помощью средства 405 в формовочную камеру 2, например, в камеру 2 формования через устройство ввода волокна 31. Помимо этого в формовочную камеру 2 могут быть введены через устройство 22 дополнительные типы волокон, неорганические дисперсные добавки 21, такие как вспучивающие, эндотермические или другие виды функциональных добавок.

Устройство 1 может также содержать систему 32 для распыления жидкости, которая может распылять жидкость на формованные из расплава неорганические волокна 3 до того, как они будут введены в формовочную камеру 2, либо внутри формовочной камеры 2, чтобы контактировать с волокнами в ней, после того, как они уложены в виде мата и вышли из формовочной камеры 2.

Модификации данного устройства представлены той же компанией 3M Innovative Properties Co в патентах [125-126].

В патенте [127] предложен способ получения теплоизоляционного ВМ, содержащего аэрогель. Способ включает стадию предварительной обработки смачиванием для предотвращения образования воздушных пузырьков в ВМ и стадию импрегнирования ВМ прекурсором нагнетанием прекурсора в резервуар

при пониженном давлении. Оборудование для реализации этого способа включает контейнеры для прекурсора аэрогеля и катализатора, устройства для их подачи, регулятор потока, стационарный смеситель, конвейерную ленту для подачи исходного ВМ к месту пропитки и транспортировки пропитанного материала к сушильному шкафу, а также вакуумный насос для удаления воздушных пузырьков из прекурсора аэрогеля.

Оборудование и методы получения волокнистых теплоизоляционных материалов, содержащих аэрогель, представлены также в патентах [128-129].

В патенте [130] предложен способ нанесения гидрофобного покрытия на стекловолокнистый мат, включающий (а) приготовление дисперсии гидрофобного полимера в растворителе с поверхностно-активным веществом и опционально глушителем; (b) погружение и защипывание поступающего с питателя иглопробивного мата в дисперсии фторполимера с образованием гомогенно смоченного полотна (операция 1); (с) испарение воды/растворителя из влажного покрова путем применения интенсивного электромагнитного излучения (ЭМИ) (операция 2), (d) разложение гидрофильных остатков, оставшихся от прежней дисперсии и от исходного стекловолоконного материала, потоком нагретого воздуха через защитный слой (операция 3); (е) распыление или иное нанесение дополнительного гидрофобного слоя на одну или несколько наружных поверхностей мата, чтобы сделать материал супергидрофобным (операция 4), (f) сушку поверхностного покрытия, как правило, с помощью обычных методов поверхностного нагрева (операция 5) и его намотку на накопительный валик. На рисунке 17 представлена условная схема устройства для нанесения гидрофобного покрытия.

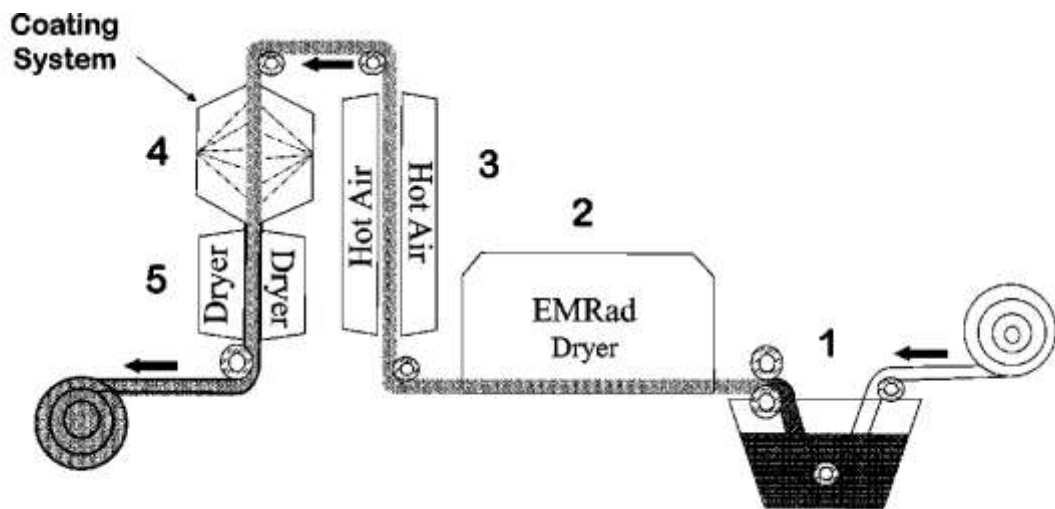


Рисунок 17 – Схема установки для нанесения гидрофобного покрытия на нетканый волокнистый материал

В патенте [131] предложена модульная теплоизоляция из ВМ, заключенная в слоистую оболочку, а также устройство для её изготовления. Устройство содержит плиту, герметик для кромок и множество роликов для термосварки. Плита имеет размеры и форму, требуемые для размещения узла покрытия, состоящего из дальнего слоя облицовки, ближнего слоя и множества блоков войлока, расположенных между ними на расстоянии друг от друга с множеством промежутков между блоками войлока, которые определяют сопрягаемые пространства, в которых дальний и ближний слои перекрываются. Ролики разнесены на заданное расстояние в соответствии с сопрягаемыми пространствами.

В патенте [132] предложена линия по получению непрерывного нетканого полотна из волокна оксида алюминия. Из прядильного раствора прекурсора оксида алюминия формуют сырые волокна, после чего непрерывный лист из прекурсора волокон оксида алюминия непрерывно подается в высокотемпературную печь и подвергается термической обработке при перемещении в одном направлении с помощью нескольких транспортных механизмов, расположенных в печи. В этой операции скорость транспортных механизмов постепенно снижается в направлении транспортировки в соответствии со скоростью термоусадки непрерывного листа прекурсора

алюмооксидного волокна, тем самым уменьшая разрушение волокна в прекурсор аллюмооксидного волокна и получая сплошное покрытие из оксида алюминия с одинаковой толщиной и высокой объемной плотностью, а также высокой прочностью.

Полезная модель [133] раскрывает устройство ультразвуковой резки нетканых материалов, которая по сравнению с традиционной резкой, снижает истирание насадки инструмента и повышает эффективность резания и в то же время благодаря тому, что режущая часть может создавать эффект плавления, что позволяет избежать появления заусенцев.

Учитывая вышеизложенное, можно сделать вывод, что разработка и модификация оборудования для производства нетканых ТЗИМ на основе стеклянных и минеральных волокон являются частью создания и совершенствования теплозащитных систем для современной промышленности.

Для авиационных ТЗИМ традиционно использовалась теплозвукоизоляция на основе стеклянных волокон, соединенных ФФ смолой, облицованная полимерной пленкой. Технологическое оборудование для получения этого продукта представляет собой производственную линию, объединяющую узел получения стеклянного волокна из расплава и нанесения ФФ связующего на остывающее волокно, узел его накопления на воздухопроницаемой конвейерной ленте и сушки с термоотверждением связующего и облицовочный узел. Модификации данного оборудования были направлены на обеспечение возможности очистки и повторного использования связующего, нанесения различных слоев покрытия на верхнюю и нижнюю сторону нетканого полотна, резки непрерывного полотна на заданные размеры, дополнительного нанесения на ВМ поглотителей альдегидов для повышения экологической безопасности производства. Следует отметить, что совершенствование теплозащитных систем привело к созданию большого разнообразия видов теплозвукоизоляции, включающих такие компоненты, как:

- другие виды волокон, вводимые в состав нетканого мата с целью снижения его веса, либо в качестве связующего, либо с целью повышения температур

эксплуатации;

- слои пеноматериалов, вводимые с целью обеспечения воздухопроницаемого покрытия на поверхности нетканого мата, повышения его гибкости и механической прочности;
- гидрофобные, антипиреновые и другие функциональные компоненты для стойкости теплоизоляции к набору влаги и возгоранию;
- аэрогели, полые микросферы, инфракрасные глушители и другие компоненты, обеспечивающие требуемые эксплуатационные свойства теплозащитных систем.

В связи с этим разрабатываются новые виды оборудования, позволяющие получать теплозащитные системы на отдельных стадиях производственного процесса. В частности, на первом этапе получают разные виды волокон, такие как полимерные, стеклянные, минеральные, керамические, теми методами, которые приняты для каждого вида. Затем из них получают нетканые волокнистые материалы требуемой плотности и используют их в качестве основы теплозащитной системы, добавляя к ним все необходимые для достижения высоких эксплуатационных свойств компоненты, включая связующие, функциональные добавки и защитные облицовочные покрытия.

Получение нетканых ВМ из приготовленных на предварительных стадиях волокон можно условно разбить на две группы – сухие и влажные методы. Влажные методы включают традиционную бумажную технологию и методы гидрозапутывания волокон водными струями.

Бумажная технология представляет собой вакуумное формование волокнистой пульпы на перфорированной подложке, оборудование для этого процесса включает скоростные мешалки для получения однородной водноволокнистой пульпы, вакуумный отсос, обеспечивающий удаление жидкости из хаотично расположенной массы волокон на пористой подложке, и сушильные шкафы для удаления остатков влаги и отверждения связующего, которое может быть добавлено в водноволокнистую пульпу на первом этапе, либо нанесено на массу волокон на втором этапе. Затем происходит операция

облицовки нетканого материала. Недостатком данного метода является необходимость удаления больших объёмов воды и длительное время, необходимое для сушки нетканого материала.

Методы гидрозапутывания волокон чаще используются при получении нетканых материалов из органических и целлюлозных волокон, так как на стеклянные и минеральные волокна высоконапорные водные струи оказывают разрушительное воздействие.

Сухие методы получения нетканых ВМ включают применение неводных видов связующего, иглопробивные технологии и аэродинамические методы.

Первый вариант представляет собой изготовление ВМ из смеси стеклянных или минеральных волокон и сухих связующих, таких как легкоплавкие полимерные волокна или смола в виде порошка или вытянутых кристаллов и их уплотнение и термообработку, в процессе которой происходит формование нетканого материала и скрепление массы волокон.

Иглопробивные технологии широко используются для изготовления нетканых ВМ, оборудование для них постоянно совершенствуется, начиная от формы используемых игл и глубины их проникновения и заканчивая использованием жидкой среды для проведения операции иглопробивания или армирующих материалов из высокопрочных высокомодульных волокон на верхней и нижней стороне массы волокон для предотвращения осыпания ВМ.

Аэродинамические методы предполагают воздействие на массу волокон потоков сжатого воздуха с целью их распушения и перемешивания и формование нетканого материала вакуумными методами на пористой подложке. Данный метод, по-видимому, наименее травматичен для хрупких стеклянных и минеральных волокон, что позволяет получить более прочный и гибкий волокнистый мат, а кроме того, при использовании данного метода можно получать ВМ из смеси волокон различного вида, либо слоистые материалы при последовательной загрузке волокон.

Выбор типа оборудования зависит от вида получаемого нетканого ВМ, его назначения и требуемых свойств, а также от объемов производства.

1.6 Выводы к главе 1

Проведенный анализ литературных данных показал актуальность исследований в области разработки нового гибкого теплозвукоизоляционного волокнистого материала низкой плотности на основе стекловолокна.

Благодаря оптимальному сочетанию относительно низкой плотности, теплопроводности, звукопоглощения и вибростойкости перспективными являются ТЗИМ на основе стекловолокна. Эффективность волокнистых ТЗИМ определяется их микроструктурой: диаметром волокон в диапазоне 1-3 мкм, снижающим теплопроводность, особой пространственной ориентацией волокон, вызывающей анизотропию теплопроводности, и высокой пористостью.

Связующие компоненты играют решающую роль в обеспечении структурной целостности и долговечности. Органические связующие (преимущественно ФФ смолы) обеспечивают прочность, термостойкость ($\sim 250^{\circ}\text{C}$) и упругость ТЗИМ.

Ключевыми негативным фактором, существенно ухудшающим функциональные свойства ТЗИМ, является высокая влажность, увеличивающая теплопроводность. Гидрофобизация ТЗИМ на основе стекловолокна является критически важной для противодействия высокому росту теплопроводности, снижению звукопоглощения и демпфирования, а также для противодействия коррозии, вызванной влагой. Введение гидрофобизаторов в связующее является наиболее технологически простым и недорогостоящим способом придания протекторных свойств ТЗИМ.

Таким образом, главным вызовом остается обеспечение стабильности функциональных свойств ТЗИМ (тепло- и звукоизоляции) при минимальной массе в условиях экстремальных эксплуатационных факторов авиации – высокой влажности и широкого температурного диапазона (от минус 65 до 125 $^{\circ}\text{C}$ и выше).

В данной работе для решения поставленных задач выбран способ аэрационного осаждения, а в качестве основных компонентов гибкого теплозвукоизоляционного материала низкой плотности - стекловолокно в сочетании со связующим на основе ФФ смолы и эффективным методом гидрофобизации.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материалы

В работе для изготовления исследуемых образцов использовались следующие материалы:

1. стекловолокно типа Е марки МБ-СТВ-1,0 ТУ 6-11-541-83;
2. волокно кварцевое марки ТКВ ТУ 6-48-5786902;
3. смола карбамидомодифицированная фенолформальдегидная марки Фенотам Н210М ТУ 20.16.56-145-05800142-2020;
4. смола фенолформальдегидная марки Фенотам Н210 ТУ 2221-145-05800142-2015;
5. смола карбамидомеламинаформальдегидная марки КМФ-С ТУ 2223-403-05800-142-2014;
6. смола фенолформальдегидная марки СФЖ-3024 ГОСТ 20907-2016;
7. стекло натриевое жидкое марки СНЖ6 ГОСТ 13078-81;
8. стекло калиевое жидкое ТУ 2145-002-82971242-2015;
9. жидкость гидрофобизирующая (полиэтилгидросилоксан) 136-41 ГОСТ 10834-76;
10. жидкость кремнийорганическая (полиметилфенилсилоксан) марки ПФМС-4 ГОСТ 15866-70;
11. аммиак водный ос.ч. ГОСТ 24147-80;
12. ацетон х.ч. ГОСТ 2603-79;
13. кислота борная х.ч. ГОСТ 9656-75;
14. вода дистиллированная ГОСТ Р 58144-2018

2.2 Методы исследования

2.2.1 Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ

Сканирующий электронный микроскоп является вакуумным прибором, так

как при нормальном атмосферном давлении электронный пучок сильно рассеивается и поглощается, что делает невозможным его фокусировку. Поэтому рабочий вакуум в камере микроскопа должен быть 10^{-5} тор., или лучше. Схема основных узлов растрового микроскопа приведена на рисунке 18. Электронный пучок от источника электронов специальной конденсорной системой формируется в виде хорошо сфокусированного зонда и проходит через систему управляющих электродов или электромагнитов, которые перемещают пучок по поверхности образца по траектории, образующей растр.

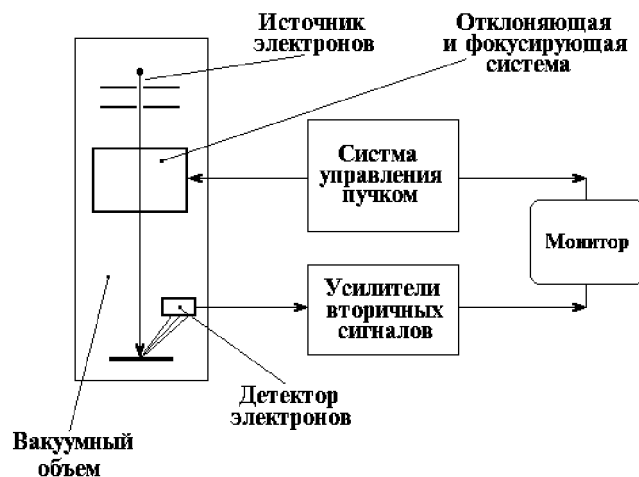


Рисунок 18 – Упрощенная схема, иллюстрирующая работу сканирующего электронного микроскопа

Перемещение зонда по поверхности образца должно происходить с очень высокой точностью и будет, в конечном счете, наряду с размером зонда, определять величину разрешения прибора. В результате взаимодействия пучка электронов с поверхностью образца возникает ответная реакция, которая регистрируется соответствующими датчиками. Регистрируемый датчиками сигнал используется в дальнейшем для модуляции яркости электронного пучка в электронно-лучевой трубке монитора. Величина этого вторичного сигнала будет зависеть от физических свойств поверхности образца и может меняться от точки к точке. В результате на экране монитора образуется изображение поверхности образца, отображающее топографию соответствующего физического свойства исследуемого образца. Таким образом можно исследовать топографию неоднородностей дефектов и состояния поверхности: например, топологию

поверхности (границы зерен, поры, трещины, неоднородности состава и др.) – в отраженных или вторичных электронах; распределение элементного состава по поверхности образца – в характеристическом рентгеновском излучении; распределение донорных или акцепторных центров – по величине поглощенного тока; топографию магнитной доменной структуры – во вторичных электронах и пр.

Коэффициент увеличения изображения в сканирующей электронной микроскопии определяется отношением линейных размеров раstra, освещаемого зондом, на поверхности образца d и на экране монитора D , то есть $M = D / d$.

Разрешение, достигаемое в сканирующей электронной микроскопии, ограничено эффективным размером элемента изображения, или, другими словами, размером области в образце, возбуждаемой электронным зондом, имеющим диаметр d_z . С другой стороны величина тока сфокусированного электронного пучка, взаимодействующего с поверхностью образца, определяет интенсивность вторичных сигналов. Поэтому электронно-оптическая система, формирующая зонд, должна обеспечивать получение максимально возможного тока при минимально возможном размере зонда [134].

Рентгеноспектральный микроанализ (РСМ) является неотъемлемой частью современного материаловедческого исследования, предоставляя количественную информацию о локальном элементном составе исследуемых объектов в сочетании с их высокодетализированным морфологическим анализом. Метод базируется на регистрации и анализе характеристического рентгеновского излучения, возникающего при взаимодействии высокоэнергетического электронного пучка с атомами вещества в сканирующем электронном микроскопе. Физической основой метода является закон Мозли, устанавливающий прямую зависимость между длиной волны характеристического излучения λ и атомным номером элемента Z :

$$\sqrt{1/\lambda} = k (Z - \sigma),$$

где k и σ – константы. Это позволяет однозначно идентифицировать химические элементы в пробе по положению пиков на энергетическом или волновом спектре. В современных инструментальных комплексах реализованы

два основных типа спектрометров: энергодисперсионный и волнодисперсионный. Энергодисперсионный, основанный на регистрации рентгеновских квантов полупроводниковым детектором с последующим преобразованием их энергии в электрические импульсы, позволяет проводить быстрый одновременный анализ всех элементов от бериллия (Be) до урана (U) с типичным пределом обнаружения порядка 0.1–0.5 масс. %. Его ключевыми преимуществами являются высокая скорость сбора данных и простота использования, что делает его идеальным для общего качественного и полуколичественного анализа. В отличие от него, волнодисперсионный использует кристаллы-анализаторы с определенным межплоскостным расстоянием для селективной дифракции рентгеновских лучей определенной длины волны на детектор. Этот метод обеспечивает на порядок более высокое спектральное разрешение и существенно более низкий предел обнаружения (до 0.01–0.03 масс. %), однако анализ элементов осуществляется последовательно и требует более длительного времени.

Интерпретация интенсивности зарегистрированного характеристического рентгеновского излучения и ее преобразование в количественный концентрационный состав представляет собой сложную многоступенчатую процедуру. Измеренные интенсивности рентгеновских линий для каждого элемента в анализируемом образце ($I_{\text{обр}}$) сравниваются с интенсивностями, полученными от эталонов чистых элементов или стехиометрических соединений ($I_{\text{эт}}$). Для перехода от отношения интенсивностей K или $I_{\text{обр}} / I_{\text{эт}}$ к истинной концентрации элемента C необходимо введение поправочных коэффициентов, учитывающих влияние матрицы образца на генерацию, поглощение и торможение рентгеновского излучения. Наиболее распространенной и физически обоснованной является ZAF-коррекция, где Z – поправка на атомный номер, учитывающая различия в тормозной способности и отражении электронов между образцом и эталоном; A – поправка на поглощение, критически важная для элементов с длиной волны излучения, сильно поглощаемой матрицей; F – поправка на флуоресценцию, учитывающая вторичную генерацию характеристического излучения элемента под действием рентгеновских квантов

других элементов матрицы. Альтернативным и более современным подходом является метод $\phi(\rho z)$ -коррекции, основанный на математическом моделировании глубинного распределения ионизации и генерации рентгеновского излучения в веществе, что обеспечивает повышенную точность для легких элементов и анализа при малых углах выхода излучения.

Точность количественного микроанализа лимитируется рядом факторов, важнейшими из которых являются подготовка образца (необходимость плоского, отполированного и электропроводящего рельефа), стабильность работы электронной пушки электронного микроскопа, точность калибровки спектрометров, а также корректный выбор стандартов и моделей коррекции. Особое внимание уделяется минимизации погрешностей, связанных с анализом мелкодисперсных частиц, границ раздела фаз и объектов с шероховатой поверхностью, где нарушаются основные допущения модели коррекции матричных эффектов.

Методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и РСМ были проведены исследования микроструктуры и элементного анализа образцов ТЗИМ.

Вырезанный образец ТЗИМ приклеивался с помощью токопроводящей углеродной ленты и клея к держателю образца для сканирующего электронного микроскопа. Для выявления тонкой структуры, поверхность образца подвергалась ионно-плазменному травлению в вакуумной установке. Во избежание накопления электрических зарядов на поверхности образца, при исследовании в сканирующем электронном микроскопе, на его поверхность наносилось токопроводящее покрытие, методом магнетронного напыления в вакуумной установке. Для рентгеноспектрального микроанализа поверхность образца не подвергалась напылению токопроводящим покрытием.

Микроструктурный анализ образцов ТЗИМ проводили на сканирующем электронном микроскопе в режиме вторичных (SE) электронов при увеличениях от $\times 60$ до $\times 60000$. РСМ элементного состава осуществляли с помощью энергодисперсионного микроанализатора на базе безазотного энергодисперсионного детектора.

2.2.2 Газовая хромато-масс-спектрометрия и пиролитическая газовая хромато-масс-спектрометрия

Газовая хромато-масс-спектрометрия (ХМС) представляет собой мощный гибридный аналитический метод, объединяющий разделительные возможности газовой хроматографии с детектирующей и идентифицирующей мощностью масс-спектрометрии, что позволяет проводить качественный и количественный анализ сложных многокомпонентных смесей летучих и термостабильных соединений. Физическая сущность метода заключается в разделении компонентов смеси в хроматографической колонке за счет их дифференциального распределения между подвижной газовой фазой (газ-носитель, например, гелий) и стационарной жидкой фазой, нанесенной на внутреннюю стенку капиллярной колонки. Разделенные во времени компоненты последовательно поступают в масс-спектрометрический детектор, где происходит их ионизация, наиболее часто по механизму электронного удара (EI, 70 эВ) или химической ионизации (CI). Образовавшиеся ионы разделяются в масс-анализаторе (квадрупольном, ионно-ловушечном или времяпролетном) по отношению массы к заряду (m/z), после чего регистрируются детектором. Результатом анализа является хроматограмма, отображающая зависимость интенсивности ионного тока от времени удерживания, и масс-спектры, представляющие собой зависимость интенсивности ионного тока от m/z и являющиеся уникальными "отпечатками пальцев" для большинства соединений. Идентификация веществ осуществляется путем сопоставления экспериментальных масс-спектров с эталонными спектрами в библиотеках (NIST, Wiley), а количественный анализ – путем измерения площадей пиков на хроматограмме с использованием метода калибровочного графика или внутреннего стандарта.

Однако многие объекты исследования, такие как синтетические полимеры, природные macromolecules (гуминовые вещества, кератин), образцы нефтей и твердых органических остатков, являются нелетучими и термически неустойчивыми, что исключает возможность их прямого анализа методом ХМС. Для исследования подобных образцов применяется пиролитическая газовая

хромато-масс-спектрометрия (ПХМС), в которой предварительная деструкция анализируемого материала осуществляется под контролируемым термическим воздействием в инертной атмосфере (пиролиз). Ключевым элементом методики является пиролизер, обеспечивающий быстрое повышение температуры до заданного значения (от 500 до 1400 °С), что позволяет осуществлять как равновесный пиролиз при постоянной температуре, так и температурно-программируемый анализ. В процессе пиролиза макромолекулы подвергаются расщеплению по определенным связям с образованием более низкомолекулярных летучих фрагментов (пиролизатов), характер которых напрямую зависит от исходной химической структуры вещества. Эти фрагменты мгновенно транспортируются потоком газа-носителя в хроматографическую систему, где разделяются и далее анализируются масс-спектрометром. Таким образом, ПХМС предоставляет косвенную информацию о строении исходного нелетучего материала через интерпретацию продуктов его термического разложения.

Интерпретация данных ПХМС требует учета кинетики и механизмов термического разложения, так как выход отдельных продуктов зависит от режима пиролиза (температура, скорость нагрева, время контакта). Характерные пиролизаты служат диагностическими маркерами для определенных структурных фрагментов. Например, для белков и пептидов таковыми являются индол, фенол и их производные; для лигнинов – гваякол, сиреневый альдегид; для полистирола – стирол, димеры; для полиметилметакрилата – метиловый эфир метакриловой кислоты. Соотношение продуктов пиролиза позволяет судить о микроструктуре полимерной цепи, наличии сшивок, функциональных групп и примесей. В данном исследовании метод ПХМС был применен для установления химического строения и идентификации связующего в материале Microlite AA blankets. Связующее смывали с материала диоксаном, затем анализировали полученный раствор.

Таким образом, комбинация пиролиза с ХМС существенно расширяет аналитические возможности, позволяя перевести задачу анализа твердофазных нелетучих образцов в область, доступную для высокочувствительного и

селективного хромато-масс-спектрометрического детектирования, что предоставляет возможность получить представление о молекулярном составе и структуре сложных органических материалов.

2.2.3 Испытания по ГОСТ 17177-94

Общие положения

За результат испытания принимали среднее арифметическое значение 5-ти параллельных измерений. Доверительный интервал рассчитывался как произведение среднеквадратичного отклонения среднего арифметического на коэффициент Стьюдента для 5-ти измерений с доверительной вероятностью 95 %.

Высушивание образцов (проб) до постоянной массы производилось при температуре $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

Образцы (пробы) материалов или изделий считают высушенными до постоянной массы, если потеря их массы после повторного высушивания в течение 0,5 ч не превышает 0,1 %.

Определение плотности

Определение плотности изделий проводили в соответствии со стандартизированной методикой, которая регламентирует требования к средствам контроля, отбору и подготовке образцов, порядок проведения испытаний и обработку полученных результатов.

Для проведения измерений использовали следующие средства контроля: лабораторные весы с пределом допускаемой погрешности взвешивания не более 0,5 %; металлическая рулетка с ценой деления 1 мм по ГОСТ 7502; игольчатый толщиномер. Для приведения образцов к стандартным условиям по влажности применяется сушильный электрошкаф, обеспечивающий нагрев до температуры $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$.

Порядок проведения испытания заключается в следующем. Отобранный образец размером 500x500 мм взвешивали с погрешностью не более 0,5 % от его массы. Затем с помощью указанных измерительных инструментов определяли его геометрические параметры (длина, ширина, толщина), на основании которых

вычисляли объем.

Обработка результатов испытания заключается в вычислении плотности материала (ρ , кг/м³) по расчетным формулам. Плотность определяется по формуле:

$$\rho = m/[V/(1 + 0,01W)],$$

где: m — масса изделия (образца), кг;

V — его объем, м³;

W — влажность изделия (образца), %.

Данная формула позволяет привести значение плотности к условиям стандартной влажности, что обеспечивает сопоставимость результатов.

Определение влажности

Метод предназначен для установления влажности теплоизоляционных материалов и изделий.

Для осуществления методики использовали следующее контрольное оборудование: сушильный электрошкаф, обеспечивающий нагрев до температуры 105 °С и автоматическое поддержание температурного режима в пределах допускаемой погрешности ± 5 °С; лабораторные весы с пределом допускаемой погрешности взвешивания $\pm 0,01$ г; эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный плавленным хлористым кальцием для создания сухой среды.

Порядок проведения испытания заключается в следующем. Пробу испытуемого материала массой $(5,0 \pm 0,1)$ г помещали в сушильный электрошкаф. Процесс высушивания пробы осуществляли в сушильном шкафу при температуре 105 °С до достижения постоянной массы. После каждого цикла высушивания образец подлежит охлаждению в эксикаторе над хлористым кальцием перед повторным взвешиванием.

Обработка полученных результатов проводилась с помощью расчетных формул. Влажность (W , %) вычисляется по формуле:

$$W = [(m_0 - m_1)/m_1] \cdot 100,$$

где:

m_0 — масса образца до сушки, г;

m_1 — масса образца после сушки, г.

Определение сорбционной влажности (влагопоглощения)

Сущность метода заключается в измерении массы воды, адсорбированной предварительно высушенным образцом материала в условиях контролируемой влажности воздуха в течение регламентированного временного интервала.

Для проведения испытаний использовали следующее оборудование и средства измерения: сушильный электрошкаф, обеспечивающий нагрев до температуры 105 °С и поддержание заданного режима с погрешностью ± 5 °С; аналитические весы с пределом допускаемой погрешности $\pm 0,2$ мг; стеклянные стаканчики (бюксы) по ГОСТ 23932; эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный хлористым кальцием для создания сухой среды.

Подготовка к испытанию включает следующие операции. Пробу материала массой (5 ± 1) г помещали в предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный бюкс. Процесс высушивания пробы проводили в сушильном шкафу до достижения постоянной массы при температуре 105 °С. После высушивания и взвешивания пробу до начала основного испытания хранили в эксикаторе над хлористым кальцием. Для теплозвукоизоляционных матов такой же массы, которые высушивали и охлаждали аналогичным образом без использования бюксов. Допускается использовать для испытания пробу материала, на которой ранее была определена равновесная влажность.

Порядок проведения испытания заключается в следующем. Бюкс с высушенной пробой материала помещали в эксикатор, на дне которого находится дистиллированная вода, и выдерживали в течение 24 или 72 часов или 30 суток для адсорбции влаги. Общий объем проб, одновременно помещаемых в эксикатор, не должен превышать 50% объема его воздушного пространства для обеспечения свободной циркуляции насыщенного пара. По истечении заданного времени бюкс с пробой или образец ТЗИМ извлекали из эксикатора и немедленно взвешивали.

Обработка результатов проводилась с использованием расчетных формул.

Сорбционную влажность ($W_{\text{сорб}}$, %) для стандартной пробы вычисляли по формуле:

$$W_{\text{сорб}} = [(m_1 - m_2)/(m_2 - m_3)] \cdot 100,$$

где:

m_1 — масса бюкса с пробой после выдерживания над водой, г;

m_2 — масса бюкса с пробой в высушенном состоянии, г;

m_3 — масса пустого бюкса, г.

Для образцов ТЗИМ сорбционную влажность рассчитывают по формуле:

$$W_{\text{сорб}} = [(m_4 - m_5) / m_5] \cdot 100,$$

где: m_4 — масса образца после выдерживания над водой, г;

m_5 — масса высушенного образца, г.

Определение предела прочности при растяжении

Сущность метода заключается в измерении максимального растягивающего усилия, которое вызывает разрушение образца материала или изделия при заданных скоростных и геометрических условиях испытания.

Для проведения испытаний использовали следующее оборудование и средства измерения: разрывная машина, обеспечивающая растяжение образца с постоянной скоростью движения активного захвата (20 ± 1) мм/мин и позволяющая измерять значение разрушающего усилия с погрешностью не более 1 % от измеряемой величины; игольчатые зажимы для надежного захвата образца; металлическая линейка по ГОСТ 427; толщиномер для контроля геометрических параметров.

Подготовка к испытанию включает подготовку образцов определенной геометрии. Из материала или изделия с плоской поверхностью вырезали образец в форме параллелепипеда длиной (280 ± 3) мм и шириной (70 ± 2) мм, толщина которого соответствует толщине исходного материала. Проводили точное измерение геометрических параметров: ширину образца измеряют линейкой в шести точках — с двух сторон посередине длины и на расстоянии (50 ± 5) мм от каждого торца, за окончательное значение принимают среднее арифметическое этих измерений с учетом погрешности измерения $\pm 0,5$ мм. Толщину образца

измеряют игольчатым толщиномером с учетом погрешности измерения $\pm 0,5$ мм.

Порядок проведения испытания заключается в следующем. Подготовленный образец закрепляли с обоих концов в игольчатые зажимы разрывной машины, обеспечивая расстояние между зажимами (200 ± 1) мм. Растягивающее усилие передается на образец с постоянной скоростью (20 ± 1) мм/мин. Контролируется разрушающее усилие, которое фиксируется как максимальное усилие, зарегистрированное в момент разрыва образца. Испытание считается недействительным, если разрушение происходит в зоне зажимов или на расстоянии менее 10 мм от них, что указывает на возможную концентрацию напряжений из-за неправильного закрепления.

Обработку результатов испытания проводили с использованием расчетной формулы. Предел прочности при растяжении ($\sigma_{\text{раст}}$, МПа или кгс/см²) вычисляют по формуле:

$$\sigma_{\text{раст}} = P/(b \cdot h),$$

где: P — разрушающее усилие, Н (или кгс);

b — ширина рабочей части образца, мм (или см);

h — толщина образца, мм (или см).

Полученное значение характеризует сопротивление материала растягивающим напряжениям и является ключевой механической характеристикой для неорганических волокнистых теплоизоляционных материалов.

Определение упругости

Сущность метода заключается в измерении изменения толщины образца изделия при последовательном воздействии двух уровней сжимающей удельной нагрузки с последующей регистрацией восстановления толщины после снятия нагрузки.

Для проведения испытаний использовали специализированный прибор, конструкция которого приведена на рисунке 19. Прибор включает следующие основные компоненты: основание, измерительную пластину, миллиметровую шкалу, индикатор часового типа с фиксатором, систему винтовой фиксации и

регулирующие винты.

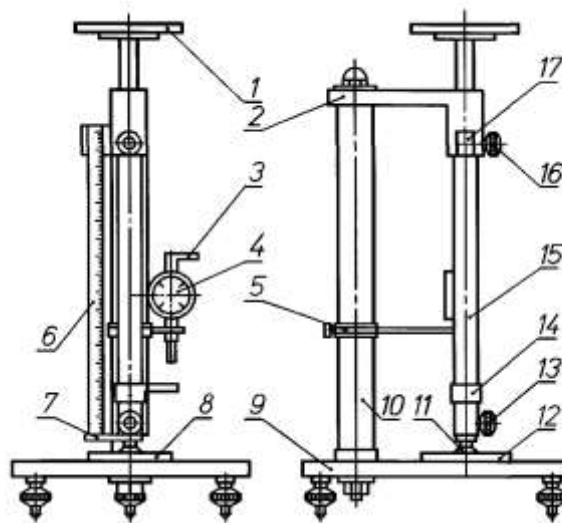


Рисунок 19 – Прибор для определения упругости

Подготовка к испытанию включает изготовление из исследуемого изделия образца квадратной формы со стороной (100 ± 1) мм, толщина которого соответствует толщине исходного изделия.

Порядок проведения испытания состоит из нескольких этапов. В исходном положении подвижные части прибора фиксируются в верхнем положении. Испытуемый образец устанавливается на основание прибора. После освобождения винта 16 пластину 8 приближают к поверхности образца и фиксируют винтом. Затем освобождают винт 13 и опускают пластину на образец, создавая удельную нагрузку $(50 \pm 1,5)$ Па, которую выдерживают в течение 5 минут. После фиксации винта 13 по миллиметровой шкале 6 отсчитывают первоначальную толщину образца (h).

Далее индикатор 4 устанавливают на опору 14, устанавливают начальное показание 10 мм и арретируют измерительную ось фиксатором 3. Освободив винт 16, нагружают образец удельной нагрузкой (2000 ± 30) Па и выдерживают в течение 5 минут. После фиксации винта 16 опускают фиксатор 3 и по шкале индикатора отсчитывают изменение толщины Δh . В случае если Δh превышает 10 мм, толщину образца после деформации h_1 под нагрузкой 2000 Па отсчитывают по миллиметровой шкале 6.

После снятия нагрузки выдерживают образец в ненагруженном состоянии в

течение 15 минут, затем повторно опускают пластину 8, создавая нагрузку $(50 \pm 1,5)$ Па, выдерживают в течение 5 минут и фиксируют винтом 13. После освобождения фиксатора 3 отсчитывают изменение толщины Δh_1 по шкале индикатора. Если Δh_1 превышает 10 мм, толщину образца после восстановления h_2 отсчитывают по миллиметровой шкале 6.

Обработку результатов испытания проводили с использованием расчетных формул. Упругость (У, %) вычисляют по формулам:

при отсчете по индикатору: $U = [1 - (\Delta h_1/h)] \cdot 100$

при отсчете по миллиметровой шкале: $U = (h_1/h) \cdot 100$

где: h — толщина образца под нагрузкой 50 Па, мм;

h_2 — толщина образца после снятия нагрузки, мм;

Δh_1 — изменение толщины после восстановления, мм.

Данная характеристика является важным показателем, определяющим способность волокнистых теплоизоляционных материалов сохранять свои геометрические параметры при механических воздействиях и восстанавливать первоначальную форму после снятия нагрузки.

Определение гибкости

Метод основан на оценке способности материала подвергаться изгибу без образования видимых дефектов на заданном диаметре изгиба.

Для проведения испытаний использовали цилиндры различных диаметров.

Подготовка образцов для испытания осуществляется в зависимости от формы материала. Из плоского материала или изделия вырезали образец шириной (100 ± 5) мм, толщина которого соответствует толщине испытуемого изделия. Длина образца должна быть не менее длины окружности цилиндра, используемого для испытаний.

Порядок проведения испытания включает следующие операции. Образец плоского материала брали за оба края по длине и прикладывали к поверхности цилиндра таким образом, чтобы середина длины образца касалась его образующей. Затем одновременно оба края образца плавно изгибали до полного контакта с поверхностью цилиндра по всей его окружности.

Оценка результатов испытания производится путем визуального осмотра поверхности образца после изгиба. Образец считается выдержавшим испытание, если на его поверхности отсутствуют разрывы, расслоения и другие видимые повреждения, свидетельствующие о недостаточной гибкости материала [135].

2.2.4 Измерение потери масс смол

Метод предназначен для экспериментального определения потери масс смол при их отверждении.

Для проведения испытаний использовали следующее оборудование и средства измерения: лабораторные весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,0001 г; сушильный шкаф любого типа, поддерживающий температуру $(190 \pm 3) ^\circ\text{C}$; стаканчики для взвешивания типа СВ 34/12 по ГОСТ 25336; эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем (силикагелем или прокаленным хлористым кальцием).

Порядок проведения испытания включает следующие операции. Навеску смолы массой приблизительно 1 г помещали в предварительно взвешенный стаканчик и точно взвешивали. Стаканчик с пробой помещали в сушильный шкаф, предварительно нагретый до необходимой температуры, и выдерживали в течение необходимого количества времени. После завершения термообработки стаканчик с пробой извлекали из сушильного шкафа, охлаждали в эксикаторе до температуры окружающей среды и повторно взвешивали. Все результаты взвешиваний фиксировали с точностью до четвертого десятичного знака (0,0001 г).

Обработку результатов проводили с использованием расчетной формулы. Массовую долю потери массы смол (X_{Π} , %) вычисляли по формуле:

$$X_{\Pi} = [1 - (m_2/m_1)] \cdot 100,$$

где: m_2 — масса смолы после высушивания, г;

m_1 — масса смолы до высушивания, г.

Окончательный результат испытания представляли как среднеарифметическое значение трех параллельных определений при условии,

что абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями не превышало предела повторяемости, равного 0,5 %. Полученное значение округляли до целого числа. Абсолютная суммарная погрешность результата испытания не должна превышать $\pm 0,8$ % при доверительной вероятности 0,95, что обеспечивает необходимую точность и воспроизводимость.

2.2.5 Рентгеноструктурный анализ

Рентгеноструктурный анализ является одним из наиболее мощных и информативных неразрушающих методов исследования кристаллической структуры веществ, позволяющий определять фазовый состав, параметры элементарной ячейки, тип кристаллической решетки, размеры областей когерентного рассеяния, микронапряжения, а также в ряде случаев уточнять атомную структуру. Физической основой метода является явление дифракции рентгеновских лучей на пространственной периодической структуре – кристаллической решетке, подчиняющееся фундаментальному закону Вульфа-Брэгга:

$$2d_{hkl} \cdot \sin\theta = n\lambda,$$

где d_{hkl} – межплоскостное расстояние для семейства плоскостей с индексами (hkl), θ – угол скольжения, λ – длина волны рентгеновского излучения, n – порядок отражения. Возникновение дифракционных максимумов (рефлексов) происходит только при строгом выполнении этого условия, что позволяет, регистрируя углы и интенсивности отражений, получать информацию о геометрии решетки и о положении атомов в ней. Для получения дифракционной картины в основном применяют метод порошка (дебаевский метод), использующий поликристаллический образец. Результатом измерения является дифрактограмма – зависимость интенсивности рассеянного излучения от угла дифракции 2θ , содержащая набор рефлексов, уникальный для каждого кристаллического вещества, что делает рентгеноструктурный анализ ключевым методом фазового анализа.

В конструкцию рентгеновского дифрактометра входят: рентгеновский

генератор, рентгеновская трубка, гониометр, детекторы, система регистрации рентгеновского излучения. Гониометр, как основа рентгеновского дифрактометра, представляет собой прецизионный оптико-механический прибор. Точность оптической и механической системы гониометра определяет качество всех дифракционных измерений.

Дифрактометр общего назначения (в литературе - порошковый дифрактометр) фактически воспроизводит первоначальную «геометрию» спектрометра Брэгга с регистрацией только в экваториальной плоскости гониометра. Вращение исследуемого образца и детектора осуществляется вокруг общей вертикальной оси (ось гониометра). Исходная оптическая схема рентгеновского дифрактометра приведена на рисунке 20. Основой является гониометрическое устройство, установленное на столе аппарата перед окном рентгеновской трубки. Гониометр выполняет необходимые повороты образца и детектора на заданные углы. Исходная юстировка прибора предусматривает попадание первичного пучка на оптический центр гониометра - в точку пересечения всех активных осей вращения гониометра. Исследуемый образец помещается в держателе Р. Первичный пучок, выходящий из окна рентгеновской трубки, проходит через систему щелей на входе гониометра и попадает на образец. Дифрагированные лучи ограничиваются щелями на входе детектора. Эффективность регистрации обеспечивается геометрической конфигурацией гониометра, рассчитанной на фокусировку в схеме Брегга-Брентано.

Здесь следует отметить, что термин «порошковый» не совсем точно отражает функциональные возможности дифрактометра. Имеется в виду, что такие аппараты первоначально предназначены для исследования поликристаллических объектов и регистрации распределения интенсивностей на дифрактограмме. В действительности, существует немало рентгендифракционных задач в этой же геометрии для монокристаллических образцов. Так, на практике эта схема используется при прецизионных измерениях структурных параметров массивного монокристалла. Активно применяется этот прибор в исследованиях структурных процессов *in situ* с использованием температурных и других

приставок [136].

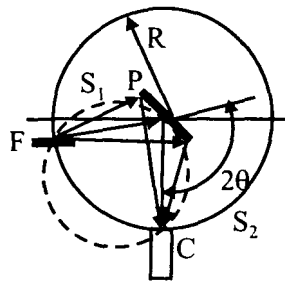


Рисунок 20 – Оптическая схема рентгеновского дифрактометра

В рамках данного исследования рентгеноструктурный анализ был применен для определения наличия кристаллических фаз в отвержденных смолах марок Фенотам Н210, Фенотам Н210М, КМФ-С и СФЖ-3024. Отвержденные смолы предварительно измельчали. Измерения проводились на дифрактометре ДРОН 8Н в $\text{CuK}\alpha$ -излучении ($\lambda = 1.54184 \text{ \AA}$) в диапазоне углов 2θ от 2° до 100° с шагом 0.02° .

2.2.6 Оптическая микроскопия в поляризованном свете

Оптическая микроскопия в поляризованном свете представляет собой мощный аналитический метод исследования, позволяющий изучать оптические и структурные свойства материалов, обладающих анизотропией, то есть зависимостью их физических свойств от направления. Физической основой метода является взаимодействие поляризованного света с анизотропным образцом, что приводит к возникновению таких явлений, как двойное лучепреломление, интерференция и плеохроизм, которые не наблюдаются в изотропных средах. Ключевыми компонентами поляризационного микроскопа, отличающими его от оптического микроскопа, являются два скрещенных поляризационных фильтра – поляризатор, расположенный перед образцом и преобразующий свет от источника в плоско-поляризованный, и анализатор, установленный между объективом и окуляром и служащий для анализа изменений в поляризации света, прошедшего через образец. При скрещенном положении поляризатора и анализатора (режим «скрещенных николей») поле

зрения становится темным, так как анализатор блокирует прохождение плоско-поляризованного света. Однако при внесении в поле зрения анизотропного образца происходит изменение плоскости поляризации света, что приводит к появлению ярких интерференционных цветов и контраста, обусловленных разностью хода лучей в материале и их последующей интерференцией в анализаторе.

Интерпретация наблюдаемой картины предоставляет богатую информацию о кристаллографической ориентации, фазовом составе, наличии внутренних напряжений и дефектов структуры. Данный метод незаменим в минералогии, петрографии, металлографии, а также в науке о полимерах и материаловедении для идентификации кристаллических фаз, изучения процессов кристаллизации из расплава или раствора, анализа ориентации макромолекул в пленках и волокнах и визуализации границ зерен и блоков в поликристаллических материалах. Важным преимуществом метода является возможность проведения исследований без разрушения образца и его высокая чувствительность к минимальным изменениям ориентации и состава.

Подготовка образцов для анализа в поляризованном свете требует изготовления тонких шлифов (толщиной 20–30 мкм) или срезов, обеспечивающих достаточную прозрачность для прохождения света, а также их последующую полировку для исключения искажений, вносимых рельефом поверхности. Однако метод также применим и для исследования поверхностных свойств непрозрачных материалов в отраженном поляризованном свете. В рамках данного исследования оптическая микроскопия в поляризованном свете была применена для изучения образцов отвержденных смол марок Фенотам Н210, Фенотам Н210М, КМФ-С и СФЖ-3024, анализа их фазовой однородности и выявления наличия внутренних напряжений. Исследования проводились на поляризационном микроскопе в режиме проходящего света при скрещенных под углом 90° поляризаторах. Анализ интерференционной окраски и ее изменение при вращении столика микроскопа позволили сделать выводы об анизотропии оптических свойств отвержденных смол и корреляции их с данными рентгеноструктурного анализа. Таким образом,

данный метод предоставил ключевую визуальную информацию о микроструктуре образцов, что является необходимым дополнением к данным, полученным другими аналитическими методами.

2.2.7 Измерение контактного угла смачивания

Измерение краевого угла смачивания является фундаментальным методом в науке о поверхностях, предоставляющим количественную информацию о свободной поверхностной энергии твердых тел и их гидрофильно-гидрофобных свойствах. Физическая сущность метода заключается в определении угла, образуемого между касательной к поверхности жидкости на границе раздела фаз жидкость-газ-твердое тело и поверхностью твердого субстрата. Величина этого угла (θ) является термодинамической характеристикой, определяемой равновесием трех межфазных энергий на линии контакта и описываемой классическим уравнением Юнга: $\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cdot \cos\theta$, где γ_{SV} , γ_{SL} и γ_{LV} – поверхностные энергии на границах раздела твердое тело-газ, твердое тело-жидкость и жидкость-газ соответственно. Значение контактного угла является непосредственной мерой смачиваемости: углы менее 90° свидетельствуют о гидрофильной поверхности с хорошей смачиваемостью, в то время как углы, превышающие 90° , характерны для гидрофобных поверхностей, а значения, приближающиеся к 150° и более, указывают на супергидрофобность.

На практике для определения статического контактного угла наиболее широко применяется метод сидячей капли, при котором на подготовленную поверхность исследуемого образца с помощью дозирующего устройства наносится капля жидкости заданного объема, и ее форма регистрируется с помощью высокоточной оптической системы, состоящей из источника света, линз и CCD-камеры. Последующая обработка полученного изображения капли осуществляется специализированным программным обеспечением, которое либо вручную, либо автоматически аппроксимирует профиль капли геометрической моделью для точного вычисления угла.

Точность и воспроизводимость измерений контактного угла критически

зависят от ряда факторов, включая чистоту поверхности образца и отсутствие на ней органических загрязнений, стабильность температуры и влажности окружающей среды, ровность и горизонтальность установки субстрата, а также чистоту и точность дозирования тестовой жидкости. Для получения статистически значимых результатов измерения проводят на нескольких участках поверхности, а результат представляют как среднее арифметическое значение с указанием стандартного отклонения. В рамках данного исследования метод измерения контактного угла был применен для характеристики гидрофильных свойств смол. Измерения проводились на приборе с использованием смол Фенотам H210M и КФМ-С в качестве тестовых жидкостей объемом 5 мкл при комнатной температуре. Каждое значение было получено как среднее из пяти измерений в различных точках предметного стекла. Таким образом, данный метод предоставил прямые и надежные экспериментальные данные, позволяющие объективно оценить эффективность смачивания поверхности стекла смолами.

2.2.8 Определение массовой доли нелетучего остатка при поликонденсации смол по ГОСТ 20907-2016

Метод предназначен для экспериментального определения массовой доли нелетучего остатка синтетических смол в процессе поликонденсации.

Для проведения испытаний использовали следующее оборудование и средства измерения: лабораторные весы, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,0001 г; сушильный шкаф любого типа, поддерживающий температуру $(190 \pm 3) ^\circ\text{C}$; стаканчики для взвешивания типа СВ 34/12 по ГОСТ 25336; эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный осушителем (силикагелем или прокаленным хлористым кальцием).

Порядок проведения испытания включает следующие операции. Навеску смолы массой приблизительно 1 г помещали в предварительно взвешенный стаканчик и точно взвешивали. Стаканчик с пробой помещали в сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры $(190 \pm 3) ^\circ\text{C}$, и выдерживали в течение 10 минут. После завершения термообработки стаканчик с пробой

извлекали из сушильного шкафа, охлаждали в эксикаторе до температуры окружающей среды и повторно взвешивали. Все результаты взвешиваний фиксировали с точностью до четвертого десятичного знака (0,0001 г).

Обработка результатов проводилась с использованием расчетной формулы. Массовую долю нелетучего остатка при поликонденсации ($X_{\text{но}}$, %) вычисляли по формуле:

$$X_{\text{но}} = (m_2/m_1) \cdot 100,$$

где: m_2 — масса смолы после высушивания, г;

m_1 — масса смолы до высушивания, г.

Окончательный результат испытания представляли как среднеарифметическое значение трех параллельных определений при условии, что абсолютное расхождение между наиболее отличающимися значениями не превышает предела повторяемости, равного 0,5 %. Полученное значение округляли до целого числа. Абсолютная суммарная погрешность результата испытания не должна превышать $\pm 0,8$ % при доверительной вероятности 0,95, что обеспечивает необходимую точность и воспроизводимость [137].

2.2.9 Определение массовой доли щелочи в смолах ГОСТ 20907-2016

Метод предназначен для определения массовой доли щелочи в синтетических смолах и основан на принципе кислотно-основного титрования с применением рН-метрического контроля точки эквивалентности.

Для проведения испытаний использовали следующее оборудование: рН-метр-милливольтметр типа рН-340 или аналогичный с комплектом электродов (стеклянным и проточным хлорсеребряным); лабораторные весы с точностью взвешивания до 0,0001 г; магнитная мешалка типа ММ-3; стеклянные стаканы вместимостью 150 см³ по ГОСТ 25336 или полимерные стаканы из полиэтилена высокого давления/полипропилена; цилиндр мерный на 100 см³ по ГОСТ 1770; пипетка на 20 см³ по ГОСТ 29169; бюретки вместимостью 5 и 25 см³ по ГОСТ 29251. Из реактивов применяли: соляная кислота по ГОСТ 3118 с концентрацией 0,1 моль/дм³; гидроксид натрия по ГОСТ 4328 с концентрацией 0,1 моль/дм³;

этиловый спирт (неденатурированный); дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Подготовка к испытанию включала следующие операции. pH-метр подготавливали к работе в соответствии с инструкцией производителя. На аналитических весах взвешивали около 1 г смолы с точностью до 0,0001 г. Пробу растворяли в 20 см³ этилового спирта с последующим добавлением 50 см³ дистиллированной воды. Процесс растворения осуществляли с использованием магнитной мешалки. Все используемые растворители предварительно нейтрализуют до pH = 7.

Проведение испытания осуществляется следующим образом. В стакан с приготовленным раствором смолы погружали электроды pH-метра и при непрерывном перемешивании титровали раствором соляной кислоты до достижения значения pH = 7.

Обработка результатов проводилась по расчетной формуле. Массовую долю щелочи (X_щ, %) вычисляли по формуле:

$$X_{щ} = (V \cdot 0,004 / m_0) \cdot 100,$$

где: V — объем раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

0,004 — масса щелочи, соответствующая 1 см³ раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³, г;

m₀ — масса навески смолы, г.

Окончательный результат испытания принимали как среднеарифметическое значение двух параллельных определений. Абсолютное расхождение между параллельными определениями не должно превышать предела повторяемости: 0,1% для массовой доли щелочи до 1% и 0,2% для массовой доли щелочи свыше 1%. Абсолютная суммарная погрешность метода не превышает ± 0,2% при доверительной вероятности 0,95 [137].

2.2.10 Измерение коэффициента теплопроводности

Измерение коэффициента теплопроводности образцов ВМ проводилось стационарным методом плоского слоя (Heat Flow Meter – HFM). Образец

помещают между двумя нагреваемыми пластинами, установленными при разных температурах (рисунок 21). Тепловой поток Q , проходящий через образец, измеряют с помощью калиброванного датчика теплового потока. Калибровка проходила в соответствии с ГОСТ 7076-99. После достижения теплового равновесия определяется теплопроводность образца. Для анализа используется только центральная область образца (100x100 мм), чтобы обеспечить однородность температурного поля.

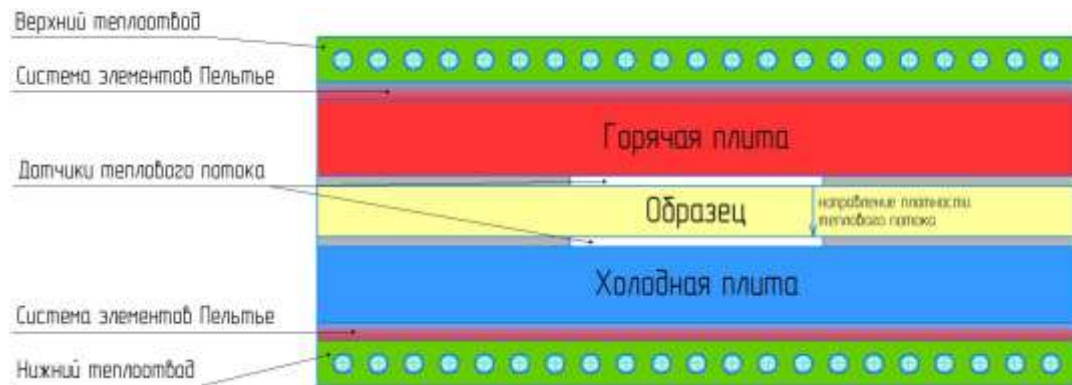


Рисунок 21 – Конструктивная схема установки по определению теплопроводности методом плоского слоя

Закон Фурье определяет соотношение между тепловым потоком, проходящим через образец с площадью A (для всех одинаковой) и толщиной Δx с разницей температур лицевых граней ΔT :

$$\dot{Q} = \lambda A \frac{\Delta T}{\Delta x} \quad (1)$$

Датчик измеряет тепловой поток, проходящий через образец (рисунок 28). Сигнал датчика теплового потока (в вольтах) пропорционален тепловому потоку, проходящему через него. В приборе измерения площадь датчика соответствует площади, через которую проходит тепло, и одинакова для всех образцов. Вид связи теплового потока и сигнала датчика:

$$\dot{Q} = N \cdot V, \quad (2)$$

где N – калибровочный коэффициент, который связывает сигнал напряжения датчика с тепловым потоком, проходящим через образец. Решая систему из уравнений (1) и (2), получаем для теплопроводности:

$$\lambda = \frac{NV \Delta x}{A \Delta T} \quad (3)$$

Преимуществом данного метода перед другими (например, с охранной зонной или лазерной вспышкой) заключается в его относительной простоте реализации. Благодаря отсутствию необходимости в вакуумировании или использовании криогенных систем, данный метод удобен для лабораторных и промышленных применений. Также метод демонстрирует высокую точность для широкого спектра материалов, включая полимеры, композиты, теплозащитные композиции, особенно в диапазоне коэффициентов теплопроводностей от 0,1 до 2 Вт/(м·К).

Явным недостатком метода является длительность установления теплового равновесия (может занимать от 2 до 5 часов) по сравнению с динамическими методами анализа. Критическое влияние на результаты оказывает качество подготовки образцов – требуется обеспечить идеально параллельные поверхности и плотный контакт с измерительными пластинами во избежание возникновения теплового сопротивления на границах. Необходимость калибровки датчика также оказывает сильное влияние на точность измерений.

Данным методом были исследованы образцы ВМ (размер 300х300 мм) разной плотности на основе стекловолокна и кварцевого волокна, полученные с применением связующего и без него.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение 3-х параллельных измерений. Доверительный интервал рассчитывался как произведение среднеквадратичного отклонения среднего арифметического на коэффициент Стьюдента для 3-х измерений с доверительной вероятностью 95 %.

2.2.11 Измерение коэффициента звукопоглощения

Экспериментальное определение нормального коэффициента звукопоглощения в данной работе проводилось на основе двухмикрофонного метода в импедансной трубке в соответствии с требованиями международного стандарта ISO 10534-2:2023. Данный метод представляет собой высокоточный и эффективный подход, позволяющий оценивать акустические свойства материалов при нормальном падении звуковой волны с использованием компактных

образцов, что делает его незаменимым инструментом на начальных стадиях исследования и разработки новых звукоизоляционных материалов.

Принцип метода основывается на анализе стационарного звукового поля, возникающего в результате интерференции падающей и отраженной плоских волн в трубке с жесткими стенками, на одном конце которой расположен источник звука (громкоговоритель), а на другом — исследуемый образец. Измеряя с помощью двух прецизионных микрофонов, установленных вдоль стенки трубки, комплексные амплитуды звукового давления в двух точках, можно рассчитать передаточную функцию между ними, которая непосредственно связана с комплексным коэффициентом отражения от поверхности образца. Этот коэффициент, в свою очередь, позволяет определить нормальный коэффициент звукопоглощения.

Экспериментальная установка включает в себя импедансную трубку круглого или прямоугольного сечения с жесткими, гладкими и непористыми стенками, что обеспечивает распространение только плоских волн вплоть до верхней граничной частоты, определяемой поперечным размером трубки. Два идентичных измерительных микрофона устанавливаются заподлицо с внутренней поверхностью трубки во избежание возмущений звукового поля. Для возбуждения звуковых колебаний использовался источник широкополосного сигнала, а для обработки результатов — многоканальный анализатор спектра с возможностью вычисления взаимных спектров и передаточных функций. Критически важным этапом является предварительная калибровка измерительной системы для учета и компенсации амплитудно-фазовых различий между микрофонными каналами, а также для точного определения расстояния между микрофонами.

Процедура измерений начинается с подготовки образца, который должен точно соответствовать сечению трубки и плотно фиксироваться в держателе для исключения паразитных утечек звука. После размещения образца в трубке и проведения необходимых калибровок генерируется стационарное звуковое поле, и регистрируются сигналы с микрофонов. Последующая обработка данных,

включающая расчет передаточной функции и решение соответствующих волновых уравнений, позволяет получить искомые акустические характеристики в функции частоты.

Данным методом были исследованы образцы материалов АТМ-1 и ВТИ-29 диаметром 30 мм и 100 мм в количестве 10 штук каждого диаметра. Диапазон измерений 60 - 1600 Гц

Основным преимуществом данного метода является его высокая точность и воспроизводимость при использовании образцов малого размера. Важно отметить, что метод предоставляет информацию именно о свойствах при нормальном падении звука. Таким образом, применение двухмикрофонного метода в импедансной трубке обеспечило надежную экспериментальную базу для оценки эффективности исследуемых звукопоглощающих материалов в рамках настоящей работы [138].

2.2.12 Определение потери массы теплозвукоизоляционных материалов после выдержки в течение 168 ч при температуре 70 °С в соответствии с методикой из ГОСТ 2678-94

Метод предназначен для экспериментального определения потери массы материалов при термическом воздействии и основан на измерении изменения массы образца после выдерживания при заданной температуре в течение определенного времени.

Для проведения испытаний использовали следующее оборудование и вспомогательные устройства: сушильный электрический шкаф, обеспечивающий поддержание температуры до 200 °С; лабораторные весы с допускаемой погрешностью не более 0,05 г; эксикатор для охлаждения образцов; металлическая линейка с ценой деления 1 мм.

Подготовка к проведению испытания включала следующие операции. Сушильный шкаф предварительно нагревали до температуры 70 °С. Образец материала взвешивали (m_1) с точностью до 0,05 г и подвешивали в вертикальном положении в сушильном шкафу, обеспечивая расстояние до стенок не менее

50 мм.

Порядок проведения испытания заключается в следующем. Образцы выдерживали в сушильном шкафу при температуре 70 °С в течение 168 ч. После завершения термического воздействия образцы извлекали из шкафа, охлаждали в эксикаторе до комнатной температуры и повторно взвешивали (m_2).

Обработка результатов испытания проводилась с использованием расчетной формулы. Потерю массы при нагревании (Q , %) вычисляли по формуле:

$$Q = [(m_1 - m_2)/m_1] \cdot 100,$$

где: m_1 — масса образца до испытания, г;

m_2 — масса образца после испытания, г.

Метод позволяет количественно оценить термическую стабильность материала и его способность сохранять массу при воздействии повышенных температур, что является важной характеристикой для материалов, применяемых в условиях термического воздействия.

За результат испытания принимали среднее арифметическое значение 5-ти параллельных измерений. Доверительный интервал рассчитывался как произведение среднеквадратичного отклонения среднего арифметического на коэффициент Стьюдента для 5-ти измерений с доверительной вероятностью 95 % [139].

2.2.13 Испытания на распространение пламени в соответствии с НЛГ-25 приложение F часть VI

Данные испытания предназначены для комплексной оценки поведения теплозвукоизоляционных материалов при воздействии комбинированной тепловой нагрузки, включающей как интенсивное лучистое тепло, так и прямое пламя. Целью испытания является определение двух ключевых параметров: способности материала сопротивляться распространению пламени и его способности к самоподдержанию горения после удаления источника зажигания.

Испытание проводится в специализированной камере, оснащённой панелью теплового излучения (электрической или газовой, с рабочей температурой до

816 °C), которая устанавливается под углом 30° к горизонтальной плоскости. Тепловой поток от панели калибруется таким образом, чтобы в так называемой «нулевой точке» на поверхности образца он достигал значения 1,7 Вт/см². Эта точка является местом последующего воздействия открытого пламени от стандартной пропановой горелки в течение 15 секунд.

Образцы, выдержанные в стандартных атмосферных условиях (21 ± 2 °C, 55 ± 10 % влажности), закрепляются в металлической раме на скользящей платформе, которая обеспечивает точное позиционирование образца относительно источника излучения на расстоянии 191 мм.

Процедура испытания начинается с предварительного прогрева образца излучением. Затем на «нулевую точку» подаётся пламя горелки, которое воздействует на материал в течение 15 секунд. После удаления горелки проводится визуальное наблюдение и фиксация результатов. Основными регистрируемыми параметрами являются максимальное расстояние распространения пламени от точки зажигания и время горения после прекращения воздействия открытого огня.

Критериями успешного прохождения испытания являются одновременное выполнение двух условий: распространение пламени не должно превышать 51 мм от точки зажигания, а время самостоятельного горения после удаления горелки не должно превышать 3 секунд. Данный метод обеспечивает стандартизированный и воспроизводимый способ оценки пожарной безопасности изоляционных материалов, используемых в авиационной технике.

Испытания проводились на 3-х образцах теплозвукоизоляционного материала марки ВТИ-29 [20].

ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА И СВОЙСТВ ГИБКОГО ТЕПЛОЗВУКОИЗОЛЯЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НИЗКОЙ ПЛОТНОСТИ МАРКИ MICROLITE AA BLANKETS ПРОИЗВОДСТВА США

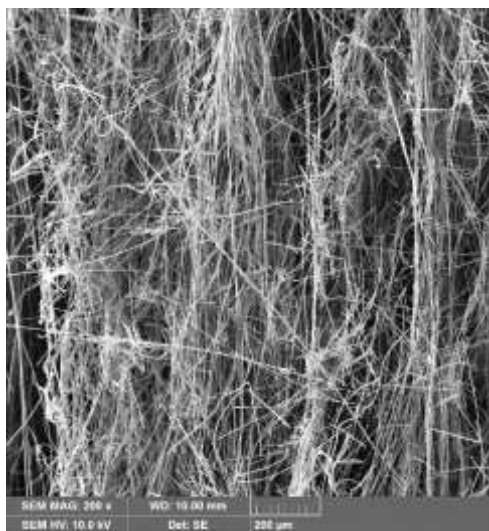
С целью изучения передового иностранного опыта разработки и производства ТЗИМ были проведены исследования состава и свойств импортного ТЗИМ марки Microlite AA blankets производства США. Состав ТЗИМ марки Microlite AA blankets исследовали методами СЭМ, РСМ, ХМС и ПХМС.

Методами СЭМ и РСМ проведены исследования микроструктуры и элементного анализа образцов ТЗИМ марки Microlite AA blankets. Результаты исследований приведены на рисунках 22-24.

Исследования микроструктуры ТЗИМ марки Microlite AA blankets показали, что материал состоит из нескольких слоев (рисунок 22а), которые образованы из хаотично расположенных стеклянных волокон, различных диаметров. Часть волокон склеена между собой. На поверхностях волокон выявлены каплевидные образования размерами от 5 мкм до 20 мкм. Диаметры волокон с пленкой, лежат в интервале от 1 мкм до 5 мкм (рисунок 22).

Исследования элементного состава ТЗИМ марки Microlite AA blankets выявили наличие в материале следующих элементов: кремния, кислорода, натрия, магния, кальция, алюминия, углерода, калия, никеля (рисунки 22-24).

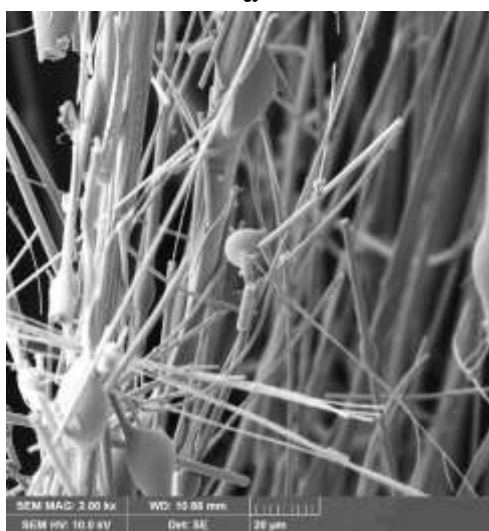
Из рисунка 24з видно, что углерод равномерно распределен по поверхности волокон, следовательно, связующее, использующееся в материале марки Microlite AA blankets является органическим и обладает высокой адгезией к стекловолокну. С высокой вероятностью, в материале марки Microlite AA blankets используется органический или кремнийорганический аппрет. Также можно сделать вывод о том, что, скорее всего, связующее обладает высокой способностью к растеканию и низкой вязкостью.



а



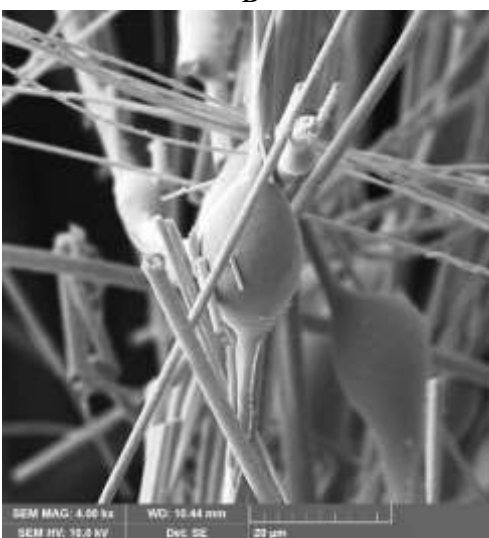
б



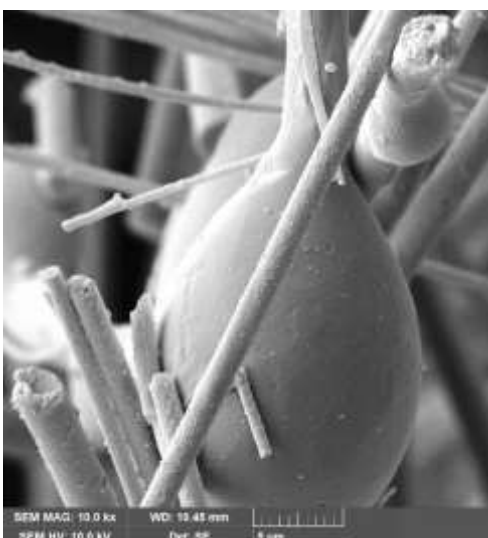
в



г



д



е

Рисунок 22 – Микроструктура образца ТЗИМ марки Microlite AA blanket: а) x200, б-в) x2000, г-д) x4000, е) x10000

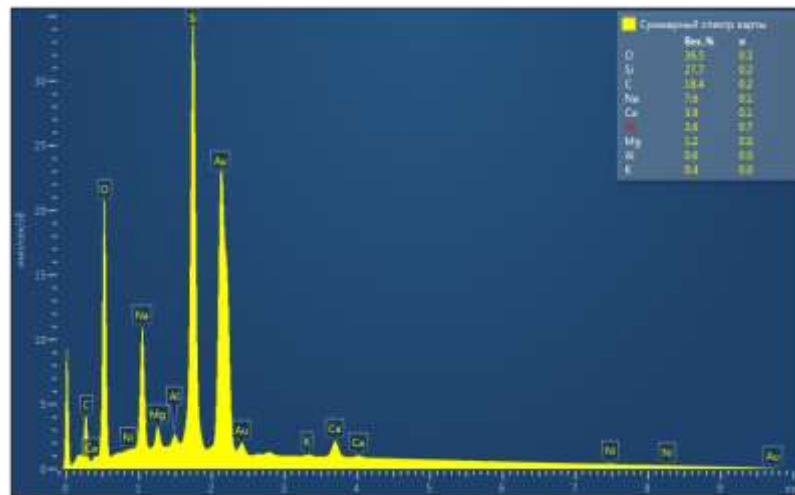
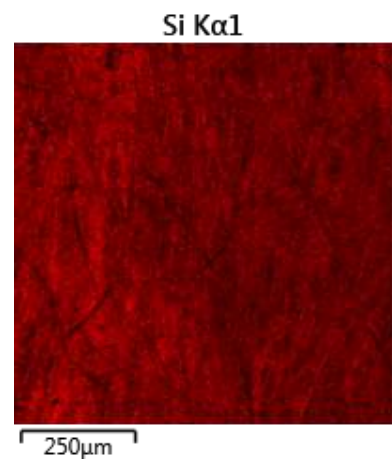


Рисунок 23 – Суммарный энергодисперсионный спектр карты, поверхности образца ТЗИМ марки Microlite AA blanket



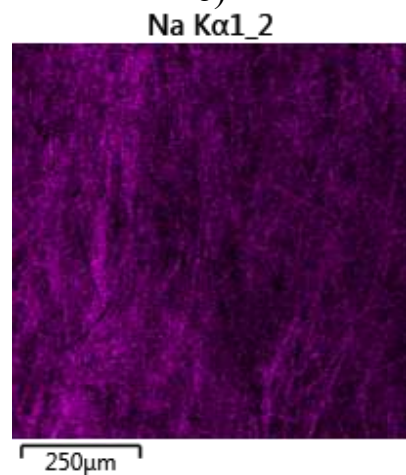
а)



б)



в)



г)

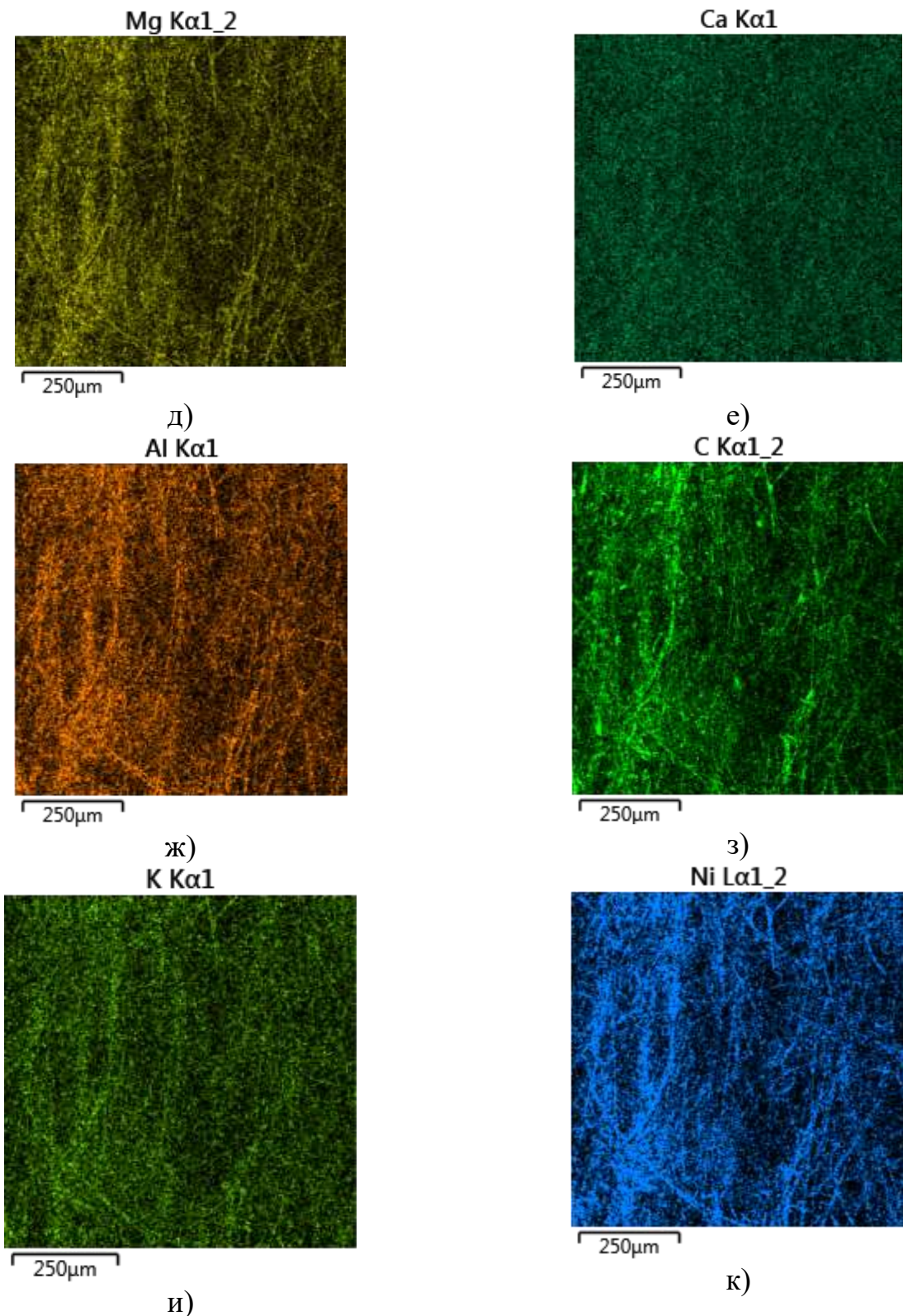


Рисунок 24 – Карта распределения химических элементов (по цвету) в образце ТЗИМ марки Microlite AA blankets: а) исследуемая область, б) распределение кремния, в) распределение кислорода, г) распределение натрия, д) распределение магния, е) распределение кальция, ж) распределение алюминия, з) распределение углерода, и) распределение калия; к) распределение никеля

Также был проведен качественный анализ образца ТЗИМ марки Microlite AA blankets методами ХМС и ПХМС. Результаты представлены на рисунке 25.

Анализ экстракта образца в диоксане методом ХМС показал практическое отсутствие экстрагируемых компонентов, за исключением следов фенола. Также путем анализа экстракта образца в изопропанолe (после его термообработки) было показано присутствие бор-содержащих соединений (на хроматограмме можно заметить присутствие пика триизопропилбората).

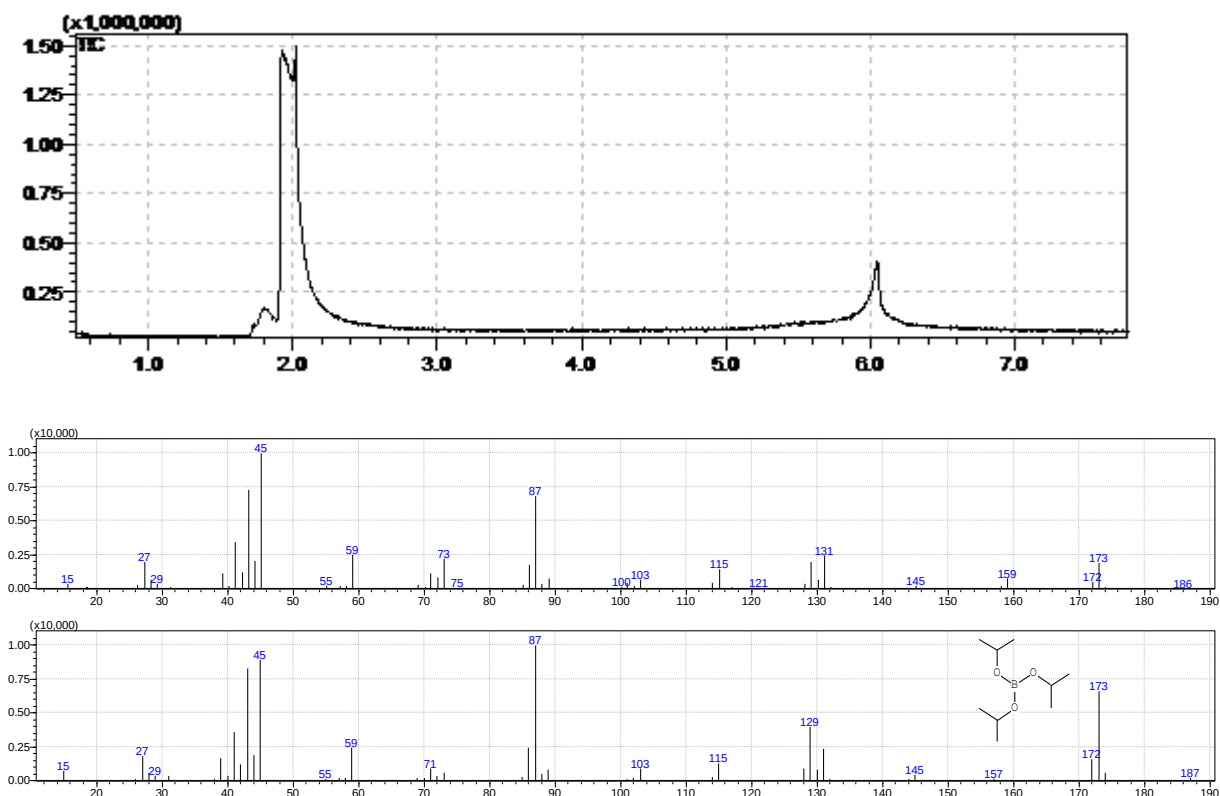


Рисунок 25 – Хроматограмма экстракта образца в изопропанолe, полученная методом ХМС, масс-спектр пика с временем выхода на ~6,0 мин и масс-спектр его аналога

Качественный анализ образцов методом ПХМС проводили при 400 °С и 700 °С в атмосфере гелия, при этом анализ образцов, обогащенных связующим (окрашены зеленым) и неокрашенными слоями, приводил к отличающимся результатам (при внимательном рассмотрении образца можно было заметить присутствие волокон разного цвета, однако физически их отделить не удалось).

В частности, анализ зеленого слоя показал присутствие среди выделяющихся при 700 °С соединений, что основные компоненты – углекислый

газ (предположительно также CO), вода, аммиак + HNCO, метилизоцианат и триметиламин, также можно увидеть присутствие кремнийорганических соединений (циклоолигодиметилсилоксаны с $n = 3-6$), фенола и продуктов его конденсации с формальдегидом (точная интерпретация соединений, особенно низкомолекулярных, довольно затруднительна по причине сильного перекрывания их пиков) и циановодород. “Переход” к неокрашенному слою показал приблизительно идентичную интенсивность пиков воды и углекислого газа, а также кремнийорганических соединений, при существенном уменьшении интенсивностей пиков остальных соединений (аммиак + HNCO, метилизоцианат и триметиламин, фенола и продуктов его конденсации с формальдегидом, циановодорода).

Переход к анализу при 400 °C качественно показывает аналогичный перечень выделяющихся соединений, при некотором уменьшении интенсивности пиков воды и углекислого газа, и существенном уменьшении интенсивностей пиков NH₃, HCN, фенола и продуктов его взаимодействия с формальдегидом, и кремнийорганических соединений, при этом зеленый слой, по сравнению с неокрашенным, обогащен теми же компонентами, что и при проведении пиролиза при 700 °C.

Таким образом, по результатам анализа образцов методом ПХМС можно подтвердить присутствие фенольного связующего (предположительно на основе ФФ смолы), также можно уточнить его преимущественное нахождение в окрашенном “зеленом” слое, присутствие олиго-диметилсилоксанов (предположительно, сшитых или линейных высокомолекулярных, поскольку их выделение при 400 °C незначительно) (в основном в зеленом слое), а также предположить присутствие полимерного связующего на основе КФ смолы. При этом относительно высокие интенсивности пиков NH₃, углекислого газа и воды, по-видимому, позволяют предположить заметную долю метилольных и N-H групп в составе КФ смолы, т.е. смолу, полученную при некотором избытке формальдегида.

Интересно отметить, что при пиролизе неокрашенного слоя образуется

много углекислого газа и воды, при существенно более низком выделении продуктов пиролиза смоляных компонентов, что, по-видимому, позволяет предположить дополнительное аппретирование образца (возможно, в обоих слоях), например, крахмалом или другими материалами, при пиролизе которых выделяются преимущественно углекислый газ и вода.

Таким образом, проведенные исследования позволяют подтвердить присутствие в составе образца бор-содержащих соединений и фенольного связующего, а также уточнить природу этого связующего (ФФ), предположить присутствие в составе КФ связующего, сшитых или высокомолекулярных олигодиметилсилоксанов. Также следует отметить присутствие нескольких слоев образца (зеленого и неокрашенного), присутствие связующих наблюдалось преимущественно в составе зеленого слоя образца, а присутствие кремнийорганических соединений - в обоих (с более высоким содержанием в составе зеленого слоя образца). Также по результатам исследований неокрашенного слоя можно предположить присутствие в составе образца дополнительного аппрета на основе крахмала или других компонентов, выделяющих при пиролизе воду и углекислый газ. Предполагаемая схема получения – тонкие стеклянные аппретированные волокна пропитываются смесью связующих и кремнийорганических соединений (возможно, в виде раствора).

Также в рамках данной работы были исследованы следующие эксплуатационные свойства ТЗИМ марки Microlite AA blankets: плотность, упругость, гибкость, предел прочности при растяжении, влажность, сорбционная влажность в течение 30 суток, коэффициент теплопроводности, потеря массы при 70 °C и 168 ч выдержки. Результаты исследований представлены в таблице 1.

Из таблицы 1 видно, что ТЗИМ марки Microlite AA blankets обладает низкой плотностью, высокими физико-механическими характеристиками, низким коэффициентом теплопроводности, низкой эмиссией легколетучих компонентов, удовлетворительной влажностью, но при этом высоким значением сорбционной влажности ($72,6 \pm 6,4 \%$). Высокое значение сорбционной влажности,

предположительно, связано с наличием дополнительного аппрета на основе крахмала. Руководствуясь полученными результатами при разработке нового ТЗИМ, следует учесть необходимость улучшения гидрофобных свойств нового материала.

Таблица 1 – Результаты исследования эксплуатационных свойств ТЗИМ марки Microlite AA blankets

Свойство	Значение
Плотность, кг/м ³	9,6 ± 0,96
Упругость, %	93,5 ± 1,5
Гибкость (наименьший радиус изгиба), мм	15
Предел прочности при растяжении, кПа	1,80 ± 0,06
Влажность, %	2,0 ± 0,3
Сорбционная влажность (при 22±5°C, φ=98 %) за 30 сут., %	72,6 ± 6,4
Коэффициент теплопроводности при 100 °C, Вт/м·К	0,052 ± 0,002
Потеря массы при 70 °C и 168 ч выдержки, %	0,24 ± 0,02

Выводы к главе 3

В результате исследований образца ТЗИМ марки Microlite AA blankets (США) методами сканирующей электронной микроскопии, рентгеноспектрального микроанализа, газовой хромато-масс-спектрометрии и пиролитической газовой хромато-масс-спектрометрии было показано наличие в образце ТЗИМ марки Microlite AA blankets (США) органического фенолформальдегидного и карбамидоформальдегидного связующего с добавлением кремнийорганических соединений для придания гидрофобных свойств материалу.

По результатам исследования эксплуатационных свойств показано, что ТЗИМ марки Microlite AA blankets (США) обладает высоким значением сорбционной влажности, что следует учесть при разработке нового ТЗИМ.

ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ГИБКИХ ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ НИЗКОЙ ПЛОТНОСТИ

4.1 Исследование влияния метода получения ТЗИМ на плотность и гибкость

С целью определения метода получения нового гибкого ТЗИМ с низкой плотностью (не более 10 кг/м^3) были изготовлены без использования связующего образцы ВМ на основе силикатного стекловолокна типа Е (средний диаметр 1 мкм) различными способами: методом высадки стекловолокна из водной среды и методом аэрационного осаждения.

Изготовление образцов ВМ методом высадки стекловолокна из водной среды проводили с использованием роторной мешалки. Приготовленную водноволокнистую пульпу, состоящую из стекловолокна и воды, перемешивали с целью разделения волокон, заливали пульпу в форму, затем проводили удаление воды из формы вакуумированием. Полученный таким образом образец в виде мата высушивали в сушильном шкафу в течение 12 ч при температуре 70°C .

Изготовление образцов ВМ методом аэрационного осаждения проводили с использованием лабораторного макета установки для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон, в которой стекловолокно разделяется потоком сжатого воздуха с последующей высадкой разделенного стекловолокна в камере осаждения. После высадки стекловолокна в камере осаждения проводили вакуумирование с целью придания образцу материала формы в виде мата.

Проведенные исследования плотности (по ГОСТ 17177-94) образцов гибких ВМ на основе силикатного стекловолокна типа Е, полученных различными способами, показали, что плотность образцов гибкого ВМ на основе стекловолокна, полученных методом аэрационного осаждения, составляет $8,3 \pm 0,3 \text{ кг/м}^3$. А плотность образцов гибкого ВМ на основе стекловолокна, полученных методом высадки стекловолокна из водной среды, составляет $60,1 \pm 3,2 \text{ кг/м}^3$, что является неудовлетворительным результатом для ТЗИМ, применяемого для теплозвукоизоляции фюзеляжа и кабины пилота гражданских

воздушных судов. Полученный результат можно объяснить использованием роторной мешалки, которая в процессе перемешивания измельчает исходное стекловолокно и относительно высоким вакуумом, который образуется при высадке образца ТЗИМ из водно-волокнутой пульпы, по сравнению с аэрационным осаждением.

Гибкость образцов ВМ определяли методом намотки материала на цилиндры различного диаметра по ГОСТ 17177-94 по наименьшему радиусу изгиба. Установлено, что наименьший радиус изгиба образцов гибкого ВМ на основе стекловолокна составляет:

- 200 мм (без разрушения, разрывов и расслоений) для образцов ВМ, полученных методом высадки стекловолокна из водной среды;
- 5 мм (без разрушения, разрывов и расслоений) для образцов гибкого ВМ, полученных методом аэрационного осаждения.

Таким образом, образцы ВМ, полученные методом аэрационного осаждения, не требуют специальных условий при транспортировке и монтаже, а образцы ВМ, полученные методом высадки стекловолокна из водной среды, являются довольно хрупкими и могут прийти в негодность при неосторожном обращении.

По результатам проведенных исследований выбран метод получения гибкого теплозвукоизоляционного волокнутого материала низкой плотности на основе стекловолокна типа Е - метод аэрационного осаждения, обеспечивающий плотность $8,3 \pm 0,3$ кг/м³ и наименьший радиус изгиба материала 5 мм, что по плотности более чем в 7 раз меньше, а по гибкости в 40 раз больше, чем у образцов гибкого волокнутого ТЗИМ, полученного методом высадки стекловолокна из водной среды.

4.2 Разработка экспериментальной установки для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон

Учитывая результаты раздела 3.1, в рамках данной работы была поставлена техническая задача – создание экспериментальной установки для аэрационного

осаждения стеклянных и керамических волокон с улучшенными эксплуатационными характеристиками.

Техническим результатом создания экспериментальной установки для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон является упрощение технологии получения нетканого теплоизоляционного материала и повышение равномерности его плотности и теплоизоляционных свойств.

Технический результат достигается за счёт того, что экспериментальная установка для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон для получения нетканого теплоизоляционного материала, содержащая камеру диспергирования, включающую в себя отсек для приема волокон и отсек диспергирования, воздушный компрессор, оснащенный регулятором давления, соединенный с камерой диспергирования посредством линии подвода сжатого воздуха к отсеку для приёма волокон. Также установка содержит камеру волокноосаждения, соединенную с камерой диспергирования посредством воздуховода, при этом в камере волокноосаждения размещена воздухопроницаемая формирующая поверхность с расположенным под ней средством создания вакуума, и теплогенератор, предназначенный для подачи посредством линии подвода нагретого воздуха в приёмный отсек камеры диспергирования.

Теплогенератор выполнен с возможностью подачи нагретого воздуха с температурой от 23 °С до 100 °С.

Линия подвода сжатого воздуха к приёмному отсеку камеры диспергирования расположена выше линии подвода нагретого воздуха к приёмному отсеку камеры диспергирования.

Линия подвода сжатого воздуха соединена с кольцевой воздушной насадкой с инжекционными соплами, расположенной в приёмном отсеке камеры диспергирования, и содержащей, по меньшей мере, два отверстия. Приёмный отсек камеры диспергирования имеет форму перевернутого конуса. А средство создания вакуума представляет собой вытяжной вентилятор. При этом камера волокноосаждения содержит по меньшей мере одну форсунку для подачи

связующего.

На рисунке 26 представлен эскиз экспериментальной установки для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон. На рисунке 26А изображено движение потоков воздуха и волокон внутри приёмного отсека камеры диспергирования. На рисунке 26Б представлена камера волокноосаждения.

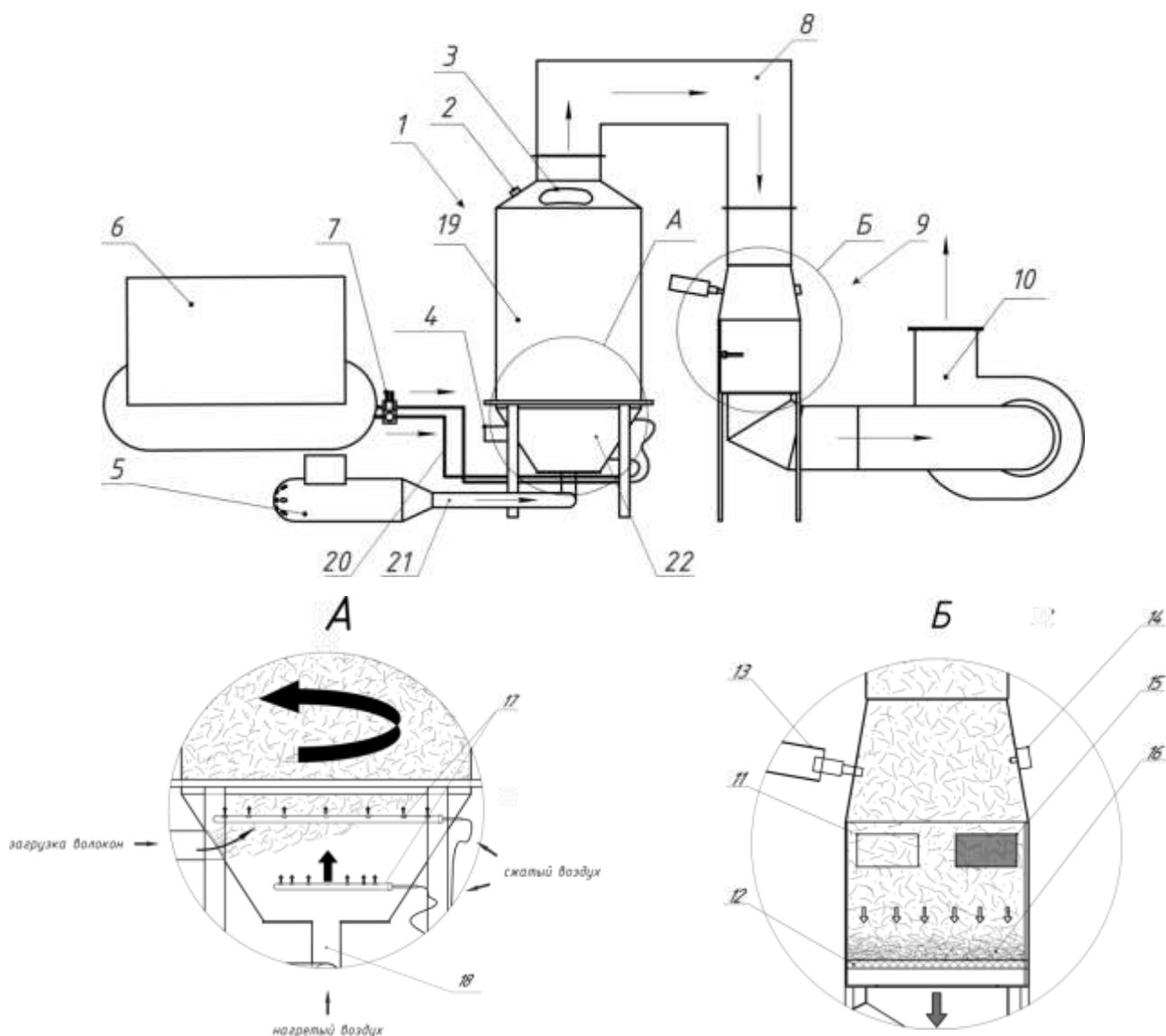


Рисунок 26 – Лабораторный макет установки для аэрационного осаждения
стеклянных и керамических волокон

На рисунке 26 обозначены следующие элементы:

- 1 - камера диспергирования
- 2 - подсветка камеры диспергирования

- 3 - смотровое окно камеры диспергирования
- 4 - приемный патрубок для загрузки исходных волокон
- 5 - теплогенератор воздушного потока
- 6 - компрессор для подачи сжатого воздуха
- 7 - регулятор давления
- 8 - воздуховод
- 9 - камера волокноосаждения
- 10 - вытяжной вентилятор
- 11 - подсветка камеры волокноосаждения
- 12 - воздухопроницаемая формующая поверхность (кассетный фильтр)
- 13 - форсунка для подачи связующего (опционально)
- 14 - термopapa
- 15 - смотровое окно камеры осаждения
- 16 - нетканый теплоизоляционный материал
- 17 - кольцевая воздушная насадка с инжекционными соплами
- 18 – патрубок теплогенератора для ввода нагретого воздуха
- 19 – отсек диспергирования
- 20 – линия подвода сжатого воздуха
- 21 – линия подвода нагретого воздуха
- 22 – приемный отсек камеры диспергирования.

В отличие от устройства [120], в котором разделение волокон начинается на зубчатом цилиндре, подающем их в камеру диспергирования, в которой же и происходит волокноосаждение на пористую формующую поверхность, в предлагаемом устройстве камера диспергирования 1 и камера волокноосаждения 9 разделены, волокна не подвергаются воздействию зубцов подающего цилиндра, а разделяются только пневматическими методами, и, таким образом, обеспечивается упрощение технологии получения нетканого теплоизоляционного материала. Также благодаря интенсивному разделению агрегатов волокон в камере диспергирования в нагретом турбулентном воздушном потоке нет необходимости использования механических средств разделения волокна, таких как зубчатые цилиндры и ролики, что обеспечивает упрощение конструкции

устройства и улучшение его массо-габаритных характеристик.

Подача сжатого холодного воздуха под давлением в камеру диспергирования через многочисленные узкие инжектирующие сопла (расположены на кольцевых воздушных насадках 17), распределённые по объёму камеры диспергирования, позволяет обеспечить пространственную макроравномерность потока в камере в сочетании с наличием в зоне нахождения волокнистых агрегатов высоких градиентов скорости воздушного потока, способствующих их распушению и диспергированию.

Экспериментально установлено, что подаваемый нагретый воздух, циркулирующий внутри устройства, необходим для обеспечения сушки волокна. Кроме того, повышенная температура воздушного потока улучшает его диспергирование за счет увеличения вязкости воздуха и действующих на волокно аэродинамических сил. Таким образом, подача нагретого воздуха способствует более эффективному разделению агрегатов волокна, осуществляет их сушку и тем самым повышает равномерность плотности и теплоизоляционных свойств получаемого нетканого материала.

Равномерная плотность получаемого нетканого ВМ обеспечивает его равномерную теплопроводность, что способствует равномерности теплоизоляционных свойств.

Температура нагретого воздуха может составлять от 23 до 100 °С.

Исходное волокно загружают в приемный отсек 22 камеры диспергирования 1 через приемный патрубок 4. Сжатый с помощью компрессора 6 воздух подают по линии подвода сжатого воздуха 20 в приемный отсек 22. Давление сжатого воздуха зависит от состава получаемого материала и требований к нему. Теплый воздух от теплогенератора 5 по линии подвода подогретого воздуха 21 через патрубок 18 также поступает в приемный отсек 22 камеры диспергирования 1.

Как показано на рисунке 26А, внутри камеры диспергирования нагретый воздух теплогенератора смешивается со сжатым воздухом от воздушного компрессора и образуется интенсивный турбулентный поток подогретого воздуха

внутри камеры диспергирования. Благодаря суммарному турбулентному потоку подогретого воздуха происходит эффективное разделение агрегатов волокнистой массы и их распушение внутри камеры диспергирования. Пневматический способ перемещения волокна оказывает на него минимальное разрушающее воздействие.

Затем разделенные волокна вместе с воздушным потоком поступают по трубопроводу 8 в камеру волокноосаждения 9, где благодаря отсосу воздуха под формирующей поверхностью 12 с помощью средства создания вакуума (вытяжного вентилятора 10) в камере волокноосаждения 9 происходит хаотичное осаждение волокон на воздухопроницаемую формирующую поверхность 12, на которой размещена тканевая подложка (на эскизе не обозначена). Температура в камере волокноосаждения контролируется с помощью термопары 14.

Формирующая поверхность может представлять собой стационарный кассетный фильтр требуемой геометрии, который извлекают из камеры волокноосаждения по окончании процесса формования нетканого материала, или может представлять собой движущуюся воздухопроницаемую транспортерную ленту, в этом случае формируется непрерывный нетканый ВМ.

В качестве волокна для получения нетканого теплоизоляционного материала могут быть использованы стеклянные, кварцевые, кремнеземные, базальтовые, растительные, керамические и другие виды волокон. В качестве связующего могут быть использованы термоотверждаемые связующие на основе ФФ или акриловых смол, полиэфирных смол, содержащих карбоксилированные полимеры, а также биосмол, включающих углеводы и низкомолекулярные поликислоты и другие виды связующих.

Также преимуществом данной установки является её компактность, простота и возможность получения образцов широкой номенклатуры, так как в качестве исходного сырья могут быть использованы волокна различных видов и связующего. Это дает возможность использовать устройство для получения различных видов теплоизоляционных материалов в зависимости от требований заказчика, а также в качестве лабораторной установки для сравнения свойств получаемых материалов. Например, при последовательной загрузке различных

видов волокон, таких как стеклянные, минеральные, органические, растительные, может быть получен слоистый материал, а при загрузке смеси различных волокон может быть получен комбинированный тип ТЗИМ.

Еще одним преимуществом данной установки является возможность производства ТЗИМ на любой площадке без привязки к производству волокна.

По результатам проведенных работ получен патент RU 2817837 C1 от 22.04.2024 г. «Устройство для получения нетканого теплоизоляционного материала» [140].

4.3 Исследование влияния расхода воздуха в камере волокноосаждения на плотность ТЗИМ

Ввиду того, что поток воздуха, создаваемый в камере волокноосаждения вытяжным вентилятором, напрямую влияет на плотность получаемого ТЗИМ, то была проведена серия экспериментов по исследованию влияния расхода воздуха в камере волокноосаждения на плотность полученных образцов ВМ без связующего. Образцы ВМ получали на экспериментальной установке, описанной в предыдущем разделе, аэрационным осаждением стекловолокна типа Е (средний диаметр 1 мкм) без использования связующего. Скорость потока воздуха определяли анемометром, установленным в верхней точке камеры волокноосаждения. Расход воздуха рассчитывали как среднее значение скорости потока воздуха во время высадки образца ВМ толщиной 25 мм умноженное на площадь сечения патрубка входящего в камеру волокноосаждения. Плотность полученных образцов определяли в соответствии с ГОСТ 17177-94. Полученные результаты представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты исследования влияния расхода воздуха в камере волокноосаждения на плотность ВМ

Расход воздуха, м ³ /с	0,13 ± 0,01	0,19 ± 0,01	0,25 ± 0,01	0,50 ± 0,03	0,63 ± 0,04
Плотность ВМ, кг/м ³	-	8,5 ± 0,4	9,2 ± 0,4	10,4 ± 0,3	15,3 ± 0,2

Из таблицы 2 видно, что при расходе воздуха в камере волокноосаждения в диапазоне 0,19-0,50 м³/с были получены образцы ВМ со средней плотностью 8,5-10,4 кг/м³, которые удовлетворяют современным требованиям гражданской авиации, предъявляемым к ТЗИМ. При расходе воздуха 0,13 м³/с формирования мата не происходит, так как потока воздуха не хватает для транспортировки стекловолокна из камеры диспергирования в камеру волокноосаждения. Также из таблицы 2 видно, что при потоке воздуха 0,63 м³/с плотность полученного ВМ возрастает до 15,3 кг/м³, что уже не соответствует требованиям, предъявляемым к ТЗИМ авиастроителями. Возрастание плотности предположительно связано с двумя эффектами. С одной стороны, слишком высокий поток воздуха в камере волокноосаждения способствует чрезмерному уплотнению стекловолокна. С другой стороны, высокий поток воздуха препятствует разделению стекловолокна в камере диспергирования, так как стекловолокно не успевает диспергировать, а сразу транспортируется в камеру волокноосаждения. Таким образом, получение ТЗИМ с удовлетворительной плотностью возможно при расходе воздуха в камере волокноосаждения в диапазоне 0,19-0,50 м³/с.

4.4 Выводы к главе 4

По результатам проведенных исследований выбран способ получения гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности на основе стекловолокна типа Е - метод аэрационного осаждения.

Разработана и изготовлена экспериментальная установка для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон. На разработанную установку получен патент RU 2817837 C1 от 22.04.2024 г. «Устройство для получения нетканого теплоизоляционного материала».

Показано, что на экспериментальной установке для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон возможно получение ТЗИМ низкой плотности (менее 11 кг/м³) при расходе воздуха в камере волокноосаждения в диапазоне 0,19-0,50 м³/с.

ГЛАВА 5. РАЗРАБОТКА СОСТАВА И ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СВЯЗУЮЩЕГО ДЛЯ СКРЕПЛЕНИЯ СТЕКЛЯННЫХ ВОЛОКОН ТЕПЛОЗВУКОИЗОЛЯЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

5.1 Исследование процессов отверждения смол при различных температурах

В качестве потенциальной основы связующего для нового ТЗИМ на основе стеклянных волокон были рассмотрены следующие марки водорастворимых смол: ФФ смола марки Фенотам Н210 с динамической вязкостью 46 сПз, карбамид модифицированная ФФ смола марки Фенотам Н210М с динамической вязкостью 26 сПз, карбамидомеламинаформальдегидная смола марки КМФ-С с динамической вязкостью 24 сПз и ФФ смола СФЖ-3024 с динамической вязкостью 104 сПз, использовавшаяся в качестве основного компонента связующего для ТЗИМ марки АТМ-1.

Отверждение смол проводили на предметных стеклах при температурах 80 °С, 90 °С, 100 °С, 105 °С, 120 °С. При этом визуально наблюдали изменение поведения смол. После четырех часов выдержки при соответствующих температурах измеряли потери массы смол. Результаты измерения потерь массы смол представлены на рисунке 27.

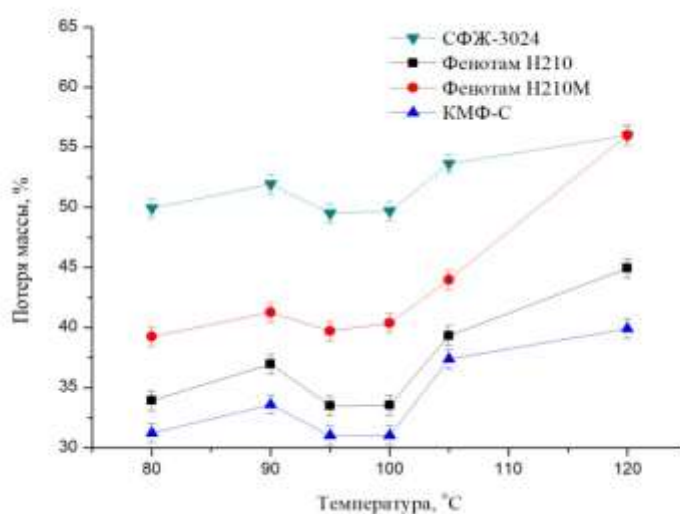


Рисунок 27 – Результаты измерений потерь массы смол при разных температурах

Из рисунка 27 видно, что в диапазоне температур 95-100 °С наблюдается минимум потерь массы. Данный эффект, предположительно, связан с возникновением двух конкурирующих процессов: процесс поликонденсации в смоле и процесс испарения легко летучих компонентов (вода, формальдегид, фенол и др.) из смолы. При температурах до 95 °С процесс испарения легколетучих компонентов смол (вода, формальдегид, фенол и др.) преобладает над процессом поликонденсации. При температурах 95-100 °С активируется процесс поликонденсации, при данных температурах свободные формальдегид и фенол более полно реагируют с образованием резолы. При температурах более 100 °С снова начинает преобладать процесс интенсивного испарения легколетучих компонентов смол. Данное предположение также подтверждается тем, что при температурах 95-100 °С отвержденные смолы Фенотам Н210М и КМФ-С практически не подвержены пенообразованию (в смолах наблюдаются единичные пузырьки), а при температурах ниже 95 °С и выше 100 °С в этих смолах наблюдается активное пенообразование (рисунок 28).

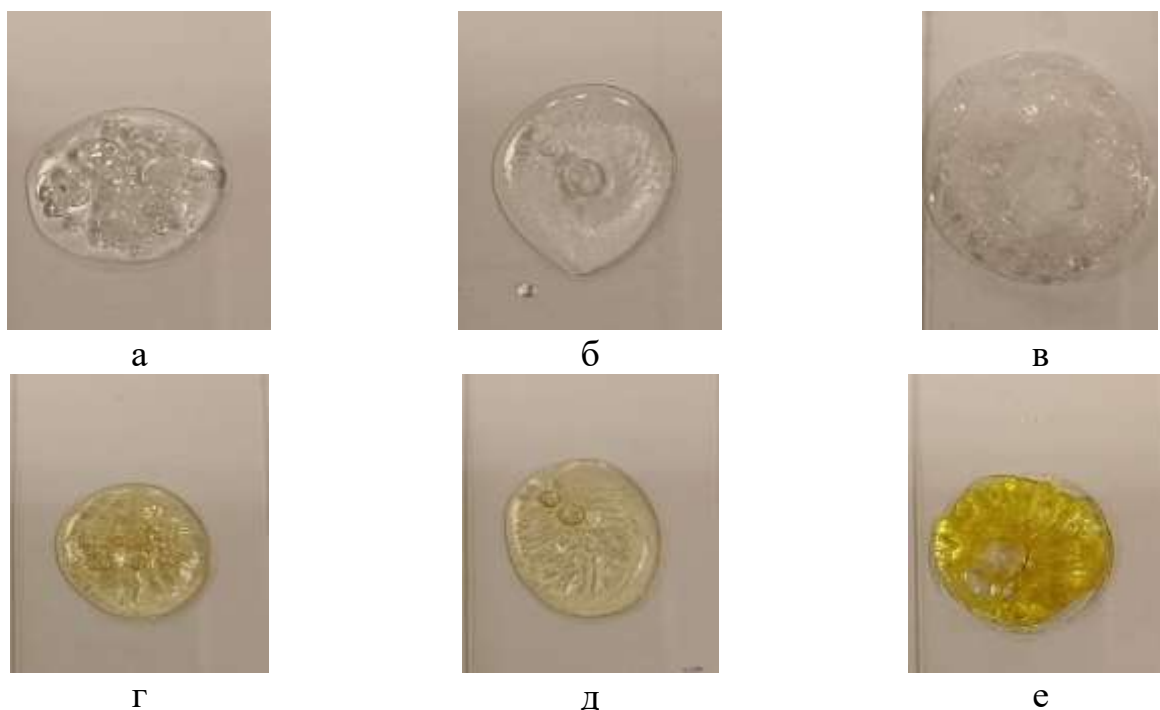


Рисунок 28 – Внешний вид смол КМФ-С после выдержки при температуре 90 °С (а), 100 °С (б), 105 °С (в) в течение 4 часов и Фенотам Н210М после выдержки при температуре 90 °С (г), 100 °С (д), 105 °С (е) в течение 4 часов

Также следует отметить, что при отверждении смолы Фенотам Н210 и СФЖ-3024 отслаивались от предметного стекла, что свидетельствует о низкой адгезии данных смол к стеклу. Отслоения от предметного стекла смол Фенотам Н210М и КМФ-С не наблюдалось.

Также было проведено исследование по отверждению смол при температуре 150 °С. Смолы выдерживали в сушильном в течение 8 часов, при этом каждый час измерялись потери массы в смолах. Результаты представлены на рисунке 29.

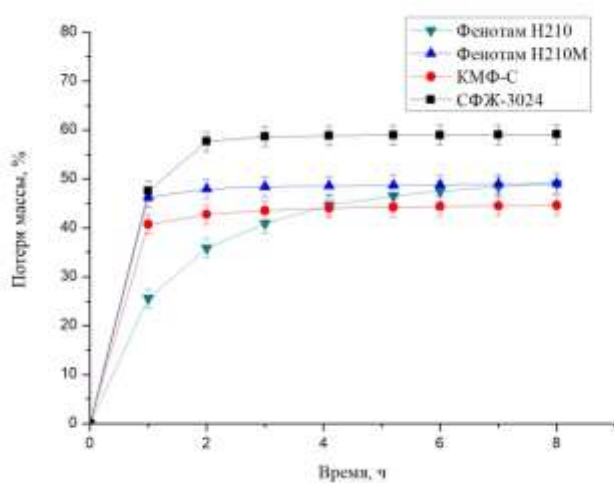


Рисунок 29 – Результаты измерений потери массы при 150 °С в зависимости от времени выдержки

Из рисунка 29 видно, что основная потеря массы в смолах Фенотам Н210М и КМФ-С происходит в течение первого часа. Смола СФЖ-3024 характеризуется наибольшей потерей массы, при этом наибольшая потеря массы наблюдается в течение первых двух часов. Смола Фенотам Н210 характеризуется непрерывной потерей массы в течение 8 часов.

Учитывая вышеизложенное, можно сделать вывод, что режим отверждения смол должен состоять из двух этапов: 1 этап – выдержка при температуре 95-100 °С в течение 4 часов для всех смол; 2 этап – выдержка при температуре 150 °С в течение двух часов для смол Фенотам Н210М и КМФ-С, выдержка при этой же температуре в течение 3 часов для смолы СФЖ-3024, и выдержка 8 часов при температуре 150 °С для смолы Фенотам Н210.

В соответствии с вышеизложенным можно сделать вывод, что подходящей основой связующего для нового ТЗИМ является ФФ смола, модифицированная карбамидом, марки Фенотам Н210М.

Также в качестве основы связующего перспективной является смола марки КМФ-С при условии подбора подходящего гидрофобизатора, так как данная смола немного уступает по показателям влажности и сорбционной влажности смоле марки Фенотам Н210М.

5.2 Исследование структуры и свойств смол

С целью выбора основного компонента связующего были исследованы смолы, описанные в пункте 4.1.

Образцы отвержденных смол Фенотам Н210, Фенотам Н210М, КМФ-С и СФЖ-3024, отвержденные при температурах 90 °С и 150 °С, испытывались на влажность и сорбционную влажность (влагопоглощение) по методикам из ГОСТ 17177-94, также экспериментальные образцы отвержденных смол были исследованы на предмет наличия дефектов и структурных свойств методами оптической микроскопии в поляризованном свете (ОМП) и рентгеновской дифракции.

Также были получены зависимости КУС поверхности стекла от времени для жидких смол марок Фенотам Н210М и КМФ-С методом лежащей капли при комнатной температуре.

Результаты испытаний экспериментальных образцов отвержденных смол на влажность представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Результаты определения влажности экспериментальных образцов смол при температуре 24 °С и относительной влажности воздуха 57 %

Марка смолы	СФЖ-3024	КМФ-С	Фенотам Н210М	Фенотам Н210
Среднее значение влажности, %	$3,6 \pm 0,3$	$1,9 \pm 0,2$	$0,6 \pm 0,1$	$1,9 \pm 0,2$

Из таблицы 3 видно, что наибольшее значение влажности 3,6 % имеет

образец смолы СФЖ-3024. Наименьшее значение влажности 0,6 % соответствует образцу отвержденной смолы Фенотам Н210М. Образцам отвержденных смол КМФ-С и Фенотам Н210 соответствует значение влажности 1,9 %.

Результаты испытаний экспериментальных образцов отвержденных смол на сорбционную влажность (влагопоглощение) в течение 24 часов и 72 часов при относительной влажности воздуха 98 % представлены в таблице 4.

Таблица 4 – Результаты определения влагопоглощения экспериментальных образцов смол при температуре 23 °С и относительной влажности воздуха 98 % за 24 часа и 72 часа

Марка смолы	СФЖ-3024	КМФ-С	Фенотам Н210М	Фенотам Н210
Среднее значение влагопоглощения за 24 часа, %	$15,7 \pm 1,2$	$8,5 \pm 0,9$	$6,5 \pm 0,3$	$21,1 \pm 1,3$
Среднее значение влагопоглощения за 72 часа, %	$36,4 \pm 2,2$	$21,7 \pm 2,1$	$15,4 \pm 1,0$	$40,5 \pm 2,6$

Из таблицы 4 видно, что наименьшим влагопоглощением обладает смола Фенотам Н210М (6,5 % и 15,4 % при экспозиции образцов в течение 24 ч и 72 ч соответственно). Смола КМФ-С также обладает довольно низкими значениями влагопоглощения (8,5 % и 21,7 % при экспозиции образцов в течение 24 ч и 72 ч соответственно). Наибольшими значениями влагопоглощения обладают смола марки СФЖ-3024 (15,7 % и 36,4 % при выдержке образцов в течение 24 ч и 72 ч соответственно) и смола марки Фенотам Н 210 (21,1 % и 40,5 % при выдержке образцов в течение 24 ч и 72 ч соответственно).

Таким образом, наименьшими показателями по результатам испытаний на влажность и сорбционную влажность обладают образцы отвержденной смолы марки Фенотам Н210М.

Образцы смол Фенотам Н210, Фенотам Н210М, КМФ-С и СФЖ-3024 после отверждения при температуре 90 °С были исследованы методом ОМП с целью

определения наличия дефектов и внутренних напряжений, а также для определения структурных свойств. Результаты представлены на рисунке 30.

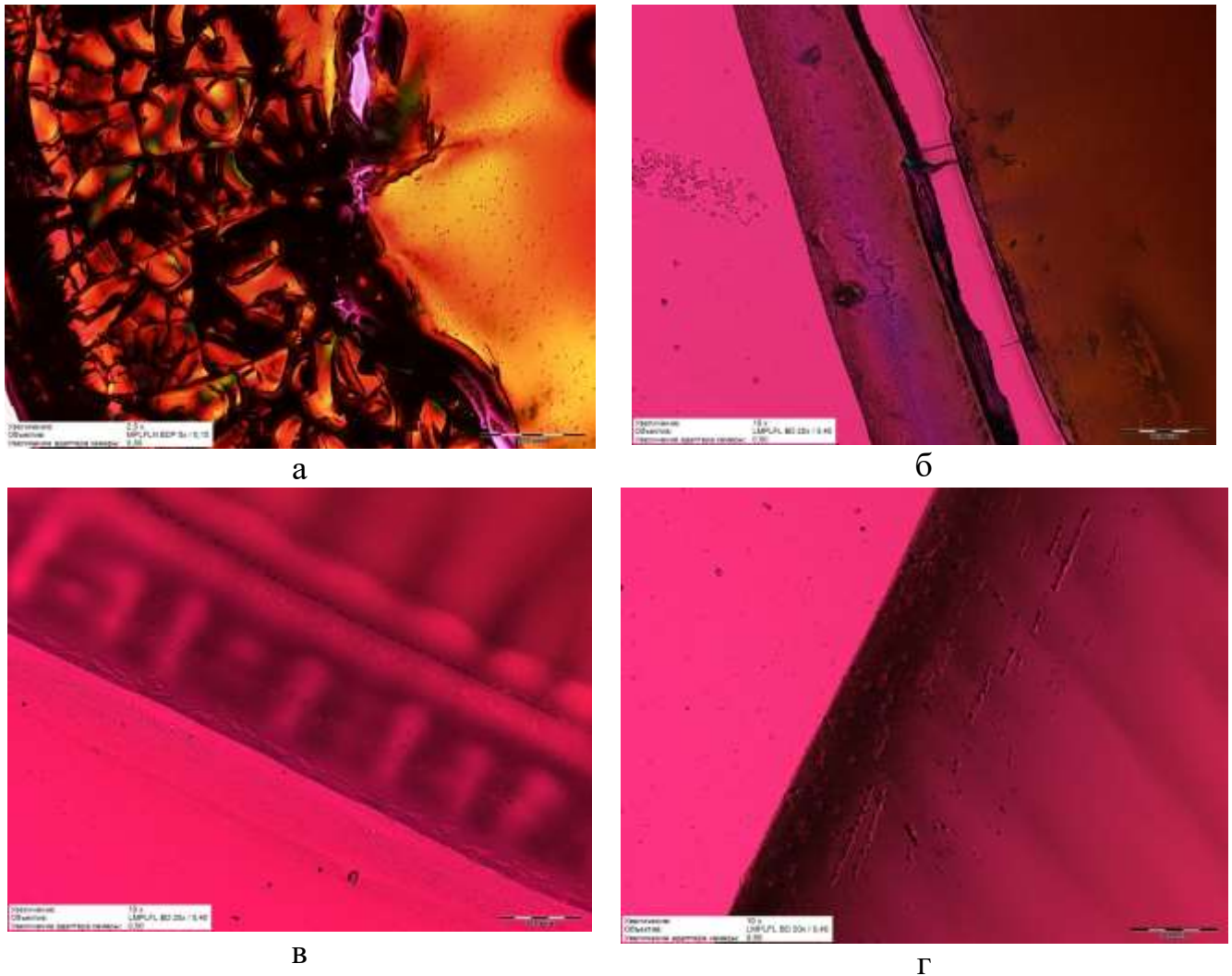


Рисунок 30 – Фотографии смол (СФЖ-3024 (а), Фенотам Н210 (б), Фенотам Н210М (в), КМФ-С (г)), отвержденных при 90 °С в течение 6,5 ч

Из рисунка 30а видно, что смола СФЖ-3024 подвержена растрескиванию, кроме того наличие окраски изображения говорит о наличии в образце большого количества внутренних напряжений. Также из рисунка 30а следует, что смола СФЖ-3024 обладает низкой адгезией к стеклу. На рисунке 30б можно наблюдать растрескивание смолы Фенотам Н210 на границе смола-стекло, что свидетельствует о низкой адгезии данной смолы к стеклу и о низких механических свойствах данной смолы. Следует отметить, что в смоле Фенотам Н210 не наблюдается внутренних напряжений, изображение не имеет разноцветной окраски. В смоле Фенотам Н210М (рисунок 30в) наблюдается

однородная мелкозернистая структура. Смола КМФ-С (рисунок 30г) также обладает однородной структурой, но без мелкозернистых включений. В смолах Фенотам 210Н и КМФ-С растрескиваний не наблюдается. Смолы Фенотам Н210М и КМФ-С более однородно покрывают поверхность стекла и обладают лучшей смачиваемостью. Кроме того, на рисунках 30в и 30г можно наблюдать, что внутренние напряжения в смолах Фенотам Н210М и КМФ-С отсутствуют.

Также образцы смол Фенотам Н210, Фенотам Н210М, КМФ-С и СФЖ-3024, отвержденных при температуре 150 °С, исследовались методом рентгеновской дифракции. Результаты рентгеноструктурного анализа представлены на рисунке 31.

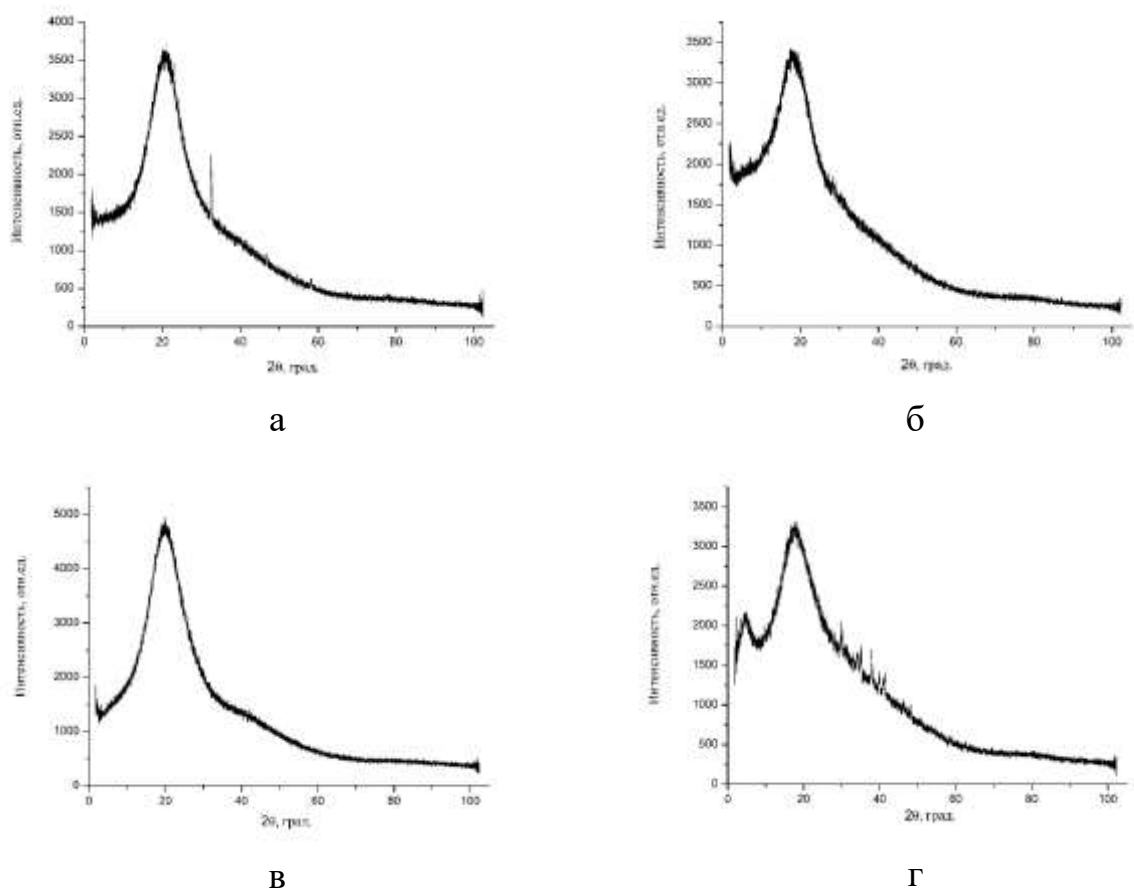


Рисунок 31 – Дифракционный спектр смол, отвержденных при 150 °С: Фенотам Н210М (а), Фенотам Н210 (б), КМФ-С (в), СФЖ-3024 (г)

Анализ дифракционных спектров показал, что во всех образцах

преимущественной является аморфная составляющая, однако у каждого образца есть свои особенности. Образец Фенотам Н210М аморфный с относительно высоким и узким рефлексом (рисунок 31а), что может свидетельствовать о возникновении упорядоченной структуры. Образец Фенотам Н210 является аморфным (рисунок 31б), на дифрактограмме присутствуют пики крайне низкой интенсивности. Отсюда можно сделать вывод, что в смоле марки Фенотам Н210 образование упорядоченных структур практически не происходит. Образец смолы КМФ-С полностью аморфный (рисунок 31в). Образец СФЖ-3024 аморфный с рядом рефлексов (рисунок 31г), так же присутствует второе гало в районе ближних углов.

В совокупности с результатами ОМП результаты рентгеноструктурного анализа показывают, что в процессе отверждения в смоле СФЖ-3024 происходит её частичная кристаллизация, которая в совокупности с усадочными процессами, в итоге приводит к появлению внутренних напряжений и растрескиванию смолы. В смоле Фенотам Н210М в процессе отверждения образуются мелкие зерна кристаллической фазы, которые равномерно распределены в аморфной матрице [141], что с высокой вероятностью может приводить к улучшению механических свойств отвержденной смолы. По результатам оптической микроскопии в смолах КМФ-С и Фенотам Н210 не наблюдается анизотропии, что также подтверждается наличием только аморфной фазы на дифрактограммах.

В результате исследования были получены зависимости изменения КУС поверхности стекла жидкими смолами Фенотам Н210М и КМФ-С от времени смачивания (рисунок 32). Из рисунка 32 видно, что в течение 10,5 мин значения КУС поверхности стекла смолой марки КМФ-С уменьшаются с 70° до 67° , а значения КУС поверхности стекла смолой марки Фенотам Н210М уменьшаются с 61° до $51,5^\circ$. Данные результаты свидетельствуют о лучшей смачиваемости поверхности стекла смолой марки Фенотам Н210М по сравнению со смолой марки КМФ-С. Также из графика видно, что смола марки Фенотам Н210М растекается по поверхности стекла гораздо лучше, чем смола марки КМФ-С [142].

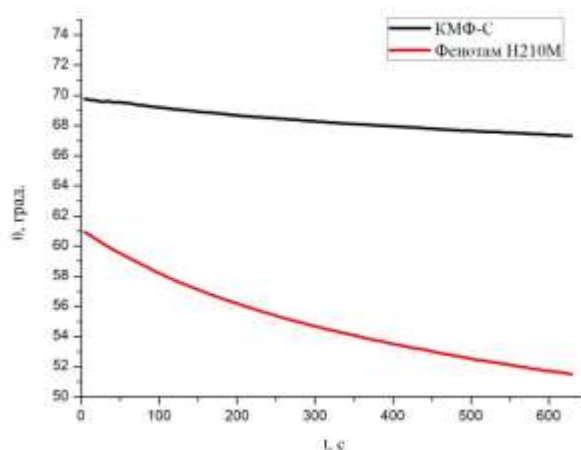


Рисунок 32 – Зависимости изменения КУС поверхности стекла от времени образцов жидких смол марок Фенотам Н210М и КМФ-С

Также были определены массовые доли нелетучего остатка при поликонденсации и массовые доли щелочи образцов смол марок Фенотам Н210М и КМФ-С по ГОСТ 20907-2016.

Установлено, что массовая доля нелетучего остатка при поликонденсации в смоле марки Фенотам Н210М в среднем составляет 51 ± 1 %, а массовая доля нелетучего остатка при поликонденсации в смоле марки КМФ-С в среднем составляет 57 ± 1 %. Массовая доля щелочи в смоле марки Фенотам Н210М в среднем составляет $0,70 \pm 0,01$ %, а массовая доля щелочи в смоле марки КМФ-С в среднем составляет $0,10 \pm 0,01$ %.

По результатам проведенных исследований можно сделать вывод, что при изготовлении гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности на основе стекловолокна потребуется меньшее количество жидкой смолы марки КМФ-С, чем смолы марки Фенотам Н210М. Так как при равном содержании термоотвержденного связующего в гибком волокнистом ТЗИМ низкой плотности на основе стекловолокна для изготовления материала понадобится жидкой смолы марки КМФ-С в среднем на 6 % меньше, чем жидкой смолы марки Фенотам Н210М. Массовая доля щелочи в смоле марки КМФ-С меньше чем, в смоле марки Фенотам Н210М. Данный результат может говорить о том, что смола марки Фенотам Н210М более склонна к выщелачиванию по сравнению со смолой

КМФ-С, так как в процессе термоотверждения жидких смол из них удаляются вода и другие легколетучие компоненты (свободные формальдегид и фенол), при этом щелочь никуда не испаряется и остается в отвержденной смоле. Также известно, что щелочи, в частности гидроксид калия, имеют высокую растворимость в воде, а водный раствор щелочи является средой крайне агрессивной и реакционноактивной, что приводит к разрушению отвержденной смолы и стекловолокна в следствии их химического взаимодействия с водным раствором щелочи. Следует отметить влияние процесса диффузии щелочи на разрушение структуры отвержденных смол. При попадании воды на отвержденную смолу возникает градиент концентрации щелочи, что приводит к вымыванию щелочи из отвержденной смолы, так как процесс диффузии направлен в сторону уменьшения концентрации щелочи [143]. Ввиду вышесказанного срок службы гибкого волнистого ТЗИМ, полученного с использованием в качестве основного компонента связующего смолы марки Фенотам Н210М, может быть меньше, чем материала, полученного с использованием смолы марки КМФ-С. Но этот недостаток смолы марки Фенотам Н210М можно решить путем добавления кислоты в состав связующего для нейтрализации щелочи.

5.3 Исследование зависимости плотности, физико-механических и гидрофобных свойств гибкого ТЗИМ низкой плотности от состава связующего. Разработка состава и технологии изготовления связующего марки ВС-74

С целью определения зависимостей плотности, физико-механических и гидрофобных свойств гибких ТЗИМ низкой плотности от состава связующего были исследованы экспериментальные образцы гибких волокнистых ТЗИМ низкой плотности, которые получены аэрационным осаждением стеклянных (из стекла типа Е) и кварцевых волокон с послойным нанесением связующих на основе:

- смолы марки Фенотам Н210М с добавлением полиэтилгидросилоксана

(жидкость гидрофобизирующая 136-41) (состав 1);

- смолы марки Фенотам H210M с добавлением в качестве гидрофобизатора полиметилфенилсилоксана марки ПФМС-4 (состав 2);
- смолы марки КМФ-С с добавлением полиэтилгидросилоксана (жидкость гидрофобизирующая 136-41) (состав 3);
- натриевого жидкого стекла с добавлением в качестве гидрофобизатора полиметилфенилсилоксана марки ПФМС-4 (состав 4);
- калиевого жидкого стекла с добавлением в качестве гидрофобизатора полиметилфенилсилоксана марки ПФМС-4 (состав 5).

Исследованы плотность, гибкость, упругость, влажность, сорбционная влажность в течение 30 суток и предел прочности при растяжении, полученных образцов ТЗИМ, в соответствии с ГОСТ 17177-94.

Результаты исследования плотности, гибкости, упругости, влажности, сорбционной влажности (влагопоглощения) в течение 30 суток и предела прочности при растяжении экспериментальных образцов гибких волокнистых ТЗИМ низкой плотности после нанесения связующего различного состава представлены в таблице 5.

Таблица 5 – Результаты исследования плотности, физико-механических и гидрофобных свойств образцов гибких волокнистых ТЗИМ низкой плотности, полученных с использованием различных составов связующих, и их сравнение с материалами марок Microlite AA blankets и АТМ-1

Состав материала	Плотность, кг/м ³	Упругость, %	Гибкость (наименьший радиус изгиба), мм	Предел прочности при растяжении, кПа	Влажность, %	Сорбционная влажность, %
Стекловолокно + состав 1	9,0 ± 0,1	92,8 ± 1,4	15	1,33 ± 0,07	0,5 ± 0,1	14,4 ± 5,6
Стекловолокно + состав 2	8,9 ± 0,1	90,0 ± 1,5	15	1,76 ± 0,09	0,7 ± 0,1	25,4 ± 6,8
Стекловолокно + состав 3	8,6 ± 0,2	75,8 ± 1,9	15	0,96 ± 0,06	0,5 ± 0,1	98,8 ± 7,4
Кварцевое волокно + состав 1	8,3 ± 0,5	94,3 ± 1,4	15	1,72 ± 0,09	0,5 ± 0,1	19,3 ± 6,1

Стекловолокно + состав 4	$9,7 \pm 0,5$	$67,2 \pm 1,5$	15	$0,78 \pm 0,09$	$2,5 \pm 0,1$	$115,4 \pm 7,5$
Стекловолокно + состав 5	$9,6 \pm 0,6$	$70,8 \pm 1,9$	15	$0,86 \pm 0,06$	$2,3 \pm 0,1$	$102,8 \pm 7,8$
Microlite AA blankets	$9,6 \pm 0,9$	$93,5 \pm 1,5$	15	$1,80 \pm 0,06$	$2,0 \pm 0,3$	$72,6 \pm 6,4$
АТМ-1	$9,8 \pm 0,2$	$87,7 \pm 1,9$	15	–	$2,0 \pm 0,3$	$30,0 \pm 5,3$

Исследование экспериментальных образцов ТЗИМ на основе стекловолокна с применением в качестве связующих составов 4 и 5 проводилось с целью определения возможности повышения температуры эксплуатации материала до 350 °С, что позволяет расширить применение ТЗИМ на нагретые части воздушных судов, например в качестве теплоизоляции для системы охлаждения двигателей.

Из таблицы 5 видно, что по среднему значению плотности все экспериментальные образцы гибких волокнистых ТЗИМ не превышают 10 кг/м³ и находятся на одном уровне с зарубежным и отечественным аналогами – материалами марок Microlite AA blankets (плотность 9,6 кг/м³) и АТМ-1 (плотность 10 кг/м³).

Установлено, что наименьший радиус изгиба образцов гибких волокнистых ТЗИМ низкой плотности составляет 15 мм для всех образцов. Полученные значения гибкости являются типичными для подобных материалов марок Microlite AA blankets и АТМ-1.

Упругость образцов гибких волокнистых ТЗИМ, полученных с применением смолы марки Фенотам Н210М в качестве основы связующего, находится приблизительно на одном уровне вне зависимости от типа волокна и вида гидрофобизатора. Упругость образцов гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности, содержащих в качестве основного компонента связующего смолу марки КМФ-С, составляет в среднем 75,8 %, что меньше, чем у образцов, полученных с применением смолы марки Фенотам Н210М в качестве основы связующего. Данный результат можно объяснить меньшей смачиваемостью поверхности стеклянного волокна смолой марки КМФ-С по сравнению со смолой марки Фенотам Н210М, а также наличием мелкодисперсной упрочняющей

кристаллической фазы в отвержденной смоле марки Фенотам Н210М.

По результатам исследований образцов гибких волокнистых ТЗИМ можно сделать вывод, что ТЗИМ, полученный с применением смолы марки Фенотам Н210М в качестве основы связующего, будет обладать меньшей слеживаемостью, так как его геометрические размеры, а, следовательно, и плотность под воздействием собственной массы будут меняться меньше, чем у ТЗИМ, полученного с применением смолы марки КМФ-С в качестве основы связующего. Поэтому гибкий волокнистый ТЗИМ, полученный с применением смолы марки Фенотам Н210М в качестве основы связующего, будет обладать более длительным сроком хранения и эксплуатации, чем материал, полученный с применением смолы марки КМФ-С.

Из данных таблицы также видно, что образцы гибкого волокнистого ТЗИМ, полученные с применением связующего на основе смолы марки КМФ-С, обладают меньшей прочностью, чем образцы ТЗИМ, полученные с применением связующего на основе смолы марки Фенотам Н210М. Данный эффект (как и в предыдущем случае) можно объяснить меньшей смачиваемостью поверхности стеклянного волокна смолой марки КМФ-С по сравнению со смолой марки Фенотам Н210М, а также наличием мелкодисперсной упрочняющей кристаллической фазы в отвержденной смоле марки Фенотам Н210М. Образцы ТЗИМ, полученные из стекловолокна с применением связующего на основе смолы марки Фенотам Н210М с добавлением в качестве гидрофобизатора полиэтилгидросилоксана, обладают удовлетворительной прочностью, причем прочность практически не зависит от концентрации полиэтилгидросилоксана в связующем в диапазоне 0,25÷1,00 масс.% (среднее значение предела прочности при растяжении составляет 1,33 кПа).

Исследования гидрофобных свойств: сорбционной влажности при выдержке в эксикаторе при температуре 22 ± 5 °С, относительной влажности воздуха порядка 98 % в течение 30 суток и влажности при выдержке образцов материалов в атмосфере воздуха при температуре 22 ± 5 °С, показали, что наименьшей влажностью обладают образцы гибких волокнистых ТЗИМ, содержащие в составе

связующего полиэтилгидросилоксан, причем уменьшение концентрации полиэтилгидросилоксана ведет к увеличению влажности материала. Образцы, содержащие в составе связующего в качестве гидрофобизатора полиметилфенилсилоксан марки ПФМС-4, обладают в среднем более высоким показателем влажности, чем материалы, содержащие в составе связующего полиэтилгидросилоксан.

Наименьшим значением сорбционной влажности (14,4 %) обладают образцы гибкого волокнистого ТЗИМ на основе стекловолокна с применением связующего на основе смолы марки Фенотам Н210М, содержащие в качестве гидрофобизатора полиэтилгидросилоксан. Уменьшение содержания полиэтилгидросилоксана в составе связующего в 3 раза приводит к увеличению значения сорбционной влажности до 41,5 %. Использование полиметилфенилсилоксана в качестве гидрофобизатора с той же концентрацией также приводит к увеличению значения сорбционной влажности до 25,4 %. Следует отметить, что образцы гибкого волокнистого ТЗИМ, полученные с применением связующего на основе смолы марки КМФ-С, характеризуются повышенным значением сорбционной влажности 98,8 %. Данный результат можно объяснить большим влагопоглощением смолы марки КМФ-С по сравнению со смолой марки Фенотам Н210М.

Экспериментальные образцы ТЗИМ на основе стекловолокна с применением в качестве основных компонентов связующих натриевое и калиевое жидкие стекла с добавлением в качестве гидрофобизатора полиметилфенилсилоксана марки ПФМС-4 показали неудовлетворительные механические и гидрофобные свойства. Низкие значения упругости и предела прочности на разрыв связаны с высокой хрупкостью тонких пленок жидких стекол. А низкие гидрофобные свойства связаны с высоким влагопоглощением непосредственно самих жидких стекол.

Таким образом, в результате исследований плотности, физико-механических (гибкость, упругость и предел прочности при растяжении) и гидрофобных (влажность и сорбционная влажность) свойств образцов гибких

волокнистых ТЗИМ низкой плотности, показано, что наилучшим комплексом свойств обладают образцы ТЗИМ, полученные с применением связующего на основе карбамидомодифицированной ФФ смолы марки Фенотам Н210М с добавлением гидрофобизирующей жидкости марки 136-41 в качестве гидрофобизатора. Образцы, полученные из стекловолокна с применением связующего на основе смолы марки Фенотам Н210М с добавлением гидрофобизирующей жидкости марки 136-41, примерно на 20 % уступают по прочности материалу Microlite AA blankets, но при этом более чем в 3,5 раза превосходят его по показателям влажности и влагопоглощения, а по остальным свойствам не уступает импортному аналогу. При этом образцы ТЗИМ, полученные из кварцевого волокна с применением связующего на основе смолы марки Фенотам Н210М и добавлением гидрофобизирующей жидкости марки 136-41, не уступают материалу Microlite AA blankets по плотности и физико-механическим свойствам, а по гидрофобным свойствам превосходят его. Также можно сказать, что образцы ТЗИМ, полученные с применением связующего на основе смолы марки Фенотам Н210М с добавлением гидрофобизирующей жидкости марки 136-41, по плотности и физико-механическим свойствам не уступают отечественному аналогу – материалу АТМ-1, а по гидрофобным свойствам превосходят его [144].

Также показано, что применение калиевого и натриевого жидких стекол в качестве основы связующего нецелесообразно, так как полученные экспериментальные образцы теплозвукоизоляционных материалов обладают низкими физико-механическими свойствами и высоким влагопоглощением. Применение жидких стекол в качестве основы для связующего потенциально возможно только при условии их модификации полимерными добавками [145].

По результатам проведенных исследований была разработана технологическая инструкция ТИ 1.595-29-1693-2023 «Изготовление связующего марки ВС-74 для теплозвукоизоляционных материалов на основе стеклянных и керамических волокон».

Также на связующее марки ВС-74 были разработаны технические условия

ТУ 20.16.56-132-07545412-2023 «Связующее марки ВС-74 для теплозвукоизоляционных материалов на основе стеклянных и керамических волокон. Технические условия».

Связующее марки ВС-74 содержит в своем составе: аммиак водный, карбамидомодифицированную ФФ смолу марки Фенотам Н210М, ацетон, жидкость гидрофобизирующую 136-41, кислоту борную, воду дистиллированную. Смола марки Фенотам Н-210М обеспечивает трехмерную каркасную структуру ТЗИМ. Аммиак водный и ацетон обеспечивают стабилизацию связующего и увеличивают срок годности связующего. Также аммиак способствует нейтрализации избыточного формальдегида в смоле. Борная кислота в составе связующего обеспечивает нейтрализацию щелочи, входящую в состав смолы, кроме того борная кислота обладает бактерицидными свойствами. Жидкость гидрофобизирующая 136-41 уменьшает влагопоглощение и водопоглощение ТЗИМ.

Связующее марки ВС-74 получают последовательным смешением смолы марки Фенотам Н210М, аммиака водного, ацетона, водного раствора борной кислоты, воды дистиллированной и водной эмульсии, содержащей жидкость гидрофобизирующую 136-41.

Преимуществом связующего марки ВС-74 по сравнению с аналогами является увеличенный в 2-3 раза срок годности. Кроме того, данное связующее не требует дополнительного перемешивания в процессе производства ТЗИМ.

5.4 Выводы к главе 5

В результате проведенных исследований плотности, гибкости, упругости, влажности, сорбционной влажности в течение 30 суток и предела прочности при растяжении показано, что наилучшим комплексом свойств обладают образцы ТЗИМ, полученные с применением связующего на основе карбамидомодифицированной ФФ смолы марки Фенотам Н210М и добавлением полиэтилгидросилоксана (гидрофобизирующей жидкости марки 136-41) в качестве гидрофобизатора.

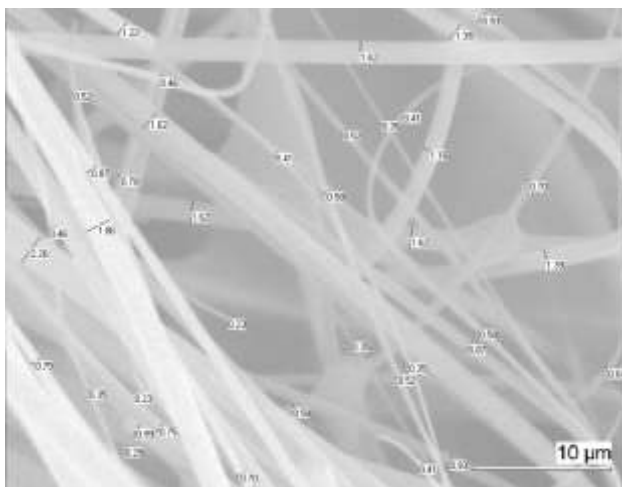
Разработаны технологическая инструкция ТИ 1.595-29-1693-2023 «Изготовление связующего марки ВС-74 для теплозвукоизоляционных материалов на основе стеклянных и керамических волокон» и технические условия ТУ 20.16.56-132-07545412-2023 «Связующее марки ВС-74 для теплозвукоизоляционных материалов на основе стеклянных и керамических волокон. Технические условия».

ГЛАВА 6. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАВИСИМОСТИ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ ОТ ПЛОТНОСТИ ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ

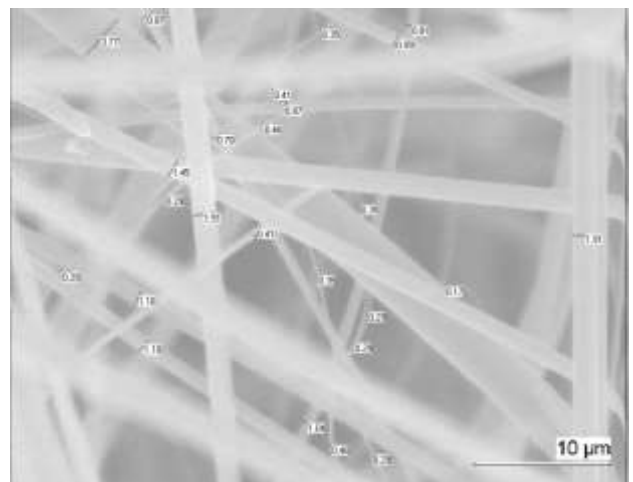
В рамках данной работы с целью исследования зависимости коэффициента теплопроводности от плотности ВМ были изготовлены следующие образцы:

- ВМ на основе стекловолокна типа Е с диаметром 0,2-4,3 мкм без связующего;
- ВМ на основе стекловолокна типа Е с диаметром 0,2-4,3 мкм с применением связующего марки ВС-74;
- ВМ на основе кварцевого волокна диаметром 0,5-5,5 мкм с применением связующего марки ВС-74.

Методом СЭМ была исследована микроструктура данных образцов ВМ. Результаты исследований представлены на рисунках 33-35.

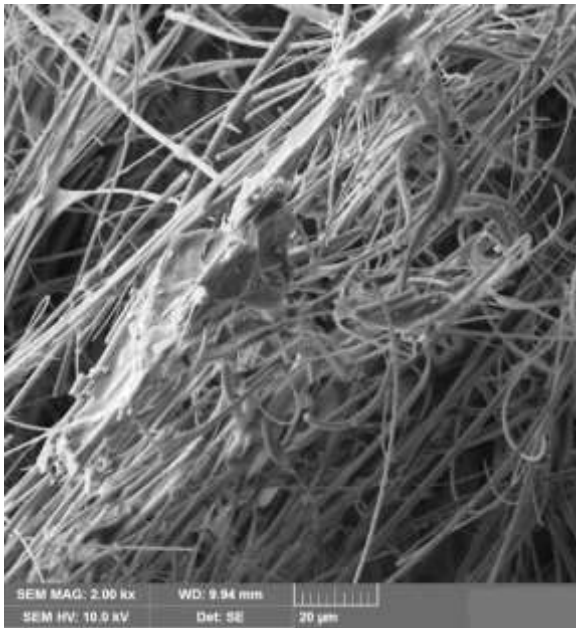


а

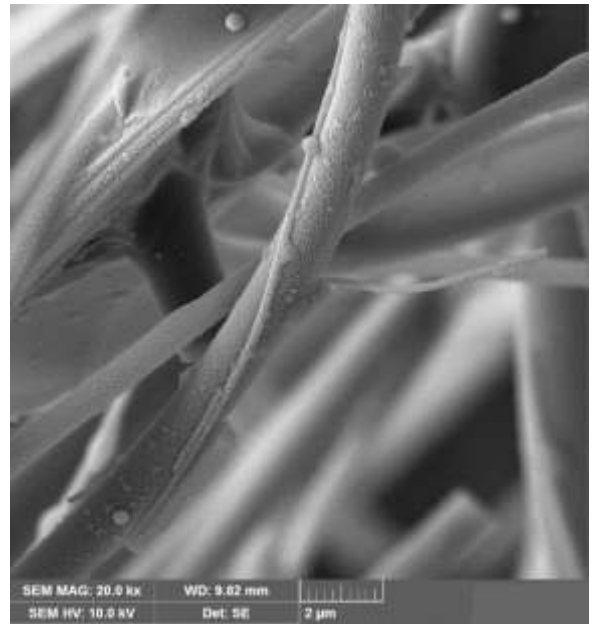


б

Рисунок 33 – Микроструктура ВМ на основе стекловолокна типа Е без связующего

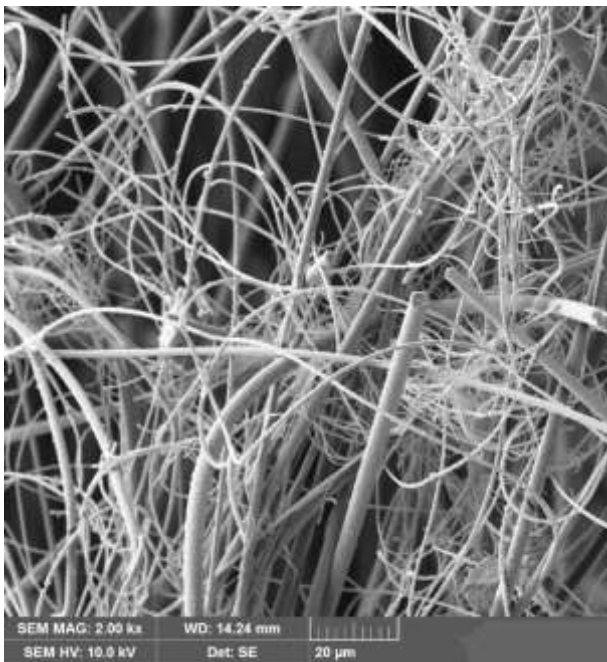


а

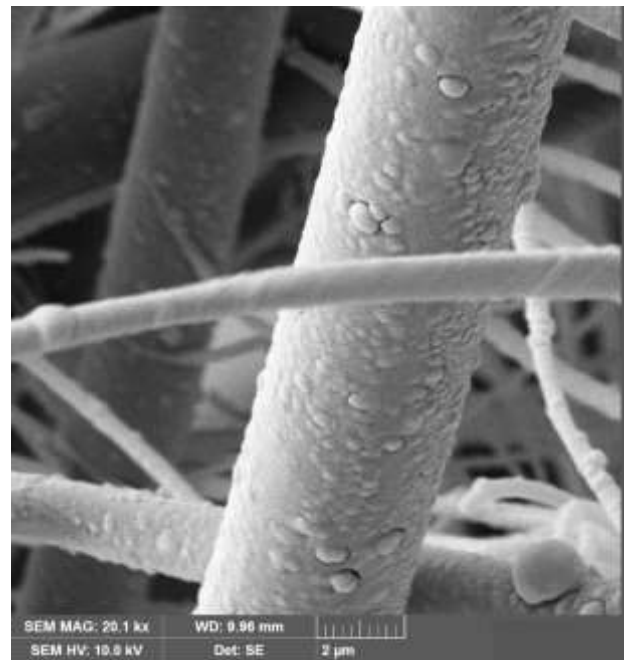


б

Рисунок 34 – Микроструктура ВМ на основе стекловолна типа Е с применением связующего марки ВС-74



а



б

Рисунок 35 – Микроструктура ВМ на основе кварцевого волокна с применением связующего марки ВС-74

Измерение коэффициента теплопроводности образцов ВМ проводились при трех значениях температуры (0 °С, 30 °С, 70 °С) и различных плотностях ВМ при

разнице температур лицевых граней образцов 20 °С. Результаты измерений приведены на рисунках 36-38.

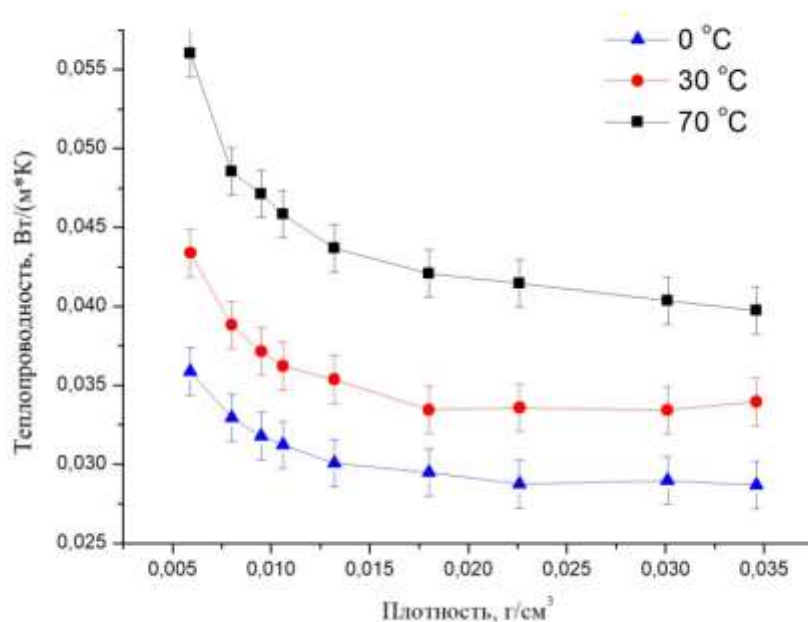


Рисунок 36 – График зависимости коэффициента теплопроводности от плотности ВМ на основе стекловолокна типа Е без связующего

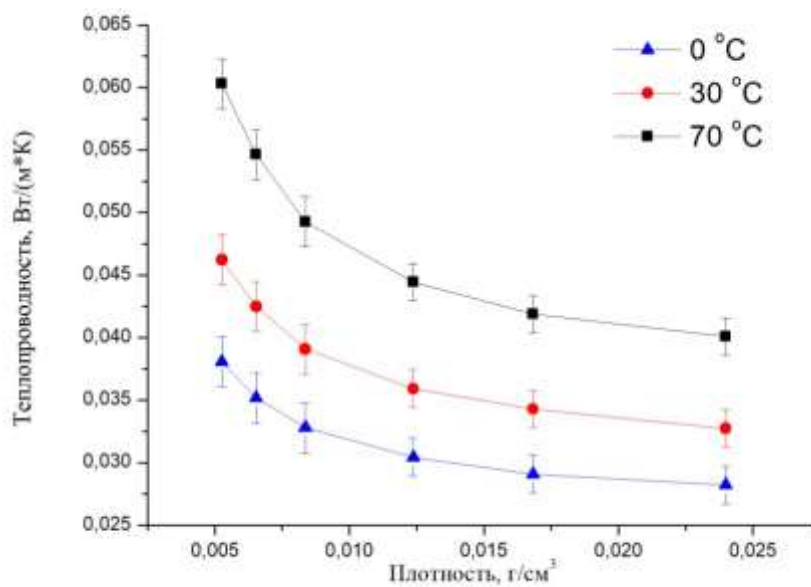


Рисунок 37 – График зависимости коэффициента теплопроводности от плотности ВМ на основе стекловолокна типа Е с применением связующего марки ВС-74

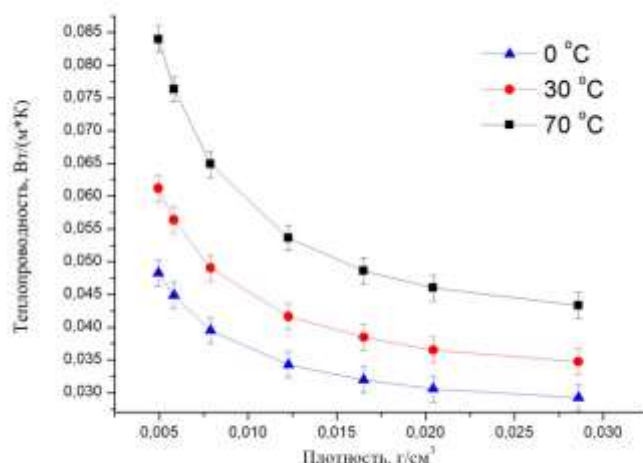


Рисунок 38 – График зависимости коэффициента теплопроводности от плотности ВМ на основе кварцевого волокна с применением связующего марки ВС-74

Как видно из графиков, приведенных на рисунках 36-38 при повышении температуры теплопроводность образцов ВМ увеличивается. В свою очередь, увеличение плотности в диапазоне 5-25 кг/м³ для образцов, содержащих связующее, и в диапазоне плотностей 5-20 кг/м³ для образцов, полученных без применения связующего, приводит к уменьшению теплопроводности. Это связано с весомым вкладом конвективной составляющей теплопроводности в процесс теплопередачи.

При достижении плотности 9 кг/м³ для образцов на основе стекловолокна и 13 кг/м³ для образцов на основе кварцевого волокна значения коэффициента теплопроводности приобретают значения, удовлетворяющие требованиям современного авиастроения.

Следует отметить, что в образцах на основе стекловолокна в диапазоне плотностей 5-15 кг/м³, коэффициент теплопроводности выше у образцов ВМ, полученных с применением связующего, чем у образцов, полученных без применения связующего. Данный эффект можно объяснить наличием теплопроводящих «мостиков» из связующего, которые способствуют увеличению кондуктивной составляющей теплопроводности в образцах ВМ, полученных с применением связующего, по сравнению с образцами ВМ, полученными без применения связующего, где подобные мостики «отсутствуют» рисунки 36 и 37.

В диапазоне плотностей 15-25 кг/м³ коэффициенты теплопроводности приобретает примерно одинаковые значения в образцах ВМ на основе стекловолокна, полученных с применением связующего и без связующего (рисунки 36-37). Данный результат можно объяснить двумя эффектами. С одной стороны, в образцах ВМ, полученных без применения связующего увеличивается количество контактов типа «волокно-волокно», которые приводят к увеличению кондуктивной составляющей теплопроводности. С другой стороны, в образцах ВМ на основе стекловолокна, полученных с применением связующего, за счет наличия связующего, которое занимает дополнительный объем материала, уменьшается диаметр пор внутри материала, что приводит к уменьшению конвективной составляющей теплопроводности, по сравнению с образцами, полученными без применения связующего. Также в отличие от образцов ВМ на основе стекловолокна, полученных без применения связующего, в образцах со связующим между волокнами образуются контакты типа «волокно-смола-волокна», а так как теплопроводность монолитного Е-стекла составляет 0,8-1,35 Вт/(м·К) при 20 °С, а монолитных ФФ смол 0,15-0,25 Вт/(м·К) при 20 °С, то данный эффект может вести к уменьшению кондуктивной составляющей в образцах ВМ со связующим по сравнению с образцами ВМ без связующего.

Похожий эффект наблюдается у образцов ВМ на основе кварцевого волокна, полученных с применением связующего. В диапазоне плотностей 5-25 кг/м³ коэффициент теплопроводности в образцах ВМ на основе кварцевого волокна выше, чем у образцов ВМ на основе стекловолокна (рисунки 37-38). Данный результат можно объяснить сочетанием нескольких факторов. Во-первых, связующее в образцах ВМ на основе кварцевого волокна образует дополнительные теплопроводящие «мостики» типа «волокно-смола-волокно» (рисунок 35), которые увеличивают кондуктивную составляющую теплопроводности. Во-вторых, размерный эффект кварцевого волокна (средний диаметр кварцевого волокна на 2 мкм больше, чем у стекловолокна), что также приводит к увеличению кондуктивной и конвективной составляющих теплопроводности по сравнению со стекловолокном. В-третьих,

теплопроводность стекла ниже ($0,8-1,35 \text{ Вт/(м·К)}$ при 20°C), чем теплопроводность кварца ($1,38 \text{ Вт/(м·К)}$ при 20°C), что объясняется более сильным рассеянием фононов на примесях в стекле по сравнению с рассеянием фононов на чистом оксиде кремния в кварце. Но в диапазоне плотностей $25-30 \text{ кг/м}^3$ в образцах ВМ на основе кварцевого волокна коэффициент теплопроводности приобретает примерно те же значения, что и в образцах на основе стекловолокна. Также как и в предыдущем случае, данный эффект можно объяснить тем, что за счет наличия связующего в материале уменьшается диаметр пор внутри материала, что ведет к уменьшению конвективной составляющей теплопроводности, а также наличием контактов типа «волокно-смола-волокна», которые уменьшают кондуктивную составляющую теплопроводности по сравнению с образцами ВМ, полученными без использования связующего.

Важно отметить, что применение стационарного метода плоского слоя обеспечило высокую точность измерений, несмотря на присущие ему ограничения, связанные с продолжительностью достижения теплового равновесия. Полученные экспериментальные данные имеют существенное значение для разработки математических моделей, описывающих процессы теплопередачи в волокнистых средах.

Особый интерес представляют выявленные нелинейные зависимости, которые указывают на наличие оптимальных значений плотности, обеспечивающих минимальную теплопроводность материала. Эти результаты согласуются с современными представлениями о механизмах теплопереноса в пористых средах.

Полученные результаты имеют важное прикладное значение для создания эффективных теплоизоляционных материалов, используемых в авиационной и космической технике. Полученные результаты вносят существенный вклад в развитие методов прогнозирования теплофизических свойств волокнистых композитов и могут служить основой для дальнейших теоретических и экспериментальных исследований.

Выводы к главе 6

Проведенное исследование позволило выявить ключевые закономерности влияния наличия связующего, плотности и температуры на коэффициент теплопроводности ВМ низкой плотности.

Показано, что увеличение температуры ведет к увеличению теплопроводности ВМ, а увеличение плотности в диапазоне 5-25 кг/м³ для образцов, содержащих связующее, и в диапазоне плотностей 5-20 кг/м³ для образцов, полученных без применения связующего, приводит к уменьшению теплопроводности.

Определены значения плотности, ниже которых происходит значительное ухудшение теплозащитных свойств ВМ (9 кг/м³ для ВМ на основе стекловолокна и 13 кг/м³ для ВМ на основе кварцевого волокна).

Показано что при низких плотностях 5-15 кг/м³ для образцов на основе стекловолокна наличие связующего приводит к увеличению теплопроводности в материале, а в диапазоне значений плотности 15-25 кг/м³, наличие связующего не влияет на значение коэффициента теплопроводности. Такой же эффект наблюдается и в образцах ВМ на основе кварцевого волокна, только в диапазонах значений плотности 5-25 кг/м³ и 25-30 кг/м³ соответственно.

ГЛАВА 7. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ГИБКОГО ВОЛОКНИСТОГО ТЕПЛОЗВУКОИЗОЛЯЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НИЗКОЙ ПЛОТНОСТИ И ИССЛЕДОВАНИЕ ЕГО ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ

7.1 Исследование влияния режимов нанесения связующего на плотность, физико-механические и гидрофобные свойства гибкого ТЗИМ низкой плотности на основе стекловолокна

С целью исследования влияния режимов нанесения связующего на плотность, физико-механические и гидрофобные свойства гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности на основе стекловолокна были изготовлены следующие образцы теплозвукоизоляционных материалов с применением связующего марки ВС-74 при различных режимах его нанесения:

- образцы гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности, полученные при комнатной температуре (20 ± 5 °С) с расходом связующего 10 мл на 1 г стекловолокна (образец 1);
- образцы гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности, полученные при комнатной температуре (20 ± 5 °С) с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна (образец 2);
- образцы гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности, полученные при комнатной температуре (20 ± 5 °С) с расходом связующего 40 мл на 1 г стекловолокна (образец 3);
- образцы гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности, полученные при температуре 60 ± 5 °С, с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна (образец 4).

Проведены исследования по ГОСТ 17177-94 плотности, упругости, гибкости, предела прочности при растяжении, влажности и сорбционной влажности (влагопоглощения) в течении 30 суток образцов гибких волокнистых ТЗИМ низкой плотности, полученных при различных режимах нанесения

связующего. Результаты исследований представлены в таблице 6.

Таблица 6 – Результаты исследования плотности, физико-механических и гидрофобных свойств образцов гибких волокнистых ТЗИМ низкой плотности, полученных при различных режимах нанесения связующего марки ВС-74, и их сравнение с материалами марок Microlite AA blankets и АТМ-1

Состав материала	Плотность, кг/м ³	Упругость, %	Гибкость (наименьший радиус изгиба), мм	Предел прочности при растяжении, кПа	Влажность, %	Сорбционная влажность, %
Образец 1	$8,6 \pm 0,4$	$83,3 \pm 2,1$	15	–	$0,8 \pm 0,2$	$11,3 \pm 3,2$
Образец 2	$9,0 \pm 0,3$	$93,0 \pm 2,0$	15	$1,30 \pm 0,11$	$0,3 \pm 0,1$	$16,6 \pm 3,0$
Образец 3	$9,5 \pm 0,3$	$88,9 \pm 1,7$	30	$1,35 \pm 0,25$	$0,6 \pm 0,1$	$37,8 \pm 4,5$
Образец 4	$10,8 \pm 0,5$	$89,5 \pm 2,5$	30	–	$0,5 \pm 0,2$	$18,7 \pm 3,5$
Microlite AA blankets	$9,6 \pm 0,9$	$93,5 \pm 1,5$	15	$1,80 \pm 0,06$	$2,0 \pm 0,3$	$72,6 \pm 6,4$
АТМ-1	$9,8 \pm 0,2$	$87,7 \pm 1,9$	15	–	$2,0 \pm 0,3$	$30,0 \pm 5,3$

Полученные результаты показывают, что наблюдается тенденция увеличения средней плотности ТЗИМ с увеличением расхода связующего. Данный эффект обусловлен увеличением массы материала за счет увеличения содержания отвержденного связующего при малом изменении объема материала. Высокая плотность материала, полученного при 60 °С, обусловлена необходимостью создания более низкого давления в камере волокноосаждения для более быстрой высадки материала по сравнению с получением образцов материала при комнатной температуре. Необходимость увеличения скорости высадки материала при 60 °С возникла ввиду быстрой поликонденсации связующего при повышенной температуре, которая препятствовала скреплению стеклянных волокон между собой посредством связующего. Также увеличение скорости полимеризации связующего за счет повышения температуры препятствует равномерной пропитке по всему объему материала, практически все

связующее полимеризуется на поверхности слоя стекловолокна. Следует отметить, что один из образцов ТЗИМ, полученный при повышенной температуре, плотностью $11,5 \text{ кг/м}^3$ не соответствует современным требованиям авиастроения.

Гибкость образцов определяли методом намотки материала на цилиндры различного диаметра по наименьшему радиусу изгиба по ГОСТ 17177-94. Установлено, что наименьший радиус изгиба образцов гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности составляет 15 мм для образцов, изготовленных при комнатной температуре с расходом связующего 10 мл и 20 мл на 1 г стекловолокна. Также установлено, что наименьший радиус изгиба для образцов, изготовленных при комнатной температуре с расходом связующего 40 мл на 1 г стекловолокна, и образцов, изготовленных при температуре 60°C с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, составляет 30 мм. Увеличение радиуса изгиба в образцах связано с образованием хрупкого слоя из отвержденной смолы между слоями из стекловолокна. Образование хрупкого слоя при увеличении расхода связующего до 40 мл на 1 г стекловолокна связано с избытком смолы в конечном материале. В случае повышения температуры при высадке материала, связующее ввиду ускоренной полимеризации смолы не в состоянии пропитать материал по всему объему, что приводит к возникновению избытка отвержденной смолы на поверхности слоя из стекловолокна. Также повышение температуры препятствует скреплению стекловолокна посредством связующего, что является дополнительным фактором, приводящим к увеличению радиуса изгиба. Следует отметить, что увеличение радиуса изгиба (уменьшение гибкости) может привести к дополнительным неудобствам при монтаже материала в изделие.

Также в результате проведенных исследований установлено, что максимальной упругостью (среднее значение $93,0 \%$) обладают образцы ТЗИМ, полученные при комнатной температуре с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна. Полученный результат свидетельствует об образовании в образцах материала равномерной трехмерной каркасной структуры. В образцах нет недостатка связующего, как в образцах материала, полученных при расходе

связующего 10 мл на 1 г стекловолокна, так и избытка связующего, как в образцах, полученных при расходе связующего 40 мл на 1 г стекловолокна. Также в образцах, полученных при комнатной температуре с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, наблюдается скрепление стеклянных волокон посредством связующего и не наблюдается локальных избытков и недостатков связующего, как в образцах материала, полученных при температуре 60 °С.

Из полученных результатов можно сделать вывод, что увеличение объема связующего с 20 мл до 40 мл на 1 г стекловолокна практически не влияет на прочность материала, но с другой стороны увеличение объема связующего негативно скажется на конечной цене материала, плотности и упругости. Испытания на определение предела прочности образцов ТЗИМ, полученных при комнатной температуре с расходом связующего 10 мл на 1 г стекловолокна, и образцов ТЗИМ, полученных при температуре 60 °С, с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, провести не удалось, так как данные образцы разрушаются в руках при минимальном воздействии. Что говорит о невозможности применения данных режимов в производстве.

Наименьшим значением влажности (среднее значение 0,3 %) обладают образцы ТЗИМ, полученные при комнатной температуре с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна. Данный результат обусловлен оптимальным количеством связующего в материале, а также с его равномерным распределением по объему материала. В образцах ТЗИМ, полученных при комнатной температуре с расходом связующего 10 мл на 1 г стекловолокна, наблюдается максимальное среднее значение влажности, которое составляет 0,8 %. Данное значение влажности обусловлено недостаточной гидрофобизацией материала ввиду недостаточного количества гидрофобизатора в материале, и основное поглощение влаги при относительной влажности 42 % приходится непосредственно на стеклянные волокна. В образцах, полученных при комнатной температуре с расходом связующего 40 мл на 1 г стекловолокна, (среднее значение влажности 0,6 %) основное поглощение влаги приходится на избыток связующего. В образцах, полученных при температуре 60 °С с расходом

связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, повышенное значение влажности (0,5 %) по сравнению с образцами, полученными при комнатной температуре с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, обусловлено неравномерностью нанесения связующего по объему материала.

Результаты исследования сорбционной влажности показывают, что набор массы в образцах ТЗИМ при высоком значении относительной влажности (порядка 98 %) и длительной экспозиции (в течение 30 суток), в первую очередь, зависит от количества связующего в материале. Наименьшим значением сорбционной влажности (11,3 %) обладают образцы, полученные при расходе связующего 10 мл на 1 г стекловолокна. Наибольшее значение сорбционной влажности (37,8 %) соответствует образцам, полученным при расходе связующего 40 мл на 1 г стекловолокна. Однородность распределения связующего по объему образца практически не влияет на величину сорбционной влажности. Для образцов ТЗИМ, полученных при температуре 60 °С с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, и образцов ТЗИМ, полученных при комнатной температуре с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, средние значения сорбционной влажности находятся примерно на одном уровне и составляют 18,7 % и 16,6 %, соответственно.

Следует отметить, что образцы гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности, полученные с применением связующего ВС-74 при комнатной температуре (20 ± 5 °С) с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, примерно на 20 % уступают по прочности материалу Microlite AA blankets, но при этом более чем в 3 раза превосходят его по показателям влажности и влагопоглощения, а по остальным свойствам не уступает импортному аналогу. Также, следует отметить, что данные образцы по своим характеристикам не уступают ТЗИМ марки АТМ-1, а по гидрофобным свойствам превосходят его.

По результатам проведенных исследований был выбран режим нанесения связующего: объемный расход связующего 20 мл на 1 г стекловолокна и температура нанесения связующего на стекловолокно 20 ± 5 °С.

7.2 Исследование влияния режимов отверждения связующего на сорбционную влажность и потерю массы при нагревании. Разработка технологии изготовления ТЗИМ марки ВТИ-29.

С целью исследования влияния режимов отверждения на сорбционную влажность и потерю массы при нагревании были изготовлены образцы ТЗИМ при различных температурах и временах отверждения связующего ВС-74. Температура отверждения связующего варьировалась от 150 °С до 180 °С при временах выдержки 50 мин и 150 мин. Испытания полученных образцов на потерю массы при температуре 70 °С в течение 168 ч проводили в соответствии с ГОСТ 2678-94. Испытания на сорбционную влажность (влагопоглощение) в течение 30 суток проводили в соответствии с ГОСТ 17177-94. Результаты испытаний на потерю массы при температуре 70 °С в течение 168 ч и на сорбционную влажность (влагопоглощение) в течение 30 суток представлены в таблице 7.

Таблица 7 – Результаты испытания на потерю массы и сорбционную влажность образцов ТЗИМ, полученных при различных режимах отверждения связующего.

Режим	Потеря массы, %	Сорбционная влажность, %
Выдержка при 150 °С в течение 50 мин	$0,32 \pm 0,01$	$35,1 \pm 3,5$
Выдержка при 150 °С в течение 150 мин	$0,29 \pm 0,01$	$28,7 \pm 3,2$
Выдержка при 160 °С в течение 50 мин	$0,26 \pm 0,01$	$25,6 \pm 2,8$
Выдержка при 160 °С в течение 150 мин	$0,24 \pm 0,01$	$22,5 \pm 2,1$
Выдержка при 170 °С в течение 50 мин	$0,25 \pm 0,01$	$28,2 \pm 3,6$
Выдержка при 170 °С в течение 150 мин	$0,25 \pm 0,01$	$22,9 \pm 2,5$
Выдержка при 180 °С в течение 50 мин	$0,26 \pm 0,01$	$31,4 \pm 2,2$
Выдержка при 180 °С в течение 150 мин	$0,26 \pm 0,01$	$33,9 \pm 3,7$

Из таблицы 7 видно, что наименьшими значениями потери массы (0,24 %) и сорбционной влажности (22,5 %) обладают образцы ТЗИМ, полученные при температуре 160 °С с выдержкой в течение 150 мин. Полученные образцы по потере массы при температуре 70 °С в течение 168 ч не уступают импортному аналогу – материалу Microlite AA blankets, а по значению сорбционной влажности превосходят его примерно в 3 раза. Образцы, полученные при температуре 150 °С, показали повышенные показатели по потере массы и сорбционной влажности. Данный результат можно объяснить тем, что полимеризация связующего в образцах ТЗИМ при данной температуре прошла не полностью и в образцах остались легколетучие компоненты, содержащиеся в связующем. Повышенные показатели сорбционной влажности образцов, полученных при температуре 180 °С, могут свидетельствовать либо о начале деструкции отвержденного связующего, либо об испарении части гидрофобизатора при данной температуре.

В результате проведенных исследований был выбран режим отверждения связующего в материале: температура отверждения 160 °С с выдержкой в течение 150 мин.

На основе проведенных исследований была разработана нормативная документация на гибкий волокнистый ТЗИМ на основе стекловолокна: ТИ 1.595-29-1797-2024 «Изготовление гибкого теплозвукоизоляционного волокнистого материала марки ВТИ-29 на основе стекловолокна» и ТУ 23.99.19-204-07545412-2024 «Гибкий теплозвукоизоляционный волокнистый материал марки ВТИ-29 на основе стекловолокна».

Исходными компонентами для гибкого волокнистого ТЗИМ марки ВТИ-29 являются стекловолокно типа Е и связующее марки ВС-74. ТЗИМ марки ВТИ-29 получают на экспериментальной установке для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон путем послойного аэрационного осаждения стекловолокна и его пропитки связующим марки ВС-74 с последующим отверждением связующего при температуре 160 °С. Принципиальная схема получения ТЗИМ марки ВТИ-29 представлена на рисунке 39.



Рисунок 39 – Принципиальная схема получения гибкого волокнистого ТЗИМ марки ВТИ-29 на основе стекловолокна

По результатам проведенных работ подана заявка на изобретение № 2024130034 от 04.10.2024 г. на гибкий теплозвукоизоляционный волокнистый материал. Разработанный ТЗИМ марки ВТИ-29 включен в спецификацию перспективного воздушного судна.

7.3 Исследование эксплуатационных свойств ТЗИМ марки ВТИ-29

С целью исследования эксплуатационных свойств были изготовлены образцы ТЗИМ марки ВТИ-29. Также были исследованы образцы аналогов материала ВТИ-29 – ТЗИМ Microlite AA blankets фирмы Johns Manville International Inc. (США) и отечественный ТЗИМ марки АТМ-1.

Были определены следующие характеристики образцов:

- плотность в соответствии с методикой из ГОСТ 17177-94;
- коэффициент теплопроводности в соответствии с методикой из ГОСТ 7076-99;
- потери массы после выдержки в течение 168 ч при температуре 70 °С в соответствии с методикой из ГОСТ 2678-94;
- коэффициент звукопоглощения в соответствии с методикой из ISO 10534-2;

- сорбционная влажность после выдержки в течение 30 суток при температуре $(22 \pm 5)^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха 98% в соответствии с ГОСТ 17177-94;
- время остаточного горения в соответствии с НЛГ-25 приложение F часть VI;
- длина прогорания в соответствии с НЛГ-25 приложение F часть VI.

Результаты исследований плотности, коэффициента звукопоглощения, коэффициента теплопроводности, потери массы после выдержки в течение 168 ч при температуре 70°C , сорбционной влажности после выдержки в течение 30 суток при температуре $(22 \pm 5)^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха 98 % образцов ТЗИМ низкой плотности марки ВТИ-29 представлены в таблице 8.

Таблица 8 – Основные эксплуатационные характеристики образцов ТЗИМ низкой плотности марки ВТИ-29 и их сравнение с материалами марок Microlite AA blankets и АТМ-1.

Характеристики	Материал ВТИ-29	Зарубежный аналог - теплозвукоизоляционный материал Microlite AA blankets фирмы Johns Manville International Inc. (США)	Отечественный аналог - теплозвукоизоляционный материал АТМ-1
Плотность, кг/м^3	$9,0 \pm 0,6$	$9,60 \pm 0,96$	$9,8 \pm 0,2$
Коэффициент теплопроводности, $\text{Вт/м}\cdot\text{К}$	$0,050 \pm 0,002$ (при 100°C)	$0,051 \pm 0,002$ (при 93°C)	$0,047 \pm 0,002$ (при 100°C)
Потеря массы при 70°C и 168 ч выдержки, %	$0,21 \pm 0,03$	$0,24 \pm 0,02$	-
Коэффициент звукопоглощения	0,11-1,00 (в диапазоне частот 125-1600 Гц)*	0,35 (при 250 Гц), 0,75 (при 500 Гц), 0,87 (при 1000 Гц)**	0,05-1,0 (в диапазоне частот 125-1600 Гц)***
Сорбционная влажность (при $22 \pm 5^\circ\text{C}$, $\varphi=98\%$) за 30 сут., %	$22,2 \pm 4,2$	$72,6 \pm 6,4$	$30,0 \pm 5,3$

* - толщина образца 100 мм; ** - толщина образца 90 мм; *** - толщина образца 50 мм

Из таблицы 8 видно, что среднее значение плотности теплозвукоизоляционного материала марки ВТИ-29 составляет $9,0 \text{ кг/м}^3$ и в среднем имеет меньшее значение по сравнению с материалами марок Microlite AA blankets ($9,6 \text{ кг/м}^3$) и АТМ-1 ($9,8 \text{ кг/м}^3$). Меньшее среднее значение плотности материала марки ВТИ-29 достигается за счет равномерного распределения связующего в его объеме (рисунок 40а), которое обеспечивает трехмерную каркасную структуру, как и в материале Microlite AA blankets (рисунок 40б). Следует отметить, что в теплозвукоизоляционном материале АТМ-1 связующее нанесено крайне неравномерно, что можно наблюдать на фотографиях оптической микроскопии (рисунок 40в).

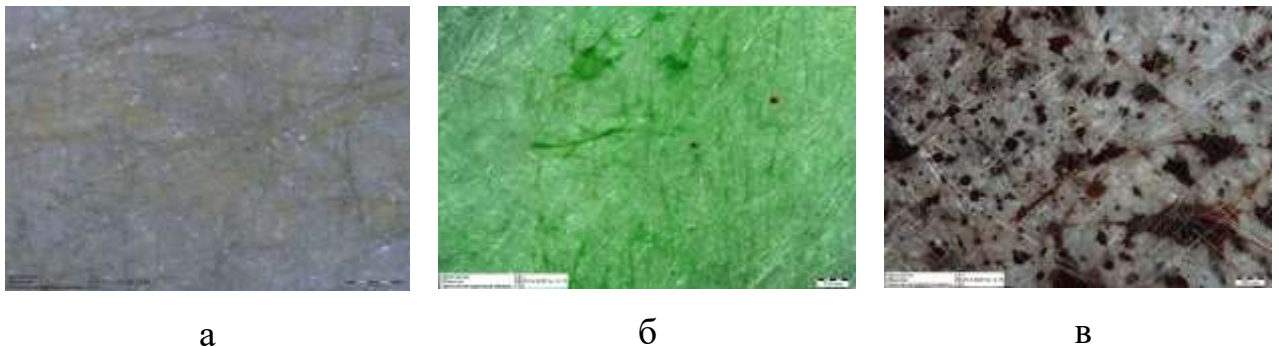


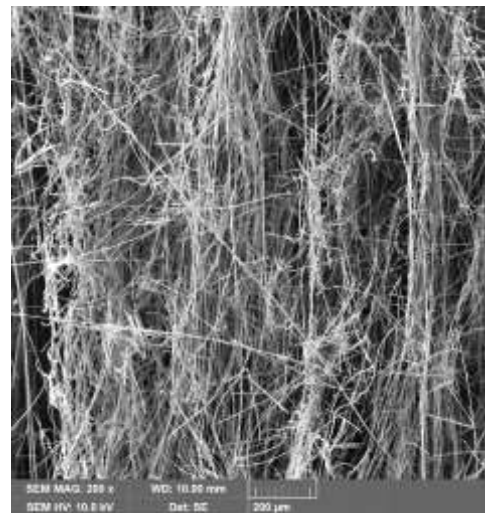
Рисунок 40 – Оптическая микроскопия материалов ВТИ-29 (а), Microlite AA blankets (б) и АТМ-1 (в)

Также уменьшению плотности материала способствует хаотичное расположение волокон в материале ВТИ-29 (рисунок 41а), в свою очередь, материал Microlite AA blankets обладает слоистой структурой, что можно увидеть из микрофотографий сканирующей электронной микроскопии (рисунок 41б).

Установлено, что коэффициент теплопроводности теплозвукоизоляционного материала марки ВТИ-29 составляет $0,050 \text{ Вт/м}\cdot\text{К}$ (при $100 \text{ }^\circ\text{C}$) и также в пределах доверительного интервала находится на одном уровне с материалами марок Microlite AA blankets и АТМ-1, коэффициенты теплопроводности которых составляют $0,051 \text{ Вт/м}\cdot\text{К}$ (при $93 \text{ }^\circ\text{C}$) и $0,047 \text{ Вт/м}\cdot\text{К}$ (при $100 \text{ }^\circ\text{C}$) соответственно.



а



б

Рисунок 41 – Электронная микроскопия структуры материалов ВТИ-29 (а) и Microlite AA blankets (б)

В рамках работы была определена потеря массы образцов ТЗИМ марок ВТИ-29 и Microlite AA blankets с целью определения количества легколетучих компонентов, таких как формальдегид, ацетон и др. Из результатов исследований видно, что потеря массы материала марки ВТИ-29 составляет 0,21 %, а потеря массы материала марки Microlite AA blankets составляет 0,24 %, что свидетельствует об очень низкой токсичности данных теплозвукоизоляционных материалов.

С целью исследования гидрофобных свойств материалов марок ВТИ-29, Microlite AA blankets и АТМ-1 была определена сорбционная влажность после выдержки образцов материалов в течение 30 суток при температуре $(22 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и относительной влажности воздуха 98%. Результаты исследований показывают, что материал марки ВТИ-29 обладает наименьшей сорбционной влажностью (22,2 %) по сравнению с аналогами. Следует особо отметить тот факт, что ТЗИМ марки ВТИ-29 более чем в 3 раза превосходит по этому показателю импортный аналог.

Результаты исследований коэффициента звукопоглощения при разных толщинах ТЗИМ марок ВТИ-29 и АТМ-1 (рисунок 42) в диапазоне частот от 60 Гц до 1600 Гц показывают, что с увеличением толщины ТЗИМ максимум

коэффициента звукопоглощения смещается в область низких частот, что является типичным для волокнистых ТЗИМ [146]. Из рисунка 42 видно, что при толщине материала 25 мм коэффициент звукопоглощения материала марки ВТИ-29 выше, чем у материала АТМ-1. Также следует отметить, что у материала ВТИ-29 при толщине 50 мм коэффициент звукопоглощения на частотах, превышающих 800 Гц, выше, чем у материала АТМ-1. В сравнении с импортным материалом марки Microlite AA blankets толщиной 90 мм материал марки ВТИ-29 обладает большим значением коэффициента звукопоглощения на частотах 500 Гц и 1000 Гц уже при толщине 75 мм. Коэффициенты звукопоглощения для материала марки Microlite AA blankets на частотах 500 Гц и 1000 Гц составляют 0,75 и 0,87 соответственно, а для материала марки ВТИ-29 – 0,87 и 0,96 соответственно, что видно из рисунка 42 и таблицы 8. На частоте 250 Гц коэффициент звукопоглощения материала марки Microlite AA blankets при толщине 90 мм составляет 0,35, а у материала марки ВТИ-29 при толщине 100 мм – 0,7, что позволяет сделать предположение, что на частоте 250 Гц материал ВТИ-29 обладает звукоизоляционными свойствами не хуже, чем материал Microlite AA blankets. Учитывая вышеизложенное, можно сделать вывод, что материал марки ВТИ-29 превосходит по звукоизоляционным свойствам как импортный, так и отечественный аналоги.

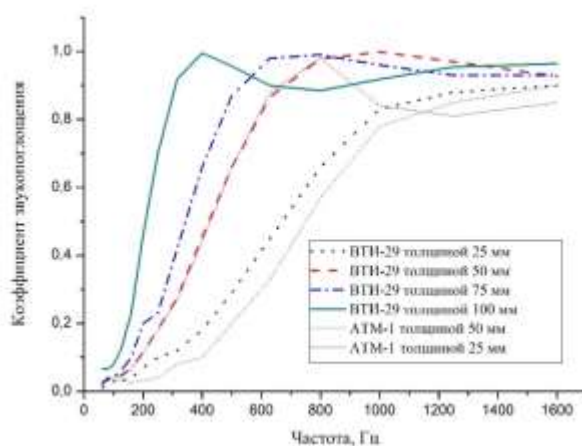


Рисунок 42 – Зависимость коэффициента звукопоглощения от частоты в теплозвукоизоляционных материалах марок ВТИ-29 и АТМ-1 при разных толщинах материалов

Одним из важнейших требований к авиационным тепловозвукоизоляционным материалам является их пожаробезопасность [147, 148]. В таблице 9 представлены результаты испытаний на распространение пламени ТЗИМ марки ВТИ-29 в соответствии с АП-25 приложение F часть VI [149].

Таблица 9 – Результаты испытаний тепловозвукоизоляционного материала марки ВТИ-29 на распространение пламени.

Марка материала	Время остаточного горения, с	Длина прогорания, мм
ВТИ-29	0	15
	0	30
	0	25
Допустимые значения по НЛГ-25 приложение F часть VI	не более 3	не более 51

Из таблицы 9 видно, что материал марки ВТИ-29 полностью соответствует требованиям АП-25 приложения F части VI, в частности время остаточного горения составляет 0 с, а длина прогорания не превышает 30 мм, что свидетельствует о пожаробезопасности материала марки ВТИ-29.

Таким образом, были исследованы основные эксплуатационные свойства образцов ТЗИМ марки ВТИ-29 такие как: плотность, коэффициент звукопоглощения, коэффициент теплопроводности, потеря массы после выдержки в течение 168 ч при температуре 70 °С, сорбционная влажность после выдержки в течение 30 суток при температуре (22 ± 5) °С и относительной влажности воздуха 98%, время остаточного горения и длина прогорания.

В среднем плотность тепловозвукоизоляционного материала ВТИ-29 (9,0 кг/м³) меньше, чем у зарубежного аналога – ТЗИМ марки Microlite AA blankets (9,6 кг/м³) и отечественного аналога – ТЗИМ марки АТМ-1 (9,8 кг/м³), что обеспечивается равномерностью нанесения связующего и хаотичным расположением волокон в объеме материала ВТИ-29.

Коэффициент теплопроводности ТЗИМ марки ВТИ-29 составляет 0,050 Вт/м·К (при 100 °С) и находится на одном уровне с материалами марок Microlite AA blankets и АТМ-1.

Результаты исследований показывают, что материал марки ВТИ-29 обладает наименьшей сорбционной влажностью (22,2 %) по сравнению с импортным и отечественным аналогами. Кроме того, теплозвукоизоляционный материал марки ВТИ-29 более чем в 3 раза превосходит по этому показателю материал марки Microlite AA blankets.

По значению коэффициента звукопоглощения при частотах до 800 Гц материал ВТИ-29 находится примерно на одном уровне с материалами марок Microlite AA blankets и АТМ-1, а при частотах, превышающих 800 Гц, превосходит их.

Материал марки ВТИ-29 полностью соответствует требованиям АП-25 приложения F части VI и является пожаробезопасным [150].

7.4 Выводы к главе 7

По результатам проведенных исследований выбраны режимы нанесения и отверждения связующего марки ВС-74: объемный расход связующего – 20 мл на 1 г стекловолокна, температура нанесения связующего на стекловолокно – 20 ± 5 °С, температура отверждения 160 °С с выдержкой в течение 150 мин.

Показано, что образцы гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности, полученные с применением связующего ВС-74 при комнатной температуре (20 ± 5 °С) с расходом связующего 20 мл на 1 г стекловолокна, примерно на 20 % уступают по прочности материалу Microlite AA blankets, но при этом более чем в 3 раза превосходят его по показателям влажности и влагопоглощения, а по остальным свойствам не уступает импортному аналогу. Также показано, что данные образцы по своим характеристикам не уступают ТЗИМ марки АТМ-1, а по гидрофобным свойствам превосходят его.

Установлено, что образцы ТЗИМ, полученные при температуре отверждения связующего 160 °С с выдержкой в течение 150 мин, по потере массы при

температуре 70 °С в течение 168 ч не уступают импортному аналогу – материалу Microlite AA blankets, а по значению сорбционной влажности превосходят его примерно в 3 раза.

Разработана нормативная документация на гибкий волокнистый ТЗИМ на основе стекловолокна: ТИ 1.595-29-1797-2024 «Изготовление гибкого теплозвукоизоляционного волокнистого материала марки ВТИ-29 на основе стекловолокна» и ТУ 23.99.19-204-07545412-2024 «Гибкий теплозвукоизоляционный волокнистый материал марки ВТИ-29 на основе стекловолокна». Составлена заявка на изобретение № 2024130034 от 04.10.2024 г. на гибкий теплозвукоизоляционный волокнистый материал. Разработанный ТЗИМ марки ВТИ-29 включен в спецификацию перспективного воздушного судна.

Показано, что ТЗИМ марки ВТИ-29 по потере массы при 70 °С и 168 ч выдержки, плотности, теплопроводности, и пожаробезопасным свойствам не уступает материалам марок Microlite AA blankets и АТМ-1. А по сорбционной влажности и коэффициенту звукопоглощения при частотах, превышающих 800 Гц, превосходит их.

ВЫВОДЫ

1. Разработана и изготовлена экспериментальная установка для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон. На разработанную установку получен патент RU 2817837 C1 от 22.04.2024 г. «Устройство для получения нетканого теплоизоляционного материала».

2. Установлена взаимосвязь между структурой и свойствами смол марок Фенотам Н210, Фенотам Н210М, КМФ-С и СФЖ-3024. Показано, что наилучшим комплексом свойств (мелкозернистая структура, способствующая упрочнению; низкие влажность и сорбционная влажность, повышенные адгезия к стеклу и смачиваемость поверхности стекла по сравнению со смолами Фенотам Н210, КМФ-С и СФЖ-3024) обладает карбамидомодифицированная смола Фенотам Н210М, которая может быть использована в качестве основы связующего для получения гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности на основе стекловолокна.

3. Установлены зависимости изменения физико-механических и гидрофобных свойств гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности на основе стекловолокна от состава связующего. В результате исследований плотности, гибкости, упругости, влажности, сорбционной влажности в течение 30 суток и предела прочности при растяжении показано, что наилучшим комплексом свойств обладают образцы ТЗИМ, полученные с применением связующего на основе карбамидомодифицированной ФФ смолы марки Фенотам Н210М и добавлением полиэтилгидросилоксана (гидрофобизирующей жидкости марки 136-41) в качестве гидрофобизатора.

4. Разработаны состав и технология изготовления связующего для скрепления стеклянных волокон ТЗИМ, обеспечивающего высокую гибкость, низкую плотность, пожаробезопасные и гидрофобные свойства. Выпущены технологическая инструкция ТИ 1.595-29-1693-2023 «Изготовление связующего марки ВС-74 для теплозвукоизоляционных материалов на основе стеклянных и

керамических волокон» и технические условия ТУ 20.16.56-132-07545412-2023 «Связующее марки ВС-74 для теплозвукоизоляционных материалов на основе стеклянных и керамических волокон. Технические условия».

5. Установлены зависимости теплофизических свойств волокнистых материалов от плотности и состава материала. Определены значения плотности, ниже которых происходит значительное ухудшение теплоизоляционных свойств ВМ (9 кг/м^3 для ВМ на основе стекловолокна и 13 кг/м^3 для ВМ на основе кварцевого волокна).

6. Разработаны состав и технология изготовления гибкого волокнистого ТЗИМ низкой плотности. Выпущена нормативная документация на гибкий волокнистый ТЗИМ на основе стекловолокна: ТИ 1.595-29-1797-2024 «Изготовление гибкого теплозвукоизоляционного волокнистого материала марки ВТИ-29 на основе стекловолокна» и ТУ 23.99.19-204-07545412-2024 «Гибкий теплозвукоизоляционный волокнистый материал марки ВТИ-29 на основе стекловолокна». Составлена заявка на изобретение № 2024130034 от 04.10.2024 г. на гибкий теплозвукоизоляционный волокнистый материал. Разработанный ТЗИМ марки ВТИ-29 включен в спецификацию перспективного воздушного судна.

7. Показано, что ТЗИМ марки ВТИ-29 по потере массы при 70°C и 168 ч выдержки, плотности, теплопроводности, и пожаробезопасным свойствам не уступает материалам Microlite AA blankets и АТМ-1. А по сорбционной влажности и коэффициенту звукопоглощения при частотах, превышающих 800 Гц, превосходит их.

Благодарности

Автор выражает благодарность к.т.н. Бабашову Владимиру Георгиевичу, Вварик Наталье Мироновне, Шаркалову Александру Алексеевичу, д.т.н. Барботько Сергею Львовичу, Боченкову Михаилу Михайловичу, Блиновой Наталье Николаевне, Морозовой Веронике Сергеевне, к.т.н. Мараховскому Петру Сергеевичу, к.т.н. Пономаренко Сергею Александровичу, Саврицкому Александру Сергеевичу, Куршеву Евгению Васильевичу, Лонскому Станиславу Леонардовичу, Максимову Вячеславу Геннадьевичу, Лешко Степану Сергеевичу за неоценимую помощь в проведении исследований.

Также автор выражает благодарность Бондаренко Александру Сергеевичу и Куянову Равилу Ахмергалиевичу за помощь в разработке экспериментальной установки для аэрационного осаждения стеклянных и керамических волокон.

Автор благодарит рецензентов: к.т.н. Сорокина Олега Юрьевича и к.т.н. Щеголеву Наталью Евгеньевну за объективную критику и важные замечания по диссертационной работе.

Особую благодарность автор выражает научному руководителю к.т.н. Беспалову Александру Сергеевичу за профессиональное и ответственное руководство.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Mouritz, A.P. Introduction to Aerospace Materials / A.P.Mouritz. — Sawston: Woodhead Publishing, 2012. — 636 p. — DOI: 10.2514/4.869198.
2. Гибкий теплозвукоизоляционный волокнистый материал низкой плотности : пат. RU 2641495 C1 РФ / Каблов Е.Н., Ивахненко Ю.А., Бабашов В.Г., Беспалов А.С., Бондаренко А.С., Истомин А.В. ; патентообладатель Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов». — № 2016142842 ; заявл. 01.11.2016 ; опубли. 17.01.2018, Бюл. № 2. — С. 8.
3. Gibson, L.J. Cellular Solids: Structure and Properties / L.J.Gibson, M.F.Ashby. — 2nd ed. — Cambridge: Cambridge University Press, 2014. — 510 p. — DOI: 10.1017/CBO9781139878326.
4. Jin, R. Aerogels for Thermal Protection and Their Application in Aerospace / R.Jin, Z.Zhou, J.Liu, B.Shi // Gels. — 2023. — Vol. 9, № 8. — Art. 606. — DOI: 10.3390/gels9080606.
5. Шульдешов, Е. М. Звукоизоляционные свойства авиационных теплозвукоизоляционных материалов / Е.М.Шульдешов // Труды ВИАМ: Электрон. науч.-технич. журн. — 2019. — № 12. — С. 37-45. — DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-12-37-45.
6. Варрик, Н.М. Термозвукостойкие волокна и теплоизоляционные огнезащитные материалы / Н.М.Варрик // Труды ВИАМ: Электрон. науч.-технич. журн. — 2014. — №6. — Ст. 07. — DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-6-7-7.
7. Wu, F. Multifunctional MXene/C Aerogels for Enhanced Microwave Absorption and Thermal Insulation / F.Wu, P.Hu, F.Hu et al. // Nano-Micro Letters. — 2023. — Vol. 15, № 194. — DOI: 10.1007/s40820-023-01158-7.
8. Revello, E. Potential Application of Phase Change Materials for Battery Thermal Management in Next-Generation Aircraft / E.Revello, M.Boccaccio, F.Acerra, A.Monteverde // Proceedings of the 33rd Congress of the International Council of the Aeronautical Sciences (ICAS 2024). — 2024. — P. 1-14. — URL: https://www.icas.org/icas_archive/icas2024/data/papers/icas2024_0295_paper.pdf.

9. Balo, F. Green Composites in Aviation: Optimizing Natural Fiber and Polymer Selection for Sustainable Aircraft Cabin Materials / F.Balo, L.S.Sua // Preprints. – 2024. – DOI: 10.20944/preprints202409.2321.v1.
10. Babashov, V.G. Heat and insulation material prepared using plant raw material / V.G.Babashov, A.S.Bespalov, A.V.Istomin, N.M.Varrik // Refractories and Industrial Ceramics. – 2017. – Vol. 58, № 2. – P. 208-213. – DOI: 10.1007/s11148-017-0082-3.
11. ICAO Annex 16. Environmental Protection: Aircraft Noise and Emissions. – 9th ed. – Montreal: ICAO, 2022.
12. Johns Manville: официальный сайт [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.jm.com/> (дата обращения: 17.07.2025).
13. Thermal Ceramics: официальный сайт [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.thermalceramics.com/> (дата обращения: 17.07.2025).
14. Hi-Temp Insulation: официальный сайт [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.hi-tempinsulation.com/> (дата обращения: 17.07.2025).
15. Orcon: официальный сайт [Электронный ресурс] – URL: <https://orcon.com/> (дата обращения: 17.07.2025).
16. Steinbach AG: официальный сайт [Электронный ресурс]. – URL: <https://www.steinbach-ag.de/> (дата обращения: 17.07.2025).
17. Паспорт № 537 на авиационный теплозвукоизоляционный материал марки АТМ-1: техн. док. / Всероссийский институт авиационных материалов (ВИАМ). – 1960. – 43 с.
18. Горлов, Ю.П. Технология теплоизоляционных и акустических материалов и изделий: учебник / Ю.П.Горлов – М.: Высшая школа, 1989. – 384 с.
19. Gusyachkin, A.M. Effects of moisture content on thermal conductivity of thermal insulation materials / A.M.Gusyachkin, L.S.Sabitov, A.M.Khakimova, A.Hayrullin // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2019. – Vol. 570, № 1. – Art. 012029. – DOI: 10.1088/1757-899X/570/1/012029.
20. НЛГ-25 Нормы летной годности самолетов транспортной категории : утв. Приказом Росавиации от 27 декабря 2022 г. № 961-П. – Москва: Росавиация, 2022. – 380 с.

21. Allard, J.F. Propagation of Sound in Porous Media: Modelling Sound Absorbing Materials / J.F.Allard, N.Atalla. – 2nd ed. – Chichester: Wiley, 2009. – DOI:10.1002/9780470747339.
22. Branco, C.M. Fatigue behavior of E-glass fiber reinforced phenolic composites / C.M.Branco, K.Eichler, J.M.Ferreira // Theor. Appl. Fract. Mech. – 1994. – Vol. 21, № 1. – P. 45-53. – DOI: 10.1016/0167-8442(94)00002-6.
23. Hydrophobic fiberglass thermal insulation materials: пат. US 10220594 B2 США / Lewis Dill, Chengjun Zhou ; патентообладатели Lewis Dill, Chengjun Zhou. – № 20180022059 ; заявл. 12.05.2016 ; опубл. 05.03.2019. – С. 12.
24. Xiao, Q. Lightweight and hydrophobic silica aerogel/glass fiber composites / Q.Xiao, J.Xue, Y.Meng, Y.Ding // Ceram. Int. – 2024. – Vol. 50, № 24. – DOI: 10.1016/j.ceramint.2024.10.303.
25. Boulvert J., Cavalieri T., Baptista J. et al. Optimally graded porous material for broadband perfect absorption of sound / J.Boulvert, T.Cavalieri, J.Baptista et al. // Journal of Applied Physics. – 2019. – Vol. 126, № 17. – Art. 175101. – DOI: 10.1063/1.5119715.
26. Glass fiber composition : пат. US 6686304 B1 США / Wallenberger F.T. ; патентообладатель PPG Industries Ohio, Inc. – № 09980248 ; заявл. 23.05.2000 ; опубл. 03.02.2004. – С. 13.
27. Glass fiber forming compositions : пат. US 7153799 B2 США / Wallenberger F.T. ; патентообладатель PPG Industries Ohio Inc. – № 20050101470 ; заявл. 17.12.2004 ; опубл. 26.12.2006. – С. 36.
28. High temperature resistant vitreous inorganic fiber : пат. US 6953757 B2 США / Zoitos B.K., Andrejcek M.J., Travis T.N. ; патентообладатель Unifrax I LLC. – № 20030162019 ; заявл. 10.01.2003 ; опубл. 11.10.2005. – С. 15.
29. High temperature glass fibers : пат. US 6809050 B1 США / McGinnis P.B. ; патентообладатель Owens Corning Intellectual Capital LLC. – № 09703234 ; заявл. 31.10.2000 ; опубл. 26.10.2004. – С. 13.
30. High temperature glass fiber insulation : пат. US 8450226 B2 США / Lewis A. ; патентообладатель Glass Inc. – № 20110172077 ; заявл. 18.11.2010 ; опубл. 28.05.2013. – С. 8.

- 31.** Rotary process for making mineral fiber insulation material : пат. US 7856853 B2 США / Evans M.E., Gavin P.M., Dangler P.S., Pellegrin M.T., Holler H.J. ; патентообладатель Owens Corning Intellectual Capital LLC. – № 20070175243 ; заявл. 01.02.2006 ; опубл. 28.12.2010. – С. 7.
- 32.** Стекло для производства стекловолокна : пат. RU 2263639 C1 РФ / Трофимов Н.Н., Трофимов А.Н., Колесов Ю.И., Бейнарович О.Ф., Зуева В.Н., Колесова А.И. ; патентообладатель Открытое акционерное общество "Научно-производственное объединение Стеклопластик". – № 2004130939/03 ; заявл. 22.10.2004 ; опубл. 10.11.2005, Бюл. № 31. – С. 5.
- 33.** Inorganic fiber composition : пат. US 5332699 A США / Olds L.E., Kiemeier W.H. ; патентообладатель Morgan Advanced Materials PLC. – № 08052825 ; заявл. 23.04.1993 ; опубл. 26.07.1994. – С. 14.
- 34.** Inorganic fiber composition : пат. US 5714421 A США / Olds L.E., Kiemeier W.H. ; патентообладатель Manville Corporation. – № 08279527 ; заявл. 25.07.1994 ; опубл. 03.02.1998. – С. 16.
- 35.** Glass compositions for high thermal insulation efficiency glass fibers : пат. US 6107224 A США / Xu X., Harding F.L., Albers M.A. ; патентообладатель Johns Manville. – № 09195673 ; заявл. 19.11.1998 ; опубл. 22.08.2000. – С. 9.
- 36.** High temperature resistant glass fiber : пат. US 6030910 A США / Zoitos B., Atkinson R.E.A., Olson J.R. ; патентообладатель Unifrax I LLC. – № 09133750 ; заявл. 13.08.1998 ; опубл. 29.02.2000. – С. 24.
- 37.** High temperature resistant saline soluble fibres : пат. US 6861381 B1 США / Jubb G.A., Martin J.-L. ; патентообладатель Morgan Advanced Materials PLC. – № 10070595 ; заявл. 24.08.2000 ; опубл. 01.03.2005. – С. 10.
- 38.** Saline soluble inorganic fibres : пат. US 7153796 B2 США / Jubb G.A., Freeman C.J. ; патентообладатель Morgan Advanced Materials PLC. – № 20050233887 ; заявл. 19.01.2005 ; опубл. 26.12.2006. – С. 14.
- 39.** Lightweight glass fiber insulation : пат. US 6294491 B1 США / Fay R.M., Townsend J.C., Harding F.L., Bauer J.F., Russell H.H., III, Xu X. ; патентообладатель Johns Manville. – № 09311511 ; заявл. 13.05.1999 ; опубл. 25.09.2001. – С. 9.

- 40.** Inorganic fiber mat and method for producing the same : пат. JP 2015187316 A Япония / Koderu Kazuo ; патентообладатель Nihon Glass Fiber Industrial Co., Ltd. – № 2014065104 ; заявл. 27.03.2014 ; опубл. 29.10.2015. – С. 10.
- 41.** Огнестойкий слоистый звуко теплоизолирующий материал : пат. RU 2465145 С1 РФ / Сытый Ю.В., Сагомонова В.А., Николаева М.Ф., Максимов В.Г., Бабашов В.Г., Третьякова О.Т. ; патентообладатель Российская Федерация, от имени которой выступает Министерство промышленности и торговли Российской Федерации (Минпромторг России). – № 2011118705/05 ; заявл. 11.05.2011 ; опубл. 27.10.2012, Бюл. № 30. – С. 7.
- 42.** Ширококордюк, В.К. Влияние структурного фактора на теплопроводность эффективных минераловатных теплоизоляционных строительных материалов / В.К.Ширококордюк // Научный журнал КубГАУ. – 2007. – №27(3). – С. 1-5.
- 43.** Liu, K. Pore structure characterization and effective thermal conductivity modeling of fibrous building thermal insulation materials based on X-ray tomography / K.Liu, Y.Wang // International Communications in Heat and Mass Transfer. – 2024. – Vol. 154. – Art. 107410. – DOI: 10.1016/j.icheatmasstransfer.2024.107410.
- 44.** Choudhary, M.K. Effective thermal conductivity of fiberglass insulation / M.K.Choudhary, W.Eastes // International Journal of Applied Glass Science. – 2023. – Vol. 15, № 3. – P. 307-316. – DOI: 10.1111/ijag.16652.
- 45.** Бабашов, В.Г. Оценка анизотропии материала ВТИ-16 путем сопоставления прочности при растяжении образцов, вырезанных в продольном и поперечном направлении / В.Г.Бабашов, В.В.Бутаков, О.В.Басаргин, В.Ю.Никитина, Т.М.Щеглова // Труды ВИАМ. – 2015. – № 7. – С. 9-16. – DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-7-9-9.
- 46.** Liu, X. Influence of fiber topology on anisotropic thermal conduction properties of composite materials: a cross-scale simulation study / X.Liu, Q.Ai, H.Zhou et al. // International Journal of Heat and Mass Transfer. – 2024. – Vol. 222. – Art. 125759. – DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2024.125759.

47. Feng, Y. Acoustic behavior of composites with gradient impedance / Y.Feng, J.Qiao, L.Li // *Materials & Design*. – 2020. – Vol. 193. – Art. 108870. – DOI: 10.1016/j.matdes.2020.108870.
48. Севастьянов, Д.В. Биоморфные композиты: перспективный класс материалов (обзор) / Д.В.Севастьянов, М.И.Дасковский, М.С.Дориомедов, С.Ю.Скрипачев // *Труды ВИАМ*. – 2018. – № 8. – С. 47-60. – DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-8-47-60.
49. Таблицы свойств высокопрочных композитных материалов [Электронный ресурс] // Сайт компании INNER. – 2025. – URL: <https://inner.su/articles/tablitssvoystv-vysokoprochnykh-kompozitnykh-materialov/> (дата обращения: 20.07.2025).
50. Agbogo, V.U. Nanotechnology coatings in the defense and aerospace industry / V.U.Agbogo, E.R.Sadiku, L.Mavhungu et al. // *Next Nanotechnology*. – 2025. – Vol. 5. – Art. 100197. – DOI: 10.1016/j.nxnano.2025.100197.
51. Панин, С.В. Диагностика начальной стадии климатического старения ПКМ по изменению коэффициента диффузии влаги / С.В.Панин, О.В.Старцев, А.С.Кротов // *Труды ВИАМ*. – 2014. – № 7. – С. 9-16. – DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-7-9-9.
52. Мухаметов, Р.Р. Термореактивные связующие для полимерных композиционных материалов (обзор) / Р.Р.Мухаметов, А.П.Петрова // *Авиационные материалы и технологии*. – 2019. – №3. – С. 48-58. – DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-48-58.
53. Истомин, А.В. Придание повышенной огнестойкости теплозвукоизоляционному материалу на основе смеси неорганических и растительных волокон / А.В.Истомин, А.С.Беспалов, В.Г.Бабашов // *Авиационные материалы и технологии*. – 2018. – №4. – С. 74-78. – DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-74-78.
54. Каблов, Е.Н. Зависимость комплекса свойств звукопоглощающего материала типа ВЗМК от концентрации гидрофобизирующего состава на основе кремнийорганического герметика / Е.Н.Каблов, Е.М.Шульдешов, А.П.Петрова, М.А.Лаптева, А.Е.Сорокин // *Авиационные материалы и технологии*. – 2020. – №2. – С. 41-49. – DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-41-49.

55. Кан, А.Ч. Пожаробезопасность конструкционных органопластиков, армированных арамидными тканями / А.Ч.Кан, Г.Ф.Железина, Г.С.Кулагина, Т.Р.Аюпов // Авиационные материалы и технологии: электрон. науч.-технич. журн. – 2022. – №4. – Ст. 05. – URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения 17.02.2023). – DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-51-61.
56. Двухкомпонентный клей на основе фенолформальдегидной смолы : пат. RU 2451708 С1 РФ / Никонов С.Ю., Никонов А.С. ; патентообладатели Никонов С.Ю., Никонов А.С. – № 2010139108/05 ; заявл. 23.09.2010 ; опубл. 27.05.2012, Бюл. № 15. – С. 6.
57. Emulcified furan resin based glass fiber binding compositions, process of binding glass fibers, and glass fiber compositions : пат. US 6077883 А США / Taylor T.J., Kielmeyer W.H., Golino C.M., Rude C.A. ; патентообладатель Qo Chemicals Inc., Johns Manville. – № 19950369450 ; заявл. 06.01.1995 ; опубл. 20.06.2000. – С. 18.
58. Reducing formaldehyde emissions from fiberglass insulation : пат. US 7989367 В2 США / Boyer P., Tutin K., Srinivasan R. ; патентообладатель Georgia Pacific Chemicals LLC. – № 20060478980 ; заявл. 30.06.2006 ; опубл. 02.08.2011. – С. 13.
59. Мат из полимерных волокон, содержащий дигидразид, и применение : пат. RU 2570040 С2 РФ / Бланшар Б., Жаффренну Б., Худа К. ; патентообладатель СЭН-ГОВЭН АДФОРС. – № 2012156219/05 ; заявл. 13.05.2011 ; опубл. 10.12.2015, Бюл. № 34. – С. 8.
60. Композиция для склеивания минеральных волокон и получающиеся из нее материалы : пат. РФ RU 2501826 С2 / Пон и Молль О., Жаффренну Б., Дус Ж. ; патентообладатель СЭН-ГОВЭН ИЗОВЕР. – №2010145928; заявл. 10.04.2009; опубл. 20.12.2013, Бюл. № 35. – С. 20.
61. Фенольная смола, способ получения, аппретирующий состав для минеральных волокон и полученные продукты : пат. RU 2441033 С2 РФ / Жиньу В., Тетар С., Пон и Молль О. ; патентообладатель СЭН-ГОВЭН ИЗОВЕР. – № 2009117443 ; заявл. 11.10.2007 ; опубл. 27.01.2012, Бюл. № 3. – С. 10.
62. Фенольная смола, способ получения, проклеивающий состав для минеральных волокон и получаемые материалы : пат. RU 2572960 С2 РФ /

- Ронкуцци К., Дус Ж., Русселе Г., Маллье Ж.-Л. ; патентообладатель СЭН-ГОбЭН ИЗОБЕР. – № 2013113582 ; заявл. 26.08.2011 ; опубл. 20.01.2016, Бюл. № 2. – С. 13.
- 63.** Method for the manufacture of mineral wool insulation products having low formaldehyde emissions : пат. EP 2865799 B1 Европ. пат. орг. / Casado Domínguez A.L., Amor Chico F.J., Sánchez Perucha A. ; патентообладатель Ursa Insulation SA. – № 20130190279 ; заявл. 25.10.2013 ; опубл. 29.04.2015. – С. 11.
- 64.** Curable aqueous composition and use as fiberglass non woven binder : пат. US 5763524 A США / Arkens C.T., Gleim R.D. ; патентообладатель Individual. – № 26228194 ; заявл. 20.06.1994 ; опубл. 09.06.1998. – С. 11.
- 65.** Curable aqueous composition : пат. US 6136916 A США / Arkens C.T., Gleim R.D. ; патентообладатель Rohm and Haas Co. – № 4954198 ; заявл. 27.03.1998 ; опубл. 24.10.2000. – С. 11.
- 66.** Polycarboxy/polyol fiberglass binder of low pH : пат. 6331350 B1 США / Taylor T.J., Bristol D.C., Nedwick P. ; патентообладатель Rohm and Haas Co Johns Manville. – № 19980165604 ; заявл. 02.10.1998 ; опубл. 18.12.2001. – С. 7.
- 67.** Binders and materials made therewith : пат. US 9926464 B2 США / Swift B.L., Kissell R.E. ; патентообладатель Knauf Insulation SPRL, Knauf Insulation Inc. – № 201615177442 ; заявл. 09.06.2016 ; опубл. 27.03.2018. – С. 42.
- 68.** Liquid high solids binder composition : пат. US 10767050 B2 США / Mueller G. ; патентообладатель Knauf Insulation SPRL, Knauf Insulation Inc. – № 201715822102 ; заявл. 24.11.2017 ; опубл. 08.09.2020. – С. 26.
- 69.** Benzoic sulfimide binders and insulation articles comprising the same : пат. US 10927246 B2 США / Hardy C.G., Wade J.P. ; патентообладатель Knauf Insulation Inc. – № 201916565277 ; заявл. 09.09.2019 ; опубл. 23.02.2021. – С. 8.
- 70.** Проклеивающая композиция для минеральной ваты, содержащая невосстанавливающий сахар и соль металла и неорганической кислоты, и полученные изоляционные материалы : пат. РФ RU 2566777 C2 / Обер Э., Жаффренну Б. ; патентообладатель СЭН-ГОбЭН ИЗОБЕР. – № 2013114389/05 ; заявл. 29.08.2011 ; опубл. 27.10.2013, Бюл. №30. – С. 12.

71. Связующая композиция для минеральной ваты, включающая сахарид, органическую поликарбоновую кислоту и реакционноспособное кремнийорганическое соединение и полученные из нее изоляционные изделия : пат. RU 2539982 С2 РФ / Жаффренну Б., Ронкуцци К. ; патентообладатель СЭН-ГОБЭН ИЗОВЕР. – № 2011154198/04 ; заявл. 02.06.2010 ; опубл. 27.01.2015, Бюл. №3. – С. 15.
72. Mineral wool insulation : пат. US 9469747 В2 США / Hampson C., Mueller G., Appley C. ; патентообладатель Knauf Insulation SPRL, Knauf Insulation Inc. – № 67192208 ; заявл. 01.08.2008 ; опубл. 18.10.2016. – С. 19.
73. Возобновляемое связующее для нетканых материалов : пат. RU 2470105 С2 РФ / Ван Хервийнен Х.В.Г., Писанова Е., Стефке Б. ; патентообладатель ДАЙНЕА ОЙ. – № 2009113537/05 ; заявл. 31.10.2007 ; опубл. 20.12.2012, Бюл. №35. – С. 6.
74. Formaldehyde-free binder and use for mineral wool insulation products : пат. US 9242899 В2 США / Castro-Cabado M.M., Casado Dominguez A.L., Aznar Escija A.I., Macias M.P., Arenas A.M. ; патентообладатель Ursa Insulation SA. – № 201314410712 ; заявл. 28.06.2013 ; опубл. 26.01.2016. – С. 13.
75. Варрик, Н.М. Связующие для материалов на основе стеклянных и минеральных волокон (обзор) / Н.М.Варрик, И.Э.Салимов, В.Г.Бабашов, А.А.Шавнев // Новые огнеупоры. – 2023. – № 8. – С. 60-65. – DOI: 10.17073/1683-4518-2023-8-60-65.
76. Лукина, Н.Ф. Термостойкие клеи для изделий авиакосмической техники / Н.Ф.Лукина, А.П.Петрова, Е.В.Котова // Труды ВИАМ. – 2014. – № 3. – Ст. 06. – URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 22.03.2022). – DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-3-6-6.
77. Liu, X. Study on the effect of organic additives and inorganic fillers on properties of sodium silicate wood adhesive modified by polyvinyl alcohol / X.Liu, Y.Wu, X.Zhang, Y.Zuo // BioRes. – 2015. – Vol. 10, No. 1. – P. 1528-1542. – DOI: 10.15376/biores.10.1.1528-1542.
78. Апанасевич, Н.С. Получение и исследование термостойких композитов на основе твердых магний-фосфатных и кальций-фосфатных связующих /

Н.С.Апанасевич, К.Н.Лапко, А.Н.Кудлаш, А.А.Сокол, Ю.Д.Клявлин, К.В.Вишневский // Журнал Белорусского государственного университета. Химия. – 2021. – № 2. – С. 50-61 – DOI: 10.33581/2520-257X-2021-2-50-61.

79. Qin, Y. Effect of silica sol on the properties of alumina-based ceramic core composites / Y.Qin, W.Pan // Materials Science and Engineering: A. – 2009. – Vol. 508, Iss. 1-2. – P. 71-75. – DOI: 10.1016/j.msea.2008.12.016.

80. Максимов, А.И. Основы золь-гель технологии нанокompозитов / А.И.Максимов, В.А.Мошников, Ю.М.Таиров, О.А.Шилова. – СПб.: ООО «Техномедиа»; Изд-во «Элмор», 2008. – 255 с.

81. Кошкин, Г.А. О влиянии термообработки на характеристики композитов системы «цирконат-титанат свинца – фосфатное связующее» / Г.А.Кошкин, Ч.Г.Пак, В.В.Кикот, А.Е.Розен // Ползуновский вестник. – 2024. – № 2. – С. 235-242. — DOI: 10.25712/ASTU.2072-8921.2024.02.031.

82. Mu, Y. Strengthening mechanism of mechanical properties of lightweight mullite fiber thermal insulation materials with different types of binders / Y.Mu, W.Li, J.Chen [et al.] // Ceramics International. – 2024. – Vol. 50, Iss. 8. – P. 12345-12356. – DOI: 10.1016/j.ceramint.2024.02.360.

83. Luz, A.P. High-alumina phosphate-bonded refractory castables: $\text{Al}(\text{OH})_3$ sources and their effects / A.P.Luz, D.T.Gomes, V.C.Pandolfelli // Ceramics International. – 2015. – Vol. 41, Iss. 7. – P. 9041-9050. – DOI: 10.1016/j.ceramint.2015.03.276.

84. Thermal Properties of Advanced Refractories [Электронный ресурс] // Rongsheng Refractory. – 2023. – URL: <https://rongshengrefractory.com/technical-data> (дата обращения: 21.07.2025).

85. Судакas, Л.Г. Фосфатные вяжущие системы / Л.Г. Судакas. – СПб.: Квинтет, 2008. – 254 с. – ISBN 978-5-91171-032-5.

86. Özen, M. Organosilane surface modification of inorganic ceramic membranes / M.Özen, V.Meynen, A.Buekenhoudt, P.Cool // Innovation for Sustainable Production (i-SUP 2008): Proceedings. – 2008. – P. 134-142.

- 87.** Мошников, В.А. Золь-гель технология микро- и нанокомполитов: учебное пособие / В.А.Мошников, Ю.М.Таиров, Т.В.Хамова, О.А.Шилова; под ред. О.А. Шиловой. – СПб.: Лань, 2013. – 292 с.
- 88.** Пархоменко, А.В. Развитие связующих веществ в гранулятах для МИМ-технологии / А.В.Пархоменко, А.Р.Самборук // Технологии и материалы. – 2013. – № 2. – С. 91-98. – DOI: 10.14498/tech.2013.2.%25u.
- 89.** Abdou, A. The variation of thermal conductivity of fibrous insulation materials under different levels of moisture content [Электронный ресурс] / A.Abdou, I.Budaiwi // Construction and Building Materials. – 2013. – Vol. 43. – P. 533–544. – DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2013.02.058.
- 90.** Liisma, E. The Effect of Temperature and Humidity on the Permanence of External Thermal Insulation Composite Systems [Электронный ресурс] / E.Liisma, G.Löhmus, L.M.Raado // Procedia Engineering. – 2015. – Vol. 108. – P. 340-348. — DOI: 10.1016/j.proeng.2015.06.156.
- 91.** Chakraborty, S. Effect of Fibre treatment and moisture content on the Vibration and Acoustic properties of the Basalt/Hemp Hybrid Composites [Электронный ресурс] / S.Chakraborty, N.H.Padmaraj, T.Reshma, S.Hegde // Materials Research Express. – 2024. – Vol. 11, № 3. – Art. 035303. – DOI: 10.1088/2053-1591/ad2f7f.
- 92.** Chen, L. CFD modeling of moisture accumulation in the insulation layers of an aircraft [Электронный ресурс] / L.Chen, S.Wang, G.Li, C.H.Lin, T.Zhang // Applied Thermal Engineering. – 2016. – Vol. 102. – P. 118-129. – DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2016.04.048.
- 93.** Park, S.J. Influence of silane coupling agents on the surface energetics of glass fibers and mechanical interfacial properties of glass fiber-reinforced composites / S.J.Park, J.S.Jin, J.R.Lee // Journal of Adhesion Science and Technology. – 2000. – Vol. 14, № 13. – P. 1677-1689. – DOI: 10.1163/156856100742195.
- 94.** Беспалов, А.С. Особенности гидрофобизации высокопористых керамических материалов с помощью фторолигомеров / А.С.Беспалов, Н.И.Нефедов, И.С.Деев, Е.В.Куршев, С.Л.Лонский, В.М.Бузник // Труды ВИАМ. – 2019. – № 5 (77). –

Ст. 05. – URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.08.2024). – DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-41-51.

95. Водоотталкивающий элемент и способ получения гидрофобного покрытия : пат. RU 2331532 С2 РФ / Галлямов М.О., Хохлов А.Р., Бузник В.М., Никитин Л.Н., Николаев А.Ю. ; патентообладатель Физический факультет Московского государственного университета им. М.В. Ломоносова. – № 2006134338/11 ; заявл. 28.04.06; опубл. 20.08.08, Бюл. № 23. – С. 15.

96. Никитин, Л.Н. Сверхкритический диоксид углерода как активная среда для химических процессов с участием фторполимеров / Л.Н.Никитин, М.О.Галлямов, Э.Е.Саид-Галиев, А.Р.Хохлов, В.М.Бузник // Российский химический журнал. – 2008. – Т. 52, № 3. – С. 56–65.

97. Галлямов, М.О. Формирование ультрагидрофобных поверхностей осаждением покрытий из сверхкритического диоксида углерода / М.О.Галлямов, Л.Н.Никитин, А.Ю.Николаев, А.Н.Образцов, В.М.Бузник, А.Р.Хохлов // Коллоидный журнал. – 2007. – Т. 69. – С. 448–462.

98. Buznik, V.M. The structural features of fluorinated paraffins / V.M.Buznik, Yu.E.Vopilov, G.Yu.Yurkov, L.N.Ignat'eva, A.N.Toropov, M.A.Smirnov // Polymer Science. Ser. A. – 2015. – Vol. 57, №. 4. – P. 415-424.

99. Beshpalov, A.S. Hydrophobization of porous ceramic materials using supercritical carbon dioxide / A.S.Beshpalov, V.M.Buznik, D.V.Grashchenkov, L.N.Nikitin, I.S.Chashchin, V.K.Ivanov, V.O.Lebed' // Inorganic Materials. – 2016. – Vol. 52, № 4. – P. 386-392. – DOI: 10.1134/S0020168516040038.

100. Беспалов, А.С. Придание высоких гидрофобных свойств высокопористому керамическому материалу низкоконцентрированными растворами фторпарафина в среде сверхкритического диоксида углерода / А.С.Беспалов, И.Э.Салимов, А.В.Юдин // Авиационные материалы и технологии. – 2025. – № 1. – С. 39-48. – DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-39-48.

101. Нажипкызы, М. Супергидрофобные материалы и покрытия: обзор / М.Нажипкызы, З.А.Мансуров // Горение и Плазмохимия. – 2020. – Т. 18, № 4. – С. 163-189. – DOI: 10.18321/cpc393.

- 102.** Bhushan, B. Natural and biomimetic artificial surfaces for superhydrophobicity, self-cleaning, low adhesion, and drag reduction / Bhushan B., Jung Y. C. // Progress in Materials Science. – 2011. – Vol. 56, № 1. – P. 1-108. – DOI: 10.1016/j.pmatsci.2010.04.003.
- 103.** Federal Aviation Regulations. Part 25 : Airworthiness standards : Transport category airplanes [Электронный ресурс] – Federal Aviation Administration, 2023. — URL: <https://www.ecfr.gov/current/title-14/chapter-I/subchapter-C/part-25> (дата обращения: 21.07.2025).
- 104.** Method of producing encapsulated fibrous insulation blanket : пат. US 5240527 А США / Charles Lostak, Spencer I. Meier ; патентообладатель Johns Manville. – № 07839654 ; заявл. 20.02.1992 ; опубл. 31.08.1993. – С. 9.
- 105.** Inorganic fiber mat manufacturing equipment : пат. JP 2007-224439 А Япония / Toshiro Miyagawa ; патентообладатель Nitto Boseki Co Ltd, Paramount Glass Manufacturing Co Ltd. – № 2007224439 ; заявл. 22.02.2006 ; опубл. 06.09.2007. – С. 11.
- 106.** Inorganic fibrous insulating material : пат. US 20170210094 А1 США / Masaaki Hoshino, Takuma Koumoto ; патентообладатель Asahi Fiber Glass Co Ltd. – № 20170210094 ; заявл. 21.07.2015 ; опубл. 27.07.2017. – С. 13.
- 107.** Process for producing laminated sheet comprising alumina fiber precursor : пат. US 7101613 В2 США / Mamoru Shoji, Norio Ikeda, Toshiaki Sasaki ; патентообладатель Mitsubishi Chemical Corp. – № 20030203154 ; заявл. 16.05.2003 ; опубл. 5.09.2006. – С. 6.
- 108.** Reinforced insulation product and system suitable for use in an aircraft : пат. US 7278608 В2 США / Monro William Shumate, James W. Stacy ; патентообладатель Johns Manville. – № 20070003734 ; заявл. 27.06.2005 ; опубл. 9.10.2007. – С. 8.
- 109.** Способ получения минераловатных изделий из базальтосодержащих пород и технологическая линия для его осуществления : пат. RU 2149841 С1 РФ / Асланова Л.Г. ; патентообладатель Асланова Л.Г. – № 99103237/03 ; заявл. 18.02.1999 ; опубл. 27.05.2000. – С. 10.

- 110.** Способ получения волокнистого теплоизоляционного материала : пат. RU 2433917 С1 РФ / Щетанов Б.В., Ивахненко Ю.А., Бабашов В.Г., Юдин А.В., Бутаков В.В. ; патентообладатель Российская Федерация, от имени которой выступает Министерство промышленности и торговли Российской Федерации (Минпромторг России). – № 2010118507/05 ; заявл. 11.05.2010 ; опубл. 20.11.2011, Бюл. № 32. – С. 7.
- 111.** Method of making coated mat online : пат. US 7462259 В2 США / Richard Emil Kajander, Alan Michael Jaffee, Glenda B. Bennett ; патентообладатель Johns Manville. – № 20050136241 ; заявл. 14.10.2004 ; опубл. 9.12.2008. – С. 16.
- 112.** Установка для получения нетканых материалов : пат. RU 2549869 С1 РФ / Блонский А.Ю., Богачев Е.А., Белоглазов А.П., Тимофеев А.Н., Денисов Ю.А., Мишуковский Ю.С., Бабкин В.П. ; патентообладатель Открытое акционерное общество "Композит" (ОАО "Композит"). – № 2014107247/12 ; заявл. 25.02.2014 ; опубл. 27.04.2015, Бюл. №12. – С. 10.
- 113.** Огнестойкий пористый теплозвукоизоляционный материал и способ его получения : пат. RU 2344109 С1 РФ / Снегирёв В.В., Фурчков В.А., Рогов И.М., Малахов О.В. ; патентообладатель ООО «СевЗапСтрой». – № 2007116870/03 ; заявл. 25.04.2007 ; опубл. 20.01.2009 ; Бюл. №2. – С. 7.
- 114.** Incombustible inorganic fiber mat : пат. JP 6251621 В2 Япония / Kodera Kazuo ; патентообладатель Nihon Glass Fiber Industrial Co., Ltd. – № 2015187316 ; заявл. 27.03.2014 ; опубл. 20.12.2017. – С. 10.
- 115.** Process for production of inorganic fiber mats : пат. US 8404063 В2 США / Shozo Shimano, Takashi Mashimo, Koichi Shimeno ; патентообладатель Asahi Fiber Glass Co Ltd, AGC Inc. – № 20100288427 ; заявл. 25.12.2008 ; опубл. 26.03.2013. – С. 13.
- 116.** Needle machine having a penetration measuring device : пат. FR 2821632 Франция / Yvan Baudry, Robert Jean ; патентообладатель Safran Landing Systems SAS. – № 0102869 ; заявл. 2.03.2001 ; опубл. 8.08.2003. – С. 18.
- 117.** Needle punching apparatus for making non-woven materials from fiber lap, comprises frame, and unit for guiding product e.g. fiber lap according to forward

longitudinal direction in plane and width of product : пат. FR 2909103 Франция / Patrice Chadelas, Francois Louis ; патентообладатель Asselin-Thibeau Societe par Actions Simplifiee. – № 0610424 ; заявл. 29.11.2006 ; опубл. 30.05.2008. – С. 38.

118. Способ производства иглопробивных кремнеземных теплозащитных материалов и технологическая линия для его осуществления : пат. RU 2495172 С1 РФ / Хазанов В.Е., Жеребцова Н.А. ; патентообладатель ОАО «НПО «Стеклопластик». – № 2012120640/12 ; заявл. 21.05.2012 ; опубл. 10.10.2013, Бюл. № 28. – С. 8.

119. Laminated composite material and method for manufacturing laminated composite material : пат. GB 2533068 В Соединенное Королевство / John Sweatman Timothy, Montague Spinney Douglas ; патентообладатель EcoTechnilin Limited. – № 201603999 ; заявл. 12.10.2015 ; опубл. 08.06.2016. – С. 28.

120. Machine for making a non-woven material by aerological means using a decreasing air flow : пат. US 7007348 В2 США / Xavier Catry, Christian Vanbeselaere, Marc Brabant ; патентообладатель Thibeau. – № 20040255430 ; заявл. 31.03.2004 ; опубл. 23.12.2004. – С. 8.

121. Process for encapsulating glass fiber insulation : пат. US 5685938 А США / Kenneth D. Knapp, Christopher R. Donnelly, Hal J. Robbins ; патентообладатель Certain Teed Corporation. – № 08522127 ; заявл. 31.08.1995 ; опубл. 11.11.1997. – С. 11.

122. Process for encapsulating glass fiber insulation : пат. JP 2002210848 А Япония / Toshiyuki Nishijima, Satomi Fujita ; патентообладатель Mag KK. – № 2001012652 ; заявл. 22.01.2001 ; опубл. 31.07.2002. – С. 6.

123. Формовочная головка для сухого формования волокнистого полотна : пат. RU 2502837 С2 РФ / Эриксен М.Э. ; патентообладатель Эдванс Нонвавен А/С. – № 2010132248/12 ; заявл. 12.01.2009 ; опубл. 27.12.2013, Бюл. № 36. – С. 23.

124. Methods of making inorganic fiber webs : пат. US 8343400 В2 США / Brandon L. Cordts, George W. Frost ; патентообладатель 3M Innovative Properties Co. – № 20110248420 ; заявл. 05.04.2011 ; опубл. 13.10.2011. – С. 16.

- 125.** Thick inorganic fiber webs and methods of making and using : пат. US 8834758 B2 США / James P. Endle, George W. Frost, Lahoussaine Lalouch, Mario A. Perez, John J. Rogers ; патентообладатель 3M Innovative Properties Co. – № 20110247838 ; заявл. 05.04.2011 ; опубл. 13.10.2011. – С. 19.
- 126.** Inorganic fiber webs and methods of making and using : пат. US 8834759 B2 США / Lahoussaine Lalouch, John J. Rogers, George W. Frost ; патентообладатель 3M Innovative Properties Co. – № 20110247839 ; заявл. 05.04.2011 ; опубл. 13.10.2011. – С. 19.
- 127.** Аэрогелевый композит и способ его получения : пат. RU 2729992 C2 РФ / Ким Хиун-Чол ; патентообладатель ЭскейСи КО., ЛТД. – № 2017141569 ; заявл. 03.02.2017 ; опубл. 29.05.2019, Бюл. № 16. – С. 19.
- 128.** The preparation system and preparation method of gel complex material : пат. CN 108381949 А Китай / Wei Ronghui, Zhang Qiuhua, Liu Ping, Rao Lingbo ; патентообладатель Guandong Alison Hi-Tec Co ltd. – № 201810130441.1 ; заявл. 08.02.2018 ; опубл. 10.08.2018. – С. 10.
- 129.** The packing method and aerogel blanket of aerogel blanket pack product : пат. CN 108910112 А Китай / Wei Ronghui, Zhang Qiuhua, Liu Ping, Rao Lingbo ; патентообладатель Guandong Alison Hi-Tec Co ltd. – № 201810901381.9 ; заявл. 09.08.2018 ; опубл. 30.11.2018. – С. 9.
- 130.** Hydrophobic fiberglass thermal insulation materials : пат. US 10220594 B2 США / Lewis Dill, Chengjun Zhou ; патентообладатель D.Lewis, Z.Chengjun. – № 20180022059 ; заявл. 19.07.2017 ; опубл. 25.01.2018. – С. 12.
- 131.** Modularized insulation, systems, apparatus, and methods : пат. US 7083147 B2 США / Sami Movsesian, Jayant Dahyabhai Patel, Ted Workman, Marc A. Deramo ; патентообладатель The Boeing Company. – № 20050211839 ; заявл. 11.03.2004 ; опубл. 29.09.2005. – С. 23.
- 132.** Process for producing continuous alumina fiber blanket : пат. US 7033537 США / Shoji Mamoru, Ikeda Norio, Sasaki Toshiaki ; патентообладатель Mitsubishi Chemical Functional Products Inc. – № 20030160350 ; заявл. 23.01.2003 ; опубл. 28.08.2003. – С. 9.

- 133.** Ultrasonic cutting device for non-woven fabric : пат. CN 217195682 U Китай / Li Haoran, Liu Chong, Nie Songlin, Zhen Lei ; патентообладатель Chuzhou Tiandingfeng Non-woven Co ltd. – № 202122896089.2 ; заявл. 24.11.2021 ; опубл. 16.08.2022. – С. 6.
- 134.** Суворов Э.В. Физические основы экспериментальных методов исследования реальной структуры кристаллов: учебное пособие / Э.В.Суворов. – Черноголовка: ИФТТ РАН, 2021. – 209 с.
- 135.** ГОСТ 17177-94 Материалы и изделия строительные теплоизоляционные. Методы испытаний. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. – 40 с.
- 136.** Шехтман В.Ш. Введение в рентгеновскую кристаллографию / В.Ш.Шехтман, Р.А.Диланян. – Черноголовка: Редакционно-издательский отдел ИПХФ РАН, 2002. – 144 с.
- 137.** ГОСТ 20907-2016 Смолы фенолоформальдегидные жидкие. Технические условия. – М.: Стандартинформ, 2017. – 20 с.
- 138.** ISO 10534-2:2023 Acoustics – Determination of acoustic properties in impedance tubes – Part 2: Two-microphone technique for normal sound absorption coefficient and normal surface impedance. – Switzerland: ISO copyright office, 2023. – 34 p.
- 139.** ГОСТ 2678-94 Материалы рулонные кровельные и гидроизоляционные. Методы испытаний. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2003. – 44 с.
- 140.** Устройство для получения нетканого теплоизоляционного материала : пат. RU 2817837 C1 РФ / Бабахов В.Г., Бондаренко А.С., Гурьев Э.П., Куянов Р.А., Салимов И.Э. ; патентообладатель НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. – № 2023119229 ; заявл. 20.07.2023 ; опубл. 22.04.2024, Бюл. № 12. – С. 13.
- 141.** Eko Setio Wibowo. Hydrogen-Bond-Induced Crystallization in Low-Molar-Ratio Urea–Formaldehyde Resins during Synthesis / Eko Setio Wibowo, Byung-Dae Park, Valerio Causin. // Ind. Eng. Chem. Res. – 2020. – Vol. 59. – P 13095-13104.
- 142.** Салимов, И.Э. Исследование влияния химического состава смол марок Фенотам Н210, Фенотам Н210М, КМФ-С, СФЖ-3024 на их физико-химические свойства / И.Э.Салимов, А.С.Беспалов, В.Г.Бабахов, В.Г.Максимов // Труды

ВИАМ. – 2024. – № 2 (132). – Ст. 09. – URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 23.07.2025). – DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-84-91.

143. Савельев, И.В. Курс общей физики, том 1. Механика, колебания и волны, молекулярная физика / И.В.Савельев. – Наука, 1970. – 390 с.

144. Антипов, В.В. Исследование влияния состава связующего на плотность, физико-механические и гидрофобные свойства теплозвукоизоляционного материала / В.В.Антипов, И.Э.Салимов, А.С.Беспалов, В.Г.Бабашов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. – 2024. – № 9 (139). – Ст. 03. – URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 05.08.2025.) – DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-9-25-32.

145. Салимов, И. Э. Исследование влияния состава теплозвукоизоляционных материалов на их физико-механические и гидрофобные свойства / И.Э.Салимов, В.Г.Бабашов, А.С.Беспалов // Материаловедение, формообразующие технологии и оборудование 2025 (ICMSSTE 2025): Материалы международной научно-практической конференции, Ялта, 27–30 мая 2025 года. – 2025. – С. 47-50. – EDN NOUXFM.

146. Шашкеев, К.А. Пористые звукопоглощающие материалы (обзор) / К.А.Шашкеев, Е.М.Шульдешов, О.В.Попков, И.Д.Краев, Г.Ю.Юрков // Труды ВИАМ. – 2016. – № 6 (42). – С. 46-56. – DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-6-6-6.

147. Орлов, А.В. Антипирены для создания трудногорючих и пожаробезопасных полимерных композиционных материалов / А.В.Орлов, Л.В.Чурсова, Т.А.Гребенева, Н.Н.Панина // Клеи. Герметики. Технологии. – 2022. – № 1. – С. 23-30. – DOI: 10.31044/1813-7008-2022-0-1-23-30.

148. Кан, А.Ч. Пожаробезопасность конструкционных органопластиков, армированных арамидными тканями / А.Ч.Кан, Г.Ф.Железина, Г.С.Кулагина, Т.Р.Аюпов // Авиационные материалы и технологии: электрон. науч.-технич. журн. – 2022. – № 4. – Ст. 05. – URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения 23.07.2024). – DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-51-60.

149. Салимов, И.Э. Современный волокнистый теплозвукоизоляционный материал для гражданской авиации / И.Э.Салимов, А.С.Беспалов, В.Г.Бабашов,

А.А.Шаркалов // XXII Менделеевский съезд по общей и прикладной химии, 7-12 октября, 2024, Федеральная территория «Сириус», Россия. Сборник тезисов докладов в 7 томах. – 2024. – Том 1. – С. 545. – ISBN 978-5-00202-665-4 (т. 1)

150. Салимов, И.Э. Исследование эксплуатационных свойств теплозвукоизоляционного материала марки ВТИ-29 / И.Э.Салимов, А.С.Беспалов, В.Г.Бабашов, А.А.Шаркалов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. – 2025. – № 6 (148). – Ст. 05. – URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 11.08.2025.) – DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-6-64-72.