

doi: <https://doi.org/10.15407/knit2017.02.024>

УДК 629.7.023.224

**И. А. Гусарова**

Государственное предприятие «Конструкторское бюро  
«Южное» им. М. К. Янгеля», Днепро

## ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ КЕРАМИЧЕСКИХ ВОЛОКОН

*Разработана технология получения легковесового теплоизоляционного материала из волокон на основе оксида кремния диаметром 2...3 мкм и связующего «кремнезоль» для теплозащиты многоразовых космических аппаратов при температурах наружной поверхности не более 1100 °С. Теплоизоляционные плитки получены путём формования гидромассы на установке вибрационного формования. Определены физико-механические и теплофизические параметры материала.*

**Ключевые слова:** теплоизоляция, керамические волокна, космические аппараты, механические характеристики, теплофизические свойства.

Одна из особенностей развития ракетно-космической техники — высокий темп усложнения и обновления конструкций. Каждое поколение космических аппаратов характеризуется новым комплексом конструктивно-технологических параметров и новыми материалами. Важной задачей при создании современных многоразовых космических аппаратов (МКА) является разработка надежной теплозащиты, имеющей приемлемые габаритно-массовые параметры и стоимость. Особо важной является разработка теплозащиты наветренной (нижней) поверхности, так как здесь температуры 600...1100 °С реализуются по всей площади поверхности, что составляет около 43 % площади поверхности МКА [5].

Требования к теплозащитным конструкциям МКА существенно отличаются от таковых для одноразовых изделий ракетно-космической техники (РКТ), поскольку для них неприемлем основной вид теплозащиты — абляционная теплозащита. Теплозащита LRSJ и HRSJ МКА «Спейс

Шаттл», предназначенная для поддержания температуры обшивки КА не выше 450 К (177 °С), была изготовлена на основе супертонких кварцевых волокон [5]. Подобные материалы на основе оксида кремния с плотностью от 150 до 200 кг/м<sup>3</sup> применялись на самолете «Буран». Одним из достоинств таких материалов является способность выдерживать тепловой удар до температуры 1250...1400 °С с последующим практически мгновенным охлаждением и минимальным коэффициентом температурного расширения  $\alpha = 0.5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .

В настоящее время в качестве тепловой изоляции высокотемпературных агрегатов во всем мире используются волокнистые материалы. Низкая кажущаяся плотность, малая теплопроводность, высокая термостойкость, а также высокая радиационная и химическая стойкость делают эти материалы перспективными для теплоизоляции всех технических высокотемпературных систем. Совмещение же таких волокон с известными высокотемпературостойкими связующими позволяет создавать новые эффективные теплоизоляционные изделия.

В качестве высокотемпературостойких волокон с температурой применения более 1000 °С используют кварцевые, кремнеземные и муллитокремнеземные волокна, называемые еще алюмосиликатными или каолиновыми [3, 4].

Высокотемпературустойчивые кварцевые волокна выпускаются в виде непрерывных и штапельных волокон. Температура их длительной эксплуатации от –250 до +1250 °С.

Кремнеземные волокна получают выщелачиванием легкорастворимых оксидов из силикатных стекол при действии на них растворов щелочей и кислот. Для уменьшения пористости и увеличения прочности эти волокна аппретируются растворами кремнийорганических соединений и других полимерных веществ. Такая нить после термообработки длительно работает при температуре от –250 до +1100 °С, имеет усадку менее 1 % и обладает достаточной изгибоустойчивостью и прочностью, обеспечивающей возможность ее текстильной переработки [2].

Муллитокремнеземные волокна диаметром 2–3 мкм выпускаются в виде ватного рулонного ковра плотностью 130 кг/м<sup>3</sup>, фетра и войлока. Они эксплуатируются в широком диапазоне температур от –250 до +1050 °С.

В качестве связующего для получения высокотемпературостойких теплоизоляционных материалов в зависимости от назначения используются самые различные композиции. Наиболее широкое применение нашли связующие на базе жидкого натриевого стекла, ортофосфорной кислоты и композиций на их основе [7]. Из жидкого стекла получают связующее «кремнезоль» [8], с помощью которого получают прочные волокнистые теплоизоляционные материалы, обладающие при температуре более 1000 °С малой усадкой. Подобные материалы получают также с использованием кремнегеля или этилсиликата. Наиболее широкое применение из связующих на базе ортофосфорной кислоты нашли алюмофосфатная связка (АФС) или алюмохромфосфатная связка (АХФС).

Технология изготовления теплоизоляционных блоков основана на получении изделий путем пропитки слоев ткани в связующем или путем смешения со связующим, в процессе чего полу-

чается гидромасса, из которой готовятся теплоизоляционные изделия методом вакуумного или вибрационного формования [1]. Сформированные изделия сушатся в сушильном шкафу.

Несмотря на многообразие теплоизоляционных волокнистых высокотемпературных материалов, создание теплоизоляции для многократно используемых КА с жесткими весовыми ограничениями является сложной научно-технической проблемой. Технология создания высокотемпературной легкой теплоизоляции (ВЛТИ) с ограничением на удельный вес 100 кг/м<sup>3</sup> разрабатывается специалистами ГП КБ «Южное» и НПП «Стекловолокно» (рис. 1). На первом этапе был проведен выбор связующего, для чего изготавливались образцы из муллитокремнеземного волокна МКРР-130 с применением четырех видов связующих:

- этилсиликатного связующего,
- алюмофосфатного связующего,
- связующего «кремнегель»,
- жидкостекольного связующего.

Изготовление образцов проводилось путем смешения в емкостях вручную. После формования образцы подвергались сушке в шкафу при  $T = 150$  °С в течение 12 ч. Для образцов на базе связующего АФС сушка была продолжена еще на 3 ч — при температуре 300 °С. После сушки образцы обжигались в муфельном шкафу при температуре 1000 °С в течение трех часов.

Анализ образцов показал, что:

- 1) образцы лучшего качества получаются с использованием связующего АФС и кремнегеля;
- 2) наименьшая миграция связующего из середины на поверхность образцов осуществляется с использованием в связующем водной дисперсии ПВА;



Рис. 1. Блок-схема разработки технологии изготовления высокотемпературной легкой теплоизоляции

3) наиболее прочные образцы получают при использовании в качестве порошкообразного наполнителя корунда или каолина. Однако при этом резко увеличивается их плотность до 200...250 кг/м<sup>3</sup>, поэтому в дальнейшей работе они не использовались.

Для дальнейших работ были отобраны два вида связующего — алюмофосфатное и кремнегель.

Следующим этапом работ был выбор технологии формования плит. Формование теплоизоляции осуществлялось на установке вакуумного формования. Для работы по изготовлению плит поочередно были использованы отрезки волокна МКРР-130, кремнеземного волокна и кварцевого волокна длиной 5...30 мм.

На установке вакуумного формования с выбранным связующим и по разработанной ранее технологии были отформованы, высушены, обожжены три плиты 500 × 500 × 50 мм: на волокне МКРР-130, на кремнеземном волокне и на кварцевом волокне.

В процессе изготовления плит установлено, что гидромасса плиты на волокне МКРР-130 и гидромасса плиты на кремнеземном волокне получается равномерной и хорошо формуется. Однако при заданной плотности в 100 кг/м<sup>3</sup> плиты получают рыхлыми и при сушке дают усадку. После обжига плиты дали еще большую усадку. Плотность их увеличилась до 220 кг/м<sup>3</sup>, связующего в плитах было мало, оно все было отжато. Прочность плит очень низкая.

При формовании плиты на кварцевом волокне гидромасса получилась не равномерной, сбитой в комки и плохо формовалась. Для получения плиты гидромасса вручную распределяется по пресс-форме. Плита на кварцевом волокне была без усадки, однако связующего было так же мало, и прочность плиты была очень низкой.

Проведенные работы показали, что изготовление плит из кварцевого волокна на установке вакуумного формования не может обеспечить получение равномерной, хорошо формуемой гидромассы и требуемую прочность плит.

Достаточно высокая прочность кварцевого волокна позволяет достичь равномерного распределения его в смесителе с концентрацией волокна не более 6 % и последующим его осаждением в

перфорированной пресс-форме. Были изготовлены специальные смеситель и пресс-форма на один образец размером 155 × 155 × 35 мм. Дальнейшие работы проводились на этой пресс-форме, установленной на установке вибрационного формования.

На третьем этапе на установке вибрационного формования была отработана технология изготовления плит на двух выбранных связующих (алюмофосфатном и кремнегеле) на волокнах МКРР-130, кремнеземном и кварцевом.

Образцы плит на кремнеземном волокне МКРР-130 дают сильную усадку. Плиты получают только с плотностью выше 250 кг/м<sup>3</sup>. Образцы плит с кварцевым волокном на связующем АФС обладают плотностью 160 кг/м<sup>3</sup>, а на связующем кремнезоль — 100...120 кг/м<sup>3</sup>.

В качестве ВЛТИ выбрана волокнистая теплоизоляция из волокон на основе оксида кремния с диаметром волокна 2...3 мкм и связующего кремнезоль (кремнеземный гель).

Состав материала ВЛТИ: 80...85 % волокна на основе чистого SiO<sub>2</sub>, 15...20 % кремнеземный гель.

Полученные теплоизоляционные плиты ВЛТИ представлены на фото (рис. 2) и имеют плотность 100 кг/м<sup>3</sup>. Была изготовлена опытная партия таких теплоизоляционных плит и определены физико-механические и теплофизические характеристики нового материала.

При этом предел прочности при сжатии (ГОСТ 473.6-81) составил:

в плоскости — 0.038 МПа,  
на ребро — 0.026 МПа.

Предел прочности при статическом изгибе (ГОСТ 473.8-81) составил:

в плоскости — 0.092 МПа,  
на ребро — 0.1 МПа.

Теплофизические характеристики ВЛТИ в рабочем диапазоне температур определялись на плитах размером 150 × 150 мм и толщиной от 33 до 37 мм.

Теплоемкость ВЛТИ определялась с помощью прибора ИТ-с-400 при температурах до 400 °С. На рис. 3 представлена зависимость полученных данных теплоемкости от температуры.

Теплопроводность материала в рабочем диапазоне температур определялась путем решения

обратной задачи теплопроводности. Для этого были определены тепловые поля в материале при нагреве.

Схема испытаний представлена на рис. 4. Испытания заключались в одностороннем радиационно-конвективном нагреве образцов, установленных во входном проеме муфельной печи, и регистрацией температуры нагреваемой и тыльной поверхностей образца, а также на глубине 5, 10, 15 и 20 мм от нагреваемой поверхности в центральной части образца. Температуры измеряли термопарами типа ХА (хромель — алюмель) толщиной 0.2 мм. Для установки образцов в проеме печи использовали державки в форме рамки из шамотного огнеупорного материала.

Печь предварительно разогревалась до заданной температуры (1100 или 1200 °С), подготовленный образец с термопарами после достижения указанной температуры устанавливался в проем печи, включалась система измерения температуры. Образец находился в печи 20 мин.

Термопары устанавливали в центре образца в параллельных коротких (40 мм) прорезях, а их концы выводили в керамической теплоизоляции («соломке») через тыльную поверхность образца, как показано на рис. 5, 6.

Результаты испытаний ВЛТИ в виде записанных показаний термопар в процессе нагрева приведены на рис. 7. Температурные поля представлены зависимостями от времени температур на указанных расстояниях от нагреваемой поверхности.

Высококонтрастные фотографии тыльной поверхности нагреваемого образца, приведенные на рис. 8, показывают, что образец прогревается неравномерно по его площади. Изображение получено при полном затемнении помещения.

Полученное изображение свидетельствует о существенной неоднородности материала теплоизоляции, вызванной, скорее всего, комкованием образующих его волокон, темные участки соответствуют зонам с большей плотностью (темные участки в центре образцов соответствуют слою силикатного клея, используемого для монтажа термопар).

На рис. 9 показано распределение температуры на тыльной поверхности образца, полученное



Рис. 2. Теплоизоляционные плиты высокотемпературной легкой теплоизоляции

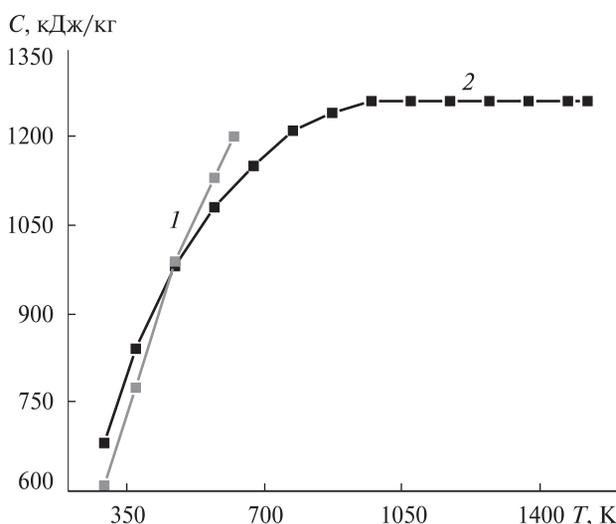


Рис. 3. Экспериментальная зависимость теплоемкости  $C$  теплоизоляции ВЛТИ от температуры (кривая 1). Кривая 2 — данные для ТЗМК-10 [5]

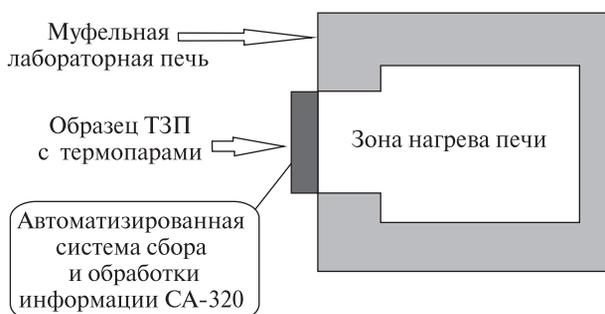


Рис. 4. Схема испытаний высокотемпературной легкой теплоизоляции

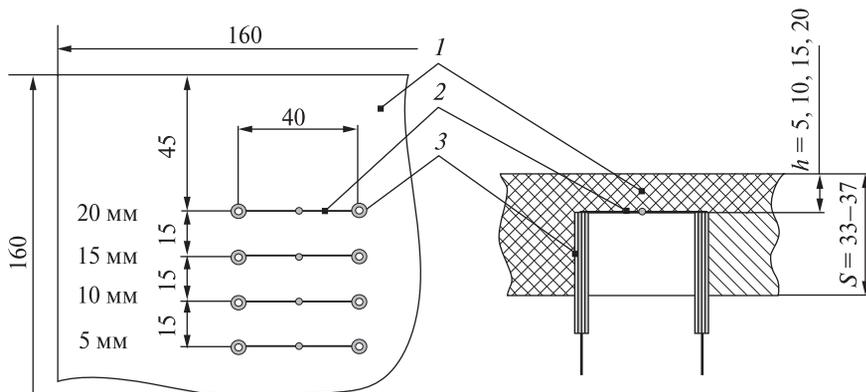


Рис. 5. Схема заделки термопар в образцах: 1 — образец; 2 — термопара; 3 — керамическая «соломка»

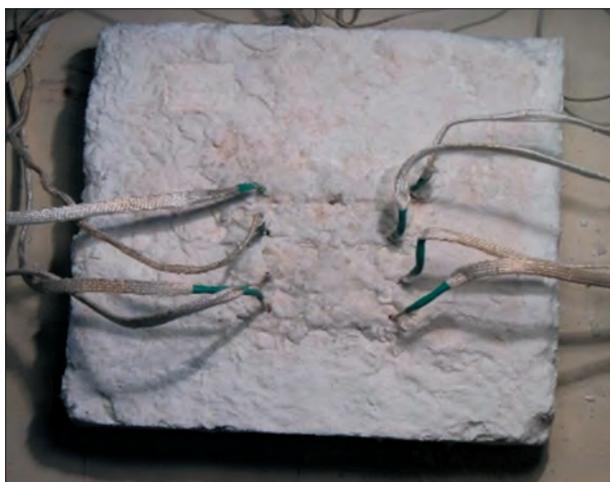


Рис. 6. Образец с термопарами

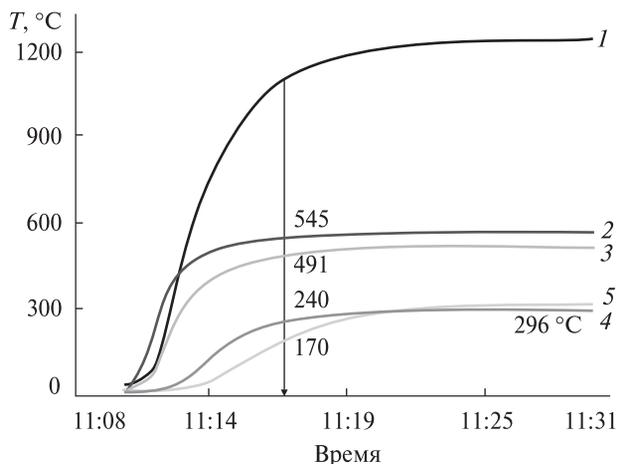


Рис. 7. График распределения температуры в образце: 1 — на лицевой поверхности образца, 2 — на глубине 8 мм, 3 — на глубине 15 мм, 4 — на глубине 25 мм, 5 — на тыльной поверхности образца

пирометром Flus IR-86 1U. Серые круги обозначают в масштабе зону измерения пирометра. Распределение хорошо согласуется с картиной свечения этой поверхности (рис. 8). Участки с более высокими температурами 554...556 °С (рис. 9), соответствующие материалу с меньшей теплопроводностью, и следовательно, плотностью, совпадают со светлыми зонами низкой плотности (рис. 8).

Таким образом, в исследуемых образцах теплоизоляции температурное поле не может рассматриваться как одномерное даже на локальном участке в центре с диаметром, соизмеримым с толщиной образца (40 мм). Пространственный масштаб неоднородности поля значительно меньше зоны расположения термопар. Это означает, что определяемые в эксперименте температурные кривые относятся к зонам образца с различной плотностью и с различными распределениями температуры.

Микроструктурный анализ ВЛТИ подтвердил неравномерное распределения волокон в материале, а также показал наличие неволоконистых включений (рис. 10).

Структура материала ТЗМК-10, используемого на орбитальном самолете «Буран», снятая для сравнения на том же микроскопе, более равномерная, и содержание неволоконистых включений значительно меньше.

Эти выводы подтверждаются химическим составом материалов (таблица).

Так как экспериментальные образцы ВЛТИ имеют неоднородную структуру, точно определить расстояние термопар, установленных внутри образца, от поверхности нагрева не удастся

и, соответственно определение теплопроводности по тепловым полям в материале дает неточные результаты.

Поэтому был принят следующий алгоритм определения теплопроводности ВЛТИ в рабочем диапазоне температур.

1. Теплопроводность ВЛТИ была рассчитана на основе зависимости теплопроводности от плотности для материалов ТЗМК-10 и ТЗМК-25 [6] с плотностью 150 и 250 кг/м<sup>3</sup> соответственно при допущении, что его теплопроводность зависит от плотности в такой же степени, как и для материалов ТЗМК-10 и ТЗМК-25. Результаты определения теплопроводности в рабочем диапазоне температур представлены на рис. 11.

2. На основе полученного значения теплопроводности ВЛТИ были определены расчетные тепловые поля во всех испытываемых образцах.

3. По результатам сравнения экспериментальных и расчетных полей во всех исследуемых образцах приведена в соответствие глубина установки термопар, требующих ее корректировки.

4. С использованием скорректированных расстояний от нагреваемой поверхности до термопар с помощью программы ICP31 (обратная задача теплопроводности) была определена теплопроводность ВЛТИ в рабочем диапазоне температур (рис. 12). Видно, что теплопроводность разрабатываемой теплоизоляции ВЛТИ в первом приближении можно описать линейной зависимостью  $\lambda = -0.015 + 1.429 \cdot 10^{-4} T$ .

Установлено, что толщины 33...37 мм ВЛТИ достаточно, чтобы не допустить перегрева летательного аппарата. При температуре нагреваемой поверхности около 1100 °С температура нижней поверхности не превышает 250 °С.

Таким образом, в рамках проведенного исследования разработана технология получения материала ВЛТИ, имеющего плотность 100 кг/м<sup>2</sup> и теплопроводность ниже, чем у известных теплоизоляционных материалов космического назна-



Рис. 8. Внешний вид тыльной стороны образца в процессе испытаний

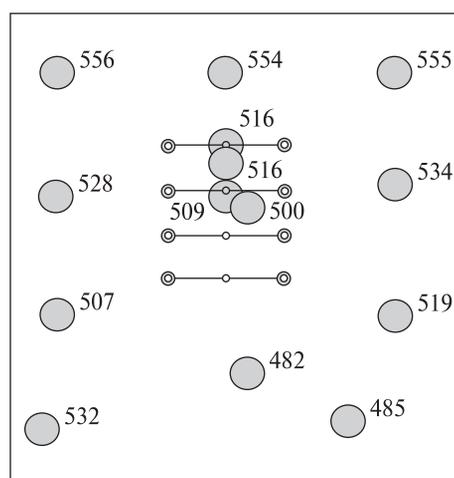


Рис. 9. Распределение температуры на тыльной поверхности образца (°С)

чения ТЗМК-10, ТЗМК-25. Для использования в штатных конструкциях РКТ материал необходимо доработать в части обеспечения однород-

#### Химический состав теплоизоляционных материалов (%)

Материал	Al	Si	O	P	Ca	Fe	Cr
ВЛТИ	2.34	38.74	44.29	10.87	1.86	1.90	—
ТЗМК-10 (плитка «Буран»)	—	45.19	51.65	—	0.44	2.12	0.60

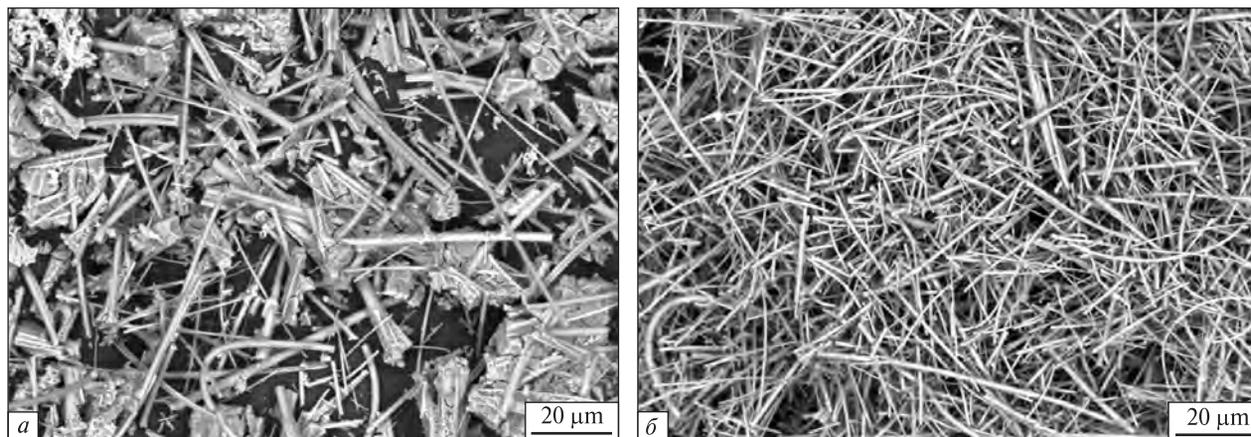


Рис. 10. Микроструктура теплоизоляционных материалов: а — ВЛТИ, б — плитка ТЗМК-10 («Буран»)

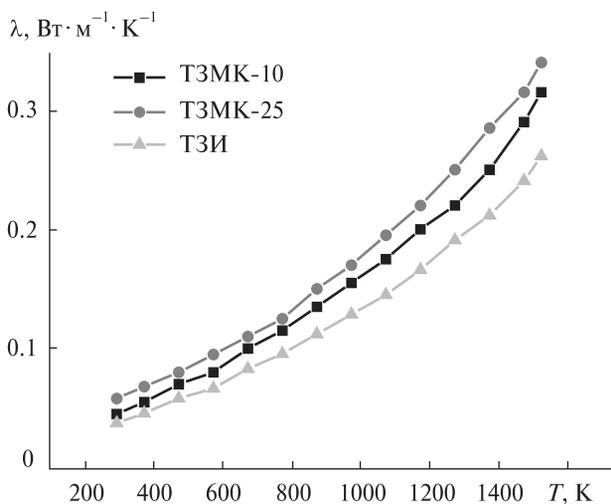


Рис. 11. Зависимость теплопроводности  $\lambda$  теплоизоляционных материалов на основе  $\text{SiO}_2$  от температуры: ТЗМК-10, ТЗМК-25 — данные литературные и ВЛТИ

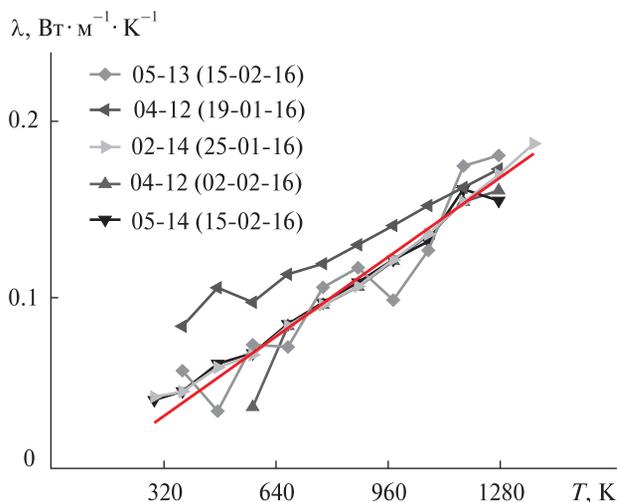


Рис. 12. Зависимость теплопроводности  $\lambda$  высокотемпературной легкой теплоизоляции от температуры

ности его структуры, что обеспечит повышение механических характеристик и стабильность теплофизических свойств в его объеме.

1. Астамян В. В., Геденов П. П. Ускорение термообработки и сушки теплоизоляционных изделий на жидком стекле // Стройматериалы. — 1985. — № 12. — С. 11—18.
2. Бабашов В. Г., Варрик Н. М. Высокотемпературный гибкий волокнистый теплоизоляционный материал // Тр. ВИАМ. — 2015. — № 1. — 11 с. — (URL:www.viam-works.ru).

3. Бабашов В. Г., Луговой А. А., Карпов Ю. В. Температуропроводность гибкого градиентного теплоизоляционного материала // Науковедение. — 2015. — 7. — 16 с. — (<http://naukovedenie.ru/pdf>).
4. Бобышев В. Г., Ивахненко Ю. А., Щетанов Б. В. Теплозащитные материалы // Рос. хим. журн. — 2010. — 54, № 1. — С. 12—20.
5. Гофин М. Я. Жаростойкие и теплозащитные конструкции многоразовых аэрокосмических аппаратов. — М.: Мир, 2003. — 671 с.
6. Моржухина А. В. Высокоточные методы экспериментального и математического моделирования процессов теплообмена в слоях высокопористых теплоза-

щитных покрытий летательных аппаратов: Дис. .. канд. техн. наук. — М.: МАИ, 2014. — 118 с. — Машинопись.

7. Сычев М. М. Неорганические клеи. — Л.: Химия, 1986. — 77 с.
8. Фрейденберг А. С., Хворов Н. В. Кремнезоль как эффективное связующее для огнеупорных композиций // Огнеупоры. — 1989. — № 10. — 17 с.

Стаття надійшла до редакції 04.01.17

## REFERENCES

1. Astamyan V., Gedeonov P. Speed-up of heat processing and drying of heat insulation products using liquid glass. *Building materials*, N 12, 11—18 (1985).
2. Babashov V. G., Varrik N. M. High-temperature flexible fibrous heat-insulating material. *Proceedings of VIAM*, N 1, 11 p. (2015) (URL: [www.viam-works.ru](http://www.viam-works.ru)).
3. Babashov V. G., Lugovoi A. A., Karpov Yu. V. Thermal diffusivity of flexible gradient heat insulation material. *Internet J. Sci.*, 7, 16 p. (2015) (<http://naukovedenie.ru/pdf>).
4. Bobyshev V. G., Ivakhnenko Yu. A., Shchetanov B. V. Thermal protection materials. *Russian Chem. J.*, 54 (N 1), 12—20 (2010).
5. Gofin M. Heat-resisting and thermal-protected constructions of reusable space vehicles, 671 p. (Mir, Moscow, 2003).
6. Morzhuhina A. Highly-precise methods of experimental and mathematical process simulation of heat exchange in layers of highly-porous thermal protected cover of space vehicles. Dissertation in support of candidature for a technical degree, 118 p. (MAI, Moscow, 2014).
7. Sychev M. Inorganic adhesives, 77 p. (Chemistry, L., 1986).
8. Freudenberg A., Hvorov N. Siliceous as effective binding material for fire-resisting compositions. *Fire Resistant*, N 10, 17 p. (1989).

I. O. Gusarova

Державне підприємство «Конструкторське бюро «Південне» ім. М. К. Янгеля», Дніпро

## ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНИЙ ТЕПЛОІЗОЛЯЦІЙНИЙ МАТЕРІАЛ НА ОСНОВІ КЕРАМІЧНИХ ВОЛОКОН

Розроблено технологію виготовлення легковагового теплоізоляційного матеріалу з волокон на основі оксиду кремнію діаметром 2...3 мкм і зв'язника «кремнезоль» для теплозахисту багаторазових космічних апаратів при температурах, не більших за 1100 °С. Теплоізоляційні плитки одержано шляхом формування гідромаси на установці вібраційного формування. Визначено фізико-механічні і теплофізичні параметри матеріалу.

**Ключові слова:** теплоізоляція, керамічні волокна, космічні апарати, механічні характеристики, теплофізичні властивості.

I. A. Gusarova

Yangel Yuzhnoye State Design Office, Dnipro

## HIGH-TEMPERATURE HEAT-INSULATION MATERIAL ON THE BASIS OF CERAMIC FIBERS

We present a new developed technology of producing a light-weight thermal insulation material made of fibers. It is based on silicon oxide with a diameter of 2...3 μm and a binder of silica for the heat protection of reusable space vehicles at outer surface temperatures not exceeding 1100 °C. The heat-insulating tiles have been obtained by forming a hydro-mass in a vibration-forming unit. The physics-mechanical and thermo-physical properties of the material are determined and described as well.

**Keywords:** heat insulation, ceramic fiber, space vehicle, mechanical characteristics, thermal-physical properties