

## ИССЛЕДОВАНИЕ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЛИТИЙАЛЮМОСИЛИКАТНОГО СТЕКЛА В ИНТЕРВАЛЕ 825–875 °С

Приведены результаты исследований кристаллизации литийалюмосиликатного стекла в интервале 825–875 °С.

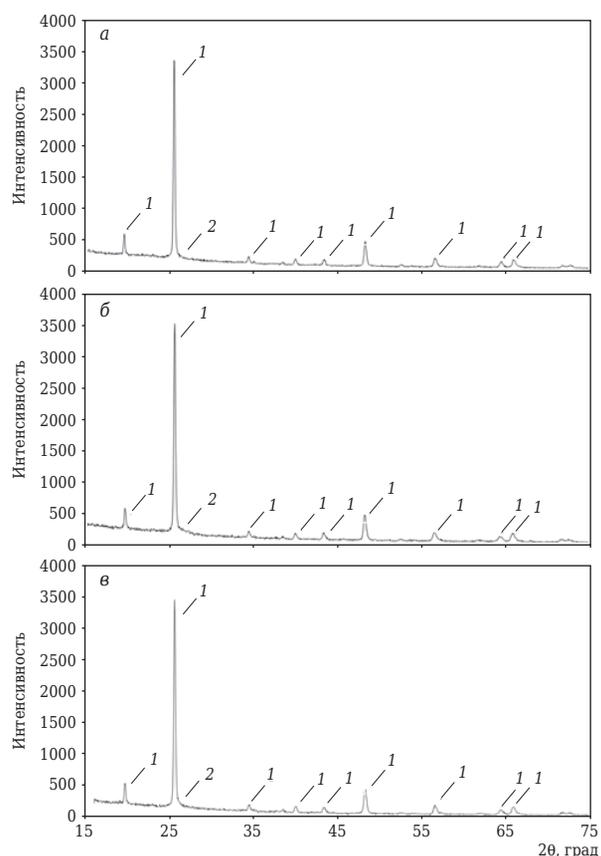
**Ключевые слова:** стеклокерамика, кристаллизация, литийалюмосиликатное стекло, рентгенофазовый анализ (РФА).

**В** настоящее время в ОНПП «Технология» используются керамические технологии получения изделий из стеклокерамики ОТМ-357 и ОТМ-357-О (основная фаза  $\beta$ -сподумен) [1–4]. В соответствии с этими технологиями изделия формируют из аморфного или из предварительно закристаллизованного литийалюмосиликатного стекла соответственно. Использование предварительно закристаллизованного литийалюмосиликатного стекла позволяет сократить длительность термообработки с 70 до 24–30 ч. Но так как предварительную кристаллизацию литийалюмосиликатного стекла проводят при 1170–1250 °С в течение 4–8 ч, это требует дополнительного использования высокотемпературных печей обжига и увеличивает время на обжиг одного изделия до 10 ч.

В статье [5] приведены результаты исследования возможности снижения температуры предварительной кристаллизации исходного литийалюмосиликатного стекла и его применения для изготовления изделий радиотехнического назначения. Кроме того, показана возможность использования для изготовления заготовок литийалюмосиликатного стекла, предварительно закристаллизованного при 850–900 °С, что обеспечивает снижение уровня температур термообработки стекла с 1180–1250 до 850–900 °С. В результате этого появляется возможность проводить термообработку не в высокотемпературных печах обжига, а в низкотемпературных (до 1000 °С) с сокращением длительности термообработки. Полученные результаты [5] свидетельствуют о необходимости более глубоких исследований в направле-

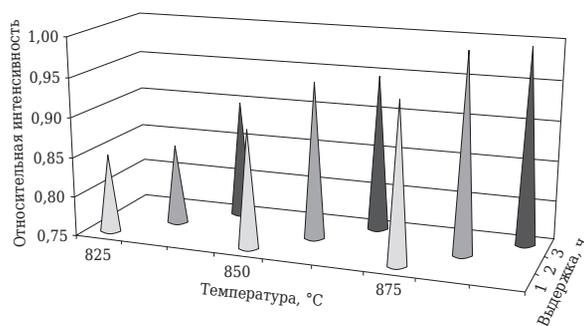
нии кристаллизации исходного стекла в интервале 850–900 °С.

Процессы кристаллизации литийалюмосиликатного стекла исследовали на рентгеновском дифрактометре ДРОН-6 с помощью пакета программ PDWIN и на сканирующем электронном микроскопе EVO-40 XVP (СЭМ). Для определения керамических показателей (плотности, пористости, водопоглощения) были использованы стандартные методы, при-

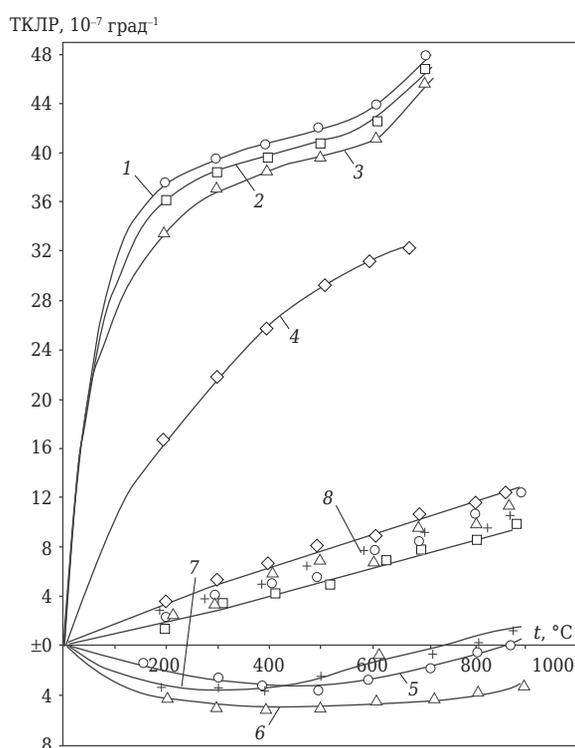


**Рис. 1.** Результаты РФА образцов, термообработанных при 825 (а), 850 (б) и 875 °С (в): 1 — твердый раствор  $\beta$ -эвкриптита; 2 — алюмотитанат

✉  
Е. И. Суздальцев  
E-mail: mironova\_kv@mail.ru



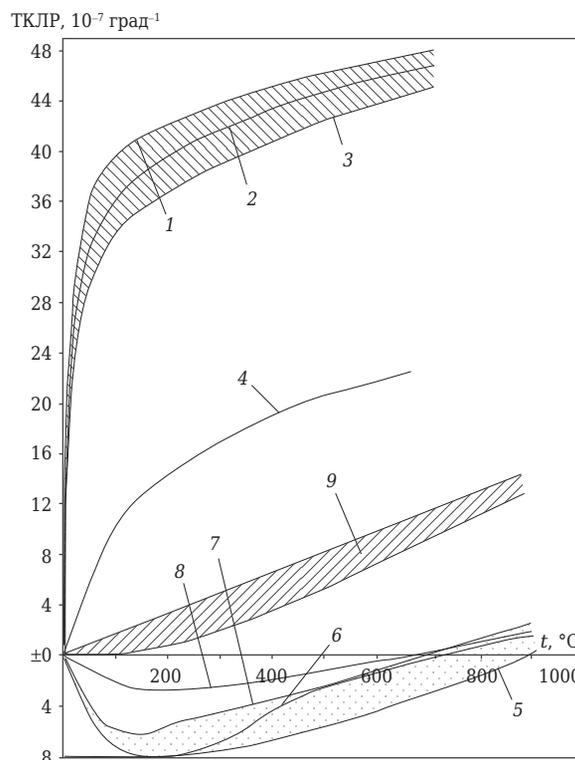
**Рис. 2.** Относительная интенсивность основных пиков твердого раствора β-эвкриптита образцов, термообработанных при 825, 850 и 875 °С с выдержкой при конечной температуре 1, 2 и 3 ч



**Рис. 3.** Температурная зависимость ТКЛР образцов литийалюмосиликатного стекла, обожженных без выдержки при различных температурах: 1–7 — температура термообработки 600, 700, 800, 850, 900, 950 и 1000 °С соответственно; 8 — интервал 1150–1225 °С

боры и установки. В качестве образцов для рентгенофазового анализа (РФА), СЭМ и определения керамических показателей использовали заготовки, отформованные из аморфного литийалюмосиликатного стекла и термообработанные при 825, 850 и 875 °С с выдержкой при конечной температуре 1, 2 и 3 ч.

Результаты РФА образцов показали (рис. 1), что образцы, термообработанные при 825–875 °С, кристаллизуются в виде твердого раствора β-эвкриптита; во всех образцах присутствуют следы алюмотитаната. При сравнении



**Рис. 4.** Температурная зависимость ТКЛР образцов литийалюмосиликатного стекла, термообработанных при различных температурах с выдержкой по 2 ч: 1–8 — температура термообработки 700, 750, 775, 800, 850, 900, 950 и 1000 °С соответственно; 9 — интервал 1100–1200 °С

относительных интенсивностей основных пиков твердого раствора β-эвкриптита (отношение интенсивности основного пика твердого раствора β-эвкриптита к максимальной интенсивности основного пика твердого раствора β-эвкриптита) видно (рис. 2), что относительная интенсивность пика увеличивается при росте температуры термообработки с 825 до 850 °С, а затем, достигая значения  $0,95 \pm 0,02$  при 850–875 °С, остается постоянной вне зависимости от выдержки 1, 2 или 3 ч. Таким образом, можно сделать вывод, что в образцах, термообработанных при 850 и 875 °С с выдержкой при конечной температуре 1, 2 и 3 ч, происходит окончательное формирование кристаллической структуры в виде твердого раствора β-эвкриптита.

В работе [5] по результатам dilatометрического анализа (рис. 3, 4) было установлено, что образцы литийалюмосиликатного стекла, кристаллизующиеся при 850–1000 °С, имеют близкие к нулю значения ТКЛР, что подтверждает формирование именно твердых растворов β-эвкриптита в образцах (по результатам РФА) и дает возможность быстро нагревать и охлаждать образцы при термообработке.

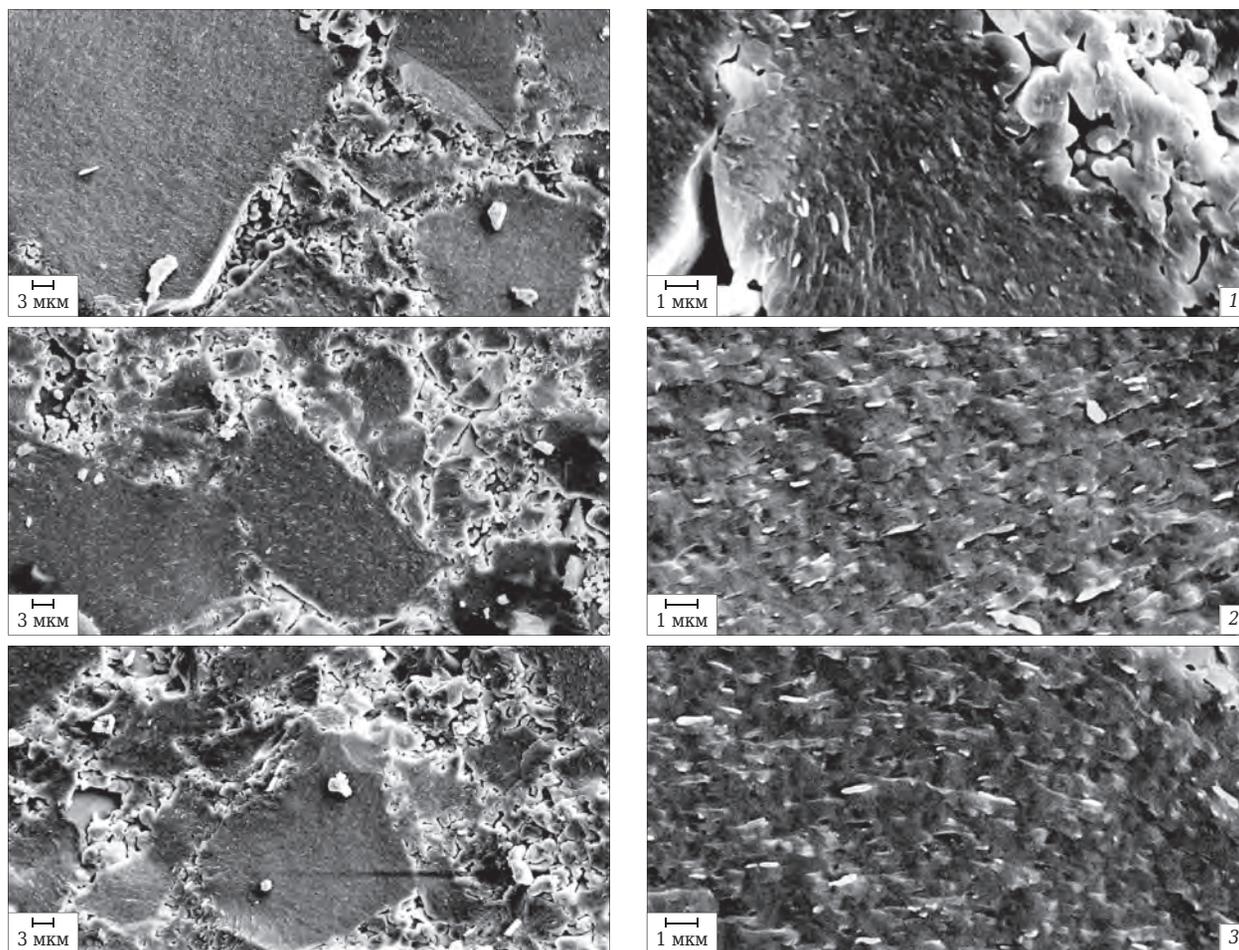


Рис. 5. Микроструктура образцов, термообработанных при 825 (1), 850 (2) и 875 °С (3): слева —  $\times 2000$ ; справа —  $\times 10000$

Результаты исследования микроструктуры образцов показали (рис. 5), что все образцы имеют сравнительную микроструктуру, которая представляет собой сочетание зерен обломочной морфологии размерами примерно от 2,5 до 10 и от 10 до 110 мкм, которые равномерно распределены между собой. На поверхности зерен всех образцов присутствуют тонкозернистые агрегаты, свидетельствующие о наличии кристаллизации.

Определение плотности, пористости и водопоглощения образцов, термообработанных при 825, 850 и 875 °С с выдержкой при конечной температуре 1, 2 и 3 ч, показало (рис. 6), что плотность образцов увеличивается при росте температуры с 825 до 850 °С, а затем, достигая значения  $(2,305 \pm 0,002)$  г/см<sup>3</sup> при 850–875 °С, остается постоянной. Плотность образцов существенно не зависит от выдержки. Пористость и водопоглощение образцов, термообработанных при 825, 850 и 875 °С с выдержкой при конечной температуре 1, 2 и 3 ч, постоянны и составляют  $(8,5 \pm 0,5)$  и  $(3,6 \pm 0,3)$  % соответственно.

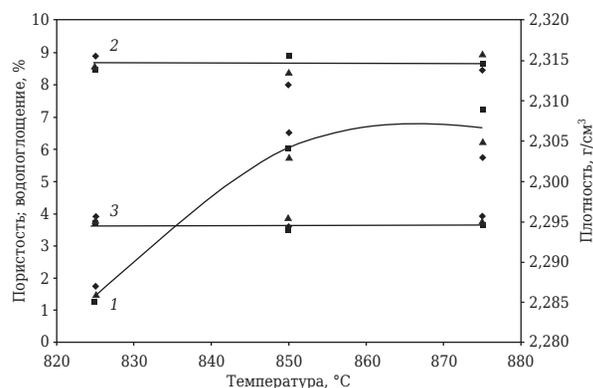


Рис. 6. Плотность (1), пористость (2) и водопоглощение (3) образцов, термообработанных при 825, 850 и 875 °С с выдержкой при конечной температуре 1 (■), 2 (▲) и 3 ч (◆)

Таким образом, исследование кристаллизации литийалюмосиликатного стекла в интервале 825–875 °С показало, что образцы в этом интервале кристаллизуются в виде твердого раствора β-эвкрипта. Окончательное формирование кристаллической структуры в виде твердого раствора β-эвкрипта происходит

при 850–875 °С при выдержке 1, 2 и 3 ч. Поэтому оптимальным режимом предварительной кристаллизации литийалюмосиликатного стекла для окончательного формирования кристаллической структуры в виде твердого раствора β-эвкриптита и энергосбережения является термообработка при 850 °С с выдержкой при конечной температуре 2 ч. Для получения изделий из предварительно закристаллизованного при 850 °С в течение 2 ч литийалюмосиликатного стекла необходимо про-

вести окончательный обжиг заготовок, чтобы обеспечить их спекание до нулевой пористости и необходимый уровень физико-технических свойств.

Таким образом, необходимы более глубокие исследования в направлении спекания и формирования физико-технических свойств в образцах из предварительно закристаллизованного литийалюмосиликатного стекла при 850 °С в течение 2 ч в интервале высоких температур.

### Библиографический список

1. **Пивинский, Ю. Е.** Кварцевая керамика и огнеупоры: справочное издание. В 2 т. Т. 2. Материалы, их свойства и области применения / Ю. Е. Пивинский, Е. И. Суздальцев; под ред. Ю. Е. Пивинского. — М.: Теплоэнергетик, 2008. — 464 с.
2. **Суздальцев, Е. И.** Реотехнологические свойства водных суспензий на основе закристаллизованного литийалюмосиликатного стекла / Е. И. Суздальцев, Т. И. Рожкова, Т. В. Зайчук // Огнеупоры и техническая керамика. — 2003. — № 11. — С. 2–7.
3. **Суздальцев, Е. И.** Использование отходов при производстве стеклокерамики литийалюмосиликатного состава / Е. И. Суздальцев, Т. В. Зайчук, Т. И. Рожкова // Огнеупоры и техническая керамика. — 2003. — № 6. — С. 12–17.
4. **Суздальцев, Е. И.** Стеклокерамика с регулируемой ε на основе закристаллизованного литийалюмосиликатного стекла / Е. И. Суздальцев, Т. И.

*Рожкова, Т. В. Зайчук // Огнеупоры и техническая керамика. — 2004. — № 2. — С. 16–19.*

5. **Суздальцев, Е. И.** Исследование возможности снижения температуры предварительной кристаллизации литийалюмосиликатного стекла и его использования для изготовления изделий радиотехнического назначения / Е. И. Суздальцев, Д. В. Харитонов, А. С. Ермолаев // Новые огнеупоры. — 2013. — № 6. — С. 49–53.

**Suzdal'tsev, E. I.** Study of the possibility of reducing preliminary crystallization temperature of lithium aluminosilicate glass and its use for preparing components for radio engineering purposes / E. I. Suzdal'tsev, D. V. Kharitonov, A. S. Ermolaev // Refractories and Industrial Ceramics. — 2013. — Vol. 54, № 3. — P. 238–242. ■

Получено 07.11.14

© Е. И. Суздальцев, А. С. Ермолаев, 2015 г.

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ



**IFEX 2015**  
11<sup>th</sup> INTERNATIONAL EXHIBITION ON FOUNDRY  
TECHNOLOGY, EQUIPMENT, SUPPLIES AND SERVICES  
February 27-March 1, 2015  
India Expo Centre and Mart, Greater Noida, India

### IFEX 2015 – 11-я Международная выставка оборудования и технологий для литейной промышленности

27 февраля – 1 марта 2015 г.

г. Нойда, Индия

#### Тематические разделы:

- Сырье
- Литейные заводы полного цикла
- Плавильные печи и аксессуары
- Литейные изделия
- Литейное оборудование
- Формы и изготовление литейных стержней
- Термообработка и сушка
- Измерение, тестирование, контроль процесса и инструменты
- Транспортировка материалов
- Контроль защиты окружающей среды
- Дополнительное оборудование и др.

[www.profiexpo.ru/ifex-india/27-02-2015.html](http://www.profiexpo.ru/ifex-india/27-02-2015.html)