

На основании результатов исследований установлена возможность получения петроситалла на основе изученного природного сырья Белоруссии.

Л и т е р а т у р а

1. Жунина Л.А., Кузьменков М.И., Яглов В.Н. Пироксеновые ситаллы. — Минск, 1974, 221 с. 2. Павлушкин Н.М. Основы технологии ситаллов. — М., 1979, 358 с. 3. Павлушкин Н.М., Сентюрин Г.Г., Ходаковская Р.Я. Практикум по технологии стекла и ситаллов. — М., 1970, 510 с. 4. Диаграммы состояния силикатных систем / Н.А.Торопов, В.П. Барзаковский, В.В. Лапин и др. — Л., 1972, т. 3, 448 с. 5. Ступенев В.М., Ермоленко Н.Н., Раков И.Л. Исследование некоторых общих закономерностей кристаллизации малощелочных и бесщелочных стекол. — В сб.: Стекло, ситаллы и силикатные материалы. Минск, 1974, вып. 2, с. 127—135.

УДК 666.125.016.1.

Х.А.ЧЕРЧЕС, Н.Н.ЕРМОЛЕНКО, Т.Т.ЛУКЬЯНОВА,
В.И.ШАМКАЛОВИЧ, А.В.КРАСНИК, В.Г.МИХАЛЁВИЧ,
Р.П.КЕЛИНА, Л.В.КОЗЛОВСКАЯ

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ШИХТЫ МЕТОДОМ СООСАЖДЕНИЯ

В процессе повышения однородности и снижения температуры варки стекла весьма перспективным является использование истинных и коллоидных растворов при получении стекольной шихты методом соосаждения [1—4, 9—11]. Соосажденные шихты обладают высокой степенью однородности, плавятся при более низких температурах, чем химически идентичные шихты, приготовленные смешиванием из порошковых компонентов.

Целью данной работы является разработка способа получения соосажденной шихты для зеленого стекла, используемого при изготовлении светофильтров, которое содержит в своем составе окислы кремния, циркония, хрома, бария, лития, натрия и калия.

В результате проведенного исследования процессов растворения и совместного осаждения химических соединений, содержащих указанные компоненты в заданных соотношениях, разработан способ получения шихты из растворов для синтеза из нее указанного стекла, который заключается в следующем.

В процессе приготовления шихты сначала готовятся два раствора, содержащие компоненты синтезируемого стекла.

Первый раствор содержит нитраты хрома и меди, хлорид бария, азотно-кислый цирконий и соляную кислоту, второй — силикат натрия. Кроме того, приготавливается суспензия карбонатов лития и калия.

Затем первый раствор при тщательном перемешивании выливается во второй. Полученный осадок отделяется на фильтре и промывается водой до тех пор, пока остаточное количество Na_2O в шихте не приходит в соответствии

с заданным. К промытому осадку добавляется суспензия карбонатов калия и лития. Полученная гелеобразная масса тщательно перемешивается и сушится при температуре 125–150°C.

Исследования показали, что соляную кислоту, вводимую в первый раствор, необходимо брать в количестве, достаточном для полного осаждения кремния в виде кремнегеля. Опытным путем установлено: для создания полного осаждения бария из раствора количество силиката натрия во втором растворе необходимо увеличить в 1,3 раза по сравнению с расчетным, определяемым составом синтезируемого стекла.

Рентгенограммы образцов полученной шихты и шихт, подвергнутых термообработке в течение 1 ч в интервале температуры 800–1450°C, приведены на рис. 1. По данным рисунка, исходная соосажденная шихта рентгеноаморфна. В процессе одночасовой обработки такой рентгеноаморфной шихты в интервале температуры 800–1400°C в ней сначала появляется кристаллическая фаза с межплоскостными расстояниями (4, 10; 2,52), характерными для α -кristобалита [5], а в области 1100–1300°C – тридимит (4,34; 4,11; 3,85). При температуре 1450°C получено рентгеноаморфное стекло. Появление кристаллических фаз α -кristобалита и тридимита объясняется наличием в исходной шихте не связанной с другими компонентами кремневой кислоты, которая при нагревании и образует соответствующие модификации кварца.

Инфракрасные спектры соосажденной шихты, прошедшей последовательную термообработку в области температур 800–1300°C, а также полученного из нее при 1350°C стекла, представлены на рис. 2. Глубокая полоса поглощения в области 1080–1100 см⁻¹ свидетельствует о наличии во всех рассматриваемых материалах кремнекислородных группировок, близких по своим параметрам к структуре кварца [6–7]. Полоса поглощения в низкочастотной части спектра в области 470–480 см⁻¹, по данным И.И.Плюсиной [8], обусловлена деформационными колебаниями Si–O. Как видно из рис. 2, спектры рентгеноаморфных материалов – шихты и полученного из нее стекла – весьма сходны между собой. Спектры материалов, в которых рентгенографически обнаружены кристаллические образования α -кristобалита (2, 3, 4) и тридимита (5, 6, 7), имеют те же полосы поглощения (1120, 800 и 480 см⁻¹), что и рентгеноаморфные материалы, но отличаются от последних главным образом конфигурацией кривых в области спектра между 480 и 800 см⁻¹.

Сравнительные варки стекол из соосажденной и полученной обычным способом шихты проводились в корундизовых тиглях емкостью 0,3 и 0,5 л в электрической печи. Состав стекла из соосажденной шихты отличался от заданного в пределах допустимых отклонений компонентов. Результаты варки из соосажденной шихты стекла при 1450°C в течение 1–2 ч показали, что в этих условиях в ней полностью заканчиваются процессы стеклообразования и гомогенизации расплава. Стекло более гомогенно, чем из шихты, составлен-

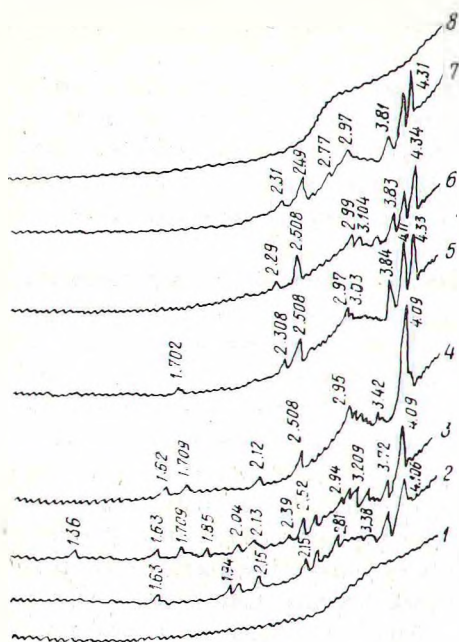


Рис. 1. Рентгенограммы сосажденной исходной шихты (1) и шихты, прошедшей одночасовую термообработку при температуре 800°C (2); 900 (3); 1000 (4); 1100 (5); 1200 (6); 1300°C (7), и полученного из нее при 1450°C стекла (8).

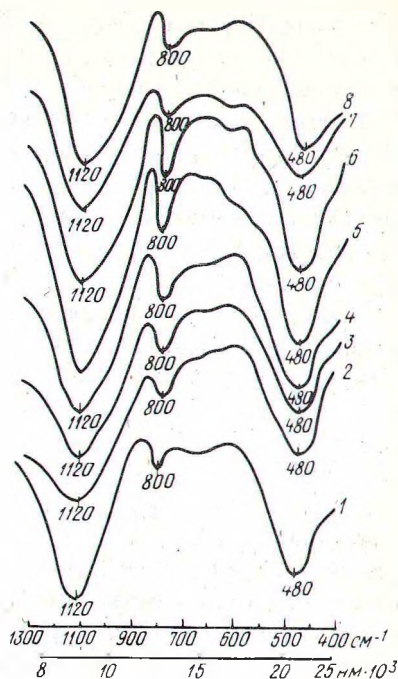


Рис. 2. ИК-спектры поглощения шихты, полученной методом сосаждения, прошедшей термообработку при 800°C (1), 900 (2), 1000 (3), 1100 (4), 1200 (5), 1300 (6), 1400°C (7), и стекла, полученного при 1450°C (8).

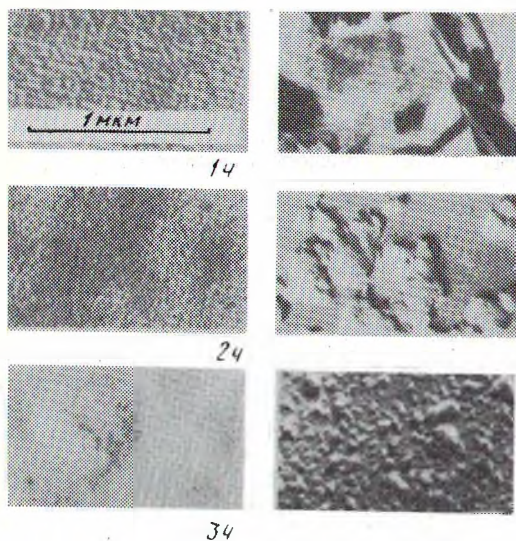


Рис. 3. Электронно-микроскопические снимки: слева — стекла, полученного из сосажденной шихты при 1450°C, справа — стекла, полученного при 1600°C из шихты, приговленной сухим смешиванием порошкообразных компонентов. Продолжительность варки при указанных температурах 1, 2 и 3 ч.

ной из обычных сырьевых материалов и сваренной при температуре 1600°C . Электронно-микроскопические снимки показывают, что стекло, сваренное из сосажденной шихты при 1450°C , достаточно однородно, в то время как стекло, полученное при 1600°C из шихты, приготовленной традиционным способом, обладает четко выраженной неоднородностью (рис. 3).

На основе анализа полученных экспериментальных данных можно сделать вывод, что использование шихты, приготовленной способом сосаждения, приводит к снижению температуры варки стекла не менее чем на 150°C по сравнению с температурой варки стекла, шихта для которого готовится из порошкообразных материалов обычными методами. Причем из сосажденной шихты получается более гомогенное стекло.

Л и т е р а т у р а

1. Повышение качества стекла/В.А.Блинов, В.В.Сахаров, О.В.Сорокина, М.А.Шайтов. — В сб.: Технологические проблемы изготовления прецизионных электровакуумных и электрооптических приборов. Керамика, ситаллы, стекло. М., 1975, с. 102—106.
2. Pierce Richard H. Method for preparing a highly siliceous alkali-metal silicate glass and hydrated powder: Pat USA № 3929439, 30/XII 1975 г.
3. Черчес Х.А., Лукьянова Т.Т. Синтез кордиерита из шихты, полученной методом сосаждения. — В сб.: Стекло, ситаллы и силикаты. Минск, 1977, вып. 6, с. 168—171.
4. Бейнарович С.Ф., Павлушкин Н.М., Ходаковская Р.Я. Области стеклообразования стекол на основе химически синтезированных шихт в системах $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ и $\text{Zn}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$. — В сб.: Производство и исследование стекла и силикатных материалов. Ярославль, 1978, вып. 6, с. 7—12.
5. Михеев В.И. Рентгенометрический определитель минералов. — М., 1957.
6. Колесова В.А. Изучение структуры щелочноалюмосиликатных стекол по инфракрасным спектрам поглощения. — В сб.: Стеклообразное состояние. М.-Л., 1960, с. 203—206.
7. Флоринская В.А. Инфракрасные спектры отражения натриевосиликатных стекол и связей со структурой. — В сб.: Стеклообразное состояние. М.-Л., 1960, с. 177—194.
8. Плюснина И.И. Инфракрасные спектры минералов. — М., 1975.
9. Roy R. Gel route to homogeneous Glass Preparation. — J.Amer.Cer.Soc., 1969, Vol.62, №6, p.344.
10. Konijnendijk W.L., Duuren M., Groenendijk H. Preparation of homogeneous borosilicate glasses by wetchemical techniques. — Verres et refract., 1973, Vol. 27, № 1, s. 11—14.
11. Makherjee S.P., Zorzyckil., Traverse I.P. A comparative study of "gels" and oxide mixtures as starting materials for the nucleation and crystallization of silicate glasses. — J. Mater. Sci., 1976, Vol. 11. № 2, p. 341—355.