

УДК 54-11

СИНТЕЗ СВИНЕЦСОДЕРЖАЩИХ СТЕКЛОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ С РАЗЛИЧНЫМИ НУКЛЕАТОРАМИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ© 2024 г. Адинаев Х. А.^{1, *}, Кадырова З. Р.^{1, **}, Шилова О. А.^{2, ***}¹*Институт общей и неорганической химии Академии наук Республики Узбекистан
Узбекистан, 100170, Ташкент, ул. М. Улугбека, 77а***e-mail: xidir72@mail.ru, **e-mail: kad.zulayho@mail.ru*²*Институт химии силикатов им. И. В. Гребенщикова РАН**Россия, 199034, Санкт-Петербург, наб. Макарова, 2***** e-mail: olgashilova@bk.ru*

Поступила в редакцию 03.02.2023

После доработки 16.10.2023

Принята к публикации 28.12.2023

Синтезированы Се-, Nd- и Ег-содержащие стекла на основе двойной системы PbO–SiO₂. Исследован процесс массовой кристаллизации для получения стеклокристаллических (ситаллы) материалов в результате их термообработки при различных температурах. Разработаны составы ситаллов с указанными нуклеаторами кристаллизации. Установлено, что синтезирован стеклокристаллический материал с улучшенными физико-химическими свойствами при сравнительно низких температурах кристаллизации (750°С).

Ключевые слова: синтез, стекло, стеклокристаллит, свинецсодержащих, массовая кристаллизация, нуклеатор, температура, термообработка, химический состав, гамма цветов.

DOI: 10.31857/S0132665124020066, **EDN:** QYQQPW**ВВЕДЕНИЕ**

В настоящее время большое внимание уделяется получению новых видов востребованных стеклокристаллических декоративных и химических стойких изделий, широко используемых в области химической промышленности и строительных материалов. При этом следует отметить, что получение стеклокристаллических материалов (ситаллов) из предварительно синтезированных легкоплавких стекол, во-первых, улучшает эксплуатационно-механические свойства готовых материалов, во-вторых, повышает их химическую стойкость, в-третьих, предотвращает изменение окраски деталей под воздействием атмосферы, в частности дождя, снега, ветра, а также от солнечных лучей и ряда других факторов. В этом плане производство стеклокристаллических материалов со специфическими свойствами для предприятий химической, строительной промышленности имеет актуальное значение.

На основе вышеизложенных была поставлена данная научно-исследовательская работа по получению самоглазующихся стеклокристаллических материалов с необходимыми технологическими и эстетическими характеристиками на

основе доступных сырьевых компонентов и нуклеаторов кристаллизации с низкой температурой образования кристаллических фаз ситаллов.

При этом следует отметить, что выбор системы $PbO-SiO_2$ объясняется попыткой получения стекольных материалов с достаточными значениями химической стойкости и высокими показателями светового преломления, а также устойчивых к кристаллизации, как отмечается в [1]. Однако, несмотря на токсичность оксида свинца, синтезированные стекла являются нетоксичными благодаря образованию химически стойких нетоксичных минералов в результате процесса варки. Следовательно, для синтеза ситаллов с регулируемым коэффициентом термического расширения на основе данной системы использованы различные нуклеаторы кристаллизации в виде Ce_2O_3 , Nd_2O_3 и Er_2O_3 . Введение этих добавок приведет к получению различных цветовых гамм стекол и, в дальнейшем, при термической обработке — к получению стеклокристаллических материалов. Кроме того, в результате введения этих оксидов происходит улучшение технологических и кристаллизационных свойств, в частности прочности и коэффициента линейного термического расширения продуктов кристаллизации.

МЕТОДЫ И МАТЕРИАЛЫ

В качестве исходных материалов использованы химические реактивы Pb_3O_4 (свинцовый сурик марки «ч.д.а.», количество основного вещества составляет не менее 99,5 мас.%), SiO_2 (марки «х.ч.», количество основного вещества составляет не менее 97,5 мас.%), оксиды редкоземельных элементов Ce_2O_3 , Nd_2O_3 , Er_2O_3 (всех марки «ч.д.а.»), а также в качестве нуклеаторов кристаллизации Cr_2O_3 , TiO_2 и ZrO_2 (марки «х.ч.»).

Кроме этих исходных химических реактивов для проведения экспериментальной работы использованы предварительно синтезированные стекольные опытные образцы на основе свинцосиликатной композиции, содержащие оксиды — Ce_2O_3 , Nd_2O_3 , Er_2O_3 — в различных количествах и стеклокристаллические образцы, полученные массовой кристаллизацией добавки нуклеаторов, — Cr_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 , а также WO_3 .

При этом для достижения необходимого результата получения образца стеклокристаллического материала в лабораторных условиях использован метод многостадийной кристаллизации при интервале температур 550–750°C через каждые 50°C с введением в состав стекольной шихты оксидов — Cr_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 , WO_3 в количествах 1–3, 6, 9 мас.%.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

На основе использованных исходных компонентов приготовлены составы шихт для получения стекольных образцов. Для этой цели, согласно [2–4], проводили плавление и варку опытных стекольных шихт в лабораторной электрической печи сопротивления в корундовых тиглях вместимостью 200 мл. Максимальная температура варки стекла составляла 1360–1400°C, с изотермической выдержкой 1 ч [5–8].

Далее проводились экспериментальные исследования для синтеза стеклокристаллических материалов на основе синтезированных стекол, содержащие оксиды редкоземельных элементов — церия, неодима и эрбия, с нуклеаторами Cr_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 и WO_3 процессом многостадийной массовой кристаллизации при различных температурах термообработки (550–750°C).

Таблица 1. Химический состав стекол с добавками нуклеаторов кристаллизации

Химический состав стекла, мас.%			Количественное содержание нуклеаторов кристаллизации, мас.%		
PbO	TR ₂ O ₃	SiO ₂	R ₂ O ₃	RO ₂	RO ₃
77.65	1.45 — Ce ₂ O ₃	20.90	1.00 — Cr ₂ O ₃	—	—
77.65	1.45 — Ce ₂ O ₃	20.90	—	—	1.00–9.00 — WO ₃
77.62	1.48 — Nd ₂ O ₃	20.90	—	2.00 — TiO ₂	—
77.62	1.48 — Nd ₂ O ₃	20.90	—	—	1.00–9.00 — WO ₃
77.47	1.68 — Er ₂ O ₃	20.85	—	3.00 — ZrO ₂	—
77.47	1.68 — Er ₂ O ₃	20.85	—	—	1.00–9.00 — WO ₃

Результаты наблюдения процессов кристаллизации стекольных образцов определяли как визуально, так и под поляризационным микроскопом в проходящем свете, с использованием полированных шлифов.

При этом следует отметить, что для определения верхней и нижней границы кристаллизации исследуемых стекольных образцов использован классический метод стекольной технологии, согласно чему образцы стекол были подвергнуты термической обработке в различных режимах температуры и времени [9–15].

Для получения стеклокристаллических материалов опытные образцы синтезированных стекол помещали в корундовые лодочки, затем загружали в силитовую печь, где в период выдержки в течение 1–4 ч поддерживалась заданная температура. Затем образцы извлекались из печи и подвергались резкому охлаждению при комнатной температуре. Химические составы стекол с добавками нуклеаторов кристаллизации приведены в табл. 1.

Для исследования процесса массовой кристаллизации синтезированных стекольных образцов проводили кристаллизацию трех опытных образцов параллельно. Для этого исследуемые образцы выдерживали в интервале температур 500–700°C с увеличением температуры на 50°C, с выдержкой каждого состава от одного до четырех часов. При этом следует отметить, что увеличение времени термообработки способствует интенсификации кристаллизационного процесса.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты наблюдения процессов кристаллизации стекольных образцов представлены как визуально, так и под поляризационным микроскопом в проходящем свете.

На основе результатов визуального осмотра в термообработанных образцах стекла фиксировали следующие различные степени их кристаллизации:

полное отсутствие кристаллов или отсутствие признаков кристаллизации (условное обозначение);

поверхностная кристаллизация в виде разобщенных участков или поверхностная кристаллизация в виде разобщенной кристаллической пленки толщиной 0.1 мм (условное обозначение);

поверхностная кристаллизация в виде кристаллической пленки толщиной более 0.1 мм (условное обозначение);

Таблица 2. Результаты кристаллизации опытных стекольных образцов

Состав стекольных образцов (PbO+SiO ₂)	Степень кристаллизации при температурах, °С время выдержки 1 час.					
	500	550	600	650	700	750
СК-1 (с добавкой 1.45 мас.% Ce ₂ O ₃)						
СК-2 (с добавкой 1.48 мас.% Nd ₂ O ₃)						
СК-3 (с добавкой 1.68 мас.% Er ₂ O ₃)						

поверхностная кристаллизация в виде сплошной толстой корки с частичным распространением кристаллов вглубь образца или поверхностная кристаллизация в виде кристаллической корки толщиной 0.5 мм (условное обозначение);

распространение кристаллизации по всему объему образца. Кристаллическая фаза составляет 50–60%, или отмечается поверхностная кристаллизация в виде поверхностной корки с единичными кристалликами в основной массе стекла (условное обозначение);

условно полная кристаллизация образца. Наличие кристаллической фазы 60–100%, или полная кристаллизация по всему объему стекла (условное обозначение).

Результаты наблюдения процессов кристаллизации термообработанных стекольных образцов под поляризационным микроскопом МИН-8 в проходящем свете оценены по шестибальной температурной шкале (табл. 2), в которой приведены результаты кристаллизации исследуемых составов стекол с 1%-ной добавкой от массы состава — Ce₂O₃, Nd₂O₃, Er₂O₃ и выдержкой в течение 1 ч, так как дальнейшее увеличение времени выдержки не влияет на процесс кристаллизации.

Полученные результаты визуального и оптического метода процесса кристаллизации стекольных образцов (СК-1, СК-2, СК-3) на основе оксидов Pb₃O₄, SiO₂ и с различными количествами добавок оксидов редкоземельных элементов Ce₂O₃, Nd₂O₃, Er₂O₃ приведены в табл. 2, где полученные результаты свидетельствуют об идентичном характере кристаллизации стекол, содержащих оксиды церия, неодима и эрбия. Во всех случаях признаки кристаллизации начинаются при температуре 575±25°С, а полная кристаллизация наступает при температуре 750°С. Следует отметить, что использованные нуклеаторы и цветовые оттенки несущественно влияют на процесс кристаллизации.

Кристаллизационная способность стекольных материалов в свете полученных данных зависит от множества факторов. В числе основных факторов необходимо отметить химический состав стекла, вид и количество нуклеатора, температурный режим термообработки и др.

При этом следует отметить, что состав и структура ряда синтезированных стекольных образцов идентичны, однако разница в том у них изменяются только цветовые оттенки в зависимости от вида добавляемых оксидов. Кроме того, количество добавляемых оксидов редкоземельных элементов составляет максимально 1 мас. %.

Полученные результаты термообработки исследуемых опытных стекольных образцов в процессе массовой кристаллизации приведены в табл. 3.

Таблица 3. Результаты процесса массовой кристаллизации при термообработке Се-, Nd- и Er-содержащих стекол при различных температурах и выдержках

Наименование составов (мас.%) и цветов стекольных образцов	Условия термообработки, Т°С, и время, τ	Внешний вид после термообработки
СКН-1 Pb ₃ O ₄ + SiO ₂ + Ce ₂ O ₃ (с добавкой 1 мас.% Cr ₂ O ₃), светло-коричневый	500°С — 1 ч	Светло-коричневый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	750°С — 2 ч	Бордовый, размягчение — 100%, стекло
	500°С, 550°С — 1 ч	Светло-коричневый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	550°С — 1 ч, 600°С — 4 ч	Коричневый, размягчение — 50%, поверхностная кристаллизация (начало)
	550°С — 2 ч, 675°С — 1 ч	Темно-синий, размягчение — 50%, поверхностная кристаллизация
	550°, 600°С — 1 ч	Темно-синий, начало размягчения, поверхностная кристаллизация в виде небольших разобщенных участков
	550°С, 600°С, 650°С — 1 ч	Темно-синий, размягчение — 25%, поверхностная кристаллизация в виде сплошной тонкой пленки
550°С, 600°С, 650°С, 700°С — 1 ч	Темно-синий, размягчение — 50%, поверхностная кристаллизация в виде сплошной толстой корки с частичным распространением кристаллов в глубь образца	
СКН-2 Pb ₃ O ₄ + SiO ₂ + Nd ₂ O ₃ (с добавкой 2 мас.% TiO ₂), светло-зеленый	500°С — 2 ч, 675°С — 1 ч	Болотный, размягченный, поверхностная кристаллизация в виде тонкой пленки
СКН-3 Pb ₃ O ₄ + SiO ₂ + Er ₂ O ₃ (с добавкой 3 мас.% ZrO ₂), светло-розовый	500°С — 2 ч, 675°С — 1 ч	Цвет охра, размягчение — 50%, поверхностная кристаллизация в виде тонкой пленки

На основе стекол системы PbO–TR₂O₃–SiO₂ разработаны компонентные составы стеклокристаллических материалов — ситаллов с нуклеаторами кристаллизации. Для этого в качестве нуклеаторов подобраны следующие оксиды: Cr₂O₃, TiO₂, ZrO₂ и WO₃.

На основе проведенных исследований установлено, что процесс многостадийной кристаллизации стекольных образцов с нуклеаторами — Cr₂O₃, TiO₂ и ZrO₂ приводит лишь к поверхностной кристаллизации. Поэтому для интенсификации процессов кристаллизации в составы опытных стекольных шихт вводили нуклеатор кристаллизации, в данном случае оксид вольфрама (WO₃) в количестве от 1 до 9 мас.%, что согласуется и с литературными данными [1].

Полученные результаты массовой кристаллизации путем термообработки стеклокристаллических образцов десяти составов с различным содержанием WO₃ приведены в табл. 4.

Анализ полученных результатов (табл. 4) свидетельствует, во-первых, о пригодности WO₃ для синтеза прозрачных стекол при получении ситаллов данных

Таблица 4. Результаты процесса массовой кристаллизации при термообработке Се-, Nd- и Er-содержащих стекол при различных температурах и выдержках, с добавкой WO_3

Наименование составов (мас.%) и цветов стекольных образцов с добавками	Условия термообработки, $T^{\circ}C$ и время, τ	Внешний вид после термообработки
СКНВ-1 $Pb_3O_4 + SiO_2 + Ce_2O_3$ (1 мас.% WO_3), темно-коричневый	500 $^{\circ}C$ — 1 ч	Темно-коричневый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	500 $^{\circ}C$ — 2 ч	Темно-коричневый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	500 $^{\circ}C$, 550 $^{\circ}C$ — 1 ч	Темно-коричневый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	500 $^{\circ}C$, 600 $^{\circ}C$ — 2 ч	Коричневый, не размягченный, кристаллизация по поверхности и по объему
	500 $^{\circ}C$ — 2 ч, 700 $^{\circ}C$ — 1 ч	Светло-коричневый, размягченный, кристаллизация по поверхности и по объему
	400 $^{\circ}C$, 600 $^{\circ}C$ — 2 ч, 675 $^{\circ}C$ — 1 ч	Розовый, размягчения, кристаллизация в виде корки и небольших разобщенных участков
	500 $^{\circ}C$, 550 $^{\circ}C$, 600 $^{\circ}C$ — 1 ч	Густо-желтый, начало размягчения, кристаллизация в виде небольших разобщенных участков
	500 $^{\circ}C$, 550 $^{\circ}C$, 600 $^{\circ}C$, 650 $^{\circ}C$ — 1 ч	Желтый, размягчение 25%, кристаллизация в виде небольших участков
	500 $^{\circ}C$, 550 $^{\circ}C$, 600 $^{\circ}C$, 650 $^{\circ}C$, 700 $^{\circ}C$ — 1 ч	Желтый, размягчение 50%, кристаллизация с частичным распространением кристаллов вглубь образца
СКНВ-2 $Pb_3O_4 + SiO_2 + Ce_2O_3$ (2 мас.% WO_3), темно-коричневый	400 $^{\circ}C$ — 2 ч	Светло-желтый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	500 $^{\circ}C$ — 1 ч	Темно-коричневый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	400 $^{\circ}C$, 500 $^{\circ}C$ — 2 ч	Светло-желтый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	500 $^{\circ}C$, 550 $^{\circ}C$ — 1 ч	Темно-коричневый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	500 $^{\circ}C$, 550 $^{\circ}C$, 600 $^{\circ}C$ — 1 ч	Темно-желтый, начало размягчения, кристаллизация в виде небольших разобщенных участков
	400 $^{\circ}C$, 500 $^{\circ}C$, 600 $^{\circ}C$ — 2 ч	Светло-желтый, не размягченный, кристаллизация в виде небольших разобщенных участков
	400 $^{\circ}C$, 500 $^{\circ}C$ — 2 ч, 675 $^{\circ}C$ — 1 ч	Светло-желтый болотистый, начало размягчения, кристаллизация с частичным распространением кристаллов вглубь образца
	500 $^{\circ}C$, 550 $^{\circ}C$, 600 $^{\circ}C$, 650 $^{\circ}C$ — 1 ч	Желтый, размягчение — 25%, кристаллизация объемная
	500 $^{\circ}C$, 550 $^{\circ}C$, 600 $^{\circ}C$, 650 $^{\circ}C$, 700 $^{\circ}C$ — 1 ч	Желтый, размягчение — 50%, кристаллизация в виде сплошной толстой корки с частичным распространением кристаллов вглубь образца

Таблица 4. Продолжение

СКНВ-3 $Pb_3O_4 + SiO_2 + Nd_2O_3$ (2 мас.% WO_3), синий	500°C — 2 ч	Синий, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	500°C, 600°C — 2 ч	Синий, не размягченный, кристаллизация в виде небольших разобщенных участков
	500°C — 2 ч, 700°C — 1 ч	Светло-синий, размягченный, кристаллизация в виде сплошной тонкой пленки
	400°C, 600°C — 2 ч, 675°C — 1 ч	Болотный, размягчения, поверхностная кристаллизация в виде пленки
СКНВ-4 $Pb_3O_4 + SiO_2 + Nd_2O_3$ (4 мас.% WO_3), зеленый	400°C — 2 ч	Светло-зеленый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	400°C, 500°C — 2 ч	Светло-зеленый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	400°C, 500°C, 600°C — 2 ч	Светло-зеленый, начало размягчения, кристаллизация в виде небольших разобщенных участков
	400°C, 500°C — 2 ч, 675°C — 1 ч	Светло-желтый болотистый, начало размягчения, кристаллизация в виде тонкой пленки
СКНВ-5 $Pb_3O_4 + SiO_2 + Nd_2O_3$ (9 мас.% WO_3) синий	600°C — 1 ч	Синий, не размягченный, образец кристаллизованный
СКНВ-6 $Pb_3O_4 + SiO_2 + Er_2O_3$ (1 мас.% WO_3) золотисто-розовый	500°C — 1 ч, 600°C — 4 ч	Охра, размягчение — 50%, кристаллизация (начало)
	750°C — 2 ч	Охра, размягчение — 100%, кристаллизация
СКНВ-7 $Pb_3O_4 + SiO_2 + Er_2O_3$ (2 мас.% WO_3) золотисто-розовый	500°C — 1 ч, 600°C — 4 ч	Охра, размягчение — 25%, кристаллизация в виде небольших разобщенных участков
СКНВ-8 $Pb_3O_4 + SiO_2 + Er_2O_3$ (3 мас.% WO_3) золотисто-розовый	500°C — 2 ч	Золотисто-розовый, нет размягчения, отсутствие признаков кристаллизации
	650°C — 6 ч	Светлая охра, начало размягчения, кристаллизация в виде разобщенных участков
	500°C, 600°C — 2 ч	Золотисто-розовый, нет размягчения, кристаллизация в виде небольших разобщенных участков
	500°C — 1 ч, 600°C — 6 ч	Цвет охры, начало размягчения, кристаллизация объемная
	500°C — 2 ч, 700°C — 1 ч	Светло-розовый, размягчения, кристаллизация в виде сплошной тонкой пленки
	400°C, 600°C — 2 ч, 675°C — 1 ч	Светлая охра, размягчение — 50%, кристаллизация в виде небольших разобщенных участков
	550°C, 625°C, 675°C — 2 ч	Цвет охры, начало размягчения, кристаллизация в виде небольших разобщенных участков
	550°C, 625°C, 700°C — 2 ч	Цвет охры, начало размягчения, кристаллизация в виде разобщенных участков

Таблица 4. Окончание

СКНВ-9 Pb ₃ O ₄ + SiO ₂ + Er ₂ O ₃ (6 мас.% WO ₃) светло-коричневый	400°С — 2 ч	Светло-коричневый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	400°С, 500°С — 2 ч	Светло-коричневый, не размягченный, отсутствие признаков кристаллизации
	650°С — 6 ч	Светло-желтая, начало размягчения, поверхностная кристаллизация в виде тонкой пленки
	675°С — 2 ч	Светлая охра, начало размягчения, поверхностная кристаллизация
	700°С — 6 ч	Охра, начало размягчения, поверхностная кристаллизация в виде пленки
	500°С — 1 ч, 600°С — 6 ч	Охра, не размягченная, отдельные полосы кристаллизации
	400°С, 500°С, 600°С — 2 ч	Коричневый, не размягченный, кристаллизация в виде сплошной тонкой пленки
	400°С, 500°С — 2 ч, 675°С — 1 ч	Светло-желтый, не размягченный, Поверхностная кристаллизация
СКНВ-10 Pb ₃ O ₄ + SiO ₂ + Er ₂ O ₃ (9 мас.% WO ₃) молочный	650°С — 6 ч	Молочный, размягченный, закристаллизованный
	675°С — 2 ч	Молочный, размягченный, закристаллизованный
	700°С — 6 ч	Молочный, размягченный, закристаллизованный
	750°С — 2 ч	Светло-желтый, размягчение — 50%, объемная кристаллизация
	500°С — 1 ч, 600°С — 6 ч	Охра, нет размягчения, объемная кристаллизация

составов. Во-вторых, установлено, что наиболее оптимальным значением количества добавки WO₃ в шихту для улучшения процесса кристаллизации является от 1 до 9 мас.%. В-третьих, для получения материала с объемной кристаллизацией необходима температура от 600 до 750°С. Следует отметить, что при температуре 750°С образец размягчается и размер закристаллизованного слоя увеличивается в результате термической деформации.

Приведенные сравнительные результаты определения физико-химических свойств закристаллизованных стеклокристаллических материалов — ситаллов (табл. 5) свидетельствуют об изменении физико-химических свойств при переходе из состояния стека в состояние ситалла соответствующего состава. Так, предел прочности при сжатии образцов при переходе в состояние ситалла изменяется в положительную сторону, увеличиваясь примерно в 3–4 раза. Таким же образом изменяются и другие параметры синтезированных ситаллов, в частности химическая устойчивость, предел прочности при сжатии и изгибе, кристаллизационная способность, коэффициент линейного термического расширения (КТЛР) и плотность.

Таблица 5. Физико-химические свойства синтезированных стекол и ситаллов

Показатели	Образцы стекол и ситаллов						Погрешность
	СКН-1		СКН-2		СКН-3		
	-	с до- бав- кой WO ₃	-	с до- бав- кой WO ₃	-	с до- бав- кой WO ₃	
	Стекло	Ситалл	Стекло	Ситалл	Стекло	Ситалл	
Плотность, г/см ³	6,02	6,32	6,04	6,32	6,05	6,34	±0,01
КТЛР, α·10 ⁻⁷ град ⁻¹	81	72	82	74	83	75	±0,10
Кристаллизационная способность, °С: нижний предел, верхний предел	550 750	550 750	550 750	550 750	550 750	550 750	±5,0 ±5,0
Предел прочности при изгибе, МПа	30–35	60–70	30–36	64–70	30–38	65–75	±0,10
Предел прочности при сжатии, МПа	150–200	510–600	150–210	520–600	150–220	530–600	±0,10
Химическая устойчивость, % в дис. Н ₂ О (рН=7,0) в СН ₃ СООН (рН=4,3) в NaOH (рН=9,3)	98,50 97,20 96,55	99,60 99,05 99,15	98,65 97,55 97,05	99,70 99,10 99,25	98,75 97,75 97,40	99,80 99,15 99,30	±0,01 +0,01 ±0,01

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основе проведенных исследований процесса термообработки Се-, Nd- и Er-содержащих стекол в результате массовой кристаллизации установлено, что кристаллизация стекол состава $Pb_{0,9875}TR_{0,025}Si_{0,9875}O_3 + 1-3 \text{ мас.}\% Me_2O_3$ и MeO_2 (где TR- –Ce³⁺, Nd³⁺, Er³⁺; Me³⁺ – Cr³⁺; Me⁴⁺ – Ti⁴⁺ и Zr⁴⁺) при температурах 500 и 550°С не приводит к изменению аморфной структуры стекольного образца, т.е. стекольный образец не размягчается и признаки кристаллизации отсутствуют. Показано, что при увеличении температуры до значений 600–675°С начинается частичное размягчение и расплавление поверхности образцов, а при температуре 750°С происходит полная кристаллизация в синтезированных стекольных образцах.

Таким образом, на основании комплексного исследования процессов термообработки, физико-химических свойств и структурных особенностей продуктов кристаллизации синтезированных церий-, неодим- и эрбийсодержащих стекол разработаны оптимальные режимы процесса кристаллизации. Установлено, что с введением оксида вольфрама в количестве от 1 до 9 мас.% достигается необходимая кристаллизация стекольных образцов. Кроме того, можно отметить, что при реализации процесса кристаллизации можно получить самоглазирующиеся ситаллы со специфическим блеском и окраской, а также с высокими эстетическими характеристиками. Установлено, что оптимальным режимом процесса кристаллизации стекольных образцов является диапазон температур от 600 до 750°С с выдержкой по времени соответственно от 1 до 4 ч.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Павлушкин Н. М. Химическая технология стекла и ситаллов. М.: Стройиздат, 1983. 432 с.
2. Исматов А. А., Исматов К. Ю., Адинаев Х. А. Получение, свойства и применение стекол на основе системы $PbO-SiO_2$ // Узбекский химический журнал. 2000. № 1. С. 8–10.
3. Адинаев Х. А. Разработка состава цветных стеклокристаллических материалов для декоративных композиций // Universum: технические науки. Электронный научный журнал. Москва. 2017. № 12 (45).
4. Akhmadjonov A. A., Kadyrova Z. R., Usmanov K. L. Quartz Sands of the Tamdinskoe Deposit: Promising Raw Material for Glass Production // Glass and Ceramics. 2022. V. 79. P. 257–261.
5. Vaino F., Tomalino M., Tulyaganov D. Ceramics, Glass and Glass-Ceramics // Springer Nature Switzerland AG. 2021. 348 p.
6. Гулоян Ю. А. Физико-химические основы технологии стекла. Владимир: Транзит-ИКС, 2008. 736 с.
7. Бабаев З. К., Ибрагимов Д. У., Каримов Ш. Х., Кенжаев Ф. Д., Ядгоров А. М. Состояние и развитие стекольной отрасли Узбекистана // Химическая технология. 2018. № 2 (47). С. 150–154.
8. Hülsenberg D., Harnisch A., Bismarck A. *Microstructuring of Glasses* // Publisher: Springer, Berlin-Heidelberg. 2009. 326 с.
9. Саркисов П. Д. Направленная кристаллизация стекла — основа получения многофункциональных стеклокристаллических материалов // Меж. конф. М.: РХТУ им Д. И. Менделеева, 1997. 218 с.
10. Kadyrova Z. R., Tuganova S. K., Eminov A. A. High-Temperature Interaction between Calcium and Strontium Titanodisilicates // Glass and Ceramics. 2012. V. 6. P. 413–415.
11. Бобкова Н. М., Папко Л. Ф. Химическая технология стекла и ситаллов. Минск: БГТУ, 2005. 196 с.
12. Казьмин О. В., Беломестнова Э. Н., Дитц А. А. Химическая технология стекла и ситаллов. Томск: Изд-во Томск. политехн. ун-та, 2011. 170 с.
13. Конон М. Ю., Полякова И. Г., Столяр С. В., Анфимова И. Н. Кристаллизация в стеклах системы $Na_2O-B_2O_3-SiO_2-Fe_2O_3$ с различным содержанием SiO_2 // Физ. и хим. стекла. 2020. Т. 46. № 6. С. 658–662.
14. Niyazova S. M., Kadyrova Z. R., Usmanov K. L., Eminov A. A., Khomidov F. G. Physicochemical Properties of Andesitic Basalt Mineral Fibers // Glass and Ceramics. 2022. V. 79. P. 107–111.
15. Школьников Е. В. Влияние добавок Pb на кинетику и механизм кристаллизации стекла As_2Se_3 // Физ. и хим. Стекла. 2019. Т. 45. № 1. С. 16–28.