

Международная научно-практическая конференция
«Материаловедение, формообразующие технологии
и оборудование 2026»
(ICMSSTE 2026)

Кристаллизация LAS стекла в
производстве стеклокерамического
материала

Докладчик: Перкин Ю.А.

АО «ОНПП «Технология» им. А.Г.Ромашина»
РХТУ им. Д.И. Менделеева

Ялта, 2026 г.

● ● ● Актуальность

Материалы на основе ЛАС стеклокерамики широко применяются в авиационной отрасли в качестве радиопрозрачного материала

Литийалюмосиликатная (ЛАС) стеклокерамика – один из наиболее перспективных радиопрозрачных материалов благодаря:

- Высокой мех.прочности;
- Низким диэлектрическим потерям;
- Термостойкости;
- Стабильности свойств при эксплуатации.

В настоящее время наблюдается рост объемов производства радиопрозрачных материалов, что требует:

- Снижение энергозатрат;
- Сокращение длительности дорогостоящих операций технологического процесса ;
- Повышения стабильности структуры и свойств материала.

Поэтому актуальной задачей является оптимизация режимов термообработки ЛАС-стекол

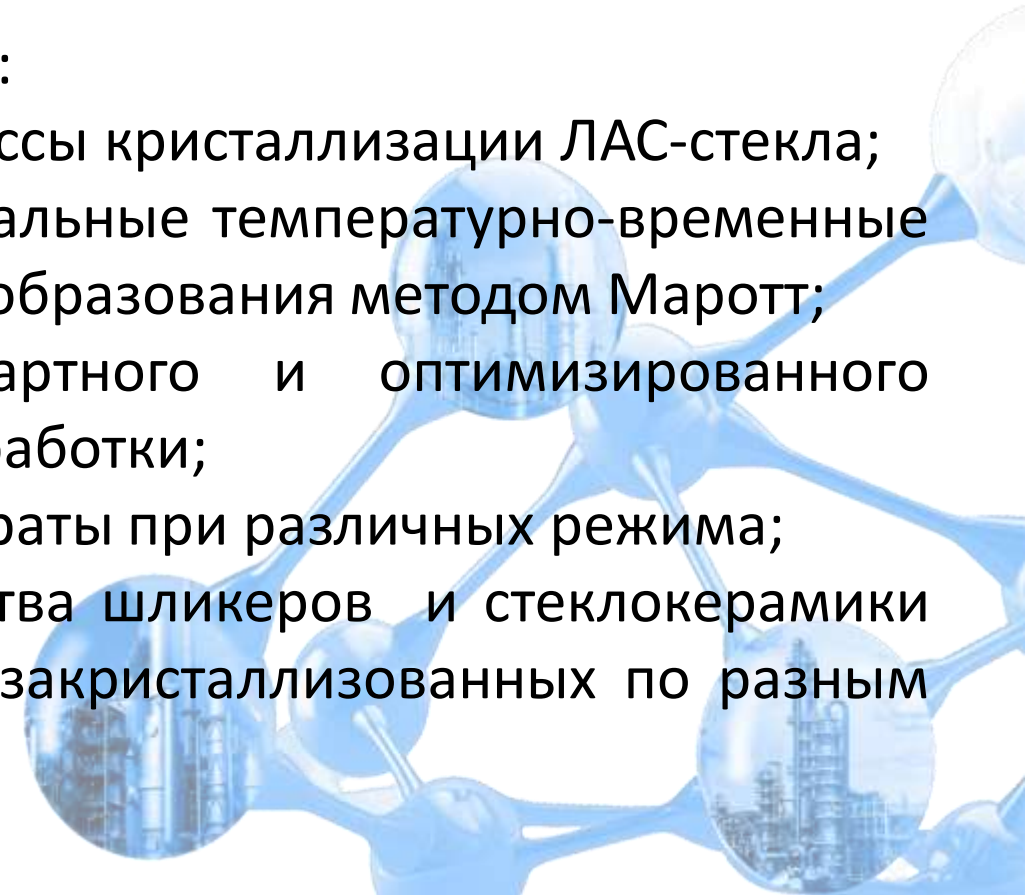
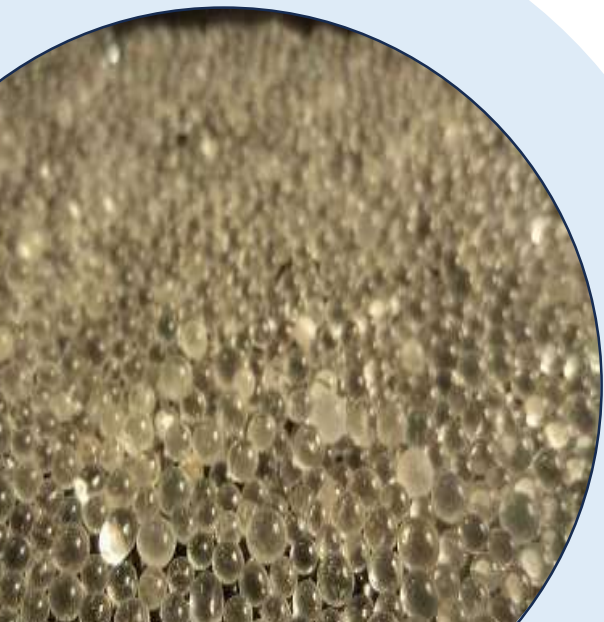
Цели и задачи

Оптимизация режима кристаллизации ЛАС-стекла с помощью метода Маротта для снижения энергозатрат, оптимизации технологии и повышение однородности стеклокерамики



Задачи исследования:

- Исследовать процессы кристаллизации ЛАС-стекла;
- Определить оптимальные температурно-временные условия зародышеобразования методом Маротт;
- Сравнение стандартного и оптимизированного режимов термообработки;
- Оценить энергозатраты при различных режимах;
- Исследовать свойства шликеров и стеклокерамики на основе стекол, закристаллизованных по разным режимам.



● Недостатки существующего режима

Стандартный режим:

- 650 °С - 5 часов
(зародышеобразование)
- 1180 °С - 7-12 часов
(кристаллизация)

Основные недостатки:

- ⊗ Высокая длительность термообработки;
- ⊗ Значительное энергопотребление печей;
- ⊗ Недостаточное количество центров кристаллизации;
- ⊗ Рост крупных кристаллов;
- ⊗ Недостаточно тонкозернистая структура.

ДОЛЯ ЭНЕРГОПОТРЕБЛЕНИЯ
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОБОРУДОВАНИЕ В ТЕХ.ПРОЦЕССЕ

70%

Следствие: Необходим поиск более эффективного режима термообработки кристаллизации, обеспечивающего более тонкозернистую структуру

Метод Маротт

Метод Маротта применяется для определения температуры максимальной скорости зародышеобразования стекла

Суть метода:

1. Стекло выдерживают при различных температурах близких к T_g
2. Далее измеряется изменение структуры (проводится анализ ДСК)
3. По результатам максимального смещение экзотермического пика обработанных образцов определяется оптимальная температура зародышеобразования
4. При найденной температуре образцы выдерживают с разным временем выдержки
5. По результатам максимального смещение экзотермического пика обработанных образцов определяется оптимальное время выдержки при температуре зародышеобразования

Преимущество метода:

- Позволяет подобрать оптимальную температуру
- Снижает количество экспериментальных режимов

Результаты ДСК

Температуру зародышеобразования T_{30} определяли зависимости:

$$\left(\frac{1}{T_p} - \frac{1}{T_p^0} \right) = f(T_{TO}), \quad \text{где}$$

T_p^0 – температура экзо-пика исходного стекла; T_p – температура максимума экзо-пика стекла прошедшего термическую обработку; T_{TO} – температура обработки стекла.

Рисунок 1 – Кривая ДСК ЛАС стекла Li_2O (3,6–3,9%), Al_2O_3 (24–26%), SiO_2 (62,5–65,5%), TiO_2 (4,3–5,5%)

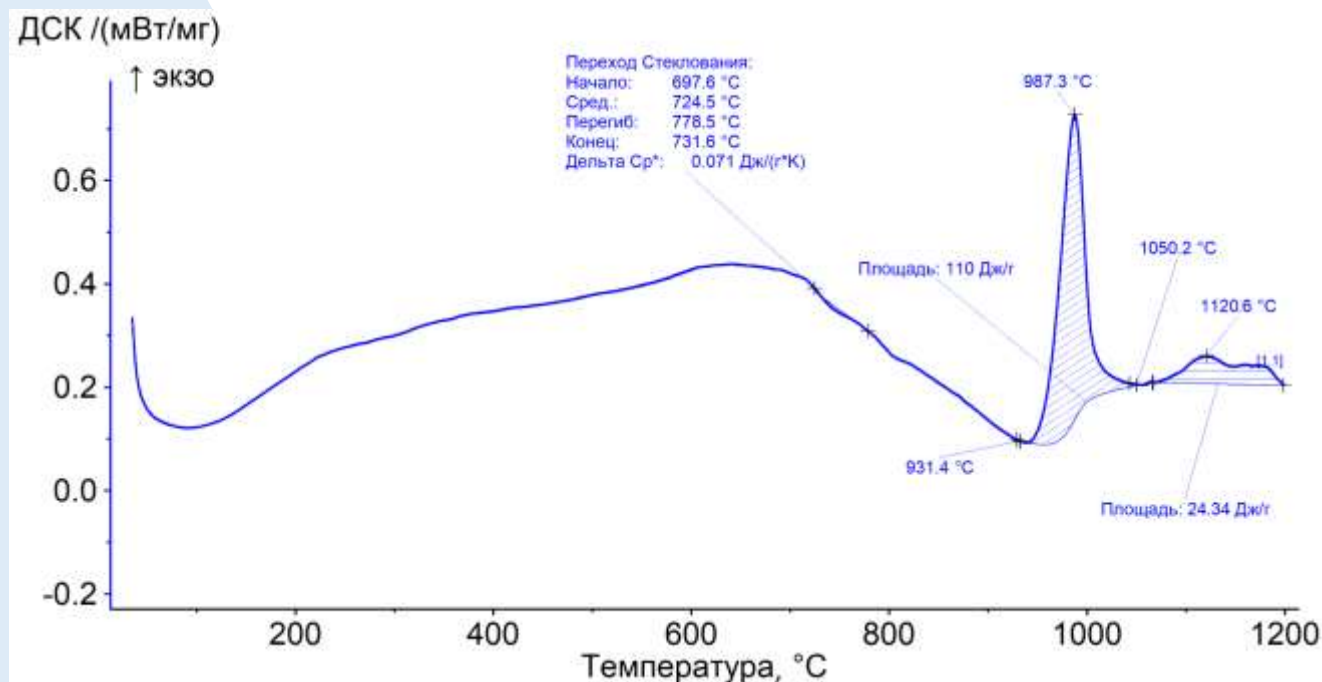


Таблица 1. Результаты ДСК образцов стекла

Результаты ДСК образцов термообработанных при 650 – 750 °C, в течение 1 ч.						
Температура обработки, °C	650	670	690	710	730	750
Температура экз.пика, °C	955	942	910	900	913	938
Результаты ДСК образцов термообработанных при 710 °C						
Время выдержки, ч	1	1,5	2	2,5	3	
Температура экз.пика, °C	900	901	987	983	904	

Результаты ДСК

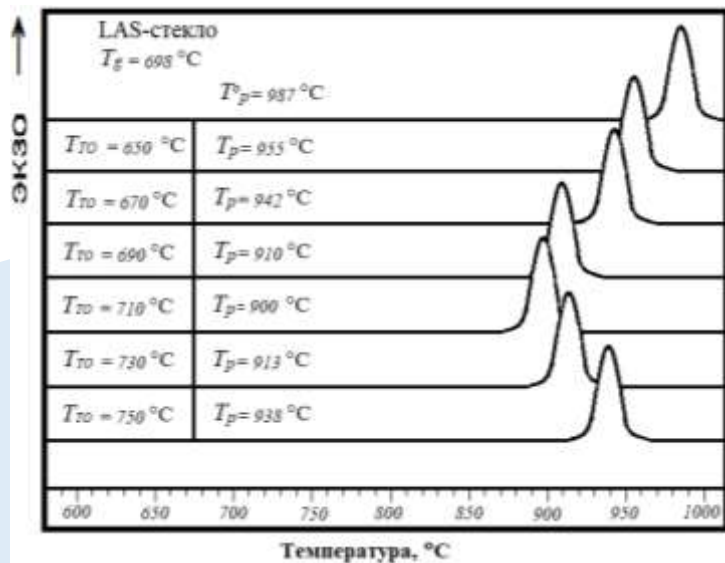


Рисунок 2 – Кривые ДСК образцов, обработанных в интервале температур 650-750 °С в течение 1 ч.

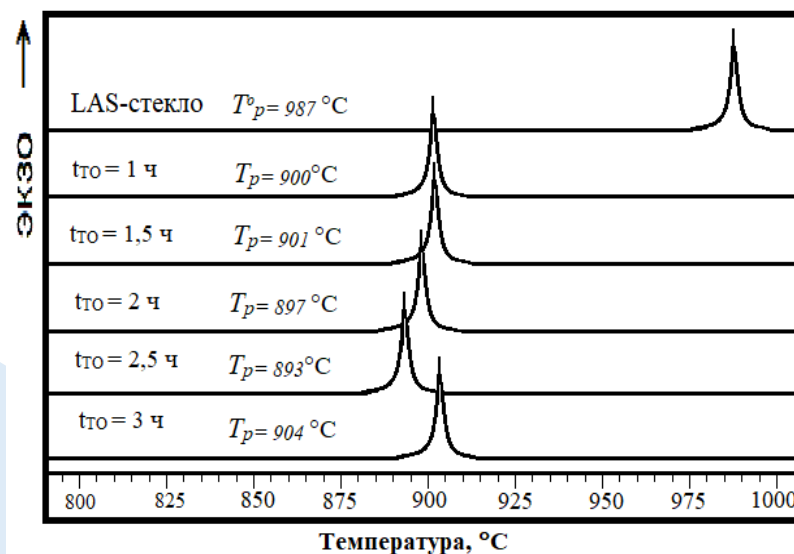


Рисунок 4 – Кривые ДСК образцов, обработанных при $T_{30} = 710\text{ °C}$ в течение 1 – 3 ч

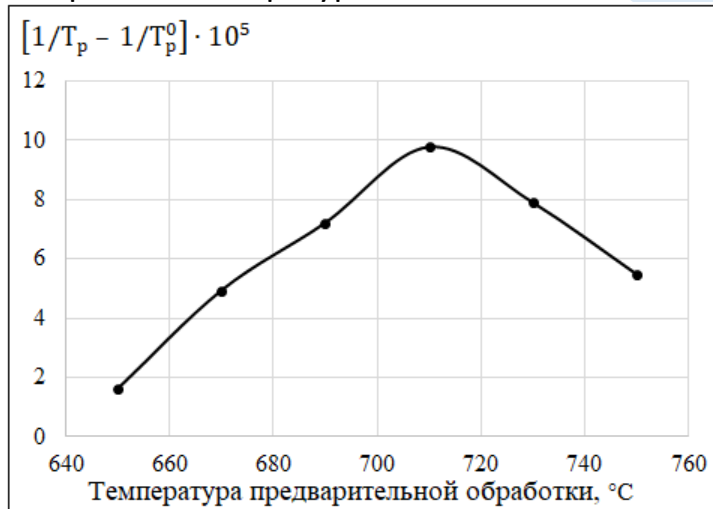


Рисунок 3 – Зависимость $[1/T_p - 1/T_p^0] = f(T_{70})$.

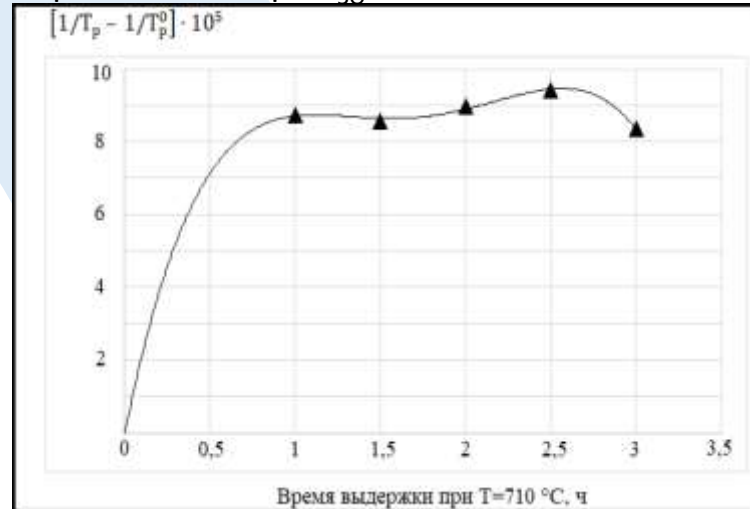


Рисунок 5 – Зависимости $[1/T_p - 1/T_p^0] = f(t_{70})$

Оптимальная температура зародышеобразования:

- Около 710 °С

Оптимальное время выдержки:

- Около 2,5 – 3 часов.

Полученный эффект

- Увеличение количества центров кристаллизации
- Равномерная микроструктура
- Снижение вероятности образования крупных кристаллов
- Снижение времени выдержки при T_1 и при T_2

Сравнения характеристик шликеров и свойств стеклокерамики

Закристаллизованное стекло измельчали мокрым помолом. Суспензии имели близкие реологические параметры и зерновой состав (табл. 2). Изготовленные из суспензий образцы обжигались при 1250 °С – 7 ч.

- РФА партий СКМ не отличается от исходных закр. стекол (А и Б) – твердые растворы β -сподумена и муллита $Al_6Si_2O_{13}$, рутил $\alpha-TiO_2$.
- Структура закр.стекла-Б более тонкозернистая
- Наличие бóльшего количества кристаллитов и меньших их размеров, приводит к лучшему спеканию и получению СКМ с высокой плотностью

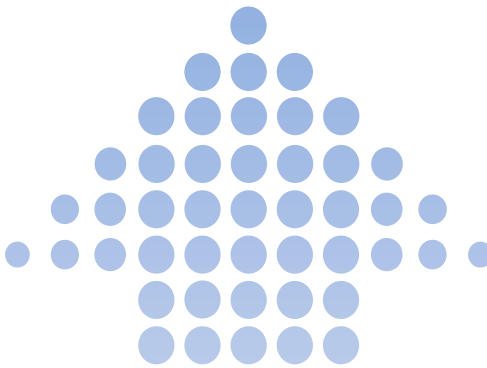
Таблица 2. Параметры шликера и свойства стеклокерамики

Параметр шликера	Исходный материал – закр.стекло*	
	А	Б
Плотность, ρ , г/см ³	2,11	2,11
Условная вязкость, η , с	69	71
pH	7,4	7,4
Тонина помола, T_{63} , %	6,6	6,4
Содержание частиц до 5 мкм, %	39,04	38,45
Свойства стеклокерамики (средние значения)		
Плотность кажущаяся, $\rho_{каж}$, г/см ³	2,49	2,52
Относительная плотность, %	94,0	95,0
Водопоглощение, W, %	0,05	0,04
Предел прочности при изгибе, $\sigma_{изг}$, МПа	119,6	123,5

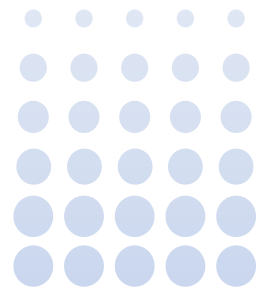
*Условия термообработки стекла:

А – 650 °С (5 ч) и 1180 °С (7 ч); Б – 710 °С (2,5 ч) и 1180 °С (3 ч).

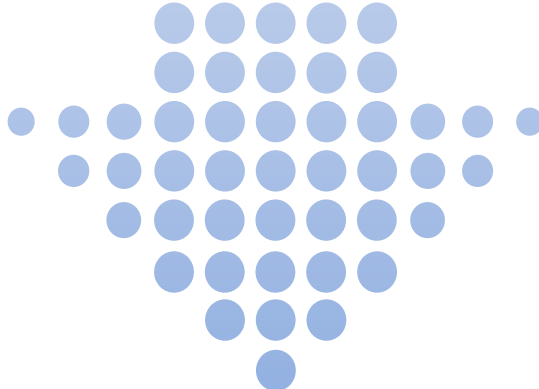
Выводы



Эксп.
65 кВт·ч



Станд.
145 кВт·ч

- Температурно-временные условия зародышеобразования в LAS стекле, определенные методом Маротта, корректны.
 - Закристаллизованные в установленных условиях стекла имеют более тонкозернистую кристаллическую структуру, что позволит применять для их изготовления стеклокерамических изделий и обеспечить равномерность свойств по их объему.
 - Разработанный режим термообработки для кристаллизации стекла позволяет снизить энергопотребление печей с номинальной мощностью 18 кВт более чем в 2 раза со 140 – 145 кВт·ч до 65 – 70 кВт·ч, в сравнении со станд.режимом
- 

Спасибо
за внимание!

