

Температура начала размягчения ( $t_{н.р.}$ ) определяется структурой стекла, количеством мостиковых и немостиковых связей в кремнекислородной сетке, силой связи анион–катион и является одной из важнейших характеристик стекла, позволяющая установить степень их плавкости и определяющая во многих случаях их области практического применения. Знание температуры начала размягчения для электродных стекол позволяет судить о том, как будет вести себя данное стекло при термообработке. Для исследуемых стекол она изменяется в пределах 530 – 635 °С.

Для электродных стекол значение ТКЛР играет важную роль при спаивании электродного стекла с корпусным стеклом (в данном случае стекло марки С 360), имеющим ТКЛР (97 – 98) · 10<sup>-7</sup> К<sup>-1</sup>. Протекание таких процессов возможно лишь при использовании материалов, хорошо соответствующих друг другу по значениям ТКЛР, разница которого для спаиваемых материалов не должна превышать 10 – 15 %. Значение ТКЛР в значительной мере зависит от прочности связей между ионами и элементами структуры, силы их взаимодействия, плотности упаковки. Исследуемые стекла имеют значения коэффициента термического расширения в пределах (94,18 – 104,87) · 10<sup>-7</sup> К<sup>-1</sup>.

Плотность определили по методу гидростатического взвешивания. Этот метод основан на нахождении объема воды, вытесненной образцами стекол при погружении их в воду. Для расчета плотности определили массы образцов на воздухе и погруженных в воду. Как показали экспериментальные данные, исследуемые стекла имеют значения плотности в пределах 2594 – 2810,39 кг/м<sup>3</sup>.

Химическую устойчивость проверяли на цилиндрических образцах по потерям массы путем выдержки их в растворе фтористоводородной кислоты с концентрацией 1000 мг/л. Массу измеряли при выдержке в растворе в течение 1, 3, 5, 10, 15, 21, 28 сут. После каждого измерения измеряли рН раствора и готовили новый раствор, т.к. HF со временем улетучивается или расходуется при взаимодействии стекла с раствором. Потери массы при выдержке 28 сут. 11,64 – 17,37 %.

По совокупности исследования физико-химических свойств выбран оптимальный состав, наиболее соответствующий требованиям, предъявляемым к разрабатываемым составам кислотостойких стекол для изготовления активной части стеклянного электрода.

### Литература

- 1 Шульц, М.М. Стеклянный электрод. Теория и применение. / М.М. Шульц. – Соровский образовательный журнал. – 1998. – Т.8 №1. – С. 33 – 39
- 2 Парфенов, А.И. Электродные свойства стекол систем Na<sub>2</sub>O–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrO<sub>2</sub>–SiO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SnO<sub>2</sub>–SiO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O–ZrO<sub>2</sub>–SnO<sub>2</sub>–SiO<sub>2</sub> / А.И. Парфенов, Л.П. Филина. – Физика и химия стекла. – 1977. – Т.3 №2. – С. 161–167.
- 3 Бекешев, К. Электродные свойства стекол системы Na<sub>2</sub>O–SnO<sub>2</sub>–SiO<sub>2</sub> / К. Бекешев. // Физика и химия стекла. – 1976. – Т.2, №6. – С. 536 – 542.

УДК 546.824-31

### Изучение процесса образования и старения гидрозоля диоксида титана

Студент гр. 104211 Шкульков М.С.

Научный руководитель – Слепнева Л.М.

Белорусский национальный технический университет  
г. Минск

При получении нанопорошков по золь-гель технологии необходимо контролировать основные параметры образующего промежуточного гидрозоля, поскольку от них зависит

размер частиц порошка. К ним относятся, в частности, начальная концентрация соединения, из которого образуется золя.

Нами была изучена скорость образования гидрозоля диоксида титана в зависимости от начальной концентрации титансодержащего прекурсора, а также скорость его старения. Гидрозоль диоксида титана был получен гидролизом тетрахлорида титана в водной среде. Тетрахлорид титана предварительно растворяли в изобутиловом спирте и постепенно прибавляли к воде при температуре 80 °С и перемешивании на магнитной мешалке. Гидролиз тетрахлорида в органическом растворителе проходит более спокойно при комнатной температуре, в то время как проведение водного гидролиза в отсутствие спирта требует охлаждения. Известно, что тетрахлорид титана способен подвергаться алкоголизу при контакте со спиртами. Время появления видимых признаков образования коллоидного раствора в виде опалесценции зависело от начальной концентрации титансодержащего соединения, то есть наблюдался некоторый индукционный период, после которого образование золя становилось заметным визуально. Таким образом, оказалось возможным варьировать момент образования гидрозоля изменением начальной концентрации тетрахлорида титана. Чем больше была начальная концентрация, тем быстрее наблюдалось образование золя, что находилось в соответствии с литературными данными. Ранее было показано, что с падением пересыщения раствора скорость образования золя резко падает.

Частицы образовавшегося золя со временем агрегируют, это называется старением золя. Старение золь приводит к снижению степени дисперсности, благодаря агрегации частиц, причем агрегация может происходить как за счет коагуляции, так и за счет кристаллизации частиц золя. Было показано, что коллоидные частицы в свежеприготовленных золях имеют аморфную структуру. По мере старения золь происходит процесс кристаллизации и постепенного упорядочения, причем скорость образования кристаллов различна у различных золь.

Процесс старения гидрозоля диоксида титана изучали спектрофотометрически. Поскольку диоксид титана относится к не поглощающим свет, так называемым «белым золям», оптическая плотность определяется не поглощением раствора, а его рассеянием. С помощью фотоколориметра концентрационного КФК-2 были экспериментально определены оптические плотности образца гидрозоля диоксида титана в зависимости от времени при длине волны 440 нм (таблица 1). Измерения проводились в кварцевых кюветах длиной 5 см.

Таблица 1 – Зависимость оптической плотности золя диоксида титана от времени

Время, дни	10	11	12	14	18	19	20	23
D	0,34	0,39	0.43	0.55	0,90	0,96	1,10	1.40

Как видно из таблицы 1 с течением времени оптическая плотность раствора возрастала, что свидетельствует об укрупнении частиц гидрозоля и падении его агрегативной устойчивости, причем скорость агрегации со временем увеличивалась. При минимальном пересыщении раствора титансодержащим прекурсором опалесценция раствора появлялась только на 10-й день, а образование осадка наблюдалось примерно на 25 день с момента приготовления коллоидного раствора (рисунок 1).

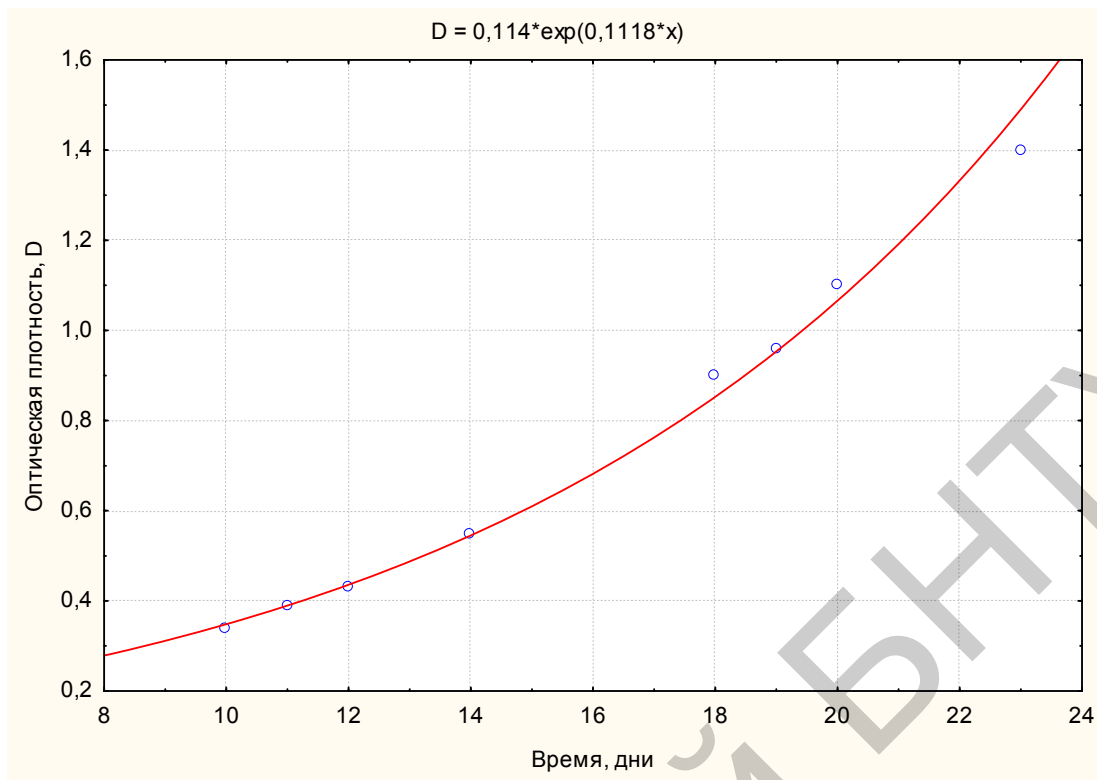


Рисунок 1 – Зависимость оптической плотности от времени старения гидрозоля диоксида титана