

УДК 666.266.51

Н.Е. Щеголева¹, А.С. Чайникова¹, Л.А. Орлова²**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА СПЕКАНИЯ
ПРИ ПОЛУЧЕНИИ СТЕКЛОКЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ
СТРОНЦИЙАЛЮМОСИЛИКАТНОГО СТЕКЛА
МЕТОДОМ ПОЛУСУХОГО ПРЕССОВАНИЯ**

DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-55-62

Рассматриваются вопросы получения стронцийалюмосиликатной стеклокерамики методом полусухого прессования с последующим обжигом. Представлены результаты исследования ее физико-механических, термических и диэлектрических свойств в сравнении со свойствами ситалла того же состава и применяемой в настоящее время в промышленном производстве литийалюмосиликатной стеклокерамики. Показана перспективность применения полученной стеклокерамики как материала радиотехнического назначения взамен сподуменовый стеклокерамики.

Ключевые слова: стронцийалюмосиликатное стекло, стеклокерамика, полусухое прессование, спекание, кристаллизация.

N.E. Shchegoleva¹, A.S. Chaynikova¹, L.A. Orlova²**SINTERING PROCESS ANALYSIS IN THE MANUFACTURE
OF STRONTIUMALUMINOSILICATE GLASS CERAMICS
BY POWER-PRESSED METHOD**

The article considers production of strontiumaluminosilicate glass ceramics by powder-pressed method with the consequent roasting, research results of physical, mechanical, thermal and dielectric properties are represented in the comparison with same composition sital properties, currently used for strontiumaluminosilicate glass ceramics production. Application prospects of produced ceramics as radio engineering material instead of spodumene ceramics are illustrated.

Keywords: strontiumaluminosilicate glass, glass ceramics, powder-pressed method, sintering, crystallization.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

²Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева [Dmitry Mendeleev University of Chemical Technology of Russia]; e-mail: rector@muctr.ru

Введение

Приоритетной задачей современного материаловедения, обеспечивающей достижение прогнозных показателей технологического развития российской экономики в сфере создания новых поколений изделий перспективной техники, является разработка новых материалов с широким диапазоном эксплуатационных свойств, отвечающих требованиям конкретного потребителя. Одним из важных вопросов является создание авиационной и авиационно-космической техники с высокими летными и тактико-техническими характеристиками. Актуальной задачей является разработка нового класса высокотемпературных материалов на основе ситаллов и стеклокерамики, композиционных материалов на их основе, армированных непрерывными или дискретными волокнами, а также дисперсно-упрочненных материалов. Большое внимание уделяется материалам радиотехнического назначения

для защиты приемопередающих антенных устройств, размещенных на борту летательных аппаратов. Основные требования, предъявляемые к данному классу материалов, – это стабильность диэлектрических, теплофизических и физико-механических свойств во всем интервале рабочих температур наравне с невысокой плотностью [1–8].

Промышленное применение в данной области нашли материалы типа «Пирокерам» (США), сподуменовая стеклокерамика марки ОТМ357 и кварцевая керамика (ФГУП «ОНПП «Технология», г. Обнинск). Однако данные материалы характеризуются низкой температурой эксплуатации (не более 900°C), которая ограничивается недостаточной температурной стабильностью диэлектрических, термических и механических свойств, а также низкой термостойкостью. Кварцевая же керамика из-за высокой пористости требует дополнительной влагозащиты [1, 9–11].

Уникальностью физико-механических и диэлектрических свойств, приобретаемых в процессе направленной кристаллизации, характеризуются ситаллы системы $\text{SrO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ [12–15]. Однако получение ситаллов по традиционной стекольной технологии связано с рядом трудностей – в первую очередь это высокая температура варки исходных стекол (1600°C и более). Помимо этого очень тяжело получить материал заданного фазового состава, всегда присутствуют остаточная стеклофаза и побочные кристаллические фазы, которые могут коренным образом повлиять на структурно-чувствительные свойства получаемого материала. Процесс кристаллизации монолитного стекла может проходить неравномерно по всему объему, особенно если это касается вопроса получения крупногабаритных изделий. В связи с этим в настоящее время, наряду с применением для получения ситаллов традиционной технологии, получил распространение метод синтеза стеклокерамики – проведение объемной кристаллизации, обеспечивающей формирование микроструктурной ситалловой структуры путем тонкого измельчения и спекания порошков стекол, когда в качестве катализатора выступает развитая поверхность порошков, обладающая дополнительной поверхностной энергией [16–20].

В данной статье рассматриваются результаты исследований по получению стронцийалюмосиликатной стеклокерамики методом полусухого прессования с последующим обжигом, а также представлены результаты комплексного исследования ее эксплуатационных свойств в сравнении со свойствами ситалла того же состава и применяемой в настоящее время литийалюмосиликатной стеклокерамики.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 14.1. «Конструкционные керамические композиционные материалы (ККМ)» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [4].

Материалы и методы

Основными технологическими параметрами процесса спекания являются гранулометрический состав стекла, давление прессования, температурный режим обжига. Несмотря на то, что с увеличением развитой поверхности порошка процесс спекания должен интенсифицироваться, чрезмерное увеличение удельной поверхности может отрицательным образом сказаться на процессе спекания. Во-первых, частицы становятся более однородными по размеру, а значит, снижается плотность упаковки при формообразовании. Во-вторых, более тонкие порошки требуют большего количества связки, что затрудняет ее равномерное распределение вокруг частиц стекла. По результатам проводимых ранее работ удельная поверхность спекаемых порошков стекла должна находиться в пределах от $3 \cdot 10^4$ до $7 \cdot 10^4 \text{ м}^2/\text{кг}$.

При проведении работы дробление исходного материала (стронцийалюмосиликатного стекла) осуществляли в агатовой ступке и просеивали через сито с размером ячейки 4 мм. Помол стекла проводили на планетарной мельнице в агатовых барабанах с агатовыми крышками и шарами из диоксида циркония диаметром 1,0 см (скорость вращения барабанов 300 об/мин). В качестве среды использовали изопропиловый спирт, поскольку присутствие жидкости при помоле значительно облегчает условия для рассеивания энергии и этим препятствует образованию аккумулялирующих структур. При этом осуществляли разовую загрузку в барабаны мельницы мелющих тел, стекла и спирта:

– массовое соотношение «мелющие тела/стекло» составило 1:1 и 2:1;

– массовое соотношение «стекло/изопропиловый спирт» составило 3:4.

Для выбора оптимальной продолжительности помола его проводили в течение 30 мин и 3 ч.

При проведении работы в качестве связующего при прессовании в порошок стекла вводили 2,5%-ный раствор поливинилового спирта (ПВС) в количестве 5% (по массе). Назначение технологической связки заключается в обеспечении эффективности прессования полуфабриката путем снижения внутреннего трения, придании пластичности и связности в процессе уплотнения и после него [21, 22]. Порошки стекол тщательно смешивали с раствором ПВС и протирали через сито №05. Порошок отвешивали в заданном для прессования количестве и помещали в металлическую форму. Формование образцов в виде штабиков размером $5 \times 6 \times 40$ мм проводили на гидравлическом прессе 2ПГ-10 при давлении прессования 125 МПа.

Термическую обработку образцов для оценки температурного интервала спекания стекла проводили в электрической печи в воздушной атмосфере при температурах $750-1400^\circ\text{C}$ с интервалом $50-100^\circ\text{C}$ при скорости нагрева $300^\circ\text{C}/\text{ч}$.

На основании научно-технических литературных данных обжиг образцов проводили в электрической печи в воздушной атмосфере по следующим режимам [23]:

– режим 1 – нагрев со скоростью $240^\circ\text{C}/\text{ч}$ до температуры 1350°C , выдержка при этой температуре 1 ч, инерционное охлаждение в печи;

– режим 2 – нагрев со скоростью $240^\circ\text{C}/\text{ч}$ до температуры 800°C и выдержка при этой температуре 1 ч, затем нагрев с той же скоростью до температуры 1250°C и выдержка при этой температуре 1 ч, инерционное охлаждение в печи;

– режим 3 – нагрев со скоростью $240^\circ\text{C}/\text{ч}$ до температуры 800°C и выдержка при этой температуре 1 ч, затем нагрев с той же скоростью до температуры 1350°C и выдержка при этой температуре 1 ч, инерционное охлаждение в печи.

Исследование удельной поверхности и гранулометрического состава стеклопорошка проводили

Таблица 1

Фракционный состав стеклопорошка в зависимости от условий помола

Параметры порошка стекла	Значения параметров при режиме помола		
	№1	№2	№3
	при соотношении «мелющие тела/стекло»		
	1:1 (30 мин)	1:1 (3 ч)	2:1 (3 ч)
Удельная поверхность $S_{уд} \cdot 10^4, \text{ м}^2/\text{кг}$	0,78	2,69	3,91
Средний размер частиц, мкм	36–40	5–8	3–4
Количество частиц с размером менее 5 мкм, %	13	53	75
Количество частиц с размером от 5 до 50 мкм, %	56	47	25
Количество частиц с размером более 50 мкм, %	31	0,002	0

с помощью лазерного дифрактометра Analysette 22 фирмы Fritsch (Германия).

Изучение процесса спекания образцов и определение температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) проводили на горизонтальном высокотемпературном dilatометре с толкателем типа DIL 402 PC производства фирмы Netzsch (Германия). Для испытания применяли образцы длиной 25 мм. Измерения проводили с постоянной скоростью нагрева $5^\circ\text{C}/\text{мин}$ до температуры $800\text{--}1400^\circ\text{C}$.

Рентгенофазовый анализ поверхностного слоя образцов выполнен с применением дифрактометра Епругеан методом рентгеновской дифракции в монохроматическом $\text{Cu } K_\alpha$ -излучении ($\lambda=0,15418 \text{ нм}$) в диапазоне 2θ углов $20\text{--}100$ градусов, с шагом $\Delta 2\theta=0,016$ градусов и выдержкой 40 с. Расшифровка дифрактограмм проведена с помощью специализированной программы HighScore и базы данных PDF-2.

Петрографический анализ материалов проводили на поляризационном микроскопе марки «Полам-211» с идентификацией составляющих кристаллических фаз, формы и размера частиц. Точность определения составила 0,5 мкм.

Плотность исследуемых материалов определяли методом гидростатического взвешивания, который основан на законе Архимеда и сводится к определению объема жидкости (воды), вытесненной образцом материала.

Предел прочности при изгибе определяли на разрывной машине FM-500 по методике, описанной в работе [24].

Испытания на термостойкость проводили по следующему режиму: помещение образцов в холодную печь → нагрев до заданной температуры → резкое охлаждение в воде с последующим осмотром образцов, в том числе под микроскопом.

Теплопроводность определяли по методике, основанной на принципе стационарного теплово-

го потока. В качестве образцов использовали спекленные пластины. Коэффициент теплопроводности материала рассчитывали посредством измерения температур на противоположных плоскостях образцов с учетом их размеров и количества тепла, прошедшего через них.

Диэлектрические характеристики материалов определяли по ГОСТ 22372–77 [25].

Результаты

По результатам исследования удельной поверхности стеклопорошка установлено, что процесс помола интенсифицируется при массовом соотношении «мелющие тела/стекло», равном 2:1 (табл. 1). На рис. 1 представлена кривая распределения частиц по размерам для стеклопорошка, измельченного по режиму №3.

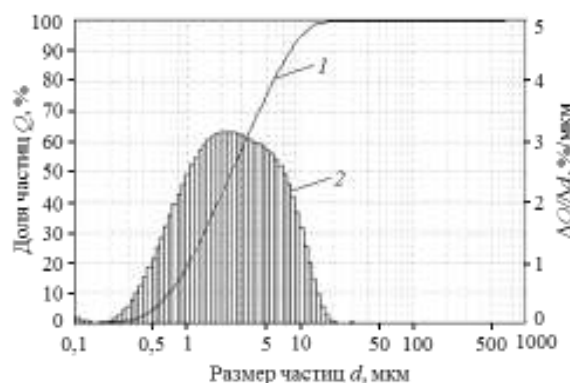


Рис. 1. Интегральное (1) и дифференциальное (2) распределение по размерам частиц стеклопорошка, измельченного по режиму №3

В первом приближении степень спекания образцов при различных температурах оценивали визуально, параллельно проводили рентгенофазовый анализ для изучения температурных интервалов и последовательности образования

Таблица 2

Результаты визуальной оценки степени спекания стекла в зависимости от температуры термообработки

Температура термообработки, °С	750	850	950	1050	1150	1250	1300	1350	1400
Степень спекания*	□	⊗	⊗	⊗	■	■	■	■	■

* □ – материал не спекся; ⊗ – неполное спекание; ■ – спекшийся материал.

кристаллических фаз в процессе кристаллизации. В табл. 2 представлены результаты визуальной оценки степени спекания стекла.

Исходя из данных, представленных в табл. 2, температурный интервал спекания стекла составляет 850–1400°С, а интервал спеченного состояния 1150–1400°С. При этом усадка образцов достигает порядка 10%. Несмотря на то, что при визуальном осмотре образцов полное спекание наблюдается при температуре 1150°С, нулевые значения пористости достигаются лишь после термообработки при температуре 1350°С.

При исследовании структурных превращений, протекающих в процессе спекания стеклопорошка, с помощью рентгенофазового и петрографического анализа показано, что в качестве первичной кристаллической фазы образуется тиалит. Образование моноклинного анортита протекает через кристаллизацию его гексагональной модификации, а в интервале температур 1150–1250°С наблюдается разложение тиалита с образованием рутила. Протеканию указанных процессов способствует высокоразвитая поверхность стеклопорошка, которая в определенной степени выступает в качестве дополнительного катализатора кристаллизации. На рис. 2 представлена зависимость интенсивности кристаллизации фаз от температуры термической обработки спеченного стекла.

В работе [15] исследован процесс спекания стекло системы $Li_2O-Al_2O_3-SiO_2$ и уделено вни-

мание ситаллообразующим составам с катализатором кристаллизации в виде TiO_2 . Показано, что введение TiO_2 в состав стекла сдвигает начало процесса спекания в сторону более высоких температур, сокращая тем самым до минимума интервал спеченного состояния. Являясь катализатором кристаллизации, диоксид титана образует центры кристаллизации в объеме зерен, что препятствует прохождению процесса спекания по жидкофазному механизму, который начинается после завершения кристаллизации стекла. Результаты исследований также показали, что для ситаллообразующих стекол системы $SrO-Al_2O_3-SiO_2-TiO_2$ процесс спекания протекает параллельно с кристаллизацией. На рис. 3 представлена кривая спекания порошка стекла, которая показывает, что процесс спекания начинается в интервале стеклования при температуре 800–820°С.

Петрографический анализ показал, что процесс спекания стекла протекает с участием жидкой фазы. На первом этапе под действием сил поверхностного натяжения центры частиц сближаются, идет припекание частиц порошка. Образование достаточного количества жидкой фазы регистрируется в образцах, термообработанных при температуре 850°С, она образуется по границам зерен стекла более мелкой фракции (количество ~7–8%). С увеличением температуры процесс спекания интенсифицируется, прослойки жидкой фазы образуются также между частицами

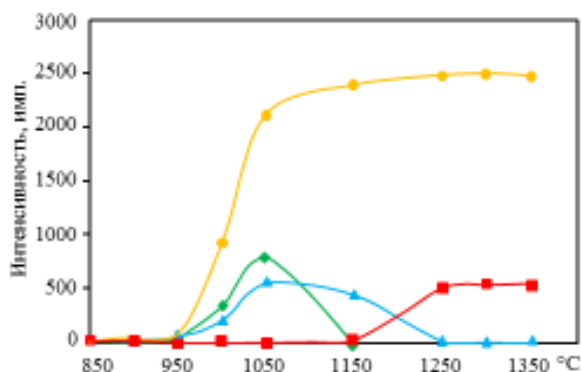


Рис. 2. Зависимость интенсивности кристаллизации фаз от температуры термической обработки спеченного стекла:

◆, ● – соответственно гексагональная и моноклинная формы стронциевого анортита; ▲ – тиалит; ■ – рутил

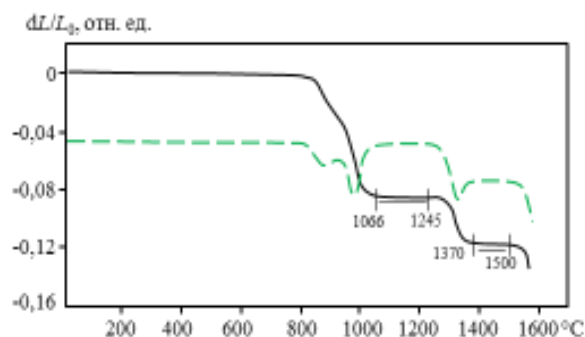


Рис. 3. Кривые линейной усадки (—) и ее первой производной по времени (---) в процессе нагрева стеклопорошка

Таблица 3

Значения свойств и прочности при изгибе спеченных образцов, полученных по разным режимам обжига

Свойства	Значения свойств по режиму обжига		
	1	2	3
Плотность, кг/м ³	2860	2740	2380
Пористость, %	0	0,36	0
Водопоглощение, %	0	0,2	0
Прочность при изгибе, МПа	110	90	70

стекла большей фракции. Одновременно протекает процесс кристаллизации из жидкой фазы. В данном процессе стекловидная фаза играет особую роль, обеспечивая подвижность частиц стекла и образующихся структурных элементов кристаллизационной фазы, способствует стягиванию частиц за счет сил поверхностного натяжения [26]. Затем в температурном интервале кристаллизации титалита скорость спекания незначительно снижается и после его образования вновь интенсифицируется. Выделение кристаллов идет в пространство образующихся закрытых пор. В температурном интервале кристаллизации моноклинного анортита и разложения титалита процесс спекания приостанавливается и возобновляется только после завершения кристаллизации при температуре ~1250°C. Заканчивается спекание при температуре 1350–1370°C. Открытая пористость материала и водопоглощение составляют 0%.

На основании проведенных исследований по выбранным температурно-временным режимам проведен обжиг спрессованных из стеклоразбавки образцов. В табл. 3 представлены результаты определения свойств полученной стеклокерамики и прочности при изгибе. Видно, что максимальные значения плотности и прочности имеют образцы, спеченные по режиму 1.

Пониженная плотность образцов, спеченных по режиму 2, объясняется недостаточной температурой обжига. Оказывает влияние и предварительная выдержка при температуре 800°C, вследствие чего образуется большее количество зародышей кристаллизации, и рост кристаллов при дальнейшей термообработке препятствует более полному уплотнению материала. Однако в данном случае водопоглощение снижено в 3 раза по сравнению с результатами, полученными при исследовании процесса спекания и фазообразования при одноступенчатой термообработке, когда скорость нагрева до заданной температуры составляла 300°C/ч, и тем самым сокращен временной интервал спекания. Минимальная плотность характерна для образцов, спеченных по режиму 3.

Согласно данным рентгенофазового анализа, качественный фазовый состав полученных материалов представлен моноклинной модификацией стронциевого анортита и рутила. В то же время наивысшей интенсивностью кристаллизации анортита обладают образцы, полученные по режиму спекания 2 (рис. 4, а). Изучение режимов обжига показало, что нулевые значения открытой пористости и водопоглощения в сочетании с высокими прочностными характеристиками материала достижимы при температурно-временном

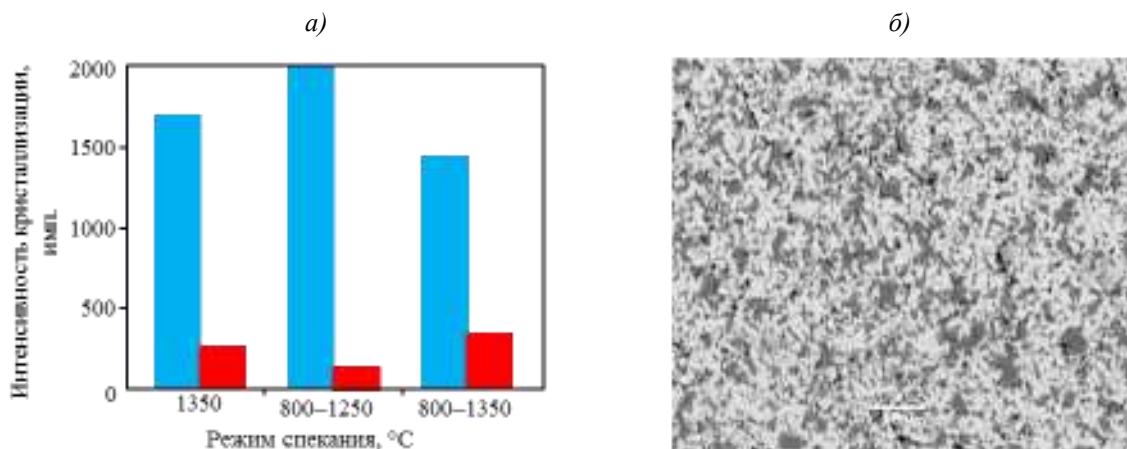


Рис. 4. Зависимость интенсивности кристаллизации фаз от режима обжига (а) и микроструктура стеклокерамики (б):

■ – моноклинная форма стронциевого анортита; ■ – рутил

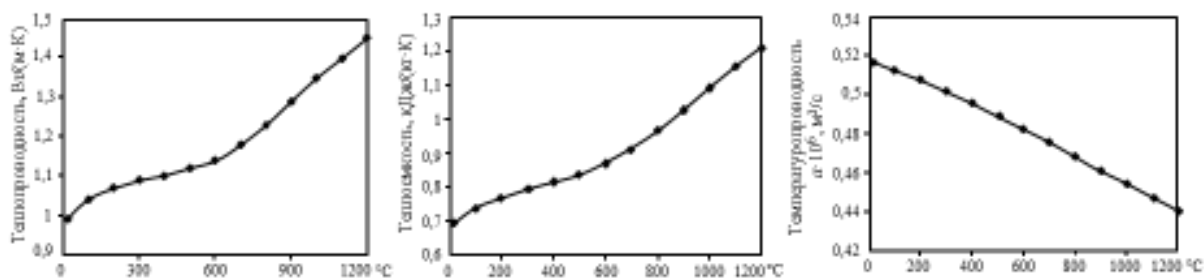


Рис. 5. Температурные зависимости теплофизических свойств стеклокерамики

Таблица 4

Сравнительная характеристика свойств стронцийалюмосиликатной стеклокерамики (SAS), ситалла и стеклокерамики марки ОТМ357

Свойства	Значения свойств для		
	стеклокерамики SAS	ситалла	стеклокерамики ОТМ357
Плотность, кг/м ³	2860	2990	2430–2500
Пористость (открытая), %	0	–	<0,001
Водопоглощение, %	0	–	0,01–0,1
Прочность при изгибе, МПа	100±10	100±10	100±10
Микротвердость, МПа	7700±300	9600±350	8000±300
Ударная вязкость, кДж/м ²	9	8,2	2,2±0,3
Рабочая температура, °С	1200	1200	900
ТКЛР: $\alpha \cdot 10^7, K^{-1}$	48 (20–1200°С)	49 (20–1200°С)	13±2 (20–900°С)
Термостойкость, °С	1200 (при охлаждении в воде)	1200 (при охлаждении в воде)	850–1000 (при охлаждении в воде)
Коэффициент теплопроводности, Вт/(м·К)	0,99–1,45 (20–1200°С)	1,01–1,52 (20–1200°С)	1,7–2,0 (20–500°С)
Удельная теплоемкость, кДж/(кг·К)	0,69–1,21 (20–1200°С)	1,71–1,24 (20–1200°С)	0,92–1,23 (20–500°С)
Коэффициент температуропроводности $a \cdot 10^6, m^2/s$	0,515–0,433 (20–1200°С)	0,517–0,44 (20–1200°С)	0,73–0,64 (20–500°С)
Диэлектрическая проницаемость при частоте, Гц:			
10 ⁶	6,7	6,4	6,7
10 ¹⁰	–	8,15–8,3 (20–1200°С)	6,9–7,3 (20–900°С)
Тангенс угла диэлектрических потерь tgδ при частоте, Гц:			
10 ⁶	0,004	0,0049	0,0088
10 ¹⁰	–	0,006–0,0692 (20–1200°С)	0,013–0,058 (20–700°С)

режиме термообработки, заключающемся в медленном нагреве до температуры 1350°C и продолжительности выдержки 1 ч с последующим инерционным охлаждением в печи, в результате чего образуется идеальная структура из кристаллов анортита и рутила, которые имеют одинаковую призматическую форму и размеры 2–3 мкм с тончайшими прослойками стеклофазы (рис. 4, б).

По уровню значений коэффициентов теплопроводности и температуропроводности полученная стеклокерамика соответствует монолитному ситаллу и удовлетворяет требованиям, предъявляемым к материалам радиотехнического назначения, а температурные зависимости указанных свойств имеют тот же характер, что и для ситалла, полученного по традиционной технологии (рис. 5).

При исследовании термостойкости стеклокерамики показано, что на образцах, подверженных термоудару «20°C→1200°C→охлаждение в воде» сетка микротрещин не обнаружена. Первые мик-

ротрещины, видимые под микроскопом, наблюдаются на образцах после термоудара «20°C→1250°C→охлаждение в воде», а видимые без микроскопа трещины – после термоудара «20°C→1300°C→охлаждение в воде», что значительно выше, чем для стеклокерамики марки ОТМ357.

Обсуждение и заключения

Сравнительная характеристика свойств стронцийалюмосиликатной стеклокерамики, полученной методом полусухого прессования с последующим спеканием, ситалла того же состава и литийалюмосиликатной стеклокерамики приведена в табл. 4.

Таким образом, показана принципиальная возможность получения стеклокерамики радиотехнического назначения на основе стекла стронцийалюмосиликатного состава с требуемым комплексом свойств как альтернатива применяемой в настоящее время литийалюмосиликатной стеклокерамике.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Гращенко Д.В., Щеголева Н.Е., Орлова Л.А., Суздальцев Е.И. Радиопрозрачная стеклокерамика на основе стронцийалюмосиликатного стекла // Огнеупоры и техническая керамика. 2016. №6. С. 31–38.
2. Kablov E.N., Grashchenkov D.V., Isaeva N.V., Solntsev S.S., Sevast'yanov V.G. Glass and ceramics based high-temperature composite materials for use in aviation technology // Glass and ceramics, 2012. Vol. 69. No. 3–4. P. 109–112.
3. Симоненко Е.П., Симоненко Н.П., Севастьянов В.Г., Гращенко Д.В., Кузнецов Н.Т., Каблов Е.Н. Функционально градиентный композиционный материал $\text{SiC}/(\text{ZrO}_2\text{-HfO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3)$, полученный с применением золь-гель метода // Композиты и наноструктуры. 2011. №4. С. 52–64.
4. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
5. Чайникова А.С., Орлова Л.А., Попович Н.В., Лебедева Ю.Е., Солнцев С.Ст. Функциональные композиты на основе стекло/стеклокристаллических матриц и дискретных наполнителей: свойства и области применения // Авиационные материалы и технологии. 2014. №S6. С. 52–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-S6-52-58.
6. Сорокин О.Ю., Гращенко Д.В., Солнцев С.Ст., Евдокимов С.А. Керамические композиционные материалы с высокой окислительной стойкостью для перспективных летательных аппаратов (обзор) // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2014. №6. Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.09.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-6-8-8.
7. Чайникова А.С., Орлова Л.А., Попович Н.В., Лебедева Ю.Е., Солнцев С.Ст. Дисперсноупрочненные композиты на основе стекло/стеклокристаллических матриц: свойства и области применения (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2014. №3. С. 45–54. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-45-54.
8. Kablov E.N., Grashchenkov D.V., Isaeva N.V., Solntsev S.S. Perspective high-temperature ceramic composite materials // Russian Journal of General Chemistry. 2011. Vol. 81. No. 5. P. 986–991.
9. Каплун В.А. Обтекатели антенн СВЧ (Радиотехнический расчет и проектирование). М.: Сов. Радио, 1974. 240 с.
10. Красюк В.Н., Михайлов В.Ф. Бортовые антенны гиперзвуковых летательных аппаратов: учеб. пособие. СПб.: СПб ГААП, 1994. 216 с.
11. Русин М.Ю., Хашицаев А.С. Радиопрозрачные обтекатели из новых стеклокристаллических материалов для летательных аппаратов // Авиационная промышленность, 2004. №4. С. 3–28.
12. Суздальцев Е.И., Харитонов Д.В., Дмитриев А.В. Состояние работ в области синтеза радиопрозрачных материалов и перспективы создания новых композиций с улучшенными радиотехническими характеристиками // Конструкции из композиционных материалов. 2008. №2. С. 45–53.
13. Павлушкин Н.М., Халикова С.И. К вопросу получения спеченных ситаллов // Силикаты: сб. трудов МХТИ им. Д.И. Менделеева. 1969. Вып. LIX. С. 114–118.
14. Халикова С.И., Павлушкин Н.М., Ходаковская Р.Я. Исследование особенностей спекания стеклокристаллических материалов на основе корунда // Силикаты: сб. трудов МХТИ им. Д.И. Менделеева. 1969. Вып. LXIII. С. 77–79.

15. Бондарева Л.К., Павлушкин Н.М., Ступина Г.А., Ходаковская Р.Я. Кристаллизация и спекание порошков стекла в системе $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ // Неорганические материалы. 1986. Т. 22. №9. С. 1487–1492.
16. Способ получения спеченных ситаллов: пат. 2002771 Рос. Федерация. №05019531/33; заявл. 28.12.91; опубл. 15.11.93, Бюл. №41–42. 3 с.
17. Prado M.O., Fredericci C., Zanotto E.D. Glass sintering with concurrent crystallization. Part 2. Nonisothermal sintering of jagged polydispersed particles // Physics and Chemistry of Glasses. 2002. Vol. 43. No. 5. P. 1–9.
18. Shilo A.E., Bondarev E.K., Kukharensko S.A. Sintering of low-melting glass powders and glass-abrasive composites // Science of Sintering. 2003. No. 35. P. 117–124.
19. Terence J.C., James S.R. Kinetic processes involved in the sintering and crystallization of glass powders // Journal of the American Ceramic society. 1986. Vol. 69. Is. 11. P. 837–846.
20. Montedo O.R., Floriano F.J., Filho J. de O. et al. Sintering behavior of LZSA glass-ceramics // Materials Research. 2009. Vol. 12. No. 2. P. 197–200.
21. Лукоперова М.Г. Исследование условий синтеза и разработка порошковой технологии кордиеритовых ситаллов: автореф. ... канд. техн. наук. М., 1981. 16 с.
22. Подпильский Р.Я., Кондрашев Ф.В. Прессование керамических порошков. М.: Metallurgy, 1968. 272 с.
23. Sung Y.M., Kwak W.C. Influence of Various Heating Procedures on the Sintered Density of Sr-Celsian Glass-Ceramic // Journal of Materials Science Letters. 2002. Vol. 21. Is. 11. P. 841–843.
24. Павлушкин Н.М., Сентюрин Г.Г., Ходаковская Р.Я. Практикум по технологии стекла и ситаллов. М.: Изд-во лит. по стр-ву, 1970. 249 с.
25. ГОСТ 22372–77. Материалы диэлектрические. Метод определения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь в диапазоне частот от 100 до $5 \cdot 10^6$ Гц. М.: Изд-во стандартов, 1979. 19 с.
26. Качан И.С., Силич Л.М. Влияние температуры спекания на некоторые физико-химические свойства материала // Стекло, ситаллы и силикатные материалы. 1970. Вып. 1. С. 162–166.