

---

**ВЕСТНИК ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение**

**Т. 22, № 3, 2020**

**Bulletin PNRPU. Mechanical engineering, materials science**

<http://vestnik.pstu.ru/mm/about/inf/>

---

DOI: 10.15593/2224-9877/2020.3.06

УДК 544.774.4:546.283-31

**А.О. Возяков, С.Е. Порозова**

Пермский национальный исследовательский  
политехнический университет, Пермь, Россия

**О ФОРМИРОВАНИИ ДЕФЕКТОВ В ГРАНУЛАХ КВАРЦЕВОГО  
СТЕКЛА НА ОСНОВЕ ТЕТРАЭТОКСИСИЛАНА**

Представлены сведения о способах получения особо чистого кварцевого стекла золь-гель методом. Для получения золь-гель использован классический подход, основанный на синтезе посредством гидролиза прекурсора диоксида кремния в водно-спиртовой среде в присутствии кислого катализатора ( $\text{HNO}_3$ ) с последующей силанол-силанольной и силанол-алкоксисилановой конденсацией. В качестве прекурсора использовали тетраэтоксисилан. Объектом исследования служили гранулы кварцевого стекла, полученные путем обработки золя одним из приведенных методов с получением гранул ксерогеля и их дальнейшей термической обработкой до получения гранул кварцевого стекла. В зависимости от способа обработки золя у полученных кварцевых гранул было отмечено наличие дефектов. Среди наблюдаемых дефектов в подавляющем большинстве случаев отмечено вспенивание и сферодизация гранул. Показано, что при осуществлении кислотно-основного гидролиза основной причиной появления дефектов при спекании полученных ксерогелей является значительное количество «обрывов» в связанной структуре тетраэдров  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  и наличие на их концах силанольных групп, диссоциирующих при термообработке с образованием паров воды в нано- и микропорах агломератов частиц. При осуществлении кислотного гидролиза дефекты после термообработки, представляющие собой включения сажи и газовые пузыри, вызваны в основном наличием в образующейся связанной структуре тетраэдров  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  непрореагировавших групп  $-\text{OC}_2\text{H}_5$ , которые при спекании образуют газообразные или твердые углеродсодержащие продукты. Дефекты образуются в процессе гидролиза, и стадии дальнейшей сушки геля уже не могут оказать на них существенного влияния. Изменение соотношения ТЭОС: $\text{H}_2\text{O}$  не оказывает существенного влияния на этот процесс.

**Ключевые слова:** золь-гель, тетраэтоксисилан, гидролиз, поликонденсация, ксерогель, гранулы, термическая обработка, кварцевое стекло, вспенивание, ИК-спектроскопия, ОН-группы, углерод.

**A.O. Vozyakov, S.E. Porozova**

Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russian Federation

**ABOUT FORMATION OF DEFECTS IN QUARTZ GLASS GRANULES  
BASED ON TETRAETHOXYSILANE**

This paper presents information about methods for obtaining high-purity quartz glass by Sol-gel method. The classical approach based on synthesis by hydrolysis of a precursor of silicon dioxide in an aqueous-alcohol medium in the presence of an acid catalyst ( $\text{HNO}_3$ ) followed by silanol-silanol and silanol-alkoxysilane condensation was used to produce sols. Tetraethoxysilane was used as a precursor. The object of the study was quartz glass granules obtained by Sol treatment using one of the above methods to obtain xerogel granules and their further heat treatment to obtain quartz glass granules. Depending on the method of processing the obtained Sol of silica granules was observed the presence of defects. Among the observed defects, foaming and spherodization of granules were observed in the vast majority of cases. It is shown that during acid-base hydrolysis, the main cause of defects in the sintering of the obtained xerogels is a significant number of "breaks" in the bound structure of  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  tetrahedra and the presence of silanol groups at their ends that dissociate during heat treatment with the formation of water vapor in nano- and micropores of agglomerates of particles. During acid hydrolysis, defects after heat treatment, which are soot inclusions and gas bubbles, are caused mainly by the presence of  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  unreacted groups  $-\text{OC}_2\text{H}_5$  tetrahedra in the resulting bound structure, which form gaseous or solid carbon-containing products during sintering. Defects are formed during hydrolysis and the further drying stage of the gel can no longer have a significant effect on them. Changing the ratio of TEOS: $\text{H}_2\text{O}$  does not significantly affect this process.

**Keywords:** sol-gel, tetraethoxysilane, hydrolysis, polycondensation, xerogel, granules, heat treatment, quartz glass, foaming, OH-group, IR spectroscopy, carbon.

## Введение

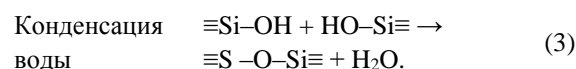
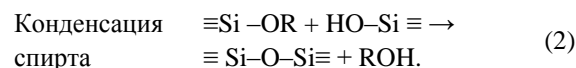
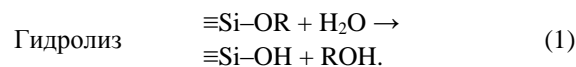
В настоящее время в условиях санкционных ограничений остро стоит вопрос развития высокотехнологичного отечественного производства материалов и изделий из них. Обязательным условием замещения импортной продукции российской является конкурентоспособность, складывающаяся из таких показателей, как качество, цена и степень соответствия потребности (эксплуатационных характеристик). В свою очередь, перечисленные слагаемые напрямую зависят от способа производства продукции. В связи с этим вопросы разработки методов получения новых материалов и совершенствования имеющихся технологий не теряют актуальности [1, 2].

Широкое применение в современной промышленности при производстве систем солнечной энергетики, радио- и видеотехники, светотехнического и волоконно-оптического оборудования находит чистый и высокочистый кварц [3, 4], что увеличивает спрос на высококачественное кварцевое сырье [5]. В настоящее время большую часть кварцевых концентратов получают из природного кварца путем его переработки [6]. Однако увеличивающийся спрос на особо чистое кварцевое стекло, а также более строгие требования к содержанию в нем микропримесей, отодвигают природный кварц на второй план [7, 8]. Основой современных технологических решений все чаще становится получение синтетического кварцевого стекла по золь-гель технологии гидролизом тетраэтоксисилана [9–11].

Тетраэтоксисилан ( $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_4$ , ТЭОС) – простой эфир ортокремневой кислоты и этилового спирта. Процессы гидролиза и поликонденсации ТЭОС, определяющие успешность осуществления всего технологического процесса, зависят от многих внутренних и внешних факторов. Например, в классической монографии Л.В. Николаевой и А.И. Борисенко [12] приводится редко встречающееся в последующих работах требование использовать только свежеперегнанный продукт, так как прозрачный бесцветный раствор ТЭОС при контакте с воздухом постепенно мутнеет и приобретает желтый цвет. Начавшиеся в реактиве процессы полимеризации и поликонденсации могут в дальнейшем повлиять на качество полученного золя.

Процессы гидролиза и конденсации обычно описываются тремя уравнениями [13]. При полном осуществлении гидролиза на 1 моль тетраэтоксисилана необходимо затратить 4 моля воды. В случае полной замены спиртовых групп на гидроксильные образуется ортокремневая кислота, которая разла-

гается на диоксид кремния и воду, а в качестве продукта реакции образуется этиловый спирт, однако такой идеальный вариант [14] практически не реализуется.



В общем случае образуется смесь продуктов. При этом известно [15], что скорость гидролиза чистого ТЭОС значительно ниже скорости процесса поликонденсации продуктов и полупродуктов гидролиза, а частично гидролизованные молекулы ТЭОС образуют полиэтоксисилоксаны. Таким образом, наличие дефектов на наноуровне в материале, полученном гидролизом ТЭОС, неизбежно и речь может идти только об определении условий образования дефектов различного типа и разработке технологических приемов для их минимизации.

Одним из дефектов синтетического кварцевого стекла, полученного золь-гель методом, являются мельчайшие пузырьки газа, распределенные в его объеме [16]. Источник таких пузырьков – результат конденсации силанольных групп (см. уравнение (3)) при термической обработке с выделением водяного пара [17]. Однако силанольные группы не единственная причина возникновения данного дефекта. Вторым источником пузырьков могут выступать органические вещества (углерод), содержащиеся в структуре геля в результате неполного гидролиза ТЭОС и также выделяющие газообразный продукт при термической обработке [18].

Цель проведенного исследования – идентификация основного типа образующихся при различных схемах проведения гидролиза ТЭОС дефектов.

## Экспериментальная часть

Гель получали путем кислого или комбинацией кислого и основного гидролиза тетраэтоксисилана (ТЭОС) квалификации ОСЧ. Для обеспечения смешиваемости ТЭОС с деионизованной водой использовали растворитель – этанол двойной дистилляции. Реакция проводилась в присутствии катализатора – азотной кислоты квалификации ОСЧ. Для проведения основного гидролиза использовали водный раствор аммиака квалификации ОСЧ. Молярное соотношение компонентов для получения золя  $\text{Si}(\text{C}_2\text{H}_5)_4:\text{H}_2\text{O}:\text{HNO}_3:\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  составило 1:16:0,01:0,5.

Проведен также эксперимент со стехиометрическим количеством воды (1:4).

Исследовали две технологические схемы изготовления гранул диоксида кремния. Золь в обоих случаях получали по схеме, представленной на рис. 1. Далее по схеме № 1 проводили основной гидролиз добавлением к полученному золю водного раствора аммиака с концентрацией 5 мас. % в соотношении ТЭОС:Н<sub>2</sub>O = 1:0,08 с последующей отгонкой водно-спиртового конденсата при 200 °С. Порошок промывали 5%-ным раствором азотной кислоты и деионизованной водой с последующей сушкой при температуре 200 °С.

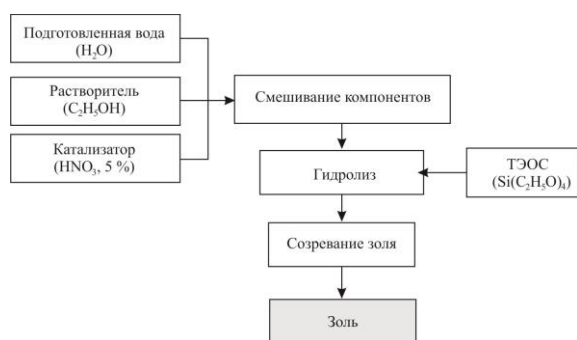
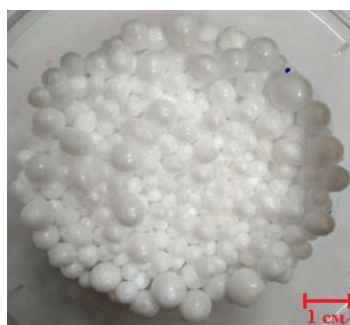


Рис. 1. Схема получения золя

По схеме № 2 полученный золь (см. рис. 1) упаривали в ротационном испарителе Heidolph Hei-VAP Precision при температуре 86 °С до состояния геля с последующей сушкой при температуре 200 °С до состояния сухого порошка. Вариантом осуществления схемы № 2 было уменьшение количества воды до стехиометрического соотношения ТЭОС:Н<sub>2</sub>O = 1:4. Соотношения остальных компонентов при этом сохранялись.

Получены агломераты (гранулы) ксерогеля, высушенные при 200 °С. Далее осуществляли термическую обработку в воздушной атмосфере в электропечи ВТП согласно графику, приведенному на рис. 2.



Анализ изображений образцов спеченных ксерогелей проводили на инвертированном металлографическом микроскопе отраженного света Axiovert 40MAT (Carl Zeiss, Германия).

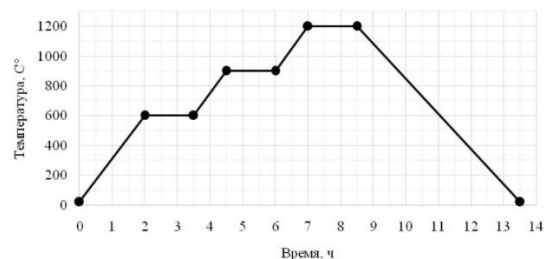


Рис. 2. Режим термической обработки гранул ксерогеля

Инфракрасные спектры (ИК-спектры) получали на фурье-спектрометре IRPrestige (Shimadzu, Япония). Условия регистрации: разрешение 3 см<sup>-1</sup>, 100 сканов. Порошок смешивали в агатовой ступке с вазелином и наносили тонким слоем на пленку полиэтилена, что позволило сместить длинноволновую границу спектра до 200 см<sup>-1</sup> и зарегистрировать длинноволновое крыло контура поглощения без искажения. Спектры приводили к нулевой базовой линии и разделяли с помощью программы обработки кривой программного обеспечения OPUS-6.5 сложный контур поглощения на индивидуальные компоненты.

### Результаты и их обсуждение

Полученный по схеме № 1 в результате двухстадийного (кислого и основного) гидролиза с последующей отгонкой водно-спиртового конденсата порошок имеет полидисперсный состав с преобладанием крупных фракций (800–1000 и >1000 мкм). При этом на данной стадии пористость порошка до 50 % [19]. Результат термической обработки полученного порошка представлен на рис. 3. Микроскопическое исследование полученного порошка показало, что образованию пористых, остеклованных снаружи сфер подвержены преимущественно крупные частицы, размер которых превышает 500 мкм.



Рис. 3. Внешний вид порошка, полученного по схеме № 1, после спекания



Рис. 4. Внешний вид порошка, полученного по схеме № 2, после спекания:  
а – общий вид; б – отдельный агломерат

Такое явление исследователи [20, 21] связывают обычно с диссоциацией силанольных групп с образованием паров воды в нано- и микропорах агломератов частиц. Известно, что пористые частицы диоксида кремния сохраняют свою структуру вплоть до начала процесса спекания (800–900 °С). Выше данной температуры начинаются реконструктивные превращения, поры уменьшаются в диаметре за счет уплотнения структуры ксерогелей, а поверхность частиц начинает остекловываться [22]. Процесс превращения силанольных групп в силоксановые к моменту закрытия пор еще не закончен, образующийся водяной пар, не имея возможности выйти из крупных агломератов, приводит к их вспениванию и сфероидизации. Таким образом, при осуществлении схемы № 1 основной причиной появления дефектов при спекании полученных ксерогелей является значительное количество «обрывов» в образующейся связанной структуре тетраэдров  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  и наличие на их концах силанольных групп.

Существенно отличающийся результат получен при синтезе порошка по схеме № 2 (рис. 4). Ксерогель после спекания содержал значительное количество агломератов с включениями черного цвета. При этом соотношение ТЭОС: $\text{H}_2\text{O}$  не оказывало влияния на внешний вид спекенного ксерогеля.

Аналогичный результат описан в патенте [23]. Отмечено высокое содержание углерода в геле (от 0,5 до 2 мас. %) и образование пузырей после проведения термической обработки гелей при высокой температуре.

В данном случае речь идет, вероятнее всего, о том, что гидролиз ТЭОС прошел не полностью, в образующейся связанной структуре тетраэдров  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  также значительное количество «обрывов», но на их концах не силанольные группы, а группы –  $\text{OS}_2\text{H}_5$ . При проведении термической обработки с

локализацией газообразных продуктов в замкнутых объемах вследствие остекловывания поверхности агломератов может происходить вспенивание из-за образования  $\text{CO}$  или визуализация черных включений из-за появления в условиях недостатка кислорода сажи.

На рис. 5 приведены фрагменты ИК-спектров ксерогелей, полученных по схеме № 2 при разном соотношении ТЭОС: $\text{H}_2\text{O}$ . Фрагменты выделены в области «отпечатков пальцев», т.е. наиболее характерных линий.

ИК-спектр ТЭОС хорошо известен и приведен во многих работах [24–26]. Наиболее характерны для него следующие линии: 1168, 812, 651, 478, 400, 311, 249, 200, 150  $\text{cm}^{-1}$ . Отсутствие на спектрах гидролизованных и высушенных продуктов очень интенсивной в спектре ТЭОС линии 651  $\text{cm}^{-1}$ , относимой обычно к колебаниям молекулы ТЭОС как целого, указывает на отсутствие негидролизованных молекул ТЭОС.

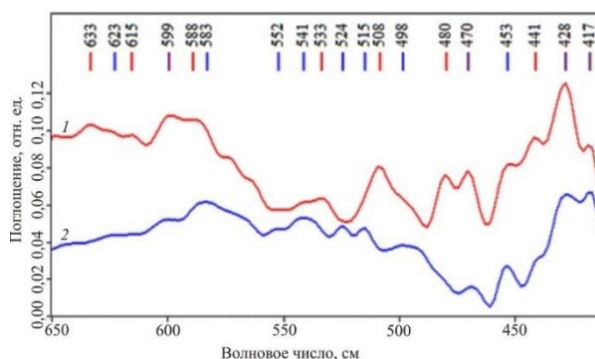


Рис. 5. Фрагменты ИК-спектров образцов ксерогелей после термообработки 200 °С при различном соотношении ТЭОС: $\text{H}_2\text{O}$ : 1 – 1:16; 2 – 1:4

При проведении съемки не соблюдали строгие предписания, необходимые для количественного

анализа, поэтому сравнительная характеристика спектров может быть проведена только в качественном аспекте. Тем не менее положение линий поглощения и соотношение их интенсивности с другими линиями в пределах одного спектра могут быть объектами сравнения. Так, на обоих спектрах выделяется интенсивная линия поглощения  $428\text{ см}^{-1}$ , идентифицируемая как относящаяся к изгибным колебаниям Si–O–C [27]. Рядом с ней – менее интенсивная на спектре 1 и плохо идентифицируемая на спектре 2 линия  $441\text{ см}^{-1}$ , относимая к изгибным колебаниям Si–O–Si [28]. К этим же колебаниям относят и линию  $453\text{ см}^{-1}$  [29], особенно четко выделяющуюся на спектре 2. Линия  $470\text{ см}^{-1}$  вызвана деформационными колебаниями O–C–C и изгибными колебаниями O–Si–O [30]. Она особенно хорошо выделяется на спектре 1. Еще одна линия  $534\text{ см}^{-1}$ , также относящаяся к изгибным колебаниям Si–O–C, наблюдается только на спектре 2.

Таким образом, данные ИК-спектроскопии позволяют сделать вывод о том, что при реализации схемы гидролиза № 2 (кислотный гидролиз) дефекты после термообработки вызваны в основном наличием в образующейся связанной структуре тетраэдров  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  непрореагировавших групп –  $\text{OS}_2\text{H}_5$ , которые при термообработке образуют газообразные или твердые углеродсодержащие продукты. Изменение соотношения ТЭОС: $\text{H}_2\text{O}$  не оказывает существенного влияния на этот процесс.

### Выводы

1. Наличие дефектов на наноуровне в материале, полученном гидролизом ТЭОС, неизбежно, и речь может идти только о разработке технологических приемов для их минимизации.

2. При осуществлении кислотного гидролиза дефекты после термообработки, представляющие собой включения сажи и газовые пузыри, вызваны в основном наличием в образующейся связанной структуре тетраэдров  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  непрореагировавших групп –  $\text{OS}_2\text{H}_5$ , которые при спекании образуют газообразные или твердые углеродсодержащие продукты. Изменение соотношения ТЭОС: $\text{H}_2\text{O}$  не оказывает существенного влияния на этот процесс.

3. При осуществлении кислотно-основного гидролиза основной причиной появления дефектов при спекании полученных ксерогелей является значительное количество «обрывов» в связанной структуре тетраэдров  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  и наличие на их концах силанольных групп, диссоциирующих при термообработке с образованием паров воды в нано- и микропорах агломератов частиц.

4. Дефекты образуются в процессе гидролиза, и стадии дальнейшей сушки геля уже не могут оказать на них существенного влияния.

### Список литературы

1. Пронина Н.Н., Оганезова Д.И., Усенкова О.В. Реальность импортозамещения в России // Вестник Пенз. гос. ун-та. – 2015. – № 3(11). – С. 58–62.
2. Березинская О.Б., Щелокова Д.В. Технологическая зависимость от импорта и перспективы импортозамещения в российской промышленности // Экономическое развитие России. – 2018. – Т. 25, № 1. – С. 20–26.
3. Сорокин К.В., Мурашов В.В. Мировые тенденции развития распределенных волоконно-оптических сенсорных систем (обзор) // Авиационные материалы и технологии. – 2015. – № 3. – С. 90–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-3-90-94
4. Орлова Е.Ю., Орлов А.А. Оптоволоконные технологии и сферы их применения // T-Comm: Телекоммуникации и транспорт. – 2016. – Т. 10, № 3. – С. 63–66.
5. Логинов В.Г., Рудаков Р.Б., Коротеев Н.Д. Создание высокотехнологичных производств как фактор сырьевой безопасности (проект «Полярный кварц») // Известия Урал. гос. горн. ун-та. – 2017. – Вып. 1(45). – С. 84–87. DOI: 10.21440/2307-2091-2017-1-84-87
6. Гадиятов В.Г., Кях Д.А., Жидкова С.А. К проблеме использования кварцевого песка для получения особо чистого кварца // Вестник Воронеж. гос. ун-та. Геология. – 2010. – № 2. – С. 322–325.
7. Савичев А.Н., Красильников П.А. Статистическая характеристика элементов примесей в особо чистом кварце уральского типа (Уфалейский кварцево-жильный район, Южный Урал) // Минералогия. – 2019. – Т. 5, № 1. – С. 46–56.
8. Saha P., Annamalai N., Guha A.K. Synthetic quartz production and applications // Trans. of the Indian Ceram. Soc. – 1991. – Vol. 50, iss. 5. – P. 129–135. DOI:10.1080/0371750X.1991.10804507
9. Gschneidner K.A., Bunzli J.C.I.G., Pecharsky V.K. Spectral intensities of f-f transitions: handbook on the physics and chemistry of the rare earths. – Elsevier, 1999. – 413 p.
10. Золь-гель синтез компактных наногибридных структур на основе кремнегелей / Н.Н. Химич, А.В. Здравков, Л.А. Коптелов, Е.Н. Подденежный, А.А. Бойко // Физика и химия стекла. – 2009. – Т. 35, № 2. – С. 234–246.
11. Mortensen A. Concise encyclopedia of composite materials. – Elsevier, 2006. – 1050 p.
12. Николаева Л.В., Борисенко А.И. Тонкослойные стекломалеваые и стеклокерамические покрытия. – Л.: Наука. Ленингр. отд-ние, 1980. – 89 с.
13. Brinker C.J. Hydrolysis and condensation of silicates: effects on structure // J. of Non-Crystal. Sol. – 1988. – Vol. 100, iss. 1–3. – P. 31–50. DOI.org/10.1016/0022-3093(88)90005-1
14. Синтез, структура и свойства нанокompозитов на основе магнетита, модифицированного оксидами кремния и титана / Л.С. Семко, П.П. Горбик, Л.П. Сторожук, А.М. Кордубан, Л.С. Дзюбенко // Химия, физика и технология поверхности. – 2007. – Вып. 13. – С. 370–396.
15. Исследование механизма гелеобразования в гибридных гелях кремнезема с пониженной склонностью к агрегированию / О.Б. Скородумова, А.Ю. Лозовский,

Е.В. Тарахно, Т.Б. Гонтар // Вісник НТУ «ХПІ». – 2014. – № 60(1102). – С. 14–19.

16. Schmelzer Jörn W.P. Nucleation theory and applications. – WILEY-VCH Verlag GmbH & Co KGaA, 2005. – 472 p.

17. Woignier T., Phalippou J. Glasses: sol–gel methods // Encyclopedia of Materials: Sci. and Techn. – 2016. – P. 3581–3585.

18. Foaming phenomena in sol-gel-derived glasses / I. Matsuyama, K. Susa, S. Satoh, J.K. Goo // J. of Non-Crystal. Sol. – 1992. – Vol. 151, iss. 1–2. – P. 160–168. DOI.org/10.1016/0022-3093(92)90024-E

19. Scherer G.W. Xerogels // Encyclopedia of Materials: Sci. and Techn. – 2016. – P. 9797–9799. DOI:10.1016/b0-08-043152-6/01777-0/

20. Chankvetadze Bezhan. Capillary electrophoresis in chiral analysis. – John Wiley & Sons, 1997. – 572 p.

21. Чукин Г.Д. Химия поверхности и строение дисперсного кремнезема / ООО «Принта». – М., 2008. – 172 с.

22. Намакшина А.А., Сахаров В.В., Сигаев В.Н. Низкотемпературная консолидация нанодисперсного диоксида кремния при термодеструкции полиорганосилоксанов // Химическая технология функциональных наноматериалов: материалы междунар. конф. со школой и мастер-классами для молод. ученых, г. Москва, 30 ноября – 1 декабря 2017 г. / ПХТУ им. Д.И. Менделеева. – М., 2017. – С. 188–189.

23. Silica gel, synthetic quartz glass powder, quartz glass shaped product molding, and processes for producing these: пат. 6071838 США, МКИ<sup>2</sup> C03C 3/06, C03B 19/00 / Utsunomiya A., Shimoyama M., Katsuro Y., Endo H. (Japan); Mitsubishi Chemical Corporation (Japan). – № 08/860,716; заявл. 01.12.1996; опубл. 06.06.2000; НКИ 19/06. – 5 с.

24. Особенности формирования наноструктурированных полимерных систем с ≡Si–O–Si≡-группировками / Л.Н. Ященко, Т.Т. Тодосийчук, В.Н. Терещенко, Г.Я. Менжерес // Украинский химический журнал. – 2012. – Т. 78, № 7. – С. 59–66.

25. Van der Vis M.G.M., Cordfunke E., Konings R. The thermodynamic properties of tetraethoxysilane (TEOS) and an infrared study of its thermal decomposition // J. de Physique IV Colloque. – 1993. – Vol. 03 (C3). – P. 75–82. DOI: 10.1051/jp4:1993309

26. Tejedor-Tejedor M.I., Paredes L., Anderson M.A. Evaluation of ATR–FTIR Spectroscopy as an “in situ” tool for following the hydrolysis and condensation of alkoxysilanes under rich H<sub>2</sub>O conditions // Chem. of Materials. – 1998. – Vol. 10(11). – P. 3410–3421.

27. Brinker C.J., Scherer G.W. Sol-gel science: the physics and chemistry of sol-gel processing. – Elsevier (Amsterdam): Gulf Professional Publishing, 1990. – 908 p.

28. Consolidated silica glass from nanoparticles / T.G. Mayerhofer, Sh. Zhijian, E. Leonova, Ede'n Mattias, K. Antje, P. Juorgen // J. of Solid State Chem. – 2008. – Vol. 181, no 9. – P. 2442–2447. DOI: 10.1016 / j.jssc.2008.06.011

29. Sanaeishoar Haleh, Sabbaghan Maryam, Mohave Fouad. Synthesis and characterization of micro-mesoporous MCM-41 using various ionic liquids as co-templates // Micropor. and Mesopor. Materials. – 2015. – No 12. – P. 289–294. DOI: 10.1007/s12633-019-00121-9

30. Rubio F., Rubio J., Oteo J.L. A FT-IR study of the hydrolysis of tetraethylorthosilicate (TEOS) // Spectroscopy Let. – 1998. – Vol. 31, no 1. – P. 199–219. DOI: 10.1080/00387019808006772

## References

1. Pronina N.N., Oganezova D.I., Usenkova O.V. Real'nost' importozameshchenii v Rossii [The reality of import substitution in Russia]. *Vestnik Penzenskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2015, no. 3 (11), pp. 58–62.

2. Berezinskaia O.B., Shchelokova D.V. Tekhnologicheskaia zavisimost' ot importa i perspektivy importozameshchenii v rossiiskoi promyshlennosti [Technological dependence on imports and prospects for import substitution in Russian industry]. *Ekonomicheskoe razvitiie Rossii*, 2018, vol. 25, no. 1, pp. 20–26.

3. Sorokin K.V., Murashov V.V. Mirovye tendentsii razvitiia raspredelennykh volokonno-opticheskikh sensornykh sistem (obzor) [Global trends in the development of distributed fiber-optic sensor systems (overview)] *Aviatsionnye materialy i tekhnologii*, 2015, no. 3, pp. 90–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-3-90-94

4. Orlova E.Iu., Orlov A.A. Optovolonnye tekhnologii i sfery ikh primeneniia [Fiber-optic technologies and their applications] *T-Comm: Telekommunikatsii i transport*, 2016, vol. 10, no 3, pp. 63–66.

5. Loginov V.G., Rudakov R.B., Koroteev N.D. Sozdanie vysokotekhnologichnykh proizvodstv kak faktor syr'evoi bezopasnosti (proekt «Poliarnyi kvarts») [The creation of high-tech industries as a raw material factor of safety (the project “Polar quartz”)]. *Izvestiia Ural'skogo gosudarstvennogo gornogo universiteta*, 2017, vol. 1(45), pp. 84–87. DOI: 10.21440/2307-2091-2017-1-84-87

6. Gadiiatov V.G., Kiiakh D.A., Zhidkova S.A. K probleme ispol'zovaniia kvartseвого peska dlia polucheniia osobo chistogo kvartsa [On the problem of using quartz sand to produce particularly pure quartz]. *Vestnik Voronezhskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Geologiya*, 2010, no 2, pp. 322–325.

7. Savichev A.N., Krasil'nikov P.A. Statisticheskaiia kharakteristika elementov primesei v osobo chistom kvartse ural'skogo tipa (Ufaleiskii kvartsevo-zhil'nyi raion, Iuzhnyi Ural) [Statistical characteristics of impurity elements in high-purity quartz of the Ural type (Ufaleysky quartz-vein district, Southern Urals)]. *Mineralogiia*, 2019, vol. 5, no. 1, pp. 46–56.

8. Saha P., Annamalai N., Guha A.K. Synthetic Quartz Production and Applications. *Transactions of the Indian Ceramic Society*. 1991, vol. 50, iss. 5, pp. 129–135. DOI:10.1080/0371750X.1991.10804507

9. Gschneidner Karl A., Bunzli Jean-Claude G., Pecharsky Vitalij K. Spectral intensities of f-f transitions Handbook on the Physics and Chemistry of the Rare Earths. Elsevier, 1999, 413 p.

10. Khimich N.N., Zdravkov A.V., Koptelov L.A., Poddenezhnyi E.N., Boiko A.A. Zol'-gel' sintez kompaktnykh nanogibridnykh struktur na osnove kremnegelei [Sol-gel synthesis of compact nanohybrid structures based on silicogels]. *Fizika i khimiia stekla*, 2009, vol. 35, no, 2, pp. 234–246.

11. Mortensen Andreas. Concise Encyclopedia of Composite Materials. Elsevier, 2006, 1050 p.

12. Nikolaeva L.V., Borisenko A.I. Tonkosloynye stekloemalevyie i steklokeramicheskie pokrytiia [Thin-layer

glass-enamel and glass-ceramic coatings]. Leningrad: Nauka, Leningradskoe otdelenie, 1980, 89 p.

13. Brinker C.J. Hydrolysis and condensation of silicates: Effects on structure. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1988, vol. 100, iss. 1–3, pp. 31–50. DOI.org/10.1016/0022-3093(88)90005-1

14. Semko L.S., Gorbik P.P., Storozhuk L.P., Korduban A.M., Dziubenko L.S. Sintez, struktura i svoistva nanokompozitov na osnove magnetita, modifitsirovannogo oksidami kremniia i titana [Synthesis, structure, and properties of nanocomposites based on magnetite modified by silicon oxide and titanium oxide]. *Khimiia, fizika i tekhnologiia poverkhnosti*, 2007, vol. 13, pp. 370–396.

15. Skorodumova O.B., Lozovskii A.Iu., Tarakhno E.V., Gontar T.B. Issledovanie mekhanizma geleobrazovaniia v gibridnykh geliakh kremnezema s ponizhennoi sklonnost'iu k agregirovaniu [Investigation of the mechanism of gel formation in hybrid silica gels with a reduced tendency to aggregation]. *Visnik NTU «KhpI»*, 2014, no. 60(1102), pp. 14–19.

16. Schmelzer Jürn W. P. Nucleation Theory and Applications. *WILEY-VCH Verlag GmbH & Co KGaA*, 2005, 472 p.

17. Woignier T., Phalippou J. Glasses: Sol–Gel Methods. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, 2016, pp. 3581–3585.

18. Matsuyama I., Susa K., Satoh S., Goo J.K. Foaming phenomena in sol-gel-derived glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1992, vol. 151, iss. 1–2, pp. 160–168. DOI.org/10.1016/0022-3093(92)90024-E

19. Scherer G.W. Xerogels. *Encyclopedia of Materials, Science and Technology*, 2001, pp. 9797–9799. DOI:10.1016/b0-08-043152-6/01777-0

20. Chankvetadze Bezhn. Capillary Electrophoresis in Chiral Analysis. *John Wiley & Sons*, 1997, 572 p.

21. Chukin G.D. Khimiia poverkhnosti i stroenie dispersnogo kremnezema [Surface chemistry and structure of dispersed silica]. Moscow: Tipografiia Paladin, OOO «Printa», 2008, 172 p.

22. Namakshinas A.A., Sakharov V.V., Sigaev V.N. Nizkotemperaturnaia konsolidatsiia nanodispersnogo dioksida kremniia pri termodestruktsii poliorganosiloksanov [Low-temperature consolidation of nanodisperse silicon dioxide during thermal degradation of polyorganosiloxanes]. *Khimicheskaiia tekhnologiia funktsional'nykh nanomaterialov: Sbornik Materialov Mezhdunarodnoi konerentsii so shkoloii i master-klassami dlia mol. uchenykh*. 30 noiabria – 1 dekabria 2017 goda, Moskva. Moscow: Izdatel'skii tsentr RKhTU im. D.I. Mendeleeva, 2017, pp. 188–189.

23. Akira Utsunomiya, Masaru Shimoyama, Yoshio Katsuro, Hozumi Endo. Silica gel, synthetic quartz glass powder, quartz glass shaped product molding, and processes for producing these. Patent Japan 6071838 SShA, MKI<sup>2</sup> C03C 3/06, C03B 19/00, no. 08/860,716 (2000).

24. Iashchenko L.N., Todosiichuk T.T., Tereshchenko V.N., Menzheres G.Ia. Osobennosti formirovaniia nanostrukturirovannykh polimernykh sistem s ≡Si–O–Si≡-gruppirovkami. [Features of formation of nanostructured polymer

systems with ≡Si–O–Si≡ – groupings]. *Ukrainskii khimicheskii zhurnal*, 2012, vol. 78, no 7. pp. 59–66.

25. van der Vis M.G.M., Cordfunke E., Konings R. The thermodynamic properties of tetraethoxysilane (TEOS) and an infrared study of its thermal decomposition. *Journal de Physique IV Colloque*, 1993, 03 (C3), pp.75–82. DOI: 10.1051/jp4:1993309

26. Tejedor-Tejedor M.I., Paredes L., Anderson M.A. Evaluation of ATR–FTIR Spectroscopy as an “in situ” Tool for Following the Hydrolysis and Condensation of Alkoxysilanes under Rich H<sub>2</sub>O Conditions. *Chemistry of Materials*, 1998, 10(11), pp. 3410–3421. DOI.org/10.1021/-Cm980146l

27. Brinker C. Jeffrey, Scherer George W. Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. *Elsevier (Amsterdam): Gulf Professional Publishing*, 1990. 908 p.

28. Mayerhofer Thomas G., Shen Zhijian, Leonova Ekaterina, Ede'n Mattias, Kriltz Antje, Popp Juergen. Consolidated silica glass from nanoparticles. *Journal of Solid State Chemistry*, 2008, vol. 181, no. 9. pp. 2442–2447. DOI: 10.1016/j.jssc.2008.06.011

29. Sanaeishoar Haleh, Sabbaghan Maryam, Mohave Fouad. Synthesis and characterization of micro-mesoporous MCM-41 using various ionic liquids as co-templates. *Microporous and Mesoporous Materials*, 2015, no. 12, pp. 289–294. DOI: 10.1007/s12633-019-00121-9

30. Rubio F., Rubio J., Oteo J.L. A FT-IR Study of the Hydrolysis of Tetraethylorthosilicate (TEOS). *Spectroscopy Letters*, 1998, vol. 31, no. 1, pp. 199–219. DOI: 10.1080/00387019808006772

Получено 10.07.2020

Опубликовано 12.10.1010

#### Сведения об авторах

**Возьяков Александр Олегович** (Пермь, Россия) – аспирант кафедры механики композиционных материалов и конструкций Пермского национального исследовательского политехнического университета, e-mail: al.vozyakov@gmail.com.

**Порозова Светлана Евгеньевна** (Пермь, Россия) – доктор технических наук, доцент, профессор кафедры механики композиционных материалов и конструкций Пермского национального исследовательского политехнического университета, e-mail: sw.porozova@yandex.ru.

#### About the authors

**Alexander O. Vozyakov** (Perm, Russian Federation) – Postgraduate Student, Department of Mechanics of Composite Materials and Constructions, Perm National Research Polytechnic University, e-mail: al.vozyakov@gmail.com.

**Svetlana E. Porozova** (Perm, Russian Federation) – Doctor of Technical Sciences, Professor, Department of Mechanics of Composite Materials and Constructions, Perm National Research Polytechnic University, e-mail: sw.porozova@yandex.ru.