

Y₂O₃ 含量对 SiO₂-Al₂O₃-B₂O₃-K₂O-Li₂O 系统 微晶玻璃的析晶及性能的影响

罗志伟^{1,2}, 卢安贤^{1,2}

- (1. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;
2. 中南大学 有色金属材料科学与工程教育部重点实验室, 长沙 410083)

摘要: 以 SiO₂-Al₂O₃-B₂O₃-K₂O-Li₂O 为玻璃组成, P₂O₅ 和 ZrO₂ 为复合成核剂, Sb₂O₃ 为澄清剂, Y₂O₃ 为添加物, 通过传统熔体冷却方法制得了该系统基础玻璃。利用 DSC、XRD、SEM 及性能测试等手段, 研究了 Y₂O₃ 含量的变化对玻璃析晶行为、析出晶相种类、晶粒尺寸、晶粒分布以及微晶玻璃的力学性能的影响。研究表明: 随着 Y₂O₃ 含量的增加, 玻璃的析晶峰值温度升高, 且析晶峰也逐渐变宽、变钝; Y₂O₃ 的加入并不影响微晶玻璃中主晶相的组成, 但对其微观结构有明显影响; 当 Y₂O₃ 含量低于 2.0%(摩尔分数)时, 微晶玻璃的抗弯强度随 Y₂O₃ 含量增加而增加; 当 Y₂O₃ 含量为 2.0%时, 获得微晶玻璃的抗弯强度值最高, 达到 217 MPa; 当 2.0%≤x(Y₂O₃)≤2.5%时, 抗弯强度反而降低; 当 Y₂O₃ 含量为 2.5%时, 获得的微晶玻璃具有良好的半透明性, 并具有较好的力学性能(抗弯强度为 198 MPa); 与一步法热处理相比, 采用两步晶化热处理有利于提高微晶玻璃的力学性能。

关键词: 硅酸锂; 微晶玻璃; 析晶; 力学性能; 透明性

中图分类号: TQ 321

文献标识码: A

Effect of Y₂O₃ on crystallization and property of SiO₂-Al₂O₃-B₂O₃-K₂O-Li₂O system glass-ceramics

LUO Zhi-wei^{1,2}, LU An-xian^{1,2}

- (1. School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China;
2. Key Laboratory of Non-ferrous Metal Materials Science and Engineering, Ministry of Education,
Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The SiO₂-Al₂O₃-B₂O₃-K₂O-Li₂O glass doped Y₂O₃ was prepared by traditional melting quenching method, which introduced P₂O₅ and ZrO₂ as nucleating agent, Sb₂O₃ as clarifying agent and Y₂O₃ as additive. The effects of Y₂O₃ content on the crystallization behavior, crystalline phase, crystal dimensions, crystalline distribution and mechanical properties of the glass-ceramics were investigated by DSC, XRD, SEM and property measurement. The results show that, with increasing Y₂O₃ content, the crystallization peak temperature rises and the peak band becomes broader and blunter for this system glass. Y₂O₃ has obvious influence on the microstructure, however, it doesn't change the main crystalline phase of the glass-ceramics. When the Y₂O₃ content is lower than 2.0% (mole fraction), the bending strength increases with the increase of Y₂O₃ content. The glass-ceramics containing 2.0% Y₂O₃ has the highest bending strength of 217 MPa. When 2.0%≤x(Y₂O₃)≤2.5%, the bending strength decreases with increasing Y₂O₃ content. When Y₂O₃ content is 2.5%, the glass-ceramics has higher bending strength, about 198 MPa, and excellent transparent property. Compared with one-step crystallization heat treatment, the two-step crystallization heat treatment is helpful to improve the mechanical properties of glass-ceramics.

Key words: lithium disilicate; glass-ceramics; crystallization; mechanical properties; transparency

$\text{Li}_2\text{O-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 系统微晶玻璃具有优良的力学性能、化学稳定性和光学特性^[1], 主要应用于牙科修复、磁盘基板及高档建筑材料等场合。国外对该系统微晶玻璃已有较多研究, 主要集中在力学性能及可机械加工性能方面^[2-8]。由于这个系统玻璃的析晶倾向非常强, 很容易在退火过程中出现失透和开裂等现象, 且玻璃的熔制温度较高, 约 1 520 °C, 因此, 降低玻璃的熔制温度和控制玻璃的析晶倾向成为这一研究领域需要解决的问题。

邱关明^[9]研究了 Y_2O_3 对 $\text{Li}_2\text{O-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 系统微晶玻璃性能的影响, 发现在 $\text{Li}_2\text{O-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 微晶玻璃系统中引入 Y_2O_3 可改善微晶玻璃的力学性能和析晶性能, 提高表面光洁度和其他物化性能。与 SiO_2 相似, B_2O_3 也是一种玻璃网络形成体氧化物, 因此, 在 $\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$ 玻璃体系组成中引入 B_2O_3 可起到加强网络结构、提高强度和降低玻璃析晶倾向的作用^[10]。 Al_2O_3 是一种中间体氧化物, 在一定组成范围内, 它可进入 $\text{Li}_2\text{O-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 体系玻璃网络结构^[11]的间断点位置, 增加网络连接程度, 从而起到降低玻璃析晶倾向、提高抗弯强度和化学稳定性的作用。同时, 由于 Li^+ 半径比 K^+ 的小, 在热处理过程中, Li^+ 容易迁移而调整为晶体结构, 因此, 在 $\text{Li}_2\text{O-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 体系中引入一定量 K_2O 替代 Li_2O , 可以降低 $\text{Li}_2\text{O-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ 玻璃的析晶倾向。

本文作者在 $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O}$ 体系中引入 Al_2O_3 、 B_2O_3 、 K_2O 和 Y_2O_3 等氧化物, 构成多组分氧化物玻璃体系, 着重研究 Y_2O_3 的引入对微晶玻璃结构和性能的影响。

1 实验

本实验以 $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-K}_2\text{O-Li}_2\text{O}$ 为基础玻璃系统, P_2O_5 和 ZrO_2 为复合形核剂, Sb_2O_3 为澄清剂, 研究 Y_2O_3 含量的变化对玻璃析晶行为和力学性能的影响。参照文献^[3]报导的结果, 为了在玻璃中尽可能多地析出偏硅酸锂(Li_2SiO_3)和二硅酸锂($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$)晶体, 最佳的 $n(\text{Li}_2\text{O}):n(\text{SiO}_2)$ 为 1:2.39, 外加的 Y_2O_3 分别为 0.5%、1.0%、1.5%、2.0%和 2.5%(摩尔分数), 对应的样品编号分别为 Y1、Y2、Y3、Y4 和 Y5, 设计基础玻璃的化学组成如表 1 所列。其中, SiO_2 、 Al_2O_3 、 ZrO_2 和 Y_2O_3 为分析纯氧化物, 而 B_2O_3 、 P_2O_5 、 K_2O 和 Li_2O 分别由分析纯 H_3BO_3 、 $(\text{NH}_3)_2\text{HPO}_4$ 、 K_2CO_3 和 Li_2CO_3 引入。配方中引入适量的 Sb_2O_3 做澄清剂。

表 1 基础玻璃的化学组成

Table 1 Composition of precursor glasses

Sample	Mole fraction/%							
	B_2O_3	SiO_2	P_2O_5	K_2O	Li_2O	Al_2O_3	ZrO_2	Y_2O_3
Y1	2.2	64.6	1.1	1.7	27.1	1.5	1.8	0.5
Y2	2.2	64.6	1.1	1.7	27.1	1.5	1.8	1.0
Y3	2.2	64.6	1.1	1.7	27.1	1.5	1.8	1.5
Y4	2.2	64.6	1.1	1.7	27.1	1.5	1.8	2.0
Y5	2.2	64.6	1.1	1.7	27.1	1.5	1.8	2.5

1.1 样品制备

根据表 1 所列玻璃设计组成, 换算成对应原料的引入量。准确称取各配方相应的原料, 按 200 g 玻璃配制混合料。将配合料充分研磨、混匀, 置于 250 mL 石英坩锅中, 在硅钼电炉中以 4 °C/min 升到 1 480 °C, 保温 2 h, 出料后迅速倒入不锈钢模具中, 移至电阻炉中退火。样品 Y2、Y3、Y4 和 Y5 在 620 °C 退火, 而样品 Y1 的析晶倾向非常强, 在 620 °C 退火时已产生析晶, 故将其在 550 °C 的温度下退火。

将制得的玻璃按照不同的热处理制度在电阻炉中晶化, 升温速率为 2 °C/min, 热处理过程结束后随炉冷却到室温。对于样品 Y1、Y2 和 Y3, 热处理制度分别为: 500 °C, 0.5 h+650 °C, 0.5 h+ 800 °C, 0.5 h(a); 525 °C, 0.5 h+750 °C, 0.5 h(b)。对于样品 Y4 和 Y5, 热处理制度分别为: 500 °C, 0.5 h+750 °C, 0.5 h(c); 525 °C, 0.5 h+800 °C, 0.5 h(d)。热处理后对应的微晶玻璃样品的编号分别为 Y1(a)、Y1(b)、Y2(a)、Y2(b)、Y3(a)、Y3(b)、Y4(c)、Y4(d)、Y5(c)、Y5(d)。微晶玻璃样品在上海恒益光学精密机械有限公司进行加工, 规格为 5 mm×5 mm×50 mm。

1.2 结构及性能测试

将基础玻璃样品用玛瑙研钵研磨成粉末, 过 74 μm 筛, 采用德国耐驰公司生产的 NETZSCH STA 449C 型热分析仪测定 DSC 曲线, 升温速率为 10 °C/min, 测定温度范围为室温至 1 000 °C。

将获得的微晶玻璃制成取粉末试样, 过 50 μm 筛, 采用日本理学电机株式会社产的 Rigaku D/max 2550 PC 型全自动 X 射线衍射仪测定各个样品的 X 射线衍射谱。实验条件: Cu 靶, 扫描范围 10°~80°, 扫描速度为 8 (°)/min, 测试温度为室温。

将微晶玻璃试样的断面抛光后在 4% HF 溶液浸泡

30 s 腐蚀, 以超声波清洗后进行表面喷金处理, 利用 Sirion 200 场发射扫描电镜相观察样品表面显微结构。

采用三点弯曲加载法在 KZY300-1 型抗折强度测试仪上测定其抗弯强度, 对不同组分的微晶玻璃试样, 都取 5 个样品测试, 抗弯强度取其平均值。

2 结果与讨论

2.1 Y_2O_3 对玻璃热处理制度的影响

各玻璃试样的 DSC 曲线如图 1 所示。吸热峰的起始温度就是晶体生长的起始温度, 放热峰值温度就是晶体生长最快的温度。从 DSC 曲线可以看出, 各个样品均有明显的析晶峰, 表明各试样都有微晶体析出。各个样品的析晶峰值温度随着 Y_2O_3 含量的增加而上升, 且析晶峰逐渐变宽。样品 Y1、Y2 和 Y3 都有两个析晶峰, 样品 Y1 的析晶峰最为尖锐, 样品 Y2 和 Y3 依次逐渐减弱。样品 Y4 则都只有 1 个析晶峰, 样品 Y5 只有 2 个微弱的析晶峰。

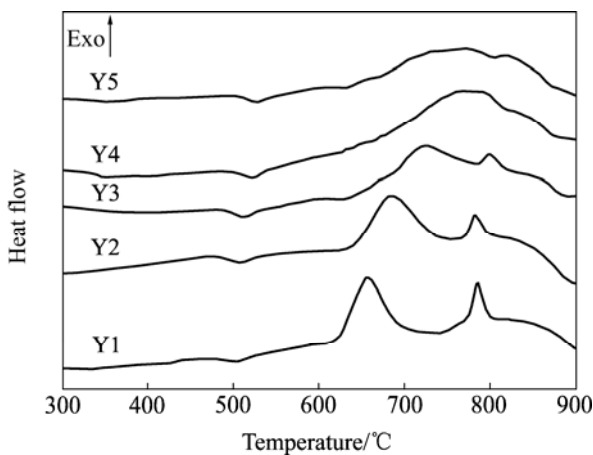


图 1 基础玻璃的 DSC 曲线

Fig.1 DSC curves of precursor glass

上述结果表明, 引入 Y_2O_3 有抑制该系统玻璃析晶的作用, 随着 Y_2O_3 含量的增加, 玻璃的析晶变得更为困难。一些作者认为^[12-13], 由于 Y^{3+} 作为网络外离子具有较强的积聚作用, 且主要填充于玻璃的网络空隙中, 使玻璃的结构更加致密, 玻璃的析晶活化能增大。在所研究的玻璃体系中, 由于引入的 Li_2O 和 K_2O 含量较高, 由 $[SiO_4]$ 四面体组成的网络连接程度较差, 网络间断点较多, B^{3+} 和 Al^{3+} 等玻璃网络形成体离子首先进入这些间断点位置, 引入 Y_2O_3 后, Y^{3+} 进入其余网络间断点位置, 在网络中起修补这些网络间断点的作用。因此, 随着 Y_2O_3 含量的增加, 玻璃的转变温度

增加, 玻璃的析晶倾向降低。

每条 DSC 曲线上靠近吸热峰位置标出的温度为测试仪测定的各试样的玻璃转变温度(也可以通过作切线的方法确定), 核化温度通常取转变点温度以上且粘度在 $10^{10} \sim 10^{11}$ Pa·s 时所对应的温度, 晶化温度通常比核化温度高 $150 \sim 200$ °C^[11]。

2.2 Y_2O_3 对微晶玻璃析晶行为及物相的影响

图 2 所示分别为由不同的热处理制度获得各个微晶玻璃的 XRD 谱。从图 2 所示的物相鉴定结果可知, 除 Y5(c) 样品外, 其它样品在 4 种晶化制度下都析出了方石英、偏硅酸锂、二硅酸锂 3 种晶相。Y5(c) 样品的析晶程度较低, 只析出少量的二硅酸锂晶体, 该微晶玻璃在宏观上表现为透明。

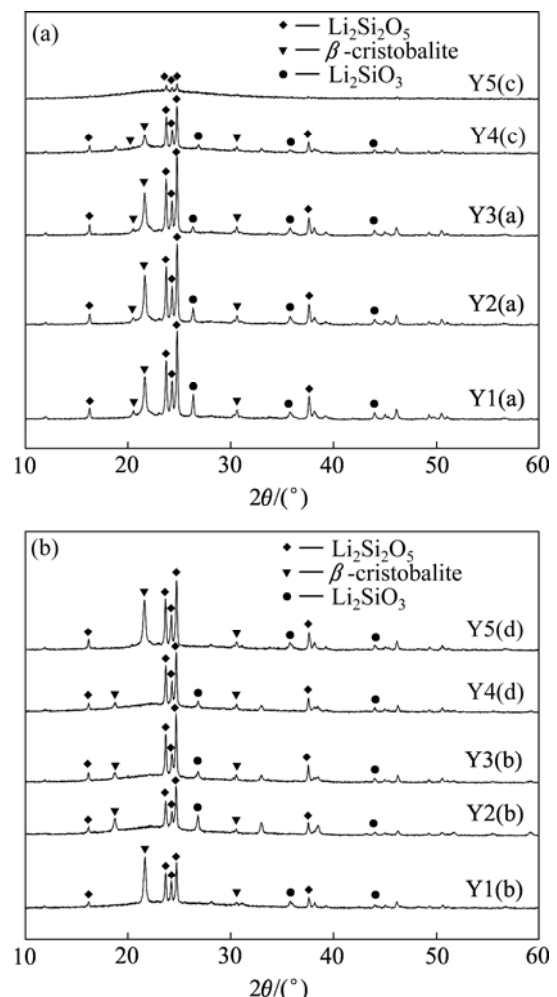


图 2 微晶玻璃样品的 XRD 谱

Fig.2 XRD patterns of glass-ceramics samples

对比图 2 微晶玻璃样品析出晶体的主峰强度可知, 对于微晶玻璃样品 Y1、Y2 和 Y3, β -方石英、偏硅酸锂和二硅酸锂 3 种晶相主峰强度值都随着 Y_2O_3

的含量的增加而呈下降的趋势。晶相主峰的强度值可以表征该晶体的相对析出量^[3], 由此可以推断, 随着 Y_2O_3 含量的增加, 各个样品中 3 种晶相的析出量都呈现下降趋势, Y_2O_3 的作用较明显。由于 Y_2O_3 含量的增加, 玻璃的网络结构得到增强, 一方面, 结构增强必然导致粘度增加, 使得质点迁移而调整为晶格结构的困难增大; 另一方面, 网络结构的增强必然减小质点运动的空间, 两种因素都会使玻璃基体中离子的扩散受阻, 从而限制了在热处理制度范围内晶核的长大^[14-15]。在本研究中, Y_2O_3 的加入削弱了基础玻璃的析晶倾向, 并随着 Y_2O_3 含量的增加作用越来越明显。

对于样品 Y1、Y2 和 Y3, 在热处理条件 a(500 °C, 0.5 h 核化; 650 °C, 0.5 h+800 °C, 0.5 h 晶化)下获得微晶玻璃的 β -方石英、偏硅酸锂两种晶相的主峰强度值都大于热处理条件 b(500 °C, 0.5 h 核化; 750 °C, 0.5 h 晶化)相对应晶相的主峰强度值。这说明, 采取阶梯型晶化热处理制度更利于 $SiO_2-Al_2O_3-B_2O_3-Li_2O-K_2O$ 系玻璃的析晶。

对于 Y5 样品, 在热处理条件 d 下(525 °C, 0.5 h 核化; 800 °C, 0.5 h 晶化), 方石英、偏硅酸锂和二硅酸锂 3 种晶相都大量析出。由此可见, Y_2O_3 的加入虽然能够在一定程度上抑制上述 3 种晶体的形成, 但是热处理温度提高(热处理制度 d 比热处理制度 c 的温度高 50 °C), 析晶速率也大大提高。从 Y5 样品的两种热处理制度对比可以看出, Y_2O_3 只是在一定程度上减弱该系统玻璃析晶的倾向, 并不能阻碍其析晶。

由以上分析可知, 要控制晶相的析出以及晶粒的尺寸, 取决于 3 个因素: Y_2O_3 的含量、晶化温度和热处理工艺。 Y_2O_3 的加入抑制了玻璃的析晶倾向, 在析晶温度范围内提高热处理温度有利于析晶, 两个阶段晶化比一个阶段更利于析晶。利用这一点, 可以通过加入适量的 Y_2O_3 并结合晶化温度来控制玻璃的析晶行为、晶粒大小以及析出晶体含量。对于本实验研究的微晶玻璃, Y_2O_3 的摩尔含量为 2.5%时, 经 525 °C, 0.5 h 核化和 750 °C, 0.5 h 晶化可以得到透明的微晶玻璃。

2.3 Y_2O_3 含量对微晶玻璃显微结构及力学性能的影响

图 3 为各个样品断面在腐蚀后的 SEM 像。除图 3(e)以外, 各个样品在腐蚀后的微观结构形貌很相似。从 SEM 像可以看出, 随着 Y_2O_3 含量的增加, Y1(a)、Y2(a)、Y3(a)、Y4(c)析出晶体数量减少, 晶粒尺寸逐渐减小, 并且分布趋于均匀。Y4(c)样品的腐蚀照片表面较为光滑, 被腐蚀的痕迹非常少, 且非常细小, 这

说明 Y4(c)样品析出的晶体(主要是二硅酸锂)很少, 而且晶粒尺寸较小(根据图 3(e)可看出尺寸小于 0.1 μm), 从宏观上表现为透明微晶玻璃。由 Y5(d)试样的 SEM 像可知, 提高晶化温度后, 晶体尺寸迅速长大。

不同的 Y_2O_3 含量同样影响了二硅酸锂的晶体形态。二硅酸锂属于层状硅酸盐结构, 层内以 $[Si_2O_5]$ 为单位形成的锯齿状的结构, 层与层之间以 Li^+ 相连, 所以层间的键强要小于层内的键强, 界面能的这种各向异性使二硅酸锂晶体生长速率在取向上具有各向异性, 本研究中随着 Y_2O_3 含量的增加, 微晶玻璃中二硅酸锂晶体的直径减小, 长径比增加。

因此, 在相同的热处理制度下, Y_2O_3 含量的增加使得样品晶体的析出量减少, 晶粒细化, 分布趋于均匀化。当 Y_2O_3 含量为 2.5%时, 采取适当的热处理制度可以得到透明的微晶玻璃。但提高晶化温度后会促进析晶和晶体的长大, 透明的微晶玻璃又转化为不透明的微晶玻璃。

材料的力学性能是其最重要的性能之一。对玻璃机械强度研究结果的解释, 通常依据格里菲兹推导的公式^[16]:

$$\sigma = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi l}}$$

式中: E 为弹性模量; γ 为断裂表面能; l 为微裂纹的临界长度。从上述公式可以看出, 微晶玻璃强度的增加主要依靠提高弹性模量值或者增加断裂表面能好或者减少微裂纹的临界长度来实现。

图 4 所示为不同热处理制度下样品的抗弯强度。由图 4 可以看出, 在本实验中, 随着 Y_2O_3 含量的增加, 晶体的尺寸逐渐减小, 晶体的堆积逐渐变得紧密, 形成一种致密的结构。当微晶玻璃受到外力作用时, 裂纹扩展需要走过更曲折的路程, 此时微晶玻璃具有较小的平均裂纹长度, 具有较高的力学性能。对比样品 Y1, Y2、Y3 和 Y4, 虽然 Y_2O_3 的加入使晶体析出量减少, 但是同时细化了晶粒。从抗弯强度测试结果来看, 细化晶粒的作用比减少晶相的析出占优势, 因此, 从整体上来看, Y_2O_3 的加入增加了微晶玻璃的抗弯强度。

对比样品 Y1、Y2、Y3 在 a、b 两种晶化制度下的抗弯强度可以看出, 晶化制度 a 优于晶化制度 b。这可能是由于分两个阶段晶化, 延长了晶化时间, 使晶粒的分布更加均匀, 晶粒的堆积更加致密, 因此抗弯强度有所增加。

当 Y_2O_3 含量为 2.0%时, 经 525 °C 核化 0.5 h, 800 °C 晶化 0.5 h 能获得最佳的抗弯强度, 其抗弯强度值为 217 MPa; 继续增加 Y_2O_3 的含量, 抗弯强度反而下降。

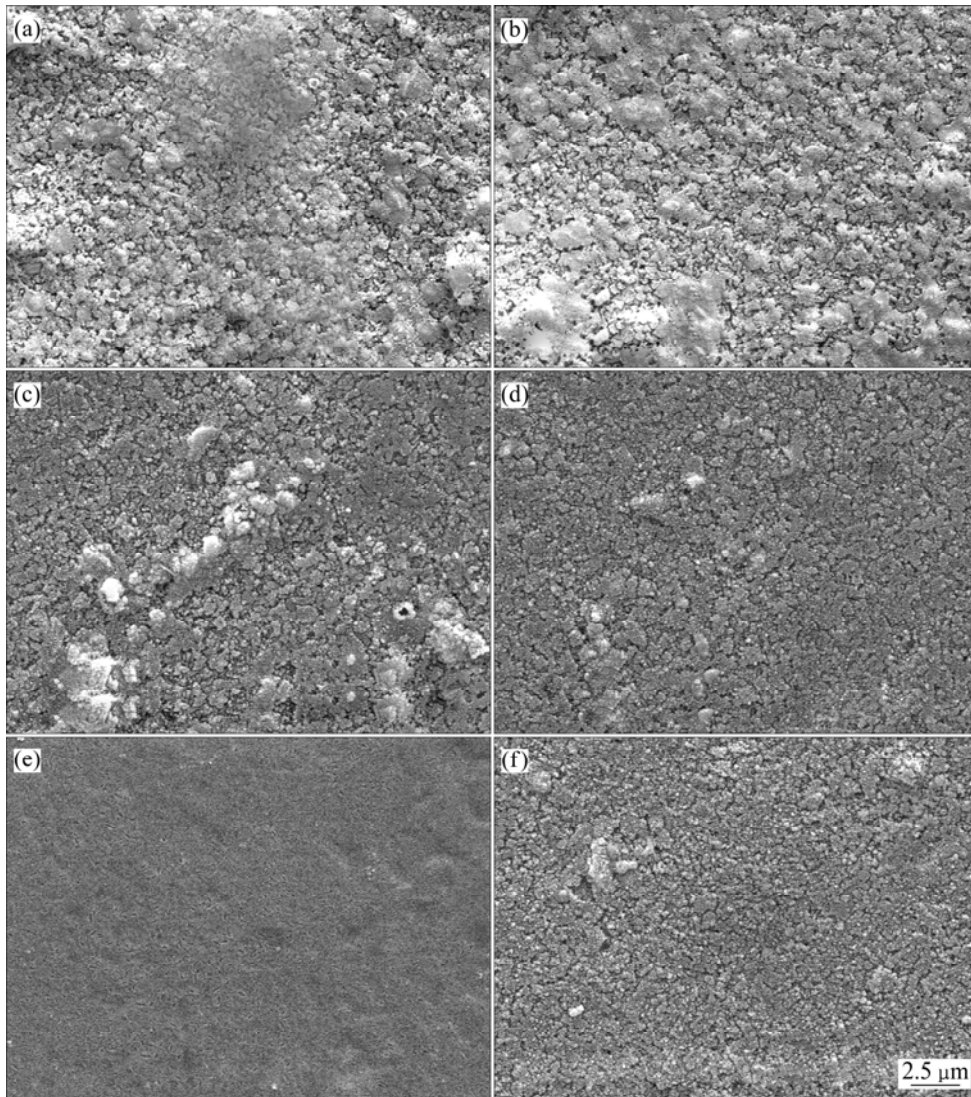


图3 微晶玻璃样品的SEM像

Fig.3 SEM images of glass-ceramics samples: (a) Y1(a); (b) Y2(a); (c) Y3(a); (d) Y4(c); (e) Y5(c); (f) Y5(d)

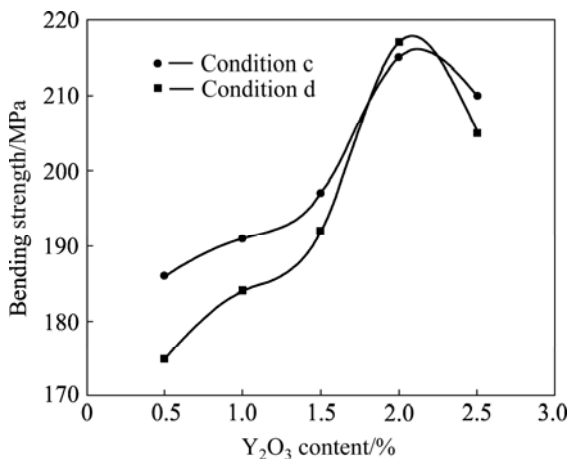


图4 不同热处理制度下不同Y₂O₃含量样品的抗弯强度

Fig.4 Bending strength of samples with different Y₂O₃ contents under different heat treatment conditions

当Y₂O₃的含量为2.5%时,经525℃核化0.5h,750℃晶化0.5h,得到透明的微晶玻璃,而且这种透明微晶玻璃的抗弯强度为198 MPa,相对其它体系的微晶玻璃来说,其强度仍然较高,这种强度较高的透明微晶玻璃材料在高性能磁盘基板方面将有很好的应用前景。

3 结论

1) 随着Y₂O₃含量的增加,核化温度以及析晶温度明显增加。当Y₂O₃含量不大于1.5%时,基础玻璃有2个明显的析晶峰;当Y₂O₃的含量大于1.5%时,只有一个明显的析晶峰,且析晶峰变宽。

2) Y_2O_3 含量的增加并不影响微晶玻璃中主晶相的组成, 但对其微观结构具有明显影响, 且可显著降低玻璃的析晶倾向。

3) 就所研究的玻璃体系而言, 当 Y_2O_3 含量为 2.0% 时, 在 525 °C 核化 0.5 h, 800 °C 晶化 0.5 h 条件下获得的微晶玻璃具有最高的抗弯强度, 其抗弯强度值为 217 MPa, 但微晶玻璃不透明。

4) 当 Y_2O_3 含量为 2.5% 时, 在 525 °C 核化 0.5 h, 750 °C 晶化 0.5 h 的条件下可得到较高强度的透明微晶玻璃, 其抗弯强度为 198 MPa。

REFERENCES

- [1] WEN G W, ZHENG X, SONG L. Effects of P_2O_5 and sintering temperature on microstructure and mechanical properties of lithium disilicate glass-ceramics[J]. *Acta Materialia*, 2007, 55(10): 3583–3591.
- [2] CHRISTIAN V H, VOLKER R, WOLFRAM H, ELKE A. Crystallization of oxyapatite in glass-ceramics[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2007, 27(2/3): 1579–1584.
- [3] ELKE A, CHRISTIAN H, VOLKER R, WOLFRAM H. Influence of ZrO_2 on the crystallization and properties of lithium disilicate glass-ceramics derived from a multi-component system[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2007, 27(2/3): 1571–1577.
- [4] WOLFRAM H, ELKE A, CHRISTIAN V H, VOLKER R. Studies of crystal phase formations in high-strength lithium disilicate glass-ceramics[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2006, 352(38/39): 4041–4050.
- [5] OLIVER A, RALF K, CHRISTIAN R. Oriented lithium disilicate glass-ceramics prepared by electrochemically induced nucleation[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2005, 351(8/9): 656–662.
- [6] SOARES P C, Jr LEPIENSKI C M. Residual stress determination on lithium disilicate glass-ceramic by nanoindentation[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2004, 348(11): 9–143.
- [7] CLAUSBRUCH S C, SCHWEIGER M, HOLAND W, RHEINBERGER V. The effect of P_2O_5 on the crystallization and microstructure of glass-ceramics in the $SiO_2-Li_2O-K_2O-ZnO-P_2O_5$ system[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2000, 263/264: 388–394.
- [8] KUCHLER R, KANERT O, VEREGET T, JAIN H. Effect of devitrification on ion motion in lithium-disilicate glass[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2007, 353: 3940–3946.
- [9] 邱关明. 掺钇磁盘玻璃基板的研究[J]. *中国稀土学报*, 2004, 24(1): 89–93.
QIU Guan-ming. Disk glass panels doped with Y^{3+} used in magnetic memory[J]. *Journal of The Chinese Rare Earth Society*, 2004, 24(1): 89–93.
- [10] 卢安贤. 无机非金属材料导论[M]. 长沙: 中南大学出版社, 2004: 81–82.
LU An-xian. An introduction to inorganic nonmetallic material[M]. Changsha: Central South University Press, 2004: 81–82.
- [11] 西北轻工业学院. 玻璃工艺学[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1982: 21–22.
West North Institute of Light Industry. Glass technology[M]. Beijing: Light Industry Press, 1982: 21–22.
- [12] 倪亚茹, 陆春华, 张 焱, 张其土, 许仲梓. 稀土掺杂硼铝硅酸盐玻璃形成和析晶性能[J]. *过程工程学报*, 2006, 6(5): 777–780.
NI Ya-ru, LU Chun-hua, ZHANG Yan, ZHANG Qi-tu, XU Zhong-zi. Thermal stability of borosilicate glass with rare earth doping[J]. *The Chinese Journal of Process Engineering*, 2006, 6(5): 777–780.
- [13] ZHENG W, CHENG J. Crystallization and properties of some $CaO-Al_2O_3-SiO_2$ system glass-ceramics with Y_2O_3 addition[J]. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2006, 16: 105–108.
- [14] 王东亮. 精细陶瓷材料[M]. 北京: 中国物资出版社, 2000: 84.
WANG Dong-liang. Refined ceramic material[M]. Beijing: China Material Press, 2000: 84.
- [15] 李 宏, 郑 勇, 程金树. 稀土掺杂对 LAS 系统微晶玻璃粘度的影响[J]. *武汉理工大学学报*, 2007, 27(7): 10–13.
LI Hong, ZHENG Yong, CHENG Jin-shu. Viscosity of LAS glass-ceramics doped with rare earth[J]. *Journal of Wuhan University of Technology*, 2007, 27(7): 10–13.
- [16] McMILAN P W. 微晶玻璃[M]. 王仞千, 译. 北京: 中国建筑工业出版社, 1988: 181–182.
McMILAN P W. Glass-ceramics[M]. WANG Ren-qian, transl. Beijing: China Architecture & Building Press, 1988: 181–182.

(编辑 李艳红)