

ФИЗИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

В. И. ШЕЛЮБСКИЙ и А. И. КРОХИНА

**ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ
ВОССТАНОВЛЕНИЯ СВИНЦА ПРИ ОБРАБОТКЕ СВИНЦОВЫХ
СТЕКОЛ В ВОССТАНОВИТЕЛЬНОМ ПЛАМЕНИ**

(Представлено академиком П. А. Ребиндером 26 V 1952)

Как известно, при обработке в восстановительном пламени стекол, содержащих свинец, на поверхности стекла происходит восстановление свинца. Поверхность стекла темнеет, приобретая характерный металлический блеск.

Исследования с помощью оптического микроскопа не позволяют выяснить размеры, форму и распределение частиц восстановившегося свинца, так как размеры большинства частиц лежат за пределами разрешения оптического микроскопа.

Настоящая работа ставила своей целью выяснить эффективность применения электронного микроскопа для изучения восстановления свинца при обработке свинцовых стекол в восстановительном пламени.

В отличие от обычно применяемого в электронной микроскопии метода лаковой реплики (¹⁻³), отображающей рельеф поверхности, был разработан и применен метод непосредственного исследования микрочастиц восстановившегося свинца, отделяемых от поверхности стекла при помощи кварцевой реплики. Кварцевая реплика по сравнению с лаковой более пригодна для отделения частиц, что связано с ее большой прочностью и значительными силами сцепления между частицами свинца и тонким слоем кварца.

Кварцевая реплика толщиной 500—1000 Å получалась путем напыления кварца на исследуемую поверхность в вакууме порядка 10^{-6} мм рт. ст. Отслаивание реплики производилось при помощи желатины (¹).

При отслаивании реплики от образца частицы восстановившегося свинца прилипают к ней и отчетливо видны на электронных микрофотографиях. Для уменьшения сцепления частиц свинца со стеклом применялась кратковременная промывка образцов в дистиллированной воде перед напылением кварца. При этом в связи с частичным растворением стекла отделение частиц происходило легче. Кварцевые реплики с приставшими частицами свинца помещались в объектодержатель и просматривались в электронном микроскопе ЭМ-100 при ускоряющем напряжении 75 кв.

Образцы изготовлялись путем внесения свежесколотой поверхности свинцового стекла в пламя природного газа. Были исследованы два технических стекла, одно из которых содержало 30% окиси свинца, а другое 6%. На всех образцах обнаружены кристаллики восстановившегося свинца. Проекция кристалликов на электронных фотографиях имеют различную форму, но чаще всего встречаются четырехугольная и шести-

угольная формы. На этом основании можно считать, что форма кристалликов близка к кубической, что согласуется с обычной формой кристаллизации свинца. Размеры кристалликов лежат в пределах 0,01—0,25 μ , причем преобладают кристаллики, размеры которых не превосходят 0,05 μ . Изредка встречаются крупные кристаллы неправильной формы, достигающие размеров 0,5—0,6 μ .

На 1 см² поверхности исследованных образцов приходится в среднем 10⁷—10⁹ кристалликов.

На рис. 1 (на вклейке) приведена электронная микрофотография поверхности стекла, содержащего 30% PbO, после восстановления в пламени. На снимке видны равномерно распределенные мелкие кристаллики размером 0,01—0,05 μ и более крупные, 0,1—0,25 μ . Плотность мелких кристалликов — порядка 10⁹ на 1 см², более крупных значительно меньше.

На рис. 2 показано распределение кристалликов восстановившегося свинца на поверхности стекла, содержащего 6% PbO. Все кристаллики примерно одинаковых размеров — 0,05—0,08 μ . На 1 см² приходится 10⁹ кристалликов.

В заключение необходимо отметить, что применение электронного микроскопа может оказать значительную помощь при изучении процесса восстановления свинца на поверхности свинцовых стекол.

Выражаем благодарность проф. Г. В. Сливаку за интерес и внимание к данной работе.

Физический институт
Московского государственного университета
им. М. В. Ломоносова

Поступило
12 V 1952

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

¹ Н. Г. Сушкин, Электронный микроскоп, 1949. ² G. S. Bachman, Glass Industry, 8, 399 (1941). ³ K. Begerdorfer, Glashütte, No. 9, 132 (1950).

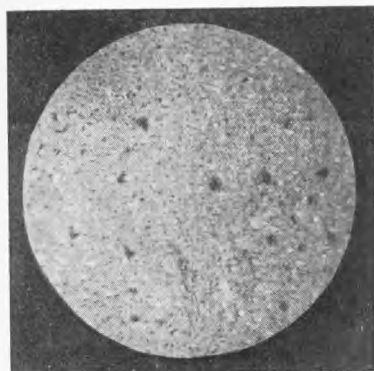


Рис. 1. Кристаллики восстановившегося свинца на поверхности стекла, содержащего 30% PbO .
 $\times 7700$

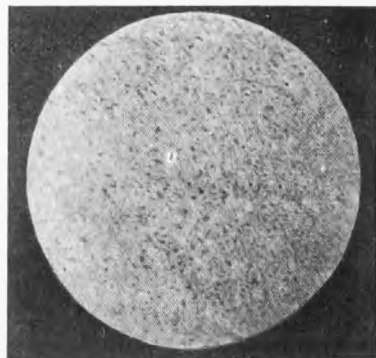


Рис. 2. Кристаллики восстановившегося свинца на поверхности стекла, содержащего 6% PbO .
 $\times 8300$

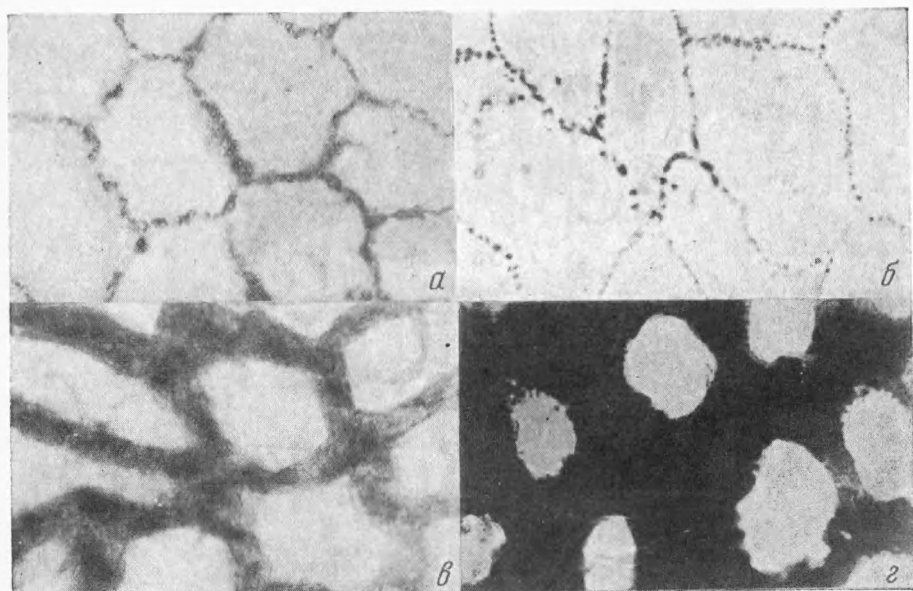


Рис. 1