

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ

(19) **ВУ** (11) **6341**

(13) **С1**

(51)⁷ **С 03С 4/12, 3/06**



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(54)

ЛЮМИНЕСЦИРУЮЩЕЕ КВАРЦЕВОЕ СТЕКЛО

(21) Номер заявки: а 20010029

(22) 2001.01.12

(46) 2004.06.30

(71) Заявитель: Государственное научное учреждение "Институт молекулярной и атомной физики Национальной академии наук Беларуси" (ВУ)

(72) Авторы: Малашкевич Георгий Ефимович; Семкова Галина Ивановна; Бойко Андрей Андреевич (ВУ)

(73) Патентообладатель: Государственное научное учреждение "Институт молекулярной и атомной физики Национальной академии наук Беларуси" (ВУ)

(57)

Люминесцирующее кварцевое стекло, содержащее SiO_2 , CeO_2 и Ce_2O_3 , отличающееся тем, что оно дополнительно содержит Al_2O_3 при следующем соотношении компонентов, мас. %:

SiO_2 97,5-98,2

$(\text{CeO}_2 + \text{Ce}_2\text{O}_3)$ 0,5-1,5

Al_2O_3 0,3-1,0,

при этом атомарное соотношение Al/Ce должно быть не менее 1.

(56)

ВУ 960288, 1997.

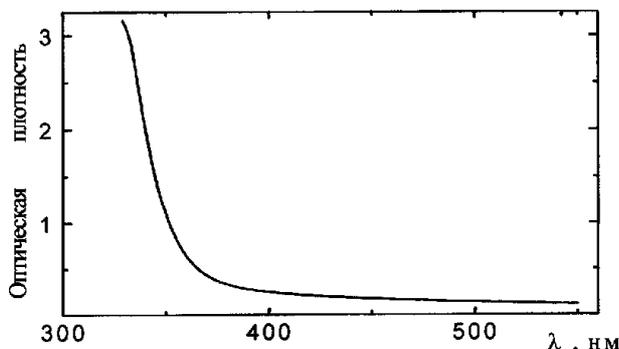
JP 63256547 А, 1988.

ВУ 924 С1, 1995.

ВУ 960295, 1997.

EP 0779254 А1, 1997.

ВУ 1474 С1, 1996.



Фиг. 1

ВУ 6341 С1

ВУ 6341 С1

Изобретение относится к легированным стеклам, в частности к кварцевому стеклу, полученному по золь-гель процессу, которое может использоваться в качестве светофильтра для отсечки фотохимически активного ультрафиолетового излучения в системах широкополосной накачки лазеров и его люминесцентной трансформации в полосы поглощения их активного элемента.

Известно полученное золь-гель методом кварцевое стекло (заявка РБ 262А, МПК С 03С 3/06, 1993) следующего состава, мас. %: SiO_2 98,28-99,64, Ce_2O_3 0,36-1,72.

Известное стекло обладает низким квантовым выходом люминесценции ($< 10\%$) и заметным поглощением в видимой области спектра (натуральный показатель поглощения k при $\lambda = 500$ нм может достигать 5 см^{-1} и более). Это ограничивает возможности использования светофильтров из такого стекла для отсечки фотохимически активного излучения в системах широкополосной накачки лазеров и его люминесцентной трансформации в полосы поглощения их активного элемента.

Наиболее близким по технической сущности является полученное золь-гель методом люминесцирующее кварцевое стекло (заявка РБ 960288, МПК С 03С 3/06, 1996) следующего состава, мол. %: SiO_2 99,200-99,950; Ce_2O_3 0,045-0,750; CeO_2 0,005-0,050.

Прототип имеет следующий недостаток: малую долю квантов люминесценции ($< 20\%$), излучаемых в спектральной области ≤ 400 нм.

Указанный недостаток ограничивает возможности использования прототипа для люминесцентной трансформации фотохимически активного излучения в основные полосы поглощения материалов, активированных ионами Cr^{3+} , Sm^{3+} , Dy^{3+} и Er^{3+} .

Задачей предполагаемого изобретения является создание эффективно люминесцирующего стекла с более высокой долей квантов, излучаемых в спектральной области ≤ 400 нм, при сохранении интенсивного поглощения в области фотохимически активного ультрафиолета. Это повысит конкурентоспособность изготовленных из него светофильтров для отсечки фотохимически активного излучения в системах широкополосной накачки соответствующих лазеров и его люминесцентной трансформации в полосы поглощения их активного элемента.

Для решения поставленной задачи люминесцирующее кварцевое стекло, содержащее SiO_2 , CeO_2 и Ce_2O_3 , дополнительно содержит Al_2O_3 при следующем соотношении компонентов, мас. %: SiO_2 97,5-99,2; ($\text{CeO}_2 + \text{Ce}_2\text{O}_3$) 0,5-1,5; Al_2O_3 0,3-1,0, при этом атомарное соотношение Al/Ce должно быть не менее 1.

Стекло получали прямым золь-гель методом. В качестве исходного сырья использовали тетраэтилортосиликат $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, соляную кислоту HCl (как катализатор), аморфный тонкодисперсный кремнезем SiO_2 (как наполнитель для уменьшения растрескивания ксерогелей), соли церия $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ и алюминия $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ и дистиллированную воду H_2O .

Процесс синтеза включал гидролиз тетраэтилортосиликата в водном растворе кислоты при мольном соотношении $\text{H}_2\text{O}:\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4:\text{HCl}$ равном 16:1:0,01 до получения золя, приготовление коллоида путем добавления в полученный золь тонкодисперсного кремнезема, а также солей церия и алюминия, нейтрализацию золь-коллоидной системы до $\text{pH} = 6,5-7$ путем введения раствора аммиака, литье жидкого шликера в формы и выдерживание до образования геля. Полученные заготовки сушили в термошкафу при температуре 60°C . Спекание проводили в вакууме при 1250°C .

Уменьшение концентрации церия ниже заявляемой нецелесообразно, так как ведет к снижению поглощения стекла в ультрафиолетовой области спектра до величин не представляющих практического интереса. Увеличение концентрации церия выше заявляемой сопровождается появлением поглощения в видимой области спектра, длинноволновым смещением полосы люминесценции и уменьшением ее квантового выхода. Уменьшение концентрации алюминия ниже заявляемой также ведет к появлению поглощения в видимой области и уменьшению квантового выхода люминесценции, а увеличение его концентрации выше заявляемой сопровождается резким увеличением светорассеяния стекла.

ВУ 6341 С1

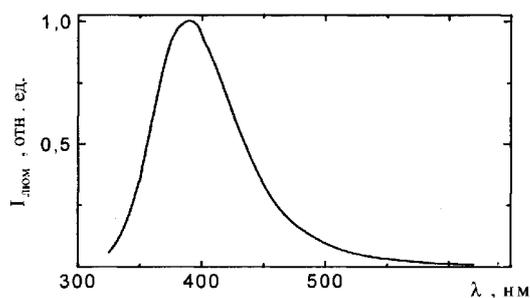
Спекание стекла на воздухе приводит к уменьшению квантового выхода люминесценции, длинноволновому сдвигу ее спектра и появлению поглощения в видимой области. Спекание в водороде ведет к появлению глубокого провала в спектре поглощения при 240 нм и длинноволновому сдвигу спектра люминесценции.

Составы заявляемого стекла, значения натурального показателя светоослабления k при различных длинах волн, квантового выхода люминесценции η и доли квантов γ , испускаемых в спектральной области ≤ 400 нм, представлены в таблице.

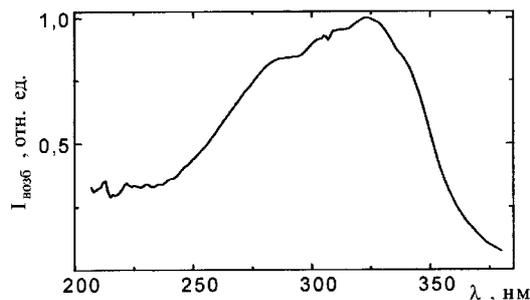
Стекло	Состав, мас. %			η , %	γ , %	k , см^{-1} при λ , нм				
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Ce ₂ O ₃ +CeO ₂			200	300	350	400	500
	1	98,8	0,3			0,5	95	55	45	60
2	97,7	1,0	1,3	90	53	>100	>100	25	1,5	<0,2
3	97,8	0,7	1,5	85	50	>100	>100	34	3,5	0,6

На фиг. 1 изображен спектр поглощения стекла 3 с толщиной 0,8 мм, а на фиг. 2 и 3 - спектры люминесценции и возбуждения люминесценции этого же стекла при длинах волн возбуждения и регистрации люминесценции, равных соответственно 320 и 400 нм.

Таким образом, заявляемое стекло обладает высокой прозрачностью в видимой области спектра, интенсивным поглощением в ультрафиолетовой области и эффективной люминесценцией с долей квантов ≥ 50 % в области ≤ 400 нм. Отмеченные преимущества заявляемого стекла позволяют использовать его для изготовления светофильтров, отсекающих фотохимически активное излучение широкополосной лазерной накачки и переизлучающих его в полосе с максимумом при 390 нм.



Фиг. 2



Фиг. 3