

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



(19) ВУ (11) 4117

(13) С1

(51)⁷ С 03С 3/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПАТЕНТНЫЙ
КОМИТЕТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

(54)

СТЕКЛО

(21) Номер заявки: 950270

(22) 1995.06.01

(46) 2001.09.30

(71) Заявитель: Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины (ВУ)

(72) Авторы: Бойко А.А., Подденежный Е.Н., Семченко А.В., Мельниченко И.М. (ВУ)

(73) Патентообладатель: Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины (ВУ)

(57)

Стекло, содержащее аморфный диоксид кремния и распределенную в нем дисперсную фазу, отличающееся тем, что в качестве последней используют кристаллы оксифторида церия диаметром 40-80 нм в количестве $(4-7) \cdot 10^7 \text{ см}^{-3}$ при следующем соотношении компонентов, мас. %:

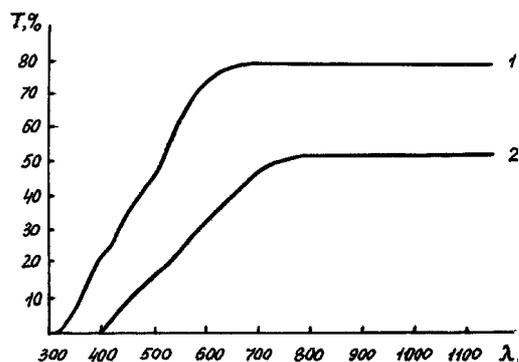
кристаллы оксифторида церия	0,31-0,85
аморфный диоксид кремния	остальное.

(56)

Прохорова Т.И. и др. // Стекло и керамика. - 1991. - № 7. - С. 9-10.

EP 0545347 A1, 1993.

JP 01226747 A, 1989.



Изобретение относится к составам высококремнеземистого стекла, в частности к светорассеивающему стеклу, и может быть использовано для изготовления диффузно-рассеивающих элементов, экранов, фильтров, отсекающих ультрафиолетовую часть спектра, в частности фильтров-отражателей систем накачки твердотельных лазеров.

Известно высокочистое полупрозрачное кварцевое стекло, содержащее аморфную матрицу из диоксида кремния и распределенные в объеме матрицы светорассеивающие частицы [1]. Известное стекло содержит более 99,9 % диоксида кремния, а в качестве светорассеивающих частиц - пузырьки и пустоты малого диаметра, образованные давлением инертного газа на стекломассу при температурах более 1500 °С. Получение такого стекла технологически сложно и требует значительных энергетических и экономических затрат. Известное стекло пропускает значительную часть ультрафиолетового излучения и обладает недостаточной радиационной стойкостью.

ВУ 4117 С1

Известно стекло, содержащее матрицу из аморфной фазы на основе диоксида кремния и кристаллическую фазу в виде кристаллов, распределенных в матрице [2]. Известное стекло имеет сложный состав аморфной фазы и кристаллы неустановленного состава диаметром 3÷4 мкм в количестве $(3\div6) \cdot 10^6$ шт/см³ и используется для изготовления диффузно-рассеивающих светофильтров. Стекло получают путем варки при температуре 1460 °С, а выделение кристаллов осуществляют путем длительной термообработки при 550 °С, что требует значительных энергетических затрат. Известное стекло не обладает высокой термической стойкостью, в частности из-за перекристаллизации и роста кристаллической фазы.

Наиболее близким к заявляемому является стекло, содержащее аморфную фазу из диоксида кремния и распределенные в ней частицы другой фазы [3]. В качестве распределенных частиц в известном стекле используют пузырьки с размерами 0,01÷0,1 мм и с концентрацией 500÷10000 шт/см³. Известное стекло получают методом наплавления электротермическим или газоплазменным способом при регулируемом избыточном давлении и высокой температуре, что создает технологические трудности и требует повышенных энергозатрат. Известное стекло не обеспечивает поглощение ультрафиолетового излучения в области менее 360 нм, что затрудняет использование его в системах накачки твердотельных лазеров в качестве отражателей в виду необходимости применения дополнительного УФ-фильтра.

Заявляется термостойкое диффузно-рассеивающее кварцевое стекло, поглощающее УФ-излучение в области до 360 нм и обладающее высоким светопропусканием в видимой области спектра.

Достижение указанного технического результата обеспечивается тем, что в стекле, содержащем аморфный диоксид кремния и распределенную в нем дисперсную фазу, в качестве последней используют кристаллы оксифторида церия диаметром 40÷80 нм в количестве $(4\div7) \cdot 10^7$ шт/см³ при следующем содержании компонентов, в мас. %:

кристаллы оксифторида церия	0,31÷0,85
аморфный диоксид кремния	99,15÷99,69.

Согласно изобретению, предлагается кварцевое стекло, содержащее в качестве добавки кристаллический оксифторид церия, стекло имеет структуру двухфазной системы, в которой в матрице из аморфной фазы диоксида кремния равномерно распределены кристаллы оксифторида церия, т.е. кристаллическая фаза.

Введение кристаллической фазы оксифторида церия ниже указанных пределов не позволяет получать кристаллическую фазу указанных размеров, а выше указанных пределов ухудшает пропускание и приводит к растрескиванию стекла. Указанные размеры и концентрации кристаллов оксифторида церия позволяют идентифицировать предлагаемое стекло и обеспечивают возможность диффузного рассеивания света.

Существенное значение имеет содержание примесей в заявляемом стекле, которое в сумме не превышает 10⁻⁴ % и основную часть которого составляют ионы гидроксидов.

Конкретные составы и свойства стекла для диффузно-рассеивающих светофильтров приведены в таблице, где составы 2-5 предлагаемые, а составы 1, 6 характеризуют выбор граничных условий.

№№ составов стекла	1	2	3	4	5	6
Показатели						
Содержание компонентов, мас. %						
оксифторид церия	0,28	0,31	0,50	0,64	0,85	0,88
диоксид кремния	99,72	99,69	99,50	99,36	99,15	99,12
Число частиц в 1 см ³	-	$4 \cdot 10^7$	$5 \cdot 10^7$	$6,5 \cdot 10^7$	$7 \cdot 10^7$	
Размер кристаллов, нм		40÷45	50÷55	50÷55	60÷80	
Усредненное пропускание, % (450÷1000 нм)	90	78	75	72	70	Образцы рассы- пались
Химическая стойкость к влажной атмосфере	A	A	A	A	A	
Кислотоустойчивость	1	1	1	1	1	
Термостойкость, °С	1000	1000	1000	1000	1000	

На фигуре приведены спектры пропускания стекол составов № 2 и № 5 (соответственно кривые 1 и 2).

В качестве исходного сырья для получения заявляемого стекла используют тетраэтилортосиликат (ТЭОС), аморфный тонкодисперсный кремнезем (SiO₂), хлорид церия (CeCl₃ · 7H₂O), фторид аммония (NH₄F) марок ХЧ и ОСЧ.

Материал получают прямым золь-гель методом. ТЭОС гидролизуют деионизованной водой в присутствии кислого катализатора, например соляной кислоты. В полученный золь вводят тонкодисперсный кремнезем и хлорид церия в виде раствора в деионизованной воде. Превращают золь в гель, добавляя в полученную смесь фторид аммония, разливая ее в плотно закрывающиеся формы и выдерживая. При добавлении фтори-

ВУ 4117 С1

да аммония формируются кристаллы CeF_3 . Полученные заготовки модифицированного геля сушат, а затем спекают на воздухе при 1150 ± 1200 °С в течение $1 \pm 1,5$ ч. В процессе термообработки кристаллы CeF_3 окисляются до оксифторида церия (CeOF) и остаются в стекле в виде белых кристаллов.

Заготовки стекла получают в виде труб, пластин, стержней и других профилей. Заготовки могут использоваться как изделия либо для превращения в изделия, могут подвергаться дальнейшей механической обработке.

Таким образом, получен стеклокристаллический материал - кварцевое стекло, используемое как светорассеивающее стекло для светофильтров с различной оптической плотностью, обладающей высокой термостойкостью (до 1000 °С), стойкостью к тепловому удару, высокой химической стойкостью.

Источники информации:

1. Заявка Японии 1226747, МПК С 03В 20/00, С 03С 3/06, 1988.
2. А.с. СССР № 1701660, МПК С 03С 3/12, 4/06, 1991.
3. Прохорова Т.И., Острогина С.М., Романова Е.Г. Новый материал - кварцевое светорассеивающее стекло // Стекло и керамика. - 1991. - № 7. - С. 9-10 (прототип).