

ОПТИЧЕСКИЕ ФИЛЬТРЫ НА ОСНОВЕ ГЕЛЬНОГО КВАРЦЕВОГО СТЕКЛА, ЛЕГИРОВАННОГО ЦЕРИЕМ

А. А. Бойко; Е. Н. Подденежный; И. М. Мельниченко; В. С. Дубровский;
О. И. Тюленкова

— Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины

Приведены результаты исследований методов получения термостойких оптических фильтров на основе гельного кварцевого стекла, легированного церием, для квантовых твердотельных лазеров на александрите и на иттрий-алюминиевом гранате с неодимом.

Поступила в редакцию 11.02.94.

В современном оптическом приборостроении возникла потребность в новых материалах с заданными свойствами, которые традиционными методами получить нельзя или их получение известными методами экономически невыгодно. В связи с необходимостью разработки новых типов термостойких оптических элементов для изделий квантовой электроники и приборостроения актуальность исследований в области перспективных технологий синтеза легированных кварцевых стекол [1, 2] с заданными свойствами непрерывно растет. К ним относится золь-гель-технология, которая позволила реализовать прямой переход золь—гель—стекло [3]. Технология дает возможность вводить различные легирующие примеси в структуру геля с последующим их взаимодействием при сушке и спекании с элементами силикатной матрицы. Таким способом можно получать качественные оптические фильтры с малым коэффициентом линейного расширения, большой термостойкостью и стойкостью к тепловому удару [4].

Легирование силикатных матриц церием способствует созданию ксерогелей и стекол, обладающих электрической и магнитооптической активностью, а также способностью поглощать определенную область оптического излучения [5, 6]. Значительный интерес представляют вопросы формирования гельных кварцевых стекол, легированных церием, для термостойких оптических УФ-фильтров в виде пластин, дисков и трубок широкого назначения.

Образцы гельного кварцевого стекла, легированного церием, синтезированы нами по золь—гель-процессу [7, 8], включающему в себя: гидролиз тетраэтилортосиликата (ТЭОС) в трехкомпонентной системе ТЭОС— H_2O — HCl до получения золя; введение в золь при механической активации тонкодисперсного кремнезема (аэросила) и хлорида церия; нейтрализацию золь—коллоидной системы до $pH=5,5 \dots 6,5$; литье жидкого шликера в контейнеры из гидрофобного материала; гелеобразование; сушку и спекание при температурах $60 \dots 1200^\circ C$ проводили на

воздухе с выдержкой при максимальной температуре в течение $1,5 \dots 2$ часов. Формирование образцов гелей в форме трубок осуществляли центробежным методом в пластиковых контейнерах при скорости их вращения $500 \dots 1000$ об/мин.

Для исследования оптических свойств были изготовлены образцы гельных стекол с размерами $20 \times 20 \times 3$ мм и концентрацией церия от 0 до 7 % по массе. Их спектры пропускания регистрировали на спектрофотометре СФ-26, спектры поглощения — на спектрофотометре *Beckman-5270*. Измерение коэффициента линейного термического расширения (КЛТР) осуществляли на кварцевом dilatометре ДКВ-5А в интервале температур $20 \dots 520^\circ C$ по стандартной методике.

На рис. 1, а приведен спектр поглощения гельного кварцевого стекла с концентрацией 0,5 % по массе оксида церия. Он характеризуется интенсивным УФ-поглощением с крутым коротковолновым краем для $\lambda < 400$ нм, относительно слабым диффузным поглощением в видимой и ИК-областях спектра и полосами поглощения, обусловленными колебаниями OH^- -групп. УФ-поглощение стекол определяется перекрывающимися сравнительно узкой полосой ($\Delta\lambda \sim 40$ нм) при 320 нм со слабой бесструктурной составляющей с ее коротковолновой стороны (обусловленной межконфигурационными переходами ионов Se^{3+}) и более широкой ($\Delta\lambda \sim 70$ нм) полосой при 230 нм (обусловленной межконфигурационными переходами ионов Se^{4+}) [5].

Кривые пропускания образцов гельного кварцевого стекла, легированного церием, в зависимости от концентрации легирующей добавки представлены на рис. 1, б. При концентрациях, превышающих 3 % по массе, происходит, по всей вероятности, фазовое разделение микрокристаллов SeO_2 в силикатной матрице, и система становится сильно рассеивающей. Для концентраций выше 5 % по массе пропускание в области $350 \dots 600$ нм снижается практически до нуля, а в ближней ИК-области спектра составляет $35 \dots 50$ %.

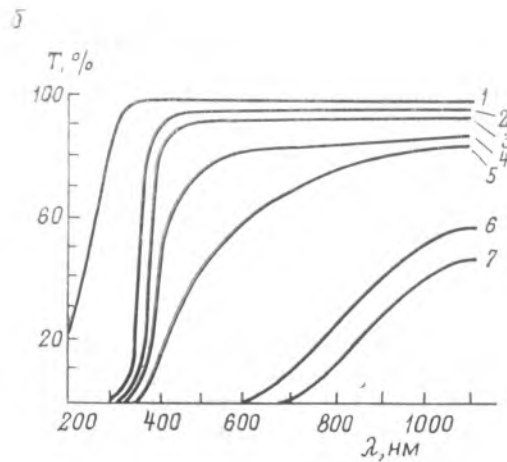
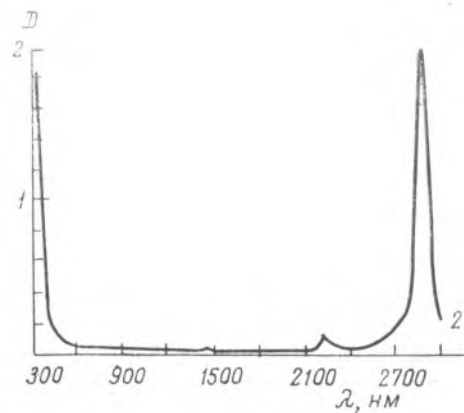


Рис. 1. Спектры поглощения (а) и пропускания (б) образцов гелевого кварцевого стекла, легированного церием ($l=3$ мм), с концентрацией ионов церия, % по массе:
1—0; 2—0,5%; 3—1%; 4—1,5%; 5—3%; 6—5%; 7—7%

Совместное легирование гелевого кварцевого стекла ионами церия и меди позволило сдвинуть край полосы поглощения до 420 нм при высоком пропускании в видимой области спектра.

Измерения КЛТР Се-содержащих геле-стекло показали, что их значения находятся в диапазоне от $+2,0 \cdot 10^{-7}$ до $+5,8 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ и соответствуют значениям, известным для плавленого кварцевого стекла. Термостойкость кварцевых стекол достигает 1000°C .

Проведенные исследования позволили рекомендовать разработанные легированные гелевые кварцевые стекла к использованию в качестве отрезающих актиничное излучение ламп накачки оптических фильтров в квантронах твердотельных лазеров. Такие фильтры дают возможность применять в качестве охлаждающей жидкости дистиллированную воду или эксплуатировать квантроны при воздушном охлаждении.

Полученные плоские и трубчатые кварцевые светофильтры использованы в составе малогабаритных импульсных терапевтических лазеров на александрите с охлаждением дистиллированной водой, а также в составе излучателя импульсно-периодического лазера с безжидкостным охлаждением на иттрий-алюминиевом гранате с неодимом для офтальмо-

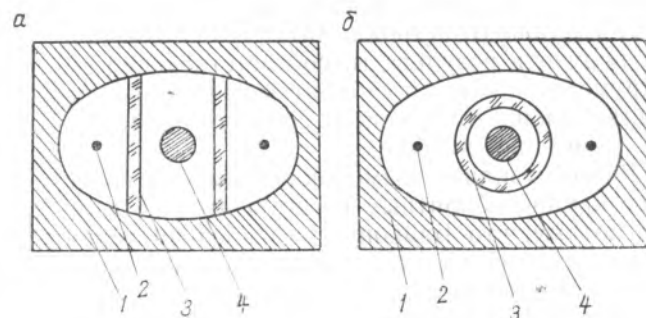


Рис. 2. Схемы расположения плоского (а) и трубчатого (б) гелевых кварцевых светофильтров в составе квантронов:

1 — корпус квантрона; 2 — лампа накачки; 3 — светофильтр; 4 — активный элемент

логии (схемы их расположения приведены на рис. 2). Опытно-промышленная проверка и результаты эксплуатационных испытаний подтвердили высокую эффективность плоских и трубчатых УФ-светофильтров. Кварцевые светофильтры данного назначения могут быть изготовлены нами в соответствии с конкретными техническими требованиями заказчика по оптическим параметрам, форме и размерам.

5. Арбузов В. И., Белянкина Н. Б. // Физ и хим. стекла. — 1990. — Т. 16, № 4. — С. 593.

6. Sivade A., Orcel G., Hench L. L. et al. // I. Non-Cryst. Solids. — 1988. — Vol. 105. — P. 232.

7. Подденежный Е. Н., Мельниченко И. М., Купреев М. П. // Тез. докл. семинара «Золь-гель процессы получения неорганических материалов». — Пермь, 1991. — С. 63.

8. Voiko A. A., Poddenezhny M. N., Melnichenko I. M. // VII Int. Workshop on Glasses and Ceramics from Gels. — Paris, 1993 (Abstr.).

ЛИТЕРАТУРА

1. Livage I. // I. Solid St. Chem. — 1986. — Vol. 64. — P. 322.
2. Дымшиц О. С., Жилин А. А., Чашин С. В. и др. // ОМП. — 1990. — № 1. — С. 43.
3. Hench L. L., West I. K. // Chem. Rev. — 1990. — Vol. 90. — P. 33.
4. Mazdinyani K. S. // Ceram. — 1988. — Vol. XVIII. — P. 219.