

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2466107

СТЕКЛОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ ОПТИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ С РЕЗКОЙ ГРАНИЦЕЙ ПОГЛОЩЕНИЯ В УФ- ОБЛАСТИ СПЕКТРА И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ

Патентообладатель(ли): *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики" (НИУ ИТМО) (RU)*

Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2010150803

Приоритет изобретения 10 декабря 2010 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений Российской Федерации 10 ноября 2012 г.

Срок действия патента истекает 10 декабря 2030 г.

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Б.П. Симонов

A handwritten signature in black ink, appearing to read "B.P. Simonov", is written over the printed name.





**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010150803/03, 10.12.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
10.12.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 10.12.2010

(43) Дата публикации заявки: 20.06.2012 Бюл. № 17

(45) Опубликовано: 10.11.2012 Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: SU 420584 A1, 25.03.1974. RU 2176624 C1, 10.12.2001. RU 2169712 C1, 27.06.2001. CA 2361595 A1, 17.08.2000. US 4226628 A, 07.10.1980. JP 11125846 A, 11.05.1999.

Адрес для переписки:

197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр., 49, ГОУВПО "СПбГУ ИТМО", ОИСиНТИ

(72) Автор(ы):

**Никоноров Николай Валентинович (RU),
Цехомский Виктор Алексеевич (RU),
Ширшнев Павел Сергеевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики" (НИУ ИТМО) (RU)**(54) СТЕКЛОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЙ ОПТИЧЕСКИЙ МАТЕРИАЛ С РЕЗКОЙ ГРАНИЦЕЙ ПОГЛОЩЕНИЯ В УФ-ОБЛАСТИ СПЕКТРА И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к составам и технологиям получения стеклокристаллических оптических материалов, которые могут быть использованы для производства фильтров, защищающих от УФ-излучения. Технический результат изобретения заключается в устранении эффекта фотохромизма стеклокристаллических оптических материалов с резкой границей оптического поглощения в ближней УФ-области спектра и упрощении технологии их получения. Материал получен на основе стекла следующего состава, мол. %: K₂O - 18-20; B₂O₃ - 35-45; Al₂O₃ - 18-22; NaCl - 4-

6; P₂O₅ - 2-7; Cu₂O - 1-5; NaF - 1-3; SnO₂ - 0,2-0,6; Sb₂O₅ - 0,6-1. Плавление шихты осуществляют при температуре 1300-1400°C с равномерным перемешиванием расплава шихты со скоростью 1-10 об/с. Необходимо, чтобы оксид фосфора P₂O₅ в шихте присутствовал в виде компонента NH₄H₂PO₄ в молярной концентрации 2-13%. Далее расплав инерционно охлаждают в печи от 400°C до комнатной температуры. Кристаллизацию осуществляют при температуре от 380 до 450°C в течение 5-50 часов с последующим инерционным охлаждением до комнатной температуры. 2 н.п. ф-лы, 3 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21)(22) Application: **2010150803/03, 10.12.2010**(24) Effective date for property rights:
10.12.2010

Priority:

(22) Date of filing: **10.12.2010**(43) Application published: **20.06.2012 Bull. 17**(45) Date of publication: **10.11.2012 Bull. 31**

Mail address:

**197101, Sankt-Peterburg, Kronverkskij pr., 49,
GOUVPO "SPbGU ITMO", OISiNTI**

(72) Inventor(s):

**Nikonorov Nikolaj Valentinovich (RU),
Tsekhomskij Viktor Alekseevich (RU),
Shirshnev Pavel Sergeevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego
professional'nogo obrazovaniya "Sankt-
Peterburgskij natsional'nyj issledovatel'skij
universitet informacionnykh tekhnologij,
mekhaniki i optiki" (NIU ITMO) (RU)****(54) GLASSCERAMIC OPTICAL MATERIAL WITH ABRUPT ABSORPTION EDGE IN UV-SPECTRUM
AND METHOD OF PRODUCING SAID MATERIAL**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to compositions and techniques of producing glassceramic optical materials which can be used to make filters for protection from UV radiation. The material is obtained from glass of the following composition, mol %: K₂O - 18-20; B₂O₃ - 35-45; Al₂O₃ - 18-22; NaCl - 4-6; P₂O₅ - 2-7; Cu₂O - 1-5; NaF - 1-3; SnO₂ - 0.2-0.6; Sb₂O₅ - 0.6-1. The charge mixture is molten at temperature 1300-1400°C with uniform stirring of the molten charge mixture at a rate of 1-

10 rps. Phosphorus oxide P₂O₅ must be present in the mixture in form of NH₄H₂PO₄ in molar concentration of 2-13%. Further, the melt is inertially cooled from 400°C to room temperature in a furnace. Crystallisation takes place at temperature ranging from 380 to 450°C for 5-50 hours, followed by inertial cooling to room temperature.

EFFECT: eliminating the effect of photochromism of glassceramic optical materials with an abrupt optical absorption edge in the UV spectrum and simple technique of producing said materials.

2 cl, 3 dwg

Изобретения относятся к составам и технологиям стеклокристаллических оптических материалов, которые могут быть использованы для производства фильтров, защищающих глаза и приборы от УФ-излучения.

УФ-излучение, особенно большой интенсивности, оказывает сильное воздействие на глаза человека, приводя к различным заболеваниям глаз, временному ослеплению и резкому снижению остроты зрения. Поэтому людям, работающим на открытом воздухе при большом снежном покрове, или водных пространствах, охотникам и наблюдателям в аэропортах, сварщикам, необходимы очки с фильтрами, защищающие глаза от УФ-излучения.

Одним из способов получения резкой границы поглощения в ближней УФ-области спектра является получение стекол, содержащих наночастицы полупроводников, например стекла с нанокристаллами CdS (оптические стекла марки ЖС), CuCl (оптические стекла марки ФХС-7). При этом следует отметить, что наклон кривой поглощения (изменение оптической плотности с длиной волны) в случае стекол с CuCl значительно больше, чем у стекол с CdS.

Известен стеклокристаллический оптический материал, фильтрующий УФ излучение, на основе силикатной матрицы с добавками B_2O_3 , S, с полупроводниковыми кристаллами CdS (ЖС-10, Цветное оптическое стекло и особые стекла. Каталог, Москва 1990, под ред. Член-корр. АН СССР д.х.н., проф. Г.Т.Петровского). Недостатком выбранного стекла является низкое оптическое поглощение в ближней УФ-области спектра (3,4 оптическая плотность для толщины в 6 мм на длине волны 380 нм) и относительно плавная кривая поглощения в ближней УФ-области спектра (пологий "cut-off").

Известен стеклокристаллический оптический материал, выделяющий нанокристаллическую фазу и включающий K_2O , Al_2O_3 , B_2O_3 , Fe_2O_3 , MnO [SU, авторское свидетельство, №643448, МКИ C03C 3/145, 1979].

Недостатком композита является отсутствие кристаллической фазы CuCl и, как следствие, отсутствие резкой границы поглощения в ближней УФ-области спектра.

Известен способ получения стеклокристаллического оптического материала, (Патент РФ №2380806, от 14.07.2008, МПК H01S 3/10, C03C 4/08), заключающийся в плавлении шихты, охлаждении расплава и отжиге до получения вязкости $10^{10,5}-10^{11}$ Па*с, последующей двухстадийной кристаллизации (термообработке), первую из которых проводят при температуре от 680 до 750°C в течение 2-12 ч, вторую - при температуре от 760 до 820°C в течение 2-24 ч, затем охлаждают до комнатной температуры.

Недостатками способа получения являются двухстадийность режимов термообработки, высокие температуры обработок - 680-820°C.

Известен способ получения стеклокристаллического оптического материала, выбранный в качестве прототипа (заявка РФ №2001108284/03, от 29.03.2001, МПК C03C 10/04, C03C 10/16, F41H 1/02). Способ получения стеклокерамики включает следующие операции: варку литиевосиликатного стекла при 1250-1350°C, формование элементов для изготовления защитной конструкции известными в стекольной промышленности способами, вытяжку из расплава, отливку в форму, выдувание, прессование и др. требуемых размеров и конфигурации, отжиг заготовок при 390-420°C. Кристаллизацию производят по трехступенчатому режиму: подъем температуры до 480-520°C, выдержка 1-3 ч, подъем температуры до 580-620°C, выдержка 0,5-10 ч, подъем температуры до 670-730°C со скоростью 1-5°C/мин, выдержка 1-3 ч, охлаждение до комнатной температуры со скоростью 5-10°C/мин.

В указанном способе при термообработке при температуре в 450-650°C выделяется фаза CuCl. Но при этом получаемое стекло обладает фотохромными свойствами - стекло меняет окраску при облучении светом видимого диапазона. Это связано с эффектами, возникающими на границе стекло-кристалл при облучении. Очевидно, что такое стекло сложно использовать в качестве защитного УФ-фильтра, так как при освещении видимым светом пропускание такого стекла будет падать. Кроме того, недостатком способа является большое количество этапов нагрева, необходимость неинерционного охлаждения, что требует дополнительных затрат на обогрев, что усложняет технологию, отсутствие перемешивания в процессе варки понижает однородность свойств по объему получаемого материала.

Изобретения решают задачу получения стеклокристаллического оптического материала с резкой границей оптического поглощения в ближней УФ-области спектра, исключения эффекта фотохромизма при одновременном упрощении технологии его получения.

Поставленная задача решается следующим образом.

В стеклокристаллическом оптическом материале с резкой границей поглощения в УФ-части спектра, представляющем собой прозрачную стеклокерамику, содержащем кристаллическую фазу CuCl, материал получен из стекла калий-алюмо-боратной системы следующего состава, мол. %:

K₂O 18-20
B₂O₃ 35-45
Al₂O₃ 18-22
NaCl 4-6
P₂O₅ 2-7
Cu₂O 1-5
NaF 1-3
SnO₂ - 0,2-0,6
Sb₂O₅ - 0,6-1

В способе получения стеклокристаллического оптического материала с резкой границей поглощения в УФ-части спектра, включающем плавление шихты стекла, охлаждение расплава и кристаллизацию, осуществляют плавление шихты стекла состава мол. %:

K₂O 18-20
B₂O₃ 35-45
Al₂O₃ 18-22
NaCl 4-6
P₂O₅ 2-7
Cu₂O 1-5
NaF 1-3
SnO₂ - 0,2-0,6
Sb₂O₅ - 0,6-1

при наличии вещества P₂O₅ в шихте в виде компонента NH₄H₂PO₄ в молярной концентрации 2-13%, плавление шихты осуществляют при равномерном перемешивании со скоростью 1-10 об/с и при температуре 1300-1400°C, осуществляют инерционное охлаждение до комнатной температуры, а кристаллизацию осуществляют при температуре - от 380 до 450°C в течение 5-50 часов, с последующим инерционным охлаждением до комнатной температуры.

Сущность заявляемых изобретений поясняется следующим.

Кристаллы CuCl обладают высоким экситонным поглощением в ближней области спектра - длина волны максимума экситонного пика составляет 384 нм, при коэффициенте оптического поглощения 10^5 см^{-1} на данной длине волны и отсутствии поглощения в видимой области спектра. Столь высокое поглощение возможно использовать для создания высокоэффективных фильтров, отсекающих свет с длинной волны меньше чем 384 нм. Однако, как известно, получение кристалла является сложной задачей, к тому же кристалл CuCl является водно-растворимым. Решением является получение наноразмерных (8-10 нм) кристаллов CuCl в стеклообразной матрице. При таких размерах кристаллов будут отсутствовать эффекты рассеяния света на границе стекло-кристалл. Суммарный объем кристаллической фазы в стекле может быть весьма существенным и обеспечивать достаточный эффект оптического поглощения в требуемой области спектра, а стеклообразная матрица будет к тому же защищать кристаллы от внешних механических и химических воздействий. Одним из простейших способов получения кристаллов в стекле является термообработка стекла. Для этого необходимо стекло, которое при нагревании будет выделять в объеме фазу нужного вещества - в данном случае CuCl. Тогда, подобрав режимы нагревания - охлаждения такого стекла, можно получать кристаллы требуемых размеров в объеме стекла.

Одной из проблем создания фильтров на основе стекол с CuCl является эффект фотохромизма в стекле - это изменение окраски стекла под воздействием излучения видимого диапазона. В ранее разработанных стеклах ФХС механизм фотохромизма носит следующий характер - кристаллы CuCl находятся в стекле в так называемой «поре» - то есть между стеклом и кристаллом есть пространство. При облучении светом видимого или УФ-диапазона на границе «пора»-кристалл происходит реакция

$$2\text{CuCl} + h\nu \leftrightarrow \text{Cu}_n^0 + \text{Cl}_2$$

Где хлор Cl_2 улетучивается в пространство «поры», а металлическая медь Cu^0 образует пленку на поверхности кристалла. Так как металлическая медь имеет оптическое поглощение в видимом диапазоне, то композит начинает поглощать свет в видимой области спектра. Чем больше кристаллов CuCl в таком стекле, тем, соответственно, и выше эффект фотохромизма. После прекращения облучения газообразный хлор постепенно окисляет наномерные кристаллы Cu_n^0 и указанная выше реакция идет в обратном направлении. Тем самым пропускание композита постепенно восстанавливается до исходного.

Образование «поры» вызвано тем, что температуры стеклования у стекол класса ФХС составляют $490\text{-}500^\circ\text{C}$, а температура кристаллизации объемного CuCl составляет 430°C (соответственно, у нанокристаллов - еще меньше). При термообработке стекла выше температур стеклования в стекле образуется жидкая фаза CuCl. При температуре стеклования фаза CuCl находится в жидком состоянии. В момент стеклования стекло резко меняет свой коэффициент термического расширения и вязкость. При дальнейшем охлаждении жидкая фаза CuCl продолжает сжиматься, в то время как стекло вокруг сжимается намного медленнее. В результате при понижении температуры образуется зазор между фазой CuCl и стеклом.

В заявляемом стекле температуры стеклования составляют $370\text{-}390^\circ\text{C}$ (измерено методом дифференциальной сканирующей калориметрии). Соответственно, кристаллизация фазы CuCl происходит при температурах стеклования окружающей матрицы стекла или даже выше температур стеклования. Таким образом, на момент кристаллизации CuCl стеклообразная матрица вокруг кристаллов находится в жидком

состоянии с относительно низкой вязкостью и высоким коэффициентом термического расширения. Зазора между кристаллами CuCl и стеклообразной матрицей не образуется. В целом, уменьшен интервал температур, по сравнению со стеклами-аналогами ФХС, при которых возможно образование «поры». При облучении светом

5 видимого диапазона указанная выше реакция в данном случае не протекает, так как нет поверхности, на которой возможно протекание - кристалл прилегает вплотную к матрице, и так как нет объема, в который возможно улетучивание Cl_2 . В результате отсутствует эффект фотохромизма в заявляемом стекле.

10 Сложность получения стекла, которое при термообработке будет выделять фазу CuCl , заключается в том, что при варке необходимо создать такие окислительно-восстановительные условия в расплаве, что медь будет находиться в одновалентном состоянии. Это промежуточное между Cu^{2+} и Cu^0 состояние. Для первого необходимы

15 окислительные условия, для второго - жесткие восстановительные. Получение Cu^+ в расплаве является сложным, так как это промежуточное состояние. Соответственно, необходим правильный выбор восстановителя, который при варке будет обеспечивать нужный редокс-потенциал в расплаве.

Исследования показали, что для стекла, заявленного в данном изобретении, таким

20 восстановителем является $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ в молярной концентрации от 2 до 13%. Объем выделившейся кристаллической фазы относительно общего объема стекла составляет 0,15%. Прочие восстановители, такие как сахар, NaCl , NH_4HF_2 не обеспечивали необходимые окислительно-восстановительные условия в стекле.

25 Введение сахара смещало редокс-потенциал в расплаве стекла в область жесткого восстановления, и в объеме стекла выделялись нанокристаллы металлической меди, что подтверждалось красной окраской стекла - следствие поверхностного плазмонного резонанса на границе кристалл-стекло. NaCl , NH_4HF_2 не обеспечивали достаточное смещение редокс-потенциала в восстановительную сторону в расплаве

30 стекла, так как в спектрах после последующей термообработки стекла не наблюдалось полос поглощения CuCl . $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ при высоких температурах разлагается на NH_3 , H_2O (или молекулярный водород) и оксид фосфора P_2O_5 . Газовая фаза аммиака и воды вбирает в себя кислород при движении по расплаву, так как имеет нулевое парциальное давление кислорода внутри пузырей. Таким образом, обеспечивается необходимый окислительно-восстановительный потенциал в расплаве.

35 Помимо этого, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ответственен за ввод в состав стекла оксида P_2O_5 , который повышает, ликвационную способность стекла, тем самым также способствуя выделению кристаллической фазы CuCl при последующей термообработке материала.

40 Как показывает эксперимент, при введении оксида P_2O_5 через другое соединение не создаются необходимые окислительно-восстановительные условия в расплаве стекла, что препятствует выделению кристаллической фазы CuCl .

Также было выяснено, что имеет место оптимум концентрации $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, при

45 котором при термообработке выделяется CuCl . При увеличении концентрации $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ в шихте выше 7 мол.% наблюдается спад объемной доли CuCl . При концентрации восстановителя в шихте ниже 2% кристаллы CuCl при последующей термообработке стекла не выделялись. Таким образом, концентрация указанного восстановителя в шихте, при которой выделяется CuCl , с учетом изменения

50 процентного соотношения компонентов в составе стекла, может составлять от 2 до 13%.

Введение K_2O выше указанных концентраций препятствует образованию

стеклообразного материала. Введение K_2O ниже указанных концентраций недопустимо (так как выше $1400^\circ C$ произойдет заметное изменение стехиометрического состава расплава вследствие улетучивания ряда компонентов шихты) повышает температуру варки и недопустимо изменяет окислительно-восстановительные условия в расплаве, что приводит к отсутствию фазы $CuCl$ в стекле при термообработке.

Введение B_2O_3 ниже указанных значений препятствует образованию стеклообразного материала, а введение выше указанных значений препятствует получению прозрачного стеклокристаллического материала. Введение Al_2O_3 ниже указанных значений препятствует образованию стеклообразного материала, а введение выше недопустимо повышает температуру варки и недопустимо изменяет окислительно-восстановительные условия в расплаве.

Экспериментально установлено: введение $NaCl$, Sb_2O_5 , SnO_2 выше или ниже указанных значений недопустимо изменяет окислительно-восстановительные условия в расплаве стекла; введение P_2O_5 ниже или выше указанных значений препятствует выделению фазы $CuCl$; введение NaF ниже указанных концентраций снижает количество выделяемой фазы $CuCl$ при термообработке; введение NaF выше указанных концентраций препятствует получению прозрачного стеклокристаллического материала; введение Cu_2O выше указанных значений способствует выделению макрокристаллов меди в стекле. Введение Cu_2O ниже указанных значений препятствует выделению фазы $CuCl$ в стекле.

Синтез материала осуществлялся следующим способом: компоненты шихты плавилась в корундовых или кварцевых тиглях при температурах $1300-1400^\circ C$. При более низких температурах варок наблюдался так называемый «непровар» - шихта не гомогенизировалась. При температурах выше $1400^\circ C$ отливка стекла, рассчитанная по составу шихты на 100 грамм, весила 70 грамм, то есть 30% массы стекла было потеряно. Это можно объяснить высокой степенью летучести компонентов расплава при повышении температуры варок выше $1400^\circ C$, и, как следствие, уменьшение массы итоговой отливки стекла. Таким образом, температуры в $1300-1400^\circ C$ являются оптимальными. После гомогенизации расплава осуществлялось его перемешивание кварцевой мешалкой со скоростью 1-10 об/с. При отсутствии мешки наблюдалось осаждение и сегрегация меди в виде металлических частиц - «корольков». При более малых оборотах мешалки возможно интенсивное осаждение меди на дно тигля, при более высоких - повышается вероятность образования пузырей в расплаве.

После перемешивания осуществлялась выработка в металлические формы и инерционное охлаждение в печи от температуры в $400^\circ C$ до комнатной температуры. Исследования показали, что при данном режиме охлаждения изготовленный материал отвечает заявляемым свойствам. Более высокие или более низкие скорости охлаждения усложняют технологию.

Далее осуществляли кристаллизацию стекла при температурах от 380 до $450^\circ C$ в течение 5-50 часов. При температурах термообработки выше $450^\circ C$ визуально наблюдалось существенное ухудшение оптического пропускания стекла. Это объясняется тем, что при температурах выше $450^\circ C$ начинается кристаллизация веществ, составляющих стеклообразную матрицу. При температурах термообработки ниже 380 полос поглощения $CuCl$ в композитах не наблюдалось.

Сущность изобретений поясняется фигурами 1-3.

На фиг. 1 показана зависимость коэффициента оптического поглощения от длины волны для разных концентраций молярных % вводимого $NH_4H_2PO_4$. Как видно, для

концентраций в 7 и 10% наблюдается высокое поглощение на длине волны 384 нм. Угол наклона кривой на данной длине волны составляет 85 градусов, что характеризует резкость границы пропускания композита как фильтра в УФ-области спектра, так называемый «cut-off». При концентрации в 2% $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, как было
5 указано выше, полос поглощения CuCl в спектре не наблюдается.

На фиг.2 показана отливка стекла, полученная при отсутствии мешки при варке стекла. Медь осела на дно тигля и сегрегировалась в металлическую частицу. Отчетливо виден кристалл меди, покрытый серо-бурыми окислами.

10 На фиг.3 сравниваются спектры образца с кристаллами CuCl исходного и облученного лампой ближнего УФ-диапазона (лампа ОКН-11М, 950 Вт) в течение 30 минут. Естественно, что УФ-излучение будет влиять, при наличии фотохромизма в образце, на оптические характеристики, в частности на приращение оптического
15 поглощения, сильнее, чем видимое. Как видно из спектров, не наблюдается приращения поглощения в видимой области спектра, скорее наблюдается незначительный спад (3 см^{-1} при общем поглощении 43 см^{-1}) экситонного поглощения CuCl , что можно объяснить как аморфизацию при нагреве под действием лампы незначительной доли кристаллов.

20 Для изготовления предлагаемого композитного материала может быть использовано стандартное технологическое оборудование.

Для варки стекла могут быть использованы реактивы класса ХЧ, так как концентрации примеси железа, имеющие место в таких реактивах, способствуют поглощению в УФ-области спектра, что является положительным фактором для
25 данного материала. Незначительные концентрации примесей меди, которые также имеют место в данном классе реактивов, не влияют на оптические свойства получаемых материалов, так как медь уже содержится в составе стекла в существенно больших количествах, чем вводится через примеси.

30 Для проведения варки могут быть использованы стандартные варочные печи с отливкой в металлические формы и кварцевые/корундизные тигли.

Для термообработки - муфельные печи с программным управлением.

Таким образом, заявляемый стеклокристаллический оптический материал и способ его получения обеспечивают получение резкой границы поглощения в ближней УФ-
35 области спектра, т.е. обеспечивают высокое оптическое поглощение в ближней УФ-области спектра. На длине волны в 384 нм оно составляет 32 см^{-1} . Заявляемый материал представляет собой состав и технологию получения стекла с кристаллами CuCl размерами 8-10 нм. Достоинством материала является отсутствие
40 эффекта фотохромизма в видимой области спектра, что не свойственно материалам, содержащим CuCl .

Заявляемый способ обеспечивает более низкие температуры варки и термообработки, обеспечивает одностадийность термообработки, меньшую
45 агрессивность расплава шихты по отношению к варочным огнеупорам, меньшие требования к химической стойкости варочных огнеупоров, что в конечном итоге упрощает технологию. Кроме того, заявляемый способ обеспечивает дешевизну получения материала, так как возможно использование реактивов класса ХЧ.

50 Формула изобретения

1. Стеклокристаллический оптический материал с резкой границей поглощения в УФ-части спектра, представляющий собой прозрачную стеклокерамику, содержащий кристаллическую фазу кристаллов CuCl , отличающийся тем, что получен из стекла

калий-алюмо-боратной системы следующего состава, мол. %:

5	K ₂ O	18-20
	B ₂ O ₃	35-45
	Al ₂ O ₃	18-22
	NaCl	4-6
	P ₂ O ₅	2-7
	Cu ₂ O	1-5
	NaF	1-3
10	SnO ₂	0,2-0,6
	Sb ₂ O ₅	0,6-1

2. Способ получения стеклокристаллического оптического материала с резкой границей поглощения в УФ-части спектра, включающий плавление шихты стекла, охлаждение расплава и кристаллизацию, отличающийся тем, что осуществляют плавление шихты стекла состава, мол. %:

20	K ₂ O	18-20
	B ₂ O ₃	35-45
	Al ₂ O ₃	18-22
	NaCl	4-6
	P ₂ O ₅	2-7
	Cu ₂ O	1-5
	NaF	1-3
25	SnO ₂	0,2-0,6
	Sb ₂ O ₅	0,6-1,

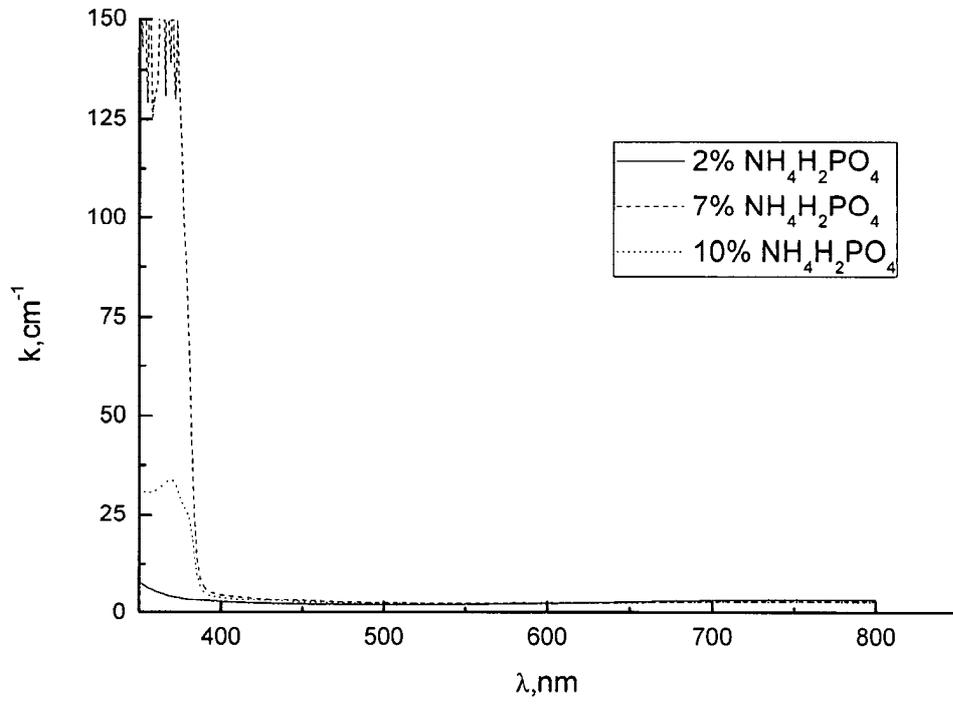
при наличии вещества P₂O₅ в шихте в виде компонента NH₄H₂PO₄ в молярной концентрации 2-13% плавление шихты осуществляют при температуре 1300-1400°С, осуществляют равномерное перемешивание расплава шихты со скоростью 1-10 об/с и осуществляют инерционное охлаждение в печи от 400°С до комнатной температуры, а кристаллизацию осуществляют при температуре - от 380 до 450°С в течение 5-50 ч с последующим инерционным охлаждением до комнатной температуры.

35

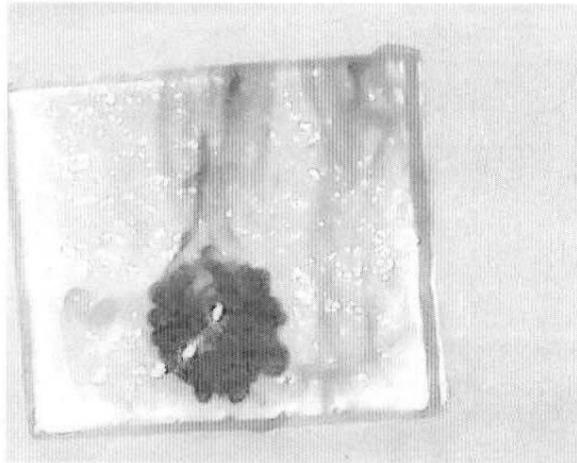
40

45

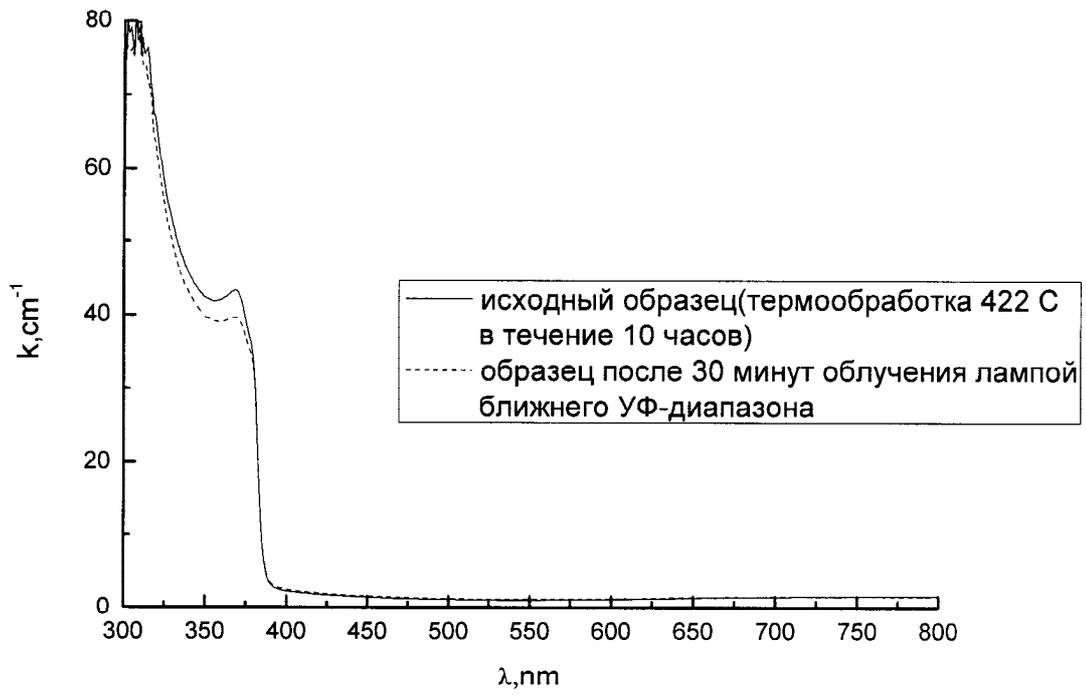
50



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3