

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200510016529.3

[51] Int. Cl.
C03C 3/12 (2006.01)
C03C 4/00 (2006.01)

[43] 公开日 2006年7月19日

[11] 公开号 CN 1803685A

[22] 申请日 2005.1.13
[21] 申请号 200510016529.3
[71] 申请人 中国科学院长春光学精密机械与物理研究所
地址 130031 吉林省长春市东南湖大路16号
[72] 发明人 张家骅 骆永石 王笑军

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司
代理人 李恩庆

权利要求书2页 说明书3页 附图1页

[54] 发明名称

一种具有高软化温度的掺铈碲酸盐玻璃和制备方法

[57] 摘要

本发明属于电子材料技术领域，是一种具有高软化温度的掺铈碲酸盐玻璃和制备方法。是在通常掺铈碲酸盐玻璃中引入稀土氧化镨 Lu_2O_3 ，组成表达式为：通常掺铈碲酸盐玻璃组分 + $x\text{Lu}_2\text{O}_3$ ，其中 x 为 Lu_2O_3 的摩尔百分数， $0 < x < 20$ 。制备方法是按表达式计算各组分用量称取原料。将原料充分磨混均匀，置入高纯刚玉坩埚或铂坩埚中并放入炉中，在 $600^\circ\text{C} - 1200^\circ\text{C}$ 温度内加热，取出迅速倒在事先预热的模具上形成玻璃样品。在 $300^\circ\text{C} - 500^\circ\text{C}$ 缓慢降温退火。本发明的玻璃软化温度大幅度提高，制备方法简单。

1、一种具有高软化温度的掺铈碲酸盐玻璃，其特征是在通常掺铈碲酸盐玻璃中引入稀土氧化镧 Lu_2O_3 ，本发明掺铈碲酸盐玻璃的组成可用下式表示：

通常掺铈碲酸盐玻璃组分+ $x\text{Lu}_2\text{O}_3$

其中 x 为 Lu_2O_3 的摩尔百分数， $0 < x < 20$ 。

2、根据权利要求 1 所述的具有高软化温度的掺铈碲酸盐玻璃，其特征是 Lu_2O_3 的摩尔百分数 x 为 5。

3、根据权利要求 1 所述的具有高软化温度的掺铈碲酸盐玻璃，其特征是 Lu_2O_3 的摩尔百分数 x 为 10。

4、根据权利要求 1 所述的具有高软化温度的掺铈碲酸盐玻璃，其特征是 Lu_2O_3 的摩尔百分数 x 为 15。

5、一种具有高软化温度的掺铈碲酸盐玻璃制备方法，其特征是按表达式：通常掺铈碲酸盐玻璃组分+ $x\text{Lu}_2\text{O}_3$ ，计算各组分用量称取原料；将上述原料充分磨混均匀，置入高纯刚玉坩埚或铂坩埚中并放入炉中，在 600°C – 1200°C 温度内加热 1–3 小时，取出迅速倒在事先预热的模具上形成玻璃样品；将玻璃样品放入 300°C – 500°C 的炉中，缓慢降至室温退火 30–50 小时；退火后的玻璃经切割、抛光处理，得到含 Lu_2O_3 的掺铈碲酸盐玻璃。

6、根据权利要求 5 所述的具有高软化温度的掺铈碲酸盐玻璃制备方法，其特征是称取 11.17g TeO_2 ，5.68g WO_3 ，1.99g Lu_2O_3 和 0.19g Er_2O_3 ；将上述原料磨混均匀后放入刚玉坩埚中盖上盖，在炉中 950°C 熔化成液态 3 小时；成形后将玻璃样品放入 400°C 高温炉中，缓慢降温退火，退火时间经 30—50 小时；最后将玻璃样品按需要切割、抛光和清洗处理，得到体色为浅粉色的玻璃，其组成为 70TeO_2 – 24.5WO_3 – $5\text{Lu}_2\text{O}_3$ – $0.5\text{Er}_2\text{O}_3$ 。

7、根据权利要求 5 所述的具有高软化温度的掺铈碲酸盐玻璃制备方法，其特征是称取 11.17g TeO_2 ，4.52g WO_3 ，3.98g Lu_2O_3 和 0.19g Er_2O_3 ；将上述原料磨混均匀后放入刚玉坩埚中盖上盖，在炉中 980°C 熔化成液态 3 小时；成形后将玻璃样品放入 400°C 高温炉中，缓慢降温退火，退火时间经 30—50 小时；最后将玻璃样品按需要切割、抛光和清洗处理，得到体色为浅粉色的玻璃，其组成为 70TeO_2 – 19.5WO_3 – $10\text{Lu}_2\text{O}_3$ – $0.5\text{Er}_2\text{O}_3$ 。

8、根据权利要求 5 所述的具有高软化温度的掺铈碲酸盐玻璃制备方法，其特征是称取 13.49g TeO_2 ，5.97g Lu_2O_3 和 0.19g Er_2O_3 ；将上述原料磨混均匀后放入刚玉坩埚中盖上盖，在炉中 1000°C 熔化成液态 3 小时；

成形后将玻璃样品放入 400℃高温炉中，缓慢降温退火，退火时间经 30—50 小时；最后将玻璃样品按需要切割、抛光和清洗处理，得到体色为浅粉色的玻璃，其组成为 $84.5\text{TeO}_2-15\text{Lu}_2\text{O}_3-0.5\text{Er}_2\text{O}_3$ 。

一种具有高软化温度的掺铒碲酸盐玻璃和制备方法

所属领域

本发明属于电子材料技术领域，涉及一种掺铒碲酸盐玻璃，具体地说是一种具有高软化温度的掺铒碲酸盐玻璃和制备方法。

背景技术

掺铒石英玻璃在 $0.98\mu\text{m}$ 红外光泵浦下具有高效 $1.5\mu\text{m}$ 红外发射的性能，是目前应用于红外 $1.5\mu\text{m}$ 光通信窗口光放大器的基础材料。由于大容量光通信的需要，宽带 $1.5\mu\text{m}$ 光通信是必然的发展方向。由于掺铒石英玻璃的 $1.5\mu\text{m}$ 红外发射的带宽窄，约 30nm ，不能满足将来宽带光通信需要，因此，具有宽带和高效 $1.5\mu\text{m}$ 发射的新型掺铒玻璃的研制倍受关注。

掺铒碲酸盐玻璃具有大的 $1.5\mu\text{m}$ 跃迁的吸收和发射截面，发射截面达到 $7\sim 8\times 10^{-21}\text{cm}^2$ ，高的 $1.5\mu\text{m}$ 发射效率 $>90\%$ ，宽的 $1.5\mu\text{m}$ 发射带 $>60\text{nm}$ ，因此，掺铒碲酸盐玻璃的光学综合性能优于其它玻璃，是最有希望用于宽带通信光放大的材料之一（J. S. Wang, E. M. Vogel, and E. Snitzer, Opt. Mater., 3, 187(1994)）。但是，掺铒碲酸盐玻璃存在的问题之一是，玻璃软化温度点较低，在 $290\sim 370^\circ\text{C}$ 范围，影响玻璃的热稳定性，不利于应用。因此，提高掺铒碲酸盐玻璃的玻璃软化温度是实现其用于宽带光通信的重要环节之一。

国际上报导的具有高玻璃软化温度的掺铒碲酸盐玻璃是掺铒碲钨玻璃，玻璃软化温度为 370°C （Shaoxiong Shen, Mira Naftaly, and Animesh Jha, Opt. Comm. 205, 101(2002)），尽管比碲锌玻璃的 290°C 有显著提高，但在应用中仍满足不了要求。

发明内容

本发明通过引入一种具有高熔点的稀土氧化物，目的是提供一种具有高软化温度的掺铒碲酸盐玻璃和制备方法，能进一步提高掺铒碲酸盐玻璃的玻璃软化温度。

本发明关键内容在于，在通常掺铒碲酸盐玻璃中引入稀土氧化镧 Lu_2O_3 ，大幅度提高玻璃软化温度。

本发明掺铒碲酸盐玻璃的组成可用下式表示：

通常掺铒碲酸盐玻璃组分+ $x\text{Lu}_2\text{O}_3$

其中 x 为 Lu_2O_3 的摩尔百分数， $0 < x < 20$ 。由于 Lu_2O_3 具有 2490°C 的高熔点，

因此，加入氧化镨后玻璃的软化温度会提高。

本发明的掺铈硝酸盐玻璃制备方法描述如下。

本发明所用原料为通常掺铈硝酸盐玻璃和 Lu_2O_3 。按表达式：通常掺铈硝酸盐玻璃组分+ $x\text{Lu}_2\text{O}_3$ ，计算各组分用量称取原料。将上述原料充分磨混均匀，置入高纯刚玉坩埚或铂坩埚中，并放入炉中。在 600°C – 1200°C 温度内加热 1–3 小时后，取出迅速倒在事先预热的模具上形成玻璃样品。将玻璃样品放入 300°C – 500°C 的炉中，缓慢降至室温退火 30–50 小时，温度降至室温。退火后的玻璃经切割、抛光处理，得到含 Lu_2O_3 的掺铈硝酸盐玻璃。

本发明的特点在于，在通常掺铈硝酸盐玻璃中引入 Lu_2O_3 ，玻璃软化温度可大幅度提高，制备方法简单、有效。如在掺铈铈玻璃中引入 10% 摩尔比的 Lu_2O_3 后，玻璃软化温度可大幅度提高到 456°C ，为国际上最好结果。具体见附图 1 的差热分析实验结果。

附图说明

图 1 为掺铈铈玻璃 70TeO_2 – 19.5WO_3 – $10\text{Lu}_2\text{O}_3$ – $0.5\text{Er}_2\text{O}_3$ 的差热分析曲线，显示玻璃软化温度 456°C 。

具体实施方式

实施例 1 制备 Lu_2O_3 含量为 5% 摩尔比的掺铈铈玻璃

称取 11.17g TeO_2 ，5.68g WO_3 ，1.99g Lu_2O_3 和 0.19g Er_2O_3 。将上述原料混合，磨混均匀后放入刚玉坩埚中盖上盖，在炉中 950°C 熔化成液态 3 小时，然后快速取出倒在事先已预热的钢板上成形。将玻璃样品放入 400°C 高温炉中，缓慢降温退火，退火时间经 30—50 小时至室温。最后将玻璃样品按需要切割、抛光和清洗处理，得到体色为浅粉色的玻璃，其组成为 70TeO_2 – 24.5WO_3 – $5\text{Lu}_2\text{O}_3$ – $0.5\text{Er}_2\text{O}_3$ 。

实施例 2 制备 Lu_2O_3 含量为 10% 摩尔比的掺铈铈玻璃

称取 11.17g TeO_2 ，4.52g WO_3 ，3.98g Lu_2O_3 和 0.19g Er_2O_3 。将上述原料混合，磨混均匀后放入刚玉坩埚中盖上盖，在炉中 980°C 熔化成液态 3 小时，然后快速取出倒在事先已预热的钢板上成形。将玻璃样品放入 400°C 高温炉中，缓慢降温退火，退火时间经 30—50 小时至室温。最后将玻璃样品按需要切割、抛光和清洗处理，得到体色为浅粉色的玻璃，其组成为 70TeO_2 – 19.5WO_3 – $10\text{Lu}_2\text{O}_3$ – $0.5\text{Er}_2\text{O}_3$ 。该玻璃的差热分析实验结果如图 1 所示，玻璃软化温度达 456°C 。

实施例 3 制备 Lu_2O_3 含量为 15% 摩尔比的掺铈硝酸盐玻璃

称取 13.49g TeO_2 ，5.97g Lu_2O_3 和 0.19g Er_2O_3 。将上述原料混合，磨

混均匀后放入刚玉坩埚中盖上盖，在炉中 1000℃熔化成液态 3 小时，然后快速取出倒在事先已预热的钢板上成形。将玻璃样品放入 400℃高温炉中，缓慢降温退火，退火时间经 30—50 小时至室温。最后将玻璃样品按需要切割、抛光和清洗处理，得到体色为浅粉色的玻璃，其组成为 $84.5\text{TeO}_2-15\text{Lu}_2\text{O}_3-0.5\text{Er}_2\text{O}_3$ 。

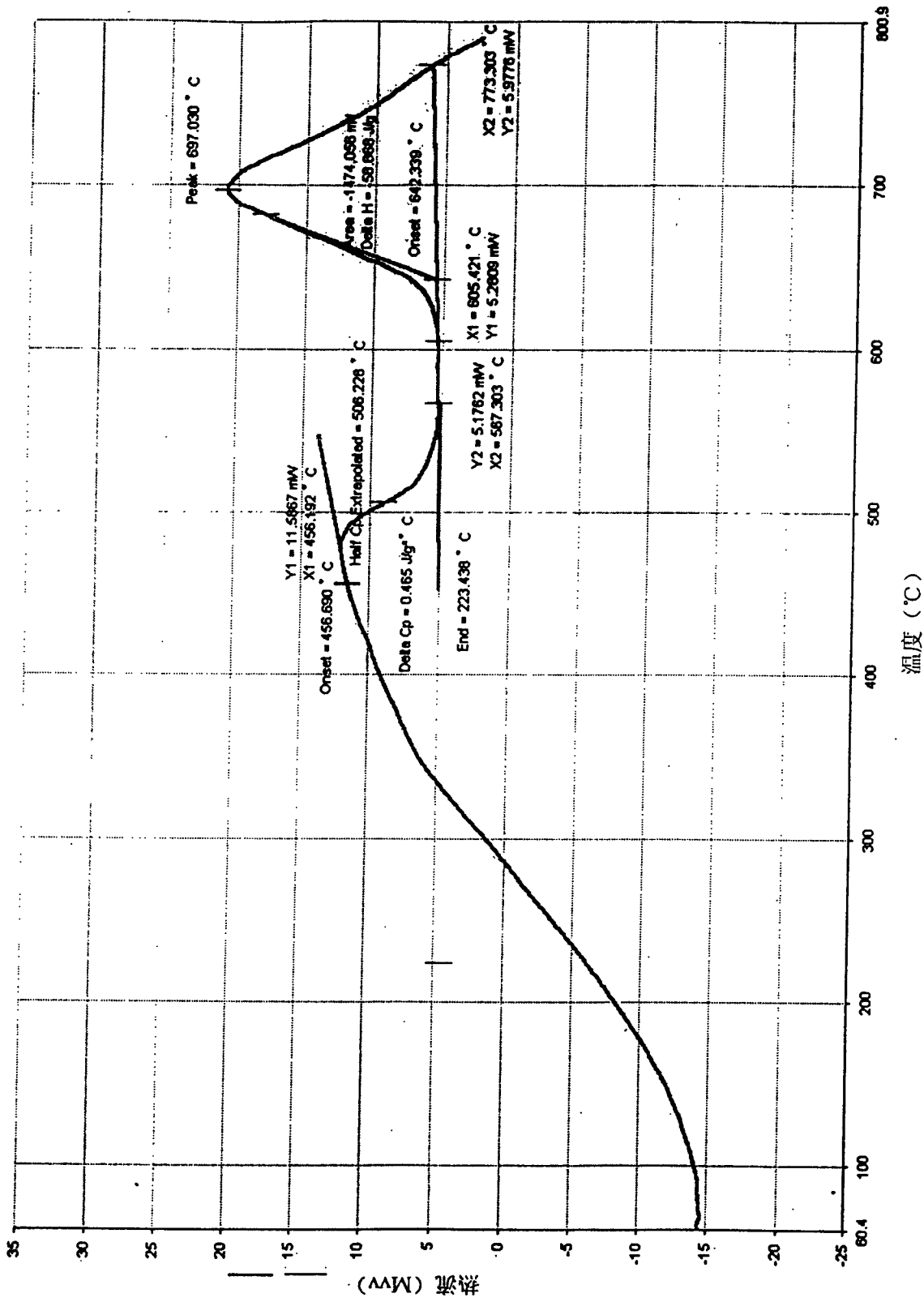


图 1