

# [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 96117374.2

[45] 授权公告日 2002 年 9 月 18 日

[11] 授权公告号 CN 1091079C

[22] 申请日 1996. 12. 23

[21] 申请号 96117374.2

[73] 专利权人 中国科学院长春光学精密机械研究所  
地址 130022 吉林省长春市人民大街 140 号

[72] 发明人 崔承甲 刘占国

审查员 阎 娜

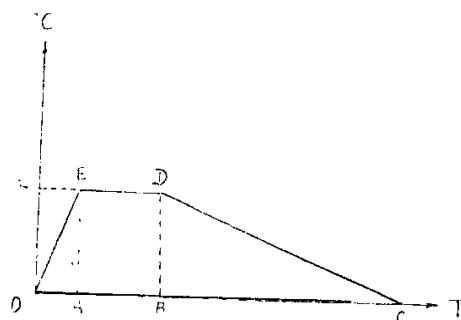
[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限公司  
代理人 刘树清

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 2 页

[54] 发明名称 二氧化硅光学镀膜材料的制备方法及二氧化硅材料

[57] 摘要

$\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 光学镀膜材料的制备方法, 是一种制备光学镀膜材 料的新的工艺方法, 它省去了通常制备玻璃态 SiO<sub>2</sub> 光学镀膜材料 需在 1700℃ 以上高温熔融的复杂的工艺流程, 代之而来的制备结 晶态  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 光学镀膜材 料, 只需在较低温度不超过 600℃ 的条 件下进行热处理 即可获得镀膜效果极佳的光学镀膜材料。大幅度地 降 低了光学镀膜材料的制备成本、具有显著的经济效益。



ISSN 1008-4274

# 权 利 要 求 书

---

1、一种  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 光学镀膜材料的制备方法，是通过矿石精选、清洁处理、烘干、粉碎过筛、高温处理实现的，其特征在于：对经过精选、清洁处理、烘干后的矿石进行粉碎过筛，要求粉碎机和筛子的材质采用硬质材料制成，并对  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 光学镀膜材料无污染，筛网的孔从小至大形成系列，以满足所需光学镀膜材料的粒度要求，根据粒度大小的要求，选用适合的筛孔过筛，对过筛的  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 用高纯度水去粉末清洗后再进行热处理，即将  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 装在对  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 料无污染的坩埚里，并将装满  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 料的坩埚放进大气加热炉中进行热处理，热处理的温控一时间曲线表示为从室温匀速升温 4 小时以上，温度升至 570℃—600℃，再恒温处理 8 小时以上，接着是均速降温 24 小时以上，温度降至室温，对经过热处理的  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 进行质量筛选，把变色的含有复杂的  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 全部去掉。

2、一种  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 光学镀膜材料，是通过矿石精选、清洁处理、烘干、粉碎过筛、高温热处理制备的，其特征在于： $\alpha$ -SiO<sub>2</sub>（包括水晶和石英）以结晶态出现，直接用作光学镀膜材料。

# 说 明 书

## 二氧化硅光学镀膜材料的制备方法及二氧化硅材料

本发明属于材料科学领域中的光学镀膜材料  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 的制备方法  
及  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 材料。

本发明之前，通常所使用的玻璃态的 SiO<sub>2</sub> 光学镀膜材料的制备  
是将天然高纯度水晶或石英粉，在 1700℃ 以上的高温下熔融成块状  
玻璃态石英，再将其粉碎成适当的颗粒状后做为光学镀膜材料来使  
用。

这种方法的缺点是：精选天然高纯度水晶或石英粉的工艺复杂，  
而且在 1700℃ 以上的高温进行熔炼所需的设备很昂贵，工艺复杂，  
消耗的能量也相当大，造成很大的经济负担和浪费。

为了克服上述缺点，本发明的目的在于：省去高温熔炼 SiO<sub>2</sub> 成  
玻璃态的过程，建立一种采用较低温度对天然 SiO<sub>2</sub> 进行热处理的特  
定工艺流程，可获得光学镀膜效果极佳的结晶态 SiO<sub>2</sub>（即  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub>）光  
学镀膜材料。

本发明的详细内容如图 1 和图 2 所示，矿石精选 1，对精选的矿  
石进行清洁处理并烘干 2，对清洁处理，烘干后的矿石进行粉碎过筛  
3、对过筛后的矿石去粉末清洗 4、对经过清洁、粉碎、过筛处理的  
矿石进行热处理 5、最后是除去杂质 6。

矿石精选 1，是制备  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub> 光学镀膜材料的第一道工序。可根据



被镀膜层的质量和数量要求，进行目视精选或用仪器进行精选，使精选后天然水晶或石英，满足一定的纯度要求。对精选的矿石进行清洁处理并烘干 2，是指清洁处理必须采用高纯水（如去离子水等）处理后烘干。对清洁处理，烘干后的矿石进行粉碎过筛 3，要求粉碎机和筛子的材质，采用硬质材料制成并对  $\alpha\text{-SiO}_2$  光学镀膜材料无污染、筛网的孔从小至大形成系列，以满足所需光学镀膜材料的粒度要求，根据粒度大小的要求，选用适合的筛孔过筛。对过筛后的矿石去粉末清洗 4，是指对过筛后的不同粒度大小的矿石，都要用高纯水去粉末清洁。对经过过筛、去粉末的  $\alpha\text{-SiO}_2$ ，进行热处理 5，是指将处理好的  $\alpha\text{-SiO}_2$  装在对  $\alpha\text{-SiO}_2$  无污染的坩埚里（如石英坩埚、白金坩埚、刚玉坩埚等），并将装满  $\alpha\text{-SiO}_2$  材料坩埚放进大气加热炉（如电弧炉、高频炉、电阻炉、马福炉等）中，进行热处理，热处理的温控一时间曲线由图 2 所示，纵坐标  $0^\circ\text{C}$  表示温度，横坐标 OT 表示时间，单位是小时，从室温均匀升温 4 小时以上（如 6 小时，8 小时），以 OA 表示，温度升致  $570^\circ\text{C}\sim 600^\circ\text{C}$ ，以表示 OE 表示，再恒温处理 8 小时以上，以 ED（或 AB）表示，恒温的温度以 AE 和 BD 表示，接着是匀速降温 24 小时至 40 小时，以 BC 表示，温度降至室温，以 DC 表示。除去杂质 6 是指对经过热处理的  $\alpha\text{-SiO}_2$  进行质量筛选，把变色的含有杂质的  $\alpha\text{-SiO}_2$  全部去掉，最后所获得的就是我们所制备的以结晶态出现的  $\alpha\text{-SiO}_2$  光学镀膜材料。

如果对膜层要求的质量指标不高，对精选的水晶或石英，粉碎后过筛，属于小颗粒的，可以不经过热处理过程，直接做光学镀膜材料。



本发明所依据的原理：通常用 1700℃ 以上高温熔融工艺制备的玻璃态的  $\text{SiO}_2$  光学镀膜材料，镀在光学元件上的膜层为玻璃态  $\text{SiO}_2$ 。

用本发明方法制备的结晶态  $\alpha\text{-SiO}_2$  光学镀膜材料，镀在光学元件上的膜层也是玻璃态  $\text{SiO}_2$ 。

结晶态  $\alpha\text{-SiO}_2$  能直接用作光学镀膜材料，它和玻璃态  $\text{SiO}_2$  光学镀膜材料，所镀的膜层效果、光学性能完全一样，而结晶态  $\alpha\text{-SiO}_2$  的制备，是省去了 1700℃ 高温熔融工艺过程，只用温度较低的热处理过程，这样就大大地节能、节省高温设备，大幅度地降低了光学镀膜材料的制备成本，所以用结晶态  $\alpha\text{-SiO}_2$  代替玻璃态  $\text{SiO}_2$  是理所当然的。

本发明的积极效果：利用较低温度的热处理特殊工艺制备的结晶态  $\alpha\text{-SiO}_2$  光学镀膜材料，替代了用高温熔融工艺制备的玻璃态  $\text{SiO}_2$  光学镀膜材料，大幅度地降低了光学镀膜材料的制备成本，提高了市场竞争能力，具有显著的科学、社会和经济效益。

附图说明：图 1 是本发明方法的工艺流程示意图，图 2 为热处理的温控一时间曲线，摘要附图采用图 2。

最佳实施例：对精选的水晶或石英用蒸馏去离子水清洗，选用不锈钢制造粉碎机，筛子选用全不锈钢制造，大气加热炉选用镍铬丝电阻炉加热，用自动程控进行升、降温度，坩埚选用石英坩埚。

热处理从室温开始，匀速升温至 580℃，升温时间为 6 小时，恒温时间为 8 小时，匀速降温时间采用 24 小时。

说明书附图

---

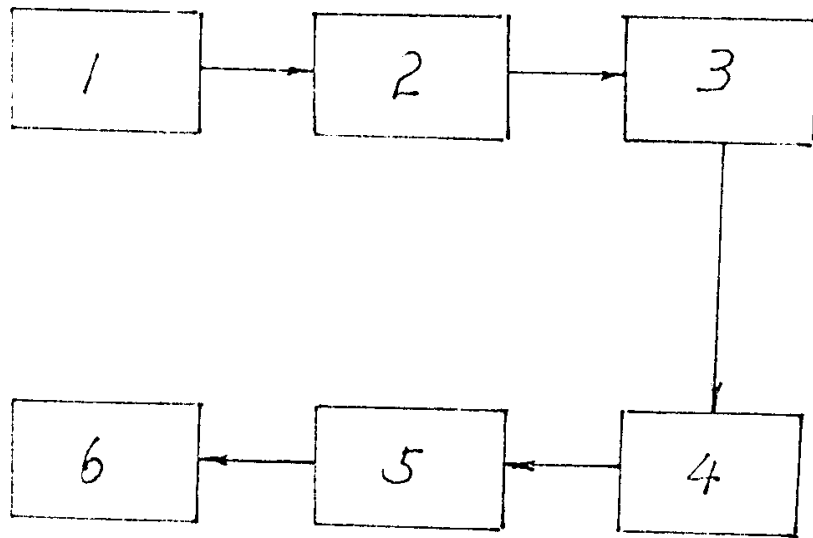


图 1

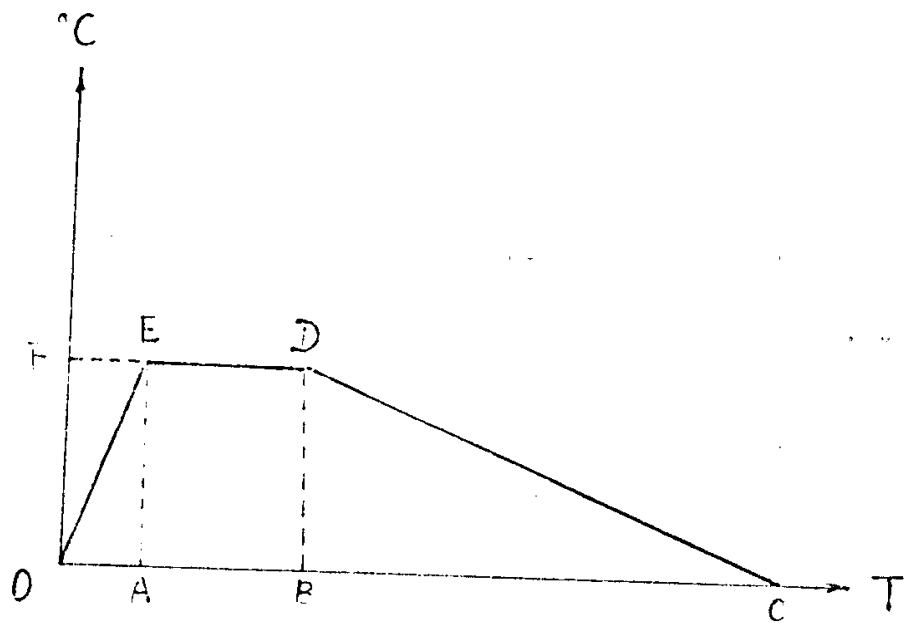


图 2