

## BaO-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 系统微晶玻璃窗口的制作及光学性质

李 艺 赵建平 周 军

(曲阜师范大学物理系, 曲阜, 273165)

王 为 振亚

(武汉工业大学北京研究生院, 北京, 100024)

**摘要:** 讨论了以 BaO-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 系统作为基础玻璃组分烧制的散射型微晶玻璃窗口的部分光学性质。这种窗口在激光测量中的使用, 可退偏振降低探测器的偏振效应误差, 提高探测器的抗光损伤能力。针对不同的情况, 可扩大探测器的线性动态范围一至两个数量级。

**关键词:** 微晶玻璃 散射 光电探测器 窗口

## Fabrication of glass ceramics window and its optical properties

*Li Yi, Zhao Jianping, Zhou Jun*

(Dept. of Phys., Qufu Normal University, Qufu, 273165)

*Wang Wei, Ding Zhenya*

(Beijing School of Graduated Student, Wuhan University of Technology, Beijing, 100024)

**Abstract:** We discussed some optical properties of the scattering glass ceramics window sintered with composition of BaO-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> system. The material can be used as a window of laser power meter. With the scattering feature of the window, it can reduce the polarization error, increase the damage threshold and expand the opto-electrical response range up to 1~ 2 order of degree.

**Key words:** glass ceramics scattering detector windows

### 一、引 言

光电探测器窗口问题是一个老课题,窗口的正确选择,不仅能起到保护探测元件不受机械损伤及尘埃、有毒气体等侵蚀的作用,而且有可能使光电探测器的某些主要指标得到优化。例如对兼具退偏振功能的窗口的研究,正在不断地有所进展。J. Renau<sup>[1]</sup>和 H. H. Blau<sup>[2]</sup>等人在 1965 年总结性地报道了数种具有散射退偏性能的介质,如气体的散射退偏、有粗糙表面的固体介质的反射退偏及部分固体介质的透射退偏等。1964 年, C. J. Peter<sup>[3]</sup>提出了有粗糙表面的 KDP 晶体浸入液体中可构成退偏振器,但这种退偏振器使用不太方便。使用比较方便的是用晶体材料制作的赝退偏器<sup>[4,5]</sup>,然而,赝退偏器并没有实现在真正意义上的退偏振。真正的退偏振,只有当偏振光通过非均匀介质时,通过多次散射的作用才能达到。真正有实用意义的进展是在 1990 年,李艺等人<sup>[6]</sup>发现,隐晶质矿物石髓可被应用于制作具有退偏性能的散射窗口。在这以后,又有许多的工作,相继引入了几种人工材料的散射型窗口,如高透明 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 陶瓷窗口等等<sup>[7,8]</sup>。这些窗口,在激光测量技术中使用,可退偏振降低探测器的偏振效应误差;提高探测器的抗光损伤能力;扩大探测器的线性动态测量范围一至两个数量级。同时投入研究的窗口材料——微晶玻璃窗口,其制作手段有较大的可操作性,便于对光学特性进行预先的设

计,可塑性较大。本文拟就它的制作及光学性质,作出分析,以取得经验,对今后的工作有所指导。

## 二、微晶玻璃窗口的制作

实验性散射型窗口材料的选择,应首先考虑它在制作工艺上的可操作性,以便我们通过调整其制作工艺,获得不同的样品,从而取得丰富的实验数据。选材及制作的基本目标是:要有较高的总透射率及适度的散射能力,即达到既可散射退偏振又不会造成过大的光衰减。

微晶玻璃的烧制工艺,是以 SiO<sub>2</sub> 为主体,配以经有目的选择的其它氧化物,先烧熔成玻璃,然后经控制析晶而成。正是因为它这种特殊的制作工艺,可以直接实现对配方、析晶过程等的控制。这使得我们在现阶段的研究中,对它格外垂青。

主要制作过程采用通常的微晶玻璃烧制技术。先将玻璃及数种添加剂置入熔炉中熔化成玻璃,然后在特定高温下控制晶化。改变添加剂的品种及配方以调整其内的晶相形成,从而达到控制单位体积的微晶晶粒数,晶界相对折射率,改善透射谱等等目的。考虑到诸方面的要求,试烧的微晶玻璃以 BaO-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> 系统作为基础玻璃组分,采用化学纯试剂配料,将配合料放入钼坩埚内,在硅钼炉中使之熔化,温度为 1480℃,历时 8~12h。将熔化好的玻璃液用石墨模具铸成圆柱状玻璃体。由于玻璃体内的应力将会影响成品窗口的机械强度,需将其在 600℃ 下进行退火处理。再将已退火的玻璃体置入均匀温度场中析晶,仔细控制析晶过程的每一阶段,即得到需要的样品。

所得成品的稳定性问题,要求使用的温度不得高于 600℃。因为,若温度达到这个值,成品内部会继续发晶,造成晶化过度,散射能力增强,影响窗口的总透射率。成品窗口有效孔径的大小实际上可以是任意的。这是因为,从制作工艺上讲,首先烧结并发晶大块的结块,然后才退火、切片及抛光,而结块的大小是任意的,故可有任意大小孔径的窗口。以实验室规模的加工水平,至少可以提供直径不大于 30mm 的成品窗口。因材料的主要成分是 SiO<sub>2</sub>,窗口硬度围绕 SiO<sub>2</sub> 的硬度值稍有变动,但范围不大。使用维氏硬度计(DVK-1 型)实测的结果是 6.48GPa。这个硬度值,在许多场合都可以满足需要。

## 三、材料的测量与分析

### 1. 平均晶粒线度

使用 D/MAX- $\tau$ B X 射线衍射仪对样品材料进行分析,结果是其中晶粒平均线度低于 100nm 数量级。一般来讲,晶粒的大小及晶粒数密度,是造成材料散射的主要原因,因此在制作过程中,需悉心控制它的析晶过程。过少的析晶,不会产生足够的散射,由散射而导致的退偏效果就差;过度的析晶,又会使得散射过强,光线的总透射降低,影响材料的实用价值。晶粒数密度决定于材料制作中的核化过程的进行。一般来讲,核化过程有以下两种参与机制:一是应用玻璃本身不稳分解或结构不均匀性使之一部分成核;其二是引入晶核剂,这第二种机制是我们的样品的制作过程的主要依赖机制。晶核剂对核化和晶化过程、析出的晶相、析出顺序、晶相的存在范围、主晶相大小等有很大的影响。加入一定量的晶核剂以后,再通过控制成核温度的加热时间和高温加热时间,达到控制晶粒数密度及晶粒线度的目的。在如此有利的条件下所制作出的微晶玻璃窗口材料,与其它文献<sup>[6~8]</sup>所介绍的散射型窗口材料相比,其特点是晶粒数密度较高,晶粒线度较小,宏观结构均匀。这种窗口可产生更为均匀的散射。

### 2. 透射谱

使用 UV-3100 和 IR-460 分光光度计, 测量材料的紫外至红外的透射谱, 综合结果如图 1。需要说明的是, 实际的窗口成品是无法在分光光度计上测量透射谱的。因分光光度计探头对样品散射中心所张立体角很小, 散射作用会使探头收到的光能量非常小, 信号被噪声掩盖, 无法测量。我们测量透射谱采用的是熔化后没有析晶的样品玻璃, 这个透射谱与真正的成品窗口的透射谱略有不同, 但差别不大, 此处给出, 可起到参照作用。

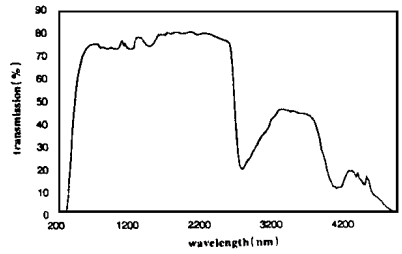


Fig. 1 Transmission spectrum of BaO-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> glass ceramics

从图 1 可以看出, 透射谱从紫外端的 300nm 一直延伸到红外 4800nm 处, 在 300~ 2800nm 范围内, 样品的透射率很高, 这同于一般的玻璃; 在 3100~ 3900nm 范围内, 有一个透射率约 40% 的实用性窗口; 甚至在 3000nm 和 4000~ 4800nm 附近, 也可适用于强激光信号的探测。就是说, 这种散射型的微晶玻璃窗口, 除有着与通常玻璃窗口相似的透射谱外, 由于它的散射功能, 还可以在退偏振, 抗光损伤, 优化探测器的线性响应等方面显示出优良的性质。

### 3. 散射分布及退偏振

使用线偏振的 633nm He-Ne 激光做测试光, 按照实际使用条件, 使激光束正入射到样品窗口上, 样品厚度为 1.5mm, 360DEG 扫描测量其散射光能分布, 结果由图 2 示出。可以看出,

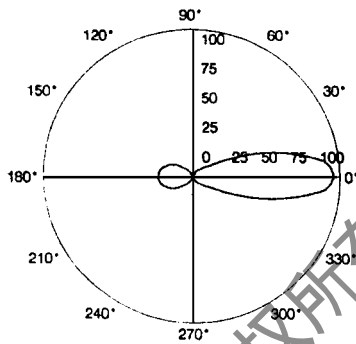


Fig. 2 Angle distribution of scattered light power, sample thickness: 1.5mm, radial direction: relative power

片厚 1.5mm 的样品其散射分布为标准的漫透射光的朗伯面型, 测量的结果得知任意立体角内的透射光偏振度均小于 1%, 这说明光线得到了很好的退偏。从散射分布面型上看, 总的透射率(散射角 < 90DEG 的所有光线) 约为 85%。不同材料的配方, 不同的制作工艺, 功能厚度<sup>[6]</sup>就有所不同, 我们的样品的功能厚度大概在 0.8~ 1.2mm 之间。超过临界厚度的微晶玻璃片, 才可以作为窗口使用。这种窗口才具有我们所期待的优良的退偏振性质。

如前所述, 窗口的总透射率较高, 接近于全透明的其它窗口。这种窗口不会造成探测灵敏度的明显降低。用它装备的探测器同样可以用于小功率激光测量。其次, 在用于较高功率激光测量时, 散射造成的激光光强分布, 又可以在一定程度上避免激光能量过分集中对探测元造成的光损伤或超线性动态范围测量。正是由于这个原因, 这种窗口装备在用于一般的激光功率测量的光电探测器上时, 因激光光束横截面积与探测器有效光敏面积之比的不同, 可提高探测器的线性动态测量范围一至两个数量级。具体的数值, 将会因窗口的不同、探测敏感元的不同、相对组装方式的不同而有所不同, 此处无法具体给出。关于这种固体多晶材料散射机理的数学描述, 至今还没有令人满意的方法, 有许多工作要做, 需专门另文讨论。

## 四、结 论

无机固体散射型窗口材料的研究, 是一个很有意思且具有实用意义的课题。这个工作, 正好可以借用已有的材料技术, 稍加变化即可适用于光电探测技术领域。我们对 BaO-TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>

## 真空激光熔覆的研究\*

宋武林 朱蓓蒂 黄 为 谢长生 崔 昆  
(华中理工大学材料系, 武汉, 430074)

摘要: 真空激光熔覆避免了大气中有害气体对熔池的侵入, 使熔覆层中的显微缺陷和开裂敏感性减小, 提高了熔覆层的质量; 并且真空熔覆的工艺特点与大气下的激光熔覆不完全相同; 其它工艺条件相同时, 真空激光熔覆的尺寸(宽度  $W$  和厚度  $H$ ) 明显小于大气下熔覆层的尺寸。

关键词: 真空激光熔覆 显微缺陷 开裂敏感性 熔覆层尺寸

### Study on vacuum laser cladding

Song Wulin, Zhu Beidi, Huang Wei, Xie Changsheng, Cui Kun  
(Department of Materials, HUST, Wuhan, 430074)

**Abstract:** The laser cladding is a useful technique. But the application of laser cladding suffers from the serious defects of holes, crack and etc. This paper introduces the vacuum laser cladding and shows a vacuum laser cladding chamber. Comparison with air laser cladding (ALC), the width and depth of the clad layer in vacuum laser cladding is smaller, and the microstructure of the cladding layer is obviously better.

**Key words:** vacuum laser cladding micro-defect cracking sensibility size of clad layer

\* 国家教委博士点基金资助。

系统散射型微晶玻璃窗口的研制, 正是利用了已成熟的材料加工技术, 通过调整原材料配方及制作工艺细节, 使之成为合格的光电探测器窗口。这种窗口既具有实用价值, 又为进一步的工作积累了经验, 借助这些经验我们可以导出性能更好的、适合于更多的光谱区域使用的散射型无机固体材料窗口。进一步的工作, 需要把这个课题系统化、完善化。以便对光电探测技术的进步产生更有效的支持。

#### 参 考 文 献

- 1 Renau J, Cheo P K, Cooper H G. J O S A, 1967; 57(4): 459~ 464
- 2 Blau H H, Gray Jr E L, Bourious G M B. Appl Opt, 1967; 6(11): 1899~ 1904
- 3 Peter C J. Appl Opt, 1965; 4(3): 1502~ 1507
- 4 Lober A P. J O S A, 1982; 72(2): 650~ 655
- 5 吴福全, 李国华. 曲阜师范大学学报, 1995; 21(4): 43~ 46
- 6 Li Y, Su X Y, Li Ch X *et al.* Chin Phys Lett, 1990; 7(12): 544~ 547
- 7 Li Y, Su X Y, Song L K *et al.* SPIE Proc, 1994; 2321: 126~ 128
- 8 Li Y, Su X Y, Zhang B L *et al.* Chin Phys Lett, 1995; 12(7): 393~ 396

作者简介: 李 艺(附照片), 男, 1956年6月出生。教授。现从事微晶材料制作及光学测量等工作。

赵建平, 男, 1963年出生。讲师。现从事光学测量及电子电路设计等工作。

周 军, 男, 1973年出生。硕士研究生。

收稿日期: 1996-02-14