

Symposium D05

Advanced Glass Materials and Devices

先进玻璃材料及器件

2017年7月8-12日

分会主席:

祖成奎

中国建筑材料科学研究总院

张龙

中科院上海光机所

姜宏

特种玻璃国家重点实验室

杨中民

华南理工大学

陶海征

武汉理工大学

联系人:

王叶思丝

中国建筑材料科学研究总院

电话: 13466674416

邮箱: 176784073@qq.com

D05. 先进玻璃材料及器件

分会主席：祖成奎、张龙、姜宏、杨中民、陶海征

D05-01

新型多孔增透（减反射）玻璃

姜宏

特种玻璃国家重点实验室

D05-02

3D 打印玻璃技术的研究进展与应用展望

徐博，祖成奎，殷先印，赵华，韩滨，高锡平

中国建筑材料科学研究总院

3D 打印技术通过逐层叠加制造实体产品，可实现材料的快速近净成型。相对于金属、陶瓷、塑料等常用材料，玻璃制品通常有透明性、均匀性和尺寸精度等方面的严格要求，极大提高了 3D 打印玻璃材料的技术难度。本文总结了单点喷涂成型、微笔直写、玻璃熔融沉积成型、激光选择性烧结、光固化成型等 3D 打印技术在玻璃领域的研究与应用进展；分析对比了国内外 3D 打印用玻璃材料的研究现状与实用化前景；提出以玻璃造粒粉为原料，采用激光选择性烧结方法制备玻璃制品，拓展了 3D 打印玻璃的原料来源和应用领域，并可用于封接玻璃预制件等产品的快速、批量生产。

D05-03

放射性废物玻璃固化技术国际进展

徐凯

武汉理工大学，硅酸盐建筑材料国家重点实验室

放射性废物玻璃固化是指将放射性废物与玻璃添加剂（石英砂等矿物原料）混合，经高温（~1200℃）熔融，最终浇铸成玻璃固化体的技术。玻璃在原子尺度范围内固化有害元素，对放射性核素无选择性，可同时固化废液中的全部组分；且玻璃固化体浸出率低、减容比大、抗辐射、耐高温；另外，玻璃固化工艺相对简单，易于规模量产，是目前国际上唯一工业应用且发展最成熟的高放废液固化技术，且已被美、法等国列入中低放废物处理计划。

本报告将重点介绍美、法等国近年在玻璃固化技术方面的研究进展，主要包括：（1）以提高废物包容量为目标，研究玻璃体承载废物的能力；（2）以最大化玻璃熔融速率为任务，研究多组分复杂玻璃炉料熔融过程及工艺；（3）以确保核废物玻璃长期贮存的安全为前提，研究玻璃在不同地质环境下的分解机理，并探索玻璃的长期分解行为模型。最后，根据当前国内外政策，展望玻璃固化技术今后的研究重点及发展方向。

D05-04

钒磷系玻璃的纳米局域暗流结构演化

李长久^{1,2,3}，段俊杰^{1,2,3}，王艺臻⁴，姜宏^{1,2,3}

1. 南海海洋资源利用国家重点实验室
2. 海南省特种玻璃重点实验室
3. 海南大学
4. 海南师范大学

玻璃材料趋向于玻璃化转变点的结构演化是当前玻璃材料和玻璃化转变领域的研究热点。低熔点封装

玻璃趋向于玻璃化转变点的非晶结构演化特征及其微观机制一直不清晰。钒磷体系玻璃是无铅低熔点封接玻璃常用系统之一，具有玻璃化转变温度低、膨胀系数适中的特点。本文以钒磷体系玻璃 ($V_2O_5-P_2O_5$) 为研究对象，采用动态热机械分析仪(Dynamic Mechanical Analysis, DMA)系统地测量研究无铅低熔点封接玻璃趋向于玻璃化转变点的动态机械弛豫谱和 β 弛豫温度 (T_β 约为 483K) 附近的应力松弛谱，在该体系中首次发现了类金属玻璃的 β 和 α 弛豫行为，揭示了钒磷体系玻璃 β 弛豫行为与玻璃的纳米局域暗流结构演化有关。本研究对于封接玻璃封接过程的微观机理和进一步降低其软化点、拓宽其应用温度具有重要的理论和实际意义，并可为设计开发新型无铅化低温封装玻璃材料提供宝贵的理论指导依据。

D05-05

CrN_xO_y 基光谱选择性吸收涂层制备与表征

刘静

中国建筑材料科学研究总院

光谱选择性吸收涂层是太阳能光热转换集热器的核心材料。为了获得高的光热转换效率，涂层需要具有尽可能多地吸收太阳光能量（波长范围：0.3 微米-2.5 微米），同时热辐射损失能量尽可能低。因此，涂层设计需要兼顾高的太阳光谱吸收率 α 和低的热辐射率 ϵ 。因为 $\epsilon \propto T^4$ (T 为集热器工作温度)，在高温光热应用中低的辐射率至关重要。

典型的光谱选择性吸收涂层从基片到空气界面依次包括低辐射率的金属底层，太阳光谱吸收层，表面减反层/保护层。各层材料的选择和膜系设计对整个涂层的性能至关重要。本文中，采用反应磁控溅射镀膜方法制备 CrN_xO_y 基光谱选择性吸收涂层。通过选用三个成分梯度渐变，依次具有金属、半导体、透明介质特性的 CrN_xO_y 作为吸收亚层，同时获得高的太阳光谱吸收率 α (96%) 和低的辐射率 ϵ (80 °C -200 °C: 3.5%-5.0%); 光谱选择性 α/ϵ : 27-19.2。大气条件下 250 °C 热处理 200hr, PC=0; 400 °C 热处理 300hr, PC=0.8%; 涂层热稳定性优异。涂层显微结构、表面形貌、元素组成和化学态，可见-红外反射光谱等分析揭示涂层热稳定性与膜系结构和各吸收亚层元素组成相关：金属性 CrN_x 吸收亚层有效降低了金属红外反射层与吸收层之间的扩散，避免了涂层辐射率升高、吸收率降低；透明介质特性 CrN_xO_y 在加热环境下作为保护层阻挡半导体和金属特性的 CrN_x 吸收亚层的氧化，并且自身光学常数稳定，涂层吸收率变化小。

D05-06

ZIF 熔融特性的化学剪裁研究

化跃峰，张月茹，陶海征

武汉理工大学

沸石咪唑酯骨架 (ZIFs) 材料在气体的吸附，杂质分离与催化等许多方面均有着广阔的应用前景，是国内外研究的热点。但是，目前，大多数研究主要集中在 ZIFs 材料的合成方法与功能特性的研究，缺乏 ZIFs 熔融过程的探索。

基于该现状，本文以一种新型 ZIFs 材料为研究对象，并通过配体替换，探究配体替换后对熔融特性的影响。另外，借助 DSC、XRD、XPS、Raman、NMR 等多种现代表征手段，我们对 ZIF-62 及其变体从室温到熔融之间的熔融过程进行了探究，结果发现配体替换对 ZIF-62 产物的熔点与玻璃转变温度以及晶体分解温度都会产生重要的影响。该研究对气体分离等功能 MOF 的加工和应用具有重要的指导意义。

致谢 武汉理工大学自主创新基金 (2016-YS-010)

D05-07

复合型低熔点封接玻璃的结构特征及微观缺陷分析

李要辉，王晋珍，黄幼榕

中国建筑材料科学研究总院

结合笔者多年低熔点封接玻璃的研究以及玻璃封接技术的研究经验，全面分析了真空玻璃封接用的低熔点玻璃焊料的性能要求，特别围绕复合型低熔点封接玻璃的组成和结构特征，利用 SEM 观察研究了该类型封接玻璃的微观结构，对常见的微观裂纹的产生原因进行讨论。作者最后指出制备复合型低熔点玻璃时，低膨胀或付膨胀填料的颗粒度应该控制在 50 μm 以内。具有非常大的使用价值。本文对真空玻璃制备过程中的封接玻璃选用、工艺制定以及封接质量控制有重要参考价值。

D05-08

曲面异型复合防火玻璃制备及其性能研究

穆元春，杜大艳，徐磊，徐志伟

中国建筑材料科学研究总院

微气泡难以消除是国内复合防火玻璃存在的主要技术问题，同时对于复合防火玻璃的耐紫外线辐照性能，国标要求仅为 100h，大多数产品无法满足用于室外窗、幕墙的使用要求。因此研发出无微泡、耐紫外线辐照性能优异的高性能曲面复合防火玻璃，实现产品性能质的飞跃，扩大产品的应用范围，既是我国防火玻璃技术发展的必然趋势，也是建筑节能、安全玻璃产业化发展的一个重要方向。

本课题组利用“粒子设计”原理合成出高固含、低粘度、具有核壳结构的 $\text{K}_2\text{O}\cdot n\text{SiO}_2$ 基原液，再凭借“原位反应法”的特殊工艺制备出超薄型复合防火玻璃，可实现结构曲面异型化（如弧面幕墙玻璃）。通过研究纳米 SiO_2 颗粒的特征性尺寸参数、硅羟基密度和 pH 值等对防火溶液反应活性和制备工艺的影响，筛选出能够满足防火溶液制备工艺要求的亲水性纳米 SiO_2 颗粒，从而制备出纳米 SiO_2 微粒分散液；采用扩散波光谱技术进一步研究了 $\text{K}_2\text{O}\cdot n\text{SiO}_2$ 基无机防火中间层固化机理及其动力学；通过研究灌注速度、灌注压力、固化温度等对复合防火玻璃外观、光学性能、防火性能等的影响规律，掌握了曲面结构复合防火玻璃的制备方法。

利用“粒子设计”原理可以合成出高固含、低粘度、具有核壳结构的 $\text{K}_2\text{O}\cdot n\text{SiO}_2$ 基原液，再凭借“原位反应法”的特殊工艺制备具有曲面异形结构的超薄型复合防火玻璃，其表面应力值为 550 MPa，应力层深度超过 40 μm ；高模数的 $\text{K}_2\text{O}\cdot n\text{SiO}_2$ 基复合防火玻璃具有透过率高、耐高温性能好、耐候性优异的特点，其耐紫外线辐照性能超过 2000h、温度适用范围为 -20-60 $^\circ\text{C}$ ，满足绝大部分地区的使用；超薄型 $\text{K}_2\text{O}\cdot n\text{SiO}_2$ 基复合防火玻璃（结构为 5mm 白玻+1mm 防火胶层+5mm 白玻）在第三方检测机构进行耐火极限试验，通过 1h 耐火完整性测试，满足 C1.00h 级防火玻璃的技术要求。

D05-09

Na_2O 对 $\text{Na}_2\text{O}\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 玻璃熔体表面张力、高温黏度影响研究

李俊杰，田英良，张璐，李建峰，杨宝琪

北京工业大学

以 $\text{Na}_2\text{O}\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 三元高碱铝硅酸盐玻璃为研究对象，利用玻璃表面张力测量仪（静滴法）、高温黏度测量仪，探究了不同含量的 Na_2O 对该玻璃体系的高温粘度、熔体表面张力的影响规律；此外对不同温度条件下玻璃熔体的表面张力以及熔体密度变化规律也进行了探究。研究表明：随着 Na_2O 含量的增加（18-24wt%），玻璃的高温粘度、熔体表面张力都逐渐降低且变化趋势明显；随着温度的升高（950-1300 $^\circ\text{C}$ ），玻璃熔体的密度逐渐下降且变化幅度大约为 8%；表面张力呈下降趋势且变化幅度大约为 3%。

D05-10

One possible method to solve the profiles of tin in float glass

Zheng Meng¹, Hong Wang¹, Hong Jiang²

1. China Building Materials Academy

2. Hainan University

A method was offered for description of the content-depth relationship of tin in low-iron float glass. According to Fick's Second Law, the profile of tin was decomposed with Sn^{2+} and Sn^{4+} . The relationship of content of Sn^{2+} and Sn^{4+} was function with the redox of $\text{S}^{6+}/\text{S}^{2-}$ by the equilibrium constant of the reaction in thermodynamics. Then an equation set was derived. All parameters have a clear physical foundation in this equation set. Through acquiring the profile of tin, sulfur or iron, the profile of Sn^{2+} and Sn^{4+} , the diffusion coefficients of Sn^{2+} and Sn^{4+} were revealed by the set. It was speculated that the satellite peak of tin may be interpreted by this set and obtained a better understanding of the reaction of tin at glass surface.

D05-11

纳米钨青铜材料：水热法合成、结构调控及其光学性能

康利涛^{1,2}

1. 太原理工大学，材料学院
2. 上海硅酸盐研究所

近年来，我们南方地区多次出现了历史罕见的持续高温天气，给人们的生产生活造成极大不便。在玻璃表面涂覆钨青铜透明隔热层，可以有效降低摄入室内的太阳能，从而提高建筑的节能性与舒适度，其技术效果明显优于ITO、ATO等上一代材料。本研究采用清洁的水热工艺制备钨青铜纳米材料，系统考察了水热温度、还原剂浓度以及离子掺杂等工艺参数对钨青铜纳米晶生长动力学与光学性能的影响，并通过透射电镜手段证实了晶体在较高温度下的取向连接（Oriented-attachment）快速生长行为，观测到了表面能控制的纳米晶六方--正交相转变现象；讨论了表面Zeta电位对晶体生长行为与团聚特性的影响机理。通过实验优化，获得了高可见光区透过率（70-80%），高红外光遮蔽能力（透光率<10%）的透明隔热样品。

D05-12

高荧光效率量子点掺杂玻璃

刘超，夏梦玲，艾兵

硅酸盐建筑材料国家重点实验室，武汉理工大学

量子点掺杂玻璃结合了量子点优异的光电性能与玻璃材料良好的热力学、化学与机械特性，并能制备多种光功能器件。玻璃中可以制备II-VI族、IV-VI族、以及钙钛矿结构的 CsPbBr_3 量子点，实现量子点掺杂玻璃在可见、近红外波段的宽带、可调荧光。与化学法合成量子点相比，玻璃中量子点表面缺陷难以通过后处理钝化，限制了量子点掺杂玻璃的应用。结合玻璃组成优化设计与纳米晶析晶动力学特征，实现了玻璃（全无机非晶态固体）中量子点表面缺陷的原位钝化，在玻璃基质中制备出核壳结构 $\text{CdSe}/\text{Cd}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Se}$ 量子点与三明治结构 $\text{CdS}/\text{Cd}_{1-x}\text{Zn}_x\text{S}$ 量子点，将该类量子点掺杂玻璃材料的荧光效率提升至50%以上；在无机钙钛矿量子点掺杂玻璃方面，研究了玻璃组成对钙钛矿量子点析晶与荧光效率的影响作用规律，实现了具有较高荧光效率的 CsPbX_3 钙钛矿量子点的可控制备。这类高荧光效率量子点掺杂玻璃在太阳能光谱转换、发光器件等方面具有重要的应用前景。

D05-13

Recent development of materials for IR applications

Long Zhang

Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences

Infrared windows and optics are widely used in low temperature imaging, night vision, ranging and surveying, remote sensing applications and free space optical communication. Important bands for imaging are the

spectral regions that cover the wave-length range from 0.4 to 12 μm . Unlike the visible applications, the range of materials for infrared applications is much more limited and their cost increases rapidly with increased performance. The windows and domes of middle-IR (MIR) far-IR (FIR) sensors on missiles and aircraft often become the key point of failure for systems because of their interaction with the harsh environment. These windows must provide maximum transmission of signal with negligible absorption, withstanding the thermal shock, electromagnetic interference (EMI), radar latent, and abrasion from raindrops and sand particles. The window must also be isotropic, easily moldable in large and complex shapes and available at low cost. Large numbers of programs (e.g. used in aircraft and HEL systems) require flat (or dome) windows with sizes larger than 500 mm diameter, which puts additional limitations on the available materials. It's still a great challenge to fabricate the IR- transparent materials with high-properties and large size. In this talk, the recent progress to face the above challenge was demonstrated and reviewed, especially which were done in our group. The prospect of the infrared materials toward cutting-edge applications was also discussed in this talk.

D05-14

新型硫系玻璃光纤制备及其红外超连续谱输出

戴世勋^{1,2}, 王训四^{1,2}, 欧洪亚^{1,2}, 罗宝华^{1,2}, 赵哲明^{1,2}, 王莹莹^{1,2}, 韩新^{1,2}

1. 宁波大学高等技术研究院 红外材料及器件实验室
2. 浙江省光电探测材料及器件重点实验室

硫系玻璃具有极宽的红外透过范围和极高的非线性折射率, 基于硫系玻璃光纤输出的超宽红外超连续谱(简称 SC 谱)在生物医学、传感以及光谱学等领域具有潜在的重要应用前景, 已成为国际上研究热点。本工作汇总了近 2 年来宁波大学红外材料及器件实验室在新型硫系玻璃光纤制备及其红外 SC 谱特性方面的主要研究成果, 包括: (1) 系统研究了 Ge-Sb-Se 玻璃体系的非线性特性与组成的关系, 获得了非线性参数 g 值 ($19 \times 10^{-18} \text{m}^2/\text{W}$) 高出典型的 As₂Se₃ 玻璃 ($g=9.8 \times 10^{-18} \text{m}^2/\text{W}$) 近 2 倍的 Ge₁₂Sb₂₅Se₆₃ 玻璃组成, 在此基础上制备了高三阶非线的 Ge-Se-Sb 硫系玻璃光纤, 采用脉宽为 100 fs、频率为 1KHz、波长为 6 μm 的 OPA 激光泵浦 20cm 长度光纤, 获得了 1.8~14 μm 中远红外 SC 谱输出; (2) 制备了远红外碲基 Ge-As-Se-Te 硫系玻璃光纤, 采用工作波长为 4.5 μm 的 OPA 激光泵浦 23cm 长度光纤, 获得了 1.5~14 μm 中远红 SC 谱输出; (3) 制备了高折射率差 (NA1) 的 As₂Se₃-As₂S₃ 单模硫系光纤, 采用工作波长为 5 μm 的 OPA 激光泵浦 30cm 长度光纤, 获得了 1.5~8.0 μm 的 SC 谱输出; (4) 制备了远红外碲基 Ge-Te-AgI 双层硫系光纤, 采用 7 μm 的 OPA 飞秒激光泵浦 14cm 长度光纤, 获得了目前为止国际上最宽的 2-16 μm 中红外红外 SC 谱输出; (5) 制备了三孔悬吊芯型的 Ge-Sb-Se 光纤, 采用 3.3 μm 的 OPA 飞秒激光泵浦 15cm 长度光纤, 获得了 2~8.0 μm 的 SC 谱输出。

D05-15

透中红外超强纳晶玻璃陶瓷

钟鑫, 陶海征

武汉理工大学, 硅酸盐建筑材料国家重点实验室

中红外光学玻璃是很多重要军、民用系统的关键窗口材料之一, 但其高性能、大尺寸化制备面临重要挑战。本研究提供了一种透中红外超硬纳晶玻璃陶瓷的新型制备方法。该方法避免了传统的热压烧结制备纳晶玻璃陶瓷需要的超高附加压力, 同时避免了在无压力条件下烧结并发的晶粒长大等问题。我们用该方法制得了拥有超强机械强度, 化学性能和光学性能的透中红外超硬纳晶玻璃陶瓷。另外, 借助 DSC、XRD、XPS、TEM、Raman、NMR 等多种现代表征手段, 我们对制得的纳晶玻璃结构和性能进行了探究, 探索了该纳晶玻璃拥有优异性能的结构起源。

D05-16

复合材料光纤研究

钱奇^{1,2,3}, 杨中民^{1,2,3}

1. 华南理工大学
2. 发光材料与器件国家重点实验室
3. 广东省特种光纤材料与器件工程技术研究开发中心

光纤作为光学研究和光子器件的平台在光通信、光纤激光器、生物医疗、传感、激光雷达等领域取得了巨大的成功。随着激光应用领域的扩展,对光纤提出许多新型需求,例如,中远红外激光的产生和传输光纤、可感知多种物理参量的传感光纤、用于高效激光倍频的高非线性光纤、可实现热电转换光纤等。但是,传统石英光纤功能单一,且不能传输中远红外激光,非线性系数低,不能满足要求。解决问题的途径是将具有不同物化特性、不同功能的光电材料,以及多种功能微结构,集成于光纤中,实现光学、电导、热学、磁学等功能在光纤结构中的集成,以满足应用需求。这已成为国际共识,并成为新一代光纤的发展方向。本报介绍了研究团队在复合材料光纤匹配性规律、光纤制备技术、光纤后处理技术等方面的工作和成果,以及已研制的一些复合材料光纤的特性和功能。

D05-17

新型 Ga-Sb-S 红外硫系玻璃与光纤

杨志勇¹, 杨安平¹, 张鸣杰¹, 邱嘉华¹, 翟诚诚¹, 祁思胜¹, 张斌¹, Yi Yu², Barry Luther-Davies²

1. 江苏省先进激光材料与器件重点实验室, 江苏师范大学物理与电子工程学院
2. Centre for Ultrahigh-bandwidth Devices for Optical Systems (CUDOS), Laser Physics Centre, Research School of Physics and Engineering, Australian National University, Canberra, ACT 2600, Australia

硫系玻璃是基于硫族元素(S、Se、Te)形成的非晶态材料,它们通常具有较宽的透光范围、较低的声子能量、较高的线性和非线性折射率,因此在红外传输、红外激光和非线性光学领域备受关注。最近,我们研制了一类新型 Ga-Sb-S 硫系玻璃,与 Ge-基和 As-基硫化物玻璃相比,它们显示出较长的红外截止边、更低的声子能量和更高的折射率。通过对 Ga-Sb-S 进行修饰,显著提高了玻璃的抗析晶性能,从而控制了稀土掺杂增益光纤和色散调节非线性光纤,分别研究了稀土掺杂光纤的中红外发光性能和非线性光纤中超连续谱的产生。

D05-18

化学气相沉积制备块体 ZnS 缺陷综述

杨德雨

北京有色金属研究总院, 有研国晶辉新材料有限公司

本论文介主要绍了 CVDZnS 的应用背景及国内生产研发现状,并论述了 CVDZnS 中存在的各类缺陷。虽然相关学者已对六方相, Zn-H 络合物, 异常大晶粒, 柱状晶, 微裂纹, 空洞等缺陷进行过相关研究, 并提出了各缺陷可能的产生机理及抑制方法, 但国内学术领域尚未对 CVDZnS 缺陷问题进行过系统总结。本文除对以上缺陷进行总结补充外, 还对关注相对较少的新型缺陷(如胞状生长, 白点, 应力集中等)进行阐述与分析。及的材料表征手段包括 XRD、SEM 以及金相显微镜等。

通过文献调研与检测结果分析确定了 CVDZnS 中主要存在的七大类缺陷对产品性能的影响及其产生机理, 为实际生产过程中改进生产工艺参数, 探究各类缺陷抑制方法提供理论参考。

D05-19

低损耗 Te 基硫系玻璃光纤的制备及其超连续谱输出

赵浙明^{1,2}, 吴波¹, 江岭¹, 王训四¹, 戴世勋¹

1. 宁波大学
2. 嘉兴学院

分别以 GeAsSeTe 和 GeTe-AgI 玻璃为基质材料, 利用改进的分离式挤压法制备了 2 种低损耗阶跃型 Te 基硫系玻璃光纤, 通过玻璃提纯工艺的改善有效地降低了光纤的杂质吸收损耗, 光纤的性能参数如下: GeAsSeTe 光纤的基准损耗 2 dB/m, 10.6 μm 处的传输损耗为 3.2 dB/m, 光纤的工作波段位于 3-12 μm ; GeTe-AgI 光纤的基准损耗 6 dB/m, 光纤的工作波段位于 4-14.5 μm 。利用 OPA 对这 2 种光纤进行了超连续谱泵浦实验, 结果如下: GeAsSeTe 光纤的超连续谱输出可达 1.5-14 μm , 泵浦参数 4.5 μm , 150 fs, 1 kHz; GeTe-AgI 光纤的超连续谱输出可达 2-16 μm , 泵浦波长为 7 μm 。实验结果表明: Te 基硫系玻璃光纤具有优良的远红外光学性能和极高的非线性, 可应用于 CO₂ 激光传输、中红外超连续谱光源等。

D05-20

Chalcogenide Glass Fibers with an Ultra-thin Cladding or a Shaped Core for Mid-infrared Applications

He Ren¹, ChengCheng Zhai¹, Sisheng Qi¹, Wei Guo¹, Bin Zhang¹, Yi Yu², Anping Yang¹, Barry Luther-Davies², Zhiyong Yang¹

1. Jiangsu Key Laboratory of Advanced Laser Materials and Devices, School of Physics and Electronic Engineering, Jiangsu Normal University, Xuzhou, Jiangsu 2211161
2. Centre for Ultrahigh-bandwidth Devices for Optical Systems (CUDOS), Laser Physics Centre, Research School of Physics and Engineering, Australian National University, Canberra, ACT 2600, Australia

Optical fiber preforms with an ultra-thin cladding or a shaped core (e.g. an elliptical core or a rib-waveguide-like core) were prepared through a modified extrusion approach. The extruded preforms were then used for the fiber fabrication. The fibers with an ultra-thin cladding are desirable for fiber bundles with high filling factors. A fiber image bundle consisting of 271 individual fibers with a filling factor of ~60% was fabricated using the fibers with a core/cladding diameter ratio of 0.91 to further demonstrate their potential. The fibers with a shaped core have superior polarization maintaining performance and could be useful for mid-infrared nonlinear optics. As a demonstration, a relatively stable broadband mid-infrared supercontinuum covering 2.6-11.0 μm was generated in a fabricated fiber with an elliptical core.

D05-21

硒化锡芯玻璃包层纤维

孙敏, 唐国武, 刘旺旺, 陈东丹, 钱奇, 杨中民

发光材料与器件国家重点实验室和光通信材料研究所

近年来, 硒化锡材料展示出优异的热电性能, 在热能和电能相互转换方面具有广泛应用前景。本文首次采用熔芯拉丝方法, 制备了硒化锡芯玻璃包层复合纤维。

利用 XRD 测试, 纤维中硒化锡芯被证实为高度晶化的硒化锡和硒化二锡多晶颗粒。基于 EPMA 测试, 证实在拉丝过程中存在纤芯和包层离子的相互扩散过程。

进行纤维的电性能测试时发现, 采用波长为 808 nm 的激光照射纤维, 激光穿透包层进而激发硒化锡芯, 提高其电导率。此外, 加热纤维整体时, 纤维在 900 K 温度下的电导率高达 $6.2 \times 10^3 \text{ S/m}$, 比 300 K 的电导率高出一个数量级, 在 300 K 下纤维的赛贝克系数为 $-151 \mu\text{V/K}$ 。

本文结合传统拉丝方法, 将硒化锡材料集成到玻璃纤维当中, 构成对激光和温度敏感的硒化锡芯纤维, 为纤维基热电材料和器件奠定基础。

D05-22

As₂Se₃ 硫系玻璃光纤拉制工艺研究

徐栋^{1,2}, 戴世勋^{1,2}, 尤晨阳^{1,2}, 王莹莹^{1,2}, 韩新^{1,2}, 林常规^{1,2}, 刘永兴^{1,2}, 刘自军^{1,2}, 王训四^{1,2}, 许银生^{1,2}, 陈飞飞^{1,2}

1. 宁波大学高等技术研究院 红外材料及器件实验室
2. 浙江省光电探测材料及器件重点实验室 2

硫系玻璃光纤具有较宽的红外透过范围, 极高的线性和非线性折射率, 玻璃组成可调等优点, 使其在中远红外波段的激光能量导能、生物传感, 超连续谱光源、拉曼光纤激光器等等领域具有广泛的应用前景。然而, 与传统的石英和氧化物多组分玻璃光纤相比, 硫系玻璃的粘度-温度特性相对较窄, 合适的其光纤拉丝温度范围有限。因此, 研究并优化合适的拉丝工艺对制备高质量硫系玻璃光纤十分重要。

本研究以 As_2Se_3 硫系玻璃光纤研究对象, 系统研究了不同控制工艺(料头掉落温度、拉丝温度和牵引速度等)对拉制的裸 As_2Se_3 玻璃光纤质量的影响。

研究表明, 当光纤预制棒掉料温度和拉丝温度均为 238.1°C ($T_g + 50^\circ\text{C}$) 时, 光纤损耗最高; 当光纤预制棒掉料温度为 218.1°C ($T_g + 30^\circ\text{C}$), 拉丝温度为 208.1°C ($T_g + 20^\circ\text{C}$) 时, 光纤损耗最低 ($1.88 \text{ dB/m @} 9.05 \mu\text{m}$)。研究中还借助超景深显微镜, 拉曼光谱仪与扫描电镜等测试手段深入研究了不同控制工艺下光纤表面晶化及氧化情况。

本研究结果可为控制其它高质量硫系玻璃光纤提供了科学的指导。

D05-23

固态全无机电致变色器件设计与制备

汪洪, 刘静, 黄星烨, 孟政, 孟凡禹, 代强

中国建筑材料科学研究总院

电致变色是指材料的颜色和透明度在外加电场作用下发生可逆变化的现象; 固态全无机电致变色材料变色机制为在交替的正负电场作用下, 通过注入或抽出电荷(离子与电子), 过渡金属氧化物发生可逆的氧化与还原反应, 引起其可见到近红外光谱性能的改变; 它可以根据温度、光照、时间等条件变化, 或者人为意愿, 对采光和遮阳性能进行主动调控, 是目前最具应用前景的智能材料之一; 在建筑节能玻璃、汽车后视镜与挡风玻璃、各种平板显示器件等领域有着广阔的应用前景。

概述固态全无机电致变色器件基本结构、变色机理、适合大面积生产的反应磁控溅射镀膜技术。着重介绍电致变色器件中各功能层材料(阴极变色层、阳极变色层、离子传导层)性能特点, 锂化工艺, 和器件变色幅度、变色循环稳定性、遮阳系数等性能评价; 和国内外固态全无机电致变色镀膜玻璃技术发展现状和应用前景。

D05-24

白光 LED 封装用荧光玻璃涂层及其应用研究

李宏¹, 李瑞鑫¹, 许旭佳¹, 卓永¹, 陈明祥²

1. 武汉理工大学
2. 华中科技大学

在白光 LED 封装中, 通常采用透光率高、固化温度低的环氧树脂或硅胶作为支撑荧光粉的基体材料。然而, 有机聚合物的热导率一般较低, 热稳定性也较差, 在长期的热辐射作用下容易老化变黄或紫外光照导致快速老化, 导致荧光粉胶的透光率下降, 进而使得白光 LED 的光通量衰减、色坐标漂移, 这些问题直接影响白光 LED 的性能和可靠性。随着照明等产业的发展, 荧光玻璃作为新型的光转换材料, 在白光 LED 的封装应用领域具有良好的前景。

利用多层丝网印刷和低温共烧技术制备荧光玻璃涂层, 具有工艺简单, 热稳定性好和光学性能优异等优点。通过对硅酸盐, 硼酸盐, 磷酸盐和硫酸盐四种系统的低温发光基质玻璃进行比较, 结果显示, 硼硅酸盐玻璃具有更加优异的发光性能和热稳定性, 适用于用作荧光玻璃涂层的发光基质材料。

为了减少荧光粉和基质玻璃的折射率不匹配而导致的散射损耗，本实验成功制备了高折射率硅酸盐玻璃（1.82），并利用荧光光谱等表征手段，研究烧结温度和黄色荧光粉掺入量对荧光玻璃涂层发光性能的影响。研究表明，荧光玻璃涂层的最佳烧结温度为 600°C，最佳掺量为 40%。此时，白光 LED 光效为 123.99 lm/W，显色指数为 70.4，色温为 5233，表明该荧光玻璃涂层能够用于 LED 封装，满足性能要求。

此外，为了弥补显色指数偏低，色温偏高的不足，研究红黄两基色荧光玻璃涂层，结果表明，黄色荧光粉掺量为 40%，红色荧光粉掺量为 9% 时，能够有效弥补红光成分，LED 的光学性能最佳，显色指数得到提高，其出光效率为 85.1 lm/W，显色指数为 82.3，色温 4152 K，实现了冷白光到暖白光的过渡。同时，采用分层型和图形化结构，有利于减少黄色荧光粉对红光的重吸收，减少光效的损耗。荧光玻璃涂层是一种具有重要应用前景的白光 LED 封装用新型荧光材料。

D05-25

银基低辐照玻璃中银原子在氧化锌及镍基底上吸附的第一性原理研究

孙文明，余刚，黄星焯，刘静，汪洪

中国建筑材料科学研究总院

实验研究发现银基低辐照玻璃中磁控溅射制备的氧化锌膜易获得最紧密排列的(0002)优势取向，且沉积其上的银膜结晶度与(111)晶面优势取向均有所提高，同时电阻率降低，透光率增加，然而，该界面强度不如使用镍铬合金界面层；若在此界面中加入镍铬合金薄层，氧化锌种子层的优势作用将消失，这个矛盾的相关研究尚很缺乏。

为揭示两种基底对银膜结晶度的差异，本文采用基于密度泛函平面波赝势方法，电子的交换关联作用采用广义梯度近似下 PBE 形式，从原子尺度上研究了银原子在氧化锌和金属镍表面的吸附。

研究表明，一方面银原子在氧化锌表面的吸附相比其在镍表面的吸附较弱；另一方面，银原子在氧化锌表面上倾向于高覆盖度吸附，而在镍表面上倾向于低覆盖度吸附。

结果揭示了镍铬合金基底上银膜结晶度低不仅源于铬元素引入引起的体系有序度的降低，更主要源于镍与银本征的晶格错配引起的界面应力。

D05-26

常压化学气相沉积低辐射节能玻璃用 ZnO:Ga 薄膜的研究

陈树群，王金淑

北京工业大学

玻璃是重要的建筑材料，随着对建筑物装饰性要求的不断提高，玻璃在建筑行业中的使用量也不断增大。Low-E 节能玻璃可以透过大部分可见光并且反射中远红外光，具有优异的隔热效果从而被广泛使用。目前以 ITO 和 FTO 为典型代表的透明导电氧化物已成功应用于商业低辐射玻璃，近年来使用新型掺杂氧化锌薄膜作为节能玻璃涂层吸引了国内外众多学者的关注。

在本研究中，我们采用常压气溶胶辅助化学气相沉积技术 (Aerosol Assisted Chemical Vapour Deposition, AACVD) 在玻璃基体上沉积出具有高可见光透过率和高红外反射率的镓掺杂氧化锌薄膜，并系统研究了沉积温度、沉积时间、镓掺杂含量对氧化锌生长及光电性能的影响规律。

我们首次利用低成本非挥发性锌源(乙酰丙酮锌)和镓源(乙酰丙酮镓)前驱体沉积出透明导电 ZnO:Ga 薄膜，并发现了薄膜由等轴晶结构向柱状晶结构转变的临界厚度，同时构建了薄膜红外反射率与薄膜厚度及载流子浓度之间的关联。优化后的 ZnO:Ga 薄膜可见光透过率 >80%，载流子浓度最高达 $5.3 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ ，电阻率最低为 $6.51 \times 10^{-3} \Omega \text{ cm}$ ，红外反射率最高接近 50%（在 2500 nm 波长处）。

综上所述，采用 AACVD 技术制备的掺杂氧化锌薄膜具有成本低廉的显著优点，且光学性能能够接近商业低辐射节能玻璃要求。

D05-27

具有优异近红外屏蔽性能的 Cs_xWO_3 纳米棒状粉体的水热合成及表征

林树莹¹, 张晓强¹, 黄悦^{1,2}, 周忠华^{1,2}

1. 厦门大学
2. 福建省特种先进材料重点实验室 (厦门大学)

发展具有高可见光透过率和高近红外吸收率的透明隔热涂料, 在节能和环保方面具有重要意义。本研究以钨酸钠和碳酸铯为原料, 以柠檬酸和 D-苹果酸为还原剂, 通过水热法成功合成了铯钨青铜 (Cs_xWO_3) 纳米棒状粉体。

XRD, SEM 结果表明, 在水热过程中, 当样品原料添加的 Cs/W (摩尔比) 为 0.5 时, 可以促进六方晶型 $\text{Cs}_{0.32}\text{WO}_3$ 纳米粒子的合成并且具有较高的结晶度。此外, 随着反应时间的增加, 样品的形貌发生了较大的变化, 由不规则形状的纳米颗粒逐渐变成棒状微粒。该高结晶度的棒状 $\text{Cs}_{0.32}\text{WO}_3$ 粉体具有较高的近红外吸收能力。将合成的 $\text{Cs}_{0.32}\text{WO}_3$ 粉体与有机硅树脂混合, 试制了透明隔热涂料, 涂覆于白玻上, 得到了隔热玻璃样品。利用紫外-可见-近红外光谱 (UV-VIS-NIR) 表征隔热特性。结果, 空白玻璃近红外透过率 (T_{ir}) 为 82%, 隔热玻璃的近红外透过率仅为 11.7%, 相比, 降低了 70.3%。

上述实验结果表明合成的 $\text{Cs}_{0.32}\text{WO}_3$ 纳米棒状粉体, 具有高的近红外吸收性能, 在汽车玻璃以及建筑玻璃领域具有良好的应用前景。

D05-28

我国石英玻璃行业现状及发展趋势

向在奎

中国建筑材料科学研究

石英玻璃具有优异的理化性能, 在新型电光源、半导体集成电路、光通讯、光伏、激光技术和航空航天等高新技术领域具有广泛的应用, 是国家战略性新兴产业和支柱性产业发展中不可替代的基础性材料。论文重点介绍了石英玻璃的电阻炉法、连熔法、电弧离心法、气炼工艺、化学气相沉积 (CVD)、等离子化学气相沉积 (PCVD) 等制备工艺技术原理及各类石英玻璃材料的性能特性, 在此基础上详细介绍上述各类工艺技术制备的石英玻璃在电光源、半导体等高新技术领域的具体应用情况、国内外发展现状及未来发展趋势, 为我国石英玻璃行业的发展指明方向, 以及为高端技术领域的合理选材提供技术与理论指导。

D05-29

感应耦合等离子体刻蚀去除熔石英亚表面损伤层

蒋晓龙¹, 刘颖²

1. 中国工程物理研究院, 激光聚变研究中心
2. 中国科学技术大学, 国家同步辐射实验室

目前, 熔石英光学基底的表面加工主要采用基于磨粒切削作用的光学冷加工, 在元件表面和亚表面不可避免地存在裂纹、划痕等损伤。在某些应用中, 此类加工缺陷会严重影响元件性能, 必须加以去除。例如, 对于航天器和潜艇的观察窗口, 亚表面损伤直接决定其抗压强度; 在强激光系统中, 亚表面缺陷会诱导激光损伤, 严重降低元件使用寿命。而现有的代表性亚表面缺陷去除技术, 如氢氟酸刻蚀和磁流变抛光等, 均存在一定程度的不足。前者为各向同性刻蚀, 会引起缺陷的复制、扩展, 降低表面质量; 后者设备昂贵, 工艺复杂, 且其引入的水解层金属污染, 同样会诱发激光损伤。

等离子体刻蚀作为一种干法刻蚀技术, 广泛应用于半导体行业。其主要通过等离子体与待刻蚀材料的化学反应, 生产挥发性的产物随气抽走, 在去除材料的同时不会引入新的损伤。然而, 在等离子体刻蚀中, 由于来源于腔体的金属污染会诱发刻蚀产物沉积, 常常发生刻蚀表面粗糙化。此外, 当各向异性度不足时, 亚表面缺陷也会复制扩展。Jin 等人尝试用 Ar/CF₄ 大气压离子体刻蚀去除亚表面缺陷层, 缺陷扩展明显,

未能成功。

本文采用感应耦合等离子体刻蚀技术，通过创新刻蚀方法和优化刻蚀参数，成功消除了刻蚀表面粗糙化和亚表面缺陷扩展这两大难题。首先，创新性地提出了一种隔离刻蚀方法，通过采用隔离刻蚀罩，避免了刻蚀表面的金属污染，从而抑制了刻蚀表面粗糙化。然后，通过优化刻蚀参数，提高了刻蚀的各向异性度，消除了低密度坑状刻蚀损伤的同时，避免了亚表面缺陷的复制扩展。

最后，经 $9\mu\text{m}$ 的刻蚀后，熔石英亚表面缺陷层被成功去除，刻蚀后表面粗糙度为 0.23nm 。

D05-30

先进功能材料光、热、形貌综合分析

李慷

日立高新技术有限公司

D05-31

高温玻璃测试仪器介绍及应用

史立萍

上海麟文仪器有限公司

D05-32

局域假想温度调控制备熔石英微凹透镜阵列

张传超，廖威，杨科，刘太祥，白阳，张丽娟，蒋晓龙，陈静，蒋一岚，王海军，栾晓雨，袁晓东，郑万国

中国工程物理研究院激光聚变研究中心

微透镜阵列是微光学的重要元件，在光电子和光通信等领域有广泛的应用。近些年，人们开发了大量的微透镜阵列制备技术，大多数报导的制备方法集中在塑料微透镜阵列的制作。然而，塑料微透镜阵列不能在严苛的环境下使用，在这种条件下，玻璃微透镜阵列更可靠，与塑料相比，玻璃具备更稳定的化学物理性质。玻璃微透镜阵列的制备已经研究了很长的时间，目前制作玻璃微透镜阵列的方法有：离子交换法、光热膨胀法、离子束刻蚀法、激光直写法、飞秒激光增强化学刻蚀法等，但是，这些制备方法与塑料微透镜阵列的相比，普遍存在复杂、耗时、效费比低等，不适合大规模生产应用。

本研究给出了一种简洁方便的利用熔石英玻璃局域假想温度调控制备微凹透镜阵列的方法，该方法基于假想温度升高导致熔石英 HF 酸刻蚀速率增加的基本物性规律，通过利用 CO_2 激光脉冲瞬间提高局域假想温度，并结合后续的 HF 酸刻蚀，快速高效地制备了高填充系数、表面光滑、光学性能优良的熔石英微凹透镜阵列。

D05-33

SiO_2 溶胶凝胶膜熔石英元件的紫外激光预处理

蒋一岚¹，陈静¹，杨科¹，蒋勇²，廖威¹，张传超¹，栾晓雨¹，王海军¹，蒋晓龙¹，白阳¹，袁晓东¹，张丽娟¹

1. 中国工程物理研究院，激光聚变研究中心
2. 西南科技大学，极端条件物质特性联合实验室

高功率激光装置中要求光学传输元件的表面覆盖膜层或者其他的一些处理方式能够降低其反射率和附加的损失。减反膜 (AR) 的激光损伤阈值通常限制了激光装置的最大功率。本文通过实验研究了紫外激光预处理对 SiO_2 溶胶凝胶膜熔石英元件激光损伤阈值 (LIDT) 的提高。结果表明通过 $351\text{nm}@5\text{ns}$ 的激光预处理能够将镀膜元件的 LIDT 提高 50% 左右。但是当紫外激光预处理的激光能量较高时，在镀膜元件的表面能够观察到麻点的出现，当进一步提高激光能量时，这些麻点会逐步演变成损伤点。麻点的出现会

降低镀膜元件的光传输性能，这就意味着在对镀膜元件进行紫外预处理时需将其激光通量保持在出现麻点的 LIDT 之下。

D05-34

PCVD 合成超纯石英玻璃工艺研究

宋学富¹，孙元成¹，杜秀蓉¹，张晓强¹，花宁²，李怀阳²

1. 中国建筑材料科学研究总院
2. 中建材衢州金格兰石英有限公司

采用 PCVD 方法制备超纯石英玻璃工艺中，等离子体输出功率决定了炉膛内温度场。通过气体不同温度时的电导率计算等离子体功率和效率，使用不同电导率的工作气体，导致等离子体功率改变，炉膛内温度场发生变化。使用空气作为工作气体时电导率大，输出功率达到 40kW，炉膛温度高于使用氧气，为 PCVD 方法合成超纯石英玻璃提供了适宜的温度场。

D05-35

不同退火气氛诱导熔石英微观结构缺陷变化的研究

张丽娟¹，陈静¹，蒋一岚¹，刘建党²，谷冰川²，蒋晓龙¹，白阳¹，张传超¹，王海军¹，栾晓雨¹，叶邦角²，袁晓东¹，廖威¹

1. 中国工程物理研究院激光聚变研究中心
2. 中国科学技术大学近代物理系

熔石英玻璃在不同气氛（大气、真空、氢气）进行等温退火处理，退火温度为 1000 K。利用正电子湮没技术（慢正电子束和正电子寿命谱）研究了退火后熔石英表面的空位团簇及其结构空洞微观结构的变化。由于氧原子的体积较大，扩散系数较低，正电子湮没结果显示周围的氧气环境只影响熔石英表面的抛光重沉积层区域。对于氢气退火的研究显示氢原子可以注入到熔石英的次表面缺陷层区域进而影响缺陷层缺陷分布，正电子寿命结果证实了氢原子对空位和空位团簇有影响，而对大的空洞影响不明显。

D05-36

超低膨胀石英玻璃制备与应用

聂兰舰，向在奎，饶传东，张辰阳，邵竹锋，王蕾，王慧，符博，贾亚男
中国建筑材料科学研究总院

超低膨胀石英玻璃是在高纯石英玻璃基础上通过掺杂钛离子实现膨胀系数的降低，该材料在航天反射镜、极紫外光刻、天文望远镜、惯性导航、高能激光、精密机械等领域具有重要应用。论文重点介绍了超低膨胀石英玻璃的化学气相掺杂沉积工艺、溶胶-凝胶掺杂工艺、间接法掺杂工艺和固相掺杂-气炼熔制工艺等制备工艺技术原理、特点及材料性能的优缺点，以及各制备工艺技术的国内外发展现状、应用及未来发展趋势，为我国高新技术领域用超低膨胀石英玻璃材料的制备提供指导。

D05-37

CO₂ 激光全口径处理提升熔石英抗损伤性能研究

廖威

中国工程物理研究院激光聚变研究中心

在惯性约束核聚变（ICF）激光驱动器领域，熔石英材料性能优越，具有较高的禁带宽度和很好的光学参数，是紫外波段光学元件制造的首选材料。但是熔石英光学元件在生产加工过程中产生的各类表面/亚表面缺陷使得其在强激光辐照下极易发生损伤，严重影响了驱动器的稳定运行。

利用 CO₂ 激光对熔石英光学元件表面进行辐照可有效提升其抗损伤能力,但是材料被加热后的熔融流动或蒸发都会破坏激光作用区域的面形,这使得该方法的可用性大打折扣。为了避免这一问题,提出了基于振镜系统的快速光栅式扫描方法,并开展了扫描参数对处理效果影响规律的实验研究。

结果表明,扫描后元件 S:1 损伤阈值得到提升,提高扫描速度可以减小热沉积,处理后材料表面残余应力大幅降低,减小激光功率以降低扫描过程中的表面温度,获得了在不影响元件面型的前提下提升元件 S:1 损伤阈值的结果。本文的研究为熔石英光学元件全口径 CO₂ 激光处理提供了一种新的思路。

D05-38

电化学功能导向的玻璃基固态电解质材料研究与开发

陶海征

武汉理工大学硅酸盐国家重点实验室

作为重要的移动电源,锂二次电池广泛应用于各种电子器件。目前,已开发出大尺寸锂二次电池,并应用于电动汽车等领域。但是,考虑到目前广泛采用的易燃液态有机电解质,尺寸的增大使人们更加关心锂二次电池的安全问题。克服该问题的有效途径是使用固态电解质,在改进电池安全性的同时,可有效简化电池的设计,并使采用传统液态电解质时难以应用的高容量电极材料的使用成为可能。开发全固态电池的关键在于高离子电导 ($>10^{-3}\text{S cm}^{-1}$) 固态电解质材料的研制,本报告将介绍项目组近年来在固态电解质材料方面的研究成果。

D05-39

ZnO 对抗菌二硅酸锂玻璃陶瓷微观结构与性能的影响

祝佳祺

长春理工大学

D05-40

Ag₃SI 快离子导体的可控制备与结构解析

阳涵, 陶海征, 顾少轩

武汉理工大学硅酸盐建筑材料国家重点实验室

快离子导体材料,又称固体电解质材料,是一类具有高离子电导率的材料,并且同时兼备高安全性、长寿命、高效率等优点。在电化学储能、电化学器件、智能窗等许多领域都具有诱人的应用前景。本研究以 Ag₃SI 快离子导体材料为研究对象,通过将高能球磨法和熔融、淬冷法相结合,制备出导电性能优异的快离子导体材料。并通过改变球磨工艺条件来改善材料的离子导电性能,利用 XRD、DSC、XAFS 等测试手段对样品进行表征,探索出材料内部结构演变同离子导电性能之间的变化规律。

D05-41

Optical Temperature Sensing Properties of Glass-Ceramics Containing CaF₂: Er³⁺ and ZnAl₂O₄:Cr³⁺ nano-crystals

Abhishek Wadhwa, Changjian Wang, Cui Shuo, Qiao Xvsheng, Fan Xianping

State Key Laboratory of Silicon Materials, Department of Materials Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310027, China

Optical temperature sensors have been attracting much research interests due to its higher temperature sensitivity than traditional thermometers. Two strategies can be applied to precisely detect temperature: one is the luminescence intensity ratio strategy usually with advantages at low temperature region; the other is the luminescence lifetime Dependence strategy with advantages at high temperature region. In order to integrate both

merits of such two different strategies, $\text{CaF}_2: \text{Er}^{3+}$ and $\text{ZnAl}_2\text{O}_4: \text{Cr}^{3+}$ nano-crystals were homogeneously precipitated in the fluorosilicate glasses. X-ray diffraction (XRD), transmission electron microscope (TEM) and energy dispersive X-ray (EDX) spectra revealed Er^{3+} ions were selectively enriched the precipitated CaF_2 nano-crystals while Cr^{3+} ions were partitioned into the precipitated ZnAl_2O_4 nano-crystals. The luminescence spectra showed that the luminescence intensity ratio of Er^{3+} as well as the luminescence lifetime of Cr^{3+} display good relationship with temperature. Thus, the prepared glass-ceramics appear potential application prospect as optical thermometer materials.

D05-42

工业玻璃和特种玻璃标准体系构建研究

陈璐¹, 李娜²

1. 中国建筑材料科学研究总院
2. 中国建材检验认证集团股份有限公司

随着工业玻璃和特种玻璃行业的快速发展,特别是科技创新能力的不断提高,对行业的标准化工作提出了更高要求。但是,目前在工业玻璃和特种玻璃行业尚存在着标准体系不完善、标准更新速度较慢、一些新材料和新产品没有相应标准等问题,严重影响了行业的发展。

本文探讨了我国工业玻璃和特种玻璃领域标准体系构建的理论研究,从产品的用途视角出发,结合标准化改革方案及相关国家政策、产业发展现状及趋势等,提出了工业玻璃和特种玻璃标准体系框架,并对该体系中的各类别的细分领域进行细化,提出具体标准化建议,以期逐步完善工业玻璃和特种玻璃标准体系,发挥标准引领作用,促进工业玻璃和特种玻璃行业健康有序发展。

D05-43

亚毫米直径空心玻璃微球氦/氖气压无损监测与保气性能评价

冯建鸿, 马小军, 李靖, 初巧妹, 张占文, 史瑞廷, 陈學

中国工程物理研究院激光聚变研究中心

目的:空心玻璃微球(HGM)具有耐压强度高、球形度好、壁厚均匀、表面粗糙度低、制备工艺较成熟等特点,是惯性约束聚变(ICF)物理实验中广泛使用的一种燃料容器。通常采用热扩散法充燃料气体,由于靶丸保气性能存在个体差异,随着时间推移,充气HGM靶丸内气体压力逐步降低,个体HGM靶丸激光打靶零前气压差异性逐步增大。鉴于此,HGM氦、氖气压无损监测与保气性能评价,对于检验HGM的零前气压,为改善HGM保气性能提供判据等具有重要意义。

方法:本文以干凝胶法开展了HGM制备技术研究,依据物质密度与折射率存在的一定依赖关系,基于垂直扫描干涉技术开展了亚毫米直径HGM氦、氖气压无损监测方法研究,并对干凝胶法亚毫米直径HGM进行了充氦、氖对比保气性能评价,相应主要实验结果与结论如下:

结果:1、批次统计结果显示同一HGM样品氖气保气性能可以以天、周、月记,氦气保气性能指数关系下降只能以小时记。氖气保气性能优于氦气,这可能是由于氖气体分子动力学半径较HGM壳层气体渗透微通道尺度大而难渗透,氦气体分子动力学半径较HGM壳层气体渗透微通道尺度大小而易渗透的缘故。2、随HGM壁厚值逐步增加,实测氖气保气半寿命随HGM壁厚增加呈现指数关系增长,这与理论公式中呈现的线性增长方式不符。这主要是理论渗透系数与壁厚缺陷等无关,仅与材料特性有关;而批次干凝胶法个体HGM微结构在气体分子尺度量级存在差异导致实测HGM渗透系数呈现与壁厚有关的结果。

结论:基于垂直扫描干涉技术可实现亚毫米直径HGM氦、氖气压无损监测。氖气保气性能指数关系优于氦气,实测氖气保气半寿命随HGM壁厚增加呈非线性增长而非理论公式中呈现的线性增长。

D05-44

Study of Tensile Adhesive Strength for Structural Silicone Sealants after Simulated Wind-induced Fatigue Aging and Reliability under Extreme Weather Conditions

Yukang Sun¹, Detian Wan¹, Yiwang Bao¹, Xiaogen Liu¹

1. China Building Material Test & Certification Group Co., Ltd

2.State Key Lab. of Green Building Materials, China Building Materials Academy

The silicone structural glazing sealants for structure glass-metal or glass-glass connections in modern architectures have been widely used in recent years. Except for the properties to resistant aging reaction by temperature, humidity, or UV etc. , the adhesives must possess the capacity of tensile adhesive strength under wind-induced fatigue aging. Otherwise, the service life will decrease and even lead to security incidents especially in extreme weather conditions. In this study, experiments of artificial accelerated fatigue are adopted in order to simulate the effect of wind. By testing tensile adhesive strength and related properties of the glass basis and structural silicone sealants after aging of two kinds of conditions (high temperature high humidity, simulated wind-induced fatigue), data of tests and computational model have been compared to validate the reliability of silicone structural glazing sealants. The results indicate that simulated artificial accelerated wind-induced aging can give rise to the reduction of adhesive property and ultimately causes glass falling accident, especially facing to strong wind in extreme weather. Moreover, finite element analysis has also been adopted to verify the conclusion.

D05-45

高速动车玻璃性能要求与检测

臧曙光

中国建筑材料科学研究总院

我国高速铁路迅猛发展，高速动车制造技术已经成为国家的一张靓丽名片。玻璃作为高速动车车体结构一个不可或缺的重要部件，对高速动车安全运行有重要影响，是保障司乘人员的安全屏障。本文介绍了动车玻璃产品的特点、性能要求和相应的检测考核方法。

高速动车前风挡玻璃的关键性能包括与安全相关的抗冲击性能，与电加温相关的电学性能和与视觉感受相关的光学性能，以及与环境老化相关的耐环境性能。

高速动车侧窗玻璃的关键性能包括与安全相关的抗冲击性能，与乘客舒适度相关的光学性能、隔音性能和隔热性能，与寿命可靠性相关的抗风压疲劳性能，以及紧急逃生窗的逃生性能。

建立产品性能的评价检测体系是产品成熟的标志，本文对高铁玻璃关键性能的测试方法和国内外的标准进行了比较，全面介绍了我国高铁玻璃的标准体系。

D05-46

基于光弹法的钢化玻璃自爆风险检测及应用

刘小根², 包亦望², 万德田², 邱岩², 孙与康¹

1. 中国建筑材料科学研究总院

2. 中国建材检验认证集团股份有限公司

钢化玻璃因其强度高，安全性好，被广泛应于建筑、汽车、家具等领域，我国产量和使用量世界第一。随着我国钢化玻璃使用量的增大，因其自爆引发的安全问题日趋严重，检测其自爆风险成为预测与防控安全隐患关键。研究了钢化玻璃自爆机理及其影响因素，结果表明，引发钢化玻璃自爆的根本原因是玻璃内部拉应力区中集中应力，而这种集中应力是由玻璃内部缺陷产生的。提出了基于光弹法的玻璃内部缺陷检测技术。分析了玻璃内部不同缺陷类型的应力光弹图像表现形式，建立了不同缺陷引发钢化玻璃自爆的原因及其自爆风险等级。通过一个工程案例，分析了光弹法现场检测钢化玻璃自爆的操作方法及结果判断。

D05-47

石英玻璃亚表面损伤的检测与消除

张晓强¹, 王辰伟², 宋学富¹, 孙元成¹, 杜秀蓉¹, 王慧¹, 刘玉岭², 李怀阳³

1. 中国建筑材料科学研究总院
2. 河北工业大学
3. 中建材衢州金格兰石英有限公司

亚表面损伤的检测与消除是近年来石英玻璃光学元件制造过程中的重点与难点。本研究使用共聚焦激光扫描荧光显微镜对抛光后残留在石英玻璃亚表面的微裂纹进行观察,采用波长为 402nm 的激光作为激发光源对石英玻璃亚表面进行逐层扫描,使微裂纹中残留的荧光剂发出荧光,通过采集荧光并生成三维立体图像,不仅反映出亚表面微裂纹的分布情况,还可以确定最大裂纹深度,实现亚表面微裂纹的可视化无损检测;以碱性纳米磨料硅溶胶作为抛光液对石英玻璃表面进行化学机械双面抛光,从理论上分析化学机械抛光完全消除石英玻璃亚表面损伤的可能性与关键因素,并结合实验验证了大颗粒杂质的混入是造成抛光过程中石英玻璃产生亚表面损伤的主要原因,通过在抛光系统中加装过滤精度为 100nm 的抛光液循环过滤装置,有效避免石英玻璃二次亚表面损伤的产生,实现了无亚表面损伤石英玻璃元件的制备;最后,采用化学机械抛光与氢氟酸蚀刻相结合,验证了共聚焦激光扫描荧光显微镜作为亚表面无损检测手段的有效性和准确性。本研究对高表面及亚表面质量石英玻璃光学元件的加工与生产具有重要的指导意义。

D05-48

类金刚石膜在红外领域的研究进展

伏开虎, 金扬利, 邱阳, 祖成奎, 何坤, 徐博, 李宝迎

中国建筑材料科学研究总院

类金刚石膜(Diamond-like Carbon, DLC)硬度高、抗摩擦磨损、抗化学腐蚀能力强,在 3~5 μm 和 8~12 μm 红外波段有良好的透过性,折射系数在 2 左右,和高折射率的红外材料硅,锗(Si 的折射率为 3.5, Ge 的折射率为 4)有良好的膜基结合性,因此在硅,锗表面起到良好的防风沙、防雨水、防腐蚀和增透的作用。然而硅的工作波段一般在 3~5 μm 中波红外窗口。硅,锗作为半导体材料,在高温下自由载流子的运动会使红外吸收的加剧,引起热失效,不适合用在高温环境中。硅,锗基体折射系数高,反射率大,基体(2mm 厚)透过率分别在 55%和 45%左右,无法满足高透过性能要求,应用范围受到限制。ZnS, ZnSe 和硫系玻璃红外透过波段覆盖近中长波三个红外波段,硫系玻璃甚至能达到 20 μm 的远红外波段。多光谱 ZnS, ZnSe 在可见光波段均有良好的透过性。而且 ZnS, ZnSe 和硫系玻璃的折射率温度系数(dn/dT)小,光学性能受温度影响小。然而, ZnS, ZnSe 和硫系玻璃的物理强度,抗风沙,抗腐蚀的能力较弱,为了提高 ZnS, ZnSe 和硫系玻璃的环境适应能力, DLC 在 ZnS, ZnSe 和硫系玻璃上的应用研究得到越来越多的重视。

D05-49

熔制缺陷对硼硅酸盐玻璃远紫外波段透过率的影响规律

何坤, 王衍行

中国建筑材料科学研究总院

以 B₂O₃-SiO₂ 系统玻璃为基础组分,研究 ppm 级的 Fe、Pt 和 H₂O 含量对玻璃在远紫外波段透过率的影响,并讨论氧化气氛和还原气氛对该玻璃紫外透过率的影响。制备出在可见、近紫外和远紫外都具有高透过性能、化学稳定性优异、室温至 300℃的膨胀系数为 5.0×10⁻⁶/℃等性能优异的透紫外光学玻璃材料。

D05-50

低膨胀填料对超低温焊料玻璃性能的影响

殷先印

中国建筑材料科学研究总院

低膨胀填料是改善低温焊料玻璃性能和调节玻璃膨胀系数的重要组成部分。本文研究了不同粒度分布的低膨胀填料对超低温焊料玻璃的转变温度、软化温度、膨胀系数和析晶能力的影响。结果表明：随低膨胀填料粉体中位粒径 D50 的减小，玻璃的转变温度和软化温度逐渐升高、膨胀系数逐渐增大，析晶能力增强。

D05-51

结晶型封接玻璃析晶与封接性能的关系

高锡平

中国建筑材料科学研究总院

结晶型封接玻璃有着特殊的理化性能。文章利用 DSC、X 射线衍射等手段，分析研究了玻璃的析晶开始温度 (T_c)、析晶峰值温度 (T_p) 等对封接玻璃的封接温度 (T_f) 和流动性能的影响规律。研究结果表明：析晶以后玻璃的流动性能下降。 $\Delta T = T_f - T_c$ 是影响流动性的主要因素，控制 ΔT 的数值，可以实现结晶型封接玻璃边流动边结晶的要求。

D05-52

硫系玻璃的连续熔制技术

赵慧峰, 刘永华, 赵华, 王琪, 祖成奎

中国建筑材料科学研究总院

现有硫系玻璃熔制方法为安瓿瓶摇摆法，其生产方式为间歇式生产，受到摇摆熔炼方式限制，熔制效率、成本及批产产能较低。上述问题的解决，必须采用采用新型的连续熔制技术，实现硫系玻璃的批量化制备。

本文采用连续式熔炼工艺方法，利用感应熔化方式提高硫系玻璃熔化速度，利用连续式均化成型技术实现硫系玻璃的连续均化、成型和退火，并开发连续熔炼设备设施，实现了硫系玻璃的批量化连续熔制生产。

采用硫系玻璃连续熔制技术，单炉次硫系玻璃熔制时间由现有的 60 小时以上缩短到不足 20 小时，提高了生产效率；另外连续式熔制方式可实现日产硫系玻璃 100kg 以上，与单纯依靠设备数量提高产能的摇摆法相比，产能、效率显著提高，同时玻璃有利于硫系玻璃在红外成像等领域的推广应用。

墙展

D05-P01

Ti 和 Fe 共掺杂的 Ta₂O₅ 基固体电解质的制备与性能研究

李长久¹, 宋梓阳¹, 姜宏¹

1. 南海海洋资源利用国家重点实验室
2. 海南省特种玻璃重点实验室
3. 海南大学

固体电解质是燃料电池的关键组件，其电、热性能至关重要。本文采用反向滴定化学共沉淀法制备了氧化钽基电解质 ($Ta_{1-x-y}Ti_xFe_yO_{5.8}$) ($x=0.077$, $y=0.07$, 0.085 和 0.10) 粉体。采用 X-射线衍射仪 (XRD) 分析、扫描电镜 (SEM)、热分析 (DSC) 和交流阻抗法对固体电解质的结构、形貌、电、热性能进行了

研究,发现:电解质粉体微观形貌为纳米级的球状,粒径分布为 30-50nm;物相为六方晶系的氧化钽结构,空间群分布为 P6/mmm (191),并无 TiO₂ 和 Fe₂O₃ 的衍射峰出现,说明 Ti⁴⁺和 Fe³⁺固溶到氧化钽的晶体结构中。烧结后的圆片样品呈现出晶粒和晶界区分明显的表面形貌。700℃条件下, x=0.077, y=0.085 时电导率为 3.28×10⁻³S/cm,热膨胀系数为 2.98×10⁻⁶K⁻¹。

D05-P02

掺杂氩气对IV类石英玻璃沉积质量的影响

孙元成,宋学富,杜秀蓉,张晓强

中国建筑材料科学研究总院

在高频等离子体化学气相沉积(PCVD)合成IV类石英玻璃工艺中,往等离子体电离气体中掺入了不同比例的氩气,研究了其对 SiO₂ 微粒形成及沉积的影响。SEM 测试表明,随着 Ar 掺入量增加,沉积面位置处 SiO₂ 微粒平均直径逐渐增大;等离子体发射光谱测试表明, Si I 的发射谱线强度随 Ar 含量增加而减弱,即游离 Si 原子数量逐渐减少,可见 Ar 可促进 Si 与 O 粒子结合成 SiO₂。较大直径的 SiO₂ 微粒可获得更高的沉积速率。在通过控制 SiO₂ 微粒直径获得相同沉积速率的条件下,掺入 Ar 可减少石英玻璃内部微气泡含量,表明 Ar 可促进 SiO₂ 微粒的熔融及气体的解吸附。由于 Ar 第一电离能较低并且热容较小,在高频等离子体中具有较高活性,可促进硅氧原子的运动,因此往电离气体中掺入 Ar 可提高IV类石英玻璃的沉积质量。

D05-P03

高增益的掺 Tm³⁺镧酸盐玻璃单模光纤

唐国武¹,钱奇^{1,2,3},杨中民^{1,2,3}

1. 华南理工大学发光材料与器件国家重点实验室和光通信材料研究所
2. 广东省光纤激光材料与应用技术重点实验室
3. 广东省特种光纤材料与器件工程技术研究开发中心

采用传统的管棒法制备了高掺 Tm³⁺镧酸盐玻璃单模光纤,其中 Tm³⁺的掺杂浓度为 7.5 x 10²⁰/cm³。在 2 cm 长的增益光纤上测得其增益为 3.6 dB/cm,是目前报道的掺 Tm³⁺镧酸盐光纤中最大的单位增益。采用 1568 nm 光纤激光器作为泵浦源,在 1.3 cm 长的此增益光纤上实现了 1.95 μm 的单频激光输出,直接输出功率超过 100 mW。这些研究结果表明研制的掺 Tm³⁺镧酸盐玻璃单模光纤在高功率和超紧凑的 2.0 μm 单频光纤激光器领域具有重要的应用前景。

D05-P04

Eu³⁺掺杂含 In₂O₃量子点玻璃陶瓷荧光温敏性能研究

余运龙^{1,2},李小燕^{1,2},江琳沁¹,邱羽¹

1. 福建江夏学院电子信息科学学院
2. 有机光电子福建省高校工程研究中心

温度是基本物理参数之一,在科研与工业生产中有举足轻重的作用。本工作研究了一种 Eu³⁺离子掺杂含 In₂O₃ 半导体量子点块体透明玻璃陶瓷纳米复合材料的荧光温敏性能。该荧光温度探针材料以 In₂O₃ 半导体量子点荧光发射峰强度为温度探测信号, Eu³⁺荧光发射峰强度为参比信号,拟利用二者的荧光强度比随温度的变化来实现温度探测。

采用 X-射线粉末衍射与透射电子显微镜观察了玻璃陶瓷的显微结构;通过荧光光谱仪研究了该材料的荧光强度随温度的变化情况。

研究表明,由于半导体量子点的缺陷态发光与 Eu³⁺离子的 4f-4f 跃迁对温度不同依赖特性,使得该纳米复合材料在 303 到 543 K 温度范围呈现了优异的温敏性能,其最大绝对与相对温度灵敏度达到 4.43

$\times 10^{-2} \text{ K}^{-1}$ 和 $0.89\% \text{ K}^{-1}$ 。

该玻璃陶瓷具有透明性好、温度灵敏度高，且能克服粉体材料散射严重、难于与光纤熔接等缺点，是一种很有应用前景的新型荧光温度探针材料。

D05-P05

SiO₂ 对 Na₂O-Al₂O₃-SiO₂ 玻璃体系微观结构的模拟研究

田英良，张璐
北京工业大学

本文应用 DL_POLY 模拟了不同 SiO₂ 含量对 Na₂O-Al₂O₃-SiO₂ 玻璃体系微观结构的影响。该模拟主要建立在经典力学的基础上，体系中 Na₂O/Al₂O₃ 摩尔比为 1，模拟原子总数为 3000 左右。研究表明：SiO₂ 含量不会影响 Si-O、Al-O、O-O 的键长，它们分别为 0.1605nm、0.1765nm、0.2605nm；Si-O、Al-O 的配位数也基本维持在 4 附近；四面体中 O-Si-O、O-Al-O 角度发生微小偏移，即四面体有微弱变形；随着 SiO₂ 含量的增加，[AlO₄]四面体中一些氧慢慢与其他四面体断开变成非桥氧，[SiO₄]四面体的 Q₄ 则逐渐增多；Al-O-Al 键角逐渐趋于 0，即体系中[AlO₄]-[AlO₄]的连接逐渐消失；同时证明体系中存在三配位氧，且随着 SiO₂ 含量的增加，三配位氧的百分比下降。

D05-P06

全正色散 As-S 硫系拉锥光纤制备及其红外超连续谱输出特性研究

王莹莹^{1,2}，戴世勋^{1,2}，李光涛^{1,2}，王训四^{1,2}，张培晴^{1,2}

1. 宁波大学高等技术研究院 红外材料及器件实验室
2. 浙江省光电探测材料及器件重点实验室

基于硫系光纤的中红外超连续谱（SC 谱）因其在生物医学、传感以及光谱学等领域具有潜在的重要应用前景，已成为国际上的研究热点。在硫系光纤中要产生超宽的 SC 谱输出普遍采用 OPA 在光纤的反常色散区近零色散点泵浦方案，这不仅限制了器件小型化的发展，而且由于其输出的 SC 谱中噪声过高以及不稳定性的存在，在诸多实际应用中也受到了一定程度的限制。

本研究首先设计了以 As₂S₃ 玻璃为纤芯，As₃₈S₆₂ 玻璃为包层的硫系光纤，并对其直径进行了优化，使光纤在 1-8mm 区域为全正色散。然后采用挤压法制备了光纤预制棒，并拉制出纤芯直径为 60 μm 的光纤，其平均传输损耗为 3.9dB/m，并将其纤芯直径拉锥至 8 μm，拉锥光纤呈现近零的全正色散。采用工作波长为 3.25 μm、脉宽为 150fs、最大输出平均功率为 25mW 的 OPA 激光脉冲泵浦，获得了覆盖 1.4~7.2 μm 的宽带 SC 谱输出。在泵浦波长位于光纤正常色散区的情况下，其 SC 谱展宽机理主要是自相位调制（SPM）和光波破碎（OWB）。

该研究使得在全正色散的硫系光纤中获得宽带 SC 谱输出成为可能，不仅解决了光源脉冲波长的限制问题，也提升了 SC 谱输出的稳定性，对今后发展高稳定性的硫系红外 SC 光源具有指导意义。

D05-P07

具有优异近红外屏蔽性能的 Cs_xWO₃ 纳米棒状粉体的水热合成及表征

林树莹¹，张晓强¹，黄悦^{1,2}，周忠华^{1,2}

1. 厦门大学
2. 福建省特种先进材料重点实验室（厦门大学）

发展具有高可见光透过率和高近红外吸收率的透明隔热涂料，在节能和环保方面具有重要意义。

本研究以钨酸钠和碳酸铯为原料，以柠檬酸和 D-苹果酸为还原剂，通过水热法成功合成了铯钨青铜（Cs_xWO₃）纳米棒状粉体。

XRD，SEM 结果表明，在水热过程中，当样品原料添加的 Cs/W（摩尔比）为 0.5 时，可以促进六方

晶型 $\text{Cs}_{0.32}\text{WO}_3$ 纳米粒子的合成并且具有较高的结晶度。此外，随着反应时间的增加，样品的形貌发生了较大的变化，由不规则形状的纳米颗粒逐渐变成棒状微粒。该高结晶度的棒状 $\text{Cs}_{0.32}\text{WO}_3$ 粉体具有较高的近红外吸收能力。将合成的 $\text{Cs}_{0.32}\text{WO}_3$ 粉体与有机硅树脂混合，试制了透明隔热涂料，涂覆于白玻上，得到了隔热玻璃样品。利用紫外-可见-近红外光谱 (UV-VIS-NIR) 表征隔热特性。结果，空白玻璃近红外透过率 (Tir) 为 82%，隔热玻璃的近红外透过率仅为 11.7%，相比，降低了 70.3%。

上述实验结果表明合成的 $\text{Cs}_{0.32}\text{WO}_3$ 纳米棒状粉体，具有高的近红外吸收性能，在汽车玻璃以及建筑玻璃领域具有良好的应用前景。

仅发表论文

D05-PO01

汽车玻璃产品和技术综述

王新春

建筑材料工业技术情报研究所作者所在单位

我国是汽车产销大国，然而与发达国家相比，在产品性能、生产技术和服务方面均还存在不小差距。本文在综述国际先进汽车玻璃产品和技术的基础上，分析我国存在的主要差距，并提出赶超策略，为我国成为汽车玻璃强国服务。

D05-PO02

$\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$ 系玻璃着色的光谱吸收特性研究

孙诗兵¹，李金威¹，雷霞兰¹，李要辉²，左岩²，王晋珍²

1. 北京工业大学

2. 中国建筑材料科学研究总院

光加热技术具有定位性好、加热速度快、热惯性小的特点，当加热具有特征光谱吸收的玻璃体或玻璃粉末时可以产生“自发热”的特殊效果。本文研究了与光加热技术配合的可见-近红外光吸收玻璃。

本文以 $\text{Bi}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$ 系低温封接玻璃为研究对象，制备了可见-近红外光谱吸收玻璃，并对离子着色后玻璃粉的光谱吸收特性分析。

结果表明：单掺着色离子中， Co^{3+} 宽波长和高的可见-近红外光谱吸收效果，绝对吸收率最高可达 75% 以上。在混掺着色离子中， Co^{3+} 和 Cu^{2+} 混掺的可见-近红外光谱吸收效果较好， Cu^{2+} 可以增强 Co^{3+} 等金属离子的低吸收波长段，在 910nm 处将 61% 吸收率提升至 70% 左右。同时，本文研究了粉体粒径与光谱吸收性能的关系。

D05-PO03

Cu 掺杂 Sb_2Te_3 薄膜制备与热电性能研究

师道田^{1,2}，王国祥^{1,2}，李超^{1,2}，沈祥^{1,2}，聂秋华^{1,2}

1. 宁波大学红外材料与器件实验室

2. 浙江省光电探测材料及器件重点实验室

热电材料可以实现热能和电能间的直接转化，是一种无污染，工作寿命长，可靠性高的能源材料。尤其薄膜热电材料由于其维数的降低显著降低材料的热导率，大幅度提升材料的热电性能而越来越受到人们的关注。 Sb_2Te_3 基热电材料是室温附近性能优异的热电材料之一， Sb_2Te_3 基薄膜材料易于制备，而且热电性能相比块体材料有很大的提升。近年来很多研究组已经对 Sb_2Te_3 薄膜进行了研究。

本文利用磁控溅射法制备了铜掺杂的 Sb_2Te_3 薄膜，后在相同条件下对薄膜进行热处理。EDS 测试结

果表明其组分与原靶材基本保持一致,同时利用 XRD, Raman 和 SEM 研究了铜掺杂对薄膜微结构的影响。利用四探针法对薄膜的电导率和塞贝克系数进行了测量。

测试表明铜掺杂提高了薄膜电导率,过量铜掺杂使薄膜表现出金属性,塞贝克系数没有明显变化。研究表明了铜掺杂提高了薄膜热电性能,为高性能薄膜热电器件打下基础。

D05-PO04

FTO 玻璃的单层渐变过渡层制备及研究

符有杰¹, 胡铁石², 张振华¹, 赵会峰¹, 姜宏^{1,3}

1. 海南中航特玻科技有限公司¹, 海南中航特玻材料有限公司
2. 海南大学海南省特种玻璃重点实验室

氟掺杂二氧化锡 (FTO) 镀膜玻璃是一种常见的透明导电膜,具有较高透过率、低方块电阻、性能稳定等特性,其膜层结构一般由过渡层与功能层组成。其中,过渡层起着改善颜色、增加附着力,离子阻挡等作用,是 FTO 膜系中不可缺少的部分。目前市场上的 FTO 镀膜玻璃所采用的过渡层主要为 SiO₂ 层,由于成分单一,其离子阻挡作用较弱,同时膜层整体的透过率、附着力不甚理想,所以对高品质的 FTO 玻璃影响甚大。

通过在线 APCVD 镀膜手段制备了 FTO 玻璃的单层硅/锡混合过渡膜层,并研究其结构组成对可见光透过率、方块电阻、膜层结合力等相关性能的影响。结果表明:膜层表面呈多孔结构,孔径随着 MBTC 用量的增加先增后减,可有效改善 FTO 镀膜玻璃可见光透过率,并增强膜系层间附着力;通过 EDS 测试表明 Sn 含量由表面至基底玻璃逐渐减小同时 Si 含量逐渐增加,为良好的 SiO₂/SnO₂ 渐变结构膜层,可有效阻挡 FTO 功能层的 Sn⁴⁺离子扩散,并对膜层面电阻有一定的优化作用。

D05-PO05

全氧燃烧熔窑浮法玻璃的动态热机械测试

詹伟涛¹, 贺建雄², 姜宏³

1. 海南大学海南省特种玻璃重点实验室
2. 海南中航特玻科技有限公司
3. 特种玻璃国家重点实验室

动态热机械测试是使用动态热机械分析仪 (DMA) 测量样品在周期振动下随温度或频率变化的力学性能和粘弹性能的技术,主要进行形变与力之间的关系、应力与应变之间的关系的研究。在正弦交变应力作用下,应力和应变的关系可以写成如下: $G^* = G' + iG''$, G' 和 G'' 分别是储能模量和损耗模量;内耗或损耗因子定义为 $\tan \delta = G'' / G'$,给出了材料原子移动和结构演化的信息;由测量得到的温度结构弛豫谱,可进一步得到样品相应特征弛豫时间的温度谱;采用 Adam-Gibbs 的组态熵模型和组态熵损耗理论,对弛豫时间的温度曲线进行拟合,可获得结构弛豫的组态熵变化信息。

以全氧燃烧熔窑与普通熔窑生产的钠钙硅体系浮法玻璃为研究对象,采用动态热机械分析仪 (DMA) 测量玻璃样品的温度弛豫谱。研究表明:(1)在 540℃ 以上类似于金属玻璃的 α 弛豫现象,可能是由于玻璃内部微观结构发生改变所引起的;(2)由 Arrhenius 方程拟合出全氧燃烧浮法玻璃和空气助燃浮法玻璃的激活能为 5.82eV 和 7.50eV。由于全氧燃烧浮法玻璃的羟基含量更高,解聚的硅氧四面体也就越多,其结构相对于空气助燃浮法玻璃来说更加的不对称,全氧燃烧浮法玻璃的自由体积增加的程度会更高,更利于全氧燃烧浮法玻璃中阳离子的迁移,所需的激活能比空气助燃浮法玻璃的要低;(3)由组态熵模型拟合的全氧燃烧浮法玻璃的组态熵值比空气助燃浮法玻璃的要大,说明了全氧燃烧浮法玻璃的内部结构比空气助燃浮法玻璃的更加无序,各向同性表现更突出。

D05-PO06

陶瓷基空间反射镜釉面材料的制备及研究

王琦^{1,2}, 张振华^{1,2}, 赵会峰^{1,2}, 姜宏^{1,2,3}

1. 海南中航特玻科技有限公司
2. 特种玻璃国家重点实验室
3. 海南大学海南省特种玻璃重点实验室

空间反射镜是天文光学仪器中的核心部件,反射镜镜坯材料应具有均匀的微观结构、高强度、较低膨胀系数及高导热率,同时镜坯表面一般都需要镀上反射膜,镜坯材料需易与反射膜结合且能满足镀膜工艺条件。本研究采用氧化铝含量 $\geq 99\%$ 的氧化铝陶瓷作为镜坯材料,其成本低、耐高温、抗腐蚀性好、化学稳定性优良,但是由于硬度大,进行抛光加工较困难,加上氧化铝本身缺陷较多,抛光后的表面存在较多孔洞,给镀膜带来了很大的困难。为了克服氧化铝陶瓷表面的缺陷,通过研究玻璃/陶瓷膨胀系数匹配性,调整玻璃配方,最终研制出可热熔于陶瓷表面的釉料玻璃,其膨胀系数约为 $6.7 \times 10^{-6}/K$,略低于陶瓷。通过实验探究玻璃层与陶瓷的施釉工艺,得到可加工性能良好的玻璃/陶瓷复合镜坯。玻璃釉面结构均匀致密且易于抛光,抛光并采用磁控溅射镀铝后的反射率明显优于抛光陶瓷镀铝的反射率。

D05-PO07

新型多孔增透减反玻璃的制备与研究

潘国治^{1,2}, 贺建雄^{1,2}, 崔永红^{1,2}, 熊春荣^{2,3}, 姜宏^{1,2,3}

1. 海南中航特玻科技有限公司
2. 特种玻璃国家重点实验室
3. 海南大学海南省特种玻璃重点实验室

以实验室 5L 小型高压反应釜,以超临界反应制备热力学稳定的反胶束微乳液;采用无氟浸入法化学蚀刻工艺技术,对 $12 \times 20\text{cm}$ 的普通浮法钠钙硅玻璃基片进行浸泡处理,反胶束微乳液对玻璃表面 CaO、MgO 等活性组分的选择性侵蚀交换,玻璃表面形成了较为规则的纳米多孔状形貌。光线在孔附近的平整表面及内部凹陷的路径是不同的,伴随着不同方向入射光的镜面反射、散射、折射以及相消干涉,从而实现减反增透效果。通过紫外-可见分光光度计、硬度计、SEM 等检测仪器,研究不同微乳液浓度、温度以及侵蚀时间等因素对玻璃性能的影响。实验结果表明:通过调节微乳液浓度、适当延长蚀刻时间以及提高温度等手段,使玻璃的透光率由 90.7% 提高到 97% 以上,表面孔间隙为 30~50nm 之间。

该玻璃因其能减少光线反射、增加可见光透过率,具有防眩和高透过率的特点,可用于太阳能电池组件并有效提高其光电转换效率、电子产品显示器优化清晰度、玻璃幕墙增加室内明亮度等等。相比传统镀膜玻璃,增透减反玻璃不仅克服了镀膜玻璃膜层耐磨性能差、寿命短、膜间容易出现离子渗透等缺点,而且操作过程简单、成本低、无氟蚀刻、环境友好;超出丹麦 Sunarc 公司利用化学蚀刻法生产的增透玻璃(对太阳光的平均透过率 96%),达到目前国际领先水平,因此对于它的研究具有重要意义。

D05-PO08

国内外面源红外诱饵技术发展分析

贾菲, 徐铭, 鲍红权, 张帆, 崔凯

中国建筑材料科学研究总院

随着红外成像技术、光谱识别技术和新型目标识别技术等的发展及应用,红外制导系统对诱饵的识别能力逐渐增强,传统点源红外诱饵的作战效能大大降低。面源红外诱饵是对抗具有红外成像功能以及光谱识别能力的红外制导武器的重要手段。本文简要分析了面源红外诱饵的干扰机理和技术指标要求,介绍了国内外面源红外诱饵的研究进展和装备现状,并对面源红外诱饵技术的发展趋势进行了展望。

D05-PO09

低膨胀填料对超低温焊料玻璃性能的影响

殷先印

中国建筑材料科学研究总院

低膨胀填料是改善低温焊料玻璃性能和调节玻璃膨胀系数的重要组成部分。本文研究了不同粒度分布的低膨胀填料对超低温焊料玻璃的转变温度、软化温度、膨胀系数和析晶能力的影响。结果表明：随低膨胀填料粉体中位粒径 D50 的减小，玻璃的转变温度和软化温度逐渐升高、膨胀系数逐渐增大，析晶能力增强。

D05-PO10

Er 掺杂氟磷酸盐玻璃的制备和上转换发光性能的研究

韩勛¹，刘佳铭²，张峰²，朱永昌¹

1. 中国建筑材料科学研究总院
2. 北京航空航天大学

近些年低声子能量的玻璃材料在光学领域应用得到了较为广泛的关注和研究，硫系玻璃和氟化物玻璃作为低声子能量材料已经有较为成熟的制备工艺，但受制于复杂的工艺和制备条件，高昂的价格限制了其广泛应用。本文目的是采用简单的工艺方法制备光学性能良好的低声子能量玻璃。

本文利用氧化物玻璃中具有较低声子能量的磷酸盐玻璃与氟化物相结合，通过熔体淬冷在空气气氛中得到了低声子能量的氟磷酸盐玻璃。并在玻璃中掺杂了不同浓度的 Er 和 Yb 离子，进行了吸收光谱和发射光谱测试，并计算出了相关的光学性能和参数。

利用 J-O 理论对材料的振子强度参数进行了计算，表现出了较高的光谱品质因数，中间态能级有较长的荧光寿命和自发辐射几率。掺杂的氟磷酸盐玻璃在 980nm 激光的激发下，表现出了非常优秀的上转换发光能力，在绿光和红光区有明显的发光峰，结合稀土离子能级的能量传递，通过速率方程可以解释该体系中上转换发光指数介于 1 和 2 的现象。

稀土掺杂的氟磷酸盐玻璃可在空气中通过熔体淬冷的方法制备，有较好的上转换发光能力，但机械性能有待进一步提高。

D05-PO11

光纤复合丝扭度对光纤面板剪切畸变的影响

廉姣，贾金升，刘辉，孙勇，薄铁柱，蔡华，李庆

中国建筑材料科学研究总院

剪切畸变是光纤面板的一种传像畸变，光纤面板存在剪切畸变会导致传像失真、瞄准偏离目标等。光纤复合丝的扭度是剪切畸变的重要影响因素，通过理论计算与实验验证，探讨光纤复合丝扭度对光纤面板剪切畸变的影响。

通过光纤复合丝扭度与光纤面板剪切畸变关系的理论计算，得出复合丝旋转角度、丝径测量值、椭圆度变化差值、剪切畸变数值之间的理论对应关系。制板实验中结合熔压前后复合收缩的比例及孔隙处单元丝的位移对理论计算进行了验证。

理论计算表明，扭度与剪切畸变的近似关系为线性关系。实验中因剪切畸变同时受到复丝丝径偏差、熔压模具精度等的影响，扭度约 60 μm 以下时，剪切畸变与扭度没有明显的线性关系，扭度约 60 μm 以上时，剪切畸变随扭度的增加而增大，且发生剪切畸变的位置增多。

光纤复合丝在控制中受到垂直于轴向的扭力发生扭转，因扭转的复合丝在排列中难以实现完全密堆，在三根复合丝的顶角处存在三角状的孔隙，熔压过程中复合丝由于互相啮合不能发生相互错动，孔隙周围的单元丝经过位移变形将孔隙填充，从而形成剪切畸变。熔压过程能够降低孔隙的大小进而减小剪切畸变，但不能将剪切畸变完全消除。

D05-PO12

光纤倒像器分辨率消失的特征及其形成机理

张磊, 贾金升, 冯跃冲, 孙勇, 汤晓峰, 张弦, 黄康胜
中国建筑材料科学研究总院

分辨率消失是光学纤维倒像器扭转成型过程中常见的质量问题, 由于分辨率消失, 极大的影响了光纤倒像器的质量和合格率。研究了光纤倒像器分辨率消失的特征及其形成机理, 发现光纤倒像器分辨率消失与光纤板毛坯在扭转成型过程中的表面温度场有关, 根据光纤倒像器扭转成型过程中的表面温度场的测试, 分析了光纤倒像器扭转成型过程中分辨率消失的原因及影响因素, 为优化光纤倒像器扭转成型工艺和解决光纤倒像器分辨率消失问题提供了理论依据。

D05-PO13

温度对微通道板电阻规律影响的探究

许阳蕾, 张敬, 徐滔, 王彩丽, 刘畅, 刘辉
中国建筑材料科学研究总院

在最新的探测器技术中, 高温稳定性微通道板 (Microchannel plate, MCP) 备受关注。这篇文章中, 我们研究微通道板的热稳定性, 讨论电阻与温度及电压的关系。微通道板的电阻随着电压的升高而降低, 此现象归结为此微通道板材料为负温度系数这一特征。玻璃微通道板的负温度系数最终导致微通道板产生热不稳定性。这是因为微通道板随着温度的升高会产生大量的焦耳热。消散微通道板焦耳热的唯一方法是通过辐射损耗, 即通过接触电极传导热。但当焦耳热到达某一数值时, 就不能确保微通道板稳定运行。因此, 微通道板温度系数可以决定微通道板的应用范围, 即仅能在某一特定电压下应用。微通道板的热稳定性对其在光电探测器中的应用至关重要, 通过对微通道板导电层的研究实现微通道板具有优越的热稳定性成为我们今后的研制高温度稳定性微通道板的重点研究对象。

D05-PO14

Effect of argon filling ratio on heat transfer coefficient of Double-glazing glass

Junjie Li, Yingliang Tian, Shibing Sun, Jinwei Li, Lu Zhang, Keyu Chen
Beijing University of Technology

In this work the effect of argon filling ratio and gas layer thickness on the heat transfer coefficient of double-glazing glass with coating and without coating was studied. The heat transfer coefficient of double-glazing glass was measured by heat flow meter method (based on standards ISO 10291, ISO 10292, ISO 8301 and DIN EN 12939), and the influence of various factors on heat transfer coefficient was analyzed and summarized, during this process the testings of argon filling ratio and emissivity of coated glass surface were involved. The results show that within the thickness of gas layer in the range of 9-18 mm, the higher the gas layer thickness, the higher the filling rate of argon gas, the better the thermal insulation performance achieved. Under the same gas filling ratio, the heat transfer coefficient of coated double-glazing glass (emissivity is 0.13) was much lower than that of non-coated double-glazing glass, which can effectively meet the requirement of building energy efficiency in China.

D05-PO15

Ho³⁺/Tm³⁺共掺铋镨镱氟玻璃光纤的制备及其 2.0 μm 激光性能

金丹旸, 周德春
长春理工大学 材料科学与工程学院

本文旨在设计制备 Ho³⁺/Tm³⁺共掺的铋锗镓氟玻璃光纤，并研究其 2.0 μm 的激光性能。采用棒管组合拉丝方法制备了纤芯直径为 25 μm、内包层直径为 400 μm 的可应用于 2.0 μm 红外激光的 Ho³⁺/Tm³⁺共掺 30Bi₂O₃-36GeO₂-15Ga₂O₃-10BaF₂-9Na₂O 铋锗镓氟玻璃光纤。

从 Ho³⁺/Tm³⁺共掺体系的吸收光谱特性出发，在中心波长 808nm 抽运光激励下，测量得到了 Ho³⁺/Tm³⁺离子不同掺杂浓度下纤芯玻璃的荧光特性。研究结果显示，Ho³⁺离子的 2.0 μm 发光受 Ho³⁺/Tm³⁺离子的掺杂浓度比例影响较大，当 Ho³⁺离子为 0.5mol%，且 Ho³⁺/Tm³⁺离子的浓度比达到 0.5mol%:1.0mol%时，在 2.0 μm 处的荧光强度最大，其发射截面最大可达 10.67×10⁻²¹ cm²。实验中以掺铒光纤激光器作为泵浦源，泵浦功率为 2.53W，在长度为 0.5m 的 Tm³⁺/Ho³⁺共掺铋锗镓氟玻璃光纤内，获得了最大激光输出功率为 0.986w、波长为 2030nm 的连续激光输出，斜率效率 39.3%。

将控制的 Tm³⁺/Ho³⁺共掺铋锗镓氟玻璃光纤与属性类似的激光光纤对比分析发现，高浓度的 Tm³⁺与 Ho³⁺共掺铋锗镓氟玻璃光纤可以获得较高的激光输出功率和斜率效率，具有优异的激光特性，是一种用于研制 2.0 μm 激光器较为理想的中红外激光材料。

D05-PO16

光学窗口的电磁屏蔽方法

金扬利，王琪，陈玮，邱阳，伏开虎

中国建筑材料科学研究总院

随着现代武器系统对电磁屏蔽需求的提高，对光学窗口也提出了电磁屏蔽要求。本文概述了光学窗口的电磁屏蔽原理、分类和研究现状。详细介绍了目前用于光学窗口的几种电磁屏蔽技术和制作方法，并指出几种光学窗口电磁屏蔽方法的优缺点和存在的问题。最后，针对武器系统对未来光学窗口的发展需求，简要探讨了光学窗口电磁屏蔽的研究方向和发展趋势。

D05-PO17

抛光石英玻璃亚表面缺陷研究

杜秀蓉¹，王慧¹，张晓强¹，孙元成¹，宋学富¹，隋镁深²

1. 中国建筑材料科学研究总院
2. 中建材衢州金格兰石英有限公司

针对抛光石英玻璃表面经 HF 酸溶液刻蚀后，表面出现麻点、长短划伤、条纹等缺陷；本文对出现的各种亚表面缺陷进行了分类，并研究了各种缺陷受 HF 酸溶液刻蚀后形态变化；并结合石英玻璃制备和加工过程对各类亚表面缺陷的成因进行了分析。发现抛光石英玻璃亚表面缺陷主要来源于材料本征缺陷和加工损伤两个方面，并且亚表面缺陷的存在会造成刻蚀后玻璃表面粗糙度增大，刻蚀速率不稳定等现象。

D05-PO18

卤素对石英玻璃的影响

贾亚男，王玉芬，向在奎，聂兰舰，王蕾，张辰阳

中国建筑材料科学研究总院

针对抛光石英玻璃表面经 HF 酸溶液刻蚀后，表面出现麻点、长短划伤、条纹等缺陷；本文对出现的各种亚表面缺陷进行了分类，并研究了各种缺陷受 HF 酸溶液刻蚀后形态变化；并结合石英玻璃制备和加工过程对各类亚表面缺陷的成因进行了分析。发现抛光石英玻璃亚表面缺陷主要来源于材料本征缺陷和加工损伤两个方面，并且亚表面缺陷的存在会造成刻蚀后玻璃表面粗糙度增大，刻蚀速率不稳定等现象。