

滤光片封边技术的研究

王 宝 书

在近代很多光学仪器中，滤光片是不可缺少的光学元件。各种光学仪器所用滤光片的波段、类型很多，使用环境也很复杂。目前所用的很多镀膜材料化学稳定性都很差。过去用光学胶把二片或三片光学件胶合成一体后，即成为实际应用的滤光片，实践表明，这样制作的滤光片在使用过程中湿气和各种有害气体就逐渐从胶合的缝隙中侵入光学膜层，遇到湿气和各种有害气体很快就腐蚀，被破坏的光学膜层光谱性能急剧下降，一般已根本无法使用。

为使光学膜层不腐蚀，保持光学性能的稳定，使光学仪器能长期在恶劣环境中使用，我们用隔绝大气的办法，把二片或三片间胶合或未胶合的缝隙及整个侧面用封边胶把它密封起来，此技术我们称封边技术。国外从六十年代起各种光学仪器中的滤光片就采用封边技术。如德、美、日等国家，早已有专利。国内对这方面工作，近几年来也引起注意，但还没有很好解决。

因为任务的需要，我们已开始滤光片封边技术的研究，下面简单介绍一下有关这方面的工作。

一、封边胶的选择

光学滤光片封边胶没有严格的光学性能要求，主要是必须具有很好的附着性和密封性。同时要具有抗湿性，又不易与玻璃和各种光学膜层起反应，能经受普通的高低温和有一定的机械强度而又不易老化。

经试验我们选用730胶，用三乙醇胺做固化剂，以环氧树脂为添加剂。730胶是长春市防锈材料厂生产，价格较便宜。外观呈淡黄色，微味，粘稠状液体。由于730胶本身的流展性，单独加上固化剂，直接涂于滤光片边缘是不能满足要求的。为克服它的流展性及提高某些性能的要求。我们在胶内加入适量的各种化学性能稳定的添料。经过多次试验确定封边胶的成分如下，见表1。

表1 胶的成分

材 料 名 称	用 量 (克)
730胶	10克
环氧树脂	2克
三乙醇胺	适量(数滴)
白炭黑	0.5克
炭 黑	0.5克
借 丹	0.2克
三氧化二铁	0.1克

二、工艺过程

(一) 胶的配制

按上述方法，用感量 0.2 克的天平先称 730 胶，再依次称白炭黑、炭黑、铅丹和三氧化二铁添料，称好放入玻璃皿内，在红外灯下约 50~70℃ 温度下搅拌混均后，加固化剂适量，继续搅拌后再加环氧树脂，经过充分搅混均匀方可用。配胶的整个过程在红外灯下进行，一定将胶中的添料颗粒及气泡消除后再用，否则制成的膜无法保证密封性。

一般最好是现用胶现配制。但是为方便起见，一次多称些 730 胶按比例将添料加入混匀，配好放置室内密封皿内三至五周内不会变质，待用时再加固化剂和环氧树脂混匀立刻使用，并不影响膜层性能。

另外所用固化剂——三乙醇胺的多少，决定固化速度和机械性能。固化剂多，固化速度快，形成的膜层机械性能差；固化剂少，固化速度太慢，长时间不能固化。所以固化剂一定要适量，固化时间一般以不超过二十四小时为宜，这样制成的膜层附着性强，机械性能好。

(二) 封边件表面处理

封边元件的表面处理，是整个工艺过程非常重要的一个环节。封边时，必须除掉加工时其侧面所受不同程度的污染，如油脂、水及抛光粉等附着物，这些东西不除掉，就会直接影响附着性能。我们用无水乙醇和无水乙醚混合液浸湿的脱脂纱布仔细擦拭侧面。另外也可用细砂纸把滤光片侧面边缘的某些附着物擦去并打毛。由于表面变得清洁和粗糙，因而明显地提高了封边胶层的附着能力。

(三) 制作工艺

此工艺过程分两个步骤：首先将加入较多的白炭黑和少量铅丹添料及适量固化剂的非常粘稠的 730 胶液，直接涂于滤光片胶合和未胶合的缝隙间，以防止胶液沿两块玻璃的间隙侵入，不然将减少滤光片的通光孔径。此间隙被粘稠的胶填平密封之后，在室温下放置在试片架上，二十四小时后封边胶完全固化了。然后将多余的胶用刀片刮去，使胶刚好填充两片玻璃间的缝隙之中，并与两片玻璃的侧面一样平。最后再用表 1 中配方，添料稍少较稀的胶，将滤光片整个侧面全密封起来，(此胶本身有平展性) 放置在试片架上，二十四小时之后即可固化好，此时用手指压在封边胶层上不留指痕为标志，固化后的胶膜厚度约 0.1~0.2 毫米，很光滑。

三、环境试验及结果

(一) 湿热试验

设备为国营南光机器厂产 TBK—2 型湿热箱。具体的交变温度及湿度见表 2，本湿热试验每二十四小时循环一次。

实验的样品有不同波段的渐变滤光片和带通滤光片等，试验结果见表 3。

由表 3 可看出所有渐变, 带通各种滤光片用 730 胶封边后, 经 6—14 天湿热加速试验光学膜层完好如初, 见图 6。透过率及波段基本不变或稍许下降见光谱曲线图 1—3。而未经封边的滤光片经 1—2 天湿热试验后滤光片的光学膜层起皱纹, 腐蚀严重见图 7、8 和 9。图 7 表明该光学膜多处产生了棉絮状的花斑, 腐蚀很严重, 膜层的颜色也改变了。图 8 的膜层已

表 2 湿热实验条件

升降温情况	温度范围	相对湿度 (%)	控制时间 (小时)
升 温	30—40℃	85有露	2
升 温	40—45℃	85有露	2
高温高湿	45—45℃	95±3 露消失	8
降 温	45—40℃	85有露	2
降 温	40—30℃	85有露	4
低温高湿	30—30℃	95±3 露消失	6

表 3 湿热加速试验结果

试片名称	波 段	光 学 膜 材 料	湿热时间	封边膜表面	光 学 膜 表 面	透 过 率
渐变滤光片	1.1—1.5微米	GaAs·Sb ₂ S ₃ ·SrF ₂	5天	无变化	无 变 化	无 变 化
带通滤光片	0.4—0.5微米	ZnS·MgF ₂	14天	无变化	无 变 化	无 变 化
带通滤光片	0.5—0.6微米	ZnS·Na ₃ AlF ₆ ·Ag	6天	无变化	无 变 化	下降 2.5%
带通滤光片	0.5—0.6微米	ZnS·Na ₃ AlF ₆	6天	无变化	无 变 化	左移 0.5%
带通滤光片	0.6—0.7微米	ZnS·MgF ₂	7天	无变化	无 变 化	无 变 化
带通滤光片	0.5—0.6微米	ZnS·Na ₃ AlF ₆ ·Ag	1天	未封边	膜变色腐蚀花斑严重	下降 17%
带通滤光片	0.5—0.6微米	ZnS·Na ₃ AlF ₆	1天	未封边	腐蚀花斑多	下降 10%
带通滤光片	0.6—0.7微米	ZnS·MgF ₂	1天	未封边	边缘腐蚀似皱纹状	下降 10%
带通滤光片	0.6—0.7微米	ZnS·MgF ₂	2天	未封边	膜层全腐蚀呈皱纹状	下降 35%

完全起褶, 此时膜层的颜色也有些变化, 图 9 表明该样品从边缘开始向中心腐蚀, 整个膜层的颜色变化很大。透过率光谱曲线见图 4—5, 完全不能使用。

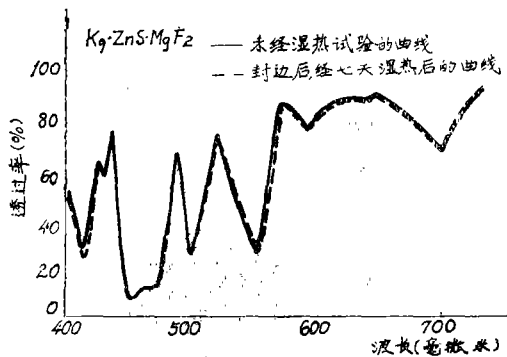


图 1 封边经湿热试验对 ZnS·MgF₂ 膜滤光片的影响

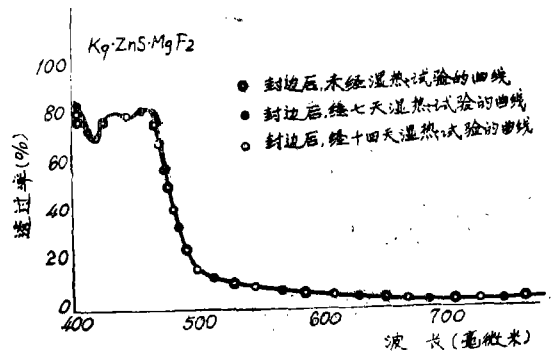


图 2 封边经湿热试验对 ZnS·MgF₂ 膜滤光片的影响

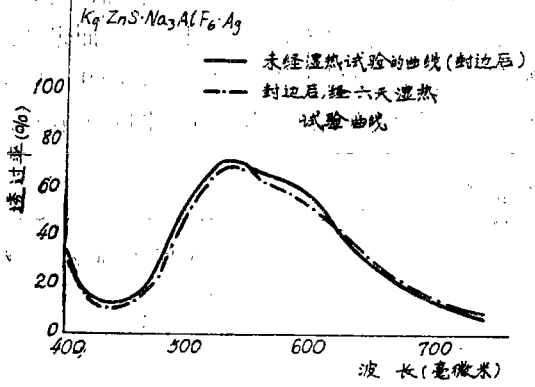


图3 封边经湿热试验对 $ZnS \cdot Na_3AlF_6 \cdot Ag$ 膜滤光片的影响

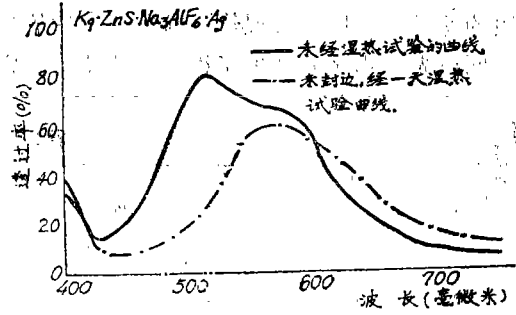


图4 未封边经湿热试验对 $ZnS \cdot Na_3AlF_6 \cdot Ag$ 膜滤光片的影响

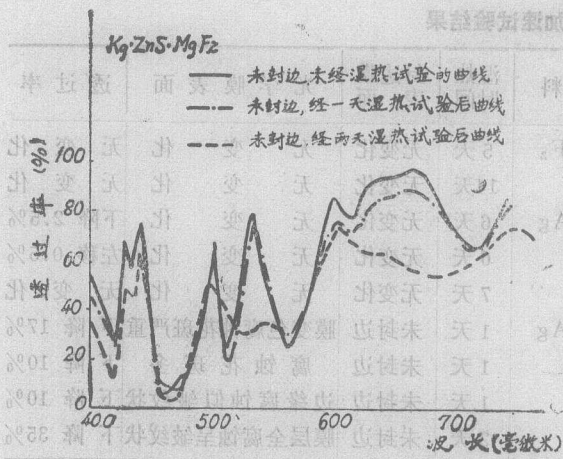


图5 未封边经湿热试验对 $ZnS \cdot MgF_2$ 膜滤光片的影响

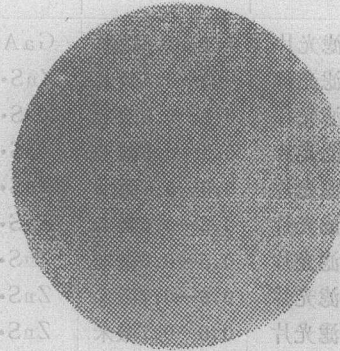


图6 封边的 $ZnS \cdot Na_3AlF_6 \cdot Ag$ 膜滤光片经六天湿热试验的照片

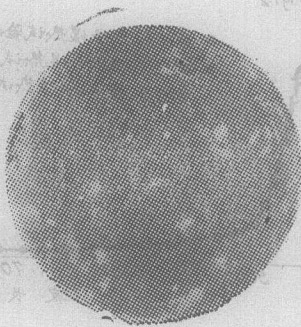


图7 未封边的 $ZnS \cdot Na_3AlF_6$ 膜滤光片经一天湿热试验的照片



图8 未封边的 $ZnS \cdot MgF_2$ 膜滤光片经两天湿热试验的照片

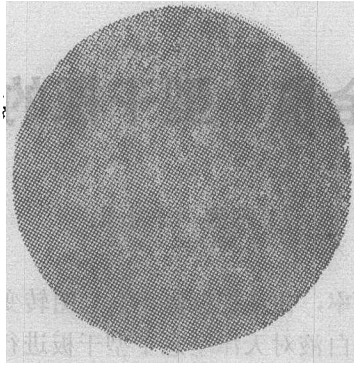


图9 未封边的 $ZnS \cdot Na_3AlF_6 \cdot Ag$ 膜滤光片经一天湿热试验的照片

(二) 室温水浸试验

将镀 $ZnS \cdot Na_3AlF_6 \cdot Ag$ 的滤光片，放入水中数分钟后，光学膜就卷曲，破裂；经三小时水浸，光学膜层就全都脱落了。而同样的滤光片经封边处理后，再放入室温水，经四十八小时光学膜仍无变化，由此可见封边胶膜本身具有相当的不渗水性，它确实起到隔绝大气（包括湿气及各种有害气体等）的作用，从而保护了光学膜层不被腐蚀。

(三) 室温试验

设备为国营上海制冷设备厂的 D—6 型产品。

将镀 $ZnS \cdot Na_3AlF_6 \cdot Ag$ 的滤光片和镀 $ZnS \cdot MgF_2$ 的滤光片放入低温箱中，在 $-40^\circ C$ 恒温六小时，然后取出试片，封边胶膜没有任何变化，完好如初。光学膜层也没有变化。

另外在湿热加速试验，水浸及低温试验中，我们很注意封边胶层本身的变化，经二十天的湿热和三天的水浸实验未发现封边胶层有任何龟裂、老化、起层等现象。可见此种封边胶层本身具有优良的抗腐蚀性，其他性能也都很稳定。