

光学窗口和激光腔片的低熔点 玻璃封接技术

范品忠 林英仪 俞瑶金 于志捷 庄欣

(中国科学院上海光机所)

A technique for glass sealing of optical windows and laser cavity mirrors

Fan Pingzhong Ling Yingyi Yu Yaojin Yu Zhijie Zhuang Xin

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Academia Sinica)

The requirements of sealing for optical windows and laser cavity mirrors are briefly discussed in this paper and several sealing techniques in existence are compared. A technique of direct glass sealing for optical windows and laser mirrors is described and some sealing characteristics are presented.

一、引言

气体激光器一般都要求将光学窗口或激光腔片与激光管口气密地封接在一起。随着气体激光的发展,光学窗口或激光腔片材料的品种越来越多,封接气密性的要求也越来越高,出现了不少新的封接技术和工艺。

概括起来,理想的窗口或腔片的封接技术和工艺要满足一定的要求。

比较常用的传统封接方法是光胶和采用环氧树脂之类有机粘结剂的胶封。前者是比较理想的封接方法,但加工工艺复杂,精度要求高;后者的工艺过程虽然简单,但也存在一些相当严重的缺点:首先环氧树脂本身不是一种电真空材料,不能进行严格的真空处理,因此膜板附近烘烤温度不能太高,除气很难彻底;其次,环氧树脂这类有机粘结剂存在老化问题,时间长了会老化,变脆,龟裂,造成慢

性漏气;另外,即使其组分严格配方,在存放或使用期间仍会放出有害杂质,污染激光器的工作气体;最后环氧胶封不能承受较恶劣的工作环境,尤其是潮湿环境,其气密性能变坏,封接很快失效,因此影响激光管的寿命^[1]。

二、新的封接技术

为了在激光管的制造过程中革除环氧树脂之类的有机粘结剂,近年来逐步发展了不少新的封接技术:静电封接^[2~5]、钢封^[6,7,8]和低熔点玻璃封接技术^[1]等。这些封接的原理、要求及性能比较等列于表1。

上述几种封接各有优缺点。从研制生产气体激光管的角度看来,如能用低熔点玻璃封接技术实现完全玻璃的器件是比较理想的,是器件发展方向。近年来各国生产气体

·收稿日期:1979年3月17日。

表1 各种封接比较

封接名称	封接原理	材料匹配要求	封接温度	封接表面要求	封接表面金属化	封接气氛	能承受的烘烤温度	参考文献
静电封接	在夹有介质的电容器上加以静电场,产生的静电吸引力连同升高的温度促使封接形成	要求被封材料的热膨胀系数匹配 金属~介质 介质~介质 若金属是薄膜,匹配要求可以降低	封接温度一般比玻璃的软化温度低200~400°C,封接电压为200~2000伏 石英~石英850°C,1000~1500伏;硬质玻璃~可伐500°C,几百伏	表面光洁度为1~2μ,界面上能产生干涉条纹	对介质-介质封接,其中一介质要淀积一层2微米的硅层	空气,还原气体或惰性气体	约300°C	[2] [3] [4] [5]
钢封	借助钢和金属化层的浸润作用、合金作用和毛细作用	不要求匹配	250°C	表面光洁度要求不高	要有金涂层,用金漆烧上硬质玻璃:560°C 石英:750°C	真空好于10 ⁻⁵ 托	低于157°C	[7]
新钢封	借助钢与玻璃或金属的浸润作用	不要求匹配	250°C	表面光洁度要求不高	表面无需金属化	空气中	低于157°C	[8]
低熔点玻璃封接	通电加热表面复盖厚为100~300微米的玻璃焊料的可伐金属电阻环,使表面温度瞬时上升至800~900°C而达到气密封接	要求匹配	瞬时温度达800~900°C	封接表面要求不高	不需要	空气中	约400°C	[1]
本工作	借助低熔点玻璃薄层将被封件封接在一起	被封件与低熔点玻璃焊料的膨胀系数匹配要求不严,而两被封件的膨胀系数要求相近	400~500°C	封接表面要求不高	不需要	空气中	400°C	

激光管的厂家都致力于低熔点玻璃封接技术的研究,并陆续取得了成效。如日本的东芝公司^[1]和NEP公司,西德的西门子公司及美国的光谱物理公司和休斯公司等都先后宣称研制成功低熔点玻璃封接的氦-氖激光管。但有关封接工艺技术很少公开报导。这些厂家研制的低熔点玻璃封接技术有一个共同点,即要求封接件和低熔点玻璃料的热膨胀系数相互匹配。一般激光管的管体材料多采用硬

质玻璃,其热膨胀系数在 $40 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 上下,与腔片光学玻璃的热膨胀系数(一般约为 $80 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$)相差甚大。作为焊料的低熔点玻璃,其热膨胀系数散布在 $40 \sim \text{几百} \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ 之间,但一般膨胀系数小的其熔化温度高;膨胀系数大的其熔化温度低。因此既要膨胀系数小,使之与管口材料匹配,又要封接温度低,不致损坏介质膜层,是比较难以实现的。因此,上述封接大多采用金属材料过渡。

三、直接的低熔点玻璃封接技术

如果封接层很薄，可以放宽膨胀系数匹配要求。从这点出发，我们用上海玻璃器皿二厂生产的七号焊料玻璃（熔点在 500°C 左右，膨胀系数约为 $80 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ ）在11#玻璃管料（膨胀系数约为 $40 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ ）和 K_4 光学腔片（膨胀系数为 $49 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ ）之间实现了气密性封接。封接温度在 $400 \sim 500^{\circ}\text{C}$ 之间，封接件直径约为18毫米。整个封接工艺过程如下：

封接件分两部分，一部分是经过光学冷加工研磨的窗口或介质膜板，另一部分是激光管管口。前者在封接前无需进一步准备；后者除按要求磨制成合适的形状外，还要求管口端面平整无缺损或凹坑，最后要用细金刚砂研磨、倒角。

七号玻璃焊料呈白色粉状，已经过200目筛子筛过。

将七号焊料玻璃在玛瑙研钵中用蒸馏水或酒精充分调匀，呈糊状，要注意稀稠适当，不宜太稠，也不宜太稀。然后用研棒沾一滴糊状玻璃料，涂布在待封管口端面上，在整个封接面上力求均匀，无气泡，粉层薄厚适中，待其阴干后备用。

将待封窗口或膜板放置在管口端面上，在两者之间加以适当的均匀压力，然后用电炉使其慢慢升温。待温度达到 $400 \sim 500^{\circ}\text{C}$ 以后，保温约十分钟，然后让其缓慢降至室温。降温过程也是退火过程，其速度应该更慢些，保证封接件不致由于退火太快而炸裂。整个封接过程需时约2小时。

我们采用七号焊料玻璃成功地在软玻璃管口与 K_8 或 K_9 光学玻璃窗片之间，在可伐玻璃、钼玻璃、95#玻璃及11#玻璃料管口与 K_4 光学玻璃窗片之间实现了气密性封接。封接样品如图1所示。

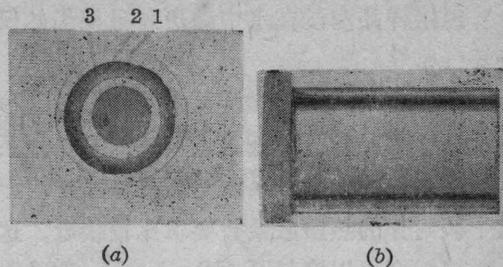


图1 封接样品

(a) 封接样品正视图 1—基片；2—封接区；3—膜层 (b) 封接样品侧视图

四、直接的低熔点玻璃封接样品的性能

我们的工作主要集中在11#玻璃管料与 K_4 光学玻璃腔板之间的封接上。对于用七号玻璃焊料实现的11#与 K_4 的封接样品做了漏气速率和机械强度的测量及热冲击和湿度试验。

漏气速率用成都仪器厂生产的ZLS-23型氦质谱检漏仪检测（测量时使用了液氮，最小可漏率约为 1×10^{-10} 托·升/秒）。如果样品的封接面平整无缺陷，玻璃粉料涂布均匀，封接温度在 450°C 以上，基本上检查不出有漏气情况，样品的漏气速率小于 1×10^{-10} 托·升/秒；可以保证每个样品得到气密性封接*；如果封接温度较低（ 430°C 以下），则有可能存在漏率在 $\sim 10^{-9}$ 托·升/秒左右的漏孔。但若将这些有微小漏孔的样品在 450°C 的温度下重新封接，仍能达到气密封接。

封接样品的机械强度良好，用手掰不下来，只能在冲击力的作用下或在高温下（约 500°C ）才能使封接件分离。初步测得的机械强度不小于20公斤/厘米²。

封接样品能经受 $100^{\circ}\text{C} \longleftrightarrow 10^{\circ}\text{C}$ 的热冲击试验。将样品放在水中煮沸，然后取出马上置于 10°C 的冷水中，往复经过三次这样的冲击，封接样品仍然不炸裂，保持其气密性。

* 1×10^{-10} 托·升/秒主要受到仪器的最小可测漏率的限制。

封接样品泡浸在水中经历一星期仍然保持其气密性。

概括起来,这一封接技术的特点是:(1)由于采用薄层封接,低熔点玻璃的热膨胀系数与被封件的热膨胀系数无需严格匹配,而两个被封件的热膨胀系数要求比较接近,这样封接温度可以降低至 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$,这是热蒸涂 ZnS 、 MgF_2 膜层所能承受的上限。(2)封接时间短,完成一个封接件需2小时左右,而封接件处在高温的时间需10分钟左右。(3)封接工艺简单,方便,可靠,可以沿用传统的环氧胶封的工艺设备。

这一封接技术已用于封接氦-氟激光管的腔片,1978年11月制成的氦-氟激光管性能良好,寿命试验仍在进行中。此技术也可以

用于其他激光器腔片的有关封接中。

参 考 文 献

- [1] T. Shimada *et al.*; *Toshiba Rev.*, No. 105, 40~43 (1976).
- [2] B. Smith; *IEEE J. Quant. Electr.*, **QE-9**, No. 5, 546~548 (1973).
- [3] B. Smith; *IEEE Conf. Record of 1970 Conf. on Electron Device Technique*, 1970, 157~160.
- [4] G. Wallis, D. I. Pomerantz; *J. Appl. Phys.*, **40**, No. 10, 3946~3949 (1969).
- [5] G. Wallis, D. I. Pomerantz, *IEEE Conf. Record of 1968 ninth Conf. on Tube Technique*, p. 85.
- [6] “国外氦-氟激光器件技术进展”,中国科学技术情报研究所,1973. 11.
- [7] U. Hochuli, P. H. Haldemann; *Rev. Sci. Instr.*, **43**, No. 8, 1088~1089 (1973).
- [8] 范品忠等,《激光》,1979,6, No.3, 40

He-Ne 激光使疣和鸡眼自行脱落

寻常疣和鸡眼是门诊常见病。前者为病毒引起,常发生于手指、手背、足缘等处。发生在手指甲缘,可在甲下蔓延,易致裂口、疼痛及感染,给患者带来细小动作上的不便,采用修拔术治疗困难,其他方法且难以凑效,也会给患者带来痛苦;后者为物理性刺激所引起,多生于手脚,为嵌入皮内的角质栓,尖端伸入皮内呈楔状,底面露于皮外呈鸡眼状,因用力时压迫乳头层的知觉神经,疼痛剧烈,走路艰难,手术切除易发。

我们采用2毫瓦He-Ne激光治疗手指甲下疣2例,脚手鸡眼3例,治疗次数最少者4次,最多者

18次,均在2~6周内自行脱落,不留斑痕。因操作简单,患者无任何痛苦,是目前较优越的疗法。治疗时将病灶处角化组织用刀片尽量刨薄,以无痛无出血为度,以利光的吸收。每日照射一次,每次15分钟,14次左右时停止治疗,一般可愈。激光治疗物理性及病毒性皮肤病的作用机理,可能是伴随激光一定强度的电磁场和光本身的作用,破坏了病灶生存所需的电磁平衡,调整机体局部机能失调状况,给病灶组织以有力的排斥而最终治愈。

(山东太安地区人民医院 明德玉)