

doi:10.3788/gzxb20134205.0548

酸溶法细径柔性传像光纤的制备及其表征

周德春, 崔媛, 于凤霞

(长春理工大学 材料科学与工程学院, 长春 130022)

摘 要:酸溶法传像光纤材料具有单丝直径细、柔软性能好、分辨率高等优点,在清晰度高光纤成像仪器和工业自动化检测等领域有着广阔的应用前景.本文从基质玻璃材料入手,开展了物化性能相互匹配的高光学质量预制棒管的制备、拉排丝以及硬质传像光纤的酸溶试验;对柔性传像光纤的分辨率、光谱透过率以及暗丝等进行了分析与表征.实验结果表明,该材料的制备过程突破了传统传像光纤的生产工艺,实现了传像光纤的结构与工艺创新.

关键词:柔性传像光纤;酸溶法;分辨率;光谱透过率

中图分类号:TN253

文献标识码:A

文章编号:1004-4213(2013)05-0548-4

Preparation and Characterization of Thin Flexible Image Fiber by Using Acid-leaching Method

ZHOU De-chun, CUI Yuan, YU Feng-xia

(School of Materials Science and Engineering, Changchun University of Science and Technology, Changchun 130022, China)

Abstract: The acid-leaching image optical material, which has many virtues such as fine single fiber diameter, best softness properties and high resolution, has been widely applied in high image definition instruments and industrial automatic detection fields. Using the host glass material, the experiments on high optical quality performs with matched physicochemical properties preparation, fiber pulling and arranging and acid dissolution for rigid image fiber were carried out. Resolution of the flexible image fiber, spectral transmissivity and dark fiber was analyzed and characterized. The experimental results show that the preparation produce of the material makes a breakthrough in traditional image fiber's production technique and the structure and technique of the image fiber are innovated.

Key words: Flexible image fiber; Acid-leaching method; Resolution; Spectral transmissivity

0 引言

传像光纤材料是由许多根光纤单丝有规则排列而成,能进行传光和传像的光纤束.光纤传像技术,特别是柔性光纤传像技术的应用,实现了传统透镜或硬质光学系统无法实现的功能,其基本元件在工业、医疗、科研和国防等领域有着广泛的应用^[1-2].

目前,光纤传像束的制备主要分为层叠法和酸溶法^[3-4].国际上只有日本、俄罗斯等少数几个国家能够生产酸溶法光纤传像束,而我国只能用传统的

层叠法生产.受层叠法工艺的限制,其产品的单丝直径较粗,在 15 μm 以上;分辨率较低,只能达到 38~48 lp/mm.而用酸溶法制备的传像束,单丝直径细到 10 μm 以下,分辨率达到 50 lp/mm 以上^[5-6].因此,开展酸溶法细径柔性传像光纤的研究并逐步形成一定的生产能力,不仅能够提高我国光纤成像仪器的性能,带动光纤成像技术和产品的科技创新,同时可全面提升我国在这一领域的科技水平以及相关产业的竞争力.

本文在材料配方设计的基础上,开展了光纤预

基金项目:吉林省科技发展计划项目(No. 2009114)资助

第一作者:周德春(1964—),男,副教授,博士,主要研究方向为光纤材料与器件. Email:zhoudechun0912@cust.edu.cn

通讯作者:于凤霞(1950—),女,教授,学士,主要研究方向为光纤材料与器件. Email:fengxiayu2003@yahoo.com.cn

收稿日期:2012-11-05;录用日期:2012-12-27

制棒(管)的制备与表征,进行了棒管法拉丝和小截面硬质光纤传像束的酸溶试验.最后通过现代测试分析手段对材料的主要性能指标进行了检测与评价.

1 制备工艺实验

1.1 原料的配方设计

根据光纤传输的条件,要求纤芯玻璃的折射率大于包层玻璃的折射率.为提高光纤的透光性能,应选择纯净度高的原材料,以避免带进过渡金属杂质(如:Cr³⁺、Co³⁺、V³⁺等)而产生吸收损耗^[7].为使纤芯和包层玻璃牢固紧密地粘结在一起,要求纤芯玻璃比包层玻璃的热膨胀系数大几个或十几个单位.

根据材料物化性能匹配性的要求,通过玻璃成分的计算机辅助优化,所设计的原料配方见表1.

表1 纤芯、包层和酸溶玻璃的原料配方

Component/(wt%)	Core glass	Clad glass	Acid glass
SiO ₂	15~25	60~67	15~20
B ₂ O ₃	12~18	12~16	30~38
PbO	32~35	-	-
R ₂ O+ RO	20~27	15~23	22~31
Other	0~1	0~1	5~10

备注:表中 R₂O=K₂O+Na₂O;RO=BaO+CaO.

1.2 预制棒(管)的制备与性能表征

按照表1的原料配方,称取并配制出混合料,将配合料的结晶块粉碎、过筛、混合均匀后放入铂金坩埚中,在硅碳棒加热的电炉内熔融,其理论熔化温度 T_m 为^[8]

$$T_m = C_n P_n + 1400 \quad (1)$$

式中 C_n 为氧化物的计算系数, P_n 为氧化物含量 (wt%).

经式(1)的理论计算和实际验证,熔化温度确定为(1 420~1 450)℃,熔化时间为 8~16 h.待混合料全部熔融后,经过搅拌和高温澄清,以消除气泡和条纹保证玻璃的光学均匀性.熔体在电炉内降温至(850~1 100)℃后,将玻璃液浇注在预热后的钢模中退火(以消除棒、管中的残余应力)成型,再经过研磨、抛光使其具有一定表面光洁度的玻璃棒、管备用.

对预制棒管的主要性能指标进行检测,折射率通过阿贝折射仪测量;热膨胀系数采用型号为 DIL402 型膨胀仪测量;采用光纤透过率仪进行光谱透过率分析.以上测量,如果没有特别说明均在室温下进行.

纤芯和包层玻璃的折射率经测量分别为 1.621 和 1.503,数值符合光传输的全内反射条件.热膨胀

系数曲线和透过率曲线如图 1(a)和(b).图中曲线 A、B、C 分别代表纤芯、包层和酸溶玻璃.从图 1(a)明显看出 A、B、C 的热膨胀系数上升趋势一致,保证了纤芯、包层和酸溶玻璃的软化点接近、拉丝温度一致,从而易于拉制成型.从图 1(b)的光谱透过率测试曲线分析,A 和 B 的透过率均大于 90%以上.由此可见,光纤预制棒(管)满足了传像光纤材料制备工艺的要求.

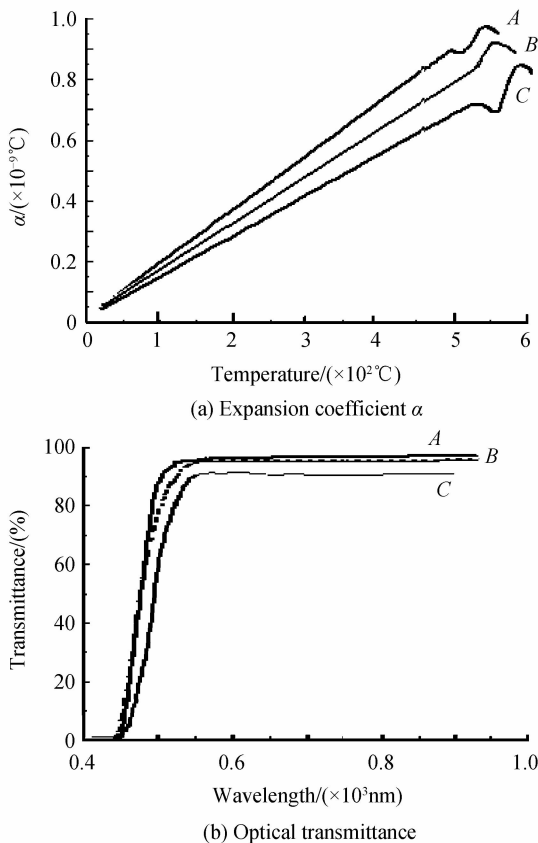


图1 光纤预制棒(管)的热膨胀系数 α 和光透过率
Fig. 1 Expansion coefficient α and optical transmittance of fiber perform rod (tube)

1.3 控制与酸溶实验

酸溶法拉制单丝采用棒管法,丝径的控制根据质量守恒定律,即

$$V_2 = \frac{V_1(\varphi_1^2 - \varphi_2^2 + \varphi^2)}{d^2} \quad (2)$$

式中 φ_1 为玻璃管的外径, φ_2 为玻璃管的内径, φ 是玻璃棒的直径, d 为所要拉制的光纤的直径, V_1 是棒管组合体的送料速度, V_2 为所需要的拉丝速度.

将单丝按紧密六角形排列成复丝棒进行多次复丝拉制,最终拉制出直径为 1.0 mm 的小截面硬质传像束.对该硬质传像束的结构研究表明,单丝纤维直径为 $(8 \pm 1) \mu\text{m}$,单丝之间相互熔合,彼此间有很好的光学绝缘性能,且内部具有三层同轴结构,不同于传统叠片法的两层结构,实现了传像光纤的结构创新.

酸溶工艺就是把硬质传像束两端用耐酸材料保护好,浸泡在一定浓度的酸溶液中,经过一定时间,由于酸的作用,未经保护中间部分的酸溶玻璃层就会被酸溶解掉,而成为一根根离散柔软的单丝。

为了寻找酸溶规律,本实验将直径为 1.0 mm 的硬质传像束分别放置在 0.5 N、1.0 N 的 HCl 溶液中进行酸溶实验,其酸溶效果如表 2。

表 2 酸溶效果($d=1.0$ mm)

Table 1 Acid resolution results($d=1.0$ mm)

Concentration/ N	Temperature/ ($^{\circ}$ C)	Time/ min	Result
0.5	25~30	160	0.05 mm hard core
	30~35	135	1 dark fibers
1.0	25~30	148	5 dark fibers
	30~35	111	9 dark fibers

从表 2 的实验结果可以看出,将硬质的光纤传像束放置在 0.5 N 的 HCl 溶液中,加热到(30~35) $^{\circ}$ C、酸溶 135 min 时,酸溶效果较好;而在相同浓度下,温度太低,不能完全溶掉酸溶玻璃层,单纤维外面有少量的硬芯存在。当浓度在 1.0 N 时,酸溶液对光纤包层玻璃产生了腐蚀作用,出现了较多暗丝。

此外,通过抗弯强度的试验表明,酸溶后的传像束柔软性能好,抗弯强度明显高于硬质传像束。

2 结果分析与讨论

2.1 光谱透过率分析

光谱透过率是表征光纤透光性能的重要标志,即光纤的输出光通量和输入光通量之比。影响传像束光谱透射率的主要因素是填充系数。如果光纤端面为紧密六角形排列,在不考虑暗丝、断丝等状态下,那么填充系数 K 的表达式为^[9]

$$K = \frac{\pi}{3.464} \left(\frac{d}{D} \right)^2 \quad (3)$$

式中, d 为光纤芯层直径(mm), D 为相邻光纤的中心距(mm)。

影响单丝纤维透过率的主要因素有:纤芯材料的吸收、皮层和芯层界面内壁上全反射损耗、光纤端面的菲涅耳损耗等。单丝纤维的光透射率表达式为

$$t = (1-R)^2 a^{(\tan \theta)/(d \cos v)} \exp \left[-\frac{\beta l}{\cos \theta} \right] \quad (4)$$

式中 R 为光纤端面的菲涅耳反射系数, l 为光纤长度(m), θ 、 v 分别为光纤内入射光线和纤维中心轴的夹角及斜光线的倾角, α 为纤芯与皮层界面内壁上的全反射系数, β 为光纤芯层材料的光吸收系数。

由式(4)可知,在光纤材料和制作等因素不变的情况下,光纤的光透过率将随着光纤芯层直径的增大而增大,随着光纤长度的增加而减小。由于传像束

的单丝均匀度很好,每根单丝的光透射率基本一致,所以传像束的光透过率可近似表示为

$$T = Kt \quad (5)$$

根据式(5),选取 5 根长度分别为 0.5、1.0、1.2、1.5、2.0 m,对应编号为 1#~5# 的柔性传像光纤束进行光谱透过率测试分析,在 200~1 000 nm 波长范围内,测得的光谱透过率曲线如图 2。

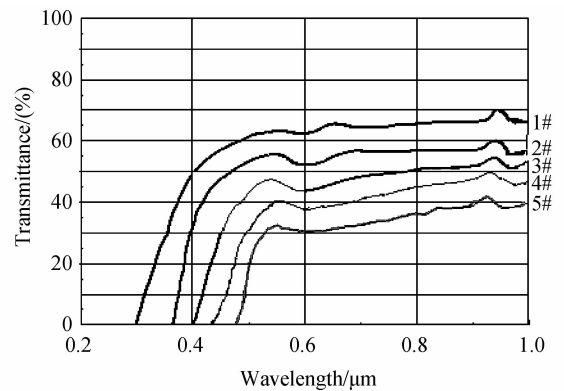


图 2 直径 1.0 mm 传像光纤的光谱透过率

Fig. 2 Spectral transmittance for 1.0 mm image fiber

从图 2 可知,2# 传像光纤束传输光谱的波段在 550~1 000 nm 时,对应的透过率值大于 53.6% / M。此外,同一截面不同长度的传像光纤透过率随着长度增加明显降低,降低的数值不是呈线性关系,而是符合光纤的损耗理论。其中,在 380~550 nm 的衰减幅度远高于红外光波段,从而解释了观察传像光纤时,随光纤长度增加逐渐变黄的现象。

2.2 分辨率的表征与分析

评价传像光纤传递图像质量的重要参量是分辨率,用 lp/mm 表示。其分辨率数值与光纤的单丝直径成反比,表征为^[10]

$$R_N = \frac{60}{B} K_N \quad (6)$$

式中 B 为图案的基线长(mm), K_N 为与图案单元编号有关的系数。

利用平行光管和读数显微镜对研制的传像光纤进行分辨率测试,查表 $K_N=4.4$,通过式(6)计算得传像光纤束的分辨率为 55.0 lp/mm。而该传像光纤的理论极限分辨率值为 72.16 lp/mm,可见分辨率的实际测量结果比极限分辨率低。产生该现象的原因是单丝纤维之间排列有空隙,且包层有一定的厚度,造成输出端出现网格状图像而导致分辨率降低。

2.3 暗丝成因分析与讨论

采用 XSS-2A 型双目摄影显微镜(放大倍率 30 倍),对直径为 1.0 mm 的柔软光纤传像束端面进行扫描检测,其扫描图像如图 3。

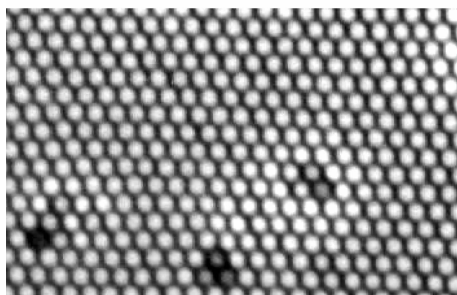


图3 直径1.0 mm传像束端面扫描图像

Fig. 3 Scanning image for diameter 1.0 mm end surface

观察图3的端面扫描图像可知,该传像光纤的像素是传统叠片法的二倍以上,单丝排列密度明显高于传统叠片法,且复丝边界暗区不明显。

此外,端面扫描图像发现少许单根暗丝和三角型暗丝。对暗丝的成因分析认为,形成单根暗丝的主要原因是,在酸溶过程中,包层玻璃受到过度腐蚀,造成单丝纤维漏光而出现漏光型暗丝;而形成三角型暗丝的主要原因是,在复丝拉制过程中,单丝排列不匀、交丝以及温度波动产生的丝间气泡等因素造成相邻3根单丝的变形。因此,要严格控制好酸溶的浓度和时间,避免单丝排列错位以及拉丝过程中的温度波动,这对于制备高性能的传像束是十分重要的。

3 结论

根据传像光纤材料物化性能的匹配性要求,设计了符合酸溶法传像光纤制备工艺要求的配方。通过工艺参量的控制,成功制备出了束径为1.0 mm、单丝直径 $(8 \pm 1) \mu\text{m}$ 、可见光透过率大于53.6%/M、分辨率为55.0 lp/mm的柔性传像光纤材料。此项研究成果实现了传像光纤的结构和工艺创新,对光纤成像技术的发展应用具有重要指导意义。

参考文献

- [1] ZHOU De-chun, YU Feng-xia, LU Jing-juan, *et al.* Design of Yb-doped all-fiber laser device based on optical fiber gratings resonator[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2010, **39**(3): 389-392.
- [2] ZHOU De-chun, YU Feng-xia, TAN Fang, *et al.* Preparation and optical performance of large numerical aperture image transfer fiber[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2010, **47**(12): 120605.
周德春,于凤霞,谭芳,等.大数值孔径传像光纤的制备及其光学性能研究[J].*激光与光电子学进展*, 2010, **47**(12): 120605.
- [3] SUN Lei. Large cross-section fiber bundle and its application [J]. *Application Optics*, 2000, **2**(Sup1): 58-60.
- [4] WANG Zhong-jian, XIA Dong, HU Yi-chen, *et al.* Glass compositions and properties for the fabrication of flexible image bundle by using acid leaching process[J]. *Journal of Materials Science & Engineering*, 2009, **27**(6): 809-812.
王中俭,夏冬,胡一晨,等.酸溶法柔性光纤传像束的玻璃组成及性能[J].*材料科学与工程学报*, 2009, **27**(6): 809-812.
- [5] ZHOU De-chun, YU Feng-xia, TAN Fang, *et al.* Preparation and optical performance detection of acid-leaching optical fiber image bundle[C]. *SPIE*, 2008, **7282**: 72823K-1-72823K-6.
- [6] CUI Yuan, ZHOU De-chun, YU Feng-xia, *et al.* Matching design of optical fiber image bundle by acid-leaching technique [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2011, **40**(2): 186-189.
崔媛,周德春,于凤霞,等.酸溶法光纤传像束材料匹配性设计.光子学报, 2011, **40**(2): 186-189.
- [7] XU Ming-quan, ZHANG Zhen-yuan. Research on transmissivity determination for optical fiber bundles [J]. *Fiber Glass*, 2007, (1): 10-14.
徐明泉,张振远.光纤束透过率的测试研究[J].*玻璃纤维*, 2007,(1):10-14.
- [8] ZHOU De-chun, TAN Fang, ZHOU Da-wei. Preparation and properties of microstructure flexible image transfer fiber materials[J]. *Advanced Materials Research*, 2012, **391-392**: 184-188.
- [9] ZHOU De-chun, YU Feng-xia, TAN Fang, *et al.* Study and synthesis of large section soft image transfer fiber photonic material[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2010, **37**(3): 836-841.
周德春,于凤霞,谭芳,等.大截面柔性传像光纤光子材料的研制[J].*中国激光*, 2010, **37**(3): 836-841.
- [10] ZHOU De-chun, YU Feng-xia, TAN Fang. Preparation and optical performance of high resolution optical fiber image bundle[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2009, **36**(3): 723-726.
周德春,于凤霞,谭芳.高分辨率光纤传像束的制备及其光学性能[J].*中国激光*, 2009, **36**(3): 723-726.