



中华人民共和国国家标准

GB/T 26331—2010

光学薄膜元件环境适应性试验方法

Optical coatings environmental durability test methods

2011-01-14 发布

2011-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 通用要求	1
3.1 标准大气条件	1
3.2 试验程序	1
4 试验方法	2
4.1 高温	2
4.2 低温	2
4.3 温度循环	3
4.4 恒定湿热	4
4.5 交变湿热	4
4.6 盐雾	5
4.7 浸泡和煮沸试验	6
4.8 在清洗剂中浸渍	7
4.9 摩擦	7
4.10 附着力	7
5 评价	8
6 综合试验	8
7 环境试验标记	8
附录 A (规范性附录) 光学膜层的目视检验	9
附录 B (资料性附录) 盐雾试验装置	11
B.1 试验设备	11
B.2 空气供给	11

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国机械工业联合会提出并归口。

本标准起草单位:沈阳仪表科学研究所、沈阳汇博光学技术有限公司、浙江大学、杭州科汀光学技术有限公司、国家仪器仪表元器件质量监督检验中心、杭州照相机械研究所。

本标准主要起草人:阴晓俊、费书国、王瑞生、顾培夫、高鹏、赵帅锋、徐秋玲、杜健、曹轶、张艳姝、章岳光、虞仲晓。

光学薄膜元件环境适应性试验方法

1 范围

本标准规定了光学薄膜元件的环境试验方法、试验条件、试验程序及评价标准。

本标准适用于除眼科光学(眼镜)之外的所有镀有光学功能薄膜的元件和基片的环境试验。

本标准不涉及产品光学性能的检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

YY 0331—2006 脱脂棉纱布、脱脂棉粘胶混纺纱布的性能要求和试验方法(EN 14079:2003, MOD)

ISO 9022-2:2002 光学和光学仪器——环境试验方法——第2部分:冷、热和潮湿(Optics and optical instruments—Environmental test methods—Part 2:Cold, heat and humidity)

ISO 9022-4:2002 光学和光学仪器——环境试验方法——第4部分:盐雾(Optics and optical instruments—Environmental test methods—Part 4:Salt mist)

ISO 9211-4:2006 光学和光学仪器——光学薄膜——第4部分:规定的试验方法(Optics and optical instruments—Optical coatings—Part 4:Specific test methods)

3 通用要求

3.1 标准大气条件

温度:15℃~35℃(以下称为室温);

相对湿度:30%~75%;

气压:86 kPa~106 kPa。

3.2 试验程序

3.2.1 试验顺序

如无其他规定,试验应按照3.2.2~3.2.7的顺序进行。

3.2.2 预处理

使样品处于初始检测和试验所需的状态,包括样品表面的清洁,样品温度的调整。样品应在标准大气条件下放置1 h后再进行试验。

3.2.3 初始检测

预处理后,应按相关标准进行检验,检验主要为目视缺陷检验,按附录A提供的方法进行,这些缺陷会影响产品的性能。

3.2.4 试验

初始检测后,样品按照第4章规定的试验方法进行试验,具体试验项目应符合相关标准的要求。

3.2.5 中间检测

试验期间,不允许将试验样品从试验环境中取出。如在持续时间结束前,需要了解试验样品在试验期间某特定时间的性能,则对每个特定时间应另外增加一批试验样品,并按照正常试验程序进行试验,在达到该特定时间后取出进行恢复及测量。

3.2.6 恢复

在试验之后,最终检测之前,应在标准大气条件下(特殊要求除外)进行恢复处理,如清洁和在室温

下恢复 1 h 等。

3.2.7 最终检测

样品经恢复后应进行表面及光学性能检测。样品的表面检测按附录 A 所示方法进行,表面及光学性能检测的要求应符合相关标准的规定。

4 试验方法

4.1 高温

4.1.1 对试验箱(室)的要求

试验箱(室)应满足下列要求:

- a) 试验箱(室)能够达到并保持试验所需的温度;
- b) 试验箱(室)中应装有监测温度的传感器,温度传感器的位置离试验样品的距离应确保其受热扩散的影响可忽略不计,应适当注意以避免热辐射影响这些测量;
- c) 试验箱(室)可以用强迫空气循环来保持温度均匀。

4.1.2 试验

将经过预处理的样品放入标准大气条件的试验箱(室)内进行升温,直到试验箱(室)温度上升至规定温度,然后保持 10 min 后开始计时。试验完成后,样品须在试验箱(室)内将温度降至标准大气条件,不可将样品直接从试验箱中取出在大气中降温。若无其他规定,试验箱(室)温度变化速率应不超过 5 °C/min。

相关规范应规定由试验温度和试验持续时间表示的严酷等级,具体数值从表 1 中选择,或按 ISO 9022-2:2002 中 4.2.3 的规定选择。

表 1 高温的严酷等级

严酷等级	试验箱(室)温度 °C	相对湿度 %	持续时间 h
01	55±2	<40	16
02	70±2		6
03	85±2		6

4.2 低温

4.2.1 对试验箱(室)的要求

试验箱(室)满足 4.1.1 的要求。

4.2.2 试验

将经过预处理的样品放入标准大气条件的试验箱(室)内进行降温,直到试验箱(室)温度降至规定的温度,然后保持 10 min 后开始计时。试验完成后,样品需在试验箱(室)内将温度升至标准大气条件,不可将样品直接从试验箱中取出在大气中升温。若无其他规定,试验箱(室)温度变化速率不超过 3 °C/min。样品表面不允许有凝露产生。

相关规范应规定由试验温度和试验持续时间表示的严酷等级,具体数值从表 2 中选择,或按 ISO 9022-2:2002 中 4.2.2 的规定选择。

表 2 低温的严酷等级

严酷等级	试验箱(室)温度 °C	持续时间 h
01	-25±2	16
02	-35±2	16
03	-55±2	16
04	-60±2	2

4.3 温度循环

4.3.1 对试验箱(室)的要求

- 试验箱(室)应满足下列要求：
- a) 试验箱应保证放置试验样品的任何区域的空气均能按下列方式进行温度循环：
 - 1) 能保持试验所要求的低温；
 - 2) 能保持试验所要求的高温；
 - 3) 由低温到高温或由高温到低温的变化过程中,能按试验所要求的温度变化速率进行。
 - b) 试验箱(室)内应装有监测温、湿度条件的传感器。
 - c) 箱内空气的绝对湿度应不超过 20 g/m³ 水汽(约相当于温度 35 ℃时,相对湿度 50%)。

4.3.2 试验

将经过预处理的样品放入标准大气条件的试验箱(室)内,然后将试验箱(室)的温度降至试验要求的温度下限,保持一定时间后再升温至试验要求的温度上限,再保持一定时间后返回标准大气条件下的室温,至此一个循环周期结束。每个周期中最高温度和最低温度保持时间均不少于 2.5 h,两个周期之间温度连续变化。试验从温度下降开始计时,所有周期结束后,温度恢复到标准大气条件下保持10 min 后试验结束,如图 1 所示。或按 ISO 9022-2:2002 中 4.3.2 的规定进行。

相关规范应规定由试验温度和试验循环次数表示的严酷等级,具体数值从表 3 中选择。

表 3 温度循环的严酷等级

严酷等级	试验箱(室)温度 ℃		循环次数	试验箱(室)温度变化率
	t_1	t_2		
01	-25 ± 2	55 ± 2	5	$0.8\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$
02	-35 ± 2	63 ± 2		
03	-40 ± 2	70 ± 2		

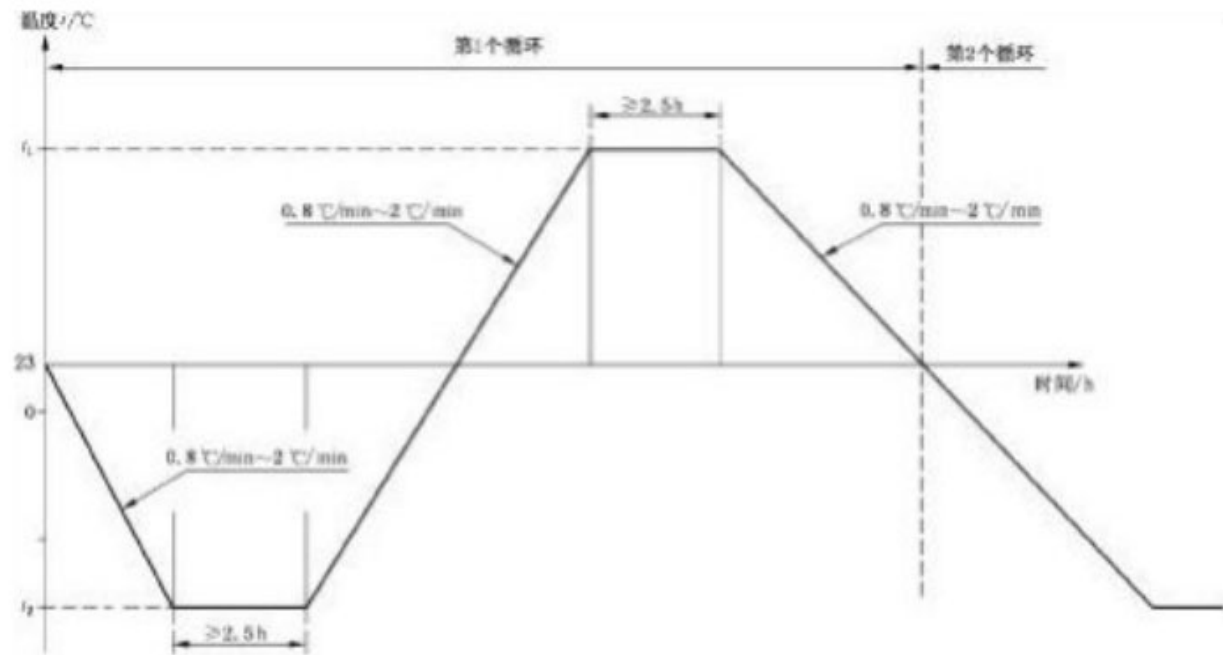


图 1 温度循环曲线

4.4 恒定湿热

4.4.1 对试验箱(室)的要求

试验箱(室)应满足下列要求:

- a) 试验箱(室)内应装有监测温、湿度条件的传感器;
- b) 加湿用水应为蒸馏水(或去离子水),在 23 ℃ 时其电阻率不小于 0.05 MΩ · cm;
- c) 试验箱(室)内壁和顶部的凝结水不应滴落到试验样品上,箱(室)内的冷凝水未经净化不应再用;
- d) 试验箱(室)中的所有部件均应保持清洁;
- e) 试验样品不能受来自试验箱发热元件的直接热辐射;
- f) 有喷雾系统的试验箱(室),样品应远离喷射口,且湿气不可直接喷到样品上。

4.4.2 试验

将经过预处理的样品放入标准大气条件的试验箱(室)内,调节试验箱(室)内的温度和湿度使之达到规定的温度和湿度,保持 10 min 后开始计时。

相关规范应规定由试验温度、湿度和试验持续时间表示的严酷等级,具体数值从表 4 中选择,或按 ISO 9022-2:2002 中 4.2.4 的规定进行。

表 4 恒定湿热的严酷等级

严酷等级	试验条件	持续时间
01	相对湿度:90%~95% 温 度:50 ℃ ± 2 ℃	6 h
02		16 h
03	相对湿度:90%~95% 温 度:40 ℃ ± 2 ℃	10 d

试验完成后,样品从试验箱(室)直接取出进行恢复处理,先用去离子水或蒸馏水冲洗 5 min,然后晃动或使用气流干燥去掉水滴。

4.5 交变湿热

4.5.1 对试验箱(室)的要求

试验箱(室)应满足下列要求:

- a) 在 1.5 h~2.5 h 内,温度可在 20 ℃ ± 2 ℃~70 ℃ ± 2 ℃ 之间上升或下降;
- b) 相对湿度可在 80%~95% 之间调节;
- c) 应注意确保安置样品处的温湿度与温湿度传感器紧邻处的条件相同,试验箱内的空气应按一定的速率(0.5 m/s~2 m/s)不断流动,以保持规定的温湿度条件;
- d) 试验样品在试验过程中不应受到试验箱内条件控制产生的热辐射影响;
- e) 用于产生箱内湿度的水,其电阻率应该不小于 0.05 MΩ · cm。冷凝水未经净化不应再用。应确保箱壁和箱顶上的冷凝水不滴落到试验样品上。

4.5.2 试验

将经过预处理的样品放入标准大气条件的试验箱(室)内,调节试验箱(室)内的温度和湿度使之达到循环初始状态,保持 10 min 后开始计时。然后按图 2 所示的温度、湿度要求进行温度、湿度调节。

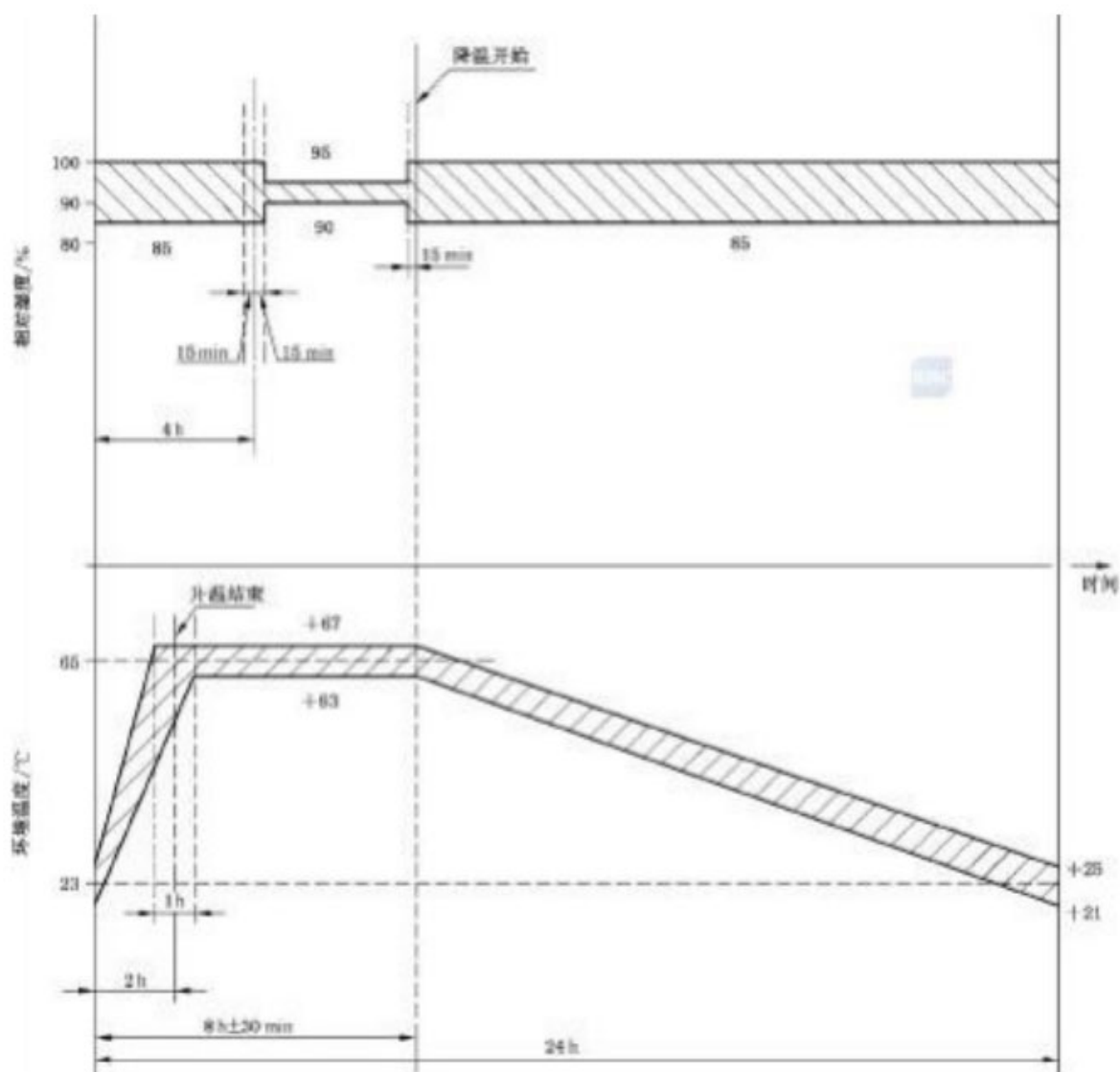


图2 交变湿热曲线

相关规范应规定由循环次数表示的严酷等级,具体数值从表5中选择。

表5 交变湿热的严酷等级

严酷等级	循环次数
01	5
02	10

试验完成后,样品从试验箱(室)中直接取出进行恢复处理,先用去离子水或蒸馏水冲洗5 min,然后晃动或使用气流干燥去掉水滴。

4.6 盐雾

4.6.1 试验设备

试验设备主要由试验箱、喷雾装置、样品架组成,具体见附录B的B.1。

4.6.2 盐溶液

试验所用的盐应当是高品质的氯化钠,干燥时,碘化钠的含量不超过0.1%,杂质的总含量不超过0.3%。

盐溶液的浓度应为 $(5 \pm 1)\%$ (质量比)。

水或盐溶液的 pH 值应在 6.5~7.2 之间。应使用稀释的分析纯盐酸或分析纯氢氧化钠溶液调节 pH 值。pH 值使用玻璃电极的电子测量方法进行测量,或者用溴百里酚蓝作指示剂进行颜色试验。

雾化过的溶液不能再次使用。

4.6.3 空气供给

空气供给满足附录 B 中 B.2 的规定。

4.6.4 试验

样品暴露在 $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的盐雾中 24 h。

试验完成后,样品从试验箱(室)中直接取出进行恢复处理,先用去离子水或蒸馏水冲洗 5 min,然后晃动或使用气流干燥去掉水滴。

4.7 浸泡和煮沸试验

4.7.1 试验设备

试验设备应满足下列要求:

- a) 试验所用容器应由玻璃或陶瓷制成,其容积应能够将样品完全浸泡;
- b) 固定样品用的固定装置应由不与水及盐溶液反应的物质(如聚四氟乙烯-PTFE 或共聚甲醛)制成。

4.7.2 试验溶液

试验溶液包括水和盐溶液两种。

用于试验的水应该是蒸馏水或去离子水;在 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下,电阻率应该不小于 $0.05\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

盐溶液应满足 4.6.2 的规定。

4.7.3 试验

将样品完全浸入满足 4.7.2 要求的水溶液或盐溶液中。

相关规范应规定由溶液类型和暴露时间表示的严酷等级,具体数值从表 6 中选择。

表 6 浸泡和煮沸试验严酷等级

严酷等级	溶液类型	暴露时间
01	水	6 h
02	水	24 h
03	水	96 h
04	盐溶液	6 h
05	盐溶液	24 h
06	盐溶液	96 h
07	沸腾的水	5 min
08	沸腾的水	15 min
09	沸腾的盐溶液	5 min
10	沸腾的盐溶液	15 min
11	沸腾的盐溶液	60 min
12 ^a	沸腾的水或沸腾的盐溶液和室温水	2 min+1 min

^a 表示先在沸腾的水或沸腾的盐溶液中浸泡 2 min,然后直接取出放入室温水中 1 min。

试验完成后,样品从试验箱(室)中直接取出进行恢复处理,先用去离子水或蒸馏水冲洗 5 min,然后晃动或使用气流干燥去掉水滴。

4.8 在清洗剂中浸渍

4.8.1 试验设备

试验设备满足 4.7.1 的要求且不与 4.8.2 中所列的试剂反应。

4.8.2 试验试剂

下列试剂应为分析纯试剂：

- a) 三氯乙烯(C_2HCl_3)；
- b) 丙酮(CH_3COCH_3)；
- c) 无水乙醇(C_2H_5OH)。

4.8.3 试验

将样品依次放入 4.8.2 所列 3 种试剂中浸泡各 10 min,在每种溶剂中取出后,应让该试剂自然挥发,直至没有目视可见的液迹存在,再放入下一种试剂中。

4.9 摩擦

4.9.1 试验用品

脱脂棉纱布,使用的脱脂棉纱布应符合 YY 0311—2006 中 21c 的规定。

橡皮,由优质橡皮加浮石填料组成,硬度为 (70 ± 5) IRHD,橡皮重量是填料重量的 45%~55%。具体要求应符合 ISO 9211-4:2006 中附录 A 的规定。

4.9.2 试验

膜层摩擦严酷等级及相应要求应从表 7 中选择,或由供需双方协商确定。试验使用的摩擦头应由 4.9.1 中规定的材料制成。

表 7 摩擦的严酷等级

严酷等级	摩擦头材料	摩擦次数	施与垂直膜层的压力/N
01	脱脂棉纱布	50 次(25 个来回)	4.9
02	脱脂棉纱布	100 次(50 个来回)	4.9
03	橡皮	40 次(20 个来回)	9.8

使用脱脂棉纱布进行摩擦试验时,应将清洁干燥的脱脂棉纱布叠为 6 层,包裹在橡皮上进行摩擦试验,摩擦头与膜层接触区域应为直径约 10 mm 的圆。摩擦头应符合 ISO 9211-4:2006 附录 B 的规定。

在膜层面积允许的情况下,对严酷等级 01、02,摩擦段长度约为摩擦头直径的 2 倍,对严酷等级 03,摩擦长度约为摩擦头直径的 3 倍(橡皮头直径为 6.5 mm~7 mm)。

摩擦时应按同一轨迹往复摩擦。

4.10 附着力

4.10.1 试验用品

胶带,宽度为 12 mm~13 mm,剥离强度不小于 6.86 N(2 cm 宽)。

4.10.2 试验

将胶带粘在膜层表面,胶带与膜层之间不能有气泡存在。以垂直于膜层表面方向的力沿胶带一端拉起。相关规范应规定由拉起胶带的速率表示的严酷等级,具体数值从表 8 中选择。

表 8 附着力的严酷等级

严酷等级	拉起胶带的速率
01	缓慢(约 25 mm/2 s~25 mm/3 s)
02	快(约 25 mm/s)
03	突然(>25 mm/s)

5 评价

样品表面评价要求由表 9 给出,样品光学性能评价标准应符合相关标准规定。

表 9 评价

试验编号	试验项目	样品试验后的检查要求
1	高温	膜层不出现新的起皮、剥离、裂纹、起泡等缺陷;胶合面无新的气泡、开胶、霉斑等
2	低温	
3	温度循环	
4	恒定湿热	
5	湿热循环	
6	盐雾	膜层无腐蚀,不出现新的起皮、剥离、裂纹、起泡等缺陷
7	浸泡和煮沸试验	膜层不出现新的起皮、剥离、裂纹、起泡等缺陷;胶合面无新的气泡、开胶、霉斑等
8	在清洗剂中浸渍	膜层不出现新的起皮、剥离、裂纹、起泡等缺陷
9	摩擦	无新的损伤迹象,如擦痕、剥离等
10	附着力	

6 综合试验

与一系列的单个试验相比,综合试验能产生类似于实际环境影响的效果,因此鼓励进行综合试验。

具体试验项目和顺序应由相关标准给出,推荐按以下的试验顺序进行综合试验。每项试验结束后,都应对样品进行恢复处理,然后再进行下一项试验。

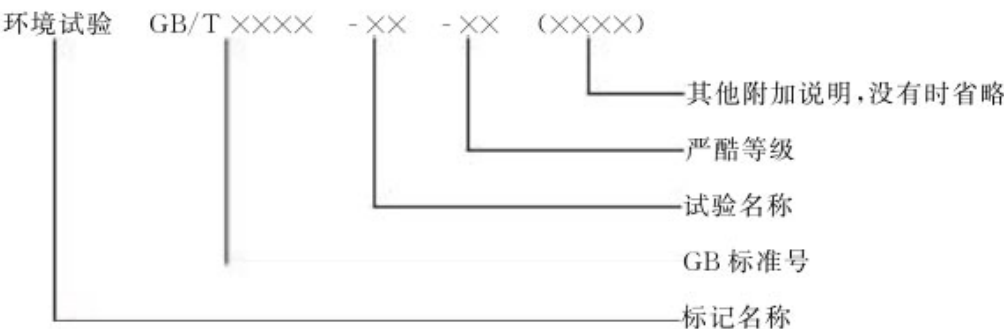
推荐的试验顺序为:

10-1-2-7-3-4(5)-9-6

上述数字为试验编号,具体对应关系见表 9。

7 环境试验标记

环境试验的标记应按照下面的形式编写。

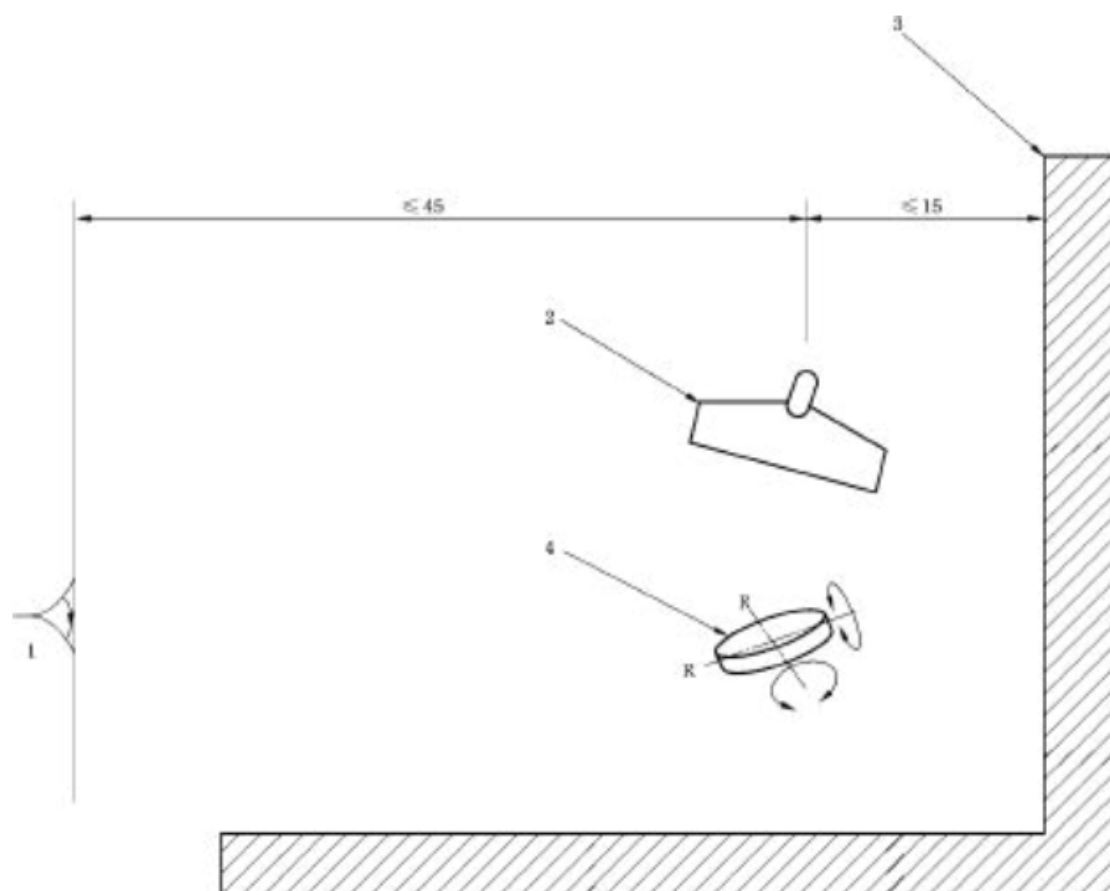


示例:高温试验,严酷等级 03,可标记为:环境试验 GB/T 26331-高温-03。

附 录 A
(规范性附录)
光学膜层的目视检验

目视检验光学膜层时应该在黑色背景下进行,光源应为两个冷白色的 15 W 的荧光灯泡。从膜层表面到眼睛的距离不超过 45 cm。在检查区域用于检验的光源应为唯一发光物体。具体方法参照图 A.1 及图 A.2 所示。

单位为厘米

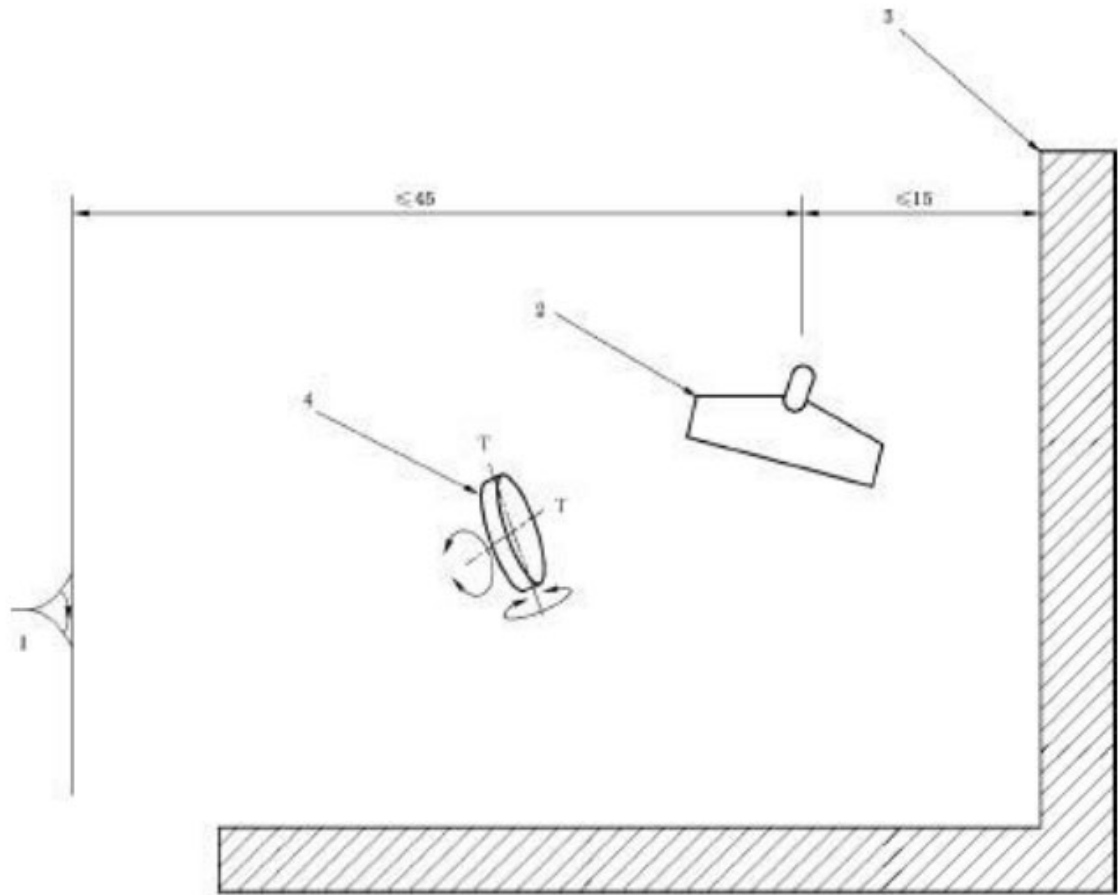


- 1——观测点；
2——光源,应为两个冷白色的 15 W 的荧光灯管；
3——黑色背景；
4——样品；
R——反射检查时样品旋转轴线。

注：将样品倾斜一个合适的角度来观察膜层表面。

图 A.1 反射检验方法原理图

单位为厘米



- 1——观测点；
2——光源，应为两个冷白色的 15 W 的荧光灯管；
3——黑色背景；
4——样品；
T——透射检查时样品旋转轴线。

注：将样品倾斜一个合适的角度来观察膜层表面。

图 A.2 透射检验方法原理图

附录 B
(资料性附录)
盐雾试验装置

B.1 试验设备

B.1.1 总则

盐雾试验需要的设备包括一个雾化室,一个盐溶液贮存槽,一个可进行适当调节的压缩空气源,一个或多个喷雾嘴,样品支架,加热雾化室的设备及必要的控制方法。装置的大小和详细结构是可自行选择,只要最终结果能够满足本标准的要求。

试验设备主要由下列装置组成。试验设备中所有与盐雾或盐溶液相接触的部分所用材料,都应不会影响盐雾的腐蚀效果。

B.1.2 试验箱

试验箱的结构以及提供盐雾的方法可以不同,但是必须满足以下条件:

- a) 试验箱内的条件维持在规定的容差内;
- b) 试验箱应具备足够大的容积,能够提供稳定的、均一的实验条件(不受湍流的影响);
- c) 盐雾不能直接喷射到样品上;
- d) 箱顶、箱壁或其他部位集聚的冷凝液不能滴落到样品上;
- e) 试验箱应排气良好以防止压力升高,确保盐雾分布均匀。排气孔末端应进行风防护,以避免引起试验箱内产生较强的气流。

B.1.3 喷雾装置

喷雾装置的设计和组成应能够产生细小、湿润、浓密的雾,并能保证所有暴露区域都维持盐雾条件。用面积为 80 cm² 的器皿在暴露区域的任何一点连续收集至少 16 h 的雾化沉积溶液,平均每小时收集量应在 1.0 mL~2.0 mL 之间。至少应采用两个收集器皿,器皿放置的位置不应受样品的遮挡,以免收集到样品上凝结的溶液,器皿内的溶液可用于测试 pH 值和浓度。具体可按 ISO 9022-4:2002 中 3.5 的规定。

B.1.4 样品架

能够使样品排列在有效的暴露空间内并互不接触。

样品应安放在暴露区的边缘,并使其镀膜表面与水平方向夹角为 60°~75°。

样品应按一定的方式排列在试验箱内以防止相互重叠或相互接触,并保证冷凝液不会滴落到样品上。

样品的支撑架要由下列材料之一制作:玻璃,聚丙烯,非塑化聚氯乙烯(聚乙烯氯化物),PA66(聚酰胺),PA6 等。

支撑装置不能损坏膜层或基片表面。

B.2 空气供给

进入喷雾装置的压缩空气应不含有任何杂质,如油、灰尘等。

应采取措施使压缩空气的湿度和温度达到运行条件的要求。空气压力应当适于产生细小、潮湿、密集的雾。

为了防止盐沉积堵塞喷雾装置,推荐喷嘴处的空气相对湿度至少为 85%。一种可行的方法如下:让气流以非常小的气泡形式通过自动维持恒定的热水塔,水温至少为 35℃。

允许的水温随着空气流量的增加以及试验箱及其环境热绝缘的降低而增加。

水温不应过高,以免带入试验箱过多水分,也不能超过规定的运行温度。