



中华人民共和国国家标准

GB/T 28609—2012

光学功能薄膜 聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)薄膜 双折射测定方法

Optical functional films—
Polyethylene terephthalate(PET)—
Determination of birefringence

2012-06-29 发布

2012-12-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法参考 ASTM D4093:1995(Reapproved 2005)(英文版)《透明或半透明塑性材料中双折射及残余应变的光弹试验方法》编制,与 ASTM D4093:1995(Reapproved 2005)的一致性程度为非等效。

本标准与 ASTM D4093:1995(Reapproved 2005)的主要差别如下:

- ASTM D4093:1995(Reapproved 2005)中对于薄膜相延迟超过补偿器量程范围的试样只是在 6.1.4.3 中进行了简单的介绍,在光路中再加入一个定值补偿器,并没有详细的操作说明,而本标准进行了详细的说明;
- ASTM D4093:1995(Reapproved 2005)中采用补偿器法,而本标准使用赛纳蒙(Senarmont)旋转检偏器法;
- ASTM D4093:1995(Reapproved 2005)使用白光光源,而本标准采用单色光光源;
- ASTM D4093:1995(Reapproved 2005)中另有涉及面内双折射使用的斜入射测试部分,本标准没有涉及面内双折射;
- ASTM D4093:1995(Reapproved 2005)中关于残余应变的部分本标准没有涉及。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国光学功能薄膜材料标准化技术委员会(SAC/TC 431)归口。

本标准起草单位:合肥乐凯科技产业有限公司、中国乐凯胶片集团公司、天津乐凯薄膜有限公司。

本标准主要起草人:焦聪宣、李保民、高青、李宇航、刘新省。

引言

光在真空中的传播速度为 $c(3 \times 10^8 \text{ m/s})$, 在透明介质中的速度为 v , v 总是小于 c , 它们之比称为折射率, 即折射率 $n=c/v$, 对各向同性材料, 折射率是与光线振动方向和传播方向无关的一个常数。大多数玻璃和塑料在无应力状态下是各向同性材料, 各方向的折射率是相同的。当各向同性材料受到应力或发生应变时, 就会产生各向异性, 折射率就具有了方向性, 此时需要用三个主折射率来代替。折射率的变化与应变的大小有关, 如果透明材料没有发生应变时的折射率为 n_0 , 发生应变后三个主折射率 n_i 就是所受应变的线性函数:

$$n_i - n_0 = \sum A_{ij} S_j$$

式中 $i=1, 2, 3$ 表示三个方向(直角坐标系中用 X, Y, Z 表示), n_i 表示三个方向的折射率, $j=1, 2, 3$ 与 i 一样表示三个方向, S_j 表示三个方向上产生的应变。在各向同性材料中, 用两个常数 A 和 B 表示材料受应力发生的应变与由此产生的各向异性之间的关系:

当 $i=j$ 时, $A_{ij}=A$;

当 $i \neq j$ 时, $A_{ij}=B$

PET 薄膜生产过程中, 经双向拉伸后定形, 设定薄膜平面为 XY 平面, 可认为薄膜在 X 及 Y 方向受力发生应变, 在 Z 方向上没有应变。

当偏振光线垂直透过透明材料, 该材料的两个主应变 S_1 和 S_2 位于此透明材料平面内, 入射光线的偏振方向与 S_1 和 S_2 都不一致, 此时偏振光线就会分裂为两个分别在 S_1 和 S_2 应变方向振动的分量, 如 v_1 和 v_2 分别表示两分量的速度, 其折射率则为 $n_1=C/v_1$, $n_2=C/v_2$, 两束光线的折射率之差就称为此材料的双折射。

$$\Delta\delta = n_1 - n_2 = (A - B) \times (S_1 - S_2) = K \times (S_1 - S_2)$$

折射率之差正比于两个主应变的差值, K 称为应变光学常数, 它是物性常数, 反映材料的性能。由于这两束光线传播速度不同两分量不再同步, 当透过厚度为 t 的材料时, 形成光程差, 这两个在不同平面 S_1 和 S_2 内振动的偏振光线先后穿过材料后所产生的相对距离, 称为延迟(延迟量) R , R 可用下式表示:

$$R = (n_1 - n_2) \times t = K \times t \times (S_1 - S_2)$$

式中: t 表示材料的厚度。

由于 $\Delta\delta = n_1 - n_2 = R/t$, 因此双折射也可表述为材料单位厚度产生的相延迟。

双折射测量的目的有两个:

- 1) 找出薄膜中主应变(即主应力)的方向;
- 2) 确定延迟量的大小, 进而求得双折射的大小。

采用偏振光产生光学干涉, 通过补偿法测量光程差。

塞纳蒙补偿法中检偏器旋转 180° 相当于一个波长的相延迟。

当一束偏振光垂直入射到薄膜上, 就会分裂成在主应变 S_1 和 S_2 方向上振动的两束偏振光, 这两束光的折射率 n_1 和 n_2 与主应变有关。

$$n_1 - n_0 = AS_1 + B(S_1 + S_2)$$

$$n_2 - n_0 = AS_2 + B(S_1 + S_2)$$

式中: n_0 是无应变各向同性时的折射率; A 和 B 是与材料相关的常数。

从以上公式可以得出:

$$n_1 - n_2 = (A - B) \times (S_1 - S_2)$$

折射率 $(n_1 - n_2)$ 就是双折射 $\Delta\delta$ 。

光学功能薄膜

聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)薄膜

双折射测定方法

1 范围

本标准规定了使用塞纳蒙法测量聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)薄膜双折射的方法,包括测定主应变方向及相延迟两部分。

本标准适用于单向或双向拉伸工艺制造的 PET 薄膜,应用拉伸工艺制造的其他塑料薄膜也可使用。

注:本标准只涉及薄膜表面双折射,对于面内双折射不考虑。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

应变 strain

单位长度产生的变形,它分为制造过程中引入的永久性塑性应变和存在应力时的弹性应变,这两种应变都会产生应变双折射。

2.2

光轴方位角 optical orientation

试样主应变慢轴方向与试样 TD(薄膜在制造设备上传动的方向称为 MD 方向,与 MD 垂直的方向称为 TD 方向,即卷材的横向)方向之间的夹角。

2.3

延迟量 retardation

光线透过双折射材料后两个波面之间的间距,也称为相对延迟量。

2.4

双折射 birefringence

薄膜折射率的各向异性,一般由机械或热应变产生,此时折射率取决于偏振面的取向和光束的传播方向,通常由材料制造时的应变以及材料中晶体取向的各向异性所产生。也可表述为单位厚度的相延迟。

3 测试设备

3.1 千分尺或厚度计

千分尺或厚度计,测试精度 1%。

3.2 塞纳蒙法偏光计

偏光计系统结构如图 1 所示。

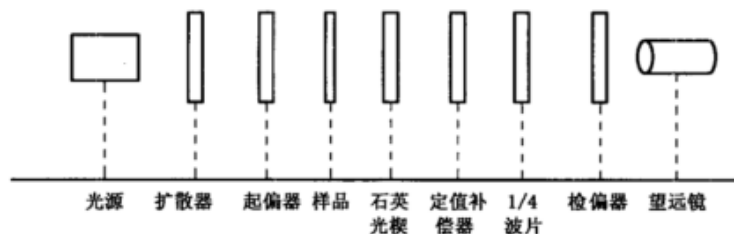


图 1 偏光计系统结构图

3.2.1 光源

测定光源为单色光源,可使用钠灯、汞灯或者白光光源加滤光片,滤光片的通带宽度应小于 10 nm。辅助白光光源可使用钨丝灯或卤素灯,色温应大于 3 150 K。

3.2.2 光扩散器

使用乳白玻璃或毛玻璃板,使得光路中任意两点的光强差应不大于 5%。

3.2.3 起偏器

偏振片单元安装在玻璃框架内,此框架可以旋转并固定在所要求的位置上,偏振片平行于偏振轴的透过率与垂直于偏振轴的透过率之比应大于 500 : 1。

3.2.4 样品台

样品台上设有安放薄膜试样的定位参考边,样品台可以 360°旋转,并带有角度刻度,读数精度应优于 1°,参考定位边的左右分别对应 180°和 0°,样品台还能做整体 ±45°的定位旋转。

3.2.5 1/4 波片

具有测试光线 1/4 波长的相延迟,与所要求相延迟的偏差应不大于 ±5 nm,安装在可以旋转并能固定在要求位置的框架内。

3.2.6 检偏器

与起偏器相同,安装在可以旋转并能固定在要求位置的框架内,偏振片平行于偏振轴的透过率与垂直于偏振轴的透过率之比应大于 500 : 1,此框架带有角度刻度,可旋转 ±180°,读数精度应不大于 1°。

3.2.7 望远镜

可放大 5~8 倍的短焦距望远镜。

3.2.8 石英光楔

厚度连续线性变化的石英晶体,产生连续可变的相延迟,应具有三级波长的相延迟。

3.2.9 定值补偿器

具有 n 块不同整数波长相延迟的补偿片, n 的大小取决于试样的相延迟,每块补偿片的延迟量与规定整数波长的偏差应不超过 ±20 nm。

3.3 偏光计调整

3.3.1 确定参考方位

设备调整需要确定一个基准参考方向,将样品台上安放薄膜试样的定位边设为水平方向,这是偏光计中各元件调整方位的参考方位。偏光计各元件方位如图 2 所示。

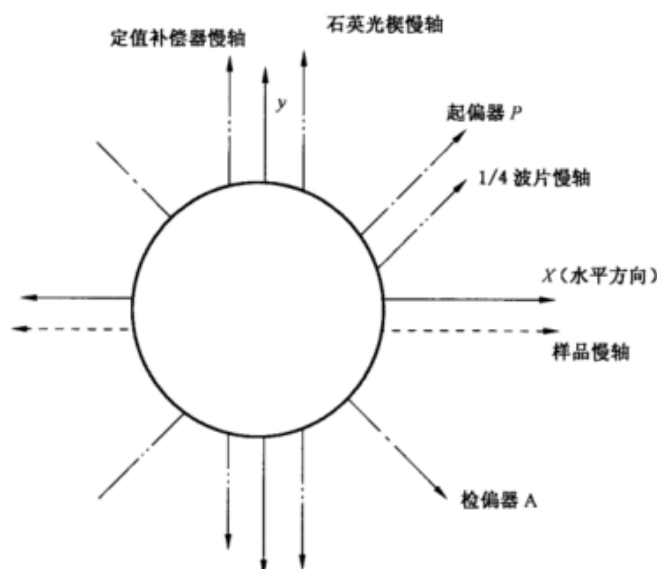


图 2 偏光计元件方位图

3.3.2 调整起偏器和检偏器方位

起偏器的振动方向为水平方向逆时针旋转 45° , 检偏器的振动方向与起偏器正交, 即检偏器的振动方向为从水平方向顺时针旋转 45° 。可以在样品台上放置一片偏振方向与水平方向平行的偏振片, 然后顺时针转动样品台 45° , 接着旋转起偏器直至获得消光或视场最暗, 将起偏器位置固定, 拿走样品台上的偏振片, 直接旋转检偏器获得消光, 将检偏器固定。

3.3.3 调整 1/4 波片方位

使 1/4 波片慢轴位于水平方向, 逆时针旋转 45° , 获得最大消光后, 将 1/4 波片固定, 此时起偏器、检偏器和 1/4 波片的光轴方向相互重合。

3.3.4 调整定值补偿片方位

每片补偿片的慢轴方向都要调整到与水平方向正交。在样品台上放置偏振方向与参考方向平行的偏振片, 在此部位左右旋转补偿片直至获得最大消光然后固定补偿片位置。定值补偿器调好方位后移出光路。

3.3.5 调整石英光楔的方位

石英光楔慢轴方向要调整到与水平方向正交。调整方法同 3.3.4。石英光楔调好方位后移出光路。

4 试样

4.1 试样尺寸可根据设备的尺寸自由确定,一般取 20 mm×20 mm 或 50 mm×50 mm。

4.2 裁切试样时,应保证其一边与薄膜的 TD 方向平行,并且要标记操作侧 OS。

试样示意图如图 3 所示。

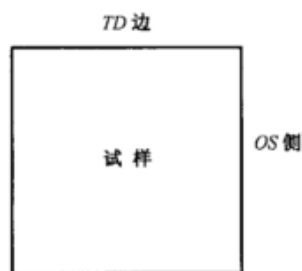


图 3 试样示意图

5 试验步骤

5.1 确定试样主应变方向和光轴方位角

5.1.1 将试样的背面朝向光源方向,OS 侧与样品台定位边的 0°方向重合,TD 边与样品台上的定位边紧密卡齐,固定试样。

5.1.2 点亮单色光源或者使用白炽灯光源加单色滤光片,此时定值补偿器和石英光楔都不在光路中。

5.1.3 观察视场亮度,顺时针旋转样品台使视场最暗,此方向就是试样的主应变慢轴方向。

5.1.4 记下旋转角度 ϕ_1 ,该角度即为光轴方位角。

注:如果旋转样品台时视场一直保持暗场不变亮,说明试样没有应变产生的双折射。如果旋转样品台时视场一直不能变得很暗,可能是试样的厚度方向上应变方向有变化,造成试样没有一个确定的主应变方向,而是一个角度范围。

5.2 确定试样相延迟量

5.2.1 确定试样主应变方向后,将样品台整体顺时针方向旋转 45°,此时视场又变亮。

5.2.2 顺时针方向旋转检偏器,使视场再次变成暗场,记下检偏器旋转角度 ϕ_2 。

5.2.3 换用白炽灯光源(或取走单色滤光片)。

5.2.4 置入石英光楔,此时视场出现各种彩色条纹,如果无彩色条纹出现,将定值补偿器的固定相位补偿片逐个送入光路,使补偿值逐个增加,直至出现彩色条纹。各级条纹色彩参见附录 A。

5.2.5 从附录 A 可知,零级条纹与其他条纹有明显差别。零级条纹除红色、橙色和黄色以外大部分都是没有色彩的灰和白,一旦出现零级条纹,表示试样与补偿片中的总相位差在一级波长之内,此时记下定值补偿器的补偿片 n 值。

5.2.6 如果步骤 5.2.4 和 5.2.5 中始终没有出现彩色条纹,说明试样的慢轴方向与补偿片方向一致,可将样品台整体逆时针旋转 90°,然后重复 5.2.2~5.2.5 程序。

5.3 测定试样的厚度

使用千分尺或厚度计直接测得,试样厚度用 t 表示。

5.4 测定试样的双折射

双折射 $\Delta\delta$ 与两个主应变方向 S_1 和 S_2 上的光波之间的相对延迟 R 存在下列关系:

$$\Delta\delta = 10^3 \times R/t \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

R ——延迟量,单位为纳米(nm);

t ——薄膜厚度,单位为微米(μm)。

6 结果计算和表示

6.1 试样的光轴方位角

ϕ_1 直接表示试样的方位角,即试样主应变慢轴方向与试样 TD 边之间的夹角。

6.2 试样的延迟量

试样延迟量由式(2)计算:

$$R = n\lambda + \frac{\phi_2}{180}\lambda \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

R ——延迟量,单位为纳米(nm);

n ——补偿器片数;

λ ——测试光源波长,单位为纳米(nm);

ϕ_2 ——检偏器旋转角度。

6.3 试样的双折射

试样的双折射由式(1)计算。

7 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 试验样品的编号;
- b) 试验日期;
- c) 试验人员;
- d) 采用标准号;
- e) 试样厚度;
- f) 试样位置;
- g) 光源波长;
- h) 试验结果:方位角、延迟量和双折射。

附 录 A
(资料性附录)

暗场白光偏光仪中产生的彩色序列

暗场白光偏光仪中产生的彩色序列见表 A.1。

表 A.1 暗场白光偏光仪中产生的彩色序列

彩色	相延迟/nm	彩纹级别 R/λ
黑	0	0
灰	160	0.28
白	260	0.45
黄	350	0.6
橙	440	0.79
红	520	0.9
一级过渡	577	1
蓝	620	1.06
蓝绿	700	1.2
绿黄	800	1.38
橙	940	1.62
红	1 050	1.81
二级过渡	1 150	2
绿	1 350	2.33
绿黄	1 450	2.5
品	1 550	2.67
三级过渡	1 730	3
绿	1 800	3.1
品	2 100	3.6
四级过渡	2 300	4
绿	2 400	4.13

注：各级过渡处有明显的分界，一级处是红与蓝，二级处是红与绿，三级和四级处是品与绿，五级以上基本无色彩。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
光学功能薄膜
聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)薄膜
双折射测定方法
GB/T 28609—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2012年12月第一版 2012年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-45563 定价 16.00 元



GB/T 28609-2012

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107