

SPM & EPMA 技术用于玻璃表面气泡分析

SPM-EPMA-001

摘要：玻璃由于具有优异的力学性质、高透光率及易加工性，被广泛的应用于建筑、日用、艺术、电子、仪表等领域。玻璃中如果存在气泡、划痕、夹杂物缺陷时，会严重影响玻璃的质量。对于玻璃的缺陷检测，目前常用的检测方法利用偏振光扫描，但该方法很难判断玻璃表面缺陷的凸凹类型，也无法进行缺陷处的元素分布分析。在本文采用扫描探针显微镜（SPM）和电子探针显微分析（EPMA）技术，观测玻璃表面的缺陷类型及缺陷处的元素分布，对玻璃生产加工工艺及质量控制可以起到一定的指导作用。

关键词：玻璃缺陷 缺陷类型 元素分布 SPM EPMA

在我们日常生活中随处都能看见玻璃制品的身影，如高楼上的玻璃窗户、商业街上的巨幅显示屏、惊艳的玻璃艺术品以及人们办公用的电脑手机屏幕等，玻璃中如果存在气泡、划痕或夹杂物等缺陷时，会严重影响玻璃的质量，如玻璃显示屏上的一个缺陷会导致一个显示坏点、钢化玻璃上的一个缺陷会行程应力集中从而降低力学性质。因此如何避免玻璃生产加工中的缺陷具有十分重要的研究意义。

对于透明平板玻璃、钢化玻璃的缺陷检测是按照国家标准 GB/T 30020-2013 执行的，该方法利用偏振光扫描，可以准确快速的确定缺陷的位置，但该方法无法判断玻璃表面上肉眼不可见的缺陷的凸凹类型及缺陷处的元素分布。本文采用 SPM 与 EPMA 分析技术相结合，对玻璃表面的气泡缺陷进行观测分析。

■ 实验部分

1.1 仪器



图1 岛津扫描探针显微镜 SPM-9700HT
(带环境控制舱)



图2 岛津电子探针显微分析仪
EPMA-1720H

1.2 测试条件

SPM 测试条件：

功能模式：动态模式

扫描器：125 μm x 125 μm x 13 μm
(扫描范围、深度)

探针：9 N/m

像素：512 x 512

EPMA 测试条件：

加速电压：15 kV

电子束流：100 nA

束斑直径：Min

面分析时间：45 ms/point

线分析时间：1 s/point

1.3 样品

透明玻璃样品，玻璃表面有气泡，图3为光学显微镜下图片。从光学显微镜图中，很难确定该气泡是凸起的还是凹陷的。

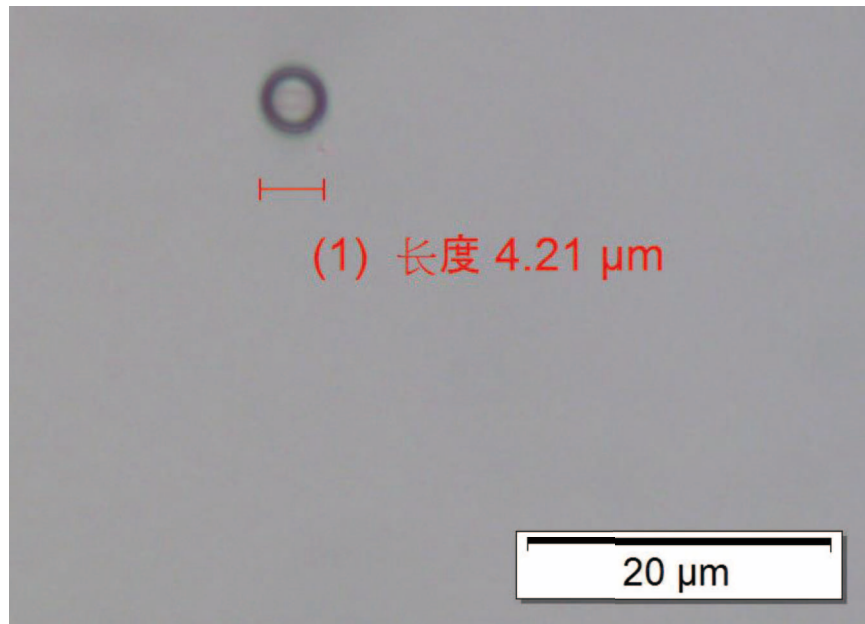


图3 玻璃表面的气泡

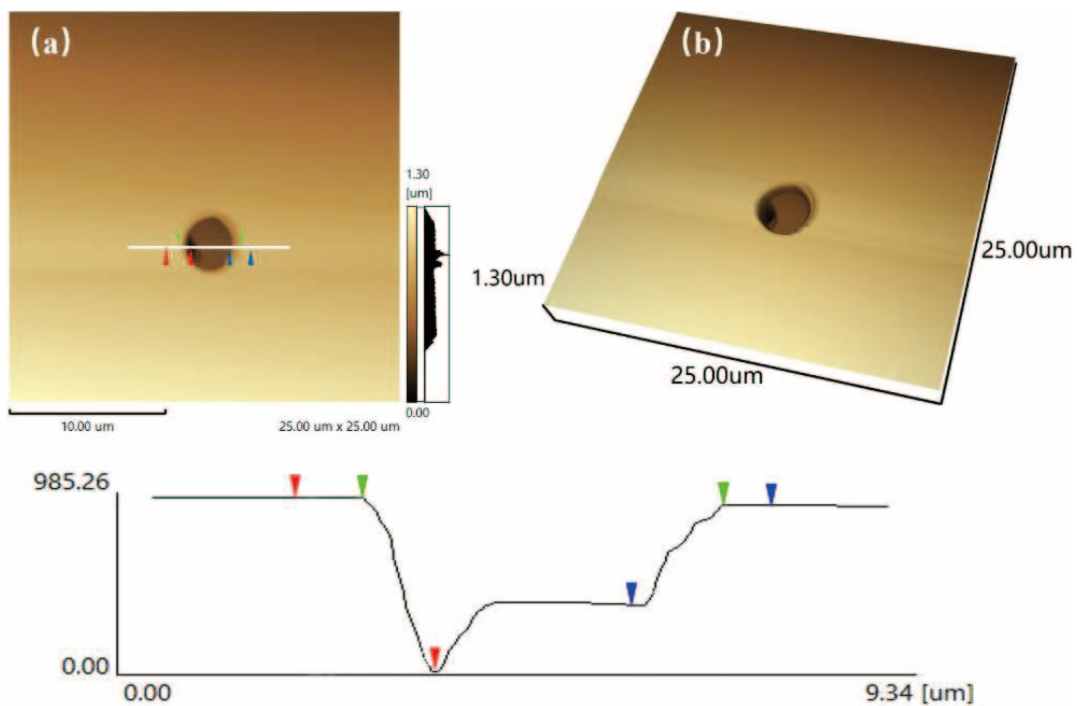
1.4 样品前处理

SPM：用玻璃刀将表面带有气泡区域的玻璃切成约 1 cm x1 cm 大小，再用双面胶固定到样品台上，其中带有气泡的一面朝上；

EPMA：切割下来的小块试样，气泡面朝上使用导电胶带固定在样品台上，同时取相对平整的横截面试样固定在样品夹具上，表面蒸镀碳膜。

■ 结果与讨论

2.1 SPM 测试结果




	Width[um]	Height[nm]	Angle[deg]
	1.46	978.41	33.89
	4.25	41.28	0.56
	1.54	558.18	19.92

图4 玻璃表面气泡的SPM图及剖面线数据（左：二维图；右：3D图）

从SPM图中，可以看到玻璃表面的气泡实际为一个凹陷的圆孔，其孔径为4.25 μm，与光学显微镜下测量的尺寸相符；其孔内深度也有所差异，最深的区域为978.41 nm。另外，从剖面线及3D图中，还发现孔边缘有台阶状结构，其可能是在加工过程中玻璃表面气泡破裂形成的。

2.2 EPMA 测试结果

2.2.1 定性分析

首先把含有气泡的一面正常位置处进行元素的定性分析和谱图解析，结果见图5；在玻璃背面同样的条件测试，其定性分析谱图和结果见图6。结果显示，气泡位于玻璃含锡（Sn）面。其他元素含量相差不大。

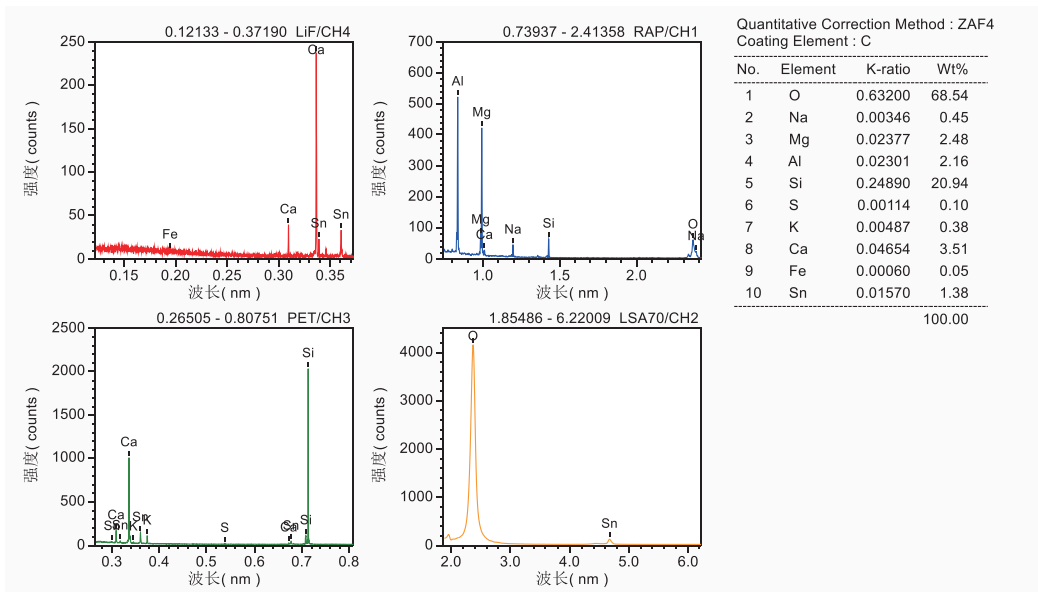


图5 含有气泡缺陷一侧定性分析谱图及结果

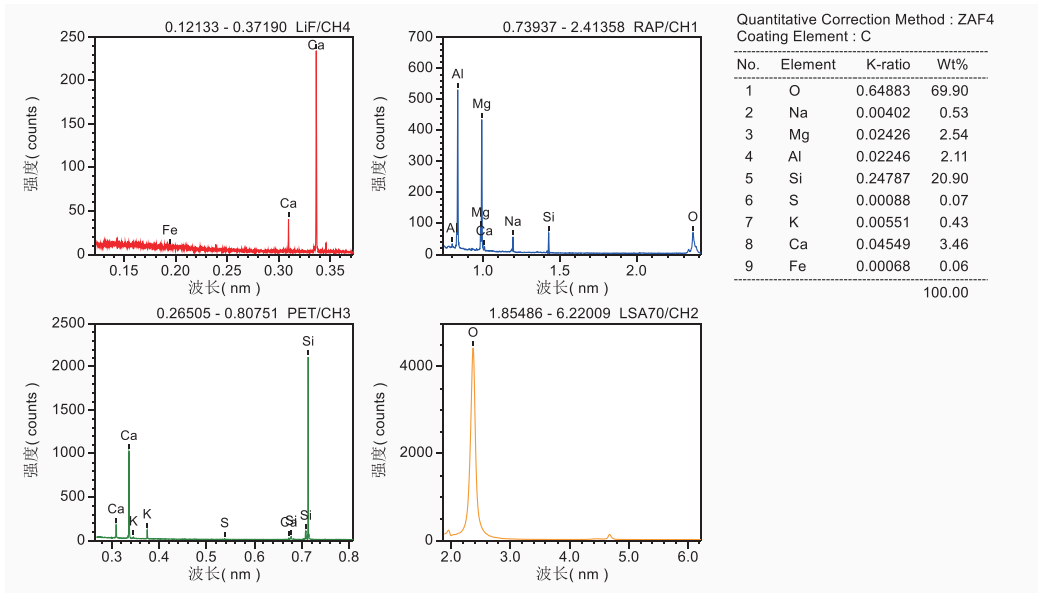


图6 气泡缺陷背面玻璃一侧定性分析谱图及结果

2.2.2 元素面分布特征分析

以气泡为中心，使用元素面分析功能对定性分析检出的元素进行元素分布特征测试，结果显示于图 7。对相对平整的横截面元素面分析结果见图 8。

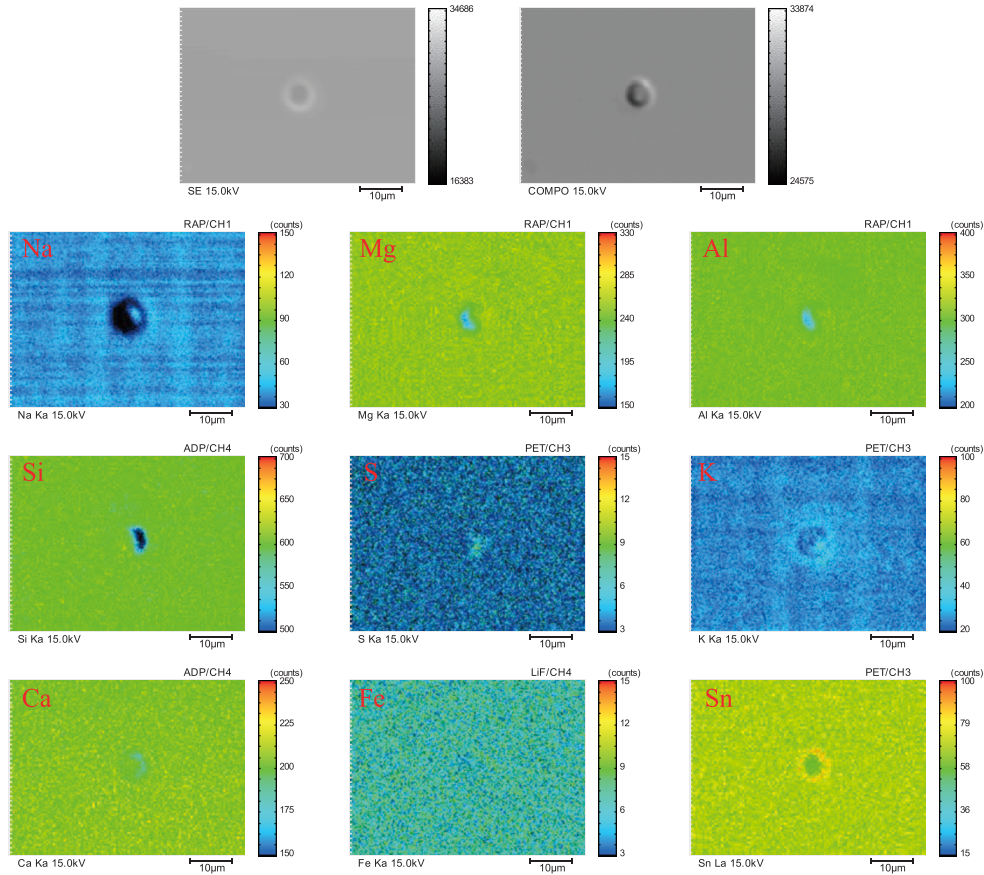


图 7 气泡处元素面分布特征

从面分析结果可以看出，气泡周围 K, Sn 略高，气泡中间 S 略高。元素 Na、K 略有轻微条带分布，其它元素分布较均匀。同时也对气泡反面进行了面分析，结果显示，除 Na 和 K 元素具有同样轻微的条带分布外，其他所有元素分布都相对均匀。

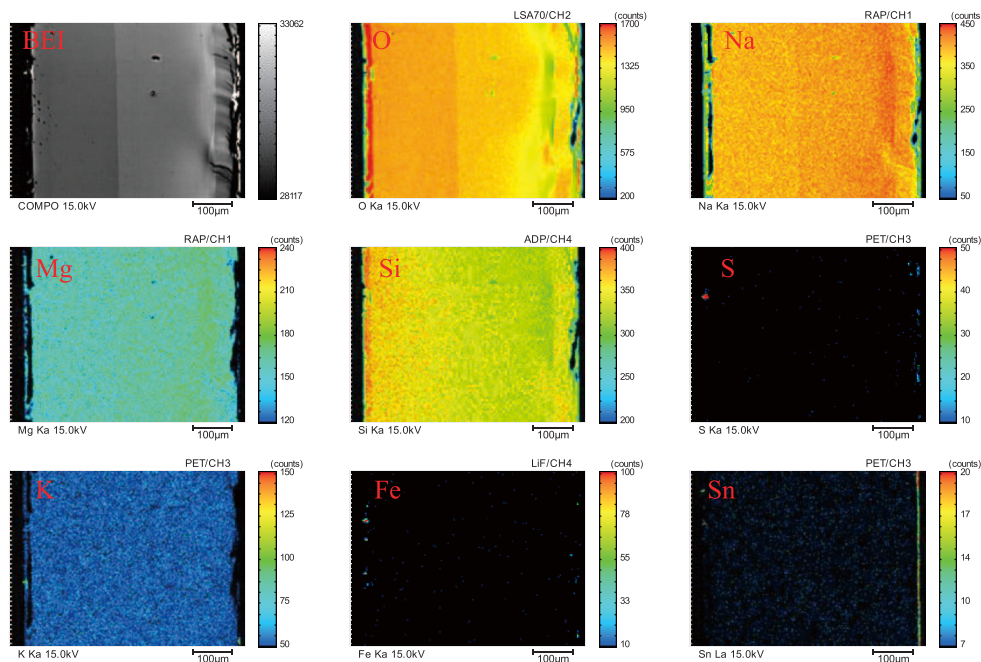


图 8 玻璃横截面元素分布特征

横截面背散射图像观察到分层现象，背散射电子图像衬度差异反映出不同区域平均原子数的差异，也就是说横截面的分层现象是由于部分元素分布不均导致。另外，含量较低元素有个别区域富集，Sn 面一侧（横截面右侧）可清晰分辨。岛津电子探针 EPMA 配置全聚焦分光晶体和 52.5°高 X 射线检出角，对这些低含量轻微变化的异常元素分布都具有高灵敏度特性。

■ 结论

采用岛津 SPM-9700HT 和 EPMA-1720H 对表面气泡区域进行了测量与分析，证实该气泡实际是孔径为 4.25 μm 的凹陷圆孔，其内部深度深浅不一，最深的区域为 978.41 nm。进一步采用 EPMA 对气泡周围区域进行分析，确认了气泡位于含 Sn 面，气泡周围 K, Sn 略高，气泡中间 S 略高，以及元素 Na、K 略有轻微条带分布，而其它元素分布较均匀。对玻璃横截面的测试反映了低含量元素有个别区域富集，相对于明显的气泡，这些还未表现出宏观缺陷的局部不均匀分布，也是生产工艺环节需要加强把控的环节。岛津具备丰富的产品线，能够为玻璃表面气泡及其它异物的分析提供全面的检测方案。

岛津应用云

