

玻璃条纹缺陷的 SPM-EPMA 分析

SPM-EPMA-002

摘要：条纹是玻璃产品中比较普遍存在的一种不均匀性缺陷，属于玻璃三大常见缺陷之一。本文使用岛津扫描探针显微镜 SPM 和电子探针 EPMA 对三类玻璃条纹缺陷进行了测试和分析。在玻璃制品生产过程中，产生条纹的因素有很多，对于玻璃条纹缺陷形态、成分及元素分布特征的特征可以为条纹缺陷产生的原因提供分析思路和针对性的解决方案，为质量管控和工艺优化提供指导。

关键词：玻璃条纹缺陷 元素分布 SPM EPMA

玻璃已成为我们生活中不可或缺的一部分，理想的玻璃质地均匀、表面光滑、洁净无瑕。在实际的生产中，玻璃经常会出现多种缺陷，常见的三大缺陷包括气泡、结石和条纹，其中气泡主要是玻璃融化及成型过程汇总形成的气体夹杂物；结石主要是玻璃生产过程中存在于玻璃内无法去除的固体物质夹杂物；而条纹是玻璃主体内存在和玻璃相近的物质，它主要以深浅或粗细不同的条状纹路出现，属于不均匀性方面的缺陷，在化学组成和物理性质上与玻璃主体不同。当透射光线通过这些缺陷的边缘时会发生折射，从而

形成肉眼可见或细微到需仪器检测才能确认的条纹状反差。这类缺陷主要原因是混合料或熔融体在流动过程中及物理、化学熔解过程出现不均质所导致，如原料称量误差、原料来源不同所含杂质差异、原料储存环境波动、熔化不均匀、温控波动、耐火材料侵蚀、机械搅拌设备和工艺不合理等。本文使用岛津扫描探针显微镜 SPM 和电子探针 EPMA 对某玻璃制品表面肉眼可见的白亮条纹、黑色条纹和玻璃内细小条纹进行了测试，可为不同类型条纹缺陷原因分析提供参考。

■ 实验部分

1.1 测试仪器



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：15kV

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 样品前处理

SPM：用玻璃刀将表面带有条纹缺陷区域的玻璃切成约 1 x1 cm 大小，再用双面胶固定到样品台上，先让带有条纹的一面朝上，测试完后测试对应条纹的反面。

EPMA：切割下来的小块试样，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

用于 SPM 测试的样品表面肉眼可见细长而笔直的“刻痕”状白亮条纹，其光学显微镜下观察到的结果见图 3。

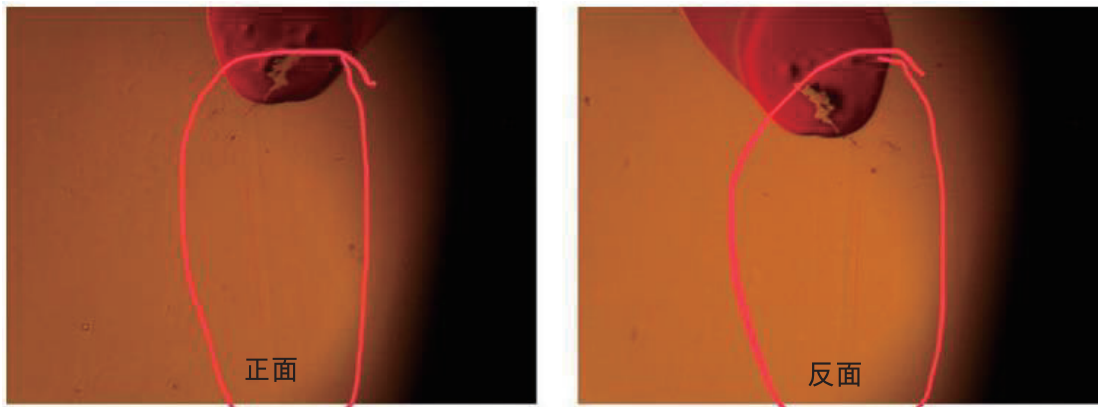


图 3 光学图像下玻璃表面的条纹

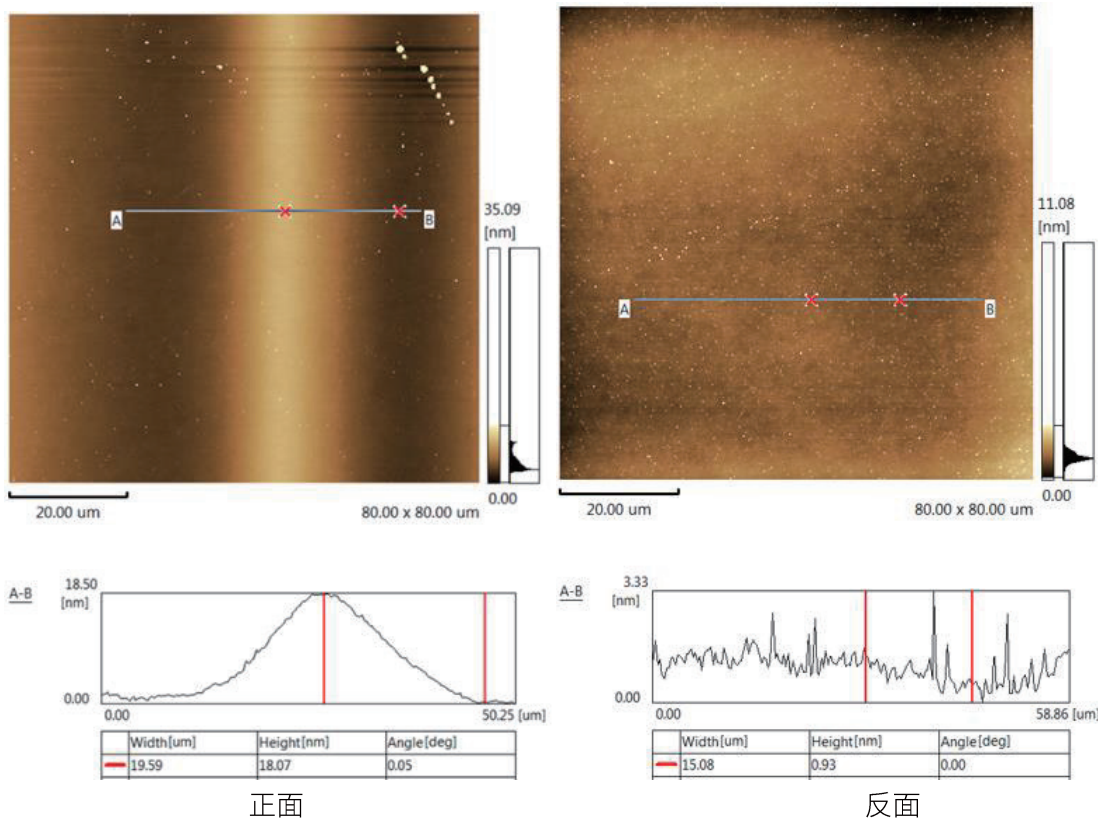


图 4 二维形貌图及其剖面线数据

使用 SPM 分别对正反面二维形貌图及其剖面线数据进行分析，结果如图 4 所示。左图为样品正面的形貌图，图中颜色亮的部分表示高的部分，颜色暗的部分表示低的部分（图中的小亮点为样品表面的杂质小颗粒）。从图中可以看到扫描区域范围内中间有一条凸起的部分，从剖面线数据可以得到凸起部分的高度为 18.07 nm，宽度为 39.18 nm。右图为样品反面的形貌图，从图中可以看到扫描区域范围内很平整，没有大的凸起，表面的起伏约为 0.93 nm，没有类似于正面的凸起。

从 SPM 测试的结果看，正面条纹缺陷处的表面有较大的凸起，而缺陷对应的反面表面则是正常的，没有大的起伏（与周围区域相同）。

2.2 EPMA 测试结果

2.2.1 玻璃表面黑色条纹

测试试样有肉眼可见的黑色条纹排列，冷镶嵌制样后测试元素的面分布（测试中心位置为表观黑线处）。由于进行了制样处理，面分析结果中的 BEI 图像可以避免表面起伏所带来的影响，图像衬度可以直观反映出成分上的差异。元素线分布可以显示在黑线处各元素的波动变化。结果分别如下：

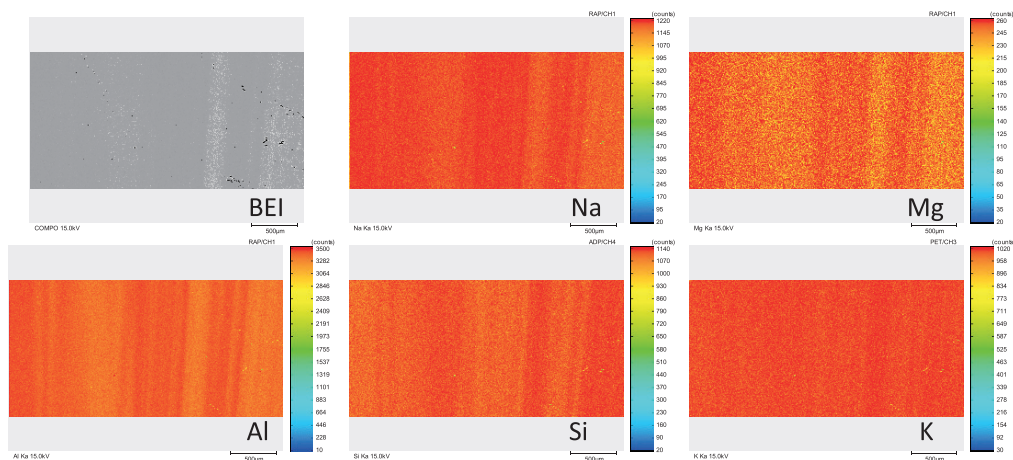


图 5 玻璃表面黑色条纹元素面分布特征

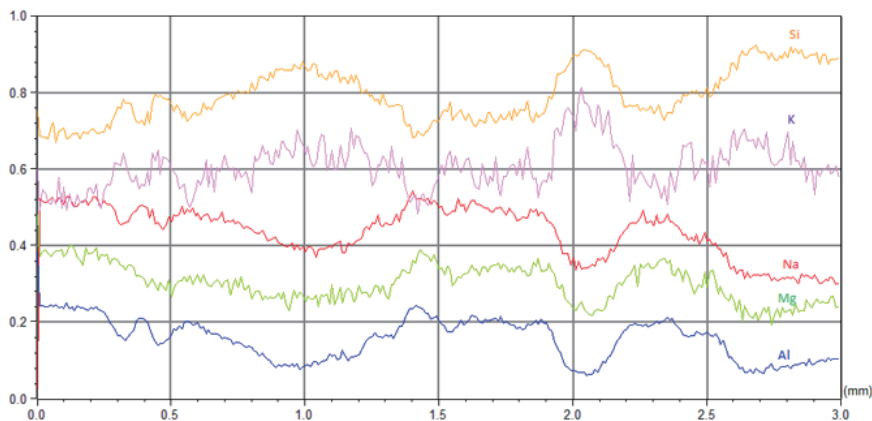


图 6 玻璃表面黑色条纹元素线分布特征

元素面分布和线分布特征符合，结果显示，黑色条纹对应元素扩散分布不均匀，实际上玻璃熔体很难达到完全均匀。玻璃液熔制不良、耐火材料熔入、结石熔化等原因造成的局部元素含量起伏，只有充分搅拌和反复熔化才能得到比较满意的结果，对相应的工艺控制都有要求。

2.2.2 玻璃内细小条纹

玻璃试样在透射光或倾斜反射光下，观察到条纹排列特征缺陷。使用电子探针 EPMA 对玻璃正反面进行大范围的线分布特征分析时，并没有发现在可能的缺陷处有明显的元素含量波动。推测这种折射率差异或来自于试样内部。对玻璃横截面进行取样分析，观察到局部的元素富集，结果见图 7。横跨整个横截面的元素线分布结果与面分布结果也相互印证，确认了局部的微量元素不均匀富集，如图 8 所示。

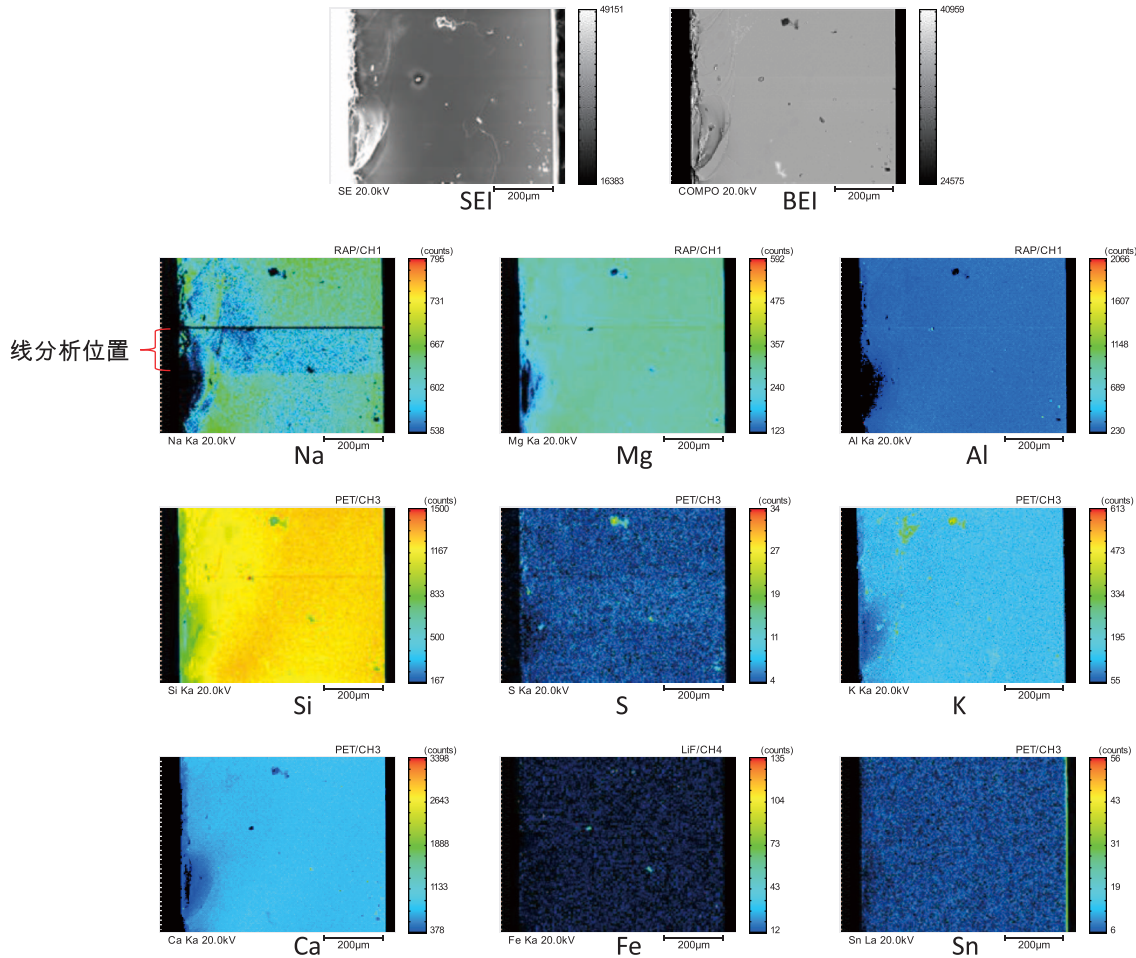
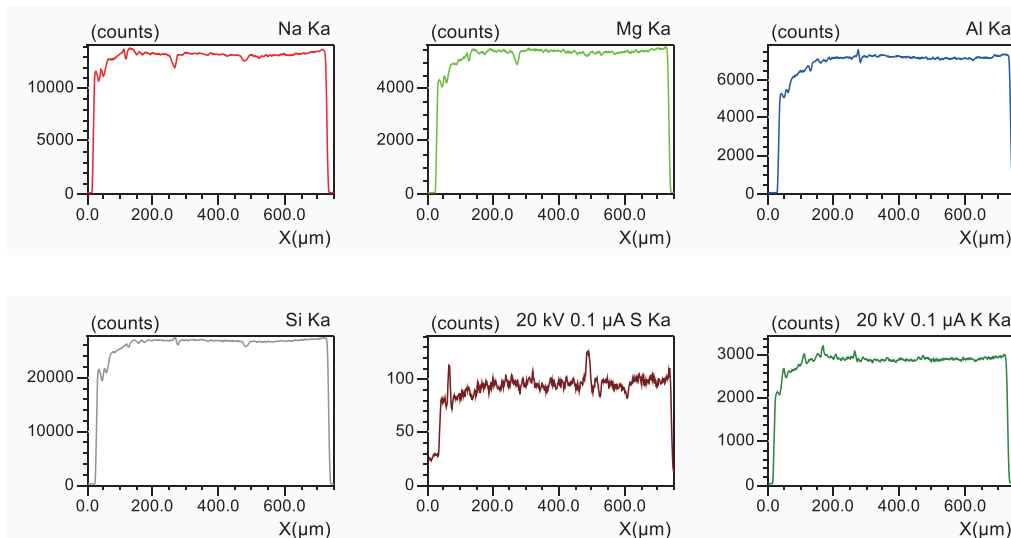


图 7 玻璃横截面元素面分布特征



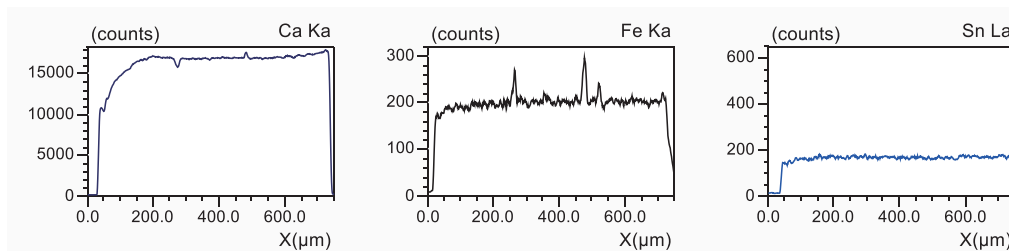


图8 玻璃横截面元素线分布特征

元素线、面分布特征均显示，元素 Na、Mg、Si、Ca 含量低的区域，Al 和 Fe 元素分布较高；而且 Fe 也有单独的异常分布，其它位置也观察到尺寸不等的 K 和 S 的局部富集区域。异常的局部富集来自于玻璃中的结晶物熔解后未能完全扩散均匀化，其可能来源于混合原料或结石夹杂物。

面分析结果中，元素 Sn 的分布特征显示，玻璃横截面中右侧为富 Sn 面。对于元素 Na，面分析结果中，由于先进行的大范围元素线分布测试，由于碱金属的电子束敏感特性，相对于其他位置有含量降低现象。

■ 结论

采用岛津 SPM-9700HT 和 EPMA-1720H 对玻璃制品中不同类的条纹缺陷进行了测试和分析。SPM 可用于表面微、纳米级别的形貌扫描分析，EPMA 可对玻璃表面或内部由于元素含量波动或元素局部富集导致的条纹缺陷进行直观地表征。

对于玻璃中出现的表面或内部条纹缺陷，结合仪器测试结果，可以从配料、熔解、搅拌等工序的工艺和设备方面进行调整以降低或消除条纹缺陷影响。

岛津具备丰富的产品线，对于玻璃制品中的条纹缺陷，无论是物理形貌起伏变化，还是化学元素含量起伏波动均有相应的仪器进行测试，可以全面分析提供方案。

岛津应用云

