

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

+ 涂层测量

其他涂层技术

通过涂层分析收集丰富的信息

分子光谱应用电子手册



Agilent Technologies

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

+ 涂层测量

其他涂层技术

目录

点击链接直接跳转到对应章节

涂层相关的挑战

仪器概述

涂层测量

FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

3 紫外-可见-近红外光谱测量 38

8 涂层光学晶片的自动分光光度空间分析 39

8 使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析 45

8 测量小型显示器不同角度下的反射率 50

测定薄膜的光学特性 55

9 表征硅片不同角度下的反射性质 59

12 测量超过 10 Abs 的光密度 63

16 表征立方体分束器 67

26 其他涂层技术 73

涂层相关的挑战

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

+ 涂层测量

其他涂层技术

涂层研究者和制造商面临的挑战

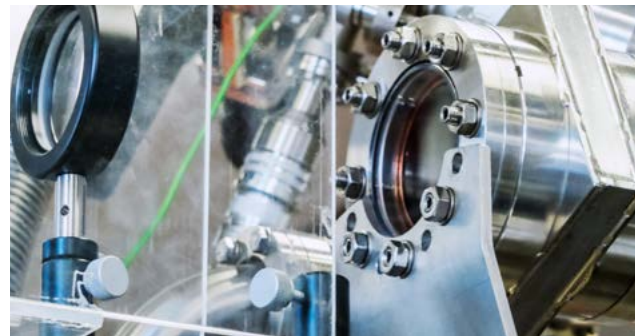
从航空航天涂层到汽车、船舶和建筑涂层，从油漆到薄膜和高度专业化的光学涂层，研究者和制造商都在不断努力，以满足用户对涂层功能、性能和寿命日益增长的需求。



需要满足市场需求的新型创新产品，特别是那些有环保证书的产品



需要具备功能更多的涂层 — 在涂层的整个生命周期内始终如一



需要始终保持高品质生产和应用的产品

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

+ 涂层测量

其他涂层技术

通过 FTIR 和紫外-可见-近红外光谱收集丰富的涂层数据

利用安捷伦的涂层解决方案开发和生产引领市场的产品。通过收集各种数据让您了解您研发工作的成果，确认产品质量或帮助您对产品应用问题进行故障排除。



视觉外观随观察视角而变化

在可见光谱中测试涂层外观，并通过观察视角或入射光的角度来表征变化。

实践：

[测量小型显示器不同角度下的反射率](#)



薄膜厚度测量

利用紫外-可见光谱或 FTIR 准确测量单层或多层介质堆叠薄膜的厚度。

实践：

[测定薄膜的光学特性](#)

[用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度](#)

空间分布涂层

通过分析表征涂层表面特性，确保其均匀性。

实践：

[涂层光学晶片的自动分光光度空间分析](#)

[使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 \(UMS\) 进行涂层晶圆分析](#)

涂层的镜面反射和角度关系

在 s 和 p 偏振条件下，以 1 度为增量自动测定从近乎正常的 6 度到掠角 85 度的镜面反射，无需人员值守。

实践：

[表征硅片不同角度下的反射性质](#)

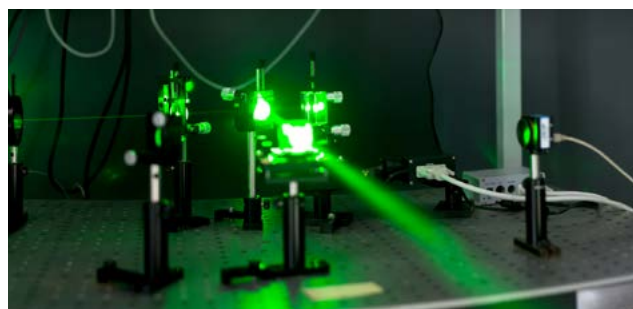
目录

涂层相关的挑战

仪器概述

+ 涂层测量

其他涂层技术



高性能涂层

通过对高能量激光应用中使用的高性能低损耗涂层进行质量测量来改进设计。

实践：

[采用 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 \(UMS\) 测量超过 10 Abs 的光密度](#)



涂层老化研究

通过使用 UV 和 FTIR 光谱仪了解老化或风化机理，设计更坚固的涂层。

表征嵌入式光学薄膜

通过透射和反射测量完整表征立方体分束器中的嵌入式光学薄膜，且无需移动样品。

实践：

[表征立方体分束器](#)

涂层性能研究

在实际使用条件下，使用 FTIR 测试混合物比例对涂层耐热、防水、抗化学腐蚀、抗辐射等性能的影响。以倾斜入射角研究用于激光应用的高性能光学涂层。

涂层固化研究

使用 FTIR 光谱确定固化过程是否完成或确定最佳固化速率和温度。

实践：

[采用手持式 FTIR 完成涂层的鉴定与评估](#)

确定残留溶剂

确定涂层内是否存在由于固化不完全或固化无效而残留的溶剂。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

+ 涂层测量

其他涂层技术

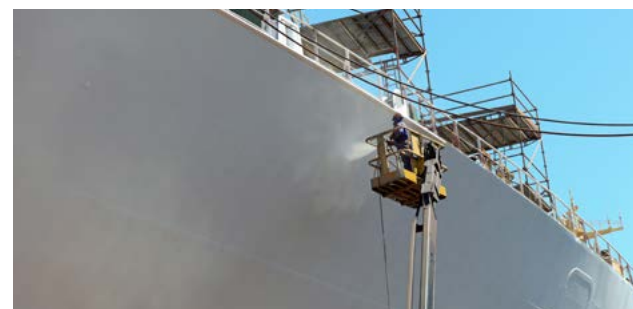


确定涂层混合比例

确保两部分涂层的混合比例在使用前后都是正确的。

实践：

[手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用](#)



表面污染物研究

确保表面洁净，不含硅油或烃类等降低表面附着性的污染物。

实践：

[检测金属表面的痕量污染物](#)

[测量复合材料的表面污染物](#)

涂层鉴别

使用红外光谱的指纹图谱区域和已知的谱库来准确鉴定涂层。这在尝试匹配涂层或识别假冒产品时非常有用。

实践：

[采用手持式 FTIR 完成涂层的鉴定与评估](#)

表面活化确认

确保表面已经过适当的预处理以保证其具有适当的涂层附着性。

实践：

[利用便携式 FTIR 分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料](#)

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

+ 涂层测量

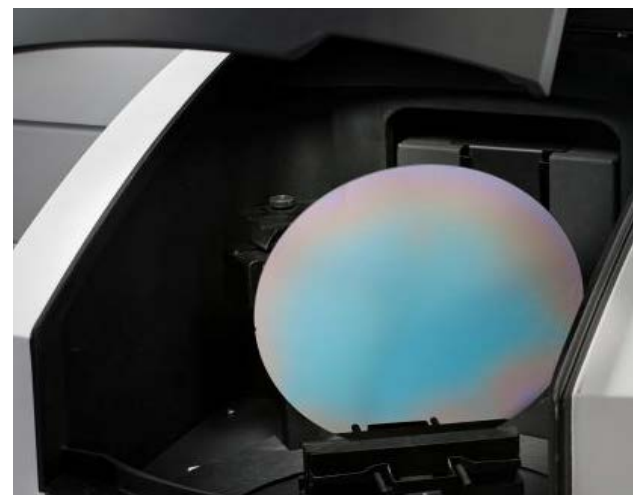
其他涂层技术

当样品太大或固定在飞机或建筑上时，该如何进行测量呢？

过去，研究者和技术人员经常为了分析而不得不牺牲样品 — 要么将样品切割让其适合仪器，要么在样品前处理过程中将其破坏。安捷伦独特的样品室和手持式测量功能意味着现在可以在您可能从未想过的领域对样品进行无损检测。



手持式 4300 FTIR 装置可在任何地点、任何时间进行原位测量。无需将涂层样品带回实验室，您就可以对应用于各个地方（墙壁、飞机、玻璃等）的涂层进行无损测量。



Cary UV-Vis-NIR UMS 仪器独有的样品处理功能让您能够在样品室中放置直径达 200 mm 的样品。电动样品台将样品移动到合适位置 — 可在样品表面的任何位置进行测量。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

仪器概述

深入了解涂层的结构和性能

安捷伦的 FTIR 和紫外-可见-近红外光谱仪可以快速简便地生成整个光谱范围的准确数据。无论您是对涂层和薄膜进行研究、制造还是应用，使用紫外到红外波长获得的数据将帮助您深入了解涂层的成分、性质和功能。

FTIR 测量

AGILENT 4300 手持式 FTIR

这种多功能仪器非常适合用于对高价值材料制造的物体进行现场中红外测量。其优化设计可快速扫描较大的表面或区域，并能评估诸如成分、质量、真伪和磨损程度等一系列因素。此外，4300 手持式 FTIR 使您能够直接分析物体，而无需移动样品，因此减少了对工作繁重的实验室或非现场实验室的依赖。

4300 的主要功能包括：

- **原位测量** — 测量任意大小或形状样品。符合人机工程学的 4300 FTIR 仅重 5 磅 (2.2 kg)，可用于任何可接近的位置
- **无损检测** — 测量后样品保持不变
- **五个不同的可更换卡扣式接口** 让您轻松收集所需数据。从下列接口中选择：钻石晶体 ATR、漫反射、外反射、掠角和锗晶体 ATR 接口
- **Agilent MicroLab Mobile 软件** 可指导用户完成测量过程，还能指导用户使用特定应用功能，如用于材料的谱图匹配

以下页面所示的应用为手持式 FTIR 的常见应用提供了指南和典型案例。



目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

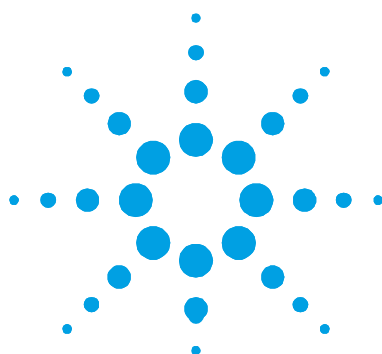
手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术



采用手持式 Agilent 4100 ExoScan FTIR 测定铝板上的环氧树脂底漆厚度

即使对薄涂层也可进行可靠分析

应用简报

作者:

John Seelenbinder

安捷伦科技,

康涅狄格州, 美国



摘要

手持式 Agilent 4100 ExoScan FTIR 可有效测定铝板上的环氧树脂底漆厚度。校准技术有助于准确预测。足够的灵敏度可以检测到极小的厚度差异，该系统是飞机分析应用的理想选择。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

前言

底漆厚度测定是许多涂层工艺质量控制的关键。超声波和涡流探针可用于测定涂层厚度；但是，它们时常缺乏薄层底漆测定要求的分辨率。

Agilent 4100 ExoScan FTIR 是一款手持式红外 (IR) 光谱仪。它可以应用于金属表面有机层及氧化层的化学组成和厚度分析。红外光谱谱带的吸光度值直接与待测化学物质的浓度，以及光线通过该物质的光程有关。该研究中使用的 4100 ExoScan 镜面反射探头附件能完全收集穿透薄底漆反射回来的红外光线。因为光程由涂层厚度决定，所以红外光谱的吸光度值直接与涂层厚度呈正比。此外，每个官能团都有其专属的特征峰，所以在编辑方法时，将光谱范围锁定在底漆中环氧树脂产生的吸收谱带即可，而不用去考虑添加剂和充填材料的特征吸收峰。与实验室用红外光谱仪不同，手持式 4100 ExoScan FTIR 可实现大型零部件的无损检测分析。

本研究论证了采用 4100 ExoScan FTIR 测定铝板上环氧树脂底漆厚度的方法应用。文中采用 4100 ExoScan FTIR 无损测定了一系列具有不同漆层厚度的标准品，得出的吸光度值和漆层厚度的关系与使用实验室红外测试的结果一致。所以，用校正过的标准曲线去测试未知样品的漆层厚度时，得出的结果是准确可靠的。

样品和实验

所有待测样品均由铝板上涂布的航空级环氧树脂底漆组成。在校准样品中，涂层厚度分别为 0.06、0.09、0.17、0.30 和 0.39 密耳（为 1.5、2.3、4.3、7.6 和 9.9 μm ）。所有样品均采用带镜面反射探头的 4100 ExoScan FTIR 测定；图 1 为使用 4100 ExoScan FTIR 现场测试的照片。测定条件为 8 cm^{-1} 分辨率下扫描 32 次，所用时间仅为 8 秒。每个样品分析前都需要对一个纯铝样品进行扫描作为背景，用时 8 秒。



图 1. 使用带镜面反射探头的手持式 Agilent 4100 ExoScan FTIR 对飞机涂层进行现场质量检验

结果分析

采集的校准样品光谱如图 2 所示。这些光谱中从波数 2000 到 650 cm^{-1} 间包含了许多谱带，它们都是由环氧树脂涂层产生的。

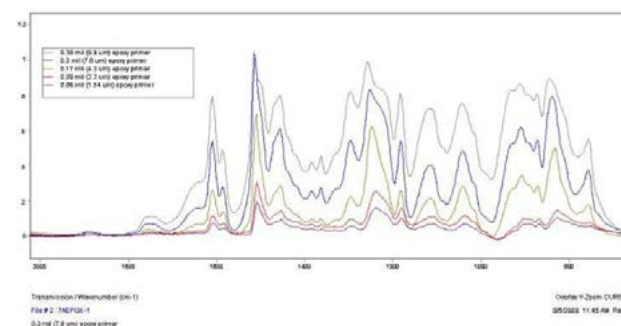


图 2. 使用外接镜面反射探头的 Agilent 4100 ExoScan FTIR 采集的铝板上环氧底漆的 IR 光谱，底漆厚度范围从 0.06 密耳（1.54 微米）到 0.39 密耳（9.9 微米）

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

在有效厚度的测量范围内，可利用一些谱带测定底漆厚度。在该校准中，可以使用波数为 1610 cm^{-1} 的谱带。该谱带对于最薄的样品约有 0.07 个 Abs 的吸光度，而对于最厚的样品约有 0.7 个 Abs 的吸光度。这个区间正好包含在吸光度的线性范围内（一般是 0.05 到 1 个吸光度单位）。此外，同时存在的较强谱带（即 1510 cm^{-1} ）和较弱谱带（即 1285 cm^{-1} ）可分别用于较厚或较薄样品线性范围内的校正。图 3 为以 1610 cm^{-1} 处的环氧树脂谱带的峰面积对环氧树脂底漆厚度回归的校准曲线。该校准曲线表明 IR 测试数据与环氧树脂底漆厚度间呈现良好的线性关系。

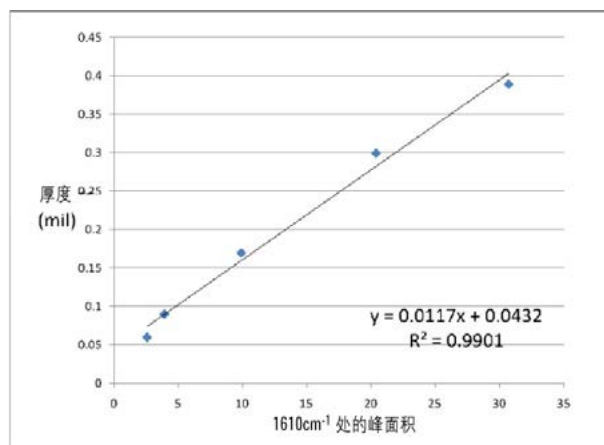


图 3. 采用 Agilent 4100 ExoScan FTIR 测定的环氧底漆厚度的校准曲线，其中校准厚度分别为 0.06、0.09、0.17、0.30 和 0.39 密耳

结论

本研究表明安捷伦手持式 4100 ExoScan FTIR 光谱仪可用于飞机铝板上的环氧树脂底漆厚度的测定。校准曲线精确的线性度表明采用该技术可获得准确的预测结果。另外，该系统对涂层厚度的微小变化非常敏感，即使是针对通常用于飞机的薄底涂层分析应用也能达到非常好的效果。

除了 4100 ExoScan FTIR 机型，安捷伦还为用户提供了 4200 FlexScan FTIR 机型。4100 ExoScan 和 4200 FlexScan 均可实现简便的手持式红外分析，但它们在构造上略有不同。4200 FlexScan 具有与 4100 ExoScan 相同的光学部件，但光学探头和主机部分是分离并通过电缆连接的。这使手持部分更小，但其性能仍然适用于多种应用。4200 FlexScan 的光学探头仅有 3 磅，与其连接的主机为 4 磅重。虽然两种机型构造不同，但两个系统的使用，包括软件，是完全相同的。4100 ExoScan 是一种集成的、紧凑的组合，而 4200 FlexScan 更小，适用于在紧密间隙空间使用。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

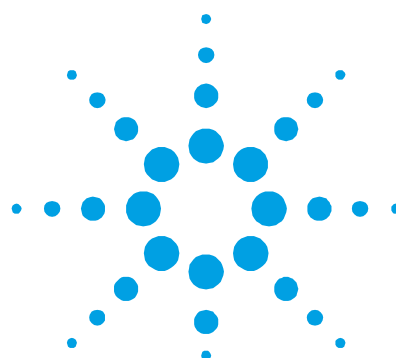
手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术



作者:

John Seelenbinder

安捷伦科技,

康涅狄格州, 美国

采用手持式 Agilent 4100 ExoScan FTIR 检测金属表面的痕量污染物

确保金属表面洁净度, 大幅提高附着力

应用简报



摘要

为实现金属表面的高效胶粘, 要求金属表面要高度清洁。使用带掠角探头的 4100 ExoScan FTIR 可以实现金属表面清洁度的现场鉴定和定量分析。金属被清洁以后, 可以使用分析器检测金属上是否存在有机和无机污染物。即使是很少量的污染也可以严重降低粘合强度, 而高灵敏度的 4100 ExoScan 可以检测到痕量级别的污染物。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

前言

相同材质或不同材质的材料可以通过粘合剂连接在一起。通常，粘合材料的强度比单纯连接上的材料的强度更好。此外，应用粘合技术可以使制作的材料元件更牢、更轻，同时减轻了材料因为使用沉重的机械紧固件而增加的重量，以及安装紧固件时在材料表面打孔的繁琐工序。

虽然粘合剂可以产生非常强的粘合力，但粘合强度的大小却取决于两个待粘合表面的清洁度。在被污染的表面使用粘合剂只会粘合污染物，两个基体间的粘合作用却很弱。对于一些应用，即使痕量的污染物也会严重降低表面的粘合强度。

为了确保待粘合表面不含杂质，已针对关键的粘合应用开发了大量的清洁方法。结果表明，清洁程序哪怕出现很小的偏差，也会产生不合格的粘接。为保证粘接的牢固，金属表面应该在使用粘合剂前，需要分析检测其清洁度。理想的测试技术应该是无损的、可以对污染物进行定性和定量分析，并能在现场进行测定，这种技术还必须对痕量污染物具有足够的灵敏度。

红外 (IR) 光谱法是一种无损检测方法，它可以对金属表面上的许多污染物进行定性和定量分析。所有有机化学品和许多无机化学品都可以用红外测定。当使用红外主机外接掠角反射探头时，检测低浓度的污染物仍然具有非常好的灵敏度。这些都是掠角反射测量模式的优点。但是，一般情况下，掠角反射测量模式通常是在实验室中，采用传统台式 FTIR 光谱仪检测微小样品时才使用的。Agilent 4100 ExoScan FTIR 通过提供高灵敏度，手持式 IR 光谱仪突破了这一限制，可用于几乎任何大小的制造或维修设施中零部件的分析。本文论证了 4100 ExoScan 红外光谱仪使用掠角反射测量模式测定金属表面痕量污染物的应用分析。

掠角反射

采用红外光谱测定样品的方法有许多。在所有情况下，从光源发出的红外光必须与样品相互作用后到达检测器。最简单的例子是透射模式测定，此时光线直接穿过样品。对于在反射面上的样品，典型的测量方式是反射-吸收法 (IRRAS)。使用 IRRAS 时，从光谱仪发射的光线通过样品后即从金属表面返回再次穿过样品后，到达检测器。描述样品 IRRAS 分析的图解见图 1。

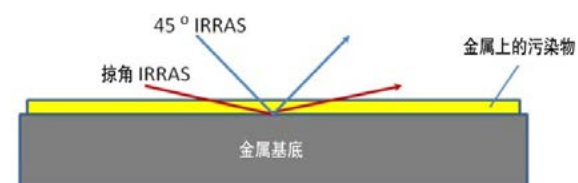


图 1. 样品在掠角反射（红色线）和镜面反射（蓝色线）两种模式下的反射吸收示意图，其中掠角反射模式测试污染物的光程更长。

根据比尔定律（吸光度=摩尔吸光系数*浓度*光程）可知，吸光度的强度与样品的浓度和光程成正比。在反射吸收测试中，可以通过增大入射角的角度来增加光程。如果入射角超过 75 度，则称为掠角反射测定。从图 1 中可以看出，45 度镜面反射模式（典型的镜面反射测量）与 80 度掠角反射模式的光程差异。除了光程增加外，与典型的镜面反射测定相比，掠角反射模式还提高了检测灵敏度。检测灵敏度的提高是由于增强了表面 p-偏振光的电场。因为 p-偏振光会在基体表面产生驻波，进而极大地增长了有效光程。从理论上来说，当入射角为 88° 时，有效光程最长。但仪器在实际应用中，掠角反射的入射角平均为 80° 左右。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

4100 ExoScan FTIR 是一种轻巧灵活手持式的用于表面分析的红外光谱仪。具备应用于反射测试中的独特设计，掠角反射是其中的一种测量模式。4100 ExoScan 掠角反射探头的入射角为 82 度。高通透光学系统有超过 80% 的透过率，即使对于短光程测定也有出色的信噪比。同时 4100 ExoScan 也可外接镜面反射 (45°) 探头和衰减全反射 (ATR) 探头，使它成为一款适用于测定分析不同类型样品的仪器。4100 ExoScan 完全是便携式的，不需要连接电源或计算机。数据采集和结果显示可以在一个 PDA 计算机上实现；也可以将结果导出到 PC 上进行数据处理及谱图解析。此外，4100 ExoScan 可以对大多数污染物进行全谱扫描后，进行定性和定量分析，且结果不受大气环境影响。

采用 Agilent 4100 ExoScan FTIR 进行污染物测定

包括 4100 ExoScan FTIR 在内的所有红外光谱仪，对多种不同类型的有机和无机污染物都具有非常高的检测灵敏度。图 2 是使用 4100 ExoScan 红外光谱仪测定的铝表面上微量烃油和微量硅酮的光谱。

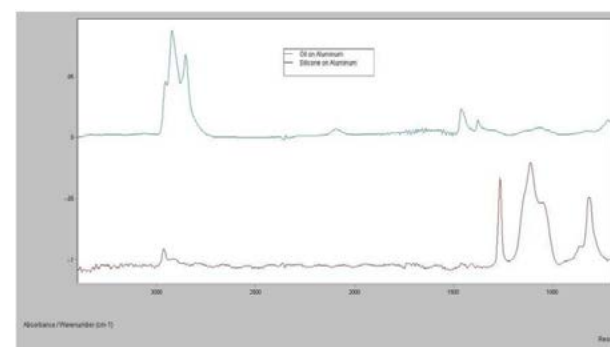


图 2. Agilent 4100 ExoScan FTIR 测定铝片表面烃油（蓝色）和硅酮油（红色）的光谱图。

从图中可以看出，4100 ExoScan FTIR 可以快速区分不同的污染物，进而可以使用户选择适当的方法去除污染物。

4100 ExoScan FTIR 是为能同时满足专业和非专业用户的使用要求而专门设计的。虽然上文和下文中提到的谱图需要专业人士才能进行定性和定量分析，但 4100 ExoScan 能够成功应用于现场分析，是因为它是用一种简明的方式来展示结果。4100 ExoScan 内置有表面污染物定量的方法。设置限度值后，在显示测试结果的同时还可以按照样品是否超过、临界或未超过该值而分别以红色、黄色或绿色给用户进行提示。图 3 展示了一个油污污染物测定的结果。在该例中，硅酮的量介于临界和危险限度之间，所以结果的显示为黄色。这提示用户需对该测定区域进行清洁并在下一步处理前重新测定。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

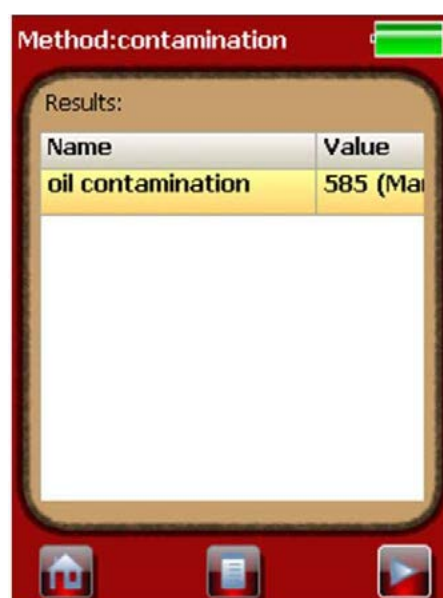


图 3. 金属表面的油污染处于临界值时的 4100 ExoScan FTIR 结果显示界面。

表面污染物检测限的测定

为测定光滑金属表面污染物的检测限，通过在金属铝板上喷涂硅酮脱模剂 (Frekote) 制备出一系列不同的样品。在两次清洗间，将精确数量的硅酮喷到铝板表面。采用已建立的方法，通过实验室红外光谱仪测定验证其浓度。计算了每块板六次测量数据的平均值；浓度范围为 1.6 - 8.8 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。表 1 列出了该测试中每个样品的平均浓度值。

表 1. 铝板表面硅酮脱模剂的平均浓度值

样品	浓度 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)
1	1.6
4	3.2
6	6.1
10	8.8

采用 4100 ExoScan FTIR 测定的每块板的若干光谱图。光谱测定采用 8 cm^{-1} 的分辨率；10 秒的数据采集时间里即可完成 32 次的扫描。

该系列样品的代表性光谱见图 4。很容易分辨硅酮在波数 1265、1112 和 820 cm^{-1} 的三个明显谱带，即使测定的是最低浓度的样品。

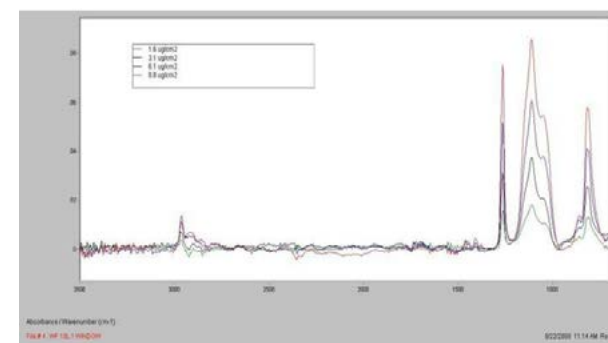


图 4. 使用带掠角反射探头的 Agilent 4100 ExoScan FTIR 测定的铝板上硅酮脱模剂的光谱图。分辨率为 8 cm^{-1} 时，采集时间为 10 秒。

校准曲线采用波数为 1265 cm^{-1} 的硅酮谱带峰面积进行绘制，见图 5。校准曲线线性良好，相关系数为 0.997。通过测定波数为 $2210 - 2120\text{ cm}^{-1}$ 处基线的噪音峰面积计算检测限。该面积乘以 3 (3 倍基线噪音) 后给出检测限为 $0.17\text{ }\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。应注意该检测限是最差情况下的预测；如果测定全部硅酮谱带的峰面积或延长测定时间会使检测限的数值更低。

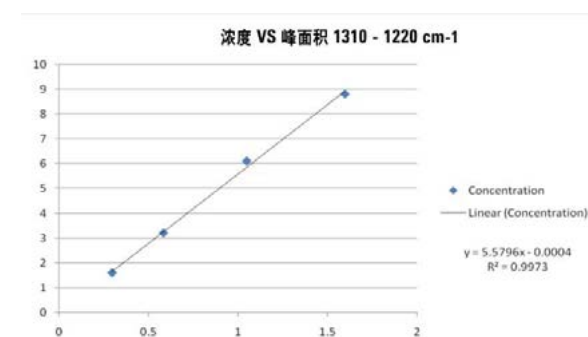


图 5. 铝板上浓度范围 1.6 - 8.8 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 硅酮脱模剂的校准曲线

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

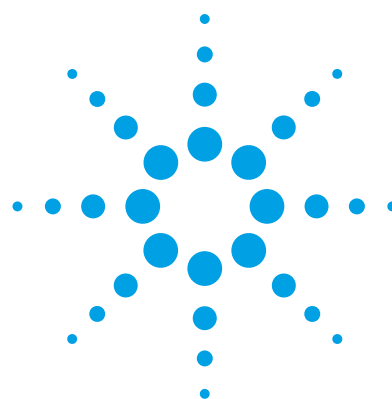
手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术



使用手持式 FTIR 对镀膜材料进行定性和厚度分析

应用简报



作者

Shannon M. Richard

Pik Leung Tang 博士

安捷伦科技公司

美国康涅狄格州

前言

镀膜材料具有多种用途。有些材料镀膜纯粹是为了美观，而大多数材料镀膜都是根据其物理性质进行应用的，例如能否抑制产品氧化或风化引起的磨损，能否粘结两种互不相容的材料（例如使用底漆的情况）等等。此类保护性镀膜通常为多层工业镀膜，其工艺流程中涉及基底材料、基底预处理、底漆/粘合剂施涂以及用于密封镀膜的面漆或膜压层。为了确保镀膜得到有效施涂和固化，在生产过程中工程师进行下一道工序之前必须等待一段规定的时间。然而，时间的长短可能随着工艺相关条件的不同而变化，因此必须要等待最长的时间才能确保产品可以进入下一工序。

Agilent 4300 Handheld
FTIR 已获得验证



目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

FTIR 检测技术一直用于涂布工艺，但过去主要是用于研究和开发应用，因为传统的 FTIR 仪器必须在实验室环境中使用，必须将小型样品或大型样品的小片送往实验室进行分析，而不能在关键时刻或生产过程中进行测量。安捷伦的手持式 FTIR 系统采用创新的采样技术，使得 FTIR 分析仪不仅限于实验室分析，还能用于生产车间或者需要对样品进行分析的任何地点。此性能对于需要在现场进行测量，或者由于样品体积过大而无法在实验室条件下进行测量的情况意义重大，因为并非所有样品都可以在出现问题时取一小片带回实验室进行测量。

FTIR 技术应用示例

对材料的镀膜进行鉴定是一项繁琐的工作，尤其是在样品外观相同的情况下。有时，必须对不同的材料进行实时鉴定。镀膜是可供鉴定材料中一个很好的示例，因为大多数镀膜、底漆和粘结材料都是由有机化合物制得。图 1 展示了使用配备漫反射采样探头的 Agilent 4100 ExoScan FTIR 测定聚氯乙烯 (PVC)、聚氨酯 (PU) 和聚偏二氟乙烯 (PVDF) 之间差异的示例。谱图显示这些材料很容易相互区分。

在这一具体实例中，PVDF 镀膜被用于需要耐风化、耐紫外线和耐溶剂的终端产品上。应当注意，PVDF 镀膜还是上述三种镀膜中最昂贵的一种。由于三种样品外观相同，因此仅靠肉眼判断可能造成在具体应用或情形中选错镀膜，导致为客户选错产品。

每类镀膜的使用寿命有所不同，选错的镀膜可能导致基底迅速风化，镀膜失效。反之，如果在不需要采用 PVDF 的情况下选用 PVDF，将会给供应商造成损失，因为这种镀膜与其他镀膜相比更加昂贵。

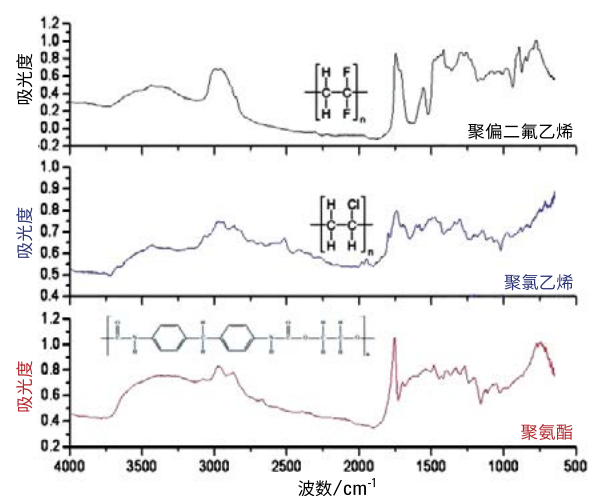


图 1. 聚偏二氟乙烯、聚氯乙烯和聚氨酯的漫反射 FTIR 谱图

FTIR 发挥优势的另一项应用是镀膜的固化过程。测定固化过程是否完成或者确定应当采用的最佳固化速率和温度是一项棘手的任务。我们采用配备漫反射采样探头的 ExoScan FTIR 建立了分为两部分的环氧底漆固化曲线图。固化时间在 0 至 308 分钟范围内，以特定的时间间隔。样品在室温下固化以建立基线数据。图 2 显示出了代表性数据和谱图中变化明显的具体区域。这些变化可用于确定环氧树脂/固化剂混合物的固化程度。可轻松建立固化程度与固化时间的关系曲线，利用该曲线可以在采集材料样品时设定固化完成情况的合格/不合格标准。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

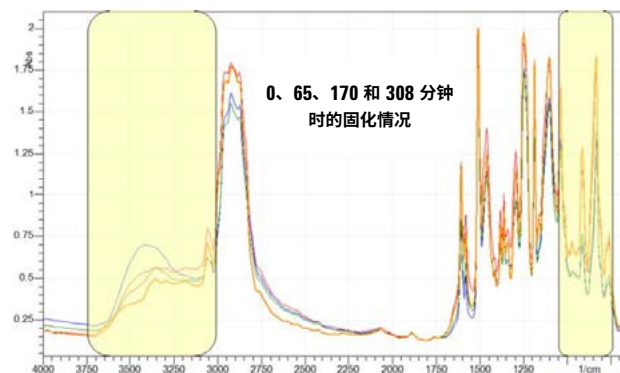


图 2. 环氧树脂/固化剂镀膜于室温下在 0 分钟（橙色）、65 分钟（红色）、170 分钟（绿色）和 308 分钟（蓝色）时的固化情况。突出显示的区域表明随着混合物固化所产生的变化，在建立相关性之后，可直接用于测定固化程度

FTIR 技术应用示例

这些示例表明 FTIR 能够轻松鉴定镀膜并完成更为复杂的评估固化情况的任务。手持式 FTIR 还可用于测定实际镀膜的污染程度、镀膜厚度、阳极氧化层厚度，甚至还可用于加速风化研究，测定高端镀膜的长期性能。其他示例表明，安捷伦的便携式 4100 Exoscan FTIR 可广泛用于镀膜行业，并且适用的样品种类在日益增加。



目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

白皮书



手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

本文介绍了目前的涂层应用，深入研究了采用主成分分析法 (PCA) 对三层体系进行分析，还讨论了湿涂料到干涂层的变化。

作者 Pik L Tang, 安捷伦科技公司

前言

工业涂层的作用是保护材料或涂层下面的结构。现代涂层通常为多层体系，每一层都有其特定的作用。这些层通常是由双组分组成，尤其是用于更高操作等级时，包括树脂、粘合剂或成膜剂 (A 组分) 和固化剂或硬化剂 (B 组分)。将双组分混合和使用前，首先确保要涂布的材料表面无污染物且适合涂布。从新产品到其生命终点的整个涂层周期，手持式 FTIR 仪器能对各个因素进行监测、评估和定量分析。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度
检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

I. 手持式 FTIR：接口选择、谱图结果以及最新应用概述

本文检测了三种单独涂料类型的固化程度：双组分环氧 (2K EP) 底漆、双组分聚氨酯 (2K PU) 中间涂层和 2K PU 表面涂层。它们都是航海级环境固化系统，使用配备漫反射接口的手持式 FTIR 进行表征。这一光谱仪和接口的组合能够无损分析样品、便携省力，并且测量方向毫无限制。涂覆在金属衬底上的涂层可在原位进行表征，完全无需任何样品前处理。

下图是手持式 FTIR 系统可用的接口类型，再下方是使用三种主要接口光学设计 (ATR、45° SR 和漫反射) 测量同一样品所得到的典型谱图示例。后两种接口采用外反射技术，进行数据采集时不产生接触力，因此不会损坏样品。采用 ATR 接口进行测量则需要接触力，它对固化的薄膜硬涂层 (例如预涂底漆) 测量效果不好，但对弹性涂层 (例如硅胶) 的测量效果较好。能否获得准确详尽的光谱信息取决于用户在数据收集时是否将接口与样品保持适当的接触。本实验的最佳选择是采用漫反射接口。

图 1.

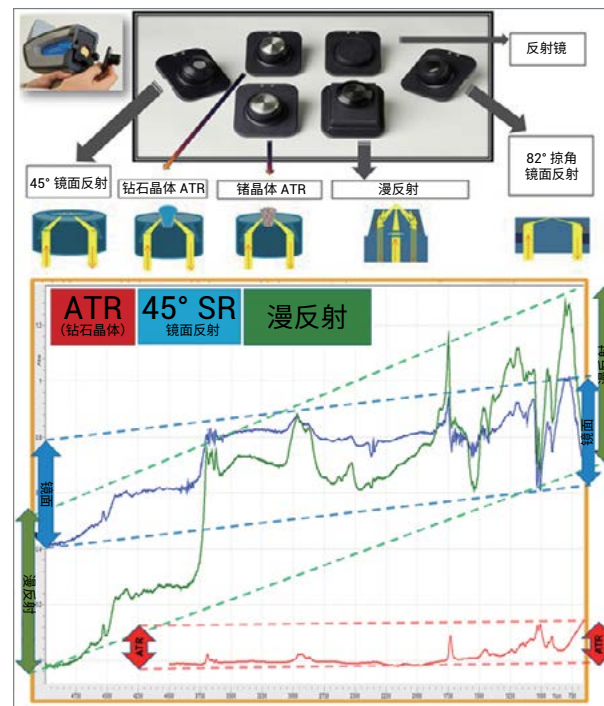


表 1 列出了光谱应用的概况，包括基底的处理、清洁或调理，评估涂层涂覆未干时、固化期间的化学和物理变化以及长期老化的研究。所有应用都使用现场实用的手持式 FTIR，仪器的多选择性和高灵敏度使您能够评估各种涂层应用。所有应用都可以采用合适的接口在原位测量。需要注意的是，文献很少有原位固化程度的报道，但有单独的薄膜固化报道。

表 1. 成熟的手持式 FTIR 涂层应用及其相关信息

涂覆前应用
<ul style="list-style-type: none">氧化铝厚度和阴离子夹杂 — 涂覆前检查以校正氧化物厚度和类型涂覆前的金属表面清洁度 — 无损分析，直接测量 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 级清洁度CFRP 的表面清洁度 — 表面污染物导致光谱变化CFRP 的脱模剂定量分析 — 直接无损定量脱模剂脱模剂与 CFRP 的等离子体处理评估 — 脱模剂的处理结果对多重涂料体系中的 2K PU 清漆的湿混合比例进行现场便携式定量分析 — 未固化涂层，有助于调节喷漆枪、防止涂层性能差
原位涂层固化
<ul style="list-style-type: none">使用手持式 FTIR 对双组分类型的三层涂料 (底漆、中间涂层和表面涂层) 进行表征
涂覆后应用 (短期至中期)
<ul style="list-style-type: none">14 种丙烯酸涂料的涂层辨别 — 材料可靠性鉴别，要么证明涂覆了正确的涂料，要么用于保修期索赔2K EP 底漆和 2K PU 涂料固化后干涂料混合比例的定量分析 — 干涂料混合比例的质量保证，确保更高的涂层性能涂层鉴定和评估 — 对涂层进行无损和便携式表征环氧底漆厚度 — 直接、无损定量分析涂层的厚度和状态与固化状态和固化程度相关的固化后残余溶剂夹杂
涂覆后应用 (长期)
<ul style="list-style-type: none">双组分工业环氧表面涂层耐风蚀测试研究 (加速老化) — 对老化阶段进行无损分析和建模，从而预测其生命周期终点、确定替代配方的基准聚酯薄膜老化研究：1.UV；2.水解 — 表征 PET 在两种主要降解途径下的光谱变化
常规
<ul style="list-style-type: none">使用多种接口分析涂料、矿物和混凝土 — 根据易用性、样品代表性和所需信息程度来选择适合的接口漫反射接口信息和各种材料 (包括涂料和土壤) 的示例光谱

您可以在涂层分析通讯电子手册中查看以上应用简报

<http://www.agilent.com/cs/library/brochures/5991-8223EN-Coatings-eBook.pdf>

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

II. 多重涂层体系：固化与物理变化研究

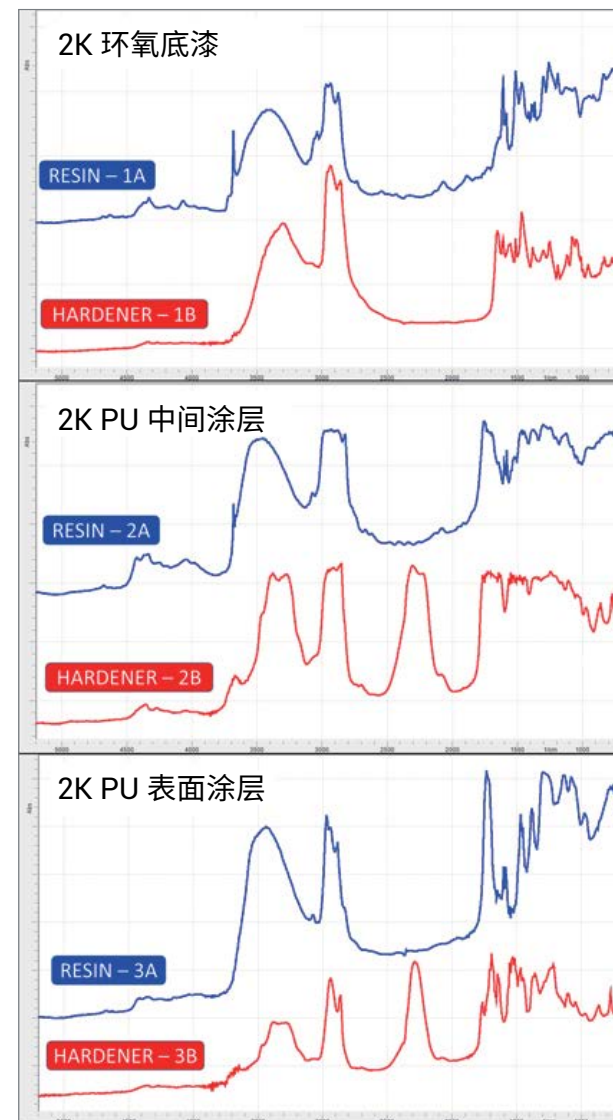
倘若需要更高的涂层性能，常常采用多重涂层体系（通常为 2 至 4 层）。为确定手持式 FTIR 评估固化涂层的能力，在推荐的固化条件下分别对 2K EP 底漆、2K PU 中间涂层和 2K PU 航海级涂层体系进行表征。这种特定的多重涂层体系专为高端海洋游船设计。每层都在室温条件下固化，将树脂（前言所述的 A 组分）和固化剂（B 组分）充分混合，然后使用 Agilent 4300 手持式 FTIR 光谱仪与漫反射接口按时间顺序进行 FTIR 数据收集。每种涂料的详细信息如下所示。

表 2. 底漆、中间涂层和表面涂层的详细信息

	底漆	中间涂层	表面涂层
类型	2K EP 溶剂	2K PU 溶剂	2K PU 溶剂
树脂密度 (A)	1.54769	1.49492	1.38703
固化剂密度 (B)	0.87095	1.06207	1.05206
固体占比 (%)	45	50	49
混合比例 (体积)	3:1	3:1	2:1
表面涂层类型	亚光	半光	高光
固化时间	0-1045 min	0-1045 min	0-895 min
采集数据时间间隔	5 min	5 min	5 min
命名	1A、1B 和 1AB	2A、2B 和 2AB	3A、3B 和 3AB

底漆、中间涂层和表面涂层具有不同的功能，其化学和物理特性经过专门设计以满足这些不同功能的要求。图 2 给出了每个涂层的谱图，按照其双组分成对显示。在这三种涂层中，固化剂（硬化剂）都是完全透明的。另外，三种树脂全都含有白色颜料，因此在视觉上很难区分。然而，通过 FTIR 谱图特征能够清楚辨别各个化合物及其化学配方和主要成分。如表 2 所示，为了创建和验证模型，分别收集了许多重复的谱图。所有数据均在 Microlab Expert 软件中进行分析，该软件还用于收集每种涂层体系按时间顺序固化/相变/交联/致密化/溶剂损失阶段的谱图。

图 2. 双组分环氧底漆、双组分中间涂层和双组分表面涂层。三种涂料类型的 A 组分（树脂）和 B 组分（硬化剂/固化剂）



目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

III. PCA 法检测 1A、1B、2A、2B、3A 和 3B，用于涂覆前的材料可靠性鉴定

如前文所述，2B 和 3B 的化学相似性会导致 ATR 技术难以将其区分。而反射光谱包含更多信息，当与多变量分析技术结合使用时，能进一步减少可疑情况下的鉴定错误。相比数据库搜索算法，运用合适的高阶 PCA 法能更好分离各层的组分。重复漫反射谱图的 PCA 明确证实了这点，仅使用三个因子便能解释 90.6% 的方差。图 3 中的 3D 得分图显示了所有六个配方的清晰界限。

图 3. 这是 PC1、PC2 和 PC3（代表前三个主成分，表示为下图中的因子 1、2、3）的三维得分图，表明每种白色颜料树脂（1A、2A 和 3A）和三种透明硬化剂（1B、2B 和 3B）混合物分离良好。测试集显示所有谱图都能被 PCA 模型正确鉴定。AI 空白或 AI 板是指树脂或硬化剂要涂覆的基底。然后测试多个反射光谱，确定 PCA 模型是否可以鉴定正确的单个组合。测试结果列于下表

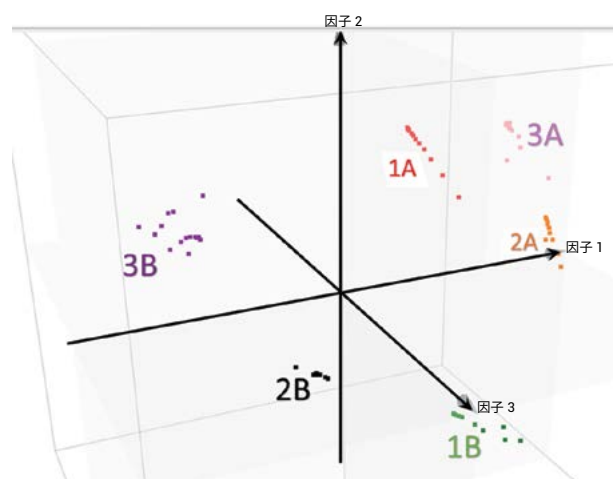


表 3. 确认 PCA 鉴别能力的验证谱图测试结果

谱图	PCA 鉴定	谱图	PCA 鉴定	谱图	PCA 鉴定	谱图	PCA 鉴定
3A_Val_1	3A	3B_Val_1	3B	1A_Val_1	1A	1B_Val_1	1B
3A_Val_2	3A	3B_Val_2	3B	1A_Val_2	1A	1B_Val_2	1B
3A_Val_3	3A	3B_Val_3	3B	1A_Val_3	1A	1B_Val_3	1B
3A_Val_4	3A	3B_Val_4	3B	1A_Val_4	1A	1B_Val_4	1B
3A_Val_5	3A	3B_Val_5	3B	1A_Val_5	1A	1B_Val_5	1B
3A_Val_6	3A	3B_Val_6	3B	1A_Val_6	1A	1B_Val_6	1B
3A_Val_7	3A	3B_Val_7	3B	1A_Val_7	1A	1B_Val_7	1B
3A_Val_8	3A	3B_Val_8	3B	1A_Val_8	1A	1B_Val_8	1B
3A_Val_9	3A	3B_Val_9	3B	1A_Val_9	1A	1B_Val_9	1B
3A_Val_10	3A			1A_Val_10	1A	1B_Val_10	1B
3A_Val_11	3A			1A_Val_11	1A		

鉴别湿涂料的验证谱图

谱图	PCA 鉴定	谱图	PCA 鉴定	谱图	PCA 鉴定	谱图	PCA 鉴定
2A_Val_1	2A	2A_Val_1	2A	2B_Val_1	2B	2B_Val_1	2B
2A_Val_2	2A	2A_Val_2	2A	2B_Val_2	2B	2B_Val_2	2B
2A_Val_3	2A	2A_Val_3	2A	2B_Val_3	2B	2B_Val_3	2B
2A_Val_4	2A	2A_Val_4	2A	2B_Val_4	2B	2B_Val_4	2B
2A_Val_5	2A	2A_Val_5	2A	2B_Val_5	2B	2B_Val_5	2B

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

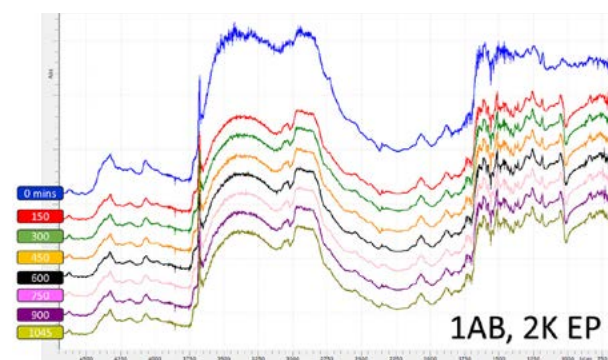
其他涂层技术

IV. 所有三个体系按时间顺序收集数据的 PCA

制备每层的材料，将制造商说明的体积比换算为质量比以减少误差，按照计算的比例将材料混合。将材料直接涂布到洁净的铝基底上，每隔 5 分钟进行一次测量，数据采集时间约为 30 秒。对涂层进行原位测量，不会损坏涂层或是涂层上的标记。实验室的温度为 21 °C。数据采集时间需大幅超出固化时间，以确保固化阶段包括在动力学测量中。在涂层发生化学和物理变化时的相同时间点进行光谱测量。

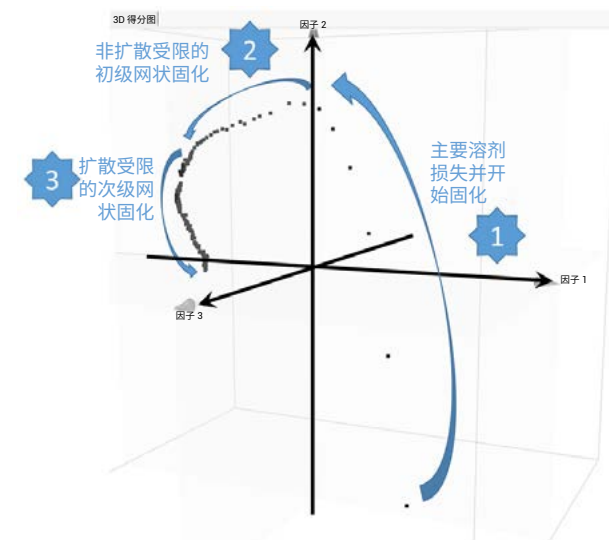
三种双组分涂料全部以复杂的方式固化，具有独特的相变，从而产生详细的谱图，反映出每个体系的复杂化学变化。这些变化很多，需要进行多变量分析才能找出每个体系主要成分的详细信息。还进行了偏最小二乘分析。前者用于阐明相变，后者用于评估固态模型的可能性。

图 4. 所选的双组分环氧底漆室温固化的漫反射光谱，将光谱堆叠显示更加清楚。比率 3:1 (误差 < 0.01%，重量分析法外推体积)



PCA 模型揭示了双组分涂料混合物经过交联和反应固化成干涂层的一些独特相变。图 4 显示了主要变化，其中这三个因子解释了 1AB 固化数据中 99.2% 的变化。

图 5. 采用 PCA 模型综合双组分环氧底漆体系所有谱图得到的前三个因子的 PCA 得分图。总共 210 个谱图



随后，将这一成功的定性 PCA 模型和漫反射谱图重新分析并且重新建立定量固化模型，其中固化进展时间作为测量的 Y 值。

使用多变量偏最小二乘算法和 Savitzky-Golay 一阶导数平滑方法（9 个点）对谱图重新建模。以下列出了六因子模型，按时间顺序排列预测的实际值与预测值表。

表 4. PLS1 偏最小二乘定量模型，预测固化时间与实际固化时间的对比，注意预测结果是基于光谱仪谱图结果

实际值 (MIN)	预测值 (MIN)	实际值 (MIN)	预测值 (MIN)
0	-23	600	618
100	66.3	700	757
200	222	800	776
300	326	900	910
400	391	1000	1011
500	499	PLS1 的 1AB 预测结果	

还使用多变量 PCA 检测了 2K PU 中间涂层或粘结涂层的反射谱图，统计学因子如下。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

表 5. 2K PU 中间涂层的五因子 PCA 模型解释了约 99% 的模型方差

2K PU 中间涂层定性因子分析						
因子	F 值	F 检验	剩余方差 (%)	解释方差 (%)	特征值	MALINOWSKI 指标
1	348.7	1	15.4851	84.5149	292.0142	0.00E+00
2	49.56	1	3.5377	96.4623	41.2804	0.00E+00
3	7.163	0.9926	1.8199	98.1801	5.9356	2.54E-07
4	1.740	0.8129	1.4046	98.5954	1.4348	1.23E-07
5	1.579	0.7911	1.0299	98.9701	1.2946	8.92E-08

图 6 显示了选定的光谱以及 2K PU 涂料环境固化时的前三个主成分的得分图。将光谱堆叠显示更加清楚。再次清楚呈现三个主要阶段，相互不重叠。第一次测量从 3D 得分图的右下角开始。经典的直接谱图分析无法阐明复杂的固化和其他物理变化，仅在 PCA 中可见。

图 6. 选定的室温固化期间采集得到的堆叠谱图（左图），五因子模型的 PC1、PC2 和 PC3 3D 得分图。比率 3:1（误差 < 0.01%，重量分析法外推体积）。箭头表示谱图顺序和主要事件的变化

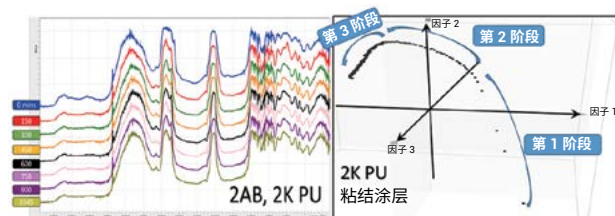


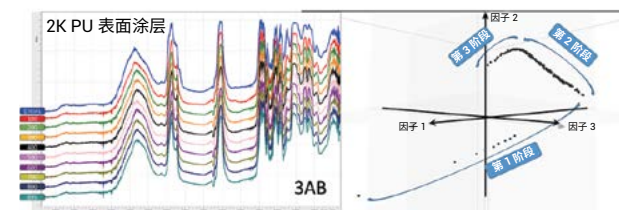
图 6 中，在许多过程发展到不同程度时可以明显看出固化的复杂性，这取决于固化已经达到的阶段。固化的程度可以模型化，但需要与 DSC 互相参照或者需要精通相关的化学知识。

还通过 PCA 评估了 2K PU 表面涂层，定性因子分析的结果列于下表。

表 6. 2K PU 中间涂层的五因子 PCA 模型解释了约 99% 的模型方差

2K PU 表面涂层定性因子分析						
因子	F 值	F 检验	剩余方差 (%)	解释方差 (%)	特征值	MALINOWSKI 指标
1	113.9498	1	37.1372	62.8628	100.0892	0
2	54.7757	1	7.0997	92.9003	47.8251	0
3	4.6291	0.9686	4.5765	95.4235	4.0174	3.95E-07

图 7. 2K PU 表面涂层具有白色光泽，谱图选自 895 分钟采集期间（左图）。3D 得分图包括所有 180 个谱图。箭头表示随时间顺序光谱的方差变化方向



两种 PU 涂料都以高度复杂的方式展示在谱图上。需要进行更多工作才能创建定量模型，以补偿整个反应时间内以下因子的变化：化学势降低、镀膜厚度、密度变化、固化程度增加（聚合和交联）、溶剂损失、结晶度变化和扩散效应。原位表征获得的有用信息可用于确定涂层的反应状态。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

结论

多年来，手持式 FTIR 一直广泛用于涂层分析。然而这项技术经常被视为“只能解决单一问题”。我们在此展示 FTIR 与成熟的接口配合使用时，只需进行一次体系分析就能找到可能导致涂覆不当或涂层过早失效的许多问题，并给出答案。涂层是化学和物理两方面都高度发展的工程系统。本研究已经表明，使用单独谱图匹配技术而不是方差匹配技术的传统谱库算法对相似固化剂的空间辨别非常不可靠，而采用 PCA k 空间分析中则能够实现稳定的空间辨别。按时间顺序排列的室温固化研究揭示了 PCA 获得的许多有趣的结果，反映出了一些涂层或收集的谱图中发现不了的谱图变化。本研究使用的所有谱图均采用标准手持式设备和漫反射接口，以无损、省力的方式进行数据采集。简单的数据采集操作也意味着可以达到更高数量的扫描次数，而不会减少可接受的谱图数量。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

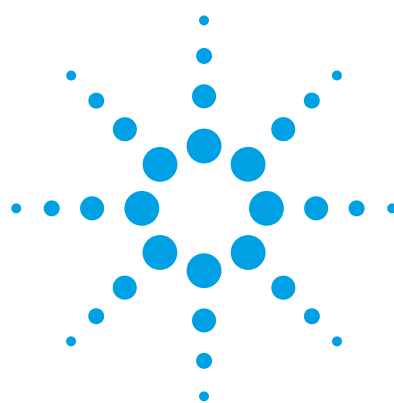
手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

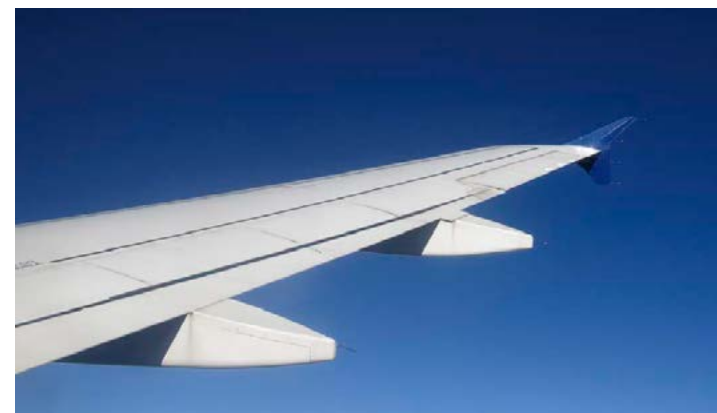
其他涂层技术



使用配备漫反射采样探头的 Agilent 4100 ExoScan FTIR 测量复合材料的表面污染

应用简报

材料测试



作者

John Seelenbinder

安捷伦科技公司
美国康涅狄格州丹伯里

引言

在复合材料行业中，复合材料表面污染是一个严重问题。污染物会严重影响生产中所用粘合剂的粘结牢度，还会引发与复合材料修复相关的问题。在大多数情况下，复合材料的污染来源于羟基污染物或硅橡胶基污染物。检测碳纤维环氧树脂复合材料上的这些污染物始终是一个难题。此类测量中通常存在复合材料背景信号过高且需要实现较低检测限的问题。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度
检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

红外光谱法是一种可测量复合材料表面污染的方法。烃和硅橡胶独有的红外特征使其能够区别于下层的环氧树脂基底，但是实验室仪器的尺寸妨碍了红外光谱的应用。迄今为止，实验室仪器仍是小样品测量的唯一可行方案。手持式 Agilent 4100 ExoScan FTIR 光谱仪能够直接测量组件，而无需将其带回实验室。4100 ExoScan 系统采用先进的设计和制造技术，在缩小仪器尺寸的同时仍保留了出色的分析性能。因此分析人员可以将仪器带到生产部件现场，而无需将生产部件带回实验室进行测量。现在，FTIR 可作为一款真正的无损技术用于评估复合材料部件。

4100 ExoScan FTIR 具有与标准实验室 FTIR 完全相同的性能和光谱范围。此外，借助漫反射采样探头，即使测量低反射率表面（例如碳纤维复合材料），亦可获得高信噪比结果。此探头可使光线以垂直角度入射样品表面并采集散射的漫反射光。该设计通常能够在 30 秒内轻松完成分析测量。

硅橡胶

硅橡胶普遍应用于润滑和脱模产品。粘结表面被硅橡胶污染可能很难检测；另外，硅橡胶很难除去，会大大降低粘合剂的有效性。硅橡胶具有独特的红外谱图，很容易进行鉴定；它在 1095 和 1018 cm^{-1} 处具有特征双峰，并且在 1260 和 800 cm^{-1} 处存在两个较强的吸收峰。

将溶剂蒸发到单个复合材料样品上，制成三份受污染样品。三份样品的受污染位置各不相同。使硅橡胶的氯仿溶液在试样上干燥，其覆盖面积约为 10 cm^2 。对测量前后的试样准确称重，精确至接近 0.1 mg，确定各涂敷污染物的表面浓度。样品的近似浓度如下：0 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、40 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、78 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 和 300 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。以 8 cm^{-1} 的分辨率同时进行 128 次扫描，对各个样品和一个空白进行测量，每个样品的总测量时间约为 30 秒。

图 1 显示了使用 4100 ExoScan FTIR 采集到的各个样品的谱图以及空白谱图。1260、1095、1018 和 800 cm^{-1} 处清晰显示了硅橡胶吸收谱带。有趣的是，吸收峰为负值。这一现象通常出现在样品产生强烈吸收的反射光谱中。图 1 中所示的谱图已经过基线校正，但在硅橡胶区域，空白的真实吸光度接近 1.2 Abs。负的硅橡胶吸收带仍然与浓度相关；只是它们之间呈负相关关系。

使用硅橡胶污染物 800 cm^{-1} 处的吸收峰计算谱带面积。相对而言，该吸收峰受基线干扰的程度较轻。图 2 所示为校准曲线，该曲线以负谱带的面积与近似浓度进行绘制。浓度响应呈现非线性，拟合为二阶曲线；但是，低浓度区域可轻松拟合为直线。虽然需要更多低浓度样品才能准确测定检测限，但此处的数据已表明可获得接近 10 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 的 LOD。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

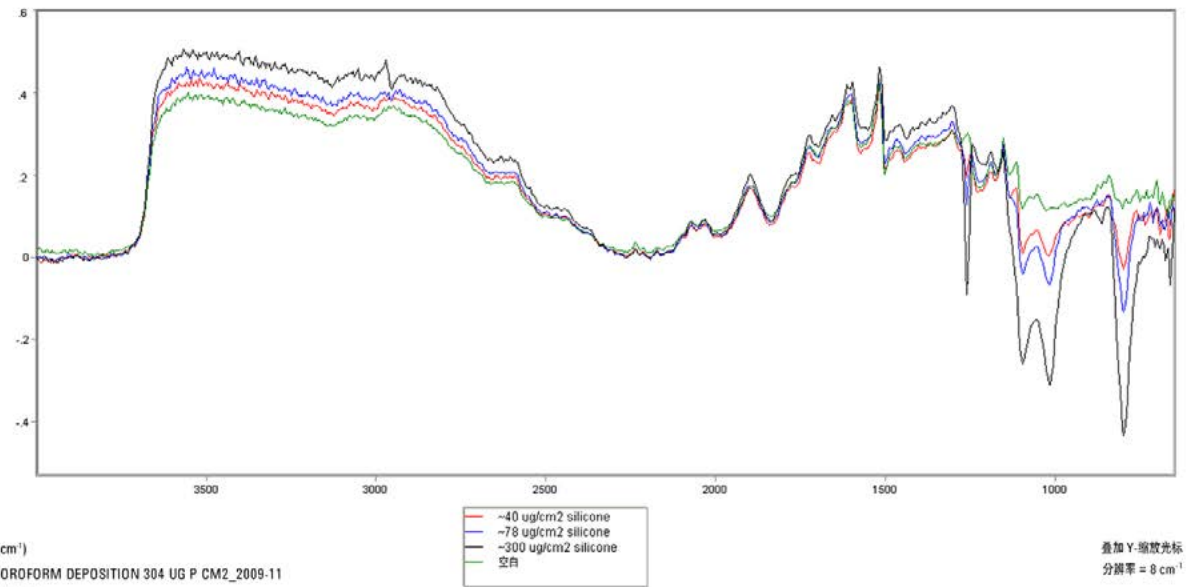


图 1. 被硅橡胶污染的三个复合材料试样的 FTIR 谱图以及空白谱图

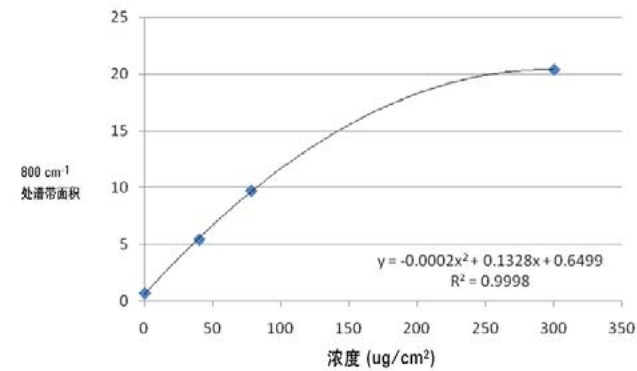


图 2. 负谱带面积相对于近似硅橡胶浓度的校准曲线

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度
检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

液压液体

复合材料被液压液体污染是飞机维修中备受关注的问题。液压液体泄漏可能会浸透复合材料。虽然液压液体可通过简单的擦拭从表面除去，但存在于微裂纹处的液体可能会在热和真空的作用下进入粘结层，从而影响维修作业。残留的液压液体可通过等离子体清洗方法从被浸透样品中除去。但是，操作时必须非常谨慎，确保等离子体强度足以除去液体，同时又不至于因强度过高而损伤复合材料。

实验准备了一组三个被羟基液压液体浸透的样品，采用标准丙酮擦拭清洗各样品，然后使用等离子体清洗剂清洗各样品的一半。采用另一种等离子体清洗剂清洗各样品，用于清洗表面的各种清洗剂具有不同的能量。图 3 显示了采集自样品受污染侧面和清洁侧面的谱图及其与液压液体参比谱图的比较结果。2930 cm^{-1} 处的强 CH 伸缩振动带和 1730 cm^{-1} 处的 C=O 肩峰清晰显示了受污染样品中的液体。谱图显示，这些污染液体的谱峰在经过等离子体清洗的样品中显然不存在。

在三种等离子体清洗技术中，样品 3（如图 3 所示）明显具有最佳的清洗效果，且未造成表面损伤。样品 1 中经等离子体清洗的侧面中仍然存在少量的液压液体，如图 4 所示。而样品 2 则成为另一个极端，此样品所用的等离子体清洗强度过高。图 5 所示为被液压液体污染的样品和经等离子体清洗的样品谱图；经过等离子体清洗的样品中没有明显的环氧特征峰，表明该样品已被等离子体损坏。

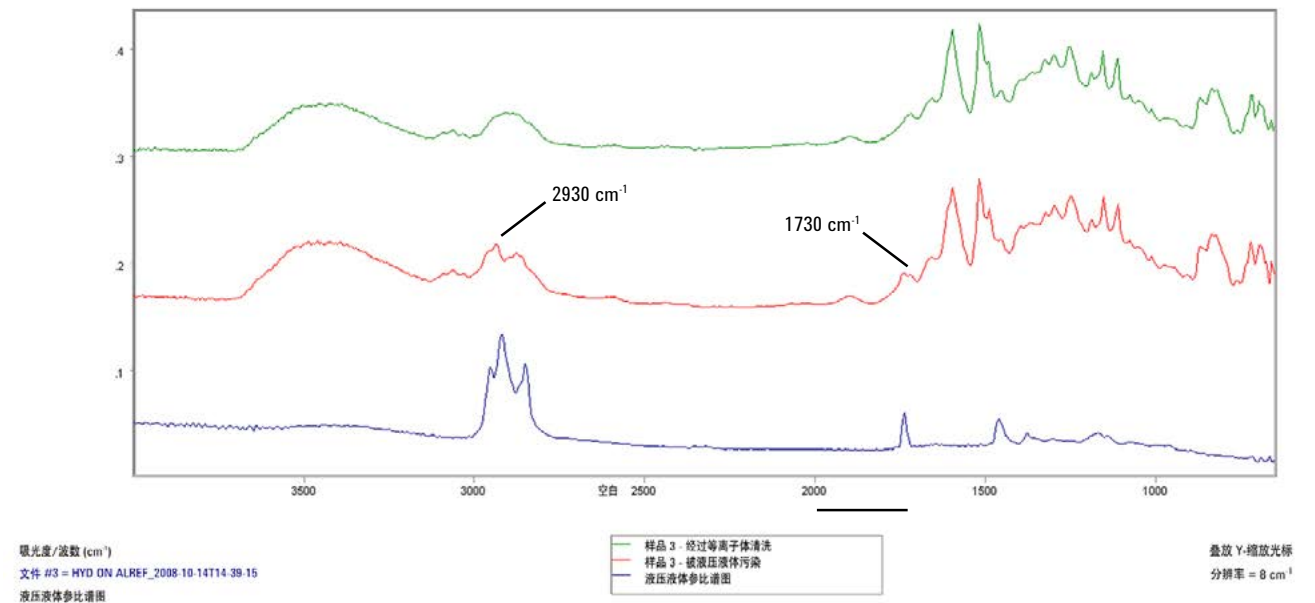


图 3. 被液压液体污染的复合材料“样品 3”以及清洁复合材料的 FTIR 谱图，及其与液压液体参比谱图的比较结果

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

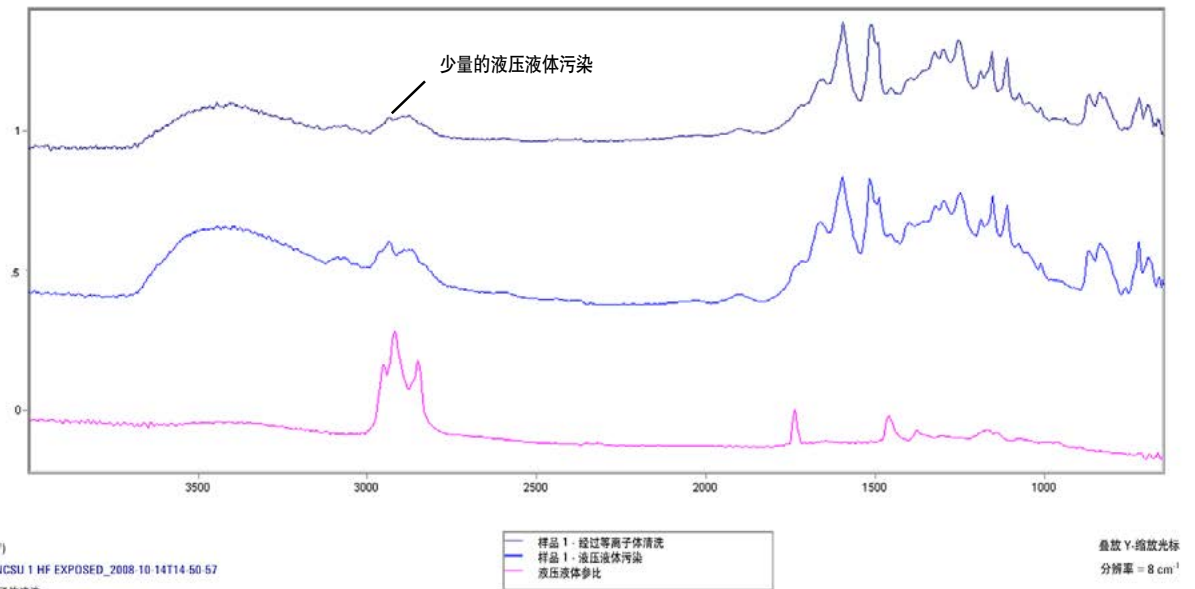


图 4. 被液压液体污染的复合材料“样品 1”以及清洁复合材料的 FTIR 谱图，及其与液压液体参比谱图的比较结果。显然，清洗后的样品中仍然含有少量液压液体

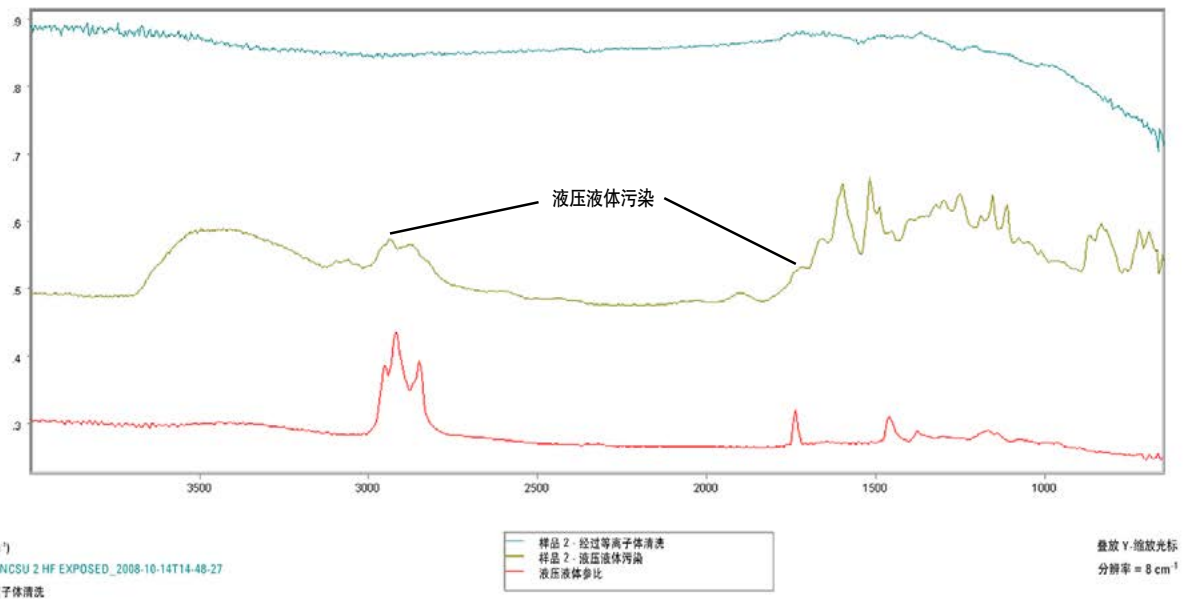


图 5. 被液压液体污染的复合材料“样品 2”以及清洁复合材料的 FTIR 谱图，及其与液压液体参比谱图的比较结果。显然，清洗后的样品被等离子体损坏

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

结论

配备漫反射采样探头的 Agilent 4100 ExoScan 能够测量复合材料表面的污染物，本实验对碳纤维环氧树脂复合材料表面的硅橡胶和液压液体进行了测量。即使在经过溶剂清洗后，仍可在复合材料表面检测到液压液体。另外，我们采用 4100 ExoScan 测定了等离子体对复合材料的清洗功效；分别展示了表面充分清洗、过度清洗和清洗不足的情形。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

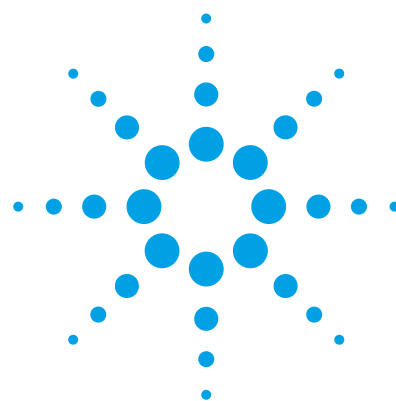
手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术



利用便携式傅立叶变换红外光谱 (FTIR) 分析等离子体处理过的碳纤维增强复合材料 (CFRP)

应用简报

材料测试

作者

Alan Rein, Ph.D.

Pik Leung Tang, Ph.D.

Agilent Technologies, Inc., USA



前言

由于兼具质量轻、伸缩性好和抗冲击性强等独特性质，工程级的 CFRP 广泛应用于商用和军用航空领域。CFRP 是一种有机材料，其物理和化学应力与航空制造业中使用的金属有明显的不同。Agilent 4100 ExoScan FTIR 是一种实用性很高的无损分析仪，可用于检测由于高温暴露对 CFRP 造成的破坏性的化学氧化变化。在本应用简报中，我们将展示 4011 ExoScan 同样能够有效地测量等离子体处理对 CFRP 剥离层的修复和激活特性，以使 CFRP 各部分之间实现理想的键合。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

复合材料零件通常采用预浸料成型，也就是将预浸料填充于模具中以获得所需的形状。该过程首先是将预浸料置于其他材料的各层之间，然后将整个体系置于真空当中。剥离层（脱模布）通常用于防止复合层压板与其他薄层发生相互粘连。该层包含一种化学脱模剂，通常是聚二甲基硅烷 (PDMS) 或者基于碳氢化合物的材料（蜡）。从成型的 CFRP 部件中去除剥离层后，难免会有一些脱模剂残留，因此必须进行处理并活化 CFRP 表面，从而获得理想的键合。表面处理和活化通常采用射频等离子体。在等离子体清除过程中，如果 CFRP 部件处理不当，将会导致次优化的成键表面。处理不足会使脱模剂不能充分发生改变，而处理过度虽改变了脱模剂，但也会导致 CFRP 出现热损伤。处理不足还会导致更加严重的粘接失效，从而极大地降低其机械强度；而处理过度将会导致 CFRP 损伤，但对剥离强度影响不大。因此，精细的等离子体处理过程是非常有必要的，确保材料表面得到有效的处理同时还能大大降低 CFRP 的热损伤。

等离子体处理的有效性主要取决于等离子体喷嘴在 CFRP 表面移动的速度以及喷嘴和样品表面的距离。以上两个参数的微小变化都会导致等离子体处理的有效性大大降低。本研究主要是证实采用手持式 FTIR 可以无损检测和测量等离子体处理后 CFRP 的化学变化，同时通过多变量预测算法来客观评价等离子体处理的有效性。

实验部分

材料、实验方法和仪器

为了验证手持式 FTIR 设备，例如 4100 ExoScan 和最新推出的 4300 手持式 FTIR（参见工具栏）在测量等离子体处理的有效性方面的能力，本实验采用了测量 CFRP 层间粘接剥离强度值 G1c 的方式进行。首先，固定等离子体喷嘴的横向移动速度，递进地改变喷嘴到样品表面的纵向距离，由此测定 CFRP 测试条 FTIR 光谱的变化与等离子体喷嘴到样品表面的距离的关系。通过这种方式，所有的表面处理状态，如处理过度、最佳处理和处理不足，都可以通过 FTIR 测量获得。含有 PDMS 或蜡状脱模剂的 CFRP 处理表面，在经过上述的等离子体清除处理后可以采用 4100 ExoScan 进行测试。FTIR 系统配有高收集效率的漫反射采样接口（图 1）。所有 FTIR 谱图都包含 128 张重复叠加扫描的干涉图，可以在 1 分钟左右获得 8 cm^{-1} 的分辨率。



图 1. 配有漫反射采样接口的用于测量复合材料的 Agilent 4100 ExoScan FTIR 光谱仪

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

CFRP 样品从模具中取出来后直接进行等离子体处理。同时制备了一些表面含有 PDMS 和蜡状脱模剂的 CFRP 样片。等离子体喷嘴在每个 CFRP 样片上的横向移动速度为 6 cm/s，对样片表面的扫描时间大约 4.5 秒。等离子体喷嘴与样片表面之间的距离通过预设的程序控制，变化范围为 20.5 mm 到 5 mm（图 2）。喷嘴与样片最大的纵向距离（最大的间隙尺寸）将造成对样片表面的处理不足，样片在 100 °C 下还能保持良好。若因为间隙尺寸较小而使喷嘴距离样片太近，将会对样片造成过度处理，使样片表面的瞬间温度超出 260 °C。在整个处理过程中，对样片的表面进行了 20 次红外测量。由谱图可见，每一次测量样片表面的温度均有所差异。另外，本实验还对许多经过不同高度的等离子喷嘴处理过的样片进行粘接剥离强度测量。

实验设置：等离子体处理

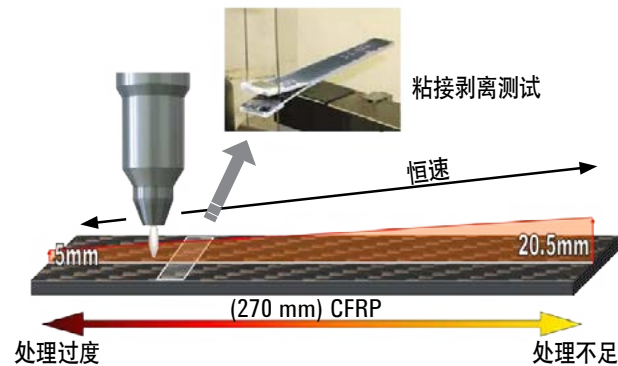


图 2. 等离子体喷嘴以恒定的速度在 CFRP 的表面移动，同时不断降低与表面之间的距离以产生样品表面的温度变化。喷嘴与样品表面之间的距离最小时，将产生最高的表面温度。采用 Instron 5566 万能试验机进行粘接剥离实验以获得 G1c 值。CFRP 切片长 270 mm。两个切面采用黏胶粘在一起以进行剥离测试



用于复合材料分析的优化型手持式 FTIR

安捷伦已经研发了下一代手持式 FTIR 分析仪以用于复合材料产品的分析。4300 手持式 FTIR 设备的研制凝聚了研发部的心血，包括红外光谱的无损检测与材料分析。

质量轻。 仅 4.8 磅 (2.2 kg) 的重量，FTIR 4300 是目前最轻的手持式 FTIR 设备。可减少身体疲劳，延长测量工作时间。

平衡。 由于该仪器的重心位于把手处，使用舒适。进行更加精准的测量。

快速扫描。 配有优化的 MCT 探测器，4300 FTIR 可以进行快速的测量。可以在更短的时间内扫描大面积样品。

无损。 手持式光谱仪可用于对物体或表面的测量。不需要取样送到实验室进行分析。

即时得到结果。 原位的分析可以使您及时做出决定。关注最重要位置的测量。

通用性。 一系列可换的、无需校准的采样接口可用于分析一系列的材料和表面。

直观性。 易用的软件帮助用户获得良好的数据。程序化的实验方法、高级数学模型支撑以及报告功能都在软件中自动运行。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

采用具有记录时间和温度传感器的热成像摄像机，单独测定了喷嘴和 CFRP 表面之间的距离与温度的关系。测定的流量与喷嘴的横向移动速度和喷嘴的高度有关，随着等离子体喷嘴与样片表面距离的减小，样片表面的温度逐渐升高（图 3）。

结果和讨论

在等离子体喷嘴与样品表面的距离达到最小和最大时，脱模剂残留的谱图基本没有变化（图 4）。在分析这些谱图的过程中，某些区域的信息非常有意义。例如，处于 3400 cm^{-1} 的宽谱振动峰来源于 O-H 伸缩振动模式，处于 3100 cm^{-1} 波段的振动峰与芳香族化合物的 -H 伸缩振动有关； 2900 cm^{-1}

峰来源于甲基/亚甲基伸缩振动（烷基）， 1720 cm^{-1} 峰来源于羰基振动； 1580 cm^{-1} 和 1340 cm^{-1} 峰与仲醇有关，前一个峰的高度随着温度的升高而减小（即，键合/官能团的损伤或化学变化）；而羰基谱带随着温度的升高而有所增加，主要来源于等离子体诱导的热损伤。

研究结果表明，无论是 PDMS 还是蜡状脱模剂处理的 CFRP，当等离子体喷嘴距离 CFRP 表面最近时（此时表面温度最高）将会造成氧化损伤，由 1720 cm^{-1} 处的羰基峰强度的不断增加得以证实。同时，无论是 PDMS 还是蜡状脱模剂处理的样品，其处于 3300 cm^{-1} 的 O-H 伸缩振动峰都有明显的减弱。

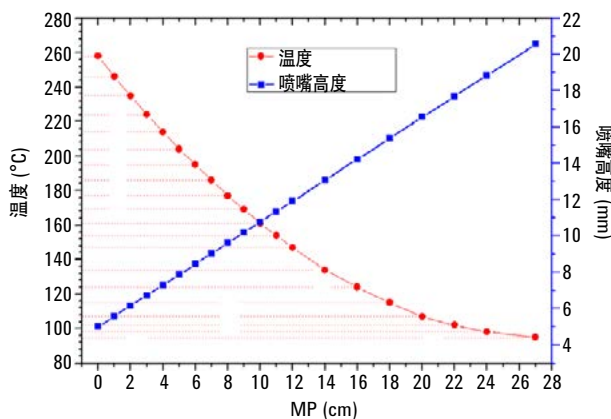


图 3. 喷嘴的高度位置与相应的 CFRP 样片表面的温度之间的关系

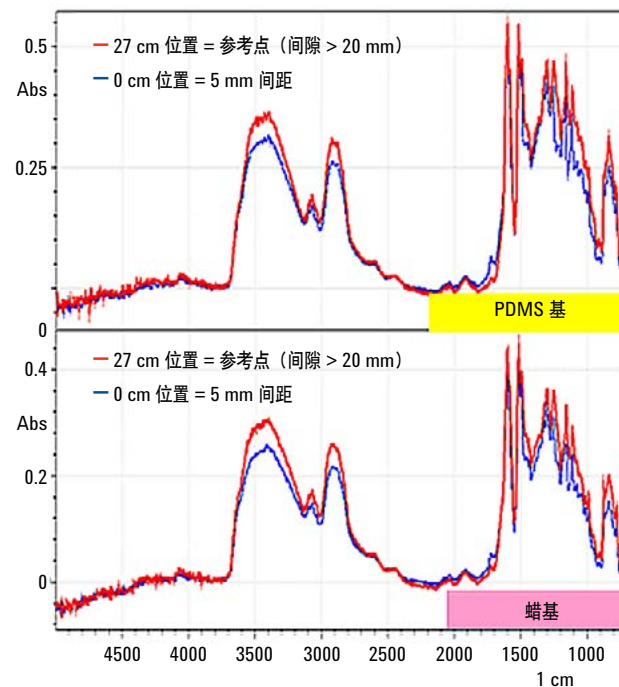


图 4. 在 CFRP 表面残留的 PDMS 和蜡脱模剂的红外谱图。由于 PDMS 制剂含有许多蜡基化合物和 PDMS，因此 PDMS 和蜡具有谱图上的相似性

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度
检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

采用全交叉验证的多元偏小二乘的数据处理方法来分析样品表面的测量位置（反过来又与喷嘴到样片的距离和样片表面暴露的温度有关）与谱峰变化之间的关系。为开发此模型，分别在 $780\text{--}1850\text{ cm}^{-1}$ 区间和 $2715\text{--}3700\text{ cm}^{-1}$ 区间采集了 560 个波数点。为进一步优化此模型，采用直尺对样片上的位置进行了测量。采集的谱图文件包括了对应于 0 厘米处的喷嘴到样片最小的距离点 (5 mm) 和对应于 27 厘米处的喷嘴到样片最大的距离点 (20.5 mm)。图 5 显示，实际的测量值与理论预测值极为吻合。以 PDMS 脱模剂处理为例，理论值（即，处理量）的精度在 $\pm 1\text{ cm}$ 。

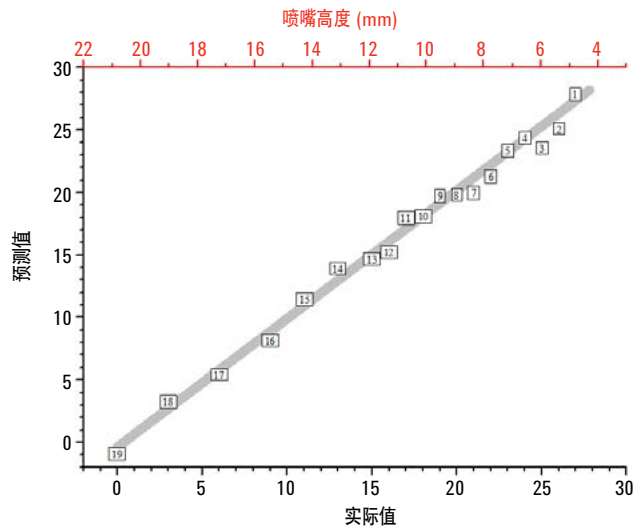


图 5. PLS 多变量分析方法与红外谱图的相关之处：PDMS 在 CFRP 样片上的分布（即，喷嘴高度和温度）。交叉验证的 PLS 模型，在最终优化的预测模型中采用三个因子

粘接剥离强度测量，结合 XPS 对硅元素含量的测量，可用于确定测试样片最佳处理、处理不足和处理过度区域。然后将此信息应用于 PLS 模型得到的预测值。如图 6 所示，该结果有效绘制了最佳的等离子体处理区域，其仅包含结合力失效区域，因此具有良好的机械强度。其他两种混合或者粘接失效的区域采用黄色或者红色的标识标出，以表示警戒或临界水平。处理过度的区域将会出现混合模式失效，同时也会造成 CFRP 的热氧化，因此处于临界处理区域。

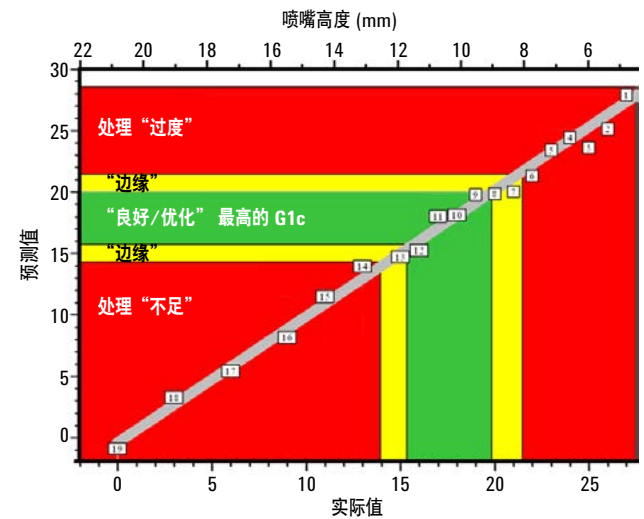


图 6. 分别采用粘接剥离测试和硅元素含量测试来定义不同的处理区域，并且在这些区域用于 PLS 模型的谱图相互重叠。采用 PLS 模型划分的区域非常易于分辨，同时可以反映出许多非常微小的谱图变化。在非常狭窄的绿区间，采用粘接剥离测试得到的 G1c 是最佳的喷嘴高度、移动速度和等离子体类型组合的结果。同时该区域内的温度不足以破坏 CFRP 基底

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

用 FTIR 测量铝表面的环氧底漆厚度

检测金属表面的痕量污染物

涂层的鉴定与评估

手持式 FTIR 光谱仪在现代镀膜分析中的应用

测量复合材料的表面污染物

分析经等离子体处理的碳纤维增强复合材料

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

其他涂层技术

结论

配备漫反射接口的便携式 FTIR 设备，如 4100 ExoScan 和最新推出的 4300 手持式 FTIR 设备，能提供宝贵的信息用于监测等离子体处理以确保去除 CFRP 剥离层脱模剂。实验表明，采用等离子体处理含有 PDMS 和蜡状脱模剂的 CFRP 表面时，部分去除的脱模剂和化学键的变化将会在 FTIR 谱上有所显示。建立多变量 PLS 模型用于分析谱图的变化与喷嘴在 CFRP 表面的位置的关系。然而，该模型与样片表面的温度变化以及化学变化有关。PLS 模型对于等离子喷嘴位置（即，相应的热流）的预测与粘接剥离测试的结果相当吻合。该工作也可与 XPS 元素测量结果相媲美，表明了增加或减少硅元素的含量对实验测定的粘接剥离强度 G1c 值的影响。

致谢

安捷伦科技公司诚挚地感谢空客集团创新事业部的科学家和工程师所作出的贡献，包括为本项目提供相关的数据、信息以及讨论。

紫外-可见-近红外光谱测量

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

AGILENT CARY 7000 UMS

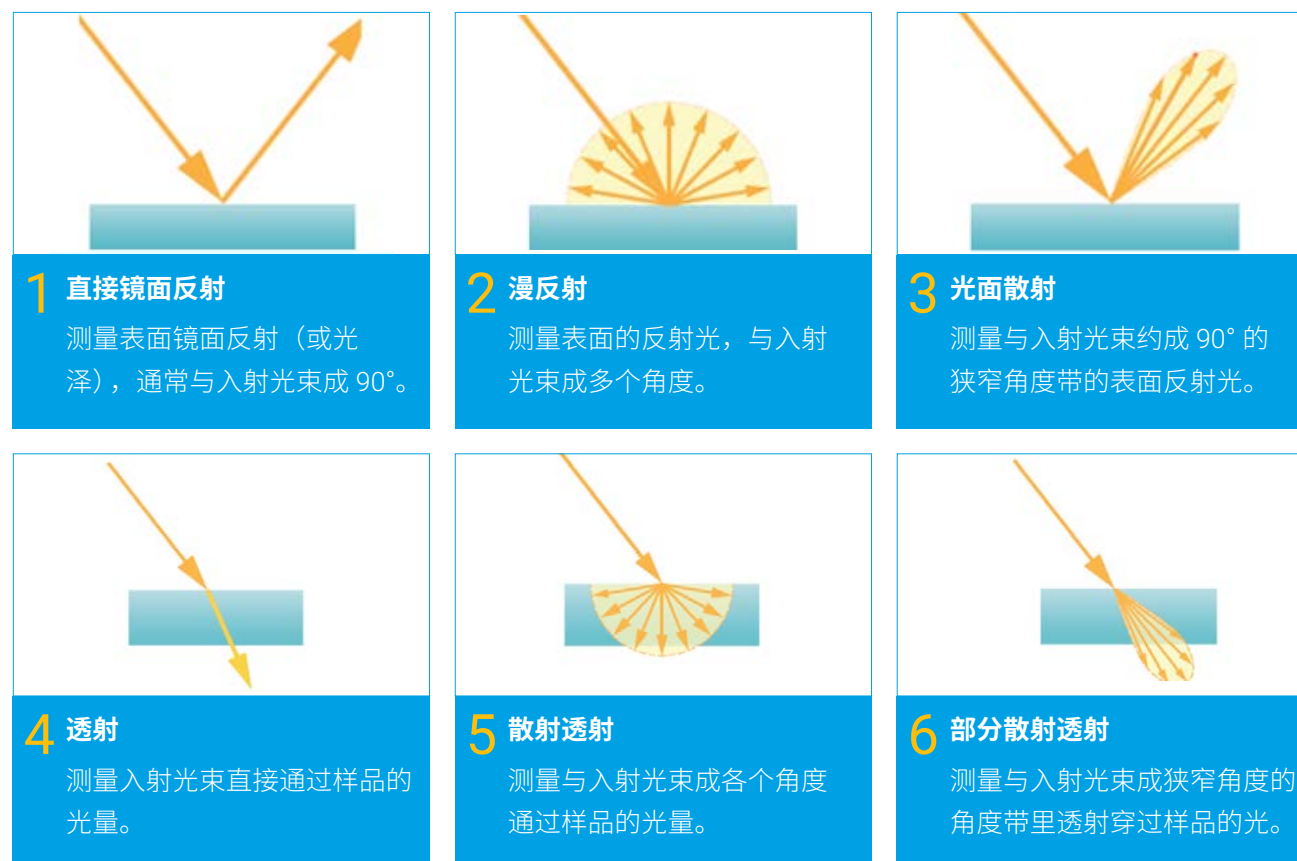
Agilent Cary 7000 UMS 能够测量几乎所有类型的样品；能够测量各个角度下的绝对反射率和透射率；并且整个测量过程完全自动化。

具体包括：

- **实现全面的样品表征**，无需移动或调整样品角度，即可在同一个采样序列中以不同角度和偏振同时测量绝对反射率和透射率
- **实现数据快速采集**，凭借直接可视检测和单条基线的高分析效率，将分析时间从数天缩短至数小时或从数小时缩短至数分钟
- **新信息**，吸光度范围达到前所未有的 10 Abs，可获得高级材料的新信息



Cary 7000 UMS 提供以下六种测量模式 — 均为全自动且无需人员值守。



目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

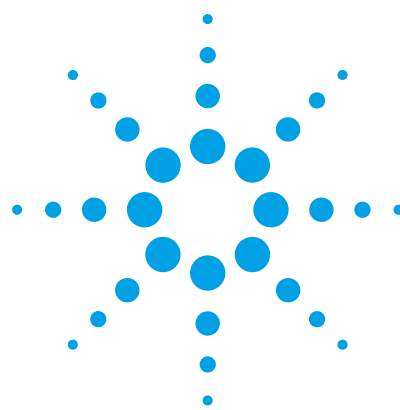
测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术



涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

应用简报

材料测试与研究

作者

Travis Burt、Fabian Zieschang
安捷伦科技公司

本研究的部分内容已发表于：

Burt, T., Zieschang, F. "Optical Coating Uniformity of 200 mm (8") Diameter Precut Wafers", Optical Interference Coatings (OIC) OSA Meeting, USA (2016).



前言

频繁且经济有效的光谱表征对于开发具有竞争力的光学薄膜涂层非常重要。完全自动化且无人值守的光谱测量有助于降低每次分析的成本、提高分析效率，还有助于扩展质保程序。在生产过程中，满负荷运转的沉积室中常会涂覆大面积、通常呈圆形的衬底晶片。高效的光学表征工具必须能够在晶片被切割之前从用户指定的晶片表面的特征点获得准确且有意义的信息。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

专为 Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 和全能型测量附件包 (UMA) 设计的安捷伦固体自动进样器可容纳直径达 200 mm (8") 的样品，并提供 UV-Vis 和 NIR 光谱范围内的角度绝对反射率和透射率数据。

此前的研究已经证明，将 Cary 7000 UMS 与自动进样器相结合，能够对 32x 样品支架上的多个样品进行自动化、无人值守的分析 [1]，并对氧化锌锡 (ZTO) 涂层的线性能带隙梯度进行空间测绘 [2]。本研究使用配备自动进样器的 Cary 7000 UMS 对直径 200 mm 晶片上的涂层均匀性进行了自动化的角度分辨测绘。

仪器与样品

Cary 7000 UMS UV-Vis/NIR 分光光度计 (图 1) 专为 250 nm 至 2500 nm 波长范围内的多角度光度光谱 (MPS) 测量而设计。在 MPS 应用中，我们需要测量样品在较宽入射角范围内 (从接近垂直到倾斜入射角) 的绝对反射率和/或透射率 [3]。最近有研究证明，MPS 数据对于复杂薄膜的逆向工程 [4]、深入了解电介质薄膜中总损耗的振荡 [5]，以及改进涂层生产步骤中应用的逆向工程策略 [6] 很有帮助。

UMA 采用简单且通用的设计，能够将样品和检测器相互独立地定位为任意角度，而无需操作人员干预。在单个序列中，UMA 在 $5^\circ \leq |\theta_i| \leq 85^\circ$ 范围内 (即，垂直光束两侧的角度被标记为 +/-) 以不同的入射角 (θ) 从样品表面完全相同的斑点处同时采集透射率和反射率数据。由于配备了基于纳米线栅技术的自动偏光片，UMA 能够以 S、P 或用户指定的任何偏振角获得准确的测量结果。

Cary 7000 UMS 的核心组件 Cary 全能型测量附件包 (UMA) 可单独购买，用户可通过更换此附件包升级现有的 Cary 系列 UV-Vis-NIR 分光光度计 (包括 4000、5000 和 6000i)。

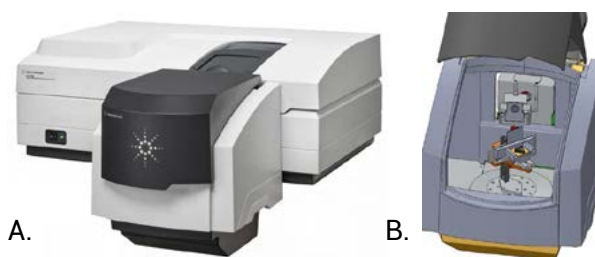


图 1. Agilent Cary 7000 UMS。B. 全能型测量附件包，Cary 7000 UMS 标配。UMA 是一套真正的多模式测量系统，能够进行绝对反射率、透射率和散射分析

自动进样器

安捷伦固体自动进样器是一款可独立控制的样品支架，专为配合 UMA 使用而设计。该自动进样器安装在 UMA 的大样品室内，位于样品台旋转轴上方。得益于这种设计，自动进样器不会限制 UMA 的基本功能。事实上，该设计为样品定位增加了 2 个自由度，进一步提升了测量性能。如图 2 所示，这些额外的自由度是指围绕入射光束轴 (I_0) 的径向方向 (z) 和旋转方向 (ϕ)。分析人员可根据不同的样品类型选择多种样品支架，用于安放多个单独的样品 (最多安放 32 个直径 1 英寸的样品) 或单个大直径样品 (最大直径 200 mm, 8 英寸)。这让安捷伦固体自动进样器成为了升级 Cary 7000 UMS 的理想之选，仪器升级后可对大批量 (批次) 光学元件进行光学表征，还能对体积更大的单个样品进行空间测绘，实际分辨率极限可低至 $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 。

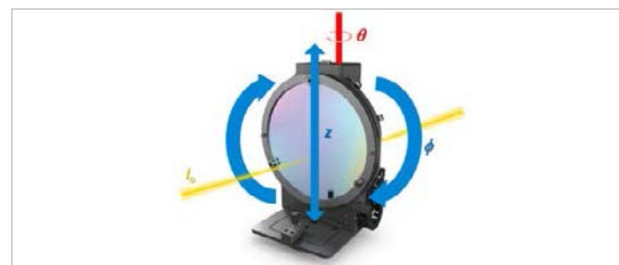


图 2. 安捷伦固体自动进样器相对于入射光束 I_0 的 MPS (θ 、 ϕ 、 z) 坐标系统

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

样品支架

8 英寸圆形样品支架能够将样品牢固地安放到自动进样器中，样品支架仅通过围绕样品边缘的 3.0 mm 环状装置和三个（可移除的）弹簧夹接触样品，大大减小了样品接触面积并保持了样品的完整性。在测量高灵敏度最终产品和涂层前体这类样品时，这种设计至关重要。



图 3. 直径 200 mm 的预切割的晶片安装于附接到固体自动进样器中的 8 英寸样品支架中



图 4. Cary 7000 UMS 样品室的前视图，样品室中安装了安捷伦固体自动进样器，自动进样器中安放了直径为 200 mm 的涂层晶片

实验细节

确定测量限

在实际测绘实验之前，我们通过光学方法确定了测量的径向极限，以 1 mm 的增量记录距离中心位置 90-95 mm 范围内的透射率信号（图 5）。直径 95 mm 处的透射率下降表明测量达到极限，从这个位置开始，样品支架内环会阻挡测量光束。我们将所有分析的最大测量点均设置为半径 94 mm 以

避免阻挡光束。晶片上的光学干涉涂层未覆盖整个衬底，但达到了距晶片边缘约 3 mm 处（图 5）。

这意味着使用这款固体自动进样器，我们能够对总涂层晶片 94% 的表面进行可靠测量。

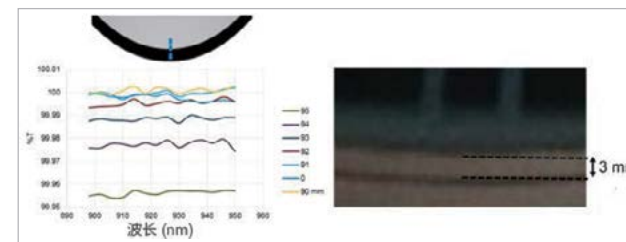


图 5. 左图：通过在 90 mm 至 95 mm 范围内以 1 mm 的增量进行测量确认了最大的可测量边缘点。95 mm 处的信号下降表示光束被样品支架边缘遮挡。右图：涂层距晶片边缘达 3 mm

反射光谱

尽管 Cary 7000 UMS 能够在 5° 至 85° 范围内以不同入射角进行测量，我们选择了 7° 作为入射角（接近垂直）。较大的入射角会在样品表面产生较大的光斑，进而导致测绘过程中的空间分辨率降低。我们将（可调的）入射光束锥角设置为水平 3° 和垂直 1°（样品绕垂直轴旋转），并采用 4 nm 的光谱带宽。应用这些参数后，获得了约 5.0 mm × 1.5 mm（高度 × 宽度）的光斑，略大于自动进样器的步长分辨率（垂直方向上步长 0.5°，绕光束轴旋转）。

表 1. 采集图 6 所示的反射光谱所用的 Agilent Cary 7000 UMS 测量条件

参数	值
入射角	7°
波长范围	2500-250 nm
数据间隔	UV/Vis 为 1.0 nm, NIR 为 4.0 nm
光谱带宽	UV/Vis 为 4.0 nm, NIR 为 4.0 nm
信号平均时间	0.5 s
偏振	s 偏振光
入射光束孔	3° x 1° (垂直 x 水平)
基线校正	100% T

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

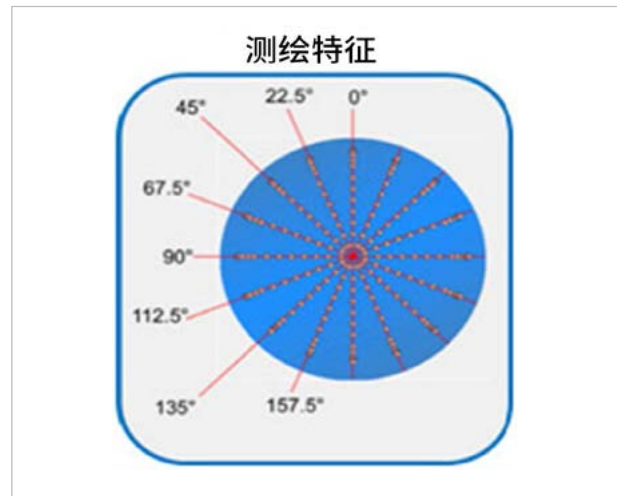
其他涂层技术

晶片分析

在涂层表面的光学表征中，我们将自动进样器配置为按表 2 所示的测绘特征驱动样品。该测绘特征包括通过晶片直径的 8 根弦线，角分辨率 $\Phi = 22.5^\circ$ 。每根弦线表示间隔 5 mm 的 27 个空间点以及 92 mm 和 93 mm 处朝向边缘的两个较小的步长间隔（表 2）。我们将 Cary 7000 UMS 设置为在分析波长下对每个测量点进行短波长扫描。准备就绪之后，Cary 7000 UMS 将与自动进样器协同工作，完全自动化地采集我们期望的数据集。

表 2. 晶片分析实验采用的测绘特征和采集条件

调谐参数	值
入射角	7°
波长范围	1065-1063 nm
数据间隔	1.0 nm
光谱带宽	4.0 nm
信号平均时间	1 s
检测器	硅光电二极管 (手动设置检测器变化)
偏振	s 偏振和 p 偏振
入射光束孔	3° x 1° (垂直 x 水平)
基线校正	100% T + 0% T



结果与讨论

图 6 所示为 UV (250 nm) 到 NIR (2500 nm) 范围内采集到的涂层晶片 s 偏振反射光谱。我们从晶片中心处的光斑采集光谱，因为预计该点处的涂层质量最佳。此光谱清晰地表明，光学干涉涂层的设计意图是使在 950 nm 至 1150 nm 的窄带宽内，1064 nm 左右的光反射率高于 99%。

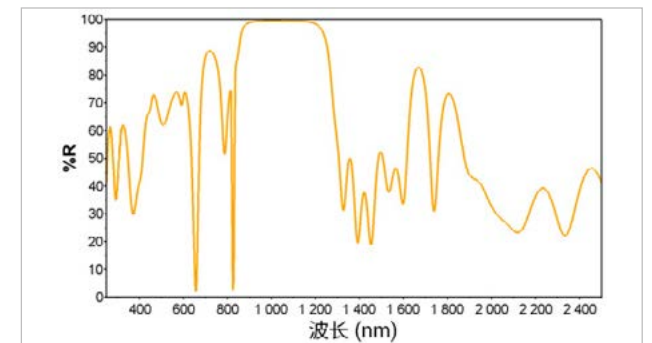


图 6. 在 7° 入射角下，晶片中心的 Rs 光谱

在测绘实验中，我们使用 Cary 7000 UMS 和自动进样器按照表 2 所示的测绘特征在 s 偏振和 p 偏振下采集 1064 nm 下晶片的反射特性。图 7 所示为利用 1064 nm 下的反射率值对测量点到中心的距离进行绘图得到的测绘特征。这些特征表明，在 s 偏振和 p 偏振下，从晶片中心到边缘的反射率均有所下降。各条曲线之间的高度相似性和一致性表明晶片具有中心对称的光学轮廓。通过随后的目视检查，可将 90° 弦线上 80 mm 直径处以及 67.5° 弦线上 85 mm 处的 Rs 和 Rp 异常值直接归因于晶片表面的污染。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

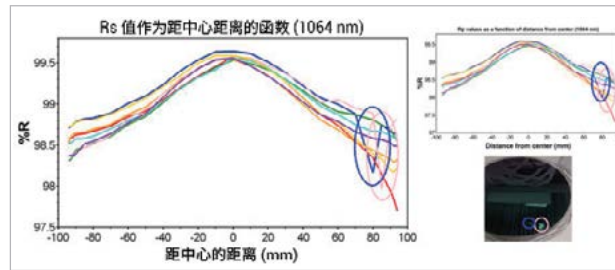


图 7. 1064 nm 处的测绘特征 (%Rs: 左侧; %Rp: 右上)

晶片中心位置作为每条弦线的测量点之一进行了反复测量, 所得数据被用于评估测量的重现性 (图 8)。在整个测绘实验过程中 (约 6.5 h), 我们获得了 < 0.1% 的重现性, 该结果优于中心点与边缘点之间的 %R 差值 (高达 1%) 约 10 倍。这不仅证明了 Cary 7000 UMS 的长期稳定性, 而且突出了所得曲线是有意义的。

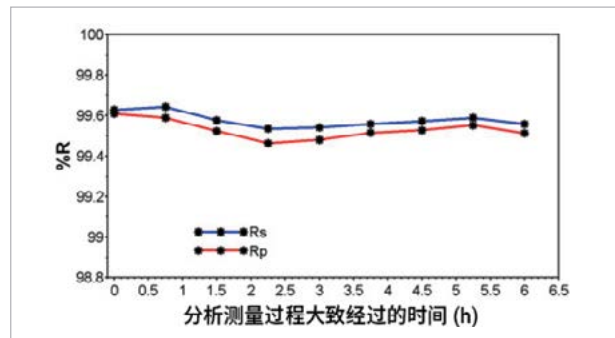


图 8. 测绘实验过程中系统的变异性

结论

在本研究中, 我们使用 Agilent Cary 7000 UMS 和固体自动进样器成功分析了直径 200 mm 的预切割晶片的涂层均匀性。该系统被设置为按照用户自定义的测绘特征在以 1064 nm 为中心的波长下对晶片表面进行 %R 测量。所得的曲线表明晶片中心到边缘的涂层质量有所下降。该信息可用于找出并克服涂层工艺中潜在的变异性。

此测绘分析可用于质量控制, 还可应用于开发过程, 大幅提高收率并减少材料浪费和投入。本应用简报中的真实示例证明 Cary 7000 和固体自动进样器广泛适用于在各种工业和实验室应用中对光学材料、涂层和组件进行自动化的常规多角度光谱表征。

参考文献

1. Burt, T., Haq, F., High volume optical component testing using Agilent Cary 7000 Universal Measurement Spectrophotometer (UMS) with Solids Autosampler (使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行高通量光学元件测试), 安捷伦科技公司应用简报, 出版号 5991-4071EN (2014)
2. Burt, T., Haq, F., 使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆片分析, 安捷伦科技公司应用简报, 出版号 5991-4072ZHCN (2014)
3. Death, D.L., Francis, R.J., Bricker, C., Burt, T., Colley, C. "The UMA: A new tool for Multi-angle Photometric Spectroscopy", Optical Interference Coatings (OIC) OSA Topical Meeting, Canada (2013)
4. Tikhonravov, A.V., Amotchkina, T.V., Trubetskov, M.K., Francis, R.J., Janicki, V., Sancho-Parramon, J., Zorc, H. and Pervak, V. "Optical characterization and reverse engineering based on multiangle spectroscopy", *Appl. Opt.* 51, 245-254 (2012)

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

5. Amotchkina, T.V., Trubetskov, M.K., Tikhonravov, A.V., Janicki, V. J., Sancho-Parramon, Razskazovskaya, O. and Pervak, V. "Oscillations in the spectral behavior of total losses ($1 - T - R$) in the dielectric films", *Opt. Exp.* 20, 16129-16144 (2012)
6. Amotchkina, T.V., Trubetskov, M.K., Tikhonravov, A.V., Schlichting, S., Ehlers, H., Ristau, D., Death, D., Francis, J.J. and Pervak, V. "Quality control of oblique incidence optical coatings based on normal incidence measurement data", *Opt. Exp.* 21, 21508-21522 (2013)

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

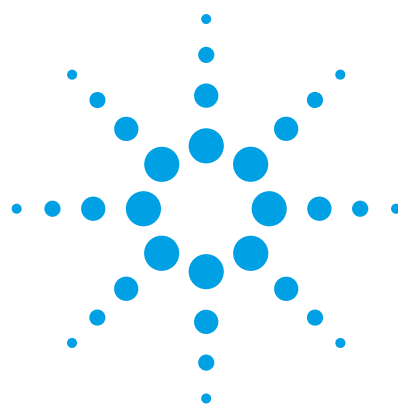
测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术



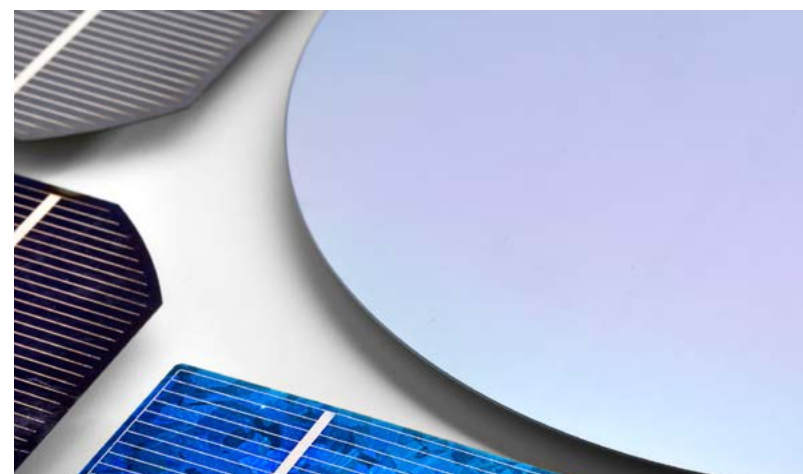
使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

应用简报

材料测试与研究

作者

Travis Burt、Farinaz Haq
安捷伦科技公司，澳大利亚



前言

反射率 (R) 和透射率 (T) 是用于表征材料和光学涂层光学特性的基本测量指标。多角度光度光谱 (MPS) 可对样品从接近垂直到倾斜入射角 (AOI) 之间各种角度 (θ) 的反射率和/或透射率进行测量。近期，由安捷伦科技公司开发的 MPS 领域新产品 Cary 7000 通用型分光光度计 (UMS)，可在样品表面的同一点完成反射率和透射率测量，多次测量间无需移动样品。减少了对多个附件和附件更换/重新配置的需求，可确保获得无与伦比的数据质量，避免一次测量中采用多种分析技术时，产生样品不均匀效应或光谱图不一致的情况。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

本文介绍了 Agilent Cary 7000 UMS 自动进样器的一项新功能，可实现旋转 (Φ) 和径向 (z) 的样品位置控制。安捷伦固体自动进样器可对单个大直径样品（最大直径可达 8 英寸）实现自动化的无人值守映射。示例中展示了在 4 英寸直径蓝宝石基底上沉积的氧化锌锡 (ZTO) 薄膜上获得的空间光谱信息，结果为分辨率 $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ 的正方形。该方法可实现间带隙能量映射在基底的整个直径范围内。

实验部分

仪器

- Agilent Cary 7000 通用型分光光度计
- 安捷伦固体自动进样器

Cary 7000 UMS 是一款多功能的新型系统，专为 250–2500 nm 紫外-可见-近红外 (UV-Vis-NIR) 波长范围的 MPS 应用设计。MPS 测量样品从接近垂直到倾斜入射角之间各种角度的绝对反射率和/或透射率 [1]。Cary 7000 UMS 能够在自动化平台中实现对样品表面同一路径的反射率和透射率测

量，入射角范围为 $5^\circ \leq |\Theta_i| \leq 85^\circ$ 。Cary 7000 UMS 还能对非镜面反射表面的漫反射率和半透明材料的漫透射率进行测量。添加的自动偏振器有助于进一步实现 S、P 或用户指定偏振角的准确测量。

Cary 7000 UMS 的 Cary UMA 配件（通用型测量附件）是为现有 Cary 4000/5000/6000i UV-Vis-NIR 分光光度计用户提供的升级选项。

固体自动进样器是独立控制的样品支架，专为 Cary 7000 UMS 和 UMA 设计。如图 1a 所示，它可以固定在 Cary 7000 UMS 测量室内部。除 UMS 提供的 AOI (Θ_i) 控制外，固体进样器还提供了两个额外的自由度，即入射光束轴 (I_0) 的径向 (z) 旋转方向 (Φ)。不同的样品支架可装载多个样品（最多 32×1 英寸直径）或单个大直径样品（8 英寸直径）。图 1b 显示了 8 英寸直径的样品支架。自动进样器以空间映射模式运行，适用于 ZTO 的大型样品表征研究。在映射模式下，可在样品支架中采集用户指定点处的光谱。



图 1a. 安装有固体进样器的 Cary 7000 UMS 测量室俯视图



图 1b. 8 英寸直径的样品支架图片

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

映射分析

半导体在传感器（如检测器）或发射器（如 LED）等最终用户设备上有效性的关键是其光学或电子带隙特性。半导体的带隙能量可以由粉末状材料的漫反射光谱 [2] 或沉积在透明基底上的外延半导体层的透射光谱确定。

本实验采用配备固体自动进样器的 Cary 7000 UMS 采集透射光谱，将带隙能量映射在涂覆三元金属氧化物晶圆的整个直径范围内。以 4 nm 的谱带宽度和 0.1 s 的信号采集平均时间，采集了从 700 nm (1.7 eV) 到 200 nm (7.8 eV) 的透射光谱。如图 2b 所示，以 5 mm 的间隔从晶圆底部 (-40 mm) 到顶部 (45 mm) 采集紫外-可见光谱数据。

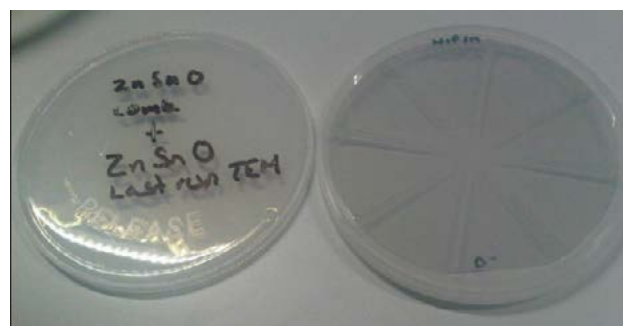


图 2a. 直径 100 mm (4 英寸) 的 Zn/Sn 涂层蓝宝石基底

样品

如图 2a 所示，样品由沉积在直径为 100 mm (4 英寸) 蓝宝石基底的分级氧化锌锡 (ZTO) 层组成，厚度 = 600 μm 。在氧气气氛中，同时使用高功率脉冲磁控溅射 (HiPIMS) 和直流磁控溅射 (DCMS) 技术，将锌和锡金属靶分别由晶圆两端溅射，产生 14 nm (140 \AA) 左右的涂层。如图 2b 所示，涂层外延形成了分级 ZTO 层，从晶圆底部的近似纯锡延伸到顶部的近似纯锌。

在室温下，ZnO 有一个 3.4 eV 左右的较大直接带隙，而锡以 SnO_2 的形式存在一个 3.6 eV 左右的光学带隙 [3]。据报道，ZTO 非晶相的光学带隙低至 2.8 eV 左右 [4]，令人感兴趣的是，它也许能替代广泛使用但相对昂贵的氧化铟锡 (ITO)，用于包括有机光伏和柔性显示器在内的广泛应用。

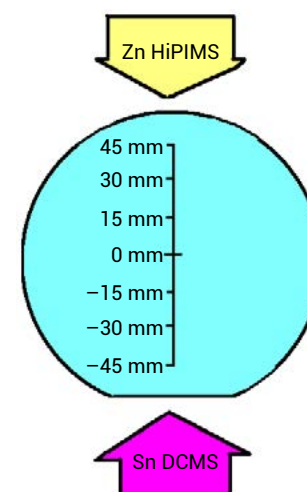


图 2b. 沉积方向示意和晶圆方向的坐标系。Tin (Sn) 采用 DCMS 方式沉积，Zinc (Zn) 采用 HiPIMS 方式沉积。以 5 mm 的间隔由 -40 mm 至 45 mm 进行光谱测量

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

结果与讨论

透射光谱

在从晶圆底部到顶部的整个直径上，以等间距（约 5 mm）的间隔收集 18 幅透射光谱。可以看到晶圆顶部（也就是 Zn 浓度最高的位置）的透射光谱吸收末端（图 3a）向低频移动。在 $(\text{吸光度})^2$ 相对于 eV 的曲线中，将线性拟合从吸收末端外推至零吸收来测定带隙。零吸收处 eV 的截距即为带隙能量。图 3b 显示了由晶圆直径测出的带隙能量。这一分析方法有助于以特定的靶向带隙能量从晶圆中提取小样品，无需精密控制涂层条件。

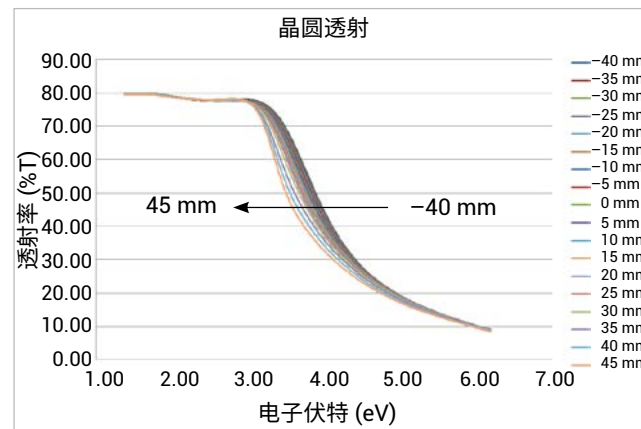


图 3a. 按照图 2b 所示在晶圆整个直径上的 11 个位置获得的透射光谱

结论

配备固体进样器的 Agilent Cary 7000 UMS 已成功用于薄膜基底的大样品表征。自动进样器以空间映射模式运行，适用于 ZTO 研究。通过采集透射光谱，将 ZTO 基底的带隙能量映射在晶圆的整个直径范围上。数据显示出一些差异，例如晶圆顶部由沉积过程造成了最高的 Zn 浓度，因而频率较低。

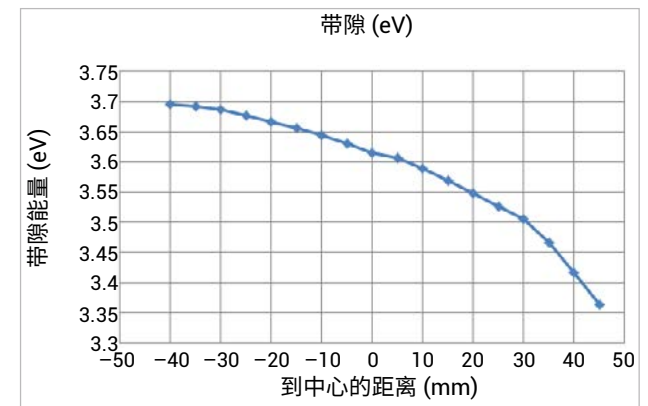


图 3b. 在 $(\text{吸光度})^2$ 相对于能量 (eV) 的曲线中，由吸收末端外推至零吸收的截距来测定带隙

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

在寻找昂贵基底（如氧化铟锡 (ITO)）的合适替代品时，可以使用这一方法来表征光学带隙能量相近的材料。

Cary 7000 UMS 和固体进样器有望成为用于光学材料、涂层以及工业和实验室各种应用中组分表征的重要工具。

致谢

致谢墨尔本皇家理工大学提供样品并协助进行数据解析。

参考文献

1. Death, D.L., Francis, R.J., Bricker, C., Burt, T., Colley, C. "The UMA: A new tool for Multi-angle Photometric Spectroscopy" Optical Interference Coatings (OIC) OSA Topical Meeting, Canada (2013)
2. Uchida, S., Yamamoto, Y., Fujishiro, Y., Watanabe, A., Ito, O., and Sato, T., "Intercalation of titanium oxide in layered $H_2Ti_4O_9$ and $H_4Nb_6O_{17}$ and photocatalytic water cleavage with $H_2Ti_4O_9/(TiO_2, Pt)$ and $H_4Nb_6O_{17}/(TiO_2, Pt)$ nanocomposites" *J. Chem. Soc., Faraday Trans.*, 93(17) 3229 (1997)
3. Batzill, M., Diebold, U., "Review: The surface and materials science of tin oxide" *Progress in Surface Science* 79, 47–154, (2005)
4. Madambi, K., Jayaraj, Kachirayil J., Saji, Nomura, K., Kamiya, T. and Hosono, H., "Optical and electrical properties of amorphous zinc tin oxide thin films examined for thin film transistor application" *J. Vac. Sci. Technol. B* 26, 495 (2008)

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

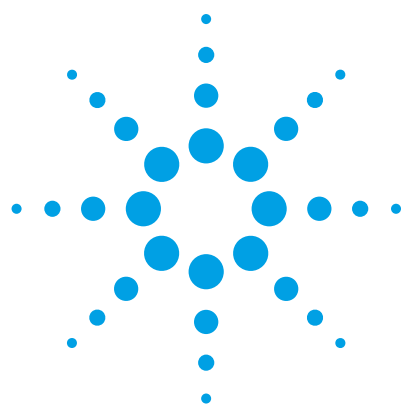
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术



使用 Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 测量光学材料不同入射角下的反射率 — 考察小型显示器的性能

应用简报

材料



作者

Travis Burt, Huang ChuanXu*,
Andy Jiang*

安捷伦科技公司
澳大利亚维多利亚州马尔格雷夫

*安捷伦科技公司
中国上海

前言

视觉显示器小型化和节能化的趋势带来了设备移动性的提高，促使其在日常生活应用中的快速普及。基于发光二极管 (LED) 和液晶显示器 (LCD) 技术的光学显示器在工业和家用领域均广泛使用。常见产品有移动电话、掌上电脑 (PDA) 及笔记本电脑之类的便携式计算机、便携式数码音乐播放器、LED/LCD 台式电脑显示器和 LED/LCD 电视等。在电子设备生产领域，设备制造商竞相追求更小的封装尺寸（甚至仅为了减少数十微米的厚度），LED/LCD 因而变得越来越薄。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

显示器使用背光照亮整个显示区域，通过液晶控制进入观众眼睛的发射光的时间和颜色（图 1）。背光通常采用平板或楔形的固态导光板。光源可以是冷阴极荧光 (CCFL) 灯，例如我们熟知的液晶电视，或基于 LED 的背光光源，例如常见的 LED 电视。正是由于背光对成像质量的重要性，因而在称谓上忽略了一个事实：两种类型的电视都使用了 LCD 技术控制图像显示。

背光中使用的固态导光板通常由一种光透聚合材料通过注塑成型等工艺量产而成。使用反射片可提高固态导光板的光电效率。反射片置于导光板背面以更有效地利用逸出固态导光板背面或者光源的光（图 1）。

导光板中使用的背光反射片需要具有高反射率，才能进行高效的光传输。光在导光板中传输需要经过多重（数十次）反射，大于 98% 的反射率是基本要求，如果每次反射过程损失超过 2%，可供利用的光便会迅速衰减殆尽。可以

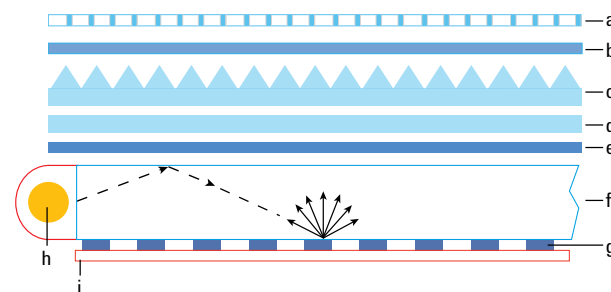


图 1. LCD 产品的横截面结构示意图：

- a: LCD
- b: 导光板中用于散射光线的导光点
- c-d: 用于提高背光效率的不同类型薄膜
- e: 扩散膜
- f: 导光板
- g: 导光板中用于散射光线的导光点
- h: 荧光或 LED 光源
- i: 背面薄膜反射片（以红色显示）

采用多层光学镀膜的方式生产高反射率薄膜反射片。薄膜由非金属的多层聚合物材料组成，厚度通常小于 100 μm ，能够使表面具有光学活性。光学活性材料在透射或反射过程中会使光的偏振状态发生改变。更为常见的是非光学活性材料，偏振作用通过抑制特定的偏振分量（如 S 或 P）来实现，而不是偏转它。尽管光学活性和最终应用通常不具有直接的因果联系，但装配前对反射片进行精确的光学表征 (QA/QC) 需要仔细考虑这些影响，以确保探测器能够记录下正确的反射率和透射率 (R% 和 T%)。

实验部分

样品

测量的样品约为 50 mm \times 50 mm（长 \times 宽），约为 100 μm 厚（图 2）。反射面由一个半透明薄膜保护，可以在测试之前轻松剥离。固定样品时要充分考虑样品的厚度和柔韧性，以确保面对入射光的表面平整。

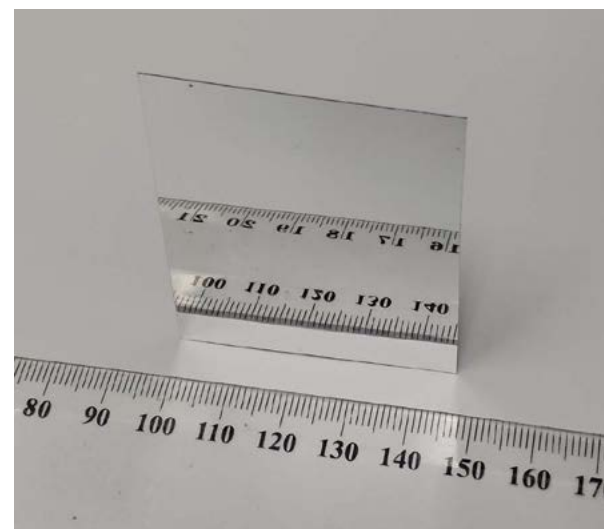


图 2. 反射片样品

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

使用 Cary 7000 UMS 进行测量前，以如下方式论证了样品的光学活性：我们用 s 偏振可见白光以一定角度照射样品，然后通过第二个偏光器肉眼观察从样品镜面反射出的光束。将观测的偏光镜从 s 位（0 度）旋转微小角度，便观察到了最大强度的反射光束。

入射 s 偏振光和目视观测光的角偏置证实了样品的光学活性或旋光性。实践证明，使用分光光度法测量时，需要在检测器前方安装消偏器。

仪器

- Agilent Cary 7000 全能型分光光度计，部件号 G6873AA

Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 是一款高度自动化的紫外-可见-近红外分光光度计系统。UMS 可在不同角度下测量样品的透射率和绝对反射率。线偏振光入射到样品上可以测量透射率（检测器在 ± 180 度位置），然后检测器旋转到反射光的位置来测量反射率，如图 3 中所示。

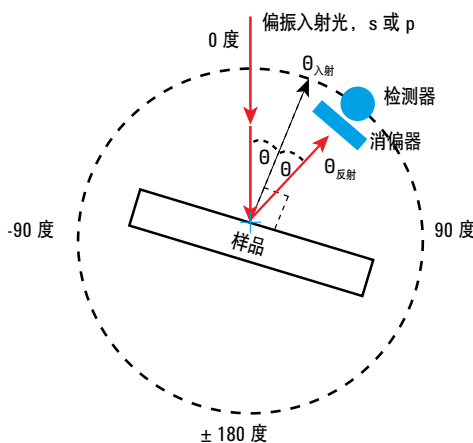


图 3. Cary 7000 UMS 的工作原理示意图。入射到样品上的光束可为 s 偏振或 p 偏振，检测器之前可安装一个消偏器。可以测量绝对镜面反射率和透射率

消偏器放置在样品之后、检测器之前，用于校正样品反射光的旋光。每次测量样品前，都需要将检测器前的消偏器和样品前的起偏器包括在内进行基线测量。对于同一种偏振态，使用 Cary 7000 UMS 测量不同角度下的 %R 时，只需采集一次基线。这种独特的功能显著提高了该系统的分析速度和样品通量。

结果和讨论

我们在 300-1200 nm 的光谱范围内，分别以 70、60、45 和 30 度入射角测量了反射率数据（图 4）。样品测试结果证实了它的设计初衷，在整个可见光谱区间（400–800 nm）内，反射率大于 98%R（图 5）。

多角度测量显示，目标区域（400-800 nm）里，样品在较大角度范围内性能稳定，而在此光谱范围外（>800 nm）反射率具有角度相关性。此外，入射角大于 60 度时，在 600-700 nm 和 800-900 nm 区域内 %R 质量也表现出一定程度的降低。不同角度下 %R 的光谱相关性表明，大入射角可能导致颜色变化。

图 6 证实了经过样品的光在进入检测器之前消偏的重要性。在这张图中，测量了有无消偏器情况下的绝对反射率。不使用消偏器时，样品的光学活性导致 %R 值虚高于 100%。这是一个很直接的对比结果，消偏器用于校正光的旋光度并给出正确的数值。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

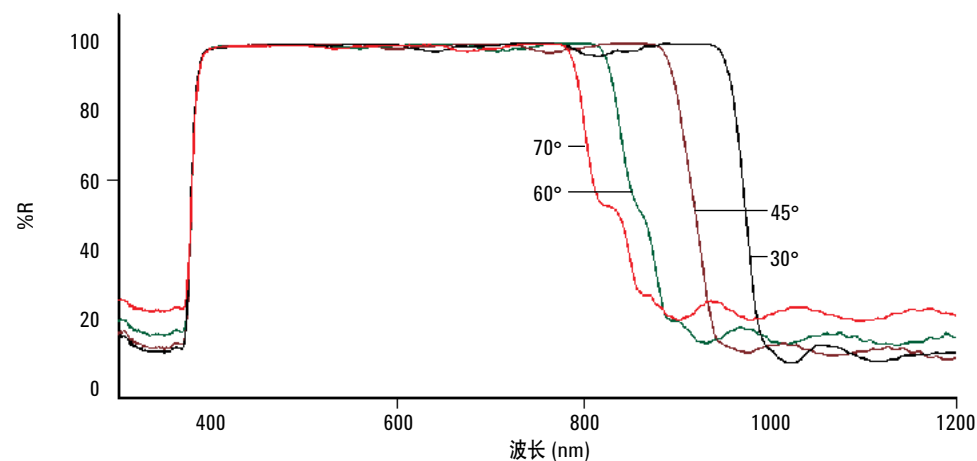


图 4: s 偏振光入射角为 70 (红色)、60 (绿色)、45 (棕色)、30 (黑色) 度下背光材料的反射率

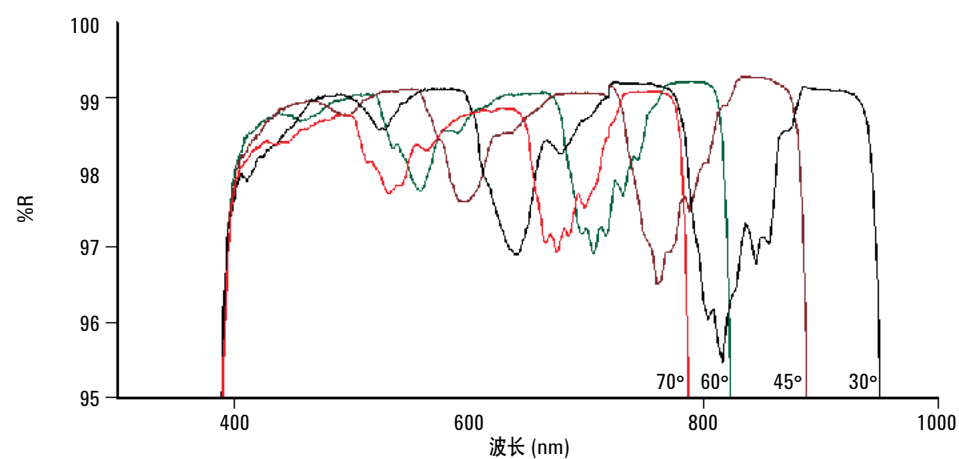


图 5: 图 4 的放大视图, 显示了 s 偏振光入射角为 70 (红色)、60 (绿色)、45 (棕色)、30 (黑色) 度下背光材料的反射率

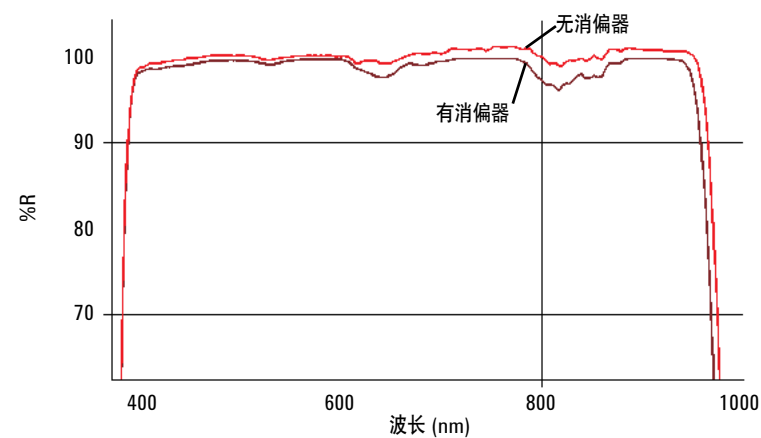


图 6: 证明在样品后、检测器前使用消偏器的重要性。检测器前使用消偏器 (棕色) 时, 背光材料对 30 度 s 偏振光的绝对反射率, 以及检测器前没有使用消偏器 (红色) 时, 背光材料对 30 度 s 偏振光的绝对反射率

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

结论

Agilent Cary 7000 UMS 是测量光学显示器所使用新一代材料光学性质的有力工具。可以使用线性偏振入射光和检测前反射光去偏振方法，准确测量经过样品上特定聚合物镀膜后发生偏转的反射光。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

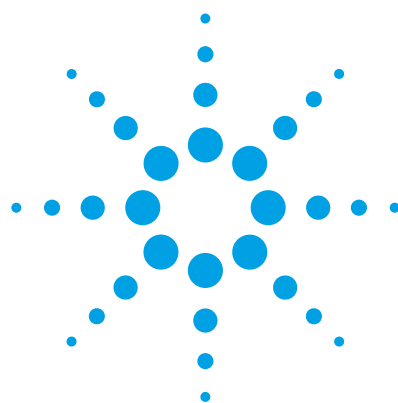
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术



采用配有最新全能型测量附件的 Agilent Cary 5000 紫外-可见-近红外分光光度计对薄膜进行光学表征

应用简报

材料



作者

Robert Francis 和 Travis Burt

安捷伦科技

澳大利亚维多利亚州马尔格雷夫

前言

该研究的详细情况首次发表在《应用光学》2012 年 1 月 10 日号（总第 51 卷，第二期）上。

准确测定薄膜和多层镀膜的光学参数（使用光学镀膜的逆向工程）对于生产高质量的产品至关重要。这些数据可以给设计和生产环节提供反馈。对每一层依次进行评估后得到的逆向工程结果可以用来调整沉积参数，重校监测系统，改善对各层的厚度控制。

通常是使用紫外-可见-近红外 (UV-Vis-NIR) 或傅里叶变换红外 (FTIR) 分光光度法进行光学表征，对透明基板上的薄膜样品垂直入射或接近垂直入射时的透射率 (T) 和/或反射率 (R) 的数据进行分析。然而，基于垂直入射的透射率和反射率测量的光学表征以及基于垂直或接近垂直入射的透射率和反射率测量数据的可靠的逆向工程仍然十分困难。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

本文中，我们展示了使用配备最新全能型测量附件 (UMA) 的 Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度计，将多角度光谱光度数据用于单层薄膜光学表征和多层光学镀膜逆向工程的适用性。表征致密的薄膜、磁控溅射生产的多层膜和电子束 (e-beam) 蒸发薄膜通常是比较困难的。这些数据也可以通过 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 采集到。

实验部分

样品

研究中，我们测量了两组使用两种不同沉积技术的实验样品：磁控溅射和电子束蒸发。详情可参阅参考文献 [1]。

仪器

- Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度计
- 安捷伦全能型测量附件

UMA 是高度自动化的可变角度镜面反射和透射系统，样品、检测器和偏振器位置可完全通过软件控制。通过对入射光多种可控角度 (0° – 85° %T, 5° – 85° %R) 的透射率 (%T) 和绝对反射率 (%R) 测量，它可以准确、快速和完整地提供样品的光学特性。能测量到照射样品的线偏振光的透射率。在入射平面上以样品为圆心移动检测器组件，可以测量绝对反射率。UMA 的这种多模式测量特性提高了分析效率，并使样品表征更为准确。UMA 的示意图如图 1 所示。

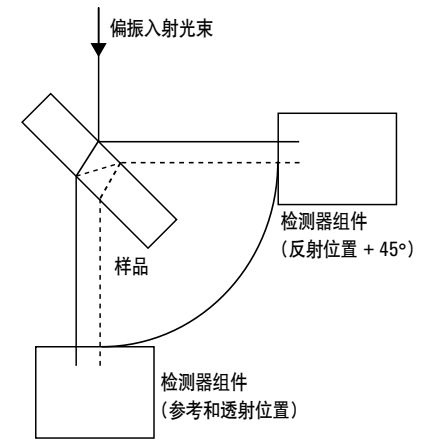


图 1. 安捷伦 UMA 示意图，一种绝对可变角度反射率和透射率测量附件

结果和讨论

s 偏振光和 p 偏振光在 300–2500 nm 光谱范围内，以 7° 、 10° 、 20° 、 30° 和 40° 的入射角度，对样品进行了多角度光谱光度测量。在本研究的所有光学表征和逆向工程流程中，我们只采用了光谱范围 330–1100 nm 的测量数据。因为波长高于 1100 nm 时，基板吸收明显，使得对准确度的估算变得不可靠。

高密度电介质薄膜

使用了 UMA 来获取磁控溅射制备的 Ta_2O_5 和 SiO_2 薄膜的多角度光谱光度数据，以对其进行光学表征。表 1 中给出了各项光学表征的数值：在 $\lambda = 600$ nm 处测量了薄膜的厚度和折射率。在不同的入射角、不同偏振态下测得的透射率和反射率数据具有很好的一致性。表 1 中列出的这两种材料的厚度和折射率 (n) 平均值的偏差均小于 0.1%。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

表 1. 使用安捷伦 UMA，通过在倾斜入射光情况下测得的 Ta₂O₅ 和 SiO₂ 膜的透射率和反射率而得到的膜参数

偏振态/入射角	Ta ₂ O ₅		SiO ₂	
	厚度 (nm)	n (600 nm)	厚度 (nm)	n (600 nm)
s, 7°	292.3	2.162	401.4	1.486
s, 10°	292.5	2.160	401.7	1.485
s, 20°	292.4	2.161	401.5	1.484
s, 30°	292.4	2.161	401.9	1.484
s, 40°	292.4	2.161	401.6	1.483
p, 7°	292.7	2.159	401.9	1.484
p, 10°	292.5	2.160	401.4	1.485
p, 20°	292.5	2.160	401.5	1.484
p, 30°	292.5	2.160	401.9	1.486
p, 40°	292.4	2.161	401.7	1.483

多角度光谱逆向工程的可靠性

为了验证基于多角度光度数据逆向工程的可靠性，我们分析了一个特制的 15 层四分之一波长反射镜，Ta₂O₅ 和 SiO₂ 分别作为高和低折射率材料。镜子通过磁控溅射生产，通过溅射时间来监控层厚。镀层沉积过程中，故意分别将第三、第八、第十四和第十五层的偏差定为 + 5%、- 7%、- 5% 和 + 5%。随后使用 UMA 测定了各种组合，所有情况下均能可靠地测得故意引入的厚度偏差 [1]。图 2 所示是结果一致性的一个典型例子。

多角度光谱用于非均相电子束蒸发薄膜的光学表征

我们还将多角度光谱光度测量法用于测量不同厚度电子束蒸发的 HfO₂ 和 SiO₂ 膜的光学参数。这是借助于专门制备的多层膜反射镜的逆向工程而实现的。从结果中我们发现，电子束蒸发 HfO₂ 膜的光学性能依赖于膜的厚度。所有的

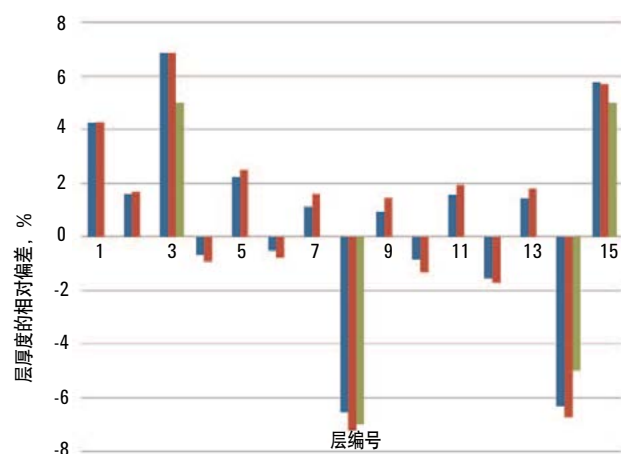


图 2. 15 层四分之一波长反射镜的各层厚度偏差对比，结果基于 7°、10°、20°、30° 和 40° 入射角的反射率和透射率数据，蓝条代表 s 偏振光，红条代表 p 偏振光。绿条代表第三、第五、第十四和第十五层厚度的计划偏差

逆向工程尝试均得到了一致的结果。逆向工程方法得到的 SiO₂ 折射率相对于单一 SiO₂ 层的标称折射率的偏差范围为 1.5% 到 1.7%。同时，我们还观察到 HfO₂ 层的折射率也具有很好的一致性。

通过独立的斜射透射率和反射率测量而得到的 HfO₂ 膜折射率的变异不超过 0.5%。从图 3 中可以看出，测得的 HfO₂ 膜的折射率的波长依赖性与先前的研究一致 [2]。这更加确认了之前结论，即 HfO₂ 膜的结晶状态依赖于膜的厚度 [3, 4]。正如这些参考文献指出的，较薄的薄膜基本上是无定形的，较厚的薄膜是部分结晶的，薄膜越厚，结晶程度越大。这就解释了 HfO₂ 薄膜折射率的差异，即单层结构中，其厚度为 197 nm，而多层结构中，其厚度约为 50 nm。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

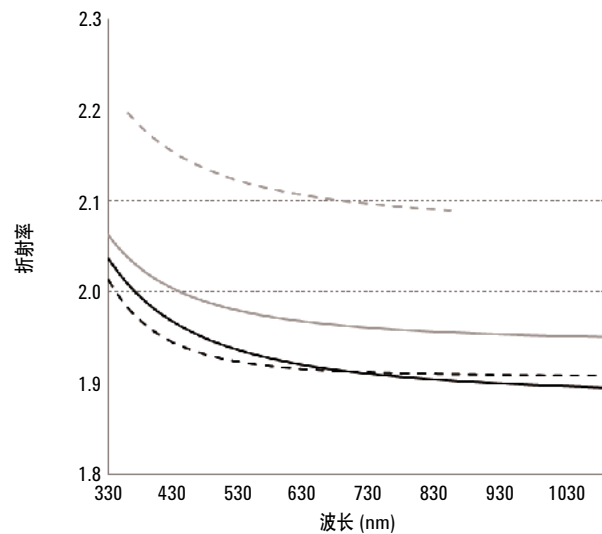


图 3. 电子束蒸发 HfO₂ 膜标称折射率的波长依赖性 (实心黑色曲线)，以及参比的射频溅射 (灰色曲线) 和离子束溅射 (灰色虚线) 得到的 HfO₂ 膜折射率的波长依赖性。黑色的虚线代表 12 层四分之一波长反射镜的相关测量数据得到的 HfO₂ 薄膜的折射率

结论

我们研究了将多角度光谱应用到薄膜的光学表征和多层镀膜逆向工程上。UMA 作为安捷伦的新型先进分光光度附件 (安装在 Agilent Cary 5000 UV-Vis NIR 分光光度计上)，可以提供多角度、s 偏振态和 p 偏振态下的反射率和透射率数据。验证了测量数据的准确性，并证实了从紫外到近红外的宽光谱范围内，在入射角最高达到 40° 的情况下，所有的测量数据均具有很好的准确性。

与传统的光谱分析相比，多角度光谱光度测定为研究人员提供了更多的实验信息。我们的研究表明，新的 UMA 分光光度计附件可以为各种光学镀层的表征及逆向工程问题的解决提供实验信息。

对各种组合的多角度光谱数据的比较分析为取得的结果提供了自证。我们相信，多角度光谱光度测定法是倾斜照射或在发散光照射下分析光学镀层的完美工具。

参考文献

1. A. Tikhonravov, T. Amotchkina, M. Trubetskov, R. Francis, V. Janicki, J. Sancho-Parramon, H. Zorc, and V. Pervak, "Optical characterization and reverse engineering based on multiangle spectroscopy," *Appl. Opt.* 51, 245-254 (2012)
2. A. Tikhonravov, M. Trubetskov, T. Amotchkina, G. DeBell, V. Pervak, A. K. Sytchkova, M. Grilli, and D. Ristau, "Optical parameters of oxide films typically used in optical coating production," *Appl. Opt.* 50, C75-C85 (2011).
3. M. Modreanu, J. Sancho-Parramon, D. O'Connell, J. Justice, O. Durand, and B. Servet, "Solid phase crystallisation of HfO₂ thin films," *Mater. Sci. Eng. B* 118, 127-131 (2005).
4. M. Modreanu, J. Sancho-Parramon, O. Durand, B. Servet, M. Stchakovsky, C. Eypert, C. Naudin, A. Knowles, and F. Bridou, "Investigation of thermal annealing effects on microstructural and optical properties of HfO₂ thin films," *Appl. Surface Sci.* 253, 328-334 (2006).

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

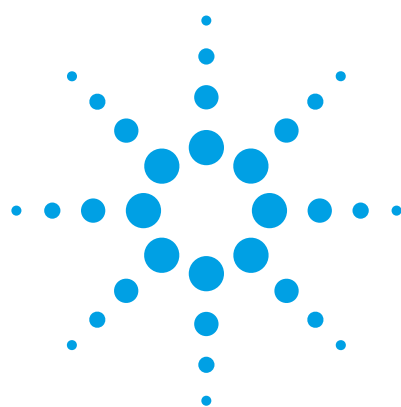
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

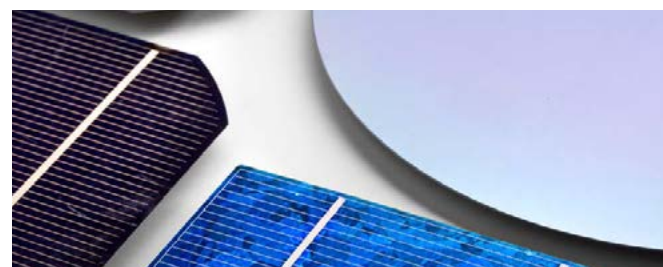
其他涂层技术



使用 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 研究绝对镜面反射的角度关系

应用简报

材料



作者

Travis Burt 和 Chris Colley

安捷伦科技公司
澳大利亚维多利亚州马尔格雷夫

前言

表征光学样品的一个常见方法是以单一入射角度 (AOI) 测量其反射或透射特性。但是，如果以多 AOI 测量反射和/或透射能得到更完整的样品表征，可以更深入地了解样品的光学性质。

本应用简报介绍了 Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 如何快速、自动地测量多 AOI 的绝对镜面反射，也展示了三维 (3-D) 图和二维 (2-D) 等高线图进行数据可视化的价值。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

实验部分

样品

样品是一个直径为 200 mm，厚度为 0.80 mm 的大硅片。抛光后的前表面涂有专利光学涂层。表 1 列出了样品和采集条件。

仪器

使用 Cary 7000 UMS 采集数据，它是一款高度自动化系统，可在可变角度测试样品的绝对镜面反射和透射。有了 Cary 7000 UMS，操作者可独立、电动控制照射样品的入射角和检测器的位置，检测器可围绕样品的弧形轨迹自由旋转。独立控制样品旋转角度和检测器位置，可实现快速、准确和无人值守的测量。

过去，反射率和透射率的测量需要使用安装不同附件的分光光度计。但是，由于不同测量模式（附件）下照射光束的几何形状会发生变化，以及照射到样品的光束会发生移动，这就导致每次测试的样品区域会有差别。



图 1. Agilent Cary 7000 UMS，测量室中安装了一个直径为 200 mm 的硅片

如果薄膜沉积过程中薄膜厚度不均匀，那么反射率和透射率测量会受到影响。

随着 Agilent Cary 7000 UMS 的诞生，现在无需移动样品便可在样品的同一个位置测量透射率和反射率，有效解决了偏差来源。

测量

测量 AOI 为 6° 到 86° 的镜面反射，增量为 1°。通过自动转动的线栅偏振器控制照射到样品的入射光偏振。测量了 s 偏振和 p 偏振光的反射。

使用 Cary WinUV 软件方法编辑器设置采集条件。采集全部数据序列之前，只需测量两条基线，一条用于 s 偏振，另一条用于 p 偏振。这两条基线用于所有角度的测试，软件可在单一采集图谱中采用合适的基线。相比之下，其它系统要采集每个角度的每个偏振基线，显著增加了采集的总时间。两条基线采集完毕后，该系统可完成整个数据的自动采集。

正如前面提到的，大硅片的直径可达 200 mm。Cary 7000 UMS 设计为可容纳直径为 275 mm 的样品，能检测非常高的掠入射角。可在接近 90° 的角度测量最大允许尺寸的样品，而不会使入射光从样品上“脱落”。

表 1. Agilent Cary 7000 UMS 数据采集条件

参数	值
AOI	6° 到 86°，增量为 1.0°
波长范围	2500–250 nm
数据间隔	UV/Vis 为 1.0 nm，NIR 为 4.0 nm
光谱带宽	UV-Vis 为 4.0 nm，NIR 为 4.0 nm
信号平均时间	0.26 sec
偏振	s 和 p
入射光束孔	3°x 3°（垂直 x 水平）

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

结果和讨论

镜面反射

图 2 显示了 s 偏振光入射角度为 6° 到 86°，增量为 1° 的绝对镜面反射谱图。p 偏振光也能得到相似谱图（文章中未给出）。

分析数量如此庞大的光谱图是一项严峻的挑战。图 3 和图 4 分别是 Scilab 软件生成的、同一组数据的二维等高线图和三维图 [1]。结合微小区域和相关的 %R 值可以看出，反射特性高度依赖于 AOI。

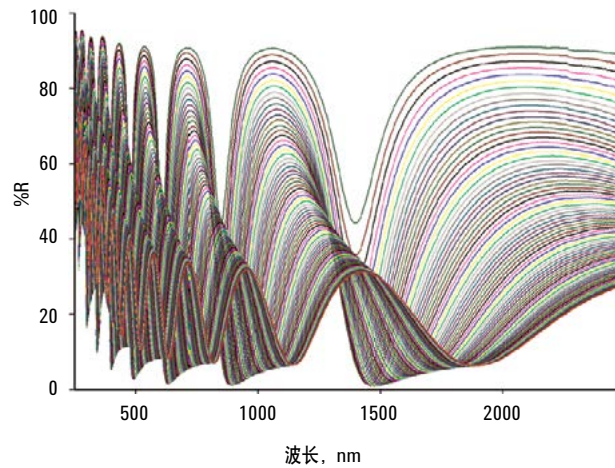


图 2. 硅片的 s 偏振光绝对镜面反射，AOI 为 6° 到 86°，增量为 1°

例如，在红外区域、接近法向 AOI 处，有一个最小区域中心约在 1900 nm 处的宽带。在更高的入射角（约 70°），最小中心出现在约 1400 nm 处。此外，最小区域很窄，得到的 %R 值也非常接近于零。

反射涂层最终能够使用，需要满足 AOI、光谱区和 %R 的相关性能要求，而这些测量结果也可反馈到涂层设计上。显然，仅采用一个 AOI 测量涂层的常规方法不能证实较强的角度关系。

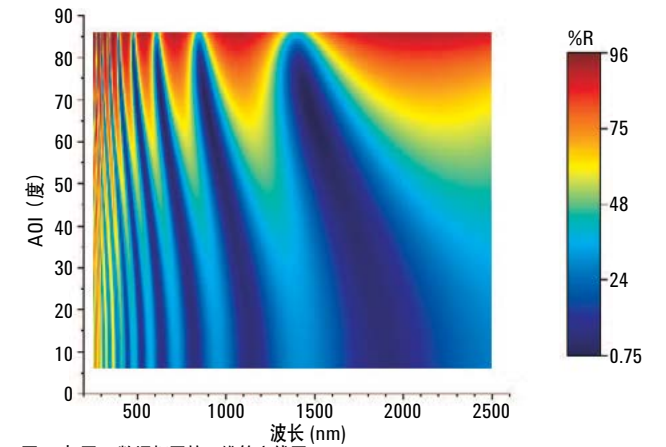


图 3. 与图 2 数据相同的二维等高线图

2500

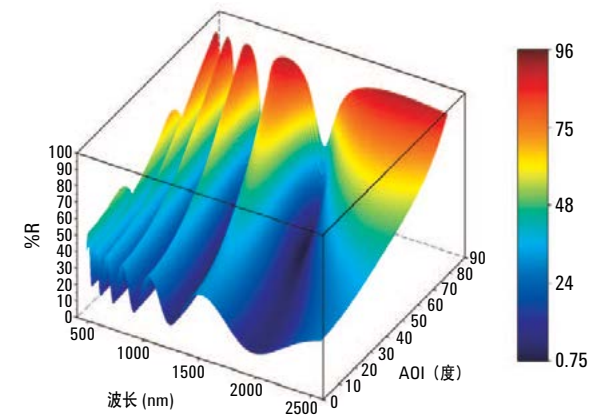


图 4. 与图 2 数据相同的三维图

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

结论

经证实，Cary 7000 UMS 可使用 s 和 p 偏振光，在较宽 AOI 范围内自动采集大涂层样品的高质量光谱图。测试过程完全由软件控制，一旦样品安装完毕，便可进行完全自动的数据采集。以宽的波长范围，宽 AOI 范围和不同偏振光对样品进行完整表征，使我们能更深入的了解光学涂层的角度关系。

此外，使用三维和二维等高线图对数据进行可视化，可深入了解光学涂层性能。这些有价值的信息有助于涂层的设计和优化。

参考文献

[1] Scilab 是可用的免费开源软件，请访问 <https://www.scilab.org>

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

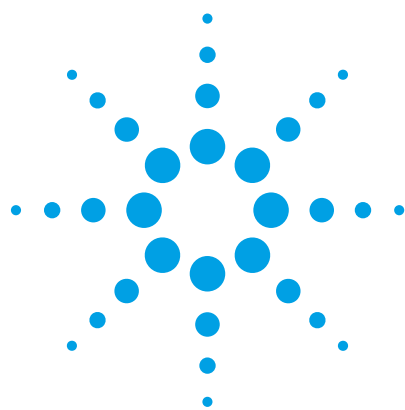
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术



采用 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 测量超过 10 Abs 的光密度

技术概述



准确测量高衰减光学滤光片

高截止度滤光片广泛用于多种消费品和工业产品中，在光控制方面起到十分重要的作用。高衰减（即高光密度）滤光片不仅应用于个人防护装备（例如激光防护眼镜），还可用于精确控制光学系统中的低光线水平，用以增强优选波长下的灵敏度。本技术概述展示了 Cary 7000 UMS 测量此类材料的性能。本研究采用的分析流程选用额定光密度已知，但实际精确光密度未知的滤光片来验证分光光度计的光度测量性能。借助滤光片叠加技术，我们在可见光区域超过 10 个吸光度单位 (Abs) 和近红外 (NIR) 波长区域超过 8 Abs 的范围内测量了此分光光度计的光度测量范围、准确度和线性。

前言

高光密度（或吸光度）的测量无论对于科学家、工程师，还是对于从事生物、光子行业到太阳镜设计等应用领域的生产商都具有重要意义。在其他一些领域中，高光密度测量同样至关重要，例如带通滤光片、阻挡滤光片以及截止滤光片的设计、生产和验证，强吸光性液体介质（例如高锰酸钾 [1]）的定量分析，以及混浊生物样品（例如含有细胞色素 P450 的样品 [2]）的

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

测定等等。准确测量这些高光密度样品的核心性能指标是所用分光光度计的光度准确度、线性和动态范围。

光度测量线性将决定分光光度计能否在光密度或浓度不断增加的情况下准确测量吸光度。如果仪器的线性较差，则校准曲线（例如）在高吸光度水平下可能会偏离线性，进而导致高光密度测量的准确性降低。光度准确度与线性共同决定分光光度计准确测量给定光密度或吸光度的能力。

要想准确测量吸光度，仪器的光度准确度和线性至关重要。与此类似，分光光度计响应的线性范围也同样重要。这个范围被称为“线性动态范围”，传统意义上是指吸光度与样品浓度彼此可以直接具备比例关系的范围 [3]。线性动态范围越宽，可测定的样品浓度（光密度）范围就越宽，此外，宽泛的线性动态范围还能大幅减少为了将样品浓度降至仪器性能范围之内而进行样品分析的次数和样品制备（稀释）次数 — 液体样品可能需要稀释，而固体样品则可能需要进行额外（有时甚至是破坏性的）处理。

在本例中，我们以制造光学滤光片使用的材料为样品，在可见光和 NIR 光谱范围内测量了这种材料的光密度。借助滤光片叠加技术，我们证明了仪器在可见光区域（约 640 nm）超过 10 Abs 和 NIR 区域（约 1500 nm）超过 8 Abs 范围内的光度测量范围、准确度和线性。

理论

“滤光片叠加技术”为确定分光光度计的光度测量线性和范围提供了一种直接、低成本的方法，该方法无需使用昂贵的校准标准品。使用该方法在电磁光谱可见光区域测量吸光度的应用请参阅其他文献 [4]。本例中，我们在分析样品之前采用相同的方法在可见光和 NIR 区域评估了仪器的光度测量性能，必要时还应用了后光束衰减。

当样品光束中的入射光发生高度衰减时，需要借助后光束衰减 (RBA) 来拓宽仪器的动态范围，以便平衡检测器上的样品信号和参比信号（或光强度）。使用 RBA 的典型情况包括测量高密度光学滤光片、在使用会导致光束衰减的样品支架或附件时进行光束平衡，或者测量高吸光度的样品（常见应用）。RBA 功能可通过使用下文介绍的网式滤光片或使用全自动化 Cary 后光束衰减器实现 [5]。

测量

为了研究可见光区域的光度测量范围，我们叠加 BG25 滤光片和网式滤光片进行了测量。

采集流程如下：将 RBA 的吸光度设置为 4.5 Abs。以 1 s 的光谱平均时间采集基线，然后分别测量 BG25 和网式滤光片。接下来将光谱平均时间延长至 50 s 以测量阻挡光束，然后测量叠加的 BG25 滤光片和网式滤光片。所有测量结果都用 %T 表示。在测量之间定位和移动滤光片时需格外小心。

接下来，从所有滤光片测量结果中扣除阻挡光束测量结果，并将结果转换为吸光度单位。将 BG25 滤光片和网式滤光片的光谱相加，得到的光谱即为所有滤光片叠加测量的预测光谱。采集参数汇总于表 1 中。

表 1. 用于在可见光区域测量叠加滤光片的参数汇总

参数	值
数据间隔	1 nm
光谱带宽	5 nm
光谱平均时间	1 s 或 50 s
后光束衰减	4.5 Abs
测量模式	双光束
狭缝高度	完整

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

Cary 7000 全能型分光光度计

使用类似方法在 NIR 区域测量两个叠加的 UG 11 滤光片。参数汇总于表 2 中。

表 2. 用于在 NIR 区域测量叠加滤光片的参数汇总

参数	值
数据间隔	4 nm
光谱带宽	可变
能量	1.0
光谱平均时间	1 s 或 10 s
后光束衰减	2.2 Abs
测量模式	双光束
狭缝高度	完整
检测器	PbSmart 硫化铅 (PbS)

结果与讨论

可见光区域叠加滤光片的测量结果见图 1。最大吸收峰位于约 640 nm 处，吸光度达 10 Abs 以上，实测值（红色光谱图）和预计值（绿色光谱图）能够完美匹配。滤光片叠加后测量得到的良好信噪比表明 Cary 7000 UMS 具有卓越的性能，甚至可以测量最大吸光度附近极弱的信号。

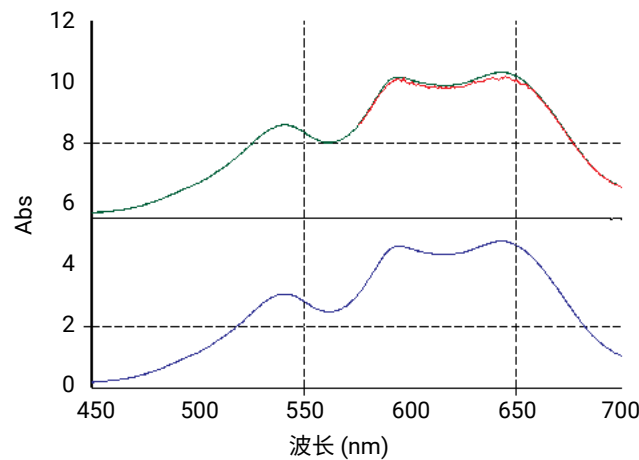


图 1. BG25 滤光片 (蓝线)、网式滤光片 (黑线) 以及 BG25 与网式滤光片叠加 (红线) 测得的光谱图。绿色光谱是基于蓝色和黑色光谱加和的预测结果

NIR 区域叠加滤光片的测量结果见图 2。最大吸收峰位于约 1500 nm 处，吸光度达 8 Abs 以上，实测值（红色光谱图）和预计值（绿色光谱图）能够完美匹配。

Cary 7000 UMS 和 Cary 5000 UV-Vis-NIR 的 PbS NIR 检测器都使用了 PbSmart 技术，是市场上使用此技术仅有的两款产品。PbSmart 是一项控制 Agilent PbS 检测器的专利技术。它完美结合了优异的杂散光消除和仪器光学设计，拥有业界出众的 NIR 性能。相较市场上的其他仪器采用宽带 InGaAs 检测器来扩展 NIR 区域的线性动态范围，Cary 7000 UMS 和 Cary 5000 系统则是通过拓宽 PbSmart PbS 检测器的波长范围来实现。如果您的应用需要在 NIR 区域达到超过 8 Abs 的线性动态范围，Cary 6000i 分光光度计配备了窄带 InGaAs 检测器以及专为该检测器设计的衍射光栅，可以很好地满足您的需求。

所述滤光片叠加实验可以证明，该分光光度计在可见光区域超过 10 Abs 的范围内，以及 NIR 区域超过 8 Abs 的范围内均具有准确测量能力。实验结果清晰地表明，该分光光度计能够准确地测量高光密度。

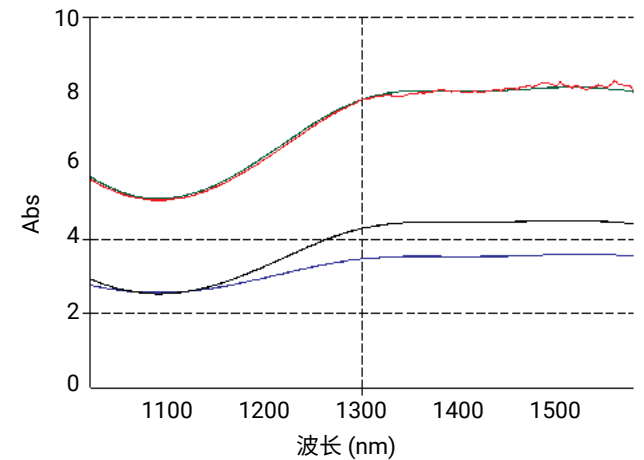


图 2. UG11 滤光片 1 的光谱 (蓝色)、UG11 滤光片 2 的光谱 (黑色) 以及 UG11 滤光片 1 与 UG 11 滤光片 2 叠加测得的光谱 (红色)。绿色光谱是基于蓝色和黑色光谱加和的预测结果

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

结论

通过滤光片叠加实验成功证明了 Cary 7000 全能型分光光度计在紫外-可见-近红外区域的光度测量范围、准确度和线性。使用同样的仪器，可轻松获得 NIR 区域超过 8 Abs 范围内的样品光谱，还能获得可见光区域超过 10 Abs 范围内的样品光谱。

参考文献

1. The Linear Dynamic Range of the New Generation Cary 4000, 5000 and 6000i spectrophotometers (新一代 Cary 4000、5000 和 6000i 分光光度计的线性动态范围)，产品说明，5990-7836EN，www.agilent.com
2. Josephy, D and Logan, D., 'A whole cell assay for spectroscopic measurement of recombinant cytochrome P450 expression in bacteria', *UV-Vis- NIR At Work* No.87, www.agilent.com
3. Hind, A.R., 'To improvements in spectrophotometry', *American Laboratory*, 34(24) 2002 32
4. Photometric Linearity Range of the New Generation Cary 4000/5000/6000i spectrophotometers (新一代 Cary 4000/5000/6000i 分光光度计的光度测量线性范围)，产品说明，5990-7843EN，www.agilent.com
5. Cary 后光束衰减器附件，www.agilent.com

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

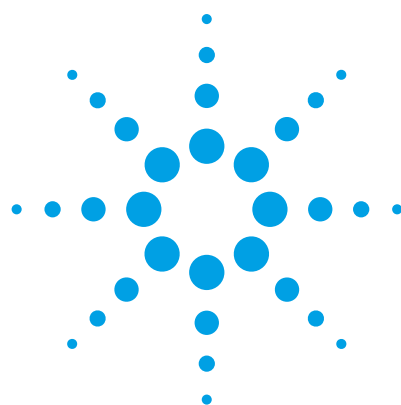
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

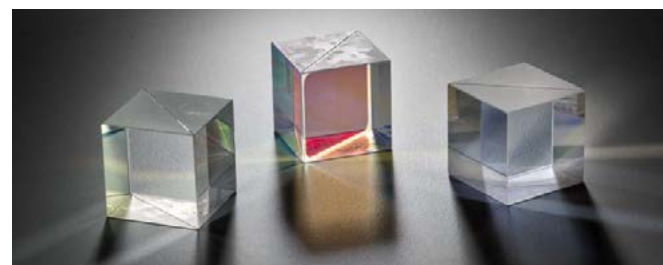
其他涂层技术



使用 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 更快速、更准确地分析立体分光镜

应用简报

材料



作者

Travis Burt, Chris Colley,
Hakchu Lee*

安捷伦科技公司
澳大利亚维多利亚州马尔格雷夫

*安捷伦科技公司
美国加利福尼亚州圣克拉拉

摘要

立体分光镜 (CBS) 是一类极为重要的光学元件，其广泛应用于消费品、高科技微定位设备和基于光纤的电信系统中。本应用简报介绍了使用 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 对 CBS 进行现场、自动化和无人值守的透射率、反射率和吸光度测量。获得的光谱信息可在产品设计阶段给光学工程师提供有益的思路，并使 QA/QC 部门在最终测试中可以使用更好的控制指标；以上皆可在高分析效率下完成，并可满足常规分析工作量的需求。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

前言

顾名思义，CBS 的作用是将一束光线分为两个不同的传播路径，即反射光和透射光（图 1），通常其尺寸比骰子略小（0.5–1”，12.7–25.4 mm）。

分开的光线可用于复制图像、分离颜色或偏振状态，或在激光应用中充当紧凑型干涉仪，用于纳米微定位系统。在任何条件下，要在 CBS 的设计、实施和质量控制方面取得成功，需要充分了解透射光和折射光的光谱信息。在中间斜边上，有时也会在外表面上沉积介质（光学）镀膜，以确定 CBS 的波长以及偏振特征。此项测量的一个难点在于内部多层镀膜的光学性能会受当前的光电机械环境所影响，比如用于粘结两片棱镜的粘结剂的折射率。作为开放式表征方法，在粘结两片棱镜之前，需要对介质镀膜进行现场测量，得到与组装后的完整立方体不同的结果。

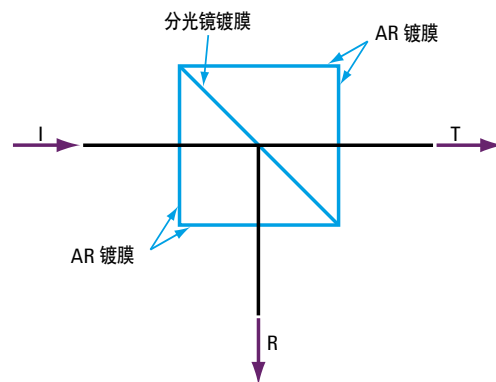


图 1. CBS 的平面图，标示出入射光 (I) 的反射光 (R) 和透射光 (T)

Cary 7000 UMS 可进行同一系统的透射光和反射光的光谱表征，不需要移动样品，因此入射光也保持不变。对样品上相同位置的透射率 (T) 和反射率 (R) 的现场测量结果，可用于计算出准确的吸光度 ($A = 1 - T - R$) 数据，从而深入了解基底和镀膜性能。

分析光谱中的全损失时，研究人员此前已发现可导致数据质量问题的人为因素。已见诸报导 [1] 的人为因素包括：

- 测量 T 和 R 时的入射角度 (AOI) 变化
- 镀膜厚度轻微不均匀
- 镀膜的吸光和干涉效应的联合作用

本应用简报中展示了使用 Cary 7000 UMS 收集数据。不移动样品而测量 T 和 R，即排除了 AOI 变化以及镀膜厚度不均匀的影响。

分光镜类型

可根据立体分光镜最终用途的光学需求进行粗略的分类。本文将给出基本概述，以着重强调每种分光镜类型的核心光学性能。

覆盖的波长范围可以很宽，例如整个可见光光谱，或者适用于特定激光束的窄带，比如 632.8 HeNe 激光。分光镜的镀膜可以控制波长范围，但要求所设波长范围的光线可透过基底材料。BK7 玻璃是一种用于可见光谱的低成本材料，但在紫外和近红外波长范围内剧烈衰减。熔融石英的成本较高，但光学损失更少且波长范围更宽，因此是高能激光应用的首选材料。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

用于连结两片棱镜的粘结方法是实现最终用途的重要考虑因素。光学胶合剂可用于制备高度稳定（机械）CBS，但此结构更适合低光学能量的应用。Norland Optical Adhesive 61 (“NOA 61”) 就是一种光学胶合剂。其为透明、无色、液态光聚合物，在紫外线下会发生硬化。另一方面，高能激光应用必须避免使用光学胶合剂，转而使用可替代光学胶合剂的光学接触法或者折射率匹配的油类。这些方法的能量阈值更高，但由于机械稳定性较差，因此在处理和使用时请务必谨慎。

CBS 的偏振性能一般用于基于激光的干涉仪设备。例如，干涉纳米定位系统的性能部分程度上由 CBS 的高 T_p/T_s 比率和相对应的高 R_s/R_p 比率这一要求所决定。本应用简报中所测量的 CBS 正是此类偏振分光镜的一个例子，其性能如图 2 中所示。

实验部分

样品

选取边长为 25 mm 的 CBS，其采用专利分光镜和由二氧化钛和二氧化硅制成的防反射镀膜。使用光学胶粘剂粘合两个棱镜。

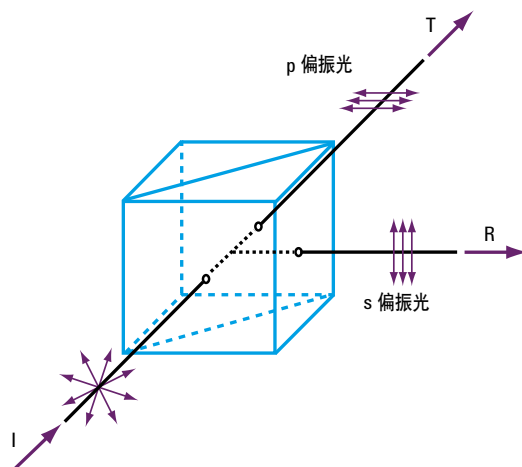


图 2. 入射光经偏振 CBS 后形成的反射光和透射光 3D 图

仪器

采用 Cary 7000 UMS 进行数据收集，它是一种高度自动化的可变角度绝对镜面反射率和透射率测量系统。借助 Cary 7000 UMS，操作员可通过独立电机驱动控制样品的入射角以及检测器的位置，其中检测器可围绕样品在一定弧度内自由旋转。对样品旋转和探测器位置进行独立控制可实现 CBS 的快速、准确和自动化测量。

过去，分别使用不同附件的分光光度计测量反射率和透射率。在实际操作过程中，由于测试模式（附件）和样品上照明光束的移动之间，照明光束的光斑尺寸会有所变化，导致样品上被测试区域也会不同。

如果沉积过程形成厚度不均匀的镀膜，将会影响反射率和透射率测量。

在 Cary 7000 UMS 问世以后，现在可以测量同一样品点的 T 和 R 而不移动样品，消除了这一人为因素对结果的影响。此外，样品可以自动旋转 180°，实现了正向和逆向静态 T 和 R 的测量。每种情况下，都可以不移动样品而测量同一点的 T 和 R。

在本研究中，使用 Cary 7000 UMS 获取 0° 入射角下的 s 和 p 偏振入射光的透射数据。如图 3 中所示，在入射光 90° 方向上收集反射数据，并在 0° 方向（直接）上收集透射数据。样品装载方式为立方的中心和入射光的焦点重合，并位于样品和检测器的旋转轴上。样品上入射光锥角的垂直和水平孔径控制在 2° 以内。

在 500-720 nm 范围内进行光谱测量，数据间隔为 1 nm，光谱带宽为 5 nm，光谱平均时间为 0.5 s。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

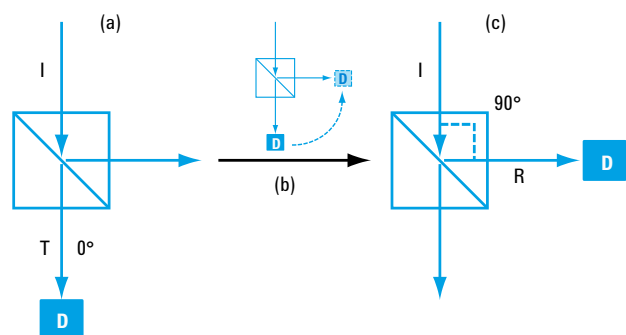


图 3. (a) 透射率测量中 CBS 样品和探测器 (D) 的取向 (b) 探测器在入射光平面上围绕样品旋转以进行反射测量, (c) 探测器位于入射光与样品成 90° 的方向上。注意: 无需移动样品

结果和讨论

该 CBS 设计用于氦氖激光器, 发射波长为 632.8 nm。在此波长下, CBS 理论上应当透过 100% 的 p 偏振光, 并反射 100% 的 s 偏振光。实际上, 偏振光透射率和反射率不会如期望般完美, 因此测量 CBS 的真实性能十分重要。

图 4(a) 中所示为使用 Cary 7000 UMS 系统测得的 s 偏振光透射和反射光谱。通过放大 633 nm 附近的光谱 (参见图 4(b) 和 (c)), 可以观察到 633 nm 处的透射率和反射率值。在 633 nm 下, s 偏振光的透射率为 0.04%T, 符合 CBS < 0.2%T 的性能指标要求。p 偏振光图谱如图 5 中所示。在 633 nm 下, p 偏振光的透射率为 98.19%T, 也符合 > 98%T 的性能指标要求。

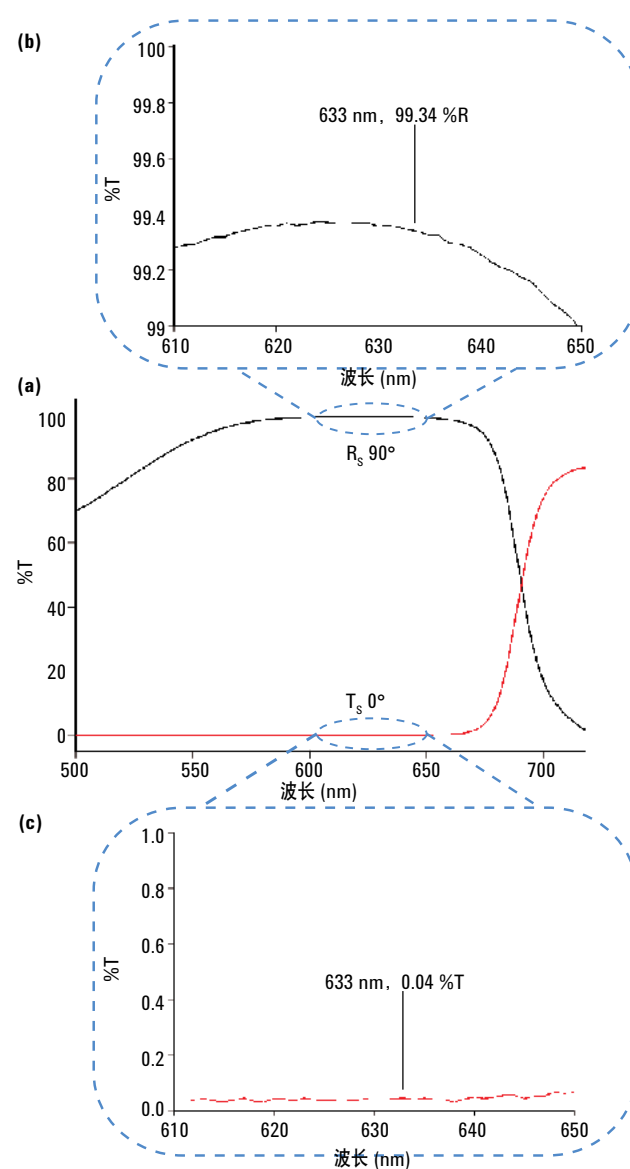


图 4. (a) 使用 Cary 7000 UMS 测量 CBS 样品 s 偏振光的透射和反射光谱 (b) 633 nm 附近反射光谱的放大图 (c) 633 nm 附近透射光谱的放大图

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率
测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

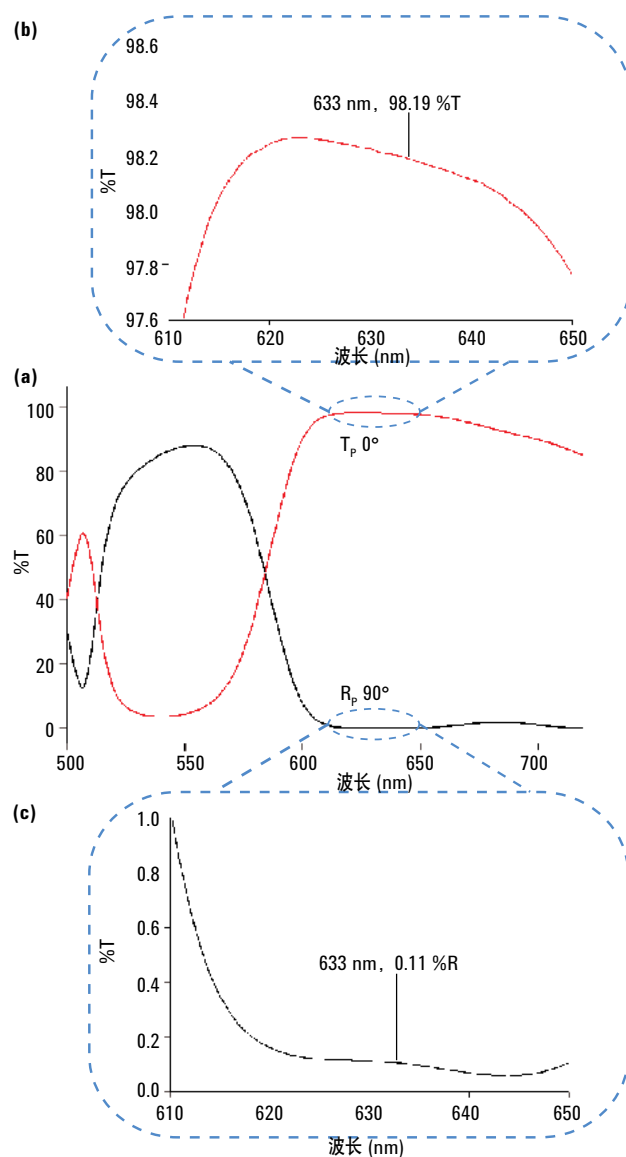


图 5. (a) 使用 Cary 7000 UMS 测量 CBS 样品 p 偏振光的透射和反射光谱 (b) 633 nm 附近透射光谱的放大图 (c) 633 nm 附近反射光谱的放大图

因为在测量透射率和反射率时无需移动样品，因此可收集到前后一致的光谱数据，这对于确定全损失（例如向后反射和内吸收或散射）十分有用。图 6 中所示为 s 偏振光和 p 偏振光的吸光度 A（其中 $A=1-T-R$ ），在该图中显示了光谱曲线及其光损失。

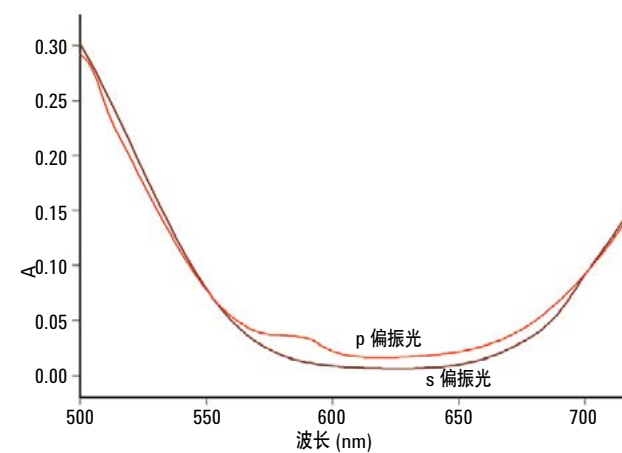


图 6. s 偏振光和 p 偏振光的吸收光谱

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

- 涂层测量

- FTIR 测量

+ 紫外-可见-近红外光谱测量

涂层光学晶片的自动分光光度空间分析

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS) 进行涂层晶圆分析

测量小型显示器不同角度下的反射率

测定薄膜的光学特性

表征硅片不同角度下的反射性质

测量超过 10 Abs 的光密度

表征立方体分束器

其他涂层技术

结论

Cary 7000 UMS 在表征立体分光镜性能方面已显示出巨大的潜力。该系统实现了样品旋转和检测器位置的独立和自动化控制。这种无需移动样品即可测量 T 和 R 的独特能力，可保持样品的入射光不变，同时可获得分光镜吸光度的详细光谱信息。

Cary 7000 UMS 可实现快捷、简便且全自动化的数据采集，是 QA/QC 环境的理想选择。

参考文献

1. "Oscillations in spectral behavior of total losses ($1 - R - T$) in thin dielectric films", T. V. Amotchkina, M. K. Trubetskov, A. V. Tikhonravov, V Janicki, J. Sancho-Parramon, O. Razskazovskaya, V. Pervak, *Optics Express*, Vol. 20, Issue 14, pp. 16129-16144 (2012).

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

+ 涂层测量

其他涂层技术

其他涂层技术

安捷伦分子光谱

我们的分子光谱仪器包括：



紫外-可见光谱

从超快的常规分析仪器到研究级仪器，我们的 Cary 紫外-可见分光光度计非常适合测量液体和固体样品。



UV-Vis-NIR

Cary 7000 UMS 专为材料行业而设计，能够测量几乎所有类型的样品，可以测量各个角度下的绝对反射率和透射率且整个测量过程完全自动化。



荧光分光光度计

Cary Eclipse 荧光分光光度计采用闪烁式氙灯技术，同时使用光纤可提供荧光灵敏度。在涂层应用前后，台式仪器都是研究涂层的理想之选。



手持式 FTIR

不论物体的尺寸或位置如何，我们的 4300 手持式 FTIR 都能够随时随地进行实时测量。



台式 FTIR

Cary 630 FTIR 可为固体、液体和气体的常规分析提供定量和定性信息。



FTIR 成像和显微镜

用 Cary 610 或 620 FTIR 显微镜研究涂层表面，可同时获得涂层组分的显微镜图像和 FTIR 分析。

目录

涂层相关的挑战

仪器概述

+ 涂层测量

其他涂层技术

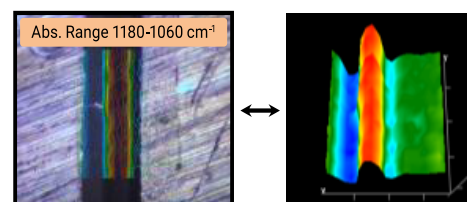
安捷伦在涂层行业的其他技术



紫外-可见光纤系统

配有 Barreliano 光纤漫反射附件的 Cary 60 是对涂层进行原位测量的理想之选。

其应用包括：[测量漫反射](#)



FTIR 成像

Agilent FTIR 成像系统能够表征涂层中组分的空间分布，还能鉴定涂层的特定化学性质。

其应用包括：[利用红外成像表征材料](#)



色谱系统

安捷伦的 GC、GC/MS、HPLC 和 LC/MS 系统可用于从[食品包装材料](#) [涂层](#)研究到[建筑涂层](#)中 VOC 分析的各种涂层研究。



元素分析

安捷伦的 ICP-OES 和 ICP-MS 系统可用于研究溶液中的金属，如研究[防腐蚀涂层](#)中的六价铬。



安捷伦真空泵

Turbo-V 3K-G 不仅仅只是一个泵。它是专门为薄膜沉积设备设计的专用分子泵系统。[更多信息](#)

更多信息

了解更多信息：

www.agilent.com/chem/films-coatings

安捷伦客户服务中心：

免费专线：800-820-3278

400-820-3278（手机用户）

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2017
2017年8月23日
5991-8223ZHCN