



中华人民共和国国家标准

GB/T 38518—2020

柔性薄膜基体上涂层厚度的测量方法

Measurement of coating thickness on flexible film substrate

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局
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。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国金属与非金属覆盖层标准化技术委员会(SAC/TC 57)归口。

本标准起草单位:中国科学院上海硅酸盐研究所。

本标准主要起草人:刘紫薇、吴伟、林初城、姜彩芬、曾毅、齐振一、乐军、宋力昕。

柔性薄膜基体上涂层厚度的测量方法

1 范围

本标准规定了柔性薄膜基体上涂层(包含有机、无机与金属涂层)厚度扫描电子显微镜测量的基本方法及原理、标准样品和仪器设备、操作方法、数据处理的方法。

本标准适用于厚度不大于 3 mm 的柔性薄膜基体上厚度为 10 nm~0.5 mm 的涂层的厚度测量。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 20307—2006 纳米级长度的扫描电子显微镜测量方法通则

3 基本方法及原理

3.1 截面制备

针对柔性薄膜基体采用机械抛光容易发生扭曲变形或磨粒嵌入等问题,采用氩离子束抛光机可以有效对柔性薄膜基体截面进行抛光,在扫描电子显微镜的二次电子像或者背散射电子像下能够清晰区分柔性薄膜基体与基体上的涂层。

氩离子束抛光机主要由带涡轮真空室的样品室和用于样品定位的光学显微镜组成。抛光过程中,样品固定在样品座上,在光学显微镜下选择样品抛光区域,然后用遮挡板遮住样品非目标区域仅露出需抛光区域,抽真空后氩气通过离子源产生离子束,经加速、集束后轰击样品抛光区域,与样品表面层发生碰撞,将能量传递给样品表面的原子、分子而使之产生溅射,从而形成对样品的抛光作用。

3.2 厚度测量

用扫描电子显微镜在相同加速电压和工作距离下,获取待测样品截面和标准样品的二次电子像或背散射电子像,然后测量出待测样品图像中柔性薄膜基体上涂层的厚度和标准样品图像中的网格长度。结合标准样品的已知长度,计算涂层的厚度。

4 标准样品和仪器设备

4.1 标准样品

采用国家级有证书标准样品或省级以上(含省级)计量技术机构标定的样品。

4.2 扫描电子显微镜

二次电子像分辨力优于 3 nm,背散射电子像分辨力优于 5 nm。

4.3 氦离子束抛光机

能够加工出来可供观察的最大截面面积不小于 $1\text{ mm}\times 1\text{ mm}$, 配备温控液氮冷却台。

5 操作方法

5.1 待测样品截面的制备

5.1.1 从待测样品的指定部位垂直于涂层表面切取尺寸不大于 $20\text{ mm}\times 12\text{ mm}$ (长 \times 宽)的试样, 切面应垂直于涂层表面。

注: 针对涂层最外层是有机物或者含有有机物的待测样品, 可在待测样品表面蒸镀厚度约为 50 nm 的金属层(如铂层)作为保护层与分隔层。

5.1.2 在模具内, 将待测样品平放, 倒入按比例配备均匀的冷镶嵌树脂进行镶嵌。

5.1.3 对 5.1.2 得到的镶嵌样品上表面和截面进行粗磨和细磨, 使粗糙度 R_a 不大于 $20\text{ }\mu\text{m}$, 使镶嵌样品上表面到待测样品表面的距离小于 0.5 mm , 涂层截面完全暴露且镶嵌样品的上表面与截面垂直。

5.1.4 用热蜡或胶带将研磨好的待测样品粘到长方体样品座上, 截面应与样品座边缘平行, 并高出样品座边缘 $1\text{ mm}\sim 2\text{ mm}$ 。

5.1.5 对氦离子束抛光机进行校验, 确保离子束聚焦束斑中心与光学显微镜十字叉丝吻合。

5.1.6 将氦离子束抛光机样品台的倾斜角度调整到零。

5.1.7 将样品座安置在氦离子束抛光机内, 在光学显微镜下, 按以下原则确定被抛光位置:

- a) 确保挡板与镶嵌样品上表面在 40 倍光学显微镜下无缝隙;
- b) 调整镶嵌样品位置, 使被抛光区域处于光学显微镜视场中央位置;
- c) 调整挡板位置, 确保挡板边缘与光学显微镜刻度的 X 轴保持平行, 并使镶嵌样品抛光面突出挡板下边缘约 $50\text{ }\mu\text{m}$ 。

5.1.8 设置氦离子束抛光机的工作参数如下:

- a) 加速电压为 $3\text{ kV}\sim 6\text{ kV}$;
- b) 电流: $170\text{ }\mu\text{A}\sim 280\text{ }\mu\text{A}$;
- c) 样品台摆动速度到最快挡;
- d) 氦气压控制在 $0.03\text{ MPa}\sim 0.05\text{ MPa}$, 氦气流速控制在 $1.5\text{ cm}^3/\text{min}\sim 1.8\text{ cm}^3/\text{min}$;
- e) 根据需要加工深度, 设置合适的加工时间。

注 1: 根据柔性薄膜基体与涂层的热稳定性选择合适的加速电压, 热稳定性差的待测样品, 选择较低的加速电压。

注 2: 热稳定性差的待测样品在采用较低加速电压后, 仍发生热损伤时, 建议采用配有温控液氮冷却台的氦离子束抛光机进行加工。

5.1.9 当样品室内到达规定真空值, 按下开关, 开始加工, 直至加工结束, 得到待测样品截面。

注: 加工过程中, 可通过氦离子束抛光机的光学显微镜观察加工进度。

5.2 预估待测涂层的厚度值

5.2.1 将抛光好的待测样品水平固定在扫描电子显微镜长方体样品座的一侧。

5.2.2 用扫描电子显微镜观察待测样品, 根据扫描电子显微镜的标准放大倍数(或图像上的标尺), 估算待测薄膜基体上涂层的厚度。

5.3 选取标准样品

选取标准样品的原则如下:

- a) 优先选取不确定度小的标准样品;

- b) 优先选取分度值接近待测涂层厚度的标准样品；
- c) 优先选取线间距的标准样品；
- d) 优先选取标记敏锐的标准样品；
- e) 对于精确测量,如果标准样品的分度值,大于待测涂层厚度的 1.5 倍,应按照 GB/T 20307—2006 的 B.1 进行；
- f) 如果没有分度值合适的标准样品,应按照 GB/T 20307—2006 的 B.2 扩展标准样品。

5.4 待测样品和标准样品的安装

将标准样品和待测样品同时固定在扫描电子显微镜的长方体样品座的一侧或两侧,使标准样品的长度方向和待测涂层的厚度方向平行。

5.5 获取标准样品和待测样品的二次电子像或背散射电子像

5.5.1 将扫描电子显微镜调整到最佳工作状态,一般要求是:

- a) 选取合适的工作距离；
- b) 选取合适的加速电压；
- c) 选取合适的电子束电流；
- d) 选取合适的图像对比度与亮度,使长度标记敏锐；
- e) 尽可能消除电子束的像散；
- f) 使图像正焦。

5.5.2 扫描电子显微镜的样品台倾斜角度调整为零。

5.5.3 选取合适的放大倍数:显示屏上待测放大的图像中,待测柔性薄膜基体上涂层不超过视场的五分之四,涂层厚度应尽可能大一些。

5.5.4 移动样品台,使标准样品分度的图像处于视场的中央位置,获取标准样品分度的图像,并记录实际工作距离。

5.5.5 调节待测样品高度至与标准样品测试时相同的实际工作距离,在不改变扫描电子显微镜状态与其他参数情况下,移动样品台,使视场中待测涂层的厚度方向与标准样品的分度方向相同,且处于视场的中央位置,获取待测涂层的图像。

5.6 放大图像的测量

5.6.1 使用扫描电子显微镜自备的测量工具对标准样品图像进行测量,重复测量标准样品放大图像中网格的长度 25 次,并计算获得标准样品放大图像中长度的实测平均值 A 。

5.6.2 使用扫描电子显微镜自备的测量工具对待测涂层图像进行测量,重复测量待测样品放大图像中涂层的厚度 25 次,并计算获得待测样品放大图像中涂层厚度的实测平均值 B 。

6 数据处理

6.1 柔性薄膜基体上涂层厚度实测值 T ,按式(1)计算:

$$T = h \frac{B}{A} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- h ——标准样品中网格长度的标定值；
- B ——待测样品放大图像中涂层厚度的实测平均值；
- A ——标准样品放大图像中网格长度的实测平均值。

6.2 柔性薄膜基体上涂层厚度实测值 T 的标准不确定度 u ,按式(2)计算:

$$u = \sqrt{\frac{T^2}{h^2} \left(e^2 + \frac{d^2}{18n} \right) + \frac{d^2}{18n}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

h ——标准样品中网格长度的标定值;

e ——标准样品的标准不确定度;

d ——扫描电子显微镜的分辨力;

n ——标准样品和待测样品放大图像的测量次数,一般情况 n 取 25。

