



中华人民共和国国家标准

GB/T 33051—2016

光学功能薄膜 表面硬化薄膜 硬化层厚度测定方法

Optical functional films—Superficial hardening film—
Determination of thickness of hardening coating

2016-10-13 发布

2017-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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:中国乐凯集团有限公司、合肥乐凯科技产业有限公司。

本标准主要起草人:焦聪宣、李秀贞、姜宁、许丽丽。

光学功能薄膜 表面硬化薄膜 硬化层厚度测定方法

1 范围

本标准规定了一种使用反射干涉光谱法测量硬化膜涂层厚度的测定方法。

本标准适用于以聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)为基材的聚酯薄膜,在其表面涂有单层透明硬化层的厚度测量。以其他材质为基材的薄膜,其表面透明涂层厚度的测量也可参照使用。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

相干光 coherent light

满足相干条件的光。相干条件包括:(1)两束光的频率相同;(2)两束光的振动方向相同;(3)叠加处两束光的振动有恒定的相位差。

2.2

光程差 optical path difference

来自同一点光源的两束相干光,经历不同的光程在某点相遇所产生的光程之差。用 Δ 表示。

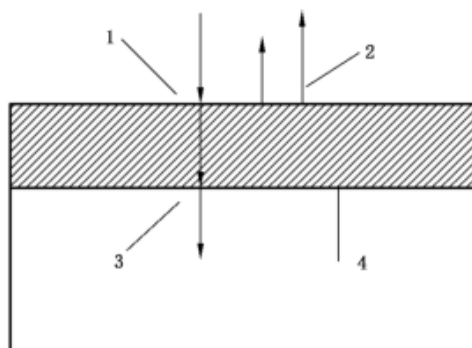
2.3

相位差 phase difference

来自同一点光源的两束相干光,经历不同的光程在某点相遇,这两束相干光在该处振动的相位之差,用 δ 表示。

3 原理

如图1,利用光的干涉原理,通过对垂直入射光在涂层上下界面产生的反射相干光进行光谱分析,计算不同波长光通过涂层上下界面两束反射光之间的光程差,测得硬化层的厚度。



说明:

1——入射光;

2——反射光;

3——透射光;

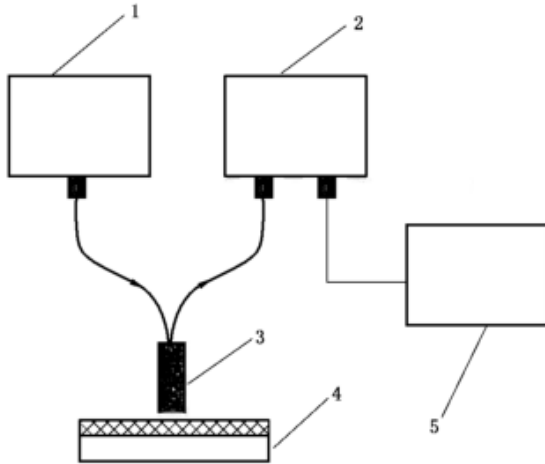
4——硬化层。

图1 反射光谱原理示意图

4 测试装置

4.1 光源

如图 2,光源为 380 nm~780 nm 的连续光源,可使用卤钨灯等。



说明:

- 1——光源;
- 2——光谱仪;
- 3——反射探头;
- 4——样品台;
- 5——计算机。

图 2 测试装置示意图

4.2 光谱仪

波长范围为 380 nm~780 nm,分辨率应小于 3 nm。

4.3 样品台

样品台应水平放置于平面,且保证反射探头的光垂直入射,探头高度可自由调整,方便确定光源聚焦位置。样品台大小可按照样品大小确定。

5 试样

5.1 试样尺寸可按照样品台大小确定,通常取 10 cm×10 cm。

5.2 试样涂层折射率范围和涂层厚度范围应已知。

5.3 试样应采取措施以减少二次反射,背面可涂黑或用黑色胶带粘贴等方法处理。

5.4 试样应无划伤、点子、条道、折痕等表观弊病或其他缺陷。

6 测试方法

6.1 校准

6.1.1 用已知厚度和折射率的试验晶片作为校准标准片。

6.1.2 每次测样前应使用标准校准片进行校准。

6.2 测试步骤

6.2.1 将样品硬化涂层面向上,置于样品台上。

6.2.2 调整样品与光源之间的距离,使采集到的反射光强度达到最大。

6.2.3 设置样品折射率和厚度范围,根据式(1)和式(2),调整计算机获得的图像拟合曲线(理论曲线和实际曲线),得到涂层厚度值。

7 结果表示

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos(2\pi\delta) \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\delta = \frac{2nd}{\lambda} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式(1)、式(2)中:

I ——干涉光强;

I_1 ——上表面反射光的强度;

I_2 ——下表面反射光的强度;

δ ——为上下表面反射光的相位差;

n ——为膜的折射率;

d ——为膜层厚度;

λ ——为入射光波长。

由式(1)和式(2)得知,反射光强 I 与波长 λ 、折射率 n 和厚度 d 有关,当折射率和厚度值一定时,对于连续波长的光的入射,反射光强 I 与波长 λ 会随入射光波长呈近似余弦的周期性变化。调整折射率和厚度数值,直至反射光谱曲线和实际曲线最为接近,所对应的厚度值即为样品的涂层厚度。

相关信息参见附录 A。

8 试验报告

试验报告应至少包括下列内容:

- a) 试验样品的编号或名称;
- b) 试验日期;
- c) 试验人员;
- d) 采用标准号;
- e) 试验结果:涂层厚度、试验样品的折射率。

附录 A
(资料性附录)
反射光谱法

一束单色光垂直入射到一个膜层,膜层的上表面和下表面的反射光在膜层上表面处产生干涉,干涉光强由式(A.1)决定:

$$I = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos(2\pi\delta) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

I ——干涉光强;
 I_1 ——上表面反射光的强度;
 I_2 ——下表面反射光的强度;
 δ ——为上下表面反射光的相位差。
 相位差 δ 由式(A.2)决定:

$$\delta = \frac{2nd}{\lambda} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

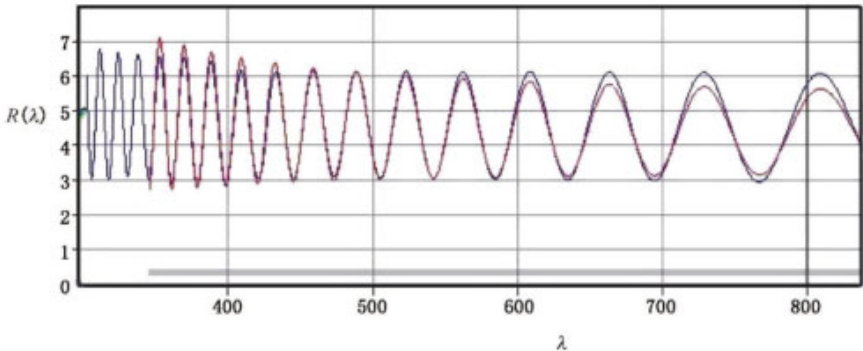
n ——为膜的折射率;
 d ——为膜层厚度;
 λ ——为入射光波长。

从式(A.1)可以看出,当 δ 为整数,反射光强有最大值。对于单色光入射来说,如果膜层折射率和厚度都已知,它的反射光强也确定,它处于最小值和最大值之间。由式(A.1)可知,如果测得一个反射光强,则按式(A.3)可以求解出相位差 δ :

$$\delta = a, a + 1, a + 2, a + m \dots\dots\dots (A.3)$$

即 δ 有无数个解,也就是膜厚 d (当 n, k 已知)有无数个解。因此,要唯一的求出厚度 d ,至少需要用两个不同波长的光同时入射待测样品,并分别测出它们的反射光强,再通过式(A.1)和式(A.2),分别计算出膜厚 d ,寻找同时符合两个波长的测量结果。

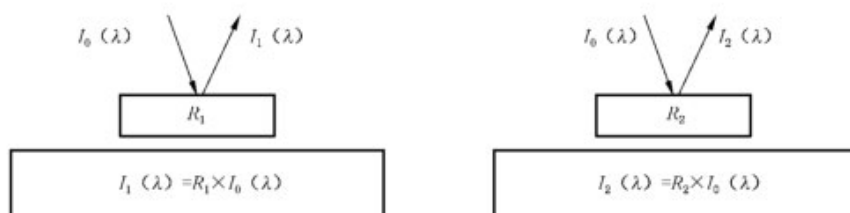
在实际的膜厚测量系统中,采用宽光谱光源作为入射光,用光谱仪来接收反射光,得到反射率光谱曲线(而不是反射光强,这需要一个标准的参考样品),如图 A.1 所示。



说明:
 $R(\lambda)$ ——反射率值,无量纲量,%;
 λ ——波长。

图 A.1 典型膜层反射率光谱

如何得到反射光的反射率,可以参考图 A.2。



说明:

$I_0(\lambda)$ ——入射光强(未知);

$I_1(\lambda)$ ——参考样品的反射光(测量得到);

$I_2(\lambda)$ ——待测样品的反射光强(测量得到);

R_1 ——是参考样品的反射率(已知);

R_2 ——待测膜的反射率,需要通过公式求得。

图 A.2 测量原理

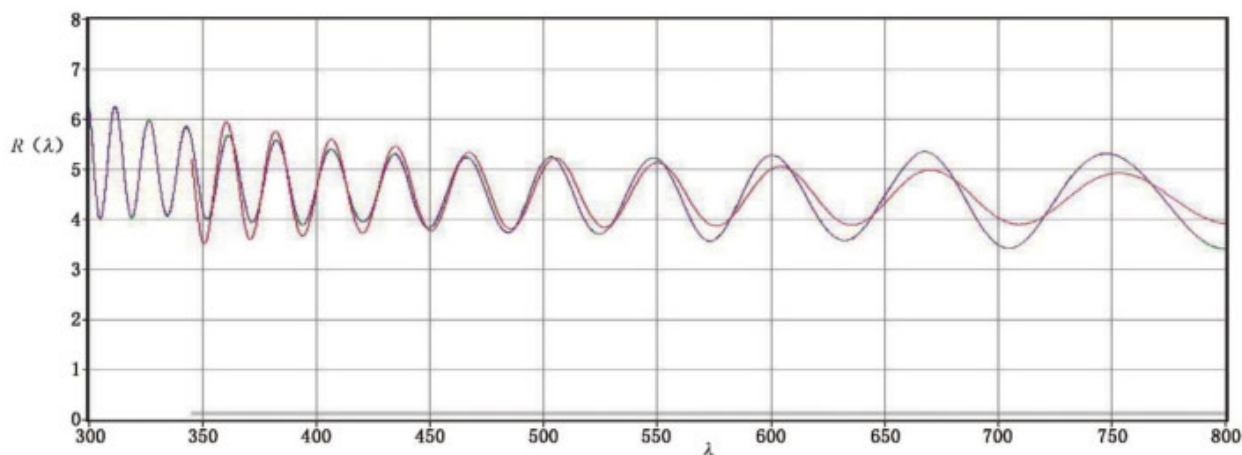
所以反射率 R_2 按式(A.4)计算:

$$R_2 = \frac{I_2(\lambda)}{I_1(\lambda)} \times R_1 \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

由式(A.1)和式(A.2)可知,反射率是波长 λ 、膜厚 d 和折射率 n (包括吸收 k) 的函数。对于某一待测膜系,膜厚 d 和折射率 n 是确定值,所以反射率仅仅是波长 λ 的函数。在图 A.1 中,可以看到,反射率在某些波长处达到极值,即图中曲线的波峰位置。可以由式(A.5)来确定反射率的极值:

$$m = \frac{2nd}{\lambda} \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

当 m 为正整数时,此时对应波长处的反射率达到极值。图 A.3 是硬化层 $2\mu\text{m}$ 的厚度测试结果。



说明:

$R(\lambda)$ ——不同波长对应的反射率值,无量纲量, %;

λ ——波长。

图 A.3 硬化层反射率光谱

图像的采集是由测试系统自动完成的。光谱仪将接收到的干涉光谱传给计算机,数据处理系统对干涉图进行处理。在实际的测量中,测量会测出两条不同颜色的曲线,如图 A.3 所示,蓝色曲线是样品的实际测量图),红色曲线是根据所设置的参数得到的反射率光谱模拟图,对于某一待测膜系,膜厚 d 和折射率 n 是确定值,反射率仅是波长 λ 的函数。计算机数据处理系统通过调整膜厚 d 和折射率 n 对两条曲线进行拟合,利用最小二乘法使每个波长所对应的反射率的差值最小,从而求得硬化层的厚度。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
光学功能薄膜 表面硬化薄膜
硬化层厚度测定方法

GB/T 33051—2016

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2016年11月第一版

*

书号: 155066 · 1-54571

版权专有 侵权必究



GB/T 33051-2016