

文章编号: 2095-4980(2025)04-0353-07

基于 THz-TDS 镀银低辐射玻璃镀层质量及缺陷检测

李昶¹, 路学光¹, 陈科帆¹, 黄婉霞¹, 李建根², 赵晓健², 黄维², 吴翔²

(1. 四川大学 材料科学与工程学院, 四川 成都 610040; 2. 四川南玻节能玻璃有限公司, 四川 成都 610213)

摘要: 低辐射(Low-E)玻璃的性能以及缺陷检测在其生产中具有十分重要的意义, 目前对于单、双、多银等 Low-E 玻璃, 缺陷检测主要是对其可见光图像进行分析, 存在着一定的局限性, 如对比度不足, 识别效率较低等。太赫兹波能够穿透多数非导电材料, 在内部缺陷检测, 结构分析等方面表现出色。因此, 利用太赫兹时域光谱(THz-TDS)以及基于该原理的扫描成像技术来检测 Low-E 玻璃的镀层结构及其表面划痕损伤。通过反射式太赫兹时域光谱技术以及扫描成像技术研究了不同镀层结构玻璃的太赫兹波脉冲信号的反射信号波形以及强度信息, 并实现了对缺陷的成像操作, 证明太赫兹时域光谱技术在玻璃镀层鉴定及其缺陷检测领域的可行性。

关键词: 太赫兹时域光谱; 太赫兹成像; Low-E 玻璃; 无损检测; 缺陷检测

中图分类号: O433.4

文献标志码: A

DOI: 10.11805/TKYDA2024508

Quality and defects of silver-plated Low-E glass coating based on THz-TDS

LI Chang¹, LU Xueguang¹, CHEN Kefan¹, HUANG Wanxia¹, LI Jiangen², ZHAO Xiaojian²,
HUANG Wei², WU Xiang²

(1. College of Materials Science and Engineering, Sichuan University, Chengdu Sichuan 610040, China;

2. Sichuan CSG Energy Saving Glass Co., Ltd, Chengdu Sichuan 610213, China)

Abstract: The performance and defect detection of Low-Emissivity(Low-E) glass are of great significance in its production. Currently, for Low-E glass with single, double, or multiple silver coatings, defect detection mainly relies on the analysis of visible light images, which presents certain limitations such as insufficient contrast and low identification efficiency. Terahertz waves can penetrate most non-conductive materials, making them highly effective for internal defect detection and structural analysis. Therefore, in this study, Terahertz Time-Domain Spectroscopy(THz-TDS) and scanning imaging technology based on this principle are employed to detect the coating structure and surface scratches of Low-E glass. By utilizing reflective THz-TDS and scanning imaging techniques, the waveform and intensity of the reflected terahertz pulse signals from glasses with different coating structures are investigated and the defect imaging is successfully achieved. This study demonstrates the feasibility of THz time-domain spectroscopy in the identification of glass coatings and defect detection.

Keywords: Terahertz Time-Domain Spectroscopy(THz-TDS); THz imaging; Low-Emissivity(Low-E) glass; nondestructive examination; defect detection

低辐射(Low-E)玻璃是一种在玻璃表面涂覆多层金属及金属氧化物制备而成的膜系产品^[1], 这种玻璃可以有效透过可见光, 同时对红外线(尤其是中远红外)有着很高的反射率, 因此具有良好的隔热性能。由于其特殊的性质而被广泛应用于建筑和汽车行业^[2]。Low-E 玻璃通常采用磁控溅射的方式制备, 该方法在真空环境下利用电场电离惰性气体, 通常为氩气, 氩离子在电场的作用下高速轰击靶材^[3], 使得靶材表面原子脱离并沉积到玻璃基底表面从而形成薄膜。镀层的主要成分是金属及金属氧化物, 其结构主要由底层保护层、中间介质层、导电层以及外层保护层等复合而成^[4], 多种薄膜的复合使其具有独特的光学性能, 膜层的制备工艺以及制备质量对其性能有着显著的影响。

太赫兹波也被称为亚毫米波或者次毫米波, 是介于微波和红外之间的一种电磁波, 频率为 0.1~10 THz, 具有相干性、瞬态性、宽频带以及非电离等诸多特性^[5]。其对于多数非极性物质(如塑料、纸张、纤维等)具有良好的

穿透性, 从而实现对物体的非损伤性检测; 同时, 由于其具有能量低、非电离辐射的特点, 对人体比较安全^[6]。太赫兹波具有的这些特性使其在无损检测领域具有十分广阔的应用前景。在玻璃制品加工制备的过程中, 难免会产生表面划痕以及镀层不均等缺陷。同时, 膜系材料对于电磁波的响应与其面电导率有关, 而 Low-E 玻璃的银层数量及厚度对其面电导率有着十分显著的影响。ZHAO 等^[7]证明了随着膜系材料电导率的增加, 其对太赫兹的反射率随之增加, 同时透过率降低。

本文在前人研究的基础之上, 根据太赫兹反射信号及透射信号与电导率的关系, 验证了利用 THz-TDS 技术鉴定 Low-E 镀层的方法, 并结合二维扫描平台对玻璃的表面-缺陷进行了成像操作, 验证了太赫兹扫描成像技术在 Low-E 玻璃缺陷检测领域应用的可行性。

1 检测原理

1.1 反射式 THz-TDS 及成像系统

THz-TDS 系统主要可以分为反射式和透射式, 其结构如图 1(a)~(b)所示, 飞秒激光器发射的飞秒激光脉冲被分为两束, 其中一束作为泵浦脉冲, 经过光学延迟系统至太赫兹发射源, 光电导天线的晶体(InGaAs)受泵浦激光的激发以及偏压电源的作用后产生太赫兹脉冲, 太赫兹脉冲经空间光路入射待测样品, 与样品作用后, 携带样品信息的太赫兹脉冲信号到达探测天线^[8]; 另一束飞秒激光经过延迟系统, 作用于太赫兹探测天线, 以异步采样方式^[9]恢复出皮秒量级的太赫兹时域脉冲信号, 并由信号采集单元转化为数字信息。

本研究采用青岛青源峰达太赫兹科技有限公司生产的 QT-TRS1000 型 THz-TDS 教研系统进行测试。该系统的频域范围为 0.1~5.5 THz, 时域范围为 1 000 ps, 时间分辨力为 0.02 ps, 最高信号发射频率为 120 次每秒, 扫描成像范围为 100 mm×100 mm, 成像距离最大可达 100 mm。

时域光谱系统的太赫兹波发射天线与太赫兹波接收天线固定在 360°转台上, 可以根据设定的程序调节其相对位置, 从而实现不同入射角度的光谱信号采集。

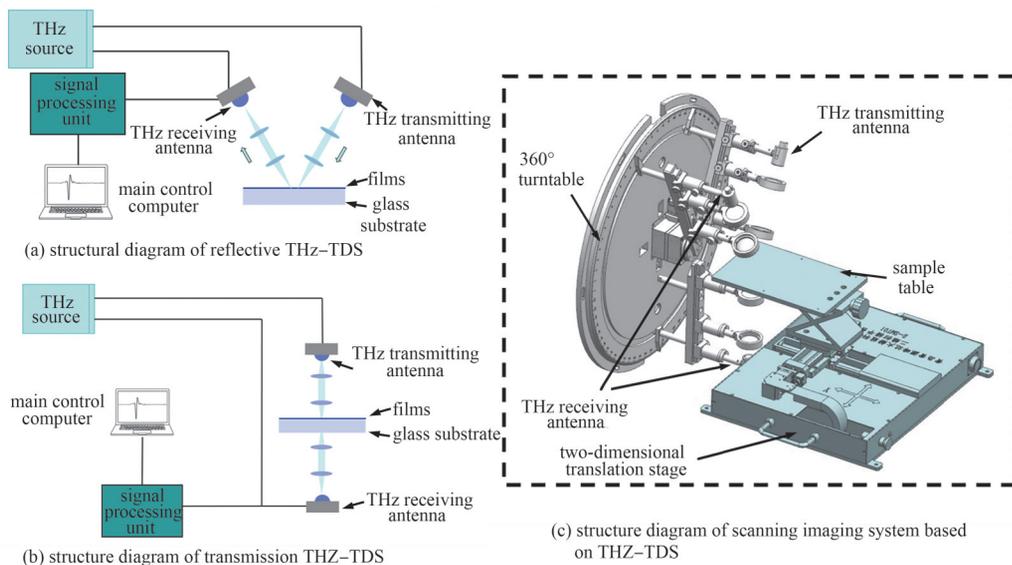


Fig.1 Basic schematic diagram of terahertz time-domain spectroscopy equipment and its imaging system

图 1 太赫兹时域光谱设备及其成像系统的基本原理图

基于 THz-TDS 的基本原理, 结合二维扫描平台即可实现 THz-TDS 的扫描成像操作。二维扫描平台按照设定好的路径对样品进行扫描并逐点采集成像范围内的 THz-TDS 信号, 结合算法即可对样品进行成像操作。在反射模式下(图 1(a)), 待测样品表面的缺陷会引起太赫兹反射时域光谱波形、幅值以及相位的变化, 根据幅值、相位变化, 可对样品表面进行成像, 获取样品表面缺陷的形貌、位置等信息。

1.2 反射式 THz-TDS 无损检测原理

太赫兹波作为一种电磁波, 经过介质时会发生透射(T)、反射(R)以及吸收(A)现象, 三者不完全独立, 其相对关系受到介质的电阻率的影响^[10]。三者与介质电阻率的关系如图 2 所示(其中红色、蓝色、黑色的线条分别代表反射率 R、吸收率 A 以及透过率 T)。根据能量守恒定律, 三者的关系符合以下公式:

$$T + R + A = 1 \tag{1}$$

$$T = \frac{4g^2}{(1 + 2g)^2} \tag{2}$$

$$R = \frac{1}{(1 + 2g)^2} \tag{3}$$

$$A = \frac{4g}{(1 + 2g)^2} \tag{4}$$

$$g \equiv \frac{R_{es}}{Z_0} \tag{5}$$

式中： T 、 R 、 A 分别代表薄膜对于太赫兹波的透过率、反射率以及吸收率； R_{es} 代表薄膜的表面电阻率； $Z_0=377 \Omega$ ，为自由空间阻抗； g 代表薄膜的相对阻抗。

从图 2 可以看出，薄膜对太赫兹波的反射率随着薄层电阻的增大而减小，即薄膜电导率的增大会导致其对太赫兹波反射率的提高。

Low-E 玻璃的镀层一般由保护层、介质层、功能层组成，其中功能层通常采用金属银。银作为高电导率的材料，会提高镀层整体对于太赫兹波的反射率，并且由于镀层的厚度(80~240 nm)远小于太赫兹波的波长，因此可以将复合结构的镀层看作是一个零厚度的薄膜，而不是将其视为介质，因此镀层只会产生一次反射脉冲。

不同的镀层情况(如银层厚度、质量、缺陷等)会导致其对太赫兹波反射脉冲的幅值出现差异。因此当 Low-E 玻璃表面存在划痕等缺陷时，缺陷位置与正常位置的反射率会产生明显的差异，导致太赫兹波反射幅值发生变化，利用算法将其转化为图像，即可检测出缺陷的位置以及形状。

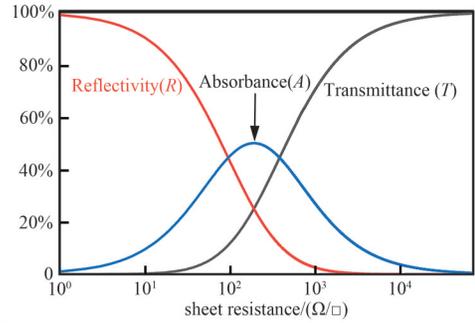


Fig.2 Relationship between transmittance, absorptivity, reflectivity and sheet resistance of thin film
图 2 薄膜的透过率、吸收率以及反射率与薄膜方阻的关系

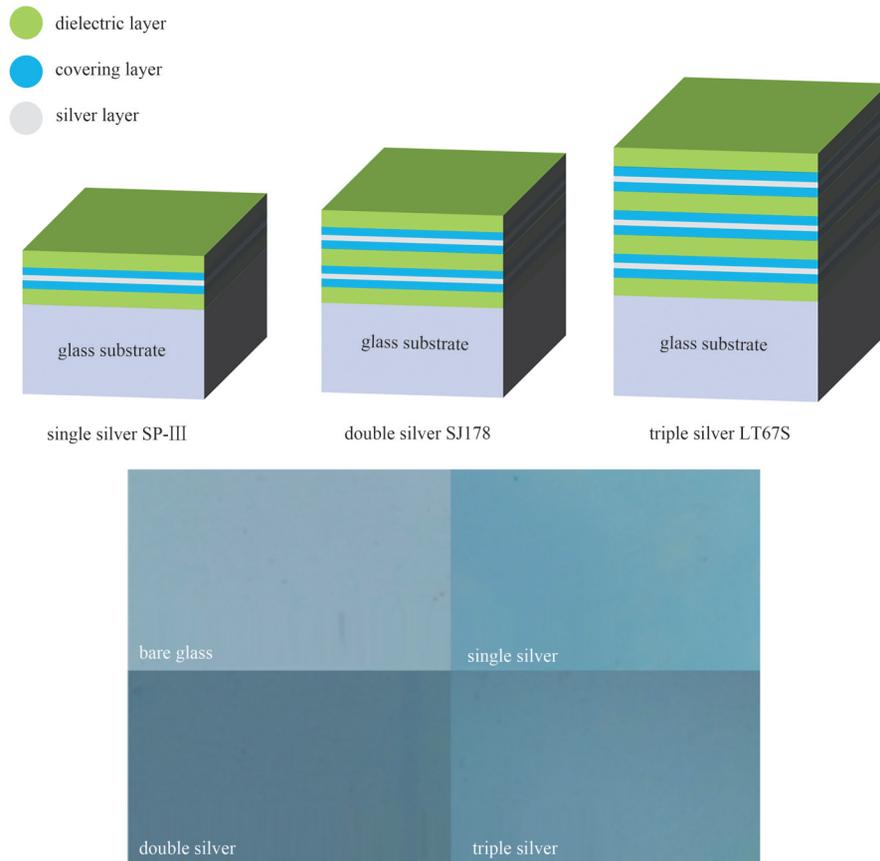


Fig.3 Schematic diagram of coating structure and visible light photograph of experimental sample
图 3 实验样品的镀层结构示意图及可见光图像

1.3 THz-TDS 透过率检测原理

THz-TDS 系统通过太赫兹波发射天线对样品发射一束太赫兹脉冲信号, 这一束脉冲经过样品的作用后到达太赫兹波接收天线得到一组时域信号数据。对其进行傅里叶变换, 即可得到频域下样品的 THz 强度 $E_{\text{sam}}(\omega)$ 。它与参考信号强度 $E_{\text{ref}}(\omega)$ 之比即为被测样品的 THz 透过率 $T(\omega)$ ^[11]:

$$T(\omega) = E_{\text{sam}}(\omega) / E_{\text{ref}}(\omega) \quad (6)$$

本项研究中, 考虑到白玻衬底本身对太赫兹波信号的透过率偏低, 为了透过率数据的整体质量, 将参考信号 $E_{\text{ref}}(\omega)$ 设置为白玻衬底的太赫兹波透过频域信号。

2 实验样品与检测过程

实验样品为衬底白玻以及 3 种不同规格的 Low-E 玻璃, 分别为单银 Super 3、双银 SJ178、三银 LT66(由成都南玻玻璃有限公司生产, 样片尺寸均为 100 mm×100 mm)。其中, 玻璃衬底(白玻)厚度均为 6 mm, Low-E 玻璃表面的多层膜采取磁控溅射方式制备, 每层膜分别在前一层镀膜上沉积。不同规格玻璃的镀层结构以及排列顺序都存在差异, 其镀层结构如图 3 所示。

采用 THz-TDS 系统, 利用 360° 转台调节太赫兹波发射天线与接收天线的相对位置以实现反射以及透射信号的采集, 并配合二维扫描平台对样品进行扫描成像检测。

3 实验测试与结果分析

3.1 Low-E 玻璃表面缺陷分析

图 4 为 4 种玻璃样品的反射式 THz-TDS, 可以看出, 双银和三银玻璃对于太赫兹波的反射强度显著高于单银玻璃以及衬底白玻, 这是由于银属于良导体, 镀层中银含量的增加会提高膜层的面电导率, 由图 2 可知, 界面电导率的提高会导致其对太赫兹波反射率的提高。

图 5 为 3 种 Low-E 玻璃表面划痕缺陷(划痕缺陷均为人工预制)的可见光图像及其反射式太赫兹扫描成像结果, 其中, 图 5(a)~(c)分别是单银、双银和三银玻璃的可见光图像, 图 5(d)~(f)分别是单银、双银和三银玻璃的反射式太赫兹扫描图像。从图中可以看出, 单银玻璃的检测成像不佳, 这是因为单银对太赫兹波的反射幅值接近于衬底白玻的反射幅值(图 4), 导致缺陷位置与正常位置的太赫兹波反射率差异较小, 所以太赫兹扫描成像系统难以对单银玻璃表面的划痕缺陷进行成像操作。但是, 双银玻璃和三银玻璃的划痕缺陷均可以使用反射式太赫兹扫描成像系统呈现出清晰的图像, 可以观察到划痕缺陷的位置以及形状, 其中, 三银玻璃表面的划痕缺陷的分辨力最好。图 5(g)为划痕缺陷的 300 倍光学显微图像, 采用 TD-4000X-HU508A 型光学显微镜拍摄, 利用标定软件对划痕尺寸进行标定可知, 划痕缺陷的宽度约为 50 μm 。值得注意的是, 相较于光学显微镜检测, 太赫兹扫描成像技术具有像场范围大、成像距离远、无暗角等优点。

基于以上的实验成果, 本文还对三银 Low-E 玻璃在保存过程出现的镀层氧化及脱落缺陷进行了成像检测, 如图 6 所示, 同样可以检测出缺陷的位置及形状。

3.2 Low-E 玻璃镀层种类鉴定

图 7 为采用透射式 THz-TDS 系统采集到的样品的时域信号。可以看出, Low-E 玻璃的镀层使样品对太赫兹波的透过率大幅降低。从单银、双银、三银这 3 种镀膜 Low-E 玻璃的太赫兹波形可以看出, 3 种玻璃的相位基本一致, 幅值存在一定差异, 然而从时域光谱上难以有效区分 3 种镀银 Low-E 玻璃。

为了更深入地分析 3 种镀银 Low-E 玻璃样品对太赫兹波的透射特性, 对时域光谱数据进行傅里叶变换, 得到图 8(a)所示的频域光谱, 将其代入式(6)进行计算, 得到几种玻璃相对于白玻的透过率, 如图 8(b)所示。从图 8(b)可以看出, Low-E 镀层会显著降低玻璃对太赫兹波的透过率, 并且随着银层数量的增加, 样品对于太赫兹波透过率单调降低。结果表明, 使用太赫兹波检测技术验证镀银 Low-E 玻璃镀银情况(次数及含量)的方法具有可行性。

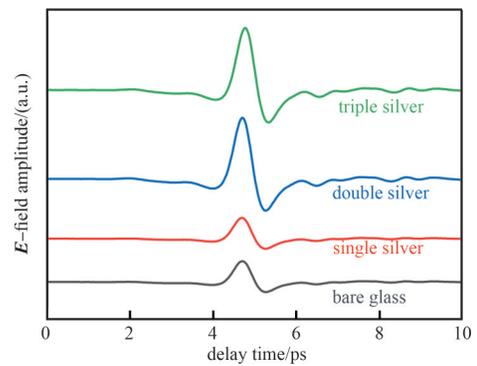
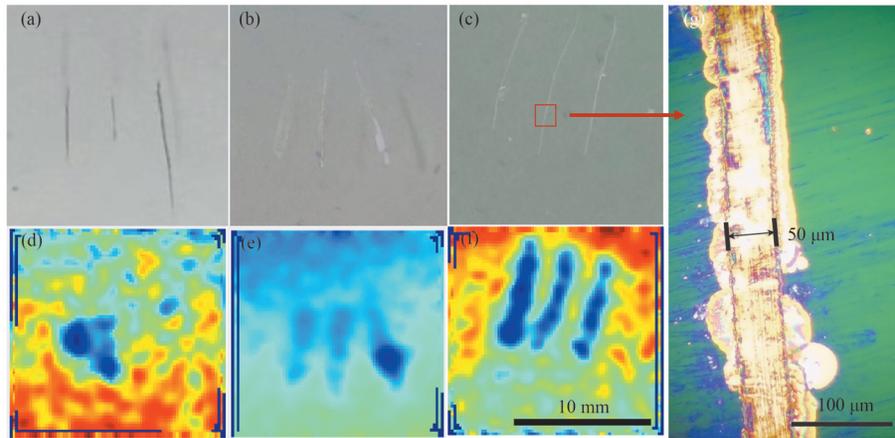


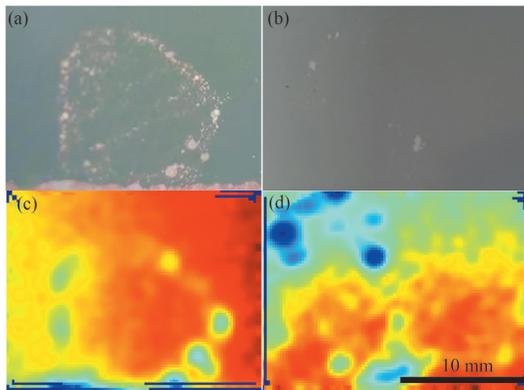
Fig.4 Reflective terahertz time domain waveform of the sample
图4 样品的反射式太赫兹时域波形



(a)~(c) represent visible light images of single silver, double silver and triple silver respectively; (d)~(f) represent terahertz scanning imaging results of single silver, double silver and triple silver respectively; (g) optical microscopic image of the scratch

Fig.5 Visible light images and scanning terahertz imaging results of scratches on the surface of Low-E glass

图 5 Low-E 玻璃表面划痕的可见光图像与扫描太赫兹成像结果



(a) and (b) represent the visible light images of surface and point defects, respectively; (c) and (d) represent the terahertz scanning imaging results of surface and point defects, respectively

Fig.6 Visible light images and terahertz scanning imaging results of oxidation and delamination defects in the tri-silver Low-E coating

图 6 三银 Low-E 镀层氧化及脱落缺陷的可见光图像与太赫兹扫描成像结果

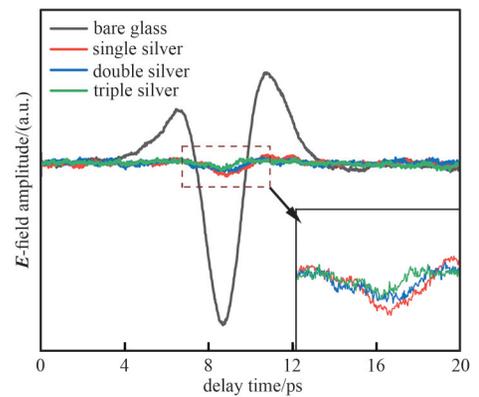
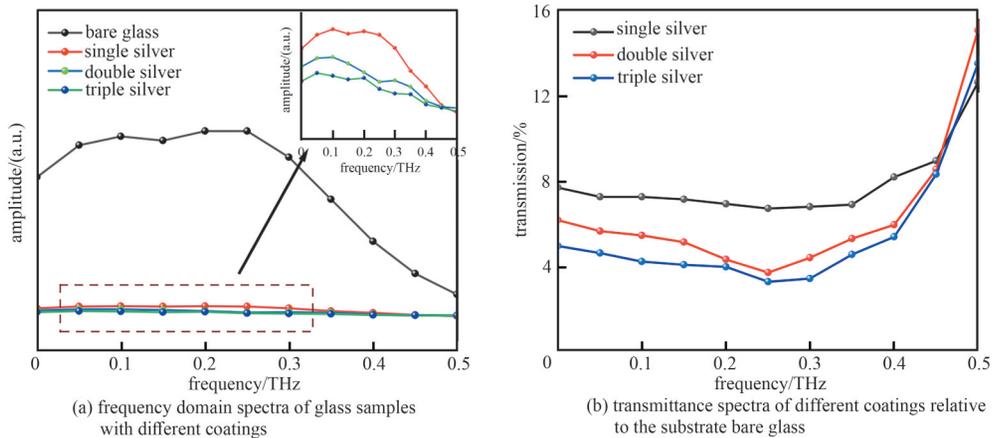


Fig.7 THz-TDS transmission spectra of the glass samples

图 7 玻璃样品的透射式 THz 时域光谱



(a) frequency domain spectra of glass samples with different coatings

(b) transmittance spectra of different coatings relative to the substrate bare glass

Fig.8 THz frequency domain and transmittance spectra of the glass samples

图 8 镀膜玻璃样品的 THz 频谱及透过率谱

4 结论

本文针对镀银 Low-E 玻璃镀层表面缺陷检测以及镀层情况鉴定的需求, 利用镀层的面电导率对太赫兹波检测信号的影响, 将 THz-TDS 以及太赫兹扫描成像技术应用于镀银 Low-E 玻璃镀层的无损检测, 得到以下结论:

1) 镀银 Low-E 玻璃表面的划痕会损坏其镀层, 导致其对于太赫兹波的反射率显著降低, 利用该原理, 结合反射式太赫兹扫描成像系统可以有效检测出划痕缺陷的形状以及位置。

2) 银作为 Low-E 玻璃使用过程中重要的功能层, 对太赫兹波具有良好的阻隔作用, 利用银层的这一特性, 结合透射式 THz-TDS 技术, 可以对镀银 Low-E 玻璃镀层的种类进行简单、快速的无损鉴定。相较于传统鉴别技术, 如扫描电镜(Scanning Electron Microscope, SEM)截面检测、可见光谱分析等, 具有检测速度快, 对样品无损伤等优点。

参考文献:

- [1] 李赟,徐凯亮,邓金燕. 建筑外窗玻璃 Low-E 镀膜技术性能分析[J]. 山西建筑, 2022,48(17):178-179,198. (LI Yun,XU Kailiang, DENG Jinyan. Performance analysis of Low-E coating technology for building exterior window glass[J]. Shanxi Architecture, 2022,48(17):178-179,198.) DOI:10.13719/j.cnki.1009-6825.2022.17.047.
- [2] 李玮,王芹,孟宪媛,等. Low-E 玻璃镀膜面处于不同位置对中空玻璃性能的影响[J]. 天津建材, 2012(5):6. (LI Wei,WANG Qin, MENG Xianyuan, et al. Influence of Low-E glass coating surface in different positions on insulating glass properties[J]. Tianjin Building Materials, 2012(5):6.)
- [3] 吴鹏举. 磁控溅射制备 ZnO 孔状/复合薄膜气体传感器研究[D]. 焦作,河南:河南理工大学, 2022. (WU Pengju. Study on ZnO porous/composite film gas sensor prepared by magnetron sputtering[D]. Jiaozuo, Henan, China: Henan Polytechnic University, 2022.)
- [4] 梁健威,范亚军. 可钢化双银 Low-E 的膜系结构[J]. 玻璃, 2015,42(3):30-34. (LIANG Jianwei, FAN Yajun. Stacking of temperable double-silver Low-E film[J]. Glass, 2015,42(3):30-34.) DOI:10.3969/j.issn.1003-1987.2015.03.008.
- [5] 何普,赵纪元,颜江涛. 基于太赫兹波强度关系的热障涂层厚度测量方法[J]. 中国测试, 2023,49(10):1-6. (HE Pu,ZHAO Jiyuan, YAN Jiangtao. Thermal barrier coating thickness measurement method using terahertz wave intensity relationship[J]. China Measurement & Testing Technology, 2023,49(10):1-6.) DOI:10.11857/j.issn.1674-5124.2022060132.
- [6] 金玉环,朱凤霞,封建欣. 基于太赫兹技术的复合材料无损检测研究综述[J]. 太赫兹科学与电子信息学报, 2023,21(11):1295-1305. (JIN Yuhuan, ZHU Fengxia, FENG Jianxin. Review of nondestructive testing of composites based on THz technology[J]. Journal of Terahertz Science and Electronic Information Technology, 2023,21(11):1295-1305.) DOI:10.11805/TKYDA 2022237.
- [7] ZHAO T, XIE P Y, WAN H J, et al. Ultrathin MXene assemblies approach the intrinsic absorption limit in the 0.5~10 THz band[J]. Nature Photonics, 2023,17(7):622-628. DOI:10.1038/s41566-023-01197-x.
- [8] 万玉红,董形影,吴育衡,等. 太赫兹时域光谱技术在涂层检测中的研究进展[J]. 测控技术, 2023,42(6):22-35. (WAN Yuhong, DONG Xingying, WU Yuheng, et al. Research progress of terahertz time-domain spectroscopy technology in coating detection[J]. Measurement & Control Technology, 2023,42(6):22-35.) DOI:10.19708/j.ckjs.2022.10.313.
- [9] 朱立江,吴玫晓,闫雪清. 基于 THz-TDS 技术定量分析煤炭中的灰分和挥发分[J]. 太赫兹科学与电子信息学报, 2024,22(9):975-982. (ZHU Lijiang, WU Meixiao, YAN Xueqing. Quantitative analysis of ash and volatile in coal based on THz-TDS[J]. Journal of Terahertz Science and Electronic Information Technology, 2024,22(9):975-982.) DOI:10.11805/TKYDA2023193.
- [10] PHAM P H Q, ZHANG W D, QUACH N V, et al. Broadband impedance match to two-dimensional materials in the terahertz domain[J]. Nature Communications, 2017,8(1):2233. DOI:10.1038/s41467-017-02336-z.
- [11] 冀允允,范飞,程洁嵘,等. 基于双层金属光栅的高消光比高透过率太赫兹偏振器[J]. 电子学报, 2023,51(10):2733-2738. (JI Yunyun, FAN Fei, CHENG Jierong, et al. Terahertz polarizer with high extinction ratio and high transmittance based on bilayer metal grating[J]. Acta Electronica Sinica, 2023,51(10):2733-2738.) DOI:10.12263/DZXB.20230045.

作者简介：

李 昶(2001-), 男, 在读硕士研究生, 主要研究方向为薄膜太赫兹调制器件 .email: 3138001631@qq.com.

路学光(1997-), 男, 在读博士研究生, 主要研究方向为太赫兹超结构设计.

陈科帆(1993-), 男, 博士后, 主要研究方向为强关联氧化物与太赫兹波交互作用机制.

黄婉霞(1970-), 女, 博士, 教授, 主要研究方向为太赫兹波与材料的交互作用机制及应用.

李建根(1985-), 男, 硕士, 工程师, 主要研究方向为材料物理及凝聚态物理.

赵晓健(1990-), 男, 学士, 工程师, 主要研究方向为磁控溅射镀膜.

黄 维(1993-), 女, 学士, 工程师, 主要研究方向为化学工程与工艺.

吴 翔(1988-), 男, 博士, 工程师, 主要研究方向为玻璃材料.

(上接第345页)

- [10] HU F, MOUTHAAAN K. A 1~20 GHz 400 ps true-time delay with small delay error in 0.13 μm CMOS for broadband phased array antennas[C]// 2015 IEEE MTT-S International Microwave Symposium. Phoenix, AZ, USA: IEEE, 2015: 1-3. doi: 10.1109/MWSYM.2015.7166834.

作者简介：

陈月盈(1987-), 女, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为微波毫米波单片集成电路及器件模型设计 .email: chyy0225@163.com.

刘 帅(1986-), 男, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为微波毫米波单片电路设计.

杨 柳(1985-), 女, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为微波毫米波单片集成电路设计.

赵子润(1984-), 男, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为III-V族化合物半导体集成电路设计.