

利用显微技术分析背光模组表面异物的成分

谢卫萍, 陈希跑, 姚懿容, 水晓雪

(中国科学院 宁波材料技术与工程研究所 公共技术中心, 浙江 宁波 315201)

摘要: 背光模组是液晶显示器中调制光源的重要部件, 背光模组中的异物将直接导致显示器质量下降。论文通过扫描电子显微镜及 X 射线能谱仪、显微红外光谱仪、显微激光拉曼光谱仪对两种背光模组表面异物的成分进行了分析。通过扫描电子显微镜及 X 射线能谱仪观察异物的形貌及分析其元素组成, 结果发现两种背光模组含有不同的异物, 分别含有 C、O 及 C、O、Si 等元素; 通过显微红外光谱及拉曼光谱, 确定两种异物的成分分别为聚二甲基硅氧烷及聚丙烯酸酯。根据分析的结果, 再结合生产实际, 对异物的来源进行了分析和溯源。

关键词: 显微技术;背光模组;异物;扫描电子显微镜;显微红外光谱;显微拉曼光谱

Analysis composition of foreign matter on the surface of backlight module using microscopic techniques

Xie Weiping, Chen Xipao, Yao Yirong, Shui Xiaoxue

(Public Technology Center, Ningbo Institute of Materials Technology and Engineering, Chinese Academy of Sciences, Ningbo 315201, China)

Abstract: The backlight module is an important component for modulating the light source in liquid crystal displays (LCDs), and the foreign matter in the backlight module will directly lead to the degradation of the display quality. The composition of foreign substances on the surface of two kinds of backlight module was analyzed by scanning electron microscopy (SEM) and X-ray energy dispersive spectrometer (EDS), micro infrared spectroscopy (Micro-FTIR) and micro Raman spectroscopy. The SEM and EDS results show that the two kinds of backlight modules contain different foreign substances, contain C, O and C, O, Si and other elements, respectively. By analysis of Micro-FTIR and Raman spectra, the components of the two foreign substances were identified as polydimethylsiloxane and polyacrylate, respectively. According to the results of the analysis, and then combined with the actual production, the source of foreign matter was analyzed and traced.

Keywords: microscopic techniques; backlight module; foreign matter; Scanning electron microscopy; Micro infrared spectroscopy; Micro Raman spectroscopy

液晶显示具有功耗低、重量轻、厚度薄等优点，已经成为应用面最广产业化程度较高的一种显示器件，广泛应用于移动电话、数码相机、电脑、航空航天器件用等各种图像显示器^[1-2]。但液晶显示器属被动发光元件，它本身不能发光，需要靠背光模组调制光源以达到显示的目的^[3]。液晶显示器的光学明暗度依赖于后部的背光模组，背光模组的品质直接决定了产品的显像质量，因此在背光模组的生产及组装过程中对产品进行质量检测和评价就显得尤为重要。背光模组表面如果有异物存在将影响背光模组的导光、反光、匀光、集光、光回收等作用，从而导致显示屏显示器质量的下降^[4]。因此在生产组装过程中，对发现的异物进行成分分析，确定异物产生原因并及时防范是十分重要的。但是很多生产过程中的异物比较微小，很难通过肉眼及宏观分析技术去分辨其成分与来源，故需要通过显微分析技术进行分析。

显微分析技术可大致分为光学显微技术及电子显微技术两大类，是一种能实现肉眼所不能分辨的微小物体形态结构及其特征分析的良好手段，在材料科学、法庭科学、环境检测等领域微观结构的分析中得到广泛应用^[5-8]。论文通过结合显微红外光谱仪、显微拉曼光谱仪、扫描电子显微镜及 X 射线能谱仪建立一种显微分析方法，实现对背光模组表面微米级异物的分析，确定异物成分，并对异物形成的原因进行分析。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

Agilent Cary660+620 型显微红外光谱仪，液氮冷却的汞镉碲化合物（MCT）检测器；Renishaw Invia 显微共焦激光拉曼光谱仪，电制冷电荷耦合阵列检测器（CCD）；FEI Sirion200 型热场发射扫描电子显微镜（SEM）配 Oxford X-Act 型分析性电制冷能谱仪（EDS）。

背光模组 1#和 2#。

酒精为分析纯。

1.2 仪器工作条件

扫描电镜及能谱仪：加速电压为 15 KV，真空度小于 $4e-10$ mBar。

显微红外光谱仪：采用入射角度为 45° 的锗晶体衰减全反射附件进行测试，测量光谱范围 $4000\sim 650\text{ cm}^{-1}$ ；光谱分辨率为 4 cm^{-1} ；扫描次数 32 次，单点 MCT 检测器。

显微拉曼光谱仪：633 nm 氩离子激光器，1800 l/mm 光栅，仪器狭缝 65 μm ，滤除 633 nm 瑞利线的瑞利滤光片，测量光谱范围 4000~100 cm^{-1} 。

1.3 试验方法

扫描电镜及能谱分析：用银导电胶将样品粘在样品台上，样品表面经离子溅射仪喷镀金膜处理以增加样品的导电性，然后将样品台放入扫描电镜腔体内，抽真空达到指定真空度，施加电压 15 KV。

显微红外光谱：将背光模组组件置于显微红外光谱载物台上，含异物面朝上，采用显微红外光谱仪衰减全反射技术原位采集背光模组无异物处（基体）及表面异物的红外光谱图。

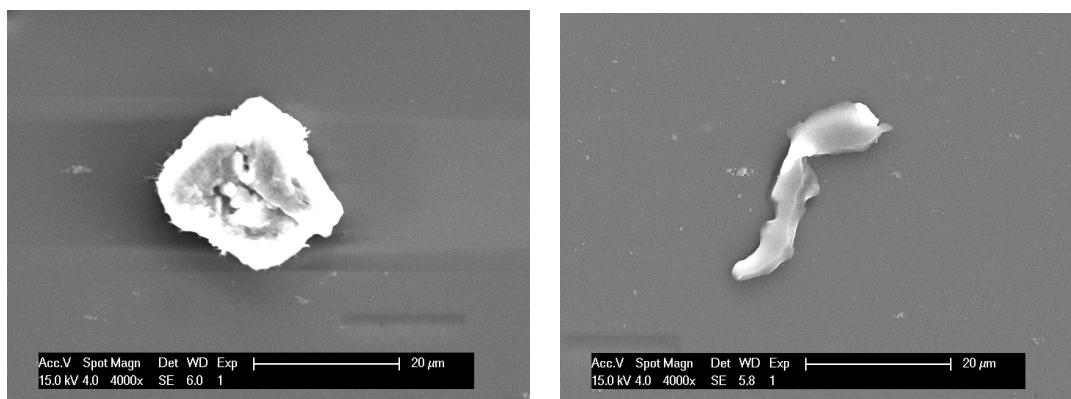
显微拉曼光谱：将背光模组组件置于显微拉曼光谱载物台上，含异物面朝上，采用显微拉曼光谱仪原位采集背光模组无异物处（基体）及表面异物的拉曼光谱图。

2 结果与讨论

2.1 扫描电镜和能谱分析

背光模组表面异物微观形貌如图 1 所示。图 1(a)为背光模组 1#，图中中心亮色区域为异物缺陷，可见异物在基体的表面，相对于基体为白色，呈现不规则条状，尺寸大约 $4\times 20\ \mu\text{m}$ ；图 1(b)为背光模组组件 2#，图中中心亮色区域为异物缺陷，可见异物附着在基体的表面，相对于基体为白色，呈现不规则圆状，尺寸大约 $20\ \mu\text{m}$ 。

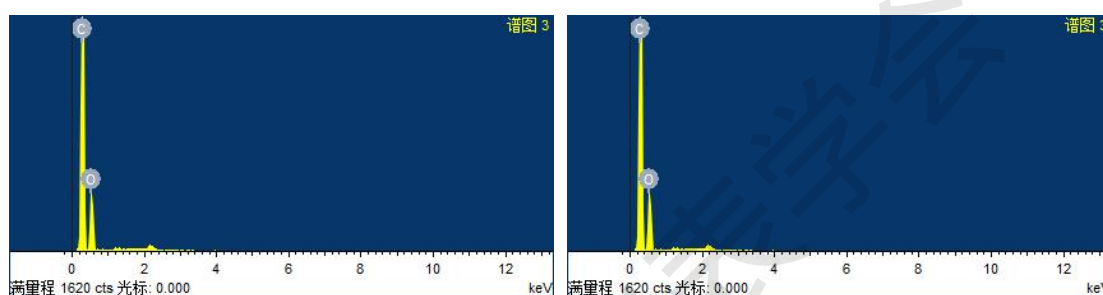
为判断基体及异物处的元素组成，对基体及异物部位进行了电镜扫描和能谱分析，结果见图 2。由图 2(a)及 2(b)知背光模组基体主要由 C、O 元素组成，说明基底为有机物，与实际塑料相符；由图 2(c)可知背光模组 1#异物处含有的元素主要为 C、O、Si，由于基体中不含有 Si 元素，故可判断异物为含有 Si 的物质；从图 2(d)中可知背光模组组件 2#异物处含有的元素主要也为 C、O，另外还含有少量的 Ca、Si 等，可能为样品携带过程中引入的微量杂质，故异物为含有 C、O 的有机物。



(a) 背光模组 1#

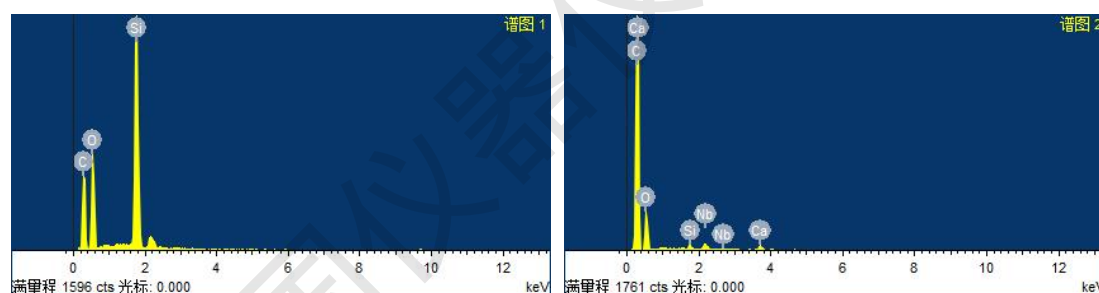
(b) 背光模组 2#

图 1 背光模组异物扫描电镜图片



(a) 背光模组 1#基体

(b) 背光模组 2#基体



(c) 背光模组 1#异物

(d) 背光模组 2#异物

图 2 背光模组能谱数据

2.2 显微红外及拉曼光谱分析

红外与拉曼光谱同属于分子光谱，用于研究分子的振动能级跃迁，但二者理论基础略有不同，在结构分析中得到的信息可以互补^[9]。为分析背光模组基体及异物中含有的官能团，从而判断样品的成分，对基体及表明异物进行拉曼及红外光谱的测试。

首先确定基体的成分以排除基体对异物分析造成的干扰。背光模组 1#和 2#基体的红外及拉曼光谱图如图 3 及图 4 所示，对比图 3 及图 4 知两个样品红外及拉曼光谱图中吸收峰位置及相对强度基本一致，故两个基体为同一种材质。以背光模组 1#基体谱图进行分析：图 3(a)中位于 1722 cm^{-1} 处强峰为基本为 C=O 伸缩振动， 1254 cm^{-1} 、 1125 cm^{-1} 等左右处峰可能为 C-O-C 伸缩振动，说明样品中存在酯基；而拉曼图 3(b)中 1728 cm^{-1} 、 1292 cm^{-1} 、 1095 cm^{-1}

同样也说明样品中存在酯基。图 3(a)中位于 1580 cm^{-1} 、 1503 cm^{-1} 左右处峰为苯环骨架振动， 1405 cm^{-1} 、 1020 cm^{-1} 处为 Ar-H 弯曲振动，表明样品中存在苯环；拉曼图 3(b)中位于 3084 cm^{-1} 处 Ar-H 伸缩振动吸收峰、 1616 cm^{-1} 处 C=C 伸缩振动强吸收峰也为苯环存在的证据。图 3(a)中 1341 cm^{-1} 处为 -CH₂-弯曲振动吸收表面样品中存在亚甲基。根据基体含有的官能团及其为塑料的特性，得知基体主要成分可能为聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET)。经观察发现图 3(a)中存在 PET 结晶结构特征峰^[10]，其位于 1045 cm^{-1} 、 971 cm^{-1} 、 898 cm^{-1} 、 848 cm^{-1} ，故确定两个样品基体的主要成分为 PET。

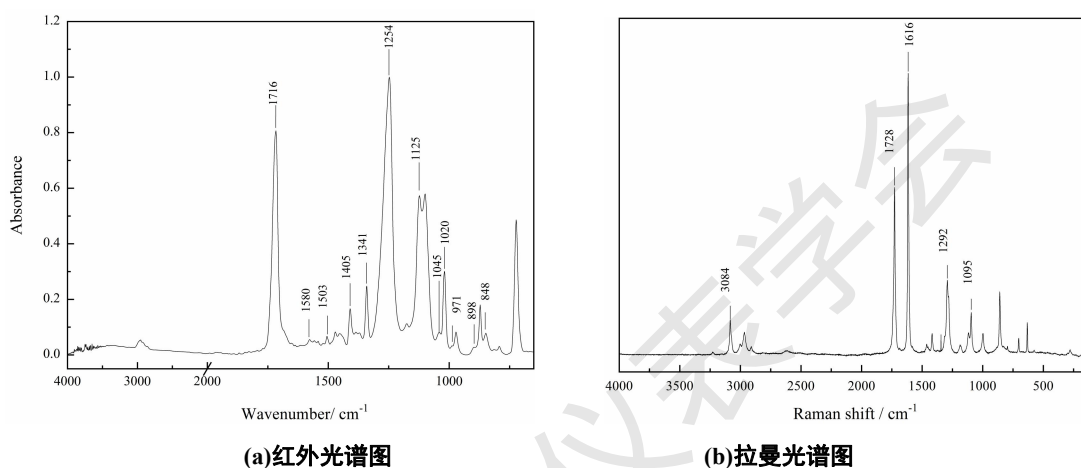


图 3 背光模组 1#基体红外及拉曼光谱图

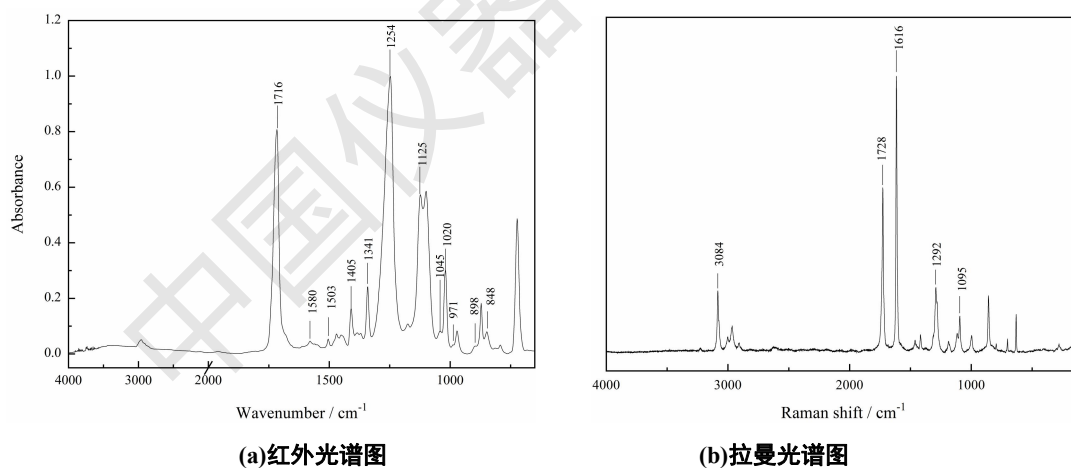


图 4 背光模组 2#红外及拉曼光谱图

背光模组 1#中异物的红外及拉曼光谱图见图 5。图 3 与图 5 主要吸收峰位置相差较大，说明基体对异物分析基本无干扰。根据能谱分析中确定该异物含有 C、O、Si 元素的结果，综合典型化合物及官能团的特征谱带分析^[11]，得知：图 5(a)中在 2962 cm^{-1} 、 2905 cm^{-1} 处的吸收峰为 -CH₃ 的伸缩振动， 1258 cm^{-1} 处吸收峰可能为 Si-CH₃ 变形振动， 791 cm^{-1} 处的吸收峰为硅碳键 (Si-C) 的伸缩振动， 1083 cm^{-1} 、 1012 cm^{-1} 处的吸收峰为硅氧键 (-Si-O-Si-) 伸

缩振动；在图 5(b)中 2966 cm^{-1} 、2905 cm^{-1} 处吸收峰也为- CH_3 的伸缩振动，489 cm^{-1} 处吸收峰为 Si-O 伸缩振动，192 cm^{-1} 处吸收峰可能为 C-Si-C 变形振动，157 cm^{-1} 处吸收峰可能为 C-Si-O 伸缩振动。综合得知该异物可能主要含有 $\text{H}_3\text{C-Si-CH}_3$ 及 Si-O-Si 结构单元，结合两个结构单元知该异物重复单元结构式应如图 6 所示，该结构式为聚二甲基硅氧烷重复单元，故得到该异物为聚二甲基硅氧烷。

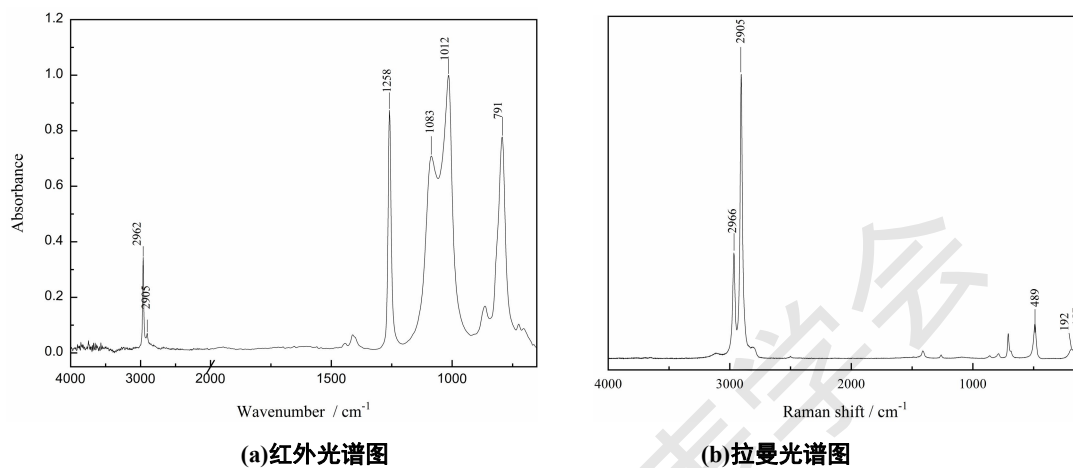


图 5 背光模组 1#异物红外及拉曼光谱图

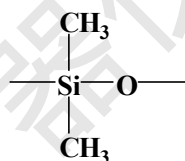


图 6 背光模组 1#异物重复单元结构式

背光模组 2#中异物的红外及拉曼光谱图见图 7。图 4 与图 7 主要吸收峰位置有差别，说明基体对异物分析干扰较小。根据能谱分析中确定该异物含有 C、O 元素的结果，综合典型化合物及官能团的特征谱带分析，得知：图 7(a)中 2850~3000 cm^{-1} 处的吸收峰是- CH_2 -及- CH_3 的伸缩振动；1451 cm^{-1} 、1380 cm^{-1} 处的吸收峰为- CH_2 -及- CH_3 弯曲振动；而拉曼图 7(b)中 2936 cm^{-1} 、2874 cm^{-1} 、1450 cm^{-1} 、1363 cm^{-1} 同样也说明样品中存在- CH_2 -及- CH_3 。图 7(a)中位于 1732 cm^{-1} 处的吸收峰为 C=O 伸缩振动，1237 cm^{-1} 、1162 cm^{-1} 处的吸收峰为酯中-C-O-C-伸缩振动，说明样品中可能存在酯基；拉曼图 7(b)中位于 1728 cm^{-1} 处 C=O 伸缩振动吸收峰、约在 1280 cm^{-1} 及 1100 cm^{-1} 处 C-O-C 伸缩振动吸收峰也为酯基存在的证据。综合得知该异物主要含有- CH_2 -、- CH_3 、酯基等官能团，判断该异物可能为聚丙烯酸酯。

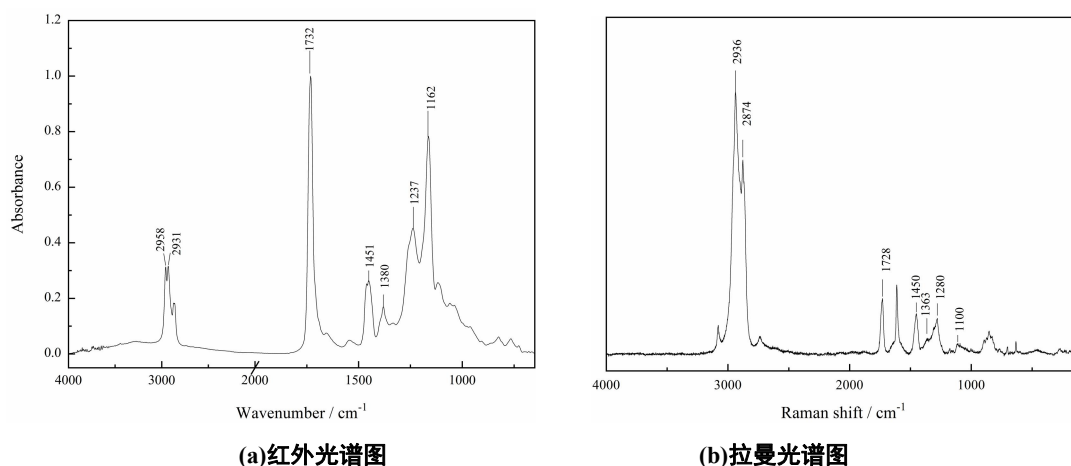


图 7 背光模组 2#异物红外及拉曼光谱图

3 异物来源分析

通过能谱分析及官能团分析得知 1#异物主要成分为聚二甲基硅氧烷。聚二甲基硅氧烷主链为 Si-O 键（呈螺旋形），侧链为甲基，故它具有低的表面能、流动性好、浸润性佳、透光性好等优点，广泛应用于建筑、汽车、电子电器等领域。根据生产实际，背光模组功能涂层的涂料中会添加聚二甲基硅氧烷，以达到流动、爽滑、消泡等作用。因而怀疑在将几种涂料原料混合过程中，没有将聚二甲基硅氧烷完全与其他涂料混匀，然后在涂布形成涂层后在表面出现异物。

通过分析知 2#异物主要成分可能为聚丙烯酸酯。聚丙烯酸酯是有丙烯酸酯类和甲基丙烯酸酯类为单体形成的均聚物或共聚物，由于其具有粘合牢固、不易脱落耐候性好等优点广泛应用于涂料、胶黏剂等行业。我们从客户处得知在将背光模组与其他显示器部件组装前需要在背光模组边缘贴一圈黑色胶框，此黑色胶框主要作用为粘结固定及遮蔽外界杂散光。根据以上分析怀疑此异物可能来自于黑色胶框，遂对黑色胶框胶面进行红外光谱及拉曼光谱的测试，测试谱图见图 8。将图 8 与 2#异物的红外及拉曼光谱图图 7 对比，峰位置及峰型极为相似，因此可以推测 2#异物的产生与黑色胶框有关系。因黑色胶产品原本为面积较大的胶面，需要将其剪裁成细小的胶框然后在固定在背光模组上，故怀疑为胶剪裁后固定前边缘的胶脱落于背光模组上。

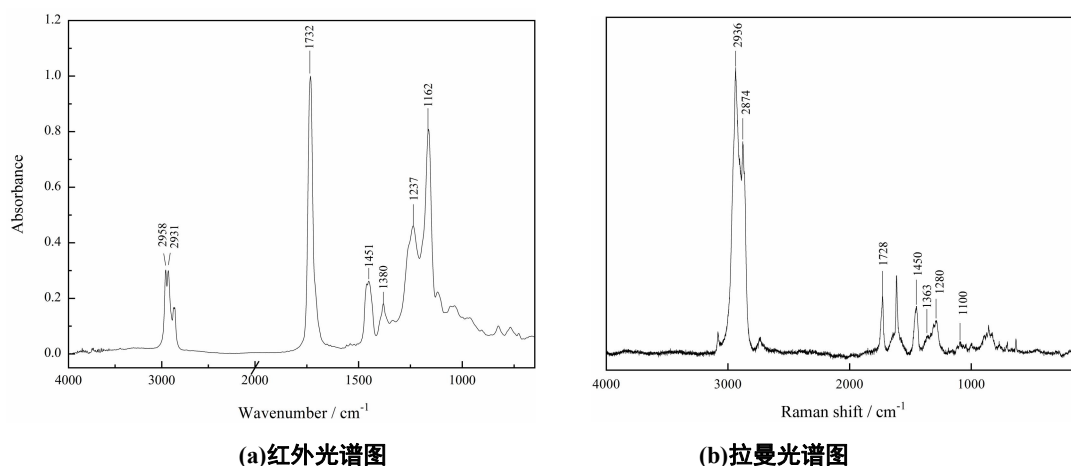


图 8 背光模组 2#胶框红外及拉曼光谱图

论文通过多种显微分析技术对两种背光模组表面异物进行成分分析,并根据生产实际对异物进行了溯源。

参考文献:

- [1] 李福文, 金伟其, 邵喜斌, 等. 基于 LED 背光源区域控制的高动态范围液晶显示技术进展[J]. 光学技术, 2009, 35(6): 835-839.
- [2] Haiwei Chen, Juan He, Shin-Tson Wu, et al. Recent Advances on Quantum-Dot-Enhanced Liquid-Crystal Displays [J]. IEEE Journal of Selected Topic in Quantum Electronics. 2017, 23(5).
- [3] 李德君, 刘刚, 吕国强, 等. 直下式 LED 背光模组的超薄设计[J]. 液晶与显示, 2014, 29(6): 1101-1105.
- [4] 陆娟, 王周玉, 金果盛, 等. 基于排列图与因果图的背光模组品质分析于改善[J]. 森林工程, 2012, 28(2): 79-82.
- [5] 王玉鹏, 李广东, 樊艳梅. 显微分析技术在涂料中的应用研究[J]. 中国涂料, 2016, 31(2): 67-72.
- [6] Qiaofeng Lan, Yong Li. Mesophase-Mediated Crystallization of Poly(L-lactide): Deterministic Pathways to Nanostructured Morphology and Superstructure Control[J]. Macromolecules. 2016, 49: 7387-7399.
- [7] 汪仕韬, 卫荣, 胡建. 表面增强拉曼散射光谱法在环境污染物检测中的应用[J]. 理化检验-化学分册, 2013, 49: 118-127.

- [8] 姜志全,胡克良. 法庭科学领域中微量物证的显微红外技术鉴定[J]. 光谱学与光谱分析, 2016, 36(3): 706-710.
- [9] 孟令芝, 龚淑玲, 何永炳. 有机波谱分析[M]. 武汉: 武汉大学出版社, 2009: 243-30
- [10] 江渊, 吴立衡. 红外光谱在聚对苯二甲酸乙二醇酯纤维结构研究中的应用[J]. 高分子通报, 2001, (2): 62-68.
- [11] 翁诗甫. 傅里叶变换红外光谱分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2010: 262-364.

中国仪器仪表表学会