

文章编号: 0258-7025(2006)08-1104-05

显微数字散斑相关测量新型薄膜的力学性能

陈凡秀^{1,2}, 何小元^{1,2}, 林保平³

(东南大学¹ 工程力学系, ²MEMS 教育部重点实验室, ³ 化学化工系, 江苏 南京 210096)

摘要 利用显微数字散斑相关方法(DSCM)对新型高分子薄膜材料力学性能进行了研究。通过实时获取高精度的变形位移场,得到应变场与力学性能之间的关系,实现了新型高分子薄膜的力学性能分析。利用该方法对聚酰亚胺-二氧化硅合成薄膜进行面内位移测量,由薄膜的应力-应变曲线完成了薄膜材料的弹性模量测量;将离面位移的测量转化为面内位移的测量,对聚氨酯-钛酸钡复合高分子材料的电致伸缩应变进行了测量,从而获得电致伸缩系数,实现了材料的电致伸缩性能分析。采用亚像素搜索和曲面拟合相结合的方法进行数据处理,并对结果进行了分析。研究表明,数字散斑相关方法为研究新型薄膜材料动静态力学性能与物理性能提供了一种有效的、可行的方法。

关键词 测量;力学性能;数字散斑相关方法;薄膜

中图分类号 O 348;O 484.2 **文献标识码** A

Application of Micro-Digital Speckle Correlation Technique to Study Mechanical Property of Advanced Thin Film Material

CHEN Fan-xiu^{1,2}, HE Xiao-yuan^{1,2}, LIN Bao-ping³

(¹ Department of Engineering Mechanics, ² Key Laboratory of MEMS of Ministry of Education,

³ Department of Chemistry and Chemical Engineering, Southeast University, Nanjing, Jiangsu 210096, China)

Abstract Micro-digital speckle correlation method (DSCM) is used to measure the mechanical property of advanced thin film material. From the high-quality displacement fields obtained by CCD camera, the mechanical property of the material can be achieved. In this application, the modulus of elasticity of the composite material of polyimide/SiO₂ is obtained by use of DSCM. The out-plane displacement is achieved through the measurement of in-plane displacement, then the electrostrictive strain is evaluated by adding an electric field repeatedly, and the electrostrictive coefficient of the sample can be obtained. In order to improve the accuracy of the measurement, the curved surface fitting algorithm is used to obtain the sub-pixel gray values. The results show that DSCM is an efficient and feasible method to analyze static and dynamic mechanical property of thin film material.

Key words measurement; mechanical property; digital speckle correlation method; film

1 引言

随着薄膜材料在微电子、微机械、集成电路等领域的应用日益广泛,有关薄膜材料力学性能的研究形成了一个新的研究热点,并且常需在微观水平上

测量材料的力学性能。由于这类成品材料的尺度(通常指厚度)较小,其刚度也相应地比较小,由宏观块体得出的理论与公式以及在试件上安装引伸计等来测量弹性模量的传统测量方法已不适用于这类材

收稿日期:2005-10-21;收到修改稿日期:2006-01-10

基金项目:国家自然科学基金(10472026)和江苏省自然科学基金(BK2003063)资助项目。

作者简介:陈凡秀(1979—),女,山东临沂人,东南大学博士研究生,主要从事微电子机械系统动静态力学性能的光学测试以及图像处理技术的研究。E-mail:cfxfxf@seu.edu.cn

导师简介:何小元(1956—),男,江苏泰兴人,东南大学教授,主要从事光测力学方法与应用研究。E-mail:mmhxy@seu.edu.cn

料力学性能的研究。一些现代的光学测量、电学测量方法也无法应用于这类材料。因此,有关薄膜材料力学性能的测试方法与技术已经成为这一研究领域被关注并急需解决的关键问题之一。

数字散斑相关方法(DSCM)^[1~6]具有测量光路简单,对环境要求较低,可进行全场、非接触测量等优点,它通过实时获取高精度的变形位移场,得到应变场与力学性能之间的关系。本文采用数字散斑相关方法对聚酰亚胺-二氧化硅合成薄膜进行面内位移测量,得到了薄膜的应力-应变曲线,测得薄膜材料的弹性模量;将离面位移的测量转化为面内位移的测量,对聚氨酯-钛酸钡复合高分子材料的电致伸缩应变进行了测量,实现了电致伸缩性能分析。

2 数字散斑相关测量方法

数字散斑相关方法将物体表面散斑作为被测物场变化信息的载体,进行变形量测量。由 CCD 摄像机分别采集物体在变形前后的表面散斑图,经图像卡模拟-数字转换变成数字散斑图像。若把变形前的数字散斑场中某一散斑区域定义为样本子区,把变形后的数字散斑场中与之对应的区域定义为目标子区,则要求识别出目标子区与样本子区的对应关系,目标子区与样本子区之间的差异包含了物体的变形信息,从而实现了将变形测量转化为一个相关搜索和数字图像识别的计算过程。

上述过程可通过计算样本子区与目标子区间的相关系数来实现。相关系数反映了两个子区的相似程度。相关系数越大,两个子区越相似。通过寻找相关系数的峰值来确定待测点 x 方向的位移 u 和 y 方向的位移 v 。只要样本子区与目标子区相关,相关系数曲面为一单峰曲面。实验中采用的相关系数 c 表示为

$$c = \frac{\sum \{ [f(x, y) - \bar{f}] \times [g(x + u, y + v) - \bar{g}] \}}{\{ \sum [f(x, y) - \bar{f}]^2 \times \sum [g(x + u, y + v) - \bar{g}]^2 \}^{1/2}}, \quad (1)$$

式中 $f(x, y)$ 表示样本子区中某一点 (x, y) 处的灰度值, $g(x + u, y + v)$ 表示目标子区中点 $(x + u, y + v)$ 处的灰度值, \bar{f} 和 \bar{g} 分别为样本子区和目标子区的平均灰度值。

实验采用亚像素搜索和曲面拟合^[7~9]相结合的方法进行数据处理,并对结果进行了分析。

3 实验一

3.1 聚酰亚胺-二氧化硅试件的制备

聚酰亚胺-二氧化硅薄膜试件长 16.000 mm, 宽

1.327 mm, 厚 37 μm 。为了得到高质量的散斑图,提高相关计算的灵敏度与准确度,采用人工制斑的方法,调整光源以得到满意的散斑。白光照射下的人工散斑图如图 1 所示。

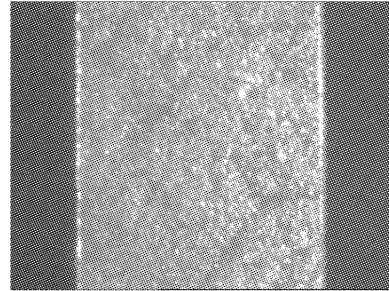


图 1 聚酰亚胺-二氧化硅试件人工散斑分布图

Fig. 1 Man-made speckle patterns of polyimide-silica sample

为避免机械夹持损伤试件的端部,试样的夹持采用胶粘和机械夹持相结合的方法,先用胶在试件端部黏结若干层柔软的材料,然后再上夹头。夹持时用鼠标在电脑屏幕上画出一条竖直线,使得试件在屏幕上的图像边缘与竖直线保持平行,以避免薄膜夹偏。实验中采用应变仪测量载荷。将应变仪、制作的力传感器和试样连接。对力传感器进行标定,得到微应变 r 和载荷 $F(\text{N})$ 的函数关系为

$$F = 0.0072\gamma - 0.012, \quad (2)$$

微应变 γ 可由应变仪读出。

3.2 实验过程

把制有随机散斑的试件装入用于夹紧薄膜试件的夹具中,调整光源及 CCD 摄像机的位置直到散斑图像满意为止。实验装置如图 2 所示。加载过程中

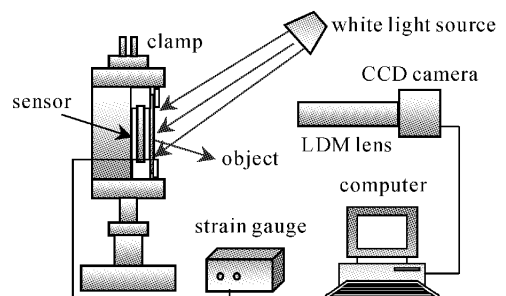


图 2 实验装置图

Fig. 2 Experimental setup

所加力的大小由力传感器和应变仪标定。实验中为了减小离面位移并消除间隙,预加微小的初始力。采集的变形前后的散斑图像就是数字散斑相关进行变形分析的原始数据,实验温度约为27 ℃。

3.3 实验结果分析

为提高计算精度,采用多模板相关方法进行计算。即沿轴向共取20个间距30 pixel(即79.94 μm)的模板,用相关方法确定每个模板的位移。由于薄膜在拉伸过程中的变形是均匀的,这些位移理论上应该成线性分布,用线性回归获得相邻两模板间的

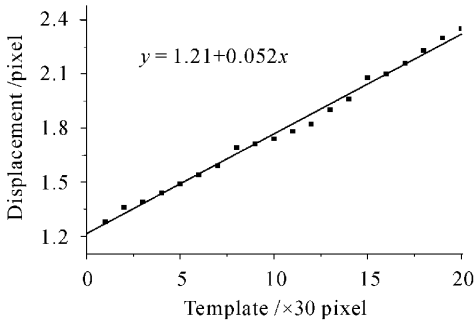


图3 两幅散斑图之间的模板轴向位移分布

Fig. 3 Template's longitudinal displacement distribution between two speckles

距离变化,再根据两模板间的初始距离,得到这两幅散斑图之间的相对变形。对变形进行累加即可得到每个载荷下的应变。图3是在载荷3.73 N和4.09 N时相应的20个模板的位移图。由图可知,在载荷从3.73 N增加到4.09 N时,间隔为30 pixel的两模板距离变化的平均值为0.05 pixel(即0.14 μm)。测量的中间数据如表1所示。图4是计算得到的试件在加载过程中的应力-应变曲线。由图4可以看出在测量范围内,聚酰亚胺-二氧化硅合成薄膜基本处于线弹性阶段,对所得应力-应变曲线进行线性拟合,得到试件弹性模量 $E = 2.95 \pm 0.08$ GPa。

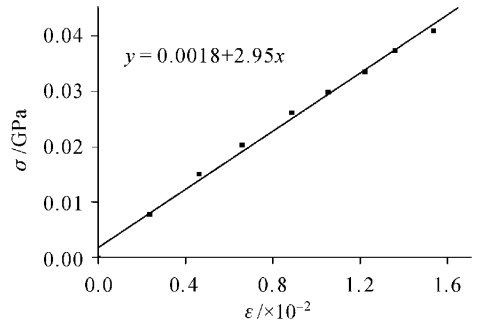


图4 应力-应变曲线分布

Fig. 4 Distribution of the stress versus strain

表1 测量结果

Table 1 Results of the experiment

Strain gauge reading $\gamma / \mu\epsilon$	Load F / N	Stress/ $\times 10^{-2}$ GPa	Displacement change of adjacent template / μm	Strain $\epsilon / (\times 10^{-2})$
002	0.000	0.00	0.00	0.00
055	0.384	0.782	0.19	0.24
105	0.744	1.52	0.18	0.46
140	0.996	2.03	0.16	0.66
180	1.28	2.62	0.18	0.89
205	1.46	2.98	0.13	1.1
230	1.64	3.35	0.14	1.2
256	1.83	3.73	0.12	1.4
280	2.00	4.09	0.14	1.5

利用 DMTA V 型动态力学热分析仪对同一试件采用强迫非共振法拉伸模式作了动态测定^[10],温度为27 ℃时弹性模量为3.09 GPa。由此可以看出,两种方法的测量结果基本吻合。但二者仍然存在差异,主要原因有三方面:1) 数字散斑相关方法结果是在准静载状态下获得的,而动态力学热分析仪的测量结果是在振动状态下获得的;2) 动态力学热分析仪测量时,试样两端均被夹持,存在夹持引起的误差,而且测量的是试样两端标记点的位移,没有充分

利用试件的变形信息;数字散斑相关方法采用胶粘和机械夹持相结合的方法,减少了夹持引起的误差,充分利用试样中间部分的变形信息,提高了测量精度;3) 薄膜本身制作的不均匀,这一因素有可能造成拉伸时薄膜变形不均匀,给计算结果带来误差。

4 实验二

4.1 实验原理

数字散斑相关方法主要用来测量物体面内位

移,实验通过标定将离面位移的测量转化为面内位移的测量。光路如图 5 所示,物体上 A 点变形至 A' 点,产生离面位移 Δh ,面内位移 u 。通过标定可以得到散斑图面内位移和离面位移的关系为

$$\Delta h = 13.55u, \quad (3)$$

其中 u 的单位为像素(pixel), Δh 的单位为微米(μm)。通过(3)式可得到电致伸缩位移 Δh ,即试件厚度方向的变形量。电致伸缩应变 $\epsilon = \Delta h/h$,其中 h 为试件的厚度。

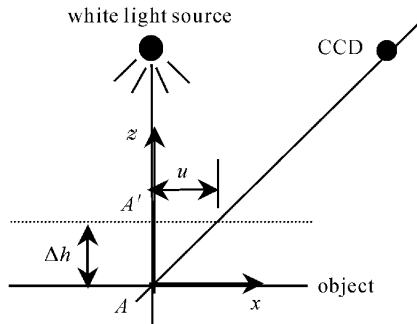


图 5 光路示意图

Fig. 5 Schematic of the optical system

电致伸缩^[11,12]是指在外电场作用下电介质所产生的与场强二次方成正比的应变,是一种高阶非线性耦合效应。电致伸缩应变 ϵ 与外加场强的关系可表示为

$$\epsilon = KQ^2, \quad (4)$$

其中 K 为电致伸缩系数(m^2/V^2), Q 为极化强度(V/m)。

4.2 结果与讨论

实验试件为纳米钛酸钡-聚氨酯复合材料。其中纳米钛酸钡质量分数为 0.5%。试件厚度为 0.98 mm。实验过程中温度约为 25 °C。实验装置如图 6 所示。

对试件连续三次开关电压,通过 CCD 记录散斑场,获取试件连续变形信息。利用数字散斑相关方法计算得到试件在 3.5 kV 电压下连续三次加电放电过程的应变曲线,如图 7 所示。由图 7 可以看出应变曲线随外加电压的开合呈现相应的类开关形状。在撤去电压之后,回复响应较慢。主要因为聚氨酯弹性体中掺入纳米钛酸钡之后,材料的介电常数提高,电容率变大,体系内部的容电量增加,在短时间内电荷难以迅速释放,导致了纳米钛酸钡-聚氨酯复合材料回复性能的下降。回复曲线不够平滑的主要原因是放电过程中电打火现象引起的波动造成

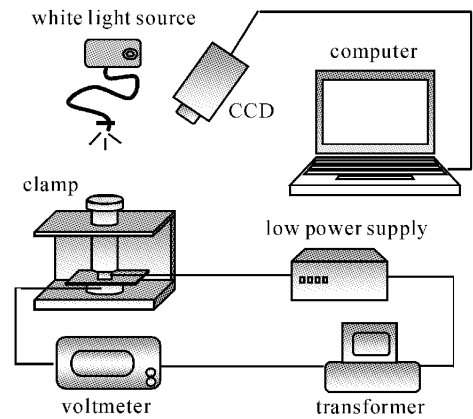


图 6 实验装置图

Fig. 6 Experimental setup

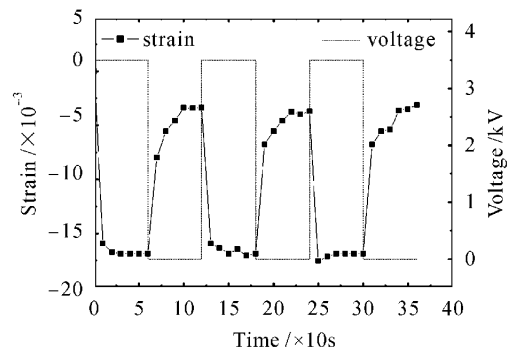


图 7 试件在 3.5 kV 电压加电放电过程中的应变曲线

Fig. 7 Strain measuring with adding an electric field

3.5 kV repeatedly

的。由于材料制作本身的不均匀也给计算结果带来影响。

由(4)式可得试件的电致伸缩系数为 $-6.6 \times 10^{-15} \text{ m}^2/\text{V}^2$ 。而日本爱知工业大学应用化学系冈本^[13]等研制的纯聚氨酯材料在预加应力状态下的电致伸缩系数为 $-3.4 \times 10^{-15} \text{ m}^2/\text{V}^2$ 。可以看出两种材料的电致伸缩系数在同一个量级,纳米钛酸钡的加入提高了聚氨酯材料的电致伸缩系数。

5 结论

数字散斑相关方法通过实时获取高精度的物体变形位移场,得到应变场与力学性能之间的关系,实现了新型高分子薄膜的力学性能分析。利用亚像素搜索与曲面拟合相结合的方法,从计算精度和速度上保证了测量结果的有效性和可行性。增加采样频率,可以得到变形场的细节,为研究动态过程中材料的力学、物理性能提供了一种有效的方法。

参 考 文 献

- 1 He Xiaoyuan, Kang Xin, Heng Wei *et al.*. Advanced optical measurement technology in the semiconductor and MEMS [J]. *Journal of Mechanical Strength.*, 2001, **23**(4):447~451
何小元,康新,衡伟等.微电子与微电子机械系统(MEMS)中的现代光学测试技术[J].机械强度,2001, **23**(4):447~451
- 2 Toshiyuki Tsuchiya, Atsuko Inoue, Jiro Sakata. Tensile testing of insulating thin films; humidity effect on tensile strength of SiO₂ films [J]. *Sensors and Actuators*, 2000, **82**(1-3):286~290
- 3 Chen Daqing, Gu Jihua, Jiang Jinghu. Study on the digital speckle correlation method for in-plane displacement measurement in the case of slant optical axis [J]. *Acta Optica Sinica*, 2005, **25**(7):907~912
陈大庆,顾济华,姜锦虎.斜光轴面内位移测量的数字散斑相关法研究[J].光学学报,2005, **25**(7):907~912
- 4 Wolfgang G. Knauss, Ioannis Chasiotis, Ying Huang. Mechanical measurements at the micron and nanometer scales [J]. *Mechanics of Materials*, 2003, **35**(3-6):217~231
- 5 Wang Huaiwen, Kang Yilan, Xie Heping. Advanced in digital speckle correlation method and its application [J]. *Advanced in Mechanics*, 2005, **35**(2):195~203
王怀文,亢一澜,谢和平.数字散斑相关方法与应用研究进展[J].力学进展,2005, **35**(2):195~203
- 6 Chen Siying, Huang Chenguang, Duan Zhuping. Digital speckle correlation method and its application on impact deformation measurement [J]. *Chinese J. Lasers*, 2004, **31**(6):735~739
陈思颖,黄晨光,段祝平.数字散斑相关法在高速变形测量中的应用[J].中国激光,2004, **31**(6):735~739
- 7 Wang Chenying, He Xiaoyuan. Curved surface approximation in correlation recognition method [J]. *Journal of Experimental Mechanics*, 2000, **15**(3):280~285
王琛影,何小元.相关识别中的曲面拟合法[J].实验力学,2000, **15**(3):280~285
- 8 Pan Bing, Xu Boqin, Chen Ding *et al.*. Sub-pixel registration using quadratic surface fitting in digital image correlation [J]. *Acta Metrologica Sinica*, 2005, **26**(2):128~134
潘兵,续伯钦,陈丁等.数字图像相关中亚像素位移测量的曲面拟合法[J].计量学报,2005, **26**(2):128~134
- 9 Sun Ping, Wang Haifeng, Zhang Xi *et al.*. Study on three dimensional ESPI and its application [J]. *Acta Optica Sinica*, 2003, **23**(7):840~844
孙平,王海峰,张熹等.三维电子散斑干涉技术及其应用研究[J].光学学报,2003, **23**(7):840~844
- 10 Dong Eliang, Kang Xin, Lin Baoping *et al.*. Test of mechanical properties of synthesis film using dynamic mechanical thermal analysis method [J]. *Journal of Vibration, Measurement & Diagnosis*, 2003, **23**(4):302~303
董粤良,康新,林保平等.动态力学热分析法测定合成薄膜的力学性能[J].振动、测试与诊断,2003, **23**(4):302~303
- 11 Ma Zhenyi, Jerry I. Scheinbeim, Jar Wha Lee *et al.*. High field electrostrictive response of polymers [J]. *Polym. Sci., Part B: Polym. Phys.*, 1994, **32**:2721~2731
- 12 Masashi Watanabe, Makoto Suzuki, Yoshiyuki Hirako *et al.*. Hysteresis in bending electrostriction of polyurethane films [J]. *J. Appl. Polym. Sci.*, 2001, **79**:1121~1126
- 13 K. Asi, S. Inoue, K. Kojima *et al.*. The electric field strain-electrostrictive response of polyurethane elastomers [J]. *Japanese Journal of Polymer Science and Technology*, 1999, **56**(2):68~76