

薄膜微区域变形的微标记阵列检测方法研究*

魏成¹ 李喜德^{1**} 黄静波¹ 施惠基¹ 张泰华²

(1 清华大学工程力学系,北京 100084)

(2 中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室,北京 100080)

摘要 本文应用阵列微压痕标记技术完成了薄膜表面微孔洞缺陷邻域变形检测。检测中通过应用纳米压痕和微区域放电技术,制作微标记阵列和微孔洞缺陷,并在数字化显微系统下完成微区域点阵变形检测,进而实现微区域小变形测量。研究了微标记点的信息提取与表征方法,讨论了微标记法在薄膜材料性能检测中的可行性及其检测性能。

关键词 薄膜;微区域变形;微压痕;标记法;微缺陷

中图分类号 O484.5 **文献标识码** A

0 引言

由于微区域在尺度方面的限制,其变形检测一直是人们致力解决的问题。这一方面是由于其中的变形和位移幅值非常小,常规的检测方法无法在测量精度方面满足要求;另一方面,由于被测对象在外载作用下会产生整体位移或变形,而这一变形往往远大于微区域自身的变形,因而使得微区域位移“淹没”其中而无法分辨。目前微区域变形检测的方法主要有显微散斑方法、微纳米云纹法及显微标记法等^[1-7]。显微散斑方法通过微散斑图像干涉或数字相关计算获得微区域位移或变形,但是通常由于被测物体整体位移或变形的影响很难准确地得到局部微变形场。微纳米云纹技术应用光学、电子束、扫描显微等技术获得高密度格栅,然后通过图像放大技术或数字图像处理技术测量微区域变形。但由于制栅过程相当复杂和需要适当的设备与制栅材料,使得微纳米云纹的应用受到限制。标记法是测量大变形和微区域变形的有效方法。它是通过在被测物体表面由人工或自然方法制作规则或不规则标记阵列,如格栅、点阵等,然后探测阵列中各标记点在物体变形前后空间位置或相互间距的变化来确定物体表面的运动和变形。目前,对于宏观物体,可以方便地应用制栅、印刷各种标记等获得所需要的标记阵列;对于微尺度物体或微区域检测,有 SEM、光致抗腐蚀剂层等方法制作微标记阵列。显然在微小尺度下用 SEM 和光致抗腐蚀剂层等方法制作微标记阵列是很不方便的,它需要特别的材料和复杂的制作工艺。

微标记阵列法测量的关键是要在微区域内能方便容易地形成需要的微标记阵列,而微标记本身又不能对被测试材料的结构和性能造成明显的影响。本文采用纳米压痕技术在薄膜表面制作微压痕作为微标记阵列,并在 10 μm 到 50 μm 不同厚度镍膜表面制作了微压痕阵列,研究了不同压痕深度时微压痕阵列标记法的检测性能,同时,通过应用微细电火花工艺在 20 μm 厚镍膜上预制了微孔洞初始缺陷,然后再应用阵列微压痕标记方法,获得了微孔洞缺陷邻域的变形分布。

1 薄膜微区域变形场的微标记阵列检测

如前所述,在对微尺度物体或微区域检测时,总是会遇到两个基本的问题,即对微区域来说由于物体整体运动产生的所谓“刚体”位移和微区域中非常微小的位移幅值。因此需要研究和开发新的方法以适应这一特殊的检测需求。微/纳米压痕技术是目前微尺度检测领域中广泛应用的测量技术^[8],它通过获得的载荷位移(压深)曲线,很容易获得被测材料的多种力学参数,如硬度、韧性、杨氏模量等。同时,由于微/纳米压痕仪可以进行编程,从而可方便地在被测对象表面制作出所需要的微/纳米压痕阵列。在标记横向尺度方面,可以通过控制纳米压痕仪的压头压入深度,获得标记横向特征尺度,其大小从数十纳米到几十微米,因此可以根据变形大小和微区域尺度选择合适的标记尺寸。图1为在 20 μm 厚纯镍薄膜表面上不同压痕深度时获得的阵列微压痕标记,其中微压痕通过 MTS Nano Indneter[®] 压痕仪制作,其力和垂直位移分辨率分别为 0.5 μN 和 0.3 nm;探头几何形状为正四面体,微压痕的深度与标记宽度之比为 1:7.5。

*国家自然科学基金(10372049, 10072031, 10232030)、国家重点基础研究(G1999065002)与清华大学开放基金资助

**Tel:010-62794410 Email:lixide@tsinghua.edu.cn

收稿日期:2004-02-27

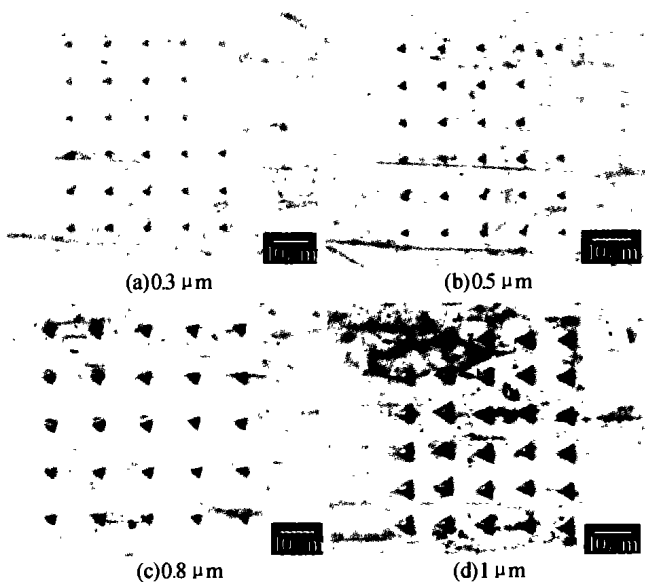


图1 镍膜表面不同压深的微压痕阵列
 Fig.1 Microindentation arrays on the surface of the Ni films with different penetration depths

1.1 阵列微压痕标记法的微区域检测性能

作为表征微区域变形的标志,微/纳米压痕标记首先应对其所处的微区域变形敏感,同时微标记的存在不会影响微区域自身的变形机理.为了考察不同特征尺度压痕标记在微区域变形检测中的响应和性能,在宽为5 mm,厚度为20 μm的镍膜表面制作了压痕深度分别为0.3 μm、0.5 μm、0.8 μm和1.0 μm四种阵列微压痕试件(见图1).可见其压痕深度最深也仅为试件厚度的二十分之一.根据对所用纳米压痕仪的标定,上述四种压痕深度所对应的微压痕标记的横向尺度分别为2.4 μm、3.8 μm、6.0 μm和7.5 μm.阵列微压痕微区域检测装置由微加载单元、数字显微系统、微载荷传感器和图像记录及处理系统等四部分组成.其中,加载装置是一个由丝杠和导轨组成的拉伸平台,通过微螺纹杆可连续加载.载荷由连接在拉伸台上的力传感器实时显示.数字显微系统由显微镜、CCD和计算机图像处理系统组成.可以根据实验观测区域的大小选择适合的成像放大倍数,经CCD进行实时摄像,再由计算机进行存储和后处理.载荷敏感单元为一个固定在加载装置上的S形双孔梁式传感器,最大量程为80 N,分辨率为10 mN.实验中对具有上述四种压痕深度的薄膜试件分别进行了单轴拉伸实验.实验结果表明,所用微压痕阵列可以有效的探测所表征微区域的变形而不受薄膜试件整体位移和变形的影响.另外从微区域变形场分布来看,整个区域的变形均匀且随载荷线性增加,即使薄膜试件最后被拉断也是如此.并在所作的实验中也并没有发现试件从微压痕阵列位置断裂.通过对不同载荷条件下的微压痕阵列进行数字采集和图像处理,我们得到了在均匀拉

伸下,微区域的变形分布.图2(a)为小载荷下两个压痕阵列的变形图.可以看到,在这一时期,微区域的变形非常微小,两个状态的微压痕阵列的变形分布基本一致.微区域的变形仅是跟随薄膜的整体变形进行“刚体”平移.随着载荷的增加,微区域的变形开始凸现,此时可以通过微压痕阵列中标记点相对位置的变化获得微区域自身的变形.图2(b)即为载荷增加时获得的应力应变曲线,其中压痕深度为0.8 μm.这是一条表示完全弹性变形的应力应变曲线,从其斜率可以很容易获得该镍膜的杨氏模量 $E = 177\text{GPa}$.这一结果和我们用其他方法获得的结果近于一致^[9].

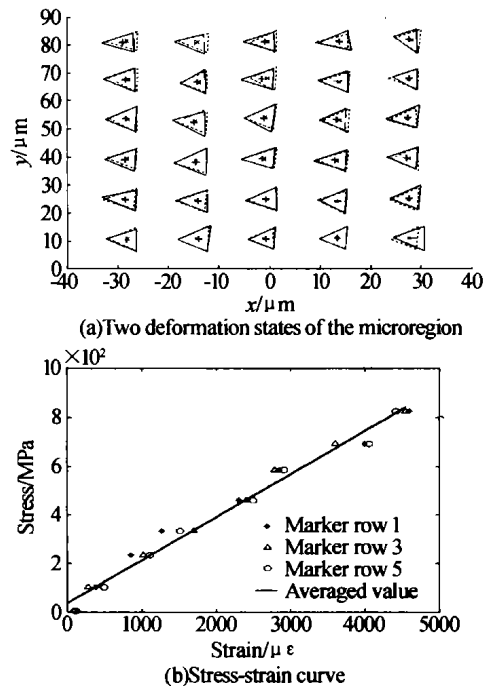


图2 均匀变形状态下20 μm厚度镍膜变形测量
 Fig.2 Homogeneous deformations of the 20 μm thickness Ni film

1.2 微孔洞缺陷邻域变形场的阵列微压痕标记检测

在获得了阵列微压痕方法的检测特性后,我们将其应用于微孔洞缺陷邻域变形检测.图3为检测薄膜表面的微压痕阵列和微孔洞缺陷.其中,试件为Ni膜,厚度20 μm,宽度5 mm,承受单向拉伸变形.微压痕仍为深度0.8 μm,微孔洞缺陷直径为140 μm,由微放电技术(EDM)制作.图4是在不同载荷状态下微压痕标记阵列的演化结果.可以看到,在微裂纹萌生和扩展过程中,邻域中发生了明显的变形.如前文所述,通过计算不同载荷状态下压痕阵列标记点之间的变化,即可以获得该区域的变形分布.图5即为载荷加至75.3 N时,分别由微压痕标记阵列和位移矢量图表示微孔洞邻域的二维变形分布.正如所期望的那样,变形是对称的,而且由于微缺陷的存在使位移场在微孔洞边缘区域明显的不同于单向拉伸引起的位移分布.为了进一步考察

微孔洞缺陷对周围邻域变形的影响,分别对距微孔洞中心距离为 90 μm , 126 μm 和 162 μm 所对应的压痕点对 22 与 24, 17 与 19 及 12 与 14 之间的位移变化进行了计算. 图 6 给出了所对应的载荷和位移变化曲线. 为了避免由微裂纹引起的刚体位移,图 6 中位移曲线仅给出所在区域无微裂纹生成的情形. 可以看到,当载荷小于 50 N 时,微区域的变形是线性的,且距微缺陷不同距离处的位移是近似一致的. 这说明在这一载荷范围薄膜表面的变形还基本是均匀的. 当载荷超过 50 N 时,距离微孔洞不同距离处的变形开始具有明显的差别并显示出强烈的非线性分布. 这一方面说明微缺陷对其邻域变形产生了明显的影响,另一方面也表明该区域的变形已进入塑性变形.

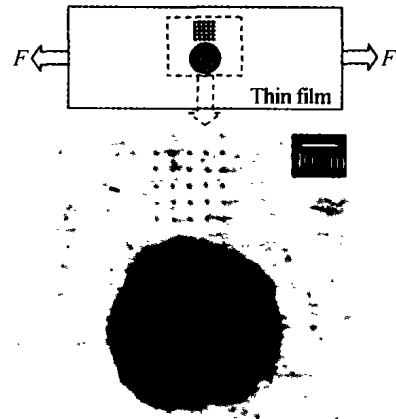


图 3 微压痕阵列和用微细电火花加工法(EDM)制作的微孔洞缺陷
Fig. 3 Microindentation array and the microcavity defect which was produced using EDM

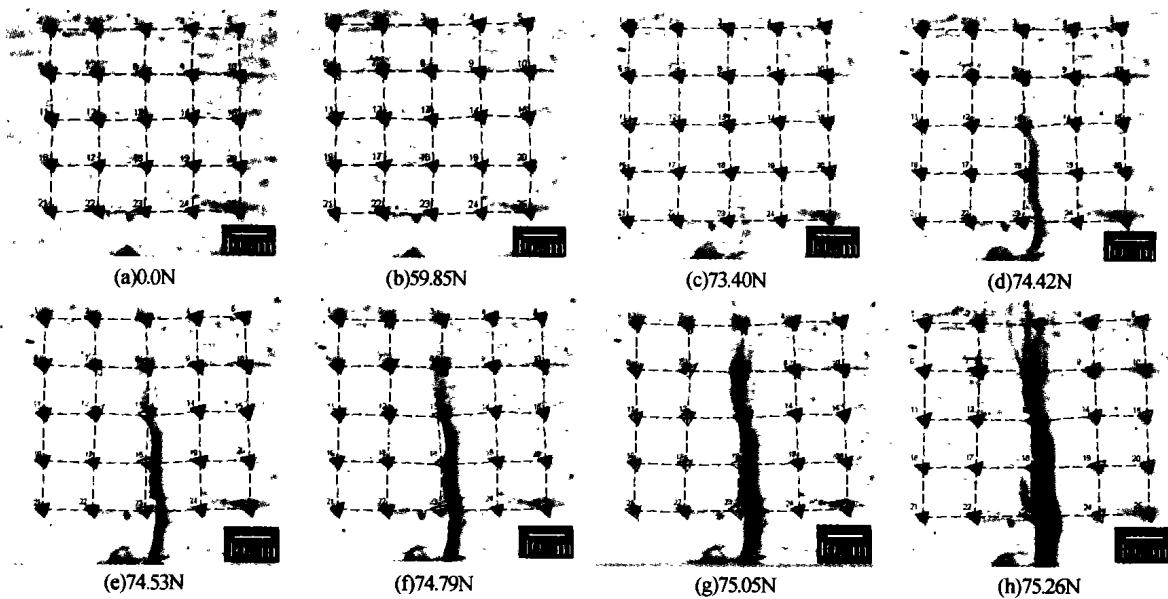


图 4 单向拉伸状态下,微孔洞缺陷附近微区域变形引起的微压痕阵列的变形演化
Fig. 4 The deformation evolution of the microindentation mark array caused by the microregion deformation near to the microcavity defect under tensile loading

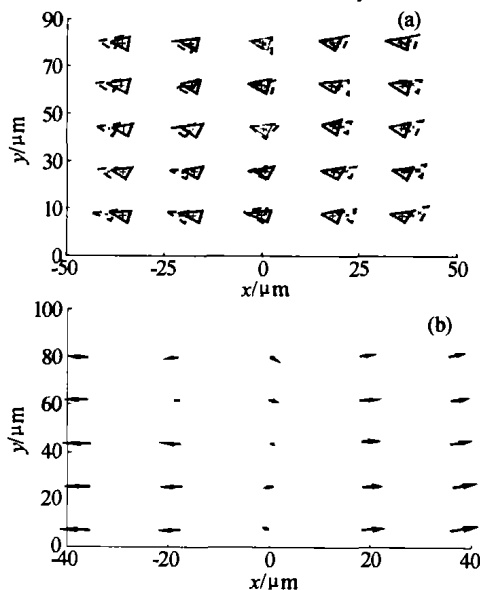


图 5 利用微标记阵列法获得的微区域压痕变形图及其位移矢量图
Fig. 5 Two-dimensional microregion deformation maps displayed by the mark array and displacement vectors

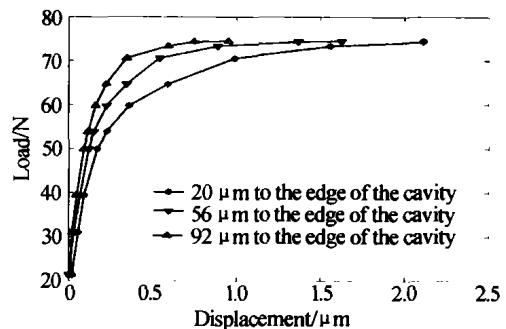


图 6 微孔洞缺陷附近拉伸方向上的载荷-位移曲线
Fig. 6 Curves of the load versus displacement in tensile axial direction in the vicinity of the microcavity defect

2 讨论和结论

阵列标记用于微区域变形检测,可以有效地解决以往全场干涉检测或相关检测中所遇到的由于刚体位移等引起的微变形信号被淹没而无法测量的问题. 选择微压痕标记是由于微压痕技术的出现,使得人们可以方便的制作不同分布、不同尺度和不同

深度的压痕标记. 这比以往用刻蚀或光刻格栅、电子或粒子束刻蚀要简单得多. 本文应用阵列微压痕标记和显微数字图像处理技术, 实现了薄膜微区域微小变形检测, 并通过考察不同深度标记对薄膜材料本身微区域变形分布的影响, 获得了镍膜在其厚度大于微标记深度 20 倍时, 微压痕标记阵列对被测薄膜微区域变形的影响可以忽略. 文中给出了微孔洞缺陷附近微区域的变形分布及薄膜失效时裂纹扩展演化过程.

阵列标记方法测量的精度除了受微标记尺寸和成像系统等硬件条件的制约外, 一个重要的因素是数字图像处理的精度和稳定性. 在本文在图像处理中采用了图像处理^[10-12]和实际压痕尺寸相结合的方法决定压痕标记的中心位置和边界. 具体过程可分为如下基本步骤: 1) 标记区域的分割. 由于图像各部分的灰度差异及显微系统焦深的限制, 直接进行整体处理会引起较大的误差. 为提高最后图像处理精度, 首先对标记区进行区域分割, 得到包含单个标记的子区域. 这一步骤是通过选取单个压痕灰度极小值点周围一定尺寸的矩形区域完成的; 2) 标记边缘提取. 这一步骤是通过对各子区域内点的邻域灰度特征进行分析, 完成各个子区域内的标记边缘探测, 具体判别标准是以某一点相邻区域内灰度值的梯度极值判定此点是否是边缘点; 3) 连续边缘重建. 通过使用膨胀、填充、腐蚀、边缘提取等步骤, 得到闭合的微压痕标记边缘; 4) 微压痕标记边缘直线化. 使用 Hough 变换, 使得经过上述第 3 步处理后形成的曲线微压痕边缘直线化. 图像处理算法的主要精度取决于检测系统和后续图像信息提取的精度. 本文中图像上每个像素代表实际长度约为 $0.196 \mu\text{m}/\text{pixel}$, 图像处理误差不得超过 1 个像素, 即位置误差在 $0.196 \mu\text{m}$ 以下. 另外, 因为纳米压痕仪的压头是有确定的尺寸和形状的, 而这些参数可以用来判断图像处理中所确定的压痕标记形状和结构. 当然, 高精度、高效率的压痕图像处理方法仍然是一个需要研究的课题. 这也是我们下一步要做的工作.

本文所采用的成像系统为光学显微镜, 能够达到亚微米尺度的测量. 事实上, 这种方法不仅限于此, 根据观测区域和试件尺寸的大小, 可以选择适合的微标记阵列、纳标记阵列和高空间分辨成像系统 (如 SEM、AFM 等) 相结合, 以实现更高精度、更细微区域的变形测量.

参考文献

- 1 Michel B, Vogel D. Micro and nanoDAC-A powerful technique for nondestructive microcrack evaluation. *Proc of SPIE*, 2002, **4703**: 194 ~ 198
- 2 Osten W, Jueptner W, Seebacher S, et al. Qualification of optical measurement techniques for the investigation of material parameters of microcomponents. *Proc of SPIE*, 1999, **3825**: 152 ~ 164
- 3 Xing Y M, Dai F L, Yang W. An experimental study about nano-deformation field near quasi-cleavage crack tip. *Science in China (A)*, 2000, **43**(9): 963 ~ 968
- 4 Meurs P F M, Schreurs P J G, Peijs T, et al. Characterization of interphase conditions in composite materials. *Composites-Part A: Applied Science and Manufacturing*, 1996, **27**(9): 781 ~ 786
- 5 Parks V J. Strain measurement using grids. *Opt Eng*, 1982, **21**(4): 633 ~ 639
- 6 Goldrein H T, Palmer S J P, Huntley J M. Automated fine grid technique for measurement of large-strain deformation maps. *Optics and Lasers in Engineering*, 1995, **23**(5): 305 ~ 318
- 7 Corleto C R, Bradley W L, Brinson H F. An experimental micromechanics measurement technique for submicrometre domains. *Journal of Materials Science*, 1996, **31**(7): 1803 ~ 1808
- 8 Nix W D, Gao H. Indentation size effects in crystalline materials. *J Mech Phys Solids*, 1998, **46**(3): 411 ~ 425
- 9 Li X, Yang Y, Wei C. In-situ and real-time tensile testing of thin films using double-field-of-view electronic speckle pattern interferometry measurement science and technology. *Measurement Science and Technology*, 2004, **15**(1): 75 ~ 83
- 10 沈庭芝, 方子文编著. 数字图像处理及模式识别. 北京: 北京理工大学出版社, 1998
Shen T Z, Fang Z W. Digital Image Processing and Pattern Recognition. Beijing: Beijing Institute of Technology Press, 1998
- 11 刘卫光, 周利华. 基于图像灰度分布的边缘中心定位算法. 光子学报, 2003, **32**(9): 1122 ~ 1125
Liu W G, Zhou L H. *Acta Photonica Sinica*, 2003, **32**(9): 1122 ~ 1125
- 12 李勇量, 倪国强, 陈小梅. 基于尺度相关性的微光图像降噪算法及其硬件实现. 光子学报, 2003, **32**(6): 749 ~ 752
Li Y L, Ni G Q, Chen X M. *Acta Photonica Sinica*, 2003, **32**(6): 749 ~ 752

Microregion Deformation Measurement of Thin Films Using Array Microindentation Mark Method

Wei Cheng¹, Li Xide^{1*}, Hong Jingbo¹, Shi Huiji¹, Zhang Taihua²

¹ Department of Engineering Mechanics, Tsinghua University, Beijing 100084

² State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics (LNM), Institute of Mechanics, Chinese Academy of Science, Beijing 100080

Received date: 2004-02-27

Abstract The measurement of deformation in microregion or on a microcomponent always faces two problems. One is the rigid displacement caused by the unitary motion of the specimen, and the other the rather small deformation in the microregion. Therefore, it is quite necessary to find a suitable way to determine the microregion deformations and mechanical properties. In this paper, the deformation in the vicinity of a microcavity defect on the film surface is measured by the proposed array microindentation mark method. The array microindentation marks are indented using a nanoindentation machine and the microcavity defect is produced by the electrical discharge machining (EDM) technique. Moreover, deformations in the microregion are measured under a digital microscopic system. Further, the microregion deformation extracting method, the feasibility and the measuring performance of the array microindentation mark method are also discussed.

Keywords Thin films; Microregion deformation; Microindentation mark method; Micro defects



Wei Cheng was born in 1979 and received his B. S. degree from the Engineering mechanics, Tsinghua University in 2002. Now he is working toward his M. S. degree at Tsinghua University. He majors in the research of experimental mechanics.