

纳米云纹法条纹倍增技术研究*

刘战伟 谢惠民 方岱宁 戴福隆 王卫宁 方 炎

(清华大学教育部破坏力学重点实验室,北京 100084)

摘 要 提出了一种纳米云纹法的条纹倍增技术,可用于单晶材料纳米级变形测量.在测量中,单晶材料的晶格结构由透射电镜(TEM)采集并记录在感光胶片上作为试件栅,几何光栅作为参考栅.对纳米云纹条纹的形成原理,透射电镜放大倍数与试件栅的频率关系,条纹倍增技术,位移、应变测量方法等进行了详细讨论.该方法不仅能够测量连续力学参量,如应变和位移,而且能够表征纳观非连续参量,如位错、夹杂.

关键词 纳米云纹法;倍增技术;晶格

中图分类号 TN911.74 **文献标识码** A

0 引言

云纹法是 60 年代发展起来的变形测量技术^[1],其位移测量灵敏度由试件栅频率决定.受制栅技术的制约,试件栅的频率不可能很高^[2~4].自 70 年代以来,随着全息光栅制作技术的成熟,云纹干涉法在宏观及细观变形研究中已获得显著的进展^[5,6],光栅频率可达 5000 lp/mm,其测量灵敏度达到 0.20 μm.进入 90 年代以来,岸本哲首次提出电子束云纹法^[7],测量灵敏度为 0.1 μm,是微观范围变形测量的一种有效方法.90 年代末,邢永明提出纳米云纹法^[8]并对位错,原子键的断裂,残余变形等进行了纳米尺度的观察和测量.谢惠民曾提出利用物质的晶格作为试件栅,原子力显微镜、扫描隧道显微镜的扫描线作为参考栅干涉形成的纳米云纹法,灵敏度可达纳米量级^[9,10].这些方法为试验力学提供了一种纳米分辨率实验新途径.本文在以上基础上,将干涉云纹条纹光学倍增技术^[11]、滤波技术应用于纳米云纹法中,使得纳米云纹法的测量灵敏度有较大提高.

1 纳米云纹法倍增技术

1.1 纳米云纹法原理

上述各种纳米云纹法的共同特点是利用晶体的规则晶格作为试件栅,由于晶体的晶面间距在分子和原子量级,即纳米量级,则光栅(试件栅)的分辨率达到了纳米量级,对应的频率为每毫米数百万线.TEM 的横向晶格分辨率可达 0.2 nm.本文的 TEM 纳米云纹法倍增技术是采用试件变形前后分别记录晶格照片,将这些晶格照片与标准光栅(或变

形前的试件栅)叠加干涉形成云纹条纹的方法.

本次试验的材料选用硅单晶片的(111)面,如图 1.硅(111)面的晶面间距为 0.304 nm,所代表的光栅频率为 3289474 lp/mm.

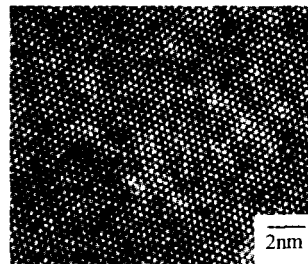


图 1 硅单晶(111)面的 TEM 晶格照片
Fig.1 TEM image of Si (111)

电镜采用清华大学材料系型号为 JEM-2010F 的场发射透射电镜.实验前先标定 TEM 电镜的放大倍数与试件栅的空间频率的关系.试验中拍摄不同放大倍数的试件栅,从 150000 倍到 800000 倍每隔 50000 倍拍摄数张.由于直接测量试件栅上的晶格间距误差较大,试验中采用测量光学放大后的一级衍射得到的栅线的方法.测量试件栅频率的公式为

$$f = \frac{(m-1)}{H} M \quad (1)$$

其中 m 为栅线数量, H 为测得的 m 条栅线的宽度, M 为整个光路以及 CCD 的放大倍数.标定的结果如图 2.

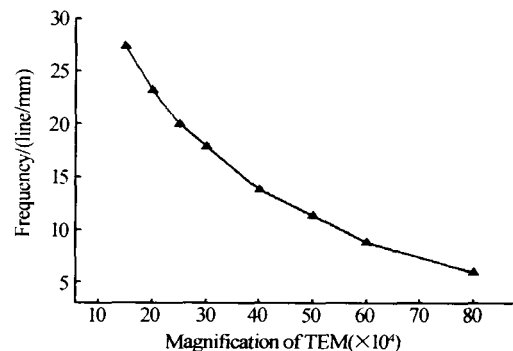
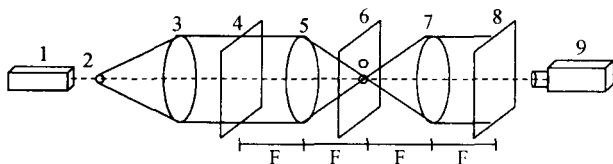


图 2 试件栅空间频率与电镜放大倍数关系
Fig.2 The relationship between the specimen grating frequency and the magnification of TEM

*国家自然科学基金(10232030,10121202),教育部科学技术研究重大项目(项目批准号 0306)、教育部优秀青年教师资助计划和北京市纳米光电子学重点实验室开放基金资助
Tel:010-62782522 Email:liuzw01@mails.tsinghua.edu.cn
收稿日期:2004-06-28

1.2 纳米云纹法倍增原理

本文的 TEM 纳米云纹条纹的倍增原理是将变形前后的试件栅(底片)放入图 3 的傅里叶滤波光路中的物平面 4 处. 该试件栅带有位移、应变信息. 波长为 632.8 nm 的激光由激光器 1 射出, 经扩束镜 2 扩束后再经过准直镜 3 变成平行光, 该平行光通过试件栅后的物光经过透镜 5 后产生衍射, 在频谱面 6 上呈现试件的衍射谱. 硅(111)面的衍射谱如图 4, 靠近中心亮点的为六个衍射斑点, 这六个衍射点两两关于中心对称, 分为三对, 每一对对称的衍射点的衍射级次互为 ±1 级. 另外远离中心亮点的还有 ±2 级和更高级. 在频谱面上开出几个直径 1.5 mm 的滤波孔, 以便滤波同时选取不同的衍射点通过滤波孔. 在频谱面上让 ±n 级衍射通过滤波孔, 经过成像透镜 7 后在像平面 8 上再现频率倍增 2n 倍的试件栅. 在像平面上放一标准参考栅(或变形前的试件栅). 当两栅的频率匹配时, 即可在相平面后观察到倍增的云纹条纹, 通过 CCD 采集到计算机.



1. Laser 2. Beam enlarger 3. Collimating lens 4. Object plane 5. Transforming lens 6. Spectrum plane 7. Image lens 8. Image plane 9. CCD

图 3 4f 光学滤波倍增光路
Fig. 3 4f Optical filter system



图 4 硅(111)面衍射谱
Fig. 4 Diffraction spectrum of a TEM image of Si(111)

在衍射谱上靠近中心的六个衍射点(图 4)中, 间隔的取三点, 让其通过时得到滤波后的原始试件栅如图 5(a), 分别让相对的两个点即 ±1 级通过

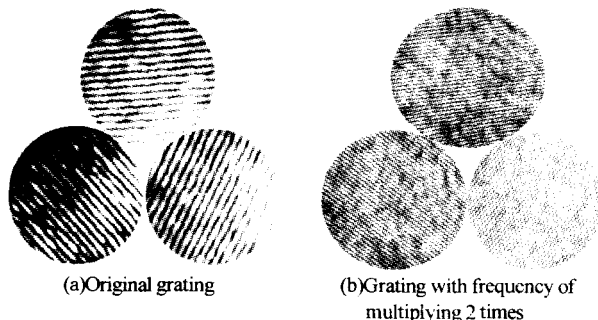


图 5 滤波后试件栅的栅线
Fig. 5 Specimen grating after filtering

时得到频率倍增 2 倍的试件栅, 栅线如图 5(b). 从图 5(b)中可以看到频率倍增 2 倍的试件栅相当于一个具有三个方向灵敏度的“光栅应变花”. 这三个方向两两夹角均为 120°.

像平面上频率倍增后的试件栅与放置在该平面上与其频率匹配的参考栅叠加干涉形成的云纹条纹即为倍增的云纹条纹.

实验时, 在放置参考栅的相平面处用一精密面内旋转台, 通过旋转台来提供参考栅的面内旋转, 使得单向参考栅先后分别与试件栅的三个方向栅叠加干涉形成三个方向的云纹条纹(云纹条纹形成示意如图 6, 为了简化, 将一个栅的主方向调整与 y 轴平行). 通过测量条纹间距的变化可以确定试件上某点三个方向的位移和应变的大小.

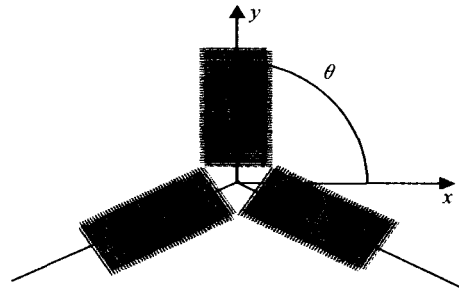


图 6 云纹条纹的形成示意图
Fig. 6 Schematic diagram of moiré fringes

$$u_n = \frac{N_i}{2M_0 n f}$$

$$\epsilon_n = \frac{M}{2nh_i f} \quad (i=1, 2, 3; \theta_i = 90^\circ, 210^\circ, 330^\circ) \quad (2)$$

其中, h_i 为 θ_i 方向上的条纹间距, M_0 为 TEM 放大倍数, n 为衍射级次, N_i 为 θ_i 方向上的条纹级数.

2 试验结果和应用

以倍增 2 倍的云纹条纹为例, 在单晶硅中, 其主要的滑移面或解理面是(111)面, 因此, 一般的说, 位错都处于(111)面上. 在本试验中发现有多处云纹条纹的交汇和中断之处, 它们对应于位错发生之处^[6], 如图 7 中的点 1. 图 7 的左下侧 A 区条纹消失, 周围条纹有扭曲和交汇, 进一步进行打电子衍射, 证实该区为非晶态夹杂. 这种夹杂造成了周围晶格的扭曲和变形, 存在非均匀残余应变场, 表现为

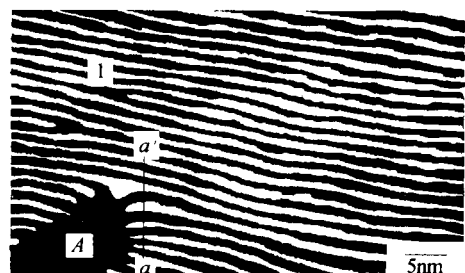


图 7 夹杂周围的云纹图
Fig. 7 Fringe pattern around an inclusion

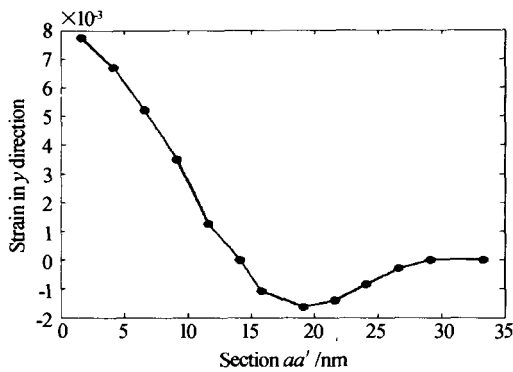


图 8 沿截面 aa' 上的应变分布

Fig. 8 Strain distribution along the section aa'

周围云纹条纹间距和方向发生变化. 图 8 为沿 aa' 截面上的 aa' 段 y 向应变分布.

3 结论

与传统的云纹法相比, TEM 纳米云纹法具有大视场、高灵敏度, 与傅里叶滤波倍增技术结合进一步提高了其位移测量灵敏度和空间分辨率, 使位移测量灵敏度达到亚纳米量级. 试验结果表明, 该方法除可以在纳米尺度上研究晶体的力学行为外, 还可以测量位错、夹杂等原子晶格缺陷.

参考文献

- Weller R, Shepard B M. Displacement measurement by mechanical interferometry. *Proc Soc for Experimental Stress Analysis*, 1948, **6**(1): 35~38
- 康新, 董尊良, 何小元. 显微栅线投影法用于微镜转角测量. *光子学报*, 2004, **33**(12): 1500~1502
- Kang X, Dong E L, He X Y. *Acta Photonica Sinica*, 2004, **33**(12): 1500~1502
- 苏俊宏. 长度测量中干涉条纹的自动识别技术研究. *光子学报*, 2003, **32**(5): 615~617
- Su J H. *Acta Photonica Sinica*, 2003, **32**(5): 615~617
- 周灿林, 亢一澜. 网络频域分析法在变形测量中的应用. *光子学报*, 2004, **33**(1): 93~95
- Zhou C L, Kang Y L. *Acta Photonica Sinica*, 2004, **33**(1): 93~95
- Guo M J, Xiao L X. Stress measurement of composite joint with pinhole using moiré interferometry. *Acta Materiae Compositae Sinica*, 1997, **14**(1): 122~126
- 王冬梅, 方如华, 张修银. 载波相移云纹干涉法研究. *光子学报*, 2001, **30**(11): 1376~1380
- Wang D M, Fang R H, Zhang X Y. *Acta Photonica Sinica*, 2001, **30**(11): 1376~1380
- Kishimoto S, Egashira M, Shinya N. Micro-creep deformation measurement by a moiré method using electron beam lithography and electron beam scan. *Opt Eng*, 1993, **32**(2): 522~526
- Dai F L, Xing Y M. Nano-moiré Method. *Acta Mechanica Sinica*, 1999, **15**(3): 283~288
- Xie H M, Kishimoto S, Asundi A, et al. In-plane deformation measurement using the atomic force microscope moiré method. *Nanotechnology*, 2000, **11**(1): 24~29
- Liu Z W, Xie H M, Fang D N, et al. A novel experimental technique - nano-moiré method with scanning tunneling microscope (STM). *Journal of Materials Processing Technology*, 2004, **148**: 77~82
- Qing X L, Qin Y W, Dai F L. Optical fringe multiplication in moiré interferometry. *Applied Optics*, 1995, **34**(31): 7291~7294

A Study on the Multiplication Technique of Nano-moiré Fringe

Liu Zhanwei, Xie Huimin, Fang Daining, Dai Fulong, Wang Weining, Fang Yan

Department of Engineer Mechanics, FML, Tsinghua University, Beijing 100084

Received date: 2004-06-28

Abstract A nano-moiré fringe multiplication method is proposed and used to measure nano-deformation of single crystal materials. The lattice structure of single crystal materials is captured by TEM (Transmission Electron Microscope) and acted as a specimen grating. An unidirectional grating fabricated on glass or film is selected as a reference grating. The formation principles of TEM nano-moiré fringe, the relationship between TEM magnification and grating frequency, as well as displacement and strain measurement method are discussed. A nano-moiré fringe pattern can be reproduced in a 4f optical filter system with a specimen grating and a prepared reference grating. By selecting the reference grating with specific frequency and utilizing different diffraction order, a multiplying moiré fringe pattern can be obtained. The results illustrate that this technique can be used to measure deformation in nano-scale. This method is especially useful in the measurement of inhomogeneous displacement field, and can be utilized to reveal nano-mechanical behavior such as dislocation and atomic bond failure.

Keywords Nano-moiré method; Multiplication technique; Crystal lattice



Liu Zhanwei was born in 1973, and received his master degree in Department of Engineering Mechanics from Inner Mongolia Polytechnic University in 2001. Currently he is studying at Department of Engineering Mechanics in Tsinghua University for doctor degree. His research field is photomechanics.