

文章编号:1001-4888(2005)01-0051-06

氧化铝多孔膜变形的时间序列散斑干涉法检测^{*}

柳兆涛^{1,2}, 缪 泓¹, 辜 萍¹, 刘 罡¹, 伍小平¹

(1. 中国科学技术大学 力学与机械工程系, 合肥 230027; 2. 合肥工业大学 土木建筑工程学院, 合肥 230009)

摘要: 本文通过鼓膜实验, 利用双光束电子散斑干涉技术(ESPI)和时间序列的散斑干涉法, 首先对纯铝试样鼓膜变形进行测量, 并结合薄板小挠度理论计算了纯铝的弹性模量, 结果与弹性模量的参考值基本相同, 表明该测量变形的的方法精确可行。在此基础上对二步阳极氧化法制备的氧化铝多孔膜试样的鼓膜变形进行了检测, 变形检测结果为进一步研究氧化铝多孔膜的力学性能及其与微观结构的关系提供了依据和基础。

关键词: 氧化铝多孔膜; 时间序列散斑干涉; 鼓膜实验; 力学性能分析; 变形检测

中图分类号: O348

文献标识码: A

1 引言

膜科学与技术的发展促进了膜制备、表征和应用, 并使其受到极大的关注和深入研究^[1,2]。尤其是随着纳米技术和 MEMS 技术的出现和发展, 膜越来越多地应用于纳米器件组装和 MEMS 的重要组成部分^[3]。高纯铝片经过二步阳极氧化可制得孔径在 5~200 纳米之间、呈规则六角形有序排列的直通孔的氧化铝薄膜, 纳米孔相互平行, 贯通整个基体且与基体表面垂直, 薄膜厚度在几百纳米到几百微米之间。阳极氧化铝薄膜具有良好的化学、电磁、机械和热稳定性能。这种结构特征和性能特点使其可应用于物质分离、纳米器件的组装和 MEMS 的薄膜构件等方面。薄膜的力学性能对其构成的组件的可靠性、稳定性和寿命具有决定性的影响。而由于薄膜低维尺度效应的缘故, 由相同化学组分的宏观块体得出的理论与公式已不适用薄膜低维材料^[4,5]。因此, 进行氧化铝多孔薄膜的力学性能的测试, 探寻力学性能和其微观结构的关系, 指导制备特定性能的薄膜具有重要的理论意义和应用价值。然而有关阳极氧化铝多孔膜的力学性能及其与微观结构的关系的研究报道却很少见。

本文通过在自行研制的鼓膜实验装置上进行圆形试样的鼓膜实验, 利用双光束电子散斑干涉技术, 和时间序列的散斑干涉变形检测方法, 首先对弹性模量已知的纯铝的圆形试样中心点的鼓膜变形进行了测量, 利用板壳理论中的薄板小挠度理论公式对纯铝的弹性模量进行了计算, 结果与纯铝的弹性模量参考值基本相同。在此基础上, 对二步阳极氧化法自行制备的氧化铝多孔膜试样的鼓膜变形进行检测, 测量了不同载荷作用时的氧化铝膜多孔膜的变形, 为进一步研究氧化铝多孔膜的力学性能、建立力学性能和微观结构的关系以及指导氧化铝多孔膜的改性制备提供了依据和基础。

2 实验装置设计及实验过程

在适当温度、电压和浓度的酸性电解液里, 把经过退火抛光的高纯铝片进行二步阳极氧化制备获得

^{*} 收稿日期: 2004-03-24; 修订日期: 2004-09-07

基金项目: 国家自然科学基金(项目编号: 10302026)

通讯作者: 柳兆涛(1973-), 男, 中国科学技术大学力学与机械工程系博士生, 合肥工业大学土木建筑工程学院讲师, 目前主要研究方向是光测实验技术研究与应用、材料力学性能研究。E-mail: lzthf@mail.ustc.edu.cn

圆形氧化铝多孔膜试样。本文研究的氧化铝多孔膜试样的直径为 20 毫米,厚度约为 75 微米,通孔孔径约为 50 纳米,周围有残留铝支撑。其微观结构如图 1 所示。

鉴于氧化铝多孔膜硬且脆的性能特点和制备的试样结构特征,本文采用鼓膜法结合电子散斑干涉法进行薄膜变形检测。自行研制的鼓膜实验装置由氧化铝多孔膜的夹持装置、加载系统、测压系统和散斑图的采集系统组成。薄膜装夹装置由中心有 10 毫米通孔的端盖和气室构成;加载系统包括气罐、气路和气阀;测压系统由气体压力传感器、模数转换器(A/D)及数显表组成;散斑图的采集系统由数字式 CCD 和图像采集卡及计算机构成。鼓膜实验装置及双光束散斑干涉光路系统如图 2 所示。

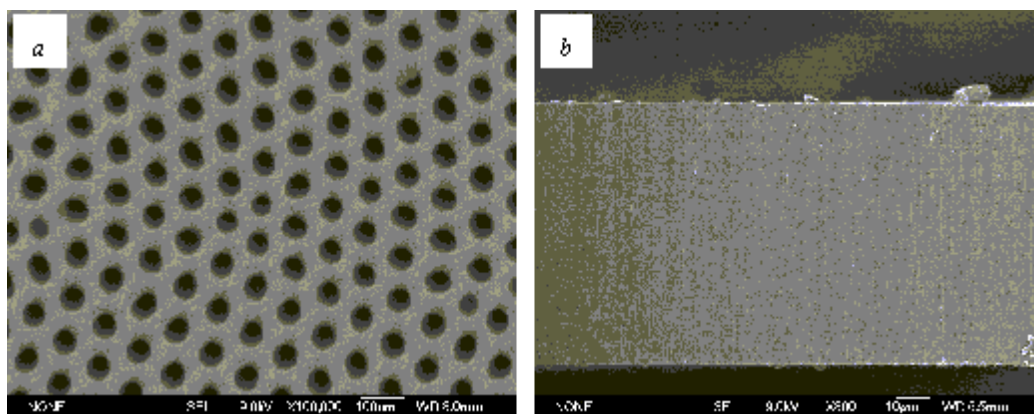


图 1 氧化铝多孔膜试样的扫描电镜图:(a)正面(b)侧面

Fig. 1 SEM image of porous alumina membrane (a) Obverse (b) Profile

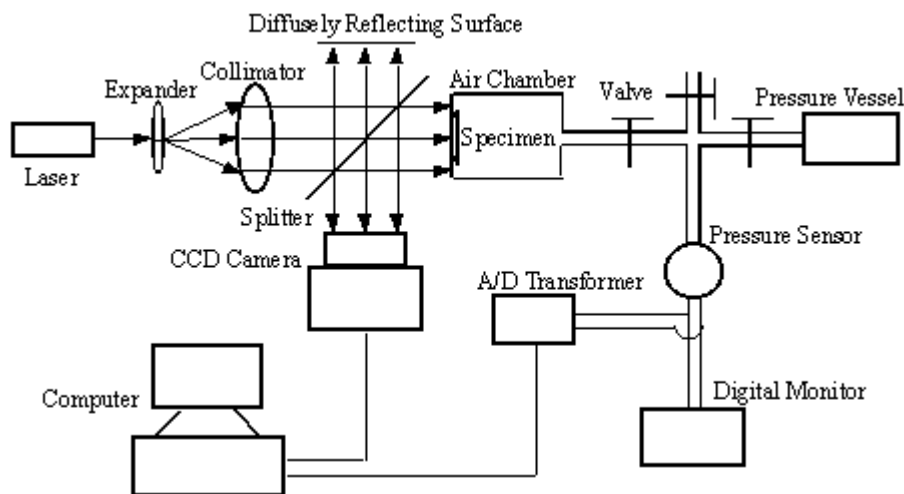


图 2 鼓膜实验装置和双光束散斑干涉光路系统示意图

ig. 2 Schematic of bulge testing setup and out of plane displacement measurement system

实验时,首先调整实验光路和各部分系统。将纯铝片试样或阳极氧化铝多孔膜试样四周紧固粘结在端盖的通孔上,将端盖与气室密封装配。其次,调解气体阀门以适当的加载速率进行连续准静态加载,由测压系统进行压力信号实时检测。同时,散斑采集系统以与加载速率相适应的频率(0~30frames/sec)采集一时间序列的散斑图。最后,将采集的一系列的散斑图和与其对应的压力数据等实验数据存储以备进行时间序列的散斑干涉法处理。

3 实验数据处理

散斑干涉计量技术是根据受相干光照射的物体表面自然形成的或人工制成的散斑的运动规律实现对物体表面位移和变形及表面形貌的检测。当相干光照射在连续变形或位移的漫反射物体表面,在与参考光形成干涉的接受面上就会产生随时间变化的干涉散斑场。通过对这一干涉散斑场的时域分析,

可实现时变的大变形场的定量检测。时间序列散斑干涉法^[6-8]是最近提出来的,并得到了较快发展。该方法可实现对时变变形场的大变形的高精度检测,具有全场性、非接触性、测量变形范围大、测量高精度和数据采集简单等特点。实验采取连续加载,薄膜试样产生时变变形,实验数据采用时间序列散斑干涉法进行处理。

双光束散斑干涉中物光和参考光在 CCD 靶面上形成的时变散斑场的强度可描述为

$$I(x, y, t) = I_0(x, y, t) + I_m(x, y, t) \cos \varphi(x, y, t) \quad (1)$$

式中 $I_0(x, y, t)$ 和 $I_m(x, y, t)$ 分别是干涉场的平均光强和调制函数, $\varphi(x, y, t)$ 是与物体表面位移或变形有关的时变相位函数。干涉散斑强度随时间变化情况如图 3 所示。实验光路中,物面随时间发生连续单调离面位移,CCD 靶面上的散斑光强随时间发生变化。当物面上一点两个时刻之间产生 $\lambda/2$ 相对离面位移时,双光束间的光程差刚好等于 λ ,干涉散斑光强发生一个周期的变化,即散斑光强每周期变化一次,与干涉散斑对应的物面上的点就产生二分之一波长 $\lambda/2$ 的变形。所以物面产生变形或位移与散斑光强变化周期的对应关系可表示为

$$\Delta W(x, y, t_{ij}) = (\lambda/2) \cdot (n + \Delta n) = (\lambda/4) \cdot (m + \Delta m_1 + \Delta m_2) \quad (2)$$

式中, n 为整数周期; $0 < \Delta n < 1$ 为分数周期; m 为整数半周期; $0 < \Delta m_1, \Delta m_2 < 1$ 为分数半周期。相邻光强波峰和波谷对应四分之一波长 $\lambda/4$ 的位移。因此,对一时间序列的散斑干涉图,逐点获取散斑强度变化信息,统计强度变化周期数,即可得到各点的位移或变形。

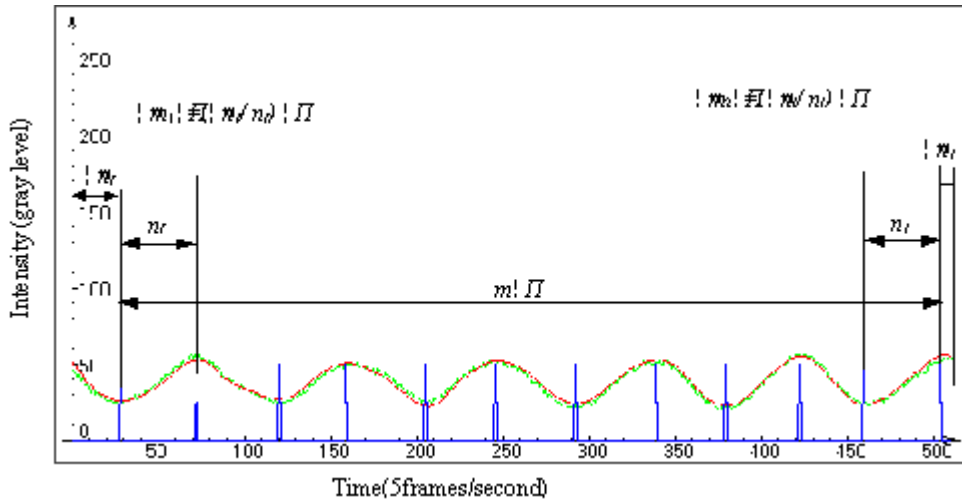


图 3 干涉散斑光强随时间周期变化示意图

Fig. 3 Intensity distribution curve with gray levels of temporal sequence speckle pattern

在一系列的时间序列的散斑图中读取中心点的散斑光强,对光强变化曲线进行低通滤波去除噪声,对滤波后的曲线进行求导运算,导数为零的点即为变化曲线的波峰和波谷,相邻波峰波谷之间为一个半周期,对应着四分之一波长的变形,统计半周期个数 m 。如图 3 所示。在初始段和截止段的非整数半周期分别以(3)(4)式进行计算

$$0 \leq \Delta m_1 = \frac{\Delta n_f}{n_f} \leq 1 \quad (3)$$

$$0 \leq \Delta m_2 = \frac{\Delta n_i}{n_i} \leq 1 \quad (4)$$

式中 $\Delta n_f, n_f, \Delta n_i, n_i$ 分别为散斑光强曲线上起始点到第一个导数为零点的距离,第一个半周期的长度,最后一个导数为零的点到终点的距离,最后一个半周期的长度。在准静态在加载条件下,试样鼓膜变形缓慢,非整数半周期可以这样近似确定。所以,终点时刻相对于起点时刻产生的相对变形即为

$$\Delta W = (m + \Delta m_1 + \Delta m_2) \cdot \lambda/4 \quad (5)$$

同样可以对一时间序列的散斑图逐点进行变形计算。在一时间序列的散斑图直线上各点和全场各

点的相对变形分别为

$$\Delta W_i = (m_i + \Delta m_{i1} + \Delta m_{i2}) \cdot \lambda/4 \quad (6)$$

$$\Delta W_{ij} = (m_{ij} + \Delta m_{ij1} + \Delta m_{ij2}) \cdot \lambda/4 \quad (7)$$

本文首先对纯铝(纯度 99.999w%)的圆形试样进行了鼓膜实验,检测了中心点变形,在弹性小变形阶段,利用各向同性连续介质的薄板小挠度变形计算公式(8),式中 W, q, R

$$w = \frac{q}{64D}(R^2 - r^2)^2 \quad D = \frac{Eh^3}{12(1 - \nu^2)} \quad (8)$$

r, E, h 分别为离面位移、均布载荷、圆形试样的半径、任意点到圆心的距离、弹性模量,计算了纯铝的弹性模量,并和纯铝的弹性模量的参考值进行了比较,结果表明两者基本相同,如表 1 所示。圆形纯铝试样的直径为 $2R=10\text{ mm}$,厚为 $h=234.50\mu\text{m}$,泊松比为 $\nu=0.31$,弹性模量参考值是 69 GPa 。其加载曲线和中心点的离面位移曲线如图 4,图 5 所示。纯铝片试样的鼓膜变形的测量和弹性模量的计算结果表明,通过鼓膜实验,利用时间序列散斑干涉法可方便地高精度地实现试样鼓膜离面变形的检测。变形测量的精度为四分之一相干光波长,引起测量误差主要是周围环境的震动噪声、光噪声及电噪声,这些干扰可能导致散斑周期统计的误判,这些误差可以通过改善实验环境条件及数据处理程序中设置适当的判据条件来减小或消除。

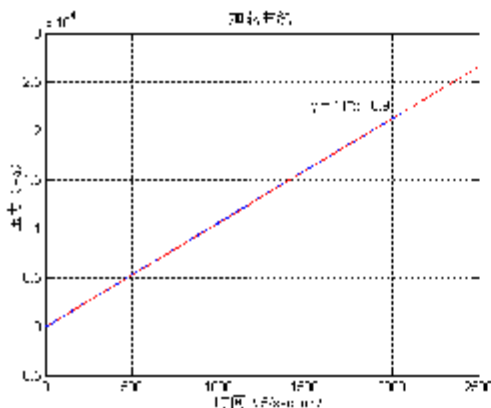


图 4 纯铝试样的加载曲线

Fig. 4 Load curve on aluminum specimen

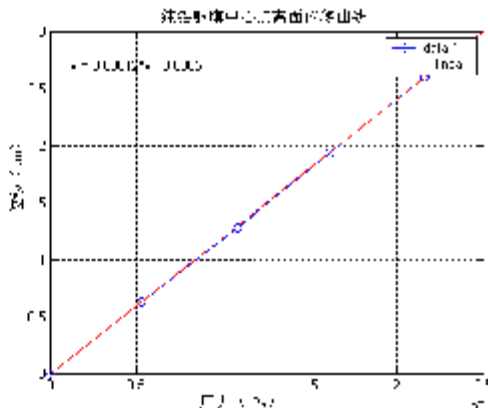


图 5 纯铝试样中心点的压力位移关系图曲线

Fig. 5 Center load—displace curve of aluminum specimen

表 1 纯铝杨氏弹性模量的鼓膜法测量结果

Table 1 Measurement modulus elasticity of pure aluminum in bulge testing

均布压力 (Pa)	中心点离面位移 (μm)	计算弹性模量 (GPa)	平均值 (GPa)	参考值 (GPa)
5294	0.6249	69.15	68.49	69
10772	1.2768	68.86		
16159	1.9372	68.08		
21621	2.6004	67.86		

在纯铝试样变形检测的基础上,对自行制备的直径 10 mm 、厚度为 $77.46\mu\text{m}$ 的氧化铝多孔膜进行了鼓膜实验,采集了一时间序列的干涉散斑图及其对应的压力等实验数据。利用时间序列散斑干涉法分别上计算了圆形薄膜试样在不同压力下的鼓膜变形,如图 6 所示。

4 结论和讨论

本文通过时间序列的双光束散斑干涉图的光强变化周期的分析,得到了时间序列散斑光强变化周期与离面位移的关系。在自行设计的鼓膜实验装置上,通过对纯铝试样的鼓膜变形测量和弹性模量的

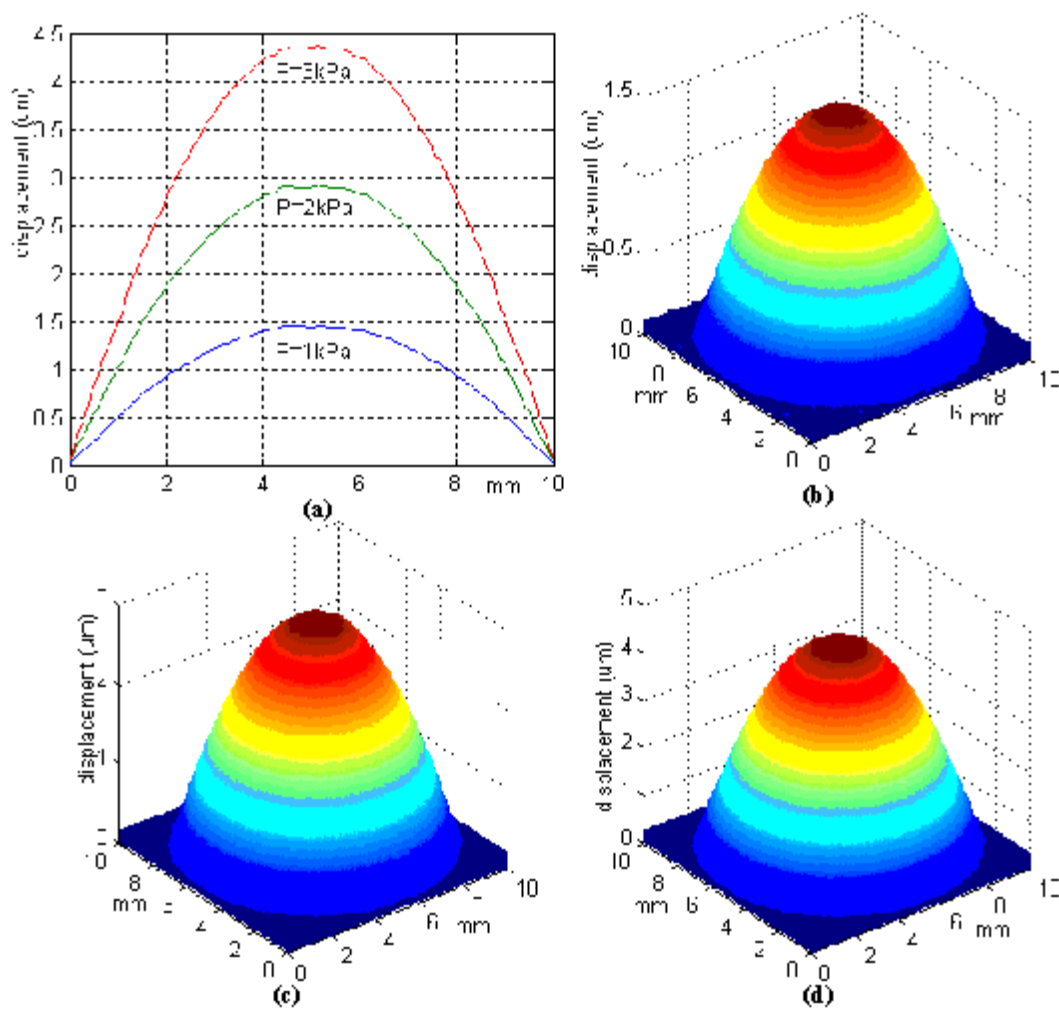


图6 氧化铝多孔膜试样在不同均布压力时的鼓膜变形曲线:(a)试样中心线上各点分别在1,2,3kPa均布压力作用时的位移曲线;(b),(c),(d)分别为试样在1,2,3kPa均布压力作用时的鼓膜变形曲面

Fig. 6 Bulging displacement diagram of alumina specimen under various uniform pressures

(a) Centro-symmetric section displacement curves of alumina specimen under various pressure; (b), (c), (d) 3-D plots of out of displacement field of alumina porous membrane under uniform pressure 1kPa, 2kPa, 3kPa, respectively

计算,结果表明时间序列散斑干涉法可用于鼓膜变形测量,精度高且方便易行。在此基础上,对自行制备的阳极氧化铝多孔膜进行了鼓膜实验,利用时间序列散斑干涉法进行了变形检测,获得了氧化铝多孔膜的变形与压力的关系,实现了对氧化铝多孔膜鼓膜变形的高精度变形检测。氧化铝多孔膜的变形检测,为进一步研究氧化铝多孔膜的力学性能及其与微观结构的关系提供了依据。变形测量的精度为四分之一相干光波长,氧化铝多孔膜鼓膜变形测量中引起测量误差主要是周围环境的震动噪声、光噪声及电噪声,可能导致散斑周期统计的误判,这些误差可以通过改善实验环境条件及数据处理程序中设置适当的判据条件来减小和消除。

参考文献:

- [1] Thompson G E. Porous anodic alumina: fabrication, characterization, applications [J]. Thin Solid Films, 1997, 297: 192~201
- [2] Yakovleva N M, Yakovlev A N, Chupakhina E A. Structural analysis of alumina films produced by two-step electrochemical oxidation [J]. Thin Solid Films, 2000, 366: 37~42
- [3] 何小元, 康新, 衡伟. 微电子与微机械系统中的现代光学测试技术 [J]. 机械强度, 2001, 23(4): 447~451(He

- Xiaoyuan, Kang Xin, Heng Wei *et al.* Advanced optical measurement technology in the semiconductor and MEMS. Journal of Mechanical Strength, 2001, 23(4): 447~451 (in Chinese))
- [4] 任凤章, 鞠新华, 周根树. 鼓泡法薄膜力学性能测试的研究现状 [J]. 稀有金属材料与工程, 2001, 30(10): 321~325 (Ren Fengzhang, Ju Xinhua, Zhou Genshu *et al.* Current Status and prospects of bulge experiments for thin film behavior testing. Rare Metal Materials and engineering. 2001, 30(10): 321~325 (in Chinese))
- [5] 陈隆庆, 赵明喈, 张统一. 薄膜的力学测试技术 [J]. 机械强度, 2001, 23(4): 413~429 (Chen Longqing, Zhao Minghao, Zhang Tongyi. The testing method of mechanical properties of thin films. Journal of Mechanical Strength, 2001, 23(4): 413~429 (in Chinese))
- [6] Joenathan C, Franze B, Haible P *et al.* Speckle interferometry with temporal phase evaluation for measuring large—object deformation [J]. Appl. Opt. , 1998, 37(13): 2608~2614
- [7] Li Xide, Tao Gang, Yang Yizhang. Continual deformation with scanning phase method and time sequence phase method in temporal speckle pattern interferometry [J]. Optics & Laser Technology, 2001, 33(1): 53~59
- [8] Xide Li, Ai—Kah Soh, Bin Deng *et al.* High—precision large deflection measurements of thin films using time sequence speckle pattern interferometry [J]. Meas. Sci. Technol., 2002, 13: 1304~1310

Investigation on Bulge Deflection Measurement of Porous Alumina Membranes using Temporal Sequence Speckle Pattern Interferometry

LIU Zhao-tao^{1,2}, MIAO Hong¹, GU Ping¹, LIU Gang¹, WU Xiao-ping¹

(1. Department of Mechanics and Mechanic Engineering, University of Science and Technology of China, Anhui 230027, China; 2. Hefei University of Technology, Anhui 230009, China)

Abstract: The dimensions of the porous alumina membranes studied are 10 mm in diameter, 75 μm in thickness and the array of perforation holes are regular hexagons with 50 nm in diameter. Their fine structure and chemical, mechanical and thermal stability make it very useful as a filter to separate the small grains from mixed liquid. Unfortunately, the significant macro—mechanical properties of porous alumina thin membrane are reported scarcely and have to be investigated for reliable application. Firstly, the porous sample was fabricated and its dimensions and microstructure were characterized. Then the bulging deformation and the Young modulus of the pure aluminum sample were measured by time sequence speckle pattern interferometry with high precision and the results are in great agreement with the given material reference parameters. Lastly, the temporal speckle pattern interferometry was used to investigate successfully the large deflection of Porous alumina membranes loaded by perpendicularly uniform pressure. The bulging deflection of the porous alumina membrane sample was acquired. The results lay a good foundation for further study on the mechanical properties of porous alumina membrane and their relation with microstructure.

Key words: porous alumina membrane; temporal sequence speckle interferometry; bulge test; mechanical properties analysis; deflection measurement