

文章编号: 1001-4888(2006)04-0427-12

基于光学和扫描显微平台的微尺度 实验力学检测技术和装置研究^{*}

李喜德, 杨 燕, 魏 成, 彭 云, 张 钊

(清华大学 工程力学系 FML, 北京 100084)

摘要: 本文基于光学和扫描显微平台, 介绍了本研究组在微尺度实验力学检测技术和设备方面的最新研究成果。在检测技术方面涉及显微散斑干涉技术、微标记阵列检测技术、晶粒变形分析技术、光学探针动静态变形分析技术; 在检测系统和装置方面介绍了新近开发的双视场薄膜检测系统、散斑微干涉系统、微标记检测平台、AFM 和 SEM 单轴拉伸装置、三维微定位与加载系统、微力传感器及其标定装置、微动平台驱动装置等。探讨了微尺度实验力学检测中的问题和新的检测技术, 给出了一些典型的应用和相关装置。

关键词: 微光学干涉; 扫描显微镜; 变形测量; 微尺度对象; 动态测试; 力学性能

中图分类号: TN247; O438; TB96; O348; O733

文献标识码: A

0 引言

随着微电子、集成微光机电系统、表面工程、生物和医学材料等的飞速发展, 使得其应用和开发的结构和器件的特征尺寸越来越小。正确测量和评价这些结构和器件的力学行为, 以及由此引发的微-纳米尺度下材料的力学性能研究是目前理论界和工程技术界普遍关注的前沿问题之一, 也是发展微-纳米尺度力学研究的基础。但是, 相对于微尺度条件下的解析分析、数值计算与仿真模拟, 微尺度实验技术在需要完整、清晰的基本原理和理论的同时, 还需要借助基本的检测技术和检测平台, 而目前这两方面的发展却非常有限。因此在现有的条件下, 研究和发展微尺度实验技术、方法和设备是急需解决并具有挑战性的问题。

就力学性能检测而言, 人们迫切需要了解微尺度器件和材料的多类力学行为以及在微尺度系统工程中的一些关键力学性质, 如在宏观连续介质力学中所熟知的弹性模量、屈服强度、破坏强度, 在微尺度系统中的表面性质、粘着特性等, 尤其是微尺度下这些力学参数的变化。目前, 在微小尺度结构和器件的力学行为全场检测中最典型的检测平台可分为两类: 其一为基于电子束或探针的扫描显微平台, 如扫描电子显微镜 (SEM)、原子力显微镜 (AFM) 和扫描隧道显微镜 (STM)^[1,2]; 其二则为光学显微平台^[3-5]。对于扫描显微平台, 检测系统具有极高的空间分辨率 (SEM: 5~10nm, 聚焦深度~100nm; AFM: ~0.1nm, 深度分辨 0.01nm; STM: ~0.1nm, 深度分辨优于 0.01nm), 因此在对微结构和器件进行局部结构或形貌检测中具有明显的优势。但是由于其采用扫描方式, 比较适用于静态或准静态测量, 同时 AFM、SEM 和 TEM 检测需要特殊的环境和检测表面, 尤其 SEM 检测有电子束的强烈辐照, 使其

^{*} 收稿日期: 2005-08-24; 修订日期: 2006-07-12

基金项目: 国家自然科学基金项目 No. 10372049、No. 10572071、No. 10232030; 国家重点基础研究发展计划 2004CB619304 及清华大学强度开放基金等的资助

通讯作者: 李喜德 (1964—), 男, 博士, 教授。主要研究方向为微纳米力学, 实验固体力学。E-mail: lixide@tsinghua.edu.cn

在应用中受到了一些限制。光学显微平台具有中等空间分辨(30~50nm), 有较大的视场(~mm), 无损和开放的检测环境, 适合动静态检测和复杂的加载环境, 目前已在微尺度结构和器件的全场检测中逐渐引起重视。

从尺度上来讲, 目前以微制造技术所生产和制造的微结构及器件, 其特征尺寸基本在微米到毫米范围($x \sim xxx \mu\text{m}$)。这一尺度和微、纳米尺度相比是一个较大的尺度范畴, 因此我们将其称为微尺度(micro scale)或微小尺度(tiny scale)。显然, 光学显微平台所具有的中等空间分辨特点和较大的视场范围, 非常适合用于具有这一特征尺度的结构和器件的力学行为和性能研究。但是和以往的观察不同, 基于光学显微平台的全场检测要给出的是检测对象结构或运动状态变化的定量信息。因此, 基于干涉模式和数字强度分析模式是目前基于光学平台的两种最主要的计量方式^[6]。

关于微尺度实验检测技术、方法、设备和应用研究已有许多的报导。若从检测技术归纳起来可以分为: 微纳米压痕检测^[7-12]、弯曲检测^[13-19]、拉伸检测^[20-28]、振动检测^[29-31]等等。其中微纳米压痕检测方法比较单一, 主要有常规的通过载荷一位移曲线测量材料的确定硬度和模量方法和硬度、模量随压痕深度变化的连续刚度测量法。而在弯曲检测技术中则包含了微桥检测方法、鼓膜方法、薄膜及薄板弯曲法以及微悬臂检测等。对于拉伸检测则包含了自持膜拉伸(free-standing film)检测技术和带基底检测技术。纵观这些检测技术和方法, 如下几个典型的微尺度实验具有重要的代表性。它们是 Stolken 的薄膜弯曲实验^[15], Fleck 等人的拉伸和扭转实验^[20], Sharpe 的衍射法薄膜变形检测^[21], Haque 等人完成的基于芯片上的微尺度薄膜拉伸实验^[23], 以及 Yu 的多壁碳纳米管拉伸实验等^[27-28]。在这些微尺度实验中, 一方面它们揭示了材料中存在明显的尺度效应, 另一方面, 这些实验分别体现了宏观的材料力学检测模式和微观的集成微制造检测模式。当然除了这些经典的微尺度实验, 其它相关的微尺度实验以及最近一些基于探针平台的微纳尺度实验更为微纳米检测技术增添了新的内容, 限于篇幅, 仅提供一些参考文献供参考^[32-41]。

本文将从检测方法、技术和设备研制等内容出发, 详细介绍我们在微尺度实验领域的研究结果, 涉及微尺度检测条件下的全场光学检测技术及其限制, 基于光学显微环境下的光场特性, 基于扫描显微平台(AFM、SEM)的检测技术及检测特性, 以及在微尺度检测下一些可能的新的检测方向与方法。最后介绍不同的微尺度检测方法和技术在微桥、薄膜、微电子器件、多晶材料、生物材料等领域的应用和相关的设备研制。

1 微尺度对象力学性能检测技术和方法研究

无论是开展微尺度力学理论研究还是开展微尺度器件、材料和结构等的研究, 其关键问题之一在于研究具有微米或亚微米空间分辨的检测方法和技术。对于金属和合金材料, 基于晶粒尺度的材料优化和制造, 其特征尺度均在微米到亚微米尺度, 而对复合材料界面、低维薄膜力学性能、微电子器件结构失效等等, 都需要微米和亚微米尺度的观察和检测。

1.1 基于光学显微平台的检测方法和技术研究

在检测对象的特征尺寸从毫米到数十微米量级时, 光学显微平台是微尺度实验检测中首选的检测平台。原因在于光学平台在这一尺度可以提供完整的检测视场, 实时的观测和变形场记录, 合适的空间分辨率和加载环境, 以及可借鉴的宏观检测技术等。因此无论是漫射还是镜面微尺度检测对象都可通过这一平台进行测量。

1.1.1 散斑干涉微尺度检测方法

散斑技术以其广泛的适应性、不接触、不介入和数字化等特点, 在现代光学无损和高精度计量领域中占有重要的地位。尤其是将其和显微光学系统、数字图像系统相结合以后, 已被广泛地应用于微尺度对象的动静态力学性能检测。如初期的等厚显微干涉、长工作距离显微 ESPI 检测、显微数字散斑相关等等^[3-4, 42]。通常显微散斑干涉从系统上可以采用三种基本方式, 即 Michelson、Mirau 和 Linnik 方式^[6], 其中 Michelson 方式具有较大的数值孔径和方便的相移机构, 因此适合较大的视场。但由于棱镜结构外置于检测试件与镜头之间, 因而系统一般不具有较大的放大倍数。Mirau 系统具有紧凑的结构

和适中的放大倍数,但其数值孔径由于参考屏的存在而变得较小。显然 Linnik 方式具有前两种方式的共同优点,但结构较为复杂,调整比较困难。图 1 为基于 Linnik 显微光学系统建立的微散斑干涉微尺度测量系统光路示意图^[43]。该系统通过应用 Linnik 显微光路可提供适中的视场范围(从亚毫米到几十微米)、较高的空间分辨率(从 $1.5\mu\text{m}$ 到 $0.35\mu\text{m}$)和较长的工作距离(从 22mm 到 0.7mm),并可通过应用镜面干涉、电子散斑干涉、时间序列散斑干涉和相移等四种方式,对检测对象的位移和变形场进行解调。目前已被用于微桥、薄膜、细丝、微电子器件等微尺度对象的动静态力学性能检测。如图 2 为应用该系统获得的微桥弯曲变形的 ESPI 条纹图和相应的力和挠度曲线。

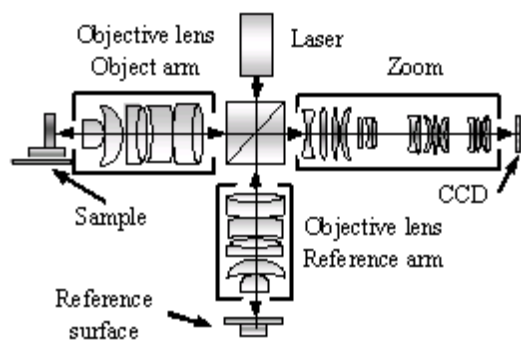


图 1 微散斑干涉光路示意图

Fig. 1 The schematic diagram of the speckle microinterferometer

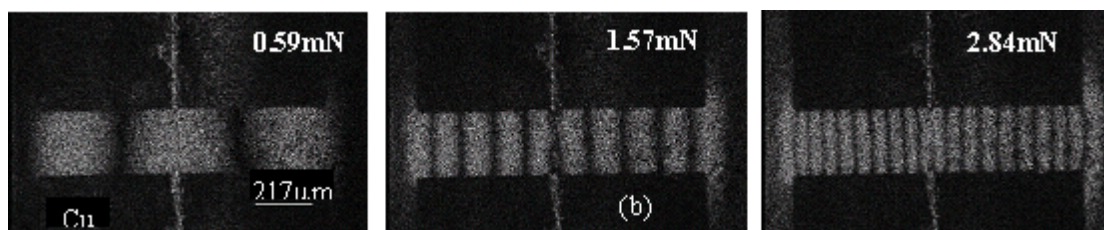
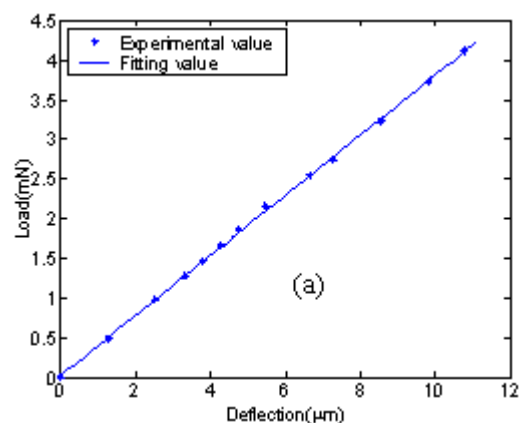


图 2 微桥在弯曲测量时的 ESPI 条纹及所对应的力-挠度曲线

Fig. 2 ESPI fringes in the bending test of the microbridge and the corresponding load versus deflection curves. The dimension of the microbridge sample is $1102.9\mu\text{m} \times 364.3\mu\text{m} \times 9.4\mu\text{m}$.

1.1.2 微标记变形检测方法

由于微尺度对象在空间尺度方面的限制,其变形的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检测微区域自身的变形,因而使得微区域位移“淹没”其中而无法分辨。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,可以方便地通过制栅、印刷各种标记等方法获得所需要的标记阵列。而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,这在微小尺度检测条件下是很不方便的,需要特别的材料和复杂的制作工艺。

显然微标记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。本研究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 $10\mu\text{m}$ 到 $50\mu\text{m}$ 不同厚度镍膜表面制作了微压痕阵列,研究了相关的微标记变形计算方法,探讨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 (EDM) 在 $20\mu\text{m}$ 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^[44,45]。如图 3 为由微放电技术在 Ni 膜薄表面制作的微孔洞缺陷,直径为 $140\mu\text{m}$,在缺陷附近预制的阵列微压痕深度为 $0.8\mu\text{m}$,试件承受单向拉伸变形,载荷为 73.5N 。图 4 为相应的微区域压痕变形图及其位移矢量图。

由于在微标记检测中,其检测范围和精度受到检测系统和微标记尺度的控制,因此合适的检测系统和微标记尺寸是检测中需要仔细考虑的问题。事实上应用目前的微压痕仪,如 MTS 的 Nano Indenter,可以方便地压出横向尺度从亚微米到数十微米大小的锥形标记。如选用光学显微系统,可以使用微米尺度的压痕标记,若选用 AFM 或 SEM 显微平台,则可选用亚微米一下微标记阵列。在我们的检测中分别选择了对角线长度为 $2.4\mu\text{m}$ 、 $3.8\mu\text{m}$ 、 $6.0\mu\text{m}$ 和 $7.5\mu\text{m}$ 四种微标记阵列在光学显微镜中进行研究。为了获得标记区域的微变形场,适当的光学系统放大、不同的图像处理与识别技术,获得了不同载荷下微空洞附近的变形场分布。在该实验中其位移检测精度在 $0.196\mu\text{m}$ 。关于更具体的介绍请参见参考文献[44]。

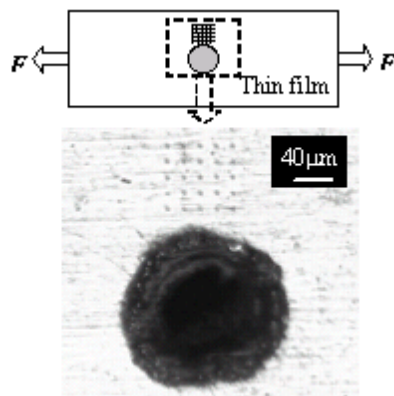


图 3 微压痕阵列和用 EDM 制作的微孔洞缺陷
Fig. 3 Microindentation array and microcavity defect produced by EDM

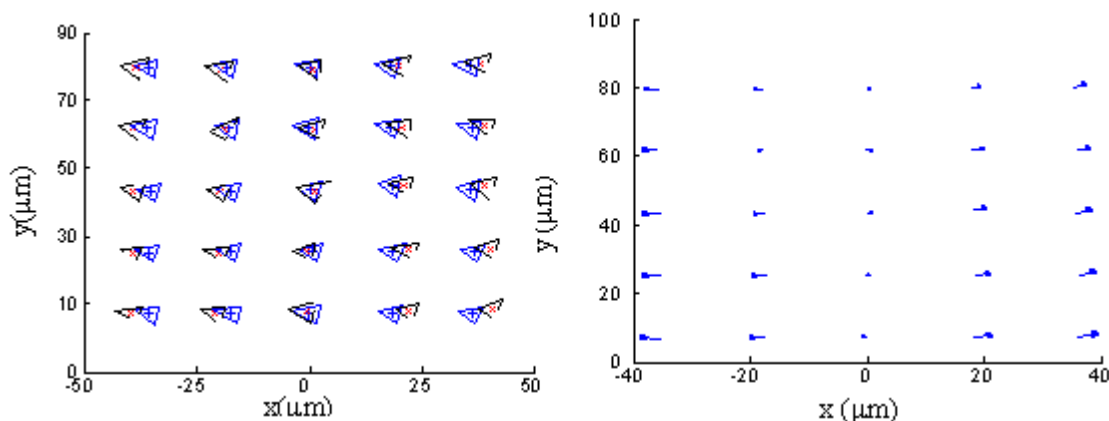


图 4 利用微标记阵列法获得的微区域压痕变形图及其位移矢量图

Fig. 4 Two-dimensional microregion deformation maps displayed by the mark array and displacement vector

1.1.3 光学探针微尺度检测方法

探针扫描技术的出现,为原子尺度的测量提供了可能。将探针变形及相互作用技术和微尺度光学干涉技术相结合,提出了基于全场光学实时检测的光学探针微尺度检测技术。在这一技术中,微尺度全场光学干涉检测可以同时提供微尺度检测对象的变形信息和加载探针的微力数值,而探针加载单元则为检测对象提供外力加载。其中探针加载单元为由压电陶瓷驱动器提供的一套单晶硅悬臂探针和平板探针,它可实现对微尺度对象的夹持、加载,从而完成其力学性能检测。如图 5 为光学探针检测时两种典型的检测光路。其中图 5(a)为通过 ESPI 系统同时测量探针和检测对象的变形,而图 5(b)则只测量探针的变形。由于在检测之前探针已经被标定,因此通过探针的弯曲变形即可获得所施加的微载荷数值。在实际应用中,根据单晶硅材料性能稳定且各种力学参数已知的特点,可选择[111]向 P 型单晶硅材料制作厚度和横向尺度不同单晶硅悬臂探针,实现微尺度对象的加载和微力测量。目前的工作已建立起光学探针检测平台,给出了探针加载结构的动静态变形分析及其在动态测试时微干涉光场的强度变化规律。其中探针系统可提供的微载荷亦可达数微牛量级,动态频率响应在几千赫兹,主要取决于所用探针的材料、几何结构和尺度等。图 6 分别为应用光学探针检测系统,对集成电路芯片级内引线静态键合强度、低周疲劳寿命进行检测及单根天然蚕丝拉伸变形分析等。探针技术的研究将为微、纳尺度材料和器件的直接测量和操纵提供新的研究方向。更详细的研究工作参见文[46]。

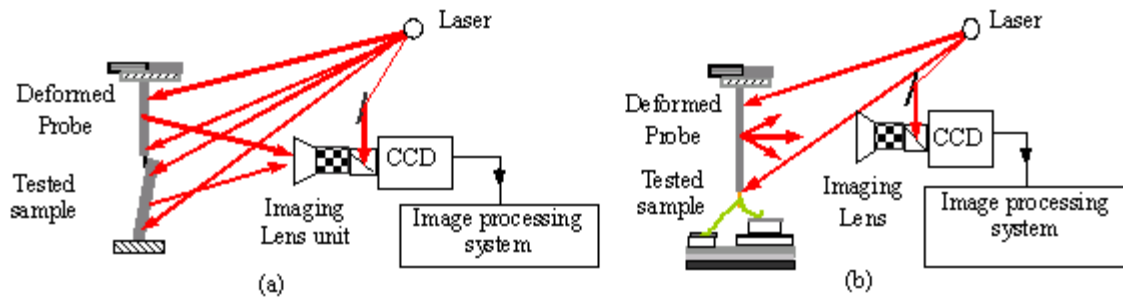


图5 光学探针测量系统示意图 (a)探针物体同时测量;(b)仅测量探针变形

Fig. 5 Measurement configurations of the optical probe stage. (a) Probe and microobject are measured simultaneously in the same ESPI system; (b) Only probe's deflection is measured with the ESPI system

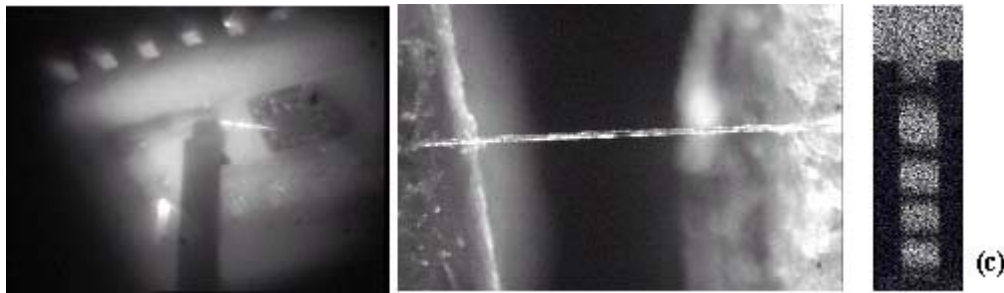


图6 (a)探针平台用于IC芯片级热压键合引线强度和疲劳检测,Au引线直径 $28\mu\text{m}$; (b)探针平台用于单根蚕丝拉伸实验,蚕丝直径 $20\mu\text{m}$; (c)探针变形条纹

Fig. 6 Measurements of bonding fatigue of a MOS inner Au wire with diameter $28\mu\text{m}$ (a) and tensile strength and elongation of the silk with diameter $20\mu\text{m}$ (b); (c) deformation fringe of probe in the testing using optical probe measurement system

1.1.4 基于晶粒尺度的多晶材料变形分析

多晶材料无论在常规的宏观结构还是在今天的微尺度结构和器件中均获得了广泛的应用,因此对这类材料的力学性能的研究就更显重要,尤其是基于晶粒尺度的多晶材料力学性能研究具有重要的理论意义和应用价值,表现在:1)基于晶粒尺度的研究,可以从根本上了解材料从损伤到破坏的演化过程;深入揭示材料各向异性、局部变形非均匀、相之间的相互作用与转化机理等。而对于不同晶粒尺度(常规材料到纳晶材料)和成分的多晶材料,其塑性变形机理一直是力学和材料学家所致力研究的问题。2)随着结构和功能微器件的微型化,其结构中某些部分在几何尺度层面已接近单个晶粒或几个晶粒团簇的尺度。显然对于变形来讲,在这些部分单晶粒特性将主导该结构所希望的或不希望的各项异性性能,而基于宏观和平均化的变形分析将是不适用的。3)对于微型化器件来讲,其结构中的塑性不均匀性和应变区域化使其质量下降和失效的根源。因此,为了优化设计这些所谓的“晶粒结构”,就需要深入地了解组成这些结构的材料在晶粒和亚晶粒尺度上的弹塑性变形机制,以及热载荷作用下的结晶响应与运动特性。4)对于微细观力学理论来说,定量的基于晶粒尺度的研究,是验证其模型和理论分析正确性与合理性的重要手段。对晶粒内部的变形、晶间相互作用、异质材料的影响等的了解,无疑会对多晶材料的微观理论的发展和数值模拟奠定基础。

多晶材料的研究主要从三个方面展开,即理论分析、数值模拟和实验检测。对于理论分析和数值模拟自上世纪二十年代末开始已有丰富的研究内容,如二十年代末的 Sachs 模型、三十年代末的 Taylor 模型、六十年代的自洽模型,以后的 Eshelby 的夹杂模型、位错塞积模型、位错相互作用模型、晶界源模型、著名的 Hall-Petch 关系及最近几年发展的应变梯度塑性理论、Ashby 的四晶粒团簇模型和 Yang 的九晶粒团簇模型等。在数值模拟方面,由于计算机技术和理论模型的快速发展,数值模拟在多晶材料力学性能分析中发展了丰富的计算方法,给出了包括晶粒变形、晶界演化和影响、晶粒尺度与塑性形变耦合、位错结构及演化等的详细计算结果。著名的 Voronoi 多晶集合模型是目前众多数值模拟中广泛使

用的计算格式。而关于多晶材料的结构演化的力学行为计算更是有众多的研究。与此同时,结合大规模分子动力学计算,原子镶嵌、离散位错、弹性/黏性大变形等计算模型,已可以实现纳观到宏观尺度的跨尺度计算。

相比理论和数值模拟,基于晶粒尺度的实验研究要滞后的多。目前主要集中在应用不同的显微平台对变形过程、织构演化及其多晶材料的力学性能进行定性观察和分析。而在定量分析时,则选择晶粒尺度在毫米到亚毫米尺度进行检测和分析。检测中所用的方法主要为云纹、散斑和图像处理等技术。检测时对包含大晶粒结构的整体试件变形进行检测,然后从中识别晶粒结构引起的变形影响。这些实验还无法在单一晶粒尺度上原位、连续研究其变形与演化规律,获得晶粒、晶界、夹杂相的相互作用等力学性能。面对目前实验研究现状,我们提出了基于晶粒尺度的多晶材料运动与变形分析研究,并通过光学显微镜和电子扫描显微镜初步对铝合金多晶材料的微区域变形进行了检测,然后基于晶界、微标记和微散斑数字相关等方法,计算了单晶粒和群晶粒的变形,探讨了晶界对局部变形场的影响^[47]。图 7 给出的是在光学显微成像系统下获得的单一晶粒内的位移和变形场,图中多边形黑粗线为晶界位置,其它为位移等高线;图 8 是在 SEM 成像环境下获得的群晶粒区域的位移场分布,图中白线为晶界,黑线为位移等高线,数字为加载状态。可以看到晶粒内存在明显的非均匀位移区域,具体数据见^[47]。

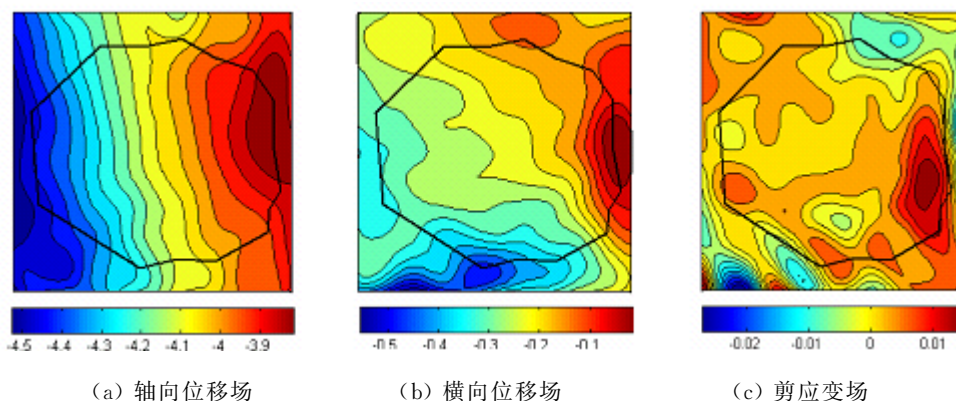


图 7 晶粒 1 位移和应变场(单位: μm)

Fig. 7 Displacements and shear strain of a grain (unit: μm)

(a) tensile direction, (b) lateral direction and (c) shear strain

1.2 基于扫描显微平台的检测方法和技术研究

当检测对象的特征尺寸在微米或亚微米以下量级时,显然光学显微平台是不适用的。微纳米实验力学的研究需借助另一全新的检测平台,那就是各种具有高空间分辨本领的扫描成像显微系统,如 SEM、AFM、TEM、STM 及近场光学显微镜等。如上文所述,这些成像系统的空间分辨率已可达原子尺度。但是正如众所周知的事实,到目前扫描显微平台的设计主要还是以对微观结构和表面的高分辨观察为主,而非对被观察对象的表面变化进行力学分析;同时由于检测视场的急剧缩小、检测环境的严格要求(如真空、导电、光滑表面等),使得加载、检测、试样制备等方面存在很大困难,导致实验研究进展相对较慢。因而在这一平台下的检测技术和方法、加载系统、试样制备及检测信息表征、分析等均是急需研究的课题。目前基于这一平台的检测技术主要为数字图像相关技术、微纳米散斑技术、微纳米云纹技术、微纳米格栅与标记技术及微形貌识别技术等。如图 9 分别为用激光电弧沉积、表面化学腐蚀和阳极氧化技术获得的表面微纳散斑颗粒。图 10 是电镀制膜技术获得的表面微纳散斑颗粒及其在 AFM 环境 k 单向拉伸时用双曝光数字散斑技术获得的分析微区域杨氏条纹分布及所对应的谱图。该幅杨氏条纹场其所对应的微区域位移为 $0.5\mu\text{m}$,位移分辨由散斑颗粒平均直径确定,约在 20nm 。在 AFM 和 SEM 环境下,用微散斑与图像相关、识别、微标记等检测技术与上节光学检测技术相同,只是获得的是微轮廓图像和散射电子图像而已,相关的一些数字图像分析已在上文中提及。而关于 AFM 和 SEM 环境下的设备研制见本文的第三部分。

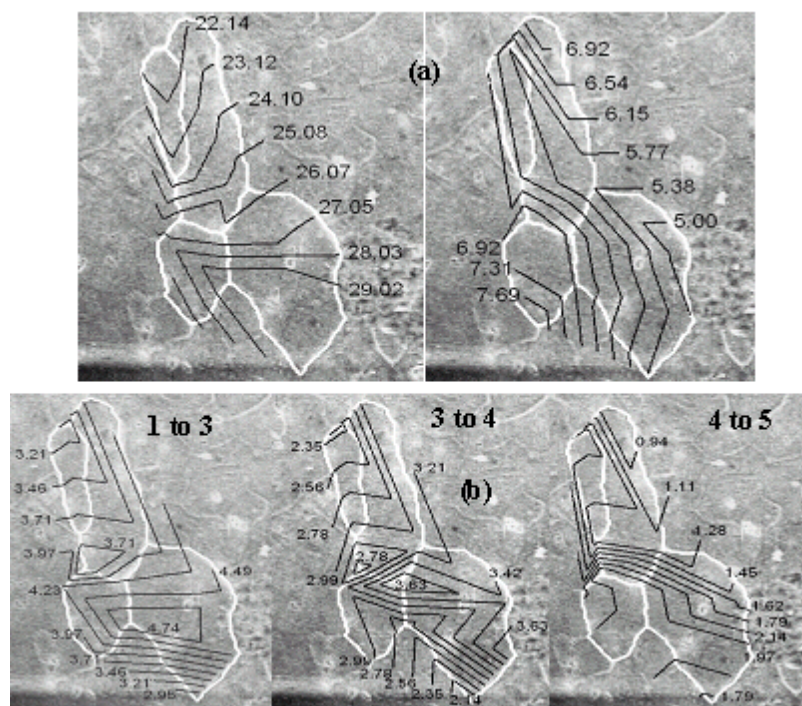


图 8 SEM 环境下多晶铝 LY12CZ 在不同载荷单轴拉伸作用下的晶界及变形分析

Fig. 8 Recognized grain boundaries and deformation fields under uniaxial tensile loading using SEM, where (a) shows the displacement fields in tensional and vertical directions, respectively, and (b) location deformations of the analyzed grains under different loads

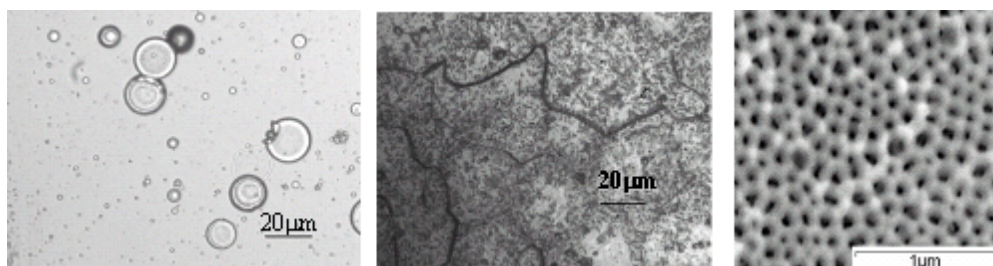


图 9 表面微纳米散斑颗粒的制作,从左至右分别为激光电弧沉积法、表面化学腐蚀法和表面阳极氧化法获得的微纳米散斑颗粒

Fig. 9 Manufacture of micro/nano speckle patterns with laser deposition, chemical etch and anodic oxidation

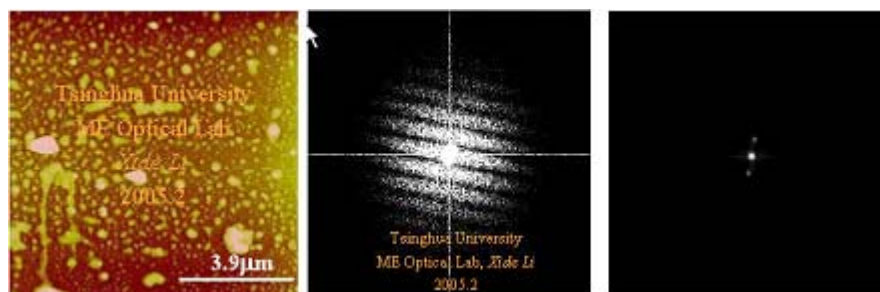


图 10 电镀 NiFe 薄膜及其表面的微纳散斑颗粒的 AFM 成像及该微区域变形前后微纳散斑场形成的数字双曝光 Young's 条纹场及其修正谱

Fig. 10 Micro/nano speckle patterns on the surface of a NiFe thin film produced by electroplating and the double-exposure Young's fringe and its revised spectrum caused by the deformation of the film

2 微尺度对象力学性能检测装置和设备研究

和检测技术相比,微尺度对象检测装置和设备的研究就更加困难。它甚至是一个实验就需要一个专门的设计和装置,其研究需要面对成像和观察系统、加载系统、载荷传感系统、检测环境及检测方法等。因此为了适应不同的检测对象和检测环境,在微尺度对象检测硬件研究方面所进行的工作就有整体检测设备研究和设计,也有单一装置和部件的设计与研究。以下仅列出我们的一些相关的研究装置,详细的原理和性能可参考给出的相关文献。

双视场薄膜检测系统^[48]。在这一系统中,薄膜变形和拉伸载荷同时通过光学方法检测,从而可实现薄膜检测的高精度、实时检测;薄膜夹持、力传感及加载一体化,提高了薄膜检测的可靠性。被测薄膜厚度可从数十微米到亚微米,载荷范围从几十微牛到数十牛顿,分辨率 $44\mu\text{N}$;薄膜变形分辨 $0.3164\mu\text{m}$ (光束 30° 对称入射)。应用该系统已完成了镍膜、氧化铝绝缘膜、金及金铬多层膜力学性能和相关参数的检测。

散斑微干涉检测系统^[43]。应用长工作距离显微镜和 Linnik 显微构形,分别建立起两套散斑干涉微尺度对象全场检测系统。应用这些系统可以获得亚毫米到数十微米的视场调节,检测对象的最小特征尺度可达 $5\mu\text{m}$;系统空间分辨已达 $0.35\mu\text{m}$,工作距离从 16cm 到 0.67mm 。系统具有较好的光场匹配,可以获得很高质量的条纹场。适合镜面干涉、ESPI、相移和 TSPI 多种计量模式。目前通过该系统已完成微桥、悬臂器件等的变形检测。

微标记检测平台^[45]。在光学显微镜环境下,建立起一套适合各种微标的微尺度、微区域对象变形测量平台。该系统由微加载装置、显微平台、图像单元、照明单元等组成。检测中标记尺度从亚毫米到数微米,检测位移分辨在亚微米量级。

基于扫描显微平台的薄膜单轴拉伸装置。为了能在 AFM 和 SEM 检测平台上实现微尺度结构和薄膜的力学性能检测,我们设计了分别适合这两种显微设备的单轴拉伸装置。该装置分别借助 PZT 位移驱动器和 SEM 拉伸台为其提供驱动力,通过六自由度空间移动和角度调节系统,调整检测对象在实验中的定位和受力姿态。AFM 和 SEM 对检测过程中薄膜表面进行扫描成像,记录不同加载过程中的表面图像,然后通过数字图像相关、数字散斑技术和标记技术等获得检测对象的位移和变形信息。根据检测,这两套系统的主要参数为:AFM 拉伸装置的位移量程为 $42.6\mu\text{m}$,精度是 24.5nm ,载荷量程 17.5mN ,精度是 $10\mu\text{N}$;SEM 拉伸装置位移量程是 $18.9\mu\text{m}$,精度是 249nm ,载荷量程 67.08mN ,精度 0.88mN 。

其它相关装置^[49]。除了上述检测系统和装之外,我们还设计了一些其它的装置用于微尺度检测,主要有三维微定位与加载系统、微力传感器及其标定装置、微动平台驱动系统等等。图 11 是本部分所涉及的一些设备和装置的照片。

3 讨论及结论

微尺度实验检测是当今力学、物理、生物、材料、微机械、光电子等学科共同面临的研究领域。从微尺度实验力学角度来看,目前主要以显微光学和高空间分辨扫描检测技术为主。其中光学技术以其全场性、无损、不介入、适合动态检测等特点在微尺度检测和操纵中占有重要的地位。但是其亚微米的空空间分辨水平使得它在微纳尺度对象的测量中受到限制。因此调制方式、合成方式、短波长方式、超衍射极限分析等等技术可能是光学技术发展的目标^[6]。而基于高空间扫描检测平台的微尺度检测技术,毫无疑问将会成为微纳尺度对象检测的主要平台,所要解决的问题是相适应的检测技术,如基于高度变化的三维图像分析技术、微形貌分析技术、基于结构或材料成分的图像变形分析技术;微尺度对象的加载、夹持、运动跟踪与操纵;动态检测与全系统分析,包括场相互作用等。

除了上述微尺度检测中检测技术和设备与装置的问题外,另一个重要的问题是,微尺度实验力学必须面对明确的物理、力学问题,而不仅是强调尺度的减小和环境相互作用等因素的加入。因此理论分析、数值模拟与实验的结合将会使微尺度实验力学做出更出色的成果。

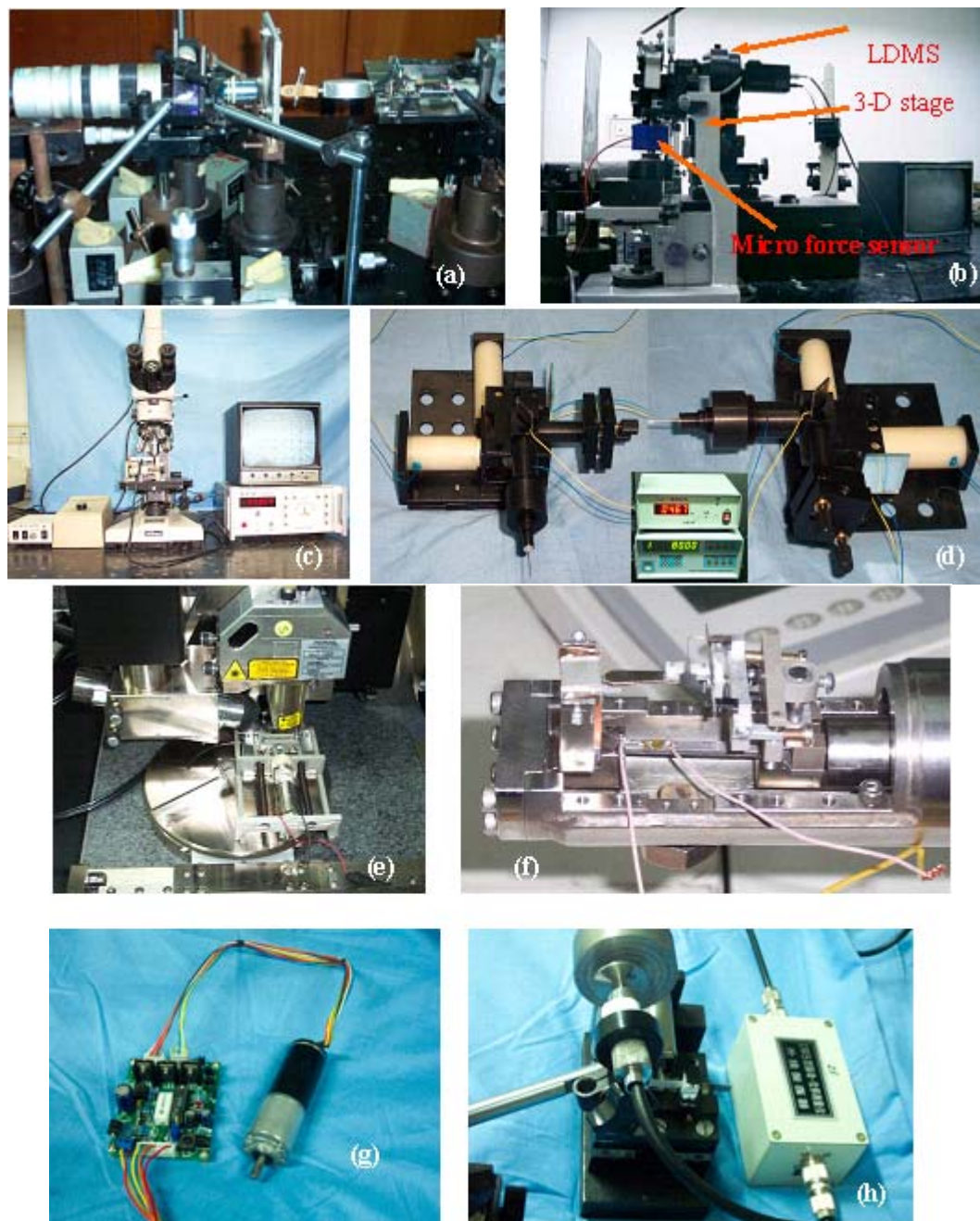


图 11 微尺度实验检测中开发的一些相关系统和装置 (a)基于 Linnik 光路的显微散斑干涉系统,(b)基于长工作距离光路的显微散斑干涉系统,(c)微标记测量平台,(d)微定位与加载装置,(e)基于 AFM 平台的拉伸系统,(f)基于 SEM 平台的拉伸系统,(g)微动台驱动系统,(h)微传感器标定装置

Fig. 11 Some devices and instruments developed in our group for microobject and thin film measurements, where (a) and (b) are microscopic speckle interferometers based on the Linnik and long working distance microscopes, respectively, (c) measurement stage using micro marker method, (d) micro positioning and loading system, (e) and (f) are uniaxial tensile loading instruments using AFM and SEM stages respectively, and (g) and (h) are programmable driving unit of translation platform and calibration device of displacement sensor, respectively

参考文献:

- [1] Kujawinskaa M, Gorecki C. New challenges and approaches to interferometric MEMS and MOEMS testing [C]. SPIE, 2002, 4900: 809~823.

- [2] Kujawinska M. Modern optical measurement station for micro-materials and micro-elements studies[J]. *Sensors and Actuators A*, 2002, 99 (1-2):144~153.
- [3] Brown G C, Pryputniewicz R J. New test methodology for static and dynamic shape measurements of microelectromechanical Systems [J]. *Opt Eng*, 2000, 39(1):127~136.
- [4] Petra A, Roland H, Karla H. Optical full-field technique for measuring deflection and strain on micromechanical components [C]. *SPIE*, 1999, 3875:50~60.
- [5] Grosser V, Bombach C, Faust W, Vogel D, Miche B. Optical measurement methods for MEMS applications[C]. *SPIE*, 1998, 3407:340~347.
- [6] 李喜德. 全场光学检测技术检测中若干问题探讨及其在时间和空间调制检测技术方面的发展[M]//现代科技发展对实验力学带来的挑战和机遇. 北京:北京理工大学出版社,2004:56~64 (LI Xide. Investigation of full-field optical measurement and its progress in temporal and spatial modulation measurement techniques. Beijing Institute of Technology Press, 2004:56~64(in Chinese))
- [7] Pharr G M. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation [J]. *Materials Science and Engineering A- Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 1998, 253 (1-2):151~159.
- [8] Baker S P. Between nanoindentation and scanning force microscopy: measuring mechanical properties in the nanometer regime [J]. *Thin Solid Films*, 1997, 308-309:289~296.
- [9] Nix W D. Elastic and plastic properties of thin films on substrates;nanoindentation techniques[J]. *Mater Sci Eng*, 1997, A234-236:37~44.
- [10] Ishikawa H, Fudetani S, Hirohashi M. Mechanical properties of thin films measured by nanoindenters[J]. *Appl Surf Sci*, 2001, 178(1-4):56~62.
- [11] Bai M, Kato K, Umehara N, Miyake Y. Nanoindentation and FEM study of the effect of internal stress on micro/nano mechanical property of thin CNx films [J]. *Thin Solid films*, 2000, 377-378:138~47.
- [12] 张泰华,杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应[J]. *力学进展*,2002,32(3):349~364 (Zhang Taihua, Yang Yemin. Developments and Applications of Nano-Hardness Techniques. *Advanced in Mechanics*, 2002, 32(3):349~364(in Chinese))
- [13] Jänting A K, Bell J M, Swain M V, Schwarzer N. Investigation of the elastic modulus of thin films using simple biaxial bending techniques [J]. *Thin Solid Films*, 1997, 308-309:304~309.
- [14] Bonnote E, Delobelle P, Bornier L. Two interferometric methods for the mechanical characterization of thin films by bulging tests. Application to single crystal of silicon [J]. *J Mater Res*, 1997, 12:2234~48.
- [15] Stolken J S, Evans A G. A microbend test method for measuring the plasticity length scale [J]. *Acta Mater*, 1998, 46(14):5109~5115.
- [16] Mencik J, Quandt E. Determination of elastic modulus of thin films and small specimens using beam bending methods[J]. *J Mater Res*, 1999, 14(5):2152~2160.
- [17] Zhang T Y, Su Y J, Qian C F, Zhao M H, Chen L Q. Microbridge testing of silicon nitride thin films deposited on silicon wafers[J]. *Acta Mater*, 2000, 48(11):2843~2857.
- [18] Li X, Soh A K, Deng B, Guo X. High-precision large deflection measurements of thin films using time sequence speckle pattern interferometry[J]. *Meas Sci Technol*, 2002, 13(8):1304~1310.
- [19] Espinosa H D, Prorok B C, Fischer M. A methodology for determining mechanical properties of freestanding thin films and MEMS materials [J]. *J Mech Phys Solids*, 2003, 51(1):47~67.
- [20] Fleck N A, Muller G M, Ashby M F, et al. Strain gradient plasticity-theory and experiment [J]. *Acta Metallurgica ET Materialia*, 1994, 42 (2):475~487.
- [21] Sharpe W N, Yuan B, Edwards R L. A new technique for measuring the mechanical properties of thin films [J]. *J Microelectromech System*, 1997, 6(3):193~199.
- [22] Yoshioka T, Ando T, Shikida M, Sato K. Tensile testing of SiO_2 and Si_3N_4 films carried out on a silicon chip[J]. *Sensors Actuators*, 2000, 82(1):291~296.
- [23] Haque M A, Saif M T A. In-situ tensile testing of Nano-scale specimens in SEM and TEM [J]. *Exp Mech*, 2002, 42(1):123~128.
- [24] Emery R D, Povirk G L. Tensile behavior of free-standing gold films. Part I. Coarse-grained films [J]. *Acta*

- Mater, 2003, 51(7):2067~2078.
- [25] Knauss W G, Chasiotis I, Huang Y. Mechanical measurements at the micron and nanometer scales [J]. Mech Mater, 2003, 35(3-6):217~231.
- [26] 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 [J]. Meas Sci Technol, 2004, 15(1):75~83.
- [27] Yu M F, Lourie O, Dyer M J, et al. Strength and breaking mechanism of multiwalled carbon nanotubes under tensile load [J]. Science, 2000, 287 (5453):637~640.
- [28] Yu M F, Files B S, Arepalli S, et al. Tensile loading of ropes of single wall carbon nanotubes and their mechanical properties[J]. Physical Review Letters, 2000, 84(24):5552~5555.
- [29] Wang Z L, Daniel U, de Heer W A. Electrostatic Deflections and Electromechanical Resonances of Carbon Nanotubes [J]. Science, 1999, 283(5407):1513~1516.
- [30] Wang Z L, Poncharal P, de Heer W A. Measuring physical and mechanical properties of individual carbon nanotubes by in situ TEM[J]. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 2000, 61 (7):1025~1030.
- [31] Ikehara T, Zwijze R A F, Ikeda K. New method for an accurate determination of residual strain in polycrystalline silicon films by analyzing resonant frequencies of micromachined beams [J]. J. Micromech Microeng, 2001, 11 (1):55~60.
- [32] Hubert A A, Edoardo M. Measurement of the nanometer deformation field in metallic microbars with microscopical ESPI [C]. SPIE, 1997, 3098:400~410.
- [33] Gordon C B, Ryszard J P. Holographic microscope for measuring displacements of vibrating microbeams using time-averaged, electro-optic holography[J]. Opt. Eng., 1998, 37(5):1398~1405.
- [34] Yi T, Kim C J. Measurement of mechanical propeties for MEMS materials [J]. Meas. Sci. Technol., 1999, 10 (8):706~716.
- [35] de Boer M P, Knapp J A, Mayer T M, et al. The role of interfacial properties on MEMS performance and reliability[J]. SPIE, 1999, 3825:2~14.
- [36] Tay C J, Wang S H, Quan C, et al. Optical measurement of young's modulus of a micro-beam[J]. Optics & Laser Technology, 2000, 32(5):329~333.
- [37] Chasiotis I, Knauss W G. A new Microtensile tester for the study of MEMS materials with the aid of atomic force microscopy[J]. Experimental Mechanics, 2001,42(1):51~57.
- [38] Haque M A, Saif M T A. Microscale materials testing using MEMS actuators[J]. J. of Microelectromechanical System, 2001, 10(1):146~152.
- [39] Haque M A, Saif M T A. A review of MEMS-based microscale and nanoscale tensile and bending testing[J]. Experimental Mechanics, 2003,43(3):248~255.
- [40] Tan E P S, Goh C N, Sow C H. Tensile test of a single nanofiber using an atomic force microscope tip [J]. Applied Physics Letters, 2005, 86(073115):1~3.
- [41] Tan E P S, Ng S Y, Lim C T. Tensile testing of a single ultrafine polymeric fiber[J]. Biomaterials, 2005, 26 (13):1453~1456.
- [42] Larsson L, Sjodahl M, Thuvander F. Microscopic 3-D displacement field measurements using digital speckle photography[J]. Optics and Lasers in Engineering, 2004, 41(4):767~777.
- [43] Li X, Wei C. Optical full-field technique for measuring deformation on micromechanical components [C]. SPIE, 2005, 5852:321~327.
- [44] 魏成,李喜德,黄静波等. 薄膜微区域变形的微标记阵列检测方法研究[J]. 光子学报, 2005, 34(5):737~741(Wei Cheng, Li Xide, Hong Jingbo, et al. Microregion deformation measurement of thin films using array micro indentation mark method. Acta Photonica Sinica, 2005, 34(5):737~741(in Chinese))
- [45] Li X, Wei C, Yang Y. Full field and microregion deformation measurement of thin films using electronic speckle pattern interferometry and array microindentation marker method [J]. Optics and Lasers in Engineering, 2005, 43 (8):869~884.
- [46] Li X, Yang Y. An Optical probe stage and its applications in mechanical behavior measurements of micro—objects and thin films [J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2006, 16(9):1897~1907.

- [47] Li X, Yang Y, Wei C. Experimental investigation of polycrystalline material deformation based on a grain scale [J]. Chin. Phys. Lett., 2005, 22(10):2553~2556.
- [48] 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[J]. Measurement Science and Technology, 2004, 15(1):75~83.
- [49] Li X, Gu Y. A new positioning and loading system for the study of the mechanical behavior of small and micro components [C]. SPIE, 2005, 5852:264~269.

Measurement of Micro-scale Experimental Mechanics Based on Stage of Optical and Scanning Microscopes

LI Xi-de, YANG Yan, WEI Cheng, PENG Yun, ZHANG Zhao

(Department of Engineering Mechanics, FML, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: The paper presents an overview of the new micro-scale experimental mechanics concepts, methods and devices of optical and scanning microscopic stages developed at photomechanical laboratory of Tsinghua University. The research includes micro speckle interferometry, micro marker method, optical probe method, grain deformation and movement analysis. In particular, it also describes several devices and measurement systems developed in our group, which are double-field-of-view speckle interferometer for thin film tensile test, microscopic speckle interferometry which enables an alternative usage of conventional specular interferometry (CSI), ESPI, TSIP and phase shifting for micro-object shape, in-plane and out-of-plane displacement measurements, micro marker measuring stage for local zone deformation measurement, uniaxial tensile setups using in AFM and SEM measuring stages for micro-objects and thin films testing and other instruments for micro-objects testing, such as positioning and loading system, micro force sensor and programmable driving systems of translation platform and displacement sensor. To prove the applicability of these methods and devices, some applications of measurement examples are given and the problems and further research on micro-scale experimental mechanics are discussed.

Key words: micro optical interferometry; scanning microscope; deformation measurement; micro scale object; dynamic testing; mechanical behavior