

文章编号 1004-924X(2008)07-1223-07

基于单片机的 AFM 纳米机械性能测试系统

闫永达^{1,2}, 费维栋¹, 胡振江², 程相杰², 孙涛², 董申²

(1. 哈尔滨工业大学 材料与工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001;

2. 哈尔滨工业大学 机电工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘要:为解决采用原子力显微镜(AFM)系统进行纳米机械性能测试中存在的不能够直接获得载荷-压深曲线以及不能够随意改变加载、保载、卸载时间等问题,对 AFM 系统进行了改造,开发了一套基于单片机的信号输入输出模块。将该模块与 AFM 控制系统相联,形成新的纳米机械性能测试系统。该系统信号输出精度为 0.15 mV,信号采集精度为 0.3 mV,工作台的移动灵敏度为 1.53 nm,可以动态改变垂直载荷,并实时获得载荷-压深曲线。通过单片机设置模拟信号的输出速率可以实现加载、保载和卸载速率的改变;结合二维微动精密工作台,可以实现较大范围内高精度的点阵压痕测试。通过在聚碳酸酯、聚二甲基硅氧烷等材料表面进行实验测试表明:该系统可以高速高精度地测量样品的纳米机械性能参数,包括对样品进行纳米压痕测试和对样品的纯弹性变形过程进行检测,如聚二甲基硅氧烷或者各种微梁等微小构件。

关键词:原子力显微镜(AFM);单片机;纳米机械性能;载荷-压深曲线

中图分类号:TH742.9 **文献标识码:**A

SCM-based nanomechanical property measurement system of AFM

YAN Yong-da^{1,2}, FEI Wei-dong¹, HU Zhen-jiang², CHENG Xiang-jie², SUN Tao², DONG Shen²

(1. School of Material Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China;

2. Center of Precision Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

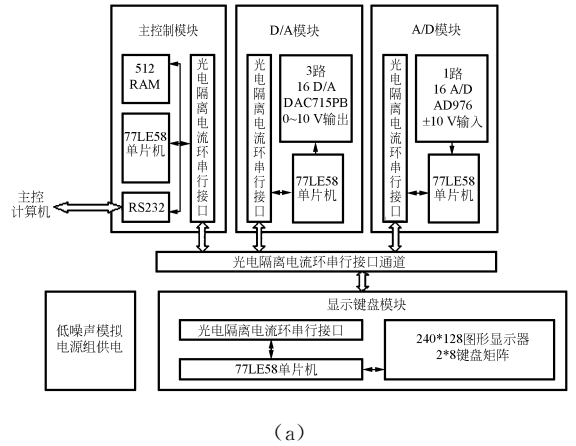
Abstract: In order to obtain the force depth curve directly and change the loading time, keeping load time and unloading time arbitrarily in the nanomechanical property measurement by Atomic Force Microscope(AFM), an AFM system was modified. A Single Chip Micryoco (SCM)-based input/output module was developed in the present study. Connected this module to the control system of AFM, a novel AFM-based nanomechanical property measurement system was formed with the signal output precision of 0.15 mV, signal input precision of 0.3 mV, and the moving accuracy of the stage of 1.53 nm. The normal load of measurement system could be changed continuously to get the in-situ force-depth curve according to the corresponding arithmetic. The out rate of the D/A output port could be varied by the SCM controller, so that the rate of loading, unloading and keeping period could be changed also. Integrated with a two-dimensional precision stage, the array indentation tests were carried out with a larger scale. The nanoindentation test results on polycarbonate and polydimethylsiloxane show that the nanomechanical property parameters of samples can be obtained with high accuracy

收稿日期:2007-11-21; **修订日期:**2008-01-22.

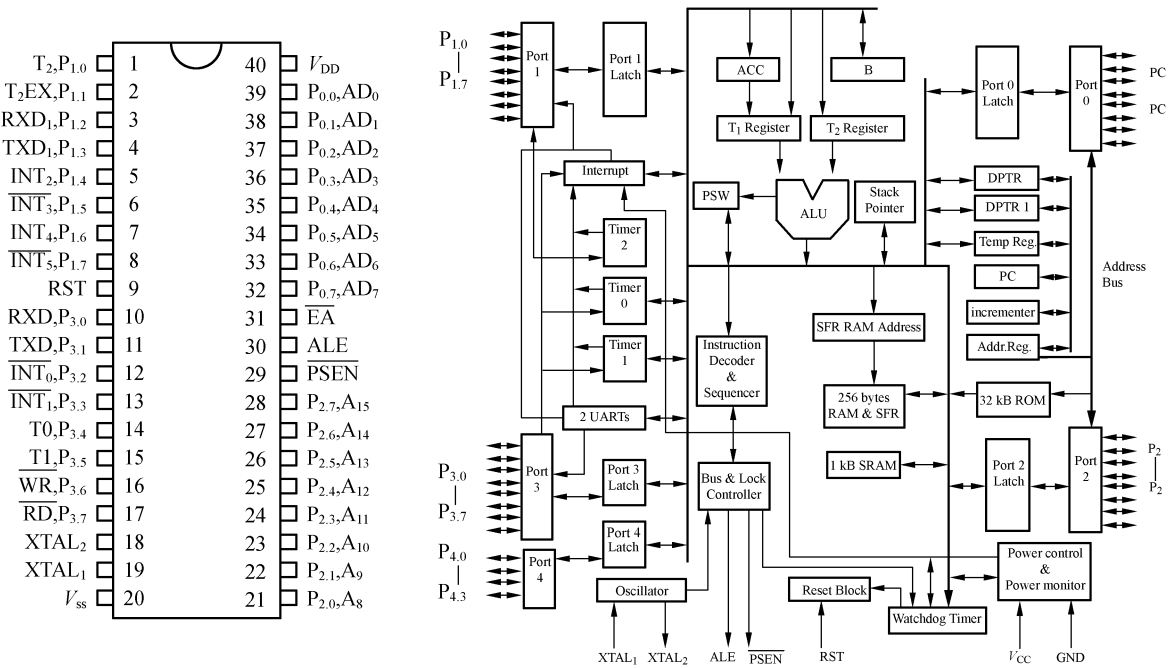
基金项目:黑龙江省博士后基金资助项目;第42批中国博士后基金资助项目;黑龙江省青年专项基金资助项目
(No. QC05C11)

单片机模块的组成原理如图 2(a)所示。该系统主要由主控模块、D/A 模块(型号为 DAC715)、A/D 模块(型号为 AD976)、显示模块、电源模块以及光电隔离接口几大部分组成。其中主控模块、D/A 模块、A/D 模块、显示模块均采用台湾 Winbond 公司的 77LE58 系列单片机。该单片机的外形及电路原理见图 2(b)。各个模块采用单独的单片机进行控制,并通过模块之间经光电隔离后的串行接口联接,以保证各模块之间的电气隔离,这样设计的目的是尽可能减少模块之间的相互干扰。在精度方面,在±10 V 量程内,单片机辅助控制器的 16 位 A/D 模块,其检测精度为 0.3 mV。实验中采集的 PZT 变化信号通常为数百毫伏至几伏,因此 A/D 采集模块满足纳米机械性能实验的需要。对于控制偏压的 BIAS 口的模拟量输入端口 D/A 的输出精度为:10 V/65 535=0.15 mV。通常对于实验中采用的输出

电压为>0.5 V 且<2 V,因此该输出模块精度足够。另外由单片机辅助控制器 D/A 输出模块控制的工作台的实际移动范围为 100 μm,因此本系统控制工作台移动的灵敏度为 100 μm/65 536=1.53 nm。该精度完全满足点阵压痕测试实验的需要。



(a)



(b)

图 2 单片机控制模块的组成及芯片电路原理图

Fig. 2 Schemes of SCM-based controller and chip circuit

软件编程采用了南京伟福实业有限公司生产的支持 77LE58 的 E6000 系统。仿真开发器,软件环境为 Wave 6000 for Windows。上位机管理软件是基于 Windows 平台开发的,采用 Visual C++6.0 集成开发环境下编制的。

3 载荷-压深曲线获得原理

本系统实际上是将 AFM 力曲线实验过程

由单片机来控制实现。载荷-压深曲线是由 AFM 力曲线转换而来的。该曲线在分析样品纳米机械性能时十分重要。本文提出的系统是将输入信号 ΔU_{bias} (BIAS 端口输入) 和采集到的 PZT 电压变化信号 ΔU_{PZT} (由 PZT 端口采集) 转换为载荷-压深曲线的关系。其原理见图 3, 为了直观, 该图省略了 AFM 系统的控制装置。

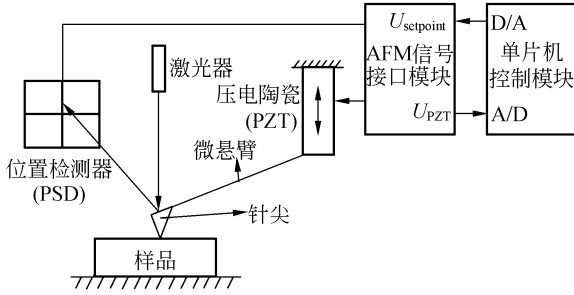


图 3 载荷-压深曲线获得原理图

Fig. 3 Scheme of achieving force-depth curve

采用该系统获得实时的载荷-压深曲线的过程如下: 整个过程在某一个瞬时时间段, 可以分离为两个子过程: (1) 首先由单片机控制模块的 D/A 模块发出一个模拟量电压信号 ΔU_{bias} , 该信号控制 AFM 信号接口模块中的 BIAS 端口。BIAS 端口的电压对应着 AFM 控制系统中的 Setpoint 参数, 该参数对应着图 3 中位置检测器 (PSD) 的输出值, 由微悬臂的弯曲变形量决定。 ΔU_{bias} 越大, 微悬臂的弯曲量越大, 对应着探针作用到表面上的垂直载荷也越大。随着 ΔU_{bias} 的持续增大, 探针在样品表面进行加载过程; 随着 ΔU_{bias} 的逐渐减小, 探针在样品表面进行卸载过程; 当 ΔU_{bias} 不随时间变化而变化, 探针与样品无相对运动时, 则处于保载状态。(2) 与此同时, 单片机控制模块通过 A/D 模块采集到压电陶瓷 (PZT) 的电压变化信号 ΔU_{PZT} , 这个值表示微悬臂端部与 PZT 连接处 (如图 3) 在加载或者卸载过程中的位置变动量。它是探针压入深度的一个度量, 本文给出了具体的换算关系。上述的这两个过程随着时间的连续, 形成整个加载、保载和卸载过程, 完成一个完整的压痕过程。将 ΔU_{bias} 和 ΔU_{PZT} 这两个值换算成垂直载荷和压入深度, 获得实时的载荷-压深曲线的过程如下:

由胡克定律可知探针作用于样品表面出的垂直载荷的变化量为:

$$\Delta F_z = K_N x, \quad (1)$$

$$x = \Delta U_{\text{bias}} \times S, \quad (2)$$

$$\Delta F_z = K_N \times \Delta U_{\text{bias}} \times S, \quad (3)$$

式中, S 表示 AFM 系统的灵敏度 (nm/V), 由 AFM 系统在蓝宝石表面校准而得, 它表示 PSD 输出值变化 1 V 时, 微悬臂的弯曲量 (nm), 它是一个常值, 每次调整探针后需要重新校准得到; ΔU_{bias} 表示 PSD 的电压变化量; x 表示微悬臂的弯曲变化量; K_N 表示悬臂梁的弹性常数。因此, 式 (3) 表示垂直载荷与 ΔU_{bias} 的关系。

压深 Δh 可由式 (4) 得出^[9]:

$$\Delta h = \Delta H_{\text{PZT}} - x, \quad (4)$$

式中, ΔH_{PZT} 表示 PZT 的 z 向位移变化量, 即微悬臂端部在垂直方向上的位置变动量。当探针与表面之间无变形时: $\Delta H_{\text{PZT}} = x$; 当探针使表面发生变形时, $\Delta H_{\text{PZT}} - x$ 即表示探针压入表面的深度或者样品的变形量。式中 ΔH_{PZT} 由式 (5) 可得:

$$\Delta H_{\text{PZT}} = \Delta U_{\text{PZT}} \times K, \quad (5)$$

式中, ΔU_{PZT} 为 A/D 卡采集的 PZT 端口的电压变化量, K 为电压转换为 nm 的转换系数, 由 AFM 系统中的扫描陶瓷的参数可得。将式 (2) 和式 (5) 代入式 (4) 可得:

$$\Delta h = \Delta U_{\text{PZT}} \times K - \Delta U_{\text{bias}} \times S. \quad (6)$$

式 (6) 表示压深与 ΔU_{bias} 和 ΔU_{PZT} 两值的关系。由式 (3) 和 (6) 可以获得载荷-压深曲线。

4 实验与讨论

图 4 所示为两种施加载荷的方式。图 4(a) 所示为加载和卸载时间分别为时间 t , 在最高载荷处无保载停留时间, 图 4(b) 所示为在载荷最大处有 t_s 的保载停留。其中加载、保载和卸载的时间由软件人为可设。该项功能在商用纳米压印系统中都具备的基本功能, 而若只通过 AFM 力曲

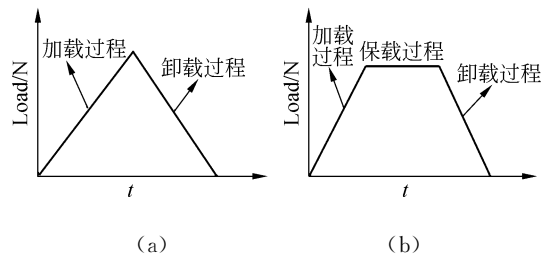


图 4 两种载荷施加方式

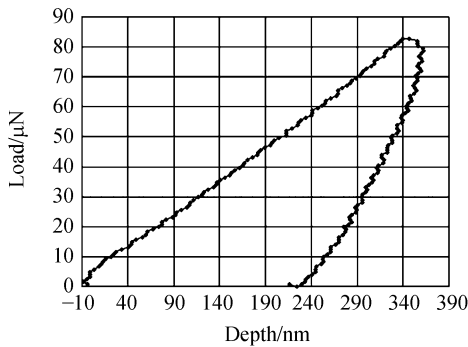
Fig. 4 Two ways of loading and unloading process

线进行测试时, 保载时间则不可设定, 并且加载和卸载的速率不能够自由设定。因此, 本装置从功能上改进了利用 AFM 系统进行机械性能测试过程。

为了验证系统的可行性, 本文采用不锈钢悬臂及金刚石针尖作为力施加元件, 首先在样品聚碳酸酯(PS)表面进行实验。聚碳酸酯为光盘的制造材料, 在电子存储高速发展的今天, 其性能的重要性不言而喻。利用图 4(a)所示的加载方式, 由公式(3)和(6)获得的载荷-压深曲线如图 5 所示。其中参数 K_N 为 303 N/m, 灵敏度 S 为 390 nm/V, 电压转换系数 K 为 308 nm/V。图 5(a), (b)分别表示在该加载条件下, 单次实验压痕和三次实验的载荷-压深曲线。该载荷-压深曲线通过 Oliver-Pharr 方法, 压头材料特性和工件的泊松比等参数可以获得样品在该测试点处的硬度和弹性模量等参数^[8]。获得的 3 个硬度值为 41 MPa(垂直载荷为 85 μ N), 29 MPa(垂直载荷为 140 μ N)和 26 MPa(垂直载荷为 200 μ N)。可

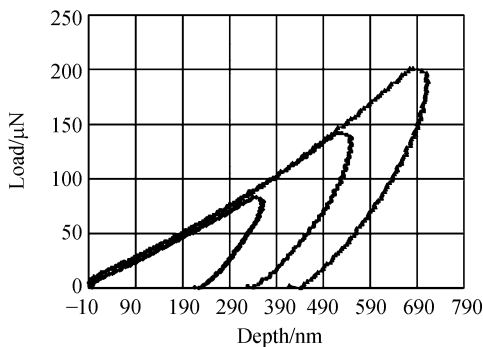
见, 随着载荷的增加, 样品表面的硬度值逐渐减少, 表现出了一定的尺寸效应。这种尺寸效应的原因在于随着尺寸的减小, 样品中的缺陷也相应减小, 因此导致其位错运动受到抑制, 所以硬度值增加, 目前大多数学者赞同这种说法。从图 5(a)中得到的单条载荷-压深曲线可以看出该系统执行纳米压痕过程(共采集 200 个数据点)可以完全跟踪探针和表面之间的相互作用。通过图 5(b)所示的三次实验的加载过程的重复性可以看出该系统的重复性很好, 完全满足纳米尺度测试及测量系统的要求。

聚二甲基硅氧烷(PDMS)是目前工业应用中透气性最高的膜材料之一, 因在微纳制造、微流体器件、柔性电子器件等领域的广泛应用而得到人们的普遍关注。本文还以这种材料作为样品进行了测试。图 6(a)和(b)分别表示采用金刚石针尖和普通的 Si_3N_4 微悬臂进行测试的实验结果。采用金刚石针尖的参数值与在聚碳酸酯表面测试时相同。而采用 Si_3N_4 微悬臂进行测试的参数值如下: K_N 为 0.58 N/m, 灵敏度 S 为 85 nm/V, 电压



(a) 单条压痕曲线

(a) Single load-depth curve

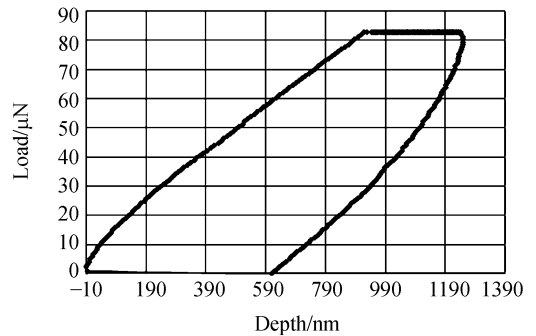


(b) 多条压痕曲线

(b) Multiple load-depth curve

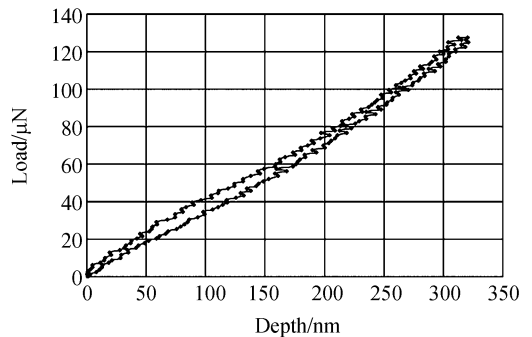
图 5 压痕实验结果图

Fig. 5 Results of nanoindentations on PS



(a) 采用金刚石针尖做压痕实验

(a) Indentation test using a diamond tip



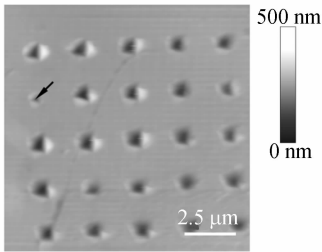
(b) 采用氮化硅针尖做压痕实验

(b) Indentation test using a Si_3N_4 tip

图 6 PDMS 表面测试

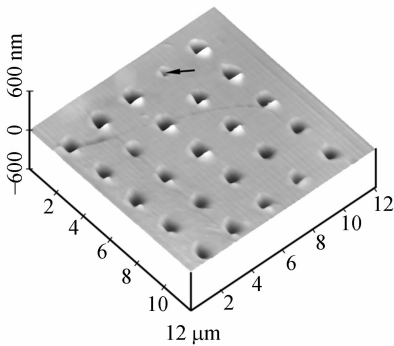
Fig. 6 Measurement on PDMS surface

转换系数 K 为 308 nm/V。图 6(a) 采用的加载方式为图 4(b) 中具有保载一段的方式, 而图 6(b) 采用的是图 4(a) 中的加载方式。由图 6(a) 中的曲线可以看出金刚石针尖可以在 PDMS 表面上产生塑性变形, 此时最大载荷为 85 μN 左右, 经过保载阶段, 其变形深度增加。保载阶段可以提供材料的蠕变等特性。图 6(b) 所示, 采用测量用 Si_3N_4 微悬臂进行测试, 加载和卸载曲线几乎完全重合, 表明探针使 PDMS 表面产生了纯弹性变形, 此时最大载荷仅为 130 nN 左右。对获得的数据进行处理, 得到样品的弹性模量为 0.5 MPa 左右, 该值与前人的研究结果相近, 表明系统的测量精度达到进行纳米机械性能测试实验的要求。



(a) 点阵压痕二维图

(a) Two-dimensional array indentations



(b) 点阵压痕三维图

(b) Three dimensional array indentations

图 7 点阵压痕实验结果

Fig. 7 Results of array indentations

实现点阵压痕的意义在于可以对同一块材料的不同部分进行连续测量, 可以得到材料的表面硬度分布。而 AFM 系统本身的点阵压痕功能受其扫描陶瓷管的非线性影响测试范围不能过大。本系统的压痕范围由于采用工作台移动的模式, 所以只受工作台的范围影响。此外, 本系统可以实时的得到载荷-压深曲线, 为计算纳米机械性能参数提供了方便。为了示例, 本文进行了 $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 范围内的点阵实验以验证系统的可行性。在点阵压痕的实验中, 材料采用的是镀在单晶硅表面的铝膜。压痕参数为两个方向上的点间距都为 2 μm , 点数都为 5, 采取图 4 所示的加载方式, 最大载荷为 200 μN 。压痕实验结果如图 7 所示, (a) 和 (b) 分别表示二维和三维 AFM 形貌图。图上箭头所指处的压痕在相同的载荷下, 其大小明显要小于其它点, 这有可能是该处的材料不均匀使局部硬度偏大所致。

5 结 论

本文开发了一套基于单片机控制的信号输入/输出模块系统。信号输出的精度为 0.15 mV, 信号采集的精度为 0.3 mV, 工作台的移动灵敏度为 1.53 nm。该模块与 AFM 系统的控制器相联, 通过动态控制探针施加到样品表面的垂直载荷, 经过测试及计算获得样品表面的变形量, 从而得到实时的载荷-压深曲线, 同时可以人为设定加载、保载和卸载的速率。在聚碳酸酯表面、聚二甲基硅氧烷表面进行的纳米机械性能的测试结果表明, 在聚碳酸酯表面, 随着垂直载荷的增加, 硬度变小, 表现了一定的尺寸效应, 所测样品的硬度和弹性模量等值与前人结果相符, 表明本测量系统满足样品纳米机械性能测试的要求。此外, 该系统不仅可以用于压痕测试, 还可以用于样品产生纯弹性变形的测试以及其它的微结构件如悬臂梁、纳米线等的机械性能的测试, 具有较广的应用范围。

参考文献:

- [1] VANLANDINGHAN M R, MCKNIGHT S H, PALMESE G R, *et al.*. Nanoscale indentation of polymer systems using the atomic force microscope [J]. *Journal of Adhesion*, 1997, 64: 31-59.

- [2] SUNDARARAJAN S, BHUSHAN B, NAMAZU T, *et al.*. Mechanical property measurements of nanoscale structures using an atomic force microscope [J]. *Ultramicroscopy*, 2002, 91(1-4): 111-118.
- [3] KOJIM I, XU W T, FUJIMOTO T. Nanohardness measurement of carbon nitride thin films [J]. *Surf. Interface Ana.*, 2001, 32: 74-78.
- [4] 赵清亮, 梁迎春, 程凯, 等. 微加工硅表面基于 AFM 的纳米压痕测量与分析[J]. *微纳电子技术*, 2003, 7(8): 241-244.
ZHAO Q L, LIANG Y CH, CHENG K, *et al.*. Investigation of AFM-based nano-indentation on micro-machined silicon surface [J]. *Micronanoelectronic Technology*, 2003, 7(8): 241-244. (in Chinese)
- [5] 朱守星, 丁建宁, 范真, 等. 用 AFM 压痕技术定量介观硬度的方法研究[J]. *仪器仪表学报*, 2005, 26(3): 272-278.
ZHU SH X, DING J N, FAN ZH, *et al.*. Study on method of quantitative measuring nano-hardness based on AFM indentation technique [J]. *Chinese Journal of Scientific Instrument*, 2005, 26(3): 272-278. (in Chinese)
- [6] 苏亚辉, 陈宇航, 董磊, 等. 原子力显微镜测量双光子成型点的弹性模量[J]. *光学精密工程*, 2006, 14(4): 667-672.
SU Y H, CHEN Y H, DONG L, *et al.*. Measuring and analyzing elastic modulus of single voxels by femo-second two photon photopolymerization [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2006, 14(4): 667-672. (in Chinese)
- [7] 唐祯安, 王立鼎. 关于微尺度理论[J]. *光学精密工程*, 2001, 9(6): 493-498.
TANG ZH A, WANG L D. On microscale theory [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2001, 9(6): 493-498. (in Chinese)
- [8] OLIVER W C, PHARR G M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advance in understanding and refinements to methodology [J]. *J. Mater Res.*, 2004, 19(1): 3-20.
- [9] 史立秋, 张顺国, 孙涛, 等. AFM 的纳米硬度测试与分析[J]. *光学精密工程*, 2007, 15(5): 725-729.
SHI L Q, ZHANG SH G, SUN T, *et al.*. Test and analysis on nanohardness using an AFM-based system [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2007, 15(5): 725-729. (in Chinese)

作者简介: 闫永达(1976—), 男, 副教授, 主要从事基于扫描探针显微镜的纳米测量及加工技术的研究。E-mail: yanyongda@yahoo.com.cn

●下期预告

无铅焊点检测的光源分析与优化设计

卢盛林, 张宪民

(华南理工大学 机械工程学院, 广东 广州 510640)

为了提高自动光学检查(AOI)系统的性能,对 AOI 光源进行了研究。首先,介绍了 AOI 光源的结构设计方法,光源由红、绿、蓝 3 种不同颜色,不同照射角度的 LED 阵列组成。然后,建立了光源的照度模型以及焊点的反射模型。最后,根据简化的照度模型对光源的几何参数进行优化。仿真和实验结果表明,所设计的光源在检测无铅焊点时同样有效,并能使不同类焊点间的特征距离更大,最大为半球形光源照射下的 11.88 倍,提高了特征在无铅焊点缺陷检测的分辨能力。从而验证了光源设计的有效性。