

扫描声学显微镜及其在材料科学中的应用

华中理工大学 朱 峰 张鸿海 黄奇葵

本文介绍了扫描声学显微镜的发展及其基本原理,分析介绍了声学显微镜的成像方式、性能特点及其在材料科学研究中的应用。

The Application of Scanning Acoustic Microscope in Materials Science

Zhu Feng Zhang Honghai Huang Qikui

(Huazhong University of Science and Technology)

This article introduces the development and principle of the SAM (Scanning Acoustic Microscope). The imaging mode, characterization of properties and its applications in materials science are described briefly.

一、引言

扫描声学显微镜 (Scanning Acoustic Microscope, 简称 SAM) 测试技术是一种新型的测试技术。其主要特点为: ①它有一个所谓“表层能力”, 即声透镜使超声波在样品表面及内部聚焦, 并利用测量点的反射回波进行成像, 因而能观察光学不透明材料的表层组织; ②扫描声学显微镜所产生的图像反映了样品的材料力学参量, 如刚度、粘度、韧度、密度、形貌等; ③由于是超声测量, 扫描声学显微镜对绝大多数样品是无损检测, 甚至活细胞也能够无明显损害而被检验。声学显微镜的无损检测特性, 使其在材料检测中具有十分重要的意义。由于扫描声学显微镜的以上特征, 使其在材料科学、电子科学、机械工程及生物科学方面具有广泛的应用价值。

用声波显微成像的设想最早是由苏联学者 S. Y. Soykolov 于 30 年代中期提出的, 由于技术原因, 该设想长期未能实现。70 年代中期, 美国斯坦福 (Stanford) 大学的 Quate 教授和他的合作者研制成功了世界上第一台扫描声学显微镜。如今, 西德、美国、日本等国已生产出扫描声学显微镜商品, 工作频率范围在 50MHz~2GHz 之间, 分辨率为 0.5 μ m~20 μ m 范围。在 50MHz~400MHz 频率范围内工作的设备属于低频扫描声学显微镜, 主要用于观察材料内部; 而在 0.8GHz~2.0GHz 频率范围内工作的设备属于高频扫描声学显微镜, 可以高分辨率地观察表面及亚表层状况。目前, 美国斯坦福大学已获得了工作频率为 8GHz、分辨为 200 \AA 的扫描声学显微镜的研究成果, 正试图研制工作频率为 100GHz、分辨率为 50 \AA 的声学显微镜, 一旦此研究获得成功, 将使声学显微

技术产生一个飞跃。

二、扫描声学显微镜基本原理

扫描声学显微镜是一种集声学、电子、机械、计算机等技术为一体的高科技产品, 有透射型和反射型两种, 透射型只能观察很薄的试件, 对样品制备有一定要求。而反射型的优点是试件厚度不受限制, 因而有着更为广泛的应用领域, 目前可购买到的扫描声学显微镜商品为反射型。反射式扫描声学显微镜原理如图 1 所示。

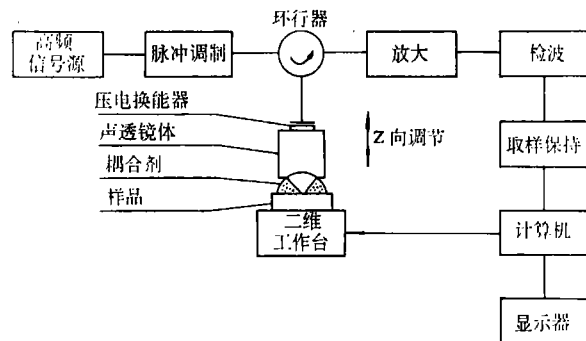


图 1 反射式扫描声学显微镜原理图

微波信号源输出连续微波信号, 经脉冲调制器形成脉冲调制微波信号, 该微波信号通过环行器加到压电换能器上, 使高脉冲信号转化为声脉冲, 这些超声脉冲经声学透镜的凹端聚焦, 并通过耦合介质, 投射在样品的表面上, 激励样品表面产生表面波。由于声束受到样品的反射、散射和吸收, 声波从样品表面返回到压电晶体换能器, 并被转换成电信号, 通过对该电信号放大、检波、采样、送入计算机处理, 可以得到一个像素; 随着声束在

样品表面上二维(x、y方向)扫描,即可得到一幅完整的声图象。图像上每个信号的灰值,反映了样品相应部分反射信号的强度。同时在垂直于样品方向上(Z方向)移动探头,改变声波在样品内的聚焦位置,就可得到样品内部的声图像。测得的信号电压 $V(Z)$ 取决于透镜的聚焦性能和焦点材料的物理—机械性能。扫描声学显微镜的核心部分是声学透镜。为了降低声学衰减,透镜体选用高纯材料蓝宝石制成;同时,蓝宝石还是一种高声速晶体,该性质能够有效地减少像差。在透镜体的下端呈凹球面,凹球面尺寸取决于工作频率。当换能器发射平面声波时,由于凹球面的折射,声波聚焦。在蓝宝石透镜体的顶部经抛光后,安装了一个氧化锌压电换能器,其作用是将电振荡与声振荡相互转换。

由于空气对高频声波具有极大的衰减作用,因此声透镜与试件之间是通过耦合介质来连接的。对耦合介质的要求主要有三:一是对声波的衰减尽量小;二是声波在其中的传播速度尽量慢,以获得最低的衍射限制,从而提高分辨率;三是耦合介质应具备合适的粘度和湿润能力。研究表明,在常温下,蒸馏水是合适的耦合介质,且在测试时将水温适当升高,声波衰减特性可得到改善。低温耦合介质(液氮、液氦)有着更优的性能,但受使用条件的限制,目前全世界只有几个大学实验室能够使用低温耦合介质。

声学显微镜的分辨率主要决定于焦点处的波长,而波长又受制于声速及声波频率。频率越高,分辨率就越高。另外,扫描声学显微镜的入射波和反射波都聚焦在样品的同一点上,这使显微镜提高了深度鉴别能力并有助于消除聚焦外面的反射。在应用电子反差增强技术后,显微镜的分辨率可提高到稍优于工作波长的水平。当用热水作耦合介质在2GHz频率工作时,实用分辨率可达0.65 μm 左右。

声学显微镜的穿透能力基本上取决于声波频率和样品材料。频率越低,穿透深度就越深。例如,当工作频率为2GHz时,声波可贯穿样品表面以下0.5~2.5 μm 的深度范围;而当工作频率为250MHz时,其穿透能力则可能达到250 μm 左右。

三、扫描声学显微镜的性能及在材料科学中的应用

声波在固体中传播,呈现出不同的声能传播类型。除了常见的体声波(纵波和剪切波)外,声表面波(SAW)同样存在于许多材料之中。声波的不同类型以复杂的方式与材料的弹性特征相互作用,从而产生了携带大量信息的反差。在声显微术中,这些信息可从下述四个方面获得,通过分析可以得到大量的所需材料特征。

1. 表层成像

在这种模式中,体声波透入样品并在样品内部折射而聚焦,因此,表层的特征能导致反射,从而在所形成

的图象中产生相应的反差以反映所检测的表层状况。

扫描声学显微镜的表层成像能力使其可应用于检查样品表面下夹杂物,检验复合材料粘合质量,检验半导体组件中的晶片与其散热片的结合质量等方面。扫描声学显微镜还可以观察集成电路表层及亚表层结构,从而可以检测出集成电路中存在的细微缺陷,如裂纹、杂质、脱层等。

2. 阻抗成像

介质的声学阻抗被表示为声速与密度的乘积($Z = \rho C$),当声波入射于两种介质界面时,按反射系数产生反射: $R = (Z_2 - Z_1) / (Z_2 + Z_1)$ (此处 Z_1 和 Z_2 是两种介质的声阻抗),反射功率为 R 的平方。当显微镜聚焦于表面时,阻抗的变化将表现为反差的变化。因此,聚合物及其复合材料的组成能用声学法测出,因为图象反差的变化与声学阻抗的变化相对应,因而也就与密度和模量的变化相对应。阻抗成像形式适用于如聚合物类的低密度材料。例如,这种成像方式能用于区分两相聚合物间的界面。阻抗成像也适用于半导体加工中的光刻胶残余量的检查,这是因为光刻胶的声阻抗大大低于硅或氧化物,因而其表现出声反射的减少。

阻抗成像方式不适用于高密度材料(大部分金属、陶瓷和半导体)中的阻抗变化成像。如果 $Z_2 \gg Z_1$,反射系数 R 的变化不明显, R 接近于1。在这种情况下,可以采用声表面波(SAW)成像模式。

3. 声表面波成像

当一束平面声纵波以一个临界入射角

$$\theta_R = \sin^{-1} \left(\frac{C_w}{C_R} \right)$$

(式中 C_w 和 C_R 分别为耦合液及表面声波的速度)通过耦合液投射到固体样品的表面时,就会产生有泄漏的Rayleigh波,即Rayleigh波在沿材料表面传播的同时,将不断向耦合液中以纵波的形式辐射声波,而且所辐射的声纵波的方向同表面的法线也成 θ_R 角。有泄漏的Rayleigh波是纵波及横波的混合波,它离开表面后按指数规律衰减。当满足共焦条件时,泄漏Rayleigh波被透镜体上的换能器所接收并激励起电压。Rayleigh波的传播对弹性变化非常灵敏,这就使得图像反差得以提高。通过改变透镜相对于样品的位置,可以获得较优的图像反差。因此,材料的晶粒组织及结晶学取向的图像在无需侵蚀试样表面的条件下即可获得。这些材料可以是光学各向同性或各向异性的,当侵蚀表面(揭示这些结构的标准技术)是困难的、太费时的或不可能时,这项能力就显得尤为重要。

由于表面裂纹能极大地影响Rayleigh波传播特征,因此,声学显微镜是探测裂纹的灵敏技术。可以探测到多么细的裂纹是没有限制的。通过对扫描声学显微镜和扫描电子显微镜的对比试验表明,只要表面间出现原子大小的分离,声图像即会出现较强的反差。

4. $V(Z)$ 曲线分析及应用

扫描声学显微镜除了显微成像一大功能外,另一功能就是测试 $V(Z)$ 曲线。当声透镜的聚焦声束在样品内部沿垂直于样品表面方向上 (Z) 向的不同位置时,换能器的输出电压不同。输出电压 V 与焦点坐标 Z 的函数关系称之为 $V(Z)$ 曲线 (图 2)。

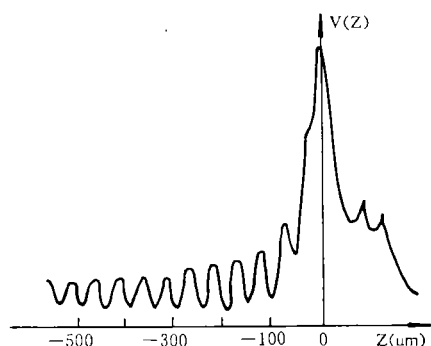


图 2 $V(Z)$ 曲线示意

$V(Z)$ 曲线对可激发 Rayleigh 波的材料有重要意义, $V(Z)$ 曲线的周期性受材料特征所致, 并且是反射波和 Rayleigh 波间干涉的结果。 $V(Z)$ 曲线的周期由下式表达:

$$\Delta Z = \frac{\lambda_w}{2(1 - \cos\theta_R)}$$

式中 λ_w 是在水中的波长, θ_R 为 Rayleigh 角。由前述可知, θ_R 与材料的 Rayleigh 波速度 C_R 有关。因此, 由 $V(Z)$ 曲线, 我们能够确定表面波的速度及衰减。这就提供了一种在微小区域内辨识材料的手段, 它既能用来测不同材料的样品, 也可以用来发现同一样品上各点材料性质的不同。此外, 由于表面上存在薄膜时会改变 Rayleigh 波的速度, 因而这种方法又是无损地测量薄膜性质或其厚度的一种手段。

$V(Z)$ 曲线的另一个重要应用研究内容是它决定着所得到的声显微图像的对比度。通过对 $V(Z)$ 曲线的分析, 可以调整透镜位置来使得到的声显微图像有最满意的对比度。

四、结束语

扫描声学显微镜是提供材料信息的一种非常有用的检测工具, 它无需复杂的样品制备, 就可无损地对材料表面及表层内部成像而进行显微分析, 它能独具特色地提供材料内部结构及材料力学参数等重要材料性能参数。声学显微镜的出现, 弥补了其他现有微观测试手段 (如光学显微镜, 扫描电子显微镜) 的不足, 从而使人们获得了研究认识物质结构的有力工具。可以预料, 声学显微镜在材料科学研究中将会得到越来越广泛的应用, 声学显微镜, 光学显微镜、扫描电子显微镜及其他材料微观检测手段的综合应用, 将使材料科学的研究进入一个新时代。

参考文献

1. Quate C. F., IEEE Trans. on Sonic and Ultrasonics, SU-32-2 (1985), 132~135
2. Foster J. S. et al., IEEE Trans. on Sonic and Ultrasonic, SU-32-2 (1985), 139~151
3. Lemons R. A. et al., Acoustic Microscopy, Physical Acoustic, Vol. XIV, 1979
4. ISAO Ishikawa, IEEE Trans. on Ultrasonics. Ferroelectrics and Frequency Control, Vol. 36, No. 6, 1989
5. T. Semba, et al., Annals of CIRP, Vol. 36/1/1987
6. T. Semba, et al., Annals of CIRP, Vol 38/1/1989

新型复合材料发展动态

最常用的复合物是玻璃增强塑料 (GRP) 和碳纤维增强塑料 (CFRP), 它们由用玻璃、碳或聚酰胺纤维增强热塑或热固树脂制成, 增强材料可以是切成段的缕、纤维或是编织品, 可单独使用, 也可以组合使用。

世界各国的军用航空宇航部门, 都在努力研制重量更轻、飞行时间更长、飞行高度更高的战斗机。美国空军部门意识到, 要想在战斗机上再安装更多的智能电子器件, 已受限于有限的空间, 唯一的出路是采用灵巧复合物, 以便把许多传感和处理器件塞进飞机的蒙皮里去, 不至于增加飞机的重量和体积及影响空气动力学性能。

复合材料的下一代进攻目标是民用航空工业, 据报道, 以美国为基地的比乞克拉夫特公司制造的“星球飞机”的 70% 是复合材料。飞机机架是用石墨环氧片夹在聚酰胺纤维蜂窝结构中制造的。它是世界上第一架复合材料用量如此之高又获得民用航空当局批准的飞机。

目前人们把相当大的一部分力量用在研究可靠而快速的复合材料生产方法上。一种叫做树脂转移成型的加工工艺正吸引着有关生产厂家的注意。

同这些复合材料的发展密切相关的是增强纤维缕埋于其中作为结合料的塑料, 热固性树脂仍占世界树脂结合料销售量的 75%。其余的 25% 是热塑性结合料, 热固性树脂的问题是寿命较短, 而且常常要在冷藏条件下保存。

不过, 英国帝国化学工业公司、菲利浦石油公司和杜邦公司等最近已研制成功新的热塑性树脂系列, 它们能克服上述缺点, 而且制造时间又比热固性树脂短, 性能却有所提高, 例如, 它们具有超群的冲击强度, 这些视为高级热塑复合材料 (ATC) 的产品包括帝国化学工业公司和杜邦公司出品的芳香族聚合物复合材料 (APC)。

由于这些高级复合材料价格较贵, 而且要在 400℃ 上下进行固化, 因此, 它们目前只限于航空宇航部门使用。尽管如此, 热塑复合材料的增长速度仍高于热固复合材料。

(徐忠杰)