

原子力/摩擦力显微图象的分析与测量^{*}

王吉会 路新春 钱林茂 史兵 温诗铸

(清华大学摩擦学国家重点实验室 北京 100084)

摘要 用表面粗糙度评定方法和分形几何方法,结合原子力/摩擦力显微图象的特点,编制了包括 $R_a, R_q, S_m, S, \lambda, \lambda_1$ 及高度分布、承载率曲线、相关函数、功率谱和分形维数等参数的图象分析与测量的 FORTRAN 程序;用 STR-180 和 STR-1000 标样作了高度标定,对国产 Nature 磁带和进口 Sony 磁带的原子力/摩擦力显微图象进行了分析测量,结果表明: Nature 磁带的粗糙度和粒度均比 Sony 磁带的大;微摩擦力与表面轮廓及表面轮廓斜率之间均有良好的对应关系

关键词 原子力/摩擦力显微镜 纳米测量 图象分析 微观表面形貌

分类号 TH742

纳米科学与技术是在纳米尺度上研究物质的特性和相互作用,且依据这些特性制造出具有特定功能产品的高新科技。虽然纳米科技的构想早在 1955 年就已提出,但因受当时纳米测量技术的限制而未引起人们的重视^[1]。进入 80 年代,以扫描隧道显微镜 (STM)、原子力显微镜 (AFM) 和摩擦力显微镜 (FFM) 为代表的扫描探针显微镜 (SPM) 出现后,纳米科技才得到迅速发展。SPM 是用半径很小的针尖,在样品表面上方(间隙为纳米量级)作光栅扫描,得到具有原子分辨率的三维表面形貌,其原理与触针式轮廓仪类似^[2]。SPM 最基本的功能是测量样品的纳米级表面形貌,进而通过图象分析功能,达到评定纳米级表面形貌的目的。虽然进口 SPM 的分析功能较多,但因其评定方法单一,难对表面形貌作全面评价。80 年代后期以来,我国相继研制成功多种型号及类型的 SPM,但侧重点都在仪器硬件上^[3],而对图象处理与分析等软件的投入还很不足,图象分析功能相当缺乏,迫切需要建立全面评定表面形貌的方法及程序,以完善 SPM 仪器的分析功能。作者针对 AFM/FFM 图象的特点,通过计算机图象分析与测量,对纳米级表面形貌进行了评定,以揭示微观摩擦的特性和机制。

1 实验与图象处理方法

1.1 实验方法

实验材料有国产 Nature 磁带和日本产 Sony 磁带,在 CSPM-930a AFM/FFM 上采集

^{*} 国家自然科学基金、中国博士后科学基金、清华大学摩擦学国家重点实验室开放基金资助项目/1996-07-12 收到初稿,1997-12-24 收到修改稿/本文通讯联系人王吉会

王吉会 男,32岁,博士,讲师,目前主要从事薄膜材料的微观摩擦磨损研究

路新春 男,32岁,博士,副教授,目前主要从事摩擦力显微镜和材料微观摩擦磨损研究

钱林茂 男,26岁,在读博士研究生,从事 LB 膜材料制备及其微观摩擦磨损特性研究

史兵 男,31岁,硕士,讲师,目前主要从事分子有序膜的制备及其摩擦学特性研究

温诗铸 男,66岁,教授,博士生导师,目前主要从事微观摩擦学和微型机械方面的研究,发表论文 200 余篇

观察2种磁带的微观表面形貌和摩擦力图象^[4],并以二进制方式进行数据存储,再将二进制文件转换成文本文件后作图象处理

1.2 图象处理

1.2.1 高度标定方法

采用台阶高度分别为18 nm 和100 nm 的 STR-180及 STR-1000作标样,在恒力模式下(Delay= 200)采集观察2种台阶的表面形貌,通过图象处理程序计算出不同恒力扫描信号增益 V_{gain} 下2种台阶的信号差值,经线性回归后求出扫描信号值与实际高度的转换系数 α

1.2.2 表面粗糙度评定方法

首先,对采集的三维表面形貌数据 $Z(I, J)$ 用最小二乘法求出平均面的方程

$$Z = aI + bJ + d.$$

式中的 a, b, d 可分别由下列方程组确定:

$$\begin{aligned} a \sum_{i=1}^n I^2 + b \sum_{i=1}^n IJ + d \sum_{i=1}^n I &= \sum_{i=1}^n IZ, \\ a \sum_{i=1}^n IJ + b \sum_{i=1}^n J^2 + d \sum_{i=1}^n J &= \sum_{i=1}^n JZ, \\ a \sum_{i=1}^n I + b \sum_{i=1}^n J + d \sum_{i=1}^n 1 &= \sum_{i=1}^n Z. \end{aligned}$$

(i 为取样点数, $i = 1, 2, \dots, n$)

于是 $Z(I, J)$ 相对于平均面的距离为

$$Z(I, J) = |Z(I, J) - aI - bJ - d| / \sqrt{a^2 + b^2 + 1}.$$

然后,根据表面粗糙度参数的概念,计算算术平均偏差 R_a 、均方根偏差 R_q 、平均间距 S_m 、单峰间距 S 、均方根波长 λ_q 和算术平均波长 λ_a ,以及高度分布、承载率曲线、相关函数和功率谱曲线

1.2.3 分形几何方法^[5-8]

a 盒维数:对AFM/FEM 图象(180×180点),首先找出每一幅图象中信号的最大值 Z_{max} 和最小值 Z_{min} ,将 $(Z_{\text{max}} - Z_{\text{min}})$ 分为180等份,于是整个图象就变成180×180×180的立方体用一系列不同边长 a 的小正方体(格数)划分AFM/FEM 图象,计算出各自占有的盒数 $N(a)$,根据 $N(a) \sim a^{-D}$,在双对数坐标上线性回归后求出盒维数 D_{sandbox}

b 根据频谱求维数:对AFM/FEM 图象(180×180点),利用付里叶变换计算出其功率谱 $S(f_I, f_J)$,然后沿 I 或 J 方向求和:

$$\begin{aligned} S(f_I) &= \sum_{i=0}^{179} S(f_I, f_J), \\ S(f_J) &= \sum_{i=0}^{179} S(f_I, f_J). \end{aligned}$$

分别以 $\log_{10}(S(f_I))$ 与 $\log_{10}(f_I)$, $\log_{10}(S(f_J))$ 与 $\log_{10}(f_J)$ 在双对数坐标上作图,根据 $S(f) \sim f^{(5-2D)}$,求出分形维数 D_{FI} 和 D_{FJ} .

c 根据轮廓线长度求分形维数:根据扫描信号-高度转换系数以及扫描范围尺寸,将AFM/FEM 图象转换成实际尺寸的三维表面形貌,然后再沿 I 或 J 方向用一系列不同边长的码尺 e (nm),测量轮廓曲线的长度 $L(e)$ (nm),由 $L(e) \sim e^{(1-D)}$ 求分形维数 D_{LI} 和 D_{LJ} .

d 小岛法(SM): 在图象信号的最大值 Z_{\max} 与最小值 Z_{\min} 之间, 用一系列不同的高度作三维图象的等值面, 利用数字图象处理技术计算每一等值面上各个小岛(封闭曲线)的周长 P (nm) 和面积 A (nm^2), 根据 $P^{1/b} \sim A^{1/2}$, 在双对数坐标上线性回归后由直线的斜率求分形维数 D_{sim} .

根据以上的理论分析, 通过 FORTRAN 语言编制出可计算表面粗糙度和分形维数的 FORTRAN 程序, 再结合图象文本文件, 就可对原子力/摩擦力显微图象进行分析与测量

2 实验结果与讨论

2.1 高度标定

图1所示为2种台阶标样的扫描信号差值与信号增益 V_{gain} 的关系曲线。可以看出, 2种台阶标样的扫描信号差值都是随着 V_{gain} 的增大而线性增大, 经线性回归发现:

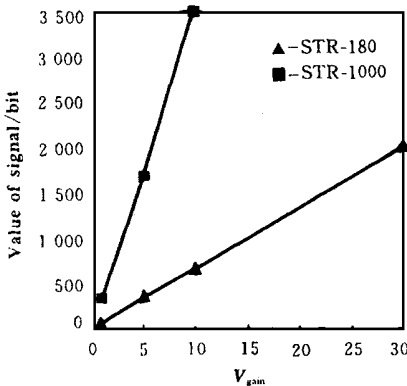


Fig 1 Relationship curves between the scanning signal difference of two standard specimens with V_{gain}

$$\Delta Z = 67.318 V_{\text{gain}} + 3844, \quad (\text{STR-180})$$

$$\Delta Z = 347.762 V_{\text{gain}} - 27.066 \quad (\text{STR-1000})$$

用台阶高度分别除以各自标定直线的斜率, 可以得到扫描信号-高度转换系数 α ($V_{\text{gain}} = 1$) 为:

$$\alpha = 18/67.318 = 0.267 \text{ (nm/bit)}, \quad (\text{STR-180})$$

$$\alpha = 100/347.762 = 0.287 \text{ (nm/bit)}. \quad (\text{STR-1000})$$

综合2种台阶标样的结果, 取其平均值, 并考虑到 V_{gain} 不等于1的情况, 信号-高度转换系数 α 为:

$$\begin{aligned} \alpha &= 0.5(0.267 + 0.287) / V_{\text{gain}} \\ &= 0.277 / V_{\text{gain}} \text{ (nm/bit)}. \end{aligned}$$

2.2 表面粗糙度

由表1所列 Nature 磁带和 Sony 磁带的表面粗糙度参数可以看出, 无论是横向参数 R_a 和 R_q , 还是纵向参数 S_m , S , λ_{ax} , λ_{ay} , λ_{qx} 和 λ_{qy} , Sony 磁带的粗糙度都明显比 Nature 磁带的小, 这说明 Nature 磁带的平整度和粒度均比 Sony 磁带的大

表1 2种磁带的表面粗糙度

Samples	R_a	R_q	S_m	S	λ_{ax}	λ_{qx}	λ_{ay}	λ_{qy}
Nature	12.5	16.0	287	118	165	124	183	138
Sony	5.0	6.6	266	97	64	44	72	50

2.3 高度分布和承载率曲线

图2所示为国产 Nature 磁带的高度分布和承载率曲线。可以看出, 在轮廓中线附近, 高度分布的几率最大, 承载率急剧增大。对高度分布和承载率曲线进行分析, 不仅能够对表面形状作出大致的估计, 而且尤其在有磨损的情况下, 如果将磨损前后的表面高度分布和承载率曲线相对比, 就可以评价磨损量的大小。

2 4 相关函数和功率谱

图3给出的是对 Nature 磁带的表面形貌信号 $Z(I, J)$ 与其斜率 $S(I, J)$ (由 $Z(I, J)$ 求得)的自相关函数 $ACF(N)$ ($Z-Z, S-S$), 以及 Z 和 S 分别与同时测得的微摩擦力信号 F 的互相关函数 $ACF(N)$ ($Z-F, S-F$) 间的关系曲线 可以看出, $Z-Z$ 与 $Z-F, S-S$ 与 $S-F$ 之间均有良好的对应关系, 说明微摩擦力既与表面轮廓相关, 也与表面轮廓的斜率相关, 图4是

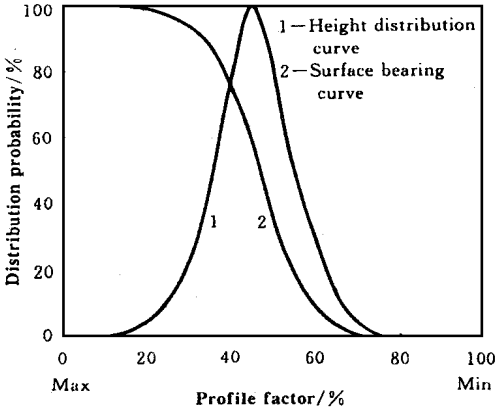


Fig 2 Height distribution and surface bearing curves of Nature tape

图2 Nature 磁带的高度分布和承载率曲线

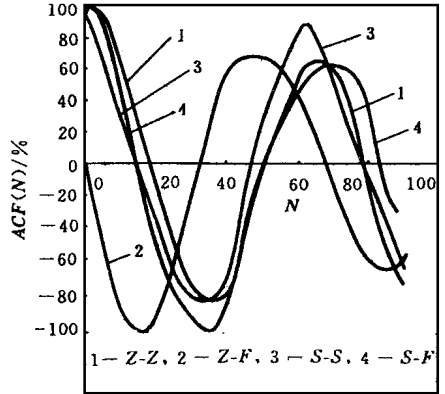


Fig 3 Covariance function of $Z-Z, Z-F, S-S$ and $S-F$ of Nature magnetic tape

图3 国产 Nature 磁带的相关函数曲线

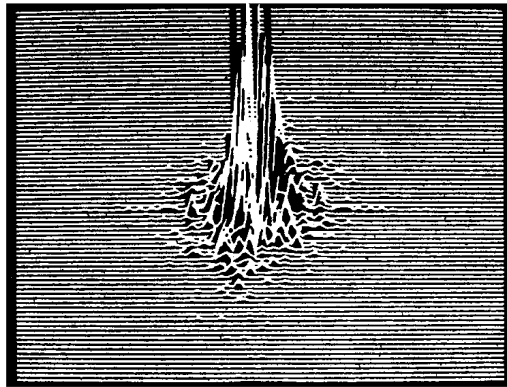


Fig 4 Power spectrum density of Nature magnetic tape

图4 国产 Nature 磁带的功率谱曲线

国产 Nature 磁带表面形貌的功率谱曲线 相关函数和功率谱是综合表征表面粗糙度中幅度和间距特征的重要函数, 而且相关函数和功率谱可通过付里叶变换相互转换 另外, 通过对功率谱的分析, 还可以求出分形维数

2 5 分形维数

图5~ 8给出的是分别用计盒法、轮廓线法、频谱法和小岛法计算所得分形维数的关系曲线 可以看出, 盒数与码尺、功率谱与频率、轮廓线长度与码尺、小岛的周长与面积之间在双

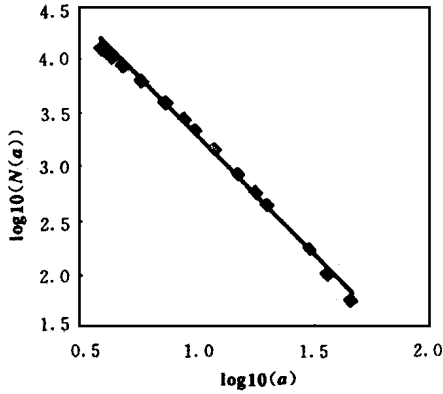


Fig 5 Curve for calculating fractal dimension by sandbox method

图5 利用计盒法求分形维数的关系曲线

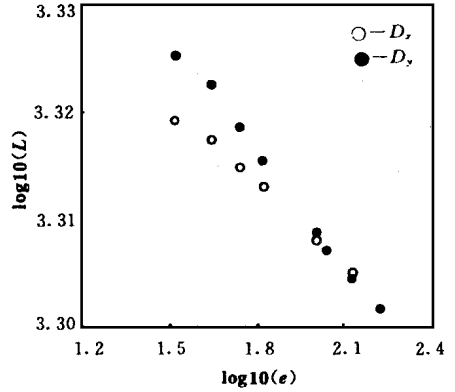


Fig 6 Curves for calculating fractal dimension by profile method

图6 利用轮廓线法求分形维数的关系曲线

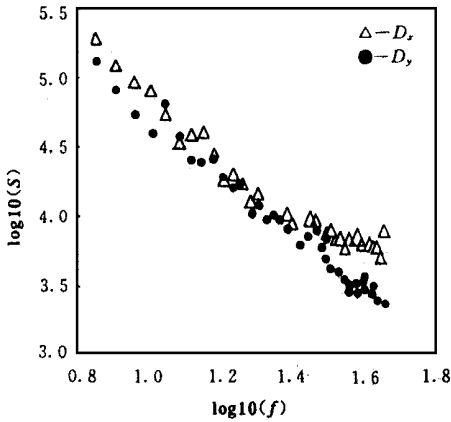


Fig 7 Curves for calculating fractal dimension by power spectrum density method

图7 利用功率谱求分形维数的关系曲线

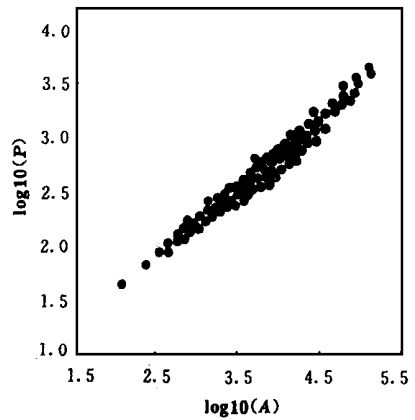


Fig 8 Curve for calculating fractal dimension by slit island method

图8 利用小岛法求分形维数的关系曲线

对数坐标上均呈现出良好的线性关系, 经线性回归后得:

$$\begin{aligned} \log_{10}(N(a)) &= -2.272 \log_{10}(a) + 5.585, && \text{(计盒法)} \\ \log_{10}(L_I(e)) &= -0.0262 \log_{10}(e) + 3.361, && \text{(I 方向, 轮廓线法)} \\ \log_{10}(L_J(e)) &= -0.0368 \log_{10}(e) + 3.383, && \text{(J 方向, 轮廓线法)} \\ \log_{10}(S_I(f)) &= -2.097 \log_{10}(f) + 6.823, && \text{(I 方向, 频谱法)} \\ \log_{10}(S_J(f)) &= -2.071 \log_{10}(f) + 6.823, && \text{(J 方向, 频谱法)} \\ \log_{10}(P) &= 0.6251 \log_{10}(A) + 0.329, && \text{(小岛法)} \end{aligned}$$

经计算后的分形维数为: $D_{\text{sandbox}} = 2.272$; $D_{FI} = 1.465$, $D_{FJ} = 1.452$, $D_{LI} = 1.026$, $D_{LJ} = 1.036$, $D_{\text{sim}} = 2.252$ 可以看出, 方法不同, 分形维数的大小有差异. 用分形几何方法分析纳米级表面形貌, 对于发现在纳米尺度上分形是否存在有重要的意义. 下一步要通过改变扫描范围, 即改变尺码且选择具有不同表面形貌特征的样品来确定纳米尺度上是否存在分形, 以

及用何种方法去评定最可靠和不同样品之间最具有可比性等

3 结论

- a 编制了用于 AFM /FFM 图象分析与测量的 FORTRAN 程序, 评定的参数包括 R_a , R_q , S_m , S , λ_q , λ_s , 以及高度分布、承载率曲线、相关函数、功率谱和分形维数(计盒法、频谱法、轮廓线法和小岛法)等
- b 对 2 种磁带的 AFM /FFM 图象进行了分析与测量, 国产 Nature 磁带的平整度和粒度均比进口 Sony 磁带的大
- c 微摩擦力与表面轮廓及表面轮廓斜率之间均有良好的对应关系

参 考 文 献

- 1 白春礼 纳米科学与技术 昆明: 云南科技出版社, 1995 2~ 3
- 2 陆家河, 陈长彦 现代分析技术 北京: 清华大学出版社, 1995 64~ 67
- 3 白春礼 扫描隧道显微术及其应用 上海: 上海科学技术出版社, 1992 91~ 129
- 4 路新春, 温诗铸, 孟永钢等 激光检测摩擦力显微镜的研制 科学通报, 1996, 41(19): 1 753~ 1 755
- 5 Mitchell M W, Bonnell D A. Quantitative topographic analysis of fractal surfaces by scanning tunneling microscope J Mater Res , 1990, 5(10) : 2 244~ 2 254
- 6 Gomez-Rodriguez J M, A senjo A, Salvarezza R C *et al.* Measuring the fractal dimension with STM: application to vacuum-evaporated gold Ultramicroscopy, 1992, 42-44: 1 321~ 1 328
- 7 Gomez-Rodriguez J M, Baro A M, Salvarezza R C. Fractal characterization of gold deposits by scanning tunneling microscopy. J Vac Sci Technol, 1991, B9: 495~ 499
- 8 Noguez J, Costa J L, Rao K V. Fractal dimension of thin film surfaces of gold sputter deposited on mica: a scanning microscopic study. Physica A, 1992, 182: 532~ 541

Analysis and Measurement of AFM /FFM Image

Wang Jihui Lu Xinchun Qian Linmao Shi Bing Wen Shizhu

(State Key Laboratory of Tribology Tsinghua University Beijing 100084 China)

Abstract According to the characteristic of AFM /FFM image, FORTRAN program about the analysis and measurement of AFM /FFM image were compiled by using the methods of surface roughness and fractal geometry. The evaluation parameters such as R_a , R_q , S_m , S , λ_q , λ_s , height distribution and surface bearing curves, auto-covariance function and power spectrum density and fractal dimension were included. The height were calibrated by STR-180 and STR-1000 standard specimens, and then two magnetic tapes were observed and analyzed by the compiled program. The results show that the compiled program was right and reasonable; the surface roughness and grain size of Nature tape were larger than that of Sony tape; micro-scale friction force was not only related to the surface profile but also related to the slope of surface profile

Key words AFM /FFM nano-scale measurement image analysis microtopography

Classifying number TH742