

文章编号: 1001-4888(2018)01-0077-08

微尺度散斑制备方法研究及应用进展评价*

朱奇, 郝文峰, 陈雷, 朱建国, 何广龙

(江苏大学 力学与科学工程系, 江苏镇江 212013)

摘要: 数字图像相关法(DIC)由于具有非接触、全场、精度高、易操作等特点,已被广泛应用于宏观尺度的变形测量。在微观尺度,DIC可以方便地与显微镜结合,实现变形测量;散斑作为变形的载体,其质量的好坏直接影响到DIC在微尺度变形测量的精度。本文重点介绍了离心甩胶法制备微尺度散斑的方法,并对其应用进展进行评价。具体包括:优化制备工艺参数,获得最优的散斑图;提出散斑膜转移方法,扩大其使用范围;研究散斑膜增韧方法,用于大变形的测量;基于超景深光学显微镜,设计双向加载测试系统;将散斑膜应用于微尺度界面、裂纹尖端等。获得了局部变形场信息,表明该微尺度散斑制备方法具有较好的可行性和应用前景。

关键词: 数字图像相关法; 微尺度散斑; 离心甩胶法; 变形测量

中图分类号: O348.1 **文献标识码:** A **DOI:** 10.7520/1001-4888-17-120

0 引言

实验研究在力学的发展过程中,一直扮演着十分重要的角色。在实验研究中,变形作为力学行为的最直接的响应,是基本测试内容之一。数字图像相关法(digital image correlation,简称DIC)具有非接触、全场测量、操作简单和灵敏度高等优点,已被广泛应用到材料性能表征、无损检测、生物力学和结构变形测量等领域。DIC本质上属于一种基于现代数字图像处理和分析技术的新型光测技术,它通过分析变形前后物体表面的数字图像获得被测物体表面的变形信息(位移和应变)。

散斑是DIC测试中的变形载体,在试件表面形成随机的灰度分布,并与试件一起变形。通常采用人工喷漆法制备散斑,这种方法得到的散斑颗粒尺度为亚毫米量级,满足多数试件的宏观变形测量要求。美国Correlated Solutions公司制作了大小不同的散斑制备模板,可以直接在试件表面印刷散斑,避免了喷漆散斑的人为因素的影响^[1]。Ghorbani等人的研究表明,印刷制斑法可以在桥梁、墙体等大型结构表面制备相应大小的散斑^[2]。

近年来,DIC结合多种显微镜(如超景深光学显微镜、扫描隧道显微镜、激光扫描共聚焦显微镜等)获得数字图像,可以实现微尺度范围内的变形测量^[3-5]。其中,关键的技术之一是微尺度的散斑制备方法。尽管利用试件表面的天然结构或打磨划痕等作为散斑可以实现微尺度的变形测试,但是散斑的质量往往得不到保证,直接影响到了DIC测量的可靠性。随着微加工技术的不断发展,可以对微米尺度散斑的密度和大小加以控制,优化散斑的分布模式,从而提高变形场测量精度。

微纳米散斑制备方法主要有喷涂法、微纳米刻蚀法、化学气相沉积法、光刻法、纳米压印、电流加热法等。喷涂法是将含纳米粉末的溶液喷洒到试件表面,干燥后的纳米粉末附着在试件表面作为散斑^[6,7]。Yang^[7]等人将耐高温颗粒与酒精混合,经超声分散后喷涂在试件表面形成高温散斑场。

* 收稿日期: 2017-05-29; 修回日期: 2017-08-05

基金项目: 国家自然科学基金(11372118, 11672345)资助

通讯作者: 朱建国(1973-),男,博士,教授。主要研究方向:光学变形测试技术。Email: zhujg@ujs.edu.cn

随着微加工系统的不断发展,聚焦离子束和电子束系统得到越来越广泛地应用,结合系统自带的相關制图软件可以设计散斑的大小、形状和分布,进而在试样表面直接刻蚀得到设计好的微纳米尺度散斑图^[8,9]。直接刻蚀法不需要掩模版,可以优化设计散斑图形,制得散斑图还可应用到高温变形测量中(在基体材料能够承受的温度范围内)。Scrivens等^[10]发展了一种化学气相沉积方法在聚合物表面制作纳米级散斑,同时,利用紫外光刻方法在金属薄膜上制作微米级散斑。岸本哲等^[11]提出一种利用电子束曝光制作高温微米尺度散斑的方法,该方法包括镀膜、甩胶、曝光、显影、定影等步骤,这种方法可以控制散斑的尺寸和密度。Collette等^[12]发展了一种基于纳米压印技术的微纳米级散斑制作方法:首先将金膜涂在多孔氧化铝板表面,然后将该板压入聚合物试件中,将氧化铝板溶解从而使得金膜遗留在试件表面。Perea-Lopez等^[13]利用电流加热致孔法在厚度为30~130nm的金属薄膜上形成许多小孔,将小孔作为特征散斑。

以上制备方法往往需要借助于现代微纳米加工技术及相应的设备,给微纳米散斑制备带来了不便。针对微观变形测量的需求,本文重点介绍离心甩胶法用于微尺度散斑的制作。对于其制备方法、散斑优化、散斑膜转移、散斑膜增韧以及相应的测试加载装置、应用研究等分别做了介绍。

1 离心甩胶法

离心甩胶制作微散斑操作简单方便,如图1所示。首先以粉末颗粒作为散斑点,根据待测试件的颜色,选择与其对比度较高的粉末,根据观察视场范围选择粉末颗粒大小。将环氧固化剂溶液和粉末按体积质量比混合放入试管内,并置于离心机消除混合物中的气泡。将方形玻璃板放置在甩胶机上,滴混合液于其中心位置后甩胶,使混合液均匀地涂覆表面。将甩涂环氧树脂的玻璃板放置在烘箱内固化后,散斑膜形成于玻璃板表面,完成散斑制作。

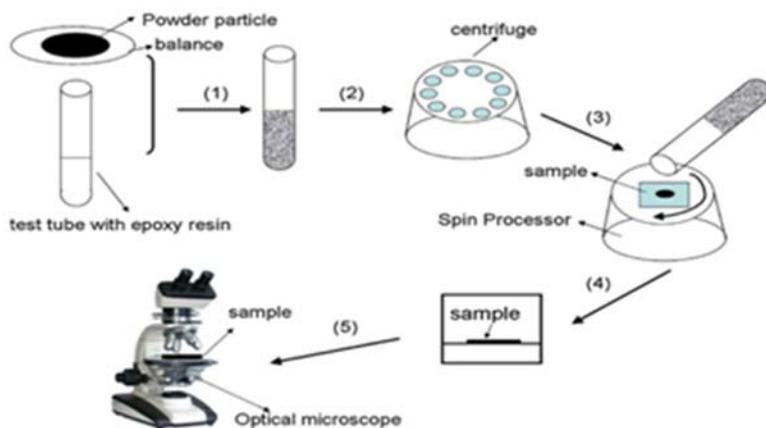


图1 离心甩胶制作微散斑流程图^[14]

Fig. 1 Schematic of speckle pattern fabrication with compound spinning method^[14]

研究过程中,采用3~7 μm 大小的黑色碳粉作为散斑颗粒,比较适合几个毫米视场范围内变形的测量。环氧胶采用透明环氧AB胶,以1:10混合。调整散斑制作过程中的制作工艺,可以获得不同分布的散斑图像。

2 散斑图的制作工艺优化

根据DIC原理,散斑质量评价方法主要有全局参数法和局部参数法。局部参数包括子区熵^[15]、子区灰度梯度平方^[16]和平均子区波动^[17]。全局参数包括散斑颗粒平均大小^[18]、散斑噪声^[19]和平均灰度梯度^[20]。平均灰度梯度是一种简单、有效的散斑质量评价方法:

$$\xi = \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^N |g(x_{ij})| / (M \times N) \quad (1)$$

式中, ξ 代表平均灰度梯度; M 和 N 分别代表图像的宽度和高度, 单位是 pixel。 $g(x_{ij})$ 为局部灰度梯度向量。平均灰度梯度的值越大代表越好的散斑质量。

在微散斑的制作过程中发现, 微散斑的分布和质量主要受光照强度、颗粒与环氧胶的配比、环境温度、离心速度和固化时间等影响。因此, 为了得到高质量的微散斑, 下面分别研究这些条件对散斑图像的平均灰度梯度的影响, 找到最佳的微散斑制作工艺参数。

2.1 光照强度

对同一分布的散斑, 通过改变光照强度, 利用平均灰度梯度对散斑进行评价。图 2 为不同光照强度下的散斑场图像(从 $a \rightarrow f$ 光强依次增强), 表 1 为对应的散斑图像的平均灰度梯度。从表 1 可以看出, 当背景灰度和散斑颗粒灰度值接近时, 平均灰度梯度值较小, 散斑图像质量不理想; 如果光强太大时, 部分散斑颗粒消失, 使得图像的平均灰度梯度值减小。因此, 利用数字图像相关法测量变形时, 光照强度要适中。

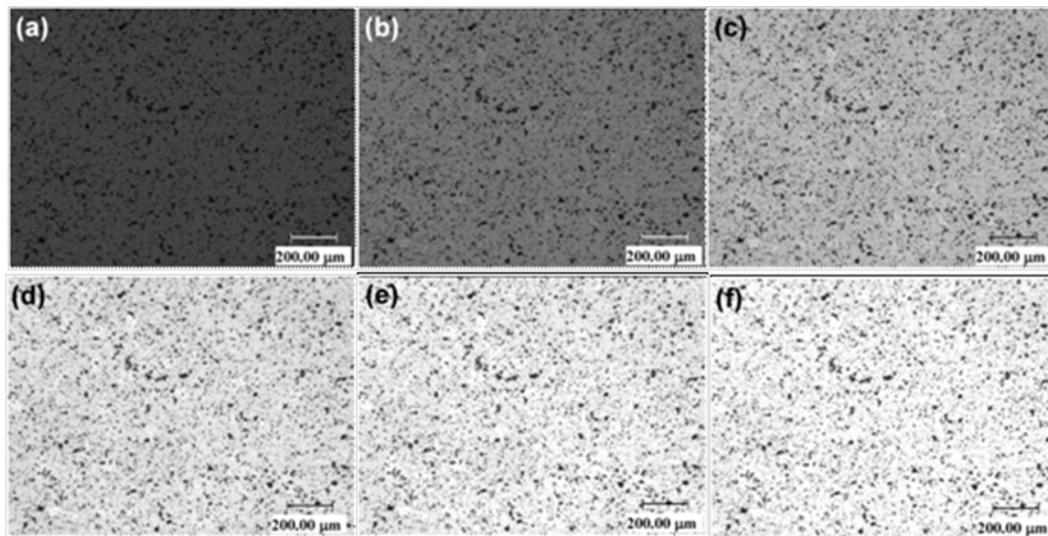


图 2 不同光强下的散斑图^[14]

Fig.2 Speckle patterns under different light intensity^[14]

表 1 不同光强下的平均灰度梯度^[14]

Tab.1 Average gray gradients under different light intensity^[14]

散斑图	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>	<i>d</i>	<i>e</i>	<i>f</i>
ξ	4.69	7.65	12.44	15.77	15.77	15.30

2.2 配比浓度

环氧树脂和粉末颗粒的体积质量配比对于散斑的分布密度有影响。图 3 为不同配比浓度下散斑的分布。由图可以看出, 当环氧树脂和粉末颗粒的体积质量比较小时, 散斑的分布稀疏; 当环氧树脂和粉末颗粒的体积质量比较大时, 散斑的分布稠密。利用平均灰度梯度原理对散斑的质量进行评价, 表 2 为不同配比浓度下的散斑平均灰度梯度。表 2 结果表明, 优化环氧树脂和粉末颗粒的体积质量比可以提高散斑图质量。

表 2 不同配比浓度下的散斑平均灰度梯度^[21]

Tab.2 Average gray gradients with different proportion of epoxy resin and powder particle^[21]

散斑图	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>
ξ	7.69	18.65	16.10

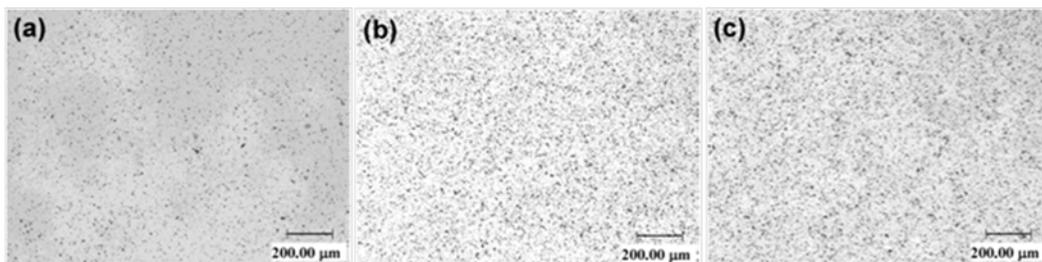


图3 不同配比浓度下散斑的分布 (a)3ml : 0.1g; (b)3ml : 0.2g; (c)3ml : 0.3g^[21]

Fig. 3 Pattern distribution with different proportion of epoxy resin and powder particle:

(a)3ml : 0.1g; (b)3ml : 0.2g; (c)3ml : 0.3g^[21]

2.3 环境温度

图4展示了环境温度分别为5℃、10℃、18℃和25℃时,计算得到的散斑的平均灰度梯度。结果表明,环境温度越高,散斑图的质量越好。由于环氧胶随着温度的升高,易于流动,因而散斑颗粒更加容易分散。因此,离心甩胶法制备微散斑时需要注意环境温度的一致性。

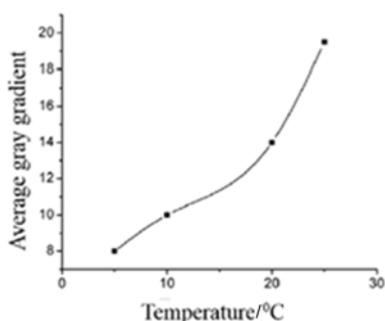


图4 不同温度下的散斑平均灰度梯度^[22]

Fig. 4 Curve relating average gray gradient and temperature^[22]

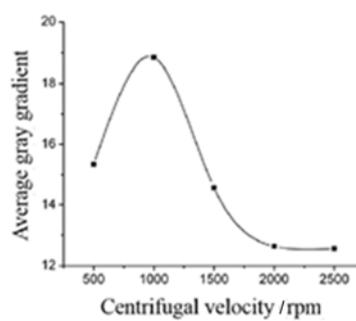


图5 不同离心速度下的散斑平均灰度梯度^[22]

Fig. 5 Curve relating average gray gradient and centrifugal velocity^[22]

2.4 离心速度

在环境温度为25℃时,离心速度分别采用500rpm、1000rpm、1500rpm和2000rpm。图5展示了散斑平均灰度梯度与离心速度的关系。研究表明,增加离心速度可以解决颗粒团聚的问题,但是当离心速度超过1000rpm时,散斑颗粒变得稀疏,平均灰度梯度值会迅速下降。所以,适当地调整离心速度可以改善散斑图的质量。

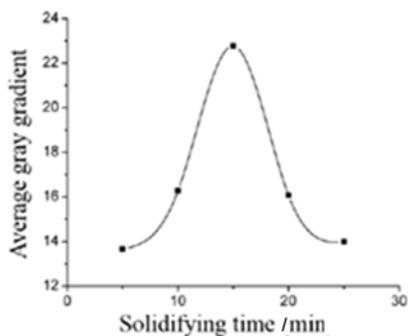


图6 不同固化时间下的散斑平均灰度梯度^[22]

Fig. 6 Curve relating average gray gradient and solidifying time^[22]

2.5 固化时间

在室温25℃,离心速度为1000rpm的条件下,单独考虑固化时间对散斑图的影响。把环氧树脂分别固化5min、10min、15min、20min和25min,得到不同固化时间下的平均灰度梯度,如图6所示。由图6的曲线可以看出,平均灰度梯度值初始时随着固化时间的增加而增加,当固化时间超过15min时平均灰度梯度值会迅速下降。因此,存在一个最优的固化时间以获得最佳的散斑图。

通过平均灰度梯度值对不同制作条件下的微散斑的分布图像进行评价,最终得出微散斑制作的最优制作参数为:当环境温度为25℃时,环氧固化剂与粉末的体积质量比优选为3ml : 0.2g,环氧固化剂离心时间优选为24min,离心速度优选为1000rpm,固化时间优选为15min,同时适当调节光强获得合理的背景灰度与散斑颗粒

灰度值差值。

3 散斑膜转移技术

对于表面平整的试件,可以利用离心甩胶法直接在试件表面制作微散斑。但当试件表面含有缺陷、小孔、切口和微裂纹时,在其周围会发生甩胶溶液的发散,散斑质量较差。

为了解决这种问题,先制作一种标准化的微散斑膜,通过转移技术将微散斑薄膜直接转移到含有缺陷、小孔、切口和微裂纹的试件表面,流程如图 7 所示。首先在玻璃基体表面甩涂光刻胶作为脱膜层;采用离心甩胶法在光刻胶上制作微散斑薄膜;在抛光后的试件表面均匀涂覆一层环氧胶,并将玻璃基体有微散斑薄膜的一面覆盖在环氧胶表面,压紧固化 24h;将玻璃基体与光刻胶分离,此时,由于环氧胶粘接力强,微散斑薄膜与玻璃基体分离,转移到试件表面;最后将表面残余的光刻胶用丙酮清洗掉。上述过程类似于云纹干涉法中将光栅转移到试件表面,散斑膜本身对试件的力学性能影响微乎其微。

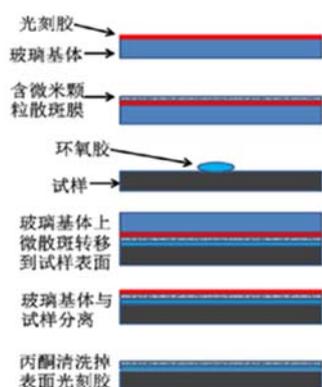


图 7 微散斑转移流程图^[23]

Fig. 7 Schematic of speckle pattern replication technique^[23]

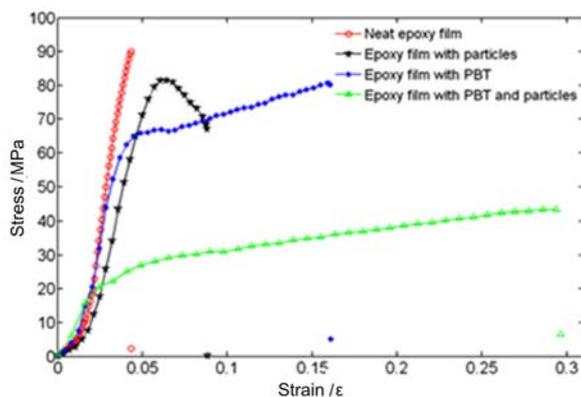


图 8 环氧树脂膜的应力应变曲线^[14]

Fig. 8 Stress-strain curves of epoxy film^[14]

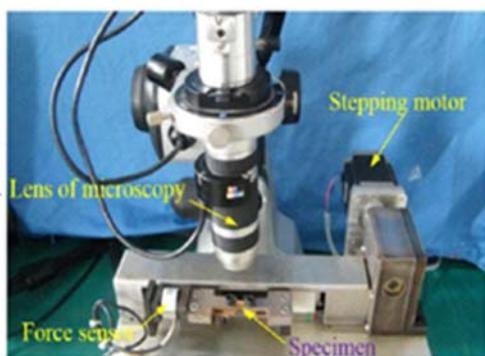
4 散斑膜的增韧方法

当微散斑环氧树脂薄膜被转移至试件表面后,作为变形传感元件随着受载的试件协同变形。对于大变形的试件,散斑膜往往出现先于基体破坏的现象,失去变形测量功能。这主要是因为环氧树脂是脆性材料,为此需要增加环氧树脂薄膜的韧性,提高其变形的测量范围。在环氧树脂增韧性能研究方面,国内外学者做了大量的工作^[24-27],典型方法有粒子填充法^[26]和添加增韧剂法^[27]。在此,通过在环氧树脂内添加石墨粉末作为填充颗粒和邻苯二甲酸二丁酯(PBT)增韧剂来对散斑膜进行增韧。对未增韧和增韧后的环氧树脂薄膜做拉伸实验获得其应力应变曲线,如图 8 所示,并计算获得延伸率,如表 3 所示。表 3 的数据表明,同时添加石墨颗粒和 PBT 的环氧树脂膜的延伸率达到了 27%,是未作处理的环氧树脂膜延伸率的 9 倍。因此,增韧后的环氧树脂薄膜作为传感元件可以大大提高其变形测量的范围。

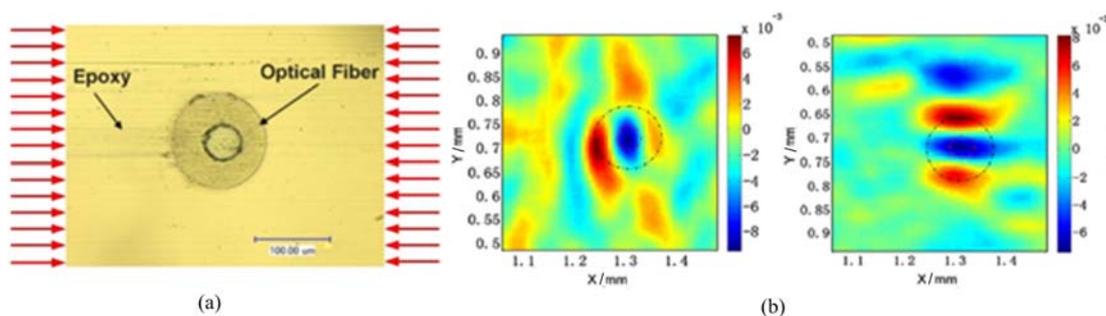
表 3 不同成分环氧树脂膜的力学性能^[14]

Tab. 3 Mechanical properties of epoxy film^[14]

环氧树脂膜	断裂伸长率/%	破坏强度/MPa	弹性模量/GPa
未增韧	3±1	88±3	2.35
添加纳米颗粒	9±2	80±5	1.62
添加增韧剂	16±1	79±3	1.80
添加纳米颗粒和增韧剂	27±3	42±4	0.93

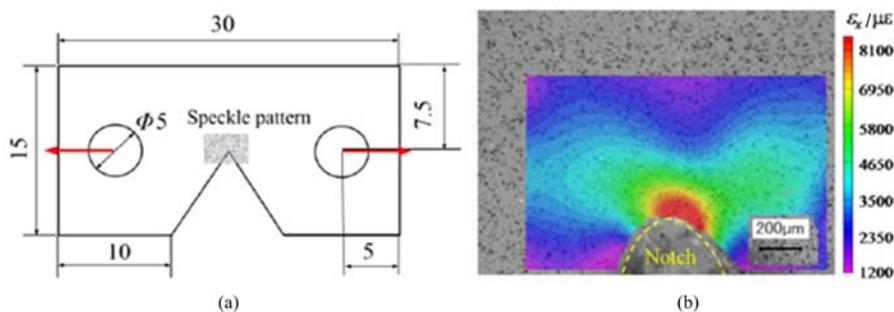
图9 DIC显微测试系统^[22]Fig. 9 Setup of the tensile experiment^[22]

将散斑膜转移到光纤截面上,并采用DIC进行变形测试,如图10所示。结果表明,在纤芯、包层和环氧树脂的各层界面处出现应变集中的现象;特别地,在包层和环氧树脂界面的上下顶点处 ϵ_{yy} (竖向应变)值较高,应力集中明显,界面损伤由此开始发展。

图10 (a)光纤剖面图;(b)应变场 ϵ_{xx} 和 ϵ_{yy} ,虚线表示界面^[21]Fig. 10 (a) Cross-section of the optical fiber; (b) Horizontal and vertical strain fields: ϵ_{xx} , ϵ_{yy} . Dotted line indicates interface^[21]

5.2 微区裂尖变形测试

在微尺度范围内,裂纹尖端变形场的实验测量是表征断裂力学性能的重要内容之一。用离心甩胶法制作微观散斑,把制作好的微散斑用微散斑转移技术转移到一个带有V形缺口的PMMA板上(图11)。随着拉力的增加,采用DIC进行变形测试,在缺口附近出现蝴蝶状且左右对称的应变图,在缺口处出现应力集中现象。开裂后,试件表面的散斑膜仍能很好地粘接在试件表面。

图11 (a)带有V形缺口的PMMA板;(b)载荷为50N时,裂纹尖端的应力场分布^[22]Fig. 11 (a) Schematic of a PMMA specimen; (b) Horizontal strain field under the load of 50N^[22]

5 应用研究

2D DIC测试系统采用超景深光学显微镜(Keyence VHX-500F)和步进电机控制的双向加载装置,如图9所示。显微镜的分辨率为 1600×1200 pixel,观察视场范围2mm左右。加载装置的载荷和位移精度分别为1N和 $6 \mu\text{m}$ 。

5.1 光纤截面压缩实验

光纤通常由纤芯、包层和保护层构成,包层的外径在 $100 \mu\text{m}$ 左右。当光纤受拉伸、挤压、弯曲等外部载荷作用时,各层之间的应力状态直接影响光纤通信性能。为此,对压缩后的光纤截面进行变形测量,

6 总结与展望

散斑作为变形载体,其质量直接影响测量的可靠性。本文提出了一种基于离心甩胶技术的微散斑制作方法,通过改进工艺得出了微散斑制作的最优参数;在此基础上发展了微散斑转移技术,并对散斑膜的增韧方法进行了研究;结合 DIC 技术,应用于材料或结构的微区变形测量,为微区变形测量的发展和应用打下了基础。

离心甩胶技术的微散斑制作方法工艺简单、成本低、效率高,且可以大规模制作,便于利用和推广。但是离心甩胶法仍存在一些不足之处,比如,散斑膜不能长时间保存,会随着环氧胶的腐蚀和老化而降低韧性,因此,在应用过程中需要注意。

参考文献:

- [1] <http://correlatedsolutions.com/speckle-kit/>
- [2] Ghorbani R, Matta F, Sutton M A. Full-field deformation measurement and crack mapping on confined masonry walls using digital image correlation[J]. *Experimental Mechanics*, 2015, 55(1):227–243.
- [3] Zhu J G, Xie H M, Li Y J, et al. Interfacial residual stress analysis of thermal spray coatings by miniature ring-core cutting combined with DIC method[J]. *Experimental Mechanics*, 2014, 54(2):127–136.
- [4] Shi X Q, Zhang Y L, Zhou W. Determination of fracture toughness of underfill/chip interface with digital image speckle correlation technique[J]. *IEEE Transactions on Components & Packaging Technologies*, 2007, 30(1):101–109.
- [5] Eberl C, Gianola D S, Hemker K J. Mechanical characterization of coatings using microbeam bending and digital image correlation techniques[J]. *Experimental Mechanics*, 2010, 50(1):85–97.
- [6] Sun Z, Lyons J S, McNeill S R. Measuring microscopic deformations with digital image correlation[J]. *Optics & Lasers in Engineering*, 1997, 27(4):409–428.
- [7] Yang X, Liu Z, Xie H. A real time deformation evaluation method for surface and interface of thermal barrier coatings during 1100 °C thermal shock[J]. *Measurement Science & Technology*, 2012, 23(23):105604.
- [8] Li Y J, Xie H M, Luo Q, et al. Fabrication technique of micro/nano-scale speckle patterns with focused ion beam [J]. *Science China Physics, Mechanics & Astronomy*, 2012, 55(6):1037–1044.
- [9] 朱建国, 李艳杰, 王庆华, 等. 基于 FIB 的微观变形载体制作技术研究及应用[J]. *实验力学*, 2013, 28(2):151–157 (ZHU Jianguo, LI Yanjie, WANG Qinghua, et al. Fabrication and applications of microdeformation vector based on FIB[J]. *Journal of Experimental Mechanics*, 2013, 28(2):151–157 (in Chinese))
- [10] Scrivens W A, Luo Y, Sutton M A, et al. Development of patterns for digital image correlation measurements at reduced length scales[J]. *Experimental Mechanics*, 2007, 47(1):63–77.
- [11] 岸本哲, 戴福隆, 李艳杰, 等. 一种制作高温微米尺度散斑的方法, CN101240996[P]. 公告日期:2010.06 (An Benzhe, Dai Fulong, Li Yanjie, et al. Speckle making method for deformation measurement in high temperature environment, CN101240996[P]. Announcement date: 2010.06 (in Chinese))
- [12] Collette S A, Sutton M A, Miney P. Development of patterns for nanoscale strain measurements: I. Fabrication of imprinted Au webs for polymeric materials[J]. *Nanotechnology*, 2004, 15(12):1812–1817.
- [13] Perea-Lopez N, Rakov N, Xiao M. Current-heating formation of small holes in thin gold or silver films[J]. *Review of Scientific Instruments*, 2002, 73(12):4399–4401.
- [14] Wang H X, Dai X L, Zhu J G, et al. Fabrication of a DIC sensor for in-plane deformation measurement[J]. *Measurement Science & Technology*, 2013, 24(6):065402.
- [15] Sun Y F, Pang J H L. Study of optimal subset size in digital image correlation of speckle pattern images[J]. *Optics & Lasers in Engineering*, 2007, 45(9):967–974.
- [16] Pan B, Xie H M, Wang Z Y, et al. Study on subset size selection in digital image correlation for speckle patterns [J]. *Optics Express*, 2008, 16(10):7037.
- [17] Hua T, Xie H M, Wang S, et al. Evaluation of the quality of a speckle pattern in the digital image correlation method by mean subset fluctuation[J]. *Optics & Laser Technology*, 2011, 43(1):9–13.

- [18] Lecompte D, Smits A, Bossuyt S, et al. Quality assessment of speckle patterns for digital image correlation[J]. *Optics & Lasers in Engineering*, 2006, 44(11):1132–1145.
- [19] Wang Y Q, Sutton M A, Bruck H A, et al. Quantitative error assessment in pattern matching: effects of intensity pattern noise, interpolation, strain and image contrast on motion measurements[J]. *Strain*, 2009, 45(2):160–178.
- [20] Pan B, Lu Z X, Xie H M. Mean intensity gradient: An effective global parameter for quality assessment of the speckle patterns used in digital image correlation[J]. *Optics & Lasers in Engineering*, 2010, 48(4):469–477.
- [21] Wang H X, Xie H M, Li Y J, et al. Fabrication of micro-scale speckle pattern and its applications for deformation measurement[J]. *Measurement Science & Technology*, 2012, 23(3):035402.
- [22] Zhu J G, Yan G S, He G L, et al. Fabrication and optimization of micro-scale speckle patterns for digital image correlation[J]. *Measurement Science & Technology*, 2016, 27(1):015203.
- [23] 何广龙. 微尺度数字图像相关方法和技术研究[D]. 江苏大学, 2016 (HE Guanglong. Research on methods and technologies of micro-scale digital image correlation[D]. Jiangsu University, 2016 (in Chinese))
- [24] 康永. 环氧树脂增韧改性研究进展[J]. *塑料科技*, 2011, 39(3):94–97 (KANG Yong. Research progress on toughening modification of epoxy resin[J]. *Plastics Science and Technology*, 2011, 39(3):94–97 (in Chinese))
- [25] 任圆. 环氧树脂增韧改性研究进展[J]. *热固性树脂*, 2011(3):45–49 (REN Yuan. Research progress on toughening modification of epoxy resin[J]. *Thermosetting Resin*, 2011(3):45–49 (in Chinese))
- [26] 李朝阳, 邱大健, 谢国先, 等. 纳米 SiO₂ 增韧改性环氧树脂的研究[J]. *材料保护*, 2008, 41(4):21–23 (LI Chaoyang, QIU Dajian, XIE Guoxian, et al. Research on the toughening modified of epoxy resin with nano SiO₂ [J]. *Materials Protection*, 2008, 41(4):21–23 (in Chinese))
- [27] Ye Y, Chen H, Wu J, et al. High impact strength epoxy nanocomposites with natural nanotubes[J]. *Polymer*, 2007, 48(21):6426–6433

On the fabrication method of micro-scale speckle and evaluation of its application progress

ZHU Qi, HAO Wen-feng, CHEN Lei, ZHU Jian-guo, HE Guang-long
(Department of Mechnaic and Engineering Science, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China)

Abstract: Digital image correlation (DIC) method has been widely used in macro/micro scale deformation measurement due to its non-contact, full-field, high precision and easy to operate and so on. At the micro scale, DIC can be conveniently combined with the microscope to realize the deformation measurement. As a carrier of deformation, the quality of speckle directly affects the accuracy of DIC in measurement of microscale deformation. This paper focuses on the fabrication of microscale speckle by compound spinning method, and evaluates its application progress, including optimization of fabrication process parameters to obtain optimal speckle pattern; presentation of speckle thin coating transfer method to expand its application scope; studying the speckle thin coating toughening method to measure large scale deformation; design of bi-directional loading test system based on hyper-depth of field optical microscope; application of speckle thin coating in micro scale interface and crack tip; and so on. The local deformation field information is obtained, which indicates the feasibility and application prospect of this microscale speckle fabrication method.

Keywords: digital image correlation (DIC); microscale speckle; compound spinning method; deformation measurement