

DOI: 10.3969/j.issn.0254-0150.2016.05.002

AFM 测试参数对等高粗糙表面黏着影响的实验研究*

陈荣誉 黄平

(华南理工大学机械与汽车工程学院 广东广州 510640)

摘要: 采用具有 600 nm 周期的一维硅光栅来表示等高粗糙表面, 研究 AFM 的测试参数对等高粗糙表面的黏着影响。实验所使用的探针为平头探针 (PL2-CONTR-10, Nanosensors), 其针尖直径为 2 μm , 实验分别在空气中以及干燥环境下进行, 通过力曲线的测量, 计算出黏着力的平均值以及标准差。结果表明: 载荷与停留时间会引起黏着力的略微增大或减小, 但总体影响不是很大; 在空气中, 随着退针速率加快, 黏着力先表现出先增大然后减小的趋势; 而在干燥环境下, 黏着力随着退针速率的加快逐渐减小。

关键词: 等高粗糙; 硅光栅; AFM; 黏着; 平头探针

中图分类号: TH117.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 0254-0150 (2016) 05-006-04

Experimental Study on Adhesion with an Equal Roughness Surface by Changing AFM Parameters

CHEN Rongyu HUANG Ping

(School of Mechanical and Automotive Engineering, South China University of Technology, Guangzhou Guangdong 510640, China)

Abstract: An one-dimension silicon grating with 600 nm period was used to simulate the equal roughness surface and the influence of AFM parameter on adhesion of the equal roughness surface was study. The AFM probe used was plateau probe (PL2-CONTR-10, Nanosensors) with a diameter 2 μm . The experiments were performed in a dry nitrogen and under the ambient condition, the force-displacement curves were obtained and the mean value and the deviation of the adhesion force were calculated. The results show that the adhesion force is increased or decreased slightly with the increasing of loading force and residence time, but the overall change is not great. Under the ambient condition, the adhesion force is increased at the beginning and then decreased with the increasing piezo speed; While the adhesion force in dry nitrogen is decreased with the increasing piezo speed.

Keywords: equal roughness; silicon grating; AFM; adhesion; plateau probe

在过去几十年里, 随着微机电系统 (MEMS) 的发展, 市场对于电子元器件以及相关设备的需求趋向于微小化。而不同于宏观尺寸, 在微纳米尺度下物体更多的是受到表面效应而不是惯性作用。因此, 在微纳米尺度下, 黏着力是导致设备失效的一个主要原因^[1]。比如: 在微接触打印技术中, 黏着力会导致打印机触脚的变形^[2]、微悬臂梁的黏着失效^[3]、微机械加速计梳齿结构的黏连^[3]等。另一方面, 黏着力在某些领域也有着重要作用, 如黏性磁带。在自然界中,

如甲虫、苍蝇、壁虎等动物能够在墙壁、天花板上爬动也是黏着力的作用。因此, 为更好地利用黏着力, 需要研究哪些因素会影响黏着力以及如何控制黏着力的大小。

目前, 有很多学者进行了黏着方面的实验研究^[4-17]。其中, 最主要的有表面的粗糙度会影响黏着力的大小, 环境的湿度会影响毛细液桥的形成并最终影响黏着力。这些实验大部分是基于原子力显微镜 (AFM) 完成的, 而 AFM 的测试参数如: 载荷大小、停留时间、退针速率等对黏着力也有一定的影响^[12-17]。另外, 采用 AFM 的测试大部分都是基于光滑的硅片、云母以及其他一些粗糙度相对较小的样品, 而对等高粗糙表面的报道较少。ANDO^[4, 6]研究了不同湿度下二维高度阵列的黏着力, 同时还研究了停留时间对黏着力的影响, 但是载荷大小以及退针速率对黏着力的影响没有进行相关研究。等高粗糙表面

* 基金项目: 国家自然科学基金项目 (51175182)。

收稿日期: 2015-12-10

作者简介: 陈荣誉 (1991—), 男, 硕士研究生, 研究方向为摩擦学。E-mail: 527832750@qq.com。

通讯作者: 黄平 (1957—), 博士, 教授, 博士生导师, 研究方向为弹流润滑、界面力学等。E-mail: mephuang@scut.edu.cn。

会有效减小黏着力的大小^[5-9], 因为接触面积减小了。在本文中, 作者将不研究这种减黏效应, 而是研究 AFM 的测试参数对等高粗糙表面的黏着影响。

1 实验部分

1.1 实验样品

实验中选用一维硅光栅来表示等高粗糙表面, 硅光栅的周期为 600 nm。其加工工序如图 1 所示。采用 AFM (CSPM-4000, 本原) 的接触模式在样品表面扫描 10 μm × 10 μm 的范围, 其形貌如图 2 (a) 所示, 图 2 (b) 为 x 方向上的高度, 可以看出高度大致在 51 ~ 53 nm 之间。扫描所用探针为尖探针 (Cont-A1, Budget Sensors), 其针尖的曲率半径可以达到 100 nm 以下。

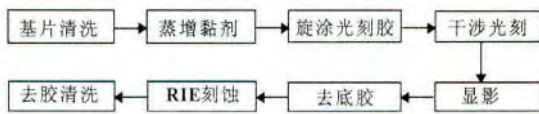


图 1 硅光栅加工工序

Fig 1 Processing steps of silicon grating

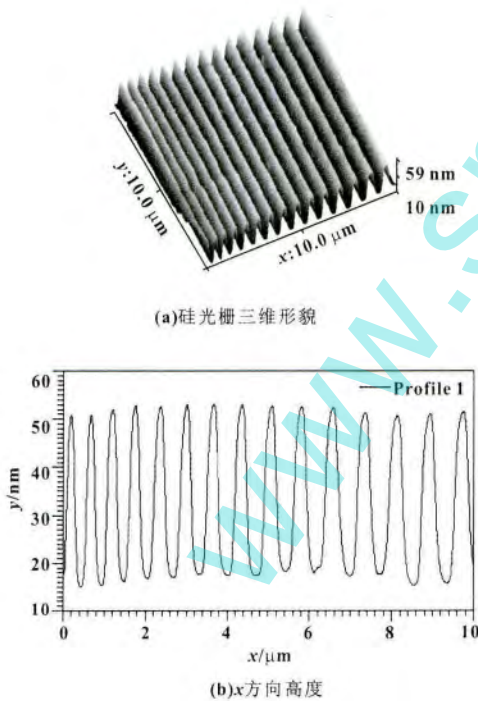


图 2 硅光栅形貌

Fig 2 Topographic AFM images of silicon grating (a) three-dimensional topography of silicon grating; (b) height in x direction

1.2 实验装置及条件

实验所用 AFM 型号为本原 CSPM-4000, 黏着力是通过测量力曲线获得的。而力曲线的测量方法已经有很多介绍^[4,10,11], 这里就不再赘述。实验将分别在空气中以及干燥的真空手套箱 (Etelux Lab2000) 内进行, 手套箱内的水含量可以达到 1×10^{-7} (质量分数)。黏着力包括有: 范德华力、毛细力、静电力、化学键力等等。在干燥环境下, 主要受到范德华力的作用; 而在空气中由于湿度较大, 容易在探针与样品之间形成毛细液桥, 因此在空气中主要受到毛细力的作用, 当然也存在范德华力, 不过与毛细力相比就小得多。

尖探针在测量黏着力时容易发生磨损而加大接触面积, 从而增大黏着力, 影响实验测量的结果。因此, 在测量中使用了平头探针 (PL2-CONTR-10, Nonasensors), 其针尖为 2 μm 左右的平面, 其扫描电镜 (Hitachi S-3700N, Tokyo) 图如图 3 所示。

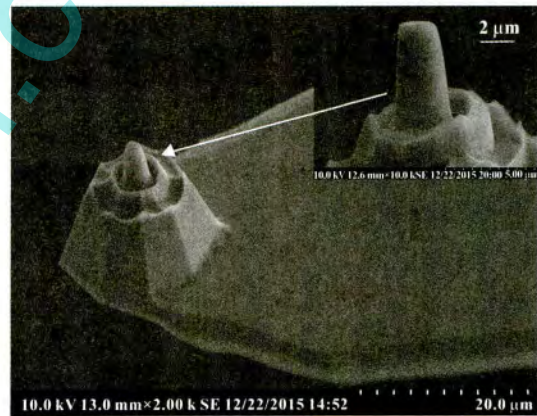


图 3 平头探针的扫描电镜图

Fig 3 SEM image of plateau probe

2 结果与讨论

2.1 法向载荷对黏着力的影响

为了研究法向载荷对黏着力的影响, 通过改变扫描器两端电压, 实现了不同的加载载荷。由于实验探针的限制, 可以达到的最大载荷为 390 nN 左右。在同一载荷下, 在表面上选取 36 个不同点, 测量黏着力, 然后求均值, 其结果如图 4 所示。可以看出, 在干燥的环境下, 黏着力随着载荷的变大略有增加, 而在空气中随着载荷的增大, 黏着力略有下降, 但是总体的变化趋势不是很大。

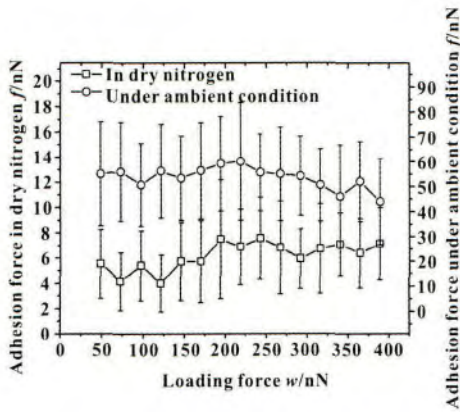


图 4 不同载荷对黏着力的影响

Fig 4 Influence of loading force on adhesion force

YOON 等^[12]在硅片上用针尖为 15 nm 的探针研究 0 ~ 40 nN 载荷下黏着力变化时,也发现随着载荷的增大,黏着力的变化不是很大。但是,在某一载荷下,黏着力的变化幅度(标准差)较大,这点在空气中尤为明显。本文作者选择 390 nN 时 36 次测量的黏着力值进行观察,如图 5 所示。

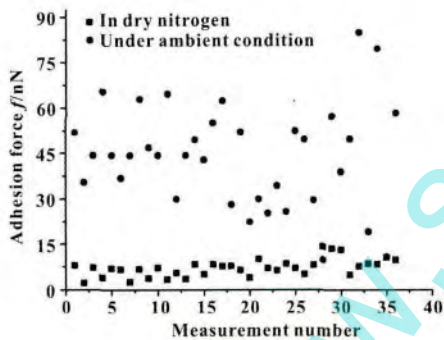


图 5 390 nN 时 36 个点的黏着力

Fig 5 Adhesion force of 36 points under 390 nN

从图 5 可以看出,在干燥环境下黏着力变化不是很大,而在空气中 36 次测量的黏着力波动较大。这是因为在空气中主要受到毛细力的作用,而探针与样品的接触几何不是完全相同的,比如探针在样品表面滑移等,这就导致每次测量时毛细液桥的形成会有所不同,导致毛细力的变化。另外扫描器的非线性以及噪声等因素也会造成黏着力的变化。

2.2 停留时间对黏着力的影响

在湿度较大的环境下,探针针尖与样品的接触过程中会形成毛细液桥。而液桥的形成需要一定的时

间,最终达到热力学平衡。实验研究表明^[13],接触时间越长,形成的毛细液桥也就越大。所以在用 AFM 测量黏着力时,针尖与样品间停留时间的长短关系到毛细液桥的形成数量以及尺寸。本文中作者选用了数量级时间差来观察黏着力的变化,这样能在更大范围内观察黏着力的变化。测试结果如图 6 所示,其中空气中的湿度为 52% 左右。

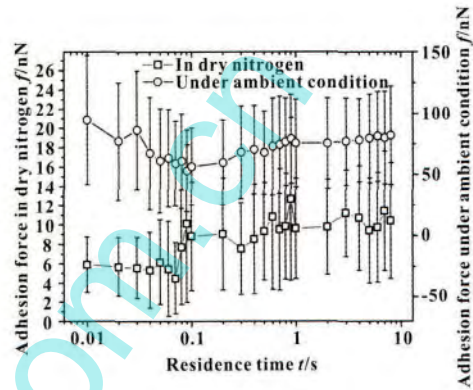


图 6 停留时间对黏着力的影响

Fig 6 Influence of residence time on adhesion force

从图 6 中可以看出,湿度对黏着力的影响很大。在干燥的手套箱内,黏着力大致都在 10 左右,而在空气中,黏着力的大小则在 75 nN 左右。在手套箱内,黏着力在停留时间为 0.07 ~ 0.09 s 时增大,而后保持相对稳定。在空气中,停留时间小于 0.1 s 时黏着力呈现下降趋势,停留时间大于 0.1 s 时,黏着力有略微增大,但总体变化不大。ANDO^[14]发现在湿度为 83% 时,随着停留时间的加大,黏着力出现减小的趋势;在湿度为 62% 时黏着力略微下降;而在湿度为 14% 时,在停留时间小于 1 s 时黏着力略微增大,然后又下降了一点,而总体的变化幅度相对较小。但是,在与本文相同的测量时间 0.01 ~ 10 s 内,62% 与 14% 湿度下黏着力随停留时间的变化很小。FERREIRA 等^[15]也发现停留时间对黏着力的影响不大。

2.3 退针速率对黏着力的影响

关于退针速率对黏着力影响的研究相对较少。本文作者同样采用对数坐标来观察黏着力的变化,如图 7 所示。退针速率变化范围为 0.3 ~ 1 500 $\mu\text{m/s}$ 。可见,在手套箱内,随着退针速率变大,黏着力出现下降的趋势;而在空气中,黏着力在刚开始有个突降,在小于 70 $\mu\text{m/s}$ 时呈现出黏着力变大的趋势,而退针速率大于 70 $\mu\text{m/s}$ 时,黏着力开始下降。

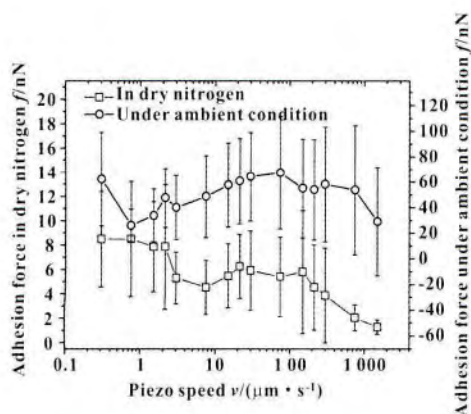


图7 退针速率对黏着力影响

Fig 7 Influence of piezo speed on adhesion force

COLAK 等^[16]在硅片上使用针尖为 $0.9 \mu\text{m}$ 的探针研究了退针速率对黏着力影响,指出随着退针速率的加快,黏着力会变大。他们同时指出 CHOI 等^[17]得出的黏着力随着退针速率的加快出现指数级增长是不对的,因为他们发现随着退针速率的加快,黏着力增长会趋于平缓。但是他们的结论都是在速率小于 $10 \mu\text{m/s}$ 下得出的。从本文作者测量的结果可以看出,在空气中速率小于 $70 \mu\text{m/s}$ 时黏着力是增大的,这跟 COLAK 等^[16]的结论一致,而在速率更加大的时候会出现黏着力减小。

3 结论

(1) 有等高粗糙表面形貌的硅光栅与光滑的硅片、云母等测试样品类似,不同载荷大小对于黏着力的变化影响很小。而在同一载荷下,不同接触几何导致的毛细液桥的变化会使黏着力发生变化,这在空气中尤为明显。

(2) 探针在等高粗糙的硅光栅表面停留时间对黏着力的大小也几乎没有影响。

(3) 在湿度较大的情况下,黏着力随着退针速率的加快先呈现增大的趋势,在退针速率大于 $70 \mu\text{m/s}$ 时,黏着力开始下降。在干燥环境下,黏着力随着退针速率的增大会缓慢减小。

(4) 硅光栅在不同变量下的整体黏着表现与相对光滑的硅片以及其他样品比较接近。当然也有一些不同,比如在手套箱内随着退针速率的加快,黏着力表现出下降的趋势,这还需要后续的进一步研究。

参考文献

【1】ZAGHLOUL U ,PAPAIOANNOU G ,BHUSHAN B ,et al. On the reliability of electrostatic NEMS/MEMS devices: Review of present knowledge on the dielectric charging and stiction failure mechanisms and novel characterization methodologies [J]. Mi-

croelectronics Reliability 2011 ,51(9) : 1810 - 1818.

- 【2】TANG T ,HUI C Y ,GLASSMAKER N J. Can a fibrillar interface be stronger and tougher than a non-fibrillar one? [J]. Journal of the Royal Society Interface 2005 ,2(5) : 505 - 516.
- 【3】ZHAO Y P ,YU T X. Failure modes of MEMS and microscale adhesive contact theory [J]. International Journal of Nonlinear Sciences and Numerical Simulation 2000 ,1(S) : 361 - 372.
- 【4】ANDO Y. The effect of relative humidity on friction and pull-off forces measured on submicron-size asperity arrays [J]. Wear , 2000 ,238(1) : 12 - 19.
- 【5】ETSION I. State of the art in laser surface texturing [J]. Journal of Tribology 2005 ,127(1) : 248 - 253.
- 【6】ANDO Y ,INO J. Friction and pull-off forces on submicron-size asperities [J]. Wear ,1998 ,216(2) : 115 - 122.
- 【7】ZOU M ,WANG H ,LARSON P R ,et al. Ni nanodot-patterned surfaces for adhesion and friction reduction [J]. Tribology Letters 2006 ,24(2) : 137 - 142.
- 【8】SONG Y ,NAIR R P ,ZOU M ,et al. Adhesion and friction properties of micro/nano-engineered superhydrophobic/hydrophobic surfaces [J]. Thin Solid Films 2010 ,518(14) : 3801 - 3807.
- 【9】ZHANG X ,ZHONG X ,MENG X ,et al. Adhesion and friction studies of nano-textured surfaces produced by self-assembling Au nanoparticles on silicon wafers [J]. Tribology Letters 2012 , 46(1) : 65 - 73.
- 【10】COLAK A ,WORMEESTER H ,ZANDVLIET H J W ,et al. Surface adhesion and its dependence on surface roughness and humidity measured with a flat tip [J]. Applied Surface Science , 2012 ,258(18) : 6938 - 6942.
- 【11】LAI T M ,HUANG P. Study on microscale adhesion between solid surfaces with scanning probe [J]. Science China Technological Sciences 2013 ,56(12) : 2934 - 2952.
- 【12】YOON E S ,YANG S H ,HAN H G ,et al. An experimental study on the adhesion at a nano-contact [J]. Wear 2003 ,254(10) : 974 - 980.
- 【13】SZOSZKIEWICZ R ,RIEDO E. Nucleation time of nanoscale water bridges [J]. Physical Review Letters ,2005 ,95(13) : 135502.
- 【14】ANDO Y. Effect of contact geometry on the pull-off force evaluated under high-vacuum and humid atmospheric conditions [J]. Langmuir 2008 ,24(4) : 1418 - 1424.
- 【15】FERREIRA O D S ,GELINCK E ,DE GRAAF D ,et al. Adhesion experiments using an AFM: Parameters of influence [J]. Applied Surface Science 2010 ,257(1) : 48 - 55.
- 【16】COLAK A ,WORMEESTER H ,ZANDVLIET H J W ,et al. The influence of instrumental parameters on the adhesion force in a flat-on-flat contact geometry [J]. Applied Surface Science , 2014 ,308(30) : 106 - 112.
- 【17】CHOI S T ,LEE S R ,EARMME Y Y. Measurement of time-dependent adhesion between a polymer film and a flat indenter tip [J]. Journal of Physics D: Applied Physics 2008 ,41(7) : 074023.