

激光检测摩擦力显微镜的定量标定

钱林茂 路新春 雒建斌 温诗铸 (清华大学摩擦学国家重点实验室, 北京, 100084)

摘要: 本文简要描述了激光检测摩擦力显微镜的工作原理, 探索出一种横向力标定的有效方法, 可以从横向力信号中提取摩擦力信号, 从而能够定量地对试样表面的形貌和力学性质进行纳米量级的评定, 以获取微观表面真实的三维形貌图和微观摩擦系数等信息, 为纳米摩擦学设计提供依据。实验结果表明, 用该方法测得未清洗单晶硅表面的微观摩擦系数约为 0.06, 和 Bhushan 等人的结果吻合的很好。

关键词: 摩擦力显微镜 (FFM) 定量标定

Quantitative Calibration of Friction Force Microscope

Qian Linmao Lu Xinchun Luo Jianbin Wen Shizhu

(National Tribology Laboratory, Tsinghua University)

Abstract: A Friction Force Microscope (FFM) has been quantitatively calibrated to measure the micro-profile and friction force. The principle of the FFM is simply described, a new technique is proposed to be used in the precise measurement of the torsional angle of the cantilever caused by the friction force. The torsional stiffness of the cantilever is computed theoretically. Thus the friction force can be obtained by multiplying the torsional angle with the torsional stiffness. The microfriction coefficient of single-crystal silicon (before cleaning) has been measured by the technique. Experiment shows the microfriction coefficient is about 0.06, which is identical with Bhushan's result.

Key words: Friction Force Microscope (FFM) Quantitative Calibration

纳米摩擦学已经成为摩擦学最活跃的研究领域之一。G. Binng 等人⁽¹⁾于 1986 年基于 STM 的设计思想研制成功第一台原子力显微镜 (Atomic Friction Microscope, 以下简称 AFM), 它通过检测 AFM 探针与样品表面原子间的相互作用力变化得到样品表面形貌, 其横向分辨率约为 0.2nm, 纵向分辨率小于 0.1nm。AFM 的一个重要的优点在于, 它不仅能测量表面形貌, 而且可以研究各种有关力的现象, 如磁力、静电吸引力、化学相互作用力, 以及各种摩擦、磨损、表面硬度和薄膜边界润滑等。Mate 等人⁽²⁾于 1987 年首次通过改进 AFM, 同时测得正压力和摩擦力信号, 该仪器通常称为摩擦力显微镜 (Friction Force Microscope, 以下简称 FFM) 或横向力显微镜 (Lateral Force Microscope, 以下简称 LFM), 它通过检测扫描探针的纵向变形来测得正压力信号, 通过检测扫描探针的横向扭转来获取摩擦力信号。虽然 AFM/FFM 已经商品化, 但就摩擦力测量而言, 仪器标定的问题始终没有完全解决⁽³⁾。

1995 年清华大学与中科院化学所合作, 成功地研制出国内首台激光检测摩擦力显微镜。现有的摩擦力显微镜提供的试样表面横向力图, 只能微观定性的对试样表面的力学性质进行评定, 不能定量地给出微观摩擦系数。然而, 随着纳米摩擦学的发展, 人们越来越不能满足于微观表面的定性研究, 而需

要进一步获取微观表面真实的三维形貌图和微观摩擦系数, 为纳米摩擦学设计提供依据。因此, 有必要对现有的摩擦力显微镜进行摩擦力标定。本文报道了这方面的工作。

1 摩擦力显微镜 (FFM) 的基本原理:

所研制的 FFM 基本原理见图 1⁽⁴⁾, 被测样品 (4) 安放在压电陶瓷管 (5) 上, 压电陶瓷管用于 X、Y 方向的扫描和 Z 方向的反馈控制。半导体激光器发出的激光束经准直并汇聚 (1) 入射微悬臂 (2) 镜面的尖端, 经反射后的光束反射到四象限光敏检测器 (光电二极管 (6)) 中央。当计算机控制样品相对于微探针 (3) 作横向运动时, 由于探针和样品之间的摩擦力、粘着力和表面形貌起伏诸因素所产生的横向力和法向力, 使得微悬臂产生起伏、扭曲等现象, 从而引起反射光斑在光敏检测器上产生较大的波动。用垂直方向起伏产生的电信号反馈控制压电陶瓷管的伸缩, 从而根据压电陶瓷管的运动

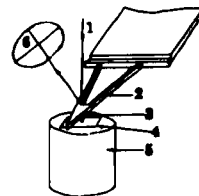


图 1 激光检测摩擦力显微镜原理示意图
(1—激光束; 2—微悬臂; 3—针尖; 4—样品; 5—压电陶瓷管; 6—光电二极管)

规律得到样品的形貌，同时将水平方向扭曲产生的信号经 ADC 转换送计算机处理得到横向力的图象。

2. 横向力的测定:

FFM 直接测得的是横向力，因此首先要标定横向力，然后从中提取摩擦力。如图 1 所示，微悬臂横向力的大小可以通过下式计算得出：

$$F_l = \frac{K_l \times \theta_l}{h_t}$$

其中， K_l 为微悬臂的扭转刚度， θ_l 为微悬臂的横向扭角， h_t 为针尖的高度，约为 $2.856\mu\text{m}$ 。微悬臂的扭转刚度可以通过理论计算获得，而微悬臂的横向扭角 θ_l 则需要在实验仪器上测得。

(1) 微悬臂的刚度计算：实验采用的针尖是材料为氮化硅的标准针尖。其纵向（即 Z 向）刚度 K_z 由厂家提供，为 0.38N/m 。其横向扭转刚度 K_l 可以通过理论计算而得到。我们采用通用的有限元计算程序 ALGOR，选用四边形壳状单元，单元划分数约为 2000，计算出针尖的横向扭转刚度 K_l 为 $5.120 \times 10^{-9}\text{Nm/rad}$ 。

(2) 横向扭角 θ_l 的测定：四象限光斑位置检测器横向输出电压 V_l 与微悬臂横向扭角 θ_l 有一定的对应关系，因此，测得 V_l ，便可得到 θ_l 。

微悬臂扭转时的光路如图 2 所示，微悬臂变形前，入射光线以 γ 入射角射向微悬臂反射面。当微悬臂横向扭动 θ_l 角时，反射光线转动的角度为 α 。 α 与 θ_l 之间存在如下对应关系：

$$\sin\theta_l = \frac{\sin(0.5\alpha)}{\cos\gamma}$$

对于该仪器，入射角 $\gamma = 15^\circ$ ，为定值。又由于微悬臂横向扭角 θ_l 和反射光线转动的角度 α 都是极小量，上式可简化为：

$$\theta_l = 0.518\alpha$$

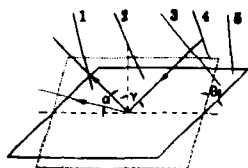


图 2 反射光线转动的角度 α 与微悬臂横向扭角 θ_l 之间关系图

(1—反射光线转动的角度 α ；2—入射角 γ ，3—微悬臂横向扭角 θ_l ；4—变形后的微悬臂反射

面；5—变形后的微悬臂反射面)

横向移动四象限光斑位置检测器的检测头 (6) (见图 1)，精确测量检测器横向电压 V_l 在线性段 $\pm 10\text{v}$ 变化时对应的横向位移，这样便可计算出横向电压 V_l 在 $\pm 10\text{v}$ 变化时，反射光线转动的角度 α ：

$$\alpha = \frac{\delta S_{\max} \times V_l}{\delta V_{\max} \times L}$$

其中， δS_{\max} 是位置检测器横向检测电压变化 $\delta V_{\max} = 20\text{V}$ 时对应的横向位移，实验测得 δS_{\max} 约为 0.125mm ； L 是反射光线的光程，约为 33mm 。

于是可以通过测量检测器横向输出电压 V_l 的变化来计算微悬臂横向扭角 θ_l 的大小：

$$\begin{aligned} \theta_l &= \frac{0.518 \times \delta S_{\max} \times V_l}{\delta S_{\max} \times L} \\ &= \frac{0.518 \times 0.125\text{mm} \times V_l}{20\text{v} \times 33\text{mm}} \\ &= 9.811 \times 10^{-5} \times V_l \text{ (rad)} \end{aligned}$$

这样便建立了四象限光斑位置检测器横向输出电压 V_l 与微悬臂横向扭角 θ_l 的对应关系。通过面板上横向输出电压 V_l 的变化我们便可获知微悬臂横向扭角 θ_l 的变化。

3 摩擦力的标定:

摩擦力可以由载荷乘以摩擦系数而得到。用未经清洗的单晶硅表面做横向力测量实验，实验过程如下：先使针尖接近试样表面至工作状态，这时候载荷为零，记录这时所对应的压电陶瓷 Z 向电压，读取四象限检测器横向输出电压作为零载荷时扫描前四象限检测器横向电压 $V_{l\text{静}}^0$ ，然后让针尖在试样表面作横向扫描，再读取四象限检测器横向电压作为零载荷扫描时四象限检测器横向电压 $V_{l\text{动}}^0$ ；扫描结束后，调节压电陶瓷 Z 向电压，静止加载。记录这时所对应的压电陶瓷 Z 向电压，加载前后横向输出电压的变化反映了试样表面形貌所引起的横向力信号的变化，记录加载后的四象限检测器横向电压作为对应载荷时的 $V_{l\text{静}}^1$ ，然后让针尖在试样表面作横向扫描，再读取四象限检测器横向输出电压作为该载荷作用下的 $V_{l\text{动}}^1$ ；继续加载，重复上述实验步骤，于是就得到了表 1 中的数据。其中， $V_{l\text{静}}$ 是静止加载后横向输出电压的大小，它主要反映了由试样表面形貌所产生的横向力信号。而 $V_{l\text{动}}$ 则是在针尖运动时的横向输出电压，它是针尖横向运动时所受横向力大小的综合反映，包含了由于试样表面形貌、摩擦力和粘着力等各种因素

(润滑与密封)

引起的横向力,但这里主要是试样表面形貌和摩擦力两个影响因素。四象限检测器横向输出电压的变化 $V_{I动} - V_{I静}$ 主要反映了由于摩擦力所引起的横向力信号的变化,通过分

析它随载荷的变化关系可以求出试样表面的微观摩擦系数,继而可以计算出一定载荷作用下针尖所受的摩擦力。

表1 用单晶硅表面做横向力实验的测量结果

实验序号	压电陶瓷 Z 向电压 [v]	扫描前四象限检测器横向电压 $V_{I静}$ [v]	扫描时四象限检测器横向电压 $V_{I动}$ [v]	四象限检测器横向电压的变化 $V_{I动} - V_{I静}$ [v]
1-0	-6.0	2.98	2.90	-0.08
1-1	5.1	1.87	1.78	-0.09
1-2	15.7	0.81	0.72	-0.11
1-3	25.7	-0.22	-0.34	-0.12
1-4	35.9	-1.44	-1.56	-0.12
1-5	45.9	-2.45	-2.58	-0.13
1-6	56.0	-3.54	-3.68	-0.14
1-7	66.1	-4.51	-4.67	-0.16

在表1中,压电陶瓷 Z 向电压的变化反应了所加载荷的大小。因为在 FFM 的针尖接近试样表面后,加在压电陶瓷 Z 向的电压增大或减小,导致压电陶瓷管 Z 向的伸长或缩短,其结果表现为微悬臂 Z 向变形的增大或减小,最终引起加在试样表面载荷的变化。压电陶瓷 Z 向电压的变化 δV_z 与所加载荷 δW 的对应关系为:

$$\delta W = \delta V_z \times P \times K_z$$

其中, P 为压电陶瓷的压电常数, K_z 为微悬臂的横向刚度。

以压电陶瓷 Z 向电压为横坐标,四象限检测器横向电压 ($V_{I静}$ 、 $V_{I动}$ 和 $V_{I动} - V_{I静}$) 为纵坐标,建立坐标系,绘制相应的变化曲线如图3。对四象限检测器横向电压的变化 $V_{I动} - V_{I静}$ 随压电陶瓷 Z 向电压的变化进行

线性拟合,所得直线的斜率就反映了对应试样表面的摩擦系数。

对于单晶硅,以图3中数据为例,其摩擦系数的计算如下:

$$\text{于是有: } V_{I动} - V_{I静} = -0.08782 - 0.00101V_z$$

$$\delta(V_{I动} - V_{I静}) = -0.00101\delta V_z$$

摩擦系数 f 可计算如下:

$$f = \frac{\delta F_f}{\delta W} = \frac{K_t \times \delta \theta_t}{\delta V_z \times P \times K_z \times h_t}$$

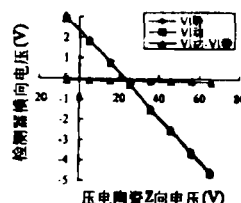


图3 摩擦力标定曲线

$$f = \frac{5.120 \times 10^{-9} \text{Nm/rad} \times 9.811 \times 10^{-5} \text{rad/v} \times 0.00101}{7.5 \times 10^{-9} \text{m/v} \times 0.38 \text{N/m} \times 2.856 \times 10^{-6} \text{m}} \cong 0.06$$

通过上述步骤得到了未清洗单晶硅表面的微观摩擦系数约为0.06, Bhushan 等人^[3]用 FFM 在同样条件下测得未清洗单晶硅表面的微观摩擦系数为0.06,两个结果吻合的很好,这说明这种标定方法是可行的。测得摩擦系数,就可以很容易计算一定载荷作用下所受的摩擦力。

4 结论:

探索出一种横向力标定的有效方法,可以从横向力信号中提取摩擦力信号,从而能够定量地对试样表面的形貌和力学性质进行纳米量级的评定,以获取微观表面真实的三维形貌图和微观摩擦系数值等信息,为纳米摩擦学设计提供依据。用该方法测得未清洗

单晶硅表面的微观摩擦系数约为0.06,和 Bhushan 等人的结果吻合的很好。说明这种标定方法是可行的。

参考文献

- [1] Binnig, G., Quate, C.F., and Gerber, Ch., "Atomic Force Microscope", Phys. Rev. Lett., Vol.56, No.9, 930-933, 1986.
- [2] Mate, C.M., McClelland, G.M., Erlandsson, R., and Chiang, S., "Atomic - Scale Friction of a Tungsten Tip on a Graphite Surface", Phys. Rev. Lett., Vol.59, No.17, 1942-1945, 1987.
- [3] Ju - Ai Ruan, Bharat Bhushan, "Atomic - Scale Friction Measurements Using Friction Force Microscopy: Part1 - General Principles and New Measurement Techniques", J. of Trib., Vol.116, 378 - 388, April 1994.
- [4] 路新春, "摩擦力显微镜的研制", 科学通报, Vol.41, No.17, 1996.