

原子力显微镜摩擦力标定的改进楔形法^{*}

陈天星, 张向军, 孟永钢

(清华大学 摩擦学国家重点实验室, 北京 100084)

摘 要: 原子力显微镜(AFM)摩擦力的标定是利用 AFM 测量微载荷下表面间摩擦力需要解决的一个难题。传统的 Ogletree 楔形标定法没有考虑表面黏着力对摩擦力的影响,当载荷较小时,标定出的摩擦因数与真实值相比偏小。文中在 Ogletree 法的基础上,推导出一种原子力显微镜摩擦力标定的改进楔形法。利用改进楔形法,分别在标准光栅和聚焦离子束刻蚀(FIB)加工出的斜坡样品上对摩擦力进行了标定。试验结果表明,与常用的标准光栅相比,利用聚焦离子束刻蚀出的样品能够得到更多的有效数据,标定结果更为准确。将改进楔形法和 Ogletree 法的标定结果进行了比较,结果表明,在载荷较低时($<6 \mu\text{N}$),改进楔形法更为准确;载荷较高时($>6 \mu\text{N}$),Ogletree 法与改进楔形法得到的结果相近。改进楔形法是一种更为准确的原子力显微镜摩擦力标定的方法。

关键词: 原子力显微镜; 摩擦力标定; 楔形标定法; 聚焦离子束刻蚀

中图分类号: O313.5

文献标识码: A

文章编号: 1007-9289(2011)04-0070-06

Improved Wedge Method of the AFM Friction Force Calibration

CHEN Tian-xing, ZHANG Xiang-jun, MENG Yong-gang

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

Abstract: The friction force calibration of the atomic force microscopy (AFM) is a major problem for the friction force measurement between surfaces under micro load with AFM. The traditional Ogletree wedge method ignores the influence of the surface adhesion force on the friction which will result in a smaller friction coefficient when the applied load is relatively smaller. An improved wedge method of the AFM friction force calibration is derived in this paper. With the improved wedge method, the friction force calibration is conducted on a standard grating and the slope fabricated by focused ion beam (FIB) method respectively. Comparing with the commonly used standard grating, the slope made by FIB can afford more effective data. So the calibration result is more accurate. The calibration result obtained with the improved wedge method and that with the Ogletree method are compared. The result shows that under a relatively smaller load ($<6 \mu\text{N}$), the improved wedge method is more accurate; under a higher load ($>6 \mu\text{N}$), the results obtained by the two methods are closed to each other. The improved wedge method is a more accurate AFM friction force calibration method.

Key words: atomic force microscopy; friction calibration; wedge method; focused ion beam

0 引 言

自 1986 年问世以来,原子力显微镜(AFM)已经由一种单纯测量试样表面微观形貌的工具发展成为一种在微纳米尺度下研究材料表界面性质的技术。由于 AFM 探针对针尖与样品表面之间微小的作用力十分敏感,它被广泛的用来研究表面间相互作用。近年来,利用原子力显微镜的侧向力来测量表面间的微纳米摩擦行

为也受到越来越多的关注,这对揭示材料表面的各向异性和液体环境下边界润滑的性质有着重要的意义。

利用原子力显微镜测量摩擦力的一个关键问题是原子力显微镜输出的侧向力信号是电压信号,如果要对摩擦力进行定量分析,必须要将电压信号转化为力信号,这就需要对原子力显微镜的横向灵敏度进行准确标定。国外研究人员对原子力显微镜摩擦力的分析与标定问题做了大量研究。轴向扫描法是一种利用探针沿悬臂梁轴向正反方向扫描得到的样品形貌曲线之间的高度差计算得出摩擦因数的方法^[1]。刚度滞回法是利用探针在趋近样品与撤离样品时,接触

收稿日期: 2011-05-04; 修回日期: 2011-07-08

基金项目: * 国家自然科学基金(50975154, 50730007); 国家“973”计划(2007CB607604)

作者简介: 陈天星(1985—),男(汉),河北阜平人,硕士生。

力曲线线性部分斜率的不同计算摩擦因数的方法^[2-3]。以上两种方法避免了直接对针尖横向灵敏度的标定,操作简便,但是需要对悬臂梁几何尺寸进行精确测量。杠杆法是将一根粘有硅球的玻璃纤维粘在一根没有针尖的悬臂梁上,通过测量力曲线,可以计算出在垂直于悬臂梁轴向平面内的扭矩,从而计算出横向灵敏度的方法^[4],这种方法操作较为困难、费时。还有一些方法,需要利用一些辅助设备,如横向电纳米天平^[5]、悬浮热解石墨片^[6]等,这些方法实现起来较为困难。

楔形标定法是一种利用具有一定坡度的斜面进行原子力显微镜横向灵敏度标定的方法,它最先由 Ogletree 提出^[7]。AFM 针尖在一个三角形形貌上横向扫描,利用横向信号随载荷的变化来标定摩擦因数和横向灵敏度。后来 Varenberg 等人利用标准光栅作为标定的试样^[8]。楔形法操作简单,较轴向扫描法和刚度滞回法,标定精度更高,因此具有更广泛的应用前景。

1 Ogletree 楔形法的基本原理与不足

通常利用楔形标定法获得的典型的 AFM 摩擦回路曲线如图 1 所示,其中 W_0 和 Δ_0 分别表示摩擦回路的半宽和偏移量。

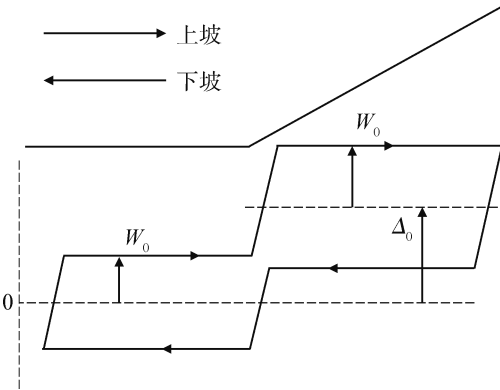


图 1 楔形法摩擦回路曲线

Fig. 1 Schematic friction loop on flat and slop

Ogletree 方法假设摩擦因数 μ 不随载荷变化,首先根据不同载荷下的实验数据 Δ_0 、 W_0 , 拟合出 Δ_0 、 W_0 随载荷变化曲线的斜率 Δ_0'/W_0' , 如图 2 所示。然后摩擦因数 μ 可由方程(1)求得,横向灵敏度 α 可由公式(2)求得,其中 θ 为样品的坡度。

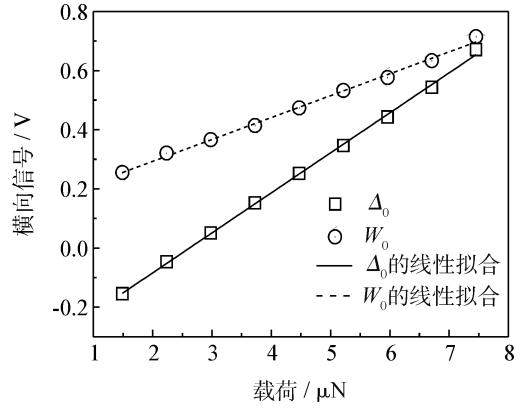


图 2 Δ_0' 、 W_0' 随载荷的变化

Fig. 2 Δ_0' 、 W_0' versus Load

$$\mu + \frac{1}{\mu} = \frac{2\Delta_0'}{W_0' \sin 2\theta} \quad (1)$$

$$\alpha W_0' = \frac{\mu}{\cos^2 \theta - \mu^2 \sin^2 \theta} \quad (2)$$

由(1)(2)式可以看出 Ogletree 楔形法(简称 Ogletree 法)并没有考虑黏着力影响。实际上当载荷较小时,黏着力对摩擦力的影响不可忽略。摩擦力与载荷之间已不再满足 Coulomb 定理^[9]。

2 改进的楔形标定法模型的建立

在 Ogletree 法的基础上进行了改进,考虑了粘着力 A 的影响,进行建模分析。改进后的楔形法的原理如图 3 所示。

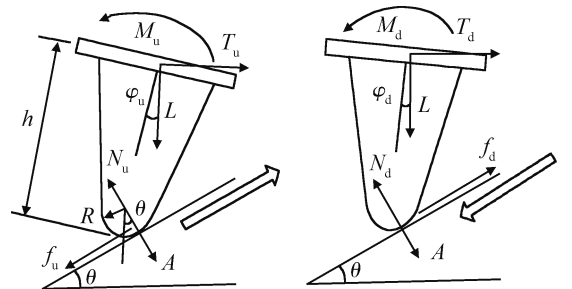


图 3 改进的楔形标定法的原理图

Fig. 3 Schematic diagram of improved wedge method

当针尖沿斜坡向上运动时,针尖的力平衡方程和力矩平衡方程分别为:

$$(N_u - A) \cos \theta - f_u \sin \theta = L \quad (3)$$

$$(N_u - A)(h - R) \sin(\theta + \varphi_u) + f_u [R + (h - R) \cos(\theta + \varphi_u)] = M_u \quad (4)$$

当针尖沿斜坡向下运动时,针尖的力平衡方程和力矩平衡方程分别为:

$$(N_d - A)\cos\theta + f_d\sin\theta = L \quad (5)$$

$$(N_d - A)(h - R)\sin(\theta + \varphi_d) - f_d[R + (h - R)\cos(\theta + \varphi_d)] = M_d \quad (6)$$

由于针尖的转角较小,

$$\begin{aligned} \sin(\theta + \varphi) &\approx \sin\theta + \cos\theta \cdot \varphi \\ \cos(\theta + \varphi) &\approx \cos\theta - \sin\theta \cdot \varphi \end{aligned} \quad (7)$$

根据经验公式 $f = \mu N$, 方程(3)~(6)可变为:

$$(N_u - A)\cos\theta - \mu \cdot N_u\sin\theta = L \quad (8)$$

$$M_u = (N_u - A)(h - R)(\sin\theta + \cos\theta \cdot \varphi_u) + \mu \cdot N_u[R + (h - R)(\cos\theta - \sin\theta \cdot \varphi_u)] \quad (9)$$

$$(N_d - A)\cos\theta + \mu \cdot N_d\sin\theta = L \quad (10)$$

$$M_d = (N_d - A)(h - R)(\sin\theta + \cos\theta \cdot \varphi_d) - \mu \cdot N_d[R + (h - R)(\cos\theta - \sin\theta \cdot \varphi_d)] \quad (11)$$

根据材料力学的理论,

$$\varphi = \frac{Ml}{GJ} \quad (12)$$

其中, l 为梁的长度, G 为剪切模量, 由(8)可得:

$$N_u = \frac{L + A\cos\theta}{\cos\theta - \mu\sin\theta} \quad (13)$$

考虑上坡时的情况, 将(12)、(13)代入(9)中得到:

$$\begin{aligned} (L + A \cdot \mu\sin\theta)(h - R)\sin\theta + \\ \mu(L + A\cos\theta)[R + (h - R)\cos\theta] = \\ M_u\cos\theta[1 - L(h - R)\frac{l}{GJ}] - \\ M_u \cdot \mu\sin\theta(1 - L\frac{l}{GJ}) \end{aligned} \quad (14)$$

对于硅材料的悬臂梁, $G \approx 70 \text{ GPa}$, 通常悬臂梁宽 $w \approx 30 \mu\text{m}$, 高 $t \approx 1 \mu\text{m}$, 长 $l \approx 100 \mu\text{m}$, 针尖高度 $h \approx 20 \mu\text{m}$, 针尖半径 $R \approx 10 \text{ nm}$, 载荷 L 的量级为 μN , $L(h - R)l/GJ \ll 1$, $Ll/GJ \ll 1$, 所以方程(14)可以近似为

$$\begin{aligned} (L + A \cdot \mu\sin\theta)(h - R)\sin\theta + \\ \mu(L + A\cos\theta)[R + (h - R)\cos\theta] \\ = M_u(\cos\theta - \mu\sin\theta) \end{aligned} \quad (15)$$

同理, 对于下坡时的情况, 由方程(10)、(11)、(12)可以得到:

$$\begin{aligned} (L - A \cdot \mu\sin\theta)(h - R)\sin\theta - \\ \mu(L + A\cos\theta)[R + (h - R)\cos\theta] = \\ M_d(\cos\theta + \mu\sin\theta) \end{aligned} \quad (16)$$

又由于 $R \ll h$, 所以(15)、(16)可以写为

$$L\sin\theta + \mu(L\cos\theta + A) = \frac{M_u}{h}(\cos\theta - \mu\sin\theta) \quad (17)$$

$$L\sin\theta - \mu(L\cos\theta + A) = \frac{M_d}{h}(\cos\theta + \mu\sin\theta) \quad (18)$$

试验中直接得到的是电压信号, 针尖受力矩与电压信号的关系可以表示为(19)式的形式:

$$\begin{aligned} \frac{M_u}{h} &= \alpha(M_{u0} - \Delta) \\ \frac{M_d}{h} &= \alpha(M_{d0} - \Delta) \end{aligned} \quad (19)$$

M_{u0} 为 AFM 直接测得的电压值, α 为探针的横向灵敏度, 单位为 $\mu\text{N/V}$, Δ 为摩擦力为 0 时对应的电压值, 可以由针尖在平面部分正、反两个方向的摩擦力曲线得到: $\Delta = (M_{u0}^{\text{flat}} + M_{d0}^{\text{flat}})/2$, 将(19)代入(17)、(18), 可以得到:

$$\begin{aligned} L\sin\theta + \mu(L\cos\theta + A) = \\ \alpha(M_{u0} - \Delta)(\cos\theta - \mu\sin\theta) \end{aligned} \quad (20)$$

$$\begin{aligned} L\sin\theta - \mu(L\cos\theta + A) = \\ \alpha(M_{d0} - \Delta)(\cos\theta + \mu\sin\theta) \end{aligned} \quad (21)$$

用(20)左边除以(21)左边, 右边除以右边, 可以得到一个关于摩擦因数 μ 的一元二次方程(22), 其中 $\Delta_{\text{slop}} = (M_{u0} + M_{d0})/2$, $W_{\text{slop}} = (M_{u0} - M_{d0})/2$ 。

$$\begin{aligned} X\mu^2 + Y\mu + Z &= 0 \\ X &= \sin\theta(L\cos\theta + A) \\ Y &= -\frac{\Delta_{\text{slop}} - \Delta}{W_{\text{slop}}}(L + A\cos\theta) \\ Z &= L\sin\theta\cos\theta \end{aligned} \quad (22)$$

解(22)得到斜坡上的摩擦因数, 通常能得到两个正值 μ_1 、 μ_2 (删去其中不合理的一个值, 通常该值求得的 α 为负), 由(20)、(21)式可以得到

$$\alpha = \frac{\mu(L + A\cos\theta)}{W(\cos^2\theta - \mu\sin^2\theta)} \quad (23)$$

如果认为在平面上和斜坡上的横向灵敏度

相同,那么将 α 代入到(20),令 $\theta=0$,即可得到平面上的摩擦因数。

3 试验分析与结果对比

利用改进楔形法,分别在标准光栅和聚焦离子束刻蚀出的样品上对同一根 AFM 针尖进行标定。试验中用到的标准光栅的尺寸如图 4(a)所示,由于标准光栅坡度较大,约为 52° ,并且斜坡的长度较短,约为 $1.4\text{ }\mu\text{m}$,这样得到的有效数据就比较有限,更容易产生误差。利用聚焦离子束刻蚀(FIB)的方法加工出一个坡度约 16° ,长约为 $10\text{ }\mu\text{m}$ 的斜坡,如图 4(b)所示。

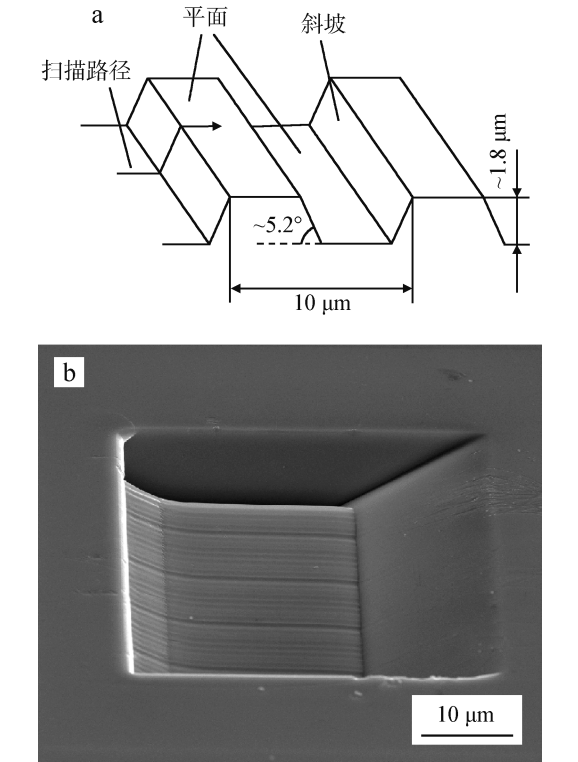


图 4 标准光栅的示意图(a)和聚焦离子束刻蚀样品的 SEM 照片(b)
Fig. 4 Diagram of the standard grating(a) and SEM image of the slop(b)

AFM 针尖扫描长度设为 $20\text{ }\mu\text{m}$,扫描频率为 0.5 Hz ,测得不同载荷下的摩擦力回路曲线如图 5 所示。

可以看出利用标准光栅标定的结果在斜坡处有效数据很少,且不稳定。而利用聚焦离子束刻蚀出的样品在斜坡处可以得到更多的有效数据,数据的稳定性更好。

两种样品得到的标定结果如表 1、表 2 所示,

可以看出标准光栅标定结果的误差较大。则再利用 Ogletree 的方法对测试结果进行验证,由方程(1)可得斜坡上的摩擦因数 μ 为 0.15 ,再代入方程(2),求得横向灵敏度为 $2.25\text{ }\mu\text{N/V}$ 。当载荷较大时($>6\text{ }\mu\text{N}$),Ogletree 法标定结果与改进楔形法在聚焦离子束刻蚀的样品上得到的结果相近。因此认为利用聚焦离子束加工出的样品进行标定的结果较标准光栅更为准确。

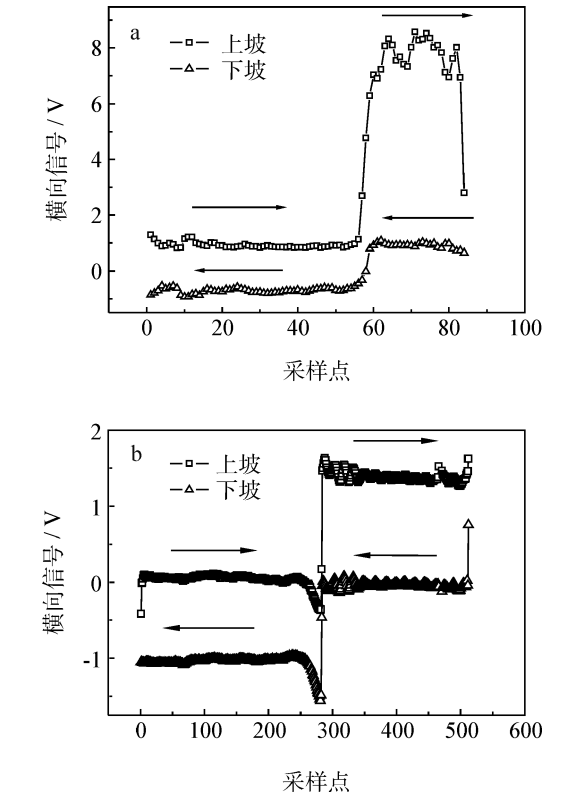


图 5 标准光栅(a)和利用聚焦离子束刻蚀出的试样(b)标定的摩擦力回路曲线
Fig. 5 Friction loop on the standard grating(a) and on the slop made by FIB(b)

因此,选择在聚焦离子束刻蚀的样品上的标定结果作为改进楔形法标定的结果,与 Ogletree 法的标定结果相比较,如图 6 所示。

由改进楔形法的标定结果可以看出,在坡面上与平面上的摩擦因数存在一定差别,坡面上的摩擦因数明显大于平面上的摩擦因数。这主要是因为当针尖从平面进入斜坡时,由于 AFM 系统反馈的滞后,造成实际法向载荷大于名义的法向载荷;而当针尖从斜坡进入平面时,情况正好相反,从而使得坡面阶段的摩擦因数大于平面阶段的摩擦因数,真实的摩擦因数应该在两者之间^[10]。

表 1 标准光栅标定的摩擦因数和横向灵敏度

Table 1 Calibration results on the standard grating

$L/\mu\text{N}$	μ (Slope)	μ (Flat)	$\alpha/(\mu\text{N/V})$
2.24	$0.67(\pm 0.02)$	$1.03(\pm 0.25)$	$11.6(\pm 2.2)$
2.98	$0.62(\pm 0.02)$	$0.76(\pm 0.24)$	$8.5(\pm 2.0)$
3.73	$0.56(\pm 0.02)$	$0.54(\pm 0.08)$	$5.9(\pm 0.7)$
4.47	$0.55(\pm 0.03)$	$0.52(\pm 0.11)$	$5.7(\pm 1.2)$
5.22	$0.56(\pm 0.05)$	$0.51(\pm 0.09)$	$5.5(\pm 0.6)$
5.96	$0.53(\pm 0.03)$	$0.43(\pm 0.05)$	$4.6(\pm 0.3)$
6.71	$0.49(\pm 0.07)$	$0.46(\pm 0.10)$	$4.6(\pm 0.5)$
7.46	$0.48(\pm 0.08)$	$0.52(\pm 0.09)$	$4.6(\pm 0.6)$

表 2 用聚焦离子束刻蚀出的试样标定的摩擦因数和横向灵敏度

Table 2 Calibration results on the sample fabricated by FIB

$L/\mu\text{N}$	μ (Slope)	μ (Flat)	$\alpha/(\mu\text{N/V})$
1.49	$0.40(\pm 0.01)$	$0.30(\pm 0.01)$	$2.65(\pm 0.04)$
2.24	$0.28(\pm 0.01)$	$0.21(\pm 0.01)$	$2.24(\pm 0.04)$
2.98	$0.24(\pm 0.01)$	$0.18(\pm 0.01)$	$2.15(\pm 0.04)$
3.73	$0.21(\pm 0.01)$	$0.17(\pm 0.01)$	$2.08(\pm 0.02)$
4.47	$0.20(\pm 0.01)$	$0.16(\pm 0.01)$	$2.06(\pm 0.02)$
5.22	$0.19(\pm 0.01)$	$0.15(\pm 0.01)$	$2.02(\pm 0.05)$
5.96	$0.18(\pm 0.01)$	$0.15(\pm 0.01)$	$1.99(\pm 0.03)$
6.71	$0.17(\pm 0.01)$	$0.14(\pm 0.01)$	$1.97(\pm 0.04)$
7.46	$0.17(\pm 0.01)$	$0.14(\pm 0.01)$	$1.91(\pm 0.02)$

当载荷较低时,利用改进楔形法标定的摩擦因数大于 Ogletree 法得到的摩擦因数,当载荷逐渐增大时,两种方法得到的摩擦因数逐渐接近。根据微纳米摩擦学原理,表面间的摩擦力除了受到法向载荷影响之外,还要受表面间的黏着力影响^[11]。由于表面间的黏着力较小,当法向载荷较大时,黏着力对摩擦力的贡献可以忽略。而当加载范围在微牛量级时,黏着力的影响就不能忽略。在试验中,当载荷小于 6 μN 时,由于摩擦力中需要加入黏着力的影响,因此摩擦因数要大于 Ogletree 法得到的摩擦因数。

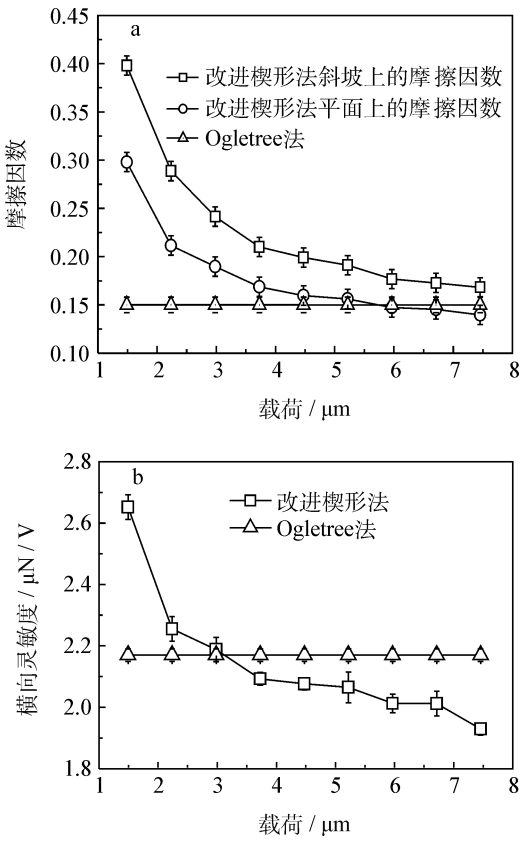


图 6 改进楔形法与 Ogletree 法标定结果的比较 (a)摩擦因数 (b)横向灵敏度

Fig.6 The comparison of calibration results using improved wedge method and Ogletree method, friction factor (a) and transverse sensitivity (b)

4 结 论

(1) 利用改进的楔形法对 AFM 摩擦力进行了标定,当载荷较低时,由于改进楔形法考虑了黏着力对摩擦力的影响,标定结果较 Ogletree 法更为准确。当载荷较大时, Ogletree 法同样适用。

(2) 改进楔形法标定出的斜坡上的摩擦因数大于平面上的摩擦因数,可能是由于 AFM 自身的反馈系统造成的。

(3) 选择用聚焦离子束刻蚀加工出的样品作为改进楔形法标定的样品,相较于以往使用的标准光栅作为标定的样品,可以得到更多稳定的数据,因而大大提高了楔形法标定的准确度。

参考文献

[1] Ruan J, Bhushan B. Atomic-scale friction measurements using friction force microscopy: Part I-General

principles and new measurement techniques [J]. ASME J. Tribol, 1994(a), 116: 378-388.

[2] Attard P, Carambassis A, Rutland M W. Dynamic surface force measurement. 2. Friction and the atomic force microscope [J]. Langmuir, 1999, 15: 553-563.

[3] Johanna Stiernstedt, Rutland Mark W. A novel technique for the in situ calibration and measurement of friction with the atomic force microscope [J]. Rev. Sci. Instrum, 2005, 76: 083710.

[4] Feiler A, Attard P, Larson I. Calibration of the torsional spring constant and the lateral photodiode response of frictional force microscopes [J]. Rev. Sci. Instrum, 2000, 71: 2746-2750.

[5] Cumpson P J, Hadley J, Clifford C A. Microelectromechanical device for lateral force calibration in the atomic force microscope: lateral electrical nanobalance [J]. J. Vac. Sci. Technol, 2005, B23: 1992-1997.

[6] Li Q, Kim K S, Rydberg A. Lateral force calibration of an atomic force microscope with a diamagnetic levitation spring system [J]. Rev. Sci. Instrum, 2006, 77: 065105.

[7] Ogletree D F, Carpick R W, Salmeron M. Calibration of frictional forces in atomic force microscopy [J]. Rev. Sci. Instrum, 1996, 67: 3298-3306.

[8] Varenberg M, Etsion I, Halperin G. An improved wedge calibration method for lateral force in atomic force microscopy [J]. Rev. Sci. Instrum, 2003, 74(7): 3362-3367.

[9] 温诗铸. 纳米摩擦学 [M]. 北京: 清华大学出版社, 1998.

[10] 张向军, 孟永钢, 温诗铸. 原子力显微镜探针耦合变形下的微观扫描力研究 [J]. 物理学报, 2004, 53(3): 0728-0733.

[11] Halling J. Principles of Tribology [M]. London: Macmillan, 1975.

作者地址: 北京市海淀区双清路 30 号 100084
清华大学摩擦学国家重点实验室
Tel: 134 8877 7413
E-mail: chentianxing@126.com

• 学术动态 •

第十六次全国焊接学术会议

由中国机械工程学会焊接学会及其切割专业委员会、压力焊专业委员会、高能束及特种焊接专业委员会、熔焊工艺及设备专业委员会、计算机辅助焊接工程专业委员会、机器人与自动化专业委员会主办的,江苏省焊接学会承办,华东六省一市焊接学会协办的第十六次全国焊接学术会议将于 2011 年 10 月 21~25 日在江苏省镇江市江苏科技大学召开。

会议以高质量和高精度的焊接技术为主题,围绕切割、压力焊、高能束及特种焊接、熔焊工艺及设备、计算机辅助焊接工程、机器人与自动化等 6 大专业的前沿课题展开征稿活动。

会议接收尚未在公开发行的杂志或刊物上刊登或国内外学术会议上宣读的论文,所有论文将刻录成光盘供代表查阅。经专委会审查后,将选出部分优秀论文推荐至《焊接学报》及《焊接》等杂志发表。会议论文要求具有新颖性、学术性或实用性,需为近期撰写,字数在 6000 字以内。论文需填写登记表,并将论文电子版交至秘书处。论文格式要求及登记表请在相关网站下载。全文截止日期为 2011 年 9 月 16 日。

联系地址: 哈尔滨市和兴路 111 号 (150080)
联系人: 黄彩艳
联系电话: 0451-8632-2012-1006
传真: 0451-86333949
联系邮箱: cws86322012@163.com

(王文字 供稿)