



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103278662 A

(43) 申请公布日 2013. 09. 04

(21) 申请号 201310171003. 7

(22) 申请日 2013. 05. 10

(71) 申请人 福州大学

地址 350108 福建省福州市闽侯县上街镇大学城学园路2号福州大学新区

(72) 发明人 韩国强 何炳蔚 陈玉琴

(74) 专利代理机构 福州元创专利商标代理有限公司 35100

代理人 蔡学俊

(51) Int. Cl.

G01Q 60/38 (2010. 01)

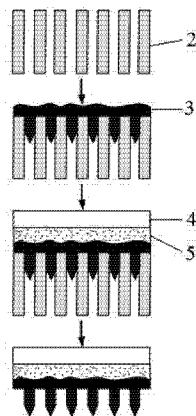
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品及其制造方法

(57) 摘要

本发明涉及一种纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品及其制造方法,该方法采用二次阳极氧化法加工得到多孔氧化铝模板;然后基于电子束蒸发的模板合成法,在所述多孔氧化铝模板上蒸发镍离子,形成镍薄膜;将具有纳米棒阵列结构的所述镍薄膜固定支撑,去除所述镍薄膜上的多孔氧化铝模板,最后形成具有纳米棒阵列结构(1)的镍薄膜,即纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品。该方法工艺简单,制造成本低,所加工的纳米镍棒阵列结构的尺度、深宽比及密度都可以通过调整多孔氧化铝模板的结构来实现,使其具有很大的自由度。通过该方法可制造出特征尺寸小、高深宽比、一致性好的纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品。



1. 一种纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品,其特征在于:在玻璃底层上设有具有纳米镍棒阵列结构的镍薄膜。

2. 一种纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品的制造方法,其特征在于:采用二次阳极氧化法加工得到多孔氧化铝模板;基于电子束蒸发的模板合成法,在所述多孔氧化铝模板上蒸发镍离子,形成镍薄膜;将具有纳米棒阵列结构的所述镍薄膜固定支撑;去除所述镍薄膜上的多孔氧化铝模板,最后形成具有纳米棒阵列结构的镍薄膜,即纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品。

3. 根据权利要求2所述的纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品的制造方法,其特征在于:包括如下步骤:

(1) 将高纯铝薄膜放到丙酮溶液中清洗,侵入 NaOH 溶液中去除铝膜表面的氧化层,再用蒸馏水洗净后进行退火处理;

(2) 将步骤(1)处理后的高纯铝薄膜放入 C_2H_5OH 和 $HClO_4$ 混合溶液中进行恒压化学抛光,除去铝片表面的氧化层,并提高表面的平整度;

(3) 将抛光后的高纯铝薄膜放入阳极氧化装置中进行第一次阳极氧化,第一次氧化完成后,用 H_3PO_4 和 H_2CrO_4 混合液溶去氧化时所形成的阻挡层;

(4) 在与第一次氧化条件完全相同的条件下,进行第二次阳极氧化,第二次氧化完成后,用 $CuCl_2$ 溶液溶解除去背面 Al 基,得到氧化铝模板;

(5) 将步骤(4)制得的氧化铝模板移入 H_3PO_4 溶液中,进行通孔处理,并同时扩孔;

(6) 采用去离子水对步骤(5)得到的多孔氧化铝模板进行清洗,并用氮气吹干;

(7) 采用电子束蒸发工艺在步骤(6)得到的多孔氧化铝模板上蒸发镍离子沉积镍薄膜,所述镍薄膜厚度根据所需要的纳米棒阵列的深宽比进行控制;

(8) 用胶水将具有纳米棒阵列的镍薄膜固定在玻璃片上,并将粘结好的镍薄膜和玻璃片放到加热炉中进行加热,对粘结剂进行固化,并空冷至室温;

(9) 将固定在玻璃上的镍薄膜浸泡在 NaOH 溶液中,去除多孔氧化铝模板,最后得到具有纳米棒阵列结构的镍薄膜,即纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品。

纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及原子力显微镜针尖表征结构制造技术领域,特别是一种可用作原子力显微镜针尖表征样品的纳米镍棒阵列结构及其制造方法。

背景技术

[0002] 传统原子力显微镜针尖表征结构主要包括两大类:MEMS结构和纳米结构。MEMS表征结构的制备成本过高,且尺寸较大,其尺度不确定度在很大程度上会影响原子力显微镜探针针尖的表征,另外,这类结构容易对原子力显微镜探针针尖产生额外的磨损;纳米结构在表征原子力显微镜时具有一定尺度优势,但是纳米结构具有很大的随机性,一致性较差,其特征尺寸有严格的要求,有时需要标定后方能使用。具有较大粗糙度、极小特征尺寸、高度一致性的纳米镍棒阵列用作原子力显微镜探针针尖表征样品时,不仅可以减少样品不确定度和原子力显微镜图像噪声对表征结果的影响,还可以减少表征时对探针针尖的磨损,实现针尖形貌高深宽比、高精度表征。该纳米棒阵列结构对于原子力显微镜探针针尖形貌的校准、图像畸变的修正以及测量精度的提高有重要意义。

[0003] 纳米镍棒阵列结构可采用扫描探针显微镜光刻、传统光刻和刻蚀、电子束光刻、分子束外延、自组织、自组装和选择性刻蚀等工艺,这些方法对工艺和设备要求较高、且产率低以及成本较高,不利于大规模生产;比较常用的方法纳米棒阵列结构加工方法是模板合成工艺,模板法合成法是一种方便、可行的纳米棒阵列加工方法,模板合成法使得在设计、制备和组装纳米棒阵列上有了更多的自由度,同时,该加工方法还具有低成本、可靠性高和通用性好等优点;多孔氧化铝具有耐高温、成本低、空洞分布均匀且大小可控等优点,是制备高度有序纳米棒阵列的理想模板。

发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品及其制造方法,该方法工艺简单,制造成本低,制造出的纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品特征尺寸小、高深宽比、一致性好。

[0005] 为实现上述目的,本发明采用的技术方案是:一种纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品,包括玻璃底层,所述玻璃底层上设有具有纳米镍棒阵列结构的镍薄膜。

[0006] 本发明还提供了一种纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品的制造方法,采用二次阳极氧化法加工得到多孔氧化铝模板;基于电子束蒸发的模板合成法,在所述多孔氧化铝模板上蒸发镍离子,形成镍薄膜;将具有纳米棒阵列结构的所述镍薄膜固定支撑;去除所述镍薄膜上的多孔氧化铝模板,最后形成具有纳米棒阵列结构的镍薄膜,即纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品。

[0007] 进一步的,本发明的纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品的制造方法,包括如下步骤:

(1) 将高纯铝薄膜放到丙酮溶液中清洗,侵入 NaOH 溶液中去除铝膜表面的氧化层,再

用蒸馏水洗净后进行退火处理；

(2) 将步骤(1)处理后的高纯铝薄膜放入 C_2H_5OH 和 $HClO_4$ 混合溶液中进行恒压化学抛光, 除去铝片表面的氧化层, 并提高表面的平整度；

(3) 将抛光后的高纯铝薄膜放入阳极氧化装置中进行第一次阳极氧化, 第一次氧化完成后, 用 H_3PO_4 和 H_2CrO_4 混合液溶去氧化时所形成的阻挡层；

(4) 在与第一次氧化条件完全相同的条件下, 进行第二次阳极氧化, 第二次氧化完成后, 用 $CuCl_2$ 溶液溶解除去背面 Al 基, 得到氧化铝模板；

(5) 将步骤(4)制得的氧化铝模板移入 H_3PO_4 溶液中, 进行通孔处理, 并同时扩孔；

(6) 采用去离子水对步骤(5)得到的多孔氧化铝模板进行清洗, 并用氮气吹干；

(7) 采用电子束蒸发工艺在步骤(6)得到的多孔氧化铝模板上蒸发镍离子沉积镍薄膜, 所述镍薄膜厚度根据所需要的纳米棒阵列的深宽比进行控制；

(8) 用胶水将具有纳米棒阵列的镍薄膜固定在玻璃片上, 并将粘结好的镍薄膜和玻璃片放到加热炉中进行加热, 对粘结剂进行固化, 并空冷至室温；

(9) 将固定在玻璃上的镍薄膜浸泡在 NaOH 溶液中, 去除多孔氧化铝模板, 最后得到具有纳米棒阵列结构的镍薄膜, 即纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品。

[0008] 本发明的有益效果是该方法制备费用低, 工艺性好, 加工得到的纳米镍棒阵列结构具有较大的自由度。通过该方法可制备出特征尺寸小、深宽比高、一致性好的纳米镍棒阵列结构, 此结构用作原子力显微镜探针针尖表征样品时, 不仅可以减少样品不确定度和原子力显微镜图像噪声对表征结果的影响, 还可以减少表征时对探针针尖的磨损, 实现针尖形貌高深宽比、高精度表征。本发明方法制造的纳米镍棒阵列结构对于原子力显微镜探针针尖形貌的校准、图像畸变的修正以及测量精度的提高有重要意义。

附图说明

[0009] 图 1 是本发明实施例的纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品的示意图。

[0010] 图 2 是本发明实施例的纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品制作方法的原理图。

具体实施方式

[0011] 本发明的纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品, 包括玻璃底层, 所述玻璃底层上设有具有纳米镍棒阵列结构的镍薄膜, 所述纳米镍棒阵列具有极小特征尺寸、高深宽比、高度一致性。

[0012] 本发明的纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品的制造方法, 采用二次阳极氧化法加工得到多孔氧化铝模板; 基于电子束蒸发的模板合成法, 在所述多孔氧化铝模板上蒸发镍离子, 形成镍薄膜; 将具有纳米棒阵列结构的所述镍薄膜固定支撑; 去除所述镍薄膜上的多孔氧化铝模板, 最后形成具有纳米棒阵列结构的镍薄膜, 即纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品。

[0013] 进一步的, 本发明的纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品的制造方法, 包括如下步骤:

(1) 将高纯铝薄膜放到丙酮溶液中清洗, 侵入 NaOH 溶液中去除铝膜表面的氧化层, 再

用蒸馏水洗净后进行退火处理；

(2) 将步骤(1)处理后的高纯铝薄膜放入 C_2H_5OH 和 $HClO_4$ 混合溶液中进行恒压化学抛光, 除去铝片表面的氧化层, 并提高表面的平整度；

(3) 将抛光后的高纯铝薄膜放入阳极氧化装置中进行第一次阳极氧化, 第一次氧化完成后, 用 H_3PO_4 和 H_2CrO_4 混合液溶去氧化时所形成的阻挡层；

(4) 在与第一次氧化条件完全相同的条件下, 进行第二次阳极氧化, 第二次氧化完成后, 用 $CuCl_2$ 溶液溶解除去背面 Al 基, 得到氧化铝模板；

(5) 将步骤(4)制得的氧化铝模板移入 H_3PO_4 溶液中, 进行通孔处理, 并同时扩孔；

(6) 采用去离子水对步骤(5)得到的多孔氧化铝模板进行清洗, 并用氮气吹干；

(7) 采用电子束蒸发工艺在步骤(6)得到的多孔氧化铝模板上蒸发镍离子沉积镍薄膜, 所述镍薄膜厚度根据所需要的纳米棒阵列的深宽比进行控制；

(8) 用胶水将具有纳米棒阵列的镍薄膜固定在玻璃片上, 并将粘结好的镍薄膜和玻璃片放到加热炉中进行加热, 对粘结剂进行固化, 并空冷至室温；

(9) 将固定在玻璃上的镍薄膜浸泡在 NaOH 溶液中, 去除多孔氧化铝模板, 最后得到具有纳米棒阵列结构的镍薄膜, 即纳米镍棒阵列原子力显微镜针尖表征样品。

[0014] 下面结合附图 1、2 和具体实施例对本发明的实施方法作进一步的说明。

[0015] 实施例 1：

(1) 将纯度为 99.99% 的高纯铝薄膜放到丙酮溶液清洗 20 分钟, 侵入 5% 的 NaOH 溶液 7 分钟去除铝膜表面的氧化层, 用蒸馏水冲洗干净后, 然后进行退火处理；

(2) 在 $0^\circ C$ 下, 将上一步得到的高纯铝薄膜放入 C_2H_5OH 和 $HClO_4$ 混合溶液中进行恒压化学抛光 8min, 除去铝片表面的氧化层, 并提高表面的平整度；

(3) 将抛光后的高纯铝薄膜放入阳极氧化装置中进行第一次阳极氧化, 第一步阳极氧化为 5min, 氧化在恒压条件下进行, 并将一次氧化后得到的 PAA 模板浸入 6% 的 H_3PO_4 和 1.8% 的 H_2CrO_4 混合液中, 于 $60^\circ C$ 下放置大于 2.5 小时, 溶去第一次氧化时形成的阻挡层；

(4) 在与第一次氧化条件完全相同的条件下, 进行第二次阳极氧化, 第二次氧化完成后, 用 $CuCl_2$ 溶液溶解除去背面 Al 基, 得到氧化铝模板；

(5) 在室温条件下, 将制得的多孔氧化铝膜移入 10% 的 H_3PO_4 溶液中, 进行通孔处理, 并同时扩孔；

(6) 采用去离子水将上述所得到的多孔氧化铝模板进行清洗, 清洗时间为 5 分钟左右, 并用氮气吹干；

(7) 采用磁控离子溅射台 (E14, Denton, USA) 在以上得到的多孔氧化铝模板 2 上用磁控溅射沉积镍薄膜 3, 沉积环境在超真空环境下进行, 基片温度控制在 $80^\circ C$, 蒸发速率为 $1nm/s$, 沉积时间为 16 分钟, 最终在多孔氧化铝模板上形成厚度为 $1\mu m$ 左右镍膜, 其中薄膜厚度根据所需要的纳米棒阵列的深宽比进行控制；

(8) 用胶水将具有纳米棒阵列的镍薄膜固定在玻璃片 (7059) 4 上, 胶水 5 采用环氧树脂和二乙烯三胺按 100:25 质量比进行混合制成, 并将粘结好的镍薄膜和玻璃片放到加热炉中进行加热到 $100^\circ C$, 对粘结剂进行固化, 冷却至室温；

(9) 将固定在玻璃上的镍薄膜放在 2M/L 的氢氧化钠溶液中浸泡 32 小时以上, 去除氧化铝模板, 最后得到如图 1 所示的纳米镍棒阵列结构, 由高度有序的纳米镍棒阵列构成, 镍棒

高度为 500nm,直径为 20nm,棒间距大于 100nm。

[0016] 以上是本发明的较佳实施例,凡依本发明技术方案所作的改变,所产生的功能作用未超出本发明技术方案的范围时,均属于本发明的保护范围。

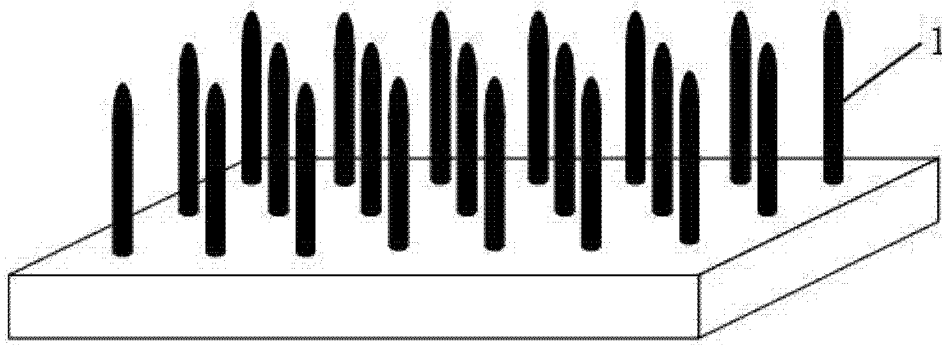


图 1

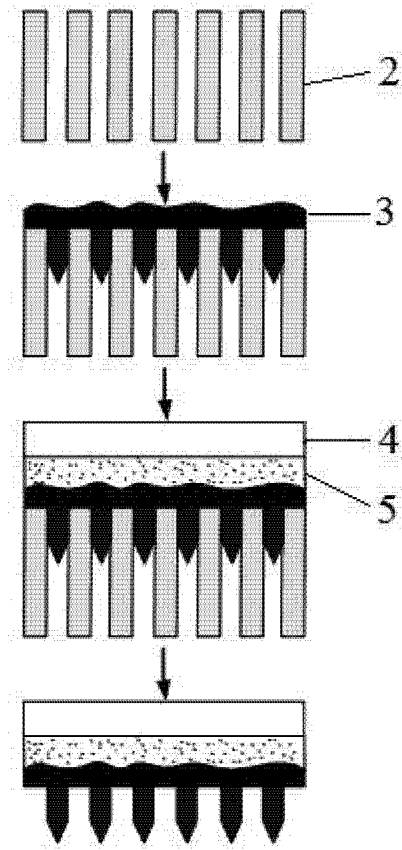


图 2