

基于扫描电子显微镜的碳纳米管拾取操作方法研究

杨权 马立 杨斌 丁汇洋 陈涛 杨湛 孙立宁 福田敏男

Method of picking up carbon nanotubes inside scanning electron microscope

Yang Quan Ma Li Yang Bin Ding Hui-Yang Chen Tao Yang Zhan Sun Li-Ning Toshio Fukuda

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 67, 136801 (2018) DOI: 10.7498/aps.67.20180347

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.67.20180347>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2018/V67/I13>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

[Yb-In₂O₃ 纳米管的制备及其对甲醛的优异气敏性能](#)

Fabrication and excellent formaldehyde Gas sensing properties of Yb-doped In₂O₃ nanotubes

物理学报.2016, 65(3): 036802 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.036802>

[高能电子辐照绝缘厚样品的表面电位动态特性](#)

Surface potential dynamic characteristics of the insulating sample under high-energy electron irradiation

物理学报.2015, 64(8): 086801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.086801>

[化学气相沉积法制备石墨烯的铜衬底预处理研究](#)

The pre-treatment of copper for graphene synthesis

物理学报.2014, 63(17): 176801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.176801>

[多孔 ZnO 微米球的制备及其优异的丙酮敏感特性](#)

Synthesis of porous micro-sphere ZnO and its excellent sensing properties to acetone

物理学报.2014, 63(17): 176803 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.176803>

[多台阶器件结构深层表面光刻工艺优化](#)

The optimization of lithography process on the deep multi-stepped surface

物理学报.2012, 61(20): 206801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.206801>

基于扫描电子显微镜的碳纳米管拾取操作方法研究*

杨权¹⁾ 马立^{1)†} 杨斌¹⁾ 丁汇洋¹⁾ 陈涛^{2)‡} 杨湛²⁾
孙立宁²⁾ 福田敏男³⁾

1)(上海大学机电工程与自动化学院, 上海 200072)

2)(苏州大学机器人与微系统中心, 苏州 215021)

3)(北京理工大学机电工程学院智能机器人研究所, 北京 100081)

(2018年2月23日收到; 2018年4月19日收到修改稿)

碳纳米管场效应管是未来纳米器件的发展方向, 而制造纳米器件的前提是拾取碳纳米管, 基于扫描电子显微镜 (SEM) 的微纳机器人操作系统能够实现碳纳米管拾取操作. 本文建立拾取操作中碳纳米管与原子力显微镜 (AFM) 探针间范德瓦耳斯力学模型, 不同接触状态下范德瓦耳斯力越大越有利于拾取碳纳米管. 在 SEM 视觉反馈图像中建立相对坐标系, 首先提出倾角变值方法检测碳纳米管与 AFM 探针的接触状态, 然后运用动态差值方法识别碳纳米管与 AFM 探针空间位姿并校正碳纳米管位姿, 最后自下而上拾取碳纳米管. 实验结果表明: 拟合直线倾角变值较大时碳纳米管与 AFM 探针发生接触, 动态差值变化为零时碳纳米管与 AFM 探针为空间线接触, 在完全线接触模型下选择合适的接触角度、接触长度和拾取速度能够成功拾取碳纳米管.

关键词: 碳纳米管, 视觉反馈, 接触检测, 位姿识别

PACS: 68.37.Hk, 02.60.Ed

DOI: 10.7498/aps.67.20180347

1 引言

碳纳米管 (carbon nanotubes, CNTs) 具有独特的电学和物理学特性^[1,2], 用于制造纳米电子器件^[3], 在微系统技术和纳米技术方面有着广阔的应用前景. 近年来由碳纳米管构建的碳纳米管场效应晶体管 (carbon nanotube field effect transistors, CNTFETs) 也被用于解决传统半导体制造工艺中的缺陷问题^[4-6]. 日本名古屋大学福田敏男等^[7], 德国奥尔登堡大学 Fatikow 等^[8]、加拿大多伦多大学 Sun 等^[9] 学者搭建了不同纳米操作系统来研究碳纳米管物理现象和操作特性. 典型纳米操作系统主要基于原子力显微镜 (atomic force microscope, AFM)^[10,11] 和扫描电子显微镜 (scanning electron microscope, SEM). 在 AFM 下不能实时观察碳纳

米管动态情况, 只能在每次操作前后采集图像. 通常 SEM 只能获取二维图像, 不能获得深度信息, 所以悬空碳纳米管在立体空间中与 AFM 探针接触状态信息无法获得, 即使 SEM 图像中碳纳米管与 AFM 探针看似接触很好, 但实际碳纳米管与 AFM 探针只是部分接触, 之间的范德瓦耳斯力很小, 碳纳米管很容易在拾取过程中脱落^[12]. 德国奥尔登堡大学 Jähmisch 和 Schiffner^[13] 应用旋转电子束合成立体图像, 但碳纳米管垂直方向的空间状态仍然无法确定. 德国奥尔登堡大学 Fatikow 等利用 SEM 聚焦成像的特点通过图像的模糊程度来确定深度信息^[14], 但由于 SEM 景深的影响所能处理的范围较小; 他们还根据接触力反馈信息获得深度信息^[15], 但无法运用于悬空的碳纳米管.

本文提出一种基于 SEM 视觉反馈识别碳纳米管与 AFM 探针空间接触状态的方法, 这种方法可

* 国家自然科学基金 (批准号: 61573238, 61433010) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: malian@shu.edu.cn

‡ 通信作者. E-mail: chent@suda.edu.cn

在不获得深度信息的情况下简单有效地拾取碳纳米管. 在SEM真空环境中搭建微纳机器人操作系统, 并实时获取视觉反馈图像, 运用倾角变值方法检测碳纳米管和AFM探针接触状态, 并运用动态差值方法识别两者的空间位姿. 在校正碳纳米管和AFM探针空间位姿的基础之上, 依据范德瓦耳斯力完成碳纳米管自动化拾取操作.

2 基于SEM的微纳机器人操作系统设计

碳纳米管拾取操作需要在纳观尺度下进行, 人类用肉眼是无法直接观测的. SEM (Zeiss Merlin Compact FE-SEM) 能够实时观测纳观物质, 具有高真空、高洁净度环境, 拥有足够的操作空间, 可以安放多种检测定位装置, 且有利于内部改装和操作. 本文搭建基于SEM的微纳机器人操作系统^[16]进行碳纳米管拾取操作. 如图1所示, 微纳机器人操作系统具有16自由度, 主要由单元1、单元2、单元3和单元4组成. 单元1由3自由度SmarAct(SLC-1720-s)微纳运动平台、1个Picomotor (8301-UHV) 电机及AFM探针 (OMCL-TR400PB-1) 组成; 其他三个单元结构相同, 都是由3自由度Sigma(TSDS-255C)微纳运动平台、4个Picomotor 电机及AFM探针组成.

碳纳米管拾取操作主要由单元1和单元3完成. SmarAct平台精度高, 运动范围相对较大, 控制方便, 通过夹持器与AFM探针连接, 构成单元1, 直接操作碳纳米管. Sigma平台运动精度及范围较小, 且具有自锁特点, 安装在单元3上, 有利于在拾取过程中保持碳纳米管基底位置. SmarAct微纳运动平台自身可以实现 x, y, z 三个方向的直线运动, Sigma微纳运动平台在Picomotor电机驱动下能实现 x, y, z 三个方向的直线运动, AFM探针在Picomotor电机驱动下能实现 360° 旋转运动. 微纳

机器人操作系统各操作器主要参数如表1所列.

AFM探针悬臂梁结构如图2所示, 悬臂梁长度为 $400\ \mu\text{m}$, 弹性系数为 $0.03\ \text{N/m}$, 其表面上镀有一层金薄膜, 以便在SEM的电子束轰击下工作. 选用AFM悬臂梁探针作为微纳操作机器人系统的末端执行器, 主要利用其针尖前端的平面区域与碳纳米管接触时的范德瓦耳斯力进行拾取操作.

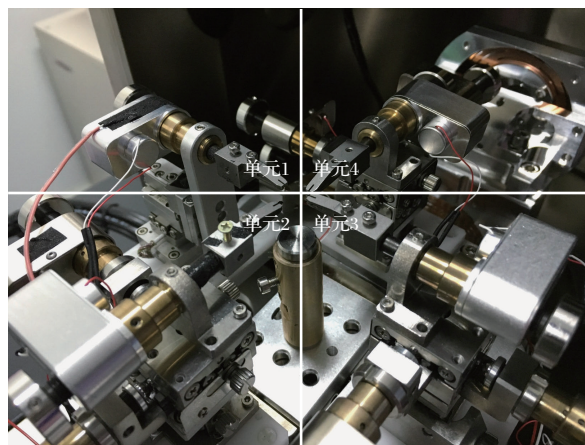


图1 微纳机器人操作系统
Fig. 1. Micro-nano robot manipulation system.

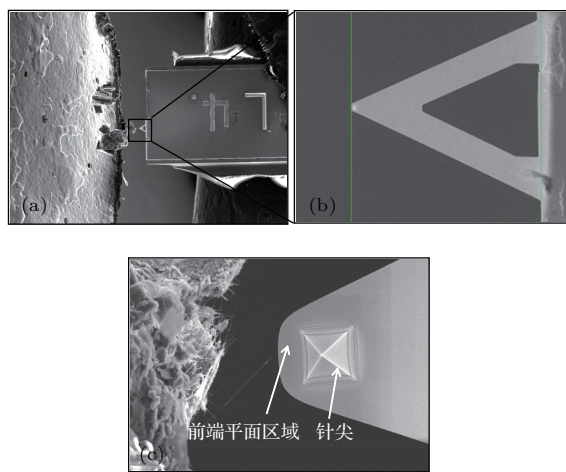


图2 AFM探针结构 (a) AFM探针; (b) 悬臂梁; (c) 针尖
Fig. 2. AFM probe structure: (a) AFM probe; (b) cantilever; (c) tip.

表1 微纳机器人操作系统主要参数

Table 1. Main parameters of micro-nano robot manipulation system.

主要参数	SmarAct	Sigma	Picomotor
型号	SLC-1720-s	TSDS-255C	8301-UHV
尺寸/mm	$33 \times 33 \times 30.5$	$66 \times 66 \times 45$	$63.5 \times 32.2 \times 56.5$
行程/mm	$x \pm 6, y \pm 6, z \pm 6$	$x \pm 3, y \pm 3, z \pm 3$	—
直线运动精度/mm	1	30	—
旋转运动精度/ μrad	—	—	< 1

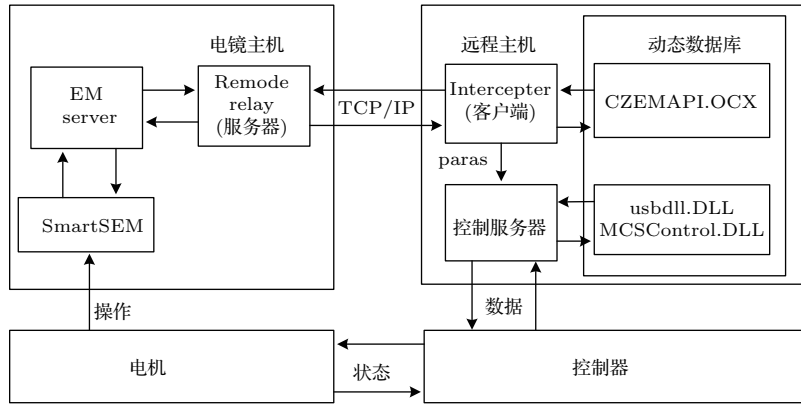


图3 控制系统结构图

Fig. 3. Architecture of the control system.

微纳机器人操作系统安装在SEM真空腔室内，远程控制操作在真空腔外部进行。如图3所示，电镜主机与远程主机之间通过TCP/IP协议连接，其中CZEMAPI.OCX, usb.dll.DLL和MCSCControl.DLL分别是SEM, Picomotor和SmarAct的动态链接库，用于实现远程主机的控制作用。远程主机不断从电镜主机中采集反馈图像，经图像处理得到SEM下碳纳米管与AFM探针接触状态信息paras，通过控制服务器发出数据来调整控制器驱动电机运动，实现基于视觉反馈的碳纳米管自动化拾取操作闭环控制^[17]。

3 碳纳米管与AFM探针作用力建模

由碳纳米管操作中的微观作用力分析可知，碳纳米管与AFM探针之间主要存在范德瓦耳斯力和静电力，将AFM探针接地可忽略静电力的作用，则在真空环境下主要存在范德瓦耳斯力作用。由于碳纳米管生长杂乱无章，会出现卷曲、缠绕和悬空等情况，AFM探针与碳纳米管接触情况存在多种形式，其中水平接触模式下范德华瓦耳斯较大^[18]，成功拾取的可能性更高。

碳纳米管为多壁结构，层与层之间的距离以埃数量级计，直径在20—100 nm，长度在几个至几十个微米，端面等效为圆，则碳纳米管与AFM探针接触可看作圆柱体-平面类型的水平接触模式，如图4所示。AFM探针的针尖部分为锥状立体结构，与碳纳米管通常为点接触，范德瓦耳斯作用力较小，容易导致碳纳米管脱落，影响碳纳米管的拾取。因此，在拾取过程中尽量避免碳纳米管接触到AFM探针的针尖部分，以免影响碳纳米管的拾取效果。本文主要利用AFM探针针尖前端的平面区

域与碳纳米管接触进行拾取操作，这部分区域大小满足碳纳米管的拾取需要。

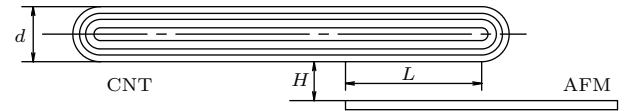


图4 水平接触模式

Fig. 4. Horizontal (sphere-plane) contact model.

碳纳米管与AFM探针水平接触模式下的引力势能为

$$W(H) = -\frac{AL\sqrt{d}}{24H^{3/2}}, \quad (1)$$

其中L为碳纳米管与AFM探针接触长度，d为碳纳米管直径，H为碳纳米管与AFM探针接触距离，A为碳纳米管与AFM探针接触表面在真空环境下的哈梅克常数， $A_{Au-Au} = 5.47 \times 10^{-19}$ J， $A_{c-c} = 0.284 \times 10^{-19}$ J，则 $A = A_{c-Au} = \sqrt{A_{c-c}A_{Au-Au}} = 1.246 \times 10^{-19}$ J。

碳纳米管与AFM探针水平接触模式下的范德瓦耳斯力 F_{vdw} 为

$$F_{vdw}(H) = -W'(H) = -\frac{AL\sqrt{d}}{16H^{5/2}}, \quad (2)$$

4 碳纳米管接触检测分析

碳纳米管与AFM探针发生接触时，不是二维平面内的简单接触，而是立体空间中的三维接触，存在深度信息，会出现未接触、重叠未接触和重叠接触的情况。当碳纳米管与AFM探针相距较近时，由于范德瓦耳斯力作用，碳纳米管和AFM探针会瞬间吸引，相互靠近，发生初次碰触。碳纳米管与AFM探针的初次碰触是一种突变现象，是从分离到接触的一个临界状态。

AFM探针具有一定刚度,在拾取过程中不易变形,作为碳纳米管拾取操作的基准能保证微纳机器人操作系统稳定. AFM探针针尖部分类似锥状立体结构,如图5所示,以经图像处理后的SEM反馈图像^[19]像素原点(图像左上角的像素点) O_I 为坐标原点建立基准坐标系 xyO_I ,以AFM探针针尖部分锥状立体结构的顶点 O_A 在 xyO_I 基准坐标系中的坐标为原点建立相对坐标系 xyO_A ,垂直SEM反馈图像的方向为 z 方向. AFM探针和碳纳米管相对位置可以在相对坐标系 xyO_A 中精确表示,并且可以定位在以 O_A 为圆心、以任意长度为半径的圆形区域内,避免扫描图像时因电机振动或者SEM自身噪声造成的偏移误差. AFM探针和碳纳米管在相对坐标系中的精确定位有利于控制器和电机自动化操作.

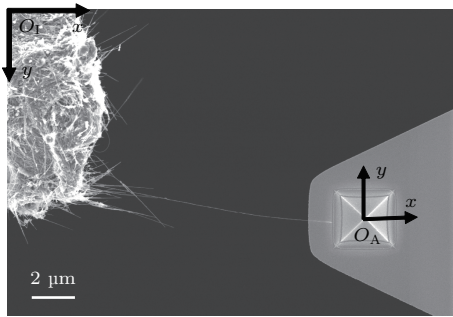


图5 相对坐标系 xyO_A

Fig. 5. Relative coordinate system xyO_A .

在相对坐标系 xyO_A 下取碳纳米管上若干点 (x_i, y_i) ($i = 1, 2, 3, \dots, N$)进行最小二乘法拟合,则回归直线的斜率 k_m 为

$$k_m = \frac{N \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{N \sum x_i^2 - \left(\sum x_i\right)^2}, \quad (3)$$

其中 m 表示第 m 次操作, k_m 值发生较为明显变化时可以准确判定碳纳米管与AFM探针发生接触,

且 k_m 值在图像飘移情况下具有不变性,可以避免由微纳机器人操作系统自身原因造成的图像漂移. 用 Δ_m 表示第 m 次操作后的拟合直线倾角变值,可将斜率变化转换为角度变化,

$$\Delta_m = \frac{180 |\arctan k_m - \arctan k_{m-1}|}{\pi}. \quad (4)$$

Δ_m 随着 k_m 变化, $\Delta_{m \max}$ 是任意相邻两次操作中角度变化最大值,当 Δ_m 达到最大值 $\Delta_{m \max}$ 时,说明第 m 次操作时碳纳米管与AFM探针相对位置出现接触状态,

$$\Delta_m = \Delta_{m \max}. \quad (5)$$

5 碳纳米管位姿识别与校正

5.1 碳纳米管与AFM探针接触模型

碳纳米管与AFM探针空间接触状态包括Model a线接触以及Model b, Model c点接触,如图6所示. 接触模型中 M 是碳纳米管与基底的连接点, N 是碳纳米管的端点, P 是碳纳米管与AFM探针在SEM图像下的交叉点; M', P', N' 是 M, P, N 在SEM图像中各自对应的投影点; MN 表示碳纳米管; $M'N'$ 表示SEM图像中的碳纳米管.

由于碳纳米管自身生长方向的原因,碳纳米管与 x 轴方向存在接触角 φ . 在拾取碳纳米管时,可先调整接触角 φ 使其尽量趋于零,以免 P 点受力过大而断裂. θ 是碳纳米管与AFM探针所在平面之间的夹角. 当 θ 为零时,碳纳米管与AFM探针处于同一平面,碳纳米管与AFM探针为完全线接触状态,如图6(a) Model a所示. 当 θ 不为零时,碳纳米管与AFM探针实际接触段比较短,简化为点接触状态,如图6(b) Model b和图6(c) Model c所示.

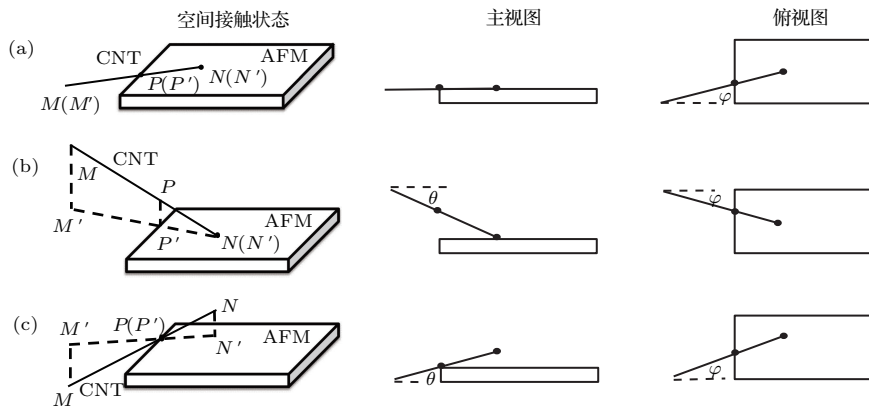


图6 碳纳米管与AFM探针接触模型 (a) Model a; (b) Model b; (c) Model c

Fig. 6. The contact model between CNTs and AFM: (a) Model a; (b) Model b; (c) Model c.

5.2 碳纳米管与 AFM 探针位姿识别

碳纳米管与 AFM 探针在空间中的任何接触状态可用接触模型表示, Model a 中碳纳米管与 AFM 探针为线接触, 接触段较长, 范德瓦耳斯力较大, 有利于碳纳米管拾取. 如图 7 所示, 当碳纳米管与 AFM 探针接触时, 使 AFM 探针在 y 方向移动一段距离 Δy , 碳纳米管与 AFM 探针接触点靠近基底的部分会随着 AFM 探针移动, 而远离基底的部分则不会随着 AFM 移动, 则 SEM 图像中碳纳米管与 AFM 探针的相对位置会在移动前后产生动态差值. N_1 和 P_1 是移动后的碳纳米管端点和交叉点. P_1P_1' 和 N_1N_1' 是移动后交叉点和端点的动态

差值.

如图 7(a) 所示 Model a 情况下, 碳纳米管与 AFM 探针完全线接触, 碳纳米管端点和交叉点随着 AFM 探针移动, 移动前后 PN 与 $P'N'$ 重合, 碳纳米管的重叠部分移动前后位置不变, 动态差值为零; 如图 7(b) 所示 Model b 情况下, 碳纳米管端点与 AFM 探针接触, 只有端点随之移动, 移动前后 PN 与 $P'N'$ 不重合, 且 P_1 与 P' 之间距离较大, 动态差值为正; 如图 7(c) 所示 Model c 情况下, 碳纳米管与 AFM 在交叉点接触, 只有交叉点随之移动, 移动前后 PN 与 $P'N'$ 不重合, 且 N_1 与 N' 之间距离较大, 动态差值为负.

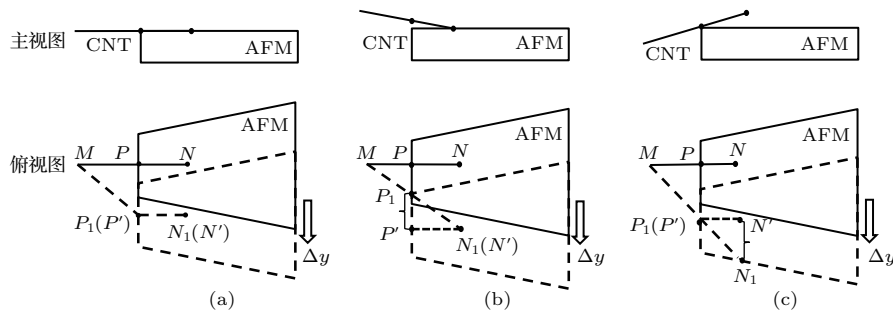


图 7 碳纳米管位姿识别 (a) Model a; (b) Model b; (c) Model c

Fig. 7. The position recognition between CNTs and AFM: (a) Model a; (b) Model b; (c) Model c.

5.3 碳纳米管与 AFM 探针位姿校正

在碳纳米管拾取操作之前, 需要将 Model b 和 Model c 点接触位姿校正至 Model a 线接触位姿. 在碳纳米管位姿校正时, SEM 图像下的碳纳米管长度会慢慢变长, 直到完全伸展, 则 AFM 探针不断向 x 方向移动以满足碳纳米管不断伸展的空间需求. 校正碳纳米管有两种方法: 1) 先 z 后 x 和 2) 先

x 后 z . 若先 x 轴方向移动 AFM 探针, 当碳纳米管已经恢复到一个平面时依然向 x 方向运动会导致碳纳米管受力拉伸, 可能导致未紧固接触的碳纳米管直接脱落. 若先 z 轴方向移动 AFM 探针可以使碳纳米管一直保持放松状态, 再根据其放松状态沿 x 轴方向运动, 且通过 SEM 图像中不断变化的碳纳米管来确定 x 轴移动方向.

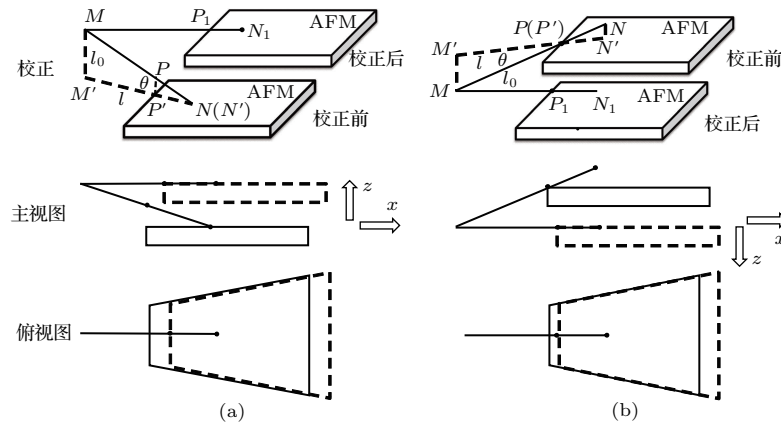


图 8 碳纳米管位姿校正 (a) Model b; (b) Model c

Fig. 8. The position correction between CNTs and AFM: (a) Model b; (b) Model c.

碳纳米管实际长度为 l_0 , 在SEM图像中的观测长度为 l , 则碳纳米管实际长度为 $l_0 = l / \cos \theta$, 碳纳米管实际长度大于观测长度. 碳纳米管基点到接触点的实际长度称有效长度, 记作 l'_0 , 在SEM下的观测长度为 l' , 图8(a) Model b情况下为MN段, 图8(b) Model c情况下为MP段. AFM探针在 z 方向的最大行程为 $l'_0 \sin \theta$, x 方向的最大行程为 $l'_0 \cos \theta$.

从整体趋势上来看, Model b状态下, AFM探针需要不断向 z 正方向移动和 x 正方向移动; Model c状态下, AFM探针需要不断向 x 正方向移动和 z 负方向移动.

6 碳纳米管接触实验研究

6.1 碳纳米管与AFM探针接触检测

利用SEM下的微纳操作机器人系统采集视觉图像, 然后在所建立的相对坐标系 xyO_A 中取碳纳

米管上若干点进行曲线拟合, 根据拟合直线倾角变值方法对碳纳米管与AFM探针进行接触检测^[20]实验.

图9、图10和图11分别为未重叠、重叠未接触和接触下碳纳米管与AFM探针空间位置的关系. 由图9(b)可知: 未重叠情况时拟合直线斜率 $k_1 = -0.0827$. 由图10(a)可知: 随着碳纳米管与AFM探针相对位置变化, 看似接触很好, 实际上是重叠未接触状态; 由图10(b)可知其拟合直线斜率 $k_2 = -0.0857$, 倾角变值 $\Delta_2 = 0.1707^\circ < \Delta_{m \max}$. 由图11可知: 碳纳米管与AFM探针相对位置进一步变化, 其拟合直线斜率 $k_3 = -0.1392$, 倾角变值 $\Delta_3 = 3.0263^\circ = \Delta_{m \max}$. 图9(b)和图10(b)拟合直线斜率几乎不变, 图10(b)拟合直线倾角变值近似为零. 图11(b)拟合直线斜率变化较大, 操作前后倾角变值也较大, 碳纳米管与AFM探针发生接触.

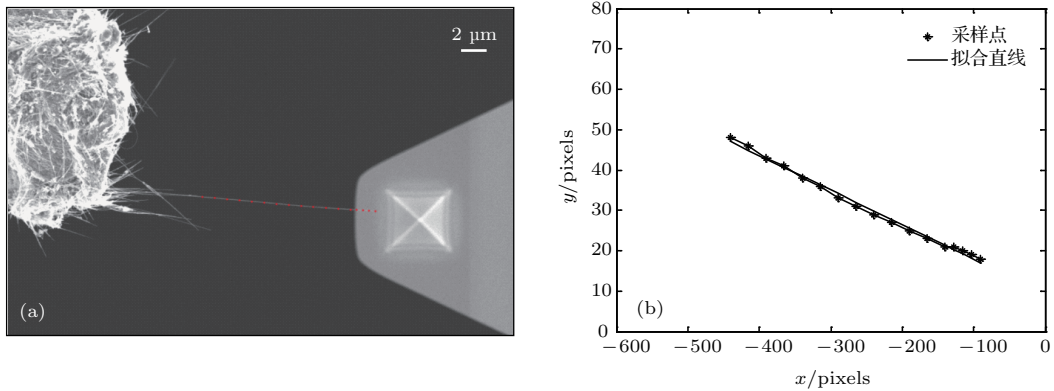


图9 接触检测 (a) 未重叠; (b) 未重叠拟合曲线

Fig. 9. The contact detection: (a) Nonoverlapping; (b) fitting curve of nonoverlapping.

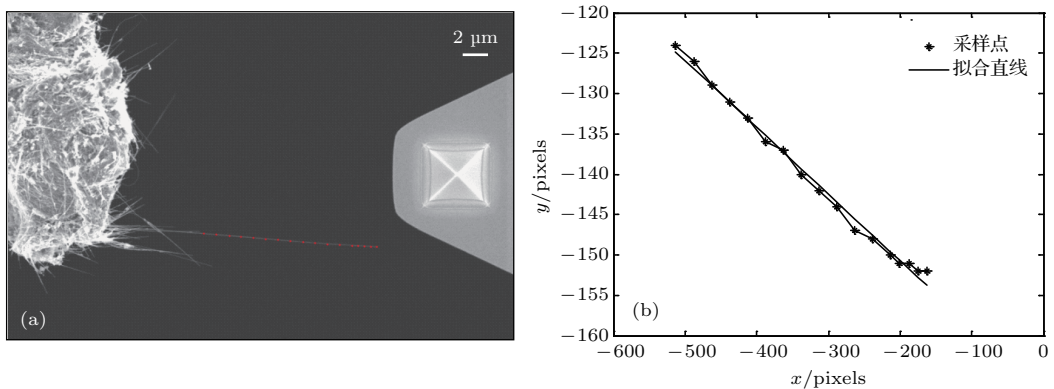


图10 接触检测 (a) 重叠未接触; (b) 重叠未接触拟合曲线

Fig. 10. The contact detection: (a) Untouched overlapping; (b) fitting curve of untouched overlapping.

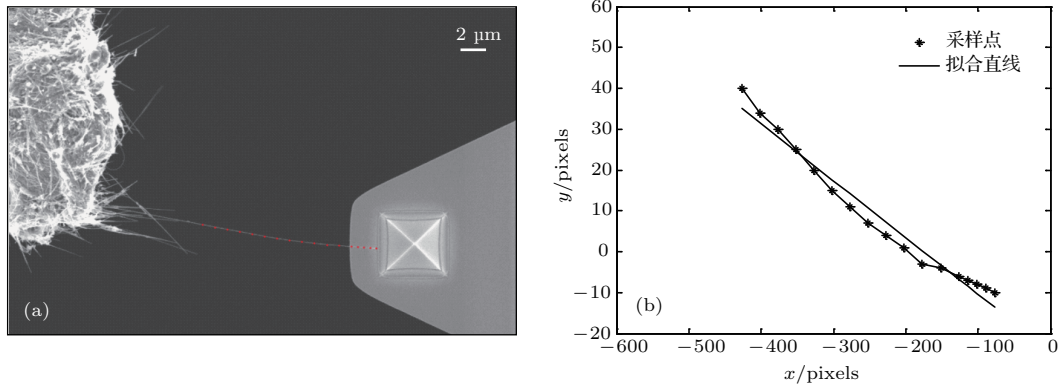


图 11 接触检测 (a) 接触; (b) 接触拟合曲线

Fig. 11. The contact detection: (a) Contact; (b) fitting curve of contact.

6.2 碳纳米管与 AFM 探针位姿识别

在 SEM 下选择长直的单根碳纳米管作为实验材料, 放置在一个 AFM 探针上, 通过旋转另一个 AFM 探针夹持器改变碳纳米管与 AFM 探针之间的空间位姿, 根据动态差值方法对碳纳米管与 AFM 探针进行位姿识别实验.

图 12、图 13 和图 14 分别为 Model a, Model b 和 Model c 下 AFM 探针动态变化时碳纳米管端点

与交叉点的变化情况. 取碳纳米管上与 AFM 探针重叠部分若干点进行多项式曲线拟合, 图 15、图 16 和图 17 分别 Model a, Model b 和 Model c 下的多项式拟合曲线, 图中差值曲线表示移动前后碳纳米管拟合曲线的动态差值. 由图 12 (a) 和图 12 (b) 可以看出碳纳米管端点与交叉点没有发生变化, 由图 15 可知差值曲线所表示的动态差值近似为零, 说明碳纳米管与目标 AFM 探针接触良好, 接触长度为 1436 nm, 属于 Model a 接触模型. 由

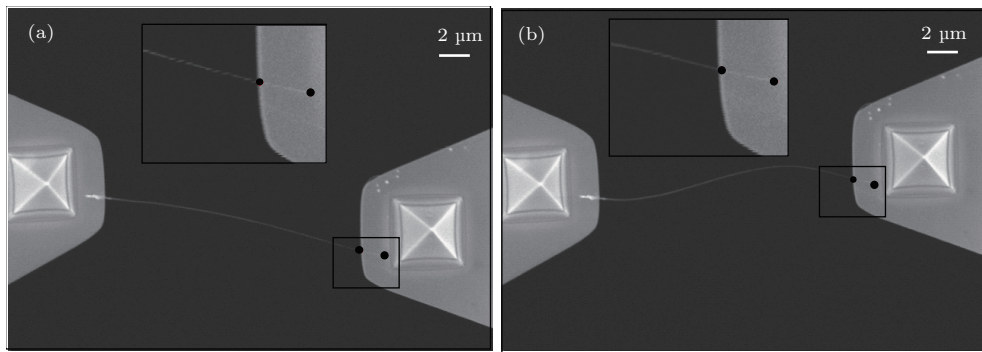


图 12 位姿识别 (a) Model a; (b) Model a 下沿 y 方向移动

Fig. 12. The position recognition: (a) Model a; (b) moving in y direction under Model a.

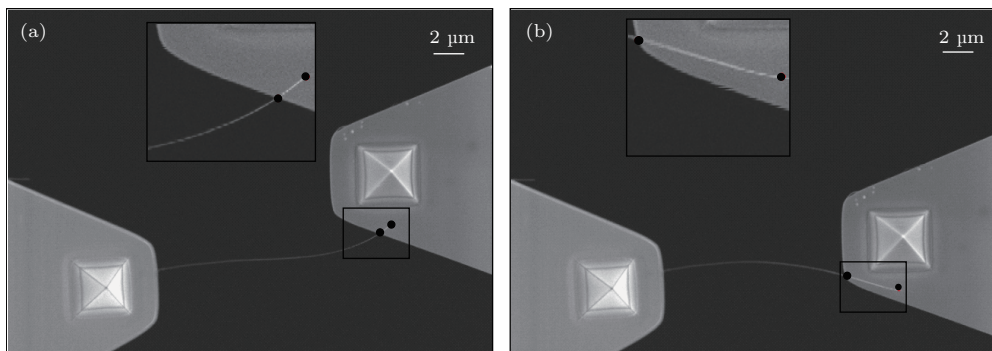


图 13 位姿识别 (a) Model b; (b) Model b 下沿 y 方向移动

Fig. 13. The position recognition: (a) Model b; (b) moving in y direction under Model b.

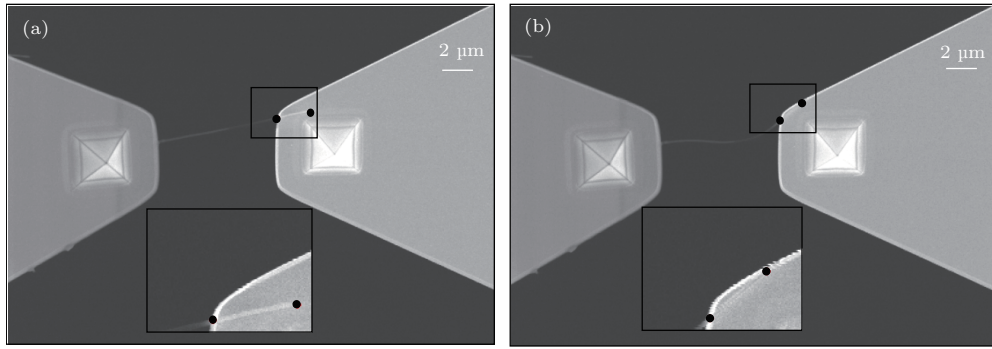


图 14 位姿识别 (a) Model c; (b) Model c 下沿 y 方向移动
Fig. 14. The position recognition: (a) Model c; (b) moving in y direction under Model c.

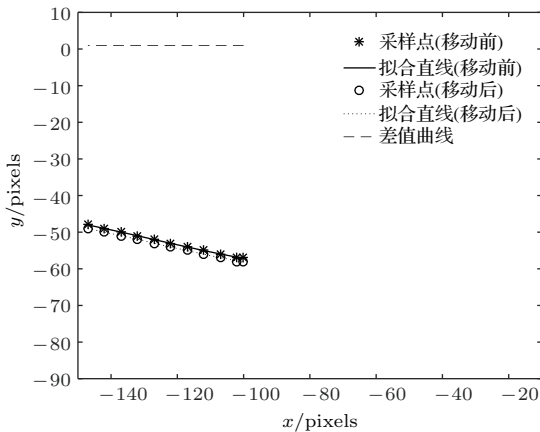


图 15 Model a 下碳纳米管拟合曲线
Fig. 15. Fitting curve of carbon nanotubes under Model a.

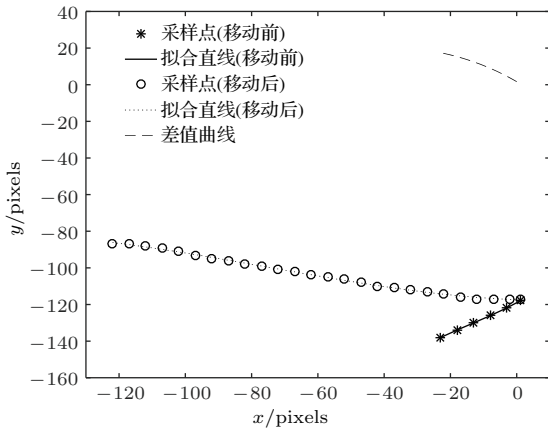


图 16 Model b 下碳纳米管拟合曲线
Fig. 16. Fitting curve of carbon nanotubes under Model b.

图 13(a) 和图 13(b) 可以看出碳纳米管交叉点处变化较大, 端点处变化较小, 由图 16 可知移动前后拟合曲线存在明显差异, 动态差值曲线在零值以上, 该状态下接触长度为 112 nm, 属于 Model b 接触模型. 由图 14(a) 和图 14(b) 可以看出碳纳米管端点

处变化较大, 交叉点处变化较小, 由图 17 可知移动前后拟合曲线也存在明显差异, 动态差值曲线存在小于零的部分, 考虑误差因素该状态下接触长度仅为 223 nm, 属于 Model c 接触模型.

对碳纳米管进行 100 次校正操作, 经统计分析发现, 操作中出现 Model a 的情况为 21 次, 出现 Model b 的情况为 68 次, 出现 Model c 的情况为 11 次. 出现不合理状态占 79%, 不合理情况中 Model b 情况占 86%, 远远高于 Model c 情况的 14%. 分析原因在于: 碳纳米管是柔性的, 其端点处于自由状态, 容易在 AFM 探针靠近时受到范德瓦耳斯力作用, 使碳纳米管向下弯曲而接触到 AFM 探针上, 出现 Model b 状态; 并且 Model c 情况经常处于不稳定状态, 容易从 Model c 状态变成 Model b 状态.

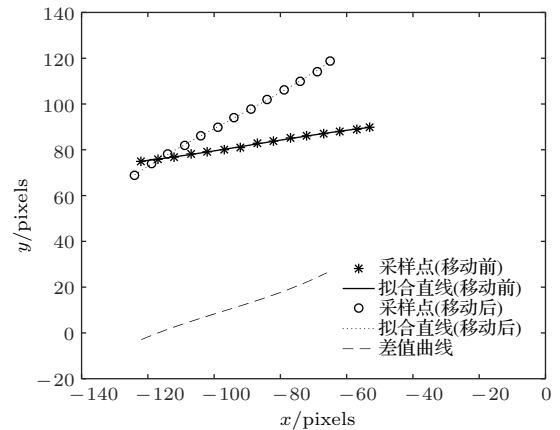


图 17 Model c 碳纳米管拟合曲线
Fig. 17. Fitting curve of carbon nanotubes under Model c.

6.3 校正碳纳米管位姿及拾取

选择 Model b 接触状态进行碳纳米管位姿校正及拾取操作, 如图 18 所示. 在图 18(a) 中先移动 AFM 探针使碳纳米管恢复平直状态, 再沿 z 方向

向上移动 AFM 探针, 使碳纳米管有一定松弛余量; 在图 18(b) 中沿 x 轴向右移动 AFM 探针, 使碳纳米管均匀展开. 从图 18(a) 和图 18(b) 中可以看出碳纳米管接触部分不随 AFM 探针在 x 方向移动而变化, 说明已经校正至 Model a 线性接触状态. 以

10 nm 步距的拾取速度自下而上操作碳纳米管, 发现图 18(c) 中碳纳米管明显拉长, 图 18(d) 中碳纳米管在中部断开. 因为碳纳米管与 AFM 探针接触长度 L 为 $1.44 \mu\text{m}$, 接触角 φ 为 7° , 使得范德瓦耳斯力^[21]较小, 不足以拾取碳纳米管.

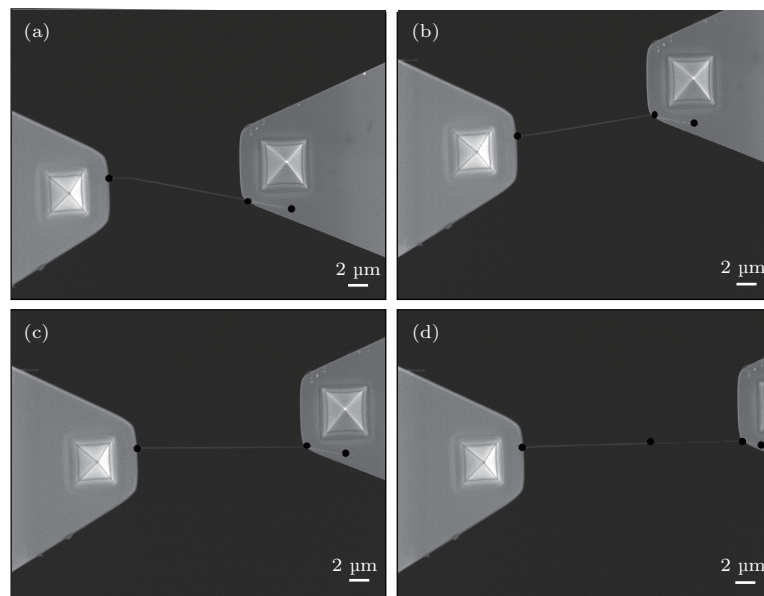


图 18 校正位姿并拾取 (a) Model b; (b) 校正至 Model a; (c) 拾取; (d) 拾取失败

Fig. 18. Correcting position and picking-up: (a) Model b contact state; (b) Model a contact state after correction; (c) picking-up CNTs; (d) failure of picking-up CNTs.

基于目前开发的 SEM 微纳操作系统进行了 50 组碳纳米管拾取操作, 实验结果发现, 在基底上伸出长度大于 $4 \mu\text{m}$ 、接触长度大于 $1.5 \mu\text{m}$ 、直径小于 60 nm 且自由端靠外的碳纳米管易于拾取, 拾取的成功率达到 90%. 对于一般人员操作 SEM 拾取碳纳米管, 成功拾取一根碳纳米管大概用时 50—60 min. 采用位姿校正方法拾取碳纳米管, 用时约 10—20 min, 碳纳米管拾取效率得到提高. 本文开发的 SEM 微纳操作系统具有四个操作单元, 两个单元用于碳纳米管的拾取操作, 另外两个单元可以对拾取后的碳纳米管接着进行其机械特性测量、电学特性测量以及三维碳纳米管组装^[22,23]等任务.

7 结 论

基于 SEM 建立碳纳米管与 AFM 探针范德瓦耳斯力模型是碳纳米管拾取操作的基础, 接触长度越大, 范德瓦耳斯力越大, 越有利于拾取碳纳米管. 实验证明, 倾角变值方法可以有效检测碳纳米管与 AFM 探针接触状态, 角度变值较大时碳纳米管与

AFM 探针发生接触. 动态差值方法能够有效识别碳纳米管与 AFM 探针接触位姿, Model a 情况下碳纳米管与 AFM 探针线接触长度最大, 能够保证碳纳米管成功拾取. 通过移动 AFM 探针, 可以把 Model b 和 Model c 点接触校正至 Model a 线接触, 提高碳纳米管拾取成功率. 基于 SEM 的碳纳米管拾取操作对后续碳纳米管机械特性测量、电学特性测量以及三维碳纳米管组装方法的研究具有一定指导意义.

参考文献

- [1] Iijima S 1991 *Nature* **354** 56
- [2] Fukuda T, Arai F, Dong L X 2003 *Proc. IEEE* **91** 1803
- [3] Li P J, Zhang W J, Zhang Q F, Wu J L 2007 *Acta Phys. Sin.* **56** 1054 (in Chinese) [李萍剑, 张文静, 张琦峰, 吴锦雷 2007 物理学报 **56** 1054]
- [4] Chau R, Datta S, Doczy M, Doyle B, Jin B, Kavalieros J, Majumdar A, Metz M, Radosavljevic M 2005 *IEEE Trans. Nanotechnol.* **4** 153
- [5] Tulevski G S, Franklin A D, Frank D, Lobez J M, Cao Q, Park H, Afzali A, Han S J, Hannon J B, Haensch W 2014 *ACS Nano* **8** 8730

- [6] Liu X H, Zhao H L, Li T Y, Zhang R, Li S J, Ge C H 2013 *Acta Phys. Sin.* **62** 147308 (in Chinese) [刘兴辉, 赵宏亮, 李天宇, 张仁, 李松杰, 葛春华 2013 物理学报 **62** 147308]
- [7] Fukuda T, Arai F, Dong L X 2008 *Int. J. Adv. Robot. Syst.* **2** 264
- [8] Fatikow S, Eichhorn V, Stolle C, Siever S T, Jähnisch M 2008 *Mechatronics* **18** 370
- [9] Ru C H, Zhang Y, Sun Y, Zhong Y, Sun X L, Hoyle D, Cotton I 2011 *IEEE Trans. Nanotechnol.* **10** 674
- [10] Li G Y, Xi N, Yu M M, Fung W K 2004 *IEEE Asem. T. Mech.* **9** 358
- [11] Li G Y, Xi N, Chen H P, Pomeroy C, Prokos M 2005 *IEEE Trans. Nanotechnol.* **4** 605
- [12] Yang Z, Chen T, Wang Y Q, Sun L N, Fukuda T 2016 *Micro. Nano. Lett.* **11** 645
- [13] Jähnisch M, Schiffner M 2006 *Proceedings International Conference Robotics Automatio* Orlando FL, United States, May 15–19, 2006 p908
- [14] Eichhorn V, Fatikow S, Wich T, Dahmen C, Sievers T, Andersen K N, Carlson K, Bøggild P 2008 *J. Micro. Nano. Mech.* **4** 27
- [15] Fatikow S, Eichhorn V, Wich T 2007 *Proceedings IEEE International Conference Mechatronics Autom* Harbin, China, August 5–8, 2007 p45
- [16] Wang Y Q, Cao J J, Yang Z, Chen T, Sun L N, Fukuda T 2016 *International Conference Advanced Robotics and Mechatronics* Albert, Canada, July 12–15, 2016 p288
- [17] Yang Z, Wang Y Q, Yang B, Li G H, Chen T, Nakajima M, Sun L N, Fukuda T 2016 *Sensors* **16** 1479
- [18] Shi Q, Yang Z, Guo Y N, Wang H P, Sun L N, Huang Q, Fukuda T 2017 *IEEE Asem. T. Mech.* **22** 845
- [19] Guo H G 2011 *IEEE Signal Proc. Mag.* **5** 134
- [20] Jiang F, Liu S L 2018 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **12** 125002
- [21] Wang Y Q, Yang Z, Chen T, Lijun Yang, Sun L N, Fukuda T 2016 *Proceedings of the 11th IEEE Annual International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (NEMS)* Matsushima Bay and Sendai MEMS City, Japan, April 17–20, 2016 p111
- [22] Ding H Y, Shi C Y, Ma L, Yang Z, Wang M Y, Wang Y Q, Chen T, Sun L N, Fukuda T 2018 *Sensors* **18** 1137
- [23] Yu N, Nakajima M, Shi Q, Yang Z, Wang H P, Sun L N, Huang Q, Fukuda T 2017 *Scanning* **1** 5910734

Method of picking up carbon nanotubes inside scanning electron microscope*

Yang Quan¹⁾ Ma Li^{1)†} Yang Bin¹⁾ Ding Hui-Yang¹⁾ Chen Tao^{2)‡} Yang Zhan²⁾
Sun Li-Ning²⁾ Toshio Fukuda³⁾

1) (School of Mechatronic Engineering and Automation, Shanghai University, Shanghai 200072, China)

2) (Robotics and Microsystems Center, Soochow University, Suzhou 215021, China)

3) (Intelligent Robotics Institute, School of Mechatronic Engineering, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China)

(Received 23 February 2018; revised manuscript received 19 April 2018)

Abstract

In this paper a promising method of recognizing spatial contact state between carbon nanotubes (CNTs) and atomic force microscope (AFM) probe inside scanning electron microscope (SEM) is proposed. The CNTs can be picked up simply and effectively by van der Waals force without knowing depth information of SEM images by using this method. And a micro-nanorobotic manipulation system with 16 DOFs, which allows the automatic pick-up of CNTs based on visual feedback, is presented. The micro-nanorobotic manipulators are assembled into 4 units with 4 DOFs individually. Namely, a manipulator has 4 DOFs i.e., three linear motions and a rotational motion. Manipulators are actuated by picomotors with better than 30 nm linear resolution and less than 1 micro-rad rotary resolution. The van der Waals force mechanics model between CNTs and AFM probe in the picking up manipulation is established. In reality, the van der Waals force is the main attractive force under the vacuum condition inside SEM when the influence of static electricity is ignored. It is shown that the van der Waals force under horizontal (sphere-plane) contact model is significantly larger with appropriate overlapping length. Though the positions in both x and y directions of the CNTs and AFM cantilever are acquired, the relative positions of those two objects in the z direction remain unclear. In the gradually ascending process of AFM cantilever to contact the CNTs, the CNTs abruptly drop on the surface of AFM probe due to the van der Waals force. According to the relative coordinate system of SEM visual feedback images, the detection of contact state between carbon nanotubes and AFM probe are completed by using the inclination changing value of fitting line. The experimental results suggest that the abrupt contact between CNTs and AFM probe happens when the inclination changing value of the regression line is found to be 3.0263° . The spatial contact state between carbon nanotubes and AFM probe includes line contact (Model a) and point contact (Model b, Model c). Then the dynamic difference method is introduced to identify the spatial contact model of CNTs and AFM probe. The results demonstrate that contact model of CNTs and AFM probe is line contact when the dynamic difference is approximately zero. The position of carbon nanotubes is corrected by moving AFM cantilever automatically underneath the CNTs. The picking-up of CNTs from substrate under line contact model is completed by choosing the optimum contact angle, contact length and pickup speed.

Keywords: carbon nanotubes, visual feedback, contact detection, pose recognition

PACS: 68.37.Hk, 02.60.Ed

DOI: 10.7498/aps.67.20180347

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 61573238, 61433010).

† Corresponding author. E-mail: malian@shu.edu.cn

‡ Corresponding author. E-mail: chent@suda.edu.cn