

原子力显微镜湿度控制系统的研究与应用

岳淑芳, 宗瑞隆*

(清华大学化学系分析中心, 北京 100084)

摘要: 环境湿度作为一个重要的环境参数, 会影响材料的性能、生物的生长和电子器件的寿命等。在材料科学领域, 对环境条件(如湿度和温度)的控制对于优化测量质量以及考察材料的稳定性至关重要。原子力显微镜(AFM)是测量材料纳米级性质及其与表面吸附相互作用的首选技术。利用商业 Asylum Research Cypher VRS 系统演示了环境湿度控制的方法和应用, 该系统可以在低湿度环境下稳定地进行空气敏感样品的原子力显微镜表征;也可以稳定在90%的高湿环境, 并且通过混合气路可对样品室的湿度进行调节, 满足在中等湿度的稳定环境进行原子力显微镜表征。

关键词: 湿度调节; 相对湿度; 原子力显微镜; 原位测试

中图分类号: O652.2

文献标识码: B

Research and application of humidity control system of atomic force microscope

Shufang Yue, Ruilong Zong

(Analysis Center, Department of Chemistry, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: As an important environmental parameter, environmental humidity will affect the performance of materials, the growth of organisms and the life of electronic devices. In the field of materials science, the control of environmental conditions—such as humidity and temperature—is essential for optimising the quality of measurements. The technique of choice for measurements of the nanoscale properties of materials and their interaction with surface adsorbates is atomic force microscopy (AFM). In this paper, we demonstrate the method and application of environmental humidity control using the commercial Asylum Research Cypher VRS system, which can stably control the characterization of air-sensitive samples by atomic force microscopy under low humidity environment; It can also be stably controlled in a 90% high humidity environment, and we also use a mixture path to adjust the humidity of the sample chamber, which can meet the stable environment of moderate humidity using atomic force microscopy characterization.

Keywords: Humidity regulation; Relative humidity; Atomic force microscope; In-situ test

1 引言

原位测试技术和方法是分析测试技术的主导方向。由于原子力显微镜的开放架构和多样化的测试功能，可以适应不同开放环境下的表面形貌和性能测试，其在大气和溶液条件下的测试更接近实际使用环境，并且与其他显微分析技术(电子显微镜)相比，AFM 可以更好地模拟实际使用条件。

实验室作为公共测试平台，在过去的测试服务中遇到了许多与湿度控制相关的原子力显微镜测试需求，例如：湿度响应材料的表征、湿气产电材料表面电位的测量、水对固体界面粘附、摩擦和磨损的影响^{1,2}。

本文利用商业 Asylum Research Cypher VRS 系统，结合其自身的湿度传感器实时显示湿度的功能，探索了环境湿度控制的方法和应用。经过验证，可以在稳定地控制在低湿度环境下对空气敏感样品进行原子力显微镜表征；也可以在 90% 的高湿环境下稳定控制，并且我们还使用混合路径来调节样品室的湿度，可以满足在中等湿度环境下的原子力显微镜表征稳定运行。

2 湿度调节的方法和应用

2.1 降低湿度

我们经常收到一些需要用原子力显微镜进行表征的材料，比如对空气敏感、容易氧化的材料。最常见的测试是与锂离子电池有关的材料的形貌、粗糙度和机械性能。在这种情况下，加入几粒变色硅胶，即可在短时间内迅速降低湿度，如在 5 分钟内将样品室的湿度从 53% 降低到 22%，且长期稳定。也可通过不断向样品室注入干燥的惰性气体(如高纯氩气、氮气等)，来将环境湿度降低到 10% 甚至 5% 以下。

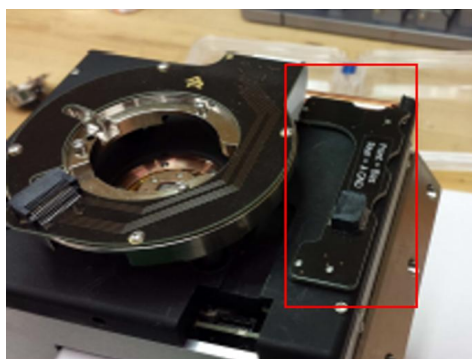


图 1 湿度传感器可实时显示样品室内环境湿度

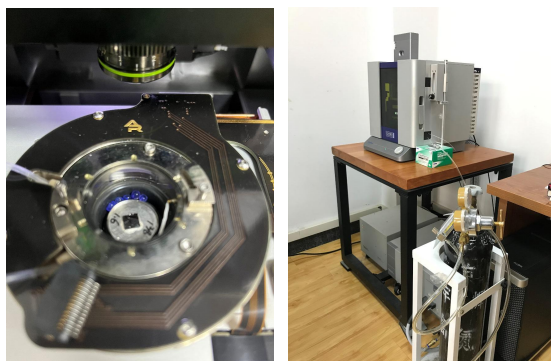


图2 向样品室内放入变色硅胶（左），测试中向样品室内通入氮气（右）

2.2 增加湿度

然而有些实验需要在高湿环境下完成。我们尝试过直接将水汽吹入样品室，以实现瞬间的高湿环境，但为了创造稳定的高湿环境，可以在样品室中放置一小块湿纸。当然，纸张的位置和大小不能影响探针的振动和样品台的运动。

清华大学化学系朱永法团队题为“具有内部电场及其他功能的花四羧酸纳米片”的相关研究发表在《自然通讯》上，其中利用环境控制原子力显微镜，验证了其超分子聚对苯二甲酸(PTA)的纳米片厚度在干燥(25% RH)和潮湿(90% RH，保持 30min)环境下保持恒定³。

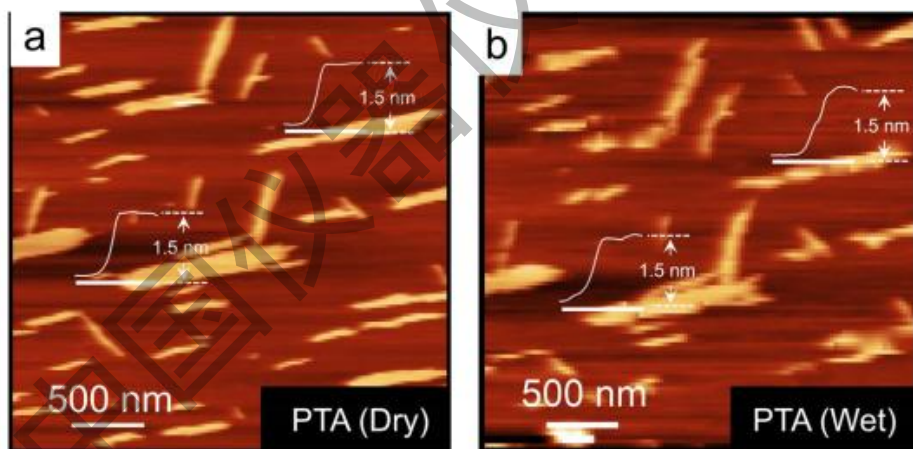


图3 水蒸气对 PTA 纳米片高度的影响

2.3 湿度调节

通过混合干气和湿气来构建湿度控制气路。将干燥气源(高纯氮气或氩气)的气体按一定比例分成两部分，一路送入饱和器，饱和后的空气在混合室内与另一种干燥气体混合，以获得所需的水分。通过将干空气和湿空气分别或按比例混合到样品室中，在测试样品周围形成一个稳定的相对湿度区域。通过控制两个气体通道的流量比来控制湿度，原子力显微镜样品台的温度控制有助于保持稳定的湿度环境。经初步验证，湿度可控制在 60%左右，测试稳定。

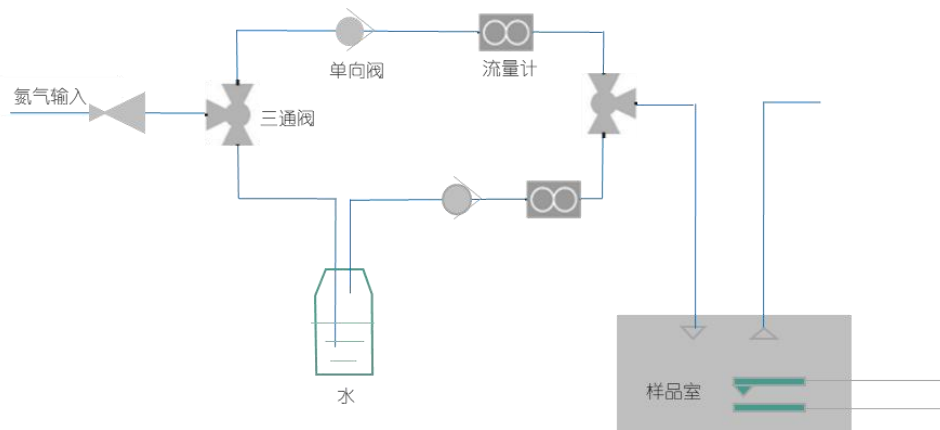


图4 湿度调节系统示意图

清华大学化学系曲良提教授和程虎虎博士研制的一种湿能发电机(MEG)⁴，可以在低湿度环境下实现高压输出，并通过集成 MEG 成功输出数千伏。为新型清洁能源的开发和社会的可持续发展提供了一种新的能源转换和利用思路。该成果于 2021 年发表于《自然 纳米技术》(Nature Nanotechnology)，题为“异质膜湿气发电实现千伏电压集成输出”(Bilayer of polyelectrolyte films for spontaneous power generation in air up to an integrated 1,000 V output)。在这项工作中我们帮助实验者测量了不同湿度下的表面电势，验证了产湿材料可以利用空气中的水蒸气直接发电。

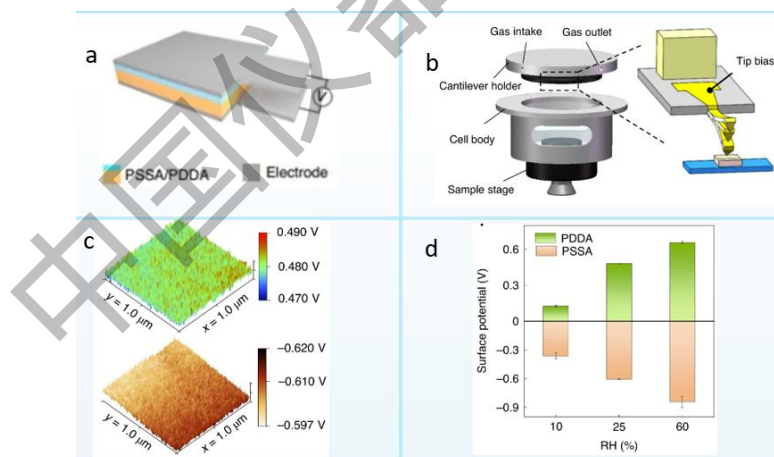


图5 a) 非均质湿气发电材料 (HMEG) 发电过程示意图 b) 环境控制样品室下开尔文探针显微镜 (KPFM) 测试装置示意图 c) 25% 相对湿度 (RH) 和 25°C 条件下聚二烯丙基二甲基氯化铵 (PDDA) 层(上)和聚苯乙烯磺酸和聚乙烯醇杂化膜 (PSSA) 层(下)的相对表面电位 d) 不同 RH 下 BPF 双分子层的相对表面电位

目前，我们已经实现了低、中、高湿测试环境中的原子力显微镜测试，也为用户的科学研究提供了关键的支撑数据。我们将不断优化湿度控制系统，使湿度控制范围更广、更稳定，为研究人员提供更加准确、使用更方便的测试环境。

3 结论

可调湿度试验环境的建设对进一步开展相关实验研究、实现多样化试验服务、提高试验能力具有重要作用。通过搭建湿度控制装置，建立湿度环境下的地形检测和性能检测方法，对原有环境室的功能进行了升级，可以满足化学、材料、环境、生物、电子等领域的相关测试要求。

参考文献:

- [1]Gaponenko, I, Gamperle, L, Paruch, P, et al., Low-noise humidity controller for imaging water mediated processes in atomic force microscopy. *Review of scientific instruments.* , 2016, Vol.87(6).
- [2]Barthel, AJ, Al-Azizi, A, Kim, SH, et al. Effects of Gas or Vapor Adsorption on Adhesion, Friction, and Wear of Solid Interfaces. *Langmuir : The ACS Journal of Surfaces and Colloids.*, 30.11(2014):2977-92.
- [3]Guo, Y, Zhou, QX, Zhu, YF, et al. Perylenetetracarboxylic acid nanosheets with internal electric fields and anisotropic charge migration for photocatalytic hydrogen evolution. *Nature communications.*, 2022, Vol.13(1).
- [4]Wang, Haiyan, Sun, Yilin, He, Tiancheng, et al. Bilayer of polyelectrolyte films for spontaneous power generation in air up to an integrated 1,000 V output. *Nature Nanotechnology.*, 16(7), 811-819.