

文章编号 1004-924X(2018)07-1596-08

## 用于应力测量的可调谐光栅

杨江涛,唐 军,王玉波,郭 浩,刘 俊\*

(中北大学 电子测试技术国家重点实验室  
仪器科学与动态测试教育部重点实验室,山西 太原 030051)

**摘要:**为了更简单地制备出可用于应力测量的光栅褶皱结构,采用基于刚性薄膜/柔性衬底的自组装工艺制备了可调谐光栅。首先在聚乙烯对苯二甲酸酯(PET)薄膜上旋涂一层聚二甲基硅氧烷(PDMS)薄膜,将双层薄膜弯曲并用氧气等离子体处理,在其表面生成一层刚性氧化层,借助柔性 PET 对刚性层施加均匀应力,当应力超过临界值时,在 PDMS 基底上自组装形成光栅褶皱结构。然后根据光栅分光原理,将这种可调谐的光栅结构应用于应力测试。实验结果表明:当光栅的曲率半径为 1.4 mm 时,制备的可调谐光栅褶皱在 0%~10%的应变范围得到的波长变化为 452~507 nm;当光栅的曲率半径为 5.6 mm 时,制备的可调谐光栅褶皱在 0%~15%的应变范围得到的波长变化为 498~572 nm。本文提出的可调谐光栅制备方法是一种成本低、工艺简单、可批量化生产的工艺方法,也是一种制备变间距光栅的潜在方法,未来有望应用于光谱仪、光通讯等领域。

**关键词:**光栅制作;聚二甲基硅氧烷;氧气等离子体;衍射;光谱学

**中图分类号:**TH74;O433.1 **文献标识码:**A **doi:**10.3788/OPE.20182607.1596

## Tunable grating for stress measurement

YANG Jiang-tao, TANG Jun, WANG Yu-bo, GUO Hao, LIU Jun\*

(*Science and Technology on Electronic Test & Measurement Laboratory,  
Key Laboratory of Instrumentation Science & Dynamic Measurement,  
North University of China, Taiyuan 030051, China*)

\* *Corresponding author, E-mail: liuj@nuc.edu.cn*

**Abstract:** In order to prepare well-ordered micron and submicron grating fold structures for simpler stress measurement, tunable grating was prepared by a self-assembly process based on a rigid film/flexible substrate. A polydimethylsiloxane (PDMS) substrate was prepared on polyethylene (PET) by the spin-coating method; then, the curved PDMS-PET substrates were processed in oxygen plasma. After appropriate surface treatment time in plasma, the curved substrates were flattened, and well-ordered wrinkling shape gratings were obtained due to mechanical buckling instability. Then, according to the principle of grating spectral, proper stress measurement can be achieved when a tunable grating structure was used for stress testing. The experimental results show that: When the curvature radius of the grating is 1.4 mm, the wavelength of the tunable grating folds prepared from 0

收稿日期:2017-12-22;修订日期:2018-02-10.

基金项目:国家自然科学基金资助项目(No. 51225504, No. 61127008, No. 61571405, No. 61603353);国家 973 重点基础研究发展计划资助项目(No. 2012CB723404)

to 10% of the strain ranges from 452 to 507 nm; when the radius of curvature of the grating is 5.6 mm, the wavelength of the tunable grating folds prepared from 0 to 15% of the strain ranges from 498 to 572 nm. The proposed method of tunable grating fabrication is a low cost, simple process and enables mass production technology. It is a potential method to prepare variable spacing grating. Its expected applications in future include spectrometry, optical communication, and other related fields.

**Key words:** grating fabrication; PDMS; oxygen plasma; diffraction; spectroscopy

## 1 引言

褶皱结构在自然环境中随处可见,比如人的皮肤、脱水的水果表皮等等。在聚合物表面形成周期性的褶皱结构在纳米颗粒的自组装<sup>[1-2]</sup>、向列相液晶显示<sup>[3]</sup>、可拉伸柔性电极<sup>[4]</sup>、柔性光学器件<sup>[5-6]</sup>、微流控芯片<sup>[7]</sup>和薄膜度量<sup>[8]</sup>方面有着广泛的应用。

目前,常用的周期性结构形成工艺主要是光刻和自组装技术。其中光刻技术成本过高,且不适合大面积大批量生产,所以自组装方法得到了更多的关注。基于聚二甲基硅氧烷(PDMS)的自组装大多是以PDMS作为柔性聚合物衬底,在其表面形成与衬底弹性模量不同的刚性层,当应力超过临界应力时,结构系统失稳,在PDMS薄膜表面就形成褶皱结构。其中,Pil J. Yoo等人<sup>[9]</sup>利用热处理法,对柔性衬底PDMS和金属刚性层加热,制备了复杂的褶皱图形。Masashi Watanabe和Koujiro Mizukami<sup>[10]</sup>采用化学氧化法,利用浓硫酸和浓硝酸的混合酸在弯曲的PDMS薄膜表面生成一层氧化层,释放应力在薄膜表面制备排列整齐的光栅结构。Kai Uwe Claussen等人<sup>[11]</sup>利用机械拉伸释放法,首先通过不同预固物和固化剂的配比,制备弹性模量连续变化的PDMS薄膜,在表面生成氧化刚性层后,利用机械应力对薄膜拉伸释放,制备了连续变波长的褶皱结构。这些加工手段可以得到更多复杂有序的褶皱结构,诸如光栅<sup>[5]</sup>、微透镜<sup>[6]</sup>和棋盘<sup>[12]</sup>等,其中光栅状的褶皱有望应用于太阳能电池<sup>[13]</sup>及其他光学器件<sup>[14-15]</sup>中。

但是用化学试剂处理PDMS薄膜表面生成氧化层,亦或是采用金属层作为刚性层来形成自

组装结构,操作起来都比较繁琐;而在薄膜表面蒸镀或者溅射生成金属薄膜,对设备的要求也很高。利用氧气等离子体清洗机可以很方便地在PDMS薄膜面生成均匀的刚性氧化层。

本文首先提出了一种通过曲面曲率调谐薄膜应力并结合氧气等离子体处理的方法,用来制备周期较均匀,没有明显裂纹的光栅结构,并且将这种光栅结构应用在应力测量中,结果显示这种方法制备的可调谐柔性光栅可以作为微型应变装置来检测应力的变化。

## 2 实验部分

### 2.1 样品制备

将PDMS(Dow Corning, Sylgard©184)预固物和固化剂按照质量比10:1混合,充分搅拌后在室温真空环境下(真空度为0.09 MPa)去气泡30 min,随后均匀旋涂在洗净的0.35 mm厚的PET薄膜上,如图1所示。真空环境下静置30 min后,在65℃常压下加热固化3 h,制备得到0.6 mm厚的PET&PDMS双层薄膜。然后将薄膜裁剪成五个3 cm×1 cm的长条。用自制夹具分别夹住双层薄膜的两端,两端的距离 $L$ 分别是2.5, 2, 1.4, 1和0.5 cm,控制两端距离的变化量, $\Delta L$ 分别为0.5, 1, 1.6, 2和2.5 cm,使双层薄膜对称弯曲。经测量得对应的两种弯曲薄膜中心区域的曲率半径 $r$ 分别为5.6, 4.5, 3.5, 2.4和1.4 mm,如图2所示。随后,利用氧气等离子体清洗机(PVA TePla ION Wave 10),射频功率均设置为150 W,氧气流量为150 mL/min,处理时间从60 s增加至540 s,在弯曲PDMS薄膜表面生成一层类二氧化硅刚性层。处理完后,缓慢匀速释放应力使薄膜平整,这样就可以在PDMS薄膜上制备光栅状褶皱。

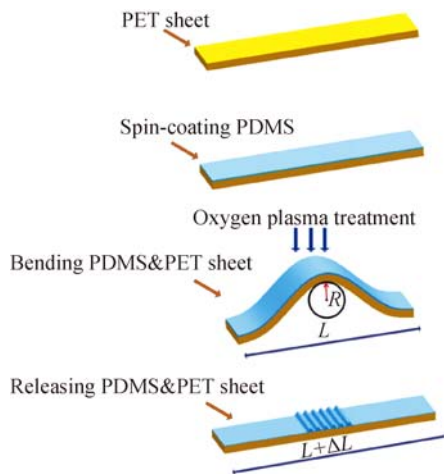


图 1 光栅加工工艺流程图  
Fig. 1 Procedure schematic of grating fabrication

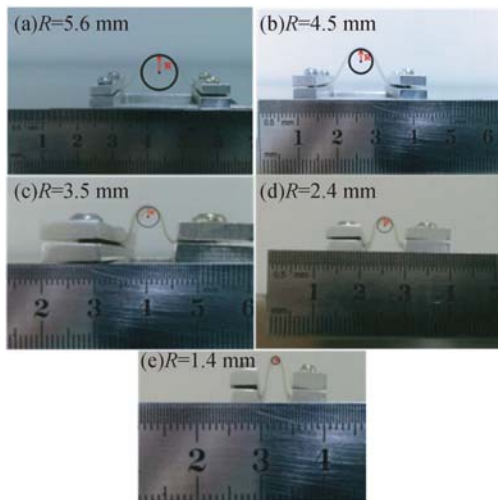
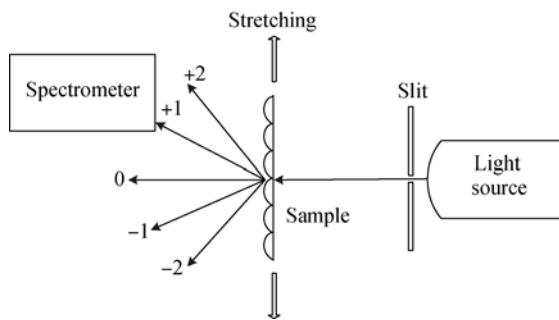


图 2 光栅加工实验装置图  
Fig. 2 Experimental devices of grating fabricated with PDMS thin film

2.2 褶皱结构表征

采用原子力显微镜 (CSPM-5000, Benyuan) 来



(a) 实验流程  
(a) Experimental procedure

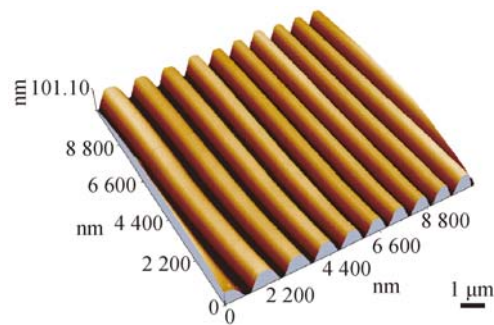
表征所制备的褶皱结构光栅的周期和振幅,并用激光共聚焦显微镜 (LEXT OLS4100, OLYMPUS) 来观测薄膜表面的褶皱分布情况。

2.3 可调谐光栅衍射实验

因为柔性 PDMS 薄膜在可见光波段具有良好的透光性,所以以 PDMS 为基底的光栅具有很好的可调谐性和分光效果。这里将制备好的带褶皱的 PDMS 薄膜从 PET 上小心剥下,就得到了需要的可调谐光栅。根据光栅方程:

$$d(\sin \theta_i + \sin \theta_m) = k\lambda \quad (1)$$

当垂直于栅线施加拉力时,光栅常数  $d$  会相应变大,根据简单的光栅方程(1),当入射角  $\theta_i = 0$ ,并且接收衍射光的光纤光谱仪固定,即  $\theta_m$  不变时,那么被接收到的衍射光波长会相应变化。衍射实验流程如图 3(a)所示,采用自制夹具在样品(图 3(b))两端上施加应力,可以看出样品中心部分的平均光栅波长和振幅近似  $1.15 \mu\text{m}$  和  $90 \text{ nm}$ 。在实验中,本文搭建了微位移移动测试平台,如图 4(a)所示,通过光学滑轨结构固定一侧拉伸结构,同时保证在拉伸过程中拉伸方向沿着滑轨轴向定向施压,样品结构的另一侧固定结构固定在光学隔震台上,通过固定和可动两个部分组成微应力/应变测试平台。平台施加应力/应变的方式采用微位移移动平台来施加微应变,微位移分辨率为  $1 \mu\text{m}$ ,可精确得出  $0\% \sim 15\%$  的应变标准值。采用普通的白光光源作为入射光源,入射光透过狭缝垂直照射在样品上,固定的光纤光谱仪 (AvaSpec-2048 $\times$ 14, Avantes) 来检测投射光的波长,衍射装置如图 4(b)所示。



(b) 选用样品的 AFM 图  
(b) AFM image of sample

图 3 衍射实验及结果  
Fig. 3 Diffraction experiment and its result

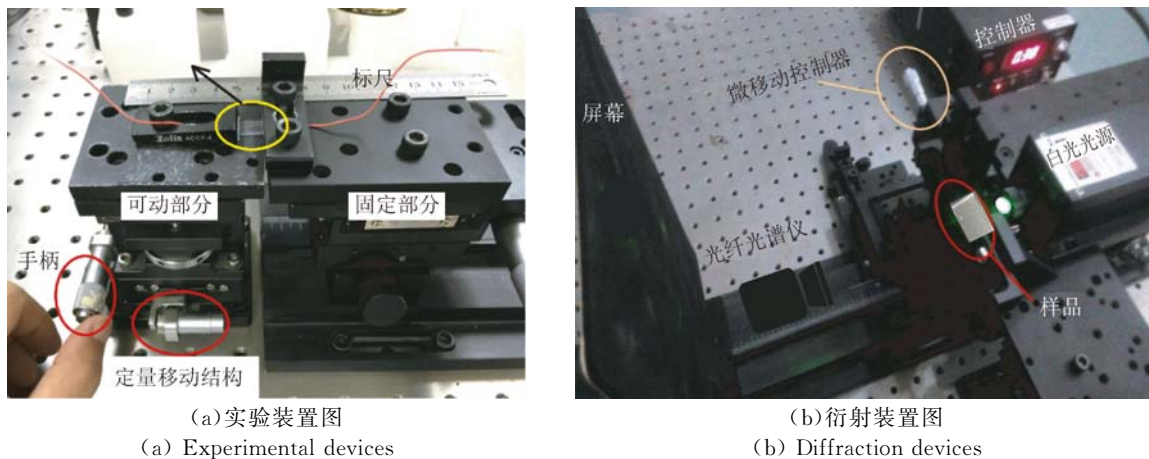


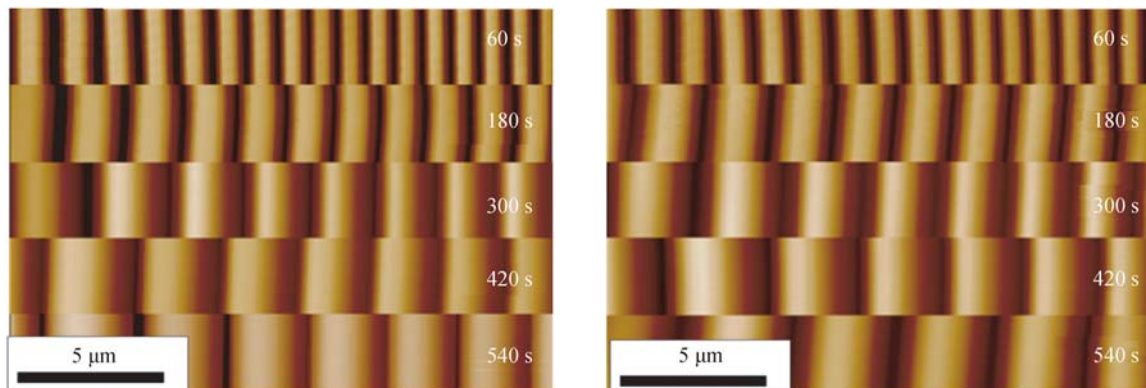
图 4 微位移测试平台及衍射装置  
Fig. 4 Micro-displacement testing platform and diffraction devices

### 3 结果与讨论

#### 3.1 褶皱形貌分析

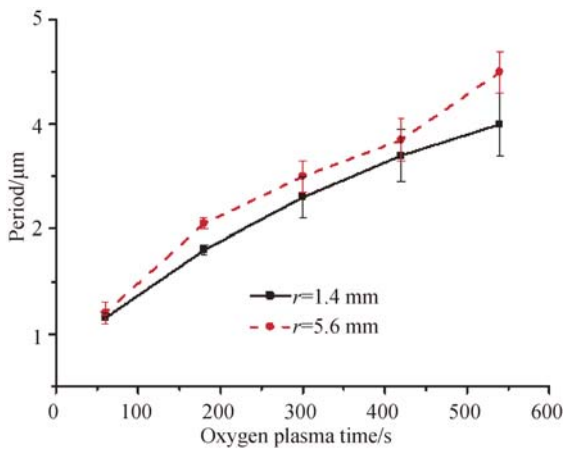
这里通过控制薄膜弯曲的曲率半径,在氧气

等离子体处理后,释放应力制备了不同结构参数的褶皱结构。图 5(a)、5(b)分别是中心曲率半径  $r=1.4\text{ mm}$  和  $r=5.6\text{ mm}$  对应不同处理时间褶皱局部的 AFM 截图,与之对应的周期和振幅如图 5(c)和 5(d)所示。

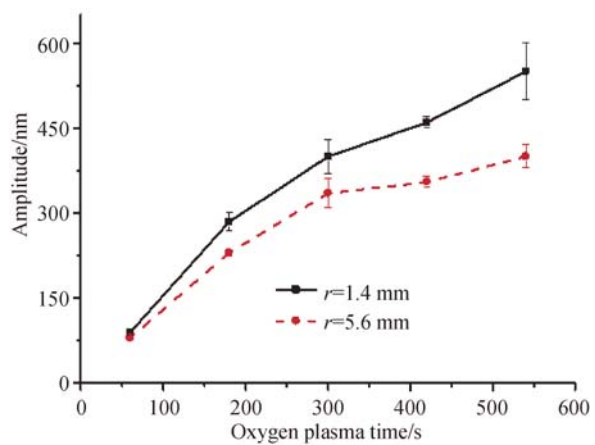


(a)  $r=1.4\text{ mm}$

(b)  $r=5.6\text{ mm}$



(c) 不同曲率半径经氧气等离子体处理后的周期  
(c) Period of created wrinkles with different radii of curvature prepared by oxygen plasma



(d) 不同曲率半径经氧气等离子体处理后的振幅  
(d) Amplitude of created wrinkles with different radii of curvature prepared by oxygen plasma

图 5 不同曲率半径制备的光栅褶皱 AFM 图

Fig. 5 AFM images of stripe patterns prepared with different radii of curvature

褶皱光栅的周期和振幅与曲率半径和 plasma 处理时间的关系如图 6 所示。当 plasma 处理时间一定时,褶皱光栅的周期随着曲率半径的增大而增

大,振幅呈现相反的趋势;当曲率半径一定(以曲率半径为 5.6 mm 为例)时,褶皱光栅的周期和振幅随着 plasma 处理时间的增长而增大。

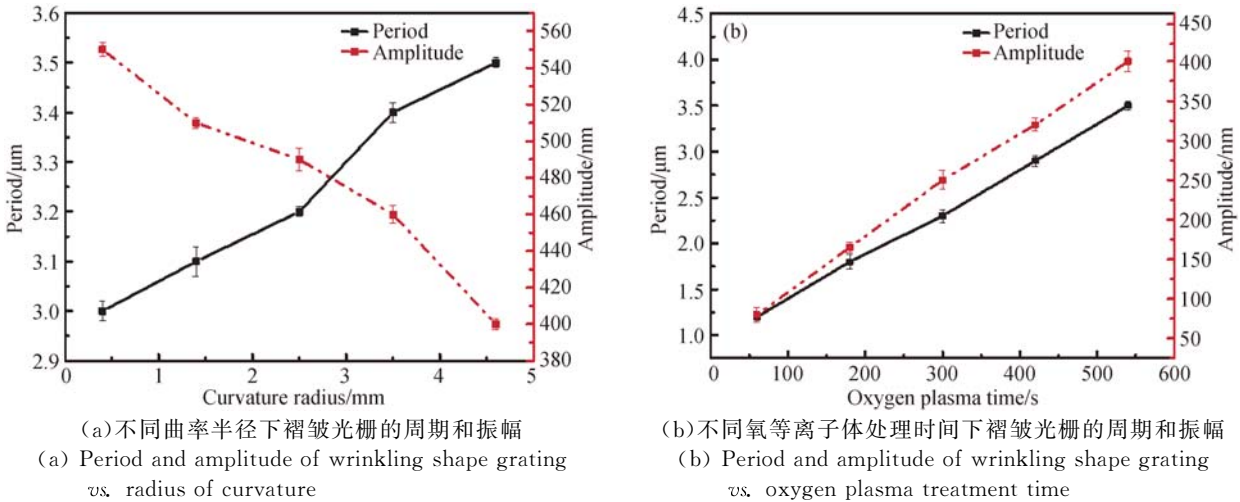


图 6 实验结果

Fig. 6 Experimental results

根据线性屈曲分析<sup>[16-17]</sup>,由刚性薄膜/柔性衬底自组装形成的褶皱结构的周期  $d$  和振幅  $A$  分别为:

$$d = 2\pi h_f \left[ \frac{E_f(1-\nu_f^2)}{3E_s(1-\nu_s^2)} \right]^{\frac{1}{3}}, \quad (2)$$

$$A = h_f \sqrt{\frac{\epsilon_{pre}}{\epsilon_c} - 1}, \quad (3)$$

其中:  $E$  表示杨氏模量,  $\nu$  表示泊松比,  $h$  表示薄膜厚度(下标  $f, s$  分别代表刚性层和基底层)。

临界应力为:

$$\epsilon_c = \frac{1}{4} \left[ \frac{3E_s(1-\nu_s^2)}{E_f(1-\nu_f^2)} \right]^{\frac{2}{3}}. \quad (4)$$

由图 5 和图 6 可以看出,光栅周期和振幅都随氧化时间的增长而近似线性变大,这是由于在 PDMS 薄膜表面生成的氧化层随着时间的增加而变厚,这正好与式(2)和式(3)对应。另外,当对应于同一氧气等离子体处理时间时,光栅周期随着曲率半径的变大而增大,而振幅的变化趋势正好相反,这是由于曲率半径越小的部分受到的预应力  $\epsilon_{pre}$  就越大。

根据式(3)和式(4),在同一薄膜上只要控制好预应力就可以得到波长连续变化的褶皱结构。本文在 PET&PDMS 薄膜上施加机械应力使得

薄膜对称弯曲,这时薄膜侧截面曲线类似于“箕舌线”,理想状态下曲率半径也是中心对称的,那么在薄膜表面的应力也是呈对称分布的关系。

这里将中心曲率半径  $r=1.4$  mm 的薄膜首先由氧气等离子体处理 180 s 后,接着缓慢释放应力,最后得到了很好的光栅褶皱。如图 7(a)所示,在室内日光灯的照射下,薄膜表面反射出由中心对称的彩色光带,这是由于预应力的变化使得在薄膜表面形成了不同周期的光栅结构,而不同周期的光栅对于各波段的光的衍射角也不一样,所以当白光照射时可以看到对称的彩色光带。在图 7(b)可以看到褶皱结构完整没有明显的缺陷,这是因为要制备有序化的褶皱结构除了要在基底层生成均匀的刚性层外,还得很好地调控外界施加的应力。利用薄膜的曲率控制应力释放,不同于直接拉伸薄膜。拉伸释放过程中由于泊松力的作用,褶皱周期往往不易控制,在薄膜表面会出现明显的裂纹。褶皱的生成速率与应变释放的快慢成正比,褶皱生成得越快,在薄膜表面生成缺陷的几率就越大;反之,当应力释放过程得到很好的控制时,制备的褶皱可以尽可能地减少缺陷,利用 PET 薄膜作弹性基底可以很好地控制应力的分布及释放速率。

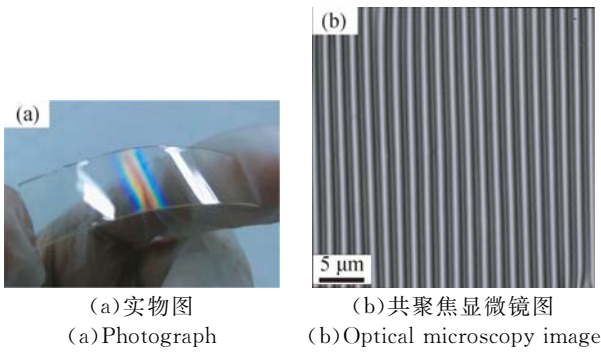


图 7 制备的光栅  
Fig. 7 Wrinkled sample

### 3.2 光栅应力测量应用

为了得到可靠的实验结果,这里选用一级衍射光作为检测对象,这是因为白光的二、三级衍射光谱会部分重叠。根据实际情况,为了实现更好

的分辨率,这里尽可能使光谱仪接收到的衍射光的波长大一些,所以将光纤光谱仪放置在与入射角成  $23^\circ$  的固定位置,即出射角  $\theta_m = 23^\circ$ 。以曲率半径为 1.4 mm 为例,当在夹具上施加 0% ~ 10% 的均匀应力,可以得出光谱仪接收到的光谱也发生相应的变化,接收到的入射光波长线性的由 452 nm 增大至 507 nm,如图 8(a) 和 8(b) 所示。为了证明较大的曲率半径是否也具有同样的趋势,如图 9 所示,本文又进行了曲率半径为 5.6 mm 的测试,在夹具上施加的应力为 0% ~ 15%,接收到的入射光波长线性的由 498 nm 增大至 572 nm。综合图 8 和图 9 可以看出,接收光的波长变化和应力之间呈现出很好的线性关系,这要归结于 PDMS 本身很好的柔韧性,使得光栅栅距可以在此应力范围内实现连续调谐。

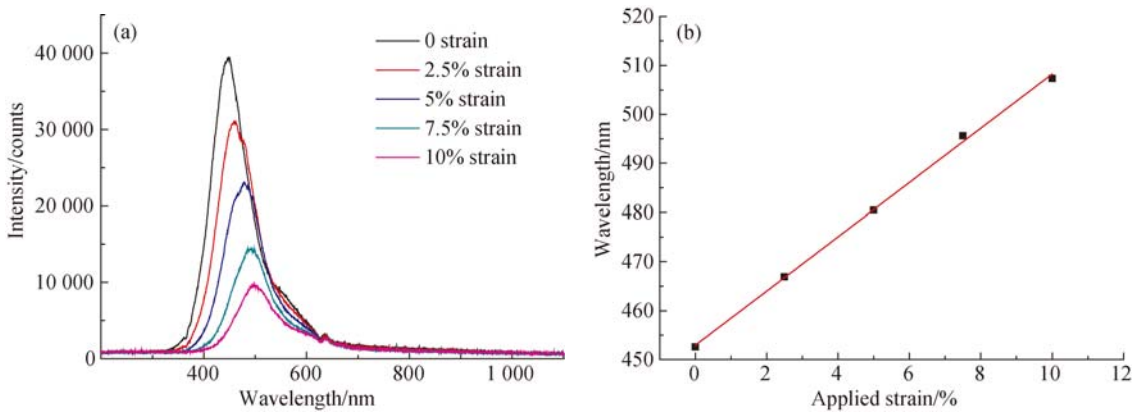


图 8 (a)接收到的透射衍射光光强的变化;(b)对应的波峰波长与应力呈线性变化关系( $R=1.4$  mm)  
Fig. 8 (a)Peak wavelength shift of received diffraction light;(b)Peak wavelength of diffraction light increases linearly with applied strain( $R=1.4$  mm)

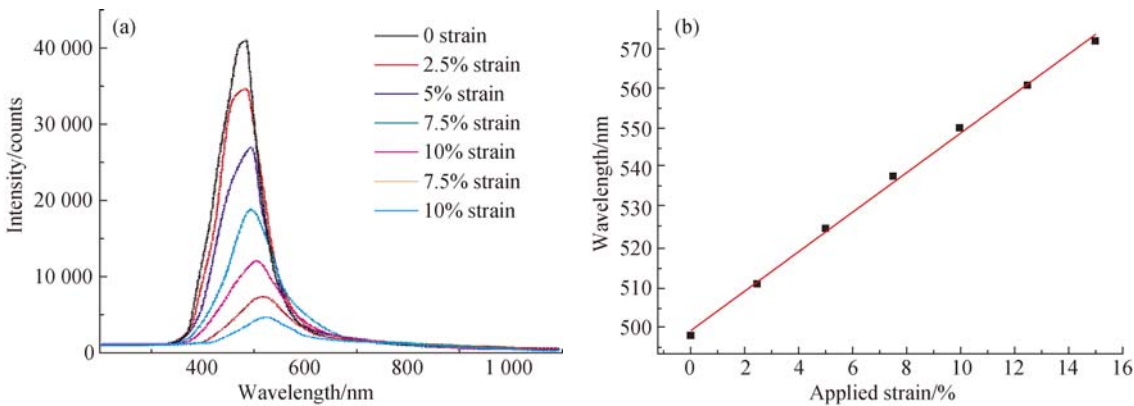


图 9 (a)接收到的透射衍射光光强的变化;(b)对应的波峰波长与应力呈线性变化关系( $R=5.6$  mm)  
Fig. 9 (a)Peak wavelength shift of received diffraction light;(b)Peak wavelength of diffraction light increases linearly with applied strain( $R=5.6$  mm)

## 4 结 论

本文提出了一种双层薄膜结构,结合氧气等离子体加工工艺制备了周期结构整齐的光栅褶皱结构。通过改变薄膜表面曲率,制备了不同周期、振幅结构的光栅褶皱。基于光栅衍射原理,将制

备的光栅褶皱用于应力测量,在 0%~10% 甚至到 15% 的应变范围内得到了对应的波长变化。这种工艺操作简单、加工周期短、成本低,可以用于加工制备不同周期的可调谐光栅。实验结果表明,这种方法是一种加工变栅距光栅的潜在加工手段,未来有望应用于光谱仪、光通讯等领域。

### 参考文献:

- [1] EFIMENKO K, RACKAITIS M, MANIAS E, *et al.*. Nested self-similar wrinkling patterns in skins [J]. *Nat. Mater.*, 2005, 4(4): 293-297.
- [2] ALVAREZ-PUEBLA A, *et al.*. Controlling inter-nanoparticle coupling by wrinkle-assisted assembly [J]. *Soft Matter*, 2011, 7(9): 4093-4100.
- [3] OHZONO T, MONOBE H, YAMAGUCHI R, *et al.*. Dynamics of surface memory effect in liquid crystal alignment on reconfigurable microwrinkles [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2009, 95(1): 014101.
- [4] KHANG D Y, JIANG H, HUANG Y, *et al.*. A stretchable form of single-crystal silicon for high-performance electronics on rubber substrates [J]. *Science*, 2006, 311(5758): 208-212.
- [5] 褚金奎,康维东,曾祥伟,等. 基于柔性纳米压印工艺制备中红外双层金属纳米光栅 [J]. *光学精密工程*, 2017, 25(12): 3034-3040.
- CHU J K, KANG W D, ZENG X W, *et al.*. Fabrication of bilayer metallic nano gratings in mid-infrared region based on flexible nanoimprint lithography [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2017, 25(12): 3034-3040. (in Chinese)
- [6] CHAN E P, CROSBY A J. Fabricating microlens arrays by surface wrinkling [J]. *Adv. Mater.*, 2006, 18(24): 3238-3242.
- [7] KIM H S, CROSBY A J. Solvent-responsive surface via wrinkling instability [J]. *Adv. Mater.*, 2011, 23(36): 4188-4192.
- [8] TAHK D, LEE H H, KHANG D Y. Elastic moduli of organic electronic materials by the buckling method [J]. *Macromolecules*, 2009, 42(18): 7079-7083.
- [9] YOO P J, LEE H H. Complex pattern formation by adhesion-controlled anisotropic wrinkling [J]. *Langmuir*, 2008, 24(13): 6897-6902.
- [10] WATANABE M, MIZUKAMI K. Well-ordered wrinkling patterns on chemically oxidized poly (dimethylsiloxane) surfaces [J]. *Macromolecules*, 2012, 45(17): 7128-7134.
- [11] CLAUSSEN K U, TEBBE M, GIESA R, *et al.*. Towards tailored topography: facile preparation of surface-wrinkled gradient poly (dimethyl siloxane) with continuously changing wavelength [J]. *RSC Adv.*, 2012, 2(27): 10185-10188.
- [12] KIM P, HU Y, ALVARENGA J, *et al.*. Rational design of mechano-responsive optical materials by fine tuning the evolution of strain-dependent wrinkling patterns [J]. *Advanced Optical Materials*, 2013, 1(5): 381-388.
- [13] 李国龙,李进. 微纳光栅结构增强聚合物太阳能电池光吸收的研究 [J]. *物理学报*, 2012, 61(20): 435-440.
- LI G L, LI J. The light absorption enhancement in polymer solar cells with periodic nano-structures gratings [J]. *Acta Phys. Sin.*, 2012, 61(20): 435-440. (in Chinese)
- [14] 姚雪峰,崔继承,尹禄,等. 中阶梯光栅光谱仪波段范围校正装置 [J]. *光学精密工程*, 2017, 25(2): 304-311.
- YAO X F, CUI J CH, YIN L, *et al.*. Calibration devices for band range of echelle spectrometer [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2017, 25(2): 304-311. (in Chinese)
- [15] 郭永兴,熊丽,孔建益,等. 滑动式光纤布拉格光栅位移传感器 [J]. *光学精密工程*, 2017, 25(1): 50-58.
- GUO Y X, XIONG L, KONG J Y, *et al.*. Sliding type fiber Bragg grating displacement sensor [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2017, 25(1): 50-58. (in Chinese)
- [16] 王晨光,杨江涛,康宁,等. PDMS 梯度光栅结构制备技术研究 [J]. *光谱学与光谱分析*, 2015, 35(12): 3529-3533.
- WANG CH G, YANG J T, KANG N, *et al.*. The study of PDMS grating structure gradient preparation techniques [J]. *Spectrosc. Spect. Anal.*, 2015, 35(12): 3529-3533. (in Chinese)

[17] JIANG H, KHANG D Y, SONG J, *et al.*. Finite deformation mechanics in buckled thin films on

compliant supports [J]. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, 2007, 104(40): 15607-15612.

作者简介:



杨江涛(1988—),男,山西运城人,博士研究生,2012年于中北大学获得学士学位,主要从事 MEMS 惯性器件及光电传感器方面的研究。E-mail: yangjiangtao\_nuc@163.com

导师简介:



刘俊(1968—),男,博士,教授,1990年于太原机械学院获得学士学位,1998年、2001年于北京理工大学分别获得硕士、博士学位,主要从事动态测试、惯性导航、微机电系统方面的研究。E-mail:liuj@nuc.edu.cn