

云母纳米片与硅基底之间吸附能的鼓泡测量

王 炜, 甄 兴, 高阳阳, 侯丽珍*

湖南师范大学物理与电子科学学院, 低微量子结构与调控教育部重点实验室, 湖南 长沙
Email: lizhenhou@hunnu.edu.cn

收稿日期: 2021年4月13日; 录用日期: 2021年5月6日; 发布日期: 2021年5月13日

摘 要

云母纳米片(MNL)能显著改善硅(Si)微纳电子器件的电子输运性能,是一种非常有潜力的介电材料。MNL与接触的Si基底之间的界面吸附行为对于所构建的微纳电子器件的性能和力学稳定性极为关键,但是测试手段和技术上的困难导致我们对这类界面吸附行为的认知非常有限。本文采用了颗粒支撑的鼓泡方法测量了MNL与Si基底之间的界面吸附能,其测量结果为 $42.9 \pm 8.9 \text{ mJ/m}^2$,接近范德华吸附的理论估算值 $\sim 30 \text{ mJ/m}^2$ 。同时,基于对比测试结果,本文还对颗粒支撑的鼓泡测试法在具体测量中所涉及到的力学模型的适用条件进行了讨论。这对提高鼓泡法在薄膜与基底之间界面吸附能的测量可靠性和准确性方面具有非常重要的指导和参考意义。

关键词

云母, 纳米片, 吸附能, 硅, 鼓泡法

Adhesion Energy between Mica Nanolayers and Silicon Substrate Determined by a Blister Testing

Wei Wang, Xing Zhen, Yangyang Gao, Lizhen Hou*

Key Laboratory of Low-Dimensional Quantum Structures and Quantum Control of Ministry of Education, School of Physics and Electronic Science, Hunan Normal University, Changsha Hunan
Email: lizhenhou@hunnu.edu.cn

Received: Apr. 13th, 2021; accepted: May 6th, 2021; published: May 13th, 2021

*通讯作者。

文章引用: 王炜, 甄兴, 高阳阳, 侯丽珍. 云母纳米片与硅基底之间吸附能的鼓泡测量[J]. 材料科学, 2021, 11(5): 511-519. DOI: [10.12677/ms.2021.115059](https://doi.org/10.12677/ms.2021.115059)

Abstract

Mica nanolayers (MNL) are a potential dielectric material, which can significantly improve the electron transport properties of Silicon (Si) micro-nano electronic devices. The adhesion energy between MNL and the underlying Si substrate plays a critical role on the operation and stability of the electronic devices, but is not well understood due to the challenges in the experimental testing and technical difficulties. In this study, the adhesion energy between MNL and Si substrate is determined by a particle-loaded blister test. The measured value of 42.9 ± 8.9 mJ/m² is close to the theoretical value of ~ 30 mJ/m² predicted by van de Waals theory. The validity of the mechanical models related to the particle-loaded blister test was discussed, based on the comparative test results in our measurement. This will be of great benefit to improving the accuracy and reliability of the particle-loaded blister test for determining adhesion energy between thin films and substrates.

Keywords

Mica, Nanolayer, Adhesion Energy, Si, Blister Test

Copyright © 2021 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

二维材料通常具有优异的光电和机械性能,因此在柔性电子器件和设备中具有广泛的应用前景。二维材料的层间吸附力,或是与基底之间的吸附力会显著影响到其制备、转移、组装和功能化器件的性能[1]-[10]。例如,二维材料大面积转移和功能化器件组装时,是通过它们与基底之间的相互吸附作用而实现的。尤其是,基于二维材料的柔性电子器件在使用中,由于反复弯曲折叠或是环境温度、湿度等的变化使得二维材料可能与界面相脱离,从而导致其性能不稳定或者完全失效。因此,为确保设备的可靠性,测量二维材料与基底之间的吸附就显得尤为重要[2] [3] [4] [5] [6]。云母纳米片(MNL)是一种二维介电薄膜,其结构与石墨烯类似,可以通过透明胶带撕脱法来机械剥离大块的云母片而制备[11]。MNL具有较高的介电常数与极为平整的表面,以及出色的化学和热稳定性[11]。这些特性使MNL成为近乎完美的介电材料,有望显著改善基于硅(Si)的微电子器件的电子传输性能。有研究表明,将MNL用作Si衬底上的电介质层,可使石墨烯场效应晶体管(FET)的载流子迁移率增加一倍,并将其跨导提高数倍[12];同时,MNL电介质层也能通过抑制栅极泄漏电流来提高碳纳米管FET的栅极控制能力[13]。此外,MNL还能代替聚合物作为柔性电子设备中的电介质[14],因为它不仅改善了电子传输性能(由于其较高的介电常数),而且因为其杨氏模量与Si基底相近还能降低因界面弹性失配所带来的影响[15]。

在大多数电子器件中,MNL是通过物理吸附的方式贴附在Si基底上;因此MNL与Si的吸附力就可能会显著影响到其器件的性能。例如在MNL与Si吸附的柔性电子器件,在使用中,其反复弯曲使得MNL可能与界面相脱离[16]。这种情况下,MNL和Si衬底之间的粘附力在很大程度上就决定了电子设备的可靠性和寿命[12] [13] [14]。目前,原子力显微镜(AFM)是测量纳米材料表面粘附能最常用的工具[17] [18]。但是只能直接测量目标材料与AFM尖端的吸附力,所以AFM无法用来直接测量出样品与Si基底的吸附能。高压气泡法是测量二维材料与光滑基底间吸附能的另一种常见方法[19];然而,这种方法的样

品制备过程比较复杂且时间较长, 因此测试样品很容易在制样过程中受到污染, 导致测量结果不准确。基于扫描电子显微镜(SEM)的原位纳米操纵技术是最近发展起来的测量纳米粘附力的新方法[20] [21] [22]。这种方法直观而高效, 但是制样和测量过程的电子束辐照可能会影响到测量结果, 且目前还没有任何理论预测和实验测量方法可以定量衡量这种潜在影响[23]。纳米颗粒辅助的鼓泡法, 是通过将纳米膜(片)覆盖在基底表面的纳米颗粒上, 形成由纳米颗粒支撑的鼓泡, 并通过鼓泡的形变来测量超薄膜与基底之间黏附能的一种新方法[24] [25] [26] [27] [28]。这种测量方法虽然力学模型比较复杂, 但是因为实验过程相对简单而高效, 仍不失为一种快速评估纳米膜与基底之间界面吸附能的便捷途径。此外, Yu 等最近建立起来的基于光学显微镜(OM)操控技术的悬拱桥法, 因为能准确测量纳米膜与基底之间的界面吸附能及其温度和湿度依赖关系, 是一种非常有潜力的新测量方法[29] [30] [31]。但这种新方法的测试过程相对比较复杂, 且非常耗时。因此, 建立一种简易的测试方法, 来快速测量 MNL 与基底之间的界面吸附能是非常有必要的。

本文中, 我们将通过纳米颗粒辅助的鼓泡法, 借助 OM 和 AFM 对鼓泡的干涉图样、几何轮廓和膜厚进行观测和测量, 计算 MNL 与 Si 基底之间的界面吸附能, 并分析和讨论其测量结果。

2. 实验方法与模型

2.1. 实验方法及步骤

将微量直径为 0.1~2 μm 的 SiO_2 的球形胶体球(纯度 > 99.9%)放于无水乙醇(95%)中, 采用超声波分散 30 min; 把含有 SiO_2 颗粒的乙醇溶液滴在单晶(100) Si 片, 自然风干后再采用等离子清洗机清洗表面的污渍约 20~30 min。MNL 是通过机械剥离的方法制备, 并采用干转移法覆盖在 Si 片表面的。具体过程如下: (1) 将黏性相对较低、表面平整光洁、透光性好的日本日东 NITTO (448S) 胶带, 贴附在云母基底表面, 并尽可能排除胶带与云母片之间的气泡。通常将胶带剪 5~6 小片, 然后依次贴附在云母片上, 因为较厚的胶带在剥离云母片时产生的形变量更小, 更易剥离出完整度高的大面积 MNL。(2) 将胶带从云母基底撕开, 在胶带上获得 MNL; 然后通过胶带对折和撕离方式, 来调整胶带表面上的 MNL 的厚度。(3) 将粘附有 MNL 的胶带贴附在带有 SiO_2 颗粒的 Si 片上并尽可能去除中间的气泡, 撕去胶带后在 Si 片上获得由 SiO_2 颗粒顶起来鼓泡。鼓泡在制备过程中实验室温度为 15 $^{\circ}\text{C}$, 相对湿度约 60%。(4) 通过 OM (Objectives: Mitutoyo M Plan APO 500 \times) 观察鼓泡的形貌和位置, 通过 AFM (Oxford Instruments Asylum Research, California, USA) 对鼓泡的形貌和对应的 MNL 厚度进行表征。

2.2. 力学模型

图 1 为通过颗粒载荷鼓泡方法来测试 MNL 和 Si 基底之间粘附能的模型图。其中鼓泡的高度为 W , 鼓泡半径为 R , MNL 的厚度为 t 。如果 MNL 足够薄, 即满足条件: $W \gg t$ 和 $R \gg t$, 则可以把 MNL 视为刚度可以忽略的挠性膜, 此时鼓泡的形成主要来源于 MNL 的拉伸。同时, 因为 MNL 与基底之间的粘附力主要来源于相对较弱的范德华作用力, 因此, 可以将 Si 基底和颗粒视为刚体, 忽略它们在相互作用中的形变。在这种情况下, MNL 和 Si 基底之间的粘附能可以通过下式来估算[28]:

$$\gamma_{\text{fil}} = \frac{1}{16} Et \left(\frac{W}{R} \right)^4 \quad (1)$$

其中 $E = 190 \text{ GPa}$ 为 MNL 的杨氏模量[11]。

如果 MNL 的比较厚, 且颗粒的直径比较小, 则可以把 MNL 视为薄板, 把鼓泡视为纯弯曲形变的结果。在这种情况下, MNL 和 Si 基底之间的粘附能可以通过下式来估算[32] [33]

$$\gamma_{pla} = \frac{2Et^3W^2}{3(1-\nu^2)R^4} \quad (2)$$

其中 $\nu = 0.25$ 为 MNL 的泊松比[30]。另一方面, 如果颗粒的粒径比较大, 则鼓膜中会出现较大的剪切和拉伸应力, 如果再采用公式(2)来计算黏附能, 将导致计算结果偏低。因此在这种情况下, 需要对其进行进一步修正[34] [35]。

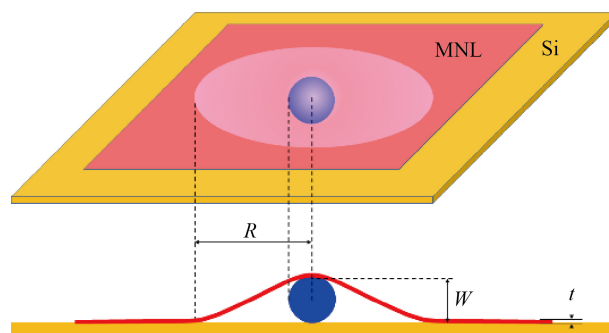
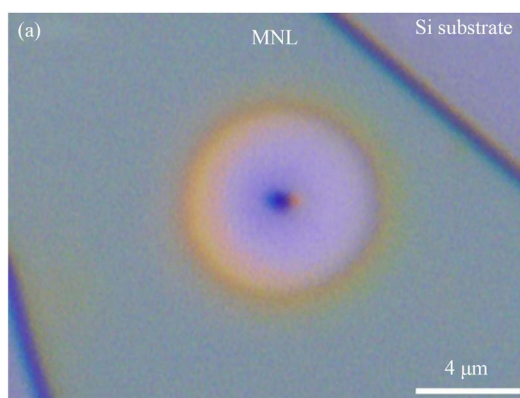


Figure 1. Sketch for the particle-loaded blister test for MNL on Si substrate

图 1. Si 基底表面 MNL 的颗粒载荷鼓泡测试的模型图

3. 结果与分析

图 2(a)为 MNL 覆盖在直径较小的纳米颗粒上所形成鼓泡的 OM 照片, 显示出鼓泡与 Si 基底之间呈现出的几乎完美的圆环形界面, 而颗粒则位于圆环的圆心处。此外, MNL 与基底接触部分具有非常均一的颜色, 表明 MNL 具有均一的厚度, 且与基底之间没有气泡或其他污染物。AFM 分析显示, MNL 的厚度 $t = 176$ nm, 其表面非常平整, 没有出现层状台阶, 如图 2(b)。图 2(c)为鼓泡的整体 3 维(3D)轮廓和对应的 2 维(2D)剖面图。鼓泡整体上显现出扁平的形貌, 其高度 $W = 233$ nm, 半径 $R = 5459$ nm。采用板理论来计算对应的粘附能, 将测得的 W , t 和 R 值代入方程式(2)可得, $\gamma_{pla} = 45.0$ mJ/m²。另一方面, 因为 MNL 鼓泡的高度和厚度的值比较接近, $W/t = 1.3$, 如果再采用膜理论来计算, 将会严重低估粘附能。作为对比, 将上面测定的 W , t 和 R 值代入方程式(1)可得, $\gamma_{fil} = 6.9$ mJ/m², 远小于按照板理论得到的值。在实验中, 我们测量了另外两个膜厚分别为 185 和 227 nm, W/t 值分别为 1.2 和 1.3 的鼓泡, 采用方程式(2)得到对应的 γ_{pla} 分别为 50.6 和 33.0 mJ/m²。类似地, 如果按照膜理论来计算, 发现得到的 γ_{fil} 值为 6.7 和 5.0 mJ/m², 相较而言要低很多(表 1)。



(a)

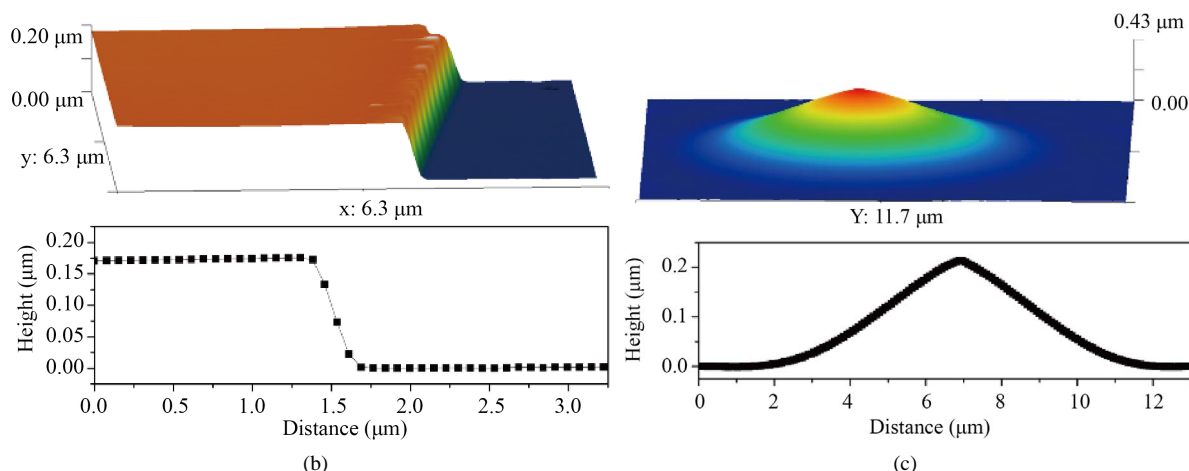


Figure 2. (a) OM image of the particle-loaded blisters. The inset shows a very small blister; (b) 3D profile and 2D cross-section profile of the edge of the MNL; (c) 3D profile and 2D cross-section profile of the relatively large blister

图 2. (a) 颗粒支撑起来的鼓泡的光学照片。插图为通过很小的颗粒支撑起来的小鼓泡；(b) MNL 边缘的 3D AFM 图片和对应的高度曲线；(c) 相对较大的鼓泡的 3D AFM 图片和对应的 2D 剖面曲线

Table 1. The morphological parameters and interfacial adhesion energies of blisters

表 1. 鼓泡形貌参数及对应的界面粘附能

| Sample No. | t (nm) | W (nm) | R (nm) | W/t | Γ (mJ/m ²) | |
|------------|----------|----------|----------|-------|-------------------------------|--------------|
| | | | | | Equation (2) | Equation (1) |
| 1 | 176 | 233 | 5459 | 1.3 | 45.0 | 6.9 |
| 2 | 185 | 227 | 5434 | 1.2 | 50.6 | 6.7 |
| 3 | 227 | 297 | 8060 | 1.3 | 33.0 | 5.0 |
| 4 | 112 | 392 | 7250 | 3.2 | 10.6 | 11.4 |

当颗粒的粒径较大的时候，Si 基底上通过颗粒支撑形成的 MNL 鼓泡，在复色光的照射下呈现出因等厚干涉引起的彩色同心圆环图样(图 3(a))。MNL 与基底贴附部分具有非常均一的颜色，表明两者之间的接触可视为理想的接触。图 3(b)为 MNL 边沿的 AFM 图片，由此可以测出 MNL 的厚度为 112 nm。3 维 AFM 图片表明，鼓泡的顶部整体呈现出“锥尖”的形貌(图 3(c))。从对应的 2D 剖面图可知，锥尖的高度为 392 nm，底部半径的宽度为 7.25 μm。很显然，这种通过大颗粒撑起来的鼓泡的顶端轮廓，与直径较小的颗粒所撑起来的鼓泡所具有的圆滑秃顶明显不一样。尤其是，从“锥尖”形貌来看，似乎大颗粒支撑的鼓泡顶端有似乎出现了塑性形变或者类似于膜的特征。如果将测量的 t , W 和 R 值代入方程(2)，可得 $\gamma_{pla} = 10.6$ mJ/m²，远小于前面的测量值(表 1)。其主要原因在于鼓泡的高度已经远大于 MNL 的厚度， $W/t = 3.2$ ，因此再采用纯弯曲的板理论，即方程(2)，来计算将导致结果偏低。另一方面，如果将测量的 t , W 和 R 值代入方程(1)，可得 $\gamma_{fil} = 11.4$ mJ/m²，与通过板理论获得的 γ_{pla} 值非常接近，且明显高于其他鼓泡的 γ_{fil} 值。这就说明，对于大颗粒支撑鼓泡，对应的形变模式已开始从板理论向膜理论过度。

最后，从我们测量结果来看(表 1)，MNL 与基底之间的界面吸附能为 42.9 ± 8.9 mJ/m²。理论上，MNL 与基底之间的界面吸附能主要来自于范德华吸附作用，而范德华吸附能可以通过下式来估算[4]：

$$\gamma_{vdW} = -\frac{A_{Mica-Si}}{12\pi D_0^2} \quad (3)$$

其中 $A_{Mica-Si} = \sqrt{A_{Mica} \times A_{Si}}$, $A_{Mica} = 8.9 \times 10^{-20}$ J [36], $A_{Si} = 18.7 \times 10^{-20}$ J [36], $D_0 = 0.34$ nm [37]。由此可得范德华吸附能在数值上约等于 30 mJ/m^2 。因此, 我们的实验测量结果与范德华吸附的理论计算值比较接近。另一方面, Yu 等通过悬拱桥计算得到的 MNL 与 Si 片之间的粘附能, $80 \sim 160 \text{ mJ/m}^2$ [29], 要远高于我们的实验测量值。引起这种差异的原因主要有两个: (1) 测量样品和测试环境不一样。MNL 的表面粘附能强烈依赖于其表面的 K 离子浓度及其所形成的岛状结构的形貌和浓度, 因此对 MNL 的种类和测试环境的湿度和温度非常敏感[29] [30] [31] [38]。(2) 测试方法和对应力学模型不同。本文采用方法简单高效, 易于实现, 但是形成的鼓泡形貌可能会受到内部气体的影响, 导致计算结果偏低; 此外, 由于制备技术上的困难, 导致厚度很小的 MNL 在形成鼓泡的时候很容易破裂(与 MNL 的内禀脆性有关), 由此所形成的鼓泡实际上并不能通过纯粹的板理论或膜理论来计算。因此, 进一步改进制样技术, 将是提高通过鼓泡法来测量 MNL 与基底之间界面粘附能的测试精度和可靠性的关键所在。当然, Yu 等采用的悬拱桥测试法虽然精度相对较高, 但是操纵非常复杂且耗时, 这对于表面粘附能易受环境影响的 MNL 来说, 非常不利[30]。此外, 悬拱桥测试法中的 MNL 与 Si 基底的界面劈尖是出于开放的大气之中, 因此开放空气中的水蒸气很容易在劈尖处形成弯曲液面, 从而显著增大吸附力(能), 因此测量结果更接近于液面张力所形成的吸附能[30]; 本文中采用的鼓泡法中 MNL 与 Si 基底的界面劈尖是出于封闭环境中, 受水蒸气的影响相对较小, 因此更接近于由范德华吸附力所产生的吸附能。

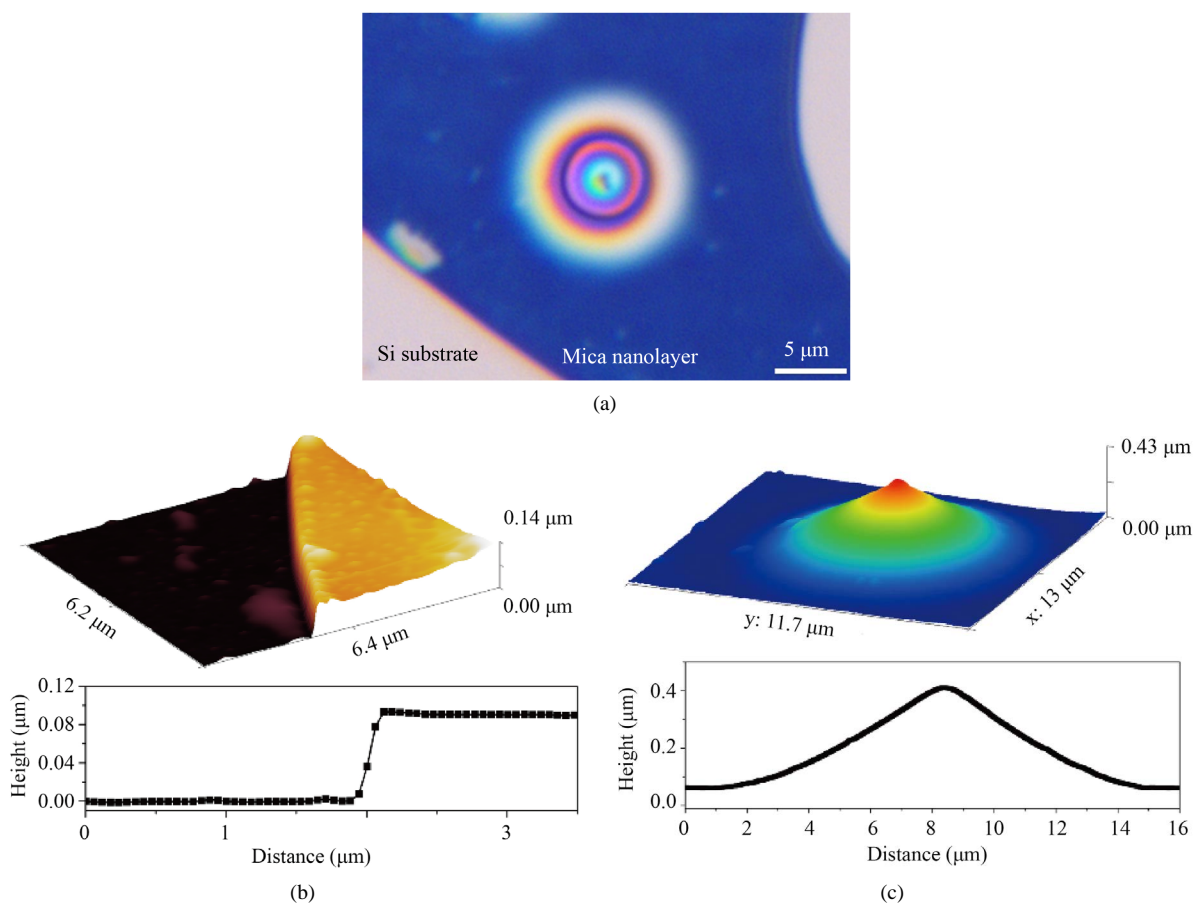


Figure 3. (a) OM image of a large particle-loaded blister; (b) 3D profile and 2D cross-section profile of the edge of the MNL; (c) 3D profile and 2D cross-section profile of the blister

图 3. (a) 较大的颗粒支撑起来的鼓泡的光学照片; (b) MNL 边缘的 3D AFM 图和对应的高度曲线; (c) 鼓泡的 3D AFM 图和对应的 2D 剖面曲线

4. 结论

采用纳米颗粒支撑的鼓泡法, 在大气环境下测量了 MNL 与 Si 基底之间的吸附能。所获得的实验测量值 $42.9 \pm 8.9 \text{ mJ/m}^2$, 与目前报道的测试结果更接近于通过范德华吸附理论获得的理论估算值 $\sim 30 \text{ mJ/m}^2$ 。这可能是因为本文中所采用的制样方法非常快捷, 能基本排除空气中的水蒸气对测试结果的影响。同时, 本文通过对照实验发现, 在纳米颗粒与 MNL 的厚度大致相当时, 通过板理论来计算吸附能比较准确; 但是当颗粒比较大的时候, 通过板理论获得的吸附能计算值将被低估。本文的测试结果不仅为 MNL 与 Si 基底吸附能提供了可靠的实验测量结果, 为相关的微纳电子器件提供了重要的设计参数, 而且对提高鼓泡法的可靠性和准确性具有非常重要的参考意义。

基金项目

感谢湖南师范大学大学生创新创业训练计划项目(项目批准号: 2019129); 国家自然科学基金面上项目(No. 12072111); 长沙市自然科学基金项目(No. kq2007002)对于本研究的支持!

参考文献

- [1] Pizzocchero, F., Gammelgaard, L., Jessen, B.S., Caridad, J.M., Wang, L., Hone, J., Boggild, P. and Booth, T.J. (2016) The Hot Pick-Up Technique for Batch Assembly of van der Waals Heterostructures. *Nature Communications*, 7, Article No. 11894. <https://doi.org/10.1038/ncomms11894>
- [2] Liu, J.L. and Feng, X.Q. (2012) On Elastocapillarity: A Review. *Acta Mechanica Sinica*, 28, 928-940. <https://doi.org/10.1007/s10409-012-0131-6>
- [3] Zhang, W.-M., Yan, H.N., Peng, Z.-K. and Meng, G. (2014) Electrostatic Pull-In Instability in MEMS/NEMS: A Review. *Sensors and Actuators A: Physical*, 214, 187-218. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2014.04.025>
- [4] Israelachvili, J.N. (2010) *Intermolecular and Surface Forces*. Elsevier Science, Amsterdam.
- [5] 赵亚溥. 表面与界面物理力学[M]. 北京: 科学出版社, 2012.
- [6] Kleinbichler, A., Bartosik, M., Volker, B. and Cordill, M.J. (2017) Thin Film Adhesion of Flexible Electronics Influenced by Interlayers. *Advanced Engineering Materials*, 19, Article ID: 1600665. <https://doi.org/10.1002/adem.201600665>
- [7] Liu, X.L. and Hersam, M.C. (2018) Interface Characterization and Control of 2D Materials and Heterostructures. *Advanced Materials*, 30, Article ID: 1801586. <https://doi.org/10.1002/adma.201801586>
- [8] Liechti, K.M. (2019) Characterizing the Interfacial Behavior of 2D Materials: A Review. *Experimental Mechanics*, 59, 395-412. <https://doi.org/10.1007/s11340-019-00475-6>
- [9] Tsegaye, M.Y. and Won, S. (2019) Adhesion Properties of 2D Materials. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 52, Article ID: 364002. <https://doi.org/10.1088/1361-6463/ab27ad>
- [10] Dai, Z.H., Liu, L.Q. and Zhang, Z. (2019) Strain Engineering of 2D Materials: Issues and Opportunities at the Interface. *Advanced Materials*, 31, Article ID: 1805417. <https://doi.org/10.1002/adma.201805417>
- [11] Castellanos-Gomez, A., Poot, M., Amor-Amorós, A., Steele, G.A., van der ZantHerre, S.J., Nicolás, A. and Rubio-Bollinger, G. (2012) Mechanical Properties of Freely Suspended Atomically Thin Dielectric Layers of Mica. *Nano Research*, 5, 550-557. <https://doi.org/10.1007/s12274-012-0240-3>
- [12] Low, C.G., Zhang, Q., Hao, Y.F. and Ruoff, R.S. (2014) Graphene Field Effect Transistors with Mica as Gate Dielectric Layers. *Small*, 10, 4213-4218. <https://doi.org/10.1002/smll.201303929>
- [13] Chen, Y.L., Fan, L.L., Fang, Q., Xu, W.Y., Chen, S., Zan, G.B., Ren, H., Song, L. and Zou, C.W. (2017) Free-Standing SWNTs/VO₂/Mica Hierarchical Films for High-Performance Thermochromic Devices. *Nano Energy*, 31, 144-151. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2016.11.030>
- [14] Low, C. and Zhang, Q. (2012) Ultra-Thin and Flat Mica as Gate Dielectric Layers. *Small*, 8, 2178-2183. <https://doi.org/10.1002/smll.201200300>
- [15] Rogers, J.A. and Huang, Y.G. (2009) A Curvy, Stretchy Future for Electronics. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 106, 10875-10876. <https://doi.org/10.1073/pnas.0905723106>
- [16] Harris, K.D., Elias, A.L. and Chung, H.J. (2016) Flexible Electronics under Strain: A Review of Mechanical Characterization and Durability Enhancement Strategies. *Journal of Materials Science*, 51, 2771-2805.

- <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9643-3>
- [17] Zimmermann, S., Klauser, W., Mead, J., Wang, S.L., Huang, H. and Fatikow, S. (2019) A Laterally Sensitive Colloidal Probe for Accurately Measuring Nanoscale Adhesion of Textured Surfaces. *Nano Research*, **12**, 389-396. <https://doi.org/10.1007/s12274-018-2228-0>
- [18] Leite, F.L., Bueno, C.C., Da Roz, A.L., Ziemath, E.C. and Oliveira, O.N. (2012) Theoretical Models for Surface Forces and Adhesion and Their Measurement Using Atomic Force Microscopy. *International Journal of Molecular Sciences*, **13**, 12773-12856. <https://doi.org/10.3390/ijms131012773>
- [19] Koenig, S.P., Boddeti, N.G., Dunn, M.L. and Scott, B.J. (2011) Ultrastrong Adhesion of Graphene Membranes. *Nature Nanotechnology*, **6**, 543-546. <https://doi.org/10.1038/nnano.2011.123>
- [20] Lee, M.J., Xie, H.T., Wang, S.L. and Huang, H. (2018) Enhanced Adhesion of ZnO Nanowires during *in Situ* Scanning Electron Microscope Peeling. *Nanoscale*, **10**, 3410-3420. <https://doi.org/10.1039/C7NR09423J>
- [21] Roenbeck, M.R., Wei, X.D., Beese, A.M., Naraghi, M., Al'ona, F., Paci, J.T., Schatz, G.C. and Espinosa, H.D. (2014) *In Situ* Scanning Electron Microscope Peeling to Quantify Surface Energy between Multiwalled Carbon Nanotubes and Graphene. *ACS Nano*, **8**, 124-138. <https://doi.org/10.1021/nn402485n>
- [22] Tang, D.-M., Kvashnin, D.G., Najmaei, S., Bando, Y., Kimoto, K., Koskinen, P., Ajayan, P.M., Yakobson, B.I., Sorokin, P.B., Lou, J. and Golberg, D. (2014) Nanomechanical Cleavage of Molybdenum Disulphide Atomic Layers. *Nature Communications*, **5**, 3631. <https://doi.org/10.1038/ncomms4631>
- [23] Mead, J.L., Wang, S.L., Zimmermann, S. and Huang, H. (2020) Interfacial Adhesion of ZnO Nanowires on a Si Substrate in Air. *Nanoscale*, **12**, 8237-8247. <https://doi.org/10.1039/D0NR01261K>
- [24] Zong, Z., Chen, C.-L., Dokmeci, M.R. and Wan, K.-T. (2010) Direct Measurement of Graphene Adhesion on Silicon Surface by Intercalation of Nanoparticles. *Journal of Applied Physics*, **107**, Article ID: 026104. <https://doi.org/10.1063/1.3294960>
- [25] Gao, X.Y., Yu, X.Y., Li, B.X., Fan, S.C. and Li, C. (2017) Measuring Graphene Adhesion on Silicon Substrate by Single and Dual Nanoparticle-Loaded Blister. *Advanced Materials Interfaces*, **4**, Article ID: 1601023. <https://doi.org/10.1002/admi.201601023>
- [26] Cao, Z.y., Tao, L., Akinwande, D., Huang, R. and Liechti, K.M. (2016) Mixed-Mode Traction-Separation Relations between Graphene and Copper by Blister Tests. *International Journal of Solids and Structures*, **84**, 147-159. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2016.01.023>
- [27] Sanchez, D.A., Dai, Z.H., Wang, P., Cantu-Chavez, A., Brennan, C.J., Huang, R. and Lu, N.S. (2018) Mechanics of Spontaneously Formed Nanoblister Trapped by Transferred 2D Crystals. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, **115**, 7884-7889. <https://doi.org/10.1073/pnas.1801551115>
- [28] Li, G.X., Yilmaz, C., An, X.H., Somu, S., Kar, S., Jung, Y.J., Busnaina, A. and Wan, K.T. (2013) Adhesion of Graphene Sheet on Nano-Patterned Substrates with Nano-Pillar Array. *Journal of Applied Physics*, **113**, Article ID: 244303. <https://doi.org/10.1063/1.4811718>
- [29] Yu, B.W., Hou, L.Z., Wang, S.L. and Huang, H. (2019) Environment-Dependent Adhesion Energy of Mica Nanolayers Determined by a Nanomanipulation-Based Bridging Method. *Advanced Materials Interfaces*, **6**, Article ID: 1801552. <https://doi.org/10.1002/admi.201801552>
- [30] Yu, B.W., Wang, F., Wang, S.L., Hu, Y.J. and Huang, H. (2020) The Adhesion of Mica Nanolayers on a Silicon Substrate in Air. *Advanced Materials Interfaces*, **7**, Article ID: 2000541. <https://doi.org/10.1002/admi.202000541>
- [31] Yu, B.W., Hou, L.Z., Wang, S.L. and Huang, H. (2021) The Adhesion of a Mica Nanolayer on a Single-Layer Graphene Supported by SiO₂ Substrate Characterised in Air. *Nanotechnology*, **32**, Article ID: 045701. <https://doi.org/10.1088/1361-6528/abbf25>
- [32] O'Brien, E.P., Goldfarb, S. and White, C.C. (2005) Influence of Experimental Setup and Plastic Deformation on the Shaft-Loaded Blister Test. *The Journal of Adhesion*, **81**, 599-621. <https://doi.org/10.1080/00218460590954601>
- [33] Malyshev, B.M. and Salganik, R.L. (1965) The Strength of Adhesive Joints Using the Theory of Cracks. *International Journal of Fracture Mechanics*, **1**, 114-128. <https://doi.org/10.1007/BF00186749>
- [34] Zhao, M.H., Zheng, W.L., Fan, C.Y. and Pan, E.N. (2011) Nonlinear Elastic Mechanics of the Ball-Loaded Blister Test. *International Journal of Engineering Science*, **49**, 839-855. <https://doi.org/10.1016/j.ijengsci.2011.04.007>
- [35] Wan, K.-T. (1999) Fracture Mechanics of a Shaft-Loaded Blister Test-Transition from a Bending Plate to a Stretching Membrane. *The Journal of Adhesion*, **70**, 209-219. <https://doi.org/10.1080/00218469908009556>
- [36] Bergstrom, L. (1997) Hamaker Constants of Inorganic Materials. *Advances in Colloid and Interface Science*, **70**, 125-169. [https://doi.org/10.1016/S0001-8686\(97\)00003-1](https://doi.org/10.1016/S0001-8686(97)00003-1)
- [37] Wan, K.T., Smith, D.T. and Lawn, B.R. (1992) Fracture and Contact Adhesion Energies of Mica Mica, Silica Silica,

and Mica Silica Interfaces in Dry and Moist Atmospheres. *Journal of the American Ceramic Society*, **75**, 667-676. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1992.tb07857.x>

- [38] Hou, L.Z., Lee, M.J., Wang, S.L. and Huang, H. (2019) The Kinetic Frictional Shear Stress of ZnO Nanowires on Graphite and Mica Substrates. *Applied Surface Science*, **465**, 584-590. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.09.143>