

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 721 049**

51 Int. Cl.:

F16B 5/07 (2006.01)

A44B 18/00 (2006.01)

B81C 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.12.2015 PCT/EP2015/079955**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.06.2016 WO16102264**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.12.2015 E 15820455 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.02.2019 EP 3237764**

54 Título: **Superficie estructurada con adherencia conmutable de forma escalonada**

30 Prioridad:

22.12.2014 DE 102014119470

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.07.2019

73 Titular/es:

**LEIBNIZ-INSTITUT FÜR NEUE MATERIALIEN
GEMEINNÜTZIGE GMBH (100.0%)
Campus D2 2
66123 Saarbrücken, DE**

72 Inventor/es:

**KRONER, ELMAR y
YAGÜE ISLA, PAULA**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 721 049 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Superficie estructurada con adherencia conmutable de forma escalonada

Campo de la invención

5 La invención concierne a superficies con adherencia conmutable y a un procedimiento para producir tales superficies.

Estado de la técnica

La adherencia conmutable es de gran importancia para muchas aplicaciones. Las uniones establecidas mediante uniones adhesivas son con frecuencia adecuadas solamente para una única aplicación o se desgastan rápidamente en caso de un empleo múltiple de las mismas.

10 Un campo importante de la unión adherente reversible es la adherencia en seco sobre la base de fuerzas de van der Waals, análogamente a las estructuras gecko. Estas estructuras son desprendibles y pueden ser empleadas también varias veces. No obstante, es problemático el hecho de que la fuerza de adherencia de una superficie solo puede ser influenciada en grado limitado.

15 Se conoce por el documento DE 10 2006 050 365 A1 una superficie estructurada con capacidad de adherencia conmutable.

Problema

El problema de la invención consiste en indicar una superficie estructurada en la que pueda variarse su fuerza de adherencia y que presente una adherencia conmutable. Además, se indica un procedimiento para producir tales superficies.

20 Solución

Este problema se resuelve mediante las invenciones con las características de las reivindicaciones independientes. En las reivindicaciones subordinadas se caracterizan perfeccionamientos ventajosos de las invenciones.

25 El problema se resuelve con una superficie estructurada en la que la superficie presenta una estructuración que comprende una multiplicidad de salientes que tienen al menos un respectivo fuste, poseyendo el fuste una cara frontal que mira hacia fuera de la superficie, caracterizada por que la multiplicidad de salientes comprende al menos dos clases de salientes que se diferencian al menos en la altura vertical de la cara frontal, y el material de los salientes presenta un módulo de elasticidad tal que, dependiendo de la carga, una o varias clases de salientes forman a través de sus caras frontales una fuerza de adherencia que es mayor que la fuerza ejercida por la eventual compresión de los salientes; y al menos una clase de salientes presenta una relación de aspecto tal que, al sobrepasarse una carga determinada, estos salientes se pandean y la fuerza de adherencia disminuye fuertemente por efecto del pandeo de las caras frontales.

30 Por altura vertical de la cara frontal se entiende la distancia de la cara frontal a la superficie sobre la cual están dispuestos los salientes.

35 En una forma de realización preferida de la invención el pandeo de las caras frontales es reversible. Preferiblemente, la deformación de los salientes es reversible. Los salientes son suficientemente elásticos, con lo que la superficie estructurada puede retornar nuevamente a su estado sin carga.

40 En una forma de realización preferida de la invención los salientes de la superficie estructurada de la invención están configurados a modo de columnas. Esto significa que se trata preferiblemente de salientes formados perpendicularmente a la superficie, que presentan un fuste y una cara frontal, pudiendo presentar el fuste y la cara frontal un corte transversal cualquiera (por ejemplo circular, ovalado, rectangular, cuadrado, rómbico, hexagonal, pentagonal, etc.).

45 Preferiblemente, los salientes están configurados de modo que la proyección vertical de la cara frontal sobre la cara de base del saliente forme una cara de solapamiento con la cara de base, abarcando la cara de solapamiento y la proyección de la cara de solapamiento sobre la cara frontal un cuerpo que está completamente dentro del saliente. En una forma de realización preferida de la invención la cara de solapamiento comprende al menos 50% de la cara de base, preferiblemente al menos 70% de la cara de base; de manera especialmente preferida, la cara de solapamiento comprende la cara de base completa.

En una forma de realización preferida la cara frontal está orientada en sentido paralelo a la cara de base y a la superficie. En caso de que las caras frontales no estén orientadas en sentido paralelo a la superficie y, por tanto,

presenten diferentes alturas verticales, se considera como altura vertical del saliente la altura vertical media de la cara frontal.

En una forma de realización preferida la cara frontal de los salientes es mayor que la cara de base.

5 En una forma de realización preferida de la invención el fuste del saliente presenta, referido a su diámetro medio, una relación de aspecto entre altura y diámetro de 1 a 100, preferiblemente de 1 a 10 y de manera especialmente preferida de 2 a 5.

Por diámetro medio se entiende el diámetro del círculo que presenta la misma superficie que el corte transversal correspondiente del saliente, promediado a lo largo de toda la altura del saliente.

10 En otra forma de realización de la invención la relación entre la altura de un saliente y el diámetro a una altura determinada a lo largo de toda la altura del saliente es siempre de 1 a 100, preferiblemente de 1 a 10 y de manera especialmente preferida de 2 a 5. Por diámetro se entiende aquí el diámetro del círculo que presenta la misma superficie que el corte transversal correspondiente de los salientes a la altura determinada.

Al menos una clase de salientes puede presentar caras frontales ensanchadas, o sea, las llamadas estructuras "mushroom" ("hongo").

15 La relación de aspecto del fuste es importante para la compresión y el pandeo bajo una carga demasiado grande.

Las caras frontales de los salientes pueden estar ellas mismas estructuradas para aumentar su superficie. En este caso, se considera como altura vertical de los salientes la altura vertical media de la cara frontal.

En una forma de realización preferida la altura vertical de todos los salientes está en un intervalo de 1 μ m a 2 mm, preferiblemente en un intervalo de 10 μ m a 2 mm.

20 En una forma de realización preferida la cara de base corresponde en área a un círculo con un diámetro comprendido entre 1 μ m y 1 mm, preferiblemente entre 10 μ m y 500 μ m. En una forma de realización la cara de base es un círculo con un diámetro comprendido entre 1 μ m y 1 mm, preferiblemente entre 10 μ m y 500 μ m.

25 El diámetro medio de los fustes está comprendido preferiblemente entre 1 μ m y 1 mm, preferiblemente entre 10 μ m y 500 μ m. Preferiblemente, la altura y el diámetro medio están correspondientemente adaptados a la relación de aspecto preferida.

En otra forma de realización de la invención al menos una clase de salientes presenta caras frontales ensanchadas, aumentando el área del corte transversal para esta clase de salientes en el tercio superior de la altura vertical hacia la cara frontal ensanchada.

30 En una forma de realización preferida se tiene que, en presencia de caras frontales ensanchadas, la superficie de la cara frontal de un saliente es al menos 1,01 veces y preferiblemente al menos 1,5 veces mayor que el área de la cara de base de un saliente. Ésta puede ser mayor, por ejemplo, en un factor de 1,01 a 20.

En otra forma de realización la cara frontal es entre 5% y 100% mayor que la cara de base, de manera especialmente preferida entre 10% y 50% de la cara de base.

35 En una forma de realización preferida la distancia entre dos salientes asciende a menos de 2 mm, especialmente menos de 1 mm.

40 En otra forma de realización preferida de la invención las diferentes clases de salientes están dispuestas mezcladas, en particular preferiblemente de modo que en la superficie estructurada no aparezcan 10, 5, 4, 3, 2 o 1 salientes de una clase que estén rodeados solamente con salientes de la misma clase. En particular, cada saliente de una clase está rodeado siempre por al menos un saliente de otra clase. Se consideran entonces preferiblemente como circundantes para un saliente todos los salientes hasta cuyo centro de gravedad geométrico de la cara de base puede trazarse una recta desde el centro de gravedad geométrico de la cara de base del saliente considerado que no corta ningún cara de base de otro saliente.

45 Las al menos dos clases de salientes se diferencian al menos en su altura vertical de la cara frontal. Por tanto, cada clase de salientes con la misma altura vertical abarca en esta altura vertical una cara de contacto. Al contactar con un sustrato, estas caras de contacto entran en contacto sucesivamente con el sustrato en función de la carga. Preferiblemente, las respectivas caras de contacto abarcadas son paralelas a la superficie sobre la cual están dispuestos los salientes. De manera especialmente preferida, los salientes están dispuestos de modo que, al contactar con un sustrato, todos los salientes de una altura vertical contacten en esta zona del sustrato. Las posibles diferencias en la altura vertical de los salientes dependen, sobre todo, de la relación de aspecto elegida y del módulo de elasticidad de los salientes. Los salientes tienen que poder comprimirse sin pandeo de las caras frontales al

50

menos hasta el contactado con la clase de salientes de una segunda altura vertical sin pandeo de las caras frontales.

5 Preferiblemente, las diferencias en altura se han elegido de modo que éstas se produzcan por compresión de los salientes en una zona del comportamiento elástico de dichos salientes. Esto puede determinarse con ayuda de mediciones sencillas. Si se sobrepasa este rango, se produce en general una deformación plástica irreversible de los salientes, por ejemplo por alabeo. Dado que la elasticidad del material es limitada, esta deformación conduce también a que las caras frontales que están en contacto con un sustrato se orienten de nuevo irreversiblemente con relación al sustrato. En un caso extremo, la cara de contacto puede incluso desprenderse parcialmente del sustrato. Esto puede utilizarse para procesos de conmutación irreversibles aplicados una sola vez.

10 En otra forma de realización las diferencias en altura se han elegido de modo que al menos la clase de salientes con la mayor altura vertical pueda comprimirse sin pandeo de los salientes al menos hasta el contactado con la clase de salientes con la siguiente menor altura vertical, preferiblemente hasta el contactado con la clase de salientes con la menor altura vertical.

15 En una forma de realización preferida de la invención se deforman, sobre todo, los salientes y no la superficie sobre las que están dispuestos los salientes.

En otra forma de realización de la invención el módulo de elasticidad de los salientes está comprendido entre 10 kPa y 10 GPa.

20 En una forma de realización preferida la diferencia de altura entre la clase de salientes con la mayor altura vertical y la clase de salientes con la menor altura vertical está comprendida entre 1% y 30% de la menor altura vertical, preferiblemente entre 2% y 20%.

25 La invención concierne, además, a un procedimiento de modificación de la superficie de un objeto para obtener una superficie con adherencia conmutable, en el que se somete la superficie a una estructuración de modo que se formen una multiplicidad de salientes que presentan cada uno de ellos un fuste, en el que el fuste posee una cara frontal que mira hacia fuera de la superficie, y en el que la multiplicidad de salientes comprende al menos dos clases de salientes que se diferencian al menos en la altura vertical de la cara frontal con respecto a la superficie; y el material de los salientes presenta un módulo de elasticidad tal que, dependiendo de la carga, una o varias clases de salientes formen en sus caras frontales una fuerza de adherencia que sea superior a la fuerza ejercida por la eventual compresión de los salientes; y la menos una clase de salientes presenta una relación de aspecto tal que, al sobrepasarse una carga determinada, se pandeen estos salientes y disminuya fuertemente la fuerza de adherencia por efecto del pandeo de las caras frontales.

30 La invención concierne, además, a un procedimiento para producir una superficie estructurada según la invención con al menos dos clases de salientes que se diferencian al menos en su altura vertical.

35 En lo que sigue se describen con más detalle los distintos pasos del procedimiento. Los pasos no tienen que realizarse necesariamente en el orden indicado y el procedimiento que se va a exponer puede presentar también otros pasos no citados.

A este fin, en un primer paso se proporciona una superficie estructurada que comprende al menos una clase de salientes. Se aplica un material endurecible sobre las caras frontales de al menos una parte de los salientes. Cuando la superficie estructurada presenta salientes con la misma altura vertical, se aplica el material solamente sobre una parte de las caras frontales de los salientes para obtener también según el procedimiento dos clases de salientes.

40 Preferiblemente, se aplica un material endurecible líquido o viscoso, especialmente de tal manera que forme al menos una gota sobre la cara frontal.

Preferiblemente, se aplica el material de modo que la mayor altura vertical de los salientes tratados sea superior a la mayor altura vertical de los salientes de la superficie estructurada antes de la aplicación. Preferiblemente, se tratan salientes con la no menor altura vertical, preferiblemente la clase de salientes con la mayor altura vertical.

45 Los salientes así tratado se ponen ahora en contacto con una plantilla para la cara frontal de modo que se forme con el material endurecible la cara frontal posterior de los salientes erguidos.

Este contactado puede conducir también a un ensanchamiento de las caras frontales con relación a los salientes anteriores.

50 La plantilla puede estar revestida de modo que no se adhiera el material endurecible, por ejemplo mediante una silanización.

La plantilla puede presentar una forma cualquiera. En la variante más sencilla es una cara plana, lo que conduce a

salientes erguidos con caras frontales planas. Sin embargo, la plantilla puede estar también estructurada para conferir una estructura a la cara frontal producida.

5 En un paso siguiente se endurece el material endurecible. El método empleado depende del material empleado. Puede tratarse, por ejemplo, de un endurecimiento por radiación y/o calor. Se prefiere un endurecimiento por calor, preferiblemente empleando una plantilla calentada. La plantilla puede haberse calentado ya durante el contactado.

En el último paso se desprende de la plantilla la superficie estructurada, que presenta ahora al menos dos clases de salientes que se diferencian al menos en su altura vertical.

El material endurecible puede ser cualquier material adecuado. Por ejemplo, son adecuados los compuestos polimerizables y/o endurecibles, como monómeros de polímeros, silanos, silicona.

10 El procedimiento puede realizarse también varias veces para producir otras clases de salientes con una altura vertical determinada.

La superficie estructurada según la invención puede obtenerse también de otra manera. Son posibles, por ejemplo, una fotolitografía de dos etapas, una 2-litografía fotónica, un vaciado de matrices correspondientes, un procedimiento de corrosión, un procedimiento de fresado o una impresión 3D.

15 La invención concierne, además, a un conjunto de dos cuerpos, en el que la interfaz presenta una superficie estructurada según la invención.

La invención concierne, además, a un procedimiento para conmutar la adherencia de una superficie. A este fin, se pone en contacto una superficie estructurada según la invención con un sustrato, pudiendo diferenciarse los casos siguientes en función de la fuerza ejercida sobre la superficie estructurada.

20 Contactado de la clase de salientes con la mayor altura vertical y formación de una pequeña fuerza de adherencia. La adherencia se materializa solamente a través de las caras frontales de estos salientes.

25 Aumento de la fuerza bajo compresión de los salientes ya contactados hasta el contactado de los salientes con la siguiente menor altura vertical y formación de una fuerza de adherencia mayor en comparación con el estado anterior. La fuerza de adherencia se incrementa por efecto del contactado adicional de las nuevas caras frontales con las caras frontales que ahora entran también en contacto con el sustrato. No obstante, la fuerza de adherencia formada está reducida en una medida igual a la energía elástica almacenada en los salientes más altos por compresión de éstos. Cuando están presentes más de dos clases de salientes, este paso puede repetirse aumentando la fuerza ejercida hasta que las caras frontales de todos los salientes hayan entrado en contacto con el sustrato. Con cada clase de salientes que entran en contacto con el sustrato se forma una fuerza de adherencia determinada. Cuando han entrado en contacto todos los salientes, la superficie estructurada ha alcanzado su adherencia máxima. Por tanto, el número de clases de salientes con diferente altura vertical determina el número de posibles estados conmutables de la superficie estructurada.

30 Por tanto, es importante que la energía obtenida por el agrandamiento de la cara de contacto por efecto del contactado con cualquier otra clase de salientes sea siempre mayor que la energía que se debe consumir por la compresión. Por consiguiente, se prefieren salientes con caras frontales ensanchadas, ya que allí se comprime sobre todo el fuste más estrecho.

35 Si se aumenta la fuerza por encima de un valor determinado, en función del material y de la estructura de la superficie estructurada, se produce un encorvamiento preferiblemente reversible de al menos una parte de los salientes. De este modo, al menos una parte de las caras frontales pierde el contacto con el sustrato. Se reduce la cara disponible para la adherencia y disminuye la adherencia de la superficie estructurada. En el caso ideal, la superficie estructurada se puede desprender ahora sin adherencia.

40 Por tanto, la superficie estructurada según la invención permite la conmutación entre al menos tres estados de adherencia. Es sorprendente a este respecto el hecho de que una amplificación de la fuerza puede conducir a una disminución de la adherencia.

45 Otros detalles y características se desprenden de la descripción siguiente de ejemplos de realización preferidos en combinación con las reivindicaciones subordinadas. Las respectivas características pueden estar materializadas aquí por sí solas o bien con varias de ellas combinadas unas con otras. Las posibilidades para resolver el problema no quedan limitadas a los ejemplos de realización. Así, por ejemplo, los datos de rangos comprenden también todos los valores intermedios – no citados – y todos los intervalos parciales imaginables.

50 Los ejemplos de realización están representados esquemáticamente en las figuras. Los números de referencia iguales en las distintas figuras designan aquí elementos iguales o funcionalmente iguales o mutuamente

correspondientes en cuanto a sus funciones. Muestran en particular:

La figura 1, una representación esquemática del procedimiento según la invención;

La figura 2, una representación esquemática del procedimiento para producir un sustrato con salientes dotados de caras frontales ensanchadas;

5 La figura 3, una representación esquemática del procedimiento según la invención para producir sustratos con al menos dos salientes de diferente altura;

La figura 4, una representación esquemática de la muestra 105;

La figura 5, una representación esquemática de diferentes formas de realización de salientes según la invención;

10 La figura 6, a) una representación esquemática de una muestra 105 con los datos de tamaño indicados en la solicitud; en b) se muestra la disposición de los salientes en una muestra;

La figura 7, una fotografía de una muestra moldeada en PDMS antes del ensanchamiento de las caras frontales;

La figura 8, una vista lateral de una muestra con caras frontales ensanchadas y dos clases de salientes (SP, LP);

15 La figura 9, diagramas de desplazamiento relativo con respecto a la fuerza (a)); b) muestra un fragmento ampliado de la imagen a); para mayor claridad, se han desplazado las curvas una con respecto a otra a lo largo del eje X (desplazamiento relativo). Usualmente, el aumento de la fuerza para una muestra se realiza con la misma magnitud del desplazamiento;

La figura 10, la asociación de los diferentes puntos del diagrama fuerza/desplazamiento a tomas fotográficas de la muestra;

20 La figura 11, las fuerzas de adherencia medidas para una muestra con AR 4,0 a diferentes velocidades (20 $\mu\text{m/s}$; 60 $\mu\text{m/s}$); las muestras corresponden a las mediciones con una pequeña carga previa (A), una carga previa media (B) y una alta carga previa (C);

La figura 12, las fuerzas de adherencia medidas para una muestra con AR 4,5 a diferentes velocidades (20 $\mu\text{m/s}$; 60 $\mu\text{m/s}$); las muestras corresponden a las mediciones con una pequeña carga previa (A), una carga previa media (B) y una alta carga previa (C);

25 La figura 13, las fuerzas de adherencia medidas para una muestra con AR 5,0 a diferentes velocidades (20 $\mu\text{m/s}$; 60 $\mu\text{m/s}$); las muestras corresponden a las mediciones con una pequeña carga previa (A), una carga previa media (B) y una alta carga previa (C);

La figura 14, la fuerza de retirada en proporción a carga previa de una muestra con AR 4,0 a una velocidad de 20 $\mu\text{m/s}$;

30 La figura 15, la fuerza de retirada en proporción a la carga previa de una muestra con AR 4,0 a una velocidad de 60 $\mu\text{m/s}$;

La figura 16, la fuerza de retirada en proporción a la carga previa de una muestra con AR 4,5 a una velocidad de 20 $\mu\text{m/s}$;

35 La figura 17, la fuerza de retirada en proporción a la carga previa de una muestra con AR 4,5 a una velocidad de 60 $\mu\text{m/s}$;

La figura 18, la fuerza de retirada en proporción a la carga previa de una muestra con AR 5,0 a una velocidad de 20 $\mu\text{m/s}$; y

La figura 19, la fuerza de retirada en proporción a la carga previa de una muestra con AR 5,0 a una velocidad de 60 $\mu\text{m/s}$.

40 La figura 1 muestra una representación esquemática de la adherencia conmutable con una superficie estructurada según la invención. La superficie estructurada 200 comprende una primera clase de salientes 210 y al menos una segunda clase de salientes 220 que se diferencian en su altura vertical de sus caras frontales 215, 225. La altura vertical es aquí la distancia de las caras frontales 215, 225 a la superficie 205 en la que están dispuestos los salientes. Los salientes presentan un fuste 210, 220 y una cara frontal 215, 225. Este sustrato se mueve en el paso I hacia un sustrato 230. Como se muestra en II, los salientes con la mayor altura vertical son los primeros en entrar en contacto con la superficie del sustrato. Por tanto, las caras frontales 225 de estos salientes 220 producen una adherencia de la superficie estructurada 200 al sustrato 230. Se tiene que vencer esta fuerza para desprender

45

nuevamente la superficie (esto se muestra por medio de la flecha de trazos). Esta es la situación con una pequeña carga previa. Cuando la superficie estructurada 200 se sigue moviendo hacia el sustrato 230, se produce una compresión de los salientes 220 dispuestos ya en contacto con el sustrato. A partir de una compresión o carga previa determinada las caras frontales 215 de la segunda clase de salientes 210 entran también en contacto con el sustrato (paso III). Se agranda así a la vez fuertemente la superficie disponible para la adherencia. Se aumenta de manera correspondiente la fuerza necesaria para el desprendimiento (mostrada como flecha de trazos, no teniendo que discurrir siempre el desprendimiento de los salientes a través de II). Si se aumenta aún más la carga previa (imagen IV), se produce entonces, debido a la relación de aspectos de los salientes, un pandeo de los salientes. No todos los salientes tienen que pandearse uniformemente. Es decisivo el que la cara frontal y, por tanto, la cara disponible para la adherencia se desprendan así del sustrato 230. De este modo, disminuye bruscamente la fuerza necesaria para el desprendimiento y el sustrato puede ser desprendido fácilmente de la superficie.

La figura 5 muestra una representación esquemática de formas de realización preferidas de un saliente según la invención. Un saliente 500 comprende una cara frontal 502 y una cara de base 504. La cara frontal 502 y la cara de base 504 se muestran en una vista lateral (a la izquierda) y una vista en planta (a la derecha). La cara negra 506 muestra la zona de solapamiento de una proyección vertical de la cara frontal 502 sobre la cara de base 504. Esta zona puede ser idéntica a las caras (a) o, en el caso de la cara frontal ensanchada (b) y c)), puede estar dentro de la cara frontal 502. El cuerpo 508 abarcado por la proyección de la zona de solapamiento 506 sobre la cara frontal está representado en línea de trazos. Este cuerpo está dentro del saliente en todos los salientes, siendo idéntico en el caso a) al propio saliente. Por tanto, dentro incluye también caras exteriores comunes.

20 Experimentos

1. Fabricación de las muestras

Se fabricaron plantillas de fundición para las muestras por fresado de varias disposiciones columnares macroscópicas de aluminio. A este fin, se fresaron agujeros redondos con un diámetro de 400 μm dispuestos hexagonalmente en una cavidad fresada de 3 mm de profundidad. Los agujeros se traducen después del moldeo en unas columnas correspondientes. Se fabricaron tres plantillas diferentes, una columna central, una columna central rodeada por otras 6 columnas y una columna central rodeada por dos anillos constituidos por un total de 19 columnas. Los agujeros para las columnas tenían una profundidad de 1600 μm , 1800 μm y 2000 μm . Esto conduce a columnas con una relación de aspecto (AR aspect ratio, altura : diámetro) de 4,0, 4,5 y 5. La distancia de los agujeros de centro a centro era de 800 μm para todas las plantillas. Después del proceso de fresado se limpiaron las plantillas con isopropanol y se eliminaron los eventuales restos del proceso de fresado por medio de múltiples moldeos.

Se fabricaron las muestras a base de polidimetilsiloxano (PDMS, Sylgard 184, Dow Corning) con una relación de prepolímero y reticulante igual a 10:1. Se construyeron todas las muestras llenando la plantilla con PDMS, estando mezclado el PDMS. Seguidamente, se desgasificó en un desecador hasta que ya no se pudieron ver burbujas. Se endurecieron las muestras durante 2 horas a 75°C.

2. Producción de las caras frontales ensanchadas

Se produjeron las caras frontales ensanchadas (también "mushroom tips" con un dispositivo diseñado a propósito. Esto permite un control preciso de la muestra para su inmersión y prensado.

El procedimiento está representado en la figura 2. En un primer paso se silaniza un sustrato 120. A este fin, se colocó el sustrato, junto con un recipiente con 1 μL de tricloro(1H, 1H, 2H, 2H-perfluorooctil)silano en un desecador y se le puso bajo vacío hasta que se evaporó completamente el silano. Seguidamente, se trató el sustrato durante 30 minutos a 95°C en un horno. Se obtuvo un sustrato 120 con una capa de silano 110.

En el paso siguiente se mezclaron el prepolímero y el reticulante para PDMS en la relación de 10:1 (relación en peso) y se retiraron burbujas de gas en el desecador. Seguidamente, se colocaron 0,5 mL del PDMS desgasificado 135 en el centro del sustrato con un diámetro de 35 mm y se hizo girar el sustrato a 300 rpm con una aceleración de 5000 rpm/s durante 300 s. Se obtuvo una capa 130 de PDMS líquido con un espesor de 0,5 mm.

En esta capa 130 se sumergieron las caras frontales de las muestras 100 fabricadas en 1. Se obtuvo así una muestra 100 que presentaba gotas de PDMS 132 en las caras frontales.

Se presionó esta muestra 100 en el paso siguiente durante 10 minutos contra un sustrato de vidrio silanizado 140 que se calentó a 100°C. Se obtuvieron así muestras 104 con caras frontales ensanchadas.

3. Fabricación de las muestras con dos clases de salientes

El procedimiento está representado en la figura 3.

En un primer paso se aplican gotas de PDMS 134 sobre caras frontales determinadas de una muestra 104. Esto puede efectuarse por medio de una pipeta u otro medio auxiliar 137. Se presiona después la muestra 104 con las gotas 134 durante 10 minutos contra un sustrato de vidrio silanizado 140 que se había calentado a 100°C. Se forman así unos ensanchamientos cónicos en las caras frontales tratadas. Los salientes tratados se alargan al mismo tiempo un poco. Por tanto, la muestra obtenida 105 presenta dos clases de salientes que se diferencian en altura. Todos los salientes de la muestra 105 presentan caras frontales ensanchadas (“mushroom tip”).

La figura 4 ilustra una representación esquemática de la muestra 105.

La figura 6 ilustra en a) una representación esquemática de una muestra con dos clases de salientes. En este caso, LP significa salientes más altos y SP significa salientes más bajos. Los datos de medida indican en dónde se han medido los datos indicados en la tabla 1 para el diámetro y la altura. La vista b) ilustra una disposición de los salientes en una muestra. Por consiguiente, la muestra comprendía 7 salientes LP y 12 salientes SP. Cada clase de salientes abarca una posible cara de contacto. Debido al ensanchamiento de las caras frontales se ha podido ampliar claramente el diámetro de las caras frontales. En principio, las caras frontales de los salientes más altos (LP) abarcan una primera cara de contacto en la altura vertical Δh LP. Las caras frontales de los salientes más bajos (SP) abarcan una segunda cara de contacto en la altura vertical Δh SP. Ambas caras de contacto son paralelas una a otra y también paralelas a la superficie sobre las que están dispuestos los salientes.

La figura 7 ilustra una fotografía de una muestra después de su moldeo a base de PDMS sin caras frontales ensanchadas. En la figura 8 se ilustra una muestra completamente tratada de la figura 7 con caras frontales ensanchadas y dos clases de salientes (SP y LP) correspondientes a la figura 6. La altura de los salientes se determinó con un microscópico óptico (Keyence VHX-2000D con una lente VH-Z20R/W). En la tabla 1 se han indicado los valores medidos.

4. Mediciones de adherencia

Se hicieron las mediciones con un aparato según Kroner, E.; Blau, J.; Arzt E. An adhesion measurement setup for bioinspired fibrillar surfaces using flat probes. Review of Scientific Instruments 2012, 83. Se aplicó la muestra PDMS sobre un soporte de vidrio y se la fijó en un portamuestras desplazable y basculable con alta precisión. Se determinaron las fuerzas por medición de la flexión de una viga volada metálica con una constante elástica de 2524 N/m por medio de interferometría de láser. La viga volada tenía una probeta de vidrio lisa, plana y orientada (sustrato). Para la medición se movió la muestra con una determinada velocidad hacia el sustrato. Después del contacto se ajustó una carga previa (preload) predeterminada (positiva). Seguidamente se movió nuevamente la muestra hacia fuera del sustrato. Se midió entonces la fuerza de retirada (negativa). Se realizaron los ensayos con velocidades de la muestra de 20 $\mu\text{m/s}$ y 60 $\mu\text{m/s}$. Se ajustó la carga previa de modo que se midieran fuerzas de retirada muy expresivas dependientes de la carga previa. Se vigilaron todas las mediciones con una cámara óptica. Se midieron todas las muestras en tres ángulos de giro diferentes (0°, 120° y 240°), referido al eje de giro perpendicular al sustrato. Se debían minimizar así los efectos debidos a una orientación errónea de las muestras con respecto al sustrato.

Se realizó la medición para todas las muestras con el dispositivo anteriormente citado. La figura 9 muestra curvas de fuerza-desplazamiento para tres ejemplos de mediciones con carga previa pequeña (A), media (B) y alta. Se movieron las muestras hacia el sustrato hasta establecer contacto con éste. Seguidamente, se movieron adicionalmente las muestras hacia el sustrato. El máximo de carga de presión se define como carga previa para la respectiva medición. A continuación, se movió nuevamente la muestra hacia fuera del sustrato. La fuerza máxima medida se considera como fuerza de retirada. La figura 9 b) muestra ampliada la zona del esfuerzo de tracción de la figura 9 a). La línea de puntos/continua (A) muestra la medición bajo una pequeña carga previa. Esta medición ilustra una evolución típica para muestras estructuradas. Muestra una evolución uniforme en el rango de compresión (en el movimiento hacia el sustrato) y una evolución semejante a dientes de sierra en la zona del esfuerzo de tracción (movimiento hacia fuera del sustrato). Junto con la observación óptica se pudieron asociar los distintos mínimos del desprendimiento a los distintos salientes (LP). En el caso de la figura 9 hay 7 desprendimientos. La carga previa no era todavía suficientemente alta como para contactar también la segunda clase de salientes (SP) con el sustrato.

La línea de trazos/continua (B) muestra una medición con una carga previa media. La muestra tiene contacto inicialmente tan solo con los salientes más altos (LP). La curva muestra en esta zona la misma evolución que en el caso de una carga previa pequeña. Con una fuerza de aproximadamente 0,08 N aumenta entonces súbitamente la pendiente de la curva. La observación óptica muestra que con esta fuerza los salientes más cortos (SP) alcanzan el sustrato. Esto significa que los salientes más largos (LP) están allí sometidos a una fuerte compresión correspondiente. Se incrementó aún un poco la carga previa y se movió entonces nuevamente la muestra hacia fuera del sustrato. Se pone de manifiesto que en la zona de la carga de tracción se midió una fuerza de retirada claramente mayor. Además, se pudieron asociar 19 mínimos a los distintos salientes. La observación óptica puso de manifiesto que se desprenden primeramente los salientes más cortos (SP) y luego los salientes más largos (LP).

La tercera curva (C) muestra la medición bajo una carga previa alta e ilustra una evolución claramente diferente. En el caso de una carga pequeña, la curva sigue a la evolución de la carga previa media, es decir primero una pequeña pendiente y aumento de la pendiente por contactado de los salientes más cortos (SP). En el caso de una carga crítica determinada (aquí aproximadamente 0,8 N), se alcanza la carga previa máxima. Un desplazamiento adicional conduce a una disminución de la carga. La observación óptica muestra que esto puede atribuirse a un pandeo reversible de los salientes. Durante la disminución de la carga la curva muestra una clara histéresis. La observación óptica muestra que los salientes adoptan primeramente su forma recta original. Cuando se reduce aún más la carga y se aplica una carga de tracción, la muestra se desprende inmediatamente del sustrato, en algunos casos incluso ya antes de alcanzar la posición de partida. El número de mínimos de la curva es mucho menor y los mínimos actúan de manera desordenada. La fuerza de retirada resultante es muy pequeña.

La figura 10 ilustra una medición bajo una alta carga previa con imágenes correspondientes de la muestra en las diferentes fases de la medición. En 1 se mueve la muestra hacia la superficie. Se produce un contacto y la aumenta fuerza. En 2 aumenta la pendiente de la curva, ya que los salientes más cortos entran también en contacto con el sustrato. En 3 se ha alcanzado la carga previa máxima y los salientes comienzan a acodarse y a ceder. Esto conduce a una disminución de la fuerza 5. En el movimiento de retroceso 6 disminuye también primeramente la fuerza para aumentar después nuevamente en 7 cuando los salientes adoptan de nuevo la forma recta. En 8 disminuye aún más la fuerza antes de que la muestra sin una fuerte adhesión 9 se suelte del sustrato.

Las figuras 11-13 agrupan todos los experimentos de adherencia para tres relaciones de aspecto diferentes (AR) (AR 4,0, AR 4,5, AR 5,0) a la velocidad de 20 $\mu\text{m/s}$ y 60 $\mu\text{m/s}$. Las muestran corresponden a las mediciones con carga previa pequeña (A), carga previa media (B) y carga previa alta (C).

Se pueden extraer de los experimentos las conclusiones siguientes.

- Para cada una de las relaciones de aspecto ensayadas se pudieron detectar las tres clases de control de adherencia en función de la carga previa (A, B, C). Una carga previa pequeña conduce a una fuerza de retirada pequeña, una carga previa media conduce a una fuerza de retirada alta y una carga previa alta conduce a una fuerza de retirada pequeña. Aun cuando en unos pocos casos la fuerza de retirada de A es semejante a C, se puede apreciar entonces inequívocamente la tendencia general.

- Cuanto más rápido sea el movimiento de la muestra durante la medición tanto más pequeña será la fuerza de retirada. La fuerza de retirada es semejante para la muestra con AR 4,0. Para las demás muestras con AR 4,5 y 5,0 existen claras diferencias.

- Al aumentar la relación de aspecto disminuye la fuerza de retirada. La muestra con AR 4,0 ofrece la más alta adherencia, mientras que la muestra con AR 5,0 presenta una adherencia netamente menor.

Las distintas clases de adherencia para las muestras según la invención pueden describirse aquí del modo siguiente.

Bajo una carga previa pequeña, únicamente los salientes más largos entran en contacto con el sustrato. Por tanto, la adherencia de la muestra depende, en principio, del número de salientes largos. Bajo una carga previa pequeña está disponible así una mayor cara frontal para la adherencia.

Bajo una carga previa media, la carga conduce a una compresión de los salientes más largos hasta que también los salientes más cortos entran en contacto con la superficie. Esto conduce a un súbito aumento del número de salientes que están en contacto con el sustrato. Esto tiene sustancialmente dos efectos. Por un lado, aumenta la rigidez efectiva de la muestra. Esto se manifiesta en el aumento de la pendiente de la curva de fuerza/desplazamiento. Por otro lado, la cara de contacto de la muestra aumenta súbitamente. Esto conduce a un claro aumento de la fuerza de retirada y del trabajo de adherencia. A diferencia de la adherencia bajo una carga previa pequeña, se espera que la fuerza de retirada para una carga previa media dependa, entre otras cosas, del número de clases de salientes que están implicados en el contactado, de la diferencia de altura entre las clases de salientes y de la relación de aspecto.

Cuando la carga previa sobrepasa un valor determinado, los salientes comienzan a alabearse y acodarse. Esto es preferiblemente reversible.

El alabeo repercute también sobre la cara frontal del saliente. Conduce a que la cara frontal pierda el contacto con el sustrato y disminuye la adherencia.

5. Análisis de la adherencia

Una muestra tiene dos clases de salientes con dos alturas verticales diferentes de las caras frontales.

Cuando la carga previa P_p está por debajo del valor límite $P_{p,1}$, la carga no es suficiente para que se compriman los

salientes más largos LP de modo que los salientes más cortos SP contacten con la superficie. La fuerza de retirada P_c depende entonces simplemente del número n_{LP} de LP que estaban en contacto con la superficie, multiplicado por la fuerza de adherencia F_{LP} que es necesaria en cada saliente LP para que se produzca un desprendimiento:

$$\text{Para } P_p < P_{p,1} \quad P_c = F_{LP} * n_{LP} \quad (1)$$

5 Tan pronto como se ha alcanzado la carga $P_{p,1}$, la segunda clase de salientes SP entra en contacto con la superficie. Dependiendo del número de salientes (n_{SP}), éstos contribuyen con una fuerza adicional F_{SP} a la adherencia. No obstante, se tienen que comprimir los salientes más largos LP para hacer posible el contacto de los demás salientes. Esta energía elástica está almacenada en LP y reduce la adherencia. La fuerza resultante de esto, que se ejerce por la energía almacenada sobre la superficie, es idéntica a la fuerza para comprimir los salientes $F_{compr,LP}$ multiplicada por el número de LP:

$$\text{Para } P_{p,1} < P_p < P_{p,2} \quad P_c = F_{LP} * n_{LP} + F_{SP} * n_{SP} - F_{compr,LP} * n_{LP} \quad (2),$$

en donde $P_{p,2}$ es la carga a la que comienzan a acodarse los salientes.

Bajo una alta carga previa más allá de la carga $P_{p,2}$ disminuye la fuerza de retirada hasta la fuerza "buckling pull-off force" $P_{c,buck}$.

$$15 \quad \text{Para } P_p > P_{p,2} \quad P_c = P_{c,buckling} * (n_{LP} + n_{SP}) \quad (3).$$

Por tanto, mediante la medición de la fuerza de adherencia de un saliente corto y un saliente largo, así como de la fuerza necesaria para la compresión del saliente largo, se determinan todos los parámetros necesarios para describir la adherencia conmutable de una muestra de esta clase. Las fuerzas de adherencia F_{LP} y F_{SP} de los salientes dependen, para salientes circulares, del radio r y de la relación de aspecto AR. La fuerza para la compresión $F_{compr,LP}$ depende, sobre todo, de la relación de aspecto AR y del módulo de elasticidad E del saliente. Es imaginable un acoplamiento entre los salientes o una posible dependencia entre la longitud y la flexión de los salientes, pero esto no se describe en este modelo simplificado.

Como se muestra en las figuras 11 a 13, la relación de aspecto y la velocidad influyen sobre la adherencia de la muestra. En la presente invención se ha encontrado que un aumento de la relación de aspecto conduce a una reducción de la adherencia. Mientras que las diferencias con AR 4,0 y 4,5 son despreciables, las muestras con AR 5,0 manifiestan una adherencia claramente menor. Una posible explicación podría residir en que los salientes más largos son menos estables con respecto a la flexión y el acodamiento que los salientes más cortos. Esto podría corregirse mediante una adaptación del módulo E .

La dependencia de la velocidad podría explicarse también por el material PDMS empleado. El PDMS puede mostrar un comportamiento viscoelástico a frecuencias de carga comprendidas entre 0,1 y 100 Hz. Esto puede variar, por un lado, la elasticidad durante la compresión, pero también el contactado de la superficie. Ambos efectos pueden influir en la adherencia.

Las figuras 14, 15, 16, 17, 18 y 19 ilustran la fuerza de retirada medida en función de la carga previa para cada una de 3 muestras de las respectivas relaciones de aspecto AR 4,0, AR 4,5 y AR 5,0 a diferentes velocidades. Los resultados definidos se asocian a los diferentes modos de adherencia (A, B o C). En este caso, a1, a2, a3 significan la medición de la muestra 1, 2 o 3 asociada al modo de adherencia A (es decir, carga previa pequeña, adherencia solamente por LP). Las mediciones b1, b2, b3 representan la muestra 1, 2 o 3 asociada al modo de adherencia B (es decir, carga previa media, adherencia por SP y LP). Las mediciones c1, c2, c3 representan la muestra 1, 2 o 3 asociada al modo de adherencia C (es decir, alta carga previa, disminución de la adherencia por acodamiento y flexión de los salientes).

Tabla 1

	Altura SP [μm]	Altura LP [μm]	Δh [%]	Diámetro SP [μm]	Diámetro LP [μm]	Δ diámetro [%]
AR 4,0	1594	1697	6,5	567	634	11,8
AR 4,5	1796	1876	4,5	621	684	10,1
AR 5,0	1983	2100	5,9	635	681	7,2

Símbolos de referencia

	100	Superficie estructurada
	104	Superficie estructurada con salientes dotados de caras frontales ensanchadas
	105	Superficie estructurada con dos clases de salientes que se diferencian en su altura vertical
5	110	Capa de silano para pasivación
	120	Sustrato
	130	PDMS líquido
	132	Gota de PDMS
	134	Gota de PDMS
10	135	PDMS
	137	Herramienta para aplicar PDMS
	140	Superficie calentada
	200	Superficie estructurada
	205	Superficie
15	210	Fuste / Saliente
	215	Cara frontal
	220	Fuste / Saliente
	225	Cara frontal
	230	Sustrato
20	500	Saliente
	502	Cara frontal
	504	Cara de base
	506	Zona de solapamiento

Bibliografía citada

- 25 D. Paretkar, M. Kamperman, A. S. Schneider, D. Martina, C. Creton, E. Arzt, *Materials Science and Engineering: C* 2011, 31, 1152.
- M. Varenberg, S. Gorb, *Journal of The Royal Society Interface* 2008, 5, 785.
- D. Paretkar, A. S. Schneider, E. Kroner, E. Arzt, *Mrs Communications* 2011, 1, 53.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Superficie estructurada (200) de un sólido con adherencia conmutable, en la que la superficie (205) presenta una estructuración que comprende una multiplicidad de salientes (210, 220) que presentan al menos cada uno de ellos un fuste (210, 220), y en la que el fuste posee una cara frontal (215, 225) que mira hacia fuera de la superficie (205), **caracterizada** por que
- la multiplicidad de salientes comprende al menos dos clases de salientes (210, 220) que se diferencian al menos en la altura vertical de la cara frontal (215, 225); y
- 10 el material de los salientes (210, 220) presenta un módulo de elasticidad tal que, dependiendo de la carga, una o varias clases de salientes (210, 220) forman en sus caras frontales (215, 225) una fuerza de adherencia que es superior a la fuerza ejercida por la eventual compresión de los salientes (210, 220); y
- al menos una clase de salientes (220) presenta una relación de aspecto tal que, al sobrepasarse una carga determinada, se pandean estos salientes (220) y disminuye fuertemente la fuerza de adherencia por efecto del pandeo de las caras frontales (225).
- 15 2. Superficie estructurada según la reivindicación 1, **caracterizada** por que al menos una clase de salientes (105) presenta caras frontales ensanchadas.
3. Superficie estructurada según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizada** por que los salientes (210, 220) presentan una relación de aspecto de 1 a 100.
- 20 4. Procedimiento para modificar la superficie de un objeto a fin de obtener una superficie con adherencia conmutable (200), en el que se somete la superficie (205) a una estructuración de modo que se forme una multiplicidad de salientes (210, 220) que presentan al menos cada uno de ellos un fuste (210, 220), y en el que el fuste posee una cara frontal (215, 225) que mira hacia fuera de la superficie (205), **caracterizado** por que
- la multiplicidad de salientes comprende al menos dos clases de salientes (210, 220) que se diferencian al menos en la altura vertical de la cara frontal (215, 225) con respecto a la superficie (205); y
- 25 el material de los salientes (210, 220) presenta un módulo de elasticidad tal que, dependiendo de la carga, una o varias clases de salientes forman en sus caras frontales (215, 225) una fuerza de adherencia que es superior a la fuerza ejercida por la eventual compresión de los salientes; y
- al menos una clase de salientes (210, 220) presenta una relación de aspecto tal que, al sobrepasarse una carga determinada, se pandean estos salientes y disminuye fuertemente la fuerza de adherencia por efecto del pandeo de las caras frontales.
- 30 5. Procedimiento para producir una superficie estructurada (105) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende los pasos siguientes:
- a) habilitación de una superficie estructurada con al menos una clase de salientes (104);
- b) aplicación de un material endurecible (134) sobre las caras frontales de al menos una parte de los salientes;
- 35 c) contactado de los salientes dotados del material endurecible con una plantilla (140) para la cara frontal de los salientes erguidos;
- d) endurecimiento del material endurecible formando a la vez los salientes erguidos;
- e) desprendimiento de la superficie estructurada (105) para separarla de la plantilla.
6. Procedimiento para conmutar la adherencia de una superficie según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende los pasos siguientes:
- 40 a) contactado de la superficie estructurada (200) con un sustrato (230), pudiendo diferenciarse, en función de la fuerza ejercida sobre la superficie estructurada, los casos siguientes:
- a1) contactado de la clase de salientes (225) con la mayor altura vertical y formación de una pequeña adherencia;
- a2) compresión de los salientes contactados hasta el contactado de los salientes (215) con la siguiente menor altura vertical y aumento de la fuerza de adherencia;
- 45 a3) aumento de la fuerza hasta el encorvamiento de al menos una parte de los salientes (215, 225) y una fuerte disminución de la adherencia.

7. Conjunto de dos cuerpos, en el que la interfaz presenta una superficie estructurada (200) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3.

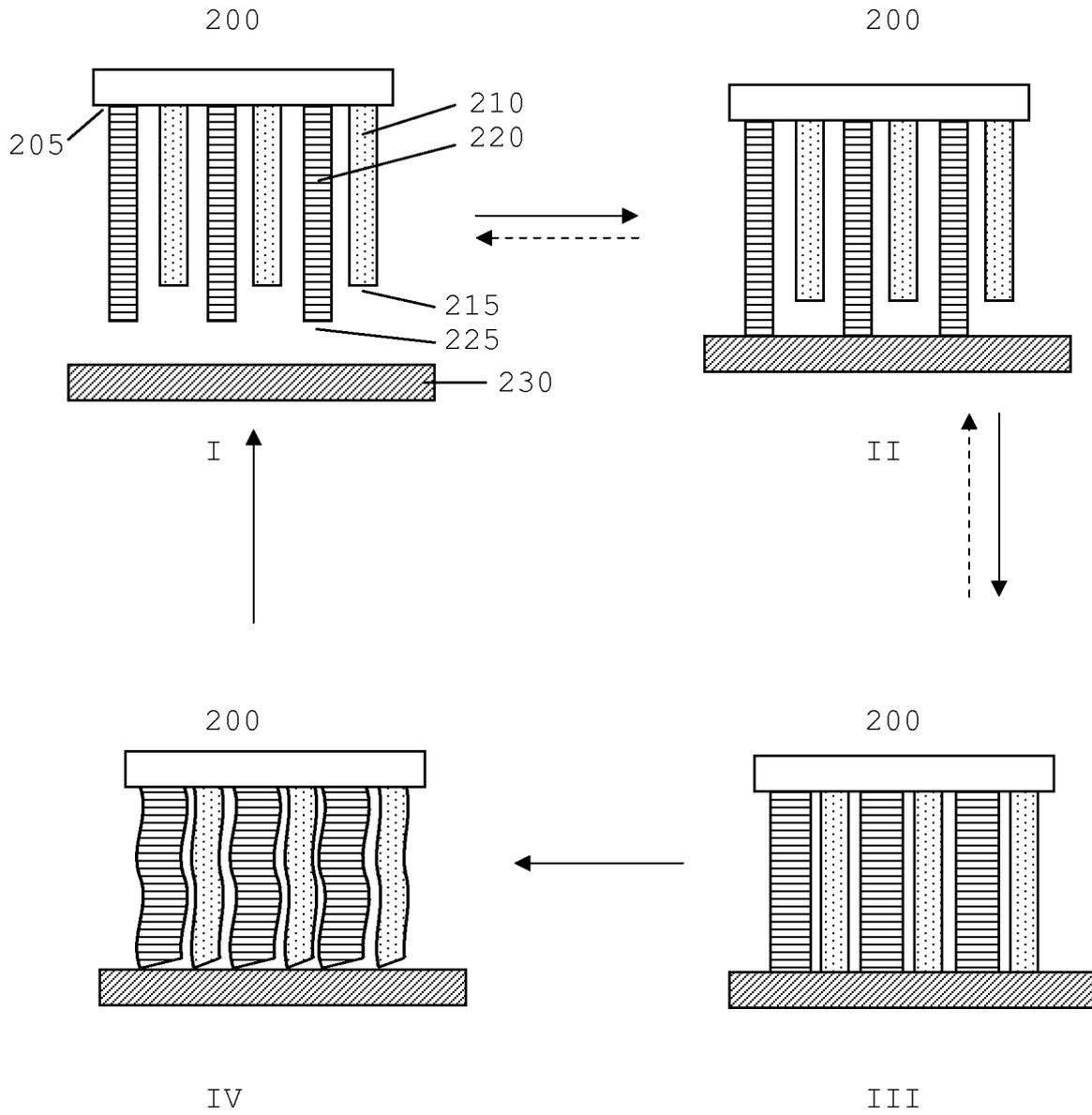


Fig. 1

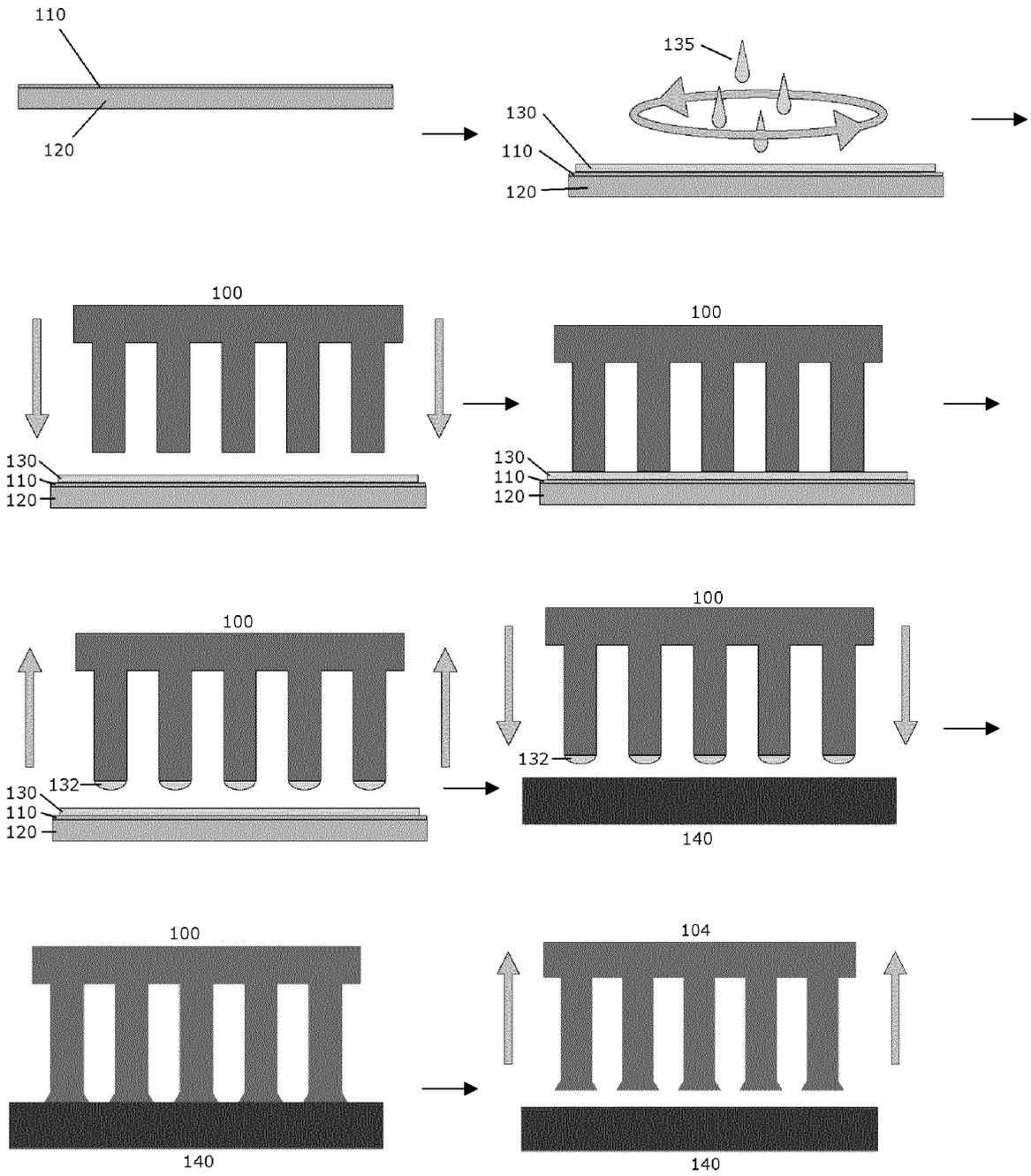


Fig. 2

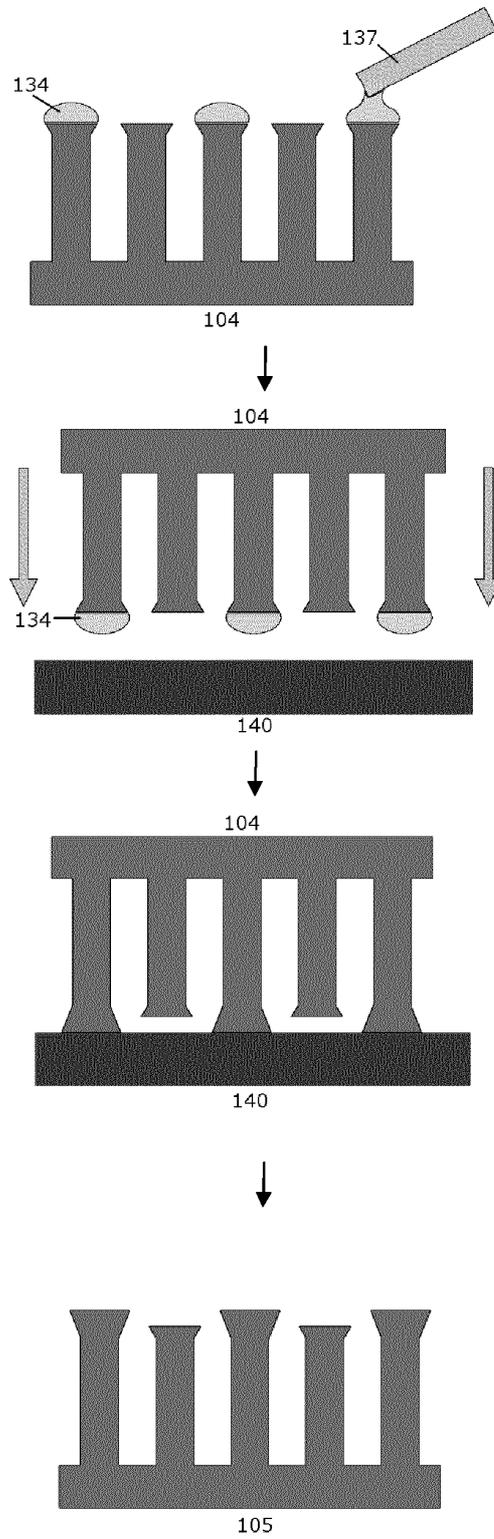


Fig. 3

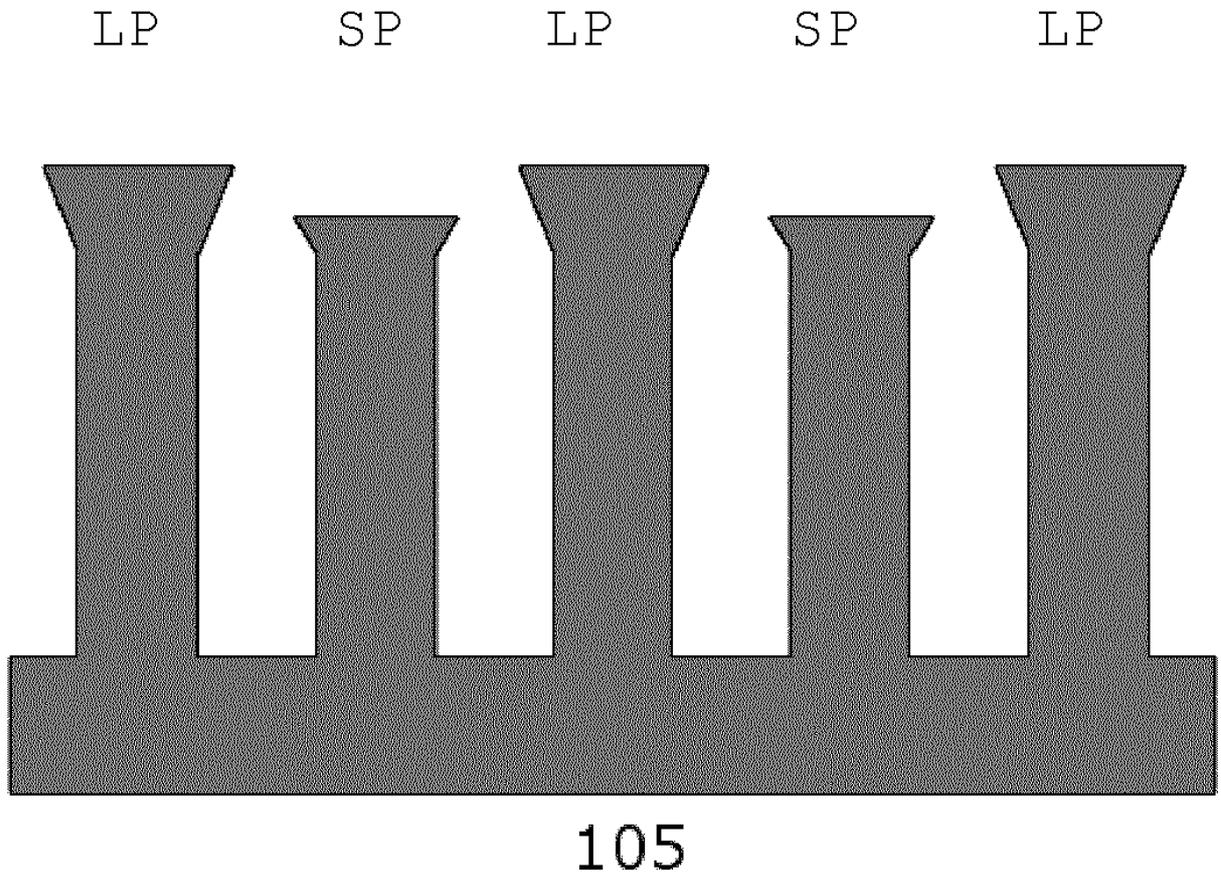


Fig. 4

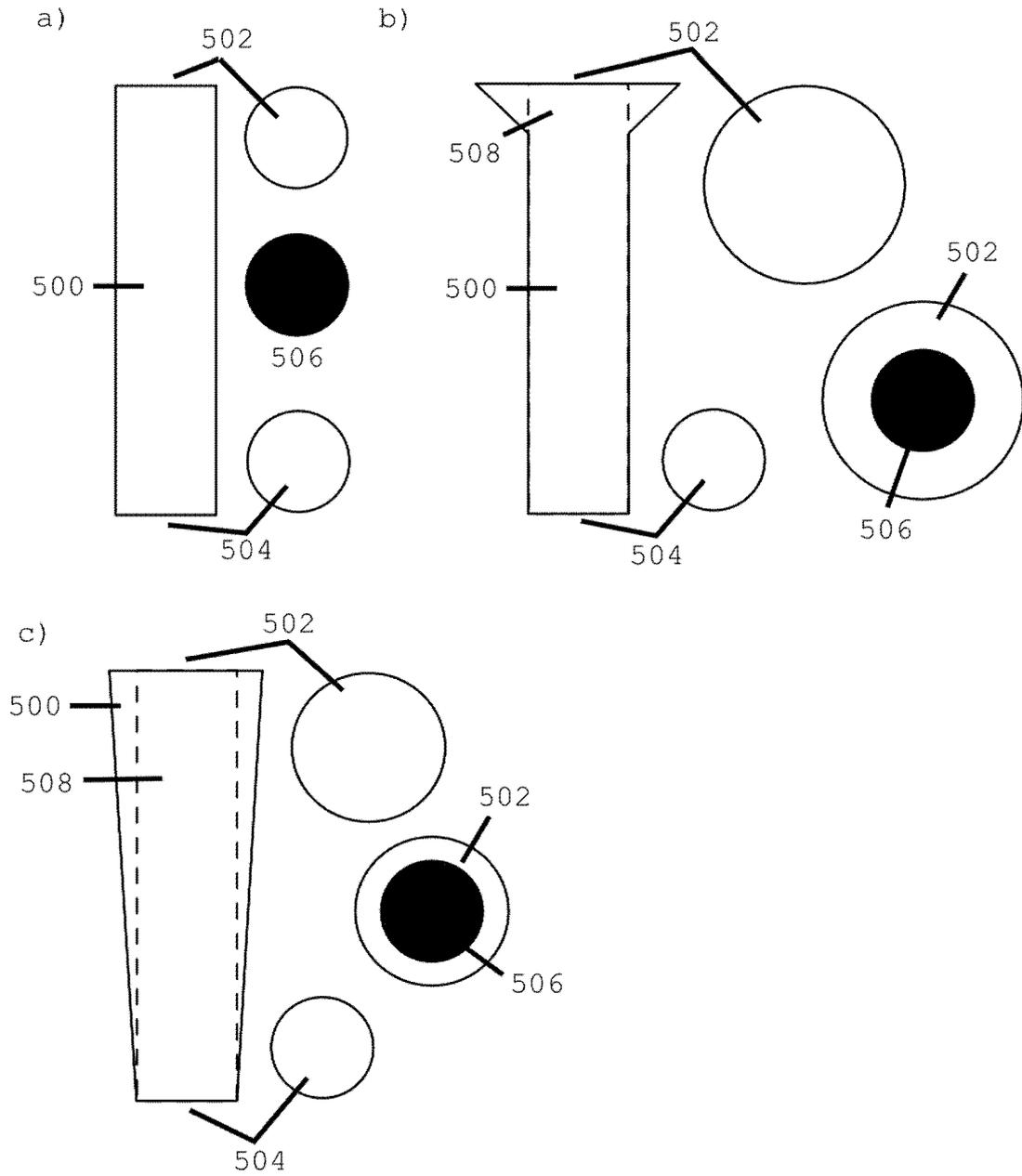
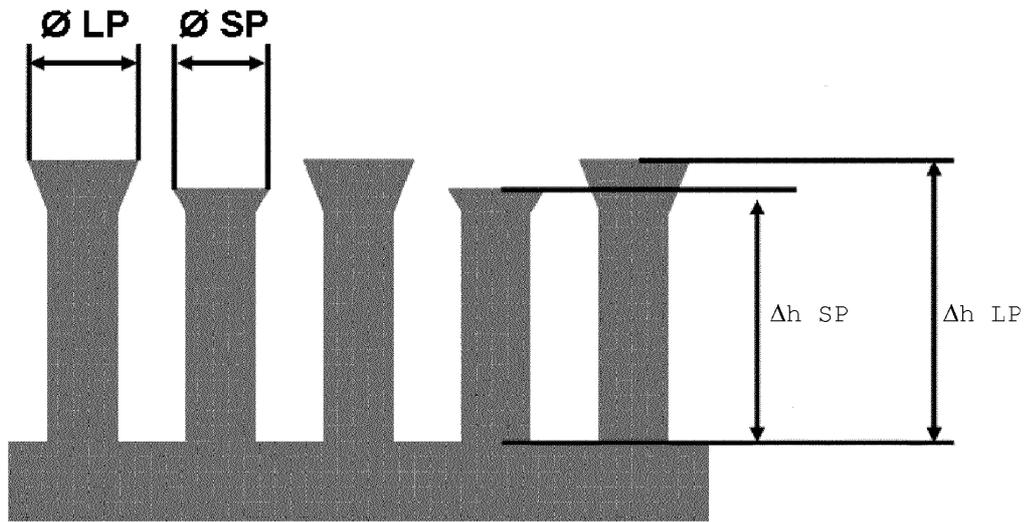


Fig. 5

a)



b)

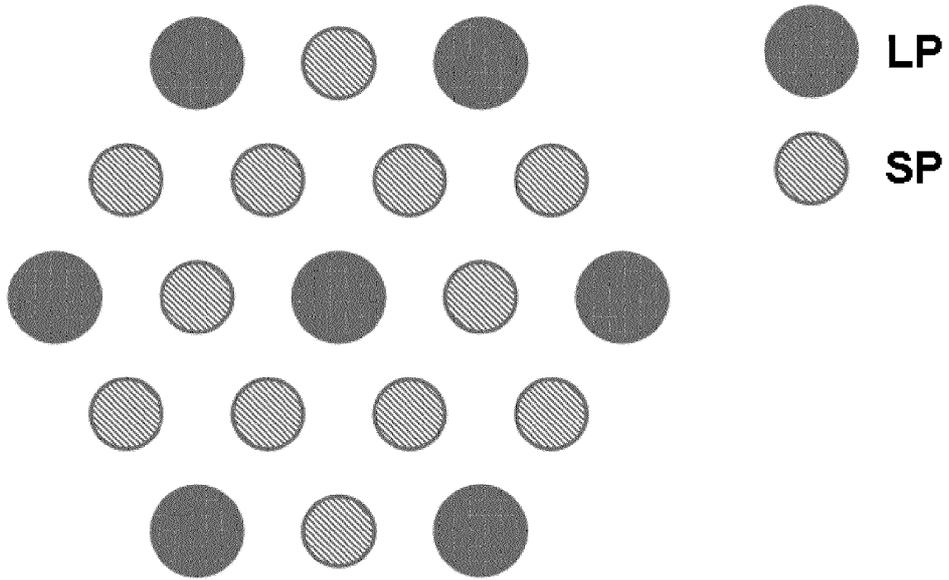


Fig. 6

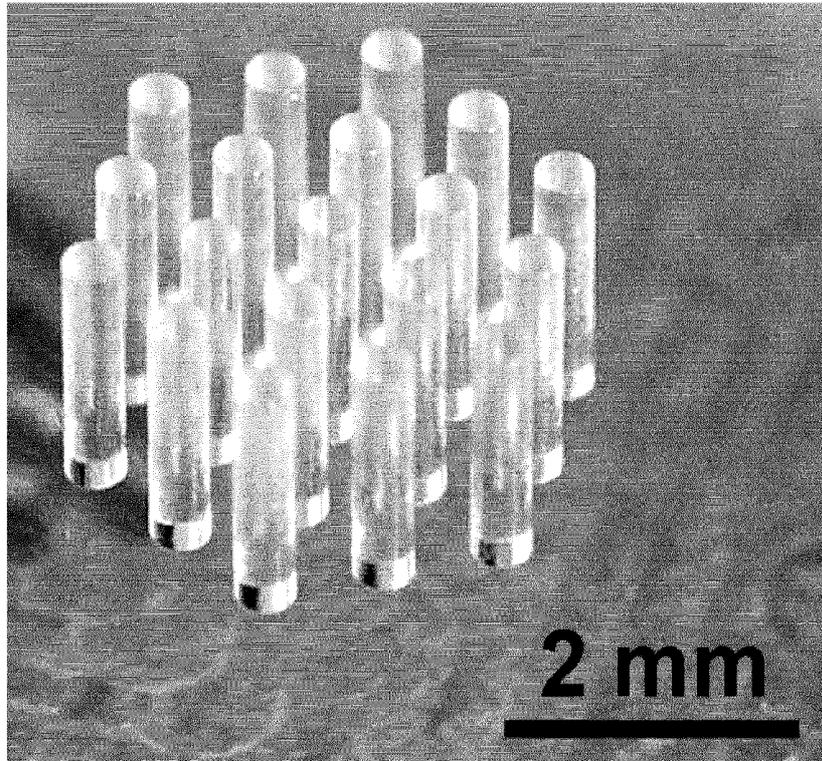


Fig. 7

SP

LP

SP

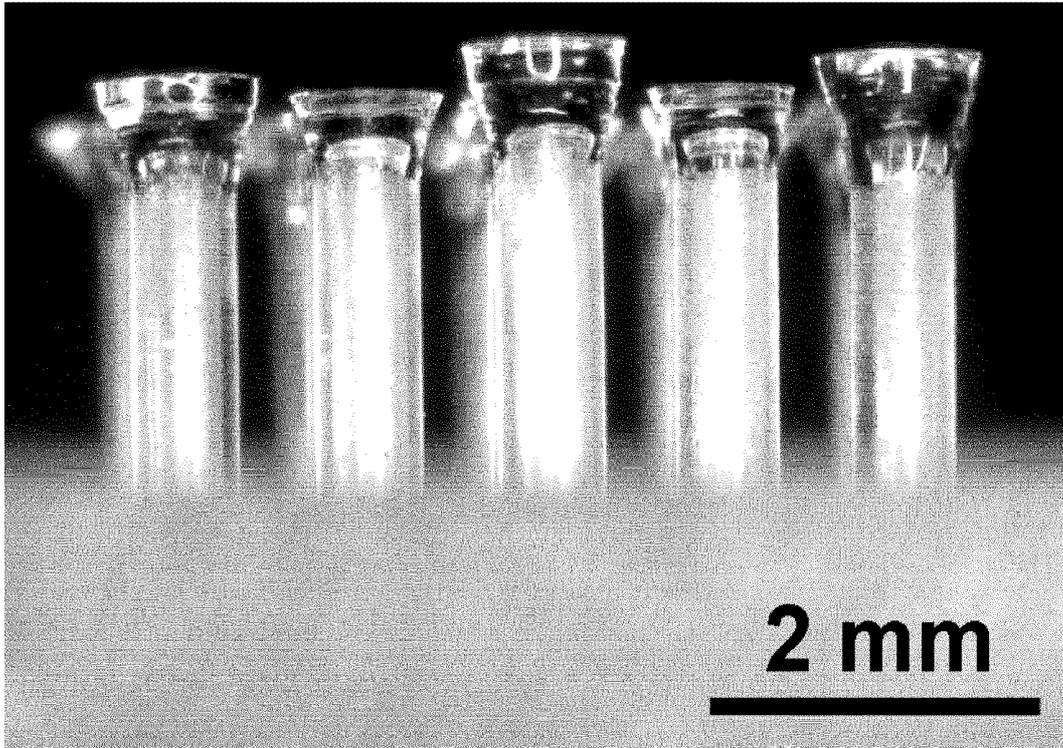
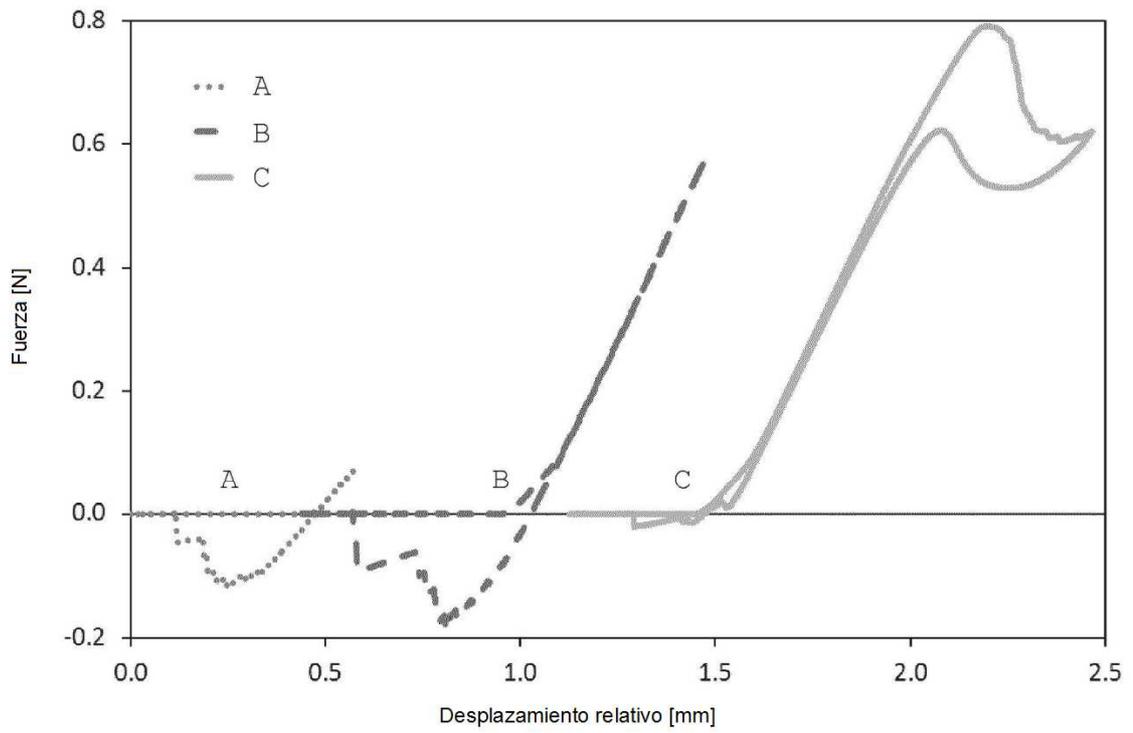


Fig. 8

a)



b)

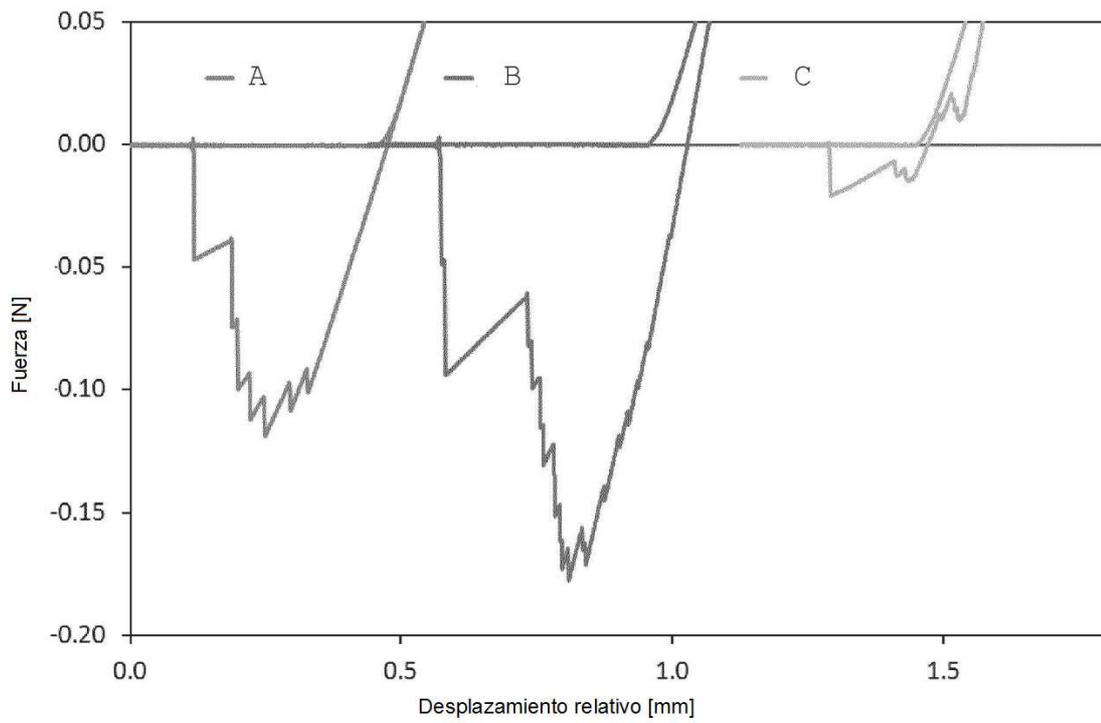


Fig. 9

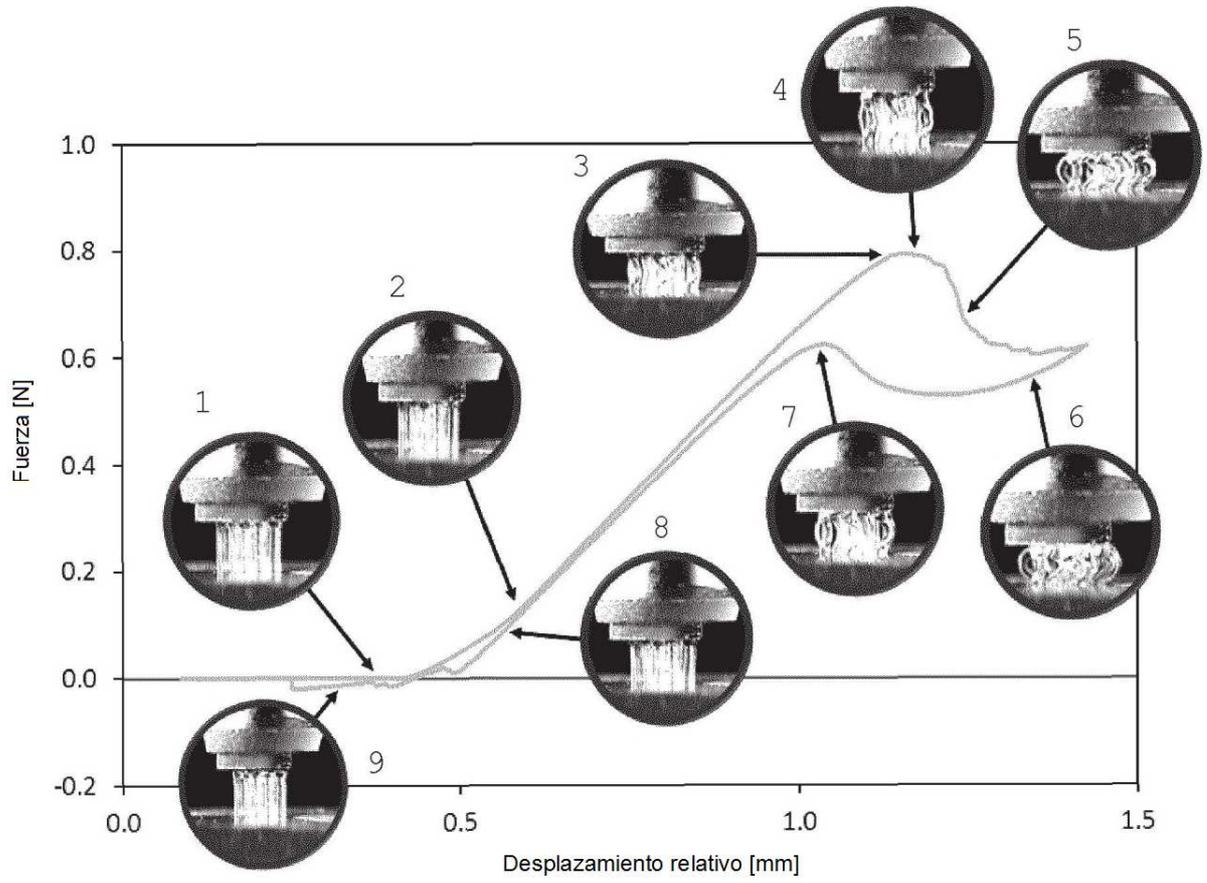


FIG. 10

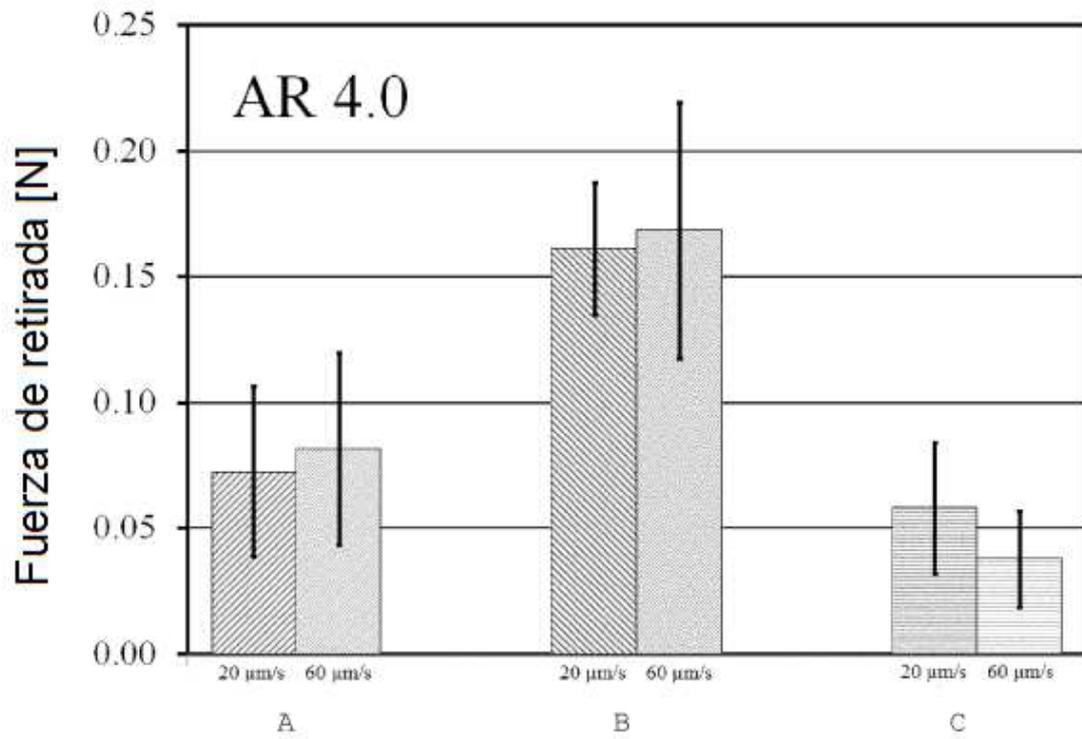


Fig. 11

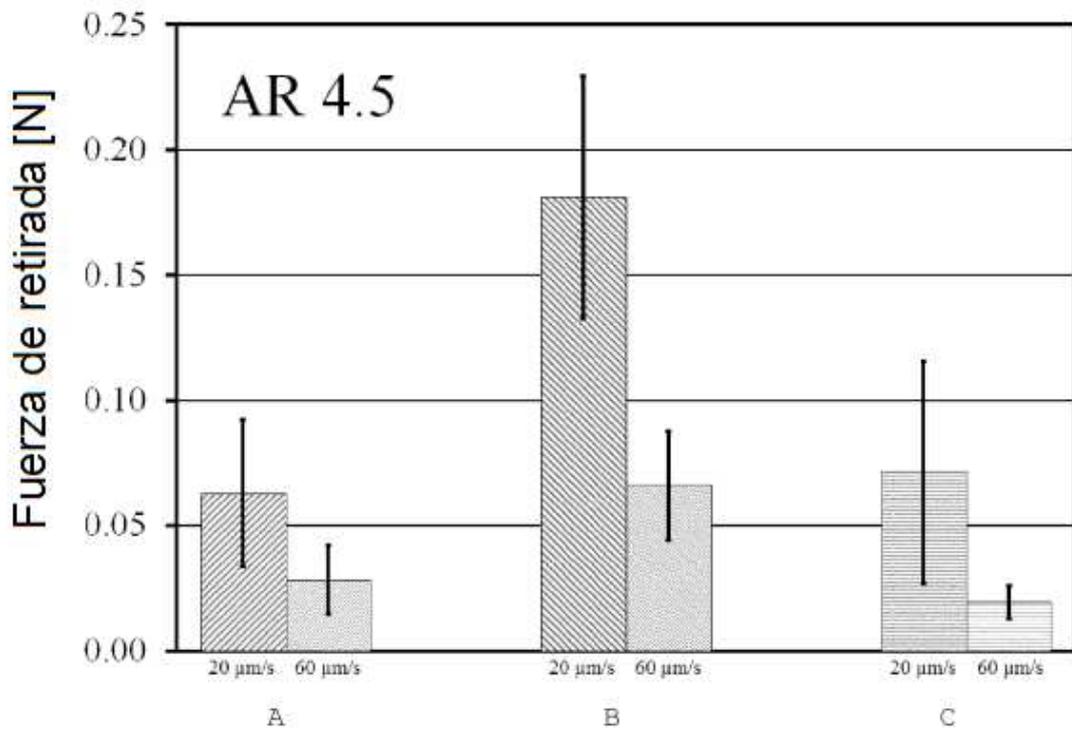


Fig. 12

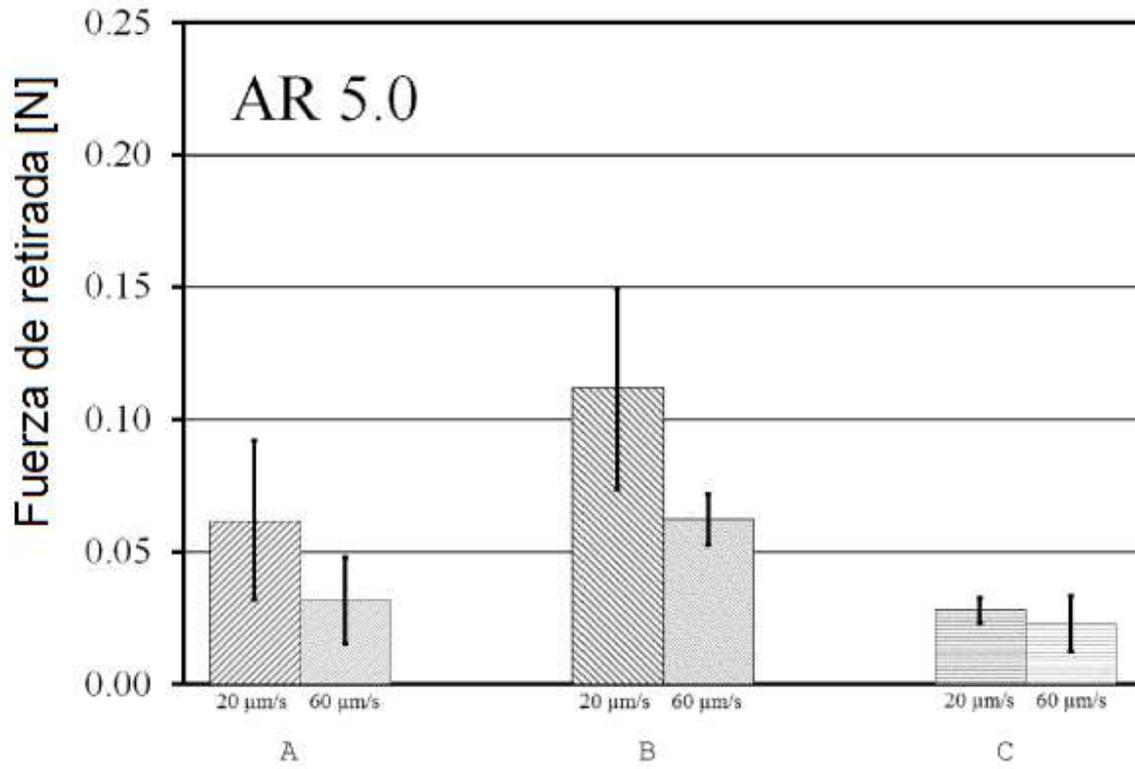


Fig. 13

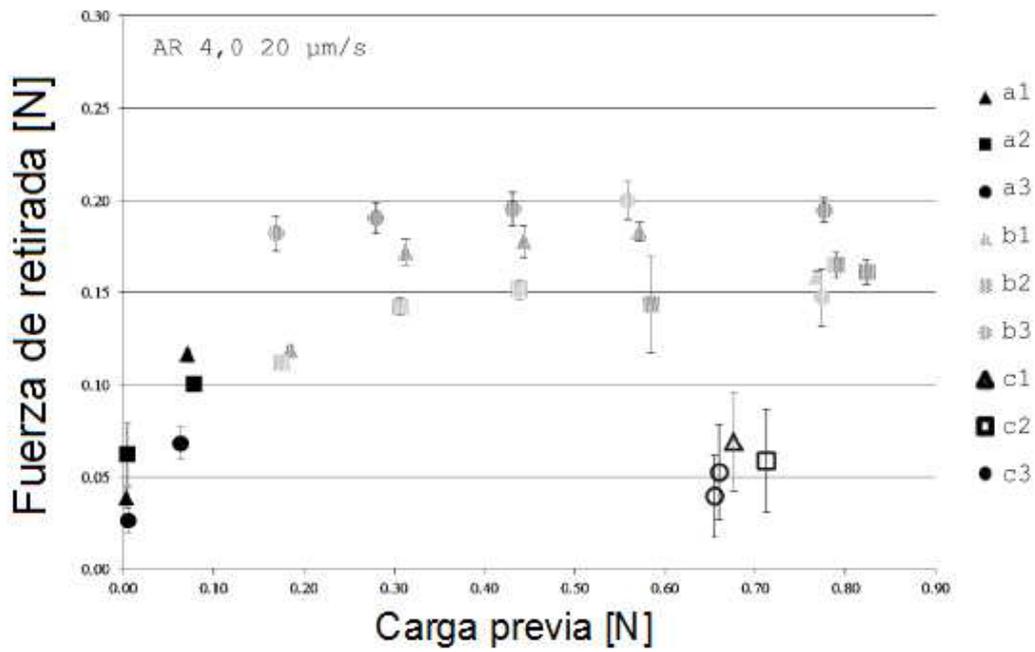


Fig. 14

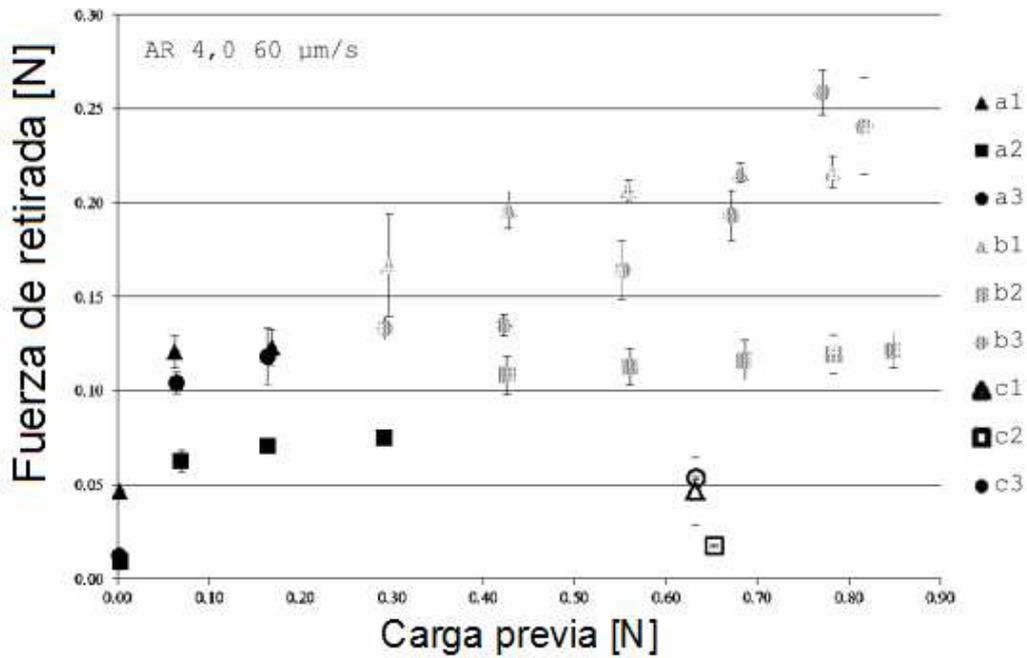


Fig. 15

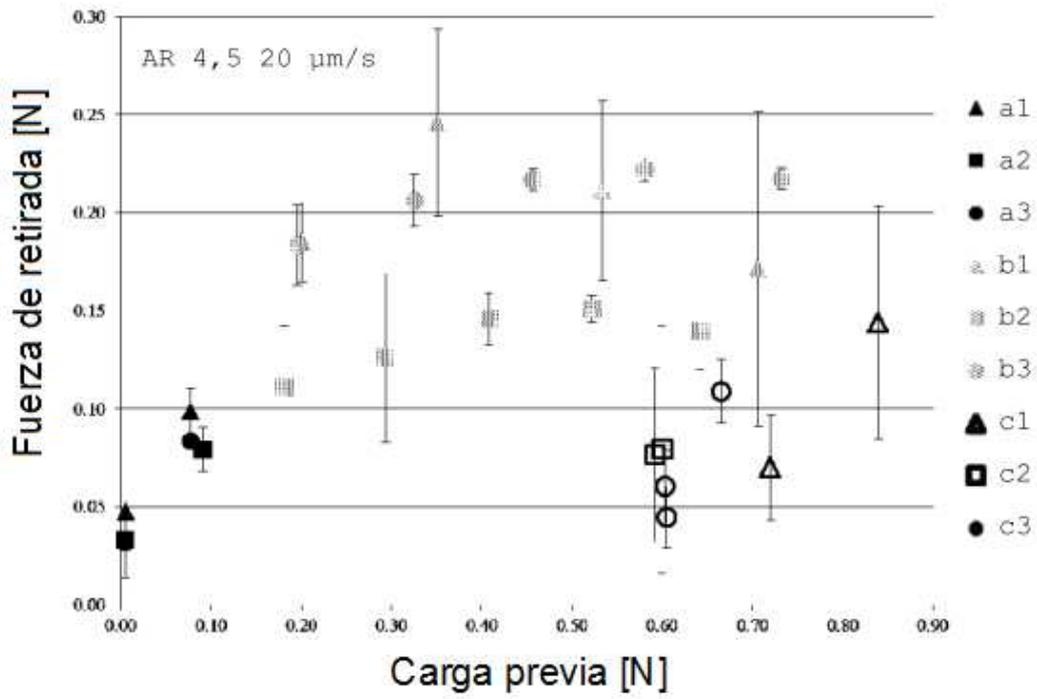


Fig. 16

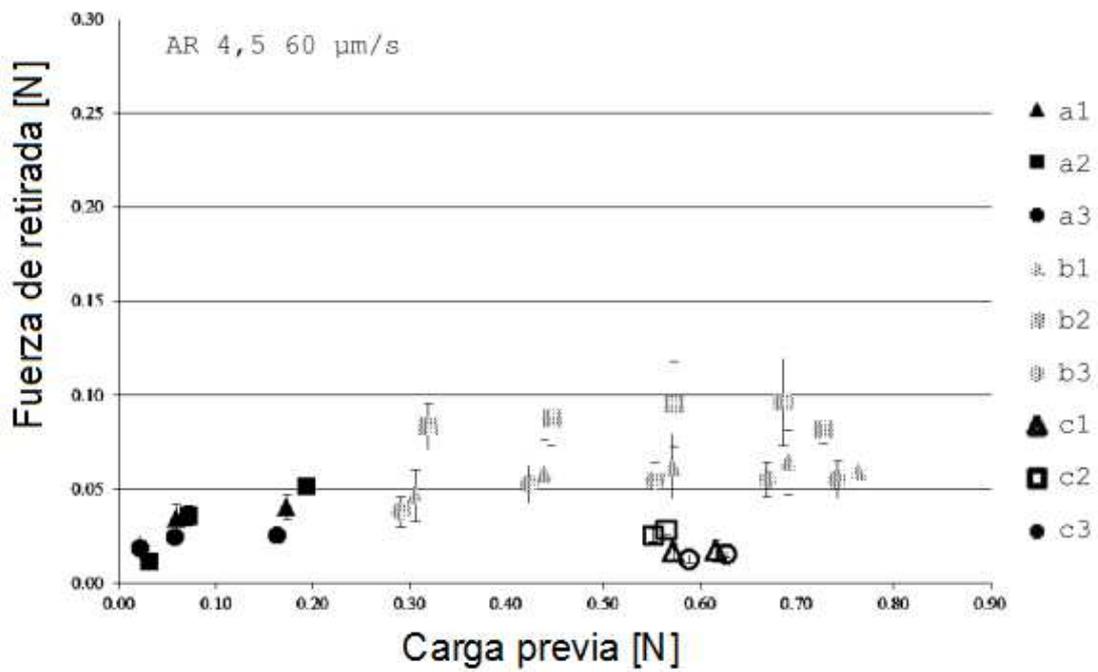


Fig. 17

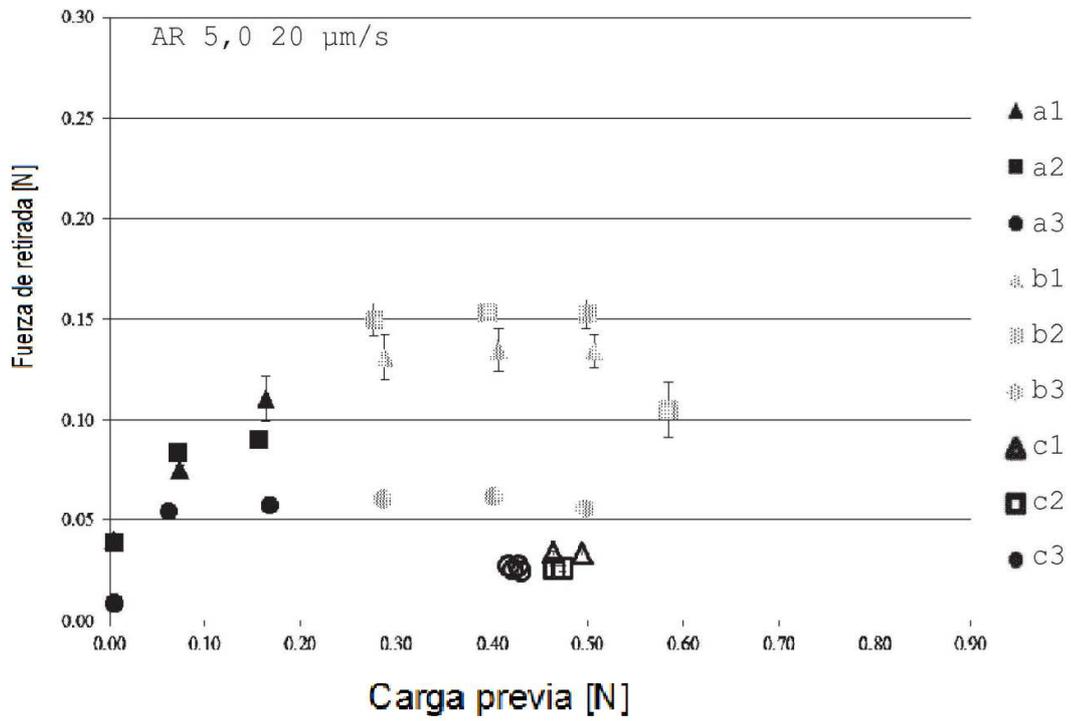


Fig. 18

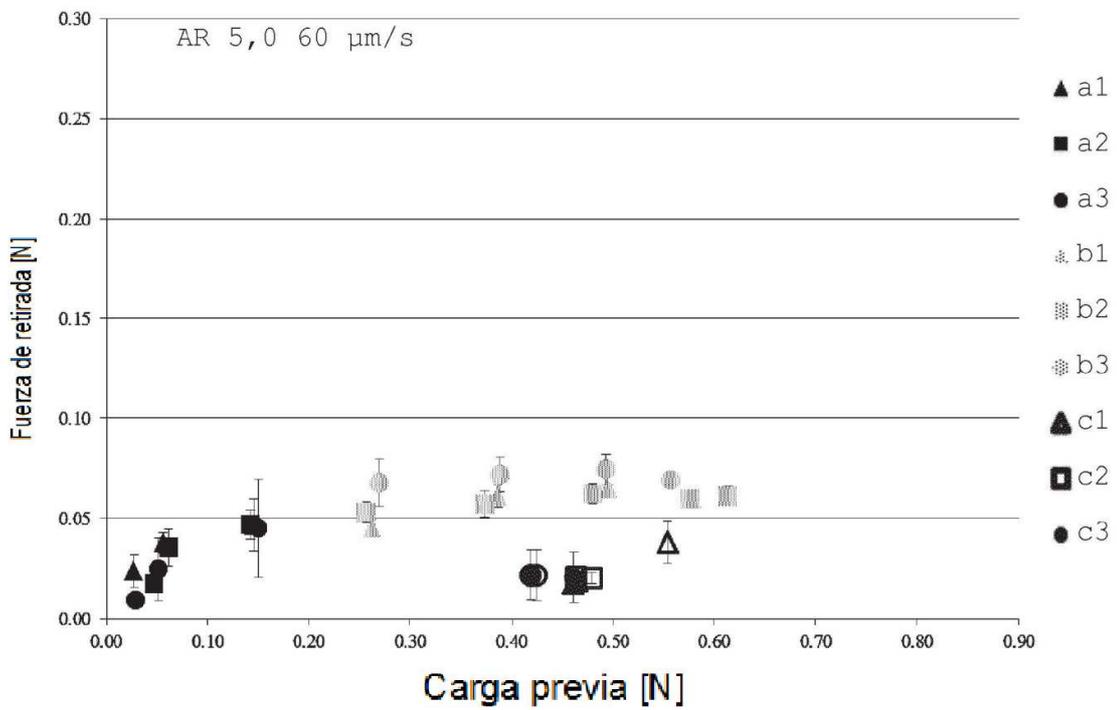


Fig. 19