

# 原子力显微镜实验

杨悦 0529003

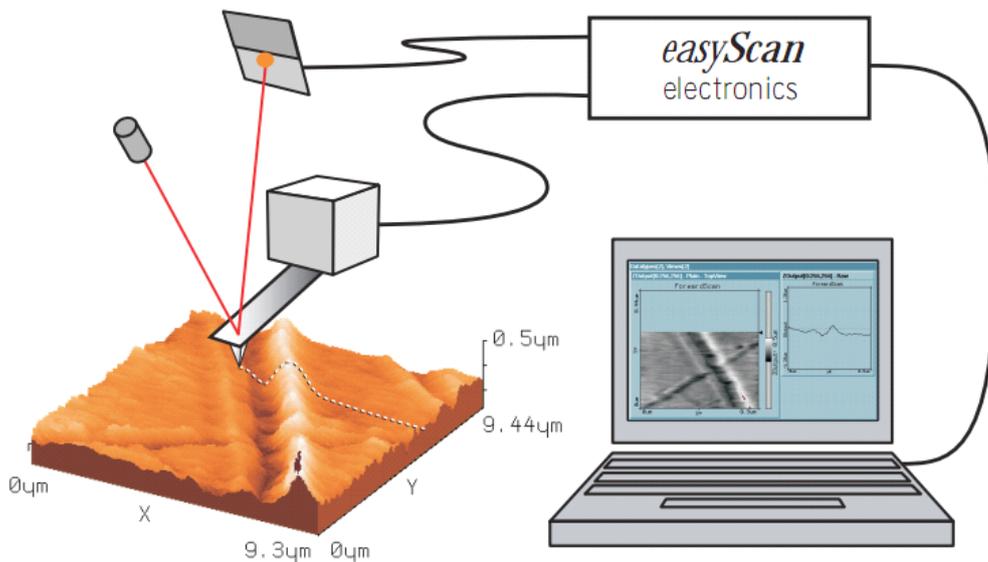
**摘要：**本实验的目的是了解原子力显微镜的原理和结构，掌握原子力显微镜的操作方法；对各种样品的表面结构进行扫描，并重点研究原子力显微镜各参数对成像质量的影响。

**关键词：**原子力显微镜 成像质量

## 一. 实验原理：

### 1. AFM 针尖的受力.

AFM 的原理是将一尖锐的针尖装在一个对受力十分敏感的微悬臂上，并使之与待测样品表面有某种形式的力接触，并通过压电陶瓷控制针尖对样品进行扫描。在扫描过程中，控制器根据针尖受力的大小产生反馈信号，以调节针尖与样品表面的相对高度，使得针尖的走势和样品表面的形貌变化相一致，这样就可以根据针尖的高度进行样品表面的成像。



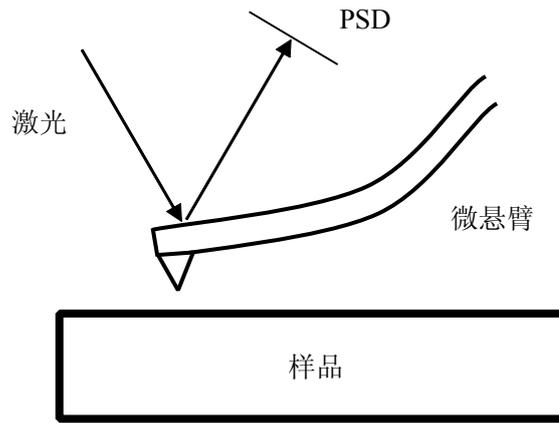
AFM 针尖在扫描过程中受到的力主要可分为两种：

- 1) **库仑排斥力**：当针尖与样品表面足够接近时，原子与原子之间的电子云产生库仑排斥。
- 2) **范德华吸引力**：主要包括**取向力**（具有永久偶极矩的分子之间的相互作用力）、**诱导力**（永久偶极场可以在非极性分子上诱导产生一个偶极矩，这个偶极矩可以和永久偶极场产生偶极-偶极相互作用）和**色散力**（由于电荷分布的瞬时涨落，分子的正电荷中心和负电荷中心产生偏离，形成偶极子，并同时另一个邻近的分子中诱导产生偶极矩，这两个分子之间就会产生偶极-偶极相互作用）。

针尖的具体受力情况和 **AFM** 的工作模式有关，下面会提到。

### 2. 对微悬臂形变的检测.

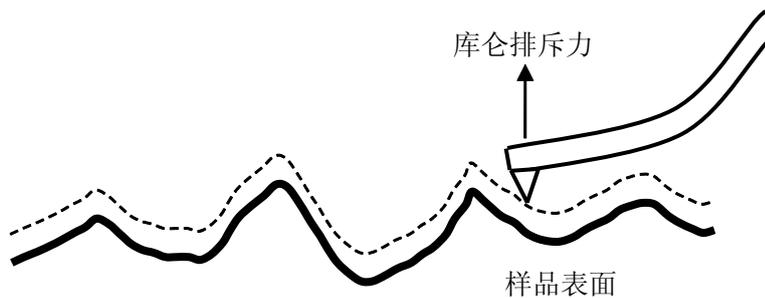
本实验中的 AFM 是利用激光反射法来检测微悬臂的形变的。以下为示意图：



如上图所示，一束激光经微悬臂反射到一个位置灵敏探测器（PSD）上，当微悬臂弯曲时激光束的光斑在探测器上的位置将发生移动，PSD可测量出光斑小至1纳米的位移，微悬臂位移的放大倍数为悬臂至探测器的距离与悬臂长度之比。

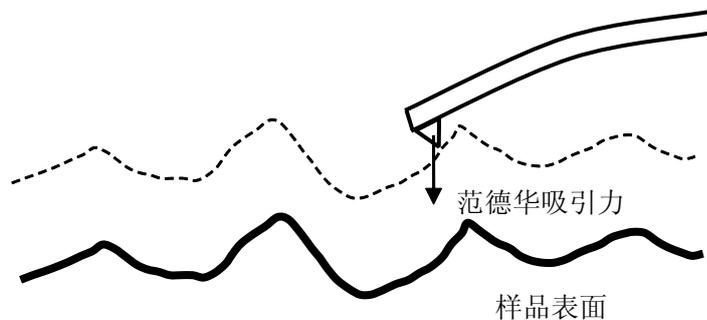
### 3.AFM的三种工作模式：

#### 1) 接触模式.



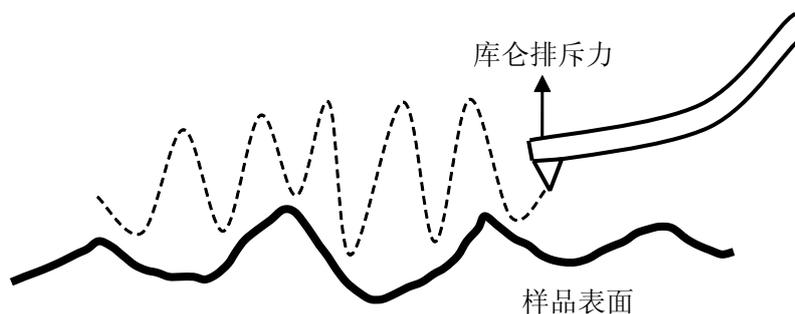
如上图所示，扫描过程中针尖始终和样品接触并简单地在样品表面移动，针尖-样品间的相互作用力为原子之间的库仑排斥力，其大小通常为  $10^{-8} \sim 10^{-11} \text{N}$ 。

#### 2) 非接触模式：



如上图所示，探针在样品表面5~10nm处扫描，探针始终不与样品接触，因而针尖不会对样品造成污染或产生破坏。在这种模式中，针尖和样品间的相互作用力为长程的范德华吸引力。

### 3) 轻敲模式:



如上图所示,在轻敲模式中,微悬臂在其共振频率附近作受迫振动,间断地与样品接触,这样就避免了针尖与样品的粘附以及针尖对样品的破坏。当针尖与样品不接触时,针尖以最大振幅受迫振荡,当针尖与样品接触时,库仑排斥力使微悬臂的共振频率发生变化,振幅大大减小,于是反馈系统自动调节针尖高度,使针尖的振幅保持恒定,这样就获得了样品表面的形貌信息。

## 二. AFM 操作方法:

- 1.将扫描头取下,观察是否已安装针尖。
- 2.若未安装针尖,则在确认遮光盖已装好的情况下小心地用镊子将针尖安装到扫描头上。安装过程中一定要防止针尖与任何物体接触,如果是第一次安装,建议先用已损坏的针尖进行练习。
- 3.观察仪器上的 SENSOR 指示灯是否为绿,如果绿灯未亮,则需要重新安装针尖直至绿灯亮起为止。
- 4.用酒精清洗样品表面,并用洗耳球吹干。
- 5.将样品用双面胶固定在载物台上,然后在确认扫描头抬起的高度足够高的情况下小心地将载物台推到扫描头下方,并使针尖处于样品的上方。
- 6.打开 easyScan 软件,点击 Approach Panel 中的 Approach 按钮,等待系统自动进针。
- 7.进针成功后,系统自动开始扫描。
- 8.在扫描过程中可以根据扫描信号和图像效果的好坏,对若干个扫描参数进行调节,直至获得最佳的成像效果。

## 三. 主要实验内容:

第一次实验:熟悉设备的使用方法。对实验室准备的样品进行试扫描,观察扫描效果。根据扫描图像,使用软件自带功能测量各种样品的微结构尺寸。

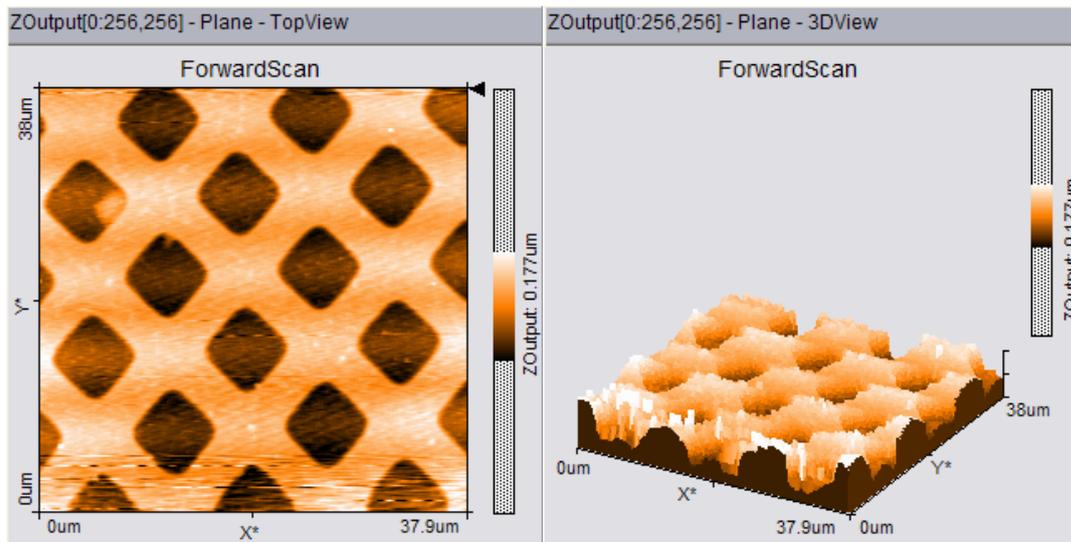
第二次实验:研究各种扫描参数对成像质量的影响。

第三次实验:对自备样品进行扫描。

## 四. 扫描结果:

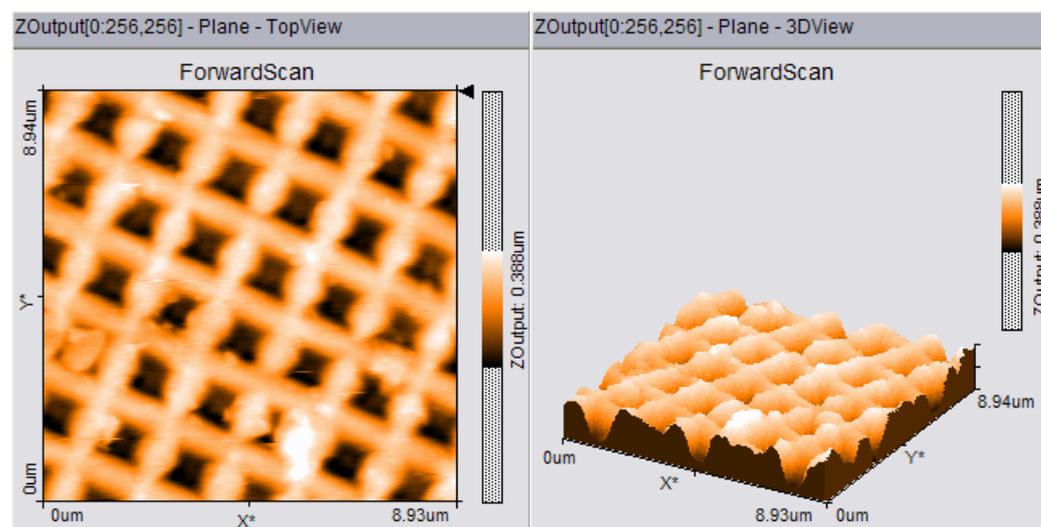
第一次实验:

1. 二维样品：（图 1-1）



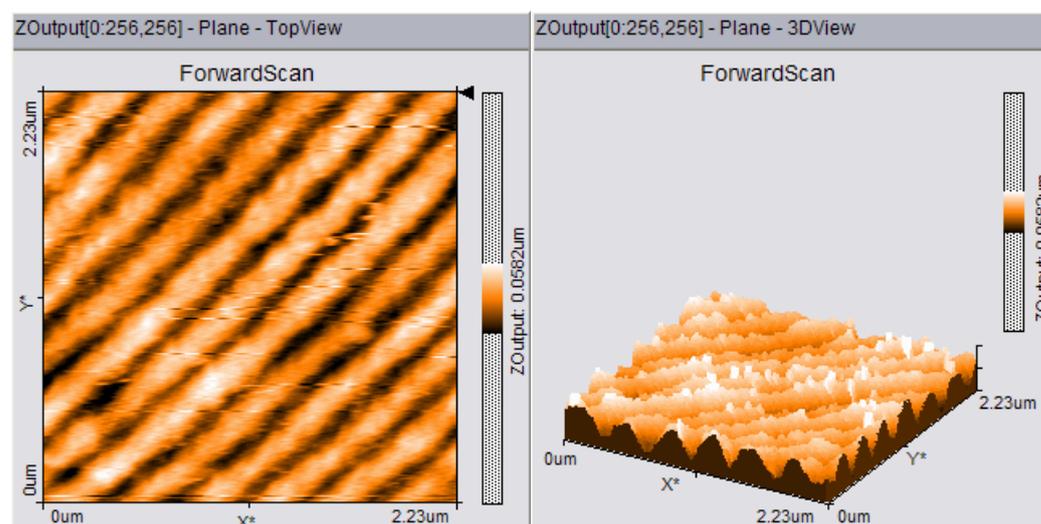
周期：9.58 $\mu\text{m}$ （参考值：未知）；台阶高度：0.117 $\mu\text{m}$ （参考值：未知）。

2. 二维光栅：（图 1-2）



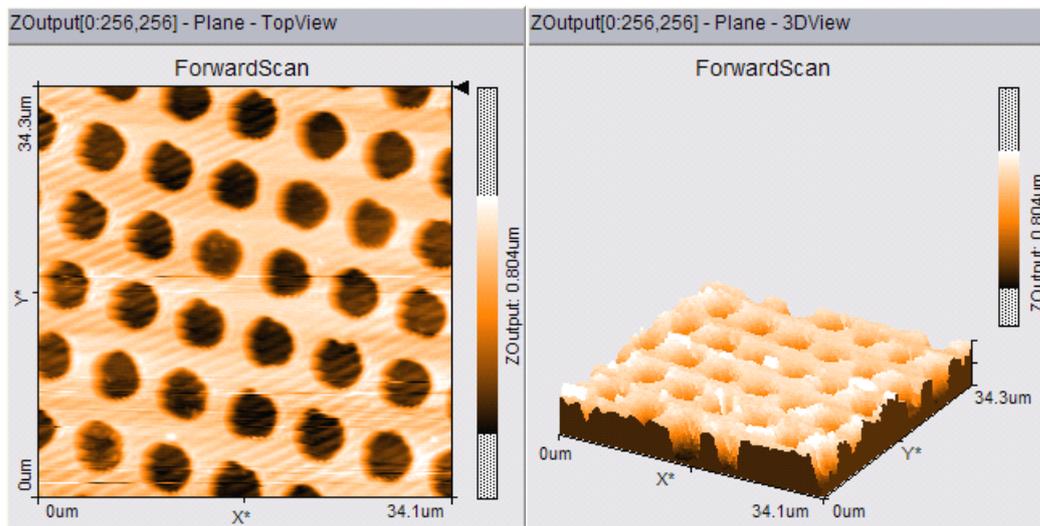
周期：1.53 $\mu\text{m}$ （参考值：1.667 $\pm$ 0.02 $\mu\text{m}$ ）；台阶高度：0.32 $\mu\text{m}$ （参考值：0.33 $\pm$ 0.02 $\mu\text{m}$ ）。

3. 一维样品：（图 1-3）



周期：0.266 $\mu\text{m}$ （参考值：0.278 $\pm$ 0.01 $\mu\text{m}$ ）；台阶高度：0.0407 $\mu\text{m}$ （参考值：0.05 $\pm$ 0.01 $\mu\text{m}$ ）。

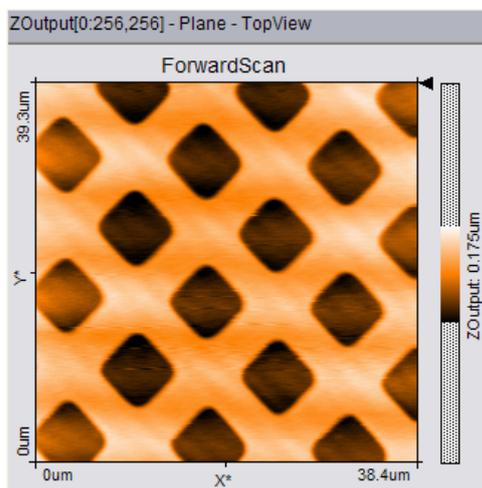
#### 4.周期圆孔：（图 1-4）



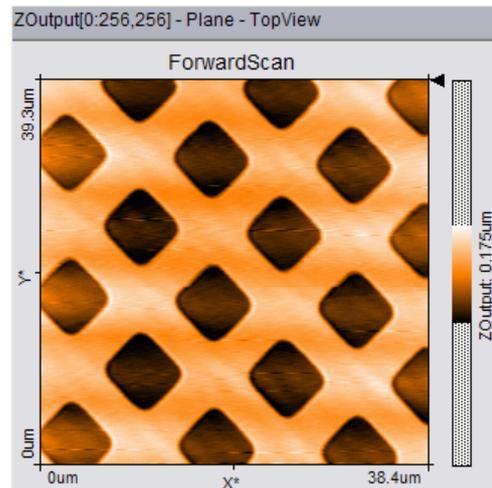
周期：5.85 $\mu\text{m}$ （参考值：未知）；台阶高度：0.547 $\mu\text{m}$ （参考值：未知）。

#### 第二次实验：

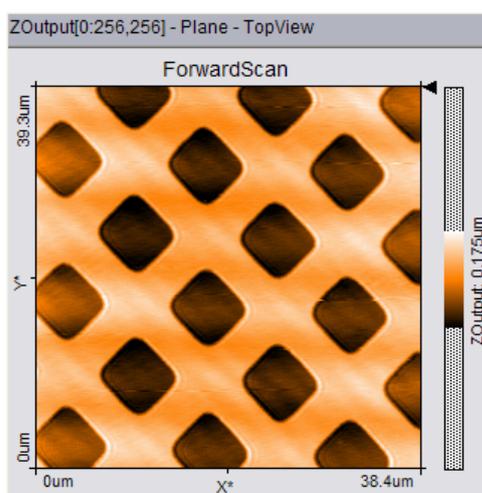
##### 1.I-Gain 对成像质量的影响：（P-Gain=10）



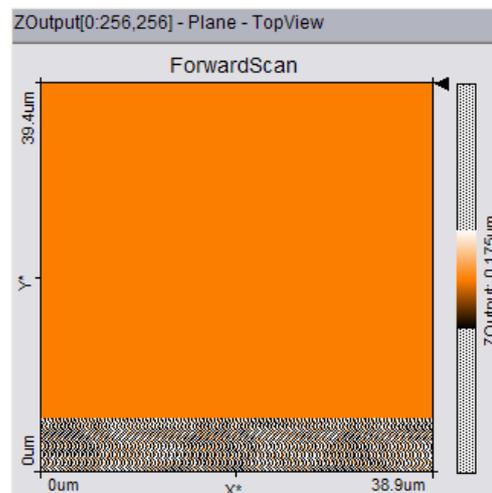
I-Gain=9（图 2-1）



I-Gain=10（图 2-2）

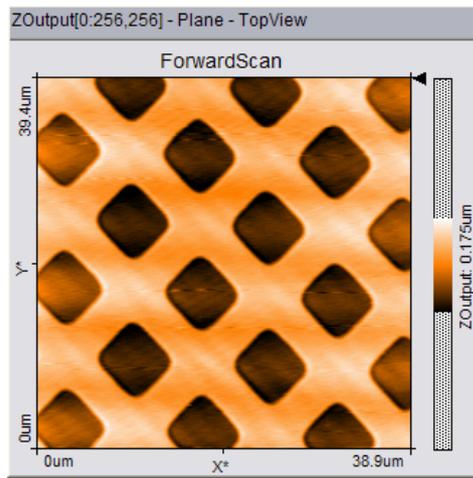


I-Gain=11（图 2-3）

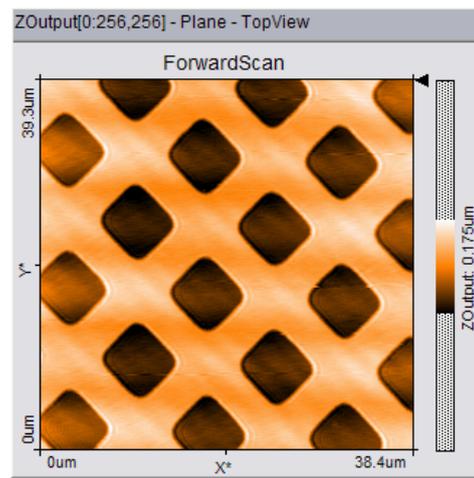


I-Gain=12（图 2-4）

## 2.P-Gain 对成像质量的影响: (I-Gain=10)

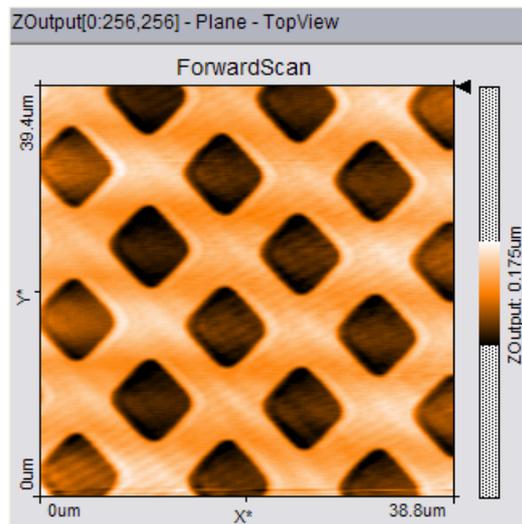


P-Gain=9 (图 2-5)

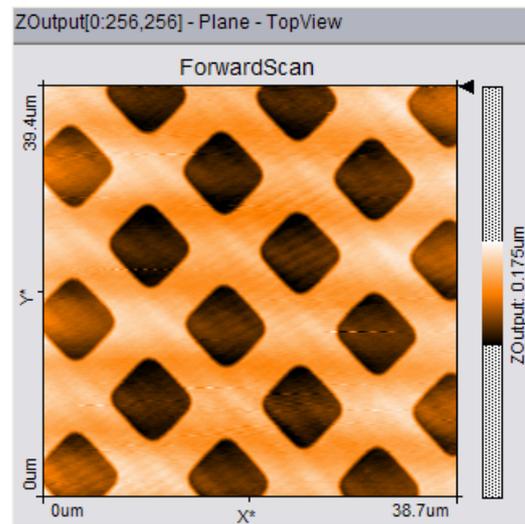


P-Gain=11 (图 2-6)

## 3.扫描速度对成像质量的影响:

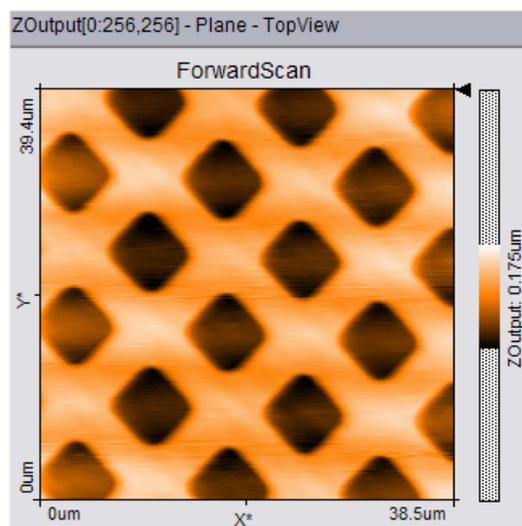


0.2s/line (图 2-7)

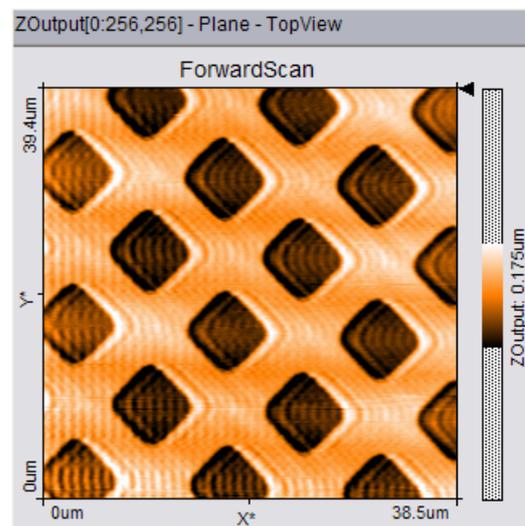


0.8s/line (图 2-8)

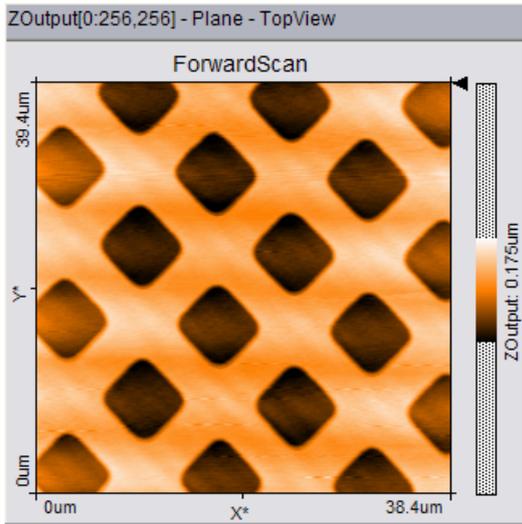
## 4.扫描速度与增益值的匹配:



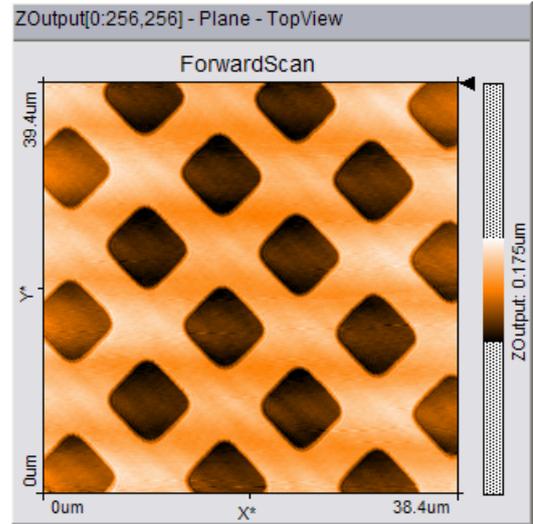
0.2s/line,I-Gain=9 (图 2-9)



0.2s/line,I-Gain=11 (图 2-10)



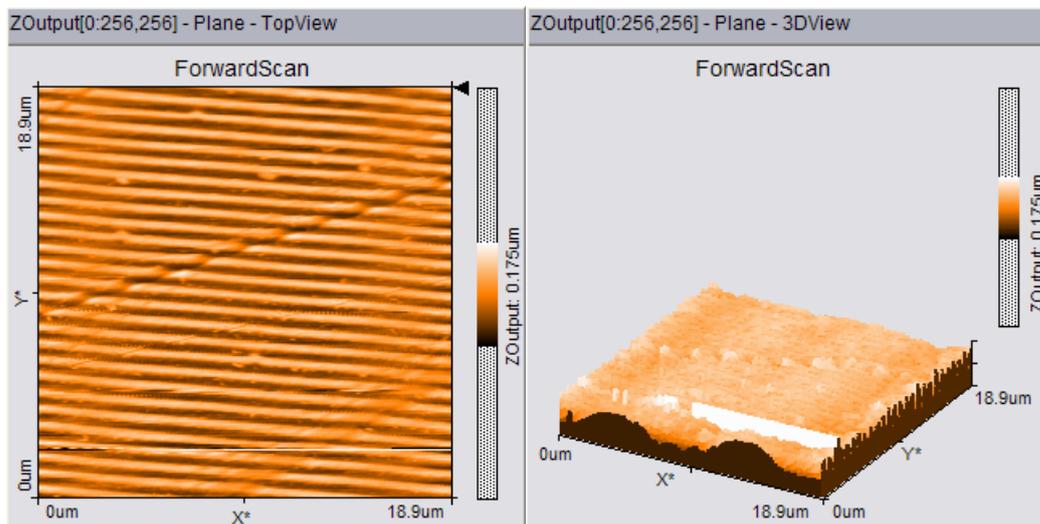
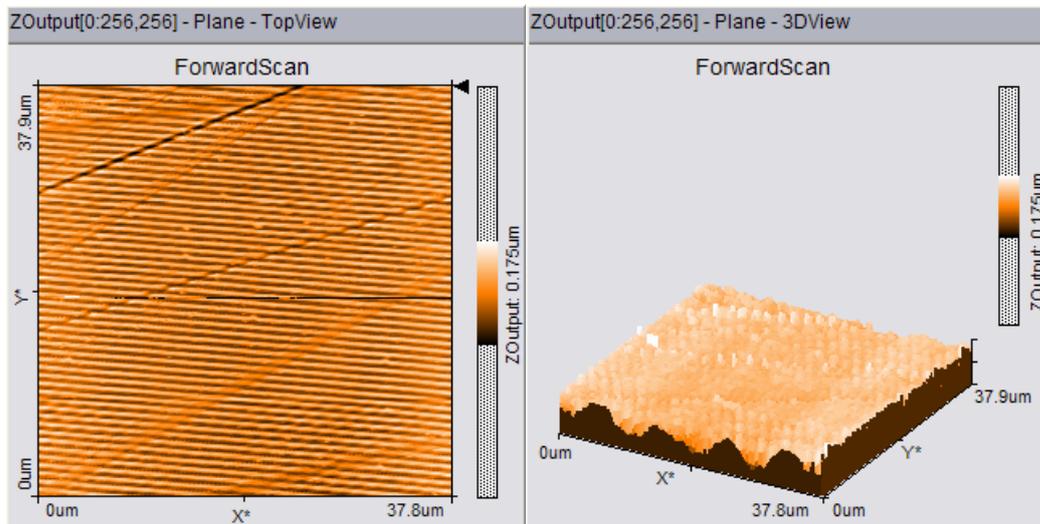
0.8s/line,I-Gain=9 (图 2-11)



0.8s/line,I-Gain=11 (图 2-12)

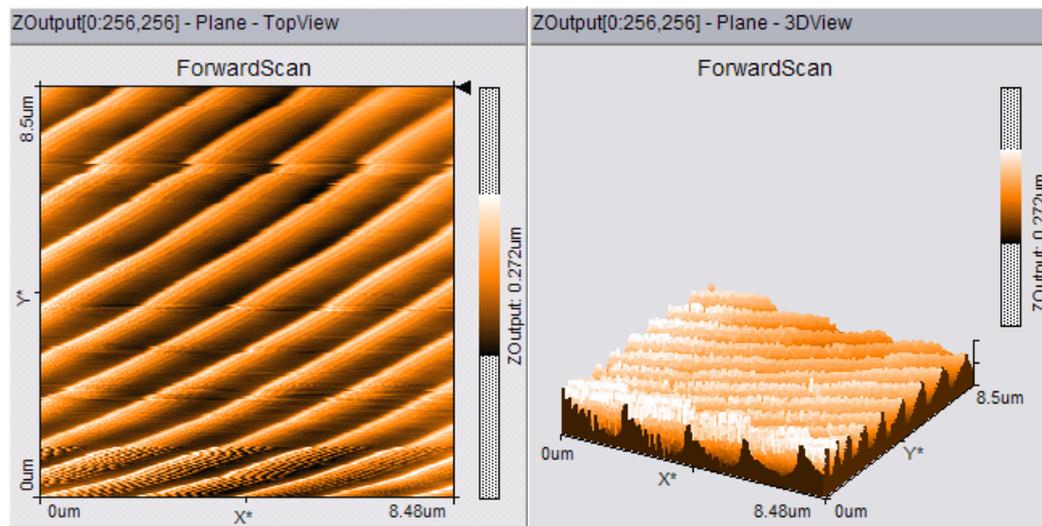
第三次实验:

1.DVD 光碟表面结构的扫描:

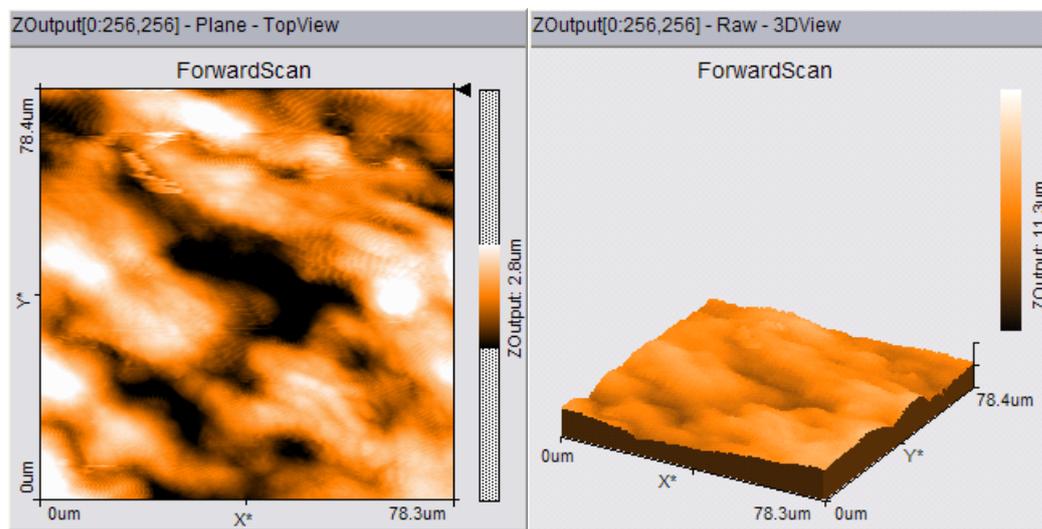


表面光轨间距: 0.76 $\mu$ m (参考值: 0.74 $\mu$ m)。

## 2. 胶带纸表面结构:



## 3. 树叶表面结构:



## 六. 讨论和总结:

### 1. AFM 的扫描控制系统。

#### 1) PID 控制原理简述:

PID 控制器（比例-积分-微分控制器）是由比例单元 P、积分单元 I 和微分单元 D 三部分组成的，通过  $K_p$ 、 $K_i$  和  $K_d$  三个参数来调节。（即 P-Gain、I-Gain 和 D-Gain）

PID 控制器把传感器收集到的数据和一个参考值（setpoint）进行比较，然后把误差用来计算新的输入值，这样就可以使系统稳定运行，达到自控的目的。

#### 2) PID 控制器三种纠正算法的具体含义:

##### 比例增益（P-Gain）:

测量当前（t 时刻）系统的状态和预定值（setpoint）的差值（即误差），然后乘以一个负常数  $K_p$ ，将得到的结果作为反馈值输入控制器。

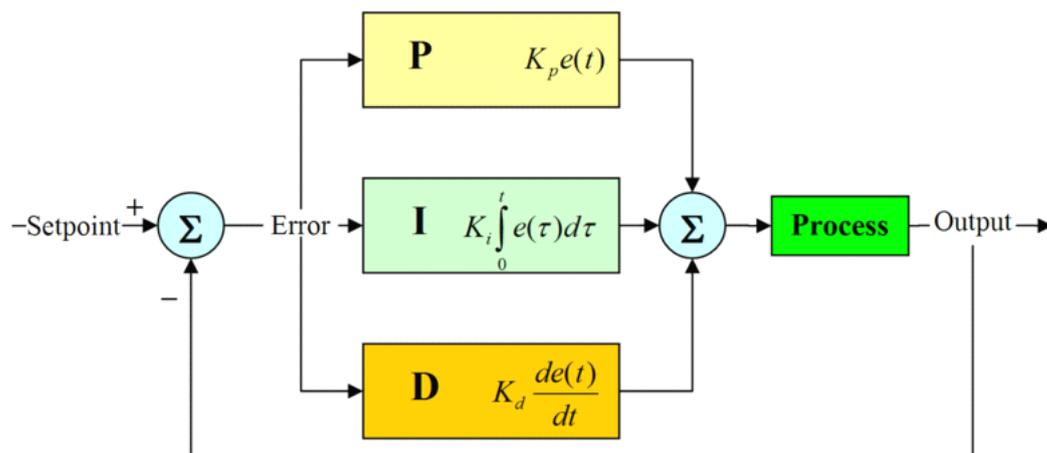
##### 积分增益（I-Gain）

将过去一段固定长度的时间  $\Delta t$  内的误差值对时间做积分，将积分值乘以一个负常数  $K_i$ ，将得到的结果作为反馈值输入控制器。

##### 微分增益（D-Gain）

计算误差随时间的变化率（一阶导数），将导数值乘以一个负常数  $K_d$ ，将结果作为反馈值输入控制器。

PID 控制器的示意图如下：

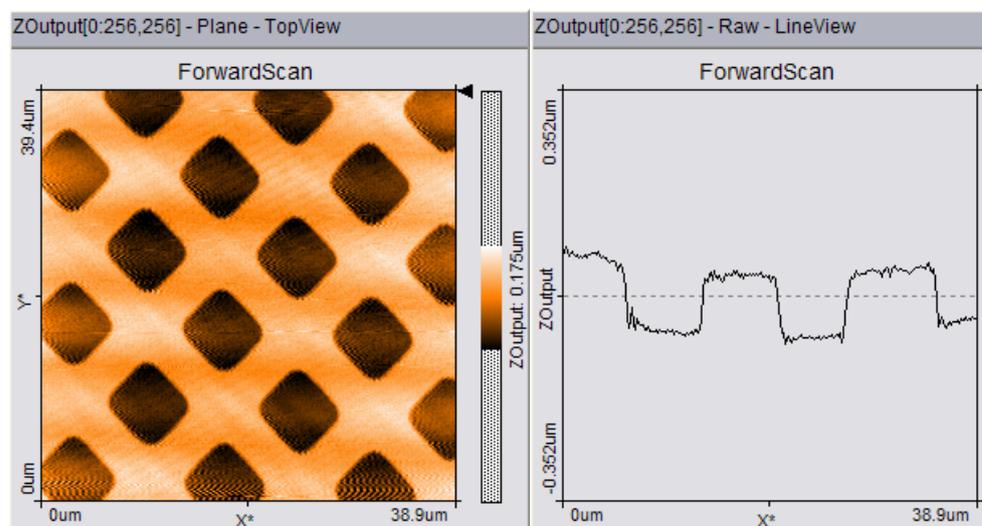


注：一些实际中的速度比较缓慢的系统可以不需要 **D-Gain** 部分，例如本实验中使用的 **AFM** 就只有 **P-Gain** 和 **I-Gain**。

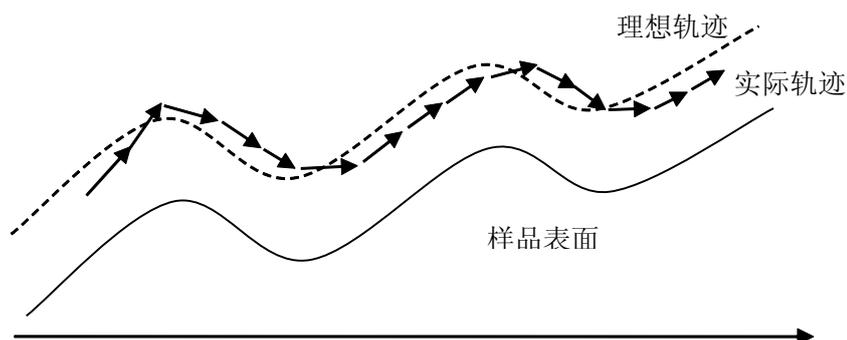
2.P-Gain 和 I-Gain 对 AFM 成像质量的影响：

1) P-Gain 对成像质量的影响：

在本实验中研究了 P-Gain 对成像质量的影响，结论是在一定的范围内，P-Gain 对图像的影响是比较小的，这可以从图 2-2、图 2-5 和图 2-6 三张图像的对比中看出。P-Gain=9 或 10 的时候，成像质量较好，没有明显的缺陷。只有当 P-Gain 达到 16 时，图像才出现了一些锯齿状波纹，如下图所示：

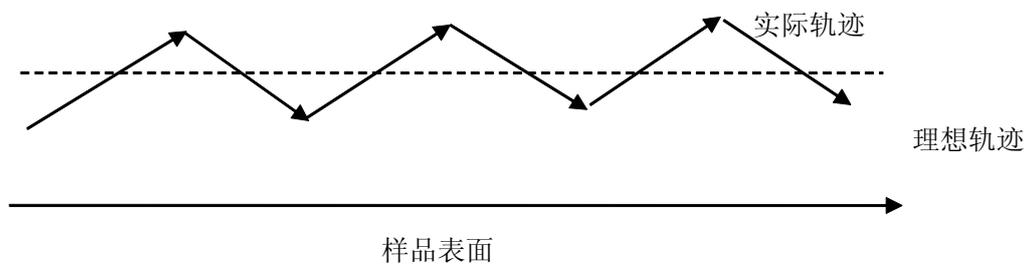


现在结合 P-Gain 的工作原理对锯齿状波纹产生的原因分析如下：



如上图所示，虚线代表针尖移动的理想轨迹（即与样品表面形貌一致，如果针尖沿着这条轨迹移动的话，其受力与 setpoint 值相等，保持恒定），带箭头的折线代表只有 P-Gain 的情况

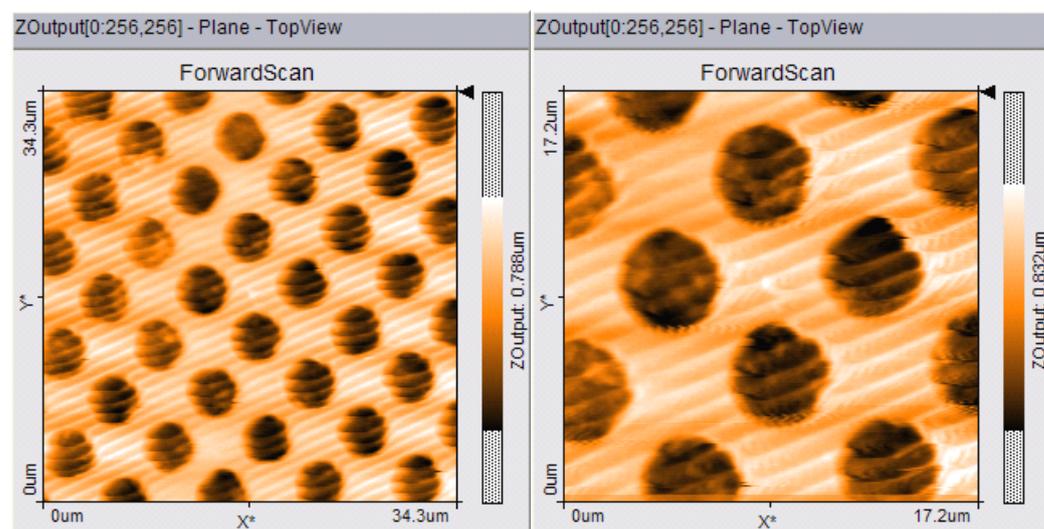
下针尖的实际行进轨迹，两者的差别越小，扫描得到的高度值越准确，得到的图像质量越高。但在实际的情况当中，两者之间肯定存在偏差，而偏差产生的主要原因就是反馈的迟滞效应，即针尖高度的调整总是比样品表面的高度变化慢一步。为了获取最佳的图像，必须适当地调节比例增益系数，使得系统的调整幅度和样品表面高度的变化幅度相适应。一般说来，当样品表面起伏较大时，应选取较大的 P-Gain 值，而当样品表面较为平坦时，P-Gain 值不宜过大。如果扫描比较平坦的样品（或样品比较平坦的部分时）P-Gain 过大，就有可能造成扫描图像中出现锯齿状波纹（如图 2-6），原因如下图所示：



由于增益信号过大，造成每次的高度调整都是“过度调整”，以至于本来没有起伏的样品表面在扫描图像中表现为起伏的形貌，产生假象。

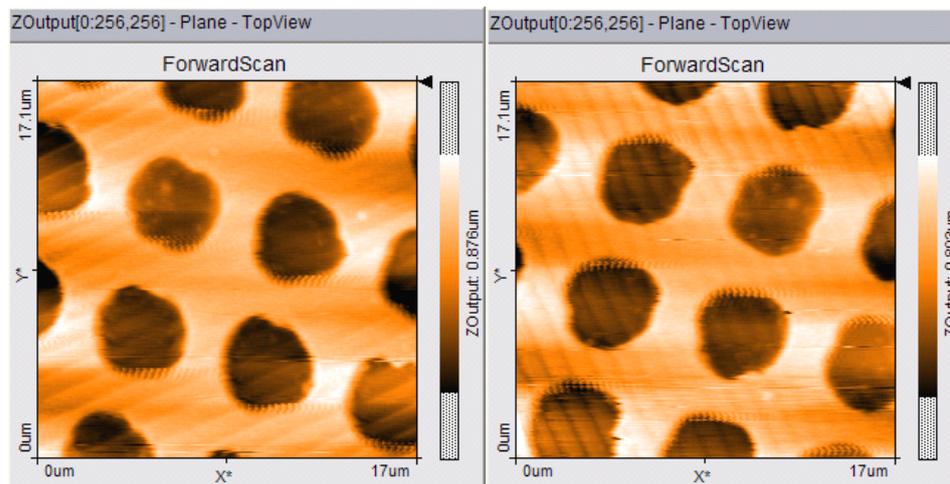
但是前面已经提到，P-Gain 值对图像质量的影响其实并不大，这是由系统的设定决定的，即  $K_p$  的可调范围其实是很小的，这样就防止了针尖的过度振荡。

除了由于 P-Gain 过大造成的锯齿状振荡以外，实验中还观察到另一种振荡波纹，见下图：



这是二维圆孔的图像中出现的波纹。右图是左图的局部放大，可以看出，波纹的尺寸也被等比例地放大了。经过估算发现，上面两张图中的波纹宽度和其他扫描图像中（如图 2-8）类似波纹的宽度基本吻合，说明所有这些波纹都有着相同的来源。

进一步研究发现，当将扫描方向旋转 90°时，波纹的方向也会相应地旋转 90°，如下所示：



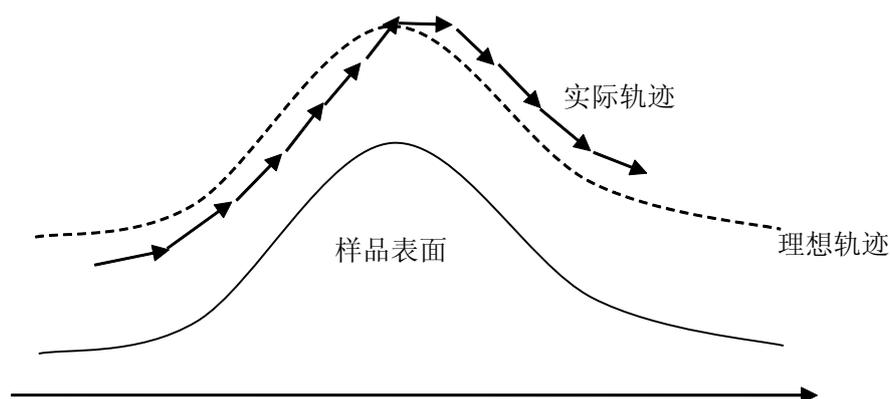
从这个现象可以看出，波纹的出现似乎和针尖的运动方式无关，就好像波纹是“粘附”在样品上一样。而另一方面，有迹象表明这种波纹的出现和 Gain 值的大小紧密相关。现将这种波纹的特征总结如下：

- ① 波纹来自一种扫描中真实的振荡，而非信号噪声。
- ② 波纹方向与扫描方向是绑定的。
- ③ 波纹有着固定的空间周期，与扫描速度和增益值无关。

虽然根据已经观察到的现象还无法推断出这种波纹振荡的来源，但可以肯定的是，如果可以找到消除这种波纹的办法的话，必将大大改善 AFM 的成像质量。

## 2)I-Gain 对成像质量的影响：

虽然 P-Gain 可以根据样品表面的高低起伏自动调节针尖的高度，使针尖的运行轨迹和样品表面的形貌变化趋于一致，但可以证明，P-Gain 有其固有的局限性，使得在某些情况下，一个只有 P-Gain 的系统可能会存在始终无法消除的系统误差，其原因如下图所示：



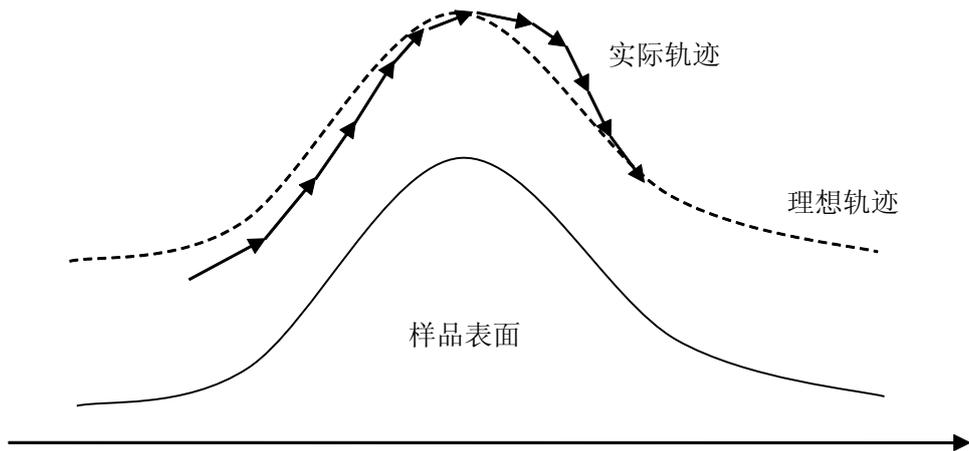
当样品表面起伏较大时，即使 P-Gain 的值取得恰到好处，使得针尖的实际轨迹和理想轨迹的走势基本一致，两者也可能并不重合，而是存在一个固有的偏差。究其本质，是因为 P-Gain 只与当前点的误差值有关，而不管之前扫过的各点的误差情况，即 P-Gain 是与历史无关的，无法根据“前车之鉴”调整自己的行为。这个特点有反馈调节的迟滞效应相结合，就造成了系统误差。

为了弥补这个缺陷，必须将误差的历史考虑在内，即引入 I-Gain 机制。

前面已经提到，I-Gain 的形式为：

$$I = K_i \int_0^t e(\tau) d\tau$$

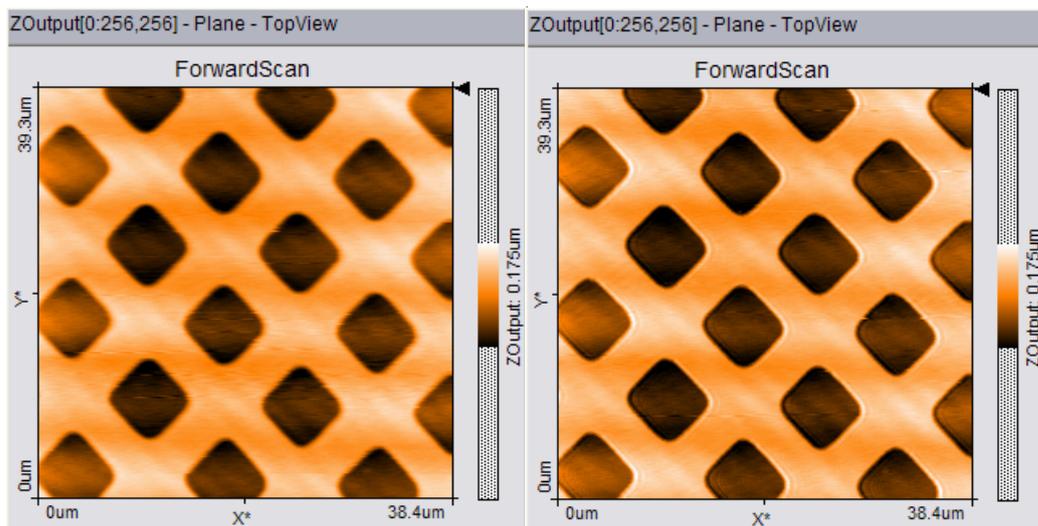
其中  $K_i$  为积分增益系数，即 AFM 中的 I-Gain 参数； $\Delta t = t - 0$  为一个固定的积分时间长度，是系统的内部参数，它决定了将多长时间间隔内的误差考虑在内； $e(\tau)$  是误差值，对 AFM 来说就是  $\tau$  时刻针尖的实际位置与理想位置的差值。引入了积分增益之后，系统就可以将一定时间间隔之内的总误差反馈给调节装置，使其除了比例调节以外还有一个附加的修正，以逐步减小之前一段时间内积累起来的系统误差。其过程如下所示：



实验中发现，成像质量受 I-Gain 值的影响是很大的。具体地说，若 I-Gain 值过小，会造成图像模糊，而 I-Gain 过大则会造成严重的振荡失真，下面将分别加以讨论：

① I-Gain 值过小：

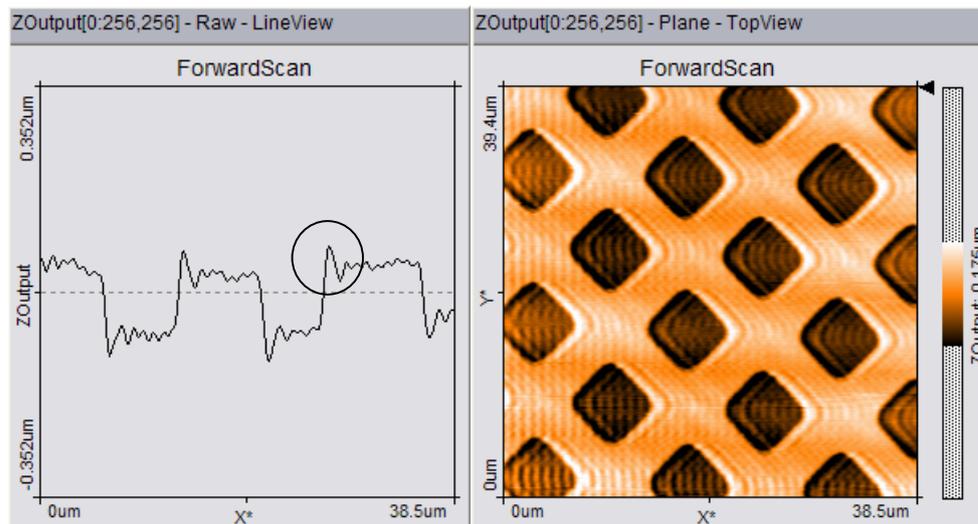
此时系统对累计误差的调节就会很不到位或很不及时，以至于样品表面的细节不能得到体现。下面是 I-Gain=9 和 11 时的图像对比：



从上图可以看出，I-Gain 较小时，样品表面的一些细节被明显地钝化了，这就造成了图像的模糊。如前所述，这是因为调节的力度不够，使得针尖轨迹的误差无法被及时消除，造成失真。

② I-Gain 过大：

若 I-Gain 过大，则系统对误差的积累过于敏感，以至于经常作出过度的调节，使得针尖的运动轨迹经常在理想轨迹附近反复振荡。见下图：



注意到左图中当信号从下凹处变化到上凸处时会出现一个突出的尖峰，这是因为针尖在“爬坡”时积累了大量的负向误差，在高 I-Gain 的作用下输出了很大的正向调节信号，造成过度调节。表现在成像上，则会产生“拖影”的现象，即图像在低亮区域（下凹部分）和高亮区域（上凸部分）的交界处产生重影，如上面右图所示。

### 3)小结:

综上所述，为了获得最佳的成像质量，必须将 P-Gain 和 I-Gain 的值限制在一定的范围之内，既不能太小也不能太大，而具体的设置则应该考虑到样品表面的形貌特征。一般说来，如果样品表面凹凸不平，起伏较大，则 Gain 值应该调大些，使得针尖位置的调节可以跟得上样品表面的变化。

### 3.增益值与扫描速度的配合:

简单地讲，增益值与扫描速度的配合应遵循以下原则:

扫描速度快时增益值应较大，反之则增益值应较小。这里的原因很好理解，即当扫描速度较快时，应加大调节的力度，使得针尖能够跟得上样品表面快速的起伏；反之则不需要太大的调节力度，不然可能会出现过度调节，造成针尖的振荡。

然而在实际的实验当中，通过分别对低速小增益、低速大增益、高速小增益和高速大增益四种情况下对同一样品的扫描图像进行比较发现，较大的增益在高速扫描时无法取得预期的效果，反而会产生较大的振荡，使得图像严重失真。（见前面图 2-10）

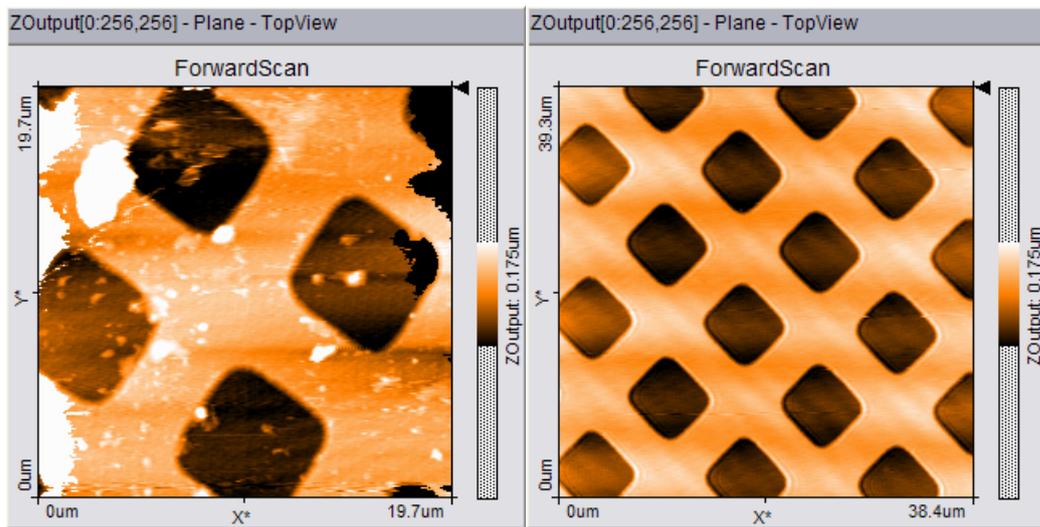
经过分析发现，高速高增益时产生振荡的原因仍然是误差的过度积累。前面已提到，I-Gain 信号的大小由一个固定时间间隔  $\Delta t$  内的累计误差决定，设扫描速度为  $v$ ，则  $\Delta t$  时间内针尖走过的距离为  $\Delta s = v \Delta t$ ，在  $\Delta s$  内积累的误差应正比于  $\Delta s$ ，所以它也正比于  $v$ ，由此可知，扫描速度越快，误差积累的速度也越快，如果结合较大的增益值，就产生了振荡。

综上所述，在实验中应尽量避免使用高速扫描，一般应该把扫描时间设置在 0.5s/line 以上比较合适，此时 I-Gain 值应该设为 10~11。

## 七. 注意事项:

1.保证样品表面的清洁。

这一点很重要，下图是没清洗过和清洗过的样品的扫描图像的对比:

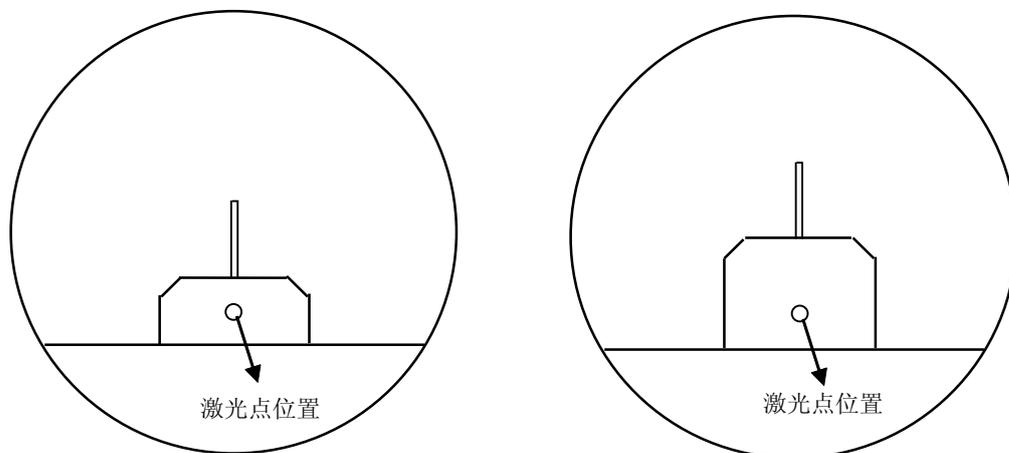


## 2.防止针尖损坏。

AFM 的针尖是整个仪器最脆弱的部分，一碰即断，所以应该防止一切物体与针尖直接接触。实验过程中针尖容易损坏的环节主要有两个，一是安装针尖的时候，二是进针的时候。

对于第一种情况，一定要慎之又慎。如果是第一次安装，可以先用废针尖进行适当的练习；已经安装好的针尖最好不要取下来，以避免再次安装带来的风险；另外，在对针尖进行操作前一定要扣上遮光罩，以防针尖掉入扫描头的缝隙中。

对于第二种情况，主要是在进针的过程中一定要用肉眼通过扫描头上的放大镜对针尖的位置进行观察，一旦发现针尖离样品的距离过近或发生接触，必须立即停止进针。如果安装针尖的位置不当，就有可能造成进针时针尖与样品发生接触，见下图：



上面左图是正常的情况，右图是针尖伸出过长的情况。如果针尖伸出过长，虽然 PSD 仍可接收到信号，SENSOR 指示灯显示为绿，但实际上由于杠杆效应，针尖需要受到很大的力（远大于 setpoint）才能在其根部产生足够的形变使控制器停止调整，而此时针尖可能早已和样品直接接触。这时如果不及时撤针，而是任由系统自动开始扫描的话，不但得不到任何图像，反而很可能使针尖折断，这一点需特别注意！

### 附：Technical Data

The specifications given here are typical values of the Nanosurf products. The exact specifications vary somewhat from instrument to instrument, and are given on the calibration certificate delivered with the instrument.

### Scan range and resolution

Maximum X-Y-Scan range 60-80  $\mu\text{m}$

Maximum Z-range 20  $\mu\text{m}$

Drive resolution XY 1.7 nm

Drive resolution is calculated by dividing the scan range over 16 bits.

### **Common Scanner Features**

Tripod stand alone design

Automatic approach range : 5 mm

Max. approach speed : 0.1 mm/s

Sample size : Unlimited

Sample observation optics : Dual lens system (top view / side view)

Optical magnification : top x12, side x10

Field of view : top 4x4 mm, side 3x5 mm

Sample illumination : LEDs

Alignment of cantilever : Automatic adjustment

Scan head weight: 350 g

### **easyScan electronics**

Max. scan speed: 1800 data points per second

feedback loop bandwidth: 3 kHz

Electronic weight: 2.5 kg

Power consumption: 25 VA

### **Compatible cantilevers**

Manufacturers: NanoSensors, NanoWorld

Static Force Modes: 0.2N/m, Type: CONTR

1.6N/m, Type: ZEILR

Available tips: Standard, SuperSharpSilicon,

HighAspectRatio, Diamond

Typical static load : 10nN

参考文献:

[1]AFM 操作指南 马进

[2]e-AFM Operating Instructions. Robert Sum, Pieter Van Schendel

[3]扫描探针显微技术理论与应用 彭昌盛等 化学工业出版社 2006