

实验 17 原子力显微镜实验(AFM)

引言

扫描隧道显微镜工作时检测针尖和样品之间隧道电流的变化,因此它只能直接观察导体和半导体的表面结构。而在研究非导电材料时必须在其表面覆盖一层导电膜。导电膜的存在往往掩盖了样品的表面结构的细节。为了弥补扫描隧道显微镜的这一不足,1986年 Binnig、Quate 和 Gerber 发明了第一台原子力显微镜(AFM)。

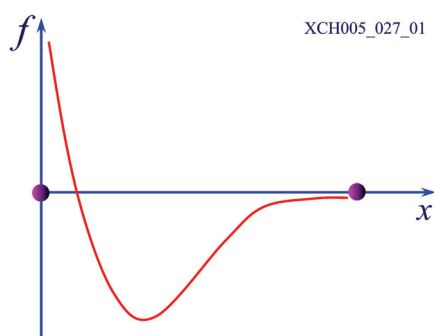
原子力显微镜是将一个对微弱力及敏感的微悬臂一端固定,另一端有一微小的针尖,针尖与样品的表面轻轻接触,由于针尖尖端原子与样品表面原子间存在及微弱的排斥力($10^{-8}\sim 10^{-6}\text{N}$),通过扫描时控制这种力的恒定,带有针尖的微悬臂将对应于针尖与样品表面原子间作用力的等位面而在垂直于样品的表面方向起伏运动。利用光学检测法和隧道电流检测法,可以测得微悬臂对应于扫描各点的位置变化,从而可以获得样品的表面形貌的信息。

实验目的

1. 学习和了解 AFM 的结构和原理;
2. 掌握 AFM 的操作和调试过程,并以之来观察样品的表面形貌;
3. 学习用计算机软件来处理原始数据图像。

实验原理

AFM 的基本原理与 STM 类似,在 AFM 中,对力敏感的易弯曲的悬臂上的尖端对样品表面作光栅式扫描。尖端与样品表面的相互作用力使得悬臂产生微小的弯曲,检测这种弯曲的信号并用作反馈。通过保持力的恒定,可以获得恒定力状态下的样品表面的形貌图像。相对于 STM 只能用于良导体和半导体材料的研究而言,AFM 既可用于导电样品,也可以用于非导电样品,因而 AFM 极大地扩展了应用范围,特别是应用于生物样品,可以进行活性的动态研究,几乎无需进行样品制备。



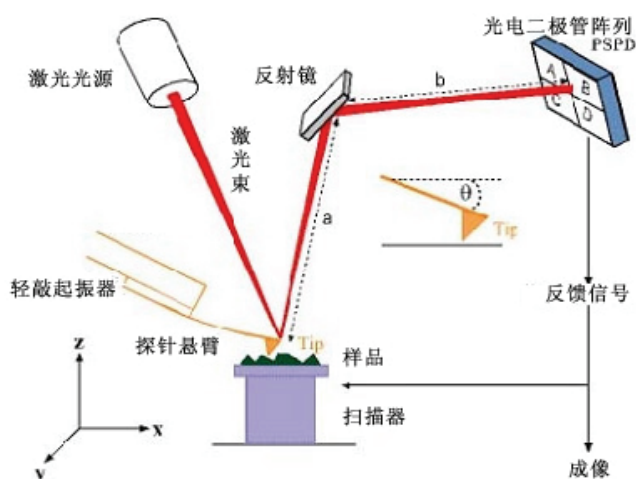
所谓原子力显微镜(AFM)就是利用原子间的作用力来达到观察目的的显微镜,如图 XCH005_027_01 所示的原子间作用力(注意:AFM 测量的力曲线与上图不同,前者测量的是针尖悬臂变形曲线)。原子间的力很小,如何才能灵敏地加以利用?人们通过计算发现,制造一个弹性系数小于原子之间的相关的量是很容易的。例如,结合在分子或晶格中的原子的振荡频率为 10^{12} 赫兹

或更高，原子的质量在 10^{-25} 千克左右，则原子之间的弹性系数为 10 N/m 的量级。而一片 4 mm 长 1 mm 宽的家用的铝箔的弹性系数约 1 N/m 。因此利用这类可敏感到 0.1 纳米的偏移量的弹性悬臂，人们可以获得原子级的形貌图像。而且所利用的这种力也不至于大到将原子离开它原来所在的位置，这就是原子力显微镜的物理基础。

针尖和样品表面的相互作用转化为电子学信号，由显微镜的控制电子学系统来处理。对 STM，相互作用即是自身的隧道电流，因此只要简单地用低噪声的放大器来扩增信号。其他的 SPM 技术需要一个将相互作用转换为电信号的转换器。在 AFM 里，转换器是一个灵敏的弹性悬臂和位移敏感监测器(PSD: 四象限接收器)，其中弹性悬臂长约 $100 \mu\text{m} \sim 200 \mu\text{m}$ ，针尖安装在悬臂的自由端，针尖和样品之间的任何相互作用力都会导致悬臂的弯曲，这种弯曲可用光学方法检测，当弯曲很小时，它与力成正比。商业化提供的悬臂具有的弹性系数的典型值为 $0.1 \sim 100 \text{ N/m}$ 。

1. AFM 微悬臂弯曲的检测方法

探测悬臂的微偏转,曾开发出许多不同的方法,如:真空隧道,机械共振,光学干涉,以及光束偏转等。现在通用的方法是光束偏转法，如下图所示。



按照针尖和样品间作用力以及检测方式的不同，AFM 可以分为接触模式(CAFM)和非接触模式(NCAFM)、轻敲模式(TAFM)。

对于 CAFM 可以简单的理解为瞎子摸象，同时记录压电陶瓷的抬起和下降的高度，记录这些数据，即可得到样品的形貌图。当然，这也要压电陶瓷的抬起和下降主要是靠反馈系统的调节。但是，由于针尖很尖，对于样品的局部压强会很大，因此很容易造成样品破碎，同时针尖也极易损坏。故限制了它的发展。

对于 TAFM 模式，在悬臂座上加个激振片使针尖达到共振状态。由于共振对阻尼极其敏感，使针尖的振动能量很容易衰减，通过检测衰减的振动能量值来检测样品的表面形貌。

对于激光的选择，我们选用的聚焦光束。主要原因：一方面，保证光强，另一方面，由于四象限接收器对几个毫米的光斑比较敏感，而悬臂梁的宽度只有几十微米。

2. 接触模式成像技术

理想的实验条件下，譬如在高真空下，当针尖接近样品表面的时候，当针尖和样品的距离接近于几十个埃的时候，范德瓦耳力就开始作用于针尖，在几个埃的时候，他们之间开始有相互排斥力。

在常温常压下，样品表面和针尖表面都会吸附一层水膜，当针尖逼近样品表面的时候，毛细管力开始作用于他们之间，样品表面的水膜会将针尖吸到样品上，使他们之间的作用力达到平衡。

在样品和针尖之间的弹性作用会经常出现，这些作用力可以是吸引力，也可以是排斥力，范德瓦耳力是吸引力，毛细管作用，静电力和排斥力同时作用于针尖和样品接触的这一点上，而且这些力和变形的悬臂互相作用达到平衡。

在接触模式的扫描过程中，针尖和样品之间的作用力是排斥的作用力，在扫描的过程当中，同时可以获得测试样品的其他一些性能。譬如，如果针尖是导电的，那么样品的电阻也是可以测得的；如果扫描的时候，扫描方向是垂直于悬臂的 x 轴方向，那么样品和针尖之间的摩擦力回引起悬臂的扭曲，通过测试悬臂的扭曲，就可以测得样品表面的摩擦力分布的情况。

在接触模式中，扫描过程中悬臂的偏转反映了样品加载于针尖上的排斥力，根据虎克定律，排斥力 F 和悬臂的偏转值 x 的关系为：

$$f = -kx$$

其中 k 是悬臂的弹性系数。不同的悬臂的弹性系数为 0.01 到几个 N/M。

3. 轻敲模式成像技术

轻敲模式是介于接触模式和非接触模式之间的成像技术，共振对阻尼敏感的特性。轻敲模式的出现使得 AFM 仪器的应用扩展到更为宽广的领域和上升到一个更高的层次。

在扫描过程中，探针的微悬臂是振荡的(振幅大于 20 nm)，针尖在振荡过程中间断地与样品接触。由于针尖同样品接触，分辨率通常几乎同接触模式一样好，但因为接触是非常短暂的，因此横向的剪切力引起的对样品的破坏几乎完全消失，克服了常规接触扫描模式的局限性。

轻敲模式在大气中成像，是利用压电晶体在微悬臂共振频率附近驱动微悬臂振荡。当针尖不与表面接触时，微悬臂是高振幅“自由”振荡的，轻敲模式 AFM，由微悬臂反馈的光信号由一个四象限光电二级管的接收器接收，可以转换为电压模式。当振荡的针尖移近样品表面，它会受到样品表面的相互作用力或轻轻接触表面，这时由于微悬臂受到针尖和样品之间相互作用力的阻尼作用，其振幅将减少；反馈系统根据四象限位置灵敏探测器测量到这个振幅，通过调整针尖和样品间距来控制微悬臂振幅，使作用在样品上的力恒定，从而得到样品的表面形貌。轻敲模式 AFM 针尖和样品间的作用力通常为 $10^{-8} \sim 10^{-12}$ N。它可以对相对柔软、易脆和粘附性较强的样品成像，并对它们不产生破坏。经过反复的实验和测试，轻敲模式 AFM 通过使用不同型号的针尖，可以在常温常压下适用于绝大多数样品的测试。

实验内容和步骤

1. 调光和寻共振峰

打开原子光路调整，关闭“自动扫描”和“起振”选项。

- 1) 粗调探测头部上方两个旋钮，让激光光斑大约打在基座上。
- 2) 调探测头部上方某个旋钮，让光斑打在悬臂范围内。再调节另一旋钮，同方向移动看四象限接收器上是否有三个亮斑。通常选择中间亮斑进行调节。另外调节光斑使其移动到悬臂尖端，然后回调两旋钮使得亮斑最为光亮圆润。
- 3) 调节探测头部侧面两个旋钮，通过软件调节使光斑基本打在四象限接收器中间。
- 4) 将“自动扫描”和“起振”选项勾上，进行扫频操作。
- 5) 寻峰的目的主要是选择可以使悬臂达到共振状态的激振频率，使悬臂达到共振状态来实现扫描。

2. 接触模式测试样品

- 1) 放针尖，把针尖架插入探头
- 2) 制备样品：用镊子操作，注意不要让镊子碰到样品表面；样品检查：表面不能有明显沾污和灰尘。
- 3) 打开计算机、开启控制箱电源，放样品到载物台。打开软件，切换到在线工作模式(此时仪器会自动识别当前针尖类型，软硬件自动切换到相应工作模式，头部液晶屏也会立即显示出当前工作模式)，如果此时想切换 XY、Z 的大小扫描范围的话，可以点击“新马达趋近”插件，选择好相应的扫描范围，关闭主程序，再切换到在线工作模式。

详细操作参考《仪器使用说明》!

3. 轻敲模式测试样品

操作步骤与接触模式测试样品类似。

AFM 操作流程如图(XCH005_051_06)实线箭头表示。

