

南京大学物理系实验报告

题目 实验 10.5 原子力显微镜

姓名 朱瑛莹

2014 年 3 月 14 日

学号 111120230

一、 引言

以光学显微镜、电子显微镜、扫描隧道显微镜为代表的一系列先进显微技术的出现与应用,为人类科技和社会进步做出了巨大贡献。1986年,IBM公司的 G.Binnig 和斯坦福大学的 C.F.Quate 及 C. Gerber 合作发明的原子力显微镜 (Atomic Force Microscope, AFM)[1]更是突出地显现了显微观测技术作为人类视觉感官功能的延伸与增强的重要性,它是在扫描隧道显微镜基础上为观察非导电物质经改进而发展起来的分子和原子级显微工具。对比于现有的其它显微工具,原子力显微镜以其高分辨、制样简单、操作易行等特点而备受关注,并已在生命科学、材料科学等领域发挥了重大作用,极大地推动了纳米科技的发展,促使人类进入了纳米时代。

二、 实验目的

1. 了解原子力显微镜的工作原理。
2. 初步掌握用原子力显微镜进行表面观测的方法。

三、 实验原理

1.AFM

(1) AFM 的工作原理

在 AFM 中用一个安装在对微弱力极敏感的微悬臂上的极细探针。当探针与样品接触时,由于它们原子之间存在极微弱的作用力(吸引或排斥力),引起微悬臂偏转。扫描时控制这种作用力恒定,带针尖的微悬臂将对应于原子间作用力的等位面,在垂直于样品表面方向上起伏运动,因而会使反射光的位置改变而造成偏移量,通过光电检测系统(通常利用光学、电容或隧道电流方法)对微悬臂的偏转进行扫描,测得微悬臂对应于扫描各点的位置变化,此时激光检测器会记录此偏移量,也会把此时的信号给反馈系统,以利于系统做适当的调整。将信号放大与转换从而得到样品表面原子级的三维立体形貌图像。

AFM 的核心部件是力的传感器件,包括微悬臂 (Cantilever) 和固定于其一端的针尖。根据物理学原理,施加到 Cantilever 末端力的表达式为:

$$F = K Z$$

Z 表示针尖相对于试样间的距离, K 为 Cantilever 的弹性系数,力的变化均可以通过 Cantilever 被检测。

(2) AFM 关键部位:

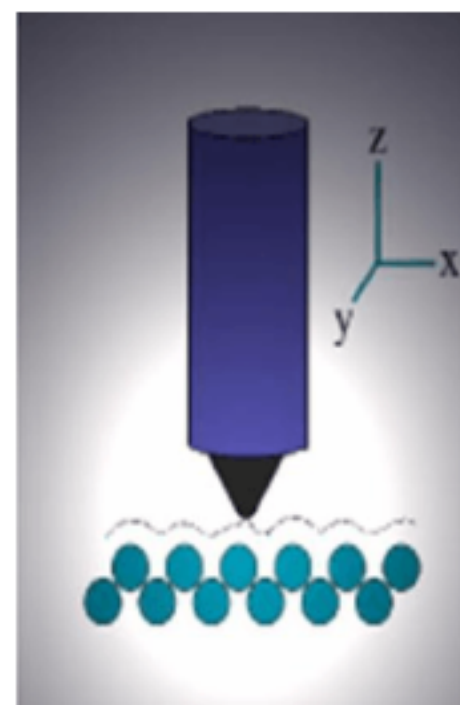
AFM 关键部份是力敏感元件和力敏感检测装置。所以微悬臂和针尖是

决定 AFM 灵敏度的核心。为了能够准确地反映出样品表面与针尖之间微弱的相互作用力的变化,得到更真实的样品表面形貌,提高 AFM 的灵敏度,微悬臂的设计通常要求满足下述条件: 较低的力学弹性系数,使很小的力就可以产生可观测的位移; 较高的力学共振频率; 高的横向刚性,针尖与样品表面的摩擦不会使它发生弯曲; 微悬臂长度尽可能短; 微悬臂带有能够通过光学、电容或隧道电流方法检测其动态位移的镜子或电极; 针尖尽可能尖锐。

(3) AFM 的针尖技术

探针是 AFM 的核心部件。如右图。

目前,一般的探针式表面形貌测量仪垂直分辨率已达到 0.1 nm,因此足以检测出物质表面的微观形貌。普通的 AFM 探针材料是硅、氧化硅或氮化硅(Si_3N_4)其最小曲率半径可达 10 nm。由于可能存在“扩宽效应”,针尖技术的发展在 AFM 中非常重要。探针针尖的几何物理特性制约着针尖的敏感性及其样品图像的空间分辨率。因此针尖技术的发展有赖于对针尖进行能动的、功能化的分子水平的设计。只有设计出更尖锐、更功能化的探针,改善 AFM 的力调制成像 (force modulation imaging) 技术和相位成像 (phase imaging) 技术的成像环境,同时改进被测样品的制备方法,才能真正地提高样品表面形貌图像的质量。



(4) AFM 的工作模式

AFM 有三种不同的工作模式: 接触模式 (contact mode)、非接触模式 (noncontact mode) 和共振模式或轻敲模式 (Tapping Mode)。

接触模式

接触模式包括恒力模式 (constant force mode) 和恒高 (constant height mode)。在恒力模式中通过反馈线圈调节微悬臂的偏转程度不变,从而保证样品与针尖之间的作用力恒定,当沿 x、y 方向扫描时,记录 Z 方向上扫描器的移动情况来得到样品的表面轮廓形貌图像。这种模式由于可以通过改变样品的上下高度来调节针尖与样品表面之间的距离,这样样品的高度值较准确,适用于物质的表面分析。在恒高模式中,保持样品与针尖的相对高度不变,直接测量出微悬臂的偏转情况,即扫描器在 z 方向上的移动情况来获得图像。这种模式对样品高度的变化较为敏感,可实现样品的快速扫描,适用于分子、原子的图像的观察。接触模式的特点是探针与样品表面紧密接触并在表面上滑动。针尖与样品之间的相互作用力是两者相接触原子间的排斥力,约为 $10^{-8} \sim 10^{-11}\text{N}$ 。接触模式通常就是靠这种排斥力来获得稳定、高分辨样品表面形貌图像。但由于针尖在样品表面上滑动及样品表面与针尖的粘附力,可能使得针尖受到损害,样品产生变形,故对不易变形的低弹性样品存在缺点。

非接触模式

非接触模式是探针针尖始终不与样品表面接触,在样品表面上方 5~20 nm 距离内扫描。针尖与样品之间的距离是通过保持微悬臂共振频率或振幅恒定来控制的。在这种模式中,样品与针尖之间的相互作用力是吸引力——

—范德华力。由于吸引力小于排斥力，故灵敏度比接触模式高，但分辨率比接触式低。非接触模式不适用于在液体中成像。

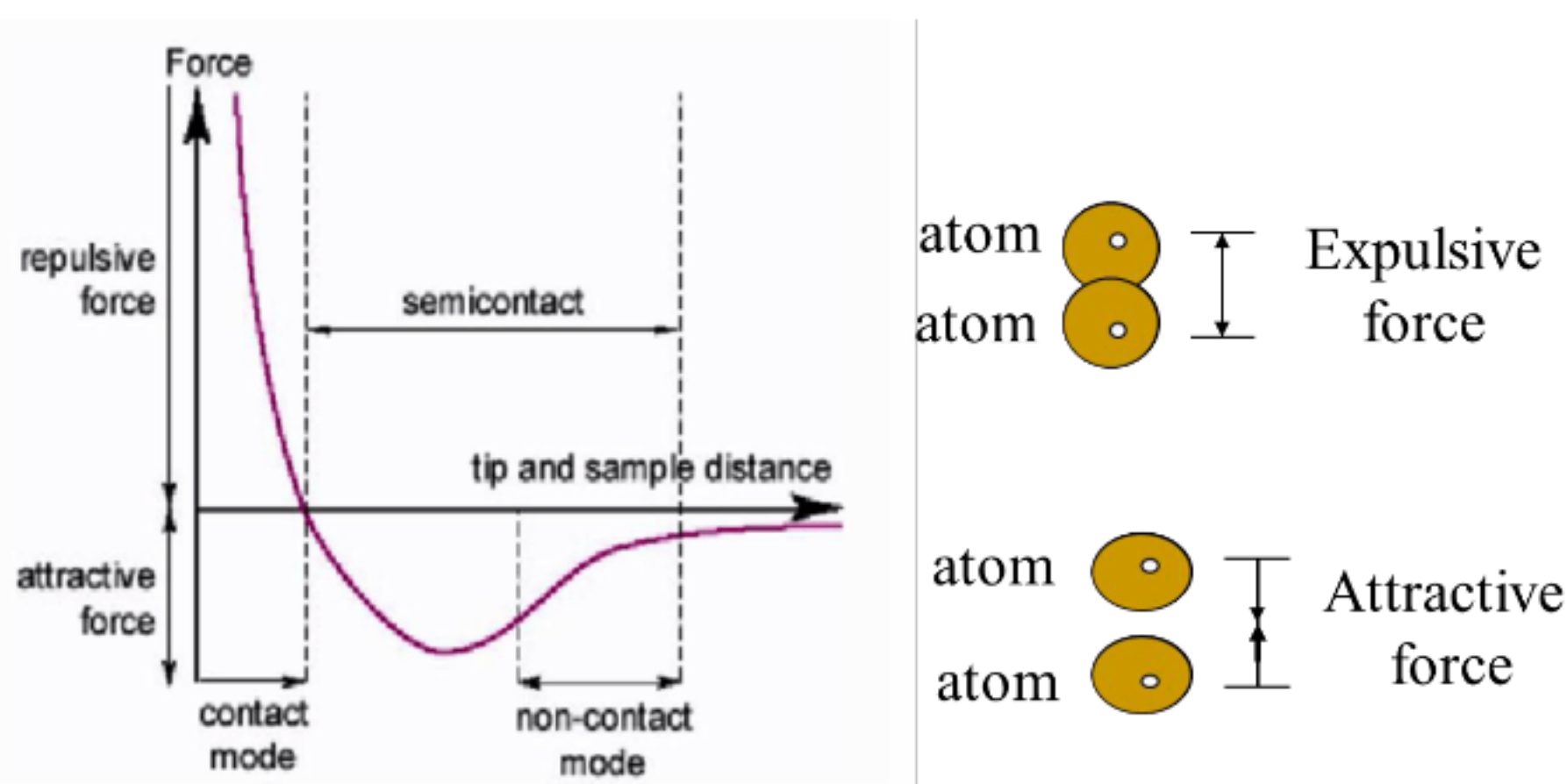
轻敲模式

在轻敲模式中，通过调制压电陶瓷驱动器使带针尖的微悬臂以某一高频的共振频率和 $0.01 \sim 1 \text{ nm}$ 的振幅在 Z 方向上共振，而微悬臂的共振频率可通过氟化橡胶减振器来改变。同时反馈系统通过调整样品与针尖间距来控制微悬臂振幅与相位，记录样品的上下移动情况，即在 Z 方向上扫描器的移动情况来获得图像。由于微悬臂的高频振动，使得针尖与样品之间频繁接触的时间相当短，针尖与样品可以接触，也可以不接触，且有足够的振幅来克服样品与针尖之间的粘附力。因此适用于柔软、易脆和粘附性较强的样品，且不对它们产生破坏。这种模式在聚合物聚合物的结构研究和生物大分子的结构研究中应用广泛。

(5) AFM中针尖与样品之间的作用力

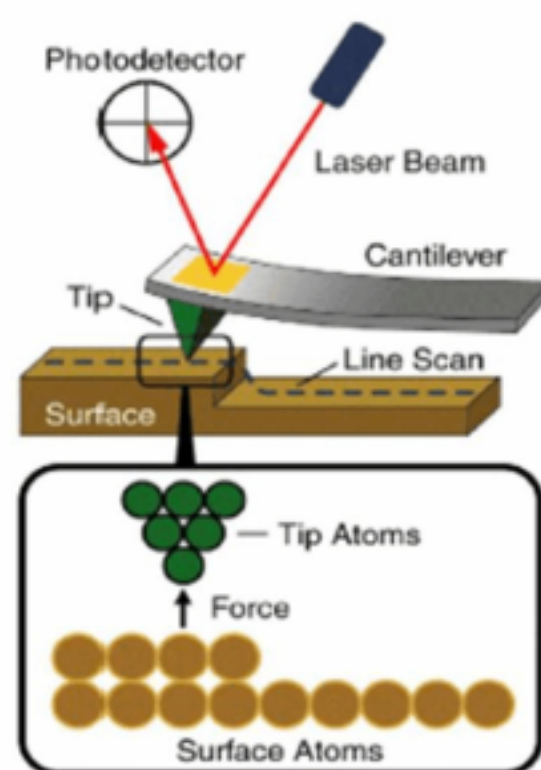
AFM检测的是微悬臂的偏移量，而此偏移量取决于样品与探针之间的相互作用力。其相互作用力主要是针尖最后一个原子和样品表面附近最后一个原子之间的作用力。

当探针与样品之间的距离 d 较大(大于 5 nm) 时,它们之间的相互作用力表现为范德华力 (Van der Waals forces)。可假设针尖是球状的,样品表面是平面的,则范德华力随 $1/d^2$ 变化。如果探针与样品表面相接触或它们之间的间距 d 小于 0.3 nm ,则探针与样品之间的力表现为排斥力 (Pauli exclusion forces)。这种排斥力与 $1/d^{13}$ 成反比变化,比范德华力随 d 的变化大得多。探针与样品之间的相互作用力约为 $10^{-6} \sim 10^{-9} \text{ N}$,在如此小的力作用下,探针可以探测原子,而不损坏样品表面的结构细节。



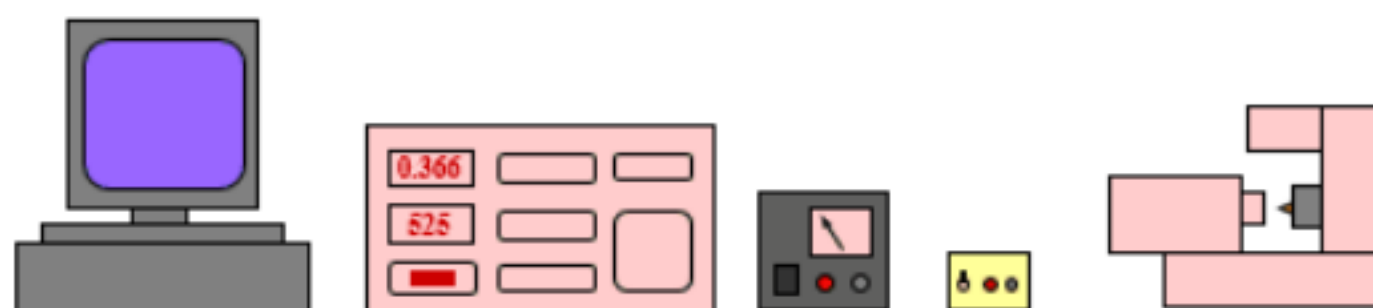
简而言之，原子力显微镜的原理是：将一个对微弱力及其敏感的长为 $100\text{-}200$ 微米的 Si 或 Si_3N_4 材料的微悬臂一端固定，另一端有一个针尖，针尖与样品表面轻轻接触，针尖尖端原子与样品表面原子间的及其微弱的作用力，使微悬臂发生弯曲，通过检测微悬臂背面反射出的红色激光光点在一个光学检测器上的位置的变化可以转换成力的变化（被反射激光点位置变化或是微悬臂梁弯曲的变化与力的变化成正比），通过控制针尖在扫描过程中作用力的恒定同时测量针

尖纵向的位移量，从而最终还原出样品表面的形貌像。

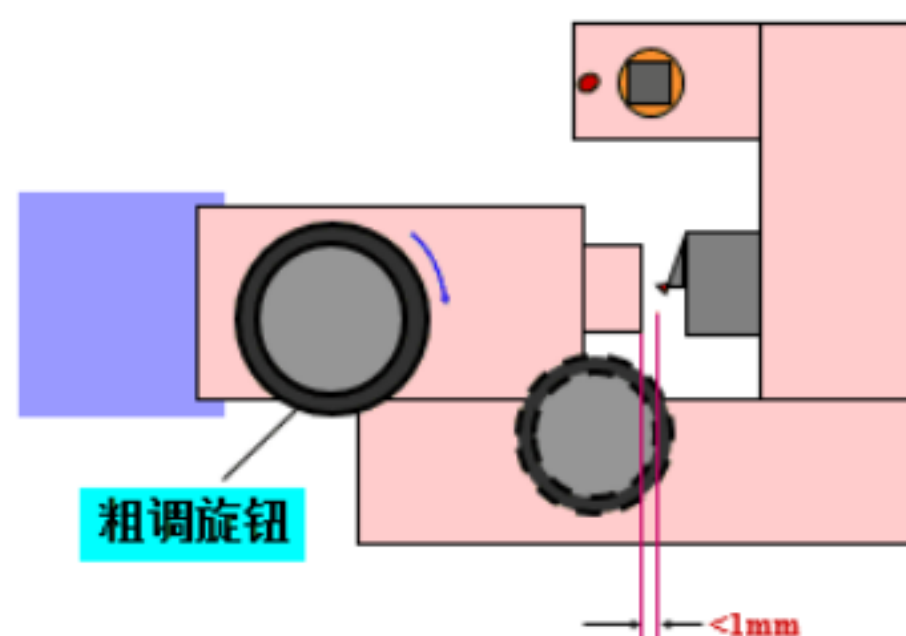


四、 实验步骤

- 1、 微探针的安装（已安装就绪）。激光束及光斑的调节（已就绪）。
- 2、 依次开启：电脑、控制机箱、高压电源、激光器。



- 2、 安装样品。松开螺丝，将样品卡进去，然后旋紧，注意不能碰到探针。
- 3、 用粗调旋钮将样品逼近探针，相距小于 1mm。



- 4、 再用细挑旋钮使样品缓慢逼近探针，直到光斑突然移动。说明样品与针尖的距离已经足够近到发生相互作用力。
- 5、 缓慢回调细调旋钮并观察机箱读数至 PSD信号约为 1.6V，反馈信号约为 -100 到-200 之间。
- 6、 读数稳定之后，打开电脑上的扫描软件开始扫描。存储扫下的第三张图片，

并对其进行一定分析。

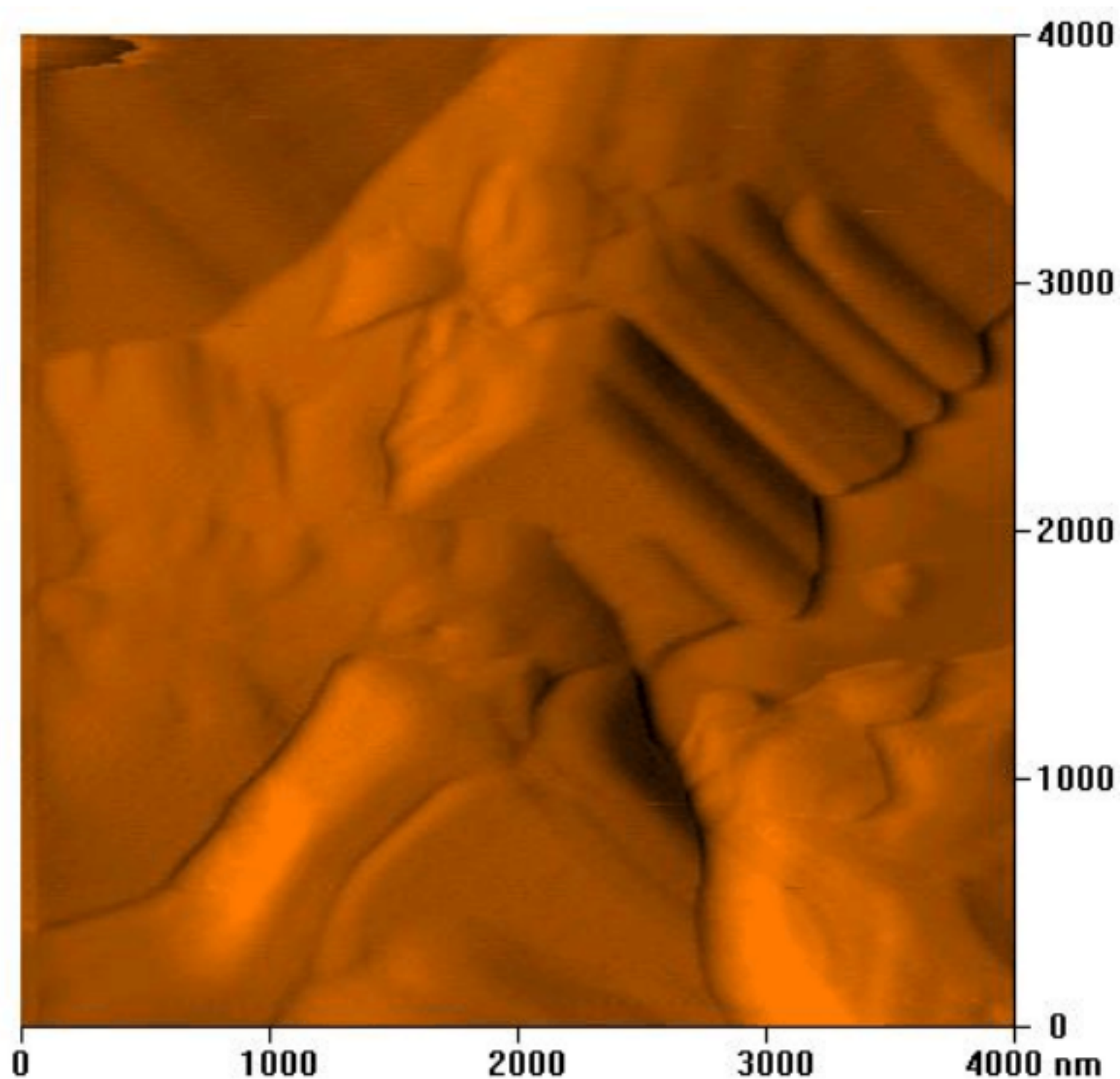
- 7、操作完毕时，细调反转到底，然后反转粗调退出样品。按照打开的反顺序依次关闭所有仪器。

注意事项：

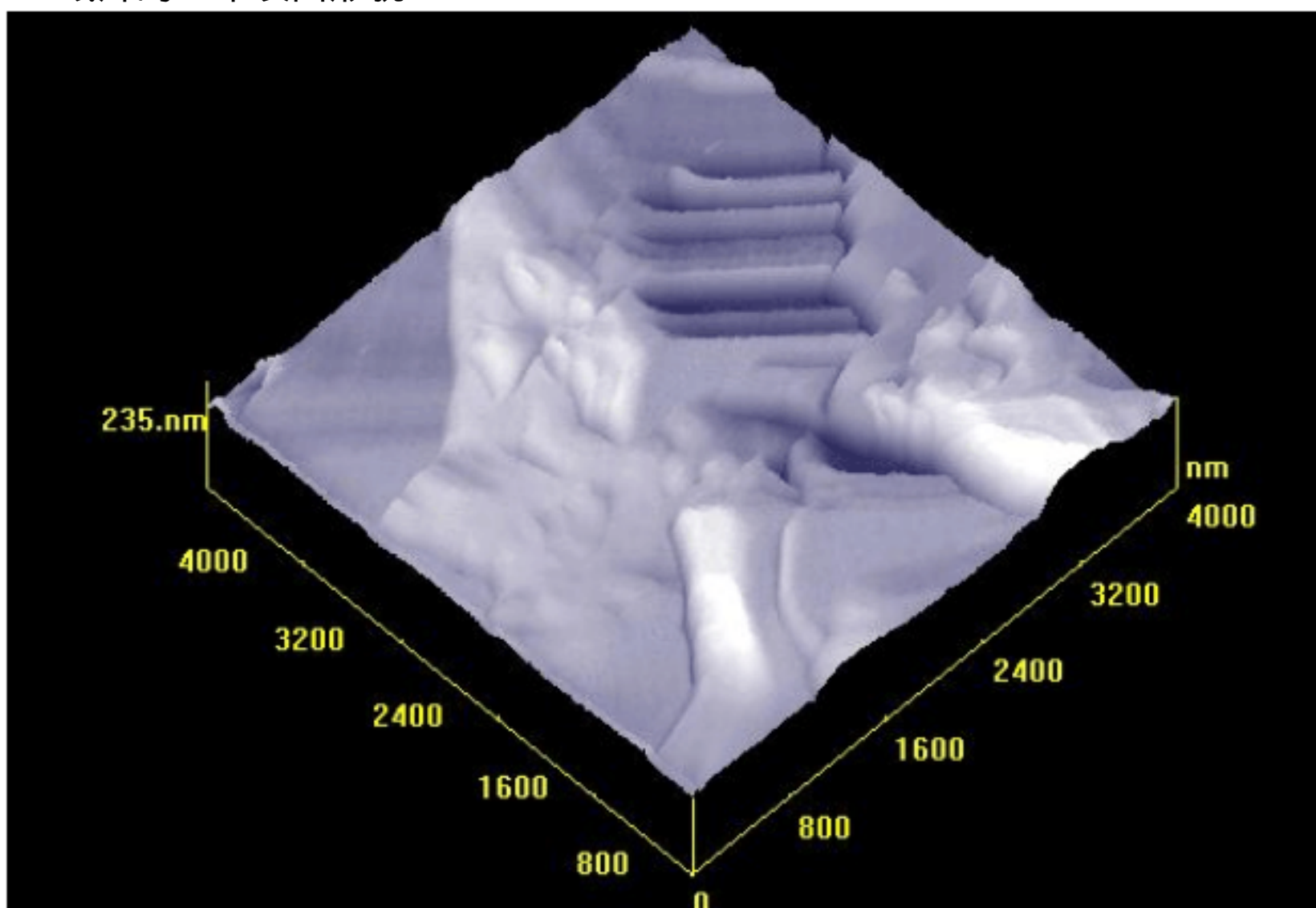
- 1、操作中皆不可碰到探针，以免探针损坏。在操作过程中也不要再看 PSD光路，以免使光路不再对准。
- 2、调整型号到一定数值，是为了在扫描样品的时候探针正常工作，使扫描过程中信号也保持在一定范围内。
- 3、取第三张图是因为前两张因为不稳定不是很好，第三张左右开始稳定。

五、实验数据及分析

1. A4 纸片的二维表面形貌



2、A4 纸片的三维表面形貌



3、A4 纸片的粗糙度

粗糙度 Ra: 24.9 nm ; Ry: 235.4 nm ; Rz: 235.4 nm

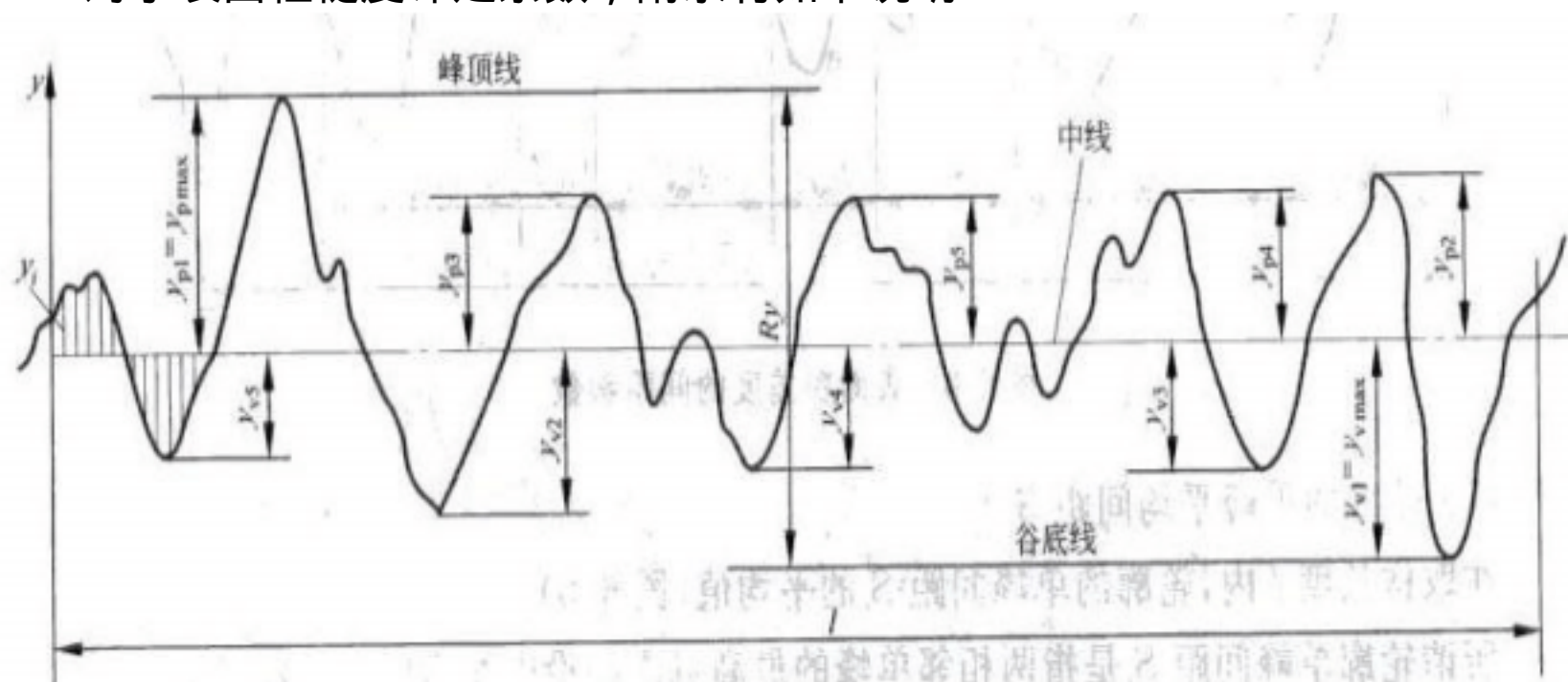
扫描范围 X: 4000 nm ; Y: 4000 nm

图像大小 X: 400 pixel ; Y: 400 pixel

4、分析数据

通过对比同组同学做的其他样品的实验，如铜片和玻璃片。 A4 纸片的表面起伏褶皱和粗糙度明显提高。符合宏观上的观察结果。

对于表面粗糙度评定系数，附录有如下说明：



1、轮廓算术平均偏差 Ra

在取样长度 L 内，轮廓偏转距绝对值的算术平均值。

$$Ra = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^n |y_i|$$

2、微观不平度十点高度

在取样长度内五个最大的轮廓峰高的平均值与五个最大的轮廓谷深的平均值之和。

$$R_z = \frac{\sum_{i=1}^5 y_{pi} + \sum_{i=1}^5 y_{vi}}{5}$$

3、轮廓最大高度

在取样长度内，轮廓峰顶线和轮廓谷底线之间的距离。

$$R_y = y_{pmax} + y_{vmax}$$

从图中及数据结果不难看出：Ra变化很小，即轮廓算术平均偏差变化小，而 Ry和 Rz变化比较大，Ry表示微观不平度，Rz表示轮廓最大高度。表示 A4 纸张表面轮廓虽然起伏比较大，有 200nm 左右，但是起伏的算术平均值较小，起伏比较均匀，在一定范围内上下波动比较平均。

六、思考题

1、AFM探测到的原子力的由哪两种主要成分组成？

一种是分子间的吸引力即范德瓦耳斯作用力，第二种是电子云重叠而引起的排斥相互作用。

2、怎样适用男公关 AFM和 CCD光学显微镜，才能较好的保护探针？

在实验过程中，特别是取放样品，调整粗调旋钮和细调旋钮的时候，不能碰到探针。还有在调整细调旋钮时，注意观察 PSD信号，信号变动就立即停止靠近。扫描过程中，尽量不要产生外界扰动，以防探针撞上样品。

3、原子力显微镜有哪些应用？

STM显微镜仅适用于与导体和半导体，而原子力显微镜 AFM适用面更广。可以用于研究金属和半导体的表面形貌、表面重构、表面电子态及动态过程，超导体表面结构和电子态层状材料中的电荷密度等。

通过原子力显微镜对于材料表面形貌成像时，微悬臂探针与样品之间的作用力变化可反映样品表面的三维形貌。由于样品表面的高低起伏形貌能够准确地通过数值的形式得到。原子力显微镜对材料表面整体图像进行分析就可以得到样品表面的粗糙度、颗粒度、平均梯度、孔结构和孔径分布等参数。原子力显微镜也可对样品的形貌进行丰富的三维模拟显示，使图像更适合于人的肉眼直接观察。

科研者们在晶体的生长理论在其发展过程的过程中提出了很多模型，但是这些模型大多来自于理论分析的间接研究，其和真实的晶体生长情况究竟是否相同，这是研究者们最为关心的，因此人们希望通过显微镜直接观察晶面的生长过程。虽然研究者们利用光学显微镜、相衬干涉显微镜、激光全息干涉术等对晶体晶面的生长观测也取得了一些成果，但是由于这些显微技术分辨率太低，放大倍数不足，或者实验条件要求过高，所以出现了很多的限制因素，难以对生长界面进行纳米尺度级别的分子和原子进行直接的观测。原子力显微镜的发展则为研究者们

提供了一个纳米尺度观测，研究晶体生长界面过程的全新而有效的手段。利用其高的分辨率和可以在溶液与大气环境下工作的特点，研究者们能够精确地实时观察生长界面的纳米尺度的分辨图像、了解界面生长过程和机

在生物上，原子显微镜可以用来研究生物宏观分子，甚至活的生物组织。观察细胞等等。

4、传统的光学显微镜，电子显微镜相比，扫描探针显微镜的分辨本领主要受什么限制？

传统的光学显微镜和电子显微镜的分辨本领主要是由于衍射极限。由于衍射斑互相重叠导致不能分辨。而扫描探针显微镜的分辨本领主要取决于：探针针尖的尺寸；微悬臂的弹性系数，弹性系数越低，AFM越灵敏；悬臂的长度和激光光线的长度之比；探测器 PSD对光斑位置的灵敏度。对于分辨率一定的图像，扫描范围越小，获得的表面形貌越精细。

5、要对悬臂的弯曲量进行精确测量，除了在 AFM中使用光杠杆这个方法外，还有哪些方法可以达到相同数量级的测量精度？

除了光杠杆法测量微小位移之外，还有另外几种方法。

(1) 干涉法

利用光的干涉如迈克尔逊干涉仪，距离发生变化干涉条纹也会发生变化。

(2) 衍射法

长度变化的时候单缝缝宽发生变化，衍射条纹间距随之变化。

(3) 电测法

把微小长度的变化转换为各种电学量相应的变化，用光敏感元件，使电参量随位移而变化。有电阻式、电容式、电感式、霍尔元件式和电阻应变片等测量方法。

(4) 千分表法

利用精密齿轮或杠杆齿轮传动，将测杆的微小位移变化转换为刻度盘上指针读书变化。

七、参考文献

- 1、朱杰，孙润广，原子力显微镜的基本原理及其方法学研究，生命科学仪器，2005年第3卷。
- 2、马荣骏，原子力显微镜及其应用，矿冶工程，2005。
- 3、王文芳，物理实验中微小长度的几种测量方法，科技信息，2012年15期。
- 4、黄润生等，近代物理实验（第二版），南京大学出版社。