

# 近代物理实验报告 10.5：原子力显微镜

xy 学号 匡亚明学院

2019 年 2 月 29 日

## 1 引言

在当今的科学技术中，如何观察、测量、分析尺寸小于可见光波长的物体，是一个重要的研究方向。1982 年，G. Binnig 和 H. Rohrer 在 IBM 公司苏黎世实验室共同研制成功了第一台扫描隧道显微镜 (Scanning Tunnelling Microscope, STM)，使人们首次能够真正实时地观察到单个原子在物体表面的排列方式和表面电子行为有关的物理、化学性质。1986 年，Binnig 和 Rohrer 被授予诺贝尔物理学奖。但 STM 要求样品表面能够导电，从而使得 STM 只能直接观察导体和半导体的表面结构。为了克服 STM 的不足之处，Binnig、Quate 和 Gerber 决定用微悬臂作为力信号的传播媒介，把微悬臂放在样品和 STM 的针尖之间，于 1986 年推出了原子力显微镜 (Atomic Force Microscope, AFM)，AFM 是通过针尖与被测样品之间微弱的相互作用力来获得物质表面形貌的信息，因此 AFM 除导电样品外，还能够观测非导电样品的表面结构，其应用领域更为广阔，除物理、化学、生物等领域外，AFM 在微电子学、微机械学、新型材料、医学等领域有着广泛的应用。以 STM 和 AFM 为基础，衍生出了一系列的扫描探针显微镜 (SPM)，有激光力显微镜 (LFM)，磁力显微镜 (MFM) 等。扫描探针显微镜主要用于对物质表面在纳米级上进行成像和分析。

## 2 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。

## 3 实验仪器

原子力显微镜：样品台、光源系统、测量控制系统。

## 4 实验原理

### 4.1 AFM 的工作原理和工作模式

#### 4.1.1 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代替 STM 中的金属极细探针，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，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：

$$F = K\Delta Z \quad (1)$$

$\Delta Z$  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。

#### 4.1.2 AFM 的关键部分

AFM 的关键部份是力敏感元件和力敏感检测装置。为了能够准确地反映出样品表面形貌，力传感器要满足以下几个要求：(1) 在针尖与样品的接触过程中，为了不使针尖损坏样品，要求微悬臂有较低的力学弹性系数，即受到很小的力就能产生可检测的位移；(2) 为了降低仪器对低频噪音的敏感性，并使其有较高的扫描速度，要求微悬臂有尽可能高的固有共振频率 (一般为 200kHz~300kHz)；(3) 因为微悬臂上的针尖与样品的摩擦力会引起微悬臂的横向弯曲，从而导致图像失真，这就要求微悬臂要有高的横向刚性，实际应用中将微悬臂制成 V 字形就可提高其横向刚性；(4) 如果采用隧道电流方式来检测微悬臂的位移，微悬臂的背面必须要有金属电极，若采用光学方法检测，则要求微悬臂的背面有尽可能光滑的反射面；(5) 若采用光学反射方法检测微悬臂位移时，如果微悬臂一段的线性平移量是一定的，纳米臂长越短，微悬臂的弯曲度就越大，检测的灵敏度就越好；(6) 带有一个尽可能尖锐的针尖。AFM 仪器的发展，也可以说是微悬臂和针尖不断改进的过程。一般 AFM 采用机械加工技术制作的硅、氧化硅及氮化硅 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) 微悬臂。力传感器如图 (1) 所示。

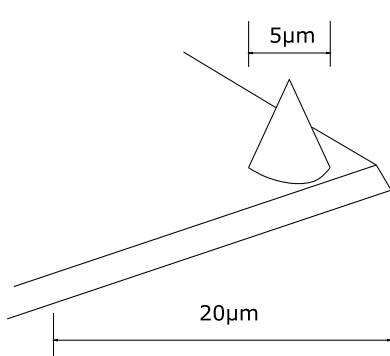


图 1: 力传感器

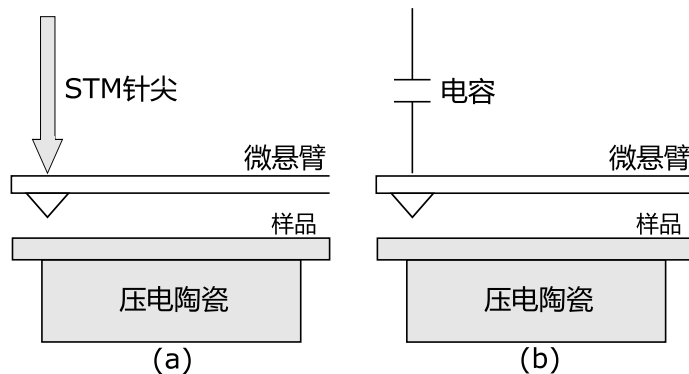


图 2: 微悬臂运动的电学检测法

微悬臂运动的检测方法有多种，主要可以分为两大类：电学方法和光学方法。电学方法主要包括隧道电流检测法和电容检测法两种。隧道电流检测法是第一台 AFM 所采用的方法，它根据隧道电流对电极间距离非常敏感的原理，将 STM 用的针尖置于微悬臂的背面作为探测器。如图 (2-a) 所示，通过该针尖与微悬臂间产生的隧道电流的变化就可检测由于原子间相互作用力令微悬臂产生的形变。电容法则是通过测量微悬臂与一参考电极间的电容变化来检测微弱力的。如图 (2-b) 所示，当微悬臂发生形变时，使它与参考电极间的距离大小发生变化，即电容发生变化，通过测量该电容的变化量就可测量微悬臂的位移。这个方法对于微悬臂针尖与样品的间距无特殊要求。光学法是通过测量激光束在微悬臂背面的反射来测量探针运动的。一种常用的方法如图 (3) 所示，一束激光经微悬臂背部反射到一个位置灵敏探测器 (PSD) 上，当微悬臂弯曲时激光束在探测器上的位置将发生移动，PSD 本身可测量光点小于 1nm 的位移，微悬臂位移的放大倍数为微悬臂至探测器的距离与微悬臂长度之比的两倍。通常这一比例可以做的很大，使得系统可探测针尖在垂直方向上小于 0.1nm

的位移。这种方法叫偏转探测法。针尖与样品原子间的作用力十分微弱，数量级小于  $10^{-6}\text{N}$ ，它推动微悬臂产生的偏移量也非常小微小，不可能用常规方法直接检测。光点偏转法利用了光杠杆原理将微悬臂的位移放大。

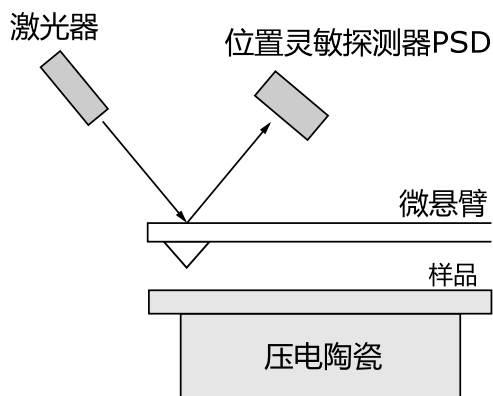


图 3: 微悬臂运动的的光学检测法

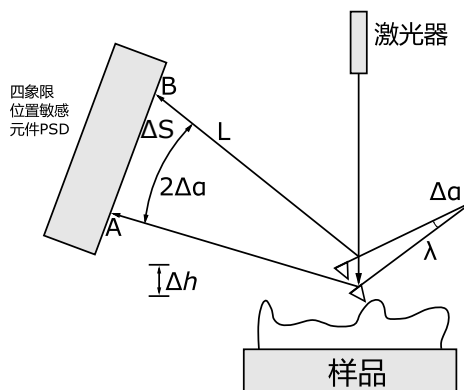


图 4: 光杠杆的位移放大原理

如图 (4) 所示，当激光束聚焦入射到微悬臂外端时，大部分将被反射到 QPSD 的光敏面上。在起始状态时，反射点位于 A，而在原子力状态，样品原子通过针尖推动微悬臂移动  $\Delta h$ ，偏转  $\Delta\alpha$  角。显然，反射光束将偏转  $2\Delta\alpha$  角，光点移动到 B，位移量  $\Delta s$ 。设微悬臂长  $\lambda$ ，光点接受元件到微悬臂的距离为  $L$ ，则有

$$\Delta s = L(2\Delta\alpha) = L2 \left( \frac{\Delta h}{l} \right) = \frac{2L}{l}\Delta h \quad (2)$$

式 (2) 表明通过光杠杆的作用，可将针尖的微小位移放大  $\frac{2L}{\lambda}$  倍，在本仪器中取  $L=10\text{cm}$ ，微悬臂长  $\lambda = 200\mu\text{m}$ ，得到

$$\Delta s = \frac{2 \times 10 \times 10^4}{200} \cdot \Delta h = 1000 \cdot \Delta h \quad (3)$$

这样，微悬臂的微小位移，反映到光电元件的光敏面上将被放大 1000 倍。如果微悬臂偏转  $1\text{nm}$ ，光点位移可达  $1\mu\text{m}$ ，这一量级的位移已可被光电元件精确分辨出来。

其它微悬臂位移的光学检测法还有自差法、外差法、干涉法等。与电学方法特别是隧道电流检测法相比，光学法有一些独特的优点：首先，由于激光束束斑的直径为几个微米，这使其反射信号受微悬臂背面粗糙度的影响较小，从而降低了仪器对热漂移的敏感程度；其次，微悬臂背面的污染对光信号影响较小，对隧道电流的影响则相当严重；另外，激光束对微悬臂产生的作用力很小，从而使仪器更加稳定可靠，而且光学法对微悬臂的导电性无要求。

### 4.1.3 AFM 的工作模式

当 AFM 的微悬臂与样品表面原子相互作用时，通常由几种力同时作用于微悬臂，其中最主要的是范德瓦尔斯力。原子力与针尖表面原子间的距离关系曲线如图 (5)。利用原子力的性质，我们可以让针尖与样品处于不同的间距，是微悬臂与针尖的工作模式有所不同。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)。

#### 1. 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

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。

## 2. 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  $5 \sim 20 \text{nm}$  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。

## 3. 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。这种模式在高分子聚合物的结构研究和生物大分子的结构研究中应用广泛。

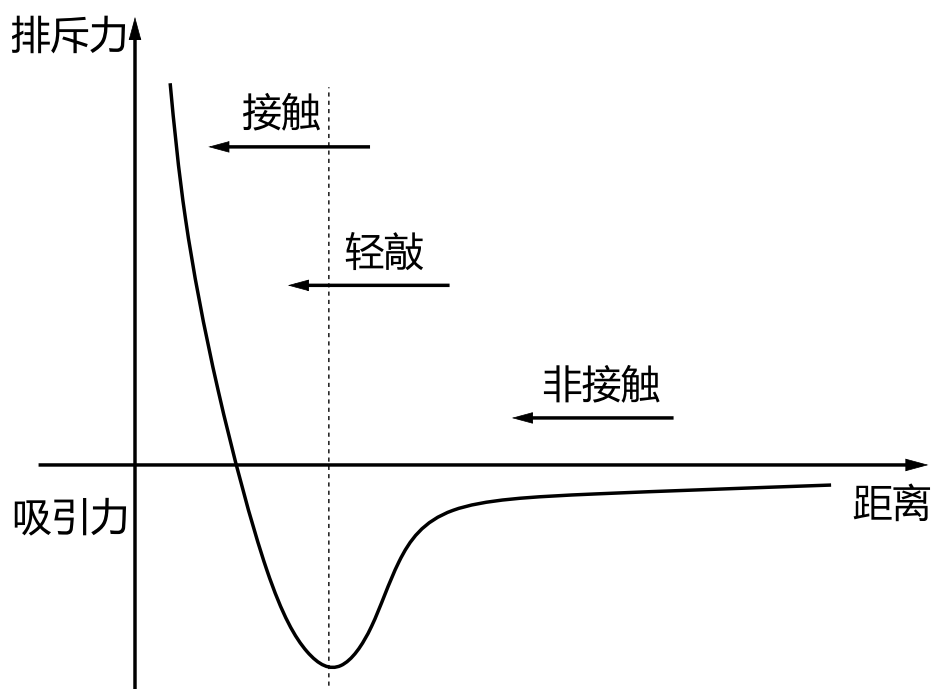


图 5: 针尖至样品表面原子间的范德瓦尔斯力

#### 4.1.4 AFM 中针尖与样品之间的作用力

样品与探针之间的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  $5\text{nm}$ ) 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  $\frac{1}{d^2}$  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  $0.3\text{nm}$ , 则探针与样品之间的力表现为排斥力。这种排斥力与  $d^{13}$  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。样品与探针的作用力还有其它形式, 如当样品与探针在液体介质中相接触时, 往往它们的表面由电荷, 从而产生静电力; 样品与针尖都有可能发生变形, 这样样品与针尖之间有形变力; 特定磁性材料的样品与探针之间可产生磁力作用; 对另一些特定样品和探针, 可能样品原子与探针原子之间存在相互的化学作用, 而产生化学作用力, 但在研究样品与探针之间的作用力的大小时, 往往假设样品与探针特定的形状 (如平面样品、球面样品), 可对样品和探针精心设计与预处理, 避免或忽略静电力、形变力、磁力、化学作用力等的影响, 而只考虑范德瓦尔斯力和排斥力。

#### 4.2 AFM 的针尖技术

目前, 一般的探针式表面形貌测量仪垂直分辨率已达到  $0.1\text{nm}$ , 而 STM 更高, 达到  $0.01\text{nm}$ , 因此足以检测出物质表面的微观形貌。但是, 探针针尖曲率半径的大小将直接影响到测量的水平分辨率。针尖技术的发展在 AFM 中非常重要。其一是发展制得更尖锐的探针, 如用电子沉积法制得的探针, 其针尖曲率半径在  $5\text{nm} \sim 10\text{nm}$  之间。其二是对探针进行修饰, 从而发展起针尖修饰技术。针尖修饰技术在传统探测的物理量 (力场、电场、磁场等) 的基础上, 引入了“化学场”, 从而大大地提高和改善 AFM 的空间分辨率和物质识别能力。

#### 4.3 AFM 的应用

AFM 可以在真空、超高真空、气体、溶液、电化学环境、常温和低温等环境下工作, 在研究时可选择适当的环境。在物理学中, AFM 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。从理论上讲, 金属的表面结构可由晶体结构推断出, 但实际上金属表面很复杂。衍射分析方法已经表明, 在许多情况下, 表明形成超晶体结构 (称为表面重构), 可使表面自由能达到最小值。而借助 AFM 可以方便得到某些金属、半导体地重构图像。AFM 可以实现纳米级尺寸和纳米级微弱力的测量。

### 5 实验内容

1. 用 CCD 光学显微镜观察标准光栅 (周期为  $100\mu\text{m}$ ) 和探针, 估算微悬臂有效长度。
2. 安装样品。
3. 进入软件的扫描界面, 单击“开始扫描”按钮连续扫描若干次, 得到满意图像后单击“捕获图像”按钮以保存图像。
4. 如果要用鼠标选区扫描, 必须先按“停止扫描”按钮再用鼠标选区。否则可能损坏探针。
5. 先按“停止扫描”按钮, 再退出扫描界面。
6. 退出样品。

7. 数据处理：再软件的图像处理界面完善图像，标注尺寸、记录相应的粗糙度统计结果、做三维效果图。
8. 打印图像。

## 6 实验数据

## 7 误差分析

## 8 思考题

### 8.1 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。

### 8.2 怎样适用 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。

### 8.3 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理。

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。

### 8.4 与传统的光学显微镜，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。

### 8.5 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。

## 参考文献

- [1] 黄润生. 近代物理实验. 南京大学出版社, 2 edition, 2008.