

# 现代固体力学实验技术

## 原子力显微镜实验报告

学院： 航空航天大学

班级： 工程力学（强基）2101

姓名： 黄于翀

学号： 3210105423

2024 年 3 月 16 日

# 实验报告正文

## 一、实验目的与任务

- 1、熟悉原子力显微镜的基本构造。
- 2、了解红细胞样品的制样。
- 3、了解原子力显微镜的装针、装样、光路调节等步骤。
- 4、表征气相状态下红细胞的形貌，测量红细胞高度和直径，获得盖玻片基底和红细胞的力-位移曲线。
- 5、数据分析：分析实验结果，进行数据拟合，得到基底和气相状态下红细胞的弹性模量。
- 6、拓展：测量不同形状的红细胞，探究形状对红细胞弹性模量的影响。

## 二、原子力显微镜结构与原理

**实验仪器：**牛津仪器 MFP-3D BIO 原子力显微镜

可在空气和液体中提供高分辨率图像和精确的力测量。与倒置光学显微镜 (Olympus IX71) 集成，支持相差和荧光显微镜等光学显微镜技术。X&Y 平面内闭环扫描，扫描范围 90 $\mu$ m；X&Y 平面扫描器分辨率 0.5nm；传感器线性度超过 0.5%。Z 方向扫描范围 0-15 $\mu$ m；分辨率 0.25nm，由传感器噪音决定；传感器线性度超过 0.05%。悬臂梁挠度测量噪声小于 0.02nm，一般为 0.008nm。线性度超过 0.5%；悬臂梁最大共振频率 2MHz。

**仪器原理：**原子力显微镜 (Atomic Force Microscope, AFM) 可用来研究包括绝缘体在内的固体材料表面结构。它通过检测待测样品表面和一个微型力敏感元件之间的极微弱的原子间相互作用力来研究物质的表面结构及性质。将一对微弱力极端敏感的微悬臂一端固定，另一端的微小针尖接近样品，这时它将与其相互作用，作用力将使得微悬臂发生形变或运动状态发生变化。扫描样品时，利用

传感器检测这些变化,就可获得作用力分布信息,从而以纳米级分辨率获得表面形貌结构信息及表面粗糙度信息。AFM 主要由带针尖的微悬臂、微悬臂运动检测装置、监控其运动的反馈回路、使样品进行扫描的压电陶瓷扫描器件、计算机控制的图像采集、显示及处理系统组成。微悬臂运动可用如隧道电流检测等电学方法或光束偏转法、干涉法等光学方法检测,当针尖与样品充分接近相互之间存在短程相互斥力时,检测该斥力可获得表面原子级分辨图像,一般情况下分辨率也在纳米级水平。AFM 测量对样品无特殊要求,可测量固体表面、吸附体系等。

#### 仪器设备:

仪器整体:观察、拍照、记录;

控制器部分:观察、记录;

扫描器、扫描头部分:观察、拍照、记录;

操作界面部分:截屏、识别功能、记录。

#### 注意事项:

尽管原子力显微镜使用的激光功率较低,但仍要避免肉眼直视激光发射器。

### 三、实验步骤

- 1、红细胞样品制备(已完成);
- 2、利用光学显微镜观测红细胞形态(在助教指导下操作);
- 3、安装扫描探针,装载、寻找样品,调节激光光路(在助教指导下操作);
- 4、获取碳化硅基底的力-位移曲线,得到悬臂梁的 optical sensitivity;
- 5、进入轻敲模式,寻找探针共振峰、进针,表征气相状态下红细胞的形貌,测量红细胞的高度和直径;
- 6、将探针移至盖玻片基底处,切换至接触模式,测试其力-位移关系;将探针移至红细胞处,测试其力-位移关系。

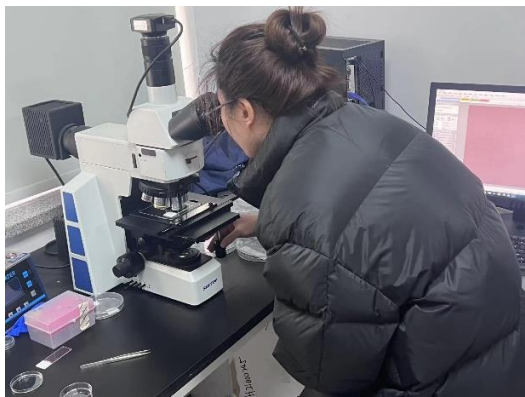
常用面板按键和相关功能说明请见《MFP-3D 操作手册》,操作流程请见视

频学习资料，实验时进行示范。

(以上资料均以上传“学在浙大”网站)

### 7、观察记录(实验数据请重点关注!同一组内数据共享)

(1) 现场实验照片;

	
图 3.1 使用光镜观察红细胞	图 3.2 扫描探针
	
图 3.3 安装扫描探针	

(2) 原子力显微镜设备照片，并标注仪器各部分名称;

(3) 红细胞的光学显微镜图;

(4) 碳化硅基底的力-位移曲线;

(5) 气相状态下红细胞的形貌图和相位图;

(6) 红细胞样品和盖玻片基底的力-位移曲线。

## 四、实验结果与分析（80 分）

### 1、相关仪器设备。



图 4.1 光学显微镜

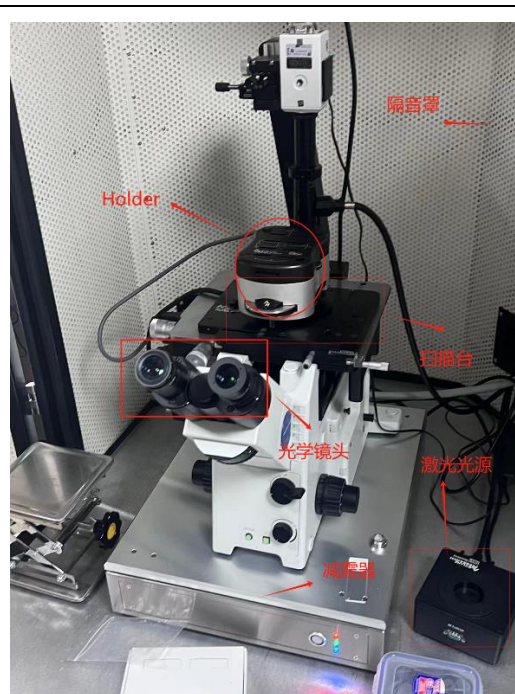


图 4.2 AFM



图 4.3 控制器部分

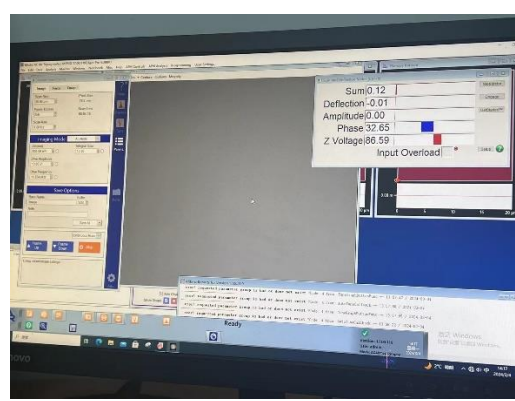


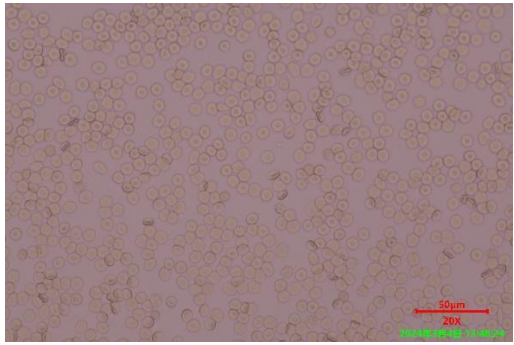
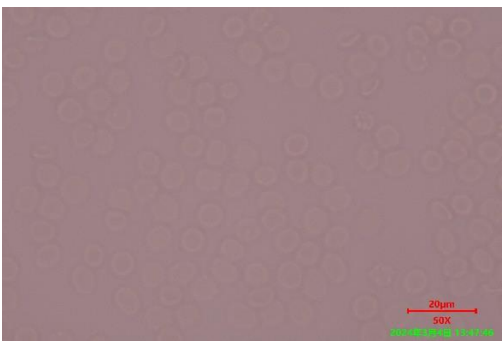
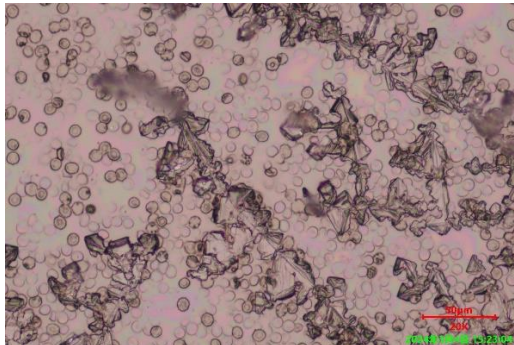
图 4.4 软件

2、红细胞的光学表征：利用光学显微镜对红细胞进行初步表征，大致获取样品的基本信息；并且能够分辨红细胞的各种形状。

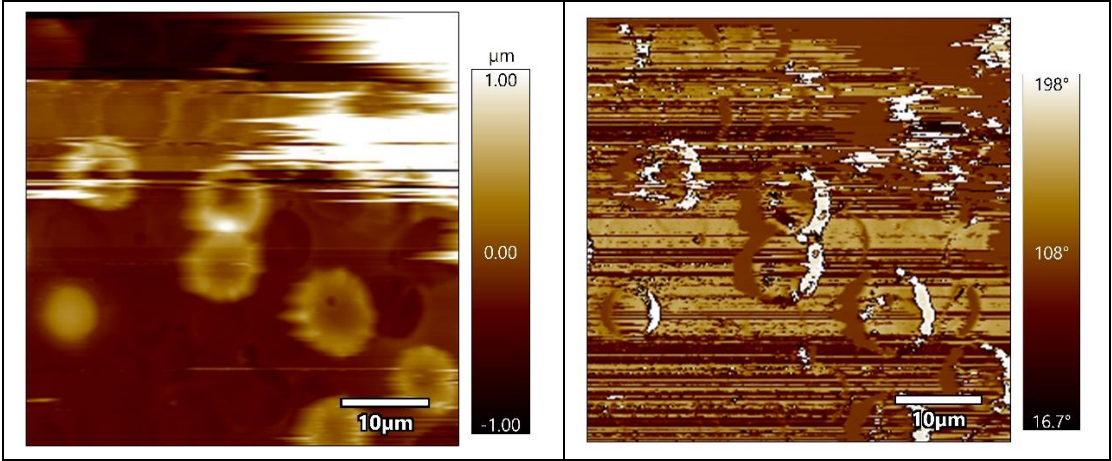
以下分别给出了液相放大 20 倍和 50 倍，以及气相放大 20 倍时红细胞的光学表征。可以看到红细胞不全是正对着视线方向而呈现圆形，也有一些侧对着视线方向，大致能够辨认出扁平、中间内凹的形状。

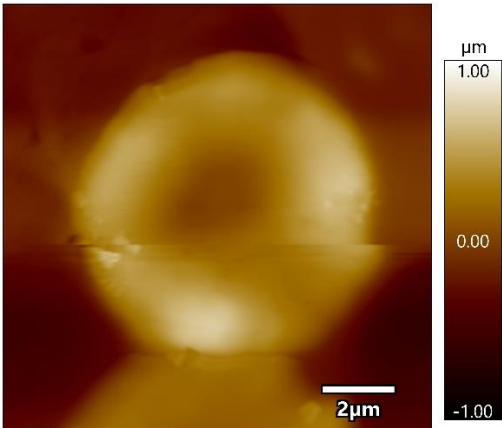
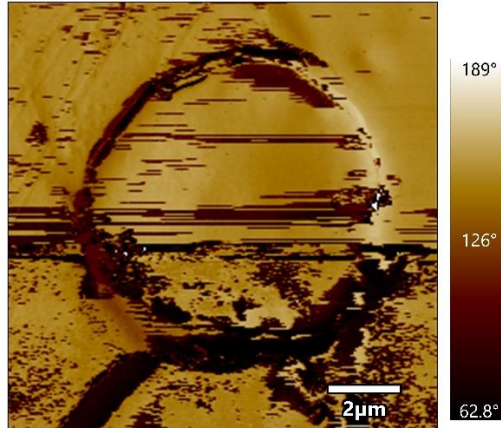


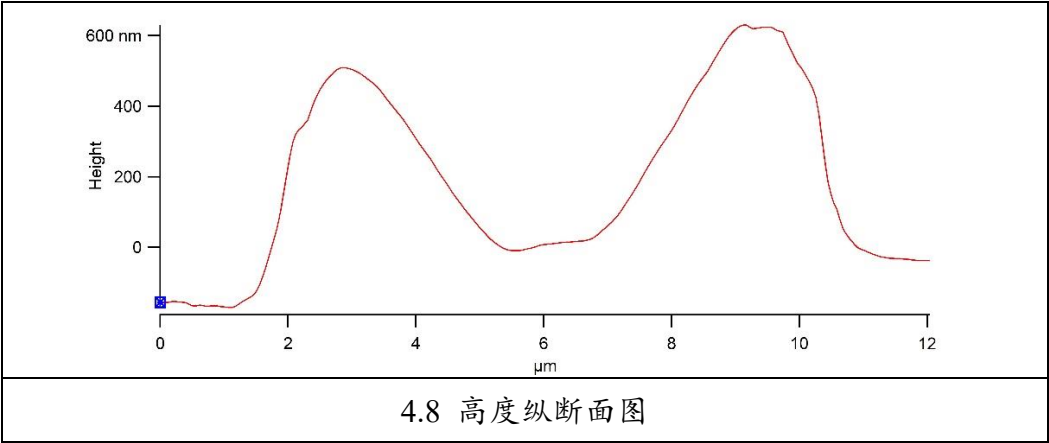
气相状态下可以看到因为环境的干燥，线条颜色也更深了一些。另外也出现了一些不规则的形状，是一些结晶。

	
图 4.1 液相放大 20 倍	图 4.2 液相放大 50 倍
	
图 4.3 气相放大 20 倍	

3、气相状态下红细胞的形貌和大小：轻敲模式下调整扫描参数，获得尽可能高质量的红细胞样品的全局形貌图和相位图；选取形状较好的红细胞，扫描更小范围的形貌图，利用软件自带功能获取形貌图高度纵断面图(height profile)，得到红细胞的厚度和直径。

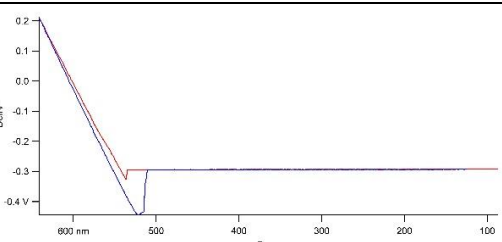
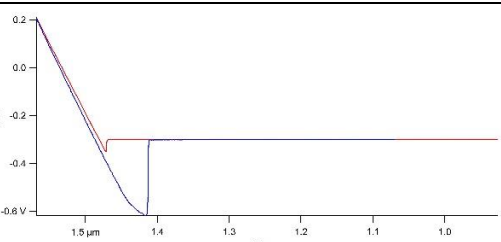


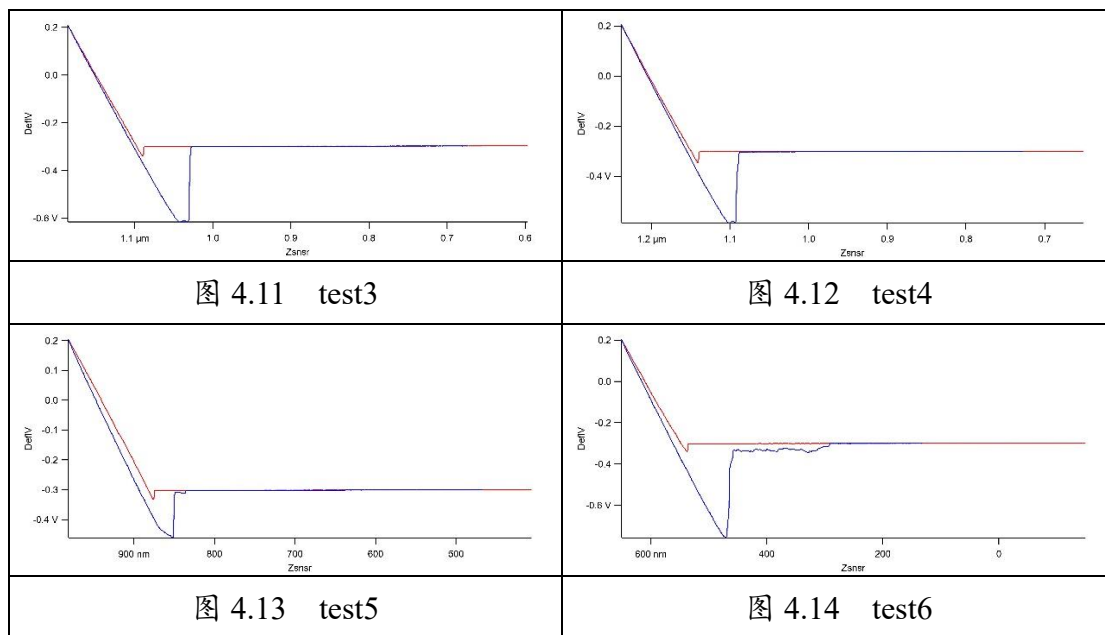
<p>图 4.4 全局形貌图</p> 	<p>图 4.5 全局相位图</p> 
<p>图 4.6 单个细胞形貌图</p>	<p>图 4.7 单个细胞相位图</p>



其厚度与直径在后续数据分析中给出。

4、红细胞样品和盖玻片基底的力-位移曲线：切换至接触模式，获取盖玻片基底的力-位移曲线；将针尖移动至红细胞处，获取红细胞的力-位移曲线。

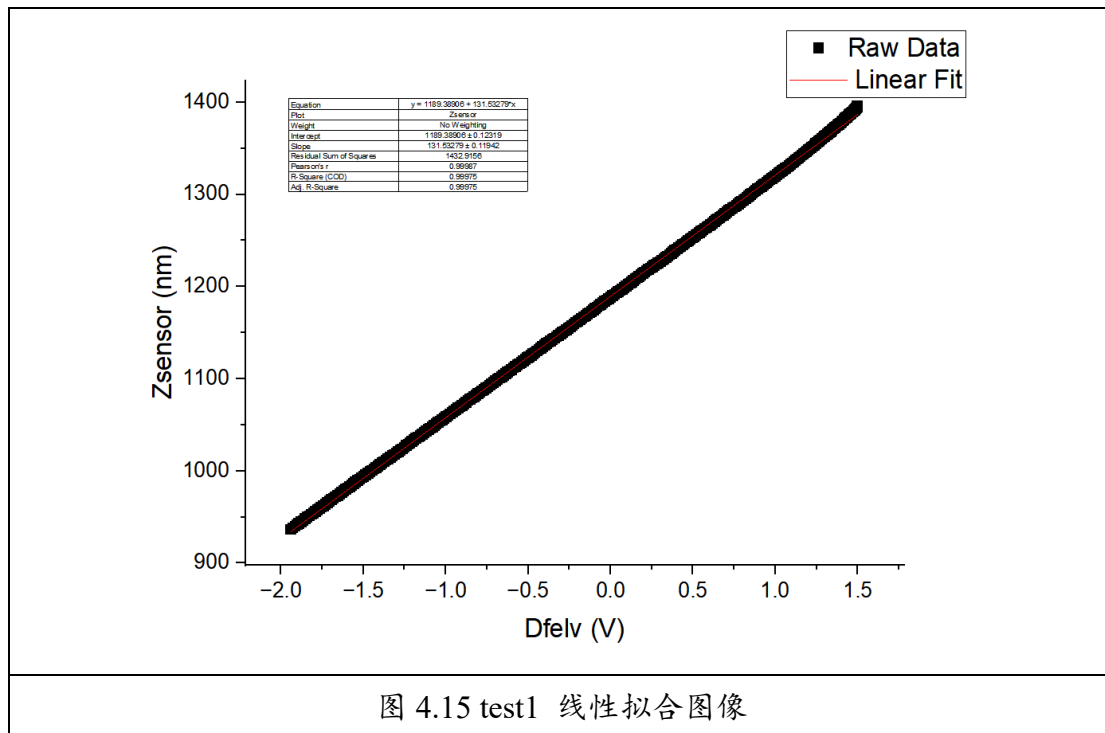
	
<p>图 4.9 test1</p>	<p>图 4.10 test2</p>



## 5、数据分析：

(1) 通过计算碳化硅的力-位移曲线的斜率，得到悬臂梁的 optical sensitivity。

使用 origin 进行数据处理，对数据进行数据拟合。





Equation	$y = 1189.38906 + 131.53279 * x$
Plot	Zsensor
Weight	No Weighting
Intercept	$1189.38906 \pm 0.12319$
Slope	$131.53279 \pm 0.11942$
Residual Sum of Squares	1432.9156
Pearson's r	0.99987
R-Square (COD)	0.99975
Adj. R-Square	0.99975

图 4.16 拟合具体数据

有线性拟合的结果可以得到悬臂梁的 optical sensitivity。记为

$$W_n = 131.53279 \text{ nm/V}$$

(2) 根据形貌图，得到红细胞的直径和厚度。

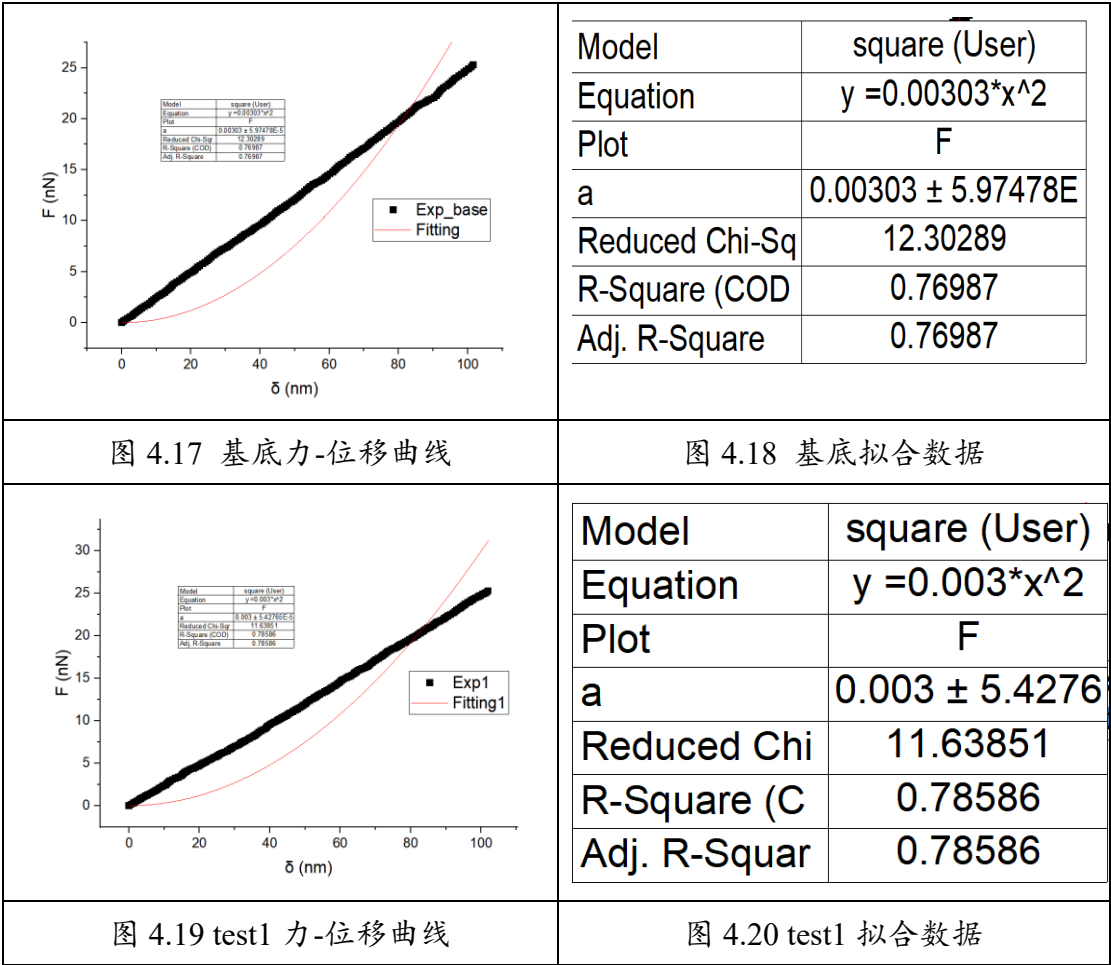
结合图 4.6 和图 4.8，按照比例尺读出红细胞的直径大约是  $9.0 \mu\text{m}$ 。根据图 4.8 高度纵断面图可以看出红细胞的形状为两遍凸出，中间凹陷。从图 4.8 进行估读，最终得到该红细胞中间的厚度大约为  $150 \text{ nm}$ ，边缘部分厚度大约为  $650 \text{ nm}$ 。

(3) 将原始数据绘制成基底和样品的力-位移曲线，分别绘制数据图；利用参考资料中的接触力学 Hertz 公式进行拟合，得到基底和样品的弹性模量。

我们有 Herz 公式：
$$F = \frac{3E \tan \theta}{4(1-\nu)^2} \delta^2$$

其中 E 是弹性模量， $\theta = 10^\circ$ ， $\nu = 0.5$ ， $\delta$  是位移，从实验数据中获得。

F 则可以由弹性模量 k,  $W_n$  以及实验数据中的  $\text{DeflV}$  三者相乘得到。因此我们能够得到一批 F 关于  $\delta$  的数据，进行拟合后便可以求得弹性模量 E。



如上展示了基底以及红细胞第一次实验的数据处理。

由拟合得到的结果进行计算，最终求得基底的弹性模量为 17.184MPa。将红细胞 6 次实验结果取平均值，最终得到其弹性模量为 18.715MPa。

五、拓展问题（30 分）

1、我们使用的接触力学模型中各项分别代表什么物理意义？红细胞的力-位移曲线的两条线为何不重合？基底的力-位移曲线和红细胞的力-位移曲线有什么区别，原因是什么？（10 分）

$$F = \frac{3E \tan \theta}{4(1 - \nu)^2} \delta^2$$

图 5.1 刚性圆锥体和弹性半空间的接触

我们使用的接触力学模型是刚性四棱锥体与弹性半空间的接触， $F_N$ 表示总

作用力， $E$  为半无限平面的弹性模量， $d$  为挤压产生的变形， $\theta$  为圆锥侧面与平面的夹角。

红细胞样品的力-位移曲线的两条线分别是进针和退针时的数据。两条线不重合可能是因为在进针的时候红细胞发生了塑性形变，导致了能量损失，所以退针时得到的曲线与进针时不重合。

基底的力-位移曲线重合程度相对要更高一点，这是因为基底的弹性模量高于探针的弹性模量，所以悬臂梁的形变占主导，力-位移曲线大体上反映了悬臂梁的性质，因此力-位移曲线呈直线。而理论上红细胞的弹性模量低于探针的弹性模量，故红细胞的形变占主导，力-位移曲线反映的是红细胞的性质，因此可能会呈曲线。但实际上本次实验红细胞样品的力-位移曲线重合度也较高，计算得到的弹性模量也较大。

2、为何测得的红细胞弹性模量显著高于理论值？如果你的数据显示基底和样品的弹性模量没有显著区别，这又是为什么？（10 分）

测得的红细胞弹性模量显著高于理论值与以下原因有关。首先红细胞样品在气相条件下进行测量，也就是说该红细胞样品是经过干燥处理的，会导致弹性模量比较大。其次在制备样品时使用到的固定剂可能也会使红细胞的弹性模量增大。另外可能所制备的红细胞样品本身老化比较严重，导致弹性模量偏大。

数据显示两者的弹性模量没有显著区别，一个是可能样品在摆放时出现操作上的失误。另外有可能是因为红细胞本身的弹性模量很大，也即刚度很大，故在进行实验时基本上只有来自基底的形变，因此得到的弹性模量没有显著差别。

3、除了力-位移曲线，原子力显微镜还有什么其他的力学测试模式？请调研后简要罗列并简单解释其工作原理和相应的力学理论。（10 分）

#### （1） 横向力模式（LFM）

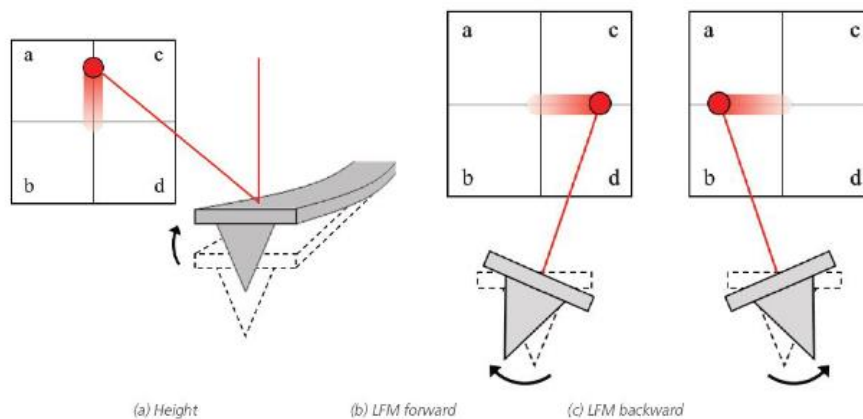


图 5.2 横向力模式

在 AFM 中，通常使用横向力模式(Lateral Force Microscopy)来研究摩擦特性。在接触模式下，通过测量悬臂在垂直方向的弯曲来收集高度信息，而 LFM 则监测悬臂在侧向方向的扭转以获取摩擦信息。当探针在样品表面扫描时，样品表面的几何形貌和表面摩擦力会影响探针的摆动或振荡。

## (2) 开尔文探针模式 (KPFM)

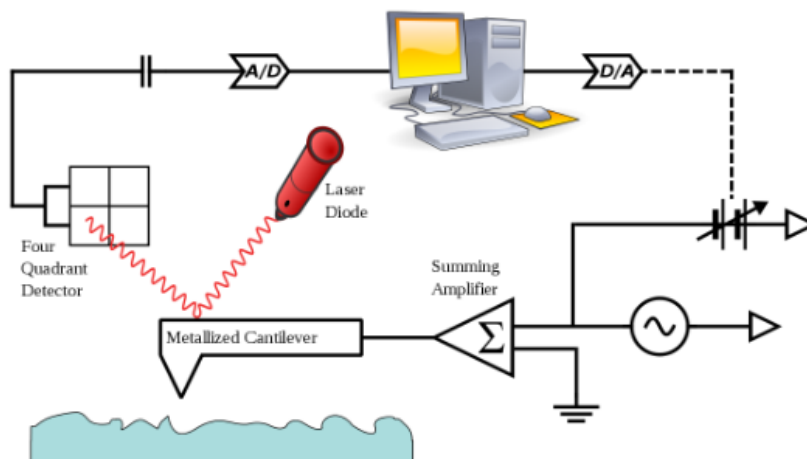


图 5.3 开尔文探针模式

开尔文探针模式(Kelvin Probe Force Microscopy)是一种功能性模式，一般用于测量样品的电学特性。

KPFM 基于电势差引起的电场力。根据电势差和距离之间的关系，可以计算出样品表面的电势分布。这种计算通常基于电势分布的泊松方程和探针与样品之间的电场力的关系。

(3) 除了上述的两种工作模式外，还有压电力模式（PFM）、力调制模式（FFM）和接触共振模式（CRM）等，在这里不做展开叙述。