

原子力显微镜参数调节

郭航, 任子君

(西安交通大学大型仪器设备共享实验中心, 西安 710049)

摘要: 参数调节是获得真实和高质量原子力显微镜 (AFM) 图像的关键环节。本文探究了 AFM 和其他几种扫描探针显微镜的关键参数对成像质量和表面分析的影响, 包括扫描速度、探针选择、反馈控制参数以及探测模式 (接触模式与轻敲模式)。随后总结了日常测试中几种常用测试模式下特殊样品的测试技巧, 能更高效准确的得到测试结果, 供大家参考。

关键词: 原子力显微镜; 粗糙样品; 假象; 表面电势; 力曲线; 静电

1 引言

原子力显微镜 (Atomic Force Microscope, AFM) 是一种重要的扫描探针显微技术, 因其优异的分辨率和适用性, 已广泛应用于材料科学、生物技术、纳米科技等多个领域。AFM 通过探针与样品表面相互作用, 获取样品的高分辨率三维表面形貌图。这一技术的成功实施依赖于对一系列参数的精确调节。

在 AFM 操作中, 参数设置如扫描速度、反馈增益、探针类型以及探测模式等, 均对成像质量和数据的可靠性产生显著影响。过高的扫描速度可能导致图像模糊和信号丢失, 而不当的反馈控制参数可能造成图像失真或样品损伤。与此同时, 不同的样品材料和表面特征也需要个性化的参数调节, 以实现最佳成像效果。因此, 深入理解和优化这些参数, 对于提高 AFM 的成像性能与测量精度具有重要意义。

本文旨在探讨 AFM 参数调节的原则与实践, 通过实验与理论分析辅助理解各种调节对成像结果的影响。我们针对特殊或复杂样品, 提出了我们的一些测试技巧, 供参考, 以促进 AFM 在复杂样品分析过程中的应用。通过本文, 希望能够为 AFM 应用提供有益的指导, 实现更高效和准确的表面表征。

2 测试技巧

2.1 基础设置

2.1.1 探测模式

AFM 采用的模式主要有接触模式、轻敲模式和非接触模式。接触模式适合于高分辨率图像的采集, 但可能会对样品造成机械损伤; 此外导电原子力显微镜模式、压电力显微镜模

式和力曲线-力 mapping 这几种需要针尖和样品接触上进行测试的模式是以接触模式为基础进行测试的,除此之外,基本都是轻敲模式或基于轻敲模式来做的,轻敲模式是最常用来进行形貌观测的模式,能够获取清晰的表面信息而不影响样品完整性,开尔文探针力显微镜(即表面电势模式)、相位模式等是基于轻敲模式工作的。非接触模式用的相对少一些。

2.1.2 探针选择

不同类型的探针具有不同的刚度(弹簧常数 k 值,单位为 N/m)和尖锐度(针尖曲率半径,单位是 nm),对成像结果的影响显著。对于硬质材料,选择较高刚度的探针($>40 \text{ N/m}$)则有助于提高成像精度;而对于生物样品或柔性材料,建议使用低刚度($<40 \text{ N/m}$)和高尖锐度的探针,以减少对样品的损伤。测表面电势需要表面镀有导电镀层的针尖,比如 Nano world 的 EFM-50 探针是 Si 针尖表面镀有 Pt/Ir 镀层,这样针尖的曲率半径就会相较于形貌探针大一点,比如这种的曲率半径在 25 nm 左右。

2.1.3 扫描速度

扫描速度是影响成像分辨率的关键因素。较高的扫描速度有助于提高数据采集效率,但可能导致图像模糊和信号降噪。根据本实验,建议在对表面粗糙度较大的样品进行扫描时,不宜超过 $1 \mu\text{m/s}$,而对于平滑表面可适当提高至 $5 \mu\text{m/s}$,以实现最佳的图像清晰度。

2.1.4 反馈增益

反馈增益控制 AFM 在成像时的响应速度和稳定性。增益过高会引起过度振荡,导致图像失真;反之,增益过低则可能导致图像平滑处理不够,失去细节。在实验中,我们发现最佳反馈增益设置通常为 $800-1400$ 之间(针对 $125 \mu\text{m}$ 宽域扫描器),具体需要根据样品的特性进行微调。

2.2 不同模式的测试技巧

2.2.1 形貌

如图 1 所示,轻敲模式进行形貌测试,探针振动着去工作,振动的振幅和敲击样品表面的作用力大小是两个关键的参数,针对不同的样品,要针对性的做调整,调节方式如下:

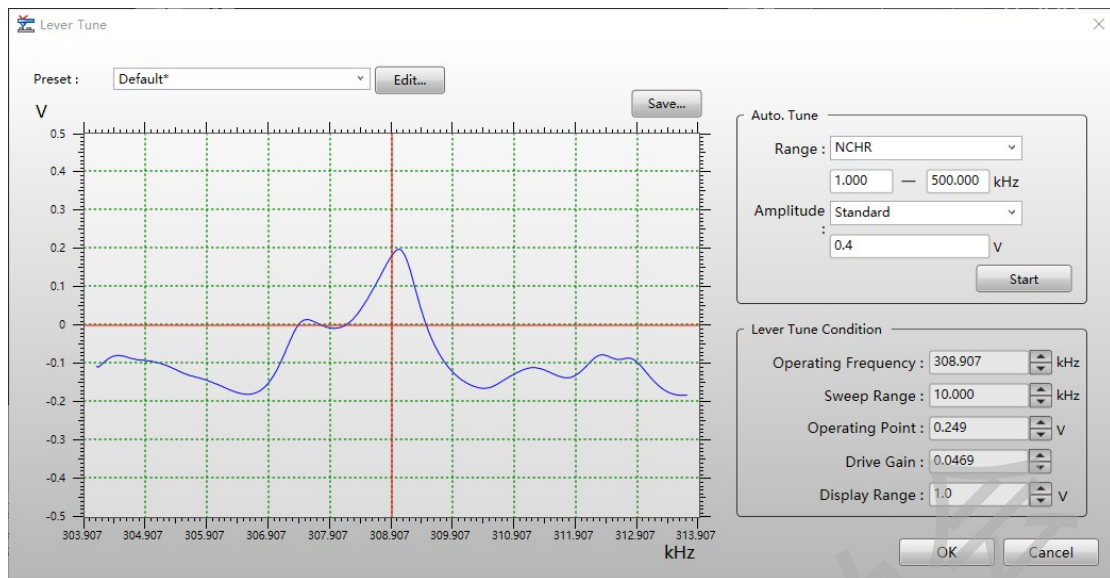


图 1 轻敲模式探针的调谐曲线

(1) 较为粗糙的样品

原子力显微镜测试的范围通常很小，以岛津 SPM-9700HT 的宽域扫描器为例，XYZ 方向的扫描范围为 $125 \times 125 \times 7 \mu\text{m}$ ，要求样品表面起伏在 $7 \mu\text{m}$ 以内，在这个要求下，一些比较粗糙的样品进行测试时，如果采用自动探针调谐给出的振幅和中等的作用力去测，扫图过程中容易出现噪声线甚至出现跳针的情况，这时，我们需要抬针停止扫图，把探针调谐的 Drive Gain 调到默认值的 2 倍，然后采用中等的作用力，再下针测，噪声线就会少很多甚至不再出现噪声线。

(2) 非常平的样品

硅片表面溅射薄膜等非常平的样品，测试时容易出现 trace 和 retrace 在部分区域不重合，二者中间包出一个类矩形形状，这时，把 Lever Tune 的 Drive Gain 调成默认值的 $1/2$ ，作用力采用中等的即可，上述问题基本就可以解决。

(3) 假象

当测试一些镀膜样品时，随着测试的推移，可能会出现如下图所示的假象，图像特征是有周期性的三角形状，这是针尖的形状，具体原因可能是针比较硬，膜相对比较软，这时可以调整 Lever Tune，减小作用力大小，如果还是会出现假象，则可更换一根弹簧常数较小的探针。

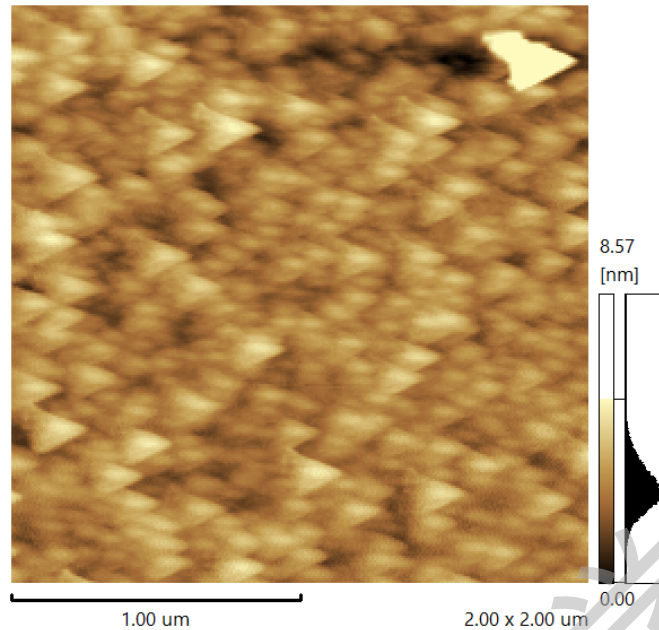


图 2 针尖假象

2.2.2 表面电势

样品不是通体导电的，只是表面导电的情况，在样品表面搭导电胶，连接到金属片上，会使得电势测量更稳定，

测环氧树脂膜之类的样品，由于存在静电，电势可能会超过 $\pm 10\text{V}$ 的量程无法测试，电势成倾斜坡状，或者在测试过程中电势明显漂移不稳定，这种情况也需要先除静电。

2.2.3 力曲线测试

考虑是否有静电，有静电，杨氏模量数值会差异较大，需要先除静电，再测，杨氏模量值会变得一致很多。

2.2.4 环境控制

AFM 操作通常在空气或真空环境中进行。对于湿敏感样品，应避免在高湿度下测量，以减少水分对成像的干扰。同时，降低环境振动和噪声也有助于提高图像质量。

通过对上述参数的系统调整与优化，本研究成功提高了 AFM 的成像质量，并在不同样品的特征分析中达到了理想的效果。未来的研究将进一步探索其他影响因素，以持续提升 AFM 的应用性能。

3 小结

本文探讨了关键参数的调整，包括扫描速度、反馈增益、探针类型、测量模式及相位反馈对 AFM 成像质量及数据精度的影响。列数了几种测试情境的测试技巧，如较为粗糙样品、平的样品的形貌测试，电势漂移或超 $\pm 10\text{V}$ 的电视测试，杨氏模量测试数据离散严重的情形。

本文为 AFM 测试及参数的优化提供了实用指导，有助于促进这一技术在纳米科学、材料研究及生物学等领域的广泛应用。

中国仪器仪表学会