

学术论文

# 激光检测原子力显微镜的改进 ——振荡工作模式

徐海 韩宝善

(中国科学院物理所磁学国家重点实验室 北京 100080)

戴长春 黄桂珍 王培森

(中国科学院化学所本原显微仪器开发中心 北京 100080)

1997年11月27日收到

## Modifications of the Laser Detection Atomic Force Microscope —— Oscillation Mode

Xu Hai, Han Baoshan

(State Key Laboratory of Magnetism, Institute of Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing, 100080)

Dai Changchun, Huang Guizhen, Wang Peisen

(Benyuan Micro Instrument Developing Center, Institute of  
Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Beijing, 100080)

**Abstract** A new detection head was developed, which provides additional oscillation operation mode and wider applications for the atom force microscopes manufactured in Benyuan Micro-instrument Developing Center. The oscillation of the cantilever with a tip fixed onto a bimorph piezo can be achieved by connecting a signal generator. When the tip-sample separation oscillates, its amplitude, its resonance frequency and its phase may vary because of the surface force gradient. The sample surface topography can be characterized by detecting the phase shift or the changes in the amplitude and in the resonance frequency. An elongated piezo scanner tube was used to expand the original scanning range from  $15\ \mu\text{m}$  by  $15\ \mu\text{m}$  to  $50\ \mu\text{m}$  by  $50\ \mu\text{m}$  with the electronic feedback controlling unit unchanged.

**Key words** Scanning tunneling microscopy, Atomic force microscopy, Oscillation mode

**摘要** 针对一些特殊材料表面形貌的检测需要,在原有国产商用激光检测原子力显微镜的基础上,设计研制了适用性更广、功能更强的原子显微镜。在不提高驱动电压的前提下,采用改进的扫描管,将扫描范围从  $15\ \mu\text{m} \times 15\ \mu\text{m}$  提高到了  $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$ ;改进了原有的微探针扫描模式,在探针上施加一驱动的正弦振荡信号,使探针发生振荡。由于存在着表面的力梯度,当样品与探针距离发生振荡变化时,针尖振荡的振幅、频率和位相都会随之改变。用电子信号反馈电路探测此变化,就能得到样品表面形貌的信息。

**关键词** 扫描隧道显微镜 原子力显微镜 振荡模式

自从 80 年代初期, Benning 等人<sup>[1]</sup>用其发明的扫描隧道显微镜 (STM) 获得第一幅实空间的单晶硅表面原子图像以来, 以 STM 为代表的扫描探针显微镜 (SPM) 的问世, 推动了纳米科学和技术的兴起和发展。经过 10 多年的快速发展, SPM 已成为一个包括 STM, 原子力显微镜 (AFM), 磁力显微镜 (MFM), 弹道电子显微镜 (BEEM) 等具有多种功能的家族<sup>[2~4]</sup>。

在 SPM 家族中, AFM 以其原子级分辨率、广泛的适用性和操作方便等优点, 成为材料表面研究的重要工具。但是, 通常的激光检测的 AFM 是接触式 (contact mode) 的, 即探针悬臂上的针尖紧贴样品表面扫描, 针尖顶端和样品表面的原子之间的排斥力引起微悬臂的微小形变, 用悬臂上反射激光束的偏转来检测形变, 就能得到样品表面形貌的信息。显然, 这种接触式的扫描方式适用于较硬的样品, 对一些较软的样品, 尤其是生物样品, 往往会引起样品的损伤甚至破坏。为防止损伤, 一般采取非接触式 (non-contact mode), 即在探测过程中使探针和样品之间保持一微小距离, 一般为几到几十纳米。但在这种情形下, 探针和样品之间的作用力是很小的 (约为  $10^{-12}$  N), 这就增加了信号的检测难度, 影响了测量的分辨率。如果在扫描过程中使探针产生上下的简谐振动, 不断地轻轻“叩击”样品表面, 针尖顶端与样品表面的原子之间的排斥力则会影响探针简谐振荡的振幅、频率和相位, 这样, 不但降低了损伤样品表面的可能性, 而且能在动态检测的基础上, 开发频移和相位改变等多种高灵敏度的检测方式。事实上, 正是探针的振荡模式, 使 AFM 派生出像 MFM 和电力显微镜 (EFM) 等 SPM 家族的新成员。

另一方面, 随着纳米科技的迅速发展, 要求纳米尺度的探测仪器有较高的综合性能, 即不但要有高分辨率, 操作灵活方便, 而且要有大的扫描范围, 使之更好地运用于精密纳米加工以及工业产品的质量检测, 特别是对一些需要探测长程力 (诸如磁力、静电力等) 的情况更是如此。

正是基于上述分析, 在中国科学院化学所本原显微仪器开发中心研制的 930-b 型激光检测原子力显微镜的基础上<sup>[4]</sup>, 不提高驱动电压, 采用特制的扫描管, 将扫描范围提高到了  $50\ \mu\text{m}$ ; 通过在微探针上施加一驱动的简谐振荡信号, 使探针振荡; 通过针尖振荡的振幅、频率、位相等的变化, 经电子信号反馈电路得到样品表面形貌的信息。实验用的微探针是标准的氮化硅 AFM 探针。

## 1 对 930-b 型 AFM 的改进

### 1.1 微探针支架座的改进

在原有的探针支架座上固定一压电陶瓷片, 通过外加振荡电路控制陶瓷片的频率和振幅, 使探针可随压电陶瓷片的振动而振动。图 1 是微探针振荡工作模式示意图。由于支架座的体积限制, 选用的压电陶瓷片不能过大, 而且要有合适的固有振荡频率, 所以压电陶瓷片选取及粘结问题十分关键。本实验采用的是双层压电晶片, 尺寸为  $2\ \text{mm} \times 6\ \text{mm}$  的长条形, 固有振荡频率为  $70 \sim 100\ \text{kHz}$ 。压电陶

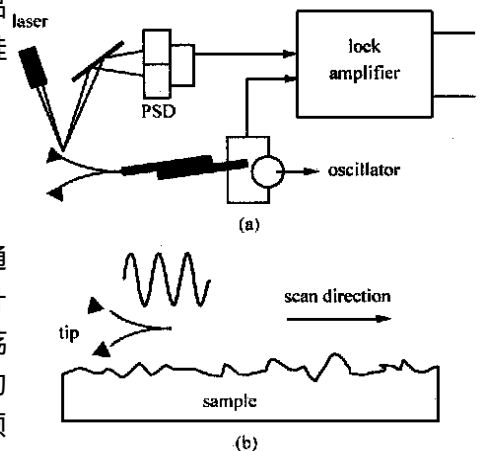


图 1 微探针振荡工作模式示意图  
Fig. 1 The schematic of oscillation mode for the micro-tip

瓷片上所加的振荡控制信号是由低频信号发生器产生的,频率范围在  $1 \sim 1000$  kHz 之间。探测信号通过检测振幅的变化得到。

### 1.2 探测头的改进

为了方便微米水平上的样品定位以及实时监控微探针和样品的情况,在原有 930-b AFM 的探测头的上部增添了体式显微镜、CCD 摄像头和监视器系统<sup>[4]</sup>,实现了样品表面的预观察和微探针的方便定位。

### 1.3 探针扫描范围的扩大

考虑到在仪器产品升级换代过程中应保持连续性和尽可能的简单、灵活和方便,因此在不改变原有控制系统驱动电路的前提下,采用了加长扫描管的方法来提高扫描范围,并改进了原有陶瓷扫描管的补偿技术和定标。特制的长陶瓷扫描管直径为  $12$  mm,约是原有的  $3$  倍,长度为  $40$  mm,约是原有的  $2$  倍,壁厚为  $0.8$  mm。实验证明,在不提高扫描电压的情形下,扫描范围达到了  $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ 。

## 2 测试结果和讨论

改进后的 930-b 型 AFM 用于光栅、磁盘、VCD 母盘等材料的表面结构测试,取得良好的结果。

图 2 示出标准的  $3 \times 3 \times 1 \mu\text{m}$  光栅的形貌图。扫描条件:基准电流  $I_r = 0.7$  nA,延迟时间为  $600$  s,电压增益为  $10$ ,扫描增益为  $30$ ,步长为  $22$ ,这是未经校正处理的原始结果。表明了极限扫描范围可达到  $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ ,同时,可以看出在扫描范围的两端有些畸变。

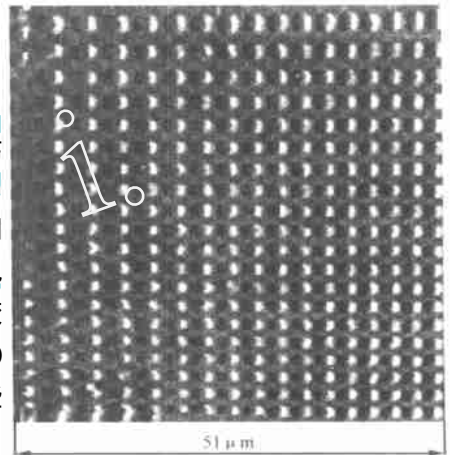


图 2  $3 \times 3 \times 1 \mu\text{m}$  标准光栅的形貌图  
Fig. 2 The topography image of  $3 \times 3 \times 1 \mu\text{m}$  standard grating

图 3 示出 VCD 母盘的形貌图,扫描范围  $7.6 \mu\text{m} \times 7.6 \mu\text{m}$ 。由图可以清楚地看到 VCD 母盘中用于定位的直沟槽。在用接触模式测得的图 3(a)中,除了直沟槽外还可以看到 VCD 母盘上的很多细节。图 3(b)

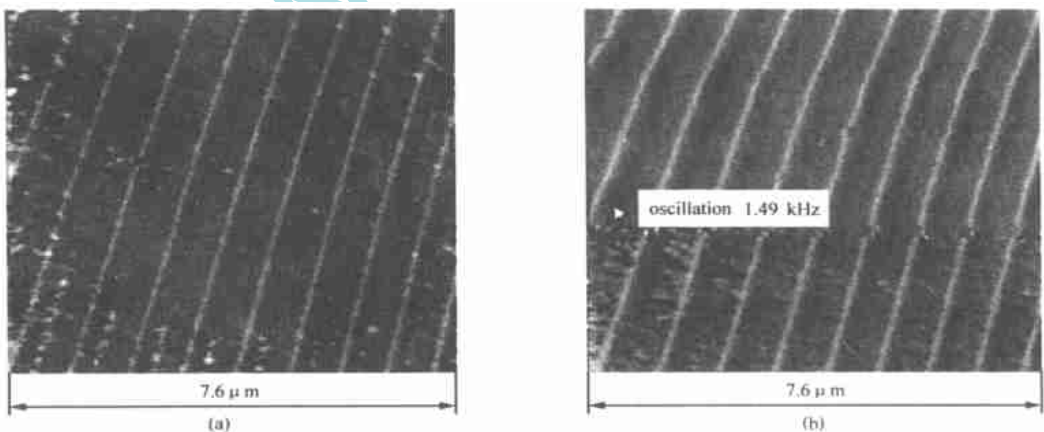


图 3 VCD 母盘形貌图

Fig. 3 The topography images of VCD matrix disk

的扫描方向从下向上,开始采用接触模式,形貌图和图 3(a) 类似。接着使微探针以 14.9 kHz 的频率振荡,开始“轻叩”样品表面,相应的形貌相当平滑。可见,这种振荡模式对样品的“压力”较小,因而对一些较软的样品,尤其是生物样品比较适用。但是另一方面,由图 3(b) 还可见,用振荡模式测量形貌的分辨率显然小于接触模式。然而,采用振荡模式能开发频移和相位改变等多种高灵敏度的检测方式,使 AFM 能派生出像 MFM 和 EFM 等能测量长程力的扫描探针显微镜,这个形貌测量分辨率较小的代价是可以接受的。

图 4 示出在 3.5 英寸磁盘上所做的另一组振荡和接触模式的比较试验。图 4(a) 是接触式扫描的形貌图。探针拖动样品表面吸附的灰尘颗粒使图像质量明显变差,且灰尘颗粒的影响很难消除。在图 4(b) 的振荡模式形貌图中,探针的振荡避免了灰尘的影响。实际上,振荡的探针较容易把样品表面的灰尘颗粒推掉,有利于图像质量的提高。

为了研究振荡频率的影响,并确定最佳工作频率,进行了改变频率的实验,频率的变化

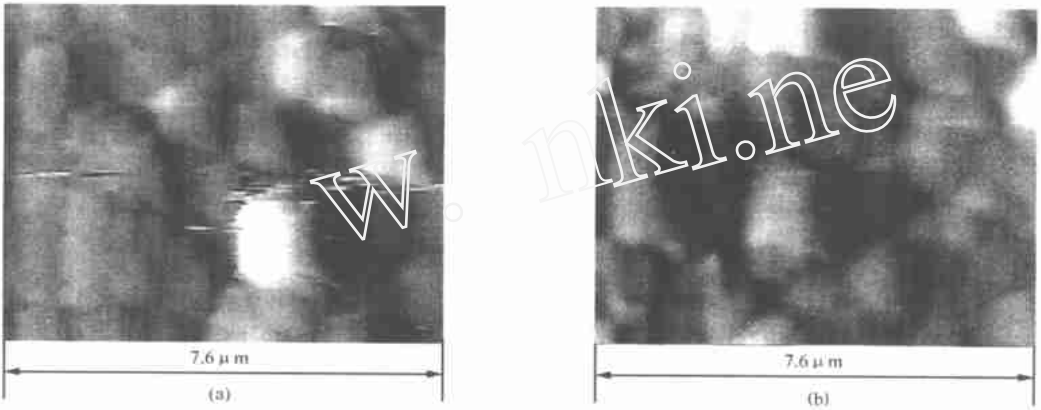


图 4 3.5 英寸软磁盘的形貌图

Fig. 4 The topography images of 3.5 inch floppy disk

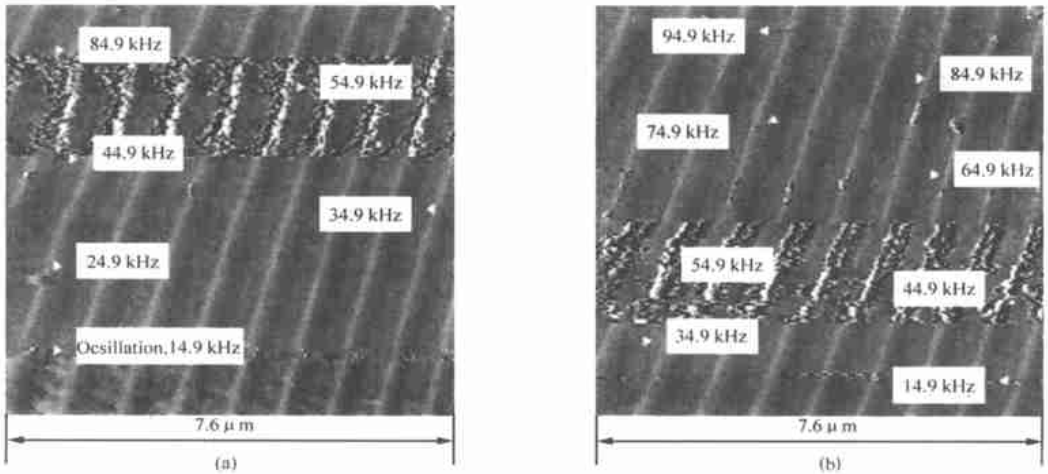


图 5 振荡频率对用振荡模式测量的 VCD 母盘形貌图的影响

Fig. 5 The influence of the oscillation frequency on the topography image of VCD matrix disk

范围在 14.9 ~ 149 kHz 之间,结果如图 5 所示。图 5(a)的扫描方向从下向上,从 14.9 kHz 起振。在 14.9 ~ 34.9 kHz 之间,随着振荡频率的增加,图像没有太大变化,但在 34.9 kHz 时信号幅度略有减小。当频率增加到 44.9 kHz 时,图像突然变差。这个现象一直持续到近 80 kHz。从 84.9 kHz 开始,图像恢复。图 5(b)的扫描方向从上向下。在此回扫过程中,多次改变频率,再次证实了当频率改变在 44.9 ~ 84.9 kHz 之间时,图像变得较差或很差,但从 84.9 ~ 149 kHz,仍有很好的图像。进一步的试验表明,可认为微探针在 44.9 ~ 84.9 kHz 的范围内存在有共振峰,这导致了振幅的变化率最低,使图像质量变差。可见,振荡模式中探针最佳频率的选择是十分重要的。

### 3 结论

实验结果表明,新型的探头设计方便了探针的操作和样品表面的扫描选区,使 AFM 运用更灵活自如。大的扫描范围,使 AFM 的应用范围扩大。特别是通过引进振荡工作模式,为解决较软和较精细的样品(如生物细胞样品的 AFM 测试问题)提供了一个较好的解决途径,同时也为 AFM 的进一步改进,扩展为其他力显微镜奠定了基础。

#### 参 考 文 献

- 1 Benning G, Rohrer H. Phys Rev Lett, 1982, 49:57
- 2 Benning G, Quate C F, Gerber C. Phys Rev Lett, 1986, 56:930
- 3 Kasier W J, Bell L D. Appl Phys Lett, 1988, 60:1406
- 4 中国地质大学,中科院化学所本原显微仪器开发中心. 多功能激光检测原子力显微镜 鉴定报告. 1997