

文章编号 1004-924X(2017)02-0401-07

## 多模态动态原子力显微镜系统

黄强先\*, 张 蕤, 刘 凯, 赵 阳, 张连生

(合肥工业大学仪器科学与光电工程学院, 安徽 合肥 230009)

**摘要:**动态原子力显微镜(dynamic atomic force microscope, AFM)是通过检测悬臂谐振状态的变化来对物体表面形貌进行测量的。通过对谐振状态的三种因素即振幅、相位、频率的检测,动态 AFM 可以分为三种工作模式,即振幅反馈、相位反馈与频率反馈模式,这三种反馈模式有着不同的扫描特点。基于硅悬臂具有高阶谐振的特性,动态原子力显微镜可以在悬臂工作于高阶谐振状态时对物体进行扫描。综合上述工作模式研制了一套多模态动态 AFM,可以在三种反馈模式、不同阶谐振状态下对物体进行扫描测量。利用该系统在不同反馈模式、不同阶谐振状态下进行了扫描测试,结果显示,系统在各模式下具有亚纳米分辨率,其中在相位反馈模式,悬臂二阶谐振时可达到最优灵敏度与分辨率,分别为  $17.5\text{V}/\mu\text{m}$  和  $0.29\text{nm}$ ,在最优灵敏度与分辨率状态下对光栅试样进行了三维扫描,得到光栅的三维形貌图。

**关键词:**动态 AFM;振幅反馈;相位反馈;频率反馈;高阶谐振

**中图分类号:**TH89 **文献标识码:**A **doi:**10.3788/OPE.20172402.0401

## Multi-mode dynamic atomic force microscope system

HUANG Qiang-Xian\*, ZHANG Rui, LIU Kai, ZHAO Yang, ZHANG Lian-Sheng

(School of Instrument Science and Opto-Electronics Engineering,  
Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

\* Corresponding author, E-mail: huangqx@hfut.edu.cn

**Abstract:** Dynamic atomic force microscope (AFM) is able to measure the surface topography of objects by detecting the changes of resonance state of the cantilever. Through the detection on three factors of such resonance state, amplitude, phase and frequency, dynamic AFM could be divided into three kinds of working modes, which are amplitude feedback mode, phase feedback mode and frequency feedback mode, and such feedback modes have different scanning characteristics. Based on the higher-order resonance characteristics of the silicon cantilever, dynamic AFM is able to scan objects when the cantilever is working under the high-order resonance. By combining above working modes, a multi-mode dynamic AFM was developed, which could scan and measure the objects under the above three feedback modes and different order of resonance state. The results of scanning tests under different feedback modes and different order of resonance state by application such system show that the system has sub nanometer resolution in each working mode, in which the system can achieve the optimal sensitivity and resolution under phase feedback mode and when the cantilever runs under the second order resonance, which is  $17.5\text{V}/\mu\text{m}$  and  $0.29\text{nm}$  respectively. Under such optimal sensitivity

收稿日期:2016-09-08;修订日期:2016-11-14.

基金项目:合肥工业大学青年教师创新资助项目(No. JZ2015HGQC0212);国家自然科学基金资助项目(No. 50975075)

and resolution, the three dimensional scanning test of grating is conducted to obtain its 3D topography image.

**Key words:** Dynamic AFM; amplitude feedback; phase feedback; frequency feedback; high-order resonance

## 1 引言

原子间作用力会随着原子间距离的变化而变化,原子力显微镜(Atomic Force Microscope, AFM)就是利用这一特性来对物体表面进行扫描测量的。原子力显微镜微悬臂的变形受其所受原子力影响,通过检测微悬臂的变形可以检测到原子力的变化,进而可以测得微悬臂末端的探针与物体表面之间的距离变化,得到物体的表面形貌。在研究微观领域的多种工具中,原子力显微镜由于具有分辨率高<sup>[1]</sup>、非破坏性、应用范围广<sup>[2-4]</sup>等优点而得到了广泛应用。现有的 AFM 根据悬臂的工作状态分为了动态 AFM 和静态 AFM<sup>[5]</sup>,静态 AFM 即悬臂工作在静止状态下,探针与试样接触进行扫描,这种工作方式容易对物体表面造成损伤。动态 AFM 是使悬臂工作在谐振状态下,探针不与试样表面进行接触或者间歇的接触,这样不会对试样造成损伤,且扫描速度快<sup>[6-8]</sup>,抗干扰能力强,因此,动态 AFM 成为了原子力显微镜中的主要工作模式。

在动态 AFM 中,悬臂工作在其谐振状态下,在扫描过程中,由于原子力的影响,悬臂的振动状态会发生变化。物体的振动有三个重要因素,即振动的振幅、相位和频率,在动态 AFM 中,悬臂振动态的变化即代表了这三种因素的变化。通过分别对悬臂谐振时振幅、相位与频率变化测量并进行反馈控制的三种反馈方式分别为振幅反馈、相位反馈与频率反馈。三种反馈模式分别有不同的特点,振幅反馈可以稳定对试样的表面形貌进行扫描,相位信号对样品表面性质如硬度、黏弹性、吸附力等非常敏感<sup>[9]</sup>,频率反馈模式相对于振幅反馈具有更高的响应速度和灵敏度,在较大的频率范围内有更低的噪声等优点<sup>[10]</sup>。且硅悬臂具有高阶谐振的特性,利用悬臂的高阶谐振特性对物体进行三维扫描测量会得到更高的灵敏度与分辨力<sup>[11]</sup>。本系统可以使原子力显微镜工作在这三种反馈模式下,并且可以使悬臂工作在在

同的谐振状态下对物体的表面形貌进行扫描测量。针对动态 AFM 在不同反馈模式、悬臂在不同阶态下所得的测试结果进行了比较分析,对光栅试样进行了三维形貌扫描。

## 2 理论分析

在动态 AFM 中,悬臂一端被固定,通过静电、磁或机械激励等方式,驱动另一端呈自由谐振状态,悬臂模型示意如图 1 所示。对于矩形悬臂,假定悬臂是均匀的、截面为矩形且探针部分的质量可忽略,悬臂的振动方程为:

$$EI \frac{\partial^4 y(x, t)}{\partial x^4} + \rho A \frac{\partial^2 y(x, t)}{\partial t^2} = 0, \quad (1)$$

其中:  $E$ 、 $I$ 、 $\rho$ 、 $A$  分别为悬臂的杨氏模量、惯量、材料密度及横截面积,  $y(x, t)$  表示悬臂梁的横向位移,为随坐标  $x$  和  $t$  连续变化的函数,  $L$  为悬臂长度。结合悬臂自身的边界条件可得其振型函数为<sup>[12]</sup>:

$$y(x) = D(chk_n x - \cos k_n x - D_0(shk_n x - \sin k_n x)), \quad (2)$$

$$D_0 = \frac{\cos k_n L + chk_n L}{\sin k_n L + shk_n L}, \quad (3)$$

其中:  $n=1, 2, 3, \dots$ ,  $D$  为各次振型的振幅值,  $k_n$  为第  $n$  阶谐振的波数,由  $k_n$  可得相对应的各阶振型的谐振频率为:

$$\omega_n = k_n^2 \sqrt{EI/\rho AL^4}. \quad (4)$$

处于谐振状态的悬臂与试样接近时,探针顶端的原子和试样表面原子间就会产生相应的作用力  $F$  (范德华力, Van De Waal's Force),导致了悬臂谐振频率、振幅及相位的变化。

由式(4)可知,硅悬臂具有多个谐振频率的特性,基于这一特性可以使悬臂工作在高阶谐振状态下对物体进行一阶或者高阶的三维扫描,目前的商用 AFM 用的都是一阶谐振模态进行扫描。利用悬臂高阶谐振的振幅特性和相位特性可以有效提高动态 AFM 的灵敏度与分辨力<sup>[13-14]</sup>,但是悬臂高阶谐振的频率特性却无法对动态 AFM 的

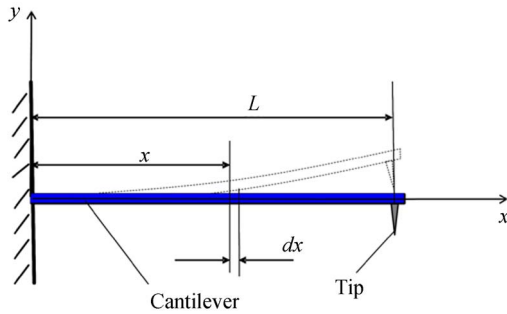


图 1 悬臂模型示意图

Fig. 1 Schematic diagram of cantilever model

灵敏度与分辨力有所提高<sup>[15]</sup>。针对以上理论,分别设计了动态 AFM 悬臂一阶谐振的振幅反馈、相位反馈与频率反馈实验系统,以及悬臂二阶谐振的振幅反馈与相位反馈实验系统。

### 3 系统研制

多模态原子力显微镜系统如图 2 所示,悬臂的励振通过励振信号激励压电陶瓷片,进而带动固定于其上的悬臂使其振动在谐振频率处,悬臂的振动状态由光杠杆法进行检测,激光打到悬臂的末端,当悬臂微小的偏转经光杠杆法放大后由四象限光电二极管接收。四象限光电二极管的输出经过信号解码及处理之后得到悬臂振动信号。悬臂的振动信号中有 3 种信息,分别为振动信号的振幅、相位与频率,在试样靠近探针时,由于长程的范德华力,短程排斥力与吸附力的作用,悬臂的振动状态会发生变化,即探针振动的振幅、相位与频率都会发生变化,这三种信号的变化分别由振幅反馈系统、相位反馈系统与频率反馈系统来进行检测,并将其变化的量送入计算机,与计算机中的设定电压值进行比较,比较的结果作为控制压电陶瓷驱动电源的信号以控制三维压电陶瓷扫描器 Z 向位移,从而使悬臂的振幅、相位与频率保持不变,而压电陶瓷扫描器的位移变化反应了试样的表面形貌变化。

#### 3.1 振幅反馈系统

在试样靠近探针时,由于原子间作用力影响,会使悬臂的振幅发生变化,振幅反馈系统主要是通过检测悬臂谐振时的幅值变化来对压电陶瓷扫描器的 Z 向位移进行反馈控制,从而使悬臂振动的幅值保持不变。悬臂的励振信号由计算机控制

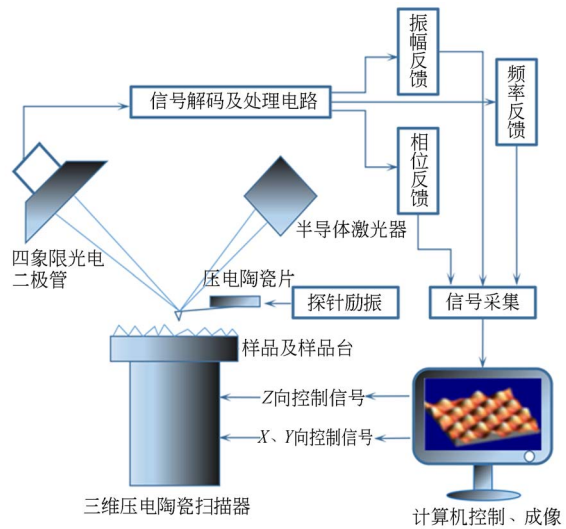


图 2 动态 AFM 原理框图

Fig. 2 Block diagram of dynamic AFM system

给出,可以控制悬臂谐振在一阶、二阶或更高阶的谐振状态下。振幅反馈系统的控制信号为悬臂的幅值,所以只需通过真有效值转换芯片来将悬臂的幅值信号提取出来即可。

#### 3.2 相位反馈系统

在试样靠近探针时,由于原子力的作用,悬臂振动信号与励振信号之间的相位差会发生变化,相位反馈系统主要是通过检测悬臂谐振时的振动信号与励振信号之间的相位差的变化来对压电陶瓷的 Z 向位移进行控制,从而使悬臂谐振时的振动信号与励振信号之间的相位差保持不变。在相位反馈系统中探针的励振信号同样由计算机给出。相位反馈系统的设计是通过鉴相器来得到探针振动信号与励振信号之间的相位差的,相位差信号经过低通滤波器之后变为代表相位差的直流电压信号,经过一系列的放大处理电路之后送入计算机进行比较计算。相位反馈系统如图 3 所示。

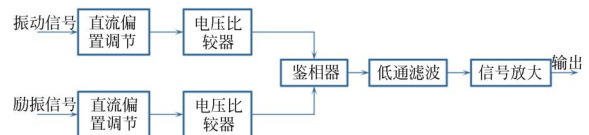


图 3 相位反馈系统框图

Fig. 3 Block diagram of phase feedback system

#### 3.3 频率反馈系统

在试样靠近探针时,由于原子力的作用会使

探针的谐振频率发生偏移,频率反馈系统跟踪并检测悬臂谐振频率的变化,并以此为根据控制压电陶瓷扫描器 Z 向位移来使悬臂的谐振频率保持不变。

频率反馈系统利用锁相环来实现跟踪并反馈悬臂谐振频率变化。频率反馈系统不需要引入外部激励源来励振悬臂,锁相环内部的压控振荡器就可以发出励振信号来对悬臂进行激励。悬臂的振动信号与其励振信号即压控振荡器信号进行鉴相之后得到两者的相位差信号,相位差电压信号输入 PI 调节器,PI 调节器的参考电压为悬臂在谐振频率处时的相位差电压值,PI 调节器的输出为压控振荡器的输入,压控振荡器输入的电压决定其输出的方波频率。在谐振频率处励振信号与振动信号之间的相位差是一定的,当悬臂的谐振频率因原子力的作用而发生偏移之后,悬臂的振动频率却仍然为上一刻的谐振频率,悬臂此刻不再为谐振状态,导致悬臂振动信号与励振信号之间的相位发生变化,当输入 PI 调节器的信号发生变化时,PI 调节器的输出发生变化,这会导致压控振荡器输出的频率即悬臂的励振频率发生变化,直到该频率再一次达到悬臂新的谐振频率,而 PI 调节器的输出也反应了谐振频率的变化。频率反馈系统如图 4 所示。

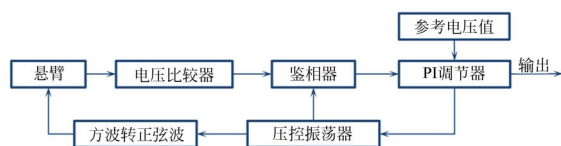


图 4 频率反馈系统框图

Fig. 4 Block diagram of frequency feedback system

## 4 实验结果

实验选择的探针为 Budget Sensor 的 Multi75Al-G 探针,探针公称弹性常数为 3 N/m,经过实验测得探针的一阶谐振频率为 84.8 kHz,二阶谐振频率为 537.6 kHz。AFM 的重要指标为系统的灵敏度与分辨力,故利用该系统进行了力曲线测试。图 5、图 6 和图 7 分别为悬臂在一阶谐振状态下在振幅反馈系统、相位反馈系统与频率反馈系统中测的力位移曲线,即在试样逐渐逼近探针时悬臂振幅、相位与频率的变化曲线。

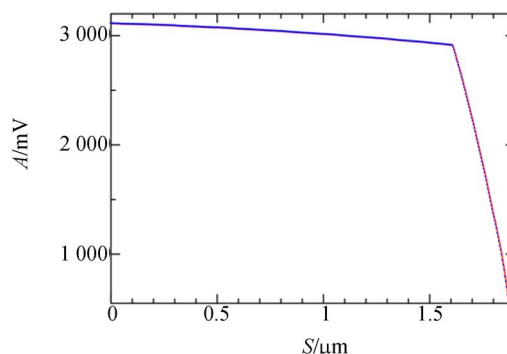


图 5 悬臂一阶谐振振幅值逼近变化曲线

Fig. 5 Approaching curve for varying amplitude of the first order resonance cantilever

由图 5、图 6 和图 7 的曲线快速下降部分的斜率可以计算出悬臂在一阶谐振状态下,分别在振幅反馈系统、相位反馈系统与频率反馈系统中测的灵敏度分别为  $8.5 \text{ V}/\mu\text{m}$ ,  $9.0 \text{ V}/\mu\text{m}$  和  $8.7 \text{ V}/\mu\text{m}$ , Z 向信号的噪声均为 5 mV,由噪声与灵敏度共同计算得出悬臂在一阶谐振状态下,分别在振幅反馈系统、相位反馈系统与频率反馈系统中垂直方向上的空间分辨力分别为 0.59 nm, 0.56 nm 与 0.57 nm。其中相位反馈系统的灵敏度与分辨力最高。频率反馈的灵敏度虽然优于振幅反馈系统,但是在测试结果中也可以看出它最为不稳定,并且容易出现锁相环失锁的现象,需要对其控制进行进一步的改进与研究。

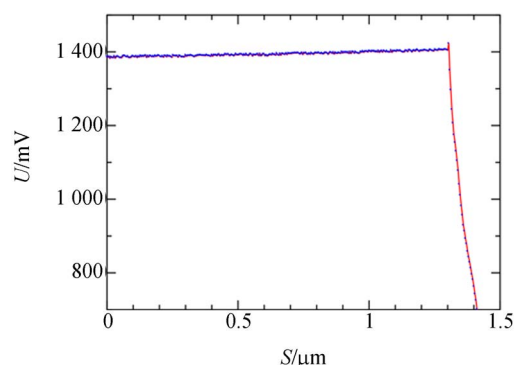


图 6 悬臂一阶谐振相位逼近变化曲线

Fig. 6 Approaching curve for varying phase of the first order resonance cantilever

由以上分析可知,高阶悬臂谐振状态下频率反馈高阶特性并不优于低阶状态,故没有对其高阶的谐振状态进行实验。图 8、图 9 所示为悬臂在二阶谐振状态下,分别在振幅反馈系统与相位

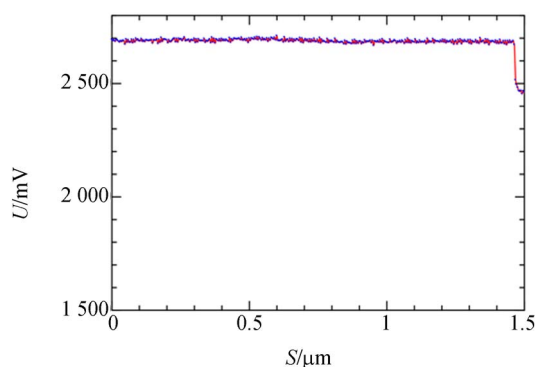


图 7 悬臂一阶谐振频率逼近变化曲线

Fig. 7 Approaching curve for varying frequency of the first order resonance cantilever

反馈系统中测得的相位差电压-位移变化曲线。

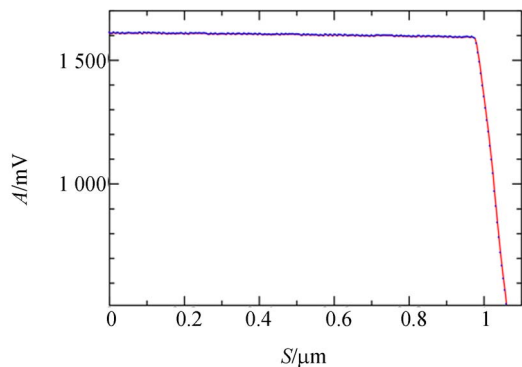


图 8 悬臂二阶谐振幅值逼近变化曲线

Fig. 8 Approaching curve for varying amplitude of the second order resonance cantilever

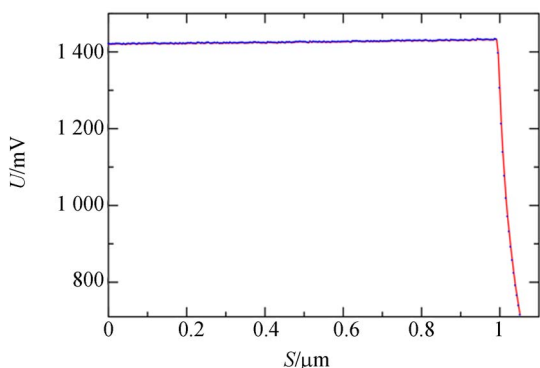


图 9 悬臂二阶谐振相位逼近变化曲线

Fig. 9 Approaching curve for varying phase of the second order resonance cantilever

由图 8、图 9 的斜率可以计算出悬臂在二阶谐振状态下在振幅反馈、相位反馈中的灵敏度分

别为  $13.8 \text{ V}/\mu\text{m}$  和  $17.5 \text{ V}/\mu\text{m}$ , Z 向信号的噪声均为  $5 \text{ mV}$ , 由噪声与灵敏度共同计算得出悬臂在一阶、二阶谐振状态下, 垂直方向上的空间分辨力分别为  $0.36 \text{ nm}$  和  $0.29 \text{ nm}$ 。相位反馈状态下悬臂谐振的二阶灵敏度与分辨力更优。

为了验证实验系统的可行性, 使用该系统对实物进行了三维扫描。图 10、11 所示为原子力显微镜使用一阶、二阶相位反馈对栅距为  $2 \mu\text{m}$ 、栅高约为  $1.3 \mu\text{m}$  的光栅进行三维扫描的实物图。扫描结果由于压电陶瓷的非线性、迟滞<sup>[16]</sup>、蠕变等原因并不能完全符合光栅的给定公称值, 但是却仍然可以说明该系统进行扫描是可以实现的。由于实验三维扫描所使用的试样的最小形貌并不能达到理论计算的分辨力, 所以一阶与二阶谐振所扫描得到的三维图无太大的区别, 但是还是可以证明二阶谐振的性能是不差于一阶谐振的。

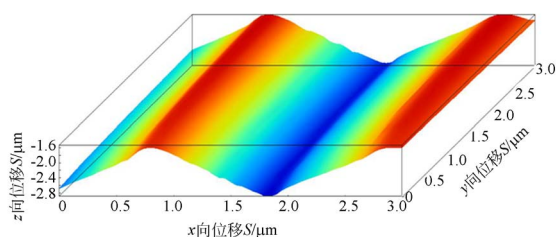


图 10 悬臂一阶谐振扫描获得的光栅三维形貌图

Fig. 10 Three-dimensional topography of the grating obtained with the first order resonance cantilever

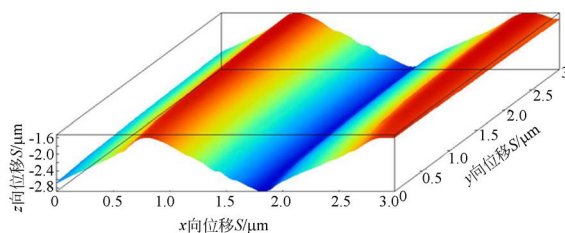


图 11 悬臂二阶谐振扫描获得的光栅三维形貌图

Fig. 11 Three-dimensional topography of grating obtained with the second order resonance cantilever

## 5 结 论

本文介绍了多模态的动态原子力显微镜系统, 该系统可以工作在振幅反馈、相位反馈与频率

反馈三种模式、不同阶谐振状态下对物体进行三维扫描。在自制实验系统的基础上进行了实验,实验结果如下:在悬臂处于一阶谐振状态下时,分别对系统在振幅反馈、相位反馈与频率反馈模式下进行了逼近曲线测试,通过得到的逼近曲线计算得出不同反馈模式下的灵敏度分别为:8.5 V/ $\mu\text{m}$ , 9.0 V/ $\mu\text{m}$  和 8.7 V/ $\mu\text{m}$ ,测得的实验系统 Z 向的噪声为 5 mV,通过噪声与灵敏度共同计算得出的三种反馈模式下的分辨力分别为 0.59 nm, 0.56 nm 和 0.57 nm,比较实验结果可以得出,在一阶谐振状态下,相位反馈模式下的灵敏度与分辨力最佳,频率反馈次之,振幅反馈最差。在悬臂处于二阶谐振状态下时,分别对系统在振幅反馈、相位反馈模式下进行了逼近曲线测试,通过得到的逼近曲线计算得出不同反馈模式下的灵敏

度分别为:13.8 V/ $\mu\text{m}$  和 17.5 V/ $\mu\text{m}$ ,测得的实验系统 Z 向的噪声为 5mV,通过噪声与灵敏度共同计算得出的三种反馈模式下的分辨力分别为 0.36 nm 和 0.29 nm,比较实验结果可以得出,在二阶谐振状态下,相位反馈模式下的灵敏度与分辨力最佳,振幅反馈较差。

选用了灵敏度与分辨力最优时的相位反馈模式下,悬臂二阶谐振状态下的实验系统对光栅试样进行了三维扫描,得到了光栅的三维扫描图,证明了实验系统的可行性。实验结果显示,系统可以实现多模态的功能并对试样进行三维扫描,但是系统依然存在频率反馈不稳定的问题,对悬臂的高阶谐振特性仍需探索,对悬臂高阶谐振的不稳定仍需对其控制算法进行进一步的研究与完善。

#### 参考文献:

- [1] JOONH Y K, JAE W H, YONG-S K, *et al.*. Atomic force microscope with improved scan accuracy, scan speed, and optical vision[J]. *Review of Scientific Instruments*, 2003, 74(10): 4378-4382.
- [2] MING H H, CHUNG H L, SHENG W H, *et al.*. Preparation of Chitosan/ Hydroxyapatite Substrates with Controllable Osteoconductivity Tracked by AFM[J]. *Annals of Biomedical Engineering*, 2015, 43(4): 1024-1035.
- [3] YU Y L, MARTIN G, MATTHEW J, *et al.*. AFM of self-assembled lambda DNA-histone networks[J]. *Colloids Surf B Biointerfaces*, 2015, 8: 17-25.
- [4] 景大雷, 潘响路. 静磁场对固液界面表面电荷性质的影响[J]. *光学 精密工程*, 2015, 23(12): 3343-3349.  
JING D L, PAN Y L. Effect of static magnetic field on surface charges of solid-liquid interfaces[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2015, 23(12): 3343-3349. (in Chinese)
- [5] GARCIA R, PEREZ R, Dynamic atomic force microscopy methods[J]. *Surface Science Reports*, 2002, 47(6): 197-301.
- [6] ANDREW J L, MICHAL S, JAMIE K H, *et al.*. Tuning the translational freedom of DNA for high speed AFM [J]. *Nano Research*, 2015, 8(6): 1811-1821.
- [7] LU H, FANG Y C, REN X, *et al.*. Improved direct inverse tracking control of a piezoelectric tube scanner for high-speed AFM imaging[J]. *Mechanics*, 2015, 31: 189-195.
- [8] BALANTEKIN M. High-speed dynamic atomic force microscopy by using a Q-controlled cantilever eigenmode as an actuator [J]. *Ultramicroscopy*, 2015, 149: 45-50.
- [9] 李渊, 钱建强, 徐平, 等. 原子力显微镜相位成像模式的设计及研究[J]. *电子显微学报*, 2006, 25(4): 341-344.  
LI Y, QIAN J Q, XU P, *et al.*. Design and research of phase imaging-mode atomic force microscopy [J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2006, 25(4): 341-344. (in Chinese)
- [10] 华宝成, 钱建强, 杨勇, 等. 数字解调自激励频率调制原子力显微镜[J]. *光电子·激光*, 2011, 22(10): 1455-1458.  
HUA B CH, QIAN J Q, YANG Y, *et al.*. Study of atomic force microscope based on digital-demodulating and self-oscillating frequency modulation [J]. *Journal of Optoelectronics · laser*, 2011, 22(10): 1455-1458. (in Chinese)
- [11] 黄强先, 袁丹, 尤焕杰, 等. 动态 AFM 悬臂的高阶谐振特性研究及实验[J]. *仪器仪表学报*, 2013, 34(12): 2647-2652.  
HUANG Q X, YUAN D, YOU H J, *et al.*. Research and experiment on higher-order resonance characteristic of dynamic AFM cantilever[J]. *Chinese Journal of Scientific Instrument*, 2013, 34

- (12): 2647-2652. (in Chinese)
- [12] R. 克拉夫, J. 彭津. 结构动力学[M]. 北京:高等教育出版社, 2011.  
CLOUGH R W, PENZIEN J. *Dynamics of Structures* [M]. Beijing: Higher Education Press, 2011. (in Chinese)
- [13] 黄强先, 尤焕杰, 袁丹, 等. 基于硅悬臂高阶谐振的动态原子力显微镜的快速扫描[J]. 光学精密工程, 2014, 22(3): 656-662.  
HUANG Q X, YOU H J, YUAN D, *et al.* High speed scanning for dynamic atomic force microscope based on higher-order resonance of silicon cantilever[J]. *Opt. Precision Eng.*, 2014, 22(3): 656-663. (in Chinese)
- [14] 赵阳, 黄强先, 张蕊. 基于高阶谐振悬臂的轻敲式原子力显微镜测量特性[J]. 纳米技术与精密工程, 2016, 14(3): 223-228.  
ZHAO Y, HUANG Q X, ZHANG R. Measurement characteristics of tapping-mode atomic force microscope based on the Higher-order Resonant Cantilever [J]. *Nanotechnology and Precision Engineering*, 2016, 14(3): 223-228. (in Chinese)
- [15] JOSEPH A T, JOSHUA S W. Sensitivity of flexural and torsional vibration modes of atomic force microscope cantilevers to surface stiffness variations [J]. *Nanotechnology*, 2001, 12(3): 322-330. (in Chinese)
- [16] 范伟, 林瑜阳, 李钟慎. 压电陶瓷驱动器的迟滞特性[J]. 光学精密工程, 2016, 24(5): 1112-1117.  
FAN W, LIN Y Y, LI ZH SH. Hysteresis characteristics of piezoelectric ceramic actuators [J]. *Opt. Precision Eng.*, 2016, 24(5): 1112-1117. (in Chinese)

#### 作者简介:



张蕊(1990—), 硕士研究生, 2014 年于合肥工业大学获得学士学位, 主要研究方向为精密测试技术及仪器。E-mail: Zhangr@mail.hfut.edu.cn

#### 导师简介:



黄强先(1968—), 教授, 博士生导师, 分别于 1990、1993 和 1998 年在合肥工业大学获得学士、硕士和博士学位, 2000-2005 年与日本东京工业大学和日本产业技术综合研究所从事博士后研究和访问学者, 主要研究方向为微纳米三维测量技术、纳米扫描探针技术研究及应用、仪器精度理论研究及应用等。E-mail: huangqx@hfut.edu.cn