

DOI:10.19651/j.cnki.emt.2106431

大气环境非接触调频 AFM 检测与 控制平台设计及测试*

许 军^{1,2} 金 晨^{1,2} 王旭东^{1,2} 秦 丽^{1,2} 温煥飞^{1,2} 马宗敏^{1,2}

(1. 中北大学 电子测试技术重点实验室 太原 030051; 2. 中北大学 仪器与电子学院 太原 030051)

摘 要: 为进一步提高大气环境调频非接触模式原子力显微镜(frequency modulated non-contact atomic force microscope)样品表面形貌表征能力。本文基于大气环境光路调节系统设计了高精度驱动位移调节装置,采用多块堆叠的切向压电陶瓷实现了 stick-slip 高精度驱动方式,调节精度达到了 2.6 nm/V,其精度高于常规步进电机,使得悬臂反射率达到 26%。基于该高精度位移调节装置设计,系统实现了谐振频率检测与反馈,其中共振频率 $f_0=158.73$ kHz,半高宽 $\omega=373.2$ Hz,品质因数 $Q=564$,系统最小检测灵敏度达到 80 mHz,系统电压噪声密度约为 $2.32 \mu\text{V}/\sqrt{\text{Hz}}$,系统整体噪声为 $253.3 \text{ fm}/\sqrt{\text{Hz}}$ 。为表征样品形貌奠定了基础。

关键词: 调频非接触模式原子力显微镜(FM-NC-AFM);光路调节;粘滑驱动;高精度位移调节;谐振频率检测

中图分类号: TH741 **文献标识码:** A **国家标准学科分类代码:** 140.6

Design and test of non-contact FM AFM detection and control platform in atmospheric environment

Xu Jun^{1,2} Jin Chen^{1,2} Wang Xudong^{1,2} Qin Li^{1,2} Wen Huanfei^{1,2} Ma Zongmin^{1,2}

(1. Science and Technology on Electronic Test and Measurement Laboratory, North University of China, Taiyuan 030051, China;

2. School of Instrument and Electronics, North University of China, Taiyuan 030051, China)

Abstract: In order to further improve the surface morphology characterization ability of atmospheric frequency modulated non-contact atomic force microscope (NC-FM-AFM). In this paper, a high-precision driving displacement adjustment device is designed based on the atmospheric environment light path adjustment system. The stick slip high-precision driving mode is realized by using multiple stacked tangential piezoelectric ceramics. The adjustment accuracy reaches 2.6 nm/V, which is higher than that of the conventional stepper motor, making the cantilever reflectance reach 26%. Based on the design of the high-precision displacement adjustment device, the system realizes the detection and feedback of the resonant frequency, where the resonant frequency $f_0=158.73$ kHz, half maximum width $\omega=373.2$ Hz, $Q=564$, the minimum detection sensitivity of the system is 80 mHz, and the voltage noise density of the system is about $2.32 \mu\text{V}/\sqrt{\text{Hz}}$. The overall noise of the system is $253.3 \text{ fm}/\sqrt{\text{Hz}}$. It lays a foundation for the characterization of the sample morphology.

Keywords: non contact frequency modulation mode atomic force microscope (NC-FM-AFM); optical path adjustment; stick slip drive; high precision displacement adjustment; resonance frequency detection

0 引 言

以 STM/AFM 为代表的扫描探针显微镜(SPM)已经被公认为纳米技术领域的基本检测工具之一^[1],并且在纳米生物技术应用中发挥了独特的不可替代的作用。SPM

仪器系统的改进和新的检测方法一直是纳米技术领域的前沿研究热点。

近年来发展起来的调频非接触原子力成像(NC-FM-AFM)模式是减少探针与样品相互作用力,提高分辨率的另一有效途径。调频非接触式 AFM 最早是为超高真空成

收稿日期:2021-04-20

* 基金项目:科技部国家重点研发计划项目(2018YFF01012502)、国家自然科学基金资助项目(61874100)、山西省重点研发计划项目(201803D421037)、山西“1331 工程”重点学科建设(1331KSC)项目资助

像发展的一种新技术^[2-4],目前,现有的商业 AFM 已经在材料科学与生命科学领域中得到广泛的应用和显著的进步。但是,虽然经过多年的努力,AFM 在单个生物大分子上尚未实现纳米、亚纳米级分辨率的突破,因此其对样品表征能力与应用范围产生了极大的约束。很显然,发展一套具有高灵敏度、噪声低、能减小探针与样品间的接触力等优势的非接触模式原子力显微镜(NC-FM-AFM)就显得较为重要。

全球若干实验室一直在不断地努力克服各种仪器方法和成像技术的困难^[5-6]。近年来 Fukuma 等^[7]通过改进仪器发展了一种溶液中可以应用的低噪声调频非接触模式原子力显微镜,并且在溶液中已经证明了对生物样品可以实现纳米级分辨率^[8]。其中商业 AFM 光路调节多采用具有可靠性高、电机旋转的角度正比于脉冲数、优秀的起停和反响应、每步的精度在 3%~5%且不会累计误差等优点的步进电机驱动,但是其如果控制不当容易产生共振以及在体积重量方面没有优势,能源利用率低。所以测量单元首先

通过多级隔振将平台噪声减小至 0.03 nm 以下^[9],基于该测试平台本文设计了高精度驱动位移调节机构与测试方法,通过压电体的 stick-slip 运动方式实现光路的高精度调节,通过四象限光电探测器与信号解算电路实现探针振动信号的高精度检测、反馈及锁相,从而奠定了大气环境 NC-FM-AFM 模式的测量基础。

1 实验原理

1.1 高精度调节系统

1) 压电体堆叠方式

为了提高位移量,采用 5 片陶瓷电学并联机械串联的方式堆叠在一起,具体堆叠方式为^[10]:首先确定单片压电体接通电压后的偏移方向。在此基础上按照图 1 所示用环氧树脂导电银胶依次将压电陶瓷片按照电学并联机械串联的方式粘接,陶瓷片间通过磷青铜导电片导出电极,最后两表面各粘一片未极化的氧化铝陶瓷片用以绝缘。

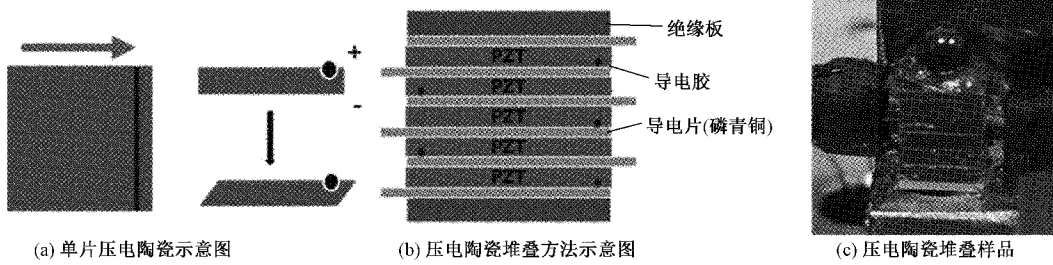


图 1 压电体堆叠方式及效果图

2) 压电体 stick-slip 运动原理

使用如图 2 所示的 stick-slip 结构设计来说明平台位移方式。图 2(a)底座上方有多层堆叠的压电体(质量 M),上面有可

动的平台(质量 m)。压电体施加电压后会发生位移(失真),因此与弹簧一样会产生回复力。图 2(b)是将压电体替换为质量为 M 的平台和弹簧常数为 k 的惯性驱动方式的原理图。

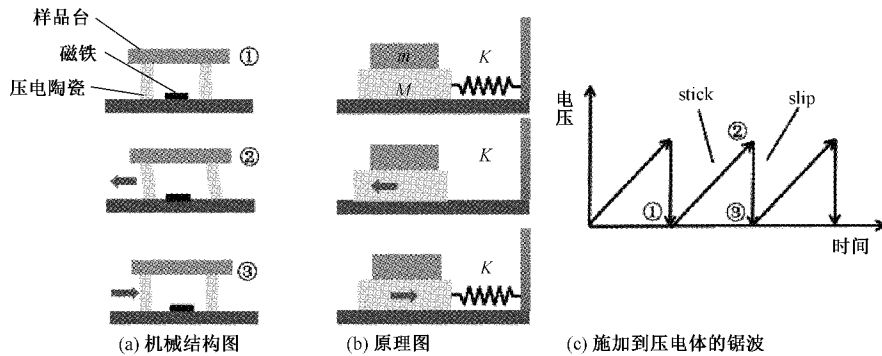


图 2 惯性驱动原理图

在惯性驱动方式中,通过对压电体施加图 2(c)中的锯齿波,来移动上面的平台。图 2(c)的①、②、③的位置分别对应于图 2(a)、(b)的①、②、③。

从①到②是逐渐增加电压,电压的比例因子为 $E[N/V]$ 并且所受力如下式:

$$F_p = EV = kx \tag{1}$$

当施加电压 V 时的压电体和平台的位移量 x ,压电体的压电常数为 d_{15} 则有 $x = nd_{15}V$, 结合以上两式可得:

$$E = nd_{15}k \tag{2}$$

其次,考虑从②到③的那样急剧地电压变化的瞬间。此时,假设平台上的力 F_u 、平台与压电体一体移动时所需的全体力为 F_p 。由于加速度是恒定的条件,其关系为:

$$a = \frac{F_u}{m} = \frac{F_p}{M+m} \quad (3)$$

当静止摩擦力 F_u 足够大时, 平台和压电体看做整体运动。静止摩擦力的大小由样品座的重量和磁铁的引力 F_m 决定, 则有:

$$F_u = \mu_s(mg + F_m) \quad (4)$$

因此, 在平台和压电体之间产生滑动的条件是 $F_u > F_m$, 此时的电压条件是:

$$V > \frac{m+M}{mE} \mu_s(mg + F_m) \equiv \Delta V \quad (5)$$

ΔV 是阈值电压。当超过该条件时, 平台与压电体间产生相对位移。

1.2 频率调制(FM)模式

FM-AFM 模式的工作原理如图 3 所示: 检测信号通过带通滤波器滤波后输入到 PLL 锁相环中, 然后分为两个反馈回路。一路是产生驱动悬臂恒定振幅的反馈回路, 对从光电探测器输出的悬臂沿 Z 方向振动的信号进行放大, 产生相位保证在谐振频率处实现最大正反馈。由 P/I 反馈控制系统和相位转换器组成, 通过设置振幅的设置点, 自动增益控制(AGC)调整激励信号来保持振幅的恒定; 另一路是检测频率变化控制扫描图像的反馈回路, 由锁相放大器, PI 控制组成, 得到的相对于自由共振频率的频率变化值是 AFM 成像的关键参数, 通过反馈控制器控制探针样品间距离, 以形成形貌图像^[11-13]。

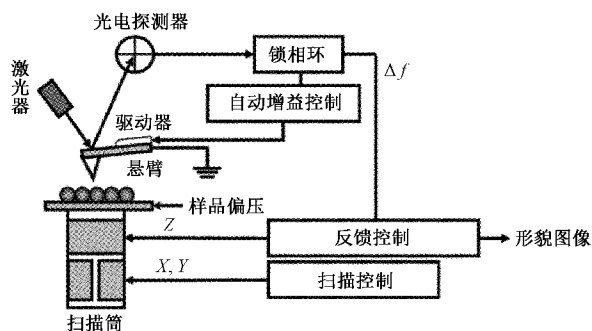


图 3 FM-NC-AFM 工作原理示意图

在 FM-AFM 模式中, 使悬臂以共振频率 f_0 处的振幅 A_0 振动, 并保持恒定的振幅, 探针样品间相互作用力使共振频率从 f_0 到 f_1 发生 Δf 的变化。通过直接测量频率的变化量并反馈使之保持恒定, 使探针和样品间相互作用力恒定, 就可以得到样本表面的形貌图像。这种方式的最小检测灵敏度为^[14-15]:

$$\delta(\Delta f)_{FM} = \delta(f - f_0)_{FM} = \sqrt{\frac{f_0 k_B T B}{\pi k Q z_{osc}^2}} \quad (6)$$

其中, A_0 是在共振频率 f_0 处的悬臂的振动振幅; k_B 是玻尔兹曼常数; T 是温度; B 是检测带宽; k 是弹性系数; Q 是探针振动的品质因素; z_{osc}^2 是悬臂振动振幅平方的平均值。对于调频模式, 品质因子 Q 和带宽 B 是独立的, 对频率的探测不受暂态的影响。

2 实验设计及结果分析

2.1 压电陶瓷设计与测试

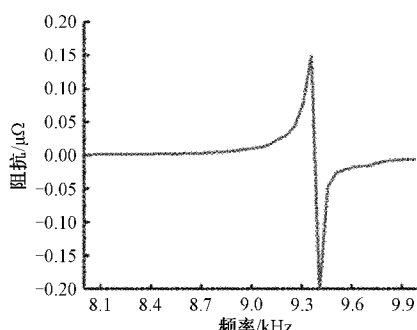
参考表 1 中压电体各参数进行理论层次计算分析, 首先对于堆叠的压电体其电容量理论应为单片电容量的相应倍数即 $200 \text{ pF} \times 5 = 1 \text{ nF}$, 将压电常数 d_{15} 带入公式 $s = n d_{15} V$ 中可计算压电体理论偏移量为 $s = 5 \times 0.52 \text{ nm/V} = 2.6 \text{ nm/V}$ 。

表 1 压电陶瓷参数选用表

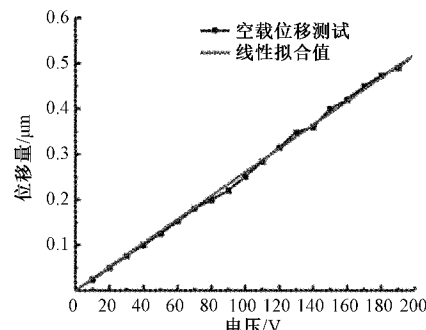
参数	谐振频率 f_r /MHz	压电常数 $d_{15}/(\times 10^{-12} \text{ m/V})$	弹性常数/ $(\times 10^{10} \text{ N/m}^2)$	电容 C/pF
数值	1.65	520	7.2	200

压电体电容值为 1.02 nF , 在误差允许的范围内认为其与理论值相符, 通过阻抗分析仪测量堆叠压电体的导纳圆, 结合图 4 频率与容抗的关系可知压电体的谐振频率大约在 9.4 MHz 左右。

采用 LVDT 测微仪测量压电体位移, 在压电体两端施加电压并调节电压使电压值从 $0 \sim 200 \text{ V}$ 按照 10 V 间隔依次增加, 每次分别记录电压值与位移量, 实验两次后将记



(a) 压电陶瓷阻抗分析图



(b) 压电陶瓷位移测试图

图 4 压电体性能测试图

录的数据绘成电压位移曲线如图 4(b)所示,通过拟合方程($y = 2.6X$)可以得到曲线的斜率为 2.6 nm/V,这与上述的实际理论值相吻合。

在验证压电陶瓷偏移量中,实验首先采用恒值电压测量,验证了其空载电压位移量与理论值相符,随后通过施加锯齿波验证实际加上负载后平台位移。根据质量和电压信号频率的条件,平台的移动可进行复杂的运动。将锯齿波的周期用在 1 kHz 以下的低频中以防发生相位波动。此时,在压电体

回到原始位置之前的阶段,平台会与压电体之间产生动摩擦力,因而会随着压电体在恢复的方向上有微小的运动。

图 5 所示为平台移与压电体的位移量相对的移动量之间的关系。相对与压电体的位移量,平台移动量由线性函数关系表示并且其关系式如下:

$$y = X - 40(\text{nm}) \quad (7)$$

可看出压电体的位移量在 40 nm 以上时,平台才开始发生移动。

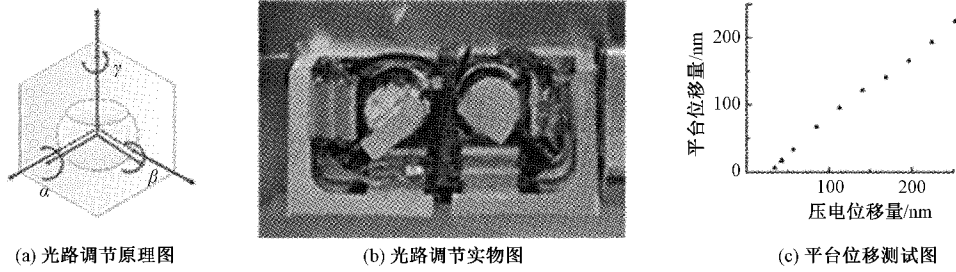


图 5 光路调节原理及平台位移测试

如图 6 所示将该压电体应用于实验台光路微调节机构,其悬臂梁反射率达到了 26%。

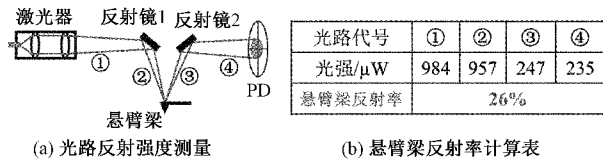


图 6 光路反射率测量

将系统接入运算电路中,如图 7 所示,实验中依次去掉 PD1、PD2、PD3、PD4 其中一个信号输入,从总电流表显示值可以看到检测到的总电流强度约为原来的 3/4,同时在图 7 中对应的示波器屏幕上的光标出现了相应的偏移,符合四象限光电探测器与示波器显示的对应关系,即说明了系统能够准确地调整对准光路。

2.2 大气环境 FM-AFM 系统测试

如图 8.9 所示,大气中测试了 FM-AFM 模式下探针振动振幅、相位与频率的对应关系,从图中得到探针实际

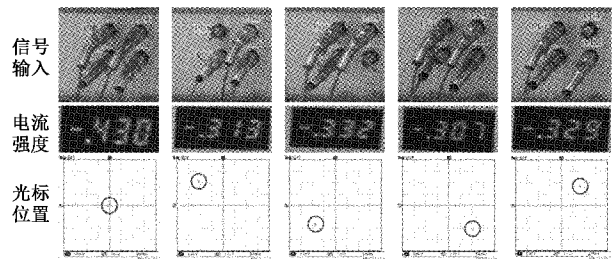


图 7 示波器与四象限光电探测器对应关系和光路对准的验证实验及结果

的共振频率为 $f_0 = 158.73 \text{ kHz}$,在共振频率处相位发生 180° 的转变。其中,共振峰的半高宽 $\omega = 373.2 \text{ Hz}$,品质因数为 $Q = 564$ 。根据拟合结果,系统电压噪声密度约为 $2.32 \mu\text{V}/\sqrt{\text{Hz}}$,系统整体噪声为 $253.3 \text{ fm}/\sqrt{\text{Hz}}$,而传统的大气环境下的测量系统整体噪声在 $200 \sim 500 \text{ fm}/\sqrt{\text{Hz}}$,本文所设计的光偏转检测系统达到了高灵敏度低噪声要求。

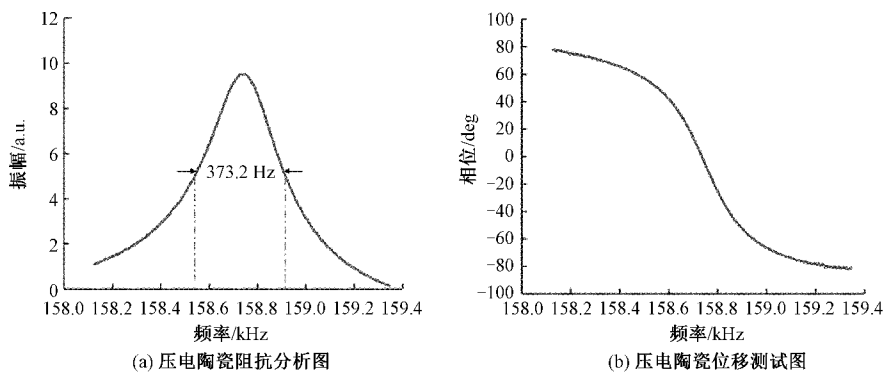


图 8 FM 模式下扫频探针振动振幅、相位与频率的对应关系

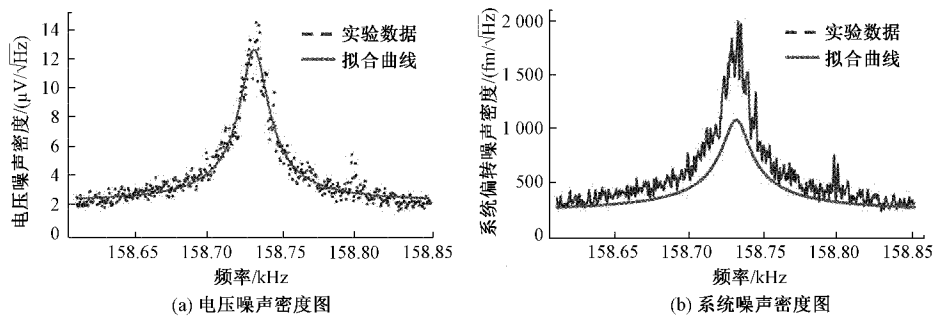


图 9 系统噪声和噪声谱密度曲线

基于扫频的测量,系统实现了锁相,如图 10 所示,输入信号和振荡器本振频率通常情况下存在固有频差 $\Delta\omega_0$,锁相器根据调节 PI 参数确定合适的捕获带 ω_p ,锁相的过程即频差不断减小,直到 $\Delta\omega_0 < \omega_p$,实现同步跟踪频率。

根据式(6)得到系统最小检测灵敏度为 80 mHz,实验值稳定在 80 mHz~2 Hz 间,理论值与实验值相对吻合,为下一步样品测量奠定了基础。

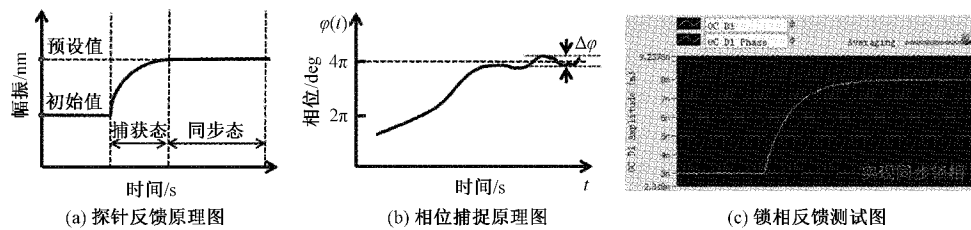


图 10 探针反馈实验图

3 结 论

本文基于大气下原子力显微镜原理提出了切变粘滑驱动高精度位移调节机构的工艺流程及测试方法,实现了大气下 NC-FM-AFM 模式的基础搭建测量。在本系统中采用多片切变压电陶瓷机械串联电路并联的方式实现光路调节的高精度控制,对压电体的电容量与阻抗分析、空载位移与样品台实际位移测量,其电容值达到了 1.02 nF,空载位移为 2.6 nm/V。同时,系统实现了谐振频率检测并锁相,其中共振频率 $f_0 = 158.73$ kHz,在共振频率处相位发生 180° 的偏转,半高宽 $\omega = 373.2$ Hz,品质因数 $Q = 564$ 。系统最小检测灵敏度达到 80 mHz,系统电压噪声密度约为 $2.32 \mu\text{V}/\sqrt{\text{Hz}}$,系统整体噪声为 $253.3 \text{ fm}/\sqrt{\text{Hz}}$,而传统的大气环境下的测量系统整体噪声在 $200 \sim 500 \text{ fm}/\sqrt{\text{Hz}}$,这足以证明本文设计的大气环境调频非接触模式原子力显微镜测量系统达到了低噪声、高灵敏度的要求,为微纳表征奠定了测量基础。

参考文献

[1] 金晨,许军,王慧云,等. KPFM 导电探针的制备及应用[J]. 国外电子测量技术,2021,40(2):108-111.
 [2] ALBRECHT T R, GRUITTER, P, HOME D, et al. Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity[J]. Journal of Applied Physics, 1991, 69(2):668-673.

[3] GIESSIBL F J. Atomic resolution of the silicon(111)-(7×7) surface by atomic force microscopy[J]. Science, 1995, 267(5194):68-71.
 [4] GIESSIBL F J. Atomic resolution on Si(111)-(7×7) by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork[J]. Applied Physics Letters, 2000, 76(11):1470-1472.
 [5] 纳米级测量. 安捷伦推出下一代原子力显微镜[J]. 电子设计工程, 2013(24):1140-1140.
 [6] 何月,何鹏,幸代鹏,等. 绝缘体表面电荷的开尔文探针力显微镜测量方法[J]. 电子测量技术, 2018(12):91-95.
 [7] FUKUMA T, JARVIS S P. Development of liquid-environment frequency modulation atomic force microscope with low noise deflection sensor for cantilevers of various dimensions[J]. Review of Scientific Instruments, 2006, 77(4):668.
 [8] SHEIKH K H, GIORDANI C, KILPATRICK J I, et al. Direct submolecular scale imaging of mesoscale molecular order in supported dipalmitoylphosphatidylcholine bilayers[J]. Langmuir the Acs Journal of Surfaces & Colloids, 2011, 27(7):3749-53.
 [9] 许军,金晨,牛刘敏,等. 低噪声原子力显微镜测量单元设计[J]. 电子显微学报, 2021, 40(2):138-143.

- [10] 彭平. 碳纤维 AFM 探针的制备及其在结构表征中的应用[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学,2017.
- [11] MA Z M, SHI Y B, MU J L, et al. Atomic species recognition on oxide surfaces using low temperature scanning probe microscopy [J]. Applied Surface Science, 394(2017): 472-478.
- [12] 陈注里, 李英姿, 钱建强, 等. 原子力显微镜的几种成像模式简介[J]. 电子显微学报, 2013, 32(2):178-186.
- [13] 曲章. NC-AFM 探针振动微弱信号检测系统及技术研究[D]. 太原:中北大学,2018.
- [14] FUKUMA T, KIMURA M, KOBAYASHI K, et al. Development of low noise cantilever deflection sensor for multienvironment frequency-modulation atomic force microscopy [J]. Review of Scientific Instruments, 2005, 76(5):053704.
- [15] GARC A R, PEREZ R. Dynamic atomic force microscopy methods [J]. Surface Science Reports, 2002, 47(6-8):197-301.

作者简介

许军, 硕士研究生, 主要从事仪器科学方面的研究。

E-mail: 1134876042@qq.com

马宗敏, 博士, 教授, 主要研究方向为固态量子传感与精密测量技术。

E-mail: mzmncit@163.com