

SPA-400 原子力显微镜操作说明

工作原理

原子力显微镜是基于量子力学理论中的隧道效应发展起来的一项应用技术。它使用一个尖锐的探针扫描试样的表面,通过检出及控制微传感探针与被测样表面之间力的相互作用对被测表面进行扫描测量,能够准确地获得被测表面的形貌或图像。

成像模式

原子力显微镜成像操作模式主要有接触模式(contact mode)和非接触模式(noncontact mode),即轻敲模式。前者将针尖与样品间的力或距离设为一定值,记录 z 方向扫描器的移动而获得样品的表面形态或样品的图像;后者又称为动态力显微镜(dynamic force microscopy, DFM),悬臂在 z 方向驱动共振,控制振幅或相差,记录 z 方向扫描器移动而成像,针尖与样品可以接触,也可以不接触,适于易形变的软物质如生物分子表面。DFM成像时的引力弱于接触模式AFM测量时的排斥力,不会破坏观察的分子或使其变形。DFM模式中的针尖和生物聚合物之间的界面力约等于聚合物链和云母表面间的范德华引力,所以不需要特殊的方法把聚合物固定在基质上。

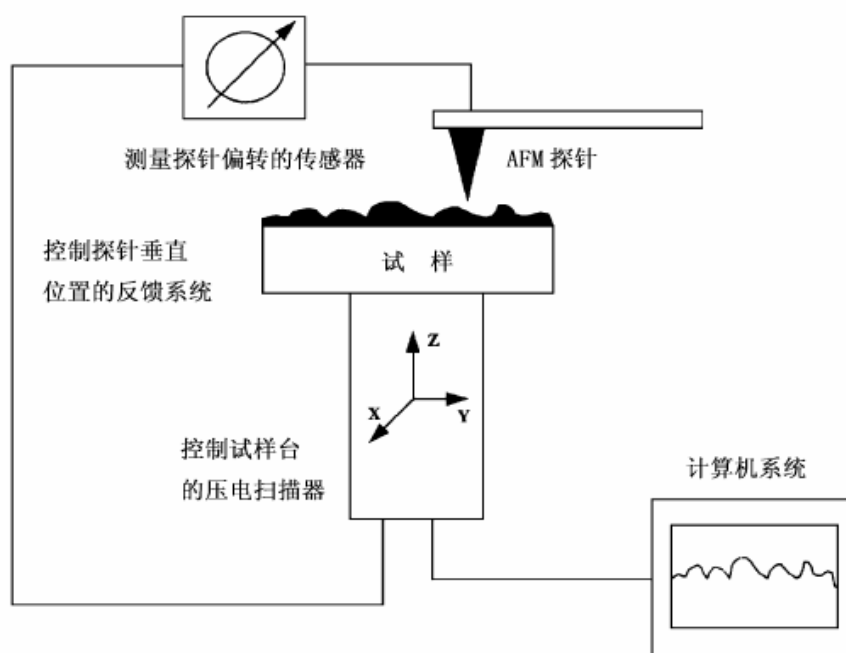


图 1 AFM的原理图

Figure 1 Principle schematic of atomic force microscope

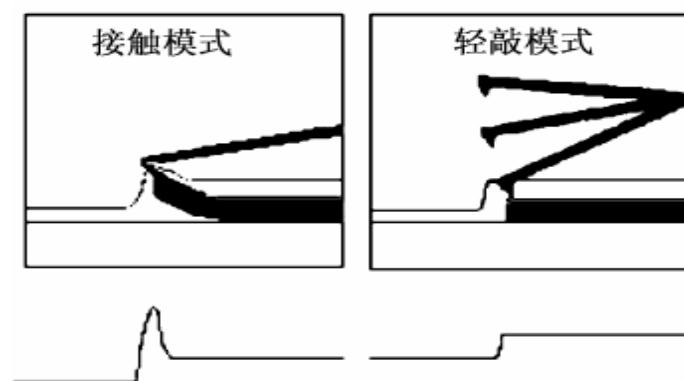


图 2 AFM 扫描模式的成像对比

Figure 2 Imaging contrast of AFM scan mode

样品的要求

原子力显微镜研究对象可以是有机固体、聚合物以及生物大分子等, 样品的载体选择范围很大, 包括云母片、玻璃片、石墨、抛光硅片、二氧化硅和某些生物膜等, 其中最常用的是新剥离的云母片, 主要原因是其非常平整且容易处理。而抛光硅片最好要用浓硫酸与30%双氧水的7:3 混合液在90 °C下煮1h 。利用电性能测试时需要导电性能良好的载体, 如石墨或镀有金属的基片。

试样的厚度, 包括试样台的厚度, 最大为 10 mm。如果试样过重, 有时会影响 Scanner 的动作, 请不要放过重的试样。试样的大小以不大于试样台的大小 (直径 20 mm) 为大致的标准。稍微大一点也没问题。但是, 最大值约为 40 mm。如果未固定好就进行测量可能产生移位。请固定好后再测定。

一、系统的启动

将 SPI 3800 N 电气部分的正面板中央的电源开关打到 ON 的位置 (处于 ON 的位置时, 开关点亮)。

2、安装样品

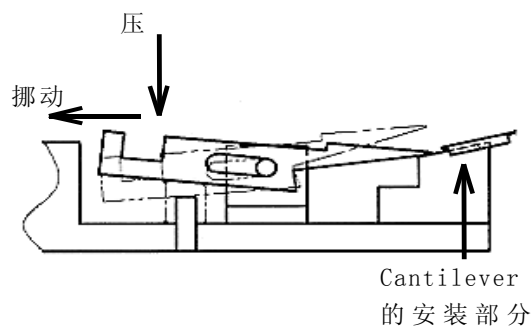
(1) 首先请按一下除振台的四角, 确认其浮动着。请务必确认, 有时即使有一处接触, 测定也会不顺利。

(2) 将准备好的样品放到样品台上。

3. 探针的安装

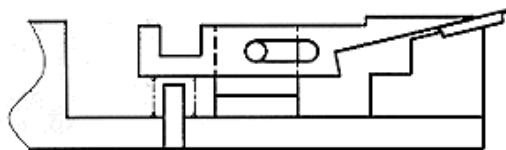
(1) 准备探针和探针支架(holder)

(2) 请压着探针压板向左挪动, 打开探针的安装部分。



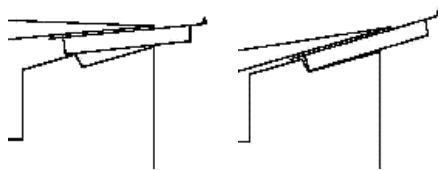
探针压板的移动方法

- (3) 将探针放在探针的安装部分
- (4) 请压着探针压板向右挪动，压下探针。



压下探针的状态

注意：探针压板请务必压着挪动。若不压着只是挪动，就有可能使探针掉下来。有时探针倾斜，激光光轴的调整就不顺利。安装好后，请确认有无倾斜和不稳。



左：错误例（未放下去）、右：正确例

- (5) 将探针支架(holder)安装在 unit 上。

请特别注意不要使探针和探针支架(holder)与试样接触。快接触到时，请用 approach 对话框的离开(Move)指令(“低速”、“高速”)使试样台降下来后再安装。请确认支架(holder)是否与导销吻合。若出现错位，有时会导致测定不顺利。

二、参数表(parameter table)的选择

- (1) 打开 scanner 和探针的设定[Setup Console]对话框。请选择“setup”菜单中的[Console]指令。

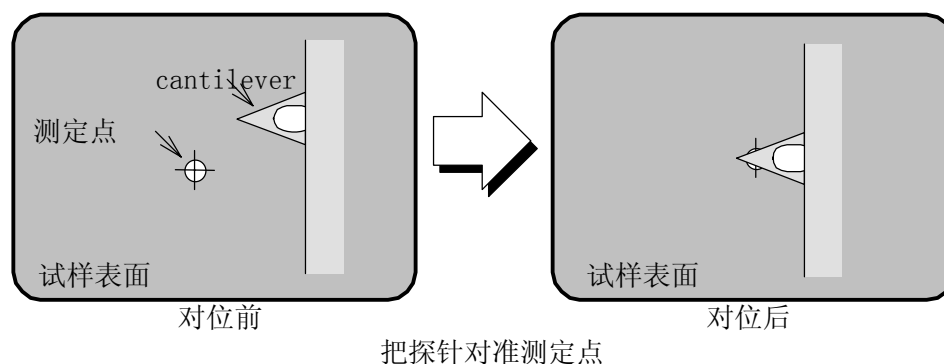
注意：[Scan Console]对话框打开时，不能选择[Setup]的[Console]指令。请先将 [Scan Console] 对话框关闭后再操作。

- (2) 选择与安装的 scanner 以及探针相应的参数表(parameter table)。Scanner 表、探针表从各自的 list box 中选择，选好后请点击[Quit]。

三、用 CCD 像确认探针和试样

- (1) 将光头部分推进主体头上，保持固定。请务必将螺丝拧紧。若未拧紧，有时会导致测定不准。

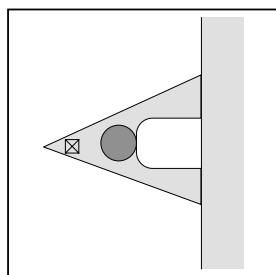
- (2) 请选择“set up”菜单中的“CCD monitor”指令，“CCD”对话框打开。请按需要把探针对准测定点。



四、激光的调整

(1) 请选择[set up]菜单的[Laser Position]指令。[laser Position]对话框打开。
“set up” 菜单

(2) 边观察 CCD 像，边转动激光头 (laser head) 的调整钮 (LASER X 以及 LASER Y)，将激光对准探针的顶端部分。



对激光的位置

注意：请事先就将试样和探针靠近到一定程度后再调节激光点，否则会造成激光点的漂移。

(3) 请转动激光头 (laser head) 的调整旋钮 (LASER X 以及 LASER Y)，将 ADD 值调至最大。ADD 值可用 unit 前面的板面仪表或[laser Position] (右下方的数值) 确认。

五、Photo detector 的调整

(1) 转动 FFM 旋钮/DIF 旋钮 (参照前一页的图)，确认光点 (spot) (●) 位置落在[Laser Position]对话框中间所示的方框内。在移动的同时请注意 ADD 值的变化，如果 ADD 值变化成很小的值 (1V 以下)，此时虽然光点位置落在方框内，但并非 Detector 调整到合适的位置，而是光点位置远离 Detector 导致没有信号。所以调节 DIF 及 FFM 值时，要充分注意 ADD 值。

(2) DIF 和 FFM 调整除可以用观测[Laser Position]的方法，也可以观察主机前部面板显示的 DIF 和 FFM 值。FFM 值应调整到 $\pm 1V$ 以内，DIF 值在 $0.5 \sim 1V$ 。

注意：ADD 值最低不低于 2V。如果 ADD 值到 0.5V 以下，就不能靠近到测定范围。如果 ADD 值不能调整到最大值，有可能是探针本身或探针的安装有问题，请更换探针或重新安装。

重复操作时，有时激光的位置就出现位移。一边确认激光靠近探针的前端附近，一边操作。请务必将 DIF 值调成正值。若为负值，有时会误认为进入了测定范围，而使 approach 不能进行。

六、测量 Q Curve

在下述情况下，请务必测定 Q 曲线：重新安装、更换探针时；拆下光头部分（包括前一项）时；另外，Q 曲线的测定务必在向 force area 靠近（approach）之前进行。

选择[Scan]菜单的[Q Curve]指令。[Q Curve Console]对话框打开。“测定”（Scan）菜单

可以根据下述几点对 Q 曲线的测定是否正确进行判断。

Q 曲线的形状

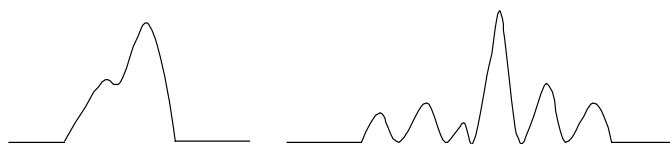
Q 值

励振电压和振动振幅的关系

测定不正确时，请从调整激光或安装探针开始重新做。

（1）从 Q 曲线的形状上判断

Q 曲线呈下述形状时，测定不正确。



曲线不正确例

（左：峰值不平滑；右：有杂峰）

（2）从 Q 值上判断

Q 值与下表中的值相比，过大或过小时，Q 曲线的测定均不正确。

探针的种类	励振电压的正常值	Q 值的正常值
SI - DF 20	0.1~1V	100 ~ 400
SI - DF 40	0.05~0.5V	200 ~ 600

（3）从励振电压和振动振幅的关系上判断

振动振幅（动作点的共振振幅电压）为 1V（将测定倍率设定为 1 时的值）时，励振电压与上表中的值相比，过大或过小时，Q 曲线的测定均不正确。

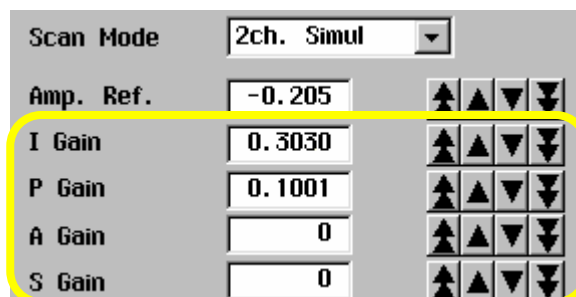
七、Approach 测定范围和 image 参数的设定

（1）[Laser Position]对话框打开着的话，请关闭。若[Laser Position]对话框开着，[Scan Console]对话框、[approach]对话框均打不开。

（2）请选择[Scan]菜单的[image]指令。[Scan Console]对话框和[approach]对话框打开。

（3）用[Scan Console]对话框设定参数。靠近[approach]时，若是 DFM 方式设定以下 4 个 gain 值就足够了。

- I gain
- P gain
- A gain
- S gain



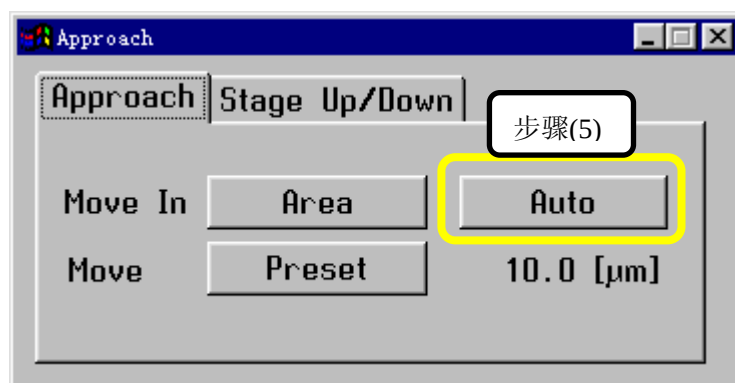
步骤(3)

[Scan Console]对话框（摘要）

设定靠近 (approach) 时的参数，请注意以下几点。

- Amp. Ref:** 在步骤 (5) 中可自动设定，所以在此可设定任意值。
- I gain:** 大致为 0.1~0.3 左右（不小于 0.8）。若值过小，靠近（approach）有时不能正常结束。若数值过大，有时又会出现振荡。
- P gain** 大致不大于 I gain 的 1/2。若数值过大，有时会出现振荡。
- A gain 与 S gain:** approach 时，一般设为 0。

- (4) 将 probe、试样靠近到测定范围(force area)。请点击[approach]对话框的[Move In]的[Auto]。进入测定范围，动作就自动停止，自动搜索（search）、设定适于测定的振幅衰减率后，经[Auto Zero]动作结束。



[approach]对话框（靠近“到测定范围”指令）(Move In “Area”)

注意事项:

1. 自动设定的振幅衰减率为“大概值”。为此，有时要根据试样的状态进行微调，否则会测定不准。容易损坏的软试样时：有可能使试样受损或不能进行测定。凹凸大（数百nm以上）的试样时：有时不能充分跟踪凹凸，致使测定不准。

另外，当用自动设定值有问题时，请用[Move In][Area]靠近[Approach]，用手动设定振幅衰减量。

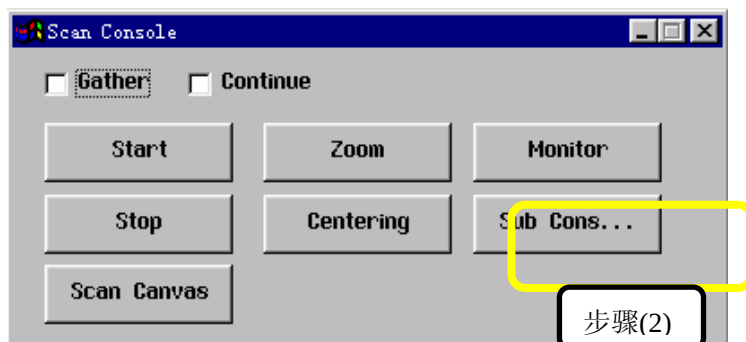
2. ADD 电压值（进入 photo detector 的总光量的电压）过小（2V 以下），approach 不

动作，结束指令。请在用 unit 的盘面仪表确认了 ADD 电压足够大后，再操作。

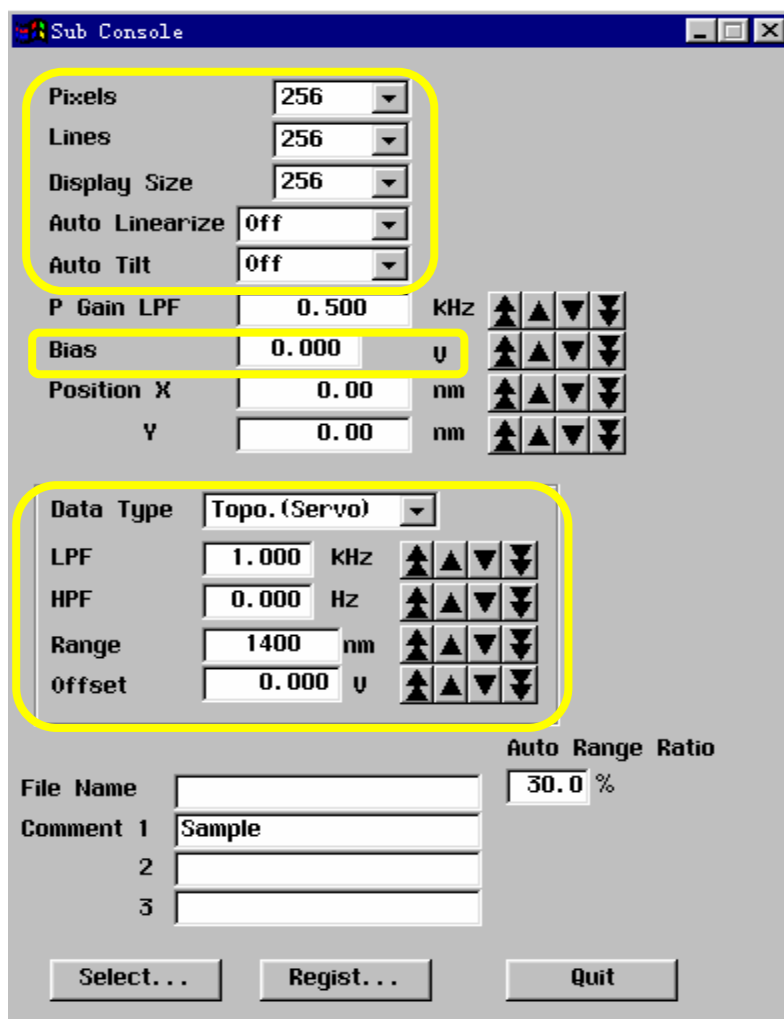
3. 在给 scanner 的 z 轴加电压从 0V 开始加大的情况下，想实行自动零时，请务必点击 [Move In] [Area]。在进入了测定范围的状态下，点击 [Auto] 就会重新设定振幅衰减率。请特别注意不要设定错。

4. 若试样带电，有时就不能准确靠近 (approach)。此时，请用静电 blower 除去静电后再装入试样。

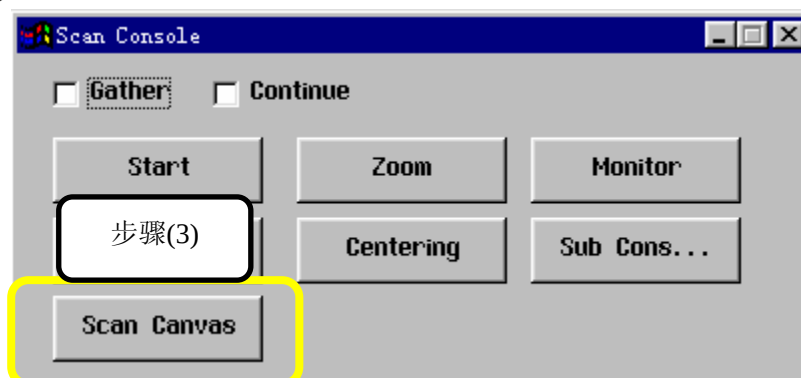
(5) 点击 [Sub Cons] 按钮，打开“测定条件 panel 2”对话框，设定参数。下图的黄色框内为主要参数。



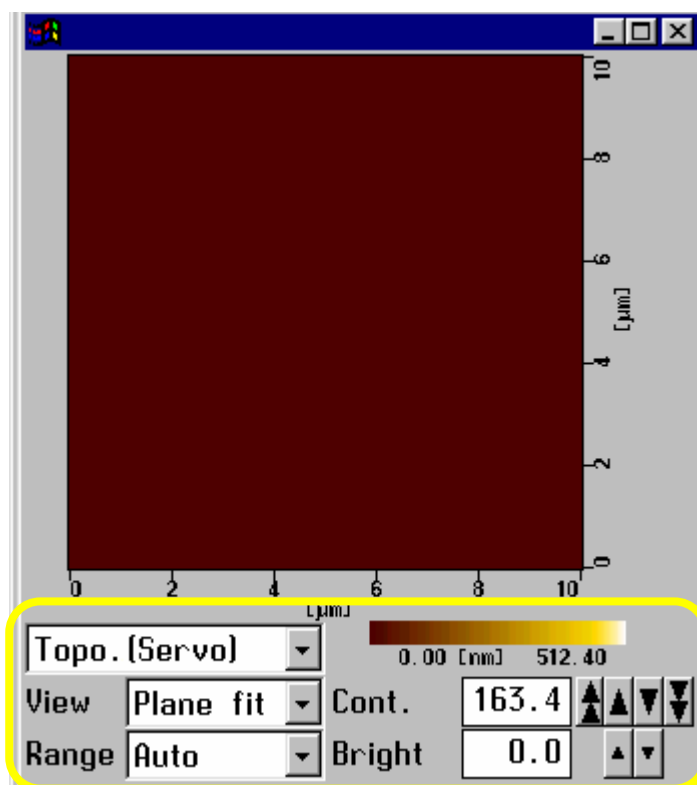
“测定条件 panel 2” (Scan Console) 对话框



- (6) 请点击[Scan Console]对话框的[Scan Canvas]。扫描canvas弹出。弹出的扫描canvas的张数随“测定条件panel 1”对话框的(Scan Console) “扫描方式” list_box的设置而改变。

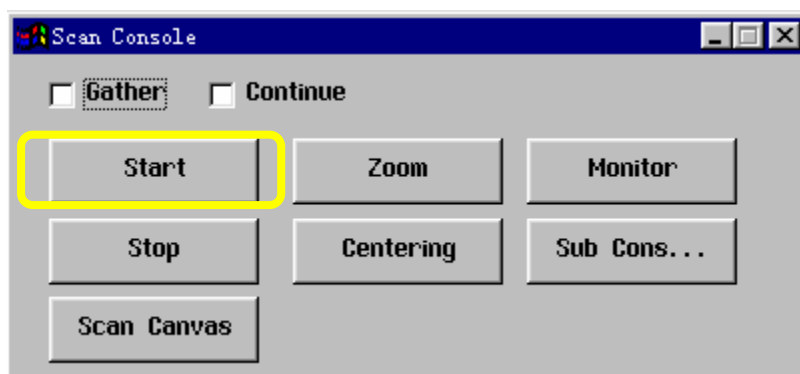


- (7) 设定扫描 canvas 的参数（下图黄框内的）。

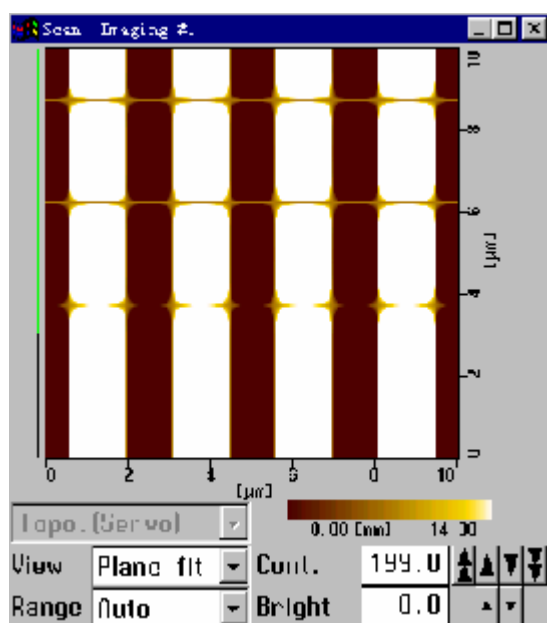


八、测定的开始与结束

- (1) 请点击[Scan Console]对话框的 Monitor 监视窗口，查看探针的工作状态。
- (2) 开始测定。请点击[Scan Console]对话框的[start]。



“测定条件 panel 1” (Scan Console)对话框 (测定按钮部分)
测定开始，与扫描方式相应数量的扫描 canvas 打开，实时显示测定 image。



扫描 canvas

九、保存测得的数据

想保存的 canvas 在主屏幕上显示时：

- (1) 将想保存的 canvas 激活。
 - (2) 打开[Save file]对话框。请选择[file]菜单的[Save]指令。
 - (3) 用[drive]选择保存磁盘号，用[folder]选择保存的目录。选中的路径被显示在[path]中。
 - (4) 请将文件名输入到[file Name]中。
- 注意：扩展名即使输进去也会被忽视。
- (5) 必要时，将 comment 输入到[comment 1]~[3]中。在“打开 file”对话框中，只显示 comment 1。将关键的 comment 输入到 comment 1 中，在选择读取文件时就有用了。
 - (6) 如果在保存同时，需要登录在 catalog 上时，请选定[catalog]。
 - (7) 完成上述操作后，请点击[Save]。按照设定，数据作为 file 被保存。

十、退出操作程序的过程

- (1) 未保存的数据内，请保存需要保存的数据。
- (2) 结束程序。请选择“file”菜单中的“SPI Win 的退出”(Exit)指令。
假如还有未保存的 image 时，[Save file check]对话框就弹出来。请按按钮，指示各个数据是否保存。
- (3) 接着“退出”(Exit)对话框弹出来。
必要时，请在“保存 parameter”组中，选择是否保存 temporary parameter。
- (4) 点击[Exit]，关闭主画面(main frame)，使探针从样品表面离开，结束程序。想在中途停止离开操作时，点击鼠标右键弹出的窗口(右下图)的“中止”。



结束时 Scanner 的离开动作是返回到开始点的动作。当没有必要返回开始点时，离开约 10 秒左右，请点击“中止”后，Scanner 停止运动。

- (5) 结束 Windows。首先，请选择从任务栏左端的“start”菜单中选择“Windows 的退出”指令。“Windows 的退出”对话框弹出。
- (6) 选择“关闭计算机”，点击“OK”，Windows 结束。
- (7) 请切断计算机和显示器的电源。
- (8) 请切断 SPI 3800 N 电气部分的电源。
长时间不使用时，请将电气部分后部的主电闸拉掉。
- (9) 请从 unit 上将探针以及试样取下。