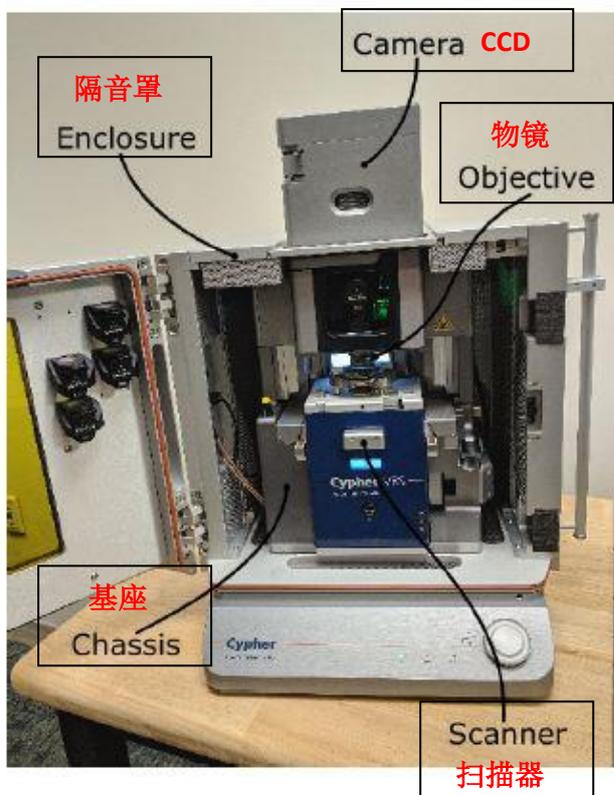


Asylum Research Cypher ES 系列 AFM 操作指南



第一章 形貌扫描

系统硬件简介

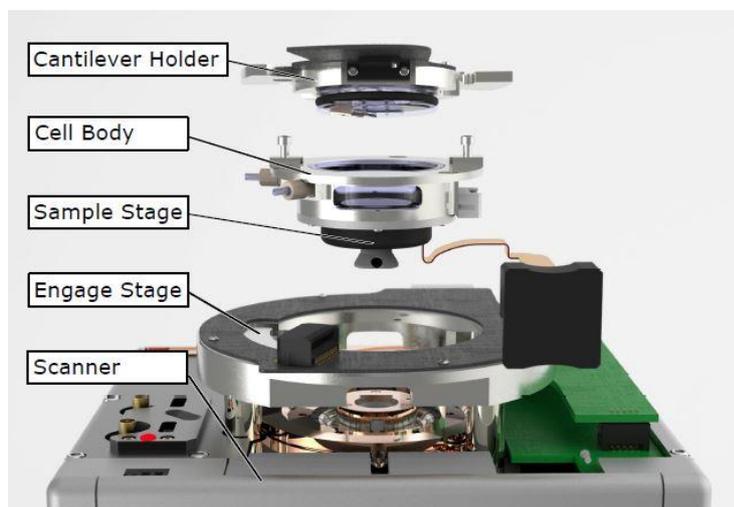


控制器/Controller: 控制 XYZ 三轴运动, 收集数据等

扫描器/Scanner: 放置样品以及装好探针的 holder, 扫描时 XYZ 三轴分别由压电陶瓷控制其运动, 扫描范围 XY 轴为 $30\mu\text{m}$, Z 轴为 $5\mu\text{m}$

背板/Backpack: 相当于第二个控制器, 内含 ADC/DAC 等多种电学元件, 是 Cypher 系列可以实现低噪音水平以及快速扫描速度的关键因素

扫描器/Scanner:

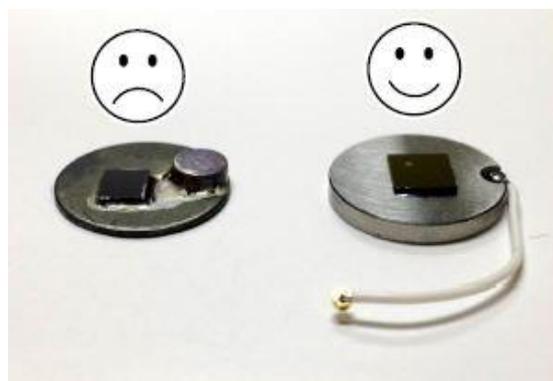
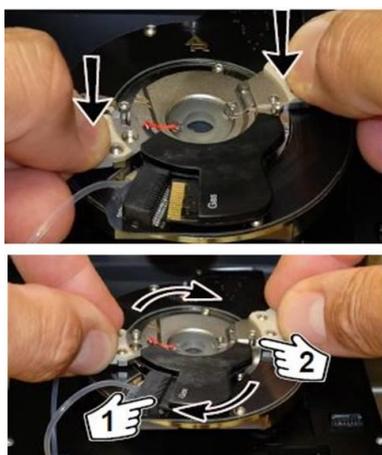


Cypher ES 系列 AFM 除了具有扫描速度快, 分辨率高, 噪音水平低的优点外还具有环境控制功能, 如左图所示, 其密闭样品腔可以用于控制腔体内的气体环境, 也可搭配多种具有温度控制功能的样品台使用。

为了保持腔体的密闭性, 请注意不要用尖锐物体, 如镊子, 刮到样品台下方的黑色橡胶。

接触模式/ Contact Mode (所用 holder 为标准 Air Holder)

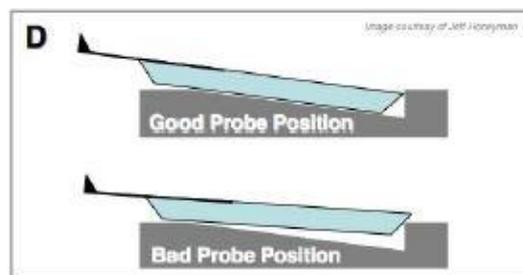
- 1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开
- 2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩)
- 3, 装针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, 只接触 Holder 两侧的塑料部分, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

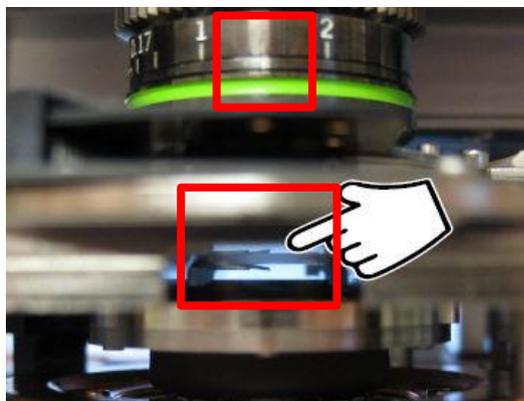
这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致, 一般不推荐使用双面胶固定样品, 因为双面胶会引起倾斜, 蠕变, 固定不牢固等问题, 推荐使用 AB 胶, 导电银胶, 热熔胶等。

4, 将 Scanner 推回初始位置, 并将其右侧的黑色把手拉下, 确认物镜的聚焦矫正环 (如下图) 对应应在 1.5 的位置, 关上隔音罩

5, 肉眼观测探针的样品间的距离, 并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮, 直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置



注:

*如果探针没有随着旋钮扭动而下降, 应查看软件中的 Engage Panel 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告, 此时直接点击窗口中的“Initialize Motor”即可

*探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快, 建议初学者仅小幅度的扭动旋钮, 以防探针撞到样品上, 严重的甚至可能损坏设备

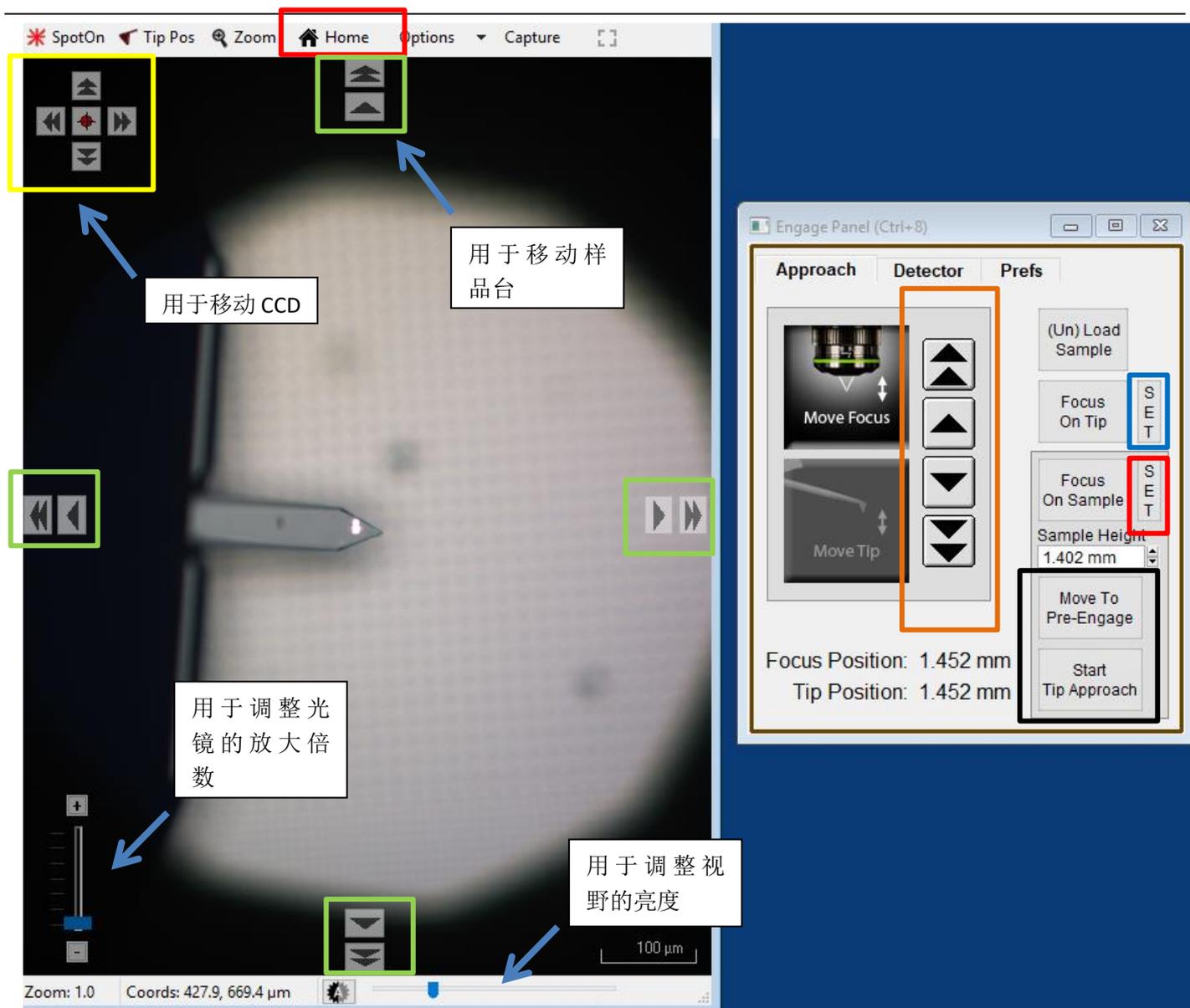
6, 软件选择 Contact Mode, 进入接触模式的软件环境



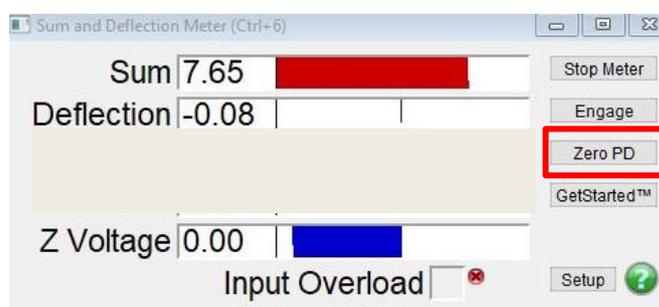
7, 在如下图左侧所示的 Video 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标) 中点击 Home 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

8, 通过下图右侧 Engage Panel 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 Focus on Tip 的右侧标蓝的“SET”; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 Focus on Sample 的右侧标红的“SET”

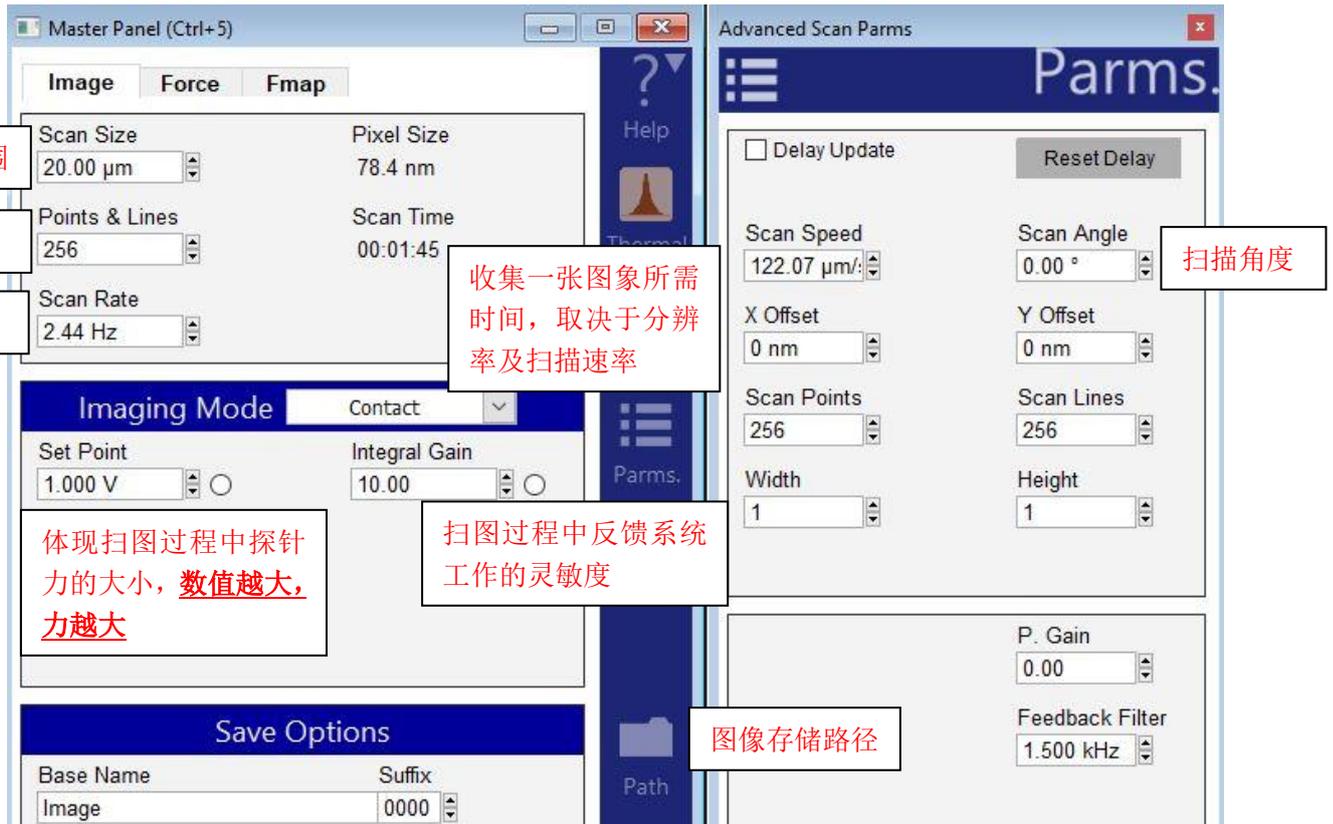
9, 点击 Focus on Tip 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置, 可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置 (按住 Shift 键可实现微调)



10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”, 这会使探针位于样品表面 50 μ m 的位置。观察激光光斑是否有偏移, 如果有可以微调其位置。点击 Sum and Deflection Meter 窗口的 Zero PD 使 Deflection 清零 (接近 0 即可)。此时可以点击上图中 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。点击上图标黑的“Start Tip Approach”开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出



11, 扫描参数设置



注：Setpoint 和自由状态下 deflection 的差值体现扫图过程中探针力的大小，所以 **setpoint 的数值必须设置为大于自由状态下的 deflection 值**。但是由于在步骤 4 中已经将 deflection 调零，所以可以近似理解为 **setpoint 值越大，探针施加的力越大，反之亦然**

12, 点击 Frame up/down 开始扫描

13, 扫描过程中参数的调节

扫描过程中应观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合，如果红蓝线完全重合，表明此时的扫描参数设置的合理，不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合，可以尝试如下几步：

~增加探针的力的大小，即**增大 setpoint**。注：虽然加大力往往能提高扫图质量，但过大的力也会加剧探针的磨损以及对样品的破坏

~增加反馈系统的灵敏度，即**增大 Integral Gain 值**。注：过大的 gain 值会引起系统震荡，体现为图中出现明显波纹状噪音

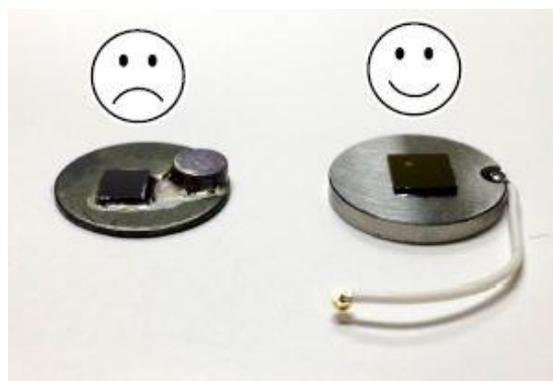
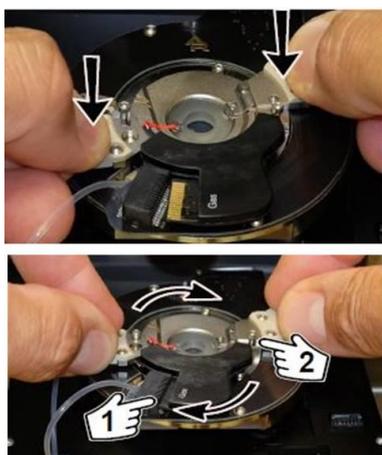
~降低扫描速率即 scan rate

~若仍不能使红蓝线重合，应考虑探针选择是否合理，或是否当前探针已经被污染或磨损，尝试更换新的探针

14, 扫描结束后，点击 Engage Panel 中的(Un)Load Sample 退针，取下探针，收起样品，关上激光并关上软件。若近期内仍需要使用 AFM 则无需关闭控制器和电脑工作站

轻敲模式/ AC Mode (所用 holder 为标准 Air Holder)

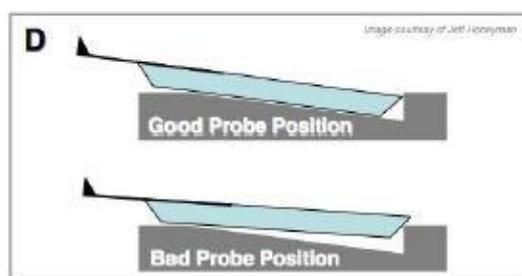
- 1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开
- 2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩)
- 3, 装针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, 只接触 Holder 两侧的塑料部分, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

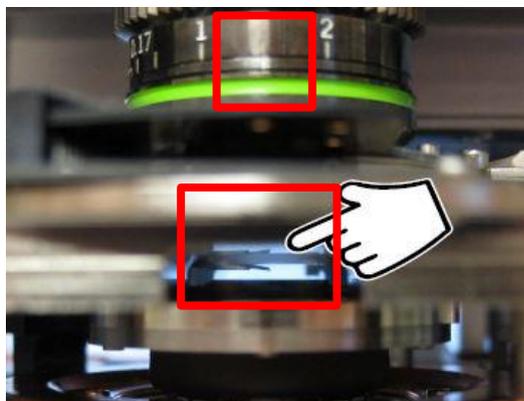
这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致, 一般不推荐使用双面胶固定样品, 因为双面胶会引起倾斜, 蠕变, 固定不牢固等问题, 推荐使用 AB 胶, 导电银胶, 热熔胶等。

4, 将 Scanner 推回初始位置, 并将其右侧的黑色把手拉下, 确认物镜的聚焦矫正环 (如下图) 对应应在 1.5 的位置, 关上隔音罩

5, 肉眼观测探针的样品间的距离, 并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮, 直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置



注:

*如果探针没有随着旋钮扭动而下降, 应查看软件中的 Engage Panel 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告, 此时直接点击窗口中的“Initialize Motor”即可

*探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快, 建议初学者仅小幅度的扭动旋钮, 以防探针撞到样品上, 严重的甚至可能损坏设备

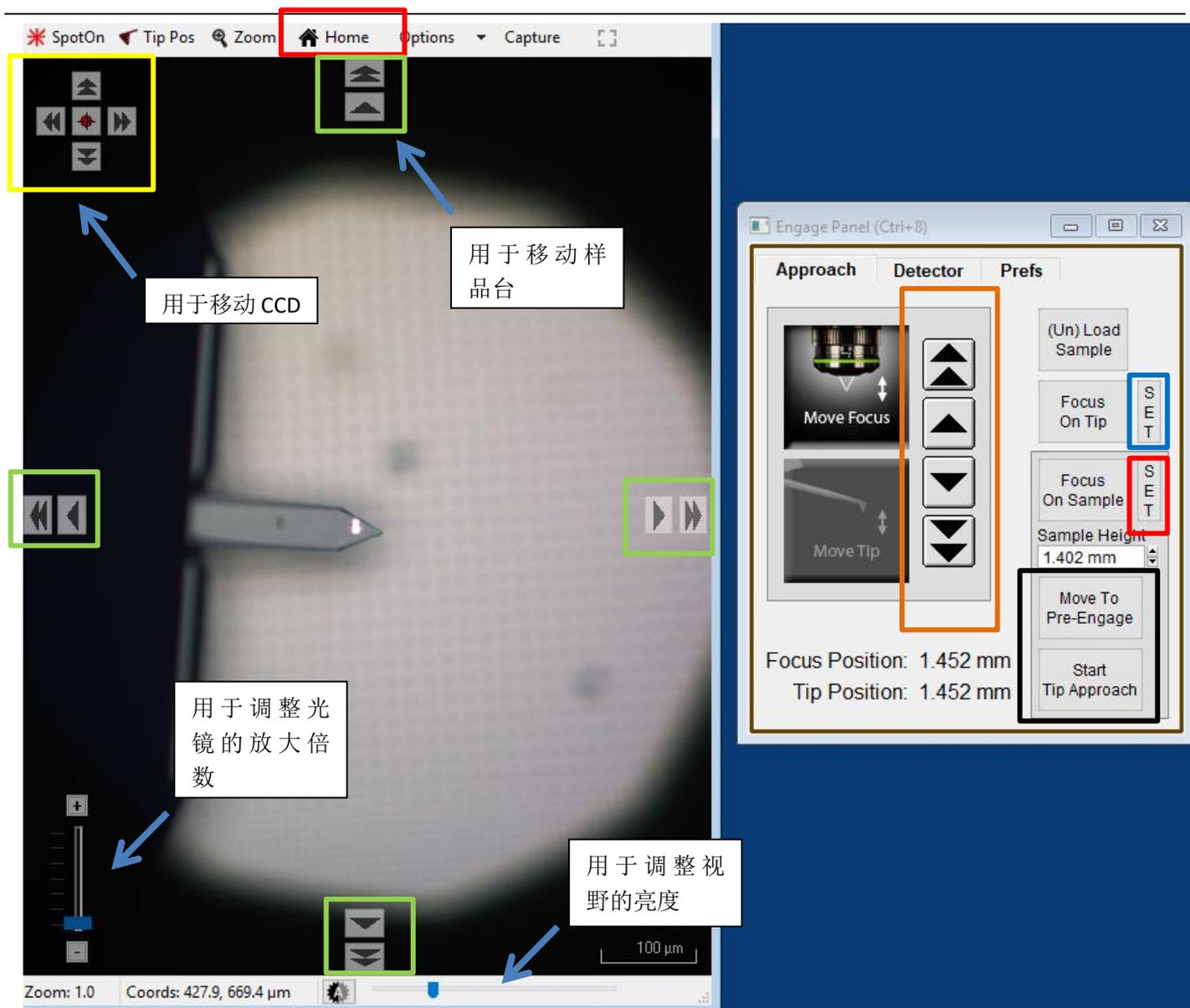
6, 软件选择 AC Air Topography, 进入轻敲模式的软件环境



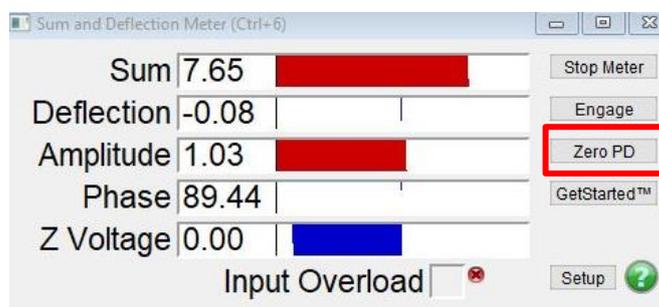
7, 在如下图左侧所示的 Video 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标) 中点击 Home 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

8, 通过下图右侧 Engage Panel 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 Focus on Tip 的右侧标蓝的“SET”; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 Focus on Sample 的右侧标红的“SET”

9, 点击 Focus on Tip 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置, 可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置 (按住 Shift 键可实现微调)

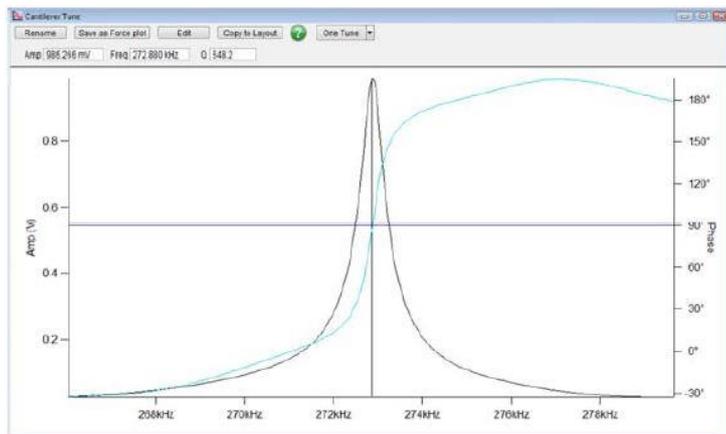


10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”, 这会使探针位于样品表面 50 μ m 的位置。观察激光光斑是否有偏移, 如果有可以微调其位置。点击 Sum and Deflection Meter 窗口的 Zero PD 使 Deflection 清零 (接近 0 即可)。



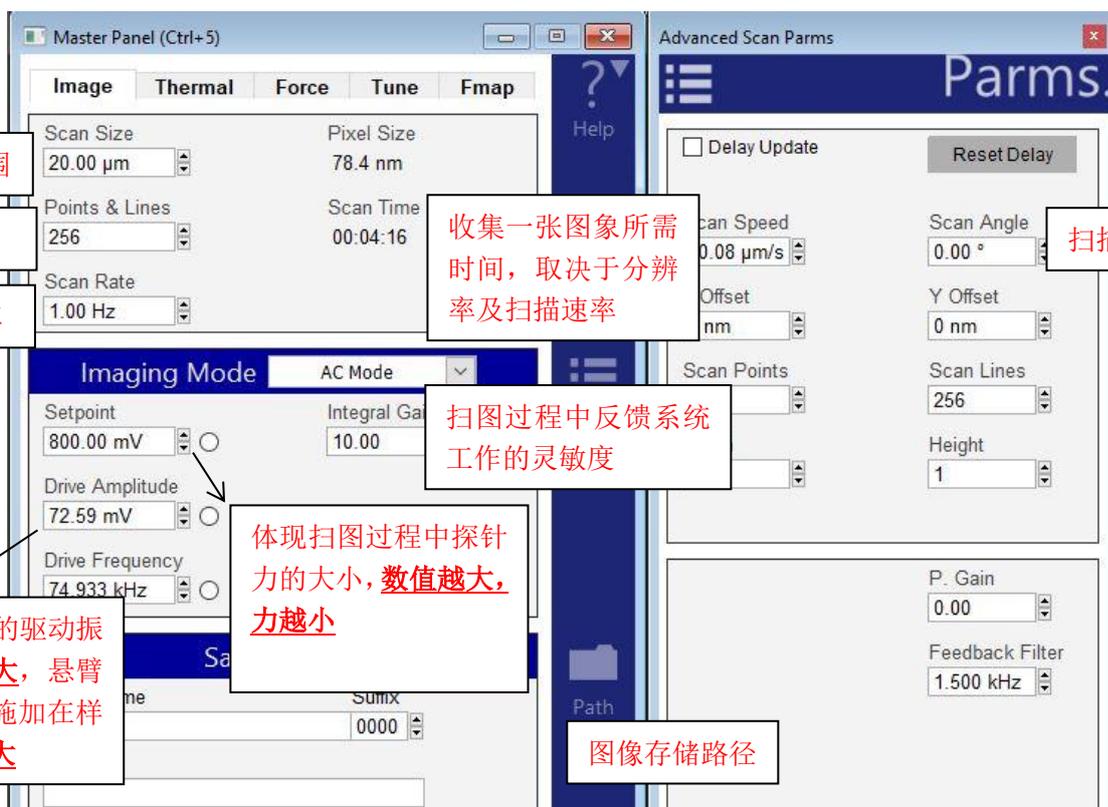
11, 寻峰/Tune, 即寻找所用探针的共振频率并设置空气的 Free amplitude 值(Target Amplitude) 点击 Master Panel 中的 Tune, 选择 Auto Tune 即可, 如下图

注: 可以根据探针盒子上标明的频率范围手动修改 Auto Tune Low/High 设置寻峰范围



12, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的 “Start Tip Approach” 开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出

13, 扫描参数设置



扫描范围

图像分辨率

扫描速率

收集一张图象所需时间, 取决于分辨率及扫描速率

扫描角度

扫图过程中反馈系统工作的灵敏度

体现扫图过程中探针力的大小, 数值越大, 力越小

Shake piezo 的驱动振幅, 数值越大, 悬臂的振幅以及施加在样品上的力越大

图像存储路径

注: Setpoint 和悬臂的自由振幅 Free Amplitude (即为 Auto Tune 步骤中设置的 Target Amplitude) 的比值体现扫图过程中探针力的大小, 所以 **setpoint 的数值必须设置为小于自由振幅 Free Amplitude 的值**。但是由于通常在 Auto Tune 时将自由振幅设为 1V, 所以可以近似理解为 **setpoint 值越小, 探针施加的力越大, 反之亦然**

14, 点击 Frame up/down 开始扫描。若 Height Retrace 窗口下的红蓝线此时非常不重合, 可能是由于 setpoint 设置不当, 导致虚假下针, 可以适当**减小 setpoint, 或者增大 drive amplitude**, 重新下针并扫描。

注: 轻敲模式下 AFM 会检测悬臂振幅的变化。随着探针向下移动, 悬臂的振幅也会随之衰减, 当其从 Free Amplitude 衰减到 Setpoint 时即认为下针成功。所以可以理解当我们加大 Drive Amplitude (导致 Free Amplitude 加大), 或者减小 setpoint 时, 都会导致探针向下移动的距离增加, 即探针与样品的距离变小。

15, 扫描过程中参数的调节

扫描过程中应观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合, 如果红蓝线完全重合, 表明此时的扫描参数设置的合理, 不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合, 可以尝试如下几步:

~增加探针的力的大小, 即**减小 setpoint 或者增大 Drive Amplitude**。

~增加反馈系统的灵敏度, 即**增大 Integral Gain 值**。注: 过大的 gain 值会引起系统震荡, 体现为图中出现明显波纹状噪音

~降低扫描速率即 scan rate

~若仍不能使红蓝线重合, 应考虑探针选择是否合理, 或是否当前探针已经被污染或磨损, 尝试更换新的探针

16, 关于引力扫描和斥力扫描

在轻敲模式下, 相位/Phase 值的大小可以反映探针和样品间作用力的类型, **当 Phase < 90° 时处于斥力模式; 而当 Phase > 90° 时处于引力模式**

我们通常认为引力扫描时, 由于探针并未“真正的敲击”在样品上, 所以对于探针和样品的保护性都很好, 但牺牲了一定的图像分辨率。而斥力扫描则相反, 往往可以得到较为“清楚”的扫描图像, 但是对于探针和样品也会多多少少有一点磨损。

我们可以根据自己的样品来选择引力或斥力模式进行扫描, 但注意**一定要避免探针不断在引力与斥力模式间跳动 (mode hopping), 即 Phase 不断在 90° 上下跳动。**

下面我们会说明如何使探针在扫描过程中维持在更经常使用的斥力模式

~能否进入斥力模式, 和探针、样品都有关系。

样品越黏, 越软, 有静电力, 都会造成难以进入斥力模式。

探针越硬 (k 值越大), 越容易进入斥力模式。

探针越尖, 越容易进入斥力模式。所以磨损的或者污染的探针, 可能不容易进入斥力模式。

~在扫描过程中调节参数从而进入斥力模式

通过增加 Drive amplitude 从而使探针的 free amplitude 越大, 越容易进入斥力模式。

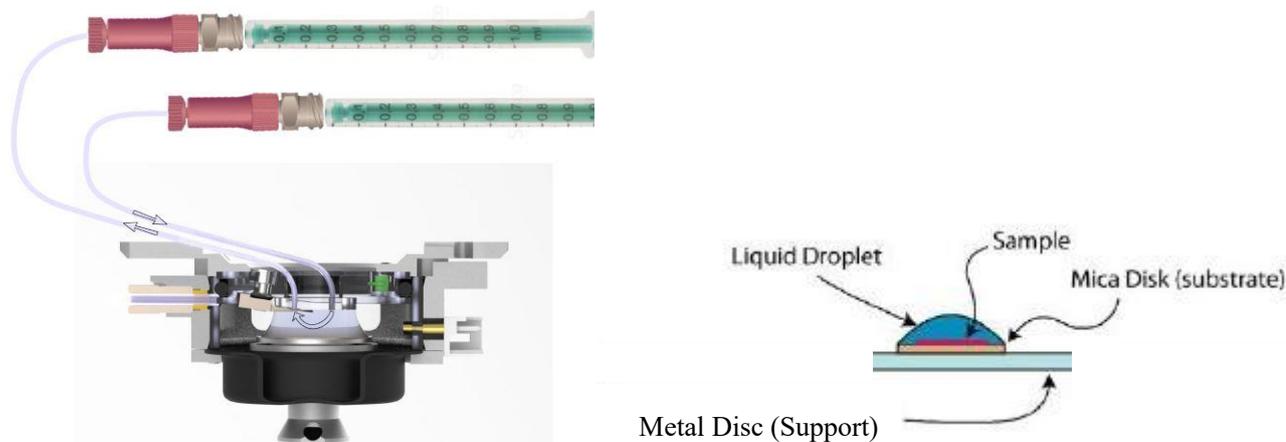
设置的 setpoint 越小, 越容易进入斥力模式。

值得注意的是, 之前谈到过扫描过程中探针上力的大小取决于 setpoint 和 Free amplitude 的比值, 所以在调节这两个值的时候需要保持这个比值大约在 50%~80%之间, 即在**逐渐增大 Drive amplitude 的同时也逐渐增大 setpoint, 直到 phase 稳定在小于 90° 的范围内**

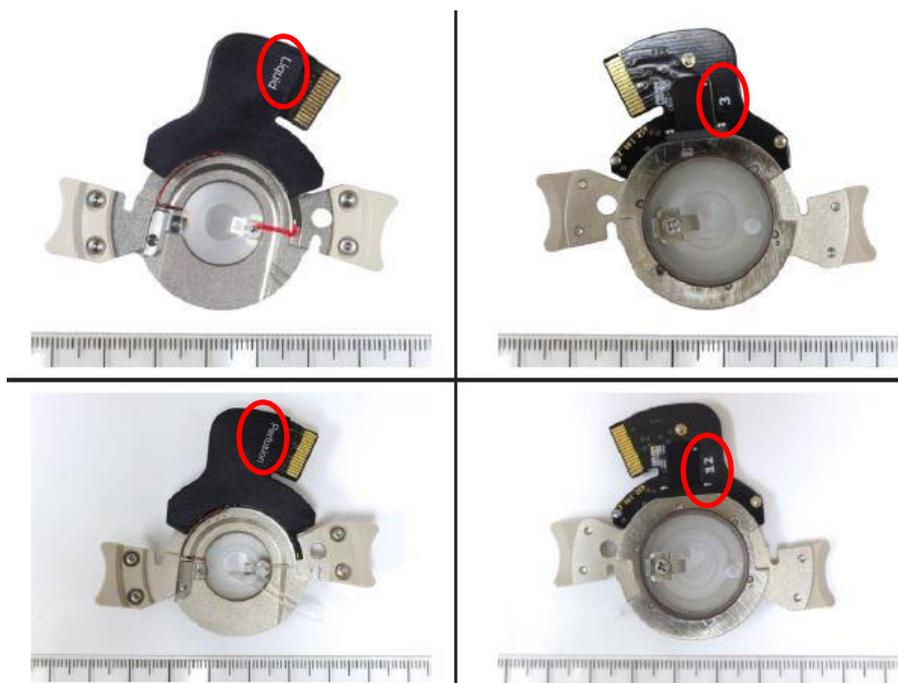
17, 扫描结束后, 点击 Engage Panel 中的(Un)Load Sample 退针, 取下探针, 收起样品, 关上激光并关上软件。若近期内仍需要使用 AFM 则无需关闭控制器和电脑工作站

液相轻敲模式/ AC Mode in liquid

Cypher ES 系列 AFM 提供了两种可以进行液相扫描的 Holder 供用户选择，即普通的 Liquid Holder 和可以在扫描中做原位灌注实验的 Perfusion Holder。下图左图为使用 Perfusion Holder 进行灌注实验的示意图。注：除了表面为白色陶瓷的 Heater 外，其它任意 Sample stage 均可进行液相扫描。



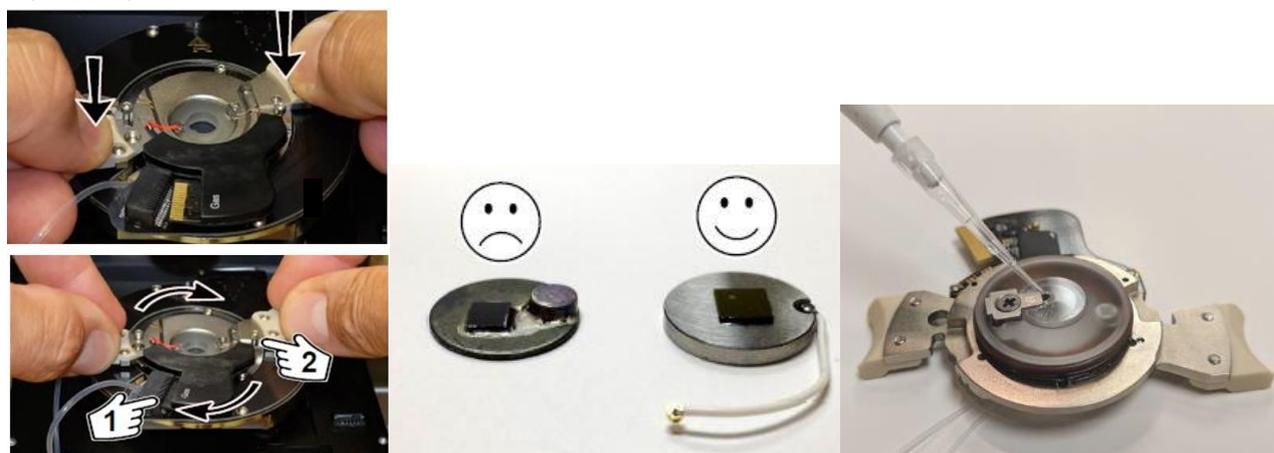
我们通常在单液滴液相环境中完成扫描，即“Imaging in a small droplet”，如上图图右所示。下图分别为 Liquid Holder 和 Perfusion Holder



Cypher ES 样品腔内的主要部件均采用比较稳定和惰性的材料，可以兼容大部分液相环境。但当使用较为苛刻的液相环境时请先参考下文介绍化学相容性的文档。

在液相环境下进行接触模式/Contact Mode 扫描与其在空气下的操作并无区别，所以本章节将主要介绍液相下进行轻敲模式/AC Mode 扫描的操作步骤

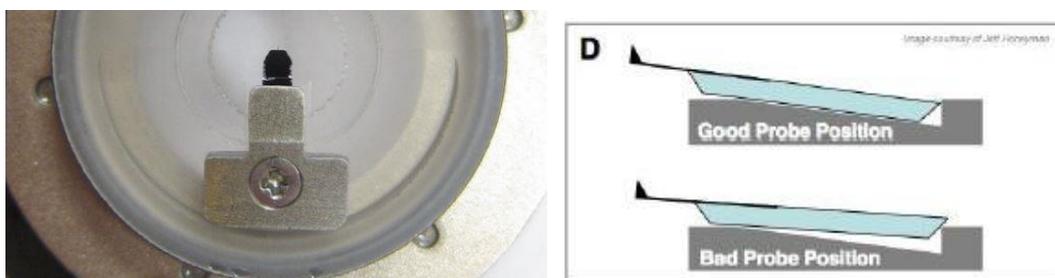
- 1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开
- 2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩)
- 3, 装针, 使用移液枪在针尖位置滴一滴相同的液体, 确保液体可以完全覆盖悬臂部分, 如下图图右所示。这样做可以防止下针后悬臂周围出现气泡。
将样品放在 Scanner 的样品台上, 使用移液枪滴加适量液滴 (通常为 100uL 左右), 覆盖样品表面, 液滴直径不要超过 1cm。
首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, 只接触 Holder 两侧的塑料部分, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。
在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致, 一般不推荐使用双面胶固定样品, 因为双面胶会引起倾斜, 蠕变, 固定不牢固等问题, 推荐使用 AB 胶, 导电银胶, 热熔胶等。

4, 将 Scanner 推回初始位置, 并将其右侧的黑色把手拉下, 确认物镜的聚焦矫正环 (如下图) 对应 **2** 的位置, 关上隔音罩。注: 矫正环的位置和气相时不同, 用于补偿气相和液相时折射率的不同。

5, 肉眼观测探针的样品间的距离, 并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮, 直至探针上的液滴和样品上的液滴连接到一起, 继续缓慢的使探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置。

注:

***如果探针没有随着旋钮扭动而下降, 应查看软件中的 Engage Panel 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告, 此时直接点击窗口中的 “Initialize Motor” 即可**

***探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快, 建议初学者仅小幅度的扭动旋钮, 以防探针撞到样品上, 严重的甚至可能损坏设备**

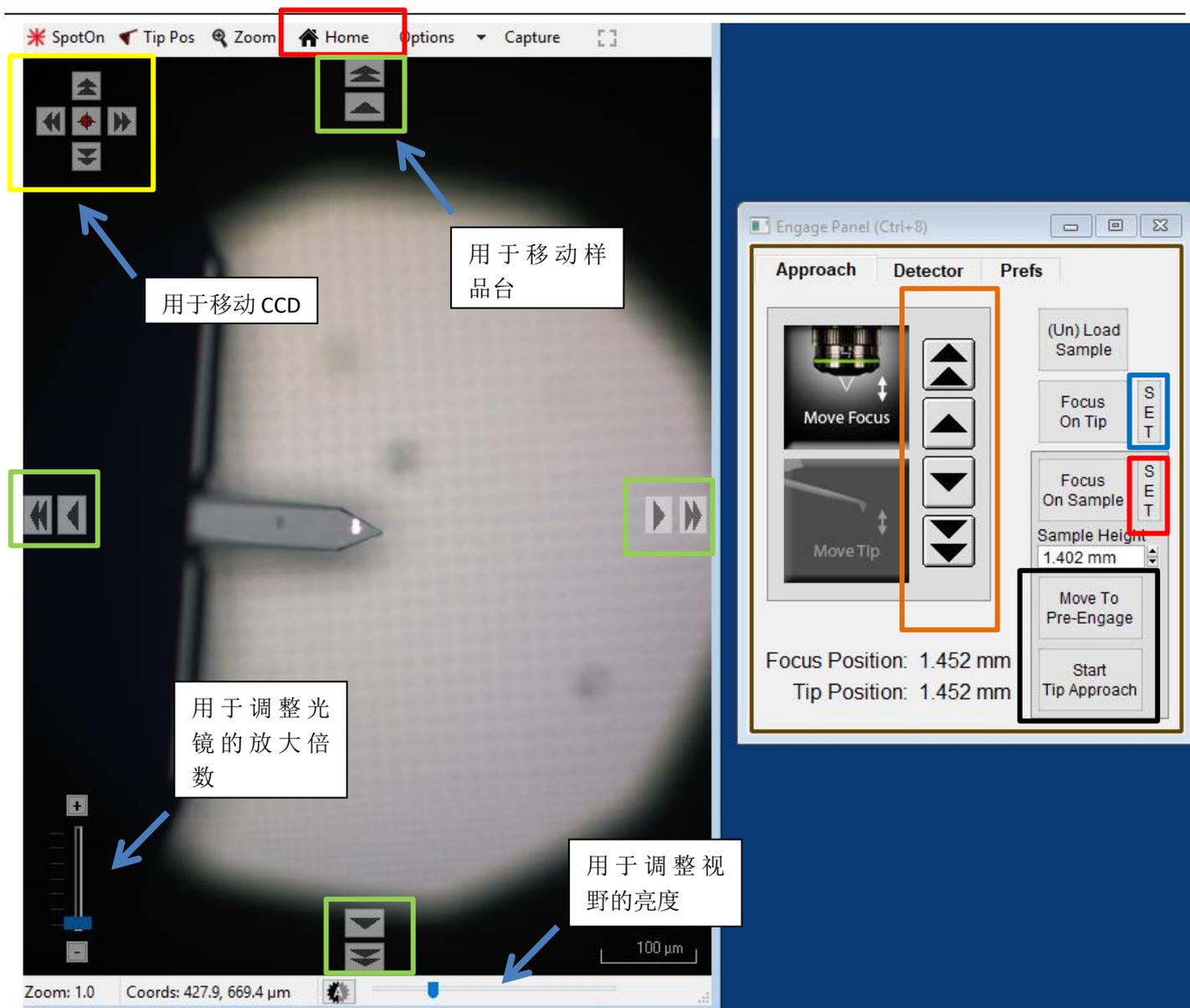
6, 软件选择 AC Water Topography, 进入液相轻敲模式的软件环境



7, 在如下图左侧所示的 Video 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标) 中点击 Home 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

8, 通过下图右侧 Engage Panel 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 Focus on Tip 的右侧标蓝的 “SET”; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 Focus on Sample 的右侧标红的 “SET”

9, 点击 Focus on Tip 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选择 “Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置, 可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置 (按住 Shift 键可实现微调)

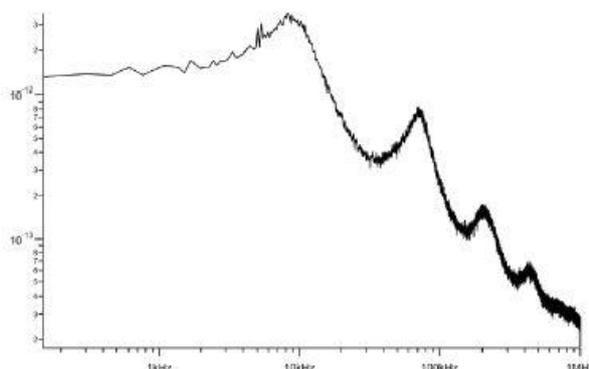
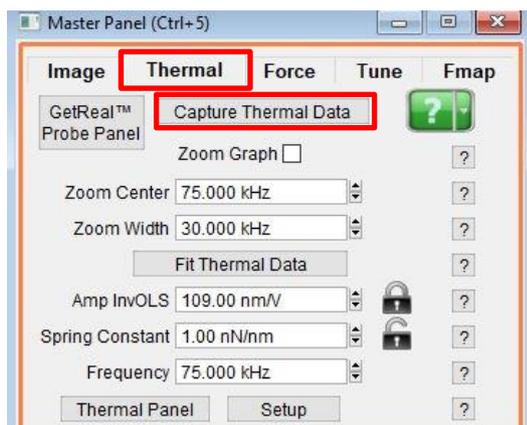


10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”, 这会使探针位于样品表面 50 μ m 的位置。观察激光光斑是否有偏移, 如果有可以微调其位置。点击 Sum and Deflection Meter 窗口的 Zero PD 使 Deflection 清零 (接近 0 即可)。建议在此状态下等候 30 分钟左右, 使扫描体系达到热平衡, 避免后续扫描时 deflection 的偏移。等到体系稳定后, 再次点击 Zero PD。



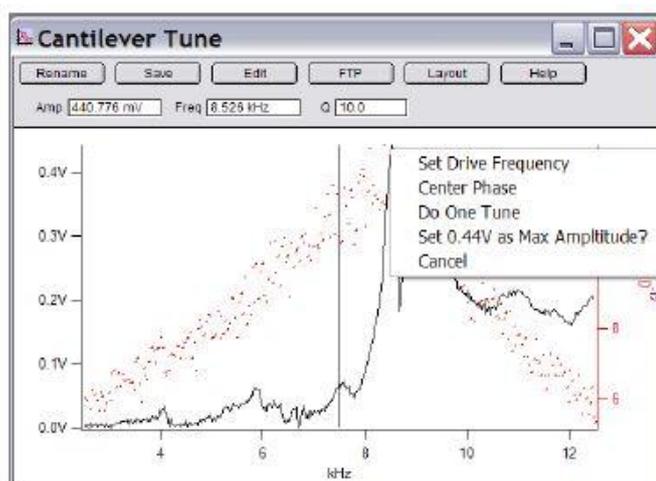
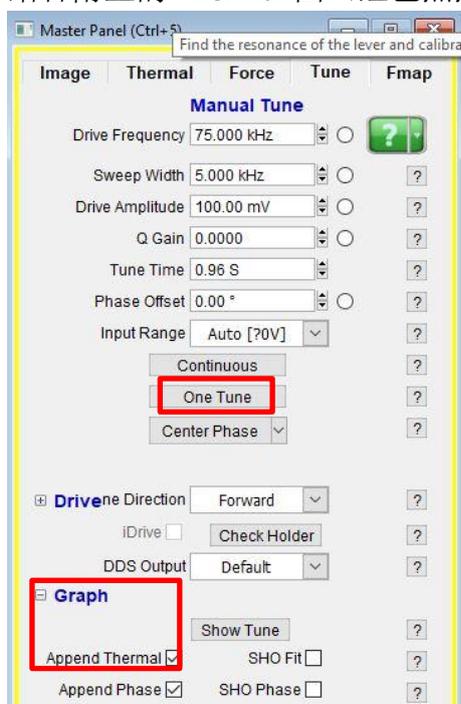
11, 寻峰/Tune, 即寻找所用探针的共振频率并设置接触样品前的 Free amplitude 值(Target Amplitude) 液体分子和悬臂的相互作用导致在液体环境中寻峰会有很多杂峰, 所以在液体环境中寻峰应使用 **Manual Tune**

在 Master Panel 中选择 Thermal--Capture Thermal Data，得到如下所示谱图



在正确频率所对应的峰处点击右键选择“Move Freq and Phase to Tune”（注：通常悬臂在溶液中的共振频率约为其在空气中的 1/3 左右）

在 Master Panel 中点击 Graph，勾选 Append Thermal，将 Sweep width 设置为 30kHz，点击 One Tune 结合附上的 Thermal 图（红色点点）选择合适的峰，点击右键选择 Set Drive Frequency



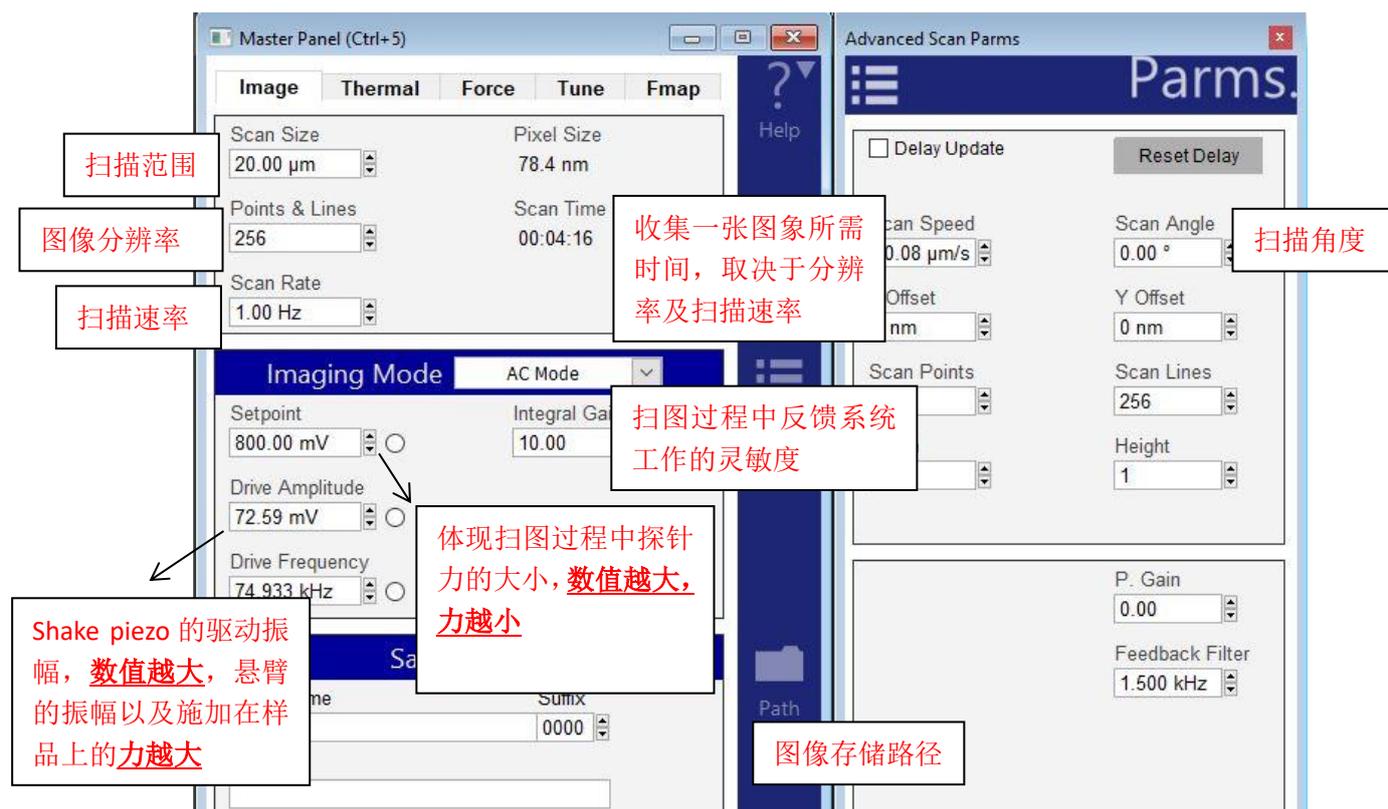
增大 Drive Amplitude 直到 Sum and Deflection Meter 窗口的 Amplitude 的值达到期待值，再次点击 One Tune 和 Center Phase

注：通常对于大部分生物样品的液相扫描，应选用较小的 Free Amplitude（0.7-0.9V）；而对于比较硬的材料和比较黏的样品则建议使用较大的 Free Amplitude（2V）

注：在液相时 Tune 出来的峰比较杂，若在后面的扫描中发现无法正常成像，很有可能是选错了峰，可以重复寻峰的这一步骤，选择正确的频率范围内的其他峰再次尝试。

12, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品，将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的“Start Tip Approach”开始自动下针，下针成功后会有警示音发出

13, 扫描参数设置



注: Setpoint 和悬臂的自由振幅 Free Amplitude (即为 Auto Tune 步骤中设置的 Target Amplitude) 的**比值**体现扫图过程中探针力的大小, 所以 **setpoint 的数值必须设置为小于自由振幅 Free Amplitude 的值**。但是由于通常在 Auto Tune 时将自由振幅设为 1V, 所以可以近似理解为 **setpoint 值越小, 探针施加的力越大, 反之亦然**

14, 点击 Frame up/down 开始扫描。若 Height Retrace 窗口下的红蓝线此时非常不重合, 可能是由于 setpoint 设置不当, 导致虚假下针, 可以适当**减小 setpoint, 或者增大 drive amplitude**, 重新下针并扫描。

注: 轻敲模式下 AFM 会检测悬臂振幅的变化。随着探针向下移动, 悬臂的振幅也会随之衰减, 当其从 Free Amplitude 衰减到 Setpoint 时即认为下针成功。所以可以理解当我们加大 Drive Amplitude (导致 Free Amplitude 加大), 或者减小 setpoint 时, 都会导致探针向下移动的距离增加, 即探针与样品的距离变小。

15, 扫描过程中参数的调节

扫描过程中应观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合, 如果红蓝线完全重合, 表明此时的扫描参数设置的合理, 不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合, 可以尝试如下几步:

~增加探针的力的大小, 即**减小 setpoint 或者增大 Drive Amplitude**。

~增加反馈系统的灵敏度, 即**增大 Integral Gain 值**。注: 过大的 gain 值会引起系统震荡, 体现为图中出现明显波纹状噪音

~降低扫描速率即 scan rate

~若仍不能使红蓝线重合, 应考虑探针选择是否合理, 或是否当前探针已经被污染或磨损, 尝试更换新的探针

16, 关于引力扫描和斥力扫描

在轻敲模式下，相位/Phase 值的大小可以反映探针和样品间作用力的类型，当 $\text{Phase} < 90^\circ$ 时处于斥力模式；而当 $\text{Phase} > 90^\circ$ 时处于引力模式

我们通常认为引力扫描时，由于探针并未“真正的敲击”在样品上，所以对于探针和样品的保护性都很好，但牺牲了一定的图像分辨率。而斥力扫描则相反，往往可以得到较为“清楚”的扫描图像，但是对于探针和样品也会多多少少有一点磨损。

我们可以根据自己的样品来选择引力或斥力模式进行扫描，但注意一定要避免探针不断在引力与斥力模式间跳动 (mode hopping)，即 Phase 不断在 90° 上下跳动。

下面我们会说明如何使探针在扫描过程中维持在更经常使用的斥力模式

~能否进入斥力模式，和探针、样品都有关系。

样品越黏，越软，有静电力，都会造成难以进入斥力模式。

探针越硬 (k 值越大)，越容易进入斥力模式。

探针越尖，越容易进入斥力模式。所以磨损的或者污染的探针，可能不容易进入斥力模式。

~在扫描过程中调节参数从而进入斥力模式

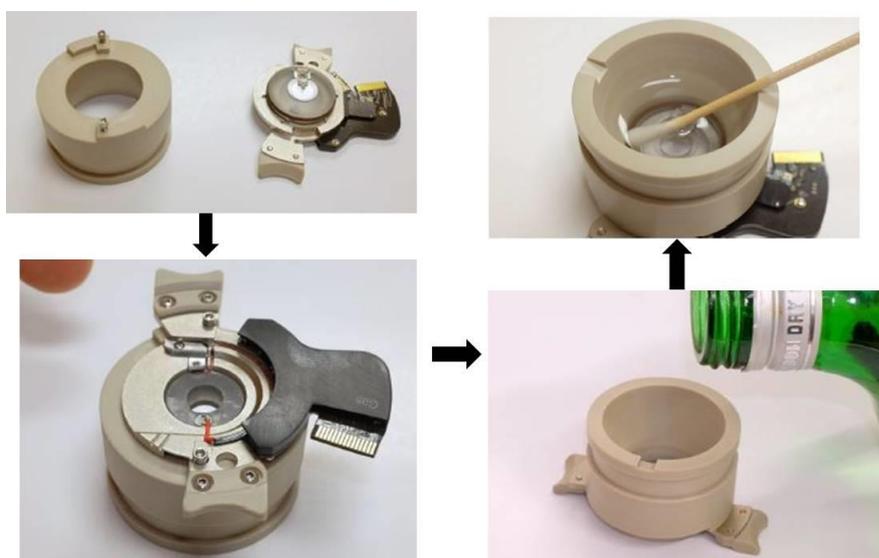
通过增加 Drive amplitude 从而使探针的 free amplitude 越大，越容易进入斥力模式。

设置的 setpoint 越小，越容易进入斥力模式。

值得注意的是，之前谈到过扫描过程中探针上力的大小取决于 setpoint 和 Free amplitude 的比值，所以在调节这两个值的时候需要保持这个比值大约在 50%~80%之间，即在**逐渐增大 Drive amplitude 的同时也逐渐增大 setpoint，直到 phase 稳定在小于 90° 的范围内**

17, 扫描结束后，点击 Engage Panel 中的(Un)Load Sample 退针，取下探针，收起样品，关上激光并关上软件。若近期内仍需要使用 AFM 则无需关闭控制器和电脑工作站

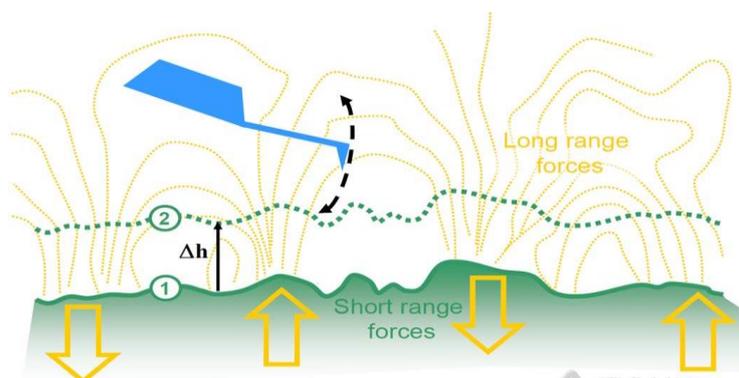
18, 在扫描后应立刻使用专用的清洁工具清洁 Holder 表面。如下图所示，将探针取下后将 Holder 与清洁杯通过两个螺丝固定，倒置后加入无水乙醇或去离子水，用棉签小心擦拭，清洁后将 Holder 取下用压缩空气吹干。也可将探针与 Holder 一起在无水乙醇中浸泡后吹干



第二章 Nap 模式及相关技术

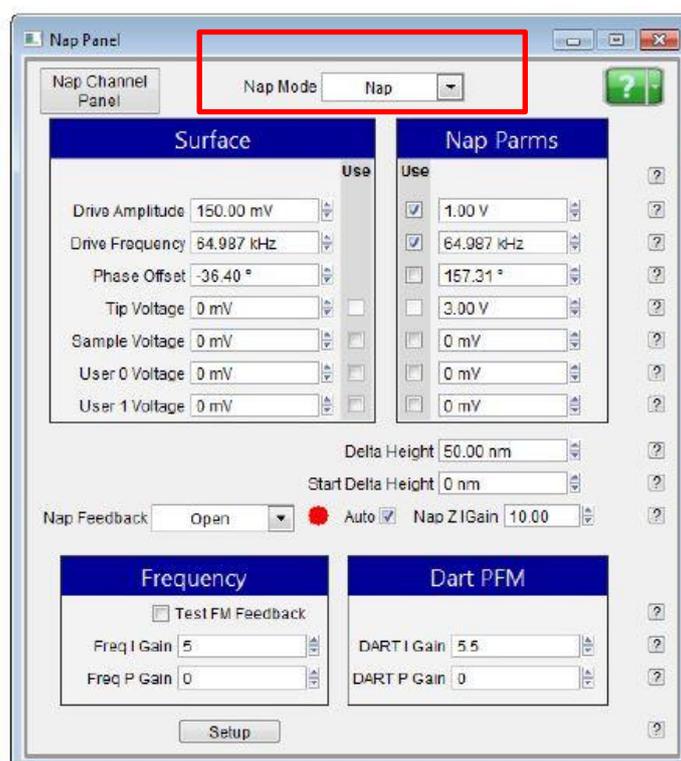
(MFM/EFM/SKPM)

Nap 模式是基于基础轻敲模式的一项**两行扫描技术 (Two pass technique)**。在 Nap 模式下，探针会对样品的每一行进行两遍扫描，第一遍扫描收集形貌信息，第二遍扫描时探针会抬起特定的高度再次扫描，从而检测探针和样品间的长程力。



为了进入 Nap 模式的控制面板，可以在软件中选择 AFM Controls—Nap Panel

Nap 窗口如下图所示，其中标出的 Nap Mode 有四种模式可以选择，下文会对其一一进行讲解



- 1, 当此模式设置为 Off 时, 即只进行普通的单次扫描。但在此模式下可以利用 Nap 面板中的“Tip Voltage”和“Sample Voltage”给探针或样品加上电压。
- 2, 当此模式设置为 Nap 时, 即为上文提到的对于每一行进行两遍扫描, 且第二遍扫描时 Z 方向的反馈系统关闭, 探针会抬起用户自定义的高度, 即 Delta Height
- 3, 当此模式设置为 Parm Swap 时, 探针同样进行两遍扫描, 但是第二遍扫描时 Z 方向的反馈系统正常工作, 且探针不会抬起特定高度。
- 4, 当此模式设置为 Snap 时, 探针同样进行两遍扫描, 但是软件会将第一次扫描时收集到的每一行形貌数据拟合为一条线, 在第二遍扫描时, 探针运动不会考量形貌数据, 而会遵循拟合出的线的斜率运动

常用的基于 Nap 模式的 AFM 技术有: MFM, EFM, SKPM, 下文会分别对这几项技术进行讲解。

磁力显微镜 MFM

MFM 无需额外配件，只需要**磁性探针**和标准 Holder 即可。在 Nap 模式下，先利用首行扫描获取样品表面形貌信息，再将探针抬起一定高度，检测长程力（磁力）信号。

探针和样品间的磁场会创造出磁力梯度，其会进一步的导致探针的共振频率发生偏移。

而频率的偏移会导致相差。**吸引力会使振动相位变大，排斥力会使振动相位变小。**

常用的磁性探针如下表所示

型号	类型	镀层	针尖曲率半径
ASYMFMLC	低矫顽力	permalloy	32 nm
ASYMFMHC	高矫顽力	CoPt/FePt	32 nm
ASYMFMLM	低磁矩	CoCr	20 nm
ASYMFMHM	高磁矩	CoCr	84 nm

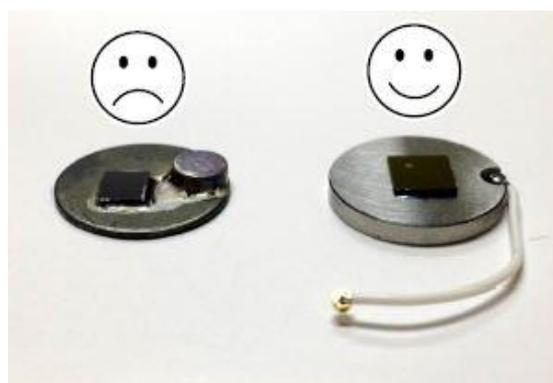
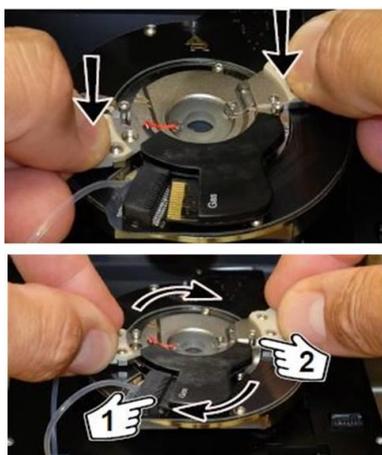
MFM 操作步骤:

1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开

2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (**注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩**)

3, 安装磁性探针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, **只接触 Holder 两侧的塑料部分**, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。

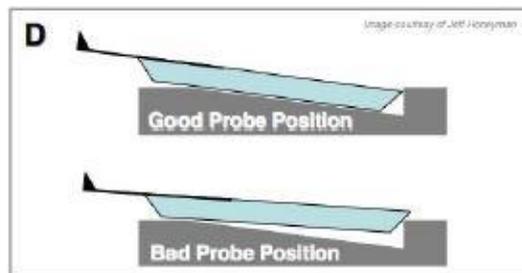
在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注：由于装针和样品制备不当导致的常见问题：

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多，导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针，装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色，激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

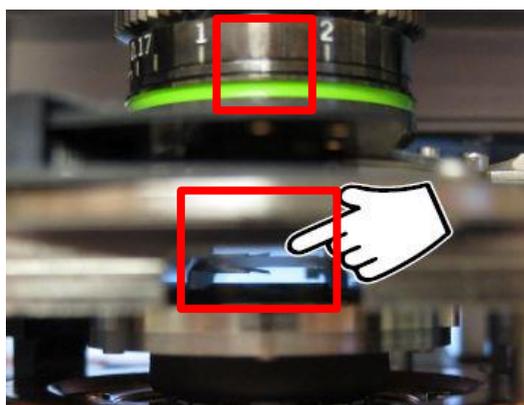
这可能同样是由于装针位置不对，导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针，装针位置如上图所示。如果问题仍然存在，可能是金属压片下有碎屑，应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致，一般不推荐使用双面胶固定样品，因为双面胶会引起倾斜，蠕变，固定不牢固等问题，推荐使用 AB 胶，导电银胶，热熔胶等。

4，将 Scanner 推回初始位置，并将其右侧的黑色把手拉下，确认物镜的聚焦矫正环（如下图）对应应在 **1.5** 的位置，关上隔音罩

5，肉眼观测探针的样品间的距离，并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮，直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置



注：

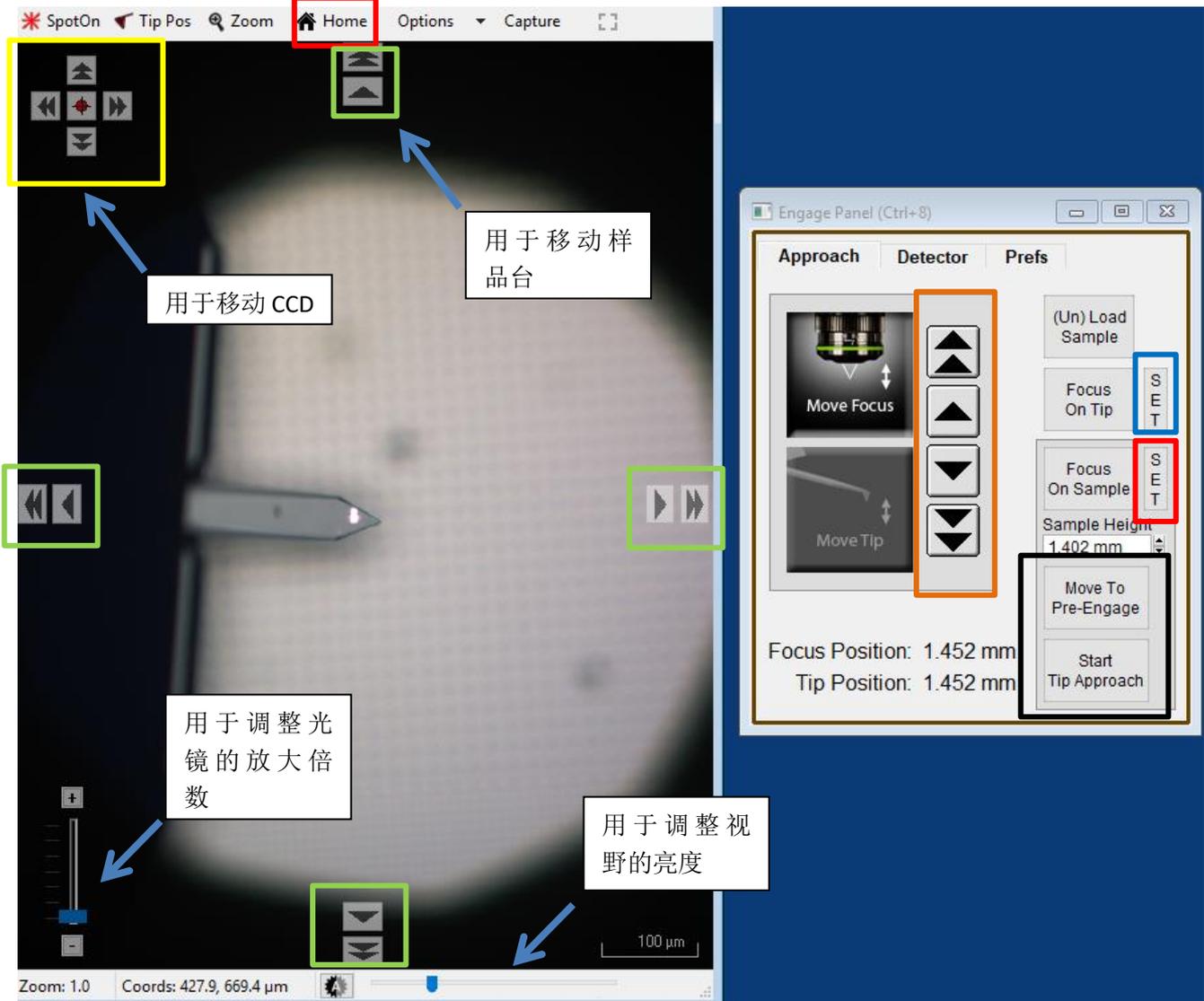
***如果探针没有随着旋钮扭动而下降，应查看软件中的 Engage Panel 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告，此时直接点击窗口中的“Initialize Motor”即可**

***探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快，建议初学者仅小幅度的扭动旋钮，以防探针撞到样品上，严重的甚至可能损坏设备**

6, 软件选择 Electrical---MFM, 进入 MFM 模式的软件环境



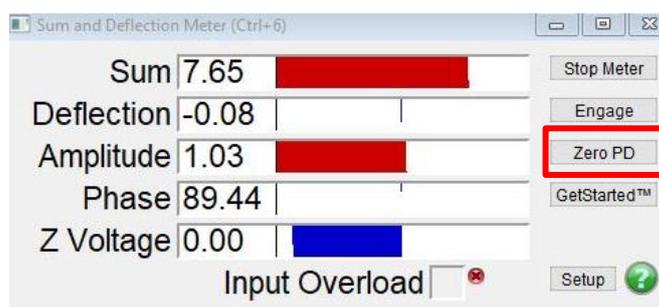
7, 在如下图左侧所示的 Video 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标) 中点击 Home 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。



8, 通过上图右侧 Engage Panel 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 Focus on Tip 的右侧标蓝的“SET”; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 Focus on Sample 的右侧标红的“SET”

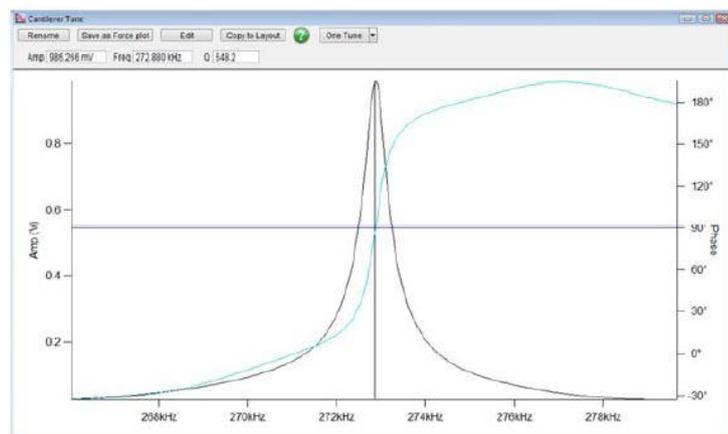
9, 点击 Focus on Tip 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如上图亮点位置) 点击鼠标右键, 选择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置, 可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置 (按住 Shift 键可实现微调)

10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”, 这会使探针位于样品表面 50 μ m 的位置。观察激光光斑是否有偏移, 如果有可以微调其位置。点击 Sum and Deflection Meter 窗口的 Zero PD 使 Deflection 清零 (接近 0 即可)。



11, 寻峰/Tune, 即寻找所用探针的共振频率并设置空气的 Free amplitude 值(Target Amplitude) 点击 Master Panel 中的 Tune, 选择 Auto Tune 即可, 如下图

注: 可以根据探针盒子上标明的频率范围手动修改 Auto Tune Low/High 设置寻峰范围



12, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的“Start Tip Approach” 开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出

13, 扫描参数设置

The image shows two software windows: 'Master Panel (Ctrl+5)' and 'Advanced Scan Params'. The Master Panel has tabs for Image, Thermal, Force, Tune, and Fmap. The Advanced Scan Params window is titled 'Parms.'. Red callout boxes with arrows point to specific parameters and provide explanations in Chinese:

- 扫描范围** (Scan Size): 20.00 μm
- 图像分辨率** (Points & Lines): 256
- 扫描速率** (Scan Rate): 1.00 Hz
- 收集一张图象所需时间, 取决于分辨率及扫描速率** (Scan Time): 00:04:16
- 扫描角度** (Scan Angle): 0.00 $^\circ$
- 扫图过程中反馈系统工作的灵敏度** (Setpoint): 800.00 mV
- 体现扫图过程中探针力的大小, 数值越大, 力越小** (Drive Amplitude): 72.59 mV
- Shake piezo 的驱动振幅, 数值越大, 悬臂的振幅以及施加在样品上的力越大** (Drive Frequency): 74.933 kHz
- 图像存储路径** (Path): [empty field]

注: Setpoint 和悬臂的自由振幅 Free Amplitude (即为 Auto Tune 步骤中设置的 Target Amplitude) 的**比值**体现扫图过程中探针力的大小, 所以 **setpoint 的数值必须设置为小于自由振幅 Free Amplitude 的值**。但是由于通常在 Auto Tune 时将自由振幅设为 1V, 所以可以近似理解为 **setpoint 值越小, 探针施加的力越大, 反之亦然**

The image shows the 'Nap Panel' software window. It has a 'Nap Channel Panel' and 'Nap Mode' set to 'Nap'. The window is divided into several sections:

- Surface:** Drive Amplitude 100.00 mV, Drive Frequency 75.000 kHz.
- Nap Params:** A red box highlights the 'Use' checkbox for 50.00 mV. Another red box highlights the 'Delta Height' set to 50.00 nm.
- Nap Feedback:** Open, Auto checked, Nap ZIGain 10.00.
- Frequency:** Test FM Feedback unchecked, Freq I Gain 5, Freq P Gain 0.
- Dart PFM:** DART I Gain 5.5, DART P Gain 0.

在第二遍 Nap 扫描时, 为了进一步消除近程力的影响, 不仅要设置 Delta Height, 还需手动将 Nap Params 下的 Drive Amplitude 设置为一个比较小的值, **通常为普通扫描时的 Drive Amplitude 的一半**。

14, 点击 Frame up/down 开始扫描。若 Height Retrace 窗口下的红蓝线此时非常不重合, 可能是由于 setpoint 设置不当, 导致虚假下针, 可以适当减小 setpoint, 或者增大 drive amplitude, 重新下针并扫描。

注: 轻敲模式下 AFM 会检测悬臂振幅的变化。随着探针向下移动, 悬臂的振幅也会随之衰减, 当其从 Free Amplitude 衰减到 Setpoint 时即认为下针成功。所以可以理解当我们加大 Drive Amplitude (导致 Free Amplitude 加大), 或者减小 setpoint 时, 都会导致探针向下移动的距离增加, 即探针与样品的距离变小。

15, 扫描过程中参数的调节

扫描过程中应观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合, 如果红蓝线完全重合, 表明此时的扫描参数设置的合理, 不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合, 可以尝试如下几步:

~增加探针的力的大小, 即减小 setpoint 或者增大 Drive Amplitude。

~增加反馈系统的灵敏度, 即增大 Integral Gain 值。注: 过大的 gain 值会引起系统震荡, 体现为图中出现明显波纹状噪音

~降低扫描速率即 scan rate

~若仍不能使红蓝线重合, 应考虑探针选择是否合理, 或是否当前探针已经被污染或磨损, 尝试更换新的探针

在得到较为高质量的形貌图后, 再观察磁畴信息 (Nap Amplitude 和 Nap Phase), 可以逐渐降低 Delta Height, 直到 Nap 图中磁畴分布清晰可见且不受形貌图的影响。

17, 扫描结束后, 点击 Engage Panel 中的(Un)Load Sample 退针, 取下探针, 收起样品, 关上激光并关上软件。若近期内仍需要使用 AFM 则无需关闭控制器和电脑工作站

静电力显微镜 EFM

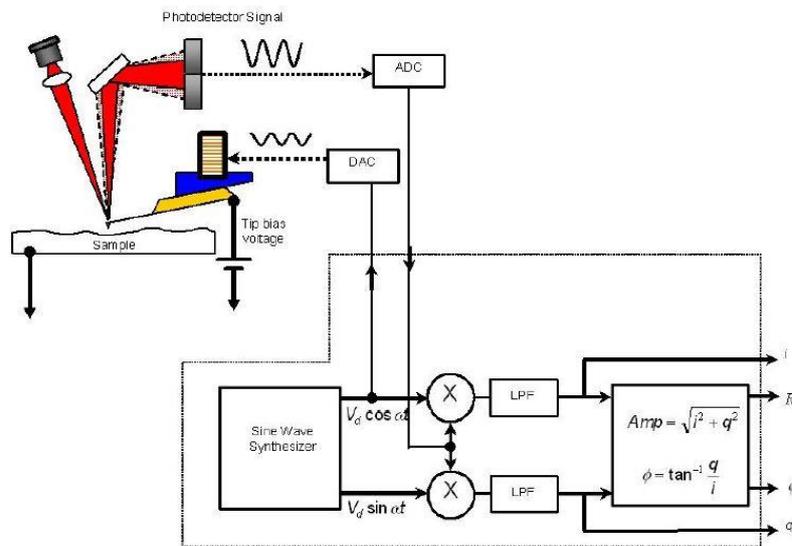
EFM 无需额外配件，只需要**导电探针**和标准 Holder 即可。在 Nap 模式下，先利用首行扫描获取样品表面形貌信息，再将探针抬起一定高度，检测长程力（静电力）信号。在第二遍扫描时，系统会给针尖上施加一个直流电压（默认值为 3V）。探针和样品间的电场会产生力梯度，其会进一步的导致探针的共振频率发生偏移。而频率的偏移会导致相差。**吸引力会使振动相位变大，排斥力会使振动相位变小。**因此 EFM 的工作原理可以简单理解为利用探针和样品间的静电力导致的探针振动相位差成像。

我们可以将探针和样品看作平板电容器，那么结合以下公式可以得出，力的大小取决

$$F = \frac{1}{2} \frac{dC}{dZ} V^2$$

于电容和电势差的大小。所以当绝缘样品上有部分导电区域时，其导电区域可以理解为两个电容，即探针和导电区域间，以及导电区域和地间。所以导电区域和绝缘区域会有不同的 dC/dZ ，体现在 AFM 图像上则有不同程度的对比度。

样品表面的电荷同样可以用 EFM 进行检测，但是更常用的检测技术为 SKPM，会在下一章节进行讲解。



上图为 EFM 原理图

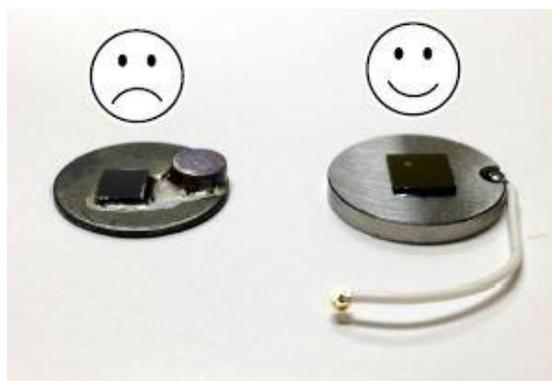
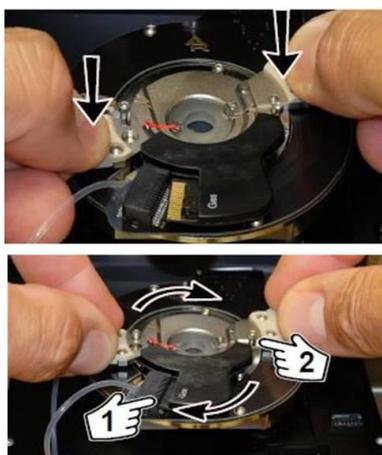
EFM 操作步骤:

1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开

2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (**注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩**)

3, 安装导电探针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, **只接触 Holder 两侧的塑料部分**, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。

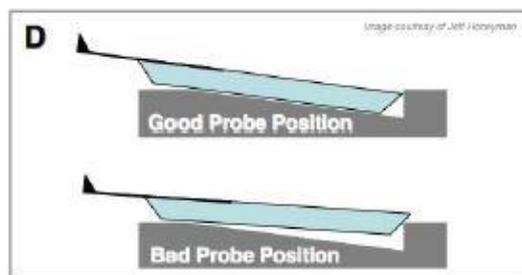
在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

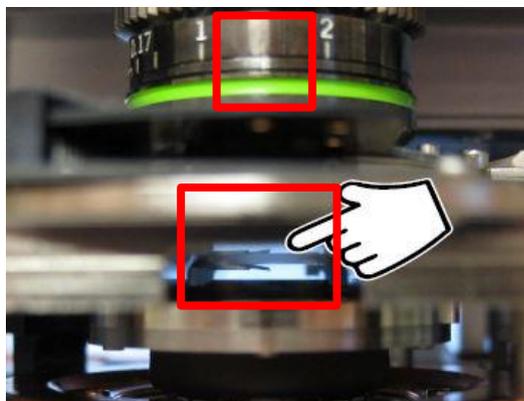
这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致, 一般不推荐使用双面胶固定样品, 因为双面胶会引起倾斜, 蠕变, 固定不牢固等问题, 推荐使用 AB 胶, 导电银胶, 热熔胶等。

4, 将 Scanner 推回初始位置, 并将其右侧的黑色把手拉下, 确认物镜的聚焦矫正环 (如下图) 对应应在 **1.5** 的位置, 关上隔音罩

5, 肉眼观测探针的样品间的距离, 并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮, 直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置

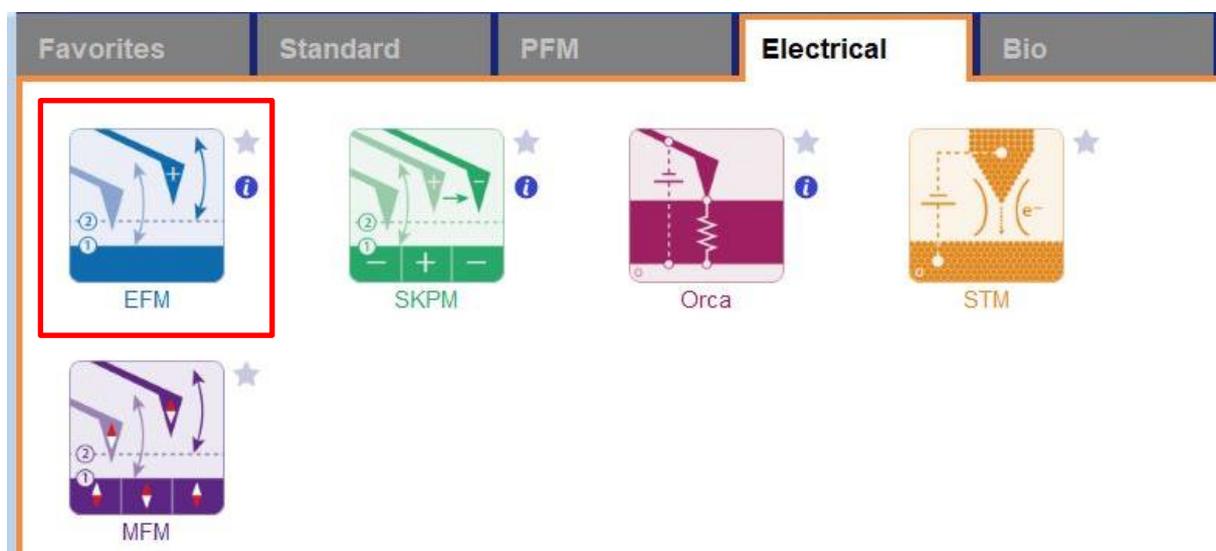


注:

*如果探针没有随着旋钮扭动而下降, 应查看软件中的 **Engage Panel** 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告, 此时直接点击窗口中的 **“Initialize Motor”** 即可

*探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快, 建议初学者仅小幅度的扭动旋钮, 以防探针撞到样品上, 严重的甚至可能损坏设备

6, 软件选择 Electrical---EFM, 进入 EFM 模式的软件环境

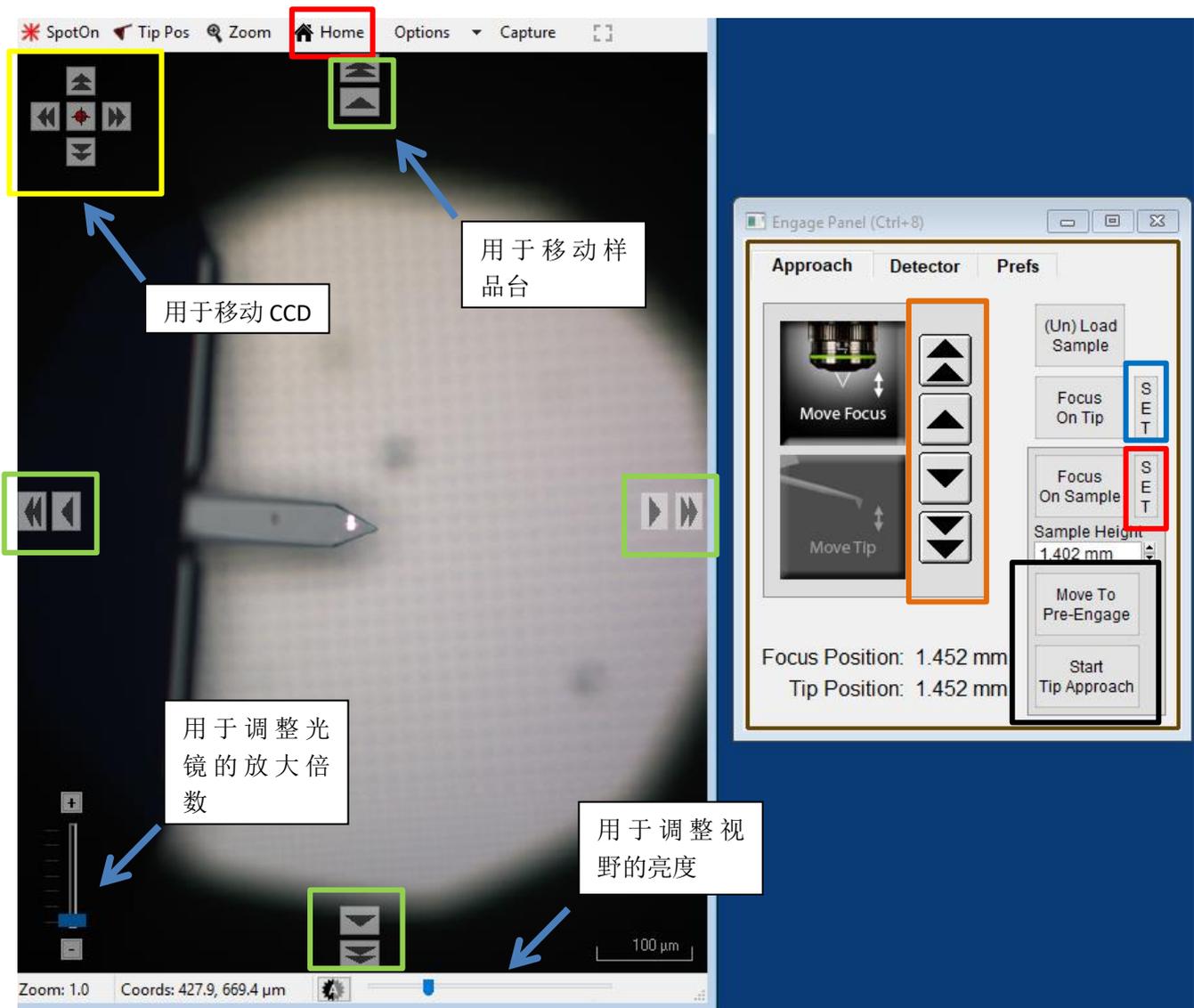


7, 在如下图左侧所示的 **Video** 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标) 中点击 **Home** 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

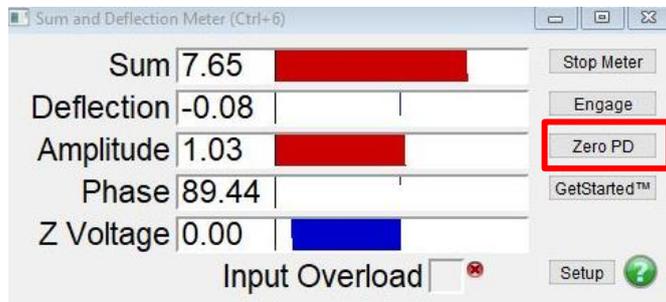
8, 通过下图右侧 **Engage Panel** 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 **Focus on Tip** 的右侧标蓝的 **“SET”**; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 **Focus on Sample** 的右侧标红的 **“SET”**

9, 点击 **Focus on Tip** 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选

择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置，可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置（按住 Shift 键可实现微调）

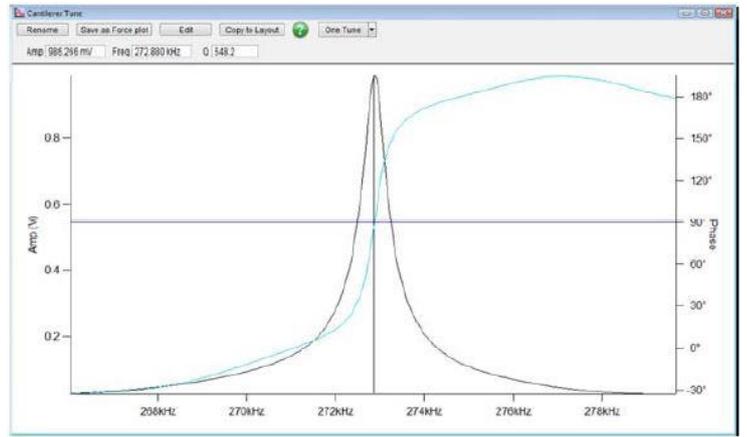
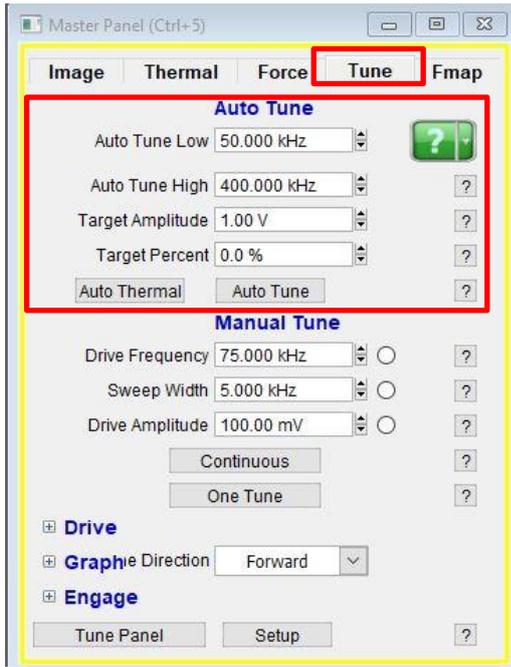


10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”，这会使探针位于样品表面 50 μ m 的位置。观察激光光斑是否有偏移，如果有可以微调其位置。点击 Sum and Deflection Meter 窗口的 Zero PD 使 Deflection 清零（接近 0 即可）。



11, 寻峰/Tune, 即寻找所用探针的共振频率并设置空气的 Free amplitude 值(Target Amplitude) 点击 Master Panel 中的 Tune, 选择 Auto Tune 即可, 如下图

注: 可以根据探针盒子上标明的频率范围手动修改 Auto Tune Low/High 设置寻峰范围



12, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的 “Start Tip Approach” 开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出

13, 扫描参数设置

扫描范围

图像分辨率

扫描速率

Shake piezo 的驱动振幅, 数值越大, 悬臂的振幅以及施加在样品上的力越大

体现扫图过程中探针力的大小, 数值越大, 力越小

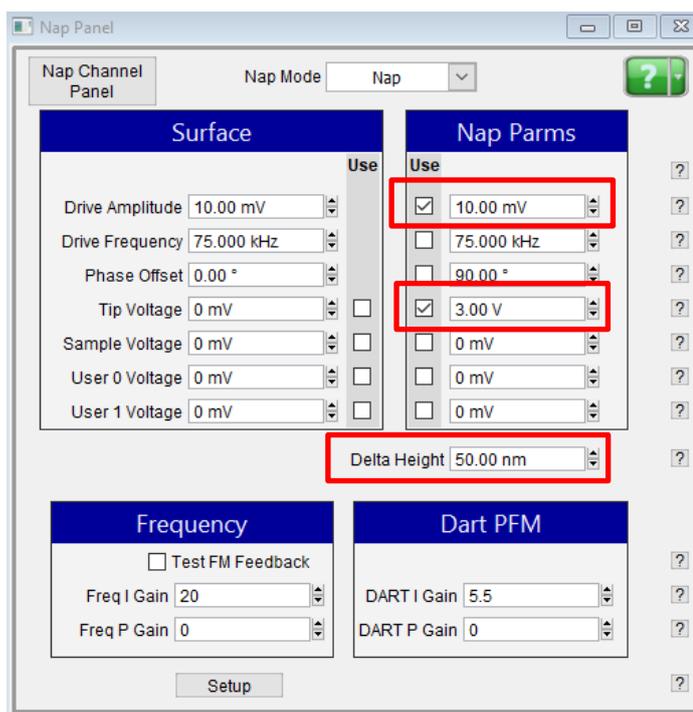
收集一张图象所需时间, 取决于分辨率及扫描速率

扫描角度

扫描过程中反馈系统工作的灵敏度

图像存储路径

注: Setpoint 和悬臂的自由振幅 Free Amplitude (即为 Auto Tune 步骤中设置的 Target Amplitude) 的比值体现扫图过程中探针力的大小, 所以 **setpoint 的数值必须设置为小于自由振幅 Free Amplitude 的值**。但是由于通常在 Auto Tune 时将自由振幅设为 1V, 所以可以近似理解为 **setpoint 值越小, 探针施加的力越大, 反之亦然**



在第二遍 Nap 扫描时，为了进一步消除近程力的影响，不仅要设置 Delta Height，还需手动将 Nap Params 下的 Drive Amplitude 设置为一个比较小的值，通常为普通扫描时的 Drive Amplitude 的一半。

Tip Voltage 即为在探针抬起来的第二行扫描时加在探针上的直流电，默认为 3V，可在扫图过程中随时调整。

14，点击 Frame up/down 开始扫描。若 Height Retrace 窗口下的红蓝线此时非常不重合，可能是由于 setpoint 设置不当，导致虚假下针，可以适当减小 setpoint，或者增大 drive amplitude，重新下针并扫描。

注：轻敲模式下 AFM 会检测悬臂振幅的变化。随着探针向下移动，悬臂的振幅也会随之衰减，当其从 Free Amplitude 衰减到 Setpoint 时即认为下针成功。所以可以理解当我们加大 Drive Amplitude（导致 Free Amplitude 加大），或者减小 setpoint 时，都会导致探针向下移动的距离增加，即探针与样品的距离变小。

15，扫描过程中参数的调节

扫描过程中应观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合，如果红蓝线完全重合，表明此时的扫描参数设置的合理，不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合，可以尝试如下几步：

~增加探针的力的大小，即减小 setpoint 或者增大 Drive Amplitude。

~增加反馈系统的灵敏度，即增大 Integral Gain 值。注：过大的 gain 值会引起系统震荡，体现为图中出现明显波纹状噪音

~降低扫描速率即 scan rate

~若仍不能使红蓝线重合，应考虑探针选择是否合理，或是否当前探针已经被污染或磨损，尝试更换新的探针

在得到较为高质量的形貌图后，再观察 Nap Amplitude 和 Nap Phase 窗口，可以**逐渐降低 Delta Height**，直到 Nap Phase 图中图像清晰且不受形貌图的影响。

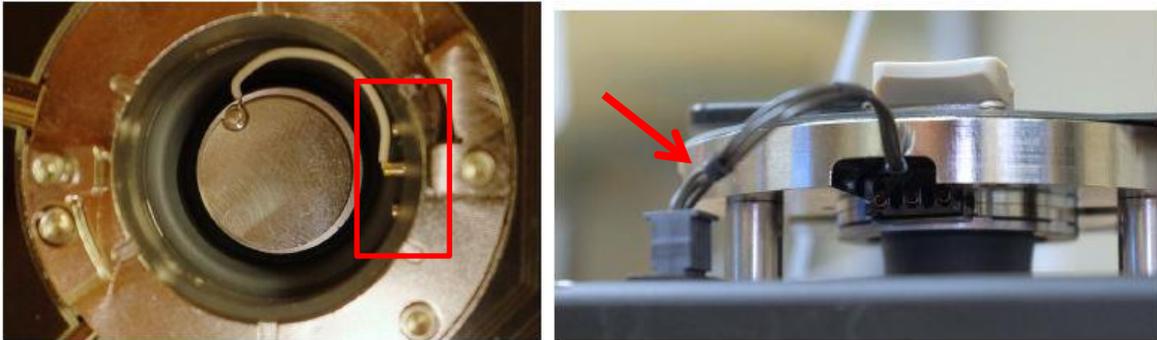
除了 Delta Height 之外，还可以调节 Nap Panel 中 Nap Params 一侧的 **Drive Amplitude** 和 **Tip Voltage**，以得到更加清晰的 Nap Phase 图像。

17，扫描结束后，点击 Engage Panel 中的(Un)Load Sample 退针，取下探针，收起样品，关上激光并关上软件。若近期内仍需要使用 AFM 则无需关闭控制器和电脑工作站

注：

若得到的 **Nap Phase** 图不稳定，体现为图像颜色不均一（如整张图从上至下颜色逐渐变深/浅），有可能是探针状态在发生变化，可以耐心在同一区域多扫几次，如果现象仍然存在，可以考虑将**样品接地**，从而使电场更均匀。接地方法如下图，使用带有导线的 **AFM 小铁片**，确认样品和铁片表面是导通的，必要时可用万用表检测，将导线吸在样品腔右侧的三个磁点中的中间位置的小磁点即可。

还应确认样品台和 **Scanner** 间有一根黑色导线连通，如下图。



扫描开尔文探针显微镜 SKPM

SKPM 无需额外配件，只需要导电探针和标准 Holder 即可。在 Nap 模式下，先利用首行扫描获取样品表面形貌信息，再将探针抬起一定高度，检测长程力（静电力）信号。在第二遍扫描时，探针不会受到振动压电陶瓷（shake piezo）的驱动，仅依靠探针上施加的交流电压进行振动。探针上施加的交流电压使探针和样品间产生了静电力，力的大小如以下公式所示，

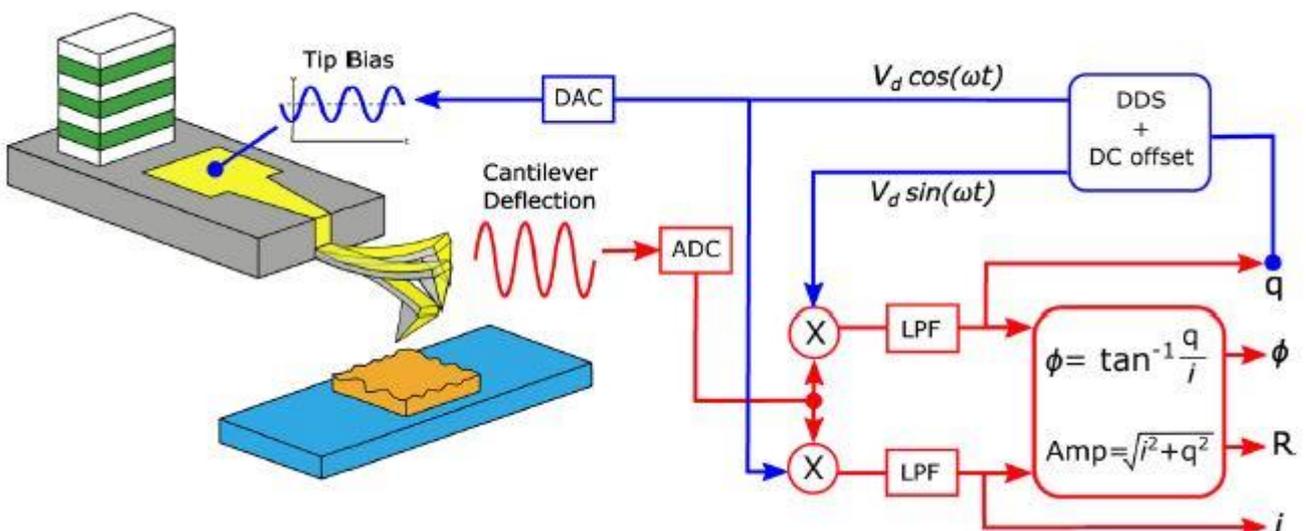
$$F = \frac{1}{2} \frac{dC}{dZ} V^2, \quad \text{其中 } V = (V_{DC} - V_{sp}) + V_{ac} \sin(\omega t)$$

将其进一步推导可得到：

$$F = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} \left(\left[(V_{DC} - V_{sp})^2 + \frac{1}{2} V_{ac}^2 \right] + 2[(V_{DC} - V_{sp})V_{ac} \sin(\omega t)] - \left[\frac{1}{2} V_{ac}^2 \cos(2\omega t) \right] \right)$$

由此公式中间项可以得出，当 $V_{DC} = V_{sp}$ 时，F 可以达到最小值

所以在 SKPM 中，反馈系统会实时调节施加在悬臂的直流电压来使悬臂的振幅达到最小值。



上图为 SKPM 原理图

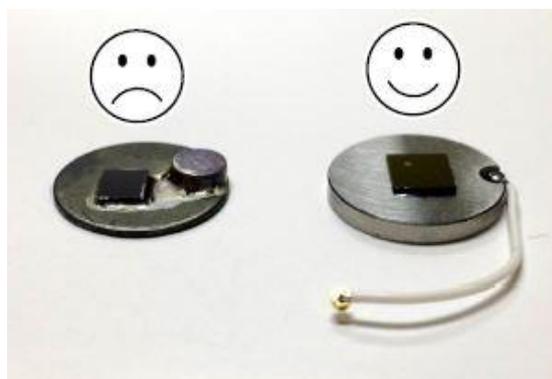
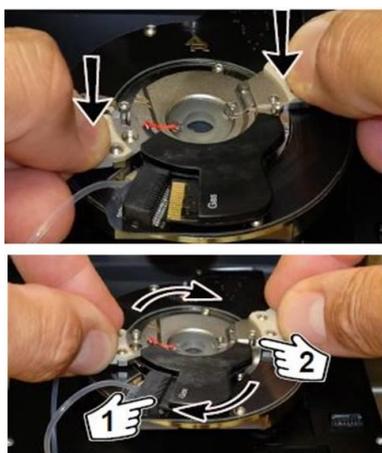
SKPM 操作步骤:

1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开

2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (**注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩**)

3, 安装导电探针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, **只接触 Holder 两侧的塑料部分**, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。

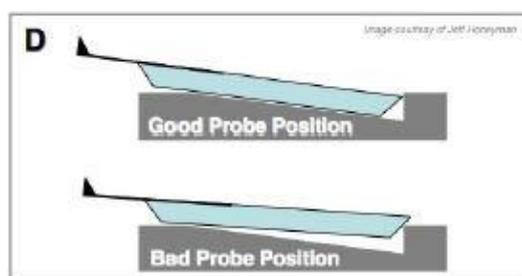
在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

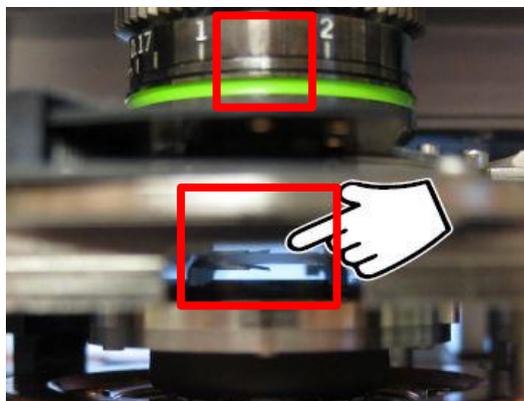
这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致, 一般不推荐使用双面胶固定样品, 因为双面胶会引起倾斜, 蠕变, 固定不牢固等问题, 推荐使用 AB 胶, 导电银胶, 热熔胶等。

4, 将 Scanner 推回初始位置, 并将其右侧的黑色把手拉下, 确认物镜的聚焦矫正环 (如下图) 对应应在 **1.5** 的位置, 关上隔音罩

5, 肉眼观测探针的样品间的距离, 并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮, 直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置

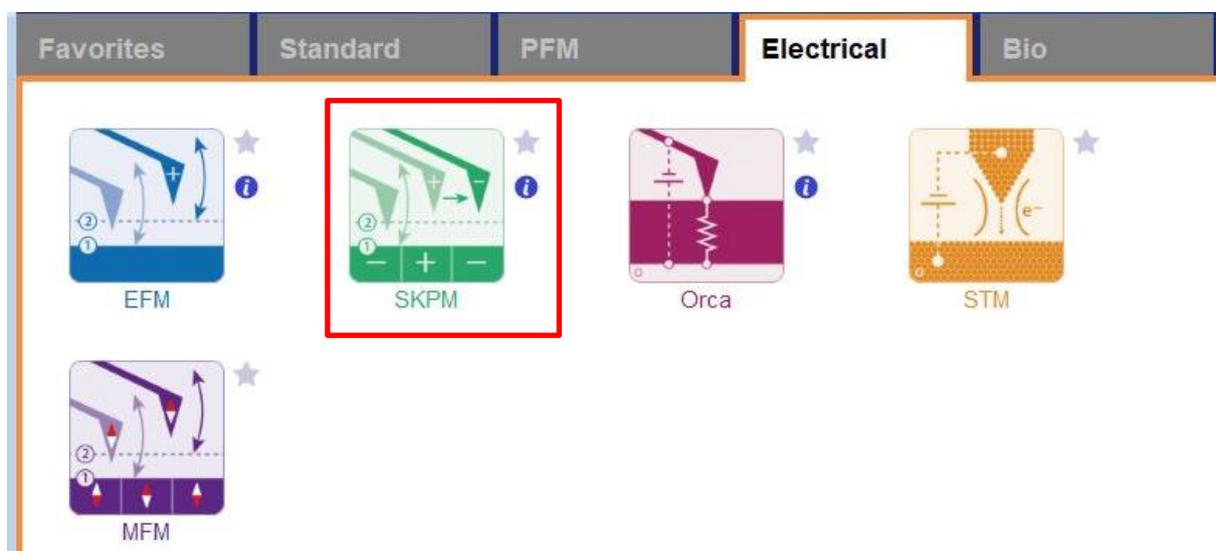


注:

*如果探针没有随着旋钮扭动而下降, 应查看软件中的 **Engage Panel** 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告, 此时直接点击窗口中的 **“Initialize Motor”** 即可

*探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快, 建议初学者仅小幅度的扭动旋钮, 以防探针撞到样品上, 严重的甚至可能损坏设备

6, 软件选择 Electrical---SKPM, 进入 SKPM 模式的软件环境

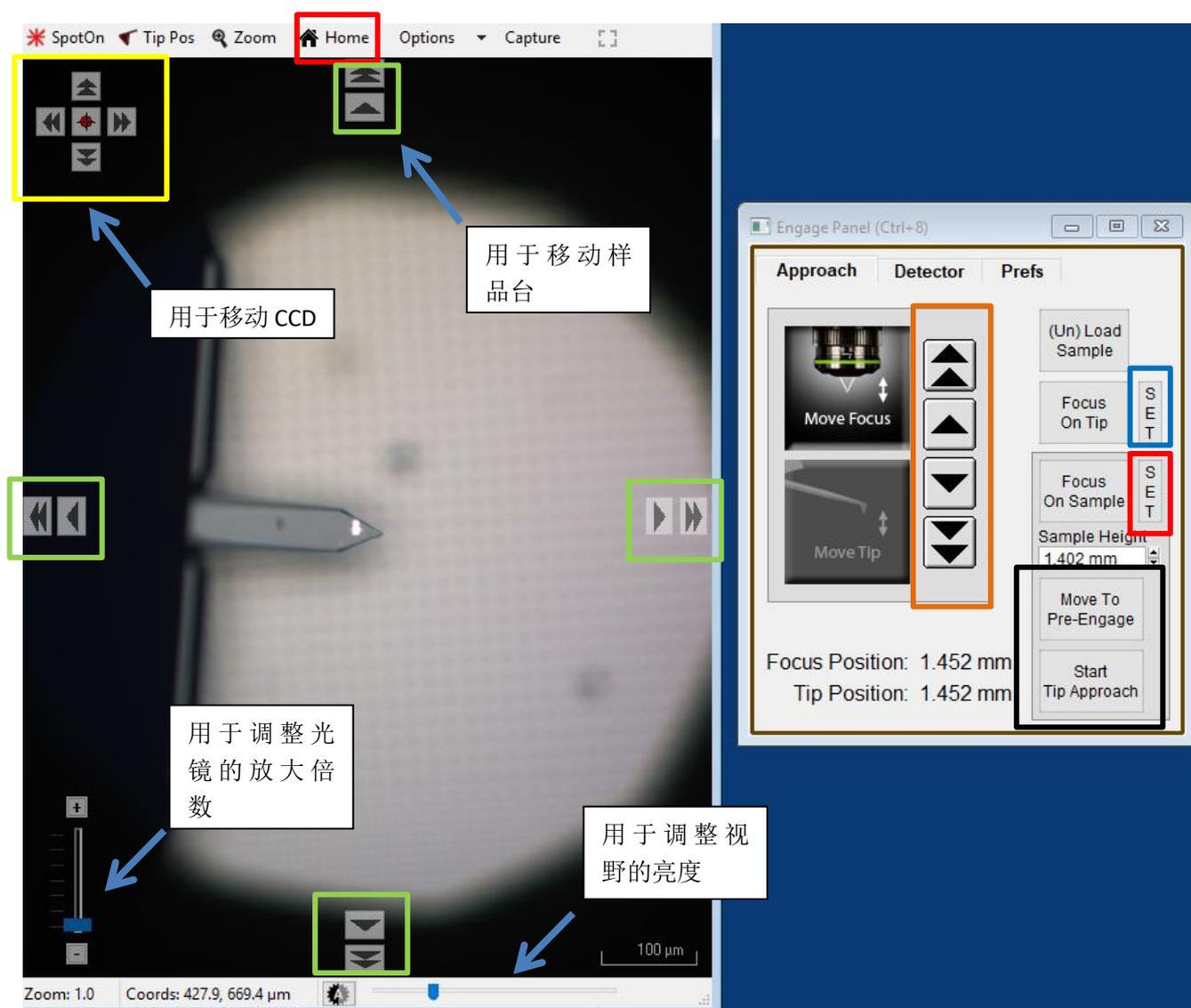


7, 在如下图左侧所示的 **Video** 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 **logo** 的图标) 中点击 **Home** 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

8, 通过下图右侧 **Engage Panel** 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 **Focus on Tip** 的右侧标蓝的 **“SET”**; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 **Focus on Sample** 的右侧标红的 **“SET”**

9, 点击 **Focus on Tip** 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选

择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置，可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置（按住 Shift 键可实现微调）

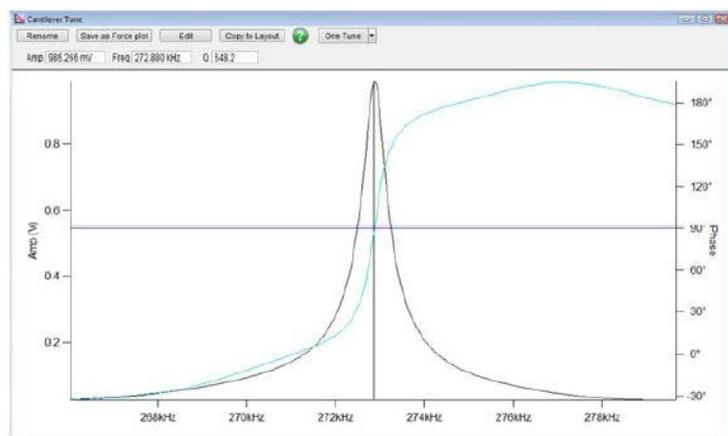
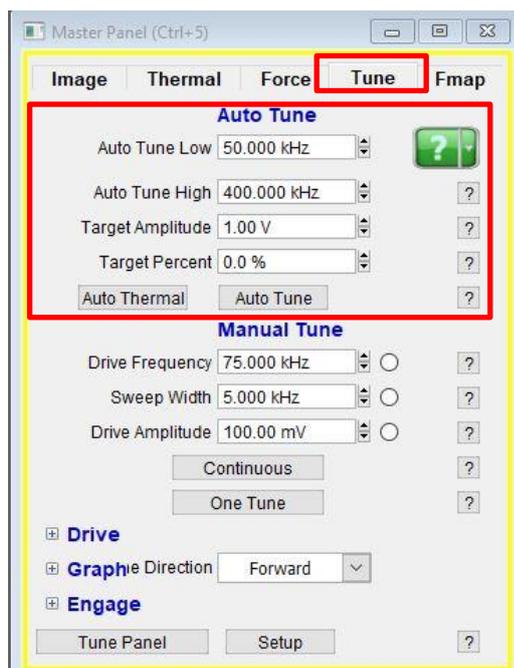


10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”，这会使探针位于样品表面 50 μm 的位置。观察激光光斑是否有偏移，如果有可以微调其位置。点击 Sum and Deflection Meter 窗口的 Zero PD 使 Deflection 清零（接近 0 即可）。



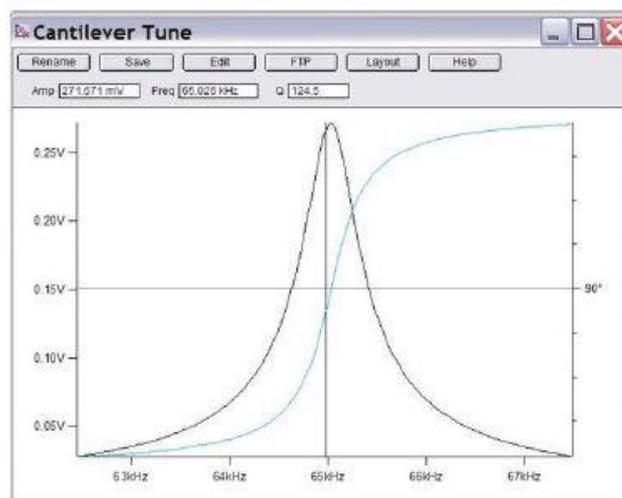
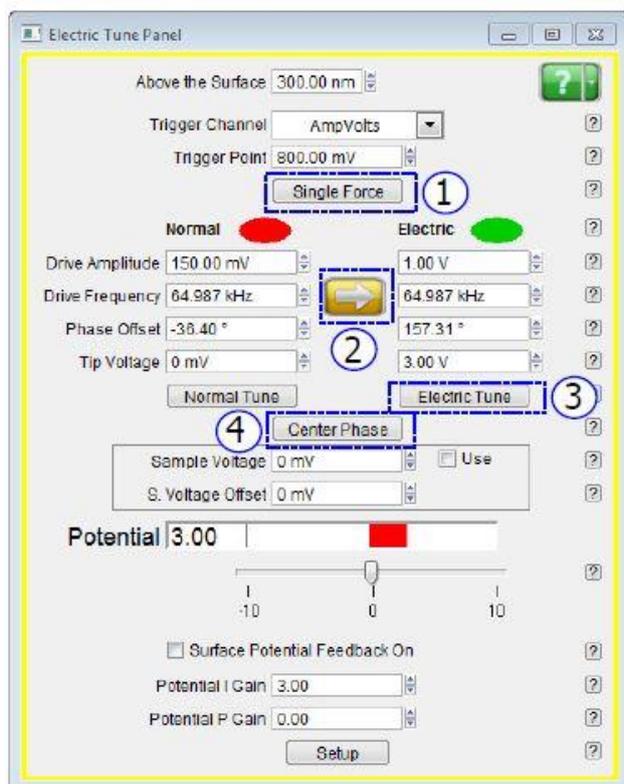
11, 寻峰/Tune, 即寻找所用探针的共振频率并设置空气的 Free amplitude 值(Target Amplitude) 点击 Master Panel 中的 Tune, 选择 Auto Tune 即可, 如下图

注: 可以根据探针盒子上标明的频率范围手动修改 Auto Tune Low/High 设置寻峰范围



12, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的 “Start Tip Approach” 开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出

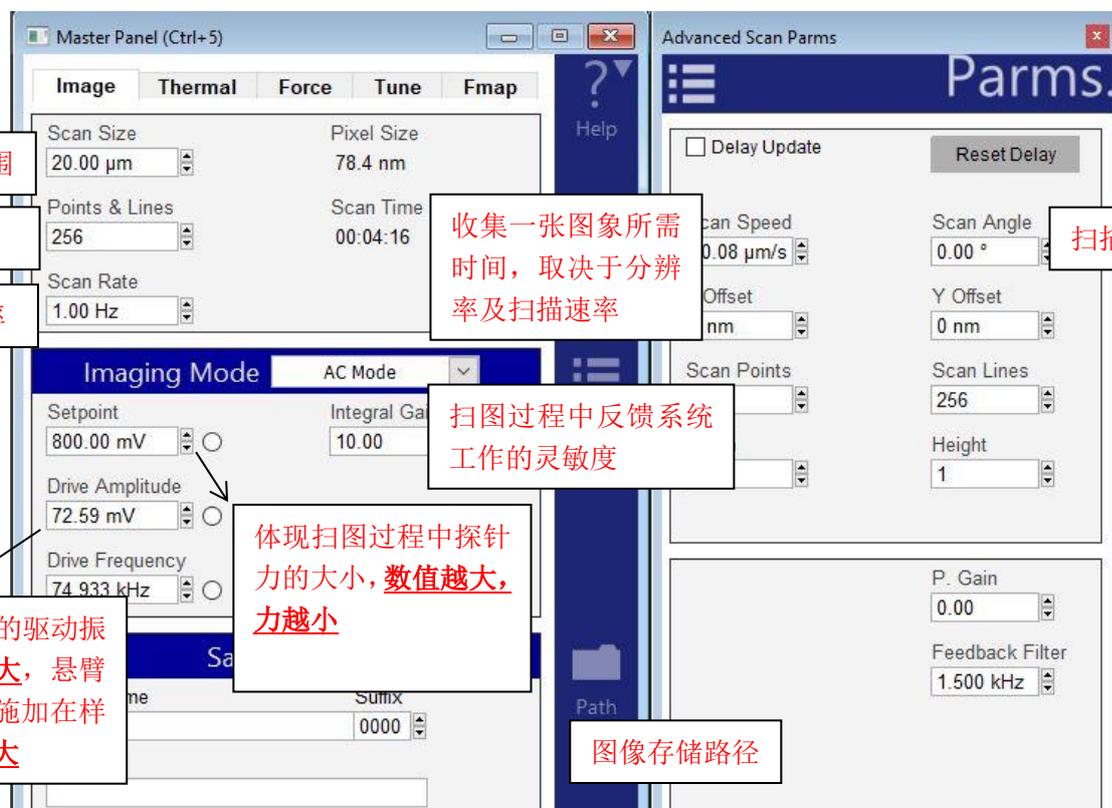
13, 在 Electric Tune 窗口下, 将 Trigger Point 设置为小于自由振幅 (Free Amplitude) 的值, 如 600 mV, 点击 Single Force, 此时探针停留在离样品表面比较近的地方。



然后点击图中标 2 的箭头, 将寻峰得到的悬臂共振频率同步到右边的 Electric Tune 中, 得到谱图后点击 Center Phase, 此时观察 Electric Tune 下面的 Phase Offset 更新后的数值是多少, 若此时的 Phase Offset 值为负值, 表明当前 Tip Voltage 小于样品表面电势, 应加大 Tip Voltage (可

加电压范围为±10V)，重新进行 Electric Tune 以及 Center Phase，直至 Offset 值为正值（通常此数值为 150-180 度之间）

14, 扫描参数设置



注: Setpoint 和悬臂的自由振幅 Free Amplitude (即为 Auto Tune 步骤中设置的 Target Amplitude) 的**比值**体现扫图过程中探针力的大小, 所以 **setpoint 的数值必须设置为小于自由振幅 Free Amplitude 的值**。但是由于在通常在 Auto Tune 时将自由振幅设为 1V, 所以可以近似理解为 **setpoint 值越小, 探针施加的力越大, 反之亦然**

15, 点击 Frame up/down 开始扫描。若 Height Retrace 窗口下的红蓝线此时非常不重合, 可能是由于 setpoint 设置不当, 导致虚假下针, 可以适当**减小 setpoint, 或者增大 drive amplitude**, 重新下针并扫描。

注: 轻敲模式下 AFM 会检测悬臂振幅的变化。随着探针向下移动, 悬臂的振幅也会随之衰减, 当其从 Free Amplitude 衰减到 Setpoint 时即认为下针成功。所以可以理解当我们加大 Drive Amplitude (导致 Free Amplitude 加大), 或者减小 setpoint 时, 都会导致探针向下移动的距离增加, 即探针与样品的距离变小。

15, 扫描过程中参数的调节

扫描过程中应观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合, 如果红蓝线完全重合, 表明此时的扫描参数设置的合理, 不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合, 可以尝试如下几步:

~增加探针的力的大小, 即**减小 setpoint 或者增大 Drive Amplitude**。

~增加反馈系统的灵敏度, 即**增大 Integral Gain 值**。注: 过大的 gain 值会引起系统震荡, 体现为图中出现明显波纹状噪音

~降低扫描速率即 scan rate

~若仍不能使红蓝线重合，应考虑探针选择是否合理，或是否当前探针已经被污染或磨损，尝试更换新的探针

在得到较为高质量的形貌图后，再观察 Nap Amplitude 和 Nap Phase 窗口，可以**逐渐降低 Delta Height**，直到 Nap Phase 图中图像清晰且不受形貌图的影响。

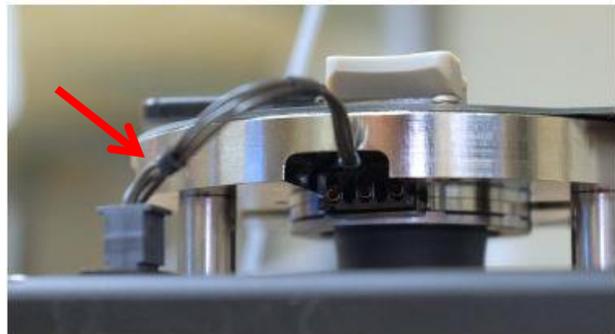
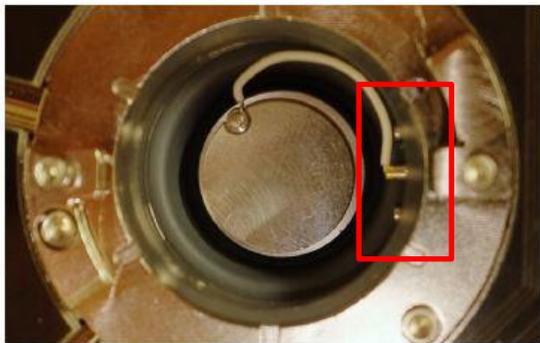
除了 Delta Height 之外，还可以调节 Electric Tune Panel 中下侧的 **Potential I Gain**，其调节方式和普通形貌图的 I Gain 值一样，数值越大红蓝曲线应越趋于重合，但如果数值设置的过高则会造成反馈系统发生震荡，图中出现波纹状噪音。

17, 扫描结束后，点击 Engage Panel 中的(Un)Load Sample 退针，取下探针，收起样品，关上激光并关上软件。若近期内仍需要使用 AFM 则无需关闭控制器和电脑工作站

注：

若得到的 Nap Phase 图不稳定，体现为图像颜色不均一(如整张图从上至下颜色逐渐变深/浅)，有可能是探针状态在发生变化，可以耐心在同一区域多扫几次，如果现象仍然存在，可以考虑将**样品接地**，从而使电场更均匀。接地方法如下图，使用带有导线的 AFM 小铁片，确认样品和铁片表面是导通的，必要时可用万用表检测，将导线吸在样品腔右侧的三个磁点中的中间位置的小磁点即可。

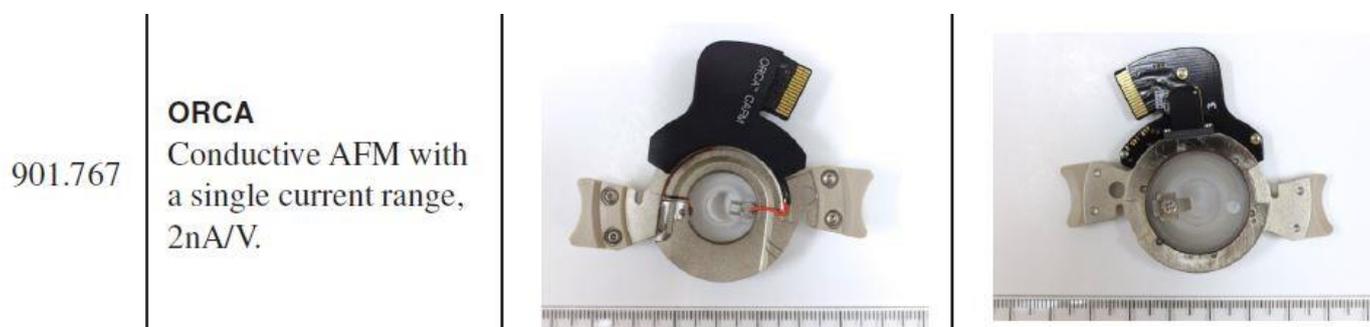
还应确认样品台和 Scanner 间有一根黑色导线连通，如下图。



第三章 导电 AFM (ORCA)

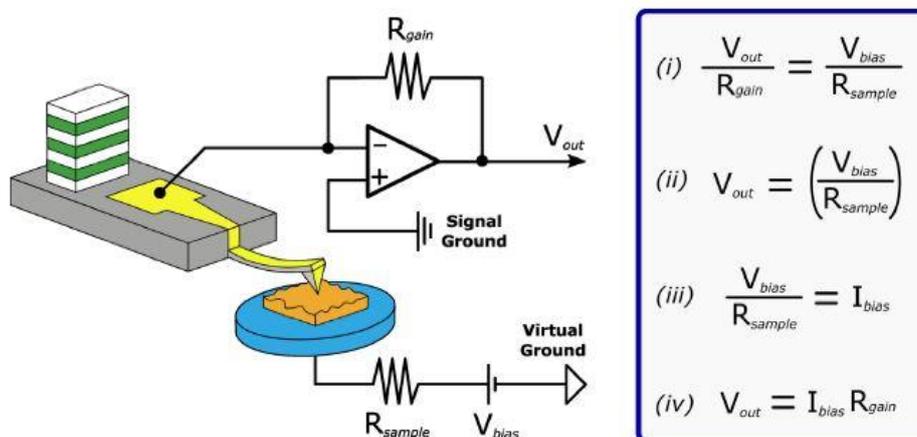
导电 AFM (ORCA) 是一项基于接触模式的技术，需要使用专用 Holder 以及导电针。ORCA Holder 中探针接地，在扫图的时候将一个用户自定义的电压（电压范围为 ±10V）加至样品上，电流流过探针后经过一个跨阻放大器转变为电压信号，AFM 控制器用一个模式转换器 ADC 测量这个电压值，换算为电流值。由于 ORCA Holder 的探针为接地，所以其不能被用于任何需要在针尖加电压而实现的技术，如 SKPM、EFM 等。

普通 ORCA Holder 如下图所示

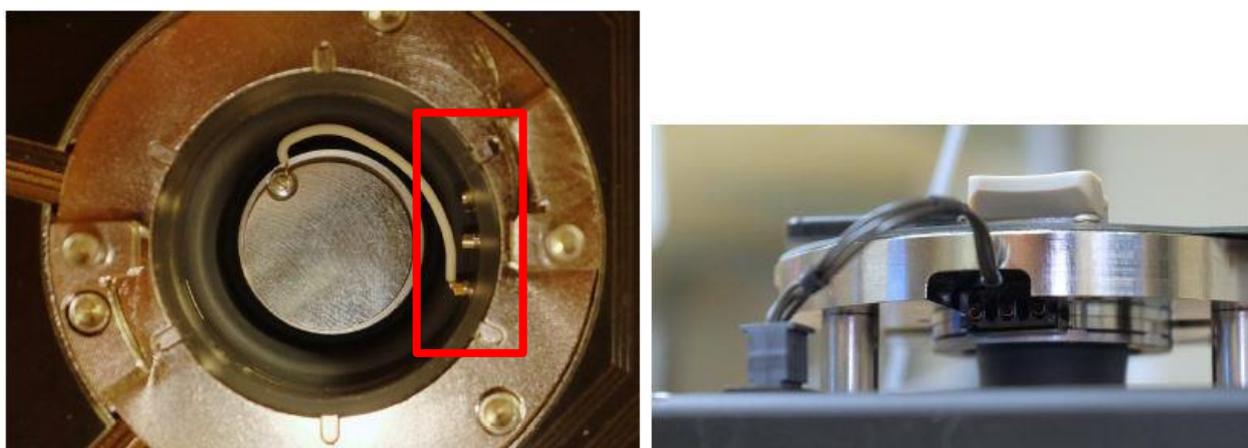


另外，还有一种特殊的双增益通道 ORCA Holder 供用户选择，两通道量程相差 1000 倍，可以同时收集信号。在 ORCA 模式中，用户可以给样品加一个自定义的电压，并收集一幅电流响应图像，用来定性的判断样品表面导电性的分布；也可以在特定的点做一个电流/电压曲线（IV 曲线）来定量的分析样品导电性。

下图为导电 AFM 的原理图



在 ORCA Holder 的随机工具箱内会带有一个阻值一定的标准电阻，通常可以用此电阻做 IV 曲线来检测仪器状态，也可以在测量导电性很好的样品时与其串联，避免电流值超出量程。用标准电阻做 IV 曲线时无需安装探针，将电阻的一端压在探针压片下，另一端吸在样品腔右侧三个磁点中靠近操作者一侧的磁点上，具体位置见下图（此图仅用于展示磁点的位置）。还应确认样品台和 Scanner 间有一根黑色导线连通，如下图。

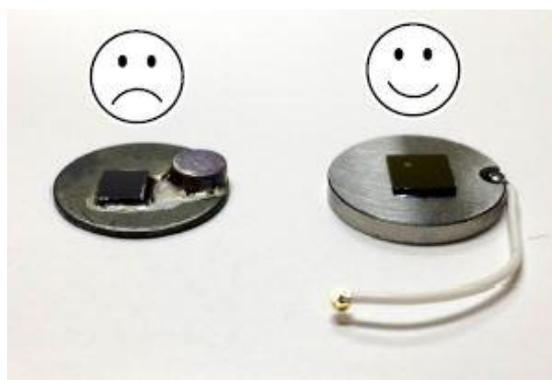
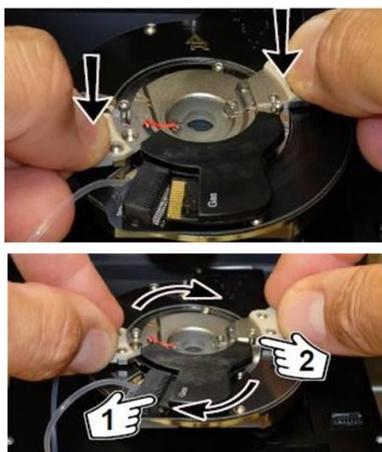


导电 AFM 的制样很关键，通常将样品固定在 15mm 的 AFM 专用小铁片上，并将小铁片上相连的导线吸在样品腔右侧三个磁点中靠近操作者一侧的 **Sample Bias** 磁点上，见上图。也要确保样品的上表面和小铁片是导通的，工具箱内会带有一瓶导电银胶，可以用来固定样品和连通电路。必要时可使用万用表，检测电路是否连通。

由于 AFM 系统中存在很多电学元件，它们会在电路中引入内置偏压和内置电流。这些偏压和电流往往很小（分别在 mV 和 pA 量级），但为了保证测量的精确性，需在软件上设置补偿值将其抵消。内置偏压的测量需要借助万用表测量样品腔右侧三个磁点中靠近操作者一侧（**Sample Bias**）和中间位置的（**Ground**）两个磁点间的电压，将测得的数值记下，在软件中设置补偿值的方法请见下文。

导电 AFM/ORCA

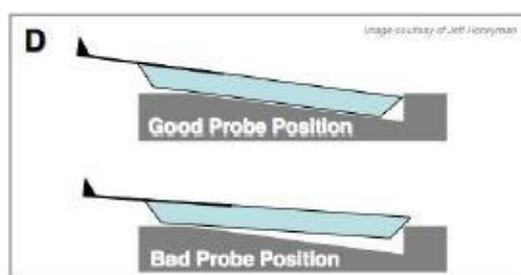
- 1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开
- 2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩)
- 3, 安装导电探针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, 只接触 Holder 两侧的塑料部分, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。导电 AFM 的制样很关键, 通常将样品固定在 15mm 的 AFM 专用小铁片上, 并将小铁片上相连的导线吸在样品腔右侧三个磁点中靠近操作者一侧的 Sample Bias 磁点上。也要确保样品的上表面和小铁片是导通的, 工具箱内会带有一瓶导电银胶, 可以用来固定样品和连通电路。必要时可使用万用表, 检测电路是否连通。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示

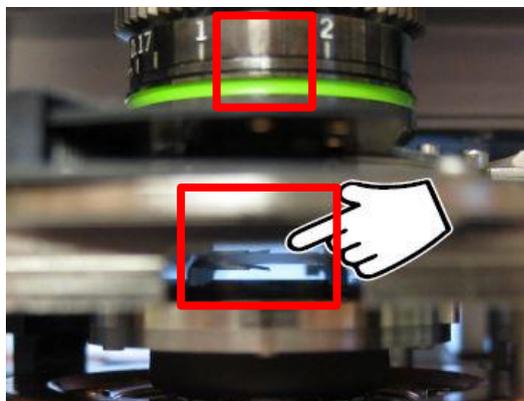


~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

4, 将 Scanner 推回初始位置, 并将其右侧的黑色把手拉下, 确认物镜的聚焦矫正环 (如下图) 对应应在 **1.5** 的位置, 关上隔音罩

5, 肉眼观测探针的样品间的距离, 并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮, 直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置



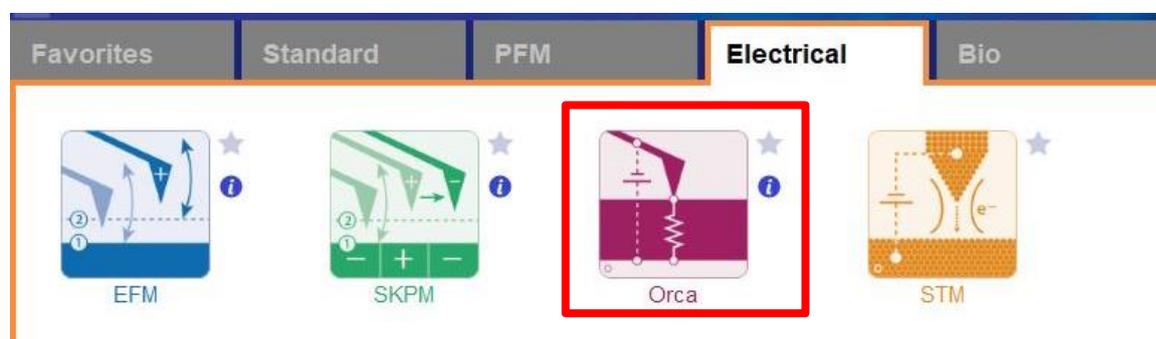
注:

*如果探针没有随着旋钮扭动而下降, 应查看软件中的 **Engage Panel** 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告, 此时直接点击窗口中的 **“Initialize Motor”** 即可

*探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快, 建议初学者仅小幅度的扭动旋钮, 以防探针撞到样品上, 严重的甚至可能损坏设备

6, 软件选择 Electric--ORCA, 进入 ORCA 模式的软件环境

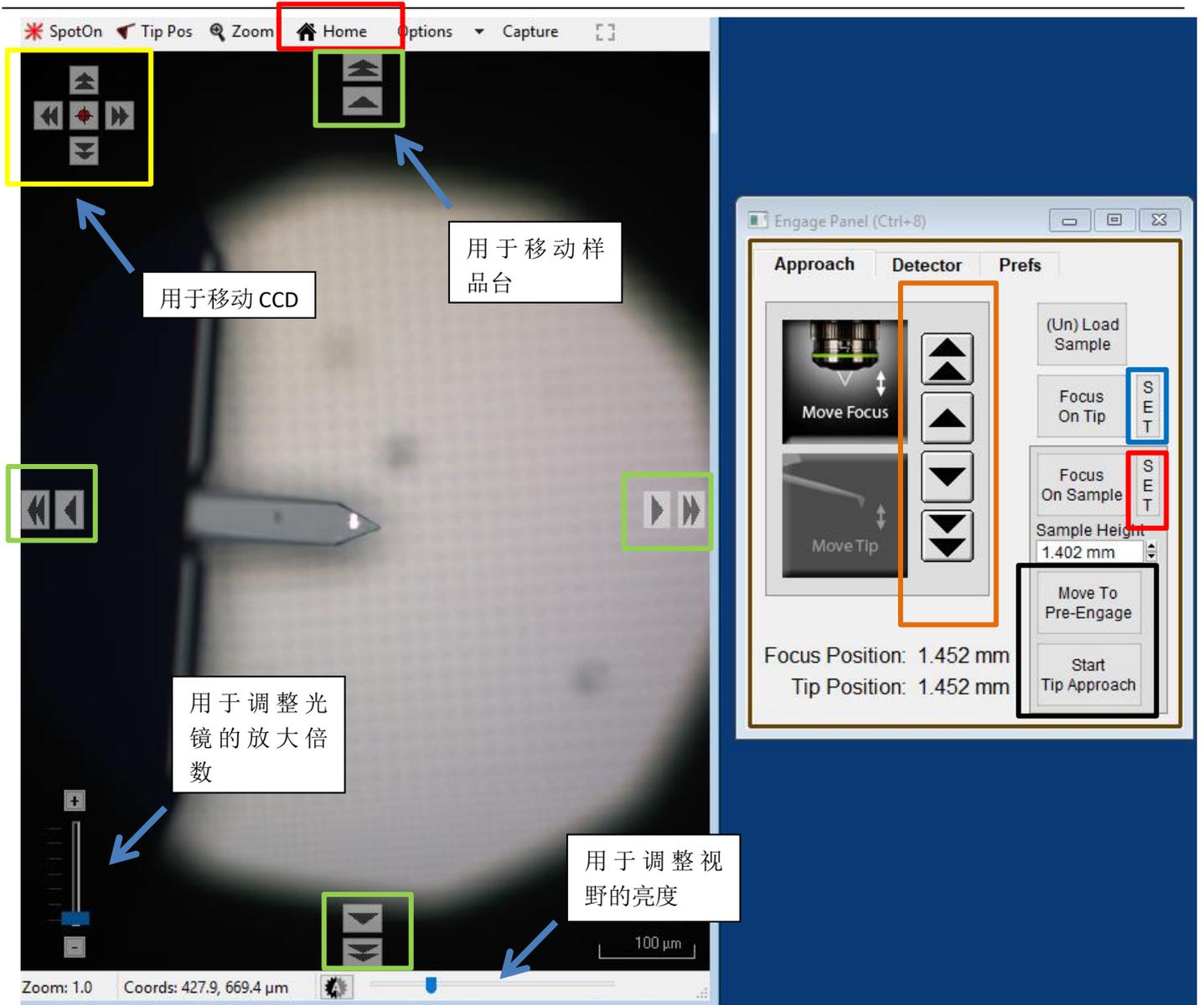
注: 只有将 **ORCA Holder** 装上后才能进入 ORCA 模式软件界面



7, 在如下图左侧所示的 **Video** 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 **logo** 的图标) 中点击 **Home** 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

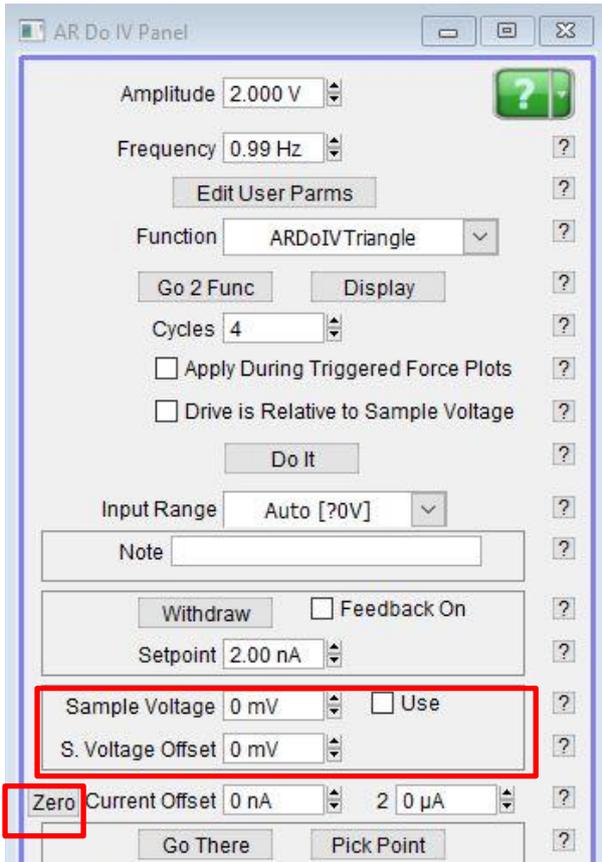
8, 通过下图右侧 **Engage Panel** 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 **Focus on Tip** 的右侧标蓝的 **“SET”**; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 **Focus on Sample** 的右侧标红的 **“SET”**

9, 点击 **Focus on Tip** 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选择 **“Spot On”** 此时激光光斑应出现在相应位置, 可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置 (按住 **Shift** 键可实现微调)



10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”, 这会使探针位于样品表面 50 μm 的位置。观察激光光斑是否有偏移, 如果有可以微调其位置。点击 Sum and Deflection Meter 窗口的 Zero PD 使 Deflection 清零 (接近 0 即可)。此时可以点击上图中 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。

11, 如上文所说, 在试验前需分别抵消电路中的内置偏压和内置电流, 具体做法如下:



~首先将实验前已测得的系统内置偏压的相反值写入 S.Voltage Offset 处并钩上 Use 前面的小方框 (例如测得的内置偏压为 40mV,此处应写入-40mV)可以再次测量确认内置偏压已被抵消

~点击图中标红的 Zero 键,此时 Current Offset 应自动更新出相应数值

~在 Sample Voltage 处写入在扫图过程中在样品上加的电压。若对于样品的导电性不了解,建议从较小的电压值开始。

12, 点击 Engage Panel 中的 “Start Tip Approach” 开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出

13, 扫描参数设置

扫描范围

图像分辨率

扫描速率

收集一张图象所需时间, 取决于分辨率及扫描速率

扫描角度

体现扫图过程中探针力的大小, 数值越大, 力越大

扫图过程中反馈系统工作的灵敏度

图像存储路径

注：Setpoint 和自由状态下 deflection 的差值体现扫图过程中探针力的大小，所以 **setpoint 的数值必须设置为大于自由状态下的 deflection 值**。但是由于在步骤 4 中已经将 deflection 调零，所以可以近似理解为 **setpoint 值越大，探针施加的力越大，反之亦然**

14, 点击 Frame up/down 开始扫描

13, 扫描过程中参数的调节

扫描过程中首先应观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合，如果红蓝线完全重合，表明此时的扫描参数设置的合理，不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合，可以尝试如下几步：

~增加探针的力的大小，即**增大 setpoint**。虽然加大力往往能提高扫图质量，但过大的力也会加剧探针导电镀层的磨损以及对样品的破坏

~增加反馈系统的灵敏度，即**增大 Integral Gain 值**。注：过大的 gain 值会引起系统震荡，体现为图中出现明显波纹状噪音

~降低扫描速率即 scan rate

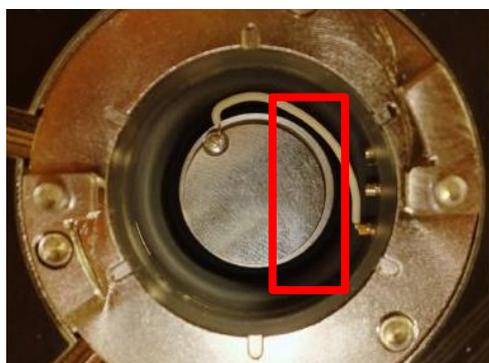
~若仍不能使红蓝线重合，应考虑探针选择是否合理，或是否当前探针已经被污染或磨损，尝试更换新的探针

在得到较为清楚的形貌图后观察 Current 图是否有电流相应，若没有，可以**逐渐增加 Sample Voltage**（范围为±10V）。也可尝试将**扫描角度改为 90°**

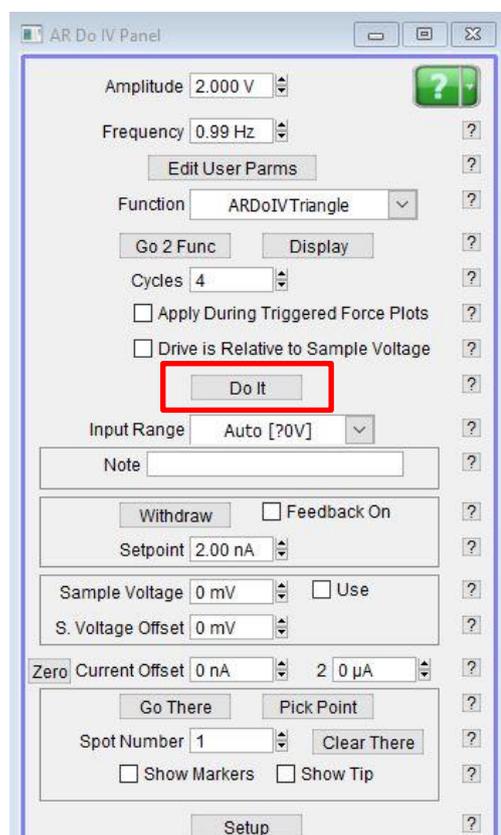
14, 扫描结束后，点击 Engage Panel 中的(Un)Load Sample 退针，取下探针，收起样品，关上激光并关上软件。若近期内仍需要使用 AFM 则无需关闭控制器和电脑工作站

标准电阻 I-V 曲线测试

通常可以使用随机自带的标准电阻做一个 I-V 曲线，以判断机器状态是否正常，用标准电阻做 IV 曲线时无需安装探针，将电阻的一端压在探针压片下，另一端吸在样品腔右侧三个磁点中靠近操作者一侧的磁点上，具体位置见下图（此图仅用于展示磁点的位置），随后将 Holder 正常安装在 Scanner 上。还应确认样品台和 Scanner 间有一根黑色导线连通，如下图。

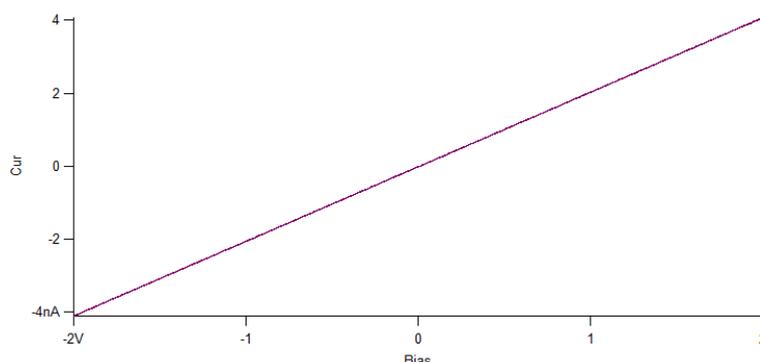


操作方法如下



~直接点击左图中标红的 Do it 键
~I-V 曲线收集完后会直接显示在软件中，计算曲线斜率，和标准电阻的阻值进行比较，以判断机器是否正常工作

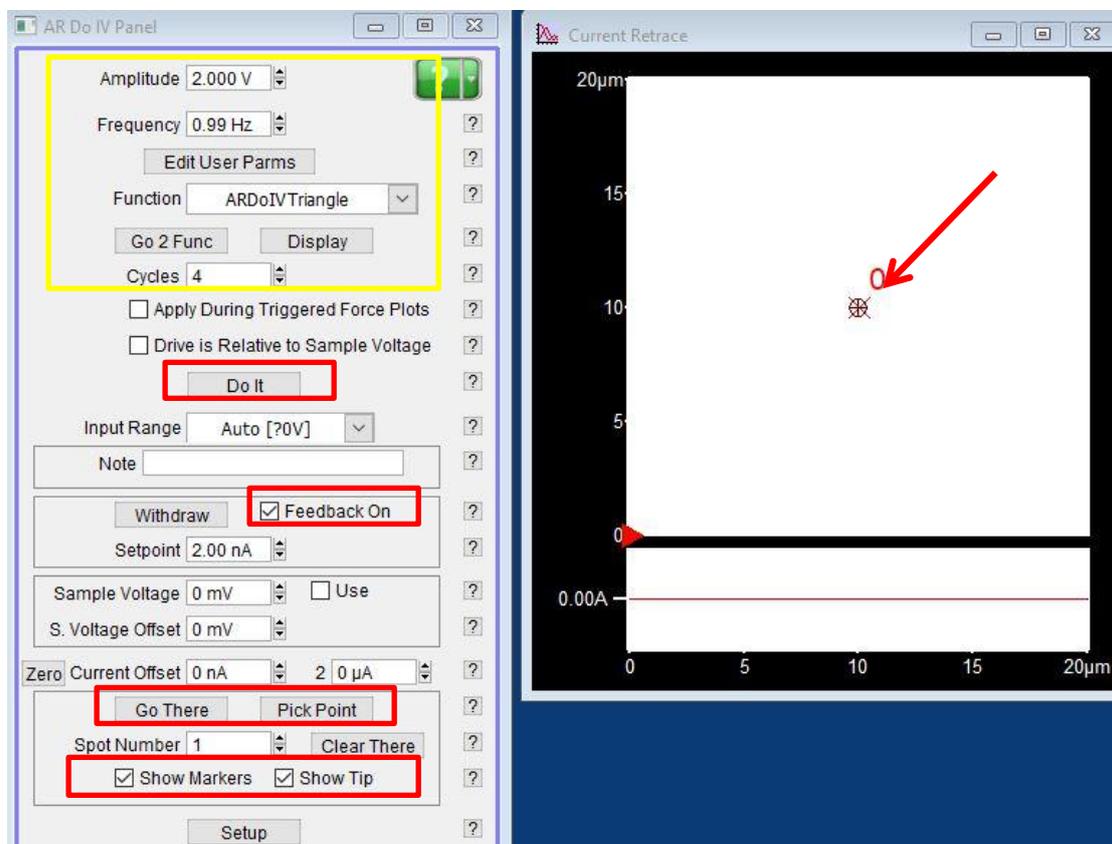
如下图为使用 500 M Ω 做出的标准曲线，通过曲线计算出电阻阻值为 500 M Ω ，表明机器状态正常



I-V 曲线测试

在通过 ORCA 模式收集到一幅 Current 图后，往往会在图中某些位置选点进行 I-V 曲线的测试，以定量的测试样品的导电性。具体步骤如下：

1，在 Do IV Panel 中选择 Show Markers 和 Show Tip，此时在图像窗口，如右图会出现一个圆形光标



2，将光标拖拽至感兴趣的区域，点击 Do IV Panel 中的 Pick Point，然后点击 Go There，可以在图像窗口看到一个红色圆点（代表探针位置）移动至光标所在处，且这个点被标记为 1

3，在上图标黄区域编辑需要施加的电压，可在 Function 处选择不同的波形，如方波、三角波，用户自定义波形等

4，选中上图中标红的 **Feedback On**，点击 Do it 即可

5，如果需要在更多点上做 IV 曲线，重复步骤 2-4.

影响 ORCA 模式扫图的常见因素：

- 1, 探针。** 探针因素是 ORCA 模式下最常见的问题。由于 ORCA 基于接触模式，所以对于金属镀层的导电探针的磨损很严重。体现为在形貌图和电流图出现重复性的不对称区域。
- 2, 样品表面有碎屑。** 通常当样品表面有较软的碎屑时，很难在 ORCA 模式的形貌图中看到，因为它们往往在接触模式的扫描下被推到扫描区域的四周。建议在做 ORCA 扫描前先对相应区域进行一次 AC 模式扫描，观察表面是否存在碎屑。
- 3, 接触电阻。** 很多时候在 ORCA 扫描时施加的力可以得到一张很好的形貌图，但是即使调整样品电压值也得不到比较好的电流图。这很有可能是施加的力并不能使探针和样品的接触面积保持恒定，导致接触电阻在扫描的过程中不断的发生变化。这种现象在比较软的样品上尤其显著。
- 4, 样品表面自身的变化。** 通常造成样品表面改变的因素有：表面氧化，改性等。氧化在硅以及其他半导体样品的表面经常发生，尤其是当环境湿度较高的时候。有些材料在施加电压的情况也也会发生改性，变成导体/绝缘材料。
- 5, 制样。** 这种情况十分常见，比如使用导电银浆固定样品时并没有连成完整的电学通路，或者在样品台连线时出现断路等。

下文的文档将详细介绍 ORCA 噪声和扫描速度的关系

扫描隧道显微镜 (STM)

STM 和 ORCA 模式类似，都是给样品上加上用户自定义的电压，检测流经探针的电流的技术。因此其样品连线方式和 ORCA 模式相同，通常将样品固定在 15mm 的 AFM 专用小铁片上，并将小铁片上相连的导线吸在样品腔右侧三个磁点中靠近操作者一侧的 Sample Bias 磁点上。也要确保样品的上表面和小铁片是导通的，工具箱内会带有一瓶导电银胶，可以用来固定样品和连通电路。必要时可使用万用表，检测电路是否连通。

同样的，由于 AFM 系统中存在很多电学元件，它们会在电路中引入内置偏压和内置电流。这些偏压和电流往往很小（分别在 mV 和 pA 量级），但为了保证测量的精确性，需在软件上设置补偿值将其抵消。内置偏压的测量需要借助万用表测量样品腔右侧三个磁点中靠近操作者一侧（Sample Bias）和中间位置的（Ground）两个磁点间的电压，将测得的数值记下，在软件中设置补偿值的方法请见下文。

需要注意的是，STM 对于样品的平整度又很高要求，所以需要尽量保证样品上表面和下表面的平整度。

STM 需要专用的 Holder 和专用的探针，随机的工具箱内会带有一些铂铱合金的探针。

901.777

STM
Scanning Tunneling
Microscopy.



- 1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开
- 2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩)
- 3, 装针, 在探针盒子中针尖朝上, 用镊子将其取出后, 不改变其方向直接插进 STM 专用 Holder 的相应位置即可。通常将样品固定在 15mm 的 AFM 专用小铁片上, 并将小铁片上相连的导线吸在样品腔右侧三个磁点中靠近操作者一侧的 Sample Bias 磁点上。也要确保样品的上表面和小铁片是导通的, 工具箱内会带有一瓶导电银胶, 可以用来固定样品和连通电路。必要时可使用万用表, 检测电路是否连通。
- 4, 将 Scanner 推回初始位置, 并将其右侧的黑色把手拉下, 关上隔音罩。
- 5, 肉眼观测探针的样品间的距离, 并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮, 直至探针下降至样品表面 1 毫米左右的位置

注:

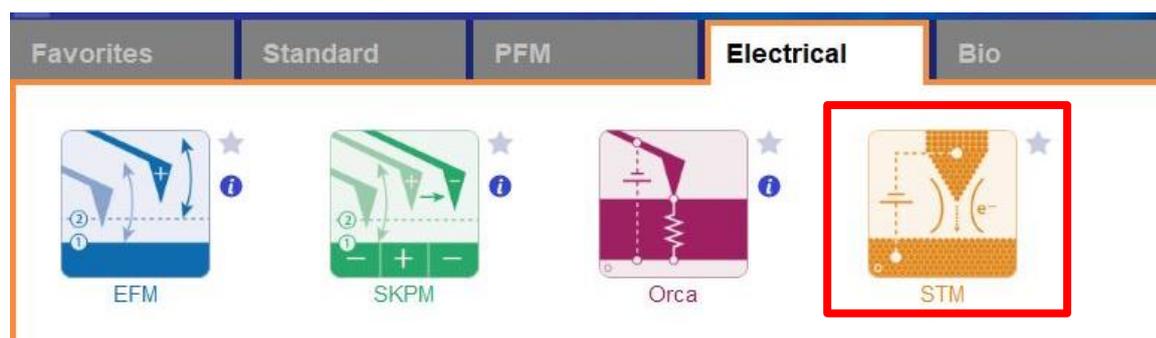
*如果探针没有随着旋钮扭动而下降, 应查看软件中的 Engage Panel 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告, 此时直接点击窗口中的“Initialize Motor”即可

*探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快, 建议初学者仅小幅度的扭动旋钮, 以防探针撞到样品上, 严重的甚至可能损坏设备

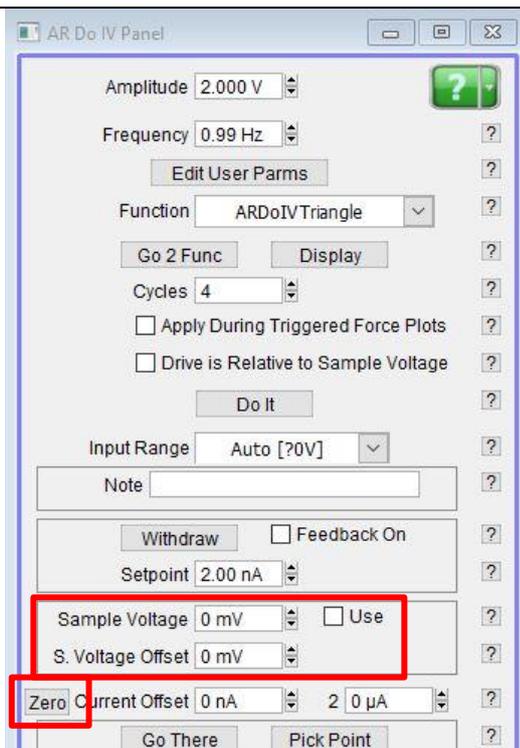
*由于 STM 探针形状的原因, 后面无法通过 Video 窗口辅助下针, 因此在这一步需尽可能的在不会撞到探针的前提下, 将探针下降至具样品表面较近的位置。

- 6, 软件选择 Electric--STM, 进入 STM 模式的软件环境
注: 只有将 STM Holder 装上后才能进入 STM 模式软件界面

- 7, 由于 STM 探针形状的原因, 在这个模式中不会使用到 Video 窗口



- 8, 如上文所说, 在试验前需分别抵消电路中的内置偏压和内置电流, 具体做法如下:



~首先将实验前已测得的系统内置偏压的相反值写入 S.Voltage Offset 处并钩上 Use 前面的小方框（例如测得的内置偏压为 40mV,此处应写入-40mV）。可以再次测量确认内置偏压已被抵消
 ~点击图中标红的 Zero 键，此时 Current Offset 应自动更新出相应数值
 ~在 Sample Voltage 处写入在扫图过程中在样品上加的电压。

9, 点击 Engage Panel 中的“Start Tip Approach”开始自动下针，下针成功后会有警示音发出
 注：这一步所花时间取决于步骤 5 手动下针后针尖和样品的距离，如果距离较远可能会用很长时间



10, 扫描参数设置

扫描范围

图像分辨率

扫描速度

设置的电流阈值, 用于控制针尖和样品的距离

扫图时加在样品上的电压

左图为 HOPG 及导电性近似的样品的常用参数设置, 用户可针对自己的样品摸索对应的参数

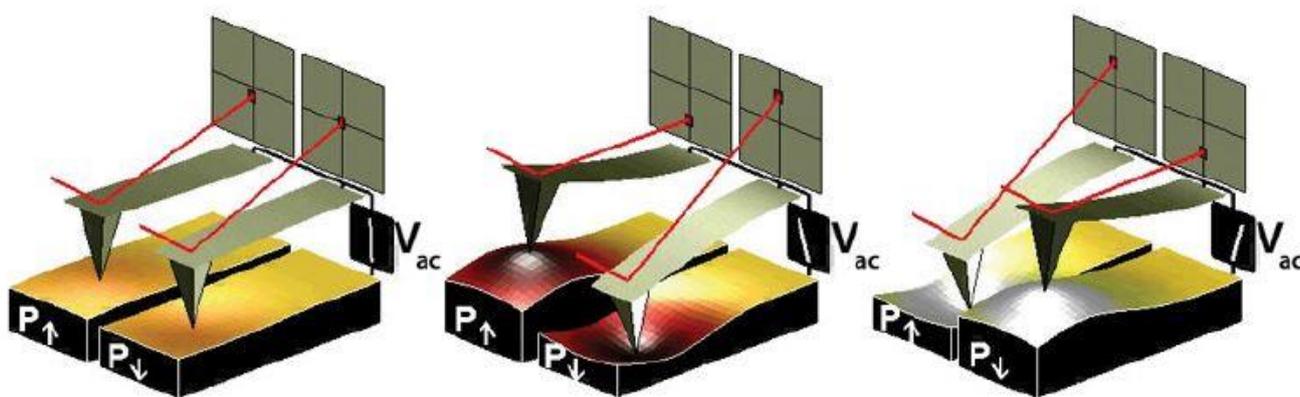
- ~Scan Size: 20 nm
- ~Set Point: 1nA
- ~Scan Rate: 9.77 Hz
- ~Integral Gain: 5
- ~Sample Voltage: 50 mV

11, 点击 Frame up/down 开始扫描

12, 扫描结束后, 点击 Engage Panel 中的(Un)Load Sample 退针, 取下探针, 收起样品, 关上激光并关上软件。若近期内仍需要使用 AFM 则无需关闭控制器和电脑工作站

第四章 压电力显微镜 (PFM)

PFM 模式无需额外配件，使用普通 Holder 和导电探针即可。PFM 基于接触模式，系统会在探针上施加一个用户自定义的 AC 电压，在扫图的过程中若材料具有压电性，其会随着 AC 电压“震荡”，带动探针也会随之振动。AFM 会检测探针振动的振幅和相位，以表征材料的压电特性。



检测到的振幅和样品的压电系数 (d_{33}) 相关，而相位则可用于判断样品的极化方向。

如当样品的极化方向和所加电场指向一致时，压电效应会导致样品伸展（假设样品只存在面外信号）。

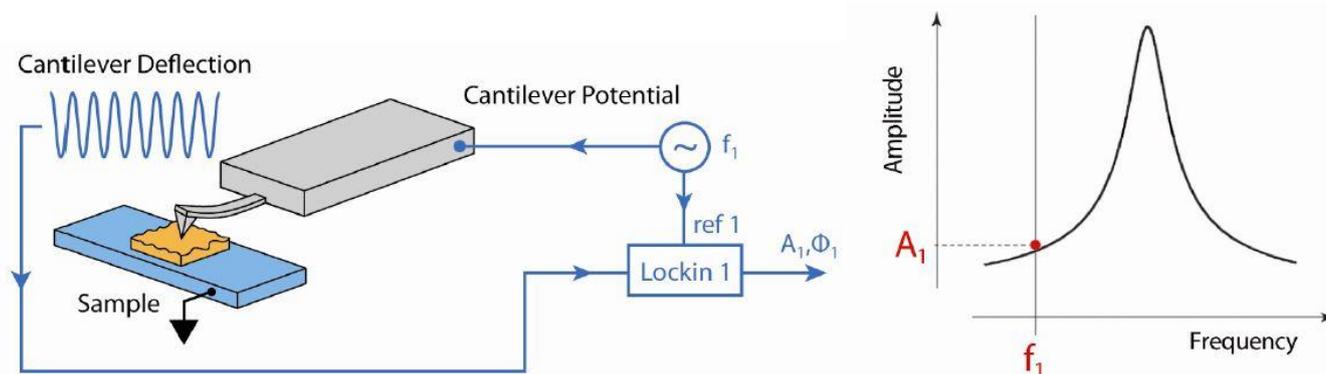
压电材料的 d_{33} 通常数值很小，在 pm/V 的数量级。也就是说即使当给样品加上 10V 电压时，样品相应的形变也只有几百，甚至几十 pm，很容易被淹没在仪器的噪音中。那么为了增强信噪比，我们可以增加电压值，相应的样品的形变也会变大。然而，过大的电压很有可能将电畴的方向翻转，甚至击穿材料。另外一种增强信噪比的方法为在接触共振频率下扫图，这样可以使悬臂的振幅响应倍数放大 Q 倍，其中 Q 为悬臂的品质因子 (Quality Factor)。但是，悬臂的接触共振频率取决于探针和样品的接触刚度。在扫图过程中，由于样品的软硬程度及粗糙度在不断变化，同时探针也存在磨损及被污染的可能性，接触刚度是在不断变化的。这就导致其接触共振频率也在不断改变，在扫图时很难将探针的驱动频率维持在接触共振频率。

下文会介绍如何在不同模式下克服这些问题，得到高质量的 PFM 图像。

在软件中，PFM 分为如下几种模式：

1, 单频 PFM (Single Frequency PFM)

单频 PFM 常用于检测样品的面外畸结构，其原理图如下，在扫图过程中由于探针只受一个固定驱动频率驱动，因此当接触共振频率发生偏移时信号也将随之减弱。



为了避免在扫图过程中由于接触共振频率偏移导致信号的突然衰减，我们常在寻峰时将驱动频率设置在共振峰的峰腰，如上图右所示，这样既可以将信号以一定倍数放大，也可以尽可能的减小由于频率偏移而导致的悬臂响应信号的衰减。

2, 矢量 PFM (Vector PFM)

矢量 PFM 属于 **Two pass technique**，也就是探针会对样品的每一行扫描两次，一次收集面外信号，一次收集面内信号。因此在 Tune 时也在两个频率下，分别进行面外、面内的寻峰。

3, Litho PFM

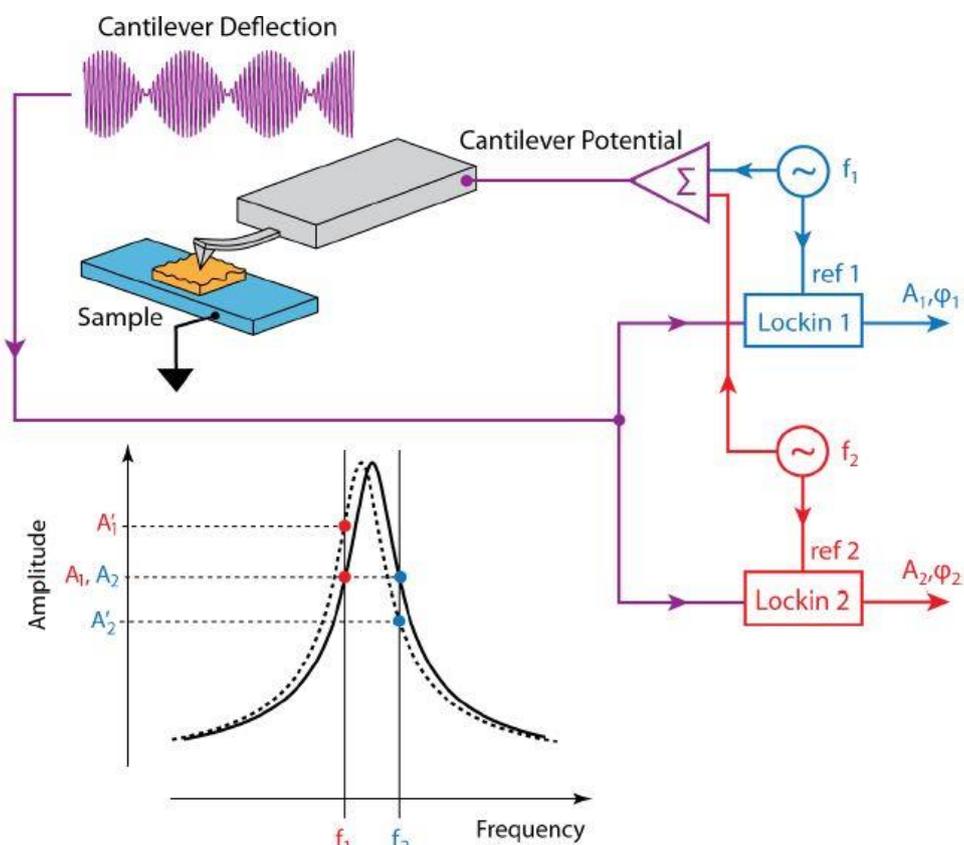
对于铁电材料，PFM 可以通过施加一个电压将其极化方向翻转。这项技术可以通过翻转特定路径的铁电畴“写出”一些特殊的图样，而不会改变样品的形貌。

4, 双频追踪 PFM (DART PFM)

上文有提到，在悬臂的共振频率下扫图可以将较弱的压电响应进行放大，但是接触共振频率非常不稳定，在扫描的过程中会不断发生变化。然而 DART 模式可以追踪接触共

振的偏移，通过反馈系统不断地调节驱动频率，使其和接触共振频率保持一致。

DART 的工作原理如下图所示：



DART 并不以相位值作为反馈的依据，而使用两个振幅值的差值进行反馈。如上图所示，当频率减小时，振幅 A_1 增大， A_2 减小，其差值 $A_2 - A_1$ 也会随之变化。系统会以此作为反馈，改变驱动共振频率，直到 $A_2 - A_1$ 的数值回到初始值。

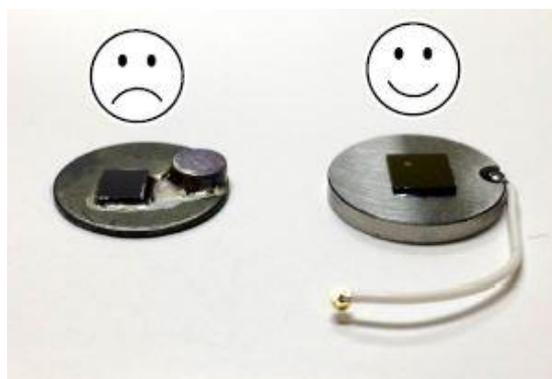
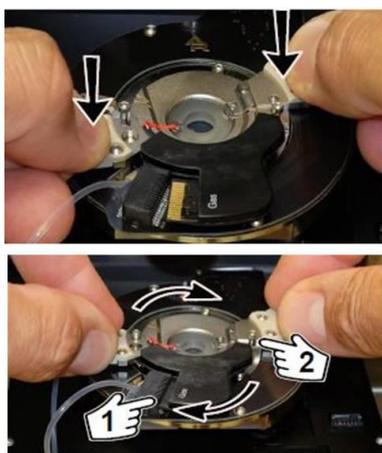
5, SS-PFM

SS-PFM 通过探针对样品的单点施加方波和正弦波相结合的电压。得到蝴蝶曲线，从而判断样品是否具备铁电性，检测内建电场及翻转电压的大小。

下文将详细介绍静电力对于 PFM 的影响，以及如何通过 SKPM 检测样品表面的静电力

通过 SKPM 检测样品静电力的大小

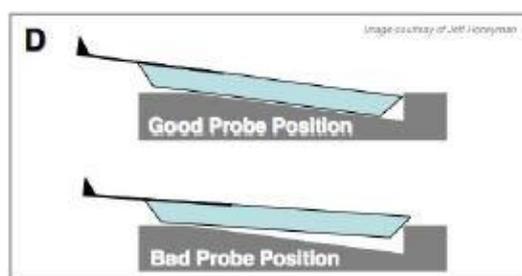
- 1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开
- 2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩)
- 3, 安装导电探针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, 只接触 Holder 两侧的塑料部分, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

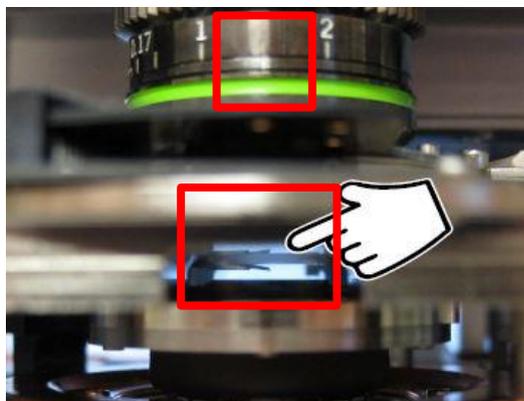
这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致, 一般不推荐使用双面胶固定样品, 因为双面胶会引起倾斜, 蠕变, 固定不牢固等问题, 推荐使用 AB 胶, 导电银胶, 热熔胶等。

4, 将 Scanner 推回初始位置, 并将其右侧的黑色把手拉下, 确认物镜的聚焦矫正环 (如下图) 对应应在 **1.5** 的位置, 关上隔音罩

5, 肉眼观测探针的样品间的距离, 并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮, 直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置

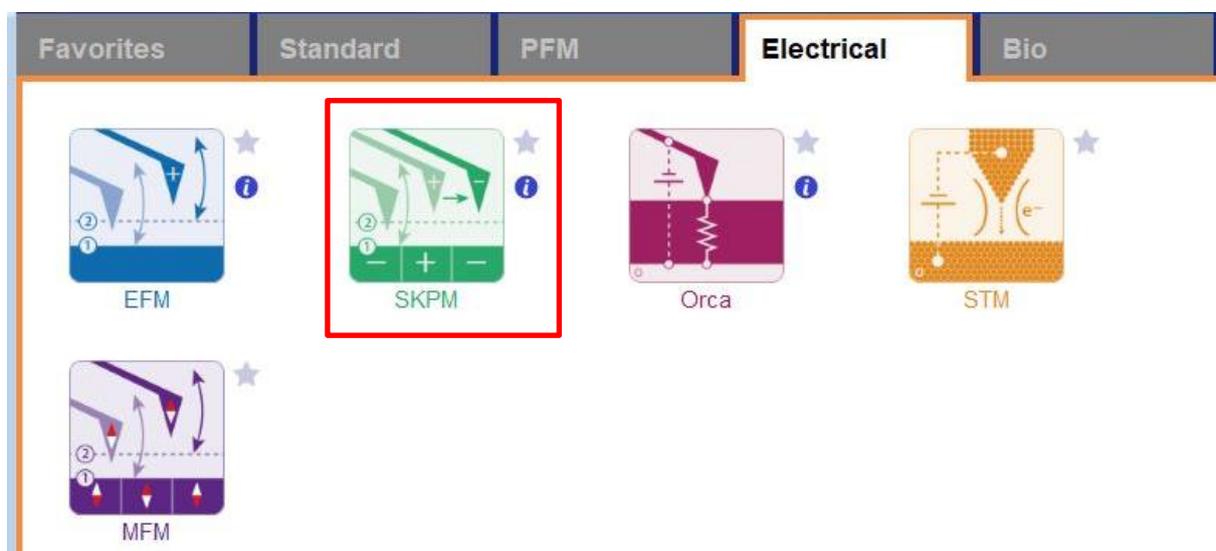


注:

*如果探针没有随着旋钮扭动而下降, 应查看软件中的 **Engage Panel** 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告, 此时直接点击窗口中的 **“Initialize Motor”** 即可

*探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快, 建议初学者仅小幅度的扭动旋钮, 以防探针撞到样品上, 严重的甚至可能损坏设备

6, 软件选择 Electrical---SKPM, 进入 SKPM 模式的软件环境

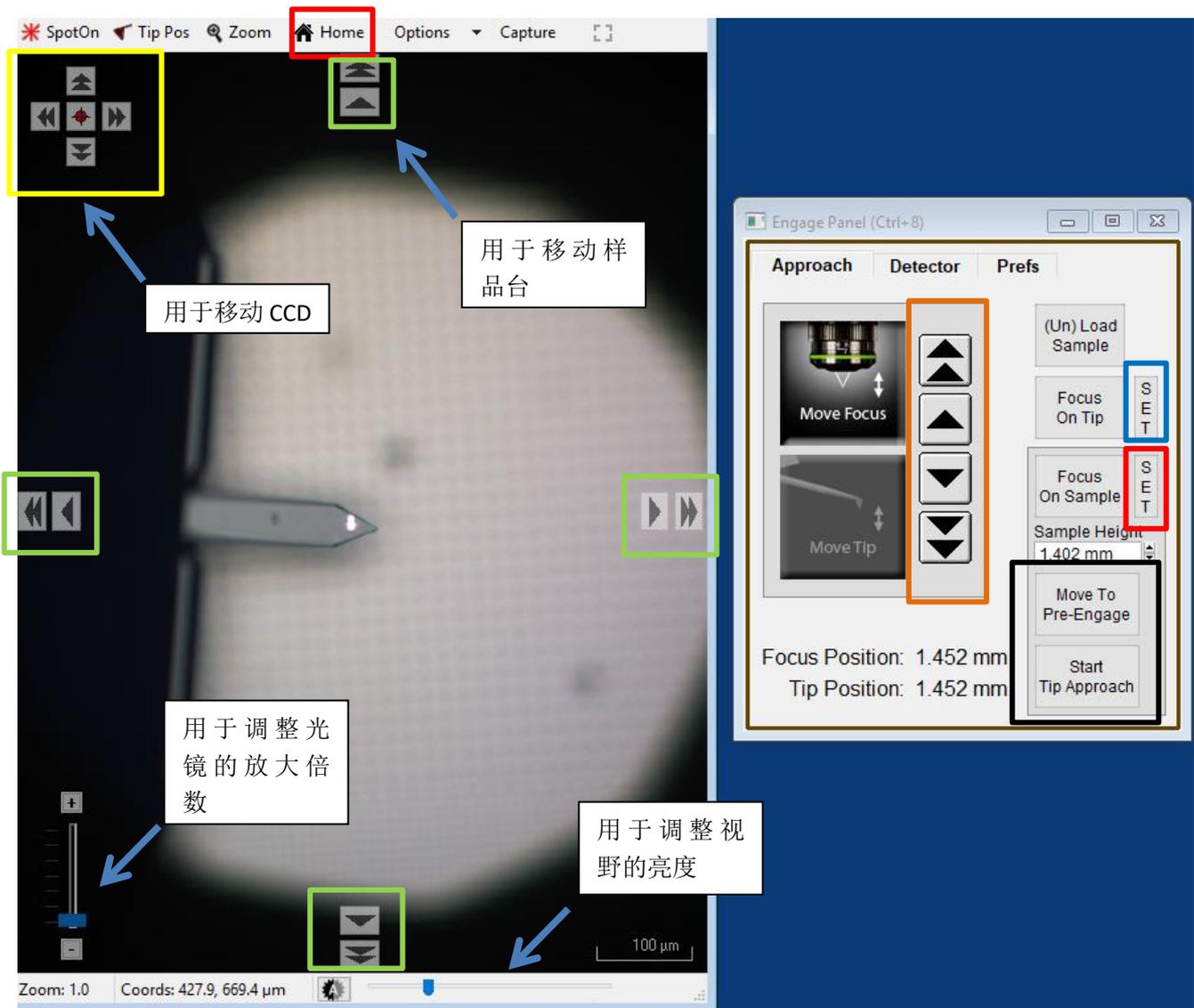


7, 在如下图左侧所示的 **Video** 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标) 中点击 **Home** 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

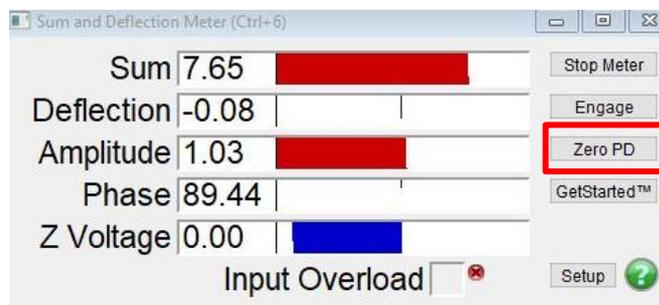
8, 通过下图右侧 **Engage Panel** 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 **Focus on Tip** 的右侧标蓝的 **“SET”**; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 **Focus on Sample** 的右侧标红的 **“SET”**

9, 点击 **Focus on Tip** 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选

择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置，可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置（按住 Shift 键可实现微调）

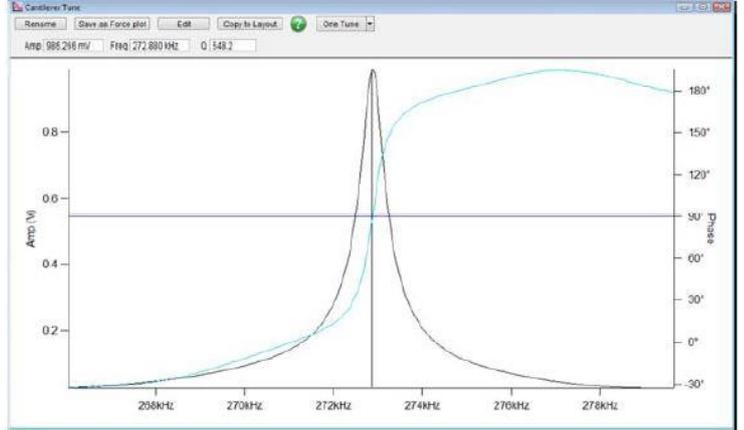
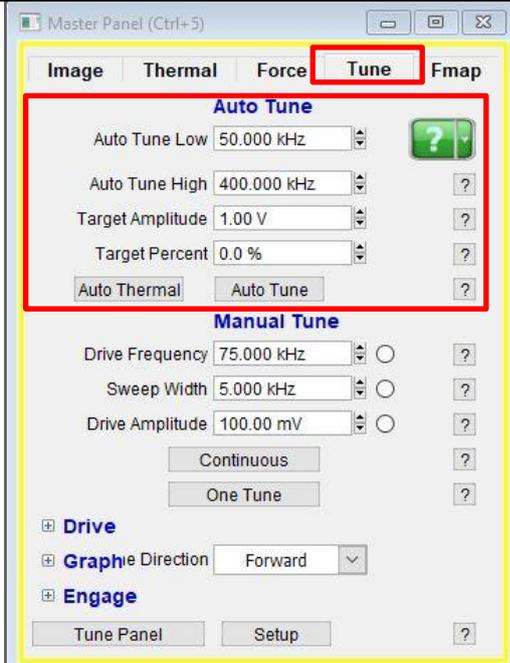


10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”，这会使探针位于样品表面 50 μ m 的位置。观察激光光斑是否有偏移，如果有可以微调其位置。点击 Sum and Deflection Meter 窗口的 Zero PD 使 Deflection 清零（接近 0 即可）。



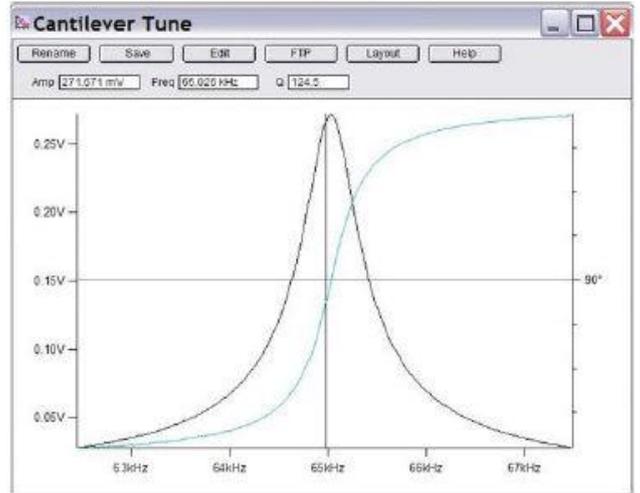
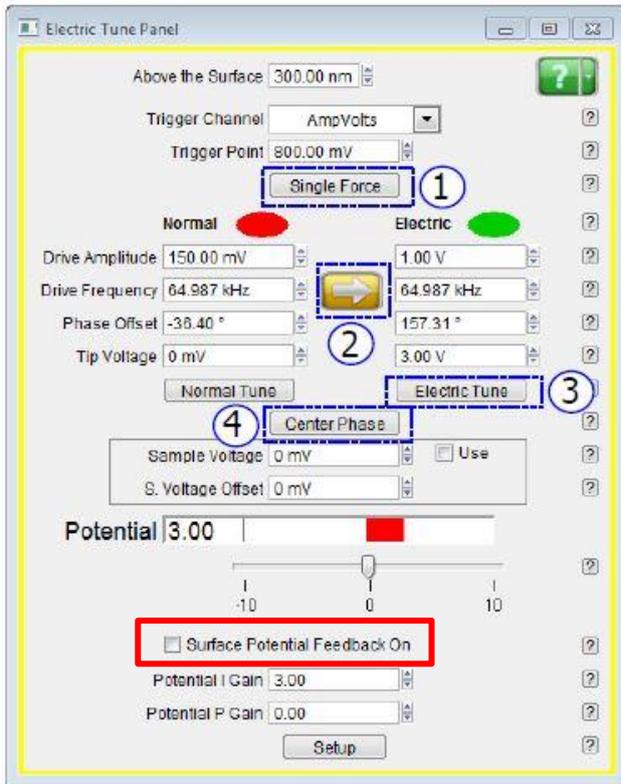
11, 寻峰/Tune, 即寻找所用探针的共振频率并设置空气的 Free amplitude 值(Target Amplitude) 点击 Master Panel 中的 Tune, 选择 Auto Tune 即可, 如下图

注: 可以根据探针盒子上标明的频率范围手动修改 Auto Tune Low/High 设置寻峰范围



12, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的 “Start Tip Approach” 开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出

13, 在 Electric Tune 窗口下, 将 Trigger Point 设置为小于自由振幅 (Free Amplitude) 的值, 如 600 mV, 点击 Single Force, 此时探针停留在离样品表面比较近的地方。

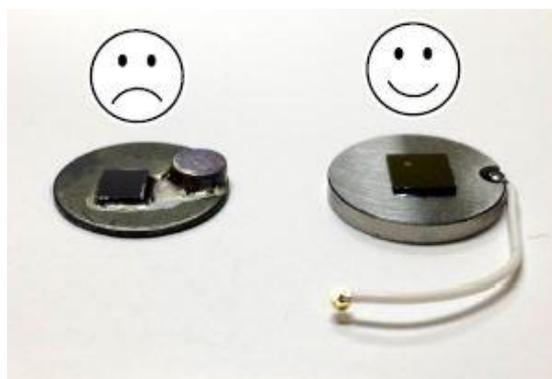
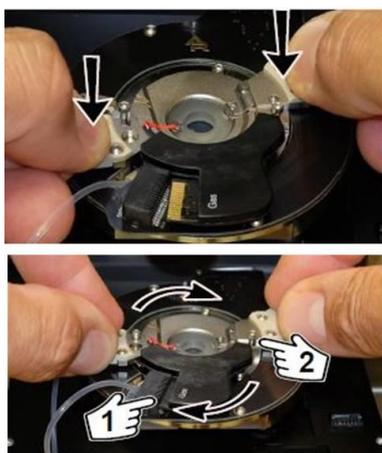


然后点击图中标 2 的箭头, 将寻峰得到的悬臂共振频率同步到右边的 Electric Tune 中, 得到谱图后点击 Center Phase, 此时观察 Electric Tune 下面的 Phase Offset 更新后的数值是多少, 若此时的 Phase Offset 值为负值, 表明当前 Tip Voltage 小于样品表面电势, 应加大 Tip Voltage (可加电压范围为 $\pm 10V$), 重新进行 Electric Tune 以及 Center Phase, 直至 Offset 值为正值 (通常此数值为 150-180 度之间)

勾选上图标红的 Surface Potential Feedback On, Potential 处即会更新为样品表面的静电力数值。

单频 PFM (Single Frequency PFM) 使用普通 Holder 或高压 Holder

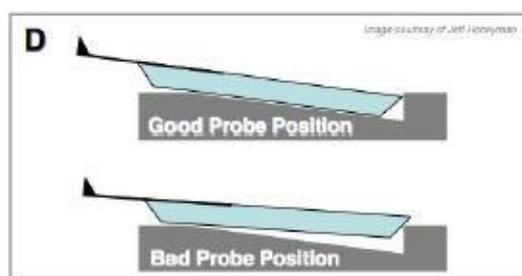
- 1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开
- 2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩)
- 3, 安装导电探针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, 只接触 Holder 两侧的塑料部分, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

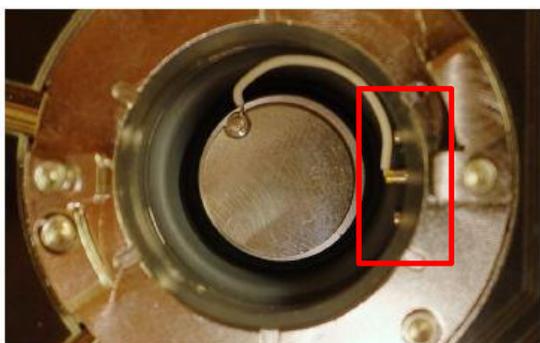
这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致, 一般不推荐使用双面胶固定样品, 因为双面胶会引起倾斜, 蠕变, 固定不牢固等问题, 推荐使用 AB 胶, 导电银胶, 热熔胶等。

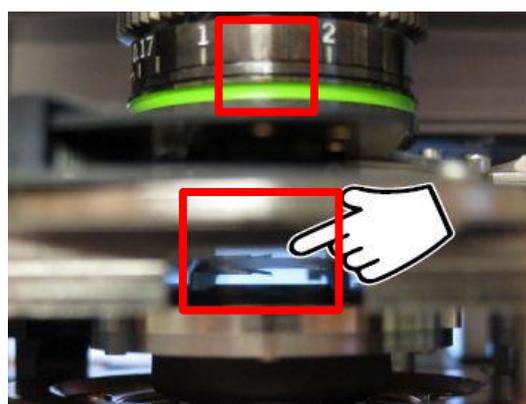
在做 PFM 扫描时可以不将样品接地,但若需要**接地**请参考下图,使用带有导线的 AFM 小铁片,确认样品和铁片表面是导通的,必要时可用万用表检测,将导线吸在样品腔右侧的三个磁点中的中间位置的小磁点即可。

还应确认样品台和 Scanner 间有一根黑色导线连通,如下图右图。



4, 将 Scanner 推回初始位置,并将其右侧的黑色把手拉下,确认物镜的聚焦矫正环(如下图)对应应在 **1.5** 的位置,关上隔音罩

5, 肉眼观测探针的样品间的距离,并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮,直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置

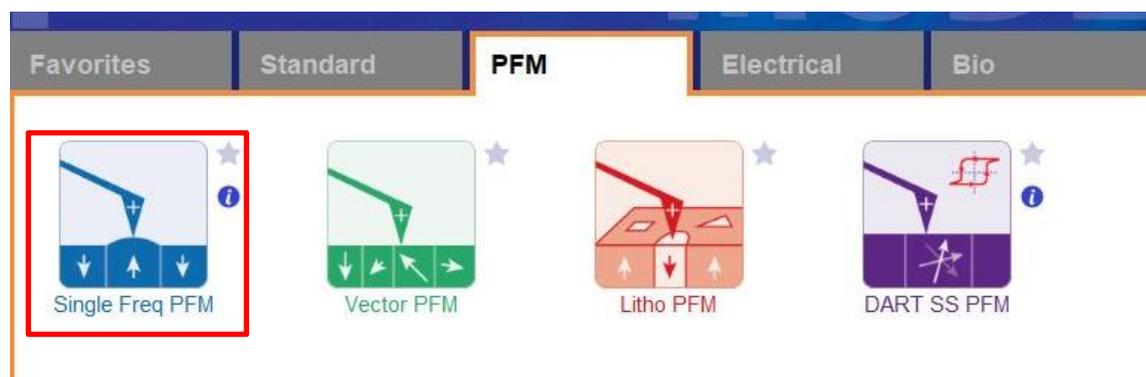


注:

*如果探针没有随着旋钮扭动而下降,应查看软件中的 Engage Panel 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告,此时直接点击窗口中的“Initialize Motor”即可

*探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快,建议初学者仅小幅度的扭动旋钮,以防探针撞到样品上,严重的甚至可能损坏设备

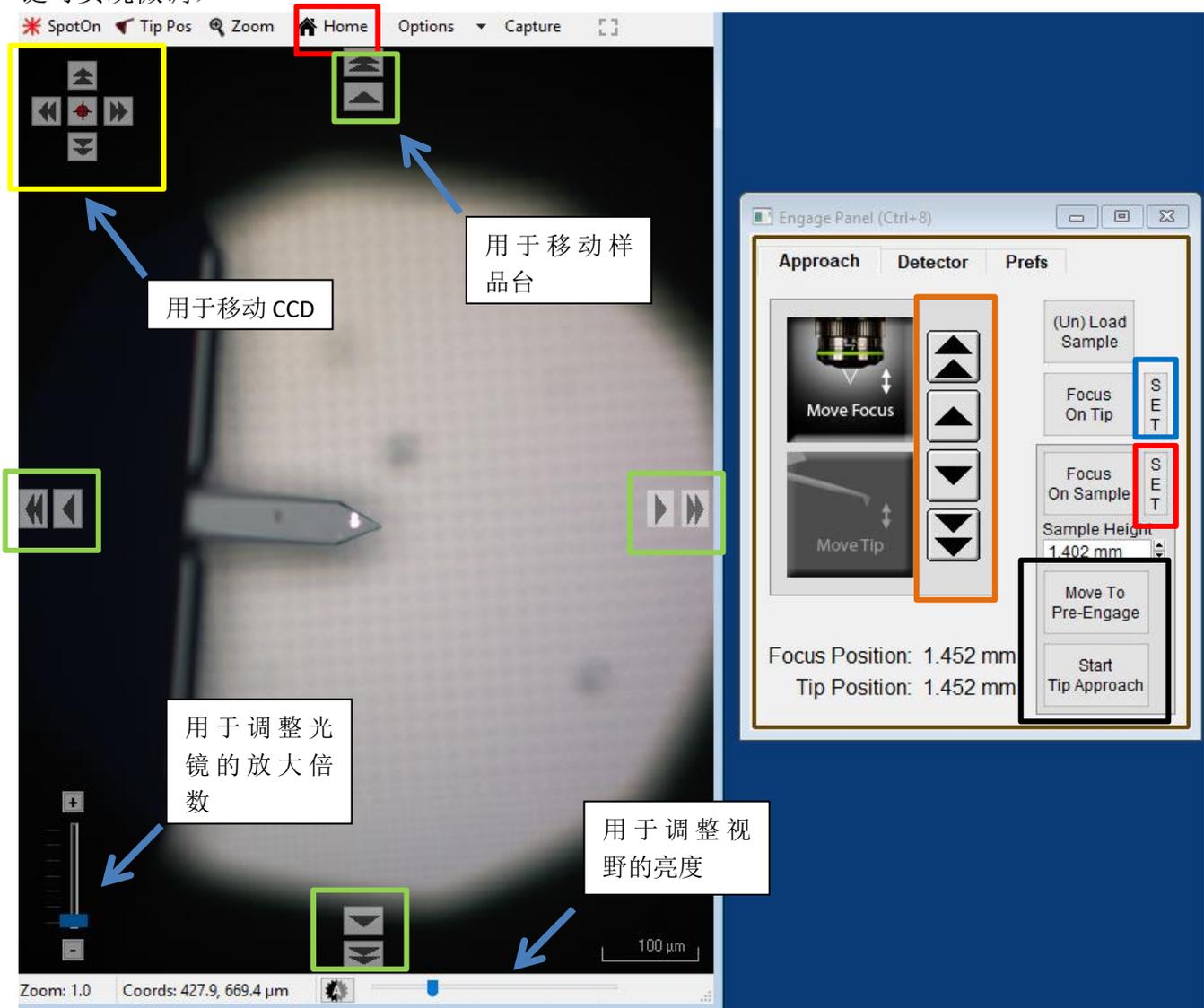
6, 软件选择 PFM—Single Freq PFM, 进入单频 PFM 模式的软件环境



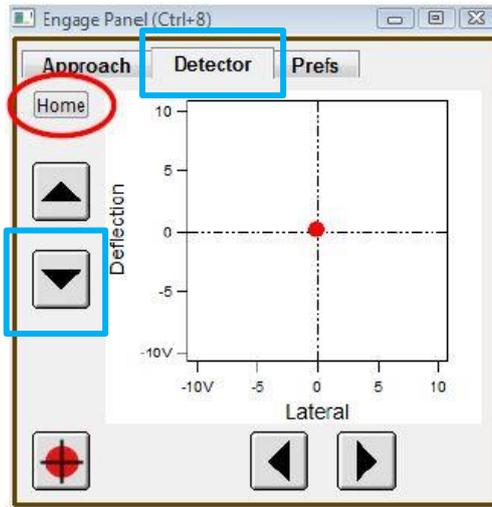
7, 在如下图左侧所示的 Video 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标) 中点击 Home 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

8, 通过下图右侧 Engage Panel 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 Focus on Tip 的右侧标蓝的“SET”; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 Focus on Sample 的右侧标红的“SET”

9, 点击 Focus on Tip 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置, 可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置 (按住 Shift 键可实现微调)

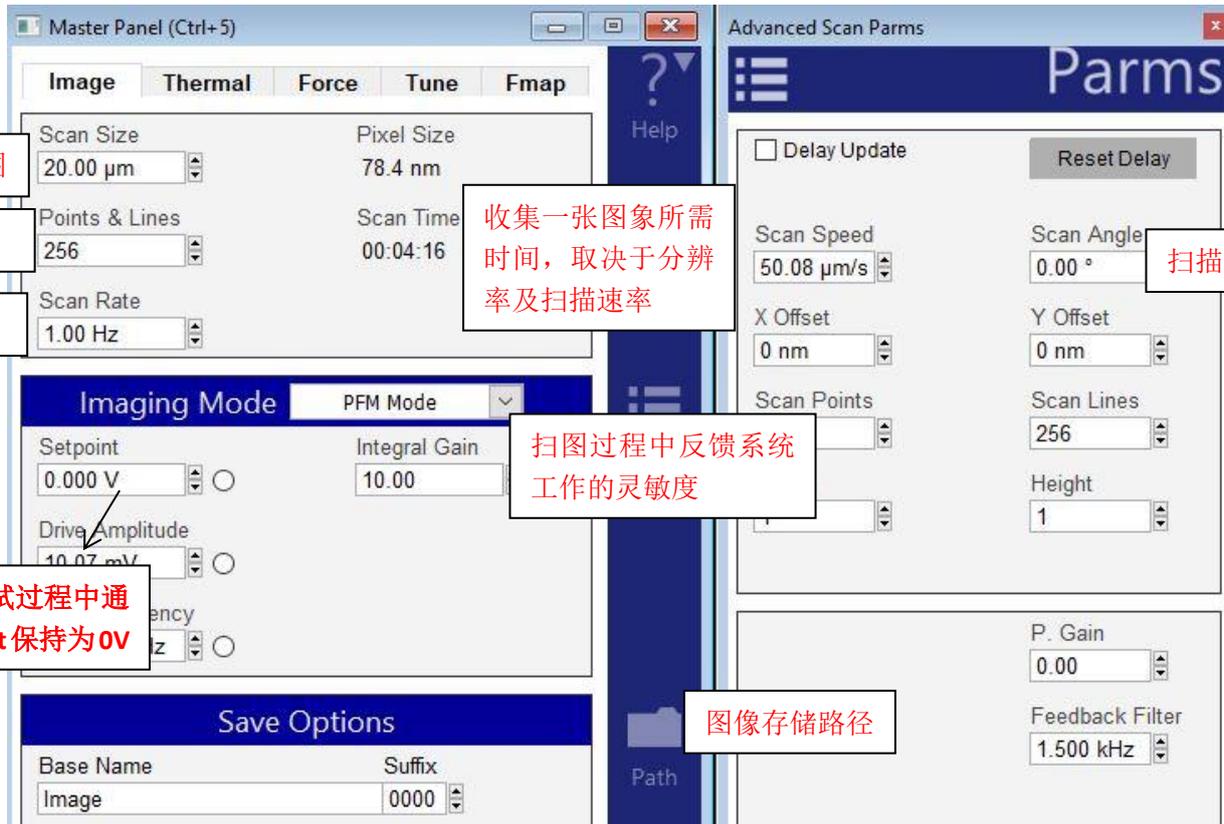


10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”, 这会使探针位于样品表面 50 μm 的位置。观察激光光斑是否有偏移, 如果有可以微调其位置。点开 Engage Panel 的 Detector 窗口, 点击下图标红的 Home 键使激光处于 PD 板中心, 然后点击向下的箭头, 使激光光斑向下移动, 使 Sum and Deflection Meter 窗口的 Deflection 为负值, 如-0.5



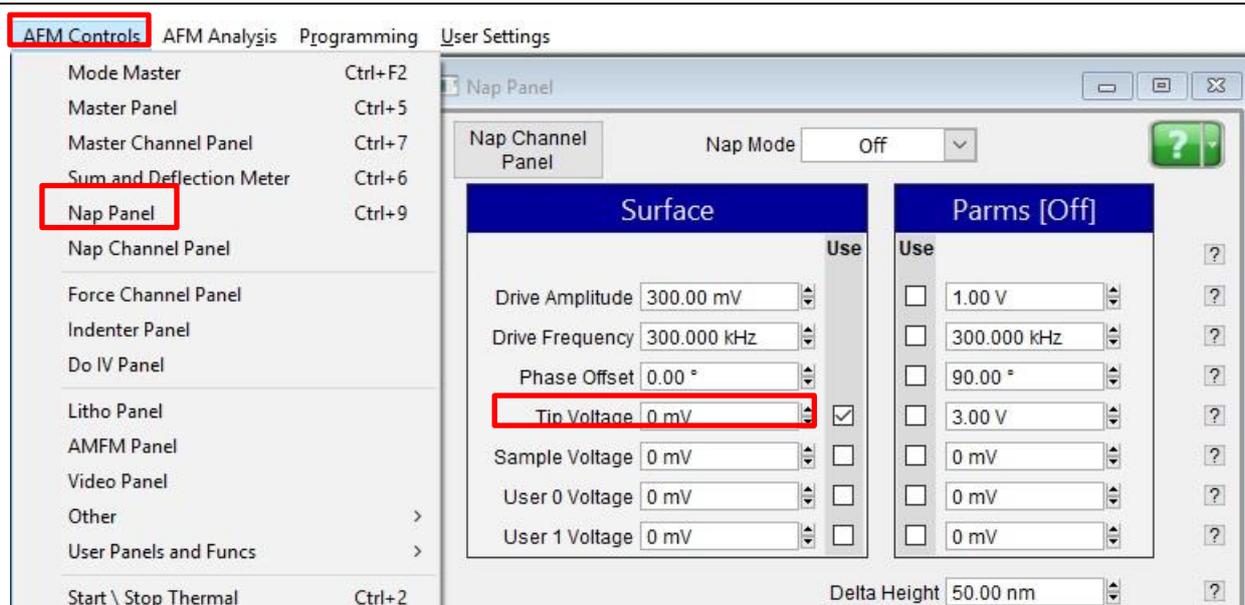
11, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的“Start Tip Approach”开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出

12, 设置扫描参数, 见下图



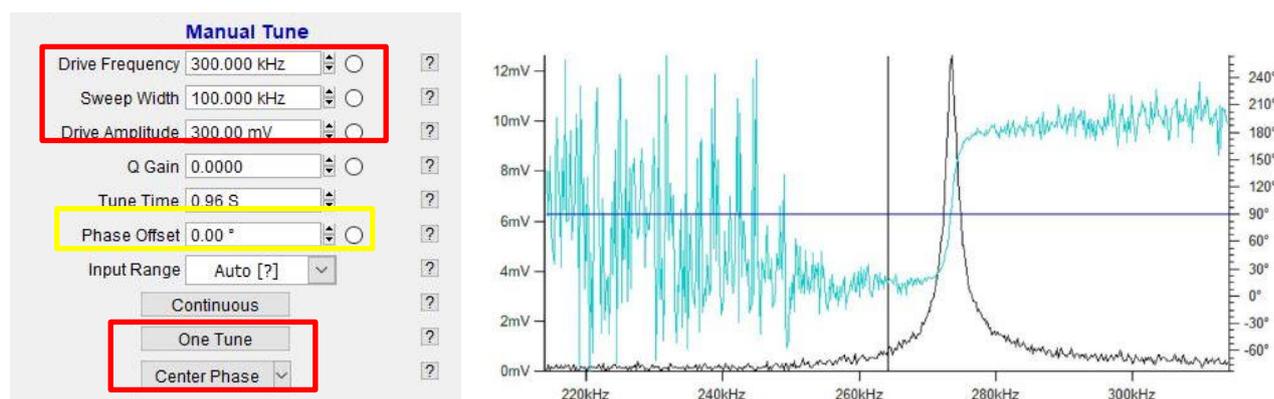
注: Setpoint 和自由状态下 deflection 的差值体现扫图过程中探针力的大小, 所以 **setpoint 的数值必须设置为大于自由状态下的 deflection 值**。由于在 PFM 的测试过程中通常把 Setpoint 设置为 0, 所以在步骤 10 时将 deflection 设置得负值越大, 探针施加的力越大, 反之亦然

选作步骤: 对于静电力的补偿。在软件中选择 AFM Controls—Nap Panel。在打开的 Nap 面板中标红的 Tip Voltage 处设置电压补偿值。(例如, 若通过 SKPM 测得样品的表面静电力为 30 mV, 则应在此处写入 30 mV, 以抵消静电力)



13, 寻峰。注：此时不能使用软件中的 Auto Tune，而应使用 **Manual Tune**。

对于大多数跳水版形状的硅质悬臂，接触共振频率应为其在空气中自由振动时共振频率的 **3-5 倍**，例如当使用 ASYELEC-01-R2 探针时，其接触共振频率应在 300 kHz 左右。



如上图左图所示设置寻峰参数，点击 One Tune。需注意的是 Drive Amplitude 的大小取决于探针的状态及样品的压电性。寻峰的目的为得到如右图所示的峰，且其 Y 轴对应的振幅大小应在 **10-50 mV** 的范围内，如果将 Drive Amplitude 增大到超过 5V 仍不能得到较好的峰，应考虑更换探针或更换样品区域。

设置好合适的 Drive Amplitude，点击 One Tune，如上图所示在峰腰处点击右键，选择 Set Drive Frequency，点击 Center Phase

14, 点击 Frame Up/Down，开始扫描

15, 扫描过程中参数的调节

扫描过程中应首先观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合，如果红蓝线完全重合，表明此时的扫描参数设置的合理，不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合，可以尝试如下几步：

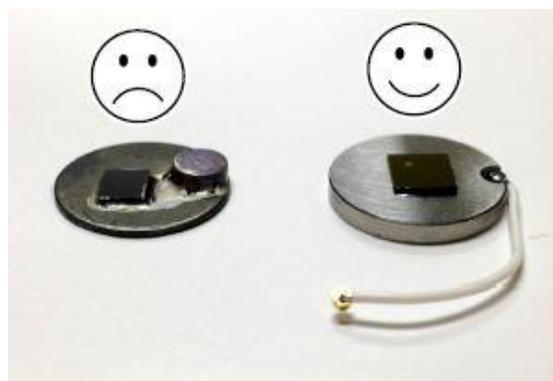
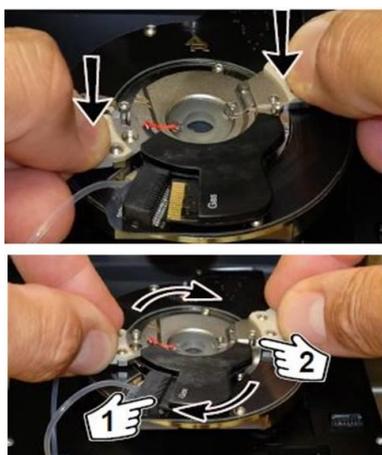
- ~增加反馈系统的灵敏度，即增大 **Integral Gain** 值。注：过大的 **gain** 值会引起系统震荡，体现为图中出现明显波纹状噪音
- ~降低扫描速率即 **scan rate**
- ~增加探针力的大小。由于在 **PFM** 测试中需保持 **Setpoint** 为 0，所以需点击 **Sum and Deflection** 面板中的 **Withdraw**，通过步骤 10 将 **Deflection** 设置为更负的值
- ~若仍不能使红蓝线重合，应考虑探针选择是否合理，或是否当前探针已经被污染或磨损，尝试更换新的探针或尝试不同的样品区域

调节 Amplitude 和 Phase 图下的红蓝线

- ~若 **Phase** 图上有明显异常的白点，可调节步骤 13 中标黄的 **Phase Offset**，直至白点消失。
- ~为了提高 **Amplitude** 和 **Phase** 图的质量也可适当增加步骤 13 中的 **Drive Amplitude**，但需要注意过大的 **Drive Amplitude** 很有可能将样品极化方向反转，甚至击穿样品
- ~也可尝试将 **Scan Angle** 改为 **90°**

矢量 PFM (Vector PFM) 使用普通 Holder 或高压 Holder

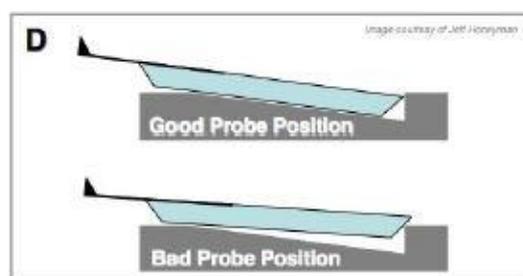
- 1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开
- 2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩)
- 3, 安装导电探针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, 只接触 Holder 两侧的塑料部分, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

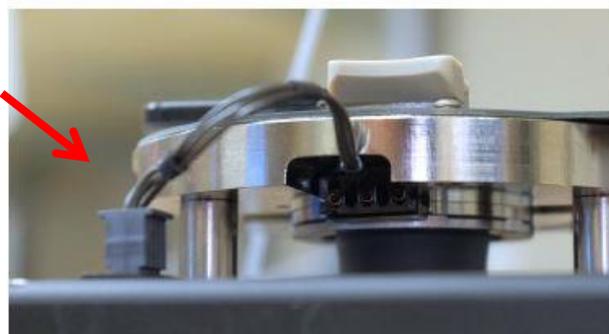
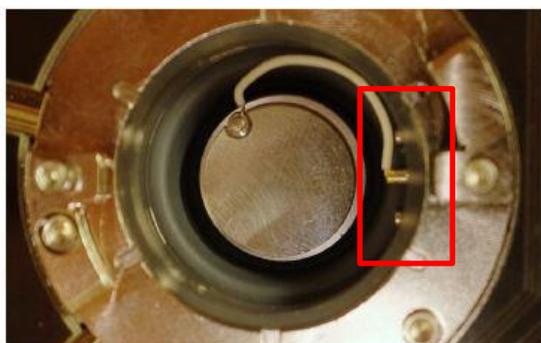
这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致, 一般不推荐使用双面胶固定样品, 因为双面胶会引起倾斜, 蠕变, 固定不牢固等问题, 推荐使用 AB 胶, 导电银胶, 热熔胶等。

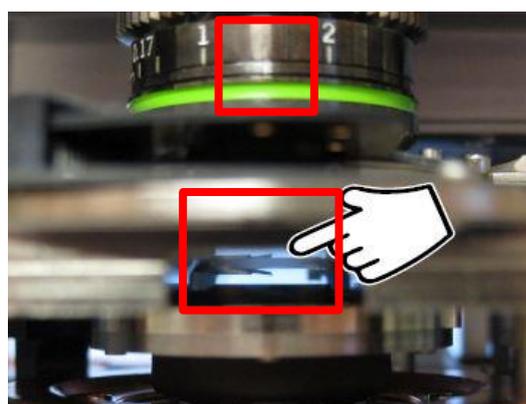
在做 PFM 扫描时可以不将样品接地,但若需要**接地**请参考下图,使用带有导线的 AFM 小铁片,确认**样品和铁片表面是导通的**,必要时可用万用表检测,将导线吸在样品腔右侧的三个磁点中的中间位置的小磁点即可。

还应确认样品台和 Scanner 间有一根黑色导线连通,如下图右图。



4, 将 Scanner 推回初始位置,并将其右侧的黑色把手拉下,确认物镜的聚焦矫正环(如下图)对应**在 1.5 的位置**,关上隔音罩

5, 肉眼观测探针的样品间的距离,并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮,直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置

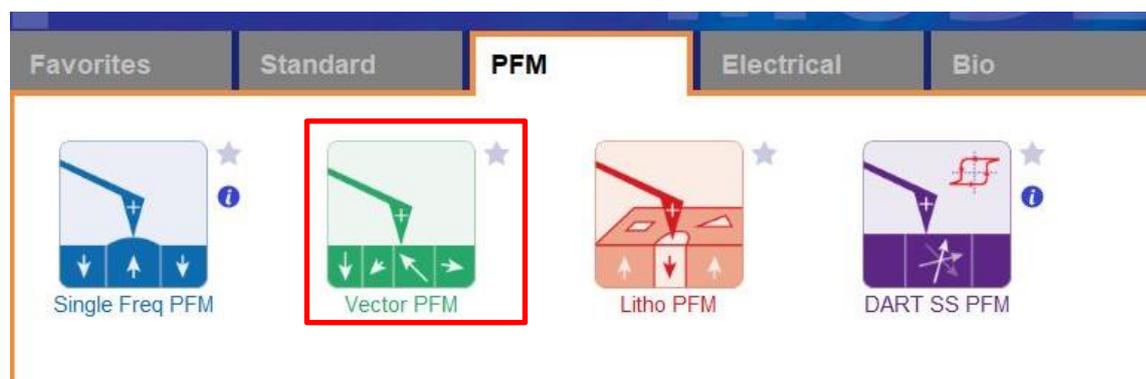


注:

***如果探针没有随着旋钮扭动而下降,应查看软件中的 Engage Panel 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告,此时直接点击窗口中的“Initialize Motor”即可**

***探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快,建议初学者仅小幅度的扭动旋钮,以防探针撞到样品上,严重的甚至可能损坏设备**

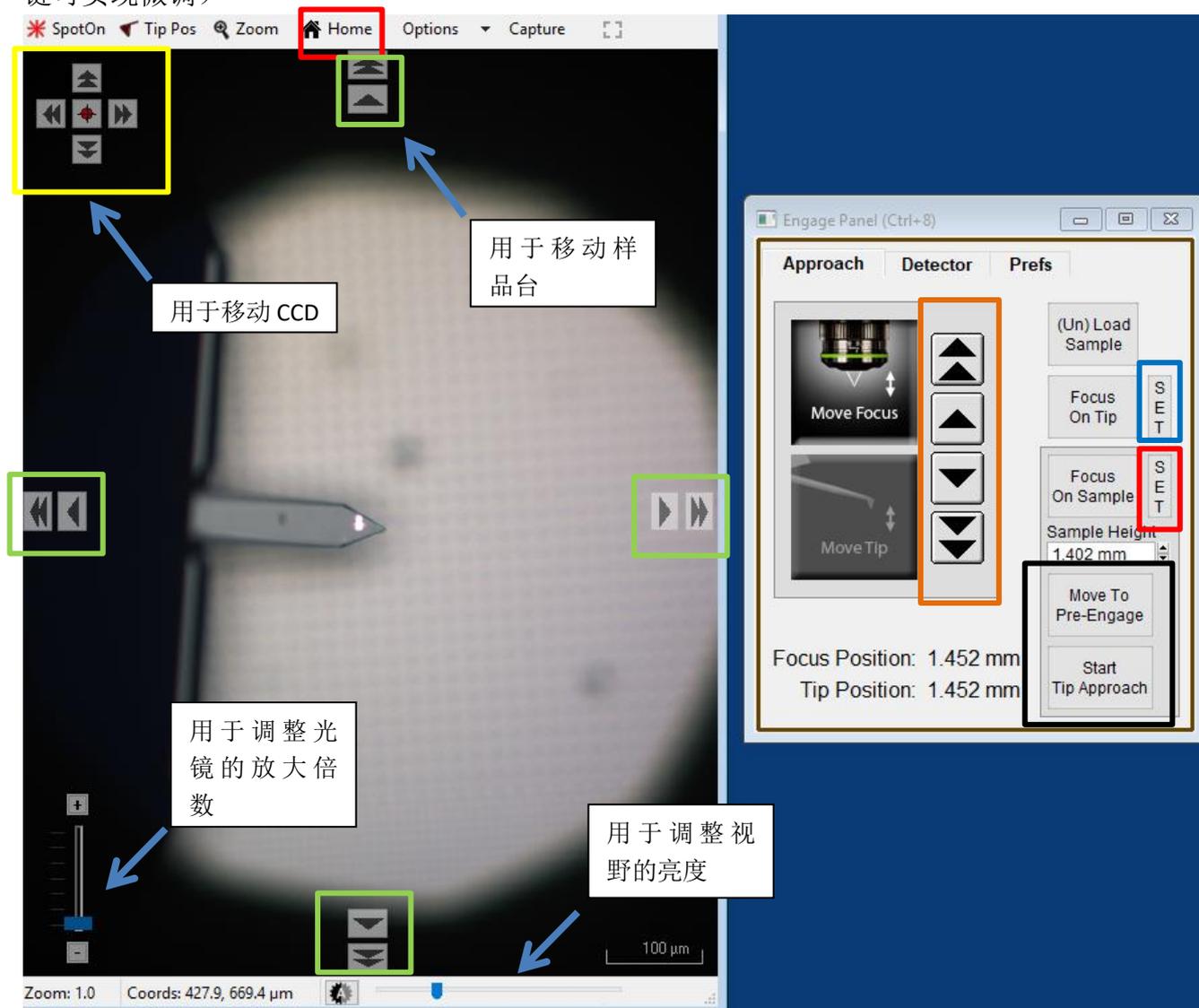
6, 软件选择 PFM—Vector PFM, 进入矢量 PFM 模式的软件环境



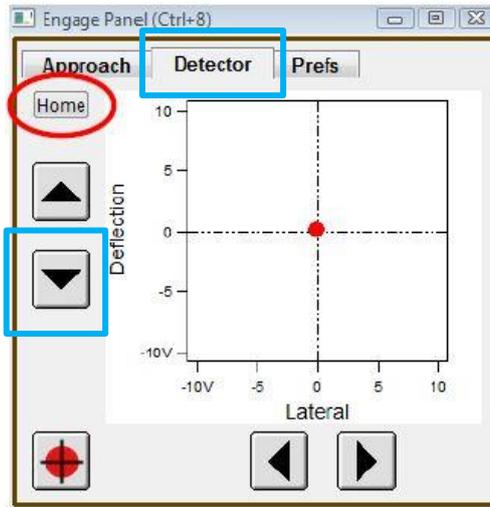
7, 在如下图左侧所示的 Video 窗口（若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标）中点击 Home 键，此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓，或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头（下图标黄）将悬臂放在视场的中心。

8, 通过下图右侧 Engage Panel 中标为棕色的一组箭头调节聚焦，直至悬臂的尖端最为清楚，点击 Focus on Tip 的右侧标蓝的“SET”；继续向下调节聚焦，直至聚焦在样品表面上，点击 Focus on Sample 的右侧标红的“SET”

9, 点击 Focus on Tip 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置（如下图亮点位置）点击鼠标右键，选择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置，可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置（按住 Shift 键可实现微调）



10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”，这会使探针位于样品表面 50μm 的位置。观察激光光斑是否有偏移，如果有可以微调其位置。点开 Engage Panel 的 Detector 窗口，点击下图标红的 Home 键使激光处于 PD 板中心，然后点击向下的箭头，使激光光斑向下移动，使 Sum and Deflection Meter 窗口的 Deflection 为负值，如 -0.5



11, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的“Start Tip Approach”开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出

12, 设置扫描参数, 见下图

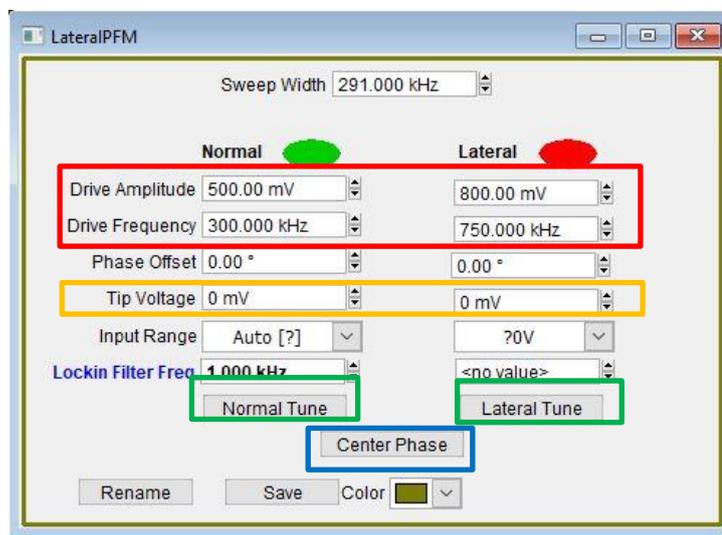


注: Setpoint 和自由状态下 deflection 的差值体现扫图过程中探针力的大小, 所以 **setpoint 的数值必须设置为大于自由状态下的 deflection 值**。由于在 PFM 的测试过程中通常把 Setpoint 设置为 0, 所以在步骤 10 时将 deflection 设置得负值越大, 探针施加的力越大, 反之亦然

13, 寻峰。注：此时不能使用软件中的 Auto Tune，而应使用 **Manual Tune**。在 Tune 时也在两个频率下，**分别进行面外、面内的寻峰**。

对于大多数跳水版形状的硅质悬臂，**面外的接触共振频率应为其在空气中自由振动时共振频率的 3-5 倍，而面内的频率应为面外共振频率的 2-4 倍**。

例如当使用 ASYELEC-01-R2 探针时，其面外接触共振频率应在 300 kHz 左右，面内的接触共振频率在 750kHz 左右。



如上图所示，设置一个寻峰的频率范围（如默认的 291kHz）。首先进行面外的寻峰，即在左侧一栏输入合适的 Drive Amplitude 和 Drive Frequency，点击 Normal Tune。需注意的是 Drive Amplitude 的大小取决于探针的状态及样品的压电性。如果将 Drive Amplitude 增大到超过 5V 仍不能得到较好的峰，应考虑更换探针或更换样品区域。得到较好的峰后**在峰腰处点击右键**，选择 Set Drive Frequency，点击 Center Phase。

其次进行面内的寻峰，在右侧一栏输入合适的 Drive Amplitude 和 Drive Frequency，点击 Lateral Tune。需注意的是 Drive Amplitude 的大小取决于探针的状态及样品的压电性。如果将 Drive Amplitude 增大到超过 5V 仍不能得到较好的峰，应考虑更换探针或更换样品区域。得到较好的峰后**在峰腰处点击右键**，选择 Set Drive Frequency，点击 Center Phase。

选作步骤：对于静电力的补偿。在上图标黄的 Tip Voltage 处设置电压补偿值，面内、面外均要设置。（例如，若通过 SKPM 测得样品的表面静电力为 30 mV，则应在此处写入 30 mV，以抵消静电力）

14, 点击 Frame Up/Down，开始扫描

15, 扫描过程中参数的调节

扫描过程中应首先观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合, 如果红蓝线完全重合, 表明此时的扫描参数设置的合理, 不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合, 可以尝试如下几步:

~增加反馈系统的灵敏度, 即增大 Integral Gain 值。注: 过大的 gain 值会引起系统震荡, 体现为图中出现明显波纹状噪音

~降低扫描速率即 scan rate

~增加探针力的大小。由于在 PFM 测试中需保持 Setpoint 为 0, 所以需点击 Sum and Deflection 面板中的 Withdraw, 通过步骤 10 将 Deflection 设置为更负的值

~若仍不能使红蓝线重合, 应考虑探针选择是否合理, 或是否当前探针已经被污染或磨损, 尝试更换新的探针或尝试不同的样品区域

调节 Amplitude 和 Phase 图下的红蓝线

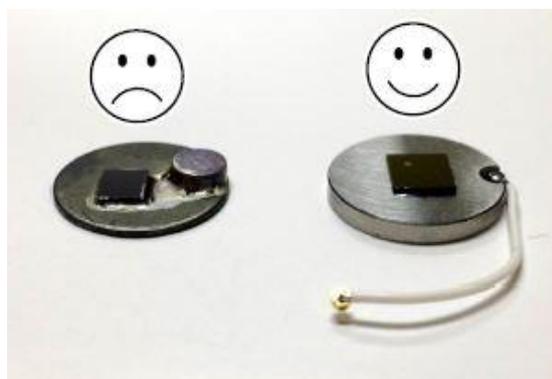
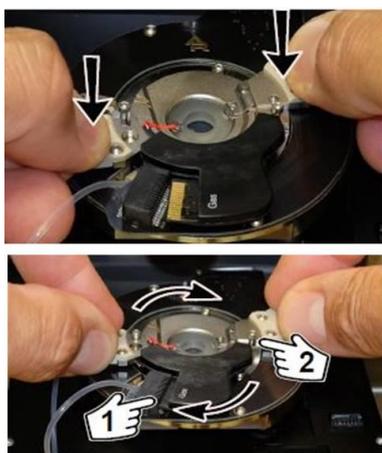
~若 Phase 图上有明显异常的白点, 可调节步骤 13 中标黄的 Phase Offset, 直至白点消失。

~为了提高 Amplitude 和 Phase 图的质量也可适当增加步骤 13 中的 Drive Amplitude, 但需要注意过大的 Drive Amplitude 很有可能将样品极化方向反转, 甚至击穿样品

~也可尝试将 Scan Angle 改为 90°

双频追踪 PFM (DART PFM) 使用普通 Holder 或高压 Holder

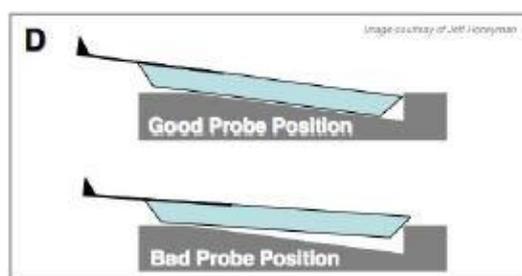
- 1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开
- 2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩)
- 3, 安装导电探针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, 只接触 Holder 两侧的塑料部分, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。在制样时, 需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

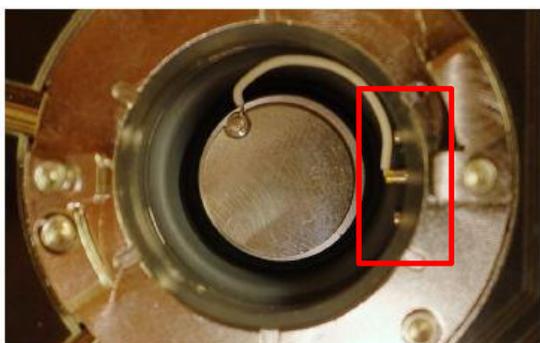
这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致, 一般不推荐使用双面胶固定样品, 因为双面胶会引起倾斜, 蠕变, 固定不牢固等问题, 推荐使用 AB 胶, 导电银胶, 热熔胶等。

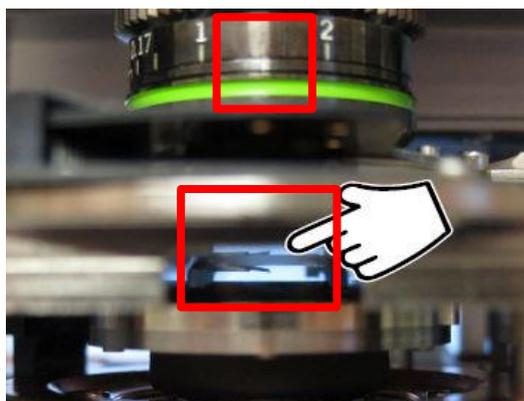
在做 PFM 扫描时可以不将样品接地,但若需要**接地**请参考下图,使用带有导线的 AFM 小铁片,**确认样品和铁片表面是导通的**,必要时可用万用表检测,将导线吸在样品腔右侧的三个磁点中的中间位置的小磁点即可。

还应确认样品台和 Scanner 间有一根黑色导线连通,如下图右图。



4, 将 Scanner 推回初始位置,并将其右侧的黑色把手拉下,确认物镜的聚焦矫正环(如下图)对应应在 **1.5** 的位置,关上隔音罩

5, 肉眼观测探针的样品间的距离,并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮,直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置



注:

***如果探针没有随着旋钮扭动而下降,应查看软件中的 Engage Panel 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告,此时直接点击窗口中的“Initialize Motor”即可**

***探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快,建议初学者仅小幅度的扭动旋钮,以防探针撞到样品上,严重的甚至可能损坏设备**

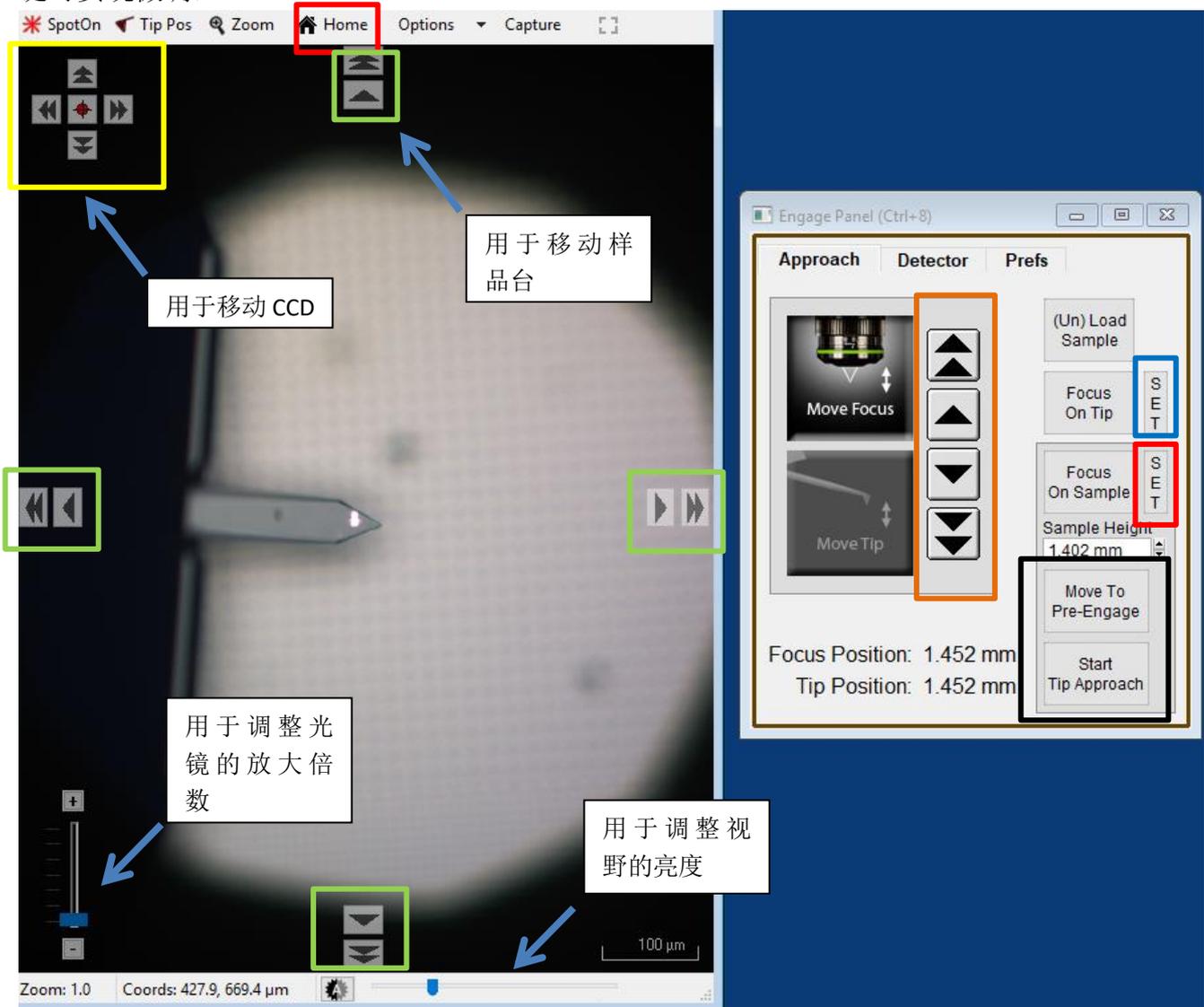
6, 软件选择 PFM—Dart SS PFM, 进入 Dart 模式的软件环境



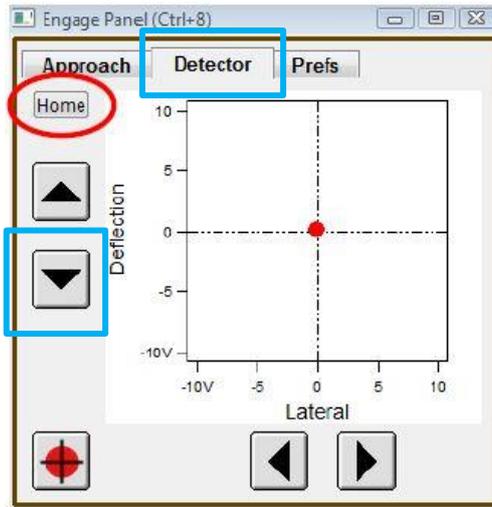
7, 在如下图左侧所示的 Video 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标) 中点击 Home 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

8, 通过下图右侧 Engage Panel 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 Focus on Tip 的右侧标蓝的“SET”; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 Focus on Sample 的右侧标红的“SET”

9, 点击 Focus on Tip 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置, 可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置 (按住 Shift 键可实现微调)



10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”, 这会使探针位于样品表面 50 μ m 的位置。观察激光光斑是否有偏移, 如果有可以微调其位置。点开 Engage Panel 的 Detector 窗口, 点击下图标红的 Home 键使激光处于 PD 板中心, 然后点击向下的箭头, 使激光光斑向下移动, 使 Sum and Deflection Meter 窗口的 Deflection 为负值, 如-0.5



11, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的“Start Tip Approach”开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出。

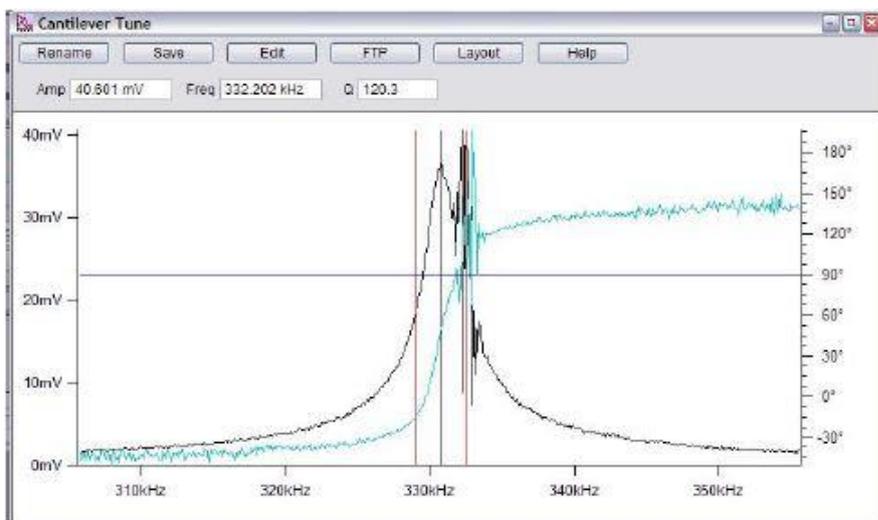
12, 设置扫描参数, 见下图

注: Setpoint 和自由状态下 deflection 的差值体现扫图过程中探针力的大小, 所以 **setpoint 的数值必须设置为大于自由状态下的 deflection 值**。由于在 PFM 的测试过程中通常把 **Setpoint 设置为 0**, 所以在步骤 10 将 **deflection 设置得负值越大, 探针施加的力越大, 反之亦然**

选作步骤: 对于静电力的补偿。在上图 DART Panel 中标黄处勾选 Tip Voltage, 并设置电压补偿值。(例如, 若通过 SKPM 测得样品的表面静电力为 30 mV, 则应在此处写入 30 mV, 以抵消静电力)

13, 寻峰。

对于大多数跳水版形状的硅质悬臂，接触共振频率应为其在空气中自由振动时共振频率的 3-5 倍，例如当使用 ASYELEC-01-R2 探针时，其接触共振频率应在 300 kHz 左右。



在步骤 12 标绿处设置寻峰参数（Center Frequency 和 Drive Amplitude），点击 One Tune。需注意的是 Drive Amplitude 的大小取决于探针的状态及样品的压电性。寻峰的目的为得到如上图所示的峰，且其 Y 轴对应的振幅大小应在 10-50 mV 的范围内，如果将 Drive Amplitude 增大到超过 5V 仍不能得到较好的峰，应考虑更换探针或更换样品区域。

设置好合适的 Drive Amplitude, 点击 One Tune, 如上图所示在峰所在位置点击右键, 选择 Centre Drive Frequency, 使峰位于两道红线之间, 再点击 Center Phase

14, 点击 Frame Up/Down, 开始扫描

15, 扫描过程中参数的调节

扫描过程中应首先观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合，如果红蓝线完全重合，表明此时的扫描参数设置的合理，不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合，可以尝试如下几步：

~增加反馈系统的灵敏度，即增大 Integral Gain 值。注：过大的 gain 值会引起系统震荡，体现为图中出现明显波纹状噪音

~降低扫描速率即 scan rate

~增加探针力的大小。由于在 PFM 测试中需保持 Setpoint 为 0，所以需点击 Sum and Deflection 面板中的 Withdraw，通过步骤 10 将 Deflection 设置为更负的值

~若仍不能使红蓝线重合，应考虑探针选择是否合理，或是否当前探针已经被污染或磨损，尝试更换新的探针或尝试不同的样品区域

调节 Amplitude 和 Phase 图下的红蓝线

~若 Phase 图上有明显异常的白点，可调节步骤 12 中标绿的 Phase Offset，直至白点消失。（两个 Phase Offset 分别对应于 Phase1 图和 Phase2 图）

~增大步骤 12 中的 DART I Gain，可以一直增大至图像出现明显的波纹状噪音，再逐渐减小此值直到噪音消失

~为了提高 Amplitude 和 Phase 图的质量也可适当增加步骤 7 中的 Drive Amplitude，但需要注意过大的 Drive Amplitude 很有可能将样品极化方向反转，甚至击穿样品

~也可尝试将 Scan Angle 改为 90°

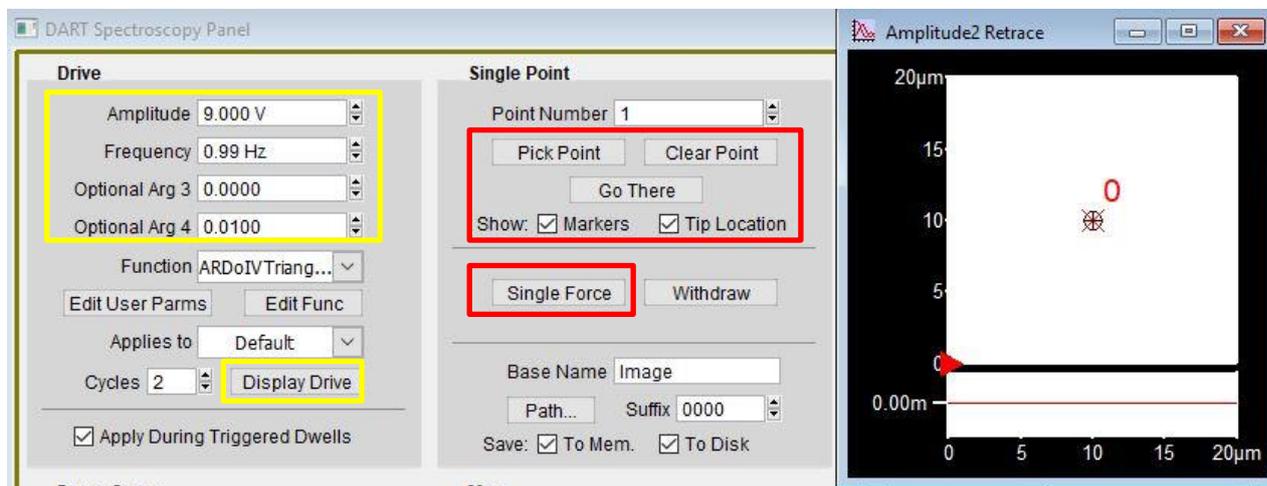
DART 模式也可以用于面内（Lateral）时的扫描，具体设置方法请见下文

SS-PFM（默认此时已经在 DART 模式下获取了图像且并未探针或移动样品）

由于做单点曲线时无须对频率进行追踪，请确认在 DART 模式中的 DART I Gain 值已经调小（如 50），以减小不必要的噪音

建议在每做一个蝴蝶曲线前重新 Tune 一次

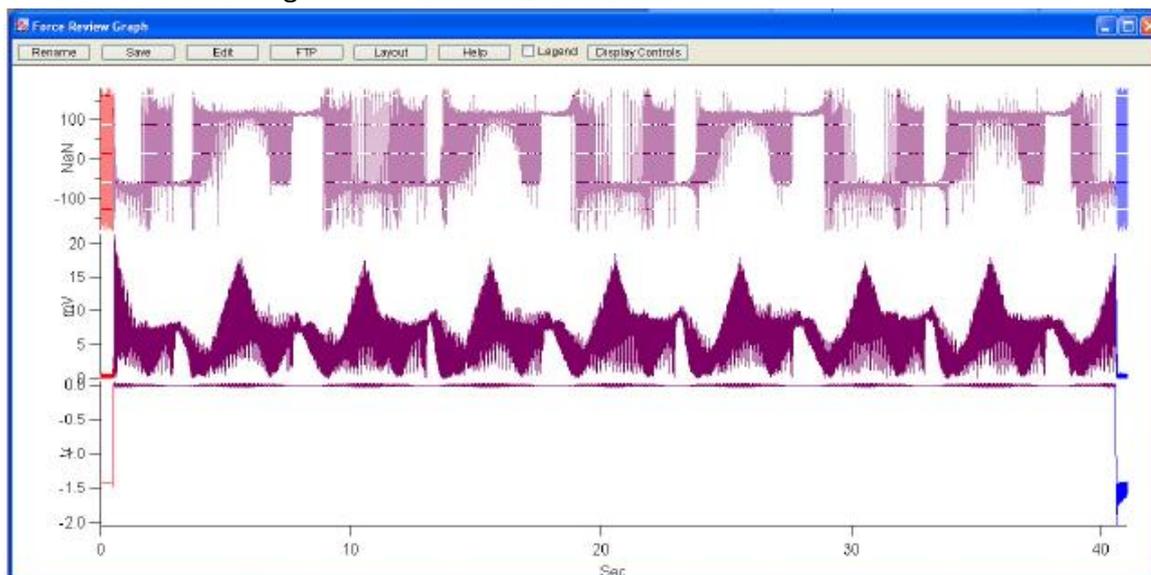
1，在 DART Spectroscopy 中勾选 Show Markers 和 Tip Location，此时在图像窗口，如右图会出现一个圆形光标（注，这个圆形光标会出现在每一个图像频道中）



2，将光标拖拽至感兴趣的区域，依次点击 Pick Point 和 Go There，可以在图像窗口看到一个红色圆点（代表探针位置）移动至光标所在处，且这个点被标记为 1

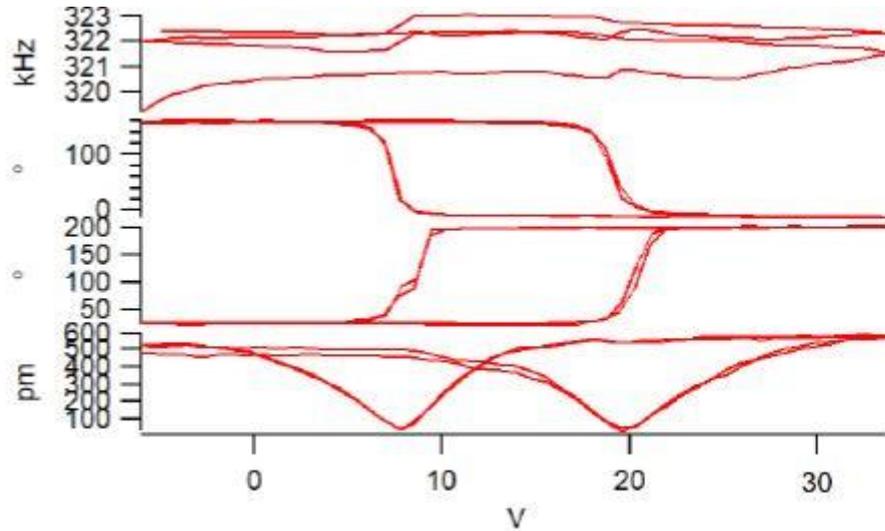
3，在上图标黄区域编辑需要施加的电压，其中 Amplitude 为所加直流电压的最大值；Frequency 决定了施加电压的时间（常设为 0.2 Hz），Arg 3 是所加波形的相位值（常设为 0.75）；Arg 4 是单个脉冲的持续时间（常设为 0.05），设置好参数后可点击 Display Drive 来观察波形

4，确认好波形后点击 Single Force 即可，通常可以得到如下曲线



5, 在 Display&Analysis 窗口中选择刚得到的曲线, 点击 **SHO Params**, 再点击 **PFM Hysteresis**
注: **SHO Params** 目的是消除接触共振放大的影响, 若想保留其放大的效果, 直接点 **PFM Hysteresis** 即可

6, 等待一会儿, 软件会自动跳出两个窗口分别标有 ON 和 OFF 的窗口, 其中 On 和 Off 指的是检测时是否有直流电压加载, 为了避免静电力带来的影响, **我们应选择标有 OFF 的窗口分析**。理想状态下得到的蝴蝶曲线应如下图所示, 从上至下 4 根曲线的纵坐标依次为: 接触共振频率, 品质因子, PFM 相位, 和 PFM 振幅



若在步骤 5 时选择了 **SHO Params**, 此时窗口中应有 8 根曲线, 即分别为一组经过接触共振放大, 一组未经过。

7, 如果需要在更多点上做曲线, 重复步骤 2-6.

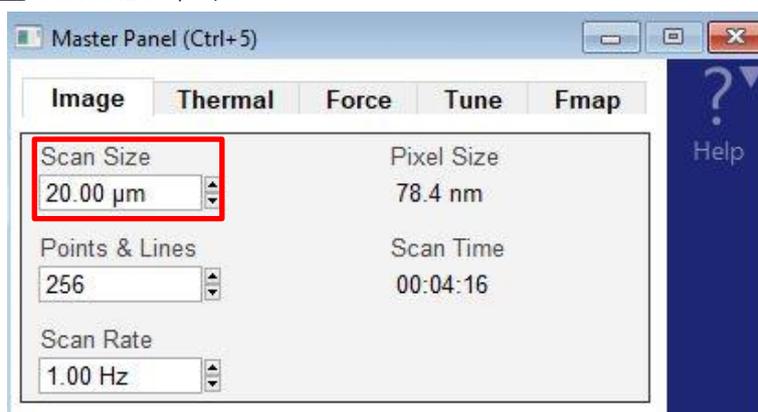
Litho PFM（默认此时已经找好写时的区域且未移动探针和样品）

在做 **Litho** 之前，应对样品的翻转电压有所了解。样品需要接地

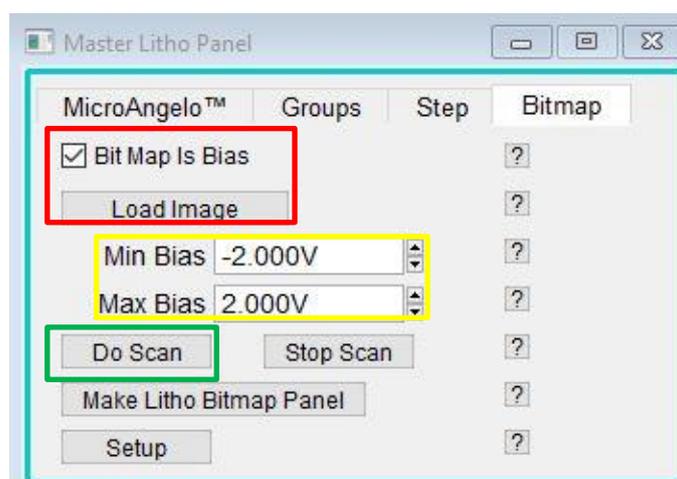
1, 软件选择 PFM—Litho PFM



2, 设置参数，主要设置 Scan Size 即可



3, 导入一张想要写入的灰阶图，点击如下图的 **Load Image**，选择图像。注意 **Bit Map is Bias** 前的方块应该勾选上

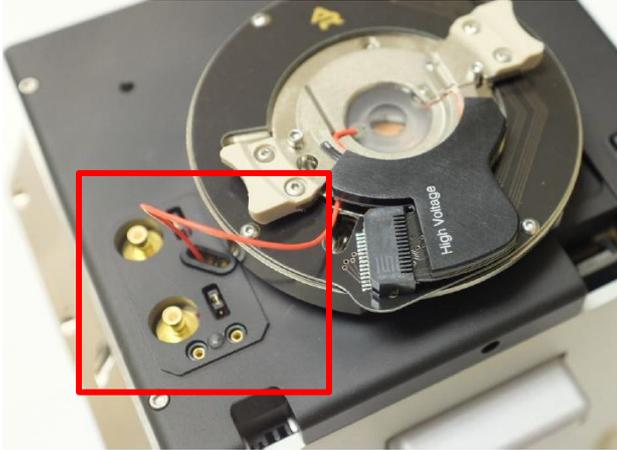


4, 将上图的 Min Bias 和 Max Bias 分别设置为样品的翻转电压（如何测量翻转电压请见 SS-PFM 章节）

5, 点击上图 **Litho Panel** 中的 **Do Scan**，软件会在扫描的过程中给探针加电压写时，写好后切换到单频 PFM 或 DART PFM 读取即可，具体操作见相关章节

Cypher 系统可以从控制器生成 $\pm 10V$ 以内的电压，这足够运行绝大多数 AFM 模式，但是对于特定技术，尤其是 PFM 还是存在一定局限性。在 PFM 中无论是 SS-PFM 还是写时往往都需要 $10V$ 以上的高压，这就需要有一个额外的高压模块来实现。

用户可以购买 Cypher 的高压模块，有了高压模块后系统可以施加高达 $\pm 150V$ 的电压。



左图为带有高压功能的 Cypher S Scanner 的外观图，标红处即为高压模块

高压 Holder 和普通 Holder 相比多出了一根红线，但是功能和使用方法几乎完全一致。在扫图时只有当 Holder 上的红线吸在高压模块的凹槽里时才能正常施加电压。

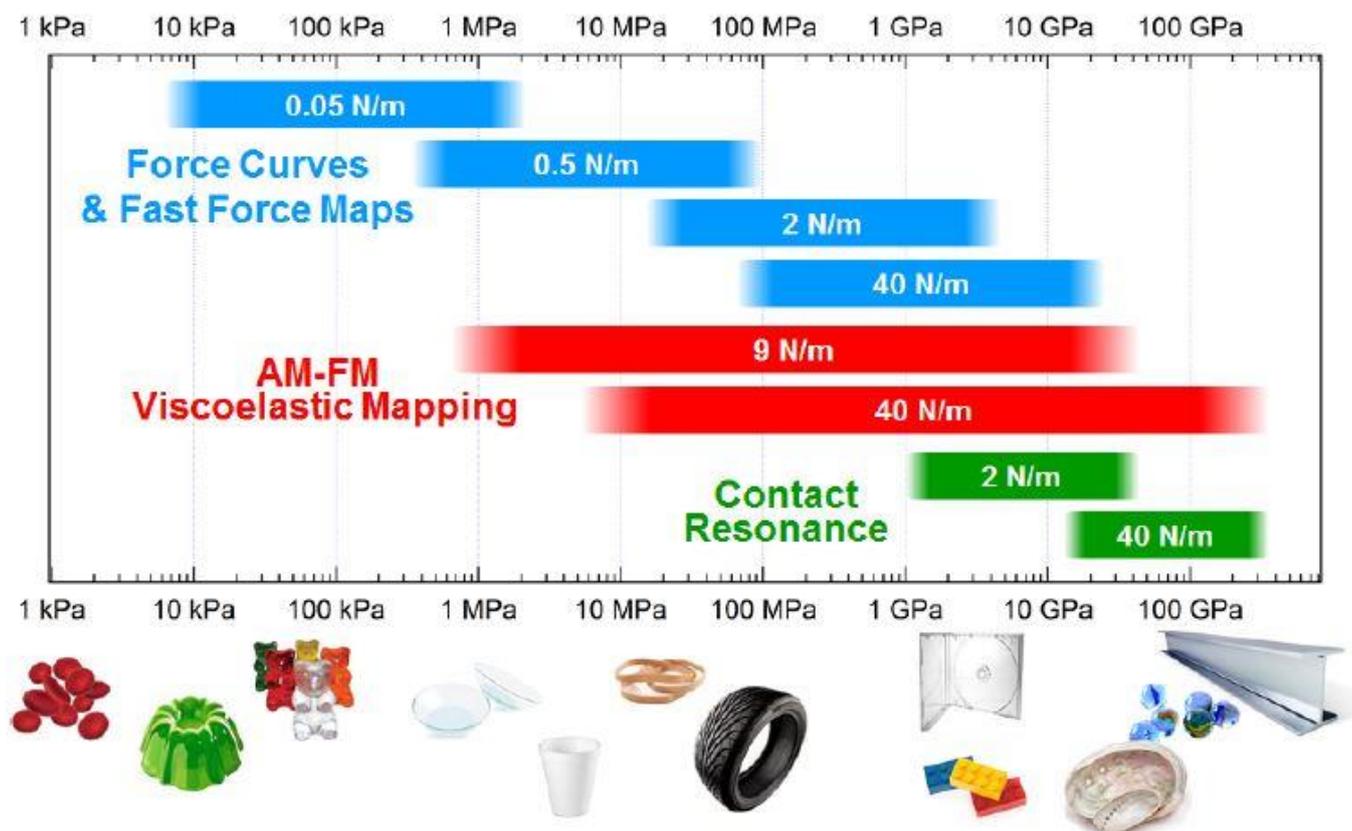
需要注意的是，在使用高压模块的功能时，Cypher 隔音罩的门必须为**关闭状态**。

注：高压模块能施加高达 $\pm 150V$ 的电压。在确认电路已断开前不要接近样品台。请只有接受过 Asylum Research 专门培训的实验人员操作此模块

第五章 纳米力学测量

Asylum Research AFM 的 NanomechPro™ Toolkit 提供了多种用于表征纳米力学的模式，可对材料的各种力学性能进行准确的测试，如粘弹性，弹性模量和粘附力等。

下图列举了常见的三种表征方式：力曲线，AM-FM 和 Contact Resonance 及其应用范围。



Asylum 的软件内置了 Hertz, JKR, DMT 等多种数学模型，可用于对多种样品的不同力学特性进行准确拟合。除此之外，Asylum 的软件为开源设计，用户可以根据自己的样品编写公式，更有针对性的对实验数据进行拟合。

下文将对 Toolkit 里的主要模式进行简要介绍。

1, 力曲线及力矩阵图

力曲线是最常见的纳米力学表征手段，可以定量的检测样品的弹性模量，粘附力，以及范德华力等。力曲线的应用范围广泛，根据不同软硬程度的探针选择可以表征几十 kPa 到 GPa 的样品。用户也可以自定义力矩阵图中力曲线的数量，一张力矩阵图可以直

观的给出样品表面的高度，粘附力，以及弹性模量等信息。

在普通力曲线的基础上，用户还可以自行定义探针和样品的相互作用，来定量的研究样品的粘弹性表现。

2, 快速力矩阵图 (Fast Force Mapping)

上文提到的力矩阵图是一种强有力的纳米力学表征手段，但是一张较高分辨率的力矩阵图往往需要十几个小时的采集时间。Asylum 提供了另一种技术，快速力矩阵图 (FFM)，通过改变探针运动的轨迹以及 Z 方向快速的响应速率，将同样分辨率的力矩阵的采集时间降至几分钟。

3, Bimodal Dual AC™ Imaging

研究表明，探针在高频信号的驱动下对于样品的组分信息的检测具有更高的灵敏度。在 Bimodal 模式下，探针同时收到两个频率信号的激发。其中较低频率的信号和普通轻敲模式一样，用于对样品形貌的扫描以及相图的获取。而高频信号下得到和振幅图及相图，相比于低频下获得的信号具有更强的对比度和分辨率。

4, AM-FM 粘弹性图像

AM-FM 是 Asylum 独有的技术，是基于 Bimodal 模式下发展来可以定量检测样品粘弹性特性的技术。其可检测的范围很广，且可以同时提供储存模量，接触刚度，损耗模量等多种信息。和 Bimodal 模式一样，AM-FM 模式下探针也同时受到两个频率的信号激发。低频信号用于获取表面形貌，而高频信号则工作在频率调制模式 (FM) 下。FM 模式对于样品的接触刚度和弹性模量十分敏感，所以频率图本身既可以定性的对比不同材料的力学特性。而通过校准和数学模型的拟合后，更是可以定量的进行分析。

AM-FM 基于轻敲模式，所以其具备了轻敲模式的快速，高分辨率的特点，同时也加强了对探针和样品的保护。

5, Contact Resonance 粘弹性图像

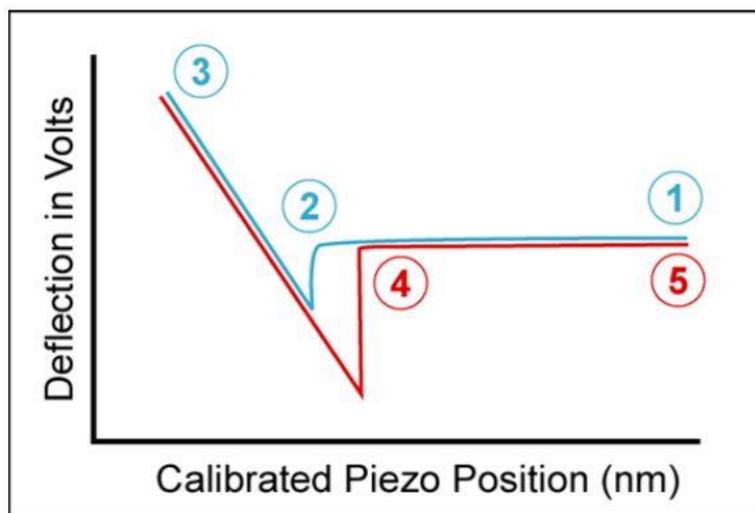
Contact Resonance 模式同样可以进行定量的对于弹性和粘性模量表征。这个模式基于接触模式，更适用于比较硬的样品（1-200 GPa）。在 CR 模式下，探针和样品相接触，然后在其接触共振频率下被激发，通过对其接触共振峰的频率和品质因子（Q）的计算从而定量对样品的力学特性进行分析；其中，峰的频率取决于样品的弹性模量，而 Q 值则取决于样品的粘滞阻尼。

深层次的理解材料的纳米力学性质对于学者们对于材料的研究十分关键。而材料的多样性使得单一的 AFM 技术并不能满足研究的需求。Asylum Research 提供了多功能的 NanomechPro 工具包，您可以根据不同的研究需求与应用领域任选其中的不同模式。

力学测试往往需要我们事先对于 AFM 探针进行校准，校准的方法请见下文。

力曲线及力矩阵图

力曲线通过研究 AFM 探针和样品的相互作用来测量分子内/分子间作用力，以及样品的力学特性。在大气环境下做出的力曲线往往如下图所示，其 X 轴为压电陶瓷沿 Z 方向的位移，Y 轴为悬臂梁在 Z 方向的偏转（Deflection）



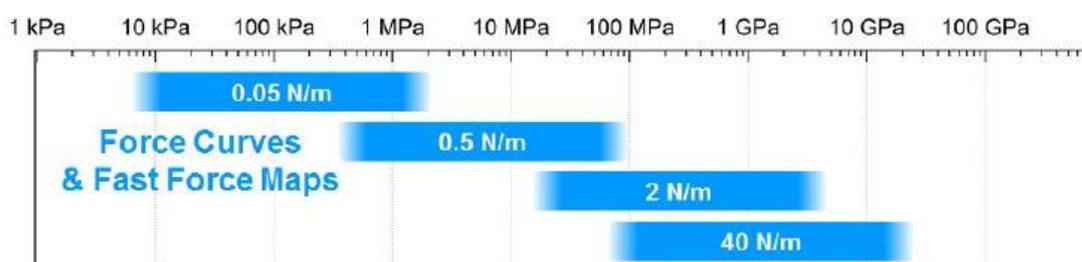
我们将力曲线分为如上图所示 5 个部分，其中

- 1, 蓝色线从右到左, 此时探针逐渐接近样品, 但仍有一定距离, 两者没有相互作用力, 所以悬臂梁没有偏转。
- 2, 蓝色线突然下沉, 此时由于探针非常接近样品, 分子间的吸引力使得探针突然地落在样品上, 导致悬臂有一个突然的向下偏转。
- 3, 蓝色线从右到左, 探针上施加的力逐渐增加, 压入样品内, 直到达到一个用户预设值, 即 **trigger point**, 这个过程中悬臂梁逐渐向上偏转
- 4, 红色线从左至右, 此时探针上施加的力变成相反方向, 探针试图脱离样品表面, 但同样由于**粘附力 (adhesion)** 的作用, 只有当施加的力克服了粘附力时, 探针才能突然脱离, 导致悬臂梁先是向下偏转(反向施力), 然后有一个突然的向上偏转(脱离样品)。
- 5, 红色线从左至右, 探针逐渐更加远离样品, 两者没有相互作用力, 所以悬臂梁没有偏转。

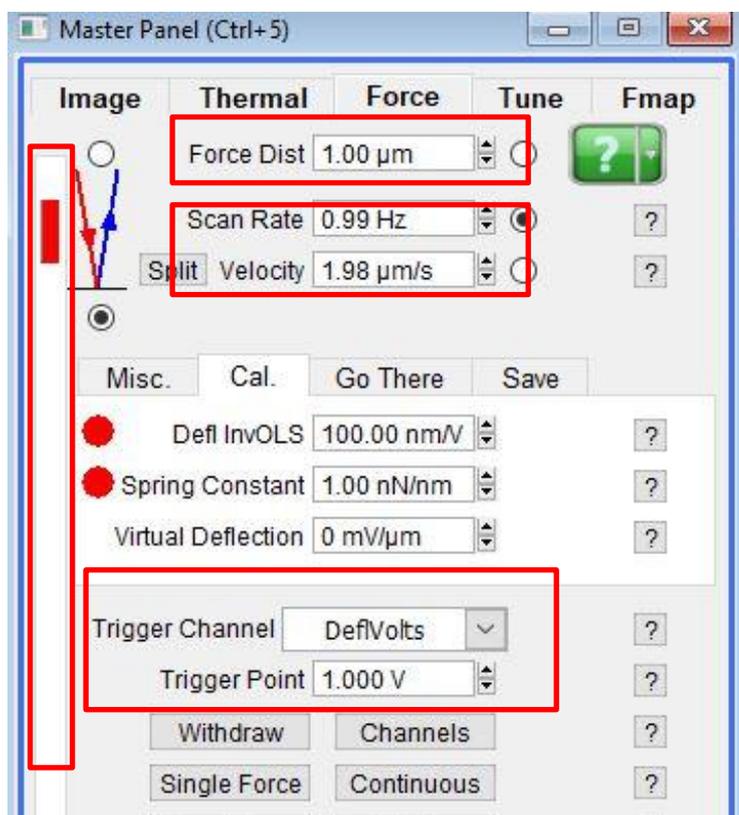
因此，通过研究力曲线的倾斜部分，即当探针以一定的载荷压入样品表面的过程，我们可以研究样品的模量等性质，而研究探针突然脱离样品的部分则可以直观的得到粘附力。

在做力曲线前需要选择合适的探针，太硬的探针容易忽略掉比较小的力，而太软的探针又不适合施加比较大的力。而样品的软硬程度也同样应该被计入考量。

选择探针时可以根据样品的大致模量参考下表



在做力曲线前应先使用上文提到的方法对探针进行校准，得到准确的 **InvOLS 值** 和 **k 值**。力曲线的操作面板见下图，这里将对其中主要的参数进行介绍，用户也可参考英文说明书 ‘Applications Guide’ 进一步的学习



1, 图中左边的白色长条是 Z 方向压电陶瓷可伸长的长度，约为 5 微米，顶部代表压电陶瓷完全收缩，底部代表其完全伸展

2, 白色长条中的红色方块等同于右边的参数 “Force Dist”，红色方块的长度代表了在做力曲线时，压电陶瓷伸长/收缩的最大距离。因此可以通过设置红色方块的长度来控制这个距离，并通过拖拽红色方块在白色长条中的相对位置来设置力曲线初始和结束时的位置

3, Scan Rate 和 Velocity 都是压电陶瓷移动的速度

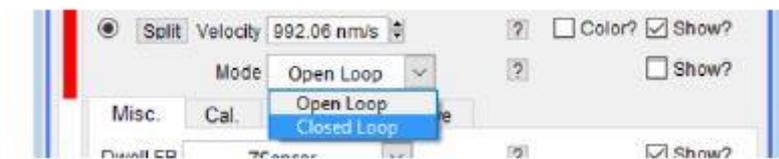
4, Trigger Channel, 有多种频道可以选择, 通常设置为 Force 或者 Deflection
Trigger Point, 即上文提到的探针施加力, 直到达到此值, 探针开始回退

力曲线的具体操作步骤如下：

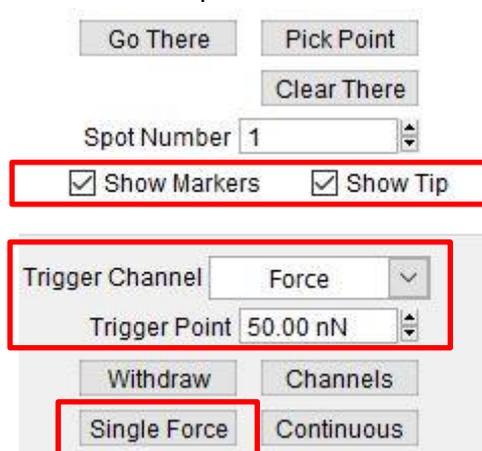
1，在接触模式或轻敲模式下得到样品的形貌图。若使用的是轻敲模式，须在面板中切换至接触模式以进行下一步力曲线的收集。



2，将力曲线模式设置为闭环模式（Closed Loop）



3，选择如下图所示的 Show Markers 和 Show Tip，此时在每个图像频道窗口，会出现一个圆形光标



3，将光标拖拽至感兴趣的区域，点击 Do IV Panel 中的 Pick Point，然后点击 Go There，可以在图像窗口看到一个红色圆点（代表探针位置）移动至光标所在处，且这个点被标记为 1

4，设置好 Trigger Channel 和 Trigger Point（Channel 通常如上图设为 Force，而 Trigger point 的设置则需根据探针，样品进行选择）

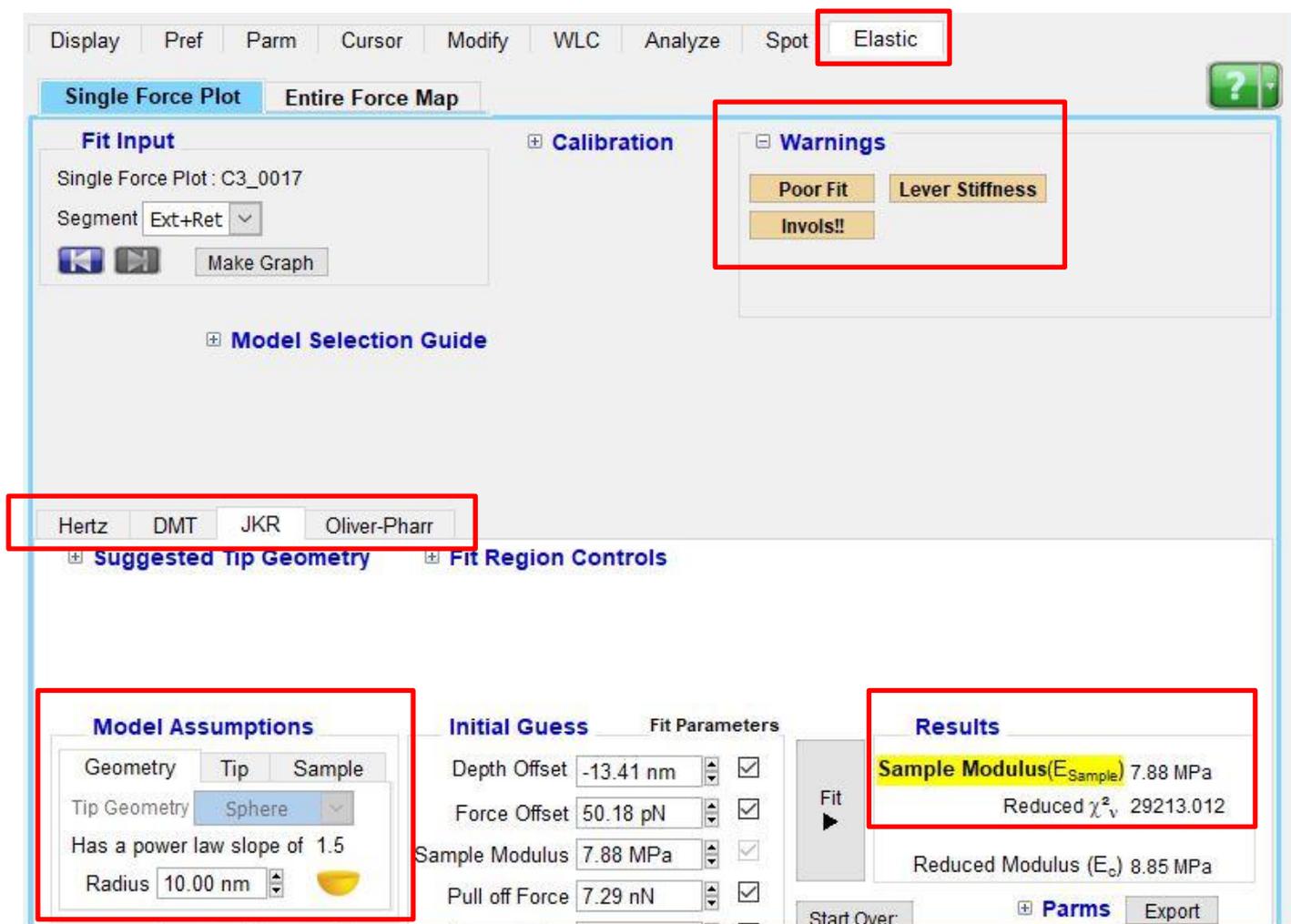
5，点击 Single Force

6，如果需要在更多点上做力曲线，重复步骤 3-5.

对于力曲线的分析：

Asylum 的软件内置的 Master Force Panel 可以方便、快速而准确的将力曲线结合多种数学模型进行拟合，以定量的分析材料的力学特性，尤其是杨氏模量。

软件界面如下图所示



软件的使用十分简单，在导入需要分析的力曲线后，用户需要根据样品自身的特性，选择相应的数学模型，如 Hertz，JKR 等。这一步骤需要用户对于纳米力学学科有一定的积累。

选择好数学模型后，用户仅需进一步在界面左下角填入相关参数即可。注：不同的数学模型在此处需填入不同的参数

此时软件会在 Results 处直接给出样品的杨氏模量值。

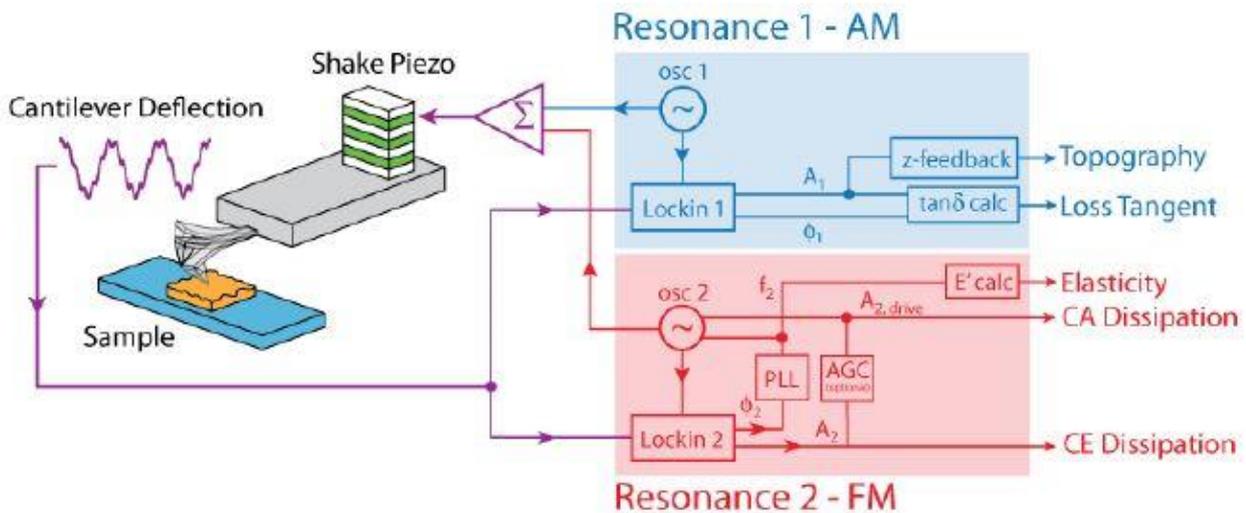
值得注意的是，在软件的右上角有一个 Warning 区域，在这个区域软件往往会显示出在拟合过程中遇到的异常，用户可以参考这里给出的信息对于一些参数进行调整

AM-FM 模式

AM-FM 模式可以在 blueDrive 的驱动下进行，如果设备没有配备 blueDrive，则建议使用 High Frequency Holder 搭配 V15 或 V16 版本软件操作。

AM-FM 技术结合了普通的振幅调制轻敲模式（AM mode）和灵敏度较高的频率调制模式（FM mode）。在操作过程中，有两个不同频率的信号同时被用于激发探针，因此也需要两个反馈回路同时工作。其中一个反馈回路用于普通振幅调制轻敲模式，即为检测并收集样品形貌信息；而另一个反馈回路则作用于同时加在探针上的第二个高频信号，使其稳定在 90° ，从而更精准的检测并收集样品的力学特性。

AM-FM 的原理图如下：

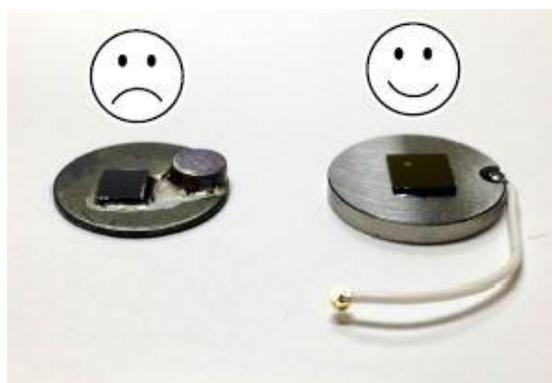
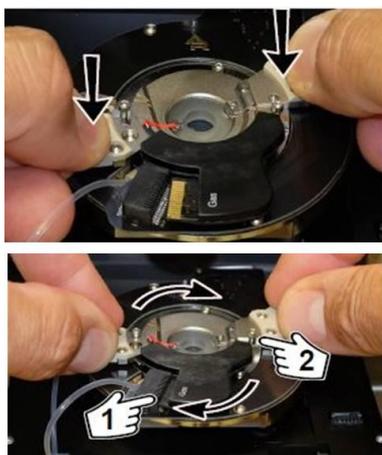


1, 确认控制器电源, 激光开关以及软件全部打开

2, 打开 Cypher 隔音罩的门, 将 Scanner 右侧的黑色把手抬起, 轻轻将 scanner 拉出 (注: 请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离, 以防其滑出隔音罩)

3, 装针, 将样品放在样品台上, 首先确认样品和 Holder 间有足够的距离, 不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示, 将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝, 轻轻向下压 Holder, 以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈, 增强腔体的密闭性, 然后顺时针旋转 Holder, 将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时, 只接触 Holder 两侧的塑料部分, 尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。

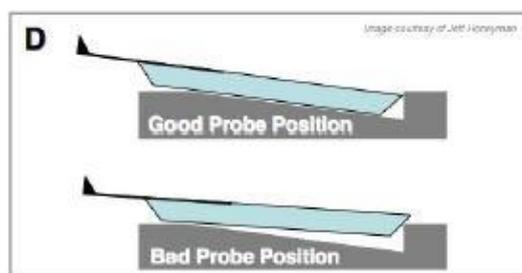
常用探针有: AC-160, AC-240, 和 Arrow UHF/FS-1500。AM-FM 对于样品表面的清洁度要求很高, 因此制样时应尽量保证样品表面干净, 且需要确保待扫描的区域位于样品的最高点, 更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注: 由于装针和样品制备不当导致的常见问题:

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多, 导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针, 装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色, 激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

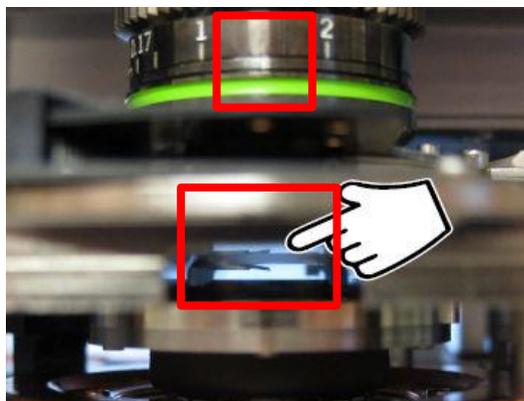
这可能同样是由于装针位置不对, 导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针, 装针位置如上图所示。如果问题仍然存在, 可能是金属压片下有碎屑, 应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致, 一般不推荐使用双面胶固定样品, 因为双面胶会引起倾斜, 蠕变, 固定不牢固等问题, 推荐使用 AB 胶, 导电银胶, 热熔胶等。

4, 将 Scanner 推回初始位置, 并将其右侧的黑色把手拉下, 确认物镜的聚焦矫正环 (如下图) 对应应在 1.5 的位置, 关上隔音罩

5, 肉眼观测探针的样品间的距离, 并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮, 直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置

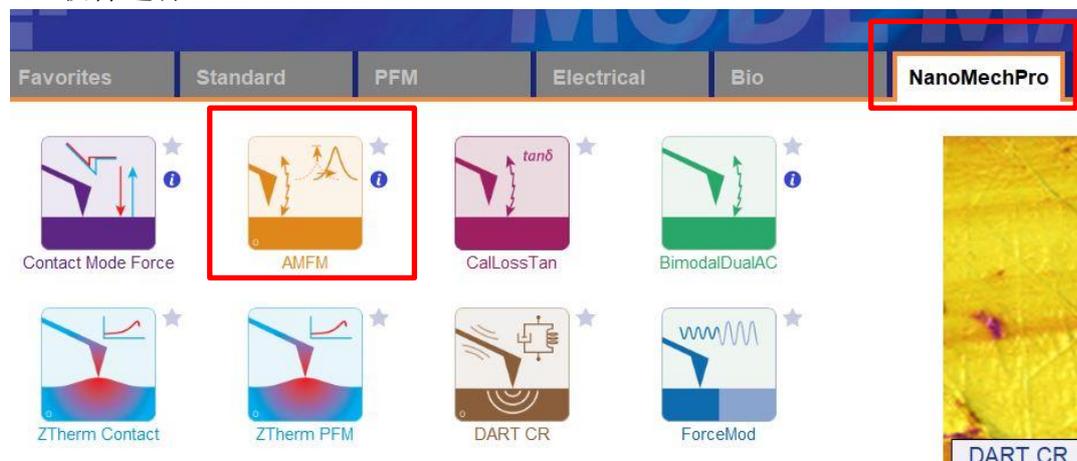


注:

*如果探针没有随着旋钮扭动而下降, 应查看软件中的 Engage Panel 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告, 此时直接点击窗口中的“Initialize Motor”即可

*探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快, 建议初学者仅小幅度的扭动旋钮, 以防探针撞到样品上, 严重的甚至可能损坏设备

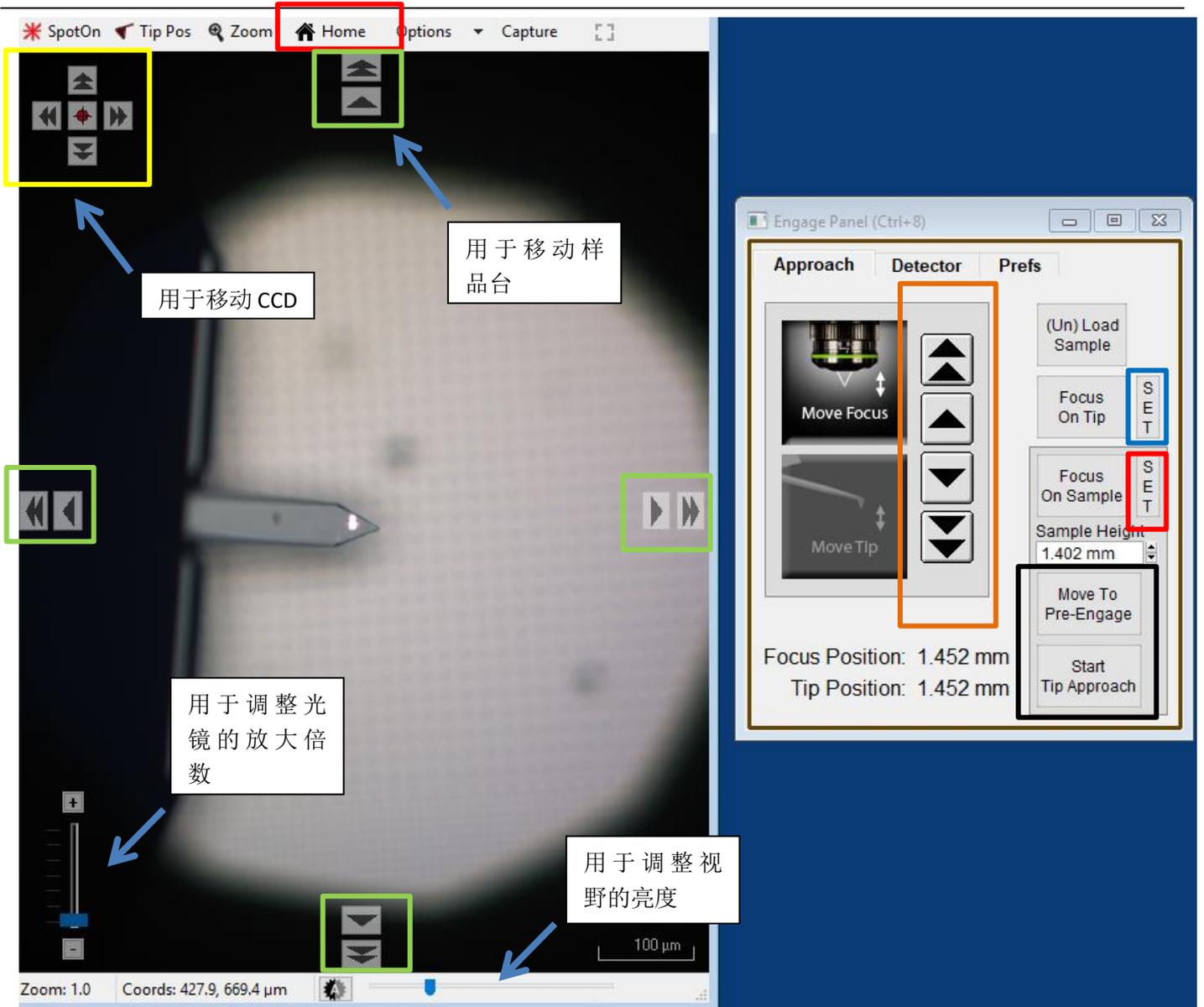
6, 软件选择 NanoMechPro---AMFM



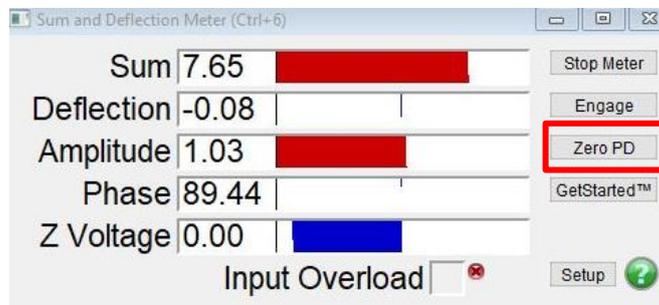
7, 在如下图左侧所示的 Video 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标) 中点击 Home 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

8, 通过下图右侧 Engage Panel 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 Focus on Tip 的右侧标蓝的“SET”; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 Focus on Sample 的右侧标红的“SET”

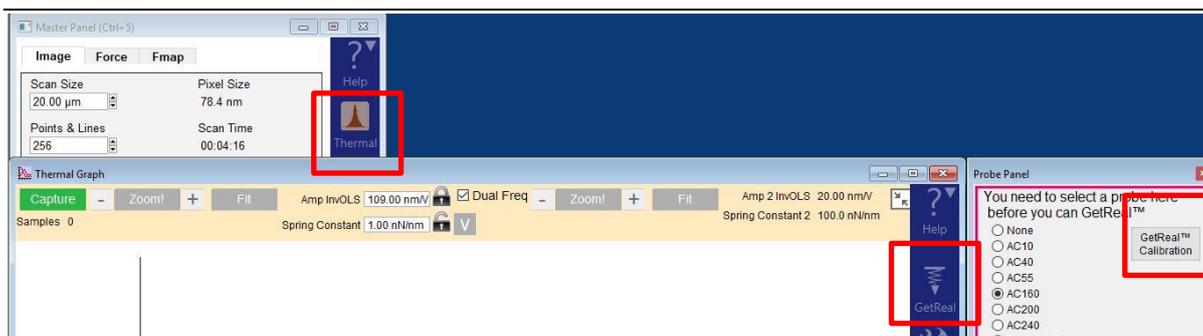
9, 点击 Focus on Tip 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置, 可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置 (按住 Shift 键可实现微调)



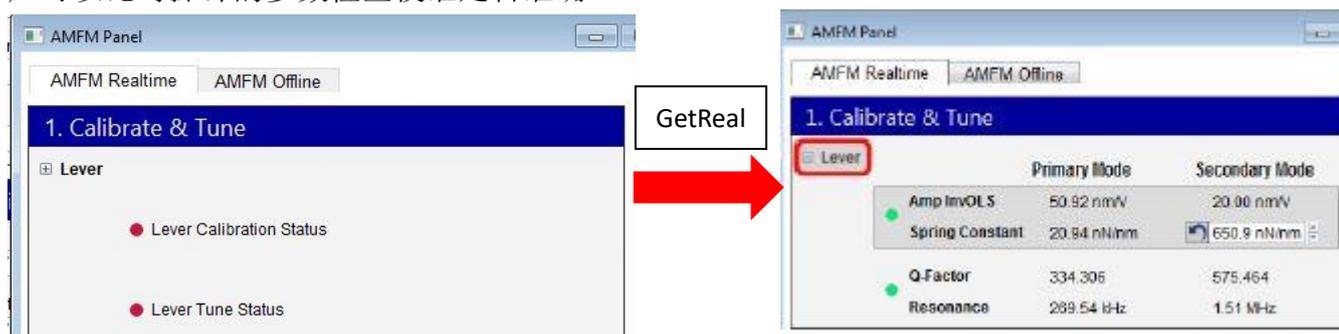
10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”，这会使探针位于样品表面 50 μ m 的位置。观察激光光斑是否有偏移，如果有可以微调其位置。点击 Sum and Deflection Meter 窗口的 Zero PD 使 Deflection 清零（接近 0 即可）。



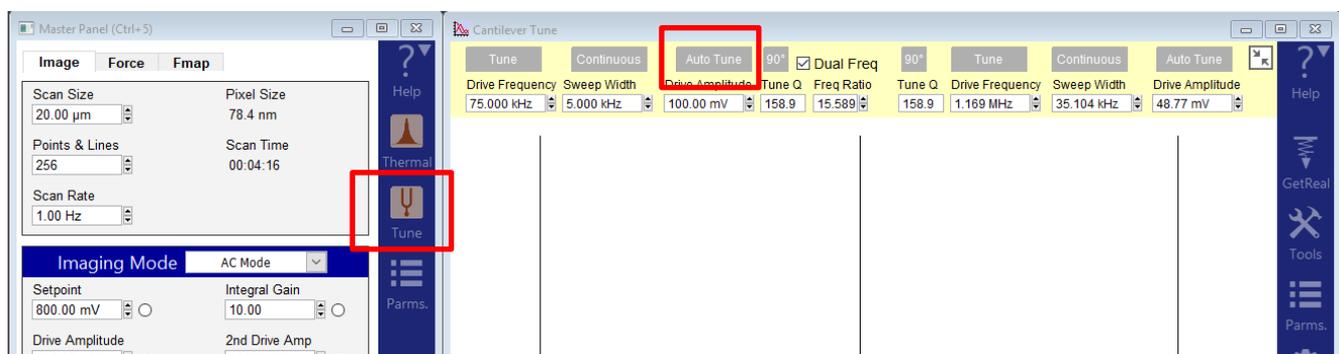
11, 校准探针。在 Master Panel 中选择 Thermal----GetReal，在弹出的窗口选择本次实验使用的探针，点击 GetReal Calibration（具体操作见下图）软件将自动对探针的力学特性进行校准



探针校准完成后 AMFM Panel 的“1.Calibrate & Tune”应更新显示探针的力学常数（如下图右图），用户可以比对探针的参数检查校准是否准确

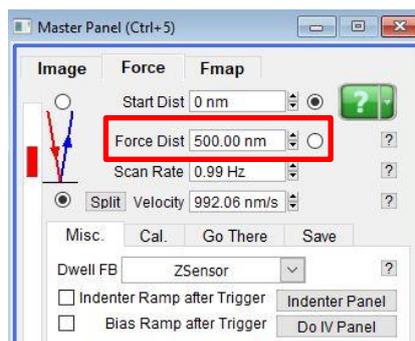


12, 寻峰/Tune, 在 Master Panel 中选择 Tune, 点击弹出窗口左侧的 Auto Tune (注: 这一步只是为了下针, 因此只需将本征共振峰找到即可)



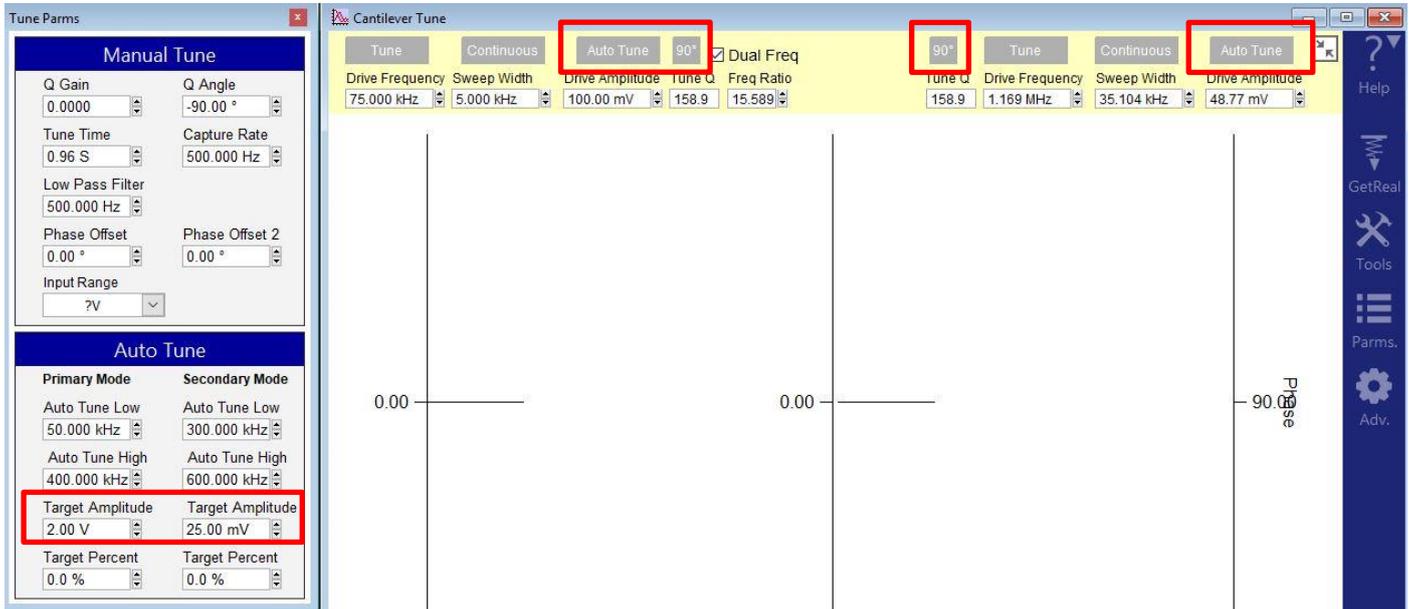
12, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品, 将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的“Start Tip Approach”开始自动下针, 下针成功后会有警示音发出。

13, 在 Master Panel 中选择 Force Panel, 将 Force Dist 设置为 500nm, 点击窗口下方的 Single Force。这一步的目的是通过做力曲线, 使探针停留在样品表面 500nm 的位置。

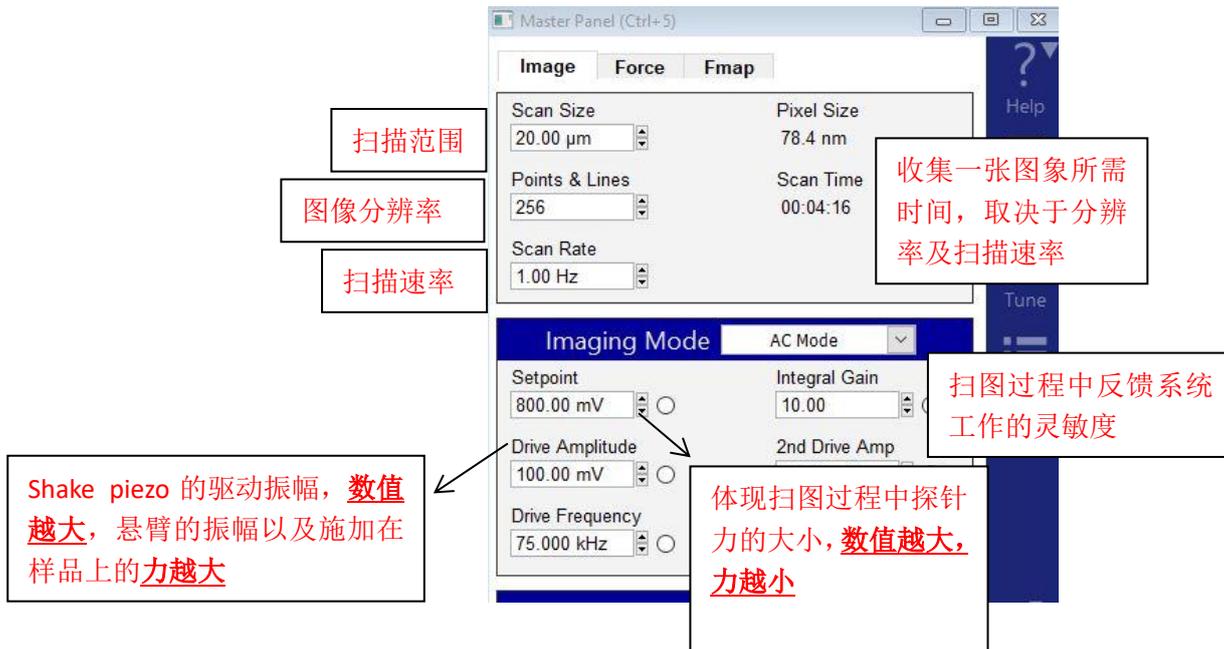


14, 分别点击下图左右两个 Auto Tune 再次寻峰, 由于此时探针离样品较近, 可以避免 phase 值在扫描前再发生变化。在这一步要确保 Phase1 和 Phase2 都被设置为 90°, 如果有偏差可以多次点击 90° 的图标

注: Auto Tune 前应确认两个 Target Amplitude 分别为 2V 和 25mv



15, 扫描参数设置



注: Setpoint 和悬臂的自由振幅 Free Amplitude (即为 Auto Tune 步骤中设置的 Target Amplitude) 的比值体现扫图过程中探针力的大小, 所以 **setpoint 的数值必须设置为小于自由振幅 Free Amplitude 的值**。但是由于在 Auto Tune 时本征共振频率下自由振幅默认值为 2V, 所以可以近似理解为 **setpoint 值越小, 探针施加的力越大, 反之亦然**

16, 点击 Frame up/down 开始扫描。若 Height Retrace 窗口下的红蓝线此时非常不重合, 可能是由于 setpoint 设置不当, 导致虚假下针, 可以适当减小 setpoint, 或者增大 drive amplitude, 重新下针并扫描。

注：轻敲模式下 AFM 会检测悬臂振幅的变化。随着探针向下移动，悬臂的振幅也会随之衰减，当其从 Free Amplitude 衰减到 Setpoint 时即认为下针成功。所以可以理解当我们加大 Drive Amplitude（导致 Free Amplitude 加大），或者减小 setpoint 时，都会导致探针向下移动的距离增加，即探针与样品的距离变小。

17. 扫描过程中参数的调节

(1) 扫描过程中应观察 Height Retrace 窗口下的红蓝线是否重合，如果红蓝线完全重合，表明此时的扫描参数设置的合理，不需要进一步调节。

如果红蓝线并不重合，可以尝试如下几步：

~增加探针的力的大小，即**减小 setpoint 或者增大 Drive Amplitude**。

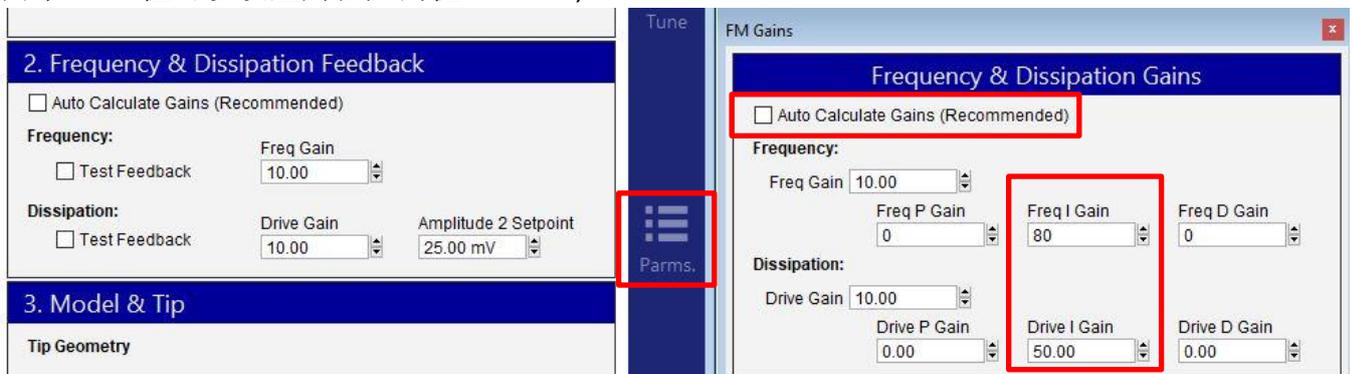
~增加反馈系统的灵敏度，即**增大 Integral Gain 值**。注：过大的 gain 值会引起系统震荡，体现为图中出现明显波纹状噪音

~降低扫描速率即 scan rate

~若仍不能使红蓝线重合，应考虑探针选择是否合理，或是否当前探针已经被污染或磨损，尝试更换新的探针

(2) 扫描过程中应确保 Sum and Deflection Meter 中的 Phase1 远小于 90° （通常为 40° 左右），即探针时刻处于斥力区间。如果不能实现则需要增大 Drive amplitude 知道 Phase1 值稳定与 40° 左右。

(3) 观察 Frequency 和 Dissipation 等几个窗口下的红蓝线，若其非常不重合则需手动调节 Frequency & Dissipation Gains。这几个值通常由系统自动设置，若需手动调节，请见下图。首先点击 AMFM Panel 中的 Parms，在弹出来的右侧窗口中不勾选 Auto Calculate Gains 前的小方块，然后即可手动调节下面的几个 Gain 值，主要调节 Freq I Gain 和 Drive I Gain 即可。注：这两个 Gain 值可以设置为很大的值（ $10\sim 10,000$ ）



(4) 在 AMFM Panel 中还可手动选择用于计算杨氏模量的拟合模型和探针半径参数，用于更准确的检测样品的力学性能



18, Reference Sample

在扫描的过程中调节 Model & Tip 窗口的 Tip Radius 时，很小的改变都会导致 Young's Modulus 窗口数值发生很大变化。因此，准确的知道所使用探针和样品的真实接触半径对于测量样品的力学性质非常的关键。

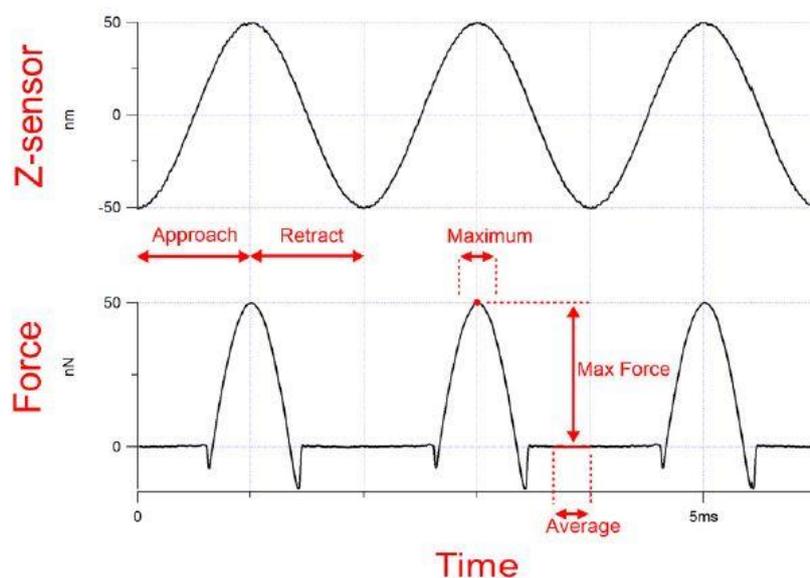
建议用户在测量未知样品前先准备一个已知杨氏模量的标样，且其杨氏模量应与未知样品近似。首先使用 AM-FM 技术对标样进行扫描，在扫描的时候不断调整 Tip Radius，知道 Young's Modulus 窗口的数值和标样的已知杨氏模量相等，将此 Radius 值记下。换上待测的未知样品，使用相同的探针，在 AM-FM 模式下扫图，输入刚才记下的 Radius 值，此时 Young's Modulus 窗口反应的应该就是样品的真实力学特性了。

17, 扫描结束后，退针，取下探针，收起样品，关上激光并关上软件。若近期内仍需要使用 AFM 则无需关闭控制器和电脑工作站

快速力矩阵模式/Fast Force Mapping (FFM)

力矩阵是一项可以同时收集样品形貌信息和力学特性的技术。系统会在扫描范围内在用户自定义的每一个像素点处做一个力曲线，同时从力曲线中提取出该点的形貌和力学信息。但是传统的力矩阵成像很慢，较高分辨率的图像需用十几个小时来采集。而 Cypher 系统的 FFM 技术具有很高的数据采集速率，且其 Z 轴可以被频率高达 1000Hz 的正弦波电压驱动，这都大大缩短了成像时间。相比于之前的十几个小时，同等分辨率的图像在 FFM 模式下仅需几分钟就可以得到。

下图分别为 FFM 模式下 Z 轴的运动方式和其施加的力的示意图



FFM 模式需要特定的软件授权，用户可以直接联系 Asylum Research 的工程师咨询更多的相关信息。

下文将介绍接触模式下 FFM 的操作步骤

FFM in Contact Mode

运行 FFM 需要 16 版本软件，且只有在获取软件授权后才能进入该模式，对于 Holder 没有特殊要求。

FFM 位于软件 NanoMechPro 中，见下图。



进入 FFM 的软件环境后软件会自动以“GetStarted”功能引导用户一步步的进行操作。软件会引导用户设置扫描范围，图像分辨率，预计样品粗糙度，Z 轴运动速率，SetPoint，Force Distance 等信息。整个过程很简单，因此不再赘述。

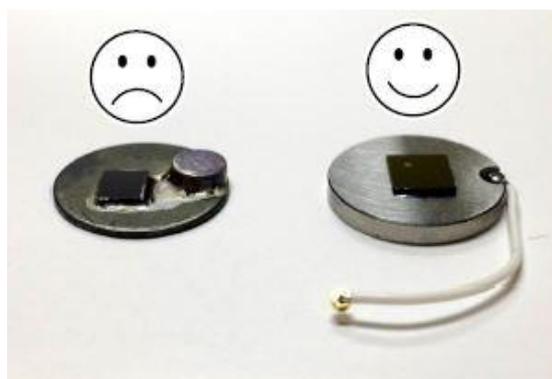
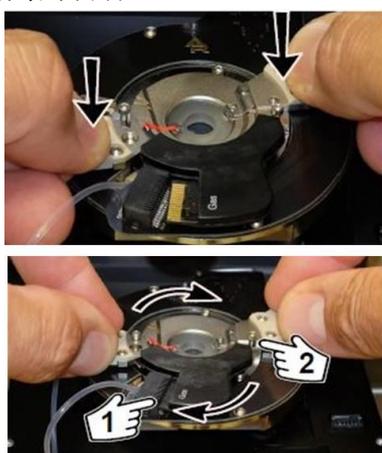
除了 GetStarted 智能扫描外，FFM 也可由用户手动自行设置，请见下文。

1，确认控制器电源，激光开关以及软件全部打开

2，打开 Cypher 隔音罩的门，将 Scanner 右侧的黑色把手抬起，轻轻将 scanner 拉出（注：请勿将 Scanner 拉出超过其侧面宽度的一半的距离，以防其滑出隔音罩）

3，装针，将样品放在样品台上，首先确认样品和 Holder 间有足够的距离，不要在安装 holder 的过程中撞到探针。如下图所示，将 Holder 上的两个空隙分别对准 Scanner 上两根螺丝，轻轻向下压 Holder，以压紧 Holder 上的橡胶 O 圈，增强腔体的密闭性，然后顺时针旋转 Holder，将金色芯片插入槽内。再用螺丝刀分别拧紧两颗螺丝。注意在手持 Holder 时，只接触 Holder 两侧的塑料部分，尤其注意不要碰到 Holder 表面的电线。

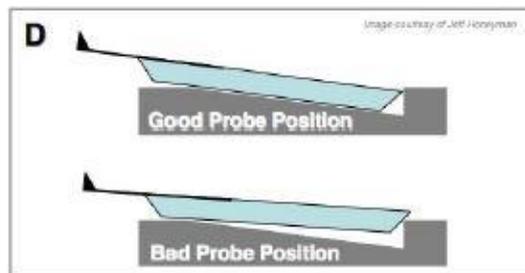
在制样时，需要确保待扫描的区域位于样品的最高点，更不要如下图所示在铁片上放置比样品高度更高的物体。



注：由于装针和样品制备不当导致的常见问题：

~激光光斑可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

这是由于装针时铁片压住悬臂梁 chip 部分过多，导致悬臂倾斜角度不够。应考虑重新装针，装针位置如下图所示



~悬臂在 CCD 上显示为金色，激光可以打在悬臂上但是 Sum 值很低

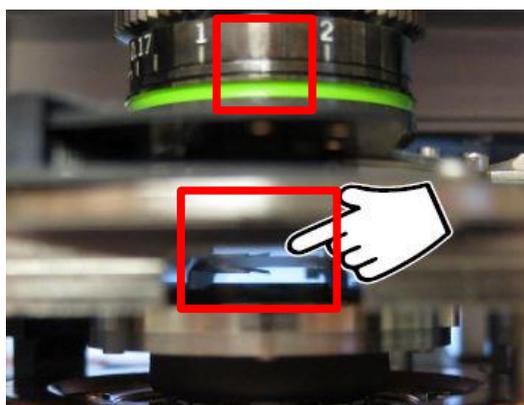
这可能同样是由于装针位置不对，导致悬臂倾斜角度过大。应考虑重新装针，装针位置如上图所示。如果问题仍然存在，可能是金属压片下有碎屑，应使用洗耳球或气瓶吹干净金属压片下面的区域。

~同一位置连续扫描过程中样品出现明显漂移

最常见的是由于样品固定方式导致，一般不推荐使用双面胶固定样品，因为双面胶会引起倾斜，蠕变，固定不牢固等问题，推荐使用 AB 胶，导电银胶，热熔胶等。

4，将 Scanner 推回初始位置，并将其右侧的黑色把手拉下，确认物镜的聚焦矫正环（如下图）对应应在 1.5 的位置，关上隔音罩

5，肉眼观测探针的样品间的距离，并小心缓慢地逆时针旋转 AFM 主机上的旋钮，直至探针下降至样品表面 1-2 毫米左右的位置



注：

***如果探针没有随着旋钮扭动而下降，应查看软件中的 Engage Panel 是否显示标红的需要进行马达初始化的警告，此时直接点击窗口中的“Initialize Motor”即可**

***探针下降的速度随着旋钮扭动幅度的变大而变快，建议初学者仅小幅度的扭动旋钮，以防探针撞到样品上，严重的甚至可能损坏设备**

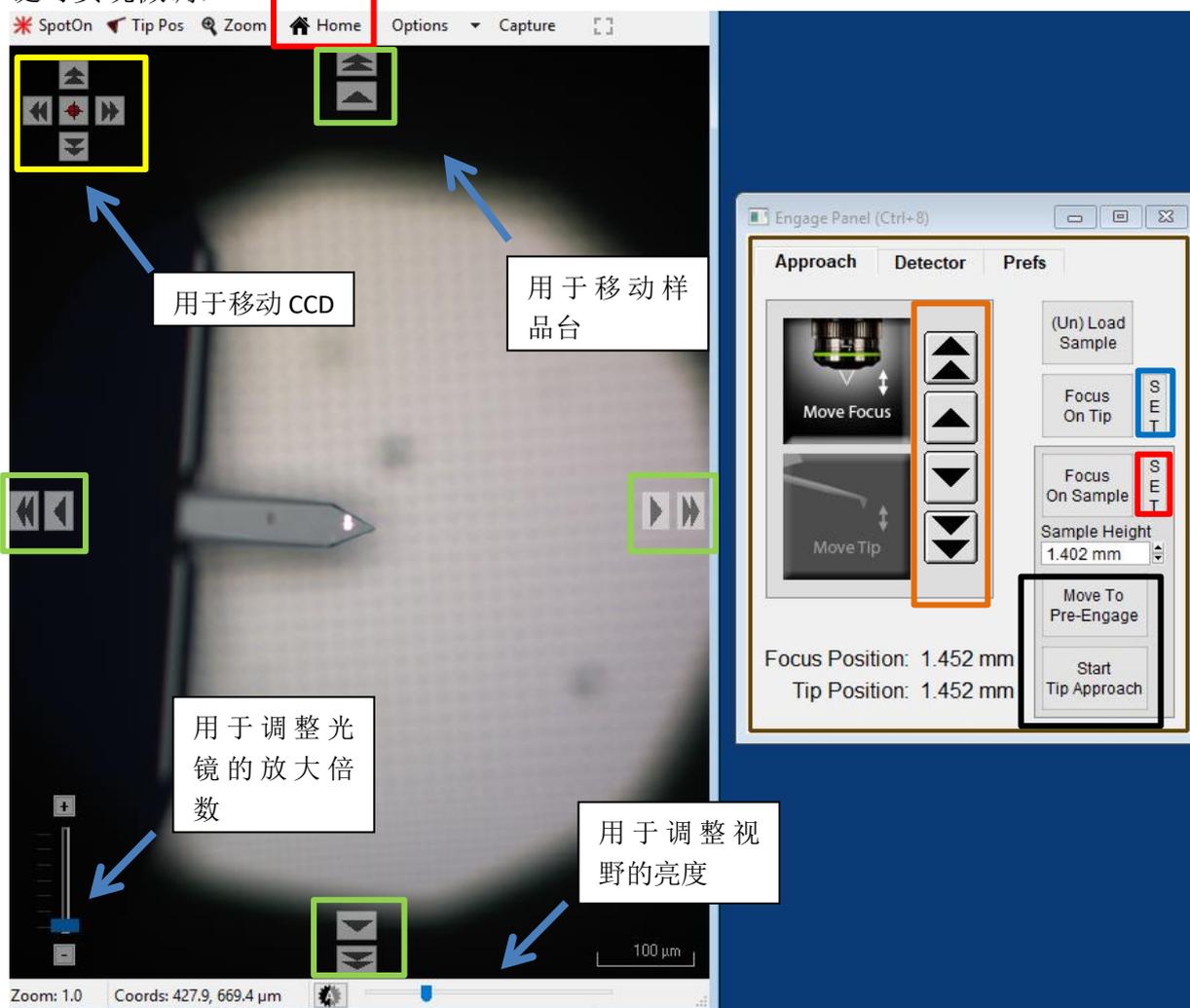
6, 软件选择 Contact Mode, 进入接触模式的软件环境



7, 在如下图左侧所示的 Video 窗口 (若此窗口没有自动弹出则点击软件下方的照相机 logo 的图标) 中点击 Home 键, 此时应大致可以看到悬臂梁的轮廓, 或者可以判断出悬臂梁位于当前视场的哪个方向。借助窗口左上角的一组箭头 (下图标黄) 将悬臂放在视场的中心。

8, 通过下图右侧 Engage Panel 中标为棕色的一组箭头调节聚焦, 直至悬臂的尖端最为清楚, 点击 Focus on Tip 的右侧标蓝的“SET”; 继续向下调节聚焦, 直至聚焦在样品表面上, 点击 Focus on Sample 的右侧标红的“SET”

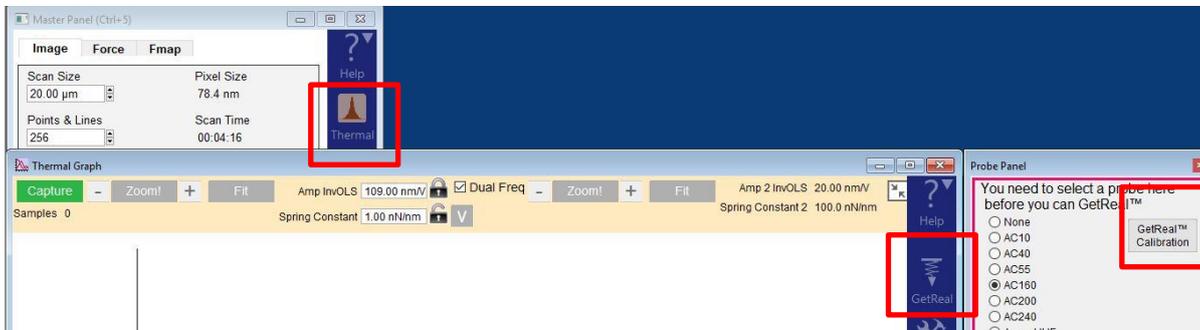
9, 点击 Focus on Tip 使聚焦面回到悬臂。在悬臂梁尖端位置 (如下图亮点位置) 点击鼠标右键, 选择“Spot On” 此时激光光斑应出现在相应位置, 可以借助左上角标黄的箭头调整激光位置 (按住 Shift 键可实现微调)



10, 点击上图右侧标黑的“Move to Pre-Engage”，这会使探针位于样品表面 50μm 的位置。观察激光光斑是否有偏移，如果有可以微调其位置。点击 Sum and Deflection Meter 窗口的 Zero PD 使 Deflection 清零（接近 0 即可）。



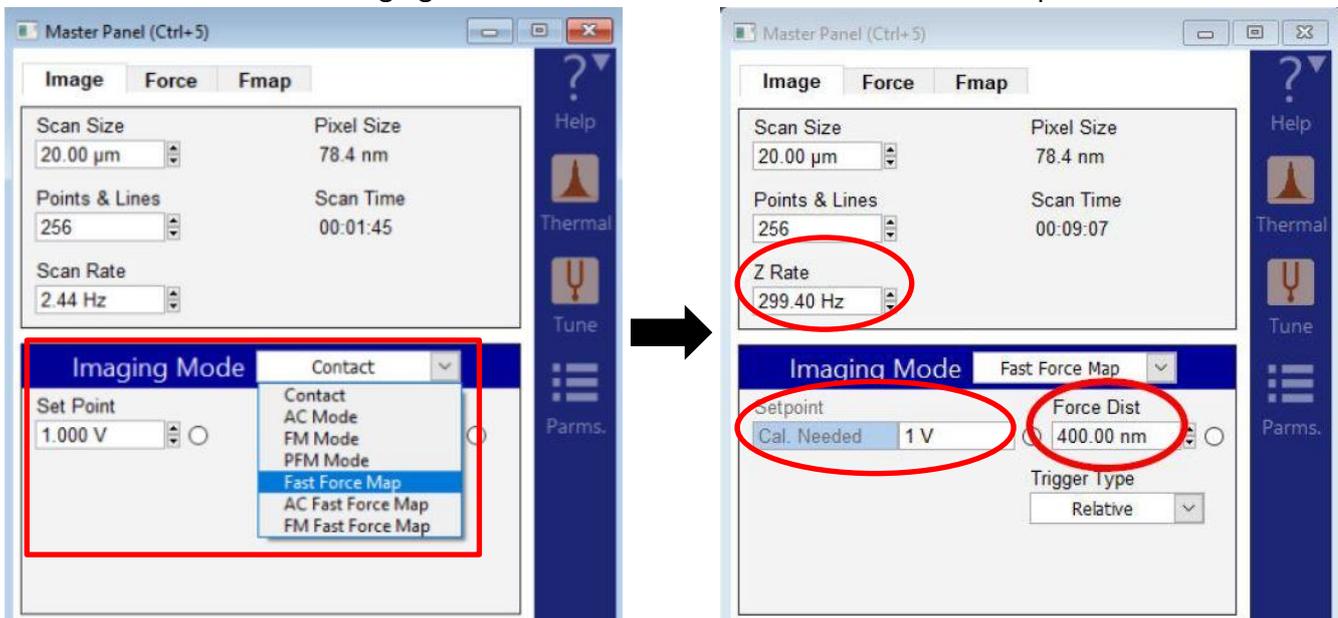
11,校准探针。在 Master Panel 中选择 Thermal---GetReal，在弹出的窗口选择本次实验使用的探针，点击 GetReal Calibration（具体操作见下图）软件将自动对探针的力学特性进行校准



探针校准完成后“Spring Constant”应更新显示校准过的探针的弹簧常数，用户可以比对探针的参数检查校准是否准确。

12, 此时可以点击 Video 窗口标绿的一组箭头来移动样品，将感兴趣的区域移至探针下方。点击 Engage Panel 中的“Start Tip Approach”开始自动下针，下针成功后会有警示音发出。

13, 在 Master Panel 中 Imaging Mode 后的下拉菜单中，选择 Fast Force Map



在切换到 FFM 模式后，如上图右图所示，有三个参数发生了变化

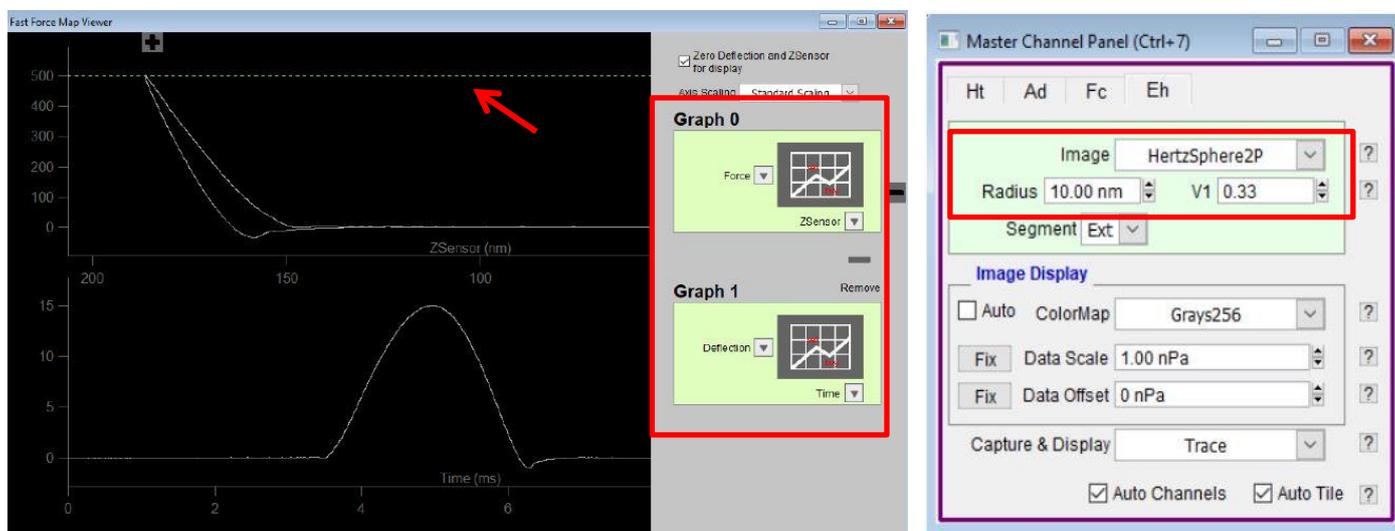
~Scan Rate 变为 Z Rate，即做力曲线时探针在 Z 方向上运动速率，这个值决定了图像收集时间，其最大值为 1000Hz

~Setpoint，在对探针进行校准得到探针的 InvOLS 和弹簧常数后，可在此处输入单位为 N 的数值。此时 Setpoint 即为力曲线中的 Trigger Point，即探针向样品施加的力达到此数值后探针抬起。

~Force Dist，做完一根力曲线时探针抬起的高度，也相当于下一根力曲线在 Z 方向的初始位置。设置此值时应考虑样品的粗糙度，较为粗糙的样品应设置较大的 Force Dist 数值。

用户在此时也可进行常规参数的设置，如 Scan size, Points & Lines 等

14, 点击 Frame up/down 开始扫描。在扫图时，软件会实时显示力曲线的形状，如下图所示。用户可自定义其 XY 轴，如下图所示的分别为 Force vs ZSensor 和 Deflection vs Time。图中红色箭头指向的虚线即为设置的 SetPoint



15, 软件会自动显示出四个频道的图像，分别为：

~Ht, Height, 形貌图

~Ad, Adhesion, 粘附力图

~Fc, Max Force, 误差信息，相当于接触模式下的 Deflection 图，突出样品表面形貌特征

~Eh, 杨氏模量，用户可以自行选择数学模型并输入相关信息，以得到准确的杨氏模量信息

注：由于 FFM 对于 Holder 没有特殊要求，若用户使用 ORCA Holder 搭配导电针使用，正确的制备样品，并手动在 Master Channel Panel 中添加 Current 图，按照上文提到的 FFM 操作即可在得到样品的形貌和力学信息的同时测得样品表面的导电性分布。这一技术也称为 Fast Current Mapping/FCM