

文章编号: 1001-4888(2008)03-0255-08

AFM 针尖压入测量中的非线性效应*

徐金明^{1,2}, 白以龙¹

(1. 中国科学院 力学研究所 非线性力学国家重点实验室, 北京 100190; 2. 中国科学院 研究生院, 北京 100190)

摘要: 根据 AFM (Atomic-Force Microscope 原子力显微镜) 实验得到的典型压入曲线给出了一种标定电压 - 挠度转化系数的方法。对压入曲线进行常规的数据处理, 结果显示在起始段和末段各有 5nm 左右的名义压入深度。然而, 有限元计算结果表明上述名义压入深度并非真正的针尖压入样品的深度。通过悬臂梁响应、光线传播、四象限接收器等几个方面的非线性效应分析, 得到了实验中各部分非线性效应对实验结果的影响方式和误差范围, 从而发现压入实验中四象限接收器上光斑相对移动引起的非线性效应是造成错误判读压入深度的重要原因。最后, 对如何减小测量误差和如何在一定误差范围内得到可靠的实验结果给出了一些建议。

关键词: AFM; 压入实验; 名义压入深度; 四象限接收器; 非线性效应

中图分类号: TH742.9 **文献标识码:** A

0 引言

自从 1986 年 Binnig^[1] 发明第一台原子力显微镜 (AFM) 以来, AFM 已被广泛地应用于表面形貌测量和表面力学性能的研究中。关于 AFM 测量本身的讨论和研究也成为被普遍关注的工作^[2,4-6]。冯龙岭, 邓仁亮讨论了四象限接收器的基本原理^[3]。我们在针尖压入实验的压入曲线起始段和末段观察到了 5nm 左右的压入深度, 但通过数值模拟发现对针尖施加与实验中相当大小的力时, 不会有这么大的压入深度。

本文通过对 AFM 悬臂梁、光线传播、四象限接收器几个环节的理论分析并结合实验结果来研究测量过程中系统的非线性效应。

1 针尖压入实验原理及标定

1.1 AFM 工作原理

AFM 针尖压入实验工作原理大体如下: 如图 1 所示, 外界输入电压控制样品台向上移动, 使样品从远离针尖的位置逐渐靠近悬臂梁顶端的针尖, 当样品离针尖到一定距离时悬臂梁突跳使针尖与样品接触, 此时样品与针尖之间作用力为引力, 悬臂梁有负向的挠度。继续使样品台向上移动从而使样品与针尖间作用力为压力, 悬臂梁产生正向的挠度。实验过程中激光束打到悬臂梁背面, 由悬臂梁反射到反光镜上再反射到四象限接收器的表面, 悬臂梁的挠度变化将导致四象限接收器上光斑的上下移动从而输出不同的电压值。实验过程中要记录样品台上移距离和四象限接收器的输出电压, 将电压转化为悬臂

* 收稿日期: 2007-08-03; 修订日期: 2008-04-14

基金项目: 国家自然科学基金委员会重点项目基金 (项目编号: 10432050) 和中国科学院知识创新工程领域前沿项目 (KJ CX2-YW-M04, KJ CX2-YW-L08) 资助

通讯作者: 徐金明 (1982 -), 男, 中国科学院力学研究所博士生, 主要研究领域: 微 - 纳米尺度力学行为。E-mail: xujinming@ustc.edu

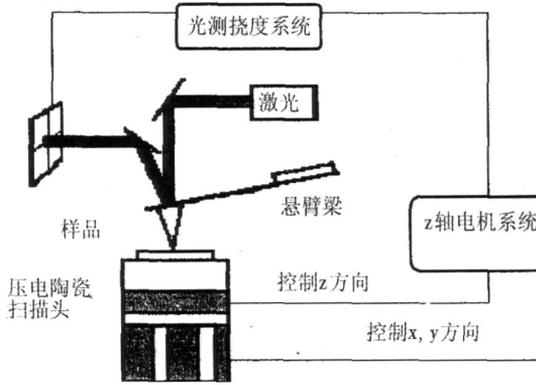


图1 AFM工作原理^[1]
Fig. 1 Principle of AFM

梁的挠度后得到悬臂梁挠度 - 样品台上移距离的关系曲线。

通常情况下我们使用原子力显微镜测表面形貌或力 - 位移曲线时都直接使用厂家给的参数,各部分关系按线性关系来处理。本文研究表明悬臂梁的挠度与作用力关系,光路设计,光斑移动与输出电压关系都不是完全的线性关系,如果不注意这种非线性问题,就会使我们对实验数据产生错误判读。在压入测量实验中如果将电压按完全线性关系转化为挠度值来处理就会得到不合理的压入深度的结论。下面就先

讨论一下如何确定电压 - 挠度转换系数,然后分析各部分的非线性效应并给出了在一定误差范围内的线性范围。针对实验进入非线性段出现的问题,讨论了如何正确判读实验数据的问题,为准确地使用原子力显微镜提供了一些依据。

1.2 标定输出电压 - 悬臂梁挠度的转换系数

本文实验在中国科学院力学研究所完成,所用样品材料为单晶硅,针尖材料为氮化硅,针尖半径50nm。图2为实验的AFM进针曲线。横坐标为样品台的绝对位置,其相对位置代表了样品台的移动距离,从左至右表示样品台逐渐上移的过程。实验的突跳现象大致发生在横坐标为250nm处。纵坐标为四象限接收器的输出电压(单位:V)。在AFM测量过程中并不能直接给出悬臂梁的挠度值,而是输出四象限接收器的输出电压和相应的样品台位置(图2)。那么AFM实验中首要工作就是确定四象限接收器输出电压(U)和悬臂梁挠度(v)之间的转换系数k₀。通常情况下该系数由实验员于实验过程中在进针曲线的后半段选取两点求其斜率得到转换系数。这样做的问题在于有时很难明显在进针曲线上分辨出线性范围,选取不同点时得到的转换系数具有不确定性。精确地找到线性范围并确定转换系数是我们接下来的工作,图2中直线段的含义表示针尖与样品充分接触,其间距离不再继续变小,针尖不再继续压入到样品中,样品台进一步上移的距离即悬臂梁挠度的增加值。

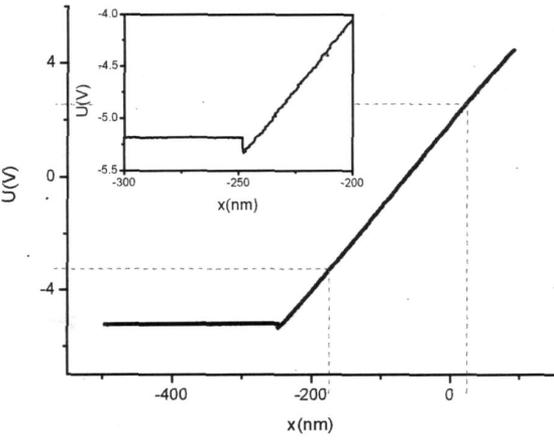


图2 AFM进针曲线
Fig. 2 AFM extending curve

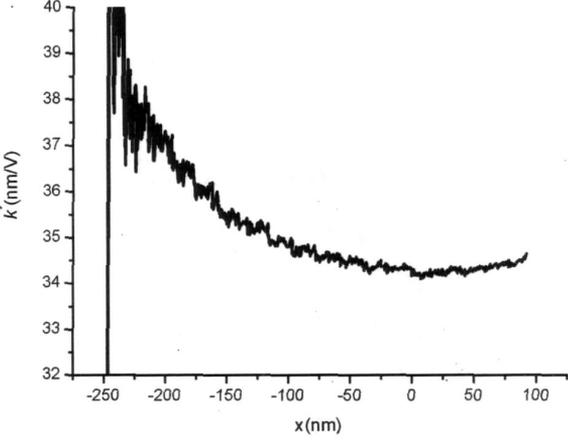


图3 以针尖样品刚接触的的点为起始点得到的k*关系曲线
Fig. 3 Curve of k* by the beginning of the contacting point

通过在图2所示的曲线中选取不同起始点(x₁, U₁),观察曲线上其他点的k*(x) = (x - x₁) / (U - U₁)值来寻找直线段。在图2的曲线中如果起始点在线性段内,那么其后各点的k*(x)应为常数。我们选取悬臂梁针尖与样品刚发生接触的点为起始点,如图3所示,可以看出,随着x的增加k*(x)也在变化。说明

图 3 选的起始点并没有落在直线段内。逐渐右移起始点,图 4 的起始点选取处为悬臂梁针尖与样品接触后样品台又上移 125nm 的地方。可以看出图 4 中横坐标 (-125 ~ 0) 段线性较好,在图 2 中取 (-125, 0) 段的数据进行线性拟合得出转换系数 $k_0 = 33.46\text{nm/V}$ 。

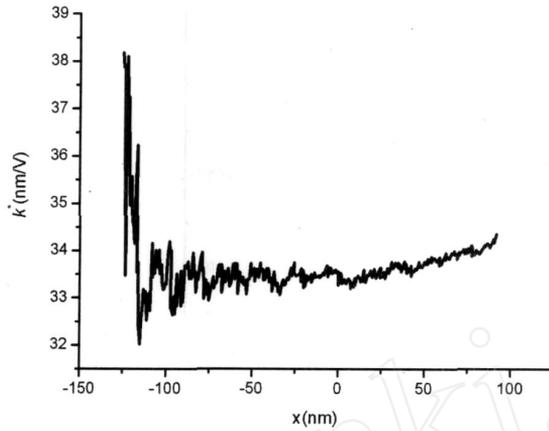


图 4 接触后样品台上再上移 125nm 处为起始点的 k^* 关系曲线

Fig. 4 Curve of k^* by the beginning of point that 125nm after contacting

2 压入实验非线性段的分析

上一节确定了实验中的电压 - 挠度转换系数 k_0 , 将图 2 中的电压乘上这一系数则得到悬臂梁的测量挠度。以悬臂梁的零挠度点 (x_0, y_0) 为起始点对图 2 的进针曲线进行数据处理, 得到悬臂梁挠度和名义压入深度的关系曲线, 如图 5 所示。其中横坐标为悬臂梁挠度 v , 纵坐标为悬臂梁的测量挠度减去样品台上移距离, 称之为名义压入深度 h :

$$\begin{cases} v = x - x_0 \\ h = k_0(U - U_0) - (x - x_0) \end{cases} \quad (1)$$

由曲线可以看出, 在中间一段测量压入深度保持为常数 (即针尖不再继续压入到样品中), 但是在初始段和末段有 5nm 左右的名义压入深度。为了验证这一现象是否可靠我们采用 ABAQUS 做了相应的数值计算, 数值模型中仅考虑氮化硅针尖以一定力压入单晶硅样品中, 当压力大概为 188nN (实验中针尖与样品间相互作用最大压力为 188nN 左右) 时压入深度仅为 0.57nm 左右, 远没达到实验中 10nm 的名义压入深度 (初始段和末端名义压入深度之和)。那么实验数据中初始段和末段各 5nm 的名义压入

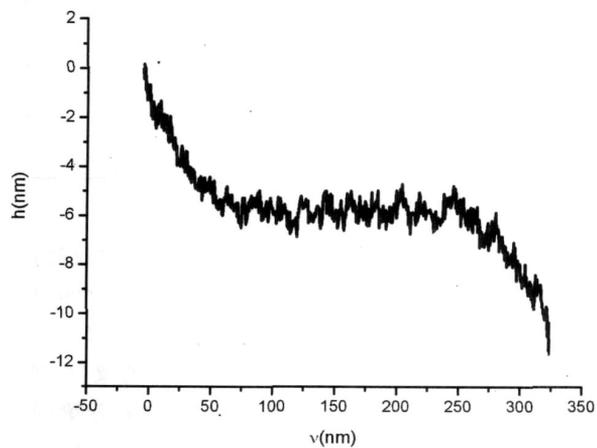


图 5 名义压入深度曲线

Fig. 5 Nominal indentation depth curve

深度应该是由实验过程超出了仪器的线性范围而引起的, 下面我们将从悬臂梁, 光线传播、四象限接收器几个方面对有关的非线性行为进行分析以找出引起错误判读实验数据的原因。

2.1 ABAQUS 模拟悬臂梁

在进行模拟时: 悬臂梁的材料取为氮化硅, 弹性模量取为 340GPa, 厚度取 0.68 μm , 平面形状按厂家所给数据。模拟结果如图 6 所示, 横坐标为悬臂梁挠度, 纵坐标为悬臂梁的作用力。取 1 μm 以内模拟数据经拟合得出悬臂梁刚度 $k = 0.57\text{N/m}$ 。误差分析如图 7 所示: 横坐标为悬臂梁挠度, 纵坐标为相

对误差: (模拟值 - 拟合直线值) / 拟合直线值, 可以看出当挠度在 3.5μm 以内时误差保持在 0.5% 以内。一般实验中悬臂梁挠度都在 200nm 以内, 可以认为悬臂梁挠度与作用力关系为线性关系。

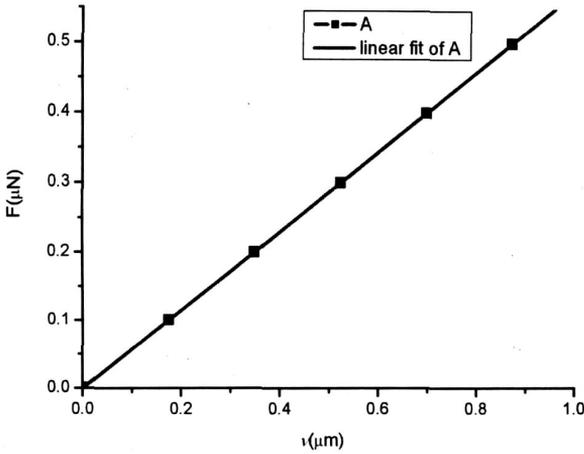


图6 悬臂梁挠度-作用力关系曲线

Fig. 6 Relation curve between deflection and reaction force

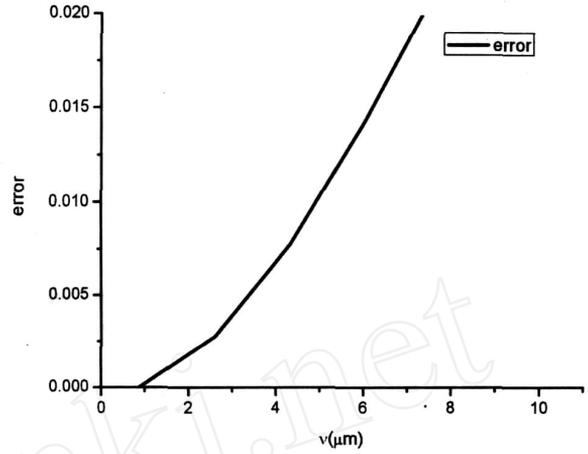


图7 悬臂梁非线性相对误差

Fig. 7 Nonlinear relative error of the cantilever

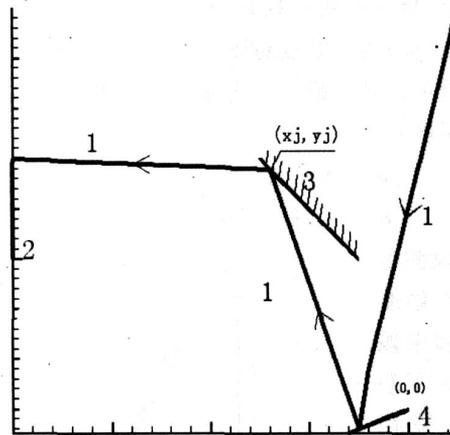


图8 光路反射示意图

Fig. 8 Schematic diagram of optical reflection

2.2 反射光路分析

测量光路如图8所示,一束激光(1)打到悬臂梁(4)顶端,经悬臂梁反射后到反光镜(3),再反射到四象限接收器(2)上。此光路传播可建模如下,取悬臂梁固支端为坐标原点,梁长为 L ,悬臂梁挠度为 v 。四象限接收器在 $x = -L_0$ 的直线上。反光镜中心轴坐标 (x_0, y_0) ,反光镜可绕中心轴转动调节角度,入射激光光束与水平方向夹角为 θ ,反光镜与水平方向夹角为 $\theta/2$ 。这样的角度关系可以保证悬臂梁挠度为零时对应的最后反射光垂直于四象限接收器。

入射光线方程 f_1 为:

$$y = (x + L) \tan \theta \tag{2}$$

经悬臂梁反射后的光线方程 f_2 写作:

$$y - v = - \tan(\theta + 3v/L) (x + L - v \cdot \cot \theta) \tag{3}$$

反光镜直线方程 f_3 为:

$$y - y_0 = - (x - x_0) \tan(\theta/2) \tag{4}$$

求得光线与反光镜交点 (x_j, y_j) 为:

$$\begin{cases} x_j = \frac{(L - v \cdot \tan(\theta)) \cdot \tan(\theta + 3v/L) - v + x_0 \cdot \tan(\theta/2) + y_0}{\tan(\theta/2) - \tan(\theta + 3v/L)} \\ y_j = y_0 - (x_j - x_0) \tan(\theta/2) \end{cases} \quad (5)$$

最后得出四象限接收器上光斑的位置与挠度关系方程为:

$$y_{dot} = (L_0 - x_j) \tan(3v/L) + y_j \quad (6)$$

取参数 $L = 150\mu\text{m}$, (x_0, y_0) 为 $(-30000, 50000)$; $L_0 = 80000\mu\text{m}$; $\theta = \pi/3$ 为例, 得出光斑的移动距离随挠度变化的关系, 如图 9 所示。直线拟合后线性误差分析如图 10 所示, 横坐标为悬臂梁挠度, 纵坐标为相对误差: $(\text{计算值} - \text{拟合直线值}) / \text{拟合直线值}$, 可以看出挠度小于 $2.2\mu\text{m}$ 时误差控制在 0.5% 以内, 与悬臂梁自身的相对误差相当。实验中的工作范围都在该线性范围内, 并非造成错误判读实验数据的主要因素。

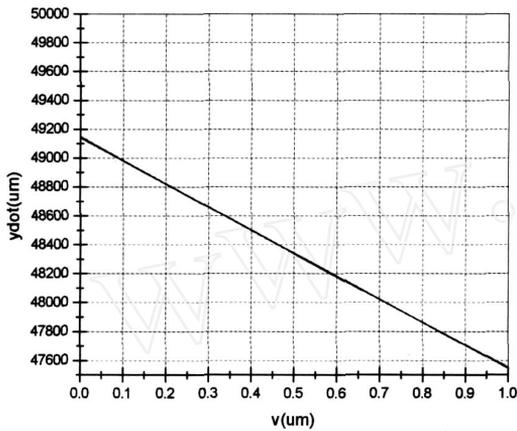


图 9 悬臂梁挠度—光斑移动距离

Fig. 9 Relation curve between deflection and spot mobile distance

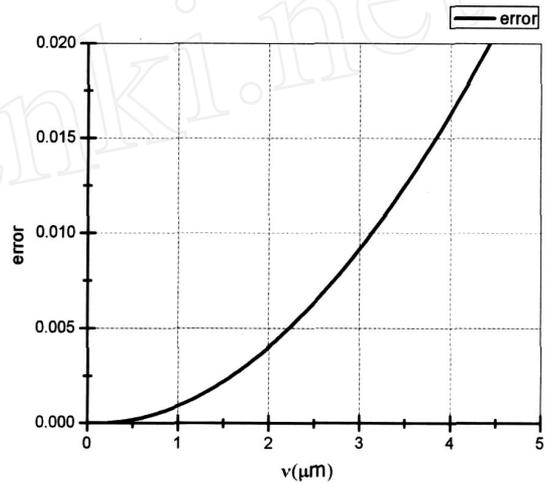


图 10 光路传播非线性误差

Fig. 10 Nonlinear error of optical transmission

2.3 四象限接收器上光斑移动分析

由于本文只考虑悬臂梁挠度变化不考虑悬臂梁的扭转, 所以可将四象限接收器简化为二象限接收器, 如图 11 所示。 S_A 表示光斑落在 A 象限的面积; S_B 表示光斑落在 B 象限的面积。对于四象限接收器而言其输出电压和 $(S_A - S_B) / (S_A + S_B)$ 成正比, 先假设该系数为 K , 那么就存在如下关系:

$$U = K \cdot \frac{S_A - S_B}{S_A + S_B} \quad (7)$$

也就是说, 实验中实际上是通过 $(S_A - S_B) / (S_A + S_B)$ 来表征光斑的移动距离。可以得出^[3]:

$$\frac{S_A - S_B}{S_A + S_B} = \frac{x}{r} \cdot \sqrt{1 - \left(\frac{x}{r}\right)^2} + \arcsin\left(\frac{x}{r}\right) \quad (8)$$

其中 x 为光斑中心移动距离, r 为光斑半径。

令 $a = x/r$, 则得出:

$$\frac{S_A - S_B}{S_A + S_B} = 2a \sqrt{1 - a^2} + 2\arcsin(a) \quad (9)$$

曲线如图 12 所示, 横坐标为归一化的光斑中心移动距离 a , 纵坐标为 $y = (S_A - S_B) / (S_A + S_B)$ 。取 a 在 $(0, 0.4)$ 范围内的数据进行线性拟合, 得到线性方程为: $y = 3.902a$ 。误差分析如图 13 所示, 纵坐标为相对误差: $(\text{曲线方程值} - \text{拟合直线值}) / \text{拟合直线值}$, 当 a 小于 0.5 时相对误差保持在 0.5% 以内。当 a 大于 0.5 时, 光斑移动曲线表现出明显的非线性关系。

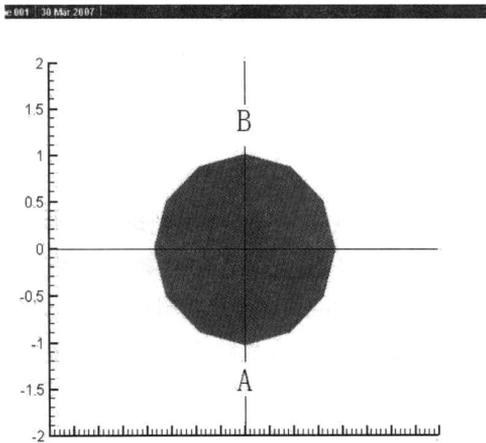


图 11 光斑移动示意图
Fig. 11 Schematic diagram of spot moving

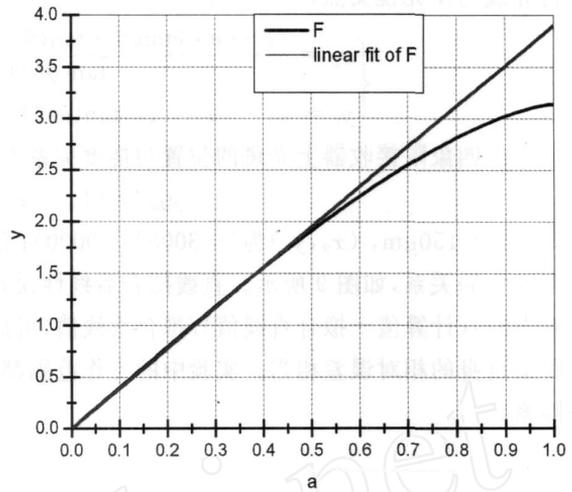


图 12 光斑移动曲线
Fig. 12 Spot moving curve

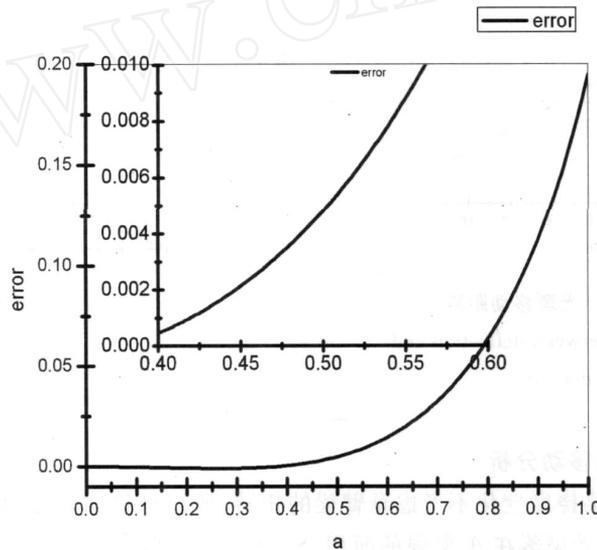


图 13 光斑移动非线性误差
Fig. 13 Nonlinear error of spot moving

3 确定系统线性范围

由于四象限接收器输出电压与 $(S_A - S_B) / (S_A + S_B)$ 成正比, 而 $(S_A - S_B) / (S_A + S_B)$ 与 a 并非完全线性关系, 那么挠度与四象限输出电压将不是完全的线性关系, 而是有一个线性段的工作范围, 如图 14 所示。而通常实验中是通过输出电压乘上某一系数按线性关系转化为悬臂梁挠度。那么, 确定悬臂梁挠度与输出电压关系的线性范围对于避免错误判读实验数据便有着重要意义。

图 14 中, 转换关系 (1) (3) 的线性范围远远大于工作区域, 可以认为是线性关系。而转换关系 (2) 则有一定的线性范围, 第 2 节中已经得出线性范围为 $a < 0.5$, 由其对称性得出线性范围为 $-0.5 < a < 0.5$ 。考虑到公式 (7)、(9) 可以得出该线性范围对应于确定的电压范围。为了确定这一范围, 使用图 5 对应的实验数据得出了名义压入深度与四象限接收器输出电压的关系曲线, 如图 15。从图 15 中可以明显看出系统的线性范围对应的电压范围是 $(-3V, 3V)$ 。实验过程中电压值是随时可以观测并控制的, 只要在实验过程中控制电压在此范围内就可以保证系统在线性范围内工作。将电压始终控制在 $(-3V, 3V)$ 之间重做压入实验得出图 16 所示的曲线, 可以看出初始段和末段的名义压入深度都消失

了,即系统完全工作在线性范围内。

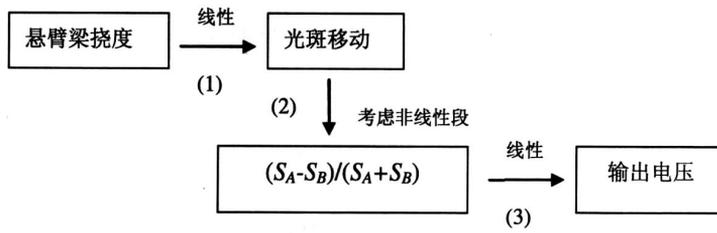


图 14 转换关系示意图

Fig. 14 Diagram of conversion relationship

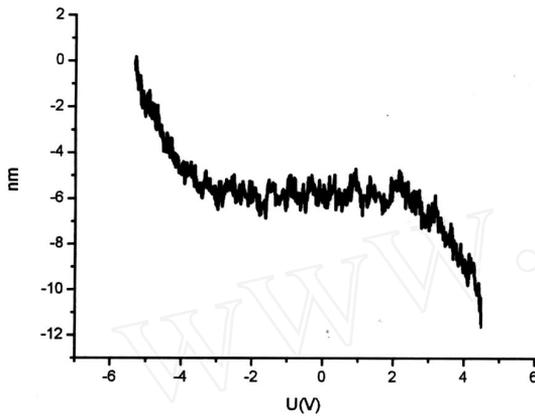


图 15 名义压入深度和电压的关系

Fig. 15 Relationship between nominal indentation depth and voltage

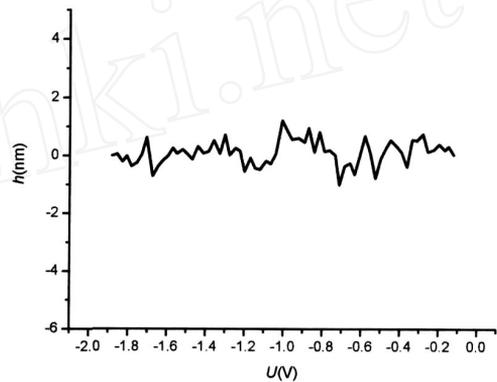


图 16 名义压入深度(保持电压值始终在线性范围内)

Fig. 16 Nominal indentation depth (Maintaining the voltage in the linear scope)

4 结论

本文首先介绍了一种求悬臂梁挠度与四象限接收器输出电压间转换系数的方法,之后通过对悬臂梁响应、光线传播、四象限接收器几个环节的理论分析,并结合实验结果来研究测量过程中系统的非线性效应。得出了系统的非线性效应主要是由四象限接收器的非线性引起的,并得到了 AFM 测量过程中线性范围与电压直接相关,线性范围为 (- 3V , 3V)。

致谢:感谢中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室李晖凌老师在实验方面给予的帮助和支持,感谢同实验室师兄郑志军、郝圣旺、唐溢哲、林静、刘泳和王军在本文完成过程中给予的大力支持。

本文工作得到了国家自然科学基金委员会重点项目基金(项目编号:10432050)和中国科学院知识创新工程领域前沿项目(KJ CX2- YW-M04 ,KJ CX2- YW-L08)的资助,在此一并表示感谢。

参考文献:

[1] Binnig G, Quate C F. Atomic Force Microscope [J]. Physical Review Letters, 1986, 56(9) : 930 - 933.

[2] 金永中,陈健,孙亚丽. AFM 模式下扫描图像质量的影响因素[J]. 四川理工学院学报, 2005,18(4) :72 - 74 (Jin Yongzhong, Chen Jian, Shun Yali. Influence Factors of Nanomorphology Quality in AFM Mode. Journal of Sichuan University of Science and Engineering, 2005,18(4) :72 - 74(in Chinese))

[3] 冯龙岭,邓仁亮. 四象限光电跟踪技术中若干问题的探讨[J]. 红外与激光工程, 1996, 25(1) :16 - 21 (Feng Longling, Deng Renliang. Study on Optical Tracking with Four Quadrant Photodetector. Infrared and Laser Engineering, 1996, 25(1) :16 - 21(in Chinese))

- [4] 田文超,贾建援. AFM 稳定性研究[J]. 应用力学学报,2005,22(3):449 - 451 (Tian Wenchao, Jia Jianyuan. Study of the stability of AFM. Chinese Journal of Applied Mechanics, 2005,22(3):449 - 451 (in Chinese))
- [5] Varenberg M, Etsion I, Halperin G. Crosstalk problems in scanning-by-probe atomic force microscopy [J]. Review of Scientific Instruments, 2003, 74(7): 3569 - 3571.
- [6] Richard Piner, Rodney S Ruoff. Cross talk between friction and height signals in atomic force microscopy[J]. Review of Scientific Instruments, 2002, 73(9): 3392 - 3394.

The Nonlinear Effect in Indentation Measurement of AFM

XU Jir-ming^{1,2}, BAI Yi-long¹

(1. State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China;

2. Graduate School of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China)

Abstract : Method for calibrating conversion coefficient between the voltage and cantilever deflection is introduced in this paper based on AFM (Atomic-Force Microscope) experiment. Conventional data processing of pressure curve shows that there is a five-nanometer nominal indentation depth at the pressure curve initial and final part, respectively. However, finite element calculation shows that the nominal indentation is not a real indentation depth on sample. By analyzing cantilever response, optical design and the Position Sensitive Detector (PSD), the mode of nonlinear effect on experimental results and their error scope of each part were obtained. It shows that Position Sensitive Detector's nonlinear effect caused by light spot relative displacement is the important reason of indentation misreading of experiment data curve. Finally, some suggestions about how to reduce measurement error and get reliable results within a certain error scope are proposed.

Keywords : AFM (Atomic-Force Microscope); indentation measurement; nominal indentation depth; Position Sensitive Detector; nonlinear effect