



ASYLUM RESEARCH

技术文档

牛津仪器 Asylum Research Vero 原子力显微镜 正交相位差分干涉(QPDI)技术

引言

Vero 是牛津仪器Asylum Research推出的新一代原子力显微镜 (AFM)。Vero以牛津仪器旗舰AFM平台——Cypher——为基础，是首次使用正交相位差分干涉(QPDI)专利技术¹的AFM。Vero的性能显著提升，同时在精度、检测范围、噪声水平等方面的也具有卓越表现。

本文将回顾AFM检测方法发展的历史背景，介绍Vero AFM所使用的全新设计和技术规范，并解释Vero的高性能如何助力AFM研究。

历史背景

1986年原子力显微镜诞生后不久²，研究人员探索了各种探针检测的方案。许多早期的设计³⁻⁸都是基于干涉检测。这些干涉检测系统通常具有良好的噪声性能，且灵敏度可以通过光波长精确校准。然而，其复杂的设计和某些性能缺陷限制了它们在AFM仪器领域的广泛使用。

如图1所示的一台简单的迈克尔逊干涉仪，其输出信号为正弦波，仅在零点附近呈线性，在正弦波的波峰和波谷处失去了灵敏度，因而只能测量远小于光波长的探针位移。此外，干涉仪的参考镜通常远离探针，参考镜和探针之间元器件的低频振动和漂移容易引入测量误差。

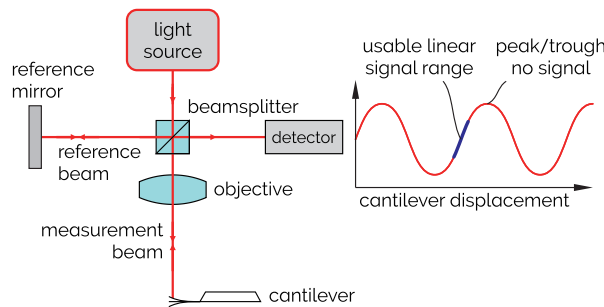


图1: 简单的迈克尔逊干涉仪有若干局限性。其中之一，输出信号为正弦波，因此信号仅在光波长的一小部分内呈线性。此外，测量光束或参考光束中发生的任何振动或漂移都会导致测量的悬臂位移信号中出现噪声。

通过更复杂的设计，可以部分解决干涉仪在线性度、检测范围和低频噪声方面的问题。但Meyer和Amer⁹于1988年发明了一种更简单的测量探针弯折的方法：光杠杆法（OBD）。光杠杆法设计简洁，而且不阻碍探针和样品的光学成像（早期干涉式AFM无法实现），很快成为绝大多数商用AFM的设计方案。

光杠杆法的理论本底噪声与干涉式AFM相当¹⁰，仅受散粒噪声（Shot Noise）的限制，为几个 $\text{fm} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ 。然而，由于某些实际限制，即使在最先进的AFM上，光杠杆法的本底噪声也会比理论极限高出一到两个数量级。例如，只有当OBD光斑铺满悬臂的整个长度时，才能达到理论噪声极限¹¹。由于AFM探针有着不同的尺寸，在设计上很难兼顾所有探针。因此，光杠杆法的噪声性能只能针对特定的悬臂长度进行优化。

至于准确性，数百篇关于校准主题的学术论文证明了光杠杆法在提供准确的位移和力测量方面的局限性¹²。光杠杆法准确性的问题不仅涉及如何定量；它从根本上受到以下事实的限制：光杠杆法测量的是悬臂的角度，而不是针尖的位移（在绝大多数AFM实验中，针尖位移比悬臂角度更相关）。将悬臂角度转换为针尖位移需要对悬臂的振型进行假设。而在实际操作中这些假设往往不成立，从而导致测量不准确¹³。

AFM专业人士充分了解光杠杆法的这些实际限制。为了解决光杠杆法的问题，Asylum Research发布了Cypher IDS¹⁴，用外接的激光多普勒测振仪来测量AFM针尖的位移。自诞生以来，IDS已成为纳米尺度机电耦合测试的“黄金标准”，成功解决了一系列极具挑战性的材料科学问题¹⁵⁻¹⁹。IDS还被用于精确校准探针的弹性系数和灵敏度，这在AFM领域也是一个公认的挑战^{20,21}。尽管取得了这些成功，IDS的信号在低于10kHz的低频区依然存在噪声，限制了它的广泛使用。

凭借IDS的技术积累以及数十年在定量纳米测量方面的丰富经验，Asylum Research在AFM领域迈出了重要的一步，推出了Vero——首款采用QPDI探测器的商用AFM。

正交相位差分干涉(QPDI)的设计原理

Vero AFM的QPDI探测器是基于Bellon等人发展的两个关键原理²²。

QPDI中的“Differential”（差分）是指测量光束和参考光束使用了同一个光路。如图2所示，Vero的参考光束打在探针的基片上，距离悬臂尖端的测量光束不到1毫米。这确保了悬臂的位移是相对于固定的探针基片进行测量的，从而减少了由测量光束和参考光束之间的振动和漂移引起的低频噪声。

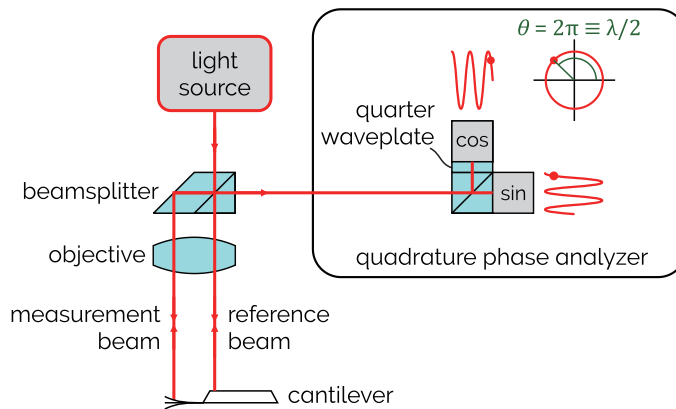


图2：Vero QPDI技术测量悬臂位移的原理图。光束被分成两束，分别聚焦到悬臂和探针基片的背面。正交相位分析仪测量两个光束的光程差，以确定悬臂的位移。一个完整的 2π 相位周期对应于二分之一波长的位移，并且可以测量多个周期。

QPDI中的“Quadrature Phase”（正交相位）是指使用四分之一波片生成相对于第一个干涉信号有90°相位延迟的第二个干涉信号，如图 2 所示。这确保了当一个信号的灵敏度变为零（在正弦波的波峰和波谷），另一个信号仍能提供最佳灵敏度，反之亦然。计算两个信号的反正切即可得到测量光束和参考光束之间的相位。由于光的波长是精确可知的，测量的相位可以直接转换为位移量。这种正交检测方式不仅使整个干涉周期内的测量信号线性化，而且允许计数无限数量的干涉周期（尽管测量两个信号的光电探测器本身的范围有限）。这意味着可测量的位移范围小至干涉仪的亚皮米本底噪声，大至数微米，足以适应AFM中最极端的测试需求。

消除竖直作用力和水平作用力的串扰

在图3中，通过一个非常简单的实验对QPDI和光杠杆方法进行对比：硅片上的大偏折力曲线。QPDI力曲线表现出符合理想的理想行为，而OBD力曲线则展示了非常不同的行为。

在力曲线过程中，针尖和样品之间的摩擦力导致悬臂末端旋转。悬臂末端在探针下压运动时略微向下弯曲，在探针上抬运动时略微向上弯曲²³。这种旋转导致光杠杆测量的力曲线出现滞回现象，但这并不代表针尖真实的运动情况。相反，QPDI测量的力曲线显示下降段和上升段之间几乎完美的重叠。它直接测量针尖真实的竖直位移。由于在整个力曲线过程中针尖没有压入硅表面，QPDI力曲线的斜率为一，符合预期。

虽然面内作用力确实会反映出一些有趣的物理现象，但我们不希望将这些水平力与垂直于样品的相互作用力混合在一起，就像光杠杆法中发生的那样。相比之下，QPDI探测器可以精确测量出探针在竖直方向上的位移，不会出现此类串扰。

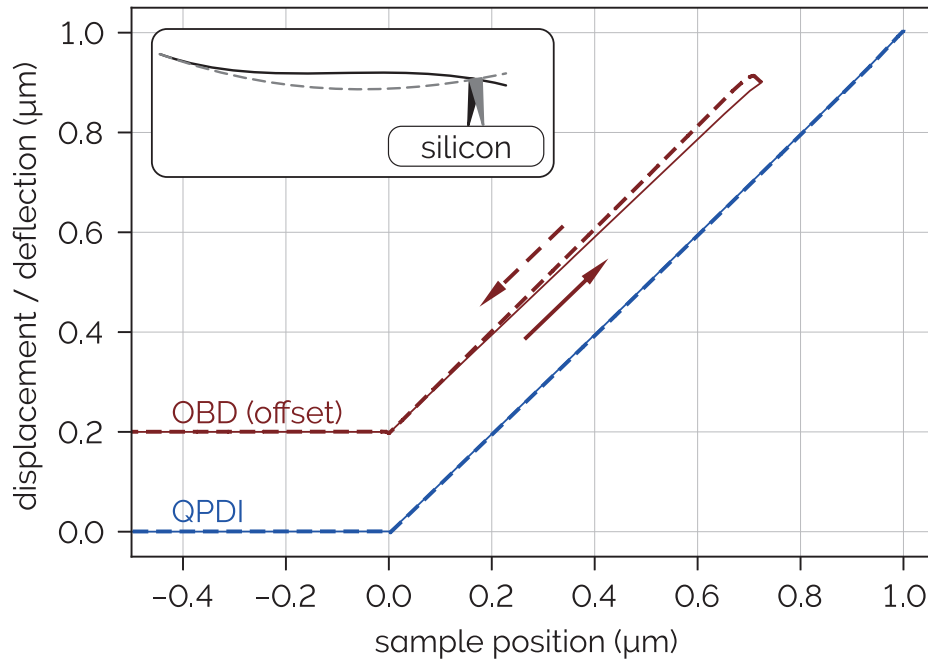


图3：在硅样品上使用Adama 2.8-AS探针做大偏折的力曲线。光杠杆法得到的力曲线中出现了滞回现象，这和摩擦力所导致的悬臂旋转有关，而非来自针尖位移。插图展示了力曲线的下压和上抬如何导致悬臂末端的旋转，这种旋转被光杠杆法错误地测量，形成滞回。QPDI直接测量针尖位移，没有可观测的滞后现象。

更高的测量灵敏度

在光杠杆技术中，可以使用小光斑来适配小悬臂，或者使用大光斑来减小大悬臂的本底噪声，但两者不能兼顾。即使在最好的情况下，使用非常短的悬臂，光杠杆法最低也只能达到 $20\text{fm} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ 左右的本底噪声。

另一方面，Vero AFM的光斑直径仅为3微米，与几乎所有标准探针兼容。由于QPDI的噪声性能并不依赖于光斑尺寸与悬臂尺寸的匹配，因此无论悬臂尺寸如何，它都能实现小于 $10\text{fm} \cdot \text{Hz}^{-1/2}$ 的本底噪声。

我们在锰酸钪 (ErMnO_3) 样品上，比较了QPDI和光杠杆法的压电响应图像，如图4所示。图像使用相同的NuNano Spark™ 70 Pt探针，且在同一扫描区域获得。这是用于机电耦合测试的典型探针（长度约225微米，自由共振频率约70kHz）。

用光杠杆法采集的单频PFM信号被噪声掩盖（见图4a）。解决此问题的常见方法是使用双频共振追踪技术（DART）²⁴⁻²⁶，通过接触共振现象来放大信号（见图4b）。虽然DART解决了灵敏度问题，但它仍然是一种光杠杆技术，会遭受面内信号和面外信号之间的串扰。因此，通过光杠杆技术来分辨晶粒的极化方向是非常困难的。

另一方面，QPDI测量的单频 PFM 图像（见图 4c）仅显示样品的面外信号，没有串扰。因此，它可以清楚地区分面内极化和面外极化的晶粒，其中一些在图4中被标记出来。在DART图像中，面内信号和面外信号混合在了一起，而QPDI图像没有这个问题。

DART模式的另一个挑战在于，共振状态下的悬臂灵敏度很难被量化。图4b中的振幅数值是根据一个校准系数换算而来的，此系数反映的是悬臂在低频下的旋转运动，而非针尖的竖直位移。相反，QPDI可以精确测量图像所有位置上针尖的竖直位移。

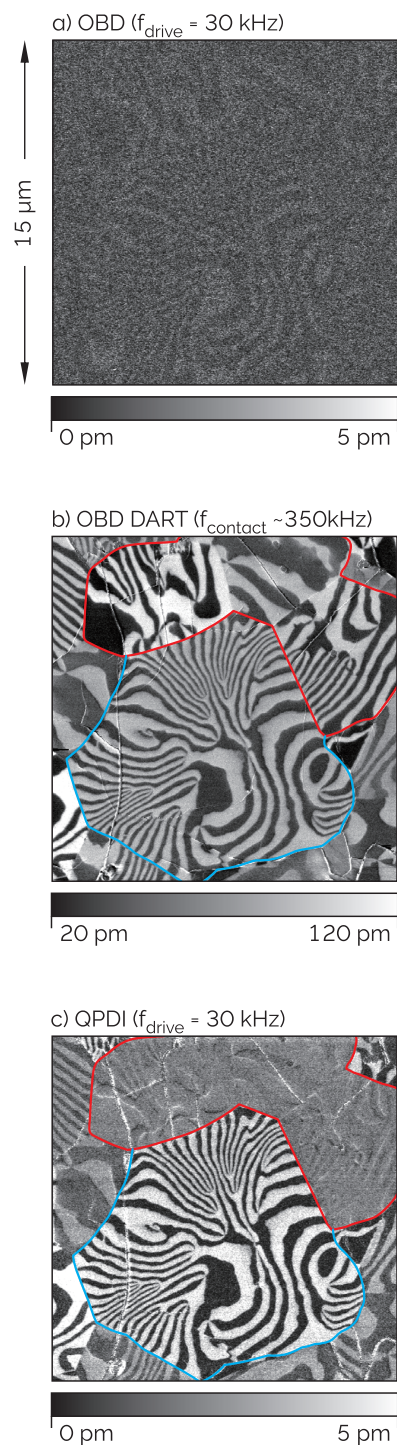


图4：使用a)光杠杆法单频PFM、b)光杠杆法DART PFM和c)Vero QPDI单频PFM测量多晶 ErMnO_3 样品的压电响应振幅。三个图像的驱动电压振幅均为2V。样品由挪威科技大学的Jan Schultheiß和Dennis Meier提供。

— in-plane grains
— out-of-plane grain

精确校准悬臂弹性系数和针尖位移

虽然一些实验仅需要定性的AFM表征，对许多研究而言，AFM的定量测量仍然是至关重要的。针尖位移是一个很重要的信号，它不仅是许多测试中的核心物理量，还被用于校准探针的弹性系数。相比光杠杆技术，QPDI可以更精确地测量针尖位移。

为了验证QPDI探测器的绝对精度，我们对7个NIST标定过的悬臂进行了弹性系数的测量²⁷。在NIST，这些悬臂被氦氖激光多普勒测振仪和静电天平独立校准，两种方法的校准结果是高度一致的。

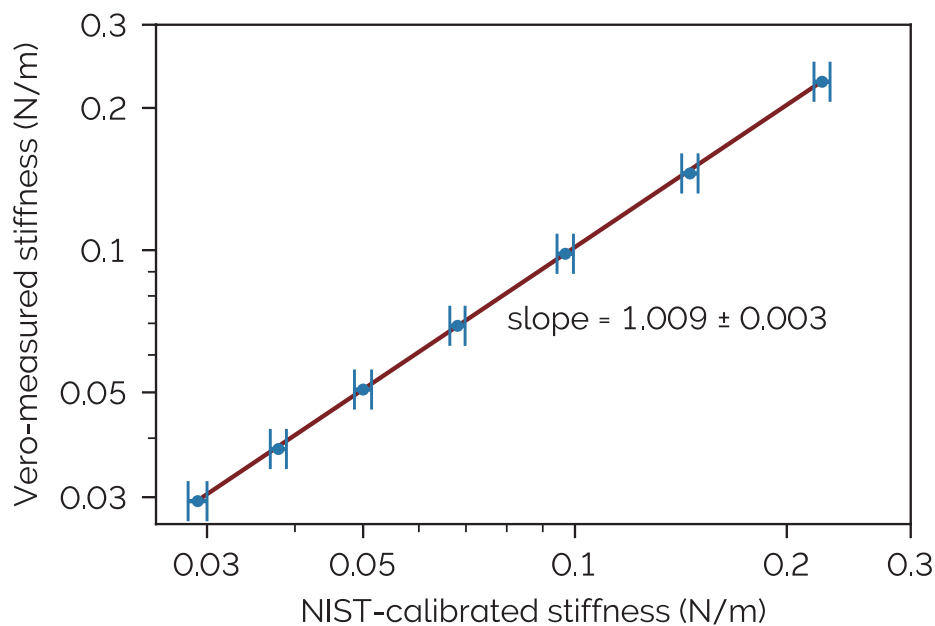


图5：使用Vero AFM对7个NIST标定过的悬臂进行弹性系数测量，显示测量偏差在 $0.9 \pm 0.3\%$ 的范围内。水平误差线代表NIST提供的合成扩展不确定度。图中未显示Vero重复测量弹性系数的误差线，因为误差小于标记尺寸。

在图5中，用Vero测量这些悬臂的弹性系数，结果和NIST的标定值仅有不到1%的偏差（测量偏差为 $0.9 \pm 0.3\%$ ）。请注意，该误差小于NIST标定结果本身的合成扩展不确定度（2.6%到3.0%之间）。

此外，上面提到弹性系数的测量偏差小于1%，这意味着位移的测量偏差小于0.5%。这表明在基于干涉原理的测量仪器中，光波长可以作为一把可靠的“计量尺”。

总结

Vero是首次使用QPDI悬臂检测技术的商用原子力显微镜，可以直接测量真实的针尖竖直位移。它测量时的本底噪声通常能够比传统的光杠杆技术低10倍以上，并避免了光杠杆测试中探针竖直作用力和水平作用力之间的串扰。由于它基于干涉原理，因此可以通过光波长精确校准位移。QPDI技术的这些优点结合在一起，使Vero AFM的测量结果更加准确和可重复。

参考文献

- [1] Labuda, A., Pottier, B. & Bellon, L. US 11519935.
- [2] Binnig, G., Quate, C. F. & Gerber, Ch. Phys Rev Lett 56, 930-933 (1986).
- [3] Martin, Y., Williams, C. C. & Wickramasinghe, H. K. J. Appl. Phys. vol. 61 4723 (1987).
- [4] Rugar, D., Mamin, H. J. & Guethner, P. Appl. Phys. Lett. vol. 55 2588 (1989).
- [5] Rugar, D., Mamin, H. J. & Guethner, P. Appl. Phys. Lett. vol. 55 2588 (1989).
- [6] Den Boef, A. J. Appl. Phys. Lett. 55, 439-441 (1989).
- [7] Cunningham, M. J., Cheng, S. T. & Clegg, W. W. Meas. Sci. Technol. 5, 1350-1354 (1994).
- [8] Goto, K., Sasaki, M., Okuma, S. & Hane, K. Rev. Sci. Inst. 66, 3182-3185 (1995).
- [9] Meyer, G. & Amer, N. M. Appl Phys Lett 53, 1045-1047 (1988).
- [10] Putman, C., Degrooth, B., Vanhulst, N. & Greve, J. Ultramicroscopy 42-44, 1509-1513 (1992).
- [11] Schäffer, T. E. Nanotechnology 16, 664-670 (2005).
- [12] Butt, H.-J., Cappella, B. & Kappl, M. Surf Sci Rep 59, 1-152 (2005).
- [13] Labuda, A. & Proksch, R. Appl Phys Lett 106, (2015).
- [14] Labuda, A., Walters, D., Cleveland, J., Proksch, R. US 9804193
- [15] Lu, H. et al. ACS Mater Lett 3136-3141 (2023).
- [16] Cheema, S. S. et al. Nature 580, 478-482 (2020).
- [17] Zhang, Z. et al. Adv. Mat. 33, (2021).
- [18] Lipatov, A. et al. NPJ 2D Mater. Appl. 6, 18 (2022).
- [19] Labuda, A. et al. Rev. Sci. Instr. 89, (2018).
- [20] Labuda, A. et al. Rev. Sci. Instr. 87, (2016).
- [21] Bellon, L., Ciliberto, S., Boubaker, H. & Guyon, Optics Communications 207, (2002).
- [22] Hoh, J. H., Engel, A. & Muller, M. E. Langmuir vol. 9 (1993).
- [23] Rodriguez, B. J., Callahan, C., Kalinin, S. V & Proksch, R. Nanotechnology 18, 475504 (2007).
- [24] Proksch et al. US 8555711.
- [25] Proksch et al. US 8024963.
- [26] Gates, R. S. Certification of Standard Reference Material® 3461 Reference Cantilevers for AFM Spring Constant Calibration. (2023)

如果您想了解更多
欢迎联系：

info.china@oxinst.com



牛津仪器官方微信



在线服务商城小程序



牛津仪器官方网站

afm.oxinst.cn

Hotline 400 678 0609



ASYLUM RESEARCH