

Sławomir PAWŁOWSKI*, Grzegorz DOBIŃSKI*
Andrzej MAJCHER**, Mirosław MROZEK**

METODA DETEKCJI AMPLITUDY I FAZY W TRYBIE KONTAKTU PRZERYWANEGO W DYNAMICZNYM MIKROSKOPIE SIŁ ATOMOWYCH

THE METHOD OF AMPLITUDE AND PHASE DETECTION IN TAPPING-MODE IN DYNAMIC ATOMIC FORCE MICROSCOPY

Słowa kluczowe:

dynamiczny mikroskop sił atomowych, tryb kontaktu przerywanego, szybka transformata Fouriera FFT, detekcja amplitudy i fazy

Key words:

dynamic atomic force microscopy, tapping-mode, fast Fourier transform FFT, amplitude and phase detection

Streszczenie

W artykule przedstawiono metodę detekcji drgań sondy pomiarowej w dynamicznym mikroskopie sił atomowych DFM (ang. *Dynamic Force Microscopy*), która umożliwia jednoczesny, synchroniczny pomiar zarówno

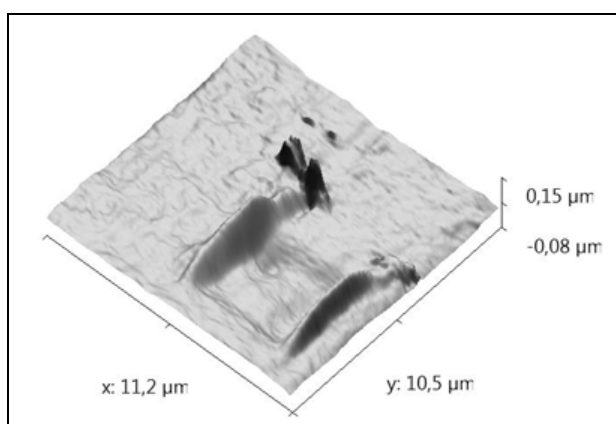
* Uniwersytet Łódzki, ul. Narutowicza 65, 90-131 Łódź.

** Instytut Technologii Eksploatacji – PIB, ul. Pułaskiego 6/10, 26-600 Radom.

amplitudy, jak i fazy składowych harmonicznym sygnału pochodzącego z oscylującej sondy. Model mikroskopu wyposażono w układy wzbudzenia oraz detekcji w oparciu o szybkie przetworniki analogowo cyfrowe oraz układ FPGA Vitex-5. Zaimplementowany algorytm dyskretnej transformaty Fouriera FFT oblicza wartość amplitudy pierwszej (lub innej, dowolnej) harmonicznej, która podawana jest do obwodu pętli sprzężenia zwrotnego w celu stabilizacji punktu pracy mikroskopu. Niezależnie przeprowadzana jest również szybka FFT dostarczająca informacji o wartości amplitud oraz faz składowych poszczególnych harmonicznym sygnału z sondy pomiarowej. Opracowana metoda próbkowania pozwala na uniknięcie tak zwanego przecieku transformaty oraz nie wymaga stosowania okienkowania sygnału wejściowego. W opisanym rozwiązaniu informacja o amplitudzie, fazie i zawartości widmowej badanego sygnału jest dostępna praktycznie natychmiast po zakończeniu próbkowania pojedynczego okresu drgań sondy pomiarowej.

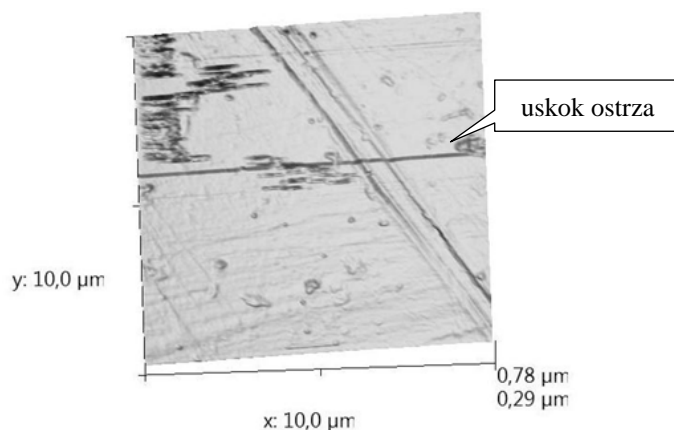
WPROWADZENIE

W trybie pracy kontaktowej mikroskopu sił atomowych dochodzi do kontaktu ostrza z próbką. Ten sposób pracy jest najprostszy w realizacji, ale posiada kilka wad [L. 1]. W wyniku skanowania na skutek fizycznego kontaktu może dojść do uszkodzenia próbki. Dotyczy to przede wszystkim miękkich próbek, np. preparatów biologicznych. **Rysunek 1** prezentuje obraz powierzchni z widocznym wyżłobieniem powstałym na skutek wcześniejszego skanowania mniejszego obszaru. Część materiału została „zmięciona” przez ostrze przesuwającej się sondy mikroskopu.



Rys. 1. Ilustracja destrukcyjnego działania ostrza sondy na miękką próbkę
Fig. 1. Illustration destructive action of the tip on a soft sample

Następną niedogodnością są tzw. skoki ostrza. Podczas skanowania na skutek tarcia ostrza o powierzchnię badanej próbki sonda ulega naprężeniu w kierunku zgodnym z kierunkiem skanowania. Gdy siły z nim związane staną się większe niż tarcie, następuje gwałtowny skok ostrza, co na obrazie uwiadcza się jako stopień (**Rys. 2**).



Rys. 2. Obraz próbki testowej z widocznym uskokiem ostrza

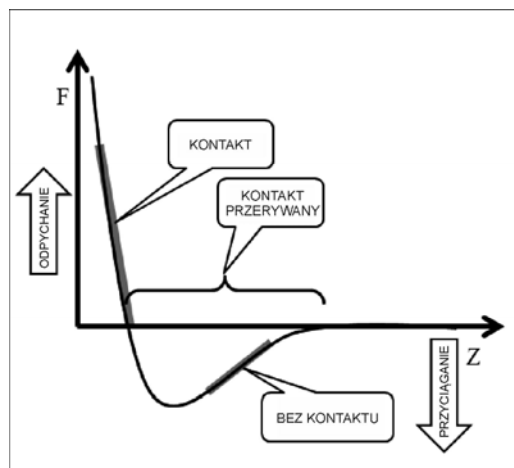
Fig. 2. The image of the test sample with visible facet of the blade

Rozwiązanie tego problemu nie jest proste. Zastosowanie trybu bezkontaktowego w powietrzu nie jest niestety możliwe. W normalnych warunkach przy niewielkiej nawet wilgotności powietrza na powierzchni próbki znajduje się warstwa zaadsorbowanej wody o grubości kilkudziesięciu nanometrów. Skanujące ostrze odwzorowuje niestabilną powierzchnię warstwy wody. W konsekwencji powstające obrazy zawierają zakłócenia i nie w pełni odzwierciedlają faktyczną topografię próbki. Jedynym rozwiązaniem jest zastosowanie trybu kontaktu przerywanego (ang. *tapping mode*) [L. 2, 3].

Artykuł przedstawia własne rozwiązanie sprzętowe i programowe implementacji tego trybu w mikroskopie Terra AFM [L. 4].

TRYB KONTAKTU PRZERYWANEGO

W klasycznym trybie kontaktu przerywanego sonda pomiarowa wzbudzana jest w oscylacje o amplitudzie od kilku do kilkudziesięciu nanometrów i częstotliwości zdeterminowanej przez jej właściwości mechaniczne. Sondę pomiarową umieszcza się najczęściej na dodatkowym elemencie piezoceramycznym. Do jego okładek podłączony jest sygnał ze stabilnego generatora sinusoidalnego nastrojonego na częstotliwość rezonansową drgań własnych sondy. Podczas pracy sonda delikatnie opukuje badaną powierzchnię.

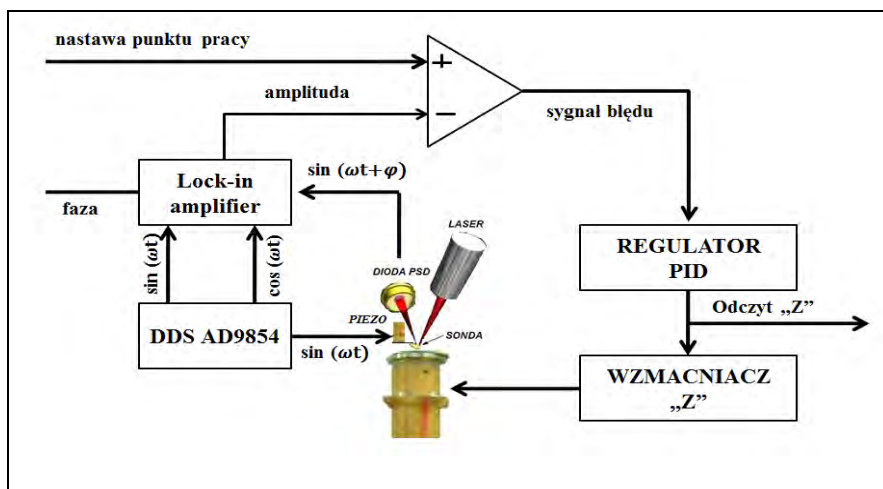


Rys. 3. Zależność siły oddziaływania między ostrzem a próbką od odległości

Fig. 3. The relationship between the impact blade and the sample as a function of distance

Tryb kontaktu przerywanego eliminuje siły działające wzdłuż linii skanowania, tj. siły tarcia czy siły lepkości występujące między ostrzem a próbką (**Rys. 3**). Zalety tego trybu ujawniają się przede wszystkim podczas skanowania dużych powierzchni o zróżnicowanej topografii. Ponadto zastosowanie cyfrowych technik detekcji sygnału z oscylującej sondy poprawia właściwości szumowe, co owocuje zwiększeniem rozdzielczości mikroskopu, a możliwość pomiaru przesunięcia fazowego oraz wyższych harmonicznych pozwala na głębszą analizę właściwości mechanicznych badanego materiału [**L. 5–10**].

Dokładniej zasadę działania mikroskopu w trybie kontaktu przerywanego pokazuje **Rysunek 4**. Sygnał wzbudzający z generatora DDS (Direct Digital Synthesis) – bezpośrednia cyfrowa synteza częstotliwości) poprzez wzmacniacz o regulowanym cyfrowo wzmocnieniu podawany jest do okładek piezo-rurki z zamocowaną sondą pomiarową. Promień lasera po odbiciu od sondy trafia do diody PSD (Position Sensitive Diode), a następnie, już jako przetworzony sygnał elektryczny, do wzmacniacza homodynamicznego (ang. *lock-in amplifier*). Sygnał zdemodulowany amplitudowo we wzmacniaczu trafia do komparatora, gdzie zostaje porównany z nastawą określającą punkt pracy układu (wielkość tłumienia drgań ostrza na skutek jego oddziaływania z próbką). Powstały w ten sposób sygnał błędny podawany jest do regulatora PID, który steruje wzmacniaczem „Z” tak, aby amplituda drgań ostrza była zachowana na stałym poziomie.



Rys. 4. Schemat blokowy ilustrujący zasadę działania mikroskopu w trybie kontaktu przerywanego

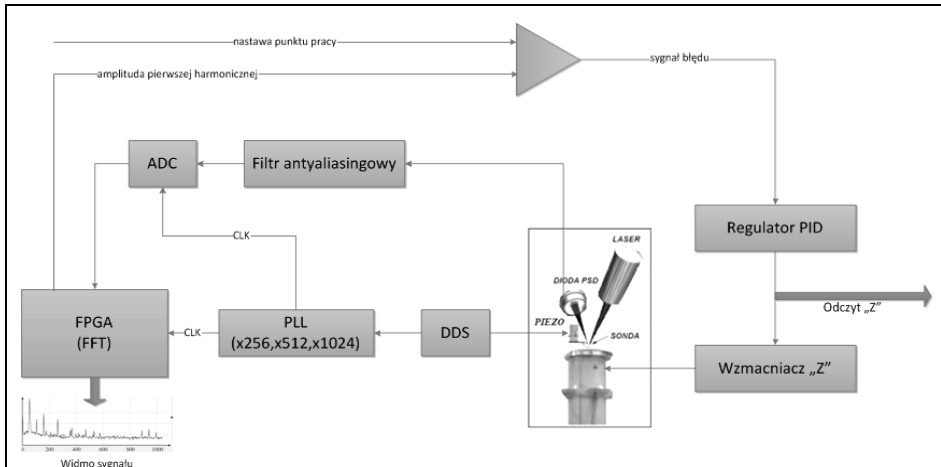
Fig. 4. The block diagram illustrating the principle of a microscope in the intermittent contact mode

W większości mikroskopów sił atomowych pracujących w trybie kontaktu przerywanego jako detektory amplitudy drgań sondy stosuje się wzmacniacze homodynamiczne. Przy czym analogowe ich odmiany charakteryzują się długim czasem odpowiedzi wynikającym z ich zasady działania (czas reakcji tych urządzeń wynosi około 10 okresów sygnału pobudzającego). Cyfrowe odmiany tych urządzeń umożliwiają jednoczesny pomiar amplitudy oraz przesunięcia fazowego, jednakże w odniesieniu do tylko pierwszej, a co najwyżej drugiej harmonicznej badanego sygnału. Do ich prawidłowego działania wymagana jest implementacja selektywnych pasmowych filtrów cyfrowych, co jest powodem występowania znacznego opóźnienia sygnału wyjściowego w stosunku do sygnału próbkowanego. Opóźnienie to wymusza zmniejszenie szybkości skanowania, co znacznie pogarsza jakość otrzymywanych obrazów.

METODA DETEKCCJI AMPLITUDY I FAZY SKŁADOWYCH HARMONICZNYCH

Opracowana i chroniona patentowo [L. 11] metoda detekcji drgań sondy pomiarowej w dynamicznym mikroskopie sił atomowych umożliwia jednoczesny, synchroniczny pomiar zarówno amplitudy, jak i fazy składowych harmonicznych sygnału pochodzącego z oscylującej sondy. Model mikroskopu [L. 4] wyposażono w układy wzbudzania oraz detekcji drgań sondy pomiarowej w oparciu o szybkie (100 MHz) [L. 12] przetworniki analogowo-cyfrowe, a także układ

FPGA Vitex-5 firmy Xilinx oraz zaprojektowany układ elektroniczny (**Rys. 5**). Zaimplementowany w układzie FPGA algorytm dyskretnej transformaty Fouriera FFT oblicza wartość amplitudy pierwszej (lub innej, dowolnej) harmonicznej, która podawana jest do obwodu pętli sprzężenia zwrotnego w celu stabilizacji punktu pracy mikroskopu.



Rys. 5. Schemat blokowy układu wzbudzenia i cyfrowej detekcji amplitudy drgań sondy pomiarowej z wykorzystaniem dyskretnego przekształcenia Fouriera

Fig. 5. Block diagram of the excitation system and digital detection of vibration amplitude of the probe using the discrete Fourier transform

Sygnal wzbudzający drgania sondy generowany jest przez układ bezpośredniej syntezy cyfrowej DDS, i jest on jednocześnie sygnałem referencyjnym dla programowalnej pętli sprzężenia fazowego PLL (ang. *Phase Locked Loop*), która służy do powielania częstotliwości sygnału zegarowego o czynnik 2^n (np. 64, 128, 256). Wytworzone w ten sposób impulsy zegarowe służą z kolei do taktowania działających z szybkością do 100 MSPS przetworników analogowo-cyfrowych, a także części zasobów logicznych układu FPGA odpowiedzialnych za odczyt danych oraz obliczenia amplitudy i fazy drgań sondy pomiarowej. Ponieważ częstotliwość próbkowania jest całkowitą wielokrotnością podstawowej częstotliwości drgań sondy pomiarowej, to obliczone za pomocą DFT (ang. *Discrete Fourier Transformation*) składowe widma częstotliwościowego odpowiadają rzeczywistym amplitudom składowych harmonicznych sygnału pochodzącego z sondy pomiarowej. Taki sposób próbkowania eliminuje znane w cyfrowym przetwarzaniu sygnałów zjawisko przecieku widma i nie istnieje w tym wypadku potrzeba stosowania okienkowania, a w konsekwencji wprowadzania współczynników korekcyjnych do obliczonych amplitud składowych sygnału [L. 13, 14]. Dodat-

kowo generowanie impulsów zegarowych, których częstotliwość jest potęgą liczby 2 pozwala zachować tę właściwość również przy analizie wyższych harmonicznych obliczanych z użyciem algorytmu szybkiej transformaty Fouriera. Obliczona amplituda pierwszej harmonicznej zostaje zamieniona na sygnał analogowy i trafia do komparatora, gdzie zostaje porównana z nastawą określającą punkt pracy układu (wielkość tłumienia drgań ostrza na skutek jego oddziaływania z próbką). Powstały w ten sposób sygnał błędu podawany jest do regulatora PID, który steruje wzmacniaczem „Z” tak, aby amplituda drgań ostrza była zachowana na stałym poziomie. W związku z tym, iż cały proces próbkowania i przetwarzania jest zsynchronizowany z przebiegiem wzbudzającym drgania, możliwe jest również obliczanie w czasie rzeczywistym zmian przesunięcia fazowego sygnału pochodzącego z sondy pomiarowej w stosunku do sygnału wymuszającego jej drgania. Zaimplementowany w układzie FPGA algorytm detekcji fazy i amplitudy drgań sondy oblicza pierwszą harmoniczną zgodnie z wzorem na dyskretne przekształcenie Fouriera:

$$X(m) = \sum_{n=0}^{N-1} x(n) \left(\cos \frac{2\pi mn}{N} - j \sin \frac{2\pi mn}{N} \right) \quad (1)$$

gdzie: $X(m)$ – m -ta składowa wyjściowej DFT,
 m – indeks próbek wyjściowych DFT w dziedzinie częstotliwości,
 $x(n)$ – ciąg próbek wejściowych,
 n – indeks próbek wejściowych w dziedzinie czasu,
 N – liczba próbek ciągu wejściowego oraz liczba punktów częstotliwości w ciągu wyjściowym DFT.

Wzór ten dla pierwszej harmonicznej obliczanej z $N = 2^8 = 256$ elementowego ciągu próbek rzeczywistych $x(n)$ przyjmuje postać:

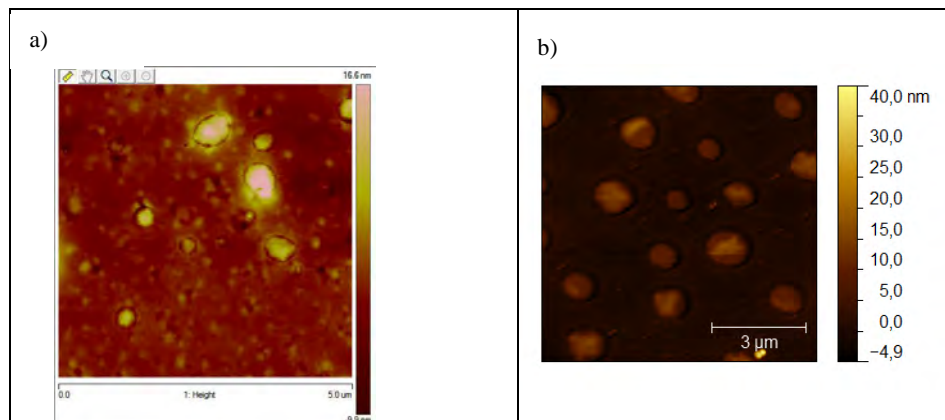
$$X(1) = \sum_{n=0}^{255} x(n) \left(\cos \frac{2\pi n}{256} - j \sin \frac{2\pi n}{256} \right) \quad (2)$$

Przetwarzanie części urojonej i rzeczywistej następuje równolegle. W każdym cyklu taktującym wartość odczytana z przetwornika analogowo-cyfrowego jest mnożona przez odpowiednią wartość funkcji sinus (dla części urojonej) oraz cosinus (dla części rzeczywistej). Wykorzystanie wbudowanych w układ FPGA serii Virtex-5 bloków DSP umożliwia również sumowanie poszczególnych iloczynów w tym samym cyklu zegarowym. Odpowiednie wartości funkcji sinus zostały stabilizowane i są wczytywane do dwuportowego bloku pamięci RAM w momencie konfiguracji układu FPGA. Użycie pamięci dwuportowej umożliwia wykorzystanie tych samych wartości (ale odpowiednio przesuniętych) jako mnożników dla części rzeczywistej i urojonej. Z uzyskanych w ten

sposób składowych zespolonych pierwszej harmonicznej widma obliczana jest z użyciem algorytmu CORDIC (ang. *Coordinate Rotation Digital Computer*) amplituda oraz faza drgań sondy próbkującej [L. 15].

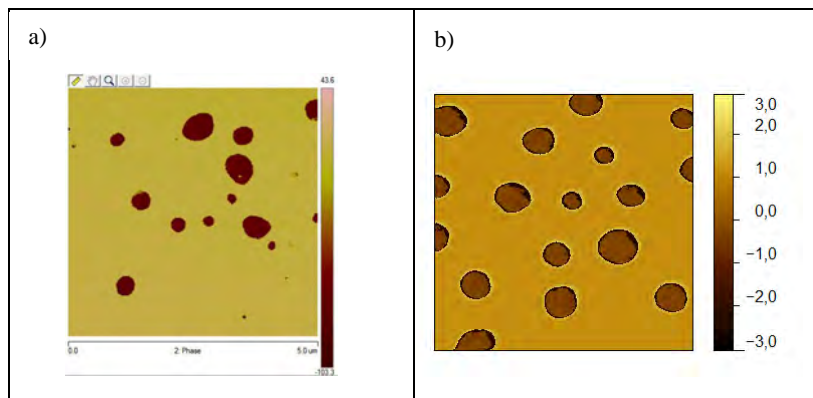
Przedstawiony algorytm pozwala uzyskać wartości zespolonych składowych widma sygnału już po 2 cyklach zegarowych układu FPGA od zakończenia próbkowania. Natomiast amplituda i faza jest dostępna po około 50 cyklach zegarowych od zakończenia próbkowania. Tak więc informacja o amplitudzie i fazie jest dostępna w każdym taktie sygnału wzbudzającego drgania.

Na poniższych rysunkach zaprezentowano wybrane obrazy próbki referencyjnej o oznaczeniu PS-LDPE (Veeco). Próbka ta składa się z mieszanki polistyrenu i poliolefinu tworzącego ciekłą warstwę naniesioną na krzemowe podłoże. Moduł elastyczności polistyrenu wynosi około 2 GP, a dla poliolefinu jego wartość wynosi około 0,1 GP. Porównanie obrazów próbki uzyskane modelem mikroskopu Terra AFM wyposażonym w moduł detekcji amplitudy i fazy z obrazami uzyskanymi mikroskopem czołowego producenta wskazuje na uzyskiwanie podobnych wyników, zarówno w obrazie topologii powierzchni (**Rys. 6**), jak i w obrazie kontrastu fazowego (**Rys. 7**). Potwierdza to poprawność opracowanej metody detekcji amplitudy i fazy w trybie kontaktu przerywanego. Metoda umożliwiła synchroniczny pomiar w czasie rzeczywistym zarówno amplitudy, jak i fazy składowych harmonicznych sygnału pochodzącego z oscylującej sondy (**Rys. 8**). Możliwości takiej, jako wbudowanej na stałe funkcji, nie mają obecnie produkowane mikroskopy AFM.



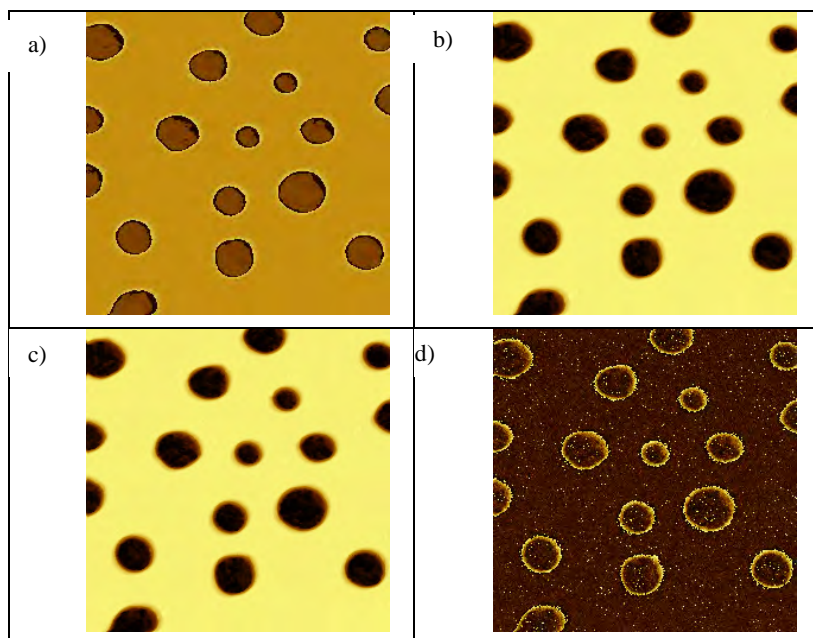
Rys. 6. Porównanie obrazów próbki referencyjnej PS-LDPE uzyskanych za pomocą mikroskopu wiodącej marki (a) i mikroskopu Terra AFM z modułem detekcji fazy i amplitudy (b)

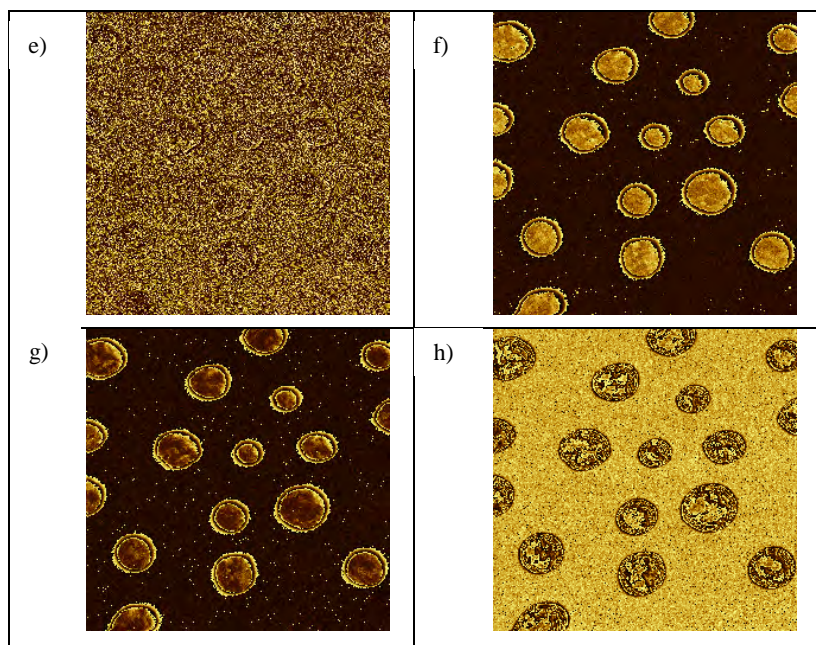
Fig. 6. Comparison of reference sample image PS-LDPE obtained with a leading brand microscope (a) and AFM microscope Terra with the detection module of the phase and amplitude (b)



Rys. 7. Porównanie obrazów przesunięcia fazowego próbki referencyjnej PS-LDPE uzyskanych za pomocą mikroskopu wiodącej marki (a) i mikroskopu Terra AFM z modułem detekcji fazy i amplitudy (b)

Fig. 7. Comparison of reference sample image PS-LDPE obtained with a leading brand microscope (a) and AFM microscope Terra with the detection module of the phase and amplitude (b)





Rys. 8. Obrazy przesunięcia fazowego dla tej samej próbki referencyjnej uzyskane za pomocą systemu wyposażonego w moduł detekcji amplitudy i fazy składowych harmonicznych odpowiednio dla: a) pierwszej, b) drugiej, c) trzeciej, d) czwartej, e) piątej, f) szóstej, g) siódmej, h) ósmej harmonicznej

Fig. 8. Images of the phase shift for the same sample obtained with the reference system with the detection module of the amplitude and phase of the harmonics respectively: a) the first, b) a second, c) a third, d) a fourth, e) fifth, f) sixth, g) the seventh, h) the eighth harmonic

PODSUMOWANIE

Przedstawiona w artykule metoda detekcji drgań sondy pomiarowej w trybie kontaktu przerywanego umożliwia jednoczesny, synchroniczny pomiar zarówno amplitudy, jak i fazy składowych harmonicznych sygnału pochodzącego z oscylującej sondy pomiarowej. Opracowana metoda próbkowania pozwala na uniknięcie tak zwanego przecieku transformaty oraz nie wymaga stosowania okienkowania sygnału wejściowego. Rozwiązanie to powoduje, że informacja o amplitudzie, fazie i zawartości widmowej badanego sygnału jest dostępna praktycznie natychmiast po zakończeniu próbkowania pojedynczego okresu drgań sondy pomiarowej.

Model mikroskopu Terra AFM z funkcją pracy w trybie kontaktu przerywanego z analizą składowych harmonicznych umożliwia obrazowanie delikatnych struktur (innych niż próbki testowe) bez ingerencji w ich budowę i zapewnia minimalizację oddziaływania przyrządu pomiarowego na obiekt badań. Waga tego

zagadnienia jest na tyle duża, że metodami jego rozwiązywania zajmują się liczne zespoły naukowe [L. 16–22].

Autorzy mają nadzieję, że przedstawiona zasada działania opracowanego układu oraz jego możliwości pomiarowe pozwolą na świadome wykorzystanie go w badaniach tribologicznych, w których wymagana jest dogłębna analiza właściwości mechanicznych badanego materiału.

Przedmiotem dalszych prac będzie wyjaśnienie korelacji pomiędzy uzyskiwanymi obrazami fazowymi a właściwościami mechanicznymi badanych struktur.

LITERATURA

1. Binnig G., Quate C., Gerber C.: Atomic force microscope, *Phys. Rev. Lett.* 56, 930–933 (1986).
2. Cleveland J.P., Anczykowski B., Schmid A.E., Elings V.B.: Energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* 72, 2613 (1998).
3. Jeong Y., Jayanth G.R., Jhiang S.M., Menq C.H.: Direct tip-sample interaction force control for the dynamic mode atomic force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* 88, 204102 (2006).
4. Majcher A., Mrozek M., Zbrowski A., Olejniczak W., Pawłowski S., Piskorski M.: Mikroskop STM/AFM do zastosowań badawczych w zaawansowanych technologiach w przemyśle oraz w dydaktyce szkół wyższych. *Problemy Eksploatacji* 3/2011, s. 177–188.
5. Stark M., Guckenberger R.: Fast low-cost phase detection setup for tapping-mode atomic force microscopy. *Rev. Sci. Instr.* 70, 3614 (1999).
6. Bodiguel H., Montes H., Fretigny C.: Depth sensing and dissipation in tapping mode atomic force microscopy. *Rev. Sci. Instr.* 75, 2529 (2004).
7. Sebastian A., Salapaka M., Chen D.J., Cleveland J.P.: Harmonic and power balance tools for tapping-mode atomic force microscope. *J. Appl. Phys.* 89, 6473 (2001).
8. Li H., Chen Y., Dai L.: Concentrated-mass cantilever enhances multiple harmonics in tapping-mode atomic force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* 92, 151903 (2008).
9. Hillenbrand R., Stark M., Guckenberger R.: Higher-harmonics generation in tapping-mode atomic-force microscopy: Insights into the tip-sample interaction. *Appl. Phys. Lett.* 76, 3478 (2000).
10. Rodriguez T.R., Garcia R.: Tip motion in amplitude modulation (tapping-mode) atomic-force microscopy: Comparison between continuous and point-mass models. *Appl. Phys. Lett.* 80, 1646 (2002).
11. Układ synchronicznej cyfrowej detekcji amplitudy i fazy składowych harmoniczných sygnálu pochodzącego z sondy pomiarowej w dynamicznym mikroskopie sił atomowych. Zgłoszenie patentowe nr P.397845 (2012).
12. AD9446: 16-Bit, 80/105 MSPS Data Sheet (Rev 0, 11/2005). Analog Devices.

13. Marven C., Ewers G.: Zarys cyfrowego przetwarzania sygnałów. Wydawnictwo Komunikacji i Łączności, Warszawa 1999.
14. Stranneby D.: Cyfrowe przetwarzanie sygnałów. Metody, algorytmy, zastosowania. Wyd. BTC, 2004.
15. http://www.xilinx.com/support/documentation/ip_documentation/cordic_ds249.pdf.
16. Sahin O., Atalar A.: Simulation of higher harmonics generation in tapping-mode atomic force microscopy, *Appl. Phys. Lett.* 79(26), 4455, 2001.
17. Stark R.W., Heckl W.M.: Higher harmonics imaging in tapping-mode atomic-force microscopy, *Rev. Sci. Instr.* 74(12), 2003.
18. Sahin O., Quate C.F., Solgaard O., Atalar A.: Resonant harmonic response in tapping-mode atomic force microscopy. *Phys. Rev. B* 69:165416, 2004.
19. Balantekin M., Atalar A.: Enhanced higher-harmonic imaging in tapping-mode atomic force microscopy. *Apl. Phys. Lett.* 87:243513, 2005.
20. Sahin O., Su C., Magonov S., Quate C.F., Solgaard O.: An atomic force microscope tip designed to measure time varying nanomechanical forces, *Nature Nanotechnology* 2:507-514, 2007.
21. Stark R.W.: Bistability, higher harmonics, and chaos in AFM. *Mater Today* 13:24-32, 2010.
22. Sikora A., Bednarz Ł.: The implementation and the performance analysis of the multi-channel software-based lock-in amplifier for the stiffness mapping with atomic force microscope (AFM). *Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences*, 60 (1), 83-88, 2012.

Summary

This paper presents a method of detecting vibrations in a dynamic probe atomic force microscopy DFM (Dynamic Force Microscopy), which allows simultaneous, synchronous measurement of both the amplitude and phase of harmonic signal from the oscillating probe. The model of the microscope is equipped with excitation and detection systems based on the fast 100 MHz analog and digital FPGA Vitex-5. The algorithm implemented discrete Fourier transform FFT calculates the amplitude of the first (or another) harmonic, which is fed to the circuit feedback loop to stabilize the operating point of the microscope. Regardless also fast Fourier transform FFT is done providing information about the amplitude and phase of each harmonic components of the signal from the probe. The presented sampling method avoids the so-called transform leakage and does not require the use of the windowing of the input signal. In the described embodiment information about the amplitude and phase of the spectral content of the test signal is available almost immediately after a single period of oscillation sampling probe.