

国产 CSPM-930 型扫描探针显微镜介绍

An Introduction to CSPM-930 Scanning Probe Microscope

戴长春 黄桂珍 杨德亮

(中国科学院化学研究所本原显微仪器开发中心 北京 100080)

【摘要】 国产 CSPM-930 型多功能扫描探针显微镜,是一种与光学显微镜结合的、具有 STM、AFM、LFM 等多模式和功能的实用型仪器。该仪器在设计上考虑国内科研的实际需要,在分辨率等主要性能指标上毫不逊色于国外同类 SPM 产品,在性能价格比、适用性、及售后服务等方面有着明显的优势。在纳米科技的各个研究领域亦有着上乘的表现。

【Abstract】 This paper introduces the CSPM-930 multifunction scanning probe microscope (SPM). It works with functions of STM, AFM, LFM etc.

关键词: 扫描探针显微镜

Key words: Scanning Probe Microscope

0 引言

80 年代初以扫描隧道显微镜 (STM) 为代表的纳米探测仪器的面世,推动了一系列纳米学科的兴起与发展。经过十多年的更新换代,纳米探测仪器已经发展成为包括 STM、原子力显微镜 (AFM)、摩擦力显微镜 (FFM)、磁力显微镜 (MFM)、弹道电子发射显微镜 (BEEM)、近场光学显微镜 (SNOM) 等多种具有纳米水平分辨率的扫描探针显微镜 (SPM) 家族。SPM 在功能上也不仅仅局限于微区成像,而是成为具有微探测、微加工、微控制和各种谱学等功能的综合性仪器。因此,扫描探针显微镜的不断发展,已经成为人类认识和改造微观世界的必不可少的工具。

中国科学院化学研究所本原显微仪器开发中心与多所大专院校和科研单位合作研制、开发的多功能扫描探针显微镜,是一种与光学显微镜结合的、具有 STM、AFM、LFM 等多模式和功能的实用型仪器。该仪器具有功能齐全、分辨率高、结构紧凑、操作简单、通用性强、互换性好、国产化程度高、价格远低于同类国外仪器等特点,特别适合于国内纳米科技研究与应用的需要。

1 仪器特点

扫描探针显微镜的种类和功能根据纳米科研和应用领域的不同需要而有所不同。就控制功能等设计思想而言,它们

都程度不同地继承了早期 STM 仪器的一些设计方法。其主要差别在于探头及其测试方法的不同。就探头而言,SPM 可分为与隧道效应有关的显微镜主体、扫描力显微镜、光子扫描隧道显微镜,以及扫描热显微镜等等。其中应用最广的是 STM、AFM、LFM、MFM 和 SNOM 等。就探测方法而言,有守恒隧道电流 (力) 与守恒高度之分;有接触与非接触之分;有对各种参加变量的不同调制和检测方法之分,等等。对于实用型的 SPM 在设计时应考虑其不同的用途,充分利用各种显微镜的相似部分,使其具有通用性。另外,尽可能高的分辨率和覆盖从纳米至微米的扫描范围,以及操作方便等也是需要考虑的因素。

似性强的部分尽可能具有兼容性;探针显微镜主体由上下两部分构成,下面的部分设计成通用底座,包括用于扫描驱动的 X、Y、Z 压电陶瓷器件,以及磁性样品台和步进电机调节机构;上面是探头部分,根据不同用途及功能可更换不同的探头,从而达到多功能的目的。为了便于操作,我们还设计了与 SPM 联用的光学显微镜及 CCD 监视系统,用于样品定位及实时监测,同时使观测视野覆盖从原子水平到微米的的不同区域。

2 功能

2.1 SPM 主体

SPM 主体是扫描探针显微镜的核心,分为探头和扫描驱动基座上两个实体,由光路系统 (STM 为导电探针)、前置放大部分、扫描驱动部分、步进电机部分及机械调节系统等部分组成。

对于扫描力探头 (如 AFM、LFM),光路系统包括激光光源、准直及聚焦透镜、微悬臂、光敏检测器及其机械调节系统。激光光源采用可见光半导体激光器 (GaAlAs Laser, 670nm, 3mW) 作为单色

光源,光束经准直及聚焦透镜汇聚,再经镜面反射后入射到微悬臂背部镜面。从

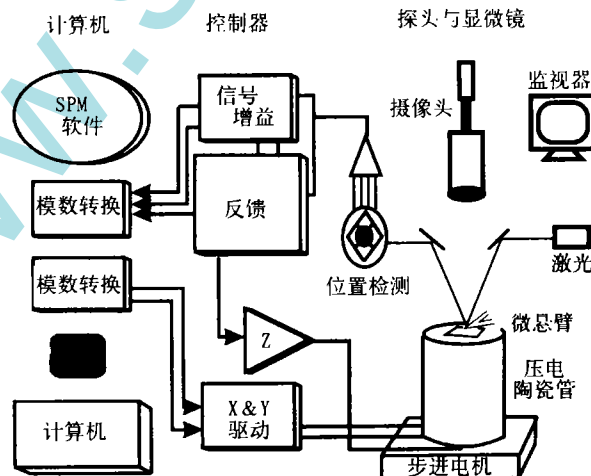


图 1 CSPM-930 型扫描探针显微镜系统框图

基于如上分析,我们的扫描探针显微镜设计成由几部分组成 (图 1); 其中电路控制系统、计算机软硬件系统等相

微悬臂反射的光束经一可调节光束方向的反光镜照射到光敏检测器上。光路采用多次反射的方案是为了便于上方的光学显微镜直接观察。激光器电源采用恒流、恒功率、稳压输出。聚焦光斑应能被约 20μ 宽的悬臂梁镜面有效反射,反射光斑应呈椭圆形。微悬臂采用 SiO_2 或 Si_3N_4 材料制成,背面有镀金镜面,微悬臂的弹性系数在 0.1N/m — 10N/m 之间。光敏检测器为四象限位置敏感检测器(PSD),PSD 的四象限呈“ \diamond ”形放置,调零时反射光斑应落在四象限中央。在机械设计上,光敏检测器和激光、透镜部分都需要三维可调,以利于光斑准确汇聚在微悬臂和反射到 PSD 上。

前置放大部份由精密仪器放大器组成,分别捕捉和放大光敏检测器四象限的横向和法向的差动电流信号,并将信号转换成毫伏级电压信号,用于输出和控制反馈电路。

STM 探头的设计主要考虑稳定性问题,探头部分主要包括导电探针插座和高灵敏度的 I-V 转换前置放大器。LFM 探头与 AFM 探头的差别在于多一路探测横向力的检测电路。而 MFM 探头的微悬臂采用磁性探针和增加一微型压力振荡器。

扫描驱动基座设计为通用性的。扫描驱动部分是指可以负载样品做 X、Y 水平扫描移动和 Z 轴反馈控制移动的压电陶瓷管。在 $\pm 150\text{V}$ 电压驱动下,X、Y 扫描范围可从 $2\text{nm} \times 2\text{nm}$ 达到 $10\mu \times 10\mu$,使仪器不仅可以在原子尺度研究样品结构,还可以进行大范围形貌观察。步进电机采用步距为 0.3° 的精密电机。

机械设计包括探头的整体设计,激光部分、检测器的安装和三维机械调节,样品的 X 和 Y 方向机械平移调节,微悬臂安装及锁定装置,样品磁性底座、显微镜主体屏蔽及减震装置,连线和接插件安装等。

2.2 光学显微镜及 CCD 系统

用于微米水平定位及实时监控探针及样品的系统包括体视显微镜、CCD 摄像头和监视器。其中体视显微镜要求具有长工作距、大视场和连续变倍,CCD 采用 0.04LUX ,460 线黑白摄像头。为

了给观察区提供照明,光源从显微镜的左侧视镜引入。

2.3 电路控制系统

由于 SPM 是在纳米级水平上对样品进行研究,而 SPM 的信号十分微弱,一般在 nA 级或 μV 级水平上,因此对整个电路和设计有很高的要求。SPM 的控制电路包括反馈电路部分(比较电路、增益放大电路、积分电路、Z 轴高压放大等)、驱动电路部分、法向信号放大部分等。针对横向力研究的特点,还增加了横向力信号增益单元、参比信号控制部分和 Z 轴调节控制部分。电路部分还包括纳米加工和谱学控制的各种功能。

2.4 软件

SPM 的软件包括两个部分,图象扫描、采集和显示程序;图象处理程序。其中图象扫描、采集和显示程序已经移植到 Windows 环境下。

(1)Windows 环境支持下的图象扫描、采集和显示程序可实现 SPM 表面拓扑图象的实时采集、灰度图象显示以及数据存储。该程序充分利用 Windows 环境的界面美观大方、功能强大、通用性好的特点,增加了 ZOOM、扫描点数选择(100×100 点,至 400×400 点),鼠标控制等功能。扫描范围、扫描方向、数据采集速度、工作模式等相关参数可随时设定。SPM 的软件能够得到多种谱学的函数曲线。例如,I-V 曲线、I-Z 曲线、 $I_{\text{ref}}-V_z$ 曲线、 V_z-I_t 曲线等。为了实现纳米加工的工作,软件增加了表面修饰功能。

(2)SPM 的图象处理功能包括二维、三维以及线扫描图象,以及各种图象分析、处理及图像转换功能。

3 应用举例

如上所说,国产扫描探针显微镜在分辨率等主要性能指标上毫不逊色于国外同类 SPM 产品,在性能价格比、适用性、及售后服务等方面又有着明显的优势。因此,国产扫描探针显微镜在近十年的发展过程中一直受到国内外同行的关注,在数十家大学和研究单位的用户中保持着良好的信誉。

国产扫描探针显微镜在纳米科技的

许多研究领域都有着上乘的表现。例如:在化学领域,对有机导体(BEDT-TTF) $\text{Ag}_x(\text{SCN})_2$ 的研究,对 HgCl_2 在 HOPG 表面吸附的研究,对 C_{60} LB 膜、聚苯胺高分子膜、菁染料聚集态结构、液固界面的 1,9-二苯基-1,3,6,8-壬四烯-5 酮分子、双酞菁分子、明胶空间构象等许多物质表面微观结构的研究;在生命科学领域,对 DNA 变异结构及三链结构的研究,对多种生命物质表面微观结构的研究如:卵磷脂双层表面结构、烟草花叶病毒、乙肝病毒基因转移物的核酶等;在矿物学领域,先后对金红石、方铅矿、辉钼矿、黝锡矿、赤铁矿、黄铁矿、稀土矿、火山岩等国内矿产物质进行了 STM 及 AFM 研究;在材料科学领域,镍氢电池正负极片的研究、碳纤维复合材料的研究、纳米硅薄膜的研究等都证明了国产 SPM 功能的可靠;在产品检测方面,应用 AFM 技术对大规模集成电路、光盘、磁盘的检测,探索了国产扫描探针显微镜应用于工业检测的可能性;在纳米加工领域,应用 STM 施加脉冲的方法对石墨等样品的表面进行刻蚀,得到了线宽仅为 10 纳米的各种图案;利用 LFM 功能进行了纳米级水平摩擦、磨损的研究方面也取得了有意义的结果。

国产扫描探针显微镜在设计上采用模块式结构,很容易进行改造而适应不同的研究领域和需要。例如利用国产 SPM 改造而成的低温 STM,得到了高温超导体 $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{CuO}_8$ 单晶的高分辨率原子图像;国产 SPM 改造而成的弹道电子发射显微镜在界面微区研究及界面微区加工中也取得了高水平的研究成果。

4 性能指标

4.1 STM

名称	材料、部件	指标
探针	铂钨合金,钨丝	$\phi 0.25$
扫描器	压电陶瓷管	X、Y、Z
	最大扫描范围	$3\mu \times 3\mu$
分辨率	HOPG 样品	0.1nm

(下转第 89 页)

波导结合,制成光纤。希伯莱大学制出的高通量直型/弯型探针的通光率高达 10^{-3} (用其它技术只能达到 10^{-5} — 10^{-7}),同时在口径为50nm的探针处能保证偏振度不变。瑞士Basel大学运用昂贵的聚焦离子束刻蚀法(FIB),用Ga高能离子束精密修饰光纤探针的形状,以达到可控的针尖形状、尺寸及偏振状态。

除了以上近场光学常规领域外,近场光学在新型光子晶体(由厚度为 $250\mu\text{m}$, $n=1.68$ 的通道柱状玻璃丝阵列与 $n=1.66$ 的基体玻璃构成)的折射率与物理结构;近场全息成像技术及近场电子能量损失谱(EELS),拉曼谱线成像等方面均有新的进展。

5 仪器发展动态

从仪器发展现状看,目前已经出现了几种商品化的扫描近场光学显微镜,一些制造商注意到非光学式样品-探针间距探测在近场光谱方面的重要性而采取超声共振(音叉)^[14,16]式调控方式。然而,由于不同领域研究的需求的差别和技术上的难度,目前用于特殊环境的近场光学显微镜,如真空、低温、磁场、流体中的研究以及近场光谱联用系统,超快瞬态过程联用系统还停留在实验室自行研制阶段。早期根据PSTM原理的光子隧道显微镜商品化没有取得成功。

现代近场光学显微镜的快速发展提供了近场中一些基本现象的实验结果,

同时也为近场区域的干涉、衍射、偏振及成像原理提出许多新的理论问题。比如,隐失场中携带的结构细节信息,有没有可能在远场或中场获得?SNOM的分辨率是否有上限等等。然而,即使这些问题尚未完全解决,SNOM的技术应用已体现在许多领域中。除了基础研究和基本物理现象的认识外,SNOM最有应用前景当属在微电子学,光电学,高密度信息存储与生命科学中,而这些学科领域也正是纳米科学与技术所覆盖的学科。尽管近场光学显微的横向分辨率(30—100nm)低于STM或AFM(0.1—1nm),但是在研究纳米尺度光学信息时,如纳米发光材料,纳米多孔硅、纳米碳管、新型GaN发光管、量子线、量子点等人工微结构的发光特性,以及生命科学中原位/活体观察、动态成像中将起到其它实验手段所不可替代的作用。

6 参考文献

- 1 Binnig G. and Rohrer H., *Helv. Phys. Acta*, 1982, 55, 726
- 2 Dürig, U.; Pohl, D. W.; Rohner, F., *Journal of Applied Physics*, 1986, 59, no. 10, 3318
- 3 Ash, E. A., Nicholls, G., *Nature*, 1972, 237, 510
- 4 Fischer, U. Ch.; Zingsheim, H. P., *Appl. Phys. Lett.*, 1982, 40, no. 3, 195
- 5 朱星, 近场光学与近场光学显微镜, 北京大学学报(自然科学版), 1997, 33卷, 第3期, 394
- 6 Betzig, E.; Trautman, J. K.; Harris, T. D.; Weiner, J. S.; Kostelak, R. L., *Science*, 1991, 251, no. 5000, 1468
- 7 Betzig, E.; Trautman, *Science*, 1992, 257, no. 5067, 189
- 8 Betzig, E.; Trautman, J. K., Wolfe, R. et al., *Applied Physics Letters*, 1992, 61, no. 2, 142
- 9 Betzig, E.; Chichester, *Science*, 1993, 262, no. 5138, 1422
- 10 Xie, X. S.; Dunn, R. C. *Science*, 1994, 265, 361
- 11 Zenhäusern, F.; Martin, Y.; Wickramasinghe, H. K. *Science*, 1995, 269, no. 5227, 1083
- 12 X. Zhu, G. S. Huang, H. T. Zhou, and Y. D. Dai, *Solid State Comm.*, 1996, 98, 661
- 13 朱星, 纳米尺度的光学成像与纳米光谱, 《物理》, 1996, 25卷, 8月号, 458
- 14 X. Zhu, G. S. Huang, H. T. Zhou, Y. D. Dai, Y. Ling and Z. Z. Gan, *Optical Review*, 1997, 4(1B): 488
- 15 朱星. 近场光学显微镜的成像方式, 见: Zhu Xing ed. *Near-field Optics and Near-field Scanning Optical Microscopy*. 北京: CCAST-WL Workshop Series, Vol. 64, 1996, 75
- 16 黄贵松, 朱星, 周赫田等. 超声共振式近场光学显微镜的研制和应用. 见: Zhu Xing ed. *Near-field Optics and Near-field Scanning Optical Microscopy*. 北京: CCAST-WL Workshop Series, Vol. 64, 1996, 179
- 17 Proceedings of the 4th inter. conf. on Near-field Optics, Jerusalem, 1997.
- 18 凌勇, 周赫田, 朱星等, 半导体学报, 1998, 印刷中
- 19 Hess, H. F.; Betzig, E.; Harris, T. D. et al., *Science*, 1994, 264, 1740

(上接第93页)

4.2 AFM

名称	材料, 部件, 方式	指标
探针	Cantilever	
光源	激光二极管	670nm, 3mW
探测器	四象限光敏检测	
扫描器	压电陶瓷管	X, Y, Z
	最大扫描范围	$40\mu \times 40\mu$
	常用扫描范围	$10\mu \times 10\mu$
粗调机构	步进电机自动控制	升降 $<0.2\mu$ /每步
样品台	移动范围	5mm * 5mm
样品	固定方式	磁铁
	样品尺寸	$\phi 15\text{mm}$
分辨率	mica 样品	0.5nm

4.3 电控系统

名称	材料, 部件, 方式	指标
扫描驱动器	X, Y 方向高压	$\pm 150\text{V}$
反馈驱动器	Z 轴	$\pm 150\text{V}$
偏置电压(Vbias)	调节范围	$\pm 12\text{V}$
参考电流(Iref)	调节范围	0—18.0nA

4.4 计算机系统

(1) 硬件:

名称	材料, 部件, 方式	指标
主机	386, 486, Pentium 系列	33MHz 以上
显示卡	TVGA	1024 * 768 * 256
输入/输出卡	ADC	12bits, 16路
	DAC	12bits, 4路
	PIO	8255

(2) 软件:

名称	材料, 部件, 方式	指标
操作系统	DOS, Windows 3.1	
图象扫描程序	扫描, 采样, 控制等	
图象处理程序		

4.5 光学监测系统:

名称	材料, 部件, 方式	指标
体视显微镜	XTL-2	70—80倍
CCD 摄像头	单色(或彩色)	0.04Lux/F1.0
监视器	黑白(或彩色)	9英寸(23cm)