

扫描力显微镜

王大文 白春礼

中国科学院化学研究所

利用探针可研究材料表面的局域性质。对探针进行扫描同时进行精确的反馈控制就可获得材料表面性质的高分辨率图象，据此已发展起来了一系列新型的扫描探针型显微仪器。其中最具有代表性的就是扫描隧道显微镜 (STM)，它的出现对该领域的发展起到了极大的推动作用。扫描力显微镜 (SFM) 就是近年来在 STM 基础上发展起来的又一类新型扫描探针分析仪器。它通过在扫描样品的同时测量带尖端的力敏感元件与样品表面局部区域的相互作用力 (或其函数)，从而获得作用力的高分辨率图象。两个物体 (如样品与针尖) 相互接近时，它们之间将可能存在诸如原子斥力、摩擦力、范德瓦尔斯力、磁力、静电力等多种形式的力，利用上述 SFM 原理，对这些力的测量都是可能的。根据所测力的不同，目前已发展起来了诸如原子力显微镜 (AFM)、磁力显微镜 (MFM)、静电力显微镜、摩擦力显微镜等多种专门的手段，它们同属于 SFM。

与 STM 一样，SFM 同样具有可在不同环境下工作、成像分辨率高、能在实空间直接给出表面的各种信息等优点，其中测量针尖与样品表面原子间相互作用斥力的 SFM，即 AFM 甚至可以以原子级分辨率观察表现形貌。用 STM 观察表现形貌也可达原子级水平，但它只能研究导体和半导体材料，包括 AFM 在内的各种 SFM 不仅可以用来研究导体和半导体表面，还可以以极高分辨率研究绝缘体表面，弥补了 STM 的不足。SFM 的另一重要特点是它可以以极高的，以前所不能达到的分辨率研究与力有关的诸如摩擦、化学反应、磁及静电相互作用等多种现象。SFM 的这些特点使得它 (们) 成为继 STM 之后得以迅速发展的又一类探针型表面分析仪器。

一、SFM 仪器

SFM 系统主要由以下几部分组成：

(1) 带针尖的力敏感元件；(2) 力敏感元件运动检测装置；(3) 监控力敏感元件运动的反馈回路；(4) 机械扫描系统 (一般使用压电陶瓷)，其作用是使样品进行扫描运动；(5) 图象采集及显示系统，可对数据进行测量并实时显示；(6) 图象处理系统。其中关键的是前两部分，其余部分与 STM 相比并无原理上的区别。

带尖端的力敏感元件由微悬臂及粘附于其上的针尖组成，其中针尖接近样品时将与其相互作用，该作用力使得微悬臂发生形变或使其运动状态发生变化，利用传感器就可了解这些变化，最后获得作用力信息。针尖的形状及其与样品的间距将决定 SFM 的分辨率。微悬臂可由诸如 Au 等金属箔制成，然后在其上粘以金刚石碎片作为尖端，或直接在作为微悬臂的金属片或金属丝上腐蚀出针尖。利用这些方法获得的微悬臂尽管可获得原子级分辨率的图象，但其制造重复性较差，成功率不高。利用微细加工技术可制造出由硅、氧化硅或氮化硅等材料制成的带尖端的微悬臂，用它们探测表面均能达到原子级水平，该方法具有很好的重复性。无论何种微悬

臂，都要求其具有尽可能高的固有共振频率，这样可以降低仪器对低频噪音的敏感性，并使其具有较高的扫描速度。由于固有共振频率 $f_{res} \propto 1/m^{1/2}$ ，因此微悬臂质量要尽可能小，微细加工技术在此显示了其优越性。

二、微悬臂运动的检测

微悬臂运动的检测方法有多种，它们根据探测器的不同而不同。主要可以分为两大类，一类是电学的方法，一类是光学的方法。电学方法主要包括隧道电流检测和电容检测法两种。隧道电流检测法是世界上第一台 AFM 所用的方法，它根据隧道电流对电极间距离非常敏感的原理，将一 STM 用针尖置于微悬臂背面作为探测器，如图 1 (a) 所示，依靠该针尖与微悬臂间产生的隧道电流的变化就可检测由于原子间相互作用力等产生的微悬臂的形变，分辨率达原子级水平。电容法则是通过测量微悬臂与一参考电极间的电容变化来测量微弱力的。如图 1 (b) 所示，尖端与样品间的作用力导致微悬臂移动从而使得它与参考电极间的空间大小即电容发生变化，通过测量该电容的变化就可测量微悬臂的位移即作用力的大小，该方法对微悬臂针尖与样品的间距无特殊要求。

光学法是通过测量激光束在微悬

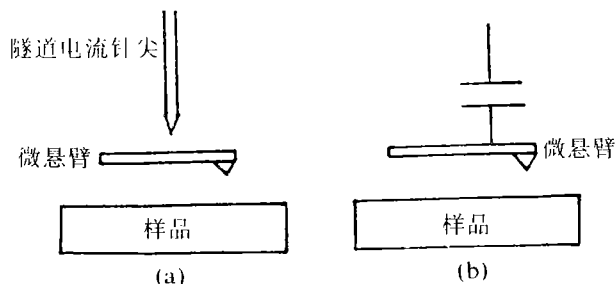


图 1 微悬臂运动的 (a) 隧道电流检测法及 (b) 电容检测法结构示意图。

臂背面的反射来测量其运动的，它利用了光束对其光程或方向的敏感性，这时若与针尖的横向分辨本领结合起来，就可以以极高的横向分辨率测量物体间的相互作用力。与电学方法特别是隧道电流检测法相比，光学法具有一些独特的优点。首先，由于激光束束斑一般较大，直径可为几微米，这导致其反射信号受微悬臂背面粗糙度的影响较小，从而降低了仪器对热漂移的敏感性；其次，微悬臂背面的污染对光信号影响较小，对隧道电流的影响则相当严重；另外，在大气中工作时，激光束对微悬臂产生的作用力较隧道针尖产生的要小，这使得仪器的工作更加可靠和稳定。而且光学法对微悬臂的导电性无要求。

光学法可有不同的工作方式，它们主要包括利用光学技术中的自差法和外差法的检测方式，及激光二极管干涉法和偏转探测法等方式，如图 2 所示。其

中用自差法测量，光程的飘移将会干扰信号，利用外差法将不会有此问题，但此时需要较多的光学和电子器件。利用激光二极管干涉法的仪器，只需将微悬臂背面反射的信号送回激光二极管然后进行信号分析即可，不需要其他光学元件，与用其他光学法相比，使用该方法仪器体积最小，但信号的分析颇为复杂。偏转探测法中，反射激光束被一对位置（或角度）极其敏感的光电接收器接收，根据反射激光束角度等的变化，就可直接获得微悬臂偏转的大小，从而获得针尖与样品的作用力信息，此时针尖与样品相当接近，二者之间存在着较强的原子相互斥力。目前 AFM 商品仪器就是采用该方法检测微悬臂运动的，其横向分辨率最高可达 0.2 埃，为原子级水平。

除了按照所测力的性质对 SFM 进行分类外，也可按照微悬臂运动检测

形变。处于该模式，针尖与样品的间距小于 0.3 埃，基本上是紧密接触的（故又称接触模式）。由于此时二者电子云发生重叠，导致仪器的分辨率极高，可达原子级水平。运用此种模式可测量原子间的近程相互斥力，所测最小力可达 10^{-9} N。对于针尖与样品间的摩擦力，也可用该模式进行测量，这时最小检测极限可达 10^{-10} N。根据反馈方式的不同，该模式又可分成恒力模式和和形变变化模式两种。前者反馈信号控制样品上下运动，使得微悬臂的形变及其与样品间的相互作用力保持恒定；后者样品只进行扫描运动，反馈线路控制使得微悬臂随表面的起伏而上下运动，形变发生变化，此时，由于反馈直接控制隧道针尖，导致仪器工作稳定，但其数据的解释要困难一些。

SFM 的另一种工作模式是动态工作模式。此时微悬臂或样品进行高频振动（一般由压电陶瓷器件产生）。对于微悬臂振动情况，高频振动频率 f_{res} 接近其固有振动频率。针尖与样品的相互作用力对其间距的变化率 F' 将影响微悬臂振动频率 f_{int} 。对于振荡较弱的情况， $\Delta f = F'f_{res}/2k$ ，其中， k 为微悬臂的力常数， F' 为针尖与样品的相互作用力对其间距的变化率。振动频率的变化将导致振动幅度出现可测量的变化。因此，测量这个变化便可知道 F' ，通过积分就可获得相互作用力的大小。测量振动幅度的变化一般可用内差法或外差法等光学干涉法进行，此时微悬臂振动幅度一般为纳米量级，这就要求针尖与样品间的平均间距必须较大，互相不接触，故该模式又可称为非接触模式。由于针尖距样品较远，导致以此模式工作的 SFM 图象横向分辨率降低，达不到原子级水平，一般为纳米级水平。

四、SFM 的应用

根据动态工作模式针尖距样品较远可测量较弱作用力的特点，用 SFM 测量范德瓦尔斯力、磁力、静电力等三种基本力时可采用此模式。在任何两个物体之间都存在范德瓦尔斯力，它主要由各种偶极子间的相互作用力组成，主要作用范围在 2 埃至 100 埃之内，可以是吸引力也可以是排斥力。对于不带

(下转第 49 页)

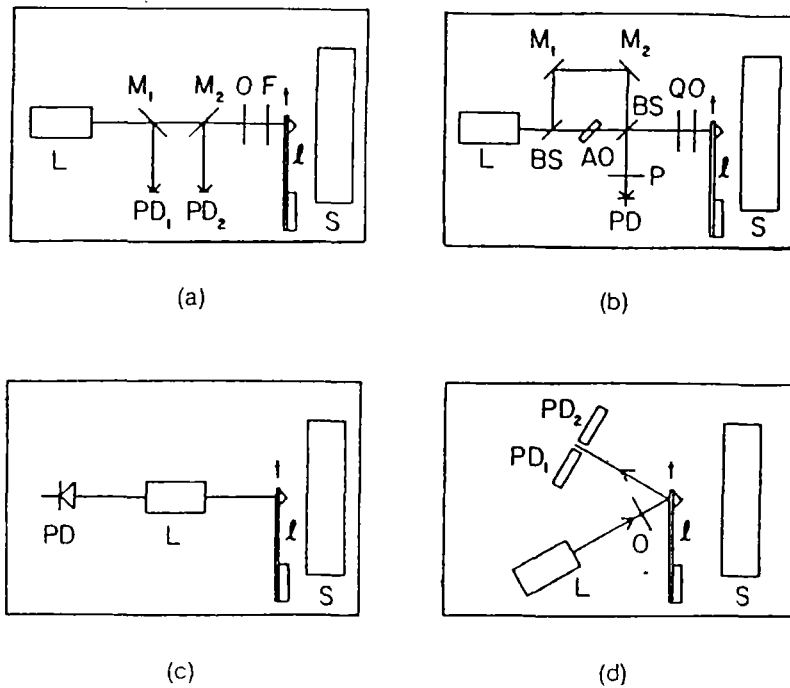


图 2 光学法检测微悬臂运动结构示意图。(a) 自差法，(b) 外差法，(c) 激光二极管干涉法和 (d) 偏转探测法。其中，S 为样品，I 为微悬臂，L 为激光器， PD_1 为光电检测器，M 为平面镜，Q 为四分之一波片，BS 为束分离设备，AO 为声光调制器，O 为物镜。

方法的不同进行分类，这时可将其分成扫描电容显微镜 (SCM)、激光力显微镜 (LFM) 等不同种类。

三、SFM 的工作模式

根据 SFM 所测力的性质的不同，

其工作模式及微悬臂运动的检测方法将有所不同。所谓工作模式，主要是指 SFM 工作时微悬臂所处的状态，主要可分为两种。一种是准静态工作模式，此时针尖与样品间的相互作用力较强，微悬臂有较大形变，可用隧道电流法、电容法及激光束偏转探测法等直接检测此

曼峰强度 160, 000c/s (bp5nm)。

特别适用于医学、生物学、化学、食品分析及大量样品的分析等研究领域。

Fluorolog-2 和 FluoroMax 均可以配上多种选件, 以扩展仪器的功能: 偏振器、光纤、荧光显微镜、磷光附件、流动池、加热、冷却或恒温装置等, 均由 DM3000F 控制。

四、细胞内阳离子检测系统:

• 测定单个细胞或群体细胞内游离离子的绝对浓度

• 对 Ca^{2+} 浓度测定灵敏度可达 10 微微摩尔

• 监测快速响应细胞内离子浓度的变化

• 测定细胞内 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 K^{+} 、

Na^{+} 等离子浓度和 pH 值

• 计算机控制全自动测试

• 可配用 Nikon、Zeiss 或 Olympus 荧光显微镜

• 配用 SPEX 数字成像系统, 可直接观察细胞内离子分布状况和动态变化。

SPEX 公司为用户提供叁种型号的阳离子测试系统, 即 AR-CM, CM-X 和 CM。除可用作阳离子测试外, 还可作为一通用的荧光光谱仪, 与 SPEX 公司的 Fluorolog 2 型荧光光谱仪类似。

五、各种附件:

SPEX 公司除提供完整的光谱仪系统外, 还提供各种附件:

• 各种广谱光源: 根据光谱范围需

要选择。

• 各种检测器: ① 各种灵敏度的 PMT, 用于可见紫外区检测。

② 各种固态检测器, 如 Si、PbS、Ge、InGaGs 等红外检测器

③ 多道检测器, 用于快速检测 PDA、CCD。

• 各种闪烁角和刻线数的光栅。

• 各种样品舱、样品架、样品池、高或低温的附件。

• 各种光路调节附件。

• 各种控制系统附件及绘图设备。

• 各种控制系统 HS.DS1000, CD2A, DM3000 等。

(上接第 45 页)

电荷和不具磁性的样品表面, 当针尖距样品几个纳米远, 即 SFM 以动态模式工作时, 针尖与样品间的作用力主要是范德瓦尔斯力, 这时恒力或恒定的力对间距微分图象将反应出样品表面的形貌信息, 它们可揭示样品表面的化学非均匀性。

在研究磁性表面时, 微悬臂针尖要由 Fe 或 Ni 等磁性材料或由 Si 尖上镀以磁性材料制成。测量方法与用测量范德瓦尔斯力来了解表面形貌时一样, 采用动态工作模式, 只是此时针尖与样品间距要相对大一些, 以求能较灵敏地反应出表面的磁学性质而不是形貌信息。除了对表面形貌进行成像外, SFM 的另一重要应用领域就是研究磁性材料性质, 从而发展起来了 MFM, 它的横向分辨率取决于针尖的形状及其到样品的距离, 最高分辨率可达 20nm。MFM 所研究的样品无需特别制备, 即使表面上有一层薄的非磁性覆盖层亦不影响测量, 因为磁场可以穿透这一覆盖层。目前利用 MFM 已经观察到了激光在 TbFe 薄膜记录介质上写入的斑点、Co-Ni 合金上的磁畴等。

当用 SFM 测量静电力时, 可以有不同的应用方式。对于绝缘体表面, 可以在针尖与置于样品背面的电极上加一固定偏压, 如果表面上某处存在电荷,

针尖扫描至此, 它就会感知到该电荷与针尖上产生的像电荷之间的库仑相互吸引力。如果对针尖加一强脉冲电压 (如 100V、25mS), 就可能在针尖所对应的样品局域表面上沉积电荷。而改变偏压的大小就可将电荷与表面形貌区别开来, 从而了解电荷是否存在及其极性。通过针尖与样品的接触也可在表面微小区域上沉积电荷。

采用准静态工作模式, 可测量原子间的相互斥力和摩擦力等。当针尖与样品间距小于几埃, 相应原子的电子云将相互重叠, 产生一随间距减小而急剧增加的相互斥力。大多数用 SFM 研究表面形貌的工作就是测量这个作用力的, 从而发展起来了 AFM。测量该斥力时, 针尖与样品非常接近, 故可获得原子级分辨率图象。用 AFM 研究摩擦力同样可达到原子级水平。粘着力和结合力在摩擦中起着重要作用, 它们使得针尖可以在原子级尺度上出现蠕动现象。在石墨及云母表面上扫描 W 针尖, 已经探测到了摩擦力在原子级尺度上的周期性变化。在微观尺度上对摩擦现象的理解目前还很缺乏, SFM 的应用有可能在这方面起重要作用。

总之, SFM 还是一相当年轻的技术, 运用它能够以极高的分辨率研究多种作用力, 在许多方面都已有了成功的尝试。目前大多数 SFM 都是在大气下

工作的, 当然真空中及低温下工作的 SFM 亦都成为可能。由于 SFM 的工作条件宽松、研究范围广泛、能够研究各种不同材料, 因此它具有极其广泛的应用前景。在今后几年中, 有关 SFM 的技术及应用都将会有长足的进展。

(上接第 7 页)

b) Appl. Optics 26, 4985 (1987).
 c) IEEE Computer 21(), 65 (1988a)
 d) Neural networks 1 (2), 119 (1988b)
 e) Neural networks 2 (6), 413 (1989)
 27) M.M.Menon. Neural networks 1, 201 (1988).
 28) D.Casasent. Neural networks 3, 403 (1990).
 29) Tien, Hsin chao, 90 OSA Annual meeting 58 MVV10.
 30) J.Sejnowski, physica, 22D, 260-275 (1986).
 31) G.Hinton, CMU-CS-84-119 Carnegie-Mellon University (1984).
 32) D.ACKley, Cognitive science 9, 147 (1985)
 33) T.Sejnowski Snowbirds. Apr. AID Conr proc. (1986)
 34) D Rumelhart. MIT Press Cambridge MA (1986)
 35) A.Lapcides physica 22D, 247 (1986)
 36) J. Holland, physica 22D, 307 (1986)
 37) Y.C.Lee. physica 22D, 276 (1986)
 Y.C.Lee. physica 22D, 86 (1986)
 38) M.Siebert, Neural Networks, 2, 9 (1989)
 39) J.Timothy, OSA 90 annual meeting 13, MJ6.
 40) T.J.Drabik, submitted to Appl. opt
 41) C. Mead, Addison-Wesley Reading Massachusetts (1989).
 42) G A Carpenter Neural Network, 2, 243 (1989)
 43) K Wagnrcel Appl opt. 26, 23, 3061 (1987)