

原子力显微镜的研制及应用

白 春 礼

(化学研究所)

原子力显微镜 (Atomic Force Microscope, 以下简称 AFM) 是近年来发展起来的一种新型表面分析仪器。它通过监测待测样品表面和一个微型力敏感元件之间的极微弱的原子间作用力来研究物质的表面结构。这种具有原子级分辨率的仪器弥补了前几年发展起来的扫描隧道显微镜 (Scanning Tunneling Microscope, 以下简称 STM) 只能研究导体和半导体的不足, 可用于导体、半导体和非导体材料表面的结构研究, 因而在表面科学、材料科学和生命科学等领域的研究中有其特殊的重要意义。1986 年报道的世界第一台 AFM 的横向分辨率只有 30 \AA , 1987 年美国斯坦福大学的一个研究小组报道他们研制的仪器达到原子级分辨率。由于技术上的困难, 目前世界上只有少数发达国家的实验室拥有他们自行研制的仪器, 其中能达到原子级分辨率的并不多。我们在中国科学院的支持下, 自行研制了我国第一台 AFM, 于 1988 年底获得原子级分辨率的图象, 并于 1990 年 6 月通过专家鉴定, 认为“AFM 的研制成功, 标志着我国在该高技术领域取得了新的进展”。

从 STM 到 AFM

1982 年 IBM 公司的葛·宾尼 (Gerd Beinnig) 博士和海·罗雷尔 (Heinrich Rohrer) 博士共同研制成功了世界第一台 STM。STM 的出现, 引起了科学界的高度重视, 发明者因此荣获 1986 年诺贝尔物理学奖。

STM 的工作原理是基于量子的隧道效应。将原子线度的极细针尖和被研究物质作为两个电极, 当样品与针尖的距离非常接近时 (通常小于 1 nm), 在外加电场的作用下, 电子会穿过两个电极间的绝缘层 (或真空势垒) 流向另一电极。这种现象称为隧道效应。由隧道效应产生的隧道电流强度对针尖与样品表面距离非常敏感。用电子反馈系统控制针尖在样品表面扫描时隧道电流的恒定, 亦即控制隧道间隙的恒定, 则针尖在扫描时运动的轨迹直接表征了样品表面态密度的分布或原子排列的图象。

从 STM 问世, 特别是 1986 年以来, 得到了飞速的发展, 在许多方面都取得了十分重要的研究成果。但是任何一项新技术都不可能是完美无缺的, STM 也有由其工作方式所带来的局限, 主要表现在:

1. 由于 STM 工作时要监测针尖和样品间的隧道电流, 因此它只能直接观察导体或半导体的表面结构。对于非导电材料, 必须在其表面覆盖一层导电膜。导电膜的存在往往掩盖了表面真实结构, 而且使 STM 能在原子水平上研究表面结构这一主要优点不复存在。然而, 许多感兴趣的研究对象是不导电的。

2. STM 是依据隧道效应原理获取表面结构信息的。严格的说, 它观察到的物质表面费米能级处的态密度, 当表面存在非单一电子态时, STM 得到的并不是真实的表面形貌, 而是

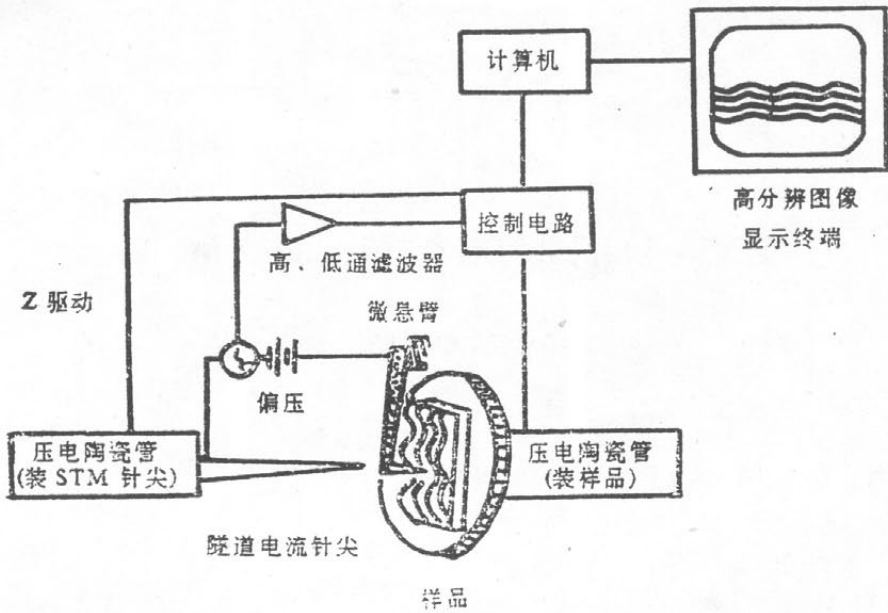


图1 原子力显微镜仪器框图

表面形貌和表面电子性质的综合效果。

为了弥补 STM 的不足，1986 年宾尼等人发明了 AFM。AFM 的工作原理示于图 1。将一个对微弱力极端敏感的微悬臂一端固定，另一端有一微小的针尖，针尖与样品表面接触。当样品在水平方向扫描时，由于针尖尖端原子与样品表面原子间存在极微弱的排斥力，带有针尖的微悬臂将对应于针尖与样品原子间作用力的等位面，而在垂直于样品表面方向起伏运动。利用激光或类似于 STM 那样靠隧道电流监测的办法，可测得微悬臂在扫描时各点的位置变化，从而可以获得样品表面结构信息。

由上述工作原理可知，AFM 是靠探测针尖与样品表面原子间力的等位面来观察表面形貌的，因此不受样品是否具有导电性、周期性等限制。

仪器的结构及解决的关键技术问题

AFM 仪器本身虽然不是一个庞大的设备，但它是集精密机械、电子、计算机软硬件于一身的高技术产品。任何设计、加工、组装调试中的微小失误，都很难使仪器达到原子级分辨率。

仪器由计算机控制系统、图象显示系统、电子控制系统、主体探头和减震系统几部分组成（参见图1）。微悬臂、隧道电压针尖及样品都安装在探头上。为了能够精确扫描并保证在扫描时悬臂与针尖距离能满足产生隧道电流的条件（ $<1\text{nm}$ ），单靠机械调节是不够的，还需要有精确的微步移动装置。由于压电陶瓷材料在电场作用下能在一定范围内实现精确的线性伸缩，我们采用两只压电陶瓷三维运动控制器，一只用来由计算机控制样品的扫描，另一只通过反馈控制系统控制隧道电流针尖的位置。将所得到的信号经模数转换后输入计算机进行处

理,便可在图象终端上实时得到样品的表面形貌。

探头部分包括微悬臂、三维扫描控制器,隧道电流监测针尖和机械调节机构。微悬臂是探头部分最重要的元件。为了准确反映出样品的表面形貌而又不破坏样品本身,就必须要求微悬臂有低的力弹性常数和高的固有共振频率,因此微悬臂要有小的尺寸和高的质量。国外一般采用较昂贵的材料,且加工过程复杂。我们经过反复实验,现采用廉价的钨片,经电化学方法腐蚀后作为微悬臂。其力弹性常数和共振频率分别为 2.3N/m 和 6.8 千赫,尺寸一般为 $200\mu\text{m} \times 15\mu\text{m} \times 3\mu\text{m}$,是理想的力敏感元件,制作过程简单、迅速(只需几分钟),成本低、稳定性较好。

在扫描时微悬臂位移的检测有3种方法:隧道电流法(只用来检测微悬臂的移动幅度,与样品无关)、光学干涉法和电容测量法,其中第一种方法所获图象的分辨率最好。我们采用了第一种方法。检测毫微安级的微弱信号要求尽量降低系统的噪音,避免外界电噪音和机械振动的影响。这些技术问题在我们的仪器中都得到了很好的解决。

AFM 的控制电路包括前置放大单元、反馈控制单元、扫描控制单元、信号增益、滤波单元和多路显示单元等。总体框图示于图2。

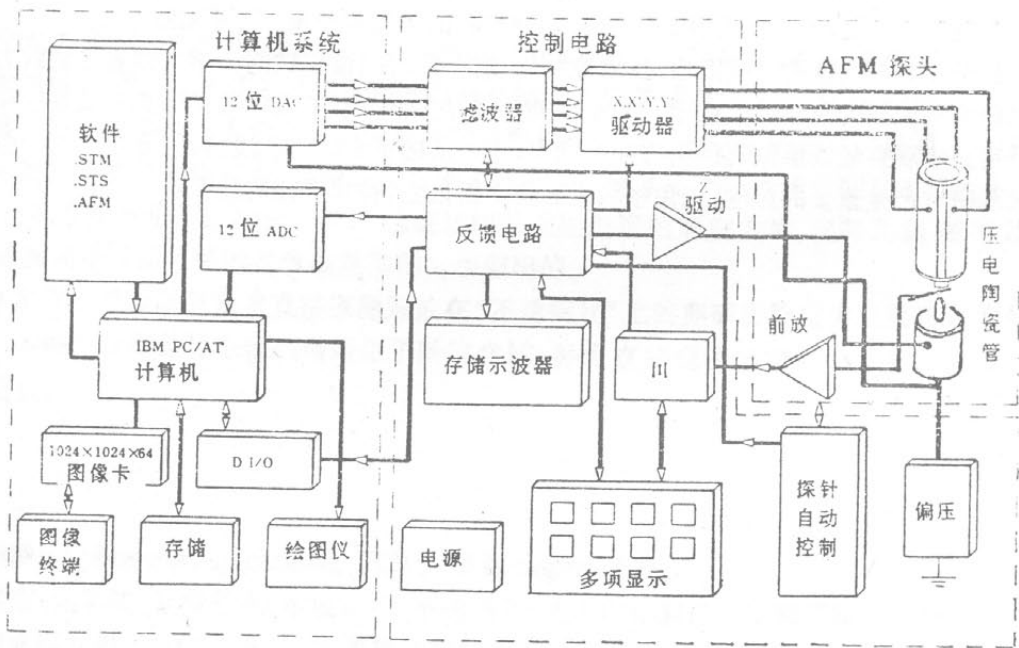


图2 原子力显微镜的控制系统、计算机系统

计算机控制系统硬件配置包括 IBM PC/AT 主机、高速高精度模数和数模转换卡、高分辨图象控制卡和显示器。

配备 AFM 的计算机软件包主要有两个功能: (1) AFM 扫描控制、数据采集、存储和图象实时显示; (2) 图象的分析和处理,包括傅立叶变换、图象增强、剖面分析、图形畸变校正和三维彩色图象处理等。所有程序都采用彩色菜单和人机对话方式。

初 步 应 用

由于 AFM 出现的时间不长,根据已有的文献资料,目前利用 AFM 取得的研究成果还很有限,特别是高分辨率的实验结果不多。已经得到原子级分辨率的样品仅有 3 种:高定向石墨、二硫化钼和高定向氮化硼。我们用高定向石墨和普通石墨单色器两种标准样品检测,标定出我们研制的 AFM 的横向和纵向分辨率分别为 1.3 \AA 和 0.05 \AA 。经多次重复实验,都能够稳定地获得原子级分辨率的高质量图象。

我们也曾对导电性极差的金红石单晶进行了检测,得到了较高分辨率的原子力图象,并观察到重红石(100)面上存在的原子级台阶。

有机固体材料是近年来比较热门的研究方向,与无机材料相比,它在许多方面有其优良的性能。自从 1986 年苏联科学家首次报导了 Poly-BIPO 有机固体具有铁磁性以来,有机铁磁体的研究引起了化学界和物理学界的极大兴趣。我们对我所培养出的有机铁磁体单晶(4,4,5,5,-四甲基-2-(对硝基)苯基-3-氧-咪烷-1-氧自由基)进行了研究。从高分辨率的原子力显微像中可以看到晶体表面氮氧自由基分子规则有序地排列,分子的大小为 $4 \times 10 \text{ \AA}^2$ 。所得实验结果与用 X 射线衍射得到体相结果相一致。高分辨率的原子力显微像不仅说明我们的仪器有良好的性能,而且还为我们以后扩大 AFM 的应用范围奠定了基础。

由于 AFM 问世的时间很短,技术难度大,前一段时间该领域的科学工作者主要致力于仪器的研制与性能的改进。但由于 AFM 具有原子级分辨率,不受样品是否具有周期性和导电性及可直接观察最表层微观结构等独特优点,作为基础研究的实验设备,它肯定会对一些领域的微观研究产生重要的影响,应用领域也必将不断拓宽,有其广阔的前景。