



中国科学技术大学

University of Science and Technology of China

第八届全国高等学校物理实验教学研讨会 哈尔滨工程大学

# 针对不同类型样品的原子力显微镜 实验教学研究

王中平 谢宁 张宪峰 张增明 孙腊珍

中国科学技术大学物理学院  
物理实验教学中心

2014.07.29



中国科学技术大学物理实验教学中心

Physics Experiment Teaching Center, University of Science and Technology of China



# 内容概要

➤ 扫描探针显微镜的简介

➤ 实验部分

样品制备与扫描探针显微镜测试

➤ 结果与讨论

➤ 研究性实验研究教学中的拓展

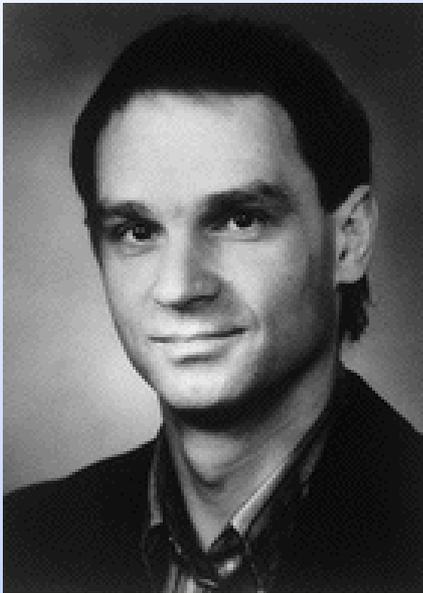
(a) : 基于原子力显微镜的生物材料成像探究

(b) : 基于扫描隧道显微镜的大范围扫描器的设计和研制

➤ 结束语

# 扫描探针显微镜介绍

- 1982年，IBM Zurich 实验室的Gerd Binnig和Heinrich Rohrer研制出世界上第一台STM, 其工作原理是基于量子力学中的隧道效应, 使人类第一次能够实时地观察单个原子在物质表面的排列状态和与表面电子行为有关的物理、化学性质。
- 在表面科学、材料科学、生命科学等领域的研究中有着重大的意义和广阔的前景, 被国际科学界公认为二十世纪八十年代世界十大科技成就之一。
- 1986年, STM的发明者G. Binnig和H. Rohrer被授予诺贝尔物理学奖。



**G.Binnig**



**H.Rohrer**

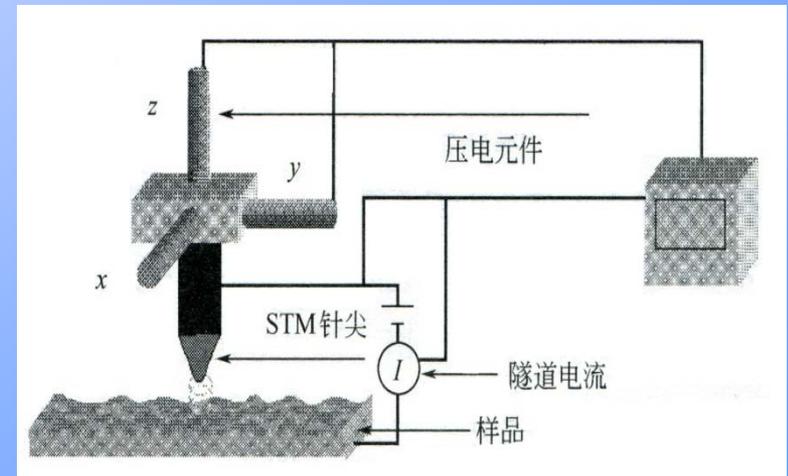




图 11 中国科学院的英文缩写“CAS”

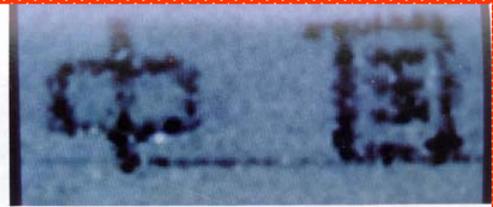
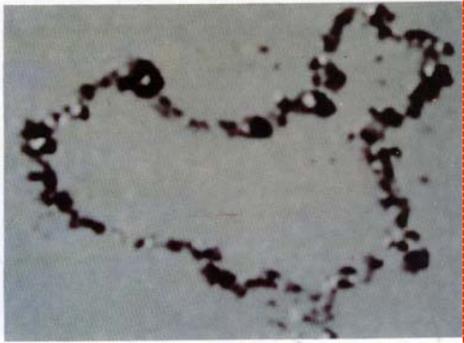
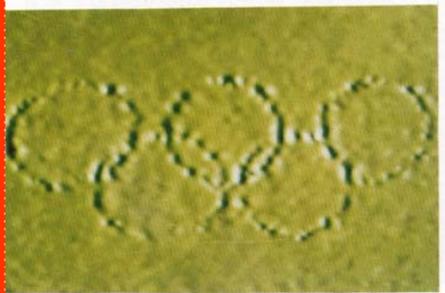
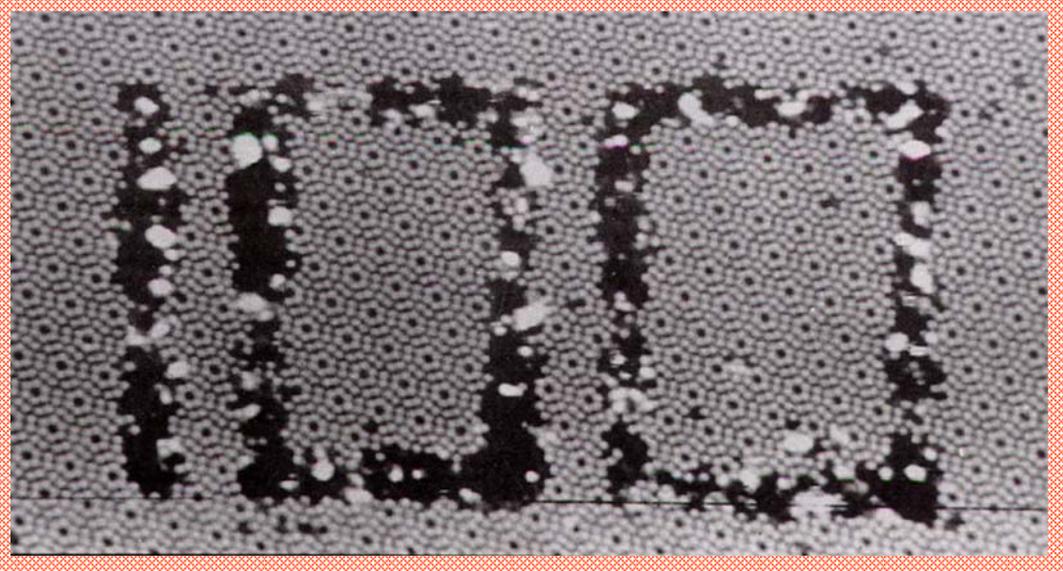


图 9 中国



STM在石墨表面刻蚀出来的图形和文字



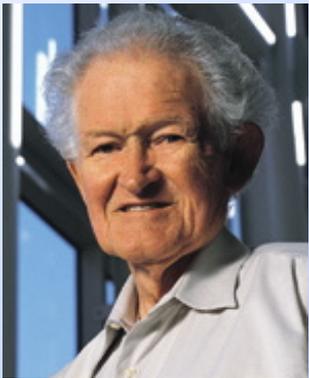
通过移走硅原子构成的文字



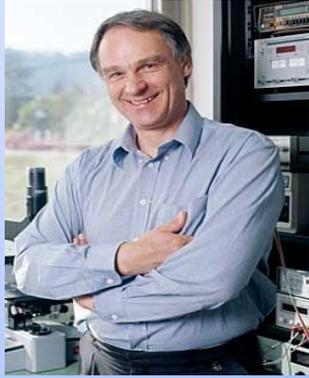
分子人

# 原子力显微镜 (AFM)

- STM 利用隧道电流成像，只能测试导电或者半导体样品
- Binnig, Quate, and Gerber 在 1985年发明原子力显微镜，其基本原理是利用原子之间的范德华力的作用
- 原子力显微镜几乎对 **所有的表面成像，包含聚合物、陶瓷、复合材料、玻璃和生物样品**



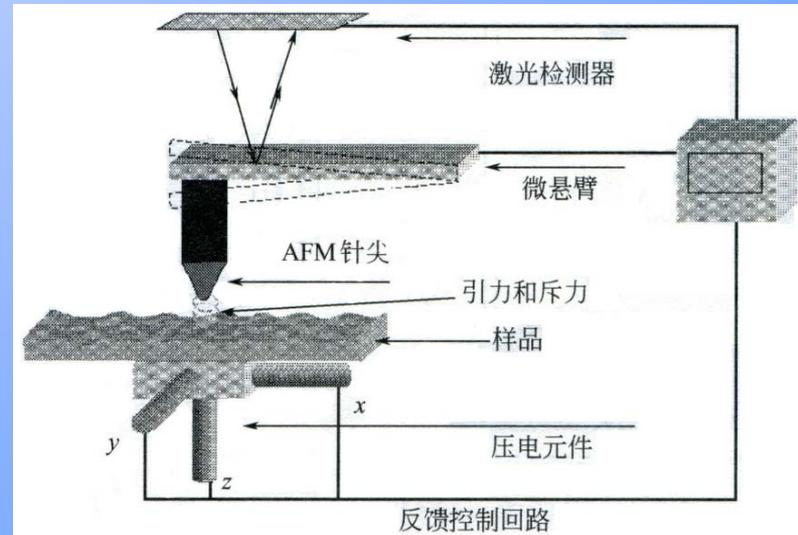
Calvin Quate



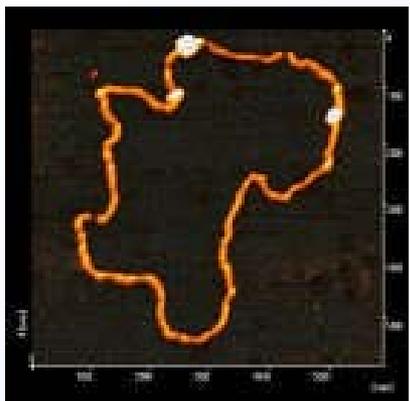
Gerd Binnig



Christoph Gerber



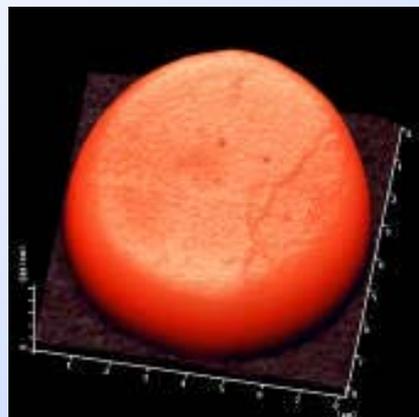
# AFM图像



ITO薄膜



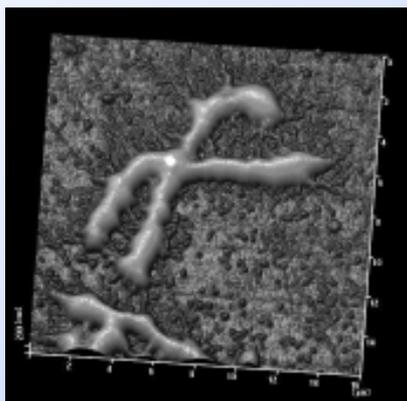
树枝晶结构



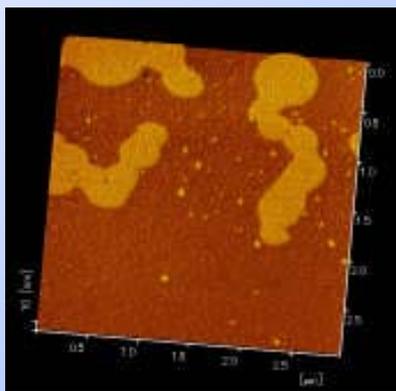
红血球



苯-丁-苯乙烯



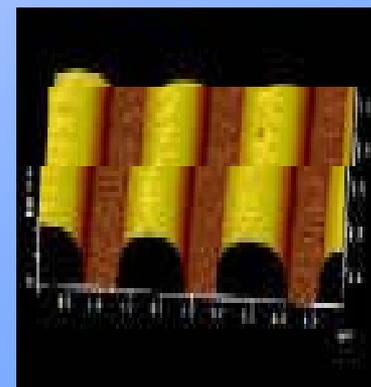
染色体



混合聚合物



CD-R Groove



光盘沟槽

# 扫描探针显微镜家族

**扫描探针显微术：** 使用一个尖锐的探针在样品表面扫描，在扫描过程中记录探针与样品的相互作用，从而得到样品的表面信息

扫描隧道显微镜 Scanning Tunneling Microscope (STM) 1981

原子力显微镜 Atomic Force Microscope (AFM) 1986

- 接触模式 Contact Mode AFM

- 轻敲模式 Tapping Mode AFM

- 相移成像 Phase Imaging

- 抬起模式 Lift Mode

横向力显微镜/ 摩擦力显微镜 Lateral Force Microscope (LFM) 1987

磁力显微镜 Magnetic Force Microscope (MFM) 1987

静电力显微镜 Electric Force Microscope (EFM) 1987

导电原子力显微镜 Conductive Atomic Force Microscope (CAFM) 1989

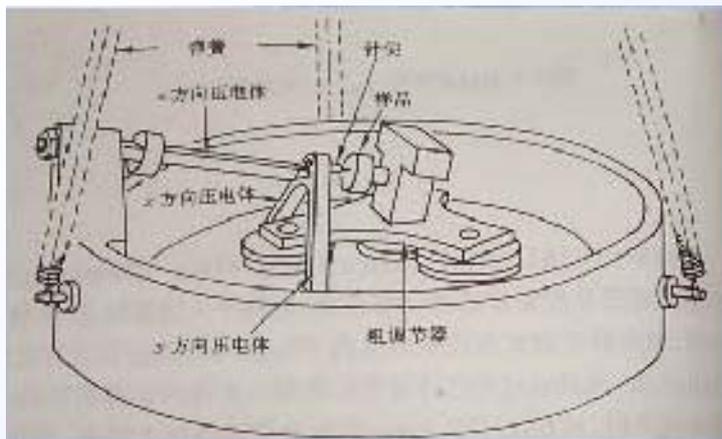
扫描声学探针显微镜 Scanning Probe Acoustic Microscope (SPAM)

压电力显微镜 Piezoresponse Force Microscope (PFM)

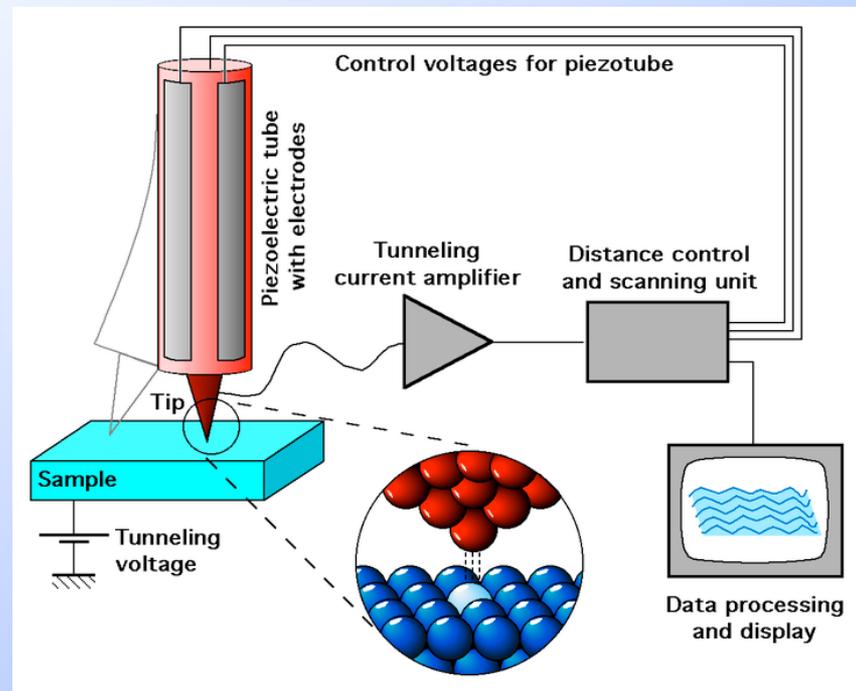
近场光学显微镜 Near-field Scanning Optical Microscope (SNOM) 1994

# 扫描探针显微镜家族成员之比较

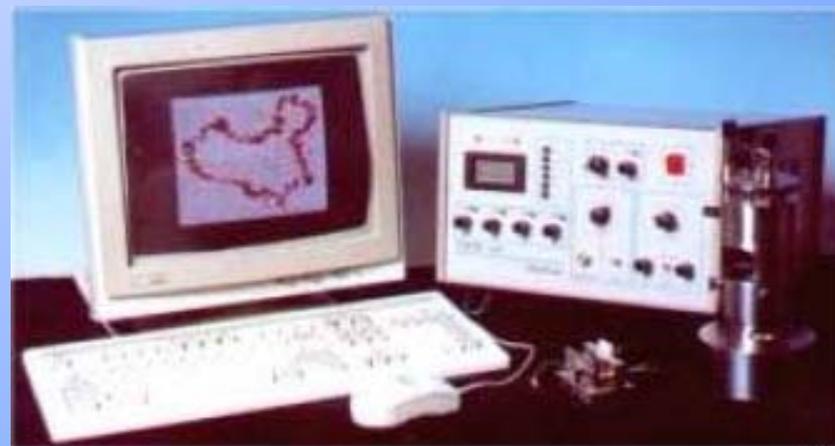
	名称	检测信号	分辨率
扫描探针显微镜 SPM	扫描隧道显微镜 (STM)	探针一样品间的隧道电流	<b>0.1 nm</b> (原子级分辨率)
	原子力显微镜 (AFM)	探针一样品间的原子力	
	横向力显微镜 (LFM)	探针一样品间相对运动横向作用力	
	磁力显微镜 (MFM)	磁性探针一样品间的磁力	<b>10 nm</b>
	静电力显微镜 (EFM)	带电荷探针一带电样品间静电力	<b>1 nm</b>
	近场光学显微镜 (SNOM)	光探针接收到样品近场的光辐射	<b>100 nm</b>



世界首台扫描隧道显微镜

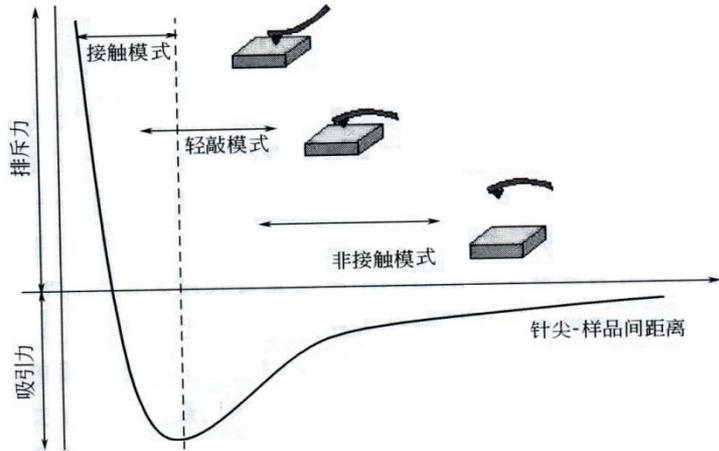


1988年  
中国首台扫描隧道显微镜



1992年  
中国首台原子力显微镜

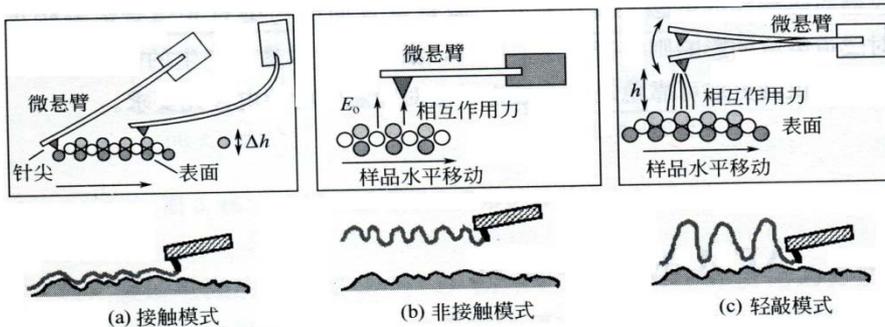
# 原子力显微镜的基本原理



针尖-样品间距离与范德华力及工作模式的关系

针尖和样品之间的作用力 $F$ 与微悬臂的形变 $d$ 之间遵循Huke定律:

$$F = -kd$$

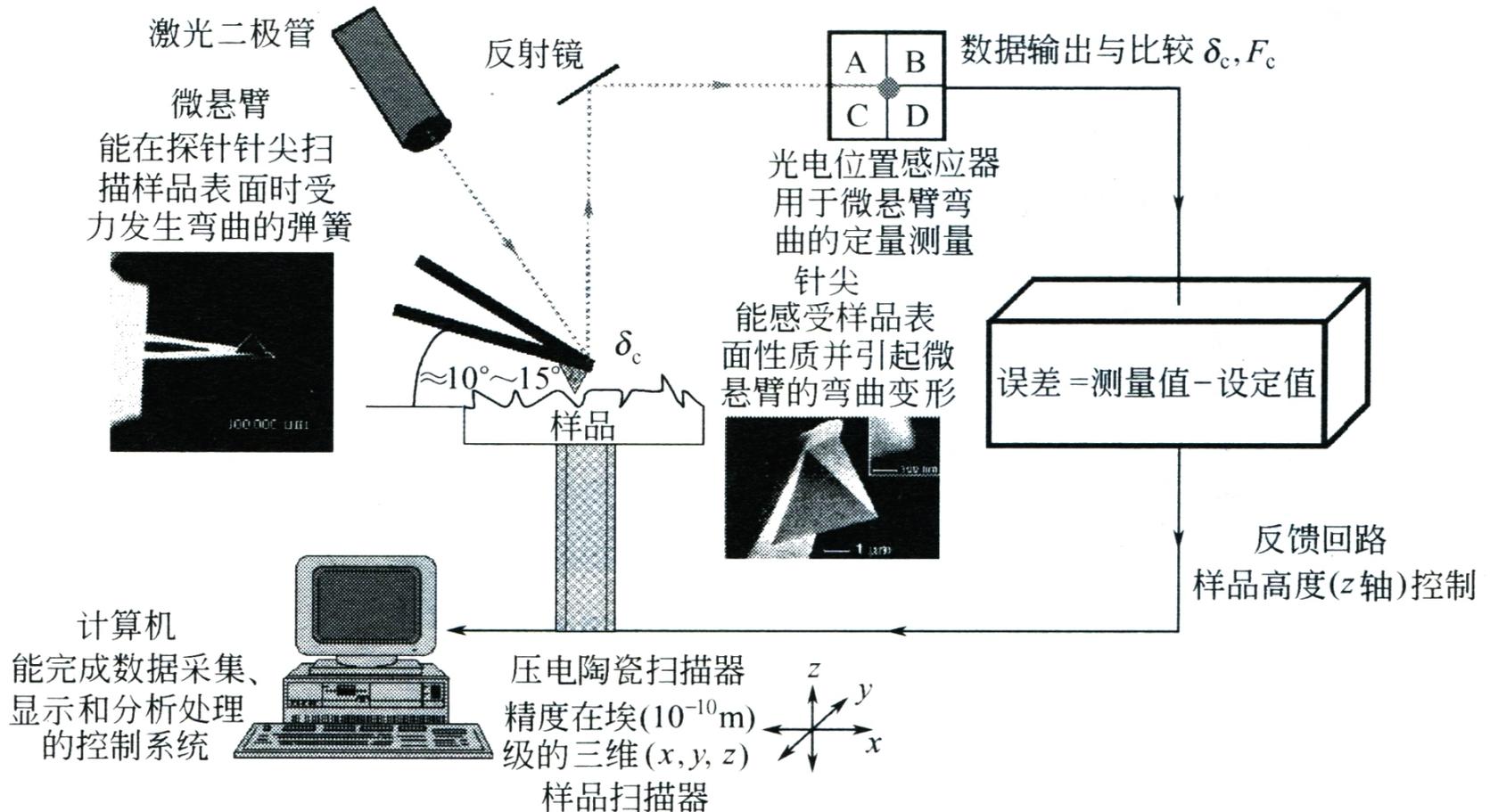


比较项目	接触模式	非接触模式	轻敲模式
针尖与样品作用力	恒定	变化	变化
分辨率	最高	最低	较高
对样品影响	可能损伤样品	无损伤	无损伤

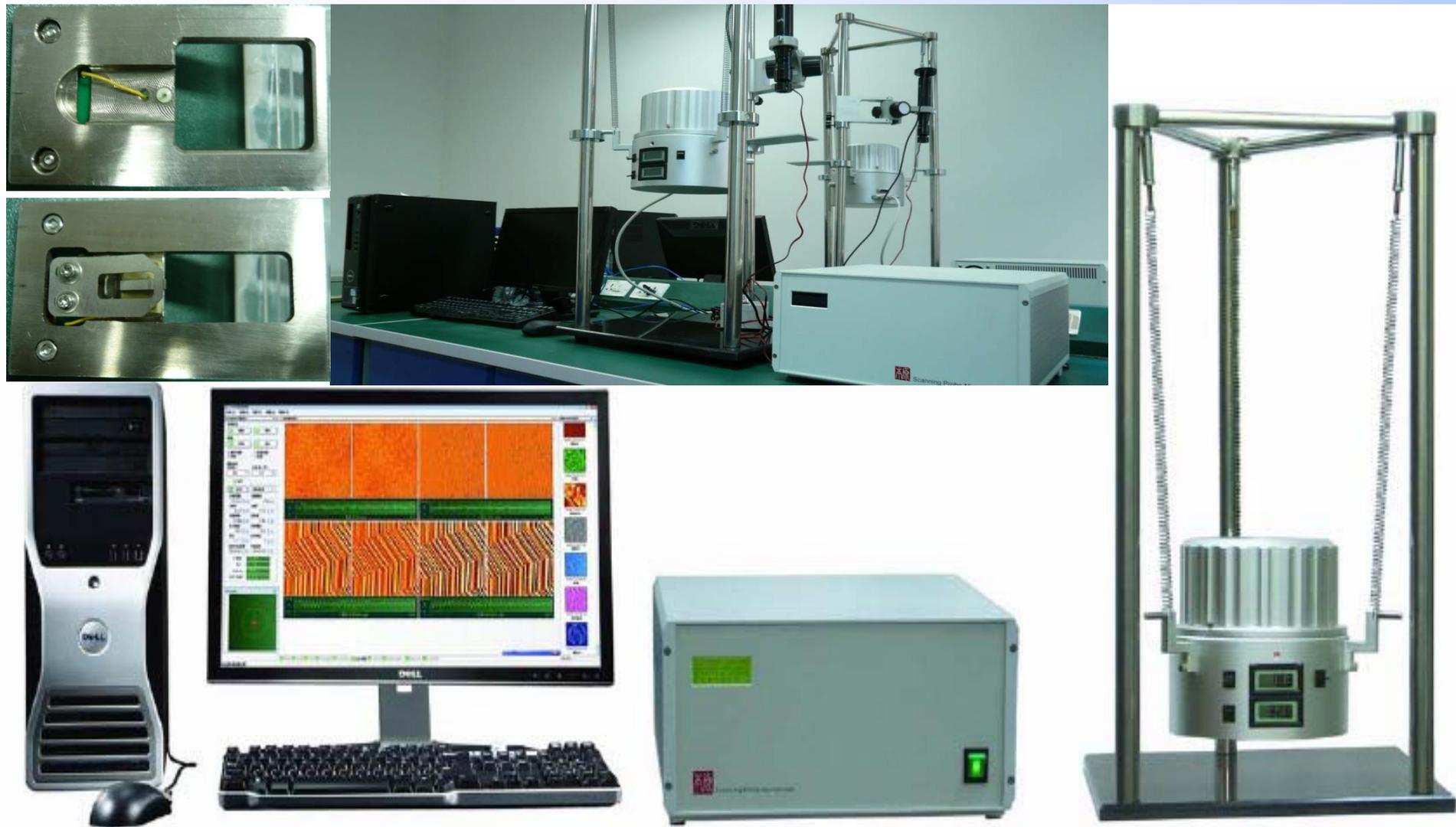
# 原子力显微镜实验仪器简图

原子力显微镜(AFM):

基本组成与功能



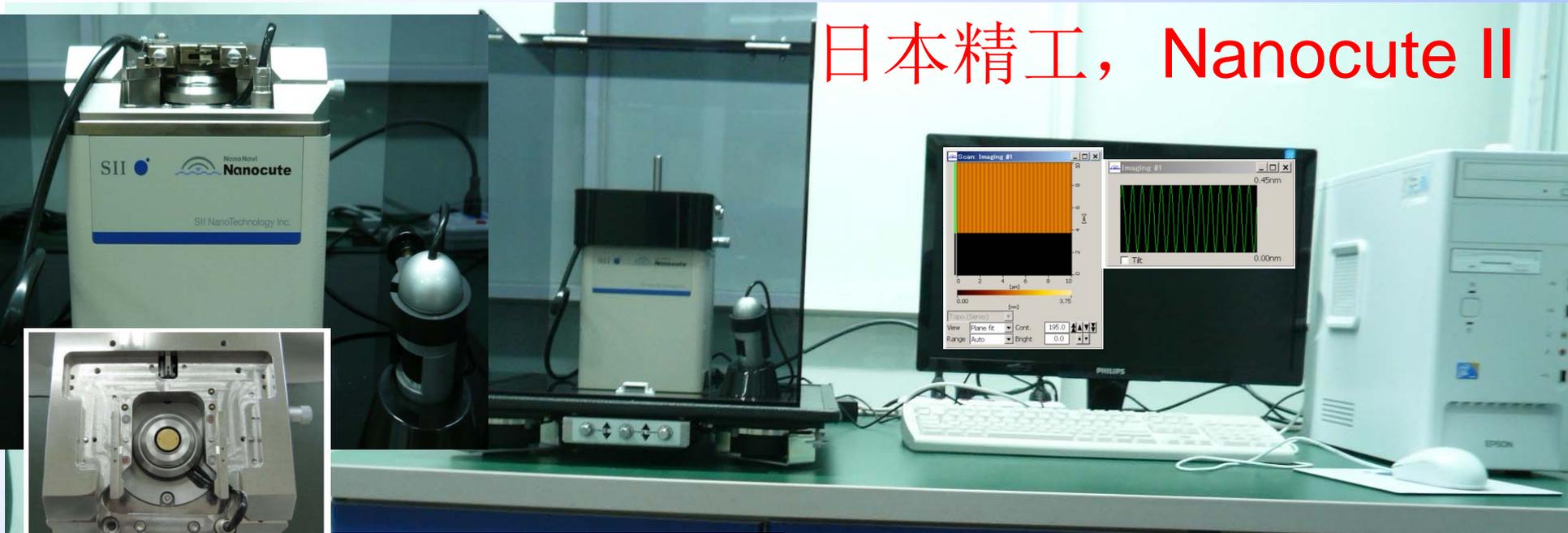
# 实验仪器（一）AFM



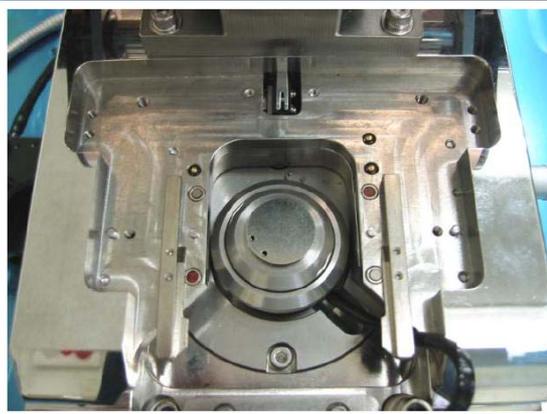
国产的CSPM5500型扫描探针显微镜可以作为扫描隧道显微镜（STM，横向 0.1 nm，垂直 0.01 nm）使用；也可以作为原子力显微镜(AFM，横向0.2 nm，垂直0.1 nm)使用

# 实验仪器（二）AFM

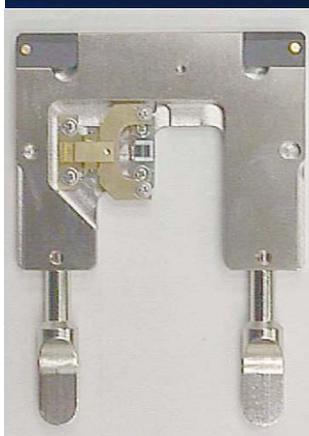
日本精工，Nanocute II



Installed Scanner



Installed Sample Stage



Cantilever Holder Installed



分辨率：横向0.2 nm，纵向0.01 nm 扫描范围：XY-20 um,Z-1.5 um

# 样品制备---镀膜



真空度： $10^{-5}\text{Pa}$

蒸发镀膜  
磁控溅射

金属靶材  
金属氧化物靶材

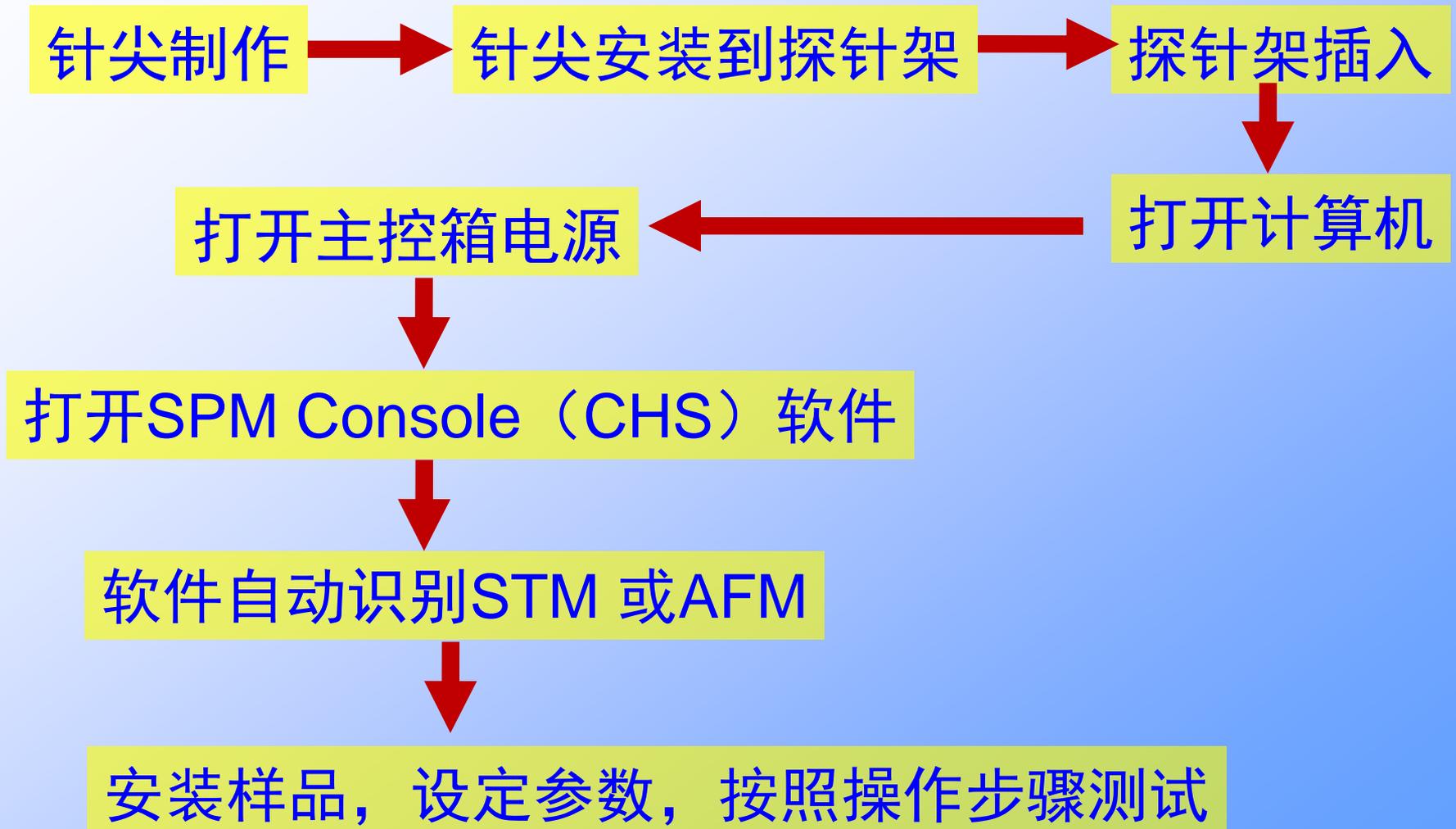
北京泰科诺科技有限公司 高真空磁控溅射镀膜机（JCP-350M3）

# DNA 样品与标准物质样品制备

- 衬底与浓度选择
- 云母片解离与硅片切割
- 高温处理（70℃）+冰水冷却



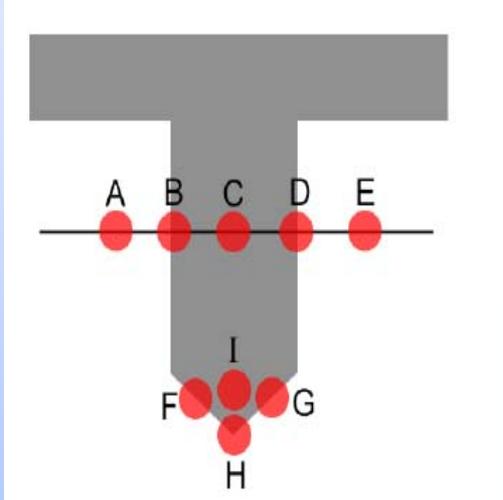
# 操作流程图



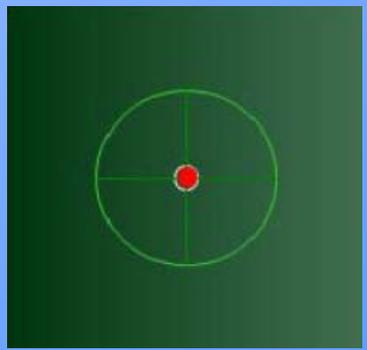
# 实验技术难点：将激光调节到针尖的背面。

剪一小白纸放置在激光接收器的下方，调节水平方向旋钮（保持垂直方向旋钮不动），观察反射到白纸上的光斑，可判断激光落在悬臂的位置。

激光位置	在纸条上观察的图案	激光位置	在纸条上观察的图案	图案解析
A	无光斑	E	无光斑	激光没有落在悬臂上，完全透射
B		D		激光落在悬臂的边缘，部分被遮挡，部分被反射，部分透射过去，因此，可观察到与悬臂垂直的衍射图案，即水平方向的衍射条纹
F		G		激光落在悬臂的单边边缘三角部分，发生衍射，因此，可观察到与悬臂边缘垂直的衍射图案
H				激光落在悬臂的两边边缘三角部分，发生衍射，因此，可观察到与悬臂边缘垂直的十字形衍射图案
C和I				激光落在悬臂上面，完全被悬臂反射，可观察到较圆的激光光斑

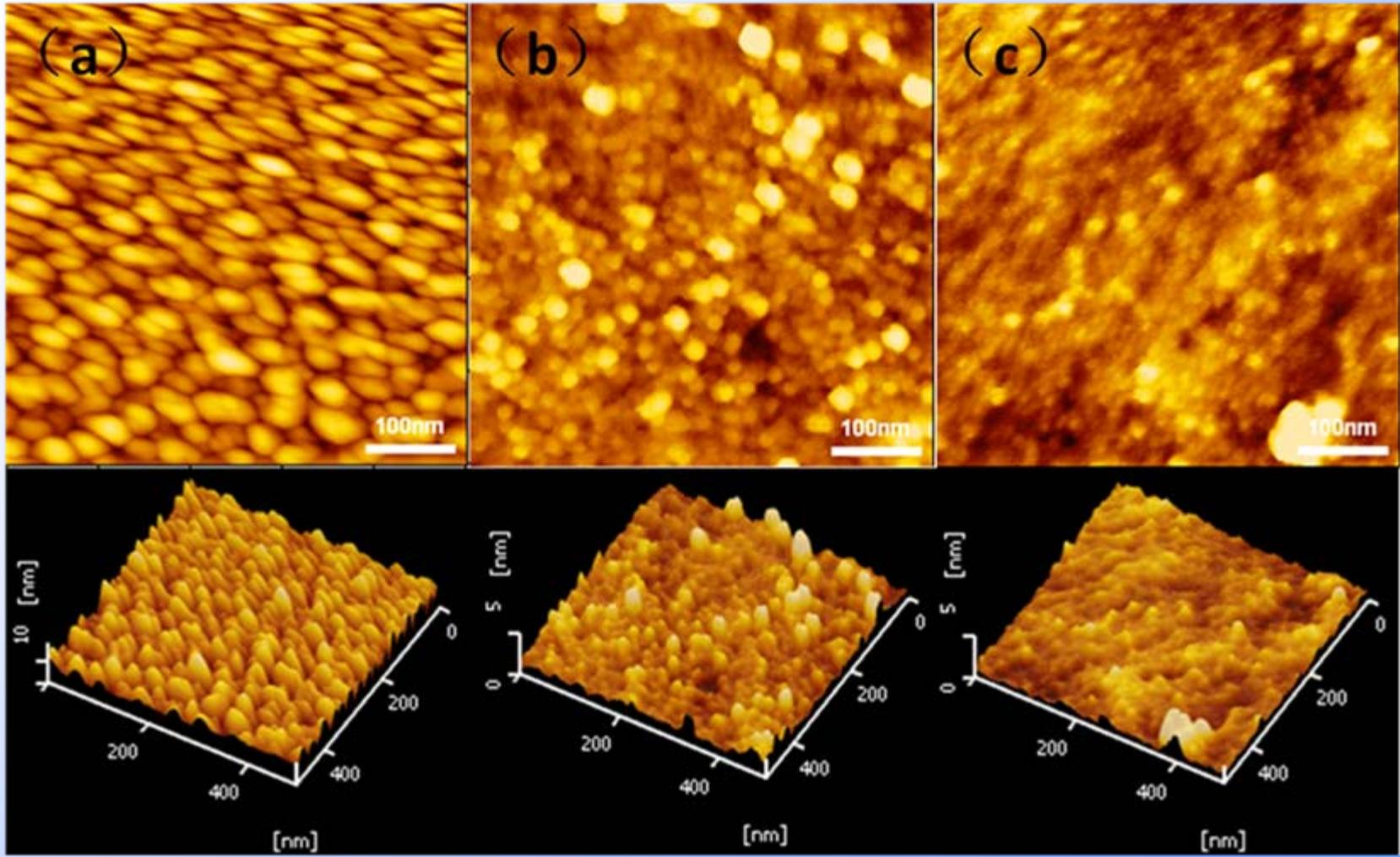


	顺时针旋转	逆时针旋转
水平旋钮		
垂直旋钮	激光束部分受到探针微悬臂的遮挡，出现与悬臂垂直的衍射花纹 	
	激光仍然落在矩形悬臂上	激光部分受到悬臂的遮挡，出现与悬臂边缘垂直的十字形衍射花纹 



观察“激光光斑”窗口（如下图），调节“光斑位置探测器”X, Y 方向的螺杆，使光斑处于“十字架”中央的小圆圈中央，信号表Up-Down 和 Left-Right 读数接近于0，SUM 读数为极大值（接近但可能不等于最大值）。此时，激光光路的调节就已经完成了。

# 金属铝薄膜的原子力显微镜扫描图像

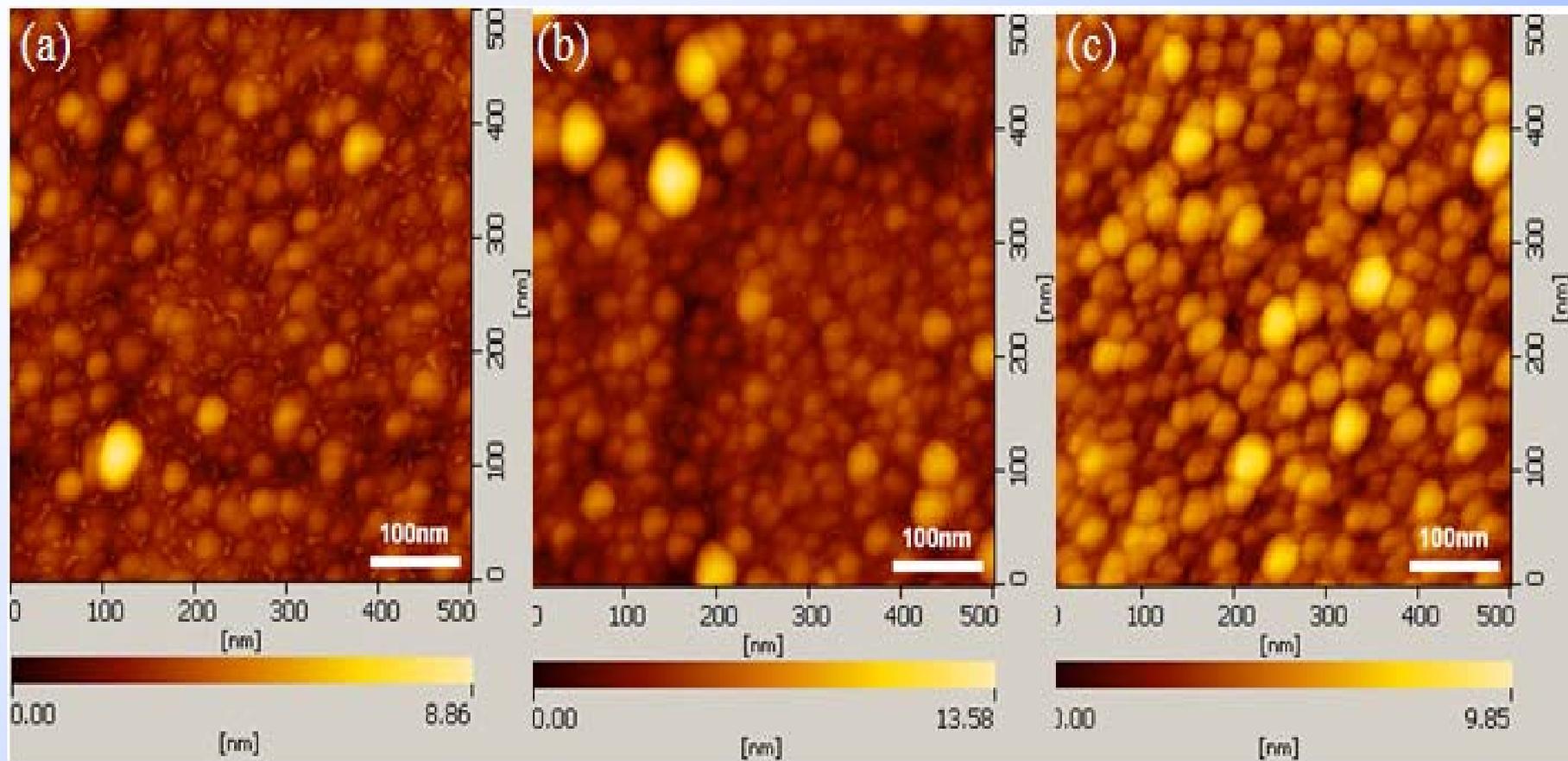


(a) 厚度20 nm

(b) 厚度10 nm

(c) 厚度5 nm

# 金属铜薄膜的原子力显微镜扫描图像

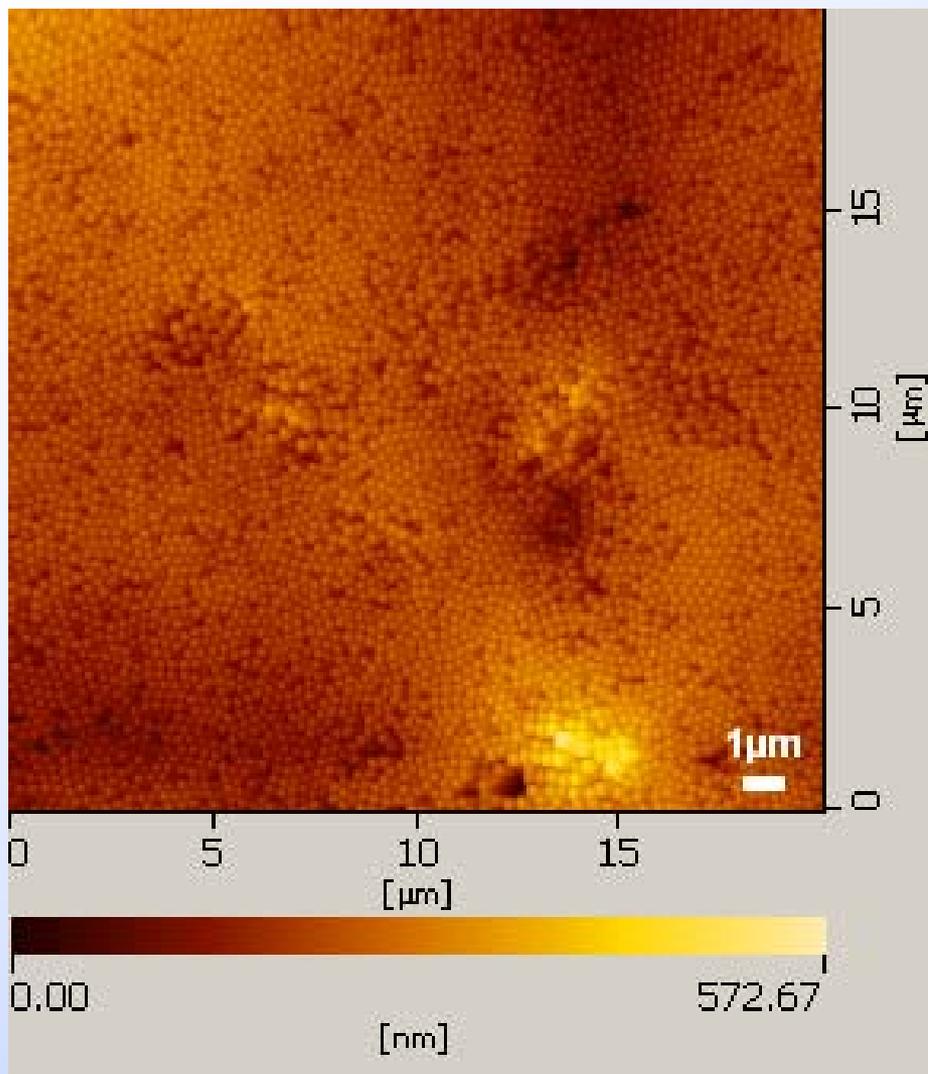


(a) 4.3 nm

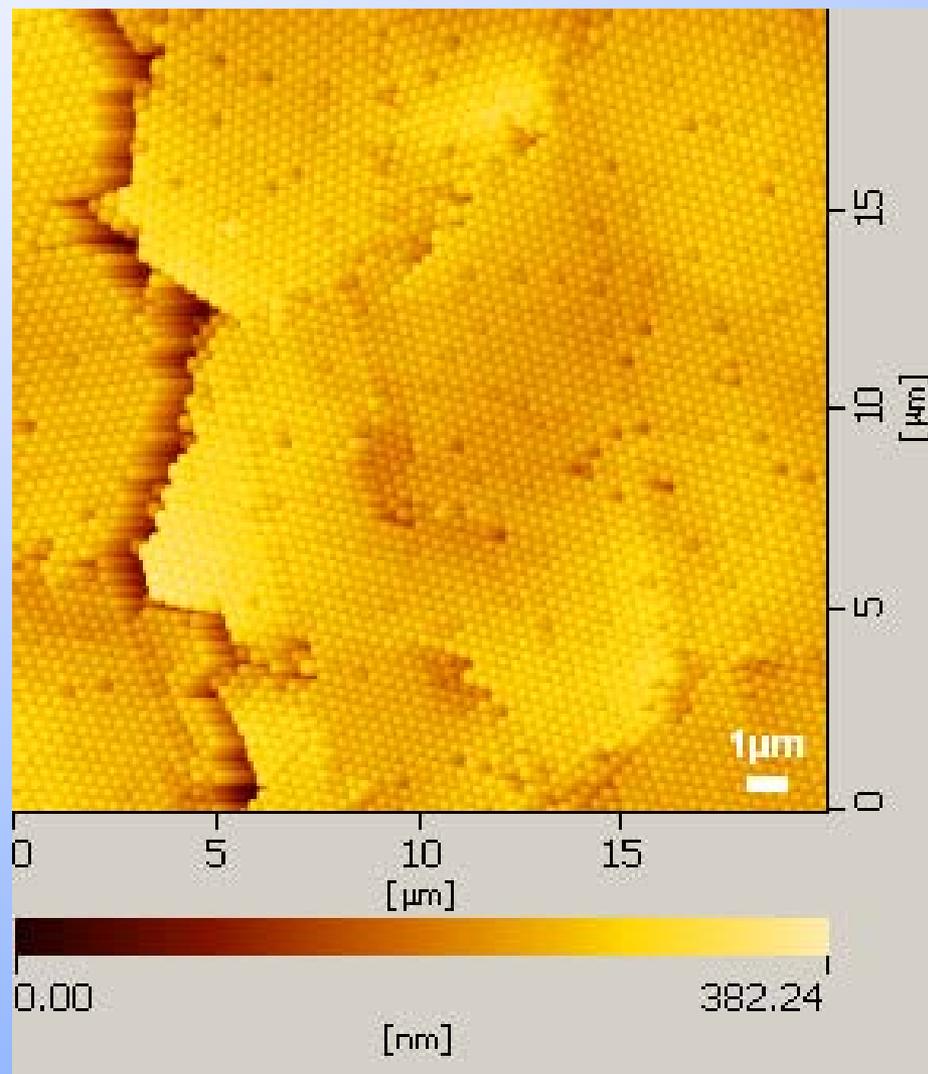
(b) 9.1 nm

(c) 13.1 nm

# 标准物质的原子力显微镜扫描图像

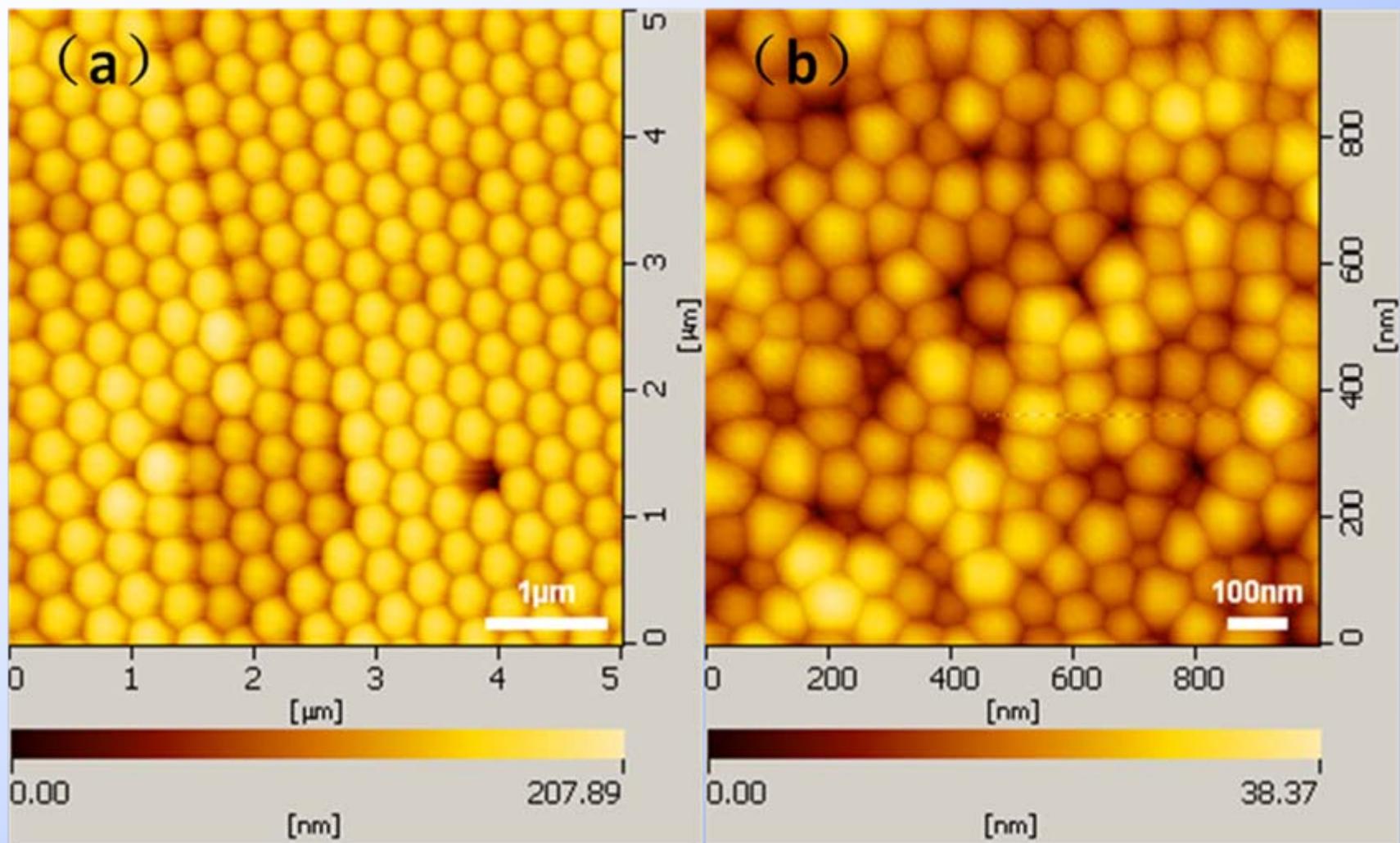


(a) 350 nm的聚苯乙烯微球



(b) 350 nm二氧化硅微球

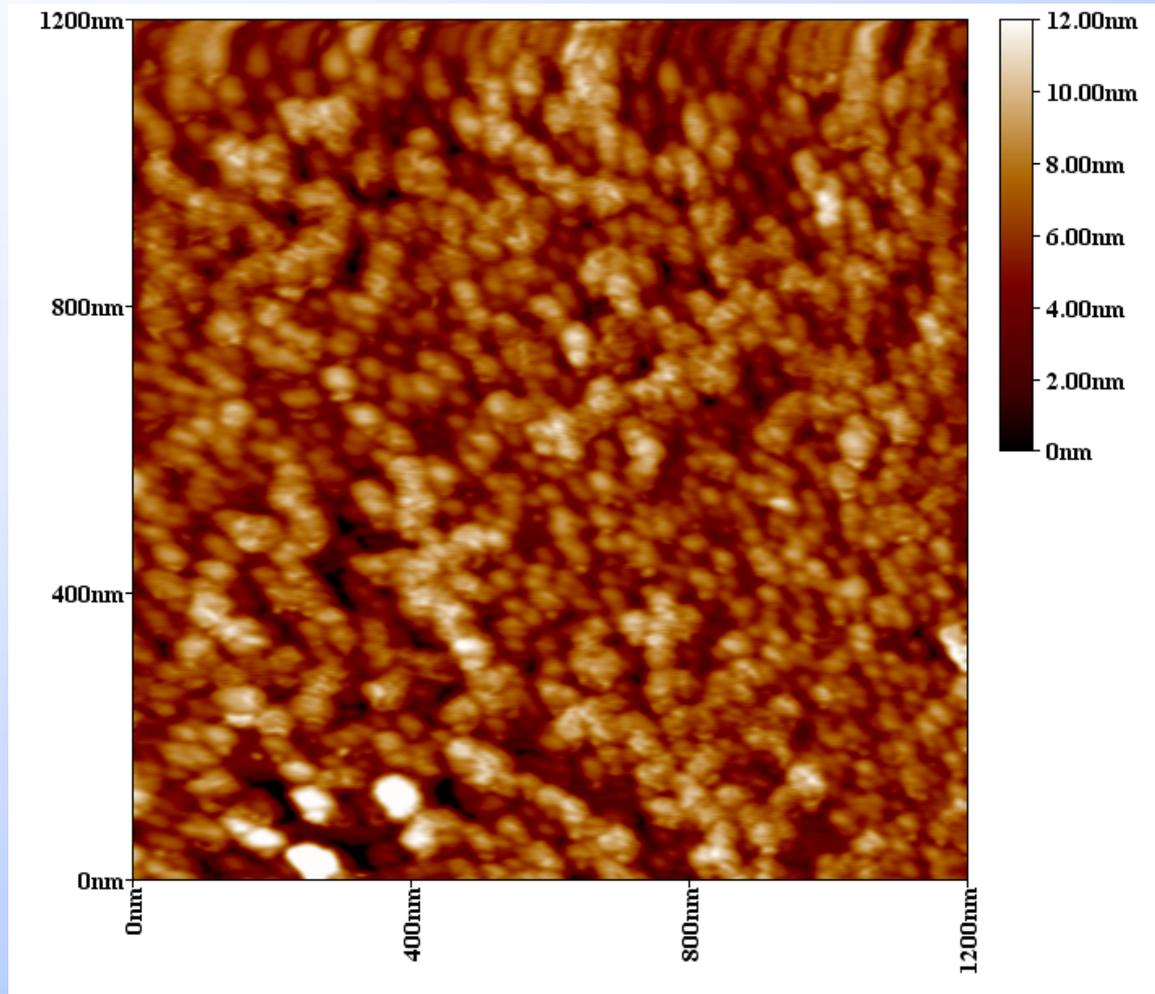
# 标准物质的原子力显微镜扫描图像



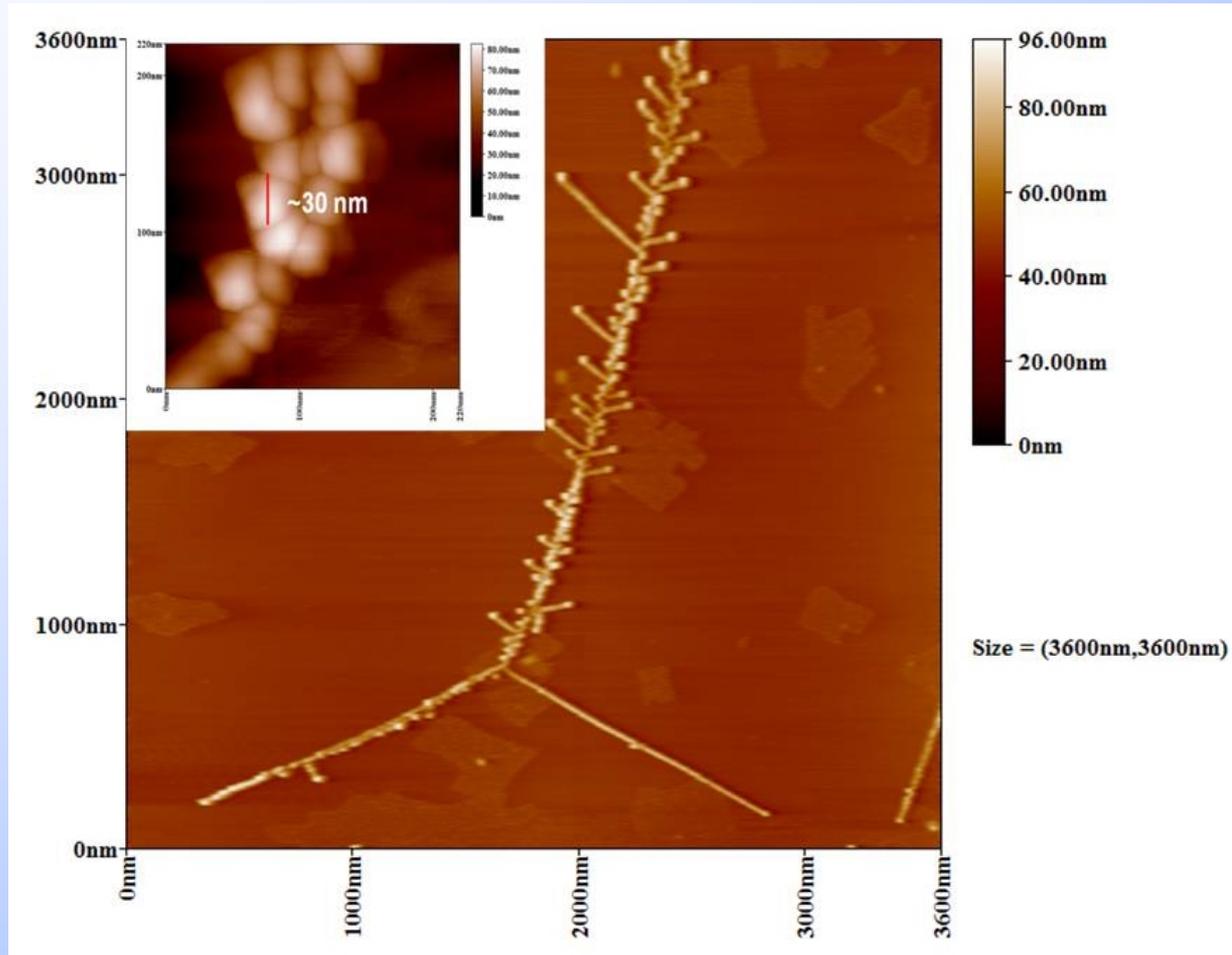
(a) 350 nm的聚苯乙烯微球

(b) 60 nm聚苯乙烯纳米球

# 云母片上的DNA的原子力显微镜扫描图像



# 云母片上的伸展开来的DNA样品的原子力显微镜扫描图像



# 结果讨论

- 样品表面形貌获取，表面颗粒大小
- 对针尖的要求：具有高的弯曲共振频率、针尖的尖端很尖(最好尖端只有一个原子)、针尖的化学纯度高；
- 压电陶瓷的精度要足够高；
- 减震系统的减震效果要好，可采用各种减震系统的综合使用；
- 电子学控制系统的采集和反馈速度和质量；
- 样品的高低起伏程度对图像也有一定的影响。



中国科学技术大学

University of Science and Technology of China

# 在研究性实验教学中的拓展（一）

## 基于原子力显微镜（AFM）的

## 生物材料成像探究

成员：李晓润 PB10203201

王千畅 PB10210260

铁利戈 PB10203210

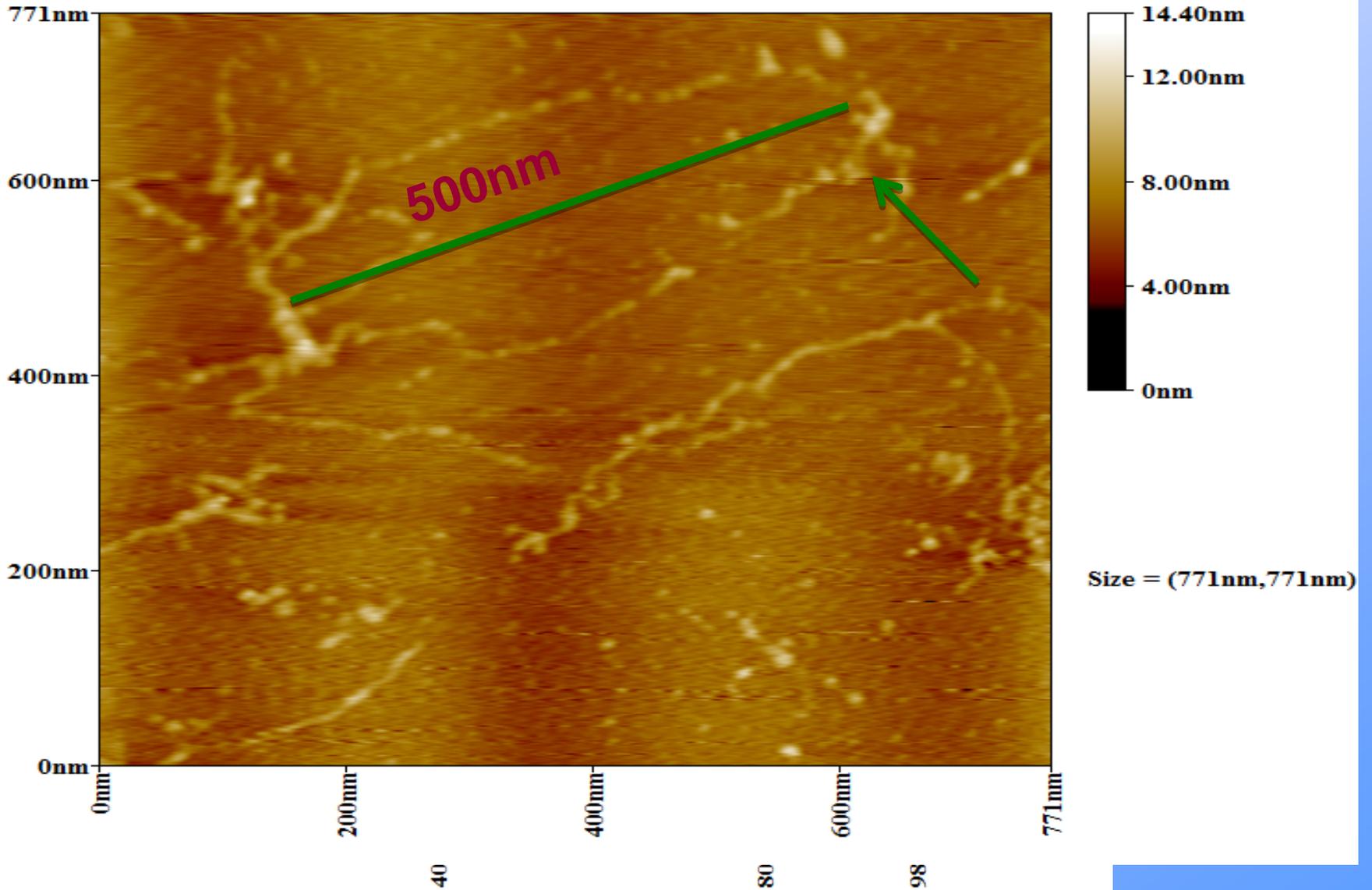
冯 时 PB10005056

2012年 二等奖

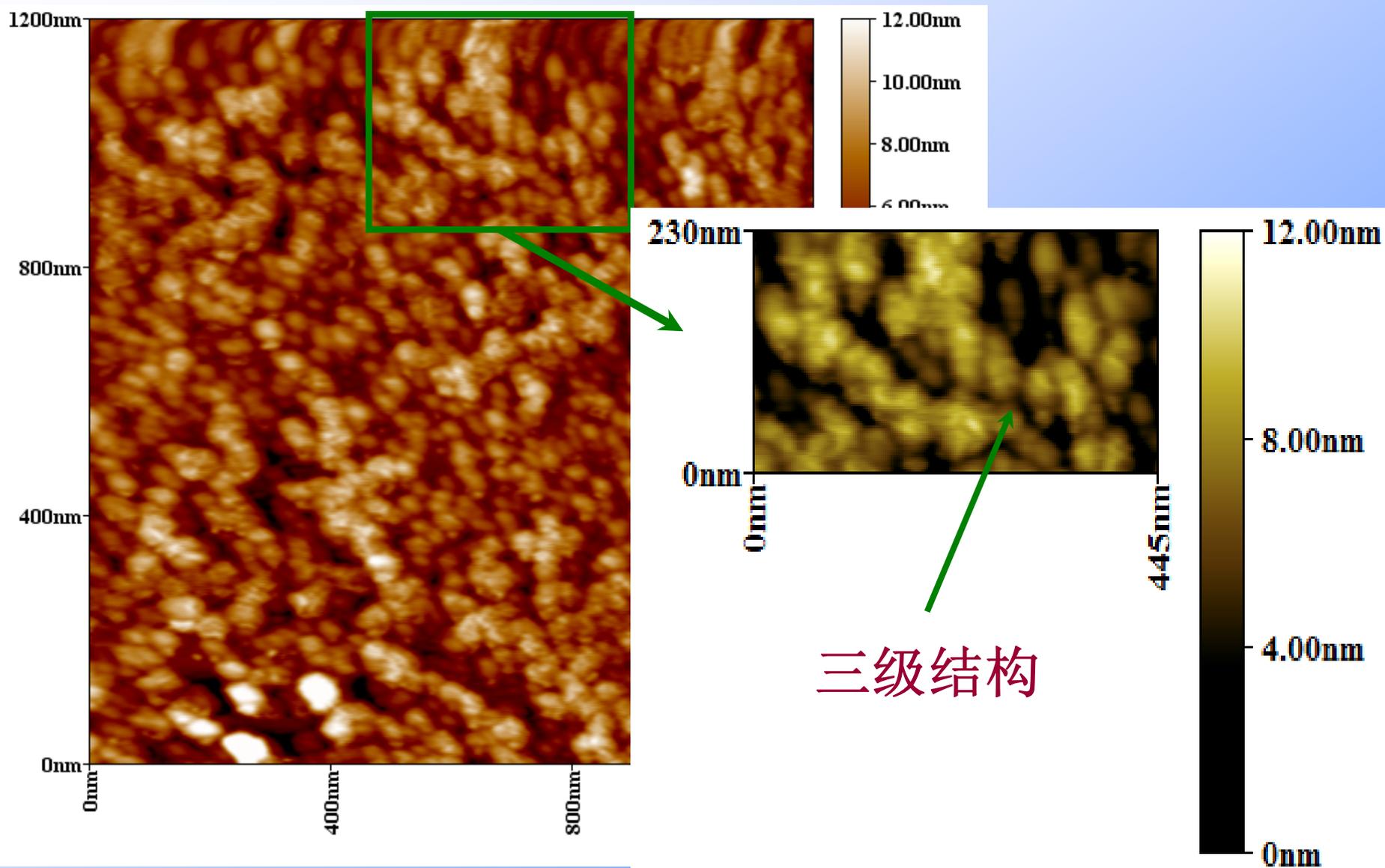
創寰宇學府  
育天下英才

嚴濟慈  
一九八八年五月  
題

# DNA 成像探究-图像处理分析

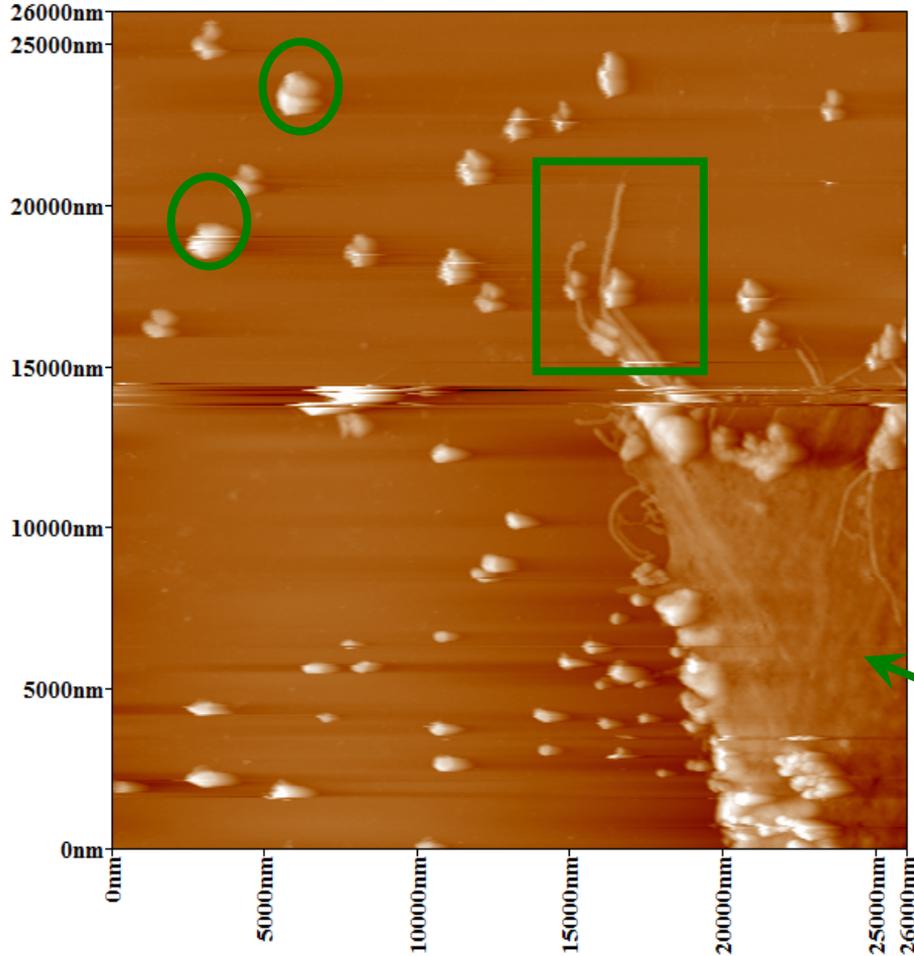


# DNA 成像探究-图像处理分析

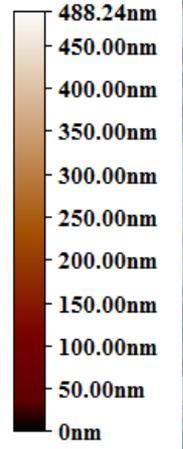
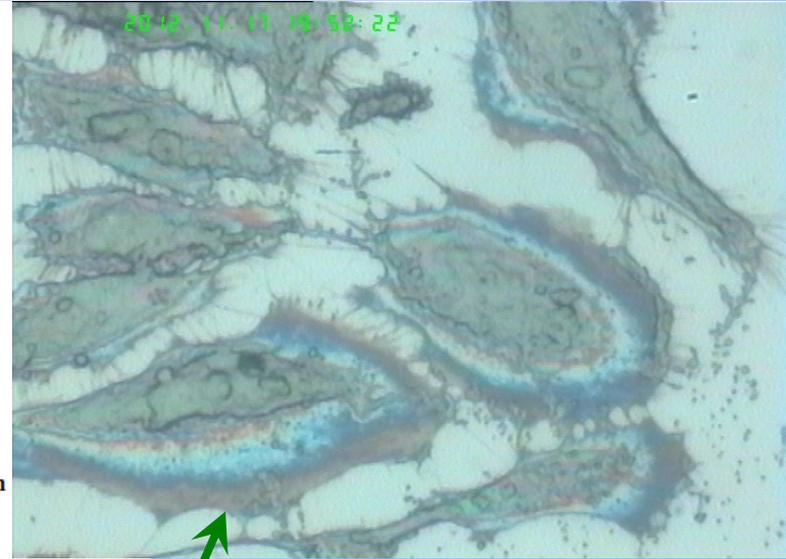


# 细胞成像初步

AFM固相模式



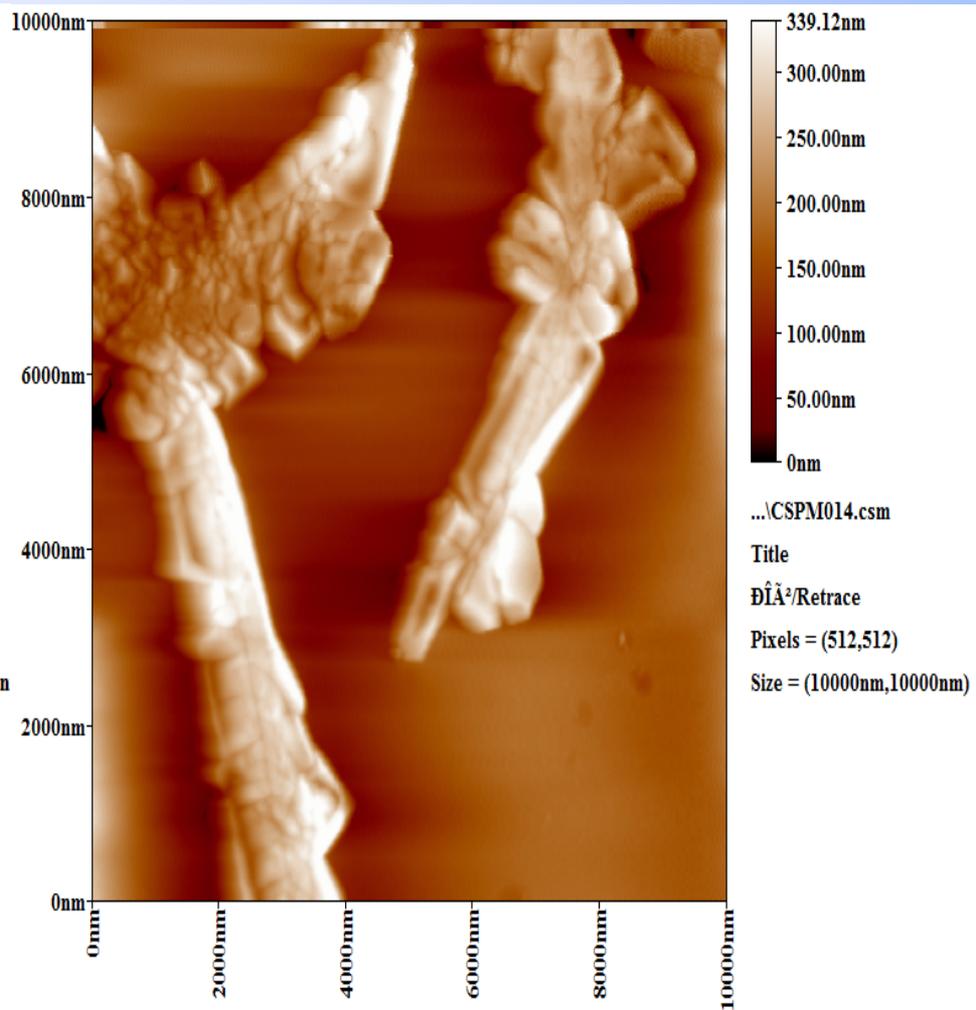
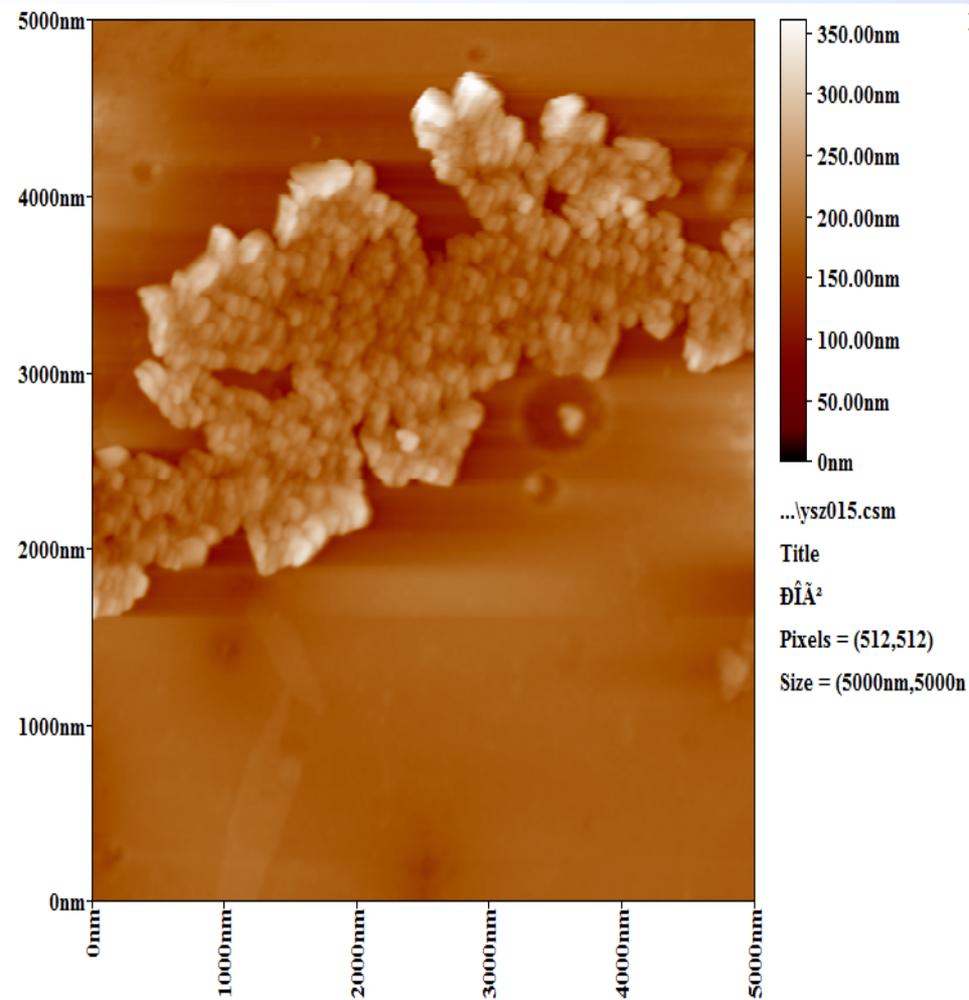
500倍光镜



...\cell-a002.csm  
Title  
形貌  
像素 = (512,512)  
尺寸 = (26000nm,26000nm)

海拉细胞

# 蛋白混合物成像



# 在研究性实验教学中的拓展（二）

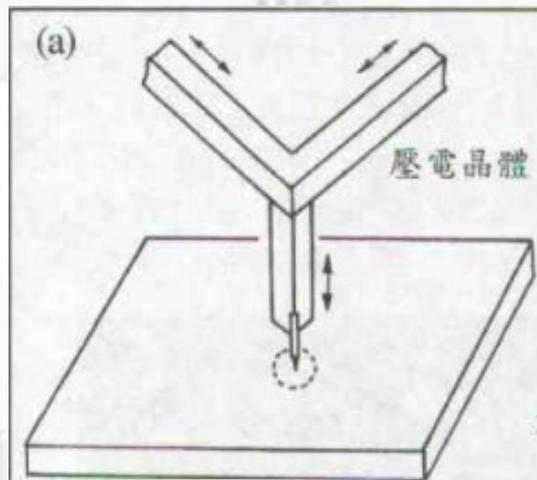
---基于扫描隧道显微镜的大范围扫描器的设计和研制

**11 一等奖 戚骥 冀丹丹**

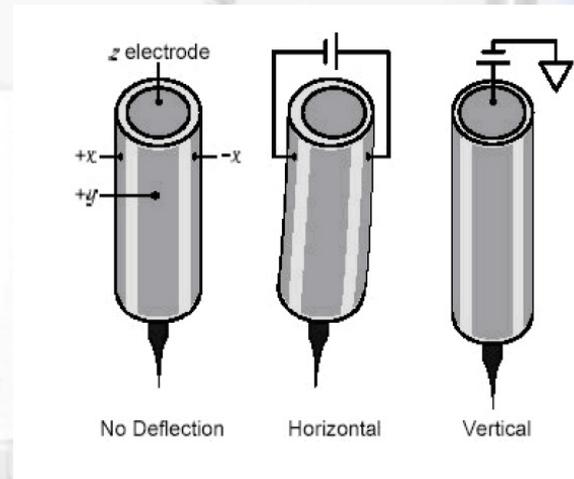
# 关于扫描器

## 一、传统STM扫描器扫描范围上的局限：

压电陶瓷带动针尖在x-y平面内运动，位移量由施加给压电陶瓷的电压决定，通常为每伏几纳米到每伏十几纳米（定义为压电系数）。而最大扫描控制电压通常在 $\pm 200V$ 内，所以最大范围在几微米。



三角架扫描器



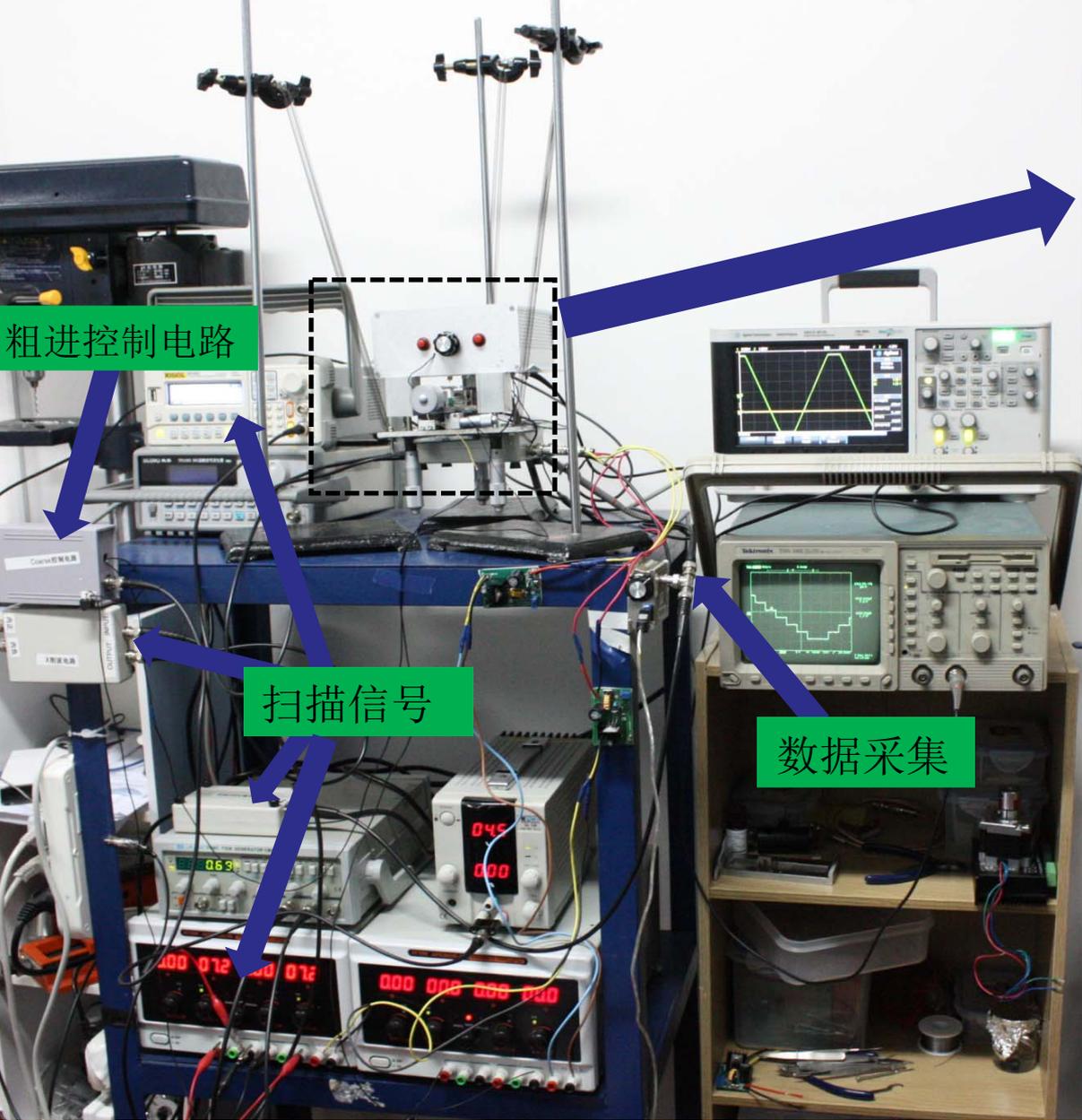
管型扫描器

## 二、一种大范围扫描器的想法：

我们采用一种压电陶瓷盘与放大杆结合的压电陶瓷驱动的机械放大扫描器。



与传统扫描器不同，压电陶瓷形变并不直接产生水平位移，而是提供一个偏转角度，通过放大杆后转化为水平位移。放大杆较长时，可以产生较大位移，并且通过改变杆长，可以改变最大扫描范围。



粗进控制电路

扫描信号

数据采集

扫描头（针尖，前放，偏压）

粗进控制，扫描器，样品台

# 结束语

- 学习不同样品（薄膜、颗粒样品等）的制备方法
- 学习掌握扫描探针显微镜的相关原理和测试技术
- 可实时得到实空间中不同样品表面形貌的图像
- 讨论实验技术调节的难点解决方法
- 通过实验，不同组和不同样品测试之间的比较讨论，加深学生对实验技能的掌握的同时，培养和提高学生对实验学习的兴趣和积极性，为学生科研奠定基础



中国科学技术大学

University of Science and Technology of China

谢谢!



中国科学技术大学物理实验教学中心

Physics Experiment Teaching Center, University of Science and Technology of China

