

扫描探针显微技术应用于工业技术领域的几个相关问题

Some Problems in Industrial Applications of Scanning Probe Microscope

孙 涛 赵清亮 董 申

(哈尔滨工业大学精密工程研究所 哈尔滨 150001)

一、前言

80 年代开始陆续发明的各类扫描探针显微镜 (Scanning Probe Microscope, 简称 SPM) 首先是一种表面分析仪器。随着研究的深入, SPM 自身功能和其应用领域在不断增强和扩大, 在纳米材料学、纳米电子学、纳米生物学、纳米化学、纳米机械工程等方面都得到广泛应用。目前已有 20 多种扫描探针仪器可以得到原子或接近原子分辨率的各类物理特征图像。SPM 主要用于自然科学的研究, 但近年已有相当数量的 SPM 用于工业技术领域, 成为解决工业技术问题的新工具。在研究各种物质表面几何拓扑图形之后, SPM 还逐步用于纳米结构的各种微细加工与操作, 在工业技术领域已充分显示出它突出的技术优势。美国已连续几年召开 SPM 的工业应用学术研讨会, 日本、法国、俄罗斯、德国以及我国都在精密工程、微电子、生物学等工业技术领域展开了相应研究。

扫描探针显微镜可以在纳米级乃至原子级的水平上研究物质表面原子和分子结构及相关的物理、化学性质。其在工业技术领域的应用主要有两方面: 一是进行样品的表面分析, 即根据样品与 SPM 各种特性的针尖之间在电、力、磁、光等方面相互作用的极敏感性, 在纳米尺度或原子尺度研究被测样品微观结构形貌及与电、力、磁、光等相互作用有关的现象; 二是进行纳米尺度操作, 即在某一特定区域使 SPM 探针产生具有操作原子的能量, 对表面原子或分子进行搬迁、移动、沉积等操作, 这样就可对样品表面进行重构、刻蚀、缺陷修补, 以及对原子运动、生长等特征进行研究。

由于 SPM 的应用范围极广, 所以自发明以来各种 SPM 产品相继问世。目前国际上如下几个公司的产品占据了世界市场的大部分份额, 他们是 Digital Instrument 公司、Park 和 Topometrix 公司、Tecor 公司等; 另外日本 SEIKO 公司、JEOL 公司等几家公司的产品也逐步向海外销售; 俄罗斯科学家研制的

Solver 系列 STM 也曾销到我国; 国内已有中科院化学所 CSPM 型、中科院上海原子核所 STAR 系列、华中理工大学 Nano 系列等多种不同型号不同功能的 SPM 问世。

SPM 技术迅猛发展使有关 SPM 的关键技术得到了深化, 相关技术也得到了发展, 一些尚未解决的问题也逐渐暴露出来。下面从 SPM 在工业技术各自领域的适用性出发, 详细分析: 各类 SPM 的技术特点; 根据这些不同特点如何使其在各自领域发挥特长; 关键技术的解决; 目前还存在的问题、解决方法、SPM 自身技术和 SPM 应用的发展方向等。

二、SPM 在工业技术领域的适用性

目前 SPM 按其基本工作原理大致可以划分为以下几大类: 扫描隧道显微镜 (STM)、扫描力显微镜 (SFM)、弹道电子发射显微术 (BEEM)、扫描离子电导显微镜 (SICM)、扫描热显微镜 (SThM)、扫描隧道电位仪 (STP)、光子扫描隧道显微镜 (PSTM)、扫描近场光学显微镜 (SNOM)。其中扫描力显微镜 (SFM) 又可以划分为原子力显微镜 (AFM)、摩擦力显微镜 (FFM)、化学力显微镜 (CFM)、磁力显微镜 (MFM)、静电力显微镜 (EFM)、激光力显微镜 (LFM)、扫描电容显微镜 (SCM)。与其他显微仪器相比, SPM 有以下一些共同特点: 极高的分辨能力, 极细的探针 (机械探针、光探针等各类探针) 半径, 适用于多种场合和环境工作以及既可用于工业测量又可用于纳米量级加工等。

由于 SPM 具有极高的纵向和横向分辨力, 使其在各种工业技术领域得到了广泛应用, 同时也促进了 SPM 本身各种技术的创新。SPM 的关键部件在于其感应微观信息的传感头, 即扫描探针, 通过各类探针的探测即可得到被测样品的各种信息。表 1 列出了已得到广泛应用的几种 SPM 仪器和它们的特点。

研究不同的被测对象需要有针对性的不同探测原理的 SPM, 不同类型 SPM 间的区别在于针尖的

特性及相应针尖与样品间相互作用的不同。因此，各自工业技术领域中检测被测对象的不同几何或物理特性，就要应用不同的 SPM。表 2 列出了各自不同领域所使用的 SPM。

表 1 各类 SPM 的技术特点

	SPM	显微镜名称	传感方式	纵分辨力	横分辨力	技术特点
1	STM	扫描隧道显微镜	隧道电流	0.01nm	0.1nm	原子分辨力、三维像、不破坏样品、任意环境
2	AFM	原子力显微镜	原子间力	0.1nm	2nm	可测非导体，工作环境任意
3	FFM	摩擦力显微镜	横向摩擦		< 1nm	表面横向力分布
4	CFM	化学力显微镜	侧向力		几nm	物质粘附性
5	MFM	磁力显微镜	磁力		25nm	可测微磁区域分布
6	EFM	静电力显微镜	静电		几十nm	测量表面静电力分布
7	LFM	激光力显微镜	共振频率		几nm	力梯度与位移间距成比例
8	SCM	扫描电容显微镜	电容分布		几十nm	试件表面电容分布
9	SMM	扫描麦克斯韦显微镜	谐波振荡	1nm	1nm	非接触的扫描力显微镜，能显示表面拓扑图和表面电势
10	ECM	涡流显微镜				
11	SICM	扫描离子电导显微镜	离子电导		> 100nm	离子浓度
12	BEEM	弹道电子发射显微镜	电场		1nm	测表面及界面，界面改性
13	SThM	扫描热显微镜	热散失传递		几十nm	表面温度分布
14	STP	扫描隧道电位仪	隧道电压			试件表面的电位分布
15	PSIM	光子扫描隧道显微镜	光子		光波波长	光相互作用
16	Kelvin	开尔文显微镜				
17	SNOM	扫描近场光学显微镜	近场光学		30~ 100nm	光谱分析、信息存储
18	SNAM	扫描近场声学显微镜	近场声学			

三、SPM 自身的关键技术

SPM 技术在扩大其应用领域的同时，其自身发展也遇到了挑战，随着不同的工业研究领域的扩展，需要不同原理、不同探测方式的 SPM 技术，根据被测信息的测试需要，一些新的 SPM 技术和一些新的 SPM 探针相继问世。下面从理论及实验等多方面探讨 SPM 自身的关键技术。

1. 探针探测理论的深入研究

扫描探针是 SPM 的核心部件，各种原理的 SPM 都是通过极细的光、热、力、电的探针在纳米尺度研究物质的表面信息，这就要涉及量子物理及介观物理。后者是在介观尺度(介于宏观和微观之间)研究物质的物理现象和效应。从统计力学的角度看，介观体系和宏观体系显著的差别是它已小到失去了宏观体系通常具有的自平均性。由于探针针尖尺度一般在几十 nm，已达介观尺度，确切地说已由小尺寸系统进入量子扩散区，故所研究的对象呈现出与介观体系概念的形成密切相关的弱局域电性，这突

表 2 各种应用领域中的 SPM

应用领域	应用举例	所用 SPM 类型	发展方向
微电子学	数据存储、芯片制造、信息读写	STM AFM SNOM MFM	纳米量子开关等 电子产品制造
生物学及医学	大生物样品分析、生物过程分析、分子操纵和改性	STM AFM	微泵 医用仪器
化学	聚合物分析、电化学分析、纳粒子活动观测	STM	
机械科学	表面形貌检测，纳米机械加工、刻蚀、纳机器人	STM AFM FLM	微刻蚀 微修整
光学	光学产品制造中的测量 光学产品微细加工	AFM	精密光学零件制造
材料科学	材料微分析 纳米颗粒研究	STM 各种 SFM	纳米颗粒分析与制备
纳米计量学	微机械尺寸计量 计量溯源性研究	STM MFM AFM	纳米阶梯标块制备
聚合物及涂覆	提高材料表面对比度	SCM FLM FFM	

出地反映出介观体系的特点。

在小尺寸系统中，会出现探测过程中许多物理参数的变化，如小量子体系中的电子结构、化学键、库仑阻塞、纳米结构的光学性质、范德华力变化等。因而建立一套扫描探针显微学的物理理论是这一技术的前沿课题。各类 SPM 是基于不同的探测原理出现的，各类 SPM 探针或多或少也具有一些共性，这一参数的测量成份中也有其他参数的变化。为更好更全面地反映被测样品的本质，就要全面掌握不同探测理论，在原有物理基础特别是介观物理基础上发现与揭示新现象、新效应，建立和描述纳米尺度下扫描探针显微学的新的理论系统，以便科学地使用 SPM 仪器和开拓 SPM 应用领域，更好地为我国工业技术领域服务。

2. 微探针工作的检测技术

SPM 仪器工作时，微探针在对被测样品进行扫描的同时感受各类表面信息，这些表面信息的获取即信号检测技术是 SPM 本身的关键技术之一（参见表 1 技术特点中的传感方式）。

众所周知，STM 是利用对探针与被测表面距离敏感的隧道电流变化来探测样品；而各类扫描力显微镜是对微悬臂的超微力进行检测来获取表面信息；其他几类显微镜也是通过检测探针与样品间光、电、热、声等特性参数来达到测量目的。

特别要指出的是在各类悬臂形式的扫描力显微镜中，超微力的检测形式已有多种，从最初的隧道电流检测法、光学杠杆法、各种干涉法，发展到目前已有使用的压阻检测法和压电检测法。目前最常

用的是电容检测法、光学杠杆法和压电法。电容检测结构简单、操作方便、灵敏度较高；光学杠杆法灵敏度高，操作较容易，但不易检测反光材料；而近期出现的压阻及压电法，由于信号可直接由悬臂本身获得，结构更加简单，扫描时基本不必调整，适于探针扫描方式，可检测较大样品；分辨力（灵敏度）较高，可检测光敏材料；且可成批生产悬臂，大有可能代替光学杠杆而成为将来最常用的微悬臂部件。

其他 SPM 的检测方式这里不再赘述。

3. 力调制技术与相位成像技术

在 SPM 探针将被测信息进行形貌成像的基础上，还利用和发展了多种特殊的数据与图像处理技术，这些技术利用不同的被测样品表面特性，很好地区别和采集这些差异，得到材料表面的特殊信息来达到分析目的。

力调制技术（Force Modulation Technology）是利用致动器振荡（调制）针尖或被测样品，使微悬臂具有调制的振幅，被测样品表面的弹性模量与这一振幅有一定关系，据此可以得到表面硬度和弹性区域分布。传统的力调制技术是在压电管垂直方向加一比扫描速度快得多的调制信号来实现垂直振荡，但易引起机械振动；新发展的力调制系统包含一个额外的压电调制控制器，可减少共振。

相位检测技术（Phase Detection Technology）是利用致动器加到针尖或样品上的周期信号与被检测到的微悬臂对样品表面的响应信号的相位变化，或相位滞后，来反映样品表面性质的不同。相位成像技术在复合材料表征、表面摩擦和粘度检测方面得到很好的应用。在成像模式方面还采用了双扫描、隔行扫描、自适应扫描等多种技术。

4. 计量性问题

SPM 仪器应当具有很好的计量性能，但由于针尖处于高频扫描状态，将很小针尖的扫描三维位置绝对准确地度量是不可能的，因而任何 SPM 仪器的计量性都不会是绝对严格的。但是，可以利用各种技术完善它。目前一般的 SPM 仪器采用两种定标方式：实时定标和非实时定标技术。

实时定标技术就是利用精密三维位移传感器对 SPM 的扫描位移值进行在线实时定标，可将测量误差限定在很小的范围内。目前已有学者利用光学干涉方法或三维激光集成测头进行实时定标工作。此项研究的方向是测头部件的信息传感集成化。非实时定标就是利用已知尺寸的标准样块对所测图像进行测量后的非在线标定，如用已知尺寸的光栅、石墨等的图像来对比被测样品的扫描图像，这种方法是目前最常用的一种方便快捷的可行方法，但由于受许多因素影响而有一定误差。

具有纳米分辨能力的各类 SPM 仪器的相继出现，使纳米测量技术快速发展起来并提出了许多新

的课题。一方面 SPM 应具有足够高的精度，能够测量并描述原子排列的特征；另一方面应当在仪器之外建立纳米尺度基准，实现实际工作中 SPM 仪器的标定，即计量溯源性问题。这要求建立纳米级实物标准并建立其评价体系。目前，国际上正在制订 SPM 的标准。

总之，SPM 自身关键技术的进步与发展直接影响 SPM 应用领域的拓宽和功能的扩展，因此，对 SPM 自身技术的研究是其在工业技术领域应用的重要一环。

四、其他相关技术的支持

SPM 能够在各领域得到更广泛的应用，与其自身的高性能有关系，同时，由于其均在高精度下使用，这就要求其他相关技术的配合，例如环境条件要好、其监测系统精度要高等。下面从几个方面简要介绍与 SPM 应用有关的技术问题。

1. 微定位技术

SPM 有两种扫描方式：样品扫描和探针扫描。小样品可以固定于扫描器上作样品扫描，较大样品一般置于工作台上采用探针扫描。应用领域中大样品为多数，所以，未来的 SPM 多采用探针扫描方式。同时，当采用探针扫描时，由于扫描器扫描范围有限（最大可达 $200\mu\text{m} \times 200\mu\text{m}$ ），更大的样品就需要微工作台作平面二维运动来实现探针更大范围的取样。因此，微位移系统的定位精度就要同扫描探针的横向纳米级分辨力相适应，才能实现大范围的检测。

目前实际的定位机构往往采用粗精两级工作台来实现 SPM 测量与加工中的三维定位和控制功能，压电、电致伸缩微位移器件是利用电介质材料在外界电场作用下由感应极化来产生应变位移，常常用来做精工作台的驱动器；激光干涉仪及精密电容传感器用来做精密工作台闭环系统的测量装置。同时，微位移系统的运动平稳性、动态性能也是主要的技术指标。可见，微定位技术的发展将促进 SPM 技术的应用。

2. 环境条件

SPM 对工作环境和样品制备的要求比扫描电镜的要求少得多，既可以在真空中工作，又可以在大气下甚至可以在液体中工作。这就使 SPM 的应用更广泛。但 SPM 技术往往探测的是纳米甚至原子级分辨力结构，其对环境条件的要求也是比较严格的，主要有恒温、隔振和超净化三方面。除少数用于电子元件生产线上（环境也很好）外，SPM 仪器一般都是在实验室使用，同时一般 SPM 仪器本身也带有隔振装置来隔离低频干扰。

3. 高精度监测系统

为了使 SPM 仪器能够满足相应领域的计量技术要求以及使其测量量值具有计量基准,高精度的三维位移监测系统是必不可少的。有的仪器在三维弹性工作台上设置微型光纤传导激光干涉测量系统,有的仪器中 SPM 探头部件内带有三维电容监测元件来测量扫描值。

五、SPM 在工业技术领域中的应用实例

SPM 既可用于样品表面分析与检测,又可用于纳米尺度加工,以下举几个例子说明其主要应用。

1. 表面形貌(粗糙度)测量

机械工业中,加工表面粗糙度测试是主要测试指标之一,过去常用的方法是机械触针法和光学法。自 SPM 出现后,各类 SPM 特别是 SFM 已成为测量纳米表面粗糙度的有力手段,特别是在测量超精密光学零件表面、超精密惯导元器件加工表面、超脆性加工材料表面等方面发挥出技术优势。同时,按表面粗糙度定义,要求评定长度等技术指标,这也为各类 SPM 在应用时提出了不同的设计参数,促进了 SPM 在机械工业领域的功能拓展和应用范畴的扩展。

2. 材料物理化学特性检测

某些 SPM 既能探测表面纳米尺度信息,同时还能对表面下的界面进行无损探测,例如弹道电子发射显微镜(BEEM)能同时检测材料表面和界面性质;这一特点就为材料物理化学特性的高精度纳米检测提供了新的手段。目前已开发和正在开发的有微区磁性测试、表面电势测量、材料变异(利用相位成像技术)、疲劳测试、粘度测试、半导体工业的二维掺杂、硬度与可塑性的测试等。

3. 纳米刻蚀与纳米加工

SPM 与其他传统微细加工方法相比,由于具有极细的探针半径、低的电子能量、宽的功率密度范

围以及能及时成像等特点,使其在材料光刻、微区淀积和刻蚀中得到很好的应用。半导体 Si,金属 Au、Al,化合物 GaAs 和其他非晶金属材料的加工方法有电流曝光法、化学沉积法、机械移动法等。目前还有一些重点课题等待人们去研究,如加工结构尺寸的缩小、加工成功率率的提高、加工速度的提高以及新原理的加工方法实现等。

4. 电子工业领域中 SPM 的应用

各类 SPM 在电子工业技术领域中有如下一些典型应用,例如,AFM 和 STM 可以用于数据高密度存储;AFM 可以用于线路板线宽、膜厚、步高、表面粗糙度测量;STM 可用于纳米光刻而得到更高微细度的三维加工;SNOM 可用于线性量子阱半导体结构的近场光学分析,也可用于近场高密度信息存储,还可用于新型发光管制造、研究量子线等人工微结构的发光特性;BEEM 可以用于分析半导体材料特性如肖特基势垒高度及空间分布;未来的 SPM 还可用于纳米电子器件的制造。

总之,新兴的扫描探针显微技术已逐步应用于离线分析和在线制造等多种工业技术领域,正是由于 SPM 特有的技术特点,使其广泛地使用在各种工业领域,并成为一种与纳米科技相关联的主要研究手段。同时,应用领域的拓展也为 SPM 自身发展提供了机会,SPM 仪器既覆盖了传统扫描电子显微镜的功能,又增添了更多更精密的功能手段。SPM 仪器设计制造将更趋于集成化、多传感以及多模式化,新的原理、新的效应也将使更多的新型 SPM 出现在新的研究领域中。机遇与挑战将同时出现在各国学者和工业企业界人士面前,相信下个世纪 SPM 技术将会广泛应用到各学科领域及边缘学科,为纳米科学技术和人类生活带来一场革命。

(略去全部参考文献,外文 23 篇,中文 10 篇)

(责任编辑 王宏章)

彩图说明

北极科学考察

周立波

(中国科学院大气物理所 北京 100029)

中国首次北极科学考察,自 1999 年 7 月 1 日于上海正式启航起,至 9 月 9 日靠港为止,共历时 71 天。本次北极科学考察的主要内容是进行“北冰洋的海、气、冰相互作用综合研究”。考察的具体科学目标有 3 个:一是探讨北极在全球变化中的作用和对我国气候的影响;二是了解北冰洋与北太平洋水团交换对北太平洋环流的变异影响;三是了解北冰洋临近海域的生态系统与生物资源对中国渔业发展的影响。共有来自海洋、生物、大气、地质、海冰等近 10 个学科的 124 名科学家参加了本次科学考察,其中来自大气、海洋、海冰等多学科的科学家在北纬 75 度的浮冰上建立了一个连续作业 7 天的联合冰站,对海洋、海冰和大气

进行了立体式的综合观测。这是我国迄今为止在北极地区建立的第一个较长时间的联合冰站。考察中利用小艇、直升飞机等多种手段,对冰、气、海的综合作用进行多点同步观测,取得了一系列珍贵的数据。这些资料对于人类科学地认识北极有着重要的作用。

北极的浮冰(见封底图) 浮冰覆盖住北极的大部分,此时正是北极的夏季,气候温暖,阳光充足,浮冰区也逐渐向北退。因为对北极海冰的认识不足,我们第一次到达 70°N 左右就被迫返回白令海,半个多月后重新进入北极圈,雪龙船前进最高纬度达 75°N 以上。正是因为这半个多月 (下转第 24 页)