

AFM 和 STM 系列实验讨论

胡际知 063000190056

摘要：本系列选作实验我分别进行了 STM 针尖制备、STM 的使用和 AFM 的使用三个相关实验。其中我用电化学腐蚀法制备了针尖，并使用自制和实验室提供的针尖，在 STM 和 AFM 上进行了一维光栅、二维光栅和光盘等样品的表面测量。STM 和 AFM 非常的相似，但在操作和原理上又略有不同。

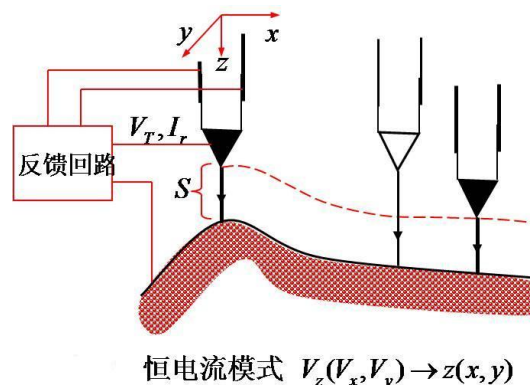
关键词：扫描隧道显微镜 (STM)，原子力显微镜 (AFM)，针尖，扫描，外界干扰

引言：

扫描隧道显微镜 (STM) 是利用曲率半径为院子尺度的针尖在样品表面扫描，根据量子隧道效应来获取样品表面图样的。当针尖和样品表面非常接近时，其电子云互相重叠，在这两物体间施加一电压 V ，电子就可以因量子隧道效应由针尖转移到样品（或反之），在针尖和样品间可形成隧道电流。隧道电流 I ：

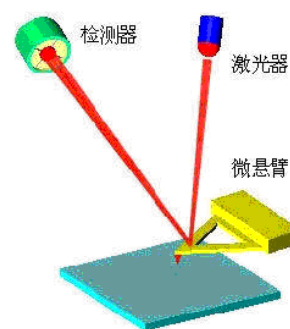
$$I/V \propto \exp(-2kZ)$$

其中 Z 为样品到针尖的距离， k 为衰减系数。这样 V 不变的情况下 I 和 Z 成指数关系，根据 I 的值可以得到 Z 的大小。（如图一示）若 I 的变化范围在 2% 左右的话，样品与针尖的距离变化为 1pm 左右，因此 STM 在与样品垂直方向的深度分辨率可达几个 pm，足以分辨样品表面原子排列和结构的清晰图像。



图一

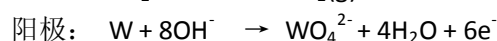
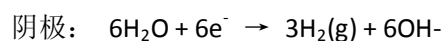
原子力显微镜 (AFM) 的基本原理是：将一个对微弱力极敏感的微悬臂一端固定，另一端有一微小的针尖，针尖与样品表面轻轻接触，由于针尖尖端原子与样品表面原子间存在极微弱的排斥力，通过在扫描时控制这种力的恒定，带有针尖的微悬臂将对应于针尖与样品表面原子间作用力的等位面而在垂直于样品的表面方向起伏运动。利用光学检测法或隧道电流检测法，可测得微悬臂对应于扫描各点的位置变化，从而可以获得样品表面形貌的信息。如图二所示。

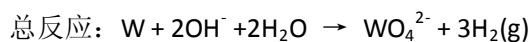


图二

实验内容：

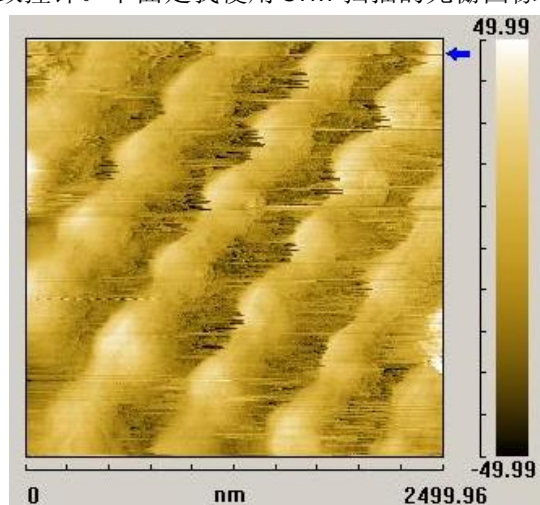
第一个实验中我使用电化学腐蚀法制得 stm 针尖。反应式为：



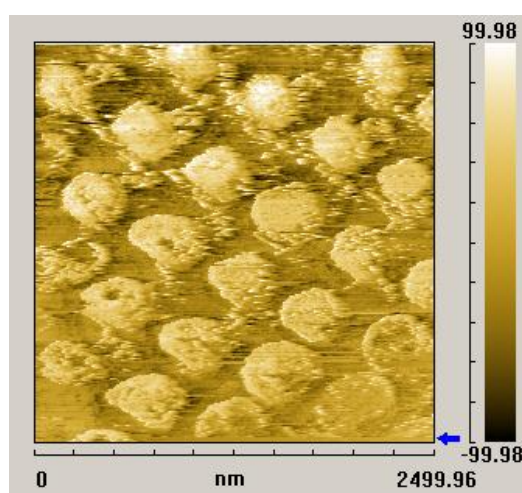


实验中我分别使用了普通的烧杯反应法和薄膜反应法，改变条件制得大约 10 根针尖。然后我使用显微镜观察了这些针尖。值得针尖的头部还是比较尖的，至少在 40 倍放大的情况下依然看不到针尖变圆的趋势。针尖的形状各有不同，不过对于实验而言针尖的形状影响不大，关键是要足够尖。但是主要问题在于在制得针尖后没有好好保管，导致脆弱的针尖遭遇碰撞而弯折了，因而只有少数针尖最后可以使用。最后我使用自制的针尖观察了铜和石墨的表面，观察到了石墨的分层现象。遗憾的是，保存的图像现在找不到了。

接着我分别用 STM 和 AFM 观察了一维光栅和二维光栅，并用二维光栅观察了光盘和实验室自制的样品。其中 STM 观察时需要自己从钨丝上剪取针尖，因而针尖的质量参差不齐，很大的影响了扫描图像的质量。同时进针的部分由于外部干扰大不能使用自动进针（自动进针很快就由于外部干扰出现电流而停止进针），因而需要手动调整观察 Z 标尺进针，容易导致撞针。下面是我使用 STM 扫描的光栅图像：



图三

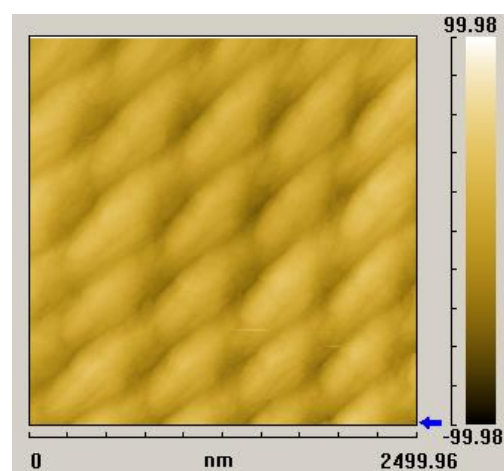


图四

其中图四中可以明显看出样品是二维光栅，但是形貌上不是很好，可看的出光栅常数在几百纳米大小。图三和图四的主要区别来自于他们分别是用不同的针尖扫描出的，可见针尖质量对于扫描有着决定性的影响。

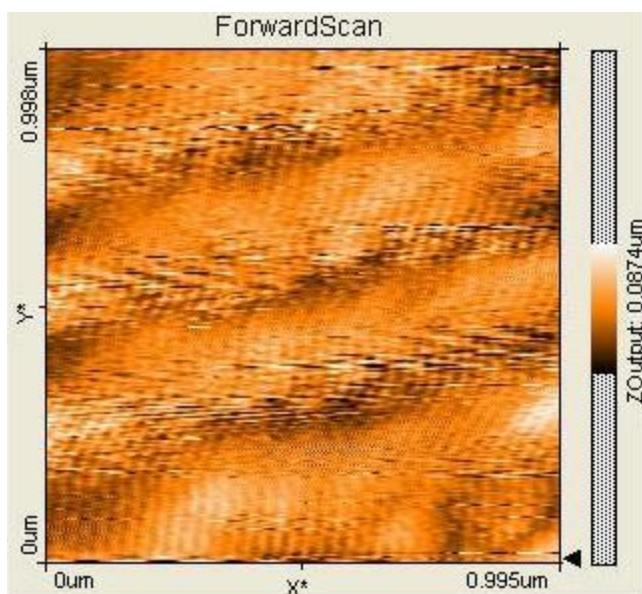
用 STM 扫描的另一光栅的图像：

这个光栅应该是一维光栅，但是测出的图样看起来是二维光栅，可能样品就是二维光栅。扫描图像看起来想针织品，也是针尖不同造成的。

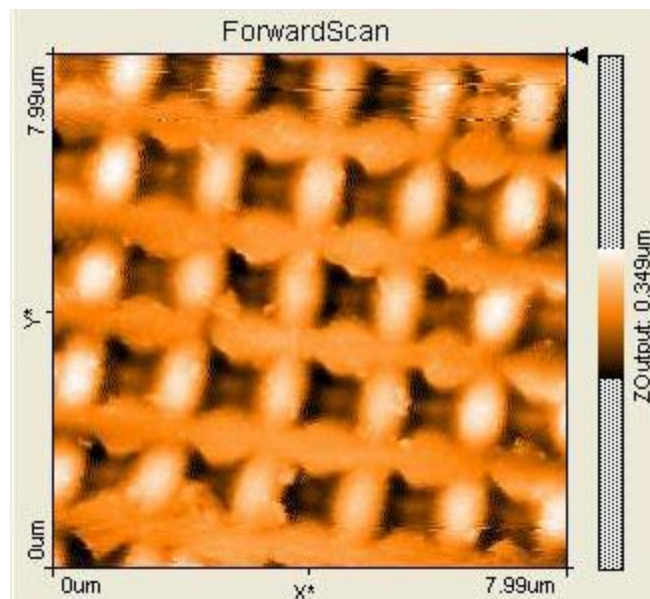


图五

下面是我用 AFM 测得的光栅图像：



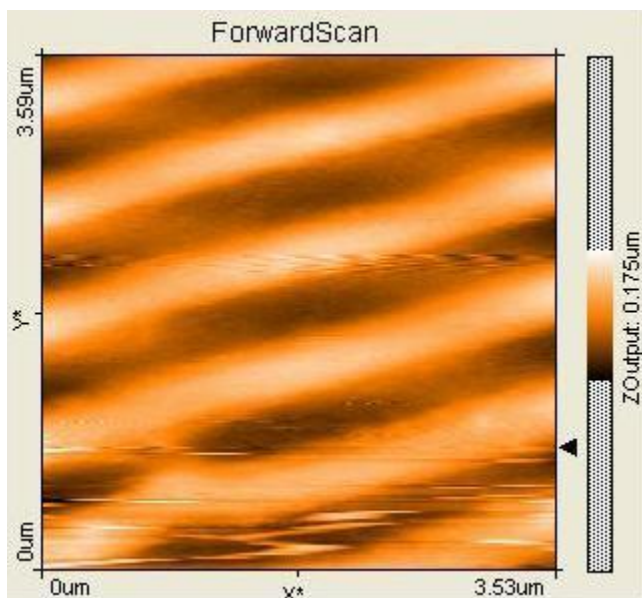
图六



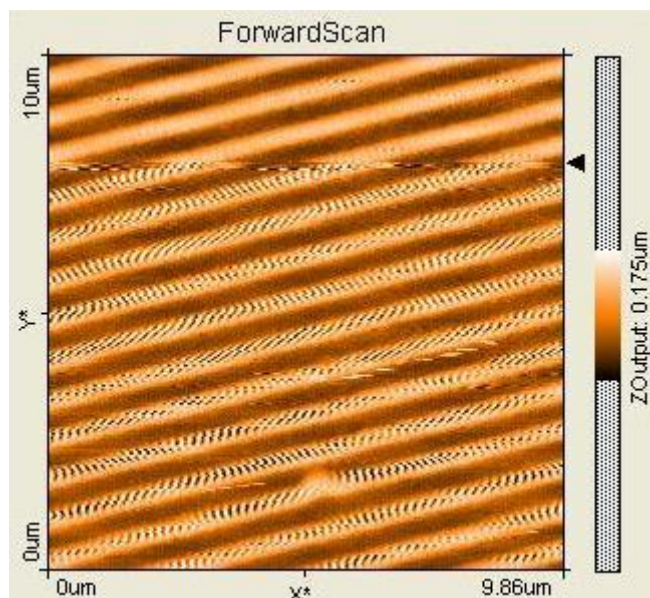
图七

其中图六所扫描的是一维光栅，图七所扫描的是二维光栅。图六不是很清晰因为还没有测好针尖就断掉了。图七很清晰地反映了二维光栅的规则结构，光栅常数在微米数量级上。可看出虽然二者原理和操作类似，AFM 图像比 STM 图像要清楚很多。

下面是使用 AFM 扫描的其他样品：

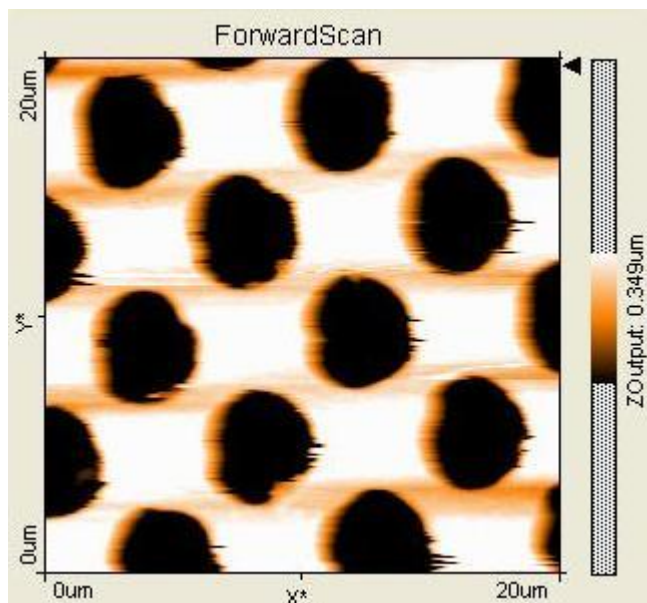


图八

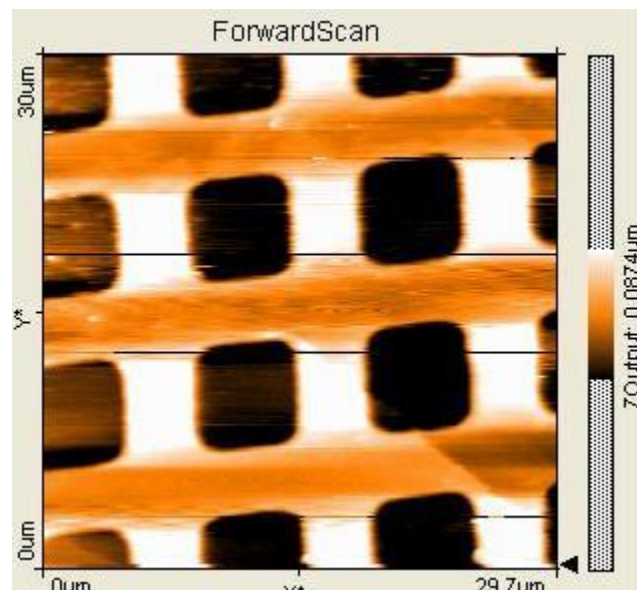


图九

图八、图九所测量的是光盘的表面结构，上下部分不一样的原因是先扫描下面部分是出现了很大的震荡，继而扫描上面时调小了 P-Gain 和 I-Gain，使震荡消失同时图样变模糊。图八时图九的放大版，由于 Gain 较小显得不大清楚。光盘的表面结构为同心圆环，考虑到我们测量的尺度很小，圆环显示为平行直线。



图十



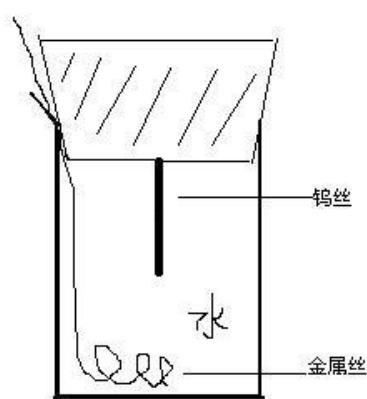
图十一

图十和图十一测量的是实验室自制的样品，可以看到规则的二维分布的圆形和正方形的凹陷结构。

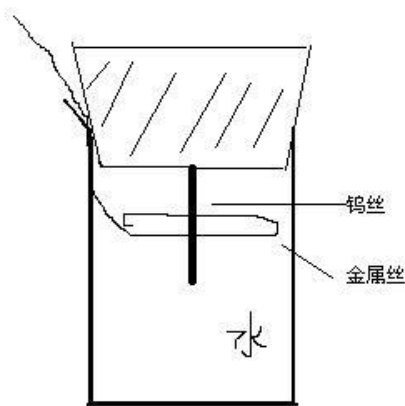
实验讨论:

1. STM 针尖制备中需要注意的问题:

在针尖制备的两种方法中，烧杯法相对操作简单，容易实行，只需要注意在针尖断开的一瞬间断开电流就可以了。但是我们实验中一直发现针尖并不是断开的，而是从下往上慢慢腐蚀掉的，这样不但断开电流的时间难以判断，而且电化学反应所需的时间比较长。分析发现，我们操作时时按下面图 a 进行的，但应该按图 b 进行才能让钨丝是断开的。



图a



图b

这样电子运动路径会使钨丝从中段处开始反应，因而会在中段断裂产生针尖。

反之，薄膜法保证了钨丝从中间断裂并且不用手段断开电流，但是反应时薄膜很快会消耗掉需要不停的补充，加上反应时水蒸发导致溶液挥发产生刺激性气体，实际操作性不大好。

2. 关于针尖:

对于 STM 和 AFM 针尖都是对实验影响最大的，并且是最脆弱的部件。STM 和 AFM 的针尖结构略有不同，STM 测量电学量较简单，而 AFM 测量的是力学量，结构比较复杂，如图二示还有微悬臂结构。

一旦针尖没有用镊子夹住而掉到地上或掉到桌子上，针尖就会损坏。同样一旦扫描时撞针针尖也会损坏。因此在实验过程中需要非常注意保护针尖，尤其是在安装针尖的过程中。尤其是 AFM 安装针尖过程中，由于要将激光发射对准微悬臂，需要反复调整微悬臂的位置，而微悬臂本身就很细很脆弱了，需胆大心细。

在光栅的扫描图像中，可以看到，用 AFM 扫描出的图像很工整，而用 STM 扫描出的图像却形状不整齐而且“画风”各异。造成这个现象的原因是 AFM 的针尖是实验室花钱专门购买的，质量比较好；而 STM 的针尖是我们自己从钨丝上剪取的，可能不够尖或呈某些形状。在扫描过程中针尖和样品接触，是一个“相互扫描”的过程，针尖的形状也会显示在扫描图像中，因而会在图像中产生规律性的干扰图形。

3. 关于外界干扰:

AFM 和 STM 有一共同特点就是十分容易受到外界干扰的影响(考虑到其 nm 的数量级)，对于抗震能力不强的仪器，实验室内说话、走动都会导致图像不清晰，更不用说拍桌子了(针尖就直接断了)。因此在扫描的过程中，应当尽量保持安静。在这一点由于 AFM 独享一个实验室，扫描的时候易于保证外界干扰小，因此 AFM 得到的图像都比较清晰。

因此，在扫描进行时，最好离开实验室一段时间，让实验室整体逐渐稳定下来，一段时间之后外界干扰就会很小，方可以扫描出没有裂痕的图像。

总结:

在本系列实验中，利用 STM 和 AFM 扫描针尖和光盘等样品，了解了这些常见显微镜的用法，并讨论了其核心部件针尖的重要性和作用。

感谢:

STM 针尖实验合作者王彦颀，STM 使用实验合作者陈克炎，AFM 使用实验合作者郑苏一
辅导老师余熹、姚红英

参考文献:

《生物化学仪器指南 扫描隧道显微镜、电子显微镜及有关设备》(第四册)