



原子力显微镜实验的教学研究

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, 安徽 合肥 230026)

摘 要:利用磁控溅射法在硅衬底沉积金属铝作为光学薄膜样品、硅衬底表面制备单分散的国家标准物质以及 DNA 分散在云母片表面的生物样品, 作为不同组的学生进行实验的研究样品, 在室温下以不同型号原子力显微镜的轻敲模式进行样品的图像扫描, 然后不同组的同学对实验结果进行比较讨论, 学习掌握原子力显微镜的表征内容. 实验结合了近代的样品制备技术、标准化的知识以及生物样品的制备方法和现代化的表征测试手段, 适合本科生的研究型实验教学.

关键词:原子力显微镜; 标准样品; 金属薄膜; DNA

中图分类号: TH742 **文献标识码:** A **文章编号:** 1005-4642(2015)05-0024-06

1 引 言

显微镜作为研究物质宏观结构和表面形貌观察的有力工具, 具有很高的分辨本领和放大倍数. 从 17 世纪初应用于科学研究开始, 显微镜的发明和利用把人类的视野从宏观引入到微观, 直接导致了 19 世纪细胞学、微生物学等学科的建立. 显微镜的发展大致可分为 3 代: 第一代显微镜——光学显微镜 (Optical microscopy, OM), 第二代显微镜——电子显微镜 (Electron microscopy, EM), 第三代显微镜——扫描隧道显微镜 (Scanning tunneling, microscopy, STM)^[1-6]. STM 使人类能够实时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, 其具有高分辨率, 能够获得表面三维图像, 可工作在大气、真空、溶液环境下, 亦可改变工作温度. STM 是通过检测针尖和样品之间隧道电流的变化来探测表面信号, 这决定了其只能直接观察导体和半导体的表面结构, 不能对绝缘表面进行测试. 为了弥补 STM 的不足, 1986 年 Binnig、Quate 和 Gerber 发明了第 1 台原子力显微镜 (Atom force microscopy, AFM)^[7-11], AFM 是继 STM 之后发明的能从原子尺度观察导体和半导体表面的原子形貌, 而且几乎可以对所有的表面 (导体、半导体以及绝缘体) 成像的具有原子级高分辨的新型

仪器, 可对各种材料和样品进行纳米区域的物质性质包括形貌进行探测, 现已广泛应用于半导体、纳米功能材料、生物、化工、食品、医药等研究领域, 成为科学研究的基本工具, 具有广阔的应用前景和强大的生命力^[2-6, 11-14].

AFM 扫描能提供各种类型样品的表面状态信息, 其优点是在大气条件下, 以高倍率观察样品表面, 可用于几乎所有样品 (对表面光洁度有一定要求), 而不需要进行其他制样处理, 就可以得到样品表面的三维形貌图像, 并可对扫描所得的三维形貌图像进行粗糙度计算、厚度、步宽、方框图或颗粒度分析. 结合 AFM 样品制备技术与 AFM 表征技术的近代物理实验, 融入研究性实验的各个环节, 采用不同组别的学生制备不同类型的样品, 利用 AFM 进行表面形貌的表征, 再结合实验结果进行课堂讨论, 让学生掌握 AFM 的基本原理的同时, 掌握样品制备技术和学习 AFM 测试表征的表面状态信息.

2 实验原理

AFM 是一种以物理学原理为基础, 通过扫描探针与样品表面原子的相互作用而成像的新型表面分析仪器. AFM 是利用原子之间的范德华力的作用来呈现样品的表面特性^[2, 6]. 利用该力的性质, 可以让针尖与样品处于不同的间距, 从而

“第 8 届全国高等学校物理实验教学研讨会”论文

收稿日期: 2014-07-20; 修改日期: 2015-03-05

资助项目: 中国科学技术大学教学研究项目 (No. 2014jxxm009)

作者简介: 王中平 (1976—), 男, 山东临沂人, 中国科学技术大学物理学院副教授, 博士, 从事凝聚态物理研究.

实现 AFM 不同的工作模式:接触模式(contact mode)、非接触模式(non-contact mode)及轻敲模式(tapping mode). 表 1 为 AFM 的 3 种扫描模式的相互作用力、分辨率及对样品的影响的比较.

表 1 不同扫描模式的相互作用力、分辨率以及对样品的影响

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

在 AFM 的系统中,利用微小探针与待测物之间交互作用力,来呈现待测物的表面形貌变化的物理特性. 针尖和样品之间的作用力 F 与微悬臂的形变 d 之间遵循胡克定律:

$$F = -kd, \quad (1)$$

式中, k 代表微悬臂的弹性常量, d 为微悬臂的弯曲形变距离. 图 1 给出了 AFM 的结构简图^[1,2,6]. 它是将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,针尖与样品的表面轻轻接触. 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,通过扫描时控制排斥力的作

用,使带有针尖的微悬臂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测出表面的形貌. 利用激光反射检测法,可以测得微悬臂对应于扫描各点的位置变化,从而可以获得样品的表面形貌的信息. AFM 的关键组成部分是头上带有用来扫描样品表面的尖细探针的微小悬臂(cantilever). 这种悬臂大小在数十至数百 μm ,通常由硅或者氮化硅构成,其上载有探针,探针的尖端的曲率半径则在 nm 量级. 当探针被放置到样品表面附近时,悬臂上的探针头会因为受到样品表面的力而遵从胡克定律弯曲偏移. 激光二极管的光线聚焦在悬臂的背面. 当悬臂在力的作用下弯曲时,反射光产生偏转,使用位敏光电检测器测量偏转角. 然后通过计算机对采集到的数据进行处理,从而得到样品表面的三维图像. 完整的悬臂探针置放于受压电陶瓷扫描器控制的样品表面,在 3 个方向上以 0.1 nm 或更小的步宽进行扫描^[11-17]. 当在样品表面详细扫描(XY 轴)时,悬臂的位移反馈控制的 Z 轴作用下保存固定不变. 以对扫描反应是反馈的 Z 轴值被输入计算机处理,得出样品表面的观察图像(3D 图像).

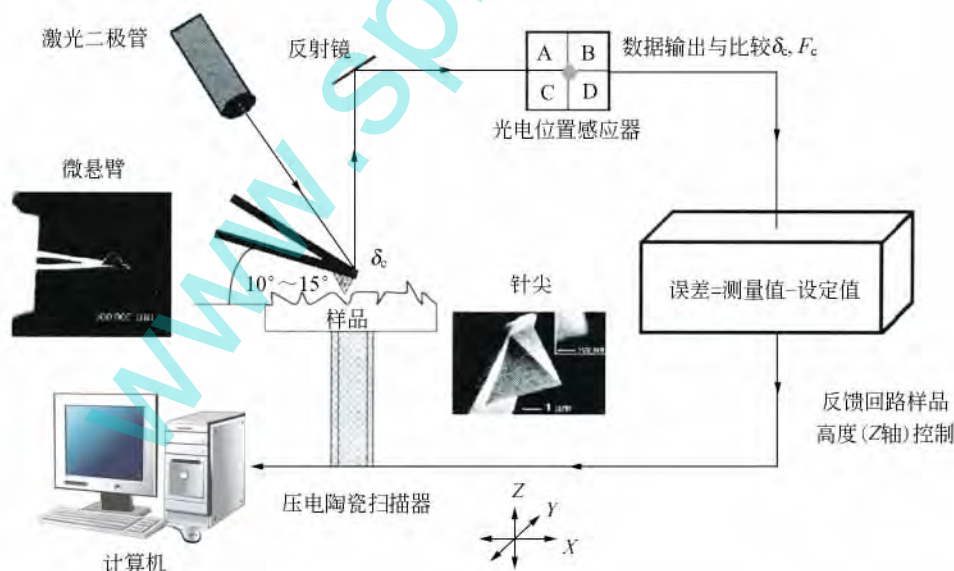


图 1 原子力显微镜结构简图

3 实验装置和方法

用于实验教学的原子力显微镜有 2 种型号:

国产的扫描探针显微镜系统(广州本原, CSPM5500 型)和进口原子力显微镜(日本精工, Nanocute II). 其中国产的 CSPM 型扫描探针显

显微镜可作为扫描隧道显微镜 (STM, 横向 0.1 nm, 垂直 0.01 nm) 教学科研实验使用, 也可以作为原子力显微镜 (AFM, 横向 0.2 nm, 垂直 0.1 nm) 教学实验科研使用. 轻敲模式的探针购买自 BudgetSensors, 悬臂弹性系数 40 N/m, 共振频率 300 kHz. 样品在室温下以轻敲模式在空气中扫描成像. 所有图像采集的扫描频率为 1 Hz.

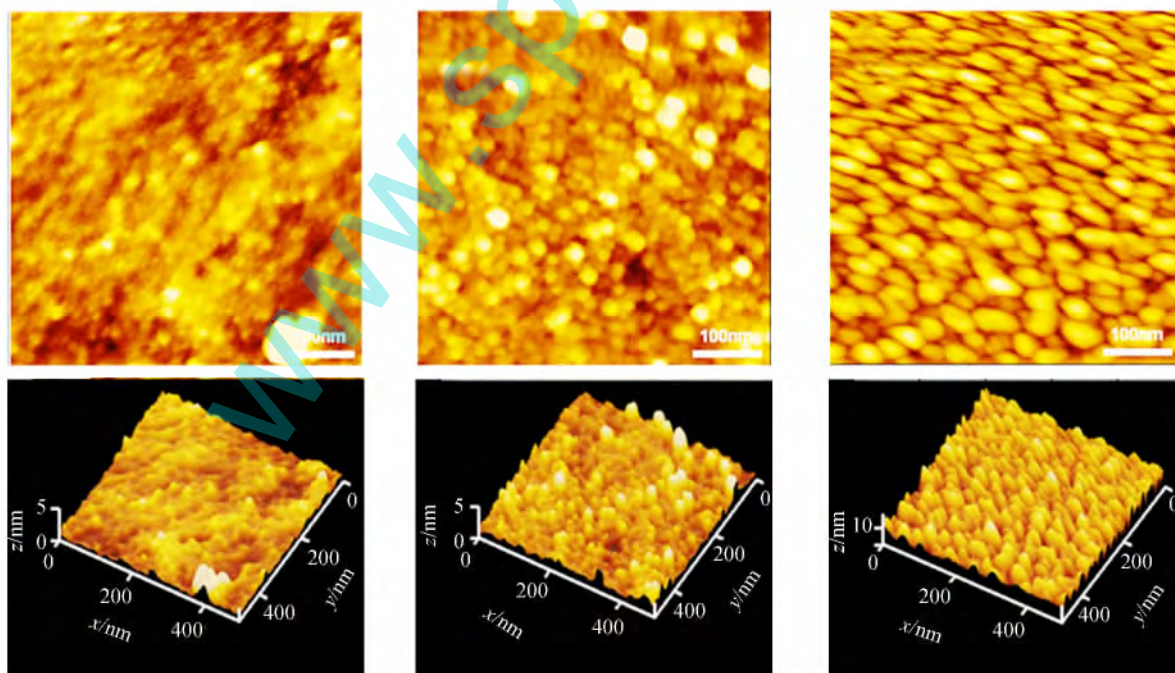
金属铝薄膜样品采用磁控溅射的方法制备 (北京泰科诺科技有限公司的 JCP-350M3 高真空磁控溅射镀膜机). 聚苯乙烯微球粒度标准物质 (350 nm 和 60 nm) 采购自中国石油大学 (北京) 标准化研究室. DNA 分散到云母片的样品采用直接稀释分散处理和冰水冷却结合的方法制备.

4 分析讨论

学生在实验过程中, 首先要学会如何操作 AFM. 其操作难点主要是针尖安装和激光光路调整. 通过教师示范操作与学生练习相结合的方法训练学生的针尖安装技能, 通过几次练习, 学生能基本掌握针尖安装技巧. 而激光光路调整方面, 首先学生通过专门制作的激光光路调整视频课件学习调节过程, 然后教师结合激光反射到白

纸成像法进行示范操作, 让学生很直观地观察到调节过程中的各实验现象, 以利于学生独立操作时判断调节程度的好坏. 接着学生自己调节光路, 直到完全掌握 AFM 激光光路的调整. 掌握仪器使用后, “AFM 能做什么” 是接下来学生学习的重点, 利用 AFM 对制备的样品进行测试表征工作.

图 2 给出了通过磁控溅射方法控制沉积时间的不同厚度的金属铝薄膜的 AFM 图像. 由图 2 可分析得出, 随着沉积时间的增加, 沉积厚度相应增加, 图 2(a) 的金属铝的纳米颗粒尺寸较小, 约 5~10 nm, 表面起伏较大, 均匀性较差, 图 2(b) 的纳米颗粒尺寸增加到 10~15 nm, 表面粗糙度仍然很大, 均匀性差, 图 2(c) 的纳米颗粒尺寸增加到 15~20 nm, 颗粒的均匀性较好. 从图 2 中可得出, 通过 AFM 图像, 可以直观地得出表面的纳米颗粒的尺寸大小、颗粒均匀分布情况以及表面粗糙程度. 根据不同沉积时间或沉积厚度的控制, 通过 AFM 图像的扫描观察, 可以确定所制备的薄膜的沉积具体工艺参量, 可以更好地控制薄膜的质量. 这样学生既学习了薄膜样品制备的技术, 同时也掌握关于薄膜材料的表面表征方法.



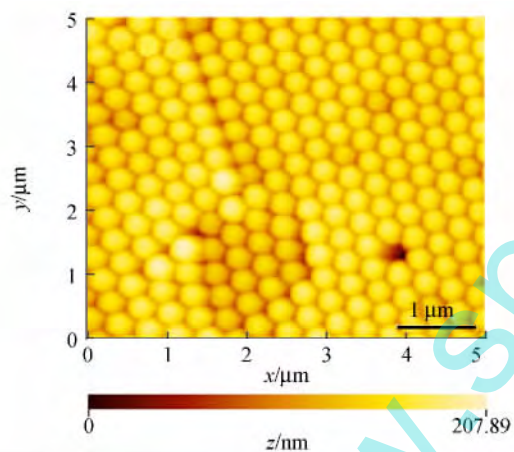
(a) 厚度 5 nm

(b) 厚度 10 nm

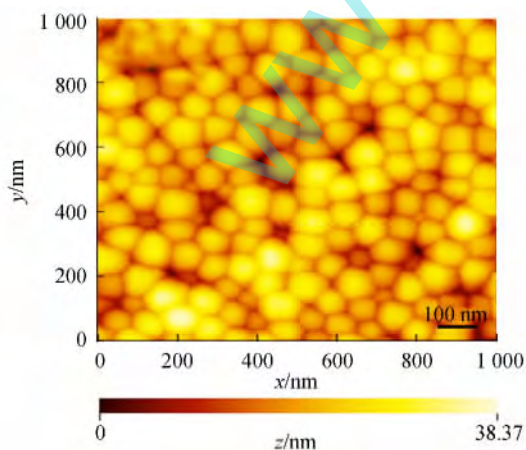
(c) 厚度 20 nm

图 2 沉积在硅衬底上的金属铝薄膜的原子力显微镜 (Nanocute II) 扫描图像

图 3 给出了国家级标准物质聚苯乙烯微米纳米球颗粒的 AFM 图像. 标准物质 reference material(RM)是一种已经确定了具有 1 个或多个足够均匀的特性值的物质或材料,作为分析测量行业中的“量具”,在校准测量仪器和装置、评价测量分析方法、测量物质或材料特性值和考核分析人员的操作技术水平,以及在生产过程中产品的质量控制在领域起着不可或缺的作用. 利用原子力显微镜表征单分散的标准物质,可以由已知的标准物质的颗粒尺寸,对原子力显微镜扫描图像的标度进行标定,保证测量结果的准确性. 图中给出的 350 nm 的标准物质的粒径均匀性非常好,但是 60 nm 的标准物质的粒径均匀性相对较差,这就说明在制备标准物质时粒径越小,其均匀性就越难保证,其不确定度就会增大. 通过该实验让学生掌握如何确定扫描图像的标度的准确性,以及学会正确操作使用原子力显微镜.



(a)350 nm 的聚苯乙烯微球



(b)60 nm 聚苯乙烯纳米球

图 3 标准物质的原子力显微镜(Nanocute II)扫描图像

AFM 对生物材料样品制备有一定的要求,包括:表面平整,高度起伏 $\leq 10 \mu\text{m}$,衬底表面具有一定的硬度且表面平滑,如用新鲜解离的云母片等,样品在基底表面要求相对均匀、分散. 氮气展平,吹干. 固定好的样品置于 AFM 的扫描器上,即可进行生物大分子表面形态结构的成像观测. 图 4 给出了双螺旋结构的 DNA 扭转形成 DNA 超螺旋结构的三级结构的 AFM 图像,相当于其三级结构. 图 5 给出了 DNA 分子伸展状态的 AFM 图像,内插图给出了局部选择放大得到的 DNA 分子的精细结构的 AFM 图像,其单节点的尺寸在 30 nm 左右. 采用滴加 Ni^{2+} 在云母片上来固定与展开 DNA 分子,在一定程度上能破坏 DNA 超螺旋结构,便于 DNA 分子的舒展,有利于成像. 该实验既能让学生掌握原子力显微镜

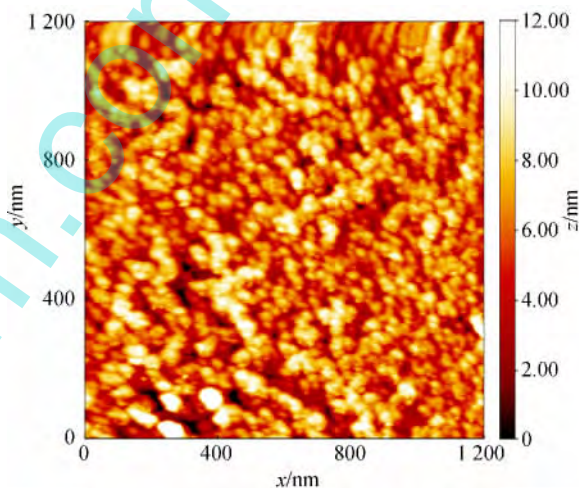


图 4 分散在云母片上的 DNA 的原子力显微镜(CSPM5500)扫描图像

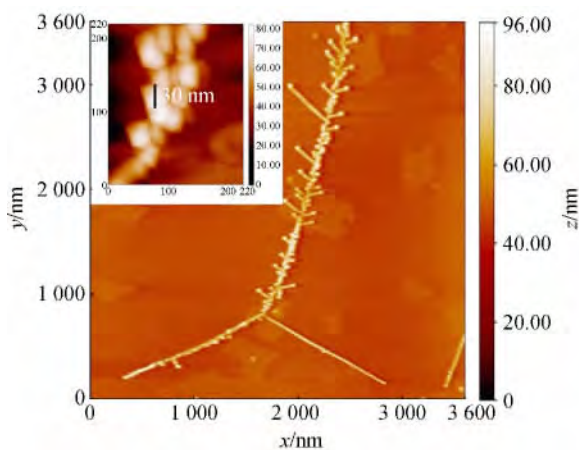


图 5 分散在云母片上的伸展开来的 DNA 样品的原子力显微镜(CSPM5500)扫描图像

的原理和使用方法,同时学习一些基本的生物样品制备方法,以及如何利用原子力显微镜表征生物样品。原子力显微镜在不同的工作模式及不同的环境下可以得到生物样品的表面形貌、表面特性以及动力学过程等信息。

通过对 AFM 的操作和测试,学生掌握了 AFM 仪器在科学研究中的作用,为学生将来的科研工作奠定基础。再次通过不同组的学生对不同样品的制备和 AFM 扫描观察,各组的学生都有各自对原子力显微镜的测试表征的认识以及相关样品的制备知识,以各自的实验结果为基础,进行相互讨论,加深学生对原子力显微镜的基本原理和操作的理解和掌握,同时学习不同样品的制备技术和方法。把实验教学与实验技能、实验知识、科研创新前景贯穿起来,活跃课堂教学氛围,充分调动学生的学习兴趣和爱好,并体现在整个教学的各个环节中。

5 结束语

AFM 几乎可以对所有的物体进行研究,其具有原子级高分辨率,可以观察单个原子层的局部表面结构,因而可直接观察到表面缺陷、表面重构、表面吸附体的形态和位置等,可实时得到样品表面的三维图像,这种可实时观察的性能可用于表面扩散等动态过程的研究。近年来,随着科学技术的不断改进和发展,许多新型 AFM 工作模式不断涌现,与其他技术(如拉曼光谱等光学技术)联用,进一步拓展在各学科的应用,AFM 的功能以及应用范围也将不断地扩大和深入,必将推动科学技术的巨大进步。在大学物理实验教学中,面向本科生开设 STM 实验和 AFM 实验,在把近代物理实验技术引进实验教学课堂的同时,使用现代化的实验教学方法优化实验教学模式,拓宽学生的知识层面,使学生在课堂上所学的理论知识和实验中观察的现象有机结合在一起,从而激发学生对研究性实验学习的兴趣,提高了对理论知识探究的积极性,为学生发挥创造性思维奠定了基础。

参考文献:

- [1] 严隽珏. 扫描隧道显微镜[J]. 物理实验,1989,9(4):177-179.
- [2] 彭昌盛,宋少先,谷庆宝. 扫描探针显微技术理论与应用[M]. 北京:化学工业出版社,2007:53-82.
- [3] 莫其峰,黄创高,田建民,等. 原子力显微镜与表面形貌观察[J]. 广西物理,2007,28(2):46-49.
- [4] 冉诗勇,王艳伟,杨光参. 原子力显微镜扫描成像 DNA 分子[J]. 物理实验,2011,31(11):1-4.
- [5] 白春礼. 扫描隧道显微术及其应用[M]. 上海:上海科技出版社,1992:90-105.
- [6] 白春礼,田芳,罗克. 扫描力显微镜[M]. 北京:科学出版社,2000:67-93.
- [7] 杨旭刚,杨潇. 原子力显微术及其应用[M]. 北京:化学工业出版社,2012:48-107.
- [8] 蔡德斌,刘方新,谢宁,等. STM 教学实验样品的拓展[J]. 物理实验,2007,27(6):11-13.
- [9] 熊正焯,丘翠环,张鸿,等. 用扫描隧道显微镜 (STM) 观察纳米粉体的形貌[J]. 物理实验,1999,20(6):3-5.
- [10] 冉诗勇,王艳伟,杨光参. DNA 分子力学性质的测量[J]. 物理实验,2011,31(7):1-4.
- [11] 白春礼. 原子力显微镜的研制和应用[J]. 中国科学院院刊,1990(4):340-343.
- [12] 马孜,吕百达,肖琦,等. 光学薄膜表面形貌的原子力显微镜观察[J]. 电子显微学报,2000,19(5):704-708.
- [13] 王中平,张权,朱玲,等. CCD 成像辅助激光散斑实验[J]. 物理实验,2010,30(10):11-14.
- [14] 王琦,周肇伟. 扫描隧道效应显微镜的发展[J]. 物理实验,1988,8(8):136-138.
- [15] 王中平,张权,朱玲,等. 激光散斑照相法测量压电陶瓷管的电压响应位移特性[J]. 物理实验,2013,33(3):39-42.
- [16] 谷坤明,汤皎宁,李冀,等. 扫描探针显微镜应用于材料纳米摩擦学研究的若干技术问题[J]. 物理实验,2007,27(2):11-15.
- [17] 林璋,王琛,冯喜增,等. 亚精胺诱导 DNA 凝聚的有序性的 AFM 研究[J]. 电子显微学报,1999,18(1):106-110.

Experimental teaching study of different kinds of samples by atomic force microscopy

WANG Zhong-ping, XIE Ning, ZHANG Xian-feng, ZHANG Zeng-ming, SUN La-zhen
(Physics Experiment Teaching Center, School of Physical Sciences,
University of Science and Technology of China, Hefei 230026, China)

Abstract: Students in different groups performed the experiments of atomic force microscopy using different kinds of samples, including metal or metal oxide thin films deposited on silicon substrates by magnetron sputtering, reference materials dispersed on silicon substrates, DNA or biological material dispersions on mica surface, etc. The different groups obtained different types of sample images by atomic force microscopy at room temperature in tapping or contact mode, and then they compared the experimental results and discussed with each other, leading to comprehensive study and mastering of atomic force microscopy. The experiment combined modern sample preparation methods, standardization knowledge and modern testing technology, its contents were reasonably arranged, advanced, and suitable for undergraduate research-oriented experiments.

Key words: atom force microscopy; reference material; metal thin film; DNA

[责任编辑:任德香]

(上接第15页)

- [5] Dickerson A K, Shankles P G, Madhavan N M, et al. Mosquitoes survive raindrop collisions by virtue of their low mass [J]. Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, 2012, 109(25): 9822-9827.
- [6] 威·弗·马吉. 物理学原著选读[M]. 北京:商务印书馆, 1986: 563-567.
- [7] Edwin H H. On a new action of the magnet on electric currents [J]. American Journal of Mathematics, 1879, 2(3): 287-292.
- [8] 熊永红, 张昆实, 任忠明, 等. 大学物理实验(第一册)[M]. 北京:科学出版社, 2007.

Happy learning and teaching

—Inspired by Ig Nobel Prize and Pineapple Science Award

XIONG Yong-hong^{1,2}, LI Li-jun¹, YANG Ming¹, LI Chuan-guo²,
DING Hao², LI Chang-ying², TAO Wei², XIAO Yu-ying²

(1. School of Physics, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China;
2. Basic Department, Wenhua College, Wuhan 430074, China)

Abstract: The establishment, fields, and setting of Ig Nobel Prize and Pineapple Science Award were introduced. The process that Andre Geim won Ig Nobel Prize by studying flying frogs by magnetic levitron was expatiated, the reasons why mosquito would not be killed by rain drops as investigated by lide hu who obtained the Pineapple Science Award was expounded. Some rigorous and interesting teaching contents were recommend in order to inspire the students' curiosity and discovery ability, and achieve the goal of happy learning and teaching.

Key words: Ig Nobel Prize; Pineapple Science Award; physical experiment

[责任编辑:尹冬梅]