

文章编号 : 1000-6281 (2003) 03-0229-05

扫描切变力/近场光学显微镜研制及应用

商广义¹, 王 琛¹, 万立骏¹, 杨德亮¹, 白春礼¹, 吴浚翰², 雷贺宁³, Troyon M³

(1 中国科学院化学研究所分子科学中心, 北京 100080;

2 本原纳米仪器有限公司, 北京 100080; 3 法国兰斯大学理学院)

摘 要: 在发展光纤探针制备和探针与样品近场间距非光学控制等关键技术基础上, 我们研制成能与倒置光学显微镜联合使用的扫描切变力/近场光学显微镜, 并具有反射和透射等工作模式以及能在溶液环境中工作。利用这套系统, 获得了多种样品的表面形貌和近场光学图像以及细胞内的荧光光谱。本文将对该系统和有关实验结果作简要介绍。

关键词: 光纤探针; 探针与样品近场间距控制; 扫描切变力/近场光学显微镜

中图分类号: TH742; TN16 **文献标识码:** A

扫描近场光学显微镜 (scanning near-field optical microscope, SNOM)^[1] 是 20 世纪 80 年代以来发展起来的新型光学显微仪器。SNOM 不仅继承了传统远场光学显微镜的优势, 而且突破了光的衍射效应的限制, 使分辨率拓展到光波长的几分之一甚至十几分之一, 即纳米尺度, 实现了在纳米尺度上的光学显微成像。它在物理、化学、材料、信息及生物等领域具有广阔的应用前景。

据我们所知, 目前国外虽已出现了几种商品化的扫描近场光学显微镜, 但这些仪器一般在大气条件下工作。由于不同领域研究需求的差别和技术上的难度, 用于特殊环境下如: 真空、低温及溶液中的 SNOM 基本上还停留在实验室自行研制阶段。因此, 结合我们开展的工作, 自行研制近场光学显微镜是完全必要的。

就技术而言, 扫描近场光学显微镜是集光学、精密机械、电子及计算机软硬件技术为一体的现代光学显微仪器, 所涉及的问题比 STM 和 AFM 更多, 系统更复杂, 研制难度更大。除了要解决研制 STM 和 AFM 时所遇到的问题外, 关键是要解决近场光学探测问题。几年来, 我们在国家自然科学基金支持下, 开展了 SNOM 的研制工作。目前已建成能与倒置光学显微镜联合使用, 具有多种模式并能在溶液环境中工作的扫描切变力/近场光学显微镜, 可同时获取样品表面形貌和近场光学图像, 并开展了应用探索。本文将对这些工作进行简要介绍。

1 仪器研制

“近场”一词是相对于“远场”而言的, 其本身是一个空间概念, 一般指距辐射源或物体表面的距离 d 远小于辐射波长 (即 $d \ll \lambda$) 的区域。在这一区域内, 存在依附于物体表面并随 d 增大而迅速衰减的隐失场。由于隐失场与物体表面远小于波长的精细结构有关, 因此探测隐失场就有望获得有关物体表面精细结构的信息。要实现近场区域隐失场的高分辨探测必须首先解决光学探针和探针与样品近场间距控制等关键问题。

光学探针是 SNOM 中将隐失场转换为传播场必不可少的重要部件, 也是倍受 SNOM 研究人员关注的首要问题。光纤探针在目前 SNOM 中应用得最为广泛, 其制备方法主要有两种: 加热拉伸法^[2] 和化学腐蚀法^[3,4]。原则上探针尺寸越小, 近场探测的分辨率就越高。但又不可能无限制的小, 还要求有尽可能高的光通量和机械强度。理论计算表明, 光通量主要取决于探针的锥角, 锥角在 30° 到 50° 之间为最佳^[5]。根据现有实验条件, 我们采用了腐蚀液上覆盖有机保护层的方法制备光纤探针。通过对腐蚀过程中的影响因素如溶液浓度和作为保护层的有机溶剂以及腐蚀温度和时间的选择及控制, 并经过反复实验, 制备出能满足近场探测要求的光纤探针^[6]。图 1 是一个典型的用这种方法制成的光纤探针的 SEM 图像。由图可见, 探针的锥角约为 40°, 尖端曲率半径小于 100 nm。

收稿日期: 2003-03-16

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (No. 19890380-06)

作者简介: 商广义 (1959 -), 男 (汉族), 北京人, 副研究员。

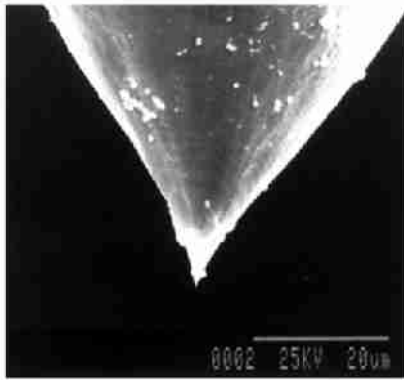


图 1 用化学腐蚀法制备的光纤探针的 SEM 图像。Bar = 20 μ m

Fig. 1 SEM photography of an optical fiber probe fabricated by using chemical etching method. Bar = 20 μ m

将光纤探针稳定地控制在样品表面的近场区域是实现隐失场探测的关键。在 SNOM 的发展过程中,这一问题一直是研究的热点。由于探测到的隐失场强度与距离 d 间关系的复杂性,不可能将光强度直接用于控制光纤探针与样品近场距离,因此将 STM, AFM 或切变力 (Shear force)^[7] 等技术引入 SNOM 是实现近场控制的有效途径,由此发展了 STM/SNOM, AFM/SNOM 以及 Shear force/SNOM 等。

在切变力技术中,光纤探针受正弦策动力的驱动在其共振频率附近沿样品表面方向振动。当探针接近样品表面时,由于探针与样品间的相互作用力,使探针的振幅 R 和相位 ϕ 发生明显变化,利用 $X = R\cos\phi$ 作为反馈信号就可实现探针与样品近场控制和成像。激光干涉^[8]、衍射^[9]等光学方法或采用音叉^[10]、压电陶瓷元件^[11,12]等非光学方法是实现检测 X 变化的现有技术,但分别存在需要附加光源可能造成对近场光学信号的干扰,制作和调整困难,以及不易确定探针的共振峰位等不足。我们经反复研究实验,发展的一种基于双压电陶瓷片 (Bimorph) 的切变力非光学检测方法^[13],实现了探针与样品近场的稳定和可靠控制,并具有结构简单,制作容易,使用方便,成本低廉等特点,是一种颇有前途的近场控制和成像方法。

图 2 是这种方法的原理示意图。其中双压电陶瓷片上端固定,下端自由。光纤探针沿压电片长度方向粘在压电陶瓷片表面。双压电陶瓷片的中间电极接地;左侧的电极与锁相放大器的参考信号相接,用于激励压电陶瓷片自身振动;右侧的电极与前置放大器相连,用于检测压电陶瓷片的振动。当压电

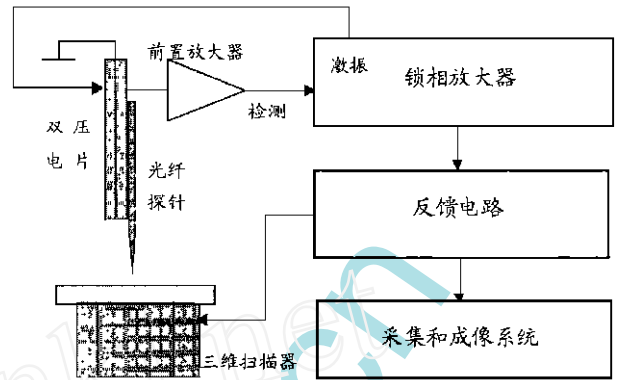


图 2 用双压电陶瓷片实现探针与样品近场控制的原理示意图

Fig. 2 Schematic of probe-sample distance control based on a piezoelectric bimorph.

陶瓷片共振时,振幅将达到最大值,此时在右侧电极上产生的压电电压也将达到最大值。如果探针接近样品表面,由于切变力的作用,压电陶瓷片振幅将减小,导致压电电压也随之减小。用锁相放大器可检测到这种变化。如果保持压电电压恒定,就可实现探针与样品的近场控制。值得提到的是,双压电陶瓷片不仅可以实现切变力检测,而且可进行轻敲 (tapping mode) 模式控制,并已获初步结果。

近场光学探测是研制 SNOM 的核心问题。事实上,上述两项工作包括:探针制备和近场控制等都是围绕解决这一核心问题而开展的。由于所要探测的光学信号非常微弱,因此在实现近场光学探测时还要考虑其它许多问题诸如:(a) 机械系统,主要包括:双压电陶瓷片的安装和固定、探针与样品从远场到近场的逼近方案、样品 XYZ 三维扫描和控制等;(b) 光学系统,主要涉及光路的设计和安排、激光光源和光电探测器(包括光电倍增管,光谱仪等)的选择、有关光学元件的选用、背景光噪声的减小等;(c) 电子控制、数据采集和处理系统,包括数字化反馈和扫描控制、多路信号同时采集和显示以及电噪声的抑制等。我们在解决了上述问题的基础上,研制成能与倒置光学显微镜联合使用,并具有多种模式以及能在溶液环境中工作的扫描切变力/近场光学显微镜。

该系统的工作原理如图 3 所示。其中,图 3a 为反射工作模式,由光纤探针发出的光被样品表面反射后,由另外的光纤收集并送入光电探测器。图 3b 为透射收集工作模式,此时该系统的主体部分放在倒置光学显微镜样品台上,用倒置光学显微镜实现样品照明而用光纤探针收集来自样品的光并送入光

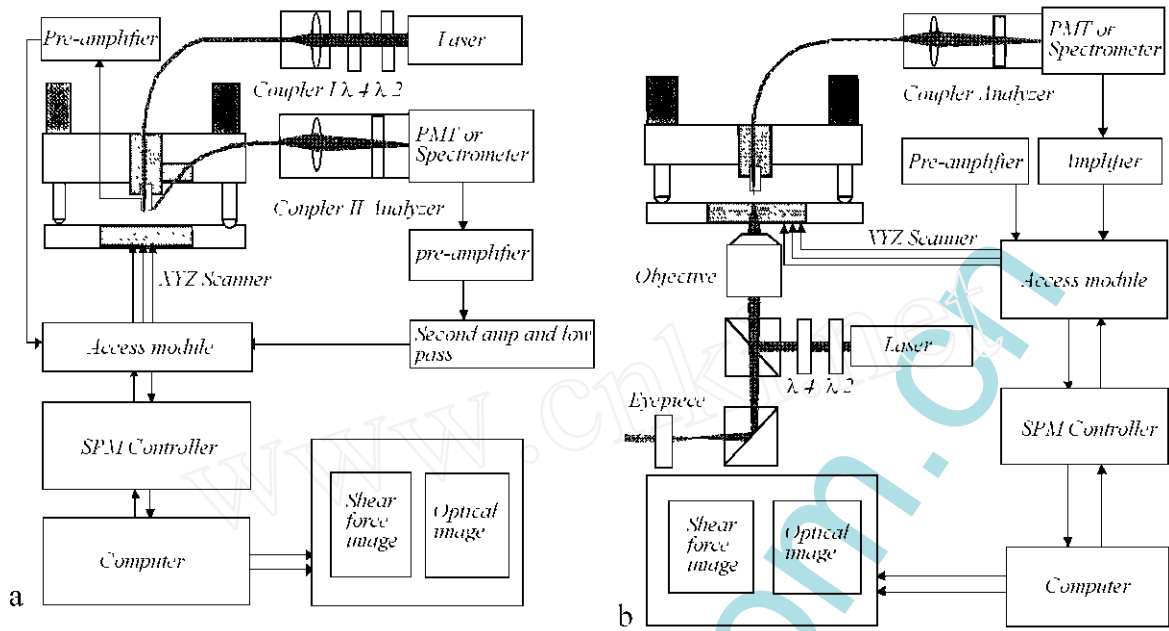


图 3 扫描切变力/近场光学显微镜示意图 ,a:反射模型 ;b:透射模式。

Fig. 3 Schematic of scanning shear force/near-field optical microscope , (a) reflection mode , (b) transmission mode .

电探测器。如果改变光路,用光纤探针照明样品而用倒置光学显微镜收集光信号,就可实现透射照明模式。显然,工作模式的选用主要取决于所要研究样品的光学性质。

2 实验与结果

利用上述系统,我们首先重点开展了切变力成像实验,因为它是实现近场光学成像的基础。结果表明:在一定实验条件下,利用该系统能够稳定和可靠地获得各种样品表面的切变力形貌像。图 4 给出了采用首先在玻璃表面上分散乳胶小球(直径为 220nm),然后再镀上铝膜,最后将小球去掉的方法制备的样品,图中由乳胶小球形成的孔洞清晰可见。为了进一步检测切变力成像的分辨本领,我们选用周期为 100nm 的二维光栅作为标准样品,光栅表面切变力形貌如图 5 所示。清晰可辨的光栅结构表明,在不考虑探针因素的前提下,该仪器至少可获得优于 50nm 的图像分辨率。

利用图 3a 所示的系统,能够同时获得样品表面切变力形貌和反射光学图像。在切变力成像过程中,由光纤探针发出并经样品表面反射的光被另外的光纤收集后送入光电探测器就可得到反射光学图像。该系统可用于开展对不透光样品性质的实验研究。为了简便,我们首先选择用硅材料制作的周期为 3 μ m,深为 25nm 的光栅作为观测样品。图 6 给出了同时获得的该样品的表面形貌 (6a) 和反射光学图

像 (6b)。根据样品的已知结构和图像的剖面分析(未给出)可知,形貌像基本反映了样品的本身结构。反射光学图像与形貌像具有相同特征,其光学图像的衬度可能主要来自形貌的贡献。特别值得提到的是,我们还观察到反射光学图像衬度的反转现象。这一现象的解释涉及到近场光学像的形成机理,我们将作进一步的实验和分析。

图 3b 给出的系统提供了可同时获得样品表面切变力形貌和样品透射光学图像的可能性。为了检测这种能力,我们曾选用光盘作为观测样品。光盘的条垄状及一些微细结构在形貌像上清晰可见,与用 AFM 获得的结果相似,其中明暗变化分别表示样品表面的高和低部分。在透射光学像中,图像衬度恰好与形貌像相反,即在样品表面的谷底部分可收集到更强的光信号。这可能主要是样品表面高和低部分的光学性质(如透过率)的差异造成的。实验参数和结果详见参考文献[13]。

为进一步验证此系统的成像能力,我们还观测了微米级主动发光器件 LED。图 7 是这种样品的近场光学图像,其条形发光部分和发光强度随所施加电压的变化以及发光部分光场分布的不均匀性明显可见。这种分布不均匀现象是用传统远场光学显微镜很难观测到的。虽然对其机理的认识有待进一步实验和分析,但无论如何,该系统为观测研究主动发光器件,如 LED、微型半导体激光器等发光面的光场分布提供了新的实验研究手段。

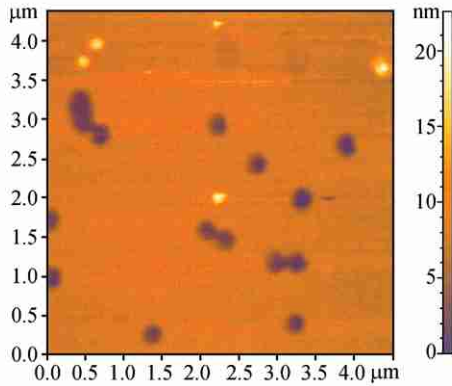


图 4 由乳胶小球形成的孔洞的切变力图像。
Fig. 4 Shear force topographic image of holes formed by latex spheres.

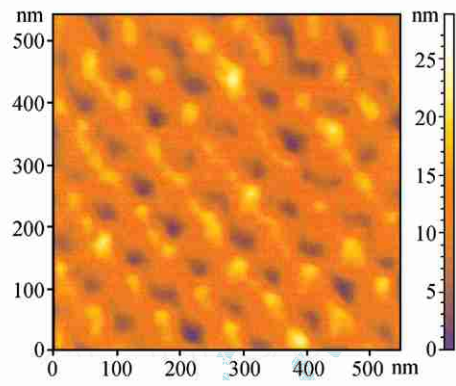


图 5 周期为 100nm 的二维光栅切变力图像。
Fig. 5 Shear force topographic of two-dimensional grating with the periodicity of 100nm.

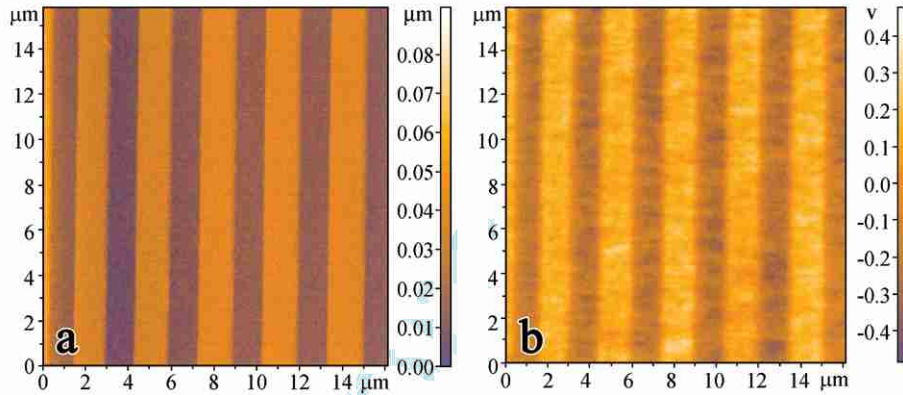


图 6 硅光栅表面的 a:切变力形貌;b:反射光学图像。
Fig. 6 Shear force topographic (a) and reflection optical (b) images of a grating made of silicon.

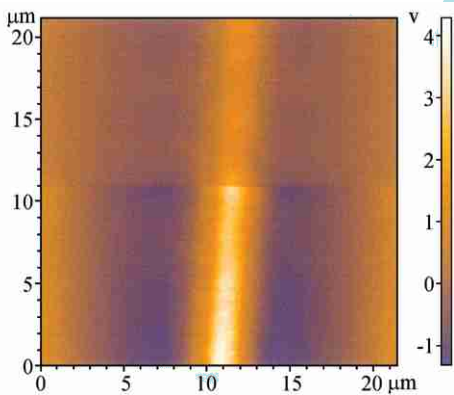


图 7 主动发光器件 LED 的近场光学像。图像上半部分所加电压为 15V,下半部分为 20V。

Fig. 7 Near-field optical image of a LED. The upper part of the image was obtained at the applied voltage of 15V, while the lower part at 20V.

此外,我们还在生物细胞的研究中进行了探索,在溶液条件下获得了用荧光染料分子标记的活细胞内不同位置的荧光光谱,为开展线粒体膜表面电位变化的检测研究开拓了新途径。限于篇幅,本文不作赘述。有关实验系统的介绍,实验结果和讨论参见文献^[14]。

3 小结

我们在解决了光纤探针和探针与样品近场间距控制等关键问题的基础上,研制成扫描切变力/近场光学显微镜。该仪器能与倒置光学显微镜相结合,并具有反射和透射等工作模式。利用该仪器,获得了各种样品的切变力和近场光学图像以及在溶液环境中活细胞内的荧光光谱,为进一步深入开展 SNOM 的应用研究创造了条件。

致谢:感谢法国科学中心兰斯大学药学院生物细胞光谱实验室 Manfait M 教授的指导和帮助。

参考文献:

- [1] Betzig E, Trautman J K. *Science*, 1992, 257: 189.
- [2] Betzig E, Trautman J, Harris T, Weiner J, Kostelak R. *Science*, 1991, 251: 1468.
- [3] Hoffman P, et al. *Ultramicroscopy*, 1995, 61: 165.
- [4] Chuang Yung-Hui, et al. *Rev Sci Instrum*, 1998, 69: 437.
- [5] Novotny L, et al. *Opt Lett*, 1995, 20: 970.
- [6] 吴际. 纳米尺度上近场检测及电子束加工的实验研究:[硕士论文][D]. 北京:中国科学院化学研究所, 1999.
- [7] Betzig E, Finn P L, Weiner J S. *Appl Phys Lett*, 1992, 60: 2482.
- [8] Toledo-Crow R, et al. *Appl Phys Lett*, 1992, 60: 2957.
- [9] Shchmelin A, et al. *Rev Sci Instrum*, 1993, 64: 3538.
- [10] Karrai K, Grober R D. *Appl Phys Lett*, 1995, 66: 1842.
- [11] Hsu J W P, Lee Mark, Deaver B S. *Rev Sci Instrum*, 1995, 66: 3177.
- [12] Brunner R, Bietsch A, Hollricher O, Marti O. *Rev Sci Instrum*, 1997, 68: 1769.
- [13] Shang G Y, Wang C, Wu J, Bai C L, Lei H N. *Rev Sci Instrum*, 2001, 72: 2344.
- [14] Lei H N, Shang G Y, Troyon M, et al. *Appl Phys Lett*, 2001, 79: 2489.

Development of scanning shear force/near-field optical microscope and its application

SHANG Guang-yi¹, WANG Chen¹, WAN Li-jun¹, YANG De-liang¹,
BAI Chun-li¹, WU Jun-han², LEI He-ning³, Troyon M³

(1 Center for Molecular Science, Institute of Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080;

2 Beijing Ben Yuan Nanotechnology Instrument Ltd, Beijing 100080, China;

3 Unit éde Thermique et Analyse Physique, EA 2061, UFR des Sciences, Université de Reims Champagne-Ardenne,
21 rue Clément Ader, 51685 Reims Cedex 2, France)

Abstract: Based on the development of key techniques, such as fabrication of optical fiber probe and probe-sample distance nonoptical control, etc, we have built a scanning shear force near-field optical microscope, which can be combined with an inverted optical microscope. Using the system, shear force topographic and near-field optical images have been obtained simultaneously, both in the reflection and the transmission modes. The fluorescence spectra inside living cell in solution were taken. In this paper, the system was briefly described and some results were shown.

Keywords: optical fiber probe; probe-sample distance control; scanning shear force near-field optical microscope