

中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0582—2020

扫描探针显微镜分析方法通则

General rules of analytical methods for the scanning probe microscope



2020-09-29 发布

2020-12-01 实施

中华人民共和国教育部 发布



目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语与定义	1
4 方法原理	2
5 分析环境要求	3
6 实验材料	3
7 仪器	3
8 样品及其制备	4
9 分析测试	4
10 结果报告	6
11 安全注意事项	7
附录 A (资料性附录) 扫描器和探针的选择	8
附录 B (资料性附录) 图像失真分析	9
参考文献	11





前 言

本标准依照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国教育部提出。

本标准由全国教育装备标准化技术委员会化学分技术委员会(SAC/TC 125/SC 5)归口。

本标准起草单位:上海交通大学、汕头大学、西南科技大学、北京大学、华东理工大学。

本标准主要起草人员:李慧琴、陈耀文、胡海龙、潘伟、王邵雷。





扫描探针显微镜分析方法通则

1 范围

本标准规定了扫描探针显微镜主要的方法原理、实验材料、仪器、样品及其制备、分析测试、结果报告和安全注意事项。

本标准适用于扫描探针显微镜在大气、液体环境和真空中进行微区形貌、力学、电磁学、热学性能和纳米操纵的分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 27760—2011 利用 Si(111)晶面原子台阶对原子力显微镜亚纳米高度测量进行校准的方法

GB/T 31226—2014 扫描隧道显微术测定系统部件表面粗糙度的方法

GB/T 31227—2014 原子力显微镜测量溅射薄膜表面粗糙度的方法

3 术语与定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

扫描探针显微镜 scanning probe microscope

所有利用尖锐探针机械式地在样品表面进行扫描,能探测样品有关的物理量(隧穿电流、原子间力、摩擦力、磁力等)特性,在微观尺度上表征样品表面形貌及进行力学特性分析的设备总称。

3.2

扫描隧道显微镜 scanning tunneling microscope

通过测定导电探针与导电性材质样品间的隧穿电流变化,控制探针与样品间的距离,表征样品表面形貌的扫描探针显微镜。

3.3

原子力显微镜 atomic force microscope

通过检测探针和样品表面的相互作用力(吸引力或排斥力)来控制探针和样品间的距离,从而获得表面形貌和样品力学特征的扫描探针显微镜。

[GB/T 27760—2011,术语和定义 3.1]

3.4

磁力显微镜 magnetic force microscope

通过测定磁性探针与磁性样品间的磁力作用,表征样品表面磁场分布的扫描探针显微镜。

3.5

静电力显微镜 electric force microscope

通过测定探针与样品间的静电力作用,表征样品表面电场分布的扫描探针显微镜。

3.6

侧向摩擦力显微镜 lateral force microscope

在接触式原子力显微镜模式下,探针在样品表面做垂直于微悬臂方向运动时,利用微悬臂所产生的扭转角变化来测试样品摩擦信号的扫描探针显微镜。

3.7

接触模式 contact mode

探针针尖始终与样品表面保持接触以恒力或恒高模式进行扫描。

3.8

轻敲模式 tapping mode

微悬臂在外力驱动下振动,探针以间歇性的接触样品表面的方式进行成像。

3.9

抬高模式 lift mode

在扫描成像时,探针离开样品表面很小的距离,利用探针与样品间的长程力进行成像的模式。

3.10

峰值力轻敲模式 PeakForce tapping mode

扫描器带动探针或者样品做固定频率和振幅的振动,以峰值力作为反馈信号来测试样品表面形貌的模式。

3.11

相位成像 phase imaging

在非接触式或轻敲模式下,探针微悬臂在驱动电信号下做受迫振动。在扫描过程中,探针振动的相位角会受到样品表面粘弹性等因素的影响,通过测定相位角度的变化来测定样品表面物性差异的成像模式。

3.12

扫描器 scanner

用来控制扫描区域内探针或样品在 x 、 y 和 z 方向的位移,从而得到表面的三维形貌尺寸,通常是由压电陶瓷组成。

3.13

力-距离曲线 force-distance curve

通过改变探针与样品之间的距离,探测出探针与样品间的作用力随距离变化的曲线。

4 方法原理

4.1 扫描隧道显微镜(STM)的基本原理

一尖锐的导电探针在导体表面扫描,两者距离很近,只有几个埃的空隙。施加一定的偏压后,电子就会穿过此空隙所形成的能量势垒,产生电流,这个电流即被称为隧道电流。根据在扫描过程中电流的变化就可得到表面的形貌。

[GB/T 31226—2014,测试方法概述 4.1]

4.2 原子力显微镜(AFM)的基本原理

使用一个一端固定而另一端装有针尖的弹性微悬臂,在样品表面做光栅扫描,同距离有关的针尖-样品间相互作用力(既可能是吸引力,也可能是排斥力),就会引起微悬臂的形变,其形变可作为样品-针尖相互作用力的直接度量。一束激光经微悬臂背面反射到光电检测器,检测器不同象限间接收到的激光强

度差值同微悬臂的形变量可形成一定比例关系。 z 反馈系统根据检测器电压的变化,通过压电陶瓷不断调整样品 z 轴方向的位置,以保持针尖-样品间作用力恒定不变,通过测量检测器电压对应样品扫描位置的变化,就可以得到样品的表面三维形貌。

[GB/T 31227—2014,原理 4]

5 分析环境要求

5.1 温湿度

要求仪器在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,湿度小于 60%的环境中工作。

5.2 振动和噪音要求

仪器需要配备震动隔离装置,使得到的图像高度噪音水平小于仪器的噪音水平;同时仪器需要接地,以屏蔽电噪音。

5.3 工作电压

不超过其额定电压,一般常规为 220 V。在真空下工作的扫描探针显微镜应配有不间断电源。

6 实验材料

6.1 探针

需要根据被测样品的性质,选择合适的针尖,同时保证探针针尖没有被污染或者钝化。

6.2 乙醇或者去离子水

对有些被污染的样品表面用乙醇(分析纯)和去离子水进行表面清洗。

7 仪器

7.1 仪器类型

扫描探针显微镜有探针扫描和样品扫描两种类型。

7.2 仪器组成

主要由作用力和电流等物理特性检测系统、位置检测系统、反馈系统和控制系统组成,包括扫描管、激光器、控制器和扫描探针等。

7.3 仪器校准

仪器在投入使用前,应采用检定或校准等方式,对检测分析结果的准确性或有效性有显著性影响的设备(包括用于测量环境条件等辅助测量设备)有计划地实施检定或校准,以确认其是否满足检测分析的要求。检定或校准应按有关检定规程、校准规范或校准方法进行。

7.4 仪器性能

使用的扫描探针显微镜最大扫描范围和高度量程取决于出厂仪器的设定。

8 样品及其制备

8.1 块体或薄膜样品

制备时,要求样品表面平整清洁,无油污、盐分和其他杂质吸附物;

8.2 粉末样品

应选择合适的分散剂,配制成一定浓度的悬浮液,使大部分粉末样品在分散剂中均匀分散;取适量悬浮液滴涂在对样品吸附较强的基底上(如云母片、抛光硅片、高定向热解石墨和玻璃片等),干燥后待测;

8.3 需要在液体环境下测试的样品

样品应该能吸附固定在基底上,若不能,需要对基底或者样品预先进行修饰;

8.4 其他样品

测试特殊性能的样品还需要在制样时进行导电、施加电压和磁场等方面的处理。

9 分析测试

9.1 前期准备工作—成像模式的选择

9.1.1 基本高度形貌的测试

高度形貌测试模式的选择:

- a) 对于要求表征原子或分子结构的导体或半导体样品以及一部分生物分子,可以选择扫描隧道显微镜(STM);
- b) 对于质地较硬的样品,测试其表面形貌时,可以选择接触模式;
- c) 对于较软的高分子和生物材料,接触模式容易划伤样品,轻敲模式和峰值力轻敲模式或者非接触模式(non-contact)都是较好的选择。

9.1.2 机械力学性能的测试

机械力学性能测试模式的选择:

- a) 摩擦力显微镜(LFM),可以研究那些形貌上相对较难区分、而又具有相对不同摩擦特性的多组分材料表面;
- b) 力调制模式(FMM),在接触模式的基础上,探针在扫描的垂直方向增加一小的振荡(调制),用来表征不同硬度材料的分布;
- c) 单频或多频模式下相位成像技术,适用于柔软样品,如高分子、生物样品以及复合材料表面不同物质分布的测试。而多频激励模式可以更加灵敏地、精确地反应样品表面力学性能的变化;
- d) 从力曲线(force curve)、力矩阵(force volume)、纳米压痕(nanoindentation)曲线中推导出力学性能数值;
- e) 峰值力模式,对于一些软样品可以得到表面杨氏模量、粘附力和能量耗散的图像;
- f) 多次谐波模式(HarmoniX),利用完整获取的各个频率的谐波分量重建力-距离曲线,由此获取样品表面多组分力学性质的差异的信息;
- g) 纳米压痕和划痕,通过测试压痕和划痕的深度来检测样品的硬度,要求样品表面极为平整。

9.1.3 电性能测试

电性能测试模式的选择：

- a) 静电力显微镜,在轻敲模式下,探针针尖离开样品一定的距离时,得到表面的微观电场梯度的分布;
- b) 开尔文显微镜(KFM),检测微纳米范围内不同材料的接触电势差,若在大气下测试,由于样品表面吸附、氧化和电荷累积的影响,实际接触电势差会与理论值有所差别;
- c) 接触导电模式(C-AFM),在接触模式下探针和样品之间形成电路,施加偏压后,会产生一定的电流。适合用弹性系数较小的探针进行样品表面电流成像和测试电流-电压曲线;
- d) 压电力显微镜(PFM),应用导电探针检测样品在外加激励电压下的电致形变量,适合用来研究压电、铁电和生物材料的机电耦合效应;
- e) 扫描电容显微镜(SCM),进行表面区域的电容成像,其中接触式电容显微镜得到的电容对电压的梯度像受表面形貌的影响较大,而非接触式电容显微镜利用轻敲模式下的抬高模式扫描,效果较理想;
- f) 扫描分布电阻显微镜(SSRM),用导电探针测试表面的微小区域电阻,通常使用接触模式,对于有些表面具有氧化层的样品,需要使用较硬的探针,施加较大的作用力来穿透表面氧化层;
- g) 电化学显微镜(EC-AFM),探针在密封的带有电极的电解池溶液中对样品表面进行扫描成像,可以在研究电化学过程的同时获取样品形貌变化,金属晶体、离子晶体、高定向热解石墨(HOPG)、半导体等均可作为工作电极,工作电极表面应极为平整;
- h) 扫描隧道显微镜,可以得到导体和半导体样品表面电流分布图像以及电流-电压曲线;
- i) 扫描微波阻抗原子力显微镜,精确探测材料微纳米区域的电容和电阻的变化。

9.1.4 磁性能测试

磁力显微镜(MFM),与静电力显微镜(EFM)相似,利用磁性探针在抬高模式下,检测样品与探针的磁力变化。可以采集相位信号或频率信号。

9.1.5 热性能测试

扫描热显微镜,利用特制的导热探针及其感温系统在材料表面进行恒温扫描,获得表面高度起伏和热分布图像,同时也可以定量测试出材料的 T_g 温度。

9.1.6 纳米操纵

- a) 利用扫描隧道显微镜,对导体和半导体表面的原子进行移动、排列和刻蚀。
- b) 利用原子力显微镜,对纳米结构进行操纵。

9.1.7 纳米刻蚀

利用探针—样品纳米可控定位和运动及其相互作用对样品进行纳米加工,常用的纳米加工技术包括:机械刻蚀、电致或场致刻蚀、蘸笔印刷术(DPN)。

9.2 基本操作步骤

9.2.1 大气环境下操作基本步骤

大气环境下仪器基本操作步骤：

- a) 开机,打开软件;

- b) 根据样品和测试模式选择扫描器和探针,放置好样品,在光学显微镜下选定测试区域;
- c) 安装探针,在放置探针架之前调整探针和样品的距离,防止探针被撞断;安装并固定好探针架之后,调整光源光斑位置在探针悬臂的前端,使其反射光的光强在光电检测器上显示到最大,然后根据成像模式调整光电检测器的位置:如对于轻敲模式,激光光斑调整到检测器中心点位置;对于接触模式,则根据参数设置和仪器要求调整位置;
- d) 在软件上调整操作参数,控制探针接近到样品表面,扫描一定范围,采集形貌、力学和电学等性能图像,若图像出现假象,还需对增益、力的大小和扫描速度等参数进行调整,得到清晰高质量的图像后进行保存,最后进行图像处理。

9.2.2 液体环境下基本操作步骤

液体环境下仪器基本操作步骤:

- a) 把探针安装在特定的液体池上,其他步骤同 9.2.1a)~9.2.1c);
- b) 手动使探针接近样品表面,距离较近时,在样品上注入一定量的液体,然后重新调整反射光的位置和光电检测器的位置,消除液体对光源折射的影响;
- c) 步骤同 9.2.1d)。

9.2.3 真空环境下基本操作步骤

真空环境下基本操作步骤:

- a) 步骤同 9.2.1a)~9.2.1c);
- b) 手动调整探针与样品的位置至少 500 μm 以上,抽真空直到真空度稳定下来;
- c) 步骤同 9.2.1d)。

10 结果报告

10.1 基本信息

结果报告中可包括:委托单位信息、样品信息、仪器设备信息、环境条件、制样方法、检测方法(依据标准)、检测结果、检测人、校核人、批准人、检测日期等,以及所用仪器类型、品牌、型号,所用探针的型号和厂家,所用的测试模式,所得到的图像信息如二维图、三维图、粗糙度等。

10.2 检测或分析结果

10.2.1 对于得到的图像,需要进行不同级别的平滑处理,必要时需要进行数据滤波,然后通过仪器软件输出成图像格式的文件;

10.2.2 对于得到的力-距离曲线或者轮廓线,需要利用仪器软件输出数据格式进行编辑。

10.3 分析结果的解析

10.3.1 对于得到的高度二维图像,图像上标带有表示高度的颜色柱和 x、y 方向的标尺,需对扫描尺寸、粗糙程度、三维图像以及其中的结构特征进行描述;

10.3.2 得到的性能二维图像,图像上需标有表示性能数值大小的颜色柱和 x、y 方向的标尺,需对扫描尺寸和特殊性能的结构分布和大小进行描述,如电性能中电流分布、电势高低分布、磁畴分布等;

10.3.3 对于得到的图像需要判断是否存在因为参数设置、探针污染等因素造成的假象,具体信息见附录 B。

11 安全注意事项

- 11.1 使用高压钢瓶应遵守相应安全规范；
- 11.2 加高压实验应遵守相应的安全事项,禁止触碰高压。



附 录 A
(资料性附录)
扫描器和探针的选择

A.1 扫描器的选择

A.1.1 对于形貌尺寸较小或者需要进行扫描高分辨图像时,建议选择高度量程小于 $4\ \mu\text{m}$ 的扫描器;

A.1.2 对于形貌尺寸较大的样品,建议选择高度量程大于 $4\ \mu\text{m}$ 的扫描器。

A.2 探针的选择和要求

A.2.1 对于分辨率要求较高的样品的测试,选择曲率半径小于 $10\ \text{nm}$ 的探针;

A.2.2 对于要求灵敏度较高的样品测试,选择悬臂长度较短的探针;

A.2.3 接触模式下测试样品,最好选择微悬臂弹性系数小于 $1\ \text{N/m}$ 的探针;而轻敲模式下,应选择微悬臂弹性系数大于 $1\ \text{N/m}$ 的探针;

A.2.4 扫描隧道显微镜测试样品时,应选择尖锐的钨丝探针或铂铱丝探针;

A.2.5 测试力学性能时,探针的弹性系数应与需要测试的样品的弹性模量相匹配,软性样品使用弹性系数较小的探针,硬性样品选择弹性系数较大的探针,能够使探针产生合适的形变;

A.2.6 测试样品电信号时,选择表面有金属镀层的导电探针效果最佳;

A.2.7 测试样品磁性信号时,使用表面镀磁性物质如 Co 和 Cr 的探针;

A.2.8 快速扫描测试样品的动态变化,应选择共振频率不小于 $0.5\ \text{MHz}$ 的探针;

A.2.9 其他的热性能和光学性能测试,选择特定的特殊探针;

A.2.10 在液体环境中测试,所选择的探针悬臂应不被液体腐蚀。

附 录 B
(资料性附录)
图像失真分析

B.1 探针引起的图像失真

在扫描过程中,样品上与基底固定不牢的颗粒吸附到探针上,造成双针尖或者多针尖或者探针多次使用变钝,扫描图像时会同时得到探针的形状图(见图 B.1a),或者得到有规律的多颗粒形貌(见图 B.1b)。

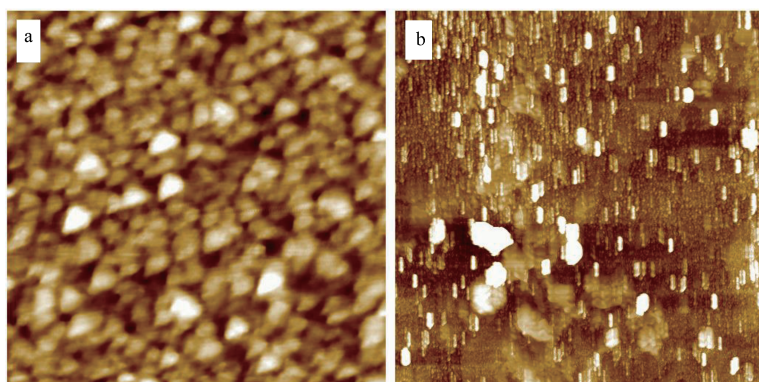


图 B.1 探针被污染的高度形貌(a,b)

B.2 参数设置引起的图像失真

B.2.1 作用力的大小不合适引起的图像失真

参数设置不正确,扫描得到的图像也会出现假象和失真。探针与样品间作用力要设置在合适的大小,根据图像的失真来调整。如图 B.2a 出现暗色条纹,需要减小其作用力;图 B.2b 出现拖尾,需要增加其作用力。另外,若图像中出现高频噪音点,需要减小积分增益值。

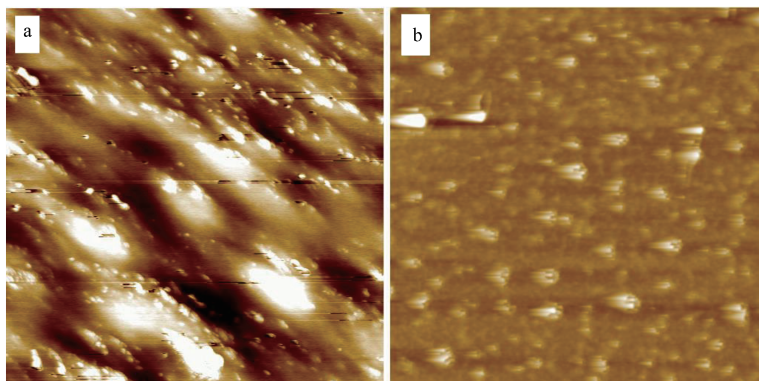


图 B.2 探针和样品的作用力过大(a)和小(b)时的高度形貌图像

B.2.2 探针频率大小不合适引起的图像失真

在共振模式下,选择的工作频率大于共振频率就容易出现水泡样结构,如图 B.3 所示。

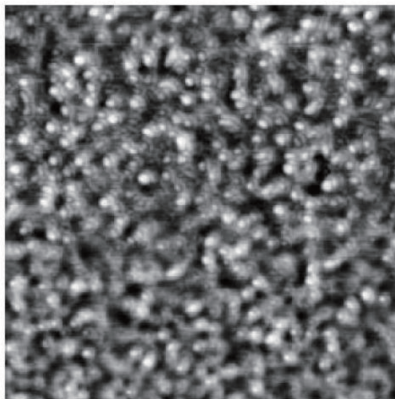


图 B.3 工作频率对于探针的共振频率扫描的高度形貌

B.3 仪器系统原因引起的图像失真

对于有些表面光洁度高的样品表面,探针悬臂上的激光光斑漏到样品上产生的反射光易于激光光斑发生干涉,产生如图 B.4a 所示的干涉条纹,其条纹大小不会随着扫描速度改变而改变,需要重新调整光斑位置,得到无干涉条纹正确图像如图 B.4b 所示。

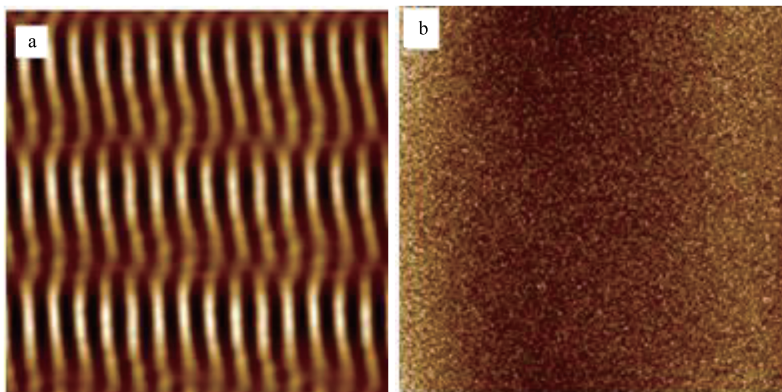


图 B.4 激光干涉引起的高度图像(a)和无干涉条纹的高度图像(b)

参 考 文 献

- | | | | |
|-----|---------------|---------|-----------|
| [1] | 原子力显微术及其应用 | 杨序纲 | 化学工业出版社 |
| [2] | 扫描隧道显微术及其应用 | 白春礼 | 上海科学技术出版社 |
| [3] | 扫描探针显微技术理论与应用 | 彭昌盛 谷庆宝 | 化学工业出版社 |
-

