

近代物理实验课程教材

实验三十六

扫描隧道显微镜的原理及其应用

湖南师范大学物信院近代物理实验室

金泽渊编

2004 年 8 月

实验三十六 扫描隧道显微镜的原理及其应用

一、实验目的

- 1 掌握和了解量子力学中的隧道效应的基本原理。
- 2 学习和了解扫描隧道显微镜的基本结构和基本实验方法原理。
3. 基本了解扫描隧道显微镜的样品制作过程、设备的操作和调试过程，并最后观察样品的表面形貌。
- 4 正确使用 AJ—1 扫描隧道显微镜的控制软件，并对获得的表面图象进行分析和数据分析。

二、实验仪器

AJ—1 型扫描隧道显微镜；P-IV 型计算机；样品（二维光栅和高序石墨）；金属探针及工具。

三、实验原理

1982 年，IBM Zurich 实验室的 Bindng 和 Rohcer 研制出世界上第一台扫描隧道显微镜（Scanning Tunneling Microscope），这标志着一种具有原子级分辨率的实空间成像技术诞生了，为此这两位科学家获得了 1986 年诺贝尔奖。

多年来，人们对物质结构的认识，大都是通过例如 X 射线衍射这类实验间接验证的。而扫描隧道显微镜（STM）却能真正解决每一种导电固体表面在原子尺度上的局域电子结构，因而揭示它的表面局域原子结构—表面原子的排列图象。STM 的一种拓展，即原子力显微镜（AFM），还可以使绝缘体表面的局域原子结构成像。使人们亲眼看见原子的存在。因为 STM 能在普通环境下（如大气中）可得到稳定的、高分辨率的原子图象，并对样品无损伤、无干扰和可连续观察过程等优点因而它成为了凝聚态物理、化学、生物学和纳米材料学科的强有力的研究工具。同时也诞生了一门崭新的科学分枝—扫描隧道显微镜学。

1. 隧道效应。在经典力学中，电子的总能量 E 可表示为：

空间某一位置发现电子的几率会随着这个与表面距离 Z 增大而呈现指数形成的衰减。

按此基本理论，我们简单的说明金属—真空—金属这种交界面上的电子状态，如图 1 所示，样品和针尖之间的距离非常非常接近时，（间隙 S 约为 10 埃左右），图中样品（金属）表面的功函数 ϕ 定义为一个电子从体内移动到真空能级所需的最低能量。

功函数与样品（针尖）材料有关，对 STM 实验中常用的材料其典型值列于表 1 中（碱金属的功函数低的多，典型值为 2~3eV）。忽略热激发时，金属中费米能级是占有态的上限，如果取真空能级作为能量的参考点，则费米能级 $E_F = -\phi$ 。为便讨

表 1-1 功函数的典型值 (按照Handbook of Chemistry and Physics, 69th edition, CRC Press, 1988)

元素	Al	Au	Cu	Ir	Ni	Pt	Si	W
ϕ /eV	4.1	5.4	4.6	5.6	5.2	5.7	4.8	4.8

论简化，假设样品和针尖的材料相同，则功函数相同，那么图 1 中左右两块阴影区上限（ E_F ）高度相等。由于存在隧道效应，样品中的电子可隧穿进入针尖。反之亦然。虽然此时不存在净的隧道电流。

2. 隧道电流的产生。如图 1 所示，样品和针尖加上偏压 V ，对电子而言，样品和针尖之间的的能量差为 eV ，这就出现了从样品流向针尖的隧道电流。即处于 $E_F - eV$ 与 E_F 之间能量为 E_n 的样品态 ψ_n 有机会隧穿进入针尖。假定偏压远小于功函数的值，即 $eV \ll \phi$ ，则所有有意义的样品态能级十分接近费米能级，即 $E_n \approx -\phi$ 。这样第 n 个样品态中的电子出现在出现在针尖表面 $Z=S$ 处的几率 ω 为：

$$\omega \propto |\psi_n(0)|^2 e^{-2KS}$$

(36—7)

其中 $\psi(0)_n$ 是样品表面处第 n 个样品态的数值，而

$$K = \frac{\sqrt{2m\phi}}{\eta}$$

(36—8)

是势垒中接近费米能级的样品态衰减常数。如功函数以 eV 为单位，衰减常数

以 \AA^{-1} 为单位, 则式 (8) 的数值为:

$$K = 0.51 \sqrt{\phi(eV)} \text{\AA}^{-1} \quad (36-9)$$

在 STM 实验中, 针尖扫描遍及样品表面。在一次扫描过程中, 针尖的状态通常无变化, 隧穿电子到达 $Z=S$ 的针尖表面时, 以恒定速度流入针尖, 从式 (7) 可知, 隧道电流直接正比于能量间隔为 eV 内样品表面电子态的数目, 即后者决定隧道电流。对于金属样品它有定值, 对于半导体及绝缘体, 电子态数目非常小或者是零。把能量区间 eV 内的所有样品态 (电子态) 都包括在内时, 隧道电流 I 可表示为:

$$I \propto \sum_{E_n=E_F-eV}^{E_F} |\psi_n(0)|^2 e^{-2KS} \quad (36-10)$$

通常计算和整理有可得: $I \propto B e^{-KS} \quad (36-11)$

其中 K 由式 (8) 表示, B 是与所施加的偏压 V 有关的系数。由式 (11) 可知, 粗略来说, 样品和针尖的距离 S 每改变一埃 (\AA), 隧道电流 I 就会改变一个量级, 这就说明了隧道电流几乎总是集中在间隔最小的区域内, 如图 2 所示。

一般来说, 样品和针尖用不同材料, 它们的功函数 ϕ 不同, 因而 (8) 式和 (9) 式中功函数用平均功函数 $\phi = \frac{1}{2} (\phi_1 + \phi_2)$, ϕ_1 和 ϕ_2 分别为针尖和样品的功函数。

3. 样品表面的扫描。如果针尖相对于样品始终处于同一位置不动, 这种测量是没有实际意义的。因而为了获取样品表面某一区域的原子分布图像, 必须让针尖沿样品表面扫描。这样的话, 如果扫描后获取了隧道电流的变化, 我们就可以得到样品表面微小的高低起伏的形貌变化信息。如果同时在 X 、 Y 方向上进行扫描, 就获取了三维的样品表面形貌图。能够同时实现 X 、 Y 方向扫描的基本实验装置如下面的图 3 所示。

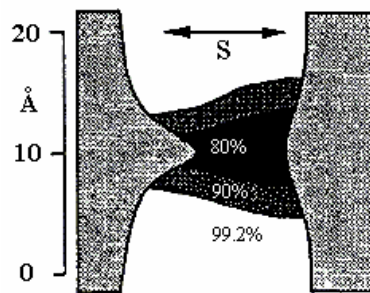


图 36-2 从针尖到起伏表面的电流密度的计算分布图

在图 3 中，针尖安装在三个边、每个边互成 90 度的支架顶角上。支架的每一边都是压电材料制作的。根据压电效应原理，在压电体两端施加一个交

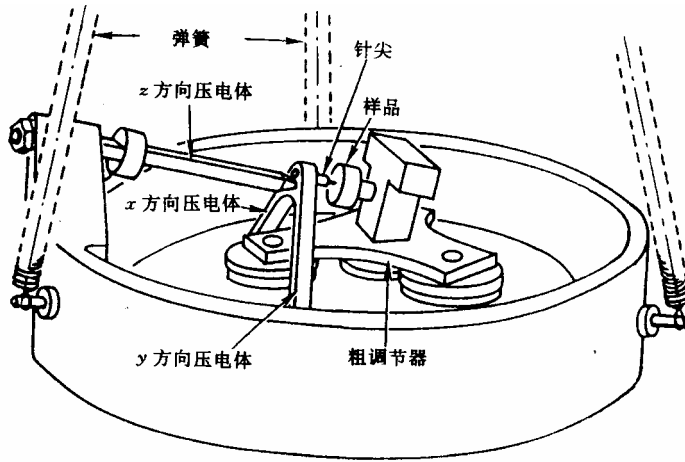


图 36-3 针尖在 X、Y、Z 三个方向实现扫描的基本装置图

变电压，压电体产生形变，它的长度会伸缩变化。在一定条件下，这种伸缩的变化与交变电压大小成正比。

一般的实验装置设计在 Y 方向压电体上施加锯齿波电压，周期为 T_y ，而在 X 方向压电体上施加三角波电压，周期为 T_x ，令 $T_y = NT_x$ ，这样针尖就在样品表面 X—Y 平面内实现同步扫描。

4. 扫描模式。探针的针尖在样品表面 X—Y 平面上扫描的方式有两种：

(1). 恒流模式。该模式是当针尖扫描时保持隧道电流不变，根据(11) 式即需保持针尖到样品表面的距离 S 不变。从图 3 和图 4—a 可知，这就需要在

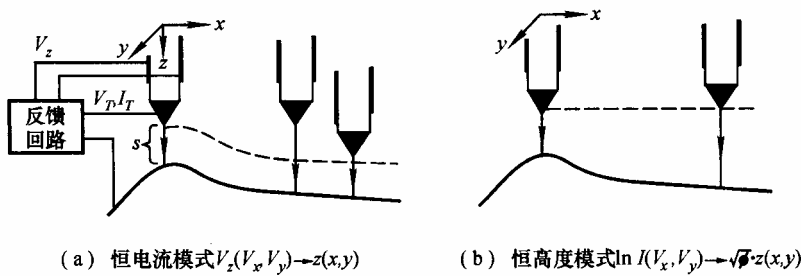


图 36-4 STM 的两种工作模式

扫描时调节针尖在 Z 方向上的位置。当样品表面凸起时, 针尖自动就会向后退, 反之当样品表面凹进时, 针尖自动向前移动。这种针尖上下移动的轨迹可通过计算机记录下来, 再合成处理后, 就可得出样品表面的三维形貌。

(2)。恒高模式。如图 4—b 所示, 针尖在 X—Y 方向上的扫描仍起主导作用。而在 Z 方向则保持水平高度不变, 这样当样品表面凹凸不平时, 使得所产生的隧道电流随距离 S 有明显的变化, 只要用计算机记录 X—Y 方向上电流变化的数据, 经合成处理后, 也可得出样品表面的三维形貌。

四。仪器设备的结构及基本工作原理

一套完备的 STM 仪器测试系统的结构示意图如图 5 所示。探测针尖附着于 X、Y、Z 三方向的压电传感器, 施加如图中所示的电压, 针尖就在 X—Y 平

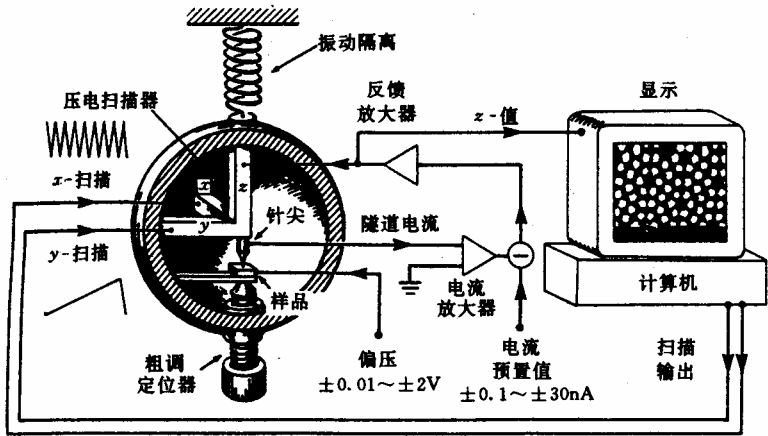


图 36—5 STM 系统结构示意图

面内扫描。隧道电流经电流放大器放大并转换为电压, 然后与所设定的参考值进行比较, 所得其差值再次放大用以驱动 Z 方向压电元件, 同时选择合适的相位以便实现负反馈控制: 若隧道电流大于参考值, 则加到 Z 方向压电元件的电压倾向于使针尖从样品表面后撤, 反之亦然。这样就实现了恒流模式测量。

而 AJ—1 型 STM 仪器测试系统的结构方框图如图 6 所示。一般来说可将整个系统分为三个部分。

第一部份, 头部系统(包括上方的头部和下面的底座): 它是 STM 仪器的工作执行部份。具体包括了隧道电流检测装置(电流放大器等)和信号处理电路、探测针尖、测试样品、X—Y 扫描器、进针粗调驱动装置以及隔离头部防止振动影响的防振悬挂设备。具体结构参见图 7。

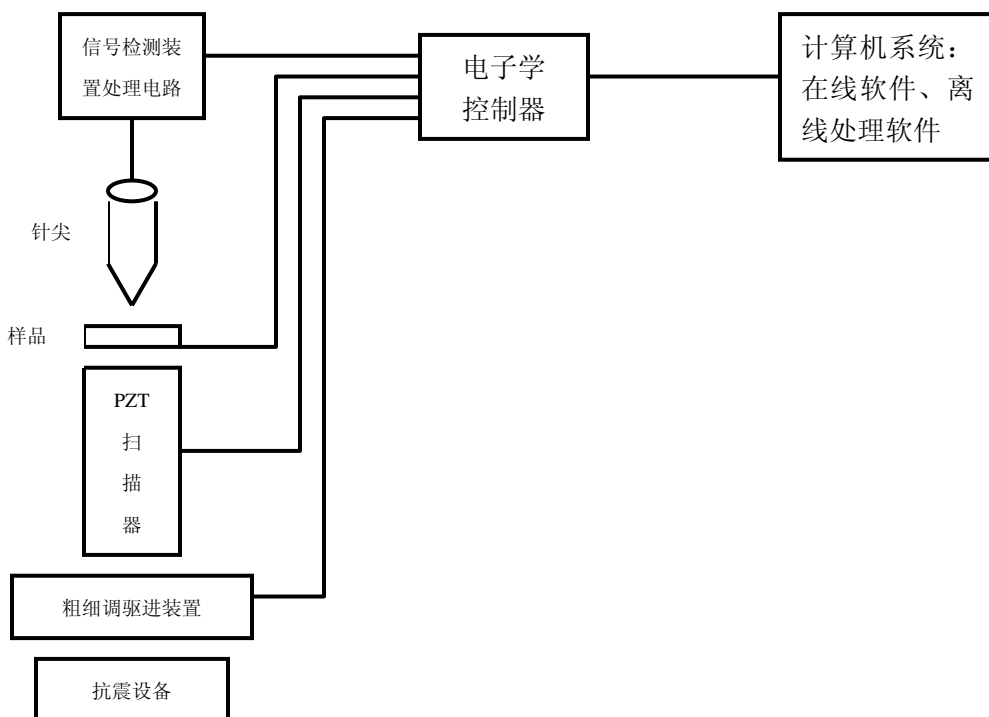


图 36—6 AJ—1 型 STM 系统基本结构图

第二部份。电子学系统(控制箱)：它是 STM 仪器的对头部控制部分，主要实现扫描器的各种预设的操作功能(如针尖的连续和单步的进、退等操作)，以及维持均恒的扫描状态的反馈控制电路，从而实现非常精确的 X—Y 方向上的重复扫描。

第三部份。计算机系统：通过对计算机的人机

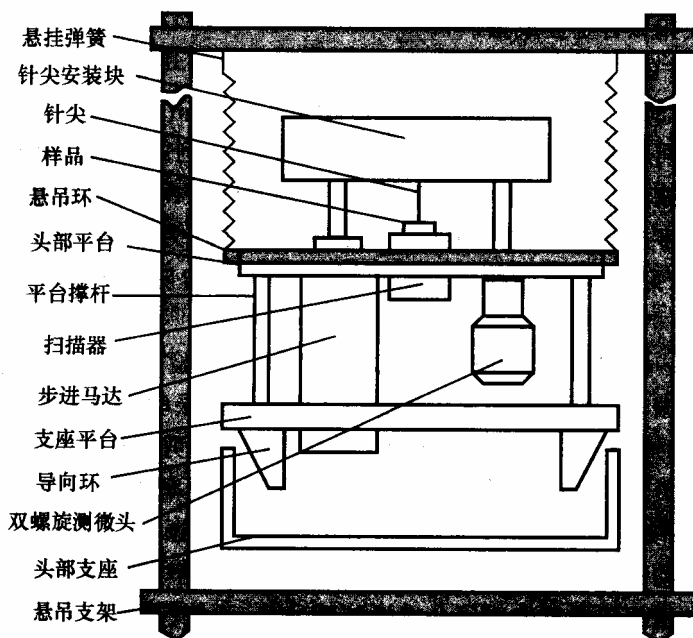


图 36—7 AJ—1 型 STM 的头部系统

交互的在线软件的操作，指令控制系统使头部完成各种预定的操作功能，从而完成对样品实时扫描过程的控制、数据(恒高模式的数据主要是 X、Y、Z 三个方向上的位移)的获取、以及数据处理和分析。

1. AJ—1 型 STM 探头系统

STM 探头。探头包括针管、粗调驱进定位槽、观察窗、采光窗、探头扞头和隧道电流检测电路(电流放大器)。针管是固定 STM 针尖的地方，针尖要求不长于 2cm，通常在针尖末端 5mm 处将针尖弯成 45 度角，再扞入针管中。通过观察窗观察镜象红灯中两个针尖的象，可估计针尖和样品的大致距离。

STM 探针。探针采用直径 0.4mm 的铂铱丝，也可用钨丝。

PZT 压电陶瓷管扫描器。扫描器的结构如图 8 所示，外形如同管状，在五个电极加上适合的扫描电压，就能带动附着在它上面的样品作三维方向运动。PZT 的压电系数优于 5nm/V，因而施加幅度最大达 300 伏的扫描电压时，可实现的最大位移也不过 6 μ m。

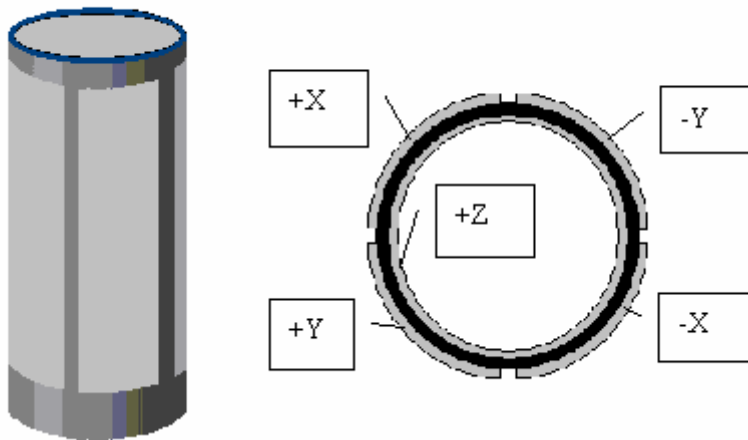


图 36—8 PZT 压电陶瓷管(左：外观，有五个电极。右：剖面接线图)

探头底座。底座带有磁性，粘贴在铁片上的测试样品可被牢牢的吸附在样品平台上，而 PZT 压电扫描器安装在样品平台的下方，去驱动样品扫描(此时针尖不动)。探头底座上半部分是粗调驱动装置，下半部分是控制箱接线盒。

粗调驱进装置。该装置采用双螺旋测微仪(实现粗调)加步进电机驱动(实现细调)的工作方式，去调节样品和针尖之间的距离。探头(含针尖)依靠重力作用三点支撑放在二个粗调螺杆和一个步进电机螺杆上。调节二个粗调螺杆可

使样品和针尖的距离在 0~25mm 范围内粗调变化，而操作步进电机(手动和自动两种方式)则实现在 0~1mm 范围内精细的调节。每次步进的长度可人为的在 20~50nm 范围内设定。

防震设备。由于 STM 系统工作时针尖与样品的间距一般小于 1nm，同时从式(11)可知，隧道电流与间距 S 之间成指数变化的关系，因此在测试时任何微小的振动(甚至包括人说话和走动)都会对测量产生不可预料的结果。因而防震措施是一个很重要的问题，一般要求振动引起的间距的变化应小于 0.001nm 以下为好。

有两种类型的扰动必须隔绝：振动和冲击。瞬态的冲击比较好防备，而连续性和重复性的振动隔绝成为主要问题。实验室周边环境的振动频率一般在 1~10Hz 之间，所以隔绝这类振动的方法是提高仪器的固有振动频率和使用振动阻尼系统。AJ—1 型 STM 系统采用了橡皮缓冲垫、弹簧悬挂这两类综合的减震措施。悬吊环通过减振弹簧与头部的样品平台连接，很好的隔离 1Hz 以上的振动。保证了一个稳定的测量环境。

2. AJ—1 型 STM 控制系统的结构和功能。

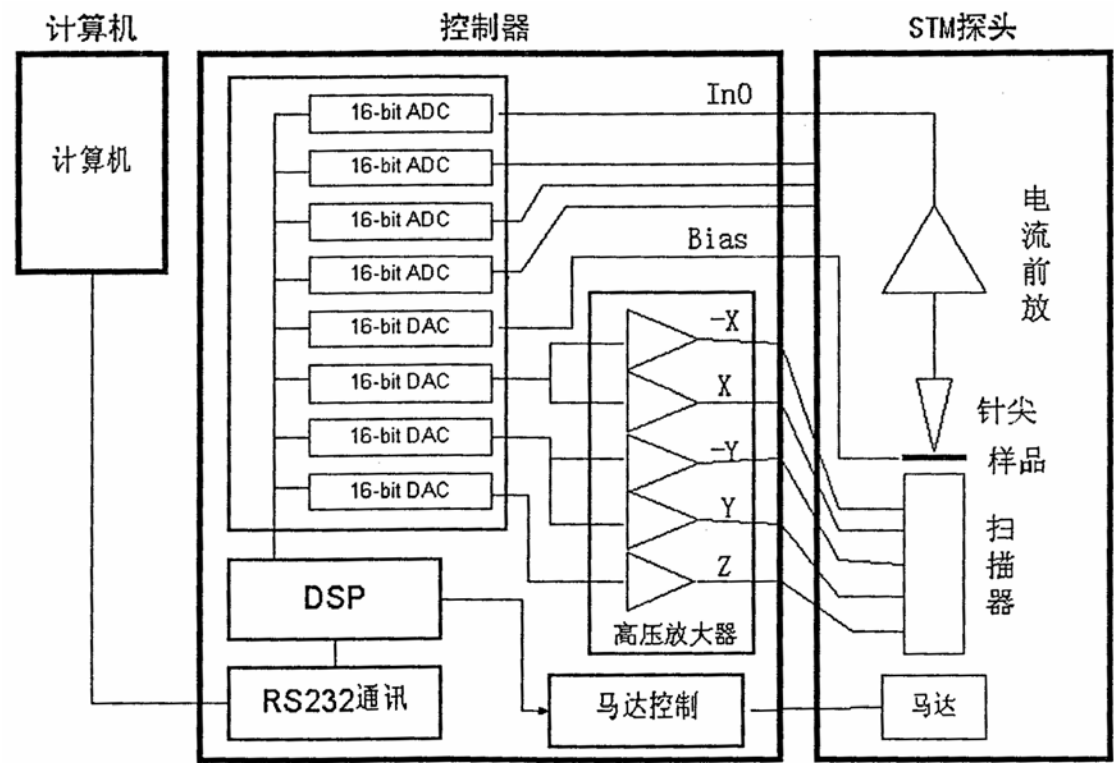


图 36—9 控制器电路原理方框图

控制器的电路原理框图如图 9 所示。其核心是一片型号为 TMS320C50 的数字信号处理器(DSP)。它除了有一个功能强大的中央处理器(CPU)外,片内还有 10K 字 RAM 和 2K 字 ROM,并有 64K 并行 I/O 口,有两个高速串行口。DSP 通过编程产生特定的符合要求的各种数字信号,分别送至三片 16 位 D/A 转换芯片,通过数—模转换所获得的模拟电压再由高压放大器放大,送到探头的扫描器,实现 X—Y 方向扫描和间距 S 大小的调节。同时另一路 D/A 转换就产生隧道电流所需的偏压。此外,隧道电流经电流放大器放大、比较后,所获得的有关 Z 方向距离变化的反馈信息(电压信号),送入一块 16 位 A/D 转换芯片中,实现模—数转换,再又回送入 DSP 进行分析比较和处理,处理结果表示为产生一定数量和时序的步进脉冲,将它们再通过 D/A 转换电路去控制扫描器的 Z 方向进或退的工作状态,从而实现针尖和样品之间的距离 S 在整个扫描过程中保持恒定不变(恒流模式)。DSP 并通过编程管理 RS232 串行口通讯,从而实现与计算机之间的数据交换和传送。

控制器前面板有两个手动步进马达控制按钮(▼按钮和▲按钮),并有一个双色发光二极管指示马达的工作状态。按住▼按钮使马达连续进,发光二极管发绿光;而按住▲按钮马达连续退,发光二极管发红光;若同时按住▼和▲按钮,发光二极管发红光,指示马达连续退。当系统采用自动状态驱动马达时(由计算机中的在线控制软件控制),发光二极管同样有相应的指示。如果自动和手动马达控制同时作用,则马达手动控制优先。

3. 针尖的制备

隧道针尖是 STM 技术中首要解决的问题之一,针尖的大小、形状和化学同一性不仅影响着图像的分辨率和表面的形貌,而且也影响着测定的电子态。如果能制备出针尖的最尖端只有一个稳定的原子而不是多重针尖(毛刺),那么隧道电流就会很稳定,而且能够获得原子级分辨率的图像。此外,还要求针尖的化学纯度高、无氧化层复盖。

目前制备针尖的方法主要有机械成型法和电化学腐蚀法。对于机械成型法,多用铂铱合金丝,它有不氧化和较好刚性的特点。机械成型法的基本过程如下:首先用丙酮溶液对针、镊子和剪刀进行清洁,用脱脂棉球对它们进行多次清洗。少等片刻让针、镊子和剪刀完全干燥。接着拿镊子用力夹紧针的一端,慢慢的调整剪刀使剪刀和针尖的另一端成一定角度(30~45 度左

右),握剪刀的手在拌有向前冲力(冲力方向与剪刀和针所成的角度保持一致)的同时,快速剪下,形成一个针尖。然后以强光为背景对针尖进行观察,看它是否很尖锐,否则重复上述操作。对于电化学腐蚀方法,多用钨丝作针。基本方法是在装有 NaOH 电解液的容器中,插入不锈钢或铂作成的阴极,而钨丝作为阳极,两极间施加 4 到 12V 电压。阳极钨丝安装在一个高度可调节的测微仪上。此时对钨丝的腐蚀几分钟后,钨丝在界面附近变细变尖,形成针尖,然后再用去离子水和无水酒精对针尖冲洗。

4. 计算机和在线操作控制软件

控制箱用电缆与计算机的串口连接。计算机为双操作系统模式,在 Win98 系统中已安装 AJ-1 型 STM 的在线操作软件,在实验前一定要熟悉在线操作软件的使用方法,为此先参阅“爱建纳米扫描隧道显微镜在线分析软件”手册。如果实验结果获得令人满意的样品表面形貌图像,可存盘为图像文件,然后在 Win2000 系统中使用 AJ-1 型 STM 离线分析软件,输入该图像文件名,对样品形貌图像进行必要的处理、分析和计算。

5. 样品的准备

本实验提供有两维光栅和高序石墨(HOPG)两种样品。样品制成面积大约为 $5 \times 5 \text{ mm}^2$ 方状块,粘贴在一块园形的磁性材料上,使用时用镊子小心的把它放在头部中的磁性样品座上。对于光栅样品,应使它的表面保持清洁和干燥。而 HOPG 样品得用下列方法处理:先剪下约 3cm 的一段透明胶,用透明胶一端完整复盖和粘住 HOPG 样品表面,快速揭下透明胶,透明胶应完整粘走 HOPG 的表面一层,这样 HOPG 样品就准备好了。

STM 是一种样品的表面分析技术,它用于各种导电样品的表面结构研究。对于金属、半导体的样品材料,通常首先要对样品进行抛光处理,然后在真空甚至超真空的条件下,再对样品进行热处理(退火)、离子溅射轰击等处理以便获得除去表面污物的平整的原子级表面晶面。对于半导体样品有时还需采用加热去氧化的工艺除去表面的氧化物。对于绝缘体样品,首先要经洗涤剂超声清洗、去离子水淋洗、热丙醇清洗和烘干后,再将样品在一定的真空条件下镀上一层 $25 \sim 95 \text{ \AA}$ 的金。STM 技术已成功的用于生物样品的研究,生物样品的制备有多种方法,常见的有液滴干燥法,制备方法非常简单:将生物样品(如生物分子)稀释于 0.1%甘油溶液中,再用移液枪滴到高序石墨

(HOPG)表面上，在清洁的空气中自然干燥即可。

现在简单的介绍一种碳纳米材料样品的制作方法: 首先将粉末状的纳米材料按一定的比例与无水乙醇混合后倒入离心管中，然后把离心管扞入超声波清洗器进行振动清洗，使纳米颗粒尽可能细的、均匀地与乙醇混合。同时在一块园形铁片上粘贴上一片高序石墨，用透明胶帶快速揭下石墨表面一层，最后用移液枪将离心管中的样品混合液滴一点到石墨表面，吹干后纳米材料样品的制备就完成了。

五. 实验步骤

1. 启动计算机进入 Windos98 系统，打开控制器电源开关。单击桌面的“AJ-1”图标，执行操作软件。此时屏上出现在线软件的主界面，再单击菜单中“显微镜\校正\初始化”，屏上跳出一个选择框，选定“通道零”，然后多次点击“应用”，左边的通道零参数不断变化，选定一个其中变化参数绝对值最小的值，最后单击“确定”。

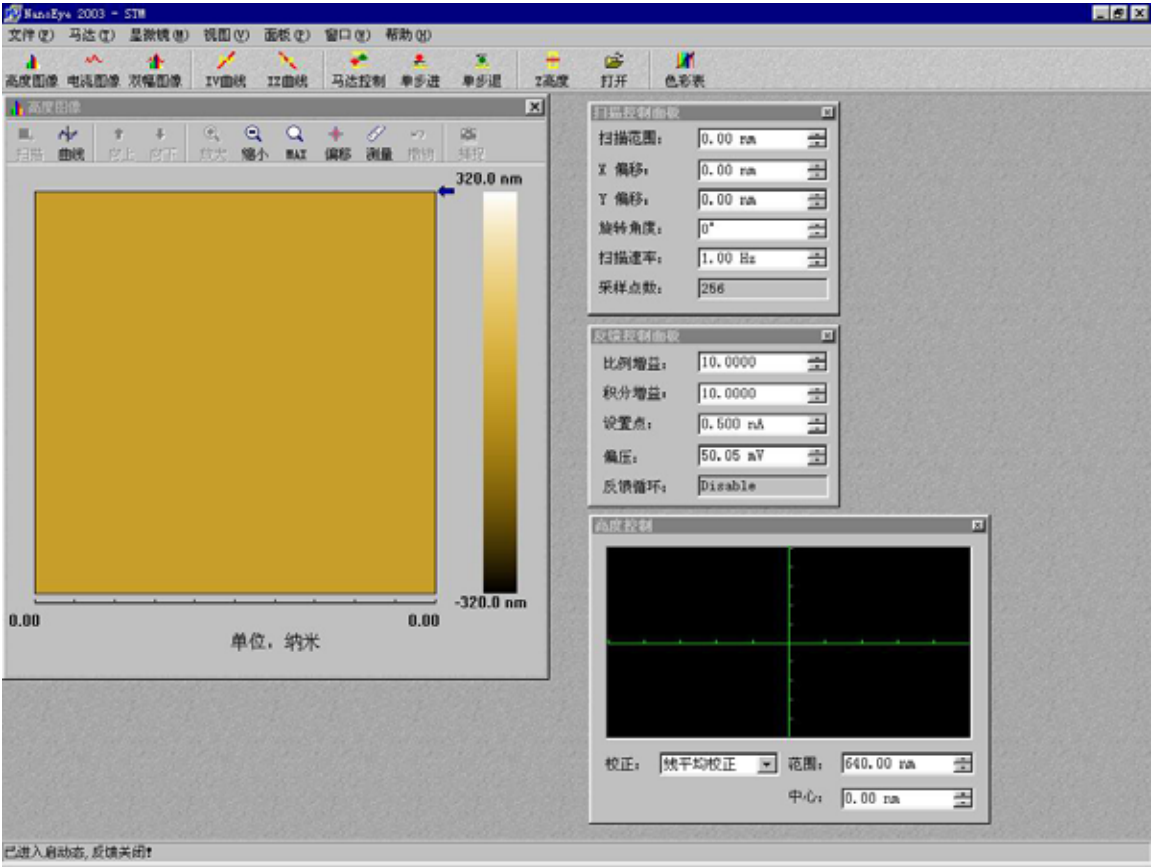


图 36—10 AJ—1 在线软件控制主界面

2. 单击菜单“视图\高度图像”，屏上会出现高度图像(H)、Z 高度显示(T)、马达高级控制(A)共三个操作框。然后再将“图像模式”修改成“曲线模式”，同时出现“高度曲线”框。此时的屏显示如图 10 所示。

3. 按前面针尖制备的方法剪一段合乎要求的针尖，将探头反面放置，用镊子小心的将针尖扦入针槽内(切勿反扦)，插在针槽外的长度约为 5~6mm，扦入时保持针与针槽内壁有较强的摩擦力，以确保针的稳固(方法是先将针事先稍微折弯后再扦入)。

4. 用镊子将待测样品平稳地放到样品平台上。然后用手调节机座上前方两个带螺旋测微仪的旋钮，逆时针调节(退针)十多圈左右。再把探头以针尖朝下的方向缓慢平稳的安放在平台上。注意探头 1.5cm 宽的缺口处朝前方，探头端面的两个凹孔应正好落在平台前面的两个支架上，此时针尖应正好指向样品表面。

5. 手动进针。首先仔细观察样品表面位置并找到镜像小红灯，此时可在样品表面上看到在镜像红灯背景下的镜像针尖。因而可以估计出针尖与样品(镜面)之间的间距。接着用计算机实行一次“单步进”操作，再用手顺时针调节两个螺旋测微仪旋钮，观察背景镜像红灯使实际针尖和镜像针尖的距离缓慢靠近，直至两针尖距离十分接近为止(千万不能接触!)。在计算机屏上单击菜单“视图\Z 高度”，出现“Z 高度面板”，观察红线应居于 0V，如果红线达到顶部即为撞针，针尖报废，需重新再制备和安装新针尖。如果一切正常就可以轻轻地将探头盖盖好并锁定。

6. 自动进针。在计算机控制主界面上，单击“马达\高级控制”菜单，再在马达高级控制面板(A)中单击“连续进”，并密切注意观察屏上显示进针情况，待“已进入隧道区马达停止连续进”的提示框出现后，再点击“确定”，此时红线应在-50~+100V 之间。然后进行单步操作，即单击马达高级控制面板(A)中的“单步进”，使红线最后调节于中间位置时停止操作，进针结束。最后关闭“马达高级控制面板(A)”图框。

7. 针尖检验。在屏上打开“ I_z 曲线 Z”图(即 I_z 的高度曲线图)，出现“高度图像”后在最左端单击“扫描”，实现针尖在样品表面扫描。扫描完毕后观察图中电流衰减情况，如果图中的曲线越陡峭，同时变化不大就说明针尖好。

8. 光栅样品的扫描。

(1)、在图 10 的控制主界面上设置测量条件：

A、“扫描控制面板”框中：设置“扫描范围”为最大；“X 偏置”和“Y 偏置”为 0；设置“旋转角度”为 0；“扫描速率”为 1Hz 左右。

B、在“反馈控制面板”框中：设置“比例增益”为 5.0000；“积分增益”为 5.0000；设置“设置点”（即隧道电流）为 0.500nA；“偏压”为 50mV 左右；而“反馈循环”为“使能”状态。

C、在“高度控制面板”框中：设置“显示模式”为图像模式；“实时校正模式”为线平均校正；“显示范围”置于 150nm；并设置“显示中心点”为 0.00V。

(2)、单击“图像面板”框左上方的“扫描”图标，即将开始样品扫描，样品表面形貌图像按扫描规律出现在“图像面板”框中，扫描结束后可将图像存盘，以便以后离线处理

和分析。如果要获得较理想的光栅图像，请参阅有关“实验注意事项”的内容。一个较成功的光栅样品表面三

维图像如图 11 所示。

为了结束测量，首先单击“高级控制面板”中

的“连续退”，使针尖退 500 步左右。接着关闭在线软件，再关断控制器电源，最后才关掉

计算机电源。

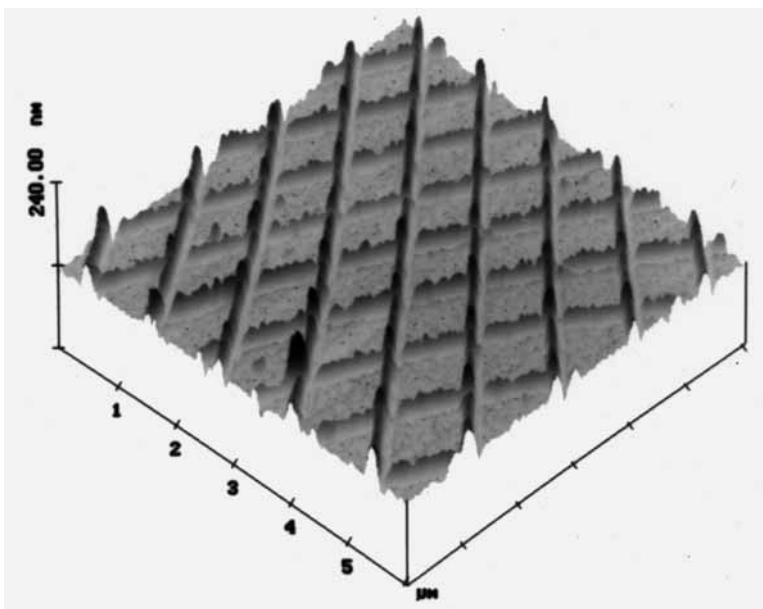


图 36—11 光栅样品表面形貌图

9. 高序石墨的原子级图像的扫描。

(1)、针尖和高序石墨样品的制备、安装与前述的 1~4 点的实验步骤相同，并按第 5 点步骤的要求实现手动进针。如果刚刚做完光栅样品的测试，可跳过针尖检测这一步。

(2)、悬挂防振。要获得高序石墨的原子级图像，将头部受到的振动减小到最小程度是关键，为此整个头部要悬挂起来。首先单击“高级马达控制面板”

中的“连续退”，使针尖退到 1000~1500 步左右(或者手动按控制器面板退键 ▲ 约 6~7 秒钟)，此举措是要防止针尖和样品在悬挂过程中碰撞。然后将探头防尘盖与机座轻轻盖好并锁定。接着一手按住探头，另一手将弹簧悬挂环拉长慢慢地和防尘盖的扣环套牢，连接后千万不能松手，并用手平稳的托起整个头部，缓慢地使头部上移，直到感觉到弹簧的拉力和头部的重量平衡时才能松开手。最后再将防尘防振箱封闭。

(3)、自动进针：此过程与前述实验步骤第 6 点相同，不再另述。

(4)、高序石墨样品的阶梯扫描：首先将屏上的“扫描控制面板”中的“扫描范围”参数设置为最大，再将“显示范围”参数设置为 10nm，其它参数无须设定，保持初始默认值，然后即可对样品扫描。此扫描的目的是选择一块样品表面平整区域，供随后的原子级扫描用。

(5)、扫描区域的选择：在前面阶梯扫描中要仔细观察高度曲线和高度图像的变化情况。在高度图像中颜色的深浅变化被测样品表面的凹凸变化。而高度曲线的变化就很直观的反映被测样品的平整度。总起来说，我们希望所选择的扫描区域平坦、无毛刺。结合上述两方面的操作，多扫几个来回。看中一块扫描的区域后，单击菜单栏中的“*”图标，该区域即被选中。

(6)、高序石墨的原子级扫描：扫描区域选定后，要进行测量参数的调节。因为针尖和振动、噪声影响等条件有很大的关系，所以参数的调节则显得尤为重要。首先将“扫描范围”置于 10nm(越小越好，可直至 1nm)；而“扫描速率”置于 5~8Hz 左右；“比例增益”和“积分增益”置于 10；“设置点”(即隧道电流)置于 1nA(最大不要超过 10nA，最小不要小于 0.05nA)。参数设置完毕后，单击“扫描”图标，进行一次试探性的预览扫描。仔细观察扫描后的图像，如能看到有较为细密的原子形貌图后，可将“显示范围”置于 0.3~0.1nm 之间；同时将“扫描范围”置于 5nm 左右，并再次扫描观察是否有比前次分辨率更高、更为清晰的原子形貌出现。若有则进一步调节“比例增益”、“积分增益”、“设置点”的参数，或许会有更好的原子级图像出现。若无则需调节“扫描速度”和“旋转角度”。旋转角度是调节针尖相对轴心旋转的位置，目的是使针尖最尖的

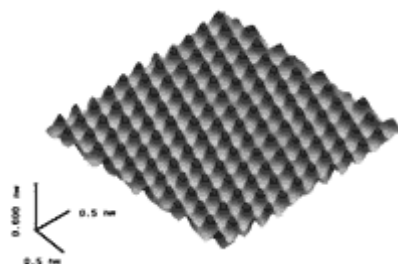


图 36—12 石墨样品表面形貌图

位置对准样品表面。调节先以 15 度为一个阶梯进行针尖角度旋转粗调，然后再进行 1 度一个阶梯的微调。每次调节都需要注意扫描范围的变化，因为角度的变化会使显示范围作相应改变（此时应调节“扫描范围”，保持扫描范围的恒定不变）。而扫描速率可在 4~21Hz 范围内调节。如环境有轻微振动存在，速率可提高到 12~15Hz，但原子形貌图像边缘可能不太清楚。只要细心的多次往返上述各种操作，就可获得令人满意的原子形貌图像。最后还应将扫描的图像存盘，以备离线分析用。图 12 为一幅较好的高序石墨样品表面三维原子级形貌图。

10. 结束实验。

在计算机屏上单击“高级马达控制面板”中的“连续退”，使针尖退到 500~1000 步左右停止。然后才退出关闭 AJ—1 型在线控制软件，接着再关掉控制箱电源，最后关掉计算机。离开实验室前还须整理和请洁实验所用的工具。

六. 实验操作的注意事项。

1. 整个实验成功与否最关键的地方是针尖的制备和安装，除了剪切了一个合乎要求的针尖外，运用针尖还应注意下列几点：

(1)、避免针尖尖头污染。实验前的针尖清洗和处理前面已详细阐述了，但在测量过程中空气中的灰尘和水汽也很可能吸附在针尖上，因而针尖应取下再清洗。测量时应关好防尘罩门，最好在罩内安放干燥剂除潮。

(2)、绝对避免针尖撞上样品表面。在快速扫描表面起伏大的样品时，应特别注意将扫描速度降低。

(3)、通过对针尖加脉冲电压的方法可以修饰针尖，使针尖污物脱离，同时使针尖更尖锐。

(4)、在进行原子级测量时，如果针尖并非一个原子，就会出现多针效应。这时可以调节偏压值和电流值，让针尖得到修饰，可能在多次往返扫描后就可得到单原子的针尖。

(5)、对不同的样品应选择不同的偏压。通常对高序石墨这类导电性好的样品，可在 10mV~100mV 范围内选择，而对半导体样品偏压可达到几伏，对于生物样品偏压一般在 0.1V 左右。

2. 从图 9 中可知，从隧道电流的变化到 Z 方向的距离反馈信息产生和回送的响应速度—反馈速度的调节也很重要。理想的成像条件是在不引起共振的

前提下，尽量加快反馈速度为好。反馈速度的变化是通过调节“比例增益”和“积分增益”来实现的。一般来说，比例增益越大、积分增益越大，反馈速度就越快。对于大起伏样品，扫描时隧道电流变化很大，电流放大器易自激，产生共振。此时反馈速度和扫描速度都要尽量慢一些。

3. 在线操作控制软件。软件部份影响图像质量的关键因素是测量条件的正确选择（包括扫描区域的选择）。总起来说，如果要求图像分辨率高（原子级图像），则扫描范围要小，扫描速度要快，注意如需同时改变几个测试因素时，一般是逐一每改变一个参数就扫描一次、再根据图像情况决定是否进行下一次改变另一个参数的扫描。

4. 做光栅样品测试时，也可先将头部悬挂防振再做扫描。此时针尖在完成手动进针后，就应把探头平稳的悬挂好，稳定后再自动进针。

七. AJ—1 型 STM 离线软件

该图像处理及分析软件已安装在计算机内。启动软件先要在 USB 口插入微狗。然后单击屏上桌面的“AJ—1 离线软件”图标即可。该软件结构按功能共分为四大部分：

1. 文件管理方面：包含通常文件的打开、另存为、复制、移动和删除等功能，还有 ASCII 码的输出功能

2. 图形显示方面：有顶视图、表面视图（三维）、图像游览、及多重视图等。利用在线控制软件获得被测样品表面扫描的形貌图后，可用离线软件转成所需的各种视图。

3. 图像处理（变换）方面：为了获得理想的表面图像，要把各种影响图像质量的外来因素减小到最小程度，该软件提供了低通滤波、高通滤波、中值滤波、高斯滤波；以及卷积；清除噪声线；图像缩放、相减和平整；平面自适应；边缘增强；图像反转、旋转、二维功率谱及选择区域截取等功能。

4. 图像分析方面：获得理想的样品表面形貌图仅仅是第一步，必须对图像进行定量分析。该软件提供有自相关分析；Bearing 分析；颗粒分析；功率谱分析；粗糙度分析；深度分析；横截面分析；阶梯分析；宽度分析和功率谱比较及 Bearing 比较等功能。

软件还提供其它关于颜色条的设置、屏幕上图形文字输出等公用工具。

该软件的有些图像处理功能是经常要用到的。例如“平整”（Flatten）功

能可将像素与周边像素作加权平均，曲线的拟合阶数有 0 阶、1 阶、2 阶和 3 阶四种。而“平面自适应”(Plane Fit)可在 X 轴、Y 轴和 X—Y 方向做曲线拟合。另外还有“傅立叶变换”功能在分析原子图像时很有用。

八. 实验内容和要求。

1. 在掌握隧道效应的原理后，要仔细了解和熟悉 AJ—1 型 STM 系统的基本结构以及各部分的原理，特别是头部的工作原理。

2. 基本了解 AJ—1 型 STM 在线控制软件的使用方法，特别是主要测量参数的设置方法。

3. 按照教材上提供的方法认真精心地针尖和光栅、高序石墨样品。

4. 按照教材上第五点实验步骤的顺序，认真仔细的一步一步操作 STM，最后完成光栅样品表面形貌的测量，并存盘。

5. 再按高序石墨测试步骤的要求，仔细操作 STM 系统，完成高序石墨样品表面原子级图像的测量，并存盘。

6. 利用 AJ—1 型 STM 的离线图像分析处理软件，对所获得的样品图像进行初步处理和分析，具体包括平整、滤波处理及颗粒、深度分析等。

九. 思考和分析。

1. 阐述恒高模式和恒流模式的基本工作原理。

2. 通过对 STM 的实际操作，请说明和分析不同的扫描速度对样品表面形貌图的影响情况。

3. 样品偏压和隧道电流的不同设置对实验结果有何影响？

4. 用 STM 技术获得的样品表面形貌图实质上它表示的内容是什么？

参考文献

【美】陈成钧著，扫描隧道显微学引论，中国轻工业出版社，1996 年。

白春礼著，扫描隧道显微术及其应用，上海科学技术出版社，1998 年。

霍剑青著，大学物理实验（第四册），高等教育出版社，2002 年。

黄惠忠著，纳米材料分析，化学工业出版社，2003 年。

白春礼著，扫描力显微术，科学出版社，2000 年。

舒启清著，电子隧穿原理，科学出版社，1998 年。

王正行著，近代物理学，北京大学出版社，1995 年。

梁志德、王福编，现代物理测试技术，冶金工业出版社，2003 年。

吕斯骅等编，近代物理实验技术（I），高等教育出版社，1991 年。