

表面质量控制及检测

新型 AFM 原子分辨率导电探针技术研究

张欢^{1,2,3}, 马宗敏^{1,2,3}, 谢艳娜^{1,2,3}, 唐军^{1,2,3},
石云波^{1,2,3}, 薛晨阳^{1,2,3}, 刘俊^{1,2,3}, 李艳君⁴

(1. 中北大学 电子测试技术重点实验室, 太原 030051; 2. 中北大学 仪器科学与动态测试教育部重点实验室, 太原 030051; 3. 中北大学 仪器与电子学院, 太原 030051; 4. 大阪大学 工学研究科精密科学应用物理学专攻, 日本 大阪 565-0871)

摘要: 目的 制备新型导电探针, 解决目前探针针尖曲率半径较粗、饱磁力大、调频困难、不容易得到高分辨图像等问题。方法 向 Si 探针针尖蒸镀导电金属薄膜得到导电薄膜 Si 探针, 镀 Fe 薄膜厚度约为几纳米, 同时保证探针的曲率半径约 10 nm。利用透射电镜观察和超高真空原子力显微镜扫描镀膜前后探针 NaCl(001) 表面, 分析其性能。结果 自制的 Fe 薄膜 Si 探针由于蒸镀了金属薄膜, 探针针尖性能稳定, Si 探针扫描效果的悬挂键影响被消除, 同时提高了系统的扫描分辨率。结论 导电薄膜 Si 探针能够充分利用现有的仪器设备进行实验, 具有造价低、使用简单、性能稳定等优点, 可以作为将来磁交换力显微镜 (ME_xFM) 的磁性探针来测试材料的表面磁信息。

关键词: 导电薄膜; Si 探针; 原子分辨率; 磁交换力显微镜

中图分类号: TG174.444; TH742 文献标识码: A 文章编号: 1001-3660(2015)02-0115-04

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2015.02.022

Development of a Novel Conductive Probe at Atomic Resolution in UHV-AFM

ZHANG Huan^{1,2,3}, MA Zong-min^{1,2,3}, XIE Yan-na^{1,2,3}, TANG Jun^{1,2,3},
SHI Yun-bo^{1,2,3}, XUE Chen-yang^{1,2,3}, LIU Jun^{1,2,3}, LI Yan-jun⁴

(1. National Key Laboratory for Electronic Measurement Technology, North University of China, Taiyuan 030051, China; 2. Key Laboratory of Instrumentation Science & Dynamic Measurement, North University of China, Ministry of Education, Taiyuan 030051, China; 3. School of Instruments and Electronics, North University of China, Taiyuan 030051, China; 4. Department of Applied Physics, Osaka University, Osaka 565-0871, Japan)

ABSTRACT: Objective To prepare a novel conductive probe to solve the existing problems such as the relatively large curvature

收稿日期: 2014-09-15; 修订日期: 2014-10-22

Received: 2014-09-15; Revised: 2014-10-22

基金项目: 国家自然科学基金重点支持项目(91336110); 国家自然科学基金杰出青年基金(51225504); 国家自然科学基金(61274103)

Fund: Supported by the Major Program of the National Natural Science Foundation of China (91336110), the National Natural Science Foundation for Distinguished Young Scholars of China (51225504); and the National Natural Science Foundation of China (61274103)

作者简介: 张欢(1988—), 女, 山西人, 硕士研究生, 主要从事原子力显微镜探测技术、表面技术方面的研究。

Biography: ZHANG Huan (1988—), Female, from Shanxi, Master graduate student, Research focus: AFM, surface technology.

通信作者: 马宗敏(1980—), 男, 河北人, 讲师, 主要从事原子力显微镜开发方面研究。

Corresponding Author: MA Zong-min (1980—), Male, from Hebei, Lecturer, Research focus: AFM exploitation.

radius of the tip of the conductive cantilever, high saturated magnetic force, low resolution and bad modulation. **Methods** A conductive film Si probe was obtained by evaporating of the Si probe tip with conductive metal thin film, the thickness of the Fe film was only a few nanometers, and meanwhile the curvature radius was ensured to be around 10 nm. The probe NaCl(001) surface before and after coating was observed and scanned by TEM and UHV-AFM, respectively, and the properties were analyzed. **Results** Because of the metal thin film evaporation, the home-built Fe thin film Si probe had a stable probe tip performance, and the hanging key effect of Si probe scanning was eliminated. At the same time, the scanning resolution of the system was elevated. **Conclusion** Conductive film Si probe made full use of existing equipments for experiments. It has advantages such as low cost, easy to use and stable performance. It can be used as an important tool for the magnetic exchange force measurements in spin research at atomic resolution in the future.

KEY WORDS: conductive film; si probe; atomic resolution; MExFM

原子力显微镜(AFM)是1986年由Guate和Gerber发明的^[1],是基于扫描隧道显微镜(STM)^[2]发展起来的。AFM通过检测针尖与样品之间的相互作用力来进行样品表面性质成像,所以不需要样品导电,这可以广泛应用于导体、半导体以及绝缘体的表面形貌和性质的分析^[3]。近年来,AFM及其延伸的其它显微技术^[4-5]已经成为纳米/原子、分子领域非常重要的研究工具,广泛应用于物理、化学、材料等各个领域的研究。AFM中的核心部件是微悬臂以及固定于一端的探针,探针针尖的尖锐程度决定了AFM能否正确反映出样品表面与探针针尖之间微弱作用力的变化,以得到样品真实的表面形貌^[6]。而基于非接触式原子力显微镜(NC-AFM)发展起来的磁交换力显微镜(MExFM)^[7-8]现阶段所使用的导电探针存在探针针尖曲率半径较粗、饱磁力大、调频困难、不容易得到高分辨图像等问题。

为了解决此问题,本文针对目前实验所使用的探针存在的问题^[9-12],提出在现有的Si探针表面蒸镀一层导电Fe金属的方法,以充分利用现有仪器设备,同时保证探针针尖的稳定性。

1 实验

本研究利用自制金属探针蒸镀的方法。实验在Si探针上镀几纳米厚的Fe薄膜制备反铁磁性探针,在FePt探针表面蒸镀Fe薄膜。实验中的蒸发镀膜系统是由探针支座放置机构、磁性Fe金属板和耐热玻璃罩子组成。耐热玻璃罩子将金属板包裹住并在中间留孔,孔的尺寸要适中,孔的中心高度要与探针高度一致,这可以确保高能氩离子打出的金属离子不能过多的蒸镀到针尖上,但也不至于太少;磁性Fe金属板与水平面呈45°倾斜,这可以使得高能氩离子和金属离子能够以最合适的角度蒸镀到针尖上。

在制作导电探针之前,探针必须进行清理,方法如下:使用超高真空装备的Ar高能粒子枪击打Si探针表面,去掉表面氧化层和污染物等,得到前端干净的Si探针。实验选取的Si探针曲率半径约为5~10 nm,长104 μm,宽43 μm,弹性系数约为2000 N/m,共振频率约为1 MHz。

导电探针的制作方法如下:利用自制蒸发源,使用高能Ar粒子枪击打Fe,Co或者Mn板的表面,Ar粒子被击打在材料表面,以一定速度附着在Si探针表面形成金属薄膜,金属薄膜的厚度通常为几纳米。实验中,真空腔中的Ar气体压力为 1.33×10^{-4} Pa,为了比较在不同实验条件下生成的薄膜,我们选取了5次典型实验,实验条件汇总见表1。

表1 导电探针制作实验条件

Tab.1 The parameters for fabricating conductive probes

条件	时间/min	Ion energy / kV
条件1	480	2.0
条件2	600	2.0
条件3	600	2.5
条件4	1200	2.0
条件5	2400	2.0

2 结果与讨论

2.1 导电探针效果图

图1a—1f分别为Si探针在只经过表面氧化物清理的条件以及实验条件1—5的情况下,运用TEM观测到的探针针尖结果。从图1a中可以看出,Si探针针尖已经清洗干净,且针尖尖端尺寸约为3~5 nm。图1b为条件1下所制备的Si探针针尖TEM图,此时探针前端已经形成Fe薄膜,针尖上有少许Fe粒子团簇存在,粗略测量其电阻率约为100~500 kΩ,且探

针针尖半径没有明显变化。在同样的实验条件下,探针针尖经过 600 min 的 Fe 粒子溅射, Si 探针针尖的 TEM 结果如图 1c 所示,我们可以看到探针前端的 Fe 薄膜明显变多、变厚,同时探针针尖处的 Fe 团簇使得针尖的曲率半径增大,粗略测得其电阻率约为 100 ~ 200 kΩ。图 1d 为条件 3 下制备的 Si 探针针尖 TEM 图,与图 1c 相比,Fe 薄膜和团簇变得更加均匀,厚度略有增加,此时测得探针的电阻率约为 80 ~ 150 kΩ。由图 1e 和图 1f 可知,在条件 4 和 5 下制备的 Si 探针,Fe 薄膜的厚度继续增加,且图 1f 中的 Fe 薄膜分布比图 1e 中的 Fe 薄膜分布更加均匀,测得两者探针的电阻率已在 50 kΩ 左右。

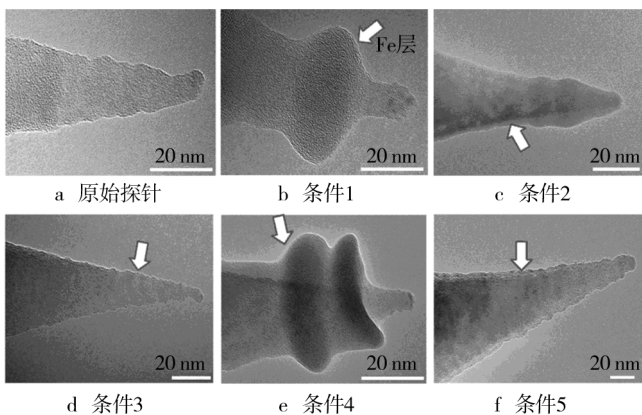


图 1 不同实验条件下的探针前端 TEM 图

Fig. 1 The TEM images of the probe tip under different experimental conditions

图 2a 为图 1f 中的探针针尖的前端放大效果,图 2b 为 Si 的菱形结构原子分布示意图。Si (111) 面原子间隔约为 0.31 nm,由此推断在 2400 min 的 Fe 粒子溅射情况下,探针针尖的曲率半径约为 9.01 nm, Fe 薄膜厚度为 0.3 ~ 0.5 nm。根据文献报道以及以往的经验,当探针针尖曲率半径小于 10 nm 时可以得到清晰的试样表面原子分布^[13],综合考虑探针电阻率、针尖曲率半径以及溅射时间与 Fe 薄膜的生长规律, Fe

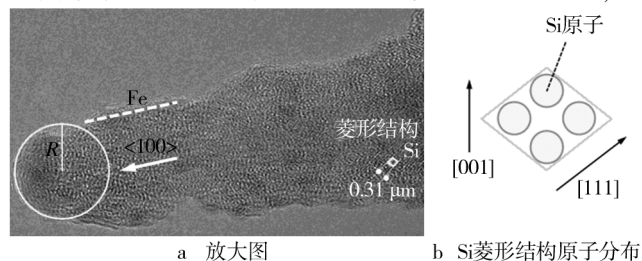


图 2 探针针尖的前端放大图及 Si 的菱形结构原子分布示意图

Fig. 2 The photograph of the probe tip and lattice of Si tip

粒子溅射的时间可以控制在 1200 ~ 2400 min 之间,这样既可以保证溅射效率,也能够得到满足要求的实验结果。

2.2 应用导电探针和 Si 探针的实验结果比较

为了验证上述自制导电探针的性质,本文选用与磁性材料 NiO 具有相似晶格常数和晶格排列的 NaCl (001) 晶面进行验证。消除 NaCl 晶体表面电荷堆积的影响^[14]之后,运用典型调频原子力显微镜 (FM-AFM)^[15]测量方法进行观察,选用探针本征频率 $f_0 = 950$ kHz,振幅 $A = 2$ nm,品质因子 $Q = 2308$,尺寸为 5 nm × 5 nm。实验选用没有蒸镀 Fe 薄膜的普通 Si 探针与蒸镀了 0.3 ~ 0.5 nm 厚 Fe 薄膜的探针对 NaCl (001) 晶面进行扫描比较,当探针频率变化 $\Delta f = -20$ Hz 时,所得结果如图 3 所示。

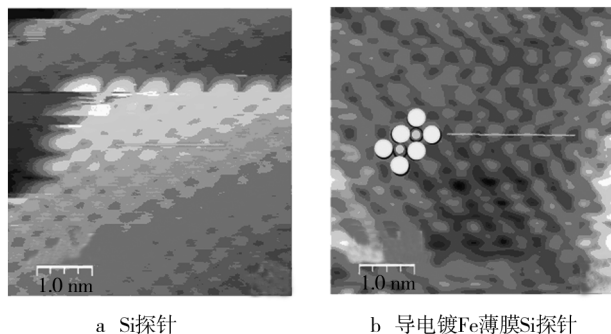


图 3 利用 Si 探针和导电镀 Fe 薄膜 Si 探针扫描 NaCl(001) 表面
Fig. 3 The AFM topography of NaCl (001) surface using Si probe without and with Fe film coating

图 3a 为利用 Si 探针扫描得到的 NaCl(001) 晶体表面结构,图 3b 为相同 Si 探针镀 Fe 薄膜后扫描得到的晶体表面结构。由图 3a 可以看出,利用普通 Si 探针扫描得到的表面结构中,基于系统的横向高分辨率,成功观察到了 NaCl(001) 表面的原子结构,部分 NaCl 原子结构发生改变, Si 探针针尖在扫描过程中容易发生变化,且具有一定的不稳定性,这主要是因为 Si 针尖顶端存在悬挂键,针尖易与 NaCl(001) 表面的 Na^+ 和 Cl^- 发生相互作用力,进行电荷间转移,最终导致 Si 探针针尖发生变化。图 3b 中的 NaCl(001) 表面的原子结构分辨率比图 3a 要高很多,同时扫描的原子结构没有发生改变,这反映了自制的 Fe 薄膜 Si 探针由于蒸镀了金属薄膜,探针针尖性能稳定, Si 探针扫描效果的悬挂键影响被消除,同时提高了系统的扫描分辨率。

由上述结果可知,利用 Fe 薄膜蒸镀 Si 探针的方

法可以得到性能稳定、分辨率高的 AFM 导电探针,与其他常用探针如 Q-Plus 和 Needle 探针相比^[16-17],此探针制作方法简单有效,与在 Si 基底上制备激光薄膜具有类似之处^[18]。本研究虽然得到了分辨率高、稳定性好的镀金属 Si 探针,但还需要在以下方面做进一步的研究:1) 进一步研究磁性材料表面性质,得到高分辨率磁性原子信息;2) 利用磁性材料验证镀 Fe 的 Si 探针的磁性能力,为磁交换力的测量做准备。

3 结语

本研究针对现有 AFM 所用导电探针针尖较粗、饱和磁力大、调频困难、不容易得到高分辨图像等问题,结合已有的 Si 探针,提出了一种利用金属薄膜蒸镀的方法,使导电材料薄膜 Si 探针的曲率半径在 10 nm 左右,Fe 薄膜厚度约为几纳米。利用此探针得到了清晰且稳定的 NaCl(001) 晶面的原子晶格信息。此方法能够充分利用现有的仪器设备进行实验,具有造价低,使用简单、性能稳定等优点,是未来解决磁性探针矫顽力高、针尖磁化方向与晶格表面磁化方向不一致的有效方法,同时此方法也可以应用在 MExFM 磁性探针制作上。

参考文献

- [1] BINNING G, GUATE C F. Atomic Force Microscope [J]. *Physical Review Letters*, 1986, 56(9): 930—933.
- [2] GIESSIBL F J. Advances in Atomic Force Microscopy [J]. *Reviews of Modern Physics*, 2003, 75(3): 949—983.
- [3] TIM J S, CALUM J D, PATRICK K. Atomic Force Microscopy: Imaging with Electrical Double Layer Interactions [J]. *Langmuir*, 1994, 10(2): 358—362.
- [4] MOHN F, GROSS L, MOLL N. Imaging the Charge Distribution within a Single Molecule [J]. *Nanotechnology*, 2012, 7(7): 227—231.
- [5] 中村胜吾. 表面物理 [M]. 北京: 学术书刊出版社, 1989.
- [6] ZHONGCUN S W. Surface Physics [M]. Beijing: Academic Books Press, 1989.
- [7] 周玉. 材料分析方法 [M]. 北京: 机械工业出版社, 2006.
- [8] ZHOU Yu. Materials Analysis Methods [M]. Beijing: Mechanical Industry Press, 2006.
- [9] KAISER U, SCHWARZ A, WIESENDANGER R. Magnetic Exchange Force Microscopy with Atomic Resolution [J]. *Nature*, 2007, 446(7135): 522—525.
- [10] SCHMIDT R, LAZO C, KAISER U, et al. Quantitative Measurement of the Magnetic Exchange Interaction Across a Vacuum Gap [J]. *Physical Review Letters*, 2011, 106(257): 202—208.
- [11] 薛慧, 马宗敏, 石云波, 等. 铁磁共振磁交换力显微镜 [J]. *物理学报*, 2013, 62(18): 180—184.
- [12] XUE Hui, MA Zong-min, SHI Yun-bo, et al. FMR-MExFM [J]. *Acta Physica Sinica*, 2013, 62(18): 180—184.
- [13] 李圣昆, 马宗敏, 张欢, 等. 纳米级自旋分离的铁磁共振成像研究 [J]. *中国科学*, 2014, 44(8): 821—827.
- [14] LI Sheng-kun, MA Zong-min, ZHANG Huan, et al. Spin Observation with Ferromagnetic Resonance Imaging at Nanoscale [J]. *Science China*, 2014, 44(8): 821—827.
- [15] CHEN M, NIKLES D E. Synthesis, Self-assembly, and Magnetic Properties of Fe_xCo_yPt_{100-x-y} Nanoparticles [J]. *Nano Letters*, 2002, 2(3): 211—214.
- [16] AKINIRO M, AKIHISA I, TAKAO M. Soft Magnetic Properties of Fe-based Bulk Amorphous Alloys [J]. *Materials Transaction*, 2000, 41(14): 1471—1477.
- [17] YUKINORI K, YOSHITAKA N, YAN J L, et al. Fabrication of Sharp Tungsten-coated Tip for Atomic Force Microscopy by Ion-beam Sputter Deposition [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2011, 82(113): 707—712.
- [18] HANS J B, GRAF K, KAPPL M. Physics and Chemistry of Interfaces [J]. Wiley-VCH, 2006, 45(55): 76—82.
- [19] ALBRECHT T R, GRUTTER P, HORNE D, et al. Frequency Modulation Detection Using High-Q Cantilevers for Enhanced Force Microscope Sensitivity [J]. *Journal of Applied Physics*, 1991, 69(6): 668—673.
- [20] FIESSIBL F J, FLORIAN P, TOYOAKI E. Comparison of Force Sensors for Atomic Force Microscopy Based on Quartz Tuning Forks and Length-extensional Resonators [J]. *Physics*, 2011, 84(125): 409—415.
- [21] GRUNEWALD U, BARTZKE K, ANTRACKT. Application of the Needle Sensor for Microstructure Measurements and Atomic Force Microscopy [J]. *Thin Solid Films*, 1995, 264(1): 169—171.
- [22] 徐均琪, 郭芳, 苏俊宏, 等. 激光薄膜的设计与制备 [J]. *表面技术*, 2014, 43(2): 75—78.
- [23] XU Jun-qi, GUO Fang, SU Jun-hong, et al. Design and Preparation of Laser Film [J]. *Surface Technology*, 2014, 43(2): 75—78.