

生物化学仪器指南

第四册

扫描隧道显微镜、 电子显微镜及有关设备

姚骏恩 主编

科学出版社

(京)新登字 092 号

内 容 简 介

本书是《生物化学仪器指南》的第四册。主要介绍扫描隧道显微镜、透射电子显微镜、扫描电子显微镜和电子探针X射线微区分析仪、X射线波谱仪、X射线能谱仪;图像分析和处理系统,常用的制样设备如离子减薄仪、临界点干燥器、超薄切片机及有关设备和冷冻蚀刻仪器等。分别描述这些仪器和设备的原理、结构、使用、安装及验收、附件和简单的应用,并附录了一些商品的性能和规格。可供大专院校有关专业师生、科研单位和器材部门的工作人员、进出口公司的外贸人员参考。

生物化学仪器指南

第四册

扫描隧道显微镜、电子显微镜及有关设备

姚骏恩 主编

责任编辑 赵甘泉

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100707

中国科学院印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1992年4月第 一 版 开本:787×1092 1/16

1992年4月第一次印刷 印张:9 3/4 插页:8

印数:1—1 200

字数:243 000

ISBN 7-03-002709-4/Q·362

定 价: 13.20 元

序 言

自1982年《生物化学实验技术》丛书问世以来,深受同行的欢迎。但是这套丛书在描述各种生化实验技术时,由于篇幅所限,对通常使用的各类仪器只作粗浅的介绍。为了弥补这方面的不足,使生化工作者在从事实验研究时,更好地了解 and 操作这些仪器,我们决定主编这套《生物化学仪器指南》书,作为前套丛书的姊妹篇。

近代生物学的长足进步,主要是与测度和观察以及制备技术的进步平行发展着的。而这一方面的进步又是和仪器与仪器的构筑 (instrument and instrumentation) 分不开的。人们常常说科学已进入生物学的世纪,这正是由于上述两种进步促成的。在生物学发展过程中进步表现在两个方面:即一些新概念的提出,及一些存在的观念在实验上的体现。只要想一想50—60年代里Watson和Crick的关于核酸分子的双螺旋模型的提出、DNA分子的半保留复制方式的证明和X射线衍射及超离心实验技术的关系,就可以明白技术的进步是怎样地推动了本世纪下半叶生物学的进步。

我国目前在实验室工作中困难很大的一部分来自生物学工作者常常不熟悉仪器,而许多技术工作者又常常不了解生物学工作者的思路。其结果是常常产生一些方法学的错误与解释上的讹谬,甚至在实验技术上无从着手。解决这种困难的办法一方面应该是加强不同训练背景之间的人员合作,另一方面则应使两种工作人员在知识上及训练上做一定程度的相互渗透。渗透可以保证两种工作人员产生共同语言以进行概念及实验上的交换。我们这套书正是朝着这一方向努力,希望它既有益于“纯粹的”生物学工作者,也有助于“纯粹的”技术工作者。

近年来,我国大量进口与引进了国外的先进实验仪器以作为实验中的工作手段。但是只要到一些科研与教学单位去看一下,便知道这些仪器的使用常常远非是合理的,有的“大材小用”,有的搁置不用,有的则物非其用。其结果是外汇已经用了,实验室空间也占满了,但未能明显地推动研究工作。

仪器随着其自动化程度、精度以及用途的多样性,其价格差别也很大。对于一个购置仪器的人来说,首先要明白自己需要什么,能付的预算款有多少。对于仪器来说绝非按钮愈多愈好,它和使用者的目的是一致的。仪器的最佳选择应该是对研究工作者的工作完成有所裨益。

这套书介绍了仪器的原理、使用及其应用范围。在我们的书中登了一些厂家产品介绍,主要是作为例证式的介绍,当然它们不一定是唯一的选择。在仪器的选择中技术以外的因素,例如价格、伺服的简便性、实验人员使用仪器的频度也常常是选型所必不可少的考虑因素。

这套书定名为《生物化学仪器指南》,但考虑其内涵则并不局限于生化仪器,或者说它涉及的是在近代生物学中与生化方法一同使用着的仪器。全书分四册,依仪器使用者的宽度 (popularity),而定其先后次序予以介绍。读者可以由本书目录中看到被介绍的仪

器中有的在发展阶段上已较成熟,但有的尚在其襁褓阶段。总的说来,成熟的仪器易于使用,但难于得到非常理想的结果;研制中的仪器,使用者的技巧要高、投资风险要大,但开拓的可能也大些,这一些细心的读者当能心领神会。

这套书初步分为《光谱仪器》,《色谱仪器》,《波谱仪器、离心机、X射线衍射仪等》及《扫描隧道显微镜、电子显微镜及有关设备》四册,它既可以分册使用,又互相配合,成为一个有机整体。近代的信息爆炸(information explosion)造成出版泛滥,有的书卷帙浩繁,不胜阅读之苦。我们的书以图释文,以电报式的语句,言简意赅地说明问题。我们力求使读者获得有用信息的同时能在金钱、时间及判断的花费上付出最低值。我们希望这些目的能够达到,并欢迎广大读者指正。

徐 浩

前 言

本书系《生物化学仪器指南》的第四册,内容包括扫描隧道显微镜、电子显微镜及有关设备。扫描隧道显微镜是 80 年代初期才发展起来的一种新型显微镜,不仅在三维空间都达到了原子分辨率,而且还克服了电子显微镜中样品必须处于真空中的限制,可在大气、真空,甚至液体环境中观察生物体在自然状态下的实际情况;避免了电镜生物样品制备过程中及在真空下因脱水而引起的假象;也不存在高能电子束对样品的辐照损伤。用扫描隧道显微镜已直接观察到了含水状态下的 DNA 双螺旋结构,甚至碱基对;也第一次观察到了 Si(111) 7×7 表面重构,解决了表面物理中二三十年来没有解决的难题,引起了科学界的极大重视,并获得了飞速发展和应用,为此每年召开一次国际学术会议和展览会。电子显微镜自 1931 年研制成功,半个多世纪来为人类揭示丰富多采的微观世界奥秘提供了强有力的手段,在生物、医学、物理、化学、微电子学、材料科学等领域及工农业生产中发挥了重要作用,在分子水平上揭示了生物的微观结构,使生命科学跃上了一个新的台阶。因而,扫描隧道显微镜的发明者 G. Binnig 和 H. Rohrer 博士与电子显微镜的创始人 E. Ruska 教授一起分享了 1986 年诺贝尔奖的物理学奖。

本书介绍了最新的扫描隧道显微镜,以及已相当成熟的透射电子显微镜、扫描电子显微镜和电子探针 X 射线微区分析仪。后三种仪器在原理、结构和使用等方面有许多相同之处,读者可互相参照阅读。作微区成分分析用的 X 射线波谱仪和能谱仪,以及在现代电镜技术中已广泛应用的图像分析和处理系统都有公司单独生产,用户可自行选购,所以分别列章予以介绍。样品制备是电子显微术中的关键,本书叙述了一些常用的制样设备,如离子减薄仪、临界点干燥器、超薄切片机及有关设备和冷冻蚀刻仪器等。本分册对这些仪器、设备的原理、结构、使用、安装及验收、附件和简单的应用作了概略说明,并附录了一些商品的性能规格,也提出了一些选购仪器的经验供参考。在编写过程中虽尽量收集了一些最新的资料,但由于仪器发展十分迅速,更新换代极快,难以收集齐全,而且篇幅有限,只能简要地作一些介绍。希望本书能对读者有所裨益,并欢迎广大读者批评指正。

姚骏恩

1991 年 4 月 9 日

目 录

序言.....	i
前言.....	iii
第一章 扫描隧道显微镜.....姚骏恩	1
一、引言.....	1
二、原理.....	2
三、仪器描述及几个关键技术问题.....	3
(一) 样品和针尖间距的粗调和细调	5
(二) 三维扫描和控制器件	5
(三) 针尖的制备	6
(四) 减震阻尼系统	6
(五) 电子学控制、微机采样及图像处理系统	7
四、性能指标和验收.....	9
五、选购知识.....	10
六、仪器进展.....	13
七、应用.....	13
参考文献.....	15
第二章 透射电子显微镜.....黄孝瑛	16
一、电子显微镜技术发展简史.....	16
二、电镜工作原理和电镜构造.....	16
(一) 电镜工作原理	16
(二) 电磁透镜	17
(三) 电镜的构造	17
(四) 电镜性能及其发展动向	24
三、电镜图像类型和分析电子显微术.....	25
四、分辨本领和放大倍数的测定.....	27
(一) 分辨本领的测定	28
(二) 放大倍数的测定	29
五、电镜选购、安装与验收.....	29
(一) 选购电镜的一般考虑	29
(二) 电镜安装的一般要求	30
(三) 震动	30
(四) 环境磁场	31
(五) 电源	31
六、电子显微镜技术的应用.....	33
参考文献.....	33

第三章 扫描电子显微镜	谢信能、张存珪	34
一、引言.....		34
二、基本原理.....		35
(一) 图像的形成和放大倍数.....		35
(二) 图像反差、分辨率和景深.....		35
三、仪器结构及各部件的作用.....		36
(一) 电子枪.....		37
(二) 磁透镜及像差.....		38
(三) 三级缩小系统.....		39
(四) 扫描系统.....		40
(五) 信号接收系统.....		40
(六) 真空系统.....		41
四、性能测试.....		41
五、仪器种类、常用附件及今后发展.....		43
六、订货原则及安装要求.....		49
七、应用.....		49
参考文献.....		52
第四章 电子探针 X 射线微区分析仪	王文瑛	53
一、引言.....		53
二、电子探针微区分析原理.....		53
(一) X 射线晶体分光光谱法(X 射线波谱法).....		54
(二) X 射线能谱法.....		54
三、电子探针的基本结构.....		55
(一) 电子光学系统.....		55
(二) X 射线晶体分光、测量和记录系统.....		57
(三) 图像信号检出、显示单元.....		58
(四) 光学显微镜.....		58
(五) 样品室和样品台微动装置.....		58
(六) 电子计算机自动控制和数据处理系统.....		58
(七) 真空系统.....		58
(八) 电源系统与冷却系统.....		59
四、性能测试与验收.....		59
(一) 验收项目.....		59
(二) 验收指标及测试方法.....		59
五、选购仪器需知.....		64
六、电子探针的应用.....		67
参考文献.....		69
第五章 图像处理和图像分析	章一鸣	70
一、引言.....		70
二、图像的数字化.....		70

三、图像的采集	71
四、图像处理	72
(一) 点处理	72
(二) 空间邻域处理	74
(三) 几何处理	75
(四) 多幅图像处理	75
五、图像分析	76
六、更为先进的图像处理功能	78
(一) 快速傅立叶变换(FFT)	78
(二) 由一组二维截面图像重建三维立体图	78
(三) 三维立体测量	78
(四) 颗粒边界重建	79
(五) 凝聚球体的分解	79
七、图像处理系统的分类	79
第六章 X射线波谱仪 姚文浩	82
一、引言	82
二、X射线波谱仪的原理	82
(一) 结构原理	83
(二) 波谱仪机构中的重要部件	84
三、X射线波谱仪仪器	92
(一) X射线波谱仪与扫描电镜的配接方式	92
(二) X射线波谱仪的主要性能指标	93
(三) X射线波谱仪的进展和用户须知	94
(四) 安装验收	95
四、X射线波谱仪的使用	98
参考文献	98
第七章 X射线能谱仪 章一鸣	99
一、引言	99
二、特点与局限性	100
三、X射线能谱的形成	102
四、定性分析和定量分析	103
五、生产X射线能谱仪的主要公司及其型号	104
六、展望	106
(一) 不使用液氮的探测器	106
(二) 提高探测器的能量分辨率	106
(三) 提高探测灵敏度	107
(四) 发展成为综合性显微分析仪	107
七、对用户的几点建议	107
八、X射线能谱仪的安装与验收	109
参考文献	109

第八章 离子减薄仪	李树强	110
一、引言		110
二、离子轰击减薄技术的基本原理		110
三、仪器的基本结构		111
(一) 样品室		112
(二) 真空系统		112
(三) 供电及控制系统		113
四、仪器的技术条件		113
五、离子减薄技术的应用		114
(一) 实验条件的选择及其对样品质量的影响		114
(二) 离子减薄技术的应用及样品的制备程序		116
六、结语		118
第九章 临界点干燥仪	卢宝廉	119
一、引言		119
二、工作原理		119
三、LG-1 型临界点干燥仪主要技术参数		120
四、种类、型号及产地		121
五、样品制备操作程序		121
六、仪器使用方法 (以 LG-1 型为例)		123
七、保养与故障维修 (以 LG-1 型为例)		124
八、仪器附件 (以 LG-1 型为例)		125
九、应用范围		126
参考文献		127
第十章 超薄切片机及有关设备	乔宝义	128
一、引言		128
二、超薄切片机		129
三、冰冻切片系统		132
四、快速冷冻固定设备		134
五、冷冻替换器		136
六、样品包埋处理器		137
七、玻璃制刀机		137
八、钻石刀		138
九、结束语		138
第十一章 冷冻蚀刻技术及仪器	鲁崎唔	140
一、冷冻蚀刻技术的特点		140
二、冷冻蚀刻技术、制样步骤、原理及要求		140
三、商品冷冻蚀刻仪简介		143

第一章 扫描隧道显微镜

姚 骏 恩

一、引 言

直接观察物体中的单个原子像是科学家们长期奋斗的目标。80年代初发展起来的扫描隧道显微镜 (scanning tunneling microscope, 简称 STM), 是继场离子显微镜 (FIM) 和透射式电子显微镜 (TEM) 之后, 第三种能够直接观察到单个原子像的显微镜。不仅其横向分辨率可达 $0.1\text{--}0.2\text{nm}$, 而且, 深度分辨率高达 0.01nm 。更重要的是它克服了 FIM 和 TEM 中样品必须处于真空中的限制, 可在大气、真空、甚至液体环境中观察物体在自然状态下的表面现象和实际状态。避免了生物样品在真空中因脱水而产生的假象, 以及固体材料因制成超薄样品后与原来大块样品性质间的差异, 也不存在高能电子束对试样的辐照损伤。用 STM 第一次在实空间清楚地直接观察到了 Si (111) 表面 7×7 结构的原子空间位置^[1,2], 解决了表面科学中长期争论不休的难题; 也直接观察到了含水的生物样品, 如病毒和组成蛋白质分子的 DNA 内部结构等, 在各科学技术领域中有着广阔的应用前景。因而扫描隧道显微镜的创制者 G. Binnig 和 H. Rohrer 博士和 50 余年前发明电子显微镜的 E. Ruska 教授一起获得了 1986 年诺贝尔奖金物理学奖。以上三种原子分辨率显微镜的性能比较列于表 1-1。

表 1-1 三种原子分辨率显微镜的性能比较¹⁾

	FIM	TEM	STM
横向分辨率	$0.1\text{--}0.2\text{nm}$	$0.1\text{--}0.2\text{nm}$	$0.1\text{--}0.2\text{nm}$
深度分辨率		$\sim 10\text{nm}$	$\sim 0.01\text{nm}$
使用条件	超高真空	高真空	大气, 液体, 真空
辐照损伤		有	无
样品制备	难	一般	容易, 一般, 难 ¹⁾
成像解释	易	一般	容易, 一般, 难 ¹⁾
观察范围	nm	nm 以上	$\text{nm--}\mu\text{m}$

1) 难易程度视所研究的样品而定。

我国的扫描隧道显微学工作始于 1986 年。中国科学院北京电子显微镜实验室自行设计的扫描隧道显微镜与中国科学院化学研究所合作, 于 1987 年 11 月在国内首先研制成功并达到原子分辨率, 图像质量达到国际先进水平。北京大学、中国科学院化学研究所、西安交通大学和中国科学院上海原子核研究所等也先后研制成功原子分辨率扫描隧道显微镜。中国科学院北京电子显微镜实验室研制、中国科学院北京科学仪器研制中心 (中国科学院科学仪器厂) 小批生产的 SSX-1 型扫描隧道显微镜, 具有计算机图像处理 (如三维彩色显示、傅里叶变换等) 及图像分析等功能, 质量达到国际先进水平, 中国科学院

北京电子显微镜实验室和化学研究所研制的扫描隧道显微镜获国家科学技术进步奖二等奖。我国现有 STM 数十台,在生物 DNA、人工脂和天然膜、超导材料、有机导体、超精表面等研究方面也获得了可喜的成果。

二、原 理

Fowler 等于 1928 年首次提出了隧道效应:波可穿过高度为 V 的势垒而传布。对于一个样品,其内部电子由于波粒二重性,也可通过隧道效应而穿过样品表面,形成弥散的电子云。其密度随离样品的距离以指数衰减。

扫描隧道显微镜就是利用曲率半径为原子尺度的针尖在样品表面扫描,根据量子隧道效应来获取样品表面图像的。当针尖与样品表面非常接近,其电子云互相重叠,在这两物体间施加一电压 V (通常为 2mV — 2V) 电子就可因量子隧道效应由针尖(或样品)转移到样品(或针尖),在针尖和样品间形成隧道电流。隧道电流 I 可表示为:

$$I/V \propto \exp(-2kZ)。$$

这里, Z 为针尖与样品间的距离, k 为衰减系数。真空中, k 由对应处样品和针尖的平均功函数 Φ 确定:

$$k = \hbar^{-1} \sqrt{2m_e \Phi}$$

其中, m_e 为电子质量。若功函数 Φ 为 4eV , 则 $k = 10\text{nm}^{-1}$ 。

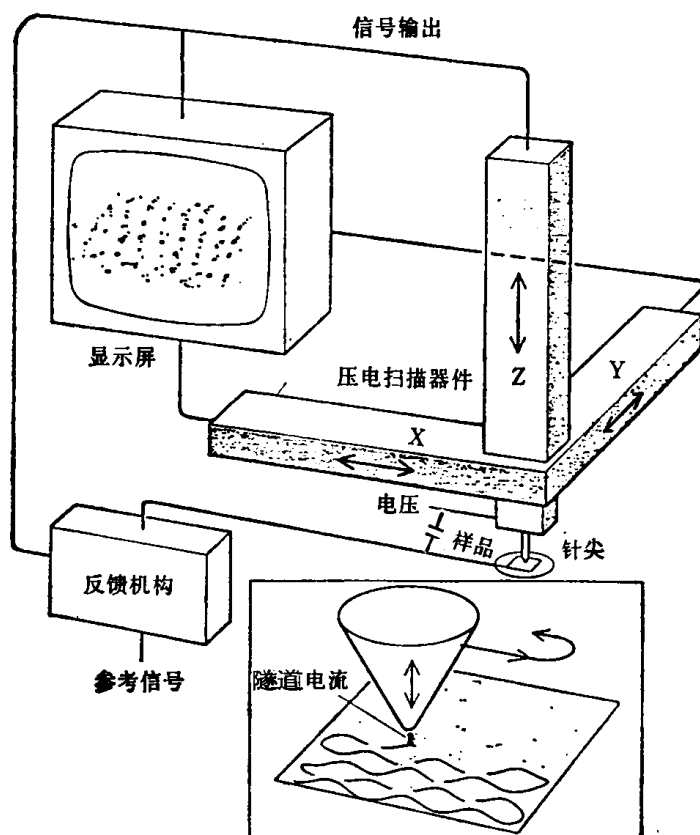


图 1-1 扫描隧道显微镜的基本结构

由于隧道电流 I 与针尖和样品间距 Z 成指数关系,间距增加 0.1nm ,隧道电流将减

少一个量级,因此可以通过一反馈回路来控制间距 Z 以保持隧道电流值不变,并从反馈回路取出反映样品表面起伏或电子态的信号(图 1-1)。若隧道电流值的变化维持在 2% 以内,则针尖与样品间的距离变化可以保持在 1pm 左右。因此,STM 在与样品表面垂直方向上的深度分辨率可达几个 pm。STM 在沿样品表面方向的横向分辨率 $\delta(A)$,可粗略地以下式来估计:

$$\delta = [(2\text{\AA})(R + Z)]^{1/2}.$$

这里, R 是针尖的曲率半径。当 $R \gg Z$ 时,分辨率决定于针尖端的曲率半径。在理想情况下,针尖上仅有一个原子参与隧道效应,即 $R \ll Z$,则分辨率决定于 Z 。当 R 与 Z 都小到原子尺度时,可以得到表征样品表面原子排列和原子形态的清晰图像。

这种保持样品与针尖间距离 Z 不变,即隧道电流 I 不变的工作方式称为恒电流模式(图 1-2a)。也可以采用恒高度模式,即保持针尖的高度不变,而取变化的隧道电流为信号来成像(图 1-2b)。恒高度模式更适用于快速扫描和观察原子级的平整表面^[4]。

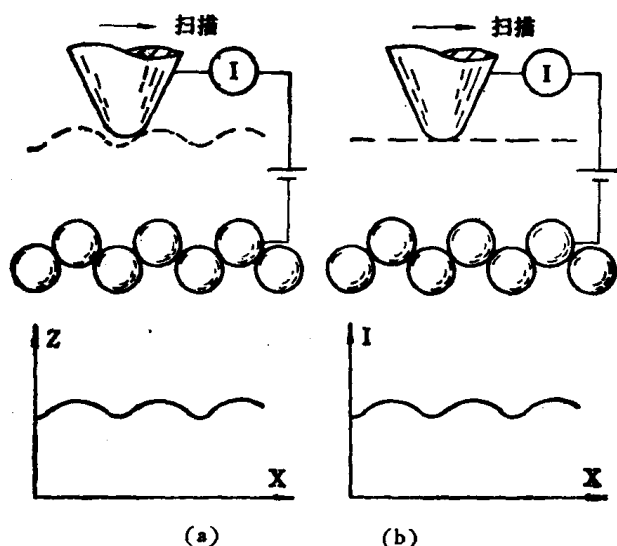


图 1-2 扫描隧道显微镜的工作模式
(a) 恒流模式; (b) 恒高模式

利用 STM 还可进行扫描隧道谱 (scanning tunneling spectroscopy, 简称 STS) 的研究。当针尖处于某一扫描点并在偏压 V 上叠加一个高频电压 ΔV , 用锁相放大器测定隧道电流 I 的变化, 得到 $\frac{dI}{dV} \sim V$ 隧道谱线, 便可获得样品的表面电子结构信息。利用样品和针尖间距离与隧道电流和偏压的依赖关系:

$$\phi^{\frac{1}{2}} \cong d(\ln Q)/dz,$$

即可测定该点处的功函数, 从而确定表面的原子组成。这里, Q 是针尖与样品间的电阻。此外, 在观察表面形貌时, 也可用这个方法区分由功函数 ϕ 的变化而引起的假象。

三、仪器描述及几个关键技术问题

中国科学院北京电子显微镜实验室研制、中国科学院北京科学仪器研制中心生产的

SSX-1A 型扫描隧道显微镜外形照片见图 1-3。

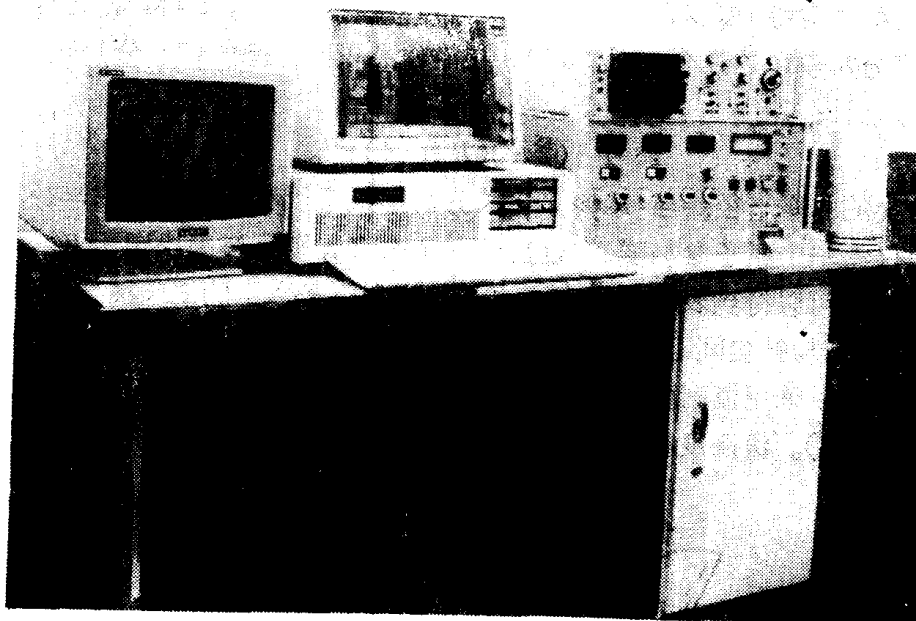


图 1-3 SSX-1A 型扫描隧道显微镜
(中国科学院北京电子显微镜实验室)

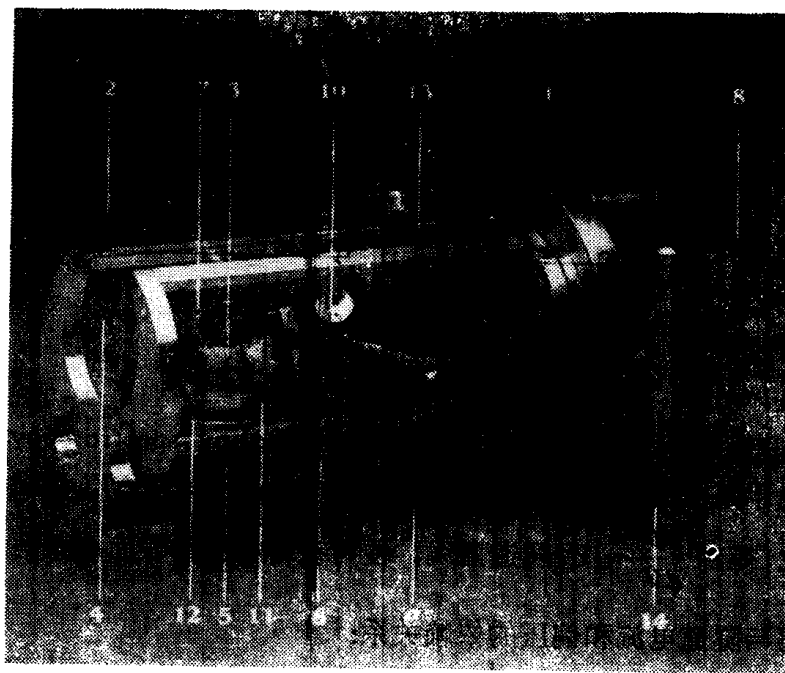


图 1-4 美国 Park Scientific Instruments 公司生产的 STM-SU2
型超高真空 STM 主体部分

扫描隧道显微镜主要由扫描主体、电子控制线路以及图像显示和处理等部分组成。超高真空 STM 还配有超高真空系统(本文从略)。

美国 Park Scientific Instruments 公司生产的超高真空 STM-SU2 主体部分(图 1-4),可装入用户已有的表面分析仪器的超高真空室内。主体部分装在带有把手(14)、

外径为 8 in* 的法兰盘 (1) 上。由于采用了开启式结构 (2) 和挠性样品台 (3), 可从 4 个方向装卸样品。设有双级弹簧悬浮 (4) 和磁铁涡流阻尼 (5), 因而可不再采用其它阻尼装置; 换样品和针尖时可用锁紧结构 (6) 固定; 针尖架 (7) 上可装 7 个针尖; 通过光学显微镜 (8), 光导管照明 (9) 和反射镜 (10) 可观察到样品和针尖区域; 温度传感器 (11) 可监测温度变化及防止烘烤温度过高; 超高真空步进马达 (12) 调节样品和针尖间的距离; 移动罩 13 用于屏蔽来自其它分析部件的热辐射, 并防止异物落入。

扫描隧道显微镜的横向分辨率为 0.1—0.2nm, 深度分辨率为 ~0.01nm。为此, 必须解决一系列的技术问题, 如调节样品进入隧道电流状态, 保持隧道间隙的稳定, 针尖的 X 与 Y 扫描, 隧道电流的检测和针尖位置 Z 的控制, 针尖的制备和外界震动、干扰的消除等^[4]。

(一) 样品和针尖间距的粗调和细调

为了能方便地换装样品和调试进入隧道电流状态, 调节系统应有粗调 (几微米到十几毫米) 和细调 (几纳米到几十纳米) 机构, 如差动螺旋, 杠杆, 齿轮, 斜面, 尺虫爬行马达 (inchworm motor) 和移动器 (louse) 等。SSX-1 型 STM 的主体结构示于图 1-5。针尖的粗细调结构与文献 [3] 相似。针尖 T 和样品 S 间的距离可用固定在机架 F 上的两个粗调螺杆 M_c 和细调螺杆 M_f 来调节。由于 M_f 顶点离 M_c 支点的距离为针尖离 M_c 支点的 10 倍, T 的位移量仅为 M_f 的十分之一, 从而达到细调的目的。 M_f 由步进马达驱动。由于样品是水平放置的, 也可以观察处于液体中的样品。样品可由 SM 螺杆移动 $\pm 2\text{mm}$ 。

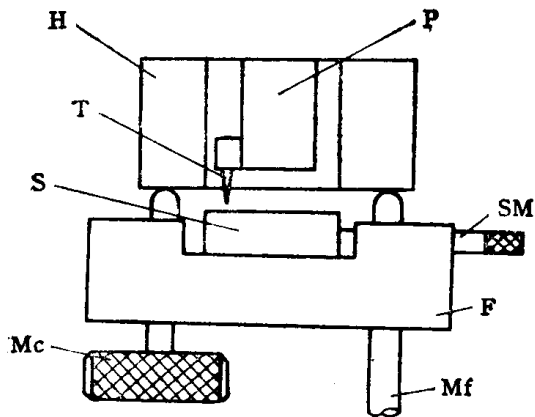


图 1-5 SSX-1 型 STM 主体结构

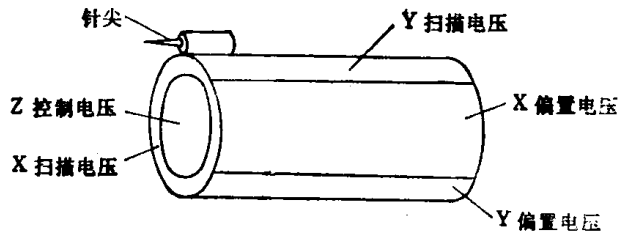


图 1-6 压电陶瓷管三维扫描控制器件

(二) 三维扫描和控制器件

扫描隧道显微镜的横向分辨率高达 0.1—0.2nm。为在荧光屏上能清晰地分辨这样的细节, 图像的放大倍数应在数千万倍—几十万倍间变化; X, Y 方向的扫描范围通常为几个纳米到几百纳米。与其深度分辨率 0.01 nm 相适应, Z 向的移动量应为几个 pm 至数百纳米以上。同时, 为了减小外界震动等干扰和提高扫描速度, 扫描控制器件的质量应尽可能小、刚度尽可能高以提高其固有谐振频率。除了图 1-1 中所示的 X, Y, Z 棒状扫描压电器件外, 很多 STM 如我国的 SSX-1 型采用 Binnig 等提出的压电陶瓷管^[6]作为

* in = 0.0254m。

三维扫描控制器件。管长 12.7mm，外径 6.35mm，壁厚 0.5mm，管表面等分为相邻 90°、与 Z 轴平行的四个电极（图 1-6）。针尖固定在其中的一个电极上。相邻的两对电极上施加交流扫描电压时，针尖便在垂直于管轴 Z 的 X、Y 方向扫描。两个电极上叠加一可变直流偏置电位，即可改变针尖在样品表面的扫描区域。针尖在 Z 方向的高低变化则由加在内管壁上的电压使整个管子伸缩来控制。这种陶瓷管 X、Y、Z 三个方向的压电响应约为 5nm/V，垂直于管轴和平行管轴方向的固有谐振频率分别为 8kHz 和 40kHz 左右。

（三）针尖的制备

针尖的制备在扫描隧道显微镜中也是一个关键问题。通常使用由机械加工方法获得的铂铱合金尖和化学腐蚀法制得的钨针尖。用直径为 0.2mm 的钨丝加直流电压在浓度为 2mol/L NaOH 溶液中进行化学腐蚀，即可得到尖端曲率半径为 0.1μm 左右的针尖（制备方法与电子显微镜场发射电子枪的阴极尖腐蚀法相似）。针尖的曲率半径可用扫描电子显微镜测定。

利用这种曲率半径约为 0.1μm 的针尖可以得到原子分辨率的图像表明，在进入隧道电流状态后针尖尖端处往往会自动形成一个单原子尖。

（四）减震阻尼系统

扫描隧道显微镜工作时对于减震的要求是十分苛刻的。其深度分辨率为 0.01nm，针尖与样品间隙也仅为零点几个纳米，外界震动干扰有可能使间隙增大而脱离隧道电流状态，或无法探测到有用的样品表面信号。建筑物的谐振频率一般为 20Hz 左右。

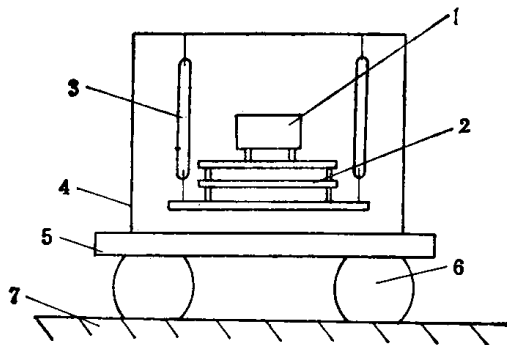


图 1-7 扫描隧道显微镜的减震阻尼系统

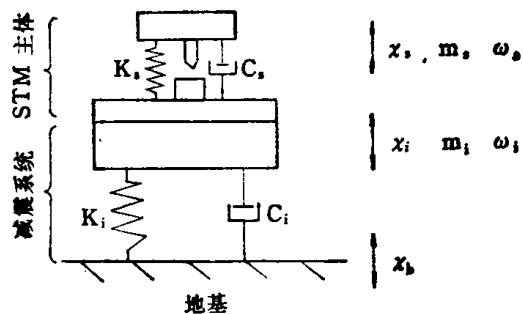


图 1-8 简化的扫描隧道显微镜主体及其减震系统的振动模型

通常采用多级减震系统。如图 1-7 所示，1 为扫描隧道显微镜主体，2 为钢板和橡胶圆柱组成的防震台，3 是弹簧或橡胶带，上端悬于金属屏蔽箱 4 内，大质量的钢板或工作台 5 置于空气垫 6 上，7 是实验室地基^①。

为了便于分析，将整个装置简化为图 1-8 所示的模型，分为 STM 主体和减震系统两部分。在外界干扰 $f(t)$ 的作用下 STM 主体的运动方程为：

$$M_i \ddot{x}_i + (C_i + C_s) \dot{x}_i - C_s \dot{x}_s + (K_i + K_s) x_i - K_s x_s = f(t)$$

$$M_s \ddot{x}_s - C_s \dot{x}_i + C_s x_i - K_s x_i + K_s x_s = 0$$

其中 M_i 为减震系统的总质量，

M_i 为 STM 主体的总质量,
 K 为弹性常数,
 C 为阻尼常数,
 X 为振幅。

下标 i, s 分别表示减震系统和 STM 主体。

图 1-9 中的曲线 i 为减震系统对地基的传递函数:

$$Z_i = 20 \lg(X_i/X_b);$$

曲线 s 为扫描隧道显微镜主体对减震系统的传递函数:

$$Z_s = 20 \lg[(X_s - X_i)/X_i];$$

曲线 q 表示总的传递函数:

$$Z = 20 \lg[(X_s - X_i)/X_b]。$$

这里 X_b 是地基的振幅。

横座标是对减震系统谐振频率 ω_i 规一化的振动频率 ω , $\omega_i = (K_i/m_i)^{1/2}$ 。这里选取扫描隧道显微镜主体的谐振频率 $\omega_s = (K_s/M_s)^{1/2}$ 等于 ω_i 的 100 倍。由这些曲线可知:

- (1) 降低减震系统的谐振频率 ω_i , 可以削弱外界高频振动的干扰影响;
- (2) 增加扫描隧道显微镜主体的谐振频率 ω_s , 可以降低低频的干扰;
- (3) 同时降低减震系统的谐振频率 ω_i 和提高扫描隧道显微镜主体的谐振频率 ω_s , 可以在频率为 ω_i 和 $100\omega_i$ 间的平坦部分使外界震动减小 80 dB。

为此,在设计制造扫描隧道显微镜时应使主体部分的质量尽可能小,刚度尽可能高并用谐振频率尽可能低的减震系统。然而,由于主体部分包括样品、样品架及其位置粗调和细调机构、扫描控制器件和针尖等部分,刚性不够理想,谐振频率 ω_i 不可能很高。用弹簧或橡胶带 3 (图 1-7) 悬挂的系统,其谐振频率 $f_{1,2}$ 可由下式求得:

$$f_{1,2} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{g/\Delta} = 0.5 \text{ Hz} \sqrt{1/\Delta (\text{以 m 计})}$$

式中 g 为重力加速度, Δ 为橡胶带的伸长度。当 $\Delta \cong 1\text{m}$ 时, $f_{1,2} \cong 0.5\text{Hz}$, 即谐振频率可小于 1Hz。

(五) 电子学控制、微机采样及图像处理系统

SSX-1 型 STM 的电子学控制、微机采样及图像处理系统(图 1-10a) 包括:

- (1) X、Y 扫描电路, X 扫描频率为 1—300Hz, Y 扫描为每帧 128, 256, 512 或 1024 行, 分别加到压电陶瓷器件相应的电极上, 使针尖在样品表面上扫描。X、Y 扫描电压也可由计算机通过数模转换经放大后输出;
- (2) 偏压回路, 在针尖与样品间施加一直流偏压, 通常为 2mV—2V, 极性可变;
- (3) 前置放大电路, 隧道电流为 nA 量级, 经前置电路(电流-电压转换器)输给反馈回路。为减小外界干扰并提高频率响应, 前置电路直接固定在主体的机架上;

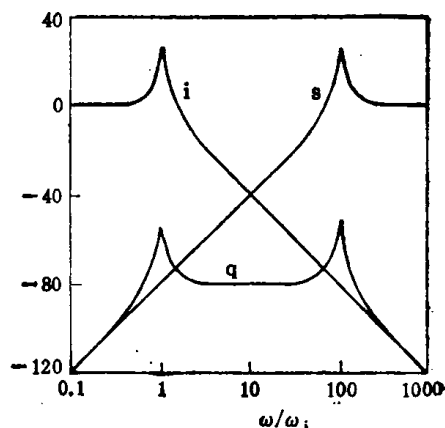


图 1-9 扫描隧道显微镜主体及防震系统的振动阻尼传递函数

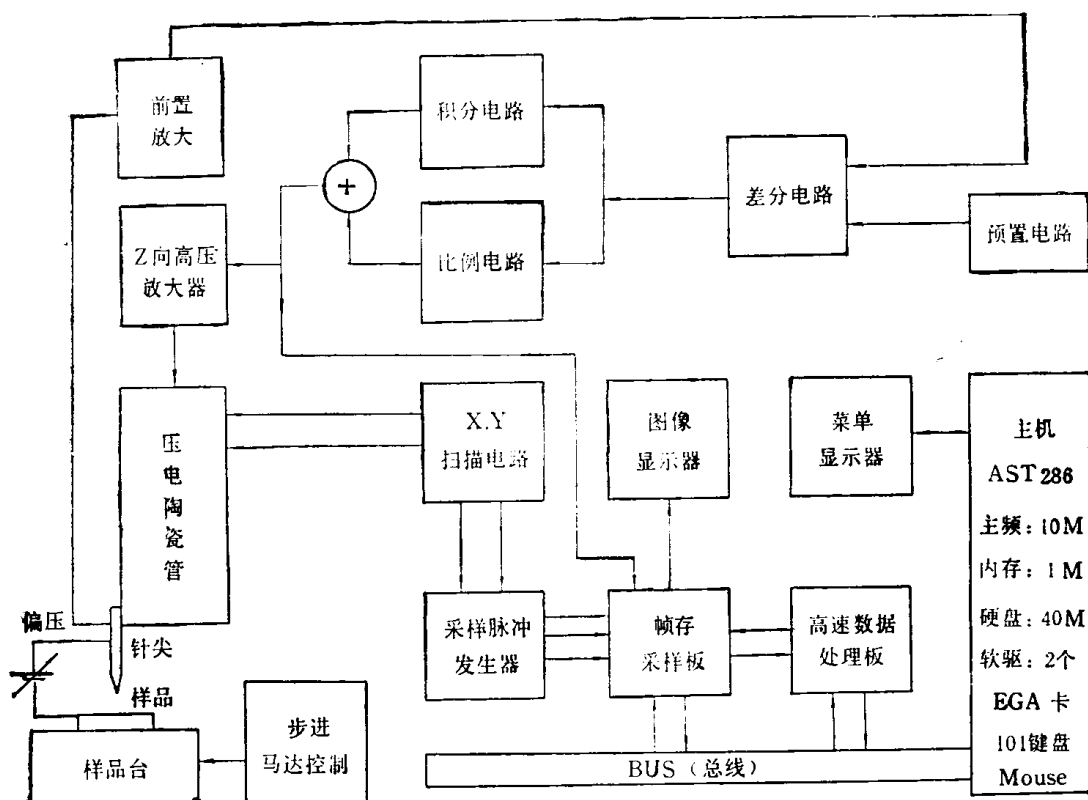


图 1-10a SSX-1A 型 STM 的控制、微机采样及图像处理框图

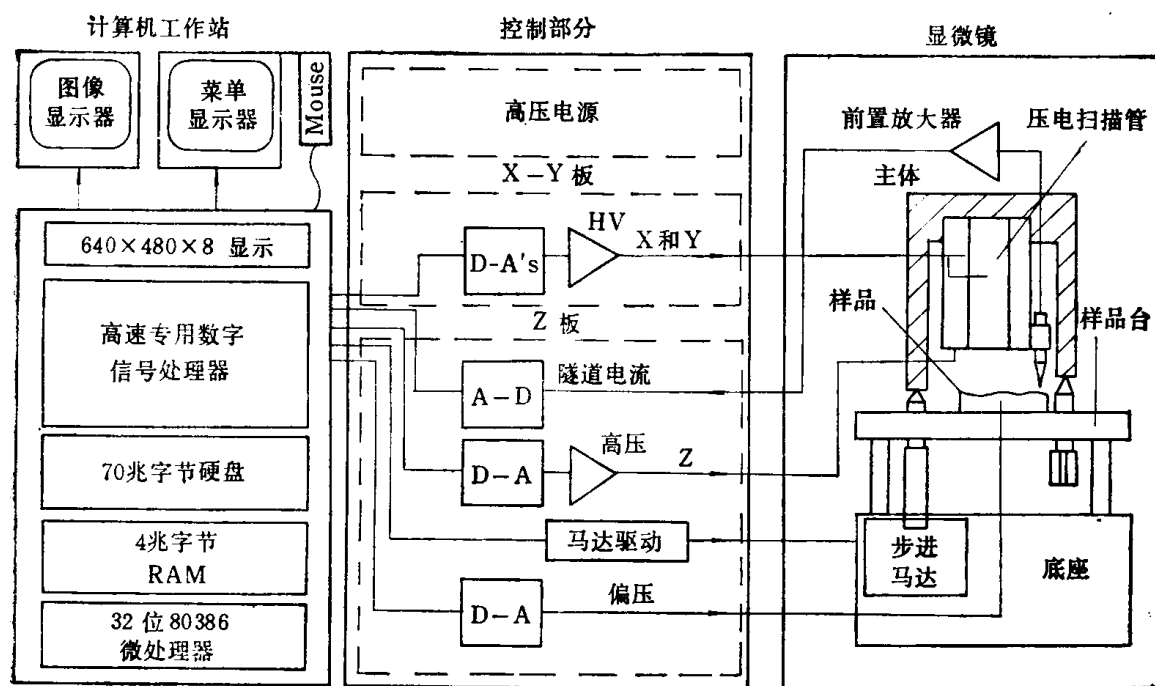


图 1-10b 美国 Nanoscope II 型 STM 控制及图像处理框图

图中 Mouse 为鼠标器

(4) 反馈回路,来自前置放大器的隧道电流信号经差分电路、积分电路、比例电路和高压放大器等组成的反馈回路加到压电陶瓷器件的 Z 电极,使其伸缩以保持样品和针尖间的距离不变,使隧道电流恒定;

(5) 步进马达控制电路,针尖由控制电路使步进马达产生单步进、退和连续进退四种