

DOI: 10.7652/xjtuxb201607013

用于三维形貌定量测量的调制电流式 扫描离子电导显微镜

郭仁飞, 庄健, 于德弘

(西安交通大学机械工程学院, 710049, 西安)

摘要: 针对已有测量方法不能同时实现材料表面形貌的三维定量无损测量的不足,提出了一种基于调制电流式扫描离子电导显微镜(SICM)的表面形貌测量方法。为了提高已有 SICM 系统的成像质量,提出了一种调制电流扫描模式。该模式在扫描头的结构设计上采用两块压电陶瓷,并采用调制离子电流的振幅作为反馈信号。该设计不仅保证了探头对高度突变表面的成像能力,同时有助于改善系统的成像质量。对微凸透镜阵列表面的成像实验表明,相对于传统跳跃扫描模式,调制电流扫描模式可以有效降低 43% 的刺状噪声,从而提高成像质量。通过与扫描激光共聚焦显微镜的定量对比实验,验证了调制电流式 SICM 具有更准确的三维定量测量结果,且通过采用更细的探头和更小的扫描步距可以进一步提高测量结果的准确性。

关键词: 扫描离子电导显微镜;表面形貌测量;调制电流;三维定量测量

中图分类号: TH879 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-987X(2016)07-0083-06

Three-Dimensional Quantitative Surface Topography Measurement Using Modulated-Current Based Scanning Ion Conductance Microscopy

GUO Renfei, ZHUANG Jian, YU Dehong

(School of Mechanical Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: A surface topography measurement method using modulated-current based scanning ion conductance microscopy (SICM) was proposed to perform surface topography measurement of materials in a three-dimensional, quantitative and nondestructive way simultaneously, which is unable for existing measurement methods. In order to improve the imaging quality of the existing SICM system, a modulated-current scanning mode was presented. In this mode, two pieces of piezoelectric ceramics were utilized in the structural design of the scanning head and the amplitude of the modulated ion current was used as the feedback signal. This design not only ensures the imaging performance of the probe for badly rough and uneven surfaces, but also improves the imaging quality. The imaging experiments on the micro-lens array surface indicated that the modulated-current scanning mode can reduce 43% of the spiny noise and improve the imaging quality compared with the conventional hopping scanning mode. Moreover, the quantitative comparison of imaging results with laser scanning confocal microscopy proves that the modulated-current based SICM can acquire more accurate three-dimensional quantitative measurement results, and the imaging accuracy can be further improved by using smaller probe and scanning

收稿日期: 2016-01-06。 作者简介: 郭仁飞(1988—),男,博士生;庄健(通信作者),男,副教授。 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51375363);陕西省科技厅工业攻关项目(2013GY2-04)。

网络出版时间: 2016-04-19

网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/61.1069.T.20160419.1623.002.html>

steps.

Keywords: scanning ion conductance microscopy; surface topography measurement; modulated current; three-dimensional quantitative measurement

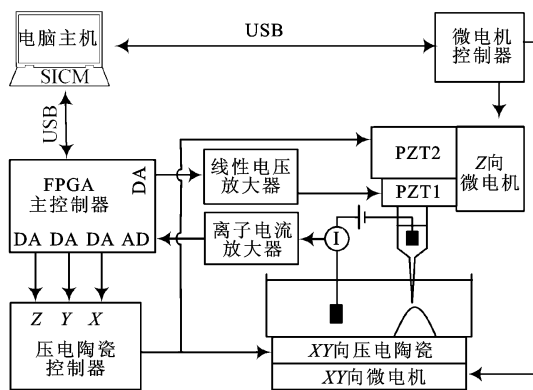
材料表面形貌的三维定量无损测量具有十分广泛的工程应用背景,例如工件表面粗糙度测量、缺陷检测,以及研究表面微结构对材料力学性能的影响规律等。目前,常用的表面形貌三维测量方法主要有表面轮廓仪和各种显微设备^[1-10],但均存在不足之处。表面轮廓仪^[1]由于探头和样品间存在接触力的作用,会使被测表面变形甚至损坏,因而影响测量结果的准确性。扫描激光共聚焦显微镜(LSCM)^[2]则容易受到样品表面的反射性影响,使测量结果偏离真实形貌。干涉显微镜(IM)^[3]通常要求样品表面具有合适的反射率,且难以对具有陡坡的表面进行成像。扫描电子显微镜(SEM)^[4]虽然分辨率很高,但却不能直接进行三维定量测量。原子力显微镜(AFM)^[5]虽然可以进行高分辨率三维定量测量,但 AFM 通常采用的轻敲模式会对样品表面造成损伤^[6-7],影响成像质量。扫描离子电导显微镜(SICM)^[8]是一种新兴的三维定量测量方法,可以对样品直接进行高达纳米级分辨率的三维定量无损测量。虽然目前广泛采用的跳跃扫描模式^[9]可以实现形貌复杂、高度突变表面的成像,但却仍然存在缓慢的离子电流漂移问题,从而降低系统的成像质量。交流扫描模式^[10]虽然可以更有效地克服离子电流漂移,却欠缺对形貌复杂、高度突变表面的成像能力。

因此,本文构建了调制电流式 SICM 系统,并据此提出一种调制电流扫描模式,继而实现材料表面形貌的三维定量无损测量。该方法结合了跳跃扫描模式和交流扫描模式的优点,不仅可以有效提高 SICM 系统的成像质量,还可以保持系统对形貌复杂、高度突变表面的成像能力,从而弥补现有表面形貌测量方法的不足。

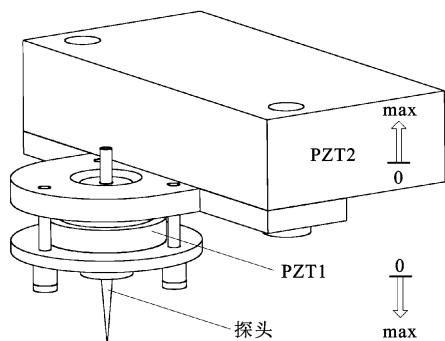
1 调制电流式 SICM 系统

图 1a 为调制电流式 SICM 的系统组成示意图,图 1b 为 SICM 扫描头的结构示意图。SICM 系统主要由粗略/精密定位装置及其控制器、扫描头、离子电流回路和放大器、上位机以及 FPGA 控制器等组成。扫描头在 XYZ 方向上的粗略定位分别由布置在 3 个方向上的微电机来完成,相应方向上的精密定位及测量则由安装在各微电机上的压电陶瓷来

完成。调制电流式 SICM 与传统 SICM 系统的主要区别在于反馈信号的形式和扫描头的结构设计有所不同。传统 SICM 系统^[9]通常采用直接离子电流作为反馈信号,本文采用由探头做正弦振动产生的调制离子电流作为反馈信号;传统 SICM 系统^[10]的扫描头通常只采用一块 Z 向压电陶瓷来调节探头的位置和振动频率,本文设计在系统 Z 轴方向采用了两块压电陶瓷,一块短行程的环形压电陶瓷(图 1 中的 PZT1,行程为 2 μm)专门用于驱动探头做正弦振动,以产生用作反馈的调制离子电流信号,而另一块长行程的压电陶瓷(图 1 中的 PZT2,行程为 100 μm)则用于调节探头在 Z 向的位置,以保证能够对形貌复杂、高度突变的表面进行成像。值得注意的是,最新的研究^[11]也采用了两块压电陶瓷的结构设计,但与本文方法的反馈信号形式和扫描模式均不相同。前者采用直接离子电流,非调制离子电流作为反馈信号,同时前者采用传统的跳跃扫描模式,而非本文提出的调制电流扫描模式。



(a) 调制电流式 SICM 系统



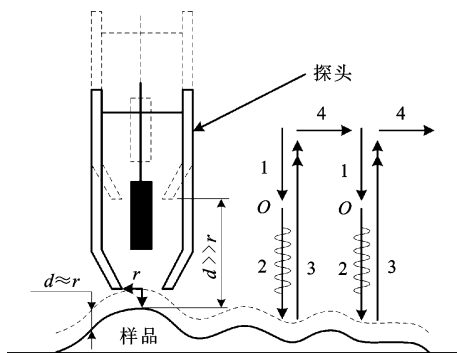
(b) 扫描头的结构

图 1 调制电流式 SICM 系统和扫描头的结构示意图

调制电流式 SICM 的工作原理如下:由 FPGA 主控制器的 DA 模块产生周期性正弦信号,经过线性电压放大器放大后,传输给 PZT1,以驱动探头产生相同周期的正弦振动。由振动产生的调制离子电流经过离子电流放大器放大后,被 FPGA 控制器的 AD 模块同步采样。FPGA 控制器的 DA 模块根据调制离子电流的幅值变化输出电压控制信号,分别传输给 XYZ 向压电陶瓷控制器和 PZT1 的线性电压放大器,以控制 3 个方向上压电陶瓷的有序伸缩,实现表面形貌的三维无损定量测量。

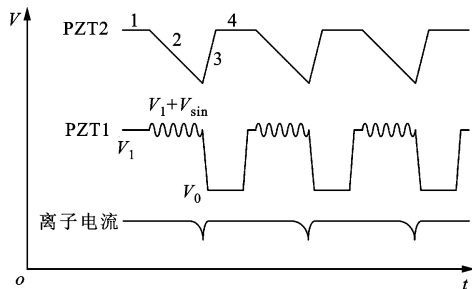
2 调制电流扫描模式

根据上述调制电流式 SICM 系统,本文提出了一种 SICM 的调制电流扫描模式。图 2a 为调制电流扫描模式下探头的动作示意图,图 2b 中由上至下依次为对两块 Z 向压电陶瓷(PZT2 和 PZT1)施加的电压控制信号,以及系统回路产生的离子电流信号示意图。



1~4: 依次对应 4 个工作步骤

(a) 调制电流扫描模式



(b) Z 向压电陶瓷控制信号与系统离子电流

图 2 调制电流扫描模式及其控制信号

结合图 2,可以将调制电流扫描模式的工作步骤分为 4 步,具体描述如下。

(1)对 PZT1 施加保持电压 V_1 ,使短行程压电陶瓷保持一定的伸长量;利用 PZT2 调整探头到设定的安全位置 O(图 2a 中虚线探头尖端所在位置),

并测量该处的离子电流作为参考离子电流。

(2)对 PZT2 施加斜率为负的电压控制信号,同时在保持电压 V_1 的基础上对 PZT1 叠加一个周期性正弦信号 $V_{\sin}$,从而使探头以匀速运动和正弦运动的合成运动向样品表面不断接近,然后同步监测离子电流的幅值变化。

(3)当离子电流的幅值变化超过设定的阈值时,记录此时各压电陶瓷的位置信息,然后立即对 PZT1 施加复位电压 V_0 ,同时对 PZT2 施加斜率为正的控制电压,以利用两块压电陶瓷同步提升探头。

(4)利用 XY 方向的压电陶瓷移动样品到下一个测量点,待离子电流趋于平稳后,跳至步骤(1)循环测量直至任务完成。

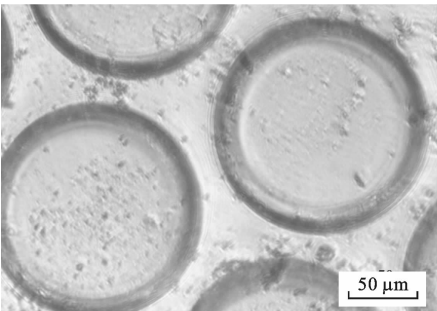
调制电流扫描模式采用调制离子电流的幅值变化作为反馈信号。当探头尖端到样品表面的距离 d 远大于探头尖端开口的内部半径 r 时,由于离子自由流动空间充分,因此调制离子电流的幅值变化很不明显,而当 d 约等于 r 时,离子自由流动空间受限,探头的正弦振动会使离子电流的幅值产生周期性的显著变化。与交流模式^[10]类似,调制电流扫描模式对探头到被测表面的距离变化更加敏感,且对噪声干扰不敏感,这将有助于降低测量噪声,从而改善 SICM 的成像质量。同时,该模式还保留了传统跳跃模式对形貌复杂、高度突变表面的成像能力,实现了交流模式与传统跳跃模式的优势互补。另外,由于采用两块压电陶瓷同步提升探头,且 PZT1 具有很高的谐振频率,因此调制电流扫描模式可以提高探头的提升速度,从而避免探头因离子电流反馈和压电陶瓷响应延迟而与样品表面产生碰撞,有助于改善 SICM 的成像质量。

3 实验结果及分析

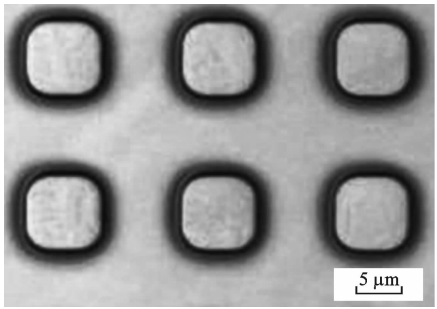
3.1 成像质量对比实验

为了验证本文提出的调制电流扫描模式的有效性,分别采用传统的跳跃模式和本文提出的调制电流模式对具有微凸透镜阵列结构的表面进行了成像对比实验。图 3 为本文实验所用样品的光学显微图片,所用样品利用平版印刷术^[12]压印制成,材料为聚二甲硅氧烷(PDMS)。

两种模式下对样品表面同一区域的成像结果如图 4 所示。图 4a~4c 为传统跳跃模式的测量结果,图 4d~4f 为调制电流扫描模式的成像结果,可见两种模式都实现了表面形貌的三维定量测量,图中任一点的高度信息及测量点间的位置关系都可以通过



(a)微凸透镜阵列



(b)圆角方块阵列

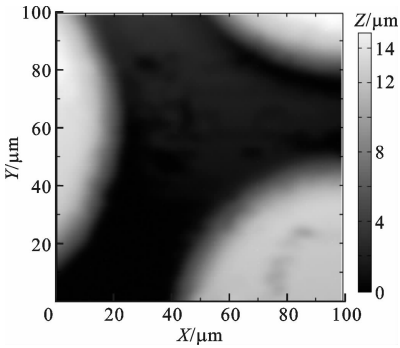
图 3 实验中所用样品的光学显微图片

对 SICM 测量数据的分析而获得,两种测量结果的一致性较好,从俯视图和三维视图上很难看出差异。但是,从图 4c 的剖面属性可见,传统跳跃扫描模式下存在较多的刺状噪声。由图 4f 的剖面属性可见,调制电流模式具有更少的刺状噪声,成像质量更好。相同条件下采用上述两种模式对样品同一区域分别测量 20 次,并统计每次测量中刺状噪声的数目,其结果如表 1 所示。

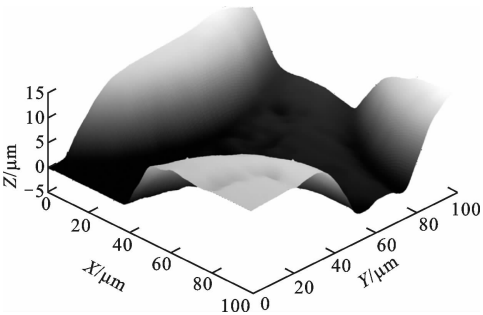
表 1 两种扫描模式的刺状噪声数量对比

噪声数			噪声数		
序号	传统跳 跃模式	调制电 流模式	序号	传统跳 跃模式	调制电 流模式
1	34	16	11	31	35
2	25	36	12	38	12
3	5	9	13	35	8
4	37	17	14	21	15
5	30	19	15	26	11
6	20	18	16	29	14
7	25	9	17	6	8
8	31	12	18	38	8
9	23	10	19	26	18
10	37	16	20	26	18
均值±			27.2±	15.5±	
标准差			9.3	7.8	

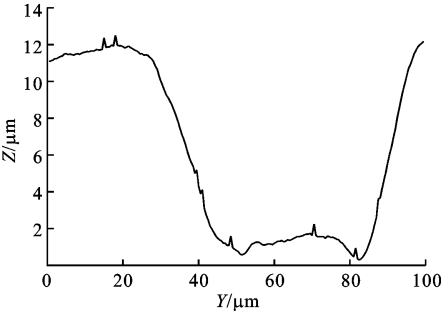
由表 1 可知,相同条件下调制电流扫描模式产生的刺状噪声平均数为 15.5,比传统跳跃模式减少了 43%,且噪声数量的标准差也比传统跳跃模式要小,从而验证了调制电流模式对改善 SICM 成像质量的有效性。



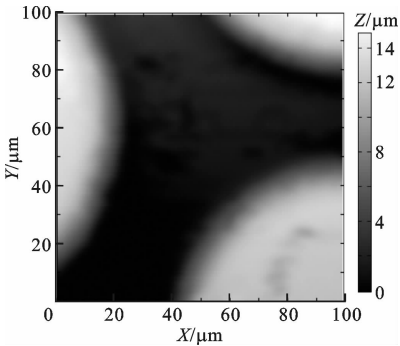
(a)传统跳跃扫描模式(俯视图)



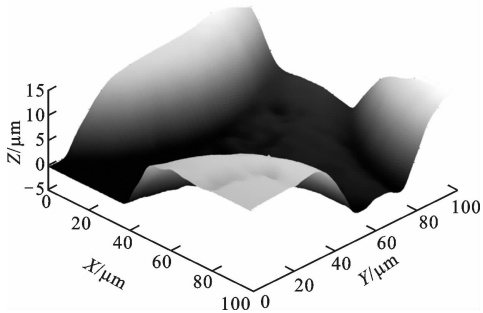
(b)传统跳跃扫描模式(三维视图)



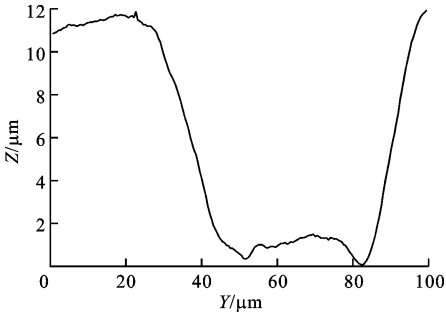
(c)传统跳跃扫描模式($X=70\text{ }\mu\text{m}$ 处的剖面属性)



(d)调制电流扫描模式(俯视图)



(e)调制电流扫描模式(三维视图)



(f)调制电流扫描模式($X=70\text{ }\mu\text{m}$ 处的剖面属性)

图 4 两种扫描模式的成像质量对比

3.2 定量测量对比实验

为了进一步验证本文提出的三维定量测量方法的可行性与有效性,采用调制电流扫描模式对圆角方块阵列的同一区域进行了三维定量测量,并与 LSCM 的测量结果进行定量对比分析。SICM 扫描实验中使用了尖端开口半径约为 100 nm 和 200 nm 的两种探头,对应的水平方向扫描步距分别设定为 125 nm 和 250 nm。LSCM 的水平扫描步距设定为 250 nm。定量对比参数主要有单个圆角方块的最小包络盒尺寸(长、宽、高)和体积。图 5a~5c 分别为 100、200 nm 探头的 SICM 测量结果和 LSCM 测量结果的俯视图,图 5d~5f 分别为与上述测量结果对应的二维剖面属性($X=7.5\text{ }\mu\text{m}$ 处)。

由图 5a~5c 的测量结果可见,3 种测量条件下测得的表面形貌的总体轮廓具有较好的一致性,但 100 nm 探头的 SICM 测量结果比 200 nm 的探头具有更细腻的特征,而 LSCM 的测量结果在边缘处有明显的凹坑或凸起,如图 5f 的截面视图所示。各条件下获得的三维定量测量结果如表 2 所示。

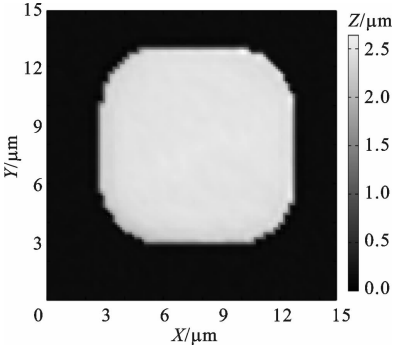
如果以 100 nm 探头的 SICM 测量结果为基准,则 200 nm 探头的 SICM 测量结果在长宽高 3 个尺寸上的相对误差分别为 1.27%、1.27%、2.13%,体积测量的相对误差为 2.47%;250 nm 步距 LSCM 的测量结果在长宽高上的相对误差分别为 3.80%、

表 2 SICM、LSCM 的三维定量测量结果

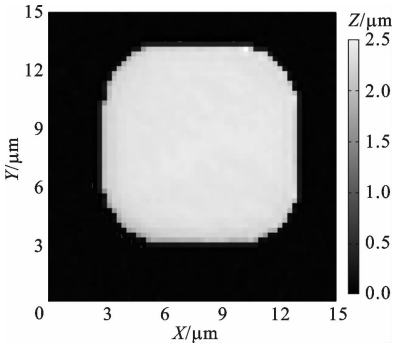
方法	探头半 径/nm	扫描步 距/nm	最小包络盒尺寸			体积/ μm^3
			长/ μm	宽/ μm	高/ μm	
SICM	100	125	9.875	9.875	2.586	190.78
SICM	200	250	10.000	10.000	2.641	195.50
LSCM		250	10.250	10.500	2.823	212.74

6.33%、9.16%,体积测量的相对误差为 11.51%。

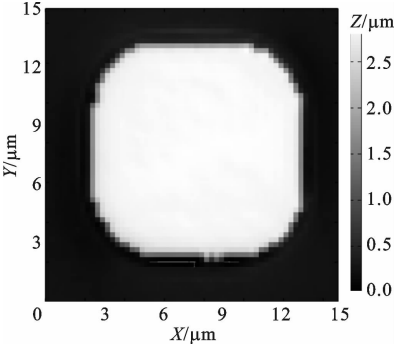
上述实验结果是可以理解的。首先由于 LSCM 的测量过程受光照条件、被测表面的反射性等因素的限制,因而实际分辨率会比理论分辨率低很多,从而造成测量结果偏离真实值,使测量误差增大^[2]。



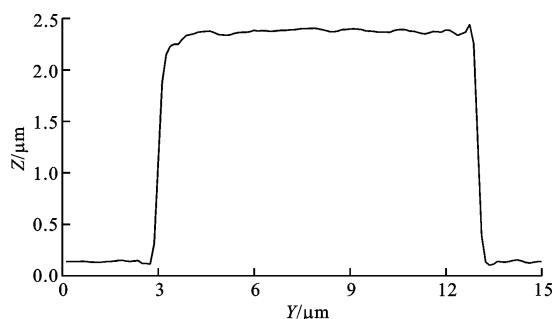
(a)100 nm 探头 SICM 测量结果(俯视图)



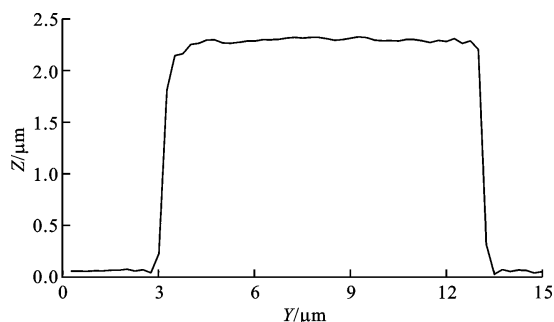
(b)200 nm 探头 SICM 测量结果(俯视图)



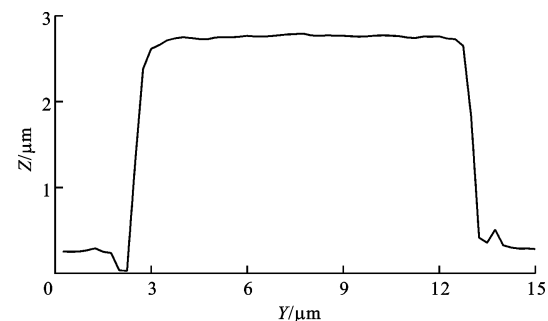
(c)250 nm 步距 LSCM 测量结果(俯视图)



(d) 100 nm 探头 SICM 测量结果
($X = 7.5 \mu\text{m}$ 处的剖面属性)



(e) 200 nm 探头 SICM 测量结果
($X = 7.5 \mu\text{m}$ 处的剖面属性)



(f) 250 nm 步距 LSCM 测量结果
($X = 7.5 \mu\text{m}$ 处的剖面属性)

图5 不同条件下的三维定量测量结果对比

其次,对具有陡坡的结构(例如圆角方块的边缘区域),由于目镜数值孔径的限制,LSCM 的测量结果会存在信息缺失,导致测量不准确,具体表现为图5f 中在圆角方块边缘处的凹坑或凸起。本文提出的基于调制电流式 SICM 的三维定量测量是一种非光学、非接触的测量方法,完全不受上述因素的影响,因而在相同的扫描步距下,调制电流式 SICM 可以避免由上述因素引起的测量误差,获得比 LSCM 更准确的三维定量测量结果。另外,SICM 的实际分辨率极限仅取决于所采用探头的开口半径^[9],因而采用具有更细开口半径的探头和更小的扫描步距时,可以测得更多的表面形貌细节,从而进一步提高

SICM 系统的测量准确性。

4 结 论

本文提出了一种基于调制电流式扫描离子电导显微镜(SICM)的表面形貌的三维定量测量方法,所提出的调制电流扫描模式不仅保持了传统跳跃模式对形貌复杂、高度突变表面的成像能力,还增加了交流模式对噪声干扰不敏感的优点,并具有快速提升探头的能力,因而有助于改善 SICM 系统的成像质量。对微凸透镜阵列的测量实验表明,调制电流扫描模式可以有效减小测量过程中的刺状噪声,从而提高成像质量。与 LSCM 的测量对比实验表明,在相同扫描步距下,基于调制电流式 SICM 的测量方法可以获得比 LSCM 更准确的三维定量测量结果,而且可以通过采用更小开口半径的探头和更小的扫描步距来进一步提高测量结果的准确性。实验结果验证了本文提出方法的合理性和有效性,为实现表面形貌的三维定量测量提供了一种新的解决方案。

参考文献:

- [1] BENNETT J M, DANCY J H. Stylus profiling instrument for measuring statistical properties of smooth optical surfaces [J]. *Appl Opt*, 1981, 20(10): 1785-1802.
- [2] LINDSETH I, BARDAL A. Quantitative topography measurements of rolled aluminium surfaces by atomic force microscopy and optical methods [J]. *Surface & Coatings Technology*, 1999, 111(2/3): 276-286.
- [3] DE GROOT P. Principles of interference microscopy for the measurement of surface topography [J]. *Advances in Optics and Photonics*, 2015, 7(1): 1-65.
- [4] SOKOLOVA V, LUDWIG A, HORNUNG S, et al. Characterisation of exosomes derived from human cells by nanoparticle tracking analysis and scanning electron microscopy [J]. *Colloids and Surfaces: B Biointerfases*, 2011, 87(1): 146-150.
- [5] MÜLLER D J, DUFRÈNE Y F. Atomic force microscopy: a nanoscopic window on the cell surface [J]. *Trends in Cell Biology*, 2011, 21(8): 461-469.
- [6] RHEINLAENDER J, GEISSE N A, PROKSCH R, et al. Comparison of scanning ion conductance microscopy with atomic force microscopy for cell imaging [J]. *Langmuir*, 2011, 27(2): 697-704.
- [7] USHIKI T, NAKAJIMA M, CHOI M, et al. Scanning ion conductance microscopy for imaging biological

(下转第 139 页)