评述

高精度测量的特种SPM技术及仪器

马宗敏^{①②③}, 王芳^{①②③}, 曲章^{①②③}, 赵敏^{①②③}, 石云波^{①②③}, 张晓明^{①②③}, 秦丽^{①②③},
刘俊^{①②③*}, 李艳君^{②③④}

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, 应用物理系, 大阪 5650871, 日本

*联系人, E-mail: liuj@nuc.edu.cn

收稿日期: 2016-03-22; 接受日期: 2016-06-07; 网络出版日期: 2016-08-15

国家自然科学基金(编号: 61274103, 61503346, 51411140037, 91336110)和山西省青年科技研究基金(编号: 20140210023-2)资助项目

摘要 测量过程中, 测量的准确程度与测量仪器间的作用力是极其重要的, 为此需准确测量微纳尺度材料的机械、电子、磁、光以及化学特性. 同时, 扫描探针显微镜(Scanning Probe Microscope, SPM)及其相关技术拥有确定探针针尖与样品间作用力的能力, 因此, 本文主要就微纳尺度的高精度SPM测量技术及仪器做一简单的介绍和回顾. 首先介绍了原子力显微镜(Atomic Force Microscope, AFM)、扫描隧道显微镜(Scanning Tunnel Microscope, STM)及其相关技术原理, 其次重点介绍了常温/低温STM、自旋极化(Spin Polarization, SP)-STM、AFM等仪器本身的关键技术及搭建难点, 并介绍了运用上述仪器取得的典型成果; 再次, 介绍了国内外运用极端环境(超低温、超高真空)与常温、大气环境的AFM、STM在特殊区域微纳尺度测量、基于探针技术的微纳电子器件表征与控制, 以及SPM操控技术的典型成果最新进展; 最后, 介绍了本研究小组运用超高真空AFM在磁性材料表征与测量方面的进展. 总之, 通过本文对SPM高精度测量及其应用的回顾与介绍, 对SPM的关键组成部分、关键技术及最新发展有了更深入的认识. SPM的先进性、用户的友好体验以及具有鲜明应用指向性的特点, 有望在原子/分子科学、纳机电系统(Nanoelectro Mechanical System, NEMS)等领域有重要的应用.

关键词 SPM技术, 精密测量, 微纳电子器件, 材料表征

PACS: 07.79.Cz, 07.79.Fc, 07.79.Lh, 07.79.Pk, 07.79.Sp

1 研究背景

微纳测量技术从理解的角度看可以与宏观领域的测量相对应, 通过确定结构的表面形貌、电学特性等物理化学性质, 研究材料(结构)在微纳尺度独特的

性质. 研究表明, 随着尺寸的减小, 测量内容的多样性和尺度效应变得越来越重要. 在纳米尺度, 结构的三维尺寸几乎完全决定了结构的性质. 因此, 只能从微米和纳米两种尺度对结构进行测量才能够对部件的性质(性能)有一个完全的认识. 例如, 微机电系统

引用格式: 马宗敏, 王芳, 曲章, 等. 高精度测量的特种SPM技术及仪器. 中国科学: 物理学 力学 天文学, 2016, 46: 113001
Ma Z M, Wang F, Qu Z, et al. The high precision measurements and instruments with special SPM technique (in Chinese). Sci Sin-Phys Mech Astron, 2016, 46: 113001, doi: 10.1360/SSPMA2016-00168

(Micro-Electromechanical Systems, MEMS)和微光机电系统(Micro Optoelectromechanical System, MOEMS)的形貌分析,微米尺度的测量可以对结构的整体尺寸、各结构关系有一个比较全面的认识,但如果要掌握决定MEMS/MOEMS结构性质的根源(纳米尺度表面粗糙度和纳米制造的缺陷对结构的性能有决定性影响),纳米尺度的测量就显得必不可少. 再比如,最近的研究热门,纳米(原子)操控以及材料的化学识别等技术,对未来的纳米测量、纳机电系统(NEMS)技术的应用提供了重要测量基础.

微纳电子器件的测量基本包含以下几个方面: 电荷、磁、光、距离、长度、高度、表面结构及形貌、表面粗糙度、体积以及厚度等. 在这些测量中,距离、长度、高度、表面结构及形貌、表面粗糙度、体积以及厚度等属于机械测量,决定了被测物的几何准确度;结构的电荷分布测量、磁性质测量和光学常数测量等提供电子器件以及存储器件的掺杂分布、磁基本性质;纳米结构的化学测量提供物质成分的基本构成等. 需要特别注意的是需要知道在测量过程中测量仪器本身对被测物的耦合程度,以利于提高测量的质量和准确度.

微纳尺度的高精度测量仪器包括各种光学显微镜、扫描探针显微镜(Scanning Probe Microscope, SPM)、扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM)、透射电镜(Transmission Electron Microscope, TEM)等微纳米测量仪器. 其中, Binnig等人^[1]1981年发明的STM、1986年发展的AFM^[2-4]技术将人类的测量技术延伸到了原子分子水平. AFM与STM的区别在于STM应用隧道电流技术, AFM利用的是力探针测量技术. 相比较而言, AFM技术能够直接测量被测物与探针间的作用力,不仅能达到原子级测量分辨率,而且使测量材料的范围可扩展至绝缘体. 它和STM一道被称为SPM技术. 发展到今天, SPM家族不限于STM, AFM, 还包括开尔文探针力显微镜(Kelvin Probe Force Microscope, KPFM)、静电力显微技术(Electrostatic Force Microscope, EFM)、磁力显微技术(Magnetic Force Microscopy, MFM)、扫描近场光学显微镜(Scanning Near-Field Optical Microscope, SNOM)等多项扫描探针技术. SNOM是通过探针针尖发出的激光以近场方式照射样品,显微镜物镜收集,通过数据采集卡收集输入电脑,就形成近场图像^[5,6]. 因此,只

要是涉及纳米尺度特性测量,都可以考虑应用SPM技术.

2 测量原理

探针针尖与样品间的作用力通常在0.1–100 nm之间,分为引力与斥力. 引力包括范德华力(van der Waals, vdW)、静电力以及化学力^[7-16].

针尖与样品间斥力来源于泡利不相容力与离子间作用力^[7],包括Pauli不相容力、电子-电子间库仑斥力等. 斥力的作用力非常短,呈指数衰减趋势. 当一个原子接近另一个原子时,它们的电子波发生重叠,由于库伦力或者泡利不相容力,产生非常强的斥力. 当探针-针尖接触时,成百上千的原子发生相互作用,相互间的斥力可以看做是由于探针-针尖之间的弹性变形产生的机械力或弹性力^[17,18].

根据上述原子间力的不同,研究人员发展了多种方法进行测量. 现在已经可以在微米至亚纳米尺度对材料进行成像和操控,可以测量吸附力以及单个化学键的强度、原子/纳米结构间的摩擦力、功函数、静电力、介电和磁特性、接触电荷等. 因此, SPM家族已经成为典型的纳米测量工具. 另外, SPM家族在IC(Integrated Circuit)技术、部分MOEMS技术、微系统技术的表面粗糙度、颗粒大小测量等方面,也取得了很大的进展.

表1^[19-31]列出了部分SPM家族成员,有兴趣的读者可以阅读文献^[32]进行详细的了解.

SPM的家族庞大,但基本方法都是通过探针与样品表面的作用进行测量,得到样品的表面信息. 通常使用两种方法检测探针的变形: 光检测方法和电检测方法. 具体包括探针变形的压阻测量方法、光束偏转测量方法以及光纤干涉检测方法等. 其中,光束偏转测量方法有相对较长的工作距离,方便进行探针的更换,光束偏转测量方法的使用最普遍^[33].

AFM中有3种基本操作模式: 接触式(探针-针尖间距小于0.5 nm)、轻敲式(0.5–2 nm)以及非接触式(0.1–10 nm)^[34]. 图1为探针-样品测量中3种AFM测量模式表面间力、探针与表面距离关系示意图.

对于非接触式AFM来说,有调幅模式(Amplitude Modulation, AM-Mode)和调频模式(Frequency Modulation, FM-Mode). 两者的基本区别就是被测量到底是幅

表 1 SPM家族列表

Table 1 The list of SPM and its related techniques

基本技术分支	测量的作用力	典型应用	文献
原子力显微镜(AFM)	通常机械接触/非接触, 长程力, 短程力	半导体、绝缘体、光器件、数据存储、维度测量等.	[19–21]
摩擦力显微镜(Friction Force Microscope, FFM)	水平长程或短程力	聚合物, 表面对比增强	[22,23]
磁力显微镜(MFM)	磁力	磁存储, 材料科学	[24]
静电力显微镜(EFM)	静电力	半导体、绝缘体表面局域诱起电荷	[25,26]
开尔文力探针显微镜(KPFM)	接触势能差(CPD)	掺杂起伏, 局域电荷缺陷, 能带弯曲等	[27,28]
近场声显微镜(Near-Field Acoustic Microscope, SNAM)	水动力	表面粗糙度	[29]
隧穿声显微镜(Tunneling Acoustic Microscope, TAM)	探针引起的表面声波	次表面缺陷	[30]
涡电流显微镜(Eddy Current Microscope, ECM)	涡电流与铁磁元素间力	软磁材料	[31]

图 1 (网络版彩图)探针-样品测量中3种AFM测量模式表面间力、探针与表面距离关系示意图

Figure 1 (Color online) The force dependence of tip-sample separation in contact, tapping and non-contact models in AFM.

值的变化(驱动频率一定)还是探针振动频率的变化^[35]. FM主要的操作原理如图2所示. 可以利用光电探测器测量探针悬臂梁位置的变化量作为伺服系统的输入, 使探针-样品表面间的作用力保持恒定. 该系统也可以利用激光干涉仪^[36,37]以及压阻式悬臂探针来代替^[38]. 在FM系统中, 非保守力的测量是通过损耗信号(Dissipation Signal)完成的, 同时损耗信号还能够提供探针-表面相互作用时的其他重要信息, 比如作用力的来源等^[39,40].

图 2 (网络版彩图)FM-AFM检测原理图

Figure 2 (Color online) Principle of frequency-modulation AFM.

3 测量仪器系统

3.1 测量仪器系统进展

根据探针-样品表面检测力以及研究目标的不同,高精度SPM系统测量的设计要求如下:

- (1) 高效率光收集与光读出;
- (2) 接近衍射极限的光分辨率;
- (3) 原子分子操控实验, 需要高水平的AFM稳定性;
- (4) 低至4.2 K (或78 K) 的低温环境;
- (5) 超高真空环境的保持 ($P < 10^{-11}$ Torr, $1 \text{ Torr} \approx 133.322 \text{ Pa}$);
- (6) 样品与探针的快速切换.

一个完整的SPM系统由不同的分系统组成: 测量单元、真空系统、真空维持控制系统、测量控制系

统、除振系统以及控制软件等. 其中, 关键部件为扫描单元, 包括扫描器、带高频传输线的样品及样品台、针尖与样品定位、移动以及扫描的压电陶瓷马达、探针振动检测光学系统等.

STM具有惊人的分辨本领, 水平分辨率小于0.1 nm, 垂直分辨率小于0.001 nm. 20世纪90年代初期, 利用STM在Ni衬底上操控Xe原子组成的“IBM”图案^[18]标志着人类由下而上制造技术得到了重大突破^[41].

Giessibl^[9]和Sugawara等人^[10]率先使非接触式原子力显微镜(Non-Contact Atomic Force Microscopy, NC-AFM)具有了原子与亚原子级别的分辨率. 他们发展了常温、低温环境的AFM系统, 使AFM具有了与STM可匹敌的分辨率, 并且将AFM应用在了STM不能工作的绝缘体表面^[42-44]. 此后, 日本大阪大学、德国雷格斯堡大学以及瑞士巴塞尔大学等著名研究机构一直保持着在该领域的领先地位^[45-48].

德国汉堡大学Wiesendanger教授领导的研究小组最早开展STM, AFM以及相关自旋扫描隧道显微镜(Spin Polarization-Scanning Tunnel Microscope, SP-STM)及磁交换力显微镜(Magnetic Exchange Force Microscopy, MexFM)的研究. 他们开发了极低温(300 mK, 4 K)强磁场(12 T)的STM, AFM以及SP-STM和MExFM等. 图3为其开发的利用4He制冷的SP-STM系统. 本系统温度可以达到6 K, 同时能提供垂直或者平行材料表面的强磁场, 强度达到6 T, 实现了材料的原位交换. 材料处理时的温度最高可以达到2000 K, 配备了物理蒸发系统和LEED/Auger系统. 系统z向噪声小于1 pm ($1 \text{ pm} = 10^{-12} \text{ m}$), 能量分辨率为1 meV, 整个真空系统不纯物含量为一周时间内在500 nm × 500 nm空间内的附着物小于1个. 凭借本设备优异的性能, 他们在自旋测量方面取得了重大的成果, 包括开创性地发现了磁性纳米结构表面的共线与非共线自旋结构, 并直接导致了新型纳米磁序(Magnetic Order)的发现. 在降维磁性系统试验中观察到局域化的自旋激发, 确定了单晶、薄膜的磁畴和磁壁结构; 确定了高磁各向异性材料和低维系统(准二维薄膜、准一维纳米线和纳米岛)的磁畴和磁壁结构; 得到了平面内与平面外的自旋对比度; 确定了纳米颗粒与纳米岛的磁性状态; 研究了尺寸各异的单个纳米岛和纳米颗粒的磁性结构; 确定了不同类型的磁状态与岛尺寸厚度的关系; 确定了由于热和自旋电流引起的磁化开关动态过程和自旋

图3 (网络版彩图)Wiesendanger小组开发的极低温强磁场SP-STM/S系统示意图, 本系统达到了单自旋检测的能力, 图片来自于网络<http://www.nanoscience.de/HTML/instrumentation/helium-4.html>

Figure 3 (Color online) Photograph of SP-STM/s system and the experimental results with low temperature and high magnetic fields by Wiesendanger. Reprint from <http://www.nanoscience.de/HTML/instrumentation/helium-4.html>.

转移现象等^[20-22].

上述系统的制冷装置在仪器的下部, 制冷操作很复杂. 因此, 在上述仪器基础上他们又开发了制冷机构在系统上方的SP-STM系统, 根据置入制冷物质的不同, 可以获得的低温环境为77 K (液氮), 4.2 K (液氦), 300 mK (3He), 所得磁场强度从2–10 T不等. 随着设备的研制成功, SP-STM的性能进一步得到提升, 在测量固体材料原子自旋与外部磁场的关系(单原子磁强计)、自旋动力学以及自旋操控等领域取得了很大的成功^[23,24].

同时, 研究者结合NC-AFM技术^[25-27], 提出了磁交换力显微镜(MExFM)测量系统的概念, Nonnenmacher等人^[28]提出的MExFM原理如图4所示. 探针修饰成自旋极化探针, 结合原子分辨率NC-AFM, 测量得到自旋空间和实空间的磁交换作用力(自旋信息)、化学力(晶格信息). 测量过程中外部强磁场是必要的, 目的是使探针顶端原子自旋方向与磁场方向一致, 从而得到探针与表面自旋间的最大作用力.

图5所示为MExFM实物图. 它与AFM/STM结构类似, 由交换室、处理室与观测室组成, 同时还具有新型自旋材料生长的功能. 为了分析和控制材料的表面组分, 安装了LEED (Low Energy Electron Diffraction)/AES (Auger Electron Spectroscopy) 和一套

图4 (网络版彩图)磁交换力显微镜的概念图
Figure 4 (Color online) Schematics of MExFM.

图5 (网络版彩图)极低温、强磁场MExFM原理及实物图, 图片来自于网络<http://www.nanoscience.de/HTML/instrumentation/4k-afm.html>
Figure 5 (Color online) Schematics and photography of MExFM with low temperature and high magnetic field. Reprint from <http://www.nanoscience.de/HTML/instrumentation/4k-afm.html>.

室温AFM系统. 整套系统采用4He制冷, 最低温度达到4 K, 所加磁场强度最大达到5 T. 同时采用了一些特殊的措施隔振, 比如实验操作在一个房间, 数据测量在另一个房间; 独立的地基、系统内部隔振; 在4He腔外部环绕环形腔, 装入液氮隔离4He发出的气泡噪声等. 此外他们还开发了另外一套系统, 温度最低达到了300 mK^[29-31].

应用上述设备, 他们具有了任意固体表面单电子

自旋表征的能力.

3.2 SPM高精度测量关键技术

探针的作用至关重要. 首先, 探针前端的尖锐程度决定了系统所能达到的实空间分辨率; 其次, 探针种类、弹性系数的选择决定了系统的噪声水平及灵敏度; 再次, 探针的操作模式决定了系统的整体性能, 包括调制解调结果、信息种类的获取等.

(1) 探针的尖锐程度

研究表明, 探针曲率半径小于1, 同时探针与材料表面距离小于0.4–0.5 nm, 是材料实空间信息和力谱信息^[36,37,49,50]高灵敏度测量前提.

(2) 探针修饰技术

探针表面单晶薄膜是检测自旋的重要材料, 是自旋信息提取的先决条件. 探针修饰技术包括探针直接选用磁性材料^[38]、PVD (Physical Vapor Deposition)、探针前端“抓取”磁性材料团簇形成磁性针尖等^[39].

(3) 探针参数优化技术

理论上讲, 探针弹性系数越小, 探针频率变化越大, 振动振幅越高(一般几十个纳米), 原子、分子间的短程作用力不容易检测出来. 但另一方面, 探针的弹性系数还必须足够大以便克服探针-试样表面作用力的不稳定性(比如: Jump-To-Contact效应). 合理设计探针的弹性系数(k)和振动振幅(A), 是提高系统信噪比和分辨率的关键^[26,51,52].

现阶段SPM用探针主要有qPlus sensor探针、Needle和Si探针(分压电型和压阻型两种). qPlus sensor探针和Needle探针分别基于石英音叉和长度伸展型谐振器, 其弹性系数分别约为1000 kN/m和1800 N/m, 振动振幅约为0.02–0.2 nm. 这两种探针的弹性系数较高, 振动振幅较小, 有利于短程化学力的测量和分辨率提高; 缺点是探针的品质因子随探针弹性系数升高而降低, 导致信噪比降低. 图6(a)–(c)分别列出了3种探针的照片和它们的典型弹性系数和振动振幅.

(4) 探针噪声抑制技术

探针的4种噪声源中, 在探针扫描速度较高时, 探针运动测量仪器的偏转噪声占据噪声源的主要部分, 与测量仪器的带宽 B 的3/2成正比; 而热噪声和发振器噪声与带宽 B 的平方根成正比; 由于探针频率随温度的变化引起的噪声对常温、高温测量有严重的影响^[41].

图6 (网络版彩图)SPM常用的几种探针. (a) qPlus和Needle探针; (b) Si探针; (c) 3种探针的弹性系数和振动振幅

Figure 6 (Color online) Three kinds of cantilevers for SPM. (a) qPlus and Needle sensor; (b) Si cantilever; (c) comparison of amplitude dependence of spring constant for the three cantilever.

(5) 探针操作技术

SPM系统发展了不同类型的操作模式得到所需参量. 主要包括恒电流模式、自旋分辨谱模式(Spin-Resolved Spectroscopic Mode)、针尖磁化调制模式和恒频移模式、等高模式等^[53]. 其中, 恒电流模式在电子密度状态监测方面具有优势, 自旋分辨谱和磁化调制模式可以方便地进行自旋检测, 恒频移模式的长处在于实空间检测. 此外, 专为测量材料表面势能的开尔文方法^[54,55]等也是常有的操作模式.

4 SPM高精度测量应用进展

4.1 高精度测量

典型的SPM测量, 首先是得到被测物体高精度三

维立体图^[56,57]. 对于微电子器件来说, 一些关键尺寸, 比如结构的底部/中间/顶部的精确尺寸、侧壁角度、结构深度、线宽的稳定性等, 都需要利用SPM进行测量. 在对一些MEMS/NEMS结构测量中, 有些区域是探针针尖达不到的区域, 称之为“死区”. 比如垂直的高深宽比结构底部、侧壁、以及底部和侧壁的结合区域等. 为了得到真实的3D表面区域, 有研究者发明了几种方法克服“死区”. 第一种是考虑相对于样品角度将探针做适当倾斜(当然也可以将样品倾斜, 这比较困难)^[58], 图7所示.

将该方法用于测量等离子刻蚀形成的单晶Si/SOC/Si-ARC栅极堆栈掩膜, 得到的结果如图8所示. 该方法有效克服了通用CD-SEM和CD-AFM的局限, 非常准确地测量了该结构的底部及侧壁形貌. 有效验证了在一系列等离子刻蚀工艺后经离子束作用后侧壁粗糙度的各向异性^[58].

Mancevski等人^[59]发展了该方法, 通过改变探针形状使该方法可以测量多边的结构侧壁^[60,61]. 他们提出

图7 (网络版彩图)将探针-样品之间的角度做适当倾斜的方法测量微纳结构真实三维形貌. (a) 所设计的角度可变量样品支座; (b) 扫描方向示意图; (c) 将样品倾斜45°后探针扫描样品侧壁示意图^[58]

Figure 7 (Color online) The real 3D topography of the micro-structure by tilting the cantilever. (a) Photography of the angle changeable sample holder; (b) schematic diagram of scanning direction; (c) diagram of scanning procedure by tilt the sample to 45 degrees ^[58].

图8 (网络版彩图)掩膜的剖面AFM测量图与SEM测量图的比较. (a) 光刻; (b) Si-ARC刻蚀; (c) SOC刻蚀; (d) Si刻蚀; (e) SOC脱模后. 从AFM图像中提取轮廓叠加在SEM图像上

Figure 8 (Color online) Comparisons of cross-section of mask obtained by AFM and SEM, respectively. (a) After photoetching; (b) Si-ARC etching; (c) SOC etching; (d) Si etching; and (e) SOC mold unloading. Profiles extracted from AFM images are superposed on the SEM images.

的探针结构如图9所示. 通过将AFM水平探针1与竖直探针2连接到一起, 同时激励探针1振动, 此时探针可以同时测量在竖直 z 方向和水平 x 方向表面斜率.

图10为应用集成探针技术AFM技术测量微齿轮的结果图. 运用该方法可以同时两个针集成到一起, 使用针1测量齿轮的侧壁, 针2测量齿轮的上表面三维形貌^[60]. 有研究者通过增加侧壁测量点的数量, 针尖能够沿着两个方向 x 和 z 方向进行扫描和控制, 因此, x - y 平面的格点可以以变化的形式进行分割, 提高了系统扫描的能力.

AFM的三维微纳结构测量虽然取得了很大的进展, 但仍然有很多的问题需要解决. 最关键的技术还是如何开发新型的探针及测量技术满足三维测量的需要.

4.2 微纳米电子器件

运用SPM技术的微纳米电子器件主要是指运用“由下而上”的制作方法, 利用SPM技术(主要指STM及AFM)的原子/分子/纳米结构的搬运能力, 将结构制成可以实现一定功能的微米/纳米电子器件. 比如能够在外部激励下在两种态间任意转换的分子/原子开关^[62,63]. 这些技术的潜在应用可以扩展到存储器单元^[64,65]、新型电子开关^[66,67]、分子马达的驱动部件等^[68].

运用SPM尤其是STM和NC-AFM进行微纳米电子器件制造的一个最大优势是可视性、参量可测量等.

图9 集成探针AFM技术示意图(a)及SEM图(b)
Figure 9 Diagram of improved AFM cantilever (a) and its SEM image (b).

图10 (网络版彩图)(a)集成探针技术AFM测量微齿轮; 齿轮的表面(b)及侧面(c)AFM图像和表面粗糙度^[60]

Figure 10 (Color online) (a) Integrated probe technique for AFM measurement of micro gears; surface of gear (b) and side (c) AFM image and surface roughness ^[60].

关于原子分子操作最早的研究可以追溯到20世纪90年代初期利用STM在Ni衬底上移动Xe原子组成的“IBM”图案以及最近利用NC-AFM在Si表面用Sn原子书写的“Si”图案^[32,69,70]. 同时使用STM和NC-AFM还可以利用分子在绝缘体或者半导体表面组装成最小单位的电子器件, 比如与非门和电子开关^[19]等. 在导体、半导体和绝缘体表面进行材料控制与生长组成特定功能的结构上, 在涉及单层或者多层碳纳米管和纳米线等分子自组装的研究中, STM和NC-AFM有着比其他显微镜如透射电镜和LEED更多的优点. 同时, 随着原子分子控制技术研究的不断深入和仪器性能的提高, 关于NC-AFM和STM新的理论和实验方法正被越来越多的提出, 比如应用qPlus探针结合NC-AFM和STM可以

控制单分子的电荷量^[20,71], NC-AFM结合KPFM可以精确绘制出自组装生长的分子的电荷状态分布^[21]等.

图11表示的是利用STM结合NC-AFM成功实现了在NaCl/Cu(111)表面制造的Bis-dibenzoylmethanato-copper(C₃₀H₂₂O₄Cu)分子开关^[19], 并且成功地加减小隧道电流脉冲实现了单个分子开关的“开”、“关”功能, 在此基础上测量了所需要的隧道电流和作用力. 图11(a)表示的是一系列分子开关的开和关的状态, 当加一个2 pA的隧道电流脉冲时, 分子闭合, 当在闭合分子上加一个2 pA的隧道电流脉冲时, 分子重新打开. 图11(b)表示的是施加隧道电流与偏压的关系, 从关系图中可以看到, 可以精确地测量和控制分子开关. 图11(c)表示的是原子间作用力和针尖与表面NaCl, SP和Td分子的距离间的关系.

图12所示为STM操作可实现任意逻辑功能的级联

图11 (网络版彩图)STM/NC-AFM控制自组装结构分子开关的“开”、“关”状态(a)以及所需隧道电流(b)和作用力(c)
Figure 11 (Color online) The molecular switch on and off using STM/NC-AFM (a), current (b) and force (c) spectroscopy when on and off for the switch (1)-(6).

图12 (网络版彩图)逻辑与门. (a) 与门模型, 大蓝点代表CO分子, 器件工作时它处于跃起状态; (b)-(e) 操作STM形成逻辑与门的流程图^[73]

Figure 12 (Color online) Logic AND gate. (a) model of the AND gate. The big blue points represent CO molecular, it is a state of the device when working; (b)-(e) shows the working process for AND gate^[73].

计算原理及实物互连图^[72]. 由输入(若干与门、或门)、交叉连接以及输出组成. 一个分子的级联计算器作为连接一个字节信息的基本单元, 初始位置和最后的位置分别代表0和1. 作为与门时的工作流程如图12所示. 实现了将一个三聚体分子实现与门的功能.

随后, 研究者运用类似的方法将更多的CO分子组成功能结构, 运用STM技术组成实现逻辑与门和或门的器件, 如图13所示. (a)为器件模型, 蓝点代表输入X出发成功后的跃起状态, (b)-(d)分别代表了初始态, 输入X触发后CO分子移动的状态, 形成或门的状态以及输入Y触发形成与门的状态^[73].

图14显示的是单个原子控制实例^[32], 使用常温NC-AFM在Si原子表面利用Si原子与Sn间的纵向相互作用力, 成功实现了Sn原子自组装, 并且利用NC-AFM精确地测量了在此原子自组装过程中所需要的作用力. 实验结果与理论计算比较可以看出, 在原子自组装的各个阶段, 人类已经可以精确地控制原子来实现特定功能的纳米自组装结构, 本实验探针采取弹性系数约为40 N/m的Si探针, 振动振幅控制在6 nm左右, 而

图 13 (网络版彩图)实现逻辑与门和或门的器件. (a) 与门和或门模型; (b)–(d) 操作STM形成逻辑与门和或门的流程图
Figure 13 (Color online) The Logic AND and OR gates using AFM. (a) Model of the AND and OR gates; (b)–(d) shows the working process for AND and OR gates.

图 14 (网络版彩图)(a) 利用常温NC-AFM成功实现的原子操控结果; (b) 精确测量了在此自组装过程中所需要的能量
Figure 14 (Color online) The manipulation process with NC-AFM at room temperature (a) and the energy needed during manipulation (b).

这也往往是此类探针通常所采用的振动振幅. 此外, 他们发展了垂直、水平方向的原子/分子移动方法与实验, 丰富了分子原子移动理论、材料改性以及纳米电子器件的研究内容^[74–78].

4.3 极限磁测量技术

2007年, Yokoyama等人^[33]首次在氧化镍(NiO(001))表面利用MExFM测量得到实空间晶格及自旋空间显微图, 结果如图15所示. 结果表明, 此系统可以直接观察到材料表面的自旋信息, 换算到实空间, 精度小于1 pm ($1 \text{ pm} = 10^{-12} \text{ m}$).

他们还开发了一套力谱系统用于测量三维自旋分布以及自旋间的能量差值, 如图16和17所示. 由结果可以看出, 自旋上/下的能量差约为50 meV, 这为自旋操控技术的发展提供了重要的实验依据. 此外, 本系统还能测量扫描过程中的耗散力和原子间的动态过程, 比如自旋进动、自旋波激发(磁振)等. 所以, 此项技术对新一代磁性存储器件和传感器件具有重要作用, 对磁性活性单个原子或分子检测、轨道杂化(Hybridization)的绝缘体吸附也将有广泛的应用^[33].

近场光学显微镜(SNOM)利用的是光束(光子)成像, 这与STM的电子束(电子)成像不同. 利用SNOM, 可以对样品的光吸收、光发射、光散射以及谱线成像等领域进行研究. 目前SNOM已经在超分辨成像(单分子/原子、微纳结构、生物结构等)、偏振光成像(磁

图 15 (网络版彩图)利用MExFM测量自旋结果. (a) 实空间晶格显微; (b) 自旋空间显微图^[33]
Figure 15 (Color online) The experimental results using MexFM. (a) Shows the topography; (b) the spin images ^[33].

图 16 (网络版彩图)三维MExFM力谱测量自旋技术. (a) 大面积表面扫描形貌图; (b) $p(1 \times 1)$ 结构、 $c(2 \times 2)$ 结构原子分辨率表面形貌; (c) 三维力谱测量自旋信息图^[34]

Figure 16 (Color online) The 3D force spectroscopy for spin using MexFM. (a) Shows the topography on large area; (b) the enlarged images marked in (a); and (c) shows the three-dimensional spin spectroscopy^[34].

图 17 (网络版彩图)三维MExFM力谱测量得到自旋引起的能量差, 约为50 meV^[34]

Figure 17 (Color online) The energy difference of around 50 meV from the 3D force spectroscopy for spin^[34].

图 18 (网络版彩图)铁磁共振磁交换力显微镜理论原理示意图

Figure 18 (Color online) Diagram and principle of ferromagnetic resonance (FMR)-MexFM.

畴、科尔效应等)、近场光谱的单色光强分布、单量子点发光、纳米级近场拉曼增强、时间分辨光谱等方面取得了长足的进展^[79-82].

我国研究人员利用低温 STM/STS, SP-STM, NC-AFM, 时间分辨STM以及SNOM等测量工具, 在单层FeSe/SrTiO₃表面进行了高温超导、拓扑绝缘量子态、高空间和高时间分辨的自旋结构原位表征、单分子电致发光等方面的研究; 并在等离子体共振的频谱调控、分子发光通道的选择性开启与增强的新奇分子光电效应、以及亚分子、亚纳米分辨拉曼成像的化学识别等领域取得了显著的成绩^[83-87].

5 本小组在FMR-MExFM测量技术的研究进展

本小组利用在恶劣环境的微纳机电系统领域的优势, 在解决实际工程问题的过程中, 逐渐开展基于超高真空SPM的超高灵敏度测量. 主要集中在新原理的磁测量、自旋检测、超精密测量等方面. 研究工作和进展主要体现在以下几个方面.

5.1 技术与方法发展

发展和完善超高真空、高分辨扫描隧道显微镜与磁交换力显微镜, 基本实现高灵敏的MEMS/NEMS结构表征、检测. 提出了超高灵敏度的自旋共振磁检测精密测量系统原理及方案论证. 旨在利用铁磁共振原理, 结合MExFM进行磁信息测量和单自旋检测^[88]. 图18提出的铁磁共振磁交换力显微镜理论原理示意图, 主要利用外部条件激发产生自旋共振信息, 通过磁

性探针的调制将自旋信息检测出来.

5.2 系统搭建

设计及搭建了自旋激发系统, 搭建了SPM的超高真空系统、控制系统及测量系统, 在此基础上完成了SPM系统的设计及搭建. 图19即为搭建的超高真空SPM系统原理图(a)及实物图(b).

5.3 新型探针技术

开发了新型探针制作技术, 旨在提高探针的磁性

图19 (网络版彩图)超高真空SPM系统原理图(a)、实物图(b)及测量单元实物图(c)
Figure 19 (Color online) system photography (a) and schematics (b) of UHV-AFM, and the AFM unit (c).

材料检测灵敏度. 通过超高真空的纳米磁性薄膜生长, 制得尖端半径为5 nm左右的磁性探针, 为高灵敏度的自旋检测奠定了基础. 图20为新型探针技术制作示意图及探针针尖TEM图.

5.4 初步实验结果

成功地实现了利用微波照射探针的铁磁共振实验, 初步实现了磁信息的高灵敏度测量, 并成功分离磁物质表面的晶格空间信息和磁信息(图21). 实验结果

图20 (网络版彩图)新型探针技术制作及探针针尖TEM图
Figure 20 (Color online) Process of magnetic film coating onto the tip and the experimental results.

图21 (网络版彩图)铁磁共振实验(a)及磁信息测量结果图(b)
Figure 21 (Color online) Observation of FMR (a) and magnetic results using home-made MexFM (b).

显示, 本套系统能够在纳米尺度对磁信息进行精确测量和表征, 下一步计划对系统进行改进, 达到磁信息的原子级分辨率.

利用上述设备, 提出了外差调幅开尔文力探针显微(Heterodyne AM-KPFM)测量方法, 建立了基于该方法的理论模型, 同时从理论和实验上将AM-KPFM的杂散电容降低了90%以上, 灵敏度比调频开尔文力探针显微(FM-KPFM)提高2–3倍(图22(a)). 实测结果显示, 系统的表面横向分辨率达到单原子水平(测量范围 $3\text{ nm} \times 3\text{ nm}$), 材料表面电势能分辨率达到 0.1 meV , 表面形貌与电势能间测量耦合被限制在3%以内(图22(b)–(d))^[89,90].

6 结论

本文简单回顾了SPM系统在微纳尺度超高精密测量领域的简单应用. 介绍了SPM的原理、系统构成、在该领域的最新进展等; 介绍了传统SPM以及最新研发的SPM系统在MEMS/NEMS测量和制造方面的需求和研究进展, 对超高分辨率测量、极限测量、微纳米器件的SPM制造及功能做了重点论述. 总之, SPM作为一项先进的、友好的、有应用导向的技术, 随着软硬件的不断升级以及与其他测量工具的结合, 必将在

图22 (网络版彩图)新型SPM技术测量得到的表面电势灵敏度(a)及表面形貌(b)、电势分布(c)和电势起伏(d)

Figure 22 (Color online) The surface potential sensitivity (a) and surface topography (b), electric potential distribution (c) and potential fluctuation (d) were measured by the new SPM technique.

微纳尺度精密测量方面有更大、更重要的用途.

参考文献

- 1 Binnig G, Rohrer H, Gerber C, et al. Surface studies by scanning tunneling microscopy. *Phys Rev Lett*, 1982, 49: 57–61
- 2 Meyer E. Scanning probe microscopy and related methods. *Beilstein J Nanotech*, 2010, 1: 155–157
- 3 Israelachvili J. Intermolecular and Surface Forces. Nork York: Wiley, 1992
- 4 Herz M, Scheer E. Force-noise spectroscopy by tunneling current deflection sensing. *Appl Phys Lett*, 2016, 108: 023103. arXiv: 1507.00242
- 5 Tang M, Ouyang M, Cai S M, et al. Observation of nanometer-sized structures using a scanning near-field optical microscope (SNOM) (in Chinese). *Acta Phys Chim*, 1997, 13: 669–672 [汤鸣, 欧阳敏, 蔡生民, 等. 扫描近场光学显微镜对纳米结构的观察. 物理化学学报. 1997, 13: 669–672]
- 6 Hu M Q, Cai J Y. Scanning near-field optical microscope and its applications in the field of single molecule detection (in Chinese). *Prog Chem*, 2008, 20: 984–988 [胡明铅, 蔡继业. 扫描近场光学显微镜及其单分子探测中的应用. 化学进展. 2008, 20: 984–988]
- 7 Kittel C. Introduction to Solid State Physics. New York: Wiley, 1986. 547–548
- 8 Nishikawa K, Kusano K, Ayusawa Arai A, et al. Density fluctuation of a van der Waals fluid in supercritical state. *J Chem Phys*, 2003, 118: 1341–1346
- 9 Giessibl F J. Forces and frequency shifts in atomic-resolution dynamic-force microscopy. *Phys Rev B*, 1997, 56: 16010–16015
- 10 Sugawara Y, Naitoh Y, Kageshima M, et al. Development of noncontact atomic force microscopy operating at low temperatures. *J Vac Soc Jpn*, 2008, 51: 789–795
- 11 Sarid D. Scanning Force Microscopy. New York: Oxford University Press, 1994. 262
- 12 Olsson L, Lin N, Yakimov V, et al. A method for in situ characterization of tip shape in ac-mode atomic force microscopy using electrostatic interaction. *J Appl Phys*, 1998, 84: 4060–4064

- 13 Law B M, Rieutord F. Electrostatic forces in atomic force microscopy. [Phys Rev B](#), 2002, 66: 035402
- 14 Giessibl F J, Binnig G. Investigation of the (001) cleavage plane of potassium bromide with an atomic force microscope at 4.2 K in ultra-high vacuum. [Ultramicroscopy](#), 1992, 42-44: 281-289
- 15 Livshits A I, Shluger A L, Rohl A L, et al. Model of noncontact scanning force microscopy on ionic surfaces. [Phys Rev B](#), 1999, 59: 2436-2448
- 16 Shluger A L, Kantorovich L N, Livshits A I, et al. Ionic and electronic processes at ionic surfaces induced by atomic-force-microscope tips. [Phys Rev B](#), 1997, 56: 15332-15344
- 17 García R. Dynamic atomic force microscopy methods. [Surface Sci Rep](#), 2002, 47: 197-301
- 18 Cappella B, Dietler G. Force-distance curves by atomic force microscopy. [Surface Sci Rep](#), 1999, 34: 1-104
- 19 Brushan B. Handbook of Nanotechnology. Berlin: Springer, 2004
- 20 Binnig G, Quate C F, Gerber C. Atomic force microscope. [Phys Rev Lett](#), 1986, 56: 930-933
- 21 Ando T, Uchihashi T, Fukuma T. High-speed atomic force microscopy for nano-visualization of dynamic biomolecular processes. [Prog Surface Sci](#), 2008, 83: 337-437
- 22 Kitamura S, Iwatsuki M. Observation of 7×7 reconstructed structure on the Silicon (111) surface using ultrahigh vacuum noncontact atomic force microscopy. [Jpn J Appl Phys](#), 1995, 34: L145-L148
- 23 Gould S, Marti O, Drake B, et al. Molecular resolution images of amino acid crystals with the atomic force microscope. [Nature](#), 1988, 332: 332-334
- 24 Socoliuc A, Bennewitz R, Gnecco E, et al. Transition from stick-slip to continuous sliding in atomic friction: Entering a new regime of ultralow friction. [Phys Rev Lett](#), 2004, 92: 134301
- 25 Hartmann U. Magnetic force microscopy. [Annu Rev Mater Sci](#), 1999, 29: 53-87
- 26 Abraham D W, Williams C C, Wickramasinghe H K. Measurement of in-plane magnetization by force microscopy. [Appl Phys Lett](#), 1988, 53: 1446-1448
- 27 Girard P. Electrostatic force microscopy: Principles and some applications to semiconductors. [Nanotechnology](#), 2001, 12: 485-490
- 28 Nonnenmacher M, O'Boyle M, Wickramasinghe H K. Surface investigations with a Kelvin probe force microscope. [Ultramicroscopy](#), 1992, 42-44: 268-273
- 29 Mohn F, Gross L, Moll N, et al. Imaging the charge distribution within a single molecule. [Nat Nanotech](#), 2012, 7: 227-231
- 30 Günther P, Fischer U C, Dransfeld K. Scanning near-field acoustic microscopy. [Appl Phys B](#), 1989, 48: 89-92
- 31 Takata K, Hasegawa T, Hosaka S, et al. Tunneling acoustic microscope. [Appl Phys Lett](#), 1989, 55: 1718
- 32 Hoffmann B, Houbertz R, Hartmann U. Eddy current microscopy. [Appl Phys A-Mater Sci Process](#), 1998, 66: S409-S413
- 33 Yokoyama K, Ochi T, Uchihashi T, et al. Optical beam deflection noncontact atomic force microscope optimized with three-dimensional beam adjustment mechanism. [Rev Sci Instrum](#), 2000, 71: 128-132
- 34 Shahbazian Y R. Atomic Force Microscopy. Oxford: Oxford University Press, 2010
- 35 Zhong Q, Inniss D, Kjoller K, et al. Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy. [Surface Sci](#), 1993, 290: L688-L692
- 36 Ohnesorge F, Binnig G. True atomic resolution by atomic force microscopy through repulsive and attractive forces. [Science](#), 1993, 260: 1451-1456
- 37 Fujisawa S, Ohta M, Konishi T, et al. Difference between the forces measured by an optical lever deflection and by an optical interferometer in an atomic force microscope. [Rev Sci Instrum](#), 1994, 65: 644-647
- 38 Giessibl F J, Träfas B M. Piezoresistive cantilevers utilized for scanning tunneling and scanning force microscope in ultrahigh vacuum. [Rev Sci Instrum](#), 1994, 65: 1923-1929
- 39 Hoffmann P M, Jeffery S, Pethica J B, et al. Energy dissipation in atomic force microscopy and atomic loss processes. [Phys Rev Lett](#), 2001, 87: 265502
- 40 Steidtner J, Pettinger B. Tip-enhanced raman spectroscopy and microscopy on single dye molecules with 15 nm resolution. [Phys Rev Lett](#), 2008, 100: 236101
- 41 Eigler D M, Schweizer E K. Positioning single atoms with a scanning tunnelling microscope. [Nature](#), 1990, 344: 524-526
- 42 Suehira N, Tomiyoshi Y, Sugawara Y, et al. Low-temperature noncontact atomic-force microscope with quick sample and cantilever exchange mechanism. [Rev Sci Instrum](#), 2001, 72: 2971-2976
- 43 Chen C J, Smith W F. Introduction to scanning tunneling microscopy. [Am J Phys](#), 1995, 66: 935-937
- 44 Yokoyama K, Ochi T, Yoshimoto A, et al. Atomic resolution imaging on $\text{Si}(100)2\times 1$ and $\text{Si}(100)2\times 1:\text{H}$ surfaces with noncontact atomic force microscopy. [Jpn J Appl Phys](#), 2000, 39: L113-L115
- 45 Giessibl F J. Atomic resolution of the Silicon (111)-(7×7) surface by atomic force microscopy. [Science](#), 1995, 267: 68-71

- 46 Hofer W A, Foster A S, Shluger A L. Theories of scanning probe microscopes at the atomic scale. *Rev Mod Phys*, 2003, 75: 1287–1331
- 47 Sugawara Y, Ohta M, Ueyama H, et al. Defect motion on an InP(110) surface observed with noncontact atomic force microscopy. *Science*, 1995, 270: 1646–1648
- 48 Ashino M, Schwarz A, Behnke T, et al. Atomic-resolution dynamic force microscopy and spectroscopy of a single-walled carbon nanotube: Characterization of interatomic van der Waals forces. *Phys Rev Lett*, 2004, 93: 136101
- 49 Rugar D, Mamin H J, Guethner P. Improved fiber-optic interferometer for atomic force microscopy. *Appl Phys Lett*, 1989, 55: 2588–2590
- 50 Drake A D, Leiner D C. Fiber-optic interferometer for remote subangstrom vibration measurement. *Rev Sci Instrum*, 1984, 55: 162
- 51 Li X, Lee D W. Integrated microcantilevers for high-resolution sensing and probing. *Meas Sci Tech*, 2012, 23: 022001
- 52 Marcus R B, Ravi T S, Gmitter T, et al. Formation of silicon tips with <1 nm radius. *Appl Phys Lett*, 1990, 56: 236
- 53 Lewis A, Taha H, Strinkovski A, et al. Near-field optics: From subwavelength illumination to nanometric shadowing. *Nat Biotech*, 2003, 21: 1378–1386
- 54 Morita S, Wiesendanger R, Meyer E. *Noncontact Atomic Force Microscopy*. Berlin: Springer, 2002
- 55 Kobayashi K, Yamada H, Matsushige K. Frequency noise in frequency modulation atomic force microscopy. *Rev Sci Instrum*, 2009, 80: 043708
- 56 Woodward J D, Wepf R, Sewell B T. Three-dimensional reconstruction of biological macromolecular complexes from in-lens scanning electron micrographs. *J Microscopy*, 2009, 234: 287–292
- 57 Dai G, Jung L, Pohlenz F, et al. Measurement of micro-roughness using a metrological large range scanning force microscope. *Meas Sci Tech*, 2004, 15: 2039–2046
- 58 Fouchier M, Pargon E, Bardet B. An atomic force microscopy-based method for line edge roughness measurement. *J Appl Phys*, 2013, 113: 104903
- 59 Mancevski V, McClure P F. Development of a dual-probe caliper CD-AFM for near model-independent nanometrology. In: *Proceedings of The International Society for Optical Engineering*. Santa Clara: SPIE, 2002. 83–91
- 60 Dai G, Wolff H, Pohlenz F, et al. Atomic force probe for sidewall scanning of nano- and microstructures. *Appl Phys Lett*, 2006, 88: 171908
- 61 Dahlen G, Osborn M, Okulan N, et al. Tip characterization and surface reconstruction of complex structures with critical dimension atomic force microscopy. *J Vac Sci Tech B*, 2005, 23: 2297
- 62 Feringa B L, Browne W R. *Molecular Switches*. Berlin: Wiley, 2001. 123–163
- 63 Crommie M F, Lutz C P, Eigler D M. Confinement of electrons to quantum corrals on a metal surface. *Science*, 1993, 262: 218–220
- 64 Green J E, Wook Choi J, Boukai A, et al. A 160 kilobit molecular electronic memory patterned at 1011 bits per square centimetre. *Nature*, 2007, 445: 414–417
- 65 Klappenberger F. Two-dimensional functional molecular nanoarchitectures-complementary investigations with scanning tunneling microscopy and X-ray spectroscopy. *Prog Surface Sci*, 2014, 89: 1–55
- 66 Collier C P. Electronically configurable molecular-based logic gates. *Science*, 1999, 285: 391–394
- 67 Nazin G V. Visualization and spectroscopy of a metal-molecule-metal bridge. *Science*, 2003, 302: 77–81
- 68 Livoreil A, Dietrich-Buchecker C O, Sauvage J P. Electrochemically triggered swinging of a [2]-catenane. *J Am Chem Soc*, 1994, 116: 9399–9400
- 69 Strosio J A, Eigler D M. Atomic and molecular manipulation with the scanning tunneling microscope. *Science*, 1991, 254: 1319–1326
- 70 Sugimoto Y, Abe M, Hirayama S, et al. Atom inlays performed at room temperature using atomic force microscopy. *Nat Mater*, 2005, 4: 156–159
- 71 Leoni T, Guillermet O, Walch H, et al. Controlling the charge state of a single redox molecular switch. *Phys Rev Lett*, 2011, 106: 216103
- 72 Heinrich A J. Molecule cascades. *Science*, 2002, 298: 1381–1387
- 73 Martin Y, Wickramasinghe H K. Method for imaging sidewalls by atomic force microscopy. *Appl Phys Lett*, 1994, 64: 2498–2500
- 74 Sugimoto Y, Pou P, Custance O, et al. Complex patterning by vertical interchange atom manipulation using atomic force microscopy. *Science*, 2008, 322: 413–417
- 75 Shinada T, Okamoto S, Kobayashi T, et al. Enhancing semiconductor device performance using ordered dopant arrays. *Nature*, 2005, 437: 1128–1131
- 76 Kane B E. A silicon-based nuclear spin quantum computer. *Nature*, 1998, 393: 133–137
- 77 Kitchen D, Richardella A, Tang J M, et al. Atom-by-atom substitution of Mn in GaAs and visualization of their hole-mediated interactions. *Nature*, 2006, 442: 436–439
- 78 Sugimoto Y, Pou P, Abe M, et al. Chemical identification of individual surface atoms by atomic force microscopy. *Nature*, 2007, 446: 64–67
- 79 Sugawara Y, Yamanishi J, Tokuyama T, et al. Atomic-resolution imaging of the optical near field based on the surface photovoltage of a Silicon probe tip. *Phys Rev Appl*, 2015, 3: 044020
- 80 Ezugwu S, Ye H, Fanchini G. Three-dimensional scanning near field optical microscopy (3D-SNOM) imaging of random arrays of copper nanoparticles: Implications for plasmonic solar cell enhancement. *Nanoscale*, 2015, 7: 252–260

- 81 Li Y, Zhou N, Raman A, et al. Three-dimensional mapping of optical near field with scattering SNOM. *Opt Express*, 2015, 23: 18730–18735
- 82 Yamanishi J, Tokuyama T, Naitoh Y, et al. Distance dependence of atomic-resolution near-field imaging on α -Al₂O₃ (0001) surface with respect to surface photovoltage of silicon probe tip. *Nano Res*, 2016, 9: 530–536
- 83 Chang C Z, Zhang J, Feng X, et al. Experimental observation of the quantum anomalous Hall effect in a magnetic topological insulator. *Science*, 2013, 340: 167–170. arXiv: [1605.08829](#)
- 84 Jiang S, Zhang Y, Zhang R, et al. Distinguishing adjacent molecules on a surface using plasmon-enhanced Raman scattering. *Nat Nanotech*, 2015, 10: 865–869
- 85 Zhang R, Zhang Y, Dong Z C, et al. Chemical mapping of a single molecule by plasmon-enhanced Raman scattering. *Nature*, 2013, 498: 82–86
- 86 Wei W, Zhu Y, Bai Y, et al. Direct observation of current-induced conductive path in colossal-electroresistance manganite thin films. *Phys Rev B*, 2016, 93: 035111
- 87 Zhu Y, Du K, Niu J, et al. Chemical ordering suppresses large-scale electronic phase separation in doped manganites. *Nat Commun*, 2016, 7: 11260
- 88 Xue H, Ma Z M, Shi Y B, et al. Magnetic exchange force microscopy using ferromagnetic resonance (in Chinese). *Acta Phys Sin*, 2013, 18: 94–101 [薛慧, 马宗敏, 石云波, 等. 铁磁共振磁交换力显微镜. 物理学报, 2013, 18: 94–101]
- 89 Ma Z M, Mu J L, Tang J, et al. Potential sensitivities in frequency modulation and heterodyne amplitude modulation Kelvin probe force microscopes. *Nanoscale Res Lett*, 2013, 8: 532
- 90 Kou L, Ma Z, Li Y J, et al. Surface potential imaging with atomic resolution by frequency-modulation Kelvin probe force microscopy without bias voltage feedback. *Nanotechnology*, 2015, 26: 195701

The high precision measurements and instruments with special SPM technique

MA ZongMin^{1,2,3}, WANG Fang^{1,2,3}, QU Zhang^{1,2,3}, ZHAO Min^{1,2,3}, SHI YunBo^{1,2,3},
ZHANG XiaoMing^{1,2,3}, QIN Li^{1,2,3}, LIU Jun^{1,2,3*} & LI YanJun^{2,3,4}

¹ Science and Technology on Electronic Test & Measurement Laboratory, North University of China, Taiyuan 030051, China;

² Key Laboratory of Instrumentation Science & Dynamic Measurement, Ministry
of Education of China, North University of China, Taiyuan 030051, China;

³ School of Instrument and Electronics, North University of China, Taiyuan 030051, China;

⁴ Department of Applied Physics, Graduate School of Engineering, Osaka University, Osaka 5650871, Japan

For many measurements, it is important to know the interaction of the measuring device with the artefact being measured in order to determine the accurate magnitude of the quantity. Mechanical, electrical, magnetic, optical and chemical properties of materials are also important parameters that need to be quantified at the micro/nano scale. On the other hand, SPM and related technique have the abilities to detect these interactions between sharp tips and sample surfaces. This paper mainly focuses on the review of development of the measurement using scanning probe microscopy (SPM) at micro/nano scale with high sensitivity and high resolution. Firstly, we introduce principles of SPMs, especially for AFM (Atomic Force Microscopy) and STM (Scanning Tunneling Microscopy). Then, instruments of LT/RT-STM, SP-STM and AFM systems were introduced, and some typical experimental results were discussed. In addition, micro/nano measurements in dead areas, characterization and manipulation of the micro/nano electronics in probe technique were mainly discussed. Finally, measurement progresses in magnetic materials using UHV-AFM were introduced. In conclusion, this article gives an overview of the foundations of SPM and applications in precision measurements. A large part of the article describes state of the SPMs, their essential components and recent developments in this field. Nevertheless, SPMs are advancing, supported by user-friendly and application-oriented features, improved software and combination with other instruments in many fields such as atomic/molecular science, NEMS (nano-electric-mechanical system), etc.

scanning probe microscopy, precision measurements, micro/nano electronics, material characterization

PACS: 07.79.Cz, 07.79.Fc, 07.79.Lh, 07.79.Pk, 07.79.Sp

doi: [10.1360/SSPMA2016-00168](https://doi.org/10.1360/SSPMA2016-00168)