

热拉伸和化学腐蚀相结合制备 弯曲光纤探针^{*}

徐 凯 潘 石[†] 吴世法 孙 伟 李银丽

(大连理工大学物理系, 大连 116024)

(2002 年 8 月 7 日收到 2002 年 9 月 9 日收到修改稿)

提出了原子力/光子扫描隧道显微镜 (AF/PSTM) 系统的关键部分——双功能弯曲光纤探针的制作方法. 采用热拉伸与动态、静态两步化学腐蚀相结合的方法制作出 AF/PSTM 弯曲光纤探针, 弯曲角度约为 150°, 尖端曲率半径优于 100 nm, 锥角范围为 60°—90°. 将这种双功能弯曲光纤探针应用在新研制的 AF/PSTM 系统上, 同时获得了样品的光学与形貌图像, 实现了图像分解.

关键词: 原子力/光子扫描隧道显微镜, 光纤探针, 热拉伸, 化学腐蚀

PACC: 4281P, 0760P, 0779, 6116P

1. 引 言

纳米显微技术是纳米高科技领域里的一项重要成像技术. 1991 年, Ferrel 等^[1]申请到一项美国发明专利, 名为光子扫描隧道显微镜 (PSTM), 它是一种特殊形式的近场光学显微镜, 可以突破常规光学显微镜衍射分辨率极限, 实现纳米级分辨率光学成像^[2]. 1993 年 6 月, 本课题组与中科院北京电子显微镜研究室联合, 成功研制了国内第一台 PSTM^[3], 并通过了由王大珩、干福熹、郭可信等院士参加的鉴定. 扫描图像最大范围达 $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$, 横向空间分辨率优于 10 nm, 纵向空间分辨率优于 1 nm. 经过实验发现 PSTM 的应用有一定的局限性, 它仅对折射率均匀、只有形貌起伏的样品或表面很平、只有折射率变化的样品能分别得到形貌和折射率图像, 而对于既有形貌起伏, 又有折射率变化的样品(例如生物样品), 得到的是二者的混合图像, 造成图像解释困难. 这种应用上的局限制约着 PSTM 的进一步发展. 为了解决 PSTM 图像混合的问题, 我们开发了原子力/光子扫描隧道显微镜 (AF/PSTM) 系统^[4,5], 使用双功能弯曲光纤探针, 可以起到 AFM 的光杠杆和 PSTM 的光纤尖收集隐失场光信息的双重作用, 既可获得样品分解的光学折射率和透射率图像, 同时又可获得样

品形貌三维图像.

扫描显微镜的空间分辨能力与探针的尖端曲率半径直接相关, 半径越小, 分辨能力越好, 尖端的圆锥角不宜过小, 太小了会影响光纤尖端的光导耦合与传输效率. 光纤探针端头渐细区直径小于激光波长的区域应尽量短, 避免产生过大的阻尼传输. 目前, 国内外关于光纤探针的制作方法主要有热拉伸法与化学腐蚀法两种^[6—11], 但都是关于直头光纤探针的制作方法, 关于弯曲光纤探针的制作方法尚未见报导. 由热拉伸法^[6]制出的光纤探针尖端锥角小, 过渡区细长, 传光效率低, 只有 10^{-7} , 但制备时间短, 不受环境温度的影响. 化学腐蚀法^[7]得到的光纤探针尖端锥角较大, 传光效率为 10^{-3} , 但制备周期长, 易受环境和腐蚀液的稳定性影响. 按照上述要求并比较现有直头光纤探针制作方法的优缺点, 我们提出并发展了一种热拉伸与动态、静态两步化学腐蚀相结合的 AF/PSTM 双功能弯曲光纤探针制作方法. 制作出的弯曲光纤探针具有比较理想的尖端曲率半径与圆锥角. 该方法切实可行, 对实验环境要求不是很高.

2. AF/PSTM 光纤探针的外形设计

AF/PSTM 系统是在 AFM 的基础之上研制而成,

* 国家自然科学基金(批准号 60007011, 30270367)、国家科技部和中国分析测试协会仪器功能开发基金(批准号: GN-99-15)、教育部博士点基金(批准号 20020141018)资助的课题.

[†] 通讯联系人. E-mail: span@dlut.edu.cn, 电话: 0411-4707863.

图1为其扫描头部分的原理示意图.原AFM的氮化硅针尖与硅质的弹力臂由一根弯曲光纤探针取代.系统的结构与功能决定着光纤探针的外形设计.我们采用的是“tapping”成像模式,即光纤尖敲击样品表面的扫描成像模式,同时采用光杠杆做距离监控,要求光纤探针背面提供一个反射面,这就决定了AF/PSTM光纤探针的整体外形必须是弯曲的.

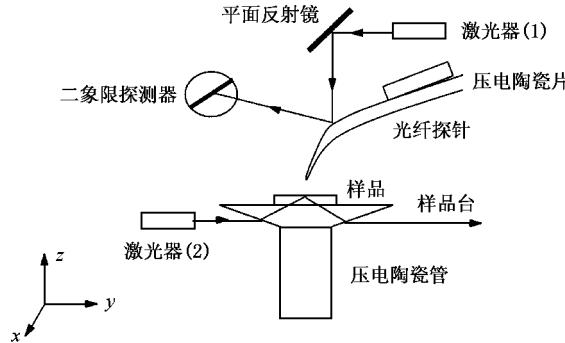


图1 AF/PSTM扫描头原理示意图

光纤探针在XY向扫描的同时,由压电陶瓷片(PZT)策动,在样品表面近场区域里做恒振幅振动,光纤尖采集光强信息,用于光学成像.光纤探针背面作为光杠杆的一个反射面,根据AFM的成像机理由Z向反馈电压可以得到样品的形貌图像.为了提高光纤探针探测的灵敏度,要求高共振频率与高Q值.在满足光纤波导,并保证探针刚性的条件下,光纤探针前端露出PZT的部分越细越好,实验证明直径在40—60 μm 范围内为宜.另外,光纤探针伸出PZT部分的长度对共振频率的影响也很大,伸出越长,共振频率越低.

为使该扫描系统获得高分辨率,光纤探针的尖端曲率半径越小越好,尖后面过渡区的锥角为60°—90°较好,可以保证过渡区有较小损耗.为保证光纤探针背面有一个好的反射面,还需要在光纤探针背面镀金属膜.

这样设计的光纤探针可以实现双功能成像,能够同时获得AFM(形貌)与PSTM(光学)的图像信息.

3. 光纤探针的制作工艺与讨论

对比直头光纤探针的两种主要制作方法,即热拉伸法与化学腐蚀法的优缺点,并结合我们现有的

实验条件,采用热拉伸与动态、静态两步化学腐蚀相结合的方法制作出双功能弯曲光纤探针,可以满足AF/PSTM系统的扫描成像要求.

3.1. 热拉伸法制备半成品光纤探针

采用GQR-3型光纤程控熔接器(图2)对单模通信光纤(SMF1310)进行热拉伸,使用人工控制,可以获得弯曲的光纤探针.

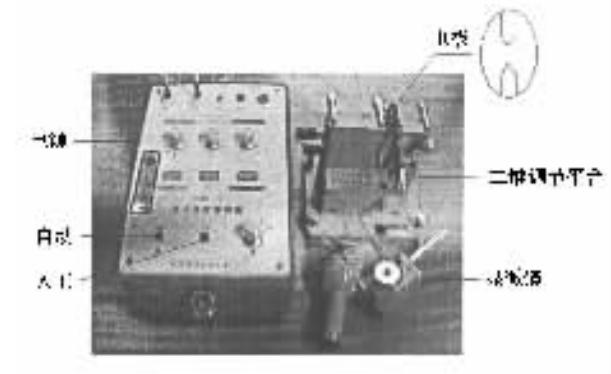


图2 GQR-3型光纤程控熔接器

热拉伸前先用光纤剥皮钳将光纤外面的一段保护层剥去,为保证热拉伸后光纤表面的光洁度,须用乙醇将残留在光纤外表面的保护层碎屑清洗干净,而后将光纤平放在拉伸机两端的浅槽中,调节电极对准光纤剥去保护层部分的中央,选择适当电极间距和放电电流,加热光纤至熔融状态,将光纤斜向拉伸,停止放电,沿光纤弯曲方向再次移动电极,使电极位于弯曲光纤段的中间,而后进行多次放电,光纤从加热点处向两端自然收缩,中间部分很快变细,当中间部分细至20 μm 左右时停止加热.从一侧抬起光纤,光纤中间的细丝部分在重力作用下自然断裂,两端的光纤均呈带有细丝的毛笔头状(图3),这样一次可以制备两根形貌基本相同的热拉伸半成品探针.在热拉伸过程中,电极间距与放电电流决定着光纤探针头部锥角大小,平台的移动距离决定着光纤弯曲部分的长度与角度.目前,国外有商品化的激光热拉伸仪,但价格昂贵,且制作的多是直头光纤探针.国产GQR-3型光纤程控熔接器价格不高,操作简便,只需较短时间的练习与实践就可掌握其拉伸工艺,而且所得到的毛笔头状光纤探针比传统热拉伸所得的细锥体光纤探针的尖端锥角大了许多.因此,我们所采用的热拉伸方法是一种简单可行且经济实用的弯曲光纤探针制作方法.

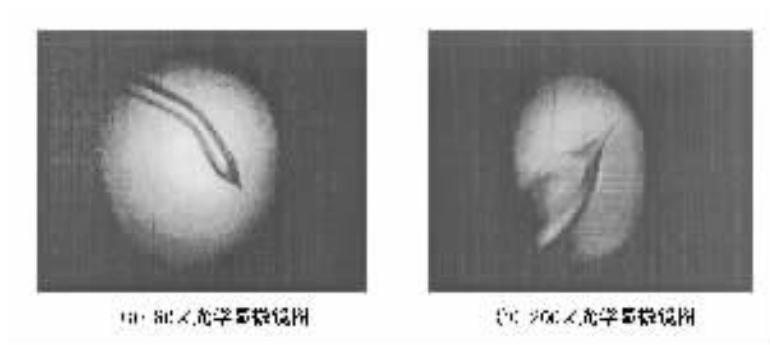


图 3 热拉伸后光纤探针的光学显微镜图

3.2. 动态、静态两步化学腐蚀法制备成品光纤探针

将上一步热拉伸所得的半成品弯曲光纤探针进行化学腐蚀, 腐蚀液选用 40% (重量比) 浓度的氢氟酸, 在室温条件下, 采用动态腐蚀与静态腐蚀相结合的方法, 最终可得到较为理想的光纤探针。

在动态腐蚀过程中, 我们使用自行研制的单片机控制腐蚀系统, 该系统由三部分(见图 4)组成: 1) 人机对话部分, 2) 单片机控制部分, 3) 光纤腐蚀部分(见图 5 所示)。

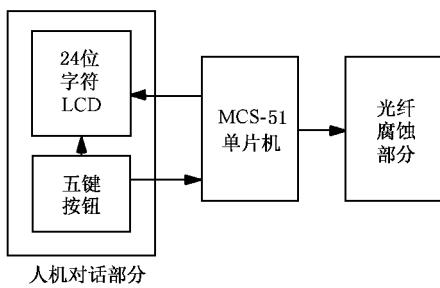


图 4 系统基本构成图

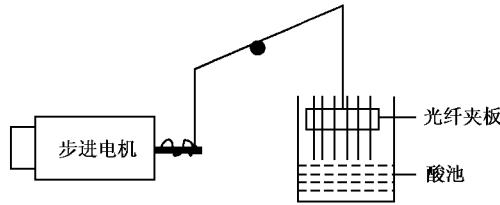
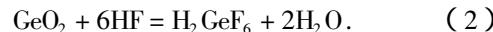
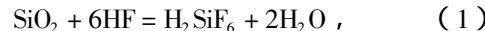


图 5 光纤腐蚀部分示意图

腐蚀开始前, 先将光纤整齐的排列在光纤夹板上, 一次最多可装 40 根; 而后, 从按键输入指令, 由 LCD 显示在面板上, 指令包括光纤运动速度、单程运动距离、浸入酸液后的等待时间及光纤提出液面后的等待时间等参数设置, 单片机接到指令后, 控制步

进电机做正反转, 带动光纤尖端在酸液内部上下往复运动, 计时约 15min。动态腐蚀制作直头光纤探针时, 光纤尖一般是在酸液的液面处进行运动, 这样可以得到较大的锥角^[8,9]。由于我们制作的是弯曲光纤尖, 同时又需要对探针前端几毫米处的包层进行锐化, 故光纤尖应整体浸入液面下。这样做不仅可以使光纤探针前端包层整体变细, 而且由于光纤尖搅拌溶液, 可保证针尖周围氢氟酸浓度基本不变。动态腐蚀后, 由热拉伸所残留下来的探针头部细丝被腐蚀掉。为了避免振动对进一步精细成尖的损伤, 停止电机, 进入静态腐蚀阶段, 此过程中, 光纤纤芯与包层同时变细, 是光纤探针成尖的关键阶段。静态腐蚀计时 5min, 撤去酸池, 用去离子水浸泡掉光纤表面的残留酸液, 最终得到成品弯曲光纤探针。

单模光纤的主要成分是 SiO_2 , 纤芯内掺有 GeO_2 , 与 HF 酸的化学反应式为



在 40% 浓度的氢氟酸中, 光纤纤芯腐蚀速率大于包层, 但由于热拉伸所成的锥体形状, 大大减小了尖端的包层体积, 同时包层与酸液的接触面积也远远大于纤芯, 从而使纤芯与包层在单位时间里所腐蚀的体积数基本相同, 尖端保持着沿锥状外貌向下锐减的趋势, 最终可以在端头前端形成锐尖。决定化学腐蚀时间的两个重要参数是酸液浓度与环境温度, 浓度越大, 温度越高, 腐蚀时间越短。腐蚀时间的选取非常重要, 时间过长会出现过腐蚀, 探针尖端变钝甚至无尖, 时间过短会出现欠腐蚀, 尖端细丝没有腐蚀掉, 无法成尖。在室温条件下, 使用 40% 浓度的氢氟酸溶液, 按照上述的工艺过程, 腐蚀热拉伸后的半成品光纤探针约 20min, 最终得到如图 6 所示的成品光纤探针。从图 6(a) 中可以看到探针弯曲部分长度约为 $300\mu\text{m}$, 弯角约为 150° , 包层直径为 $60\mu\text{m}$ 左右, 由

图 6(b)可以推断探针尖端曲率半径已经优于 100nm, 锥角在 85°左右。传统的纯化学腐蚀方法需要配制氢氟酸缓冲溶液, 腐蚀时间长达几个小时, 其中多步化学腐蚀法^[10]在腐蚀过程中还需要调整缓冲溶液的配比浓度, 要求对环境温度与酸液浓度进行严格控制。与它们相比, 我们的腐蚀方法可以节省大量时间, 对环境要求也不是很苛刻, 同时减小了工艺的复杂性, 提高了工艺的可重复性。

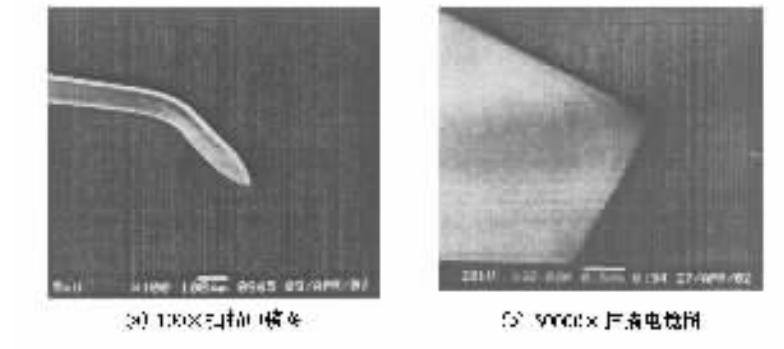


图 6 化学腐蚀后光纤探针的扫描电镜图

3.3. 成品光纤探针的保存与镀膜

光纤探针的保存也非常重要。一般腐蚀后的光纤探针不经处理放置十几个小时以后, 表面就会变得粗糙, 出现胶状半透明物。我们将腐蚀后的光纤探针浸于去离子水中 24h 以上, 光纤表面很光亮, 尖端曲率半径保持不变, 置于干燥器中可长期保存。这种方法简单有效。

最后对光纤探针进行镀膜。镀膜质量直接影响到反射光斑的强度。实验采用真空蒸镀铝膜的方法, 镀膜前, 须用无水乙醇清洗掉光纤探针表面的污染物, 以避免杂质破坏金属膜, 影响光洁度; 蒸发源在下方, 针尖背对蒸发源, 镀膜过程中固定针尖的载物盘自动旋转, 保证了多根光纤探针同时镀膜的均匀性。铝膜在空气中易被氧化, 故要在铝膜外再镀一层二氧化硅保护膜。影响镀膜质量的因素主要有两个: 真空度与蒸发速率。真空度过低, 膜层会很粗糙; 蒸发速率会影响膜层的致密性。若想得到光亮致密的膜层, 控制好真空度与蒸发速率是关键。至此, 光纤探针的制作工艺完成。

4. 光纤探针共振频率测试与扫描成像

使用由上述工艺制作的弯曲光纤探针进行共振频率测试, 针尖伸出 PZT 的长度约 2mm, 得到共振频率在 21kHz 左右, 扫频曲线如图 7 所示。

利用双功能弯曲光纤探针, 在 AF/PSTM 系统上进行了扫描成像实验。图 8 为在玻璃基片上真空镀

冲溶液的配比浓度, 要求对环境温度与酸液浓度进行严格控制。与它们相比, 我们的腐蚀方法可以节省大量时间, 对环境要求也不是很苛刻, 同时减小了工艺的复杂性, 提高了工艺的可重复性。

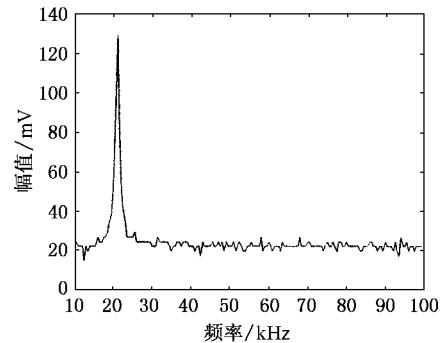


图 7 光纤探针扫频曲线

MgF_2 膜, 经激光烧孔 ($3.5\mu\text{m} \times 3.5\mu\text{m}$) 样品的 AF/PSTM 图像, 不仅 AFM 的形貌和 PSTM 的透过率有很明显的图像, 孔内(玻璃基板)的透过率比孔外 (MgF_2 膜)高, PSTM 的折射率图像也很好, MgF_2 ($n_1 = 1.38$), 玻璃 ($n_1 = 1.55$), 后者比前者暗, 与数值模拟基本相符。实验证实了利用热拉伸与化学腐蚀相结合的弯曲光纤探针制作工艺, 能制作出性能良好的光纤探针, 得到较好的扫描图像, 并实现图像分解。

5. 结 论

热拉伸与动态、静态两步化学腐蚀相结合的光纤探针制作工艺与传统的热拉伸法相比较, 制作出的光纤探针在尖端锥角方面有了很大提高, 可以达到近 90°的锥角, 而且制作成本得到降低; 与化学腐蚀法相比, 制作周期大大减小, 腐蚀过程中只使用

40%浓度的氢氟酸溶液,不用配制缓冲溶液,减小了工艺的复杂性,同时对环境要求也不是很苛刻.将双功能弯曲光纤探针应用于AF/PSTM系统上,一次扫描可以同时获得样品的形貌、折射率、透过率等多种图像,通过图像的对比与分析可得到样品的更多信

息.这在生物样品的成像和研究中将会有很好的应用前景.目前,对于弯曲光纤探针,还缺少简单有效而且全面精确的检测手段,另外,在探针制作的热拉伸过程中采用的是手动控制,制作中有个人经验因素,重复性与成功率在70%左右,有待进一步提高.

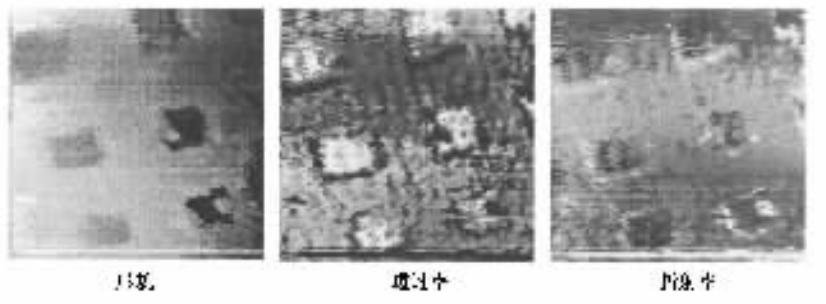


图8 MgF_2 膜(玻璃基板)激光烧孔 AF/PSTM 图像 (左)AFM 形貌图像 (中)(右)PSTM 光学透过率、光学折射率图像扫描范围 $16\mu\text{m} \times 16\mu\text{m}$

- [1] Ferrel T L ,Warmack R J and Reddick R C 1991 *United States Patent No 5 018 865*,1991 5 28
- [2] Reddick R C ,Warmack R J and Ferrel T L 1990 *Rev. Sci. Instrum.* **61** 12
- [3] Guo N ,Yao J N and Wu S F 1993 *Phys.* **12** 742 [in Chinese] 郭宁、姚骏恩、吴世法 1993 *物理* **12** 742]
- [4] Wu S F 1998 *Chinese invented patent* no :ZL96 1 11979. 9 ,CN1177738A ,1998-04-01 [in Chinese] 吴世法 1998 中国发明专利 ZL 96 1 11979.9 ,CN1177738A ,1998-04-01]
- [5] Wu S F ,Pan S ,Zhang J ,Liu W and Wang J Z 2001 *Engineering Science* **3** 33 [in Chinese] 吴世法、潘石、章健、刘伟、王景芝 2001 *中国工程科学* **3** 33]
- [6] Valaskovic G A ,Holton M and Morrison G H 1995 *Appl. Opt.* **34** 1215
- [7] Zeisel D ,Nettesheim S ,Dutoit B and Zenobi R 1996 *Appl. Phys. Lett.* **68** 2491
- [8] Sun J L ,Tian G Y ,Li Q ,Zhao J and Guo J H 2001 *Acta Phys. Sin.* **50** 2382 [in Chinese] 孙家林、田广彦、李勤、赵钧、郭继华 2001 *物理学报* **50** 2382]
- [9] Sun J L ,Xu J H ,Tian G Y ,Guo J H ,Zhao J and Xie A F 2001 *Chin. Phys.* **10** 631
- [10] Saiki T ,Mononobe S ,Ohtsu M ,Saito N and Kusano J 1996 *Appl. Phys. Lett.* **68** 2612
- [11] Zhang L Y and Li Y G 2001 *Acta Phys. Sin.* **50** 2322 [in Chinese] 张立源、李永贵 2001 *物理学报* **50** 2322]

Fabrication of bend optical fibre probes by heated pulling combined with chemical etching^{*}

Xu Kai Pan Shi[†] Wu Shi-Fa Sun Wei Li Yin-Li

(Department of Physics ,Dalian University of Technology ,Dalian 116024 ,China)

(Received 7 August 2002 ; revised manuscript received 9 September 2002)

Abstract

In this paper a fabrication method for the bi-functional bend optical fiber probe which is the key element of atomic force/photon scanning tunnel microscope (AF/PSTM) system is described. The heated pulling combined with dynamic/static two-steps chemical etching method is proposed and developed. Using this method we have made the AF/PSTM bend optical fibre probe. The bend angle of the probe is about 150 degrees ; the radius of curvature at the top end is better than 100nm ; the cone angle varies from 60 to 90 degrees. The bi-functional bend optical fiber probe is used in our newly developed AF/PSTM system. The optical and topographic images are obtained simultaneously and the image separation is realized.

Keywords : AF/PSTM , optical fiber probe , heated pulling , chemical etching

PACC : 4281P , 0760P , 0779 , 6116P

^{*} Project supported by the National Natural Science Foundation of China(Grant Nos.60007011 ,30270367) and by the New Instrument Development Foundation of National Ministry of Technology of China(Grant No. GN-99-15).

[†] Corresponding author. E-mail :span@dlut.edu.cn ;Telephone 0411-4707863.