

掃描束電子顯微鏡

Scanning Probe Microscopy

一、 實驗目的：

自從具有原子解析度的掃描穿隧顯微術於 1982 年發明以後，藉著不同的探針與樣品之間的交互作用，各式的掃描探針顯微數在隨後數年間不斷地被發展出來，其中堪稱最重要的便是在 1986 年出現的原子力顯微術。由於此項技術不但具有原子分辨率，並解可以應用於各種材料上，與掃描穿隧顯微術受限於導電材料不同，因此立刻被引入各種不同的領域。本實驗將介紹原子力顯微術的基本原理、儀器構造及其在材料上的應用。

二、 實驗設備：

SPM Solver P47是由一個避震系統，掃描器模組，組成各種類型量測頭，並且透過界面卡連接至個人電腦的一個裝置。如圖 1. 所示。



圖 1. SPM Solver P47 量測系統。

1.AFM量測頭

圖 2.為AFM的量測頭。AFM量測頭是設計在大氣下量測，亦可控制適當的氣體和液體進行量測，（液體中的操作是在量測頭上安裝的一個液體操作盒，如圖 3.所示）。此系統包含三個協調系統，掃描器、探針固定器和光學偏差的偵測器。量測頭也包括用於各種模式的校正系統。



圖 3.



圖 4.

2.STM量測頭

底下為兩個 STM 量測頭類型，在掃描隧道顯微鏡模式中之操作方法，以一個標準 (3pA-5nA) 和一個低電流 (3pA-5nA) 前置放大器。量測頭允許以下的量測模式: STM /低電流、STM /STM和光譜學/STM。



圖 5. 標準STM量測頭 (30pA-50nA)
操作範圍: 10pA-10nA
前置放大器雜訊: approx. 5 pA
頻寬: 12 kHz.



圖 6. 低電流STM量測頭(3pA-5nA)
操作範圍: 3pA-5nA
前置放大器雜訊: <1.5 pA
頻寬: 5.5 kHz.

3. Shear Force量測頭

剪力量測頭是被設計來量測影像的輪廓 (如圖 7) 並且透過光纖設計利用光傳導來傳遞光學信號。這包括非光學的回饋控制系統，且由音叉和光傳導光纖組成連接到壓電元件，而能夠為 SNOM 操作做修改。



圖 7.

4. 掃描模組

這是一個方便樣品量測的量測頭設計，藉由步進馬達移動樣品和量測頭的相對位置與步進馬達接近探針到達樣品的位置，掃描器組件是由壓電掃描器和步進馬達構成懸掛在避震平台上，piezoscanner 含有樣品的一個固定器和插銷式的加熱平台，掃描器組件也含有可以用手操作的裝置。



圖 8. 避震平台上的掃描器模組

5.避震系統

Vibroprotection 系統設計主要是用來降低基座到樣品外部振動比例的量測系統。包含 3 個支撐架和厚實的基座所構成，上端的高度可調整並且利用粗棉線作為掃描器組件懸浮的吸收器，基底含有量測頭和掃描器組件相關的連接頭。如圖 9. 所示。



圖 9. 避震平台

6.介面卡

為把電子組件連接在提供 SPM 控制軟體的個人電腦上使用。

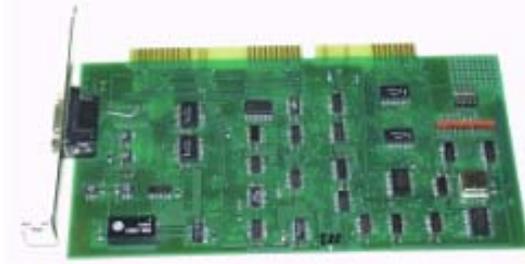


圖 10. 介面卡

三、 實驗原理：

(一)基本原理

原子力顯微鏡（atomic force microscope,AFM）是由 Binnig、Quarter 及 Gerber 1986 所發明的，具有原子級解像能力，可應用於多種材料表面檢測，並能在真空中、氣體與液體環境中操作，屬於掃描探針顯微術（scanning probe microscope, SPM），此類顯微術都是利用特製的微小探針，來偵測探針與樣品表面之間的某種交互作用，穿隧電流、原子力、磁力、近場電磁波等等，然後使用一個具有三軸位移的壓電陶瓷掃描器，使探針在樣品表面做左右前後掃描（或樣品做掃描），並利用此掃描器的垂直微調能力及迴饋電路，讓探針與樣品間的交互作用在掃描過程中維持固定，此時兩者距離在數至數百 Å 之間，而只要紀錄掃描面上每的垂直微調距離，我們便能得到樣品表面的等交互作用圖像，這些資料便可來推測出樣品表面特性。

AFM 的探針是由針尖副在懸臂樑（cantilever）前端所組成，當探針尖端與樣品表面接觸時，由於懸臂樑的彈性係數與原子間的作用力常數相當，因此針尖原子與樣品表面原子的作用力便會使探針在垂直方向移動，簡單的說就是樣品表面的高低起伏使探針作上下偏移，而藉著調整探針與樣品距離，便可在掃描過程中維持固定的原子力，此垂直微調距離，或簡稱為高度，便可當成二維函數儲存起來，也就是掃描區域的等原子力圖，這通常對應於樣品的表面地形（surface topography），一般稱為高度影像（height image）。AFM 的操作模式可約略分為以下三種。

1. 接觸式(contact mode)

在接觸式的操作下，探針與樣品間的作用力是原子間的排斥力 (repulsive force)，這是最早被發現出來的，由於排斥力對距離非常敏感，所以接觸式 AFM 較容易接觸得到解析度，而其他兩種則頗為困難，尤其在空氣中，樣品表面都存在一層水薄膜，由於毛細現象 (capillary effect) 的作用，探針與樣品間存有很強的黏滯力，因此增加高解析度影像取得的困難度。在一般接觸式量測中，探針與樣品間的作用力很小，約為 10^{-6} 至 10^{-10} N (Newton)，但由於接觸面積極小，因此過大的作用力仍損壞樣品，尤其是軟性材質；不過較大的作用力通常會得到較佳的解析度，所以選擇適當的作用力便十分重要，而要得到作用力的大小，必須取得力對距離曲線 (force-distance curve)，詳情可參閱文獻 4。

2. 非接觸式(non-contact mode)

為了解決接觸式 AFM 可能損壞樣品的缺點，便有非接觸式 AFM 發展出來，這是利用間的長距離吸引力-凡德瓦爾力 (Van der Waals force) 來運作，由於探針與樣品沒有接觸，因此樣品沒有被損傷的顧慮，不過凡德瓦爾力對距離的變化非常小，因此必須使用調變技術來增強訊號對雜訊比，其基本構想是讓探針與一陶瓷震盪片接觸，在加入弦波電壓至震盪波，使探針在其共振頻率作小震盪，然後偵測其振幅或相位，當探針與樣品靠近時，由於凡德瓦爾力的作用，振幅便會變小，而相位也會改變，因此只要將振幅或相位送至迴饋電路，便能得到等作用力圖像，這也就是樣品的高度影像。由於空氣中樣品表面水薄膜的影響，非接觸式 AFM 一般只有約 50nm (10^{-9} m) 的解析度，不過原子解析度卻可在真空中得到。

3. 輕敲式 (tapping mode or intermittent contact mode)

第三種輕敲式 AFM 則是將非接觸式加以改良，其原理就是將探針與樣品距離加近，然後增大振幅，使探針在振盪至波谷時接觸樣品，由於樣品的表面高低起伏，使得振幅改變，再利用類似非接觸式的迴饋控制方式，便能取得高處影像。與非接觸式比較，由於輕敲式 AFM 直接接觸樣本表面，因此解析度提高為 5 至 10nm，而與接觸式比較，雖然解析度較差，但破壞樣品的機率大為降低，同時也較不受摩擦力的干擾。不過由於高頻率敲擊的影響，對很硬的樣品而言，探針針尖可能受損，而對很軟的樣品，尤其是生物活體，則樣品仍可能遭破壞。

以上接觸式也可稱為 DC 模式，而非接觸式及輕敲式則屬於 AC 模式。除了以作用力來區分 AFM，在實際操作上，又可依讀取的數據種類來區分，最常見的稱為等力模式 (constant force mode)，這是在前面已經敘述過了，所得到的結果是高度影像，在此模式下，取得影像所需時間一般為二、三分鐘。第二種稱為等高模式 (constant height mode)，在此模式中，迴饋電路在掃描過程中不作用，而探針偏移量或其振幅被記錄下來，當然這也是對應於表面地形影像，由於不需做迴饋，所以掃描速度可提高數倍至數十倍，不過缺點是作用力大小在掃描過程中隨時改變，因此樣品很容易受到損害。第三種稱為誤差訊號模式 (error signal mode)，所讀取數據也是偏移量或振幅，不過迴饋電路在掃描過程中仍發生作用，因此所得影像其實是高度影像的一次微分，這對於表面上小起伏，具有最佳的分辨力。

(二)結構示意圖

AFM 的主要結構可分為探針、偏移量偵測器、掃描器、迴饋電路及電腦控制系統，對接觸式而言，最常見的機構如圖 1 所示，其雷射光由二極體雷射出來後，聚焦在鍍有金屬薄膜的探針尖端背面，然後光束被反射至四象限光電二極體，在經過放大電路轉成電壓訊號後，垂直部分的兩個電壓訊號相減得到差分訊號，當電腦控制 x、y 軸驅動器使

樣品掃描時，探針會上下偏移，差分訊號也跟著改變，因此迴饋電路便控制 z 軸驅動器調整探針與樣品距離，此距離微調或其他訊號送入電腦中，紀錄成 x、y 的函數，便是 AFM 影像。由於使用四象限光電二極體，因此也可得到水平差分訊號，這相對於探針左右偏移量，與表面摩擦力有關，所以接觸式 AFM 可同時得到摩擦力影像。對非接觸式或輕敲式，則必須再加上震盪裝置及調變電路。

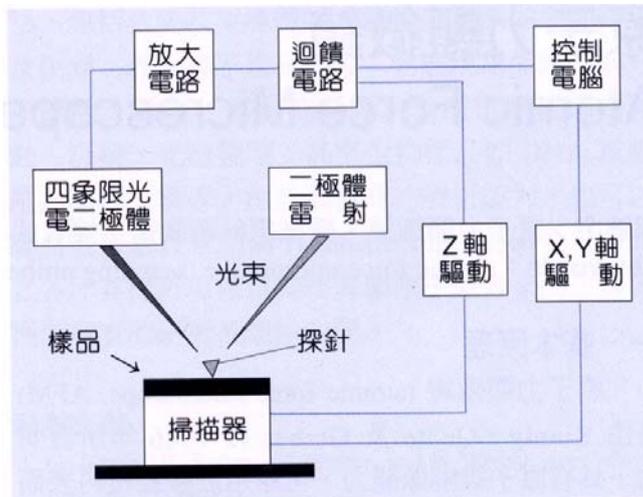


圖 1. 接觸式 AFM 結構示意圖。

(三)儀器規格與特徵

AFM 真是利用微電子技術直接在矽晶片上所製成，有不同規格作選擇，在圖 2 的照片中，我們可看到接觸式常用的氮化矽 (Si_3N_4) 探針尖放大圖，其長度為 85 至 320 μm (10^{-6}m)，彈性係數在 0.01 至 0.5N/m 間，尖端曲率半徑約為 50nm；非接觸式或輕敲試探針大多由矽製成，針尖曲率半徑約為 10nm，其共振頻率都在數百 kHz。掃描器由於壓電材料的非線性特性，因此大範圍掃描器製作困難，價格昂貴，使用者可依用途選擇適當的掃描器，一般掃描範圍約略分三種：1 μm 、10 μm 、100 μm ，精確度約在 2%；另外也分樣品掃描或探針掃描，前者適用於小樣品，後者適用於大樣品，如晶片檢測。在電腦軟體及控制系統方面，一般提供 128 \times 128、256 \times 256 及 512 \times 512 三種解析度，可顯示高度、偏移量、振幅、頻率、及相位等多種訊號影像，並有基本影像處理功能，另外有額外類比至數位轉換器 (ADC)，可同時顯像利用其他儀器所得電壓訊號，而除了基本掃描模式外，不同廠牌有提供特殊掃描模式，已量測表面力學特性。

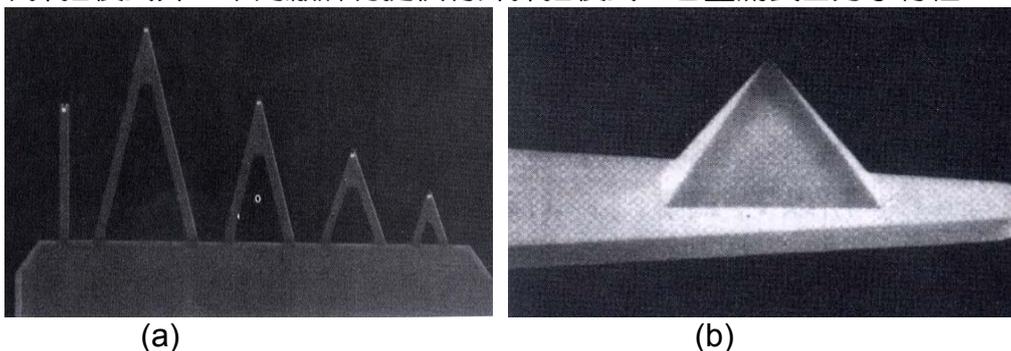


圖 2. 接觸式 AFM 常用的(a)氮化矽探針及(b)針尖放大圖。

(四)應用與用途

由於 AFM 具有原子級的解析度，是各種薄膜粗糙度檢測，及微觀表面結構研究的重要工具，並且也很適合掃描電子顯微鏡相搭配成為從 mm 至 \AA 尺度的表面分析儀器；而在液體中操作的能力，更可用來觀測材料表面在化學反應過程中的變化，以及生物活體的動態行為；另外就是奈米結構製作，目前已有多種可行方法，應用於超高密度記憶裝置及次微米電子元件製作。

四、操作步驟：

AFM 的操作模式可約略分為以下三種，可依欲使用之模式進行量測，表 1.為 AFM 之基本模式，表 2.為量測模式，操作者可依照此操作參數，以及底下所列之量測模式，進行實驗量測。

表 1. 基本模式

Basic Modes (Settings for approach)

<i>Mode name</i>	<i>FB input signal</i>	<i>SetPoint rule</i>	<i>Modulation</i>
Contact AFM	DFL	SP=DFL(0)+1(2)nA	
Semicontact AFM	Mag (RMS)	SP=Mag(0)/2	Probe
STM	lpr-low (lpr-log)	SP=0.1nA(1nA)	

1) SetPoint rules give only optimal value for approach and getting first scan. For best resolution and quality adjust SetPoint level as a result of scanning.

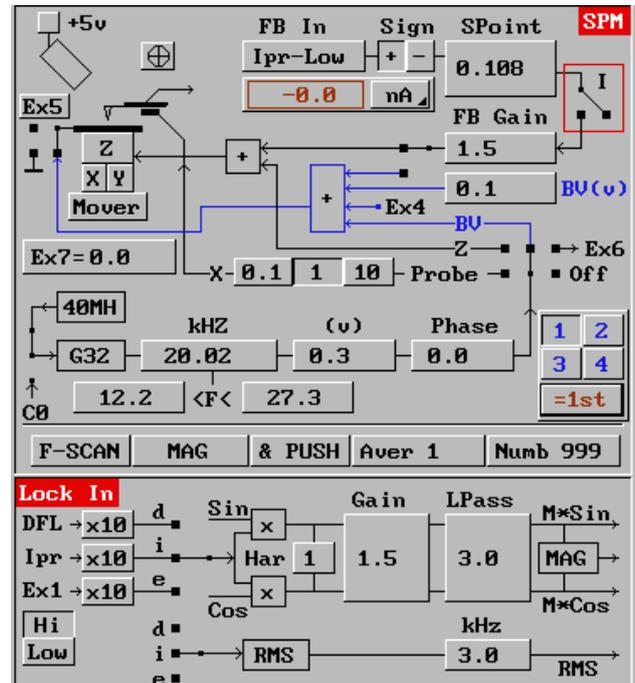
2) DFL(0), Mag(0) – signal values before approach (or with FeedBack off.)

表 2. 量測模式

<i>Mode name</i>	<i>Basic mode</i>	<i>Masuring signal</i>	<i>Modulation</i>	<i>Frequency</i>	<i>Additional settings</i>
Topography	Contact AFM	Height	off		
Lateral force (Friction force)	Contact AFM	Lateral force	off		
Force modulation (local elasticity)	Contact AFM	Mag (RMS)	Z	18 – 30 kHz	Adjust frequency
Spreading Resistance	Contact AFM	Current	off		Apply Bias voltage
Adhesion Force	Contact AFM	Snap Back (==>)			Two pass (see settings)
Topography	Semicontact AFM	Height	Probe	cantilever resonant frequency	
Phase Image	Semicontact AFM	Phase1, Phase2, Mag*sin, Mag*cos	Probe		
MFM (magnetic force)	Semicontact AFM	Mag, Phase1, Phase2, Mag*sin, Mag*cos	Probe		Two pass (==>), FB off, ΔZ=1000A
EFM (electrostatic force)	Semicontact AFM	Mag, Phase1, Phase2, Mag*sin, Mag*cos	Probe		Two pass (==>), FB off, ΔZ=1000A
SCM (capacitance image)	Semicontact AFM	Mag	BiasVoltage	Half of cantilever resonant frequency	Two pass (==>), FB off, ΔZ=1000A, Harm=2
SKM	Semicontact AFM	BVprobe	BiasVoltage	cantilever resonant frequency	Two pass (==>), FB input-Mag*cos, FBoutput – Bias Voltage, ΔZ=1000A
Topography	STM	Height	off		
dI/dZ	STM	Mag	Z	18 – 30 kHz	Adjust frequency
dI/dU	STM	Mag	BV	20 kHz	

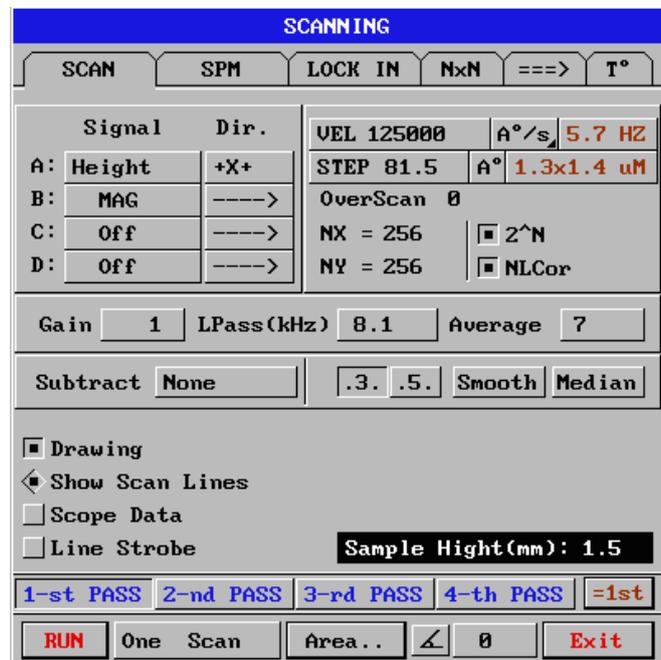
dl/dV

- 1) 如何使用和得到 STM 的掃描模式;
- 2) 開啟右圖畫面;
- 3) 連接 Generator output 到 BV (如右圖藍線所示)
- 4) 設定 Generator 的頻率範圍大約 20 kHz;



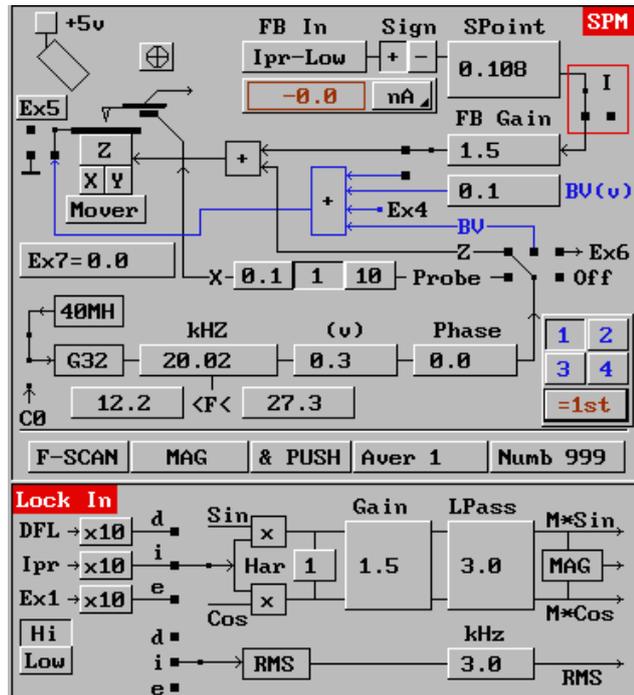
在掃描選擇選單中

- 5) 從視窗“B”中，設定“Mag”項目;
- 6) 離開掃描選擇選單;
- 7) 關掉視窗;
- 8) 按下“RUN”進行掃描;



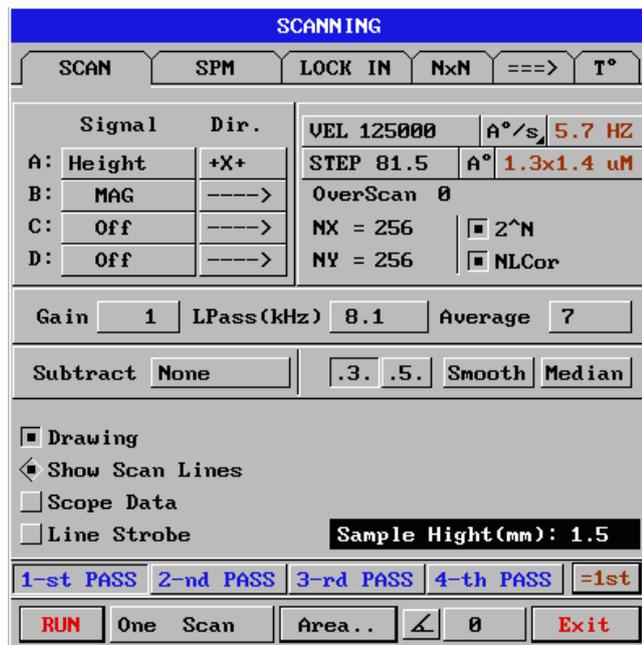
dl/dz

- 1) 如何使用和得到 STM 的掃描模式;
- 2) 開啟右圖畫面;
- 3) 連接 Generator output 到 Z;
- 4) 設定 Generator 的頻率範圍大約 20 kHz;
- 5) 使用 “F-Scan”;
- 6) 尋找某共鳴值並把頻率設定成共鳴值;



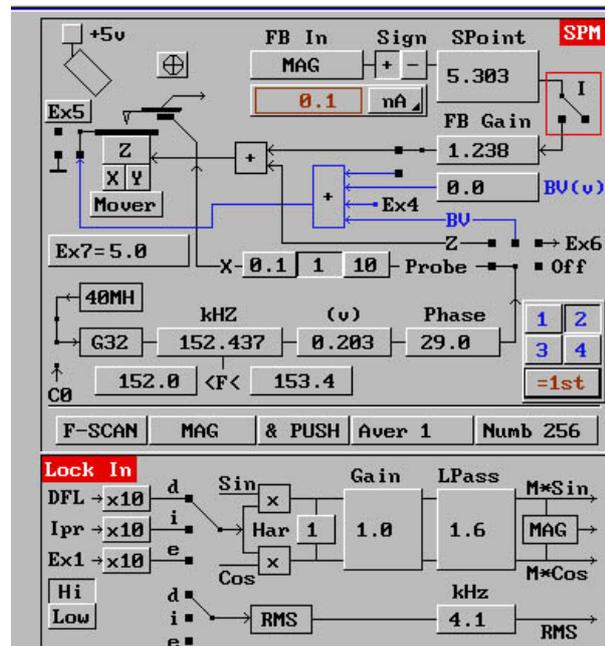
在掃描選擇選單中

- 7) 從視窗 “B” 中，設定 “Mag” 項目;
- 8) 離開掃描選擇選單;
- 9) 關掉視窗;
- 10) 按下 “RUN” 開始掃描;



MFM (EFM) setting

- 1) 改變使用半接觸模式;
- 2) 開啟右圖畫面;
- 3) 切換至第二模式 “2”;
- 4) 設定成與第一模式相同 “=1”;
- 5) 關掉 feedback;
- 6) 在掃描選擇選單視窗中 “==>” set “delta Z”=1000.
- 7) 切換 again t 到 “1-st pass”.
- 8) 在掃描選擇選單視窗中 “Scan” 設定為 “Phase1” “=2=>”, for test set “None” for “Subtract”;
- 9) 關掉此視窗到第二個視窗
- 10) 按下 “RUN” 開始掃描;
- 11) 增加 signal 和 resolution, 減少 “delta Z”直到接觸樣品, 並且直到訊號再次出現



SCANNING

SCAN SPM LOCK IN NxN ==> T°

FBIn	Sign	SPoint	Gain	FBOut	ΔZ
MAG	+	5.3	FB 1.24	Z BU	0.0

kHZ	A(v)	Phase	Out
152.437	0.203	29.0	Probe 0.1

Lock IN	Harm	Gain	LoP	RMSIn	LoP
Hi Lo DFL x10	1	1.0	1.6	DFL	4.1

BU(v)	Sample	Ex7(v)	T(°C)
* 0.0	E BU E5 Ex5	5.0	0.0

1-st PASS 2-nd PASS 3-rd PASS 4-th PASS =1st

RUN One Scan Area.. ∠ 0.0 Exit

SCANNING

SCAN SPM LOCK IN NxN ==> T°

Signal	Dir.	VEL 1111000	A°/s 1.4 HZ
A: Height	+X+	STEP 1735.	A° 40x40 uM
B: Phase1	=2=>	OverScan 0	
C: Off	---->	NX = 256	2^N
D: Off	---->	NY = 256	NLCor

Gain	LPass(kHz)	Average
1	3.0	10

Subtract None .3 .5 Smooth Median

Drawing
 Scan Lines
 Scope Data
 Line Strobe

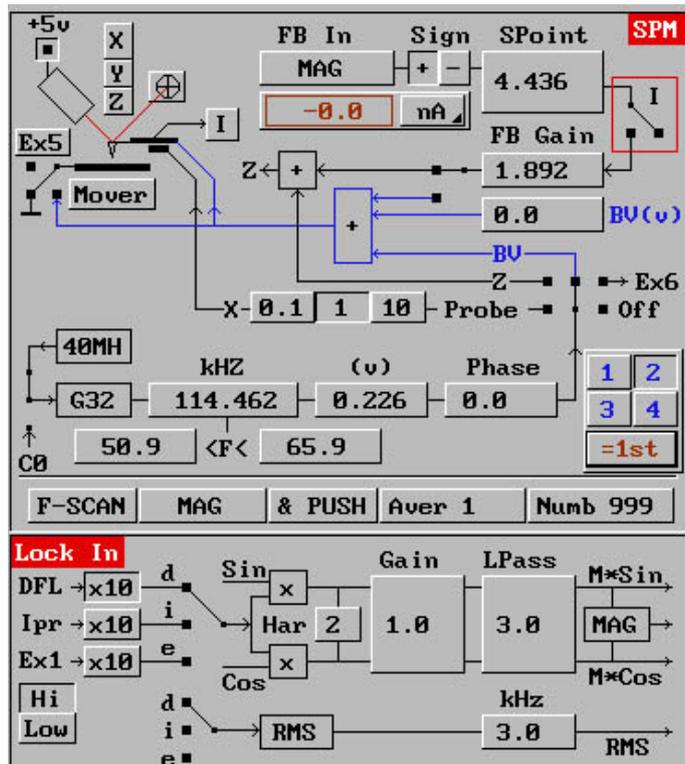
Sample Hight(mm): 0.5

1-st PASS 2-nd PASS 3-rd PASS 4-th PASS =1st

RUN One Scan Area.. ∠ 0.0 Exit

SCM setting

- 1) 改變使用半接觸模式;
- 2) 開啟右圖畫面;
- 3) 切換至第二模式 “2”;
- 4) 設定成與第一模式相同 “=1”;
- 5) 關掉 feedback;
- 6) 設定 generator output 到 “Bias Voltage”, 並且把樣品接地, unpress “I”;
- 7) 設定掃描範圍, 大約是 resonant frequency 的一半; look-in-amplifier harmonic “2”;
- 8) “FSCAN”, 改變頻率, 增加 magnitude 到 2-5 nA.
- 9) 切換到 “1”.

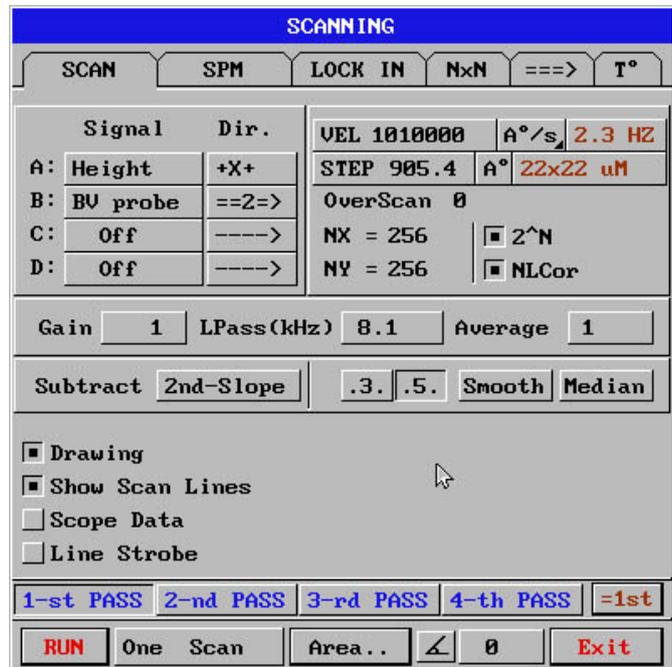
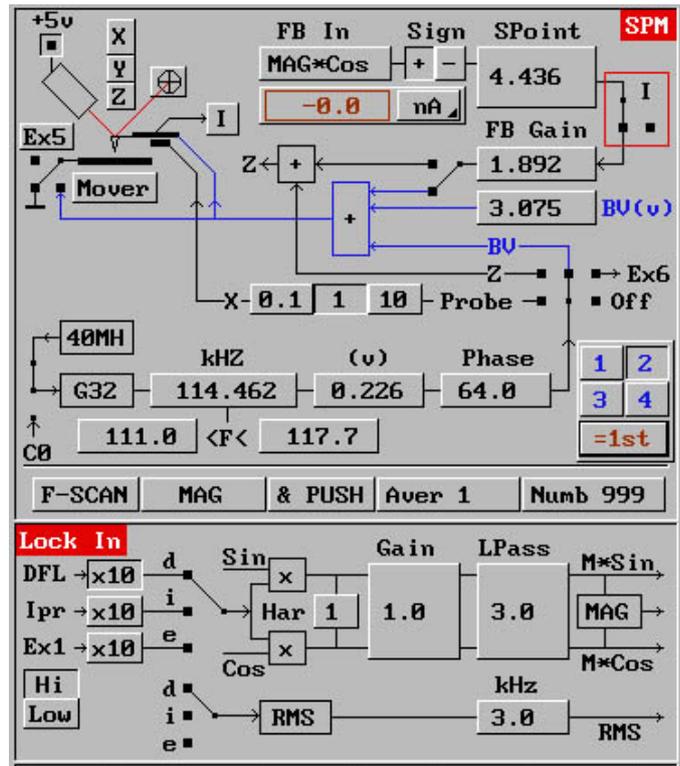


- 10) 在掃描選擇選單中設定 “Mag” “=2=>”, for test set “None” for “Subtract”;
- 11) 關掉此視窗到第二個視窗
- 12) 按下 “RUN” 開始掃描;
- 13) 增加 signal 和 resolution, 減少 “delta Z” 直到接觸樣品 (訊號消失在視窗 B) 並且直到訊號再次出現

Signal	Dir.	VEL	A°/s
A: Height	+X+	1010000	2.3 HZ
B: MAG	==2=>	STEP 905.4	A° 22x22 uM
C: Off	---->	OverScan 0	
D: Off	---->	NX = 256	
		NY = 256	

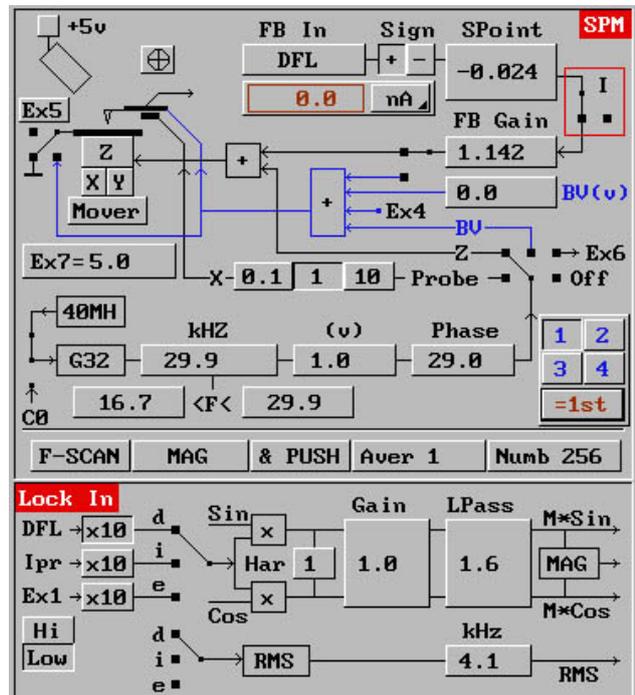
SKM setting

- 1) 改變使用半接觸模式;
- 2) 開啟右圖畫面;
- 3) 切換至第二模式 “2”;
- 4) 設定成與第一模式相同 “=1”;
- 5) 關掉 feedback;
- 6) 設定 generator output 到 “Bias Voltage”, 並且把樣品接地, unpress “I”²;
- 7) 設定 “BiasVoltage” 大約 3 V;
- 8) “FSCAN”, 改變頻率, 增加 magnitude 到 2-5 nA.
- 9) 設定 “Mag*sin” 到 0, 再藉由 “Phase” 調整校正 (“Mag*cos” < 0).
- 10) 設定 “Mag*cos” as “FeedBack 輸入訊號”, “SetPoint”=0, FeedBack output switch to “BiasVoltage”.
- 11) 切換在 FeedBack.
- 12) 切換回 “1”.
- 13) 在掃描選擇選單中設定 “BVprobe” “=2=>”, for test set “None” for “Subtract”;
- 14) 關掉此視窗到第二個視窗
- 15) 按下 “RUN” 開始掃描;
- 16) 增加 signal 和 resolution, 減少 “delta Z” 直到接觸樣品(看到訊號在視窗 B) 並且增加它直到訊號再次出現



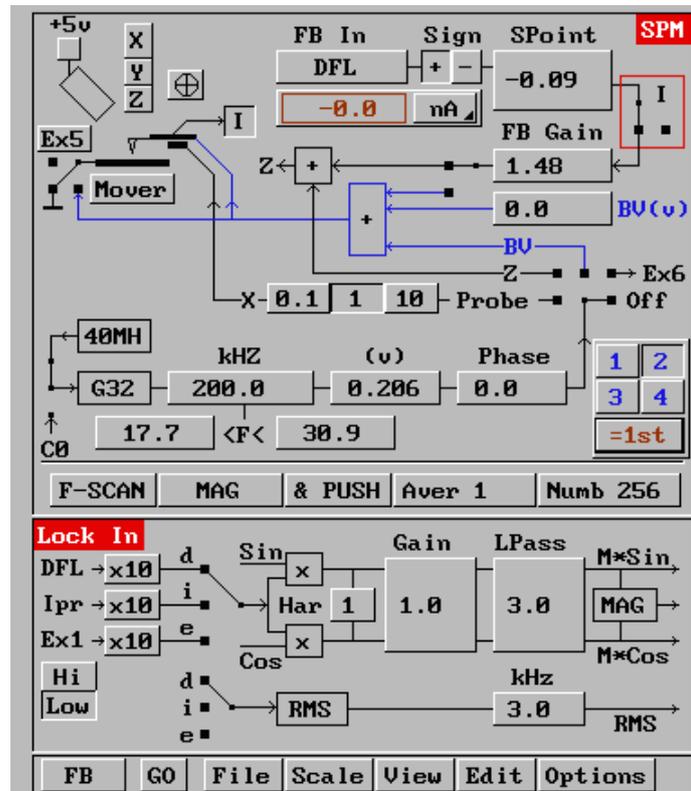
Local elasticity setting

- 1) 改變使用接觸模式;
- 2) 開啟右圖畫面;
- 3) 設定 generator output 到 “Z”,
- 4) 設定 F-SCAN 頻率範圍從 17 到 30 kHz
- 5) “FSCAN”, 調整頻率到一個的 piks, 增加 magnitude 到 2-5 nA.
- 6) 在掃描選擇選單中設定“Mag” “--->”, for test set “None” for “Subtract”;
- 7) 關掉此視窗到第二個視窗
- 8) 按下 “RUN” 開始掃描;

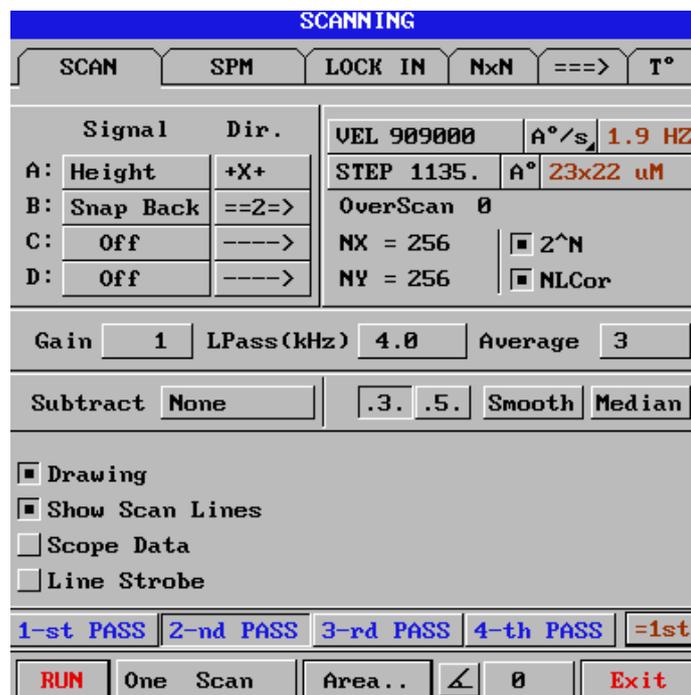


Snap Back (adhesion map) setting

- 1) 改變使用接觸模式;
- 2) 開啟右圖畫面;
- 3) 切換至第二模式 “2”;
- 4) 設定成與第一模式相同 “=1”;
- 5) 關掉 feedback;

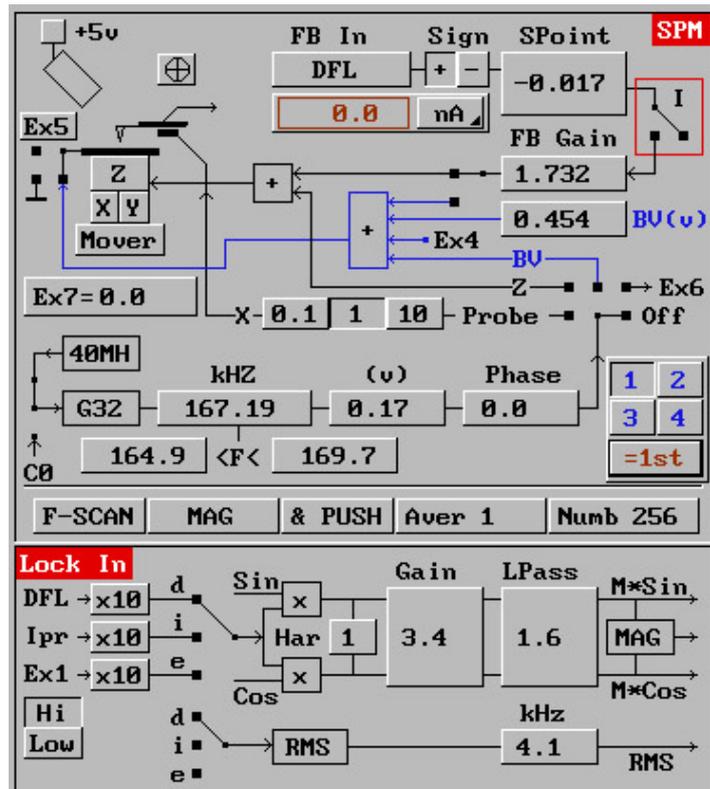


- 6) 再切換至“1-st pass”.
- 7) 在掃描選擇選單視窗中 “Scan” 設定 “SnapBack” “=2=>”, for test set “None” for “Subtract”;
- 8) 關掉此視窗到第二個視窗
- 9) 按下 “RUN” 開始掃描;



Spreading Resistance Setting

- 1) 使用 AU006.
- 2) 改變使用接觸模式;
- 3) 開啟右圖畫面;
- 4) 連接樣品到 Bias Voltage (藍線所示);
- 5) 設定你所需的 "BiasVoltage";



- 6) 在掃描選擇選單中設定 "Current" "→", for test set "None" for "Subtract";
- 7) 關掉此視窗到第二個視窗
- 8) 按下 "RUN" 開始掃描;
- 9) 在掃描期間,調整 Bias Voltage 和 SP (force) 使得影像最佳.

The SCANNING control panel is divided into several sections. At the top, there are buttons for SCAN, SPM, LOCK IN, NxN, and T°. Below this is a table of signal parameters:

Signal	Dir.	VEL	A°/s
A: Height	+X+	450000	1.2 HZ
B: Current	---->	STEP 965.6	A° 20x21 uM
C: Off	---->	OverScan 0	
D: Off	---->	NX = 256	2^N
		NY = 256	NLCor

Below the table are control parameters: Gain (1), LPass (8.1 kHz), Average (5). There are also buttons for Subtract (None), .3., .5., Smooth, and Median. At the bottom, there are checkboxes for Drawing, Show Scan Lines, Scope Data, and Line Strobe, along with a Sample Height (mm) of 0.5. The bottom row contains buttons for 1-st PASS, 2-nd PASS, 3-rd PASS, 4-th PASS, and =1st. The very bottom row contains buttons for RUN, One Scan, Area.., a cursor, 0, and Exit.

參考文獻

1. G.Binning, C. F. Quate, and C. Gerber, Phys. Rev. Lett., 56,930 (1986).
2. D.Rugar and P. K. Hansma, Physics Today, 43,23 (October 1990).
3. 林鶴南, 李龍正, 劉克迅, 科儀新知, 17(3), 29(1995).
4. 林鶴南, 表面分析儀器, 行政院國家科學委員會精密儀器發展中心出版, p29-31 (1998)