

國立交通大學

電子物理學系

碩士論文

掃描探針顯微系統之研發

The Development of Scanning Probe Microscope

研究生：許文澤

指導教授：簡紋濱 教授

中華民國九十八年七月

掃描式探針顯微系統之研發

學生：許文澤

指導教授：簡紋濱 教授

國立交通大學電子物理學系碩士班

摘要

本實驗主要的研究方向為製作掃描式穿隧電流顯微鏡(Scanning Tunneling Microscope, STM)，並發展高穩定性的機械結構與電子電路系統。根據實驗室先前研發之教學用掃描式穿隧電流顯微鏡為雛型，改進其機械結構與電子電路兩大系統。在機械結構方面，我們克服舊機台之不良的結構設計所導致振動問題、微小漏電流的問題與探針接近樣品時候容易撞針的問題。在克服雜訊方面，除了測試並加裝阻尼震盪系統，達到振動源阻絕之目的外，並且重新配置傳輸線之線路，減少線路裸露與連接點，大幅降低振動與電磁雜訊。此外，我們將收集穿隧電流的探針，與掃描器分開，解決微小漏電流的問題，並提高縱向的解析度。在探針接近樣品之進針方面，我們加裝攝影機監測系統，取代以肉眼直接觀察或放大鏡之設計，大幅提升了使用上操作上的方便性與減少撞針問題。在電子電路方面，改善了電腦傳輸介面，置換效能與速度快的微處理器，使電子電路系統在電腦連線操作時候，更加快速與穩定，降低掃描圖形時的熱漂移之假訊號。

另一方面，我們嘗試改良掃描式穿隧電流顯微鏡為架構，利用音叉探測的功能，發展原子力顯微鏡(Atomic Force Microscope, AFM)。我們用蜂鳴片振動音叉至共振頻率，測量音叉在共振頻率下所產生的交流震盪電壓訊號，並將該訊號轉換直流訊號，提供回饋電路判斷探針接近樣品的程度，再使用原有的掃描電路系統，嘗試取得原子力顯微鏡之地形圖。

The Development of Scanning Probe Microscope

Student: Wen-Tze Shiu

Advisor: Prof. Wen-Bin Jian

Institute of Electrophysics

National Chiao Tung University

Abstract

In this study we try to improve the stability of the structural and electronic system of our home-made scanning tunneling microscope (STM). We made changes in mechanical design and modified the electronic box. As for the mechanical design, we added oscillation damping to reduce the environmental vibration further. In addition, we tried to reduce the vibration conducted through the connecting electrical and signal wires. To solve the leakage current problem, we changed to collecting tunneling current from the tip which is separated from the scanner. At last, a CCD camera was adopted to secure the approach process and to reduce the possibilities of tip crashes. In addition to the redesign of mechanical parts, we modified the electronic controller box. We removed the parallel port connection and used the USB port instead. We put a signal processor CPU to speed up the scanning process and to reduce the drift problems.

On the other hand, we tested the possibility of a new scanning function, the atomic force microscopy (AFM) mode. The tuning fork was attached on the STM tip holder and oscillated by another piezo disk. The oscillated tuning fork sent an alternate current (AC) voltage. We measured the oscillation induced voltage and send it as a reference voltage back to our feed-back loop. The oscillation voltage was reduced when the tip approached the sample surface. We adopted this mechanism to get a AFM topography image.

致謝

兩年的時間真的很快就過去了，很感謝這段時間所經歷的人事物種種，讓我經驗了一段非常充實且愉快的時光…

首先，我要謝謝我的指導教授簡紋濱老師，提供我們相當多的實驗設備與資源使得我們可以在舒適安全且沒有後顧之憂的環境下完成我們的實驗，在我有問題與困難時也都能耐心的為我們解答，在他身上我學習到許多關於做任何事情所需要的嚴謹態度與方法。

同時要感謝歐逸青與林彥甫兩位博士班學長，在我有任何疑問時他們都熱心的替我解答，令人完全沒有學長與學弟之間的壓力感。還有已經畢業的學長群：帥哥、強哥、洪祥、Aser、Qumo、建翔、傅聖凱學長，有他們讓我的碩一生涯多了許多有趣的事情也感謝他們在實驗上的傳承與協助。

當然還有我的同學們，感謝我大學生涯中的室友兼換帖又剛好研究所也在同一間實驗室的一哥、小酌與吃宵夜時間都很好約的小鄭跟紀彥羽、研究做很大的狂人陳怡然、氣質不凡且文靜的家弘、還有這一屆唯一的女性同胞但運動卻又不讓鬚眉的張育偉，有他們這群伙伴讓我的碩士班生涯增添了許多樂趣與回憶。

也感謝碩一的學弟妹：文佳、紹謙、子昌、維倫、老宋、麵包為實驗室帶來許多歡笑以至於做實驗不會是那麼苦悶的一件事。

另外我也要感謝我的女朋友書瑢，從大學到現在不管是學業上還是生活上都可以一路上相互扶持，在很多時候都給我適當的支持與鼓勵，也是我進入碩士班與完成碩士班的一個很大的動力，在這裡我也要對她表達我的最深的謝意。

最後，我要感謝我的最愛家人，爸爸、媽媽、哥哥、還有家裡三隻小狗狗，綠豆碰妹、吉利、勇哥。感謝從小到大爸媽對我們無私的照顧與栽培，以及完全不限制我們的選擇，讓我們做自己想做的事，給我的人生很大的自由度，從小為了我們兩個小孩子辛勤的工作、生活，在精神上與物質上不斷的支持我以至於我可以順利而沒有後顧之憂地完成碩士班學業與此論文，真的由衷地感謝他們。哥哥則常常給我旅遊資訊跟其他好康事物，讓我能時常有愉快的旅遊行程與其他有趣的事物。三隻小狗狗則是我回家好心情的來源，看著它們可愛的蠢樣子，平常的壓力就煙消雲散，所以我也得很謝謝它們。

要感謝的人實在太多，難免疏忽遺漏，謹以最誠懇的心情在此感謝生活中所有過交流與給予我任何形式幫助的人。

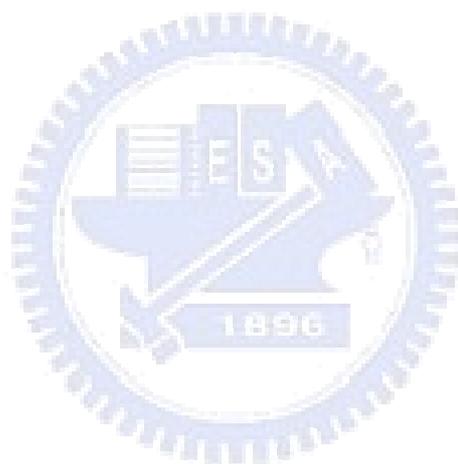
最後，謹以此論文獻給我最愛的家人。

目錄

中文摘要.....	I
英文摘要.....	II
致謝.....	III
目錄.....	IV
圖表目錄.....	VII
第一章、緒論.....	1
1-1 簡介.....	1
1-2 研究動機-1.....	1
1-3 研究動機-2.....	2
第二章、介紹掃描式穿隧電流顯微鏡.....	4
2-1 穿隧效應.....	4
2-2 壓電效應.....	6
2-3 掃描式穿隧電流顯微鏡基本架構.....	7
第三章、介紹原子力顯微鏡.....	8
3-1 原子力顯微鏡.....	8
3-1-1 原子力顯微鏡基本結構.....	8
3-1-2 以奈米級探針探測原子與原子間作用力.....	8
3-1-3 四象限二極體與三軸壓電材料掃描器.....	9
3-2 利用音叉作為感測器的高解析度原子力顯微鏡.....	11
3-3 原子力顯微術基本操作模式.....	13
3-3-1 接觸式(contact mode)	13
3-3-2 非接觸式(non-contact mode)	13
3-3-3 輕敲式(tapping mode)	14

第四章、實驗成果(一) 自製掃描式穿隧電流顯微鏡	15
4-1 自製掃描式穿隧電流顯微鏡架構介紹.....	15
4-2 機械結構.....	16
4-2-1 低電壓掃描器.....	16
4-2-2 探針載台.....	17
4-2-3 手動步進器.....	18
4-2-4 避震系統.....	19
4-2-5 探針.....	19
4-3 電子電路.....	21
4-3-1 電流放大器.....	21
4-3-2 絕對值電路.....	21
4-3-3 回饋電路.....	22
4-3-4 X-Y 控制電路.....	24
4-3-5 數位轉類比與類比轉數位轉換電路.....	24
4-4 程式控制介面.....	26
4-4-1 軟體介面控制參數功能.....	26
4-4-2 STM 影像.....	29
4-5 樣品製備.....	32
4-6 結果與討論.....	35
第五章、實驗成果(二) 改裝掃描式穿隧電流顯微鏡成為原子力顯微鏡	38
5-1 自製原子力顯微鏡介紹.....	38
5-2 STM 機台改裝成 AFM 機台機械結構暨電路系統介紹.....	39
5-3 機械結構.....	40
5-3-1 石英震盪器(音叉).....	40
5-3-2 低電壓壓電片驅動器.....	41
5-3-3 探針載台.....	42

5-4 電子電路.....	43
5-4-1 震盪頻率產生電路.....	43
5-4-2 交流電壓放大器.....	43
5-4-3 絕對值電路暨直流濾波器.....	44
5-4-4 數位化控制頻率電路.....	43
5-5 程式控制介面.....	46
5-5-1 軟體介面控制參數功能.....	46
5-5-2 AFM 影像.....	47
5-6 結果與討論.....	48
第六章、結論.....	50
參考文獻.....	52



圖表目錄

表 1-1	各種掃描式探針顯微鏡及其作用原理.....	2
圖 2-1	探針與樣品相對位置示意圖.....	4
圖 2-2	穿隧效應與位能示意圖.....	5
圖 2-3	Curie 兄弟的壓電實驗裝置圖.....	6
圖 2-4	反向壓電效應實驗架構示意圖.....	7
圖 2-5	STM 機械結構與電子電路和電腦連接示意圖.....	7
圖 3-1	原子力顯微鏡的結構示意圖.....	8
圖 3-2	原子間作用力與距離間的關係示意圖.....	9
圖 3-3	原子力顯微鏡(AFM)的結構示意圖.....	10
圖 3-4	AFM 接觸模式掃描示意圖.....	11
圖 3-5	AFM 非接觸模式掃描示意圖.....	12
圖 3-6	AFM 輕敲式掃描示意圖.....	12
圖 3-7	音叉探針模組與樣品作用示意圖.....	13
圖 3-8	以音叉作為感測的高解析度原子力顯微鏡結構示意圖.....	14
圖 4-1	STM 系統示意圖.....	15
圖 4-2	市售低電壓蜂鳴器正視圖.....	16
圖 4-3	市售低電壓蜂鳴器側視圖.....	16
圖 4-4	將壓電材料分為四個區域.....	16
圖 4-5	壓電材料上連接上陶瓷管延伸管與樣品座.....	16
圖 4-6	未加電場的壓電材料.....	16
圖 4-7	加反向電場的壓電材料.....	16
圖 4-8	壓電材料形變帶動掃描器水平移動示意圖.....	17
圖 4-9	同時加四個正向或反向電壓於壓電材料上的形變示意圖.....	17
圖 4-10	探針座載台.....	17
圖 4-11	精密螺紋步進螺絲相片.....	18

圖 4-12	手動螺旋步進器示意圖.....	18
圖 4-13	槓桿式步進器原理解釋示意圖.....	19
圖 4-14	將 STM 機械結構懸吊起的避震系統.....	19
圖 4-15	製作探針化學蝕刻裝置圖.....	20
圖 4-16	以化學蝕刻方法製成的探針在 SEM 下的影像.....	20
圖 4-17	探針與探針座.....	20
圖 4-18	電流放大器電路圖.....	21
圖 4-19	絕對值電路圖.....	21
圖 4-20	回饋電路圖.....	22
圖 4-21	X 方向電路控制圖.....	23
圖 4-22	Y 方向電路控制圖.....	23
圖 4-23	D/A 轉換電路.....	24
圖 4-24	A/D 轉換電路.....	25
圖 4-25	USB 傳輸介面電路圖.....	25
圖 4-26	掃描程式介面.....	26
圖 4-27	石墨台階影像, area:600 nm×600 nm.....	29
圖 4-28	石墨台階高度利用影像處理軟體所計算出高度差值圖.....	29
圖 4-29	使用舊機台所掃描的石墨表面影像.....	29
圖 4-30	DVD 表面形貌, area:1555 nm×1555 nm.....	30
圖 4-31	量測 DVD 溝槽週期與高度圖.....	30
圖 4-32	量測 DVD 溝槽表面金聚集半徑與高度.....	30
圖 4-33	使用舊機台所掃描的 DVD 表面影像.....	31
圖 4-34	以舊機台掃描 DVD 溝槽表面金聚集.....	31
圖 4-35	石墨台階影像.....	32
圖 4-36	石墨表面氧化處理.....	32
圖 4-37	百奈米級 DVD 溝槽與表面金顆粒聚集.....	33

圖 4-38	熱蒸鍍金膜.....	33
圖 4-39	金平面表面台階.....	34
圖 4-40	自製 STM 掃描的石墨表面氧化處理影像.....	35
圖 4-41	商用 AFM 掃描的石墨表面氧化處理影像.....	36
圖 4-42	石墨樣品小範圍掃描, area:95 nm×95 nm.....	37
圖 4-43	石墨樣品小範圍掃描, area:50 nm×50 nm.....	37
圖 5-1	由石英震盪器輸出的交流電壓訊號 (進針前)	39
圖 5-2	受抑制後的交流電壓訊號(進針後)	39
圖 5-3	石英震盪頻率與溫度關係圖.....	40
圖 5-4	壓電片帶動石英震盪器振動連接示意圖.....	41
圖 5-5	以高頻訊號震動壓電片示意圖.....	41
圖 5-6	AFM 探針載台組合圖.....	42
圖 5-7	震盪頻率產生電路.....	43
圖 5-8	交流電壓放大器.....	43
圖 5-9	震盪訊號受抑制經傳輸後所產生的雜訊.....	44
圖 5-10	絕對值電路暨直流濾波器.....	44
圖 5-11	數位控制頻率電壓圖.....	45
圖 5-12	AFM 軟體程式控制介面.....	46
圖 5-13	利用自製 AFM 所掃描的 DVD 表面影像.....	47
圖 5-14	由石英震盪器輸出的交流電壓訊號, 頻率:32.7835kHz.....	49
圖 5-15	受抑制後的交流電壓訊號, 頻率:28.9075kHz.....	49

第一章、緒論

1-1 簡介

鑒於現在市面上消費性電子產品尺寸日趨輕薄精小化，所使用的電子元件也由微米等級漸漸微縮為奈米等級，在製程過程或是量測過程中所需要工具的要求勢必愈趨精密，而掃描式探針顯微鏡族群(Scanning Probe Microscope, SPM)(表 1-1, 各種掃描式探針顯微鏡及其作用原理)方面的顯微工具需求就顯得日益重要，但在所需儀器如此精密的要求下，目前市面上所見的儀器所費也相對的相當昂貴，而在現今教育經費有限的安排之下，這對於奈米教育與人才的培育上無非是一個相當大的阻力。有鑑於此，我們實驗室在數年前即開始著手研究如何自己製作簡化型的顯微系統，一方面可以提供我們自己實驗室所需要的觀測表面樣品的儀器，另一方面也希望我們自行研發的儀器可以為現今台灣的教育出一份心力。

1-2 研究動機-1

兩年前由楊肇嘉學長開始著手研究並開發出簡單的掃描式穿隧電流顯微鏡(Scanning Tunneling Microscope, STM)系統，此系統已經可以得到大略的表面圖像，但因為電子系統的雜訊問題、機械硬體設計上的問題而導致舊型的機台有一微小漏電流的存在，而造成 Z 軸解析度上的失真。再者，在舊設計的避震系統無法完全阻隔外界振動的問題下，使得先前的儀器一直無法得到較精準的奈米表面圖像，為了改善上述情形並以可以研發出正確且方便操作的儀器目標下，我們接續了 STM 系統的研究，希望接續之前學長的工作並期望能將自行研發的 STM 儀器做到可以供實驗量測樣品使用，並可以為大學部或研究所奈米課程所需，提供一個可以讓學生親自操作且品質良好而沒有經費疑慮的儀器。

Scanning Probe Microscopy (SPM)		作用原理
STM	Scanning Tunneling Microscopy	Tunneling Current
AFM	Atomic Force Microscopy	Atomic Force
SNOM	Scanning Near-Field Optical Microscopy	Near-field Light Wave
MFM	Magnetic Force Microscopy	Magnetic Force
EFM	Electrostatic Force Microscopy	Electrostatic Force
SThM	Scanning Thermal Microscopy	Heat
LFM	Lateral Force Microscopy	Lateral Force
SCM	Scanning Capacitance Microscopy	Electrical Capacitance

表 1-1 各種掃描式探針顯微鏡及其作用原理

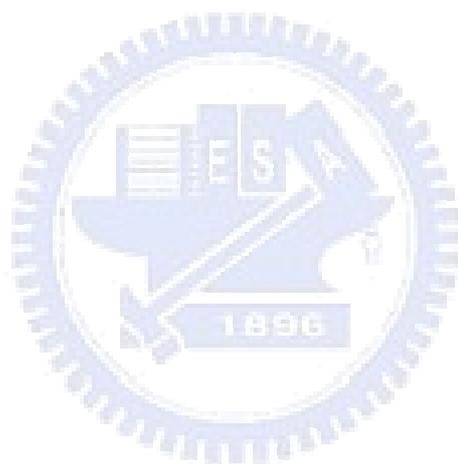
1-3 研究動機-2

因為 STM 樣品需要可以導電才可以利用穿隧效應的機制加以掃描，若想利用 STM 掃描不導電樣品時，在之前都必須先鍍上一層金屬層使之導電，這樣一來容易造成樣品一定程度的破壞或失真，這對於要觀察許多非導體、半導體甚至有機成分組成的樣品無疑是一個很大的限制。再者，若要推廣奈米教育，如果只設限在某幾種特定樣品，而無法觀察任意樣品在奈米尺度下所展現的形貌，相對的實用性與趣味性就會大幅降低。

在這個想法之下，我們決定試著發展原子力顯微鏡系統(Atomic Force Microscope, AFM)，而在先前發展 STM 系統過程中的經驗，正好提供我們相當多的想法與方向，我們的想法是必須建立一個新的機制讓原本 STM 系統的回饋電路系統作用，而其他的掃描系統與機械硬體部分則可以大部分沿用已經發展愈趨成熟的 STM 系統，再試著將新機制所讀取到的訊號部份換算為 AFM 系統所需要的，這樣一來只需要專注將感測原子力的裝置架設起來，並使其正確的探測原子與原子間的力量，我們即可用原有的系統改裝成不需導電就可以探測樣品表面形貌的 AFM 系統。而在感測原子力的裝置上，我們捨去傳統運用四象限二極體利用雷射光偏折來換算出原子與原子間的力量的原理，改用石英震盪器所產生的電壓振幅大小會因受力而改變的現象加以回饋(在第五章詳述)，期望能得到良

好的奈米尺度影像。如此一來不僅可以以低成本的方式自製所需要的 AFM 系統，也可以克服原先 STM 系統不足的地方。

此外，將原有的機台改裝兩種機制皆可使用的機台，對於使用者的方便性上也會有相當程度的提升，另一方面也可以改善現今國內因教育經費不足導致某些學校無法負擔一般商用機台而造成學生不能親身體驗奈米層級實驗的缺憾，進而為推廣奈米教育進一份心力，並證明國人也有自行研發機密儀器的能力。



第二章、介紹掃描式穿隧電流顯微鏡

2-1 穿隧效應

在古典力學中，當一運動之粒子能量 E 低於位能障 U 時，粒子穿越此位能障的機率為零，沒有任何越過能障之機會。1923 年德布羅依(de Broglie)提出物質波(matter waver)假說，假設一以能量 E ，動量 p 運動之粒子，在運動過程中，將伴隨著一波長 λ 、頻率 ν 之波動，稱為物質波。波與粒之關係式：

$$p = \frac{h}{\lambda} \quad (2.1)$$

$$E = \frac{p^2}{2m} \quad (2.2)$$

其中 h 為浦朗克常數(Planck's constant)， $h = 6.63 \times 10^{-34} J \cdot s$ ， m 為粒子質量。

1925 年薛丁格(Schrödinger)運用德布羅依之物質波假設[1]，提出薛丁格波動方程式，用以描述粒子之波動行為，薛丁格波動方程式為：

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \nabla_r^2 \Psi(r,t) + U(r,t) \Psi(r,t) = i\hbar \frac{\partial}{\partial t} \Psi(z,t) \quad (2.3)$$

考慮一維情況，且位能不隨時變之狀況下，可推得一維不隨時變之薛丁格

波動方程式為：

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{\partial^2}{\partial z^2} \varphi(z) + U(z) \varphi(z) = E \varphi(z) \quad (2.4)$$

其中 $\varphi(z)$ 為粒子之波函數(wave function)， $U(z)$ 為位能。

若有一金屬探針(tip)與一可導電樣品，接近至約幾奈米(nm)距離，相對位置如圖 2-1 所示。我們於兩端加上一偏壓 V ，並假設探針與樣品之功函數均為 Φ ，且 $eV \ll \Phi$ ，將使得樣品(sample)上之費米能量(Fermi energy, E_F)較探針高出 eV ，整個系統之位能狀態如圖所示。

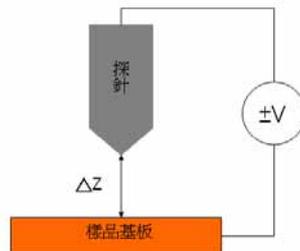


圖 2-1 探針與樣品相對位置示意圖

將圖 2-2 中之位能情況分為樣品、能障(barrier)與探針三個區域，分別帶入一維不隨時變薛丁格波動方程式，由邊界條件(boundary condition)，可個別求出三個區域內之波函數分別為：

$$\varphi_{sample}(z) = Ae^{ikz} + Be^{-ikz} \quad (2.6)$$

$$\varphi_{barrier}(z) = Ce^{Kz} + De^{-Kz} \quad (2.7)$$

$$\varphi_{tip}(z) = Fe^{ikz} \quad (2.8)$$

計算得到電子穿隧機率為：

$$T = \frac{F^*F}{A^*A} \cong 16 \frac{E}{U} \left(1 - \frac{E}{U}\right) e^{-2K\Delta Z} \propto e^{-2K\Delta Z} \quad (2.9)$$

其中入射波波向量 $k = \frac{\sqrt{2mE}}{\hbar}$ ，透射波波向量 $K = \frac{\sqrt{2m(U-E)}}{\hbar}$ ， ΔZ 為能障寬度，A、B、C、D、F 與電子入射反射之數量有關。由上式可知，即使電子能量 E ($E = eV$) 小於位障 U ，電子仍舊有穿隧之機率，稱之為穿隧效應(tunneling effect)，而產生之電流則稱為穿隧電流(tunneling current)。故當電子之總能量固定(所加的偏壓固定)時，則穿隧電流大小

$$I \propto e^{-2K\Delta Z} \quad (2.10)$$

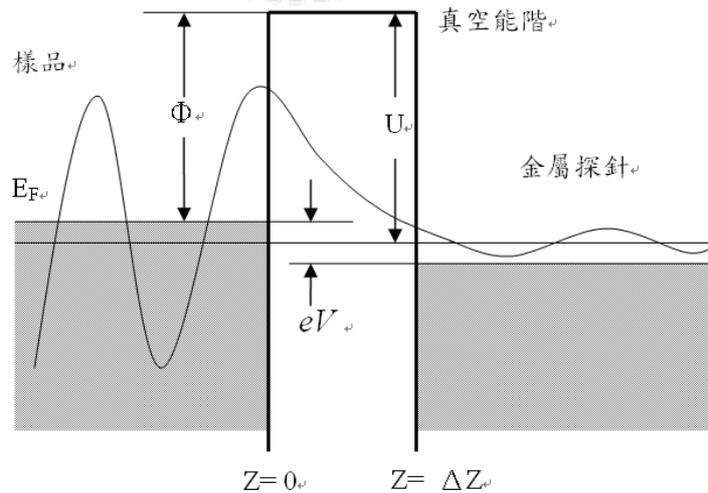


圖 2-2 穿隧效應與位能示意圖[1]

2-2 壓電效應

壓電效應是由 Pierre Curie 和 Jacques Curie 於 1880 年所發現，直到掃描式穿隧電流顯微鏡發明後才被應用。實驗是以一塊細長的石英片(單晶結構)，用兩片金箔夾住，其中一片接地，另一片則連接電壓計，若施予一垂直方向的拉力，則電壓計可測量出石英片之帶電電荷。實驗裝置如圖 2-3:

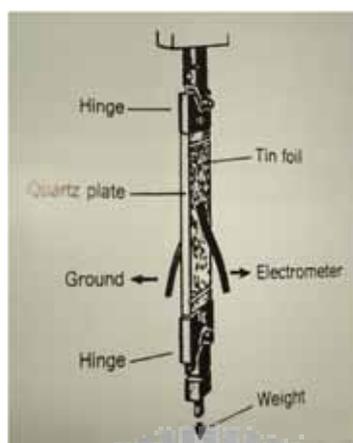


圖 2-3 Curie 兄弟的壓電實驗裝置圖[1]

數月後，Lippman(1881)認為如果將此實驗反倒過來測試-即假設施一電壓於石英片上，則石英片應該會發生形變。於是 Pierre Curie 和 Jacques Curie 設計了一個簡單的實驗(圖 2-4)來證明了 Lippman 的這個理論。他們使用一個 1:100 的槓桿，並在槓桿尾端接觸一個細薄的玻璃片，槓桿的另外一端懸掛細長的石英片，石英片兩側貼上金箔，一側接地，另一側連接高電壓裝置，當施加電壓於石英片時石英片會發生形變，造成接觸玻璃片的槓桿尾端產生上下移動。玻璃片外再加裝一個光學顯微鏡(放大倍率為 100 倍)，而光學顯微鏡的目鏡在刻畫上刻度，所以經由槓桿和此實驗裝置總共可放大 10000 倍來清楚觀察石英片的形變量。在 1882 年時 Curie 兄弟利用石英所測量出的型變量為 $0.021\text{\AA}/\text{V}$ ，而現在使用的壓電陶瓷材料通常為 PbZrO_3 與 PbTiO_3 之混合物其形變量可達到 $5.93\text{\AA}/\text{V}$ 。

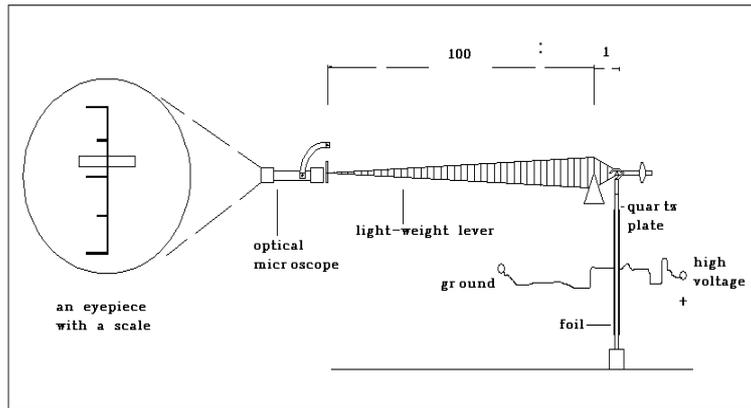


圖 2-4 反向壓電效應實驗架構示意圖, 使用 1:100 的槓桿, 槓桿尾端為接觸細薄的玻璃片, 另一端懸掛細長的石英片並於石英片兩端貼上金箔, 一側接地, 另一側連接高電壓裝置[1]

2-3 掃描式穿隧電流顯微鏡基本架構

掃描式穿隧電流顯微鏡(Scanning Tunneling Microscope, STM)是在 1982 年時由 Binnig 和 Rohrer 所發明的, 其機械結構包括: 探針、樣品座、掃描器、步進器、避震系統、彈簧懸吊系統、外骨架。電子電路部分包括: 電流放大器、回饋運算器。軟體控制部分則由電腦介面和程式負責。而近代的 STM 除了上述結構以外, 因為實驗的精細度與尺寸的要求日趨進步下, 發展了真空系統、低溫系統等... 讓實驗可以在更不受外界干擾或是更小的尺度下進行。而長久整個 STM 主要結構與功能大致上都沒有改變, 以下是拿除真空系統與低溫系統後, 整個 STM 機械結構與電子電路和電腦連接的示意圖(圖 2-5):

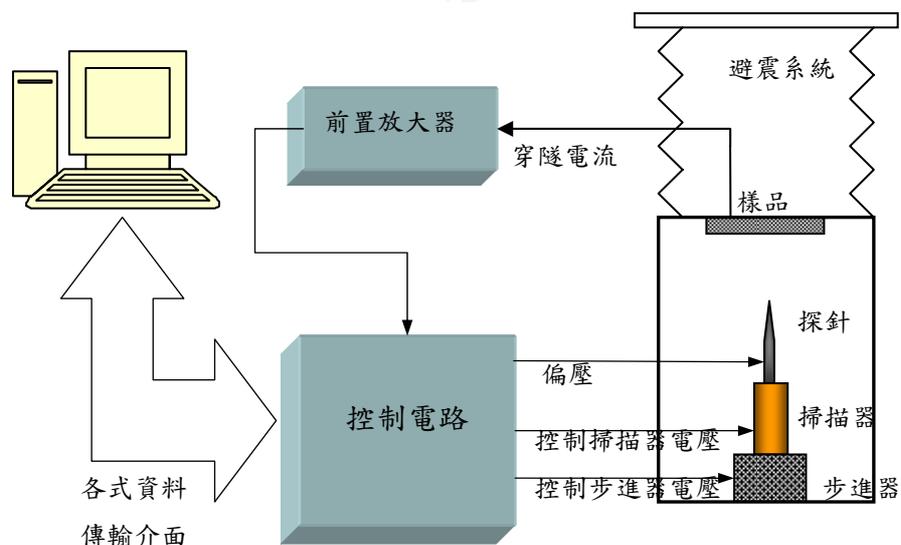


圖 2-5 STM 機械結構與電子電路和電腦連接示意圖

第三章、介紹原子力顯微鏡

3-1 原子力顯微鏡

3-1-1 原子力顯微鏡基本結構

原子力顯微鏡(Atomic Force Microscope, 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五大部分(如圖 3-1)，距離控制方式為光束偏折技術，光是由二極體雷射產生出來後，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，垂直部份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，記錄成為 X、Y 的函數，便是 AFM 影像。

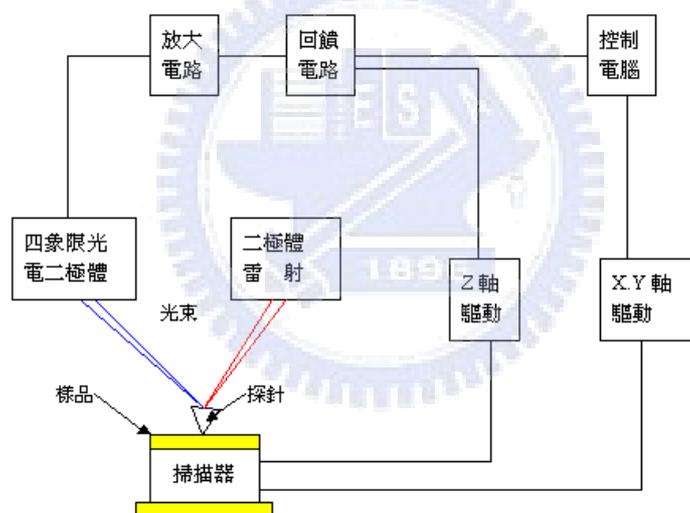


圖 3-1 原子力顯微鏡的結構示意圖

3-1-2 以奈米級探針探測原子與原子間作用力

探針是由一個針尖附在一支橫桿前端所組成，探針針尖通常具有奈米等級的大小，利用奈米級探針接近樣品表面當探針尖端與樣品表面接觸時，探針尖端會和樣品表面局部原子團發生交互作用—凡得瓦力(圖 3-2)，而一般描述凡得瓦力的模型為 Lennard-Jones 位勢

$$w(r) = \frac{A}{r^{12}} - \frac{B}{r^6} \quad (3.1)$$

其中 $\frac{A}{r^{12}}$ 為排斥力的部份， $\frac{B}{r^6}$ 則來自凡得瓦吸引力[2]，當兩者極為靠近至距離約為 10 奈米左右時，因受到凡得瓦力影響將導致探針懸臂產生微小的偏折量，並且由於橫桿彈性係數和原子間的作用力相當，因此探針尖端的原子與樣品表面原子的作用力便會使橫桿在垂直力方向移動，作用力來源包括探針和表面的凡得瓦力與探針和表面的外層電子之間的庫倫排斥力。

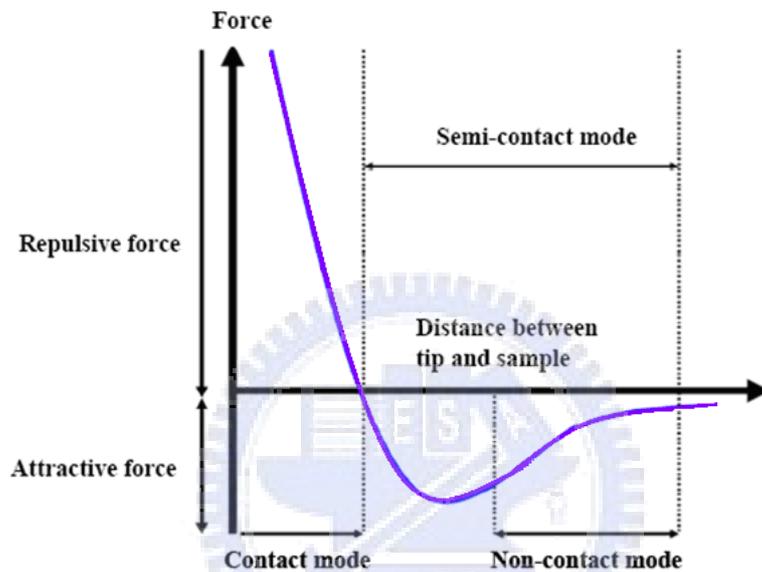


圖 3-2 原子間作用力與距離間的關係示意圖[2]

3-1-3 四象限二極體與三軸壓電材料掃描器

因探針受到凡得瓦力影響而將導致連接探針的懸臂產生偏折量，再運用雷射光束入射並聚焦在連接針尖的懸臂樑上，聚焦在懸臂上的雷射光將反射到高靈敏度的位置偵測器（position sensitive detector），並以四象限光偵測器的象限差值運算，檢測出反射光點實際偏移量，將檢測訊號轉換為電訊號，經由電流放大後，我們可以将這兩個電壓訊號相減，得到通稱的差分訊號（A-B），當橫桿有上下偏移時，差分訊號也相對產生變數，所以可以得到訊號的偏移量經回饋電路提供電壓傳送至 X-Y-Z 三軸向壓電陶瓷，精確地控制樣品與探針的 Z 方向距離恆為定值，X-Y 方向則控制探針掃描，所施加於壓電陶瓷掃描器上的電壓將被紀錄下

來，經過校正轉換後，描繪出樣品表面形貌影像。而利用具有三軸位移能力的壓電材料掃描器（Piezoelectric scanner）使樣品能在選定的區域範圍做來回掃描，偵測橫桿偏移量，系統的回饋電路與壓電材料掃描器在高度軸上距離微調功能結合，藉由調整探針與樣品距離，以維持過程中固定的原子力大小，所以當 AFM 掃描一個區域，便把垂直微調距離當成地貌高度，在二維的空間中將這些高度數值儲存起來並利用色差的亮暗程度來表現出來，形成所謂掃描區域的原子力圖像，這通常對應於掃描區域表面高低起伏的影像，也稱高度影像。而利用雷射光束反射偏斜機制的測量方法具有 0.1 \AA 的解析能力，不過在一般大氣環境中，表現會較差。另外因為使用四象限光電二極體的關係，垂直與水平差分訊號便可以同時得到，因此橫桿上下左右偏移量可同時被測出。

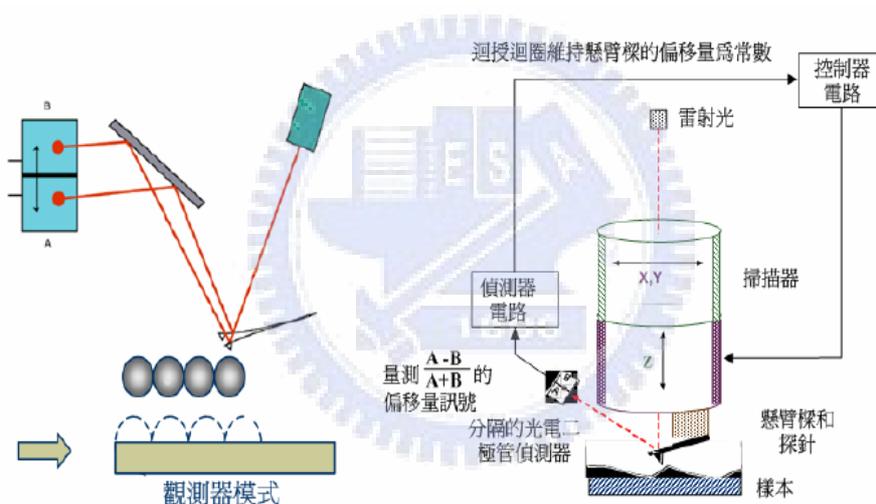


圖 3-3 原子力顯微鏡 (AFM) 的結構示意圖

3-2 利用音叉作為感測器的高解析度原子力顯微鏡

如 3-1 所述，一般商用的原子力顯微鏡皆是以監測二極體雷射打在懸臂上反射的訊號作為探針與樣品間的回饋依據，而此種方法卻隱藏著一些不可忽視的問題。首先，由二極體雷射發出的光源本身對於許多類型的測量方法來說就是一個損傷，再者，由二極體雷射源所產生的熱也會造成測量上的漂移，而帶給量測到的表面影像達幾個奈米級的誤差，最後，二極體雷射和樣品地貌間的相互作用亦會對測量待測樣品與針尖的相互作用上造成一些影響，而造成一些人為影像（假的訊號影像）進而影響測量結果的可信度，有鑑於此，因而產生了以音叉作為感測原子力感測器的原子力顯微鏡[6]，簡單來說，是輸入訊號使音叉達到共振頻率，進而帶動連接於音叉之上的探針（如圖 3-7）同時達到共振頻率，接著利用追蹤監測音叉傳出的訊號並加以回饋，其餘部份皆與 SPM 系統大同小異。

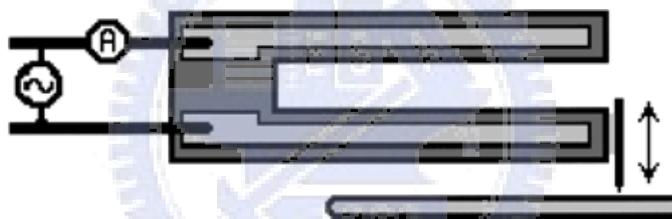


圖 3-7 音叉探針模組與樣品作用示意圖[6]

而此種新型的原子力顯微鏡跳脫了傳統以測量針尖與樣品之間的作用力，再利用電子電路進行回饋以保持針尖與樣品之間距離的方式(open-loop)，而以主動追蹤測量趨動頻率並不斷地改變驅動訊號以配合所測量到的反應訊號，因為回饋迴路是封閉在驅動頻率與反應頻率之間，所以我們稱之為閉路(close-loop)。接著利用高感度的相位感測器測量驅動訊號與反應訊號之間相位的不同，並以此相位差設為固定值作為回饋依據，以上的方法稱為鎖定相位回路(Phase-Locked-Loop, PPL)。

而探測原子力的方式是利用輸入訊號使音叉達到共振頻率，待音叉的振動受到原子力影響之後，監測從音叉傳出的共振頻率，以 PLL 的方式進行回饋，

3-3 原子力顯微術基本操作模式

3-3-1 接觸式(contact mode)

使用低彈性係數探針與樣品表面接觸[3]，利用探針與樣品間產生的作用力—原子間排斥力，使得懸臂樑發生微小偏折量，經由四象限光偵測器感測此偏折程度並轉換為表面呈像訊號輸出，稱為接觸式原子力顯微鏡(圖 3-4)。由於排斥力對距離變化相當靈敏，原子解析度較好，缺點—為呈現解析度較佳的樣品，通常需要較大作用力，由於接觸面積為極小區域容易破壞樣品表面。因此，選取適當作用力大小極為重要。

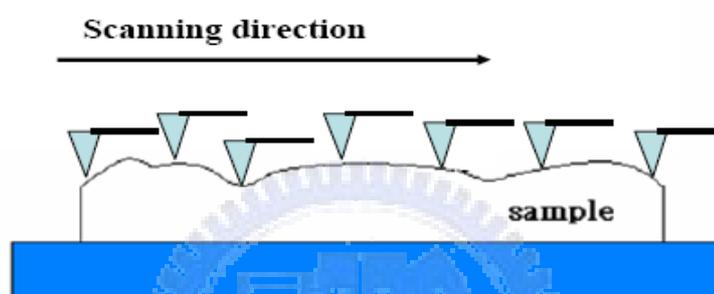


圖 3-4 AFM 接觸模式掃描示意圖

3-3-2 非接觸式(non-contact mode)

為了改善接觸式可能損壞樣品的缺點，因此發展出非接觸式的原子力顯微鏡(圖 3-5)[4]。利用壓電陶瓷振盪片驅動懸臂樑，懸臂樑以自然共振頻率(約數十至數百千赫茲)振動並帶動探針，振幅小於 5 奈米，探針與樣品間的交互作用力為吸引力，由於吸引力對距離變化敏感度不大，因此必須用探針光反射訊號的振幅、頻率、相位等調變技術增加雜訊比。探針振動訊號之振幅、頻率或相位皆可做為回饋。當探針與樣品靠近時，由於吸引力作用，偵測其共振頻率或頻率變化送至回饋電路，轉換訊號輸出便能得到樣品高度影像。由於探針與樣品沒有接觸，故不會損壞樣品表面，適合量測生物樣品。缺點—大氣環境下，受樣品表面水膜黏滯力影響，解析度一般僅能達 50 奈米左右。

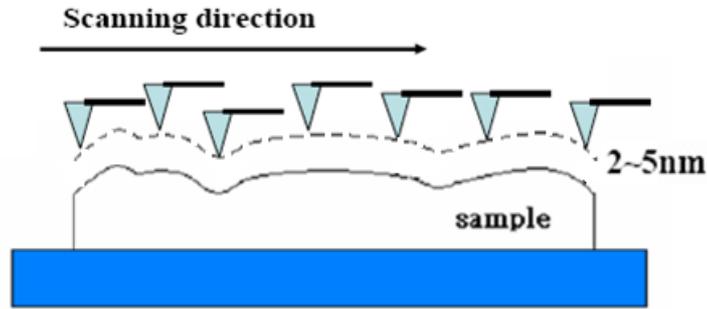


圖 3-5 AFM 非接觸模式掃描示意圖

3-3-3 輕敲式(tapping mode)

利用非接觸式加以改良，其原理為拉近探針與樣品距離，增大振幅使探針震動，當以高頻方式振盪至波谷接觸樣品，由於樣品表面高低起伏會改變振幅大小，利用類似非接觸式的回饋控制方式[5]，使用振幅做為回饋訊號，並轉換訊號便能同時獲得樣品高度影像，稱為輕敲式原子力顯微鏡(圖 3-6)。由於探針直接接觸樣品表面，解析度可提高為 5 至 10 奈米，與接觸式比較其解析度雖然較差，但損壞樣品表面機率大為降低，同時也較不受摩擦力影響。缺點—由於探針高頻率敲擊影響，對表面較硬的樣品而言，探針針尖易受損。

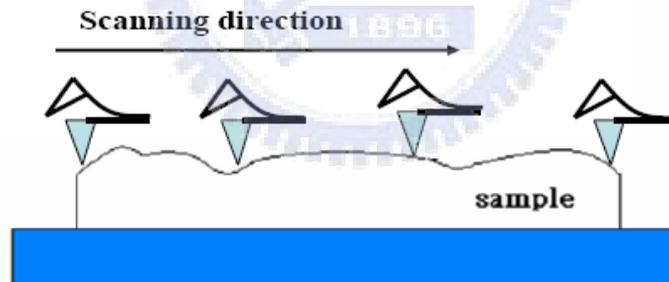


圖 3-6 AFM 輕敲式掃描示意圖

第四章、實驗成果(一) 自製掃描式穿隧電流顯微鏡

本章節將介紹自製 STM 的原理與自製 STM 系統的機械結構、探針製作、電子電路、程式控制介面、樣品製備的方法和實驗結果與討論。

4-1 自製掃描式穿隧電流顯微鏡架構介紹

參考由第二章(2-3)所述，我們自製的掃描式穿隧電流顯微鏡(Scanning Tunneling Microscope, STM)機台設定操作在單純的大氣條件之下，因此不額外加入低溫系統與真空系統，只單純的研究 STM 掃描主結構、避震系統、電子電路系統[7]，而一般商用機台會有定電流模式、定高度模式兩種，然而因為定高度模式需要的樣品表面平坦度要求相當嚴格，使用的廣泛程度也有相當的限制，所以我們不把焦點放定高度模式上而專心在研究定電流模式的 STM 系統，首先利用槓桿式的手動步進器精確的步進並且得到穿隧電流，將得到的穿隧電流利用電子電路加以放大並轉為電壓訊號，接著利用回饋電路精確控制 Z 軸的高度，再以電腦運算並換算出正確的 Z 軸高度(樣品表面高低起伏)，接著利用軟體以色差(亮暗度)的方式來表現出樣品表面的高低起伏，以下是我們所自製的 STM 系統的示意圖：

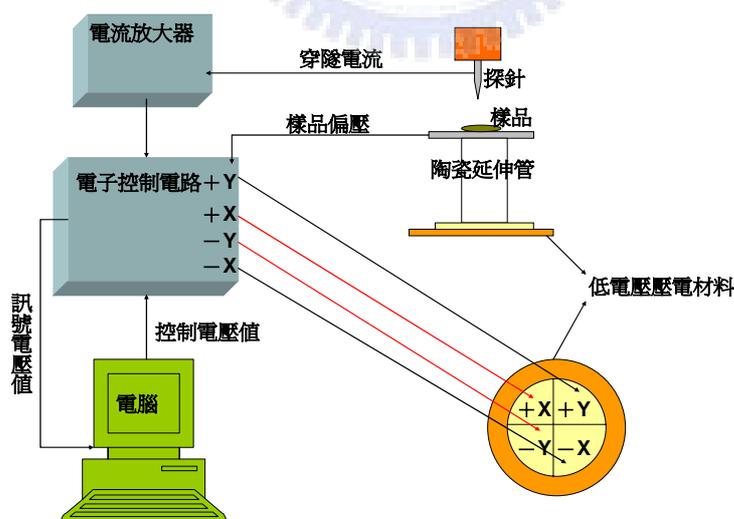


圖 4-1 STM 系統示意圖,分為機械部分、電子電路控制部份、電腦軟體介面控制部份

4-2 機械結構

4-2-1 低電壓掃描器

市售低電壓蜂鳴器(圖 4-2、4-3):

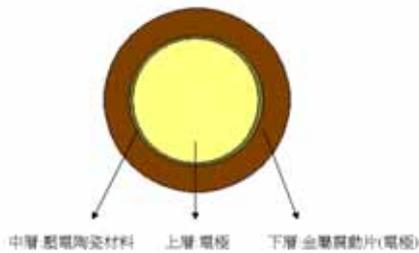


圖 4-2 市售低電壓蜂鳴器正視圖

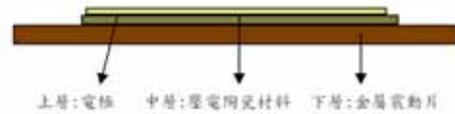


圖 4-3 市售低電壓蜂鳴器側視圖

利用市售的低電壓蜂鳴器(低電壓驅動的壓電陶瓷片)，將中心部分的壓電材料切成四個區域(圖 4-4)，分別當成 $+X$ ， $-X$ ， $+Y$ ， $-Y$ 四個獨立方向，在已切好的壓電材料上接上陶瓷管延伸管與樣品座作為掃描器(圖 4-5)。

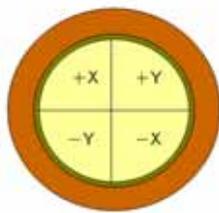


圖 4-4 將壓電材料分為四個區域



圖 4-5 壓電材料上連接上陶瓷管延伸管與樣品座

再利用電腦傳輸數位訊號傳輸給電子電路，再經由電子電路將數位訊號轉換成類比訊號給定大小相同而反向的電壓傳送至壓電材料的其中兩個極向($+X$ ， $-X$ 或 $+Y$ ， $-Y$)，因壓電效應會使得壓電片有微小的形變量，帶動連接於其上的陶瓷管延伸管與樣品座有微小的水平位移，因而達到所需要的 X 方向與 Y 方向的掃描路徑(圖 4-6、4-7、4-8)。

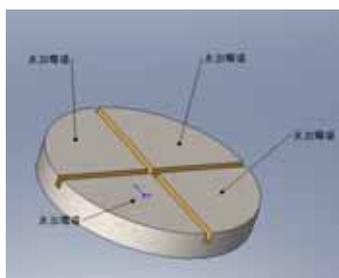


圖 4-6 未加電場的壓電材料

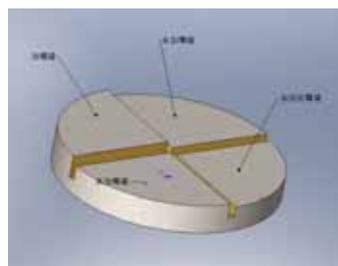


圖 4-7 加反向電場的壓電材料

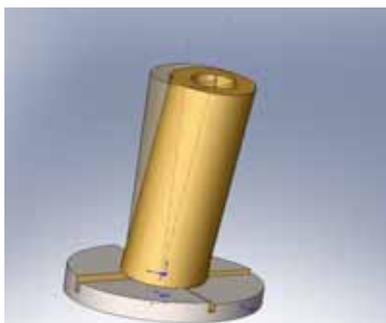


圖 4-8 壓電材料形變帶動掃描器水平移動示意圖

利用上述相同的壓電效應原理，同時對於四個不同方向的電極加上大小相同的正向或是反向的電壓，使得壓電片上的四個方向同時的上升或下降，而達到 Z 方向的垂直移動(圖 4-9)。



圖 4-9 同時加四個正向或反向電壓於壓電材料上的形變示意圖

4-2-2 探針座載台

為了避免探針座置於掃描器上與樣品上的偏壓互相影響而造成微小的漏電流，所以將探針座獨立出來設計，並加以石英基板作為絕電材料將探針座與機械的接地部分加以隔絕，吾人稱作探針座載台(圖 4-10)，以避免微小的漏電流造成 Z 軸解析度的誤差。

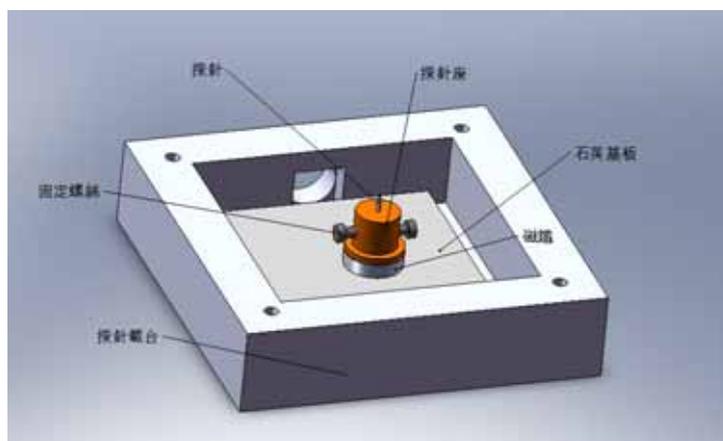


圖 4-10 探針座載台

4-2-3 手動步進器

利用三根精密的細調步進螺絲(螺距約 0.3 釐米，如圖 4-11)，與 STM 上板結合，其中兩根作為粗調步進螺絲，可將探針以一步小於 0.3 釐米的距離接近樣品，另外一根則利用槓桿原理作為細調步進的螺絲，以兩根粗調步進螺絲作為支點，則探針與樣品將以支點與探針和支點與細調螺絲間的距離比例靠近(圖 4-12)。



圖 4-11 精密螺紋步進螺絲相片



圖 4-12 手動螺旋步進器示意圖

細調螺絲螺距為 0.3 釐米，故以粗調螺絲當作支點，則每轉一圈細調螺絲可讓探針以一步(細調螺絲轉一圈) $0.3\text{mm}/80 = 3.75\mu\text{m}$ 接近樣品，而人手可控制轉圈幅度保守估計為 5 度，所以細調步進螺絲的精細度可以達到 $3.75\mu\text{m}/360 \times 5 \doteq 52\text{nm}$ ，以此距離慢慢調整細調步進螺絲使探針接近樣品，而達到可以產生穿隧電流的距離(圖 4-13)。

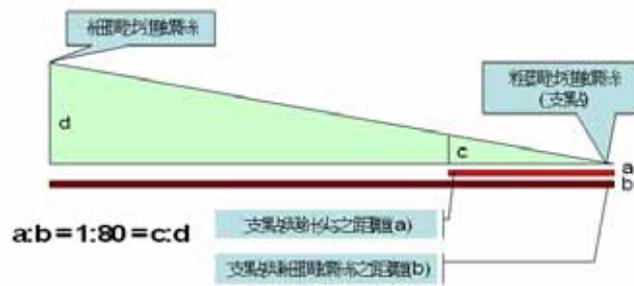


圖 4-13 槓桿式步進器原理解釋示意圖

4-2-4 避震系統

為了隔絕外來震動造成 STM 掃描時的震動雜訊，以四根彈簧將 STM 機台本體懸吊於空中，隔絕與其他機械部分接觸(圖 4-14)，而懸吊時四根彈簧的伸長量均必須大於 15 公分以確定彈簧能有效的隔絕外界震動(低頻振動)影響，且必須控制彈簧工作於最大的彈性限度內以避免彈性疲乏。

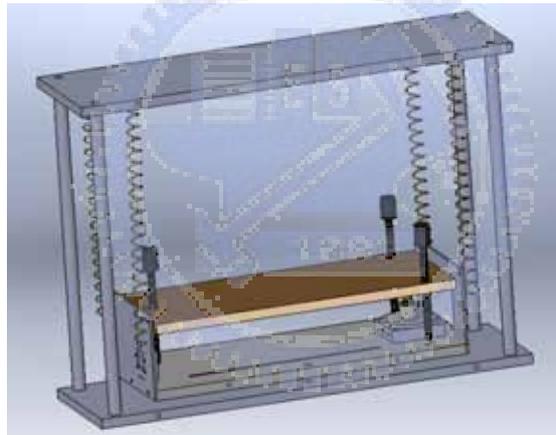


圖 4-14 將 STM 機械結構懸吊起的避震系統

4-2-5 探針

探針的製作是用化學的蝕刻方法，首先剪下一段直徑 0.3 釐米的鎢線，再以一般市售濃度的氫氧化鉀(KOH)顆粒加入去離子水調成濃度 2M 的溶液，將溶液放入 U 型管中，鎢線的一端接上電源供應器的正極，另一端則泡入溶液內約 5 釐米深度，U 型管的另一端則插入一條與溶液接觸的導線並連接上電源供應器的負極(如圖 4-15)，將電壓調至約 7 伏特，約 10 分鐘後，待浸入氫氧化鉀液面下的鎢線被蝕刻拉斷的瞬間關掉電源供應器的電源，將鎢線取下以去離子水浸泡以

沖洗掉鎢線上殘餘的氫氧化鉀溶液，並剪下有針尖的一端約 7 釐米—1 釐米作為探針，通常此製備方法可得到針尖小於 200 奈米的探針。

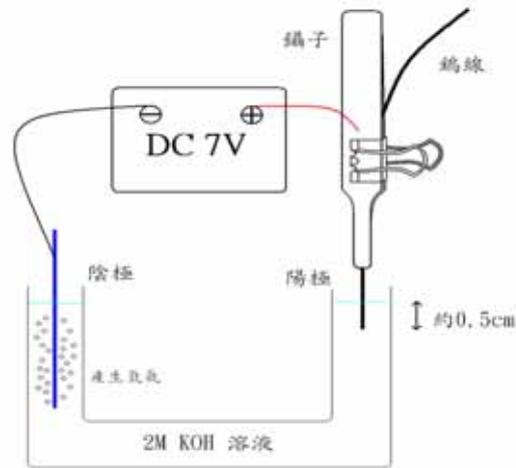


圖 4-15 製作探針化學蝕刻裝置圖[8]

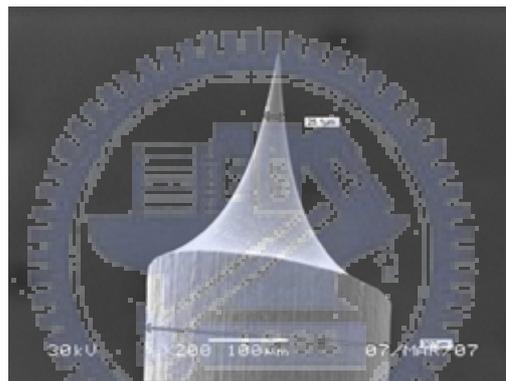


圖 4-16 以化學蝕刻方法製成的探針在 SEM 下的影像

接著將探針放入自行加工固定探針的探針座(如圖)，將探針放入 0.5 釐米的針孔內，分別以兩邊的固定螺絲鎖起固定以確定探針不會在掃瞄過程中晃動，造成圖像不清楚或是無法掃描，接著將探針座放上(用磁鐵吸上)探針座載台即可。

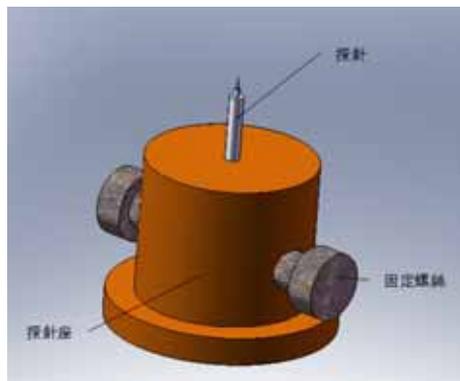


圖 4-17 探針與探針座

4-3 電子電路

4-3-1 電流放大器

在進行掃描式穿隧電流顯微鏡實驗中由探針傳導出來的穿隧電流非常微小，通常為 0.001—50 奈安培，所以為了利用穿隧電流來準確控制 Z 軸的回饋而不受其他電路產生的雜訊影響，必須先將穿隧電流用電流放大器(圖 4-18)放大並且轉換成電壓值讓電腦來讀取它的數值。

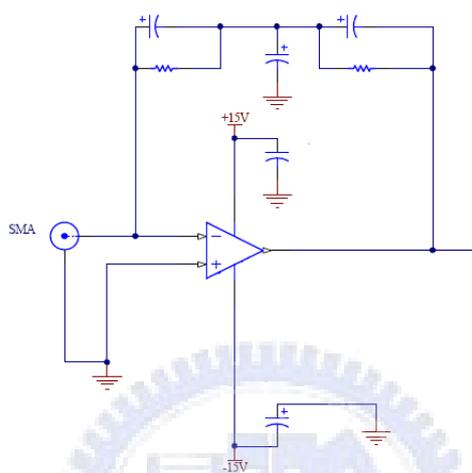


圖 4-18 電流放大器電路圖

4-3-2 絕對值電路

在我們控制程式給定樣品偏壓時，會給定一個正或負的固定電壓值加諸於樣品之上，因此所產生的穿隧電流也會有正負之分，為了可以讓回饋電路(其中的電壓比較器部分)只單純的比較放大後穿隧電流電壓值的大小，所以必須讓放大後轉成電壓的穿隧電流值經過絕對值電路(圖 4-19)以確保它的正負值。

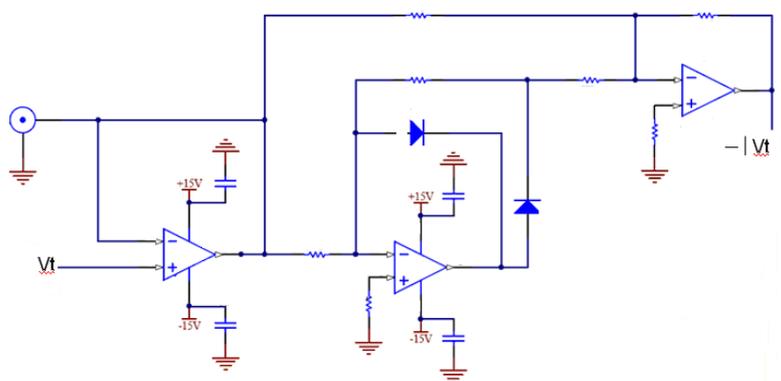


圖 4-19 絕對值電路圖

4-3-3 回饋電路

將經過絕對值電路後確認為負值電壓的穿隧電流電壓值與我們在程式上所設定的比較電壓(Set voltage)作比較，若是針尖與樣品的距離過近(穿隧電流電壓值大於比較電壓)，則多出來的負電壓會加在控制 Z 軸(同時加在 $\pm X$ 、 $\pm Y$)的壓電材料之上，因此會將 Z 軸往後縮，造成針尖遠離樣品;相對的，當針尖與樣品距離太遠(穿隧電流電壓值小於比較電壓)的時候，為了彌補少掉的負偏壓，會加一個正電壓在 Z 軸的壓電材料上，使得 Z 軸伸長，而造成針尖往樣品接近，稱之為回饋電路，而回饋電路補足的電壓與減掉的電壓即為掃描程式換算 Z 軸高低差的依據，以決定待測樣品的 Z 方向高度，並用軟體以亮暗差別表現出來。

(圖 4-20)。

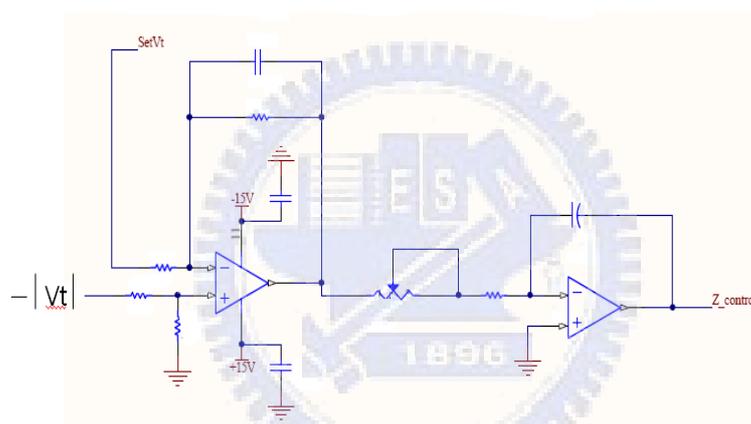


圖 4-20 回饋電路圖

4-3-4 X-Y 控制電路

由電腦輸出一數位電壓給 X 控制電路(圖 4-21)，經過 X 控制電路之後此給定電壓會分成兩的大小相同正負相反的電壓分別成為 +X 與 -X，再轉換成類比訊號傳至 X 方向的壓電材料($\pm X$ 電極)上，造成掃描器在 X 方向上微小的來回擺動，由此來控制 X 方向的掃描。

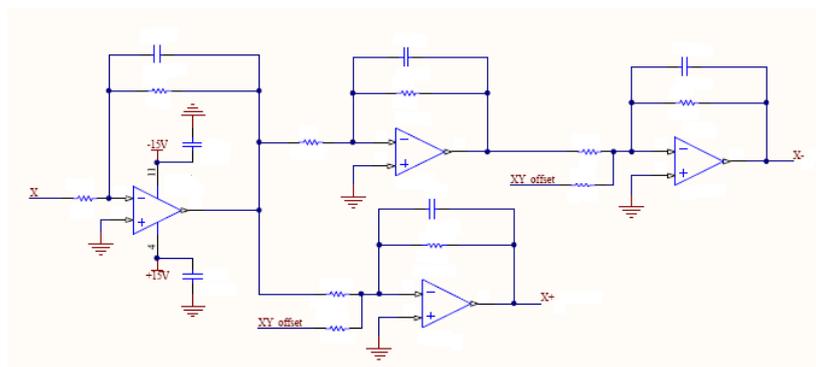


圖 4-21 X 方向電路控制圖

由電腦輸出一數位電壓給 Y 控制電路(圖 4-22)，經過 Y 控制電路之後此給定電壓會分成兩的大小相同正負相反的電壓分別成為 +Y 與 -Y，再轉換成類比訊號傳至 Y 方向的壓電材料($\pm Y$ 電極)上，造成掃描器在 Y 方向上微小的來回擺動，由此來控制 Y 方向的掃描。

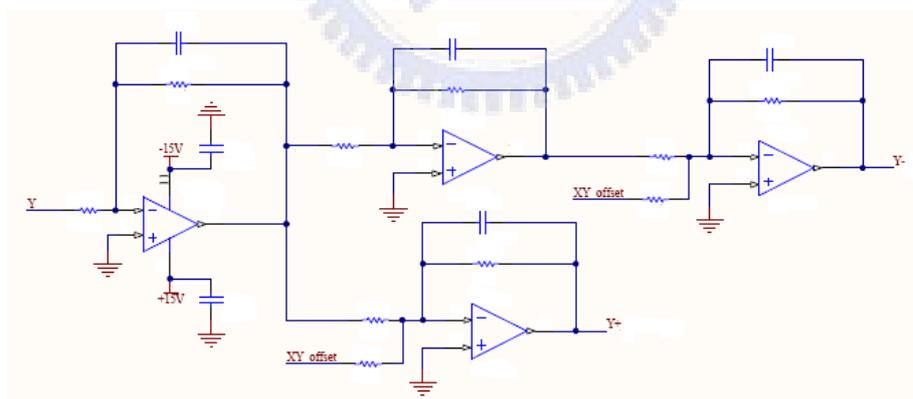


圖 4-22 Y 方向電路控制圖

4-3-5 數位轉類比與類比轉數位轉換電路

數位轉類比卡(D/A Card)(圖 4-23)的功能是將電腦輸出的數位訊號轉換為類比訊號傳輸給壓電材料，我們所使用的 D/A Card 輸出的電壓範圍為 $\pm 10V$ ，而電腦為 16 位元輸出，則每一個電壓間格的數值為 $20V/2^{16} = 0.305mV$ ，而我們所使用的壓電材料規格為 $\Delta X = 0.1\mu m/V$ ，則可估計壓電材料的形變可控制到最小每一步為 0.305 \AA 。

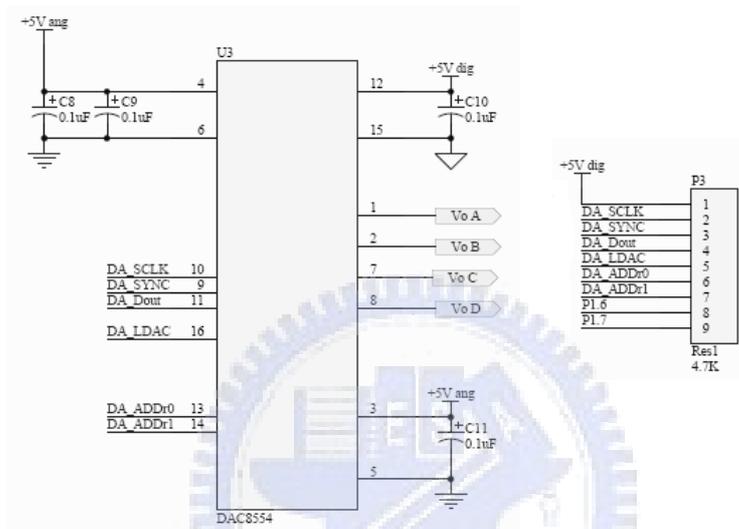


圖 4-23 D/A 轉換電路

而 Z 方向經由回饋所產生的壓電電壓值讀取方式則由類比轉數位卡(A/D Card)(圖 4-24)來執行，A/D Card 的功能是將類比訊號轉換為電腦可讀取的數位訊號，而電腦讀取的數值依然為 16 位元，所以在 Z 方向一樣可以控制在最小每一步為 0.305 \AA 。

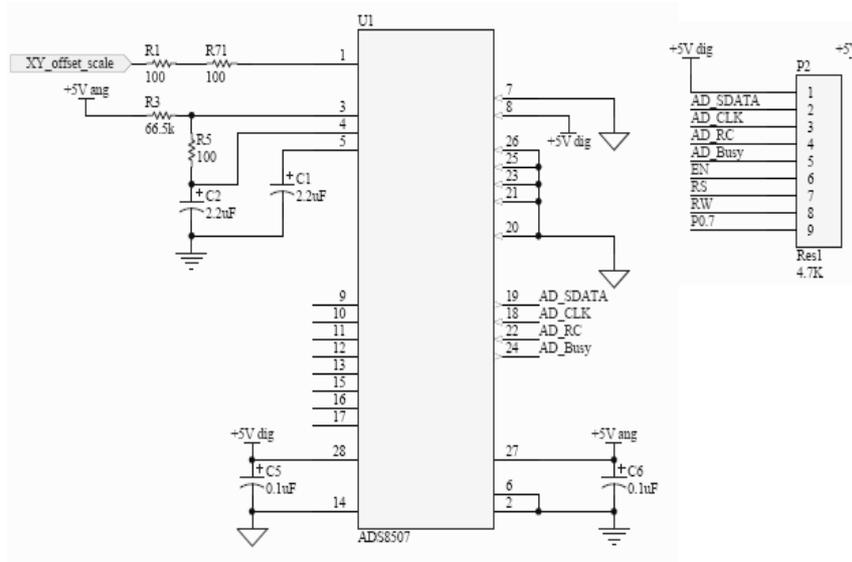


圖 4-24 A/D 轉換電路

而以上兩種的轉換電路接經由 USB 介面傳輸(圖 4-25)，以求以更快的速度與電腦作溝通，而減少掃描圖像所需要的時間。

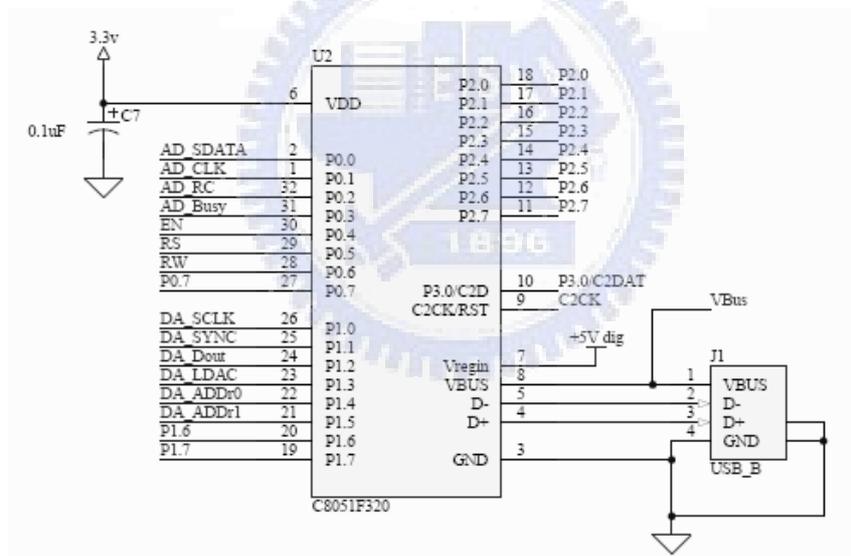


圖 4-25 USB 傳輸介面電路圖

4-4 程式控制介面

4-4-1 軟體介面控制參數功能

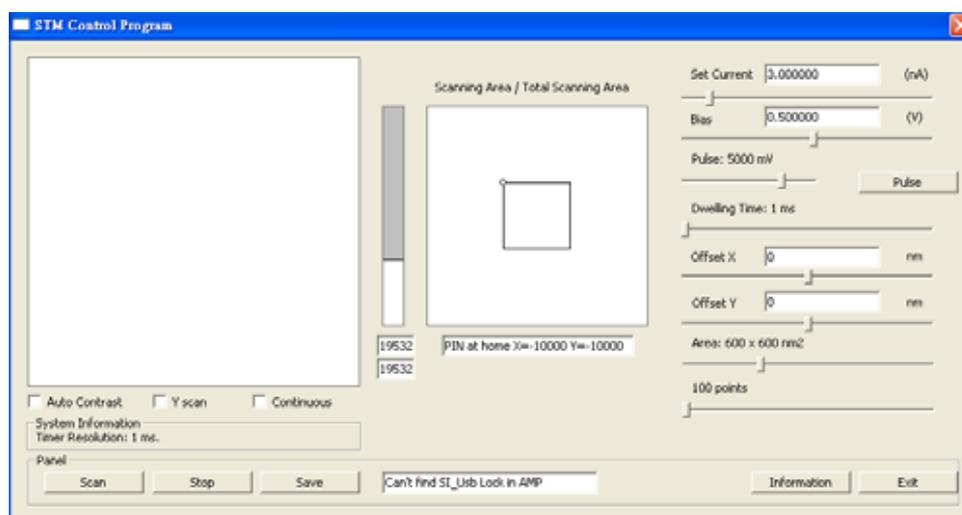


圖 4-26 掃描程式介面

當我們開始使用自製STM系統時，當尚未進針時探針距離樣品很遠，此時沒有任何穿隧電流產生，掃描器(Scanner)是伸到最長的狀態，所以「Scanner顯示器」(圖4-26中的柱狀顯示)的地方會顯示全黑。一旦進針至接收到穿隧電流訊號，「掃描器顯示器」全黑部分因為回饋電路的作用使掃描器往回縮之原故，將不再為全黑，此時代表探針與樣品間有穿隧效應的產生。

當確定有穿隧效應產生後，我們利用程式上的「Set Current」來設定一個穿隧電流值的大小，所設定之穿隧電流值愈大則探針產生穿隧效應之後距離樣品愈近，設定值愈小則探針產生穿隧效應之後距離樣品越遠，以此我們可以控制針尖與樣品間的距離。

同時也需設定樣品上所加的電壓「Bias」(給定的電子總能量)，正負電壓均可，範圍為 ± 10 伏特，原則上以樣品的導電性作為控制的依據，導電性佳的樣品我們可以給予較小的偏壓，亦即電子在此樣品條件下不需要很大的能量即可產生穿隧效應而穿過位障；導電性較差的樣品，則必須給予較高的偏壓，即給電子較大的能量使其產生穿隧效應，相對於樣品上給定的電壓，探針的電壓固定為0伏特。

在掃圖的過程中,即便沒有撞針的情況產生,探針也會因為掃描樣品而漸漸造成一定程度的損耗,此時可以用「Pulse」的功能來進行修針的動作,「Pulse」可製造瞬間大電場因而可能改變針尖原子的排列狀況或是將針尖上的雜質給清除。並可設定要給定的脈衝電壓大小(± 10000 mV),按下「Pulse」便會給樣品一個方波電壓(每一次供給電壓的時間為1微秒)。

在掃圖之前必須先設定一個適當的Dwelling Time,「Dwelling Time」代表每一個取樣點的時間差,時間設定愈小掃描速度越快。但若掃描速度過快,I-Gain(回饋電路)所需的反應時間多過於掃描的速度時,會造成撞針或是得到模糊的影像;若掃描時間過長也可能因為熱飄移而得到較模糊的影像。

若在掃描圖像的途中,想要改變掃描的區域位置,則可利用「Offset X」和「Offset Y」的功能,此功能可以在掃描器可動範圍之內選擇我們想要掃描的位置,改變位置後,可以看到程式中間掃描區域所指示的掃描位置改變。

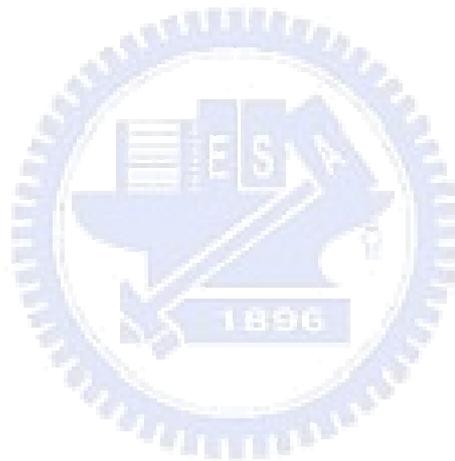
不同的樣品表面形貌所需要觀察的範圍也會不同,此時需利用「Area」鍵選擇掃描器的掃描區域大小,「Area」可以改變控制給定掃描器輸出的最大電壓值,因此會有不同的掃描範圍,調整不同的最大掃描範圍以正確的觀察到我們想要看到的樣品地貌是很重要的。

選取不同的「Point」值將決定掃描器掃描一條線將紀錄幾個高低的數據,點數越高解析度越高(描繪的數值愈多),但相對較耗時,通常需要配合Dwelling Time與掃描的最大範圍做決定。

因為在放置樣品的時候樣品本身的傾斜度和掃描器在掃描時因為受到周圍溫度影響而造成Z軸本身的高低變化,會造成每一條掃描數據的背景高度不同而造成影像失真,所以將「Auto Contrast」點選起來後,軟體會自動持續的調整掃描圖像的對比度,也就是軟體會自動計算將背景的斜率去除掉以確保我們能在掃圖的過程中即時觀察待測樣品形貌的正確性。

有些樣品具有方向性(例如DVD表面溝槽),一開始程式的預設值是掃描器沿X方向掃描,若想改變掃描的方向,將「Y scan」勾選起即可,此時掃描器將改變掃描方向,變成沿Y方向掃描。

若想不斷的重複掃描樣品的同一個區域,則可以點選下「Continuous」的功能鍵,點選此功能鍵之後,當程式完成一張全區域的掃描以後將把最後一點當成原點繼續由下往上地來回掃描同一個區域,當來回掃描得到的奈米結構影像都為相同(重複性)的時候,我們可確定掃描得到的奈米影像的正確性,點選此功能也可以在一張完整的奈米影像圖型尚未掃描完成的時候便可即時存檔,以避免在熱漂移過大的影響下無法再繼續掃描時必須重新進針而無法存取已經掃描到的奈米影像。



4-4-2 STM 影像

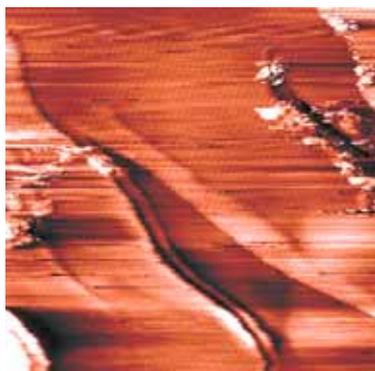


圖 4-27 石墨台階影像，area:600 nm×600 nm

利用自製 STM 機台掃描的石墨台階影像，在大氣的條件下我們仍可清楚利用 STM 觀察到石墨表面上數層甚至單層的石墨台階(圖 4-27)，說明了我們將漏電流的問題去除掉之後，與舊機台相比(如圖 4-28、4-29)，新設計的 STM 機台在 Z 軸的解析度上的確有明顯的提升。

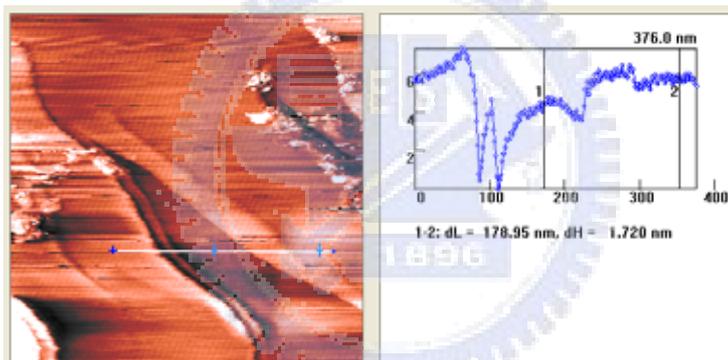


圖 4-28 石墨台階高度利用影像處理軟體所計算出高度差值圖



圖 4-29 使用舊機台所掃描的石墨表面影像[7]

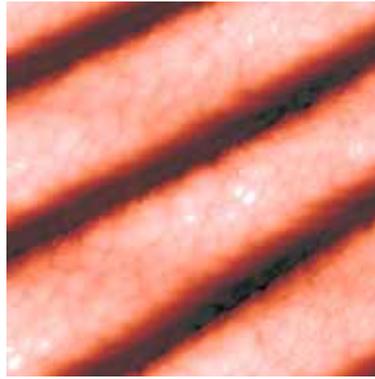


圖 4-30 DVD 表面形貌，area:1555nm×1555nm

上圖(圖 4-30)為週期 600 — 700 奈米、高度 50 — 70 奈米(圖 4-31)的 DVD 溝槽影像，表層顆粒狀的突起物是為了讓塑膠製的 DVD 基板導電而鍍金所形成的金顆粒聚集，每個聚集的直徑約為 50 — 70 奈米(圖 4-32)，甚至有更小直徑的聚集存在，以一個特徵形貌大約所需 10 個描繪點數組成，換算成 X-Y 的實際物理上的解析度來說大概是 5 個奈米等級，與舊機台(圖 4-33、4-34)相比亦算是提升了 X-Y 向的解析度。

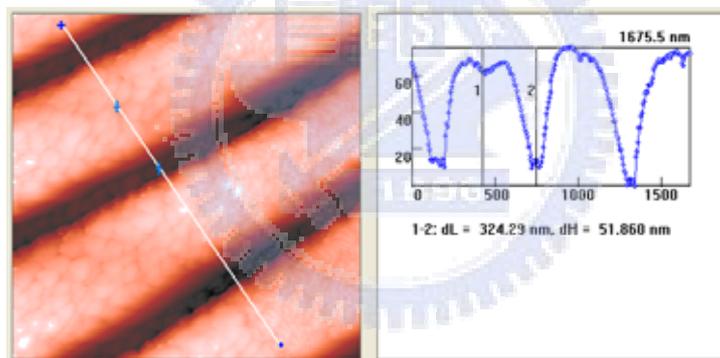


圖 4-31 量測 DVD 溝槽週期與高度圖

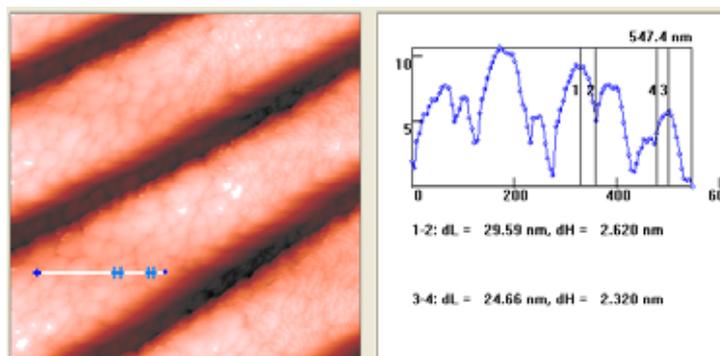


圖 4-32 量測 DVD 溝槽表面金聚集半徑與高度

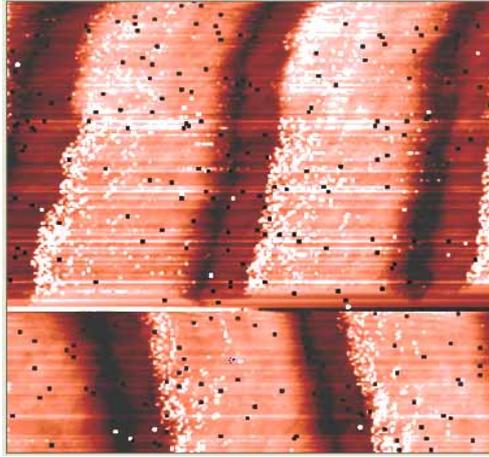


圖 4-33 使用舊機台所掃描的 DVD 表面影像[7]

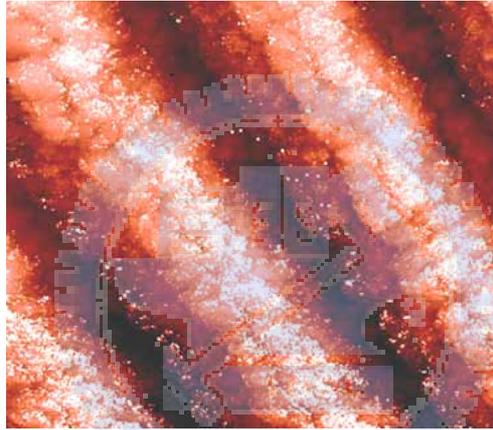


圖 4-34 以舊機台掃描 DVD 溝槽表面金聚集[7]

4-5 樣品製備

石墨(圖 4-35):將石墨塊材裁切適當大小與厚度，以銀膠貼於樣品基板之上，在掃描前利用膠帶將其表層石墨層撕下，以求石墨表面乾淨平整。

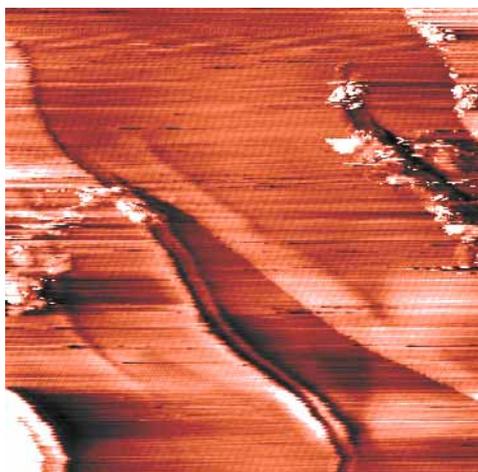


圖 4-35 石墨台階影像

石墨表面氧化處理(圖 4-36):將石墨塊材裁切適當大小與厚度，利用膠帶將其表層石墨層撕下，並小心放置於石英管中，接著放入已預熱 600°C 的高溫爐中在大氣下加熱五分鐘，因石墨表層依然會含有些許雜質，此時在大氣下表層雜質會因氧化而在石墨表層造成氧化痕跡，形成我們所需要的奈米尺度地貌。

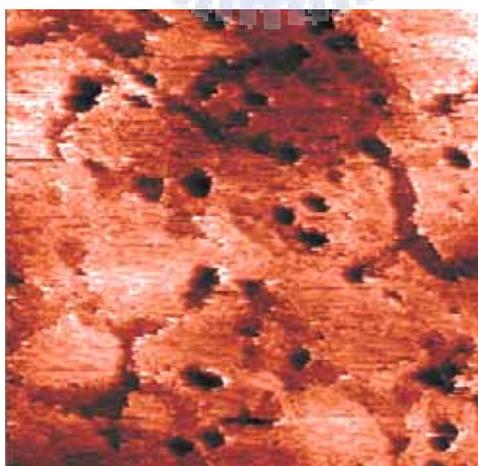


圖 4-36 石墨表面氧化處理

百奈米級 DVD 溝槽與表面金顆粒聚集(圖 4-37):利用尚未封裝塑膠外膜的 DVD 裸片，將之裁切為適當大小，接著鍍上一層金膜(使其導電)使其覆蓋於溝槽之上而不影響 DVD 表面的地貌，接著以銀膠貼於樣品基板之上。

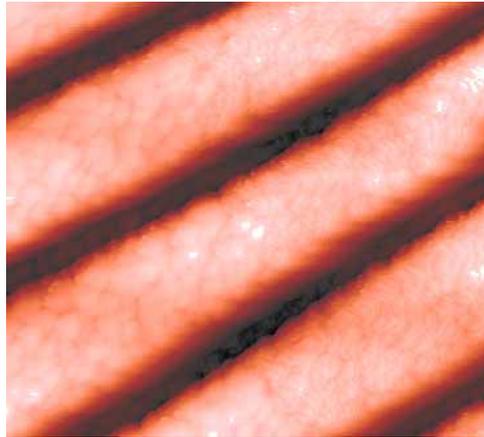


圖 4-37 百奈米級 DVD 溝槽與表面金顆粒聚集

熱蒸鍍金膜(圖 4-38):裁切下一適當大小的雲母絕電片，利用膠帶將表層雲母撕下以確保雲母表面乾淨平整，接著放入熱蒸鍍機中蒸鍍，讓蒸鍍出的奈米顆粒在表面聚集佈滿為一層厚實的金膜，接著以銀膠貼於樣品基板之上。

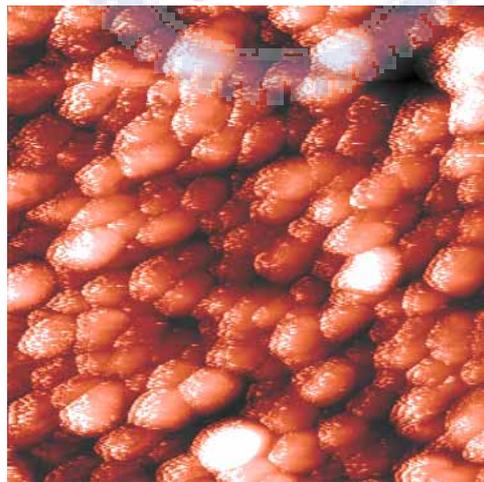


圖 4-38 熱蒸鍍金膜

金平面表面台階(圖 4-39): 裁切下一適當大小的雲母絕電片, 利用膠帶將其表層雲母撕下, 以確保雲母表面乾淨平整, 接著放入蒸鍍機中蒸鍍, 讓蒸鍍出的奈米顆粒在表面聚集佈滿為一層厚實的金膜, 並以銀膠貼於樣品基板之上, 接著以高溫噴槍在金膜表面上直接噴燒, 讓原本金膜上的金聚集熔化並互相重疊而形成奈米平整度良好的台階狀地貌。

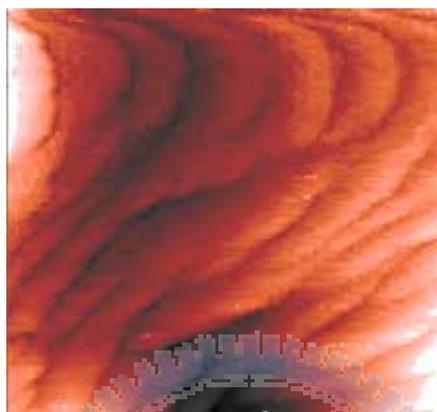


圖 4-39 金平面表面台階



4-6 結果與討論

由於新的 STM 系統改良了舊版 STM 的許多地方，而掃瞄的實驗結果不管是在 Z 方向的解析度上或者是 X-Y 方向的解析度上都有明顯的改善，由第二章的公式(2.10)可以得知探針與樣品距離是影響穿隧電流大小的主要原因，而且它們的關係是非常敏感的，只要有非常微小的距離變化所得到的穿隧電流值就會有大幅度的改變，換言之，若是在感測部分存在微小的漏電流，那機台在 Z 軸的解析度上也會有相當大的誤差存在，也因為改善了這個問題，所以當我們掃瞄時石墨樣品時，變的相當容易且正確，以單層石墨台階約為 0.4 奈米左右而言，可以斷言新的 STM 機台的 Z 軸解析度可以達到 0.5 奈米左右，這對欲觀察的樣品表面相當平坦時是有相當大的優勢的。

避震系統方面我們選用的新彈簧在吊掛 STM 機台後伸長量大 15 公分，這對於過濾掉一般的低頻訊號(機械式或人為的振動)也有相當的助益，線材的柔軟性方面也做了相當程度的改善，使得掃描影像受外界振動影響的可能減到最小。

在電子電路組成產生的電磁雜訊方面，也因為置換了新的處理器與傳輸介面，並重新計算可能產生過大電磁雜訊的電子電路組合方式而加以改善，也得到了較理想的結果。綜和以上結果，新版的 STM 掃描系統已經可以輕鬆的得到奈米級的表面掃描影像，而在相同的大氣條件下所得到的影像與一般商用機台所得到的影像結果的一致性(圖 4-35、4-36)更支持我們自行研發機台的正確與可靠性。

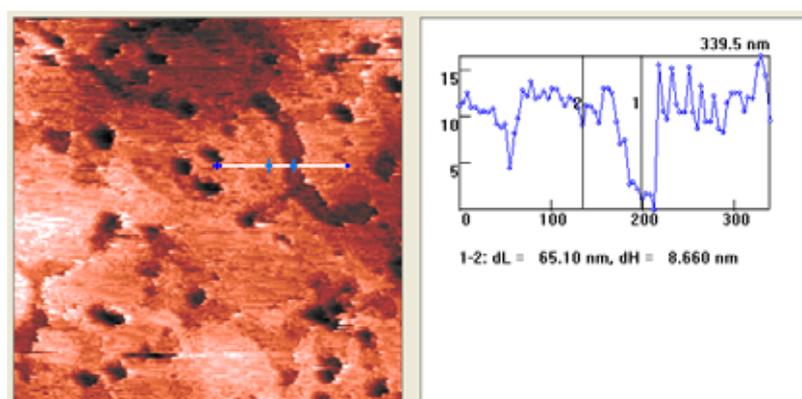


圖 4-40 自製 STM 掃描的石墨表面氧化處理影像

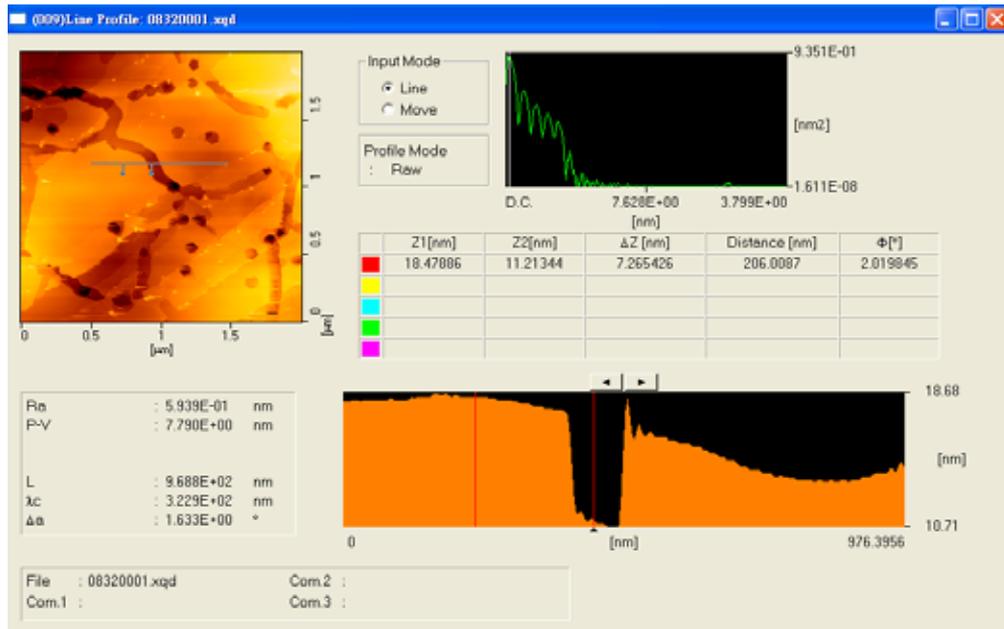


圖 4-41 商用 AFM 掃描的石墨表面氧化處理影像

而必須更進步且加以改良的部份，是當此 STM 系統欲掃描的範圍在 100 nm×100 nm 以下時，所得到的圖像在水平方向上(X-Y 方向)的解析度會有相當程度的失真或是模糊，而相同的掃描面積下，Z 方向(縱向)的解析度依然可以保持準確性(如圖 4-37、4-38)，探究原因不外乎是因為壓電材料與訊號傳輸的限制，也就是說若我們給定驅動掃描器平移的電壓過小，可能因為電子電路本身產生的雜訊大於此微小的給定電壓而造成掃描器無法達到我們的要求平移，因而影響了 X-Y 方向在微小範圍掃描的解析度表現，也可能是商用壓電片本身的物理極限而無法準確的表現如此微小的電壓所產生的形變，總而言之以上兩點都是可能造成在小範圍掃描時所產生的解析度偏差的原因，未來應朝著利用更好的微處理器與電子電路組合以將電磁雜訊減到小於控制平移量的最小電壓內，或是選用精度更高的壓電材料使得本身物理限制不會影響到掃描器小範圍掃描時的橫向解析度。

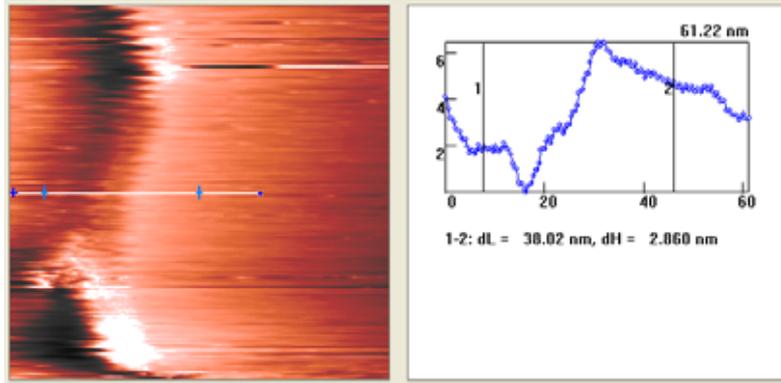


圖 4-42 石墨樣品小範圍掃描，area:95 nm×95 nm

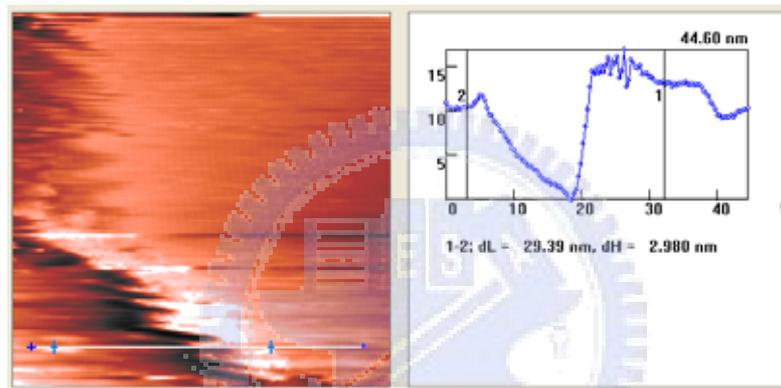


圖 4-43 石墨樣品小範圍掃描，area:50 nm×50 nm

第五章、實驗成果(二)改裝掃描式穿隧電流顯微鏡成為 原子力顯微鏡

5-1 自製原子力顯微鏡介紹

一般市售原子力顯微鏡(Atomic Force Microscope, AFM)的機台，量測原子與原子間的作用力原理大多是利用第三章所介紹，利用四象限二極體來偵測雷射光在探針懸臂上的反射訊號，因為懸臂受到原子力的影響而使得雷射的反射光產生偏折，再利用反射光實際偏折量訊號轉換成電訊號，經回饋電路提供電壓給 X-Y-Z 控制電路，使得樣品與探針的 Z 方向距離恆為定值，X-Y 方向則控制探針掃描，所施加於壓電陶瓷掃描器上的電壓將被紀錄下來，經過校正轉換後，描繪出樣品表面形貌影像。

同樣為了探測原子間的凡得瓦力(主要受力部分)，我們在市售的蜂鳴片(壓電陶瓷材料)上接上一個共振頻率在 32 千赫茲左右的石英震盪器(音叉)，再供給一頻率約為 32 千赫茲的交流電壓，以此交流訊號造成壓電片以 32 千赫茲的頻率震動並且帶動連接於其上的石英震盪器以相同頻率震動，微調供給頻率到石英震盪器達到共振頻率為止，此時石英震盪器會輸出一個 200 微伏特左右的交流電壓訊號

(圖 5-1)，此時若有一微小外力(原子間作用力)加諸於石英震盪器上，將會明顯抑制由石英震盪器所輸出的交流電壓振幅(圖 5-2)，利用此特性我們將探針貼於石英震盪器其中一端的懸臂上來探測原子與原子間的凡得瓦力，再將受抑制後的交流電壓訊號用電壓放大器放大(避免電路雜訊影響)，再運用先前掃描式穿隧電流顯微鏡(Scanning Tunneling Microscope, STM)原有的絕對值電路將交流電壓訊號的下半部(負值)轉為正值，接著運用濾波器將訊號轉換為單純的直流訊號，此時我們可將這單純的直流訊號對比於 STM 實驗中因穿隧效應所得到的穿隧電流轉換成的電壓值，將此電壓值輸入到回饋電路加以回饋進而控制 Z 軸的伸長與縮短，進而探知樣品表面形貌的起伏。

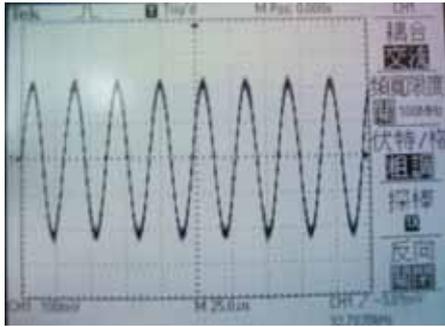


圖 5-1 由石英震盪器輸出的交流電壓訊號(進針前)

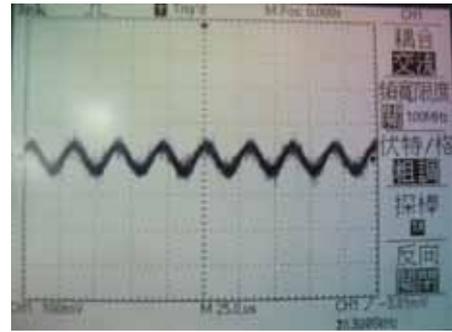


圖 5-2 受抑制後的交流電壓訊號(進針後)

5-2 STM 機台改裝成 AFM 機台機械結構暨電路系統介紹

需將 STM 的探針座載台置換成專屬 AFM 的探針載台，而為了避免由石英震盪器輸出的微小交流電壓受到由頻率產生器輸入給壓電片的交流電壓影響，必須將石英震盪器的接地部分與壓電片的接地部分加以絕緣。而掃描器、避震系統、手動步進器則可全部沿用原有 STM 機台的系統。在電路控制系統上，必須將原有的絕對值電路運用在將交流電做全波整流上，並且加上一濾波器將經過絕對值電路全波整流後的電壓訊號轉換成一單純的直流電壓訊號，在回饋電路的比較器中必須重新設定一個比較電壓，來確認 AFM 探針與待測樣品之間的距離，此後的回饋電路系統與 X-Y-Z 控制電路則沿用原有的 STM 電路系統。

5-3 機械結構

5-3-1 石英震盪器(音叉)

石英是由矽原子和氧原子組合而成的二氧化矽(Silicon Dioxide, SiO_2)，石英晶體具有壓電效應的特性，當施加壓力在晶體某些方向時，垂直施力的方向就會產生電汽電位，相對的當以一個電場施加在石英晶體某些軸向時，在另一些方向就會產生形變或振動現象，掌握單結晶石英材料的這種壓電效應，利用其發生共振頻率的特性，發揮其精準程度作為各類型頻率信號的參考基準，就是石英震盪器的設計原理與應用[9]。

石英的共振頻率會因溫度變化而改變(圖 5-3)，這是因為石英材料在各個座標軸向的熱膨脹係數不同導致的，而我們自製 AFM 所使用石英震盪器皆操作在振盪頻率穩定的室溫下，所以溫度的高低對於我們所使用的石英震盪器影響不大。

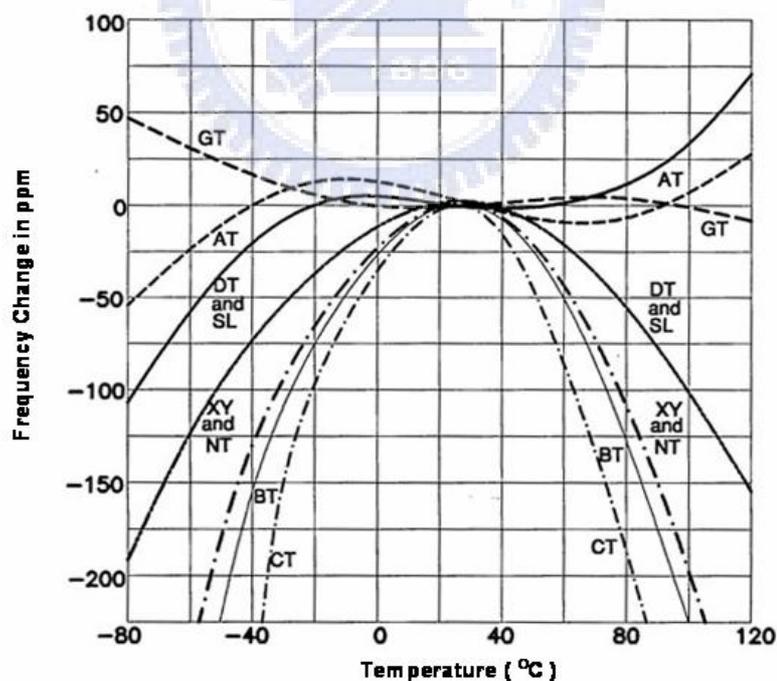


圖 5-3 石英震盪頻率與溫度關係圖[9]

將市售的石英震盪器，以尖嘴鉗小心的將外層包覆的金屬外殼拆除，露出原本包覆在金屬外殼中的音叉，再將一小段鋁合金棒接上音叉底座(因為鋁合金質輕且容易加工)(如圖 5-4)，以利用此小段鋁合金棒傳導壓電片的震動給音叉，而使得音叉達到共振頻率。

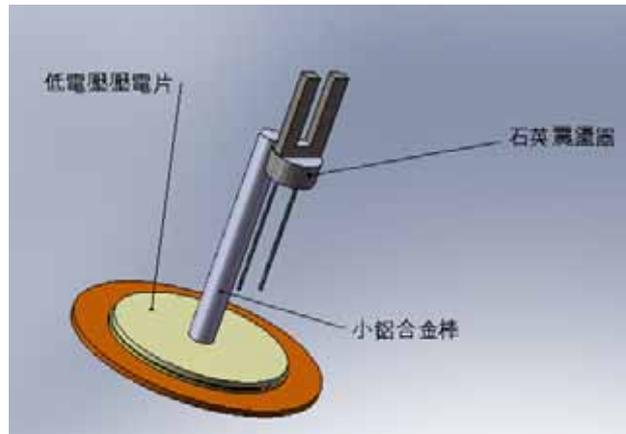


圖 5-4 壓電片帶動石英震盪器振動連接示意圖

5-3-2 低電壓壓電片驅動器

利用市售的低電壓壓電陶瓷片，將高頻率的電壓訊號分別接上下方的金屬震動片與上方電極(圖 5-5)，會使得壓電材料朝相反方向且快速的形變而造成一快速的震動，若準確的控制輸入的交流電壓訊號將可準確的控制低電壓壓電片的振動頻率，進而確認連接於其上端的音叉振動頻率。而在給定訊號過程中，交流電壓振幅不可過大($\pm 10V$ 以內)，過大的振動(振幅)可能造成探針的晃動，使得掃瞄出來的影像失真。

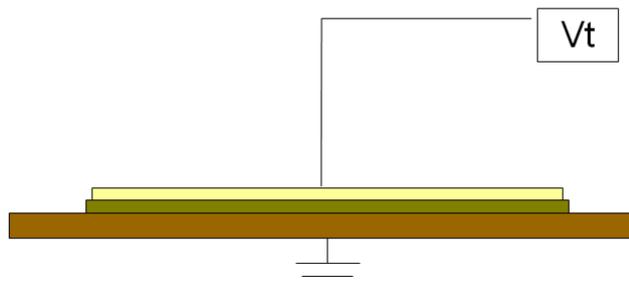


圖 5-5 以高頻訊號震動壓電片示意圖

5-3-3 探針載台

為了使低電壓陶瓷壓電片可以固定於載台且又可不受外力影響而順利的振動，必須在載台放置壓電片的位置上用銑刀銑出可以讓壓電片上下自由振動的圓孔，之後再裝入壓電片，接著在壓電片的中心接上已經與小鋁合金棒相接的音叉，最後將探針牢牢固定於其中一端的音叉懸臂上，使得壓電陶瓷的振動頻率可以順利且正確的傳導至探針之上。(圖 5-6)

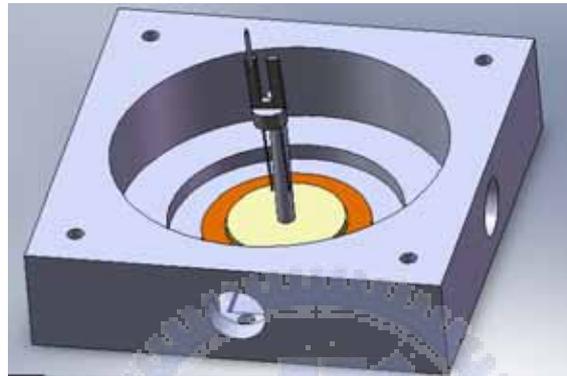


圖 5-6 AFM 探針載台組合圖



5-4 電子電路

5-4-1 震盪頻率產生電路

在原本 STM 系統中有一組電壓輸出是給定樣品偏壓(bias)，因為在 AFM 系統中不需要給定此偏壓給樣品，所以此組輸出源藉由微處理介面轉換為給定一震盪頻率 15 千赫茲—100 千赫茲的交流電壓訊號傳輸到低電壓壓電片上使其振動頻率可以微調到石英震盪器的共振頻率。

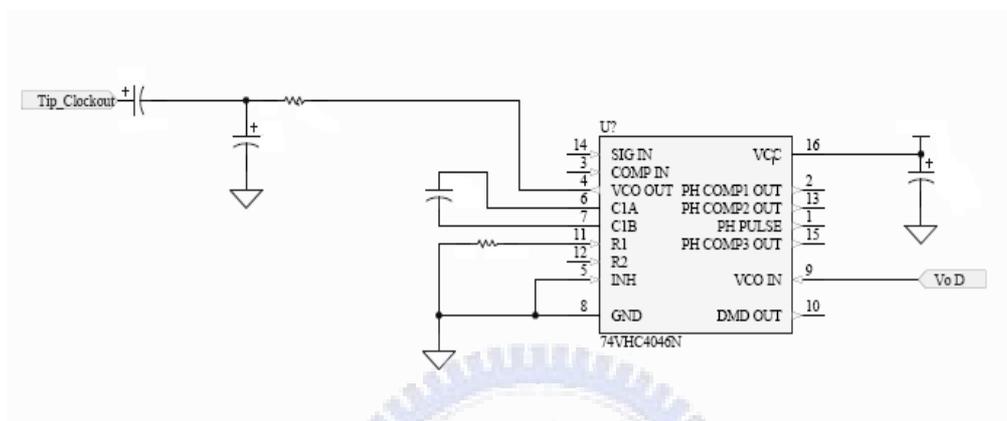


圖 5-7 震盪頻率產生電路

5-4-2 交流電壓放大器

因為石英震盪器將受原子力抑制後的交流電壓訊號電壓送出，而經過外在力量(原子與原子間作用力)影響石英震盪器本身的自然震盪頻率和因為訊號傳輸過程當中受到的電磁雜訊影響，在傳回電子電路時會有明顯的雜訊產生(如圖 5-9)，為了避免這些雜訊影響到回饋電路計算時的準確性，我們勢必得將訊號經過一個良好的電壓放大器之後在進行後續的電路運算處理。

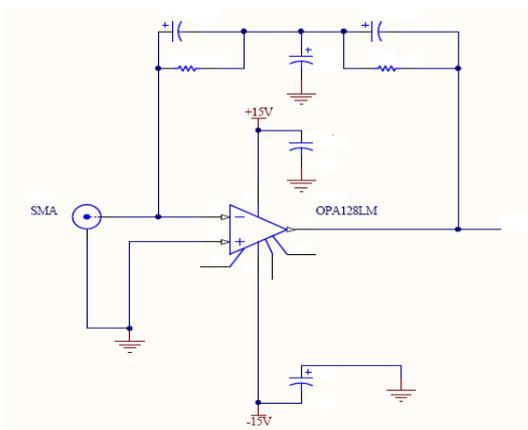


圖 5-8 交流電壓放大器

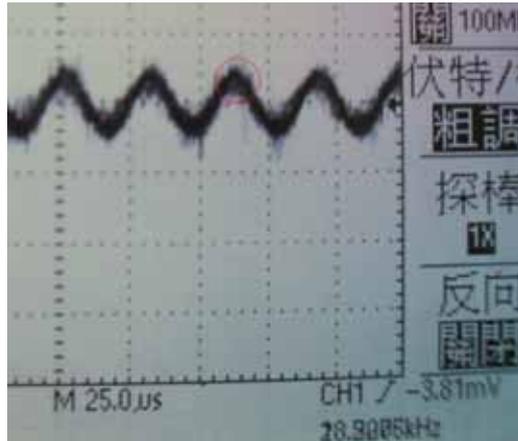


圖 5-9 震盪訊號受抑制經傳輸後所產生的雜訊

5-4-3 絕對值電路暨直流濾波器

由石英震盪器所傳送出來的電壓是一個標準的交流電壓訊號，所以我們利用原先 STM 系統就有的絕對值電路，當作一個整流器，將負值的電壓值翻到上半部轉為正值，此時原有的兩個電壓將會相加，形成一個只有單邊振幅的電壓訊號，再利用一直流濾波器濾掉不需要的部分，進而形成一個單純的直流電壓訊號。利用此電壓訊號送入原有 STM 系統的回饋電路中，加以回饋定讀取 Z 軸的高度數值，以表現樣品表面的高低起伏。

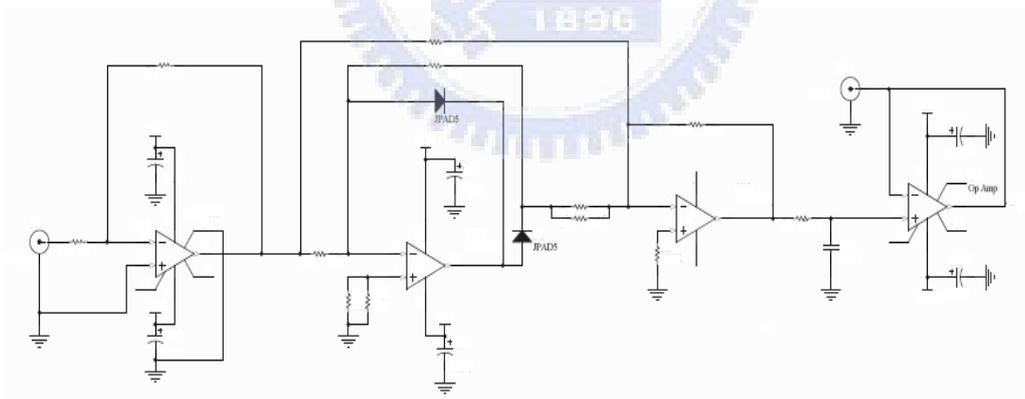


圖 5-10 絕對值電路暨直流濾波器

5-4-4 數位化控制頻率電路

因為石英震盪器共振頻率只存在一個微小的範圍內，若以手動調整類比訊號大小將非常難以達到石英震盪器的共振頻率，所以設計一組可以由電腦程式輸出調變參數的控制頻率電路(圖 5-11)，利用數位轉類比的 I C 將電腦所設定的數位訊號，轉變為類比訊號輸出給壓電材料使並之以給定電壓振動，而數位化控制最主要的好處是可以小範圍調變所輸出的振盪頻率，以求順利的達到石英震盪器的共振頻率。

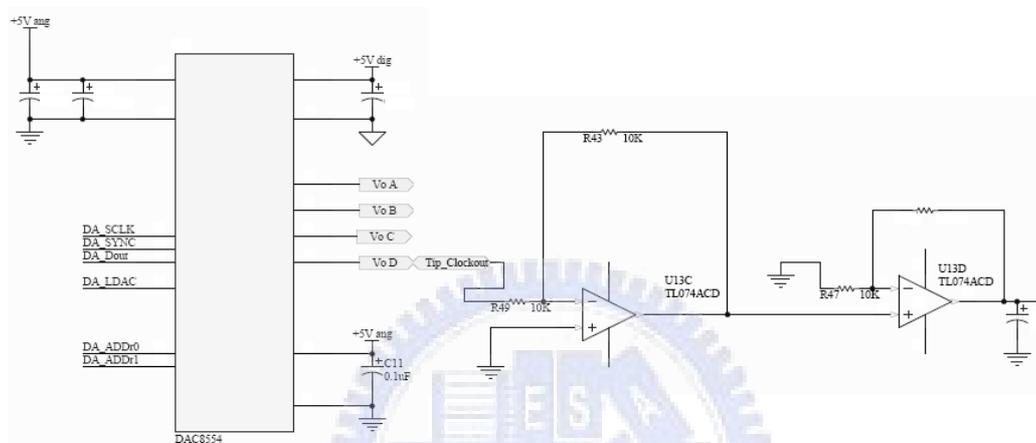


圖 5-11 數位控制頻率電壓圖

5-5 程式控制介面

5-5-1 軟體介面控制參數功能

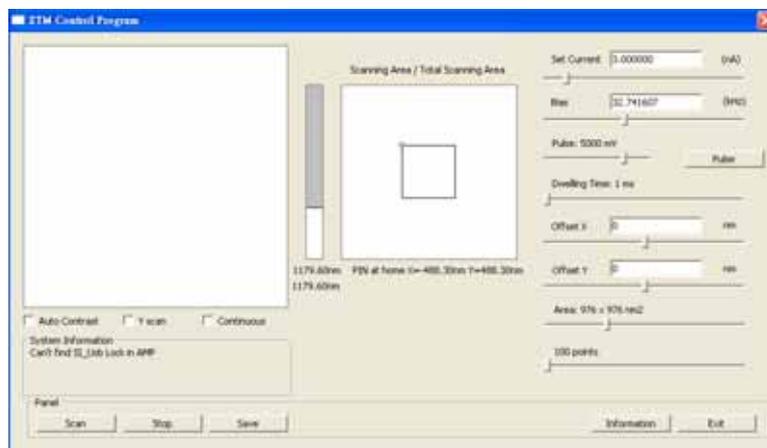


圖 5-12 AFM 軟體程式控制介面

Set Current:

原先程式設定穿隧電流(比較電壓)，目前用於設定一個固定電壓讓 AFM 系統的回饋電路作用，此電壓可以依照影像的狀況隨時調整大小，以確認 AFM 的探針在一個適當的高度進行掃描。

Bias:

原先用於 STM 系統給定樣品一個固定偏壓，因為 AFM 樣品不需導電即可掃描，所以藉由程式呼叫電子電路設計中的微處理器給定一個固定的交流電壓訊號傳送至低電壓壓電材料上，而達到石英震盪器的共振頻率。

PS:除了修針功能在 AFM 系統上沒有需要，加以刪除以外，其餘程式介面上的功能都與先前 STM 程式介面控制的功能相同。

5-5-2 AFM 影像

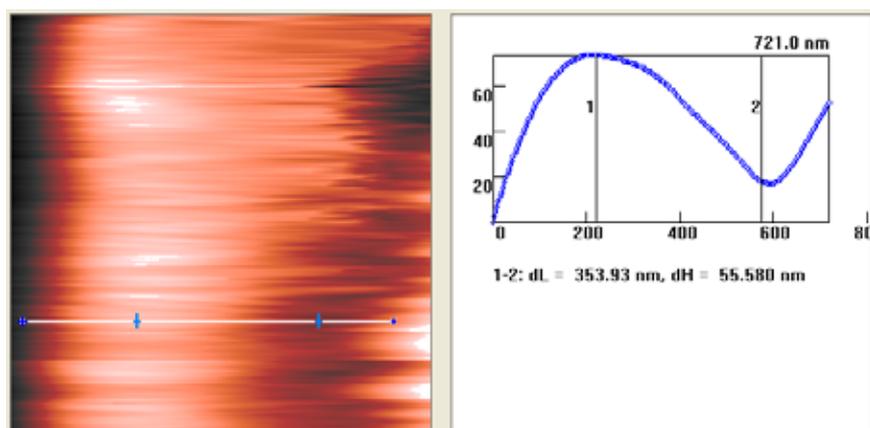


圖 5-13 利用自製 AFM 所掃描的 DVD 表面影像

上圖(圖 5-13)為週期 600—700 奈米、高度 50—70 奈米的 DVD 溝槽初步影像與高度的量測結果，以週期和溝槽高度而言是符合自製 STM 機台與商用 AFM 機台所量測出來的結果，而表現出來的表面影像成果無法達成與自製 STM 機台所掃描出的圖像一般清晰，這其中的原因我們將再下一小節做討論與分析，並以討論的結果加以改進與設計。



5-6 結果與討論

在研究自製 AFM 的過程中，雖說概念是以原本的 STM 架構來發展，但畢竟兩者間的感測方式與對於訊號的敏感程度還是有著相當大的不同，雖說還是可以已經得到初步的表面影像，但離實際可以供人操作使用上還是有很大的進步空間，在實驗中發覺 AFM 機台要求的避震規格遠比 STM 來的高，克服避震系統的問題將是未來在發展 AFM 機台上的一個重要工作。此外還有因為是以壓電材料震動驅動石英震盪器而產生訊號，所以石英震盪器帶動探針振動的振幅大小也是影響影像品質的主因，若震動過大容易造成探針過大的偏移量，如此一來針尖所探測的原子力就無法維持在同一個點上，所以會造成圖像的偏移或模糊。最重要的一點是確認並固定一個電壓值提供回饋電路比較之用(類似 STM 定電流模式中的 set current 值)，因為 AFM 機台掃描機制是利用原子與原子間的力量作為回饋的憑藉，而原子力的感測遠比穿隧電流來的敏感，因此如何決定一個正確的比較電壓將會是影響未來自製 AFM 是否能取得良好奈米影像的一個最核心的原因。

綜合以上敘述幾點，訂定了關於未來研究方向與改善方法：

第一點：設計更優良的避震系統，並加上有阻尼效應平台以提供 AFM 機台在一個與外界振動有良好隔絕的環境下操作。

第二點：利用更高等級的微處理器以求更精準的分辨由石英震盪器送回的電壓訊號，並設計前置放大器將訊號在傳回電子電路運算之前先行放大，這樣一來將可以更精確的控制並設定比較電壓，以確認我們可以精準的控制 Z 軸的回饋。

第三點：設計一個外接的震盪頻率產生電路，並找出最適合驅動石英震盪器的輸入波型與振幅大小，以求探針能在最正確的條件下感測原子與原子間的力量。

第四點:因為我們發覺當探針受到原子力影響而造成石英震盪器輸出的電壓振幅被抑制的同時，此輸出的交流電壓頻率也會有相對的改變(圖 5-14、5-15)，利用此現象可以再額外設計一個以頻率改變作為回饋的回饋電路，以補足單一以振幅改變回饋的回饋電路所遺漏的訊號，以求得更準確的影像。

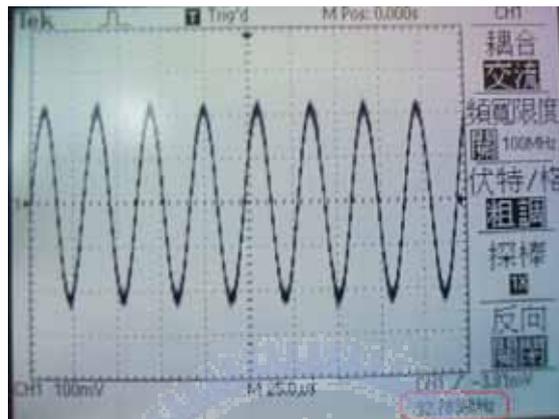


圖 5-14 由石英震盪器輸出的交流電壓訊號，頻率:32.7835 kHz

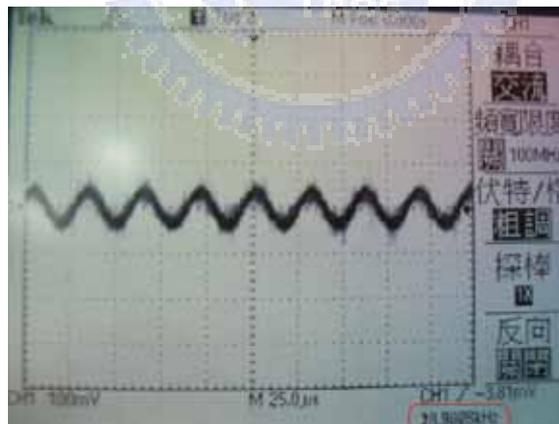


圖 5-15 受抑制後的交流電壓訊號，頻率:28.9075 kHz

第六章、結論

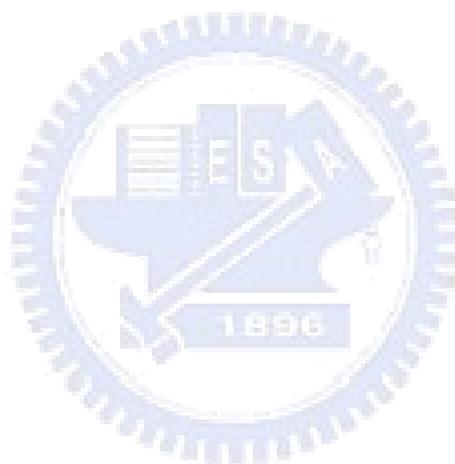
如同第一章所說的，在這一個新世代的科技產業當中，發展奈米科技以及技術將是一個無可避免的趨勢，而有鑑於專業奈米機台的價格實在不是每一所大專院校所可以負擔的，所以我們著手發展自製的掃描式穿隧電流顯微鏡(Scanning Tunneling Microscope, STM)與原子力顯微鏡(Atomic Force Microscope, AFM)，希望能為台灣的奈米教育及奈米技術發展進一份心力。在研究的過程當中也遇到了許多問題，因為是以可以正確觀察微小的奈米尺寸為目標，所以正常古典尺寸的影響都會造成發展過程中的問題，大從外界人為無法感受到的低頻震動，小到針尖與樣品之間的距離關係，都會對實驗結果造成相當大的變因，所以要發展一套可以提供他人操作使用的儀器是相當花費時間與精力的。

而在這兩年的時間當中我們將自製的 STM 機台改善許多，增加了掃描奈米樣品時的準確度與方便性，在一般大氣的條件下除了在第四章(4-5)所述，在小範圍掃描時造成的電子電路與壓電材料本身的物理極限外，此 STM 機台的表現只要探針本身擁有夠尖銳的針尖，掃描出來的奈米影像不會與一般商用機台有太多的差異性，所以提供為實驗教育課程使用應是可以期待的。而以技術方面而言，期望未來將可以開始著手設計自動步進系統，一來可以將體積減小，二來可以不須手動即可將探針與樣品靠近到產生穿隧電流的距離，如此而言即可以將 STM 機械本體加裝於真空系統之內，並加入低溫系統使得我們可以得到更小尺寸的奈米級甚至原子級影像。在電路系統方面也希望能再多加裝幾組的數位轉類比以及類比轉數位的電路，如此一來此 STM 機台將不只可以單純得到樣品的表面形貌，還可以讀出每種樣品在既定條件下的電壓與電流值，換句話說將可以提供奈米實驗室作為研究實驗專用的研究型機台，亦可發展定高度的模式，以求在原子級平整的表面上可以得到更清晰的影像。

在自製 AFM 的系統上，如同第五章所述(5-6)需要改良的地方還非常多，計畫將以發展 STM 系統的經驗逐步的改良 AFM 系統的機械硬體與電子電路部

份，近程目標將先訂在讓簡易的 AFM 系統可以正確的量測到奈米級表面影像，再接著必須增加掃描範圍，因為就 AFM 的需求與使用性而言，與 STM 系統相同的掃描範圍並不足以滿足 AFM 一般使用者的要求，所以增加最大掃描範圍也是必要進行的工作。最後也希望依循著 STM 機台的未來發展模式，逐步的將 AFM 機台發展成可供研究實驗用的專業機台。

以一般奈米領域的商用專業機台與教育儀器的價格而言，要在台灣的教育經費有一定限制的情況下，普及給每一位對於這個領域有興趣的學生有機會親身接觸並操作實在是一個有相當程度困難的理想，希望我們的研究方向能有助於改善此現象，使得在科技領域進入下一個世代的時候，我們所擁有的量測工具或是人才的教育方面在國際上仍可以有一定水準的競爭力。



參考文獻

- [1] C. J. Chen. ,Introduction to Scanning Tunneling Microscopy, Oxford, 1993.
- [2] Israelachivili,J.N.,Intermolecular and Surface Forces,2nd ed.,Academic:New York,1992.
- [3] G. Binning ,C. F. Quate, and Ch. Gerber, Phys. Rev. Lett., 56, 930 ,1986.
- [4] Y. Martin, C. C. Williams and H. K. Wickramasinghe, J. Appl. Phys., 61,4723,1987.
- [5] Q. Zhong, D. Innis, K. Kjoller and V. B. Elings, Surf. Sci. Lett., 290, L688, 1993.
- [6] Hal Edwards, Larry Taylor, and Walter Duncan J. Appl. Phys., Vol. 82, No. 3, 980 1997.
- [7]楊肇嘉, Home made Scan Tunneling Microscope., 國立交通大學, 碩士論文, 2007.
- [8]郭融學, Probing Electronic structure of Au Nanoparticles by using LT-STM, 國立交通大學, 碩士論文, 2008.
- [9]台灣晶技股份有限公司, 產品規格型錄, 技術支援.