

國立交通大學

物理研究所

碩士論文

研究原子力顯微鏡對於掃描 Z 高度量測訊號誤差

Systematic Error of the Z-Height Measurement  
in the TappingMode AFM



研 究 生：吳依亭

指導教授：林登松 教授

中華民國九十五年七月

研究原子力顯微鏡對於掃描 Z 高度量測訊號誤差

Systematic Error of the Z-Height Measurement

in the TappingMode AFM

研 究 生：吳依亭

指導教授：林登松


Student : Yi-Ting Wu

Advisor : Deng-Sung Lin

國 立 交 通 大 學

物 理 研 究 所

碩 士 論 文



A Thesis  
Submitted to Institute of Physics  
College of Science  
National Chiao Tung University  
in partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of  
Master  
in  
Physics

July 2006

Hsinchu, Taiwan, Republic of China

中華民國九十五年七月

# 研究原子力顯微鏡對於掃描 Z 高度量測訊號誤差

## Systematic Error of the Z-Height Measurement in the TappingMode AFM

學生：吳依亭

指導教授：林登松 教授

國立交通大學物理研究所碩士班

### 摘要

本論文利用原子力顯微鏡(Atomic Force Microscopy)來研究靜電力對樣品 Si(100) P-N junction 表面掃描影像差異的影響，更進一步利用靜電力顯微鏡(Electrostatic Force Microscopy)與表面電位顯微鏡(Kelvin Force Microscopy)做電性分析。

本實驗方法為使用一導電探針，在施加不同直流電壓於探針上與改變所使用探針的尖端半徑  $r$  值大小下，運用 Atomic Force Microscopy(AFM)量測 Si(100) P-N junction 樣品的表面形貌，觀察所掃描得的樣品表面形貌(Topography)影像變化，且我們利用 EFM 相位量測曲線分析，得以估計出所使用探針尖端的  $r$  值大小，發現掃描影像的 Z 垂直高度，會隨外加電壓以及選用探針  $r$  值的增大而變動增大。而探針與樣品表面間存在的接觸電位，可藉由靜電力顯微鏡(EFM)的相位量測方式間接得到，或者是使用表面電位顯微鏡(KFM)直接量測獲得。

我們發現當外加電壓介於樣品 N-type 區域與 P-type 區域間接觸電位的中間負值時，由靜電力顯微鏡相位量測實驗分析結果，可發現此時探針對於樣品 N-type 區域與 P-type 區域間靜電力差為最小，造成此狀態下 AFM 掃描影像結果受靜電力的影響最小，所掃描得到的樣品 Si(100) P-N junction 表面形貌為最接近真實影像。

# Systematic Error of the Z-Height Measurement in the Tapping Mode AFM

Student : Yi-Ting Wu

Advisor : Deng-Sung Lin

Institute of Physics  
National Chiao Tung University

## Abstract

We report on the findings of the effects that the electrostatic force has on the scanned Si(100) P-N junction sample images, using the atomic force microscope, and further analysis its electronic characteristics with the electrostatic force microscope (EFM) and the Kelvin force microscope (KFM).

In this research, by applying different direct current (DC) voltages on the Electro-conducted tip, and by changing its tip-apex radius  $r$ , we can use AFM to measure the Si(100) P-N junction samples' surface topography, and observe the changes on the scanned topography images; also by analyzing the phase profile measured using EFM, after working out the tip-apex radius  $r$ , we found out that the  $z$  - perpendicular height increases with respect to the external applied voltages together with the increase of the radius  $r$ . The contact potential difference (CPD) between the tip and the sample surface can be detected from the phase measurements by using EFM, or directly obtain from the KFM.

We found that when the external voltage were around the values equal to the negative value of the average sum of the tip-sample potentials from each region, the result obtained from the EFM phase measurement shows that then the difference of the electrostatic force existed between the tip-sample distance of each region will be

the minimum, and this causes the least impact affected by the electrostatic force on the AFM scanned images. The topography images scanned on the Si(100) P-N junction sample is then more closer to the real images.



## 誌謝

首先，感謝我的指導教授林登松老師，在這兩年的研究生涯中給我很大的指導與照顧，培養我做實驗應有的能力與態度。同時也要感謝林鶴南與孟心飛老師的指導，使得論文能夠順利進行。

在這兩年期間受到大家很多的照顧，很開心能認識大家，謝謝鎧銘學長耐心的指導我做實驗的方法，幫助我解決很多疑惑。感謝熱心的世鑫學長一試再試幫忙製作樣品，真是辛苦了。感謝明峰學長與仁陽學長，一路上伸出援手給予我幫助。還有實驗室夥伴乾庭和閃光，時常和我討論實驗細節，一起分享實驗的甘苦，以及，感謝閃光幫忙翻譯英文摘要，讓我省去翻譯的麻煩。另外，也要感謝可愛的學妹曉婷與學姊君黛，給予我精神上的鼓勵。感謝紀叔一開始對我的幫助與羅學長不計代價的幫忙製作樣品，辛苦了。

最後我要感謝我的家人，感謝我的父母在這期間對我的信任、支持以及一路上的愛護，還有大姐、二姐、大弟、二弟，對我的默默支持，感謝你們才有今天我的成功，也希望你們都能健康快樂。另外，謝謝我週遭的長輩、同學以及朋友，感謝你們給我的鼓勵，支持我繼續完成下去。謝謝所有曾經幫助過我的人，因為你們的幫助，才使我得以順利完成這本論文，謝謝大家。

# 目錄

中文摘要.....	i
英文摘要.....	ii
誌謝.....	iv
目錄.....	v
<b>第一章 簡介.....</b>	<b>1</b>
1.1 研究動機.....	1
1.2 P-N junction.....	2
1.3 Metal- Air/Vacuum-Semiconductor system.....	3
1.4 相關文獻.....	4
1.4.1 靜電力顯微鏡相位量測與分析研究.....	4
1.4.2 表面態(Surface State)對接觸電位差的影響.....	5
<b>第二章 實驗儀器與原理.....</b>	<b>8</b>
2.1 原子力顯微鏡(Atomic Force Microscopy : AFM).....	8
2.1.1 儀器架構簡介.....	8
2.1.2 基本原理.....	13
2.1.3 回饋系統與影像產生原理.....	15
2.1.4 Q Control Model.....	17
2.2 Force Calibration Mode (in TappingMode).....	20
2.2.1 Force Calibration Mode 介紹.....	20
2.2.2 控制面板與操作方式.....	22
2.3 靜電力顯微鏡(Electrostatic Force Microscopy ).....	25
2.3.1 基本原理.....	25
2.3.2 Lift Mode.....	27
2.3.3 儀器架構.....	29
2.4 Surface Potential Image.....	31
2.4.1 基本原理.....	31

2.4.2	儀器架構.....	32
2.5	樣品的準備.....	35
2.5.1	樣品製作.....	35
2.5.2	樣品清洗.....	36
<b>第三章 實驗結果與討論.....</b>		<b>37</b>
3.1	探針(tip)基本特性量測與計算結果.....	37
3.1.1	Quality factor 量測結果.....	37
3.1.2	振盪振幅(Amplitude)計算結果.....	38
3.2	探針尖端半徑r 值估算.....	40
3.2.1	估算方法.....	40
3.2.2	估算結果.....	43
3.3	掃描影像與分析.....	48
3.3.1	實驗(一).....	48
3.3.1.1	AFM - Topography 影像量測.....	48
3.3.1.2	EFM -相位量測.....	51
3.3.1.3	表面電位量測.....	54
3.3.2	實驗(二).....	56
3.3.3	實驗(三).....	60
3.3.4	實驗(四).....	64
3.3.5	實驗(五).....	68
3.3.6	實驗(六).....	72
3.4	討論.....	76
<b>第四章 結論.....</b>		<b>83</b>
<b>參考文獻.....</b>		<b>86</b>
<b>附錄.....</b>		<b>87</b>



# 第一章 簡介

## 1.1 研究動機

隨著半導體製程技術的精進，使得元件的尺寸愈趨縮小，因此，奈米尺度的量測工具其發展的重要性與準確度要求也就愈趨重要。除此之外，在電性量測方面，掃描探針顯微術(Scanning Probe Microscopy)發展出相當多元的測量方式，像是靜電力顯微鏡(Electrostatic Force Microscopy)、表面電位顯微鏡(Kelvin Force Microscopy)與掃描電容顯微鏡(Scanning Capacitance Microscopy)等，雖然各個探測電性的方式不同，但都是以 AFM 為架構所延伸出的技術，因此很容易整合在一起，由此可顯現出掃描探針顯微術(Scanning Probe Microscopy)佔有舉足輕重的地位。

所有半導體元件皆由幾種基本元件結構所組成，其中以 P-N junction、Metal-semiconductor interface 與 MOS (metal-oxide-semiconductor)結構最為普遍。所以，在此方面的研究與了解是刻不容緩的，尤其是其電性方面的特性，由於半導體不像金屬來的單純，其內部載子分佈會隨著外加電壓而產生變動，造成其作用機制較複雜，更值得我們深入的探討。當我們運用導電探針的狀況下操作掃描探針顯微術，以分析量測半導體物理表面特性時，導電探針與半導體樣品表面間，可視為一種 Metal-Air/Vacuum-Semiconductor 結構，而此時若探針與樣品間功函數不同，則探針與樣品間將存在一接觸電位，此接觸電位可由靜電力顯微鏡或表面電位顯微鏡量測得知，但由於此接觸電位存在的關係，將造成探針與樣品表面間存有一靜電力作用，在此狀況下，我們運用 AFM 分析半導體表面形貌，探針與樣品表面間總受力將不只存在單純的原子與原子間的作用力，還包含一由於接觸電位所造成的靜電力，故此時我們懷疑 AFM 掃描得的影像正確性。

## 1.2 P-N junction

當半導體被摻雜入雜質時，其導電載子種類與濃度將發生改變，而N-type與P-type其主要載子分別為電子與電洞(hole)。一般來說，N型半導體與P型半導體未做接觸時的能帶圖可用圖 1.2.1(a)表示，其費米能階位置與參雜濃度有關，如式(1.1)、式(1.2)，其中 $N_D$ 與 $N_A$ 分別代表donor與acceptor的濃度，而 $N_C$ 與 $N_V$ 分別代表導帶與價帶的有效態位密度，以常溫下矽為例:  $N_C=2.8 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ， $N_V=1.04 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ 。

$$\text{對 N 型半導體而言： } E_C - E_F = kT \ln\left(\frac{N_C}{N_D}\right) \quad (1.1)$$

$$\text{對 P 型半導體而言： } E_F - E_C = kT \ln\left(\frac{N_V}{N_A}\right) \quad (1.2)$$

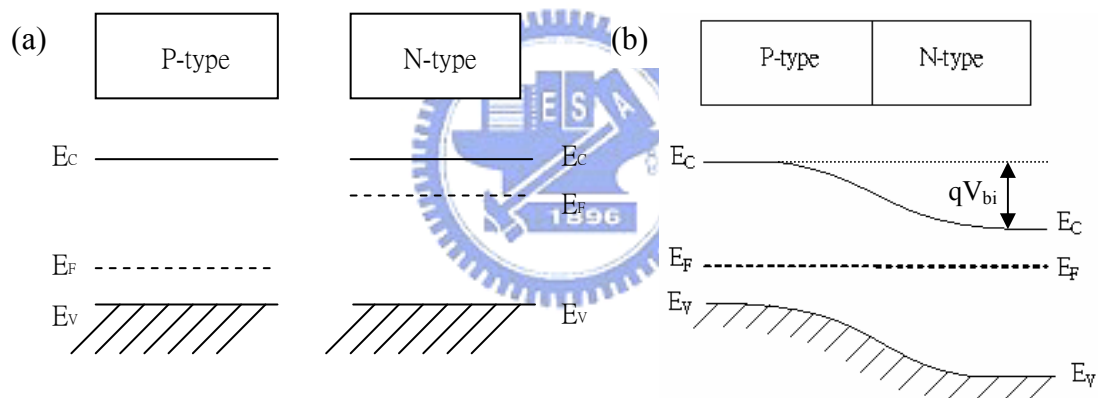


圖 1.2.1 P 型半導體與 N 型半導體未做接觸前的能帶圖(a)與接觸時的能帶圖(b)。

當N型半導體與P型半導體緊密結合在一起時，如圖 1.2.1(b)所示，接面上存在的大濃度梯度將造成載子擴散，當達到熱平衡時，兩者費米能階將相等，且在接面形成特殊的空間電荷分布(space charge region)，造成P側與N側中性區有一總靜電位差稱為內建電位 $V_{bi}$  (built-in potential)，如下式(1.3)所示；其中，於常溫下對矽而言， $n_i=1.45 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ 。

$$V_{bi} = \frac{kT}{q} \ln\left(\frac{N_A N_D}{n_i^2}\right) \quad (1.3)$$

### 1.3 Metal- Air/Vacuum-Semiconductor system

當金屬與半導體間存在一寬隙(wide gap)時，在達到熱平衡下，兩者的電化學電位(electrochemical potential)將相等，造成費米能階相同，以N型半導體為例圖 1.3.1(a)所示，由於金屬與半導體間功函數(work function)  $\Phi_M$  與  $\Phi_S$  不相等，導致金屬與半導體間存在一接觸電位差  $V_{CPD}$ ，由式(1.4)表示：

$$V_{CPD} = -(\Phi_M - \Phi_S)/e \quad \dots\dots\dots(1.4)$$

當金屬與半導體間 gap 減小接近接合時，金屬表面產生一誘導電荷，而半導體產生一空間電荷區域(space charge region)，形成一 double layer，如圖 1.3.1(b) 所示。

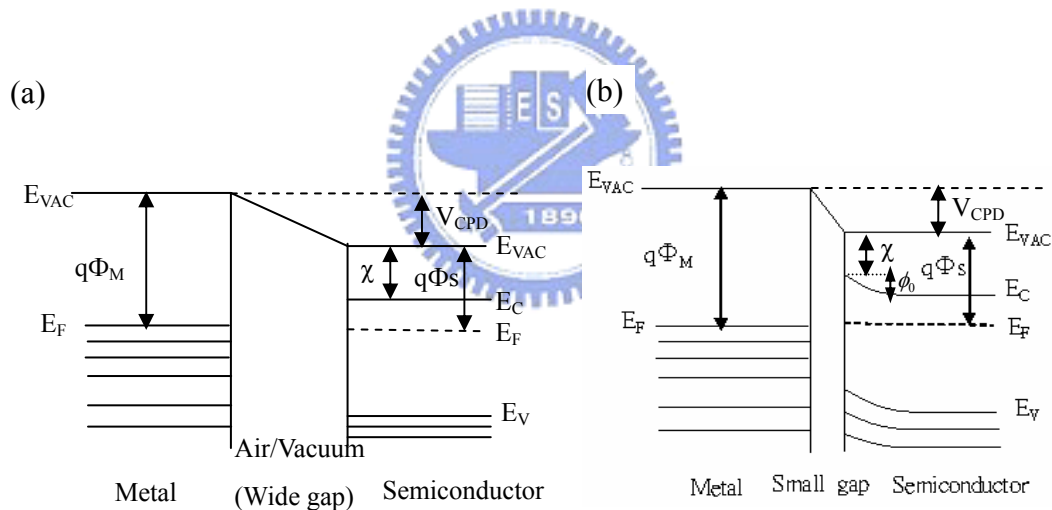


圖 1.3.1 金屬與半導體間存在 wide gap 時的能階圖(a)與 small gap 時的能階圖(b)。

假如金屬的功函數小於半導體，不論為 N 型半導體或 P 型半導體，則此時  $\phi_0$  為一電位降而非上升，當施與金屬與半導體間一電壓時，則期間將沒有整流(rectification)的特性產生。

## 1.4 相關文獻

### 1.4.1 靜電力顯微鏡相位量測與分析研究

在金屬與半導體系統下，我們可以由C H Lei [1]等人使用靜電力顯微鏡做相位量測實驗與計算分析可以得到一些概念。圖 1.4.1 為當使用 $n^+$  Si探針對金樣品所得到的相位與電壓關係曲線，發現正電壓區域的曲線斜率小於負電壓區域，故非一完全對稱曲線，此與半導體特性有關；經由進一步的fit相位曲線可得到方程式(1.5)，得知金與矽探針間接觸電位 $V_0=0.491V$ 與理論預期值  $0.76V$ 有落差。圖 1.4.2 為以金屬-金屬系統下計算 $C''$ ，發現當探針與樣品距離小時， $C''$  以探針尖端(apex)的貢獻最大。

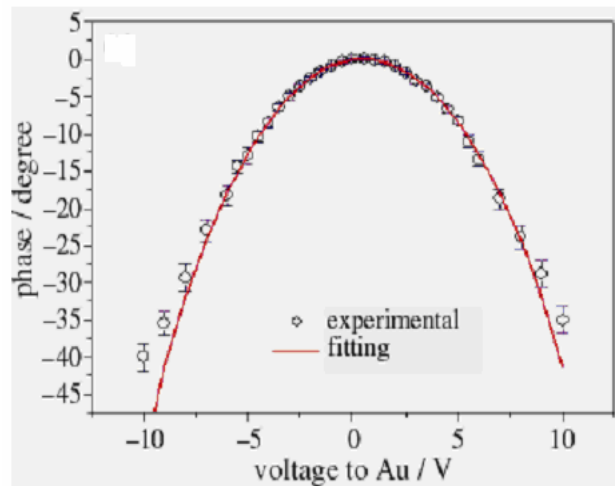


圖 1.4.1  $n^+$  Si探針對Au相位量測曲線，在-5~+5V範圍得方程式(1.5)  
 $\Phi = -\arcsin[0.0073(V-0.491)^2] + 0.101$ 。

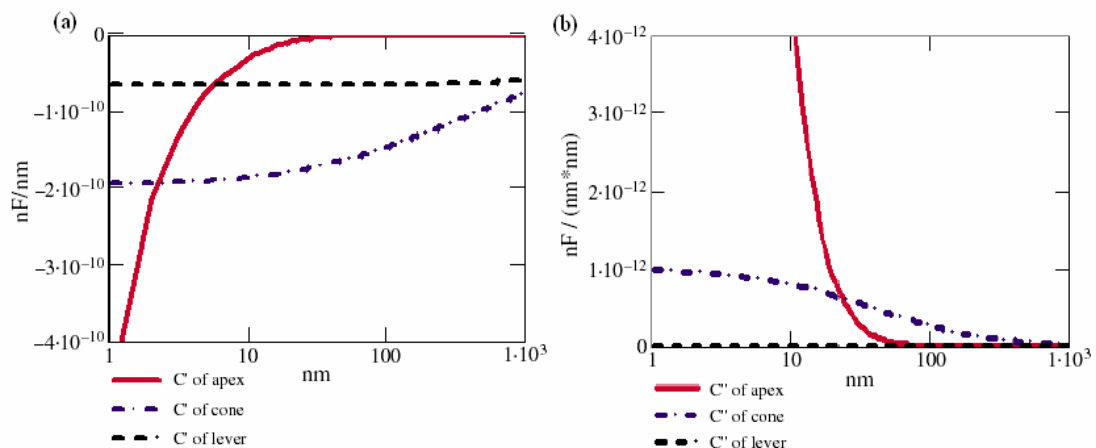


圖 1.4.2 探針分為三部分: apex、cone 與 cantilever 理論計算電容 C (a)與 $C''$  (b)。

### 1.4.2 表面態(Surface State)對接觸電位差的影響

由 John Bardeen [2]所發表的研究指出，由於半導體本身存有一能隙(energy gap)介於最高填滿價電帶與最低導電帶間，當表面具有表面態時將產生一不連續或連續能階於能隙中，造成金屬與半導體接觸時其能階圖發生改變，如圖 1.4.3 (a)，其中以 P-N junction 為例，由於表面態存在的緣故，將形成一 double layer 於樣品表面，造成 P-type 與 N-type 間電位差值減小，如圖 1.4.3(b)所示。當樣品表面具有相當高表面態密度( $>10^{13} \text{ cm}^{-2}$ )時，半導體的功函數  $\chi_2 = \phi_s + \epsilon_0$ ，其中  $\phi_s$  代表 electron affinity，故此時半導體功函數值與其費能能階位置無關。

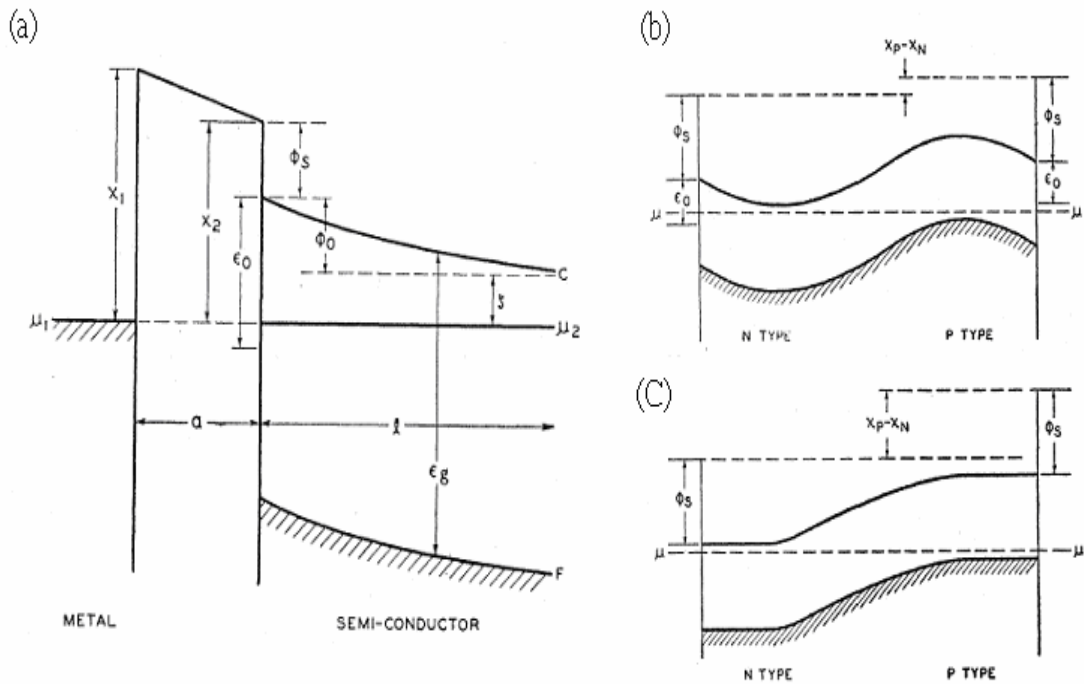


圖 1.4.3 當半導體表面具表面態的狀況下與金屬接觸的能階圖(a)。以 P-N junction 為例，當具表面態與無表面態存在時 P-type 與 N-type 的能階圖分別為(b)與(c)。

由 Walter E. Meyerhof [3]使用不同金屬與 N、Ptype 半導體間接觸所測量得的接觸電位差實驗結果表 1.1，可發現上述表面態存在的現象。

表 1.1 比較不同金屬-半導體接觸系統之接觸電位差。

Comparison of contact potential differences of p- and n-type silicon with various metals.		
Metal	c.p.d. p-type silicon—metal	
	Observed $\theta_{\phi}$ (volts)	Corrected $\phi$ (volts)
Pt	0.165, 0.20	0.305, 0.35
Ta	0.15, 0.20	0.29, 0.35
W	0.16, 0.18, 0.20	0.30, 0.325, 0.35
c.p.d. n-type silicon—metal		
Pt	-0.16, -0.16	-0.30, -0.30
Ta	-0.09, -0.095	-0.22, -0.225
W	-0.07, -0.09, -0.10	-0.19, -0.22, -0.23

另外，由 Atsushi Kikukawa [4]等人運用熱擴散與離子佈植的方式製作 Silicon p-n junction，使用 KFM 於真空中量測樣品表面電位的結果，如圖 1.4.4 所示，發現 p type 得到的表面電位高於 n type 區域，與理論預期相反。

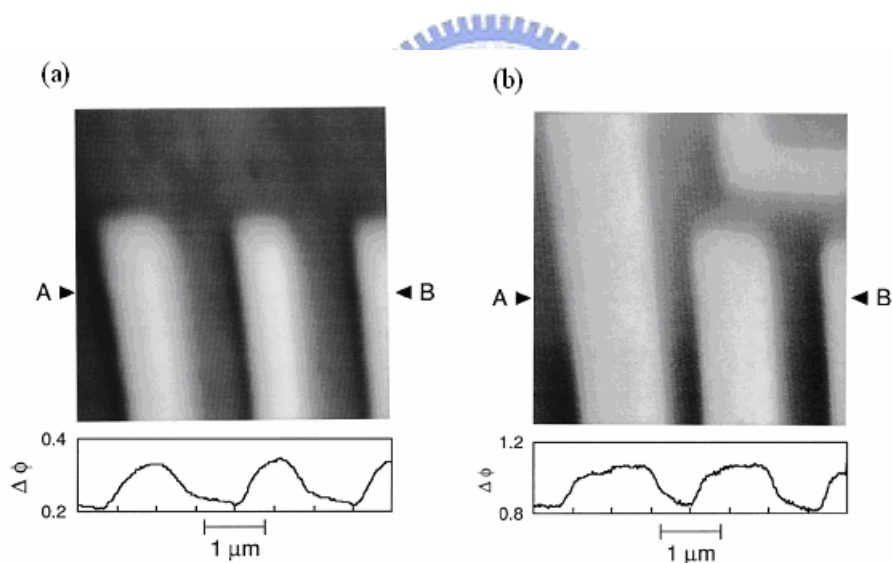


圖 1.4.4 (a)、(b)分別為以熱擴散與離子佈植的方式製作 silicon p-n junction，使 KFM 於真空中量測其表面電位掃描圖。

對於樣品表面有無氧化層對 KFM 量測結果影響的研究方面，Takashi Matsukawa [5]對 N 型與 P 型半導體表層在有氧化層與無氧化層狀況下，量測表面電位得到當有氧化層時，所量測得的 Fermi level 值，要比表層經 HF 去氧化層後所得較接近理論塊材估算值，圖 1.4.5。另外，對 p-n junction 做電路 open

與 shorted 兩種狀態下，所測得的表面電位比較，發現當 open 時所得到的電位與 shorted 相反，出現與圖 1.4.4 相同的反轉現象圖 1.4.6。

由前人的研究結果我們可以發現，接觸電位差產生的原因並不是只有與物質的功函數有關那樣單純，而是與物質表面的表面狀態有相當大的關聯，造成接觸電位量測結果的變異性增加。

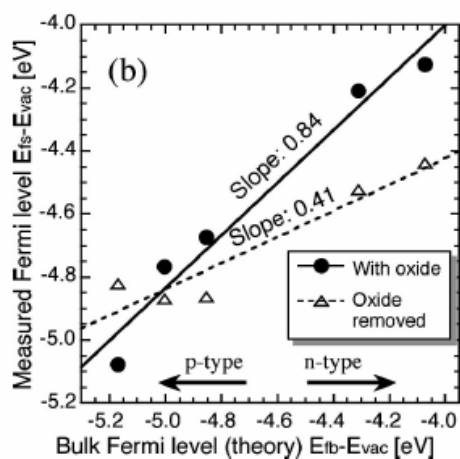


圖 1.4.5 當半導體表層有無氧化層狀況下，所測得的 Fermi level 與理論塊材時的計算做曲線分析比較，發現當無氧化層時其斜率為 0.41 較偏離理論值。

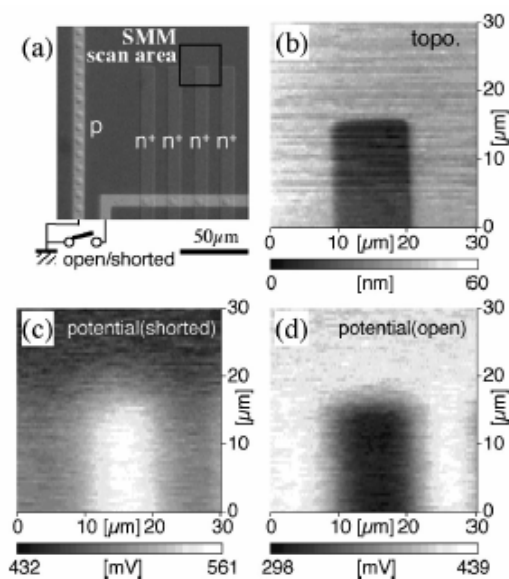


圖 1.4.6 在 open 與 shorted 兩種狀態下，分別所測得的 p-n junction 表面電位圖。



## 第二章 儀器原理與實驗方法

### 2.1 原子力顯微鏡 (Atomic Force Microscopy : AFM)

#### 2.1.1 儀器架構簡介:

本實驗所使用的原子力顯微鏡機台為 Digital Instruments – Dimension™ 3100，位於國立交通大學奈米科技中心。儀器組成主要可以區分為四個架構：Dimension 3100 Controller、NanoScope IV Controller、Dimension 3100 SPM以及電腦系統，儀器外觀如下圖 2.1.1 所示：

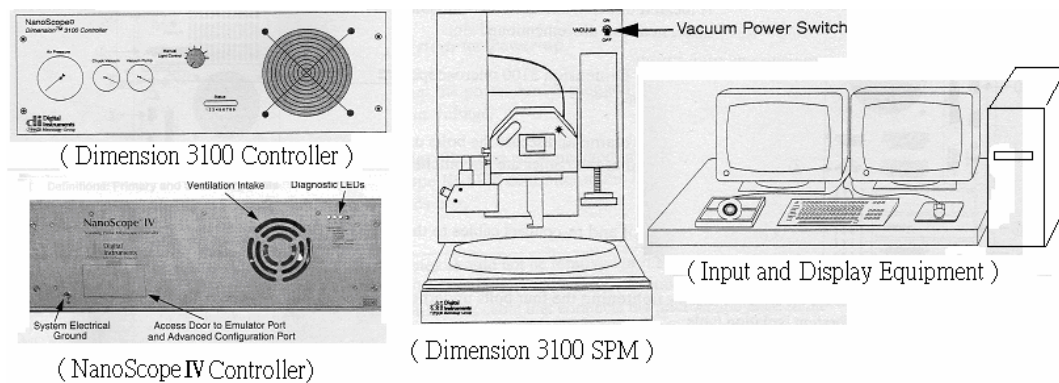


圖 2.1.1 AFM 實驗儀器簡圖，本圖摘自[6]。

#### (a) SPM Head :

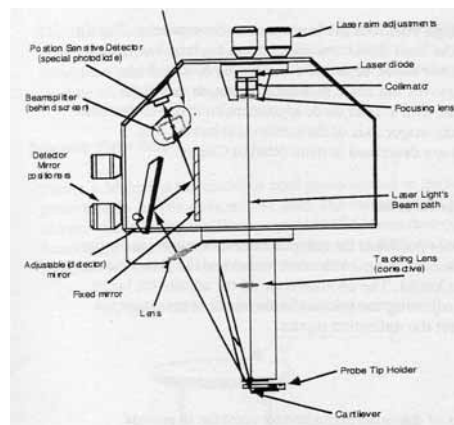


圖 2.1.2 SPM Head，本圖摘自[6]。



由上圖可發現 SPM head 主要包含三個部分，laser 路徑系統、scanner、detector。

### (1) 雷射路徑系統:

雷射光源自 Laser diode(1.0mW max. at 670nm)發射出後，經過 collimator 與透鏡組合使雷射光束能穩定的聚焦於下方的 cantilever 反射面上，而雷射光點的位置可藉由最上方的 Laser aim adjustments 兩個懸鈕來調整其 X 與 Y 方向之移動，使雷射光點正確的打在懸臂的前端正中心處。

反射的雷射光再經由透鏡、反射鏡與 beamsplitter 的組合，使其光點能正確的打在 Photodiode 偵測器上，通常在正常狀態下，操作者會由 Laser Spot Detector Screen 上看到一橢圓形的紅色光點出現。雷射光點落於 Photodiode 的位置，一樣可藉由兩個懸鈕來做調整(位於圖中左側)，但其所移動的並非 Photodiode 本身，而是在雷射反射路徑中的 adjustable detector mirror，藉由改變其相對於 Photodiode 的位置，來控制雷射點落於 Photodiode 的所在位置。

在不同 AFM 操作模式下，雷射點打在 Photodiode 的位置要求也就不同。一般來說，在 tapping mode 下，將雷射光點調整於 Photodiode 的正中心(0,0)位置；而 contact mode 則將雷射光點調於 deflection 基準線下方，位於(0,-y)的位置，至於 y 值要多大則視所需作用力而定，當 y 值愈大，掃描時探針與樣品間的作用力將愈大，相對的，當 y 值愈小，掃描時探針與樣品間的作用力將愈小。

### (2) Photodetector :

此 Photodetector 為一高敏感度的四象限光電二極體，依不同的操作模式，其四區域的組合性不同，如下圖 2.1.3 所示:

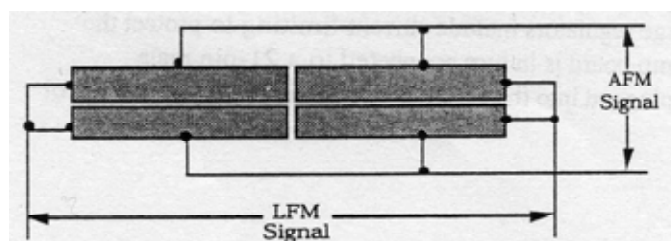


圖 2.1.3 Quad Photodetector Arrangement，本圖摘自[6]。

在 Contact mode 下，Photodetector 的上兩區域與下兩區域所得的訊號差，用來提供量測 Cantilever 的 Deflection；而 tapping mode 為將此訊號差傳送至 RMS converter，得到 cantilever 的振幅訊號。當在 Lateral Force Microscopy 狀態下時，Photodiode 的訊號取得方式與 AFM 較不同。由於是量測探針與樣品間的側向力，所以 Photodiode 的左邊兩區域的訊號總合與右邊兩區域的訊號總合的差值訊號，提供作為 Cantilever 的扭轉量測。相同的是，不論是在哪一種操作模式下，其四區域所得的訊號相加形成 SUM Signal。

### (3) Scanner :

掃描器 Scanner 的功用再於使附於其上的懸臂與探針，可相對於樣品表面進行 X、Y、Z 三軸方向的位移，Z 軸稱為垂直掃描器，負責調整控制探針與樣品間的垂直距離，而 X 與 Y 軸稱為水平掃描器，控制掃描時探針與樣品間之水平方向之相對運動。其結構由壓電陶瓷材料管所組成，如圖 2.1.4 所示：

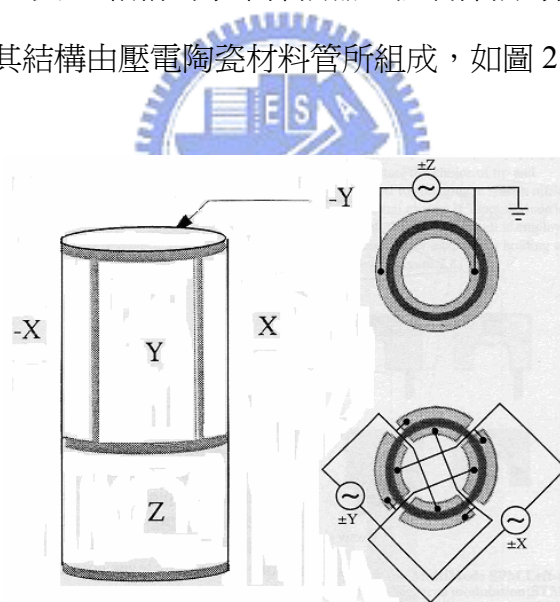


圖 2.1.4 Dimension Head Scanner，本圖摘自[6]。

下半部分為垂直掃描器，藉由施加電壓於內外電極間，造成壓電管產生伸長或縮短的變化，來達到 Z 方向調控的目的；上半部分為所謂的水平掃描器，其內外壁等分為四對電極，X 軸有兩對而另兩對為 Y 軸，當施加不同極性但大小相同的電壓於同一極的兩對電極時，會使得壓電管沿著該軸方向彎曲而變形，因此適當的調控施加於此四對電極的電壓，即可達到 X-Y 方向的水平監控。

另外,本實驗所使用的 Scanner(224cl) Sensitivity 資訊,如下表 2.1 所示,其資料取得路徑: Real-time/Microscope/Calibrate/Scanner; 由於儀器使用過久其 Sensitivity 結果會有些微變異,其值依每次校正結果會有些許不同。

表 2.1 Demision 3100 Scanner Sensitivity 資料。

	Unit(nm/V)		Unit(nm/V)
X fast Sens.	263.8	X slow Sens.	296.2
Y fast Sens.	265.8	Y slow Sens.	304.8
Z Scan Sens.	13.3		

### (3) Cantilever Holder :

標準的 Cantilever holder 如下圖 2.1.5 所示,適用於大氣下使用,其內包含 cantilever piezoelectric stack 與電接觸至驅動電路;當在 tapping mode 下,cantilever piezoelectric stack 的作用在於使 cantilever 產生一穩定的震盪,而用在 Contact mode 下, piezoelectric stack 將沒有電壓施加其上。

在探針組裝上,利用其上的特有溝槽使 cantilever 滑入,在利用附有彈簧裝置的夾,夾住 cantilever 以達到固定的作用,造成探針穩固的保持一適當的角度,來進行掃描的動作。另外, Cantilever holder 上有四個具有金薄板的彈簧插座 Electrical Mounting Sockets,可與 Scanner 末端的四個鍍有金的栓相吻合,將使 Cantilever 與 Scanner 成功的組裝在一起。

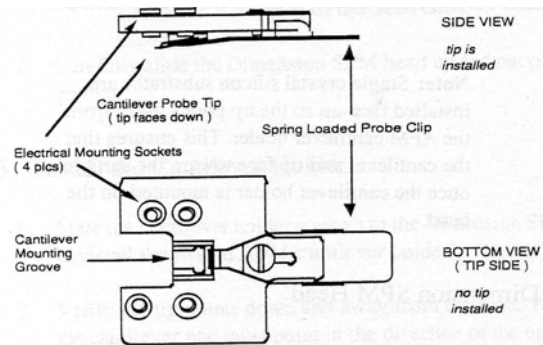


圖 2.1.5 標準 Cantilever Holder, 本圖摘自[6]。

**(b) Vacuum Power Switch :**

將樣品至於 X-Y Stage 上，再利用 Vacuum Power Switch 將其由 OFF 狀態改為 ON，藉由 Stage 下方抽真空與樣品上方的大氣壓差，將樣品穩固的吸住。

**(C) X-Y Stage :**

放置樣品的一個平台，可粗略的調控樣品的 X 與 Y 軸方向，圖 2.1.6。

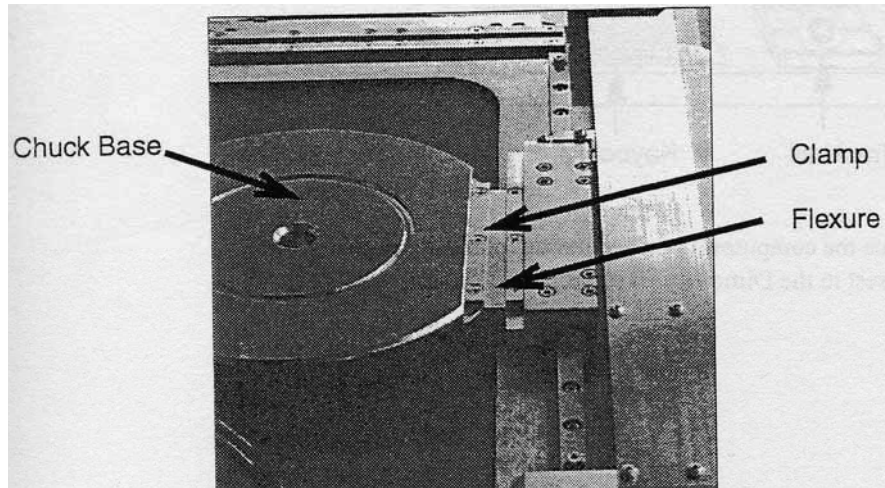


圖 2.1.6 X-Y Stage，本圖摘自[6]。

### 2.1.2 基本原理：

AFM是利用一微小探針附著於懸臂上，當探針尖端與樣品接近到某個程度時，探針與樣品表面將產生微弱的交互作用力，此作用力大小約在  $10^{-6}$ ~ $10^{-10}$ 牛頓的範圍，屬於原子級力場範圍，故稱之為原子力顯微鏡。其基本模式主要分為接觸模式(Contact Mode)與非接觸模式兩種，而非接觸式又可分為Non-Contact Mode與Tapping Mode兩種,而其中接觸模式(Contact Mode)必須要與樣品做接觸，因此易造成樣品損傷,故較少使用；以下對於AFM操作模式介紹如下：

#### (1) Contact Mode：

接觸模式的作用原理為將探針與樣品表面直接產生接觸，此接觸力為一排斥力，將造成懸臂產生些微彎曲變形，此彎曲量可藉由Photodiode偵測得，通常約為  $10^{-6}$ ~ $10^{-9}$ 牛頓的作用力範圍，因此所使用的探針懸臂為較軟性的材質，再藉由回饋作用保持cantilever的deflection量為定值，以保持探針與樣品間之交互作用力為一固定值即探針懸臂的彎曲量保持一定，可經由Z-Piezo的伸縮變形量來達到，如此就可得到樣品的表面幾何形貌，由此機制所獲得的影像稱為定力影像(constant force imaging)。

#### (2) Non-Contact Mode：

在此模式下探針與樣品表面並不接觸，利用分子間微弱的凡得瓦爾力(Van der Waals force)造成懸臂上的振動頻率改變並將其轉換成力梯度(Force gradient)，當探針愈接近樣品表面時，其所受的力梯度則愈大，此時懸臂的共振頻率值將變得愈小，故回饋系統可藉由此關係將reference共振頻率 $\omega_0$ 與偵測得的懸臂擺動頻率 $\omega$ 做比較而得到表面形貌的影像。在實際操做上，由於Non-Contact Mode所用的方法必須嚴格的遵守凡得瓦爾力，所以探針不能距離樣品表面太遠，且探針的振幅也不能太大,否則會有敲到樣品的危險；再加上由於作用力較Contact Mode小，故掃描速度需較慢，操作起來要比較小心。



### (3) Tapping Mode:

本實驗即使用此模式量測樣品表面的Topography。在此模式下，探針將間歇性的輕敲樣品表面，由一震盪器所驅動並以接近其自然共振頻率 $\omega_0$ 做震盪，當探針接近樣品表面時懸臂將感受到作用力  $F$  使得其本身有效力常數  $k$  變為  $k' = k + \frac{\partial F}{\partial Z}$  且  $\omega' = \sqrt{\frac{k'}{m^*}}$  因此造成探針的振幅、共振頻率或相位發生改變。如果作用力為吸引力，則有效力常數  $k$  與共振頻率值變小；相對的，當作用力為排斥力則有效力常數  $k$  與共振頻率值將變大。當震盪器的擺盪振幅固定，改變震盪頻率時，其探針震盪振幅與驅動頻率間的頻率響應關係可用下圖 2.1.7 表示，可知當探針在遠離樣品表面做自由震盪時，有一自然共振頻率 $\omega_0$ ，在此範例曲線 $\omega_0=256.72$  kHz位於peak所在處且相位為 90 度，用以當reference訊號。

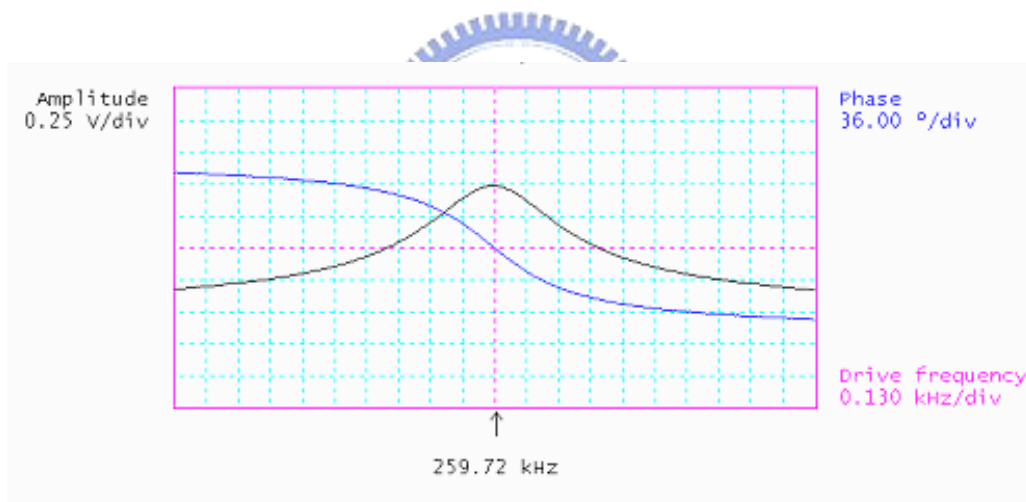


圖 2.1.7 在大氣下，所測得的探針震盪的頻率響應曲線與相位關係。

藉由量測這些變化量，再經由回饋系統保持懸臂的擺盪為一固定的振幅，可使得探針在掃描過程與樣品表面間之作用力保持在吸引力或排斥力的範圍，以獲得樣品的表面形貌。

此模式的好處在於其探針的下壓力可視為一種彈力作用，比較不會對樣品表面造成永久性的傷害，且避免了可能施加力矩於懸臂上的側向力。

### 2.1.3 回饋系統與影像產生原理

由於本實驗使用 TappingMode 的 AFM 操作模式，故以下將以 TappingMode 為例來介紹系統如何回饋與影像如何產生。當探針在樣品表面進行掃描時，探針與樣品間將產生交互作用力，此力將影響懸臂震盪的振幅  $A$  改變為  $A'$ ，此振幅改變量可利用光槓桿原理的概念被偵測。其做法為將雷射光束打在懸臂背面鍍有高反射率的金屬膜上，反射出的雷射光束再經由透鏡與反射鏡，調整適當的反射路徑使反射的雷射光束落於 Photodiode 偵測器上，此偵測器為一高敏感度的四象限光電二極體，藉由比較雷射光點在 Photodiode 各區的強度，可敏靈的偵測出雷射光點的位置偏移量。

以下圖 2.1.8 為例，當懸臂以驅動頻率  $\omega_0$  做震盪來掃描樣品時，懸臂的震盪振幅與頻率會受樣品表面的高低起伏而改變，而此 Z 方向改變量可經由雷射光點打在 Photodiode 上的上下偏移量被偵測得，Photodiode 將此訊號傳送至鎖相放大器，鎖相放大器會濾出特定頻率的 AC 訊號，此訊號會和原先驅動頻率的 AC 訊號相比，再被 lowpass filters 後輸出正比於此 AC 訊號的 DC 訊號 (RMS Voltage)，此 RMS Voltage 大小正比於懸臂的移動量。回饋系統比較量測得的 RMS Voltage 與我們所設定的 Setpoint Voltage，將所得到的差值訊號送至 Z 軸 Piezo，輸入一電壓來調節 Scanner Z 軸的伸縮量直至差值訊號為零，使懸臂的震盪振幅保持定值。而此電壓值再經由換算為長度單位輸出，即可得到樣品表面的形貌圖 (Topography)。

另外，一開始掃描時的 Setpoint Voltage 是由電腦自動決定的，之後我們可自行慢慢調整到適當的 Setpoint Voltage 值，而 Setpoint Voltage 值設定愈小，代表探針與樣品表面間的距離愈近，兩者間的交互作用力愈大，相對的，當 Setpoint Voltage 值設定愈大，代表探針與樣品表面間的距離愈遠，兩者間的交互作用力愈小，此為 tapping mode 的情形；但在 contact mode 下，情況剛好相反。

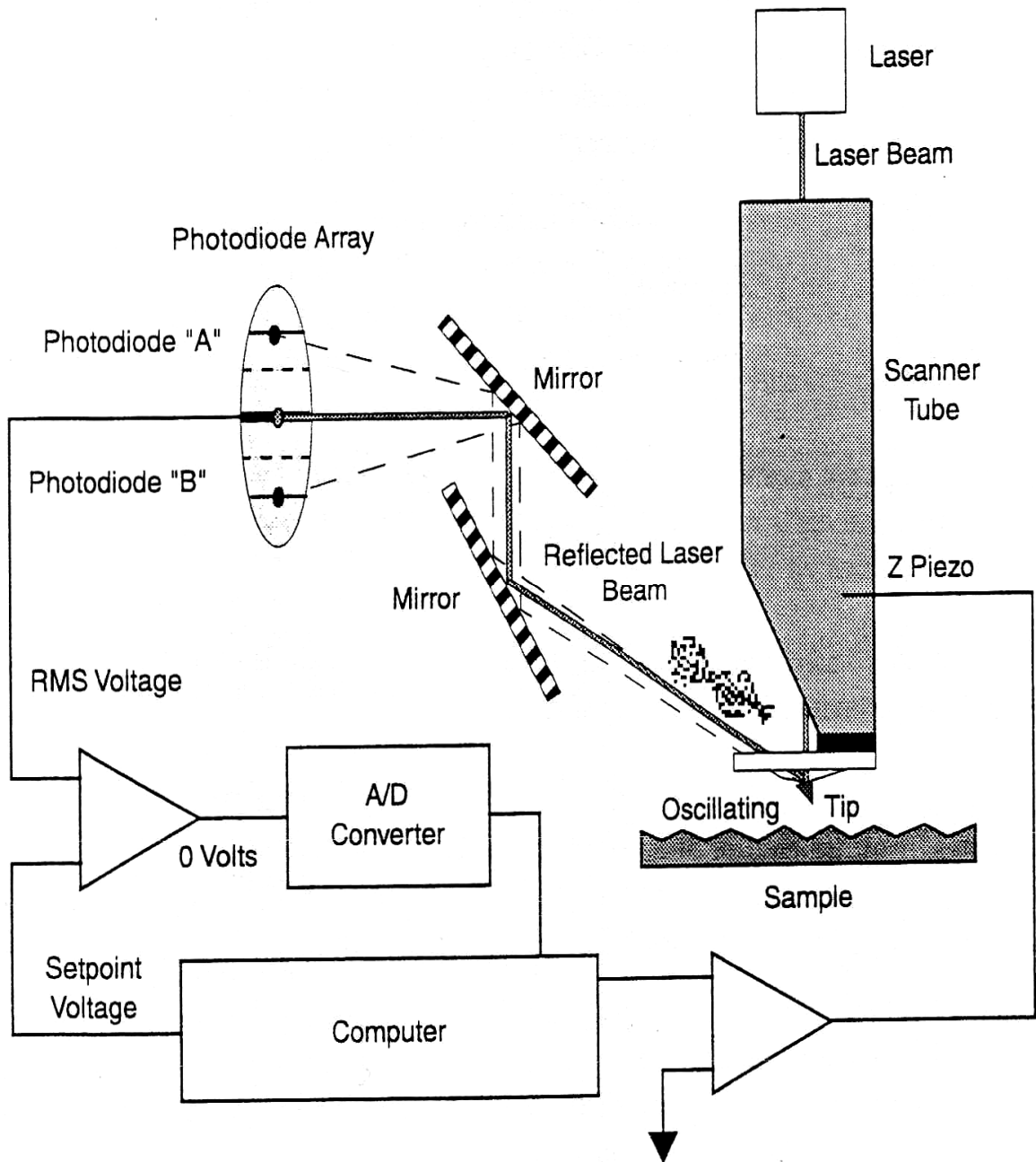


圖 2.1.8 AFM 訊號路徑示意圖，本圖摘自[6]。



### 2.1.4 Q Control Model

在TappingMode下，Q值其計算方法為 $Q = \frac{\text{共振頻率 } \omega}{\frac{1}{2} \text{ 最大功率所對應到的頻寬值 } \gamma}$

如圖 2.1.9 所示，而功率正比於振幅的平方，所以最大功率的一半值所在點即為振幅 $A_0/\sqrt{2}$  處，而 $A_0$ 代表振幅的最大值。另外，Q值的調控機制如圖 2.1.10 所示。

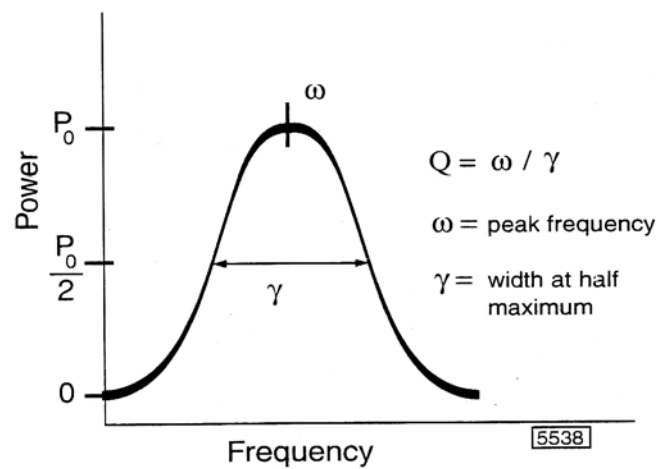


圖 2.1.9 Q Model，本圖摘自[6]。

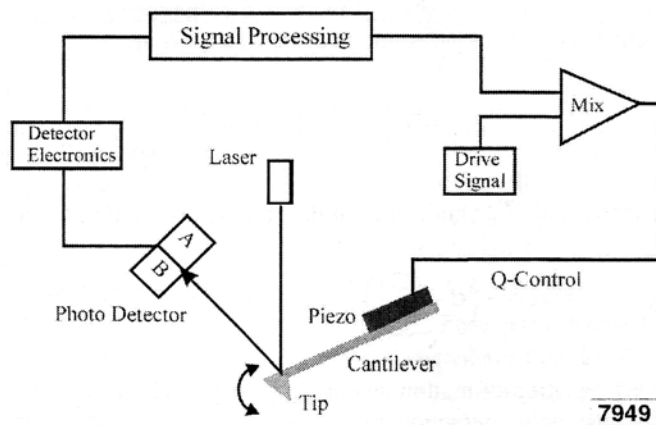


圖 2.1.10 Q 調控機制，本圖摘自[6]。

一驅動 cantilever 的探針運動與 feedback 調節間之方程式(2.1)：

$$m \frac{d^2}{dt^2} Z(t) + \alpha \frac{d}{dt} Z(t) + k \cdot Z(t) = E + Fe^{i\omega t} + Ge^{i\phi} Z(t) \quad (2.1)$$

$Z(t)$ : 探針隨時間 $t$ 而變之位置	$E$ : 探針與樣品間之交互作用力
$m$ : cantilever 與探針的有效質量	$F/\omega$ : cantilever 的驅動振幅/頻率
$\alpha$ : cantilever 的 damping constant	$G$ : 回饋訊號的 gain 值
$k$ : cantilever 的 spring constant	$\phi$ : 用於回饋訊號的相位移

假設 cantilever 起始於  $Z(0)=0$  的位置,則方程式(2.1)之解為式(2.2)，其中  $A$  代表 cantilever 震盪的振幅， $\Psi$  代表探針所在位置的相位相對於驅動相位的相位移值。

$$Z(t) = Ae^{i(\omega t - \Psi)} \text{ 且 } \frac{d}{dt} Z(t) = i\omega \cdot (A \cdot e^{i(\omega t - \Psi)}) = i\omega \cdot Z(t) \quad (2.2)$$

在考慮  $\phi = \frac{\pi}{2}$  的狀態下：

$$m \frac{d^2}{dt^2} Z(t) + [\alpha - (\frac{G}{\omega})] \frac{d}{dt} Z(t) + kZ(t) = E + Fe^{i\omega t} \quad (2.3)$$

$$Q = \frac{\omega}{\gamma} = [\frac{m}{\alpha - (\frac{G}{\omega})}] \omega \quad (2.4)$$

$$\gamma = \frac{\alpha - (\frac{G}{\omega})}{m} \quad (2.5)$$

藉著提高 quality factor  $Q$  值，可增加 Phase 的對比，故可提高量測的敏感度。

本儀器的 Q 值面板操作於下圖 2.1.11 所示，其操作路徑為：View /Sweep /Cantilever Tune /Utilities /Compute Q。

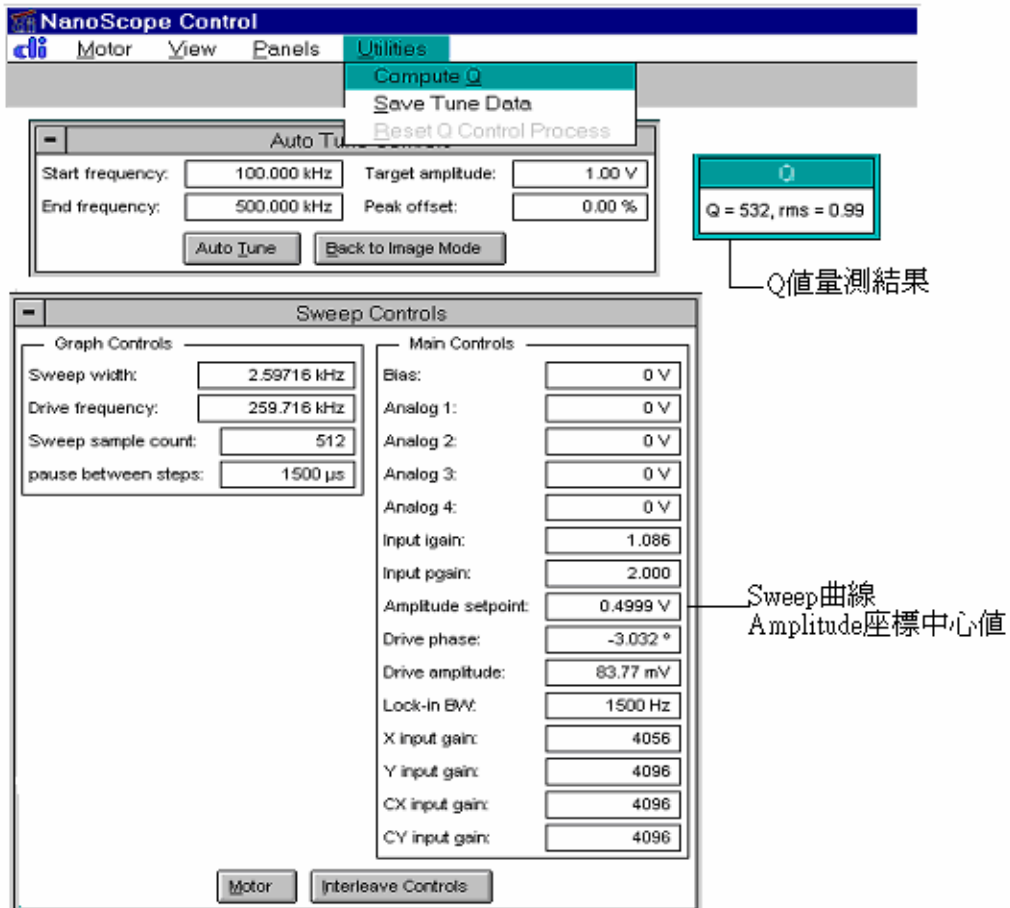


圖 2.1.11 Q 值面板操作。

## 2.2 Force Calibration Mode (in Tapping Mode)

### 2.2.1 Force Calibration mode 介紹：

藉著測量 Force curve 我們可以了解到 cantilever 與樣品表面間之交互作用狀況，在 Force Calibration mode，piezo 的 X 與 Y 軸的電壓值皆保持在零即 X 與 Y 方向的掃描功能將失去作用只剩 Z 軸的 piezo 可活動，施與電壓造成探針相對於樣品的位置上下移動，其移動範圍為  $\pm 220\text{V}$ 。

利用“Z scan start”定出 Z 軸 piezo 移動的起始位置，其位置計算方式將以 Z- piezo 一開始進入 Force Calibration mode 時的平均 Z-center voltage 位置令為零點定義出相對位置移動的關係，也就是說每做一個 cycle 其零點位置將會變動而重新定義;再藉由 Ramp size 定義出 piezo 總移動的距離，就可確定出 Z-piezo 移動的幅度，如下圖 2.2.1 所示。

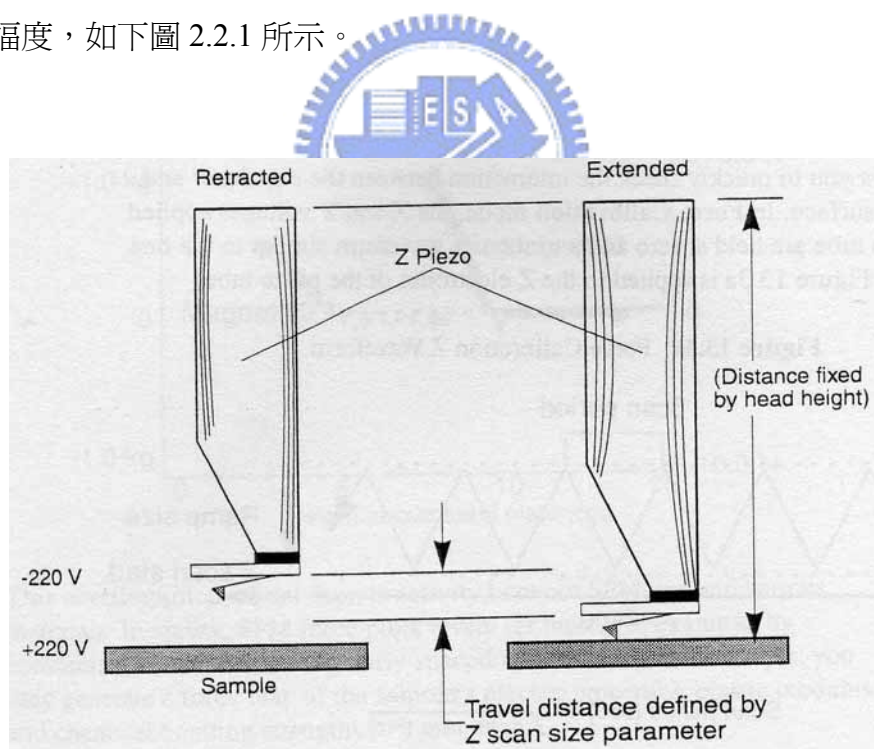


圖 2.2.1 Z -Piezo 在 Force Calibration Mode 移動示意圖，本圖摘自[6]。

當 Piezo 帶動探針上下移動時，cantilever-deflection 訊號可由 photodiode 偵測到，所以可得到一 Z piezo 施加電壓與 cantilever deflection 訊號方程的 Force

curve，藉由分析此曲線可更加了解探針與樣品間的相關訊息，如 cantilever 的 sensitivity，可由此曲線的斜率得知；探針與樣品間之接觸力大小，由公式  $F = k \cdot \Delta Z$  可計算出，其中 k 代表 spring constant; 對於樣品屬於軟性或生物樣品等，其探針與樣品間之作用力的大小選擇則非常小心與重要，故 setpoint 值的選擇顯得很重要，藉由 Force curve 的量測，我們可決定出適當的 setpoint 值，取得最小的作用力點增加實驗的順利與成功性。

此外，經由分析 Force curve 在 tappingMode 下的量測，還可決定出 cantilever 擺動的振幅大小。



## 2.2.2 控制面板與操作方式

首先，依照正常 tappingMode 的操作程序，選擇好起始的 Amplitude setpoint 值，接著用滑鼠點選路徑：View/Force Mode/Calibration 進入 Force Calibration mode，其操作面板如下圖 2.2.2 所示：

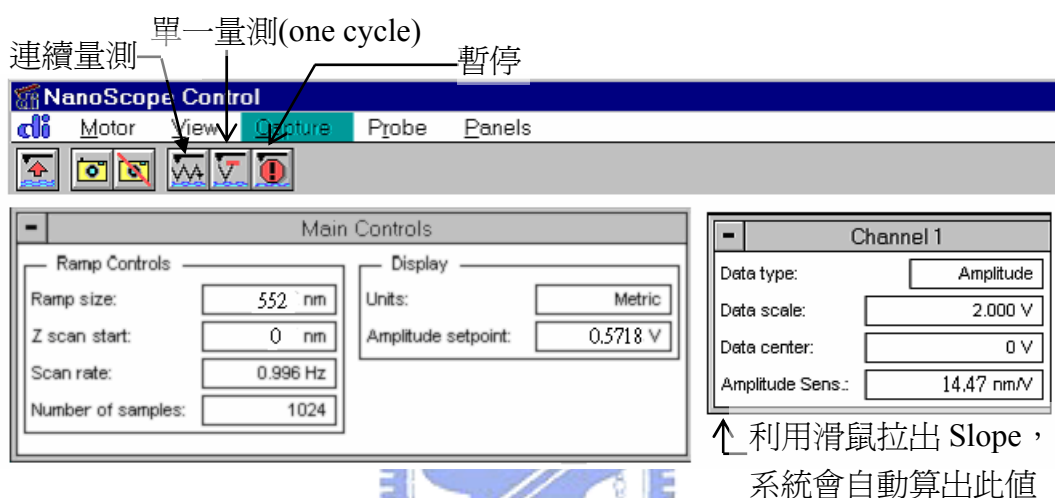


圖 2.2.2 Force Calibration Mode 操作面板

設定 Z Scan Start 值與 Ramp Size 值，其單位可由 Units 選項點選為 Volts 或 Metric，而 Number of Samples 代表經由 Capture 後所儲存的 Extending 與 Retracting 的個別資料點數目，並不影響實際操作時所取的資料點數目。選定量測 Channel 為 RMS amplitude，即可得到如下圖 2.2.3 的 Force Curve。此時，再利用滑鼠拉出探針與樣品接觸區域的斜率，系統就會自動算出 Amplitude sensitivity 值並標示於上；Amplitude sensitivity 的重要性，尤其是在 LiftMode 下量測 Amplitude Data，必須要先進行此量測定出正確的 Amplitude sensitivity，才可得到確切的 Amplitude Data 數值。

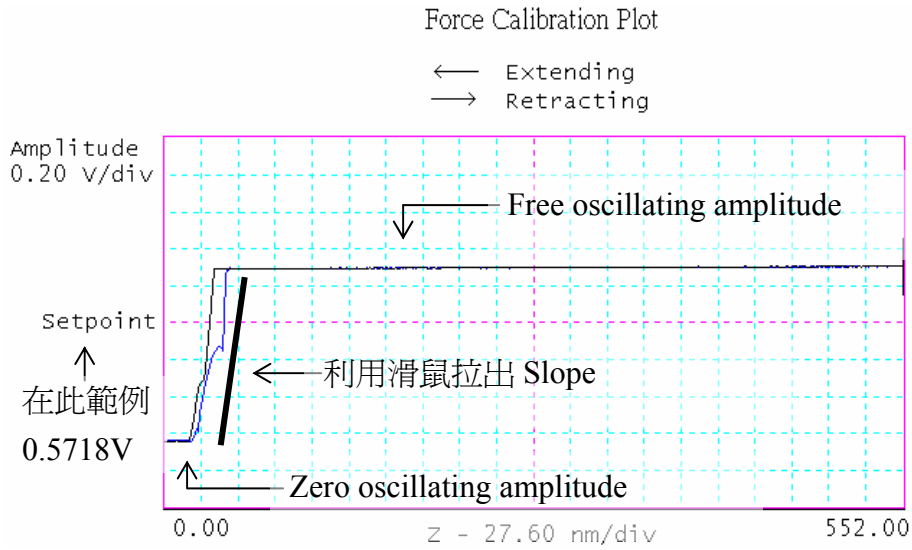


圖 2.2.3 Force Calibration Plot

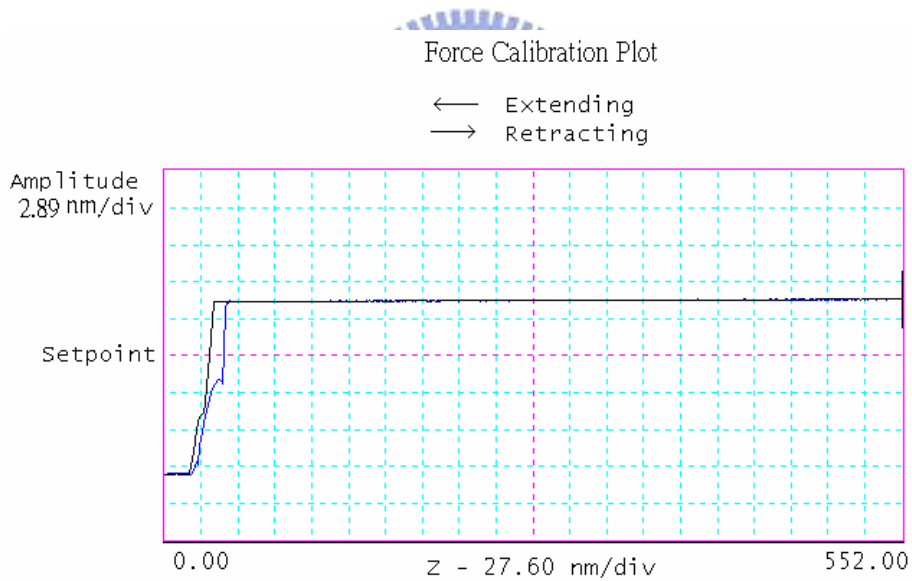


圖 2.2.4 Force Calibration Plot – Unit : Metric

在得到 Amplitude sensitivity 數值後，藉由將 Units 選項改為 Metric，即可得我們的主要目標- cantilever 擺動的振幅大小(nm)，如上圖 2.2.4 所示，其換算機制為式(2.6):

$$\text{Amplitude (nm)} = \text{Amplitude(V)} \times \text{Amplitude Sensitivity (nm/V)} \quad (2.6)$$

另外值得注意的是，在量測 Force Calibration Mode 時，要盡量縮小或避免左邊區域的 Zero Oscilating Amplitude 出現在曲線上，因為那代表此時探針已經非常的接近樣品甚至是接觸了，造成 cantilever 無法產生擺動，故所得到的 Amplitude 值將不再改變，若 Z-Piezo 再持續的往樣品方向前進，將造成探針的損傷甚至是碎裂的情形發生，故 Z Scan Start 與 Ramp Size 的選擇要非常小心與重要。





## 2.3 靜電力顯微鏡 ( Electric Force Microscopy: EFM )

我們了解樣品表面電容、電位、靜電荷等的電性量測技術上，Dimension™ 3100 有兩種量測方式：(1) Electric Force Microscopy (EFM) 與 (2) Surface Potential 影像量測。

在探針的選擇上，由於是測量探針與樣品表面之間的電性關係，所以首要條件為必須使用導電性良好的探針才行，另外其幾何特性、穩定性與機械特性(頻率響應關係)良好等附加條件，更能增加所量測的電性訊號的準確性。在樣品的選擇上，由於探針與樣品間不需要有電流通過，所以樣品可為導體或非導體。通常若樣品的表面粗糙度過大且電位變化小，將不適合做此方面的電性量測，因為此時樣品表面形貌所造成的影響因素將可能無法分隔開，故樣品的平整度對於量測結果是有一定程度的影響。

不論是 EFM 或 Surface Potential 的電性量測，其儀器架構都是由 SFM 所延伸出的技術，本實驗儀器的量測模式為一種 two-pass LiftMode。



### 2.3.1 基本原理

首先視探針與樣品間為簡單的平行電容板模型,其 energy  $U$  :

$$U = \frac{1}{2}C(\Delta V)^2 \quad (2.7)$$

，此  $C$  代表探針與樣品間之局部電容,而  $\Delta V$  為探針與樣品間之電位差。所以，探針與樣品間距離  $Z$  所產生之靜電力  $F$ :

$$F(Z) = -\frac{\partial U}{\partial Z} = -\frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial Z} (\Delta V)^2 \quad (2.8)$$

$$\frac{dF(Z)}{dZ} = -\frac{1}{2} \frac{d^2C}{dZ^2} (\Delta V)^2 \quad , \text{ 其中 } \frac{d^2C}{dZ^2} \text{ 為正值} \quad (2.9)$$

在 EFM-Phase Measurement，探針的震盪 Phase shift 是由於靜電力的力梯度變化  $\frac{dF}{dZ}$  所引起。當力梯度變化不大時(假設  $\omega \cong \omega_0$ )，Phase shift  $\Delta\phi$  可表示為

式(2.10) [1] [7] [8]:

$$\Delta\phi = \arcsin\left(\frac{Q}{k} \frac{dF}{dZ}\right) \quad (2.10)$$

其中， $k$  與  $Q$  分別代表懸臂的 Spring constant 與 quality factor；再將式(2.9) 代入式(2.10)，則可得下式(2.11)：

$$\Delta\phi = -\arcsin\left[\frac{Q}{2k} \frac{d^2C}{dZ^2} (\Delta V)^2\right] \quad (2.11)$$

由式(2.11)可知，Phase shift 可視為探針與樣品間電位差的函數。

$$\phi = -\arcsin\left[\frac{Q}{2k} \frac{d^2C}{dz^2} (V - V_0)^2\right] + \phi_0 \quad (2.12)$$

其中  $V$  代表施加於探針上的直流偏壓； $V_0$  代表一補償電位，為探針與樣品間接觸電位差  $V_{CPD}$  的負值，即  $V_0 = -V_{CPD} = \frac{W_{Tip} - W_{Sample}}{e}$ ， $W_{Tip}$  與  $W_{Sample}$  分別代表探針與樣品的公函數值；而當外加直流偏壓  $V = V_0$  時，此時探針與樣品間沒有靜電力作用， $\phi_0$  為一補償相位值，以扣除並非由於靜電力所造成的相位背景值，以達到  $\phi = 0^\circ$  的目的。

由式(2.12)可知此相位  $\phi$  與直流電壓  $V$  的二次函數極點發生處，在當外加於探針上的直流電壓  $V = V_0$  處，故由此拋物線的頂點所對應到的電壓值  $V$ ，即為探針與樣品間公函數的差值，可間接得到探針與樣品間的接觸電位差值。

### 2.3.2 Lift Mode

當探針對樣品做掃描時，探針會對同條一掃描線做不同高度下的二次掃描，即首先在一般 AFM TappingMode 狀態下做第一次掃描，用以得樣品表面的表面形貌(Topography)，而做第二次掃描時，Z-piezo 的回饋系統將被關閉，探針將沿著第一次掃描時紀錄下的表面高度變化再額外加上一固定高度 Lift scan height ( $h_{\text{lift}}$ )，使探針稍離開樣品表面而不至於接觸到，用來當作二次掃描時的掃描路徑，此時探針與樣品表面在掃描期間將保持固定的距離，並得到電性訊號，如圖 2.3.1 所示。

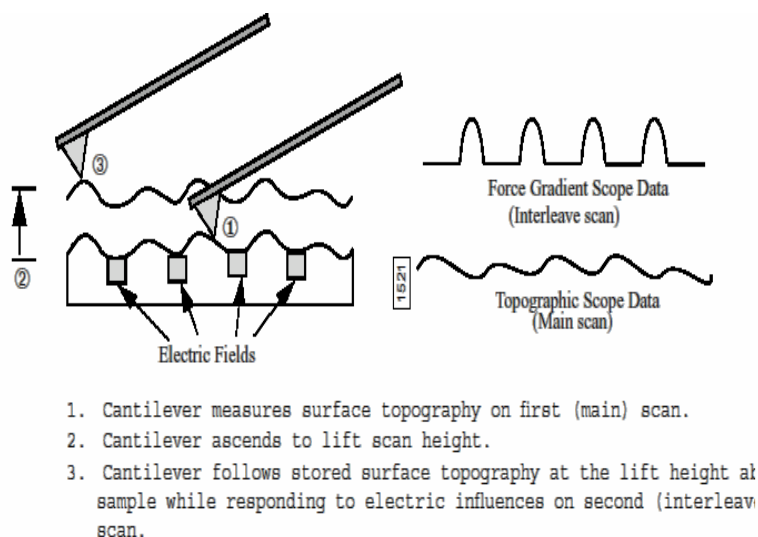


圖 2.3.1 LiftMode 運作機制示意圖，圖摘自[6]。

使用 LiftMode 的好處在於，能避開探針與樣品表面原子間所造成的短程力，通常為凡得瓦爾力，消除掉樣品表面形貌高低變化所帶來的影響因素，而獲得探針與樣品間所存在的長程作用力，也就是我們的實驗目的-靜電力，得到一單純由靜電力所影響的訊號。

而在 Lift Mode 的過程中，探針與樣品間的平均距離  $d$ ，可用圖 2.3.2 來說明：

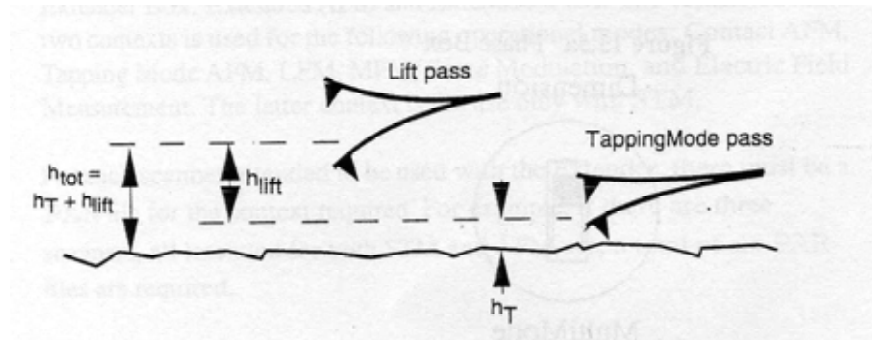


圖 2.3.2 Lift Mode 下，探針與樣品間平均距離示意圖，圖摘自[6]。

故總平均距離  $d = h_{tot} = h_T + h_{lift}$ ，其中  $h_T$  可經由先前介紹的 Force Curve 的式(2.6)得知，代表探針的擺動振幅。



### 2.3.3 靜電力顯微鏡之儀器架構

此EFM裝置以測量探針與樣品表面間所存在的力梯度(Force gradient)為基礎。儀器架構如圖 2.3.3 所示，在Lift Mode下，探針與樣品間保持一固定高度，探針藉由High Resolution Oscillator提供一驅動頻率(Drive frequency)  $\omega$ 、驅動振幅(Drive amplitude)  $V_{AC}$ 的  $V_{AC} \sin(\omega t)$  交流電壓源，使探針產生穩定的震盪。當探針所受靜電力發生改變，其震盪頻率、振幅與相位(Phase)也跟著變化；其相位與頻率之關係可用下圖 2.3.4 所示，故相位曲線可正確的反映出懸臂的驅動電壓與測量訊號間的相位移  $\Delta\phi$ 。

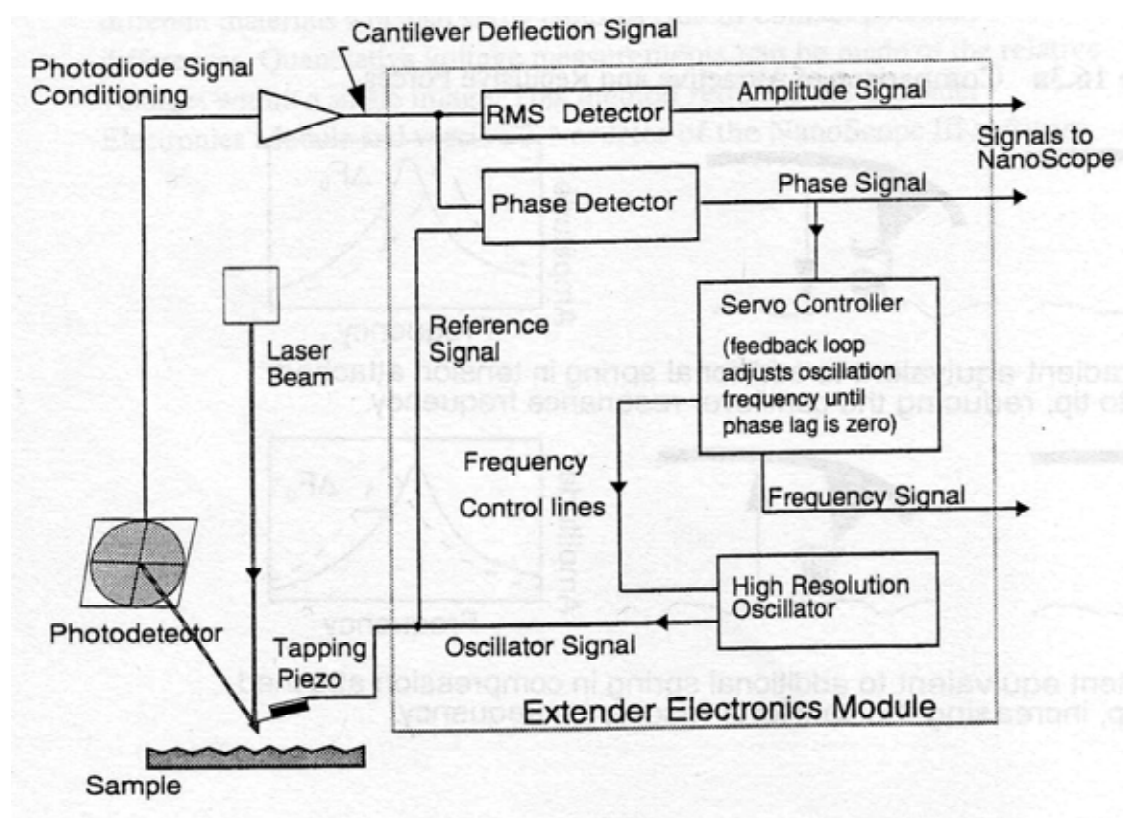


圖 2.3.3 靜電力顯微鏡儀器架構，圖摘自[6]。

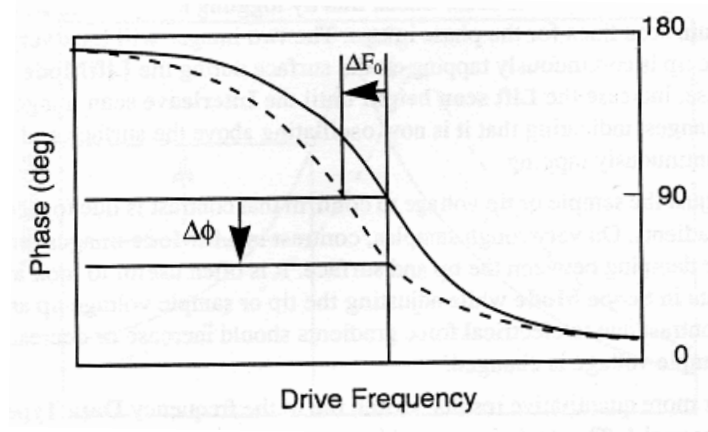


圖 2.3.4 在固定驅動頻率時的相位移，圖摘自[6]。

這些訊號變化可經由雷射光束落於探針懸臂背面高反射物質而被反射至 Photodetector 上來偵測得，再經由鎖相放大器(Lock in Amplifier)將訊號放大濾出，可直接得 Amplitude Signal 而不一定需要 Quadrex Electronics Module 裝置。而不同的是，Phase Signal 與 Frequency Signal 皆需要有 Quadrex Electronics Module 裝置，才可取得量測訊號。在 Quadrex Electronics Module 中，Cantilever Deflection Signal 經由 Lock in Amplifier 所得到的訊號會與驅動探針的 Reference Signal 做比較，得到相位變化的 Phase Signal。另外，再將 Phase Signal 傳送到 Servo Controller 來調節探針的震盪頻率直至相位變化為零，以此做為 Feedback Loop，並將此頻率輸出即得到 Frequency Signal。

以上三種不同訊號取得方式，以 Phase Signal 較佳，Frequency Signal 次之，Amplitude Signal 最不好。由於 Frequency Signal 在取得上，要再經過一個 Servo Controller，較 Phase Signal 來的不直接；而 Amplitude Signal 的 Sensitivity 較 Phase Signal 來的差，所以，本實驗選擇以 Phase Signal 來做為 EFM 訊號。

## 2.4 Surface Potential Image

### 2.4.1 表面電位量測原理

一樣視探針與樣品間為簡單的平行電容板模型，其 energy  $U$  與探針與樣品間距離  $Z$  所產生之靜電力  $F(Z)$ 可由式(2.7)與(2.8)得知。

若探針與樣品間之電位差  $\Delta V$  同時含有直流項 ( $\Delta V_{DC}$ ) 與交流項 ( $V_{AC} \sin(\omega t)$ )，即  $\Delta V = \Delta V_{DC} + V_{AC} \sin(\omega t)$ ，其中  $\omega$  為交流電壓的頻率，將其帶入式(2.8)則靜電力  $F(Z)$ 可改寫為：

$$F(Z) = -\frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial Z} [\Delta V_{DC} + V_{AC} \sin(\omega t)]^2$$

$$= -\frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial Z} (\Delta V_{DC}^2 + \frac{1}{2} V_{AC}^2) - \frac{\partial C}{\partial Z} \Delta V_{DC} V_{AC} \sin(\omega t) + \frac{1}{4} \frac{\partial C}{\partial Z} V_{AC}^2 \cos(2\omega t) \quad (2.13)$$

式(2.13)中的電交互作用力可明顯的區分為三個部分：

$$-\frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial Z} (\Delta V_{DC}^2 + \frac{1}{2} V_{AC}^2) \quad (2.14)$$

$$-\frac{\partial C}{\partial Z} \Delta V_{DC} V_{AC} \sin(\omega t) \quad (2.15)$$

$$\frac{1}{4} \frac{\partial C}{\partial Z} V_{AC}^2 \cos(2\omega t) \quad (2.16)$$

利用鎖項放大器獲取頻率為  $\omega$  的訊號，則 cantilever 的反應振幅式(2.17)，當探針與樣品間之直流電壓差為零時，即  $\Delta V_{DC} = 0$ ，則所得  $\omega$  訊號的振幅為零。

$$A = \frac{\partial C}{\partial Z} \Delta V_{DC} V_{AC} \quad (2.17)$$

表面電位量測技術及利用此一概念經由Feedback loop去調控一直流電壓於探針直至達到與樣品等電位，即  $\Delta V_{DC} = V_{tip} - V_{sample} = 0$ ，則所得  $V_{tip} = V_{sample}$ ，此時探針的直流電壓與未知的表面電位相同，由此可決定樣品的有效表面電位  $V_{sample}$ 。其中，當樣品未施加任何額外的直流電壓即處於ground狀態下，則此時存在於探針與樣品間之直流電壓差，即為探針與樣品間之接觸電位差。



## 2.4.2 表面電位量測之儀器架構

表面電位量測為一種 null 技術，可直接測得樣品的 local effect surface Potential 與 Scanning Maxwell Stress Microscopy 和 Kelvin Probe Microscopy 技術相似。

首先 first pass procedure 於標準 tapping mode 狀態下，cantilever 經由 small piezoelectric element 產生一接近共振頻率的振動，量測樣品 surface topography；接著進行 second pass produce，與先前 EFM-Phase measurement 不同的是，在此過程中 cantilever 的 tapping drive piezo 被關閉而改為直接施加一震盪交流電壓  $V_{AC} \sin(\omega t)$  於探針上，此震盪頻率  $\omega$  設定值為與探針在 tapping mode 震盪下之共振頻率相同， $V_{AC}$  為施加於探針上的震盪電壓的振幅。

當探針與樣品間存在一 DC 電位差時，由式(2.15)可知兩者間將存在一 oscillating 靜電力，作用如同一正弦驅動力，驅使 cantilever 產生一頻率為  $\omega$  的振動，另外由於 cantilever 只對接近其共振頻率的力有響應，所以上式方程中的 DC 項(2.14)與  $2\omega$  項(2.16)將不會對 cantilever 造成任何顯著的影響。

因此可藉由 Lock-in Amplifier 來偵測 cantilever 在振動頻率為  $\omega$  的振幅訊號，來進行 Potential feedback loop，其系統示意圖 2.4.1 如下所示，藉由 feedback loop 去調節 DC voltage 於探針上，直至 cantilever 的振幅訊號為零，此時 DC voltage 與樣品表面電位相同即  $\Delta V_{DC} = 0$ ，由式(2.15)可知 cantilever 在振動頻率  $\omega$  的靜電力將變為零，故可得到振幅為零的訊號，將此 DC voltage 作為 Potential signal 輸出，即可得到未知的表面電位值。



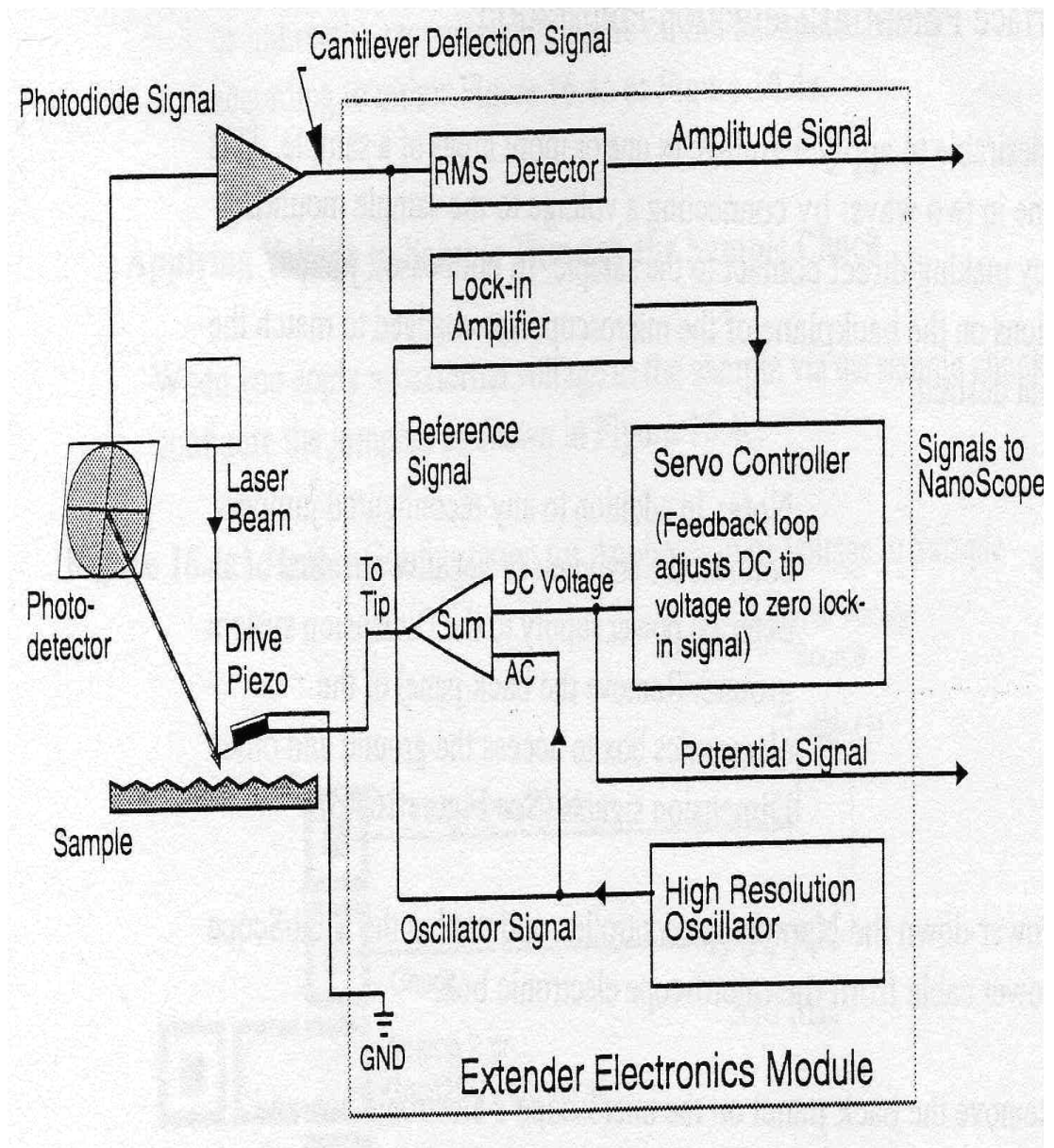


圖 2.4.1 Surface Potential Detection 系統示意圖，圖摘自[6]。

另外值得注意的是，由於若只偵測振幅訊號，由式(2.17)不難發現當 $\Delta V_{DC}$ 數值量相同但正負號相反時，兩者所得到的振幅大小是相同的，而其兩者間之不同點在於phase的差異，cantilever將有一不同的震盪phase，相對於reference signal  $V_{AC}$ ，取決於探針電壓是大於或小於樣品的表面電壓，因此，feedback loop除了cantilever的振幅訊號外仍需phase訊號用以對探針DC voltage 做正確的調控，故Surface Potential feedback loop 的輸入訊號為cantilever的振幅乘上此時phase的正負號訊號，即+amplitude 對於  $phase \geq 0 \text{ degrees}$ ，- amplitude 對於  $phase < 0 \text{ degrees}$ 。

另外在 $V_{AC}$ 的選擇上，較高的 $V_{AC}$ 值將產生較大的靜電力於cantilever上，並提高表面電位測量上的sensitivity，但由於總施加於探針的最大電壓(AC + DC)有一極值 $\pm 12V$ ，因此較大的 $V_{AC}$ 將縮小可施加於探針上的 DC voltage( Potential signal )，故若所要測量的表面電壓相當大，所施加的 $V_{AC}$ 相對的要小；相反的，若所要量測的表面電位值相當小，則所施加的 $V_{AC}$ 可選擇較大值，以所得訊號的優劣來做取捨。

在Lift scan height ( $h_{lift}$ )的選擇上，如同 $V_{AC}$ 一樣此值只影響儀器偵測上的sensitivity，並不影響表面電位量測的數值，但當所抬的高度太高cantilever所感受到的靜電力將相對的很小則大大降低了量測上的敏感度與準確度，故在量測表面電位的準備工作為得到一良好訊號下的Lift scan height值，以探針不與樣品做接觸為原則，當探針不慎與樣品產生接觸時可發現Potential 的掃描影像出現暗或明亮的掃描線條紋，此時增加Lift scan height 直至這些暗或明亮的條紋消失即可。

## 2.5 樣品的準備

### 2.5.1 樣品製作:

我們利用半導體製程技術，製作出本實驗所使用的樣品 Si(100) P-N junction。首先，我們利用微影與蝕刻技術，製作出我們想要的 pattern 於 N-type Si(100) 半導體(donor: Phosphorus,  $\Omega \sim 1 \sim 10 \Omega\text{-cm}$ )上，接下來委託 NDL 製作，以離子佈植(Ion Implantat)的方式將硼(Boron)佈植入，如圖 2.5.1 所示，最後再進行退火(annealing) :  $900^\circ\text{C}$  30sec.。

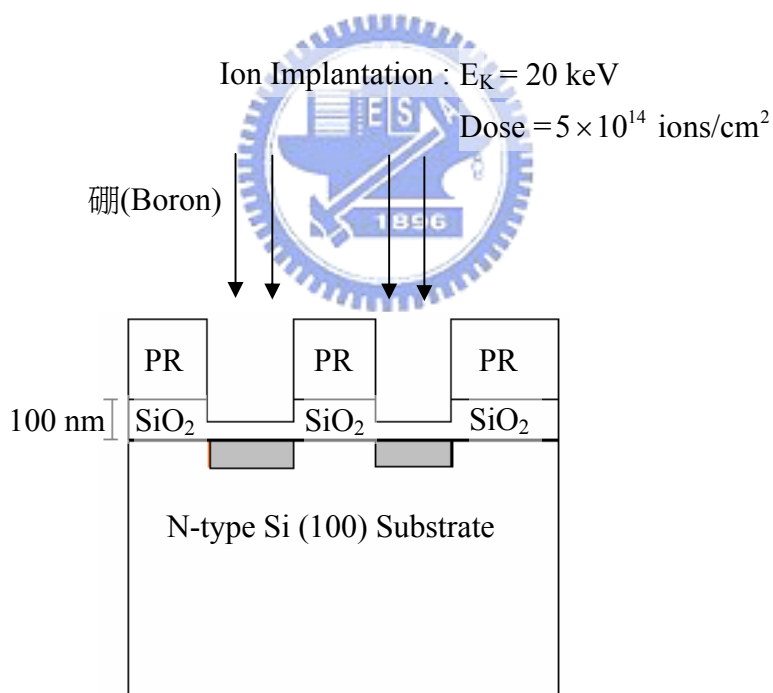


圖 2.5.1 利用離子佈植方式製作樣品。

我們依照離子佈植所使用的參數，可理論計算估計出樣品表面的離子分佈密度  $n(0) \cong 7.34 \times 10^{18} \text{ ions/cm}^3$ 。

### 2.5.2 樣品的清洗：

由於樣品表面具有氧化層，故我們利用硫酸與雙氧水 3:1 的調配方式，將樣品浸入約一分鐘的時間，經 DI water 清洗後，再浸入 2% 的 DHF (HF:H<sub>2</sub>O = 1:100)中約 30 秒，最後用 DI water 快速清洗，爲了防止氧化層再形成，所以 DI water 清洗時間不可太長，則最後我們可得到表面無氧化層且被氫所鍵結的的 Si(100) P-N junction 樣品。

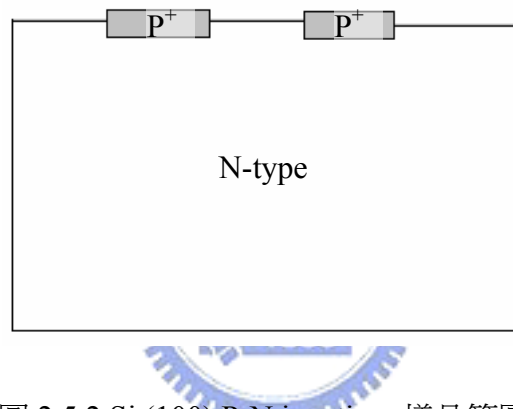



圖 2.5.2 Si (100) P-N junction 樣品簡圖。

## 第三章 實驗結果與討論

### 3.1 探針特性量測

在正式進入我們的實驗主題前，首先介紹與了解我們所使用的掃描探針的一些基本參數，Q 值與掃描時探針的振幅(amplitude)大小估計量測。本實驗共使用了六根不同特性的導電探針，做出六組實驗分析數據，其中五根探針皆為表面鍍有 PtIr 的金屬導電探針，但其探針尖端的半徑 r 值皆不同，分別以 Tip 1、Tip 2、Tip 3、Tip 4 與 Tip 5 代稱；最後一組實驗數據，使用 n<sup>+</sup> Silicon Tip 來做量測。

#### 3.1.1 Quality factor 量測結果



依照先前所介紹的 Q 值量測方法，我們可以得到以下表 3.1 的量測數據，由量測結果，我們可以發現本次實驗所使用的探針 Q 值，在 300~600 的範圍，由於 Q 值代表的意義為探針震動時所受到的阻尼係數( $\beta$ )的指標，故 Q 值愈大對於我們接下來的電性訊號量測上有很大的助益，以增加探針的敏感度，進而提高解析度。

表 3.1 Q factor 量測

	Tip 1	Tip 2	Tip 3	Tip 4	Tip 5	n <sup>+</sup> Silicon Tip
Q Value	602±1	343±0.99	604±1	602±0.99	585±1.05	406±1.14

影響 Q 值大小的因數有很多，除了探針本身的特性外，還跟所處的環境因素有關，一般來說，在大氣狀態下操作，其 Q 值必都比真空狀態下所得到的值要遠小的多，而 Q 值大於一萬者，只可能存在於真空狀態下，大氣下無法達到。

### 3.1.2 探針震盪振幅(amplitude)估算結果

由於，本次實驗所使用的掃描模式為 Tapping Mode，將驅動探針做一擺盪，而經由探針擺盪振幅大小的估計，將有利於我們調節掃描時，所施予探針與樣品間作用力的大小控制。另外，藉由振幅(amplitude)大小的定量，我們可定義出探針與樣品間的平均距離，尤其是在接下來估算探針尖端半徑  $r$  的應用上相當有幫助，故探針震盪擺幅大小的量測對本次實驗來說，是相當必要的。

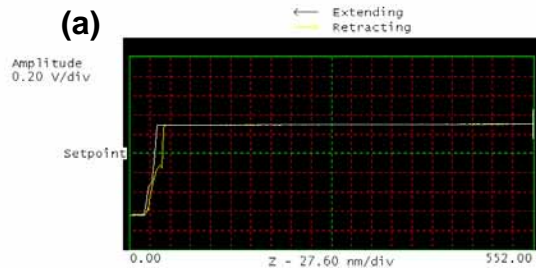
以下分別對本次實驗所使用到的六根探針，Tip 1、Tip 2、Tip 3、Tip 4、Tip 5 與  $n^+$  Silicon Tip 於 Tapping Mode 下做 Force Calibration Mode 量測，其結果依序表示於圖 3.1.1(a)~(f)。由所得曲線斜率得知 Amplitude Sens.(nm/V)數值，代入振幅估算式(3.1)則可估算出探針振幅(A)的大小。另外為了減少變因，本次實驗探針的自由震盪擺幅 free oscillating amplitude( $A_0$ )皆設定為 1V，因此我們可以得到探針振幅 (Amplitude)估算表 3.2。



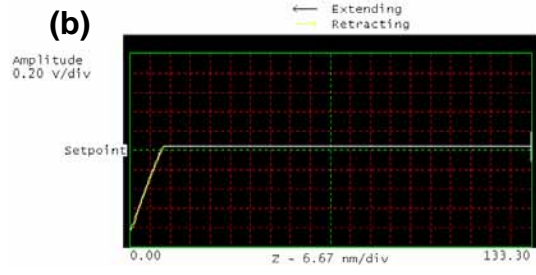
$$\text{Amplitude (nm)} = \text{Amplitude Setpoint (V)} \times \text{Amplitude Sens. (nm/V)} \quad (3.1)$$

表 3.2 探針振幅(Amplitude)估算結果。

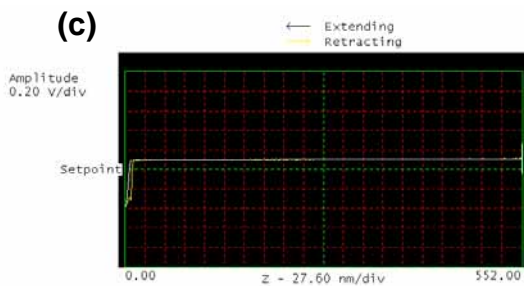
	Amplitude Setpoint (V)	Amplitude Sens.(nm/V)	$A_0$ (nm)	A (nm)
Tip 1	0.5718	14.47	14.47	8.27
Tip 2	0.7523	12.26	12.26	9.22
Tip 3	0.6636	10.3	10.3	6.84
Tip 4	0.6389	10.5	10.5	6.71
Tip 5	0.6517	10	10	6.52
$n^+$ Silicon Tip	0.5529	10	10	5.5



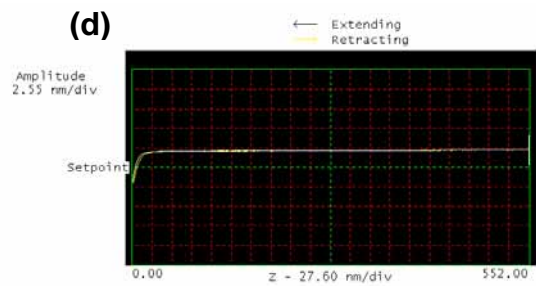
Ramp size : 552nm  
 Scan rate : 0.9965 Hz  
 Amplitude setpoint = 0.5718 V



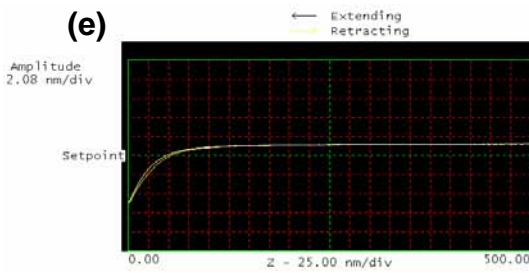
Ramp size : 133.3nm  
 Scan rate : 0.9965 Hz  
 Amplitude setpoint = 0.7523 V



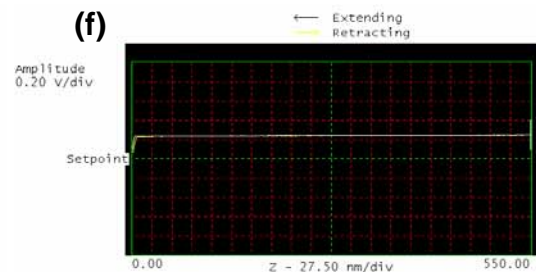
Ramp size : 552nm  
 Scan rate : 0.9965 Hz  
 Amplitude setpoint = 0.6636 V  
 Amplitude Sens.= 10.3 nm/V



Ramp size : 552nm  
 Scan rate : 0.9965 Hz  
 Amplitude setpoint = 0.6389 V  
 Amplitude Sens.= 10.5 nm/V



Ramp size : 500nm  
 Scan rate : 0.9965 Hz  
 Amplitude setpoint = 0.6517 V  
 Amplitude Sens.= 10 nm/V



Ramp size : 550nm  
 Scan rate : 0.9965 Hz  
 Amplitude setpoint = 0.5529 V  
 Amplitude Sens.= 10 nm/V

圖 3.1.1 (a)~(f)分別代表使用 Tip 1、Tip 2、Tip 3、Tip 4、Tip 5 與 n<sup>+</sup> Silicon Tip 所量測得的 force curve。



## 3.2 探針尖端半徑 $r$ 值估算

### 3.2.1 估算方法

一般而言，SPM 所使用的探針(tip)在結構上可分為三個部分：懸臂(cantilever)、錐體(Cone)、尖端(apex)，如下圖 3.2.1 所示：

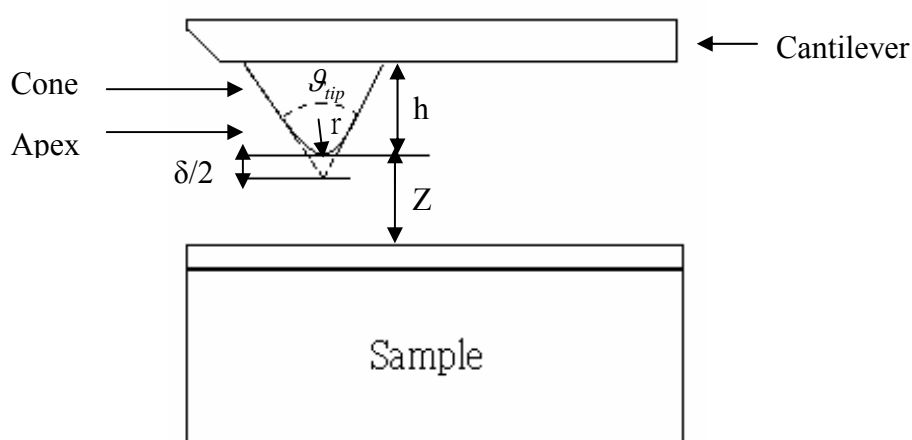


圖 3.2.1 探針示意圖。

當導電探針與導體樣品間存在靜電力時，我們將靜電力依照探針的結構區分為三個部分，cantilever 所受到的力( $F^e_{lever}$ )、Cone 所受到的力( $F^e_{cone}$ ) 與apex 所受到的力( $F^e_{apex}$ )，我們引用 Colchero *et al* [9]的分析結果分別表示於式(3.2)~(3.4)，其中， $l$ 、 $w$  與  $\theta_{lever}$  分別代表懸臂的長度、寬度以及與樣品間之夾角， $\theta_{tip}$  為探針尖端的角度， $z$  為探針與樣品間距離， $U$  為探針與樣品間之電位，

$$f(\theta_{tip}) = \ln[1/\sin(\theta_{tip}/2)] / \{ [1 - \sin(\theta_{tip}/2)][3 + \sin(\theta_{tip}/2)] \}, \quad \delta = r / \tan^2(\theta_{tip}/2),$$

而當探針與樣品間距離  $Z$  很小時，此三個靜電力分量又可分別近似為式(3.5)~(3.7)。而總靜電力由式(3.8)表示，可知此時系統的靜電力梯度以 apex 的分量為主，得式(3.9)並將此代入相位(Phase)與靜電力力梯度間之關係式，則可得到



式(3.10)，與式(3.11)。

$$F^e_{\text{lever}}(Z) = -\frac{2\tan^2(\vartheta_{\text{lever}}/2)}{\vartheta_{\text{lever}}^2} \varepsilon_0 U^2 \left[ \frac{l w}{(Z+h)^2} \frac{1}{1+2\tan(\vartheta_{\text{lever}}/2)/(Z+h)} \right] \quad (3.2)$$

$$F^e_{\text{cone}}(Z) = -\frac{4\pi}{(\pi - \vartheta_{\text{tip}})^2} \varepsilon_0 U^2 \left[ \ln\left(\frac{Z - \delta/2 + h}{Z + \delta/2}\right) - \sin(\vartheta_{\text{tip}}/2) \frac{Z - \delta}{Z - \delta/2 + h} \frac{(Z - \delta/2)}{Z + \delta/2} \right] \quad (3.3)$$

$$F^e_{\text{apex}}(Z) \cong -\frac{\pi\varepsilon_0 U^2}{1 + f(\vartheta_{\text{tip}})(Z/r)^2} \left( \frac{r + Z/2}{r - 2Z} \right)^2 \left\{ \frac{r - 2Z}{Z[1 + 2\tan^2(\vartheta_{\text{tip}}/2)Z/r] + 2\ln \frac{4Z}{2Z + r + (r - 2Z)\cos(\vartheta_{\text{tip}})}} \right\} \quad (3.4)$$

當  $Z < r$  :

$$F^e_{\text{lever}}(Z) \cong -\frac{2\tan^2(\vartheta_{\text{lever}}/2)}{\vartheta_{\text{lever}}^2} \varepsilon_0 U^2 \cdot \frac{w}{h} \frac{1}{[h + 2\tan(\vartheta_{\text{lever}}/2)]} \quad (3.5)$$

$$F^e_{\text{cone}}(Z) \cong -\frac{4\pi}{(\pi - \vartheta_{\text{tip}})^2} \varepsilon_0 U^2 \left[ \ln\left(\frac{2h}{\delta}\right) + \sin(\vartheta_{\text{tip}}/2) \right] \quad (3.6)$$

$$F^e_{\text{apex}}(Z) \cong -\pi\varepsilon_0 U^2 \frac{r}{Z} \quad (3.7)$$

$$F^e_{\text{total}}(Z) = F^e_{\text{lever}}(Z) + F^e_{\text{cone}}(Z) + F^e_{\text{apex}}(Z) \quad (3.8)$$

$$\frac{dF^e_{\text{total}}(Z)}{dZ} \cong \frac{dF^e_{\text{apex}}(Z)}{dZ} = \frac{\pi\varepsilon_0 U^2 r}{Z^2} \quad (3.9)$$

$$\Delta\varphi = -\arcsin\left(\frac{Q}{k} \frac{dF^e_{\text{total}}(Z)}{dZ}\right) \cong -\arcsin\left(\frac{Q}{k} \frac{\pi\varepsilon_0 r}{Z^2} U^2\right) \quad (3.10)$$

$$\varphi \cong -\arcsin\left[\frac{Q}{k} \frac{\pi\varepsilon_0 r}{Z^2} (V - V_0)^2\right] + \varphi_0 = -\arcsin[a(V - V_0)^2] + b \quad (3.11)$$

$$r = a \cdot \frac{kZ^2}{Q\pi\varepsilon_0} \quad (3.12)$$

我們可運用靜電力顯微鏡做相位(Phase)量測實驗，得到相位與外加直流偏壓 $V$ 間的關係曲線，再經由統計的方式得到此二次函數曲線的fitting Curve。藉由fitting Curve的函數  $\varphi = -\arcsin [a(V - V_0)^2] + b$ ，其中 $a$ 、 $V_0$ 、 $b$ 皆為常數項，我們可直接將其對應到相位與外加直流偏壓間的關係式(3.11)，故可得到原相位方程中未知係數  $\frac{Q\pi\epsilon_0 r}{kZ^2}$ 、 $V_0$ 與 $\varphi_0$ 的數值，其中  $\frac{Q\pi\epsilon_0 r}{kZ^2} = a$ ， $\varphi_0 = b$ 代表當外加直流偏壓 $V=V_0$ 時， $\varphi=0^\circ$ 所需的補償相位值，其為一背景相位值，並非由於靜電力所造成的相位變化值;而 $V_0$ 代表探針與樣品間接觸電位差的負值。值得注意的是，二次項係數  $\frac{Q\pi\epsilon_0 r}{kZ^2} = a$ ，則探針尖端的半徑 $r$ 可表示為式(3.12)。而其中探針與樣品間的距離 $Z$ ，可由先前定義出探針與樣品間的平均距離 $d = h_{tot} = h_r + h_{lift}$ 代入，則探針尖端的半徑 $r \cong a \cdot \frac{kd^2}{Q\pi\epsilon_0}$ 可被估計得。

但由於我們本次實驗所使用的樣品為半導體而非導體，所以其有效電容二次微分  $C''_{effect}$  會隨外加直流偏壓而改變，並非一常數，但方程式(2.12)仍是適用的，故在靜電力作用小的範圍內  $C''_{effect}$  差異值不大，加上所使用的探針其  $Q$  值大，造成探針受靜電力在小頻率變動的範圍內仍可解析到相位的差值，故我們仍可在一適當的範圍內，推估出探針尖端的半徑  $r$  值。

### 3.2.2 計算結果

我們分別對本次實驗所使用的六根探針，Tip 1、Tip 2、Tip 3、Tip 4、Tip 5 與 n<sup>+</sup> Silicon Tip，運用 EFM 來做相位(Phase)與外加直流偏壓於探針上的關係曲線。為了方便比較各個探針間所得到的相位曲線曲率關係，我們將所測量到的相位曲線頂點值皆平移至座標原點(0,0)。

首先，我們對樣品的 N-type 區域做量測，由先前表 3.2 可定義出  $h_T$ ，加上提高的高度  $h_{lift}$  則可得量測時探針與樣品間的平均距離  $d$ ，如表 3.3 所示，在此大約 30~40nm 的量測距離範圍下則可得到曲線圖 3.2.2 的結果，其中，fitting curve 為以原點為中心 -2V~+2V 的選取範圍下所 fit 出的結果，其曲線方程的二次項係數  $a$  可分別列於表 3.4。我們可以發現在探針與樣品距離  $d$  差不多的情況下，比較所得到的曲線曲率大小，分別為使用 Tip 5 > Tip 4 > Tip 3 > Tip 2 > Tip 1 > n<sup>+</sup> Silicon Tip；且對單一曲線而言，外加直流偏壓為正的區域與外加直流偏壓為負的區域，其曲線的斜率有一點不同，非一理想對稱的拋物線方程，故以下我們將對單一曲線以原點為中心區分為正、負電壓兩區域，在  $\pm 2V$  的範圍內，fit 出的 fitting curve 二次項係數  $a$  值分別標示於表 3.5 中。

表 3.3 探針與樣品間平均距離

	Tip 1	Tip 2	Tip 3	Tip 4	Tip 5	n <sup>+</sup> Silicon Tip
$h_T$ (nm)	8.27	9.22	6.84	6.71	6.52	5.5
$h_{lift}$ (nm)	30	20	30	30	30	30
平均距離 $d$ (nm) $d = h_{tot} = h_T + h_{lift}$	38.3	30	36.8	36.7	36.5	35.5

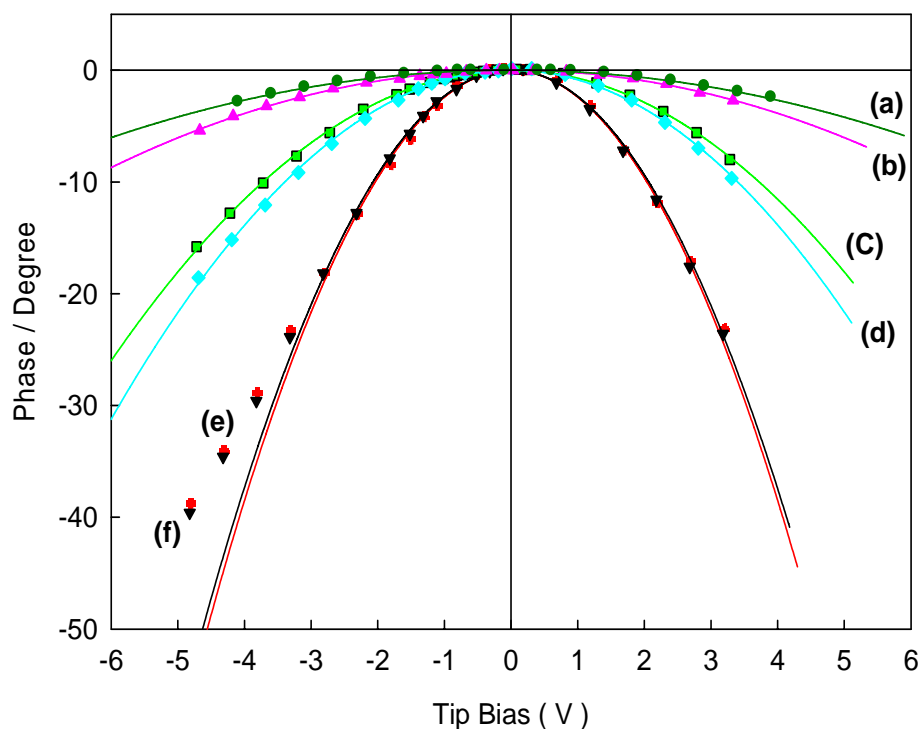


圖 3.2.2 曲線(a)~(f)分別代表使用 n<sup>+</sup> Silicon Tip、Tip 1、Tip 2、Tip 3、Tip 4 與 Tip 5 量測 N-type 區域所得到的 Phase( $\phi$ ) 與 Tip Bias(V) 之關係曲線圖。

表 3.4 以曲線原點為中心-2V~+2V 範圍下所得到 fitting curve 二次項係數 a 值。

	Tip 1	Tip 2	Tip 3	Tip 4	Tip 5	n <sup>+</sup> Silicon Tip
a Value (V <sup>-2</sup> )	0.004	0.0121	0.0148	0.04	0.042	0.0029

表 3.5 相位曲線區分為正、負電壓兩區域下所得到的 fitting curve 二次項係數 a。

	Range	Tip 1	Tip 2	Tip 3	Tip 4	Tip 5	n <sup>+</sup> Silicon Tip
a Value (V <sup>-2</sup> )	0 ≤ V ≤ 2	0.0039	0.0107	0.0159	0.0391	0.0401	0.0026
	-2 ≤ V ≤ 0	0.0048	0.015	0.0159	0.0458	0.0473	0.0029

由於探針尖端的半徑  $r \cong a \cdot \frac{kd^2}{Q\pi\epsilon_0}$ ，而其中  $Q$  與  $d$  值分別可由表 3.1 和表 3.3 得知，另外我們使用  $k=42 \text{ N/m}$  代入方程，故我們由此關係式計算出各個探針的  $r$  值並標示於表 3.6 中。

表 3.6 各個探針尖端半徑  $r$  估計值

		Tip 1	Tip 2	Tip 3	Tip 4	Tip 5	n <sup>+</sup> Silicon Tip
r (nm)	$0 \leq V \leq 2$	19	57	71	176	184	16
	$-2 \leq V \leq 0$	24	79	71	206	217	18
$\Delta r$ (nm)		5	8	0	30	33	2

我們發現計算出的探針  $r$  值與所選的電壓區域有關，這是因為我們所使用的樣品為半導體而非導體的緣故，樣品內部表面的載子濃度會隨外加直流偏壓而改變，故有效  $C_{effect}''$  也隨之改變，並非一常數項，故電壓區域的選擇是相當重要的。由於我們所使用的樣品為 N-type 區域，當外加直流正偏壓於探針上時，N-type 區域的 major carrier 電子將累積於表面，即所謂的 accumulation regime，此時  $C_{effect}''$  的改變量較外加直流負偏壓於探針上時要來的小，且我們所估計得的  $d$  值在此狀態下也較適用，故我們以  $0 \leq V \leq 2$  範圍下所計算出的  $r$  值，定義出各個探針尖端半徑。

相同的方法也可用於樣品 P-type 區域上，而量測時探針與樣品間的平均距離  $d$  與先前相同由表 3.3 可得知，所得到的相位與外加直流偏壓於探針上的關係曲線圖 3.2.3，在  $-2V \sim +2V$  的選取範圍下，比較所得到的曲線曲率大小結果與先前相同，分別為使用 Tip 5 > Tip 4 > Tip 3 > Tip 2 > Tip 1 > n<sup>+</sup> Silicon Tip。對單一曲線以原點為中心區分為正、負電壓兩區域，在  $\pm 2V$  的範圍內，fit 出的 fitting curve 二次項係數  $a$  值與計算出的  $r$  值分別標示於表 3.7 與表 3.8 中。

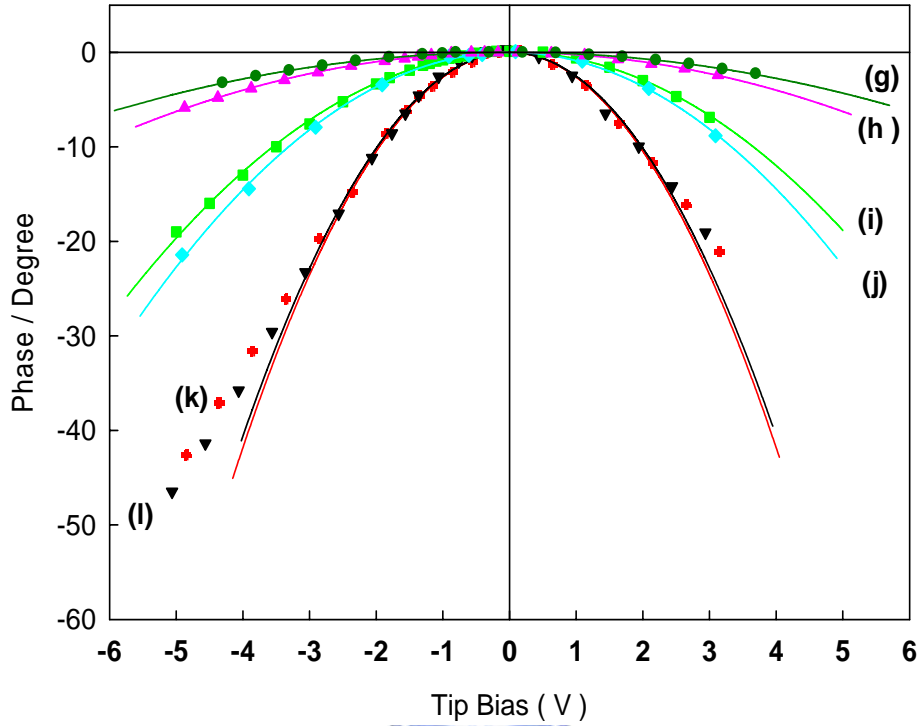


圖 3.2.3 曲線(g)~(l)分別代表使用 n<sup>+</sup> Silicon Tip、Tip 1、Tip 2、Tip 3、Tip 4 與 Tip 5 量測 P-type 區域所得到的 Phase( $\varphi$ ) 與 Tip Bias 之關係曲線。

表 3.7 相位曲線區分為正、負電壓兩區域下所得到的 fitting curve 二次項係數 a。

	Range	Tip 1	Tip 2	Tip 3	Tip 4	Tip 5	n <sup>+</sup> Silicon Tip
a Value	$0 \leq V \leq 2$	0.004	0.0138	0.0169	0.04	0.0396	0.0034
(V <sup>-2</sup> )	$-2 \leq V \leq 0$	0.0053	0.015	0.0153	0.0514	0.053	0.0041

表 3.8 各個探針尖端半徑 r 估計值。

		Tip 1	Tip 2	Tip 3	Tip 4	Tip 5	n <sup>+</sup> Silicon Tip
r (nm)	$0 \leq V \leq 2$	20	73	75	180	182	21
	$-2 \leq V \leq 0$	26	79	68	232	243	25
$\Delta r(\text{nm})$		6	6	13	52	61	4

比較相位曲線圖 3.2.2 與 3.2.3，我們可以發現不管是在 N-type 或 P-type 區域量測，所得到的相位曲線不對稱性，皆為使用探針尖端半徑  $r$  值較大時比  $r$  值較小時來的明顯。

由以上的實驗可以發現到，不論是在 N-type 或 P-type 區域做量測，此六根探針的尖端半徑  $r$  值大小關係結果，皆為 Tip 5  $\succ$  Tip 4  $\succ$  Tip 3  $\succ$  Tip 2  $\succ$  Tip 1  $\succ$   $n^+$  Silicon Tip，故我們可以此方法確定出此六根探針的  $r$  值大小關係。



### 3.3 掃描影像與分析

由此章節開始進入本次實驗的主題，我們將分別使用不同  $r$  值的探針：Tip 1( $r=19\text{nm}$ )、Tip 2( $r=57\text{nm}$ )、Tip 3( $r=71\text{nm}$ )、Tip 4( $r=176\text{nm}$ )、Tip 5( $r=184\text{nm}$ )、 $n^+$  Silicon Tip ( $r=16\text{nm}$ )，在外加不同直流偏壓於探針上的情況下，對同一樣品 Si (100) P-N junction 表面做 AFM Topography 影像掃描並觀察其影像變化，以及運用靜電力顯微鏡對其做相位(Phase)量測實驗；另外，在未加任何額外電壓的狀態下，量測樣品表面電位。以此方式得到接下來的六組實驗數據：實驗(一)~實驗(六)，且調控每次實驗的探針與樣品間距離約為一定值。

#### 3.3.1 實驗(一)

##### 3.3.1.1 AFM - Topography 影像量測

我們首先使用 Tip 1 ( $r=19\text{nm}$ )做影像量測，其探針的自然共振頻  $\omega_0=280.638$  kHz 與 free oscillating amplitude  $\cong 14.5$  nm，圖 3.3.1 為在探針掃描速率 1Hz 且擺盪振幅為 free oscillating amplitude 的 64% 狀態下所取得的影像圖 3.3.1。

我們由影像圖 3.3.1 可發現，所掃描得的樣品表面形貌圖發生改變了，影像對比強弱並不相同，直接由影像讀取資訊，代表樣品 N-type 區域與 P-type 區域間的 Z 方向高度差不同應為不相同的樣品，但這是不可能的，由於我們在掃描期間並未更換樣品所以是同一樣品，故我們可以發現此時掃描 Topography 影像發生 error，而這 error 的存在跟探針與樣品間電位差有關。我們進一步將圖 3.3.1 影像中的 N-type 區域與 P-type 區域間的 Z 方向高度相減，得到兩區域間的高度差(nm)與探針外加直流電壓(V)的關係曲線圖 3.3.2。



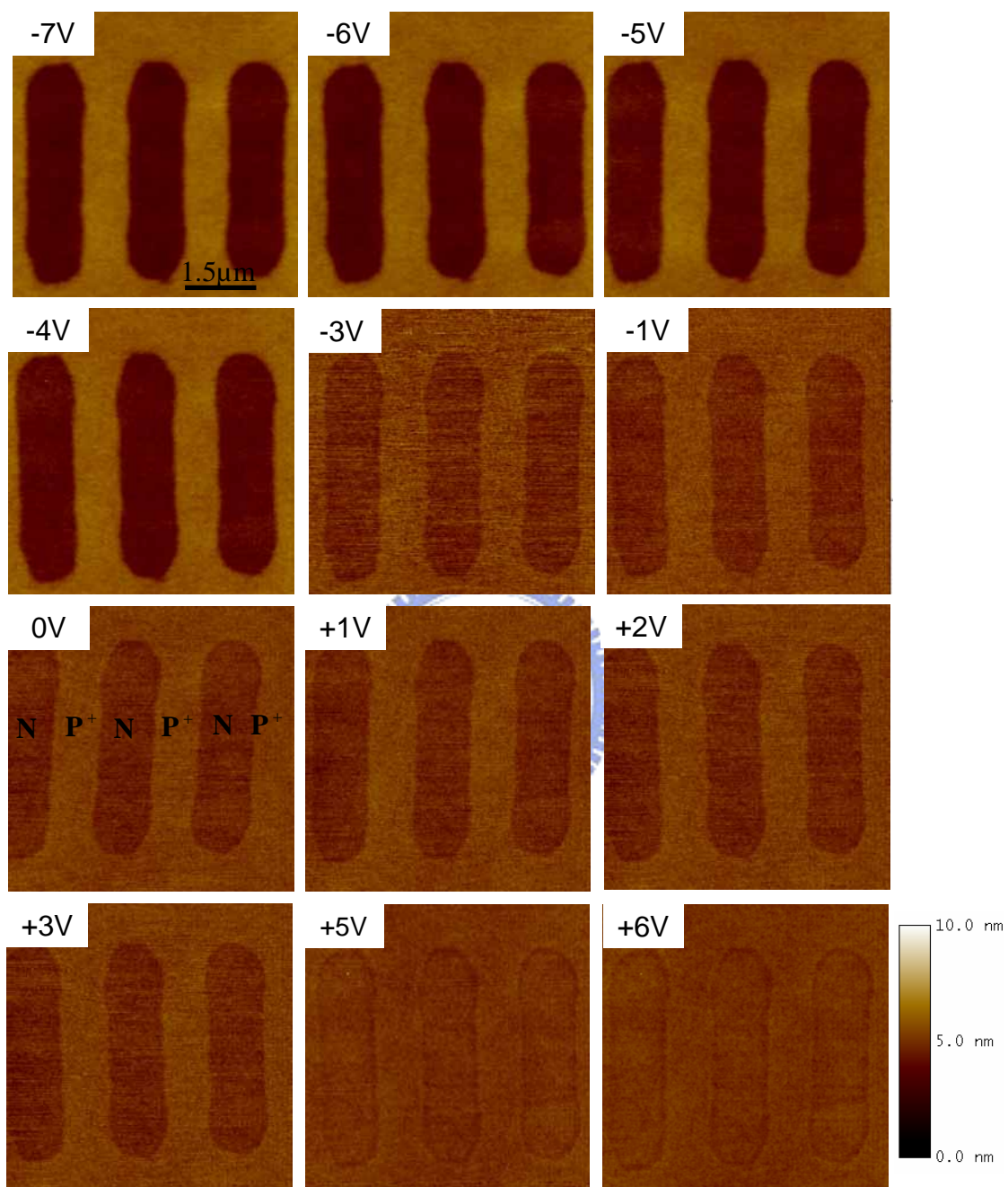


圖 3.3.1 使用 Tip 1 所得到 Topography 與 Tip Bias (V)的關係掃描影像圖。

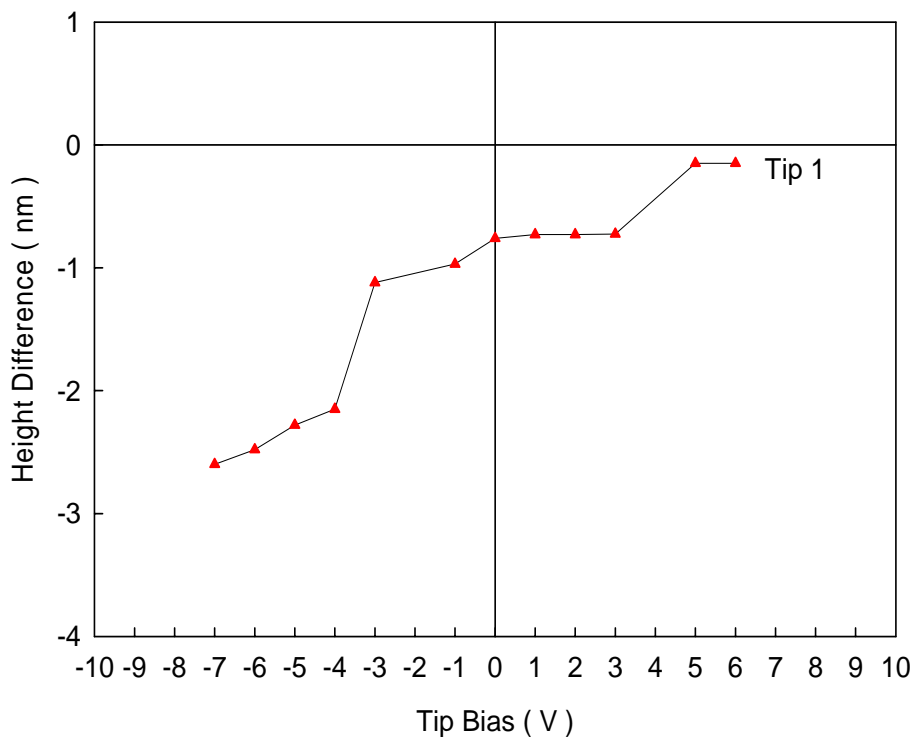


圖 3.3.2 Tip Bias (V) 與 N、P 兩區域 Z 高度差之關係曲線。

由曲線圖 3.3.2 可歸納出此曲線的(1)~(2)點趨勢：

(1) 似乎可依電壓值區分為三個區域，小電壓區域(-3V~+3V)、大正電壓區域與大負電壓區域：

當外加電壓-3V~+3V 於探針上時，其影像 N-type 區域與 P-type 區域間的高度差變化沒有很明顯在 0.5nm 以內；但當外加電壓大時，其 N-type 區域與 P-type 區域間的高度差變化明顯。

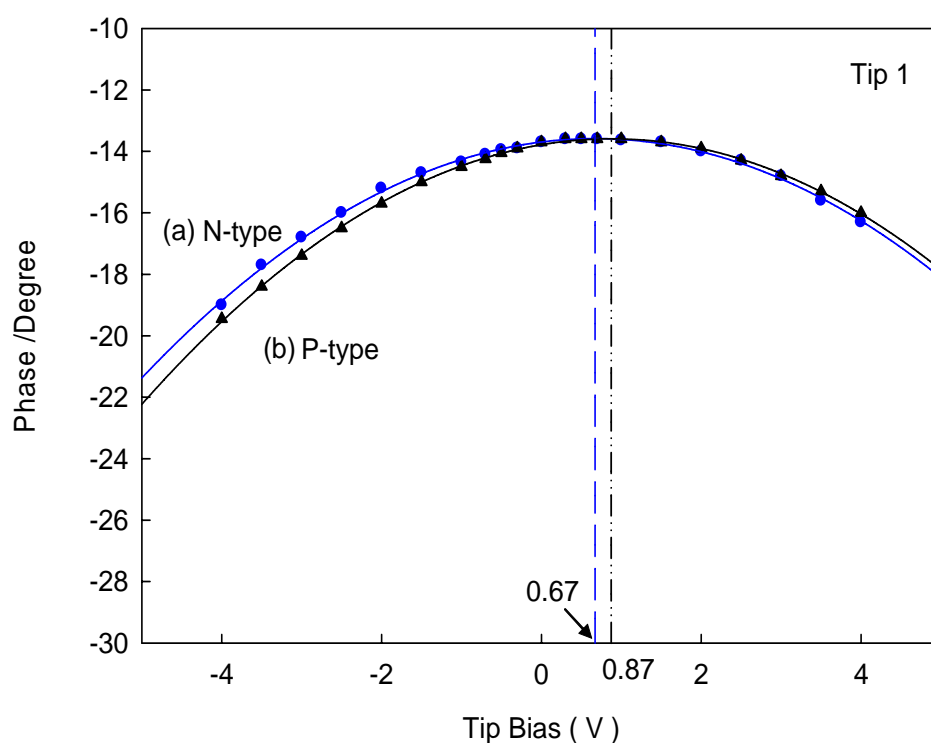
(2) 當外加大正電壓與大負電壓時其高度差變化是相反的趨勢且不等量：

當外加+5V 時 N-type 區域與 P-type 區域間的高度差縮小了約為 0.15nm，然而在外加-5V 時 N-type 區域與 P-type 區域間的高度差卻增大了約為 2.3nm，故此時負電壓所造成的差值要比正電壓來的大，造成曲線左右兩邊呈現出上下不對稱。

### 3.3.1.2 EFM –相位量測

爲了想進一步了解 AFM 掃描影像 error 的來源，我們運用靜電力顯微鏡(EFM) 做相位變化量測。藉由分析相位變化與外加直流電壓於探針上的關係曲線，我們可以從中了解到當探針與樣品間存在不同電位時，所產生的靜電力分別於 N-type 與 P-type 區域作用的大小與影響力狀況。另外，也可直接由影像觀察，掃描 N-type 與 P-type 兩區域的相位影像，觀察 N-type 與 P-type 區域的影像對比以了解靜電力對 N-type 與 P-type 區域的作用情形。

(一). 首先我們分別對樣品的 N-type 與 P-type 區域做相位變化與外加直流電壓於探針上的關係曲線量測，在 Lift scan height =30nm 的狀態下得到曲線圖 3.3.3。



曲線圖 3.3.3 Tip1 分別在 N 與 P 區域所得 Tip Bias 與 Phase ( $\phi$ )的關係曲線(a)與(b)。

我們對曲線圖 3.3.3 做分析，可以得到以下(1)~(5)點歸納：

(1) Contact Potential Difference  $V_{N-P}$  存在：

首先，我們發現不論是在 N-type 或 P-type 區域所測量到的曲線頂點位置都不是在  $V_{\text{TipBias}}=0$  處，而是分別往正電壓的方向偏移了 0.67 與 0.87 的量；故對 N-type 區域而言，當外加直流電壓  $V_{\text{TipBias}}=0.67\text{V}$  時，探針與樣品間無靜電力存在，而對 P-type 區域而言，當外加直流電壓  $V_{\text{TipBias}}=0.89\text{V}$  時，探針與樣品間無靜電力存在。

所以，即使在未加任何額外直流電壓於探針的狀況下，探針與樣品間仍存在一接觸電位且對於 N-type 區域與 P-type 區域其值分別為  $V_N = -0.67\text{V}$  與  $V_P = -0.89\text{V}$ ，這是由於樣品 N-type 區域與 P-type 區域的功函數並不不同的緣故，故由此曲線我們可以得知，N-type 區域與 P-type 區域間的接觸電位差  $V_{N-P} =$

$$V_N - V_P = 0.2\text{V}。$$

(2) P-type 區域相位頂點偏移原點量  $\gg$  N-type 區域，且皆為正值：

由曲線圖 3.3.3 我們還可以發現由於 P-type 區域與 N-type 區域間存在接觸電位差的關係，造成 P-type 的相位曲線與 N-type 的相位曲線頂點產生平移，使得當外加直流電壓往正電壓方向時，在相同電壓的大小下比較得 N-type 區域的  $\Delta\phi$  值要比 P-type 區域大一些，而由於方程式(2.10)，故我們可以知道 N-type 區域所受到的 electrostatic force gradient 是大於 P-type 的區域；而當外加直流電壓往負電壓方向時，在相同電壓的大小下比較發現情況剛好與之前相反，N-type 區域的  $\Delta\phi$  值要比 P-type 區域小，故此時 N-type 區域所受到的 electrostatic force gradient 將小於 P-type 的區域。

(3) 相位曲線並非完美的對稱拋物曲線：

由於我們不論是在 N-type 或 P-type 區域所得到的相位曲線圖，皆有微量的不對稱性存在，且對 N-type 與 P-type 區域所得到的曲線中心點而言，由表 3.5

與表 3.7 可知曲線斜率皆為往正電壓的方向斜率比負電壓方向的斜率來的小，故在相同電壓大小下比較兩曲線間的相位差值，發現往正電壓方向的相位差值要比往負電壓方向所得到的差值來的小，故當外加電壓大小相同但正負號不同時，其 P 與 N type 兩區域間的 electrostatic force gradient 差值並非等量對應的。

(4) 在外加小電壓的區域間  $\Delta\phi$  較外加大電壓來的不敏感：

由於  $\Delta\phi$  與電壓為二次方程的關係式，故在此區域  $\Delta\phi$  的變化不論是對 N-type 或 P-type 區域所測量到的曲線而言，皆較不敏感。

(5) 存在一補償電位位於兩曲線交界點：

在兩曲線交界點  $V_{\text{TipBias}} \cong 0.7V$ ，N-type 區域與 P-type 區域的  $\Delta\phi$  值是相等的，故此狀態下兩區域間所受到的 electrostatic force gradient 是相等的。

(二). 接下來我們直接由影像來觀察相位變化，藉掃描 N-type 與 P-type 兩區域得相位影像圖 3.3.4。我們可以明顯知道在  $V_{\text{TipBias}} = 0$  時兩區域仍存在相位差，而當外加負電壓愈大時，其間相位差愈大，而在  $V_{\text{TipBias}} \cong 0.8V$ ，兩區域間的相位差值明顯變小很多，當外加正電壓持續加大後兩區域間相位差對比又再次出現。

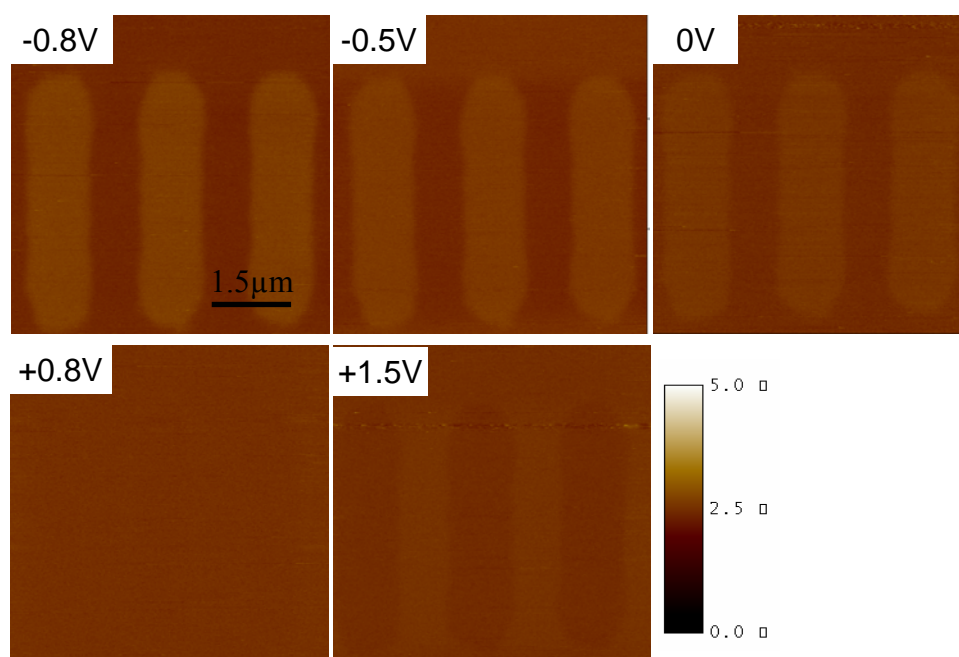


圖 3.3.4 在外加不同直流電壓於探針下，所得到的相位掃描影像。

### 3.3.1.1 表面電位量測

由之前的相位曲線分析可間接得知探針與樣品間存在一接觸電位。接下來我們使用直接量測 Surface Potential 的方式，來檢驗樣品 N-type 與 P-type 區域是否與探針間真的有接觸電位的存在，圖 3.3.5(a)為 Lift scan height = 30nm、Drive amplitude=2V、Drive phase =0°的狀態下所測量到的表面電位影像。

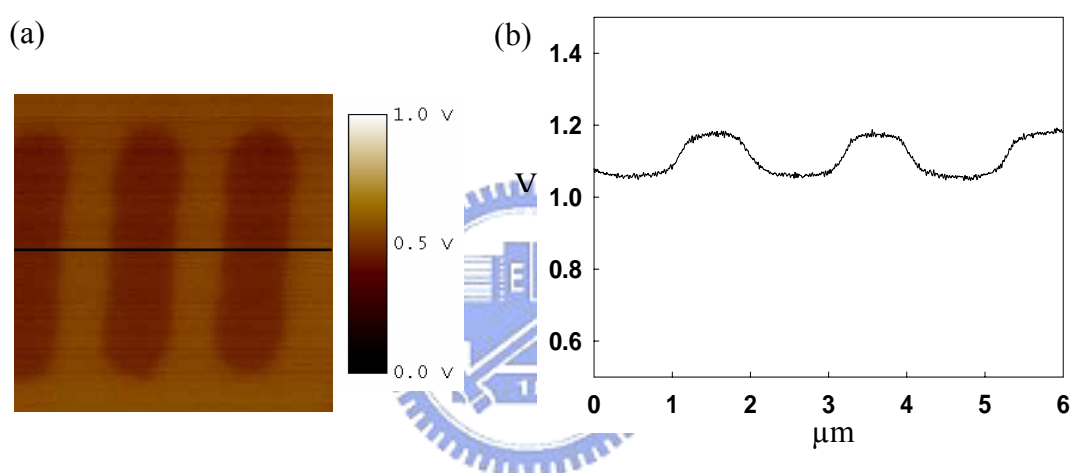


圖 3.3.5 Surface Potential 影像(a)與 line profile(b)。

由圖 3.3.5(b)，可以發現樣品 N-type 與 P-type 區域間真的有接觸電位差的存在且可知道  $V_{N-P} = V_N - V_P \cong 0.12V$ ，與我們經由相位曲線分析所得的值  $V_{N-P} = 0.2V$ ，差距並沒有很大。

由以上的數據顯示，我們可以推測當外加探針電壓約為探針與 N-type 區域間之接觸電位負值( $-V_N = 0.67V$ )與探針與 P-type 區域間之接觸電位負值( $-V_P = 0.89V$ )的中間值  $V_{\text{TipBias}} \cong 0.7V$  附近時，樣品 N-type 與 P-type 間 electrostatic force gradient 差值將達到最小，靜電力的影響將經由此一補償電位的作用而減少到最小。





### 3.3.1 實驗(二)

我們使用 Tip 2 ( $r=57\text{nm}$ )做實驗量測，其探針的自然共振頻  $\omega_0=260.252\text{ kHz}$  與 free oscillating amplitude  $\cong 12.3\text{ nm}$ ，為在探針掃描速率  $1\text{Hz}$  且擺盪振幅為 free oscillating amplitude 的 75%狀態下所取得的影像圖 3.3.6。

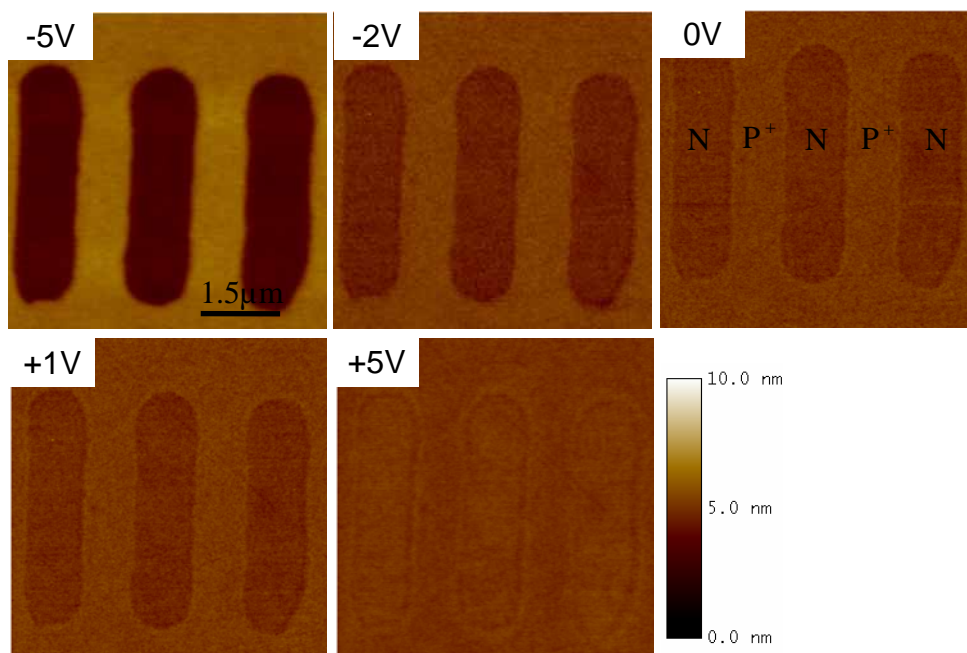


圖 3.3.6 使用 Tip 2 所得 Topography 與 Tip Bias (V)的關係掃描影像圖。

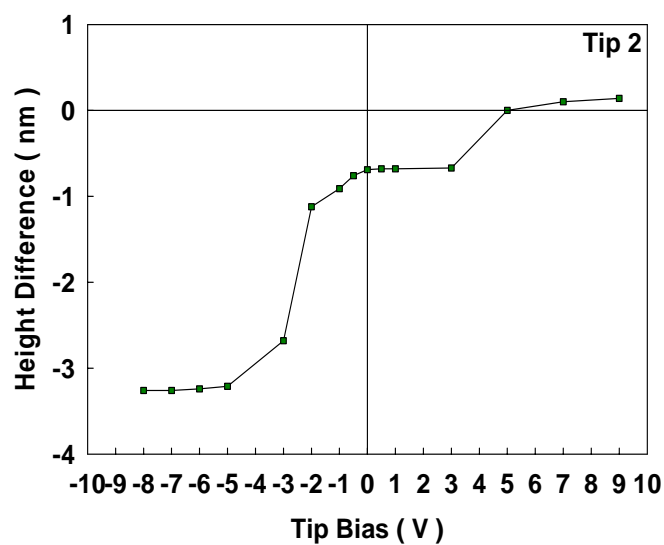


圖 3.3.7 Tip Bias (V) 與 N、P 兩區域 Z 高度差之關係曲線。



我們由影像圖 3.3.6 與曲線圖 3.3.7 可發現與先前實驗(一)的狀況相似，但不同的是在外加大正電壓( $>5V$ )時，其影像對比開始出現微量的反轉，即影像 N-type 區域的高度要比 P-type 區域間的高度來的大一點，故 Tip 2 的影像 error 要比 Tip 1 來的大。

在 EFM - Phase measurement 方面，得到圖 3.3.8 與曲線 3.3.9：

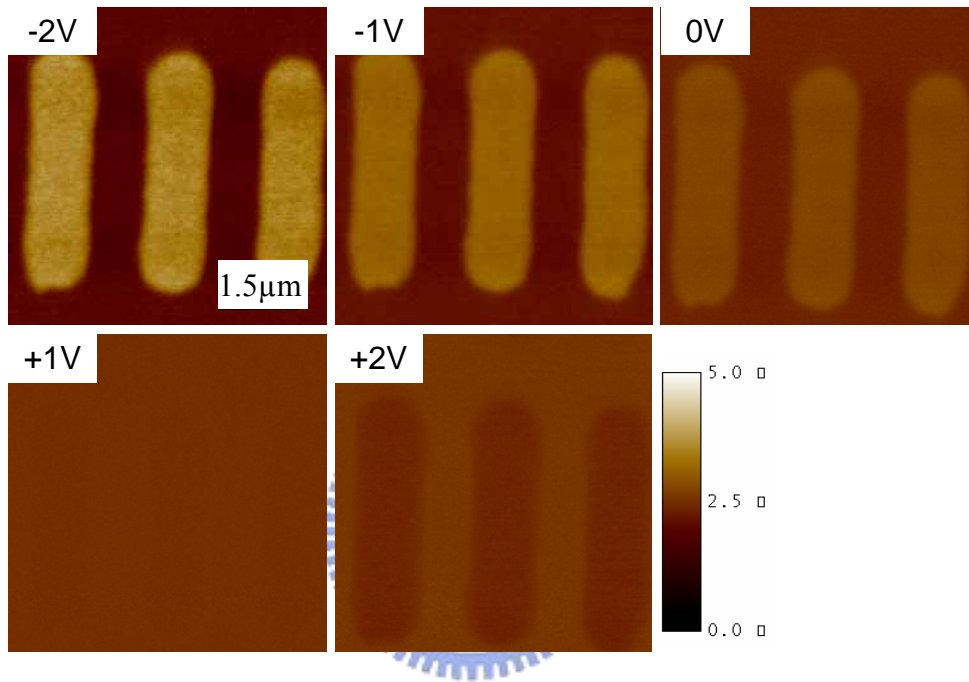
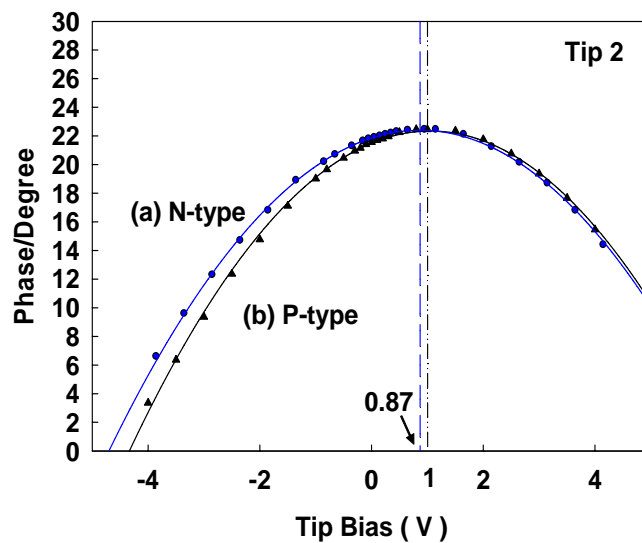


圖 3.3.8 外加探針不同電壓且 Lift scan height=20nm 所得到的相位掃描影像。



曲線圖 3.3.9 分別於 N 與 P 區域所得 Tip Bias 與 Phase ( $\varphi$ )的關係曲線(a)與(b)。

我們對曲線圖 3.3.9 做分析的結果，一樣可以得到以下(1)~(5)點歸納：

(1) Contact Potential Difference  $V_{N-P}$  存在：

對於 N-type 區域與 P-type 區域而言，其值分別為  $V_N = -0.87V$  與  $V_P = -1V$ ，故 N-type 區域與 P-type 區域間的接觸電位差  $V_{N-P} = V_N - V_P = 0.13V$ 。

(2) P-type 區域相位頂點偏移原點量  $\gg$  N-type 區域，且皆為正值。

(3) 相位曲線並非完美的對稱拋物曲線：

實驗(一)所存在的相位曲線微量不對稱問題，在此也一樣顯現出來，由表 3.5 與表 3.7 可得知。

(4) 在外加小電壓的區域間， $\Delta\phi$  較外加大電壓來的不敏感：

在外加小電壓的區域間， $\Delta\phi$  的變化一樣較外加大偏壓的區域來的不敏感，但與曲線 3.3.3 比較後可以發現，其敏感度較使用 Tip 1 時來的大。這是因為 Tip 2 的  $r$  值為 57nm 較 Tip 1 ( $r=19nm$ )大，由關係式(3.12)可知，當探針與樣品間距離  $d$  差不多的狀態下，相位曲線的二次項係數  $a$  值將與  $r$  值成正比關係，故  $r$  值愈大則曲線曲率愈大，對相位變化的敏感度因此提高，約提高 3 倍。

(5) 存在一補償電位位於兩曲線交界點：此兩曲線交界點位於  $V_{\text{TipBias}} \cong 0.94V$ 。

接下來，我們直接由影像圖 3.3.8 來觀察 N-type 與 P-type 兩區域相位變化，發現在  $V_{\text{TipBias}} = 0$  時，兩區域仍舊存在相位差且影像對比較實驗(一)的相位影像來的強烈。當外加電壓  $V_{\text{TipBias}} = 1V$  附近時，我們可以明顯由影像觀察到 P、N 兩區域間的相位差對比幾乎消失了，與我們之前用曲線圖 3.3.9 分析下所得到的補償電位值  $V_{\text{TipBias}} \cong 0.94V$  相符，當外加正電壓持續加大後，兩區域間相位差對比又再次出現。

在表面電位量測方面，圖 3.3.10 為 Lift scan height = 30nm、Drive amplitude=5V、Drive phase =0<sup>0</sup>的狀態下所測量到的 Surface Potential 影像。

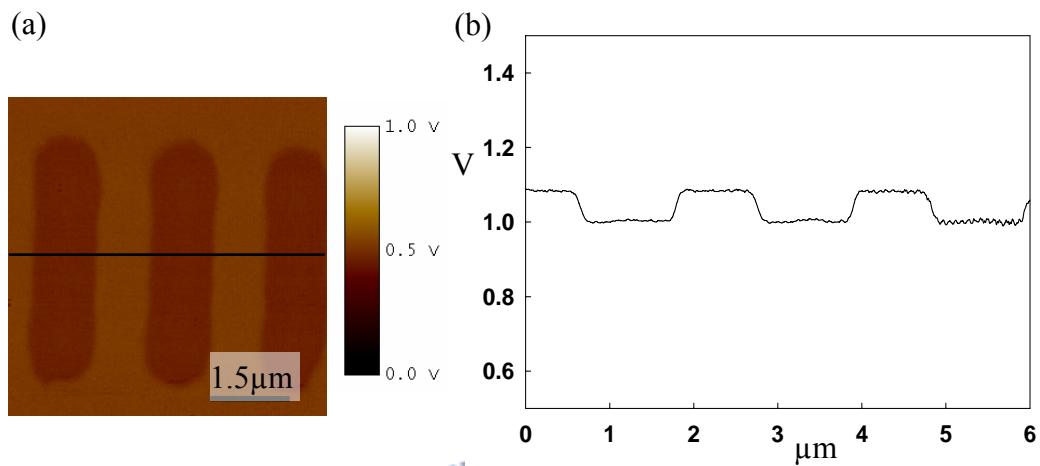


圖 3.3.10 Surface Potential 影像(a)與 line profile(b)。

由圖 3.3.10，可以發現樣品 N-type 與 P-type 區域間真的有接觸電位差的存在且  $V_{N-P} = V_N - V_P \cong 0.11V$ ，與我們經由相位曲線分析所得的值  $V_{N-P} = 0.13V$  差不多。

### 3.3.1 實驗 (三)

我們使用 Tip 3 ( $r=71\text{nm}$ )做實驗量測，其探針的自然共振頻  $\omega_0=280.637\text{kHz}$  與 free oscillating amplitude  $\cong 10.3\text{ nm}$ ，圖 3.3.11 為在探針掃描速率  $1\text{Hz}$  且擺盪振幅為 free oscillating amplitude 的 66%狀態下所取得的影像圖。

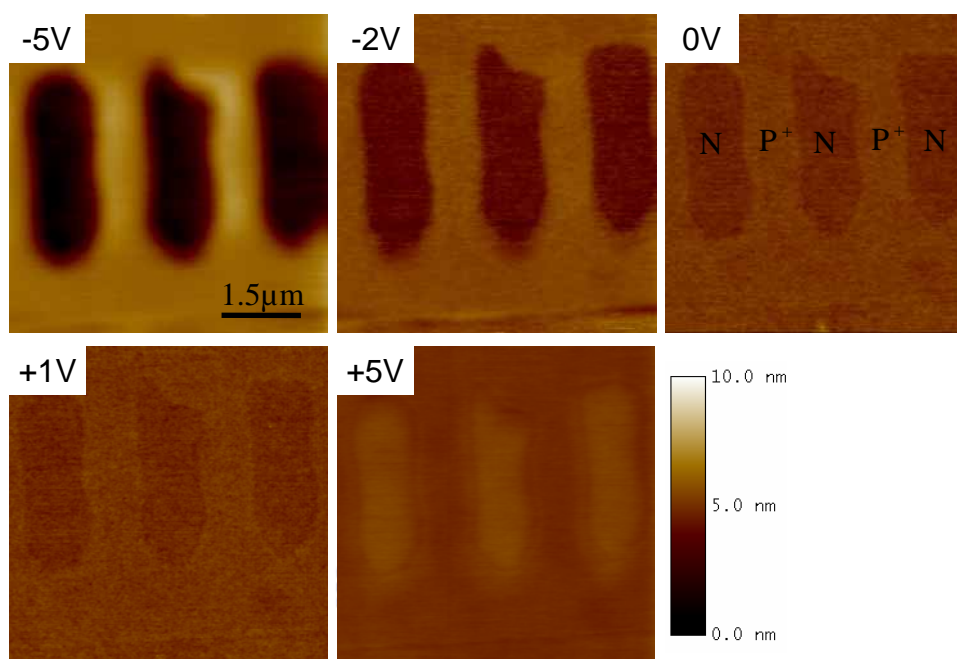


圖 3.3.11 使用 Tip 3 所得 Topography 與 Tip Bias (V)的關係掃描影像圖。

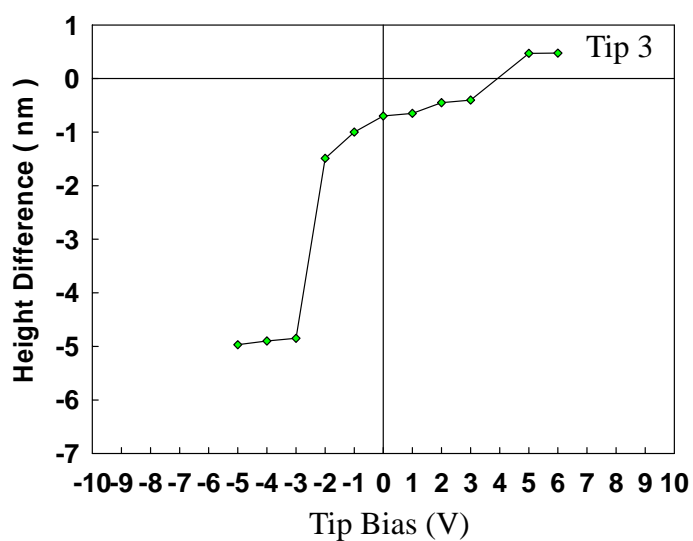


圖 3.3.12 Tip Bias (V) 與 N、P 兩區域 Z 高度差之關係曲線。

我們由影像圖 3.3.11 與曲線圖 3.3.12 可發現，所掃描得的樣品表面形貌圖一樣隨外加偏壓而發生改變了，與先前實驗的狀況相似，但不同的是，其曲線變化較實驗(一)與實驗(二)都要來的大，當在外加大正電壓(>5V)時，其影像依舊呈現出反轉。

在 EFM - Phase measurement 方面，得到圖 3.3.13 與曲線 3.3.14：

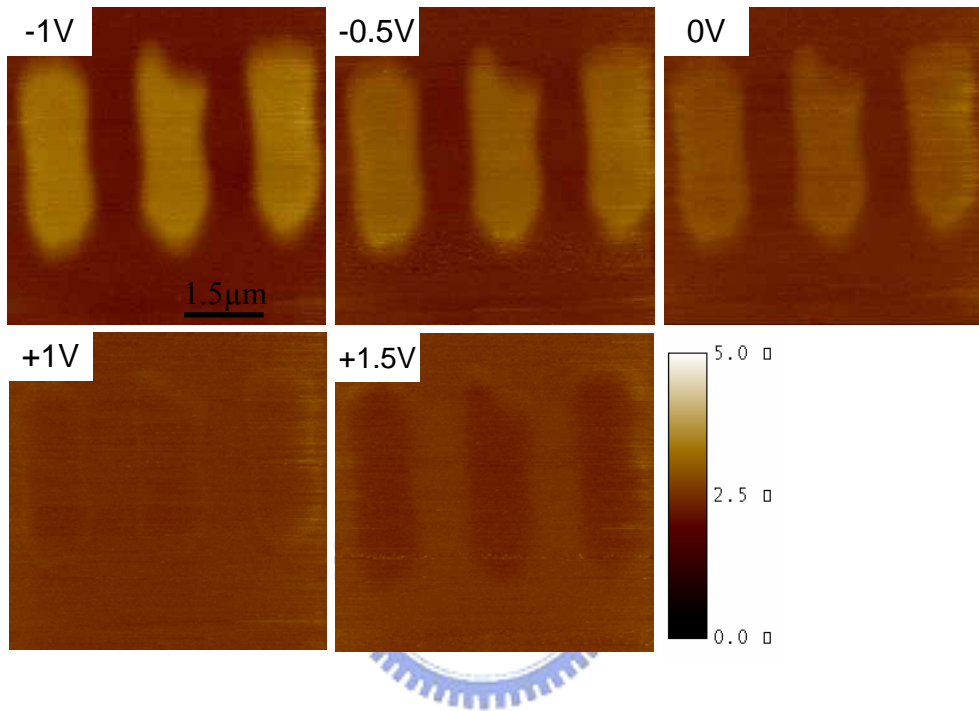
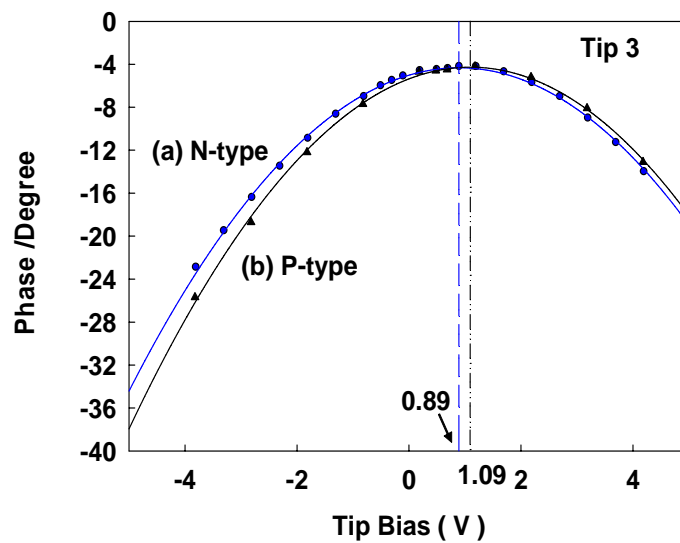


圖 3.3.13 外加不同電壓於探針且 Lift scan height=30nm，所得到的相位掃描影像。



曲線圖 3.3.14 分別於 N 與 P 區域所得 Tip Bias 與 Phase ( $\varphi$ )的關係曲線(a)與(b)。

我們對曲線圖 3.3.114 做分析的結果，一樣可以得到以下(1)~(5)點歸納:

(1) Contact Potential Difference  $V_{N-P}$  存在：

對於 N-type 區域與 P-type 區域而言，其值分別為  $V_N = -0.89V$  與  $V_P = -1.09V$ ，故 N-type 區域與 P-type 區域間的接觸電位差  $V_{N-P} = V_N - V_P = 0.2V$ 。

(2) P-type 區域相位頂點偏移原點量 > N-type 區域，且皆為正值。

(3) 相位曲線並非完美的對稱拋物曲線：

相位曲線微量不對稱問題依舊存在且比之前實驗結果來的明顯一些，由表 3.5 與表 3.7 可得知。

(4) 在外加小電壓的區域間， $\Delta\phi$  較外加大電壓來的不敏感：

在與曲線 3.3.3 與 3.3.8 比較後可以發現，其敏感度較使用 Tip 1 與 Tip 2 時來的大，由於 r 值 Tip 3(r=71nm) > Tip 2(57nm) > Tip 1 (r=19nm)的關係。

(1) 存在一補償電位位於兩曲線交界點：交界點位於  $V_{\text{TipBias}} \cong 1V$ 。



接下來，我們直接由影像圖 3.3.13 來觀察 N-type 與 P-type 兩區域相位變化，發現在  $V_{\text{TipBias}} = 0$  時，兩區域仍舊存在相位差且影像對比較先前實驗的相位影像來的強烈。當外加電壓  $V_{\text{TipBias}} = 1V$  附近時，我們可以明顯由影像觀察到 P、N 兩區域間的相位差對比減小，與我們之前用曲線圖 3.3.14 分析下所得到的補償電位值  $V_{\text{TipBias}} \cong 1V$  相符。

在表面電位量測方面，圖 3.3.15(a)為 Lift scan height = 30nm、Drive amplitude=2V、Drive phase =0°的狀態下所測量到的表面電位影像。

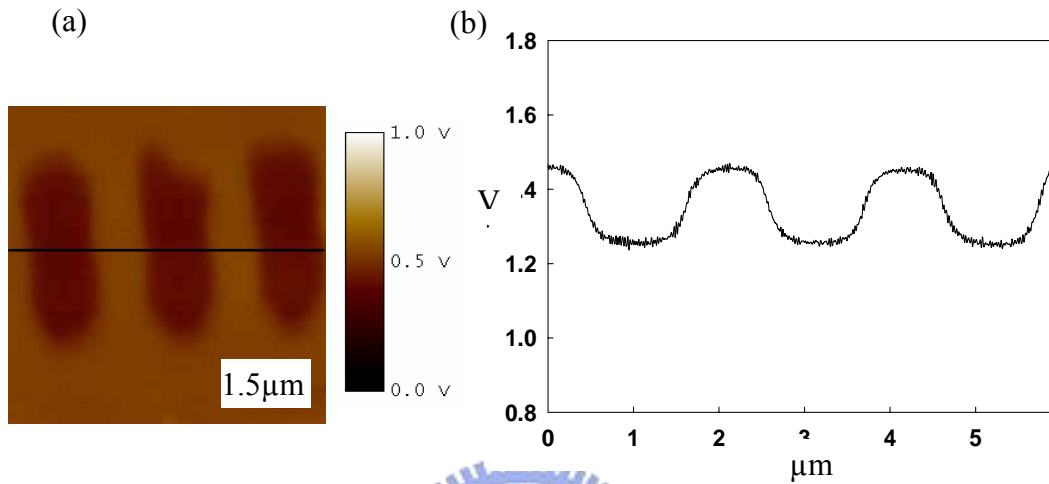


圖 3.3.15 Surface Potential 影像(a)與 line profile(b)。

我們可以發現樣品 N-type 與 P-type 區域間真的有接觸電位差的存在，且  $V_{N-P} = V_N - V_P \cong 0.16V$ ，與我們經由相位曲線分析所得的值  $V_{N-P} = 0.2V$  差距不大。

### 3.3.1 實驗(四)

我們使用 Tip 4 ( $r=176\text{nm}$ )做實驗量測，其探針的自然共振頻  $\omega_0=280.637\text{kHz}$  與 free oscillating amplitude  $\cong 10.5\text{ nm}$ ，圖 3.3.16 為在探針掃描速率為  $1\text{Hz}$  且擺盪振幅為 free oscillating amplitude 的  $57\%$ 狀態下所取得的影像圖 3.3.16。

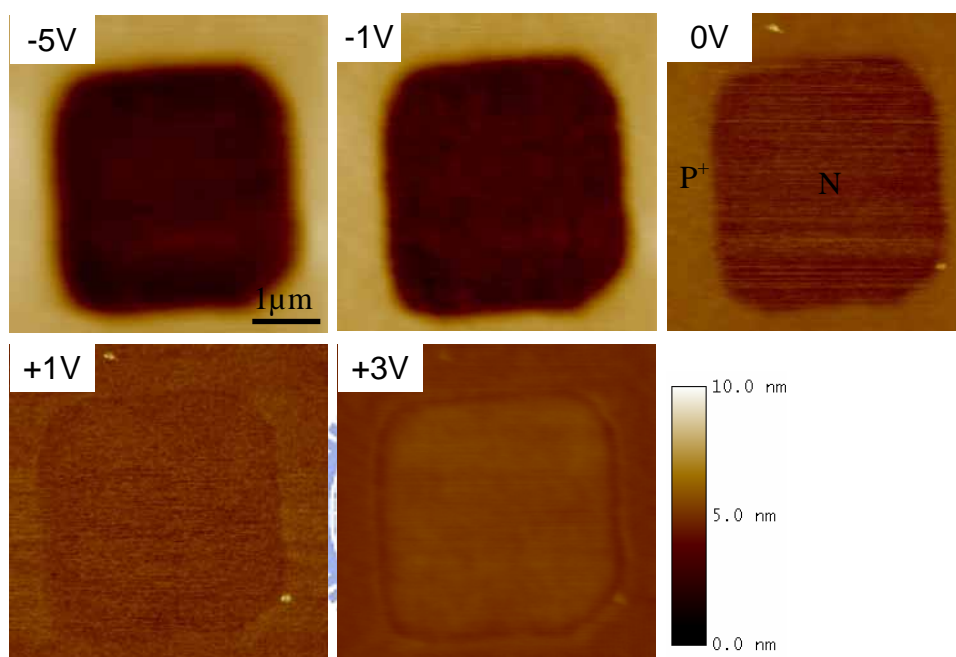


圖 3.3.16 使用 Tip 4 所得的 Topography 與 Tip Bias (V)的掃描影像圖。

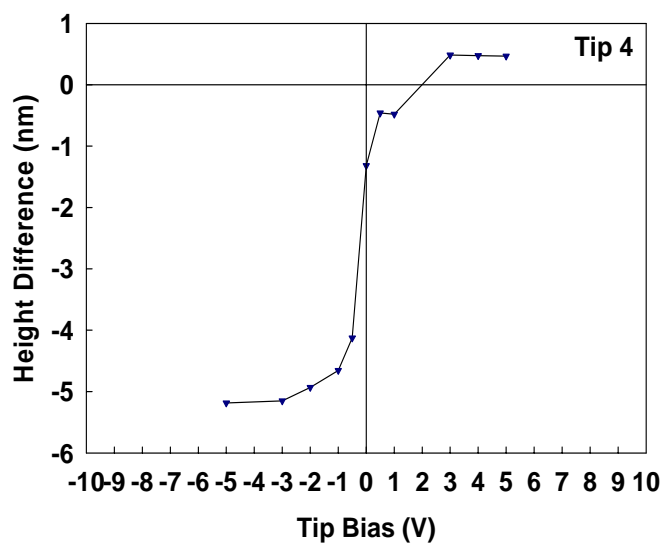


圖 3.3.17 Tip Bias (V) 與 N、P 兩區域 Height Difference (nm)之關係曲線。



我們由影像圖 3.3.16 與曲線圖 3.3.17 可發現所掃描得的樣品表面形貌圖一樣隨外加偏壓而發生改變了，與先前實驗的狀況相似，但不同的是，其曲線變化較先前實驗都要來的大，且當外加正 3V 時，其影像即呈現出反轉，較先前實驗(二)與(三)所需的反轉電壓值(>5V)要來的小。

在 EFM - Phase measurement 方面，得到圖 3.3.18 與曲線 3.3.19：

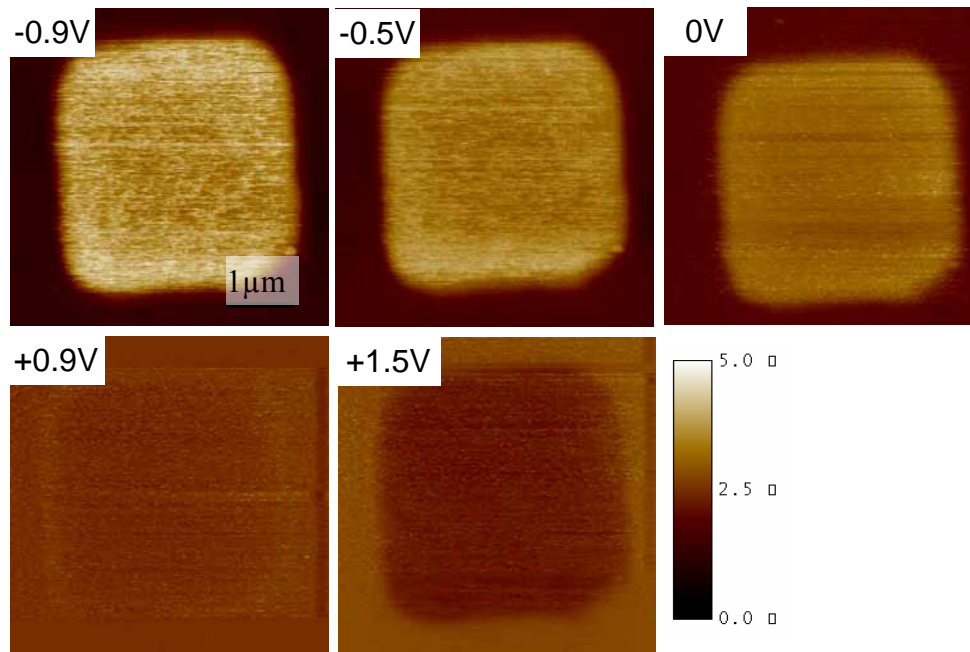
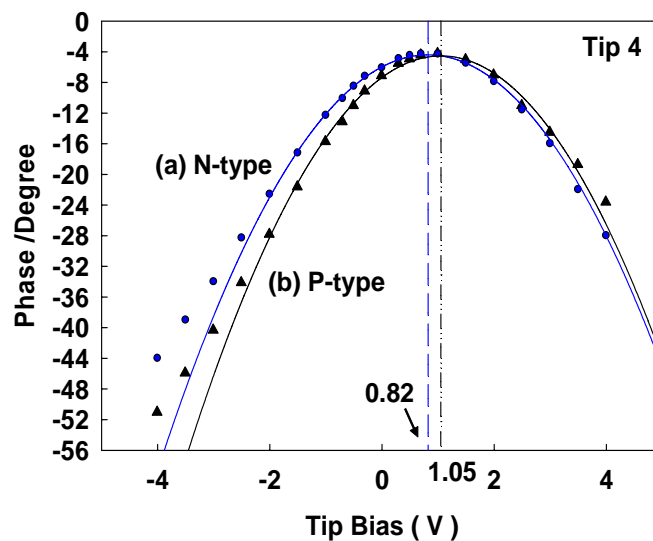


圖 3.3.18 外加不同電壓於探針且 Lift scan height=30nm，所得到的相位掃描影像。



曲線圖 3.3.19 分別於 N 與 P 區域所得 Tip Bias 與 Phase ( $\phi$ )的關係曲線(a)與(b)。

我們對曲線圖 3.3.19 做分析的結果，一樣可以得到以下(1)~(5)點歸納:

(1) Contact Potential Difference  $V_{N-P}$  存在：

對於 N-type 區域與 P-type 區域而言，其值分別為  $V_N = -0.82V$  與  $V_P = -1.05V$ ，

故 N-type 區域與 P-type 區域間的接觸電位差  $V_{N-P} = V_N - V_P = 0.23V$ 。

(2) P-type 區域相位頂點偏移原點量  $\gg$  N-type 區域，且皆為正值。

(3) 相位曲線並非完美的對稱拋物曲線：

相位曲線不對稱問題較先前實驗曲線來的明顯，由表 3.5 與表 3.7 可得知。

(4) 在外加小電壓的區域間， $\Delta\phi$  的敏感度較先前增大。

(5) 存在一補償電位位於兩曲線交界點：交界點位於  $V_{\text{TipBias}} \cong 0.94V$ 。

接下來，我們直接由影像圖 3.3.18 來觀察 N-type 與 P-type 兩區域相位變化，發現在  $V_{\text{TipBias}} = 0$  時，兩區域仍舊存在相位差且影像對比較先前實驗的相位影像來的更強烈。當外加電壓  $V_{\text{TipBias}} = 0.9V$  附近時，我們可以明顯由影像觀察到 P、N 兩區域間的相位差對比減小，與我們之前用曲線圖 3.3.19 分析下所得到的補償電位值  $V_{\text{TipBias}} \cong 0.94V$  相符。

在表面電位量測方面，下圖 3.3.20 為 Lift scan height = 30nm、Drive amplitude=2V、Drive phase =0<sup>0</sup>的狀態下所測量到的表面電位影像。

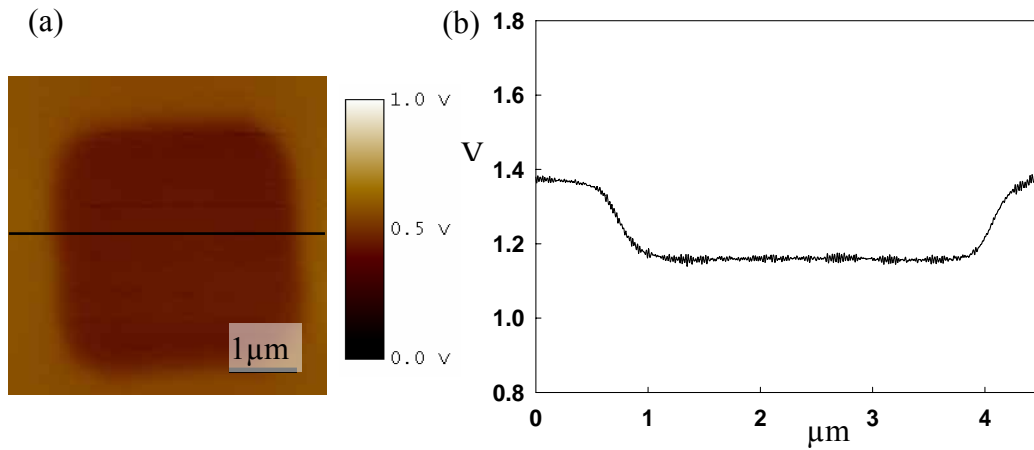


圖 3.3.20 Surface Potential 影像(a)與 line profile(b)。

我們可以發現樣品 N-type 與 P-type 區域間真的有接觸電位差的存在，且  $V_{N-P} = V_N - V_P \cong 0.17V$ ，與我們經由相位曲線分析所得的值  $V_{N-P} = 0.23V$  差距不大。

比較實驗(一)~實驗(四)的相位量測實驗結果，可以發現由於 Tip 4 的 r 值較先前所使用的來的大的關係，造成相同狀況下，Tip 4 對樣品間的靜電力作用較 Tip 1、Tip 2 與 Tip 3 大，所以實驗(四)的 AFM 影像 error 較先前實驗要來的明顯。

### 3.3.1 實驗(五)

我們使用 Tip 5 ( $r = 184 \text{ nm}$ )做實驗量測，其探針的自然共振  $\omega_0 = 278.767 \text{ kHz}$  與 free oscillating amplitude  $\cong 10 \text{ nm}$ ，圖 3.3.21 為在探針掃描速率  $1 \text{ Hz}$  且擺盪振幅為 free oscillating amplitude 的 65% 狀態下所取得的影像圖。

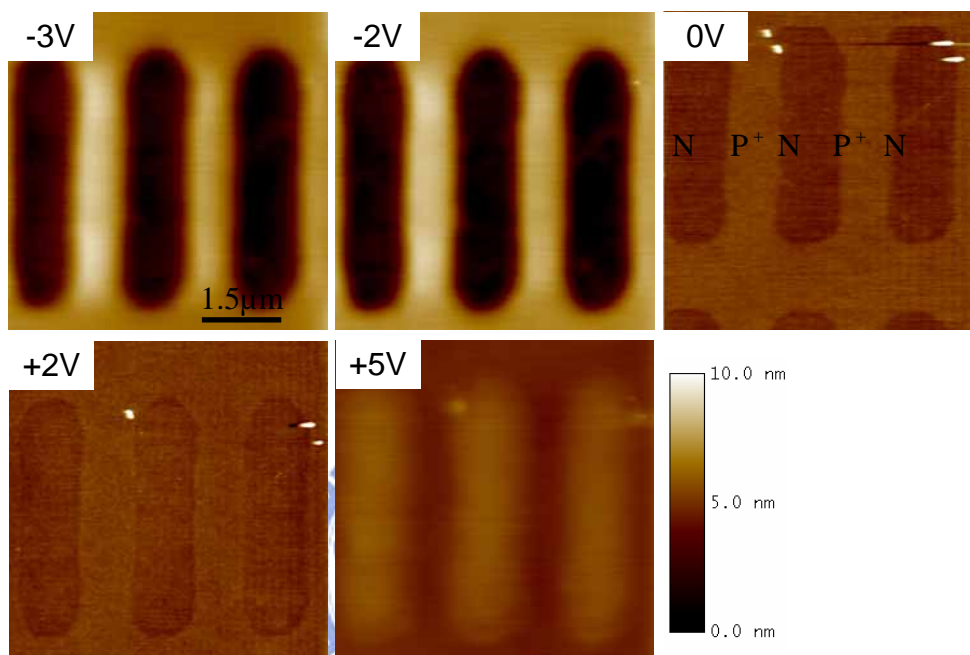


圖 3.3.21 使用 Tip 5 所得 Topography 與 Tip Bias (V)的關係掃描影像圖。

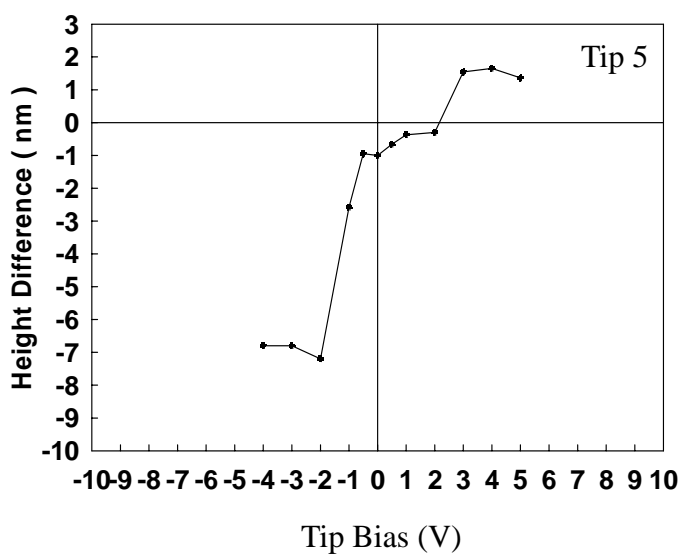


圖 3.3.22 Tip Bias (V) 與 N、P 兩區域 Z 高度差之關係曲線。

我們由影像圖 3.3.21 與曲線圖 3.3.22 可發現，所掃描得的樣品表面形貌圖一樣隨外加偏壓而發生改變了，與先前實驗的狀況相似，但不同的是，其曲線變化最為劇烈，且當外加正 3V 時其影像反轉量為最大。

在 EFM - Phase measurement 方面，得到圖 3.3.23 與曲線 3.3.24：

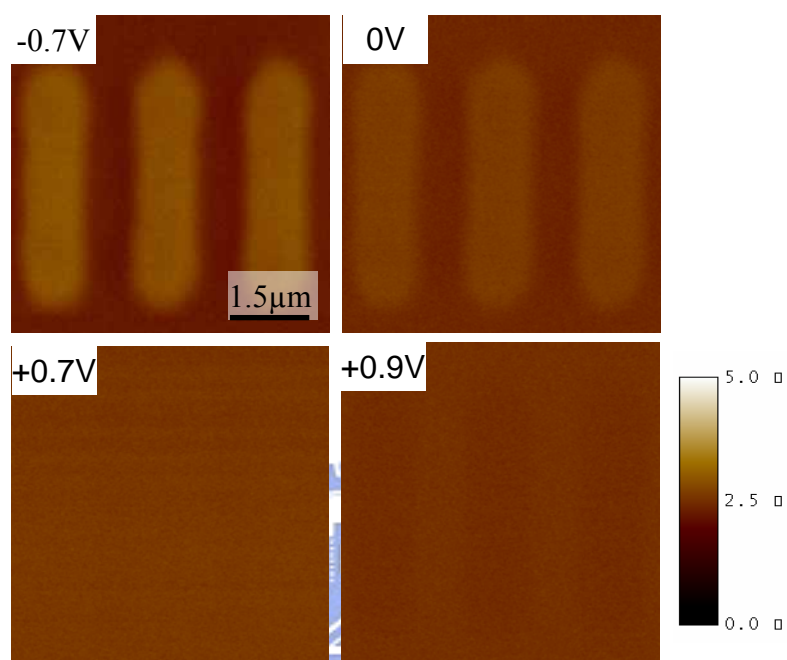
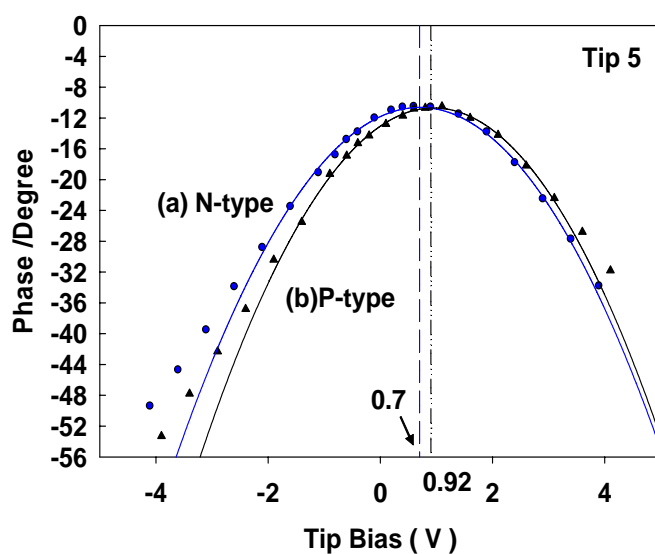


圖 3.3.23 外加不同電壓於探針且 Lift scan height=30nm，所得到的相位掃描影像。



曲線圖 3.3.24 分別於 N 與 P 區域所得 Tip Bias 與 Phase ( $\varphi$ ) 的關係曲線(a)與(b)。

我們對曲線圖 3.3.24 做分析的結果，一樣可以得到以下(1)~(5)點歸納:

(1) Contact Potential Difference  $V_{N-P}$  存在：

對於 N-type 區域與 P-type 區域而言，其值分別為  $V_N = -0.7V$  與  $V_P = -0.9V$ ，

故 N-type 區域與 P-type 區域間的接觸電位差  $V_{N-P} = V_N - V_P = 0.2V$ 。

(2) P-type 區域相位頂點偏移原點量  $\gg$  N-type 區域，且皆為正值。

(3) 相位曲線並非完美的對稱拋物曲線：

尤其在外加大電壓的情況下，其相位值愈偏離我們的理想 fitting 曲線，由表 3.5 與表 3.7 可得知，即代表樣品的半導體特性較先前實驗來的顯著。

(4) 在外加小電壓的區域間， $\Delta\phi$  的敏感度較先前增大。

(5) 存在一補償電位位於兩曲線交界點：交界點位於  $V_{\text{TipBias}} \cong 0.8V$ 。

另外，我們直接由影像圖 3.3.23 來觀察 N-type 與 P-type 兩區域相位變化，可發現在  $V_{\text{TipBias}} = 0$  時，兩區域仍舊存在相位差，當外加電壓  $V_{\text{TipBias}} = 0.7V \sim 0.9V$  附近時，由影像觀察到 P、N 兩區域間的相位差對比減小，這與我們之前用曲線圖 3.3.24 分析下所得到的補償電位值  $V_{\text{TipBias}} \cong 0.8V$  相符。

在表面電位量測方面，圖 3.3.25(a)為 Lift scan height = 20nm、Drive amplitude = 2V、Drive phase = 0°的狀態下所測量到的表面電位影像，我們可以發現樣品 N-type 與 P-type 區域間真的有接觸電位差的存在，且  $V_{N-P} = V_N - V_P \cong 0.2V$ ，這與我們經由相位曲線分析所得的值  $V_{N-P} = 0.2V$  相同。

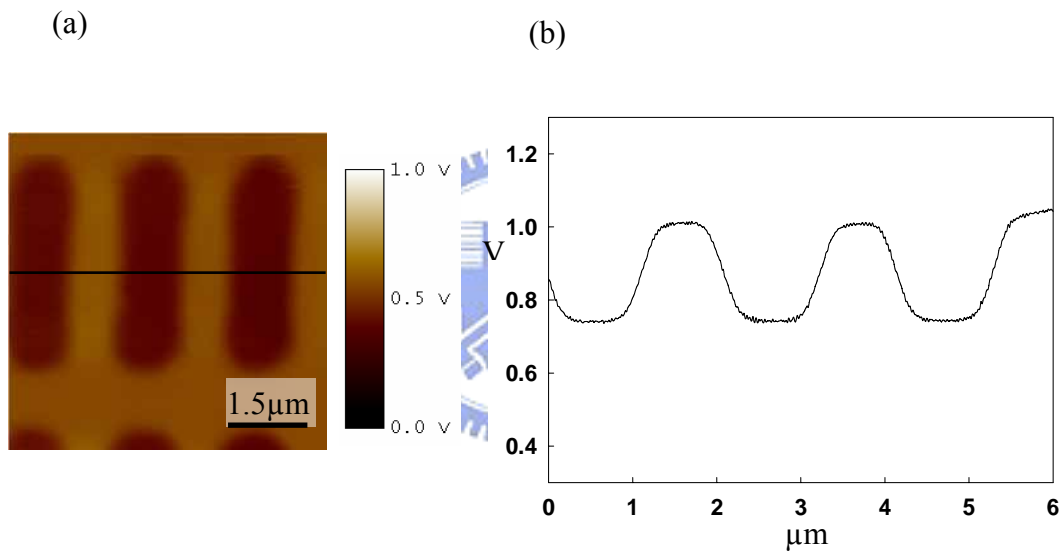


圖 3.3.25 Surface Potential 影像(a)與 line profile(b)。

### 3.3.1 實驗(六)

我們進一步使用  $n^+$  Silicon Tip ( $r=16\text{nm}$ ) 做實驗量測，其探針的自然共振  $\omega_0=299.36\text{kHz}$  與 free oscillating amplitude  $\cong 10\text{nm}$ ，圖 3.3.26 為在探針掃描速率  $1\text{Hz}$  且擺盪振幅為 free oscillating amplitude 的 55% 狀態下所取得的影像圖。

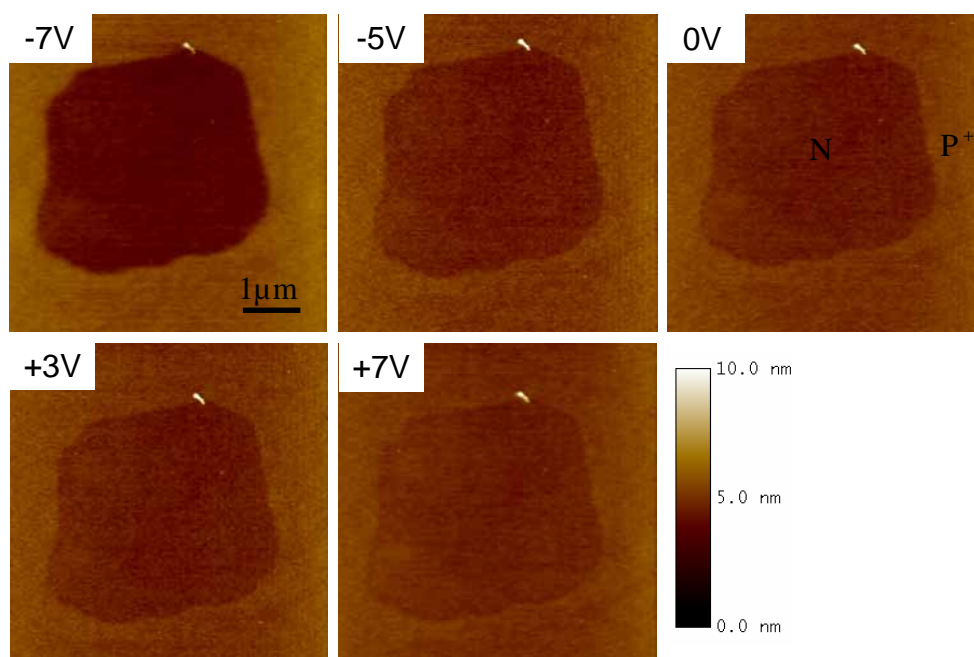


圖 3.3.26 使用  $n^+$  Silicon Tip 所得 Topography 與 Tip Bias (V) 關係的掃描影像圖。

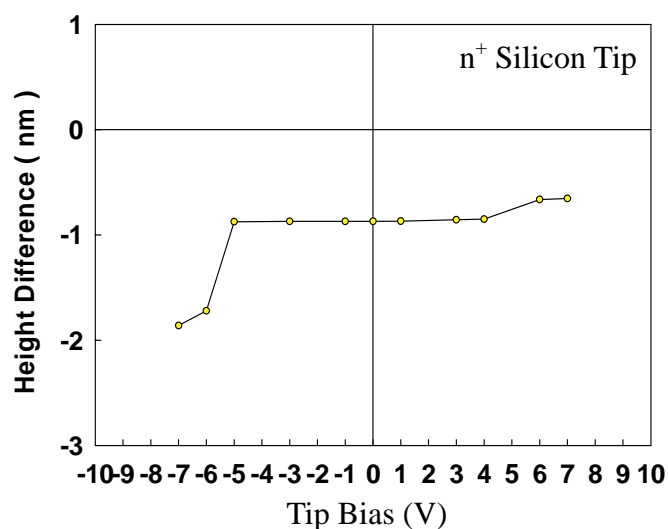


圖 3.3.27 Tip Bias (V) 與 N、P 兩區域 Z 高度差之關係曲線。



我們由影像圖 3.3.26 與曲線圖 3.3.27 可發現，所掃描得的樣品表面形貌圖隨外加偏壓的變化很小，一直到外加相當大負電壓 -6V 時，才觀察到其影像的差異性。

在 EFM - Phase measurement 方面，得到圖 3.3.28 與曲線 3.3.29：

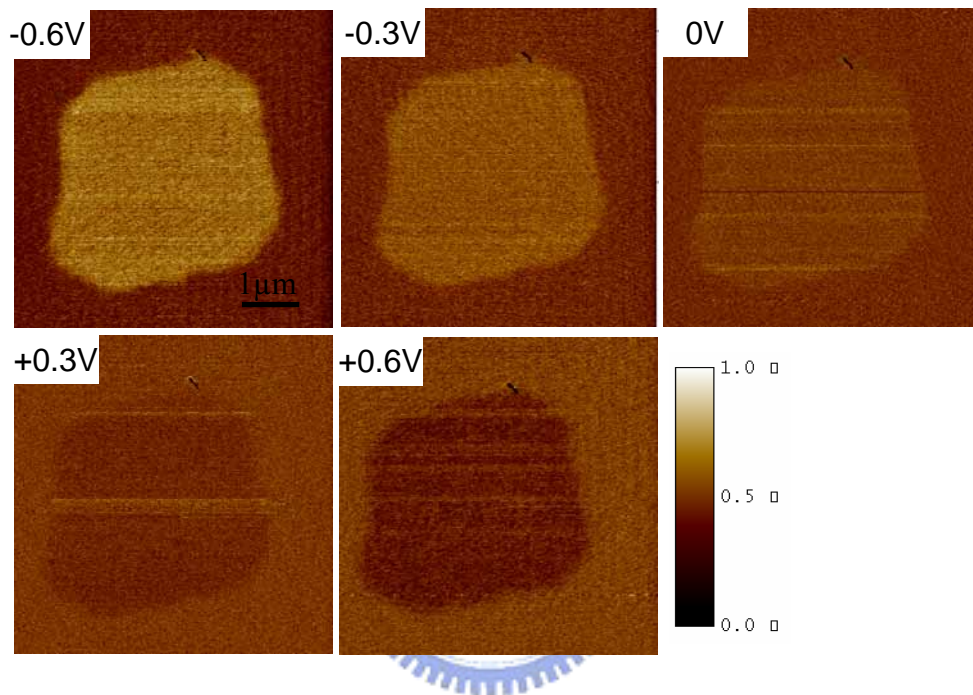
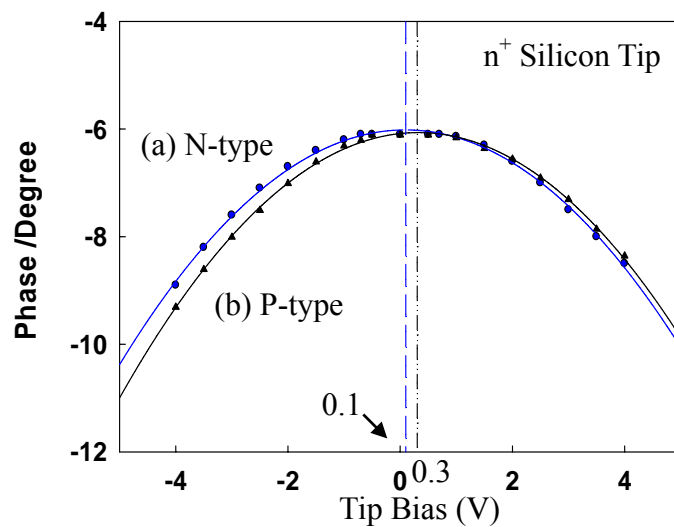


圖 3.3.28 在外加不同直流電壓於探針下，所得到的相位掃描影像。



曲線圖 3.3.29 分別於 N 與 P 區域所得 Tip Bias 與 Phase ( $\varphi$ ) 的關係曲線(a)與(b)。

我們對曲線圖 3.3.29 做分析的結果，一樣可以得到以下(1)~(5)點歸納：

(1) Contact Potential Difference  $V_{N-P}$  存在：

對於 N-type 區域與 P-type 區域而言，其值分別為  $V_N = -0.1V$  與  $V_P = -0.3V$ ，故 N-type 區域與 P-type 區域間的接觸電位差  $V_{N-P} = V_N - V_P = 0.2V$ 。

與先前使用 PtIr Tip 所得到的結果相比較，可以發現使用  $n^+$  Silicon Tip 所得到的  $V_N$  與  $V_P$  值遠小於使用 PtIr Tip 所得到的值。雖然如此，N-type 區域與 P-type 區域間的 Contact Potential Difference  $V_{N-P}$  結果仍是相近的。

(2) P-type 區域相位頂點偏移原點量  $>$  N-type 區域，且皆為正值。

(3) 相位曲線並非完美的對稱拋物曲線：由表 3.5 與表 3.7 可得知。

(4) 在外加小電壓的區域間， $\Delta\phi$  的敏感度相當低：

在與先前實驗(一)~實驗(五)比較後可以發現其敏感度最小。

(5) 存在一補償電位位於兩曲線交界點：交界點位於  $V_{\text{TipBias}} \cong 0.2V$ 。

另外，我們直接由影像圖 3.3.28 來觀察 N-type 與 P-type 兩區域相位變化，可發現在  $V_{\text{TipBias}} = 0$  時，兩區域仍舊存在相位差，當外加電壓接近補償電位  $0.2V$ ，其相位差對比減小。

在表面電位量測方面，圖 3.3.30(a)為 Lift scan height = 30nm、Drive amplitude = 2V、Drive phase = 0°的狀態下所測量到的表面電位影像。

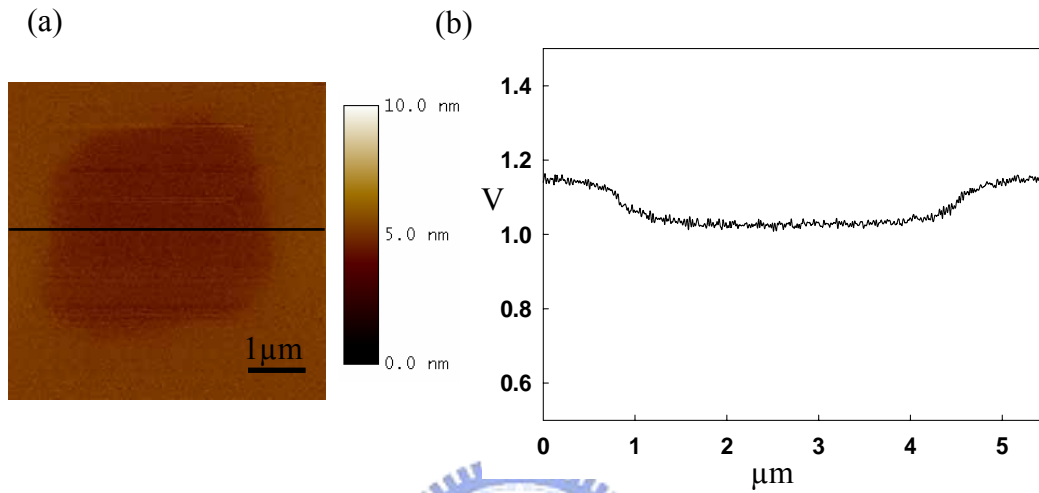


圖 3.3.30 Surface Potential 影像(a)與 line profile(b)。

我們可以發現樣品 N-type 與 P-type 區域間真的有接觸電位差的存在，且  $V_{N-P} = V_N - V_P \cong 0.13V$ ，這與我們經由相位曲線分析所得的值  $V_{N-P} = 0.2V$  差值不大。

### 3.3.7 討論

我們將實驗(一)~實驗(六)的曲線 3.3.2、3.3.7、3.3.12、3.3.17、3.3.22 與 3.3.27 疊放在一起，則可得到使用不同掃描探針下，外加探針上的電壓與 N-type 與 P-type 兩區域間掃描影像高度差之關係曲線圖 3.3.31。仔細分析圖 3.3.31 的曲線，我們可以發現幾個有趣的現象並於以下一一分別討論。

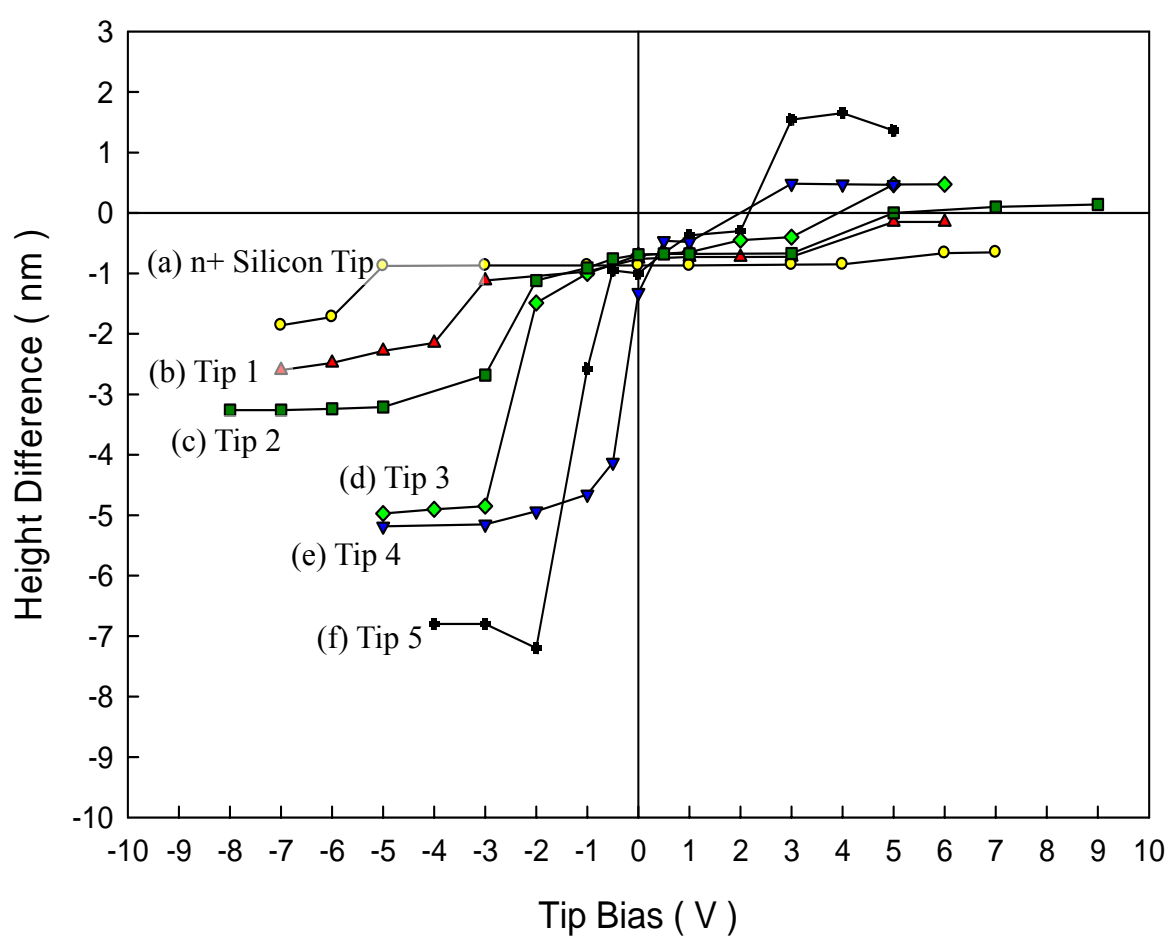


圖 3.3.31 曲線(a)~(f)分別代表使用 $n^+$  Silicon Tip、Tip 1、Tip 2、Tip 3、Tip 4 與 Tip 5 時，所得到的外加電壓與 N、P 兩區域 Z 高度差之關係曲線。

(A). 曲線(a)~(f)隨外加電壓的變化量程度與探針 r 值有關，隨著所選擇的探針 r 值增大而增大：

我們由圖 3.3.31 可以發現曲線變化量程度由大至小分別為(f) > (e) > (d) > (c) > (b) > (a)，而其分別所使用的探針 r 值大小關係可由表 3.6 得知，分別為 Tip 5 (r=181nm) > Tip 4(176nm) > Tip 3 (71nm) > Tip 2 (57nm) > Tip 1(19nm) > n<sup>+</sup> Silicon Tip(r=16nm)，故我們可以發現掃描影像的 error 程度與所使用的掃描探針尖端半徑 r 值大小有關。

我們視探針與樣品間為簡單的平行電容板模型來解釋此一現象，當探針與樣品間距離 Z 時，所存在的靜電力 F(Z)與靜電力梯度由式(2.8)與(2.9)可知：

$$F(Z) = -\frac{\partial U}{\partial Z} = -\frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial Z} (\Delta V)^2 \quad (2.8)$$

$$\frac{dF(Z)}{dZ} = -\frac{1}{2} \frac{d^2 C}{dZ^2} (\Delta V)^2 \quad (2.9)$$

而我們使用 AFM 掃描樣品表面形貌影像的方式為 Tapping Mode，所取得的訊號方式為 force gradient，由式(2.9)可發現影響靜電力梯度的因素有兩點：

- (1) 探針與樣品間存在的有效電容對 Z 的二次微分變化量， $\frac{d^2 C}{dZ^2}$ 。
- (2) 探針與樣品間所存在的電位差( V)。

而其中電容  $C = \epsilon \cdot \frac{S}{Z}$ ， $\epsilon$ :電容率 permittivity、S:平行電容板面積與 Z:平行板間距。

假設(一)，平行電容板間電位差 $\Delta V$  與距離 Z 不變，只改變平行電容板面積 S 的大小，則靜電力梯度會隨著電容板的面積 S 增大而增大，此時靜電力梯度與電容板面積 S 呈現出一正比的關係。

在本次實驗(一)~(六)中，探針與樣品間平均距離  $d \approx 8 \pm 1 \text{ nm}$  的狀況下，所以每次實驗的 d 值差異不大。另外，探針與樣品間的電壓差  $\Delta V = V_{CPD} + V_{TipBias}$ ，其中  $V_{CPD}$  代表探針與樣本間本身存在的接觸電位差， $V_{TipBias}$  代表外加於探針上

的直流電壓，而由先前實驗(一)~(六)的相位曲線分析所測得到探針分別相對於樣品 N-type 區域與 P-type 區域的  $V_{CPD}$  值： $V_N$  與  $V_P$  可歸納為表 3.9，得到實驗(一)~實驗(五)的  $V_N \approx -0.8 \pm 0.1V$  與  $V_P \approx -1 \pm 0.1V$ 。

表 3.9 經由實驗(一)~實驗(六)相位量測，得到不同探針相對於樣品 N-type 區域與 P-type 區域間之接觸電位差  $V_N$  與  $V_P$  值。

	Tip 1	Tip 2	Tip 3	Tip 4	Tip 5	n <sup>+</sup> Silicon Tip
$V_N$ (V)	-0.67	-0.87	-0.89	-0.82	-0.7	-0.1
$V_P$ (V)	-0.87	-1.0	-1.09	-1.05	-0.9	-0.3

由於實驗(一)~實驗(五)的  $d$  與  $\Delta V$  值差異不大，故符合我們先前的假設(一)，所以當探針的尖端半徑  $r$  值增大則有效電容板面積  $S$  增大，探針與樣品間的靜電力梯度  $F'_{elec}$  隨  $r$  值增大而增大，造成探針與樣品間的  $F'_{elec}$  對總作用力梯度  $F'_{total} = F'_{che} + F'_{elec}$  的貢獻愈大，因此探針對樣品 N-type 區域與 P-type 區域靜電力作用的差異性，會隨著探針  $r$  值增大而愈顯著呈現在 AFM 的掃描影像上，因為此時探針所受到的作用力由靜電力所主導，而非原子與原子間的作用力  $F_{che}$ 。

而由於實驗(六)所使用的探針  $r$  值為最小，故其有效電容板面積  $S$  也將會是此六組實驗中最小的，加上 n<sup>+</sup> Silicon Tip 相對於樣品 N-type 區域與 P-type 區域的接觸電位值大小又較先前實驗(一)~實驗(五)的值小約 0.7V，故當無外加任何電壓於探針上時，此探針與樣品間存在的靜電力為此六組實驗中最小的一個。

**(B).** 當外加正偏壓愈大時，AFM 掃描得 N-type 區域的影像  $Z$  高度要比 P-type 區域高的趨勢，而當外加負偏壓愈大時，則趨勢相反：

這是因為探針相對於 N-type 區域的接觸電位與相對於 P-type 區域的接觸電位皆為負值，且就大小而言，探針相對於 N-type 區域的接觸電位大小較相對於 P-type 區域的接觸電位來的小的緣故；以 Tip 5 為例：

$$\text{探針與N-type區域間靜電力梯度 } F'_N = \frac{dF(Z)}{dZ} = \frac{1}{2} \frac{d^2C}{dZ^2} (V_{\text{TipBias}} - 0.7)^2 \quad (3.13)$$

$$\text{探針與P-type區域間靜電力梯度 } F'_P = \frac{dF(Z)}{dZ} = \frac{1}{2} \frac{d^2C}{dZ^2} (V_{\text{TipBias}} - 0.9)^2 \quad (3.14)$$

$$\text{假設 } \frac{d^2C}{dZ^2} \text{ 爲定值，則可得到關係式：當 } V_{\text{TipBias}} > 0 \text{，則 } F'_N > F'_P \quad (3.15)$$

$$\text{當 } V_{\text{TipBias}} < 0 \text{，則 } F'_N < F'_P \quad (3.16)$$

由於 AFM 的回饋系統為調控探針與樣品間的距離  $Z$  以保持探針與樣品間力梯度為一定值，藉此得到樣品的表面形貌 (Topography)，所以當探針與樣品間的靜電力梯度增大時，所需回饋的  $Z$  值也就愈大。故當探針外加正偏壓愈大時為式(3.15)，則造成掃描影像的 N-type 區域  $Z$  高度較 P-type 區域來的高，相反的，當探針外加負偏壓愈大時為式(3.16)，則造成掃描影像的 N-type 區域  $Z$  高度結果較 P-type 區域來的低。

(C). 就單一曲線來看，我們可以發現當探針與樣品間電位差大小相同但正負號不同時，外加正偏壓所得到的 N-type 與 P-type 間掃描影像高度差較外加負偏壓時來的小，並非等量的：

由此現象結果，我們可以推論本實驗中過程中  $C''$  並非一定值，會隨外加偏壓而改變，且當外加偏壓為負時，探針與樣品間  $C''$  大於外加偏壓為正時。此現象也可由相位曲線圖 3.3.3、3.3.9、3.3.14、3.3.19、3.3.24 與 3.3.29 的曲線不對稱性得知，而探針與樣品間的  $C''$  值，我們可以由靜電力梯度方程式(2.9)以及相位方程式(2.10)兩關係式推估出，首先將式(2.9)代入(2.10)方程中，則可得式(3.17)：

$$C'' = \frac{d^2C}{dZ^2} = \frac{2ka}{Q} \quad (3.17)$$

其中  $Q$ 、 $a$  值可分別由表 3.1、3.5 與表 3.7 得知，故我們可以估計出各個探針對於樣品 N-type 區域與 P-type 區域在外加電壓  $-2 \sim +2V$  的範圍內的  $C''$  值，分別計



算得表 3.10 與表 3.11，可發現對同一根探針而言  $C''$  確實並非一定值，且大致上為外加負偏壓的範圍所估計得的  $C''$  要比外加正偏壓所估計得的值來的大一點，與我們先前的推論相同。

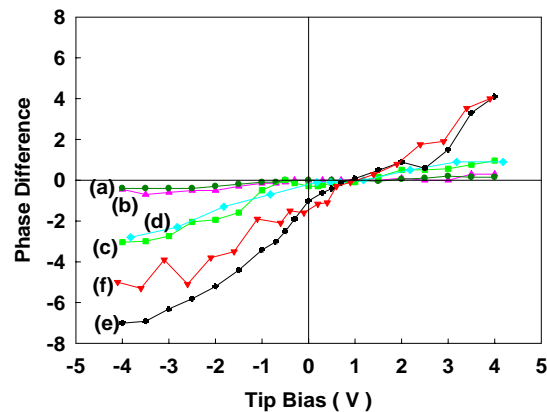
表 3.10 探針對樣品 N-type 區域作用，在區分為正、負電壓兩區域下計算  $C''$  值。

	Range	Tip 1	Tip 2	Tip 3	Tip 4	Tip 5	Si Tip
$C''$ (nF/cm <sup>2</sup> )	$0 \leq V \leq 2$	$5 \times 10^{-13}$	$2.6 \times 10^{-12}$	$2.2 \times 10^{-12}$	$5.5 \times 10^{-12}$	$5.8 \times 10^{-12}$	$5 \times 10^{-13}$
	$-2 \leq V \leq 0$	$7 \times 10^{-13}$	$3.7 \times 10^{-12}$	$2.2 \times 10^{-12}$	$6.4 \times 10^{-12}$	$6.8 \times 10^{-12}$	$7 \times 10^{-13}$

表 3.11 探針對樣品 P-type 區域作用，在區分為正、負電壓兩區域下計算  $C''$  值。

	Range	Tip 1	Tip 2	Tip 3	Tip 4	Tip 5	Si Tip
$C''$ (nF/cm <sup>2</sup> )	$0 \leq V \leq 2$	$6 \times 10^{-13}$	$3.4 \times 10^{-12}$	$2.4 \times 10^{-12}$	$5.6 \times 10^{-12}$	$5.7 \times 10^{-12}$	$7 \times 10^{-13}$
	$-2 \leq V \leq 0$	$7 \times 10^{-13}$	$3.7 \times 10^{-12}$	$2.2 \times 10^{-12}$	$7.1 \times 10^{-12}$	$7.6 \times 10^{-12}$	$8 \times 10^{-13}$

由表 3.10 與 3.11 我們可以推估 Tip 1 與 Si Tip 所受的靜電力梯度大小約為其它組實驗的十分之一，故此兩種探針造成的曲線 3.3.31(a)與(b)變化量小。我們將相位曲線圖，在相同外加偏壓下，探針對 N-type 與 P-type 區域所得到的相位值相減，得到外加偏壓與 P、N 兩區域間相位差值的曲線圖 3.3.32，與曲線圖 3.3.31 做對照，可得到相同的曲線趨勢。



曲線圖 3.3.32 (a)~(f)分別為使用n<sup>+</sup> Silicon Tip、Tip 1、Tip 2、Tip 3、Tip 4 與 Tip 5 時，外加偏壓與 P、N 兩區域間相位差值曲線。

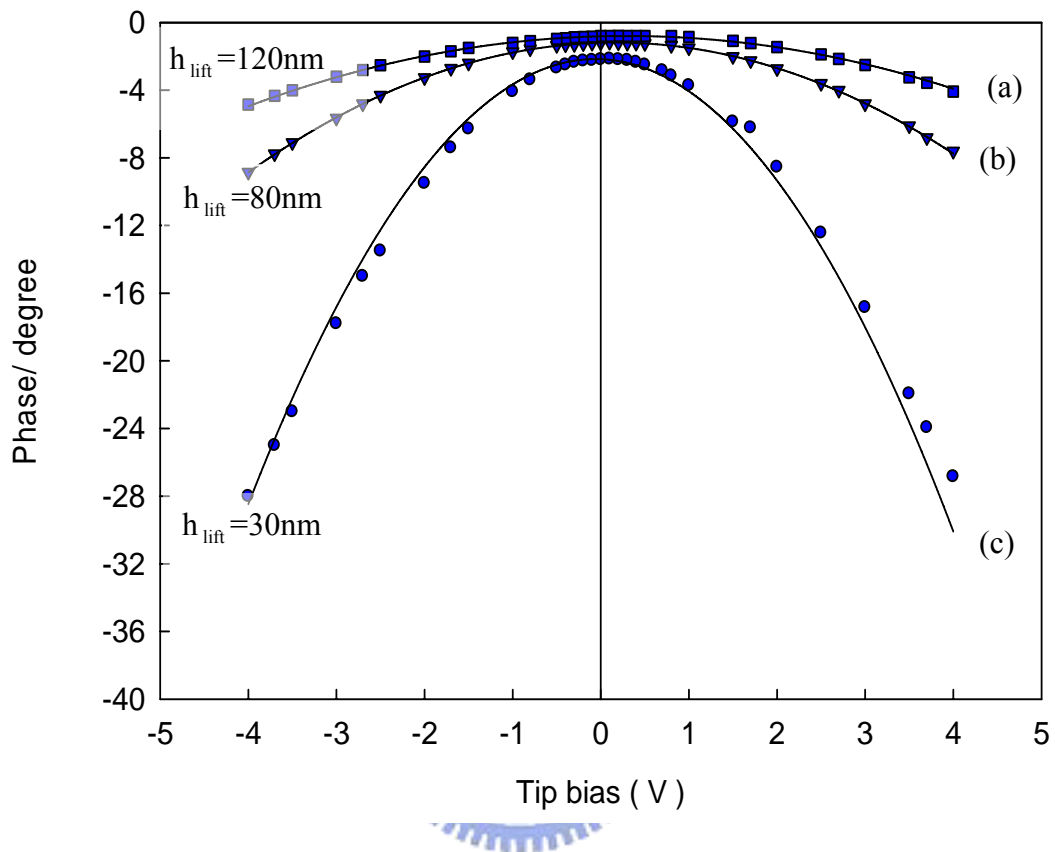


(D). 我們由實驗(一)~(六)的接觸電位量測結果發現，就大小而言， $V_N < V_P$  這與我們理論上預期的相反：

由前人的文獻研究 [2][3]，我們可以推測造成此種反轉現象[4][5]發生是由於樣品表面存有表面態的緣故造成能階band bending現象，使得N-type與P-type間接觸電位差縮小至約只有 0.2V，與無表面態狀況下的理論計算得N-type功函數 $\Phi_N = 4.35\text{eV}$ 與P-type功函數 $\Phi_P = 5.12\text{eV}$ 得 $V_{bi} = 0.77\text{V} \approx 0.8\text{V}$ ，兩者相差了 0.6V之多。而且，由於P-type區域為佈植高濃度硼的緣故，造成此區域表面態存在的可能性要比N-type區域來的高出許多，估計其表面態屬於高表面態密度 $\sim 10^{13}/\text{cm}^2$ ，造成 $V_P$ 較理論預測來的大，使得實驗結果出現 $V_N < V_P$ 的反轉現象產生的可能；另外，由於本實驗在大氣下量測，樣品表面多少會有些水氣，故附著力(adhesion force)也為一考量因素[10]。

另外，先前的實驗(一)至實驗(六)的相位曲線圖，我們皆控制探針與樣品間的距離  $d \approx 34 \pm 4 \text{ nm}$  差異不大的狀態下做量測，而當狀況相反時相位變化與外加電壓的關係曲線又將如何變化呢，於是我們試著將探針的  $r$  值固定而改變探針與樣品間的距離  $d$ ，得到不同 lift scan height = 30、80、120nm，所測量得的相位變化與外加偏壓的關係曲線圖 3.3.34。

在 $\pm 3\text{V}$ 的範圍內，fit出的fitting curve二次項係數  $a$  值如下表 3.12 所示，所以，可以由曲線圖 3.3.34 與表 3.12 得知，當探針與樣品間的距離愈大時，相位曲線的曲率與相位值變化愈小，探針與樣品間所受的靜電力梯度也就愈小，此現象是可以理解的[1]。



曲線圖 3.3.33 探針的  $r$  值固定而改變探針與樣品間的距離  $d$ ，得到不同距離下所測量得的相位變化與外加偏壓的關係曲線，(a)~(c)分別代表  $h_{\text{lift}}=120\text{nm}$ 、 $80\text{nm}$  與  $30\text{nm}$  的量測結果。

表 3.12 相同探針下，改變  $h_{\text{lift}}$  所得到的 fitting curve 二次項係數  $a$  值

	$h_{\text{lift}}=30\text{nm}$	$h_{\text{lift}}=80\text{nm}$	$h_{\text{lift}}=120\text{nm}$
a Value( $\text{V}^{-2}$ )	0.0291	0.0077	0.0039

## 第四章 結論

原子力顯微鏡(Atomic Force Microscopy)為最常見的一種掃描探針顯微術，其藉由量測探針與樣品表面原子與原子間的作用力，描繪出樣品的表面形貌(Topography)。本論文的實驗重點在探討，使用原子力顯微鏡探測樣品表面形，當導電探針與量測樣品間存在一接觸電位差時，探針所受總力將還包含靜電力的作用，我們將以此為出發點，研究靜電力對掃描影像結果的影響，並定義出樣品表面的真實掃描影像。

我們的實驗方法為，在控制探針與樣品間距離約維持一定值( $d \approx 8 \pm 1 \text{ nm}$ )，改變所使用導電探針的尖端半徑  $r$  值( $r \approx 19 \text{ nm}$ 、 $57 \text{ nm}$ 、 $71 \text{ nm}$ 、 $176 \text{ nm}$  與  $184 \text{ nm}$ )，且外加探針一直流電壓  $V_{\text{TipBias}}$  狀態下，使用原子力顯微鏡(Atomic Force Microscopy)觀察掃描樣品 Si(100) P-N junction 表面影像變化，並使用靜電力顯微鏡(Electrostatic Force Microscopy)做相位與表面電位的電性量測與分析。故由實驗(一)~實驗(六)的實驗結果，我們可以歸納出影響掃描影像  $Z$  高度的因素有：

- (1)  $V_{\text{TipBias}}$  大小: 隨外加電壓  $V_{\text{TipBias}}$  增大而變化量增大。
- (2)  $V_{\text{TipBias}}$  正負號有關：當  $V_{\text{TipBias}} > 0$ ，N-type 區域的影像  $Z$  高度大於 P-type。

當  $V_{\text{TipBias}} < 0$ ，則情況剛好相反且不等量。

- (3) 探針尖端半徑  $r$  值大小：所選用探針的  $r$  值愈大， $Z$  高度差變化愈顯著表現在掃描影像上。
- (4) 接觸電位差：由於探針與樣品間功函數(work function)不同而產生接觸電位差，造成即使無外加任何電壓於探針上時仍有靜電力因素存在。

另外，當樣品與探針間以上因素保持定值，由圖 3.3.33 可知當改變探針與

樣品間距離  $d$  時，則當  $d$  愈大則所受靜電力梯度愈小，而當  $d$  愈小則情況相反。

由於靜電力與兩物質間所存在的電位差  $\Delta V$ 、電容  $C$ 、電荷成正比，其中電容又與有效電容面積成正比而與距離成反比，故我們可以得到造成本實驗結果的以下幾點結論：

(A)  $\Delta V$  改變：(1) 探針與樣品間存有一接觸電位差 (Contact Potential Difference)，由表面電位量測與相位曲線分析得知。

(2) 外加直流電壓  $V_{\text{TipBias}}$  改變。

(B) 有效電容  $C_{\text{effect}}$  改變：(1) 由於所用探針  $r$  值改變而改變探針與樣品間有效電容面積的大小。

(2) 半導體本身其載子隨外加電壓而變動進而影響半導體內部電容板的厚度，造成系統的有效電容  $C_{\text{effect}}$  並非一定值而為與電壓有關之函數。此現象可由表 3.10 與 3.11 中對同一探針而言，其  $C''$  非一定值得知。

一般而言，在使用 AFM 掃描樣品表面形貌 (topography) 影像時，當樣品與導電探針間存有接觸電位差，此時將造成靜電力參與使得探針總受力  $F'_{\text{total}} = F'_{\text{che}} + F'_{\text{elec}}$ ，而非一單存的原子與原子間的作用而已，故當外加一負接觸電位於探針上當一補償電位時，則可抵消靜電力的作用。

當樣品由兩不同功函數物質所組成，如 P-N junction，則當外加一 N-type 與 P-type 接觸電位差的中間負值於探針上時，此相當於一補償電位的作用，使得 AFM 掃描樣品 P-N junction 表面形貌結果為最接近真實的影像。就本次實驗而言，在使用 PtIr Tip 下所需的補償電位  $V_{\text{TipBias}} \approx 0.9\text{V}$  而  $H \approx 0.6 \pm 0.2\text{nm}$ ，所得到的樣品 Si(100) P-N junction 掃描影像 topography 才是最接近真實性  $H \approx 0.6\text{nm}$ ，且所用探針的  $r$  值愈小準確性愈高而各個探針的 error 程度可用下圖 4.1 表示。

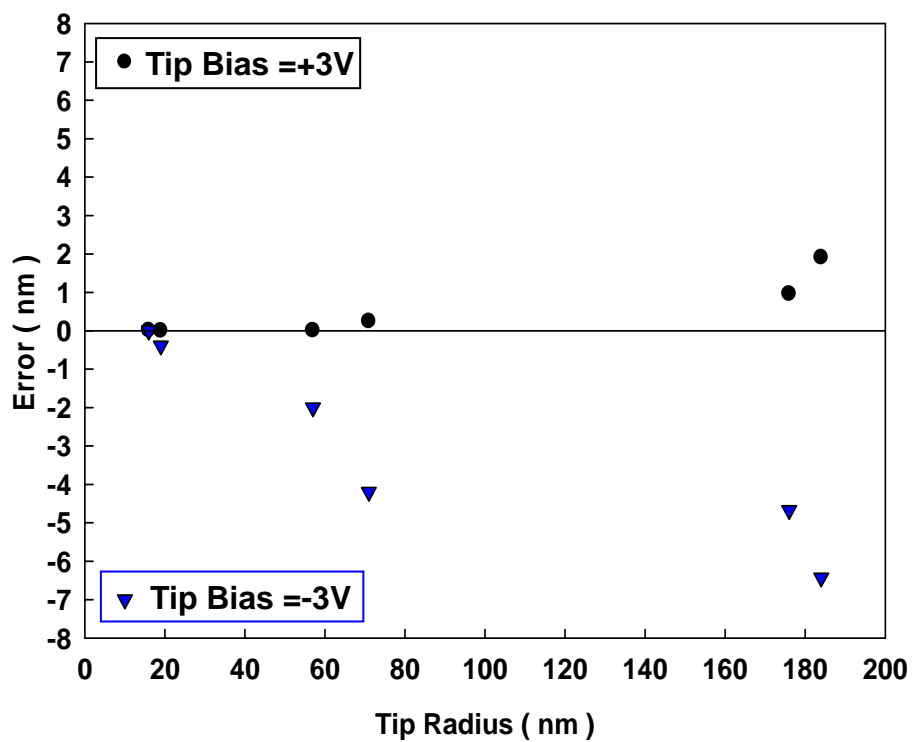
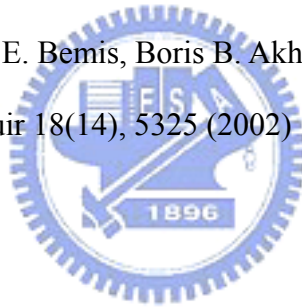


圖 4.1 Tip1~Tip5 與 $n^+$  Silicon Tip 在外加正電壓與負電壓下所造成的掃描影像

Z 高度 error 程度，可知選用探針的 r 值愈大則 error 愈大。

## 參考文獻

- [1] C H Lei, A Das, M Elliott and J E Macdonald, *Nanotechnology* 15, 627 (2004)
- [2] John Bardeen, *Phy. Rev.* 71, 717 (1947)
- [3] Walter E. Meyerhof, *Phy. Rev.* 71, 727 (1947)
- [4] Atsushi Kikukawa,<sup>a)</sup> Sumio Hosaka, and Ryo Imura, *Appl. Phys. Lett.* 66, 3510 (1995)
- [5] Takashi Matsukawa,<sup>a)</sup> Seigo Kanemaru, Meishoku Masahara, Masayoshi Nagao, Hisao Tanoue, and Junji Itoh, *Appl. Phys. Lett.* 82, 2166 (2003)
- [6] Dimension<sup>TM</sup> 3100 Manual
- [7] Sarid D 1994 *Scanning Force Microscopy* (New York: Oxford University Press)
- [8] Vincenzo Palermo, Matteo Palma , Paolo Samorì\*, *Adv. Mater.* 18, 145 (2006)
- [9] Colchero J, Gil A and Bar´o AM ,*Phy. Rev. B* 64, 245403 (2001)  
Gil A, Colchero J, G´omez-Herrero J and Bar´o AM, *Nanotechnology* 14, 332 (2003)
- [10] Alexei V. Tivanski, Jason E. Bemis, Boris B. Akhremitchev, Haiying Liu, and Gilbert C. Walker, *Langmuir* 18(14), 5325 (2002)



## 附錄

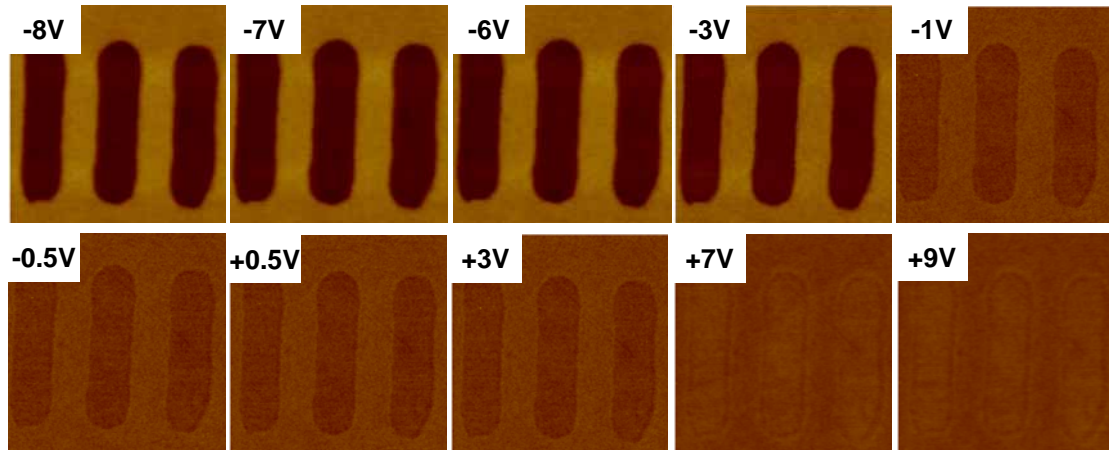


圖 A 使用 Tip2 所得 Topography 影像。

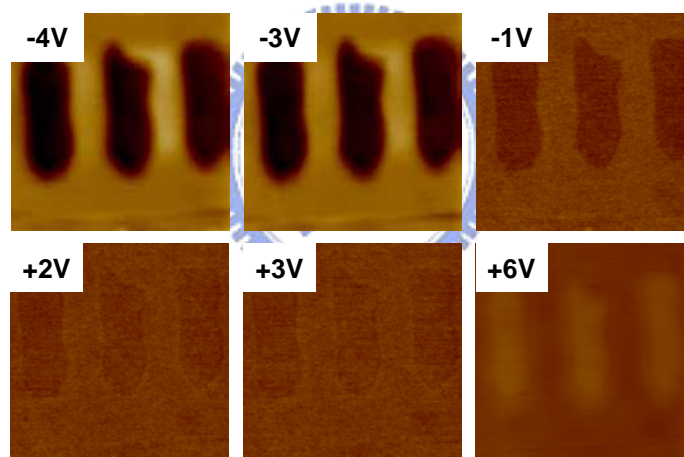


圖 B 使用 Tip3 所得 Topography 影像。

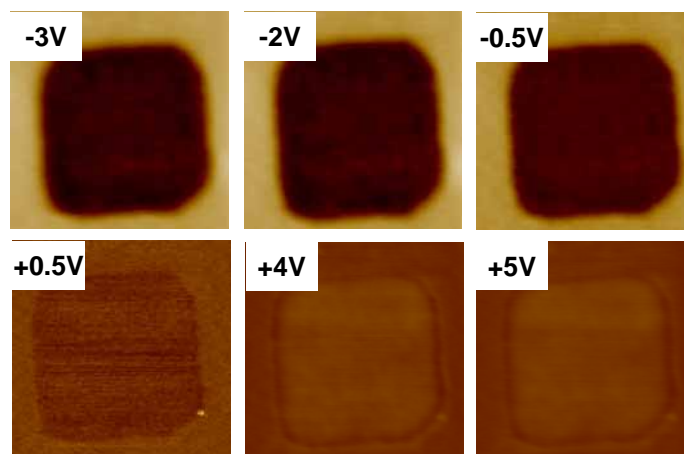


圖 C 使用 Tip4 所得 Topography 影像。

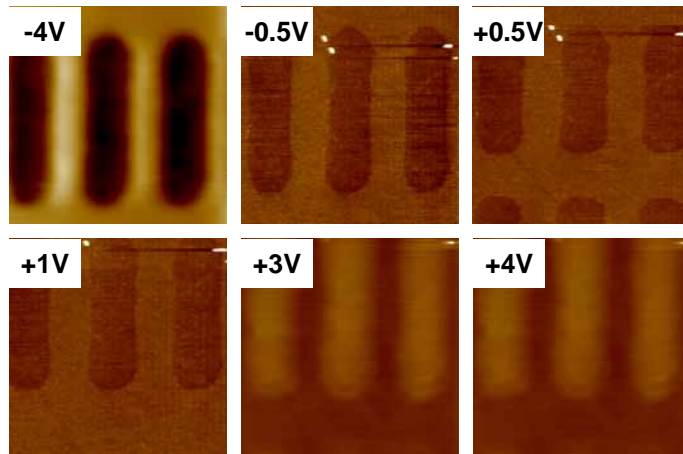
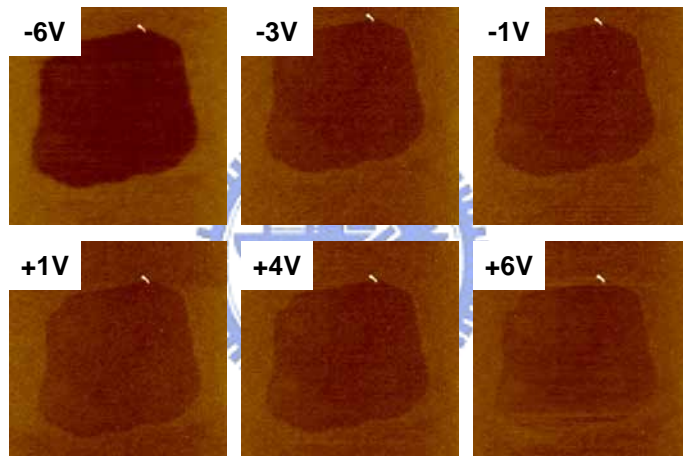


圖 D 使用 Tip5 所得 Topography 影像。



圖E 使用n<sup>+</sup> SiliconTip所得Topography影像。

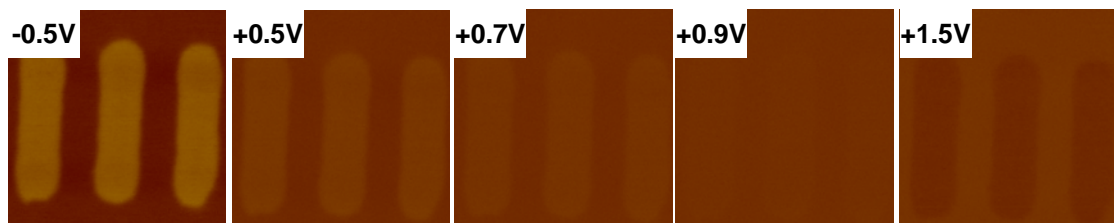


圖 F 使用 Tip2 所得 Phase 影像。