

掃描穿隧式顯微鏡 (STM)

實驗目的：

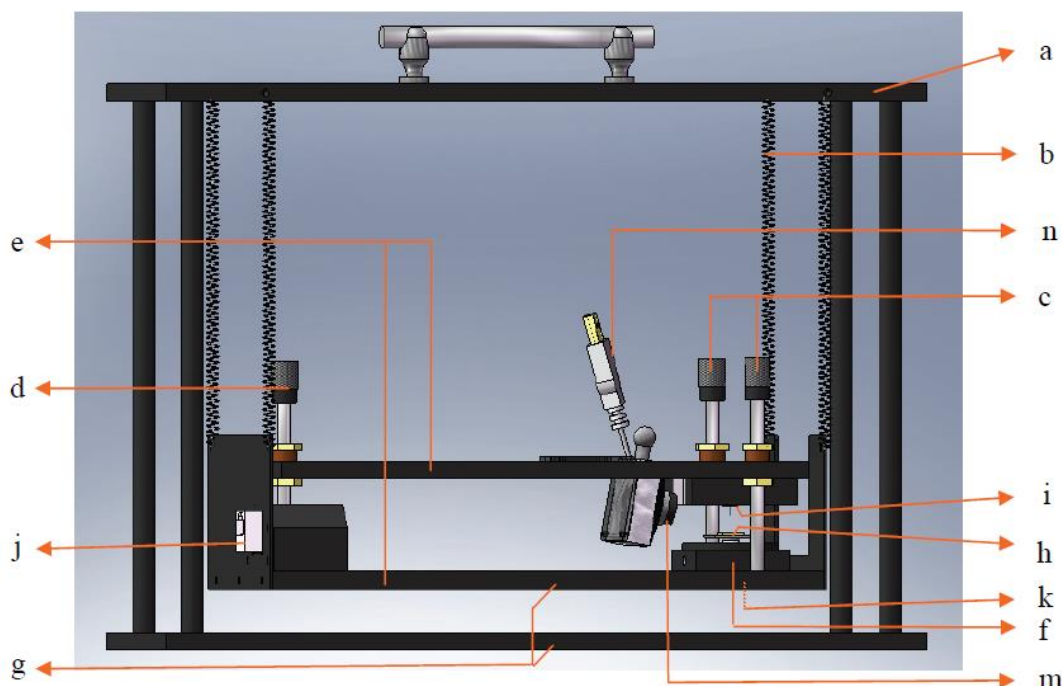
掃描穿隧式顯微鏡成像原理是利用量子物理穿隧效應，其所產生的穿隧效應尺度距離約為 10 nm 以下。本實驗藉由操作掃描穿隧式顯微鏡，並觀察穿隧電流變化，而後再經由控制壓電材料與外加電壓，使探針可於樣品表面來回掃描，進而取得奈米級的表面圖像。

本實驗所使用的樣品包含 700 nm 的溝槽、直徑約為幾十奈米的金顆粒與幾奈米高度的石墨台階，讓學生感受奈米級顯微鏡的高解析度。

實驗儀器：

Nanovie STM Educa 儀器可分為三大系統，分別為機械主體、電子控制盒與奈米影像處理暨分析軟體。經特殊設計，Nanovie STM Educa 儀器可於非真空與非超低溫環境下，穩定取得專業等級表面圖像。

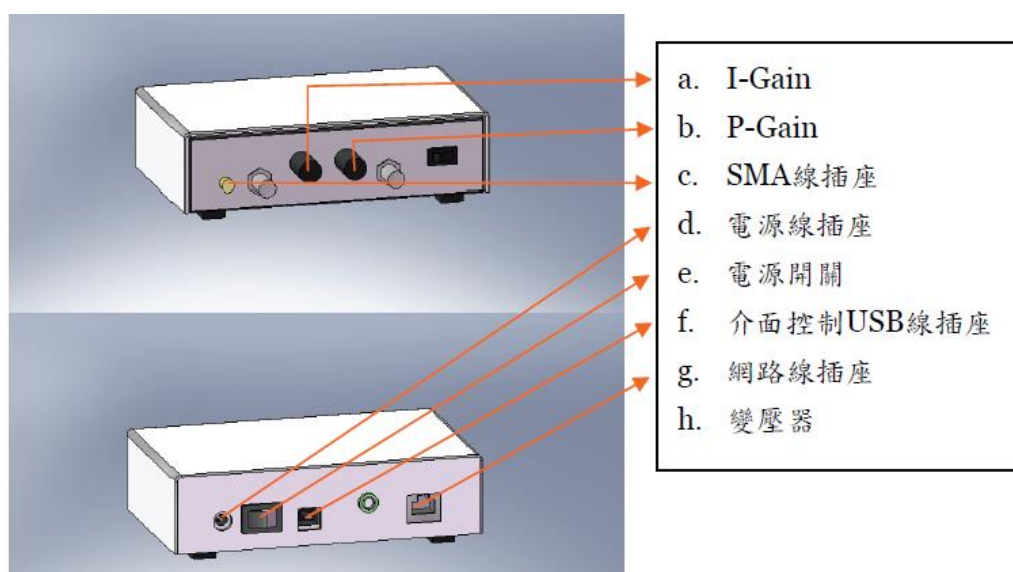
「機械主體」採開放式設計，由掃描元件、探針座、樣品座、掃描基台、精密步進元件、攝影機與避震元件所組成。「電子控制盒」用以控制掃描元件並取得樣品表面之拓撲數據，包含 I-Gain 與 P-Gain 旋轉控制鈕用以反應速率與反應位移量。經由網路線提供偏壓控制掃描元件與 SMA 線取得探針與樣品間之穿隧電流值再透過 NanoControl 程式設定各項參數並對樣品進行掃描。



圖一 Nanovie STM Educa 機械主體

表一 Nanovie STM Educa 機械主體元件對照表

號	名稱	號	名稱	號	名稱
a	避震框架	f	掃描元件	j	網路線插座
b	避震彈簧	g	裝卸用固定螺絲	k	SMA 插座
c	粗調螺絲	h	樣品座	m	CCD 攝影機
d	細調螺絲	i	探針座	n	攝影機 USB 線接頭
e	掃描主體(上下基板)				



圖二 Nanovie STM Educa 電子控制盒

實驗原理：

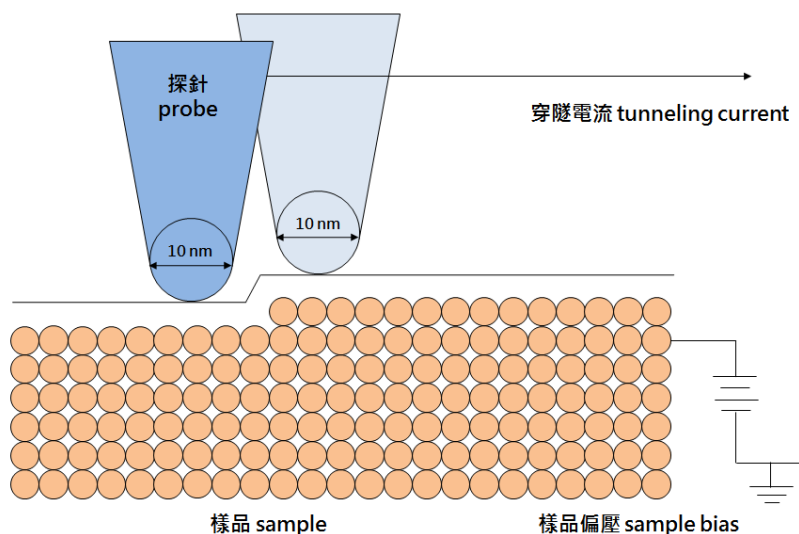
A. 掃描穿隧式顯微鏡之源起

Dr. G. Binnig、Dr. H. Rohrer 與 Dr. Ch. Gerber 於1980年代初期，在 IBM 瑞士 Zurich 實驗室，將金屬探針(其尖端曲率直徑約10-100 nm)與樣品表面距離約1 nm，經由外加偏壓使其產生穿隧電流的效應，固定探針與樣品表面間的穿隧電流來對樣品進行掃描，進而發展出「掃描穿隧電流顯微鏡」(Scanning Tunneling Microscope, STM)。

此技術最常被用來觀察樣品表面之微奈米結構、晶體表面之重構、原子結構與表面電子密度分佈情形。

STM 取得樣品表面三度空間形貌之原理，主要是利用穿隧電流所提供之回饋訊號，使探針維持在表面上約1 nm的距離，即探針與樣品間距離保持固定。再控制掃描器水平(XY軸)方向位移，並取得垂直(Z軸)方向之距離。

如圖三所示，可藉由掃描過程所記錄水平方向與垂直方向三個位移數值，再經由軟體描繪樣品表面形貌。



圖三 探針與樣品表面示意圖

B. 穿隧效應

在古典力學中，當運動粒子其能量 E 低於位能障 U 時，粒子穿越此位能障的機率為零。1923 年德布羅依提出物質波假說，假設一個能量為 E 且動量為 p 的微觀粒子，在運動過程中，可展現出以波長 λ 且頻率 ν 之波動特性，故將此特性稱為物質波。此微觀粒子波動與動量 p 及能量 E 的關係式如下所示：

$$P = \frac{h}{\lambda} \quad \& \quad E = \frac{P^2}{2m}$$

其中， h 為浦朗克常數(Planck's constant, $h=6.63 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{S}$)， m 為微小粒子的質量。

薛丁格於 1925 年運用德布羅依之物質波假設，提出薛丁格波動方程式，用以描述粒子之波動行為，薛丁格波動方程式表示如下：

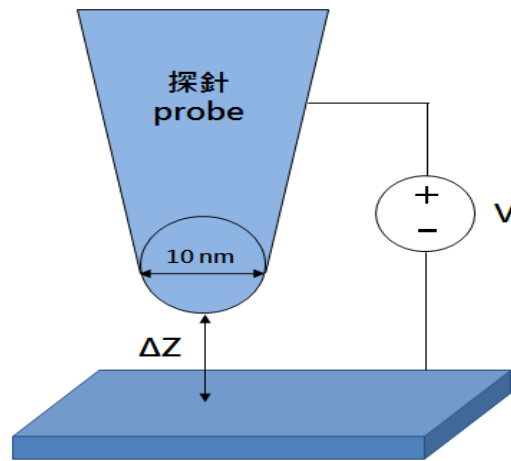
$$-\frac{\hbar^2}{2m} \nabla_r^2 \psi(r,t) + U(r,t) \psi(r,t) = i\hbar \frac{\partial}{\partial t} \psi(z,t)$$

考慮一維情形，在位能不隨時間變化下，可將上式簡化成不隨時間變化之波動方程式，則薛丁格波動方程式可改寫為：

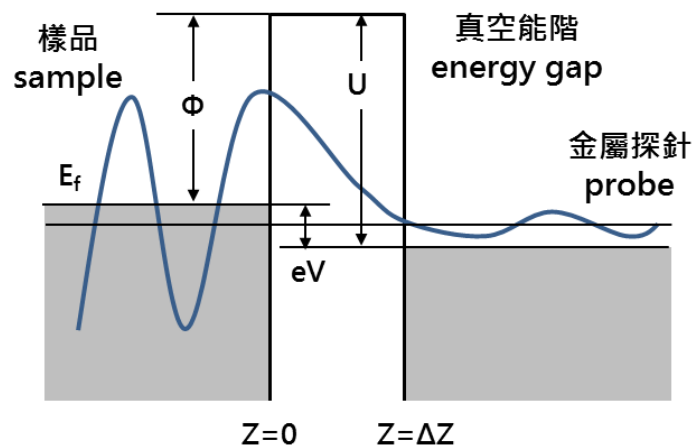
$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{\partial^2}{\partial z^2} \varphi(z) + U(z) \varphi(z) = E \varphi(z)$$

其中， $\varphi(z)$ 為粒子之波函數且 $U(z)$ 為粒子之位能。

如圖四所示，假設金屬探針與導電樣品，兩者間距離約幾奈米(nm)。若探針與樣品之功函數皆為 Φ 且 $\Phi \ll eV$ (即不考慮場發射電子的問題)，於探針與樣品間外加偏壓 V 時，樣品上電子能量 (金屬內電子最高能量在費米能量 Fermi energy, E_F) 會高於探針上電子能量，如圖五所示。



圖四 電子穿隧效應



圖五 電子位能圖

將圖五中之電子位能分為金屬樣品、能障與金屬探針三個區域，再分別代入一維不隨時間變化之薛丁格波動方程式中，分別求出電子在此三個區域內波函數，如下所示：

$$\begin{aligned}\varphi_{sample}(z) &= Ae^{ikz} + Be^{-ikz} \\ \varphi_{barrier}(z) &= Ce^{Kz} + De^{-Kz} \\ \varphi_{tip}(z) &= Fe^{ikz}\end{aligned}$$

經由計算即可求得電子由樣品穿隧至探針機率，如下所示：

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

$$k = \frac{\sqrt{2mE}}{\hbar}$$

$$K = \frac{\sqrt{2m(U-E)}}{\hbar}$$

其中，入射波波向量為 k ，透射波波向量為 K ，能障寬度為 ΔZ 與 A、B、C、D、F 分別表示電子波在樣品、能障與探針三區域之入射或反射波振幅。

由上式可知，即使樣品區電子與探針區電子之能量差 E ($E = eV$) 小於位能障 U 時，電子仍具有由樣品區穿過能障到達探針區之機率，此現象稱為電子穿隧效應(tunneling effect)，其產生之電流稱為穿隧電流 I (tunneling current)。

當電子總能量固定(即所加偏壓固定)時，穿隧電流 I 大小會隨能障寬度 ΔZ 增加而迅速下降，如下所示：

$$I \propto e^{-2K\Delta Z}$$

其中，穿隧電流為 I ，入射波波向量為 k ，透射波波向量為 K 與能障寬度為 ΔZ 。

C. 壓電效應

對壓電材料上下兩電極板施加電壓時，壓電材料會應電壓大小不同而產生形變。下圖即壓電材料受正負電壓影響示意圖：

(a) 未加電壓時(電極板上下面電壓相同)，壓電材料不產生形變。



(b) 外加正電壓時(上電極板相對於下電極板有正電壓)，壓電材料向上突起。



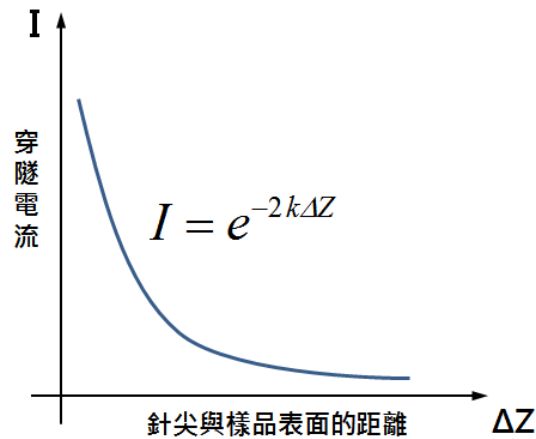
(c) 外加負電壓時(上電極板相對於下電極板有負電壓)，壓電材料向下凹陷。



本實驗係利用壓電材料特性，再經由控制外加電壓的大小，使壓電材料在垂直方向(Z軸方向)產生奈米級尺度之相對位移。為達到水平方向(X與Y軸方向)之位移，須進一步將壓電材料分割為四個區域(+X、-X、+Y、-Y)，使其具有三維掃描能力。

D. STM 掃描原理

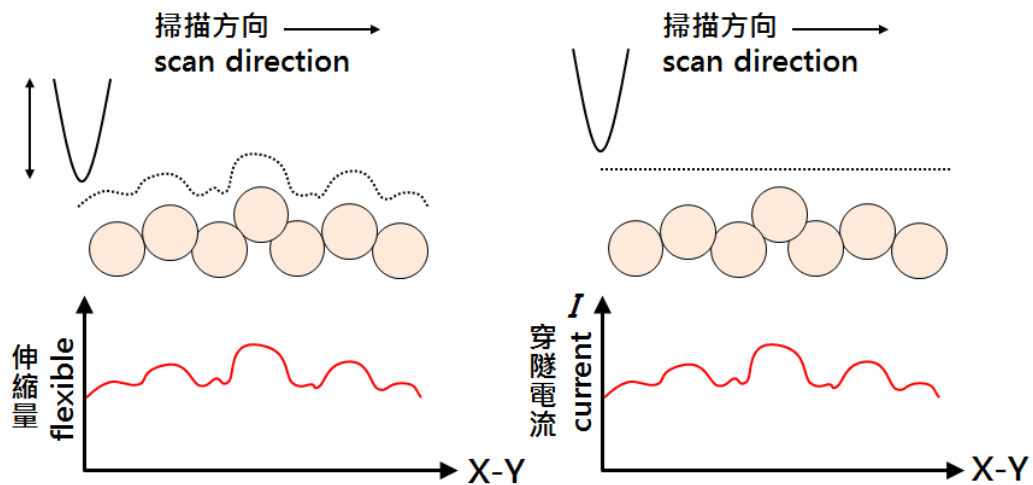
當尖端曲率直徑約 10-100 nm 之尖銳探針，靠近平滑的樣品表面至約 1 nm 左右，探針與樣品之間有外加偏壓而產生穿隧電流，其電流值約為幾奈安培 (nA)。此穿隧電流小於探針與樣品之間做點接觸所產生的電流，更小於微米等級穿隧結的工作電流。利用此一金屬間穿隧效應，藉由穿隧電流值之回饋控制，可以讓探針在沿著樣品表面移動時，與樣品表面保持固定的距離。掃描過程中垂直方向(Z 軸方向)的伸縮量，即為樣品表面形貌之高度。沿著樣品表面水平方向 (X 與 Y 方向) 移動掃描器，即可描繪出奈米等級之樣品表面形貌。



圖六 探針樣品距離與穿隧電流關係圖

由圖六可知，探針與樣品間距離的微小改變，會造成穿隧電流很大的變化。實際上，距離變化 1 埃(0.1 nm)，穿隧電流之變化可達 10 倍。

E. STM 掃描方式



(a) 定電流模式

(b) 定高度模式

圖七 STM 掃描模式

(a) 定電流模式：藉由探針伸縮量反應樣品表面形貌

如圖七(a)所示，當穿隧電流(I)大於設定電流值時，壓電材料會控制探針收縮，使針尖遠離樣品；當穿隧電流(I)小於設定電流值時，壓電材料會控制探針伸長，使針尖靠近樣品。

(b) 定高度模式：藉由探針伸縮量反應樣品表面形貌

如圖七(b)所示，當探針與樣品間距(ΔZ)小時，針尖與樣品間所產生的穿隧電流(I)較大；當探針與樣品間距(ΔZ)大時，針尖與樣品間所產生的穿隧電流(I)較小。

注意事項：

1. 放入或取出樣品座、探針座、樣品與探針前，應先以順時鐘旋轉粗條或細條螺絲，直至樣品與探針間有足夠空間後，才可進行。
2. 放入或移出探針座、樣品座、樣品與探針時，為避免因強力磁力造成樣品碰撞，故應以水平方式接觸後再平移推入或取出。
3. 進針前應先確認電子控制盒上 I-Gain 與 P-Gain 旋鈕轉至為最大值(逆時鐘到底)。

實驗步驟：

A. 機械主體準備與設置

1. 移開透明遮風罩。
2. 確認掃描基台由避震彈簧確實懸吊。
3. 確認粗調與細調螺絲皆處於退針(針尖遠離樣品)狀態、並保持水平。
4. 確認探針與探針座是否置於適當位置。
5. 確認樣品是否正確置於樣品座上。
6. 以「影像傳輸 USB線」將攝影機連接至電腦。

B. 電子控制盒準備與設置

1. 以「網路線」連接電子控制盒與機械主體。
2. 以「SMA線」連接電子控制盒與機械主體。
3. 以「介面控制USB線」連接電子控制盒與電腦。
4. 使用STM Educa專用變壓器，將電子控制盒接上電源。

C. 進針練習

先使用多次使用或狀況不佳之探針練習以下操作步驟，直至可以正確掃描到大致的影像且不會傷害到探針或樣品為止。合格學員再發予探針進行正式實驗。

D. 取出或置放探針、探針座、樣品及樣品座

1. 取出探針座與樣品前，應先以順時鐘方向旋轉粗調螺絲使樣品與探針有足夠安全距離為止，以防撞擊而造成樣品損毀。
2. 卸除避震彈簧。
3. 使用固定螺絲將掃描基台下板與避震框架固定，避免因晃動而影響操作，而後再翻開掃描基台上板。
4. 取出探針座時，應以鑷子夾住探針座，再以平移方式將磁力吸附式探針座從載台上取下。
5. 以螺絲起子將探針座兩側螺絲鬆開，以鑷子自探針盒取出探針，將探針置入探針座(針尖朝上)後，再以螺絲起子將探針座兩側螺絲鎖緊至探針固定不晃動為止。
6. 置放探針座時，應以鑷子夾住探針座，再以平移方式將其推入適當位置。注意勿垂直放入，也不可在過程中鬆開鑷子，因磁鐵強力吸附所產生之碰撞，長久可能影響儀器精密程度，甚至造成損壞。
7. 取出樣品座時，應以鑷子夾住樣品座，再以平移方式將磁力吸附式樣品座從載台上取下。
8. 以鑷子自樣品盒取出樣品，請勿讓手指或異物碰觸樣品表面。
9. 置放樣品至樣品座時，應以鑷子夾住樣品，再以平移方式將其推入適當位置。
10. 置放樣品座時，應以鑷子夾住樣品，再以平移方式將其推入適當位置。
11. 探針座與樣品座放置完成後，將掃描基台上板對準精密螺絲位置後放回原處。

E. 進針前準備與確認

1. 確認掃描基台由避震彈簧確實懸吊。
2. 掃描主體上板應呈水平狀態。
3. 分別將電子控制盒I-Gain與P-Gain旋鈕逆時鐘方向調至最大。
4. 開啟攝影機影像擷取程式，確認能有效辨識粗調進針狀況。
5. 開啟NanoControl掃描介面控制程式，確認Scan Z伸縮桿全黑。

F. 粗調進針

1. 粗調螺絲係由兩高精密螺絲構成，操作時應同時、同向且同幅度旋轉控制。其中，逆時鐘方向為進針；順時鐘方向為退針。
2. 粗調進針時，眼睛應注視攝影機影像擷取畫面中，針尖與針尖自樣品表面所反射倒影間的距離，當距離小於約0.5 mm 後停止粗調。
3. 完成粗調後，請務必將影像傳輸USB線拔離掃描基台，再進行細調。

G. 細調進針

1. 細調前請先確認影像傳輸USB線已拔離掃描基台，再鬆開固定螺絲，讓掃描基台恢復懸吊狀態。
2. 細調螺絲係由一高精密螺絲構成，以單手儘可能緩慢而穩定的旋轉控制，同時以另一手扶住掃描基台。其中，逆時鐘方向為進針；順時鐘方向為退針。

3. 細調進針時，眼睛注視著NanoControl掃描介面控制程式中Scan Z伸縮桿，當伸縮桿有回縮訊號時，即刻暫停細調。再緩慢調整使伸縮桿伸縮量約50%。
4. 以順時針方向將I-Gain調小，降低掃描頭反應速率，至伸縮桿不再快速跳動且趨於穩定為止。
5. 以順時針方向將P-Gain調小，降低掃描頭反應幅度，至伸縮桿不再大幅跳動且趨於穩定為止。
6. 反覆細調進針、I-Gain與P-Gain，直至伸縮桿穩定位於Scan Z中央50%處。

H. 預掃

於 N-terface 掃描介面控制程式設定，低影像大小(100 × 100 - 200 × 200 pts)與低駐留時間(2 - 5 ms)，按下Single Scan開始對樣品進行掃描，用以快速取得影像並判斷掃得圖形品質優劣，再決定是否需再進行細調I-Gain與P-Gain。

I. 開始掃圖

1. 承步驟G，若預掃品質優良即可由下列步驟進行較高解析度掃描。
2. 依序於NanoControl掃描介面控制程式中設定Set Current、Bias、Dwelling Time、Scan Area、Scan Position 與 Image Size，再確認所選取之掃描模式(大範圍或高解析度)正確無誤後，即可按下 Single Scan 開始對樣品進行掃描。
3. 掃描完成後，於NanoControl掃描介面控制程式之工具列中按下「File」-「Save」，用以儲存取得之拓撲數據。

J. 進階掃描

當百奈米級溝槽之掃圖過程與結果合格時，可進一步掃描十奈米級金島嶼、臺階、蝕刻與奈米級之臺階...等樣品。

K. 收納

1. 掃描完畢，需將粗調和細調螺絲以順時鐘方向旋轉退針。注意粗調退針量要與細調退針量應相等，以確保掃描主體上板維持水平。
2. 退針動作完畢後，再將I-Gain與P-Gain調回至最大值。

實驗問題：

1. 何謂壓電效應？試說明之。
2. 為何以同儀器掃描同樣品，掃描得到的圖形略有差異？試說明之。
3. 光學顯微鏡可否觀察到本實驗所使用的樣品？試說明之。