第二章 實驗儀器架構

本章節中將會介紹相變化膜層之製備方式，雷射寫入光學系統，以及量測所用之原子力顯微儀的原理與架構等。

2-1. 奈米薄膜之製備

本實驗樣品之薄膜層是由射頻濺鍍(RF-sputter)與直流濺鍍(DC-sputter)所共同製備。濺鍍機台工作原理為透過一外加電場，離子化氣體(如:氬氣)轟擊靶材表面的原子，使其獲得能量而脫離靶材表面；當具有足夠能量越過束縛位能障礙時，則會發生再沉積現象均勻形成薄膜。

實驗機台使用 13.56MHz 射頻交流電作為外加電場的偏壓。在此外加電場作用下，由於電子的質量較氬離子小，是以反應速度較快；對於交流電場的作用下，可中和靶面所累積的電荷。又因偏壓頻率切換迅速，正離子可一直留在電漿區內維持相當高正電位，所以濺鍍效率不會因電壓切換而下降。射頻濺鍍相對於直流濺鍍有鍍膜速率快、成膜均勻、緻密度高、附著性高等優點。當靶材為介電質或非金屬時，因為靶材表面導電性不佳，是以當正離子持續撞擊陰極會使其累積正電荷，而使電位過大無法濺鍍，因此衍生出射頻交流電法來改善以上的情形。其設計為在介電質靶材加一金屬電極，且改用射頻交流電

（13.56 MHz）；由於電子質量較小，是以飄移速率較正離子快，因而在射頻的正半週期已飛向靶面中和了負半週期所累積的正電荷。由於改變頻率相當快，可使正離子一直留在電漿區，因此對靶材（陰極）仍維持相當高的正電位，使濺射得以繼續進行(圖 2-1)。

本實驗所使用的四靶濺鍍機為日本芝蒲(Shibaura)株式會社製造，型號為”CFS-4EP-LL(i-miller)”。其特點有：(一)、具有 load lock 室，可縮短更換樣品時抽真空的時間；(二)、具四發射源，可幫助設計更複雜的樣品結構；(三)、採用成膜側向濺射方式，可減少灰塵雜質的沉積；(四)、高頻電源(500W)裝備自動調整控制器；(五)、具有渦輪幫浦，可幫助減短開機時間。除此之外，另可選擇手動操作或自動操作機器，當大量制式化的製備樣品時可節省許多操作的時間。機台主要架構包含兩真空腔體(vacuum chamber-S/C chamber and L/L chamber) 、冷凍幫浦(cryo pump)、機械幫浦(rotation pump)、渦輪幫浦(turbo pump)、兩個 pirani 真空計(pirani gauge)、一個離子真空計(ion gauge)及連接真空腔體的三個氣體流量氣閥分別為氬氣(Ar)閥、氧氣(O_2)閥及氮氣(N_2)閥。

鍍膜之製備架構如圖 2-2 所示。將所需的靶材放置入真空腔內基底上，並注意此時所有閘門及閥門皆處於關閉狀態。首先開啟 CP VENT v 充入低純度(4N)的氮氣(N_2)至冷凍吸附幫浦(cryo pump)之後關閉 CP

VENT v，並打開 S/C FORE v 以機械幫浦(rotary pump)抽氣，重複進行純淨冷凍吸附幫浦等步驟三次。當冷凍吸附幫浦達到所需的壓力後，關閉 CP VENT v 並開啟 S/C FORE v，以機械幫浦對冷凍吸附幫浦進行抽氣，使冷凍吸附幫浦達到約 1~10 Pa，再關閉 S/C FORE v 閥。當冷凍吸附幫浦達到所需的工作壓力後，立即啟動冷凍吸附幫浦，並以液態氦壓縮機對冷凍吸附幫浦進行降溫的步驟和保持冷凍吸附幫浦的低溫狀態，等待冷凍吸附幫浦之溫度降至 10 K (Kelvin)。等待的同時可先把欲鍍之基板放進 L/L 真空腔內托盤上，開啟 L/L FORE v 及 S/C 和 L/L 之間的閘門，利用機械幫浦將兩真空腔(S/C 和 L/L)內壓力降至渦輪幫浦可開始工作後，再關閉 L/L FORE v 及 S/C 和 L/L 之間的閘門。一旦冷凍吸附幫浦之溫度達 10 K 時，MAIN v 和 COND v 就同時打開，於是冷凍吸附幫浦對 S/C 真空腔抽高真空，而渦輪幫浦則對 L/L 真空腔抽真空。此時，若 S/C 真空腔內的壓力降至約 5×10^{-4} Pa 附近時(達到可輝光放電的壓力)，則把基板由 L/L 真空腔送進 S/C 真空腔內，此時 S/C 腔體壓力會略為上升。等至壓力回至 5×10^{-4} Pa 時就開啟氬氣(Ar，純度等級 5N 一瓶，提供濺鍍之電漿氣體之用)及所需氣體的控制閥，依設計的實驗樣品控制氣體流量，單位為 sccm，並調節主閥使真空腔體內壓力保持約 0.5 Pa。由電子槍和靶材的選擇，可依序在置入真空腔體的基板上，依照實驗設計的樣品，鍍上介

電質層材料硫化鋅-二氧化矽($ZnS_{(80\%)}$-$SiO_{2(20\%)}$)、相變化光碟記錄層材料鍺銻碲($Ge_2Sb_2Te_5$)。在鍍膜過程中，濺鍍的時間以及濺鍍功率大小的穩定，來控制薄膜成長之速率及厚度，最後將薄膜樣品製作完成。

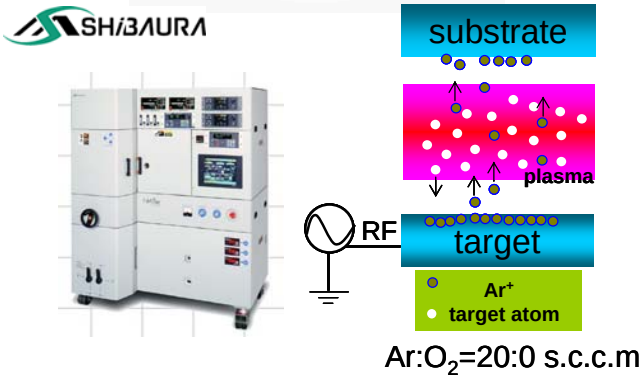

圖 2-1 濺鍍機台外貌圖與射頻反應機制示意圖

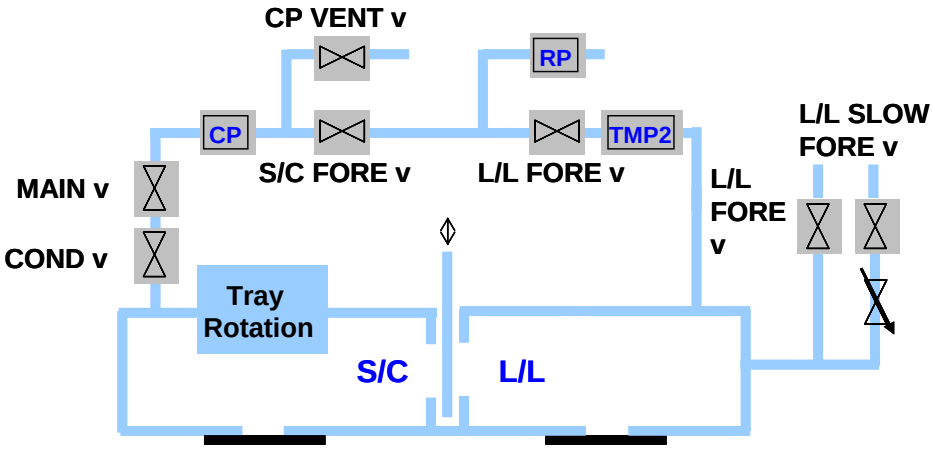

圖 2-2 濺鍍機台之腔體分布示意圖

2-2. 雷射光泵探系統(靜態測試儀)

雷射光泵探系統(pump and probe system)可用於研究材料對於不同雷射功率與作用時間之光學反應、循環次數、結晶速度等；本實驗應

用的部分為透過雷射光寫入不同之時間與功率，分析記錄點處對於光學反射訊號的強弱比，再透過原子力顯微儀掃描出表面形貌藉以分析比較。

2-2-1. 靜態測試儀光路系統

雷射光泵探系統是以偏振光顯微鏡(polarized light microscopy)加上雷射光寫入與探測系統所構成的科學儀器，其架構如圖 2-3 所示。該系統光路主要分為兩類，一是顯微鏡本身的光學架構，另一為泵探雷射光系統之光路。顯微鏡本身以鎢光作為照明光源。當光源進入鏡身後，會以一紅光濾光片(IR cutoff filter)分色鏡濾除掉紅光之頻譜區段，目的是為了避免紅外光對樣品產生額外的加熱效果。

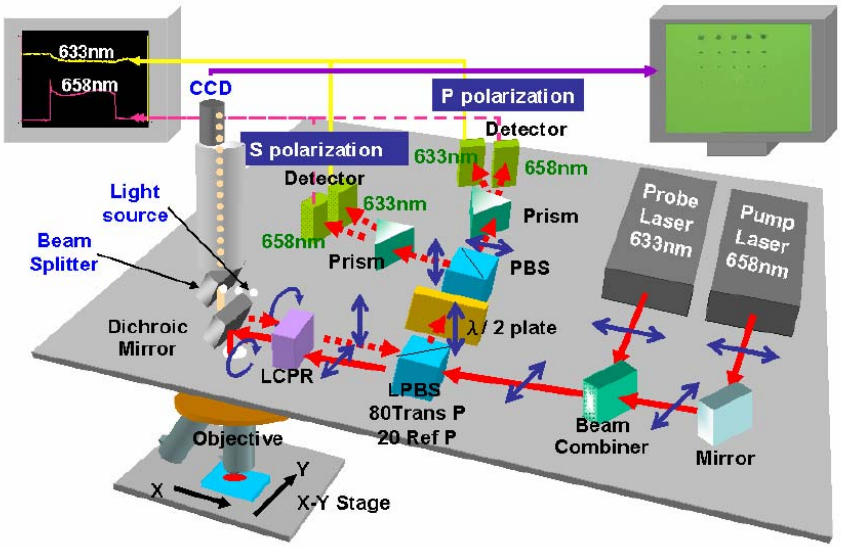

圖 2-3 雷射光泵探系統光路架構示意圖[5]

雷射系統的寫入與讀取光路透過一光束耦合器形成共軸後，再經過

漏光偏振分束器使得 P 偏振態光通過液晶相位延遲器(設定為延遲 45˚C)，使得 P 偏振光轉換為圓偏振態再聚焦於樣品表面上。而反射光沿著原入射光路經過液晶相位延遲器，可使原 P 偏振轉換為 S 偏振態，再經由二分之一波片調整入射到極化分光器中 S 偏振態與 P 偏振態的比例，可用以分析不同型態偏振光之特性。本實驗中由於研究之材料和雷射光之偏振態無關，是以僅在整體反射訊號強度的比較。

2-2-2. 重要光學元件

(一)、半導體雷射(laser diodes)：寫入雷射波長為 658nm，可調整之功率範圍為 0.4mW~21mW，寫入為脈衝雷射。讀取雷射(probe laser)為 633nm 之連續(CW)雷射，波長考量因素為需要和寫入雷射波長有所差異才能透過稜鏡分光出寫入訊號與讀取訊號。本光路系統中，雷射開關需要 2.5ns 的上升與下降時間，所以最短的脈衝時間約為 6ns。

(二)、光束耦合器(beam combiner)：光束耦合器上鍍了光學多層膜結構，可使 658nm 波段之雷射光有高穿透率且讓 633nm 波段之雷射光有高反射率。如此可讓兩道雷射光透過此原件將其合併在同一軸。

(三)、漏光偏振分束器(leaky polarizing beam splitter, LPBS)：設計對於 S 偏振態光可 100%反射；對於 P 偏振態光可反射 20%，穿透 80%。

(四)、液晶相位延遲器(liquid crystal phase retarder, LCPR)：透過電

壓控制可使光束相位延遲。本實驗中設定為延遲 45°，相當於四分之一波片的效果。此元件可使入射的 P 偏振態變為圓偏振態，而反射回之圓偏振態再經過 LCPR 時會轉變為 S 偏振態。

(五)、分色鏡(Dichroic mirror)：具有波長選擇性，對於 630nm 以下之波段可穿透，以上的波段則是會反射。該元件用於濾去鎢燈的紅光波段，以減少對樣品產生的加熱效果。

(六)、對焦聚光控制器(focusing actuator)：利用壓電陶瓷製成之微調裝置，伸縮長度約為 100μm，控制精準度約為 50nm。

(七)、物鏡(objective)：實驗中使用之物鏡數值孔鏡為(numeric aperture, NA)值為 0.6，放大倍數為 40 倍，並搭配補償片(compensator)可對不同的基板類型及厚度作調整，以免因雷射光束聚焦效果變差而影響實驗結果。

(八)、X-Y 移動平台(translation stage)：藉由壓電陶瓷馬達控制的 x-y 平台，最小移動單位量為 0.1μm；x 軸方向移動最大距離為 50mm，y 軸方向移動最大距離為 35mm。

(九)、CCD(charge couple device)：為一光學影像擷取裝置，可記錄 30 萬像素(640*480)光學影像；在搭配 40x 物鏡條件下，可觀測之影像範圍約為 50μm*40μm。

(十)、二分之一波片(λ/2 wave plate)：用於改變光之偏振方向，可將

S 偏振態光轉換為 P 偏振態光；搭配極化分光器可用於分配入射到 S 偏振與 P 偏振之光感測器之強度。

(十一)、偏振分束器(polarizing beam splitter, PBS)：利用偏振分束器之偏振選擇性，來分化 S 態與 P 態之偏振光。

(十二)、稜鏡(prism)：可分光出兩不同波長之雷射光(658，633nm)。

(十三)、光感測器(high speed quad detector)：光感測器由四感應器所組成(300μm*600μm)，每個感應器間隔為 10μm。

實驗之校正工作(calibration)主分為兩部分：(一)、雷射光功率校正，將功率計(power meter)放於物鏡下方，雷射設定為連續波，改變輸入雷射的電流量以得電流對功率之相關曲線。(二)、反射功率波形校正，將雷射聚焦於拋光過的矽單晶片(silicon wafer)，改變雷射光功率與照射時間得其反射訊號關係圖。採用矽單晶片之原因為其熱導性質良好，不易因雷射光長期照射而產生質變等問題。

記錄點寫入實驗流程可略分為四步驟：

(一)、雷射校準(laser alignment)：當寫入雷射光束與讀取光束不同軸時，反射光束僅能讀取寫入記錄點邊緣反射率變化資訊，導致實驗誤判材料真實的光學性質。

(二)、選擇補償片：需針對顯微鏡所穿透之基板種類與厚度選擇補償片修正；如樣品是以蓋玻片作為基底，其厚度為 0.11 mm，則選用

G=0.5 的補償鏡頭作為修正。

(三)、調整焦距：利用鹵素燈為光源打在樣品上後，經過機械式粗調節輪與細調節輪調整至大致焦距後，透過軟體調整壓電陶瓷(piezo)作最後之微調。

(四)、寫入雷射記錄點：在完成以上調整校正工作後，輸入依實驗所設計之寫入功率、寫入時間、記錄點間隔等參數。在本論文實驗中，每一記錄點間隔為 2μm，並且在每組參數中皆寫下一定位用之記錄點外框，寫入功率及時間皆為該組參數中雷射功率及寫入時間最大者。

2-3. 原子力顯微儀(AFM)及導電式原子力顯微儀(C-AFM)

原子力顯微儀(atomic force microscopy, AFM)，為透過探針掃描過物體表面，藉由樣品表面與針尖之凡得瓦力作用(圖 2-4)，藉其高度迴饋控制獨立之壓電陶瓷取得表面相對位置影像的一種顯微技術。發明於 1986 年 Binning 以及史丹佛大學教授 Quate 及 IBM 的 Gerber 所提出之一種探針顯微儀(scanning probe microscopy, SPM)。其主要動機為發展出如穿隧式顯微儀般的高解析度，且不需抽真空及可對非導體材料進行量測。

2-3-1. 原子力顯微儀之工作模式

隨著控制技術的發展，原子力顯微儀依探針之迴饋控制發展出以下幾種工作模式：

(一)、接觸式(contact mode)：探針掃描過物體表面時，迴饋控制與接觸樣品表面之高度與力度完成掃描。該工作模式是利用原子間的排斥力(repulsive force)，該段區間作用力對於距離改變相當敏感(圖 2-4 標示引力區段)，是以接觸式原子力顯微儀較容易得到原子等級的解析度。但由於該模式常因物體形貌變異過大導致探針不及控制高度而損毀，是以導致量測失真。

(二)、非接觸式(non-contact mode)：為了解決接觸式掃描探針易損毀之缺點，是以衍生出一套以探針和樣品維持一定距離的模式；利用凡得瓦力位能中另一波段力作為迴饋控制(如圖 2-4 所示)。但此力對於距離的敏感度較小，是以將探針裝於壓電陶瓷震盪片上(bimorph)，藉由外加一弦波電壓至探針，使其在共振頻率上振盪；當探針掃描過樣品表面時，會由於表面力的作用，而使共振頻率發生偏差，而造成探針震動改變。是以藉由分析該振幅改變，透過回饋電路之分析便可控制探針與表面之距離與得到樣品之表面形貌。

(三)、輕敲式(tapping mode)：由於非接觸式模式屬於藉由引力的改變來判斷物體之表面形貌，但此工作模態下探針振幅隨距離改變微小，導致敏感度降低；是以針對這點後續改良發展出輕敲式的工作模

式。其工作模態為探針在共振頻率上下震盪時，探針與樣品之距離處於排斥力與吸引力區間；每一震盪週期中探針在震盪底部會和樣品表面接觸一次，是以可以得到較大的振幅變化。相較於前述非接觸工作模式，此種工作模態具有較高之解析度；與接觸式模態相比，具有不易破壞樣品與探針等優點；但仍受限於樣品材料之特性，過硬或過軟之樣品仍會造成針尖的損毀。

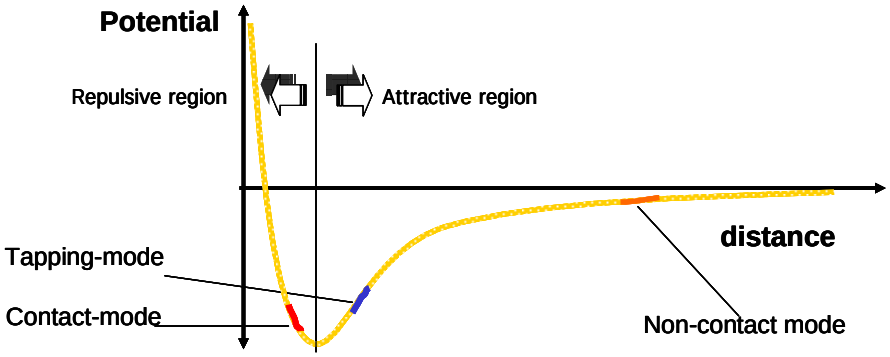

FIG. The van der Waals force potential
The distance and scanning direction between tip and sample
tells apart two different mode

圖 2-4 原子力顯微儀之不同工作模態對應凡得瓦力位能示意圖；依作用力之位能關係可區分為三：(一)、接觸式模態；(二)、輕敲式模態；(三)、非接觸式模態

2-3-2. 導電式原子力顯微儀(Conductive-Atomic Force Microscopy, C-AFM)

工作模式為架構於掃描式工作模態之一種電性測量技術。透過導入樣品表面固定之直流偏壓，將鍍鉑(Pt)探針虛擬接地後接觸樣品表面，量測由樣品到探針的電流訊號，藉以比對出表面各處之電性差異。是以在量得表面電訊差異同時，亦可得樣品接觸模式表面的起伏

變化，藉此可同時分析樣品表面變化與電性變化之關係。圖 2-5 所示探針在 x-y 軸平面掃描時，獲得表面形貌與導電訊號之示意圖。

本實驗採用美國 Asylum 公司型號 MFP-3D 之 AFM 以及 C-AFM 模組。儀器中用於定位探針懸臂樑(cantilever)之雷射波長為 830nm，其選擇原因是可避開可見光之干擾。透過該聚焦雷射及反射訊號，可定位及回饋控制探針之位置。儀器掃描影像時，平移台之最大掃描範圍可達 90μm*90μm，絕對誤差小於 0.6nm。而探針基座上之垂直陶瓷電壓，高度變化最大可達 16μm，絕對誤差小於 0.3μm。對於導電模組中，最大偏壓範圍為+10V~-10V，電壓感測精準度為 10^{-15}mV。導電模組單位顯示為電壓，其轉換方式為 1V=2nA，但並不影響我們判讀表面之電性差異結果。

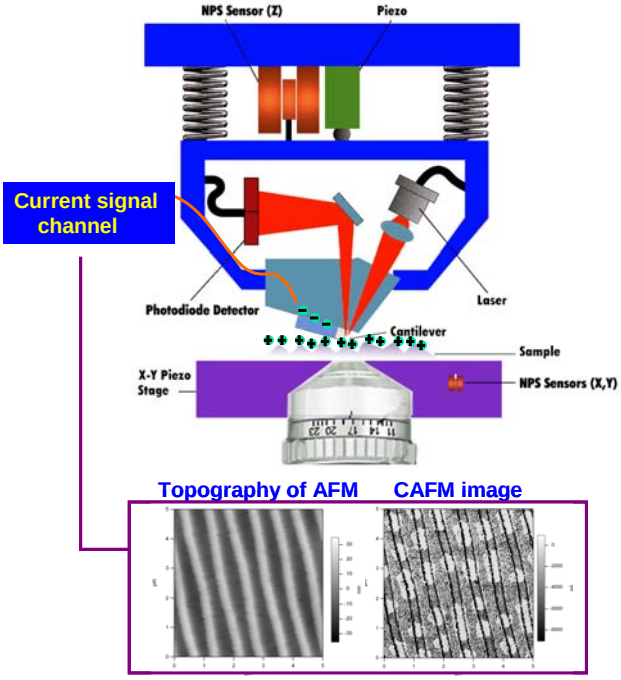

圖 2-5 導電式原子力顯微儀架構示意圖；藉由與物體表面之電路迴路，可藉由比較樣品表面之電性偵測出差異處。圖示數據顯示樣品表面之表面形貌圖與其對應之導電性圖，可發現對於商業碟機所寫下之記錄點，表面形貌無法觀測；但藉由導電訊號可觀測出記錄點[8]。

實驗中 AFM 探針使用 Olympus 公司型號 AC240 表面鍍鉑接觸式探針，材料為 n-type 單晶矽透過半導體蝕刻方式製造，針尖形狀為尖銳之四方體(sharpened tetrahedral)，針尖高度為 14 μm，針尖半徑小於 25nm。探針之針尖面度上 20nm 厚之銥(Ir)、鉑(Pt)混鍍金屬，反面則是 100nm 之鋁(Al)金屬作為反射雷射訊號控制迴饋用。