# 掃描微波阻抗顯微鏡:介電常數與電 導率的奈米級成像

# Scanning Microwave Impedance Microscope: Nanoscale Mapping of Permittivity and Conductivity

黄壯群、Benedict Drevniok、Peter de Wolf、St. John Dixon-Warren、Oskar Amster、Stuart Friedman、Bede Pittenger、李春增、楊永亮、陳彦甫

Zhuangqun Huang, Benedict Drevniok, Peter de Wolf, St. John Dixon-Warren, Oskar Amster, Stuart Friedman, Bede Pittenger, Chunzeng Li, Yongliang Yang, Yen-Fu Chen

掃描微波阻抗顯微術 (scanning microwave impedance microscopy, sMIM) 是以原子力顯微鏡 (atomic force microscope, AFM) 為平台的分析技術,應用於分析材料和元件特性。從針尖與樣品界面反射的微波掌握了 針尖下方樣品表面的電性訊息,即時偵測並分析處理反射的微波訊號,使得掃描微波阻抗顯微鏡能直接取 得材料的的介電常數和電導率,從而取得針尖底下奈米微區上的樣品電性,伴隨著探針在樣品表面的掃 描,掃描微波阻抗顯微鏡可以直接對樣品表面的介電常數和導電率進行二維甚至三維成像。當原子力顯 微鏡型式的掃描微波阻抗顯微鏡探針在樣品表面掃描時,掃描微波阻抗顯微鏡能將電阻 (sMIM-R) 與電容 (sMIM-C) 特性的變化成像,由於掃描微波阻抗顯微術是基於探針尖與樣品之間的電容耦合,所以這種偵 測方法不需要與樣品有電性導通的接觸;而在導通的情況下,於樣品或待測元件上施加交流偏壓,掃描微 波阻抗顯微鏡就類似傳統的掃描電容顯微鏡,能提供載子分布輪廓,以相同的方式,掃描微波阻抗顯微鏡 也能提供獨特的非線性電阻特性成像。兼具一般性訊號與樣品交流偏壓調制訊號,掃描微波阻抗顯微鏡可 適用於研究具有複雜組成的材料表面或者待測元件,例如良導電性、半導電性以及絕緣性的區域。做為一 種近場方法,掃描微波阻抗顯微鏡的解析度僅受限於探針的針尖半徑,其電性成像可輕易達到 20 nm 以下 的横向解析度。使用具有同軸遮罩結構的波導探針,高訊雜比以及 aF 以下的靈敏度得以在掃描微波阻抗 顯微鏡中實現。有這些獨特的能力,掃描微波阻抗顯微鏡在應用範圍的廣度上優於其他以原子力顯微鏡為 基礎的量測模式。本文將介紹掃描微波阻抗顯微術與多功能原子力顯微鏡平臺的整合,當其與峰值力輕敲 模式結合時,有機會在脆弱的樣品上(如奈米碳管)得到掃描微波阻抗顯微術的量測結果。

Scanning microwave impedance microscopy (sMIM) is an AFM-based technique for materials and device characterization. The reflected microwave signal from the tip-sample interface holds information of the electrodynamic properties of the sample surface underneath the tip apex. Detecting and processing in real time of the reflectance allows sMIM to directly access the permittivity and conductivity of the material. When an AFM-type sMIM probe is scanning across the sample surface, sMIM is capable of imaging variations in resistive (sMIM-R)

and capacitive (sMIM-C) properties. This detection approach does not require adding electrical contact to the sample as sMIM is based on the capacitive coupling between the tip and the sample. By AC-biasing the sample or device under test (DUT), sMIM also provides carrier profiling (dC/dV) capability similar to traditional scanning capacitance microscopy (SCM). In the same way, it also uniquely offers mapping of nonlinear resistive properties (dR/dV). With both regular and AC-sample-bias modulated sMIM signals, sMIM is suitable for studying surfaces with complex composition or DUTs with a broad dynamic range, e.g., metallic, semiconducting and insulating domains. As a near field method, the resolution of sMIM is only limited by the tip radius of the probe and it can easily achieve a lateral resolution of < 20 nm for electrical mapping. Sub-aF sensitivity and high S/N ratios are realized by using waveguide tips with coaxial shielding. Having these unique capabilities, sMIM is superior to other AFM-based electrical modes for a broad range of applications. This article provides an introduction of sMIM and its integration with versatile AFM platforms. When combined with PeakForce Tapping, it is possible to obtain sMIM results on delicate samples such as carbon nanotubes.

# 一、前言

在材料研究和元件分析中,經電磁波激發而導 致材料所發生的反應,往往直接被用來測量和分析 材料的物理特性。在遠場輻射波的情況中,電磁 波的繞射極限決定了分析電學特性的最佳空間解 析度,最高可達到的大約是入射波特徵波長的一 半,即所謂的「阿貝繞射極限」(Abbe's diffraction limit),例如在微波體系中,自由空間波長超過1 cm,因此不可能用於不到其波長百萬分之一的奈 米級尺度上的材料分析(1)。幸運的是這個繞射極限 可以利用近場技術突破,因為在近場的情況中, 空間解析力由所使用的亞波長孔洞或無孔洞波導 (aperture-less waveguide)的尺寸決定,而非電磁波 本身的自由空間波長,奠基於近場技術的顯微鏡 技術,首次在1950年代於微波頻段中得到實驗驗 證<sup>(2)</sup>,事實上,在這之前的 30 年,也就是 1920 年 代, Synge 已經從理論上提出了這種技術<sup>(3)</sup>。時至 今日,近場顯微鏡成像技術已被延伸到其他光譜 區,例如遠紅外、紅外、近紅外以及可見光波段 (4)。在近場顯微術中,由於電磁場的漸衰波或近場 貢獻會隨著距離以指數衰減,所以探針必須非常 接近 (在針尖半徑的尺度量級) 或者直接與樣品表 面接觸,這對探針的空間定位要求非常高,而極高 的空間定位能力正是原子力顯微鏡的優點。因為如 此,現代的高解析近場顯微術大部分都是建立在原 子力顯微鏡的平台上。而且與原子力顯微鏡結合,

除了近場技術所帶來的光電資訊,還能同時得到一般原子力顯微鏡所能得到的資訊,例如樣品的表面形貌、表面力學性質以及電學性質等等。這些分析技術現今已有不少商業化的實例,包括針尖增強拉曼光譜法 (tip enhanced raman spectroscopy, TERS)以及紅外線散射式掃描近場光學顯微術 (scanning near-field optical microscopy, SNOM)<sup>(5-8)</sup>;對於微波頻率範圍,掃描微波阻抗顯微鏡 (sMIM) 是個重要的範例,也是本文介紹的重點。

# 二、掃描微波阻抗顯微鏡的原理

在掃描微波阻抗顯微鏡中,針尖為微波傳輸線 的終點,其與樣品近場表面所形成的阻抗是針尖-樣品耦合電容、針尖雜散電容及針尖-樣品阻抗的 函數<sup>(9)</sup>。當針尖到樣品的距離比典型的針尖尺寸小 許多,且附加適當的遮罩時,前兩者的貢獻可以忽 略,此時所測得的阻抗主要來自針尖-樣品阻抗的 貢獻,而這個阻抗可以直接用來分析樣品表面的電 性。此外,「開路」端的針尖是微波傳輸線中的阻 抗中斷點,這種阻抗的不連續性導致微波的反射, 其反射係數是針尖-樣品阻抗的函數。因此,藉由 微波反射率以及根據同時得到相關資訊 (如反射波 的相位、振幅、實部和虛部等)進行成像,我們可 獲得針尖正下方材料表面的電性,例如介電係數及 導電率。

搭載於原子力顯微鏡平台上的掃描微波阻抗顯 微鏡有個特別設計的探針座,這個探針座可承載一 般的原子力顯微鏡探針與掃描微波阻抗顯微鏡的導 **雷探针。在掃描微波阳抗顯微鏡操作方面,探針是** 將微波傳導到針尖與樣品接面的傳輸線的一部分, 因此,要進行電性測量,導電探針是絕對必要的。 另外,使用有同軸遮罩結構的探針,可以將寄生電 容與背景雜訊的影響降到最低,此類探針已可量產 製造且商已用化。如圖1所示,位於探針中央兩絕 緣介電層間的微細金屬通道,可以在電極和金屬針 尖之間傳導微波訊號,同時在懸臂樑上下兩面的金 屬層形成同軸遮罩結構,這個遮罩可大幅去除雜散 和寄生電容,並降低來自周遭環境的雜訊,確保在 掃描期間只有針尖與樣品相互作用。這個同軸遮罩 結構加上小於 50 nm 的針尖半徑可提供高電性靈 敏度及高空間解析度。

此外,由於所使用的探針具有金屬通道,這使 其可以應用於其他要求導電探針的掃描探針顯微鏡 模式,例如掃描電流顯微鏡、掃描電位顯微鏡、壓 電力顯微鏡等,在進行微波偵測的同時,也可以同 時得到除了掃描微波阻抗顯微鏡訊號以外的多種訊 號資訊,例如壓電響應及表面電位。關於這方面的 細節,可參考相關的應用實例<sup>(10-13)</sup>。

在典型的掃描微波阻抗顯微鏡系統中,有一個 電路內置系統阻抗 (Z<sub>0</sub>) 為 50 Ω 的匹配網路,這個 網路將低功率 3 GHz 的微波訊號傳輸到針尖。其 功率輸出的預設值設定為 -20 dBm,其變化範圍為 -10 到 -40 dBm 之間。由於每支探針的特性不同, 如探針電阻、導線 (共振腔)長度,所以最佳工作 頻率往往與 3 GHz 略有偏差,這個微小偏差一般 在幾個到幾十個 MHz 的範圍,所以在進行測量之 前,首先必須先找到最佳工作頻率,在這個最佳頻 率時,探針-樣品界面上的微波反射率 (Γ) 為最小 化。當針尖掃描樣品表面時,掃描微波阻抗顯微鏡 會偵測偏離匹配電路內置系統阻抗所造成的反射微 波訊號。其反射率以下式表示:

$$\Gamma = \frac{Z_{tip} - Z_0}{Z_{tip} + Z_0}$$

如圖 2 所示,探針-樣品阻抗 Z<sub>tip</sub> 可以集總元 件模型 (lumped element model)表示。來自針尖與 樣品界面的反射訊號往回耦合到電路中。射頻混頻 器解析了分別與導電度和介電係數相關的同相 (實 部)與反相 (虛部)訊號,這兩個輸出訊號分別被標 示為 sMIM-R 與 sMIM-C。在參考樣品上調整解調 相位後,電阻 (sMIM-R) 和電容 (sMIM-C)訊號可 以被完全分離且獨立顯示成像。

當樣品受到交流偏壓驅動,掃描微波阻抗顯 微鏡訊號中包含著一個對應的交流調變分量,這 個分量可以進一步被另一個鎖相放大器解析。對 於 sMIM-C 訊號,所得到的 dC/dV 振幅與相位訊 號類似於掃描電容顯微鏡<sup>(10-11)</sup>。所以掃描微波阻抗 顯微鏡也具備掃描電容顯微鏡的功能,也能夠進行 非線性材料的載子濃度量測。不同於掃描電容顯微 鏡,掃描微波阻抗顯微鏡能提供樣品表面的介電 對比,大幅擴展了掃描微波阻抗顯微鏡在半導體 故障分析方面的應用。此外,掃描微波阻抗顯微鏡



圖 1. (a) 針尖半徑小於 50 nm 的掃描微波阻抗顯微鏡探針的同軸遮罩結構圖。在懸臂樑上下兩面的金屬層 形成同軸遮罩結構,可去除雜散和寄生電容,並降低來自周遭環境的雜訊。中央金屬線會將微波傳 輸到針尖。(b) 與 (c) 為典型掃描微波阻抗顯微鏡探針的掃描式電子顯微鏡影像。(圖片由 Bruker Nano Surface 提供,版權屬於 Bruker Nano Surfaces。)



圖 2. 掃描微波阻抗顯微鏡的訊號偵測原理示意圖。針尖-樣品阻抗被描述為一個集總元件 電路模型,反射的微波由射頻混頻器 (1 號混頻器) 解析為 sMIM-C (電容) 與 sMIM-R (電阻) 訊號,這兩者分別與樣品的介電係數與導電率有關。當樣品受到交流偏壓驅 動,掃描微波阻抗顯微鏡訊號的交流調變分量可以進一步被另一個鎖相放大器 (2 號混 頻器) 解析,以提供用於分析非線性材料載子濃度量測的 dC/dV 資訊以及獨特的 dR/dV 資訊。(圖片 Bruker Nano Surface 提供,版權屬於 Bruker Nano Surfaces。)

也能提供 dR/dV 訊號,這可用於分析材料特性的 另一層資訊。掃描微波阻抗顯微鏡可以在傳統的接 觸模式或輕敲模式操作,也可以在峰值力輕敲模式 (PeakForce tapping) 下使用,與後者的結合後的掃 描微波阻抗顯微鏡,在功能上增加了幾項優點:首 先,透過峰值力定量奈米力學 (PeakForce QNM), 峰值力輕敲模式具有能夠同時將電學和力學資訊成 像的特性 (黏附力、模數、形變量、能量損失)。第 二,峰值力輕敲模式有著精準、線性的力控制, 因此允許使用極低的作用力 (通常小於 100 pN) 來 研究脆弱和柔軟的材料,或鬆散地附著於基材的材 料,也由於作用力極低,針尖的使用壽命會大幅增 加,而針尖的使用壽命在掃描探針顯微鏡的電性測 量中一直是個普遍的問題,此外,成像的解析度也 會進一步提升。在使用交錯模式 (interleave mode) 時,甚至能同時捕獲更多資訊 (例如表面電位或壓 電響應)<sup>(10-13)</sup>。對產業界而言,掃描微波阻抗顯微 鏡將可成為極有潛力的材料特性分析和元件故障分 析工具。

# 三、掃描微波阻抗顯微鏡的應用

以下範例介紹掃描微波阻抗顯微鏡的各項功能應用<sup>(12)</sup>。

#### 1. 接觸模式 sMIM 成像

#### (1) 靜態隨機存取記憶體 (SRAM)

靜態隨機存取記憶體的樣品經前側抛光後,表 面形貌會呈現與佈植區域相應的特徵變化。它們被 經常用作掃描電容顯微鏡的測試參考樣品,以驗證 其區分元件上各區域的摻雜類型和載子濃度的能 力。在掃描電容顯微鏡模式中,針尖與樣品形成 一個局部 MOS (金屬-氧化物-半導體)電容,其 電容會隨施加於樣品的交流偏壓調制而變化。掃描 電容顯微鏡可提供微分電容 (dC/dV)資訊,其相位 與振幅分別用來區分半導體摻雜類型和載子濃度。 sMIM 具有類似功能,並進一步增加了介電特性的 成像能力。

圖 3 為靜態隨機存取記憶體的 sMIM 影像。圖 3(a) 顯示使用接觸模式原子力顯微鏡取得的三維表 面形貌圖,成像的區域為 15 μm × 7.5 μm,基材相 對平坦、表面有約 100 nm 及 150 nm 高的區域。 圖 3(b) 的 sMIM-C 訊號分布顯示整個樣品表面的 介電特性變化。每個 150 nm 高的區域邊緣都有著 不同於平台處的介電常數。圖 3(c) 中的 dC/dV 相 位影像呈現出了這個「O形」結構的細節,例如磊 晶 p-型基板、n-型低摻雜源極/汲極、p-型閘極及 n-型通道。如圖 3(d) 上 8 個平台處的暗線所示,載 子濃度分布影像也顯示了由 p-型到 n-型間的空乏 區。圖 3(e) 的影像為在無形貌變化的表面 (粗糙度 小於 0.1 nm) 上,取得電性的高解析相位影像。圖 3(f) 呈現相位影像的截線分析,從 p-型到 n-型摻雜 區的過渡區只有不到 10 nm。

#### (2) 倒立式絕緣閘極雙極性電晶體

倒立式絕緣閘極雙極性電晶體 (inverted vertical insulated gate bipolar transistors, IGBTs) 是最 重要的離散式半導體功率元件之一,這些元件將高 效率和快速開關結合於一體。在奈米尺度上量測其 結構以及不同區域的載子濃度和摻雜類型,對倒立 式絕緣閘極雙極性電晶體的設計和效能具有重要意 義。



圖 3. 靜態隨機存取記憶體樣品的掃描微波阻抗顯微鏡影像分析。(a) 範圍 15 μm × 7.5 μm 之表面形貌,以及約 150 nm 高的形貌特徵;(b) sMIM-C 訊號於表面形貌上 的分布;(c) 表面形貌與 sMIM dC/dV 相位訊號疊加;(d) 表面形貌與 sMIM dC/ dV 振幅訊號疊加;(e) 無明顯形貌變化(粗糙度小於 0.1 nm) 但有著兩個明顯不 同的摻雜區域;以及(f) 為對應於圖(e) 影像上紅線標示的截面分析。(版權屬於 Bruker Nano Surfaces)

圖 4 為倒立式絕緣閘極雙極性電晶體截面樣 品的顯微研究實例。掃描式電子顯微鏡影像 (如圖 4(a) 所示) 廣泛用於呈現不同的元件細節,例如金 屬接點、閘極氧化層、多晶矽溝渠式閘極以及單 晶矽源極和基板本體。sMIM-C 可用於局部介電特 性成像,也可用於區分有不同摻雜濃度的單晶矽 區域,這可由圖 4(a) sMIM-C 訊號上清楚的射極區 域來說明;射極直接連接到鎢接點上。125 nm 高 的鎢接點及粗糙的射極/源極金屬接點,對成像和 針尖壽命均造成挑戰,還可能導致形貌訊號耦合到 電性數據中。將掃描微波阻抗顯微鏡與峰值力輕敲 模式 (PeakForce tapping mode) 結合可避免上述缺 點,本文稍後將對此加以說明。從倒立式絕緣閘極 雙極性電晶體樣品的掃描微波阻抗顯微鏡資訊,顯示它在載子濃度量測方面具有與掃描電容顯微鏡類似的功能。在圖 4(c) 與 4(d) 中, dC/dV 振幅和相位分別提供了載子濃度和載子類型的相關資訊。與傳統掃描電容顯微鏡成像 (圖 4(d)) 相似,將 dC/dV 相位和振幅結合可以建構一個同時顯示摻雜濃度和 摻雜類型的複合影像。

對於故障分析而言,掃描式電子顯微鏡及掃描 電容顯微鏡等傳統成像方法,在量測倒立式絕緣閘 極雙極性電晶體等元件方面明顯受到侷限。掃描式 電子顯微鏡需要使用特殊的樣品製備方法,對不同 摻雜區進行選擇性蝕刻,才可獲得有效的對比度; 掃描電容顯微鏡雖可用於區分不同的半導體摻雜



圖 4. 由 Chipworks 公司提供的倒立式絕緣開極雙極性電晶體截面拋光樣品的掃描式電 子顯微鏡影像,以及掃描微波阻抗顯微鏡影像。(a) 掃描式電子顯微鏡及 sMIM-C 影像用於比較與解析不同的材料;(b) sMIM dC/dV 相位影像;(c) sMIM dC/dV 振 幅訊號分布;以及(d)從(b) 圖與(c) 圖建構的複合影像,此類似於傳統的掃描電 容顯微鏡影像。比例尺:1 μm。(感謝 Chipworks 公司提供掃描式電子顯微鏡影 像,版權屬於 Bruker Nano Surfaces。) 區,但無法顯示金屬與介電層的區域。相較之下, 掃描微波阻抗顯微鏡的優勢在於無需特殊的樣品製 備便可解析不同摻雜區,並能區分氧化層、半導體 和金屬。

#### (3) 互補式金屬氧化物半導體影像感測器

圖 5 是以掃描微波阻抗顯微鏡掃描全域快門 CMOS 感光元件表面的實例。在圖 5 中,掃描微 波阻抗顯微鏡不僅對於半導體材料的載子濃度有很 高的偵測靈敏度,而且對於非半導體材料,如絕 緣層、多晶矽和介電層也有著非常明顯的訊號對 比<sup>(14)</sup>。如圖 5 所示,感光元件的大小為 3 mm。圖 5(b)是 sMIM-C 影像,清晰顯示了元件中所有關鍵 特徵,如圖中數字所示,(1)是用於儲存的 n 型的 擴散區域;(2)是感光陰極 n 型擴散區域;(3)是淺 溝渠隔離絕緣區域;(4)是金屬接觸區域;(5)是陰 極周圍的 p 型基板。掃描微波阻抗顯微鏡同時也測 量到了 sMIM-R 影像 (如圖 5(c) 所示)。

圖 5(d) 中的 dC/dV 相位影像與標準的掃描電 容顯微鏡之相位影像相似。n 型區域和 p 型區域 有著相反的相位,分別顯示為黃色的 90°和藍色 的 –90°,而其他區域的相位都在 0°附近。圖 5(e) 為 dC/dV 振幅影像,能夠反映非線性材料的載子 濃度。雖然圖 5(e) 中 dC/dV 振幅影像與圖 5(b) 中 的 sMIM-C 影像看起來類似,但是 sMIM-C 具有 更廣的測量範圍。例如我們觀察圖中位置 3 (氧化 矽) 與位置 4 (重摻雜的砂) 的區域,其在 dC/dV 振 幅中沒有明顯差別,但是在 sMIM-C 影像中則有 明顯對比。這是由於在 dC/dV 振幅的訊號在中度 摻雜時出現峰值,在輕度摻雜或是重摻雜時訊號很



圖 5. 掃描微波阻抗顯微鏡掃描全域快門 CMOS 感光元件表面的影像,掃描區域大小為 5μm×5μm,感光元件的大小為3μm。CMOS 感光元件樣品由 Chipworks 公司 提供。<sup>14</sup> (a) 表面形貌; (b) sMIM-C 影像,圖中數字所對應的區域分別為: (1) 用 於儲存之 n 型擴散區; (2) 感光陰極 n 型擴散區; (3) 淺溝渠隔離絕緣區; (4) 金屬 接觸區; (5) 陰極周圍的 p 型基板。(c) sMIM-R 影像; (d) dC/dV 相位影像,黃色 區域相位為 90 度,藍色區域相位為 –90 度; (e) dC/dV 振幅影像; (f) 對應於 (b) 圖中標出的五個位置之 C-V 曲線。(圖中所有影像均在 Chipworks 公司的 Bruker Dimension Edge AFM 取得,版權屬於 Bruker Nano Surfaces。)

小,而 sMIM-C 訊號隨著載子濃度的增加而訊號變 大。值得一提的是, 掃描微波阻抗顯微鏡對於矽 基材的載子濃度從 10<sup>14</sup> cm<sup>-3</sup> 到 10<sup>20</sup> cm<sup>-3</sup> 有很好的 訊號對比度。利用 sMIM-C 訊號,我們可以進行奈 米尺度下特定位置的 C-V 曲線量測,特定位置的 C-V 曲線量測可以對半導體元件進行故障分析, 如圖 5(F) 中對於圖 5(B) 中所標示位置的 C-V 曲線 所示。C-V 曲線 #1 和 C-V 曲線 #2 顯示該區域是 n 型半導體,與元件結構 (1) 用於儲存的 n 型擴散區 和 (2) 感光陰極 n 型擴散區域相吻合; C-V 曲線 #5 顯示該區是 p 型半導體,與元件結構 (5) 陰極周圍 的 p 型基板相吻合; C-V 曲線 #3 說明該區是非半 導體材料,與元件結構 (3) 淺溝渠隔離絕緣區域吻 合。

為了進一步證明掃描微波阻抗顯微鏡除了半導 體元件載子濃度和類型的分辨成像能力之外,也能 提供元件的精細結構,我們測量了另一個 CMOS 影像感測元件。該影像感測元件的畫素大小為 1.1 μm。我們對其進行截面掃描,得到的影像如圖 6 所示。掃描微波阻抗顯微鏡清楚呈現了元件的精細 結構細節,包括 1. sMIM-C 和 dC/dV 提供了元件 摻雜區載子濃度的變化,這些細節對於光敏元件的 性能極為重要; 2. dC/dV 相位清楚顯示摻雜類型的 不同; 3. 清楚辨識表層的 p 型區域且具有很高的空 間解析度,可直接測量得到 p 型半導體層的厚度為 140 nm,間距為  $1.1 \, \mu m$ 。

#### (4) 半導體金屬氧化膜

氧化鐵奈米顆粒在光電元件<sup>(15)</sup>、太陽能燃料電 池<sup>(16)</sup>、記憶體元件和生物感測器<sup>(17-18)</sup> 領域有著 廣泛的應用。在這些應用中,奈米顆粒的電性對於 元件的性能有著非常重要的影響,因此,如何良好 地呈現其電性尤為重要。由於掃描微波阻抗顯微鏡 技術具有測量材料局部區域導電性和介電性質的能 力,使其成為分析奈米顆粒材料的有力工具。圖 7(a) 為用於儲存記錄膠片上的 γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 奈米顆粒薄 膜之表面形貌影像,100 nm × 500 nm 大小的紡錘狀 奈米顆粒沉積在樣品表面。由於這些奈米顆粒的導 電性分布不均匀,所以通常被用來作為掃描電流顯 微鏡的參考樣品。圖 7 中掃描微波阻抗顯微鏡的掃 描影像清楚呈現出樣品表面導電性的差異及分布。

此樣品的測量結果也說明了掃描微波阻抗顯 微鏡不僅適用於半導體元件,而且也適用於其他 材料系統。在此γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 奈米顆粒薄膜中,富含氧 空位的氧化鐵通常被認為是n型半導體材料,這已 經通過許多塊材量測證實。然而,在圖 7(d)的 dC/ dV 相位圖像中,出現了 相位相差 180 度的區域。 這證明該氧化鐵薄膜上存在不同摻雜類型的奈米顆



圖 6. 掃描微波阻抗顯微鏡對於三星 S5K2P2XX CMOS 影像感測元件的掃描影像,影像感測元件的畫素大小為 1.1 μm。(元件由 Chipworks 提供,版權屬於 Bruker Nano Surfaces。)



圖 7. 掃描微波阻抗顯微鏡對於 γ-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 奈米顆粒樣品的掃描影像以及 C-V 和 R-V 特性。(A) 100 nm × 500 nm 紡錘狀奈米顆粒沉積於樣品的表面形貌;(b) sMIM-C 影像顯示樣品局部區域的介電特性;(c) dC/ dV 振幅影像;(d) dC/dV 相位影像顯示不同的摻雜類型;(e) sMIM-R 影像顯示樣品的局部區域導電性 差異;(f) dR/dV 振幅影像;(g) dR/dV 相位影像;(h) 高解析 dC/dV 相位影像;(i) 圖 (h) 中特定位置的 C-V 特性曲線;(j) 高解析 dR/dV 相位影像;(k) 圖 (j) 中特定位置的 R-V 特性曲線。(版權屬於 Bruker Nano Surfaces)

(a)

粒。更有趣的是,在圖 7(f) 和 7(g) 中的 sMIM-dR/ dV 振幅和相位的訊號也清楚顯示相位相差 180° 的 區域,這進一步證實了此氧化物為非線性材料。此 外材料的特定區域型態在 dC/dV 和 dR/dV 影像中 並不相同,在相位影像中,對比的反應更清楚強調 出晶粒之間的不同以及晶粒內性質的差異。圖 7(h) 中的 #1 和 #2 分別對應兩個相位不同的區域,圖 7(i) 為其掃描微波阻抗顯微鏡的 C-V 曲線,可以清 楚看出兩條 C-V 曲線的斜率不同,表示 #1 和 #2 為不同性質的晶粒,比較其 C-V 曲線的數值,可 知#1的摻雜濃度高於#2,這擴展了我們對於材料物 理性質的了解。同理,我們對相同的區域以掃描微 波阻抗顯微鏡進行了 dR/dV 相位掃描 (如圖 7(i)), 並取得特定點的 R-V 曲線 (如圖 7(k)),其結果進 一步證實了樣品表面不均匀的非線性導電率。這些 材料的導電率會隨著外加偏壓而改變,且在奈米尺 度下,這種變化更加不一樣,這對元件設計而言是 值得關心的問題。

#### (5) 埋層結構

掃描微波阻抗顯微術是以微波與物質之間的電 磁交互作用為基礎。集中的電磁場能滲透到介電材 料中並且呈指數衰減,這是漸衰波或近場波的特 性,這種長程的微波-物質交互作用對於埋層結構 的成像特別有用。對於具有不同介電性質的平坦 樣品,圖8展現掃描微波阻抗顯微鏡的次表面成 像能力, 樣品結構如圖 8(a) 所示, 首先在矽晶片 上熱成長 90 nm 的二氧化矽並以光學微影蝕刻出 圖案,然後在上面成長 1 µm 的氮化砂,完全覆蓋 氧化矽結構,最後樣品進行化學機械抛光至大約 223 nm。90 nm 厚圖形化的二氧化矽結構埋藏在氮 化矽層下方 133 nm 處,樣品表面經過拋光使表面 平整,其表面粗糙度為0.4 nm。由於二氧化矽 ( $\varepsilon$  = 3.9) 和氮化砂 (ε = 7.5) 的介電常數不同, 圖 8(c) 的 sMIM-C 影像清楚顯示埋藏在氮化矽內的二氧化矽 圖案,因為在有氧化層的區域,掃描微波阻抗顯 微鏡測到不同的等效電容。在圖 8(d) 中的 sMIM-R 影像中看不到任何對比,因為氮化矽和二氧化矽都 是絕緣體。

# 搭配峰值力輕敲模式的掃描微波阻抗顯微 鏡

在峰值力輕敲模式下,探針和樣品間歇地接 觸,其敲觸頻率在1-2 kHz,明顯低於懸臂的共 振頻率 (幾十 kHz)。這種間歇性的接觸機制消除了 掃描成像過程中的側向力,大幅減少剪切力造成的 針尖磨損和樣品損傷。在每一次輕敲過程中,反饋 迴路控制針尖上的最大力或是峰值力。利用低頻弦 波與非共振機械調制,峰值力輕敲模式可以直接反 應針尖-樣品之間的力交互作用。不同於傳統的三 角波,在峰值力輕敲模式下,弦波可以實現針尖和 樣品接觸時的速度為 0。這種機制可以直接且穩定 地控制針尖和樣品之間的交互作用力,使得峰值力 可以低於 100 pN 甚至小於 50 pN。透過針尖與樣 品間輕微的接觸力和 1-2 kHz 的輕敲頻率,峰值 力輕敲模式不僅可保護針尖和樣品避免受損,同時 也提供了在正常影像掃描速率下有高影像解析度。 除此之外,在每個輕敲的回合中,峰值力輕敲模式 可以同時記錄力曲線,因此可以定量得到樣品的機 械特性<sup>(19-20)</sup>。

類似其他與峰值力輕敲模式結合的電性量 測方式 (PeakForce-TUNA, PeakForce SSRM 和 PeakForce KPFM), 掃描微波阻抗顯微鏡也可以和 峰值力輕敲模式相結合,形成使用峰值力輕敲模 式的掃描微波阻抗顯微鏡 (PeakForce-sMIM)。值得 注意的是,峰值力輕敲模式的振盪頻率是在1kHz 到2kHz,其針尖和樣品作用時間為幾十到幾百微 秒,這為掃描微波阻抗顯微鏡收集訊號提供了充足 的時間。我們可以直接偵測掃描微波阻抗顯微鏡在 整個週期內的平均訊號,或是像 PeakForce-TUNA 一樣,透過傳感電路以獲得具有更高訊雜比的訊 號。PeakForce-KPFM 中的交錯模式也可以應用在 使用峰值力輕敲模式的掃描微波阻抗顯微鏡中,藉 由在抬針掃描階段關閉雷射光,可實現對於光敏材 料的量測。

#### (1) 奈米碳管

圖 9 為使用峰值力輕敲模式的掃描微波阻抗顯 微鏡測量奈米碳管樣品的實例。這個樣品上的奈米 碳管整齊鋪排在基板上,此類樣品對於接觸模式原



圖 8. (a) 埋層結構的樣品示意圖; (b) 樣品的表面形貌非常平整,其表面 粗糙度為 0.4 nm; (c) 和 (d) 分為 sMIM-C 和 sMIM-R 影像。sMIM-C 影像顯示埋藏在表面下的不同介電材料結構。由於分析區域都是 絕緣體,所以在 sMIM-R 影像中沒有對比。(版權屬於 Bruker Nano Surfaces)

子力顯微鏡的掃描成像是極為困難的,而以峰值力 輕敲模式可以很容易取得奈米碳管表面峰值力輕敲 模式形貌。圖 9(a)的原子力顯微鏡表面形貌呈現 出絕緣基板上的奈米碳管。圖 9(a)中的黏著力影 像和圖 9(c)中彈性模數影像對於樣品的局部力學 特性非常敏感,可以更清楚解析奈米碳管的機械性 質。圖 9(d)中的 sMIM-R 影像顯示不同的奈米碳 管有不同的導電性,比較圖 9(d)白框範圍內和圖 9(b)黑框範圍內的奈米碳管,可以發現這些奈米碳 管具有相似的力學特性,但呈現不同的導電性。從 圖 9 中我們也發現,那些在形貌影像中出現的微顆 粒都沒有出現在 sMIM-R 影像中,其訊號反應類似 樣品基板。值得注意的是,這項量測並沒有製作接 觸電極。掃描微波阻抗顯微鏡的成像是根據接收傳 輸線上由阻抗不連續(在此為探針-樣品界面)產 生的反射微波訊號,因此,不需要在樣品上做接觸 電極,除非為了分析載子類型和分布,要在樣品端 使用交流偏壓調制,才需要製做接觸電極。對於研 究微米與奈米尺度的脆性材料,此一特性提供了極 大的好處,因為對於這些材料,製作接觸電極極具 挑戰性,亦或者製作電極可能會影響材料的性質。

#### (2) 絕緣閘雙極性電晶體 (IGBT)

如前所述,絕緣閘雙極性電晶體元件結構的故障分析通常是藉由掃描式電子顯微鏡觀察材料結構(如先前圖 4(a) 左側圖所示),類似圖 4 的接觸式模式掃描微波阻抗顯微鏡。PeakForce-sMIM 的sMIM-C 影像能清楚呈現元件的各個結構,例如在



圖 9. 奈米碳管上的 PeakForce-sMIM 影像。(a) 表面形貌影像;(b) 黏著力影像; (c) 彈性模數影像;(d) sMIM-R 影像,對於顯示奈米碳管而言,黏著力影 像和彈性模數影像比表面形貌影像的靈敏度更高,而 sMIM-R 訊號證實了 不同的奈米碳管有著不同的導電性。值得注意的是,當掃描微波阻抗顯微 鏡根據探針-樣品電容耦合方式運作時,可以不需要導電性接觸。此奈米 碳管樣品由史丹佛大學 Greg Michael Pitner 和 H. S. Philip Wong 教授提供。 (版權屬於 Bruker Nano Surfaces)

介電閘極氧化層和金屬閘極接觸端,以及掃描式電 子顯微鏡無法分辨的半導體發射區。更重要的是, 使用峰值力輕敲模式可以輕易的在粗糙的金屬接觸 區掃描,如果以接觸式掃描,探針很容易磨損而降 低了影像的空間解析度。如圖 10 所示,在粗糙的 金屬與半導體區域,具更微小細節的表面形貌和電 性影像都可被清楚看到。

#### (3) 靜態隨機存取記憶體 (SRAM)

PeakForce-sMIM 可以結合峰值力輕敲模式和 掃描微波阻抗顯微鏡的優點取得載子的分布輪廓。 圖 11 為不同通道的訊號以顏色呈現並疊加在靜態 隨機存取記憶體樣品的三維表面形貌上。圖 11(a) 上的顏色分布是未經任何處理的 sMIM-C 的原始 影像,影像細節清楚證明雜散電容對訊號的影響很 小。



圖 10. 絕緣閘雙極性電晶體元件的 PeakForce-sMIM 掃描影像。(版權屬於 Bruker Nano Surfaces)

圖 11(b) 和圖 11(c) 分別是 dC/dV 相位和振幅 影像。圖 11 中的三張影像清楚顯示半導體中不同 電性的區域 (如圖 11(a) 中所標示)。相較於一般的 掃描微波阻抗顯微鏡,這些影像的橫向解析度已有 改善,影像也更加清晰。此外,sMIM-C 和 dC/dV 振幅影像中顯示潛在的光罩缺陷出現在 p 型磊晶區 域內,該區域在靠近兩個 n 通道的地方,載子濃度 有局部變化,如圖 11(c) 中黑色橢圓虛線所標示的 區域。

### 四、結論

相較於其他以原子力顯微鏡為基礎的電性模 式,掃描微波阻抗顯微鏡有幾項特點。(1) 當針尖 掃描樣品表面時,它可以直接將介電係數及導電度 的變化成像,這使其可以直接應用於含有有成分變 動範圍廣泛的材料,並直接對其中的金屬、半導 體、絕緣體及介電質進行分析,這超越了傳統掃 描電容顯微鏡 (SCM) 以及掃描展阴顯微鏡 (SSRM) 的應用範圍,這兩種技術只能用於摻雜濃度在一定 範圍內的半導體材料,而當材料接近金屬性或者絕 緣性的時候,其靈敏度便迅速下降,而且掃描電容 顯微鏡也無法區分金屬與絕緣體;(2)測量的掃描 微波阻抗顯微鏡訊號是以針尖到樣品電容耦合 (或 微波反射) 為基礎,因此,不同於其他電性測量模 式,包括掃描電容顯微鏡、掃描展阻顯微鏡、掃描 **電流顯微鏡或掃描電位顯微鏡,掃描微波阻抗顯微** 鏡不需要樣品與基材導通也能進行電性成像,這對 於不可能製作導通接觸、或製備導通接觸過程會改 變材料特性的樣品具有關鍵的重要性,例如石墨烯 (graphene) 與二硫化鉬 (MoS<sub>2</sub>) 就是兩個典型的範 例。事實上,大部分的奈米級二維材料也是如此, 而且在非導電基材上或在絕緣材料中測量島狀結 構、薄膜或微粒也可以利用這個優點,在這方面, 掃描微波阻抗顯微鏡是奈米級電測量最理想的非破 壞式方法;(3)藉由使用交流偏壓來調制樣品,可 取得掃描微波阻抗顯微鏡訊號對應於這個加於樣品 上的交流電壓的調變訊號。對於非線性材料,例如



圖 11. 靜態隨機存取記憶體樣品的 PeakForce-sMIM 掃描影像。掃描區大小為 12 μm×4μm。(a) sMIM-C 彩色影像疊加在三維表面形貌影像上;(b) dC/dV 相位影像疊加在三維表面形貌上;(c) dC/dV 振幅 影像疊加在三維表面形貌上。(版權屬於 Bruker Nano Surfaces)

半導體材料和元件,這部分與掃描電容顯微鏡類 似,交流調變訊號的電容部分的相位反映不同類型 的摻雜區域,而其振幅反映了載子濃度的高低。相 較掃描電容顯微鏡,掃描微波阻抗顯微鏡還能提供 的電容和電阻資訊,而這對掃描電容顯微鏡來說是 非常困難的。而且,類似電容部分,掃描微波阻抗 顯微鏡也能得到與電阻相關的特殊交流調變資訊。 由於掃描微波阻抗顯微鏡能夠對材料介電常數和電 導率直接測量,這使其可以對局部特定部位的電 容一電壓及電阻一電壓特性進行分析,即所謂的微 分電容或者微分電阻圖譜法。這些功能為元件故障 分析提供了重要的資訊。此外,掃描微波阻抗顯微 鏡是以微波與物質相互作用為基礎,如眾所周知, 電磁場可滲透到樣品中的距離取決於材料的穿透深 度,這使掃描微波阻抗顯微鏡具有偵測埋藏於表面 一定深度的材料結構的電性並對其成像的能力。對 於深埋於樣品表面 100 nm 以下且與表面電性不同 的結構,掃描微波阻抗顯微鏡可以偵測到並將其成 像。有了以上這些優點,掃描微波阻抗顯微鏡技術 可廣泛的應用於各種材料體系:生物檢體、低維度 結構、聚合物、鐵電材料、合成物以及各類半導體 元件。

綜合上述,掃描微波阻抗顯微鏡在測量材料的 介電性質和導電性質方面,是很有潛力的技術。當 掃描微波阻抗顯微鏡與原子力顯微鏡精確的表貌成 像能力整合,能提供高空間解析度的材料與元件影 像,以及與表面形貌對應的新資訊。特別的是,此 類量測可以不需要在樣品上製作接觸電極,大幅 減少了樣品的準備工作,並可有效避免製作電極 對樣品導電性分析結果的影響。掃描微波阻抗顯 微鏡不僅可以測量一般的電容性 (sMIM-C) 和電阻 性 (sMIM-R) 影像,還可以透過對樣品施加調制交 流電壓,測量樣品對於調制交流電壓的反應,進而 得到 dC/dV 和 dR/dV 影像,為材料與元件分析提 供載子濃度分布等重要資訊。除此之外,結合峰值 力輕敲模式,可以同時測量材料在奈米尺度下的機 械性和電性變化,在脆弱樣品的研究領域亦有重要 的應用。掃描微波阻抗顯微鏡可用於探索元件的基 本原理和功能、量測先進功能性材料和進行元件故 障分析等,如本文中介紹的奈米碳管、奈米顆粒薄 膜、埋層結構,還有各種半導體元件結構的分析, 其功能與特色在產業和學術領域都有著十分廣泛的 應用。

#### 參考文獻

- 1. E. Abbe and F. Crisp, J. R. Micr. Soc., 1, 388 (1881).
- 2. Z. Frait, Czech. J. Phys., 9, 403 (1959).
- 3. E. H. Synge, Philos. Mag., 6, 356 (1928).
- 4. B. T. Rosner and D. W. van der Weide, *Rev. Sci. Instrum.*, **73**, 2505 (2002).
- Bruker AFM Application Note #139: "AFM and Raman Spectroscopy - Correlated Imaging and Tip Enhanced Raman Scattering".
- 6. Bruker AFM Application Note #136: "Advances in Combined Atomic Force and Raman Microscopy".
- Bruker AFM Application Note #143: "10nm-Resolution Infrared Chemical Mapping - Breaking the Diffraction Limit with Inspire".
- K. M. M. Carneiro, H. Zhai, L. Zhu, J. A. Horst, M. Sitlin, M. Nguyen, M. Wagner, C. Simpliciano, M. Milder, C.-L. Chen, P. Ashby, J. Bonde, W. Li, and S. Habelitz, *Sci. Rep.*, 2016, accepted.
- 9. S. M. Anlage, V. V. Talanov, and A. R. Schwartz, *Scanning Probe Microscopy*, New York: Springer, 215-253 (2007).
- 10. Bruker AFM Application Note #079: "Electrical Characterization with Scanning Probe Microscopes".
- P. De Wolf, E. Brazel, and A. Erickson, *Mat. Sci. Semicon. Proc.*, 4, 71 (2001).
- Bruker AFM Application Note #133: "Introduction to Bruker's ScanAsyst and PeakForce Tapping AFM Technology".
- 13. Bruker AFM Application Note #140: "PeakForce Kelvin Probe Force Microscopy".
- 14. B. Drevniok, St. J. Dixon-Warren, O. Amster, S. L. Friedman, and Y. Yang, Conference Proceedings from the 41st International Symposium for Testing and Failure Analysis, 77 (2015).
- B. M. Klahr, A. B. F. Martinson, and T. W. Hamann, *Langmuir*, 27, 461 (2011).
- 16. C. W. Wang, S. Yang, W. Q. Fang, P. Liu, H. Zhao and H. G. Yang, *Nano Lett.*, 16, 427 (2016).
- 17. G. Cordova, S. Attwood, R. Gaikwad, F. Gu, and Z. Leonenko, *Nano Biomed. Eng.*, **6**, 31 (2014).
- S. Laurent, D. Forge, M. Port, A. Roch, C. Robic, L. V. Elst, and R. N. Muller, *Chem. Rev.*, **108**, 2064 (2008).
- Bruker AFM Application Note #140: "Imaging of the DNA Double Helix with PeakForce Tapping Mode Atomic Force Microscopy".
- 20. Bruker AFM Application Note #134: "Survey, Screening, Dynamics: A No-Compromise Approach to High-Speed Atomic Force Microscopy".



黃壯群博士於美國 Emory 大學取得物理化學博士學位,目前為美商布魯克公司的 AFM 高級應用科學家。 Dr. Zhuangqun Huang obtained his

PhD degree in physical chemistry from

Emory University, and he is a Sr. Applications Scientist at Bruker's AFM unit.



Benedict Drevniok 於加拿大金士頓 皇后大學取得博士學位,目前為 Chipwork 公司製程分析實驗室的成員。

Benedict Drevniok received his Ph.D.

at Queen's University in Kingston, Canada, and he is a member of the Process Analysis Lab at Chipworks Inc.



Peter de Wolf 於比利時魯汶大學取得 博士學位,目前為美商布魯克公司原 子力顯微鏡的全球銷售應用以及應用 研發兩個部門的主管。

Dr. Peter de Wolf received his Ph.D. in

1998 from University of Leuven, and he is the worldwide Director of both the Sales and Development Application departments in Bruker AFM unit.



Sinjin Dixon-Warren 於多倫多大學 獲得化學物理博士學位,目前為 Chipwork 公司的資深成員。

Dr. Sinjin Dixon-Warren received his Ph.D. in Chemical Physics from the

University of Toronto, and he is a member of the technical staff at Chipworks.



Oskar Amster 於加州理工州立大 學獲得材料學碩士學位,目前為 PrimeNano 公司市場和銷售經理。 Mr. Amster received his Mater degree in Materials Engineering from California

Polytechnic State University ,San Luis Obispo, and he is a sale and marketing manager in PrimeNano. Inc.



Friedman 博士於史丹福大學獲得應用 物理博士學位,目前為 PrimeNano 公 司的執行總裁。

Dr. FriedmanInc received his Ph.D.

in applied physics from Stanford University, and he is CEO of PrimeNano.



Bede Pittenger 博士於華盛頓大學西 雅圖分校取得物理博士學位,目前為 美商布魯克公司的資深應用開發科學 家。

Dr. Bede Pittenger received his Ph.D.

in Physics from the University of Washington (Seattle, WA), and he is a Senior Staff Applications Development Scientist in the AFM Unit of Bruker's Nano Surfaces Business.



李春增博士於廈門大學取得物理化學 博士學位,目前為美商布魯克公司奈 米表面部門的資深科學家。

Dr. Chunzeng Li received his Ph.D.

in Physical Chemistry from Xiamen

University, China, and he is a Senior Staff scientist with Bruker, Nano Surfaces Division.



楊永亮博士擁有中國科學院微電子學 博士學位,他目前為 PrimeNano 公司 的資深研發科學家。

Dr. Yongliang Yang received his Ph.

D. degree from Chinese Academic of Sciences, and he is sensior R&D scientist in PrimeNano. Inc.



陳彦甫先生為國立台灣大學機械工程 碩士,他於2007年加入台灣布魯克 公司。

Yen Fu Chen received his M. S. in mechanical engineering from National

Taiwan University, and he has worked for Bruker Taiwan since 2007.