

第三章 實驗設備與分析儀器

本實驗是以磁控濺鍍製程(magnetron sputtering system)鍍製磁性薄膜。以原子力顯微鏡(AFM)或 α -step 量測薄膜厚度,來計算鍍率控制成分。磁性方面,則以磁光柯爾儀(MOKE)研究磁滯曲線。電性方面,以四點探針量測其磁阻(MR)的表現。

3-1-1 濺鍍原理簡述

基本濺鍍原理是利用加速離子轟擊固體表面,此加速離子和固體表面的原子交換動量之後,固體表面濺出原子,此現象稱為濺射(sputtering),濺射屬於真空鍍膜的方法之一。首先,真空室(vacuum chamber)必須先抽到高真空(至少 10^{-7} Torr),以減少諸多污染源對漸鍍薄膜的影響,如 O_2 和 H_2O 等。之後填回鈍氣(通常是氬氣)到 1~20 mTorr 的範圍。一般而言,陰極(cathode)上裝載的是靶材(target),而陽極(anode)上裝載的是待鍍物(試片基板),為使濺鍍氣體(sputtering gas)中電漿(plasma)能夠點燃,將陰極加到數百伏特電壓。陰極所加的電壓相對陽極而言是負的,因而游離的氬氣正離子被加速往陰極表面飛去。當氬正離子與靶材表面發生碰撞時,靶材表面原子被撞擊出而飛至陽極的基板,並鍍製於基板表面。

當使用的陰極靶材是絕緣材料時,在陰極靶材就必須施以

13.56MHz 的射頻電壓來取代直流濺鍍時的直流電壓,因為如果在絕緣靶材上使用直流電壓,則會使靶材上急速累積電荷,最後會使得陰極電位由負電位變成正電位,如此輝光放電就會消失,無法進行濺鍍的動作。反之,如果採用射頻電壓,則在高頻的正負電性周期變化下,可以有效的將累積正電荷和電子中和掉,並在陰極維持一電流負偏壓的電位,而使輝光放電繼續進行。

反應式(reactive)濺鍍,介電質薄膜的製作,如氮化物或氧化物有兩種方式: 將所需的介電質薄膜製成靶材並在真空中通入純態氣體(一般為 Ar)及反應氣體(如 N_2 或 O_2),然後使用 RF 電源濺鍍。利用金屬靶材,並在真空中通入純態及所需要反應的混合氣體,在使用 DC 或 RF 電源作反應式的濺鍍。為了要得到均勻的介電薄膜,反應氣體必需經由特殊的管道引導至陰極附近,使通入的氣體能均勻反應,而調整純態氣體和反應氣體之間的壓力比例,可以得到不同成分和不同性質的介電質薄膜。

3-1-2 濺鍍系統(sputtering system)

整體的濺鍍系統如圖 3.1 所示。其各項結構分述如下：

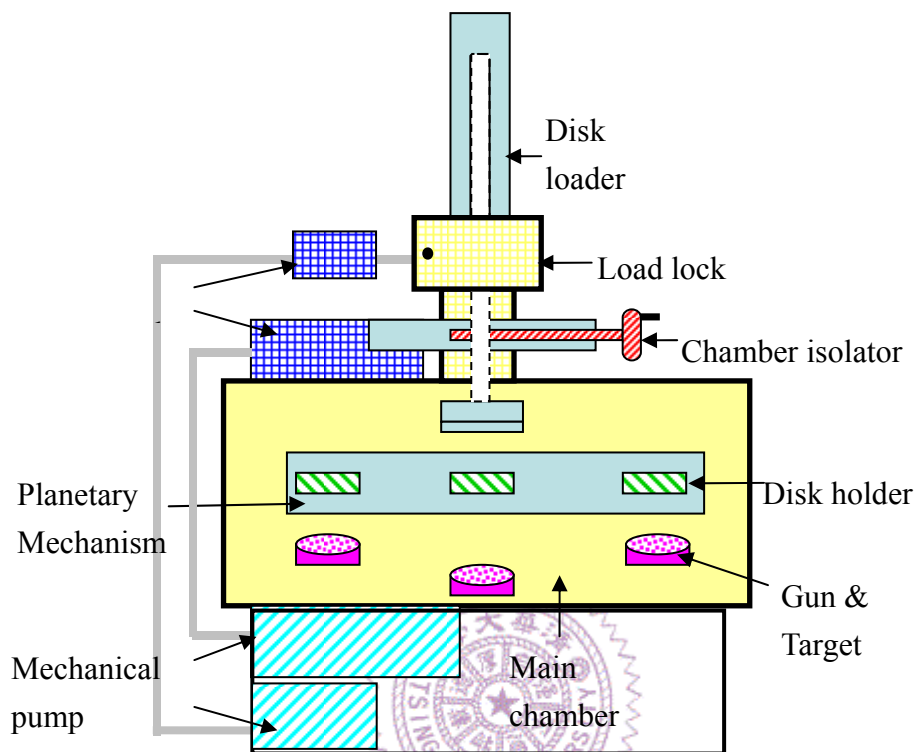


圖 3.1 濺鍍系統架構圖

- (1) 濺鍍源：在陰極與陽極的電源供應方式有兩種，一為直流偏壓(DC)，一為高頻電壓(RF)。兩極之間的壓差使存在系統中的微量電子加速在互相垂直的電場與磁場作用下，以螺旋狀路徑向陽極及前進，在獲得具高速後的電子與導入的氬氣撞擊，而使氬氣游離並引發輝光放電，其如原理部分所述。兩極間因電子或離子高速碰撞而產生高熱，必須有循環冷卻系統輔助冷卻。利用電動式遮版，於鍍源起動而尚未穩定時作為靶源與基板間的遮蔽。

- (2) 樣品承載裝置：基板製於電動馬達驅動的星狀承載座上,基板可以公轉帶動自轉,因此薄膜性質有較好的均勻性。
- (3) 抽氣設備: mechanical pump 與 turbo pump 組成,使得系統能達到 2×10^{-7} Torr 的高真空度,提供一個相當乾淨的鍍膜條件。
- (4) 監測設備: 量測系統壓力值之離子真空計(ion guage)及電容式真空計(capacity gauge),分別量測系統高真空時的壓力及系統工作壓力。以及量測氣體流量的流量計。
- (5) 氣體供給系統: 濺鍍所使用的氣源由高壓氣體提供,主要有氬氣(Ar)及反應式濺鍍所需要的反應氣體(氮氣 N_2)。
- (6) Load lock 裝置: 此項裝置由一小真空室和抓桿構成,藉助此項裝置使得我們不必破濺鍍室的真空,就可以快速抽換濺鍍的式片。

3-1-3 稀土-過渡金屬合金薄膜的製備

本實驗的稀土-過渡金屬合金薄膜的製備是採用濺鍍共鍍方式(co-sputtering),背景壓力為 1.5~4 mTorr 的氬氣(Ar)。並且藉由稀土元素的鍍率和過渡金屬的鍍率並配合公式 3.1 來控成分[34]。

$$\text{Atomic ratio} = \text{RE} : \text{TM} = \frac{R_{\text{RE}}}{r_{\text{RE}}^3} : \frac{R_{\text{TM}}}{r_{\text{TM}}^3} \quad (3.1)$$

R：稀土金屬或過渡金屬的鍍膜速率

r：稀土金屬或過渡金屬的原子半徑

3-2-1 α -step 厚度分析

本實驗利用 α -step 來進行薄膜厚度的量測。欲進行此種量測方式的試片必須在薄膜與基板間創造一個階梯表面。本實驗所使用的方式是在試片放進真空腔前先用油性筆在試片上做一條線記號,於薄膜鍍製完成後再利用丙酮將之前的油性墨水振掉,如此在試片表面變留下一明顯的階梯狀記號。量測時,探針以接觸式方式橫掃過階梯記號處,此時探針會隨著試片表面的高低起伏移動,感測器在記錄探針的高低起伏,最後便可以得到試片的厚度值。

3-2-2 原子力顯微鏡(AFM)厚度分析

相對於之前所提的 α -step,原子力顯微鏡具較高的解析度,可以提供較準確的薄膜厚度校正。而試片的製備方式也跟 α -step 試片的製備相同。其基本結構(如圖 3.2 所示)與掃描的原理如下:

(A) 基本結構：

1. 一個待觀察表面結構的樣品。
2. 一個用來觀察表面結構的懸臂(cantilever)及探針針尖。
3. 可偵測懸臂高低偏移的偵測器(由 laser beam 入射懸臂,反射到 Position Sensitive Photodiode,簡稱 PSPD,上)。
4. 掃描系統,以電壓方式改變壓電陶瓷材料(PZT)伸縮量去移動樣品

已達到掃描的目的。

5. 回饋系統(Feedback)以偵測及控制樣品與針尖之間的距離。
6. 顯像系統可將掃描所得到的資料,經由電腦轉換成影像顯示。

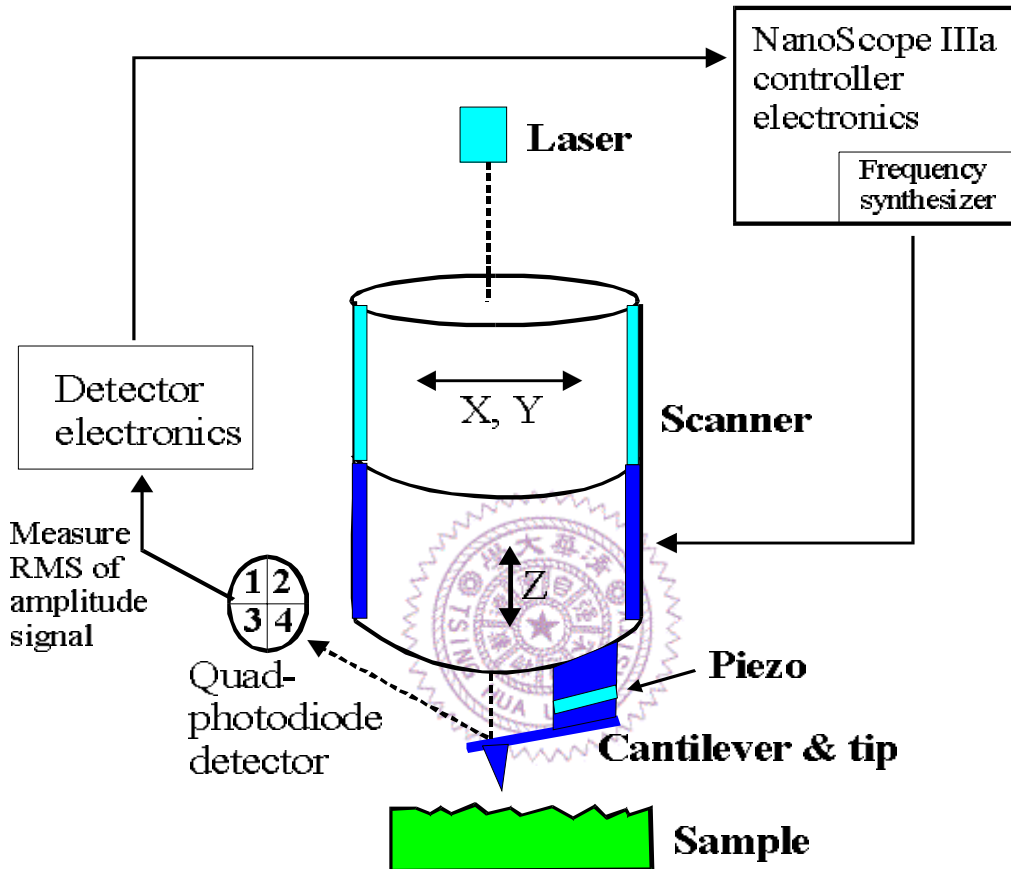


圖 3.2 原子力顯微鏡系統簡圖

(B) 掃描原理：

基本上三種操作模式都是利用如圖所示依附在懸臂 (cantilever) 上的小探針，來偵測探針與原子表面間的交互作用力。藉著具有三軸位移能力的壓電材料掃描器 (piezoelectric scanner)，使探針在表面特定區域做來回掃描。此外系統的回饋電路與壓電材料掃描器在高度軸上距離微調能力相結合，可以使探針與材料表面的交互作用在掃描過程中保持一定值。所以當 AFM 掃描一區域，便可獲得掃描器在此區域每個位置的高度軸變化距離。此一訊號再經轉換就成為

掃描區域表面高低起伏的影像。

接觸式 AFM，探針與試片表面作用力為排斥力，對距離變化非常敏銳，所以最容易獲得原子尺度的解析度。但由於探針與試片直接接觸，容易破壞試片表面或探針。非接觸式 AFM 是將探針與試片間距離拉大，由凡得瓦力來偵測表面起伏。雖然解決破壞表面的問題，但解析度較差。輕敲式 AFM 是由非接觸式 AFM 演變過來，縮小探針與表面距離，增加懸臂震動幅度，使懸臂向下震盪時接觸到表面。此種模式綜合以上的優缺點。

3-3 磁光柯爾效應分析儀 (Kerr-loop Tracer)

(A) 磁光科爾效應

磁光效應是 1845 年法拉第 (Faraday) 研究電磁現象時，發現線性極化光通過一磁性物質後，其偏振面會偏轉一個角度，此現象稱為法拉第效應 (Faraday effect)。之後科爾 (Kerr) 也發現當線偏振光經一磁性介質反射後，其反射光會變成橢圓偏振光，且其長軸相對於入射光的偏振面偏轉一小角度，此一偏轉角度稱為科爾旋轉角 (Kerr rotation angle)，如圖 3.3 所示，這種光和磁的交互作用即稱為磁光科爾效應。

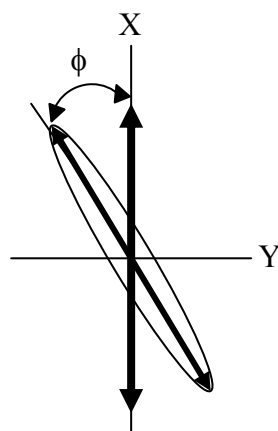


圖 3.3 磁光科爾效應中反射光在極化方向的改變

一般對於鐵磁性材料薄膜表面磁性質的研究，都利用磁光科爾效應。因為就鐵磁性材料而言，科爾旋轉角 (Kerr rotation angle, ϕ_k) 大約為 $10^5 \sim 10^6$ rad/cm，若以原子尺度來討論，則相當於 $10^{-2} \sim 10^{-3}$ rad/ \AA ，這對於薄膜表面磁性質的量測具有非常高的靈敏度。

(B) 實驗儀器配置

整個 PMOKE 量測系統如圖 3.4 所示,整個系統大致可以分為雷射、樣品固定座、電磁鐵及訊號量測等系統。

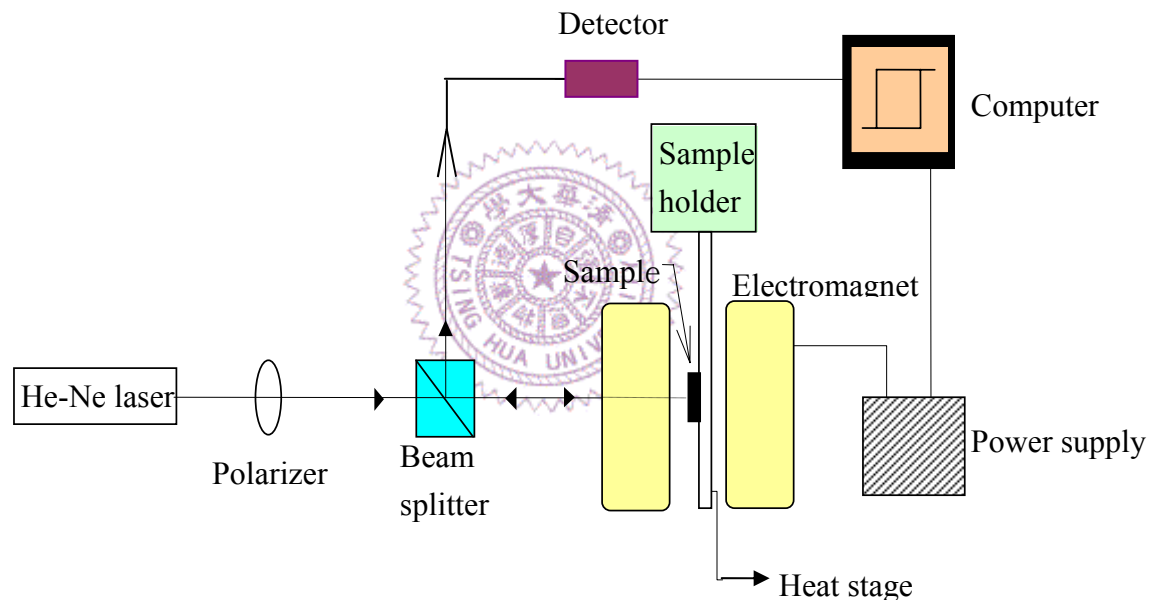


圖 3.4 PMOKE 裝置

1. 雷射系統:

Ne-He 雷射

He-Ne 雷射光波長為 6328\AA ，最大輸出功率為 15mW 。因為波長接近可見光的紅外光區，可用肉眼直接進行雷射系統的準直校正；且對多數的金屬材料而言，探測深度為 $200\sim 250\text{\AA}$ ，恆小於雷射光的波

長，故可忽略入射光在不同界面間所產生的相位差造成的干涉效應，此為 He-Ne 雷射的優點。

線性偏振片

本系統是採用方解石菱鏡作為起偏鏡(Polarizer),其作用為控制入射光的偏振態。再以一方解石做為檢偏鏡(Analyzer)以鑑別反射光旋轉角度。

將起偏鏡偏振方向設為 X 方向,檢偏振偏振方向則與偏鏡偏振方向差 90 度,定義此方向為 Y 方向。如圖 3.5 所示,反射光經過磁性介質表面反射後,其偏振方向相對於入射光的偏振方向會有一小角度 Φ 的差異,當反射光通過檢偏鏡後,進入偵測器裡的光強度是全部反射光強度在 Y 軸上的投影量,由於 Φ 角度很小,則量測到的光強度將會和 Φ 成一線性關係,且與磁性介質的磁矩 M 亦成線性相依的關係。關係式如下所示:

$$I \propto \phi_k \propto M \quad (3.2)$$

也就是由科爾訊號能反應出待測磁性材料的磁矩。

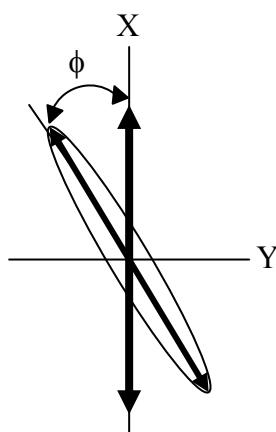


圖 3.5 起偏鏡與檢偏鏡偏振方向示意圖

光電二極體

光電二極體(photodiode)是利用光電效應將入射光由光強度轉為光電流再經由一橋接電阻,最後以電壓輸出。本儀器所採用的是 Planar diffused silicon photodiode,用來當作讀取反射光強度的偵測器(detector)。

2. 樣品固定座

此裝置是架設一垂直可調高度的升降平台，在軸心位置製作可360°旋轉的不銹鋼棒以方便將樣品置於磁場中心位置，且可進行不同角度量測工作。

3. 訊號量測系統

對於儀器的控制與訊號的讀取，完全以電腦程式搭配不同用途的介面卡進行，以數位/類比轉換卡(D/A converter)控制磁場電流源，利用高斯計(Gauss meter)來量測磁場與輸出電流的關係；將偵測器輸出訊號連接至多用途電表上，再以 GPIB 介面將電表中所讀得的科爾訊號傳至電腦中。

3-4 四點探針之磁阻量測

本實驗使用四點探針來量測薄膜在磁場下的磁阻變化。四點量測是藉由直線等具排列的四根探針,如圖 3.6 所示[35]。四點探針量測，量得 I-V 值經計算，可得 ρ (resistivity)、 ρ_s (sheet resistance)。但對於不同的膜、不同的厚度，由於受限於量測儀器的使用範圍，所以其外加電

流值的 大小將會影響所量得的 V 值的準確性。所以必須以標準試片做校正，俾能使使用者依據其膜的種類及厚度，量得正確的電阻率或片電阻。

本系統與 MOKE 量測系統共用一組電磁鐵、電磁鐵電源供應器、訊號量測系統及電腦,另外再加上四點探針及直流電源供應器。

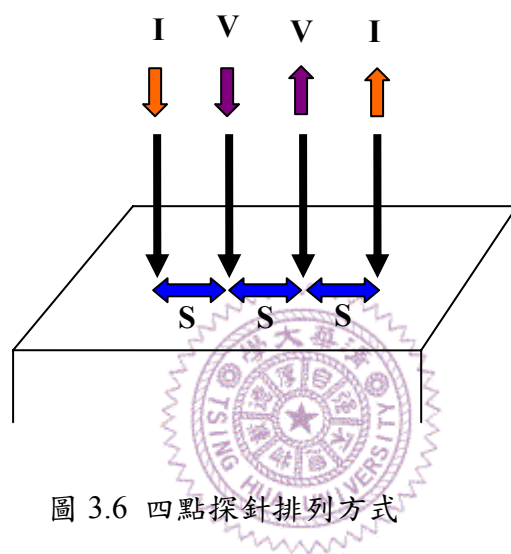


圖 3.6 四點探針排列方式