



Title	Surface Charge Measurements with High Sensitivity and High Resolution Using Kelvin Probe Force Microscopy
Author(s)	馬, 宗敏
Citation	大阪大学, 2013, 博士論文
Version Type	
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/59907">https://hdl.handle.net/11094/59907</a>
rights	
Note	著者からインターネット公開の許諾が得られていないため、論文の要旨のみを公開しています。全文のご利用をご希望の場合は、<a href="https://www.library.osaka-u.ac.jp/thesis/#closed">大阪大学の博士論文について</a>をご参照ください。

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

## 【108】

氏 名	馬 祥 敏 (Zongmin Ma)
博士の専攻分野の名称	博士 (工学)
学 位 記 番 号	第 26174 号
学 位 授 与 年 月 日	平成 25 年 3 月 25 日
学 位 授 与 の 要 件	学位規則第 4 条第 1 項該当
学 位 論 文 名	工学研究科精密科学・応用物理学専攻 Surface Charge Measurements with High Sensitivity and High Resolution Using Kelvin Probe Force Microscopy (ケルビンロープ力顕微鏡による表面電荷の高感度・高分解能測定に関する研究)
論 文 審 査 委 員	(主査) 教授 菅原 康弘 (副査) 教授 萩行 正憲 教授 井上 康志 理学研究科教授 松本 卓也

## 論 文 内 容 の 要 旨

Surface charge (or potential) distributions of being very significant properties of materials influence various physical and chemical processes on surfaces, and they have been measured using Kelvin probe force microscopy (KPFM) and electrostatic force microscopy (EFM) combined with noncontact atomic force microscopy (NC-AFM). Two types of KPFM detecting conservative force interactions, the frequency-modulation (FM) method and the amplitude-modulation (AM) method, have been developed. FM-KPFM has the advantage of being sensitive to short range interactions, and therefore, high spatial resolution is achievable. By contrast, AM-KPFM has the advantage of high potential sensitivity, and it is possible to obtain atomic resolution with low ac bias voltages. However, AM-KPFM is sensitive to long-range interactions, and the strong averaging effect of the cantilever decreases the spatial resolution of this method. An increasing artifact to the topographic signal in FM-KPFM is

higher than in AM-KPFM because separation of the topographic and potential signals in FM-KPFM is harder.

In KPFM, when the tip moves closely over an adatom the relatively high bias voltage that is applied between the tip and the sample can induce a considerable tunneling current. Frequency shift increases linearly with this current and can be interpreted as a phantom force. It seriously affects the measurements of the surface potential and measurable frequency shift contrast that is obtained by simultaneous KPFM/NC-AFM measurements on semiconductor surface. When it comes to interpretations of the origin of the atomic contrast in the local contact potential difference (LCPD) images, they are still not fully understood, and several controversy hypotheses are discussed theoretically and experimentally. In the case of semiconductors, some authors attribute the atomic resolution in KPFM images to possible artifacts of the topographic feedback, of resonant tunneling, to the bias induced polarization or to quantum mechanical resonance, etc.

In short, it is necessary to develop novel methods to combine advantages both in FM- and AM-KPFM with high potential/spatial sensitivity and low artifact, and it is also important to eliminate the phantom force effect and to give unambiguous interpretations of the origin of the atomic LCPD images. Consequently, in this doctoral dissertation our fundamental concern will be to develop novel KPFM measurement techniques to solve these problems.

We propose a surface potential measurement method. This method is based on the heterodyne (i. e., frequency conversion technique) and AM-KPFM techniques. We report that this method improves the sensitivity of short-range forces and reduces the surface potential measurement crosstalk that is induced by topographic feedback, which we called heterodyne AM-KPFM. The stray capacitance effect on potential measurements is investigated by KPFM at room temperature (RT) in FM, AM and heterodyne AM methods. We show theoretically that the distance-dependence of the modulated electrostatic force in AM-KPFM is much weaker than in FM- and heterodyne AM-KPFMs, and that the stray capacitance of the cantilever, which seriously influences potential measurements in AM-KPFM, is almost completely eliminated in FM- and heterodyne AM-KPFMs. We experimentally confirm that the CPD in AM-KPFM which compensates the electrostatic force between the tip and the surface is much larger than in FM- and heterodyne AM-KPFMs. This is due to the stray capacitance effect. We also compare the corrugations in the LCPD among the three modes, and find that the LCPD corrugation in AM-KPFM is much weaker than in FM- and heterodyne AM-KPFMs under low ac bias voltage conditions. We attribute the very weak LCPD corrugation in AM-KPFM to an artifact induced by the topographic feedback. Besides that, potential sensitivity in heterodyne AM-KPFM is similar to that of FM-KPFM due to the high cantilever  $Q$  value under vacuum, and quantitative surface potential measurements are demonstrated.

Besides, a novel FM-KPFM without feedback method is introduced to eliminate the phantom force and to find the origin of the atomic LCPD images theoretically and experimentally. We illustrate how the phantom force is

induced by the tunneling current (DC bias voltage) and in turn changes the electrostatic attraction between the tip and the sample, and we explain how the FM-KPFM without feedback technique eliminate the phantom force. By comparing FM-KPFM with and without feedback, FM-KPFM without feedback at different bias voltage, we pointed out that the phantom force can be removed by the FM-KPFM without feedback method; and we provide a new explanation experimentally for which the combination of tip induced the charge and the chemical force by the orbital hybridization is responsible for the origin of the atomic LCPD images of semiconductor surfaces utilizing FM-KPFM without feedback technique.

#### 論文審査の結果の要旨

試料の表面電位（あるいは表面電荷）は、多くの物理化学過程を左右する極めて重要な物性である。表面電位の空間分布を高感度・高分解能に撮像するため、探針・表面間に働く静電気的相互作用を検出するケルビンプローブ力顕微鏡が用いられている。高分解能に表面電位を測定するためには、カンチレバー（板ばね）・表面間の静電気的相互作用ではなく、探針・表面間の静電気的相互作用を選択的に検出する必要がある。また、これまでのケルビンプローブ力顕微鏡では、直流バイアス電圧を印加するため、導電性の試料に対しては、探針・試料間にトンネル電流が流れ、試料表面下の拡がり抵抗のため電圧降下が生じる。表面電位を精度よく測定するためには、トンネル電流による電圧降下の影響を除去する必要がある。

本学位申請論文は、ケルビンプローブ力顕微鏡における表面電位測定に関する研究をまとめたものである。本論文における主な成果を要約すると以下の通りである。

- (1) 振幅変調のケルビンプローブ力顕微鏡では、カンチレバーの2次共振モードを利用して表面電位を検出している。しかし、距離依存性が弱い静電気力を測定するため、カンチレバー（板ばね）の表面電位測定への寄与が大きい。そこで、距離依存性が強い静電気力を測定できるように、ヘテロダイイン技術を利用した振幅変調のケルビンプローブ力顕微鏡を提案した。本手法により、探針の表面電位測定への寄与が非常に高まることを実証した。
- (2) 周波数変調、振幅変調、ヘテロダイイン振幅変調の3種類のケルビンプローブ力顕微鏡に対して、シリコン表面を取り上げ、原子スケールの表面電位の比較を行った。周波数変調とヘテロダイイン振幅変調の場合、表面電位のコントラストは非常に高く、探針の表面電位測定への寄与が支配的であることを実証した。他方、振幅変調の場合、表面電位のコントラストは非常に低く、測定された表面電位は、表面形状測定のための探針・表面間距離制御のアーティファクトであることを実証した。
- (3) トンネル電流による電圧降下の影響を除去するため、直流バイアス電圧を印加せずに表面電位を測定できるケルビンプローブ力顕微鏡を開発した。また、局所的な表面電位の探針・試料間距離依存性の測定から、原子スケールの表面電位の撮像機構についても考察した。

以上のように、本学位申請論文は、ケルビンプローブ力顕微鏡による表面電位の高感度・高分解能測定に関して研究したものであり、基礎的な面のみならず、応用の面でも有益な知見を得ており、応用物理学、特にナノ計測学に寄与するところが大きい。よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。