

第四章 實驗步驟

4-1 實驗流程

實驗流程圖如 4.1.1 所示。

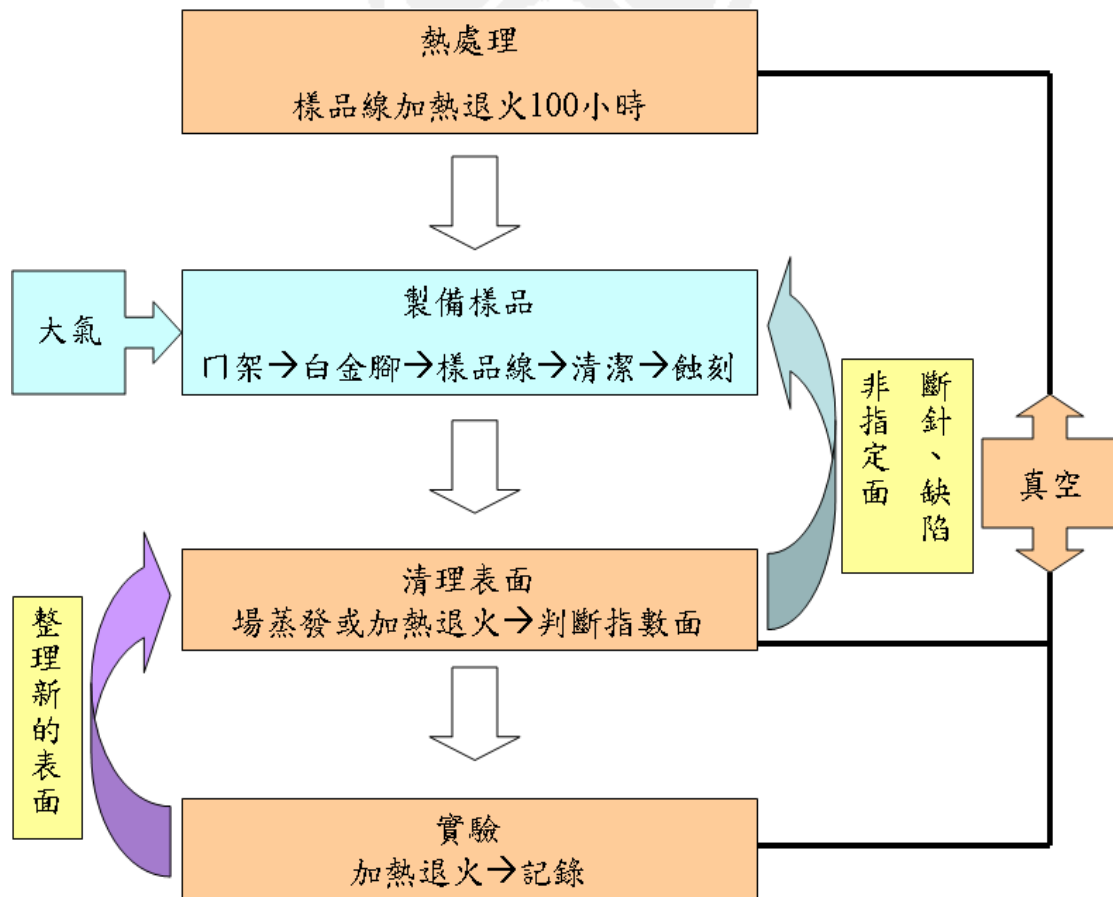


圖 4.1.1：實驗流程圖。

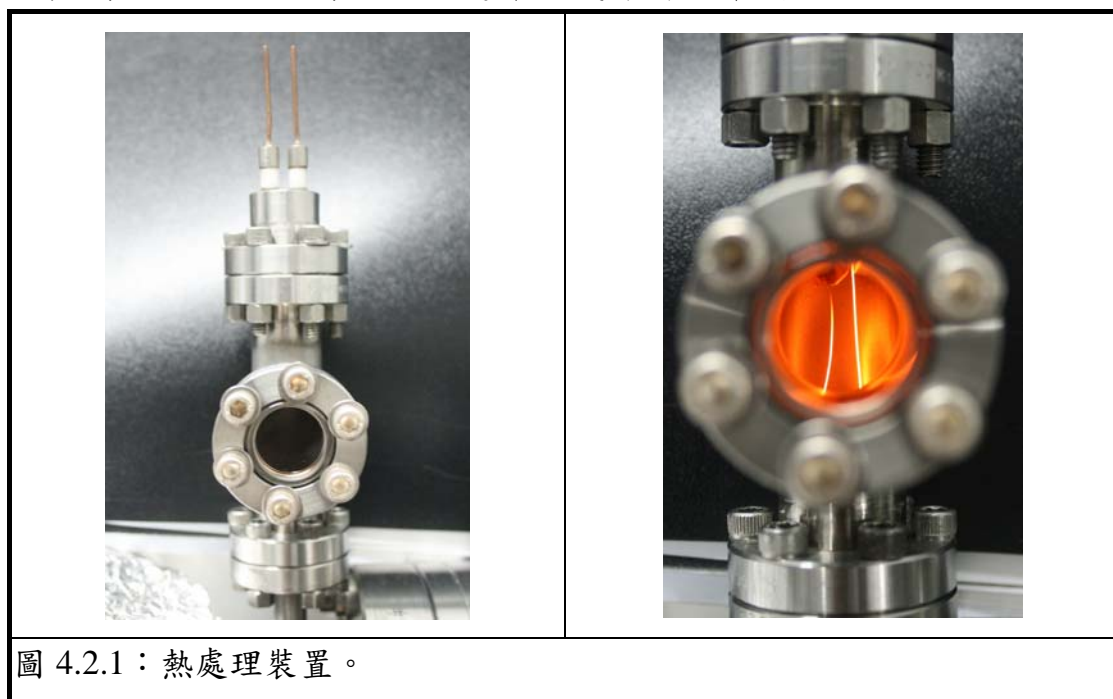
4-2 樣品製備

由前敘述，場離子顯微鏡的樣品必須為針狀，並且要考慮到將要如何通以高達 10KV 的高電壓，並且為了測量溫度的變化，樣品要可以在實驗中測得電阻，以得到溫度與電阻的變化關係。因此會將樣品針點焊於口架上。

這一小節介紹線材樣品的準備、口架的準備與清潔及針尖蝕刻：

A、線材樣品的準備

在本實驗中所用的樣品線材包括純鉑(Pt)、鉑銱合金($\text{Pt}_{80}\text{Ir}_{20}$)，然而這些線材都是向各廠商所訂購，製成方式為加熱至熔融態後再加以製成的線材，這點對於合金的構成上可能會造成較多的缺陷。簡單的說，可能沒有很好的熱處理，因此在線材的處理上先給予高溫的熱處理。首先在真空腔上多銜接一個真空 T 管及電導接頭(Feedthroughs)，如圖 4.2.1。在將線材置入真空腔中在通以電流，加溫至約 1000°C ，加熱時間約 100 小時之後，隨即完成線材的準備。



B、門架的準備與清潔

在門架的準備上需要兩種材料，分別是 0.1mm 的鎢線及白金線。先以細的水砂紙擦拭去鎢線上的氧化物，如圖 4.2.2 所示，利用夾子折成三邊長度分別為 1.2mm、1.3mm 及 1.5mm 的門形針架，並於兩邊的鎢腳上點焊上直徑為 0.1mm 的白金腳，再將白金腳彎折如圖中的形狀，最後再將實驗要觀察的樣品線材擷取適當長度點焊於門形針架頂端中央處，即完成。

在最後的清潔上，將製作好的門形針架，依次放入酒精及丙酮溶液中，再利用超音波震盪機加以清潔，每次十分鐘，各交替循環三次後，隨即完成清潔步驟。

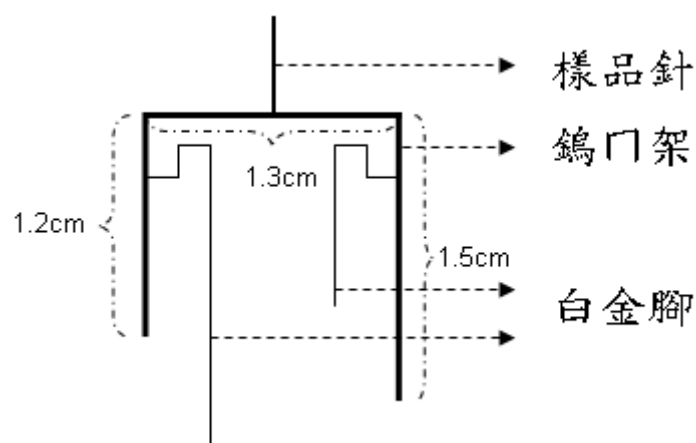


圖 4.2.2：門形針架圖。

C、針尖蝕刻：

利用電化學蝕刻的方式來製備場離子顯微鏡中所需的針狀樣品。隨著觀察樣品的不同，蝕刻時所使用的電解液也會有所不同。就本實驗，無論是純鉑或鉑銱合金的樣品線，都使用比重為 4：1 的 $\text{NaNO}_{3(s)}$ 及 $\text{NaCl}_{(s)}$ 的混合物，在加熱至約 400°C 以上後所形成的熔融態來做為蝕刻純鉑及鉑銱合金電解液使用。

蝕刻方式如圖 4.2.3 所示，將口架置於鎳管握持器中，通以直流電進行蝕刻。蝕刻過程中，針尖會慢慢變細，最後置於光學顯微鏡下以五百倍的放大率觀察，當針尖達到在光學顯微鏡也無法判斷時即完成蝕刻。而後浸於蒸餾水中除去附著的電解液。

在圖 4.2.3 中可以發現，本實驗中本生燈加熱方向有所不同，並非加熱於白金坩鍋底部，而是將本生燈火焰側向加熱於白金坩鍋側壁上，為何如此加熱？

- 1、由於使用於蝕刻針的溶液來自於鹽類加熱後的熔融態，若由坩鍋下方加熱，可能造成溶液上下熱度不均，上方常有凝結固態的情形，因此採用本蝕刻方式可讓接近表面的鹽類保持溶液狀，使得蝕刻更為完善。
- 2、如圖 4.2.4 所示。蝕刻期間，包括被蝕刻的白金，及受侵蝕的鎢口架，甚至本來就吸附於坩鍋中的雜質，若於坩鍋下方加熱的環境，將由於對流的關係，可能在加熱時使得這些雜質向上撞擊使蝕刻完成的尖端彎曲。因此若採用本實驗方式，溶液上熱下冷，雜質易沉澱於坩鍋下方，保持上方溶液清潔，使得蝕刻更為順利。

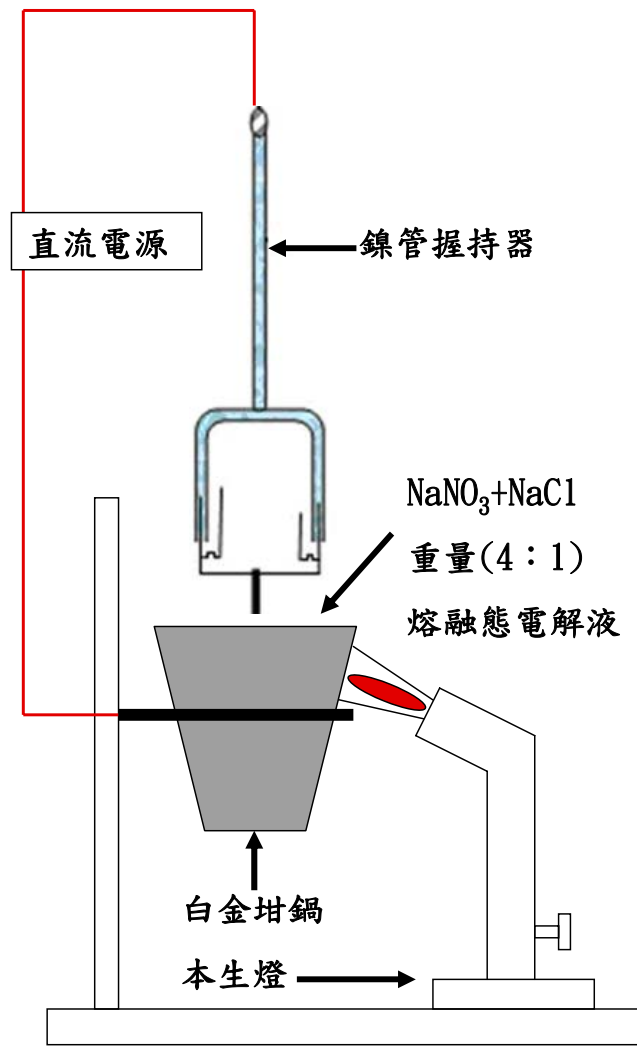


圖 4.2.3：電化學蝕刻針尖裝置圖。

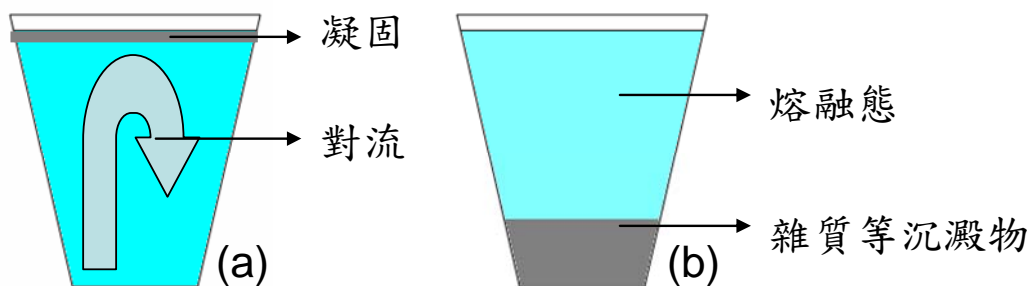


圖 4.2.4：(a)加熱於下方的坩鍋內部溶液狀態示意圖，分別有上方凝固及下方有對流的情況；(b)側向加熱坩鍋內部示意圖，雜質將沉澱於下方，上方保持溶液狀。

4-3 超高真空環境

A、真空壓力

在場離子顯微鏡的實驗中，主要就是觀察針尖樣品表面的變化，由於實驗過程中並非一直維持在退吸附的電場，因此為了能夠使樣品表面維持長時間的清潔，實驗必須要超高真空環境下進行，以減少氣體分子吸附在樣品表面的機率。真空可以不同壓力分為四個程度，如表 4.3.1 所示，清楚的了解到真空度越好，可維持表面清潔的時間越長久。

	壓力範圍	氣流型態	可維持表面清潔的時間(s)
粗略真空	760~1	黏滯流	$<10^{-6}$
中度真空	$1\sim 10^{-3}$	過度流	$<10^{-3}$
高度真空	$10^{-3}\sim 10^{-7}$	分子流	~10
超高真空	$10^{-7}\sim$	分子流	>10

表 4.3.1：真空程度分類表。

B、真空中的樣品清潔

樣品線材的真空熱處理以及真空外的處理，如口架、蝕刻等，都已經在上節提過。這裡將敘述真空中的實驗步驟。在樣品進真空後，需要進一步的清理表面，主因為蝕刻完的針並不一定是完美的半球形，因此可以場蒸發的方式與加熱退火處理，直到各面成像清楚。再由第二章的電腦模擬圖判斷各密勒指數面，即可針對指定的指數面作實驗及觀察。

4-4 實驗記錄

本論文中對於鉑的皸化及合金的觀察，都以 CCD 或照相機配合場蒸發的方式記錄影像：

A、鉑的皸化

在清潔及對應到所需要的指數面後，加熱退火到指定溫度，以十分鐘為單位。再以錄影或照相的方式記錄。在重複的實驗中，在視皸化程度的不同作溫度調整，以及視皸化長成情況，在下一次的流程前選擇以場蒸發的方式先行破壞前一次的表面皸化。

對於對應溫度的取得，在這使用測溫槍來量測溫度，但測溫槍有其測溫下限，所以事先測量較高的溫度數據，再用線性迴歸的方式，推估外加電壓最小所產生的溫度，進而找出溫度與外加電壓的關係。如圖 4.4.1 即為樣品針的溫度(°C)-電壓(V)圖，而每一支針所對應的溫度-電壓圖都多少會有差異，這是由於不能保證每支針的電阻是相同的。

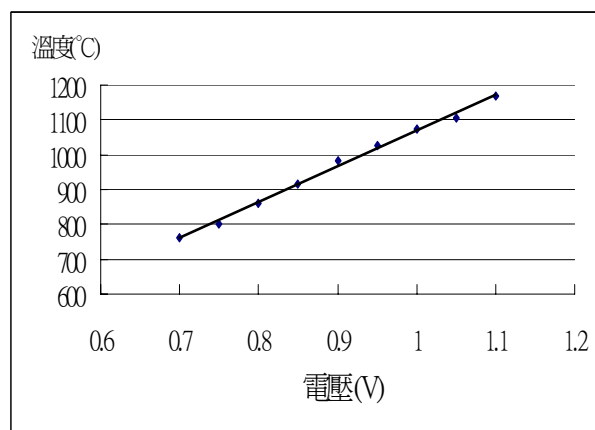


圖 4.4.1：

關於直流電源供應器加在針上的溫度，可使用測溫槍來測溫，但測溫槍需在五六百度以上高溫才可測得，因此在測高溫後再以線性迴歸的方式推估電壓較小所對應的溫度。

B、合金的觀察

對於鉑鈱合金，在本實驗中單純的以場蒸發的方式去記錄觀察到的現象及結果並加以討論。