

### 第三章 實驗儀器

圖 3.1 實驗裝置

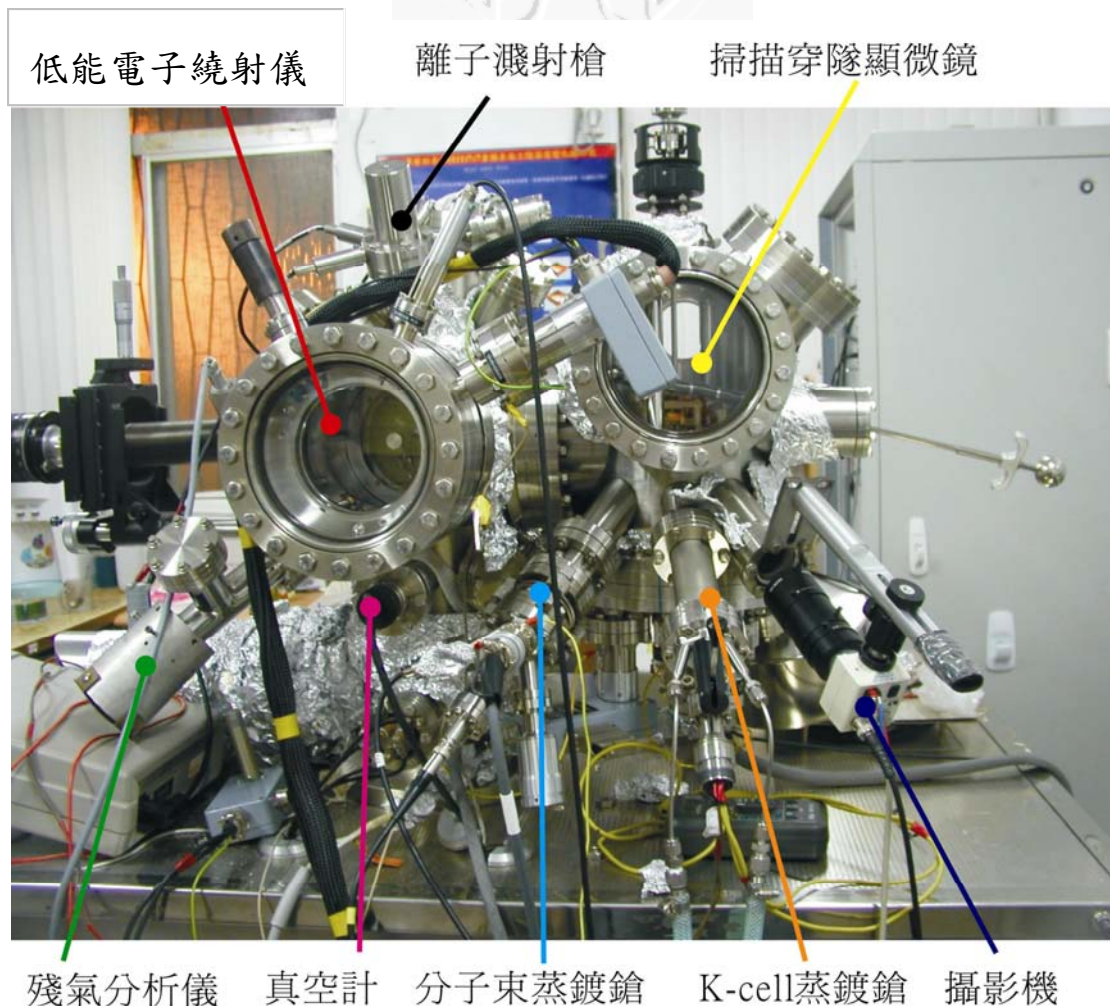


圖 3-1 主要儀器裝置照片

#### 3.1 真空幫浦 (Pump):

在大部分表面物理的實驗中(尤其是原子尺度的顯微鏡)，常常須在超高真空 (UHV) 中的環境完成，為了避免樣品表面受到污染而影響實驗的結果，我們在實驗過程中，必須使用多種幫浦來抽氣，以達到超高真空的環境。

以下對實驗室中，UHV STM 所使用的幫浦做個簡介<sup>[19],[20]</sup>：

#### (a) 旋轉式機械幫浦 (Mechanical Rotary pump) :

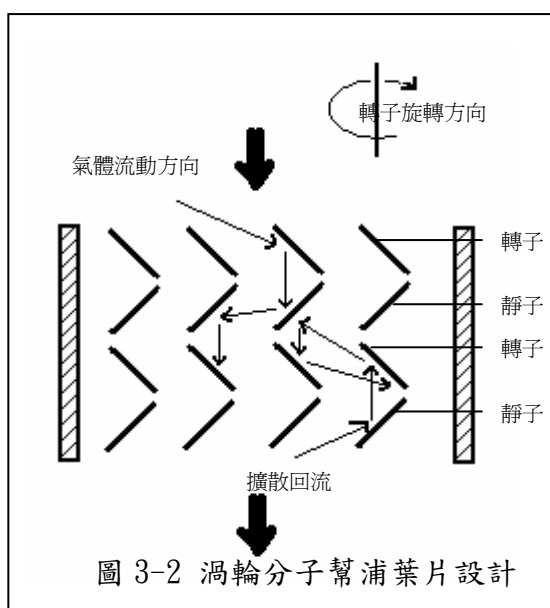
為前級幫浦 (或稱粗抽幫浦) 此種幫浦可由大氣啟動，工作壓力範圍約 760 torr  $\sim$   $10^{-3}$  torr。前級幫浦可分為乾式與油式，乾式幫浦可避免油污染，但其價格比油式幫浦貴了許多，所以我們實驗室使用油式的旋轉式幫浦。

旋轉式幫浦的工作原理主要是利用幫浦腔室中的轉子 (Rotor) 與靜子 (Stator) 將氣體引入並壓縮後將其排出。因此種幫浦需壓縮氣體以將氣體排出，所以通常會裝置一個氣穩閥 (Gas ballast) 於這種幫浦，目的是在避免壓縮氣體的過程中，壓力達氣體蒸汽壓 (Vapor Pressure) 而液化。

#### (b) 渦輪分子幫浦 (Turbo molecular pump)

渦輪分子幫浦為中級幫浦，亦為動力式幫浦 (Kinetic pump)。其工作範圍為中度真空或高度真空區域範圍。壓力範圍約  $10^{-3} \sim 10^{-10}$  torr。此幫浦的工作原理，利用氣體在分子流狀態 (氣體分子密度低，其平均自由徑遠大於此幫浦的特徵尺寸，因此氣體分子與器壁碰撞的機率遠大於氣體分子間的碰撞機率)，以高速旋轉的葉片將動量傳給氣體分子，使之得到額外的動量而往出口處排出以達到抽氣的作用。葉片設計可見圖 3-2。

由於氣體分子在渦輪分子幫浦內需以分子流的狀態存在，又因幫浦葉片極容易損壞，故此幫浦不可從大氣下啟動，而須在前面得先接前級幫浦，等壓力到  $10^{-3}$  torr 才能啟動，且需有風扇來冷卻以防止過熱而損壞。



### (c) 離子幫浦 (Ion pump)

離子幫浦為儲氣式的化學吸附幫浦，工作壓力範圍約  $10^{-4} \sim 10^{-12}$  torr，主要將真空腔體內的氣體吸附並儲存到幫浦內，以達成人造真空狀態。

其工作原理，是以不鏽鋼管作為陽極，兩片鈦板作為陰極板。因陽極極與陰極間具有高電位差，自由電子因而往陽極運動，在其運動過程中，碰撞腔體中的氣體分子而其電離化。為了增加自由電子碰撞氣體的機會，通常會加一磁場，使自由電子的路徑呈現螺旋狀；因此，已形成的正電離子會加速往陰極(鈦)撞擊，使得陰極的鈦被撞出後，在機體內部的表面形成一層鈦膜，此鈦膜會與氣體分子結合產生固體

化合物，並且掩埋氣體分子，進而達到抽氣的效果。

離子幫浦屬於消耗式的幫浦，若發現其效率降低時，便需更換鈦板或清潔之。由於此幫浦必須先將氣體電離化後再與氣體離子化合，故其對於惰性氣體的效果不明顯。

#### (d) 鈦昇華幫浦 (Titan sublimate pump ; TSP)

鈦昇華幫浦亦為儲氣式的幫浦，工作範圍約  $10^{-4} \sim 10^{-12}$  torr。其工作原理主要是先通以 30~50 A 的電流加熱鈦燈絲，待鈦昇華後會產生一層鈦膜而與腔體內的活性氣體分子結合，形成穩定的固態化合物，因此降低腔體內的壓力。由上可知鈦昇華幫浦的運作方式是一種消耗性的化學作用，故需定期更換鈦燈絲。

由於鈦昇華幫浦是利用鈦與氣體分子結合產生化學反應，進而降低腔體的壓力，所以若氣體分子的活性大（如  $H_2$ 、 $O_2$  或是  $CO$ ），鈦昇華幫浦工作效率便很高；但若腔體內氣體活性較小時（如惰性氣體），其作用效率則不佳。

### 3.2 真空壓力計 (Gauge):

由於實驗在真空的環境下進行，為了知道真空腔中壓力的好壞，需使用真空壓力計來判斷。由真空壓力計可了解真空腔壓力的大小，使我們可以知道該啟動何種幫浦，或是腔體有無漏氣等現象。以下對我們實驗室使用的壓力計做簡介<sup>[19],[20]</sup>。

#### (a) 派藍尼真空計 (Pirani gauge)

派藍尼真空計主要利用氣體壓力的熱導性來量測，其為間接測量壓力的真空計。量測範圍約  $10^2 \sim 10^{-3}$  torr 之間。在  $10^0 \sim 10^{-2}$  torr 範圍時此種真空計準確度最高，但若在其量測範圍兩端的壓力附近時，所得到的壓力值誤差較大，此時所得值僅供參考。

此真空計主要特色為在其感應頭上接有一條高電阻係數之燈絲，將其燈絲溫度調整固定在  $100 \sim 130$  °C 間，感應系統會自動的調整電流使溫度維持固定，藉由電流大小便可以偵測壓力。

#### (b) 離子真空計 (Ionization gauge)

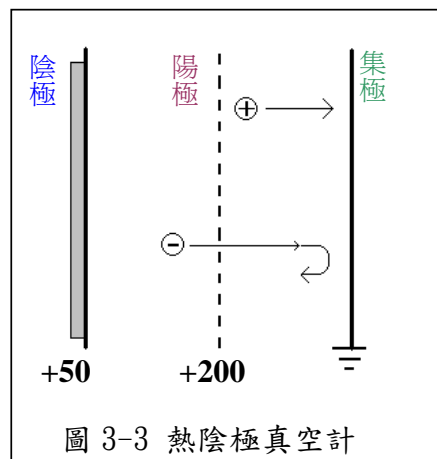
離子真空計同樣為間接測量壓力的真空計，適用於高真空度以上範圍（壓力小於  $10^{-3}$  torr），藉由量測真空腔體內殘餘氣體分子的數量以計算真空壓力之大小，因此與殘餘氣體種類相關，通常以氮氣作為參考標準。

其作用原理是，在高真空環境中，由於氣體分子的平均自由徑增

大許多，若能使真空中殘餘的氣體分子游離，並測量所形成的離子電流，由量測的離子電流換算氣體離子化之比例，估算殘餘氣體分子的數量，進而得到真空壓力的大小。本實驗室主要使用熱陰極式離子真空計，分別裝置在小破真空腔與 STM 主腔體以量測壓力：

熱陰極式真空計主要是由加熱燈絲（由鎢絲組成）產生熱電子，藉由電場加速使熱電子獲得能量，而撞擊氣體分子使其離子化。我們從分子被離子化的比例來估算殘餘的氣體分子，此種真空計工作範圍約  $10^{-5} \sim 10^{-12}$  torr。

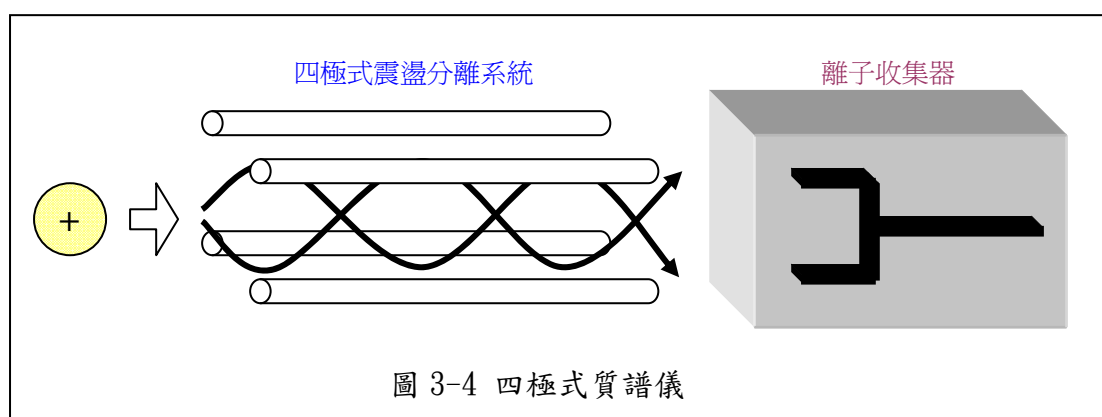
圖 3-3 為熱陰極式真空計示意圖，電子從陰極釋出，通過陰極與陽極間的電場被加速，進而撞擊並游離氣體分子。已被游離的氣體分子會往集極移動且形成離子電流，如此可測知壓力的大小。



### 3.3 殘氣分析儀 (Residual gas analyzer ; RGA) <sup>[20]</sup> :

RGA 主要是利用質譜儀原理，先以熱電子撞擊氣體分子使之游離後，氣體離子的運動軌道因平行電板所形成的電場作用使其偏折，由於每種氣體分子質量不同，所以有不同的運動軌跡半徑，如此我們就可了解有哪些氣體殘餘在腔體內。

我們實驗室使用的為四極式質譜儀 (Quadrupole type mass spectrometer)，見圖 3-4，其內部有一個四極式的振盪分離系統，此



系統由四支長圓柱電極所構成，在其中間形成一個孔道。當正離子延水平方向射入此孔道時，會受到電場作用而產生垂直於飛行方向的振盪。若正離子振盪的振幅大於或等於中央孔道的半徑時，此正離子會被四個電極吸收；當正離子的振幅小於孔道半徑時，則會穿過四極振盪系統被離子收集器吸收，而形成正離子電流。

### 3.4 探針製作<sup>[21], [22]</sup>：

為了使 STM 掃到高解析度的影像 (即達原子解析), 所使用的探針尖端必須盡可能達到單原子的狀態。

探針的製備主要是以氧化還原的方法來蝕刻。見下圖 3-5, 首先將直徑約 0.35 mm 的鎢絲, 連接到線路的正極, 並浸入 KOH 溶液。當通以直流電源時, 液面附近的鎢線因受到 KOH 溶液的蝕刻而變細, 在鎢線快斷時減小並及時關閉電流, 讓液面附近的鎢線藉由液面下鎢線重量的拉扯, 使液面附近蝕刻的部分被拉斷, 而產生極細的針尖。我們在液面旁架設一光學顯微鏡 (倍率在 30~40 倍), 用以觀測液面蝕刻的狀況以精準控制電流之切斷時刻。

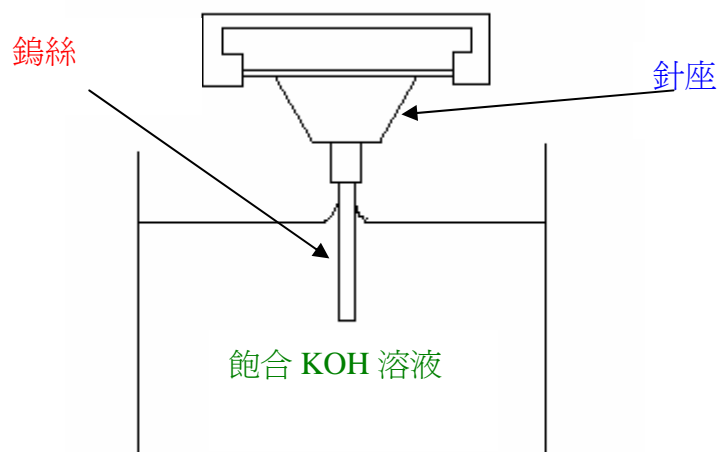


圖 3-5 針尖蝕刻示意圖



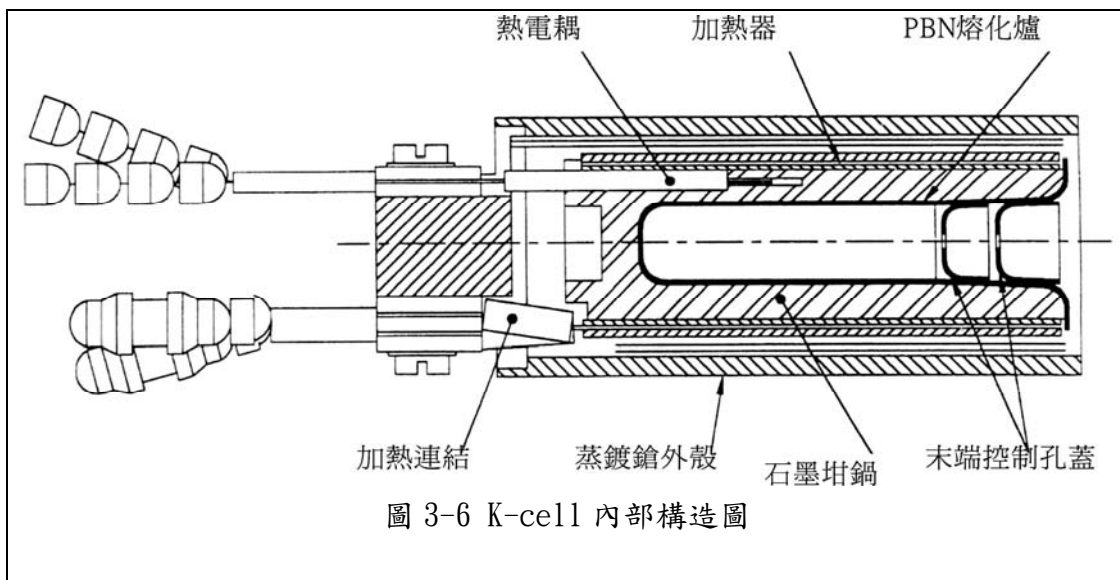
### 3.5 蒸鍍系統<sup>[23]</sup>：

我們實驗室用來蒸鍍物質以研究觀測的鍍源系統有兩種：

#### (a) The Vacweld K-cell 蒸鍍鎗<sup>[24]</sup>：

K-cell 蒸鍍鎗使用原理是主要是利用加高溫，先使待鍍物質成為過渡流(Kundsen-flow)，再使其蒸發出來以鍍到樣品上(構造見圖 3-6)。

首先把鍍源放在 PBN 熔化鍋內，以通電流間接加熱熔化鍋內的鍍源，當溫度達鍍源熔點 K 值約三分之二時，蒸鍍物會由末端控制孔蓋的小蒸鍍孔釋出。如我們所使用的銀鍍源 (Ag)，通以 2.4 A 的電流時，溫度約達 830 °C 左右，這時腔體內部壓力約為  $3 \times 10^{-10}$  torr，且蒸鍍的速率為 1 ML/10 mins。

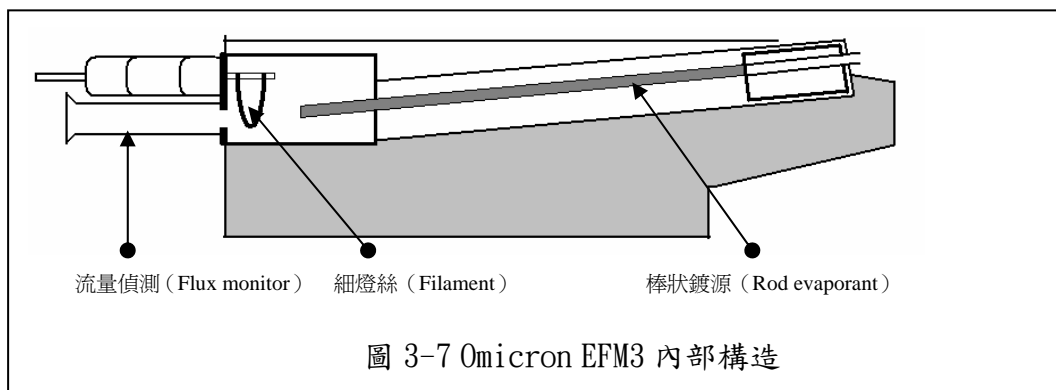


此蒸鍍鎗在通以電流加熱時，會升到極高的溫度(800-900°C)，因此我們在預熱及蒸鍍時，都會在其外部通以冷卻水，以避免腔體過熱而破裂或是損壞內部電路。

(b) Omicron EFM3 蒸鍍鎗<sup>[25]</sup>：

EFM3 蒸鍍鎗的蒸鍍原理主要是利用，通電流以加熱鍍源前的細燈絲(filament)使其釋出熱電子，並加予一個正高電壓(約 800~1000 V)，使熱電子受到電場的作用而撞擊鍍源，此被加速的熱電子可將鍍源表面的原子層離子化，讓離子化的原子亦受到電場的作用而飛往樣品，所以使種蒸鍍鎗也有原子(分子)磊晶的功能。

實驗室所使用的蒸鍍鎗構造見圖 3-7，將棒狀的鍍源裝設好，外加高電壓源，並通電流於細燈絲後，我們以出口處的流量偵測儀來偵測電子流量，且利用控制器上的回饋電路控制流量，以達到穩定蒸鍍的目的。



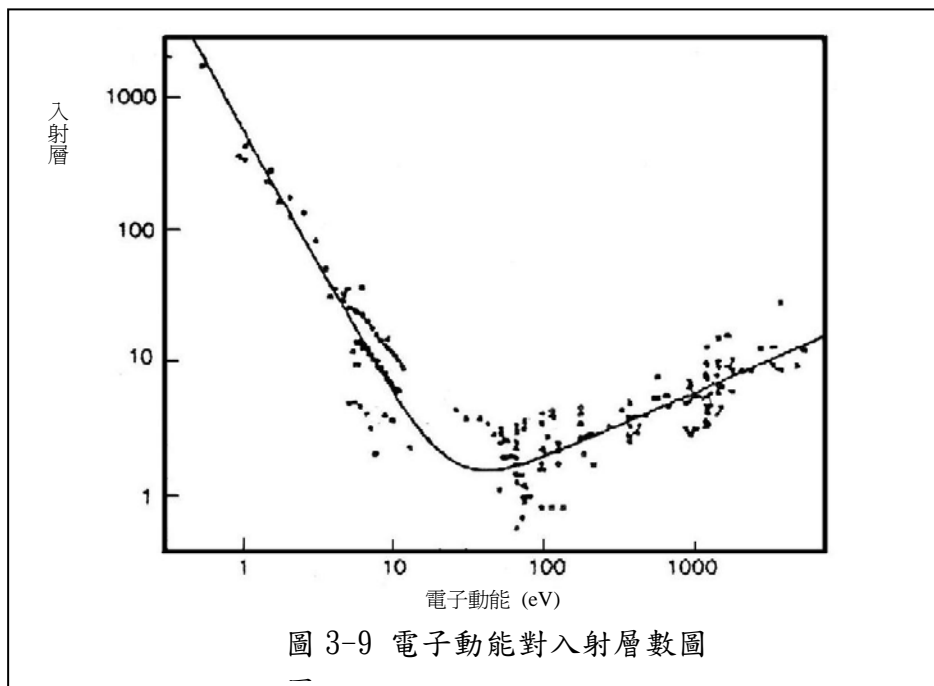
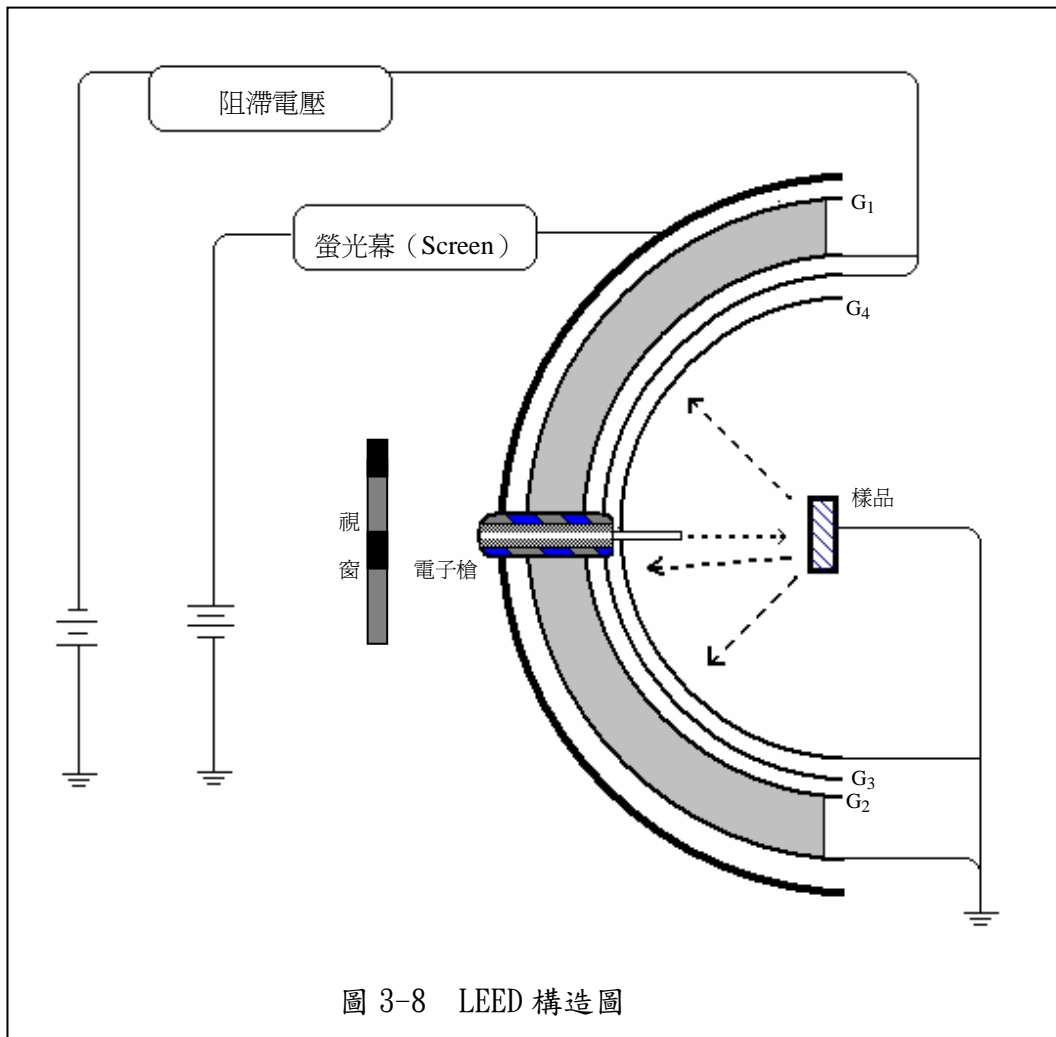
### 3.6 低能電子繞射儀 (Low Energy Electron Diffraction) <sup>[22],[26],[27]</sup> :

低能電子繞射儀(LEED)主要用以探測表面原子排列與晶格結構。其結構見圖 3-8。

LEED 的基本原理是利用晶體晶格大小與電子波的波長數量級相同的特性，所施行的晶體繞射實驗。當電子槍內部燈絲被加熱時，會釋出熱電子，此時再加以外加電壓於電子，使其獲得特定的能量而垂直射向樣品。為了不讓電子受到干擾，需將  $G_1$  和  $G_4$  端接地，使電子可直接通過  $G_4$  柵極而撞擊樣品。

然而，在電子撞擊樣品後，反射出來的電子大都不是我們所要的繞射電子，因此須在  $G_2$  和  $G_3$  端加一個負電壓，這個負電壓可將大部分的電子阻擋下來，使之無法到達螢光幕。而具有特定能量的繞射電子，則會被由螢光幕供給的高電壓(3~7keV)加速，撞擊在螢光幕上產生繞射點。

然而，被加速電壓(50~200V)所加速的入射電子屬低能量電子，故只會穿透表面幾層(見圖 3-9)，我們因此可得知樣品表面的晶體結構及其排列。



### 3.7 掃描穿隧顯微儀 (Scanning tunneling microscope) [28] :

掃描穿隧顯微儀主要由掃描頭、步進器、探針、樣品台、電子控制系統以及避震裝置組成。其內部結構見圖 3-10。

#### a、掃描頭：

此部分由堅硬的壓電材料製成，可控制探針在 xyz 三個方向軸移動，在一般的外加電壓源下，其位移的精準度可至  $1 \text{ \AA}$ ，掃描的範圍可達  $10^3 \text{ nm}$ 。

#### b、步進器：

為使樣品及探針之間能夠產生穿隧電流，樣品和探針之距須小於一千埃，所以我們須使用可精細微調距離的工具。實驗室的步進器可手動與自動調整，一開始先以手動使探針接近樣品，當探針十分接近樣品時，則切換到自動進針 (Auto approach) 以避免人為控制而撞針。

#### c、電子電路及控制系統：

電子電路及控制系統掌管偏壓大小、步進器以及電流等部分，且由於回饋信號所得之穿隧電流很小 (約  $1 \text{ nA}$ )，因此須由低雜訊放大器來擷取訊號。我們實驗室控制系統各方面動作皆電腦化，由影像分析軟體，可分析所得之數據資訊。

#### d、控溫裝置：

實驗室的掃描穿隧顯微儀為可變溫型的 VT-STM，加入液態氮並

配合控溫器 (Temperature Controller)，則可直接在最低溫 90K 下掃描影像，實驗室 STM 可變化的控溫範圍約在 90~450 K。

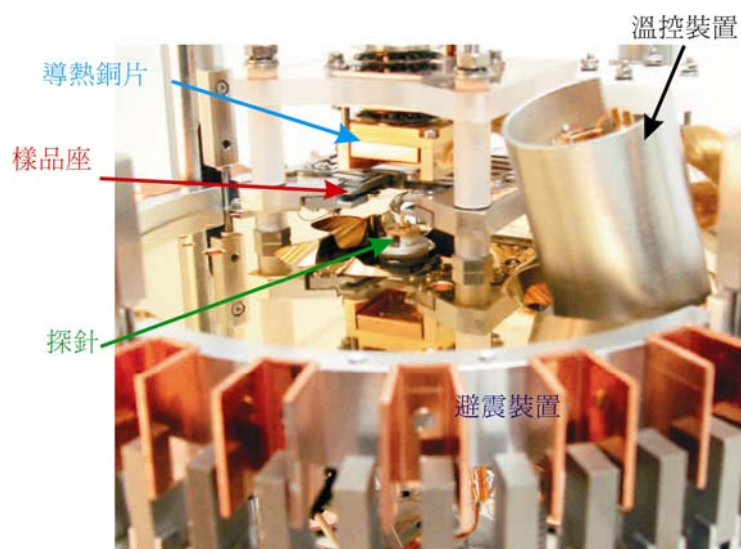


圖 3-10 STM 內部結構照片