

第三章 實驗儀器



3.1 實驗裝置圖

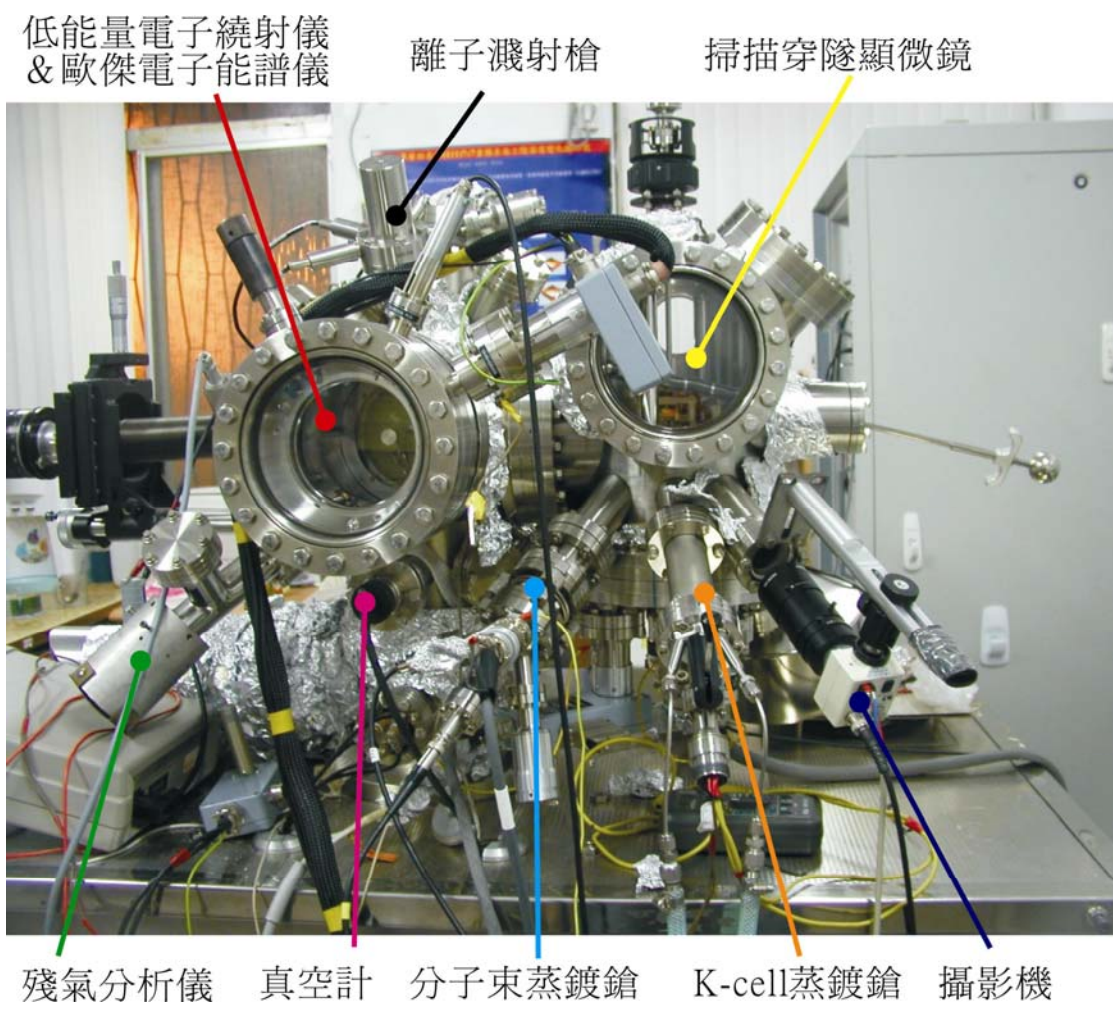


圖 3-1 主要儀器裝置照片

3.2 超高真空系統 (Ultra-High Vacuum System)

3.2.1 真空幫浦

表面物理的實驗過程通常是需耍超高真空的環境，尤其是以觀察原子尺度的顯微鏡最為必須，為了達成並為持超高真空的環境，實驗過程中需要許多幫浦，以下是對於真空幫浦系統中，各式幫浦的簡介 [10, 17]：

A. 旋轉式機械幫浦 (Mechanical Rotary Pump)

前級幫浦，或稱為粗抽幫浦，可由大氣啟動，工作壓力範圍約 $760 \text{ torr} \sim 10^{-3} \text{ torr}$ 。由於在抽氣的過程中必須將氣體壓縮，因此會造成氣室中許多的水氣凝結於氣室之中，隨著氣室內的壓力逐漸降低，水滴不易排出會造成抽氣效率下降，故一般在設計上，都會增加一個氣穩閥 (Gas Ballast) 的裝置，透過這個裝置，可以由外部引入適當的氣體，防止氣體液化。

B. 渦輪分子幫浦 (Turbo Molecular Pump)

中級幫浦，動力式幫浦 (Kinetic Pump)，藉由動力的傳遞，使氣體獲得向外排出的能力。而渦輪分子幫浦的工作原理，是利用氣體在分子流時 (即氣體分子密度較低，分子之平均自由徑遠大於幫浦的特徵長度，此時氣體分子與器壁碰撞機率遠大於分子間碰撞機率)，利用高速旋轉之葉片將動量傳遞給氣體分子，使其獲一個額外的動量

而朝出口處排出，這樣便能產生抽氣作用。

由於渦輪分子幫浦需要分子流，且葉片極容易損壞，故渦輪分子幫浦不可由大氣啟動，前面一定要接前級幫浦，一般壓力必須到 10^{-3} torr 才能啟動，且一定要有冷卻水或是風扇來冷卻以防止其過熱而損壞。渦輪分子幫浦工作範圍為 $10^{-3} \sim 10^{-10}$ torr。

C. 離子幫浦 (Ion Pump)

一般離子幫浦的工作原理，是利用兩片鈦板作為陰極板，再以不鏽鋼管作為陽極，此時因陰極與陽極間具有高電位差，自由電子會被陽極吸引而往陽極運動，在運動過程中碰撞腔體中的氣體分子，使其電離化 (ionization)，且為了增加其碰撞氣體機會，一般會外加一磁場，使電子路徑呈現螺旋狀；其中，氣體正電離子加速往陰極 (鈦) 撞擊，陰極的鈦被撞出後，會在機體內表面形成鈦膜，這層鈦膜一方面與氣體分子產生固體化合物，一方面掩埋氣體分子，進而達到抽氣的效果。因為離子幫浦屬於消耗式，如果發現其效率相當低時，便需清洗其鈦板或是更換之。工作壓力範圍約 $10^{-4} \sim 10^{-12}$ torr，但由於為了延長離子幫浦的壽命，一般建議在 10^{-8} torr 以下才使用。

D. 鈦昇華幫浦 (Titanium Sublimate Pump; TSP)

同屬於儲氣式的幫浦，為一輔助性的幫浦，對氫氣的抽氣效果最好，主要是因為鈦極易與氫化合，進而增加其被渦輪分子幫浦抽走的

效率，也可加速其埋入離子幫浦之中。另外一方面，由鈦燈絲上所昇華的鈦，在離子幫浦啟用的狀態下，也可對離子幫浦上的鈦板進行鈦元素補充，此一 refresh 的過程可增加離子幫浦的壽命，並減少清洗或更換鈦板的頻率，可說是一舉兩得。鈦昇華幫浦的工作壓力範圍可於 $10^{-4} \sim 10^{-12}$ torr，但在高真空以上的抽氣效率比較好，多半在 10^{-7} torr 之下才啟用。

3.2.2 真空壓力計(Gauge)

為了解真空腔中壓力的大小與真空度的好壞，必須使用真空壓力計，也可判讀腔體是否有漏氣。以下將對實驗室裡使用的真空計做簡單的介紹[17]：

A. 派朗尼真空計 (Pirani Gauge)

一種間接測量壓力的真空計，其量測範圍為 $10^2 \sim 10^{-3}$ torr。此種真空計約在 $1 \sim 10^{-2}$ torr 範圍時準確度最高，但在測量範圍兩端的壓力值附近時，誤差相當大，此時其讀值僅供參考。本實驗室將此真空計接於粗抽幫浦與中級幫浦之間，作為啟動中級幫浦的參考。

B. 離子真空計 (Ionization Gauge)

另一種間接測量壓力的真空計，用於高真空度以上範圍（壓力小於 10^{-3} torr），利用量測真空系統內剩餘氣體分子的數量來推導出真

空壓力之大小，所以這便與剩餘氣體種類相當有關，一般均以氮氣作為參考標準。離子真空計其作用原理是當於高真空環境中，氣體分子的平均自由徑（mean free path）變得非常大，如果能使真空中剩餘的氣體分子游離，去量測氣體分子所形成的離子電流，可由氣體離子化之比例估算出剩餘氣體分子的數量，進而推導出真空壓力的大小。

離子真空計依照其電子電流產生方式不同，一般分成兩類，一類是熱陰極式（Hot-cathode），另一類是冷陰極式（Cold-cathode），實驗室主要使用熱陰極式，與冷陰極式最大的不同在於熱陰極式真空計是加熱燈絲（鎢絲）產生熱電子，並經由電場加速成為帶充分能量之電子，再撞擊氣體分子使其離子化。由分子離子化比例估算出剩餘的氣體分子。本系統所使用的熱陰極離子真空計有兩台，分別用於量測小破真空腔與主腔體的壓力。

3.3 殘氣分析儀 (Residual gas analyzer ; RGA)

殘氣分壓分析儀是利用質譜儀原理，先利用熱電子撞擊氣體分子使之游離，帶正電的氣體離子受到電場作用而偏折，因為氣體分子質量不同，故會有不同的軌跡半徑，如此便可以知道殘餘在腔體內氣體的種類[17]。

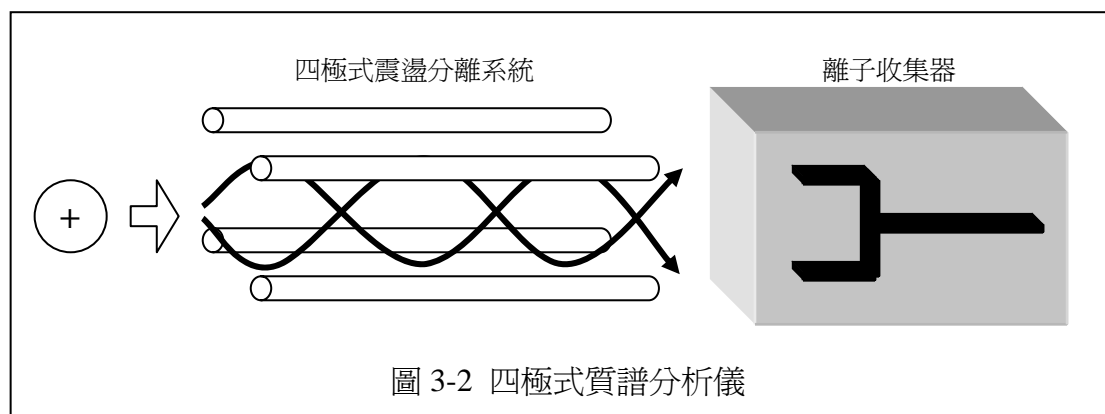


圖 3-2 四極式質譜分析儀

現在一般實驗室所使用的為四極式質譜儀 (Quadrupole type mass spectrometer)，在其內部有一四極式振盪分離系統 (示意圖請見圖 3-2)，此系統主要結構為四支長圓柱電極，形成一個孔道。當沿 X 軸射出之正離子進入此孔道時，受到此系統所形成之電場作用而振盪，振盪方向與飛行方向垂直。如正離子振盪振幅大到等於 (或大於) 中央孔道的半徑時，會被四個電極吸收，而振幅小於孔道半徑的正離子會穿過四極振盪系統，而被離子收集器吸收 (由法拉第杯組成; Faraday cup)，形成正離子電流。四極式質譜儀解析度已逐漸高，故被廣泛使用。

3.4 離子槍濺射系統 (Ion-sputtering Gun)

為一種破壞性較強的清潔系統，用來挖去表面鍵結較強的雜質或氧化物，一般均會配合加熱退火過程來使用。

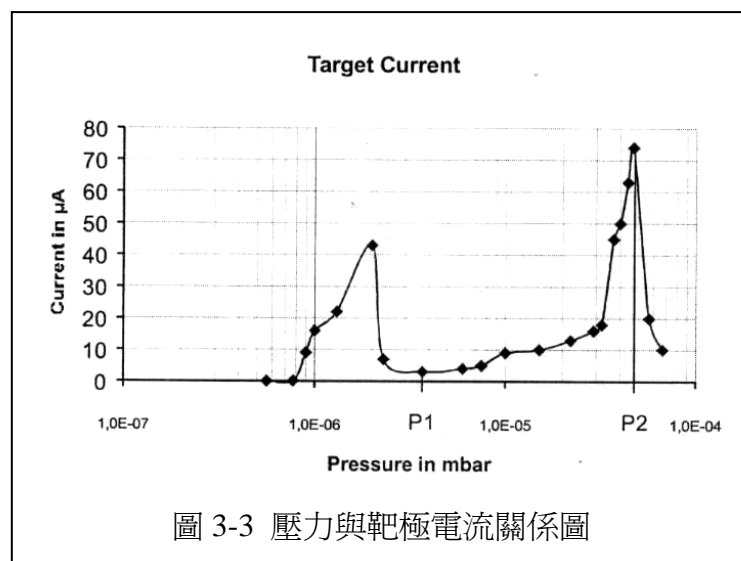


圖 3-3 壓力與靶極電流關係圖

將欲清潔的樣品

放置在靶極，引入氣體從入口進入真空室，利用真空抽氣設備控制進氣及出氣的速率，使工作壓力維持穩定（最佳範圍在圖 3-3 的 P2 附近）。[19]在高壓源加 1 ~ 5 kV 的電壓，將靶極接地，使氣體離子化在兩極產生輝光放電，將離子束聚集指向被轟擊樣品，則可有效清除樣品表面雜物以達到清潔的目的。利用離子束轟擊樣品，雖可達到不錯的清潔，但也會造成樣品不平整，如須乾淨又平整的表面（如：STM 的樣品），可降低轟擊的工作電壓（半導體一般使用 1 keV，而清潔金屬則需使用 3 keV 左右）及轟擊時間再配合退火過程來使表面達到平整的效果。而實驗室使用冷陰極離子源，給予離子能量的範圍 0.3 keV ~ 5 keV，在距離 125 mm 的工作範圍下，能量 5 keV 的離子束可涵蓋的範圍約 10 mm²，而如果能量改用 1 keV，則涵蓋的範圍

可至 15 mm^2 離子束能量與電流的關係如圖 3-4[17]。

而離子濺射裝置，見圖 3-5，藉由氣瓶通入氬氣(Ar)，當氬氣通過高壓源時，會被離子化，而變成氬離子 (Ar^+)，

而外加的磁場主要是為了增加離子間與的碰撞機率，再利用聚焦電場使離子束集中打在樣品上。

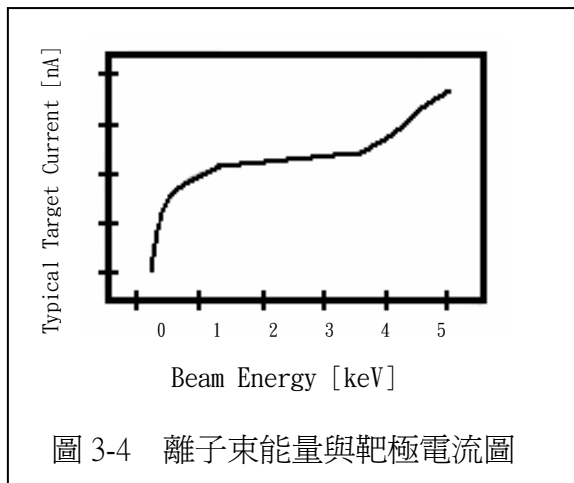


圖 3-4 離子束能量與靶極電流圖

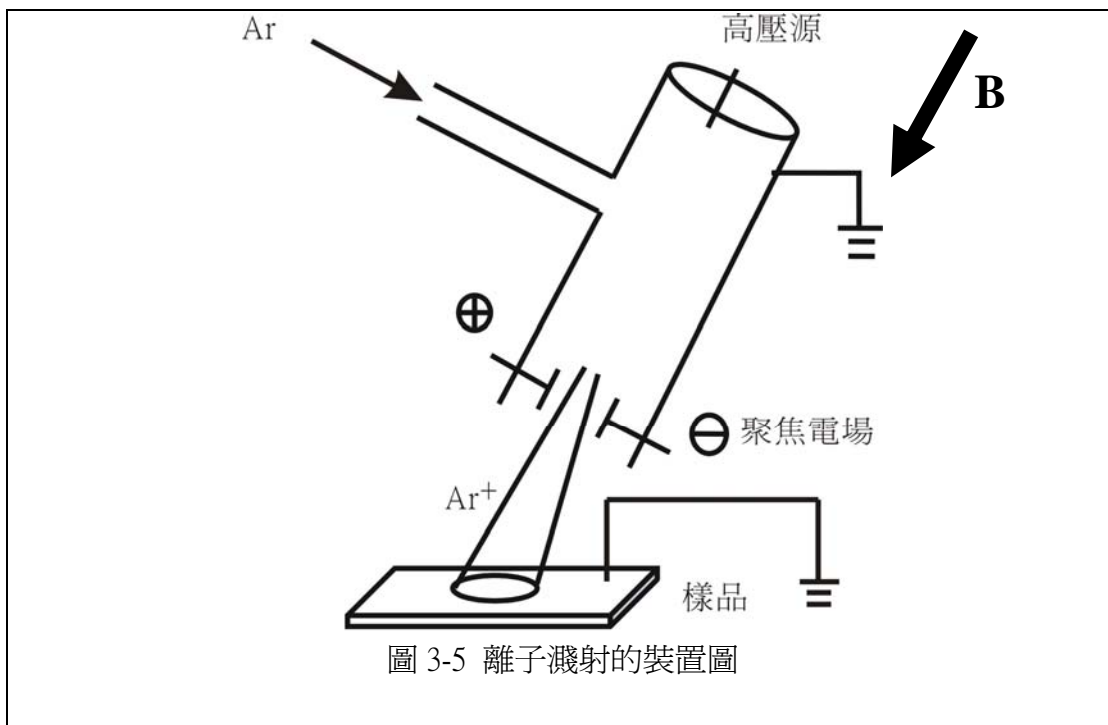


圖 3-5 離子濺射的裝置圖

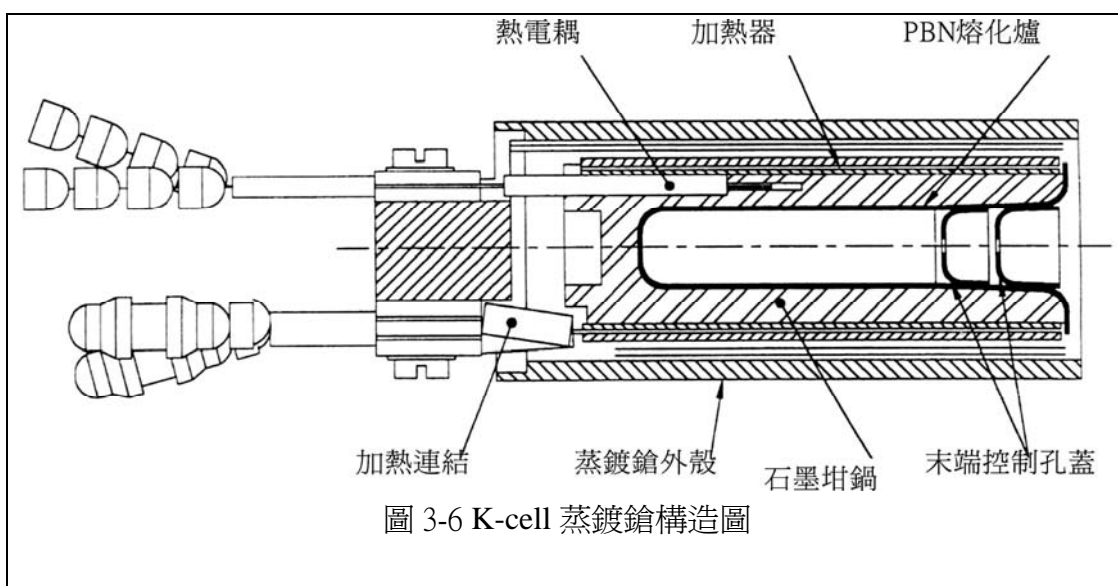
3.5 蒸鍍系統

A. K-cell 蒸鍍鎗 (Kundsen-Cell Evaporator)

所謂的 K-cell 蒸鍍鎗，是指當其在蒸鍍的時候，先將要鍍的物質變成過渡流 (Kundsen-flow)，然後再鍍到樣品上，一般而言都是透過間接加熱蒸鍍物質使其成為 Kundsen-flow[20]。

Vacweld 的 K-cell 蒸鍍鎗，其結構見圖 3-6。我們將鍍源置放在熔化鍋 (Crucible) 內，利用通電流的方式加熱附於外圍的鈹片 (Ta foil) 熱熔化鍋內的鍍源，當溫度夠高時，鍍源便會由小蒸鍍孔跑出來。以我們使用的銀 (Ag) 為例，加 2.6 A 的電流時，溫度可到達 970 °C 左右，此時壓力約 1×10^{-9} torr，蒸鍍速率約 0.03 ML/ mins。

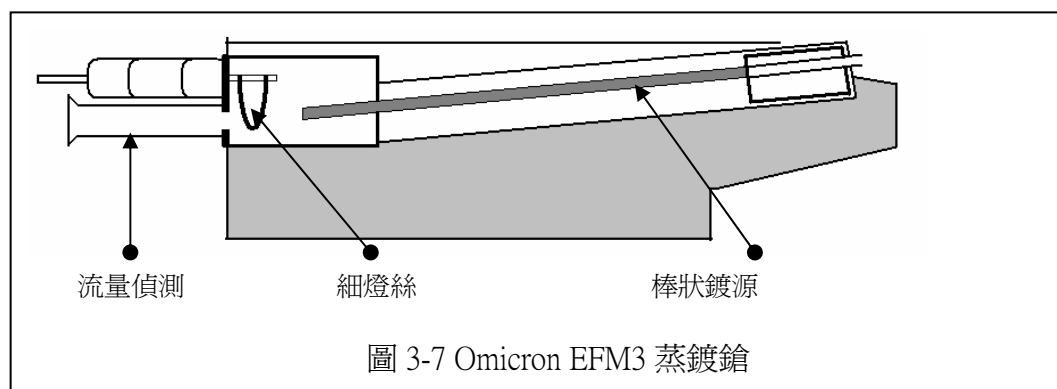
由於在加熱時會產生極高的溫度，外圍需通冷卻水，以保護內部電路不被損壞。



B. 分子束蒸鍍鎗 (Molecular Beam Evaporator ; MBE)

顧名思義，此種蒸鍍鎗可以將原子一顆顆地鍍到樣品上，其蒸鍍方法與前述的 K-cell 蒸鍍鎗有些不同之處，首先，需通電流於鍍源前方的燈絲(filament)使其產生熱電子，然後在鍍源端加一正高壓，使電子受場的作用而加速打到鍍源，高速的電子能將鍍源表面的原子離子化，被離子化的原子同樣受場的作用加速脫離表面而飛向樣品，因此具有分子（原子）磊晶的功能。

圖 3-7 即是 Omicron EFM3 蒸鍍鎗的結構圖[21]，我們將棒狀鍍源置於蒸鍍鎗內，前方即為燈絲，在出口處有一流量偵測儀 (flux monitor)，可偵測電子流量與鍍源流量，並藉由控制器的回饋電路，能穩定地控制流量，因此我們多半利用它蒸鍍鈷。



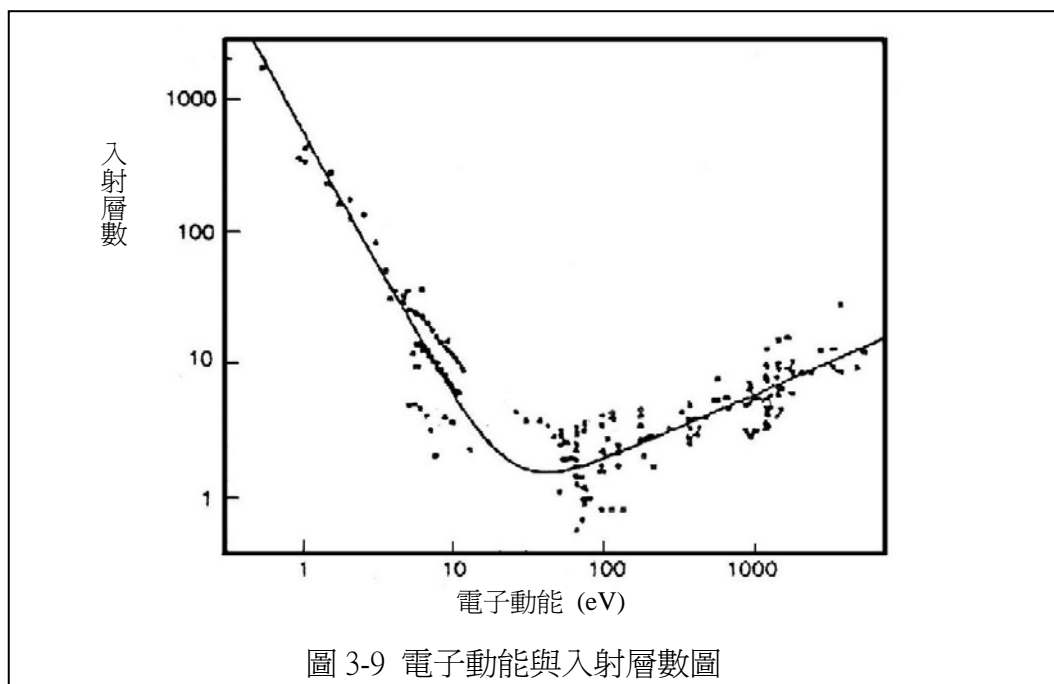
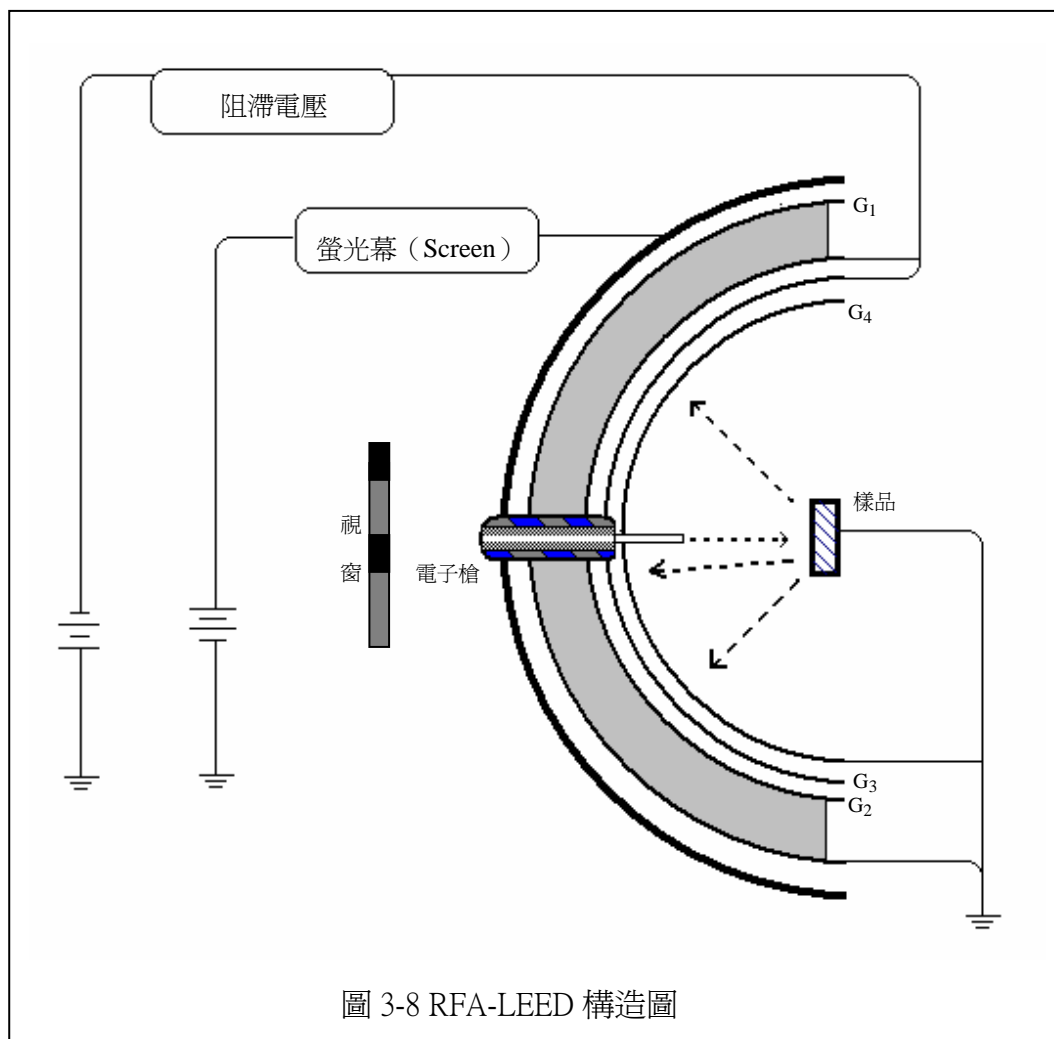
3.7 阻滯電場式分析儀 (Retarding Field Analyzer ; RFA)

阻滯電場式分析儀 (RFA) 是表面儀器中，常被用來使用在低能電子繞射 (LEED) 裡的儀器，如再外加一些輔助用具，便可當作歐傑電子能譜儀 (AES) 使用。我們實驗室便是使用 RFA-LEED 與 RFA-AES [10, 18, 22, 23]。

RFA-LEED 的基本結構可見圖 3-8。當電子槍內部的燈絲被加熱時，會釋放出熱電子，我們再額外提供一加速電壓 (約 50~200 V，見圖 3-9 可說明此能量範圍的電子探測深度為表面) 給予電子動能，使大部分的電子具有特定的能量 (即代表具有特定的波長)。為了避免電子受到干擾，我們將 G_1 和 G_4 同時接地，當然樣品也要接地，如此樣品到 RFA 間即無電場干擾，電子便可直接通過 G_4 柵極撞擊樣品。

由於撞擊樣品後反射的電子大部分都不是我們所要的繞射電子，所以在 G_2 和 G_3 加一個負電壓，稱阻滯電壓 (Retarded voltage)，這個阻滯電壓會將大部分的反射電子阻擋下來，使其不會打到達螢光幕，讓具有特定能量而能通過的繞射電子，被螢光幕所提供的高電壓 (一般為 3~7 keV) 加速，打在螢光幕上。

而 RFA-AES 構造與 RFA-LEED 相同，使用時則是關掉螢幕上的高壓，把原本的螢幕作為集極，收集特定能量的歐傑電子，再透過電腦分析能譜。



3.8 掃描式穿隧電子顯微鏡 (Scan Tunneling Microscope)

即 STM 主體部分，其主要組成為掃描頭、探針、樣品台、步進器、避震裝置、電子控制系統[18, 24]。實驗室所使用的掃描穿隧顯微儀，為德國公司 OMICROM 引進的整組設備。STM 內部結構可見圖 3-17 與圖 3-10。

A. 掃描頭 (Scanner)：

利用結構堅硬的壓電材料 (piezoelectric materials) 製成。其可控制探針在三軸移動，若在普通的電壓源下工作，其位移精密度可小於 1 Å，掃描範圍可達 μm (10^3 nm)。

B. 步進器 (Stepper)：

為了讓樣品及探針達到可發生穿隧電流的距離，探針與樣品距離約需小於 1000 Å，由於距離很小，肉眼難以判斷，故需使用可非常微調的工具 (移動可達 Å 的範圍)，此時便需使用步進器。步進器可手調與自動，若探針很接近樣品時，則需使用自動進針 (Auto approach)，此時步進頻率要夠大 (1 kHz 以上)，否則非常耗時。

C. 避震裝置：

為了維持穩定的電子穿隧間距，不同頻率的震動都必須儘量屏蔽。實驗室中 OMICROM 所使用的為彈簧避震裝置，其共振頻率為 60 Hz，當基座校正不平時，很容易受到電器的干擾 (台灣交流電頻率亦

為 60 Hz，所以做實驗時容易受交流電干擾)。

此外，位於平台邊的磁鐵與銅片，也是一避震裝置，因為這部分的組件，可以利用所謂的愛迪電流 (Eddy current)，或稱渦電流，而產生阻尼而減少震動的干擾。

D. 電子及控制系統：

掌管步進器、偏壓大小、電流…等等電子電路之外，回饋信號之穿隧電流很小 (約 1nA)，須由低雜訊放大器來擷取訊號。拜電腦功能增強所賜，實驗室控制各方面動作皆電腦化，而 OMICOM 的影像分析軟體，可免直接分析較為原始而且複雜的穿隧電流。

E. 控溫裝置：

我們的 STM 為可變溫型 STM (VT-STM)，若配合控溫器 (Temperature Controller) 與加入液態氮 (或其他低溫液態物)，可直接在低溫掃瞄影像，控溫範圍約 90 ~ 450 K，但如果溫度不在室溫時，掃瞄會較不穩，尤以超過室溫為甚，故必須先把探針修到較穩定，再行變溫掃瞄。

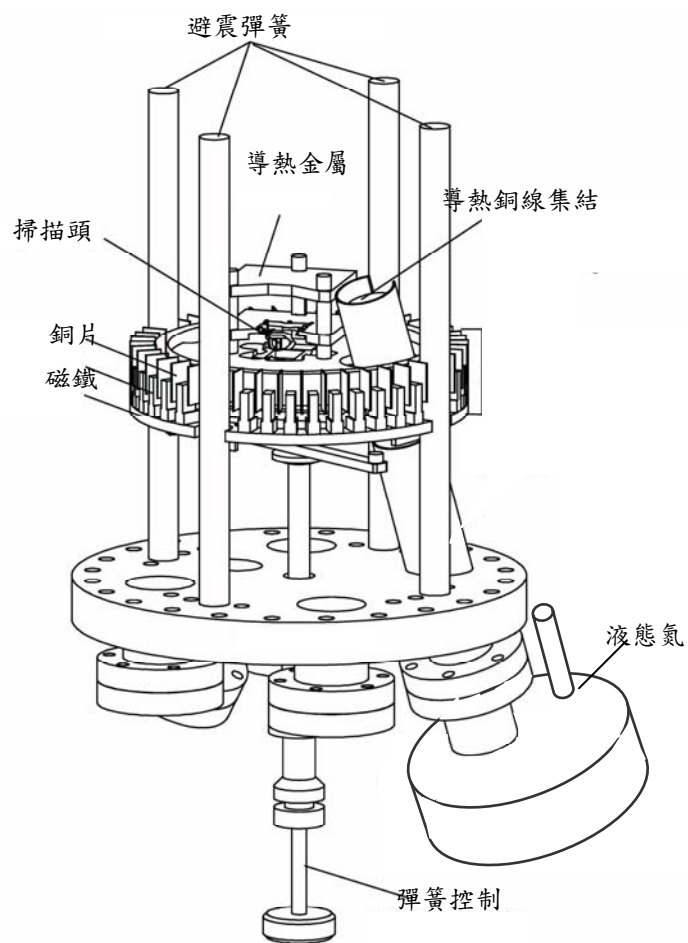


圖 3-10 STM 裝置圖

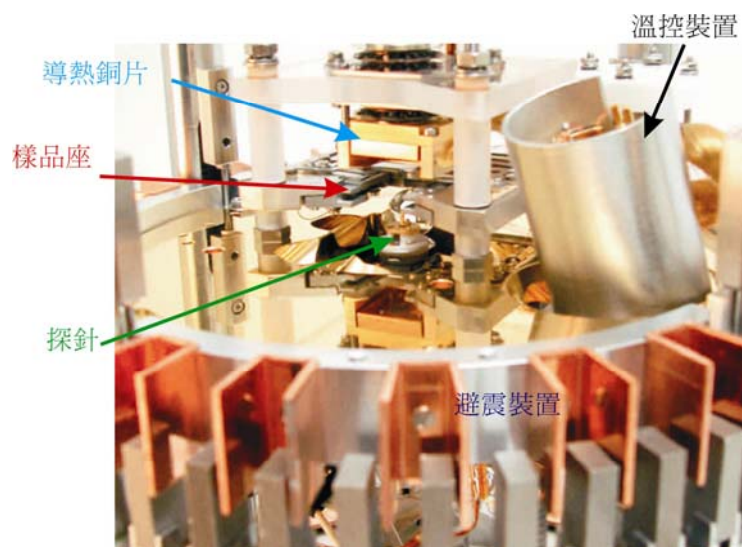


圖 3-11 STM 細部結構照片