

STM & AFM 针尖制备

何阳 06300190037

一、实验目的

扫描探针显微镜一经发明便极大地推动了纳米科技的发展它使人类首次在实空间观测到原子的尺度。通过本实验理解 STM 基本原理掌握 STM 针尖制备方法，探究影响针尖质量的因素。

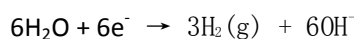
二、实验原理

1. 电化学腐蚀法

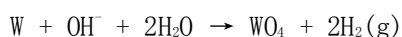
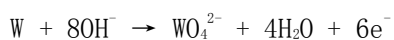
金属与电解质接触，通过电极发生氧化还原反应，对电极产生腐蚀，反应物是进入介质中的金属离子或附于金属表面的难溶氧化物，可以通过加电压的大小来控制反应速度。

2. 关于钨丝在 NaOH 液体中的反应

阴极反应：



阳极反应：



腐蚀过程中， WO_4^{2-} 离子在重力作用下沿钨丝下移，包裹在钨丝下部的表面，保护钨丝进一步溶解，同时与液面交界处钨丝反应最快，此处会越来越细，直至拉断，形成针尖状结构，若其尖部只有一个原子，则满足要求。

3. 参数对针尖的影响

溶液的浓度，钨丝深入液体的深度加的电压三个量对针尖质量产生影响。

钨丝腐蚀得最快处是液面处，若浸入深度适当加大可以增加下拉的力量，从而使分离更早完成，但若浸入过多，则可能钨丝被直接拉断，断面不止一个原子。

电压则是越大越能加快反应进程，使腐蚀更具规律性，但是若过大的话可能导致钨丝直接折断。

4. 关于电压控制与自动化

当样品断开后，应迅速撤去电压以免继续腐蚀，是刚刚拉制的针尖变形。最好是能自动控制设备，传统的控制方法是测电流，当电流小于某一定值是则认为其已断，切断电压供应。

三、实验过程

1. 电化学腐蚀法

- i. 配制 NaOH 溶液。取 20ml 水，放入 1.6 个 NaOH 晶体。
- ii. 用砂纸仔细打磨钨丝，用丙酮浸泡 10min。用直流电压加于钨丝和溶液之间，用 20V 直流电压，过一段时间后电流突然增大到 0.2A，电压降为 10V。

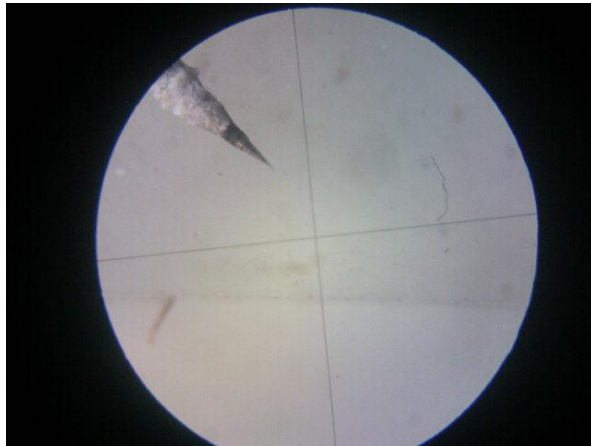
iii. 用交流电压加在钨丝和溶液之间，用 10V 交流电，使用交流电时反应更加迅速，稳定。

2. 机械成型法

用丙酮泡铂铱丝 10min。用钳子拉断，主要用力方向。

四、实验结果及分析

1、用 2mol/L NaOH 溶液，10V，0.2A 直流电的电腐蚀产生的针尖如下图示：



图一、直流电腐蚀产生的针尖

从光学显微镜中观察，针尖形状良好，略有不均匀，应为反应太剧烈所致，中途液膜破的次数较多。

用直流电时，先加电压至 20V 以上，经一段时间溶液电流开始流通，电压降至 10V，电流为 0.25A 左右。在电流通前的电压不好控制，所等待的时间长短不一。这是由于钨丝和电极构成一个电容器，液膜相当于电介质，只有当电容被击穿以后，电流才能通过，但被击穿的态并不是一个稳定的态。

2、用 2mol/L NaOH 溶液，10V 交流电的电腐蚀产生的针尖如下图示：

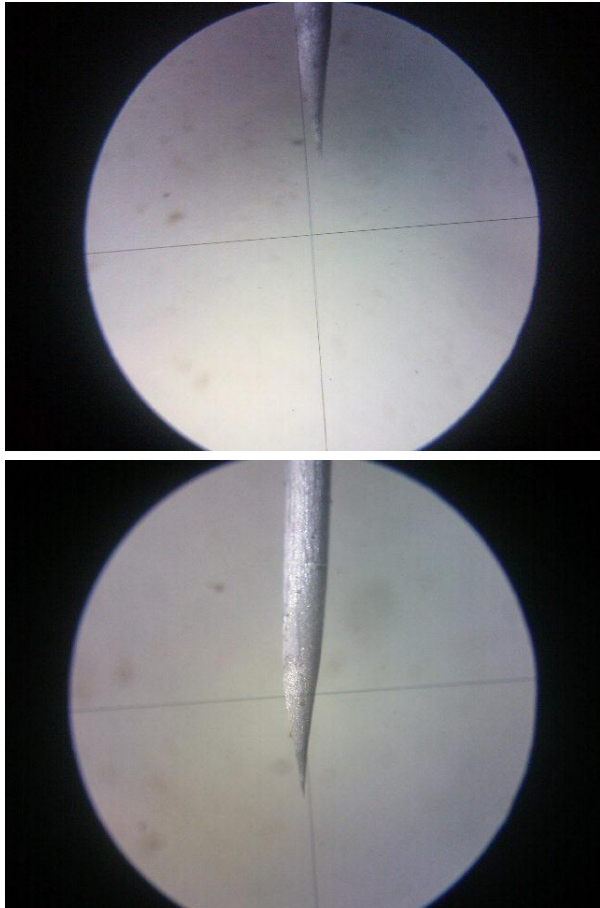


图二、交流电腐蚀产生的针尖

使用交流电产生的针尖尖端较有光泽，认为是使用交流电时反应平稳所致。

电容器具有同交流阻直流的特点，同交流电不需要把电容器击穿，所以反应稳定。

3、用 1.3mol/L NaOH 溶液，10V 交流电腐蚀产生的针尖如下图：



图三、交流电低浓度 NaOH 产生的针尖

通过降低 NaOH 的浓度使反应更缓慢，针尖形成过程比较稳定，从而针尖细锐，有光泽，认为是实验中制造最好的一个针尖。

4、铂铱针尖的制备

铂铱针尖的制备比较简单，用力适当即可。制造的针尖形状良好。



图四、制作的铂铱针尖

五、实验总结

实验中成功制备了 W 和铂铱针尖。认为交流电，较低浓度的 NaOH 溶液能产生较好的针尖。