扫描隧道显微镜系列实验报告

洪晓晨 (06300190001)

引言:

本实验包括钨针尖的制备以及使用"Easy Scan" STM 对实验室提供的材料(一维、二维光栅样品)进行的分析。

实验与分析:

一、针尖的制备

由于要得到原子级大小的针尖,故机械加工成型有相当的难度。我们采用电化学腐蚀的方法来制备针尖。

(1) 反应原理

$$\begin{aligned} 6 H_2 O + 6 e^- & \xrightarrow{\text{yields}} 3 H_2(g) + 6 O H^- \\ W + 8 O H^- & \xrightarrow{\text{yields}} W O_4^{2-} + 4 H_2 O + 6 e^- \\ W + 2 O H^- + 2 H_2 O & \xrightarrow{\text{yields}} W O_4^{2-} + 2 H_2 & (g) \end{aligned}$$

(2) 准备工作

腐蚀液的配制:

16 克 NaOH+200ml 水=腐蚀液(约 2mol/L 的氢氧化钠溶液)

将腐蚀液装入广口瓶中待用 钨丝的清洁:

先用棉花球蘸丙酮擦拭剪刀,剪取一段钨丝,将 其以丙酮浸泡,作超声 10 分钟以去除其表面杂 质、氧化物



用固定器具夹住钨丝,插入腐蚀液液面之下 通交流电,一段接在钨丝上,另一端接在一铂丝 上插入液体中

通电一段时间后,浸入液面下的钨丝基本被腐蚀 完了,剩余的一小段肉眼看起来是比较尖的 但是在放大镜下一看就知道了这尖端并非我们



(4) 通直流电进行实验

与之前的方法很类似,不同的是这次通的是直流 电,由于反应产物附着在钨丝表面,导致钨丝靠 近液面处腐蚀程度比液面中剧烈,从而液面处钨 丝越来越细。最终由于无法承受下面的重力而拉



图表 1 通交流电得到的针尖



图表 2 通直流电得到的针尖



断。此时将电源及时切断,就可以得到不错 图表 3 通直流电得到的针尖(高倍)的针尖了。

通交流/直流电得到的针尖在放大镜下的图像见右

二、 使用 STM 显微镜分析样品

实际上我们实验室用的"Easy Scan"扫描隧道显微镜使用的是铂铱合金针尖。其优点在于不易氧化。只需用剪刀斜着剪一段再用丙酮擦拭后一般就可以使用了。

(1) 实验准备

剪取约 1.5 厘米长铂铱丝,用丙酮清洁。把针尖插入扫描探头的孔中。将样品置于样品台上。旋动两个机械旋钮,同时调整第三个(电动)旋钮,使探头与样品台基本保持平行。

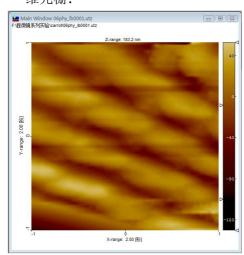
(2) 进针

进针是本实验最为关键的一步。其原理在于探针向样品靠近有两种方式——马达进一步或通过改变压电陶瓷上的电压来使探针前进(后者的改变量是很小的)。当我们按下"进一步"钮后,探针就会向前进一段距离。直到当程序里模拟的针尖位置(红线)不位于底部为止。这时表示仪器检测到隧道电流过大,为了保护针尖,压电陶瓷上的电压改变以使针尖稍稍远离。即已进入"隧道电流区"。此时按下"自动进针"选项,压电陶瓷上的电压就会自动改变以使红线位于其伸缩范围的中间,此时便可以测量。

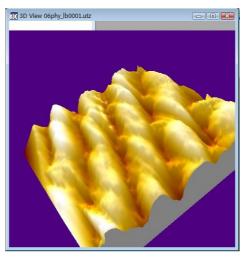
要注意的是这一步很长, 要有足够的耐心。

(3) 测量与分析

通过调整实验参数测量样品性质,并用 "SPIP" 软件对数据进行分析 一维光栅:



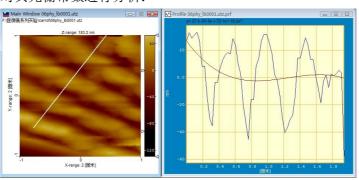
图表 4 一维光栅的 2D 图像



图表 5 一维光栅的 3D 图像

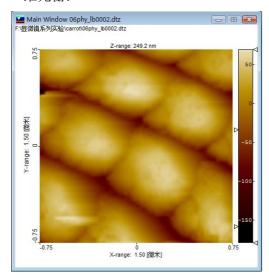
可以利用软件自带的工具对其光栅常数进行分析:

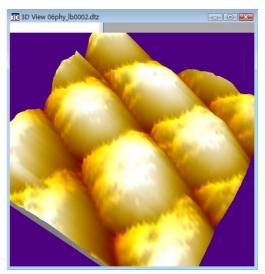
由图中的峰间距可求得 其光栅常数为 0.46 微 米



图表 6 一维光栅的光栅常数

二维光栅:

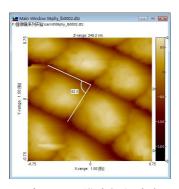




图表 7 二维光栅 2D/3D 图像

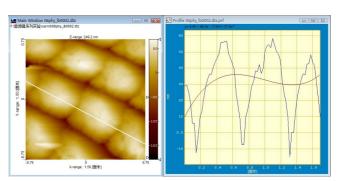
通过读取峰间距可以清楚的看到,此二维光栅样品在两个方向上的光栅常数都约为0.56 微米。

从图 10 中可以清楚地看到, 二维光栅两个方向键夹角为 82.5 度。

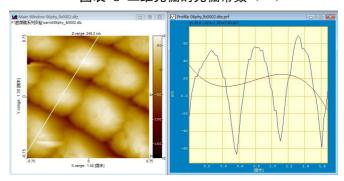


图表 10 二维光栅的夹角

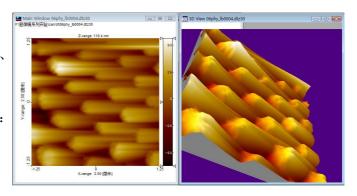
通过实验时对"扫描角度"这一参数的设定,可以得到形貌、质量不同的图像(默认设置为0度),右图显示的是以30度角扫描得到的图像。经验表明:默认的0度角扫描似乎得到的图像形貌最佳。



图表 8 二维光栅的光栅常数 (一)



图表 9 二维光栅的光栅常数 (二)



图表 11 二维光栅另一个方向上的 3D 图像

小结:

1. 针尖制备(图1)针头部弯曲的解释

通交流电得到的"针尖",由于交流电正负极不断变化。沉淀不能在浸入液体部分的钨丝上形成(不断产生的气泡会将刚附着上的沉淀剥落),故这个尖端形状完全是由腐蚀所致。腐蚀过程在微观上有相当的随机性,所以其尖端形状是完全不确定的。这是不适合作为 STM 针尖使用的。

2. 关于针尖制备通直流电方法的讨论

在钨丝被拉断的瞬间需要及时切断电源,否则继续的腐蚀会破坏针尖的质量。老师认为在钨丝断开后 50 毫秒内断开电路是比较理想的。但人的反应极限约在 200 毫秒量级,故最好能使用控制电路。其实控制电路一般是设置一截止电流,当电流小于此值时电路断开。实际上由于腐蚀液本身也是导电的,故当钨丝断裂后仍然会有一定的电流通过,故截止电流的设定便成为一件很困难的事。我的想法是: 当钨丝断裂后,电流基本不再变化了。故可以改进为当电流变化小于某一很小的数值时就切断电路。这样就不必考虑截止电流大小设定的问题了。

3. STM 样品台与探头间必须保持平行

若手动的两个旋钮与电动旋钮没有协调好,则会造成样品台与探头之间不水平。这样在扫描过程中,针尖与样品间的距离将会超过压电陶瓷的变化范围,出现撞针的情况。此时只能通过缩小扫描范围(会影响数据质量)的方法来妥协。所以这点需要在安装样品的时候就注意。

参考文献:

- 1. STM 实验操作说明书
- 2. SPIP 专业 spm 数据分析软件说明
- 3. E-Line Software Reference