

# Manual for Admittance Spectroscopy Measurement System

## 导纳谱测量系统使用说明

ZHU Hai  
2008.5

### 目录

1.	测量系统概述.....	2
2.	LCR 表.....	3
2. a.	仪器测量功能.....	3
2. b.	主要测量参数控制.....	3
2. c.	仪器面板与连线.....	4
2. d.	控制操作.....	6
3.	热电偶系统.....	8
3. a.	热电偶热电势.....	8
3. b.	本热电偶系统说明.....	10
4.	样品架装置与样品准备.....	15
4. a.	样品架的基本要求.....	15
4. b.	样品架的结构.....	15
4. c.	样品的测量准备.....	17
4. d.	样品的安装与温度设置.....	19
4. e.	样品架的基本维护.....	21
5.	测量控制软件.....	24
5. a.	测控软件概述.....	24
5. b.	C-V 谱扫描设置.....	26
5. c.	导纳谱扫描设置.....	27
5. d.	测量结果处理.....	29

## 1. 测量系统概述

本实验目的为测量半导体低维量子结构的电导随温度变化，以推算出样品的激活能。通过一系列测量可以分析出样品结构或者杂质缺陷产生的深能级。

本实验基于特别设计定制的样品架装置，利用液氮低温源使样品温度能在一定范围内缓慢变化，利用安装了基于 GPIB (General-Purpose Interface Bus, 通用接口总线, 即 IEEE 488 标准总线) 的控制器卡和相应控制程序的计算机同时记录下热电偶系统测量到的温度 (电压信号) 和 LCR 表测量到的电导值就可以得到导纳谱。

导纳谱谱图可以在测量时通过控制程序的一个窗口看到, 也可以 “.dat” 的数据文件 (ASCII 码) 形式保存。此数据文件可以直接被 Origin 或者 Excel 程序导入, 采用单频或者多频测量分析方法拟合得到样品激活能的值。



## 2. LCR 表

### 2. a. 仪器测量功能

本实验系统主要采用 Agilent 公司的 4284A 型精密 LCR 表。LCR 表基于自动平衡交流电桥的原理，能够测量任意二端网络的电阻、电导、电容、电感、耗散因数、品质因数等参数。本实验需要用到电导和电容的测量，4284A 型精密 LCR 表能够测量的电导值在 0.01nS 到 99.9999S 之间，电容值在 0.01fF 到 9.99999F 之间，精确度一般可达 0.05%，并且以 6 位数字分辨显示。本实验测量的样品都是半导体低维量子结构，尽管电导、电容值都较小，此仪器精度仍可以支持本实验。

### 2. b. 主要测量参数控制

本实验系统中，我们使用 4284A 的“ $C_p - G$ ”功能测量样品的电容、电导，同时需要控制外加直流偏压、温度等参数。在测量中，需要控制交流测量信号频率、幅度。4284A 可以选择 20Hz 到 1MHz 之间的 8610 个确定的频率，一般可以满足各种需要；4284A 可以设定交流信号幅度从 5mV 到 2V, 1mV 间隔可调，需要配合 ALC (Automatic Level Control, 自动电位控制) 开关使用。一般为了得到高信噪比的信号，对于实验中遇到的典型量子点、量子阱样品，一般取 1MHz 到 50kHz 之间的一些“整数”频率。

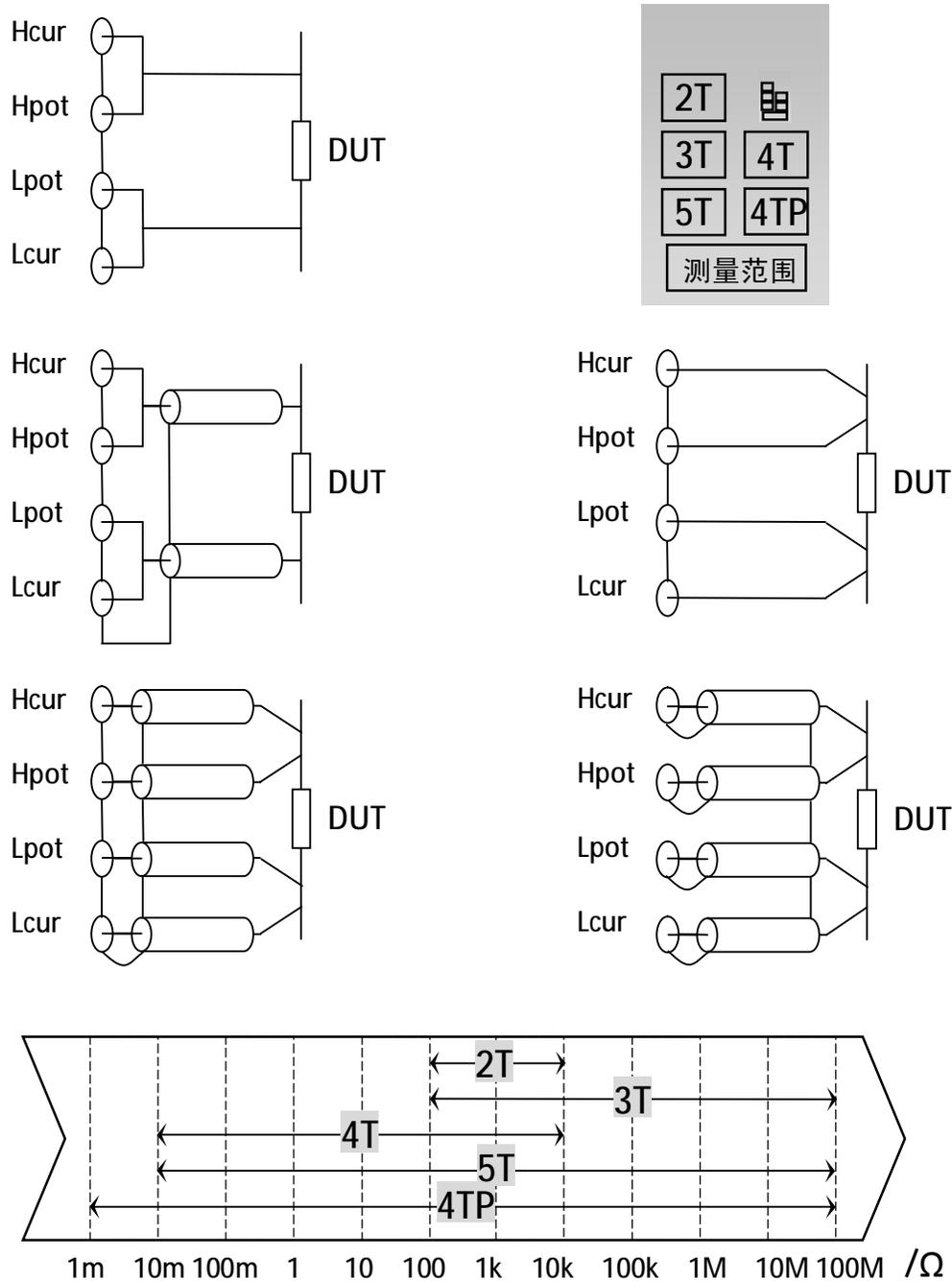
## 2. c. 仪器面板与连线



4284A仪器面板照片如上。左下角白色塑料开关为仪器电源开关，其右五个接线柱依次为地端、低电流端（Lcur）、低电压端（Lpot）、高电压端（Hpot）、高电流端（Hcur）。上方液晶屏可以显示仪器的工作状态，辅助面板手动操作设置，并且实时显示测量参数和测量读数。液晶屏右下方的金属旋钮用来调节显示对比度。右边的红色发光二极管显示直流偏置信号（电压或电流）是否加载；在面板手动操作时，二极管下方的方形软开关可以控制直流偏置信号的开关。面板右上方的四只橙色发光二极管显示GPIB接口的工作状态，从上到下依次为：RMT（remote），遥控操控模式；LTN（listen），本地接受数据信号，TLK（talk），本地发送数据信号；SRQ（service request），远程服务器任务请求；二极管下方LCL（Local）方形软按钮可以将LCR表切换到面板手动控制模式。而在面板手动控制模式下，通过面板上的功能、光标、数字按钮可以进行菜单设置操作。

LCR表采用高达1MHz的高频信号进行测量，因此需要考虑信号线

系统的分布电容对测量回路的干扰，同时电压、电流信号线的接触电阻也会影响实验。**4284A**常用的接线方式有**2T**式、**3T**式、**4T**式、**5T**式以及**4TP**式。仪器厂家已经对这五种方式进行了计算分析，得出了各自适用的阻抗测量范围，如下图所示（说明见此↘↘↘）。



本实验系统测量的样品一般是基于P型中阻硅衬底的半导体低维量子结构，故采用3T式接法比较合适。本实验系统信号线实际采用一对同轴电缆从样品的两极引出，在LCR表面板附近通过TNC接头（T型BNC接头，BNC，Bayonet Neill Concelman，刺刀螺母接头）分成两股同轴电缆，由BNC接头连接面板上的H/L电流、电压端。一般样品表面电极接H端，衬底面电极接L端。信号线与样品的连接细节可以参阅本说明书的第五部分。

测量进行时，应尽量保证电路稳定，包括机械稳定和电磁环境稳定。强气流、地面震动引起的端口接触状态的波动以及信号回路分布电容的变化都可能干扰测量结果，导致图谱产生大噪声或异常波动。同样的，周围电器负载的突然变化引起的电网波动也会带来影响。

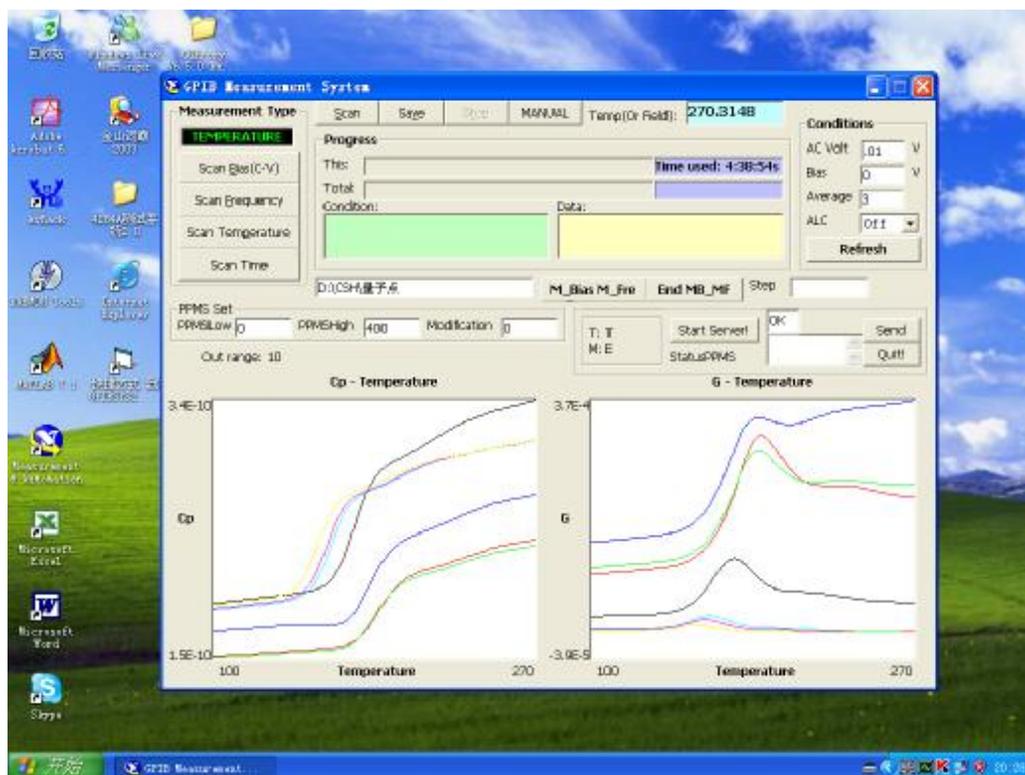
## 2. d. 控制操作

4284A型LCR表既可以通过面板上的开关按钮和液晶屏幕进行手动操作控制，也可以通过联机远程控制。

本实验系统中，LCR表通过GPIB总线与计算机上的GPIB控制器联接。计算机内预先编写好的控制程序可以对LCR表进行上传命令控制与下载数据记录。根据4284A性能以及GPIB总线标准，控制器与LCR表之间的数据由ASCII码或者64位二进制码的形式传输，而且控制程序采用SCPI（Standard Commands for Programmable Instruments）语言，按照IEEE 488.1及IEEE 488.2标准编译。

本实验系统所需的控制程序已经由前辈设计编写完成，使用时运

行程序文件夹内的“GPIBSYS2.0+MBiasMFre+Net\_3\_8840A.exe”即可。  
程序主窗口界面如下图所示。本实验系统程序的具体情况可以参阅本说明书的第五部分。

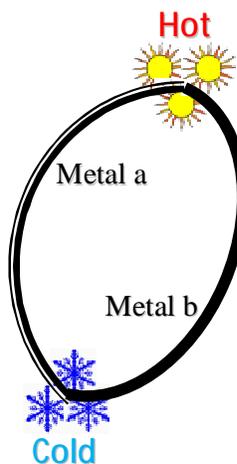


## 3. 热电偶系统

### 3. a. 热电偶热电势

两种不同导体两端分别连在一起就是热电偶。当两个接触点温度不同时就会产生电动势，称为热电势。热电势是由接触电势与温差电势叠加产生的。

接触电势源于不同导体的功函数和自由电子浓度的差别。在不同导体材料接触时，由于费米能级位置不同，自由电子会发生扩散迁移，并产生电和积累，直到接触处产生的内建电场能阻挡进一步扩散为止。这个内建电场形成了接触电势。显然



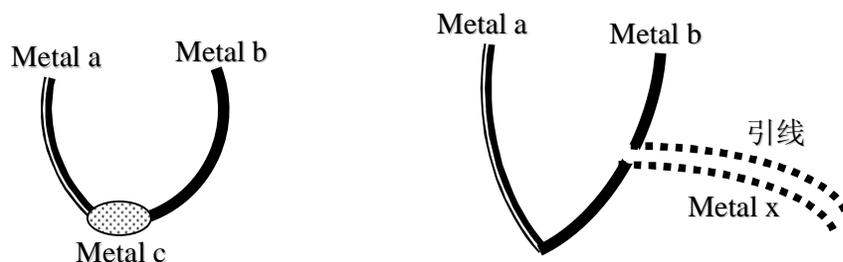
在材料确定的条件下，接触电势会随温度而变化。因此，尽管在理想热电偶回路中，两个接触端的接触电势看似符号相反相互抵消，实际上当两个接触端温度不同时它们会产生净的接触电势贡献。

温差电势源于同一导体材料的费米能级在不同温度下的差别。在同一导体两端温度不同时，其热端的电子会向冷端扩散，直到体内产生的内建电场能阻挡进一步扩散为止。这个内建电场形成了温差电势。显然在相同温差的情况下，不同材料的温差电势大小不同。因此热电偶能产生净的温差电势。

显然，热电势的值只由材料成分，冷、热端温度决定。因此，热电偶系统测量温度不会受电偶材料的几何形状、尺寸限制。同时，这

也减少了热电偶的安装制作的麻烦。由热电偶热电势的性质，可以得到以下两个重要结论。

第一，用第三种导体材料  $c$  来焊接热电偶  $a$  和  $b$ ，若焊点不是太大， $c$  材料温度均匀，则可以知道  $c$  的引入不会给回路带来额外的电动势。因为在温度  $t$  下， $c$  的内部不会产生温差电势， $a$  与  $c$  的接触电势可以表达成  $f_a(t) - f_c(t)$ ， $c$  与  $b$  的接触电势可以表达成  $f_c(t) - f_b(t)$ ，合起来仍为  $f_a(t) - f_b(t)$ ，即原先  $a$  与  $b$  的接触电势。



第二，在热电偶回路上开一个小口，用任意材料的导线做一对引线到远端的电压表上，只要这对引线材料相同，两端两个接口温度分别相同，则可以确定引线不会对回路的电动势产生影响。因为按照前面的分析，即使引线采用不同材料，在热电偶开口处的两个接触点的接触电势正好互相抵消。而且即使引线两端有温度差，两根引线材料相同，因此两端引线的热电势正好互相补偿。

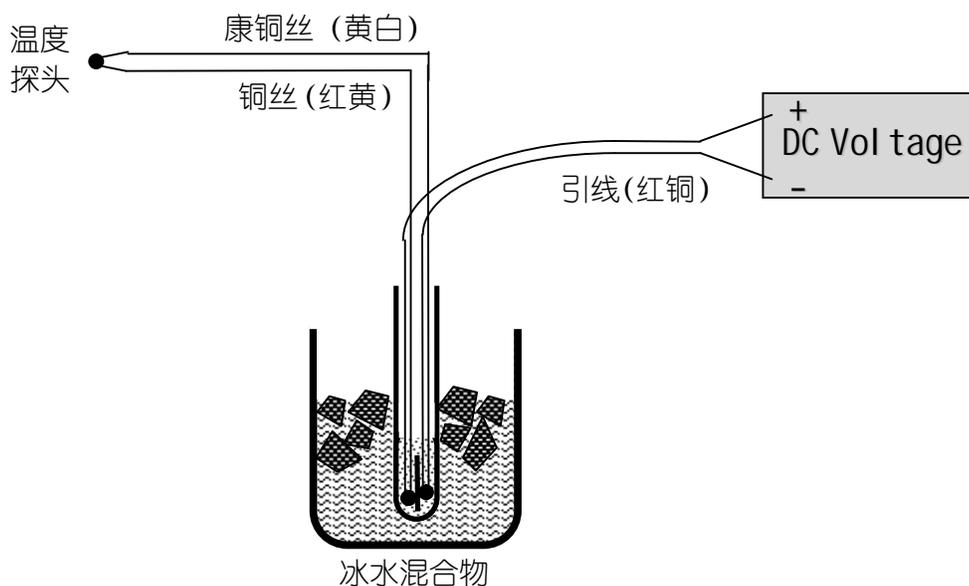
值得强调的一点是，热电势是是高低两个温度的函数的差： $f(t_x) - f(t_0)$ ，而非温度差的函数。这是因为温差电势与接触电势都表现为温度函数的差。所以在固定一端温度后，通过测量热电偶回路中的电动势就可以推出另一端的温度。比如通常以冰水混合物为固定温度参考点，并且成为冷端，而待测端称为热端（只是习惯命名，待

测端温度也可以低于冷端)。在应用上都是通过测量定标，然后拟合数据得到冷热端温差与热电势的函数。常规热电偶材料的标度函数都可以查到，直接应用就可以进行热电偶测量实验。在普通应用中，有时近似认为热电势与冷热端温度差成线性关系。

还需要说明，由于对应于 100 度的温差，典型的热电偶热电势变化为几个毫伏，因此需要精密直流电压表来测量。而且这时回路的导线、接触电阻，甚至电压表本身缺陷都有可能对电压的测量产生系统误差。因此即使遵照统一标准来换算电压与温度，也不是最完美的。每一套固定的热电偶系统都有自己独特的电压温度关系。但是对自己的热电偶系统专门测量定标可能不大可行，或者说效果不比采用统一标准好。比较可行的做法是按照统一标准拟合出预期工作温度范围内的电压温度关系，然后将成形的热电偶系统冷热端同时设在冰水混合物温度下。读取实际电压值（本来应为零），对电压温度关系进行零点漂移修正。

### 3. b. 本热电偶系统说明

本实验系统采用铜-康铜（铜镍合金）细丝材料制作热电偶（T 型热电偶）。为了操作方便，直接使用焊锡丝焊接热端，并且不再专门在热电偶细丝上开口，而是从铜与康铜在冷端天然的“开口”连接引线至电压表。引线采用优质铜导线以尽量减小电阻。冷端也采用焊锡丝焊接，两个焊点置于同一试管中，用玻璃纤维片隔开，加入绝缘的变压器油以加强导热。热电偶结构示意图见下页。



本实验通常的测量温度范围为 70K 到 300K（液氮沸点到通常室温）。下表为 1990 国际温标（ITS-90）给出的此温度范围内铜-康热电偶电压温度标准分度。

E/mV	T/K	E/mV	T/K	E/mV	T/K	E/mV	T/K	E/mV	T/K
-5.603	73.15	-4.737	119.15	-3.602	165.15	-2.218	211.15	-0.608	257.15
-5.587	74.15	-4.715	120.15	-3.574	166.15	-2.186	212.15	-0.571	258.15
-5.571	75.15	-4.693	121.15	-3.547	167.15	-2.153	213.15	-0.534	259.15
-5.555	76.15	-4.671	122.15	-3.519	168.15	-2.120	214.15	-0.496	260.15
-5.539	77.15	-4.648	123.15	-3.491	169.15	-2.087	215.15	-0.459	261.15
-5.523	78.15	-4.626	124.15	-3.463	170.15	-2.054	216.15	-0.421	262.15
-5.506	79.15	-4.604	125.15	-3.435	171.15	-2.021	217.15	-0.383	263.15
-5.489	80.15	-4.581	126.15	-3.407	172.15	-1.987	218.15	-0.345	264.15
-5.473	81.15	-4.558	127.15	-3.379	173.15	-1.954	219.15	-0.307	265.15
-5.456	82.15	-4.535	128.15	-3.350	174.15	-1.920	220.15	-0.269	266.15
-5.439	83.15	-4.512	129.15	-3.322	175.15	-1.887	221.15	-0.231	267.15
-5.421	84.15	-4.489	130.15	-3.293	176.15	-1.853	222.15	-0.193	268.15
-5.404	85.15	-4.466	131.15	-3.264	177.15	-1.819	223.15	-0.154	269.15
-5.387	86.15	-4.443	132.15	-3.235	178.15	-1.785	224.15	-0.116	270.15
-5.369	87.15	-4.419	133.15	-3.206	179.15	-1.751	225.15	-0.077	271.15
-5.351	88.15	-4.395	134.15	-3.177	180.15	-1.717	226.15	-0.039	272.15
-5.334	89.15	-4.372	135.15	-3.148	181.15	-1.683	227.15	0.000	273.15
-5.316	90.15	-4.348	136.15	-3.118	182.15	-1.648	228.15	0.039	274.15
-5.297	91.15	-4.324	137.15	-3.089	183.15	-1.614	229.15	0.078	275.15
-5.279	92.15	-4.300	138.15	-3.059	184.15	-1.579	230.15	0.117	276.15

续上页表

-5.261	93.15	-4.257	139.15	-3.030	185.15	-1.545	231.15	0.156	277.15
-5.242	94.15	-4.251	140.15	-3.000	186.15	-1.510	232.15	0.195	278.15
-5.224	95.15	-4.226	141.15	-2.970	187.15	-1.475	233.15	0.234	279.15
-5.205	96.15	-4.202	142.15	-2.940	188.15	-1.440	234.15	0.273	280.15
-5.186	97.15	-4.177	143.15	-2.910	189.15	-1.405	235.15	0.312	281.15
-5.167	98.15	-4.152	144.15	-2.879	190.15	-1.370	236.15	0.352	282.15
-5.148	99.15	-4.127	145.15	-2.849	191.15	-1.335	237.15	0.391	283.15
-5.128	100.15	-4.102	146.15	-2.818	192.15	-1.299	238.15	0.431	284.15
-5.109	101.15	-4.077	147.15	-2.788	193.15	-1.264	239.15	0.470	285.15
-5.089	102.15	-4.052	148.15	-2.757	194.15	-1.228	240.15	0.510	286.15
-5.070	103.15	-4.026	149.15	-2.726	195.15	-1.192	241.15	0.549	287.15
-5.050	104.15	-4.000	150.15	-2.695	196.15	-1.157	242.15	0.589	288.15
-5.030	105.15	-3.975	151.15	-2.664	197.15	-1.121	243.15	0.629	289.15
-5.010	106.15	-3.949	152.15	-2.633	198.15	-1.085	244.15	0.669	290.15
-4.989	107.15	-3.923	153.15	-2.602	199.15	-1.049	245.15	0.709	291.15
-4.969	108.15	-3.897	154.15	-2.571	200.15	-1.013	246.15	0.749	292.15
-4.949	109.15	-3.871	155.15	-2.539	201.15	-0.976	247.15	0.790	293.15
-4.928	110.15	-3.844	156.15	-2.507	202.15	-0.940	248.15	0.830	294.15
-4.907	111.15	-3.818	157.15	-2.476	203.15	-0.904	249.15	0.870	295.15
-4.886	112.15	-3.791	158.15	-2.444	204.15	-0.867	250.15	0.911	296.15
-4.865	113.15	-3.765	159.15	-2.412	205.15	-0.830	251.15	0.951	297.15
-4.844	114.15	-3.738	160.15	-2.380	206.15	-0.794	252.15	0.992	298.15
-4.823	115.15	-3.711	161.15	-2.348	207.15	-0.757	253.15	1.033	299.15
-4.802	116.15	-3.684	162.15	-2.316	208.15	-0.720	254.15	1.074	300.15
-4.780	117.15	-3.657	163.15	-2.283	209.15	-0.683	255.15	1.114	301.15
-4.759	118.15	-3.629	164.15	-2.251	210.15	-0.646	256.15	1.155	302.15

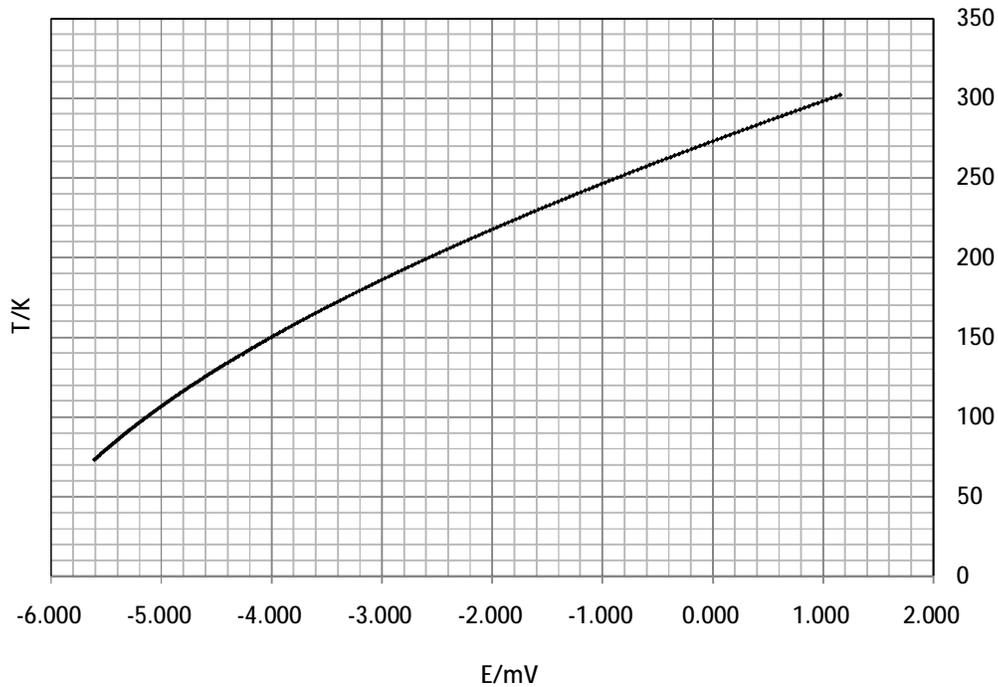
根据此温区的电压温度标准分度值，可以作图观察分析。见下页上图，不难发现电压温度关系在室温附近的确有比较好的线性，但在 200K 以下就能观察到明显的非线性关系。用最小二乘法以 5 阶幂函数拟合这些数据，加上截距固定为 273.15 条件。

得到结果：

$T(E) =$

$$273.15 + 25.648E - 0.7379E^2 + 0.2508E^3 + 0.0744E^4 - 0.0225E^5$$

其中  $T$  以开尔文为单位， $E$  以毫伏为单位。



热电偶系统中, 电压测量采用的是 FLUKE 公司的 8840A 型数字万用表。该万用表有 5½位分辨显示能力, 测量直流电压可以显示到 0.001mV, 标称精度可达 0.005%。



8840A 数字万用表同样可以通过 GPIB 联机使用。在远程控制模式下, 控制软件可以为其选择工作模式, 并接收记录万用表测得的数据。根据前面得到的公式, 计算机程序可以自动将电压信号转换成温度读数。

上页下图为 **8840A** 仪器面板照片。右下方绿色塑料开关位仪器的电源开关。左上方为测量信号输入口，在测量直流电压时，上面接高电压端，下面接低电压端。仪器二极管阵列面板实时显示测量到的数值与单位，左上处“**M**”亮表示仪器正在联机使用，闪烁则代表正在发送测量结果数据给远端 **GPIB** 数据采集卡。

## 4. 样品架装置与样品准备

### 4. a. 样品架的基本要求

本实验系统采用特别设计定制的样品架装置。概括说来，合格的样品架需要满足一下基本要求。

第一，本实验需要将样品降至 100k 左右的低温，然后缓慢升温至室温附近，在其过程中测量记录各温度点的电容、电导值。因此样品架需要在低温下工作，并且有较好的导热性和热稳定性，以保证样品温度能被有效控制，同时样品温度能按照需要缓慢升高。当然，样品架还必须提供邻近样品的用来固定温度测量探头的位置。

第二，本实验需要测量半导体低维量子结构样品的电容、电导，而这些量都比较小，因此对样品电极接触的稳定性有较高的要求。

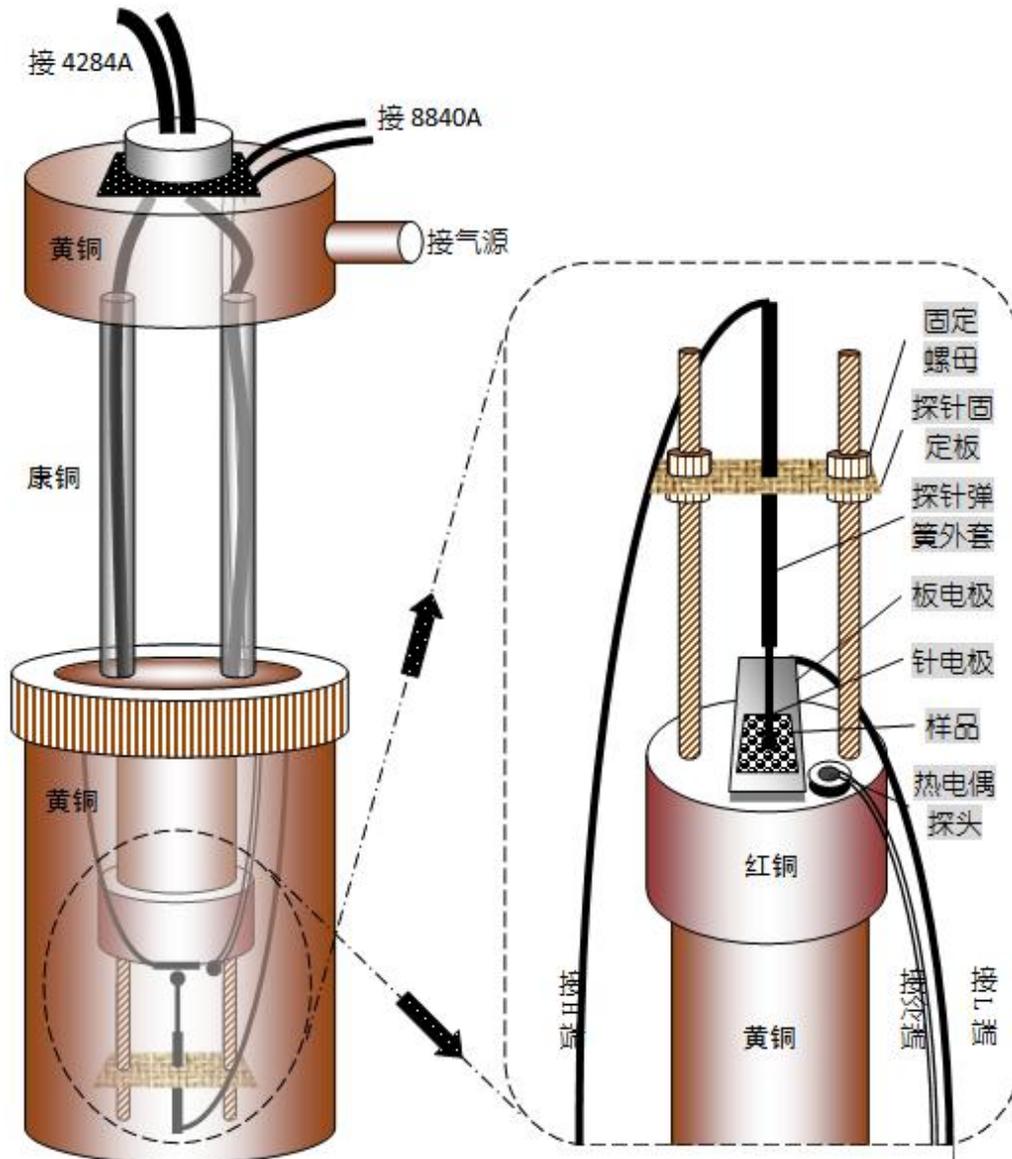
第三，作为电学精密测量实验，对样品周围环境的湿度等条件的控制十分重要。同样的原因，样品架也需要对样品具有较好的电磁屏蔽效果。

本实验系统采用的样品架基本可以满足以上要求。

### 4. b. 样品架的结构

本实验系统样品架结构示意图见下页。

左边为样品架总体图。样品架为双腔连通结构，两根康铜管连接上下两个黄铜圆柱形腔体。下部为低温腔（大腔），中心圆柱装载样品，并且有电极与热电偶探头。低温腔顶面、中心圆柱都与康铜管连



为一体，而侧面、底面则为一个黄铜杯，通过易拆卸固定件与顶面连接。样品的安装，样品架的基本维护都需要将黄铜杯拆下后进行。实验时，此腔需要浸入液氮中，降温到零下 200 度左右，故称为低温腔。上部为常温腔（小腔），此腔也是用黄铜制成。顶部安装了一个 8 芯航空密封插座，用来连接测量信号线；同时热电偶丝也从此腔引出；此腔还有一个进气口，可与气源连接。此腔主要作用是将样品架腔内导线引出，并且提供一个悬挂固定样品架的受力处，由于总是处在室

温环境，故称为常温腔。为了给导线连接提供通道，同时保证整个样品架腔体有较好的电磁屏蔽效果，所以用金属管连接两个腔体。为了减小低温腔与外界的热交换，避免低温对样品架其他部分产生干扰，故使用导热能力差的康铜作为连接材料。

右边为低温腔内中心结构的示意图（上下颠倒）。样品被放在一个黄铜板电极上，用带弹簧的探针压住。样品的衬底面与板电极接触，连接到 LCR 表的 L 端；样品的表面与针电极接触，连接到 LCR 表的 H 端。针电极直径 1 毫米左右，由于中间含有弹簧，整根探针可以在一定范围内压缩。探针的根部与玻璃纤维固定板用 504 胶粘连固定，固定板通过两对螺母固定在从底座伸出来的两根螺杆上，可以调节到样品之间的距离。样品附近就是热电偶的探头，如前面介绍，为连接了铜丝、康铜丝的焊锡点。板电极与探头都用 504 或者 502 胶粘在导热绝缘陶瓷薄片上，导热绝缘陶瓷薄片再粘在红铜底座上。红铜又称紫铜，导热性能非常好，用来制作冷头，目的是使样品、热电偶探头能处于热力学准静态平衡环境中。出于成本考虑，冷头与腔壁之间用黄铜柱连接，也能达到良好的热交换效果。

#### 4. c. 样品的测量准备

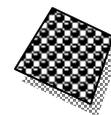
本实验测量的样品一般是基于 P 型中阻硅衬底的半导体低维量子结构。这类样品一般都是用分子束外延（MBE, molecule beam epitaxy）的方法制备的。分子束外延是指在超高真空环境内，控制好各个部分的温度参数，向一块处理过的硅圆晶片（Si wafer）上沉积

稀薄的原子、分子、离子蒸气，以实现晶体外延生长。

样品制备完成后需要经过进一步处理才能进行测量。首先样品需要被切成小块，以便于实验研究和储藏。要进行电学性质测量，就需要给样品制作金属电极。按照电极的接触特性来划分，有欧姆接触和肖特基（Schottky）接触。欧姆接触是指金属和半导体的接触十分理想（比如原来的接触面十分毛糙），或者甚至两者在界面上有扩散互混，因而能带在接触面处没有明显势垒，接触电阻远小于半导体内的电阻。肖特基接触是指金属和半导体的接触面处存在肖特基势垒，接触电阻远大于半导体内的电阻的情况。

对于半导体材料，最常见的电极就是铝质电极。铝电极的制作需要使用真空镀膜机。首先要对半导体样品进行预处理，包括使用丙酮、无水乙醇等药品进行超声洗涤；如果要在衬底面制作欧姆电极，则可以用细砂纸打磨样品衬底面。样品覆盖好所需的模板后，送入真空镀膜机，根据需要设置铝条的蒸发速率，用挡板控制铝蒸气的淀积时间，得到合时厚度的铝电极。一般来说，这些电极都是肖特基电极，要得到欧姆电极还需要将镀好铝的样品送入退火炉内高温退火一段时间。退火参数与半导体材料的电阻率有关（即由半导体掺杂浓度决定），进行退火操作前还必须考虑是否会对样品结构产生破坏。

本实验的样品就需要在衬底面和表面分别制作铝电极。基于样品架电极的情况，我们给样品衬底面制作一整块欧姆电极，在样品表面制作小圆点肖特基电极（直径为针电极的两到三倍）。为了提高效率，



操作中采用周期性模板，一次性镀上若干个圆点电极。

电极制作好后，样品需要用镜头纸的光面包好，放入塑封袋内，贴上标签做好记录，最后置于玻璃干燥器内，并存放在阴凉处。

#### 4. d. 样品的安装与温度设置

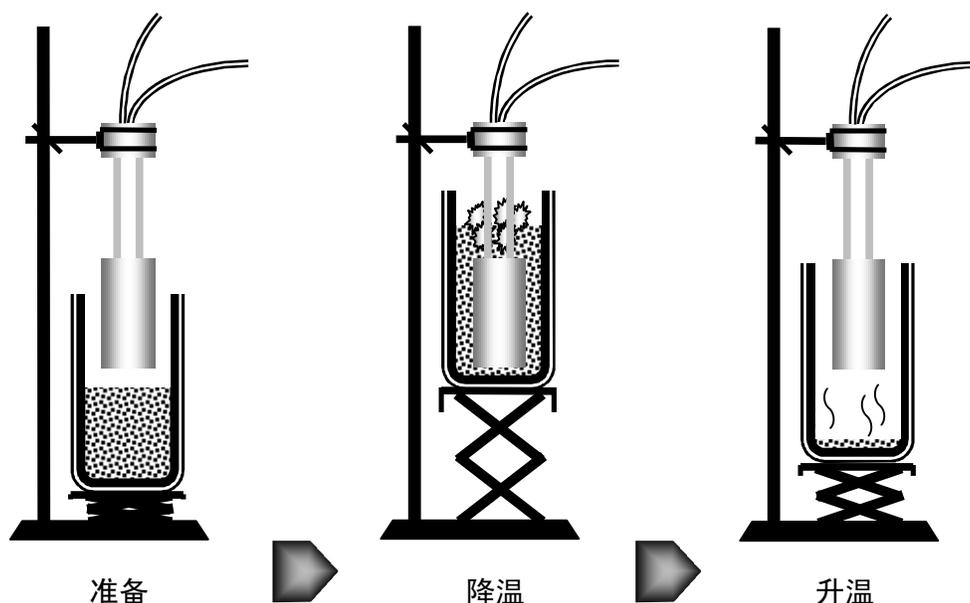
实验的第一个步骤就是准备热电偶、安装样品。所以首先应该检查工具是否齐全，冰块是否足量。用适量冰块加水调成冰水混合物装在一一只宽口保温桶内，将装有变压器油、热电偶冷端的试管插入。检查热电偶连线正确后，打开 **8840A** 开关预热。

本实验的样品都分装在小包装内存放在干燥器内。按照需要取出后，须要用无水乙醇进行擦洗，以去除油脂和灰尘颗粒。用棉签蘸取无水乙醇后，先擦衬底面，再翻过来置于滤纸或者镜头纸光面上擦圆点电极面。擦拭的时候要避免棉签从样品边缘外往内擦，以防止尖锐部将棉丝勾起导致分散在样品上。样品擦洗完成后，用洗耳球将这些部位吹干。

安装样品时需要将样品架倒置，并且取下低温腔的黄铜杯。操作中，使用圆头大镊子和尖头小镊子分别用来夹取样品和针电极。首先观察针电极露出来的长度，用小镊子轻轻将其夹住上抬，看能否留出样品厚度的距离。如果没问题，则用大镊子夹住样品边缘，衬底面朝下放于板电极之上。然后松开大镊子，在小镊子抬住针电极的时候用大镊子将样品小心推到针尖下。当某个圆点电极对准针尖时，轻轻放下针电极，检查此时针电极是否压在圆点电极中央。接触完成后，用

大镊子稍稍拧两对固定螺母，以确保探针固定紧了。

样品固定好了之后，将样品架倒回工作方向。在黄铜杯内装入变色硅胶少许，然后将其固定到样品架上，封闭低温腔。向样品架腔内通入少许氮气，以赶走其中的水蒸气等可能在低温液化、固化的气体。此时即可打开 **4284A** 预热。



上图为样品温度设置操作流程示意图。样品架悬挂在铁架台上，下方是一只由升降台托住的宽口保温瓶胆。准备给样品降温时，向瓶内加入适量液氮，对准样品架。然后逐渐抬高升降台，直到样品架低温腔完全没入液氮中。此时液氮剧烈沸腾，样品温度急剧下降。温度到 **100K** 左右时，降温速率明显变慢。耐心等待，温度可以一直降到氮的沸点 **77K** 左右。当温度降到一定程度，就可以降低保温瓶，使得样品架低温腔脱离液氮的直接接触。样品温度降开始停止下降，并回升。逐渐让样品架低温腔露出来，升温速度将加快。样品架与保温瓶相对位置决定升温速度。升温速度要合适，太快则样品还来不及完成

一次测量就已经有了较大温度变化，太慢则实验效率低下。将保温瓶调到瓶口与样品架低温腔顶端平齐的位置能得到比较好的升温速度。

测量完成后，可以直接将升降台放到底，撤除保温瓶，用电吹风辅助使样品架回升到室温。在低温情况下不得强行打开黄铜杯，否则样品以及电极暴露在湿空气中会结露甚至结霜，造成损坏。

#### 4. e. 样品架的基本维护

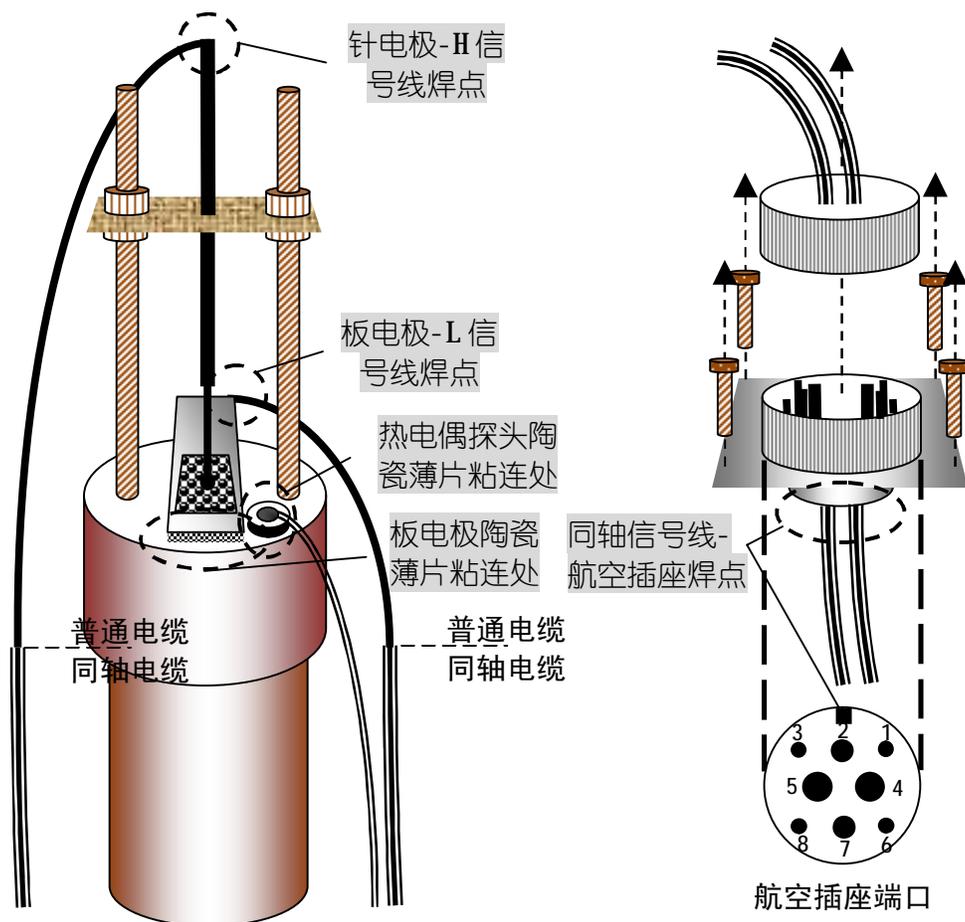
本实验系统的样品架可能需要电极擦洗、调整、粘连，信号线焊接等基本维护。

为了保证样品架电极良好的接触状态，每一系列实验前可以用无水乙醇擦洗电极。擦洗之前先用大镊子将外面的固定螺母拧松，然后用手拧下来。连同探针的固定板此时可以拆下，固定板拆下后凭 H 信号线即可支撑住。移动固定板的时候要小心，以免弄断探针尾部和 H 信号线的连接。用棉签蘸取无水乙醇就可以对电极进行擦拭。对于板电极，主要擦拭中间放置样品的部分；对于针电极，比较适宜用棉签饱满处抵住针尖然后小心转动棉签。擦洗完成后，用洗耳球将这些部位吹干。

固定板装载之前首先要调整好螺母的位置，然后小心将固定板套到螺母上，将另外两只螺母安装到位。在固定板基本固定时，再次观察，调整螺母位置，以保证固定板处于最佳位置，并且探针垂直于板电极。最后用大镊子拧四只螺母固定紧。标准为用中等钳力镊子与螺母滑动 3 格。另外，如果长时间不进行实验，应该将固定板拆下，以

释放探针弹簧，避免疲劳。

由于样品架需要工作在低温环境，这对粘胶的寿命提出了挑战。尤其是快速的降温或者升温，也会加速胶的老化。结果会造成电极或热电偶探头的松动、脱落。下左图显示了样品架冷头附近的结构，可以看出板电极与陶瓷薄片间、热电偶探头与陶瓷薄片间、陶瓷薄片与红铜冷头间都是靠 504 或者 502 胶粘连的。如果在实验中发现胶连失效，应该停止实验，将样品架温度恢复到室温重新粘连。粘连前，首先取下有障碍的部件，将待粘面剩余的胶固体去掉，用无水乙醇清洁待粘表面，吹干后涂胶粘连。若是 502 胶，则应快速操作。粘上之后应该压紧固定一段时间，等胶完全干透之后才可使用。一般 504 胶需



要半天的时间干透，502 胶也需要 1 小时左右。

在针电极调整的时候，在板电极脱胶重粘的时候，都有可能造成电极与信号线之间断开。对于样品架内的信号线，如果初次布置的时候就绷得较紧，端口焊得不牢，导线在低温下收缩也有可能导致断开。遇到这种情况时，会表现出相应回路电阻增大或开路，电容、电导测量结果有极大波动。电极与信号线的焊接速度要尽量快，以免胶连处受热脱胶。信号线与航空插座端口之间的焊接比较麻烦。

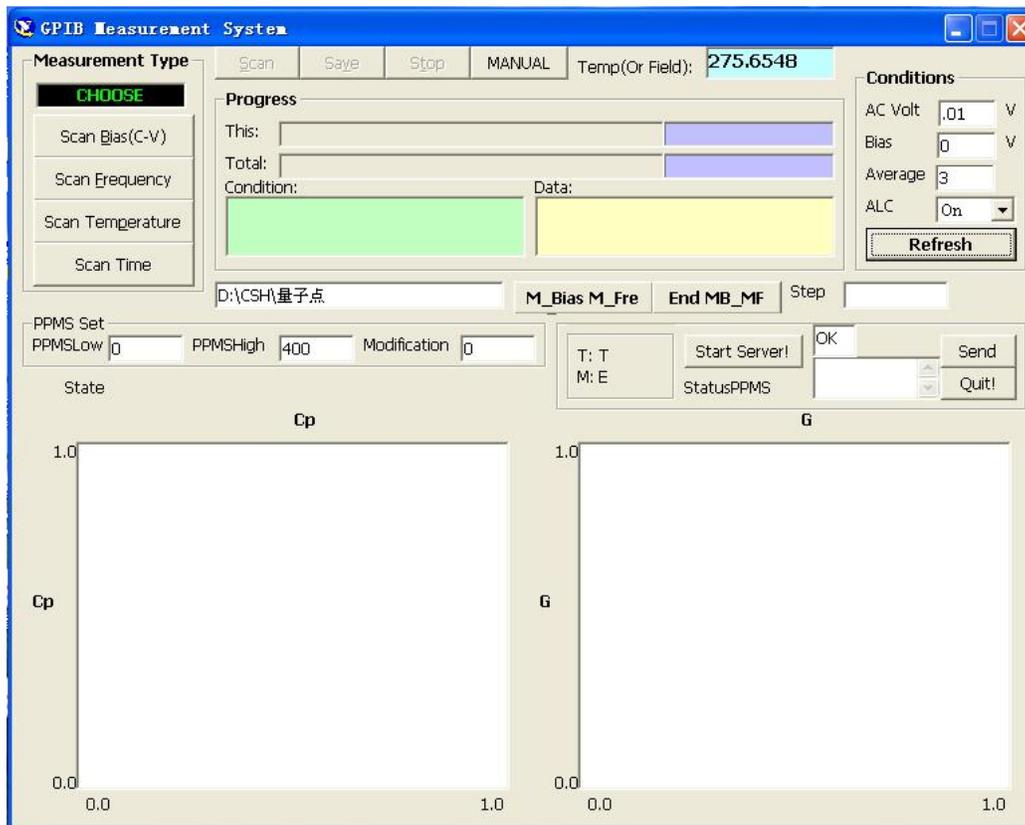
如上页左图所示，低温腔中信号线从电极出发，到黄铜柱附近为同轴电缆形式。同轴信号线从康铜管内穿过，直达常温腔。常温腔顶部有一个圆形开口，周围有四个螺孔。如上页右图所示，航空密封插座就是通过四只螺丝固定在常温腔上的，端口与样品架腔内同轴信号线连接，外面可以与外部的同轴信号线连接。航空插座有 8 芯，如上页右图编号 1-8。其中③通地（同轴电缆屏蔽层），④通 H 信号，⑤通 L 信号。而且整个样品架也通过同轴电缆屏蔽层接地。

## 5. 测量控制软件

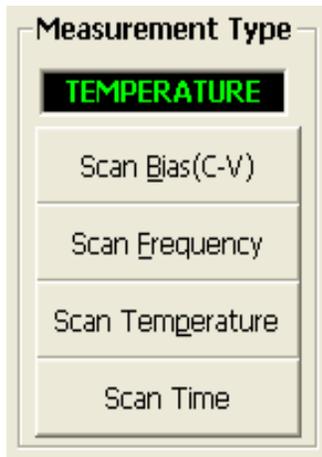
### 5. a. 测控软件概述

本实验系统的测量控制软件通过GPIB与4284A LCR表和8840A数字万用表联机运行，控制设置仪器的工作模式，接收记录仪器的测量数据。本测量控制软件为可视化图形界面，采用VB编写而成。其主程序代码在“GPIBSYS.VBP”文件中，可以打开查看。

本测量控制软件是基于使用4284A LCR表的 $C_p - G$ 测量功能的。



本测量控制软件需要在LCR表与数字万用表均开机之后才能正常启动。启动后主窗口如上图，可以看到顶部的温度窗口（Temp）实时显示温度值，而左上角的测量方式（Measurement Type）栏中显示

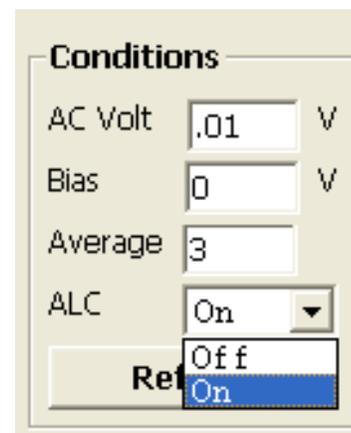


绿色状态“CHOOSE”表示待选择设定。下方的四个按钮就可以分别选择设定偏压扫描、频率扫描、温度扫描、时域扫描四种测量方式。在设定好了测量方式和具体参数只后，左上角绿色状态将会相应变成“BIAS”、“FREQUENCY”、“TEMPERATURE”或“TIME”。想要更改测量方式，直接点击相应按钮重新设置即可。本实

验一般只需使用偏压扫描测量C-V谱，温度扫描测量导纳谱。

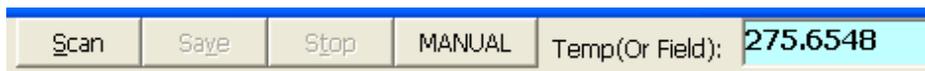
然后按照需要在右上角设置测量条件

(Conditions)，从上到下依次是对交流测试信号幅度设置、测量时直流偏压设置、数据采集多点平均设置以及(交流测试信号)幅度自动调节开关。根据测量原理，交流测试信号幅度可以决定探测能级的分辨精度，一

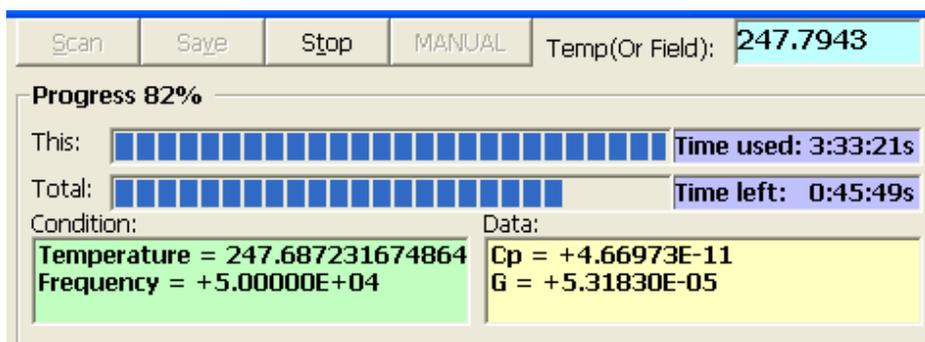


般设置在0.01V。直流偏压可以用来确定所探测能级的大致位置，显然此设置在BIAS扫描模式无效。数据采集多点平均设置决定信号质量的好坏，但是在温度扫描模式，设置过高会导致相对于温度变化测量一组数据时间过长而使得温度数据失真，同时测量速度也减慢。(交流测试信号)幅度自动调节开关就是控制前面提到的LCR表ALC功能开关，开启后LCR表能根据回路阻抗情况自动调整交流测试信号幅度，以使得实际信号输出值更稳定更接近设置值；只有幅度自动调节功能开启后，LCR表才能设置5mV到2V的信号幅度范围，否则是10mV到1V。

全部参数设置好后点击**Refresh**按钮即可将设置上传到LCR表中。



全部设置完成之后，点击测量方式栏右边的**Scan**按钮启动扫描。此时**Scan**按钮变灰锁定。下方的进度（**Progress**）栏将显示测量时间，并且不断刷新显示测量参数条件、结果。同时下方的两个白底框会自动绘出已经得到的图谱曲线。



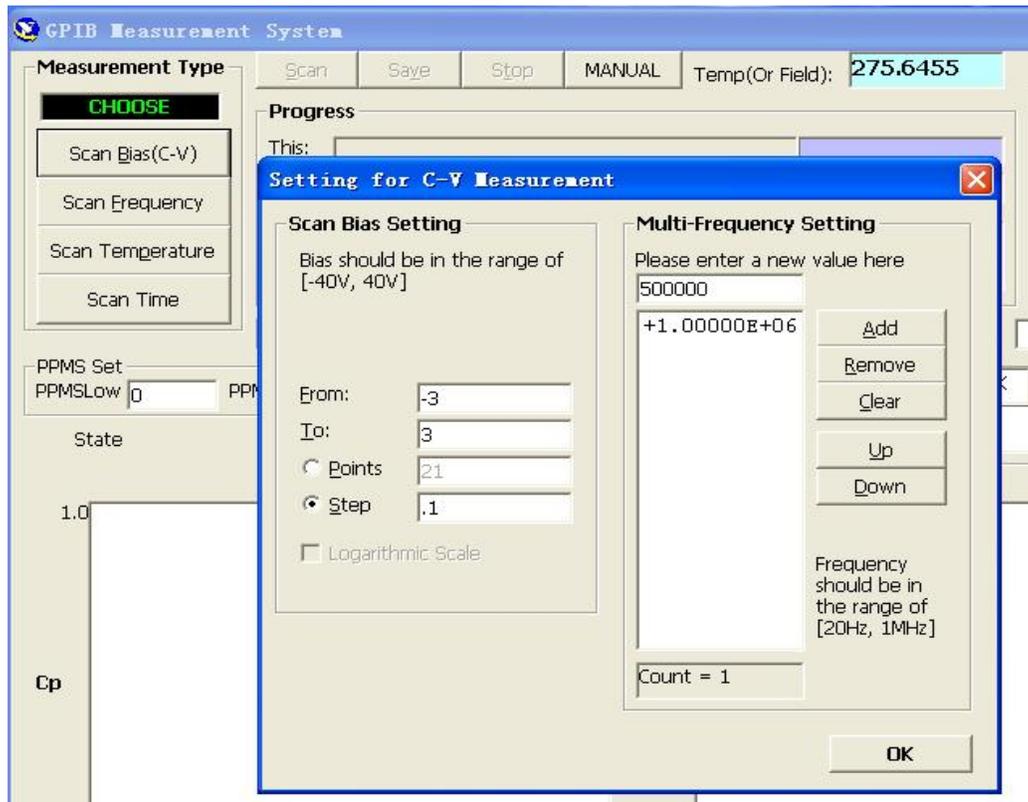
测量过程中可以随时点击**Stop**按钮终止，已经得到的数据将保留在缓存中。在非测量状态下点击**MANUAL**按钮可以放弃计算机对LCR表的控制；点击同样的按钮（变成了**MEASURE**）可以再次切换回来。

### 5. b. C-V 谱扫描设置

**C-V** 谱是指样品的电容随着直流偏压变化的图谱。根据 **C-V** 谱能推断样品中载流子浓度随深度的分布。**C-V** 谱的测量通过 **BIAS** 扫描模式完成。

**BIAS** 扫描模式可以设置直流偏压的扫描范围以及测试信号频率。对于本系统中的 **4284A**，直流偏压范围最大为  $\pm 40V$ ，设置精度为毫伏量级。本测量控制软件可以直接在相应窗口中输入直流偏压的上下限。然后可以输入电压步长，也可以选择输入采样点数，系统自动平

均生成数据采样点。步长可以为负数，表示偏压从低到高扫描。



设置了扫描范围后，需要设置扫描频率。4284A 支持多频同时测试，因此可以设置一个或者若干个频率。频率按照 Hz 为单位直接在相应窗口中输入，然后点击 **Add** 按钮添加到目录中。

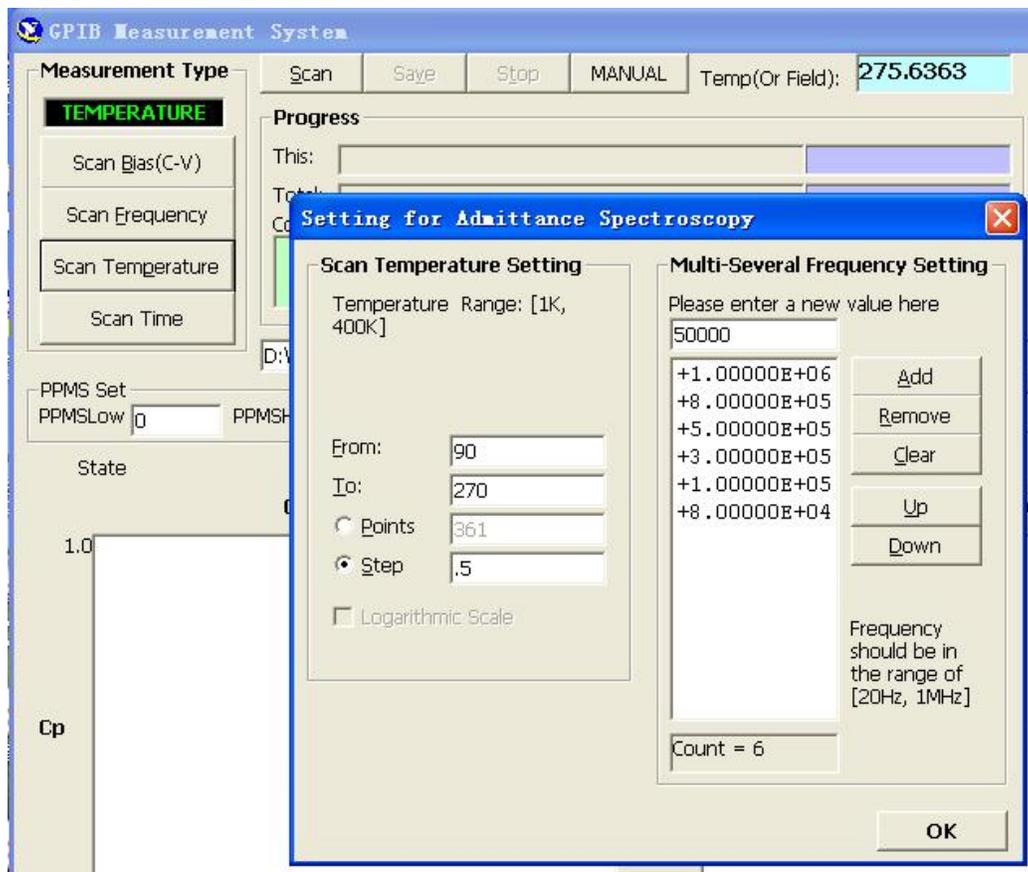
全部完成后点击 **OK** 按钮保存关闭窗口。此时程序主窗口左上角绿色状态将会相应变成“BIAS”。需要说明的一点是，多频测试的实质是在同一测量条件下，连续切换不同的测试信号频率，并且依次记录它们对应的测量结果。对于偏压扫描，设置好电压范围后，一次进行多频扫描和多次进行单频扫描效果是相同的。

### 5. c. 导纳谱扫描设置

导纳谱是指样品的电导随着温度变化的图谱。根据导纳谱可以探

测样品结构或者杂质缺陷产生的深能级。导纳谱的测量通过 TEMPERATURE 扫描模式完成。

TEMPERATURE 扫描模式可以设置样品温度的扫描范围以及测试信号频率。本实验系统的样品温度实际是通过样品架和液氮冷源设置的，本程序中的温度扫描是指程序通过热电偶系统的温度读数决定数据采集点，并且记录。在这个过程中，测量仪器始终按照一个频率在进行测量，而由程序决定是否记录这些数据。



本测量控制软件可以直接在相应窗口中输入扫描温度的上下限。然后可以输入温度的步长，也可以选择输入采样点数，系统自动平均生成数据采集点。步长要根据经验设置，太长则扫描精度不够，太短则不可能在该步长范围内完成扫描。一般设置步长为 0.5K 比较合适。

设置了扫描范围后，也需要设置扫描频率，这与偏压扫描的情况相同。全部完成后点击 **OK** 按钮保存关闭窗口。此时程序主窗口左上角绿色状态将会相应变成“**TEMPERATURE**”。设置好所有测量参数后，让样品温度降到扫描起点以下，然后让其缓慢上升。在样品温度快要达到扫描起点时点击 **Scan** 按钮准备测量，当样品温度达到扫描起点时程序将自动开始测量、记录。直到样品温度升到扫描终点，程序将自动终止测量。如果测量中途样品温度再次降低到扫描起点以下，程序将终止测量。

#### 5. d. 测量结果处理

测量结束或者终止后，测量的图谱仍保留在主窗口下方。经过大致观察可以决定是否保留此数据结果。若要保留结果，则点击 **Save** 按钮存盘。文件名应该即时记在记录本上。建议保存一张截屏图，以方便日后识别，而且实验的主要测量参数也能一目了然。

数据将保存为“**.dat**”的文件。如果选择 **BIAS** 扫描，则文件以偏压数值分行，频率、电容电、导纳三列数据依次排列；如果选择 **TEMPERATURE** 扫描，则文件以温度数值分行。若多频扫描，则数据以“频率 1、电容电 1、导纳 1、频率 2、电容电 2、导纳 2……”排列。频率以 **Hz** 为单位，电容以 **F** 为单位，电导以 **S** 为单位。

保存的文件为 **ASCII** 码文件，可以用 **Windows** 记事本或写字板查看，也可以导入 **Origin** 或者 **Excel** 程序进行作图、拟合等处理。