

---

## 二维超导材料的制备与物性表征

### 实验简介

二维超导材料的制备与物性表征虚拟仿真实验项目是以西南大学物理科学与技术学院的大型仪器低温扫描隧道显微镜为原型，基于现代虚拟仿真技术，将学术研究与本科教学有机结合开发而成。该虚拟实验克服了实体实验中仪器设备昂贵，实验成本太高和实验时间太长等困难。实验者可以不受时间空间限制，在虚拟仿真实验中操作仪器，观察实验现象，分析实验结果，加深对二维超导材料的制备方法、形貌结构、电输运特性和抗磁特性的了解。

### 实验原理

#### 1. STM 的工作原理：

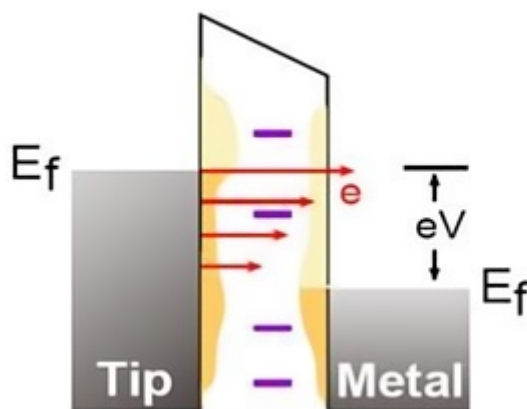


图1 STM电子隧穿示意图

STM 的工作原理是以隧道效应作为理论依据。如图 1 所示，当样品与针尖的距离很近时(通常小于 1nm)，在它们之间加上一个偏压，电子会穿过它们之间的势垒到达另一边，从而形成一个微小的隧道电流。当偏压  $V$  较小时，隧道电流的大小满足公式：

$$I \propto V \rho_S(E_F) e^{-2z\sqrt{2m\phi\hbar}} \quad (1)$$

其中， $\phi$ 为样品功函数， $\rho_S$ 为样品局域态密度， $z$  是针尖与样品的距离。当样品和针尖的距离发生微小变化，隧穿电流就会随这个距离的变化而成一个很大的指数变化。反过来，通过隧道电流的变化，我们可以推知样品和针尖距离的微小变化，从而探测到样品表面的形貌，且具有很高的纵向分辨率。

STM 针尖的移动是利用压电陶瓷材料的逆压电效应来实现精确控制的。在加偏压后，压电陶瓷会产生形变，且形变量的大小随所加偏压的增大而增大，这种在电压驱动下的形变量非常微小且灵敏，非常适合控制针尖在纳米级的精确移动。实验中采用的单管扫描器是由一根钛酸锆酸铅中空管做成。管的外壁被分成 $\pm X$ 和 $\pm Y$ 四个电极，控制针尖在  $XY$  平面内扫描。陶瓷管两端也镀上电极，用来控制针尖竖直方向（ $Z$  方向）的移动。

## 2. 超导特性测量原理

超导材料的两个典型特性是零电阻特性和抗磁特性。本实验中的二维超导材料在超高真空环境下外延生长而成，若暴露于大气，其表面会吸附气体和杂质，表面结构和材料性质将被改变。为了避免这一影响，实验中采用原位测量的方法，将 STM 针尖改装成四探针测量超导样品的零电阻特性，改装成差分互感线圈测量超导样品的抗磁特性。



---

图2 原位四探针示意图

图3 差分互感线圈示意图

四探针法可以消除导线和接触点产生的电阻误差。原位四探针结构如图 2 所示，尖端由四根等间距的探针构成，恒流源给外侧的两根探针提供适当的小电流  $I_{14}$ ，测量出中间两根探针之间的电压  $V_{23}$ ，得到样品的  $I$ - $V$  曲线。若超导样品温度在  $T_c$  以下，处于超导态，加小电流  $I_{14}$  可测到  $V_{23}$  为零的现象，即零电阻效应。

差分互感线圈结构如图 3 所示，尖端绕有两组线圈，红色为驱动线圈，黑色为感应线圈，分别位于驱动线圈两侧。当给驱动线圈加上交流信号  $I_d$  时会激发交变磁场，交变磁场会在感应线圈中诱导出交变电流及交变电压。当超导样品处于超导态时，由于迈斯纳效应，磁场会被样品屏蔽，靠近样品一侧的感应磁场会被排斥，导致上下两部分感应线圈会有较大电势差  $V_p$ 。当温度升高至  $T_c$  以上，样品失超时，上下电势差  $V_p$  为零。

仿真由 TM 控制系统、真空系统、冷却与升温控制系统、减震系统、超导数据采集系统这 5 个主要部分组成。

STM 控制系统包括 Nanonis 的扫描控制硬件和 Nanonis V5e Mica 软件，展现压电陶瓷扫描头控制、隧穿电流信号采集、反馈回路、偏压的设置等原理，以及进针、扫描、保存处理图像等实验过程。实验中需反复调节各参数，以获得最佳的 STM 形貌图。真空系统包括进样室、准备室等超高真空腔体，机械泵、分子泵、离子泵等真空泵，离子规真空计和连接腔体的电磁阀、闸板阀、手阀等阀门。真空系统主要展示多级泵抽真空、真空保持以及样品传送等实验过程。冷却与升温控制系统包括液氮罐、温度实时测量与加热控制仪，主要展示观察室冷却、真空保持、样品与针尖的温度测量、样品升温等原理。减震系统包括悬浮减震台、悬挂式观察室等，主要展示压缩空气将连成一体的进样室、准备室、观察室浮起，

---

包裹观察室的液氮罐用钢索悬挂，以此消除环境噪声的影响。数据采集系统包括 keithley Model 2400 电流源、keithley 2812A 纳伏表、原位四探针和差分互感线圈等，主要展现不同温度下  $I$ - $V$  曲线、抗磁响应曲线的获取与分析，最终得到超导样品的  $T_c$ 。

## 实验内容

### 1. 二维超导材料的制备

利用抽真空泵和低温冷却获得超高真空，利用磁力传样杆进行传样操作，在超高真空环境下对样品进行预处理，利用分子束外延生长二维超导材料。

### 2. 二维材料的形貌表征

样品传送至 STM 腔体，控制扫描头进针实现隧穿，利用隧穿效应获取样品表面相貌，调节偏压、隧穿电流及扫描范围等实现高分辨形貌图的采集。

### 3. 二维超导材料零电阻效应的测量

扫描观察腔的温度控制，原位四探针针尖的更换，测量超导样品不同温度下的  $I$ - $V$  曲线，拟合超导材料的临界温度 ( $T_c$ )。

### 4. 二维超导材料抗磁特性的测量

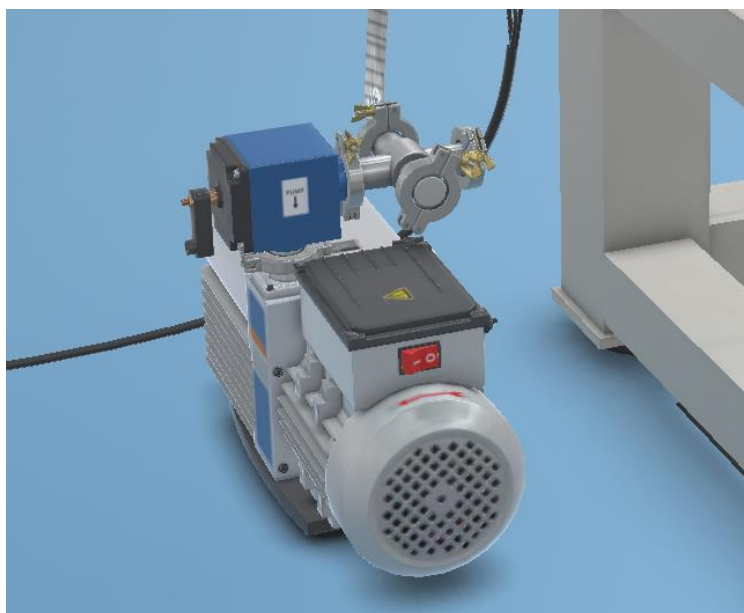
扫描观察腔的变温实时测量，差分互感线圈针尖的更换，测量超导样品随温度变化的抗磁响应曲线，拟合超导材料的临界温度 ( $T_c$ )。

## 实验仪器

本实验中应用到 TM 控制系统、真空系统、冷却与升温控制系统、减震系统、超导数据采集系统这 5 个主要部分组成。STM 控制系统包括 Nanonis 的扫描控制硬件和 Nanonis V5e Mica 软件。

---

## 1. 机械泵



## 2. 直流电源源



---

### 3. 分子泵



### 4. 真空计



5. 冷却与升温控制系统：包括液氮罐、温度实时测量与加热控制仪，主要展示观察室冷却、真空保持、样品与针尖的温度测量、样品升温等原理。



---

(液氮罐)

## 6. 温度实时测量与加热控制仪



## 7. 硅、垫片、螺丝钉、螺丝刀、镊子、样品台



8. 数据采集系统：数据采集系统包括 keithley Model 2400 电流源、keithley 2812A 纳伏表、原位四探针和差分互感线圈等，主要展现不同温度下 I-V 曲线、抗磁响应曲线的获取与分析，最终得到超导样品的  $T_c$ 。

## 实验指导

### 实验一：准备 Si 衬底

(1) 打开实验，进入实验界面；点击实验项目按钮，选择实验项目“准备

Si 衬底”；

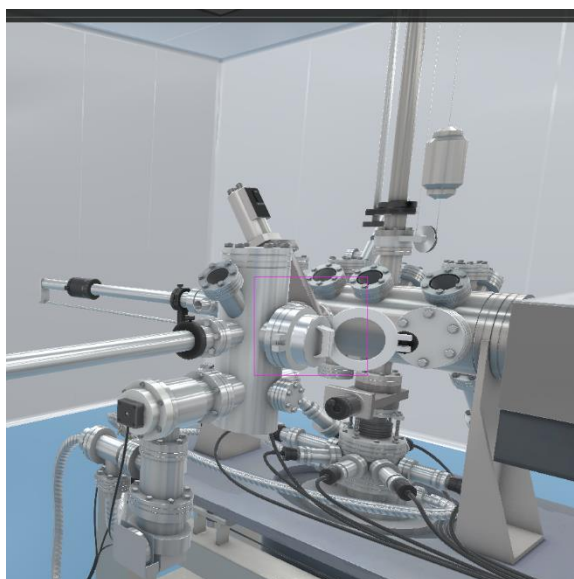


(2) 进入到实验桌面的操作视角中，点击镊子拿起托盘中的硅片放置在样品架上；并依次点击安装垫片、螺丝，最后用螺丝刀拧紧螺丝，硅片安装完成；

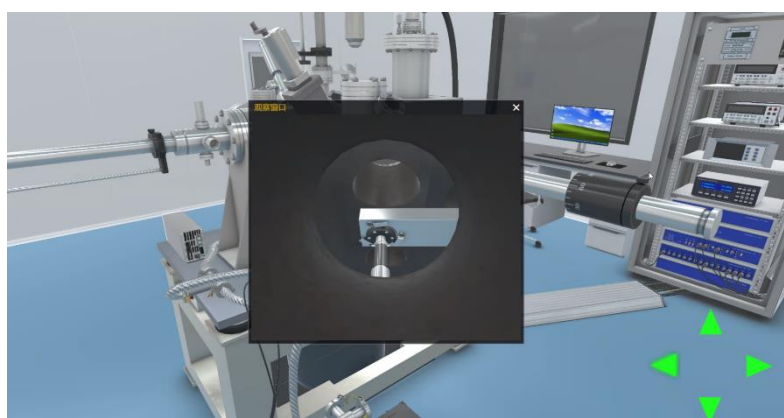


(3) 将硅片传入进样室，点击样品安装至传样架上；随后带着传样架至进样舱门口等待舱门打开，放置传样架；

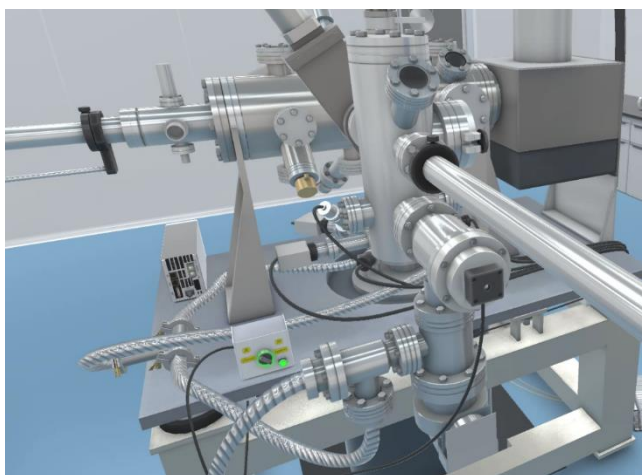




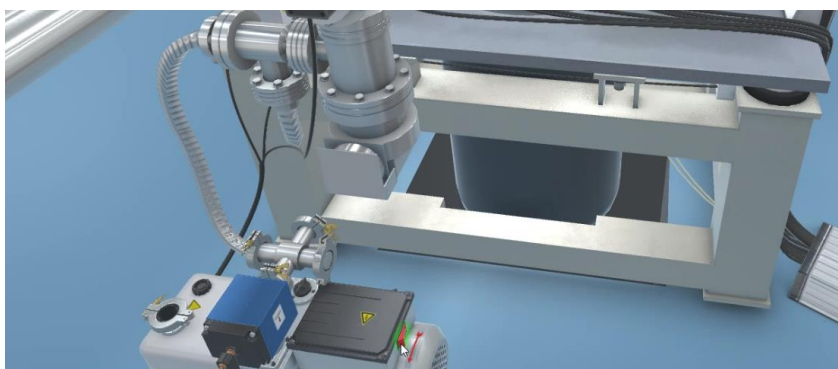
(4) 将传样架插入进样腔，缓慢推进传样杆至触碰到样品架，取下样品，并将样品送入准备室；



(5) 打开进样室和分子泵之间的电磁阀，机械泵开关，进样室真空计开关；



(电磁阀)



(机械泵)

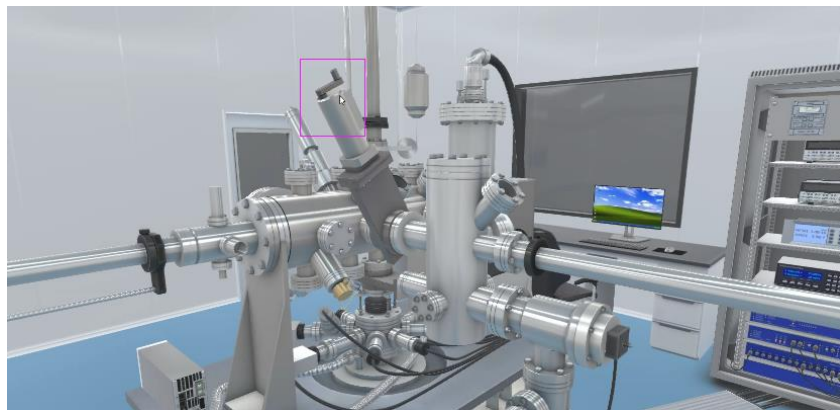


(分子泵)



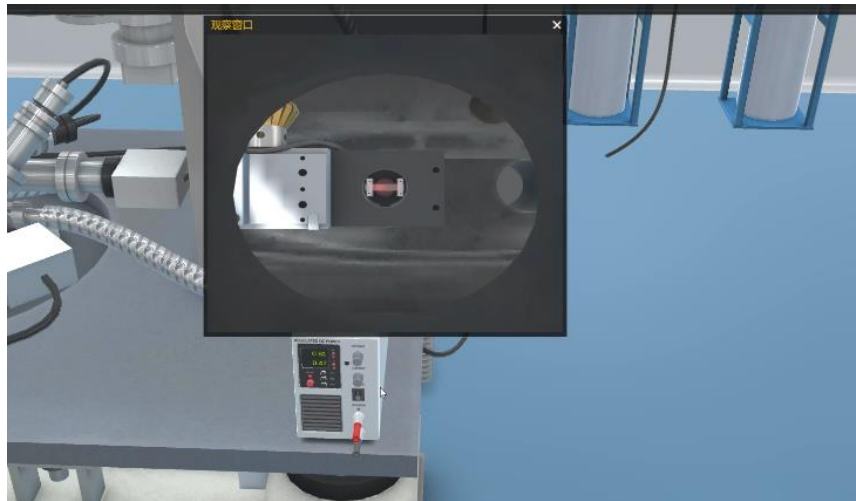
(真空计)

(6) 打开闸板阀的开关，使挡板打开，将样品放到样品台上，然后撤出传样杆，关闭闸板阀，并依次按照顺序关闭进样室中的真空计，电磁阀，分子泵和机械泵。



(闸板阀开关处)

(7) 衬底处理：除气和闪硅；除气：打开连通准备室样品台的电源，慢慢调节电流从 0 至 0.5A，通过窗口可见硅片由无光逐渐略带暗红色，持续 6-8h，给 Si 片除气；闪硅：将电流调到合适范围的电流值进行反复操作；



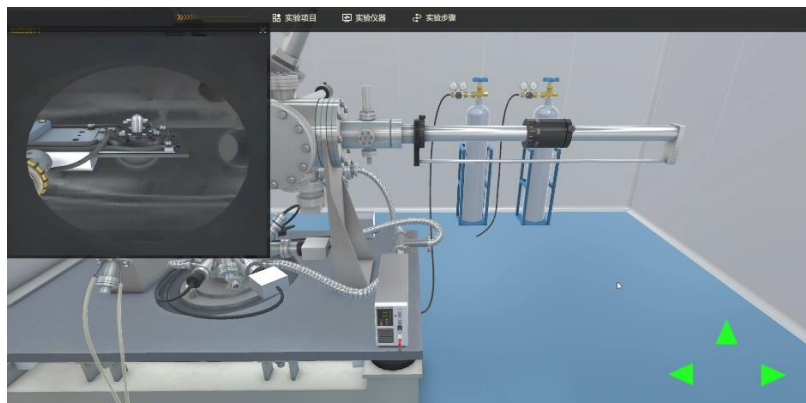
## 实验二：形貌表征

(1) 点击实验项目按钮，选择实验项目“形貌表征”；

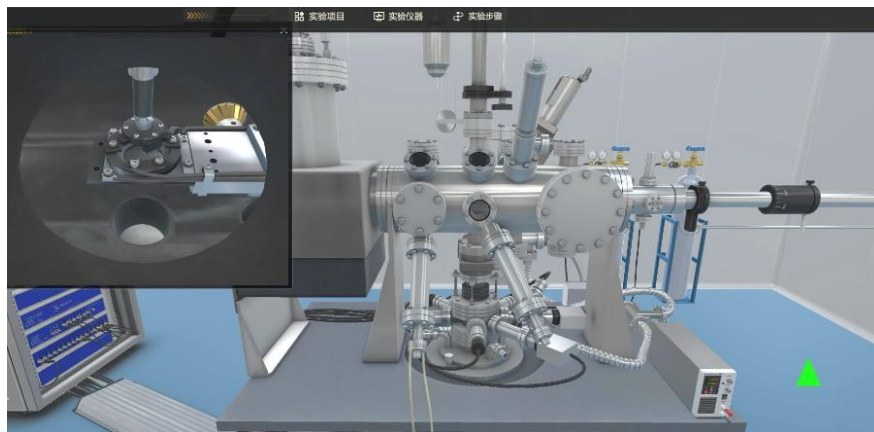


(2) 将样品向前移动，将竖杆向下拉，使竖直传样杆与样品架相触，取下

样品；



(将样品传入观察室)



(3) 打开手阀，将样品送到观察室中，安装在观察室的样品台上，撤回传样杆，然后关闭手阀；



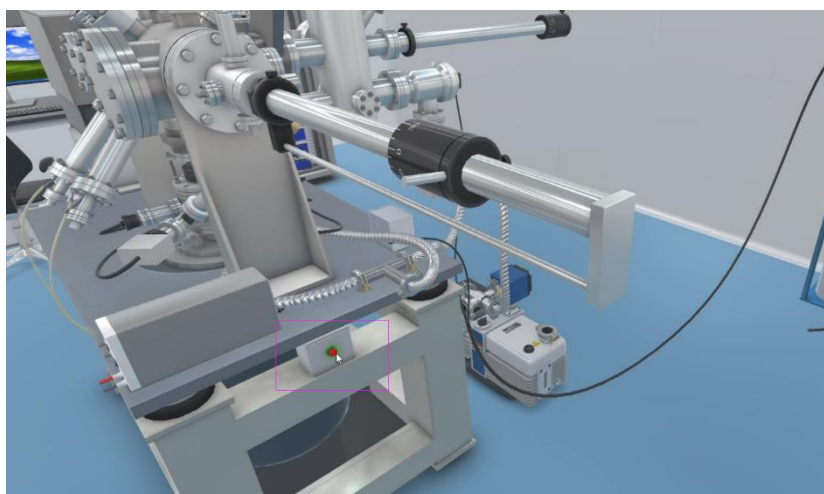
(手阀开关)





(样品送到观察室内)

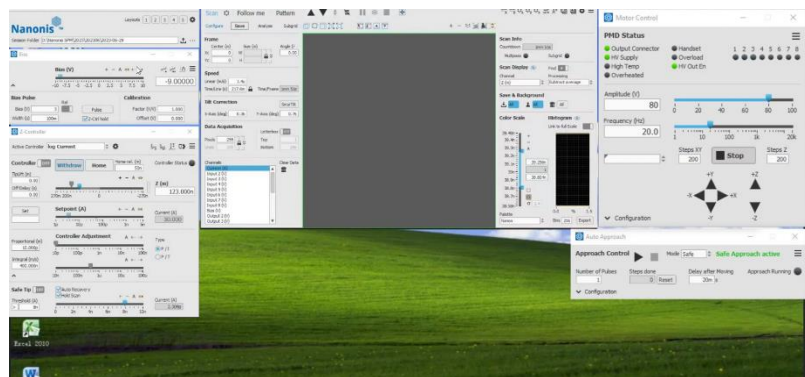
(4) 观测 Si (111)-7\*7 形貌，打开浮起实验台的进气开关，充入氮气，使实验台处于悬浮状态；



(5) 打开 Nanonis 控制系统的硬件开关，打开电脑桌面的软件 Nanonis V5e Mica;

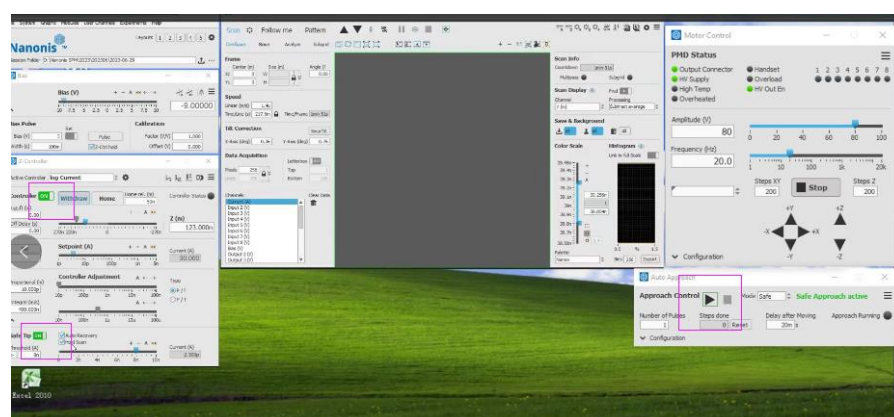
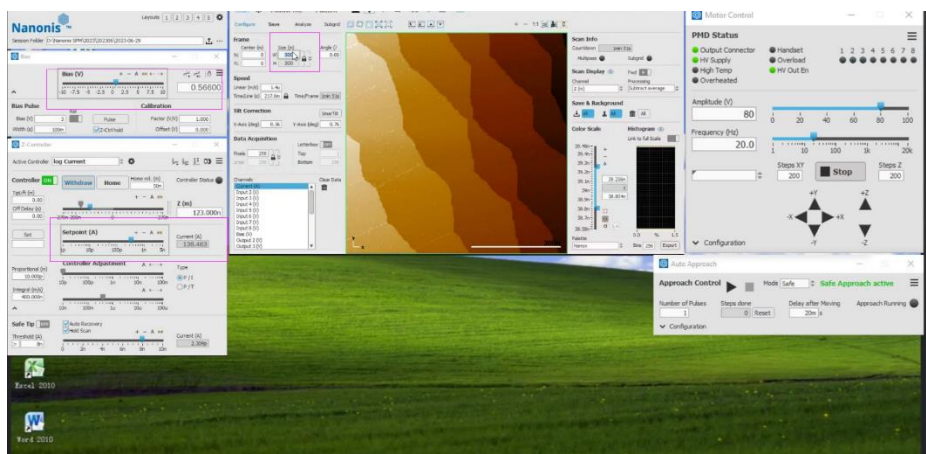


(Nanonis 控制系统的硬件开关)



(软件 Nanonis V5e Miew)

(6)设置参数信息：设置 Bias 和 Current 的数值，Controller 打开为“ON”，Safe Tip 打开为“ON”在 Auto Approach 窗格中按下 Approach Control 的“▶”按钮，进行自动进针，再次点击就切换为“OFF”关闭自动进针；



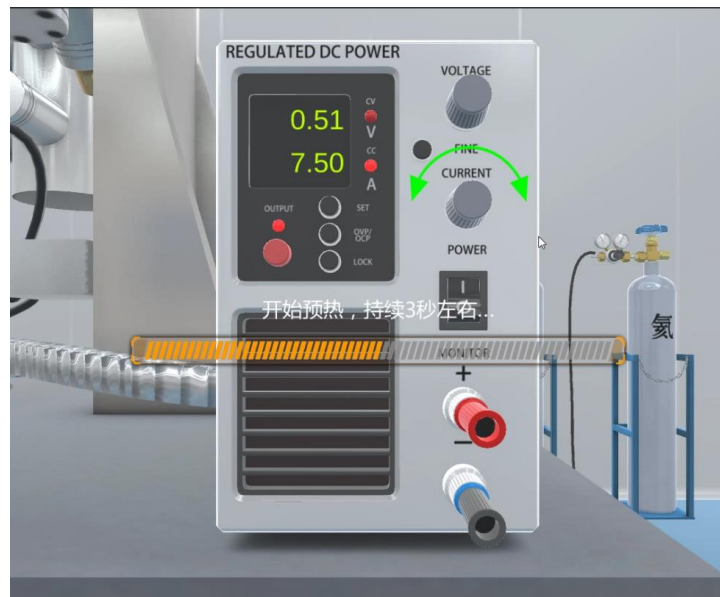
(7) 点击“Withdraw”，将 Set 的数值改为“50.000p”进行退针； 利用  
 竖直传样杆将样品架从 STM 观察室传到准备室，关闭手阀，再将样品架从竖  
 直传样杆传到准备室的样品台。

### 实验三：薄膜生长（氮化铌 NbN）

(1) 点击实验项目按钮，选择实验项目“薄膜生长”；

(2) 预热，先给样品源 NbN 接上直流电源；电流降到 7.0A，调整样品台  
 的方向和位置，使样品架正对着样品源 NbN，开始生长样品 NbN；



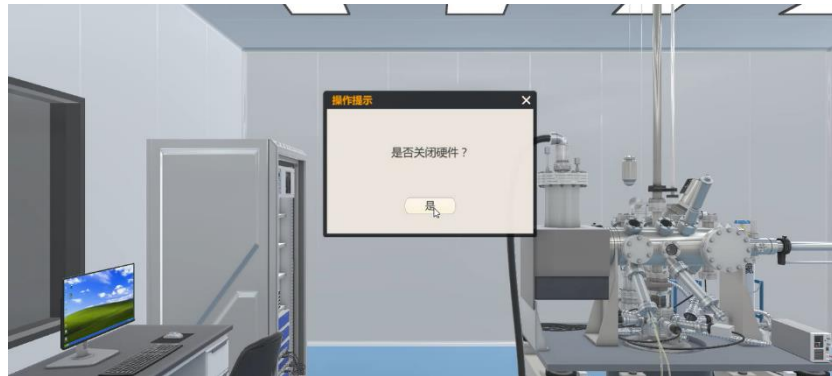


(3) 移开样品架，关闭直流电源；将样品从样品台传入观察室进行形貌观测；

#### 实验四：原位四探针输运测量

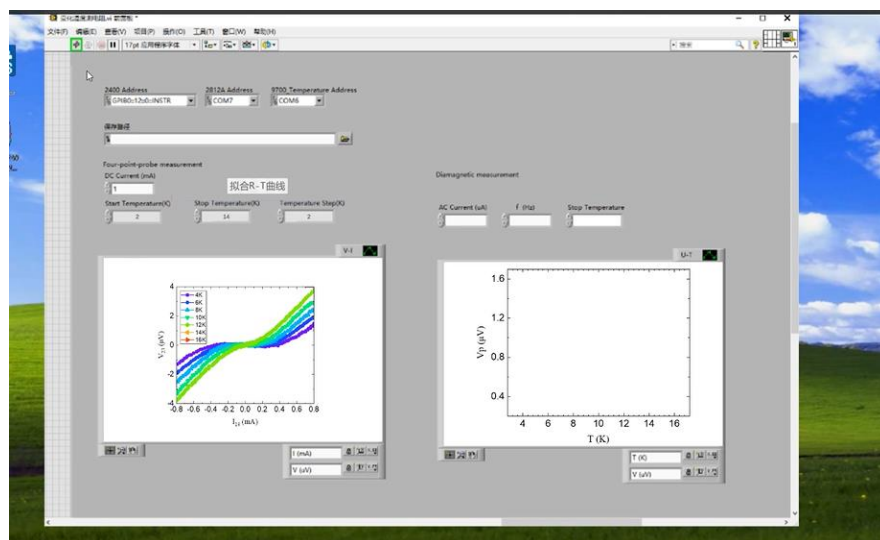
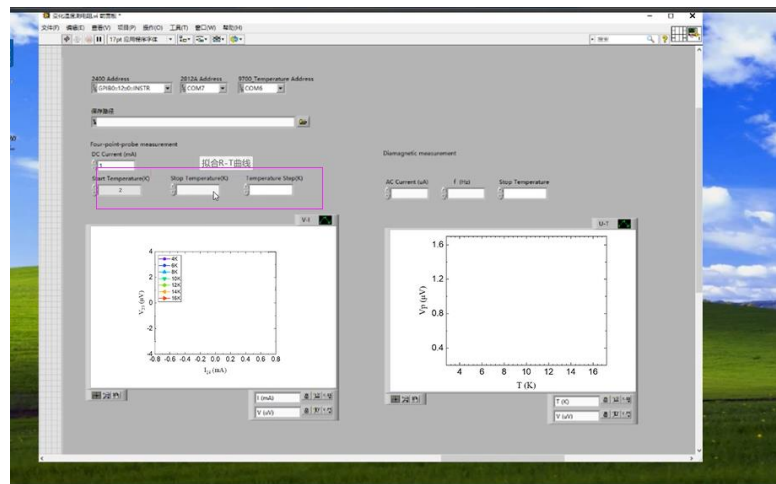
(1) 点击实验项目按钮，选择实验项目“原位四探针输运测量”；

(2) 更换探针，先关闭硬件，选择更换探针的类型“四探针”或者“差分互感线圈”；

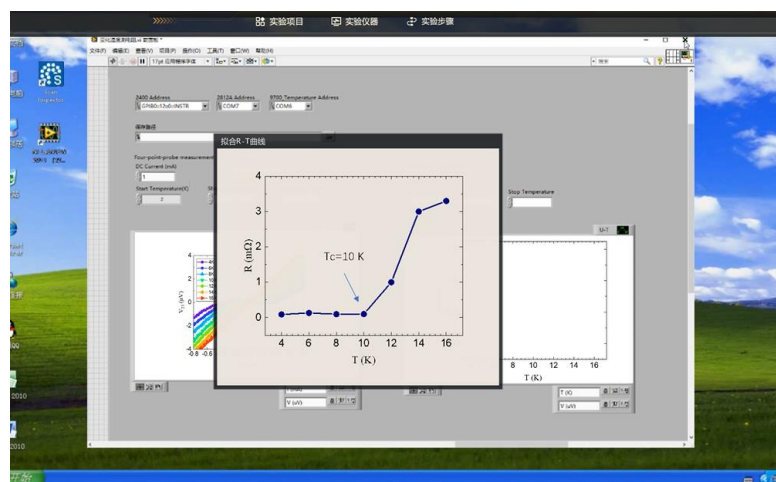


(3) 探针更换完成后，打开 Nanonis 控制系统的硬件开关；再打开软件，完成自动进针软件操作；

(4) 变温测 I-V 曲线：打开电源开关，设置扫描电流范围为 $-0.8 \text{ mA} \sim 0.8 \text{ mA}$ ；  
(实验中默认打开状态)；移动至到电脑上设置目标温度，软件左侧设置参数：  
步长选 2K（默认为 2K），开始扫描的温度设置为 2，结束扫描的温度依次设置为 4, 2, 6, 8, 10, 12, 14, 16K, 20K；点击左上角的箭头，开始扫描；



(5) 做 R-T 曲线，取  $-1\text{ mA} \sim +1\text{ mA}$  之间的 I-V 曲线线性拟合得到的斜率，即可获得样品的 R-T 曲线；点击拟合 R-T 曲线按钮；

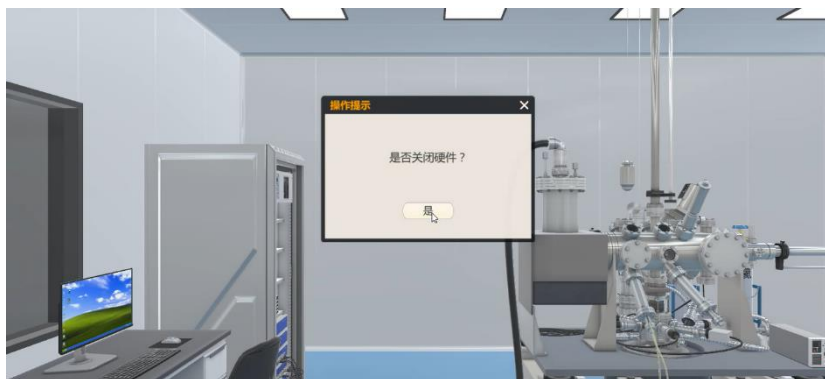


---

## 实验五：原位抗磁测量

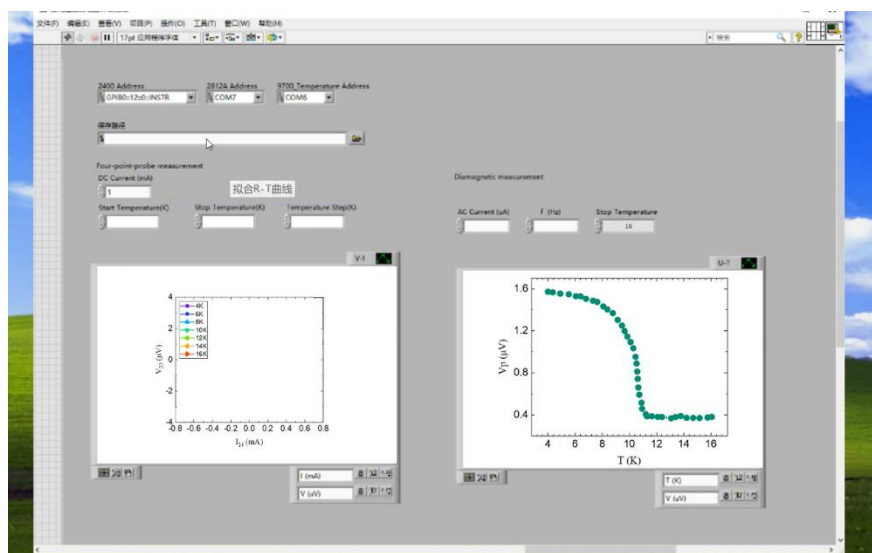
(1) 点击实验项目按钮，选择实验项目“原位抗磁测量”；

(2) 更换探针，先关闭硬件，选择更换探针的类型“四探针”或者“差分互感线圈”；



(3) 探针更换完成后，打开 Nanonis 控制系统的硬件开关；再打开软件，完成自动进针软件操作；

(4) 目标温度设置为 16，其余参数保持不变；设置保存的路径到桌面，点击左上角的箭头，进行扫描。



思考题

参考资料