

文件编号：Q/WU FLHA19090038R013

版本号：V1.3

受控状态：

分发号：

# 理化公共实验平台

## 质量管理文件

---

### 高通量激光分子束外延系统

### Pascal/PAC-LMBE

### 标准操作规程

2021年01月20日发布

年 月 日实施

---

理化公共实验平台 发布







# 目 录

|                             |    |
|-----------------------------|----|
| 1. 目的 .....                 | 1  |
| 2. 范围 .....                 | 1  |
| 3. 职责 .....                 | 1  |
| 4. 表面物理分析实验室安全管理规范 .....    | 1  |
| 5. 表面物理分析实验室仪器设备管理规范 .....  | 2  |
| 5.1. 高通量激光分子束外延系统使用制度 ..... | 2  |
| 5.2. 预约制度 .....             | 2  |
| 5.3. 培训考核制度 .....           | 3  |
| 6. 实验内容 .....               | 4  |
| 6.1. 系统的组成 .....            | 4  |
| 6.1.1 系统整体结构 .....          | 4  |
| 6.1.2 系统主机 .....            | 4  |
| 6.1.3 脉冲激光加热系统 .....        | 7  |
| 6.1.4 控制系统 .....            | 9  |
| 6.2. 实验前的准备工作 .....         | 10 |
| 6.2.1 衬底的选择 .....           | 10 |
| 6.2.2 样品托的选择 .....          | 10 |
| 6.2.3 靶材的制备 .....           | 10 |
| 6.3. 激光分子束外延系统常规生长 .....    | 11 |
| 6.3.1 开机前的检查 .....          | 11 |
| 6.3.2 衬底的传入 .....           | 11 |

|        |                           |    |
|--------|---------------------------|----|
| 6.3.3  | 靶材的传入(暂时不对用户开放).....      | 12 |
| 6.3.4  | O <sub>2</sub> 气路洗气 ..... | 12 |
| 6.3.5  | 测试脉冲激光器 .....             | 13 |
| 6.3.6  | 对靶材进行预溅射 .....            | 14 |
| 6.3.7  | 样品的加热 .....               | 15 |
| 6.3.8  | 打开 RHEED 进行监控.....        | 15 |
| 6.3.9  | 通入氧气 .....                | 16 |
| 6.3.10 | 样品生长.....                 | 16 |
| 6.3.11 | 恢复真空.....                 | 17 |
| 6.3.12 | 关闭 RHEED.....             | 17 |
| 6.3.13 | 结束实验.....                 | 17 |
| 6.3.14 | 取出样品.....                 | 18 |
| 6.3.15 | 最终检查.....                 | 19 |
| 6.4.   | 系统的日常检查.....              | 19 |
| 6.5    | 准分子激光器换气过程（不对用户开放） .....  | 19 |
| 7.     | 相关/支撑性文件 .....            | 20 |
| 8.     | 记录 .....                  | 24 |

## 1. 目的

建立高通量激光分子束外延系统标准操作规程, 使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用高通量激光分子束外延系统的用户。

## 3. 职责

3.1. 用户: 严格按本规程操作, 发现异常情况及时汇报设备管理员。

3.2. 设备管理员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

## 4. 表面物理分析实验室安全管理规范

4.1. 相关人员进入实验室之前必须通过学校、中心和平台的安全考试或考核, 并严格遵守表面物理分析实验室的各项安全注意警示标识。严禁无关人员进入实验室。

4.2. 平台设备须经培训考核后方可操作, 严格遵守仪器操作规程并做好实验记录, 未经考核者严禁触碰和使用仪器。

4.3. 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通, 所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

4.4. 实验工作中碰到任何疑问和故障, 及时联系实验室技术员, 严禁盲目操作。

4.5. 相关人员进入洁净间必须穿实验服, 严禁穿拖鞋、高跟鞋进入实验室。

4.6. 实验室内的药品、试剂必须存放药品柜, 并做好使用登记。

4.7. 垃圾、废液必须严格按标识进行分类, 保证标识完整清晰, 并按学校规定进行处理。

4.8. 严禁携带食物、饮料进入实验室。

4.9. 严禁实验人员进入仪器警戒线范围内进行其他操作。

4.10. 实验用电应严格遵守用电安全规定, 未经许可严禁擅自改动电路。

4.11. 使用低温液体时应穿戴实验服、护目镜、防冻手套。

4.12. 使用激光设备时应全程佩戴护目镜并严格遵守设备操作规程, 了解紧急停止按钮位置及作用, 未确定危险区域封闭之前禁止开启激光。无关人员严禁进入控制区。

4.13. 实验室内均为大型科研设备, 有专人负责管理, 未经培训人员, 不得擅自上机使用; 经过培训的用户, 需使用预约系统, 使用本人的账号进行登录使用。

- 4.14. 非常规实验测试须经设备管理员同意并指导方可进行。个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备不得与仪器电脑连接。
- 4.15. 实验过程中如发现仪器设备及基础设施发生异常状况, 需及时向该仪器负责人或实验室负责人反馈。严禁擅自处理、调整仪器主要部件, 凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。
- 4.16. 为保持实验室内环境温度及湿度, 保持实验室门窗关闭。实验结束后, 实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。

## 5. 表面物理分析实验室仪器设备管理规范

### 5.1. 高通量激光分子束外延系统使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则, 面向校内所有教学、科研单位开放使用; 根据使用机时适当收取费用; 并在保障校内使用的同时, 面向社会开放。

高通量激光分子束外延系统使用方式分为五类:

- (1) 培训测试: 用户提出培训申请, 技术员安排培训。培训内容包括: 高通量激光分子束外延系统的原理、构造及各部分的功能; 样品准备、仪器的标准操作流程、控制软件操作、数据处理及测试注意事项等。用户在技术员指导下操作仪器并做数据处理;
  - (2) 自主测试-初级: 用户负责制样、装样; 独立使用高通量激光分子束外延系统完成样常规样品的制备(制备工艺参数固定)并记录 RHEED 振荡;
  - (3) 自主测试-高级: 特殊样品的制备, 根据薄膜性质调整工艺参数, 包括激光、靶距、温度等参数。编写脚本进行自动化制备。
  - (4) 送样测试: 用户提供样品准确信息及制备要求; 技术员负责制样、装样、操作仪器进行样品制备并做基本数据处理;
  - (5) 维护/开发测试: 技术员定期维护、校准设备, 检测仪器性能; 开发新方法/技术;
- 该仪器的使用实行预约制度, 请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”(以下简称大仪共享)进行预约, 并按照规定要求登记预约信息。

### 5.2. 预约制度



为充分利用仪器效能、服务全校科研工作, 根据测试内容与时间的不同, 表面物理分析实验室制定了 7\*24 小时预约制度。根据预约制度可登陆大仪共享网站最少提前 3 天预约机时, 包括周末; 寒暑假及国庆假期最少提前 2 周预约机时。

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训, 培训结束后 2 周内必须申请考核, 考核合格后方可上机使用, 逾期未考核的, 需重新培训;
- (2) 取得自主操作权限的用户, 超过 2 个月未使用设备的, 需重新申请培训和考核, 费用按 360 元/小时计算;
- (3) 实验开始时务必在实验记录本上登记, 结束时如实记录仪器状态;
- (3) 严禁随意移动仪器。严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障, 使用者须及时通知技术员, 以便尽快维修或报修; 隐瞒不报者将被追究责任, 加重处理;
- (4) 因人为原因造成仪器故障的(如硬件损坏), 其导师课题组须承担维修费用;
- (5) 高通量激光分子束外延系统原始数据不允许在仪器电脑上删改, 尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。使用者应根据要求通过 NAS 网盘下载原始数据至本地电脑, 以保存并做数据处理; 实验数据在本仪器电脑中保留 2 年。
- (6) 使用者应保持实验区域的卫生清洁, 测试完毕请及时带走样品, 技术员不负责保管。使用者若违犯以上条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

### 5.3. 培训考核制度

校内教师、学生均可提出预约申请, 由技术员安排时间进行培训, 培训内容包括仪器使用规章制度、送样须知及安全规范、基本硬件知识、标准操作规程(自主测试-初、高级 SOP) 及相应数据处理。

仪器管理员认为培训者达到相应级别的独立操作水平后, 给予培训者授权在相应级别所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果在各级别因为人为操作错误导致仪器故障者, 除按要求承担维修费用之外, 给予降级重考惩罚、培训费翻倍。

## 6. 实验内容

### 6.1. 系统的组成

#### 6.1.1 系统整体结构

高通量激光分子束外延系统用于薄膜样品的制备。其中样品通过设备自带的激光器经由光纤导入进行加热，靶材则通过 coherent 的脉冲激光器进行加热。如图 1 所示，高通量激光分子束外延系统由系统主机、脉冲激光加热系统和控制系统组成。

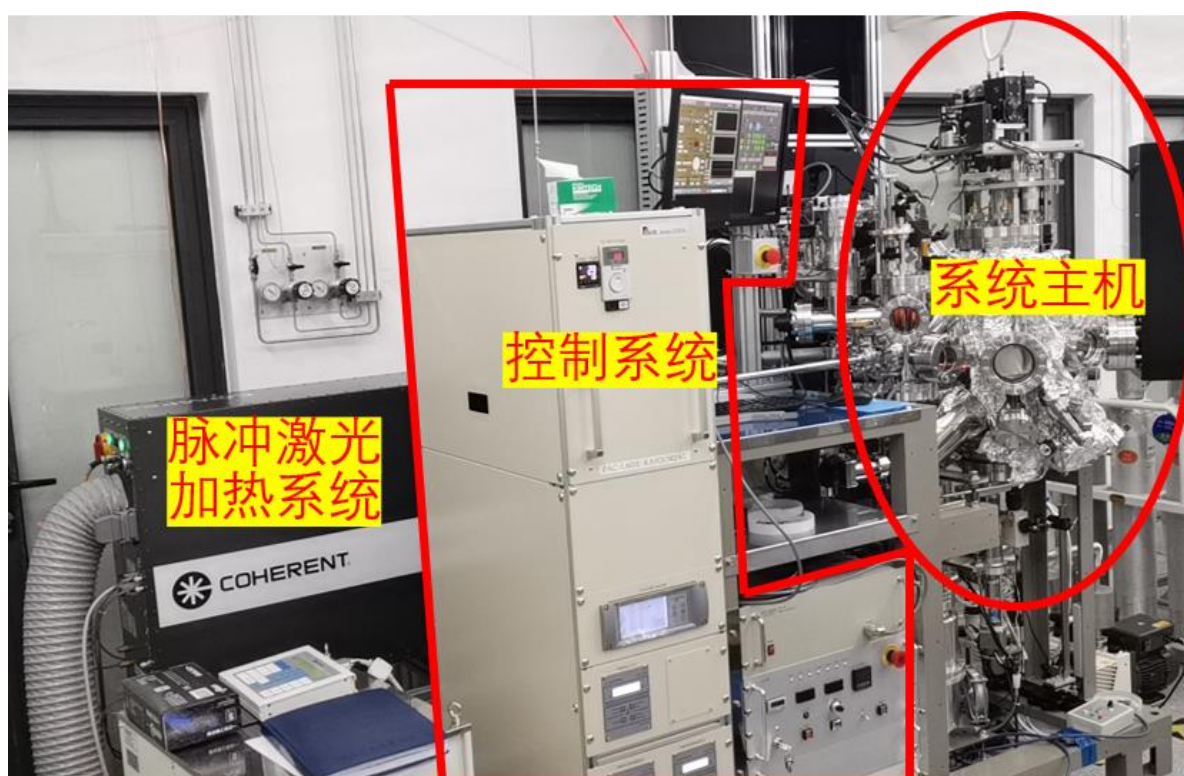


图 1. 系统整体结构图

#### 6.1.2 系统主机

系统主机主要由真空腔体、真空维持系统、带激光加热系统的样品台、二级差分 RHEED 和辅助系统组成。

(1) 真空腔体分为进样腔和主腔两个部分，在软件系统中分别标记为 L/L 和 PLDch。带激光加热系统的样品台和二级差分 RHEED 均接在主腔上。

(2) 真空维持系统由 3 台机械泵、4 个分子泵、8 个真空规、若干真空阀门和相应的 interlock 组成。其中，主腔分子泵与 RHEED 二级差分分子泵共用机械泵；RHEED 一级差分具有独立分子泵和机械泵；L/L 机械泵同时连接 L/L 和分子泵。

真空系统控制界面见图 2。RP1、RP2、RP3 为机械泵；TMP3、TMP1、TMP20、TMP21 为分子泵；TCG1、TCG2、TCG3 为热电偶规，用于分子泵连锁保护；TCG31 和 IG3 用于 L/L 不同真空范围的测量；IG1、CDG11、CDG10 用于主腔不同真空范围的测量。

可根据实验需要，按标准操作流程在软件界面上手动控制的阀门：

MV3、MV11、MV10、MV20、MV21 为超高真空气动阀门，用于分隔分子泵和超高真空腔体； CV1 为气动阀，用于 CDG10 的保护。

可根据实验需要，按标准操作流程手动操作的阀门：

GV 为分隔进样腔和主腔的插板阀； MV12 用于控制分子泵抽气速率（详见 SOP）。

禁止用户操作的阀门：

FV3、FV1、FV20、FV21 为气动阀，用于分隔分子泵和机械泵，配有连锁保护功能；

RV3 气动阀，用于 L/L 的 VENT 和 VAC，由软件自动控制，配有连锁保护功能。

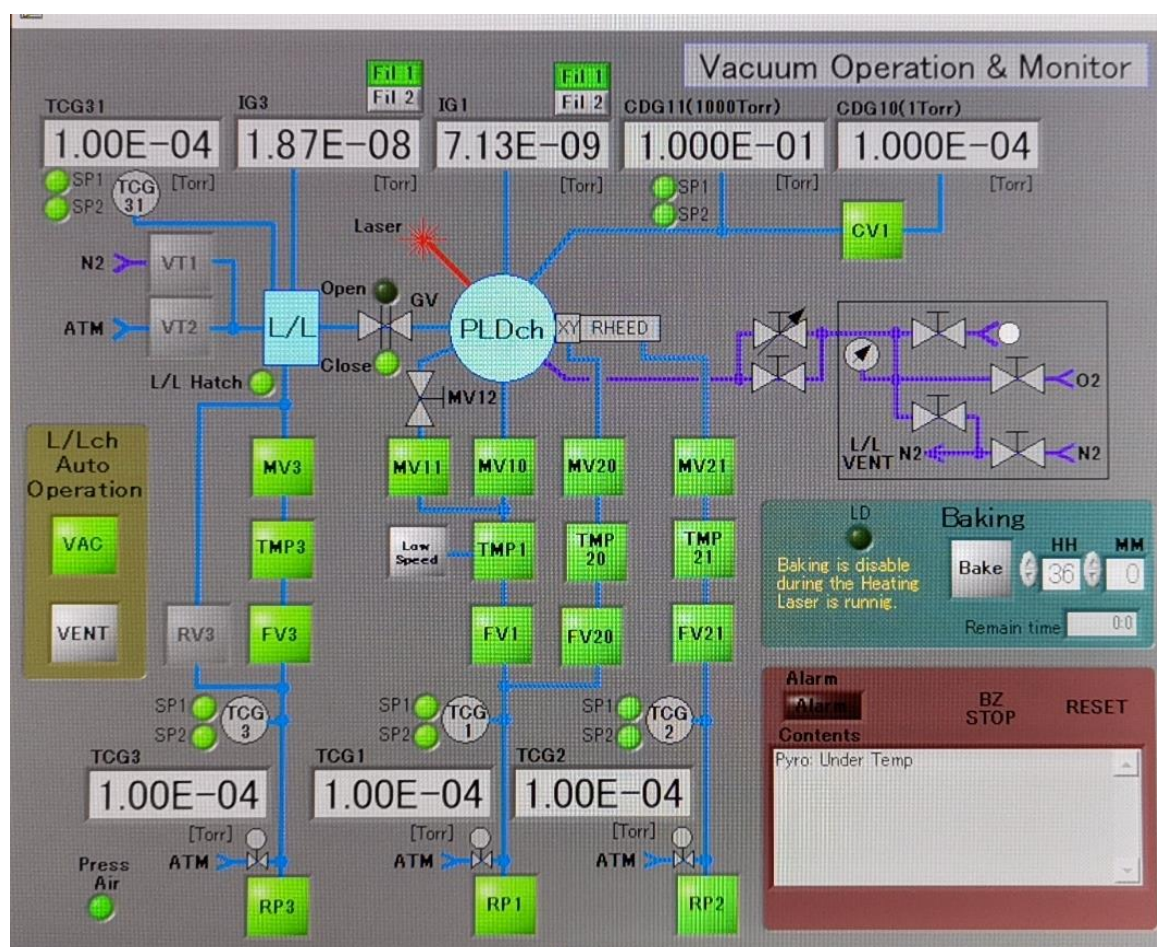


图 2 真空系统控制界面

(4) 带激光加热系统的样品台

图 3 所示为样品台正反两侧的照片。加热激光和红外温度计处于同一光路。X、Y 方向各自有一个位置调节旋钮和相应的锁定螺丝。转动马达用于样品台的面内转动。

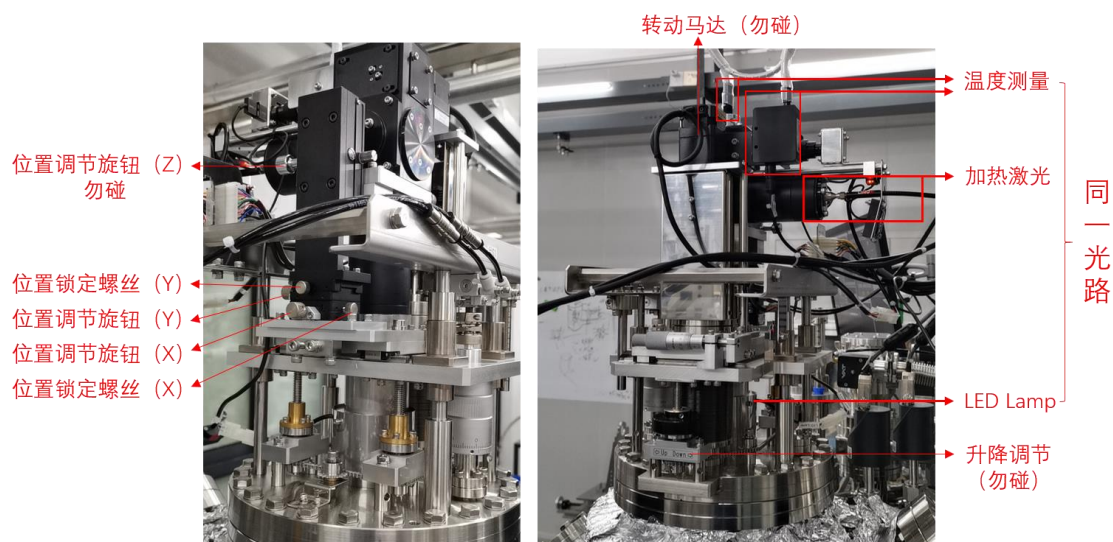


图 3. 带激光加热系统的样品台

(5) 二级差分 RHEED

如图 2 所示，RHEED 一级差分经由 MV20 连接分子泵 TMP20 和机械泵 RP1；二级差分经由 MV21 连接分子泵 TMP21 和机械泵 RP2。RHEED 的硬件控制部分如图 4 所示。屏幕及摄像头部分如图 5 最右边所示。

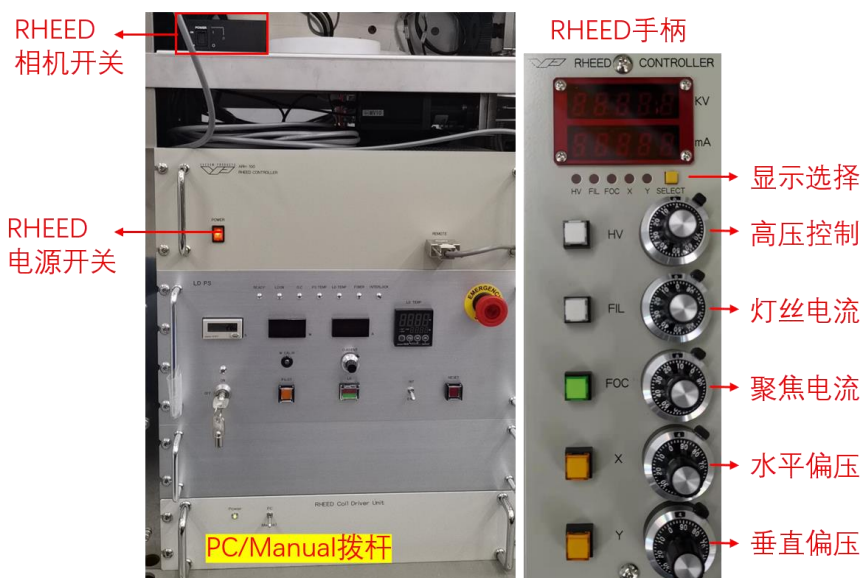


图 4. RHEED 硬件控制部分

## (6) 辅助系统

主要包括氧气（用于生长）、氮气（用于 vent）、压缩空气(气动阀驱动)和水冷机。

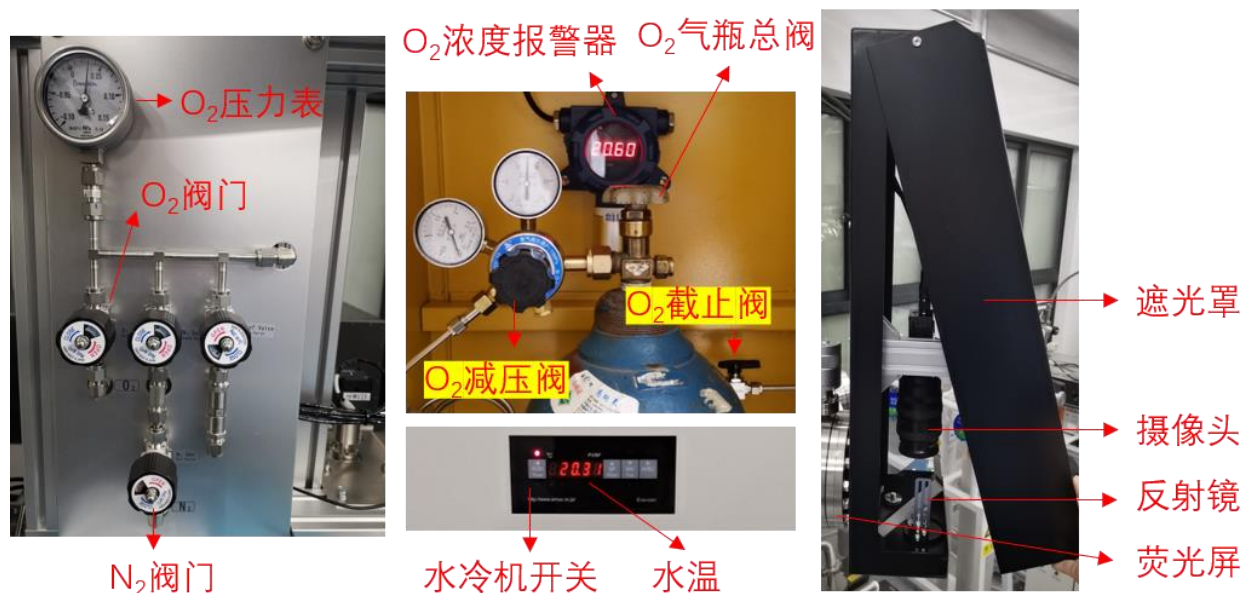


图 5. 气路面板、O<sub>2</sub> 气瓶柜、水冷机面板与 RHEED 的屏幕及摄像头部分

### 6.1.3 脉冲激光加热系统

脉冲激光加热系统主要由脉冲激光器、脉冲激光光路、激光器控制面板和多靶材操作系统组成。脉冲激光器和脉冲激光光路均不允许用户进行操作。

激光器控制面板如图 6 所示。触发模式保持在 EXT（外触发）。电压、单脉冲能量和气压在实验前、实验中和实验后都需要检查并记录。当电压接近 27kV 时需要通知技术员。

多靶材操作系统如图 7 所示，公转马达控制靶材的切换和 twist，自转马达控制靶材的 rotation。上下位移旋钮可以调节靶材的高度，主要用于改变脉冲激光光斑的大小。



图 6. 激光器控制面板

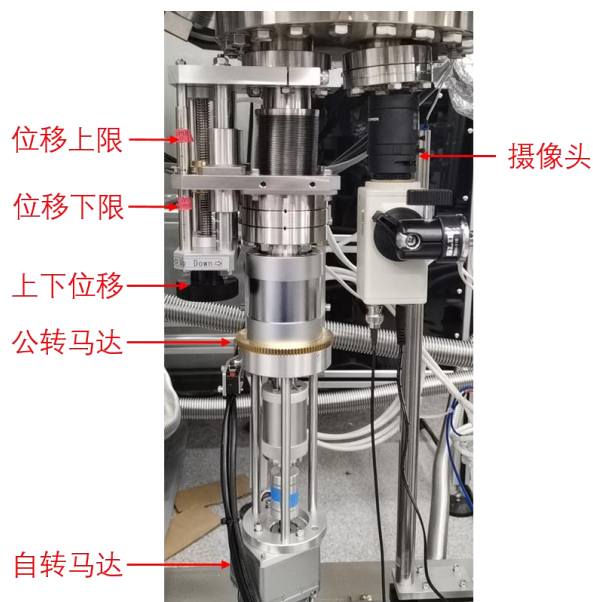


图 7. 多靶材操作系统

### 6.1.4 控制系统

控制系统分为软件控制系统和硬件控制系统两个部分。

软件控制系统如图 8 所示, 主要用于样品台的升降温、脉冲激光的控制、靶材的移动、衬底的转动和掩模板的移动, 并能够监测加热激光的电流、样品的温度和系统真空。面板下方的 Position Setting 主要用于调整靶材溅射时的修正角度、Twist 距离和周期。

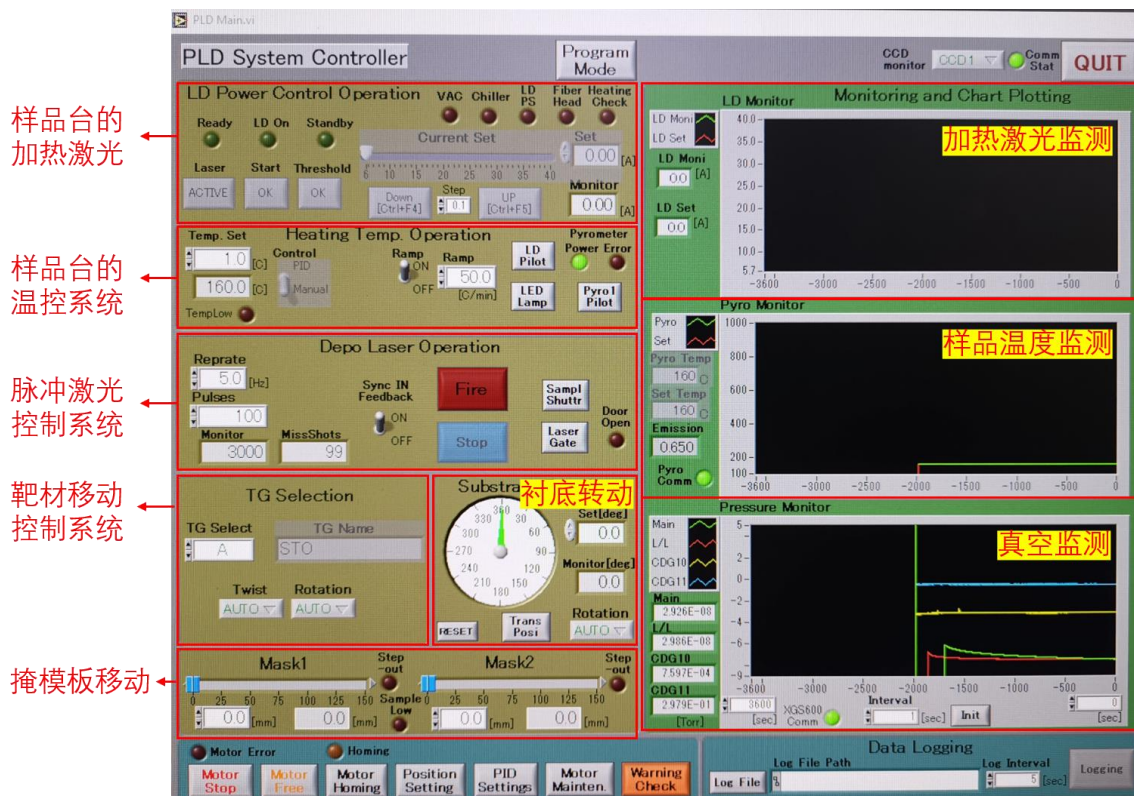


图 8. 软件控制面板



图 9. 硬件控制系统

硬件控制系统如图 9 所示，主要包括烘烤温度控制器、靶材转速调节、样品加热激光器电源和控制手柄。控制手柄通常设置在 SPML 档位，用于控制衬底转动。当调到 TG 档位时，可调节靶材的转动，主要用于更换靶材。

## 6.2. 实验前的准备工作

### 6.2.1 衬底的选择

根据样品制备要求自行购买衬底，衬底尺寸小于  $10 \times 10 \text{mm}$ ，厚度一般为  $0.5 \text{mm}$ ，为了使 RHEED 较好的成像，衬底不宜过小，应大于  $2.5 \times 2.5 \text{mm}$ 。衬底需要进行前处理，比如退火、表面清洁等。

### 6.2.2 样品托的选择

标准样品托最高加热温度  $1100^\circ\text{C}$ ，也可选择自主制备样品托，如氧化镍，但需要技术员进行质量确认；在使用前需把样品托清理干净，如银浆可以使用较细的砂纸进行打磨，使用酒精进行清洗。使用银浆把衬底粘贴在样品托上，在  $100^\circ\text{C}$  下烘烤 20min 以上。

### 6.2.3 靶材的制备

用户需要自备靶材，可以购买商业靶材也可以自主制备；使用前需经过技术员检查确认；靶材托有两种尺寸分别为 1、1/2 英寸，前者较常用；靶材厚度一般为  $5 \text{mm}$ ，易



开裂的靶材可以用铜背板加固；靶材一般使用固相反应法进行制备，使用专用模具进行压制、烧结而成；要求靶材致密，平整、硬度较高。使用前保证靶材表面平整、光滑，可以使用砂纸进行打磨，酒精或丙酮进行清洗；使用双面胶将靶材固定在靶托上，但注意靶材尽量平整。

### 6.3. 高通量激光分子束外延系统常规生长

#### 6.3.1 开机前的检查

- (1) 检查主腔和进样腔真空度是否正常并记录

主腔真空: IG1:  $<5 \times 10^{-9}$  Torr (主要影响因素: 上一次实验结束时间长短)

进样腔真空: IG3:  $<5 \times 10^{-8}$  Torr (主要影响因素: 抽真空时间);

- (2) 检查 4 个分子泵是否正常工作
- (3) 检查 O<sub>2</sub> 气路是否处于正常状态 (见图 5)

O<sub>2</sub> 气路正常状态: O<sub>2</sub> 气瓶总阀关闭、O<sub>2</sub> 减压阀打开、O<sub>2</sub> 截止阀打开、气路面板上的 O<sub>2</sub> 阀门关闭、微漏阀关闭。减压阀出口气压约 0.15MPa, 面板处气压示数约 0.05MPa。

- (4) 检查激光器是否处于关闭状态
- (5) 检查上一次实验记录, 如激光器工作电压接近 27kV 需要进行换气

#### 6.3.2 衬底的传入

- (1) 确认 GV 已经关闭 (图 2 中 close 灯亮);
- (2) 在真空系统控制界面 (图 2) 点击 VENT 按钮, 待其不再闪烁, 打开进样腔门;

备注: 此时分子泵和 L/L 之间的插板阀关闭, 分子泵依然维持全速。

备注: 开门时, 先完全拧松上方螺丝, 然后一手扶住法兰以防其脱落, 一手拧松下方螺丝直至法兰能够绕该着螺丝, 逆时针转动从而打开腔门。

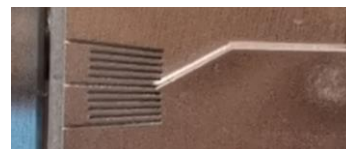
- (3) 把准备好的衬底和靶材放入 L/L 相应位置内;
- (4) 关闭舱门, 在真空系统控制界面 (图 2) 点击 VAC, 待 VAC 完成, 观察真空正常后方可离开;

备注: 通常数分钟即可达到  $1 \times 10^{-6}$  Torr 以下。如有异常情况, 请通知技术员。

备注: 进样腔与主腔真空度差距小于 1.5 个数量级或  $<1 \times 10^{-7}$  Torr 的情况下方可打开 GV。

- (5) 调整传输杆高度使其处于水平位置;

备注: 水平位置如右图所示。



- (6) 调整进样腔内载台的高度和方向, 使传输杆能够水平抓取到样品托, 传输杆插入样品托后旋转 90 度, 锁住样品托, 将其从架子上取下, 翻转 180 度使样品朝下;

(7) 将架子转回到不影响传样的位置 (有黑色标记) ;

(8) 将 LED 灯接到插座上, 通过 CCD 观察样品台

备注: 如看不到样品, 可能是被 shutter 遮挡, 在软件控制面板 (图 8), 检查 Sampl Shutter 按钮是否为绿色。如不是, 点击打开 sample shutter。

(9) 在软件控制面板 (图 8) 点击 Trans Posi, 使样品台旋转到正确方向;

(10) 当进样腔与主腔真空度差距小于 1.5 个数量级, 手动打开 GV

备注: 进样腔真空越好, 对主腔真空影响越小

(11) 检查传输杆高度是否处于水平位置, 并将样品缓慢送入主腔, 通过窗口观察

备注: 推传输杆一定要慢!!! 不要撞上样品台!!! 一旦撞上立刻通知技术员。

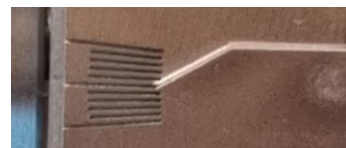
(12) 此时调节传输杆的高度, 使样品和插槽在同一水平面上, 将样品托水平插入卡槽内 (通过 CCD 结合窗口进行观察) ;

(13) 旋转传输杆使其与样品托水平, 然后轻轻后退一小段使其与样品托分离

备注: 后退时一定要慢, 注意不要带出样品托! 如果带出来一点, 可以轻轻将其推回。

(14) 调整传输杆高度使其处于水平位置;

备注: 水平位置如右图所示。



(15) 将传输杆撤回到底;

(16) 手动关闭 L/L 与 Main 之间的闸板阀 GV。

### 6.3.3 靶材的传入(暂时不对用户开放)

(1) 靶材已按照上述步骤安装在 L/L 内相应的位置;

(2) 调整取靶器的位置和高度, 与传输杆水平对齐;

(3) 传输杆对准取靶器, 旋转, 使螺纹完全旋入取靶器内, 降低下部托盘的高度, 使取靶器脱离;

(4) 调整靶材的位置, 使取靶器上的挂钩可以挂到靶托上; 操作时保持取靶器高度不变, 先升高靶托, 挂住后, 再降低托盘, 使靶材与下部托盘脱离;

(5) 手动打开 L/L 与 Main 之间的闸板阀, **调整传输杆高度使其水平通过;**

(6) 点击靶材控制按钮, 选择目标靶位, 使其旋转到正确方向, 此时调节传输杆和靶位的高度, 使两者在同一水平面上, 靶托放入相应靶位后, 继续下调传输杆高度, 使取靶器的挂钩与靶托分离; **(通过观察窗查看, 此步骤一定小心, 千万不要使靶材掉落);**

(7) 旋转传输杆使其与样品托分离, 将其水平移动回 L/L 内;

(8) 关闭闸板阀

### 6.3.4 O<sub>2</sub> 气路洗气

(1) 检查 O<sub>2</sub> 气路是否处于正常状态 (见图 4) ;

*O<sub>2</sub>* 气路正常状态: *O<sub>2</sub>* 气瓶总阀关闭、*O<sub>2</sub>* 减压阀打开、*O<sub>2</sub>* 截止阀打开、气路面板上的 *O<sub>2</sub>* 阀门关闭、微漏阀关闭。减压阀出口气压约为 0.15MPa, 面板处气压示数约为 0.05MPa。如有任何异常请联系技术员。

- (2) 将气路切换至 *O<sub>2</sub>* 洗气状态 (见附录 8.2);
- (3) 在真空系统控制界面 (图 2) 关闭 IG3, 关闭 MV3, 关闭 FV3;
- (4) 在真空系统控制界面 (图 2) 打开 VT1 放入 *O<sub>2</sub>*, 同时密切注意 LL 气压, 如气压持续增大, 立刻关闭 VT1, 并立即联系技术员;**
- (5) 在真空系统控制界面 (图 2), 打开 RV3 利用机械泵进行抽气, 待 LL 气压降至 1E-4Torr 以下时关闭 VT1;

备注: 如真空下降迟缓, 请立即关闭 VT1 并联系技术员。

- (6) 在真空系统控制界面 (图 2) 点击 VAC 恢复 LL 真空;
- (7) 前往气瓶间, 关闭气瓶减压阀;
- (8) 打开气瓶主阀, 将氧气放入减压阀后, 关闭气瓶主阀;
- (9) 缓慢打开减压阀, 将气压增加至 0.15MPa;

备注: 此时可观察到减压表前端气压明显下降。如未下降说明气瓶主阀没有关紧。

- (10) 重复步骤 3-9, 然后将气路切换至常规状态 (见附录 8.2);

### 6.3.5 测试脉冲激光器

打开并测试脉冲激光器, 步骤如下:

- (1) 确认设备周边没有无关人员;**
- (2) 确认设备光路范围内没有人员;**
- (3) 戴上 PLD 专用防护眼镜;**
- (4) 打开激光器出光口挡板;
- (5) 在激光器控制面板 (图 6) 检查是否处于外触发模式;
- (6) 在激光器控制面板 (图 6) 点击 RUN, 点击 EXE 启动激光器;

备注: 点击 EXE 后等待 10s 左右, 激光器上白色灯亮, 表示激光器已开启。

- (7) 在激光器控制面板 (图 6) 点击 EGY, 设定需要的能量并点击 ENTER;
- (8) 在软件控制面板 (图 8) 中, 确认 Laser Gate 处于关闭状态, 设置脉冲频率为 10Hz, 脉冲数量为 200;
- (9) 再次确认设备光路范围内没有人员, 并关闭腔体上的 3 个盖板;**
- (10) 确认戴好 PLD 专用防护眼镜;**
- (11) 在软件控制面板 (图 8) 中, 关闭 Sample shutter, 点击 Fire 发射脉冲激光;
- (12) 发射结束后, 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 TG Select 选择 Monitor;

- (13) 在软件控制面板（图 8）中，打开 Laser Gate，设置脉冲频率为 0.5Hz,脉冲数量为 20，手动打开激光能量计的挡板；
- (14) 在软件控制面板（图 8）中，点击 Fire 发射脉冲激光，并读取能量计读数；
- (15) 重复步骤 7-14，直到能量计读数达到需求数值；

**(16) 手动关闭激光能量计的挡板；**

备注：忘记该步骤会导致玻璃透射率降低，影响后续使用！！

- (17) 记录气压、单 pulse 能量、电压和能量计读数。

### 6.3.6 对靶材进行预溅射

- (1) 在激光器控制面板（图 6）点击 EGY，设定所需单 pulse 能量并点击 ENTER；

备注：目前 STO 建议能量为 270mJ。

- (2) 在软件控制面板（图 8）中，点击 TG Select 选择靶材所在的位置；

备注：直接点下面的显示栏进行选择，不要去按上下的箭头，选完通过 CCD 确认。

- (3) 在软件控制面板（图 8）中，点击下方的 Position Setting,选择合适的 Angle Adjust, Twist 和 Twist time；

备注：Angle Adjust 用于调节靶材 Twist 的运动中心，Twist 和 Twist time 分别代表靶材 Twist 时从一端到另一端的距离和用时。

备注：可按图 9 中所示转盘，调节靶材转速，一般设定为 10。

- (4) 在软件控制面板（图 8）中，点击打开 Laser Gate；
- (5) 在软件控制面板（图 8）中，确认 Sample shutter 处于关闭状态；
- (6) 确认激光能量计的挡板已经关闭；
- (7) **再次确认设备光路范围内没有人员，并关闭腔体上的 3 个盖板；**
- (8) **确认戴好 PLD 专用防护眼镜；**
- (9) 在软件控制面板（图 8）中，点击 Fire 发射脉冲激光；
- (10) 打开靶材斜上方观察窗挡板，观察溅射情况；
- (11) 根据溅射情况，通过升降靶材托盘位置调节激光光斑大小；
- (12) 根据溅射情况，通过 Angle Adjust 调节激光命中区域的中心；
- (13) 根据溅射情况，通过 Twist 调节激光命中区域的范围（不宜太靠边和中心）；
- (14) 根据字辉情况，调节至合适的激光能量（羽辉大约达到衬底和靶材中间位置）；
- (15) 在软件控制面板（图 8）中，设定预溅射参数；

备注：通常新靶 5000-10000 pulses，旧靶不低于 3000pulses；

- (16) **再次确认设备光路范围内没有人员，并关闭腔体上的 3 个盖板；**
- (17) **确认戴好 PLD 专用防护眼镜；**

- (18) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 Fire 发射脉冲激光;
- (19) 预溅射结束后, 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击关闭 Laser Gate。

### 6.3.7 样品的加热

- (1) 按住水冷机的开关 2s, 打开水冷机, 观察其工作是否正常;

备注: 水冷机开关见图 5

- (2) 打开左下方面板上激光控制器的钥匙开关(图 9);
- (3) 打开电脑桌面上的软件 Gazoo Capture, 打开右上角摄像头开关;
- (4) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 LED Lamp,;
- (5) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 LD Pilot 检查入射激光位置, 然后关闭;

备注: 如发现光斑位置不在传热托中心, 使用图 3 中标记的 X、Y 调节旋钮进行调节: 先拧松对应的位置锁定螺丝, 再调节 X/Y 位置, 完成后拧紧螺丝。

- (6) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 Pyrol Pilot 检查测温位置, 然后关闭;

备注: 如此处光斑位置不正确, 请联系技术员

- (7) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 LED Lamp, 关闭 LED 灯;

- (8) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 Laser 下方的 Active;

备注: 再次点击 active 将强制关闭样品加热激光, 用于紧急情况

- (9) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 Start 下方的 OK;

- (10) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 Threshold 下方的 OK;

- (11) 检查光斑位置是否在传热托中间, 并关闭软件 Gazoo Capture;

备注: 如此处光斑位置不正确, 请联系技术员

- (12) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击“UP”将电流逐步加至 7A, 等待温度上升至 200 度以上。温度大于 160 度时温度计开始有示数;

- (13) 在软件控制面板 (图 8) 中, 设置合适的加热速率 ( $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) 和目标温度并记录;

备注: 加热速率通常为  $20-100^{\circ}\text{C}/\text{min}$

备注: 样品温度上限为  $1100^{\circ}\text{C}$ , 设定时应同时考虑加热背板和样品托的承受能力

- (14) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 PID 转入自动控温模式。

### 6.3.8 打开 RHEED 进行监控

- (1) 检查主腔气压是否低于  $1 \times 10^{-6}\text{Torr}$ ;

备注: 当目标真空度大于 1.3Pa 时需要使用小孔, 防止气压过大损坏 RHEED 灯丝; 使用 RHEED 的原则是在通气氛前调好光斑, 再通入气体;

- (2) 打开图 4 中 RHEED 相机开关和电源开关, 并确定拨杆处于 manual 模式;

- (3) 在电脑上打开 RHEED 控制软件 (RHEED monitor);

- (4) 取下 RHEED 手柄 (图 4), 依次打开 FIL、HV, 并将 HV 调至 20kV;
- (5) 点击 Select 选择 FIL 档位, 将 FIL 从初始值 500mA 调至 2000mA;
- (6) 打开 FOC 和 X、Y, 此时将看到一个光斑;
- (7) 聚焦 (将 FOC 调至 400), 期间调节 X、Y 保持光斑大致处于中间位置;
- (8) 微调 X/Y (主要是调 Y 上移光斑), 应该能够看到锐利的衍射斑。

**备注: 如未见到, 请联系技术员, 不可盲目调节。**

- (9) 旋转衬底方向, 直到观察到标准的衍射花样, 再调 Y 使光斑下移到中心附近;
- (10) 一边散焦 (FOC 调至 800) 一边调节 X 和 Y, 使光斑落在透光孔中心;
- (11) 切换成小孔, 使小孔尽可能在中间位置;
- (12) 一边聚焦 (FOC 调至 400) 一边调节 X 和 Y, 使光斑始终穿过小孔;
- (13) 通过右图中的两个旋钮, 调节电子枪水平和竖直位置, 使光斑落在衬底上 (可微调 FOC、X、Y 以增加强度)
- (14) 调整衬底角度, 直到看到标准的衍射斑;
- (15) 再次优化 FOC、X、Y 以增加强度。



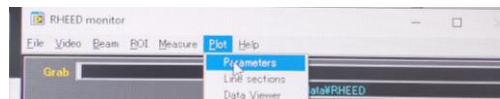
### 6.3.9 通入氧气

- (1) 前往气瓶间, 打开氧气气瓶主阀;
- (2) 打开气路面板上的 O<sub>2</sub> 阀门;
- (3) 在真空系统控制界面 (图 2), 关闭 MV10;
- (4) 手动打开 MV12;
- (5) 缓慢打开微漏阀, 当真空开始变差时, 关闭 IG1, 利用 CDG10 监测真空;
- (6) 控制 MV12 和微漏阀调节真空至  $1 \times 10^{-2}$  Torr 左右

备注: 具体气压可根据材料体系进行调整。

### 6.3.10 样品生长

- (1) 检查并记录真空度;
- (2) 如右图所示, 在 RHEED 控制软件中选择 Plot —— Parameter;
- (3) 框选需要监测的 RHEED 斑点;
- (4) 在新对话框中点击 Edit, 选择要监测的光斑和参数 (常用 Max、Average);
- (5) 点击右图所示按钮, 输入文件名, 开始记录;
- (6) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击打开 Laser Gate;
- (7) 再次确认设备光路范围内没有人员, 并关闭腔体上的 3 个盖板;
- (8) 确认戴好 PLD 专用防护眼镜;



- (9) 在软件控制面板 (图 8) 中, 设置需要的激光参数, 并点击 Fire;
- (10) 在软件控制面板 (图 8) 中, 打开 Sample shutter;
- (11) 观察 RHEED 振荡情况, 并根据需要调节参数;
- (12) 需要停止时, 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 Stop 停止脉冲激光;
- (13) 如需要退火, 在软件控制面板 (图 8) 中调节样品温度, 并通过微漏阀和 MV12 控制气压, **气压如需高于 1Torr 必须关闭 RHEED (执行 6.3.12, 注意备注)**。
- (14) 保存数据文件;
- (15) 在软件控制面板 (图 8) 中, 设置合适的降温速率, 进行降温。
- (16) 在实验记录本中记录样品生长条件;

### 6.3.11 恢复真空

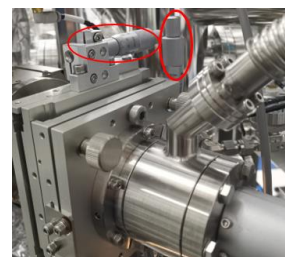
- (1) 关闭微漏阀;
- (2) 关闭气路面板上的 O<sub>2</sub> 阀门;
- (3) 慢慢将 MV12 开大, 直到 CG10 示数低于  $1 \times 10^{-3}$ Torr;
- (4) 在软件控制面板 (图 8) 中, 打开 MV10, 并手动关闭 MV12;
- (5) 在软件控制面板 (图 8) 中, 打开 IG1。

### 6.3.12 关闭 RHEED

- (1) 通过右图中右侧的旋钮, 调节电子枪竖直位置, 使光斑大致回到屏幕中间;
- (2) 一边散焦 (FOC 调至 800) 一边调节 X 和 Y, 维持光斑;

**备注: 如气压高于  $1 \times 10^{-6}$ Torr, 跳过步骤 3、4;**

- (3) 切换成大孔;
- (4) 调节 X 和 Y, 使光斑落在透光孔的中心;
- (5) 关闭 X、Y 和 Focus;
- (6) 将 FIL 降至 500mA, HV 降至 0, 然后依次关闭 HV、FIL;
- (7) 关闭 RHEED 控制软件;
- (8) 关闭 RHEED 电源和相机电源。



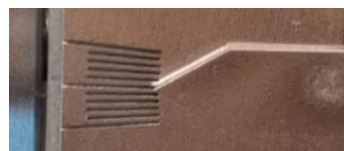
### 6.3.13 结束实验

- (1) 在软件控制面板 (图 8) 中, 关闭 Laser gate;
- (2) 在激光器控制面板 (图 6) 中, 点击 STOP 和 BREAK;
- (3) 检查激光器顶部白灯是否已灭, 并关闭激光盖板;
- (4) 检查激光器气压、能量和电压值;
- (5) 摘下护目镜并归位;

- (6) 温度达到室温后, 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 Threshold 下方的 OK;
- (7) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 Start 下方的 OK;
- (8) 在软件控制面板 (图 8) 中, 点击 Laser 下方的 Active;
- (9) 关闭左下方面板上激光控制器的钥匙开关(图 9);
- (10) 关闭水冷机电源;
- (11) 在软件控制面板 (图 8) 中, 将靶材位置调至 Clear;
- (12) 关闭室外的氧气气瓶主阀;
- (13) 收拾桌面, 为取样腾出空间。

### 6.3.14 取出样品

- (1) 检查进样腔和主腔真空是否大致相同;
- (2) 手动打开 L/L 与 Main 之间的闸板阀 GV;
- (3) 在软件控制面板 (图 8) 中点击 Trans Posi;
- (4) 确认传输杆高度处于水平位置;



备注: 水平位置如右图所示。

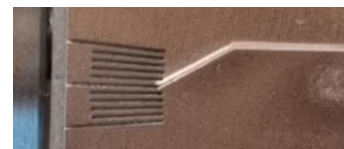
- (5) 将传输杆缓慢送入主腔, 通过 CCD 配合窗口进行观察;

**备注: 推传输杆一定要慢!!! 不要撞上样品台!!! 一旦撞上立刻通知技术员。**

- (6) 调节传输杆的高度, 使传输杆和样品托处在同一水平面上, 将传输杆水平插入样品托后旋转 90 度, 锁住样品托, 将其从架子上取下; (通过 CCD 观察)

**备注: 全程务必动作轻柔!!! 一旦有阻力说明没有对准, 严禁使用蛮力!!!**

- (7) 将传输杆略微退后, 并调节至水平位置;
- (8) 确认传输杆高度处于水平位置, 并慢慢拔出到底;



备注: 水平位置如右图所示。

- (9) 手动关闭 GV;
- (10) 旋转传样杆 180 度使样品面朝上;
- (11) 调整进样腔内载台的高度和方向, 使传输杆能够水平送入样品托, 传输杆送入样品托后旋转 90 度, 松开样品托, 将其留在架子上;
- (12) 将传样杆退到底, 然后旋转进样腔内载台至取样位置;
- (13) 确认 L/L 和主腔之间的插板阀 GV 已经关闭后, 在真空系统控制界面 (图 2) 点击 VENT 按钮, 待其不再闪烁, 戴上手套, 打开进样腔门;

备注: 此时分子泵和 L/L 之间的插板阀关闭, 分子泵依然维持全速。

备注: 开门时, 先完全拧松上方螺丝, 然后一手扶住法兰以防其脱落, 一手拧松下方螺丝直至法兰能够绕该着螺丝, 逆时针转动从而打开腔门。



- (14) 用专属工具取出样品托并妥善放置;
- (15) 关闭舱门, 拧好上下两个螺丝;
- (16) 在真空系统控制界面 (图 2) 点击 VAC, 待 VAC 完成, 观察真空正常后方可离开。

备注: 通常数分钟即可达到  $10^{-7}$ Torr 以下。如有异常情况, 请通知技术员。

### 6.3.15 最终检查

- (1) 检查 LED 灯是否拔下;
- (2) 检查样品台加热系统和水冷机是否关闭;
- (3) 检查真空系统是否正常;
- (4) 检查脉冲激光器是否关闭;
- (5) 检查氧气气路是否正常;
- (6) 检查桌面是否有遗留物品;
- (7) 检查样品托是否清理并归还;
- (8) 检查实验记录是否完整;

## 6.4. 系统的日常检查

6.5.1 检查主腔和 LL 真空度是否正常并记录

6.5.2 检查 4 个分子泵是否正常工作并记录

6.5.3 检查 O<sub>2</sub> 气路是否处于正常状态并记录气瓶减压阀前后端及面板处气压

6.5.4 检查激光器是否处于关闭状态并记录气压

6.5.5 检查上一次实验记录, 如激光器工作电压接近 27kV 需要进行换气

## 6.5. 准分子激光器换气过程 (不对用户开放)

6.5.1 混合气和氦气钢瓶主阀是否关闭, 减压阀是否关闭。打开混合气减压阀的截止阀。

6.5.2 清洗管道, 清洗激光器与气体钢瓶之间连接的气管, 所有管路都要清洗

### 清洗氦气气路

- (1) 逆时针关闭 INERT 气体减压阀
- (2) 在激光器控制板上按下 〈FLUSH LINE〉 选择 〈INERT〉 按下 〈ENTER〉 按下 〈EXE〉
- (3) 待 Flush 结束后, 打开 INERT 气体钢瓶主阀, 将减压阀调至 4 个大气压 (0.4MPa), 关闭气瓶主阀
- (4) 在激光器控制板上按下 〈FLUSH LINE〉 选择 〈INERT〉 按下 〈ENTER〉 按下 〈EXE〉  
(整个过程重复 1 次后, 关闭减压阀, 打开钢瓶主阀, 设定分压 4 个大气压)

### 清洗混合气气路

- (1) 关 Premix 气体减压阀
- (2) 在激光器控制板上按下 〈FLUSH LINE〉 选择 〈Buffer〉 按下 〈ENTER〉 按下 〈EXE〉 7、待 Flush 结束后, 开 Premix 气体钢瓶主阀, 将减压阀调至 4 个大气压 (0.4MPa), 关闭气瓶主阀
- (3) 在激光器控制板上按下 〈FLUSH LINE〉 选择 〈Buffer〉 按下 〈ENTER〉 按下 〈EXE〉  
(整个过程重复 3 次后, 关闭减压阀, 打开钢瓶主阀, 设定分压 4 个大气压)

**6.5.3** 在激光器控制板上按下 〈NEWFILL〉 选择 〈NEWFILL〉 按下 〈ENTER〉 按下 〈EXE〉 备注: Gas System check 完成后, 激光腔自动抽真空到 60mbar, 自动充气到 3400mBar。

**6.5.4** 关闭混合气钢瓶主阀, 按下 〈PURGE LINE〉 选择 〈Buffer〉 按下 〈ENTER〉 按下 〈EXE〉, 为 Premix 气体管道填充 He。

**6.5.5** 关闭每个钢瓶的主阀 (顺时针旋紧) 和减压阀 (逆时针松开)

**6.5.6** 关闭混合气减压阀的截止阀, 注意不要过紧

## 7. 直线段操作流程

### 7.1 直线段的结构

#### 7.1.1 机械结构

如图 10 所示, 直线段腔体主要由轨道腔和存样腔两个部分组成。

存样腔用于样品的存放和转接, 其上接有两根传样杆, 我们把垂直直线段方向的传样杆命名为传样杆 1, 沿直线段方向的传样杆命名为传样杆 2。

轨道腔用于传样小车的移动, 在轨道腔两端各有一根竖直的机械手用于固定小车和调整样品角度。



图 10 直线段实物照片

## 7.1.2 真空系统

直线段采用离子泵获取真空, 由离子规(命名为"LINE")读取真空, 本底一般优于 1E-9mabr。直线段两端分别与 UFO 和 PLD 连接, 连接处由闸板阀隔开。

## 7.1.3 软件系统

小车的移动使用软件进行控制, 轨道两端安装有限位器。小车的设置运行速度不得超过 10。为防止误操作发生, 使用完成后应关闭控制软件。

图 11 位小车控制软件运行的界面, 打开软件前应先确认小车没有被机械手固定住, 且轨道上没有障碍物。打开软件后, 后先选择左上搜索按钮搜索通道, 完成后点击右边的“L”按钮 load 连接, 此时 motor status 绿灯亮。Limit + 和 Limit- 为限位警报。Current Pos 显示当前位置坐标, 0 为靠近 UFO 一端, 1257 为靠近存样腔一端。如以上均无异常, 可在 speed 输入速度, 并点击右边的图标进行烧录。再次确认小车没有被机械手固定住, 且轨道上没有障碍物, 确认完成后在 Target Pos 输入目标位置, 并点击右侧箭头运行。

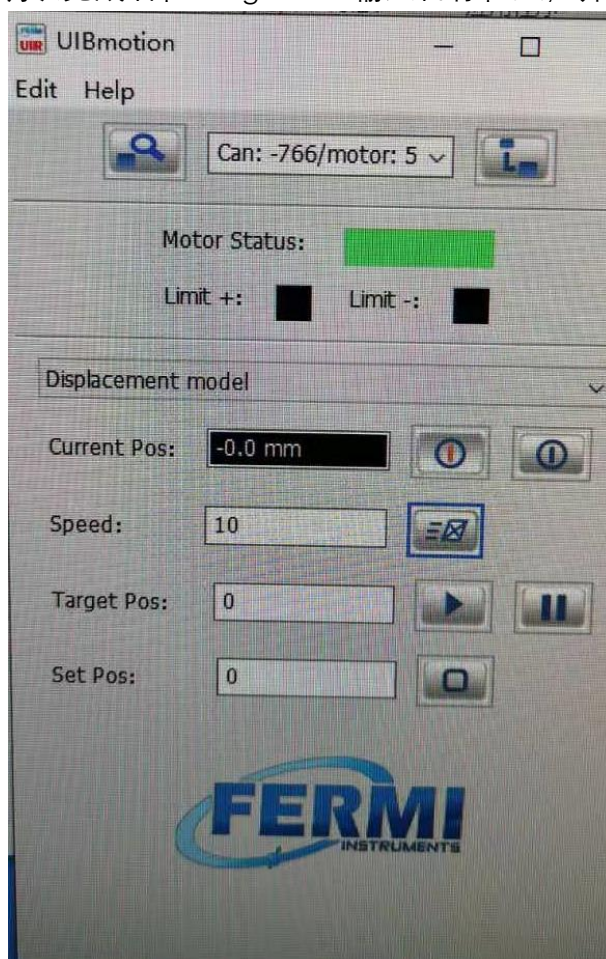


图 11 小车的控制软件运行界面

## 7.1.4 传样方式

样品在直线段中使用传样杆进行传样。

抓取样品时将传样杆缺口对准样品, 完全插入后(样品托的柄完全没入凹槽), 轻轻顺时针旋转 90°(如遇阻力应立即停止, 以防拧坏样品托造成开腔), 然后将样品缓缓取出。

存放样品时将样品靠近存放位置, 并微调对准, 然后轻轻将传样杆前伸 (遇阻力立即停止并退回), 将样品轻轻插入样品槽中。插到底后 (不要用力推), 轻轻逆时针旋转 90° (如遇阻力应立即停止, 以防拧坏样品托造成开腔), 通常在合适的位置会看到头部略有松开, 此时缓缓将样品杆退出, 注意观察样品是否被样品杆带出, 如有带出迹象, 应将样品重新插入, 并微调角度再次尝试。如尝试未果请联系技术员。

## 7.2 从 PLD 到 UFO 的传样

### 7.2.1 从 PLD 把样品取到存样腔

- 1、检查 PLD 和直线段真空度差别是否小于 1.5 个数量级
- 2、将直线段真空计读数放大, 并将 PLD 样品调至 180°位置
- 3、打开 PLD 摄像头, sample shutter, 将 Target 调到 clear 的位置, 观测样品台
- 4、将 PLD 的样品台高度移动到 27.5mm 位置 (上移 2.5mm)
- 5、将摄像头图像最大化, 并将屏幕转向直线段
- 6、前往直线段区域, 确认样品储存台处于低位 (不影响传样), 松开传样杆 1 固定架
- 7、监测 line 的真空度, 缓慢打开 PLD 与 line 之间的手动闸板阀, 如有异常立即关闭
- 8、将传样杆 1 缓慢伸入 PLD 腔体, 此时需要另外一个人在 PLD 腔体协助观察传样杆位置并随时通报, 以防碰撞样品台
- 9、当传样杆出现在摄像头下时, 通过摄像头观察, 参照 7.1.4, 将样品取出  
注意: 全程务必轻柔, 严禁用力
- 10、将传样杆退到底后, 手动关闭闸板阀, 并将 PLD 样品台调回 2.5mm
- 11、将储存台升起至传样位置, 选择合适的槽, 参照 7.1.4, 将样品放入, 退出传样杆  
注意: 全程务必轻柔, 严禁用力
- 12、将储存台降回低位, 并记录样品位置
- 13、装好传样杆 1 的固定架

### 7.2.2 从存样腔把样品送入 UFO

- 1、松开传样杆 2 的固定架
- 2、将储存台升起至传样位置, 并根据实验记录选取要取样的位置
- 3、使用传样杆 2, 参照 7.1.4, 将样品取出
- 4、将储存台降回低位, 并做好记录
- 5、确认小车所在位置, 以及是否被机械手固定, 然后参照 7.1.3, 将小车移动到 1257
- 7、使用机械手固定好小车, 并调整至合适的位置  
备注: 松开机械手固定螺丝时务必先将其完全扶稳
- 8、参照 7.1.4, 用传样杆 2 将样品传到小车上  
注意: 全程务必轻柔, 严禁用力
- 9、用机械手将样品转到正对 UFO 的方向, 然后升起机械手  
备注: 松开机械手固定螺丝时务必先将其完全扶稳
- 10、参照 7.1.3, 将小车移动到 0, 并做好记录
- 11、装好传样杆 2 的固定架
- 12、确认 UFO1 传样臂已经完全缩回 (逆时针到底, 注意不要碰到 STM)

- 13、在 UFO1 控制软件上点击 LINE, 会出现读秒界面
- 14、再次确认 UFO1 传样臂已经完全缩回后, 顺时针旋转传样臂约  $10^{\circ}$  (有限位), 系统会自动旋转 UFO 至设定位置 (注意不要碰到 STM)
- 15、检查 UFO1 和 LINE 真空是否接近, 然后使用机械手固定住小车
- 16、监测 LINE 真空, 打开闸板阀
- 17、使用 UFO1 的机械臂抓取样品后, 将机械手完全退回 UFO1, 并关闭闸板阀  
注意: 务必确认 UFO 机械臂完全抓紧再退出; UFO 机械臂前伸时不要过分用力以免损坏样品台;
- 18、升起机械手

### 7.3 从 UFO 到 PLD 的传样

#### 7.3.1 从 UFO 把样品送入存样腔

- 1、确认 UFO1 传样臂已经完全缩回 (逆时针到底, 注意不要碰到 STM)
- 2、在 UFO1 控制软件上点击 LINE, 会出现读秒界面
- 3、再次确认 UFO1 传样臂已经完全缩回后, 顺时针旋转传样臂约  $10^{\circ}$  (有限位), 系统会自动旋转 UFO 至设定位置 (注意不要碰到 STM)
- 4、检查 UFO1 和 LINE 真空是否接近, 然后使用机械手固定住小车并调整合适位置  
备注: 如步骤 1 开始前小车位置不在 0, 参照 7.1.3, 先将小车移动到 0  
备注: 松开机械手固定螺丝时务必先将其完全扶稳
- 5、监测 LINE 真空, 打开闸板阀
- 6、使用 UFO1 的机械臂将样品送入小车后, 将机械手完全退回 UFO1, 并关闭闸板阀  
注意: UFO 机械臂退出时要随时关注是否带出样品, 如有带出的危险请推回样品重试或联系技术员; UFO 机械臂前伸时不要过分用力以免损坏样品台;
- 7、升起机械手
- 8、参照 7.1.3, 将小车移动到 1257, 并使用机械手将其固定, 调整到合适的角度  
**注意: 移动小车前务必确认机械手是否升起, 轨道有无障碍物**
- 9、确认储存台处于低位, 并松开传样杆 2 的固定架
- 10、使用传样杆 2, 参照 7.1.4, 将样品从小车取出, 并将传样杆 2 退到底  
注意: 全程务必轻柔, 严禁用力
- 11、将储存台升起到传样位置, 并根据实验记录选取要取样的位置
- 12、使用传样杆 2, 参照 7.1.4, 将样品传入储存台, 并将传样杆 2 退到底  
注意: 全程务必轻柔, 严禁用力
- 13、将储存台降回低位, 并做好记录
- 14、装好传样杆 2 的固定架, 并升起小车处的机械手。

#### 7.3.2 从存样腔到 PLD 的传样

- 1、检查 PLD 和直线段真空度差别是否小于 1.5 个数量级
- 2、将直线段真空计读数放大, 并将 PLD 样品调至  $180^{\circ}$  位置
- 3、打开 PLD 摄像头, sample shutter, 将 Target 调到 clear 的位置, 观测样品台
- 4、将 PLD 的样品台高度移动到 27.5mm 位置 (上移 2.5mm)
- 5、将摄像头图像最大化, 并将屏幕转向直线段

- 6、前往直线段区域, 松开传样杆 1 固定架
- 7、将储存台升起至传样位置, 根据实验记录, 参照 7.1.4, 将样品取出, 退出传样杆 1  
注意: 全程务必轻柔, 严禁用力
- 8、将样品储存台降回低位 (不影响传样),
- 9、监测 line 的真空度, 缓慢打开 PLD 与 line 之间的手动闸板阀, 如有异常立即关闭
- 10、将传样杆 1 缓慢伸入 PLD 腔体, 此时需要另外一个人在 PLD 腔体协助观察传样杆位置并随时通报, 以防碰撞样品台
- 11、当样品出现在摄像头下时, 通过摄像头观察, 参照 7.1.4, 将样品放入  
注意: 全程务必轻柔, 严禁用力
- 12、将传样杆 1 退到底后, 手动关闭闸板阀, 并将 PLD 样品台调回 2.5mm
- 13、装好传样杆 1 的固定架, 并做好记录

## 8. 相关/支撑性文件

- 8.1 Q/WU FLHR001 文件编写规范

## 9. 记录

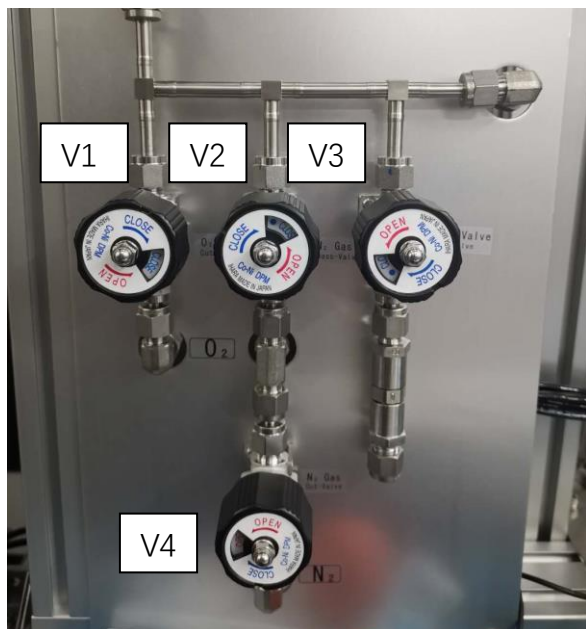
- 9.1 . Q/WU FLHS030 高通量激光分子束外延系统设备使用记录表
- 9.2 关于洗气气路切换的说明

|                            |   |    |  |   |
|----------------------------|---|----|--|---|
| 测试方式                       | <input type="checkbox"/> 自主操作 <input type="checkbox"/> 委托测试 |    | 日期   |   |
| 起止时间                       |   |    |  |   |
| 测试人员                       |   |    | 课题组/导师   |   |
| 实验目的                       |   |    |  |   |
| 衬底                         |   |    | 靶材及编号  |   |
| 样品名称:                      |   |    |  |   |
| 操作项目                       |   | 检查 | 参数记录   |   |
| 1                          | 初始状态  |    | 主腔气压:  | L/L 气压:   |
| 2                          | 样品传入  |    | 靶位:  | 名称:   |
| 3                          | 洗气  |    | 气体种类:  | 洗气次数:   |
| 4                          | 激光能量测试  |    | 电压: kV 能量 mJ 气压 mbar<br>出口能量 mJ 挡板是否关闭 <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否   |   |
| 5                          | 靶材参数设置  |    | 自转: 公转 (角度: 偏移: 时间: )  |   |
| 6                          | 衬底加热  |    | 加热速率   | 设定温度  |
| 7                          | RHEED 设置/观察   |    | 小孔: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 HV: FIL: FOC:<br>文件名称:   |   |
| 8                          | 气体控制  |    | 使用气体: 起始气压: 结束气压:  |   |
| 9                          | 样品生长  |    | 激光能量: 电压: 频率: 次数:  |   |
| 10                         | 镀膜后操作   |    | 退火: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 温度: 时间: 气压:<br><input type="checkbox"/> 否 降温速率:                                  |   |
| 11                         | 传输靶材/样品   |    | 靶材是否取出: <input type="checkbox"/> 是 ( <input type="checkbox"/> 否 靶位: )  |   |
| 12                         | 取出样品及靶材   |    | 加热背板清理: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否  |   |
| 13                         | 结束实验 (保持抽真空)  |    | 关闭激光器: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否<br>关闭水循环: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否<br>主腔气压: Torr | 关闭 LD: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否<br>关闭 O2 主阀: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 |
| 备注                         | 注: 出现问题第一时间通知管理员, 并关闭气体阀门。                                  |    |  |   |
| 本表仅作为实验记录, 各步骤应严格按照 SOP 执行 |   |    |  |   |

## 8.2 关于洗气气路的切换说明

O<sub>2</sub> 洗气过程中牵涉到的气路状态有 2 种, 分别为 O<sub>2</sub> 洗气状态和常规状态。

一、 常规状态: 如下图所示, V1、V2、V3 关闭, V4 打开。



二、 O<sub>2</sub> 洗气状态: V1、V2 打开, V3、V4 关闭。

三、 由常规状态切换至 O<sub>2</sub> 洗气状态:

- 1、 关闭 V4;
- 2、 打开 V1;
- 3、 打开 V2。

四、 由 O<sub>2</sub> 洗气状态切换至常规状态:

- 1、 关闭 V2;
- 2、 打开 V4;
- 3、 关闭 V1。