

球差电镜在三维纳米薄膜应变测量中的应用

郑植¹, 吴斌民¹, 刘园园¹, 黄高山¹, 梅永丰¹

(1.复旦大学材料科学系, 上海 200433)

摘要: 利用应力应变工程可将平面纳米薄膜通过卷曲构造三维微纳器件, 其中的应变是构造的驱动力, 同时影响材料和器件性能。本文利用球差校正扫描透射电子显微镜对三维半导体纳米薄膜进行了原子级表征, 并对器件界面处进行了原子级应变测量, 揭示了三维纳米薄膜器件界面处的应变分布, 为半导体纳米薄膜器件提供了重要的信息。

关键词: 球差校正扫描透射电子显微镜; 原子级应变测量; 纳米薄膜; 自卷曲技术;

中图分类号: O484.1

文献标识码: A

Applications of Strain Mapping in Three-Dimensional Rolled-up Nanomembranes with Aberration-corrected Electron Microscope

Zheng Zhi¹, Wu Binmin¹, Liu Yuanyuan¹, Huang Gaoshan¹, Mei Yongfeng¹

(1. Department of Materials Science, Fudan University, Shanghai 200433, China)

Abstract: Stress-strain engineering is used to create three-dimensional micro-nano devices from planar nanomembrane through self-rolling. Strain is the driving force of the structure and affects both materials properties and device performances. This article uses a spherical aberration-corrected scanning transmission electron microscope to characterize the three-dimensional semiconductor nanomembrane at the atomic level and performs atomic-level strain measurement at the device interface, revealing the strain distribution at the interface of the three-dimensional nanomembrane device. The detailed characterization and strain mapping provide important information for semiconductor nanomembrane devices.

Keywords: Aberration-corrected scanning transmission electron microscope; Atomic-scale strain mapping; Nanomembranes; Self-rolling technique;

纳米薄膜自卷曲是一种与现有芯片制造方法兼容的技术, 可以将二维纳米薄膜组装为具有三维几何形状的微/纳管状器件^[1]。卷曲技术已成功应用于各种功能材料, 并可以调整半导体材料能带结构、增强光与物质相互作用等。应力应变工程是纳米薄膜自卷曲技术的核心,

不仅能调节纳米薄膜卷曲的管径，材料的应变本身还能够调节材料的物理性质，如机械性能和光电性能等^[2]。从本质上追溯纳米薄膜材料的应变，需要从原子尺度对其进行测量。本工作利用球差校正扫描透射电子显微镜对三维卷曲半导体纳米薄膜进行了原子级表征，并在原子尺度测量了半导体纳米薄膜的应变。

1 仪器与样品简介

1.1 球差校正扫描透射电子显微镜

日本电子（JEOL）ARM200F 型透射电子显微镜，配有 JEOL 公司高角环形暗场（HAADF）探测器、双片能谱仪（EDX）、Gatan 公司 OneView 相机和 DigiScan 扫描系统。能够对微纳样品进行实空间的成像（平面波透射模式或会聚电子束扫描模式）及电子衍射。该电镜配有球差矫正器，可以在扫描模式下对电子束的像差进行校正，从而实现亚纳米级的分辨率。



图 1 JEOL ARM200F 型透射电子显微镜



图2 透射电子显微镜实验室

1.2 三维卷曲纳米薄膜样品

本工作中用到两组三维卷曲纳米薄膜样品，分别为：二氧化钒（ VO_2 ）和硅（Si）纳米薄膜。

2 实验方法

2.1 球差校正

首先进行电子显微镜的像差调试，利用相关软硬件对电子束的各类像差（包括球差、像散、慧差等）进行调试，达到理想的分辨率。

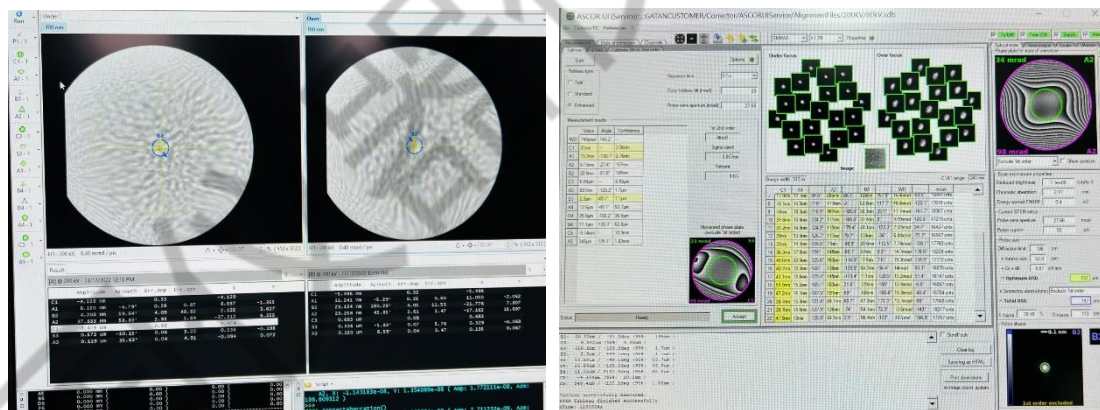


图3 球差校正，分别利用日本电子自动校正软件

（左）和球差校正器原装自动校正软件（右）进行调试，使分辨率达到亚纳米级

2.2 三维卷曲半导体纳米薄膜原子级表征

自卷曲技术能制备管径在微米甚至百纳米尺度的自卷曲微管，为半导体领域提供了重要的制备和调控手段，也在材料和器件上实现了突破。但是普通的方法表征三维自卷曲纳米薄

膜较为困难。三维卷曲二氧化钒及硅纳米薄膜经过聚焦离子束切割出截面样品后,进行减薄,然后利用球差校正扫描透射电子显微镜进行表征。经过像差校正的电镜能够清晰看出半导体晶体的原子结构并以此分析出晶面取向^{[1], [2]}。

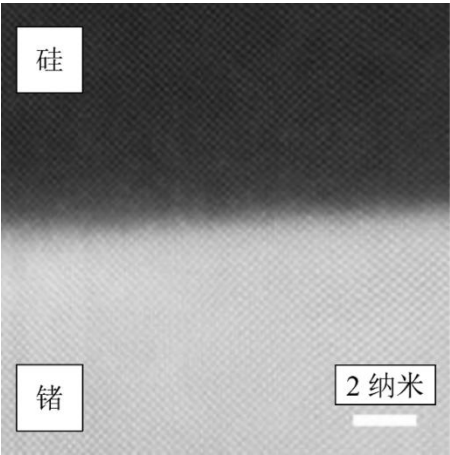


图 4 在铬衬底上外延生长的硅薄膜的截面，原子级 HAADF 图像

对于多晶的强电子关联材料二氧化钒的纳米薄膜，我们进行了原子级的表征，对样品的金属-绝缘体相变进行了验证。通过结构方面的晶体学分析在该工作中准确地验证了二氧化钒样品的相变。

2.3 基于原子级表征的原子级应变测量和分析

在微纳半导体器件中，应变关系到器件的稳定性、半导体的电学性能等，利用几何相位分析，对于单晶的 Si-Ge 纳米薄膜，在原子尺度准确分析了界面处的应变，得出界面处的 Si 相对于 Ge 的衬底将有 $\pm 5\%$ 的应变^[1]。

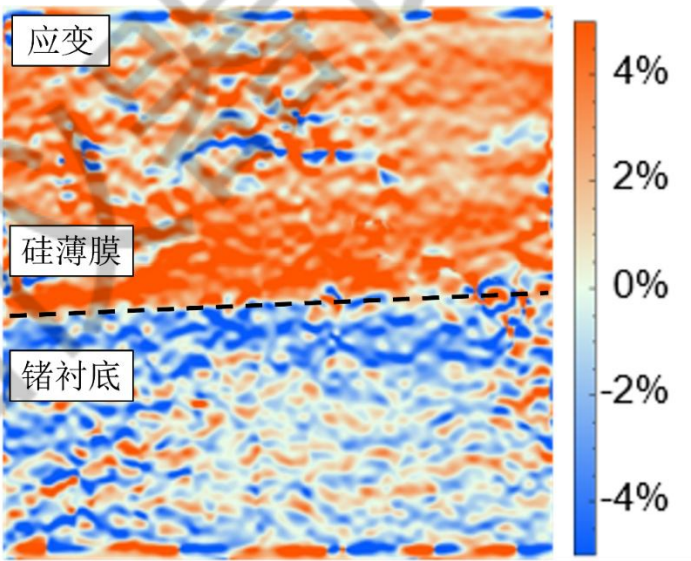


图 5 硅纳米薄膜在铬衬底上生长后的应变测量结果

3 总结

利用球差校正电子显微镜极高的实空间分辨率及对原子成像的能力,我们将其应用到对三维自卷曲半导体纳米薄膜的研究中,实现了超高分辨率的表征和原子级的应变分布测量,为微纳半导体器件提供了重要的信息,尤其为三维自卷曲纳米薄膜提供了更多的表征手段。

参考文献:

- [1]Xu C H, Wu X, Huang G S, *et al.* Rolled - up nanotechnology: materials issue and geometry capability[J]. Advanced materials technologies, 2019, 4(1):1800486.
- [2]Mei Y F, Huang G S, Solovov A A, *et al.* Versatile approach for integrative and functionalized tubes by strain engineering of nanomembranes on polymers[J]. Advanced Materials, 2008, 20(21):4085-90.
- [3]Wu B M, Zhang Z Y, Zheng Z, *et al.* Self - rolled - up Ultrathin Single - Crystalline Silicon Nanomembranes for On - Chip Tubular Polarization Photodetectors[J]. Advanced Materials, 2023, 2306715.
- [4]Wu B M, Zhang Z Y, Chen B X, *et al.* One-step rolling fabrication of VO₂ tubular bolometers with polarization-sensitive and omnidirectional detection[J]. Science Advances, 2023, 9(42):ead7805.