

光-电镜联用技术在拉曼选区分析中的应用

戴玉洁, 常林, 赵复庆

(1.中国科学院重庆绿色智能技术研究院, 综合分析测试中心, 重庆 400714, 中国)

摘要: 光学显微镜和扫描电子显微镜联用结合了光学与电子显微分析技术, 可获得样品同一位置的光学图像和高分辨电子图像, 以实现更全面准确的样品表征, 因而被广泛应用于材料科学、光学工程等学科。相较于传统非联用技术, 光-电联用可快速获取同一区域样品对应的光学图像、电子图像以及光谱信息等样品特征。为此, 本研究通过微纳加工技术制备了带有快速定位功能的光电联用样品台, 结合能谱定位、原子力显微镜实现了特定区域样品的多维度、跨尺度表征及拉曼选区分析, 对相关科研工作具有重要意义。

关键词: 光电联用显微分析; 扫描电子显微镜; 光学显微镜; 拉曼光谱; 原子力显微镜

Application of correlative light and scanning electron microscopy in

Raman selection analysis

Dai Yujie, Chang Lin, Zhao Fuqing

Abstract: Correlative light and scanning electron microscopy combine optical and electronic microanalysis to obtain optical and high-resolution electronic images of the same sample location could achieve more comprehensive and accurate sample characterization is widely used in multiple disciplines including materials science and optical engineering. Compared to the non-associative instruments, it could acquire the optical images, electronic images, spectral information of the sample in the same region rapidly. To this end, this study prepared an optoelectronic coupled sample stage with fast localization by micro-nanofabrication technology, combined with energy spectral localization and atomic force microscopy, we realized multi-dimensional and cross-scale characterization along with Raman selection analysis of samples in specific regions, which is significant to related research.

Keywords: correlative light and scanning electron microscopy; scanning electron microscopy; optical microscopy; Raman spectroscopy; atomic force microscopy.

1 引言

光镜-扫描电镜联用技术 (correlative light and scanning electron microscopy, CLSEM) 可将样品同一区域光学显微图像和电子显微图像联动, 从而实现跨尺度 (毫米尺度光学成像到微纳尺度电子成像) 样品表面形貌研究, 以及同一区域电子图像与光学图像的嵌合, 以更全面的获取样品表面形貌特征。这种技术同时结合了光镜大视野和电镜高分辨大景深的技术优势, 并能实现诸多光学显微镜下工作仪器如原子力显微镜、显微拉曼光谱等的联用, 因而在众多学科领域有广泛应用^[1]。

拉曼光谱广泛应用于二维材料层数的表征及半导体器件及材料性能的研究。目标区域半导体材料的快速定位对于半导体器件的表征及制备有重要意义, 目前工作流程仍停留在肉眼判定和大范围筛查上。研究人员在拉曼光谱下定位到目标样品后较难在扫描电镜、激光直写、原子力显微镜等仪器定位至同一位置, 大大影响了样品表征的效率以及半导体器件电极的制备效率。此外, 表面增强拉曼光谱 (Surface Enhanced Raman Spectroscopy, SERS) 可以快速、无损地检测目标分析物^[2], 但在实际应用中仍面临重复性差、灵敏度低等问题。常见的 SERS 基底包括芯片型^[3-5]、纳米颗粒溶胶^[6-10]型, 其中芯片型基底具有较高的一致性和稳定型, 表面增强区域分布均一, 但其灵敏度仍有一定限制。纳米颗粒溶胶基底具有强烈的局域表面等离子共振效应和密集的热点, 灵敏度较高, 但由于纳米颗粒溶胶的团聚过程不可控, 该类型的基底稳定性和一致性较低。为实现高性能的 SERS 分析, 纳米颗粒溶胶在基底设计中不可或缺, 而如何提升其稳定性和一致性, 以及如何选取合适的区域进行 SERS 检测至关重要。而对于该区域的光学图像、电子图像、元素分布图像的原位嵌合以及跨尺度形貌表征是阐明其增强机制和优化基底设计策略的前提。

为此, 我们开发了分区带标记的光学标尺及配套定制样品台, 将其坐标与电子显微镜坐标相对应, 通过扫描电镜-能谱仪大面积拼接功能获得样品不同区域元素分布情况, 实现了大面积电子图像及能谱图像的拼接及与光学图像的同步, 从而实现了 SERS 基底目标区域的多维度、跨尺度信息获取, 为其相关机制研究提供了有力支撑。

2 光-电镜联用技术的开发

2.1 总体设计方案

通过定制带有标尺的扫描电镜样品台, 结合牛津能谱仪图像配准功能 (将扫描电镜的当前视场与外部导入的照片进行坐标关联, 利用该照片进行导航, 快速定位到所需位置), 建立光镜-电镜成像联用系统, 实现快速准确样品定位及电镜与其他仪器 (光镜、拉曼光谱仪、