

Improving Experimental Aiming at Undergraduate Training

—MoSe₂ FET as an Example

Zhiping Lin*, Xin Zhang

School of Physics and Optoelectronic Engineering, Guangdong University of Technology, Guangzhou Guangdong
Email: *zhipinglphy@gdut.edu.cn

Received: Aug. 1st, 2019; accepted: Aug. 15th, 2019; published: Aug. 22nd, 2019

Abstract

Based on theory foundation, improving experiments about the preparation and properties study of MoSe₂ FET are opened to order to train their innovation and hands-on ability. Due to its frontier topic, novel content and relatively simple operation, experiments are very suitable for the professional improvement experiment. Experiments that students have been participated in design and result analysis, can promote the in-depth understanding of leaning content and can learn to use high-end scientific instruments. And it can also stimulate some students' interest in scientific research and want to do this job.

Keywords

Professional Improvement Experiment, Undergraduate Teaching, FET

专业提高实验对专业培养的意义

——以MoSe₂场效应管为例

林志萍*, 张欣

广东工业大学, 物理与光电工程学院, 广东 广州
Email: *zhipinglphy@gdut.edu.cn

收稿日期: 2019年8月1日; 录用日期: 2019年8月15日; 发布日期: 2019年8月22日

摘要

实验以专业理论为基础, 为培养本科生的创新能力和动手能力, 结合当前研究热点, 以“新型二维MoSe₂场效应管的制备和性质”为例, 说明专业提高实验。实验选题前沿、内容新颖、操作相对简单, 适合本

*通讯作者。

科生作为专业提高实验。实验的开展,既可以让从参与内容设计和结果分析方面加深本科阶段的学习,也可以学习多种高端科研仪器的使用,激发部分学生对科学研究的兴趣。

关键词

专业提高实验, 本科教学, 场效应晶体管

Copyright © 2019 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

2017年教育部启动“新工科”发展研究工作,强调要聚焦国家发展战略,把握高校人才培养工作的新任务,深化高等工程教育改革,加快新工科建设,促进创新型工科人才的培养。随着“人工智能”、“工业制造4.0”、“中国制造2050”带动新一代信息技术、电力装备、高档数控机床和机器人等新技术迅猛发展,相关新兴电子技术产业和创新型企业对实践能力强、创新能力强、国际竞争力高的复合型“新工科”人才的需求也不断增强。

专业提高实验主要是根据教育部关于加强实践教学环节有关要求,切实提高学生的实践能力,培养学生的创新意识,大力强化实践教学环节,所开设的实践教学课程。专业提高实验以我院教师研究背景为基础,以实训的形式展开。课程容量是每届50人,以选修课的形式进行。主要针对专业基础牢固的三、四年级的学生。从加强专业知识应用、提高专业研究兴趣、促进动手能力和团队协作精神等方面培养创新型“新工科”人才。目前实验主要涉及超常材料对声信号的控制和调节;压电薄膜和压电器件的制备;和二维过渡金属硫族化合物场效应晶体管的制备和性能。随着学院相关领域教师科研方向的调整,专业提高实验的内容也将作出调整。下面以二维过渡金属硫族化合物场效应晶体管的制备和性质研究为例,来说明专业提高实验的实验内容、目的和意义。

2. 二维过渡金属硫族化合物场效应晶体管专业提高实验

2.1. 二维过渡金属硫族化合物场效应晶体管的研究背景

近几年,石墨烯的独特光学吸收特性高度透明,低电阻率等特性逐渐被人们重视并应用到了光电器件上[1]。但石墨烯是零带隙的准金属,难以实现高的开关比,因此在场效应器件的应用上受到限制。而二维过渡金属硫族化合物由于带隙的存在[2],使其成为制备场效应晶体管的理想材料,且具有很好的开关比。Kis等[3]以高介电材料作为栅极,单层 MoS_2 作为沟道制备了场效应晶体管,其开关比高达 1×10^8 。二维单层材料具有直接带隙——价带顶和导带底都在六角晶格布里渊区的 $\text{K}(\text{K}')$ 点处。而直接带隙的半导体材料可以实现高效的光子吸收和发射,使之在光电子领域有着潜在应用。单层二维过渡金属硫族化合物都拥有发光特性,并且二维过渡金属硫族化合物中的激子效应也很明显[4]。研究表明,缺陷的出现会导致材料发光性能的降低。但是拥有阴离子空位缺陷的单层 MoS_2 在低温或者氮气环境下,能获得比原来更强的激子发光峰[5]。通常随着温度的升高,非辐射复合的几率增大,一般半导体的发光强度会下降。但在多层 MoSe_2 中,温度升高反而能使发光增强——源于温度升高增加了层间距,减小了层间耦合,从而导致了间接-直接带隙的转变[6]。由于过渡金属硫族化合物的导带底和价带顶附近电子态主要都由d轨道贡献,相似的轨道特征使得电子跃迁几率大,所以过渡金属硫族化合物也拥有很高的光吸收效率——不到1

nm 厚的单层 MoSe_2 对光的吸收能力与 50 nm 厚的硅相当[7], 这对于光伏器件应用而言也是非常有利的。

2.2. 二维过渡金属硫族化合物场效应晶体管的实验内容

2.2.1. 单层或少层过渡金属硫族化合物(TMDs)的制备

微机械剥离法是使用粘性胶带将其粘在 TMDs 块体材料(商业购买)上然后撕开, 不断地重复这一过程即获得少数层甚至单层 TMDs 纳米材料。通常采用机械剥离法成功制备的单层 MoSe_2 , 厚度约为 0.8 纳米[8]。针对本科实验教学, 微机械剥离法获得的过渡金属硫族化合物纳米材料的质量是最好的, 且该法操作简单、成本较低。操作步骤如下:

- 1) 剪取一段胶带, 取微量 TMDs 材料置于胶带中间, 接着不断的对折胶带, 直到胶带不再具有粘性。
- 2) 剪取一段新胶带, 把它覆盖到第一步的胶带表面, 将它们抚平, 经过一段时间后, 缓慢撕开两条粘在一起的胶带。
- 3) 重复上一步 3~4 次, 确保胶带上的 TMDs 材料足够薄。
- 4) 将粘附着 TMDs 的胶带覆盖在干净的 SiO_2/Si 衬底上, 用合适的力道反复抚平按压一段时间, 再缓慢的将胶带从衬底上撕开, 将 TMDs 转移到衬底上。

2.2.2. TMDs 场效应晶体管的制备(以 MoSe_2 为例[9])

在 SiO_2/Si 衬底上通过机械划痕法制备 MoSe_2 场效应管的步骤: 将粘上 MoSe_2 的衬底置于离子溅射仪的平台上, 开启小型离子溅射仪, 待参数稳定后正式启动, 一段时间后, 衬底将被一层金所覆盖(图 1(a))。找到合适厚度与大小的 MoSe_2 样品, 在三维操作台上, 通过金相显微镜划出一块合适大小的区域作场效应晶体管(图 1(a)), 经过 MoSe_2 样品划出一沟道, 隔离沟道两侧的金, 并作为源极和漏极(图 1(b))。步骤如下:

- 1) 在显微镜下找到衬底上合适大小、合适厚度的材料样品(宽大于 25 微米(针头宽度), 长不小于 20 微米, 厚度合适)。
- 2) 选择合适的显微镜放大倍率以获得足够大的视野, 通过三维操作台移动针头到合适位置, 使针头刚好接触到衬底表面(注意接触面积大小, 不能超过样品宽度)。
- 3) 移动针头, 在视野内围绕样品划出沟道形成一个合适大小的口字, 使样品在口字的中间。
- 4) 移动针头, 划出的沟道恰好经过样品的中部并且连接口字的两边, 将口字一分为二。注意使沟道两侧的材料大小相似。

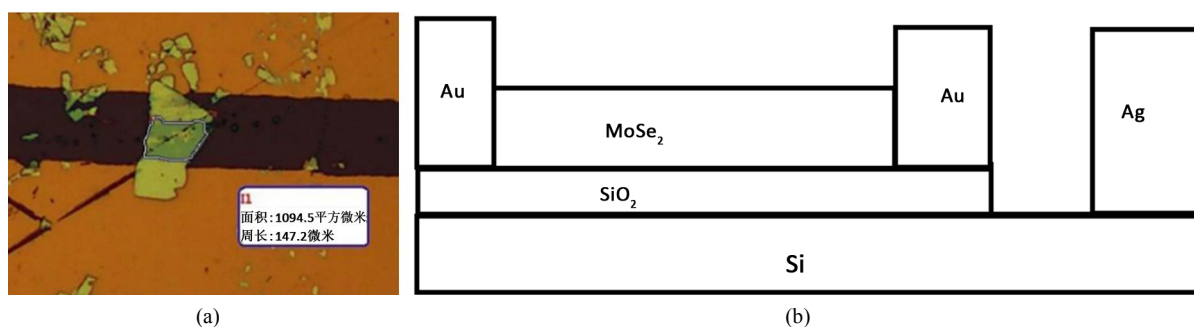


Figure 1. (a) Optical measurement size diagram of TMDs transistor, which the channel length of the transistor is 28.5 μm and the width is 42.7 μm [9] for selected region; (b) is the schematic diagram of FET. The gold layer is connected to drain, source and gate respectively. The gate is connected forward to the silicon base, and the middle silica acts as a capacitance. MoSe_2 is between gold and silica, and the number of electron from MoSe_2 to silicon base can be controlled by the bias voltage of the outer gate of loop

图 1. (a) TMDs 晶体管的光学测量尺寸图, 所选取区域和通过测量得到该晶体管的沟道长度为 28.5 μm , 沟道宽度为 42.7 μm [9]; (b) 场效应晶体管示意图。金层分别接漏极, 源极和栅极负向。栅极正向接硅底, 中间二氧化硅起着绝缘充当电容的作用。硒化钼材料在金层和二氧化硅之间。通过回路外栅极偏压, 控制了从硒化钼材料至硅底的电子的数量

2.2.3. TMDs 场效应晶体管的相关性能研究

1) 场效应晶体管的转移曲线和输出曲线的研究

场效应开关比 I_{on}/I_{off} 定义为器件在“开”态和“关”态时的源漏电流的比值。通过转移曲线(如图 2(a)所示), 该器件的关态电流 I_{off} 为 0.14×10^{-5} A, 开态电流 I_{on} 为 3.78×10^{-5} A, 因此开关比为:

$$I_{on}/I_{off} = \frac{I_{on}}{I_{off}} = \frac{3.78 \times 10^{-5}}{0.14 \times 10^{-5}} = 23.62,$$

场效应迁移率是指在单位电场下, 电荷载流子的平均漂移迁移率, 可以根据以下公式计算得到:

$$\mu = \frac{\partial I_{sd}}{\partial V_g} \left(\frac{L}{WC_i V_{sd}} \right), \quad (1)$$

其中, I_{sd} 为源漏电流, V_g 为栅压, V_{sd} 为源漏偏压, $L = L_2$ 为沟道长度, 由于有一部分样品损坏, 需要减去图中断隔约 $10 \mu\text{m}$ 故 $W = L_1 - 10 \mu\text{m}$ 为沟道宽度, C_i 为沟道与底部 S_i 之间每单位面积的栅电容率, 可以通过公式: $C_i = \epsilon_0 \epsilon_r S/d$ 得到, ϵ_0 是真空介电常数, ϵ_r 是绝缘层 SiO_2 的介电常数, d 为 SiO_2 厚度(约 300 nm), $S = \partial V_g / \partial (\lg I_{sd})$ 。图 2 是 MoSe_2 晶体管的转移和输出曲线。可以看到, 随着栅压的增加, 源漏电流增大, 表明 MoSe_2 为 N 型半导体, 在未加栅压下 ($V_g = 0 \text{ V}$), 源漏电流很大, 晶体管为开启状态, 表明零栅压下 MoSe_2 中的 N 型沟道已存在。综上分析, 单晶 MoSe_2 场效应晶体管为 N-型沟耗尽型晶体管[9]。

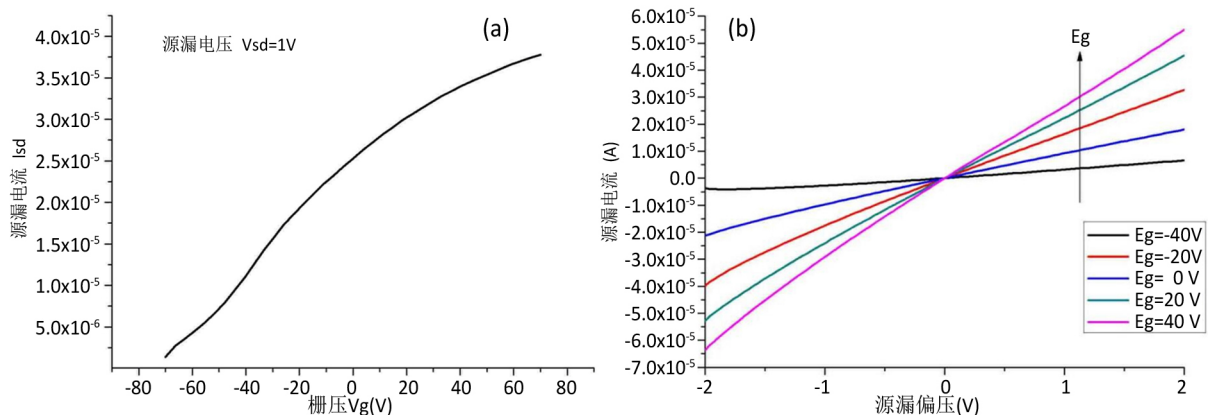


Figure 2 (a) Transfer curve of MoSe_2 FET; and (b) Output curve of MoSe_2 FET

图 2 MoSe_2 场效应晶体管的(a) 转移曲线; (b) 输出曲线

以源漏偏压 $V_{sd} = 1 \text{ V}$, 沟道长度 $L = L_2 = 28.5 \mu\text{m}$, 沟道宽度 $W = L_1 - 10 \mu\text{m}$, 真空介电常数 $\epsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12} \text{ F/m}$, SiO_2 的相对介电常数 $\epsilon_r = 3.9$, 厚度 $d = 300 \text{ nm}$ 。通过计算转移曲线的最大斜率, 得到: $\partial I_{sd} / \partial V_g = 4.25 \times 10^{-7} \text{ A/V}$, 把以上所有数值带入到迁移率计算公式(1)中, 得到迁移率 $\mu = 32.2 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ 。

2) 场效应晶体管的气敏性研究

单层或少层 MoS_2 已被证明可以作为 NO 、 NO_2 、 NH_3 和三乙胺气体的敏感探测材料。探测机理是由于吸附的气体分子导致 MoS_2 形成 N 型或 P 型转变, 从而改变 MoS_2 的载流子浓度, 从而使气体分子的扰动转变成电信号的扰动。研究显示[10], 当 MoSe_2 与不同气体接触时, 物理吸附和在其表面的气体分子之间会发生电荷转移, 从而导致其电导率的改变, 用电学信号的形式输出就实现了对气体种类或浓度的探测。密度泛函理论计算解释[11], O_2 和水分子与 TMDs 表面有着比较弱的相互作用, 它们之间的束缚

能在 70~140 meV, 并且大量的电子能够从半导体中转移到吸附在其表面的气体分子中。并且吸附在 MoSe₂ 表面的 O₂ 和水分子, 会消耗 MoSe₂ 中的电子, 从而降低 MoSe₂ 的电导率, 使电流下降。光照后, MoSe₂ 中会产生大量的电子空穴对, 使其能够吸附更多的气体分子, 将会有更多的光电子被消耗, 从而导致光灵敏度降低。

通过观察丙酮、乙醇、氨气等不同气体氛围下的 I-V 曲线和电流-时间曲线, 能发现多层 MoSe₂ 对不同的气体分子产生响应。研究显示, 器件中的源漏电流在空气和乙醇中缓慢增加, 在氨气中急速增加, 而在丙酮中却明显减少。通常用公式来定义气体灵敏度:

$$S = \frac{(I_{gas} - I_{vacuum})}{I_{vacuum}}, S^* = \frac{(I_{gas} - I^*)}{I^*} \quad (2)$$

其中, I_{gas} 为在气体中的电流, I_{vacuum} 为在真空中的电流, I^* 为在空气中的电流。同样, 定义时延 τ 为开关态间上升沿下 10% 至上 90%, 下降沿上 90% 至下 10% 的时间差。

图 3 为 MoSe₂ 对丙酮和氨气的气敏特性测试[9]。可以看出 MoSe₂ 在空气中电流持续增加, 喷洒丙酮后源漏电流瞬间减少, 然后又迅速恢复增长。所以丙酮的气体灵敏度比空气的值高, 这是由丙酮中的氧分子浓度更高, 会消耗更多的电子, 从而使电流改变更明显。相反, NH₃ 分子可以作为电子给体给予 MoSe₂ 自身电子, 从而增加其电导率。NH₃ 气体使 MoSe₂ 的漏源电流迅速增加, 然后又急速下降至原先水平。因此, 在 NH₃ 分子中, MoSe₂ 气体灵敏度更高, 灵敏度可达到了 45% 以上。电流改变量在一定程度上能反应 MoSe₂ 吸附气体的数量。从测试结果显示, 所有的气体分子, 不管氧化性气体(丙酮)还是还原性气体(NH₃), 都在气体消散后回复器件原有的电学性能。

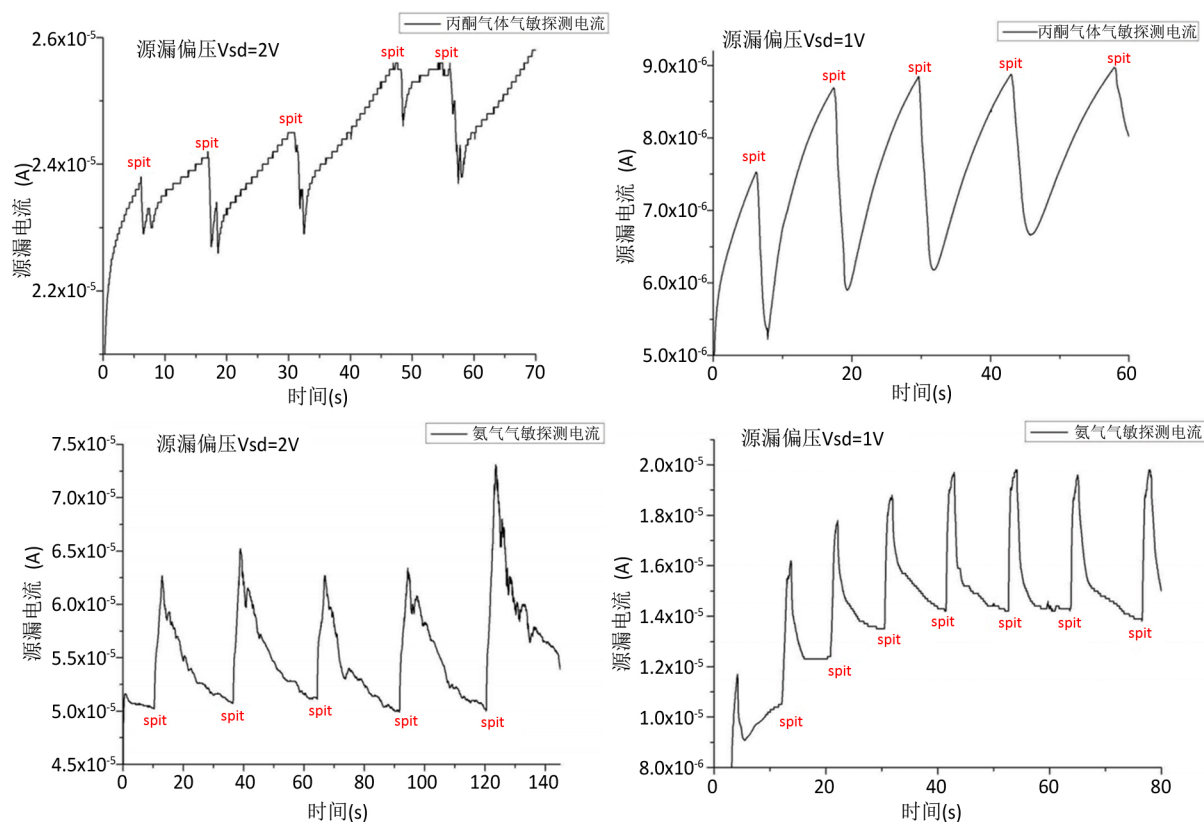


Figure 3. Gas sensitivity of MoSe₂ under acetone and ammonia atmosphere

图 3. 在丙酮和氨气氛围下 MoSe₂ 的气敏性

3) 场效应晶体管的光学性质研究

光探测器是一种能够将外界光刺激转变成电信号对光敏感的光电器件, 它在化学生物传感检查、信息等领域都有着重要的应用。工作原理: 当入射光的能量超过光探测器中有源区半导体材料的禁带宽度时, 在探测器的有源区中产生电子空穴对, 在外加反向偏压作用下, 电子向漏极漂移, 空穴向源极漂移。电子从负电极进入和空穴复合, 电子离开材料进入正电极, 外回路中产生光电流。光电流随着入射光功率变化而变化, 实现光信号被吸收然后转化成电信号的物理过程。光探测器的响应特性表征了它对高速变化的信号光功率的响应能力。响应速度越快, 其处理比特流的速率越高, 其性能也越好。响应速度通常用响应时间来描述, 包括上升时间和下降时间, 上升时间的定义为输出电信号从峰值的 10% 上升到 90% 所用的时间, 下降时间的定义为输出电信号从峰值的 90% 下降到 10% 所用的时间。影响光探测器响应时间的主要因素有三个: 载流子在材料沟道的渡跃时间, 沟道外载流子扩散产生的时间延迟和时间常数。**图 4** 是光电流探测 I-t 曲线[9]。结果显示, 薄层 MoSe₂ 材料对绿光最为敏感, 产生最强的外量子效率和光开关比。对蓝光的感应则较弱。而 MoSe₂ 对红光则有最快的响应速度。

2.3. 场效应晶体管专业提高实验的专业培养目标

在实验过程中, 学生也能够了解相关研究领域的前沿、现状以及迫切需要解决的问题。通过场效应晶体管专业提高实验, 能学习场效应晶体管的制备; 掌握场效应晶体管的工作原理; 熟悉机械剥离法制备二维材料以及机械划痕法制备场效应晶体管的过程; 了解小型离子溅射台、SM-4 探针台、2614B, KEITHLEY 双通道数字源表, 以及金相显微镜的工作原理。从专业提高实验, 希望对以后工作的动手能力, 或者读研时的科学研究能力都能提供重要的培养。

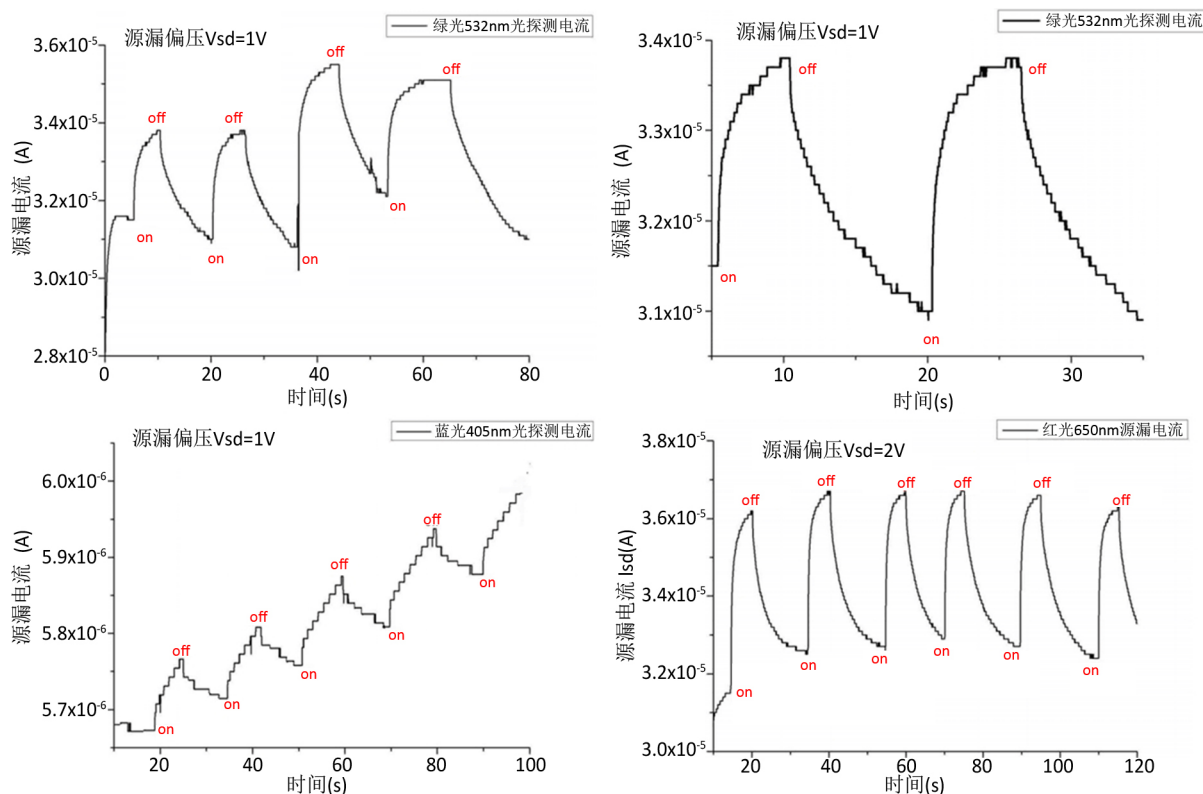


Figure 4. Green, blue and red photocurrent detective I-t curve

图 4. 绿、蓝、红光电流探测 I-t 曲线

3. 结语

专业提高实验的开展,既可以让从参与内容设计和结果分析方面加深本科阶段的学习,也可以了解多种高端科研仪器的使用,更可以激发部分学生对科学研究的兴趣,培养学生的动手能力和创新意识。从实验开展的过程和结果可以看出,学生对机械剥离法制备二维材料,显微镜下准备器件以及对器件气敏性和光敏性的研究,都大大促进了对光电子领域的认识和发展方向的把握。因此,专业提高实验的开设对专业培养是非常重要的。

参考文献

- [1] 范军领. 石墨烯传感器的研究进展[J]. 材料导报, 2012, 26(4): 31-35.
- [2] 顾品超, 张楷亮, 冯玉林, 等. 层状二硫化钼研究进展[J]. 物理学报, 2016(1): 24-32.
- [3] Radisavljevic, B., Radenovic, A., Brivio, J., Giacometti, V. and Kis, A. (2011) Single-Layer MoS₂ Transistors. *Nature Nanotechnology*, **6**, 147-150. <https://doi.org/10.1038/nnano.2010.279>
- [4] 王桂芬, 马根源. MoS₂ 激子效应的压电光声研究[J]. 半导体学报, 1989(6): 467-470.
- [5] Ekuma, C.E. and Gunlycke, D. (2018) Optical Absorption in Disordered Monolayer Molybdenum Disulfide. *Physical Review B*, **97**, Article ID: 201414. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.97.201414>
- [6] Tongay, S., et al. (2012) Thermally Driven Crossover from Indirect toward Direct Bandgap in 2D Semiconductors: MoSe₂ versus MoS₂. *Nano Letters*, **12**, 5576-5580. <https://doi.org/10.1021/nl302584w>
- [7] Chelvanathan, P., et al. (2012) Effects of Transition Metal Dichalcogenide Molybdenum Disulfide Layer Formation in Copper-Zinc-Tin-Sulfur Solar Cells from Numerical Analysis. *Japanese Journal of Applied Physics*, **51**, 10NC32. <https://doi.org/10.1143/JJAP.51.10NC32>
- [8] Li, H., Wu, J., Yin, Z. and Zhang, H. (2014) Preparation and Applications of Mechanically Exfoliated Single-Layer and Multilayer MoS₂ and WS₂ Nanosheets. *Accounts of Chemical Research*, **47**, 1067-1075. <https://doi.org/10.1021/ar4002312>
- [9] 何应宏. 新型二维 MoSe₂ 光探测器的研究[Z]. 广州: 广东工业大学, 2016.
- [10] Late, D.J., Doneux, T. and Bougouma, M. (2014) Single-Layer MoSe₂ Based NH₃ Gas Sensor. *Applied Physics Letters*, **105**, Article ID: 233103. <https://doi.org/10.1063/1.4903358>
- [11] Zhang, S.L., Hang Nguyen, T., Zhang, W., Park, Y. and Yang, W. (2017) Correlation between Lateral Size and Gas Sensing Performance of MoSe₂ Nanosheets. *Applied Physics Letters*, **111**, Article ID: 161603. <https://doi.org/10.1063/1.4986781>

Hans 汉斯

知网检索的两种方式:

1. 打开知网首页: <http://cnki.net/>, 点击页面中“外文资源总库 CNKI SCHOLAR”, 跳转至: <http://scholar.cnki.net/new>, 搜索框内直接输入文章标题, 即可查询;
或点击“高级检索”, 下拉列表框选择: [ISSN], 输入期刊 ISSN: 2331-799X, 即可查询。
2. 通过知网首页 <http://cnki.net/>顶部“旧版入口”进入知网旧版: <http://www.cnki.net/old/>, 左侧选择“国际文献总库”进入, 搜索框直接输入文章标题, 即可查询。

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: ces@hanspub.org