

偏振调制扫描光学显微镜方法*

张洋[†] 张志豪 王宇剑 薛晓兰 陈令修 石礼伟[‡]

(中国矿业大学材料与物理学院, 徐州 221116)

(2024 年 5 月 14 日收到; 2024 年 6 月 4 日收到修改稿)

基于反射差分谱原理搭建了适用于二维材料和微纳器件的偏振调制扫描光学显微镜系统, 可以实现对于材料或者器件的微米级区域进行反射差分显微成像的研究. 通过研究两种典型的二维层状材料 MoS_2 和 ReSe_2 的反射差分显微成像, 发现相比于传统的反射显微镜, 我们搭建的偏振调制扫描光学显微镜对于二维材料的层数特征更敏感, 且可以用来表征二维材料的平面光学各向异性. 相关研究有助于更进一步理解层状二维材料的层数特征和各向异性性质.

关键词: 反射各向异性光谱, 显微成像, 光学各向异性, 二维材料**PACS:** 78.20.-e, 78.20.Ci, 78.40.-q, 42.62.Fi**DOI:** 10.7498/aps.73.20240688

1 引言

自从英国曼彻斯特大学物理学家盖姆等利用机械剥离法成功地从石墨薄片中得到单层的石墨烯以来, 二维材料的新奇物理特性, 引起了广泛的研究^[1,2]. 二维材料的平面内化学键非常强, 而两层以上二维材料的层间相互作用则非常弱, 一般为范德瓦耳斯相互作用^[3,4]. 这使得二维材料可以通过机械剥离方法从其相应体材料制备而成. 多层二维材料可能有多种层间堆垛方式, 例如石墨烯存在 AB, ABC 甚至转角的堆垛方式. 二维材料按照晶格结果或堆垛方式又可以划分为各向同性 (以石墨烯、TMDs、h-BN 为代表) 和各向异性 (以 ReS_2 和黑磷为代表) 二维材料^[5]. 两种或多种性质相似的二维材料还可以形成二维合金材料 (以 TMDs 合金为代表), 甚至还可以通过人为方式按照一定序列将不同二维材料采用水平或垂直方式组装形成二维异质结构. 以上所有这些材料和结构的能带结

构和光学性质都会随着层数或者厚度的改变而显著地发生改变, 最终接近它们的三维对应物, 并且厚度是不连续的^[6-9]. 少层二维材料往往表现出不同于块状材料的独特性能. 在实验室或器件制造过程中, 准确地确定层数或获得表面的微观形貌是非常重要的. 二维材料的层数的变化规律可以通过各种方法探测, 例如光学显微镜 (衬度)、拉曼光谱、反射光谱、原子力显微镜和扫描电子显微镜等^[7,8,10-15].

光学显微镜作为最常用的表征方法, 即“裸眼”, 是一种方便的工具, 但不是定量的方法. 不同实验室的显微镜图像颜色和对比度各不相同, 非常依赖于观看者的经验^[11,14]. 原子力显微镜是确定二维材料层数的最直接方法, 但这需要相对较长的时间来进行全面表征, 并且仅提供相对较小的局部区域的信息^[15]. 此外由于与探针尖端的直接物理接触, 它还有可能损坏样品表面. 其他技术, 例如扫描电子显微镜和透射电子显微镜, 也需要较长的表征时间以及额外的样品制备才能获得样品的横截面视图以评估厚度剖面^[10,12,16]. 此类工具可能不支

* 国家自然科学基金专项基金 (批准号: 62341406)、江苏省基础研究计划 (自然科学基金)-青年基金 (批准号: BK20221113) 和徐州市科技项目-基础研究计划 (批准号: KC23004) 资助的课题.

[†] 通信作者. E-mail: yangzhang@cumt.edu.cn

[‡] 通信作者. E-mail: slw@cumt.edu.cn

持大面积二维材料的高通量和实时表征. 拉曼光谱作为一种非接触的光学表征手段, 是目前用来表征二维材料层数和堆叠方式的最有效方法之一, 但是拉曼光谱对于探测所需要的激光器和探测器要求较高, 针对二维材料尺寸较小的特点, 通常需要显微共聚焦装置^[17-19]. 反射光谱技术利用不同层数对于探测光的吸收不同, 得到不同的层数的反射率之差, 从而反推出样品的层数特征, 通常精度较差, 且无法反映二维材料的堆叠特征^[20-24]. 基于以上现状, Jiang^[25,26] 提出利用反射差分谱技术搭建了透射式和反射式的扫描偏振调制显微镜并进行了厚层二维材料的定量化研究工作, 测定了二维材料的各向异性晶轴并研究了多种厚层二维材料的光学各向异性. 本文所搭建的偏振调制扫描光学显微镜系统是在此基础上做了相应的改进, 并进行了单层和少层二维材料的研究.

本文利用反射差分谱的基本原理, 结合显微共聚焦技术, 搭建了一套可以用来表征二维材料的偏振调制扫描光学显微镜系统^[27-31]. 通过对两种典型的二维材料 MoS_2 和 ReSe_2 进行研究, 发现利用反射差分信号可以更精准地表征材料的层数变化特征. 此外对于各向异性材料, 使用偏振调制扫描光学显微镜方法还可以研究不同层数材料的光学各向异性, 甚至对于不同堆叠的异质结样品, 其可以通过光学各向异性反演材料的堆叠方式和层间耦合引入的新光学性质.

2 实验原理与仪器

2.1 实验原理及方法

偏振差分反射谱 (reflectance-difference spectroscopy, RDS; 或 reflectance-anisotropy spectroscopy, RAS) 是 Aspnes 等在 20 世纪 80 年代从椭圆偏谱仪发展出来的一种表征材料光学各向异性的光谱技术^[32]. 利用此技术, 可以在近垂直入射条件下, 测量样品平面内两个垂直方向上的反射系数差, 也就是所谓的平面光学各向异性. 其实验原理图如图 1 所示, 一束探测光束经过竖直偏振方向的起偏器后照射到样品表面, 然后经过样品反射进入与起偏器偏振方向同向的光弹调制器 (photoelastic modulators, PEM), 最后经过与起偏器偏振方向成 45° 的检偏器, 利用光电探测器接收探测信号. 在这种实验配置下, 要求实验样品的平面光

学各向异性的光学主轴方向与入射面成 45° 夹角. 例如对于 (001) 方向生长的闪锌矿 GaAs 材料来说, 平面光学各向异性主轴通常为 $[110]$ 和 $[\bar{1}\bar{1}0]$, 假设 GaAs 的反射系数用 r 来表示, 那么根据图 1 的实验装置可以直接测量材料的两个光学主轴反射系数之差, 表示形式如下:

$$\frac{\Delta r}{r} = 2 \frac{r_{110} - r_{\bar{1}\bar{1}0}}{r_{110} + r_{\bar{1}\bar{1}0}},$$

其中 r_{110} 和 $r_{\bar{1}\bar{1}0}$ 分别是沿着 $[110]$ 和 $[\bar{1}\bar{1}0]$ 方向上偏振极化的光波的反射系数. 需要指出的是, 反射率 r 通常为一个复数, 因此 RDS 信号 $\Delta r/r$ 也是一个复数, 包含实部和虚部, 通过特殊的实验配置, 可同时测试出来.

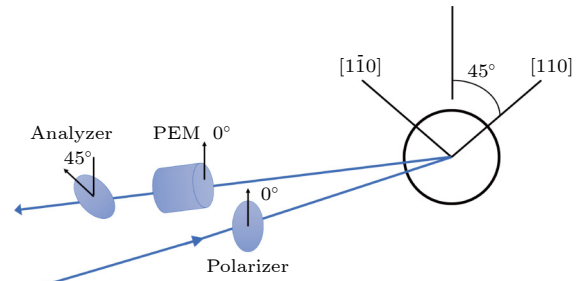


图 1 RDS 的实验原理图

Fig. 1. Experimental schematic diagram of RDS.

本文研究的二维材料均在纳米量级, 通常需要衬底的支撑, 可以简化为简单的三相模型 (空气、二维材料和衬底), 根据三相模型可知 RDS 的虚部信号可以表示为

$$\text{Im}(\text{RDS}) = \frac{4\pi d}{\lambda} \cdot \frac{\Delta\epsilon}{\epsilon_s - 1},$$

其中 d 为二维材料的厚度, $\Delta\epsilon$ 代表薄膜介电函数实部在平面内两个光学主轴的差别, ϵ_s 为衬底的介电函数, λ 为入射波长. 对于多种二维材料组成的异质结, 需要利用传输矩阵结合具体的材料组成结构进行分析, 详细的推导过程可以参考文献^[33, 34].

2.2 实验仪器及光路

传统的 RDS 测试光路, 通常采用氙灯作为光源, 且光斑尺寸为毫米或者厘米量级, 适用于半导体量子阱等半导体外延材料的宏观各向异性研究. 但层状二维材料特别是机械剥离制备的样品具有尺寸较小、衬度不明显等特点, 传统的 RDS 不适用研究层状材料的各向异性. 结合激光扫描光电光谱的实验装置, 我们自行搭建了一套基于 RDS

原理的偏振调制扫描光学显微镜系统, 实现了微米级别的空间分辨率并具有二维成像功能, 具体光路图如图 2 所示.

偏振调制扫描光学显微系统的光源选取 532 nm 的高稳定性固体激光器, 激光器发射的激光经过反射镜反射到小孔滤波器中, 滤除杂波. 小孔滤波器后放置透镜, 经过透镜之后, 激光束变成一束平行光. 然后平行光束经过起偏器, 起偏器的方向为竖直方向, 起偏器后放置斩波器用来调制光的频率, 并与锁相放大器连用. 经过起偏器后的激光光束再经过光弹调制器 PEM, 其中光弹调制器的主轴方向与水平面成 45°, PEM 的调制频率为 50 kHz, 调制的相位延迟为 0.383. 此时, 再通过两台锁相放大器分别以参考信号为 50 kHz (PEM 调制频率的基频) 和 100 kHz (PEM 调制频率的倍频) 进行锁相放大, 则可以同时测量出 RDS 的虚部和实部信号. 经过 PEM 调制后的偏振光束, 经过分光棱镜垂直入射到 50 倍的长焦物镜中, 经过物镜汇聚, 光斑尺寸可以达到 1 μm . 样品放置在位于物镜正下方的微纳米平移台上, 通过微纳米平移台可以控制样品移动, 实现二维扫描的功能, 微纳米平移台的最小步进为 1 μm . 经过样品的反射光, 再经过反射镜入射到与 PEM 主轴方向相同的检偏器中, 然后经过物镜和小孔, 照射到光电探测器中. 从光电探测器探测到的电信号, 同时接入 3 台锁相放大器. 为了后续讨论方便, 这里我们为 3 台锁相做如

下定义: 参考频率为斩波器频率的锁相称之为直流锁相, 其信号为 DC 信号, 反映的是样品的反射率信息; 参考频率为 PEM 调制频率 (50 kHz) 的锁相称之为基频锁相, 其信号为 1F 信号, 反映的是样品 RDS 信号的虚部信息; 参考频率为 PEM 调制频率倍频 (100 kHz) 的锁相称之为倍频锁相, 其信号为 2F 信号, 反映的是样品 RDS 信号的实部信息.

同时, 为了能够观测样品的位置, 方便调节光路, 我们还设计了一套辅助照明光路, 照明光源为一宽光谱的 LED 光源, 经过半反半透耦合进测试光路, 可以经过探测器 (CCD) 实时监测样品位置.

2.3 样品制备

实验中用到的 MoS_2 和 ReSe_2 样品通过机械剥离 CVD 生长的块体样品得到, 利用胶带反复剥离, 然后将少层的样品放置在 SiO_2/Si 衬底上, 其中 SiO_2 层厚度为 300 nm. 在显微镜下寻找合适的样品区域, 具体所选的 MoS_2 和 ReSe_2 样品区域如后文图 3(a) 和图 6(a) 所示, 选取原则为同一区域内包含从单层到多层的层数变化.

3 结果与讨论

首先利用辅助照明光路, 找到合适的样品研究区域, 如图 3(a) 所示, 扫描区域包含无样品区域、

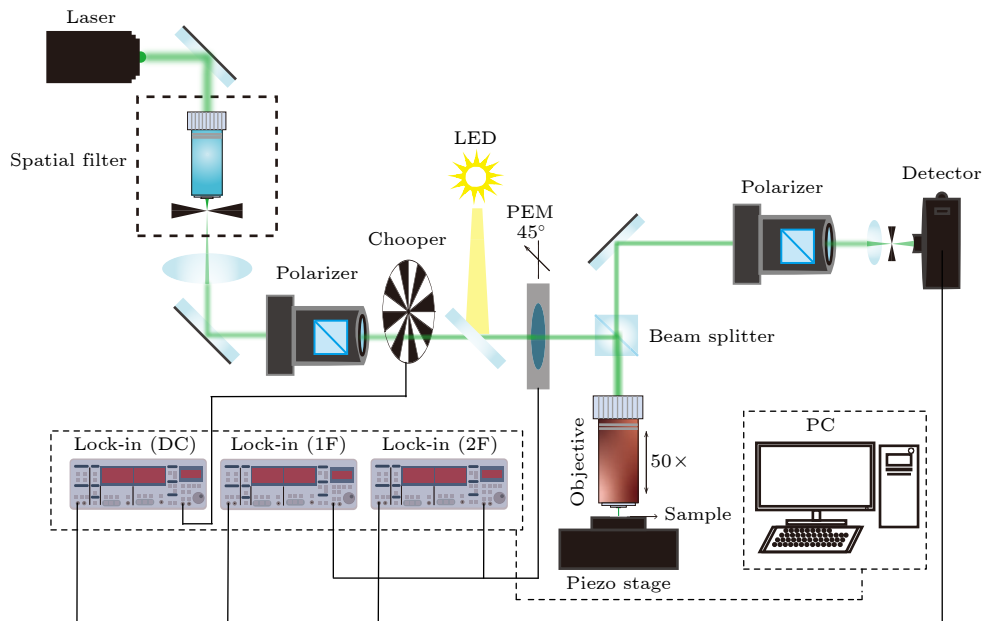


图 2 偏振调制扫描光学显微镜光路图

Fig. 2. Polarization-modulated scanning optical microscope optical path diagram.

单层样品区域及多层样品区域, 然后调节显微物镜的焦距, 将焦点位置聚焦在样品表面, 此时光斑尺寸大概为 $1\ \mu\text{m}$. 利用微纳米平移台进行样品扫描, 通过三台锁相同时采集 DC, 1F 和 2F 信号. 图 3(c) 是逐点扫描得到的 DC 信号的二维图像, 从图 3(c) 可以看出, 反射信号的强弱一定程度上反映了 MoS_2 的不同层数的变化. 图 3(b), (d) 分别为相同的样品区域, 但是样品旋转 90° 后的显微镜照片和对应的 DC 信号的二维图像, 图 3 中黑色标度尺为 $10\ \mu\text{m}$, 二维平移台的扫描步进为 $1\ \mu\text{m}$. 比较图 3(c), (d) 发现, 样品旋转 90° , DC 信号的相对强弱区域没有变化, 反射信号的大小不随着样品方位角的变化而变化.

图 4(c), (d) 分别为图 4(a), (b) 对应的扫描范围内, MoS_2 样品的 2F 信号的二维图像. 可以看出

相比于反射信号 (DC 信号) 来说, MoS_2 的各向异性 RDS 信号呈现相同的分布特征, 即 RDS 信号的强弱反映了样品层数的变化规律特征. 通常文献报道的 RDS 信号, 随着样品的方位角改变, 0° 和 90° 信号会出现反号现象 (这也是常用的判断光学各向异性的办法), 但在 MoS_2 的 2F 信号中, 此现象并没有出现, 通过查阅相关文献, 有报道指出在 SiO_2 衬底上 MoS_2 对称性较高, 是各向同性的^[35]. 因此, 我们认为系统测到的 2F 信号是 DC 信号引起的, 所以变化区域也和 DC 信号类似.

接着, 为了详细比较反射信号和 RDS 信号对于样品层数变化的监控能力强弱, 绘制了对应区域的 DC 信号和 2F 信号的空间映射图, 如图 5(a), (b) 所示, 图 5(a) 为反射信号 (DC 信号) 的强度随着空间坐标的变化关系, 图 5(b) 为 RDS 信号 (2F)

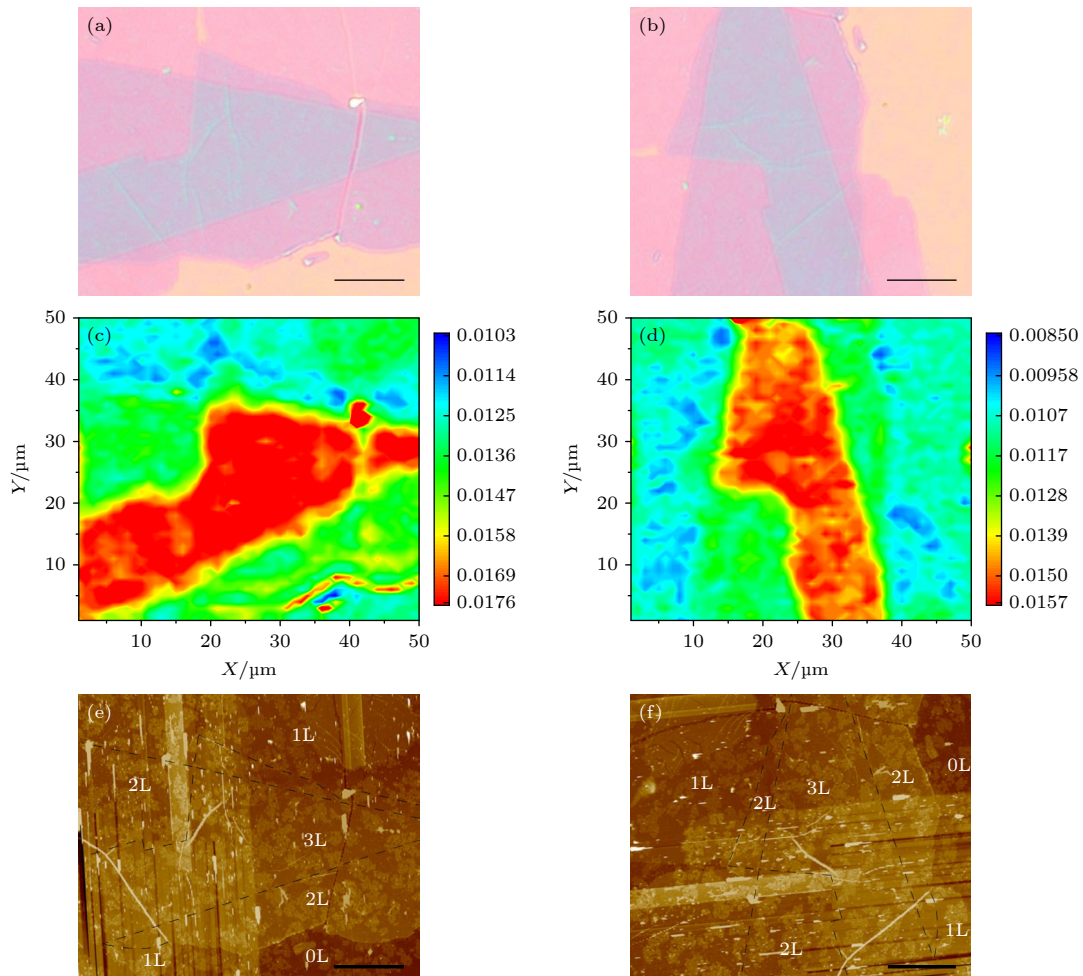


图 3 MoS_2 光学显微镜照片及反射谱二维图像 (a) 0° 的 MoS_2 光学显微镜照片; (b) 90° 的 MoS_2 光学显微镜照片; (c), (d) 分别为对应的 MoS_2 反射谱 (DC 信号) 的二维图像; (e), (f) 分别为对应的 MoS_2 AFM 图像. 黑线为标度尺, 大小为 $10\ \mu\text{m}$

Fig. 3. Optical microscope image and reflectance spectrum two-dimensional (2D) image of MoS_2 : (a) Optical microscope photographs of MoS_2 at 0° ; (b) optical microscope photographs of MoS_2 at 90° ; (c), (d) 2D images of the corresponding MoS_2 reflection spectra (DC signals), respectively; (e), (f) AFM images of the corresponding MoS_2 . The black line is a scale with a size of $10\ \mu\text{m}$.

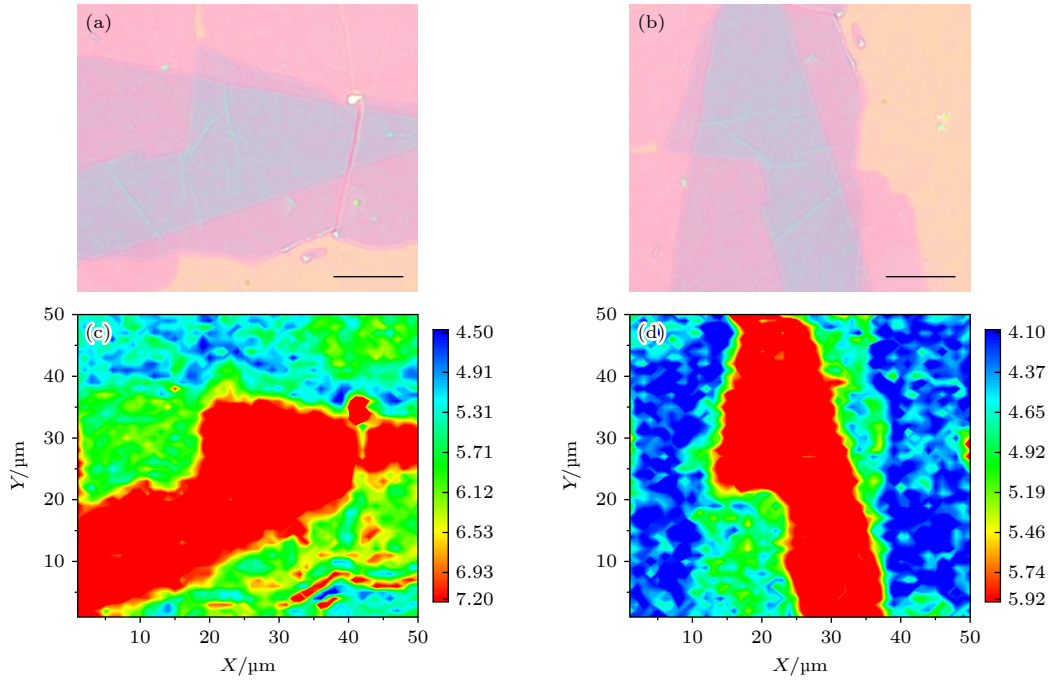


图 4 MoS₂ 光学显微镜照片及反射差分谱二维图像 (a) 0°的 MoS₂ 光学显微镜照片; (b) 90°的 MoS₂ 光学显微镜照片; (c), (d) 分别为对应的 MoS₂ 各向异性信号 (RDS 信号) 的二维图像. 黑线为标度尺, 大小为 10 μm

Fig. 4. Optical microscope image and reflectance differential spectrum 2D Image of MoS₂: (a) Optical microscope photographs of MoS₂ at 0°; (b) optical microscope photographs of MoS₂ at 90°; (c), (d) 2D images of the corresponding MoS₂ anisotropic signal (RDS signal), respectively. The black line is a scale with a size of 10 μm.

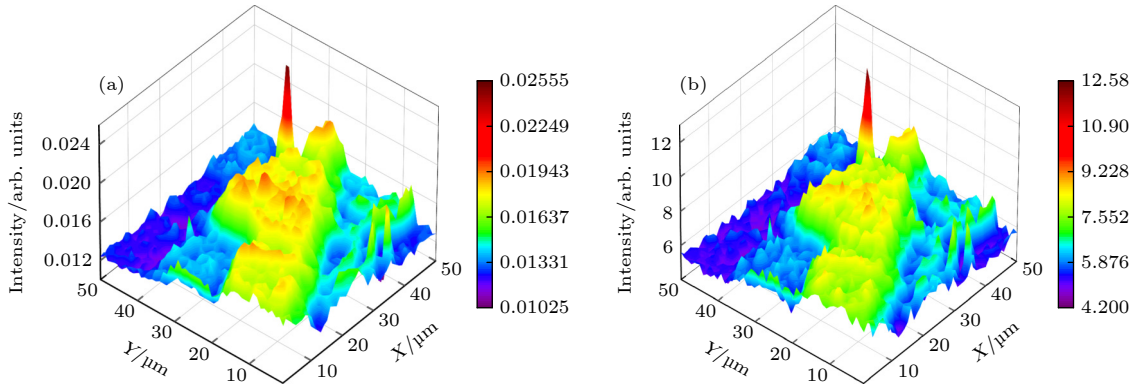


图 5 MoS₂ 反射谱与反射差分谱的空间映射图 (a) 不同层数 MoS₂ 的反射谱的强度空间映射图; (b) 不同层数 MoS₂ 的 RDS 信号强度空间映射图

Fig. 5. Spatial mapping of MoS₂ reflectance spectrum and reflectance differential spectrum: (a) Intensity spatial mapping of reflection spectra for different layers of MoS₂; (b) intensity spatial mapping of RDS signal for different layers of MoS₂.

随着空间坐标的变化关系. 通过比较两图发现, 反射信号不仅受到材料层数改变导致的吸收系数的影响, 还受到衬底的影响, 其信号强度有一个很大的背景, 而对应的 RDS 信号更多的来自于样品, 其相对强度在样品层数变化时, 可产生数量级上的变化. 此外, 值得注意的是, 图 5 中存在一些尖峰信号, 通过比较样品的显微镜照片, 可以发现尖峰信号来源于局部的厚层样品, 为真实的测试数据. 因此, 即使对于没有各向异性的样品, 我们搭建的

偏振调制扫描光学显微镜, 其偏振调制信号对于层状材料的层数相比于普通的反射谱也更敏感. 为了探究各向同性材料的层数与 RDS 信号强度的定性关系, 制备了 5 层、10 层、15 层等多层样品, 进行了 RDS 的相关测试, 并且绘制了 RDS 信号强度与 MoS₂ 层数的变化关系图, 如图 6 所示. 从图 6 可以看到在层数较少时, 少层 MoS₂ 的 RDS 信号强度与层数呈线性关系, 可以通过 RDS 信号的强弱来判断 MoS₂ 的层数. 相比于原子力显微镜、扫

描电子显微镜等, 偏振调制扫描光学显微镜不仅可以比较准确地监控层状二维材料的层数变化, 而且还是无损非接触的表征手段.

为了更进一步地评判我们搭建的偏振调制扫描光学显微镜系统对于样品各向异性的表征能力, 利用机械剥离的办法同样制备了具有明显各向异性的层状二维材料样品 ReSe_2 , 为了与 MoS_2 的实验结果进行对比, 同样将样品放置在 300 nm 厚的 SiO_2 衬底上. 和前面提到的测试方法类似, 将光斑聚焦在待测样品的表面, 利用微纳水平移台进行二维扫描. 图 7 是扫描结果. 图 7(a), (b) 分别为样品 0° 和旋转 90° 后的显微镜照片, 照片中不同的颜色

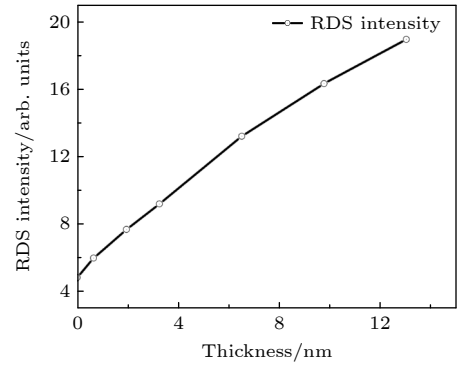


图 6 不同层数 MoS_2 的 RDS 信号强度随层数的变化
Fig. 6. Relationship between the RDS signal intensity of MoS_2 and the number of layers.

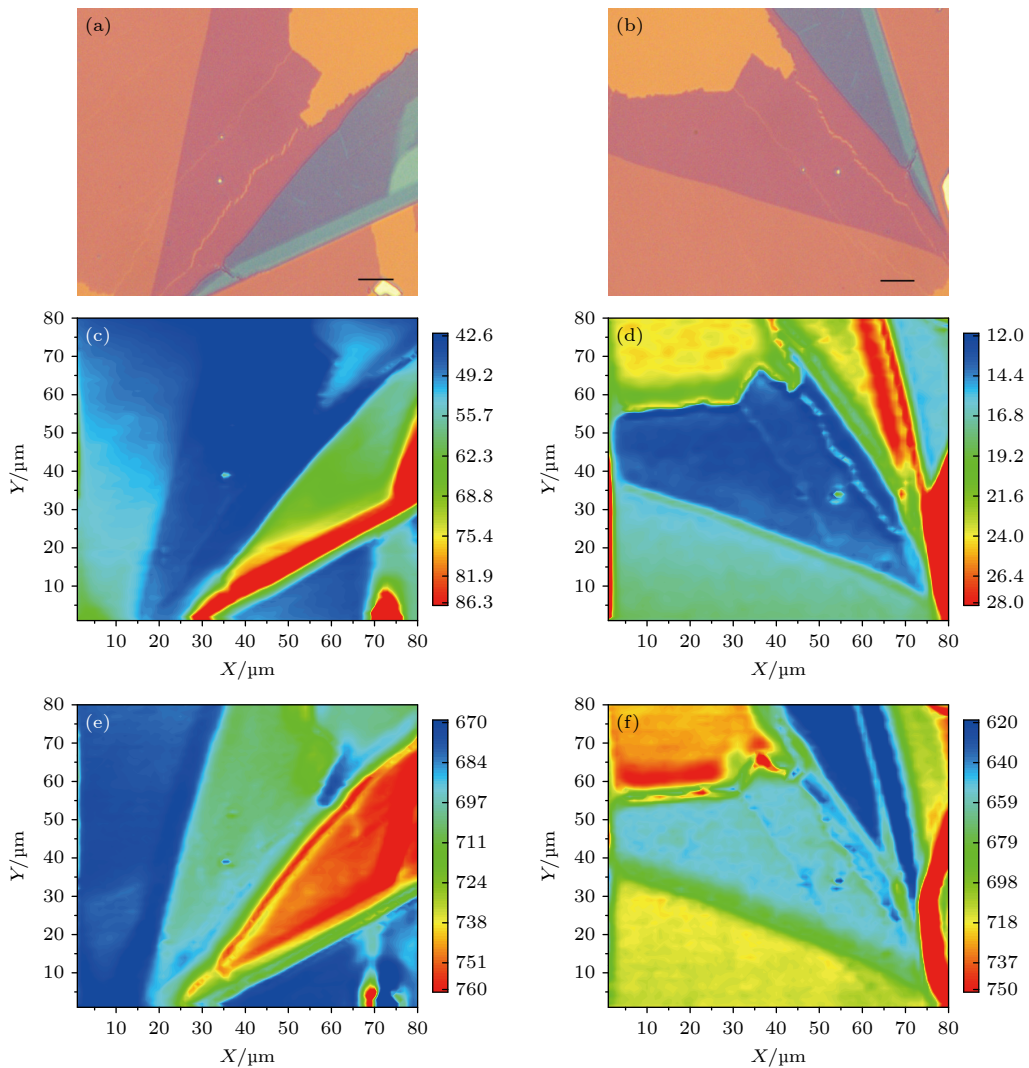


图 7 ReSe_2 的光学显微镜照片、DC 信号的二维图像及 RDS 信号的二维图像 (a) 0° 的 ReSe_2 的光学显微镜照片; (c) 0° 的 ReSe_2 的 DC 信号的二维图像; (e) 0° 的 ReSe_2 的 RDS 信号的二维图像; (b) 90° 的 ReSe_2 的光学显微镜照片; (d) 90° 的 ReSe_2 的 DC 信号的二维图像; (f) 90° 的 ReSe_2 的 RDS 信号的二维图像. 黑线为标度尺, 大小为 $10 \mu\text{m}$

Fig. 7. Optical microscope image of ReSe_2 , 2D image of DC signal, and 2D image of RDS signal: (a) Optical microscope photographs of ReSe_2 at 0° ; (c) 2D image of DC signal of ReSe_2 at 0° ; (e) 2D image of RDS signal of ReSe_2 at 0° ; (b) optical microscope photographs of ReSe_2 at 90° ; (d) 2D image of DC signal of ReSe_2 at 90° ; (f) 2D image of RDS signal of ReSe_2 at 90° . The black line is a scale with a size of $10 \mu\text{m}$.

代表不同层数的 ReSe_2 样品, 选取扫描区域的原则与上面类似, 同样是包含 0 层、单层、多层区域, 照片中的黑色标度尺为 $10 \mu\text{m}$. 图 7(c), (d) 分别是样品 0° 和旋转 90° 后的 DC 信号的二维图像, 与前文中提到的 MoS_2 样品的 DC 信号类似, 反映的是样品反射信号随样品层数的变化规律. 图 7(e), (f) 分别是样品 0° 和旋转 90° 后的 RDS 信号的二维图像, 相比于各向同性的 MoS_2 样品, ReSe_2 的 RDS 信号随着样品旋转 90° 在二维图像的某些区域发生了反号现象 (即相比如 0° 的 RDS 信号, 样品旋转 90° 后, 某些区域的 RDS 信号从红色变成了蓝色, 从蓝色变成了红色), 这种旋转 90° 后反号的现象, 在传统的 RDS 光谱研究中非常常见, 通常通过是否反号来判断信号是否反映样品的各向异性. 从文献 [36] 报道可知, ReSe_2 具有最低对称的三斜晶体结构, 其平面内的 a 轴和 b 轴为各向异性主轴方向, a 方向和 b 方向的原子排布不同. 此外, 仔细比较图 7(e), (f), 会发现 ReSe_2 的层数不同, 在同一实验配置下, 测到的 RDS 信号强弱也不同. 究其原因, 一方面, 层数的改变引起了测试过程中的反射率的改变, 从而直接影响所探测到的反射信号; 另一方面, 不同层数的 ReSe_2 其层间相互作用的强弱不同, 层间作用有可能会引起不同层的光学各向异性的差异.

从图 7(e), (f) 可以看出, 偏振调制扫描光学显微镜方法可以用来表征层状二维材料的光学各向异性, 即使是对于单层的二维材料来说, 其各向异性依旧可以通过偏振调制扫描光学显微镜来研究. 并且随着各向异性二维材料的层数变化, 其光学各向异性的强度也在发生明显变化, 通过我们搭建的偏振调制扫描光学显微镜系统可以监控层数变化引起的各向异性强度的变化. 这为研究二维材料的光学各向异性 and 对称性随层数的变化特征提供了新的有力工具和手段.

4 结 论

针对传统的 RDS 技术光斑较大, 精度较低的问题, 结合激光扫描光谱和 RDS 技术, 搭建了一套偏振调制扫描光学显微镜系统. 通过对于两种典型的层状二维材料 MoS_2 和 ReSe_2 进行研究, 发现偏振调制扫描光学显微镜系统不仅可以用来表征二维材料的层数变化, 而且对于层数差异引入的光

学各向异性也非常敏感, 该装置为非接触研究低维层状材料的光学各向异性提供了一种高效的技术解决方案. 同时如果结合二维材料异质结制备转移台和超连续白光光谱, 我们搭建的偏振调制扫描光学显微镜系统有望能够表征二维异质结中层间激子引入的平面光学各向异性, 为异质结光学性质的研究提供新的解决方法.

参考文献

- [1] Castro Neto A H, Guinea F, Peres N M R, Novoselov K S, Geim A K 2009 *Rev. Mod. Phys.* **81** 109
- [2] Geim A K, Novoselov K S 2007 *Nat. Mater.* **6** 183
- [3] Geim A K, Grigorieva I V 2013 *Nature* **499** 419
- [4] Butler S Z, Hollen S M, Cao L, Cui Y, Gupta J A, Gutierrez H R, Heinz T F, Hong S S, Huang J, Ismach A F, Johnston-Halperin E, Kuno M, Plashnitsa V V, Robinson R D, Ruoff R S, Salahuddin S, Shan J, Shi L, Spencer M G, Terrones M, Windl W, Goldberger J E 2013 *ACS Nano* **7** 2898
- [5] Qiao J, Kong X H, Hu Z X, Yang F, Ji W 2014 *Nat. Commun.* **5** 4475
- [6] Wang Q H, Kalantar-Zadeh K, Kis A, Coleman J N, Strano M S 2012 *Nat. Nanotechnol.* **7** 699
- [7] Splendiani A, Sun L, Zhang Y B, Li T S, Kim J, Chim C Y, Galli G, Wang F 2010 *Nano Lett.* **10** 1271
- [8] Mak K F, Lee C, Hone J, Shan J, Heinz T F 2010 *Phys. Rev. Lett.* **105** 136805
- [9] Chhowalla M, Shin H S, Eda G, Li L J, Loh K P, Zhang H 2013 *Nat. Chem.* **5** 263
- [10] Kim T, Kim D, Kim T, Kim H, Shin C 2022 *Microsc. Microanal.* **28** 1604
- [11] Dong X C, Li H W, Yan Y T, Cheng H R, Zhang H X, Zhang Y C, Le T D, Wang K, Dong J, Jakobi M, Yetisen A K, Koch A W 2022 *Adv. Theory Simul.* **5** 2200140
- [12] de Graaf S, Kooi B J 2022 *2D Mater.* **9** 015009
- [13] Xiao Y P, Zheng W W, Yuan B, Wen C, Lanza M 2021 *Cryst. Res. Technol.* **56** 2100056
- [14] Jin Y, Yu K 2021 *J. Phys. D: Appl. Phys.* **54** 393001
- [15] Zhou X, Liu Y S, Hu X M, Fang L, Song Y M, Liu D M, Luo J B 2020 *Nanotechnology* **31** 285710
- [16] Caplins B W, Holm J D, Keller R R 2019 *Carbon* **149** 400
- [17] Liang F, Xu H J, Wu X, Wang C L, Luo C, Zhang J 2018 *Chin. Phys. B* **27** 037802
- [18] Zhang X, Qiao X F, Shi W, Wu J B, Jiang D S, Tan P H 2015 *Chem. Soc. Rev.* **44** 2757
- [19] Li X L, Qiao X F, Han W P, Lu Y, Tan Q H, Liu X L, Tan P H 2015 *Nanoscale* **7** 8135
- [20] Lee K R, Youn J, Yoo S 2024 *Nanophotonics* **13** 1417
- [21] Wang Q, Qin J, Xiao Y, Xu W, Ding L 2023 *Electronics* **12** 864
- [22] Zou B, Zhou Y, Zhou Y, Wu Y Y, He Y, Wang X N, Yang J F, Zhang L H, Chen Y X, Zhou S, Guo H X, Sun H R 2022 *Nano Res.* **15** 8470
- [23] Wang S Y, Chen G X, Guo Q Q, Huang K X, Zhang X L, Yan X Q, Liu Z B, Tian J G 2021 *Nanoscale Adv.* **3** 3114
- [24] Qiao X F, Li X L, Liu H N, Shi W, Liu X L, Wu J B, Tan P H 2016 *Acta Phys. Sin.* **65** 136801 (in Chinese) [乔晓粉, 李晓莉, 刘赫男, 石薇, 刘雪璐, 吴江滨, 谭平恒 2016 物理学报 **65** 136801]

- [25] Jiang H, Shi H Y, Sun X D, Gao B 2018 *Appl. Phys. Lett.* **113** 213105
- [26] Jiang H, Shi H Y, Sun X D, Gao B 2018 *ACS Photonics* **5** 2509
- [27] Huang W, Yu J L, Liu Y, Peng Y, Wang L J, Liang P, Chen T S, Xu X G, Liu F Q, Chen Y H 2024 *Chin. Phys. B* **33** 037801
- [28] Huang W, Liu Y, Zhu L P, Zheng X T, Li Y, Wu Q, Wang Y X, Wang X Q, Chen Y H 2016 *Opt. Express* **24** 15059
- [29] Yu J L, Chen Y H, Cheng S Y, Lai Y F 2013 *Appl. Opt.* **52** 1035
- [30] Wu S J, Chen Y H, Yu J L, Gao H S, Jiang C Y, Huang J L, Zhang Y H, Wei Y, Ma W Q 2013 *Nanoscale Res. Lett.* **8** 298
- [31] Kim E D, Majumdar A, Kim H, Petroff P, Vuckovic J 2010 *Appl. Phys. Lett.* **97** 053111
- [32] Aspnes D E, Harbison J P, Studna A A, Florez L T 1987 *Phys. Rev. Lett.* **59** 1687
- [33] Shen W F 2019 *Ph. D. Dissertation* (Tianjin: Tianjin University) (in Chinese) [沈万福 2019 博士论文 (天津: 天津大学)]
- [34] Jiang H 2019 *Ph. D. Dissertation* (Haerbin: Harbin Institute of Technology) (in Chinese) [蒋虎 2019 博士论文 (哈尔滨: 哈尔滨工业大学)]
- [35] Shi Y F, Wang L L, Q X F, Li S, Liu Y, Li X L, Zhao X H 2020 *Nanoscale Res. Lett.* **15** 43
- [36] Ermolaev G A, Voronin K V, Toksumakov A N, Grudinin D V, Fradkin I M, Mazitov A, Slavich A S, Tatmyshevskiy M K, Yakubovsky D I, Solovey V R, Kirtaev R V 2024 *Nat. Commun.* **15** 1552

Polarization modulation scanning optical microscopy method*

Zhang Yang[†] Zhang Zhi-Hao Wang Yu-Jian Xue Xiao-Lan
Chen Ling-Xiu Shi Li-Wei[‡]

(School of Materials Science and Physics, China University of Mining and Technology, Xuzhou 221116, China)

(Received 14 May 2024; revised manuscript received 4 June 2024)

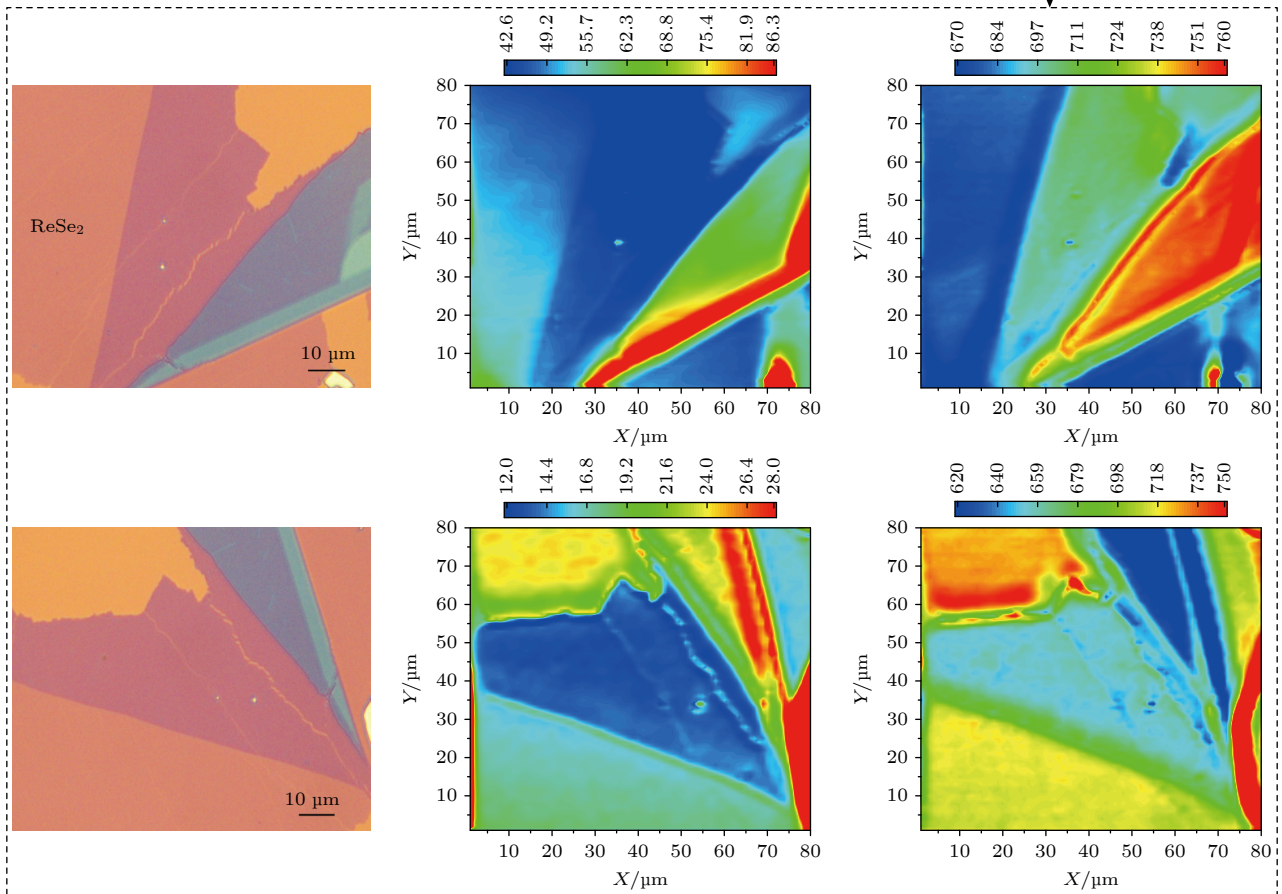
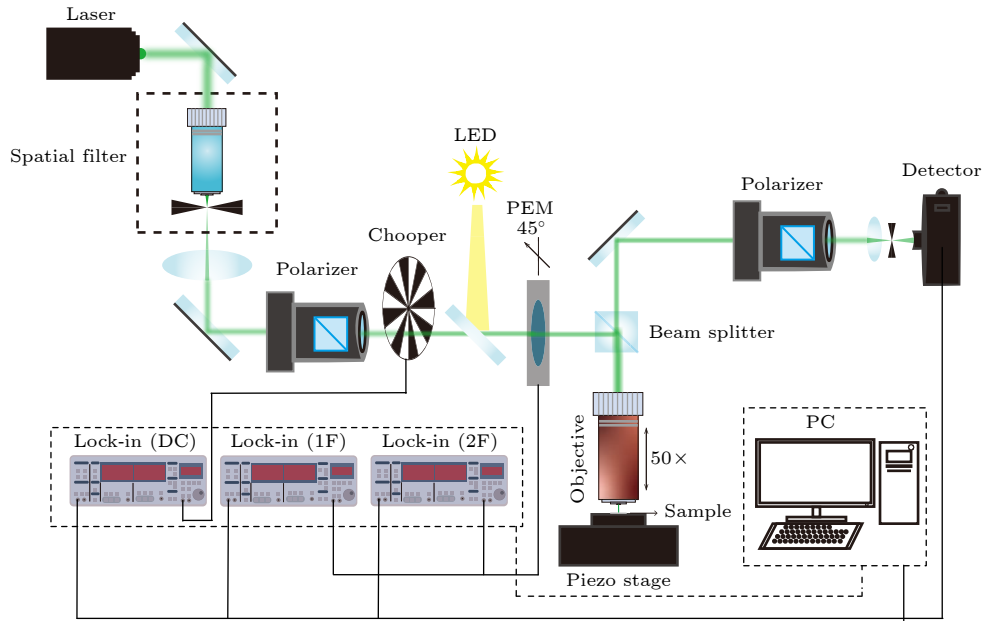
Abstract

Since the discovery of monolayer graphene, the novel physical properties of two-dimensional (2D) materials, particularly those with fewer layers that often exhibit unique properties different from bulk materials, have received significant attention. Therefore, accurately determining the layer number or obtaining the microscopic surface morphology is crucial in the laboratory fabrication and during device manufacturing. However, traditional detection methods have numerous drawbacks. There is an urgent need for a convenient, accurate, and non-destructive scientific method to characterize the layer number and surface microstructure of 2D materials. By combining the experimental setup of laser scanning photocurrent spectroscopy, we develop a polarization-modulated scanning optical microscope based on the principle of reflectance difference spectroscopy. By monitoring the reflectivity of the samples, we can observe changes in the reflection signal strength of MoS₂ with different layer numbers. The intensity of the reflectance differential spectral signal reflects changes in the layer count within the sample. We can characterize the changes in the number of layers of 2D materials in a non-contact manner by using polarization-modulated scanning optical microscopy. Through the study of the reflectance differential spectra of two typical 2D layered materials, MoS₂ and ReSe₂, we find that our polarization-modulated scanning optical microscope system is also more sensitive to the characteristics of the stacking anisotropy of the 2D materials than the conventional reflection microscope. This indicates that our research contributes to a better understanding of the layer number characteristics and anisotropic properties of layered 2D materials. Furthermore, our research also provides a non-contact optical method to characterize the number of layers and optical anisotropy of two-dimensional layered material.

* Project supported by the Special Funds of the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 62341406), the Young Scientists Fund of the Natural Science Foundation of Jiangsu Province, China (Grant No. BK20221113), and the Science and Technology Project-Basic Research Plan of Xuzhou, China (Grant No. KC23004).

[†] Corresponding author. E-mail: yangzhang@cumt.edu.cn

[‡] Corresponding author. E-mail: slw@cumt.edu.cn



Keywords: reflectance anisotropy spectroscopy, microscopic imaging, optical anisotropy, two-dimensional materials

PACS: 78.20.-e, 78.20.Ci, 78.40.-q, 42.62.Fi

DOI: [10.7498/aps.73.20240688](https://doi.org/10.7498/aps.73.20240688)



偏振调制扫描光学显微镜方法

张洋 张志豪 王宇剑 薛晓兰 陈令修 石礼伟

Polarization modulation scanning optical microscopy method

Zhang Yang Zhang Zhi-Hao Wang Yu-Jian Xue Xiao-Lan Chen Ling-Xiu Shi Li-Wei

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 73, 157801 (2024) DOI: 10.7498/aps.73.20240688

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.73.20240688>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

准一维层状半导体 $\text{Nb}_4\text{P}_2\text{S}_{21}$ 单晶的面内光学各向异性

In-plane optical anisotropy of quasi-one-dimensional layered semiconductor $\text{Nb}_4\text{P}_2\text{S}_{21}$ single crystal

物理学报. 2023, 72(21): 218102 <https://doi.org/10.7498/aps.72.20231539>

集成二维材料非线性光学特性研究进展

Research progress of nonlinear optical properties of integrated two-dimensional materials

物理学报. 2023, 72(17): 174202 <https://doi.org/10.7498/aps.72.20230729>

二维磁性材料的物性研究及性能调控

Study on physical properties and magnetism controlling of two-dimensional magnetic materials

物理学报. 2021, 70(12): 127801 <https://doi.org/10.7498/aps.70.20202146>

二维黑磷的光学性质

Optical properties of two-dimensional black phosphorus

物理学报. 2021, 70(2): 027802 <https://doi.org/10.7498/aps.70.20201497>

黑磷的多声子共振拉曼散射

Resonant Multi-phonon Raman scattering of black phosphorus

物理学报. 2020, 69(16): 167803 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200696>

二维材料的转移方法

Methods of transferring two-dimensional materials

物理学报. 2021, 70(2): 028201 <https://doi.org/10.7498/aps.70.20201425>