

# 电子束辐照对锗锑碲非晶薄膜影响的研究

王疆靖, 蒋婷婷, 田琳, 张丹利, 张伟

(西安交通大学 金属材料强度国家重点实验室 微纳尺度材料行为研究中心, 陕西 西安 710049)

**摘要:** 相变存储器是目前最具潜力的新式存储设备之一, 其存储性能主要取决于相变材料的结构-性能关系, 因此结构表征对于相变存储非常重要。透射电子显微镜(TEM)是表征材料形貌、结构的重要手段, 但是高能电子束会对材料的结构造成暂时或永久性的影响, 这种影响也为表征非晶相变材料带来了极大的挑战, 包括已经商业化的 GeSbTe 合金。利用原位 TEM 系统地研究了电子束辐照对 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 非晶薄膜样品的影响, 发现非晶薄膜在较大电子束束流强度下会发生结晶化, 而降低束流强度将能够有效保持非晶的稳定性。量化了电子束束流诱发 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 非晶薄膜晶化的阈值, 给出了电子束流强度和辐照诱导相变时间的关系, 为利用 TEM 研究 GeSbTe 非晶材料的结构与性能提供了有效的安全界限。

**关键词:** GeSbTe; 非晶; 电子束辐照; 结晶化; 原位 TEM

**中图分类号:** O751 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2019)02-0110-06

## Effects of Electron Beam Irradiation on Amorphous GeSbTe Film

WANG Jiangjing, JIANG Tingting, TIAN Lin, ZHANG Danli, ZHANG Wei

(Center for Advancing Materials Performance from the Nanoscale, State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

**Abstract:** Phase-change memory is a promising candidate for next generation memory devices. The storage performance greatly depends on the structure-property relation of the core material, chalcogenide phase-change materials (PCMs), which makes the characterization of atomic structure and defects of PCMs crucial to the development of phase-change memory. Transmission electron microscopy (TEM) is a useful technique for the characterization of the morphology and structure of materials. However, the high-energy electron beams can cause temporary or permanent structural changes in materials. These beam effects in fact pose challenges in measuring the structural details of amorphous PCMs, including the commercialized GeSbTe compounds. Here, we carried out a systematic *in-situ* TEM study on amorphous GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> thin films with the focus on electron beam effects. We showed that the amorphous films crystallized quickly if they were subjected to high-density electron beams, while by reducing the beam intensity, the amorphous phase can be sustained for longer periods. The threshold values of electron beam intensity under given irradiation time were determined quantitatively, and a map displaying the relationship of beam intensity and irradiation time was provided. Our work suggests a safe range for TEM investigations of structural details of amorphous GeSbTe materials.

**Key words:** GeSbTe; amorphous; electron beam irradiation; crystallization; *in-situ* TEM

## 1 前言

随着电子显微技术的发展, 透射电子显微镜越来越成为材料结构表征的一种不可或缺的手段。尤其是在场发射电子枪和球差校正器日渐普及的今天, 透射电子显

微镜的高分辨能力及高放大倍率等特点, 使得研究人员可以高效获取材料的组织形貌和结构特征等信息<sup>[1, 2]</sup>。但透射电子显微镜在为研究带来便利的同时, 作为光源的高能电子束也会不可避免地材料造成一定影响<sup>[3]</sup>, 特别是对电子束敏感的材料, 甚至会引起材料原子结构的改变<sup>[4, 5]</sup>, 因此如何减小透射电子显微镜中电子束对敏感材料的影响, 一直是透射电子显微技术中的焦点问题之一<sup>[6]</sup>。

透射电子显微镜在研究以硫族化物为主的相变材料时具有极大优势。相变材料晶态和非晶态之间的物理性

收稿日期: 2018-10-30 修回日期: 2018-12-24

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(61774123, 51621063)

第一作者: 王疆靖, 男, 1988 年生, 博士研究生

通讯作者: 张伟, 男, 1985 年生, 教授, 博士生导师,

Email: wzhang0@mail.xjtu.edu.cn

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.2019.02.05

能差异巨大, 因此在非易失性电学、光学数据存储设备中具有重要应用<sup>[7-12]</sup>, 其各个相的原子结构及内部缺陷, 对相变材料快速相变机理及电子性质的研究具有重要的意义<sup>[13-21]</sup>。在探索相变材料原子结构及缺陷的过程中, 透射电子显微镜起到了至关重要的作用, 从最初利用电子束衍射及高分辨像表征其晶体结构<sup>[22-24]</sup>, 到近期利用差校正的高角环形暗场像-扫描透射电子显微实验 HAADF-STEM (high angle annular dark field-scanning TEM) 观察晶体相原子结构及内部缺陷<sup>[25-29]</sup>, 以及利用原子分辨率的能量色散 X 射线实验 EDX (energy dispersive X-ray) 表征其元素分布<sup>[14, 30, 31]</sup>, 透射电子显微镜可以为相变材料的晶体结构甚至相变过程的研究提供最直观的实验证据<sup>[31-33]</sup>。

除了晶体相, 非晶相的局部结构对于非晶相的稳定性及非晶-晶体相变机理的研究也至关重要, 但由于非晶相中尺寸极小的局部结构及其对电子束的敏感性, 目前关于透射电子显微镜表征 GeSbTe 非晶结构的报道并不多见。Hirata 等近期利用透射电子显微镜的埃米束电子衍射结合局部反蒙特卡罗模型 (local reverse Monte Carlo modeling) 模拟, 才直观地探测出 GeSbTe 非晶材料的局部结构为畸变残缺的八面体结构<sup>[34]</sup>。但与此同时, 研究人员发现非晶相的 GeSbTe、SiSbTe 和 TiSbTe 等相变材料在电子束辐照下均会发生晶化<sup>[35-38]</sup>, 这使得上述关于非晶相结构的报道产生了一些争议。在这种情况下, 系统地研究电子束辐照对相变材料非晶相的影响, 明确材料在电子束辐照下晶化的诱发条件, 并进一步量化测量过程中电子束强度的安全阈值就成为了亟待解决的问题。

本文针对非晶相 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub>, 利用透射电子显微镜在 TEM 模式下进行了不同程度的原位电子束辐照实验, 全面分析了不同电子束流对 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 相变材料非晶相的影响, 量化了电子束束流诱发材料相变的阈值, 为 GeSbTe 材料非晶相的透射电子显微镜结构表征提供了有效的安全界限。

## 2 实验

为方便透射电子显微镜表征, 本文利用磁控溅射技术分别在 Si 基底和覆盖有超薄碳膜的铜载网上沉积了 400 和 80 nm 两种不同厚度的 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 非晶薄膜, 并覆盖了一层厚度约为 3~5 nm 的 ZnS-SiO<sub>2</sub> 层以防止样品氧化。文中 TEM 模式下的辐照和结构表征工作是在 JEOL-JEM-2100F 场发射透射电子显微镜上完成的, 其工作电压为 200 keV。

## 3 结果与讨论

对 GeSbTe 薄膜来说, 电学性能的测试通常是利用沉

积在 Si 基底上的薄膜进行的, 为了使结构表征的结果与性能测试相对应, 本课题组首先对沉积在 Si 基底上的非晶薄膜进行了电子束辐照实验。200 keV 是透射电子显微镜表征材料结构的常用电压, 因此本课题组选择了 200 keV 的加速电压进行辐照。图 1a 为沉积在 Si 基底上的 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 非晶薄膜的明场像, 图中薄膜的边缘部分为薄区, 利用电子能量损失谱实验 EELS (electron energy loss spectroscopy) 测试其厚度约为 100 nm, 电子束足以穿透样品并进行形貌结构表征。图中红圈部分即为电子束辐照的非晶区域, 可以看到薄区部分衬度相对均匀,

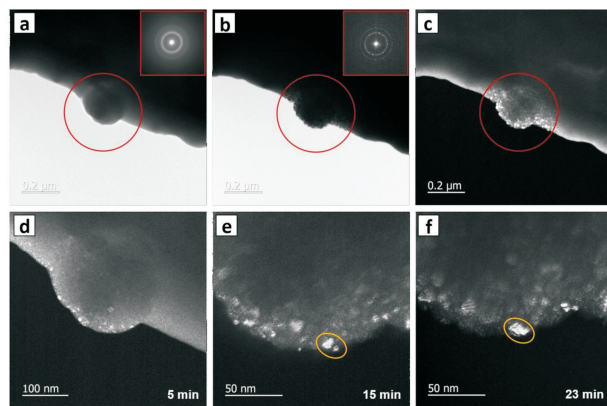


图1 电子束辐照 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 非晶薄膜实验: (a, b) 沉积在 Si 衬底上的 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 非晶薄膜在电子束辐照前后的明场像 (红圈所示即为辐照范围, 插图为相应的 SAED 图谱), 图 a 中的衍射斑为典型的非晶弥散环状图谱, 图 b 中则是由一些明锐斑点构成的同心圆, 说明在电子束辐照下薄膜发生了非晶到多晶的转变; (c) 图 b 对应的暗场像, 红圈区域中的亮点即为晶粒; (d~f) 薄膜辐照 5、15、23 min 时的暗场像, 随着辐照的进行, 晶粒尺寸也在变大, 并最终达到 10~20 nm。图 e 中黄圈内的两个晶粒在图 f 中合并为一个晶粒, 说明在辐照的过程中也发生了晶粒合并

Fig. 1 Electron beam irradiation in amorphous GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> film: (a, b) the bright field images of as-deposited and irradiated GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> film on Si substrate, respectively (the area inside the red cycle is the irradiation area, the inserts illustrate the corresponding SAED patterns), the SAED pattern shows diffraction halos in Fig. 1a, while shows sharp concentric rings in Fig. 1b, which indicates the amorphous structure of as-deposited film and the polycrystalline structure of irradiated film; (c) the corresponding dark field image of Fig. 1b, the bright spots inside the red cycle are grains; (d~f) the dark field images of irradiation area with 5, 15, 23 min electron beam irradiation, respectively. same as c, the areas with brighter contrast are grains, the grain size increases with irradiation time, and eventually grows to 10~20 nm. Two different grains inside the yellow cycle in Fig. 1e merge into one in Fig. 1f, which suggests that grain merging happens during growth

边缘比较平滑,插图中的选区电子衍射(selected area electron diffraction, SAED)图谱也呈现了非晶样品典型的弥散环状特征;电子束辐照后的 TEM 明场像如图 1b 所示,从形貌上来看,薄膜边缘凹凸不平,且有明显的明暗衬度变化,插图中的 SAED 图谱也不再是弥散状,取而代之的是由大量明锐斑点组成的环状图谱,这些明锐的斑点即为多晶的衍射图谱,上述特征均说明电子束辐照区域的薄膜已经发生相变,由非晶相变成了晶体相,Zhou 等在  $\text{GeSb}_2\text{Te}_5$  中也观察到类似现象<sup>[36]</sup>,这在一定程度上说明常见的  $\text{GeSbTe}$  非晶薄膜在电子束辐照下皆有可能发生结晶化现象。图 1c 为图 1b 对应的 TEM 暗场像,暗场像是依靠衍射束成像,物镜光阑套中特定的衍射斑,与该衍射斑晶体取向一致的晶粒会在图像中呈现出较亮的衬度,因此利用暗场像可以很容易地观察到图像中的晶粒,图 1c 红圈中衬度明亮的区域均为  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  晶体颗粒。

鉴于暗场像更易于辨认晶体颗粒,本课题组选择利用暗场像来记录辐照过程中的结构变化。图 1d~1f 记录了电子束辐照 5、15 和 23 min 时的暗场像,同图 1c 一样,图中衬度较亮的区域均为晶粒,可以看出随着辐照时间的推移,薄膜中的晶粒不仅数目增多,尺寸也在增大。图 1e 中黄圈所示区域的两个不同晶粒,随着辐照的进行,在图 1f 中合并为一个晶粒,说明晶粒在长大过程中也伴随着晶粒合并的现象。

确定了电子束辐照可以诱发  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜的晶化后,我们继续对晶化过程及晶体结构进行进一步的分析。图 2 利用 TEM 高分辨像和 SAED 图谱记录了  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜在电子束辐照下不同阶段的形貌结构特征,辐照电压为 200 keV,电子束密度为  $6.25 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 。图 2a 为薄膜辐照前的高分辨像,其原子呈均匀无序的分布状态,衍射斑也表现为弥散的环状,可以确定是均匀的非晶相。经过 5 min 辐照后,图 2b 中的高分辨像可以看到部分区域已经表现出明显的晶体取向,如图中白色虚线所示,对应区域的衍射图谱虽然还是以弥散状为主,但也可以观察到一些明锐的斑点,说明薄膜中已经出现了晶核。与 Zhu 等利用电子束辐照诱导的  $\text{Sb}_2\text{Te}_3$  非晶薄膜以生长为主导的晶化机制<sup>[38]</sup>不同的是,当辐照进行到 20 min 时,图 1c 中的高分辨像显示  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  薄膜中的晶粒不仅数量增多,尺寸也大小不一,说明在原有晶核生长的过程中不断有新的晶核生成,这些特征均说明  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  薄膜的晶化过程是由形核主导的。Kalb 等观察到  $\text{GeSbTe}$  材料在激光的热效应下也是以形核主导的晶化机制<sup>[39]</sup>,这在一定程度上说明在热效应的作用下形核是  $\text{GeSbTe}$  材料结晶过程的重要机制之一。同时,图中可以清晰地看到晶粒已经基本占据了整个画面,且相应衍射

图谱中已经看不到弥散状特征,而是由明锐的斑点组成的同心环状图谱,几个主要的衍射环已经全部出现,说明此时  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  已经基本完成晶化,形成比较稳定的多晶体结构。衍射图谱的标定结果显示晶化后的  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  为立方相结构,统计的晶粒尺寸也都集中在 10~20 nm 之间,与文献中退火实验所测的立方相~19 nm 的晶粒尺寸相吻合<sup>[40]</sup>,这也从侧面证明了 200 keV 电子束辐照诱导下形成的晶粒为立方相晶体。

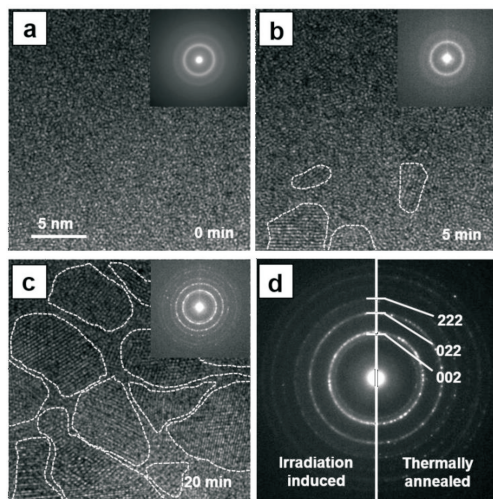


图 2 电子束辐照  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜晶化过程中的形貌结构表征:(a~c)辐照过程的高分辨像,插图为相应的 SAED 图谱。辐照前的高分辨像(图 a)均匀无序,衍射斑也呈现出弥散环状特征,是标准的非晶相;5 min 辐照之后,图 b 部分区域可以观察到明显的晶体取向(如图中白色虚线所示区域),衍射图谱虽然还是以弥散环状为主,但也观察到一些明锐的斑点,说明薄膜已经开始发生晶化;随着辐照进行到 20 min,图 c 中薄膜已经基本晶化完全。(d)分别展示了辐照诱导和退火结晶薄膜的 SAED 图谱,两者的主要衍射环一一对应,说明辐照诱导结晶的样品为立方相

Fig. 2 HRTEM characterization of  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  crystallization process under electron beam irradiation: (a~c) HRTEM images with 0, 5, 20 minutes electron beam irradiation, the inserts are corresponding SAED patterns. HRTEM images shows a highly disordered structure without any sign of ordered clusters before irradiation, SAED patterns also illustrates diffusion halos, confirms the fully amorphous nature. With 5 min irradiation, some crystal orientation has been observed in Fig. 2b, as marked with white dashed lines. Although the corresponding SAED pattern is still dominated by diffusion halos, some sharp spots can be observed, indicating that some areas of the film have crystallized. As the irradiation time increases to 25 min, the amorphous film crystallized almost completely in Fig. 2c. (d) SAED patterns of irradiated crystalline film and thermal annealed crystalline film, respectively. These two SAED patterns match well with each other, indicating that irradiation-induced crystallized sample is in cubic phase



更重要的是，本课题组对同样的非晶样品在管式炉中 150 ℃ 下进行了 60 min 的退火处理，随后利用透射电子显微镜进行了结构表征，图 2d 显示了电子束辐照及退火处理所得多晶体的 SAED 图谱对比图，两者主要的衍射环一一对应，说明辐照诱导和退火结晶得到的多晶相是一致的。Tomforde 等也观察到同样的现象，并据此推断 GeSbTe 的结晶化是由电子束的热效应导致的<sup>[41]</sup>，但电子束对材料的作用非常复杂，除了热效应外，还有撞击效应、离子化效应、溅射效应和静电效应等<sup>[3]</sup>，因此电子束辐照下 GeSbTe 的结晶化是否是由热效应引起的，还需要进一步的研究。

明确了辐照诱导 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 薄膜晶化的晶体结构之后，为进一步明确电子束束流诱发材料相变的条件，本课题组设计了一系列实验进行探索。在 200 keV 下利用不同电子束束流对 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 非晶薄膜进行辐照，图 3a 中的强度为  $1.88 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ，插图中的傅里叶变换 (fast fourier transform, FFT) 图谱可以看到当辐照进行到 13 min

时已经可以看到明显的多晶斑点，说明 13 min 时薄膜已经开始晶化；图 3b 中的电子束强度为  $1.25 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ，比图 3a 中稍小，直到辐照实验进行到 60 min，傅里叶变换图谱中才观察到多晶斑点的出现，而 90 min 时也没有实现完全晶化，高分辨像中依然可以观察到大量非晶区域，傅里叶变换图谱中也保留了部分弥散环状的特征；图 3c 中的电子束强度则更小，为  $9.40 \times 10^{11} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ，辐照 90 min 后的高分辨像中并没有观察到明显的晶体取向，傅里叶变换图谱也保持了弥散环状的特征，说明薄膜依然没有发生晶化。从上述实验结果来看，GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 非晶薄膜发生晶化所需时间随着电子束强度的减小而增加，当强度减小到  $9.40 \times 10^{11} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  时，薄膜在 90 min 内很难发生晶化。这一趋势与 Tomforde 等在 300 keV 的透射电子显微镜中观察到的实验结果类似：GeSbTe 非晶薄膜在电子束强度较低的观察模式下并未晶化，而在电子束强度较高的转换模式下迅速晶化<sup>[41]</sup>。

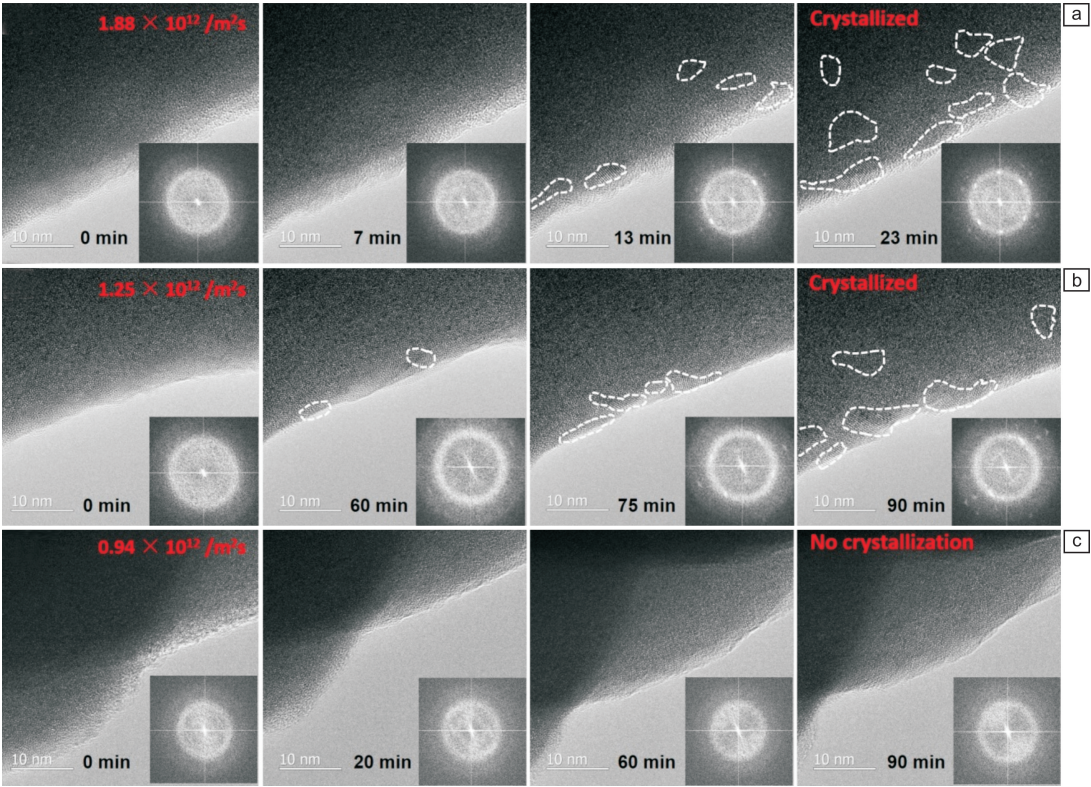


图 3 不同电子束束流强度下进行的 GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 非晶薄膜的辐照实验：(a)  $1.88 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ，(b)  $1.25 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ，(c)  $0.94 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  (插图为相应的 FFT 图谱)。如实验所示，GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> 非晶薄膜发生晶化所需时间随着电子束强度的减小而增加，当强度减小到  $9.40 \times 10^{11} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  时，薄膜在 90 min 内很难发生晶化

Fig. 3 Electron beam irradiation experiments of amorphous GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> film under different electron beam density: (a)  $1.88 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ , (b)  $1.25 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ , (c)  $0.94 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  (The inserts are the corresponding FFT patterns, which is similar to SAED pattern that could identify whether the sample is crystallized). As shown in the series of experiments, the crystallization time of amorphous films gradually increases with the electron beam intensity decreases. As the intensity of the electron beam decreases to  $0.94 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ , the amorphous film does not crystallize within 90 minutes, indicating a threshold of electron beam induced crystallization in amorphous GeSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> films



沉积在 Si 上的薄膜虽然足够进行辐照实验,但由于电子束无法穿透极厚的 Si 衬底,很难实现电子束辐照的量化表征,因此本课题组在铜载网上沉积了厚度约为 80 nm 的  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜进行同样的辐照实验以量化电子束辐照诱导非晶相  $\text{GeSbTe}$  材料结晶化的阈值。首先进行了一组对比实验,实验条件与上文一致,辐照电压为 200 keV,电子束强度为  $6.25 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 。结果显示随着辐照的进行,80 nm 的  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜与前文实验的结晶行为完全一致,唯一的区别仅在于其晶化速度比沉积在 Si 基底上的薄膜更快,这是由于样品厚度不同导致的,沉积在 Si 基底上的薄膜较厚,因此需要更长的时间来诱导晶化。对比实验说明利用沉积在铜载网上的  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜量化电子束诱导  $\text{GeSbTe}$  材料晶化的阈值是可行的。

为了量化电子束强度诱发  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜晶化的阈值,本课题组对  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜进行了不同程度的电子束辐照实验,得出了电子束辐照强度与样品结晶化时长的关系,结果如图 4 所示,电子束辐照强度与

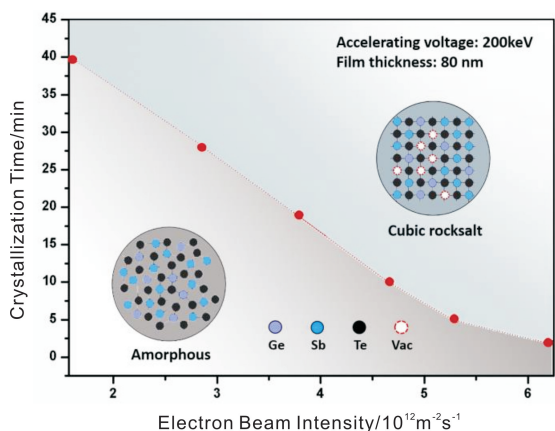


图 4 电子束强度与  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜结晶时间的关系。电子束强度与晶化时间呈反比关系,电子束强度越高,晶化所需时间越短。虚线上方蓝色区域表示薄膜会发生晶化,下方灰色区域表示不会发生晶化。插图为相应的原子结构简图,图中紫色、蓝色、黑色和白色小球分别代表 Ge, Sb, Te 原子和空位

Fig. 4 Relation of beam intensity and irradiation time of  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  films. The electron beam intensity is inversely proportional to the crystallization time, the higher the electron beam intensity, the shorter the crystallization time. The dashed line suggests a safe range to sustain the amorphous phase under the electron beam irradiation. Under the accelerating voltage of 200 keV, the ~80 nm films remain amorphous in the area below the dashed line, while crystallization occurs above the line. The inserts display the corresponding structure of samples, in which the purple, blue, black and white cycles represent Ge, Sb, Te atoms and vacancy, respectively

$\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜晶化时间呈反比关系,电子束强度越低,晶化所需时间越长,当电子束强度减小到  $1.57 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  时,非晶薄膜在 40 min 内并未发生晶化。正常情况下,40 min 足以完成一般的形貌、结构表征过程,因此图中红色虚线可以认为是透射电子显微镜中表征  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜的安全阈值,虚线以下样品保持了非晶态,虚线以上样品则发生了晶化。结合上文中实验,可以得出结论:在加速电压为 200 keV 的 TEM 模式下,电子束辐照会诱导  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜发生晶化,但具有一个安全阈值,对于厚度接近 100 nm 的非晶薄膜来说,当电子束强度接近或小于  $1.00 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  时,对样品进行分析表征是安全的,表征过程中非晶薄膜的形貌结构不会受到电子束的明显影响。

## 4 结 论

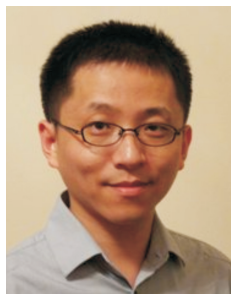
本文通过磁控溅射沉积技术分别在 Si 基底和超薄碳支持膜铜载网上制备了不同厚度的  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶薄膜,利用场发射透射电子显微镜在 TEM 模式下对制备的非晶薄膜样品进行了不同程度的电子束辐照实验,全面分析了不同电子束流对  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  非晶材料的影响,发现非晶薄膜在较大束流的辐照下会发生晶化,晶化所需时间与束流强度成反比;量化了电子束束流诱发  $\text{GeSb}_2\text{Te}_4$  薄膜晶化的阈值,明确了电子束流强度和辐照诱导相变时间的关系,对于厚度接近 100 nm 的非晶薄膜,当电子束强度低于  $1.00 \times 10^{12} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  时,样品在表征过程中很难晶化。透射电子显微镜中的原位电子束辐照实验对锗碲碲相变材料的非晶结构表征及相变机理的研究具有重要的参考意义,尤其是辐照相变阈值的量化,可以有效地指导透射电子显微镜实验过程中尽可能避免电子束辐照对相变材料的影响。

## 参考文献 References

- [1] Jia C L, Urban K W, Alexe M, et al. *Science* [J], 2011, 331: 1420–1423.
- [2] Du H C, Jia C L, Mayer J, et al. *Advanced Functional Materials* [J], 2015, 25: 6369–6373.
- [3] Egerton R F, Li P, Malac M. *Micron* [J], 2004, 35: 399–409.
- [4] Bae I T, Weber W J, Ishimaru M. *Applied Physics Letters* [J], 2007, 90: 121910.
- [5] Ishimaru M. *Applied Physics Letters* [J], 2010, 96: 191908.
- [6] Zhang D L, Zhu Y H, Liu L M, et al. *Science* [J], 2018, 359: 675–679.
- [7] Wuttig M, Yamada N. *Nature Materials* [J], 2007, 6: 824–832.
- [8] Wang J J, Xu Y Z, Mazzarello R, et al. *Materials* [J], 2017, 10: 862.
- [9] Sun Z M, Zhou J, Ahuja R. *Physical Review Letters* [J], 2006, 96: 055507.

- [10] Li Y, Zhong Y, Xu L, *et al. Scientific Reports*[J], 2013, 3: 1619.
- [11] Welnic W, Botti S, Reining L, *et al. Physical Review Letters*[J], 2007, 98: 236403.
- [12] Wong H S P, Raoux S, Kim S B, *et al. Proceedings of the IEEE*[J], 2010, 98: 2201–2227.
- [13] Rao F, Ding K, Zhou Y X, *et al. Science*[J], 2017, 358: 1423–1427.
- [14] Wang J J, Ronneberger I, Zhou L, *et al. Nanoscale*[J], 2018, 10: 7363–7368.
- [15] Lotnyk A, Bernütz S, Sun X, *et al. Acta Materialia*[J], 2016, 105: 1–8.
- [16] Ross U, Lotnyk A, Thelander E, *et al. Applied Physics Letters*[J], 2014, 104: 121904.
- [17] Bragaglia V, Arciprete F, Zhang W, *et al. Scientific Reports*[J], 2016, 6: 23843.
- [18] Kolobov A V, Fons P, Saito Y, *et al. ACS Omega*[J], 2017, 2: 6223–6232.
- [19] Casarin B, Caretta A, Momand J, *et al. Scientific Reports*[J], 2016, 6: 22353.
- [20] Alexander V K, Paul F, Anatoly I F, *et al. Nature Materials*[J], 2004, 3: 703–708.
- [21] Alexander V K, Paul F, Junji T, *et al. Japanese Journal of Applied Physics* [J], 2005, 44: 3345–3349.
- [22] Kooi B J, Hosson J T M D. *Journal of Applied Physics*[J], 2002, 92: 3584–3590.
- [23] Zhang L, Han X D, Zhang Z. *Journal of Alloys and Compounds* [J], 2012, 537: 71–75.
- [24] Chen B, Brink G H, Palasantzas G, *et al. Scientific Reports*[J], 2016, 6: 39546.
- [25] Lotnyk A, Hilmi I, Ross U, *et al. Nano Research*[J], 2018, 11 (3): 1676–1686.
- [26] Ross U, Lotnyk A, Thelander E, *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2016, 676: 582–590.
- [27] Momand J, Wang R, Boschker J E, *et al. Nanoscale*[J], 2017, 9: 8774–8780.
- [28] Momand J, Wang R, Boschker J E, *et al. Nanoscale*[J], 2015, 7: 19136–19143.
- [29] Mio A M, Privitera S M S, Bragaglia V, *et al. Nanotechnology* [J], 2017, 28: 065706.
- [30] Meister S, Kim S B, Cha J J, *et al. ACS Nano*[J], 2011, 5: 2742–2748.
- [31] Zhang B, Zhang W, Shen Z J, *et al. Applied Physics Letters*[J], 2016, 108: 191902.
- [32] Wang J J, Wang J, Du H C, *et al. Chemistry of Materials*[J], 2018, 30: 4770–4777.
- [33] Zheng Y, Cheng Y, Huang R, *et al. Scientific Reports*[J], 2017, 7: 5915.
- [34] Hirata A, Ichitsubo T, Guan P, *et al. Physical Review Letters*[J], 2018, 120: 205502.
- [35] Kooi B J, Groot W M G, Hosson J T M D. *Journal of Applied Physics*[J], 2004, 95: 924–932.
- [36] Zhou D, Wu L, Wen L, *et al. Japanese Journal of Applied Physics* [J], 2018, 57: 041401.
- [37] Zhu M, Xia M J, Rao F, *et al. Nature Communications*[J], 2014, 5: 4086.
- [38] Zhu M, Xia M J, Song Z T, *et al. Nanoscale*[J], 2015, 7: 9935–9944.
- [39] Kalb J, Spaepen F, Wuttig M. *Applied Physics Letters*[J], 2004, 84: 5240–5242.
- [40] Matsunaga T, Yamada N. *Physical Review B* [J], 2004, 69: 104111.
- [41] Tomforde J, Bensch W, Kienle L, *et al. Chemistry of Materials* [J], 2011, 23: 3871–3878.

(编辑 吴 锐)



特约撰稿人顾佳俊

顾佳俊：男，1975年生，上海交通大学教授、博士生导师，2012年入选教育部“新世纪优秀人才计划”。主要研究方向是基于自然生物结构遗态材料的设计、性



特约撰稿人张 伟

能、及机理研究以及二维材料的研究与应用。近5年(2012~2016)在*Adv. Mater.* (IF: 19.0, 2篇), *ACS Nano* (IF: 13.3, 4篇), *Adv. Funct. Mater.* (IF: 11.4, 2篇)等高水平SCI期刊发表

论文47篇，SCI他引860余次，授权国家发明专利1项。由于论文成果的创新性，被选为材料综合类国际期刊*Adv. Mater.*封面论文2次，*Adv. Funct. Mater.*封面论文1次，获得*Nature China*等科技媒体典型评价30余次。2014年出版英文专著一部，由Springer出版社出版。2013年获上海市优秀教学成果二等奖(排名第三)，2014年获上海市自然科学一等奖(排名第三)，2014、2016年两度获宝钢优秀教师奖。

张 伟：男，1985

年生，西安交通大学材料学院教授，博士生导师，院长助理。入选第十二批次中组部“千人计划”青年学者计划。于2004~2010年在浙江大学物理系获得学士和硕士学位，并于2011~2015年在德国亚琛工业大学物理系获得博士学位并从事博士后研究。留德期间获得德国博士学位最高荣誉Summa Cum Laude以及亚琛工业大学授予的Borchers-Plakette奖章。2015年5月加入西安交通大学材料学院微纳尺度材料行为研究中心(CAMP-

Nano)以及金属材料强度国家重点实验室。长期从事电子信息材料的基础研究，主要研究材料包括相变材料、低维半导体等先进电子材料，重点关注材料的结构特征、电子行为以及动力学特征等。至今已在*Science*, *Nature Materials*, *Nature Reviews Materials*, *Nature Communications*, *Advanced Materials*, *PRL/PRB/APL*等国际知名学术期刊上发表35篇学术论文。主办中德电子与内存材料双边系列研讨会2次，在国际会议、高校研究所所做邀请报告26次。