

基于纳米操作的纳米线钎焊结构组装及互连

管延超^{1,2}, 王根旺^{1,2}, 王扬^{1,2}, 丁焯^{1,2*}, 杨立军^{1,2**}¹ 哈尔滨工业大学微系统与微结构制造教育部重点实验室, 黑龙江 哈尔滨 150001;² 哈尔滨工业大学机电工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001

摘要 近年来, 纳米线在纳米电子学、纳米光子学、纳米医学和纳米机电系统等领域的应用逐渐广泛, 纳米线的连接已经成为未来器件小型化和集成化的关键问题。为了实现良好的纳米线互连, 提出了一种基于扫描电子显微镜 (SEM) 的纳米线-纳米钎料原位互连结构组装、钎焊互连的方法。利用开发的 SEM 纳米操作平台, 实现了直径为 100 nm 左右的 ZnO 纳米线与直径为 180~300 nm 的 Ag 纳米钎料的同基底互连结构组装。利用 SEM 聚焦电子束辐照熔融纳米钎料实现了纳米线钎焊互连, 利用双探针纳米操作系统对焊接后的纳米线进行电流-电压 (I-V) 测试, 钎焊后的纳米互连结构成功实现电流导通。

关键词 集成光学; 钎焊; 纳米操作; 纳米线互连; 组装; 电子束辐照

中图分类号 TN303; TN492

文献标志码 A

doi: 10.3788/CJL202148.0802024

1 引言

纳米线作为一维纳米材料, 由于具有出色的电、光、磁及生物特性而受到人们的广泛关注^[1-2]。在电子工程领域, 纳米线作为线性组件在电子传输、建立连接等方面优势显著, 在微纳米电子器件小型化进程中发挥着极重要的作用。纳米线还常被应用于功能组件, 以优异的性能渗透到纳米电子学、纳米光子学、纳米医学及纳米机电系统等各个领域, 然而要实现纳米制造, 尤其在器件组装、电路集成等方面, 纳米线的有效互连是极其关键的问题^[3-4]。

在纳米线互连方面, 国内外诸多学者对其进行了多年的研究, 已经实现了多种连接技术, 例如焦耳加热^[5]、激光辐照^[6]、电子束辐照^[7-8]、离子束辐照^[9]、冷焊^[10]、诱导沉积^[11-12]等方式。其中钎焊技术能使被连接的对象维持各自的结构和功能的完整性, 不破坏基体, 能够实现异质连接, 在纳米线互连方面表现出更大的潜力, 然而纳米钎料定位困难, 难以实现纳米线和纳米钎料的良好组装, 这限制了纳米钎焊技术的发展^[13]。目前存在的钎料组装方式

主要有钎料沉积法^[14]、纳米操作技术等。钎料沉积法主要通过物理或化学手段由前体材料或液体将纳米材料沉积至接头处, 包括诱导生长沉积^[15]、纳米滴点沉积^[16]等技术。诱导生长沉积技术需要通过电流诱导在纳米连接接头处生长沉积纳米材料, 适用材料种类有限, 生长反应复杂; 纳米滴点沉积技术通过纳米吸管转移纳米墨水, 操作复杂, 材料沉积率较难控制。而纳米操作技术操作简单灵活、可控性好, 在钎料组装方面展现出较大的优势。纳米操作技术是一种在纳米尺度利用探针、电磁场等手段实现对纳米材料的操作、组装及检测的技术, 主要包括基于扫描电子显微镜 (SEM) 的纳米操作技术^[17-18]、基于原子力显微镜 (AFM) 的纳米操作技术^[19]、光镊技术^[20-23]等。基于 SEM 的纳米操作技术具有实时图像反馈、可控性强、探针运动范围大等优势, 在复杂纳米操作方面得到了巨大的发展。针对纳米线钎焊技术中纳米钎料、纳米线定位组装难题, 基于 SEM 的纳米操作技术展现了巨大的优势。Peng 等^[24]基于 SEM 纳米操作平台, 将锡纳米线作为焊料, 通过探针利用范德瓦耳斯力转移焊料, 并将矩

收稿日期: 2020-12-01; **修回日期:** 2020-12-29; **录用日期:** 2021-02-18

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFB1104900)、中国博士后科学基金面上资助 (2020M670900)、黑龙江省博士后面上资助 (LBH-Z20054)

* **E-mail:** dy1992hit@hit.edu.cn; ** **E-mail:** yljtj@hit.edu.cn

形电压脉冲施加到焊料两端,焊料熔断,成功实现两条纳米线的焊接,验证了基于 SEM 的纳米操作技术实现纳米线钎焊互连的可行性。但此过程电压焊接难度大,范德瓦耳斯力难以控制,成功率低,以纳米线作为钎料,接头尺寸较大,易造成基底污染。

以纳米颗粒作为钎料就存在很多优势,如尺寸小、熔点低、焊接污染较小,可以实现良好的同质、异质互连效果,通过基于 SEM 的纳米操作技术,可用于纳米颗粒钎料的组装工作。本文结合电子束辐照焊接技术,利用 SEM 纳米操作机器人平台,通过纳米机械手操作纳米探针,灵活组装纳米线-纳米钎料-纳米线互连结构;利用 SEM 聚焦电子束精准熔融钎料,完成纳米线钎焊互连,将双探针作为电极进行了互连焊接性能的初步电学检测^[25]。此方法为未来纳米线有效互连提供了新的解决方案。

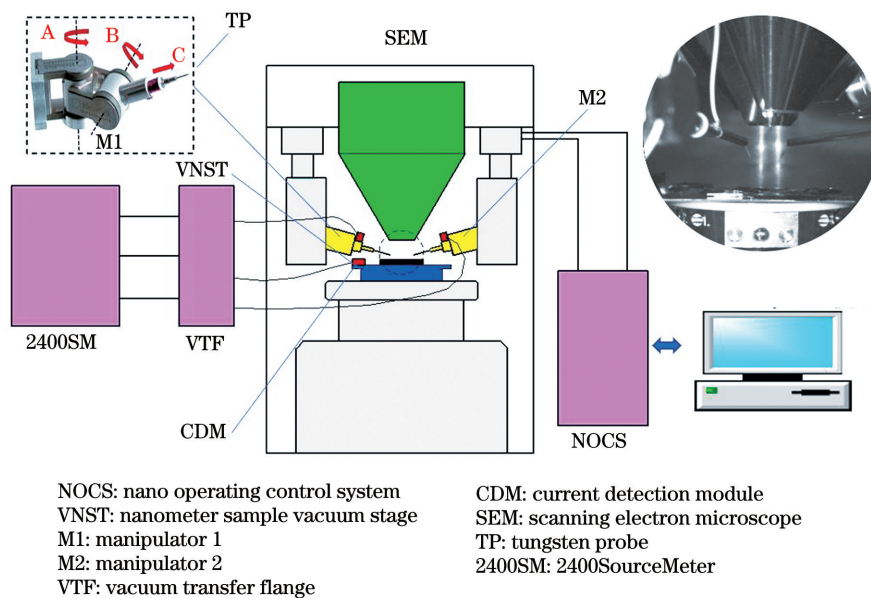


图 1 SEM 纳米操作系统示意图

Fig. 1 Schematic of SEM nanomanipulation system

2.2 纳米线和纳米钎料的分散

实验材料采用直径为 80~120 nm 的 ZnO 纳米线,直径为 60~100 nm 的纳米银颗粒,以镀有 300 nm 厚氧化硅的硅片作为基底,以导电性能优异的纳米 Ag 颗粒组成的纳米团簇作为钎料,探究 ZnO 纳米线的互连工作。首先进行纳米线与纳米颗粒的分散沉积混合,要实现后续组装工作,需保证纳米线和纳米颗粒均匀且不相互粘附地分散于同一基底。将 ZnO 纳米线与 Ag 颗粒分别配置成酒精悬浮液,放入超声清洗机进行分散处理,得到各自的分散悬浮液;然后利用移液器将 1 到 2 滴 Ag 纳米

2 实验方法

2.1 实验装备

所采用的 SEM 纳米操作平台原理图如图 1 所示,由 SEM 系统 (sigma300, Zeiss)、双探针纳米操作机械手 (MM3A-EM, Kleindiek)、电学测试模块、纳米操作样品台、尖端直径为 200 nm 的钨探针 (GGB; T-4-5B) 等部分组成。操作机械手 M1、M2 是纳米操作的关键部位,可进行不同探针的加持,其有 A、B、C 三个自由度,通过纳米操作控制系统 (NOCS) 发出指令,可完成精准的纳米级运动。同时,探针末尾处、样品台都配备电流检测模块 (CDM),两个钨针 (TP) 和样品台 (VNST) 形成可控电压端,测试时电信号穿过真空法兰盘 (VTF),通过多功能电源电表可进行每一端的电压输入、接地处理、样品的两端和三端原位电流检测等工作。

颗粒悬浮液滴于硅片,利用匀胶机进行悬浮液的旋涂,静置一段时间,使 Ag 颗粒与基底产生足够的粘附力,避免 Ag 颗粒粘附于 ZnO 纳米线;后将多滴 ZnO 纳米线悬浮液旋涂于硅片,将沉积好材料的硅片放置于 SEM 下观察。较好的分散沉积效果如图 2 所示。

2.3 纳米线-纳米钎料的互连结构组装和焊接

利用 SEM 纳米操作系统进行纳米线-钎料-纳米线的组装、连接实验,过程原理示意图如图 3 所示。

为准确地操作纳米对象,需要对探针进行定位

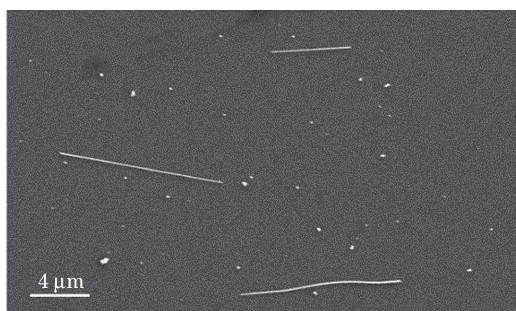


图 2 ZnO 纳米线和 Ag 颗粒的分散沉积
Fig. 2 Dispersed deposition of ZnO nanowires and Ag nanoparticles

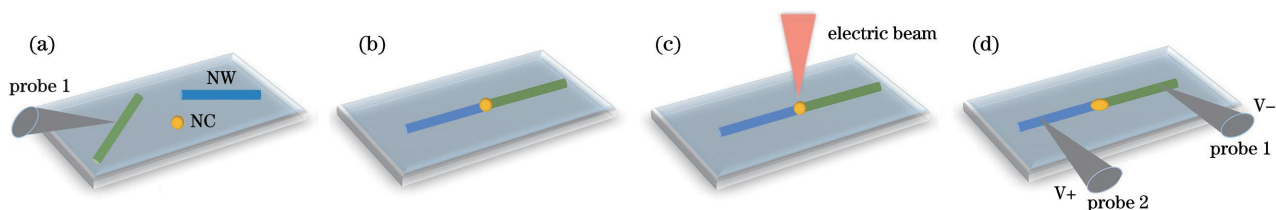


图 3 纳米线组装-互连-测试示意图。(a) 探针接触纳米线；(b) 纳米线-纳米团簇组装；(c) 电子束辐照纳米线；(d) 双探针测试电流-电压(I-V)曲线

Fig. 3 Schematic of assembly-interconnection-testing of nanowires. (a) Probe contact the nanowires; (b) assembly of nanowires and nanocluster; (c) solder irradiated by electron beam; (d) double-probe test of I-V curve

心;然后开启单个 MM3A 机械手,设置 A、B 轴单位步进距离为 $320 \mu\text{m}$,C 轴为 $2.56 \mu\text{m}$,通过控制器调节步长,使探针移动到视野中心,便于下降探针操作;利用 SEM 成像测量纳米对象和探针的焦距差,从而判断探针与基底的间隔距离,调节 SEM 样品台,将基底抬至离探针焦距 0.2 mm 处。

2) 进行精定位。设置 A、B 轴单位步进距离为 320 nm ,C 轴为 16 nm ,然后下降探针,当探针尖端在基底出现阴影时,证明探针即将到达基底;设置

操作,如图 3(a)所示。根据相关文献[26-27]和实验研究,纳米操作过程中,探针会吸附纳米材料,这是由于电子束照射过程中,探针与基底发生了电荷积累,形成了静电吸附力,同时,当探针与作用对象距离较小时,会同时产生较大的范德瓦耳斯力,在静电力和范德瓦耳斯力的作用下,可能出现粘针问题。因此在操作之前,先通过电流检测模块对探针与基底平台进行接地处理,避免操作过程中的静电干扰。定位过程分为粗定位和精定位,具体操作如下。

1) 进行粗定位。通过 SEM 成像找到两根要互连的纳米线,直径大约为 100 nm ,将其调至视野中

A、B 轴单位步进距离约为 40 nm ,C 轴为 5 nm ,缓缓下降,然后尝试用探针触碰纳米操作对象,如果发现接触,说明探针已经可以进行纳米线组装实验,若未触碰到操作对象,则需要进一步下降探针。

定位操作后,进行纳米线的互连和纳米钎料-纳米线的组装工作,如图 3(b)所示,组装流程如图 4 所示。利用探针推动一根纳米线,不断调整探针与纳米线接触位置,将这根纳米线推至另一根互连纳米线附近,调节互连纳米线状态,直至实现良好的接

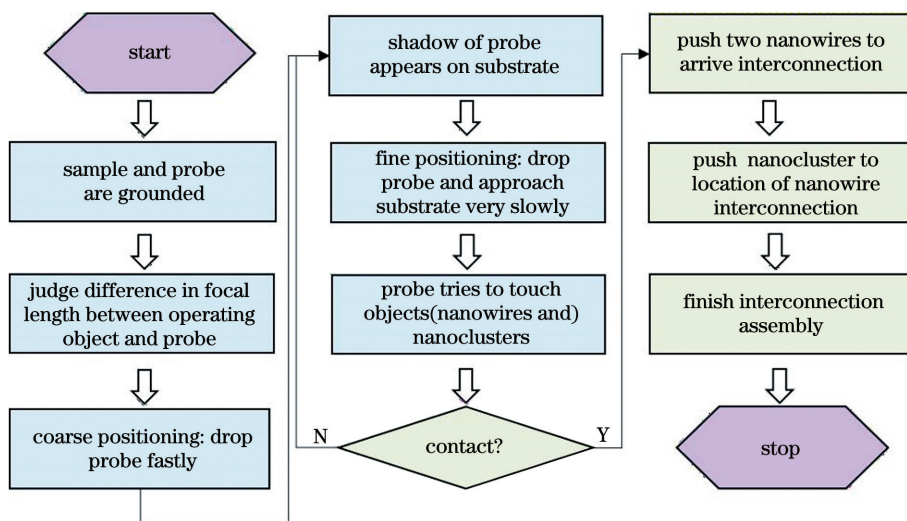


图 4 纳米操作流程

Fig. 4 Flowchart of nanomanipulation

头组装。实验所用纳米线为 80~100 nm 直径的 ZnO, 如果纳米钎料直径过小, 会大大增加纳米操作的难度, 而纳米团簇直径过大时, 会造成后续连接接头的尺寸过大, 增加焊接难度, 故采用直径为 180~300 nm 的钎料。找到组装纳米线附近尺寸在此范围的纳米钎料, 所寻找纳米钎料与组装纳米线相隔距离不宜过大, 利用推动纳米线的步骤使探针接触纳米颗粒团簇并推至纳米线互连接头附近, 不断调节位置, 直至完成纳米钎料-纳米线的良好组装。

最后, 进行纳米钎料-纳米线互连结构的焊接实验。焊接实验原理如图 3(c) 所示, 将 SEM 电子束聚焦于纳米线互连接头处, 辐照钎料中心, 设置辐照参数, 将电子束电压调至 5 kV。为了对钎料有更大的热辐射, 调整电子束聚焦范围, 尽量只对纳米钎料进行照射, 避免造成纳米线的辐照损伤。然后开启 high current 聚焦模式增大束流, 放慢图像扫描速度来增加电子束在材料表面扫描的辐照时间, 此过程约持续 5 min, 当钎料形貌出现明显的熔融现象时, 关闭 high current 聚焦模式, 对熔融后的互连结构进行观察。

2.4 纳米线-纳米钎料的钎焊互连结构电学测试

为了验证利用电子束辐照完成纳米钎焊互连的可行性, 需要进行焊接后结构的电学测试。采用测试纳米线互连回路电流导通的方式来验证纳米线是否形成互连, 通过电压线性扫描, 测试纳米互连结构的电学性能, 原理如图 3(d) 所示。本实验测试电路中, 利用双探针接触互连纳米线两端, 通过电流检测模块进行信号输出和检测, 进行电路测试。开启双探针操作系统, 在下降探针时, 为避免不必要的静电, 探针与基底需要进行接地处理; 按照操作流程移动双探针至互连后的纳米线两端, 并与纳米线形成

紧密接触, 此时, 纳米线互连结构通过探针与源表形成了回路; 关闭电子束, 防止电子束对测试造成干扰, 基底取消接地, 源表中设置电压输出方式为线性扫描, 设置输出电压为 -6~6 V, 电压采集间隔 1 V, 每步延迟时间 1 s, 开始电压输出, 进行回路电流检测; 记录纳米线互连结构的电流电压数据, 绘制 I-V 测试曲线, 如果有电流流通, 则证明互连结构形成了导通回路, 进一步对电学参数进行计算, 来验证数据的可靠性。

3 结果与讨论

3.1 电子束辐照纳米颗粒熔融实验

在进行纳米线互连及钎焊前, 进行电子束辐照单个 Ag 纳米团簇熔融实验, 用以验证电子束辐照熔融 Ag 钎料的可行性。选取由直径小于 150 nm 的 Ag 纳米颗粒组成的纳米团簇作为辐照对象进行实验, 如图 5(a) 所示, 纳米团簇的整体尺寸约 200 nm。按照 2.3 节实验方法中所介绍的流程进行实验, 所用扫描电镜常用的二次电子信号探测模式为 SE2 和 Inlens 模式, 为了更清楚地展现纳米钎料的熔融效果, 将 SEM 信号收集模式调至 Inlens 模式, 辐照过程如图 5 所示。图 5(a)~(d) 分别为辐照时间为 0, 2, 3, 4 min 的 Ag 纳米团簇状态, 可以发现, 随着辐照时间的延长, 纳米颗粒边缘逐渐熔融, 出现较为显著的变形, 纳米团簇的整体高度变低、尺寸变大, 这说明电子束辐照样产生热辐射^[28-29], 在较低加速电压下, 电子与物质作用造成能量损失, 一部分转化成热能, 使样品受热变形。同时也直接验证了扫描电子显微镜在大束流下所产生的聚焦电子束, 经过一定的辐照时间后对纳米材料产生的加热效应可以实现局域熔融。

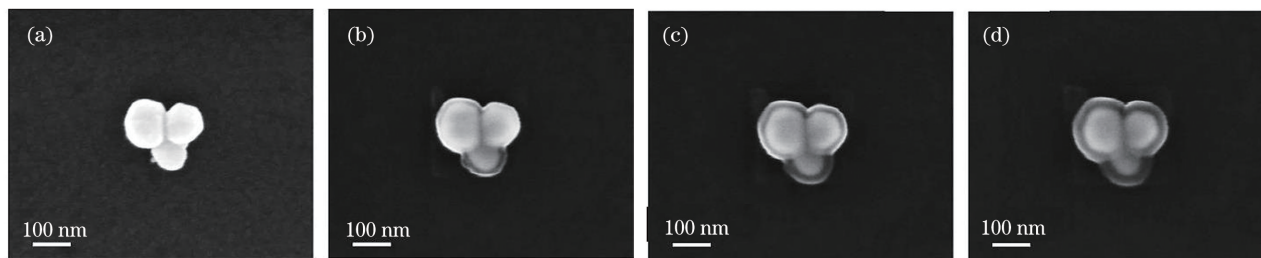


图 5 电子束辐照不同时间下的 Ag 纳米团簇。(a) 0 min; (b) 2 min; (c) 3 min; (d) 4 min

Fig. 5 Ag nanoclusters under different time irradiated by electron beam. (a) 0 min; (b) 2 min; (c) 3 min; (d) 4 min

然而, Inlens 模式所收集到的电子信号更局限于物体表面结构, 不能很好地反映操作对象立体效果, 同时由于探测器高度限制, 观察焦距较小, 并不适合纳米操作处理, 因此实验操作一般采用 SE2 模

式进行观察和记录。对熔融后的纳米钎料的两种探测模式进行比对, 如图 6(b)、(c) 所示。图 6(c) 是 SE2 模式下的成像图, 可以发现, 与 Inlens 模式下的熔融状态相比较, SE2 模式下纳米钎料出现立体

感,但图像表现出模糊熔融现象,这种现象在文献[28]也得到关注和解释。这是由于电子束辐照的热效应,纳米钎料边缘出现较大的能量吸收,熔融结构变形,表面受到了较大的热辐照损伤,纳米钎料整体被熔融边缘包覆,造成图像模糊。经过实验发现,

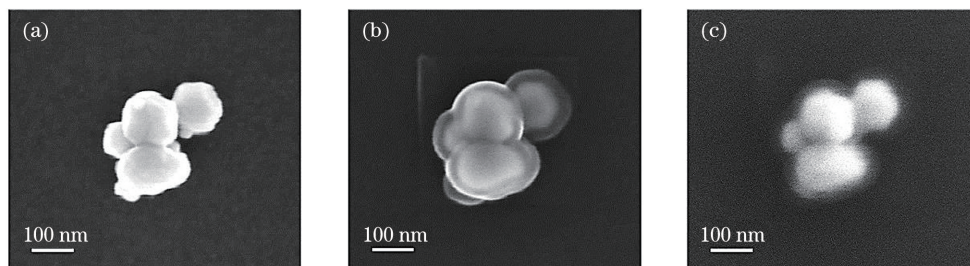


图 6 辐照前后成像图。(a)辐照前;(b)辐照后 Inlens 探测模式;(c)辐照后 SE2 探测模式

Fig. 6 Imaging before and after irradiation. (a) Imaging before irradiation; (b) Inlens detection mode after irradiation; (c) SE2 detection mode after irradiation

3.2 纳米线-纳米钎料的互连结构组装和焊接

利用基于 SEM 的纳米操作平台,通过控制钨针完成了不同尺寸的 Ag 纳米钎料和纳米线的推移、纳米线-纳米钎料-纳米线结构的组装实验,组装过程如图 7 所示。基于先组装纳米线、寻找纳米钎料、组装纳米钎料的原则,实现了 ZnO 纳米线接头处钎料的精准组装,两条 ZnO 纳米线直径约 117 nm,钎料直径约 188 nm。虽然探针与基底都已经接地处理,但由于电荷不能及时排出,实验过程中可能会出现探针静电吸附纳米钎料的现象,经过多次实验,发现出现静电吸附时,将基底取消

随着辐照熔融状态的扩大,模糊程度也将随之加深。在 SE2 探测模式下,当观察到材料边缘出现模糊分层现象时,说明电子束对材料产生了一定的热辐照,出现材料熔融效应,这为后续进行纳米线钎料熔融互连实验提供了参考。

接地,这样经过电子束辐照,基底产生了电荷积累,会反向把吸附于探针上的纳米钎料吸引到基底,然后重新接地处理,这样成功解决了吸附问题。此方法为解决纳米操作其他材料粘针问题提供了相应参考。

然后,参考电子束辐照钎料熔融实验中的基本工艺参数对纳米钎料进行连接实验,实验结果如图 7(f)所示,可以看到经过 5 min 的辐照,原本由多个纳米颗粒组成的纳米团簇出现了熔融粘接,边缘处出现了明显的熔化现象,经过扩散再凝固,实现了 ZnO 纳米线连接。

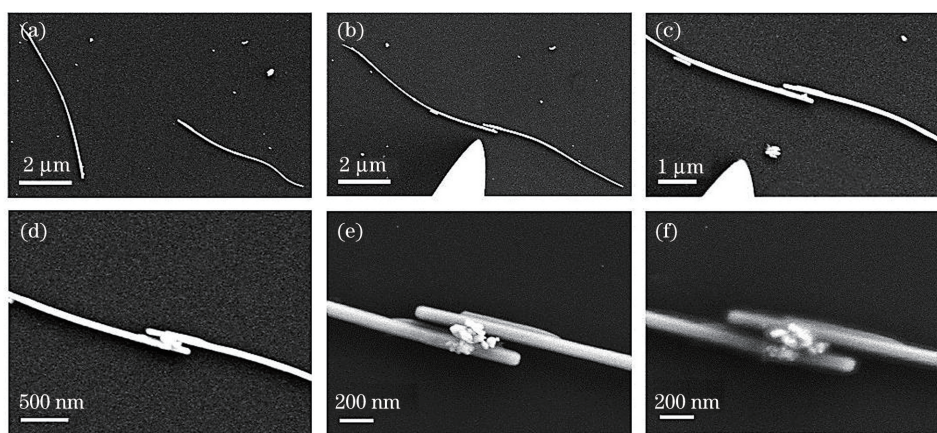


图 7 纳米线-钎料的组装和连接图。(a)纳米线原始位置;(b)组装纳米线;(c)找到合适的纳米团簇;(d)组装纳米团簇;(e)互连接头辐照前;(f)互连接头辐照后

Fig. 7 Assembly and interconnection of nanowires-solders. (a) Original location of nanowires; (b) assembly of nanowires; (c) finding suitable nanoclusters; (d) assembly of nanoclusters; (e) interconnection joints before irradiation; (f) interconnection joints after irradiation

探针平推纳米钎料至纳米线互连接头过程中,推动小钎料花费时间长,纳米钎料也容易由于电荷积累静电吸附至探针上,影响操作过程,因此继续进

行更大尺寸钎料的组装连接实验,选择直径约 200, 243, 290 nm 的纳米钎料,成功组装了多组纳米线钎焊互连结构。然后进行电子束辐照熔融实验,如

图 8 所示。可以发现:不同尺寸的纳米钎料经过电子束辐照后都发生了熔融,完成了 ZnO 纳米线互连;纳米钎料直径越大,对于推动过程实现效率越高。但是较大的纳米钎料增大了接头尺寸,同时会增加电子束辐照钎料熔融时间,也可能对纳米线互连结构性能造成一定的影响。从图 8(b)第 2 张

图可以观察到,互连接头处纳米线也受到了一定的电子束热辐射影响,纳米线边缘出现了模糊分层。因此,针对要互连的纳米线,应选择尺寸合理的钎料进行焊接。对于 100 nm 左右的纳米线,使用直径为 200~250 nm 左右的钎料能保证推动效率高,同时也能保证连接接头尺寸不会过大。

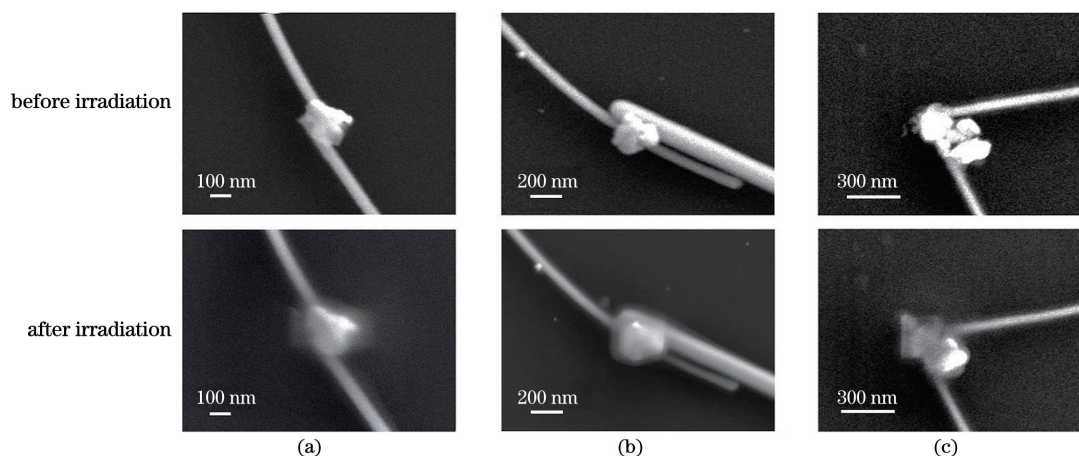


图 8 不同尺寸的互连结构辐照前后对比图。(a) 200 nm;(b) 243 nm;(c) 290 nm

Fig. 8 Comparison of interconnect structures with different sizes before and after irradiation.

(a) 200 nm; (b) 243 nm; (c) 290 nm

3.3 钎焊后的互连结构电学性能测试

为了验证纳米线是否形成互连,对图 7 所示的焊接后 ZnO 纳米线互连结构进行两端 I-V 电学测试。测试结果如图 9 所示,可以看出:纳米线互连回路出现电流导通,表明 ZnO 纳米线已经成功实现了互连;电压电流基本呈线性变化,正反向测试曲线基本对称,这表明正偏压结和反偏压结具有基本相等的接触电阻,钨探针与 ZnO 纳米线、ZnO 纳米线与 Ag 纳米钎料都形成了较好的欧姆接触^[30-31]。通过 I-V 曲线计算出此回路的电阻 R 约为 0.3 M Ω ,进

一步计算电阻率,计算公式为

$$\rho = R \times \pi r^2 / L, \quad (1)$$

式中: r 为纳米线横截半径; L 为纳米线互连长度。 L 取 20 μm , r 取 60 nm,计算出 $\rho = 1.69 \Omega \cdot \text{cm}$,文献^[32]中单 ZnO 纳米线的电阻率参考值为 7.06 $\Omega \cdot \text{cm}$,经过 SEM 电子束辐照后的钨探针与单根 ZnO 纳米线测试结构电阻率为 4.2 $\Omega \cdot \text{cm}$ ^[25],本实验 ZnO 与 Ag 钎料焊接后的互连电阻率与其近似,表明此种钎焊互连结构并没有对 ZnO 纳米线造成较大的电学性能影响。

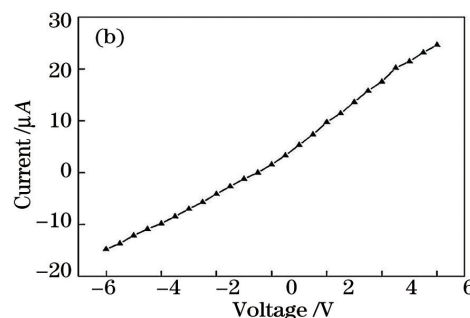
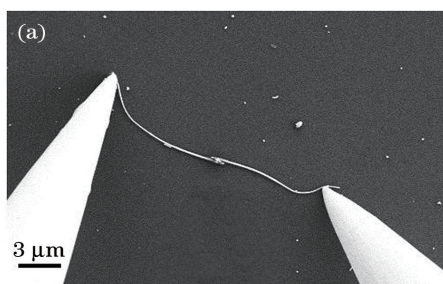


图 9 钎焊后纳米线的电学测试。(a) 双探针测试钎焊后的纳米线电学性能;(b) I-V 测试结果

Fig. 9 Electrical test of nanowires after brazing. (a) Electrical properties of brazed nanowires after double probe test;

(b) I-V test result

4 结 论

利用基于扫描电子显微镜的纳米操作平台,原

位完成了对纳米线与纳米钎料的组装、互连及焊接后结构的电学测试工作,组装、互连过程实现原位一体化。通过机械手操纵纳米级探针,完成了直径为

100 nm 左右的 ZnO 纳米线、直径为 180~300 nm 的 Ag 纳米钎料的二维操作, 组装获得了 ZnO-Ag-ZnO 纳米线互连结构; 完成了基于扫描电子显微镜的电子束聚焦熔融 Ag 纳米团簇实验, 将其应用于纳米线互连结构的钎焊连接, 实现了 ZnO 纳米线的良好互连; 将双探针作为电极进行原位电学性能测试, 得到了 ZnO 纳米线钎焊互连后的 I-V 曲线, 经过计算得到电阻率为 $1.69 \Omega \cdot \text{cm}$, 结果证实互连结构实现了电流导通。本研究提出的纳米线组装互连方法过程灵活、成功率高, 这给未来同质、异质纳米线钎焊互连及其应用提供重要参考。

参 考 文 献

- [1] Hu Y, Li H L, Wang D K, et al. Surface modification and optical properties of ZnO nanowires [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2018, 45(10): 1003002.
胡颖, 李浩林, 王登魁, 等. ZnO 纳米线表面改性及其光学性质 [J]. *中国激光*, 2018, 45(10): 1003002.
- [2] Pian S J, Ullah S, Yang Q, et al. Single-mode semiconductor nanowire lasers [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2020, 47(7): 0701003.
片思杰, Ullah S, 杨青, 等. 单模半导体纳米线激光器 [J]. *中国激光*, 2020, 47(7): 0701003.
- [3] Chen J M. Progresses of nano welding technology based on nanojoining [J]. *China Mechanical Engineering*, 2013, 24(9): 1273-1277.
陈继民. 基于纳米连接的纳米线焊接技术进展 [J]. *中国机械工程*, 2013, 24(9): 1273-1277.
- [4] Wang G W, Hou C, Long H, et al. Electronic and optoelectronic nanodevices based on two-dimensional semiconductor materials [J]. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 2019, 35(12): 1319-1340.
- [5] Tohmyoh H, Imaizumi T, Hayashi H, et al. Welding of Pt nanowires by Joule heating [J]. *Scripta Materialia*, 2007, 57(10): 953-956.
- [6] Mei H H, Cheng Y, Wang H J, et al. Femtosecond laser-induced interconnection of multi-walled carbon nanotubes [J]. *Ferroelectrics*, 2019, 548(1): 50-59.
- [7] Terrones M, Banhart F, Grobert N, et al. Molecular junctions by joining single-walled carbon nanotubes [J]. *Physical Review Letters*, 2002, 89(7): 075505.
- [8] Shen D M, Chen D L, Yang Z, et al. Electron beam irradiation induced multiwalled carbon nanotubes fusion inside SEM [J]. *Scanning*, 2017, 2017: 8563931.
- [9] Wang Z X, Yu L P, Zhang W, et al. Amorphous molecular junctions produced by ion irradiation on carbon nanotubes [J]. *Physics Letters A*, 2004, 324(4): 321-325.
- [10] Lu Y, Huang J Y, Wang C, et al. Cold welding of ultrathin gold nanowires [J]. *Nature Nanotechnology*, 2010, 5(3): 218-224.
- [11] Randolph S J, Fowlkes J D, Rack P D. Focused, nanoscale electron-beam-induced deposition and etching [J]. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 2006, 31(3): 55-89.
- [12] Li X P, Gao F, Gu Z Y. Nanowire joining methods [J]. *The Open Surface Science Journal*, 2011, 3(1): 91-104.
- [13] Wang S, Tian Y H. The state of art on the micro-joining and nano-joining technologies [J]. *Materials Science and Technology*, 2017, 25(5): 1-5.
王尚, 田艳红. 微纳连接技术研究进展 [J]. *材料科学与工艺*, 2017, 25(5): 1-5.
- [14] Cui J L, Yang L J, Wang Y. Nanowelding configuration between carbon nanotubes in axial direction [J]. *Applied Surface Science*, 2013, 264: 713-717.
- [15] Zou J Y, Zhang X H, Xu C, et al. Soldering carbon nanotube fibers by targeted electrothermal-induced carbon deposition [J]. *Carbon*, 2017, 121: 242-247.
- [16] Dockendorf C P R, Steinlin M, Poulidakos D, et al. Individual carbon nanotube soldering with gold nanoink deposition [J]. *Applied Physics Letters*, 2007, 90(19): 193116.
- [17] Fukuda T, Arai F, Dong L. Assembly of nanodevices with carbon nanotubes through nanorobotic manipulations [J]. *Proceedings of the IEEE*, 2003, 91(11): 1803-1818.
- [18] Mølhave K, Wich T, Kortschack A, et al. Pick-and-place nanomanipulation using microfabricated grippers [J]. *Nanotechnology*, 2006, 17(10): 2434-2441.
- [19] Moreno-Moreno M, Ares P, Moreno C, et al. AFM manipulation of gold nanowires to build electrical circuits [J]. *Nano Letters*, 2019, 19(8): 5459-5468.
- [20] Yan Z J, Jureller J E, Sweet J, et al. Three-dimensional optical trapping and manipulation of single silver nanowires [J]. *Nano Letters*, 2012, 12(10): 5155-5161.
- [21] Jauffred L, Taheri S M R, Schmitt R, et al. Optical trapping of gold nanoparticles in air [J]. *Nano Letters*, 2015, 15(7): 4713-4719.
- [22] Lu X W, Yang L J, Xie H, et al. Simulations of the near-field enhancement on AFM tip irradiated by annular laser beam [J]. *IEEE Transactions on Nanotechnology*, 2019, 18: 979-982.
- [23] Ma L X, Zheng C, Li D T, et al. Analysis of force to capture nanoparticles by composite laser AFM probe

- [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2015, 52(7): 070601.
马丽心, 郑纯, 李丹婷, 等. 激光复合 AFM 探针捕获纳米微粒的作用力分析[J]. *激光与光电子学进展*, 2015, 52(7): 070601.
- [24] Peng Y, Cullis T, Inkson B. Bottom-up nanoconstruction by the welding of individual metallic nanoobjects using nanoscale solder[J]. *Nano Letters*, 2009, 9(1): 91-96.
- [25] Wei B, Ji Y, Wang L, et al. Influence of the electron irradiation on I-V characteristics of ZnO nanowires [J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2008, 28(4): 303-307.
卫斌, 吉元, 王丽, 等. 电子束辐照对氧化锌纳米线 I-V 特性的影响[J]. *真空科学与技术学报*, 2008, 28(4): 303-307.
- [26] Denisyuk A I, Komissarenko F E, Mukhin I S. Electrostatic pick-and-place micro/nanomanipulation under the electron beam[J]. *Microelectronic Engineering*, 2014, 121: 15-18.
- [27] Denisyuk A I, Krasavin A V, Komissarenko F E, et al. Mechanical, electrostatic, and electromagnetic manipulation of microobjects and nanoobjects in electron microscopes [J]. *Advances in Imaging and Electron Physics*, 2014, 186: 101-140.
- [28] Shi Y X, Yu Y C, Li Y, et al. A study of electron-beam radiation-damage on nano-materials by TEM [J]. *Journal of Beijing University of Chemical Technology*, 2004, 31(1): 63-65, 70.
施用晞, 于迎春, 李洋, 等. 电子束对纳米材料辐照损伤的电镜研究[J]. *北京化工大学学报(自然科学版)*, 2004, 31(1): 63-65, 70.
- [29] Egerton R F, Li P, Malac M. Radiation damage in the TEM and SEM [J]. *Micron*, 2004, 35(6): 399-409.
- [30] Yan F P, Wang Y H, Zhang J Y, et al. Schottky or ohmic metal-semiconductor contact: influence on photocatalytic efficiency of Ag/ZnO and Pt/ZnO model systems [J]. *ChemSusChem*, 2014, 7(1): 101-104.
- [31] Choi J H, You X Q, Kim C, et al. Power generating characteristics of zinc oxide nanorods grown on a flexible substrate by a hydrothermal method [J]. *Journal of Electrical Engineering and Technology*, 2010, 5(4): 640-645.
- [32] Zhang Z Y, Jin C H, Liang X L, et al. Current-voltage characteristics and parameter retrieval of semiconducting nanowires [J]. *Applied Physics Letters*, 2006, 88(7): 073102.

Assembly and Interconnection of Nanowires Braze Structure Based on Nanomanipulation

Guan Yanchao^{1,2}, Wang Genwang^{1,2}, Wang Yang^{1,2}, Ding Ye^{1,2*}, Yang Lijun^{1,2**}

¹Key Laboratory of Microsystems and Microstructures Manufacturing, Ministry of Education, Harbin Institute of Technology, Harbin, Heilongjiang 150001, China;

²School of Mechatronics Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin, Heilongjiang 150001, China

Abstract

Objective In recent years, nanowires have achieved great progress in the fields of nanoelectronics, nanophotonics, nanomedicine, and nanoelectromechanical systems. Nanowires play an important role in the miniaturization of micro/nanoelectronic devices. However, the effective interconnection of nanowires is an extremely critical concern in nanomanufacturing. Thus, a good welding method is required to attain effective interconnection of the nanowires. Recently, among the nanowire interconnection methods, the braze welding method presents less damage to the base material than other methods and has the advantages of homogenous and heterogeneous connections of the nanowires. Because of that, it has the greatest potential among all methods. Nevertheless, it is very difficult to locate and transport the nanosolders, which limit the development of nano brazing technology. Therefore, it is important to study the positioning and assembling of flexible nanosolders and nanowires to solve this problem. As a “bottom-up” manufacturing, assembling, and testing method, nanomanipulation technology is an important method to obtain a new generation of electronic components, optical device manufacturing, and nanomaterial manipulation and testing. Among the nanomanipulation technologies, the nanomanipulation technology based on scanning electron microscope (SEM) is suitable for the assembly of nanosolders and nanowires because it has several benefits such as real-time imaging and large operating space. Simultaneously, it has a focused electron beam with high energy, appropriating for performing the work of nanosolders melting.

Methods Based on the above-mentioned limitations of the nanowire braze welding, a new method that can facilitate *in situ* assemble and braze the interconnection structure of nanowires and nanosolders under SEM is proposed. This method is basically divided into three steps. At first, a self-built SEM nanomanipulation platform was used to finish all steps (Fig. 1). This platform consists of an SEM observation system, a double probe nanomanipulation system, the electrical test module, the nanomanipulation sample stage, and the tungsten probe with a tip diameter of 300 nm. With the ZnO nanowires as the target nanowires and Ag nanoclusters as the solder, the nanomanipulation uses the nanoprecision manipulator that clamps the tungsten probe to assemble the interconnection structure of ZnO nanowires and push Ag nanoclusters to the interconnection joint of the interconnection, which complete the assembly of brazing interconnection structure for nanowires and nanosolder on the same base. Secondly, this study uses the SEM *in situ* focused electron beam to accurately irradiate the nanosolders, making them absorb energy and produce melting, thus achieving the brazing of nanowire interconnections. Finally, double probes of the nanomanipulation system were used to finish the I-V tests on the soldered nanowires and to verify whether the soldering was successfully achieved.

Results and Discussions The melting experiment of a single Ag nanocluster irradiated by the electron beam was completed. Thus, through focused electron beam irradiation for approximately 5 min, the nanocluster achieved local melting, which confirmed the feasibility of melting the Ag nanosolders with the electron beam (Fig. 5). Using the nanomanipulation platform, the assembly experiment that includes the interconnection structure of Ag nanoclusters with diameters of ~ 188 , 200, 243, and 290 nm and nanowires with a diameter of ~ 100 nm was completed using tungsten probes (Fig. 7). The electron beam focusing was then used to obtain joints with different sizes. The nanoclusters composed of multiple nanoparticles achieved edge melting and bonding after approximately 5 min of irradiation (Fig. 8). As the size of the solder increases, the irradiation time is longer, and the nanowires are also slightly damaged by the irradiation. But if the size is too small, the difficulty of nanomanipulation increases. Therefore, for 100-nm nanowires, the transportation of nanosolders of 200–250 nm can ensure high efficiency of pushing and can also that of the joint connection is not too large at the same time. Finally, the I-V electrical test was accomplished by double-probe contacting the two ends of the interconnected nanowires. The curve is basically linear and symmetrical, indicating that the ZnO nanowires and Ag solder have formed a satisfactory ohmic contact (Fig. 9). The resistance of the loop calculated using the I-V curve is ~ 0.3 M Ω and the resistivity $\rho = 1.69$ $\Omega \cdot \text{cm}$; this value is very similar to that previously reported, confirming the reliability of this method.

Conclusions In this study, based on the SEM nanomanipulation platform, the assembly and interconnection of nanowires and nanosolders were achieved successfully. The assembly and interconnection processes were integrated flexibly *in situ*. Moreover, the electrical testing of the structure after welding was completed *in situ*. The nanomanipulator manipulated the nanoscale probe to complete the two-dimensional operation of the ZnO nanowires with a diameter of ~ 100 nm and Ag nanosolders with a diameter of 180–300 nm, and the ZnO-Ag-ZnO nanowire interconnection structure was assembled successfully. The experiment of the electron beam focusing melting was processed and a high beam brazed joint of the nanowire interconnection structure achieved a good interconnection of the ZnO nanowires. The *in situ* electrical performance test was performed using the double-probe as the electrode. The I-V curve of the ZnO nanowires after brazing was obtained and the calculated resistivity is $\rho = 1.69$ $\Omega \cdot \text{cm}$, confirming the reliability of the electron beam irradiation brazing method. The proposed research method is flexible and has a high success rate, providing an important reference for future homogenous and heterogeneous nanowire soldering interconnections and their applications.

Key words integrated optics; braze; nanomanipulation; nanowires interconnection; assembly; scanning electron microscope

OCIS codes 130.5990; 350.3850; 180.5810