



中华人民共和国国家标准

GB/T 40071—2021

纳米技术 石墨烯相关二维材料的 层数测量 光学对比度法

Nanotechnologies—Measurement of the number of layers of graphene-
related two-dimensional (2D) materials—Optical contrast method

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国科学院提出。

本文件由全国纳米技术标准化技术委员会纳米材料分技术委员会(SAC/TC 279/SC 1)归口。

本文件起草单位：泰州巨纳新能源有限公司、东南大学、泰州石墨烯研究检测平台有限公司、中国科学院半导体研究所、哈尔滨工业大学(威海)、冶金工业信息标准研究院、江南大学、华东师范大学、深圳技术大学。

本文件主要起草人：倪振华、梁铮、丁荣、谭平恒、王英英、安旭红、于远方、李倩、南海燕、吴幸、陈丽琼。

引 言

石墨烯相关二维材料(层数不多于 10 的碳基二维材料,包括石墨烯、双层石墨烯、少层石墨烯、氧化石墨烯等)具有优异的电学、光学、力学、热学等性能,在学术及工业界都引起了人们广泛的兴趣。石墨烯相关二维材料的层数是影响其性能的关键参数。准确测量层数是研究、开发和应用石墨烯相关二维材料的核心问题。光学对比度法作为一种快速、无损和高灵敏度的测量方法,已经被广泛应用于测量石墨烯、双层石墨烯、少层石墨烯等石墨烯相关二维材料的层数。

在利用光学对比度法测量层数的过程中,测量结果会受到硅(Si)衬底表面二氧化硅(SiO_2)层的厚度,显微物镜的数值孔径,数据的处理方法等各种测试条件的影响,需要对其进行标准化。

纳米技术 石墨烯相关二维材料的 层数测量 光学对比度法

警示——使用本文件的人员应该有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。本文件规定的一些试验过程可能会导致危险情况,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了光学对比度法(包括反射光谱法和光学图片法)测量石墨烯相关二维材料的层数的仪器设备、样品准备、测量步骤、测试报告等内容。

本文件适用于利用机械剥离法或化学气相沉积法(CVD: chemical vapor deposition)制得的晶体质量高、横向尺寸不小于 2 μm 、层数不多于 5 的石墨烯薄片及石墨烯薄膜的层数测量。其他方法制得的石墨烯薄片及石墨烯薄膜可参照本文件执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 30544.13 纳米科技 术语 第 13 部分:石墨烯及相关二维材料

3 术语和定义

GB/T 30544.13 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石墨烯相关二维材料 graphene-related 2D material; GR2M

层数不多于 10 的碳基二维材料。

注:包括石墨烯、双层石墨烯、少层石墨烯、氧化石墨烯等。

3.2

石墨烯薄片 graphene flake

石墨烯纳米片 graphene nanoplate; graphene nanoplatelet; GNP

由石墨烯层构成的纳米片。

注:常见厚度小于 3 nm,横向尺寸范围约为 100 nm 至 100 μm 。

[来源:GB/T 30544.13—2018,3.1.2.11,有修改]

3.3

石墨烯薄膜 graphene film

由石墨烯层构成的纳米薄片。

注 1:常见厚度小于 3 nm。

注 2:与石墨烯薄片(3.2)相比,石墨烯薄膜(3.3)在长度和宽度上有更大的延伸。

3.4

层数 number of layers

〈二维材料〉构成二维材料的层的数目。

3.5

光学对比度值 optical contrast value

〈二维材料〉空白衬底区域的反射光强度与衬底上样品所处区域的反射光强度的相对差异,见公式(1)。

$$C = \frac{I_{\text{substrate}} - I_{\text{sample}}}{I_{\text{substrate}}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——光学对比度值;

$I_{\text{substrate}}$ ——空白衬底区域的反射光强度;

I_{sample} ——样品所处区域的反射光强度。

注:衬底上的样品通常为纳米片[例如,石墨烯薄片(3.2)]或纳米薄片[例如,石墨烯薄膜(3.3)]。

3.6

G 通道对比度值 G channel contrast value**绿通道对比度值**

〈二维材料〉利用光学显微图片中空白衬底区域的 G 通道数值与衬底上样品所处区域的 G 通道数值的相对差异来表示的光学对比度值(3.5),见公式(2)。

$$C_G = \frac{G_{\text{substrate}} - G_{\text{sample}}}{G_{\text{substrate}}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C_G ——G 通道对比度值;

$G_{\text{substrate}}$ ——光学显微图片中空白衬底区域的 G 通道数值;

G_{sample} ——光学显微图片中样品所处区域的 G 通道数值。

注 1:衬底上的样品通常为石墨烯薄片(3.2)或石墨烯薄膜(3.3)。

注 2:红通道(R 通道)对应的波长范围约为 590 nm~720 nm,绿通道(G 通道)对应的波长范围约为 520 nm~590 nm,蓝通道(B 通道)对应的波长范围约为 435 nm~520 nm。

3.7

光学对比度法 optical contrast method

〈二维材料〉利用光学对比度值(3.5)判定特定衬底上纳米片、纳米薄片的层数(3.4)的方法。

4 原理

4.1 理论基础

如图 1 a)所示,(从上至下)由石墨烯薄片或石墨烯薄膜、SiO₂层、Si 层形成一个多层膜结构。由于二维材料自身的光吸收以及多层薄膜干涉效应的影响, I_{sample} 和 $I_{\text{substrate}}$ 存在差异,利用公式(1)可计算得到衬底与样品之间的光学对比度值 C 。理论计算及实验结果均证明,石墨烯薄片或石墨烯薄膜的层数不同时, C 亦不相同,层数与 C 存在一一对应关系,因此可利用 C 判定石墨烯薄片或石墨烯薄膜的层数。

理论上不同入射光波长下均可以使用光学对比度法。当入射光为连续波长的白光时,反射光强度的大小依赖于波长。设波长为 λ 时的反射光强度为 $I(\lambda)$,则根据公式(3)可得

$$C(\lambda) = \frac{I_{\text{substrate}}(\lambda) - I_{\text{sample}}(\lambda)}{I_{\text{substrate}}(\lambda)} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$C(\lambda)$ ——波长为 λ 时的光学对比度值。当波长 λ 取一系列连续值时, $C(\lambda)$ 也称作光学对比

度谱；

$I_{\text{substrate}}(\lambda)$ ——波长为 λ 时,空白衬底区域的反射光强度。当波长 λ 取一系列连续值时, $I_{\text{substrate}}(\lambda)$ 也称作衬底的反射光谱；

$I_{\text{sample}}(\lambda)$ ——波长为 λ 时,样品区域的反射光强度。当波长 λ 取一系列连续值时, $I_{\text{sample}}(\lambda)$ 也称作样品的反射光谱。

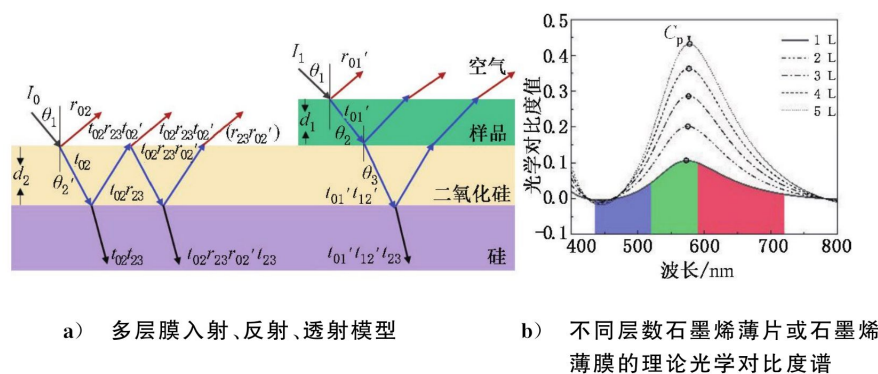


图 1 光学对比度法原理示意图

4.2 常用光学对比度法的测量原理

4.2.1 反射光谱法

图 1 b) 所示即为理论计算所得的不同层数的石墨烯薄片或石墨烯薄膜在 300 nm SiO_2/Si 衬底上的光学对比度谱 $C(\lambda)$, 其中波长 λ 的范围为 400 nm~800 nm, 光学显微图片的 B、G、R 通道对应的波长范围分别用蓝、绿、红区域进行标识。由图 1 b) 可知：

- 不同层数的石墨烯薄片或石墨烯薄膜所对应的的光学对比度谱 $C(\lambda)$ 不同, 波长 λ 相同时层数越多则 $C(\lambda)$ 也越大；
- 不同层数所对应的的光学对比度谱 $C(\lambda)$ 在可见光波长范围内(约为 435 nm~720 nm)存在一个峰(极大值), 将该峰值记为 C_p , 并将 C_p 对应的波长值记为 λ_p ；
- 不同层数对应的的光学对比度峰值 C_p 之间的差异最大, 最适宜用于判定样品的层数。因此, 可利用 C_p 测量石墨烯薄片或石墨烯薄膜的层数。

4.2.2 光学图片法

如图 1 b) 所示, 当石墨烯薄片或石墨烯薄膜层数为 1~5 时, 虽然其各自的 λ_p 存在一些差异, 但均处于光学显微图片的 G 通道内, 因此 $I_{\text{sample}}(\lambda_p)$ 、 $I_{\text{substrate}}(\lambda_p)$ 也可分别用 G 通道数值 G_{sample} 、 $G_{\text{substrate}}$ 来代替, 并利用公式(2)得到样品与衬底之间的 G 通道对比度值 C_G 。G 通道对比度值的理论值为光学对比度谱在通道对应波长范围内的积分平均值。由图 1 b) 可知, 石墨烯薄片或石墨烯薄膜的层数不同时, C_G 亦不相同, 层数与 C_G 存在一一对应关系, 因此也可以用 C_G 测量石墨烯薄片或石墨烯薄膜的层数。

需要注意的是, 在应用光学图片法测量层数前, 先基于已知层数的样品建立起“G 通道对比度值 C_G ——层数对应关系”表(如表 2 所示)。建立起该表后, 在相同的测试条件下, 可用光学图片法快速、准确地测量层数。

5 仪器设备

5.1 显微光谱仪: 用于反射光谱法, 含光栅分光光谱仪及光学显微装置, 具有反射光谱测量功能。其

中,光谱仪扫描范围为 400 nm~800 nm,光谱分辨率优于 2 nm。测量前,应按相关技术规范对显微光谱仪进行校准,并按相关测试规范进行测试。

5.2 光学显微镜:用于光学图片法,配备白光光源(如卤素灯或氙灯),100 倍物镜(数值孔径不小于 0.8),观察方式为明场;含数字相机,可成彩色像,其像素优于 10 万。

6 样品准备

6.1 本文件使用的衬底应为表面具有 300 nm±5 nm 厚的 SiO₂ 层的 Si 衬底(以下称为 300 nm SiO₂/Si 衬底)。

6.2 对于机械剥离于 300 nm SiO₂/Si 衬底的石墨烯薄片样品,可直接使用,无需进一步处理。

6.3 对于 CVD 制备的石墨烯薄膜样品,需将样品转移至 300 nm SiO₂/Si 衬底上(具体步骤可参考附录 A)。

6.4 在显微镜下观测样品,测试区域内应无明显杂质。

7 测量步骤

7.1 反射光谱法测量步骤

7.1.1 选择测量区域

利用光学显微镜观测样品,确定样品测量区域。该区域需同时包含空白衬底和样品。

7.1.2 采集反射光谱

7.1.2.1 对测量区域进行聚焦以观测到清晰的石墨烯薄片或薄膜边沿。

7.1.2.2 测量衬底的反射光谱,波长扫描范围为 400 nm~800 nm,调节入射光强或积分时间使得波长为 570 nm 时信号光强度为背景信号(即暗环境下的信号)强度的 10 倍以上。

7.1.2.3 在相同的观测条件下,依次采集衬底及样品的反射光谱 $I_{\text{substrate}}^{(i)}(\lambda)$ 和 $I_{\text{sample}}^{(i)}(\lambda)$ 。其中,衬底、样品所在区域分别随机选择 5 个位置进行采集,得到 $I_{\text{substrate}}^{(i)}(\lambda)$, $I_{\text{sample}}^{(i)}(\lambda)$, 其中 $i=1\sim 5$ 。

7.1.3 获得光学对比度谱

根据公式(3),由衬底及样品的反射光谱 $I_{\text{substrate}}^{(i)}(\lambda)$, $I_{\text{sample}}^{(i)}(\lambda)$, 得到光学对比度谱 $C^{(i)}(\lambda)$, 其中 $i=1\sim 5$ 。

7.1.4 获得光学对比度谱峰值

对 5 个光学对比度谱 $C^{(i)}(\lambda)$ 的峰值取算术平均值,见公式(4),计算得到样品的光学对比度谱峰值 C_p (保留至小数点后 2 位):

$$C_p = \frac{1}{5} \cdot \sum_{i=1}^5 C_p^{(i)} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$C_p^{(i)}$ —— $C^{(i)}(\lambda)$ 的峰值,其中 $i=1\sim 5$ 。

注意,单一测量值与算术平均值的偏差不应大于 10%,否则进行重新测量。同时,若 C_p 对应的波长值 $\lambda_p > 600$ nm,则不应采用本方法测量层数。

7.1.5 判定样品层数

根据表 1,由光学对比度谱峰值 C_p 得到样品层数。

表 1 光学对比度谱峰值 C_p ——层数对应关系

C_p 参考范围	C_p 典型值	层数
$0.06 < C_p \leq 0.17$	0.12	1
$0.17 < C_p \leq 0.26$	0.21	2
$0.26 < C_p \leq 0.34$	0.30	3
$0.34 < C_p \leq 0.40$	0.37	4
$0.40 < C_p \leq 0.46$	0.43	5

7.1.6 测试样例

测试样例详见附录 B。

7.2 光学图片法测量步骤

7.2.1 选取已知层数样品建立“G 通道对比度值 C_G ——层数对应关系”表

7.2.1.1 选取 3 个已知层数为 n (其中 $n=1,2,3,4,5,6$) 的由机械剥离法制备的样品。样品准备过程参照第 6 章。对于 $n=1,2,3,4,5,6$, 分别重复步骤 7.2.1.4~7.2.1.7。

7.2.1.2 在 100 倍物镜下放置一块标准白板, 聚焦后进行白平衡校准。

7.2.1.3 选择一个无样品覆盖的空白衬底区域, 调节数码相机图像处理软件的伽马(gamma)值, 使得图片颜色与显微镜目镜所视颜色基本一致(gamma 值的不同会导致 G 通道对比度值的不同, 调节完成后请勿变动), 然后调节亮度使图片灰度值为 125~135。

7.2.1.4 按照 7.1.1 选择测量区域。

7.2.1.5 拍摄光学图片的步骤如下:

- a) 确保待测样品处于观测窗口的中心位置, 对测量区域进行聚焦以观测到清晰的石墨烯薄片或薄膜边沿。拍摄 1 张样品光学显微图片。
- b) 在相同观测、拍摄条件下(包括 gamma 值、光强、积分时间、聚焦、像素等), 在三个不同的无样品覆盖的空白衬底区域上, 拍摄 3 张光学显微图片。

7.2.1.6 获得 G 通道对比度值图像的步骤如下:

- a) 分别提取 3 张衬底光学显微图片和样品光学显微图片的每一个像素点的 G 通道数值。
- b) 对于衬底, 每一个像素点的 G 通道数值由 3 张衬底光学显微图片相同位置的 G 通道数值求均值得到。
- c) 针对每一个对应的像素点, 按照公式(2)计算其 G 通道对比度值, 获得 G 通道对比度值图像。

7.2.1.7 获得已知层数样品的 G 通道对比度典型值的步骤如下:

- a) 在 7.2.1.6 c) 获得的 G 通道对比度值图像中, 在样品区域随机选取 5 个位置分别得到 5 个 G 通道对比度值, 求得其算术平均值(单一测量值与平均值的偏差不应大于 10%), 此值即为该已知层数样品的 G 通道对比度值。对于 3 个层数同为 n 的样品, 其 G 通道对比度值分别记为 $C_G^{(1)}(n)$, $C_G^{(2)}(n)$, $C_G^{(3)}(n)$ 。
- b) 计算 $C_G^{(1)}(n)$, $C_G^{(2)}(n)$, $C_G^{(3)}(n)$ 的算术平均值, 得到 A_n 。 A_n 即为层数为 n 的样品的 G 通道对比度值 C_G 的典型值(保留至小数点后 2 位)。注意, 单一测量值与算术平均值的偏差不应大于 10%, 否则重新进行测定。

7.2.1.8 利用 A_1, A_2, \dots, A_6 建立“G 通道对比度值 C_G ——层数对应关系”表(见表 2)。

表 2 G 通道对比度值 C_G ——层数对应关系

C_G 参考范围	C_G 典型值	层数
$0.5 \times A1 < C_G \leq A1 + 0.5 \times (A2 - A1)$	A1	1
$A2 - 0.5 \times (A2 - A1) < C_G \leq A2 + 0.5 \times (A3 - A2)$	A2	2
$A3 - 0.5 \times (A3 - A2) < C_G \leq A3 + 0.5 \times (A4 - A3)$	A3	3
$A4 - 0.5 \times (A4 - A3) < C_G \leq A4 + 0.5 \times (A5 - A4)$	A4	4
$A5 - 0.5 \times (A5 - A4) < C_G \leq A5 + 0.5 \times (A6 - A5)$	A5	5
—	A6	6

7.2.2 判定未知样品的层数

7.2.2.1 确保光学显微镜观测条件、拍摄条件与 7.2.1 中观测条件相同。

7.2.2.2 按照 7.2.1.4 选择测量区域。

7.2.2.3 按照 7.2.1.5 拍摄光学图片。

7.2.2.4 按照 7.2.1.6 获得 G 通道对比度值图像。

7.2.2.5 获得未知样品的 G 通道对比度值。

在 G 通道对比度值图像中的待测样品区域内随机选取 5 个位置分别得到 5 个 G 通道对比度值 $C_G^{(i)}$, 其中 $i=1\sim 5$ 。根据下述公式(5)求得其算术平均值 C_G (保留至小数点后 2 位)。单一测量值与算术平均值的偏差不应大于 10%, 否则重新进行测定。

$$C_G = \frac{1}{5} \cdot \sum_{i=1}^5 C_G^{(i)}$$

.....(5)

7.2.2.6 查阅表 2, 根据 C_G 所处的参考范围得到待测样品的层数。

7.2.3 测试样例

测试样例详见附录 C。

8 测试报告

测试报告应包括以下信息：

- 测试日期；
- 测试编号；
- 测量者；
- 样品来源及信息；
- 测量所用方法；
- 测试仪器的类型、品牌、型号；
- 如基于光学图片法进行层数测量, 应附上“G 通道对比度值 C_G ——层数对应关系”表；
- 测试结果；
- 必要时, 误差分析。

附录 A

(资料性)

样品转移操作样例——CVD 生长铜基石墨烯薄膜样品的转移操作步骤

A.1 将一滴聚甲基丙烯酸甲酯(polymethyl methacrylate,简称 PMMA)以 3 000 r/min 的转速旋涂到 CVD 生长的铜基石墨烯薄膜样品(即 GR2M/Cu/GR2M 多层膜)表面,形成 PMMA/GR2M/Cu/GR2M 多层膜结构,其中 PMMA 为转移支撑层,GR2M 指单层、双层、或少层石墨烯。

A.2 用 0.5 mol/L 的过硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8]$ 溶液对样品的 Cu 基底进行轻度腐蚀,并用超纯水反复清洗。此过程中,PMMA/GR2M/Cu/GR2M 多层膜结构将漂浮在 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液表面,底部的 Cu/GR2M 层将被溶解,而顶部的 PMMA/GR2M 层则保持未反应状态,从而能清除 Cu 底部的 GR2M,得到 PMMA/GR2M/Cu 结构。具体腐蚀和清洗步骤为:

- a) 在 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液中漂浮 3 min,然后在超纯水中漂浮 5 min;
- b) 反复执行步骤 a)3~5 次。

A.3 用 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液完全腐蚀掉 Cu 层,得到 PMMA/GR2M 多层膜结构。该步骤的处理时间取决于 Cu 的厚度和 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 的浓度,例如 25 μm 厚的 Cu 在 0.5 mol/L 的 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液中的腐蚀时间约为 2 h。

A.4 在超纯水中漂浮 30 min(此步骤可操作多次)。每个超纯水浴应在各自独立的容器中准备。

A.5 用 300 nm SiO₂/Si 衬底捞起超纯水表面漂浮的 PMMA/GR2M 样品。将其放在 80 °C 的加热板上 10 min 以除去水分,然后放置在 180 °C 的加热板上 15 min 使 PMMA 膜松弛。

A.6 将 PMMA/GR2M/300 nm SiO₂/Si 浸泡在丙酮中,静置 10 h 使 PMMA 层溶解。之后将 GR2M/300 nm SiO₂/Si 依次放入无水乙醇和超纯水中浸泡各 10 min。取出后用高纯氮气吹干即可得到洁净的 GR2M/300 nm SiO₂/Si 样品。

A.7 如上述步骤处理后样品表面不洁净,可适当延长腐蚀或超纯水清洗的时间和次数,或使用 50 °C 的丙酮溶解 PMMA 层。以下步骤可作为参考:

- a) 提高或降低 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液的浓度以提高或降低腐蚀速度。低腐蚀速度有利于保持样品在腐蚀过程中的完整性。
- b) 选择其他腐蚀液,如 FeCl₃ 溶液等。
- c) 选择其他有机物作为转移支撑层,如聚二甲基硅氧烷(polydimethylsiloxane,简称 PDMS)等。
- d) 利用氧(O₂)等离子体处理 PMMA/GR2M/Cu/GR2M 多层膜结构的背面,腐蚀时间为 3 min~5 min,将 Cu 底部的 GR2M 腐蚀掉,然后再进行 A.2 和后续步骤。采用此方法可适当减少 A.2 步骤中 $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 溶液腐蚀和超纯水清洗的次数。

A.8 CVD 生长铜基石墨烯薄膜转移后拍摄的光学图片示例见图 A.1。



图 A.1 CVD 生长铜基石墨烯薄膜转移后拍摄的光学图片(衬底为 300 nmSiO₂/Si)(示例)

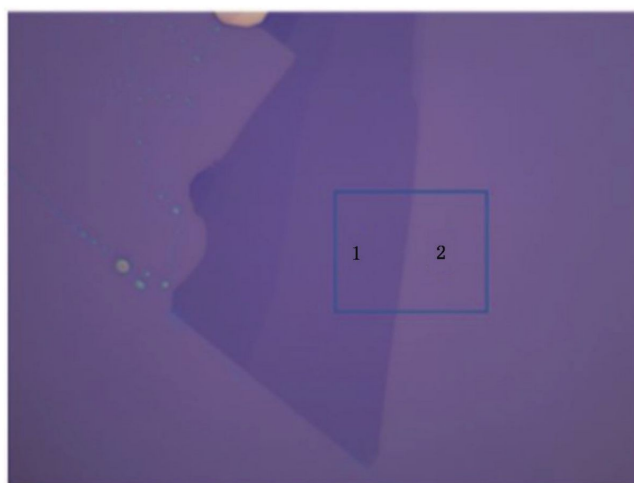
附录 B

(资料性)

测试样例 1——基于反射光谱法的层数测量

B.1 选择测量区域

参照 7.1.1, 利用光学显微镜观测样品(该样品为机械剥离法获得的石墨烯薄片), 确定测量区域(见图 B.1 中方框)。该区域应同时包含空白衬底和样品。



标引序号说明:

1——样品区域;

2——空白衬底区域。

图 B.1 选择测量区域

B.2 采集反射光谱

参照 7.1.2, 对测量区域进行聚焦以观测到清晰的石墨烯薄片或薄膜边沿。在相同的观测条件下, 依次采集衬底及样品的反射光谱 $I_{\text{substrate}}^{(i)}(\lambda)$, $I_{\text{sample}}^{(i)}(\lambda)$, 其中 $i=1\sim 5$ 。

注: 图 B.2 中只显示了其中一个衬底的反射光谱和一个样品的反射光谱。

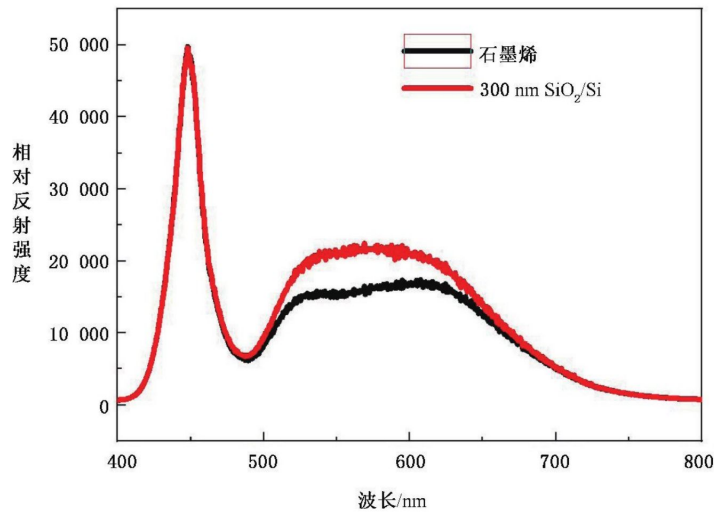


图 B.2 衬底及样品的反射光谱

B.3 获得光学对比度谱

参照 7.1.3, 由衬底及样品的反射光谱 $I_{\text{substrate}}^{(i)}(\lambda)$, $I_{\text{sample}}^{(i)}(\lambda)$, 得到光学对比度谱 $C^{(i)}(\lambda)$, 其中 $i=1\sim 5$ (示例见图 B.3)。

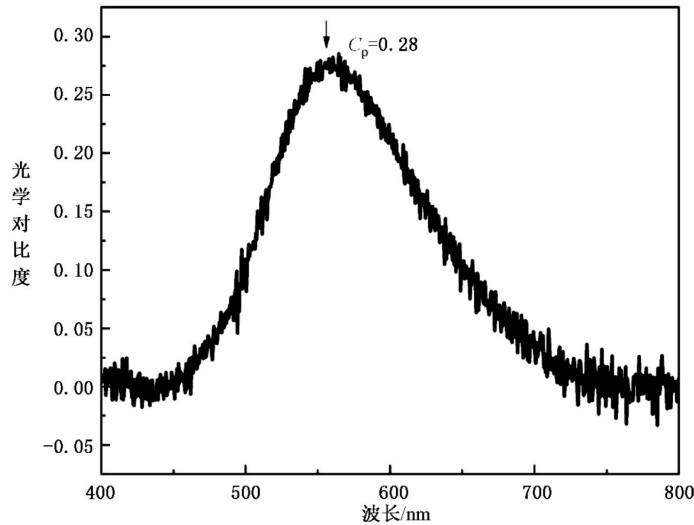


图 B.3 光学对比度谱 $C^{(1)}(\lambda)$ (示例)

B.4 获得光学对比度谱峰值

参照 7.1.4, 如图 B.3 所示, $C^{(1)}(\lambda)$ 的峰值 $C_p^{(1)}$ 为 0.28 (保留小数点后 2 位)。按照类似的步骤, 可得 $C_p^{(2)}$ 至 $C_p^{(5)}$ 。根据公式 (4), 得到样品的光学对比度谱峰值 C_p 为 0.28 (此值为示例值)。

B.5 判定样品层数

根据表 1, 光学对比度谱峰值 C_p 为 0.28 时对应的层数为 3。

附录 C

(资料性)

测试样例 2——基于光学图片法的层数测量

C.1 选取已知层数样品建立“G 通道对比度值 C_G ——层数对应关系”表。

首先选取已知层数为 1~6 层(采用其他方法,例如拉曼光谱法、原子力显微镜法等测量得到层数)的由机械剥离法制备的样品(每个层数各 3 个,共 18 个),按照 7.2.1 所述步骤得到“G 通道对比度值 C_G ——层数对应关系”表。如表 C.1 所示。

表 C.1 G 通道对比度值 C_G ——层数对应关系(示例)

C_G 参考范围	C_G 典型值	层数
$0.03 < C_G \leq 0.09$	0.06	1
$0.09 < C_G \leq 0.14$	0.11	2
$0.14 < C_G \leq 0.18$	0.16	3
$0.18 < C_G \leq 0.23$	0.20	4
$0.23 < C_G \leq 0.27$	0.25	5
—	0.29	6

C.2 选择测量区域。过程参照 7.2.2.2。

C.3 采集 3 张衬底光学显微图片(如图 C.1 所示)和 1 张样品光学显微图片(如图 C.2 所示)。过程参照 7.2.2.3。

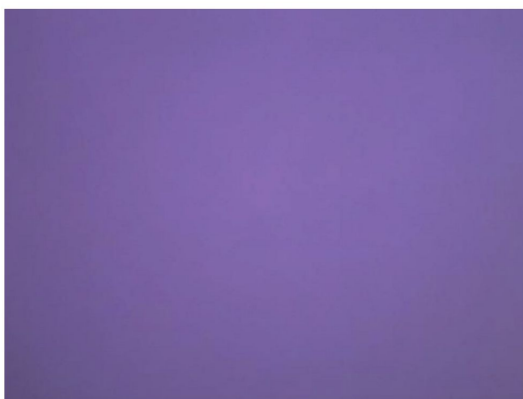


图 C.1 衬底光学图片(示例)



图 C.2 样品光学图片

C.4 获得 G 通道对比度值图像(如图 C.3 所示)。过程参照 7.2.2.4。

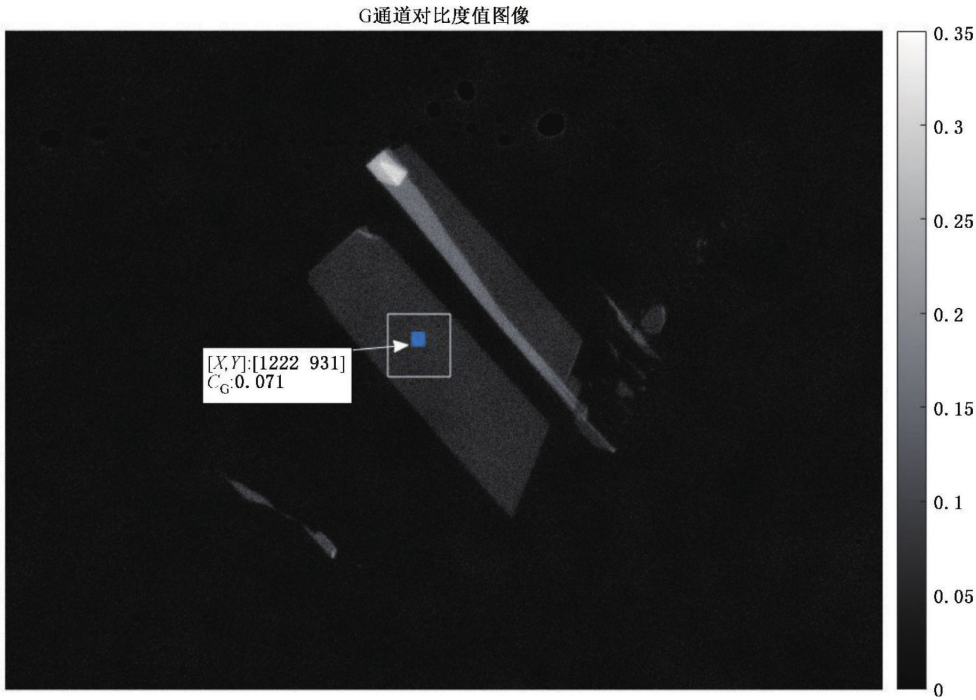


图 C.3 G 通道对比度值图像

C.5 获得待测样品的 G 通道对比度值 C_G 。参照 7.2.2.5,在 G 通道对比度值图像中的待测样品区域内随机选取 5 个位置分别得到 5 个 G 通道对比度值 $C_G^{(i)}$,其中 $i=1\sim 5$ 。如 $C_G^{(1)}=0.07, C_G^{(2)}=0.06, C_G^{(3)}=0.06, C_G^{(4)}=0.07, C_G^{(5)}=0.07$,根据公式(5)求得其算数平均值 C_G 为 0.07(此值为示例值)。

C.6 判定待测样品的层数。查阅表 C.1,根据 $C_G=0.07$ 所处的参考范围得到待测样品的层数为 1。

参 考 文 献

- [1] ISO/TS 80004-13:2017 Nanotechnologies—Vocabulary—Part 13: Graphene and related two-dimensional (2D) materials
- [2] Z. H. Ni, H. M. Wang, J. Kasim, H. M. Fan, T. Yu, Y. H. Wu, Y. P. Feng, and Z. X. Shen. Graphene thickness determination using reflection and contrast spectroscopy[J]. Nano Letters, 2007, 7, 2758.
- [3] Y. Y. Wang, R. X. Gao, Z. H. Ni, H. He, S. P. Guo, H. P. Yang, C. X. Cong and T. Yu. Thickness identification of two-dimensional materials by optical imaging[J]. Nanotechnology, 2012, 23, 495713.
- [4] Y. F. Yu, Z. Z. Li, W. H. Wang, X. T. Guo, J. Jiang, H. Y. Nan, and Z. H. Ni. Investigation of multilayer domains in large-scale CVD monolayer graphene by optical imaging[J]. Journal of Semiconductors, 2017, 38, 033003.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纳米技术 石墨烯相关二维材料的
层数测量 光学对比度法
GB/T 40071—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2021年5月第一版

*

书号: 155066 · 1-67188

版权专有 侵权必究



GB/T 40071-2021



码上扫一扫 正版服务到