



中华人民共和国国家标准

GB/T 44935—2024

纳米技术 二硫化钼薄片的层数测量 拉曼光谱法

Nanotechnologies—Measurement of the number of layers of MoS₂ flakes—
Raman spectroscopy method

2024-12-31 发布

2025-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 4

5 仪器 7

6 样品准备 8

7 测量步骤 8

8 层数判定 9

9 测试报告..... 11

附录 A（资料性） 典型拉曼峰的光谱参数示意图 12

附录 B（资料性） 转移操作步骤 13

附录 C（资料性） 基于剪切模和层间呼吸模的峰位测量 MoS₂ 薄片层数的拉曼光谱法(A 法)的
表征示例 14

附录 D（资料性） 基于 E_{2g}¹模和 A_{1g}模的峰位差测量 MoS₂ 薄片层数的拉曼光谱法(B 法)的表征
示例 16

附录 E（资料性） 基于氧化硅片衬底的硅拉曼模峰高测量 MoS₂ 薄片层数的拉曼光谱法(C 法)的
表征示例 18

附录 F（资料性） 测试报告示例 20

参考文献 21

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(SAC/TC 279)归口。

本文件起草单位：中国科学院半导体研究所、河北大学、泰州巨纳新能源有限公司、东南大学、厦门凯纳石墨烯技术股份有限公司、堀场(中国)贸易有限公司、中国科学院物理研究所、天津大学、国家纳米科学中心。

本文件主要起草人：谭平恒、刘雪璐、林妙玲、李晓莉、丁荣、章琦、倪振华、黄卫明、沈婧、杨洋、何清、高洁、邵悦。

引 言

作为二维层状材料的代表之一,二硫化钼(如无特殊说明,以下简称为“MoS₂”)薄片以其优异的电学、光学、力学、热学等性能,已成为新一代高性能纳米光电子器件和后硅基半导体时代延续摩尔定律的候选材料之一。MoS₂ 薄片的层数对其光学和电学等性能有显著的影响。例如,单层 MoS₂ 为直接带隙,具有显著的发光效率,在光电探测器、光电二极管等光电领域中有着良好的应用前景,但多层 MoS₂ 的间接带隙随层数增加而逐渐减小;相对于单层 MoS₂ 而言,多层 MoS₂ 的载流子迁移率和电流密度随层数提高,在场效应晶体管等电子器件中具有更显著的应用优势。所以,快速表征 MoS₂ 薄片的层数对于其生产制备和相关产品开发具有重要的指导意义,也是深入研究 MoS₂ 薄片的物理和化学性质的基础和其开发应用的核心。

拉曼光谱作为一种快速、无损和高灵敏度的光谱表征方法,已被广泛地应用于 MoS₂ 薄片的层数测量^[1,2]。比如,单层和多层 MoS₂ 薄片的拉曼光谱中,高频拉曼振动模——E_{2g}¹ 模和 A_{1g} 模的峰位差值随 MoS₂ 的层数增加而递增^[3],两层及以上的 MoS₂ 薄片低频拉曼振动模——层间呼吸模和剪切模的峰位与 MoS₂ 薄片的层数具有确定的对应关系^[4]。此外,当 MoS₂ 薄片制备在氧化硅片衬底(即表面经氧化形成有二氧化硅薄膜的单晶硅基片衬底,如无特殊说明,以下简称为“氧化硅片衬底”)上时,其下氧化硅片衬底的硅拉曼模峰高与 MoS₂ 薄片的层数也呈现单调变化的关系^[5]。因此,利用上述拉曼光谱参数特征,就能测量 MoS₂ 薄片的层数。

由于不同方法制备的 MoS₂ 薄片在结晶性和微观结构上存在较大差异,现有表征方法均不是具有确定意义的通用手段。在实际应用中,应根据 MoS₂ 薄片的结晶性和微观结构特点来选择一种或多种合适的表征方法对其层数进行综合分析。

本文件的制定,将为利用拉曼光谱法对机械剥离方法制备的 MoS₂ 薄片进行层数测量提供科学可靠的依据以及标准的试验方法,并促进拉曼光谱在纳米技术领域及二维材料产业中的推广应用,为 MoS₂ 薄片等二维材料的生产和研究提供技术指导。

纳米技术 二硫化钼薄片的层数测量 拉曼光谱法

警示:本文件涉及使用激光器,其产生的激光对眼睛可能产生不可逆的损伤。使用激光器时应佩戴对应的激光防护眼镜,严禁用眼睛直视激光,避免激光经光学元件反射进入人眼。操作人员应接受过相关安全培训。

1 范围

本文件描述了使用拉曼光谱法测量 MoS_2 薄片层数的方法。
本文件适用于面内尺寸大于或等于 $2\text{ }\mu\text{m}$ 的 2H 堆垛的本征 MoS_2 薄片的层数测量。

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—2018 纳米科技 术语 第 13 部分:石墨烯及相关二维材料
- GB/T 31225 椭圆偏振仪测量硅表面上二氧化硅薄层厚度的方法
- GB/T 33252 纳米技术 激光共聚焦显微拉曼光谱仪性能测试
- GB/T 40069—2021 纳米技术 石墨烯相关二维材料的层数测量 拉曼光谱法

3 术语和定义

GB/T 33252、GB/T 30544.13—2018、GB/T 40069—2021 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1 二硫化钼相关术语

3.1.1

二维材料 two-dimensional material; 2D material

由一层或几层构成,其中每一层内的原子与所在层内的邻近原子紧密成键结合,有一个维度(即其厚度)处于纳米或更小尺度,其余两个维度通常处于更大尺度的材料。

[来源:GB/T 30544.13—2018,3.1.1.1]

3.1.2

单层二硫化钼 monolayer molybdenum disulfide; 1L- MoS_2

由一层钼(Mo)原子和两层硫(S)原子堆叠而成的二维材料。

注 1: 每一层 MoS_2 中 S 原子层和 Mo 原子层均按平面六角阵列方式铺排,每一个 Mo 原子周围分布着 6 个 S 原子,每一个 S 原子周围分布着 3 个 Mo 原子,它们之间通过较强的共价键结合。每一层 MoS_2 厚度约为 0.65 nm 。

注 2: 根据上下 S 原子层的相对取向不同,1L- MoS_2 按配位方式为两类,2H 型呈三棱柱配位、1T 型呈八面体式配位,如图 1 所示。