INSO
19758-6-6
1st Edition
2022

Identical with
IEC TS 62607-6-6:
2021

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iran National Standards Organization

استاندارد ملی ایران
۶-۶-۱۹۷۵۸
چاپ اول
۱۴۰۱

دارای محتوای رنگی

فناوری نانو- نانوساخت - مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۶: گرافن- یکنواختی کرنش: طیف‌سنجی رامان

Nanotechnologies-Nanomanufacturing – Key control characteristics – Part 6-6: Graphene – Strain uniformity: Raman spectroscopy

ICS: 07.120

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۶-۶-۱۹۷۵۸ (چاپ اول): سال ۱۴۰۱

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق‌پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وبگاه: http://www.inso.gov.ir

Iran National Standards Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir

Website: http://www.inso.gov.ir

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۶-۶-۱۹۷۵۸ (چاپ اول): سال ۱۴۰۱

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد ، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفهٔ تعیین، تدوین، به‌روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را برعهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند درکمیته ملی طرح، بررسی و درصورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)[1]، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5] در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و درصورت احراز شرایط لازم، گواهینامهٔ تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization
2- International Electrotechnical Commission
3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)
4- Contact point
5- Codex Alimentarius Commission

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۶-۶-۱۹۷۵۸ (چاپ اول): سال ۱۴۰۱

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو- نانوساخت - مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۶: گرافن- یکنواختی کرنش: طیف‌سنجی رامان»

رئیس:	**سمت و/یا محل اشتغال:**
سهرابی جهرمی، ابوذر (دکتری فناوری نانو)	رئیس هیئت مدیره- شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته
دبیر:	
صادق‌حسنی، صدیقه (دکتری تخصصی شیمی‌تجزیه-الکتروشیمی)	مدیر تحقیق و توسعه- شرکت آرال تجهیز آزما
اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
اسلامی‌پور، الهه (کارشناسی ارشد زیست‌شناسی)	کارشناس- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
رحیمی، فرزانه (دکتری تخصصی شیمی معدنی)	پژوهشگر پسادکتری- دانشگاه خواجه نصیر طوسی
سعیدی‌راد، راحله (دکتری تخصصی شیمی آلی)	پژوهشگر- پژوهشگاه صنعت نفت
سیفی، مهوش (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)	مشاور- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
شاکری، روشنک (کارشناسی ارشد فیزیک اتمی- مولکولی)	کارشناس- سازمان ملی استاندارد ایران
شجاع، سید محمدرضا (دکتری تخصصی شیمی کاربردی)	مسئول پروژه- پژوهشگاه صنعت نفت
نقوی جورشری، فسانه (کارشناسی ارشد مهندسی برق-الکترونیک)	کارشناس مسئول صنایع برق،مکانیک و ساختمان- اداره کل استاندارد استان گیلان
ویراستار:	
سیفی، مهوش (کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)	مشاور- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

فهرست مندرجات

عنوان **صفحه**

پیش‌گفتار و
مقدمه ز
۱ هدف و دامنه کاربرد ۱
۲ مراجع الزامی ۱
۳ اصطلاحات و تعاریف ۲
۳-۱ اصطلاحات عمومی ۲
۳-۲ مشخصه‌های کلیدی کنترلی ۴
۳-۳ اصطلاحات مربوط به اندازه‌گیری ۴
۴ مقدمه کلی ۵
۴-۱ اصل اندازه‌گیری ۵
۴-۲ روش آماده‌سازی نمونه ۷
۴-۳ تجهیز آزمون ۷
۴-۴ استانداردهای کالیبراسیون ۸
۵ روش اجرایی اندازه‌گیری ۸
۵-۱ کالیبراسیون تجهیزات آزمون ۸
۵-۲ شرح روش اجرایی اندازه‌گیری ۸
۵-۳ درستی اندازه‌گیری ۸
۶ تحلیل داده‌ها/ تفسیر نتایج ۹
۷ طرح نمونه‌برداری ۱۱
۸ گزارش آزمون ۱۱
پیوست الف (آگاهی‌دهنده) قالب گزارش آزمون ۱۲
پیوست ب (الزامی) طرح نمونه‌برداری ۱۴
پیوست پ (آگاهی‌دهنده) توصیه‌هایی برای طول‌موج وابسته به بستره ۱۷
پیوست ت (آگاهی‌دهنده) مثال‌هایی از طیف رامان گرافن تک‌لایه روی بستره‌های مختلف ۱۸
پیوست ث (آگاهی‌دهنده) رابطه بین پهنای خط رامان 2D مشاهده‌شده و تحرک‌پذیری حامل ۲۳
کتاب‌نامه ۲۵

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- نانوساخت- مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۶: گرافن- یکنواختی کرنش: طیف‌سنجی رامان» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/ منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره‌شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تهیه و تدوین‌شده، در یک‌صدو بیستمین اجلاسیه کمیتهٔ ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۴۰۱/۶/۲۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوهٔ نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، موردتوجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین‌شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

IEC/TS 62607-6-6: 2021, Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 6-6: Graphene – Strain uniformity: Raman spectroscopy

مقدمه

گرافن، تک‌لایه‌ای از اتم‌های کربن است که در یک شبکه لانه زنبوری چیده شده‌اند، این مواد با رسانایی عالی و انعطاف‌پذیری بالا، پتانسیل بالایی برای کاربردهای نانوالکترونیکی در آینده دارند. از آن‌جایی‌که ارتباط قوی بین تغییر شکل‌های شبکه در مقیاس نانو و تحرک‌پذیری حامل‌ها وجود دارد، یکنواختی کرنش و تخت بودن شبکه گرافن یک مشخصه کلیدی کنترلی برای ساخت لایه‌های گرافن با کیفیت بالا برای افزاره‌های الکترونیکی است.

یکی از مفیدترین روش‌ها برای ارزشیابی خواص ساختاری گرافن، طیف‌سنجی رامان است (برای مثال، به مرجع [1][1] مراجعه شود). این روش ساده، سریع، غیرمخرب و به‌خوبی شناخته‌شده است، به‌طوری‌که طیف رامان می‌تواند به‌عنوان اثر انگشت برای گرافن استفاده شود، به‌ویژه اگر نمونه مورد ارزشیابی، از گرافن تک‌لایه تشکیل شده‌باشد که با شکل کامل گرافن فاصله زیادی ندارد، بی‌نقص‌تر است. اگر نمونه از بیش از یک لایه تشکیل شده‌باشد، ممکن است با زوایای مختلف انباشته‌شدن و بسیاری از نقص‌های شبکه، همه چیز پیچیده‌تر شود. از آن‌جایی‌که این استاندارد برای پشتیبانی از ساخت گرافن تک‌لایه با کیفیت بالا و تقریباً بی‌نقص[2] طراحی شده‌است، تفسیر طیف رامان نسبتاً ساده است.

همان‌طور که اخیراً گزارش شده‌است [2]، تغییرات کرنش در مقیاس نانومتر در گرافن باعث ایجاد یک پتانسیل بی‌نظمی شبه‌برداری[3] می‌شود که به گرافن اجازه می‌دهد با شبه‌چرخش[4]، بچرخد و بنابراین پس‌پراکنه درون‌حفره‌ای[5] را ممکن می‌کند. این سازوکار پراکندگی به‌عنوان سازوکار مسئول محدود کردن تحرک‌پذیری حامل‌ها در گرافن با کیفیت بالا شناخته شده‌است [2]. به‌طور قابل‌توجهی، این تغییرات کرنش در مقیاس نانومتر، مستقیماً به پهنای خط آزمایشی مشاهده‌شده در قله 2D رامان [3] متصل می‌شوند و این کمیت را به سنجه قابل‌توجهی برای تخمین امکان دستیابی به افزاره‌های گرافنی با تحرک‌پذیری بسیار بالا تبدیل می‌کند.

توجه به این نکته مهم است که اگرچه گرافن یک ماده واقعاً دوبعدی[6] است که منحصراً از اتم‌های سطح تشکیل شده‌است، اما در دنیای سه‌بعدی ما نهادینه شده‌است و این نتیجه را دارد که در همه موارد، خواص گرافن ذاتاً تحت‌تأثیر محیط اطراف آن است. بنابراین، بسترها یا گازهای در تماس (در مورد گرافن معلق‌شده) نقش بسیار مهمی در ساخت، انتقال و مشخصه‌یابی گرافن دارند. مهم‌تر از همه، بسترها، گازهای تماسی و رطوبت در واقع بخشی از سامانه گرافن تحت بررسی هستند و هیچ راهی (در عمل) برای از بین‌بردن تأثیر آنها بر لایه دوبعدی گرافن وجود ندارد.

۱- اعداد داخل کروشه به قسمت کتاب‌نامه مربوط است

2- Defect-free
3- Pseudo vector
4- Pseudo-spin
5- Intra-valley backscattering
6- Two-dimensional

فناوری نانو- نانوساخت - مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۶: گرافن- یکنواختی کرنش: طیف‌سنجی رامان

۱ هدف و دامنهٔ کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ایجاد یک روش استانداردشده برای تعیین مشخصه کلیدی کنترلی ساختاری :

- یکنواختی کرنش

برای گرافن تک‌لایه به‌وسیله

- طیف‌سنجی رامان است.

پهنای پیک 2D در طیف رامان، برای محاسبه پارامتر یکنواختی کرنش تحلیل می‌شود که معیار با ارزشی برای کمیت‌سنجی تأثیر تغییرات کرنش در مقیاس نانو بر خواص الکترونیکی لایه است. طبقه‌بندی به سازندگان کمک می‌کند کیفیت مواد خود را طبقه‌بندی کنند تا حد بالایی از عملکرد الکترونیکی گرافن مشخصه‌یابی‌شده را ارائه دهند و در نتیجه برای مناسب‌بودن بالقوه کیفیت مواد گرافن برای کاربردهای مختلف تصمیم بگیرند.

- یکنواختی کرنش اندازه‌گیری‌شده با این روش، برای گرافن تک‌لایه تقریباً بی‌نقص و با کیفیت بالا قابل استفاده است، به‌عنوان مثال، سنتز به‌وسیله نهشت شیمیایی بخار یا گرافن ادغام‌شده در ساختارهای ناهمسان مواد دوبعدی.

- این روش در صورتی استفاده می‌شود که طیف رامان، یک پیک D قابل‌مشاهده با نسبت شدت یکپارچه $A(D)/A(G) < ۰/۱$ نشان دهد.

- طیف‌سنجی رامان هم‌کانون برای ارزشیابی مداوم لایه گرافن با توجه به تغییرات کرنش در مقیاس نانو استفاده می‌شود.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده‌است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

درصورتی‌که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده‌است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 IEC TS 62607-6-11, Nanomanufacturing – Key control characteristics – Part 6-11: Graphene film – Defect density: Raman spectroscopy

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به‌کار می‌رود[۱].

۳-۱ اصطلاحات عمومی

۳-۱-۱

مشخصه کلیدی کنترلی

شاخص کلیدی عملکرد

key control characteristic

KCC

key performance indicator

خاصیت مواد یا مشخصه محصول میانی که می‌تواند بر ایمنی یا انطباق با مقررات، برازش، کارکرد، عملکرد، کیفیت، اطمینان‌پذیری یا پردازش بعدی محصول نهایی تأثیر بگذارد.

یادآوری ۱- اندازه‌گیری یک مشخصه کلیدی کنترلی در یک روش اجرایی اندازه‌گیری استانداردشده با دقت و صحت مشخص توصیف شده‌است.

یادآوری ۲- درصورتی‌که همبستگی نتایج به‌خوبی شناخته شده و مشخص باشد، می‌توان بیش از یک روش اندازه‌گیری را برای یک مشخصه کلیدی کنترلی تعریف کرد.

۱- اصطلاحات و تعاریف به‌کاررفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های www.iso.org/obp و www.electropedia.org قابل‌دسترس است.

۳-۱-۲

گرافن

لایه گرافن

گرافن یک‌لایه

گرافن تک‌لایه

graphene

graphene layer

single-layer graphene

monolayer graphene

تک‌لایه‌ای از اتم‌های کربن که در آن هر اتم به سه اتم همسایه در یک ساختار لانه زنبوری متصل شده‌است.

یادآوری ۱- گرافن، واحد سازنده مهم، در بسیاری از نانو اشیاءکربنی است.

یادآوری ۲- از آن‌جایی‌که گرافن تک‌لایه است، گاهی برای متمایز شدن از گرافن دولایه (2LG) و گرافن کم‌لایه (FLG)[۱]، گرافن تک‌لایه یا گرافن یک‌لایه به اختصار 1LG نامیده می‌شود.

یادآوری ۳- گرافن لبه‌هایی دارد و می‌تواند نقص‌ها و مرزهای دانه‌ای داشته باشد که در آنجا پیوندها از هم گسیخته می‌شود.

[منبع: زیربند ۳-۱-۲-۱، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۳-۱-۳

مواد پایه گرافنی

مواد گرافنی

graphene-based material

GBM

graphene material

گروه‌بندی مواد دوبعدی بر پایه کربن که شامل یک یا چند گرافن، گرافن دولایه، گرافن کم‌لایه، نانوصفحه گرافن و تغییرات عامل‌دارشده آن‌ها و همچنین گرافن اکسید و گرافن اکسید کاهش‌یافته است.

یادآوری - «مواد گرافنی» نام کوتاه‌شده برای مواد پایه گرافنی است.

۳-۱-۴

نهشت شیمیایی بخار

chemical vapour deposition

CVD

نهشت یک ماده جامد به‌وسیله واکنش شیمیایی یک پیش‌ماده گازی یا ترکیبی از چند پیش‌ماده است که معمولاً به‌وسیله گرما روی یک بستره آغاز می‌شود.

[منبع: زیربند ۳-۲-۱-۱، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۱- Few-layer graphene

۳-۲ مشخصه‌های کلیدی کنترلی

۳-۲-۱
یکنواختی کرنش

strain uniformity

Γ80

پارامتر کیفیت که یکنواختی توزیع کرنش در لایه گرافن را توصیف می‌کند.

یادآوری ۱- Γ_{80}، ۸۰ درصد مقدار توزیع پهنای پیک 2D در پهنای کامل در نصف مقدار بیشینه، $FWHM(2D)_{80}$[1] است.

یادآوری ۲- یکنواختی کرنش یک معیار با ارزش است که کیفیت لایه‌های گرافن را با توجه به یکنواختی کرنش در لایه توصیف می‌کند. حتی اگر بتوان Γ را از اصول اولیه فیزیکی محاسبه کرد، این موضوع خارج از هدف و دامنه کاربرد این استاندارد است.

یادآوری ۳- هرچه مقدار Γ_{80} کمتر باشد، یکنواختی کرنش در لایه گرافن بیشتر است. مقادیر پایین Γ_{80} شرط لازم است، اما برای تحرک‌پذیری زیاد حامل‌ها و رسانایی بالا کافی نیست.

۳-۳ اصطلاحات مربوط به اندازه‌گیری

۳-۳-۱
پیک 2D

2D-peak

پیک رامان مرتبه دوم مربوط به یک فرآیند دو فونونی است که تقریباً در دو برابر فرکانس پیک D قرار دارد.

یادآوری ۱- پیک 2D نیز مانند پیک D، با طول‌موج پراکنده است. موقعیت پیک 2D با انرژی لیزر به‌شدت تغییر می‌کند.

یادآوری ۲- پیک 2D همیشه در طیف رامان گرافن وجود دارد و برای فعال شدن نیازی به نقص‌های شبکه ندارد.

۳-۳-۲
پیک D

D-peak

پیک رامان فعال‌شده با نقص، مربوط به حالت‌های تنفس شبکه‌ای در حلقه‌های شش‌کربنی دور از مرکز منطقه‌ای بریلوئن[2] است.

یادآوری ۱- پیک D بسته به طول‌موج لیزر تحریک در محدوده بین $1270\ cm^{-1}$ و $1450\ cm^{-1}$ قرار دارد. پراکنش[3] با طول‌موج تقریباً $50\ cm^{-1}/nm$ است.

1- Full width at half maximum $(2D)_{80}$
2- Brillouin zone
3- Dispersion

یادآوری ۲- پیک D در شبکه‌های گرافن ناقص شدیدتر است و برای بلورهای تک‌لایه کامل، ناپدید می‌شود. بنابراین اغلب به آن نوار بی‌نظمی[1] می‌گویند.

۳-۳-۳

پیک 'D

D'-peak

پیک رامان فعال‌شده با نقص در طیف مربوط به گرافن در حدود $1620\ cm^{-1}$، ناشی از پراکندگی دور از مرکز منطقه بریلوئن است.

۴-۳-۳

پیک G

G-peak

پیک رامان مربوط به حرکت درون‌صفحه‌ای اتم‌های کربن در نزدیکی $1580\ cm^{-1}$، ناشی از پراکندگی در مرکز منطقه بریلوئن است.

یادآوری - پیک G را می‌توان در گرافن اولیه مشاهده کرد و برای مشاهده آن نیازی به نقص‌های شبکه نیست.

۵-۳-۳

طیف‌سنجی رامان

Raman spectroscopy

طیف‌سنجی که در آن تابش گسیل‌شده از یک نمونه تحت تابندگی با تابش تک‌فام از طریق کاهش یا افزایش انرژی ناشی از برانگیختگی چرخشی، ارتعاشی یا فونونی مشخصه‌یابی می‌شود.

[منبع: زیربند ۳-۳-۱-۶، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۴ مقدمه کلی

۴-۱ اصل اندازه‌گیری

طیف‌سنجی رامان ابزار بسیار مهمی برای بررسی سامانه‌های مواد بر پایه کربن است [1][4]. به‌ویژه، طیف‌سنجی رامان هم‌کانون روبشی [5] دارای خصیصه‌های گوناگون مفیدی به‌عنوان ابزاری برای مشخصه‌یابی گرافن و مواد مرتبط با گرافن مانند وضوح فضایی بالا تا ۰٫۵ µm است. این روش، عموماً یک روش غیرمخرب برای بررسی گرافن است، اگر با پارامترهایی که با دقت انتخاب‌شده کار شود، سایر جنبه‌های مثبت آن عبارتند از سرعت نسبتاً بالای آن و امکان آنالیز گرافنی که در زیر لایه‌های محافظ مواد عایق قرار گرفته‌است، به شرطی که نازک باشند.

در واقع، از اولین جداسازی گرافن در سال ۲۰۰۴، نشان داده‌شده‌است که طیف‌سنجی رامان برای تحقیقات گرافن مفید است. اولین نقطه عطف در این زمینه با شناسایی تفاوت زیاد در طیف رامان گرافن تک‌لایه و

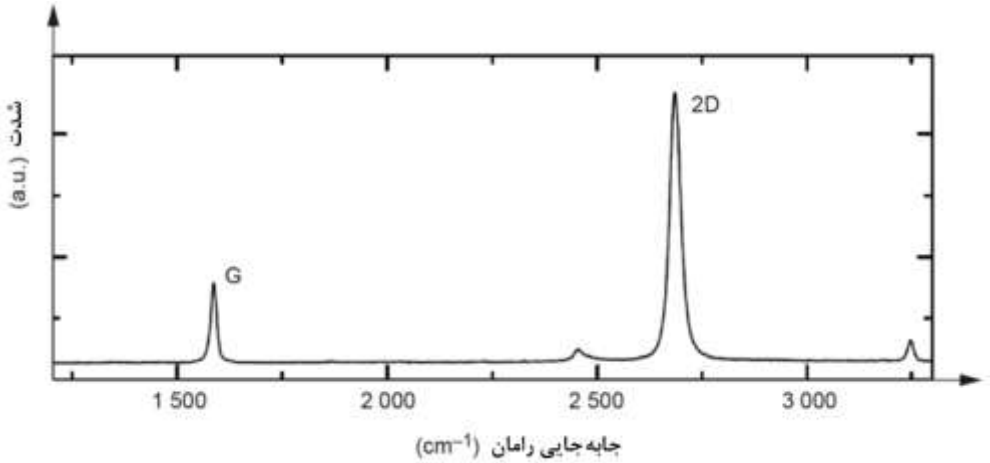
1- Disorder band

دولایه ایجاد شد، به‌طوری‌که می‌توان از این روش برای تمایز بین ضخامت دقیق گرافن و بلورهای گرافن کم‌لایه در ترتیب چیدمان بلوری طبیعی آنها استفاده کرد [5][6]. در سال‌های بعد، نشان داده شد که دوپه حامل‌های بار یک نمونه گرافن، مقدار کرنش مکانیکی در شبکه و همچنین تغییرات کرنش در مقیاس نانومتری [3] و میزان نقص‌های شبکه را می‌توان به کمک طیف رامان تعیین کرد. همه این پارامترها برای ساخت افزاره‌های پایه گرافنی و برای آنالیز و بهبود فرآیندهای سنتز و الگوبرداری ضروری هستند [5][6].

توجه به این نکته مهم است که تغییرات کرنش در شبکه گرافن، تحرک‌پذیری حامل را در نمونه‌های گرافن «بی‌نقص» محدود می‌کند و امکان برآورد تحرک‌پذیری حامل در دسترس را در لایه‌های گرافن لایه‌برداری‌شده و CVD روی بستره‌های متفاوت را فراهم می‌کند.

در یک مفهوم کلی‌تر، روش نقشه‌برداری رامان هم‌کانون روبشی را می‌توان برای مقایسه لایه‌های گرافن روی بستره‌های مختلف یا فرآیندهای انتقال گرافن تحت شرایط مختلف ساخت استفاده کرد. پهنای خط مشاهده‌شده به‌صورت تجربی پیک 2D، حاوی اطلاعاتی در مورد تغییرات کرنش در مقیاس نانومتری از گرافن است [3]. هرچه پهنای خط کمتر باشد، تغییرات کرنش در مقیاس نانومتر کمتر است. این استاندارد یک روش کمی برای اندازه‌گیری پهنای خط که شامل تفسیر آماری است، برای استنتاج یک مقدار واحد منفرد ارائه می‌دهد که به‌عنوان یک مشخصه کلیدی کنترلی گرافن روی بستره‌ها عمل می‌کند.

یک طیف معمولی رامان مربوط به گرافن بی‌نقص در شکل ۱ نشان داده شده‌است. آنالیز رامان بر سه پیک غالب رامان برای گرافن، پیک‌های D، G و 2D متمرکز است. عدم وجود پیک D ناشی از نقص که بین cm^{-1} ۱۲۷۰ و cm^{-1} ۱۴۵۰ قرار دارد، توجه شود.



شکل ۱- طیف رامان معمول یک پرک گرافن لایه‌برداری‌شده برگرفته‌شده از مرجع [6]

این استاندارد در مورد گرافن اولیه و یا تقریباً بی‌نقص است، مشابه آنچه در شکل ۱ نشان داده شده‌است. به‌دلیل نبود پیک D در نمونه‌های بی‌نقص، نمی‌توان از آن برای مشخصه‌یابی بیشتر کیفیت گرافن استفاده کرد. بااین‌حال، برای چنین گرافن بی‌نقص، پیک 2D و به‌ویژه پهنای خط آن، می‌تواند برای ارزشیابی بیشتر یکنواختی کرنش استفاده شود که ثابت شده‌است برای تحرک‌پذیری زیاد حامل بسیار مهم است [2][3]. توجه شود درحالی‌که مشخص شده‌است تغییرات کرنش، عامل محدودکننده غالب تحرک‌پذیری حامل‌های

بار [2] است، سایر عیوب نیز می‌توانند تحرک‌پذیری را به مقدار کمتری محدود کنند. بنابراین، پهنای خط کوچک اندازه‌گیری‌شده لازم است، اما شرط کافی برای دستیابی به مقدار تحرک بالا نیست.

۴-۲ روش آماده‌سازی نمونه

گرافن با بسترهای عایق و فلزات معین مانند مس را می‌توان به‌طور اطمینان‌پذیری با طیف‌سنجی رامان مشخصه‌یابی کرد. نیاز است که نمونه به اندازه کافی بزرگ‌تر از اندازه نقطه لیزر رامان باشد. باید اطمینان حاصل شود که پیک‌های D، G و 2D نمونه گرافن با پیک‌های رامانی که از مواد بستره نشأت می‌گیرند، ماسک نشده‌اند.

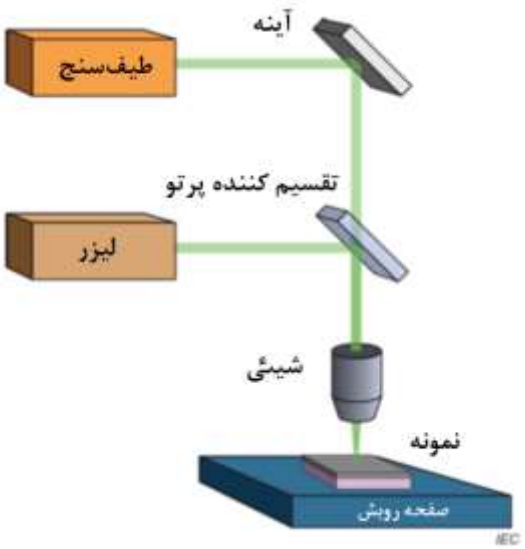
توصیه می‌شود که نمونه همان‌طورکه توسط تامین‌کننده تحویل داده‌شده اندازه‌گیری شود. نیازی به آماده‌سازی خاصی برای نمونه نیست و نباید هیچگونه عمل‌آوری روی نمونه انجام داد، زیرا ممکن است کیفیت ساختاری و ریخت شناسی آن تغییر کند و نهایتا بر نتیجه اندازه‌گیری تأثیر بگذارد.

از آنجایی‌که این استاندارد صرفاً به گرافن تک‌لایه می‌پردازد، هیچ قسمتی از نمونه نباید حاوی گرافن چندلایه باشد. نمونه‌های گرافن با ترتیب انباشتگی طبیعی، می‌توانند مستقیماً از طریق طیف‌سنجی رامان بررسی شوند، زیرا فقط برای گرافن تک‌لایه، پیک 2D، یک شکل خطی متقارن را نشان می‌دهد. اگر ترتیب انباشتگی متفاوت باشد، به‌عنوان مثال، به‌صورت گرافن دولایه پیچ‌خورده، تخصیص تعداد لایه‌ها از طریق طیف‌سنجی رامان چندان ساده نیست و باید از روش‌های تکمیلی مانند میکروسکوپ نوری (تباین نوری) یا میکروسکوپ نیروی اتمی برای حصول اطمینان از این‌که گرافن واقعاً از تک‌لایه ساخته شده‌است، استفاده شود.

۴-۳ تجهیزات آزمون

یک ابزار طیف‌سنجی هم‌کانون رامان روبشی پیشرفته با حداقل محدوده روبش ۱۰ µm × ۱۰ µm موردنیاز است. برای جلوگیری از اثرات گرمایشی (که البته ممکن است به مواد بستره و زمان یکپارچه‌سازی نیز بستگی داشته باشد) یک لیزر با توان کمتر از ۱ mW توصیه می‌شود. برای برانگیختکی باید یک طول موج مناسب (به جدول پ-۱ پیوست **پ**، مراجعه شود) استفاده شود. اندازه نقطه به‌دست‌آمده (FWHM) در حالت هم‌کانون، توصیه می‌شود کمتر از ۱ µm باشد. این امر ضروری است، زیرا خواص گرافن موردبررسی در نقطه لیزری به‌صورت متوسط هستند. در این استاندارد، تغییرات کرنش در مقیاس‌های طولی زیر ۰٫۵ µm مناسب است. برای اطمینان از این‌که اندازه نقطه کمتر از ۱ µm است، توصیه می‌شود از یک شیئی[1] مناسب (به‌عنوان مثال یک شیئی بی‌رنگ با بزرگنمایی ۵۰ برابر و روزنه عددی[2] ۰٫۸۲) با سوراخ ریز (یا فیبرهای نوری) استفاده شود. توصیه می‌شود از یک طیف‌سنج با آشکارساز آرایه CCD توری مناسب برای تحلیل کامل پیک 2D و برازش صحیح استفاده شود. حداقل توان‌تفکیک طیفی توصیه‌شده ۱٫۵ cm^{-1} است. یک تنظیم رامان هم‌کانون معمول در شکل ۲، نشان داده شده‌است.

1- Objective
2- Numerical aperture



شکل ۲ - تشریح طرحواره‌ای از تنظیم رامان هم‌کانون

۴-۴ استانداردهای کالیبراسیون

هیچ استاندارد کالیبراسیونی موردنیاز نیست.

۵ روش اجرایی اندازه‌گیری

۵-۱ کالیبراسیون تجهیزات آزمون

تجهیزات آزمون باید مطابق با الزامات سازنده تجهیز کالیبره شوند.

۵-۲ شرح روش اجرایی اندازه‌گیری

نقشه‌های‌طیف‌سنجی دو بعدی رامان باید در حالت هم‌کانون ثبت شوند، به این معنی که از یک سوراخ ریز برای حذف نور خارج از کانون استفاده می‌شود. سامانه باید اجازه روبش پرتو را بدهد یا نمونه باید روی میز متحرک با دقت حداقل ۱۰۰ nm نصب شود.

نقشه‌ها در یک ناحیه روبش مربعی ۱۰ µm × ۱۰ µm گرفته شده‌اند. در هر ناحیه روبش ۱۰۰ طیف (۱۰ × ۱۰) ثبت می‌شود. توصیه می‌شود که گستره طیفی به‌گونه‌ای انتخاب شود که پیک‌های رامان مرتبط پوشش داده شود. توصیه می‌شود که برای کاهش زمان اندازه‌گیری، از تنظیماتی استفاده شود که در آن تمام پیک‌های رامان را بتوان در یک داده‌برداری اندازه‌گیری کرد. توصیه می‌شود که توان لیزر در طول اندازه‌گیری از ۱ mW روی نمونه فراتر نرود تا از گرمایش القایی ناشی از لیزر جلوگیری شود. نمونه‌هایی از طیف رامان گرافن تک‌لایه بر روی بستره‌های مختلف در پیوست **ت** ارائه شده‌است.

۵-۳ درستی اندازه گیری

برای اطمینان از این‌که پهنای خط 2D قابل‌استخراج است، توصیه می‌شود که زمان یکپارچه‌سازی برای هر طیف جداگانه تنظیم شود، تا نسبت سیگنال به نوفه برای خطوط G و 2D بیشتر از ۲۰ شود.

۶ تحلیل داده‌ها/تفسیر نتایج

برای تحلیل بیشتر، هیچگونه ویژگی رامان یا فوتولومینسانس (نوردرخشایی) ناشی از ماسک ماده بستره نباشد وگرنه پیک‌های D، G و 2D مختل می‌شود. پس از روبش نمونه گرافن و ثبت یک طیف کامل رامان برای هر نقطه، داده‌های به‌دست‌آمده با روش‌های استاندارد برازش پیک، بیشتر پردازش می‌شوند.

برای تحلیل بیشتر، لورنتزی[1] منفرد، به‌صورت زیر تعریف شده‌است:

$$f(\omega)=\frac{\frac{1}{\pi}A\frac{1}{2}\Gamma}{(\omega-\omega_0)^2+\left(\frac{1}{2}\Gamma\right)^2}+f_0$$

که در آن:

Γ پهنای کامل در نصف مقدار بیشینه (FWHM) است.

A شدت یکپارچه لورنتزی است؛

f_0 عدد جبران؛

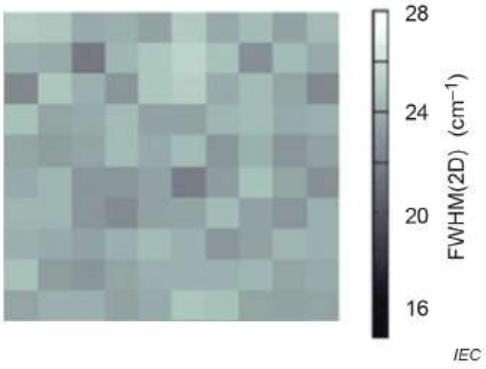
ω_0 موقعیت پیک لورنتزی است.

با پیک‌های G و 2D و درصورت امکان با پیک D برازش یافته‌اند. باید مطمئن شد که برازش به‌دست‌آمده، خطوط رامان را به‌طور مناسب توصیف می‌کند. از این انطباق، موقعیت پیک، شدت یکپارچه و پهنای کامل در نصف مقدار بیشینه برای هر طیف استخراج می‌شود.

نسبت سطح که به آن نسبت شدت یکپارچه، A(D)/A(G) نیز می‌گویند و می‌توان آن را از انطباق لورنتزی منفرد به‌دست آورد، اغلب به‌عنوان اندازه‌ای برای چگالی نقص در شبکه گرافن استفاده می‌شود. برای گرافن تقریباً بی‌نقص که موضوع این استاندارد است، پیک D نباید مشاهده شود. با این وجود، مقدار بیشینه و میانگین تمام طیف های A(D)/A(G) جهت اطلاع باید در گزارش آزمون درج شود.

در مرحله بعد، FWHM(2D) به‌عنوان یک نقشه دوبعدی رسم می‌شود (به شکل ۳، مراجعه شود).

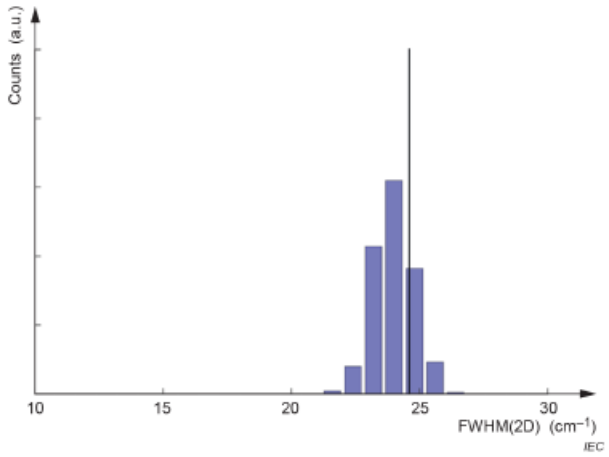
1- Lorentzians



شکل ۳ – مثالی از نقشه رامان پهنای FWHM(2D)

یادآوری– این مثال یک نقشه ۱۰ µm × ۱۰ µm از پهنای کامل در نصف مقدار بیشینه پیک 2D از ۱۰۰ نقطه نمونه‌برداری برای یک ورقه گرافن کپسوله‌شده در بور نیترید شش‌ضلعی را نشان می‌دهد. برای همه طیف‌ها، پیک 2D با لورنتزی تک منطبق شده‌است. هیچ پیک D قابل‌مشاهده در این نمونه وجود ندارد.

از این داده‌ها، می‌توان تحلیل آماری بیشتر توزیع بافت‌نگاشت FWHM(2D) را انجام داد. یک بافت‌نگاشت معمول در شکل ۴، نشان داده شده‌است.



خط سیاه عمودی مقداری را نشان می‌دهد که ۸۰ درصد از نقاط داده در زیر آن قرار دارند

شکل ۴ – مثالی از بافت‌نگاشت FWHM(2D) به دست آمده از نقشه رامان در شکل ۳

توزیع پهنای کامل در FWHM(2D) حاصل برای ارزشیابی نمونه گرافن با توجه به یکنواختی کرنش و با محاسبه مقدار FWHM(2D)80 استفاده شده‌است، که آستانه‌ای را اندازه‌گیری می‌کند که زیر آن ۸۰ درصد از شمارش‌های توزیع قرار دارد (به خط عمودی در شکل ۴ مراجعه شود).

کمیت آستانه حاصل از FWHM(2D)80، امکان ارزشیابی نمونه را فراهم می‌کند و باید در گزارش آزمون بیان شود.

به‌عنوان یک اطلاعات کلی در ارتباط با یکنواختی کرنش، مقدار میانگین توزیع FWHM(2D)80 همچنین انحراف معیار باید محاسبه و در گزارش آزمون ذکر شود.

۷ طرح نمونه‌برداری

روش اجرایی اندازه‌گیری شرح داده‌شده در این استاندارد، تغییرات فضایی پیک 2D را در یک ناحیه مربعی استانداردشده ۱۰ µm × ۱۰ µm کاوش می‌کند. درحالی‌که هیچ اطلاعاتی در مورد یکنواختی کل ناحیه ویفرهای بزرگ ارائه نمی‌دهد. برای جمع‌آوری اطلاعات در مورد توزیع یکنواختی کرنش لایه گرافن در کل ویفر، باید از یکی از طرح‌های نمونه‌برداری در پیوست **ب** استفاده شود. بسته به تعداد نقاط اندازه‌گیری، درحالی‌که هر نقطه متناظر با یک ناحیه مربعی استانداردشده ۱۰ µm × ۱۰ µm است، زمان اندازه‌گیری ممکن است از لحاظ هزینه و زمان قابل‌پذیرش نباشد. بنابراین، سازنده گرافن باید یک راهبرد برای مقابله با این وضعیت در فرآیند کیفیت‌سنجی ایجاد کند. اینکه کدام مورد انتخاب می‌شود ممکن است به کامل‌بودن فرآیند ساخت، هزینه آزمون یا توافق بین سازنده و مشتری بستگی داشته باشد.

۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل تمام اطلاعات موردنیاز برای تأیید نتایج آزمون و ردیابی جزئیات شرایط ساخت نمونه‌های آزمون‌شده باشد. رهنمودها در پیوست **الف** ارائه شده‌است. گزارش آزمون باید حداقل شامل موارد زیر باشد:

- شماره شناسایی نمونه؛

– طرح نمونه‌برداری استفاده‌شده؛

- توان تفکیک طیفی طیف‌سنج؛

- طول‌موج و اندازه نقطه لیزر مورداستفاده؛

- نسبت سیگنال به نوفه برای طیف رامان براساس خط 2D؛

- طیف رامان اندازه‌گیری‌شده معمول؛

- مقدار بیشینه و میانگین تمام طیف‌های A(D)/A(G)؛

- نقشه رامان ناحیه روبش مربعی یا یک نقشه معمول انتخاب‌شده درصورتی‌که طرح نمونه‌برداری شامل چندین مکان اندازه‌گیری باشد.

- بافت‌نگاشت FWHM(2D) از ناحیه روبش‌شده یا یک نقشه معمول انتخاب‌شده درصورتی‌که طرح نمونه‌برداری شامل چندین مکان اندازه‌گیری باشد.

- FWHM(2D)80 حاصل از بافت‌نگاشت یا جدول مقادیر اگر طرح نمونه‌برداری حاوی چندین مکان اندازه‌گیری باشد.

- مقدار میانگین توزیع FWHM(2D)80 و همچنین انحراف معیار.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

قالب گزارش آزمون

جدول‌های الف-۱ تا الف-۵، رهنمودهایی برای نگارش گزارش هستند و می‌تواند برای برآورده‌کردن الزامات طرفین ذی‌نفع، اصلاح شود.

جدول الف-۱- شناسایی نمونه

شماره نمونه	مورد		اطلاعات
۱-۱	تأمین‌کننده		
۱-۲	نام تجاری		
۱-۳	شماره شناسایی		
۱-۴	الزامات قابل‌ردیابی	☐ شماره دسته ☐ شماره سری ☐ سایر، مشخص کنید....	
		تاریخ ساخت	
۱-۵	ویژگی	شماره	
		سطح بازنگری (مانند پیش‌نویس اولیه، پیش‌نویس نهایی)	
		تاریخ صدور	

جدول الف- ۲- اطلاعات عمومی مواد

شماره نمونه	مورد	اطلاعات
۲-۱	نوع ماده	
۲-۲	حالت فیزیکی	
۲-۳	روش ساخت	
۲-۴	ترکیب‌بندی پراکنه	
۲-۵	بستره	
۲-۶	عمر مفید	
۲-۷	اندازه معمول دسته	

جدول الف -۳- اطلاعات مربوط به آزمون

شماره نمونه	مورد	اطلاعات
۱-۳	طرح نمونه‌برداری	☐ دایره‌ای، به‌صورت د-... مشخص شود ☐ مربعی، به‌صورت م-... مشخص شود ☐ سایر، طرح پیوست است
۱-۳	طول‌موج برانگیختگی	
۳-۳	توان لیزر	
۴-۳	تعداد طیف‌ها/ اندازه‌گیری	☐ ۱۰×۱۰ ☐ سایر (مشخص شود)
۵-۳	A(D)/A(G)	☐ مرئی نیست
۶-۳	مقدار میانگین و انحراف معیار توزیع پهنای کامل در نصف مقدار بیشینه 2D	
۷-۳	نقشه رامان	☐ پیوست شده‌است ☐ در صورت درخواست موجود است

جدول الف - ۴- طرحواره هندسی/ساختار نمونه

شماره نمونه		
۱-۴		
	شکل ۱: نمای بالا	شکل ۲: مقطع عرضی

جدول الف-۵- مشخصه‌های کلیدی کنترلی اندازه‌گیری‌شده

شماره نمونه	مورد	مورد
۱-۴	یکنواختی کرنش	

پیوست ب
(الزامی)
طرح نمونه‌برداری

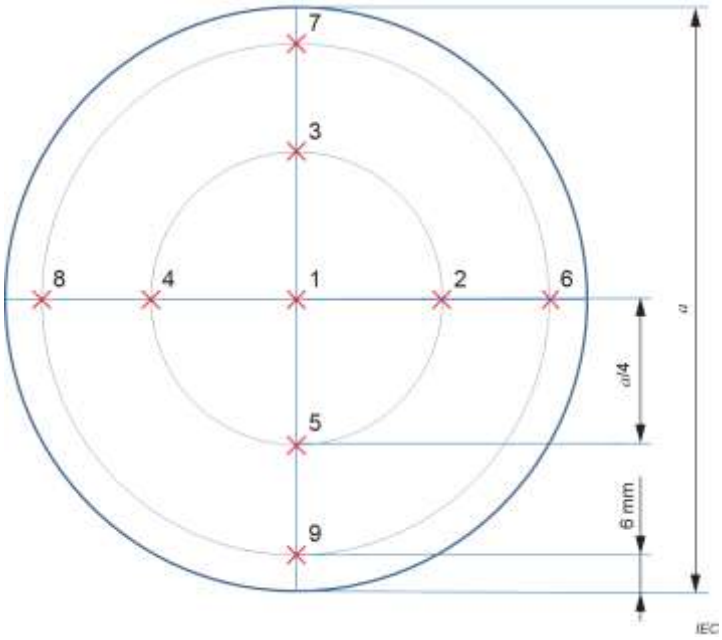
ب-۱ کلیات

اندازه‌گیری اولیه در ناحیه روبش مربعی ۱۰ mμ×۱۰ mμ، فقط اطلاعات موضعی از یکنواختی کرنش یک لایه گرافن را فراهم می‌سازد. اگر اطلاعات یکنواختی روی ویفرهای بزرگ موردنیاز است، یک طرح نمونه‌برداری برای شناسایی موقعیت دقیق نواحی روبش انفرادی موردنیاز است. در زیر، یک رویکرد استانداردشده برای انواع مختلف بستره ارائه شده‌است.

انتخاب طرح نمونه‌برداری به اطلاعات موردنیاز و زمان اندازه‌گیری بستگی دارد که به‌طور مستقیم به هزینه مرتبط است. هنگام توسعه یک فرآیند، ممکن است برای بهینه‌سازی آن، تلاش بسیاری لازم باشد. با این وجود، با گذشت زمان و افزایش دانش در مورد فرآیند و کامل بودن ساخت، این تلاش کاهش خواهد یافت. درحالی‌که ابتدا نیاز است که روی هر ۹ نقطه طرح نمونه‌برداری د-الف اندازه‌گیری انجام شود، با گذشت زمان، ممکن است تلاش برای اندازه‌گیری کاهش یافته و طرح نمونه‌برداری د-ت انتخاب شود. در نهایت، ممکن است طرح د-الف فقط روی بخشی از ویفرها که به‌طور تصادفی انتخاب شده‌اند، انجام شود. توجه شود که حذف لبه به اندازه ۶ mm توصیه شده‌است ولی این مقدار با توجه به همگن بودن ساخت می‌تواند کاهش یابد.

ب- ۲ طرح نمونه‌برداری از بسترهای دایره‌ای

به شکل ب-۱ و جدول ب-۱ مراجعه شود.



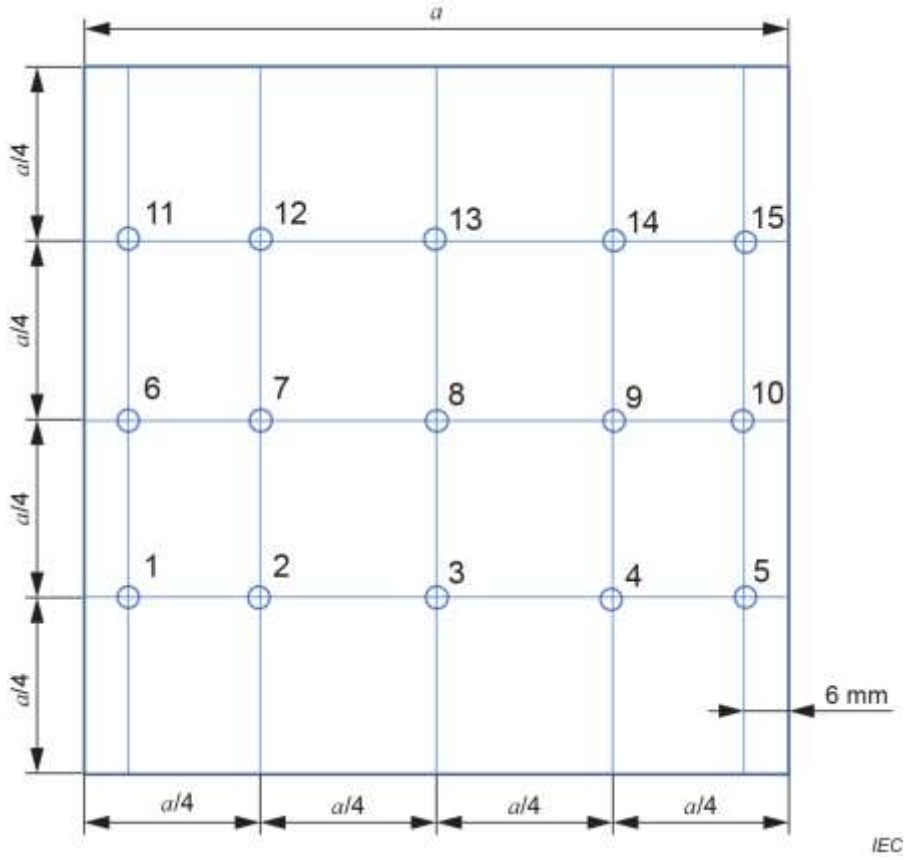
شکل ب-۱ - طرح نمونه‌برداری از بسترهای دایره‌ای با قطر a

جدول ب -۱- طرح نمونه‌برداری از بستره‌های دایره‌ای

طرح نمونه‌برداری	موقعیت‌ها								
	۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷	۸	۹
د-الف	×	×	×	×	×	×	×	×	×
د-ب	×	×	×	×	×				
د-پ	×					×	×	×	×
د-ت	×								

ب-۲ طرح نمونه‌برداری از بستره‌های مربعی

به شکل ب-۲ و جدول ب-۲ مراجعه شود.



شکل ب-۲ طرح نمونه‌برداری از بستره‌های مربعی با طول لبه a

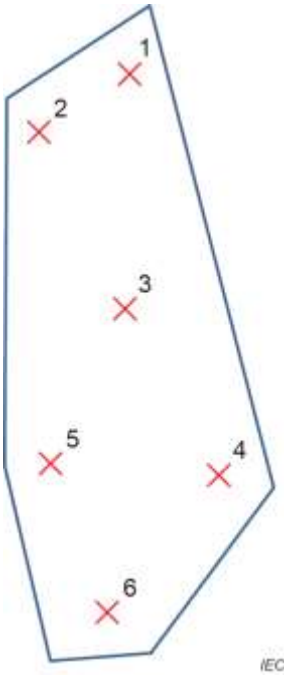
جدول ب-۲- طرح نمونه‌برداری از بستره‌های مربعی

طرح نمونه‌برداری	۱	۲	۳	۴	۵	۶	۷	۸	۹	۱۰	۱۱	۱۲	۱۳	۱۴	۱۵
م-الف	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
م-ب	×	×	×	×	×										
م-پ	×		×		×						×		×		×
م-ت	×		×		×										
م-ث			×												

در مورد خاص تولید غلتکی[1] (پهنای غلتکی a)، می‌توان از طرح نمونه‌برداری برای بستره مربعی مطابق (م-ب، م-ت یا م-ث) به همراه اطلاعات اضافی در مورد فاصله بین اندازه‌گیری‌های تکرارشده در طول رول استفاده کرد.

ب-۳ طرح نمونه‌برداری از بستره‌های نامنظم

برای بستره‌های با شکل‌های نامنظم، باید طرحی ارائه شود که موقعیت‌های نقاط اندازه‌گیری را همراه با یک نوار مقیاس مناسب نشان دهد (به شکل ب-۳ مراجعه شود).



شکل ب-۳ طرح نمونه‌برداری از بستره‌های نامنظم

1- Roll- to-roll

پیوست پ

(آگاهی‌دهنده)

توصیه‌هایی برای طول‌موج وابسته به بستره

طول‌موج بهینه برای لیزر تحریک به‌شدت به نوع بستره بستگی دارد. درغیراین‌صورت، خطوط رامان از خود ماده بستره و یا از تداخلات ناشی از ساختار لایه‌ای آن نشأت می‌گیرند. به‌عنوان مثال، ضخامت لایه SiO_2 در بسترهای سیلیکون روی یاقوت کبود (SOS)[1] روی اندازه‌گیری‌ها اثر خواهند گذاشت.

روش شرح داده‌شده را می‌توان به‌خوبی برای انواع پیکربندی نمونه که در جدول پ-۱ ارائه شده و آن دسته از موادی که در جدول پ-۱، مشخص‌نشده‌است، به‌کار برد.

جدول پ-۱ توصیه‌هایی برای طول موج لیزر

نوع بستره	طول‌موج لیزر (nm)
سیلیکون دی‌اکسید	۵۱۴، ۵۳۲
بور نیترید شش‌وجهی	۵۱۴، ۵۳۲
هافنیم اکسید	۵۱۴، ۵۳۲
آلومینیم اکسید	۵۱۴، ۵۳۲
مس	۴۵۷
سیلیکون کاربید (۰۰۰۱)	۵۱۴، ۵۳۲

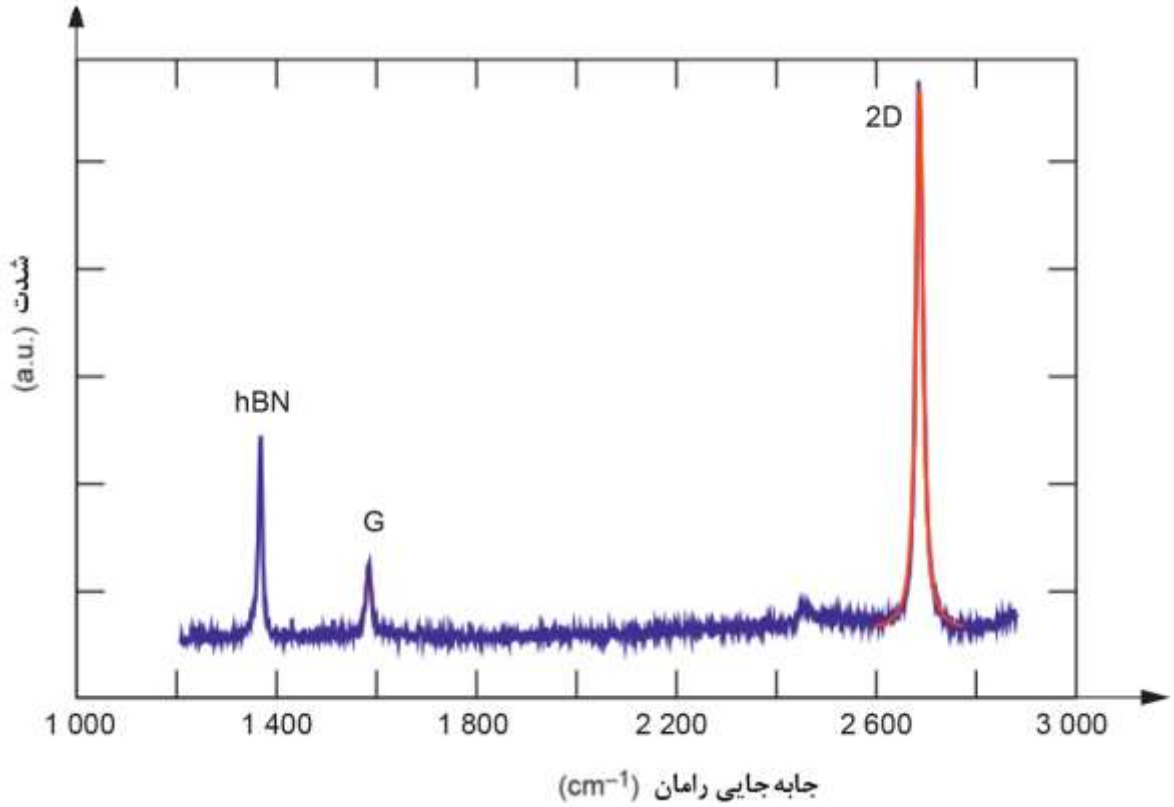
1- Silicon on sapphire

پیوست ت
(آگاهی‌دهنده)

مثال‌هایی از طیف رامان گرافن تک‌لایه روی بستره‌های مختلف

ت-۱ مثال ۱: FWHM(2D)=۱۶٫۶ cm^{-1} – طیف گرافن کپسوله‌شده در بور نیترید شش‌وجهی

شکل ت-۱، طیف رامان گرافن کپسوله‌شده در بور نیترید شش‌وجهی (hBN) را نشان می‌دهد. پیک 2D می‌تواند با یک تابع لورنتزی منفرد برازش شود که از آن FWHM(2D)=۱۶٫۶ cm^{-1} استخراج می‌شود. پیکی در حدود ۱۳۶۵ cm^{-1} از بستره hBN حاصل شده‌است. خط قرمز رنگ، برازش لورنتزی منفرد با خط 2D است.



شکل ت-۱- طیف گرافن کپسوله‌شده در hBN

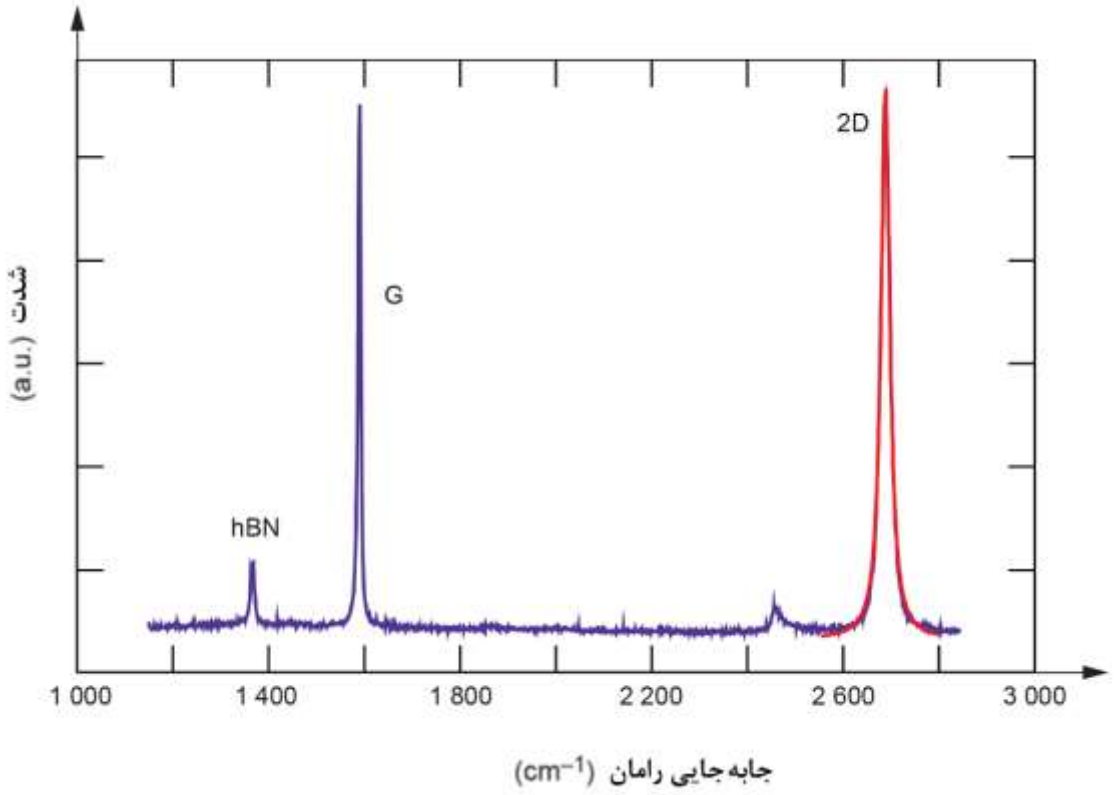
پهنای خط ۱۶٫۶ cm^{-1} مقدار بسیار کم تغییرات کرنش در مقیاس نانومتر را در نمونه‌های گرافن مورد بررسی نشان می‌دهد [3]. این حالت برای گرافن که به‌طور کامل در hBN کپسوله شده‌است، انتظار می‌رود. بنابراین همان‌طورکه در شکل ث-۱ نشان داده شده‌است، این ساختار برای رسیدن به تحرک‌پذیری حامل در حدود ۱۰۰۰۰۰ $cm^2/(Vs)$ مناسب است. چنین تحرک‌پذیری بالایی برای مثال در تصویربرداری‌های تراهرتز[1] مختلف، و کاربردهای با بسامد بالا و همچنین حسگرهای هال[2] با حساسیت بالا مطلوب است.

1-Terahertz
2- Hall

با این وجود، توجه شود که این امر دلیلی بر این نیست که این تحرک‌پذیری بالا واقعاً به‌دست آمده‌است. سایر عیوب ممکن است تحرک‌پذیری را به مقدار کمتر محدود کنند. بنابراین، اندازه‌گیری پهنای خط کوچک لازم است، اما شرط کافی برای رسیدن به مقدار تحرک‌پذیری بالا نیست.

ت-۲ مثال ۲: FWHM(2D)=۲۲٫۳ cm^{-1} – گرافن روی SiO_2 پوشیده‌شده با hBN

شکل ت-۲، طیف رامان گرافن روی SiO_2 پوشیده‌شده با hBN را نشان می‌دهد. FWHM(2D) برابر با ۲۲٫۳ cm^{-1} است.

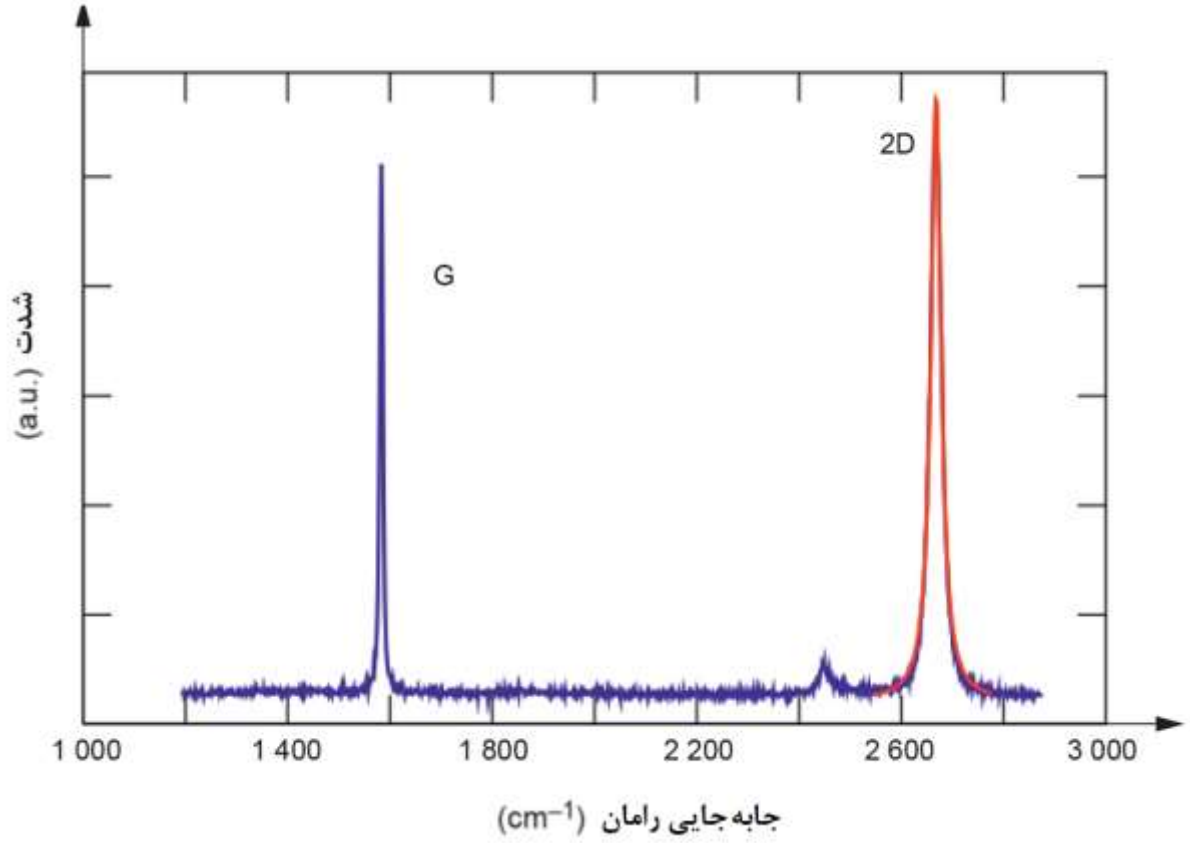


شکل ت-۲- طیف گرافن روی SiO_2 پوشیده‌شده با hBN

استفاده از شکل ث-۱، پیشنهاد می‌دهد که این ماده برای تحرک‌پذیری به بزرگی ۲٫۵×۱۰^{۴} $cm^2/(Vs)$ مناسب است. نکته مهم این است که گرافن با این کیفیت، قبلاً الزامات مهمی را برای کاربردهای مختلف بسامد بالا و اپتو-الکترونیکی برآورده می‌کند.

ت-۳ مثال ۳: FWHM(2D) = ۲۵٫۳ cm^{-1} - طیف گرافن روی SiO_2

شکل ت-۳ طیف رامان گرافن روی SiO_2 را نشان می‌دهد. FWHM(2D) آن برابر با ۲۵٫۳ cm^{-1} است.

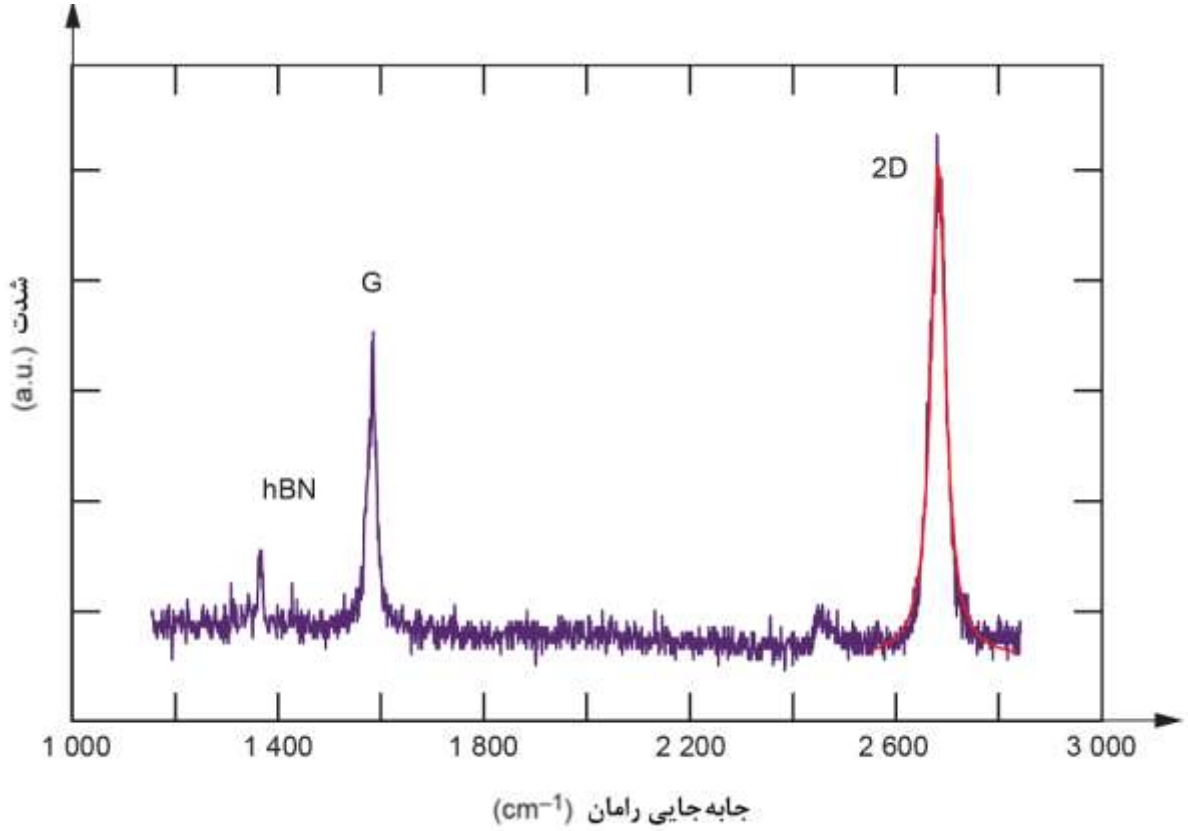


شکل ت-۳- طیف گرافن روی SiO_2

شکل ث-۱، پیشنهاد می‌کند که این ماده توانایی نشان دادن تحرک‌پذیری به بزرگی $۱٫۱\times۱۰^{۴}$ $cm^2/(Vs)$ را دارد. در اینجا، همان بستره که برای طیف شکل ت-۲ به‌کاررفته بود، مورداستفاده قرار گرفته‌است. شکل ت-۳ که کمتر از نیمی از تحرک‌پذیری را نشان می‌دهد، مثالی است برای این‌که این روش می‌تواند در بهینه کردن ساخت لایه‌های گرافنی استفاده شود. کاربردهایی با الزامات سخت‌گیرانه کمتر در کیفیت الکترونیکی، مانند افزاره‌هایی در زمینه الکترودهای شفاف و الکترونیک انعطاف‌پذیر، با این نوع کیفیت در دسترس هستند.

ت-۴ مثال ۴: $FWHM(2D) = ۳۴٫۸\ cm^{-1}$ – طیف گرافن روی بستره SiO_2 پوشیده‌شده با hBN

شکل ت-۴، طیف رامان گرافن را روی SiO_2 پوشیده‌شده با بور نیترید شش‌وجهی (hBN) نشان می‌دهد که FWHM(2D) آن برابر با $۳۴/۸\ cm^{-1}$ است. پیک در حدود $۱۳۶۵\ cm^{-1}$ به خاطر وجود hBN است و خط D گرافن نیست.



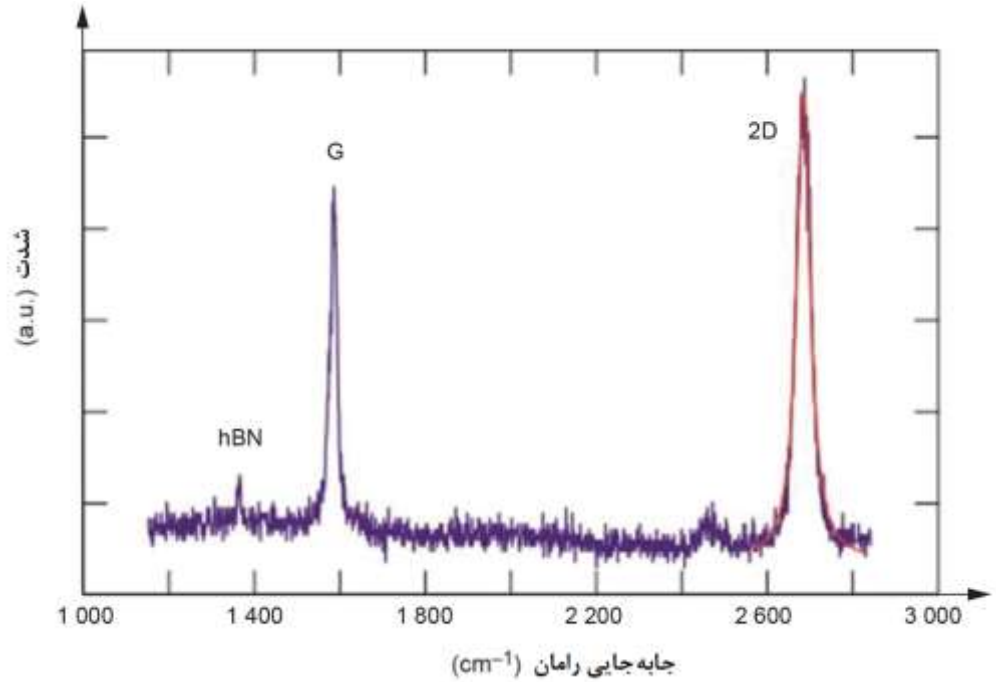
شکل ت-۴- طیف گرافن روی SiO_2 پوشیده‌شده با hBN

استفاده از شکل ث-۱، پیشنهاد می‌کند که این ماده برای تحرک‌پذیری به بزرگی $۳٫۹\times۱۰^{۳}$ $cm^2/(Vs)$ مناسب است.

کاربردهای مختلف در زمینه الکترونیک انعطاف‌پذیر، با این نوع عملکرد گرافن قابل‌دسترسی است.

ت-۵ مثال ۵: $FWHM(2D) = ۴۰٫۳\ cm^{-1}$ – طیف گرافن روی بستره SiO_2 پوشیده شده از hBN خیلی نازک

شکل ت-۵، طیف رامان گرافن روی SiO_2 پوشیده‌شده با لایه خیلی نازکی از hBN را نشان می‌دهد که FWHM(2D) آن برابر با $۴۰٫۳\ cm^{-1}$ است. پیک حدود $۱۳۶۵\ cm^{-1}$ به‌دلیل وجود hBN است و خط D گرافن نیست. خط قرمز رنگ، یک برازش لورنتزی منفرد با خط 2D است.



شکل ت-۵- طیف گرافن روی SiO_2 پوشیده‌شده با hBN

استفاده از شکل ث-۱، پیشنهاد می‌کند که این ماده برای تحرک‌پذیری به بزرگی $۲٫۸×۱۰^{۳}$ $cm^2/(Vs)$ مناسب است.

پیوست ث
(آگاهی‌دهنده)

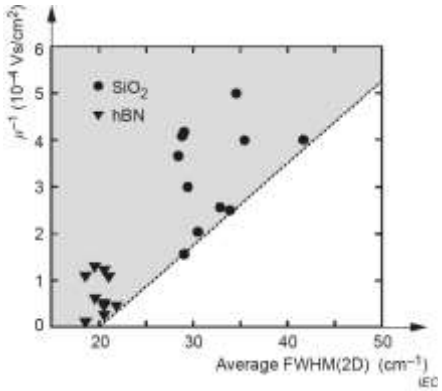
رابطه بین پهنای خط رامان 2D مشاهده‌شده و تحرک‌پذیری حامل

نشانه‌های تحرک‌پذیری حامل‌ها در گرافن که با نوسانات کرنش در مقیاس نانومتری محدود شده‌است، از تلفیق اندازه‌گیری‌های انتقال با تفکیک فضایی[1] طیف‌سنجی رامان به‌دست آمده‌است [2]. در این مورد، مقدار مطلوب، پهنای خط 2D رامان است. برخلاف عرض پیک G، FWHM(2D) فقط به مقدار بسیار کمی به دوپه و ناهمگنی بار بستگی دارد. همچنین پهنای خط پیک 2D رامان فقط به‌طور جزئی با کرنش فراگیر و خصوصیات غربالگری مختلف بسترها، تحت‌تأثیر قرار می‌گیرد (به مرجع [3] مراجعه شود)، درحالی‌که نسبت به ناهمگنی کرنش روی مقیاس‌های طولی کوچک‌تر از اندازه نقطه لیزر، بسیار حساس است [3]. این موارد دقیقاً تغییرات کرنش تصادفی هستند که می‌توانند به پراکندگی حامل‌های بار کمک کنند. شکل ث-۱- الف از مرجع [2]، معکوس تحرک‌پذیری حامل‌ها μ^{-1} برحسب پهنای خط پیک 2D برای تعدادی از پرک‌های گرافن قرارگرفته روی بسترهای مختلف را نشان می‌دهد. هر یک از نقاط داده به نمونه مختلفی مربوط است که در آن اندازه‌گیری‌های انتقال در دمای پایین ($T\approx2K$) برای استخراج تحرک‌پذیری حامل‌ها و همین‌طور، نقشه‌های رامان با تفکیک فضایی، مانند شکل ث-۱-ب، انجام شده‌است. کد رنگ، نمایانگر پهنای خط پیک 2D است. از این نقشه‌ها، توزیع FWHM (2D) و متوسط پهنای خط 2D برای هر پرک استخراج می‌شود که دومی در محور افقی شکل ث-۱-الف ترسیم می‌شود.

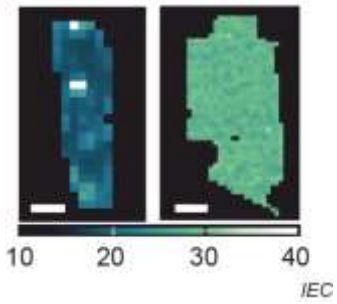
یافتن نقاط داده در تمام افزاره‌های بررسی‌شده در شکل ث-۱- الف، بالای خط نقطه‌چین، به این معنی است که بیشترین مقدار مشاهده‌شده μ در افزاره‌هایی که پهنای خط رامان 2D برای آنها بزرگ‌تر است، مثل افزاره‌هایی با تغییرات کرنش تصادفی بزرگ‌تر، کوچک‌تر است. این مورد به‌طور مستقیم نشان می‌دهد که تغییرات کرنش، تحرک‌پذیری حامل‌ها را محدود می‌کند. داده‌ها گسترش نسبتاً زیادی را در مقادیر تحرک‌پذیری نشان می‌دهند و ناشی از این حقیقت است که تحرک‌پذیری می‌تواند از طریق نقص‌های ساختاری محدود شود، مانند چین‌های تشکیل‌شده در گرافن طی فرآیند انتقال و ساخت، که می‌تواند فقط تأثیر کمی در متوسط پهنای خط 2D رامان داشته باشد.

علی‌رغم این محدودیت‌های تجربی، عدم وجود نقاط داده در ناحیه بدون سایه نشان می‌دهد که شرط لازم برای مشاهده مقادیر بالای تحرک‌پذیری حامل‌ها، داشتن نوسانات کرنش تصادفی کوچک است، و همبستگی بین بیشترین تحرک‌پذیری و متوسط پهنای خط رامان 2D به‌وضوح آشکار است.

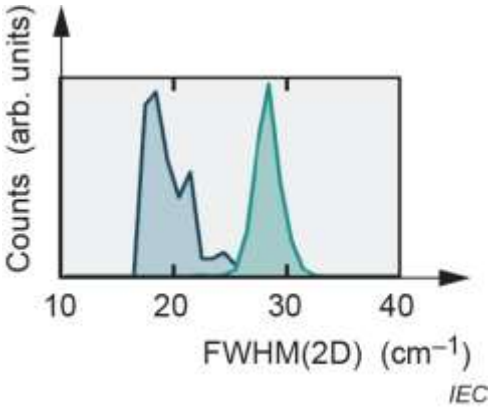
1- Spatially resolved Raman spectroscopy



الف- رابطه تحرک‌پذیری معکوس و متوسط FWHM(2D) پیک رامان 2D برای تعدادی پرک گرافن روی بستره‌های مختلف



ب- نقشه رامان دو پرک گرافن روی دو بستره متفاوت (چپ: hBN ؛ راست: SiO_2) که مقادیر مختلف FWHM(2D) تفکیک شده فضایی را مشخص می‌کند (مقیاس رنگ یکسان) با طول خط مقیاس سفید ۲ mμ



پ- بافت‌نگاشت FWHM(2D) برای دو مثال نشان داده‌شده در قسمت (ب). این بافت‌نگاشت‌ها برای استخراج نقاط داده در قسمت (الف) به کار برده شده‌اند. [منبع: [2] Couto et al.2014، با کسب اجازه تکثیر شده‌است]

شکل ث-۱- رابطه تحرک‌پذیری معکوس و متوسط پهنای کامل در نصف مقدار بیشینه FWHM(2D) پیک 2D رامان

کتاب‌نامه

[1] A. C. Ferrari, D. M. Basko, "Raman spectroscopy as a versatile tool for studying the properties of graphene", Nature Nano 8, 235 (2013).

[2] N. J. G. Couto, D. Costanzo, S. Engels, D.-K. Ki, K. Watanabe, T. Taniguchi, C. Stampfer, F. Guinea, A. F. Morpurgo, "Random Strain Fluctuations as Dominant Disorder Source for High-Quality On-Substrate Graphene Devices", Phys. Rev. X 4, 041019 (2014).

[3] C. Neumann, S. Reichardt, P. Venezuela, M. Drögeler, L. Banszerus, M. Schmitz, K. Watanabe, T. Taniguchi, F. Mauri, B. Beschoten, S. V. Rotkin, and C. Stampfer, "Raman spectroscopy as probe of nanometer-scale strain variations in graphene", Nature Communications 6, 8429 (2015).

[4] A. Jorio, R. Saito, G. Dresselhaus, M. S. Dresselhaus, "Raman Spectroscopy in Graphene Related Systems", Wiley-VCH Verlag GmbH (2011).

[5] D. Graf, F. Molitor, K. Ensslin, C. Stampfer, A. Jungen, C. Hierold and L. Wirtz, "Spatially Resolved Raman Spectroscopy of Single- and Few-Layer Graphene", Nano Lett. 7, 238 (2007).

[6] Ferrari, A. C. et al. "Raman spectrum of graphene and graphene layers". Phys. Rev. Lett. 97, 187401 (2006).