

# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX—XXXX

## 纳米技术 拉曼光谱法测量二硫化钼薄片的 层数

Nanotechnologies - Measurement of the number of layers of MoS<sub>2</sub> flakes -  
Raman spectroscopy method

(征求意见稿)

2023年11月

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	3
引言 .....	4
1 范围 .....	5
2 规范性引用文件 .....	5
3 术语和定义 .....	5
4 样品准备 .....	8
5 基于剪切模和呼吸模的峰位测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法 (A 法) .....	9
6 基于 $E_{2g}^1$ 模和 $A_{1g}$ 模的峰位差测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法 (B 法) .....	11
7 基于 $SiO_2/Si$ 衬底的硅拉曼模峰高测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法 (C 法) .....	13
8 测试报告 .....	15
附录 A (资料性) 拉曼光谱法测量二硫化钼薄片层数的各种方法概要一览表 .....	17
附录 B (资料性) 典型拉曼峰的光谱参数示意图 .....	18
附录 C (资料性) 基于剪切模和呼吸模的峰位测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法 (A 法) 的表征实例 .....	19
附录 D (资料性) 基于 $E_{2g}^1$ 模和 $A_{1g}$ 模的峰位差测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法 (B 法) 的表征实例 .....	21
附录 E (资料性) 基于 $SiO_2/Si$ 衬底的硅拉曼模峰高测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法 (C 法) 的表征实例 .....	23
附录 F (资料性) 基于 $SiO_2/Si$ 衬底的硅拉曼模峰高测量 $MoS_2$ 薄片层数的拉曼光谱法 (C 法) 的 $I_{2D}(Si)/I_0(Si)$ 理论计算结果(532nm 激光) .....	25
附录 G (资料性) 测试报告范例 .....	26
参考文献 .....	27

## 前 言

本文件按照 GB/T1.1—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。

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/TC279/SC1）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。

本文件主要起草人：谭平恒、刘雪璐、李晓莉、丁荣。

## 引 言

二硫化钼薄片具有优异的电学、光学、力学、热学等性能，在学术界和工业界都引起了广泛的关注，已成为新一代高性能纳米光电子器件国际前沿研究的核心材料之一。二硫化钼薄片作为二维层状材料的代表，其层数或者厚度显著影响其光学和电学等性能。例如，单层二硫化钼薄片为直接带隙半导体，多层二硫化钼薄片为间接带隙半导体，且带隙随层数增加而逐渐降低，但场效应迁移率和电流密度会随之提高，进而通过调控二硫化钼薄片的层数实现与其相关的光电探测器、光电二极管、太阳能电池和电致发光器件的可控性能。所以，快速准确地表征二硫化钼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，也是深入研究二硫化钼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，已被广泛地应用于二硫化钼薄片的层数测量。比如，单层和多层二硫化钼薄片的拉曼光谱中，高频拉曼振动模—— $E_{2g}^1$ 和 $A_{1g}$ 的峰位差值随二硫化钼薄片的层数而递增，两层及以上的二硫化钼薄片低频拉曼振动模——呼吸（LB）模和剪切（S）模的峰位与二硫化钼薄片的层数具有确定的对应关系。同时，对于制备在氧化硅衬底上的二硫化钼薄片，二硫化钼下方硅衬底的拉曼峰的强度也与其上二硫化钼薄片的层数呈现单调变化的关系。因此，利用上述拉曼光谱参数特征，就可以准确地测量二硫化钼薄片的层数。

由于不同方法制备的二硫化钼薄片在结晶性和微观结构上存在较大差异，现有任何一种表征方法均不是具有确定意义的通用手段。在实际应用中需要根据二硫化钼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进行机械剥离方法制备的二硫化钼薄片的层数测量提供科学可靠的依据以及标准的实验方法，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，为二硫化钼薄片等二维材料的生产和研究提供技术指导。

本文件的发布机构提请注意，声明符合本文件时，本文件第7章的相关内容涉及专利。

本文件的发布机构对于专利的真实性、有效性和范围无任何立场。

该专利持有人已向本文件的发布机构保证，他愿意同任何申请人在公平、合理、无歧视的条款和条件下，免费许可任何组织或者个人在实施该国家标准时实施专利。该专利持有人的声明已在本文件的发布机构备案。相关信息可通过以下方式获得：

专利持有人：中国科学院半导体研究所

地址：北京市海淀区清华东路甲35号

邮编：100083

请注意除上述专利外，本文件的某些内容仍可能涉及专利。本文件的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

# 纳米技术 拉曼光谱法测量二硫化钼薄片的层数

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

本文件规定了使用拉曼光谱法测量二硫化钼薄片的层数的方法。

本文件适用于利用机械剥离法制备的、横向尺寸不小于  $2\ \mu\text{m}$  的 2H 堆垛的二硫化钼薄片的层数测量。化学气相沉积（CVD: chemical vapor deposition）法制备的 2H 堆垛的二硫化钼薄片可参照本方法执行。

注 1：测量二硫化钼薄片的层数时，可单独或者综合几种方法联合测量并相互验证。

注 2：第 5 章给出了基于剪切模和呼吸模的峰位测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法（A 法）。第 6 章给出了基于  $E_{2g}^1$  模和  $A_{1g}$  模的峰位差测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法（B 法）。第 7 章给出了基于  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  衬底的硅拉曼模峰高测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法（C 法）。附录 A 给出了拉曼光谱法测量二硫化钼薄片层数的各种方法概要一览表。

## 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  
 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 纳米技术 石墨烯相关二维材料的层数测量 拉曼光谱法  
 JJF 1544 拉曼光谱仪校准规范

## 3 术语和定义

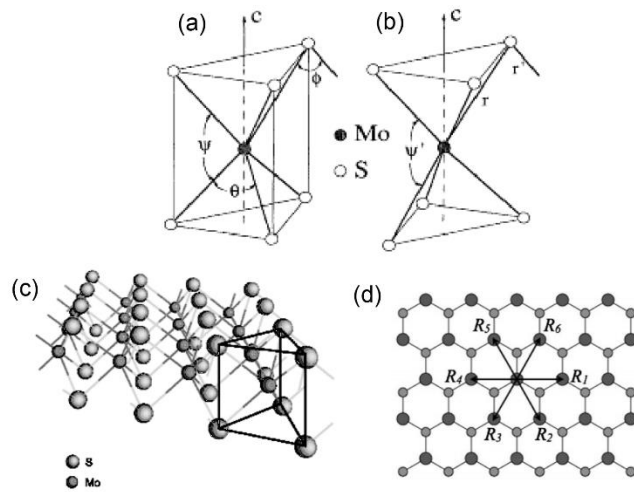
GB/T 30544.13、GB/T 33252、GB/T 40069 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 二硫化钼相关术语

#### 3.1.1

**单层二硫化钼 monolayer molybdenum disulfide; 1L-MoS<sub>2</sub>**

一种具有类石墨烯层状结构的二维晶体材料，属于过渡族金属二硫化物。每一层 MoS<sub>2</sub> 是由两层 S 原子与一层 Mo 原子堆叠形成的三明治状的层状结构相对堆叠而成的。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<sub>2</sub> 厚度约为 0.65 nm。根据上下 S 原子层的相对取向不同，1L-MoS<sub>2</sub> 按配位方式为两类，2H 相呈三棱柱配位，1T 相呈八面体式配位，如图 1 所示。



(a) 2H 型 MoS<sub>2</sub> 原子结构示意图 (b) 1T 型 MoS<sub>2</sub> 原子结构示意图  
(c) 单层 2H-MoS<sub>2</sub> 的三维原子示意图 (d) 单层 2H-MoS<sub>2</sub> 的原子结构俯视示意图

图 1 单层二硫化钼 (1L-MoS<sub>2</sub>) 结构示意图

### 3.1.2

#### 多层二硫化钼 multilayer molybdenum disulfide; ML-MoS<sub>2</sub>

多层 MoS<sub>2</sub> 是由单层 MoS<sub>2</sub> 按某种方式堆垛而成，其层内原子以共价键相结合，层间通过弱的范德瓦耳斯力相互结合。根据层间堆垛方式和 MoS<sub>2</sub> 的配位方式的不同，有三种晶体结构：2H-MoS<sub>2</sub>、3R-MoS<sub>2</sub> 和 1T-MoS<sub>2</sub>，如图 2 所示。2H-MoS<sub>2</sub> 是最稳定存在的一种形态，3R-MoS<sub>2</sub> 和 1T-MoS<sub>2</sub> 是亚稳定态。

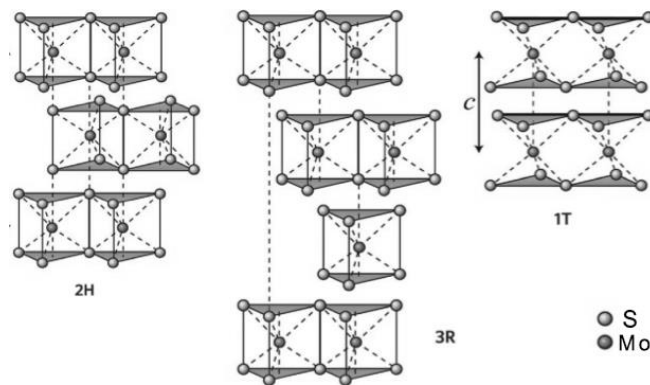


图 2 不同堆垛方式的多层二硫化钼 2H-MoS<sub>2</sub>、3R-MoS<sub>2</sub> 和 1T-MoS<sub>2</sub> 原子结构示意图

### 3.1.3

#### 2H 堆垛 2H stacking

相邻二硫化钼层中上层的 Mo 原子和 S 原子分别与下层的 S 原子和 Mo 原子对齐的堆叠方式。具有 2H 堆垛的 ML-MoS<sub>2</sub> 具有六角对称性，两个(S-Mo-S)三棱柱结构为一个重复单元。

注：2H 堆垛是多层 MoS<sub>2</sub> 最为常见的堆垛方式。

#### 3.1.4

##### **层数 number of layers**

〈二维材料〉 构成二维材料的层的数目。

[来源: GB/T 40069—2021, 3.1.3]

#### 3.2 拉曼光谱相关术语

##### 3.2.1

##### **拉曼光谱 Raman spectrum**

当物质受到单色辐射能照射时, 由于非弹性散射产生的已调制频移的光谱。

注1: 非弹性散射指受到介质的旋转激发、振动激发或声子激发。

注2: 调制频移指单色辐射光子的能量损失或者增益。

[来源: GB/T 33252-2016,2.1]

##### 3.2.2

##### **拉曼峰 Raman peak; Raman mode; Raman band**

拉曼光谱中具有特定形状的谱峰。

注1: 每种散射介质都有其特定的拉曼峰。

注2: 包括峰位、峰高、峰面积、峰宽和线型等光谱特征, 参见附录 B 的图 B.1。

[来源: GB/T 40069-2021,3.2.2]

##### 3.2.3

##### **峰高 peak height; peak maximum**

拉曼峰的最高点与基线之间的垂直距离。

[来源: GB/T 40069-2021,3.2.3]

##### 3.2.4

##### **峰面积 peak area**

##### **峰强 peak intensity**

拉曼峰与基线包围的面积。

[来源: GB/T 40069-2021,3.2.4]

##### 3.2.5

##### **峰位 peak position**

入射单色光与拉曼峰最高点位置之间的波数差值。

注: 也称为拉曼频移, 单位为波数( $\text{cm}^{-1}$ )。

[来源: GB/T 40069-2021,3.2.5]

### 3.2.6

#### 峰宽 **peak width**

拉曼峰两侧位于 1/2 峰高处之间的频移差。

注：又称为半高全宽（Full Width at Half Maximum, FWHM）。

[来源：GB/T 40069-2021,3.2.6]

### 3.2.7

#### $E'$ 、 $E_g^1$ 和 $E_{2g}^1$ 模 $E'$ 、 $E_g^1$ and $E_{2g}^1$ mode

同一层  $\text{MoS}_2$  内 Mo 原子与相邻两 S 原子沿层平面方向上做相对振动，且在 ML- $\text{MoS}_2$  中，相邻两层  $\text{MoS}_2$  最近邻 S 原子的振动方向相反的拉曼模。在奇数层、偶数层和体  $\text{MoS}_2$  中，此拉曼模分别标记为  $E'$ 、 $E_g^1$  和  $E_{2g}^1$  模。以下统一用  $E_{2g}^1$  模表示。

### 3.2.8

#### $A_1'$ 、 $A_{1g}^2$ 和 $A_{1g}$ 模 $A_1'$ 、 $A_{1g}^2$ and $A_{1g}$ mode

同一层  $\text{MoS}_2$  内的两 S 原子沿层法线方向做相对振动，而 Mo 原子保持不动，且在 ML- $\text{MoS}_2$  中，相邻两层  $\text{MoS}_2$  最近邻 S 原子的振动方向相反的拉曼模。在奇数层、偶数层和体  $\text{MoS}_2$  中，此拉曼模分别标记为  $A_1'$ 、 $A_{1g}^2$  和  $A_{1g}$  模。以下统一用  $A_{1g}$  模表示。

### 3.2.9

#### 低频拉曼模 **low-frequency Raman mode**

拉曼峰位位于 0~50 波数 ( $\text{cm}^{-1}$ ) 以内的拉曼模。

### 3.2.10

#### 呼吸模 **layer breathing mode; LB mode**

表征 ML- $\text{MoS}_2$  的层与层之间沿层法线方向准刚性移动的低频特征拉曼模，其拉曼峰位由 ML- $\text{MoS}_2$  的层间呼吸力常数和层数决定。

注：在 1L- $\text{MoS}_2$  材料中，不存在 LB 模。

### 3.2.11

#### 剪切模 **shear mode; S mode**

表征 ML- $\text{MoS}_2$  的层与层之间在层平面方向准刚性移动的低频特征拉曼模，其拉曼峰位由 ML- $\text{MoS}_2$  的层间剪切力常数和层数决定。

注：在 1L- $\text{MoS}_2$  材料中，不存在 S 模。

## 4 样品准备



- 4.1 本文件使用的衬底应为表面具有二氧化硅（SiO<sub>2</sub>）层的硅（Si）衬底，以下称之为 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底。其中 A 法和 B 法对于 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底上 SiO<sub>2</sub> 的厚度无要求；C 法要求 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底上 SiO<sub>2</sub> 的厚度为 90 nm±5 nm，以下称之为 90 nm SiO<sub>2</sub>/Si 衬底。SiO<sub>2</sub> 层的厚度应按照 GB/T 31225 进行测量。
- 4.2 对于使用机械剥离法制备于 90 nm SiO<sub>2</sub>/Si 衬底上的二硫化钼薄片，可以直接使用，无需进一步处理。
- 4.3 对于使用 CVD 法制备的二硫化钼薄片，需将其转移至 90 nm SiO<sub>2</sub>/Si 衬底上再进行测量。
- 4.4 在显微镜下观测样品，测试区域内应无明显杂质。

## 5 基于剪切模和呼吸模的峰位测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法（A 法）

### 5.1 原理

二维层状材料相邻层之间以范德瓦尔斯力结合，在晶体结构完整的两层及多层 MoS<sub>2</sub> 薄片中具有起源于层间相对振动的低频拉曼模：剪切（S）模和呼吸（LB）模，分别对应于相邻两层（S-Mo-S）在平行和垂直于原子层面的相对运动。层数为 N 的 MoS<sub>2</sub> 薄片（NL-MoS<sub>2</sub>）中包含 N-1 个 S 模，记为 S<sub>N,N-i</sub>，以及 N-1 个 LB 模，记为 LB<sub>N,N-i</sub>，其中 i=1,2,...,N-1。它们的峰位随层数 N 变化，其中峰位最高的拉曼模记为 S<sub>N,1</sub>/LB<sub>N,1</sub>（即 i=N-1），峰位最低的拉曼模记为 S<sub>N,N-1</sub>/LB<sub>N,N-1</sub>（即 i=1）。S<sub>N,N-i</sub> 和 LB<sub>N,N-i</sub> 的峰位与 MoS<sub>2</sub> 薄片的层数（N）具有确定的关系，可通过线性链模型计算得出： $\omega(S_{N,N-i}) = \omega(S_{bulk})\sin(i\pi/2N)$ ， $\omega(LB_{N,N-i}) = \omega(LB_{bulk})\sin(i\pi/2N)$ ，其中 MoS<sub>2</sub> 体材料的 S 模和 LB 模的峰位为  $\omega(S_{bulk}) = \sqrt{2}\omega(S_{21}) = 32.5\text{cm}^{-1}$ ， $\omega(LB_{bulk}) = \sqrt{2}\omega(LB_{21}) = 56.8\text{cm}^{-1}$ 。图 3 给出了 2 至 10 层 2H-MoS<sub>2</sub> 的拉曼光谱，其中峰位最高且强度最强的 S<sub>N,1</sub> 模、峰位次高且强度次强的 S<sub>N,3</sub> 模（N≥4 时）、峰位最低且强度最强的 LB<sub>N,N-1</sub> 模、峰位次低且强度次强的 LB<sub>N,N-3</sub> 模（N≥4 时）的峰位随层数的变化情况，其具体数值参见表 1。表中存在空格时，对应层数的该拉曼模不存在，或者相邻层 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片的峰位间隔太小，不足以用来鉴别相应 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片的层数。另外，根据 S 模和 LB 模的拉曼张量和拉曼散射的选择定则，S 模在平行偏振配置（入射光的入射方向与散射光的收集方向相互平行）或者垂直偏振配置（入射光的入射方向与散射光的收集方向相互垂直）下都可以被探测到且强度相同，而 LB 模只能在平行偏振配置下才能被探测到，可进一步利用不同的偏振拉曼配置来区分所观察的拉曼模是 S 模还是 LB 模。因此，根据所测低频拉曼模的峰位，即可判定 2 至 10 层 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片的层数。

由于在单层 MoS<sub>2</sub> 中不存在 S 模和 LB 模，当在所测样品区域中检测不到 S 模和 LB 模时，可进一步根据本文件第 6 章 B 法中 E<sub>2g</sub><sup>1</sup> 和 A<sub>1g</sub> 模的峰位差来判断该 MoS<sub>2</sub> 薄片是否为单层 MoS<sub>2</sub>。

此方法适用于 2 至 10 层的 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片的层数测量。

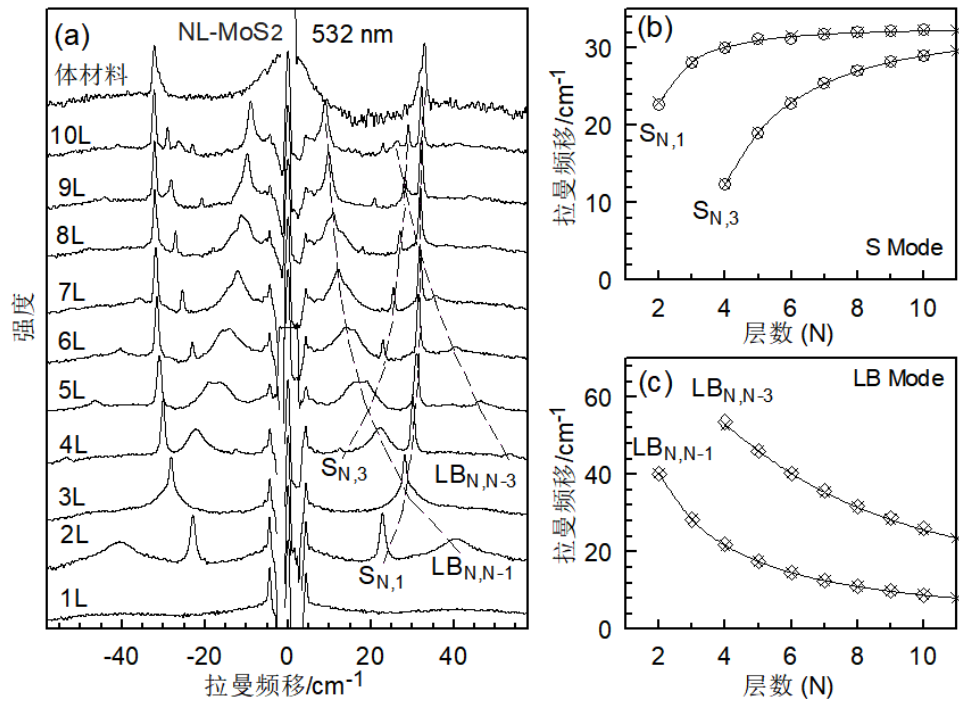


图 3 (a) 1 至 10 层以及体材料 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片的低频拉曼光谱, (b) S<sub>N,1</sub> 模和 S<sub>N,3</sub> 模的峰位随层数(N)的变化关系, (c) LB<sub>N,N-1</sub> 模和 LB<sub>N,N-3</sub> 模的峰位随层数(N)的变化关系

## 5.2 仪器

5.2.1 使用激光共聚焦显微拉曼光谱仪作为测量仪器；使用 532nm 激光；激光共聚焦显微拉曼光谱仪单个阵列探测器阵元所覆盖波数宜优于 0.5 cm<sup>-1</sup>，且该光谱仪所测得硅材料位于 520 cm<sup>-1</sup> 拉曼模的 FWHM 不大于 4.0cm<sup>-1</sup>；可测得低至 5 cm<sup>-1</sup> 的拉曼信号；激光共聚焦显微拉曼光谱仪的横向 (XY) 空间分辨率应优于 2 μm。

5.2.2 测量前，应按 GB/T 33252、JJF 1544-2015 或相关技术规范对拉曼光谱仪进行校准，保证激光瑞利线位于 0 cm<sup>-1</sup>。

## 5.3 测量步骤与层数判定

5.3.1 使用放大倍数为 100 倍或 50 倍的显微物镜；激光到达样品表面的激光功率宜小于 0.3mW，避免样品被激光加热和损伤。

5.3.2 选择光谱扫描范围应涵盖 -60~60 cm<sup>-1</sup>。

5.3.3 用光学显微镜对衬底上样品进行图像分析，掌握 MoS<sub>2</sub> 薄片的位置，确定测量区域。

5.3.4 选择合适的拉曼光谱采集时间，使得最强 S 模或 LB 模的峰高计数超过 1000。利用洛伦兹线型拟合得到 S 模和 LB 模的峰位数值。在待测样品中色度一致的区域，选择不同位置测量 3 组数据取算术平均值。

5.3.5 根据实验所测 $S_{N,1}$ 模、 $S_{N,3}$ 模、 $LB_{N,N-1}$ 模或 $LB_{N,N-3}$ 模中至少两个拉曼模的峰位，查阅表 1，与表中某一层数 MoS<sub>2</sub> 薄片所列相应参考值相差 0.2 cm<sup>-1</sup>，即可确定待测样品对应的层数。表征实例参见附录 C。

5.3.6 若存在峰位重叠影响判断的情况，可进一步分别在平行偏振配置和垂直偏振配置下测量待测样品拉曼光谱。在平行偏振配置和垂直偏振配置下同时可测得的为 S 模，仅在平行偏振配置下可测得的为 LB 模。

5.3.7 若所测谱图中没有出现 S 和 LB 模，可进一步根据 B 法来判断该 MoS<sub>2</sub> 薄片是否为 1L-MoS<sub>2</sub>。

5.3.8 若在表 1 中各层数所列参考值都与实验所测 S 和 LB 模对应的峰位相差大于 0.2 cm<sup>-1</sup>，则该 MoS<sub>2</sub> 薄片不具有 2H 堆垛方式或者层数超过 10 层。

表 1 2 至 10 层 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片中的 $S_{N,1}$ 模、 $S_{N,3}$ 模、 $LB_{N,N-1}$ 模和 $LB_{N,N-3}$ 模的参考值

层数	$S_{N,1}$ 模峰位	$S_{N,3}$ 模峰位	$LB_{N,N-1}$ 模峰位	$LB_{N,N-3}$ 模峰位
2	$S_{2,1} \sim 23.0 \text{cm}^{-1}$	-	$LB_{2,1} \sim 40.1 \text{cm}^{-1}$	-
3	$S_{3,1} \sim 28.1 \text{cm}^{-1}$	-	$LB_{3,2} \sim 28.4 \text{cm}^{-1}$	-
4	$S_{4,1} \sim 30.0 \text{cm}^{-1}$	$S_{4,3} \sim 12.4 \text{cm}^{-1}$	$LB_{4,3} \sim 21.7 \text{cm}^{-1}$	$LB_{4,1} \sim 52.5 \text{cm}^{-1}$
5	$S_{5,1} \sim 30.9 \text{cm}^{-1}$	$S_{5,3} \sim 19.1 \text{cm}^{-1}$	$LB_{5,4} \sim 17.5 \text{cm}^{-1}$	$LB_{5,2} \sim 45.9 \text{cm}^{-1}$
6	-	$S_{6,3} \sim 23.0 \text{cm}^{-1}$	$LB_{6,5} \sim 14.7 \text{cm}^{-1}$	$LB_{6,3} \sim 40.1 \text{cm}^{-1}$
7	-	$S_{7,3} \sim 25.4 \text{cm}^{-1}$	$LB_{7,6} \sim 12.6 \text{cm}^{-1}$	$LB_{7,4} \sim 35.4 \text{cm}^{-1}$
8	-	$S_{8,3} \sim 27.0 \text{cm}^{-1}$	$LB_{8,7} \sim 11.1 \text{cm}^{-1}$	$LB_{8,5} \sim 31.5 \text{cm}^{-1}$
9	-	$S_{9,3} \sim 28.1 \text{cm}^{-1}$	$LB_{9,8} \sim 9.9 \text{cm}^{-1}$	$LB_{9,6} \sim 28.4 \text{cm}^{-1}$
10	-	$S_{10,3} \sim 28.9 \text{cm}^{-1}$	$LB_{10,9} \sim 8.9 \text{cm}^{-1}$	$LB_{10,7} \sim 25.8 \text{cm}^{-1}$

## 6 基于 $E_{2g}^1$ 模和 $A_{1g}$ 模的峰位差测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法（B 法）

### 6.1 原理

晶体结构完整的单层和多层 MoS<sub>2</sub> 薄片都具有高频拉曼模 $E_{2g}^1$ 模和 $A_{1g}$ 模，来源于(S-Mo-S)原子层内原子的相对振动，位于 380-420cm<sup>-1</sup>之内。如图 4 所示，5 层以内 $E_{2g}^1$ 模和 $A_{1g}$ 模的峰位差 $\Delta(A_{1g} - E_{2g}^1)$ 与随 MoS<sub>2</sub> 薄片的层数递增，其峰位差 $\Delta\omega(A_{1g} - E_{2g}^1)$ 与层数的判定关系参见表 2，由此可确定 5 层以内 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片的层数。5 层以上峰位差 $\Delta\omega(A_{1g} - E_{2g}^1)$ 随层数变化不明显，可使用 A 法或 C 法进行判定。

此方法适用于 1 至 5 层的 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片的层数测量。

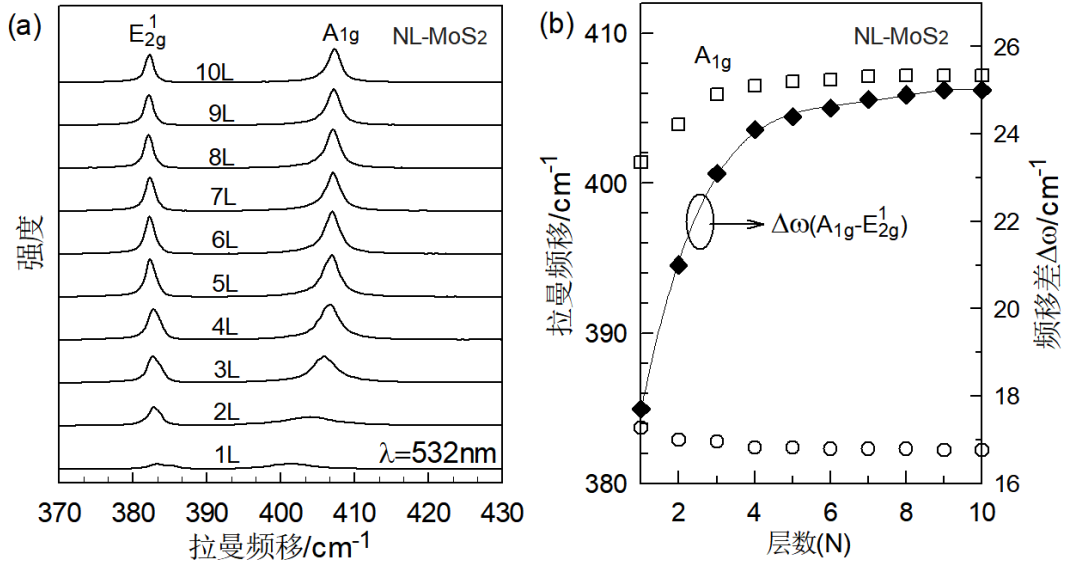


图 4 (a) 1 至 10 层 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片的高频拉曼光谱, (b)  $E_{2g}^1$  模峰位、 $A_{1g}$  模峰位和两者峰位差  $\Delta\omega(A_{1g} - E_{2g}^1)$  随层数  $N$  的变化关系。

## 6.2 仪器

6.2.1 使用激光共聚焦显微拉曼光谱仪作为测量仪器；使用 532nm 激光；激光共聚焦显微拉曼光谱仪单个阵列探测器阵列所覆盖波数宜优于  $1.0 \text{ cm}^{-1}$ ，且该光谱仪所测得硅材料位于  $520 \text{ cm}^{-1}$  拉曼模的 FWHM 不大于  $4.0 \text{ cm}^{-1}$ ；激光共聚焦显微拉曼光谱仪的横向 (XY) 空间分辨率应优于  $2 \mu\text{m}$ 。

6.2.2 测量前，应按 GB/T 33252、JJF 1544-2015 或相关技术规范对拉曼光谱仪进行校准。

## 6.3 测量步骤与层数判定

6.3.1 使用放大倍数为 100 倍或 50 倍的显微物镜；激光到达样品表面的激光功率宜小于  $0.3 \text{ mW}$ ，避免样品被激光加热和损伤。

6.3.2 选择光谱扫描范围应涵盖  $380 \sim 410 \text{ cm}^{-1}$ 。

6.3.3 用光学显微镜对衬底上样品进行图像分析，掌握 MoS<sub>2</sub> 薄片的位置，确定测量区域。

6.3.4 对待测样品选择合适的拉曼光谱采集时间，使得  $A_{1g}$  和  $E_{2g}^1$  模峰高计数超过 5000；利用洛伦兹线型拟合分别得到  $A_{1g}$  和  $E_{2g}^1$  模的峰位，并计算峰位差  $\Delta\omega(A_{1g} - E_{2g}^1)$ 。

6.3.5 在待测样品中色度一致的区域内，选择不同位置测量 3 组数据取算术平均值。单一测量值与算术平均值的偏差不应大于 10%，否则本标准方法不适用于该 MoS<sub>2</sub> 薄片。查阅表 2，根据峰位差  $\Delta\omega(A_{1g} - E_{2g}^1)$  所处的参考范围得到待测样品的层数。表征实例参见附录 D。

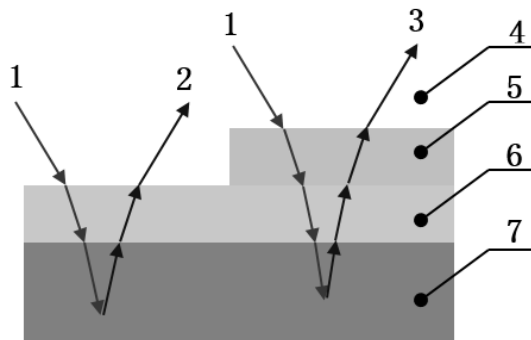
6.3.6 若所测峰位差不在表 2 所列各参考范围内，则该 MoS<sub>2</sub> 薄片不具有 2H 堆垛方式或者层数超过 5 层。

表 2 1 至 5 层 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片的 A<sub>1g</sub>和E<sub>2g</sub><sup>1</sup>模峰位差 $\Delta\omega(A_{1g} - E_{2g}^1)$ 的参考范围

层数(N)	峰位差 $\Delta\omega(A_{1g} - E_{2g}^1)$ 参考范围
1	$17.4 \leq \Delta\omega \leq 20.0$
2	$20.8 \leq \Delta\omega \leq 22.5$
3	$23.1 \leq \Delta\omega \leq 23.6$
4	$23.9 \leq \Delta\omega \leq 24.2$
5	$24.3 \leq \Delta\omega \leq 24.5$

### 7 基于 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底的硅拉曼模峰高测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法（C 法）原理

将 MoS<sub>2</sub> 薄片制备或转移到 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底上时，激光和拉曼信号在 MoS<sub>2</sub> 薄片/SiO<sub>2</sub> 层/Si 衬底的多层介质中发生多次反射和折射的光束会相互干涉，使得 MoS<sub>2</sub> 薄片下方 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底的硅的拉曼峰高与激光波长、所用衬底类型及特征厚度、物镜数值孔径以及 MoS<sub>2</sub> 薄片层数相关。如图 5 所示，MoS<sub>2</sub> 薄片覆盖下 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底的拉曼特征峰 520.7cm<sup>-1</sup> 的峰高为 I<sub>2D</sub>(Si)，未被 MoS<sub>2</sub> 薄片覆盖的 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底的拉曼峰高为 I<sub>0</sub>(Si)，利用传输矩阵方法，根据 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底表面覆盖的 SiO<sub>2</sub> 层的厚度、激光波长和物镜数值孔径，可计算得出两者峰高比值 I<sub>2D</sub>(Si)/I<sub>0</sub>(Si) 的比值与 MoS<sub>2</sub> 薄片层数的关系。



说明：

- 1——激光；
- 2——未被 MoS<sub>2</sub> 薄片覆盖的 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底的硅拉曼特征峰 520.7cm<sup>-1</sup> 的峰高 I<sub>0</sub>(Si)；
- 3——MoS<sub>2</sub> 薄片覆盖下 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底的硅拉曼特征峰 520.7cm<sup>-1</sup> 的峰高 I<sub>2D</sub>(Si)；
- 4——空气；
- 5——MoS<sub>2</sub> 薄片；

6—SiO<sub>2</sub>层；  
7—Si层。

图5 制备在 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底上的二硫化钼薄片及 I<sub>2D</sub>(Si)和 I<sub>0</sub>(Si)的示意图

图6 (a) 当激发光波长为 532nm, SiO<sub>2</sub>/Si 衬底表面 SiO<sub>2</sub> 厚度 h<sub>SiO<sub>2</sub></sub> 为 90nm、数值孔径 NA 等于 0.50 时 I<sub>2D</sub>(Si)/I<sub>0</sub>(Si)与 MoS<sub>2</sub> 薄片层数(N)之间关系的理论计算结果(菱形点)给出了显微物镜倍数为 50, 数值孔径为 0.50, SiO<sub>2</sub> 厚度为 90nm 时, 532nm 激发下 I<sub>2D</sub>(Si)/I<sub>0</sub>(Si)与层数(N)之间的理论计算结果, 可见峰高比值 I<sub>2D</sub>(Si)/I<sub>0</sub>(Si)与 MoS<sub>2</sub> 薄片层数呈单调变化关系, 具体数值见表 3, 据此可判定 1 至 10 层 2H-MoS<sub>2</sub> 薄片的层数。

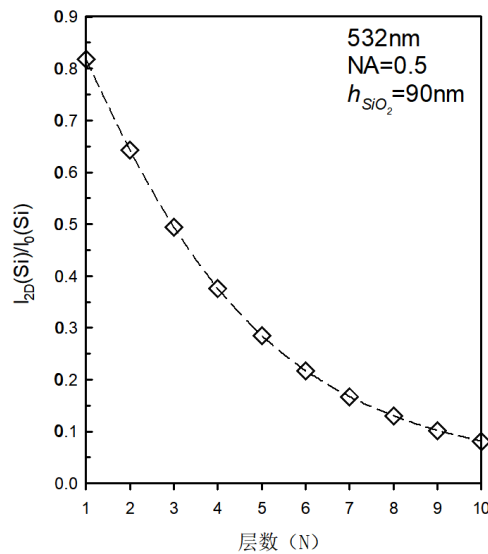


图6 (a) 当激发光波长为532nm, SiO<sub>2</sub>/Si衬底表面SiO<sub>2</sub>厚度h<sub>SiO<sub>2</sub></sub>为90nm、数值孔径NA等于0.50时 I<sub>2D</sub>(Si)/I<sub>0</sub>(Si)与MoS<sub>2</sub>薄片层数(N)之间关系的理论计算结果(菱形点)

## 7.2 仪器

7.2.1 使用激光共聚焦显微拉曼光谱仪作为测量仪器；使用 532nm 激光；使用放大倍数 50 倍、数值孔径不大于 0.55 的显微物镜；激光共聚焦显微拉曼光谱仪单个阵列探测器阵元所覆盖波数宜优于 1.0 cm<sup>-1</sup>，且该光谱仪所测得硅材料位于 520 cm<sup>-1</sup> 拉曼模的 FWHM 不大于 4.0 cm<sup>-1</sup>；激光共聚焦显微拉曼光谱仪的横向 (XY) 空间分辨率应优于 2 μm。

7.2.2 测量前，对拉曼光谱仪进行校准。其校准要求同 6.2.2。

## 7.3 测量步骤与层数判定

7.3.1 使用放大倍数 50 倍、数值孔径不大于 0.55 的显微物镜；激光到达样品表面的激光功率宜小于 0.3mW，避免样品被激光加热和损伤。

7.3.2 选择光谱扫描范围应涵盖  $500\sim 540\text{ cm}^{-1}$ 。

7.3.3 用光学显微镜对衬底上样品进行图像分析，掌握  $\text{MoS}_2$  薄片的位置，确定测量区域。

7.3.4 获得待测  $\text{MoS}_2$  薄片附近区域未被  $\text{MoS}_2$  薄片覆盖的  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  衬底的拉曼模峰高  $I_0(\text{Si})$ ：拉曼模的峰高与测试时激光对样品的聚焦状态非常敏感，需先对  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  衬底进行准确聚焦，使激光斑中心对准待测样品附近裸露的没有明显杂质覆盖的衬底，细微调节物镜与衬底之间的相对距离（即微调聚焦），获得  $\text{Si}$  拉曼模峰高最大时的聚焦状态。选择合适的拉曼光谱采集时间，使得  $\text{Si}$  峰峰高计数超过 5000。利用洛伦兹线型拟合得到峰高  $I_0(\text{Si})$  的数值。

7.3.5 获得待测  $\text{MoS}_2$  薄片样品区域上  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  衬底的拉曼模峰高  $I_{2D}(\text{Si})$ ：保持测量  $I_0(\text{Si})$  时的聚焦状态不变，平移移台使激光斑中心对准待测  $\text{MoS}_2$  薄片样品区域，获得与 7.3.4 同样采集时间下  $\text{MoS}_2$  薄片样品覆盖下  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  衬底的拉曼模峰高  $I_{2D}(\text{Si})$ 。利用洛伦兹线型拟合得到峰高  $I_{2D}(\text{Si})$  的数值。

7.3.6 计算两者的峰高比值  $I_{2D}(\text{Si})/I_0(\text{Si})$ 。在待测样品中色度一致的区域内，选择不同位置测量 3 组数据取算术平均值，单一测量值与算术平均值的偏差不应大于  $\pm 10\%$ ，否则本标准方法不适用于该  $\text{MoS}_2$  薄片。查阅表 3，根据  $I_{2D}(\text{Si})/I_0(\text{Si})$  所处的参考范围得到待测样品的层数。与表中的理论计算结果进行比较，得到对应的层数。测量实例参见附录 E。

表 3  $I_{2D}(\text{Si})/I_0(\text{Si})$  与  $\text{MoS}_2$  薄片层数之间关系的理论计算结果（532nm，衬底  $\text{SiO}_2$  厚度为 90nm，数值孔径为 0.50）

层数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$I_{2D}(\text{Si})/I_0(\text{Si})$	0.818	0.643	0.494	0.376	0.285	0.217	0.167	0.13	0.102	0.081

7.3.7 若所测峰高比值  $I_{2D}(\text{Si})/I_0(\text{Si})$  与表 3 中各数值的误差都大于 10%，则该  $\text{MoS}_2$  薄片不具有 2H 堆垛方式或者层数超过 10 层。

7.3.8 对于衬底  $\text{SiO}_2$  厚度非  $90\pm 5\text{nm}$  的情况，应按照 GB/T 31225 精确测量  $\text{SiO}_2/\text{Si}$  衬底上  $\text{SiO}_2$  层的厚度，并根据该厚度、激光波长和物镜数值孔径，计算出  $I_{2D}(\text{Si})/I_0(\text{Si})$  与  $\text{MoS}_2$  薄片层数的变化关系。在不同数值孔径和  $\text{SiO}_2$  层厚度条件下，532nm 激发时  $I_{2D}(\text{Si})/I_0(\text{Si})$  理论计算比值与  $\text{MoS}_2$  薄片层数的关系参见附录 F。

## 8 测试报告

测试报告应包括但不限于以下内容：

- 依据标准；
- 测量方法；
- 测试日期；

GB/T XXXXX—XXXX

- 测量者；
- 样品信息；
- 仪器信息；
- 拉曼谱图及层数判定结果。

测试报告参考格式参见附录 G。



## 附录 A

(资料性)

## 拉曼光谱法测量二硫化钼薄片层数的各种方法概要一览表

拉曼光谱法测量MoS<sub>2</sub>薄片层数的各种方法概要一览表见表A.1。

A.1 拉曼光谱法测量二硫化钼薄片层数的各种方法概要一览表

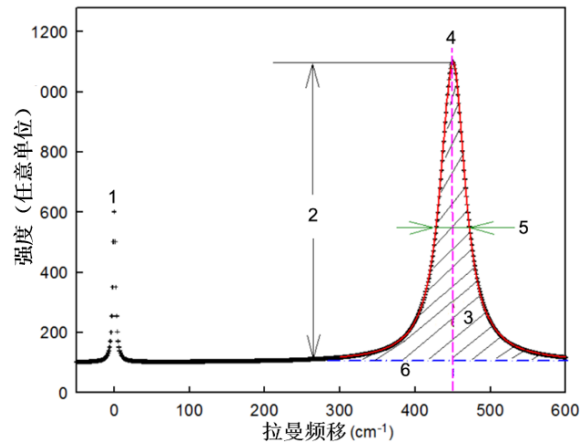
拉曼参数	表征层数 N 的范围	堆垛方式	光谱单个阵列探测器阵元覆盖范围	硅单晶拉曼模 FWHM	物镜数值孔径 NA	SiO <sub>2</sub> /Si 衬底 SiO <sub>2</sub> 厚度 $h_{\text{SiO}_2}$
剪切模和呼吸模的峰位 (A 法)	2-10	2H	优于 0.5 cm <sup>-1</sup>	不大于 4.0cm <sub>1</sub> <sup>-1</sup>	无要求	无要求
$E_{2g}^1$ 模和 $A_{1g}$ 模的峰位差 (B 法)	1-5	2H	优于 1.0 cm <sup>-1</sup>	不大于 4.0cm <sub>1</sub> <sup>-1</sup>	无要求	无要求
SiO <sub>2</sub> /Si 衬底的硅拉曼模峰高 (C 法)	1-10	2H	优于 1.0 cm <sup>-1</sup>	不大于 4.0cm <sub>1</sub> <sup>-1</sup>	≤0.55	90nm±5nm

## 附录 B

(资料性)

### 典型拉曼峰的光谱参数示意图

典型拉曼峰的光谱参数示意图见图B.1。



说明：

- 1——瑞利线；
- 2——峰高；
- 3——峰面积/峰强（阴影部分）；
- 4——峰位；
- 5——峰宽；
- 6——基线（点划线）；

图 B.1 典型拉曼峰的光谱参数示意图

## 附录 C

(资料性)

## 基于剪切模和呼吸模的峰位测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法 (A法) 的表征实例

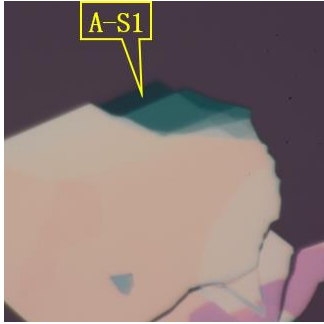
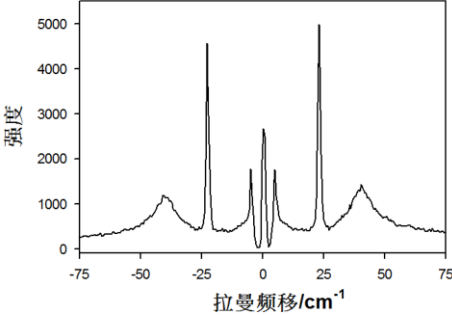
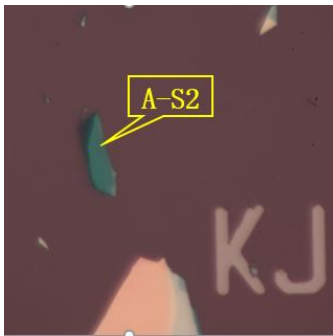
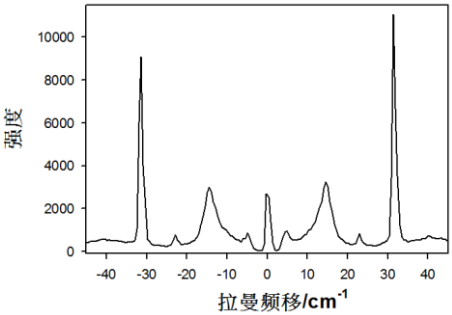
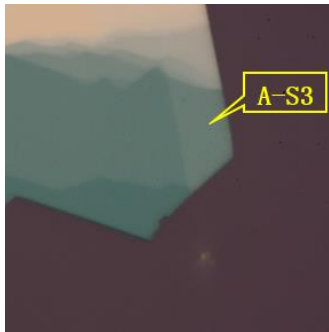
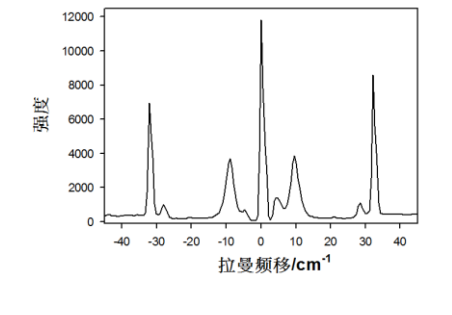
C.1 实验条件见表 C.1。

表 C.1 实验条件

依据标准	纳米技术 拉曼光谱法测量二硫化钼薄片的层数
测量方法	基于剪切模和呼吸模的峰位测量 MoS <sub>2</sub> 薄片的层数 (A 法)
样品制备方法	机械剥离法
样品衬底参数	SiO <sub>2</sub> /Si(111) 衬底, SiO <sub>2</sub> 厚度 90nm, 衬底尺寸 1cm x 1cm, 带“字母+数字”标记
拉曼光谱仪焦长	800mm
测试环境温度	25℃
激发波长	532nm
使用物镜倍数及其数值孔径	物镜倍数=100X, NA=0.9
入射到样品激光功率	0.155mW
测谱使用的光栅刻线数	1800g/mm
单个阵列探测器阵元所覆盖波数	532nm 激发时, 光栅中心处于 520 cm <sup>-1</sup> 时单个阵列探测器阵元所覆盖波数为 0.49 cm <sup>-1</sup>

C.2 测试结果及层数表征见表 C.2。

表 C.2 测试结果及层数表征

待测样品编号	待测样品显微图像 (100倍显微镜下)	拉曼光谱图结果	层数判断依据 及结果
A-S1			<p>测得 <math>22.9\text{cm}^{-1}</math>，与 <math>S_{2,1}</math> 模峰位相符；测得 <math>40.2\text{cm}^{-1}</math>，与 <math>LB_{2,1}</math> 模峰位相符。</p> <p>因此判断 A-S1 为 2 层 <math>\text{MoS}_2</math> 薄片。</p>
A-S2			<p>测得 <math>14.6\text{cm}^{-1}</math>，与 <math>LB_{6,5}</math> 模峰位相符；测得 <math>23.0\text{cm}^{-1}</math>，与 <math>S_{6,3}</math> 模峰位相符；测得 <math>31.4\text{cm}^{-1}</math>，与 <math>S_{6,1}</math> 模峰位相符；测得 <math>40.3\text{cm}^{-1}</math>，与 <math>LB_{6,3}</math> 模峰位相符。</p> <p>因此判断 A-S2 为 6 层 <math>\text{MoS}_2</math> 薄片。</p>
A-S3			<p>测得 <math>9.56\text{cm}^{-1}</math>，与 <math>LB_{9,8}</math> 模峰位相符；测得 <math>28.0\text{cm}^{-1}</math>，与 <math>LB_{9,6}</math> 模峰位和 <math>S_{9,1}</math> 相符；测得 <math>32.1\text{cm}^{-1}</math>，与 <math>S_{9,1}</math> 模峰位相符。</p> <p>因此判断 A-S3 为 9 层 <math>\text{MoS}_2</math> 薄片。</p>

## 附录 D

(资料性)

基于 $E_{2g}^1$ 模和 $A_{1g}$ 模的峰位差测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法（B法）的表征实例

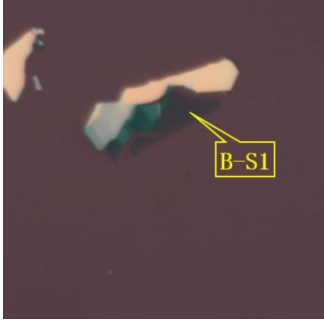
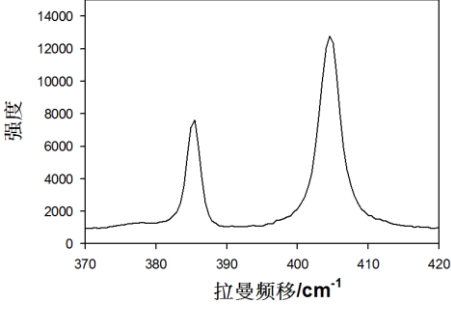
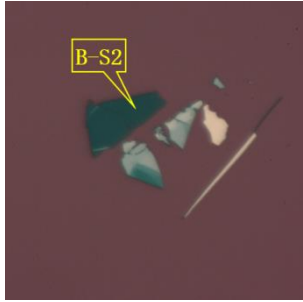
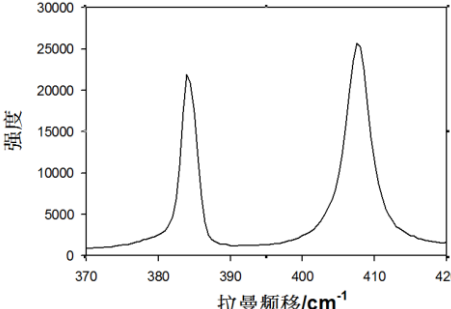
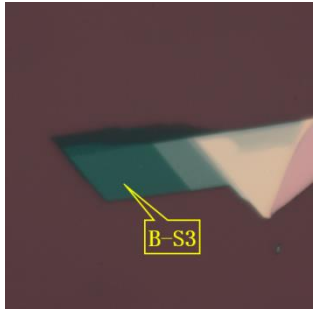
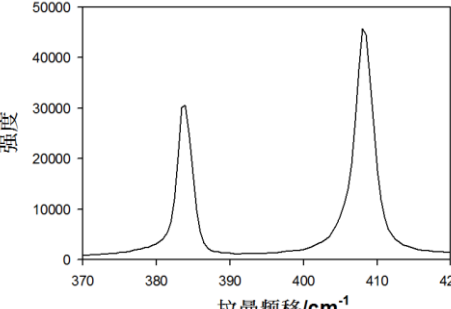
D.1 实验条件见表 D.1。

表 D.1 实验条件

依据标准	纳米技术 拉曼光谱法测量二硫化钼薄片的层数
测量方法	基于 $E_{2g}^1$ 模和 $A_{1g}$ 模的峰位差测量 MoS <sub>2</sub> 薄片的层数（B 法）
样品制备方法	机械剥离法
样品衬底参数	SiO <sub>2</sub> /Si(111) 衬底， SiO <sub>2</sub> 厚度 90nm， 衬底尺寸 1cm x 1cm， 带“字母+数字”标记
拉曼光谱仪焦长	800mm
测试环境温度	25℃
激发波长	532nm
使用物镜倍数及其数值孔径	物镜倍数=100X， NA=0.9
入射到样品激光功率	0.155mW
测谱使用的光栅刻线数	1800g/mm
单个阵列探测器阵元所覆盖波数	532nm 激发时， 光栅中心处于 520 cm <sup>-1</sup> 时单个阵列探测器阵元所覆盖波数为 0.49 cm <sup>-1</sup>

D.2 测试结果及层数表征见表 D.2。

表 D.2 测试结果及层数表征

待测样品编号	待测样品显微图像 (100倍显微镜下)	拉曼光谱图结果	层数判断依据 及结果
B-S1			<p>测得<math>A_{1g}</math>模峰位 <math>405.0\text{ cm}^{-1}</math>，<math>E_{2g}^1</math>模峰位 <math>385.7\text{ cm}^{-1}</math>，峰位差为 <math>19.3\text{ cm}^{-1}</math>。</p> <p>因此判断 B-S1 为 1 层 <math>\text{MoS}_2</math> 薄片。</p>
B-S2			<p>测得<math>A_{1g}</math>模峰位 <math>407.6\text{ cm}^{-1}</math>，<math>E_{2g}^1</math>模峰位 <math>384.2\text{ cm}^{-1}</math>，峰位差为 <math>23.4\text{ cm}^{-1}</math>。</p> <p>因此判断 B-S2 为 3 层 <math>\text{MoS}_2</math> 薄片。</p>
B-S3			<p>测得<math>A_{1g}</math>模峰位 <math>408.3\text{ cm}^{-1}</math>，<math>E_{2g}^1</math>模峰位 <math>383.9\text{ cm}^{-1}</math>，峰位差为 <math>24.4\text{ cm}^{-1}</math>。</p> <p>因此判断 B-S3 为 5 层 <math>\text{MoS}_2</math> 薄片。</p>

## 附录 E

(资料性)

基于SiO<sub>2</sub>/Si衬底的硅拉曼模峰高测量二硫化钼薄片层数的拉曼光谱法（C法）的表征实例

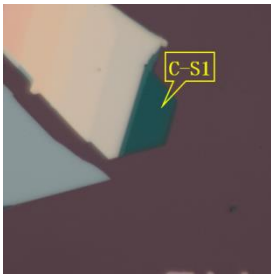
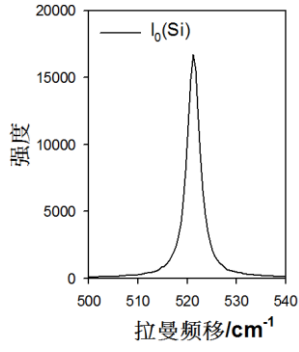
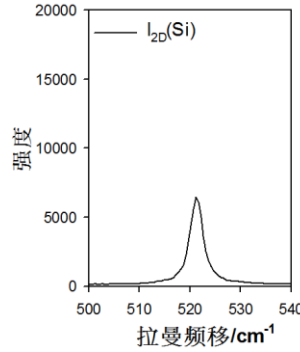
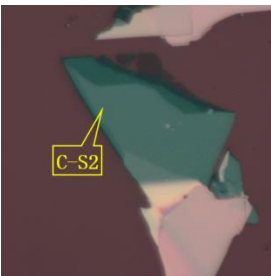
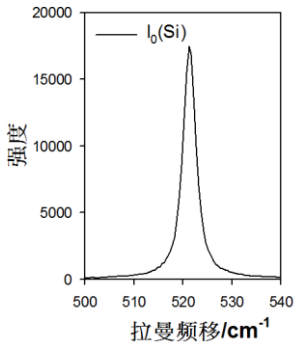
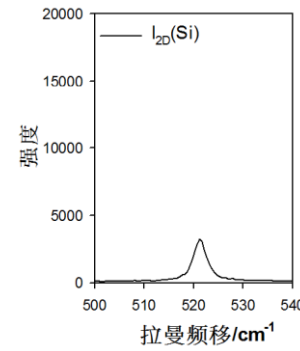

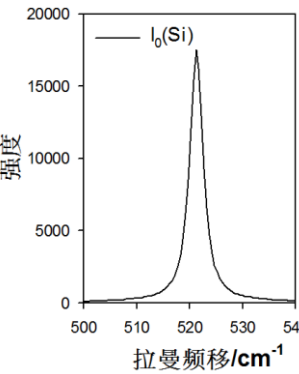
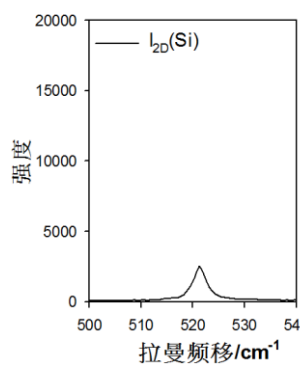
E.1 实验条件见表 E.1。

表 E.1 实验条件

依据标准	纳米技术 拉曼光谱法测量二硫化钼薄片的层数
测量方法	基于 SiO <sub>2</sub> /Si 衬底的硅拉曼模峰高测量 MoS <sub>2</sub> 薄片的层数（C法）
样品制备方法	机械剥离法
样品衬底参数	SiO <sub>2</sub> /Si(111) 衬底， SiO <sub>2</sub> 厚度 90nm， 衬底尺寸 1cm x 1cm， 带“字母+数字”标记
拉曼光谱仪焦长	800mm
测试环境温度	25℃
激发波长	532nm
使用物镜倍数及其数值孔径	物镜倍数=50X， NA=0.55
入射到样品激光功率	0.155mW
测谱使用的光栅刻线数	1800g/mm
单个阵列探测器阵元所覆盖波数	532nm 激发时，光栅中心处于 520 cm <sup>-1</sup> 时单个阵列探测器阵元所覆盖波数为 0.49 cm <sup>-1</sup>

E.2 测试结果及层数表征见表 E.2。

表 E.2 测试结果及层数表征

待测样品编号	待测样品显微图像 (50倍显微物镜下)	拉曼光谱图结果		层数判断依据 及结果
		$I_0(\text{Si})$	$I_{2D}(\text{Si})$	
C-S1				测得 $I_0(\text{Si})=16719$ , $I_{2D}(\text{Si})=6398$ , $I_{2D}(\text{Si})/I_0(\text{Si})=0.383$ 。 因此判断 C-S1 为 4 层 $\text{MoS}_2$ 薄片。
C-S2				测得 $I_0(\text{Si})=17487$ , $I_{2D}(\text{Si})=3146$ , $I_{2D}(\text{Si})/I_0(\text{Si})=0.180$ 。 因此判断 C-S2 为 7 层 $\text{MoS}_2$ 薄片。
C-S3				测得 $I_0(\text{Si})=17695$ , $I_{2D}(\text{Si})=2466$ , $I_{2D}(\text{Si})/I_0(\text{Si})=0.139$ 。 因此判断 C-S3 为 8 层 $\text{MoS}_2$ 薄片。



## 附录 F

(资料性)

基于SiO<sub>2</sub>/Si衬底的硅拉曼模峰高测量MoS<sub>2</sub>薄片层数的拉曼光谱法（C法）的I<sub>2D</sub>(Si)/I<sub>0</sub>(Si)理论计算结果(532nm激光)

表 F.1 基于 SiO<sub>2</sub>/Si 衬底的硅拉曼模峰高测量 MoS<sub>2</sub> 薄片层数的拉曼光谱法（C 法）的 I<sub>2D</sub>(Si)/I<sub>0</sub>(Si)理论计算结果(532nm 激光)

NA	0.35					0.5				
<i>h</i> SiO <sub>2</sub>	80nm	85nm	90nm	95nm	100nm	80nm	85nm	90nm	95nm	100nm
1L	0.867	0.837	0.810	0.785	0.764	0.875	0.846	0.818	0.792	0.771
2L	0.716	0.671	0.632	0.599	0.572	0.729	0.684	0.643	0.608	0.580
3L	0.572	0.524	0.483	0.450	0.425	0.587	0.537	0.494	0.460	0.433
4L	0.448	0.402	0.366	0.337	0.317	0.461	0.414	0.376	0.346	0.323
5L	0.346	0.307	0.277	0.254	0.237	0.359	0.318	0.285	0.260	0.242
6L	0.267	0.235	0.210	0.192	0.180	0.278	0.244	0.217	0.198	0.184
7L	0.207	0.181	0.161	0.147	0.138	0.215	0.188	0.167	0.152	0.141
8L	0.161	0.140	0.125	0.114	0.107	0.168	0.146	0.130	0.118	0.110
9L	0.126	0.110	0.098	0.090	0.085	0.132	0.114	0.102	0.093	0.086
10L	0.100	0.087	0.078	0.071	0.068	0.105	0.091	0.081	0.074	0.069

\* NA 为显微镜数值孔径，*h*SiO<sub>2</sub> 为 SiO<sub>2</sub> 厚度，入射激光所处波长(532nm)处 MoS<sub>2</sub> 薄片的折射率取值 5.20-1.05i，出射拉曼信号所在波长(547nm)处 MoS<sub>2</sub> 薄片的折射率取值 5.05-1.02i。532nm 和 547nm 处 SiO<sub>2</sub> 的折射率都取为 1.462，Si 的折射率都取为 4.360-0.086i。

## 附录 G

(资料性)

## 测试报告范例

表 G.1 拉曼光谱法测量二硫化钼薄片层数的测试报告

依据标准:	
测量方法:	
单位名称:	
测试人:	
测试日期:	
<b>测试条件:</b>	
a) 谱仪型号、品牌、探测器型号等	
b) 谱仪焦距	
c) 光栅刻线	
d) 激发波长	
e) 使用物镜及其数值孔径	
f) 到达样品表面的激光功率	
g) 环境温度	
h) 单个阵列探测器阵元覆盖波数 ( $\text{cm}^{-1}$ )	
<b>待测样品信息:</b>	
a) 样品编号	
b) 二硫化钼薄片制备方法	
c) 衬底参数及规格	
d) 待测二硫化钼薄片位置信息及显微样品图像	
<b>测试结果:</b>	
拉曼光谱分析图	测试数据及对应层数

参 考 文 献

- [1] X. Zhang, W. P. Han, J. B. Wu, S. Milana, Y. Lu, Q. Q. Li, A. C. Ferrari and P. H. Tan, Raman spectroscopy of shear and layer breathing modes in multilayer MoS<sub>2</sub>[J], Phys. Rev. B, 2013, 87, 115413.
- [2] X. Zhang, X. F. Qiao, W. Shi, J. B. Wu, D. S. Jiang and P. H. Tan, Phonon and Raman scattering of two-dimensional transition metal dichalcogenides from monolayer, multilayer to bulk material[J], Chem. Soc. Rev., 2015, 44(9), 2757-2785.
- [3] X. L. Li, X. F. Qiao, W. P. Han, X. Zhang, Q. H. Tan, T. Chen and P. H. Tan, Determining layer number of two-dimensional flakes of transition-metal dichalcogenides by the Raman intensity from substrates[J], Nanotechnology, 2016, 27(14), 145704.
- [4] X. Zhang, Q. H. Tan, J. B. Wu, W. Shi and P. H. Tan, Review on the Raman spectroscopy of different types of layered materials[J], Nanoscale, 2016, 8, 6435.
- [5] P. H. Tan. Raman Spectroscopy of Two-Dimensional Materials [M]. Springer Nature Singapore Pte Ltd., 2019: DOI: 10.1007/978-981-13-1828-3.
-