



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
56189—
2014/
IEC/TS 62607-2-1:2012

Производство нанотехнологическое
КОНТРОЛЬ ОСНОВНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

Часть 2-1
Материалы из углеродных нанотрубок
Методы определения поверхностного сопротивления

IEC/TS 62607-2-1:2012
Nanomanufacturing —
Key control characteristics —
Part 2-1: Carbon nanotube materials —
Film resistance
(IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации и сертификации в машиностроении» (ФГУП «ВНИИНМАШ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык документа, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 441 «Нанотехнологии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 октября 2014 г. № 1414-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу IEC/TS 62607-2-1:2012 «Производство нанотехнологическое. Контроль основных характеристик. Часть 2-1. Материалы из углеродных нанотрубок. Сопротивление пленки» (IEC/TS 62607-2-1:2012 «Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 2-1: Carbon nanotube materials — Film resistance»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартиформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

| | |
|---|----|
| 1 Область применения | 1 |
| 2 Термины, определения, обозначения и сокращения | 1 |
| 2.1 Термины и определения | 1 |
| 2.2 Обозначения и сокращения | 2 |
| 3 Подготовка образцов | 2 |
| 3.1 Общие требования | 2 |
| 3.2 Материалы | 3 |
| 3.2.1 Материалы из углеродных нанотрубок | 3 |
| 3.2.2 Диспергаторы | 3 |
| 3.3 Получение УНТ-пленок | 3 |
| 3.4 Получение УНТ-лент | 4 |
| 4 Методы измерений | 4 |
| 4.1 Четырехточечный метод измерения | 4 |
| 4.1.1 Условия проведения измерений | 4 |
| 4.1.2 Проведение измерений | 4 |
| 4.2 Четырехэлектродный метод измерения | 5 |
| 4.2.1 Условия проведения измерений | 5 |
| 4.2.2 Проведение измерений | 5 |
| 5 Обработка результатов | 5 |
| 5.1 Определение поверхностного сопротивления УНТ-пленок | 5 |
| 5.2 Определение поверхностного сопротивления УНТ-лент | 6 |
| Приложение А (справочное) Пример практического применения четырехточечного и четырехэлектродного методов измерений | 7 |
| Библиография | 11 |

Введение

В настоящее время существуют два основных направления в изготовлении новых материалов, включая производство углеродных нанотрубок, с учетом их последующего применения в качестве:

а) проводниковых композиционных материалов в дисплеях с полевой эмиссией, гибких дисплеях, печатной электронике;

б) наноконпозиционных материалов с особыми механическими свойствами (например, показатели предела прочности и модуля упругости при растяжении у них значительно выше, чем у обычных материалов).

Настоящий стандарт распространяется на материалы из углеродных нанотрубок, применяемые в качестве проводниковых композиционных материалов (пункт а) в электронной промышленности.

Возможность определить электрические характеристики материалов из углеродных нанотрубок имеет важное значение, как для изготовителей, так и для потребителей. Для этих целей должны быть установлены стандартные методы измерений.

В настоящем стандарте установлены методы измерений для определения электрических характеристик материалов из углеродных нанотрубок, которые можно применять и для проводниковых композиционных материалов.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Производство нанотехнологическое

КОНТРОЛЬ ОСНОВНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

Часть 2-1

Материалы из углеродных нанотрубок
Методы определения поверхностного сопротивления

Nanomanufacturing. Key control characteristics. Part 2-1. Carbon nanotubes materials.
Methods of determining the sheet resistance

Дата введения — 2015—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт является частью стандартов МЭК серии 62607 и устанавливает методы измерений для определения поверхностного сопротивления материалов из углеродных нанотрубок (УНТ). Применение установленных в настоящем стандарте методов позволит потребителю сопоставлять результаты измерений электрических характеристик материалов из УНТ различных партий, поставляемых одним или несколькими изготовителями, и выбирать материал, пригодный для изготовления конечной продукции. Корреляция между значениями характеристик, полученных с помощью данных методов, и значениями соответствующих характеристик материалов из УНТ должна быть установлена в стандартах или технических условиях на конкретные виды УНТ.

Пример практического применения установленных в настоящем стандарте методов измерений приведен в справочном приложении А.

2 Термины, определения, обозначения и сокращения

Терминологию в области нанотехнологий разрабатывают в Объединенной рабочей группе 1 (ОРГ 1) ИСО/ТК 229 «Нанотехнологии» и МЭК/ТК 113 «Стандартизация нанотехнологий для электротехнической, электронной продукции и систем». Стандарты на термины и определения в области нанотехнологий опубликованы в виде отдельных частей ИСО/ТС 80004. В настоящем стандарте применены термины и определения из опубликованных частей ИСО/ТС 80004 и научной литературы.

2.1 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

2.1.1

одностенная углеродная нанотрубка; ОУНТ (single-wall carbon nanotube): Углеродная нанотрубка, состоящая из одного цилиндрического слоя графена.

Примечание — Структуру ОУНТ можно представить в виде листа графена, свернутого в цилиндрическую сотовую структуру.

[ИСО/ТС 80004-3:2010, статья 4.4]

2.1.2

многостенная углеродная нанотрубка; МУНТ (multiwall carbon nanotube): Углеродная нанотрубка, состоящая из вложенных друг в друга концентрических или почти концентрических слоев графена с межслоевыми расстояниями, аналогичными межслоевым расстояниям в графите.

Примечание — МУНТ представляет собой множество вложенных друг в друга одностенных углеродных нанотрубок цилиндрической формы в случае малого диаметра и стремящихся к многоугольному сечению по мере увеличения диаметра.

[ИСО/ТС 80004-3:2010, статья 4.6]

2.1.3 пленка из УНТ (CNT film): Пленка из ОУНТ и/или МУНТ, полученная неразрушающими методами, например, методом вакуумной фильтрации и др. (см. рисунок 1).

2.1.4 поверхностное сопротивление пленки, R_s (sheet resistance, R_s): Величина сопротивления пленки, имеющей равномерную номинальную толщину.

Примечания

1 Значение поверхностного сопротивления R_s двумерных (x-y) пленок, имеющих прямоугольную форму (форму ленты), определяют по формуле $R_s = R/(L/w)$, где R — значение сопротивления ($R = U/I$), L — расстояние между соседними зондами, расположенными параллельно и применяемыми для измерения напряжения, U ; w — длина этих зондов (длина зондов соответствует ширине измеряемого образца). Электрический ток, I , должен протекать вдоль, а не перпендикулярно, поверхности образца (см. рисунок 4). Соотношение L/w — соотношение сторон поверхности измеряемого образца. Для целей настоящего стандарта единица измерения поверхностного сопротивления пленок, R_s , будет выражена в омах (Ом) с учетом соотношения L/w .

2 См. библиографию [1 — 4].

2.1.5 вольт-амперная характеристика (I-V characteristic): Зависимость электрического напряжения от электрического тока, представленная в виде диаграммы или графика.

2.1.6 четырехзондовый метод измерения (4-probe measurement): Метод измерения удельного электрического сопротивления материала, в котором сопротивления зондов не влияют на точность измерений.

Примечание — Метод основан на измерении напряжения между двумя внутренними зондами при пропускании электрического тока определенной величины через два внешних зонда и вычислении удельного электрического сопротивления. Зонды должны быть размещены на поверхности испытуемого образца вдоль прямой линии. Кроме того, следует учитывать, что на результаты измерений могут влиять размеры и форма образца [3, 4].

2.1.7 четырехэлектродный метод измерения (4-wire measurement): Тип четырехзондового метода измерения (2.1.6), в котором в качестве зонда применяют проволоочный электрод.

2.1.8 четырехточечный метод измерения (4-point measurement): Тип четырехзондового метода измерения (2.1.6), в котором в качестве зонда применяют проволоочный электрод с заостренным концом (точечный зонд).

Примечание — Четырехточечный метод применяют для измерений поверхностного сопротивления пленок, ширина которых превышает расстояние между зондами.

2.2 Обозначения и сокращения

| | | |
|-------------|---|----------------------|
| ДМФ (DMF) | — | диметилформамид; |
| ДХЭ (DCE) | — | дихлорэтан; |
| ПВДФ (PVDF) | — | поливинилиденфторид; |
| ТГФ (THF) | — | тетрагидрофуран. |

3 Подготовка образцов

3.1 Общие требования

Образцами для испытаний являются материалы из УНТ (одностенных углеродных нанотрубок (ОУНТ) или многостенных углеродных нанотрубок (МУНТ)) в виде пленок (далее — УНТ-пленки) или гранул, изготовленных из порошкообразных материалов [5-6]. Рекомендуется в качестве образцов применять УНТ-пленки, так как при использовании образцов в виде гранул возможно возникновение деформации и изменений свойств УНТ.

Образцы должны представлять собой пленку равномерной толщины и иметь достаточную для выполнения измерений площадь поверхности (см. 3.3). Для получения УНТ-пленок равномерной толщины следует применять соответствующий диспергатор и использовать установленное в 3.3 настоящего стандарта количество материала из УНТ (ОУНТ или МУНТ).

Допускается изготавливать образцы в виде УНТ-пленок, имеющих форму ленты (далее — УНТ-ленты).

3.2 Материалы

3.2.1 Материалы из углеродных нанотрубок

Для проведения испытаний образцы изготавливают из материалов из УНТ (ОУНТ или МУНТ), не подлежащих дополнительной обработке.

3.2.2 Диспергаторы

Для изготовления образцов в качестве диспергатора применяют тетрагидрофуран (ТГФ). Допускается применять другие диспергаторы: диметилформамид (ДМФ), этиловый спирт или 1,2-дихлорэтан (1,2-ДХЭ) [7-8].

Преимущества ТГФ:

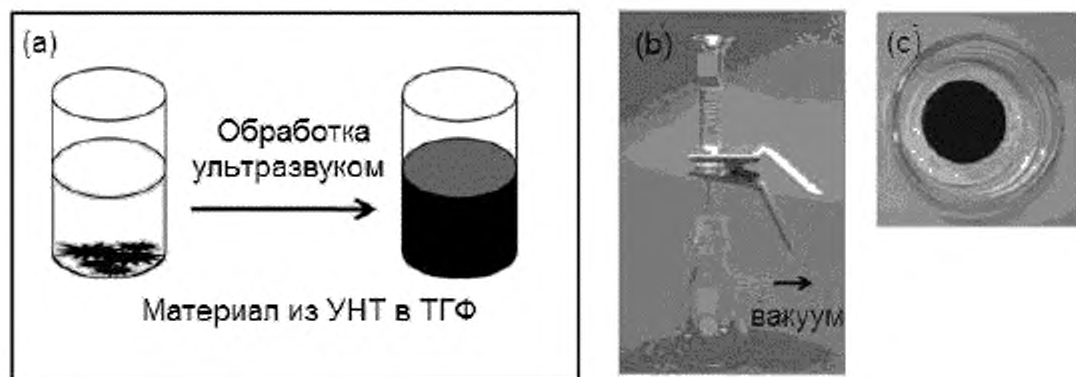
- получение суспензий с равномерно распределенными УНТ;
- минимизация повреждений поверхности УНТ во время обработки ультразвуком;
- легко удаляем после формирования пленки.

С целью минимизации загрязнений УНТ следует применять диспергаторы с содержанием основного вещества не менее 99,8 %.

Результаты сравнения свойств диспергаторов при подготовке образцов приведены в таблице А.1 (приложение А).

3.3 Получение УНТ-пленок

Сначала осуществляют процесс диспергирования: помещают 2 мг материала из УНТ (ОУНТ или МУНТ) в 20 мл ТГФ и проводят обработку ультразвуком (в ультразвуковой ванне, частота ультразвука 40 кГц) в течение 30 мин при температуре 25 °С. Полученную дисперсную систему (суспензию) в приборе вакуумного фильтрования пропускают через мембрану из поливинилиденфторида (ПВДФ) диаметром 25 мм и размерами пор не более 220 нм. Образовавшуюся на поверхности мембраны тонкую пленку высушивают в течение 12 ч при температуре 80 °С. Полученная УНТ-пленка должна иметь форму круга диаметром не менее 18 мм и толщиной 50 мкм с отклонением ± 1 мкм (см. А.2 и А.3 (приложение А)). На рисунке 1 представлен процесс получения УНТ-пленок.



(а) Процесс диспергирования;
(б) Прибор вакуумного фильтрования;
(с) УНТ-пленка.

Рисунок 1 – Процесс получения УНТ-пленок

3.4 Получение УНТ-лент

Из УНТ-пленки с помощью антистатического режущего инструмента вырезают УНТ-ленту размером от 1 до 2 мм шириной и около 10 мм длиной.

4 Методы измерений

4.1 Четырехточечный метод измерения

4.1.1 Условия проведения измерений

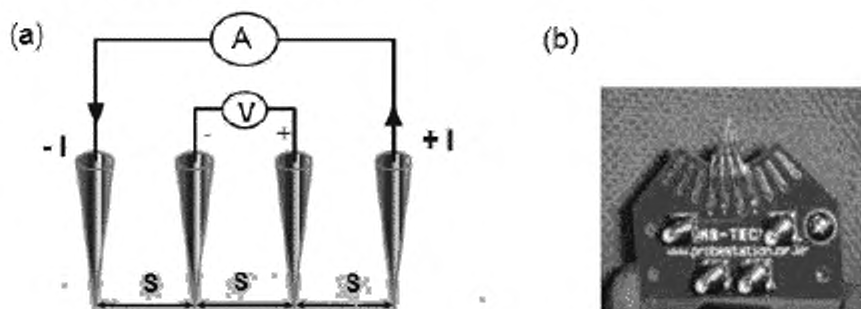
В процессе подготовки образцов и проведения измерений должны быть обеспечены условия, сохраняющие форму и плоскостность УНТ-пленок.

4.1.2 Проведение измерений

Измерения выполняют с помощью установки с измерительной четырехзондовой головкой. Измерительная установка должна быть аттестована или поверена в установленном порядке. Для измерения напряжения применяют прибор с высоким значением полного входного сопротивления.

Схема измерительной установки и фотография измерительной четырехзондовой головки представлены на рисунке 2. Четырехзондовая измерительная головка должна иметь четыре одинаковых точечных зонда, изготовленных из металлов платиновой группы, с одинаковым радиусом острия. Зонды должны быть расположены на одной прямой. Расстояние между зондами — 1 мм.

На образец с неизвестным сопротивлением подают постоянный ток, значение которого должно быть установлено в стандартах или технических условиях на конкретные виды УНТ, через два внешних зонда, подключенных к источнику тока, и измеряют напряжение между двумя внутренними зондами (рисунок 2 (а)). Во избежание повреждения образца во время проведения измерений значение электрического тока должно быть не более 1 мкА.

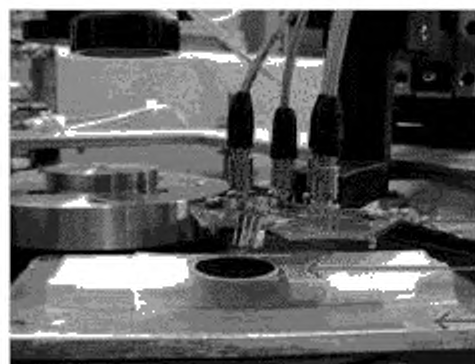


(а) Схема измерительной установки:
S — расстояние между зондами;
A — источник постоянного тока;
V — прибор для измерения электрического напряжения.
(б) Фотография измерительной четырехзондовой головки.

Рисунок 2 — Схема измерительной установки и фотография измерительной четырехзондовой головки

Поверхностное сопротивление образца определяют в соответствии с 5.1.

На рисунке 3 представлена фотография установки с измерительной четырехзондовой головкой. УНТ-пленка расположена на предметном столике, регулируемом по высоте. На поверхность УНТ-пленки опущены четыре зонда. Наличие соприкосновения зондов с поверхностью образца проверяют с помощью оптического микроскопа.



Измерительная
четырёхзондовая головка
УНТ-пленка
Регулируемый по высоте
предметный столик

Рисунок 3 — Фотография установки с измерительной четырёхзондовой головкой

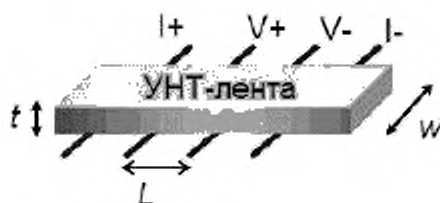
4.2 Четырёхэлектродный метод измерения

4.2.1 Условия проведения измерений

В процессе подготовки образцов и проведения измерений должны быть обеспечены условия, сохраняющие форму и плоскостность УНТ-лент.

4.2.2 Проведение измерений

Схема проведения измерений четырёхэлектродным методом представлена на рисунке 4.



L — расстояние между соседними зондами;
 t — толщина УНТ-ленты;
 w — ширина УНТ-ленты.

Рисунок 4 — Схема проведения измерений четырёхэлектродным методом

Четыре зонда, изготовленных из платины, диаметром 0,1 мм устанавливают на подложке из электроизоляционного материала параллельно на расстоянии 3 мм друг от друга. Перпендикулярно к зондам помещают образец. Во избежание повреждения образца во время проведения измерений значение электрического тока должно быть не более 1 мкА.

Поверхностное сопротивление образца определяют в соответствии с 5.2.

5 Обработка результатов

5.1 Определение поверхностного сопротивления УНТ-пленок

Поверхностное сопротивление УНТ-пленок R_s , Ом, определяемое с применением четырехточечного метода измерений, вычисляют по формуле

$$R_s = F \frac{U}{I}, \quad (1)$$

где R_s — значение поверхностного сопротивления, Ом;

F — поправочный коэффициент, зависящий от геометрических размеров образца [9,10];

U — значение электрического напряжения, В;

I — значение электрического тока, А;

U/I — отношение электрического напряжения к силе тока, Ом.

В случае если диаметр образца значительно превышает расстояние между электродами, S (см. рисунок 2), то значение поправочного коэффициента вычисляют по формуле $F = \pi/\ln 2 = 4,53236$. Например, при выполнении измерений в центре образца в виде круга диаметром, превышающем расстояние между зондами более чем в 40 раз, точность результатов будет выше 99%, а при выполнении измерений в центре образца в виде круга диаметром, превышающим расстояние между зондами более чем в 100 раз, погрешность будет менее 1%.

5.2 Определение поверхностного сопротивления УНТ-лент

Поверхностное сопротивление УНТ-лент R_s , Ом, определяемое с применением четырехэлектродного метода измерений, вычисляют по формуле

$$R_s = \left(\frac{w}{L} \right) \left(\frac{U}{I} \right), \quad (2)$$

где R_s — значение поверхностного сопротивления, Ом;

w — ширина образца, мм;

L — расстояние между зондами, мм;

U — значение электрического напряжения, В;

I — значение электрического тока, А;

U/I — отношение электрического напряжения к силе тока, Ом.

Ширину образца определяют с помощью оптического микроскопа.

Приложение А
(справочное)

**Пример практического применения четырехточечного
и четырехэлектродного методов измерений**

А.1 Подготовка образцов

А.1.1 Материалы из ОУНТ или МУНТ

Для испытаний применяли материалы из ОУНТ, поставляемые двумя изготовителями, и из МУНТ, поставляемые тремя изготовителями.

А.1.2 Выбор диспергатора

Для изготовления образцов были использованы диспергаторы ДМФ, ТГФ и 1,2-ДХЭ. После наблюдения за процессами диспергирования и подготовки образцов в качестве лучшего был выбран диспергатор ТГФ. Преимущества ТГФ:

- получение суспензий с равномерно распределенными УНТ;
- минимизация повреждений поверхности УНТ во время обработки ультразвуком;
- по сравнению с другими диспергаторами быстро высыхает, и его легко удалить после формирования пленки.

Результаты сравнения свойств диспергаторов при подготовке образцов приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1 — Результаты сравнения свойств диспергаторов при подготовке образцов.

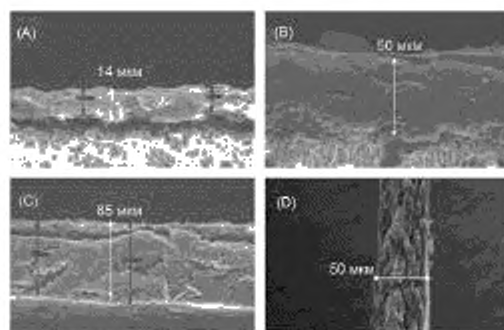
| | ТГФ | ДМФ | 1,2-ДХЭ |
|---|-------------------------------|--|--|
| Полученная дисперсионная система (суспензия) УНТ | Равномерное распределение УНТ | Неравномерное распределение УНТ | Равномерное распределение УНТ |
| Влияние диспергатора на электронную структуру УНТ во время ультразвуковой обработки | Не влияет [7] | Влияет (происходит разрушение ковалентных химических связей (π -связей) УНТ) [11] | Влияет (происходит выделение Cl_2 или HCl) [12] |
| Скорость испарения диспергатора | Быстрая | Очень медленная | Быстрая |

А.2 Определение оптимального количества материала из УНТ (ОУНТ и/или МУНТ)

С целью определения оптимального количества материала из УНТ для получения УНТ-пленок равномерной толщины были проведены испытания, выявившие следующее:

- при использовании 1 мг материала из УНТ и 20 мл ТГФ получали пленку толщиной от 10 мкм до 50 мкм;
- при использовании 5 мг материала из УНТ и 20 мл ТГФ получали пленку толщиной 90 мкм с отклонением ± 5 мкм, которая была хрупкой и не пригодной для изготовления УНТ-лент;
- при использовании 2 мг материала из УНТ и 20 мл ТГФ получали суспензию с равномерным распределением УНТ и пленку толщиной 50 мкм с отклонением ± 1 мкм, из которой можно изготовить УНТ-ленты.

Толщину УНТ-лент из ОУНТ или МУНТ определяли с помощью автоэмиссионного растрового электронного микроскопа. Изображения УНТ-лент, полученные с помощью автоэмиссионного растрового электронного микроскопа, представлены на рисунке А.1.



Изображения УНТ-лент, изготовленных с использованием:

- (А) 1 мг материала из УНТ,
(В), (D) 2 мг материала из УНТ,
(С) 5 мг материала из УНТ;
(D) Изображение УНТ-ленты, демонстрирующее равномерность ее толщины.

Рисунок А.1 — Изображения УНТ-лент, полученные с помощью автоэмиссионного растрового электронного микроскопа

По результатам испытаний было установлено, что для изготовления УНТ-пленок равномерной толщины необходимо применять материалы из УНТ массой 2 мг.

А.3 Получение УНТ-пленок и УНТ-лент

Сначала осуществляли процесс диспергирования: материалы из ОУНТ или МУНТ массой 2 мг помещали в 20 мл ТГФ и проводили обработку ультразвуком (в ультразвуковой ванне, частота ультразвука 40 кГц) в течение 30 мин при температуре 25 °С. Полученную дисперсную систему (суспензию) в приборе вакуумного фильтрования пропускали через мембрану из ПВДФ диаметром 25 мм и размерами пор не более 220 нм. Образовавшуюся на поверхности мембраны тонкую пленку высушивали в течение 12 ч при температуре 80 °С. Полученная УНТ-пленка имела форму круга диаметром 18 мм.

На рисунке А.2 представлены фотографии полученных образцов УНТ-пленок и УНТ-лент. С помощью диспергирования и вакуумной фильтрации были получены УНТ-пленки равномерной толщины, имеющие площадь поверхности, достаточную для выполнения измерений четырехточечным методом (см рисунок А.2 (А)). В некоторых случаях были получены УНТ-пленки, имеющие отклонения от требуемых геометрических параметров (например, у образцов были загнуты края (см. рисунок А.2 (В)), которые не пригодны для выполнения измерений четырехточечным методом. Из таких УНТ-пленок были изготовлены УНТ-ленты (см. рисунок А.2 (С)), на которых можно выполнить измерения четырехэлектродным методом.



- (А) УНТ-пленка, пригодная для выполнения измерений четырехточечным методом;
(В) УНТ-пленка с загнутыми краями, непригодная для выполнения измерений четырехточечным методом;
(С) УНТ-ленты, изготовленные из образца (В), для выполнения измерений четырехэлектродным методом.

Рисунок А.2 — Фотографии полученных образцов УНТ-пленок и УНТ-лент

А.4 Результаты определения поверхностного сопротивления УНТ-лент

В таблице А.2 приведены значения поверхностного сопротивления УНТ-лент, полученные с помощью четырехэлектродного метода измерений. Измерения выполняли на образцах, приготовленных из материалов из ОУНТ и МУНТ пяти различных изготовителей (А), (В), (С), (D), (Е). Из каждого материала было приготовлено по пять образцов (УНТ-лент).

Т а б л и ц а А.2 — Значения поверхностного сопротивления УНТ-лент, полученные с помощью четырехэлектродного метода измерений

| УНТ | Буквенное обозначение, единица измерения | Значения сопротивления и поверхностного сопротивления | | | | | Комбинированная относительная неопределенность (среднее значение $\pm n, \%$) |
|---|--|---|-----------|-----------|-----------|-----------|--|
| | | Образец 1 | Образец 2 | Образец 3 | Образец 4 | Образец 5 | |
| МУНТ (А) | $R, \text{ Ом}$ | 19,03 | 27,27 | 27,04 | 20,83 | 20,38 | |
| | $R_s, \text{ Ом}$ | 5,45 | 5,45 | 5,41 | 5,42 | 5,43 | $5,43 \pm 0,37 \%$ |
| МУНТ (В) | $R, \text{ Ом}$ | 2 080 | 1 920 | 1 860 | 1 680 | 1 310 | |
| | $R_s, \text{ Ом}$ | 693,3 | 672,0 | 620,0 | 616,0 | 679,5 | $656,17 \pm 5,44 \%$ |
| МУНТ (С) | $R, \text{ Ом}$ | 226,8 | 185,6 | 210,3 | 225,4 | 202,6 | |
| | $R_s, \text{ Ом}$ | 83,92 | 89,09 | 92,53 | 78,89 | 83,07 | $85,50 \pm 6,26 \%$ |
| ОУНТ (D) | $R, \text{ Ом}$ | 9,55 | 7,0 | 7,4 | 7,6 | 6,4 | |
| | $R_s, \text{ Ом}$ | 1,43 | 1,40 | 1,53 | 1,52 | 1,79 | $1,53 \pm 9,80 \%$ |
| ОУНТ (Е) | $R, \text{ Ом}$ | 38,9 | 36,0 | 52,1 | 38,2 | 36,1 | |
| | $R_s, \text{ Ом}$ | 14,00 | 12,60 | 18,24 | 16,43 | 14,44 | $15,10 \pm 14,64 \%$ |
| $n, \%$ охватывает все значения относительной неопределенности, где $n = \frac{\text{среднее квадратическое отклонение}}{\text{среднее значение}} \cdot 100$ | | | | | | | |

Значения поверхностного сопротивления образцов, приготовленных из материалов одного и того же изготовителя, практически одинаковы (см. таблицу А.2).

В таблице А.3 приведено сравнение результатов, полученных с помощью четырехточечного и четырехэлектродного методов измерений УНТ-лент, приготовленных из материалов одного и того же изготовителя. При применении четырехточечного метода измерения проводили в центре и у края образца.

Т а б л и ц а А.3 — Сравнение результатов, полученных с помощью четырехточечного и четырехэлектродного методов измерений УНТ-лент

| Метод | Поверхностное сопротивление, R_s |
|------------------------------------|--|
| Четырехточечный метод измерения | 5,45 (в центре образца) 5,45 (у края образца) |
| Четырехэлектродный метод измерения | $5,43 \pm 0,02$ (среднее значение) |

Результаты, полученные с помощью четырехточечного и четырехэлектродного методов измерений, практически одинаковы.

По итогам проведенных испытаний были сделаны следующие выводы:

- применяемый метод не влияет на результаты измерений образцов, изготовленных одним и тем же способом;
- УНТ-пленки равномерной толщины можно получать с помощью способа, приведенного в настоящем стандарте;
- геометрические размеры образца должны быть:
 - при применении четырехточечного метода: диаметр — не менее 18 мм, расстояние между зондами, S , — 1 мм;
 - при применении четырехэлектродного метода: ширина, w , — от 0,6 до 0,8 мм, расстояние между соседними зондами, L , — 3 мм.

Библиография

- [1] CZICHOS, H., SAITO, T., SMITH, L., Eds. *Springer handbook of metrology and testing*. Springer (2011), Chapter 9.
- [2] WEBSTER, J. G. *The measurement, instrumentation, and sensors handbook*. CRC Press (1999).
- [3] SCHRODER, D. K. *Semiconductor material and device characterization*. John Wiley & Sons, New York (1998).
- [4] SMITS, F. M. Measurement of sheet resistivities with the four point probe. *Bell Syst. Tech. J.* 1958, 37, 711-718.
- [5] KUPHALDT, T. R. «Kelvin (4-wire) resistance measurement», *All about circuits: Volume I-DC* (2003).
- [6] HART, A. J. and SLOCUM, A. H. Force output, control of film structure, and microscale shape transfer by carbon nanotube growth under mechanical pressure. *Nano Lett.* 2006, 6(6), 1254-1260.
- [7] KIM, J.-S., CHOI, K., KIM, J.-J., NOH, D.-Y., PARK, S.-K., LEE, H.-J. and LEE, H. Charge-transfer interaction in single-walled carbon nanotubes with tetrathiafulvalene and their applications. *J. Nanosci. Nanotech.*, 2007, 7(11), 4116-4119.
- [8] FORNEY, M. W. and POLER, J. C. Sonochemical formation of methyl hydroperoxide in polar aprotic solvents and its effect on single-walled carbon nanotube dispersion stability. *J. Am. Chem. Soc.* 2010, 132(2), 791-797.
- [9] SEMI MF374-0307 *Test method for sheet resistance of silicon epitaxial, diffused, polysilicon, and ion-implanted layers using an in-line four-point probe with the single-configuration procedure*. SEMI, USA (2007).
- [10] SWARTZENDRUBER, L. J. *Correction Factor Tables for Four-Point Probe Resistivity Measurements on Thin, Circular Semiconducting Samples*. NBS, Technical Note 199, April 15 (1964).
- [11] AUSMAN, K. D., RICHARD, P., LOURIE, O., RUOFF, R. S. and KOROBOV, M. Organic solvent dispersions of single-walled carbon nanotubes: toward solutions of pristine nanotubes, *J. Phys. Chem. B* 2000, 104(38), 8911-8915.
- [12] MOONOSAWMY, K. R. and KRUSE, P. To dope or not to dope: The effect of sonicating single-wall carbon nanotubes in common laboratory solvents on their electronic structure. *J. Am. Chem. Soc.* 2008, 130(40), 13417-13424.
- [13] IEC 62624:2009, *Test methods for measurement of electrical properties of carbon nanotubes*.
- [14] ISO/TS 80004-3, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 3: Carbon nano-objects*.

Ключевые слова: производство нанотехнологическое, материалы из углеродных нанотрубок, поверхностное сопротивление пленки, четырехзондовый метод измерения, четырехточечный метод измерения, четырехэлектродный метод измерения

Подписано в печать 02.12.2014. Формат 60х84¼.
Усл. печ. л. 1,86. Тираж 32 экз. Зак. 5184

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru