МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ IEC/TS 62607-2-1— 2017

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 character-istics — Part 2-1: Carbon nanotube materials — Film resistance, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации и сертификации в машиностроении» (ФГУП «ВНИИНМАШ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии документа, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 441 «Нанотехнологии»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2017 г. № 102-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 ноября 2017 г. № 1822-ст межгосударственный стандарт ГОСТ IEC/TS 62607-2-1—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 сентября 2018 г.

5 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» («Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 2-1: Carbon nanotube materials — Film resistance», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

Международный документ разработан техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 229 «Нанотехнологии» Международной организации по стандартизации (ISO).

Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 56189—2014/IEC/TS 62607-2-1:2012*

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 23 ноября 2017 г. № 1822-ст ГОСТ Р 56189—2014/IEC/TS 62607-2-1:2012 отменен с 1 сентября 2018 г.

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты» (по состоянию на 1 января текущего года), а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

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 3
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 5
Приложение А (справочное) Пример практического применения четырехточечного и четырехэлектродного методов измерений 6
Библиография 9

Введение

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

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

b) нанокомпозиционных материалов с особенными 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 [см. a)] 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.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

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 — 2018—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт является частью серии стандартов IEC 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) ISO/TC 229 «Нанотехнологии» и IEC/TC 113 «Стандартизация нанотехнологий для электротехнической, электронной продукции и систем». Стандарты на термины и определения в области нанотехнологий опубликованы в виде отдельных частей ISO/TS 80004. В настоящем стандарте применены термины и определения из опубликованных частей ISO/TS 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.

[ISO/TS 80004-3:2010, статья 4.4]

Издание официальное

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.

[ISO/TS 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 проволочный электрод.

2.1.8 **четырехточечный метод измерения** (4-point measurement): Тип четырехзондового метода измерения (2.1.6), в котором в качестве зонда применяют проволочный 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 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 ТГФ. Допускается применять другие диспергаторы: ДМФ, этиловый спирт или 1,2-дихлорэтан (1,2-ДХЭ) [7], [8].

Преимущества ТГФ:

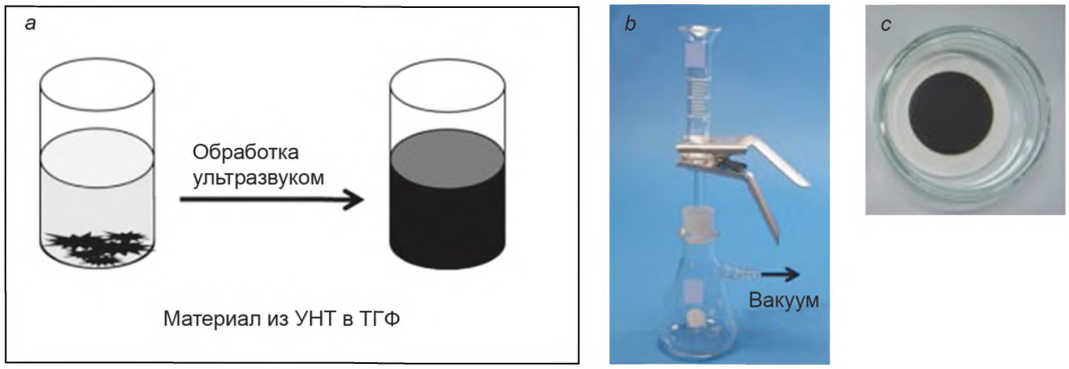
- получение суспензий с равномерно распределенными УНТ;
- минимизация повреждений поверхности УНТ во время обработки ультразвуком;
- легкое удаление после формирования пленки.

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 приложения 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 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 приложения А). На рисунке 1 представлен процесс получения УНТ-пленок.



a — процесс диспергирования;
b — прибор вакуумного фильтрования;
c — 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

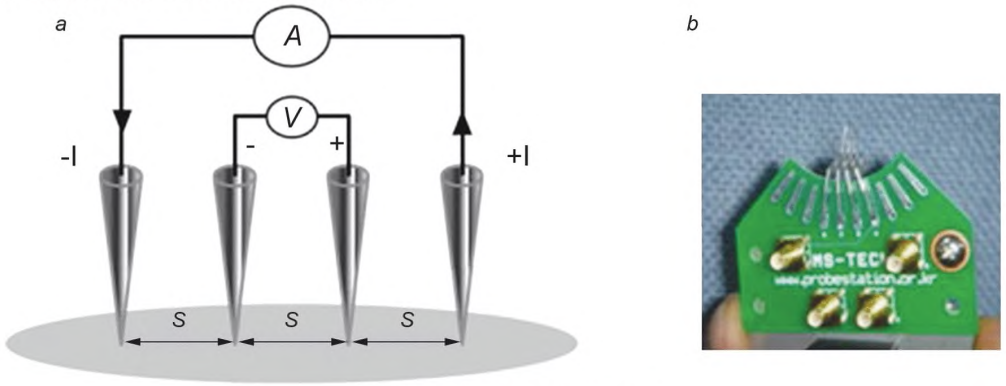
В процессе подготовки образцов и проведения измерений должны быть обеспечены условия, сохраняющие форму и плоскостность УНТ-пленок.

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 (см. рисунок 2 а). Во избежание повреждения образца во время проведения измерений значение электрического тока должно быть не более 1 мкА.



a — схема измерительной установки:
S — расстояние между зондами, *A* — источник постоянного тока, *V* — прибор для измерения электрического напряжения;
b — 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.

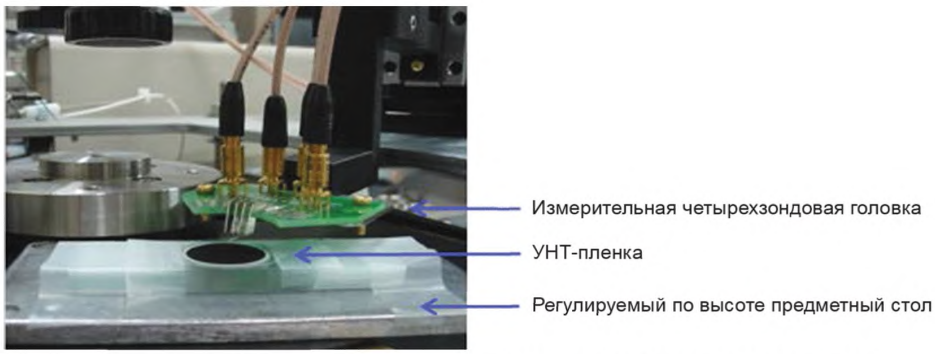


Рисунок 3 — Фотография установки с измерительной четырехзондовой головкой

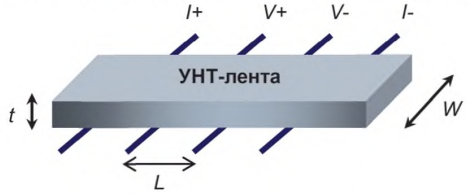
4.2 Четырехэлектродный метод измерения

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 четырехэлектродным методом представлена на рисунке 4.



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

Рисунок 4 — Схема проведения измерений четырехэлектродным 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

$$R_S = \mathrm{F}\frac{U}{I}, \tag{1}$$

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 том случае если диаметр образца значительно превышает расстояние между электродами S (см. рисунок 2), значение поправочного коэффициента вычисляют по формуле F = π/ln2 = 4,53236. Например, при выполнении измерений в центре образца в виде круга диаметром, превышающим 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

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

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 использованы диспергаторы ДМФ, ТГФ и 1,2-ДХЭ. После наблюдения за процессами диспергирования и подготовки образцов в качестве лучшего 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.

Таблица А.1 — Результаты сравнения свойств диспергаторов при подготовке образцов

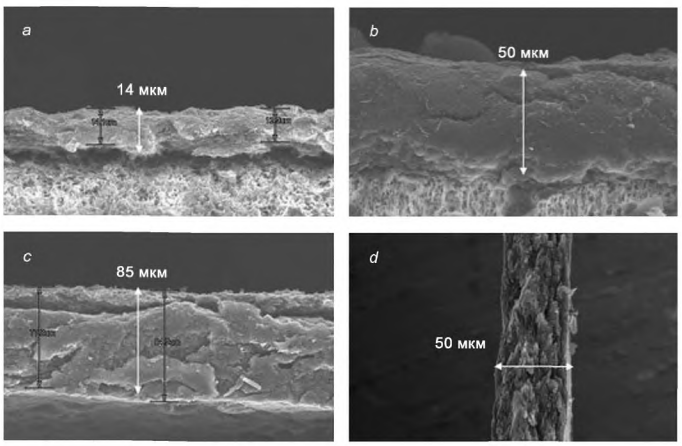
	ТГФ	ДМФ	1,2-ДХЭ
Полученная дисперсионная система (суспензия) УНТ	Равномерное распределение УНТ	Неравномерное распределение УНТ	Равномерное распределение УНТ
Влияние диспергатора на электронную структуру УНТ во время ультразвуковой обработки	Не влияет [7]	Влияет [происходит разрушение ковалентных химических 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 проведены испытания, выявившие, что при использовании:

- 1 мг материала из УНТ и 20 мл ТГФ получали пленку толщиной от 10 до 50 мкм;
- 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;
- 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: *a* — 1 мг материала из УНТ; *b, d* — 2 мг материала из УНТ; *c* — 5 мг материала из УНТ; *d* — изображение УНТ-ленты, демонстрирующее равномерность ее толщины

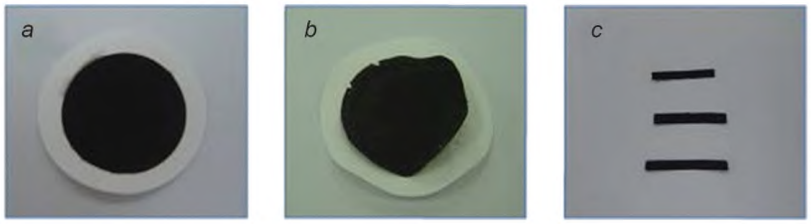
Рисунок А.1 — Изображения УНТ-лент, полученные с помощью автоэмиссионного растрового электронного микроскопа

По результатам испытаний 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 получены УНТ-пленки равномерной толщины, имеющие площадь поверхности, достаточную для выполнения измерений четырехточечным методом (см. рисунок А.2 a). В некоторых случаях получены УНТ-пленки, имеющие отклонения от требуемых геометрических параметров (например, у образцов загнуты края (см. рисунок А.2 b), которые не пригодны для выполнения измерений четырехточечным методом. Из таких УНТ-пленок изготовлены УНТ-ленты (см. рисунок А.2 c), на которых можно выполнить измерения четырехэлектродным методом.



a — УНТ-пленка, пригодная для выполнения измерений четырехточечным методом; *b* — УНТ-пленка с загнутыми краями, непригодная для выполнения измерений четырехточечным методом; *c* — УНТ-ленты, изготовленные из образца *b*, 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 *a*, *b*, *c*, *d*, *e*. Из каждого материала было приготовлено по пять образцов (УНТ-лент).

Таблица 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 ± *n*, %*)
		Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4	Образец 5	
МУНТ *a*	*R*, Ом	19,03	27,27	27,04	20,83	20,38	—
	R_s, Ом	5,45	5,45	5,41	5,42	5,43	5,43 ± 0,37 %
МУНТ *b*	*R*, Ом	2080	1920	1860	1680	1310	—
	R_s, Ом	693,3	672,0	620,0	616,0	679,5	656,17 ± 5,44 %
МУНТ *c*	*R*, Ом	226,8	185,6	210,3	225,4	202,6	—
	R_s, Ом	83,92	89,09	92,53	78,89	83,07	85,50 ± 6,26 %
ОУНТ *d*	*R*, Ом	9,55	7,0	7,4	7,6	6,4	—
	R_s, Ом	1,43	1,40	1,53	1,52	1,79	1,53 ± 9,80 %

Окончание таблицы А.2

УНТ	Буквенное обозначение, единица измерения	Значения сопротивления и поверхностного сопротивления					Комбинированная относительная неопределенность (среднее значение ± *n*, %*)
		Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4	Образец 5	
ОУНТ *e*	*R*, Ом	38,9	36,0	52,1	38,2	36,1	—
	R_s, Ом	14,00	12,60	18,24	16,43	14,44	15,10 ± 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.

Таблица 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 ± 0,02 (среднее значение)

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

По итогам проведенных испытаний 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;
- 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] MOONOOSAWMY 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 (Методы измерений электрических свойств углеродных нанотрубок)

[14] ISO/TS 80004-3 Nanotechnologies — Vocabulary — Part 3: Carbon nano-objects (Нанотехнологии. Часть 3. Нанообъекты углеродные. Термины и определения)

УДК 661.666:006.354 МКС 07.030 IDT

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

БЗ 9—2017/7

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *В.А. Голев*

Сдано в набор 24.11.2017. Подписано в печать 21.12.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68. Тираж 22 экз. Зак. 2569.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001, Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru