

Ramanspektroskopie an zweidimensionalen Probensystemen

Versuch: 2.11

(Stand: Oktober 2026)

Universität Duisburg-Essen
Fakultät für Physik
AG Schleberger

Betreuerin: Hanna Müller
Raum: MF 335
Telefon: +49 (203) 379 - 2321

1 Voraussetzungen für den Versuch

Vorausgesetzt für diesen Versuch werden Kenntnisse der Festkörperphysik, wie z.B. das Bändermodell und die Phononendispersionen, sowie Optik und die Wechselwirkung von Licht und Materie.

2 Einleitung

Die Ramanspektroskopie ist in vielen Bereichen der Oberflächenphysik ein hilfreiches Messsystem, um zerstörungsfrei Informationen über Oberflächen zu erhalten. Vor allem im Bereich der zweidimensionalen (2D) Materialien ist sie ein wichtiger Bestandteil zur Untersuchung ihrer Eigenschaften wie Lagenzahl, Defektdichten und/oder mechanischer Verspannungen. In diesem Versuch soll daher einerseits die Herstellung von 2D-Probensystemen sowie andererseits deren Analyse via Ramanspektroskopie durchgeführt werden.

3 Versuchsdurchführung

Wie von K. S. Novoselov und A. K. Geim [1] erstmalig gezeigt wurde, kann mit Hilfe der Exfoliation aus einem Graphitblock Graphen hergestellt werden. Die Vorgehensweise in diesen Versuchsteil wird in folgende Arbeitsschritte unterteilt:

Schritt 1: Exfolieren der Proben

Zunächst werden aus einem Silizium-Wafer passende Substrate mit der Größe von ca. 5x5 mm herausgeschnitten. Dazu wird mit einem Diamantkratzer eine Sollbruchstelle in die matte Si-Seite geritzt und der Wafer entlang der Sollbruchstelle gebrochen (siehe Abb. 1).

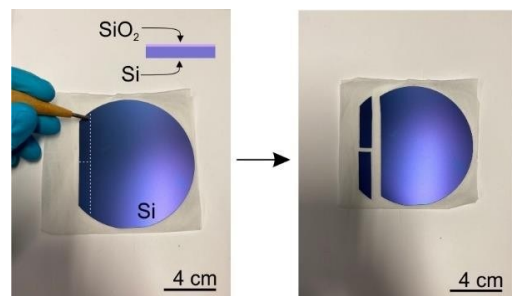


Abbildung 1: Präparation der Substrate

Mit einem Streifen Tesafilm werden Schichten von einem Graphitblock abgehoben und auf die präparierten Substrate exfoliert. Mit einem Streifen Scotch Tape wird auf dieselbe Art und Weise hexagonales Bornitrid (hBN) exfoliert.

Schritt 2: Finden von Graphen-Monolagen

Mit einem optischen Mikroskop wird zusammen mit der Betreuerin nach Graphen auf der Oberfläche gesucht. Um diese Stellen im späteren Verlauf der Prozessierung wieder zu finden, sollen Fotos mit markanten Punkten gemacht werden. Es werden später **zwei** Graphenproben benötigt.

Mit den hBN-Proben wird ähnlich verfahren. Auch hier werden mit der Betreuerin geeignete Stellen gesucht und mit Bildern festgehalten. Im weiteren Verlauf wird **eine** hBN-Probe benötigt.

Schritt 3: Herstellung einer Heterostruktur

Mit Hilfe eines Stackers (Abb. 2) können exfolierte 2D-Strukturen von einem Substrat auf ein anderes transferiert werden. Indem zwei verschiedene 2D-Strukturen aufeinander geschichtet werden (stacken), lassen sich sogenannte Heterostrukturen herstellen. Der Stacker besteht dabei aus einem optischen Mikroskop, einer Halterung für den Stempel und einer Probenhalterung. Über Mikrometerschrauben können Stempel und Probe an die gewünschte Position gebracht werden.

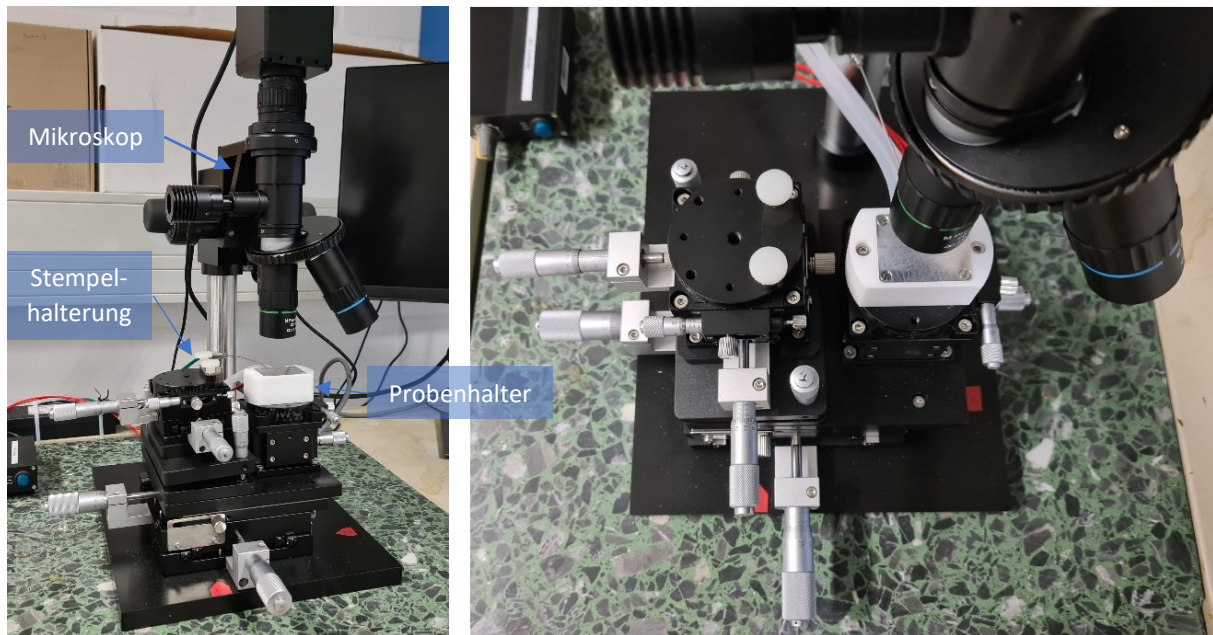


Abbildung 2: Bild des Stackers, mit dem verschiedene 2D-Strukturen aufeinander geschichtet werden

Zuerst muss die Graphenprobe, die in Schritt 2 mit dem optischen Mikroskop gefunden wurde, mit dem optischen Mikroskop des Stackers wiedergefunden werden. Dann wird ein Stempel an einem Glasslide befestigt und in die Stempelhalterung eingeklemmt. Der Stempel wird über der Graphenprobe positioniert. Jetzt sollte die Graphenprobe nicht mehr bewegt werden. Stempel und Graphenprobe werden langsam in Kontakt gebracht und anschließend für 10 min auf 60 °C erhitzt. Nachdem die Probe wieder auf 25 °C abgekühlt ist, kann die Graphenprobe mit dem Stempel vom Substrat abgehoben werden.

Das alte Substrat der Graphenprobe wird durch ein Substrat mit hBN ausgetauscht. Dort wird eine geeignete Stelle mit hBN unter dem Stempel positioniert. Das hBN und das Graphen auf dem Stempel werden langsam in Kontakt gebracht. Das ganze System wird für 10 min auf 120 °C erhitzt. Nach Abkühlen auf 25 °C kann der Stempel ohne Graphen abgehoben werden und auf dem Substrat verbleibt eine Heterostruktur aus Graphen und hBN.

Als letzten Schritt muss die Heterostruktur gereinigt werden. Dazu wird die Probe zweimal für 15 min in Chloroform gelegt und anschließend mit Aceton abgespült und mit Stickstoff getrocknet.

Schritt 4: Ramanmessungen

Die Proben werden nun mit Ramanspektroskopie ausgewertet. Dazu wird ein Laser mit 532 nm Wellenlänge und ein Gitter mit 1800 l/mm verwendet. Es werden Punktspektren vom Graphen auf Silizium, Graphen auf hBN und einer Referenzprobe, die gestellt wird, gemacht.

4 Versuchsauswertung

Die Messdaten der Ramanspektroskopie liegen im ASCII Format vor. Zur Auswertung empfiehlt sich das Programm Origin. Dabei sollen folgende Punkte ausgewertet werden:

1. In den Spektren von allen Graphenproben werden die Modenpositionen bestimmt und den jeweiligen Ramanmoden zugeordnet. Welche Peaks gehören zu Graphen und welche zum hBN?
2. Aus den Spektren der Graphenproben werden die Ramanmoden angefitet. Aus den Fits sollen die **Defektdichten** der Graphenproben untereinander verglichen werden. Wie ist dies messbar/vergleichbar?
3. Abschließend soll qualitativ die **Art** und **Stärke** der Verspannung von Graphen auf den verschiedenen Substraten (SiO_2 , hBN und einer Kontrollprobe) verglichen werden. Hierbei sind die Peak-Positionen der Moden sowie Halbwertsbreiten relevant. Die Auswertung erfolgt nach den Methoden, die in aktueller Literatur vorgestellt worden sind. [2-3]

5 Kontrollfragen

- Was bedeutet „exfolieren“? Bei welchen Materialien funktioniert dies?
- Warum sind 2D Materialien interessant? Wie unterscheiden sich 2D Zustandsdichten von 3D? Was ist besonders bei Graphen?
- Welche Streuungsarten von Licht und Materie gibt es?
- Wie funktioniert die Ramanspektroskopie?
- Warum muss dafür monochromatisches Licht verwendet werden?
- Wie lassen sich Raman-Linien von Photolumineszenz-Linien unterscheiden?
- Wie entstehen Ramanmoden und was für Ramanmoden gibt es im Graphen? Wie sieht ein typisches Ramanspektrum von Graphen aus?
- Welche Informationen können die Moden von Graphen enthalten?

6 Literatur

[1] K. S. Novoselov, A. K. Geim, **Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films**. *Science*, 306, 666–669, 2004

[2] L. Banszerus et al. **Identifying suitable substrates for high-quality graphene-based heterostructures**. *2D Materials*, 4(2):025030, 2017.

- [3] C. Neumann, et al. **Raman spectroscopy as probe of nanometre-scale strain variations in graphene.** *Nature communications*, 6:8429, 2015.
- [4] Kittel, C. (2002). Einführung in die Festkörperphysik. Berlin, Boston: De Gruyter.
- [5] E. H. Martins Ferreira, et al. **Evolution of the raman spectra from single-, few-, and many-layer graphene with increasing disorder.** *Physical Review B*, 82(12), 2010.
- [6] Demtröder, W. (2013). Laserspektroskopie 2. Berlin, Heidelberg: Springer.
- [7] Schrader, B. (1995). Infrared and Raman Spectroscopy: Methods and Applications. Weinheim: VCH.
- [8] Ting Yu, Zhenhua Ni, et al. **Raman mapping investigation of graphene on transparent flexible substrate: The strain effect.** *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(33):12602–12605, 2008