



江苏省石墨烯检测技术重点实验室标准

Q/JSGL 006—2014

石墨烯材料 电导性能的测定 四探针法

Graphene materials Determination of electrical conductivity Four probe method

2014 - 08 - 20 发布

2014 - 10 - 01 实施

江苏省特种设备安全监督检验研究院无锡分院
发布

前 言

本标准遵循GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的规则。

本标准由江苏省石墨烯检测技术重点实验室提出。

本标准负责起草的单位：江苏省特种设备安全监督检验研究院无锡分院。

本标准主要起草人：孙小伟、王勤生、魏斌、范雪琪、金玲、杨永强、王伟娜、刘渊。

本标准为首次发布。

石墨烯材料 电导性能的测定 四探针法

1 范围

本标准规定了使用四探针法测定石墨烯材料电导性能的方法原理、仪器与试剂材料、测试步骤、结果计算和数据精密度。

本标准适用于石墨烯材料构成的满足四探针测试仪测试要求的材料电导率。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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。

JJG 508—2004 四探针电阻率测试仪

3 方法原理

3.1 使用四探针测量装置，使直流电流通过试样上两个外探针，测量两个内探针之间的电位差，计算出试样薄层电阻，再根据电导率是电阻率倒数的关系，即可计算出材料的电导率。

3.2 如图1所示，当1、2、3、4根金属探针排成直线时，并以一定的压力在石墨烯材料上，在1、4两处探针间通过电流 I ，则2、3探针间产生电位差 V 。材料的电阻率按公式（1）计算。

$$\rho = \frac{V}{I} C \quad (\Omega \cdot \text{cm}) \dots\dots\dots (1)$$

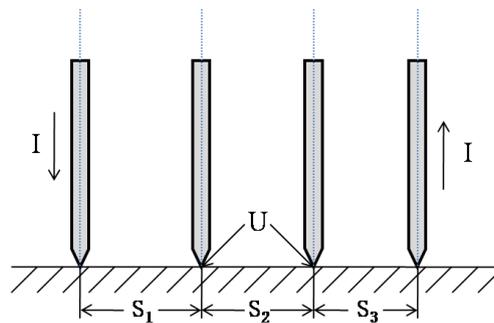


图1 四探针法测量示意图

其中，当试样电阻率分布均匀，试样尺寸满足半无限大条件时：

$$C = \frac{2\pi}{\frac{1}{S_1} + \frac{1}{S_2} - \frac{1}{S_1 + S_2} + \frac{1}{S_2 + S_3}} \quad (\text{cm}) \dots\dots\dots (2)$$

式中：

S_1 、 S_2 、 S_3 分别为探针1与2，2与3，3与4之间的间距。

注：探针系数由制造厂对探针间距进行测定后确定，并提供给用户。每个探头都有自己的系数， $C \approx 6.28 \pm 0.05$ ，单位为cm。

当 $S_1 = S_2 = S_3 = 1$ mm块状与棒状样品时， $C = 2\pi$ 。若电流取 $I = C$ 时，则 $\rho = V$ 可由数字电压表直接读出。

3.3 块状与棒状样品电阻率测量：由于块状与棒状样品外形尺寸与探针间距比较，合乎与半无限大的边界条件，电阻率值可以直接由（1）、（2）式求出。

3.4 薄片电阻率测量：薄片样品因为其厚度与探针间距比较，不能忽略，测量时要提供样品的厚度、形状和测量位的修正系数。电阻率可由公式（3）得出。

$$\rho = 2\pi S \frac{V}{I} G\left(\frac{W}{S}\right) D\left(\frac{d}{s}\right) = \rho_0 G\left(\frac{W}{S}\right) D\left(\frac{d}{s}\right) \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ_0 ——为块形体电阻率测量值；

$G\left(\frac{W}{S}\right)$ ——为样品厚度和探针间距的修正函数，可由仪器商提供相关表格查得；

$D\left(\frac{d}{s}\right)$ ——为样品形状和测量位置的修正函数；

W——样品厚度， μm ；

S——探针间距，mm。

当圆形样品的厚度满足 $W/S < 0.5$ 时，电阻率为：

$$\rho = \rho_0 G\left(\frac{W}{S}\right) D\left(\frac{d}{s}\right) = \frac{\pi}{\ln 2} \frac{V \cdot M}{l} d\left(\frac{d}{s}\right) = 4.53 \frac{V}{l} W D\left(\frac{d}{s}\right) \dots\dots\dots (4)$$

4 仪器与试剂材料

4.1 仪器

4.1.1 组成

仪器由四探针测试仪主机、探针测试台、四探针头、计算机等部分组成，通过软件测试系统对四探针测试仪主机发出控制指令，主机在获得控制指令后按程序进行测量，获得所需测量数据。整个仪器系统满足JJG 508—2004要求。

4.1.2 规格

- a) 测量范围：电导率： $10^{-5} \sim 10^5$ s/cm；电阻率： $10^{-5} \sim 10^5$ $\Omega \cdot \text{cm}$ ；方块电阻： $10^{-4} \sim 10^6$ Ω / \square ；
- b) 可测材料样品的尺寸： Φ （200×200）mm（如测试样品无法达到该规格，测试结果中应注明测试样品尺寸）；
- c) 电压表参数：量程及表示方式：000.00 mA~199.99 mA；分辨力：10 μV ；输入阻抗： >1000 M Ω ；精度 $\pm 0.1\%$ ；
- d) 电流表参数：量程为分别为1 μA 、10 μA 、100 μA 、1 mA、10 mA、100 mA六档，各档电流连续可调；
- e) 探头参数：碳化钨或高速钢材质，探针直径 ϕ 0.5 mm，探针间距1 mm \pm 0.01 mm，压力5 N~16 N（可调）；
- f) 试样表面要求：洁净。

5 测试步骤

5.1 将测试仪器、试样置于温度 $23^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度不超过 65%RH 的测试间，并开机预热。

5.2 样品制备：

- 已制成的块状或棒状石墨烯材料按仪器测试要求直接进行方块电阻测试；
- 直接生长于基底材料表面无法得到精确厚度的薄膜状石墨烯样品（如采用化学气相沉积法制备的薄膜状石墨烯材料），按仪器测试要求直接进行方块电阻测试；
- 用千分尺可测量厚度的薄膜状石墨烯样品，测厚并记录，按仪器测试程序要求进行电导率的测试；
- 溶液状、凝胶状石墨烯材料选择真空度不超过 0.05 MPa 的真空抽滤装置抽滤成薄膜状干燥样品后，按步骤 c) 测量；
- 固体粉末状石墨烯材料，称取 0.1 g (精确至 0.1 mg)，通过使用 2.5 MPa 压力的压片方式，制成薄片状，按按步骤 c) 测量。

5.3 按仪器要求测量并记录数据。

5.4 多点测量：将满足测试要求的样品表面均匀分为四个测试区域部分（如图 2），在每个测试区域选择不少于 5 个不发生重复的测试点进行采样测量。

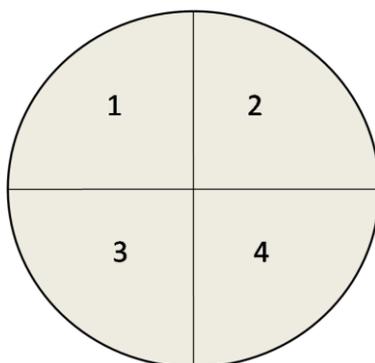


图2 样品端面电阻率的测量位置

6 结果计算

电导率测试结果可由仪器直接测量给出，或根据仪器测试电阻率结果，按公式（5）计算电导率。

$$k = \frac{1}{\rho} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

k——材料电导率，单位为西门子每厘米（S/cm）；

ρ ——材料电阻率，单位为欧姆·厘米（ $\Omega \cdot \text{cm}$ ）。

注：对不少于20次的测量结果取平均值，结果精确至0.01 S/cm。

7 数据精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次测定结果之差不大于算术平均值的6%。

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次测定结果之差不大于算术平均值的8%。
