



中华人民共和国国家标准

GB/T 40007—2021

纳米技术 纳米材料电阻率的 接触式测量方法 通则

Nanotechnology—Contacting methods for measuring the
resistivity of nanomaterials—General rules

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 2

 4.1 静态四探针法(A 法) 2

 4.2 动态四探针法(B 法) 2

 4.3 动态四线两电极法(C 法) 3

5 仪器设备 4

 5.1 通用设备 4

 5.2 专用设备 4

6 测量条件 6

7 试样制备 6

 7.1 薄膜 6

 7.2 浆料 6

 7.3 粉体 6

 7.4 膜片尺寸测定 6

8 试样测量 6

 8.1 方法选择 6

 8.2 A 法 7

 8.3 B 法 7

 8.4 C 法 8

9 影响因素 9

 9.1 含水量对电导率测定方法的影响 9

 9.2 施加压强对电导率测定方法的影响 9

 9.3 湿度对电导率测定方法的影响 9

10 测量报告 9

附录 A (资料性附录) A 法测量示例 10

附录 B (资料性附录) B 法测量示例 13

附录 C (资料性附录) C 法测量示例 16

参考文献 19

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国科学院提出。

本标准由全国纳米技术标准化委员会纳米材料分技术委员会(SAC/TC 279/SC 1)归口。

本标准起草单位:中国科学院山西煤炭化学研究所、冶金工业信息标准研究院、江苏省特种设备安全监督检验研究院[国家石墨烯产品质量监督检验中心(江苏)]、中国科学院物理研究所、国家纳米科学中心、中国计量科学研究院、苏州晶格电子有限公司、厦门大学、宁波大学、山西美锦能源股份有限公司、宁德时代新能源科技股份有限公司、嘉庚创新实验室。

本标准主要起草人:陈成猛、李晓明、黄显虹、栾燕、葛广路、孔庆强、任玲玲、刘峥、丁海龙、阮殿波、孙国华、苏方远、朱庆华、周涵韬、魏奕民、王勤生、曹凌云、杜兆丽、李倩。



纳米技术 纳米材料电阻率的 接触式测量方法 通则

1 范围

本标准规定了纳米材料电阻率的接触式测量方法,包括测量原理、仪器设备、测量条件、测量步骤、影响因素等。

本标准中静态四探针法(A法)适用于纳米薄膜、纳米浆料和纳米粉体的电阻率测量;动态四探针法(B法)、动态四线两电极法(C法)适用于纳米粉体电阻率的测量。

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。

GB/T 32269 纳米科技 纳米物体的术语和定义 纳米颗粒、纳米纤维和纳米片

3 术语和定义

GB/T 32269 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纳米材料 nanomaterial

任一外部维度、内部或表面结构处于纳米尺度的材料。

[GB/T 30544.1—2014,定义 2.4]

3.2

电阻率 resistivity

ρ

材料内部的电流电场强度和稳态电流密度之比,即单位体积内的体积电阻。

3.3

静态四探针法 static four probe method

纳米粉体材料预压成型,用四探针电阻率测量仪测量成型试样过程中,由于无持续施压,待测成型试样的压实密度保持静止不变,测量该压实密度下的电阻率的方法。

3.4

动态四探针法 dynamic four probe method

纳米粉体材料不需预压成型,用四探针电阻率测量仪测量过程中,由于持续加压,待测样的压实密度不断变化,测量待测样在不同压实密度下的电阻率的方法。

4 原理

4.1 静态四探针法(A 法)

测量原理见图 1^[1]。排列成一直线的四探针垂直压在半无穷大的试样平坦表面上。外侧探针 1、探针 4 间通电流 I ，内侧探针 2、探针 3 间形成电压 U 回路。当试样厚度 $h > 4l$ 时，四探针附近试样的电阻率 ρ 按照公式(1)计算，试样厚度 $h \leq 4l$ 时，四探针附近试样的电阻率 ρ 按照公式(2)计算。

$$\rho = 2\pi l \frac{U}{I} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\rho = 2\pi l \frac{U}{I} \cdot F \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ ——四探针附近试样的电阻率，单位为欧姆厘米($\Omega \cdot \text{cm}$)；

l ——探针系数，单位为厘米(cm)；

U ——内侧两根电极所测的直流电压值，单位为伏特(V)；

I ——外侧两根电极所施加直流电流值，单位为安培(A)；

F ——修正系数，根据试样厚度 h 、直径 D 和探针系数 l ，从仪器的修正系数表查询。

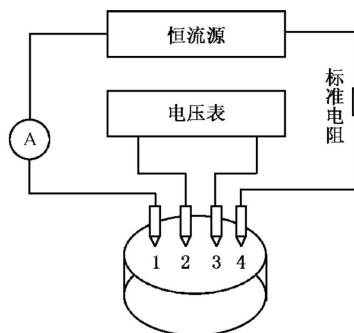


图 1 静态四探针法测量原理示意图

4.2 动态四探针法(B 法)

测量原理见图 2。将纳米粉体材料填装绝缘试样筒中，试样一端面与排列成一直线的四探针紧密接触，对试样筒内的试样逐步施力，使纳米粉体材料逐渐被压紧，测量试样在不同压实密度下的电阻率 ρ ，单个压实密度状态下电阻率的测量原理和 4.1 中静态四探针法的测量原理一致，计算同式(1)或式(2)。测量不同压实密度 d 下电阻率 ρ ，直至纳米粉体材料被压实，电阻率趋于稳定，得到 d - ρ 关系曲线图，见图 3。

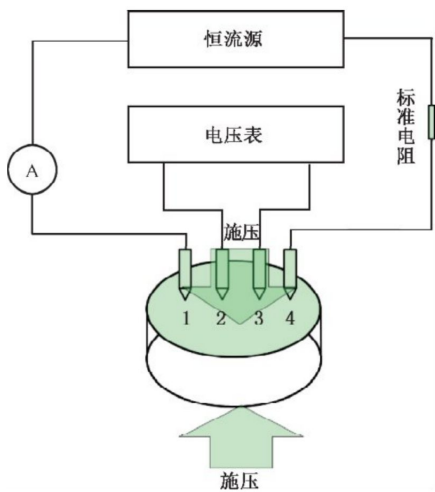


图 2 动态四探针法测量原理示意图

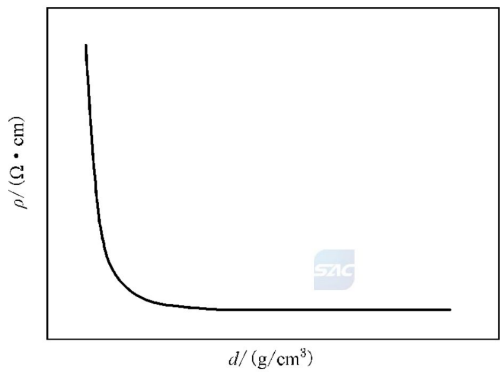


图 3 d - ρ 关系曲线

4.3 动态四线两电极法(C 法)

测量原理见图 4。将纳米粉体材料装入绝缘试样筒中,上、下标准电极与待测样紧密接触,且上、下标准电极连接加压装置,在一定的压力下,通过标准电极给试样两端通电流 I ,电压表测量上、下标准电极之间的电压 U ,根据欧姆定律,试样的电阻率按公式(3)计算。逐渐增加施压压力,测量不同压实密度 d 下的电阻率 ρ ,直至纳米粉体材料被压实,电阻率趋于稳定,得到 d - ρ 关系曲线图,同图 3。

$$\rho = \frac{U}{I} \times \frac{S}{h} \times 10^{-1} \dots\dots\dots (3)$$

- 式中:
- ρ ——试样的电阻率,单位为欧姆厘米($\Omega \cdot \text{cm}$);
 - U ——上、下标准电极间的电压,单位为伏特(V);
 - I ——上、下标准电极间的直流电流值,单位为安培(A);
 - S ——材料横截面积,单位为平方毫米(mm^2);
 - h ——试样筒中试样的厚度,单位为毫米(mm)。

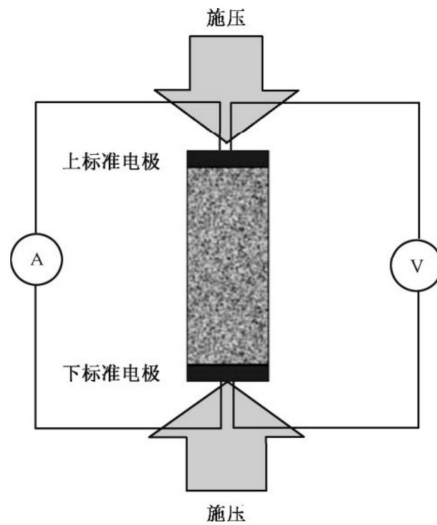


图4 动态四线两电极法电阻率测量原理

5 仪器设备

5.1 通用设备

通用设备主要包括恒流电源、数字电压表、干燥箱、电子天平、厚度计或千分表。

5.2 专用设备

5.2.1 A 法仪器设备

5.2.1.1 压片机:最大压强至少 15 MPa,模具容腔直径 $D \geq 10l$ (该模具可将粉体试样压成厚度 $h \leq 4l$ 的薄圆片, l 为探针间距)或 $D \geq 11l$ (该模具可将粉体试样压成厚度 $h > 4l$ 的棒材或厚度 $h \leq 4l$ 的薄圆片, l 为探针间距)。

5.2.1.2 涂膜机或抽滤装置。

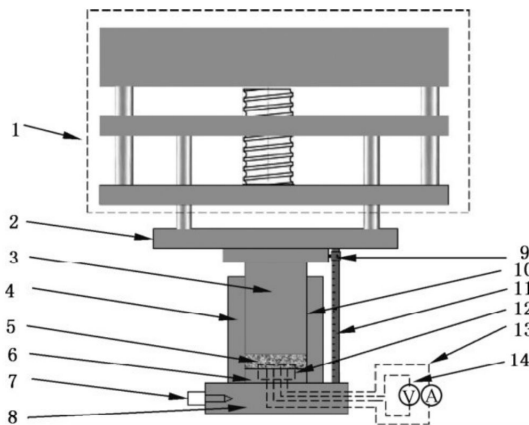
5.2.1.3 四探针装置。

5.2.2 B 法仪器设备

5.2.2.1 加压装置:加压柱接触试样端为绝缘材料。

5.2.2.2 试样筒:内衬为绝缘材料,容腔直径 $D \geq 10l$ (该模具可将粉体试样于压制厚度 $h \leq 4l$ 的薄圆片)或 $D \geq 11l$ (该模具可将粉体试样压成厚度 $h > 4l$ 的棒材或厚度 $h \leq 4l$ 的薄圆片)。

5.2.2.3 四探针装置:四探针除针尖外,其余部分预包埋在下(或上)加压柱绝缘材料里,针尖与加压柱处于同一平面,探针间的绝缘电阻(包括针与外壳)大于 $10^3 \text{ M}\Omega$ 。见图 5。

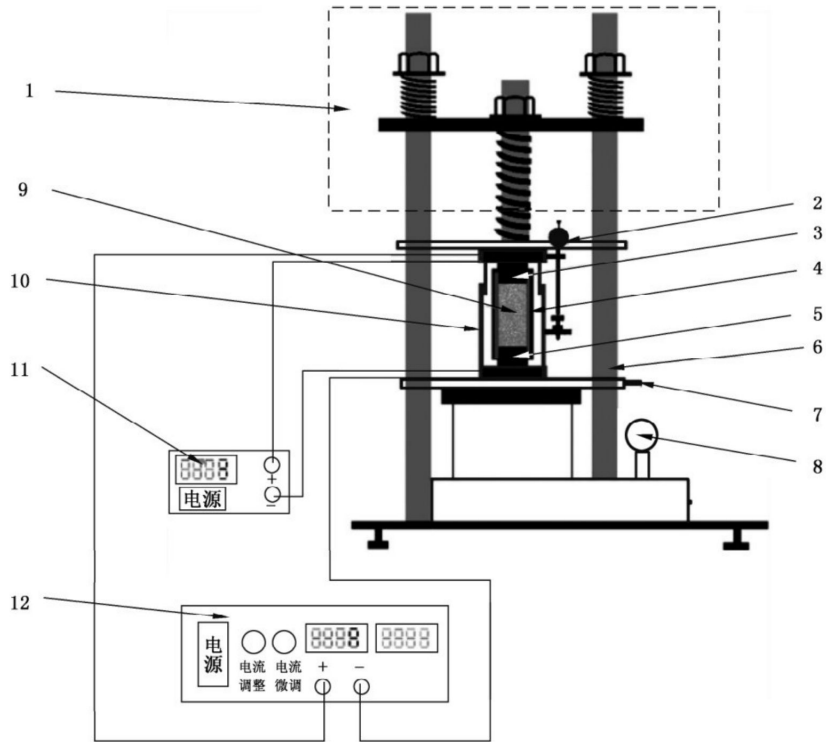


- 说明：
- | | | | |
|----------|-----------|--------------|-------------|
| 1——加压装置； | 5——试样； | 9——厚度游标卡尺； | 13——恒电流回路； |
| 2——上加压板； | 6——下柱； | 10——试样筒绝缘内壁； | 14——电压测量回路。 |
| 3——上加压柱； | 7——压力传感器； | 11——厚度测量仪； | |
| 4——试样筒； | 8——底座； | 12——四探针； | |

图 5 动态四探针电阻率测量仪装置示意图

5.2.3 C 法仪器设备

5.2.3.1 恒压力加载装置,加压柱接触试样端为圆形平板装的标准电极,上、下标准电极与试样筒具有较好配合度,电极表面平整,可紧密接触试样表面;内衬为绝缘材料的试样筒。如图 6 所示。



- 说明：
- | | | | |
|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 1——加压装置； | 4——试样筒内衬； | 7——压力传感器； | 10——试样筒； |
| 2——厚度测量仪； | 5——下标准电极； | 8——压力显示器； | 11——电压表； |
| 3——上标准电极； | 6——升降导向柱； | 9——试样； | 12——恒流电源。 |

图 6 动态四线两电极电阻率仪装置示意图

6 测量条件

- 6.1 测量环境条件:温度为 20℃~30℃,测量时温度波动±1℃,相对湿度小于或等于 65%。
- 6.2 为消除邻近高频发生器在测量电路中可能引入寄生电流,建议电阻率测量在电磁屏蔽条件下进行。
- 6.3 在其他环境条件下进行测量时,应在测量报告中注明。

7 试样制备

7.1 薄膜

将纳米薄膜干燥至恒重,然后置于干燥器中冷却至室温备用。把预处理得到的薄膜制成直径 $D \geq 10l$ 的等径薄圆片至少 3 片,或试样边缘到任一探针的最近距离 $\geq 10l$ 的片材至少 3 片,确保片材表面均匀平整。

7.2 浆料

将纳米材料浆制成薄膜,除去溶剂,干燥后膜层厚度 h 宜为 25 μm ,也可根据实际应用做调整,但应满足厚度 $h \leq 4l$ 。把预处理得到的薄膜制成直径 $D \geq 10l$ 的等径圆片至少 3 片,或试样边缘到任一探针的最近距离 $\geq 10l$ 的片材至少 3 片,确保片材表面均匀平整。

7.3 粉体

- 7.3.1 将纳米粉体干燥至恒重备用。
- 7.3.2 将一定质量(m)的纳米粉体材料置于压片机内,在一定的压强(p)下压成厚度 $h \leq 4l$ 的均匀平整的薄圆片,或压成厚度 $h > 4l$ 且试样边缘到任一探针的最近距离 $\geq 4l$ 的棒材,然后将压好的试样干燥至恒重备用。该步骤适用于 A 法。

7.4 膜片尺寸测定



测得 7.1、7.2 和 7.3.2 中薄圆片或涂层的厚度为 h ,直径为 D 。

8 试样测量

8.1 方法选择

预处理后的试样根据表 1 选择合适的方法进行测量。

表 1 薄膜、浆料、粉体电阻率测定的测量方法选择

测量方法	薄膜	浆料	粉体
A 法	可选用	可选用	可选用
B 法	不可用	不可用	可选用
C 法	不可用	不可用	可选用

8.2 A 法

8.2.1 A 法测量

- 8.2.1.1 四探针电阻率测量仪至少预热 30 min。
- 8.2.1.2 待测样的厚度 $h \leq 4l$ 时,选择薄圆片测量模式;待测样的厚度 $h > 4l$ 时,选择棒材(或厚片)测量模式。
- 8.2.1.3 将探针下降到试样表面,使四探针针尖端阵列的中心落在试样中心,并与试样表面紧密接触。
- 8.2.1.4 按表 2 选取合适电流量程,测量电阻率 ρ ,记录测量数据。

表 2 四探针法测量不同电阻率试样电流量程选择表

序号	电阻率/($\Omega \cdot \text{cm}$)	电流量程/mA
1	<0.01	≤ 100
2	$0.01 \sim 1$	≤ 10
3	$1 \sim 30$	≤ 1
4	$30 \sim 100$	≤ 0.1
5	$100 \sim 3\,000$	$\leq 1 \times 10^{-3}$
6	$> 3\,000$	$\leq 3 \times 10^{-6}$

- 8.2.1.5 将试样平面分别旋转 $30^\circ \sim 90^\circ$,重复 8.2.1.3、8.2.1.4 的测量步骤,至少测 3 个点的数据,取平均值为该圆片的测定结果。
- 8.2.1.6 一个试样,至少测定三个薄圆片,试样的电阻率最终结果为这三个薄圆片的平均值。
- 8.2.1.7 测量示例参见附录 A。

8.2.2 A 法计算

- 8.2.2.1 试样的压实状态以压实密度 d 表示,按照公式(4)计算:

$$d = \frac{m}{s \times h} \times 10^3 \dots\dots\dots (4)$$

式中:
 d —— 压实密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3)
 m —— 试样的质量,单位为克(g);
 s —— 试样筒的横截面积,单位为平方毫米(mm^2);
 h —— 试样的厚度,单位为毫米(mm)。

- 8.2.2.2 当试样的厚度 $h > 4l$,且试样边缘到任一探针的最近距离 $\geq 4l$ 时,试样在该压实密度 d 下的电阻率 ρ 按公式(1)计算。试样的厚度 $h \leq 4l$ 时,试样在该压实密度 d 下的电阻率 ρ 按公式(2)计算。

8.3 B 法

8.3.1 B 法测量

- 8.3.1.1 动态四探针电阻率测量仪至少预热 30 min。
- 8.3.1.2 称取一定质量(m)预处理好的试样置于动态四探针电阻率测量仪的试样筒内,使试样在筒内分布均匀平坦。

8.3.1.3 放入加压柱,对试样开始施压,从起始压力开始每隔一定压力(或压强),测量试样的厚度 h 和电阻率 ρ ,直至电阻率 ρ 趋于稳定。加压过程中,当试样厚度 $h > 4l$,用棒材模式,当试样被压到厚度 $h \leq 4l$,用薄圆片模式。

8.3.1.4 一个试样,至少平行测定两次。

8.3.1.5 测量示例参见附录 B。

8.3.2 B 法计算

8.3.2.1 试样在某一压力下的压实密度 d 按照公式(4)计算。

8.3.2.2 施压过程中,在单个压力下,试样的电阻率 ρ 按公式(1)或公式(2)进行计算,该值一般四探针电阻率测量仪都可以自动给出。

8.3.2.3 作待测样的 d - ρ 关系曲线图,见图 3。

8.4 C 法

8.4.1 C 法测量

8.4.1.1 动态四线两电极电阻率仪至少预热 30 min。

8.4.1.2 称取一定量预处理好的试样置于动态四线两电极电阻率仪的试样筒内,使试样在筒内分布均匀平坦。

8.4.1.3 放入上标准电极,对试样进行施压,从起始压力开始每隔一定压力(或压强),按表 3 选取合适的电流,测量试样的厚度 h 和电阻率 ρ ,直至电阻率趋于稳定。

表 3 不同电阻率试样电流选择表

电流	电阻率/($\Omega \cdot \text{cm}$)			
100 mA	$10^{-3} \sim 10^{-1}$	$10^{-1} \sim 2$	—	—
10 mA	—	$10^{-1} \sim 2$	$2 \sim 200$	—
1 mA	—	—	$10 \sim 200$	$200 \sim 2\,000$
100 μA	—	—	—	$1\,000 \sim 2 \times 10^4$
10 μA	—	—	—	$1 \times 10^4 \sim 2 \times 10^5$
1 μA	—	—	—	$1 \times 10^5 \sim 2 \times 10^6$
注:当电流量程选择不当时,会出现电流供给不足,造成测量错误的现象,所以在测量一个未知材料时,可以先选用小电流测量,然后逐渐加大电流,以得到更精确的测量。				

8.4.1.4 一个试样,至少平行测定两次。

8.4.1.5 测量示例参见附录 C。

8.4.2 C 法计算

8.4.2.1 试样在某一压力下的压实密度 d 按照公式(4)计算。

8.4.2.2 施压过程中,在单个压力下,试样的电阻率 ρ 按公式(3)进行计算,该值一般四线两电极电阻率仪都可以自动给出。

8.4.2.3 作待测样的 d - ρ 关系曲线图,见图 3。

9 影响因素

9.1 含水量对电导率测定方法的影响

如果材料含水将导致材料电阻率测定产生测量误差,因此在做电阻率测量前,待测样应干燥处理。

9.2 施加压强对电导率测定方法的影响

压力不足,将导致纳米粉体不密实,使相互之间的连接减少,导致电阻率测量结果偏高,因此在测粉体电阻率时,需要对粉体加载压力,直至粉体压实。

9.3 湿度对电导率测定方法的影响

电阻率对湿度变化非常敏感。

10 测量报告

测量报告包括但不限于以下信息:

- a) 测量日期;
- b) 测量者及单位;
- c) 标准样品来源、规格、编号;
- d) 样本的详细描述,包括厂家、序列号;
- e) 测量环境温湿度;
- f) 测量所用方法;
- g) 平行测量结果的相对误差;
- h) 测量仪器的类型和型号;
- i) 试验数据。



附 录 A
(资料性附录)
A 法测量示例

A.1 试样

纳米炭黑导电浆料。

A.2 仪器

- A.2.1 厚度仪,精度为 0.01 mm。
- A.2.2 冲片机,冲片直径 10 mm。
- A.2.3 自动涂抹烘干机,涂布速度 0 mm/s ~100 mm/s 可调;最高加热温度 200 ℃;
- A.2.4 四探针电阻率测量仪。

A.3 测量步骤

测量流程见表 A.1。

表 A.1 静态四探针法测量纳米炭黑导电浆料电阻率的测量流程


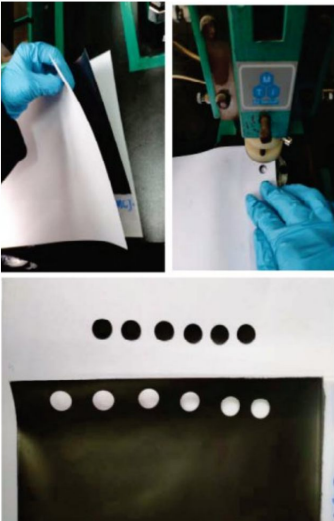

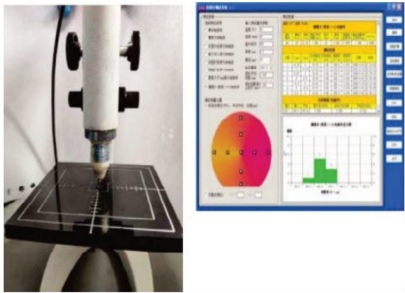
序号	步骤	图示	描述
1	涂膜		1) 将炭黑导电浆料用自动涂膜机均匀涂覆在绝缘基底上; 2) 将自动涂膜机加热温度设置在合适温度,以完全去除溶剂,得到涂好的薄膜
2	裁片		3) 用干净、光滑的膜将涂好的薄膜夹在中间; 4) 用裁片机将涂好的薄膜裁成直径 $D = 10\text{ mm}$ 的等径薄圆片 6 片

表 A.1 (续)

序号	步骤	图示	描述
3	测量厚度		5) 用厚度计分别测量薄膜和基底的厚度； 6) 薄膜厚度减去基底厚度为炭黑导电浆料涂层厚度 h
4	四探针测量圆片电阻率		7) 将薄圆片夹持在四探针电阻率测量仪上,让探针与待测薄圆片充分接触； 8) 在测量软件上,选择薄圆片电阻率模式,输入薄圆片直径 D 和(涂层)厚度 h ； 9) 选择自动测量,根据软件反馈调节电流； 10) 软件给出薄圆片的电阻率值； 11) 将探针抬起,把待测圆片水平旋转一定角度,测 3 个点的数据,取平均值为该薄圆片的测定结果
5	平行测量		12) 换下一个薄圆片,按照序号 4 步骤进行测量,记录测量数据

A.4 测量结果

根据公式(2)计算纳米浆料的电阻率,或软件直接给出纳米浆料的电阻率。表 A.2 显示了软件直接给出的 6 个薄圆片平行样的 18 个电阻率数据。

表 A.2 静态四探针法测量纳米炭黑导电浆料电阻率结果

试样名称	平行圆片	单点电阻率/($\Omega \cdot \text{cm}$)	单片电阻率/($\Omega \cdot \text{cm}$)	试样电阻率/($\Omega \cdot \text{cm}$)	相对标准偏差
纳米炭黑 导电浆料	薄圆片 1	0.19	0.19	0.19	5.2%
		0.18			
		0.19			
	薄圆片 2	0.20	0.20		
		0.19			
		0.20			
	薄圆片 3	0.17	0.18		
		0.19			
		0.17			
	薄圆片 4	0.18	0.18		
		0.18			
		0.19			

表 A.2 (续)

试样名称	平行圆片	单点电阻率/($\Omega \cdot \text{cm}$)	单片电阻率/($\Omega \cdot \text{cm}$)	试样电阻率/($\Omega \cdot \text{cm}$)	相对标准偏差
纳米炭黑 导电浆料	薄圆片 5	0.19	0.20	0.19	5.2%
		0.20			
		0.20			
	薄圆片 6	0.17	0.18		
		0.18			
		0.18			

附录 B
(资料性附录)
B 法测量示例

B.1 试样

某商业化石墨烯粉体。

B.2 仪器和试剂

B.2.1 鼓风干燥箱。

B.2.2 电子天平,精度为 0.01 g。

B.2.3 动态四探针电阻率测量仪,包括如下装置:

- a) 加压装置:可连续加压,并具有恒压力反馈调节功能,精度±1 N;加压柱接触试样端为绝缘材料;四探针除针尖,其余部分预包埋在下(或上)加压柱绝缘材料里,针尖与加压柱处于同一平面,探针与加压柱内壁的绝缘电阻大于 10³ MΩ;
- b) 探针装置:探针为碳化钨探针,针尖半径为 50 μm 平的圆截面;探针间距为 1 mm,间距偏移率精确至 0.01 mm;探针间的机械游移率 $\Delta l/l < 0.3\%$ (Δl 为探针间距的最大机械游移量, l 为探针间距);探针间的绝缘电阻(包括针与外壳)大于 10³ MΩ;
- c) 试样筒:内衬为绝缘材料,内径为 16 mm±0.01 mm;
- d) 内置千分表:精度为 0.01 mm。

B.3 测量步骤

测量流程见表 B.1。

表 B.1 动态四探针法测量石墨烯粉体电阻率测量流程


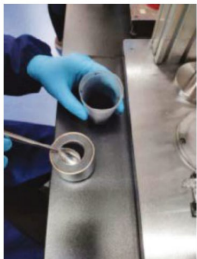
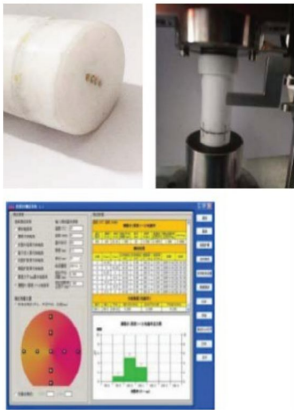
序号	步骤	图示	描述
1	干燥、称量		1) 将石墨烯粉体置于 85℃±5℃ 的鼓风干燥箱中干燥至恒重,后于干燥器中冷却至室温备用; 2) 称 3 份同等质量的石墨烯粉体备用
2	装样		3) 将称好的石墨烯粉体装入动态四探针电阻率测量仪的试样筒中

表 B.1 (续)

序号	步骤	图示	描述
3	测量电阻率		4) 将装好试样的试样筒放置于动态四探针电阻率测量仪中加压部位,装上四探针电极,对试样加压; 5) 压力 F 逐渐增加,每间隔 300 N~500 N 读取一个压力下试样厚度值 h ,然后在四探针测量软件上输入厚度 h 以及试样筒内径,测量电阻率 ρ ,直至电阻率不再变化
4	测量平行样品		6) 更换平行样,按照序号 3 步骤进行测量

B.4 测量结果



B.4.1 根据公式(1)或公式(2)计算每个压力点下石墨烯的电阻率,或软件直接给出每个压力点下石墨烯的电阻率。表 B.2 显示了由软件直接给出的 3 个平行样的电阻率数据。

表 B.2 动态四探针法测量石墨烯粉体电阻率结果

试样名称	压力/ N	压强/ MPa	厚度/ mm	压实密度/ (g/cm ³)	电阻率/ (Ω·cm)	厚度/ mm	压实密度/ (g/cm ³)	电阻率/ (Ω·cm)	厚度/ mm	压实密度/ (g/cm ³)	电阻率/ (Ω·cm)
			平行测量 1, $m=0.500\ 3\ \text{g}$			平行测量 2, $m=0.500\ 1\ \text{g}$			平行测量 3, $m=0.500\ 0\ \text{g}$		
石墨烯	100	0.14	14.85	0.05	48.50	14.79	0.05	43.40	14.79	0.05	46.50
	400	0.57	9.40	0.08	16.00	9.22	0.08	14.90	9.22	0.08	15.10
	700	0.99	7.72	0.09	10.69	7.52	0.09	10.18	7.52	0.09	10.28
	1 000	1.42	6.78	0.10	4.41	6.51	0.11	3.99	6.51	0.11	4.48
	1 300	1.84	6.14	0.12	3.69	5.86	0.12	3.17	5.86	0.12	3.50
	1 600	2.26	5.64	0.13	3.20	5.36	0.13	2.63	5.36	0.13	3.05
	1 900	2.69	5.24	0.14	2.83	4.98	0.14	2.27	4.98	0.14	2.68
	2 200	3.11	4.92	0.14	2.56	4.65	0.15	2.01	4.65	0.15	2.53
	2 500	3.54	4.64	0.15	2.36	4.37	0.16	1.82	4.37	0.16	2.05
	2 800	3.96	4.38	0.16	2.21	4.11	0.17	1.66	4.11	0.17	1.90
	3 100	4.39	4.16	0.17	2.09	3.87	0.18	1.54	3.87	0.18	1.74
	3 400	4.81	3.93	0.18	1.96	3.64	0.19	1.45	3.64	0.19	1.64
	3 700	5.24	3.69	0.19	1.88	3.44	0.21	1.35	3.44	0.21	1.56

表 B.2 (续)

试样名称	压力/ N	压强/ MPa	厚度/ mm	压实密度/ (g/cm ³)	电阻率/ (Ω·cm)	厚度/ mm	压实密度/ (g/cm ³)	电阻率/ (Ω·cm)	厚度/ mm	压实密度/ (g/cm ³)	电阻率/ (Ω·cm)
			平行测量 1, $m=0.500\ 3\ \text{g}$			平行测量 2, $m=0.500\ 1\ \text{g}$			平行测量 3, $m=0.500\ 0\ \text{g}$		
石墨烯	4 000	5.66	3.52	0.20	1.82	3.25	0.22	1.27	3.25	0.22	1.50
	4 300	6.09	3.28	0.22	1.72	3.05	0.23	1.21	3.05	0.23	1.45
	4 600	6.51	3.08	0.23	1.60	2.86	0.25	1.15	2.86	0.25	1.35
	4 900	6.94	2.89	0.25	1.58	2.66	0.27	1.10	2.66	0.27	1.34
	5 000	7.08	2.73	0.26	1.56	2.54	0.28	1.08	2.54	0.28	1.32

B.4.2 以压实密度为横坐标,该压实状态下的电阻率为纵坐标做 d - ρ 关系曲线图,如图 B.1 所示。

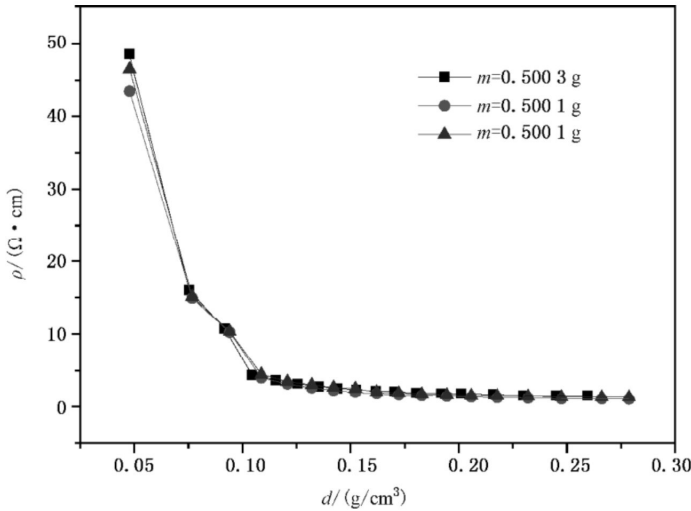


图 B.1 动态四探针测量石墨烯试样 d - ρ 关系曲线图

B.4.3 对数据进行分析,得到压实密度 d 为 $0.25\ \text{g/cm}^3$ 时三次平行实验的电阻率结果,以及对三次电阻率曲线后端三个点进行线性拟合,分别得到拟合直线 $y=a+bx$,公式中 a 即为该测量条件下的极限电阻率结果,具体分析结果见表 B.3。

表 B.3 动态四探针法测量石墨烯粉体电阻率结果分析

平行测量	ρ	$y=a+bx$	a
平行测量 1	$1.58\ \Omega\cdot\text{cm}$	$y=1.56+0.011\ 58x$	$1.56\ \Omega\cdot\text{cm}$
平行测量 2	$1.10\ \Omega\cdot\text{cm}$	$y=1.38-1.067x$	$1.38\ \Omega\cdot\text{cm}$
平行测量 3	$1.34\ \Omega\cdot\text{cm}$	$y=1.61-1.048x$	$1.61\ \Omega\cdot\text{cm}$
平均值	$1.34\ \Omega\cdot\text{cm}$	—	$1.52\ \Omega\cdot\text{cm}$
相对标准偏差	17.91%	—	7.98%

附 录 C
(资料性附录)
C 法测量示例

C.1 试样

市售某纳米炭黑粉体。

C.2 仪器设备

C.2.1 鼓风干燥箱；

C.2.2 电子天平,精度为 0.01 g。

C.2.3 动态四线两电极电阻率测量仪。

C.2.3.1 加压装置:可连续加压,并具有恒压力反馈调节功能,精度 ± 1 N;上、下加压柱端为标准电极。

C.2.3.2 标准电极:用黄铜制成的平板电极,电极可亲密接触试样表面,同时不会由于电极电阻或样本的污染而引入相当可观的误差,直径等于试样筒内径。

C.2.3.3 试样筒:内衬为绝缘材料,内径为 $16\text{ mm}\pm 0.01\text{ mm}$ 。

C.2.3.4 千分表:精度为 0.01 mm。

C.3 测量步骤

测量流程见表 C.1。

表 C.1 动态四线两电极法测量纳米炭黑测量流程




序号	步骤	图示	描述
1	干燥、称量		1) 将纳米炭黑粉体置于 $85\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的鼓风干燥箱中干燥至恒重,后于干燥器中冷却至室温备用; 2) 称 3 份同等质量的纳米炭黑粉体备用
2	装样		3) 将称好的纳米炭黑粉体装入动态四线两电极电阻率仪的试样筒中,并敲击试样筒外壁,使试样分布均匀



表 C.1 (续)

序号	步骤	图示	描述
3	测量电阻率		4) 将装好试样的试样筒放置于动态四线两电极电阻率仪的加压部位,上、下标准电极位置对中,对试样加压; 5) 压力逐渐增加,每间隔 300 N~500 N 读取一个压力下试样厚度值 h ,然后在动态四线两电极电阻率仪软件上输入厚度 h 以及试样筒内径,选择合适的电流,测量电阻率 ρ ,直至电阻率稳定
4	平行测量		6) 更换平行样,按照序号 3 进行测量

C.4 测量结果

C.4.1 根据公式(3)计算每个压力点下纳米炭黑的电阻率,或软件直接给出每个压力点下纳米炭黑的电阻率。表 C.2 显示了由软件直接给出了 3 个平行样的电阻率数据。

表 C.2 动态四线两电极测量纳米炭黑粉体电阻率结果

试样名称	压力/ N	压强/ MPa	厚度/ mm	压实密度/ (g/cm ³)	电阻率/ (Ω·cm)	厚度/ mm	压实密度/ (g/cm ³)	电阻率/ (Ω·cm)	厚度/ mm	压实密度/ (g/cm ³)	电阻率/ (Ω·cm)
			平行测量 1, $m=0.990\ 1\ \text{g}$			平行测量 2, $m=0.976\ 8\ \text{g}$			平行测量 3, $m=0.985\ 6\ \text{g}$		
纳米炭黑	100	0.50	18.95	0.26	0.487	17.69	0.27	0.365	19.23	0.26	0.462
	400	1.99	13.33	0.37	0.365	14.63	0.33	0.256	16.12	0.30	0.435
	700	3.48	11.53	0.43	0.292	8.64	0.56	0.181	13.56	0.36	0.376
	1 000	4.98	10.47	0.47	0.247	8.26	0.59	0.162	10.78	0.45	0.269
	2 000	9.95	8.34	0.59	0.165	7.43	0.65	0.136	8.52	0.58	0.155
	3 000	14.93	7.28	0.68	0.146	6.91	0.70	0.123	7.58	0.65	0.146
	4 000	19.90	6.58	0.75	0.135	6.55	0.74	0.120	7.00	0.70	0.130
	5 000	24.88	6.07	0.81	0.130	6.30	0.77	0.122	6.58	0.75	0.125
	6 000	29.86	5.68	0.87	0.127	6.01	0.81	0.122	6.23	0.79	0.132
	7 000	34.83	5.33	0.92	0.126	5.80	0.84	0.123	5.93	0.83	0.130
	8 000	39.81	5.08	0.97	0.126	5.58	0.87	0.128	5.65	0.87	0.128
	9 000	44.79	4.86	1.01	0.131	5.27	0.92	0.125	5.44	0.90	0.129

C.4.2 以压实密度为横坐标,该压实状态下的电阻率为纵坐标做 $d-\rho$ 关系曲线图,见图 C.1。

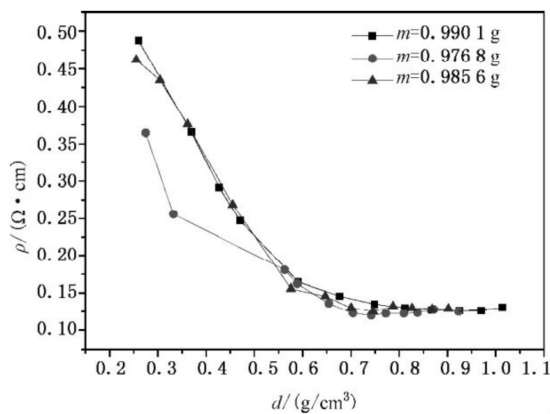


图 C.1 动态四线两电极测量纳米炭黑 d - ρ 关系曲线图

C.4.3 对数据进行分析,得到压实密度 $d=0.9\text{ g/cm}^3$ 时三次平行试验的电阻率结果,以及对三次电阻率曲线后端三个点进行线性拟合,分别得到拟合直线 $y=a+bx$,公式中 a 即为该测量条件下的极限电阻率结果,具体分析结果见表 C.3。

表 C.3 动态四线两电极测量纳米炭黑电阻率结果分析

平行测量	ρ	$y=a+bx$	a
平行测量 1	$0.126\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$	$y=0.106+0.018x$	$0.106\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$
平行测量 2	$0.125\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$	$y=0.100+0.025x$	$0.100\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$
平行测量 3	$0.129\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$	$y=0.121+0.019x$	$0.121\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$
平均值	$0.127\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$	—	$0.109\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$
相对标准偏差	1.64%	—	9.92%

参 考 文 献

- [1] GB/T 26074 锗单晶电阻率直流四探针测量方法
 - [2] GB/T 30544.1—2014 纳米科技 术语 第1部分:核心术语
 - [3] GB/T 31838.2—2019 固体绝缘材料 介电和电阻特性 第2部分:电阻特性(DC方法)
体积电阻和体积电阻率
-

