ICS 07.120
CCS Q 50

团　　体　　标　　准

T/CGIA 006.1-2024

石墨烯材料 特性参数与测试方法——第1部分：薄膜

Graphene materials Characteristics and testing methods
—Part 1: film

2024-06-30 发布　　2024-06-30 实施

中关村华清石墨烯产业技术创新联盟 发布

目 次

版权声明 II
前　言 III
引　言 IV
1　范围 5
2　规范性引用文件 5
3　术语和定义 5
4　符号和缩略语 6
5 特性参数和测试方法 7
附 录 A（资料性）CVD 法薄膜基本参数说明 10
附 录 B（资料性）CVD 法薄膜附加参数说明 11

GRAPHENE
CGIA

版权声明

本文件系由中关村华清石墨烯产业技术创新联盟（简称“联盟”）组织创制的团体标准文本（含制定过程中的草案），联盟拥有本文件的著作权，受《中华人民共和国著作权法》保护。除法律所允许的情形或事先得到联盟书面许可外，任何组织和个人不得以任何理由进行复制、销售、传播本文件，或抄袭、歪曲本文件等侵权行为，否则，行为人应承担相应的民事、行政责任，构成犯罪的，将依法追究其刑事责任。其他文件引用本文件，不属侵权行为。

凡利用本文件进行或支持贸易、认证等商业活动，应事先购买正式文本或得到联盟书面授权。购买本文件或获得授权，请与联盟联系。

欢迎社会各界举报侵权盗版行为。一经查实，联盟将奖励举报人，并依法严格保护举报人信息。

联系人：戴石锋，联系电话：13811062632，联系邮箱：standard@c-gia.org。

联盟对本版权声明具有最终解释权。

前　言

本文件参照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任，不对涉及专利权的纠纷负责。

本标准由中关村华清石墨烯产业技术创新联盟提出并归口。

本文件起草单位： 宁波石墨烯创新中心有限公司（国家石墨烯创新中心）、中关村华清石墨烯产业技术创新联盟、山东利特纳米技术有限公司、东华工程科技股份有限公司、宁波柔碳电子科技有限公司、济南大学、连云港市食品药品检验检测中心、北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心）、长沙矿冶研究院有限责任公司、华侨大学、广州特种设备检测研究院（国家石墨烯产品质量检验检测中心（广东））、北京清大际光科技发展有限公司。

本文件主要起草人： 刘兆平、戴石锋、宋肖肖、黄永钢、刘同浩、董晶晶、逄金波、杨晖、马琛、夜莉萍、刘益庆、刘伟丽、杨丽莉、白云、李贺、匡鲤萍。

GRAPHENE CGIA

引　言

石墨烯材料具有优异的光学、电学、力学、热学及超大比表面积等特性。经过十多年的产业化努力，石墨烯在新能源电池、热管理（包括散热、电发热、绝热）、重防腐涂料、高端纤维纺织和国防军工等众多领域取得了显著的应用成果，市场规模逐年增长。随着石墨烯产业化进入新阶段，石墨烯材料的质量评价与全面精准管控已成为上下游企业共同关注的焦点和需求。制定石墨烯相关技术标准是促进和支持企业解决这一需求的有效途径。

根据全国标准信息公共服务平台（https://std.samr.gov.cn/）的数据显示，截至 2023 年底，我国已发布了包括国家标准、行业标准、地方标准和团体标准在内的各级石墨烯相关标准共计 133 项。这些标准主要涵盖了石墨烯材料的系列测试方法和以石墨烯材料为功能的相关应用产品标准。但石墨烯材料的特性参数表征标准尚处于空白，导致石墨烯材料制造企业只能根据自身对石墨烯材料的认知和理解，选择几项甚至是非核心的特性参数来表征石墨烯材料。国际上 IEC/TC113“电子电工产品和系统领域纳米技术”委员会于 2014 年启动了 IEC 62565-3-1 ’Nanomanufacturing — Material specifications — Part 3-1: Graphene - Blank detail specification’，该标准列出了石墨烯材料各种形态的众多特性参数以及推荐的测试技术或标准，但未规定任何参数的具体要求值。这种标准化文件（BDS 文件）在国际标准组织内是常见的，反映了新材料在产业发展初期标准制定的思路和策略。遗憾的是，该标准由于某些原因于 2024 年初终止了制定程序，项目提案作废。因此，借鉴国际标准制定思路，在国内建立一套表征石墨烯材料（含薄膜、粉体、浆料等）的标准已成为石墨烯产业发展的急盼。

本标准针对石墨烯材料，建立了系统的特性参数列表，由 2 部分组成：

第 1 部分 薄膜；

第2部分 粉体及浆料。

石墨烯材料涉及的特性参数达 30 余项。为了方便企业使用，本标准创新性地将这些参数按 1+N+X 模式进行分类表征。上下游企业根据具体使用场景协商选择合适的参数内容，并通过持续的双向反馈，不断精准掌握石墨烯材料的关键质量和性能参数列表，以实现质量的稳定和应用开发的指导。

石墨烯材料 特性参数与测试方法

第 1 部分：薄膜

1 范围

本文件规定了以化学气相沉积（CVD）法制备的石墨烯薄膜的特征性能参数（简称特性参数），列出了每项特性参数的测试方法。根据石墨烯材料的共性表征特性以及在不同应用领域有不同的技术要求，采用 1+N+X 表征法，其中：

——1 是指石墨烯材料的基础信息和参数，用于判定该材料是否是石墨烯材料；

——N 是指除层数之外的若干必要参数，即石墨烯材料制造企业在石墨烯材料生产工艺定型时应测试的特性参数，用于质量控制以及对外主动公示的参数项目；

——X 为若干可选参数，是供需双方根据具体应用场景，可能需要进一步开展材料质量检测或性能验证的参数项目。

石墨烯粉体应按照标准中确定必备参数和可选参数，主动报告典型值或限值范围。

本文件适用于石墨烯企业在石墨烯材料的研究开发、型式试验、企业标准制定以及上下游企业合作开发应用石墨烯材料时使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款，其中注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单位）适用于本文件。

T/CGIA 001-2018 石墨烯材料术语和代号

3 术语和定义

T/CGIA 001 中界定的及下列术语和定义适用于本文件。

3.1 石墨烯 graphene

每一个碳原子以 sp^2 杂化与三个相邻碳原子键合形成的蜂窝状结构的碳原子单层。

注：它是许多碳材料的构建单元。

3.2 石墨烯材料 graphene materials，GM

由石墨烯（3.1）单独或紧密堆垛而成、层数不超过 10 层的二维材料及其衍生物。

注 1：石墨烯材料包括单层石墨烯、双层石墨烯、多层石墨烯。
注 2：常见改性方式包括氧化、氢化、氟化、磺化或异质掺杂等。
注 3：石墨烯材料的存在形态有：薄膜、粉体、浆料和三维构造体。

3.3 石墨烯片 graphene nanosheet，GNS

离散状的石墨烯材料。
注:片径有纳米级和微米级之分。

3.4 石墨烯薄膜 graphene film

在特定基底表面上生长形成的连续石墨烯材料（3.2）。

3.5 化学气相沉积法 chemical vapor deposition ，chemical vapour deposition，CVD

在一定温度下含碳元素气体在衬底表面或气相中分解并沉积生成石墨烯材料（3.4）的方法。

注 1：常用金属衬底包括铜、镍等；常用非金属衬底包括二氧化硅等。
注 2：可以通过等离子体或微波等方式促进碳源分解。

3.6 典型值 Typical value

石墨烯材料在常规生产工艺条件制造时表现出的特性参数值，由原材料、工艺路线、材料后处理等多因素决定。

注 1：石墨烯材料在不同的生产工艺路线下会表现出不同的典型值。例如，采用氧化法和液相剥离法生产的石墨烯材料，其多项特性参数的典型值可能存在显著差异。

注 2：企业主动提供石墨烯材料基础特性的典型值，对于下游应用客户了解和认知石墨烯材料具有一定的指导意义。

注 3：典型值不等同于要求值。针对特定应用领域，石墨烯材料的要求值可能偏离常规的典型值，这是合理的现象。

4 符号和缩略语

AAS 原子吸收光谱

AFM 原子力显微镜

DSC 差示扫描量热法

FTIR 傅里叶变换红外光谱

ICP-MS 电感耦合等离子体质谱

KPFM 开尔文探针力显微镜

OM 光学显微镜

Raman 拉曼光谱仪

SEM 扫描电子显微镜

SPM 扫描探针显微镜

TEM 透射电子显微镜

TMA 热力分析仪

TGA 热重分析

XRD X 射线衍射仪

XRF X 射线荧光光谱

5 特性参数和测试方法

5.1 总则

根据石墨烯材料的特性属性，基础参数主要指石墨烯材料的基本物性和本征性质，这些参数反映了石墨烯材料的基本质量；附加参数是为了细化研究材料而考察的微观特性参数，或与应用领域紧密相关的性能特征等。

5.2 石墨烯薄膜的基础信息和参数（1 类参数）

薄膜是否为石墨烯材料是石墨烯应用企业关心的核心技术问题，是所有石墨烯材料企业首要回答和报告的基础信息。表 1 中列出的信息和参数是用于判定该材料是否是石墨烯薄膜，这是最基础的信息和参数，企业应主动报告相关信息，传递石墨烯材料的以便与下游用户企业建立信任。

表 1 石墨烯薄膜的基础信息和参数

序号	参数	单位	测试技术	测试标准	说明
1	制备工艺名称	-	-	参考 T/CGIA 001 中列出的名称	参考 T/CGIA 001 中列出的名称
2	基底材料	-	-	-	-
3	石墨烯结构	-	Raman	-	提供 Raman 图谱，作为判定材料是否内含石墨烯层结构的基本信息
4	层数	层或 nm	建议用 TEM、AFM、XRD 等多种测试方法综合表征确定	GB/T 40066-2021，GB/T 40069-2021，T/CSTM 00168—2020	平均层数，并注明采用的测试方法

5.3 石墨烯薄膜的必要特性参数（N 类参数）

表 2 列出的是石墨烯薄膜的必要物理特征和化学性质参数，是材料表征中常规的参数信息。该系列参数的主动报告，为石墨烯材料的应用企业考虑是否使用该材料提供参考依据。

表 2　石墨烯薄膜的必要特性参数

序	参数	单位	测试技术	参考标准	说明

号					
5	外观	-	目检	-	-
6	碳含量	%	元素分析仪	DB13/T2768.2-2018	-
7	微区覆盖度	%	-	DB32/T 3459-2018	-
8	与基底附着力	J/m²	机械法：Scotch 胶带法、化学测试法	-	-

5.4 石墨烯薄膜的可选特性参数（X 类参数）

当以 CVD 法薄膜提供的石墨烯材料应用于具体产品或方向时，除非另有规定，供方应与需方协商，根据表 3 所列参数提供相关信息。表格中列出的测试仪器与测试方法仅反映了目前市场上企业或文献中提及的一些选项。在选择具体的测试方法时，供应商和客户应根据实际需求进行综合考量。此外，还需考虑测试仪器是否支持未来的测试需求，以及是否能满足不同地区客户对标准体系的偏好。因此，虽然表格提供了一定的参考，但最终的选择应基于对产品需求的深入理解和多方面因素的综合评估。

表 3 石墨烯薄膜的可选特性参数（X 类参数）

序号	附加参数	单位	测试方法	测试标准
1	单层覆盖率	%	OM，Raman	-
2	表面粗糙度	nm	AFM、SEM	-
3	层对齐		AFM、XRD、TEM、SPM	-
4	沉积量	mg/cm²	椭圆偏振法	-
5	堆叠	类型，角度	XRD、Raman、TEM、AFM	-
6	区域尺寸	nm	TEM、AFM、SEM	-
7	缺陷等级		Raman	-
8	缺陷密度	缺陷/cm2	Raman，TEM，AFM	GB/T 43341-2023
9	应变均匀性	μ ε	Raman	-
10	接触角	°	接触角测量仪	GB/T 30447-2013
11	残余应变		Raman、AFM、TEM	-
12	层间抗剪强度	Mpa 或 N/mm2	纳米压痕测试、拉伸测试	-
13	弹性模量	Mpa 或 N/mm2	拉伸测试	-
14	金属元素含量	%（列表）	AAS、ICP-MS、XRF	T/CGIA 012-2019
15	透光率	%	雾度计	DB32/T 3792-2020
16	透明度		-	-
17	雾度	%	雾度计	-

序号	附加参数	单位	测试方法	测试标准
18	导热系数	W/mK	拉曼光谱法、3ω法、热桥法	GB/T 22588-2008
19	耐温性	℃	热重分析法、高温电输运测试、高温老化试验	
20	热扩散系数	m²/s		GB/T 22588-2008
21	热膨胀系数	1/K	Raman、TMA[1]、XRD、可参考参考文献[1]	
22	薄层电阻	Ω/sq	四探针测试、非接触涡流法	GB/T 6616-2023
23	薄膜方阻	Ω/sq	四探针测试	T/GDASE 0010-2020 GB/T 43682-2024
24	表面电势	mV	凯尔文探针法	-
25	掺杂浓度	%	Raman、FTIR、XPS	-
26	场效应晶体管流动性	cm²/V·s	-	-
27	功函数	eV	KPFM	T/ZSA 39-2020 SJ 3195-1989
28	霍尔迁移率	cm²/Vs	霍尔效应测试	T/GDASE 0010-2020
29	接触电阻	Ω	传输线模型、四探针法	GB/T 41232.3-2023
30	载流子密度	cm-3	霍尔效应测试	T/GDASE 0010-2020
31	载流子迁移率	cm2/Vs	霍尔效应测试	T/GDASE 0010-2020 GB/T 43682-2024

附 录 A

（资料性）

CVD 法薄膜基本参数说明

表 A.1 针对 CVD 法薄膜基本参数进行说明解释。

表 A.1 CVD 法薄膜基本参数说明

序号	参数	解释	备注
1	外观	透明、均匀薄膜。	通过目检。
2	层数	二维材料在堆垛方向上所含层的数量。当前针对层数的测试方法标准众多，经常是以下方法单独或联合使用：光学显微镜法、原子力显微镜法、拉曼光谱法以及透射电子显微镜法等。	华清石墨烯联盟正在和国家石墨烯创新中心联合发起寻找层数测定的新方法。
3	半高宽	指石墨烯材料特征拉曼光谱中 G 峰或者 2D 峰的宽度，在其最大强度的一半高度处的宽度。这个参数是研究石墨烯质量的一个重要指标，因为它可以反映石墨烯样品的层数、晶体质量和缺陷密度等信息。	-
4	薄膜厚度	石墨烯薄膜的厚度是指石墨烯层数与单层石墨烯原子层的厚度的乘积。单层石墨烯是由单层碳原子以蜂窝状排列构成的二维材料，其单层厚度大约为 0.34 纳米（nm），这个数值来源于石墨中相邻碳原子层之间的距离。在实际应用中，石墨烯薄膜的厚度不仅仅依赖于纯粹的层数。由于石墨烯可能存在折叠、起皱或其他形态的变化，实际的厚度可能会有所不同。	-
5	微区覆盖度	指石墨烯薄膜在微观尺度上的分布情况，即石墨烯在薄膜上的分布范围和均匀性。	-
6	附着力	指的是石墨烯薄膜与其底材之间的粘附能力。这一特性对于石墨烯在电子设备、复合材料、传感器和其他应用领域的实用性至关重要。机械测试法如 Scotch 胶带法；化学测试法，分析石墨烯薄膜与基底之间的化学键结合强度评估其附着力。	-

7	碳/氧比	衡量石墨烯中碳和氧元素含量比例的一个指标。碳/氧比的测量通常通过元素分析（如 X 射线光电子能谱 XPS 或能量色散 X 射线分析 EDX）来进行。	–

附 录 B（资料性）CVD 法薄膜附加参数说明

表 B.1 针对 CVD 法薄膜的附加参数进行说明解释。

表 B.1 CVD 法薄膜附加参数说明

序号	参数	解释	备注
1	单层覆盖率	指单层石墨烯在给定表面上所占的比例，这个参数对于石墨烯薄膜的质量和其在特定应用中的性能至关重要。	
2	表面粗糙度	描述其表面平整程度的一个重要参数，对石墨烯的电学性质、光学性质和机械性能都有显著影响。表面粗糙度通常通过测量表面高度变化来定量化。	
3	层对齐	指多层石墨烯薄膜中各层石墨烯片的取向和堆叠方式，对石墨烯的电子性质、机械性能和热导性等有重要影响。	
4	沉积量	指在给定面积上沉积的石墨烯材料的质量或厚度。沉积量的控制对于实现石墨烯在各种应用中的最优性能非常关键。	
5	堆叠	指多层石墨烯片层在垂直方向上的重叠和排列方式，对石墨烯薄膜的电子性质、光学性质、机械强度和热导性有显著影响。	
6	区域尺寸	指的是石墨烯薄膜本身的尺寸，包括长度、宽度和厚度。	
7	缺陷等级	石墨烯的缺陷等级通常是根据实验室内部标准或者特定研究需求来定义的。	可以通过对 D 峰、G 峰和 2D 峰的综合分析来评估。
8	缺陷密度	通过拉曼光谱中的 D 峰和 G 峰的强度比（ID/IG）来评估。ID/IG 比值越高，表明石墨烯中的缺陷密度越高。	
9	应变均匀性参数	指石墨烯在整个薄膜范围内承受的应变（变形）分布的一致性。	
10	接触角	石墨烯薄膜的接触角是衡量其表面亲疏水性的一个重要指标。	
11	残余应变	指在没有外部力作用的情况下石墨烯结构内部存在的内应力。	

序号	参数	解释	备注
12	层间抗剪强度	指多层石墨烯层之间抵抗剪切变形的能力。	
13	弹性模量	石墨烯薄膜的弹性模量是衡量其硬度和刚性的重要物理参数，代表了石墨烯在受到外力作用时抵抗形变的能力。	
14	金属元素含量	石墨烯薄膜中的金属元素含量通常关系到石墨烯的制备方法、纯化过程以及可能的功能化处理。	
15	透光率	透光率指的是通过材料的光线量与入射光线量的比例，是量化指标，主要用来衡量材料对光的透过能力。	
16	透明度	与材料使光线散射或吸收的程度有关，通常与材料是否能够清晰地透视物体有关。	
17	雾度	通过材料散射的光与总透过光的比例来定义的，通常以百分比表示。	
18	导热系数	石墨烯薄膜的导热系数是衡量其热传导能力的重要物理参数。	
19	耐温性	评估材料在高温或低温条件下性能稳定性的重要指标。	
20	热扩散系数	衡量材料热传播能力的物理量，描述了材料单位厚度在单位时间内能够传导的热量。	
21	热膨胀系数	描述了石墨烯薄膜在温度变化时体积或长度变化的程度。	
22	薄层电阻	薄层电阻是指材料单层的电阻，通常以欧姆每平方（Ω/sq）为单位表示。	
23	薄膜方阻	薄膜电阻率的一个表示，以欧姆每平方为单位，强调材料的均匀性和大面积应用性。	
24	表面电势	石墨烯薄膜的表面电势是指石墨烯表面的电势能。	
25	掺杂浓度	向石墨烯中引入杂质原子以改变其电子性质的过程，掺杂浓度直接影响石墨烯的载流子密度和类型。	
26	场效应晶体管流动性	与载流子迁移率相关的参数，描述 FET 中载流子在电场作用下的移动能力。	
27	功函数	从材料表面释放一个电子所需的最小能量，对其在 FETs、传感器、光电器件和能量存储技术中的性能有重要影响。	

序号	参数	解释	备注
28	霍尔迁移率	通过霍尔效应测量，提供关于材料中电荷载流子性质的信息，包括载流子类型（电子或空穴）、密度和迁移率。	
29	接触电阻	电流从金属电极进入石墨烯薄膜时遇到的电阻。	
30	载流子密度	单位体积内的载流子数量。	
31	载流子迁移率	在单位电场作用下载流子的平均漂移速度。	

GRAPHENE CGIA

参 考 文 献

[1] 白树林,赵云红. 石墨烯热学性能及表征技术. 力学进展,2014,44: 201406

[2] 张志远，柏家奇，饶昌铝，魏宇学，陈京帅，吴明元，程芹，蔡梦蝶，孙松. 石墨烯导热测试方法、影响因素及其应用研究进展[J/OL]. 复合材料学报.

[3] GB/T 6616-2023 半导体晶片电阻率及半导体薄膜薄层电阻的测试 非接触涡流法

[4] GB/T 22588-2008 闪光法测量热扩散系数或导热系数

[5] GB/T 30447-2013 纳米薄膜接触角测量方法

[6] GB/T 40071-2021 纳米技术 石墨烯相关二维材料的层数测量 光学对比度法

[7] GB/T 41232.3-2023 纳米制造 关键控制特性 纳米储能 第 3 部分：纳米材料接触电阻率和涂层电阻率的测试

[8] GB/T 43341-2023 纳米技术 石墨烯的缺陷浓度测量 拉曼光谱法

[9] SJ 3195-1989 电子材料功函数的测试方法

[10] DB32/T 3459-2018 石墨烯薄膜微区覆盖度测试 扫描电子显微镜法

[11] DB32/T 3792-2020 石墨烯薄膜透光率测试 透光率仪法

[12] T/ZSA 39-2020 石墨烯测试方法 功函数的测定 紫外光电子能谱法

[13] T/GDASE 0010-2020 石墨烯薄膜电子迁移率的测定

GRAPHENE CGIA