



Q/YXKJ

深圳溢鑫科技研发有限公司企业标准

Q/YXKJ-001-2021

直立石墨烯薄膜

vertical graphene thin-film

2021-12-21 发布

2022-01-01 实施

深圳市溢鑫科技研发有限公司

发布



前 言

本文件按照 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。

本文件由深圳市溢鑫科技研发有限公司提出并归口。

本文件由深圳市溢鑫科技研发有限公司、广州特种承压设备检测研究院（国家石墨烯产品质量检验检测中心（广东））起草。

本文件主要起草人：李笑笑、钟西舟、张永红、丁显波、赵鑫、尹宗杰、何立粮。

本文件为首次发布。

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年12月30日 17点17分



直立石墨烯薄膜

1 范围

本文件规定了直立石墨烯薄膜的术语和定义、产品分类、要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存等内容。

本文件适用于直立石墨烯薄膜的定性判断、性能测定。

2 规范引用文件

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（包括所有的修改版）适用于本文件。

GB/T 19587-2017 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 30447-2013 纳米薄膜接触角测量方法

GB/T 30544.13-2018 纳米科技 术语 第 13 部分：石墨烯及相关二维材料

GB/T 35418-2017 纳米技术 碳纳米管中杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法

JY/T 0573-2020 激光拉曼光谱分析方法通则

JY/T 0584-2020 扫描电子显微镜分析方法通则

JY/T 0587-2020 多晶体 X 射线衍射方法通则

Q/GZSPEI 30201100221-2019 石墨烯层数及厚度测定 原子力显微镜法

3 术语和定义

下列术语定义适用于本文件。

3.1

石墨烯 graphene

由一个碳原子与周围三个近邻碳原子结合形成蜂窝状结构的碳原子单层。

3.2

少层石墨烯 few-layer graphene; FLG

由 3 到 10 层完整的石墨烯层堆垛构成的二维材料。

3.3

石墨烯纳米片 graphene nanoplate; GNP

由石墨烯层构成的纳米片。

3.4



直立石墨烯 vertical graphene; VG

原位生长的垂直于基底材料表面的少层石墨烯。

3.5

直立石墨烯薄膜 vertical graphene thin-film; VGF

直立石墨烯薄膜是一种由垂直于基材表面，在平面和自由空间折叠、皱折、倾斜，具有空间折叠和等级化结构的少层石墨烯群体，互相搭接、覆盖于基材表面、形成纳米至微米尺度的不规则排列阵列的孔道结构的复杂碳纳米薄膜。

3.6

沉积量 deposition

单位面积基底生长的直立石墨烯薄膜质量。

4 产品要求

4.1 外观

基材表面生长的直立石墨烯，为均匀铺展的黑色或半透明薄膜，无明显裸露基材部分

4.2 技术指标

项 目		技术指标
微观形貌		花瓣状；有无断裂/坍塌/脱落
石墨烯纳米片厚度, nm		≤ 1
直立石墨烯薄膜厚度, μm		0.1-50
石墨烯纳米片密度, 片/ μm^2		1~100
沉积量, $\mu\text{g}/\text{cm}^2$		10~2000
杂质元素含量	Fe, ppb	< 500
	Cu, ppb	≤ 10
	Si, ppb	< 50
	Ni, ppb	< 1
	Al, ppb	< 20
拉曼光谱定性分析 I_{2D}/I_G		≥ 0.8
薄膜方块电阻, Ω/\square (陶瓷基材直立石墨烯薄膜)		≤ 300
片内一致性, %		≤ 10
比表面积, m^2/g		900~1500
接触角, $^\circ$		≥ 110
Xray 晶体分析		2 θ 在 $29^\circ \sim 32^\circ$ 处有衍射峰 (Co 靶)
附着力, ($\text{kgf}/\text{cm}^2 \times \text{s}$, 吹扫压力 \times 时间)		$1 \times 10 \sim 7 \times 10$

5 测试方法

5.1 微观形貌

按 JY/T 0584-2020 的规定进行测定。

5.2 石墨烯纳米片厚度

按照附录 A 的规定进行测定。



5.3 直立石墨烯薄膜厚度

按照附录 B 的规定进行测定。

5.4 石墨烯纳米片密度

按照附录 C 的规定进行测定。

5.5 沉积量

按照附录 D 的规定进行测定。

5.6 杂质元素含量

定量分析按 GB/T 35418-2017 的规定进行测定。

5.7 拉曼光谱定性分析

按 JY/T 0573-2020 的规定进行测试。

5.8 薄膜方块电阻

按照附录 E 的规定进行测定。

5.9 片内一致性

计算附录 E 中规定范围内所测得的方块电阻值的相对标准偏差（RSD），即为片内一致性。

5.10 比表面积

按照附录 F 的规定进行测定。

5.11 接触角

按 GB/T 30447-2013 中的 8.1 进行测试。相关示例见附录 G。

5.12 X-ray 晶体分析

按 JY/T 0587-2020 的规定进行测定。相关示例见附录 H。

5.13 附着力

按照附录 I 的规定进行测定。


6 检验规则

6.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 检验项目



沉积量、薄膜方块电阻、片内一致性、附着力。

6.2.2 批次

以相同材料、相同生产工艺、相同规格生产的产品为一批次。

6.2.3 抽样

同一批次产品全部检验

6.2.4 判定规则

全部样品的沉积量、薄膜方块电阻、片内一致性、附着力四个检验项目均合格，则本批次产品合格。

6.3 型式检验

6.3.1 检验项目

有下列情况之一时应进行型式检验，检验项目为 4.2 规定的全部项目：

- (a) 长期停产，恢复生产时；
- (b) 原料变化或改变主要生产工艺，可能影响产品质量时；
- (c) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时；
- (d) 出厂检验与上次型式检验有大差异时；
- (e) 正常生产时，每年至少一次的周期性检验。

6.3.2 批次

以相同材料、相同生产工艺、相同规格生产的材料为一批次。

6.3.3 抽样

当出现 6.3.1 中(a)~(e)情况时，抽检一批次。

6.3.4 判定规则

针对组批中抽检出一批次，其所有样品的全部检验项目均合格，则整组批样品合格。

7 标志、包装和贮存

7.1 标志

本产品出厂时应附有产品合格证，在包装明显位置应有产品名称、批号、数量、厂名及商标等关键信息及印有“小心轻放”、“请勿倒置”、“注意防潮”等图形或字样。

7.2 包装

7.2.1 圆形 VG 产品

直径为 200mm-203mm 产品，VG 面朝上放置于定制的 8 寸透明亚克力内包装盒内，配湿度指示卡，用透明真空袋密封包装，置于带缓冲棉的彩色外包装盒内。



7.2.2 其他形状产品

最大方向尺寸 $\leq 200\text{mm}$ 产品, VG 面朝上放置于透明亚克力圆盘(直径 200mm、厚度 2mm)上, 用宽 15mm 的美纹纸将样品封住边角固定于亚克力圆盘上, 整体放置于定制的 8 寸透明亚克力内包装盒内, 配湿度指示卡, 用透明真空袋密封包装, 置于带缓冲棉的彩色外包装盒内。

7.2.3 外包装

外包装盒有厂名、商标、产品型号信息。

7.3 运输

产品装、卸、运输过程中要轻拿轻放, 不的挤压、碰撞。

7.4 贮存

产品应贮存在无有害气体、干燥、洁净的室内, 注意防压损。



附录 A

(规范性)

石墨烯纳米片厚度的测定

A.1 原理

A.1.1 扫描电子显微镜法的原理为使用扫描电子显微镜在试样表面 5 个位置拍摄清晰图像，以能清晰分辨一片碳纳米片的边缘厚度为宜，使用图像处理软件结合标尺量出碳纳米片的厚度。取 5 个图像中的 5 片边缘清晰的碳纳米片厚度的算数平均值作为试样的碳纳米片厚度。

A.1.2 原子力显微镜法原理见 Q/GZSPEI 30201100221-2019。

A.2 仪器与设备

A.2.1 扫描电子显微镜

A.2.2 原子力显微镜

A.3 扫描电子显微镜法

A.3.1 样品测试

按 JY/T 0584-2020 的规定进行测试。

A.3.2 结果计算

使用五点取样法在样品中心及与中心等间距四周四个位置拍摄清晰分辨纳米片的图像，分别取每个位置图像中心的纳米片的厚度，5 个纳米片厚度的算数平均值作为次样品的碳纳米片厚度。

A.4 原子力显微镜法

A.4.1 将直立石墨烯从基底上刮下后，得到黑色粉末状样品。

A.4.2 按 Q/GZSPEI 30201100221-2019 进行测试。

A.5 试验报告

应包含以下内容：

- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- 分析结果及表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。



附录 B

(规范性)

直立石墨烯薄膜厚度的测定

B.1 原理

将直立石墨烯薄膜连同基底材料一起截断，使用扫描电子显微镜观察截面，记录 3 处位置截面的清晰图像，使用图像处理软件结合标尺量出 3 处位置的石墨烯薄膜厚度，取算数平均值作为试样的薄膜厚度。

B.2 仪器与设备

扫描电子显微镜

B.3 样品制备

B.3.1 将适当尺寸的样品置于液氮中 1 分钟，取出后迅速将样品折断，得到样品截面边缘长度 $\geq 8\text{mm}$ 的样品；

B.3.2 将样品固定与扫描电子显微镜 90° 样品台，确保样品截面与样品台上直立边缘齐平。

B.4 样品测试

按 JY/T 0584-2020 的规定进行。

B.5 结果计算

取三个区域薄膜厚度的算数平均值为此样品直立石墨烯薄膜厚度。示例如图 B-1。

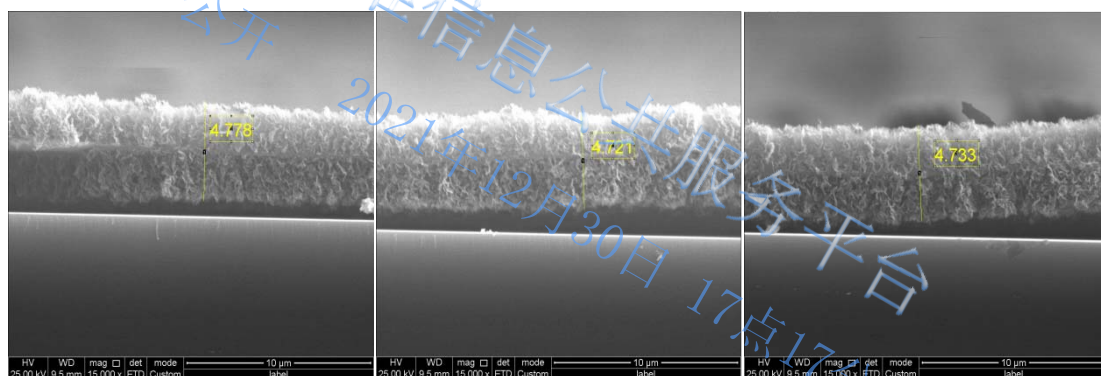


图 B-1 硅基底直立石墨烯薄膜厚度的扫描电子显微镜图

B.6 试验报告

应包含以下内容：

- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- 分析结果及表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。



附录 C

(规范性)

石墨烯纳米片密度的测定

C.1 原理

扫描电子显微镜在 50000 倍下记录样品图像，以纳米片边缘一明显断点为起点，沿边缘至一个明显断点为终点，计为 1 片。同理，量出图中纳米片总数，最后计算出每平方微米的片数，精确到 1 片，小数位按 1 片计。

C.2 仪器与设备

扫描电子显微镜。

C.3 分析步骤

C.3.1 仪器开机、检测前准备、样品的安装、工作条件选择按照 JY/T 0584-2020 中 8.1-8.4 执行；

C.3.2 选取表面干净无污染、无损坏的区域，选择 50000 倍视野，记录清晰图像；

C.3.3 取另外 2 处位置，按 C.3.2 操作并记录图像。

C.4 结果计算

C.4.1 从纳米片边缘一端起，沿边缘至边缘有明显断点截止，计数为 1 片，图像边缘不能看到完整 1 片的石墨烯纳米片按 1 片计；

C.4.2 量出三张图像中碳纳米片片数的总数，不同石墨烯纳米片密度示例如图 C-1、C-2 和 C-3 所示；

C.4.3 量取三张图片的面积，算出三张图片的总面积；

C.4.4 碳纳米片密度为：三张图中碳纳米片总数/三张图片的面积，单位以片/ μm^2 表示；

C.5 试验报告

应包含以下内容：

- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- 分析结果及表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。

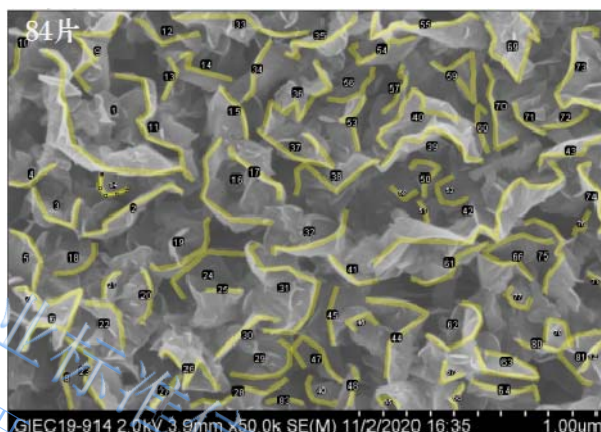


图 C-1 高片密度直立石墨烯扫描电子显微镜图像及计数（示例）

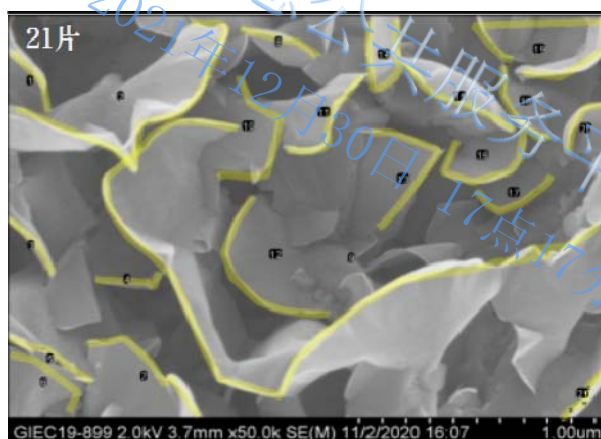


图 C-2 中等片密度直立石墨烯扫描电子显微镜图像及计数（示例）

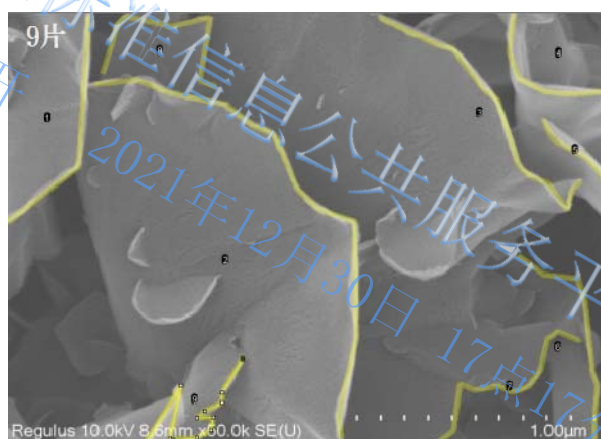


图 C-3 低片密度直立石墨烯扫描电子显微镜图像及计数（示例）



附录 D

(规范性)

沉积量的测定

D.1 原理

首先用分析天平称量出一定尺寸的空白基底的质量 m_1 ；然后将基底放入生长设备进行直立石墨烯生在，在生长完成、样品性质稳定后再次称量沉积了直立石墨烯后的基底质量 m_2 ；最后用沉积直立石墨烯后的质量 m_2 减去空白基底质量 m_1 得到直立石墨烯的沉积量 dm 。

D.2 仪器与设备

分析天平，感量为：0.1mg。

D.3 样品测试

D.3.1 选择一块空白基底，测量其面积 s ，称量其质量并记录 m_1 ；

D.3.2 称量此基底在沉积直立石墨烯薄膜后的总质量并记录 m_2 ；

D.4 结果计算

沉积量按式 (D-1) 计算：

$$dm = (m_2 - m_1) / s \quad (D-1)$$

式中：

dm —— 直立石墨烯的沉积量，单位为微克每平方米 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)；

m_2 —— 基底在沉积直立石墨烯后的质量，单位为微克 (μg)；

m_1 —— 空白基底称量其质量，单位为微克 (μg)；

s —— 空白基底测量其面积，单位为平方厘米 (cm^2)；

D.5 试验报告

应包含以下内容：

- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- 分析结果及表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。



附录 E

(规范性)

薄膜方块电阻的测定

E.1 原理

四根排成直线的探针以一定压力垂直地压在被测样品表面上，在两外探针间通入电流 I ，测量内侧两根探针间所产生的电压 V ，根据测得的电流和电压，计算出方块电阻。

E.2 仪器与材料

四探针测试仪；

E.3 样品测试

E.3.1 将带基底直立石墨烯薄膜置于四探针测试仪的测试平台上；

E.3.2 测量样品的尺寸，根据样品尺寸的不同，采用下列两种测试部位：

E.3.2.1 当样品为正方形（边长=127mm）时，从样品中心开始测试方块电阻，记录数据 1；依次向正方形顶角移动样品，移动距离 12.7mm，记录测试数据 2、3、4；继续依次向正方形顶角移动样品，移动距离 10mm，记录测试数据 5、6、7、8；最后移动 5mm，记录测试数据 9。

E.3.2.2 当样品为圆形（直径 ≤ 200 mm）在时，从样品中心开始测试方块电阻，记录数据；依次向边缘动样品，移动距离 10mm，记录测试数据，非规定移动距离做好记录。

E.3.3 在样品中心与边缘连线上距边缘 12.0 mm 的位置测试点 2，记录数据；

注：以上测试位置在测试前均须直立石墨烯薄膜覆盖完好、无基材裸露。

E.4 结果计算

方块电阻：正方形样品（边长=127mm）以点 1 到 7 位置测试结果为测试结果。圆形样品的直径 126mm 内各点数据为测试结果，单位 Ω/\square 。典型薄膜方块电阻范围见表 E-1。

片内一致性（方块电阻 RSD）：正方形样品（边长=127mm）以点 1 到 6 位置测试结果进行相对标准偏差计算，作为测试结果，以%表示；圆形样品（直径 ≤ 200 mm）以直径 117mm 内各点数据进行相对标准偏差计算，作为测试结果，以%表示。

E.5 试验报告

应包含以下内容：

- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- 分析结果及表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。



表 E-1 不同基底直立石墨烯的典型薄膜方块电阻范围

基底	薄膜方块电阻范围 (Ω/\square)
陶瓷基底	50 — 160
硅片基底	100 — 250
碳纸基底	100 — 160

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年12月30日 17点17分

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年12月30日 17点17分



附录 F

(规范性)

比表面积的测定

F.1 原理

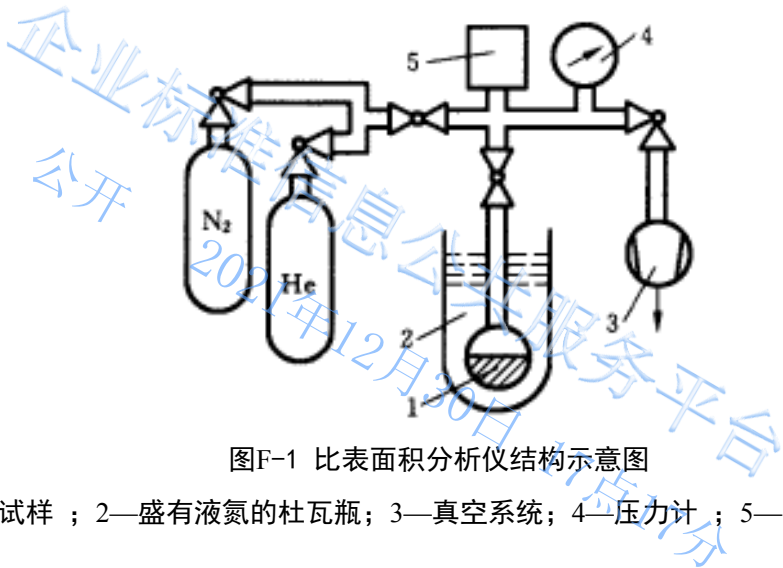
比表面积测试参考 GB/T 19587-2017 中静态容量法测试。带基底的直立石墨烯样品采用扣除空白基底的方法测试直立石墨烯薄膜的比表面积，若空白基底的比表面积小于 $5 \text{ m}^2/\text{g}$ 时，测试比表面积的样品的称样量即可按照直立石墨烯的沉积量 m 计算，忽略空白基底吸附气体对结果产生的影响。

放到气体体系中的试样，其物质表面在低温下将发生物理吸附。当吸附达到平衡时，测量平衡吸附压力和吸附的气体体积，根据布鲁诺 (Brunauer)、埃麦特 (Emmet) 和泰勒 (Teller) 在兰米尔方程基础上提出的描述多分子层吸附理论，即 BET 方程，来计算试样单分子层吸附量，从而计算出试样的比表面积的方法。可以采用氮气、氩气、氦气等气体检测石墨烯的比表面积。77 K 时，其分子截断面积分别为：氮气 0.162 nm^2 、氩气 0.166 nm^2 、氦气 0.202 nm^2 ，通常采用氦气、氢气等作为载气。

F.2 仪器与设备

F.2.1 比表面积测定仪

比表面积测定仪结构示意图如图 F-1 所示，带杜瓦瓶及操作所需的其他附件。



图F-1 比表面积分析仪结构示意图

1—试样；2—盛有液氮的杜瓦瓶；3—真空系统；4—压力计；5—气体量管。

F.2.2 脱气装置

能控制温度在 $300^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ ，能保持在小于 20 Pa 的稳定真空压力状态下对试样进行脱气。

F.2.3 分析天平

分析天平，感量为： 0.01 mg 。

F.3 试剂与材料

F.3.1 吸附气体

吸附气体可为氮气、氩气、氦气等，其纯度不小于99.999%，其温度在测试过程中保持稳定。

F.3.2 载气

载气可为氦气或者氢气，其纯度不小于99.999%。

F.3.3 液氮

应具有一定纯度，使吸附气体的饱和蒸汽压力在测试过程中保持稳定。

F.4 试样预处理

直立石墨烯试样在300℃下进行真空脱气处理。而其他改性直立石墨烯及其他不可耐受300度基底直立石墨烯材料需结合热重分析来确定试样的脱气温度，并使脱气温度低于试样分解温度10℃，脱气处理时间大于5 h。

F.5 试验步骤

F.5.1 试样安装

将装有预处理后的试样的试样管，放入比表面积试验装置冷阱中后，与测试系统连接。

F.5.2 比表面积测试点的设置

测试压力点（ P/P_0 ）设置推荐为0.005、0.007、0.009、0.010、0.020、0.030、0.050、0.070、0.100、0.150、0.200、0.250、0.300，若试样为纯微孔则最小值设置到0.0005。

F.5.3 仪器测试

转移到吸附仪分析站准备测试。使试样处于77 K通过 N_2 吸附（也可采用其他吸附质）来完成试样测试，记录过程中的相对压力 P/P_0 和吸附气体量 V ，得出气体吸附等温线。

F.5.4 记录数据

测试完成后，记录数据，关闭系统。

F.5.5 结果的计算

测试所得的一系列相对压力 P/P_0 和吸附气体量 V ，可得到气体吸附等温线，再由等温线的斜率和截距得出 V_m ，最后由试样的质量 m 和已知被吸附气体的分子截断面积 A_m ，按照公式（F-2）进行计算，得出石墨烯试样的比表面积，结果保留至小数点后一位。

根据BET方程，在 $P/P_0=0.05\sim 0.35$ 的范围内，有线性直线方程：

$$S_w = \frac{V_m N_A A_m}{22400 m} \times 10^{-18} \quad (F-2)$$

式中：

S_w ——被测试样的比表面，单位为平方米每克（ m^2/g ）；



V_m ——单层饱和吸附量，单位为立方厘米（ cm^3 ）；

N_A ——阿伏伽德罗常数， 6.02×10^{23} ；

A_m ——被吸附气体分子的截面积，氮气分子横断面积 A_m 在77 K温度下为 0.162 nm^2 ；

m ——被测试样脱气处理后的质量，单位为克（g）。

F.6 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- (a) 本文件编号；
- (b) 试样代号和标志；
- (c) 送样单位和人员；
- (d) 使用仪器型号、试验条件、吸附质以及使用载气；
- (e) 试验结果；
- (f) 本试验未作规定的附加操作，以及能影响试验结果的任何其他因素；
- (g) 试验人员及日期。



附录 G

(资料性)

接触角范围示例

表 G-1 给出了不同基底直立石墨烯的典型接触角范围。

表 G-1 不同基底直立石墨烯的典型接触角范围

基底	接触角范围/°
石英基底	128.00 — 160.00
陶瓷基底	156.00 — 161.00
硅片基底	141.00 — 151.00
碳纸基底	114.00 — 125.00



附录 H

(资料性)

X-ray 晶体分析示例

H.1 测试条件

狭缝宽度：发散狭缝 (1/4)°、防散射狭缝 (1/2)°；连续扫描。扫描速度 6°/min，采数步宽 0.026°，Co 靶，采谱范围 2θ 包含 20°~50°。

H.2 测试谱图示例

给出了不同基底直立石墨烯的典型 X-ray 晶体分析示例，如图 H-1 所示。

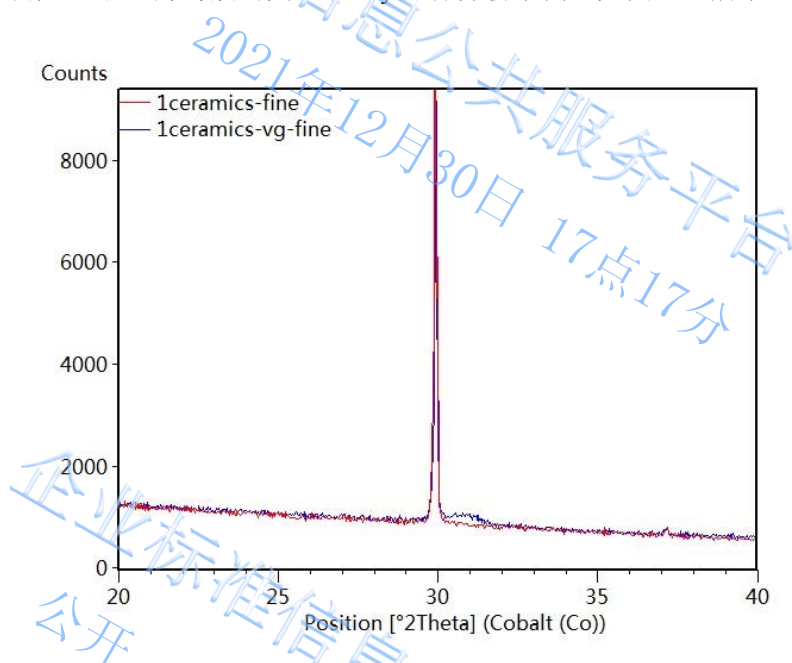


图 H-1 ceramics-vg（陶瓷基底直立石墨烯）与 ceramics（陶瓷基底）对比图

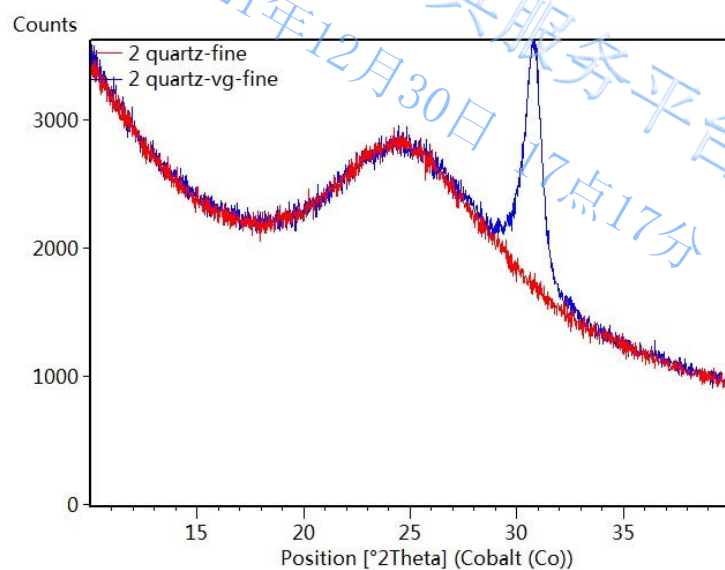


图 H-2 quartz-vg（石英基底直立石墨烯）与 quartz（石英基底）对比图

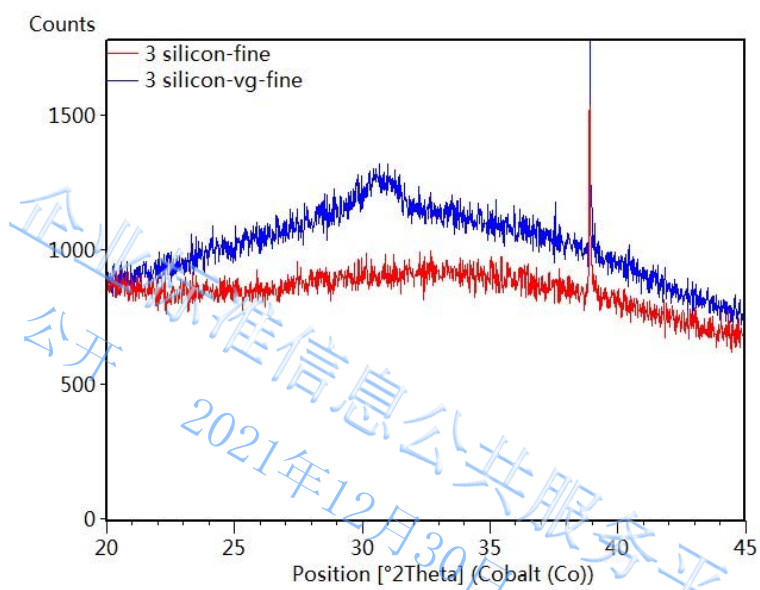


图 H-3 silicon-vg（硅片基底直立石墨烯）与 silicon（硅片基底对比图）



附录 I

(规范性)

附着力的测定

I.1 原理

带基材生长的直立石墨烯试验样品，固定于真空吸附测试平台后，在样品正上方 0.3mm 高度的位置，利用不锈钢圆针头（0.5mm 直径），在一定压力和时间下对样品表面进行吹气测试，气体为空压机力增加和过滤的空气。测试样品表面从中心至最远端的不同位置的吹气附着情况，如某一位置样品表面被吹破，显微镜下观察裸露基材，则判定此位置附着力弱于此压力×时间。

I.2 仪器与材料

附着力测试仪；

空气压缩机。

I.3 样品测试

I.3.1 将带基底直立石墨烯薄膜置于/固定于附着力测试仪的真空吸附测试平台上；

I.3.2 设置附着力测试仪吹扫条件（依次选择吹扫压力及时间 3kgf/cm²×10s、5kgf/cm²×10s、7kgf/cm²×10s），也可以根据实际条件调整条件。

说明：条件 3kgf/cm²×10s，代表在 3kgf/cm² 吹扫压力下、持续吹扫时间 10s。

I.3.3 调整针筒与样品表面高度 0.3mm±0.05mm，

I.3.4 在样品中心与边缘连线上距边缘 2.0 mm 的位置开始测试点 1，记录裸露情况；

I.3.5 在样品中心与边缘连线上距边缘 12.0 mm 的位置测试点 2，记录裸露情况；

注：以上 2 个测试位置在测试前均须直立石墨烯薄膜覆盖完好、无基材裸露。裸露与无裸露示例如表 I-1 所示

I.4 结果计算

以点 2 位置测试结果为准，测试完成后，基材无裸露的吹扫条件为测试结果。

I.5 试验报告

应包含以下内容：

- 样品名称、生产批号、测试日期、时间、地点、试验使用仪器型号和操作人员等；
- 分析结果及表示方法；
- 在测定中观察到的异常现象；
- 任何不包括在本标准中的操作或是自由选择的试验条件。



表 I-1 附着力测试后图像（示例）

测试后情况	基材裸露	基材无裸露
测试后图像	