

T/SZJL

苏州市计量测试学会团体标准

T/SZJL 8—2024

碳纳米管纤维及丝束电导率的测定

Determination of electrical conductivity of carbon nanotube fibers and fiber tow

2024 - 06 - 20 发布

2024 - 07 - 01 实施

目 次

前 言	II
引 言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试验条件	2
6 试剂和材料	2
7 仪器设备	2
8 样品	2
9 电阻测试实验方法及步骤	3
10 试验数据处理	4
11 试验报告	6

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。

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。

本文件由苏州市计量测试学会提出并归口。

本文件起草单位：中国科学院苏州纳米技术与纳米仿生研究所、北京石墨烯研究院、江西省纳米技术研究院。

本文件主要起草人：李清文、张永毅、勇振中、吴昆杰、赵静娜、蹇木强、干静、杨露。

引 言

碳纳米管纤维是一种新型的纳米碳纤维材料，碳纳米管纤维丝束是由碳纳米管纤维并股融合而成的纤维束材料，具有高强、高韧、高导电等优异特性。电导率是衡量碳纳米管纤维性能的核心参数之一，直接影响到碳纳米管纤维材料在电磁屏蔽、轻量化导线等方面的应用。然而，作为一种新型的高性能纤维材料，碳纳米管纤维/丝束与传统导线材料在结构和性能上均有差异，其电导率无法沿用现行导线的相关测试标准，各相关研究单位针对样品电导率采用的测试方法不统一，获得的纤维电学性能也无法在统一的标准下进行比较。本测试方法根据该领域公认的、常用的测试手段规定了碳纳米管纤维/丝束导电性能测试方法，提出了一种合理的、高精度且相对简单的测试方法，从试样制备方法、试样尺寸、测试装置、测试结果计算等方面进行了规范，形成了统一的碳纳米管纤维/丝束电导率测试标准，为相关领域的规范有序、快速发展提供支撑。

碳纳米管纤维及丝束电导率的测定

1 范围

本文件规定了碳纳米管纤维、碳纳米管纤维丝束的电导率的测试方法。包括实验原理、试验条件、试剂和材料、仪器设备、样品、试验步骤、试验数据处理、试验报告等方面。

本文件适用于碳纳米管纤维、碳纳米管纤维丝束，其它同等类型的纤维可参考本文件。

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）适用于本文件。

GB/T 29762-2013 碳纤维 纤维直径和横截面积的测定

GB/T 30019-2013 碳纤维 密度的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

碳纳米管纤维 carbon nanotube fiber

由碳纳米管组装而成的一维线性材料。

3.2

碳纳米管纤维丝束 carbon nanotube fiber tow

由特定根数（10-3000根）的碳纳米管纤维并股融合而成的有捻或无捻丝束。

3.3

密度 density

在特定温度下单位体积物质的质量，单位为 g/cm^3 ，或 kg/m^3 ，推荐温度为 23°C 。

3.4

线密度 linear density

在特定温度下1000 m长度物质的质量，单位为 g/km ，或 tex ，推荐温度为 23°C 。

3.5

等效直径 Effective diameter

在特定温度下与材料横截面积相等的圆形对应的直径，单位为 mm 或 μm ，推荐温度为 23°C 。

3.6

电阻率 Resistivity

长为1m、横截面积为 1m^2 材料的电阻，单位是 $\Omega\cdot\text{m}$ 。

3.7

电导率 Electrical conductivity

用于描述物质中电荷流动难易程度的参数，为电阻率的倒数，单位是 S/m 。

3.8

比电导率 Specific electrical conductivity

物质电导率与材料表观密度之比，单位是 $\text{S}\cdot\text{cm}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 。

4 原理

试样的电导率可通过试样的电阻、长度以及横截面积计算得到。试样电阻及长度通过实验测得。碳纳米管纤维及丝束横截面积通过材料体密度与线密度换算得到的等效直径计算获得，或者通过光学/扫描电子显微镜直接测定纤维直径后根据圆柱体横截面积公式计算。

5 试验条件

温度为 $(23 \pm 10)^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $(50 \pm 20)\%RH$ ，试样在上述环境下放置不少于12 h。

6 试剂和材料

碳纳米管纤维及丝束电导率测试所需材料主要包括导电银胶、绝缘基板（推荐使用载玻片）。

7 仪器设备

- 电阻测试仪。仪器总误差应为 $\pm 0.15\%$ ，总误差包括：标准电阻的校准误差、试样和标准电阻的比较误差、接触电势和热电势引起的误差、测量电流引起的试样发热误差。例行试验时总误差允许为 $\pm 0.30\%$ 。
- 四探针测试仪。最大相对误差不大于 0.5%
- 钢直尺。最小分度 1 mm 。
- 电化学工作站。精度不低于 $10^{-6}\Omega$ 。
- 微量天平。分辨力 0.01 mg 。
- 密度梯度仪。分辨力 0.001 g/cm^3 。
- 高倍显微镜。最大放大倍数不小于1000倍。
- 烘箱。控温精度不小于 1°C 。

8 样品

8.1 取样

截取一定长度的碳纳米管纤维/丝束样品，每段样品长度 $(30 \sim 50)\text{ mm}$ ，取样间隔不小于 10 cm ，取样数量5个以上，确保5个有效数据。

8.2 碳纳米管纤维、丝束电阻测试样品制备

取两片载玻片将样品两端分别固定，其内侧间距与所取样品长度匹配，确保试样处于张紧状态。用银导电胶将样品两端固定在载玻片上，借助烘干设备对银胶进行固化。测试示意图如下图1所示，其中 L_0 为样品实际长度。

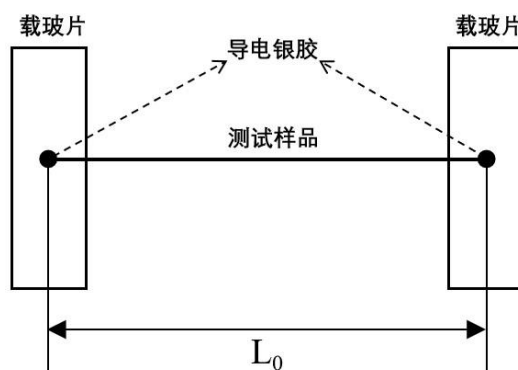


图1 碳纳米管纤维、丝束与导线电阻测试样品示意图

8.3 碳纳米管纤维与纤维丝束直径测量

8.3.1 方法一：等效直径法

8.3.1.2 等效直径计算方法：

按照GB/T 29762-2013 中第5章方法A进行（适用于大部分纤维样品及碳纳米管纤维丝束样品）测量纤维与纤维丝束线密度、密度，通过计算测定纤维与纤维丝束等效直径，计算方法见10.1。

8.3.1.3 线密度测量：

取长度为L的纤维样品（碳纳米管纤维样品长度为 $1\text{ m} \pm 0.01\text{ m}$ 或 $2\text{ m} \pm 0.01\text{ m}$ 或 $3\text{ m} \pm 0.01\text{ m}$ 或 $4\text{ m} \pm 0.01\text{ m}$ 或 $5\text{ m} \pm 0.01\text{ m}$ ，碳纳米管纤维丝束样品长度为 $10\text{ cm} \pm 0.1\text{ cm}$ 或 $20\text{ cm} \pm 0.1\text{ cm}$ 或 $30\text{ cm} \pm 0.1\text{ cm}$ 或 $40\text{ cm} \pm 0.1\text{ cm}$ 或 $50\text{ cm} \pm 0.1\text{ cm}$ ），用微量天平称量样品质量M，计算获得样品线密度t。测量3组以上样品，取线密度算术平均值。

8.3.1.4 密度测量：

取长度为L的纤维样品（碳纳米管纤维样品长度为 $1\text{ m} \pm 0.01\text{ m}$ ，碳纳米管纤维丝束样品长度为 $10\text{ cm} \pm 0.1\text{ cm}$ ），采用GB/T 30019-2013中6.2方法B或6.3方法C测量样品密度 ρ ，共测3组以上样品，确保获得3个以上有效数据，取密度算术平均值。

8.3.2 方法二：光学显微镜或扫描电子显微镜测量法

8.3.2.1 测试依据：

采用光学显微镜或扫描电子显微镜测定纤维直径。其中，圆形截面的纤维样品按照GB/T 29762-2013 中第6章方法B测试，不规则截面纤维样品按照GB/T 29762-2013中第7章方法C测试。

8.3.2.2 圆形截面纤维：

通过光学显微镜或扫描电子显微镜测量纤维轴向侧面两个边缘之间的距离得到纤维的表观直径，按照GB/T 29762-2013中第6章方法B测试。

注：光学显微镜方法的准确度受限于衍射效应，当纤维直径小于 $10\text{ }\mu\text{m}$ 时不建议使用该方法。

8.3.2.3 非圆形截面纤维：

将一束截面平整的纤维粘贴在黑色导电胶带上，拉直拉紧纤维，纤维中间悬空，置于聚焦离子束-扫描电镜的载物台上，通过聚焦离子束切割并扫描纤维的横截面，得到纤维横截面的扫描图像，用Image J等图像分析软件对扫描图像进行分析得到等效直径，按照GB/T 29762-2013中第7章方法C测试。

注：获得碳纳米管纤维、丝束的等效直径后，通过计算得出纤维横截面积，计算方法见10.2。

9 电阻测试实验方法及步骤

9.1 两线法

9.1.1 将电阻测试仪两个测试端分别连接于试样两端导电胶，用专用测量夹具连接被测试样，如电阻较高可选用两线法，如电阻较低（低于 1Ω ）可选用四线法。

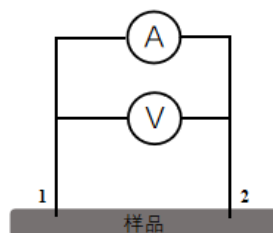


图2 两线法测试示意图

9.1.2 用量具量出两导电胶间的试样长度；

- 9.1.3 开启电阻测试仪，预热 30 s 确保仪器运行稳定；
- 9.1.4 根据纤维样品类别及大致电阻值选择合适的测量档位；
- 9.1.5 测量电阻并读取电阻值 R ；
- 9.1.6 更换样品重复进行测试，得到至少 3 组有效测量结果。

9.2 四线法

9.2.1 将四探针测试仪四个测试端分别连接于试样两端导电胶，用专用测量夹具连接被测试样，如电阻较高可选用两线法，如电阻较低（低于 1Ω ）可选用四线法。具体测量步骤 9.2.2~9.2.6 参考 9.1 两线法步骤 9.1.2~9.1.6。

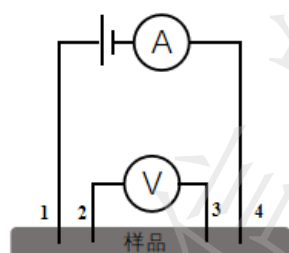


图3 四线法测试示意图

9.3 伏安法

9.3.1 将电化学工作站两个测试端分别连接于试样两端导电胶，用专用测量夹具连接被测试样。



图4 伏安法测试示意图

- 9.3.2 用量具量出两导电胶间的试样长度；
- 9.3.3 在设备操作界面导入样品信息，包括样品类别、测量条件如扫描速率、初始电位、终止电位等；
- 9.3.4 开启电化学工作站；
- 9.3.5 得到 I-U 曲线或者 U-I 曲线；
- 9.3.6 计算电阻值，计算公式见 10.3；
- 9.3.7 更换样品重复进行测试，得到至少 3 组有效测量结果。

10 试验数据处理

10.1 等效直径

与计算过程按照 GB/T 29762-2013 中第 5 章方法 A 进行（适用于大部分纤维样品及碳纳米管纤维束样品）计算碳纳米管纤维、纤维束的等效直径 d ：

$$d = \sqrt{\frac{4t}{\pi \cdot \rho}} \dots \dots \dots (1)$$

式中： t -----纤维与纤维束的线密度，单位为特克斯(g/km)；

ρ -----纤维与纤维丝束的密度，单位为克每立方厘米(g/cm³)。

10.2 横截面积

根据10.1计算得到的等效直径，结合圆形面积计算公式（2）计算纤维或丝束的横截面积。

$$S = \frac{\pi d^2}{4} \dots\dots\dots (2)$$

式中： S -----被测纤维或丝束样品的横截面积，单位为平方毫米（mm²）；

d -----被测纤维或纤维丝束的等效直径，单位为微米（ μm ）。

10.3 电阻

根据伏安法得到的 I - U 曲线或者 U - I 曲线，根据公式（3）计算纤维电阻。

$$R = \frac{U}{I} \dots\dots\dots (3)$$

式中： R -----纤维样品电阻(Ω)；

U -----被测纤维样品 I - U 曲线或者 U - I 曲线的电压（V）；

I -----被测纤维样品 I - U 曲线或者 U - I 曲线的电流（I）。

10.4 电阻率

根据纤维及丝束长度、电阻、横截面积的测量和计算结果，按照公式（4）计算纤维电阻率。

$$\rho_s = \frac{R \cdot S}{L} \dots\dots\dots (4)$$

式中： ρ_s -----纤维样品电阻率($\Omega \cdot \text{m}$)；

R -----被测纤维样品电阻(Ω)；

S -----被测纤维样品横截面积(mm²)；

L -----被测纤维样品长度（m）。

10.5 电导率

根据纤维及丝束长度、电阻、横截面积的测量和计算结果，按照公式（5）计算纤维电导率。

$$\sigma = \frac{L}{R \cdot S} \dots\dots\dots (5)$$

式中： σ -----纤维样品电导率(S/m)；

R -----被测纤维样品电阻(Ω)；

S -----被测纤维样品横截面积(mm²)；

L -----被测纤维样品长度（m）。

10.6 比电导率

按照公式（6）计算纤维电导率。

$$\sigma = \frac{L}{R \cdot S \cdot \rho} \dots\dots\dots (6)$$

式中： σ -----纤维样品电导率(S/m)；

R -----被测纤维样品电阻(Ω)；

S -----被测纤维样品横截面积(mm²)；

L -----被测纤维样品长度（m）；

ρ -----被测纤维样品密度 (g/cm³)。

11 试验报告

试验报告格式按测试单位格式提供，试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 1) 被测试样的完整详情，包括类别、代号等；
 - 2) 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
 - 3) 说明按本标准和横截面积测试所选用的方法（方法一或方法二）；
 - 4) 测试日期；
 - 5) 试验设备；
 - 6) 试样数量；
 - 7) 试样长度；
 - 8) 测试方法（两线法或四线法或伏安法）；
 - 9) 温度、湿度和调湿的时间；
 - 10) 测试数据的单值和平均值；
 - 11) 其他必要的信息。
-