



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱-۶-۱۹۷۵۸

چاپ اول

۱۴۰۱



دارای محتوای رنگی

INSO
19758-6-1
1st Edition
2022

Identical with
IEC TS 62607-6-1:
2020

فناوری نانو- نانوساخت -
مشخصه‌های کلیدی کنترلی -
قسمت ۱-۶: مواد پایه گرافنی -
مقاومت ویژه حجمی: روش چهار پروب

Nanotechnology-
Nanomanufacturing –
Key control characteristics-
Part 6-1: Graphene-based material-
Volume resistivity: four probe method

ICS:07.120

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وبگاه: <http://www.inso.gov.ir>

Iran National Standardization Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir

Website: <http://www.inso.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را برعهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به‌عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو- نانوساخت- مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۱-۶: مواد پایه گرافنی- مقاومت

ویژه حجمی: روش چهار پروب»

سمت و/یا محل اشتغال:

بازنشسته- پژوهشگاه صنعت نفت

رئیس:

آقابزرگ، حمیدرضا
(دکتری شیمی)

دبیر:

نقوی جورشری، فسانه
(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسلامی پور، الهه
(کارشناسی ارشد زیست شناسی)

پورمحمدی، زهرا
(دکتری شیمی فیزیک)

رجبی جورشری، حامد
(دکتری مهندسی مکانیک)

رجبی جورشری، علی
(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع)

شاگری، روشنگر
(کارشناسی ارشد فیزیک)

صادق حسنی، صدیقه
(دکتری شیمی تجزیه)

قنبری، هاجر
(دکتری مهندسی مواد)

نجدی، اردشیر

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

ویراستار:

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
ط	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۷	۴ آماده‌سازی نمونه
۷	۵ اندازه‌گیری مقاومت ویژه حجمی قرص گرافن
۷	۵-۱ شرح تجهیزات اندازه‌گیری
۹	۵-۲ محاسبه مقدار نمونه
۱۰	۵-۳ روش‌های اجرایی اندازه‌گیری
۱۰	۶ تحلیل داده‌ها و تفسیر نتایج
۱۰	۶-۱ عمومی
۱۰	۶-۲ تحلیل مقاومت ویژه حجمی به‌عنوان تابعی از فشارهای اعمال شده
۱۱	۶-۳ محاسبه رسانندگی حجمی قرص
۱۱	۶-۴ تحلیل مقاومت ویژه حجمی (یا رسانندگی حجمی) به‌عنوان تابعی از چگالی حجمی قرص گرافن
۱۱	۷ گزارش
۱۳	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) مطالعه موردی
۳۲	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو- نانوساخت- مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۱-۶: مواد پایه گرافنی- مقاومت ویژه حجمی: روش چهار پروب» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره‌شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در صد و بیست و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۴۰۱/۹/۲۸ تصویب شد. اینک این استاندارد به‌استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

IEC TS 62607-6-1: 2020, Nanotechnology- Nanomanufacturing – Key control characteristics- Part 6-1: Graphene- based material- Volume resistivity: four probe method

مقدمه

گرافن به دلیل تحرک پذیری بسیار بالا و انتقال پرتابی^۱ الکترون‌ها، به عنوان یک ماده الکترونیکی نسل بعدی توجه زیادی را به خود جلب کرده است [1].^۲ خواص منحصر به فرد گرافن آن را قادر می‌سازد تا به عنوان نماینده‌ای مؤثر در محصولات الکترونیکی مانند فیلم‌های رسانای شفاف، حسگرها، ساطع کننده‌های میدانی، آبرخازن‌ها و غیره استفاده شود.

مشخصه‌یابی خواص الکتریکی گرافن برای هر دو گروه تولیدکنندگان و کاربران، به منظور توسعه افزاره‌های الکترونیکی نوآورانه یا بهبود افزاره‌های الکترونیکی که در آن به کار رفته، ضروری است.

محصولات تجاری گرافن را می‌توان براساس روش‌های تولید آنها به صورت زیر رده‌بندی کرد: (الف) پرک‌های گرافن و/یا نانوقرص‌های پودری شکل (از این پس GNP نامیده می‌شود)، (ب) ورقه‌های گرافن معلق شده در مایعات یا (پ) فیلم‌های گرافن رشد داده شده با نهشت شیمیایی بخار (CVD).

بسیاری از خواص الکتریکی یک محصول گرافن نوع پودری به طور قابل توجهی تحت تأثیر پارامترهای هندسی و الکترونیکی آن قرار دارد [1]. ابتدا، لازم است پارامتری که به بهترین وجه، کیفیت محصولات گرافن را نشان می‌دهد انتخاب شود. در مرحله دوم، آماده‌سازی مناسب نمونه با هدف اندازه‌گیری‌های الکتریکی نیز توضیح و تشریح شود. در نهایت، شرایط اندازه‌گیری نیز از فاکتورهای مهم برای تعیین ارزش محصول پودری از نظر خواص الکتریکی آن است.

از بین اندازه‌ده‌های نماینده برای تعیین خواص الکترونیکی گرافن نوع پودری شامل مقاومت ورقه (یا رسانایی)، مقاومت ویژه (یا رسانندگی)، مقاومت حجمی (یا رسانایی حجمی) و غیره، این استاندارد مقاومت حجمی (یا رسانایی حجمی) را به عنوان اندازه‌ده نماینده که خواص الکتریکی گرافن نوع پودری را از طریق مجموعه آزمون نشان می‌دهد، انتخاب کرده است.

این استاندارد روشی ساده برای ارزیابی مقاومت حجمی (یا رسانایی حجمی) گرافن نوع پودری را تشریح می‌کند که شامل آماده‌سازی قرص آن و روش اندازه‌گیری است.

مطالعات موردی که کاربرد استاندارد را نشان می‌دهد در پیوست الف ارائه شده است.

فناوری نانو- نانوساخت- مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۱-۶: مواد پایه گرافنی- مقاومت ویژه حجمی: روش چهار پروب

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این قسمت از مجموعه استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۷۵۸، ایجاد روشی استاندارد شده برای تعیین مشخصه‌های کلیدی کنترلی زیر است:

- مقاومت ویژه حجمی

برای پودر متشکل از ماده بر پایه گرافن مانند پرک‌های گرافنی، گرافن کم‌لایه و/یا گرافن اکسید کاهش‌یافته پس از آماده‌سازی نمونه به شکل قرص

- روش چهار پروب

استفاده از سامانه اندازه‌گیری مقاومت پودر.

مقاومت ویژه حجمی، از نظر خاصیت الکتریکی، معیاری برای کیفیت محصولات گرافن نوع پودری است و وابستگی به چگالی نشان داده شده در یک قرص گرافن نوع پودری را بیان می‌کند.

رسانندگی حجمی را می‌توان به صورت مستقیم از مقاومت ویژه حجمی به دست آورد.

حوزه کاربرد معمولی، صنایعی هستند که از محصولات گرافن نوع پودری برای تولید گرافن استفاده می‌کنند. همچنین، توسعه‌دهندگان بالقوه و کاربرانی هستند که محصولات مبتنی بر گرافن را تولید می‌کنند. از آنجا که مقاومت ویژه حجمی اندازه‌ده براساس این استاندارد نیازمند آماده‌سازی نمونه‌ای به شکل قرص است، این استاندارد جزئیات را تشریح می‌کند:

- دستگاهی برای آماده کردن مداوم نمونه آزمون، قرص؛

- آماده‌سازی قرص با شروع از گرافن نوع پودری؛

- روش اجرایی اندازه‌گیری برای اندازه‌گرفتن مقاومت ویژه حجمی (یا رسانندگی حجمی) قرص؛

- تحلیل داده، تفسیر و گزارش نتایج.

۲ مراجع الزامی

در این استاندارد هیچ مرجع الزامی وجود ندارد.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر کاربرد دارد!

یادآوری: واژه‌نامه جامع فناوری نانو در کمیته‌های IEC TC 113 و ISO/TC 229، با همکاری کمیته ISO/TC 229 در حال توسعه است. این واژه‌نامه به صورت بخش‌های مختلف استانداردهای IEC TS 80004 و ISO/TS 80004 منتشر می‌شود. اصطلاحات و تعاریف ذکر شده در متن این استاندارد با اصطلاحات و تعاریف استاندارد IEC 80004 (تمامی قسمت‌ها) و ISO 80004 (تمامی قسمت‌ها) هماهنگ شده‌است. این اصطلاحات در طول به‌روز رسانی متن، هماهنگ خواهند ماند. تعاریفی که تاکنون معین نشده‌اند از مقالات علمی برداشته شده‌است.

۱-۳ اصطلاحات عمومی

۱-۱-۳

قرص گرافن

graphene pellet

دیسکی که از فشرده‌سازی پودر گرافن تشکیل شده‌است.

۲-۱-۳

گرافن اکسید کاهش یافته

reduced graphene oxide

rGO

شکلی است از گرافن اکسید با مقدار اکسیژن کاهش یافته.

یادآوری ۱- این ماده می‌تواند باروش‌های شیمیایی، حرارتی، میکروویو، فوتوشیمیایی، فوتو حرارتی یا روش‌های میکروبی/باکتریایی یا با لایه‌برداری گرافیت اکسید کاهش یافته تولید شود.

یادآوری ۲- اگر گرافن اکسید به طور کامل کاهش یابد، محصول حاصله، گرافن خواهد بود. با این حال، در عمل، برخی از گروه‌های عاملی حاوی اکسیژن باقی خواهند ماند و تمامی پیوندهای sp^3 به پیکربندی sp^2 باز نمی‌گردد. عوامل کاهش دهنده موجب نسبت‌های گوناگون کربن به اکسیژن و ترکیب‌بندی‌های شیمیایی مختلفی در گرافن اکسید کاهش یافته می‌شود.

[منبع: زیربند ۱-۳-۱-۲-۱۴، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۱- اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وب‌گاه‌های <http://www.iso.org/obp> و <http://www.electropedia.org/> در دسترس است.

۳-۱-۳

ماده پایه گرافنی

graphene- based material

GBM

ماده گرافنی

گروه‌بندی مواد دوبعدی برپایه کربن که شامل یک یا چند گرافن، گرافن دولایه، گرافن کم‌لایه، نانوصفحه گرافنی و تغییرات عامل‌دار شده وابسته به آنها و نیز گرافن اکسید و گرافن اکسید کاهش‌یافته است.

یادآوری: «ماده گرافنی» نام مخفف برای ماده پایه گرافنی است.

۲-۳ مشخصه‌های کلیدی کنترلی

۱-۲-۳

مقاومت ویژه حجمی اندازه‌ده

volume resistivity

مشخصه کلیدی کنترلی «قرص تشکیل‌شده از ماده گرافنی» برای توصیف کیفیت محصولات گرافن نوع پودری.

یادآوری: مقدار مقاومت ویژه اندازه‌ده محصولات گرافن نوع پودری به‌طور عمده به عوامل هندسی مانند اندازه پرک و تعداد لایه پرک بستگی دارد. هرچه فشار اعمال‌شده به قرص افزایش یابد، تماس الکتریکی بین پرک‌ها بهبود پیدا می‌کند. «مقاومت ویژه حجمی» اندازه‌ده، وابستگی به چگالی نشان داده‌شده در یک قرص از ماده گرافنی نوع پودری را بیان می‌کند.

۳-۳ اصطلاحات مربوط به اندازه‌گیری‌ها

۱-۳-۳

رسانندگی حجمی

رسانندگی الکتریکی

رسانندگی

volume conductivity

electrical conductivity

conductivity

σ

مشخصه فیزیکی مواد سه‌بعدی که توانایی رسانایی جریان الکتریکی را بیان می‌کند.

یادآوری ۱- رسانندگی حجمی با قانون اهم تعریف شده‌است،

$$j = \sigma \times E$$

که در آن، j چگالی جریان اندازه‌گیری شده بر حسب آمپر بر مترمربع (A/m^2) و E میدان الکتریکی بر حسب ولت بر متر است (V/m).

یادآوری ۲- رسانندگی حجمی می‌تواند با تقسیم رسانایی سطح بر ضخامت رسانا (t) به دست آید:

$$\sigma = \sigma_s / t$$

یکای اندازه‌گیری σ زیمنس بر متر (S/m) است.

[منبع: زیربند ۳-۲-۳، استاندارد ملی ایران شماره ۴-۶-۱۹۷۵۸: سال ۱۳۹۷]

۲-۳-۳

مقاومت ویژه حجمی

مقاومت ویژه الکتریکی

مقاومت ویژه

volume resistivity

electrical resistivity

resistivity

ρ

رسانایی حجمی متقابل است.

یادآوری ۱- مقاومت ویژه حجمی با قانون اهم تعریف شده‌است،

$$j = \rho^{-1} \times E$$

که در آن، j چگالی جریان اندازه‌گیری شده بر حسب آمپر بر مترمربع (A/m^2) و E میدان الکتریکی بر حسب ولت بر متر است (V/m).

یادآوری ۲- مقاومت حجمی می‌تواند با ضرب مقاومت سطح (ρ_s) در ضخامت رسانا (t) به دست آید:

$$\rho = \rho_s \times t$$

یکای ρ در دستگاه بین‌المللی یکاها، اهم متر است ($\Omega.m$).

۳-۳-۳

رسانایی سطحی

رسانایی ورقه

surface conductance

sheet conductance

σ_s

مشخصه فیزیکی مواد دوبعدی است که توانایی رسانایی جریان الکتریکی را بیان می‌کند.

یادآوری ۱- واحد اندازه‌گیری σ_s در دستگاه بین‌المللی یکاها، زیمنس (S) است. با این حال، در ادبیات تجاری و صنعتی، نوعاً زیمنس بر مربع (S/square) برای اشاره به رسانایی سطحی به‌طور نوعی استفاده می‌شود. این مورد برای جلوگیری از اشتباه میان رسانایی سطحی و رسانایی الکتریکی (G) است که واحد اندازه‌گیری مشترکی دارند:

$$G = I/U = \sigma_s (w/l)$$

یادآوری ۲- رسانایی سطحی (σ_s) را می‌توان با بهنجار کردن رسانایی G با توجه به عرض (w) و طول (l) نمونه به‌دست آورد.

[منبع: زیربند ۳-۲-۱، استاندارد ملی ایران شماره ۴-۶-۱۹۷۵۸: سال ۱۳۹۷]

۴-۳-۳

مقاومت سطحی

مقاومت ورقه

surface resistance

sheet resistance

ρ_s

معکوس رسانایی سطحی است.

یادآوری - ρ_s مشخصه‌ای از مواد دوبعدی است. یکای اندازه‌گیری ρ_s در دستگاه بین‌المللی یکاها، اهم (Ω) است. با این وجود، در ادبیات تجاری و صنعتی، برای بیان مقاومت سطحی یا مقاومت ورقه‌ای، معمولاً از یکای اهم بر مربع (Ω/square) استفاده می‌کنند.

[منبع: زیربند ۳-۲-۴، استاندارد ملی ایران شماره ۴-۶-۱۹۷۵۸: سال ۱۳۹۷]

۵-۳-۳

رسانایی

conductance

electrical conductance

G

معکوس مقاومت است.

یادآوری ۱- رسانایی با قانون اهم تعریف شده است،

$$I = G \cdot U$$

که در آن، I جریان عبوری از رسانا، اندازه‌گیری شده برحسب آمپر و U ، اختلاف پتانسیل در طول رسانا، اندازه‌گیری شده برحسب ولت است.

یادآوری ۲- رسانایی با خاصیت رسانایی ماده σ مرتبط است،

$$G = A \times \sigma / L$$

که در آن A سطح مقطع رسانا برحسب مترمربع و L طول آن برحسب متر است. یکای G در دستگاه بین‌المللی یکاها، زیمنس (S) است.

۶-۳-۳

مقاومت

مقاومت الکتریکی

resistance

electrical resistance

R

نسبت اختلاف پتانسیل دوسر یک رسانا به جریان عبوری از آن است.

یادآوری ۱- مقاومت با استفاده از قانون اهم تعریف می‌شود،

$$U = R \times I$$

که در آن، I جریان عبوری از رسانا، اندازه‌گیری شده برحسب آمپر و U اختلاف پتانسیل در طول رسانا، اندازه‌گیری شده برحسب ولت است.

یادآوری ۲- مقاومت با ویژگی مقاومت ماده ρ مرتبط است،

$$R = \rho \times L / A$$

که در آن A سطح مقطع رسانا برحسب مترمربع و L طول آن برحسب متر است. یکای R در دستگاه بین‌المللی یکاها، اهم (Ω) است.

[منبع: زیربند ۳-۱، استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۴۳۶: سال ۱۳۹۲]

روش چهار پروب

four probe method

روشی است برای اندازه‌گیری مقاومت الکتریکی ورقه، امپدانس یا رسانایی فیلم‌های نازکی که از جفت‌های مجزای حامل جریان و الکترودهای حسگر ولتاژ استفاده می‌کنند.

یادآوری - این روش سریع، قابل تغییر و محلی است.

[منبع: زیربند ۳-۳-۱، استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۴: سال ۱۳۹۷، تغییر یافته - اصطلاح «حسگر چهار ترمینال» حذف شده و اصطلاح «روش پروب چهار نقطه‌ای» با «روش چهار پروب» جایگزین شده است.]

۴ آماده‌سازی نمونه

برای اندازه‌گیری پودرهای گرافن با استفاده از روش چهار پروب، توصیه می‌شود نمونه با سطح یکنواخت در یک منطقه بزرگ آماده شود [4]. دو نوع نمونه برای این اندازه‌گیری مناسب است: قرص یا فیلم. نمونه باید به شکل قرص ساخته شود زیرا تولید یک فیلم یکنواخت از گرافن نوع پودری به دلیل انحلال‌پذیری کم آن در هر حلالی دشوار است.

پودر گرافن به دست آمده از منابع تجاری پس از خشک‌شدن در خلأ در دمای 80°C و به مدت ۲۴ ساعت به منظور حذف هرگونه باقیمانده محتوای آب در نمونه، به صورت قرص درمی‌آید.

۵ اندازه‌گیری مقاومت حجمی قرص گرافن

۵-۱ شرح دستگاه اندازه‌گیری

سامانه اندازه‌گیری مقاومت پودر از دو جزء تشکیل شده است [5] و [6]:

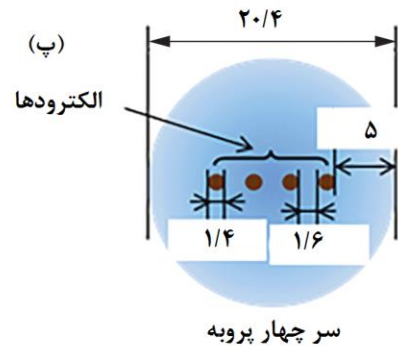
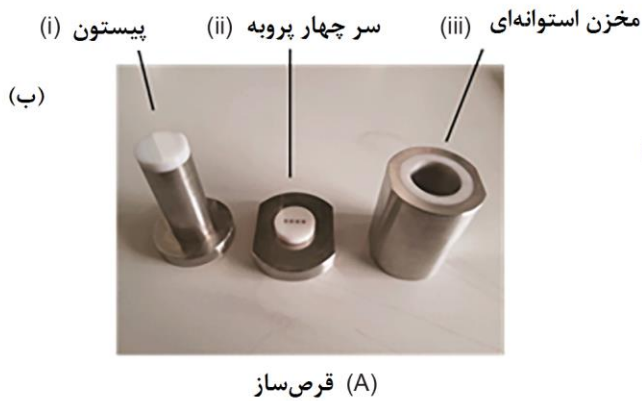
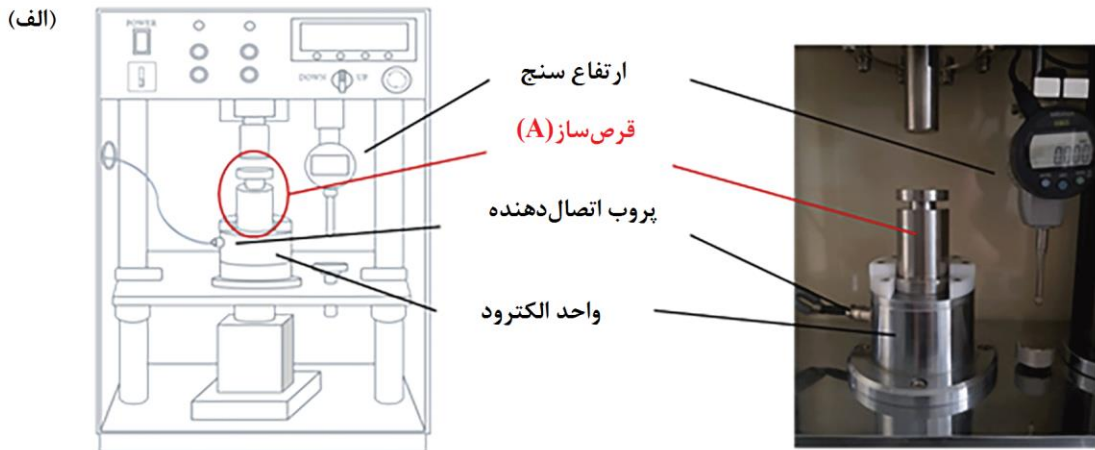
۱- یک واحد قرص‌ساز و الکتروود؛

۲- یک سامانه اندازه‌گیری الکتریکی.

جزئیات سامانه اندازه‌گیری در شکل ۱ نشان داده شده است.

قرص‌ساز از یک سر چهار پروبه، یک پیستون و یک مخزن استوانه‌ای تشکیل شده است. سر پیستون و داخل مخزن استوانه‌ای با یک ماده نارسانا، زیرکونیا، پوشانده شده است، بنابراین نمونه به صورت الکتریکی از هر طرف جدا شده است. قرص‌ساز به صورت الکتریکی از طریق یک پروب اتصال دهنده به یک واحد چهار پروبه متصل شده است. قرص‌ساز چهار پروبه از چهار میله مسی یا طلائی با فاصله مساوی و با شعاع یکسان تشکیل

شده است. قطر داخلی مخزن استوانه‌ای $20/4$ mm، فاصله پروب $1/6$ mm و قطر هر یک از چهار الکتروود $1/4$ mm است. فشار اعمال شده به وسیله یک فشارسنج با دقت بالا برای بیشینه فشار 52 MPa اندازه‌گیری می‌شود. برای اندازه‌گیری ارتفاع پیستون در یک فشار تعیین شده، از ارتفاع سنج استفاده می‌شود. اختلاف ارتفاع قبل و بعد از اعمال فشار، ضخامت قرص را نشان می‌دهد.



الف- نمودار طرحواره و عکس سامانه اندازه‌گیری مقاومت پودر

ب- قرص ساز مجهز به سر چهار پروبه و پیستون

پ- نمای بالا از سر چهار پروبه با ابعاد

ت- واحد الکترو

ث- اتصال دهنده پروب

شکل ۱- سامانه اندازه گیری

۲-۵ محاسبه مقدار نمونه

حفظ ضخامت یکنواخت قرص نمونه، به ویژه تحت فشار بالا، مهم است. در غیر این صورت بین سر چهار پروب در پایین و الکترو بالایی، تماس الکتریکی برقرار و منجر به نشت الکتریکی می شود. برای جلوگیری از خطاهای آزمایشی ناشی از نشت الکتریکی، توصیه می شود کمینه ضخامت قرص را که ضخامت حاصله در بیشینه فشار است، تعیین کرد. ضخامت قرص را می توان با در نظر گرفتن چگالی گرافن، قطر داخلی مخزن استوانه ای و مقدار آزمون محاسبه کرد. در این محاسبات، فرض می شود که چگالی قرص گرافن با چگالی نظری گرافیت، $2/3 \text{ g/cm}^3$ برابر است [7]. سپس ضخامت (t) را می توان با معادله (۱) محاسبه کرد:

$$t = m / (d_{gr} \times A) \quad (1)$$

که در آن:

t ضخامت نمونه (قرص) است که با ضخامت سنج تعبیه شده در دستگاه اندازه گیری می شود؛

d_{gr} چگالی نظری گرافیت است ($2/3 \text{ g/cm}^3$)؛

m دز نمونه است؛

A سطح مقطع پیستون است؛

کمینه ضخامت در دز خاصی از نمونه با معادله (۱) محاسبه و در جدول شماره ۱ خلاصه شده است.

جدول ۱- کمینه ضخامت قرص در برابر مقدار آزمون استفاده شده در بیشینه فشار اعمالی

دز نمونه (g)	t (mm)
۰٫۱	۰٫۱۴۶
۰٫۲	۰٫۲۹۳
۰٫۳	۰٫۴۳۹
۱٫۰	۱٫۴۶۵

۳-۵ روش‌های اجرایی اندازه‌گیری

پس از تعیین مقدار نمونه گرافن نوع پودری برای اندازه‌گیری، نمونه پودر در داخل مخزن استوانه‌ای (iii) که با سر پروب (ii) هم‌گذاری شده‌است، شارژ می‌شود. سپس، پس از ضربه زدن به مخزن استوانه‌ای حاوی نمونه به منظور توزیع یکنواخت پودر برای یک سطح صاف، پیستون (i) بر روی سطح صاف قرار می‌گیرد. در نهایت، قرص‌ساز شارژ‌شده با نمونه به واحد الکتروود متصل می‌شود، سپس فشاری از ۲٫۶ MPa تا ۵۲ MPa با فواصل ۲٫۵ MPa به قرص‌ساز اعمال می‌شود. در حین اعمال فشار، مقادیر مقاومت از طریق سامانه چهار پروبه در فشارهای معین داده‌شده ثبت می‌شود. مقدار مقاومت حجمی با در نظر گرفتن ضخامت قرص به‌طور هم‌زمان با مقاومت ورق اندازه‌گیری‌شده، محاسبه می‌شود. برای تأیید اعتمادپذیری و تجدیدپذیری، توصیه می‌شود که آزمون سه مرتبه با استفاده از نمونه‌های مختلف برای هر دسته انجام شود.

۶ تحلیل داده و تفسیر نتایج

۱-۶ مقررات عمومی

مقاومت ویژه حجمی، یعنی پارامتر هدف این استاندارد، کیفیت یک محصول به‌عنوان نمونه را از نظر خواص الکتریکی منعکس می‌کند. اندازه‌دهی هدف می‌تواند با مجموعه‌ای از مقاومت به‌عنوان تابعی از چگالی قرص اندازه‌گیری کرد. مقاومت محصولات مختلف گرافن نوع پودری به‌عنوان تابعی از چگالی اندازه‌گیری شده‌است.

۲-۶ تحلیل مقاومت ویژه حجمی به‌عنوان تابعی از فشارهای اعمال‌شده

مقاومت یک قرص به‌طور عمده با ابعاد هندسی اجزای یک نمونه کنترل می‌شود، به‌ویژه ضخامت آن در اینجا که با فشار اعمال‌شده در ارتباط است. از این‌رو، مقاومت ویژه حجمی ممکن است بر عوامل هندسی که برای محصولات گرافن نوع پودری متفاوت هستند، دلالت کند. مقاومت ویژه حجمی یک قرص با معادله (۲) محاسبه می‌شود:

$$\rho_v = R \times F \times t \quad (2)$$

که در آن:

ρ_v مقاومت ویژه حجمی است؛

R مقاومت اندازه‌گیری‌شده با سامانه اندازه‌گیری چهار پروبه است ($R = V/I$)؛

t ضخامت نمونه (قرص) است که با ضخامت‌سنج تعبیه‌شده در دستگاه اندازه‌گیری می‌شود؛

F ضریب تصحیح هندسی است [8] و [9].

۳-۶ محاسبه رسانندگی حجمی قرص

رسانندگی حجمی قرص با معادله (۳) محاسبه می‌شود:

$$\sigma_v = l / \rho_v \quad (۳)$$

که در آن:

σ_v رسانندگی حجمی است؛

ρ_v مقاومت ویژه حجمی اندازه‌گیری شده با معادله (۲) است.

۴-۶ تحلیل مقاومت ویژه حجمی (یا رسانندگی حجمی) به‌عنوان تابعی از چگالی حجمی قرص گرافن

در مورد گرافن نوع پودری، ضخامت قرص آن به‌طور قابل‌توجهی تحت‌تأثیر دُز نمونه قرار دارد. براین اساس، توصیه می‌شود چگالی آن در ارزشیابی خاصیت الکتریکی گرافن نوع پودری در نظر گرفته شود.

چگالی حجمی یک قرص گرافن (d_v) در فشار تعیین‌شده، از جرم یک قرص و ابعاد هندسی آن که در معادله (۴) شرح داده شده‌است، محاسبه می‌شود [5].

$$d_v = m/V = m/(A \times t) \quad (۴)$$

که در آن:

d_v چگالی حجمی قرص گرافن است؛

m جرم نمونه است؛

V حجم قرص است؛

A سطح مقطع پیستون است؛

t ضخامت نمونه (قرص) اندازه‌گیری شده با ضخامت‌سنج تعبیه‌شده در دستگاه اندازه‌گیری است.

۷ گزارش

گزارش شامل موارد زیر است:

- آماده‌سازی نمونه؛
- روش اجرایی اندازه‌گیری؛
- جدول ضخامت (t) و چگالی حجمی (d_v) قرص گرافن، مقاومت ورق (ρ_s)، مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و رسانندگی حجمی (σ_v) تحت هر مقدار فشار اعمال‌شده؛

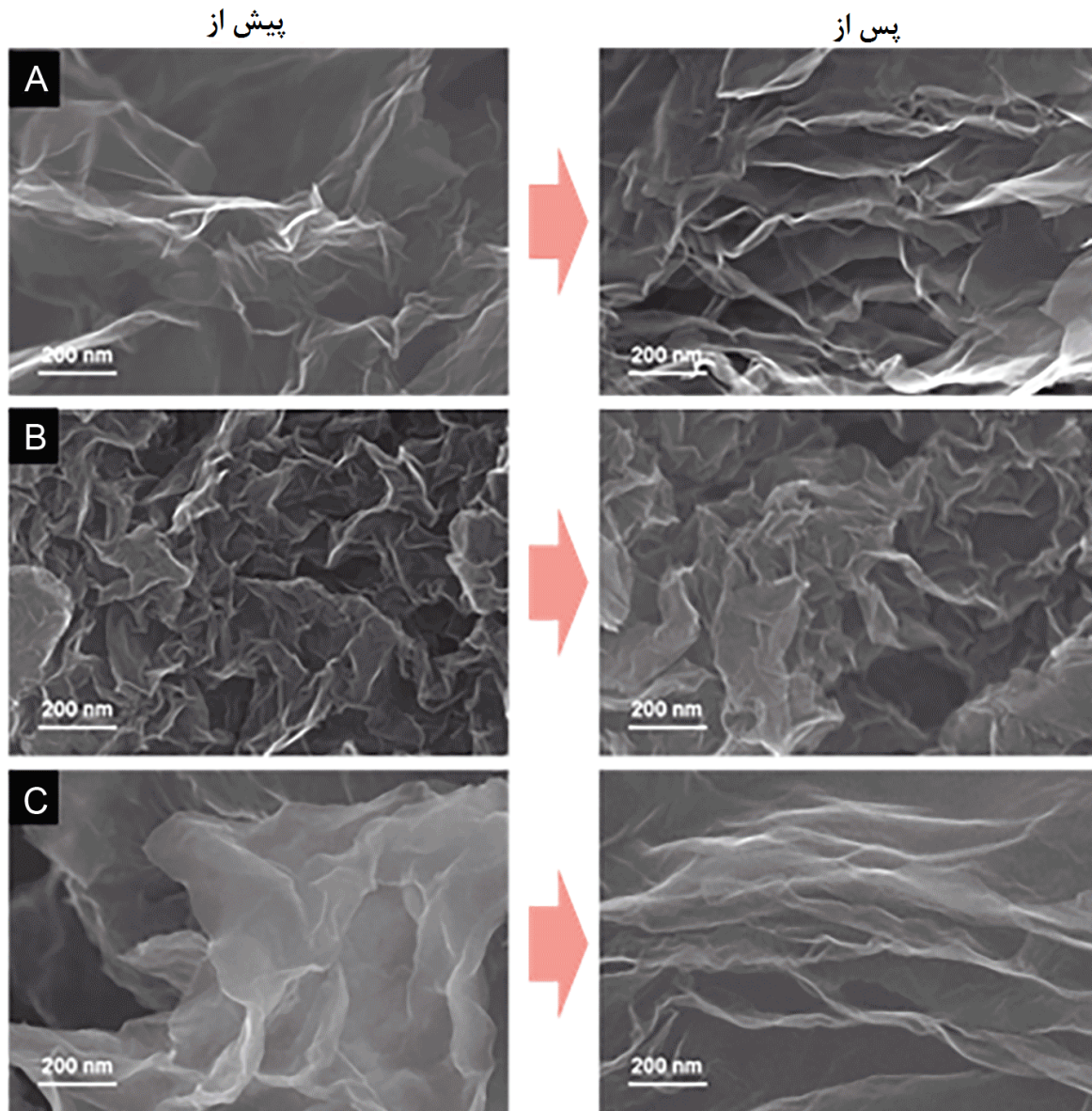
- نمودار فشار (P) در برابر ρ_v یا σ_v ؛
- نمودار چگالی حجمی قرص گرافن (d_v) در برابر ρ_v یا σ_v ؛
- ρ_v یا σ_v تحت دو چگالی حجمی مختلف یا بیشتر شامل مقدار محاسبه شده در بیشینه فشار اعمال شده.

پیوست الف
(آگاهی دهنده)
مطالعات موردی

الف-۱ گرافن (گرافن اکسید کاهش یافته (rGO) و نانوپودر گرافن (GNP))

در این مطالعات موردی از سه نوع گرافن نوع پودری، به نام، الف) دو برند تجاری که با سازندگان آنها با عنوان rGO برچسب گذاری شده است و ب) نانوپودر گرافن (GNP) که به صورت تجاری نیز در دسترس است، استفاده شد. محصولات گرافن با اطلاعات ضخامت آنها از نظر تعداد لایه های ارائه شده توسط سازندگان تأیید می شوند. با توجه به مشخصات مواد، rGO شامل پرک هایی در یک یا دو لایه است در حالی که GNP از پرک هایی با ضخامت ۱٫۶ nm (بین دو تا چهار لایه گرافن) تشکیل شده است. قبل از اندازه گیری مقاومت پودر، پودرهای گرافن به مدت ۲۴ ساعت در دمای 80°C در خلاء خشک شده اند.

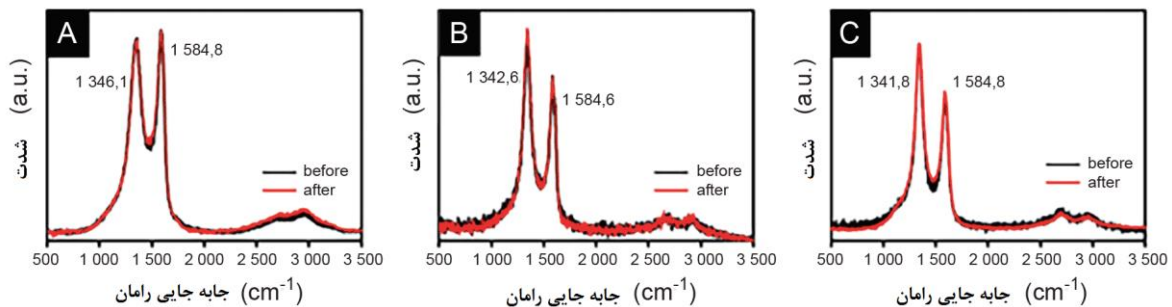
الف-۲ ریخت‌شناسی تغییر پرک‌های rGO پیش و پس از اعمال فشار



شکل الف-۱- تصاویر FE-SEM از پرک‌های rGO (A) شرکت ۱ (rGO-A)، (B) شرکت ۲ (rGO-B) و (C) نانوپودر گرافن (GNP)، پیش (چپ) و پس (راست) از اعمال فشار

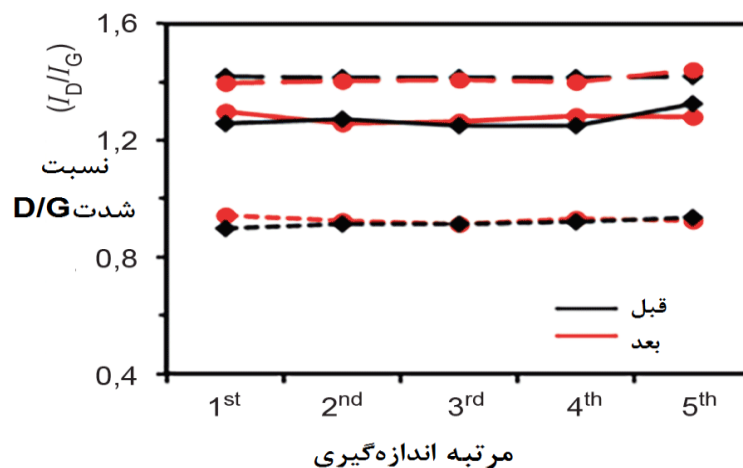
ریخت‌شناسی تعداد سه نمونه با میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FE-SEM) بدون هیچ‌گونه پیش‌عمل‌آوری نمونه مشاهده شد. تصاویر FE-SEM از تعداد سه نمونه پیش و پس از اعمال فشار تا ۵۲ MPa در شکل الف-۱ نشان داده شده است. به‌طور معمول مشاهده می‌شود که شیاردار شدن در بین پرک‌ها با اعمال فشار افزایش می‌یابد و می‌تواند با رسانایی نمونه‌ها مرتبط باشد. تغییر شکل بحرانی از طریق فشار در مطالعه میکروسکوپی در هیچ‌یک از نمونه‌ها مشاهده نشد.

الف-۳ اندازه‌گیری طیف‌سنجی رامان پودر گرافن، پیش و پس از اعمال فشار تا ۵۲ MPa



شکل الف-۲- طیف‌های رامان rGO-A (A) ، rGO-B (B) و GNP (C) پیش (خط سیاه) و پس (خط قرمز) از اعمال فشار

تغییرات ساختاری در نمونه، پیش و پس از اعمال فشار با طیف‌سنجی رامان در طول موج برانگیختگی ۵۳۲ nm بررسی شد. شکل الف-۲ طیف رامان نماینده‌ای از تعداد سه نمونه گرافن را پیش و پس از فشار نشان می‌دهد. هر نمونه در پنج مکان مختلف اندازه‌گیری و شدت هر پیک به شدت نوار G به‌هم‌نگار شد. طیف رامان نمونه‌های گرافن حالت‌های تنفس مماس (نوار G) را در 1584 cm^{-1} و حالت‌های بی‌نظمی (نوار D) را در حدود 1340 cm^{-1} نشان می‌دهد. نسبت شدت بین نوار D و نوار G (I_D/I_G) به‌طور عمومی برای ارزیابی آسیب سطحی یا تغییر شکل ساختاری گرافن در نظر گرفته شده است [10]. تغییر شکل‌های ساختاری ممکن پیش و پس از اعمال فشار از طریق تغییرات I_D/I_G بررسی شد. در سه نوع گرافن، تغییر قابل توجهی در نسبت مشاهده نشد، که به معنی عدم تغییر در ساختار آنها است (شکل الف-۳).



شکل الف-۳- داده مقایسه‌ای برای I_D/I_G مربوط به rGO-A (خط چین کوتاه)، rGO-B (متناوب) و GNP (خط چین بلند) پیش و پس از اعمال فشار

الف-۴ نتایج اندازه‌گیری‌های مقاومت ویژه پودر

الف-۴-۱ اندازه‌گیری مقاومت ویژه پودر برای rGO-A (شرکت ۱) با مقادیر مختلف

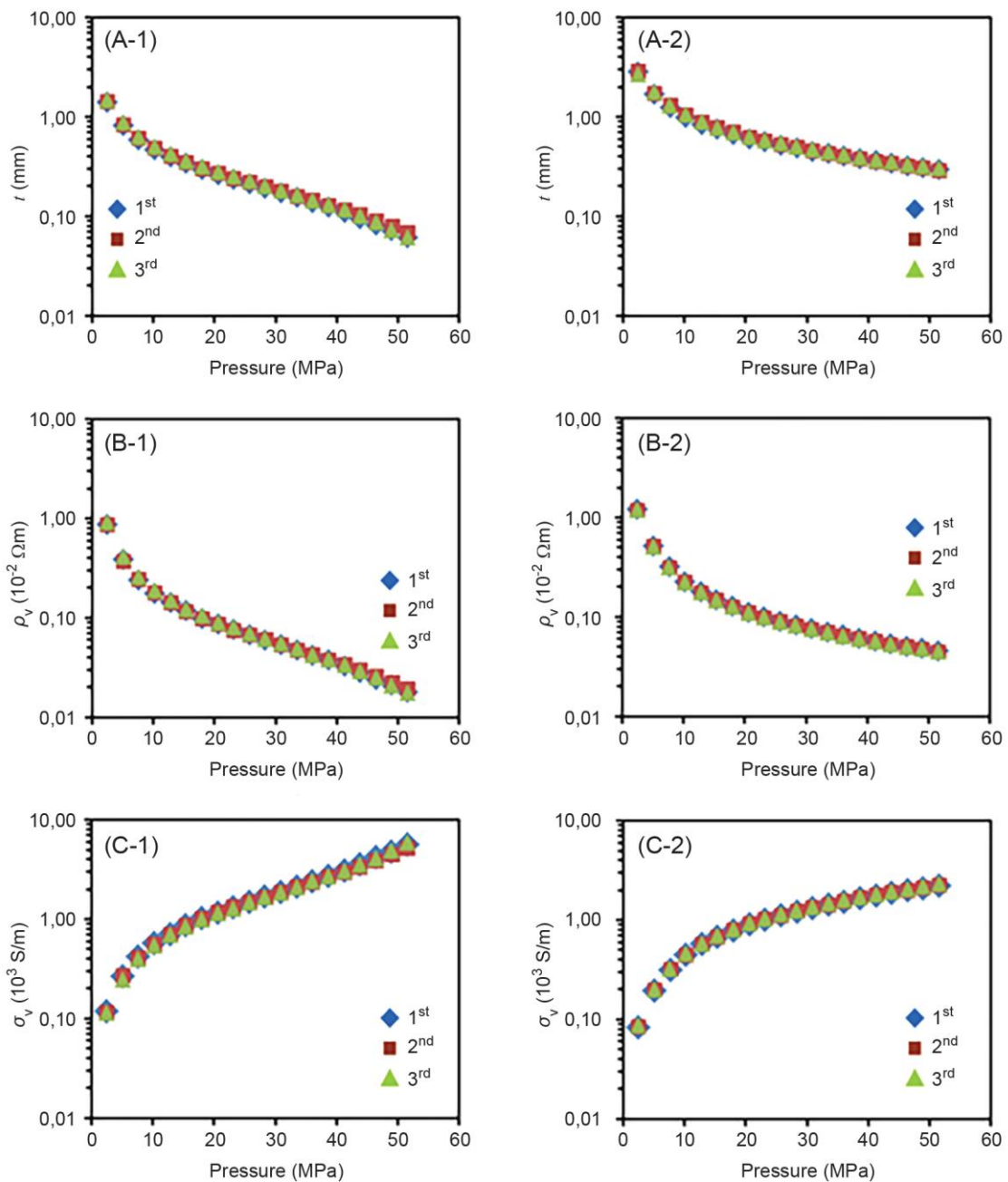
جدول الف-۱- مثالی از پارامترهای اندازه‌گیری برای rGO-A (۰٫۲ g)

فشار (MPa)	t (mm)	d (g/cm ³)	ρ_s (Ω /sq)	ρ_v (Ω m)	σ_v (S/m)
۲٫۶۱	۲٫۶۴۳	۰٫۲۳۲	۴٫۳۷	$۱٫۱۵ \times ۱۰^{-۲}$	۸۷
۵٫۱۶	۱٫۷۵۸	۰٫۳۴۸	۲٫۸۳	$۴٫۹۸ \times ۱۰^{-۳}$	۲۰٫۱
۷٫۷۴	۱٫۲۷۹	۰٫۴۷۹	۲٫۴۰	$۳٫۰۷ \times ۱۰^{-۳}$	۳۲٫۶
۱۰٫۳۲	۱٫۰۳۸	۰٫۵۹۰	۲٫۱۰	$۲٫۱۸ \times ۱۰^{-۳}$	۴۵٫۸
۱۲٫۹۰	۰٫۸۷۴	۰٫۷۰۰	۱٫۹۷	$۱٫۷۲ \times ۱۰^{-۳}$	۵۸٫۱
۱۵٫۴۸	۰٫۷۷۰	۰٫۷۹۵	۱٫۸۶	$۱٫۴۳ \times ۱۰^{-۳}$	۶۹٫۹
۱۸٫۰۶	۰٫۶۸۷	۰٫۸۹۱	۱٫۸۰	$۱٫۲۴ \times ۱۰^{-۳}$	۸۰٫۹
۲۰٫۶۳	۰٫۶۱۹	۰٫۹۸۹	۱٫۷۳	$۱٫۰۷ \times ۱۰^{-۳}$	۹۳٫۲
۲۳٫۲۱	۰٫۵۶۶	۱٫۰۸۱	۱٫۷۰	$۹٫۶۰ \times ۱۰^{-۴}$	۱۰۴٫۲
۲۵٫۷۹	۰٫۵۳۱	۱٫۱۵۲	۱٫۶۵	$۸٫۷۵ \times ۱۰^{-۴}$	۱۱۴٫۲
۲۸٫۳۷	۰٫۴۹۱	۱٫۲۴۶	۱٫۶۲	$۷٫۹۵ \times ۱۰^{-۴}$	۱۲۵٫۷
۳۰٫۹۷	۰٫۴۶۴	۱٫۳۱۹	۱٫۵۸	$۷٫۳۴ \times ۱۰^{-۴}$	۱۳۶٫۲
۳۳٫۵۴	۰٫۴۳۲	۱٫۴۱۶	۱٫۵۶	$۶٫۷۵ \times ۱۰^{-۴}$	۱۴۸٫۱
۳۶٫۱۲	۰٫۴۰۹	۱٫۴۹۶	۱٫۵۴	$۶٫۲۸ \times ۱۰^{-۴}$	۱۵۹٫۳
۳۸٫۷۰	۰٫۳۸۷	۱٫۵۸۱	۱٫۵۲	$۵٫۸۷ \times ۱۰^{-۴}$	۱۷۰٫۵
۴۱٫۲۸	۰٫۳۶۴	۱٫۶۸۱	۱٫۵۱	$۵٫۴۸ \times ۱۰^{-۴}$	۱۸۲٫۴
۴۳٫۸۵	۰٫۳۴۴	۱٫۷۷۹	۱٫۵۰	$۵٫۱۵ \times ۱۰^{-۴}$	۱۹۴٫۲
۴۶٫۴۴	۰٫۳۲۷	۱٫۸۷۱	۱٫۴۹	$۴٫۸۶ \times ۱۰^{-۴}$	۲۰۵٫۶
۴۹٫۰۲	۰٫۳۱۲	۱٫۹۶۱	۱٫۴۸	$۴٫۶۱ \times ۱۰^{-۴}$	۲۱۶٫۹
۵۱٫۵۷	۰٫۲۹۷	۲٫۰۶۰	۱٫۴۶	$۴٫۳۳ \times ۱۰^{-۴}$	۲۳۰٫۸

جدول الف-۱- مثالی از مجموعه پارامترهای اندازه‌گیری، مانند فشار اعمال شده (P)، ضخامت قرص (t)، چگالی قرص (d_v)، مقاومت ورقه (ρ_s)، مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و رسانندگی حجمی (σ_v) نمونه، با g ۰٫۲ از rGO-A، به‌دست‌آمده از سامانه اندازه‌گیری را نشان می‌دهد. مقادیر مقاومت و ضخامت قرص در فشار اعمال شده به‌ترتیب با یک چنداسنج^۱ رقمی (مولتی‌متر رقمی) و یک ضخامت‌سنج اندازه‌گیری شدند. مقاومت سطح (ρ_s) با ضرب مقاومت (R) در ضریب تصحیح هندسی (F) یعنی ($\rho_s = R \times F$) محاسبه می‌شود. در

1-Digital multimeter

اینجا، ضریب تصحیح هندسی ۴۲۹۴ اعمال شده است [8] و [9]. مقاومت ویژه حجمی و رسانندگی ویژه قرص با استفاده از معادلات (۲) و (۳) محاسبه شده است.



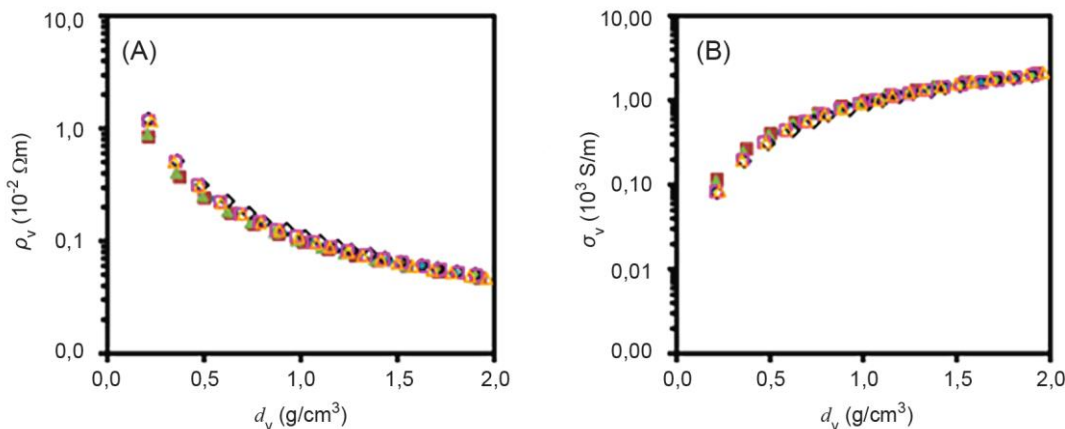
شکل الف-۴- نمودارهای همبستگی (A) ضخامت، (B) مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و (C) رسانندگی ویژه حجمی (σ_v) به عنوان تابعی از فشار اعمال شده: (۱) ۰.۱ g و (۲) ۰.۲ g از rGO-A

در تعیین رفتار الکتریکی ذاتی مواد، ضخامت نمونه پارامتری اساسی است. تغییرات ضخامت و رسانندگی الکتریکی یک قرص گرافن (rGO-A) در فشار اعمال شده تا ۵۲ MPa در شکل الف-۴ نشان داده شده است.

از آنجاکه ضخامت یک قرص نمونه در فشار اعمال شده با دز نمونه تغییر می‌کند، در آزمون اولیه، اندازه‌گیری‌های ضخامت بر روی دو قرص مختلف ساخته شده از ۰٫۱ g و ۰٫۲ g انجام شد. هر آزمون سه بار با تعداد سه نمونه مختلف از دسته‌های متفاوت انجام شد. نمودارهای همبستگی بین ضخامت، مقاومت ویژه حجمی یا رسانندگی حجمی و فشار اعمال شده که در شکل الف-۴ نشان داده شده است، تجدیدپذیری خوبی را برای هر دو قرص نشان می‌دهد. با افزایش مقدار نمونه، ضخامت قرص گرافن در فشار اعمال شده، افزایش می‌یابد (بخش (الف) از شکل الف-۴)، مقاومت ویژه حجمی افزایش می‌یابد (بخش (ب) از شکل الف-۴)، در حالی که رسانندگی به دلیل افزایش ضخامت نمونه کاهش می‌یابد (بخش (پ) از شکل الف-۴).

در مقایسه با روند مشخصه مشابه در همبستگی بین ضخامت و فشار اعمال شده برای هر دو دز نمونه همانطور که در بخش (الف) از شکل الف-۴ نشان داده شده است، همبستگی بین رسانندگی‌های حجمی و فشار اعمال شده، روند متفاوتی را نسبت به یکدیگر در مقدار بالاتر از ۴۰ MPa را نشان می‌دهد (بخش (پ) از شکل الف-۴). از این رو، بهتر است خواص الکتریکی به جز رسانایی الکتریکی که به ضخامت نمونه وابسته نیستند، تعیین شوند.

شکل الف-۵ نمودار مقاومت‌های ویژه حجمی و رسانندگی حجمی دو قرص را به‌عنوان تابعی از چگالی حجمی آنها (d_v) نشان می‌دهد. تجدیدپذیری با انجام سه بار اندازه‌گیری برای هر مورد تأیید می‌شود.

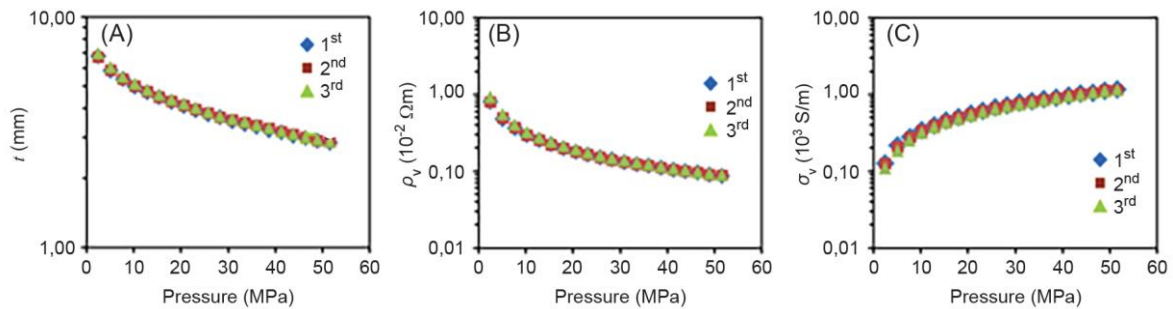


شکل الف-۵- نمودارهای همبستگی (A) مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و (B) رسانندگی حجمی (σ_v) به‌عنوان تابعی از چگالی حجمی (d_v) قرص گرافن: ۰٫۱ g (نماد توپر) و ۰٫۲ g (نماد توخالی) از rGO-A

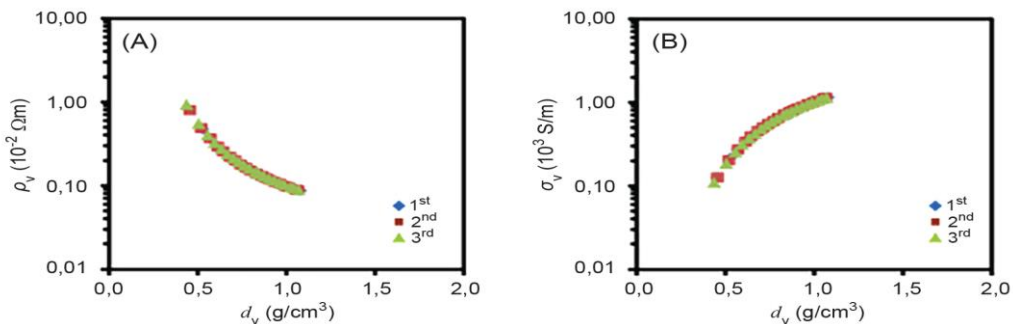
چگالی حجمی قرص گرافن در فشار اعمال شده، با استفاده از معادله (۴) محاسبه می‌شود. باتوجه به نتایج، هر دو مقاومت ویژه حجمی و رسانندگی حجمی به‌عنوان تابعی از چگالی حجم، ذاتی هستند چون به مقدار نمونه وابسته نیستند.

الف-۴-۲ اندازه‌گیری رسانایی پودر ۱٫۰ g از rGO-B (شرکت ۲)

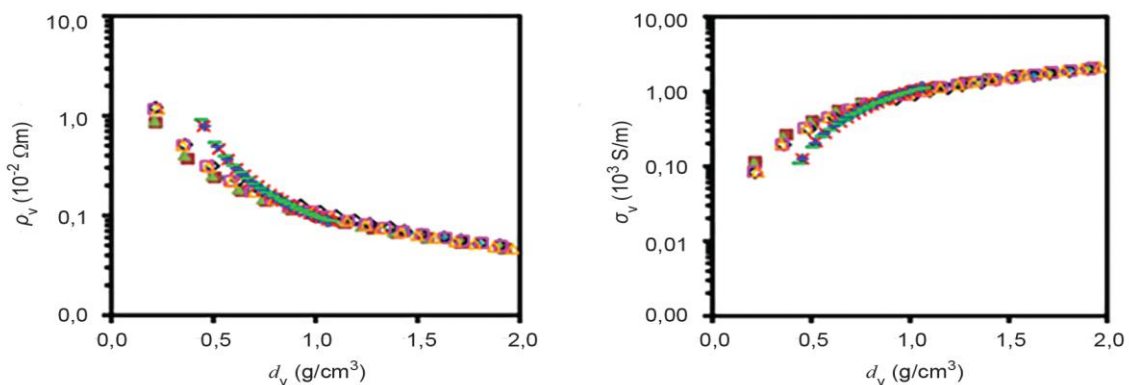
نتایج مطالعات موردی بر روی rGO-B (شرکت ۲) با تحلیل‌های مشابه در شکل الف-۶ و شکل الف-۷ نشان داده شده‌است.



شکل الف-۶- نمودارهای همبستگی (A) ضخامت (t) و (B) مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و (C) رسانندگی حجمی (σ_v) از rGO-B (۰٫۱ g) به‌عنوان تابعی از فشار اعمال‌شده



شکل الف-۷- نمودارهای همبستگی (A) مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و (B) رسانندگی حجمی (σ_v) از rGO-B (۰٫۱ g) به‌عنوان تابعی از چگالی حجمی (d_v) قرص گرافن



(A)

(B)

شکل الف-۸- نمودارهای همبستگی (A) مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و (B) رسانندگی حجمی (σ_v) به‌عنوان تابعی از چگالی حجمی (d_v) قرص گرافن: ۰٫۱ g (نماد توپر)، ۰٫۲ g (نماد توخالی) از rGO-A و ۰٫۱ g (نماد خطی) از rGO-B

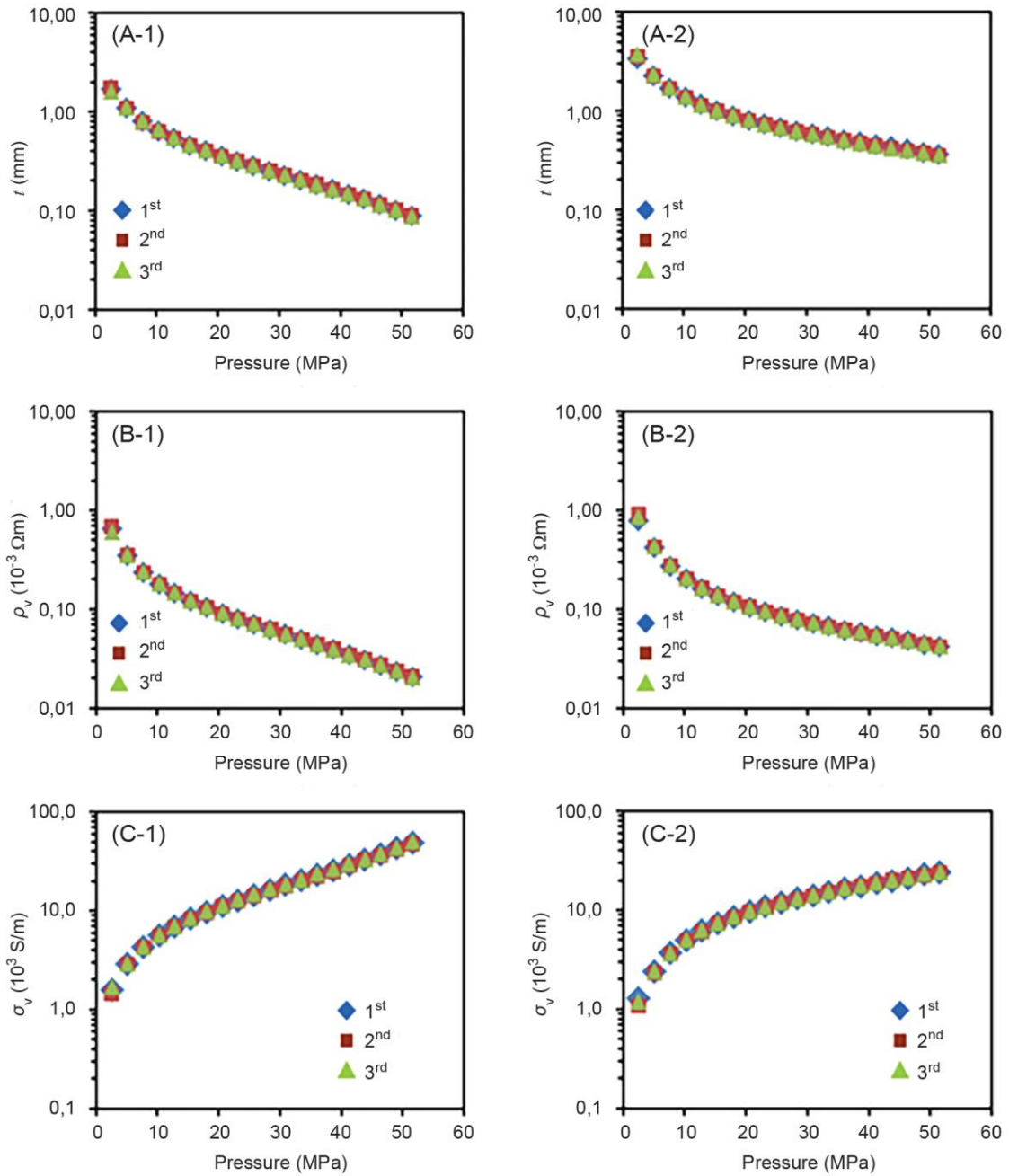
شکل الف-۸ نمودار مقاومت‌های ویژه حجمی و رسانندگی‌های ویژه حجمی قرص‌های تشکیل‌شده از rGO-A و rGO-B را به‌عنوان تابعی از چگالی حجمی آنها نشان می‌دهد. تجدیدپذیری با انجام سه بار اندازه‌گیری برای هر مورد تأیید می‌شود. با توجه به نتایج، هر دو مقاومت ویژه و رسانندگی حجمی rGO-B در اطراف چگالی قرص 1 g/cm^3 که مقدار در بیشینه فشار اعمال شده (۵۰ MPa) است، شبیه به rGO-A می‌شود. مقادیر نماینده مقاومت ویژه حجمی و رسانندگی حجمی دو rGO ها تعیین و با حداقل دو چگالی مختلف قرص شامل حداکثر چگالی قرص محاسبه‌شده، مقایسه می‌شوند. مقاومت ویژه حجمی و رسانندگی نماینده تحت چگالی‌های قرص مختلف مربوط به rGO ها در جدول الف-۲ نشان داده شده‌است.

جدول الف-۲- مقاومت ویژه و رسانندگی حجمی قرص‌های rGO

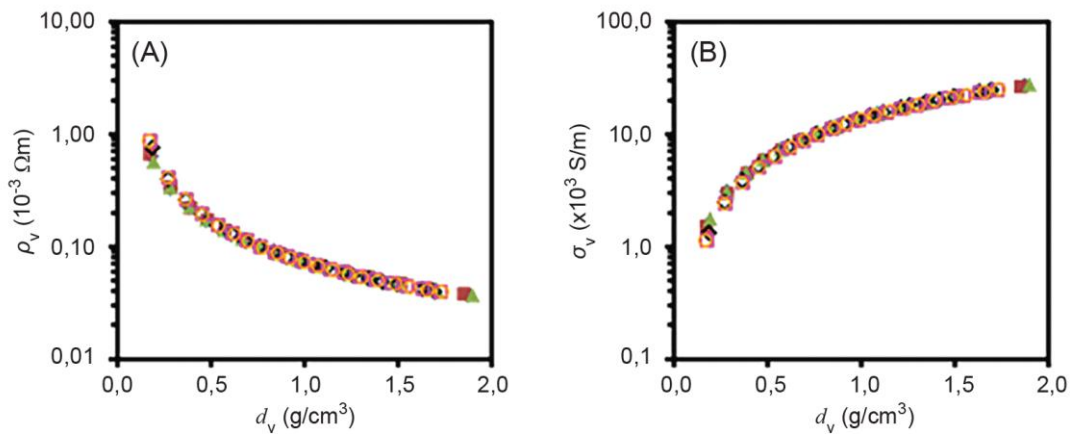
نمونه	$d_v=1,00 \text{ g/cm}^3$	$d_v=1,08 \text{ g/cm}^3$	$d_v=2,00 \text{ g/cm}^3$
rGO-A	$\rho_v (\Omega\text{m})$	$9,17 \times 10^{-4} (\pm 1,87 \times 10^{-5})$	$1,00 \times 10^{-3} (\pm 2,05 \times 10^{-5})$
	$\sigma_v (\text{S/m})$	$1,09 \times 10^3 (\pm 2,21 \times 10^1)$	$9,97 \times 10^2 (\pm 2,01 \times 10^1)$
rGO-B	$\rho_v (\Omega\text{m})$	$9,52 \times 10^{-4} (\pm 1,09 \times 10^{-5})$	$1,00 \times 10^{-3} (\pm 1,12 \times 10^{-5})$
	$\sigma_v (\text{S/m})$	$1,13 \times 10^3 (\pm 1,31 \times 10^1)$	$1,00 \times 10^3 (\pm 1,12 \times 10^1)$

الف-۴-۳ اندازه‌گیری مقاومت پودری GNP

نتایج مطالعات موردی در خصوص GNP با تحلیل مشابه با rGOs در شکل الف-۹ و شکل الف-۱۰ نشان داده شده‌است.



شکل الف-۹- نمودارهای همبستگی (A) ضخامت (t)، (B) مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و (C) رسانندگی حجمی (σ_v) به عنوان تابعی از فشار اعمال شده: (۱) ۰٫۱ g و (۲) ۰٫۲ g از GNP

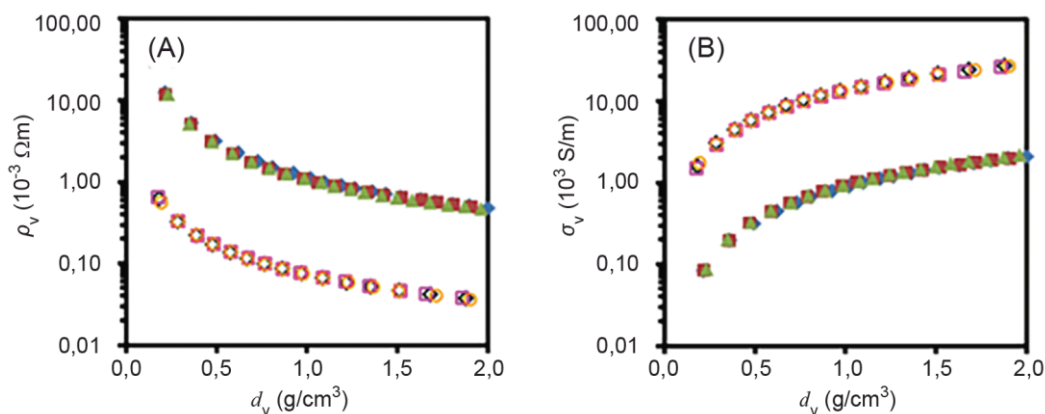


شکل الف-۱۰- نمودارهای همبستگی (A) مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و (B) رسانندگی حجمی (σ_v) به‌عنوان تابعی از چگالی حجمی (d_v) قرص گرافن: ۰,۱ g (توپر) و ۰,۲ g (توخالی) از GNP

شکل الف-۱۰ نمودار مقاومت‌های ویژه حجمی و رسانایی‌های ویژه حجمی دو قرص GNP را به‌عنوان معرفی از چگالی حجمی آنها نشان می‌دهد. تجدیدپذیری با انجام سه بار اندازه‌گیری برای هر مورد تأیید می‌شود. معرف مقاومت ویژه حجمی و رسانندگی حجمی تحت سه چگالی مختلف قرص در جدول الف-۳ ارائه شده‌است.

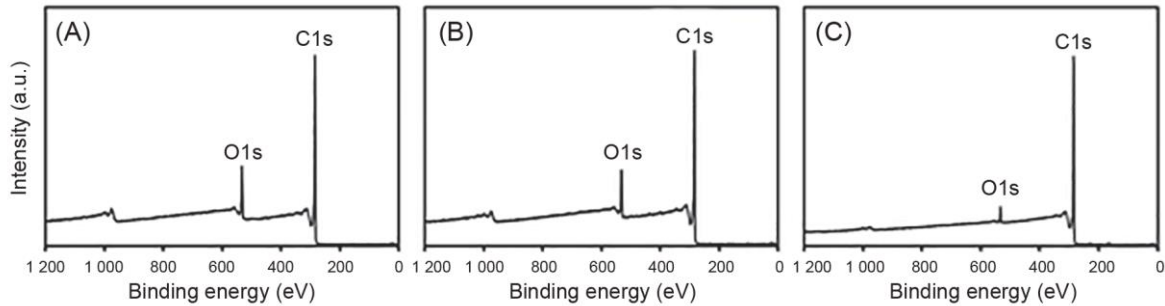
جدول الف-۳- مقاومت ویژه حجمی و رسانندگی حجمی قرص‌های GNP

$d_v=2,00 \text{ g/cm}^3$	$d_v=1,50 \text{ g/cm}^3$	$d_v=1,00 \text{ g/cm}^3$		نمونه
$3,49 \times 10^{-5} (\pm 3,02 \times 10^{-7})$	$4,72 \times 10^{-5} (\pm 3,95 \times 10^{-7})$	$7,31 \times 10^{-5} (\pm 5,66 \times 10^{-7})$	$\rho_v (\Omega m)$	GNP
$2,87 \times 10^4 (\pm 2,50 \times 10^2)$	$2,12 \times 10^4 (\pm 1,78 \times 10^2)$	$1,37 \times 10^4 (\pm 1,06 \times 10^2)$	$\sigma_v (S/m)$	



شکل الف-۱۱- نمودارهای مقایسه‌ای (A) مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و (B) رسانندگی حجمی (σ_v) به‌عنوان تابعی از چگالی حجمی (d_v) قرص‌های گرافن: rGO-A (توپر) و GNP (توخالی)

شکل الف-۱۱ نمودارهای مقایسه‌ای مقاومت ویژه حجمی و رسانندگی حجمی بین قرص‌های rGO-A و GNP را به‌عنوان تابعی از چگالی حجمی آنها نشان می‌دهد. رسانندگی حجمی تحت هر چگالی قرص‌های گرافن GNP حدود ۱۰ برابر بزرگ‌تر از rGO-A است که ناشی از میزان بیشتر اکسیژن در rGO-A در مقایسه با GNP است [11]. شکل الف-۱۲ و جدول الف-۴ بررسی داده‌های طیف‌سنجی فوتوالکترون پرتو ایکس (XPS) و تحلیل‌های اولیه محاسبه‌شده از نواحی قله‌های XPS را نشان می‌دهد.



شکل الف-۱۲- بررسی طیف XPS به‌صورت دریافت شده از rGO-A (A)، rGO-B (B) و GNP (C)

جدول الف-۴- خلاصه ای از داده XPS تعداد سه نمونه گرافن پودری

درصد اتمی (%)			انرژی اتصال (eV)	نام
GNP	rGO-B	rGO-A		
۹۴٫۲۸	۸۶٫۰۹	۸۶٫۱۱	۲۸۴٫۶۰	C1s
	۰٫۱۱	۰٫۰۳	۲۰۱٫۸۸	C12p
۰٫۲۶	۰٫۵۲	۰٫۱۶	۲۹۹٫۵۷	N1s
۰٫۰۴	۰٫۱۴	۰٫۱۷	۱۰۷۱٫۵۰	Na1s
۴٫۲۷	۱۲٫۲۱	۱۳٫۰۲	۵۳۳٫۲۸	O1s
۰٫۸۱	۰٫۳۰	۰٫۲۱	۱۶۸٫۴۱	S2p
۰٫۳۴	۰٫۶۳	۰٫۳۰	۱۰۲٫۹۶	Si2p

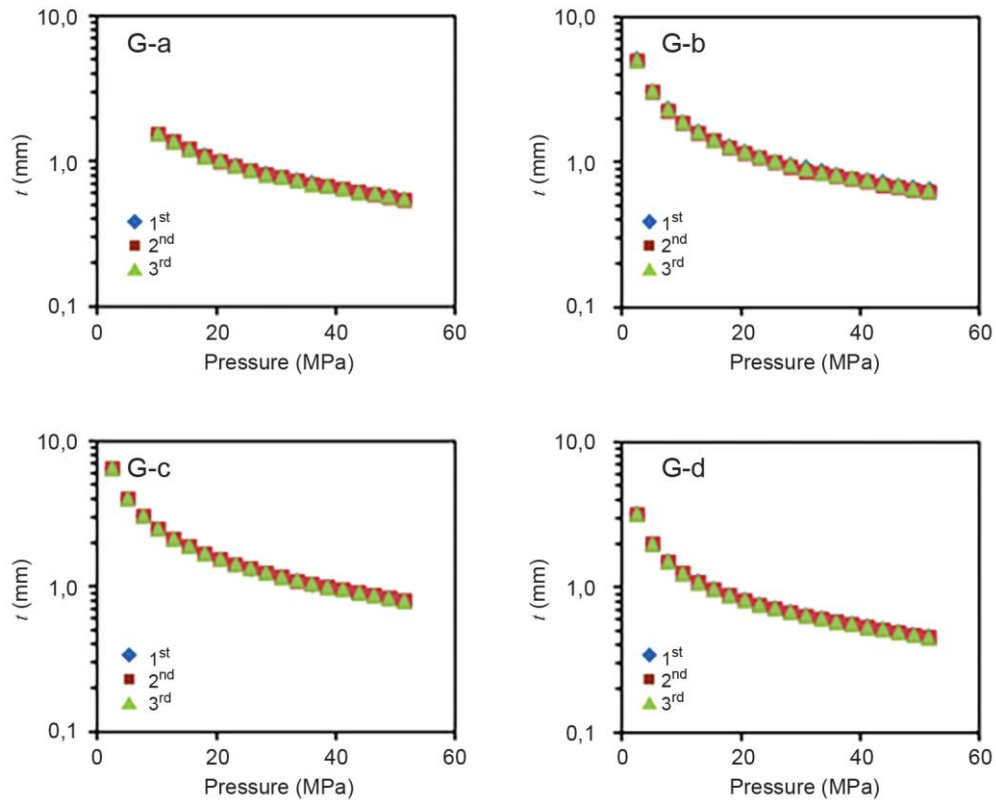
مقاومت ویژه حجمی و رسانندگی حجمی تعداد سه نمونه گرافن در جدول الف-۵ خلاصه و مقایسه شده‌است.

جدول الف - ۵ - مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و رسانندگی حجمی (σ_v) قرص‌های گرافن

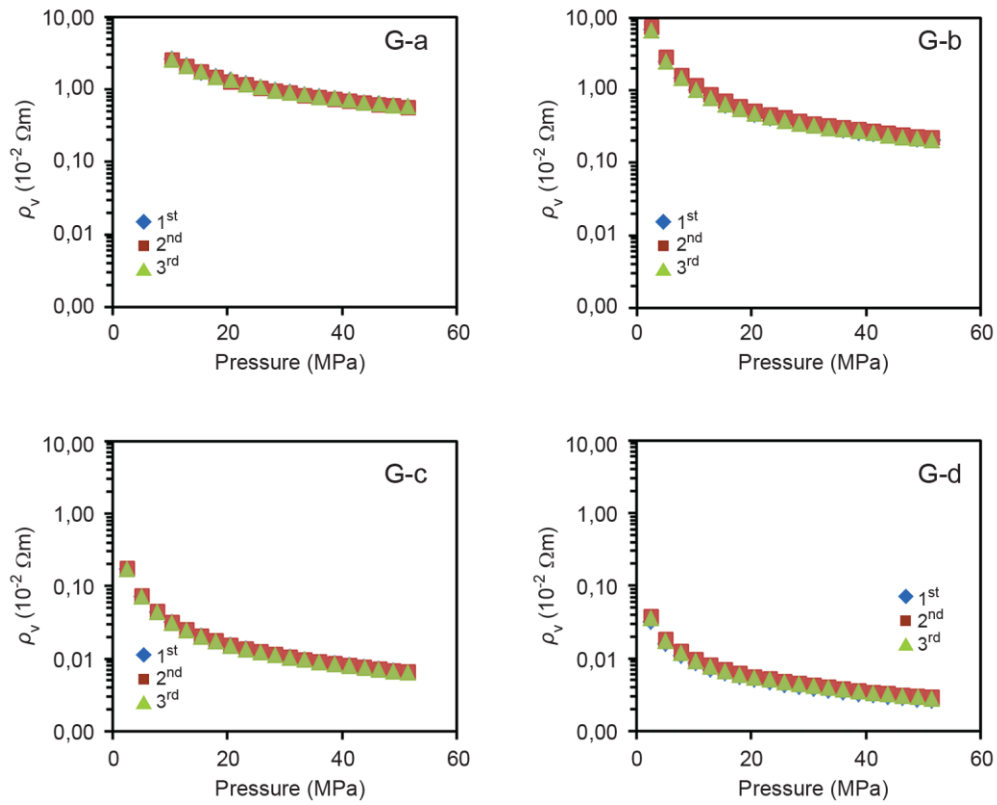
$d_v=۲,۰۰\text{ g/cm}^3$	$d_v=۱,۵۰\text{ g/cm}^3$	$d_v=۱,۰۸\text{ g/cm}^3$	$d_v=۱,۰۰\text{ g/cm}^3$		نمونه
$۴,۶۰ \times ۱۰^{-۴} (\pm ۹,۴۷ \times ۱۰^{-۶})$	$۶,۳۱ \times ۱۰^{-۴} (\pm ۱,۳۰ \times ۱۰^{-۵})$	$۹,۱۷ \times ۱۰^{-۴} (\pm ۱,۸۷ \times ۱۰^{-۵})$	$۱,۰۰ \times ۱۰^{-۲} (\pm ۲,۰۵ \times ۱۰^{-۵})$	$\rho_v(\Omega\text{m})$	rGO-A
$۲,۱۸ \times ۱۰^{-۳} (\pm ۴,۴۳ \times ۱۰^{-۱})$	$۱,۵۹ \times ۱۰^{-۳} (\pm ۳,۲۲ \times ۱۰^{-۱})$	$۱,۰۹ \times ۱۰^{-۳} (\pm ۲,۲۱ \times ۱۰^{-۱})$	$۹,۹۷ \times ۱۰^{-۲} (\pm ۲,۰۱ \times ۱۰^{-۱})$	$\sigma_v(\text{S/m})$	
-	-	$۹,۵۲ \times ۱۰^{-۴} (\pm ۱,۰۹ \times ۱۰^{-۵})$	$۱,۰۰ \times ۱۰^{-۲} (\pm ۱,۱۲ \times ۱۰^{-۵})$	$\rho_v(\Omega\text{m})$	rGO-B
-	-	$۱,۱۳ \times ۱۰^{-۳} (\pm ۱,۳۱ \times ۱۰^{-۱})$	$۱,۰۰ \times ۱۰^{-۲} (\pm ۱,۱۲ \times ۱۰^{-۱})$	$\sigma_v(\text{S/m})$	
$۳,۴۹ \times ۱۰^{-۵} (\pm ۳,۰۲ \times ۱۰^{-۷})$	$۴,۷۲ \times ۱۰^{-۵} (\pm ۳,۹۵ \times ۱۰^{-۷})$	$۶,۷۲ \times ۱۰^{-۵} (\pm ۵,۳۰ \times ۱۰^{-۷})$	$۷,۳۱ \times ۱۰^{-۵} (\pm ۵,۶۶ \times ۱۰^{-۷})$	$\rho_v(\Omega\text{m})$	GNP
$۲,۸۷ \times ۱۰^{-۴} (\pm ۲,۵۰ \times ۱۰^{-۲})$	$۲,۱۲ \times ۱۰^{-۴} (\pm ۱,۷۸ \times ۱۰^{-۲})$	$۱,۴۹ \times ۱۰^{-۴} (\pm ۱,۱۸ \times ۱۰^{-۲})$	$۱,۳۷ \times ۱۰^{-۴} (\pm ۱,۰۶ \times ۱۰^{-۲})$	$\sigma_v(\text{S/m})$	

الف-۴-۳ اندازه‌گیری مقاومت پودر برای گرافن اکسیدهای با مقادیر مختلف اکسیژن

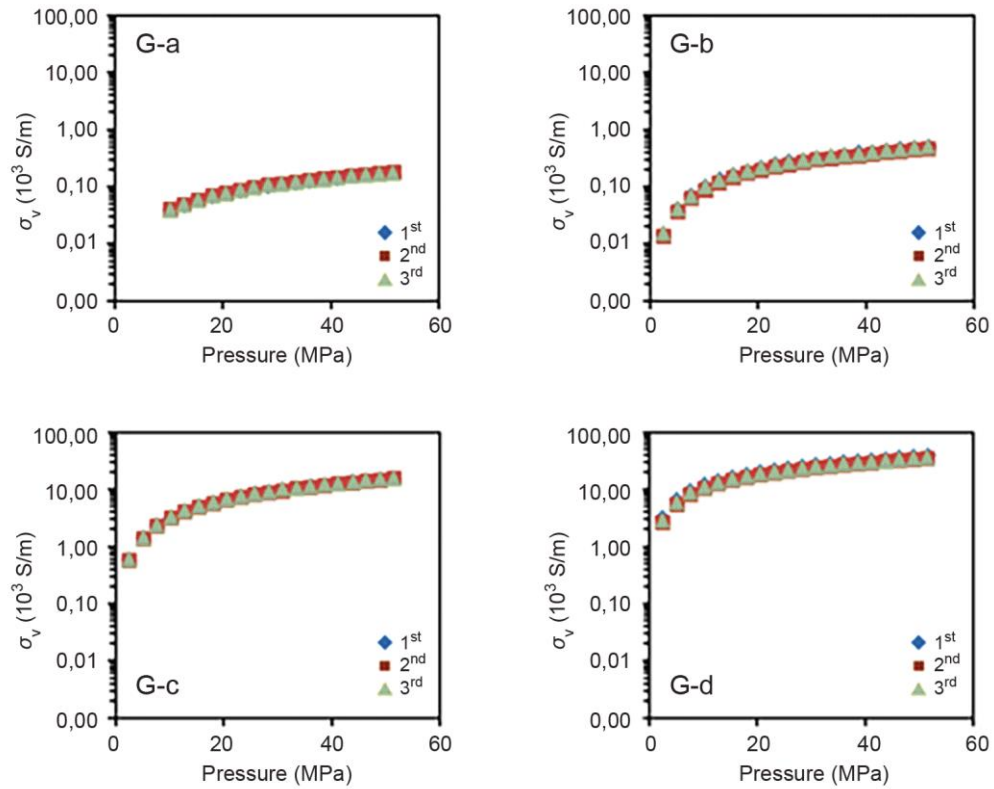
نتایج مطالعات موردی بر روی تعداد چهار نوع گرافن اکسید (G-a, G-b, G-c-G, G-d) با مقادیر مختلف اکسیژن در شکل الف-۱۳ تا شکل الف-۱۷ نشان داده شده‌است تجدیدپذیری آنها با انجام سه بار اندازه‌گیری برای هر مورد تأیید می‌شود.



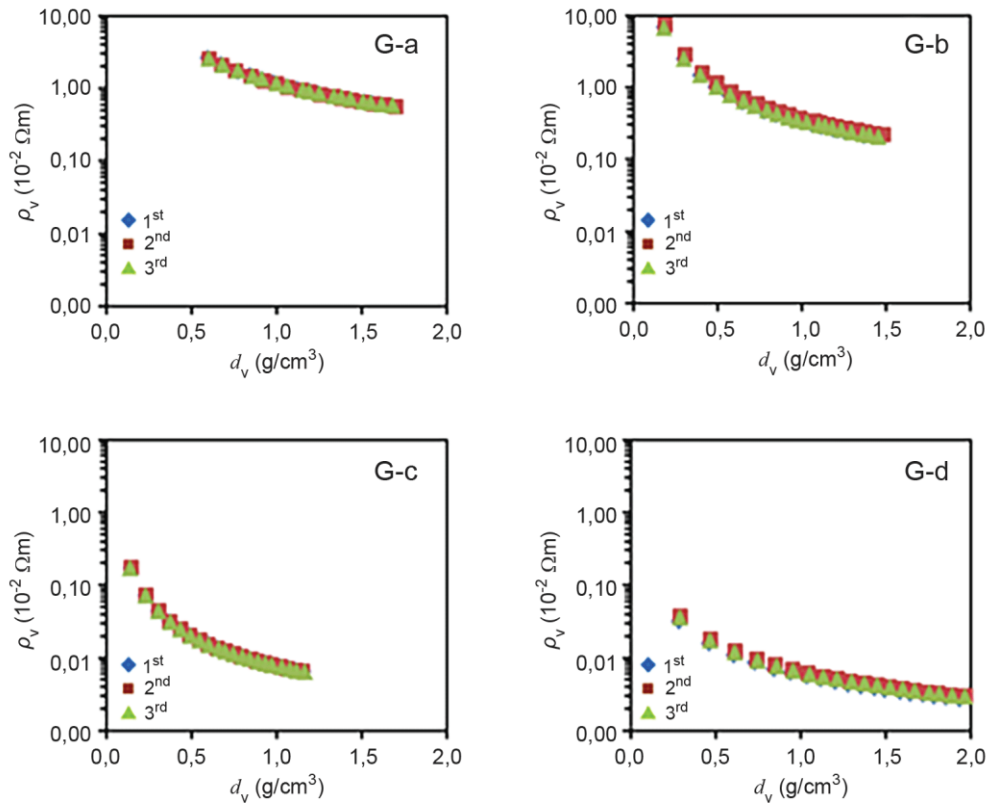
شکل الف-۱۳ - نمودارهای همبستگی ضخامت (t) به‌عنوان تابعی از فشار اعمال‌شده: $g \pm 0.3$ نمونه‌ها از چهار نوع گرافن اکسید (G-a, G-b, G-c-G, G-d)



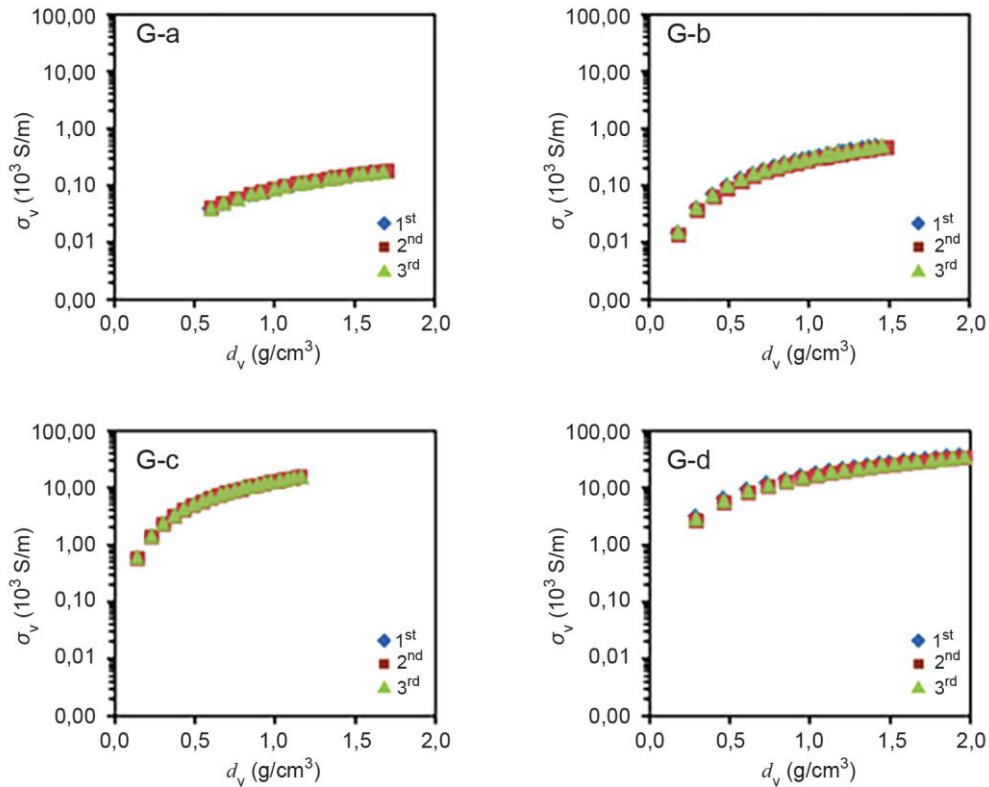
شکل الف-۱۴- نمودارهای همبستگی مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) به عنوان تابعی از فشار اعمال شده:
 g ۳/۰ نمونه‌ها از ۴ نوع گرافن اکسید (G-a, G-b, G-c, G-d)



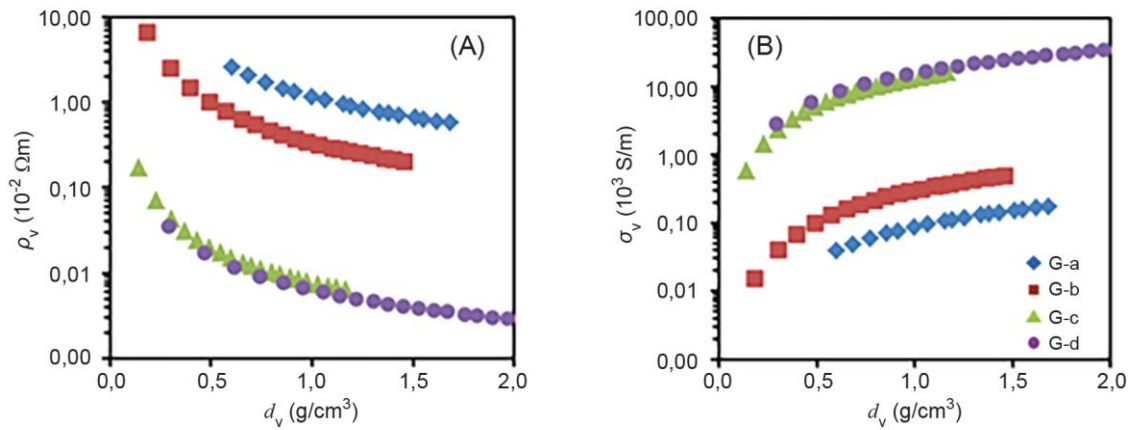
شکل الف-۱۵- نمودارهای همبستگی رسانندگی حجمی (σ_v) به عنوان تابعی از فشار اعمال شده: $g \pm 0,3$ نمونه‌ها از ۴ نوع گرافن اکسید (G-a, G-b, G-c, G-d)



شکل الف-۱۶- نمودارهای همبستگی مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) به عنوان تابعی از چگالی حجمی (d_v)
قرص گرافن اکسید (G-a, G-b, G-c, G-d)



شکل الف-۱۷- نمودارهای همبستگی رسانندگی حجمی (σ_v) به عنوان تابعی از چگالی حجمی (d_v)
قرص گرافن اکسید (G-a, G-b, G-c, G-d)



شکل الف-۱۸- نمودارهای مقایسه‌ای (A) مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و (B) رسانندگی حجمی (σ_v) به عنوان تابعی
از چگالی حجمی (d_v) قرص گرافن اکسید (G-a, G-b, G-c, G-d)

شکل الف-۱۸ نمودارهای مقایسه‌ای مقاومت ویژه حجمی و رسانندگی حجمی بین چهار نوع مختلف گرافن اکسید با مقادیر مختلف اکسیژن را نشان می‌دهد. مقاومت ویژه حجمی و رسانندگی حجمی چهار قرص گرافن در جدول الف-۶ فهرست شده‌است.

جدول الف- ۶- مقاومت ویژه حجمی (ρ_v) و رسانندگی حجمی (σ_v) مربوط به چهار قرص گرافن اکسید

$d_v=2,00 \text{ g/cm}^3$	$d_v=1,70 \text{ g/cm}^3$	$d_v=1,50 \text{ g/cm}^3$	$d_v=1,20 \text{ g/cm}^3$	$d_v=1,00 \text{ g/cm}^3$		نمونه
-	$5,66 \times 10^{-3} (\pm 4,85 \times 10^{-5})$	$6,61 \times 10^{-3} (\pm 5,62 \times 10^{-5})$	$8,84 \times 10^{-3} (\pm 7,36 \times 10^{-5})$	$1,14 \times 10^{-2} (\pm 9,29 \times 10^{-5})$	$\rho_v (\Omega\text{m})$	G-a
-	$1,77 \times 10^2 (\pm 1,52 \times 10^1)$	$1,59 \times 10^2 (\pm 1,29 \times 10^1)$	$1,13 \times 10^2 (\pm 9,46 \times 10^1)$	$8,77 \times 10^1 (\pm 7,17 \times 10^1)$	$\sigma_v (\text{S/m})$	
-	-	$2,05 \times 10^{-3} (\pm 1,40 \times 10^{-4})$	$2,68 \times 10^{-3} (\pm 1,86 \times 10^{-4})$	$3,37 \times 10^{-3} (\pm 2,39 \times 10^{-4})$	$\rho_v (\Omega\text{m})$	G-b
-	-	$4,89 \times 10^2 (\pm 3,24 \times 10^1)$	$3,74 \times 10^2 (\pm 2,52 \times 10^1)$	$2,97 \times 10^2 (\pm 2,04 \times 10^1)$	$\sigma_v (\text{S/m})$	
-	-	-	$6,28 \times 10^{-5} (\pm 5,95 \times 10^{-7})$	$7,76 \times 10^{-5} (\pm 7,57 \times 10^{-7})$	$\rho_v (\Omega\text{m})$	G-c
-	-	-	$1,59 \times 10^4 (\pm 1,51 \times 10^2)$	$1,29 \times 10^4 (\pm 1,26 \times 10^2)$	$\sigma_v (\text{S/m})$	
$2,80 \times 10^{-5} (\pm 1,70 \times 10^{-6})$	$3,35 \times 10^{-5} (\pm 2,06 \times 10^{-6})$	$3,85 \times 10^{-5} (\pm 2,40 \times 10^{-6})$	$4,96 \times 10^{-5} (\pm 3,19 \times 10^{-6})$	$6,14 \times 10^{-5} (\pm 4,07 \times 10^{-6})$	$\rho_v (\Omega\text{m})$	G-d
$3,57 \times 10^4 (\pm 2,24 \times 10^3)$	$2,99 \times 10^4 (\pm 1,90 \times 10^3)$	$2,60 \times 10^4 (\pm 1,68 \times 10^3)$	$2,02 \times 10^4 (\pm 1,34 \times 10^3)$	$1,63 \times 10^4 (\pm 1,11 \times 10^3)$	$\sigma_v (\text{S/m})$	

کتابنامه

- [1] Geim, A.K. and Novoselov, K.S. The rise of grapheme. *Nat. Mater.* 2007, 6, 183-191
- [2] Ong, N.P. Geometric interpretation of the weak-field Hall conductivity in two-dimensional metals with arbitrary Fermi surface. *Phys. Rev. B* 1991, 43, 193-201
- [۳] استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷: فناوری نانو - واژهنامه - قسمت ۱۳: گرافن و مواد دوبعدی مرتبط
- [4] Smits, F.M. Measurement of sheet resistivities with the four point probe. *Bell Syst. Tech. J.* 1958, 37, 711-718
- [5] Barroso-Bogeat, A. et al. Electrical conductivity of activated carbon-metal oxide nanocomposites under compression: a comparison study. *Phys. Chem. Chem. Phys.* 2014, 16, 25161-25175
- [6] Lee, H.-J. et al. Elucidation of an intrinsic parameter for evaluating the electrical quality of grapheme flakes. *Sci. Rep.* 2019, 9, 557
- [7] Anthony, J.W. et al. *Graphite, Handbook of Mineralogy, Vol. 1: Elements, Sulfides, Sulfosalts*, Mineralogical Society of America, Chantilly, VA, USA (1990)
- [8] SEMI MF374-0307, Test method for sheet resistance of silicon epitaxial, diffused, polysilicon, and ion-implanted layers using an in-line four-point probe with the single-configuration procedure, SEMI, USA (2007)
- [9] Swartzendruber, L.J. Correction Factor Tables for Four-Point Probe Resistivity Measurements on Thin, Circular Semiconducting Samples. NBS, Technical Note 199, April 15 (1964)
- [10] Ferrari, A.C. Raman spectroscopy of grapheme and graphite: Disorder, electron-phonon coupling, doping and nonadiabatic effects. *Solid State Commun.* 2005, 143, 47-57
- [11] Morimoto, N. et al. Tailoring the oxygen content of graphite and reduced grapheme oxide for specific applications. *Sci. Rep.* 2016, 6, 21715