



PROJET FINAL

Spécification technique

ISO/DTS 23359

Nanotechnologies — Caractérisation chimique des matériaux bidimensionnels similaires au graphène à partir de poudres et de dispersions liquides

Nanotechnologies — Chemical characterization of graphene-related two-dimensional materials from powders and liquid dispersions

[ISO/DTS 23359](https://standards.iteh.ai/ISO/DTS-23359)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b19bb80c-684d-4d25-a300-e58ef39db9dc/iso-dts-23359>

Ce projet est soumis à un vote parallèle à ISO et à IEC.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

ISO/TC 229

Secrétariat: **BSI**

Début de vote:
2025-04-29

Vote clos le:
2025-07-22

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COM-MERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO/DTS 23359

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/b19bb80c-684d-4d25-a300-e58ef39db9dc/iso-dts-23359>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2025

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Abréviations	5
5 Approches de la caractérisation chimique	5
6 Spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS)	7
6.1 Introduction	7
6.2 Préparation de l'instrument	8
6.3 Préparation des échantillons	8
6.4 Méthode	9
6.5 Analyse quantitative	12
7 Analyse thermogravimétrique (ATG)	13
7.1 Introduction	13
7.2 Préparation des échantillons	15
7.2.1 Généralités	15
7.2.2 Conditions et préparation des instruments	15
7.2.3 Préparation du creuset	15
7.2.4 Mode opératoire de mesurage	16
7.3 Traitement et analyse des données	16
7.3.1 Représentation graphique des données	16
7.3.2 Détermination du nombre d'étapes de variation de masse	17
7.3.3 Détermination de la température de variation de masse maximale ($T_{\max}$)	17
7.3.4 Identification du GR2M présent	17
7.3.5 Déterminer le pourcentage massique	17
8 Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS)	20
9 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (spectrométrie FTIR)	20
10 Rapports	20
10.1 Introduction	20
10.2 Spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS)	21
10.3 Analyse thermogravimétrique (ATG)	21
10.4 Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS)	21
10.5 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (spectrométrie FTIR)	21
Annexe A (informative) Spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS)	22
Annexe B (informative) Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (spectrométrie FTIR)	27
Annexe C (informative) Résumé des études interlaboratoires ayant eu recours à la spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS)	30
Annexe D (informative) Résumé de l'étude interlaboratoires ayant eu recours à l'analyse thermogravimétrique (ATG)	36
Annexe E (informative) Résumé de l'étude interlaboratoires ayant eu recours à la spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS)	43
Annexe F (informative) Résumé de la mini-étude interlaboratoires ayant eu recours à la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (spectrométrie FTIR)	46
Bibliographie	50

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété.

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré conjointement par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*, et le comité technique IEC/TC 113, *Nanotechnologies relatives aux appareils et systèmes électrotechnologiques*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 352, *Nanotechnologies*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Les nanoplaquettes de graphène (GNP) sont appliquées dans de nombreux domaines technologiques, y compris les cellules solaires, les biocapteurs, les écrans, les composites, l'électronique flexible et le stockage d'énergie, en raison des propriétés exceptionnelles du graphène. Cependant, les GNP ne sont pas les seules à être utilisées dans le commerce. D'autres variantes de matériaux, telles que l'oxyde de graphène réduit, l'oxyde de graphène et les formes de GNP fonctionnalisées chimiquement, le sont également. Ces différents matériaux bidimensionnels similaires au graphène (GR2M) sont adaptés à différents domaines d'application et, de ce fait, les propriétés chimiques des matériaux disponibles dans le commerce doivent être parfaitement comprises afin de sélectionner le matériau adapté au domaine d'application souhaité.

Comme ces matériaux sont de plus en plus utilisés dans différentes industries, une normalisation internationale est nécessaire pour soutenir la commercialisation. Des mesurages fiables, précis et reproductibles sont importants en raison des multiples routes de production et donc de la variabilité des propriétés. Les producteurs du matériau doivent utiliser des normes pour maintenir la qualité de la fabrication et la confiance dans la chaîne d'approvisionnement.

Le présent document spécifie des méthodes de mesure des propriétés chimiques des poudres et des dispersions contenant un GR2M. Les techniques couvertes sont la spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS), l'analyse thermogravimétrique (TGA), la spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS) spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (spectrométrie FTIR). Ces techniques déterminent la composition élémentaire, le rapport oxygène/carbone, les traces d'impuretés métalliques, le pourcentage en poids des espèces chimiques et les groupes fonctionnels présents.

La XPS est utilisée pour fournir des mesurages quantitatifs de la composition élémentaire de surface des GR2M. Elle peut mesurer tous les éléments, sauf l'hydrogène et l'hélium qui se trouvent à environ 10 nm de la surface et à des concentrations homogènes équivalentes supérieures à la limite de détection de la XPS.

La TGA est une technique commune de caractérisation des matériaux disponible dans les laboratoires de recherche et d'industrie, qui offre une caractérisation simple et rapide des propriétés des matériaux massiques fournissant des informations qualitatives et quantitatives utiles. La TGA est largement utilisée pour la caractérisation d'un GR2M afin de déterminer la quantité d'impuretés (c'est-à-dire eau, carbone amorphe, métaux), la présence de groupes fonctionnels, les traces de tensioactifs ou d'autres impuretés organiques provenant des procédés de fabrication ou les impuretés provenant de la matière première initiale (graphite, silice, oxydes métalliques, etc.).

L'ICP-MS permet de détecter les traces d'impuretés métalliques dans les échantillons contenant des matériaux bidimensionnels similaires au graphène. Cependant, en utilisant l'ICP-MS avec introduction d'un échantillon de solution classique, l'échantillon doit être complètement solubilisé, ce qui requiert une digestion des échantillons à l'aide d'un traitement à l'acide sévère et par micro-ondes avant l'analyse par ICP-MS.

La spectrométrie FTIR est utilisée pour comprendre les groupes fonctionnels qui sont présents pour différents matériaux avec des éléments non carbonés significatifs, déjà identifiés à l'aide de techniques complémentaires dans le présent document.

Nanotechnologies — Caractérisation chimique des matériaux bidimensionnels similaires au graphène à partir de poudres et de dispersions liquides

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes de caractérisation des propriétés chimiques des poudres ou des dispersions liquides contenant des matériaux bidimensionnels similaires au graphène (GR2M), à l'aide d'un ensemble de techniques de mesurage appropriées.

Le présent document couvre la détermination de la composition élémentaire, le rapport oxygène/carbone, les traces d'impuretés métalliques, le pourcentage en poids des espèces chimiques et les groupes fonctionnels présents, en employant les techniques suivantes:

- spectroscopie de photoélectrons par rayons X (XPS);
- analyse thermogravimétrique (ATG);
- spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS);
- spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (spectrométrie FTIR).

Le présent document couvre la préparation des échantillons, les protocoles et l'analyse des données pour les différentes techniques.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 15472, *Analyse chimique des surfaces — Spectromètres de photoélectrons X — Étalonnage en énergie*

ISO 16129, *Analyse chimique des surfaces — Spectroscopie de photoélectrons X — Modes opératoires d'évaluation de la performance au jour le jour d'un spectromètre de photoélectrons X*

ISO 18115-1, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire — Partie 1: Termes généraux et termes utilisés en spectroscopie*

ISO 20903, *Analyse chimique des surfaces — Spectroscopie des électrons Auger et spectroscopie de photoélectrons par rayons X — Méthodes utilisées pour la détermination de l'intensité des pics et informations requises pour l'expression des résultats*

ISO 21270, *Analyse chimique des surfaces — Spectromètres de photoélectrons X et d'électrons Auger — Linéarité de l'échelle d'intensité*

ISO 24237, *Analyse chimique des surfaces — Spectroscopie de photoélectrons par rayons X — Répétabilité et constance de l'échelle d'intensité*

ISO 80004-1, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 1: Vocabulaire "cœur"*

ISO/TS 80004-6, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 6: Caractérisation des nano-objets*