
**Nanotechnologies — Caractérisation
structurelle du graphène —**

**Partie 1:
Graphène issu de poudres et de
dispersions**

*Nanotechnologies — Structural characterization of graphene —
Part 1: Graphene from powders and dispersions*
Document Preview

[ISO/TS 21356-1:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/467f74ca-6cf7-42eb-b53e-a9f9c81bb566/iso-ts-21356-1-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/467f74ca-6cf7-42eb-b53e-a9f9c81bb566/iso-ts-21356-1-2021>



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

ISO/TS 21356-1:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/467f74ca-6cf7-42eb-b53e-a9f9c81bb566/iso-ts-21356-1-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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	1
4 Termes abrégés	3
5 Séquence des méthodes de mesure	4
6 Contrôle rapide du matériau graphitique par spectroscopie Raman	6
7 Préparation d'une dispersion liquide	8
7.1 Généralités	8
7.2 Préparation d'une dispersion à la concentration exacte	8
7.2.1 Échantillons en poudre	8
7.2.2 Échantillons déjà sous forme de dispersion	9
8 Détermination des méthodes	9
9 Caractérisation structurelle par microscopie optique, MEB, AFM et spectroscopie Raman	9
10 Caractérisation structurelle par MET	10
11 Détermination de la surface par la méthode BET	11
12 Calcul de la taille latérale des flocons de graphène et de leurs proportions en nombre	11
Annexe A (informative) Contrôle rapide du matériau graphitique par spectroscopie Raman	12
Annexe B (informative) Protocole de caractérisation structurelle par MEB, AFM et spectroscopie Raman	15
Annexe C (informative) Caractérisation structurelle par MET	30
Annexe D (informative) Calcul de la taille latérale et de la proportion en nombre	37
Annexe E (informative) Méthode Brunauer-Emmett-Teller	44
Annexe F (informative) Protocoles supplémentaires de préparation d'échantillons — Préparation du substrat de silicium couvert de dioxyde de silicium et nettoyage	48
Bibliographie	49

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'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été préparé conjointement par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies* et le comité technique IEC/TC 113, *Nanotechnologies relatives aux appareils et systèmes électrotechnologiques*. Le projet a été soumis au vote des organismes nationaux de l'ISO et de l'IEC.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 21356 se trouve sur le site web de l'ISO.

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

Du fait des nombreuses propriétés exceptionnelles du graphène et des matériaux bidimensionnels (2D) apparentés, ces nanomatériaux pourraient créer des ruptures dans de nombreux domaines d'application, tels que l'électronique flexible, les nanocomposites, la détection, les membranes filtrantes et le stockage de l'énergie.

Il existe des obstacles à la commercialisation qui entravent les progrès des produits contenant du graphène et qu'il est indispensable de surmonter. L'un de ces obstacles cruciaux est d'être capable de répondre à la question «De quoi se compose le matériau ?». Il convient que les utilisateurs finaux des matières premières contenant du graphène puissent se fier aux propriétés annoncées pour le graphène commercialisé sur le marché international, de manière à instaurer la confiance et permettre des échanges à l'échelle mondiale. Des protocoles de mesure fiables et répétables sont requis pour relever ce défi.

Le présent document fournit aux analystes un ensemble de logigrammes à suivre afin de déterminer les propriétés structurales du graphène issu de poudres et de dispersions liquides (suspensions). Au départ, il convient d'effectuer un contrôle rapide pour établir la présence de graphène et de matériau graphitique. Si cette présence est confirmée, une analyse plus minutieuse doit être réalisée pour déterminer si les échantillons contiennent un mélange de graphène monocouche, de graphène bicouche, de graphène à quelques couches, de nanoplaquettes de graphène et de particules de graphite. Selon les méthodes employées, les échantillons sont typiquement analysés après dépôt sur un substrat. Le présent document décrit le mode opératoire qui permet d'évaluer les mesurages requis en fonction du type d'échantillon et fournit des arbres décisionnels et des logigrammes destinés à aider l'utilisateur. Le présent document décrit un ensemble sélectionné de mesurandes qui sont nécessaires, à savoir:

- a) le nombre de couches/l'épaisseur des flocons;
- b) les dimensions latérales des flocons;
- c) l'alignement des couches;
- d) le niveau de désordre;
- e) la proportion estimée de graphène ou de graphène à quelques couches;
- f) la surface spécifique de la poudre contenant du graphène.

Les propriétés physiques ci-dessus peuvent varier au cours du traitement du matériau et de sa durée de vie, l'état d'agglomération des échantillons pouvant par exemple s'accroître ou des fonctionnalités de surface différentes apparaître. La liste ci-dessus des mesurandes du matériau initial définit ses caractéristiques inhérentes qui, en association avec les processus de fabrication choisis, détermineront les performances des produits réels. En général, les propriétés d'un matériau qui peuvent s'avérer importantes diffèrent d'un domaine d'application à un autre, selon le rôle fonctionnel de ce matériau.

Le présent document décrit des méthodes de caractérisation structurale de flocons individuels de graphène, de graphène bicouche, de nanoplaquettes de graphène et de particules de graphite isolés à partir de poudres et/ou de dispersions liquides. Il ne fournit aucune méthode permettant de déterminer si les poudres et/ou les dispersions sont ou non uniquement composées de ces matériaux. Aucune recommandation n'est donnée quant à l'instant ou à la fréquence auxquels des échantillons doivent être mesurés, bien qu'il ne soit pas prévu de le faire pour chaque lot du même matériau. Il revient à l'utilisateur de déterminer les approches à adopter pour la caractérisation, parmi celles décrites dans le présent document, ainsi que les instants opportuns et les fréquences pour le faire. Comme pour tous les examens microscopiques, une attention particulière est requise au moment de tirer des conclusions statistiques en fonction de la représentativité de l'échantillonnage.

Un ensemble d'annexes donne des exemples de protocoles pour la préparation et l'analyse des échantillons, ainsi que des exemples de sources d'incertitude et de mode opératoire pour l'analyse des données. Les méthodes employées sont la spectroscopie Raman, la microscopie électronique à balayage

(MEB), la microscopie à force atomique (AFM), la microscopie électronique à transmission (MET) et la méthode BET (Brunauer–Emmett–Teller).

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

[ISO/TS 21356-1:2021](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/467f74ca-6cf7-42eb-b53e-a9f9c81bb566/iso-ts-21356-1-2021)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/467f74ca-6cf7-42eb-b53e-a9f9c81bb566/iso-ts-21356-1-2021>

Nanotechnologies — Caractérisation structurelle du graphène —

Partie 1: Graphène issu de poudres et de dispersions

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la séquence des méthodes qui permettent de caractériser les propriétés structurelles du graphène, du graphène bicouche et des nanoplaquettes de graphène issus de poudres et de dispersions liquides, en utilisant un éventail de techniques de mesure, typiquement après l'isolation de flocons individuels sur un substrat. Les propriétés couvertes sont le nombre de couches/l'épaisseur, la taille latérale du flocon, le niveau de désordre, l'alignement des couches et la surface spécifique. Le présent document suggère également des protocoles de mesure, des modes opératoires pour la préparation des échantillons et des analyses de données pour la caractérisation du graphène issu de poudres et de dispersions.

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/TS 80004-1:2015, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 1: Termes "cœur"*

ISO/TS 80004-2:2015, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 2: Nano-objets*

ISO/TS 80004-6:2013, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 6: Caractérisation des nano-objets*

ISO/TS 80004-13:2017, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 13: Graphène et autres matériaux bidimensionnels*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO/TS 80004-1:2015, l'ISO/TS 80004-2:2015, l'ISO/TS 80004-6:2013 et l'ISO/TS 80004-13:2017 ainsi que les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>;
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>.