

团体标准

T/CSTM 00168-2020

石墨烯粉体材料判定指南

Graphene powder materials technical determination specification

CSTM标准公布使用

2020-03-23 发布

2020-06-23 实施

中关村材料试验技术联盟 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 技术要求	1
5 判定程序	2
6 报告	2
附录 A (资料性附录) 石墨烯粉体材料判定示例	3
附录 B (资料性附录) 本标准负责起草单位和主要起草人	6

CSTM标准公布使用

前 言

本标准按照GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。
请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。
本标准由中国材料与试验团体标准委员会基础与共性技术领域委员会（CSTM/FC00）提出。
本标准由中国材料与试验团体标准委员会基础与共性技术领域委员会（CSTM/FC00）归口。

CSTM标准公布使用

石墨烯粉体材料判定指南

1 范围

本标准规定了石墨烯粉体材料判定的技术要求。
本标准适用于石墨烯粉体和浆料。

2 规范性引用文件

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(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 30544.13	纳米科技术语第 13 部分: 石墨烯及相关二维材料
GB/T 33252	纳米技术 激光共聚焦显微拉曼光谱仪性能测试
GB/T 36063	纳米技术 激光共聚焦显微拉曼光谱仪性能测试
GB/T 30904	无机化工产品 晶型结构分析 X 射线衍射法
T/CSTM 00003	二维材料厚度测量 原子力显微镜法
T/CSTM 00166.1	石墨烯材料表征 第1部分 拉曼光谱法
T/CSTM 00166.2	石墨烯材料表征 第2部分 X射线衍射法
T/CSTM 00166.3	石墨烯材料表征 第3部分 透射电子显微镜法

3 术语和定义

GB/T 30544.13、GB/T 33252、GB/T 36063 和 GB/T 30904 中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

平均层数 average layer number

一定样本量的石墨烯材料层数的平均值。若此平均值不为整数的,进一位取整。

4 技术要求

石墨烯粉体材料的结构要求见表1。

表 1 石墨烯粉体材料的结构要求

序号	项目	方法标准	测试要求	技术要求
4.1	拉曼频移	T/CSTM 00166.1	必做	D 峰(1346±15) cm ⁻¹ ; G 峰(1592±14) cm ⁻¹ ; 2D 峰(2700±30) cm ⁻¹
4.2	X 射线衍射 2θ 角	T/CSTM 00166.2	必做	石墨烯粉体 2θ:10.0±1.8°~ 26.0±1.7°; 半峰宽大于 2°

4.3	厚度	T/CSTM 00003	必做	层数 ≤ 10 层； 石墨烯单层厚度 $< 0.5\text{nm}$ 石墨烯粉体材料单层厚度在 $0.4\text{nm}-1.5\text{nm}$
4.4	高分辨图像	T/CSTM 00166.3	必做	高分辨晶格图像 ≤ 10 层

*层数可通过样品厚度和单层石墨烯厚度范围估算得到。

5 判定程序

5.1 石墨烯粉体材料判定途径见图 1。

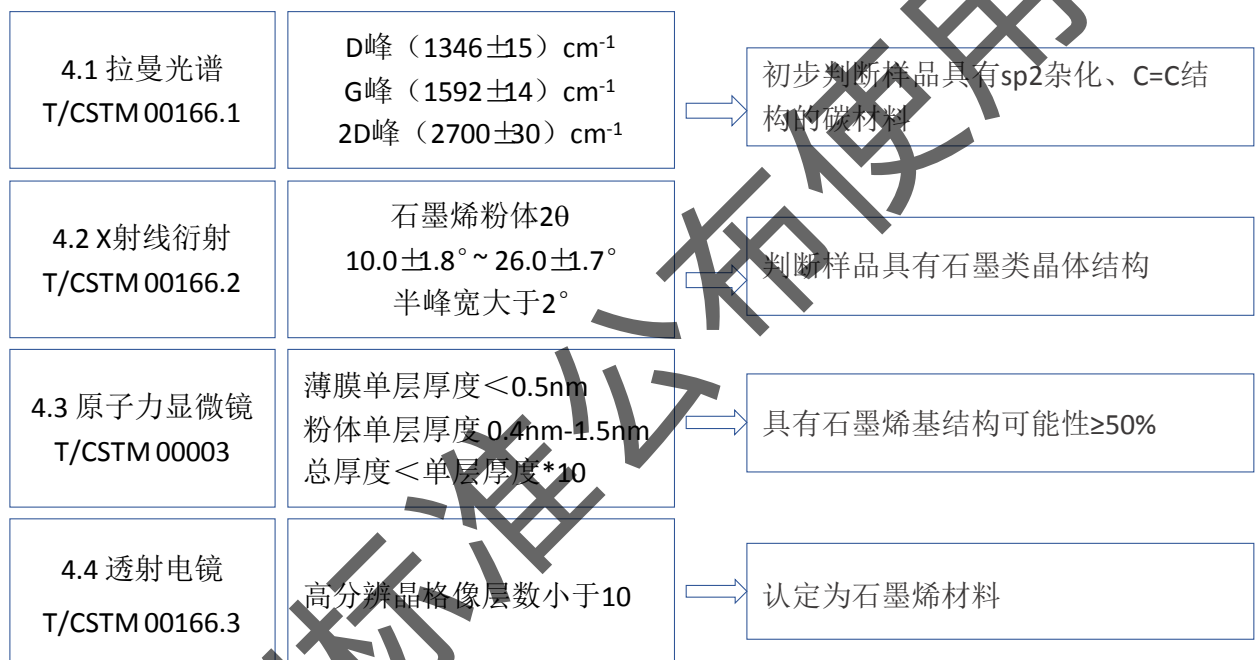


图 1 石墨烯材料判断流程

5.2 对各个测试结果依据表 1 技术要求，按照图 1 所示流程进行综合分析判断。

6 报告

报告包含但不限于以下信息：

- 1) 测定试样：样品名称、来源
- 2) 使用方法标准的版本号
- 3) 检测日期
- 4) 检测单位及检测人

附录 A
(资料性附录)
石墨烯粉体材料判定示例

A.1 厚度测试

A.1.1 仪器测试条件

AFM 校准情况	在校准期内
分辨率	1 nm (X/Y 方向); 0.1 nm (Z 方向)
扫描模式	轻敲模式
扫描范围	(10×10) μm
扫描速率	0.8Hz

A.1.2 样品测试条件

称取 5mg 石墨烯粉体样品，稀释至 1000 ml 水中（浓度为 0.005 mg/ml）。取 10 μl 上述石墨烯水溶液滴至新鲜裂解云母片上，干燥后 AFM 扫描测试，最终保存 10 片随机石墨烯材料图像，每个图像进行 3-5 次测量分析。

A.1.3 测试结果

厚度平均值= 1.16 nm；厚度标准偏差= 7.94×10^{-2} nm。

A.2 拉曼测试

A.2.1 测试条件：

测量样品同 A.1。在样品中随机选取六个位置进行测试。激光共聚焦拉曼光谱仪采用拉曼频移标准物质 GBW13654 校准，激光激发波长 514.5 nm，光栅密度 1800 g/mm，狭缝 150 μm，波数范围(0-3100) cm^{-1} ，积分时间 60 s。

A.2.2 测试结果

拉曼光谱频移特性量值	平均值 cm^{-1}	标准偏差 cm^{-1}
D 峰	1341.1	0.7
G 峰	1586.4	2.4
2D 峰	/	/

A.3 X射线衍射

A.3.1 测试条件

测量样品同 A.1。任选 5 个位置分别取样进行测试。X 射线衍射仪经过检定校准，测量条件是发散狭缝 (2/3)°、接收狭缝 (2/3)°；连续扫描，扫描范围 5°~60°；扫描速度 4°/min，步宽 0.02°。

A.3.2 测试结果

衍射峰角度 (2θ)位置	平均值	标准偏差
1	25.35°	0.14°
2	43.19°	0.07°

A.4 透射电镜

A.4.1 测试条件

测量样品同 A.1。在样品中随机选取 6 个粉末颗粒进行测试，每个颗粒中选取 1 个区域进行明场成像、选区电子衍射成像和高分辨成像，从获得的高分辨图像中选取 5 个位置测量石墨烯层厚度。实验参数如下：

加速电压：200 kV；

放大倍数：12500×~500000×；

图像像素尺寸：1024 像素×1024 像素；

曝光时间：0.3 s。

A.4.2 测试结果

A.4.2.1 图 A.1 是石墨烯样品的明场像和选区电子衍射花样，根据衍射环的直径，可判断测试区域为石墨烯，但堆叠和扭曲严重，不能确定层数。

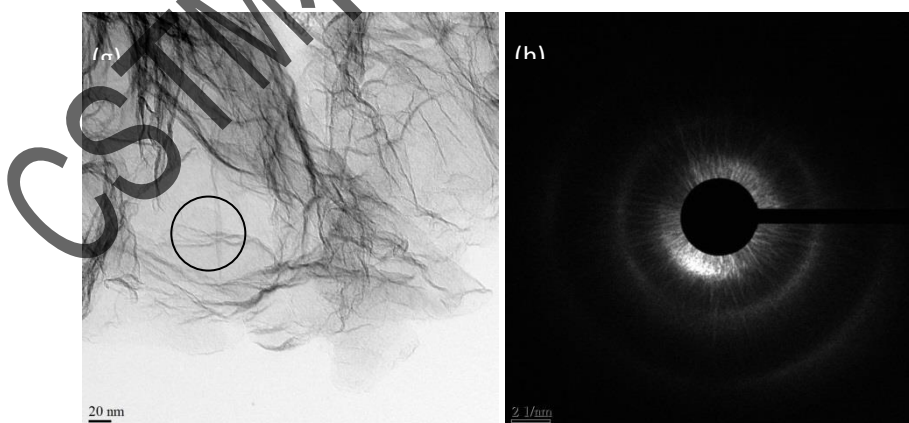


图 A.1 石墨烯样品明场像和选区电子衍射花样图

A.4.2.2 图 A.2 是样品的高分辨晶格像。从图中可以看出，样品堆叠在一起，层数在 5-8 层之间。

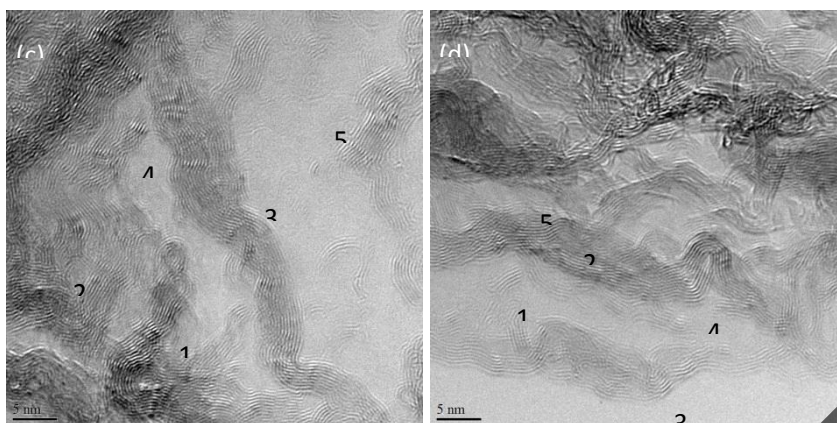


图 A.2 样品高分辨晶格像

A.5 样品判定

根据技术要求判定被测样品为石墨烯材料。

项目	测试结果	技术要求
厚度	$(1.16 \pm 0.08) \text{ nm}$	层数 ≤ 10 层； 石墨烯单层厚度 $< 0.5 \text{ nm}$ 石墨烯粉体材料单层厚度在 $0.4 \text{ nm} - 1.5 \text{ nm}$
X 射线衍射 2θ 角	$(25.35 \pm 0.14)^\circ$	石墨烯粉体 $2\theta: 10.0 \pm 1.8^\circ \sim 26.0 \pm 1.7^\circ$ ； 半峰宽大于 2°
拉曼频移	D 峰: $(1341.1 \pm 0.7) \text{ cm}^{-1}$ G 峰: $(1586.4 \pm 2.4) \text{ cm}^{-1}$	D 峰 $(1346 \pm 15) \text{ cm}^{-1}$ ； G 峰 $(1592 \pm 14) \text{ cm}^{-1}$ ； 2D 峰 $(2700 \pm 30) \text{ cm}^{-1}$
透射电镜	5 层-8 层	单层：电子衍射谱的最内层是由六个衍射斑点组成的正六边形；多层：电子衍射谱的最内层是由六个衍射斑点组成的正六边形

附录 B

(资料性附录)

本标准负责起草单位和主要起草人

本标准负责起草单位：中国计量科学研究院、北京市理化分析测试中心、中国科学院山西煤炭化学研究所、深圳市电源技术学会。

本标准主要起草人：任玲玲、刘伟丽、陈成猛、苏春华。

CSTM标准公布使用