



中华人民共和国国家标准

GB/T 43598—2023

纳米技术 石墨烯粉体氧含量和 碳氧比的测定 X 射线光电子能谱法

Nanotechnology—Measurement for oxygen content and C/O of graphene
powder—X-ray photoelectron spectroscopy

2023-12-28 发布

2024-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 试剂或材料	3
6 仪器设备	3
7 环境条件	3
8 样品处理	3
9 测试程序	4
10 数据处理	6
11 测试报告	7
附录 A (资料性) 样品预处理条件的考察	8
附录 B (资料性) 测试样品制备方式	10
附录 C (资料性) rGO 粉体样品测试示例	11
附录 D (资料性) GO 粉体样品测试示例	13
参考文献	15

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。

本文件由中国科学院提出。

本文件由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本文件起草单位：国家纳米科学中心、中国计量科学研究院、广州特种承压设备检测研究院、广东墨睿科技有限公司、泰州石墨烯研究检测平台有限公司、常州第六元素材料科技股份有限公司、常州富烯科技股份有限公司、贝特瑞新材料集团股份有限公司、宁波石墨烯创新中心有限公司、江苏杉元科技有限公司、黑龙江诺康石墨新材料科技有限公司、烯旺新材料科技股份有限公司、厦门斯研新材料技术有限公司、黑龙江省石墨谷新材料科技有限公司、中关村华清石墨烯产业技术创新联盟。

本文件主要起草人：徐鹏、刘忍肖、葛广路、任玲玲、尹宗杰、李茂东、蔡金明、梁惠明、丁荣、瞿研、周步存、黄友元、朱彦武、陈苗裙、李子坤、孙旭冉、苏冬、汪洵、田国兰、郭延军、刘兆平、周旭峰、孙培育、刘刚桥、张文胜、吕雪、冯欣悦、王兰兰、王研、霍珊、梅佳、时浩、戴石锋、冯巧娜。

引 言

石墨烯材料具有优异的电、热和机械性能,在锂离子电池、集成电路、5G 通信、新型显示等电热应用领域展现出广阔的应用前景。石墨烯材料的氧含量和碳氧比(C/O)是直接影响其电热应用性能的重要特性参数,也是识别石墨烯或氧化石墨烯(GO)材料类型的关键指标,亦可用于评价产品质量、评估还原氧化石墨烯(rGO)的还原程度。随着石墨烯材料产业应用规模的快速提升和应用场景的不断扩大,对石墨烯材料氧含量和 C/O 的准确、可靠测定提出了迫切需求,尤其是对于石墨烯粉体、石墨烯浆料这两类主要产业应用形态。X 射线光电子能谱技术(XPS)是一种对材料表面化学性质具有高识别能力、高灵敏度的先进分析技术,尤其适用于固体材料表面分析,具有样品用量小、样品无需前处理、分析速度快、可得被测元素的化学态信息、对样品的破坏性非常小等显著优势,用于石墨烯材料的测试分析时,不仅可获得石墨烯材料中碳和氧的原子分数,还可通过碳-氧(C-O)、碳-碳(C-C)化学键的分布情况判断石墨烯材料的类型。本文件以先进材料和标准凡尔赛计划(VAMAS)国际比对研究为基础,描述了用 XPS 测定石墨烯粉体氧含量和 C/O 的测试方法,给出了氧含量和 C/O 这两个关键特性参数的参考技术指标,对石墨烯企业开展石墨烯材料及相关产品的生产、研发和质量管控提供了必要的技术依据,并使石墨烯产业链条上供需双方得以进行相互间认同一致的产品性能评价与规格确认。

纳米技术 石墨烯粉体氧含量和 碳氧比的测定 X 射线光电子能谱法

1 范围

本文件描述了用 X 射线光电子能谱技术(XPS)测定石墨烯粉体中氧元素含量(原子分数)和碳氧比的方法。

本文件适用于石墨烯粉体、石墨烯浆料,其他碳基纳米材料的测定参照执行。

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 19500 X 射线光电子能谱分析方法通则

GB/T 22571 表面化学分析 X 射线光电子能谱仪 能量标尺的校准

GB/T 25185 表面化学分析 X 射线光电子能谱 荷电控制和荷电校正方法的报告

GB/T 28894 表面化学分析 分析前样品的处理

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石墨烯 **graphene**

石墨烯层 **graphene layer**

单层石墨烯 **single-layer graphene; monolayer graphene**

由一个碳原子与周围三个近邻碳原子结合形成蜂窝状结构的碳原子单层。

注 1: 它是许多碳纳米物体的重要构建单元。

注 2: 由于石墨烯仅有一层,因此通常被称为单层石墨烯。石墨烯缩写为 1LG,以便区别于缩写为 2LG 的双层石墨烯和缩写为 FLG 的少层石墨烯。

注 3: 石墨烯有边界,并且在碳-碳键遭到破坏的地方有缺陷和晶界。

[来源:GB/T 30544.13—2018,3.1.2.1]

3.2

石墨烯粉体 **graphene powder**

主要由石墨烯和相关二维材料组成的、外观为黑色或棕黄色的粉体。

注: 石墨烯粉体包括单层石墨烯(1LG)、双层石墨烯(2LG)、少层石墨烯(FLG)、石墨烯纳米片(GNP)、机械剥离石墨烯、化学解离石墨烯、小分子合成(CVD、PVD)石墨烯、还原氧化石墨烯(rGO)、氧化石墨烯(GO)等。

[来源:GB/T 42240—2022,3.2]

3.3

氧化石墨烯 **graphene oxide; GO**

对石墨进行氧化及剥离后所得到的化学改性石墨烯,其基平面已被强氧化改性。