DIN CEN ISO/TS 23359:2026-03 (D)

Nanotechnologien - Chemische Charakterisierung von mit Graphen verwandten zweidimensionalen Materialien aus Pulvern und flüssigen Dispersionen (ISO/TS 23359:2025); Deutsche Fassung CEN ISO/TS 23359:2025

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 8
Vorwort 9
Einleitung 10
1 Anwendungsbereich 11
2 Normative Verweisungen 11
3 Begriffe 12
4 Abkürzungen 15
5 Ansätze zur chemischen Charakterisierung 16
6 Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) 18
6.1 Einleitung 18
6.2 Messgerätevorbereitung 18
6.3 Probenvorbereitung 19
6.4 Verfahren 19
6.5 Quantitative Analyse 22
7 Thermogravimetrische Analyse (TGA) 23
7.1 Einleitung 23
7.2 Probenvorbereitung 25
7.2.1 Allgemeines 25
7.2.2 Gerätebedingungen und -vorbereitung 25
7.2.3 Vorbereitung des Tiegels 26
7.2.4 Durchführung der Messung 26
7.3 Datenverarbeitung und quantitative Analyse 26
7.3.1 Darstellung der Daten 26
7.3.2 Bestimmung der Anzahl der Massenänderungsschritte 27
7.3.3 Bestimmung der Temperatur der maximalen Massenänderungsrate (T_{max}) 27
7.3.4 Identifizierung des Vorhandenseins von GR2M 27
7.3.5 Bestimmung des Massenanteils in Prozent 28
8 Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) 30
9 Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR) 31
10 Bericht 31
10.1 Einleitung 31
10.2 Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) 31
10.3 Thermogravimetrische Analyse (TGA) 31
10.4 Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) 32
10.5 Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR) 32
Anhang A (informativ) Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) 33
A.1 Einleitung 33
A.2 Gerätevorbereitung 33
A.3 Reagenzien 33
A.3.1 Chemische Reagenzien 33

A.3.2 Interne Standardlösungen ... 34
A.3.3 Blindlösung ... 34
A.4 Probenvorbehandlung ... 34
A.4.1 Einleitung ... 34
A.4.2 Mikrowellenaufschlusssystem ... 35
A.4.3 Probenvorbehandlung und -vorbereitung ... 35
A.4.4 Mikrowellenunterstützer Säureaufschluss ... 35
A.5 Verfahren ... 36
A.5.1 Allgemeines ... 36
A.5.2 Messung der Probe ... 36
A.6 Analyse ... 37
A.6.1 Standardkalibrierkurve ... 37
A.6.2 Massenkonzentration ... 37
A.7 Messbericht ... 37

Anhang B (informativ) Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR) ... 39
B.1 Einleitung ... 39
B.2 Gerätevorbereitung ... 39
B.3 Vorbereitung der Probe ... 39
B.4 Messvorgang ... 40
B.4.1 Anfangseinstellungen ... 40
B.4.2 Untergrundabtastung ... 40
B.4.3 Kalibrierung mittels Referenzmaterial ... 40
B.4.4 Messung der Probe ... 41
B.4.5 Datenanalyse ... 41
B.5 Berichterstattung ... 42

Anhang C (informativ) Zusammenfassung der Ringversuche mit Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) ... 43
C.1 Einleitung ... 43
C.2 Versuch 1: Atomare Verhältnisse des C/O-Verhältnisses (O/C-Verhältnisses) ... 43
C.2.1 Einleitung ... 43
C.2.2 Ergebnisse ... 43
C.3 Versuch 2: Funktionalisierte Graphen-Nanotäfelchen (GNPs) ... 45
C.3.1 Einleitung ... 45
C.3.2 Ergebnisse ... 46

Anhang D (informativ) Zusammenfassung des Ringversuchs mittels thermogravimetrischer Analyse (TGA) ... 49
D.1 Einleitung ... 49
D.2 Ziel und Verfahren ... 49
D.3 Ergebnisse ... 49

Anhang E (informativ) Zusammenfassung des Ringversuchs mit Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) ... 56
E.1 Einleitung ... 56
E.2 Versuch und Verfahren ... 56
E.3 Ergebnisse ... 56

Anhang F (informativ) Zusammenfassung des kleinen Ringversuchs mit Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR) ... 59
F.1 Einleitung ... 59
F.2 Verfahren ... 59
F.3 Zusammenfassung der Ergebnisse ... 59

Literaturhinweise ... 62

Bilder

Bild 1 — Reihenfolge der eingesetzten Verfahren zur Bestimmung der chemischen Eigenschaften von GR2Ms aus Pulver oder flüssiger Dispersion 17

Bild 2 — Beispiel eines gepressten Pellets, das auf ein Silicium-Wafer aufgebracht ist 19

Bild 3 — Beispiel eines XPS-Spektrums 22

Bild 4 — Beispiele für TG- und DTG-Diagramme für Pulver, die unterschiedliche GR2Ms enthalten 24

Bild 5 — Beispielergebnisse von TG-, DTG- und d2TG-Kurven für GO 30

Bild C.1 — Ergebnisse aus den Messungen des C/O-Verhältnisses mittels XPS 45

Bild C.2 — Einfluss des Pressdrucks auf die Messung des O/C-Verhältnisses mittels XPS 46

Bild C.3 — Vergleich der Messungen des F/C-Verhältnisses mittels XPS und HAXPES 47

Bild C.4 — Ergebnisse des XPS-Ringversuchs 48

Bild D.1 — Beispiele für TG-Kurve (oben), DTG-Kurve (mittig) und d2TG-Kurve (unten) für GO-, rGO- und FLG-Proben 50

Bild D.2 — Ringversuchsergebnisse für T_{max} für Kohlenstoff aus GO-, rGO- und FLG-Proben 53

Bild D.3 — Ringversuchsergebnisse für den prozentualen Sauerstoffanteil der GO-Probe 54

Bild D.4 — Statistische Konformität ausgewählter Charakterisierungsparameter 54

Bild E.1 — ICP-MS-Ringversuchsergebnisse für Metallverunreinigungen in Probe 1 (S1) 57

Bild E.2 — ICP-MS-Ringversuchsergebnisse für Metallverunreinigungen in Probe 2 (S2) 58

Bild F.1 — Ringversuchsergebnisse mittels FTIR für eine GO-Probe 60

Bild F.2 — Ringversuchsergebnisse mittels FTIR für eine rGO-Probe 60

Bild F.3 — Ringversuchsergebnisse mittels FTIR für eine FLG-Probe 61

Tabellen

Tabelle 1 — Ansätze zur chemischen Charakterisierung 16

Tabelle 2 — Beispielergebnisse aus der thermogravimetrischen Analyse (TGA) einer GR2M-Probe 30

Tabelle B.1 — Schwingungsformen und Peak-Positionen von typischen funktionellen Gruppen von GR2M 41

Tabelle C.1 — Ergebnisse eines VAMAS-Ringversuchs mittels XPS für eine GNP-Probe 43

Tabelle D.1 — Beispiel für verarbeitete TG-Daten für eine GO-Probe 50