RAPPORT
TECHNIQUE

ISO TR
19733

Première édition
2019-03

Nanotechnologies — Matrice des propriétés et des techniques de mesure pour le graphène et autres matériaux bidimensionnels (2D)

Nanotechnologies — Matrix of properties and measurement techniques for graphene and related two-dimensional (2D) materials

Numéro de référence
ISO 19733:2019(F)

© ISO 2019



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **v**

Introduction ..... **vi**

1 Domaine d'application **1**

2 Références normatives **1**

3 Termes et définitions, symboles et abréviations **1**
3.1 Termes et définitions 1
3.2 Symboles et abréviations 3

4 Matrice des propriétés et des techniques de mesure pour le graphène et les matériaux 2D similaires **3**

5 Propriétés et mesurandes **5**
5.1 Propriétés structurelles 5
5.1.1 Défaut cristallin 5
5.1.2 Taille du domaine (grain) 6
5.1.3 Taille de paillette 6
5.1.4 Nombre de couches 6
5.1.5 Angle d'empilement 6
5.1.6 Aire de surface 6
5.1.7 Épaisseur 7
5.2 Propriétés chimiques 7
5.2.1 Teneur en métaux 7
5.2.2 Composants hors graphène et résidus 7
5.2.3 Teneur en oxygène 7
5.3 Propriétés mécaniques, module d'élasticité 7
5.4 Propriétés thermiques, conductivité thermique 7
5.5 Propriétés optiques, facteur de transmission 7
5.6 Propriétés électriques et électroniques 8
5.6.1 Concentration (densité) de porteurs de charge 8
5.6.2 Mobilité des porteurs de charge 8
5.6.3 Résistance de feuillet 8
5.6.4 Travail de sortie 9

6 Techniques de mesure **9**
6.1 Microscopie à force atomique (AFM) 9
6.2 Méthode de Brunauer, Emmett et Teller (BET) 10
6.3 Analyse par combustion 10
6.4 Analyse de rayons X par microsonde de Castaing (EPMA) 10
6.5 Résonance de spin électronique (RSE) 11
6.6 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) 11
6.7 Mesure de l'effet Hall 11
6.8 Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) 11
6.9 Microscopie à sonde de Kelvin (KPFM) 12
6.10 Microscopie à électrons lents (LEEM) 12
6.11 Microscopie optique 13
6.12 Spectroscopie Raman 13
6.13 Microscopie électronique à balayage (MEB) 13
6.14 Spectrométrie de masse d'ions secondaires (SIMS) 14
6.15 Microscopie à effet tunnel (STM) 14
6.16 Microscopie électronique à transmission (MET) 14
6.17 Analyse thermogravimétrique (ATG) 15
6.18 Titrage 15
6.19 Spectroscopie photoélectronique UV (UPS) 15
6.20 Spectroscopie ultraviolette, visible, dans le proche infrarouge (UV-VIS-NIR) 15
6.21 Diffraction des rayons X (XRD) 16

© ISO 2019 – Tous droits réservés

6.22 Spectroscopie de photoélectrons X (XPS) 16
6.23 Mesure 4 pointes 16
Bibliographie **17**

 © ISO 2019 – Tous droits réservés

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 élaboré conjointement par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies* et le comité d'étude IEC/TC 113, *Nanotechnologies relatives aux appareils et systèmes électrotechnologiques*. Le projet a été soumis aux organismes nationaux de l'ISO et de l'IEC pour vote.

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.

© ISO 2019 – Tous droits réservés

Introduction

Le graphène est une monocouche d'atomes de carbone où chaque atome est lié à trois voisins, dans une structure en nid d'abeilles[1]. Depuis sa découverte en 2004[2], le graphène est devenu l'un des matériaux les plus attrayants en recherche applicative et dans l'industrie des composants, en raison de ses propriétés remarquables telles que la résistance mécanique, la rigidité et l'élasticité, les hautes conductivités thermique et électrique, la transparence optique, etc. Les applications à base de graphène pourraient remplacer bon nombre des technologies actuelles de développement de composants dans les écrans tactiles souples, les diodes électroluminescentes organiques (OLED), les cellules solaires, les supercondensateurs et les blindages électromagnétiques. Pour mieux comprendre les propriétés de ce matériau et mettre au point des méthodes permettant une production en série de qualité, les universités, les instituts de recherche et les laboratoires du monde entier mènent actuellement des recherches intensives sur le graphène ainsi que sur les matériaux bidimensionnels (2D) similaires. Cependant, avant de commercialiser ces matériaux révolutionnaires à grande échelle, il est essentiel que les techniques de caractérisation et de mesure utilisées pour déterminer les propriétés importantes de ces matériaux soient normalisées et mondialement reconnues. Dans le présent document, les techniques de caractérisation et de mesure des propriétés particulières du graphène et des matériaux 2D similaires nécessitant une normalisation, sont organisées sous forme de matrice. Cette matrice peut servir de guide initial pour l'élaboration des normes internationales requises pour la caractérisation et le mesurage du graphène et des matériaux 2D similaires.

© ISO 2019 – Tous droits réservés

Nanotechnologies — Matrice des propriétés et des techniques de mesure pour le graphène et autres matériaux bidimensionnels (2D)

1 Domaine d'application

Le présent document fournit une matrice qui associe les propriétés clés du graphène et des matériaux bidimensionnels (2D) similaires aux techniques de mesure commercialisées. Cette matrice spécifie des techniques de mesure qui permettent de caractériser les propriétés chimiques, physiques, électriques, optiques, thermiques et mécaniques du graphène et des matériaux 2D similaires.

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 80004-13, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 13: Graphène et autres matériaux bidimensionnels*

3 Termes et définitions, symboles et abréviations

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO/TS 80004-13 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 http://www.electropedia.org/

3.1.1
graphène
monocouche d'atomes de carbone où chaque atome est lié à trois voisins, dans une structure en nid d'abeilles

Note 1 à l'article: C'est un élément de base important pour beaucoup de nano-objets carbonés.

Note 2 à l'article: Lorsque le graphène possède une couche unique, il est parfois appelé graphène monocouche ou bien graphène à couche unique et il est abrégé en 1LG pour le distinguer du graphène bicouche (2LG) et du graphène à quelques couches (FLG).

Note 3 à l'article: Le graphène possède des bords latéraux et peut avoir des défauts et des joints de grains à l'endroit où la liaison est perturbée.

[SOURCE: ISO/TS 80004-13:2017, 3.1.2.1]

© ISO 2019 – Tous droits réservés

3.1.2
matériau bidimensionnel
matériau 2D
matériau constitué d'une ou plusieurs couches, les atomes de chaque couche étant fortement liés aux atomes voisins sur cette même couche, possédant une dimension, son épaisseur, à l'échelle nanométrique ou inférieure et les deux autres dimensions généralement à des échelles plus grandes

Note 1 à l'article: Le nombre de couches nécessaires pour qu'un matériau bidimensionnel devienne un matériau massique varie en fonction du matériau mesuré et de ses propriétés. Dans le cas des couches de graphène, il s'agit d'un matériau bidimensionnel d'une épaisseur allant jusqu'à 10 couches pour les mesures électriques[3][4], au-delà desquelles les propriétés électriques du matériau ne sont plus différentes de celles du matériau massique (également connu en tant que graphite).

Note 2 à l'article: Une liaison intercouches est distincte et plus faible qu'une liaison intracouche.

Note 3 à l'article: Chaque couche peut contenir plus d'un élément.

Note 4 à l'article: Un matériau bidimensionnel peut être une nanoplaque.

[SOURCE: ISO/TS 80004-13:2017, 3.1.1.1]

Note 5 à l'article: Dans le présent document, les matériaux 2D similaires se rapportent au graphène et aux matériaux dérivés tels que l'oxyde de graphène et l'oxyde de graphène réduit, ainsi qu'à d'autres matériaux 2D de structure similaire à celle du graphène et présentant des propriétés prometteuses incluant, mais sans s'y limiter, les versions monocouches et à quelques couches du nitrure de bore hexagonal (hBN), du disulfure de molybdène (MoS_2), du diséléniure de tungstène (WSe_2), du silicène et du germanène ainsi que les assemblages en couches des mélanges de ces matériaux.

3.1.3
oxyde de graphène
GO
graphène modifié chimiquement et préparé par une oxydation et une exfoliation du graphite, engendrant une modification oxydante étendue du plan de base

Note 1 à l'article: L'oxyde de graphène est un matériau monocouche ayant une forte teneur en oxygène, typiquement caractérisé par un rapport atomique C/O d'environ 2,0 en fonction de la méthode de synthèse.

[SOURCE: ISO/TS 80004-13:2017, 3.1.2.13]

3.1.4
oxyde de graphène réduit
rGO
forme d'oxyde de graphène ayant une teneur en oxygène réduite

Note 1 à l'article: Il peut être produit par des méthodes chimiques, thermiques, photochimiques, photothermiques, microbiennes/bactériennes, par micro-ondes, ou bien encore par une exfoliation d'oxyde de graphite réduit.

Note 2 à l'article: Si l'oxyde de graphène était entièrement réduit, le produit serait le graphène. Cependant, dans la pratique, certains groupes fonctionnels contenant de l'oxygène subsisteront et toutes les liaisons sp^3 ne retourneront pas à une configuration sp^2. Des réducteurs différents donneront lieu à des rapports carbone/oxygène différents et à des compositions chimiques différentes dans l'oxyde de graphène réduit.

Note 3 à l'article: Il peut prendre la forme de plusieurs variations morphologiques, telles que des plaquettes et des structures vermiculaires.

[SOURCE: ISO/TS 80004-13:2017, 3.1.2.14]

© ISO 2019 – Tous droits réservés

3.2 Symboles et abréviations

AFM	Microscopie à force atomique
BET	Méthode de Brunauer, Emmett et Teller
EDS	Spectroscopie à dispersion d'énergie
EPMA	Analyse de rayons X par microsonde de Castaing
RSE	Résonance de spin électronique
FT-IR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
ICP-MS	Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif
KPFM	Microscopie à sonde de Kelvin
LEEM	Microscopie à électrons lents
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
SIMS	Spectrométrie de masse d'ions secondaires
SKPM	Microscopie à sonde de Kelvin à balayage
STM	Microscopie à effet tunnel
MET	Microscopie Électronique à Transmission
TGA	Analyse thermo-gravimétrique
UPS	Spectroscopie photoélectronique UV
UV-VIS-NIR	Spectroscopie ultraviolette, visible, dans le proche infrarouge
WDS	Spectroscopie à dispersion de longueur d'onde
XRD	Diffraction de rayons X
XPS	Spectroscopie de photoélectrons X

4 Matrice des propriétés et des techniques de mesure pour le graphène et les matériaux 2D similaires

Le Tableau 1 est une matrice qui associe les propriétés clés du graphène et des matériaux bidimensionnels (2D) similaires aux techniques de mesure commercialisées. Cette matrice spécifie des techniques de mesure qui permettent de caractériser les propriétés chimiques, physiques, électriques, optiques, thermiques et mécaniques du graphène et des matériaux 2D similaires. Bien qu'il existe beaucoup d'autres techniques qui permettent d'étudier le graphène et les matériaux 2D similaires, le présent document se limite uniquement à celles qui sont le plus utilisées et largement commercialisées.

Certaines des techniques mentionnées dans cette matrice peuvent ne pas convenir à toutes les formes de graphène et de matériaux 2D similaires, mais ne peuvent être appliquées qu'à une forme spécifique (en feuilles, poudre ou dispersion). Il est également possible d'obtenir différents résultats de mesure avec ces techniques, en fonction des méthodes de synthèse du graphène et des matériaux 2D similaires à caractériser, telles qu'un dépôt chimique en phase vapeur (CVD), une exfoliation mécanique ou d'autres méthodes. Les formes appropriées, la méthode de synthèse et la préparation des échantillons de graphène ou des matériaux 2D similaires auxquelles chaque technique peut s'appliquer, seront

© ISO 2019 – Tous droits réservés