

**DIN CEN ISO/TS 21356-1**

ICS 07.120

**Nanotechnologies –  
Strukturelle Charakterisierung von Graphen –  
Teil 1: Graphen aus Pulvern und Dispersionen (ISO/TS 21356-1:2021);  
Deutsche Fassung CEN ISO/TS 21356-1:2022**

Nanotechnologies –  
Structural characterization of graphene –  
Part 1: Graphene from powders and dispersions (ISO/TS 21356-1:2021);  
German version CEN ISO/TS 21356-1:2022

Nanotechnologies –  
Caractérisation structurelle du graphène –  
Partie 1: Graphène issu de poudres et de dispersions (ISO/TS 21356-1:2021);  
Version allemande CEN ISO/TS 21356-1:2022

Gesamtumfang 64 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

## **Nationales Vorwort**

Der Text von ISO/TS 21356-1:2021 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 229 „Nanotechnologies“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee IEC/TC 113 „Nanotechnology for electrotechnical products and systems“ der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) erarbeitet und als CEN ISO/TS 21356-1:2022 vom Technischen Komitee CEN/TC 352 „Nanotechnologies“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Unterausschuss NA 062-08-17-02 UA „Prüfverfahren“ des Arbeitsausschusses NA 062-08-17 AA „Nanotechnologies“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

|                      |       |                                                   |
|----------------------|-------|---------------------------------------------------|
| ISO 9277:2010        | siehe | DIN ISO 9277:2014-01                              |
| ISO 21363:2020       | siehe | DIN EN ISO 21363:2022-03                          |
| ISO/TS 80004-1:2015  | siehe | DIN CEN ISO/TS 80004-1 (DIN SPEC 52400-1):2016-04 |
| ISO/TS 80004-2:2015  | siehe | DIN CEN ISO/TS 80004-2 (DIN SPEC 52400-2):2017-09 |
| ISO/TS 80004-6:2021  | siehe | DIN CEN ISO/TS 80004-6:2021-09                    |
| ISO/TS 80004-13:2017 | siehe | DIN CEN ISO/TS 80004-13:2020-11                   |

Technische Spezifikationen sind nicht Bestandteil des Deutschen Normenwerks.

Eine Technische Spezifikation ist das Ergebnis einer Normungsarbeit, das wegen bestimmter Vorbehalte zum Inhalt oder wegen des gegenüber einer Norm abweichenden Aufstellungsverfahrens von DIN noch nicht als Norm herausgegeben wird.

Erfahrungen mit dieser Technischen Spezifikation sind erbeten:

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an [NMP@dingruppe.net](mailto:NMP@dingruppe.net) in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/stellungnahme](http://www.din.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss NMP, 10772 Berlin.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN ([www.din.de](http://www.din.de)) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN ISO 9277:2014-01, *Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Festkörpern mittels Gasadsorption — BET-Verfahren (ISO 9277:2010)*

DIN EN ISO 21363:2022-03, *Nanotechnologien — Messungen von Partikelgrößen- und Partikelformverteilungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie (ISO 21363:2020); Deutsche Fassung EN ISO 21363:2022*

DIN CEN ISO/TS 80004-1 (DIN SPEC 52400-1):2016-04, *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 1: Kernbegriffe (ISO/TS 80004-1:2015); Deutsche Fassung CEN ISO/TS 80004-1:2015*

DIN CEN ISO/TS 80004-2 (DIN SPEC 52400-2):2017-09, *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 2: Nanoobjekte (ISO/TS 80004-2:2015); Deutsche Fassung CEN ISO/TS 80004-2:2017*

DIN CEN ISO/TS 80004-6:2021-09, *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 6: Charakterisierung von Nanoobjekten (ISO/TS 80004-6:2021); Deutsche Fassung CEN ISO/TS 80004-6:2021*

DIN CEN ISO/TS 80004-13:2020-11, *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 13: Graphen und andere zweidimensionale (2D) Werkstoffe (ISO/TS 80004-13:2017); Deutsche Fassung CEN ISO/TS 80004-13:2020*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Nanotechnologien —  
Strukturelle Charakterisierung von Graphen —  
Teil 1: Graphen aus Pulvern und Dispersionen  
(ISO/TS 21356-1:2021)

Nanotechnologies —  
Structural characterization of graphene —  
Part 1: Graphene from powders and dispersions  
(ISO/TS 21356-1:2021)

Nanotechnologies —  
Caractérisation structurelle du graphène —  
Partie 1: Graphène issu de poudres et de dispersions  
(ISO/TS 21356-1:2021)

Diese Technische Spezifikation (CEN/TS) wurde vom CEN am 13. März 2022 als eine künftige Norm zur vorläufigen Anwendung angenommen.

Die Gültigkeitsdauer dieser CEN/TS ist zunächst auf drei Jahre begrenzt. Nach zwei Jahren werden die Mitglieder des CEN gebeten, ihre Stellungnahmen abzugeben, insbesondere über die Frage, ob die CEN/TS in eine Europäische Norm umgewandelt werden kann.

Die CEN Mitglieder sind verpflichtet, das Vorhandensein dieser CEN/TS in der gleichen Weise wie bei einer EN anzukündigen und die CEN/TS verfügbar zu machen. Es ist zulässig, entgegenstehende nationale Normen bis zur Entscheidung über eine mögliche Umwandlung der CEN/TS in eine EN (parallel zur CEN/TS) beizubehalten.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG  
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION  
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

## Inhalt

|                                                                                                                       | Seite |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort .....                                                                                            | 4     |
| Vorwort .....                                                                                                         | 5     |
| Einleitung .....                                                                                                      | 6     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                                                                             | 8     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                                                                        | 8     |
| 3 Begriffe .....                                                                                                      | 8     |
| 4 Abkürzungen .....                                                                                                   | 10    |
| 5 Abfolge der Messverfahren .....                                                                                     | 11    |
| 6 Schnellprüfung auf Vorhandensein von graphitischem Material mittels Raman-Spektroskopie .....                       | 13    |
| 7 Herstellung einer flüssigen Dispersion .....                                                                        | 15    |
| 7.1 Allgemeines .....                                                                                                 | 15    |
| 7.2 Herstellung einer Dispersion der korrekten Konzentration .....                                                    | 15    |
| 7.2.1 Pulverproben .....                                                                                              | 15    |
| 7.2.2 Bereits dispergierte Proben .....                                                                               | 16    |
| 8 Ermittlung der Verfahren .....                                                                                      | 16    |
| 9 Strukturelle Charakterisierung mittels Lichtmikroskopie, REM, AFM und Raman-Spektroskopie .....                     | 17    |
| 10 Strukturelle Charakterisierung mittels TEM .....                                                                   | 18    |
| 11 Bestimmung der Oberfläche nach dem BET-Verfahren .....                                                             | 18    |
| 12 Berechnung der lateralen Größe und des Stoffmengenanteils von Graphen .....                                        | 19    |
| Anhang A (informativ) Schnellprüfung für graphitisches Material mittels Raman-Spektroskopie .....                     | 20    |
| A.1 Allgemeines .....                                                                                                 | 20    |
| A.2 Probenaufbereitung .....                                                                                          | 20    |
| A.2.1 Probenaufbereitung aus einer flüssigen Dispersion .....                                                         | 20    |
| A.2.2 Probenaufbereitung bei Verwendung eines Pulvers .....                                                           | 20    |
| A.3 Verfahren .....                                                                                                   | 21    |
| Anhang B (informativ) Protokoll für die strukturelle Charakterisierung mittels REM, AFM und Raman-Spektroskopie ..... | 23    |
| B.1 Allgemeines .....                                                                                                 | 23    |
| B.2 Probenaufbereitung .....                                                                                          | 23    |
| B.2.1 Pipettieren für die REM, AFM und Raman-Spektroskopie .....                                                      | 23    |
| B.2.2 Lichtmikroskopie .....                                                                                          | 24    |
| B.3 REM-Analyse .....                                                                                                 | 26    |
| B.3.1 Allgemeines .....                                                                                               | 26    |
| B.3.2 Messprotokoll .....                                                                                             | 27    |
| B.3.3 Datenanalyse .....                                                                                              | 28    |
| B.4 AFM-Analyse .....                                                                                                 | 30    |
| B.4.1 Allgemeines .....                                                                                               | 30    |
| B.4.2 Messprotokoll .....                                                                                             | 31    |

|                                                                                                                                              |                                                                  |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|----|
| B.4.3                                                                                                                                        | Datenanalyse.....                                                | 32 |
| B.5                                                                                                                                          | Raman-Spektroskopie .....                                        | 37 |
| B.5.1                                                                                                                                        | Allgemeines .....                                                | 37 |
| B.5.2                                                                                                                                        | Messprotokoll.....                                               | 37 |
| B.5.3                                                                                                                                        | Datenanalyse.....                                                | 38 |
| Anhang C (informativ) Strukturelle Charakterisierung mittels TEM.....                                                                        |                                                                  | 41 |
| C.1                                                                                                                                          | Allgemeines .....                                                | 41 |
| C.2                                                                                                                                          | Probenaufbereitung für TEM .....                                 | 41 |
| C.3                                                                                                                                          | Messprotokoll.....                                               | 42 |
| C.4                                                                                                                                          | Datenanalyse.....                                                | 44 |
| Anhang D (informativ) Berechnung der lateralen Größe und des Stoffmengenanteils.....                                                         |                                                                  | 48 |
| D.1                                                                                                                                          | Allgemeines .....                                                | 48 |
| D.2                                                                                                                                          | Durchschnittliche laterale Flockengröße.....                     | 48 |
| D.3                                                                                                                                          | Stoffmengenanteil .....                                          | 49 |
| D.3.1                                                                                                                                        | Allgemeines .....                                                | 49 |
| D.3.2                                                                                                                                        | Ausschließlich AFM.....                                          | 50 |
| D.3.3                                                                                                                                        | AFM in Kombination mit REM oder TEM .....                        | 50 |
| D.3.4                                                                                                                                        | Raman-Spektroskopie in Kombination mit AFM und REM oder TEM..... | 52 |
| Anhang E (informativ) Brunauer-Emmett-Teller-Verfahren.....                                                                                  |                                                                  | 55 |
| E.1                                                                                                                                          | Allgemeines .....                                                | 55 |
| E.2                                                                                                                                          | Entgasung der Probe .....                                        | 55 |
| E.3                                                                                                                                          | Verfahren .....                                                  | 56 |
| E.4                                                                                                                                          | Analyse .....                                                    | 57 |
| Anhang F (informativ) Zusätzliche Probenaufbereitungsprotokolle — Aufbereitung und<br>Reinigung von Siliciumdioxid-auf-Silicium-Wafern ..... |                                                                  | 59 |
| Literaturhinweise.....                                                                                                                       |                                                                  | 60 |

## **Europäisches Vorwort**

Der Text von ISO/TS 21356-1:2021 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 229 „Nanotechnologies“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als CEN ISO/TS 21356-1:2022 vom Technischen Komitee CEN/TC 352 „Nanotechnologies“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN CENELEC Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Technische Spezifikation anzukündigen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

### **Anerkennungsnotiz**

Der Text von ISO/TS 21356-1:2021 wurde von CEN als CEN ISO/TS 21356-1:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

## Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) und IEC (die Internationale Elektrotechnische Kommission) bilden das auf die weltweite Normung spezialisierte System. Nationale Normungsorganisationen, die Mitglieder von ISO oder IEC sind, beteiligen sich an der Entwicklung von Internationalen Normen in Technischen Komitees, die von der jeweiligen Organisation eingerichtet wurden, um spezifische Gebiete technischer Aktivitäten zu behandeln. Auf Gebieten von beiderseitigem Interesse arbeiten die Technischen Komitees von ISO und IEC zusammen. Weitere internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO und IEC stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives) oder [www.iec.ch/members\\_experts/refdocs](http://www.iec.ch/members_experts/refdocs)).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO und IEC sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)) oder in der IEC-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe [patents.iec.ch](http://patents.iec.ch)).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organisation) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe [www.iso.org/iso/foreword.html](http://www.iso.org/iso/foreword.html). In der IEC, siehe [www.iec.ch/understanding-standards](http://www.iec.ch/understanding-standards).

Dieses Dokument wurde in Zusammenarbeit zwischen dem Technischen Komitee ISO/TC 229, *Nanotechnologies* und dem Technischen Komitee IEC/TC 113, *Nanotechnology for electrotechnical products and systems* erarbeitet.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO/IEC 21356 kann auf den Internetseiten der ISO und der IEC abgerufen werden.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter [www.iso.org/members.html](http://www.iso.org/members.html) und [www.iec.ch/national-committees](http://www.iec.ch/national-committees) abrufbar.

## Einleitung

Aufgrund der vielen hervorragenden Eigenschaften von Graphen und damit verwandten 2D-Materialien gibt es viele Anwendungsgebiete, in denen diese Nanomaterialien einen Umbruch bewirken könnten, z. B. flexible Elektronik, Nanokomposite, Abtastung, Filtermembranen und Energiespeicherung.

In Bezug auf deren Vermarktung gibt es jedoch Hindernisse, die den Fortschritt von graphenhaltigen Produkten behindern, und die überwunden werden müssen. Eines dieser entscheidenden Hindernissen ist die Beantwortung der Frage „Worum handelt es sich bei meinem Material?“. Endanwender von graphenhaltigen Rohstoffen sollten sich auf die beworbenen Eigenschaften des auf dem Weltmarkt kommerziell erhältlichen Graphens verlassen können, um Vertrauen zu schaffen und weltweiten Handel zu ermöglichen. Um diese Herausforderung zu bewältigen, sind zuverlässige und wiederholbare Messprotokolle erforderlich.

Dieses Dokument stellt eine Reihe von Flussdiagrammen bereit, denen Analytiker folgen können, um die strukturellen Eigenschaften von Graphen aus Pulvern und flüssigen Dispersionen (Suspensionen) zu bestimmen. Als erstes sollte jedoch eine Schnellprüfung vorgenommen werden, um festzustellen, ob Graphen und/oder graphitisches Material vorhanden ist. Ist dies der Fall, so sind weitere detaillierte Analysen erforderlich, um festzustellen, ob die Proben eine Mischung aus Einschicht-Graphen, Zweischicht-Graphen, Wenigschicht-Graphen, Graphen-Nanotäfelchen und Graphitpartikeln enthalten. Je nach den angewendeten Verfahren werden die Proben üblicherweise nach dem Aufbringen auf ein Substrat analysiert. In diesem Dokument wird beschrieben, wie die Beurteilung erfolgt, welche Messungen in Abhängigkeit von der Art der Probe erforderlich sind, und es enthält Entscheidungsbäume und Flussdiagramme, die dem Anwender zur Unterstützung dienen. In diesem Dokument wird eine ausgewählte Menge von notwendigen Messgrößen beschrieben, nämlich:

- a) die Anzahl an Schichten/Dicke der Flocken;
- b) die lateralen Maße der Flocken;
- c) Schichtenanordnung;
- d) der Grad der Unordnung;
- e) der geschätzte Stoffmengenanteil von Graphen oder Wenigschicht-Graphen;
- f) die spezifische Oberfläche des graphenhaltigen Pulvers.

Die oben genannten physikalischen Eigenschaften des Materials können sich während seiner Verarbeitung und Lebensdauer ändern, z. B. können die Proben stärker agglomeriert werden und unterschiedliche Oberflächenfunktionalitäten erhalten. Die oben stehende Liste der Messgrößen für das Ausgangsmaterial legt dessen inhärente Eigenschaften fest, die in Verbindung mit den gewählten Herstellungsprozessen die Leistung der daraus hergestellten Produkte in der Praxis bestimmen. Generell können in unterschiedlichen Anwendungsbereichen in Abhängigkeit von der funktionalen Rolle des Materials unterschiedliche Materialeigenschaften von Bedeutung sein.

Dieses Dokument enthält Verfahren zur strukturellen Charakterisierung von einzelnen Graphenflocken, Zweischicht-Graphen, Graphen-Nanotäfelchen und Graphitpartikeln, das bzw. die aus Pulvern und/oder flüssigen Dispersionen isoliert wurde(n). Es werden keine Verfahren bereitgestellt, mit deren Hilfe sich feststellen lässt, ob die Pulver und/oder Dispersionen ausschließlich aus diesen Materialien bestehen. Es wird keine Empfehlung dazu gegeben, zu welchem Zeitpunkt oder wie häufig Messungen an Proben vorzunehmen sind, obgleich davon ausgegangen wird, dass dies nicht bei jeder Charge desselben Materials der Fall sein wird. Es obliegt dem Anwender, zu entscheiden, wann, wie häufig und nach welchem der in diesem Dokument beschriebenen Abläufe die Charakterisierungen vorzunehmen sind. Wie bei allen mikroskopischen Untersuchungen ist Vorsicht geboten, wenn es darum geht, statistische Schlussfolgerungen zu ziehen, die von einer repräsentativen Probenahme abhängen.

Eine Reihe von Anhängen enthält Beispielprotokolle für die Aufbereitung und Analyse der Proben sowie der Unsicherheitsquellen und für die Auswertung der Daten. Die angewendeten Verfahren sind Raman-Spektroskopie, Rasterelektronenmikroskopie (REM), Rasterkraftmikroskopie (AFM), Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und das BET(Brunauer-Emmett-Teller)-Verfahren.

## 1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die Abfolge von Verfahren zur Charakterisierung der strukturellen Eigenschaften von Graphen, Zweischicht-Graphen und Graphen-Nanotäfelchen aus Pulvern und flüssigen Dispersionen mittels einer Reihe von Messverfahren, üblicherweise nach der Isolierung einzelner Flocken auf einem Substrat, fest. Zu den erfassten Eigenschaften gehören die Anzahl an Schichten/Dicke, die laterale Flockengröße, der Grad der Unordnung, die Schichtenanordnung und die spezifische Oberfläche. Es werden Vorschläge für Messprotokolle, Probenaufbereitungsabläufe und die Datenanalyse für die Charakterisierung von Graphen aus Pulvern und Dispersionen dargelegt.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO/TS 80004-1:2015, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 1: Core terms*

ISO/TS 80004-2:2015, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 2: Nano-objects*

ISO/TS 80004-6:2021, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 6: Nano-object characterization*

ISO/TS 80004-13:2017, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 13: Graphene and related two-dimensional (2D) materials*

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO/TS 80004-1:2015, ISO/TS 80004-2:2015, ISO/TS 80004-6:2021, ISO/TS 80004-13:2017 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

**3.1**  
**Graphen**  
**Graphenschicht**  
**Einschicht-Graphen**  
**Monoschicht-Graphen**  
einzelne Schicht von Kohlenstoffatomen, wobei jedes Atom mit drei Nachbaratomen in einer Bienenwabenstruktur verbunden ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Graphen ist ein wichtiger Baustein vieler Kohlenstoff-Nanoobjekte.

Anmerkung 2 zum Begriff: Da Graphen eine einzelne Schicht ist, wird es manchmal auch als Monoschicht-Graphen oder Einschicht-Graphen bezeichnet und als 1LG abgekürzt, um es von *Zweischicht-Graphen* (2LG) (3.3) und *Wenigschicht-Graphen* (FLG) (3.4) zu unterscheiden.

Anmerkung 3 zum Begriff: Graphen hat Kanten und kann Defekte und Korngrenzen, bei denen die Bindung gestört ist, aufweisen.

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

### 3.2

#### **Graphit**

allotrope Modifikation des Elements Kohlenstoff, die aus parallel übereinanderliegenden *Graphenschichten* (3.1) in einer dreidimensionalen, kristallinen Fernordnung besteht

Anmerkung 1 zum Begriff: Übernommen aus der Definition in IUPAC Compendium of Chemical Terminology.

Anmerkung 2 zum Begriff: Es gibt zwei primäre allotrope Formen mit unterschiedlichen Stapelanordnungen: hexagonal und rhomboedrisch.

[QUELLE: ISO/TS 80004-13:2017, 3.1.2.2]

### 3.3

#### **Zweischicht-Graphen**

##### **2LG**

zweidimensionales Material, das aus zwei wohldefinierten gestapelten *Graphenschichten* (3.1) besteht

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn das Stapelregister bekannt ist, kann es separat angegeben werden, z. B. als „Bernal-gestapeltes Zweischicht-Graphen“.

[QUELLE: ISO/TS 80004-13:2017, 3.1.2.6]

### 3.4

#### **Wenigschicht-Graphen**

##### **FLG**

zweidimensionales Material, das aus drei bis zehn wohldefinierten gestapelten *Graphenschichten* (3.1) besteht

[QUELLE: ISO/TS 80004-13:2017, 3.1.2.10]

### 3.5

#### **Graphen-Nanoplättchen**

#### **Graphen-Nanotäfelchen**

##### **GNP**

Nanoplättchen, das aus *Graphenschichten* (3.1) besteht

Anmerkung 1 zum Begriff: GNP haben üblicherweise eine Dicke von 1 nm bis 3 nm und laterale Maße von etwa 100 nm bis 100 µm.

[QUELLE: ISO/TS 80004-13:2017, 3.1.2.11]

### 3.6

#### **laterale Größe**

#### **Flockengröße**

<2D-Material> laterale Maße einer Flocke eines 2D-Materials

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn die Flocke annähernd kreisförmig ist, dann wird die laterale Größe üblicherweise unter Verwendung eines Äquivalentkreisdurchmessers bestimmt oder, wenn nicht, über x- und y-Messungen längs und rechtwinklig zur längsten Seite.

[QUELLE: ISO/TS 80004-13:2017, 3.4.1.15]

### 3.7

#### Graphenoxid GO

chemisch modifiziertes *Graphen* (3.1), hergestellt durch Oxidation und Exfoliation von *Graphit* (3.2), was eine extensive oxidative Modifikation der Basalebene bewirkt

Anmerkung 1 zum Begriff: Graphenoxid ist ein einschichtiges Material mit einem hohen Sauerstoffgehalt, üblicherweise gekennzeichnet durch C/O-Atomverhältnisse von etwa 2,0, abhängig von dem Syntheseverfahren.

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

### 3.8

#### reduziertes Graphenoxid rGO

Form von *Graphenoxid* (3.7) mit reduziertem Sauerstoffgehalt

Anmerkung 1 zum Begriff: Es kann durch chemische, thermische, Mikrowellen-, photochemische, photothermische oder mikrobielle/bakterielle Verfahren oder durch Exfoliation von reduziertem *Graphitoxid* hergestellt werden.

Anmerkung 2 zum Begriff: Wenn Graphenoxid vollständig reduziert würde, dann wäre *Graphen* (3.1) das Produkt. In der Praxis bleiben jedoch einige sauerstoffhaltige funktionelle Gruppen erhalten, und nicht alle  $sp^3$ -Bindungen kehren in die  $sp^2$ -Konfiguration zurück. Unterschiedliche Reduktionsmittel führen zu unterschiedlichen Kohlenstoff-Sauerstoff-Verhältnissen und unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen in reduziertem Graphenoxid.

Anmerkung 3 zum Begriff: Es kann die Form mehrerer morphologischer Variationen annehmen wie Plättchen und wurmartige Strukturen.

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

## 4 Abkürzungen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Abkürzungen.

ANMERKUNG Das am Ende mehrerer Abkürzungen angegebene „M“, das hier für „Mikroskopie“ steht, kann je nach Kontext auch als „Mikroskop“ verstanden werden.

|               |                                                                                                    |
|---------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1LG           | Monoschicht-/Einschicht-Graphen (en: single-layer graphene)                                        |
| 2D            | zweidimensional (en: two-dimensional)                                                              |
| 2LG           | Zweischicht-Graphen (en: bilayer graphene)                                                         |
| AFM           | Rasterkraftmikroskopie (en: atomic force microscopy)                                               |
| BET-Verfahren | Brunauer-Emmett-Teller-Verfahren (en: Brunauer-Emmett-Teller method)                               |
| CVD           | chemische Gasphasenabscheidung (en: chemical vapour deposition)                                    |
| FLG           | Wenigschicht-Graphen (en: few-layer graphene)                                                      |
| FWHM          | Halbwertsbreite (en: full width at half maximum)                                                   |
| GNP           | Graphen-Nanoplättchen oder Graphen-Nanotäfelchen (en: graphene nanoplate or graphene nanoplatelet) |
| GO            | Graphenoxid (en: graphene oxide)                                                                   |

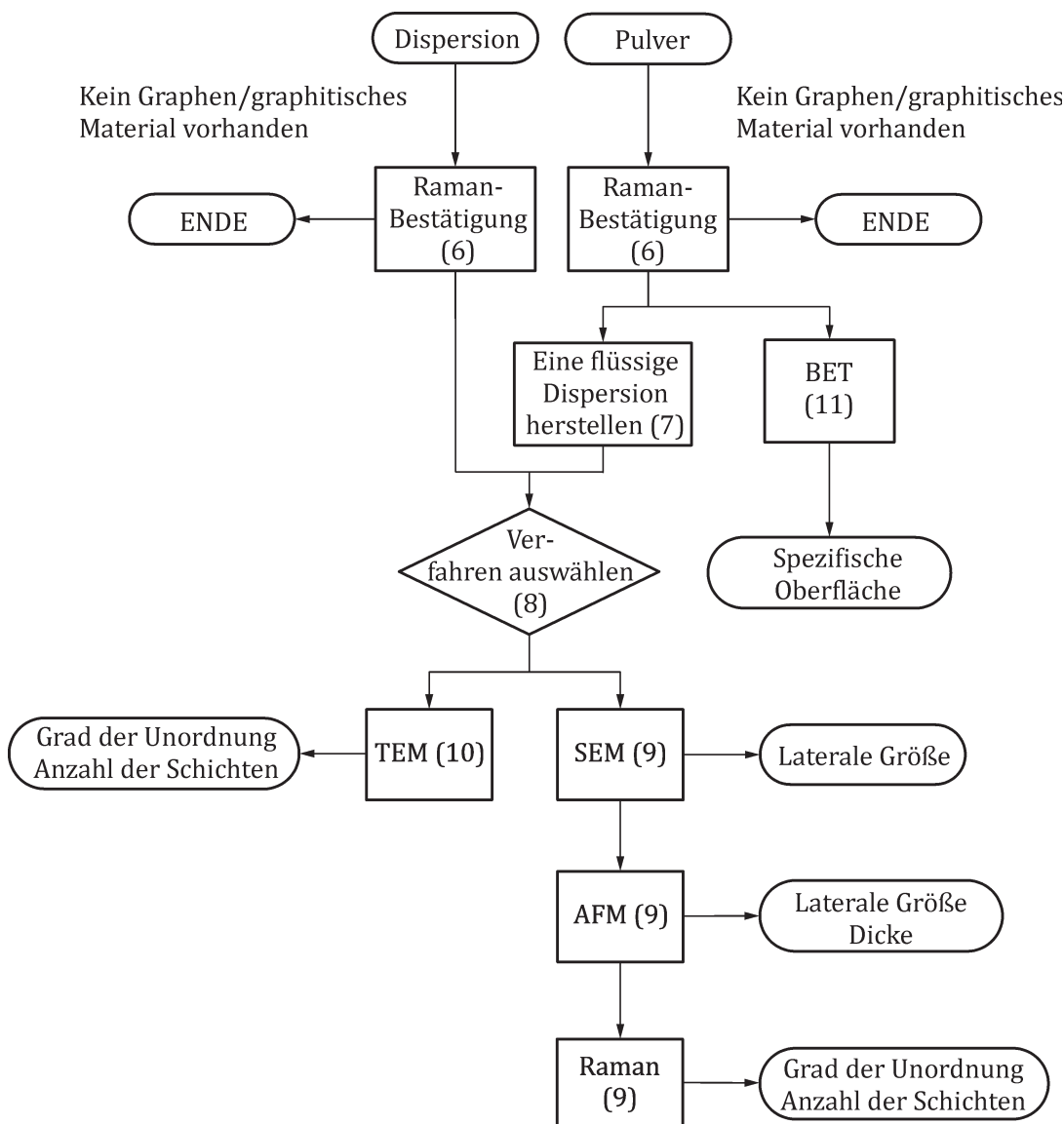
|      |                                                                                                                               |
|------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| NMP  | 1-Methyl-2-Pyrrolidinon, auch bekannt als N-Methylpyrrolidon (en: 1-methyl-2-pyrrolidinone also known as N-methylpyrrolidone) |
| rGO  | reduziertes Graphenoxid (en: reduced graphene oxide)                                                                          |
| SAED | Feinbereichs-Elektronenbeugung (en: selected area electron diffraction)                                                       |
| REM  | Rasterelektronenmikroskopie (en: scanning electron microscopy)                                                                |
| TEM  | Transmissionselektronenmikroskopie (en: transmission electron microscopy)                                                     |

## 5 Abfolge der Messverfahren

In diesem Abschnitt wird die Abfolge von Messverfahren vorgestellt, die notwendig sind, um Graphen, Zweischicht-Graphen, Wenigschicht-Graphen und Graphen-Nanotäfelchen aus Pulvern und flüssigen Dispersionen (Suspensionen) möglichst effizient zu charakterisieren. In diesem Dokument wird davon ausgegangen, dass Graphen, Zweischicht-Graphen, Wenigschicht-Graphen und Graphen-Nanotäfelchen in Form von Flocken mit begrenzten lateralen Maßen vorliegen. Die Proben enthalten jedoch in der Regel auch signifikante Mengen an Flocken mit einer Dicke von mehr als zehn Schichten, die der Definition entsprechend als Graphitflocken gelten.

Nach einer ersten Untersuchung mittels Raman-Spektroskopie und unter der Annahme, dass es sich bei der Probe dem Wesen nach um Graphen oder graphitisches Material handelt, sollte eine detailliertere Charakterisierung folgen. Danach gibt es verschiedene Möglichkeiten der Charakterisierung, wie in Bild 1 dargestellt. Das bzw. die anzuwendende(n) Charakterisierungsverfahren hängt (hängen) von der zur Verfügung stehenden Zeit und Ausrüstung sowie von den vom Anwender benötigten Messgrößen ab.

ANMERKUNG 1 Da die Flocken aus einem Pulver oder einer flüssigen Dispersion stammen, ist es in der Regel erforderlich, sie vor der Analyse auf ein Substrat aufzubringen.



ANMERKUNG Die in Klammern stehenden Ziffern verweisen auf die Abschnitte, in denen der betreffende Aspekt ausführlich beschrieben wird.

**Bild 1 — Übersicht über die Abfolge und den Ablauf der Messverfahren zur Bestimmung der strukturellen Eigenschaften von Graphen aus einer aus einem Pulver oder einer flüssigen Dispersion bestehenden Probe**

Zunächst wird festgestellt, ob die Probe Graphen und/oder graphitisches Material, d. h. Zweischicht-Graphen, FLG, GNP oder Graphit, enthält, indem eine Schnellanalyse mittels Raman-Spektroskopie durchgeführt wird, wie in Abschnitt 6 und Anhang A im Einzelnen beschrieben. Die Probe muss in Form eines als dünne Schicht auf ein Substrat aufgetragenen Pulvers vorliegen, was bedeutet, dass das Material im Falle der Lieferung einer flüssigen Dispersion zunächst vom Lösemittel getrennt werden muss, wie in Abschnitt A.2 im Einzelnen beschrieben.

Es wird wie in Abschnitt 8 ausgeführt entschieden, welche Verfahren angewendet werden müssen. Es wird entweder TEM oder eine Kombination aus REM, AFM und Raman-Spektroskopie angewendet, um die Verteilung der lateralen Flockengröße und deren Beziehung zur Flockendicke zu bestimmen. Für diesen Schritt sind vollständig voneinander getrennte Flocken auf einem Substrat erforderlich. Zur Vorbereitung dieser Proben durch Abscheidung ist zunächst eine flüssige Dispersion erforderlich; wenn das Material als Pulver geliefert wurde, muss es daher in einem geeigneten Lösemittel dispergiert werden, wie in Abschnitt 7

beschrieben, bevor es nach einer der in Anhang B und Anhang C beispielhaft beschriebenen Verfahrensweisen auf ein geeignetes Substrat abgeschieden wird.

Wird TEM angewendet (siehe Abschnitt 10) wird die Probe auf einem TEM-Trägergitter wie in Abschnitt C.2 beschrieben vorbereitet, ansonsten wird die Probe auf einem Siliciumdioxid-auf-Silicium-Substrat vorbereitet, Abschnitt B.2. Anschließend wird mittels Lichtmikroskopie eine Qualitätsschnellprüfung durchgeführt, um festzustellen, ob die Probe zu stark agglomeriert ist und daher nicht genau gemessen werden kann. Die Probenvorbereitung wird so lange optimiert, bis das Material gleichmäßig über das Substrat verteilt abgeschieden wird. Danach wird eine Kombination aus REM-, AFM- und Raman-Spektroskopie-Messungen (siehe Abschnitt 9 und Anhang B) oder eine TEM (siehe Abschnitt 10, Anhang C) durchgeführt. REM, AFM und Raman-Spektroskopie sollten in Kombination miteinander und nicht jeweils allein angewendet werden, um die in Bild 1 aufgeführten Messgrößen zu bestimmen.

Falls erforderlich, wird die spezifische Oberfläche des Pulvers mit Hilfe des BET-Verfahrens bestimmt (siehe Abschnitt 11 und Anhang E).

Sobald alle notwendigen Messungen durchgeführt wurden, werden der Median der lateralen Flockengröße, der Bereich der Flockengrößen und die Stoffmengenanteile an Einschicht-Graphen und an FLG berechnet, wie in Abschnitt 12 und Anhang D erörtert. In diesem Fall ist der Stoffmengenanteil der Anteil des Graphens oder des FLG an der Gesamtanzahl an Flocken; dieser kann auch in Prozent ausgedrückt werden.

ANMERKUNG 2 Es wird davon ausgegangen, dass die Probe Graphen/2LG/FLG/Graphit enthält. Falls die Probe chemisch anders zusammengesetzt ist und z. B. Graphenoxid oder funktionalisiertes Graphen enthält, führt dies bei der Raman-Spektroskopie nicht zu den gleichen Ergebnissen wie in diesem Dokument beschrieben. Lichtmikroskopie, REM und AFM können jedoch auch bei diesen Materialien angewendet werden, um die lateralen Maße und die Dicken (nicht jedoch die Anzahl der Schichten) zu charakterisieren.

ANMERKUNG 3 Es gibt derzeit kein quantitatives oder genormtes Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche des graphitischen Materials für den Fall, dass die Probe in Form einer flüssigen Dispersion vorliegt oder aus einer solchen stammt.

## 6 Schnellprüfung auf Vorhandensein von graphitischem Material mittels Raman-Spektroskopie

Zunächst wird die in Pulverform auf einem Substrat abgeschiedene Probe mittels Raman-Spektroskopie untersucht, um festzustellen, ob die vorgelegte Probe Graphen und/oder graphitisches Material enthält. Diese Prüfung kann auch qualitative Informationen über die strukturellen Eigenschaften des Materials liefern, einschließlich des Grades der Unordnung und der Maße der Flocken. Wird die Probe in einer flüssigen Dispersion geliefert, wird die Flüssigkeit aus der Dispersion entfernt und die Probe in Pulverform analysiert.

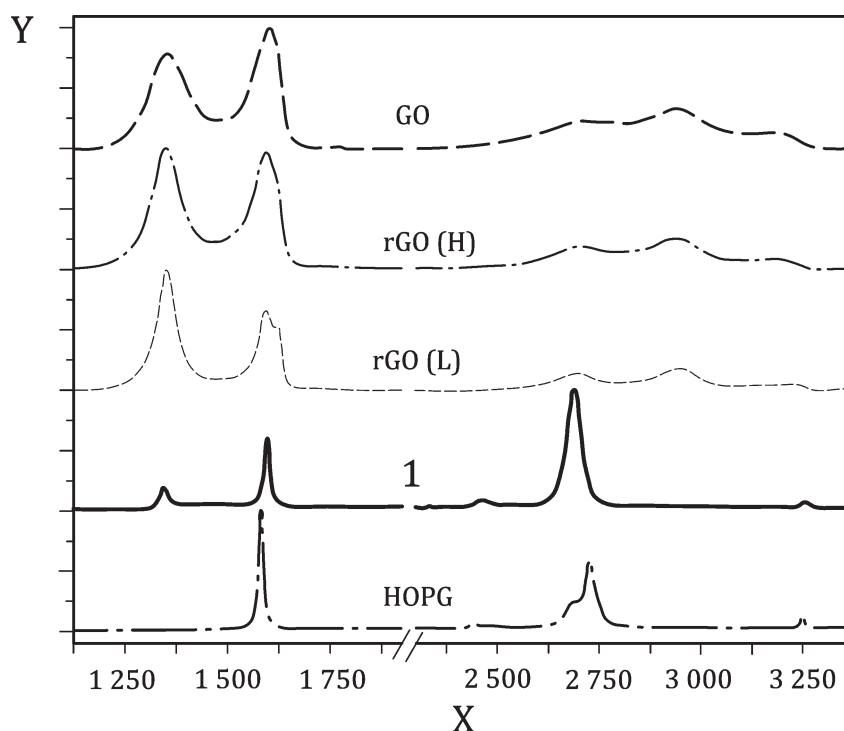
Für diesen Schritt der Schnellanalyse mittels Raman-Spektroskopie ist eine dünne Pulverschicht erforderlich. Wurde ein Pulver geliefert, so sollte dieses in Form einer signifikanten auf Klebeband haftenden Probenmenge analysiert werden (siehe Abschnitt A.2), so dass nur die Flocken und nicht das Substrat analysiert werden.

Ein Messprotokoll und ein Verfahren für die Probenaufbereitung sind in Anhang A im Einzelnen beschrieben.

Um das Vorhandensein von graphitischem Material zu bestätigen, sollten in den Raman-Spektren dauerhaft ein scharfer G-Peak (mit  $< 30 \text{ cm}^{-1}$  Halbwertsbreite [FWHM]) bei etwa  $1580 \text{ cm}^{-1}$  und ein 2D-Peak (der manchmal auch als G'-Peak bezeichnet wird) bei etwa  $2700 \text{ cm}^{-1}$  beobachtet werden, wie im Graphen-Spektrum in Bild 2 dargestellt. Wird für den 2D-Peak eine starke, symmetrische, der Lorentz-Verteilung entsprechende Peakform beobachtet, deren Intensität dem G-Peak nahe kommt oder größer ist als dieser, so deutet dies darauf hin, dass die Probe Einschicht-Graphen enthalten könnte. Flocken von umgestapeltem Wenigschicht-Graphen können jedoch ebenfalls einen einzigen Raman-2D-Peak aufweisen. Wenn der 2D-Peak nicht symmetrisch ist, deutet dies darauf hin, dass Flocken mit mehreren Schichten vorhanden sind. Ein ausgeprägter Absatz im 2D-Peak zeigt ein geschichtetes Material mit einer Dicke von mehr als zehn Graphenschichten (d. h. Graphit) an. Ist weder der G-Peak noch der 2D-Peak vorhanden, so ist eine weitere

Charakterisierung nicht erforderlich, weil die Probe dann weder Graphen noch Graphit enthält; allerdings sollte ein ausreichender Störabstand zwischen dem Raman-Peak-Signal und dem Hintergrundrauschen (Signal-Rausch-Verhältnis) erreicht werden, bevor diese Schlussfolgerung gezogen werden kann, für Einzelheiten zu Beispielen hierzu siehe Anhang A. Um das Signal-Rausch-Verhältnis zu verbessern, können entweder längere Erfassungszeiten verwendet oder die Mittelwertbildung aus mehreren Abtastungen mit kurzen Erfassungszeiten verwendet werden.

Wenn funktionalisiertes Graphen oder Graphenoxid vorhanden ist, zeigt die Raman-Spektroskopie die D- und G-Peaks, jedoch nicht notwendigerweise einen 2D-Peak, und die D- und G-Peaks haben viel höhere Werte der Halbwertsbreite ( $> 30 \text{ cm}^{-1}$ ), als für Graphen zu erwarten sind. In diesem Fall sollte eine zusätzliche chemische Charakterisierung vorgenommen werden, um den Sauerstoffgehalt und alle sonstigen Bestandteile zu ermitteln, die, falls in erheblichen Anteilen festgestellt, bedeuten, dass das Material nicht in den Anwendungsbereich dieses Dokuments fällt.



#### Legende

- X Raman-Verschiebung,  $\text{cm}^{-1}$
- Y normierte Intensität, beliebige Einheiten
- 1 Graphen

**Bild 2 — Beispiel-Raman-Spektren von hochorientiertem pyrolytischem Graphit (HOPG), Graphen, reduziertem Graphenoxid mit geringerem Sauerstoffgehalt [rGO(L)], reduziertem Graphenoxid mit höherem Sauerstoffgehalt [rGO(H)] und Graphenoxid (GO)**

Dieser Schritt sollte nicht mit den Prozessen verwechselt werden, die später, nach weiterer Probenaufbereitung, für die Messung einzelner Flocken mittels AFM und Raman-Spektroskopie (im Einzelnen beschrieben in Abschnitt 9 und Anhang B) verwendet werden.

**ANMERKUNG 1** Die Verwendung von Klebeband ist festgelegt, damit sich das Pulver nicht bewegt, und zwar sowohl aus Gesundheits- als auch aus Sicherheitsgründen und um eine mögliche elektrostatische Anziehung und Verschmutzung der Linse zu verhindern.

ANMERKUNG 2 Die chemische Charakterisierung von Graphen, einschließlich der thermogravimetrischen Analyse (TGA) und der Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS), wird im Einzelnen in einem weiteren ISO-Dokument beschrieben, das zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieses Dokuments erarbeitet wird.

ANMERKUNG 3 Für die Feststellung, ob graphitisches Material vorliegt, können auch andere Verfahren, wie z. B. die Röntgenbeugung (XRD), angewendet werden. Die Raman-Spektroskopie wird hier als schneller Bestätigungsschritt angewendet, weil die Raman-Spektroskopie auch für die detaillierte Analyse einzelner Flocken erforderlich ist (siehe Abschnitt 9).

## 7 Herstellung einer flüssigen Dispersion

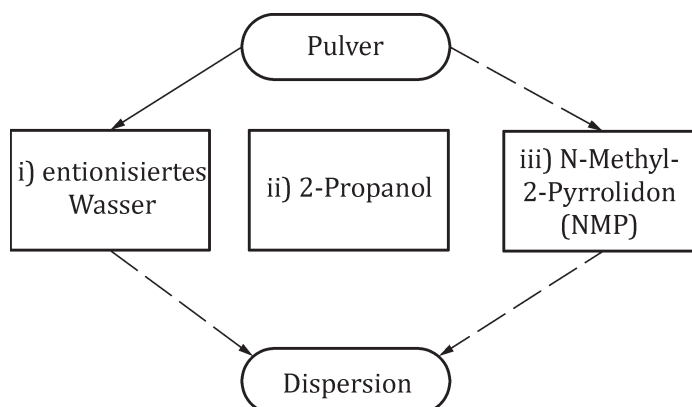
### 7.1 Allgemeines

Für die weitere, detailliertere Charakterisierung der Probe sollten die Flocken so aufbereitet werden, dass sie einzeln auf einem Substrat vorliegen. Das ermöglicht es, die nächsten Charakterisierungsschritte, wie in Bild 1 dargestellt, entweder mittels einer Kombination aus REM, AFM und Raman-Spektroskopie mit der Probe auf einem Siliciumdioxid-auf-Silicium-Substrat, oder mittels TEM mit der Probe auf einem TEM-Gitter durchzuführen. Zur Herstellung der Flocken auf einem Substrat ist zunächst eine flüssige Dispersion erforderlich; daher ist es, wenn das Material als Pulver bereitgestellt wird, erforderlich, dieses in einem geeigneten Lösemittel zu dispergieren.

### 7.2 Herstellung einer Dispersion der korrekten Konzentration

#### 7.2.1 Pulverproben

Das Pulver wird in einem Lösemittel so dispergiert, dass eine Konzentration von etwa 0,1 mg/ml erreicht wird. Die Eignung des Lösemittels sollte ermittelt werden, indem beobachtet wird, wie schnell und wie stark das Material sedimentiert, sofern es überhaupt sedimentiert. Es gibt eine Reihe unterschiedlicher Lösemittel, die verwendet werden können. Es wird das Lösemittel verwendet, das das Pulver dispergiert und die Charakterisierung der Flocken mit möglichst wenig unerwünschten Rückständen auf der Oberfläche ermöglicht. Die für drei verschiedene Lösemittel geltende Bevorzugungsrangfolge ist in Bild 3 dargestellt.



ANMERKUNG Eine Bevorzugungsrangfolge des zu verwendenden Lösemittels ist angegeben.

**Bild 3 — Flussdiagramm für die Herstellung einer Dispersion**

Als erstes wird versucht, das Pulver mit entionisiertem Wasser zu dispergieren. Die Flüssigkeit und das Pulver werden in ein Glasfläschchen oder eine Glasflasche gegeben und geschüttelt. Die Dispersion wird für eine Dauer von höchstens 10 min in einem Tisch-Ultraschallbad bei 30 kHz bis 40 kHz beschallt. Längere Ultraschall-Behandlungszeiten können zu Veränderungen der strukturellen Eigenschaften, einschließlich Spaltung der Basalebene (was eine Verringerung der lateralen Größe zur Folge hat), und weiterer Exfoliation (Abblättern) führen (was eine Verringerung der Dicke/Anzahl an Schichten zur Folge hat). Die Dispersion

wird über einen Zeitraum von mehreren Minuten beobachtet. Kommt es schnell und in signifikantem Ausmaß zu einer Sedimentation, wird diese Verfahrensweise mit einem anderen Lösemittel wiederholt.

Wenn entionisiertes Wasser das Material nicht dispergiert, sollte 2-Propanol als Lösemittel verwendet werden, wobei dasselbe Verfahren angewendet wird. Falls das nicht funktioniert, sollte N-Methylpyrrolidon (NMP) als Lösemittel verwendet werden, weil Graphen darin gut dispergiert. Aufgrund des hohen Siedepunkts von NMP (203 °C) kann dies jedoch die Charakterisierungsergebnisse in Form von Lösemittelrückständen beeinträchtigen.

Das Aufbringen des Materials auf ein Substrat wird in Abschnitt 9 und Abschnitt 10 und im Besonderen in Anhang B und Anhang C im Einzelnen beschrieben.

In der Regel bleiben Graphenflocken nur dann in entionisiertem Wasser dispergiert, wenn als Teil des Herstellungsprozesses ein Stabilisierungsmittel, wie z. B. ein Tensid, anwesend ist. Es sollte jedoch beachtet werden, dass ein erheblicher Einsatz von Tensiden sowohl den Zustand der Probe als auch die spätere Messung der Materialien beeinflussen kann, siehe die Beispiele in Abschnitt B.2.

Eine in erheblichem Umfang erfolgende Ultraschall-Behandlung zur Dispersion des Materials kann zur Spaltung der Flocken führen und somit die für die Probe erhaltenen Ergebnisse der strukturellen Charakterisierung beeinträchtigen. Die (gewöhnlich als Leistung ausgedrückte) Amplitude und die Dauer der Ultraschallbehandlung sollten daher auf die zur Dispersion der Flocken erforderlichen Mindestwerte beschränkt werden. Es kann ein Vergleich der gemessenen Flockengrößen in Abhängigkeit von der Amplitude und Dauer der Ultraschallbehandlung vorgenommen werden, um zu überprüfen, ob eine Flockenaufspaltung auftritt, und um gegebenenfalls die Bedingungen der Ultraschallbehandlung zu optimieren.

**ANMERKUNG** ISO/TS 22107<sup>1</sup> enthält allgemeine Hinweise zur Definition der Dispergierbarkeit und behandelt die Verarbeitung und den erreichten dispergierten Endzustand.

### **7.2.2 Bereits dispergierte Proben**

Wurde die Probe bereits als Dispersion geliefert, sollte sie mit demselben Lösemittel auf etwa 0,1 mg/ml verdünnt werden. Handelt es sich bei dem Lösemittel jedoch um ein Wasser/Tensid-Gemisch, sollte die Verdünnung mit entionisiertem Wasser erfolgen, um den Tensidgehalt zu verringern.

**ANMERKUNG** In Fällen, in denen die Konzentration der gelieferten Dispersion nicht bekannt ist, muss die Verdünnung näherungsweise ermittelt werden. Diese Konzentration wird so gewählt, dass dispergierte Flocken in Lösung entstehen und beim Gießen einzelne Flocken auf dem Substrat zurückbleiben.

## **8 Ermittlung der Verfahren**

Für die detaillierte Charakterisierung sind zwei Wege möglich, wie in Bild 1 dargestellt. Es wird ermittelt, ob eine Kombination aus REM-, AFM- und Raman-Spektroskopie-Messungen (siehe Abschnitt 9 und Anhang B) oder TEM (siehe Abschnitt 10 und Anhang C) angewendet werden muss. Bei Pulverproben kann zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche das BET-Verfahren wie in Abschnitt 11 und Anhang E beschrieben angewendet werden. Welche(s) Verfahren angewendet wird (werden), hängt von der zur Verfügung stehenden Zeit und Ausrüstung sowie den vom Anwender geforderten Messgrößen ab.

Für beide Mikroskopieverfahrensgruppen müssen die Proben zunächst, wie in Abschnitt 7 im Einzelnen beschrieben, als Dispersion hergestellt und dann auf das richtige Substrat aufgebracht werden, wie in Abschnitt B.2 oder Abschnitt C.2 erörtert.

---

<sup>1</sup> In Vorbereitung. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung des vorliegenden Dokuments auf der Stufe ISO/DTS 22107:2021.