



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 32869—2016/ISO/TS 10798:2011

---

## 纳米技术 单壁碳纳米管的扫描电子 显微术和能量色散 X 射线谱表征方法

Nanotechnologies—Characterization of single-wall carbon nanotubes using  
scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry analysis

(ISO/TS 10798:2011, IDT)

2016-08-29 发布

2017-03-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 目 次

前言 .....	III
引言 .....	IV
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
3.1 SEM 相关术语和定义 .....	1
3.2 电子探针显微分析相关术语和定义 .....	2
3.3 取样相关术语与定义 .....	3
4 分析 .....	3
4.1 SEM 分析 .....	3
4.2 EDX 分析 .....	4
4.3 多壁碳纳米管分析的适用性 .....	4
4.4 其他相关分析方法 .....	4
5 样品制备 .....	4
5.1 注意事项和安全问题 .....	4
5.2 SEM/EDX 分析的样品制备 .....	4
5.3 SEM 样品制备和固定方法 .....	5
6 测试程序 .....	6
6.1 SEM 分析 .....	6
6.2 EDX 分析 .....	7
7 数据分析和结果解释 .....	7
7.1 SEM 结果 .....	7
7.2 EDX 结果 .....	7
8 测量不确定度 .....	7
8.1 SEM 分析 .....	7
8.2 EDX 分析 .....	8
附录 A (规范性附录) SEM 取样方法 .....	9
附录 B (资料性附录) 使用 EDX 分析碳纳米管材料的相关信息 .....	11
附录 C (资料性附录) 粗产品和纯化后单壁碳纳米管样品分析示例 .....	12
附录 D (资料性附录) SEM/EDX 分析单壁碳纳米管示例 .....	17
参考文献 .....	21

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用国际标准 ISO/TS 10798:2011《纳米技术 单壁碳纳米管的扫描电子显微术和能量色散 X 射线谱表征方法》。

本标准由中国科学院提出。

本标准由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本标准负责起草单位:国家纳米科学中心。

本标准主要起草人:常怀秋、朴玲钰、高洁。

## 引 言

单壁碳纳米管(single-wall carbon nanotubes,简称 SWCNTs)是一种由碳原子按照六边形网格结构排列成的空心管状碳材料,具有理想的力学、热学和电学性能。单壁碳纳米管直径范围从 0.5 nm~3 nm,长度范围从不足 1  $\mu\text{m}$  到毫米级。

单壁碳纳米管在复合增强材料、给药系统、电子器件等各方面具有广泛的潜在应用。单壁碳纳米管可以在电子或机电器件的某部位原位生长,或通过电弧、激光、化学气相沉积方法批量生产。有关单壁碳纳米管的结构和制备方法可参考相关参考文献<sup>[11,12]</sup>。

单壁碳纳米管的制备通常需要金属纳米颗粒作为催化剂驱动生长,且纳米颗粒会留存于所合成的单壁碳纳米管粗产品中。粗产品中也可能包含其他无机氧化物杂质和不同的碳纳米结构(如富勒烯、碳纳米晶、无定形碳)。可用溶剂、酸及其他化学试剂纯化单壁碳纳米管粗产品,减少或去除杂质。纯化方法包括酸氧化<sup>[13]</sup>、气相氧化<sup>[14]</sup>、微滤<sup>[15]</sup>和色谱柱法<sup>[16]</sup>。不同的纯化方法对单壁碳纳米管的影响不同,单壁碳纳米管可能变短,被羧酸基团官能化,粘连成束状,或遭到损坏(管壁存在缺陷因此影响材料性能)。

高分辨扫描电子显微术(high resolution scanning electron microscopy,简称 HRSEM)是一种非常适用于表征粗产品及纯化后单壁碳纳米管材料特性的技术。用高分辨扫描电子显微镜(high resolution scanning electron microscope,简称 HRSEM)可表征单壁碳纳米管的长径比,并区分碳纳米管(carbon nanotubes,简称 CNTs)中其他碳杂质。基于扫描电子显微镜(scanning electron microscope,简称 SEM)的能量色散 X 射线谱(energy dispersive X-ray spectrometry,简称 EDX)则用来确定材料中催化剂和其他无机杂质的元素组成。

# 纳米技术 单壁碳纳米管的扫描电子 显微术和能量色散 X 射线谱表征方法

## 1 范围

本标准规定了利用 SEM 和 EDX 分析单壁碳纳米管粗产品及纯化后粉末或薄膜产品的形态、元素组成、催化剂和其他无机杂质的测试方法。

本标准适用于单壁碳纳米管的特性分析,亦可用于多壁碳纳米管(multiwall carbon nanotubes,简称 MWCNTs)的特性分析。

## 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 23414—2009 微束分析 扫描电子显微术 术语(ISO 22493:2008, IDT)

ISO/TS 80004-3 纳米技术 术语 第 3 部分:碳纳米物体(Nanotechnologies—Vocabulary—Part 3:Carbon nano-objects)

## 3 术语和定义

GB/T 23414—2009、ISO/TS 80004-3 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 SEM 相关术语和定义

#### 3.1.1

**扫描电子显微镜 scanning electron microscope; SEM**

通过聚焦电子束在样品表面扫描得到样品放大图像的设备。

注 1: 有关 SEM 设备、操作和类型的细节参见参考文献<sup>[17]</sup>。

注 2: 传统的 SEM 采用钨(W)或六硼化镧(LaB<sub>6</sub>)作为灯丝材料,通过热电子发射产生电子源。电子束束斑尺寸( $d_p$ )在 3 nm~4 nm 之间,此大小不足以分辨单根的单壁碳纳米管。传统 SEM 常用的分析范围在 100 000 倍以下,而对非导电材料其范围要更小。这类 SEM 需在高加速电压(5 kV~30 kV)下操作,往往还需对样品进行镀膜。另外,这类 SEM 可用于 EDX 分析。

注 3: 场发射扫描电镜(FESEM)有非常细小的阴极尖端,即使在很低的加速电压(0.5 kV~5 kV)下束斑尺寸也比传统 SEM 小。在 FESEM 下,电子束斑尺寸能够小于 1 nm,有效的放大倍数比传统 SEM 增大一个数量级。非导电材料通过低加速电压不需要镀膜可以成像。有时 FESEM 被称为高分辨扫描电镜(HRSEM),也可用于 EDX 分析,并且在使用低加速电压时有更好的空间分辨率。

注 4: 可变气压扫描电镜(VPSEM)是另一种 SEM,为了消除样品表面充电和减少样品表面损伤,样品周围的压力可以在几帕到几百帕间调节。虽然 VPSEM 超出了本标准范围,但未来可能将其表征生物组织或液态环境下的单壁碳纳米管特性。VPSEM 也可用于 EDX 分析,但电子束会在残留气体中散射,这将使点分析结果包含了所有留存样品的虚假信息。