



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30543—2014

---

## 纳米技术 单壁碳纳米管的透射电子 显微术表征方法

Nanotechnologies—Characterization of single-wall carbon nanotubes  
using transmission electron microscopy

(ISO/TS 10797:2012, MOD)

2014-05-06 发布

2014-11-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国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 缩略语 .....	2
5 总则 .....	3
5.1 TEM 成像和分析 .....	3
5.2 EDS 分析 .....	3
5.3 附加的表征方法 .....	3
5.4 对 MWCNTs 分析的适用性 .....	3
6 样品制备 .....	4
6.1 总则 .....	4
6.2 TEM 载网的选择 .....	4
6.3 粉体和薄膜样品 .....	5
6.4 悬浮液样品 .....	5
6.5 复合样品 .....	6
7 测试程序 .....	6
7.1 SWCNTs 样品的 TEM 检测 .....	6
7.2 SWCNTs 样品的 EDS 分析 .....	7
8 数据分析、结果解释与报告 .....	8
8.1 总则 .....	8
8.2 数据分析和 TEM 结果解释 .....	8
8.3 数据分析和 EDS 结果解释 .....	11
附录 A (资料性附录) 研究示例 .....	12
附录 B (资料性附录) 样品制备和实验程序的附加信息 .....	17
附录 C (资料性附录) 单壁碳纳米管观察的附加信息 .....	22
附录 D (资料性附录) 影响单壁碳纳米管观察的其他因素 .....	25
附录 E (资料性附录) 本标准与 ISO/TS 10797:2012 的技术性差异及其原因 .....	28
参考文献 .....	29

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用国际标准 ISO/TS 10797:2012《纳米技术 单壁碳纳米管的透射电子显微术表征方法》。

本标准与 ISO/TS 10797:2012 相比存在结构变化,增加了第 4 章和附录 E,并对第 6 章、第 7 章和第 8 章中的段落进行了分条和整合。

本标准与 ISO/TS 10797:2012 相比存在技术性差异,附录 E 给出了相应技术差异及其原因的一览表。

本标准做了以下编辑性修改:

——在文中标注出参考文献;

——透射电子显微镜图像给出了正确标尺信息,去掉了条文注中图像视野大小信息;

——第 A.2 章中“VLD”应为“脉冲激光汽化法(PLV)”,在本标准中进行了更改。

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。

本标准起草单位:国家纳米科学中心。

本标准主要起草人:朴玲钰、常怀秋、吴志娇。

## 引 言

碳纳米管是一种由同轴石墨片沿纤维轴向卷曲而成的圆柱形管状纳米材料。单壁碳纳米管是由单层原子的石墨烯片卷曲形成的具有蜂窝状结构的无缝管。透射电子显微镜是首先揭示碳纳米管材料独特结构特征的技术,其在碳纳米管材料的研究和发展中起到了重要作用,作为一种“直接”技术,透射电子显微镜的优势在于避免了使用物理或数学假设进行结构分析。同时,通过对样品尽可能广泛的观察,透射电子显微镜能够提供各种实验结果和信息丰富的图像。除了图像以外,透射电子显微术与本标准描述的其他技术一起,可以对单壁碳纳米管样品纯度进行定性分析。此外,透射电子显微术可以显示碳纳米管详细的形态和结构特征,如石墨层结构、缺陷、直径、长度、管束大小、取向、以及除了单壁碳纳米管以外的材料和纳米颗粒<sup>[1]</sup>的存在。在其他操作模式下,透射电子显微镜也可以研究单根碳纳米管的手性、热学和机械特性。因此,建立起使用透射电子显微术获取含单壁碳纳米管在内的样品的可靠、全面信息的标准至关重要。

透射电子显微镜成像原理类似于光学显微镜,只是用电子源代替光源。电子束聚焦在薄的、可穿透的样品上,使放大图像成像在荧光屏、照相底片或者对电子敏感的阵列探测器上。配备有电脑数字成像系统的现代设备可以实时记录图像。

高分辨透射电子显微术可以通过相位衬度像研究晶体结构,成像原理主要是电子波穿过薄样品时,样品各部分对电子的散射特性不同,形成衬度差异。透射电子显微镜的分辨率受到物镜球差和色差限制,但新一代的设备具有先进的电子光学镜筒,因此显著地减弱了像差问题。球差校正软件可以形成在几百万倍下仍有足够分辨率的有意义的图像。高分辨透射电子显微镜具有原子水平的分辨能力,使其成为纳米技术研究与发展不可或缺的工具。

# 纳米技术 单壁碳纳米管的透射电子 显微术表征方法

## 1 范围

本标准规定了单壁碳纳米管的透射电子显微术表征形貌的方法,及识别单壁碳纳米管样品中其他材料元素组成的能谱法。

本标准适用于检测单壁碳纳米管的基本结构,包括形貌、缺陷、直径分布、管束大小和取向、结晶情况,以及元素组分和手性分析等。

## 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)

GB/T 27025—2008 检测和校准实验室能力的通用要求(ISO/IEC 17025:2005, IDT)

JJG 011—1996 透射电子显微镜检定规程

ISO 29301 微束分析 分析透射电子显微镜 使用具有周期性结构的标准材料的图像放大校准法(Microbeam analysis—Analytical transmission electron microscopy—methods for calibrating image magnification by using reference materials having periodic structures)

ISO/TS 80004-3 纳米科技 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 29301 和 ISO/TS 80004-3 中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

#### 纳米管聚集体 aggregate of nanotubes

由单根纳米管和/或纳米管束经键合或融合形成的团聚体。

注1:这是未经后处理的SWCNTs材料常见形式。将聚集体结合在一起的力很强,例如共价键,或因烧结或复杂的物理缠绕导致的力。

注2:聚集体被称为“次级粒子”,原始来源的粒子被称为“初级粒子”。

[选自 ISO/TS 27687:2008]

### 3.2

#### 纳米管束 bundle of nanotubes

通过范德华力结合在一起的平行排列的两根或多根纳米管形成的线状聚集体。

### 3.3

#### 明场像 bright field TEM

一种电子照明和成像的透射电子显微镜技术,电子束穿透样品,运用位于后焦面上的物镜光阑且选用透射波成像。

注:通常情况下,相对于明亮背景来说,样品越厚、原子序数( $Z$ )越高的部位,成像灰度越深。在这种衬度模式下,