



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization



استاندارد ملی ایران
۱۹۷۵۸-۶-۱۴
چاپ اول
۱۴۰۱

INSO
19758-6-14
1st Edition
2022

Identical with
IEC/ TS
62607-6-14:
2020

فناوری نانو- نانوساخت - مشخصه‌های
کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۱۴: مواد پایه
گرافنی - سطح نقص: طیف‌سنجی رامان

**Nanotechnologies-Nanomanufacturing –
Key control characteristics – Part 6-14:
Graphene – based material- Defect level:
Raman spectroscopy**



دارای محتوای رنگی

ICS: 07.120

استاندارد ملی ایران شماره ۱۴-۶-۱۹۷۵۸ (چاپ اول): سال ۱۴۰۱

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@inso.gov.ir

وبگاه: <http://www.inso.gov.ir>

Iran National Standards Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir

Website: <http://www.inso.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفه تعیین، تدوین، به روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را برعهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو- نانساخت - مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۱۴: مواد پایه گرافنی - سطح

نقص: طیف‌سنجی رامان»

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

رئیس هیئت مدیره- شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

سهرابی جهرمی، ابوذر
(دکتری فناوری نانو)

دبیر:

مدیر تحقیق و توسعه- شرکت آرال تجهیز آزما

صادق حسنی، صدیقه
(دکتری تخصصی شیمی تجزیه-الکتروشیمی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه
فناوری نانو

اسلامی پور، الهه
(کارشناسی ارشد زیست‌شناسی)

کارشناس مسئول آزمایشگاه میکروسکوپی- پژوهشگاه پلیمر و
پتروشیمی ایران

خسروی، مریم
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

مشاور- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه
فناوری نانو

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

کارشناس- سازمان ملی استاندارد ایران

شاکری، روشنک
(کارشناسی ارشد فیزیک اتمی- مولکولی)

کارشناس مسئول صنایع برق، مکانیک و ساختمان- اداره کل
استاندارد استان گیلان

نقوی جورشری، فسانه
(کارشناسی ارشد مهندسی برق-الکترونیک)

مسئول آزمایشگاه نانو- پژوهشگاه بیوتکنولوژی کشاورزی

هادیان، پروین
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

ویراستار:

مشاور- گروه استاندارد و ارزیابی محصولات ستاد ویژه توسعه
فناوری نانو

سیفی، مهوش
(کارشناسی ارشد مدیریت دولتی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
۹	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۳-۱ اصطلاحات عمومی
۶	۳-۲ مشخصه‌های کلیدی کنترلی اندازه‌گیری شده مطابق این استاندارد
۷	۳-۳ اصطلاحات مربوط به اندازه‌گیری
۸	۴ کلیات
۸	۴-۱ اصل اندازه‌گیری
۸	۴-۲ روش آماده‌سازی نمونه
۹	۴-۳ توصیف تجهیزات/ دستگاه اندازه‌گیری
۹	۴-۴ مواد پشتیبان
۹	۴-۵ شرایط محیطی حین اندازه‌گیری
۹	۵ روش اجرایی اندازه‌گیری
۹	۵-۱ کالیبراسیون تجهیزات اندازه‌گیری
۹	۵-۲ پروتکل تفصیلی روش اجرایی اندازه‌گیری
۱۰	۵-۳ درستی اندازه‌گیری
۱۰	۵-۴ منبع عدم قطعیت اندازه‌گیری
۱۰	۶ طرح نمونه‌برداری
۱۰	۷ تحلیل داده‌ها/ تفسیر نتایج
۱۱	۸ گزارش نتایج
۱۱	۸-۱ کلیات
۱۱	۸-۲ شناسایی نمونه/محصول
۱۱	۸-۳ شرایط آزمون
۱۱	۸-۴ اطلاعات خاص اندازه‌گیری
۱۲	۸-۵ گزارش آزمون
۱۳	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) قالب پیشنهادی گزارش آزمون
۱۶	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) طرح نمونه‌برداری
۱۸	پیوست پ (آگاهی‌دهنده) مطالعه موردی: اندازه‌گیری و تحلیل داده
۲۳	پیوست ت (آگاهی‌دهنده) چرا از نسبت شدت $I_{D+D'}/I_{2D}$ برای مشخصه‌یابی سطح نقص پودر گرافن استفاده می‌شود؟
۳۱	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فناوری نانو - نانوساخت - مشخصه‌های کلیدی کنترلی - قسمت ۶-۱۴: مواد پایه گرافنی - سطح نقص: طیف‌سنجی رامان» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی / منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره‌شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین‌شده، در یک‌صد و بیست‌مین اجلاس کمیته ملی استاندارد فناوری نانو مورخ ۱۴۰۱/۶/۲۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

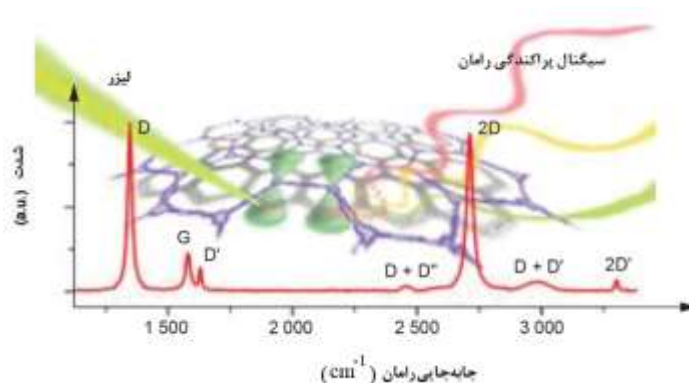
استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین‌شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

IEC/TS 62607-6-14: 2020, Nanomanufacturing - Key control characteristics - Part 6-14: Graphene-based material – Defect level: Raman spectroscopy

گرافن به دلیل خواص منحصر به فرد آن که شامل رسانایی گرمایی^۱ استثنایی، استحکام زیاد و شفافیت عالی می شود، توسط پژوهشگران جوامع دانشگاهی و صنعتی مورد مطالعه بسیار قرار گرفته است. نقص ها در گرافن بر عملکرد نوری و مغناطیسی، ساختار الکترونیکی و رسانایی گرمایی آن تأثیرگذار است، لذا بر کاربردهای آن نیز مؤثر است. بنابراین، نقص یک مشخصه کلیدی کنترلی در ساخت گرافن با کیفیت بالا برای کاربردهای مورد نظر است.

یکی از مفیدترین روش های ارزشیابی سطح نقص در گرافن، طیف سنجی رامان است که به ساختار نمونه ها حساس است. این روش، کارآمد، غیر تماسی و به خوبی قابل درک است. حالت های نقص و حالت های مرزی مواد گرافن واقعی، باعث القاء یک مجموعه فرآیندهای پراکندگی رامان خواهد شد (شکل ۱). برخی از فرآیندهای پراکندگی، فقط با حالت های نقصی که در این استاندارد برای تحلیل سطح نقص در پودر گرافن استفاده شده اند، مرتبط هستند.

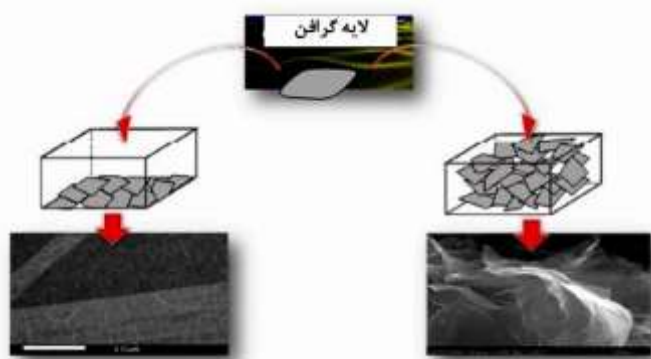


شکل ۱- نمودار طر حواره فرآیندهای پراکندگی رامان در مواد گرافنی واقعی

نمونه های گرافن تجاری شده را می توان با شکل های فیزیکی آنها، به صورت فیلم گرافن، پودر گرافن و محلول گرافن طبقه بندی کرد. شکل ۲، طر حواره پیکربندی های بسته بندی از پرک های گرافن در فیلم گرافن (سمت چپ شکل ۲) و پودر گرافن (سمت راست شکل ۲) و تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^۲ متناظر آنها را نشان می دهد

1- Thermal conductivity

2-Scanning Electron Microscope



شکل ۲ - پیکربندی‌های مختلف بسته‌بندی پرک‌های گرافن در فیلم (چپ) و پودر (راست)

معمولاً، نقص‌ها در فیلم‌های گرافنی با نسبت شدت دو نوار اصلی، نوار D و نوار G، در طیف‌های رامان (با نماد I_D/I_G) مشخصه‌یابی می‌شوند [1]، [2]. با این حال، در پودرهای گرافن شامل پرک‌هایی با اندازه‌های زیر $10 \mu\text{m}$ ، لبه‌ها و حالت‌های مرزی متعددی وجود دارد که همگی با سیگنال نوار D مشارکت کرده و همبستگی آن با نقص‌های مختلف، مشکل‌ساز می‌شود. شدت نوار D می‌تواند نتیجه سهم لبه‌ها، حالت‌های مرزی یا نقص‌ها باشد، بنابراین تعیین سطح نقص پودر گرافن با پارامتر I_D/I_G مناسب نیست.

نوار $D+D'$ فقط مربوط به نقص‌ها در پودر گرافن است، اما به لبه‌ها و حالت‌های مرزی مربوط نیست. بنابراین، به منظور مشخصه‌یابی سطح نقص در پودر گرافن، نسبت شدت نوارهای $D+D'$ و $2D$ (با نماد $I_{D+D'}/I_{2D}$) به عنوان یک پارامتر مرتبط‌تر در این استاندارد مطرح می‌شود. اطلاعات تفصیلی را می‌توان در پیوست ت یافت.

گرافن، تک‌لایه‌ای از اتم‌های کربن است که در یک شبکه لانه زنبوری چیده شده‌اند، این مواد با رسانایی عالی و انعطاف‌پذیری بالا، پتانسیل بالایی برای کاربردهای نانوالکترونیکی در آینده دارند. از آنجایی که ارتباط قوی بین تغییر شکل‌های شبکه در مقیاس نانو و تحرک‌پذیری حامل‌ها وجود دارد، یکنواختی کرنش و تخت بودن شبکه گرافن یک مشخصه کلیدی کنترلی برای ساخت لایه‌های گرافن با کیفیت بالا برای افزاره‌های الکترونیکی است.

یکی از مفیدترین روش‌ها برای ارزشیابی خواص ساختاری گرافن، طیف‌سنجی رامان است (برای مثال، به مرجع [1] مراجعه شود). این روش، ساده، سریع، غیرمخرب و به‌خوبی شناخته‌شده است، به‌طوری‌که طیف رامان می‌تواند به‌عنوان اثر انگشت برای گرافن استفاده شود، به‌ویژه اگر نمونه مورد ارزشیابی، از گرافن تک‌لایه تشکیل شده باشد که با شکل کامل گرافن فاصله زیادی ندارد، بی‌نقص‌تر است. اگر نمونه از بیش از یک لایه تشکیل شده باشد، ممکن است با زوایای مختلف انباشته‌شدن و بسیاری از نقص‌های شبکه، همه چیز پیچیده‌تر شود. از آنجایی که این استاندارد برای پشتیبانی از ساخت گرافن تک‌لایه با کیفیت بالا و تقریباً بی‌نقص^۲ طراحی شده است، تفسیر طیف رامان نسبتاً ساده است.

۱- اعداد داخل کروشه به قسمت کتاب‌نامه مربوط است

همان‌طور که اخیراً گزارش شده است [2]، تغییرات کرنش در مقیاس نانومتر در گرافن باعث ایجاد یک پتانسیل بی‌نظمی شبه‌برداری^۱ می‌شود که به گرافن اجازه می‌دهد با شبه‌چرخش^۲، بچرخد و بنابراین پس‌پراکنه درون حفره‌ای^۳ را ممکن می‌کند. این سازوکار پراکندگی به‌عنوان سازوکار مسئول محدود کردن تحرک‌پذیری حامل‌ها در گرافن با کیفیت بالا شناخته شده است [2]. به‌طور قابل‌توجهی، این تغییرات کرنش در مقیاس نانومتر، مستقیماً به پهنای خط آزمایشی مشاهده‌شده در قله 2D رامان [3] متصل می‌شوند و این کمیت را به سنج قابل‌توجهی برای تخمین امکان دستیابی به افزاره‌های گرافنی با تحرک‌پذیری بسیار بالا تبدیل می‌کند.

توجه به این نکته مهم است که اگرچه گرافن یک ماده واقعاً دوبعدی^۴ است که منحصراً از اتم‌های سطح تشکیل شده است، اما در دنیای سه‌بعدی ما نهادینه شده است و این نتیجه را دارد که در همه موارد، خواص گرافن ذاتاً تحت‌تأثیر محیط اطراف آن است. بنابراین، بسترها یا گازهای در تماس (در مورد گرافن معلق‌شده) نقش بسیار مهمی در ساخت، انتقال و مشخصه‌یابی گرافن دارند. مهم‌تر از همه، بسترها، گازهای تماسی و رطوبت، در واقع بخشی از سامانه گرافن تحت بررسی هستند و هیچ راهی (در عمل) برای از بین‌بردن تأثیر آنها بر لایه دوبعدی گرافن وجود ندارد.

1- Pseudo vector
2- Pseudo-spin
3- Intra-valley backscattering
4- Two-dimensional

فناوری نانو- نانساخت- مشخصه‌های کلیدی کنترلی- قسمت ۶-۱۴: مواد پایه گرافنی- سطح نقص: طیف‌سنجی رامان

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ایجاد یک روش استاندارد شده برای تعیین مشخصه کلیدی کنترلی ساختاری:
- سطح نقص

برای پودرهایی شامل مواد پایه گرافنی به‌وسیله

- طیف‌سنجی رامان است.

سطح نقص از نسبت شدت نوار $D+D'$ و نوار $2D$ در طیف رامان، $I_{D+D'}/I_{2D}$ به‌دست می‌آید.

- سطح نقص تعیین شده مطابق با این استاندارد، به‌عنوان یک مشخصه کلیدی کنترلی در ویژگی تفصیلی شاهد برای گرافن در استاندارد IEC 62565-3-1، برای پودر گرافن فهرست خواهد شد.

- این روش برای پودر گرافن یا مواد پایه گرافنی، به‌عنوان مثال، گرافن اکسید کاهش‌یافته (rGO)، گرافن دولایه، گرافن سه‌لایه و گرافن کم‌لایه قابل اجرا است.

- حوزه‌های کاربرد معمولی شامل کنترل کیفیت و طبقه‌بندی برای تولیدکنندگان گرافن و انتخاب محصول برای کاربران پایین‌دستی می‌شود.

- روش توصیف شده در این استاندارد، در صورتی که شکل فیزیکی گرافن پودر باشد، مناسب است.

۲ مراجع الزامی

در این استاندارد، هیچ مرجع الزامی وجود ندارد.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به‌کار می‌رود^۱.

۱- اصطلاحات و تعاریف به‌کاررفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های www.iso.org/obp و www.electropedia.org قابل‌دسترس است.

۳-۱ اصطلاحات عمومی

۳-۱-۱

ماده دوبعدی

two-dimensional material

2D material

ماده متشکل از یک یا چند لایه که اتم‌های هر لایه با اتم‌های همسایه خود در همان لایه پیوند قوی دارند و یک بعد، ضخامت آن، در مقیاس نانو یا کوچکتر است و ابعاد دیگر به‌طور کلی دارای مقیاس بزرگتر است.

یادآوری ۱- هنگامی که تعدادی از لایه‌های یک ماده دوبعدی به یک ماده توده‌ای تبدیل می‌شود، بسته به مواد موردنظر و خواص آن متفاوت است. در مورد لایه‌های گرافن، یک ماده دوبعدی است که بیشتر از ۱۰ لایه برای اندازه گیری‌های الکتریکی ضخیم است و بیشتر از آن (اگر تعداد لایه‌ها بیشتر از ۱۰ لایه شود) خواص الکتریکی مواد با خواص توده (که به‌عنوان گرافیت شناخته می‌شود) یکسان است.

یادآوری ۲- پیوند بین لایه‌ای، متفاوت و ضعیف‌تر از پیوند درون لایه‌ای است.

یادآوری ۳- هر لایه ممکن است شامل بیش از یک عنصر باشد.

یادآوری ۴- یک ماده دوبعدی می‌تواند یک نانو صفحه باشد.

[منبع: زیربند ۳-۱-۱-۱، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۳-۱-۲

گرافن

لایه گرافن

گرافن یک لایه

گرافن تک لایه

graphene

graphene layer

single-layer graphene

monolayer graphene

تک لایه‌ای از اتم‌های کربن که در آن هر اتم به سه اتم همسایه در یک ساختار لانه زنبوری متصل شده است.

یادآوری ۱- گرافن، واحد سازنده مهم، در بسیاری از نانو اشیاء کربنی است.

یادآوری ۲- از آنجایی که گرافن تک لایه است، گاهی برای متمایز شدن از گرافن دولایه (2LG) و گرافن کم لایه (FLG)^۱، گرافن تک لایه یا گرافن یک لایه به اختصار ILG نامیده می‌شود.

1- Few-layer graphene

استاندارد ملی ایران شماره ۱۴-۶-۱۹۷۵۸ (چاپ اول): سال ۱۴۰۱

یادآوری ۳- گرافن لبه‌هایی دارد و می‌تواند نقص‌ها و مرزهای دانه‌ای داشته باشد که در آنجا پیوندها از هم گسیخته می‌شود.

[منبع: زیربند ۳-۱-۲-۱، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۳-۱-۳

مواد پایه گرافنی

مواد گرافنی

graphene-based material

GBM

graphene material

گروه‌بندی مواد دوبعدی بر پایه کربن که شامل یک یا چند گرافن، گرافن دولایه، گرافن کم‌لایه، نانوصفحه گرافن و تغییرات عامل‌دار شده آن‌ها و همچنین گرافن اکسید و گرافن اکسید کاهش‌یافته است.

یادآوری - «مواد گرافنی» نام کوتاه‌شده برای مواد پایه گرافنی است.

۴-۱-۳

گرافن دولایه

bilayer graphene

2LG

ماده دوبعدی شامل دو لایه گرافن انباشتی متمایز که روی یکدیگر قرار گرفته‌اند.

یادآوری- اگر ماهیت^۱ (طبقه) انباشت لایه‌ای معلوم باشد، می‌توان آن را به‌طور جداگانه مشخص کرد، به‌عنوان مثال، «گرافن دولایه با انباشت برنال».

[منبع: زیربند ۳-۱-۲-۶، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۵-۱-۳

گرافن سه‌لایه

trilayer graphene

3LG

ماده دوبعدی شامل سه لایه گرافن متمایز که روی یکدیگر قرار گرفته‌اند.

یادآوری- اگر ماهیت (طبقه) انباشت لایه‌ای معلوم باشد، می‌توان آن را به‌طور جداگانه مشخص کرد، به‌عنوان مثال «گرافن سه‌لایه پیچ‌خورده».

[منبع: زیربند ۳-۱-۲-۹، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۳-۱-۶

گرافن اکسید کاهش یافته

reduced graphene oxide rGO

شکلی است از گرافن اکسید با مقداری اکسیژن کاهش یافته.

یادآوری ۱- این ماده می‌تواند به وسیله روش‌های شیمیایی، حرارتی، میکروویو، فوتوشیمیایی، فوتوحرارتی یا میکروبی/باکتریایی یا با لایه‌برداری گرافیت اکسید کاهش یافته، تولید شود.

یادآوری ۲- اگر گرافن اکسید به‌طور کامل کاهش یابد، محصول، گرافن خواهد بود. با این حال، در عمل، برخی از گروه‌های عاملی حاوی اکسیژن باقی خواهند ماند و تمام پیوندهای sp^3 به پیکربندی sp^2 باز نمی‌گردد. عوامل کاهش‌دهنده موجب نسبت‌های گوناگون کربن به اکسیژن و ترکیب‌بندی‌های شیمیایی مختلفی در گرافن اکسید کاهش یافته می‌شود.

یادآوری ۳- گونه‌های متعدد ریخت‌شناسی می‌توانند مانند صفحات کوچک و سازه‌های کرم‌مانند باشد.

[منبع: زیربند ۳-۱-۲-۱۴، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۳-۱-۷

گرافیت

graphite

یکی از شکل‌های آلوتروپی^۱ (حالت چندشکلی) عنصر کربن، متشکل از لایه‌های گرافن است که به‌صورت موازی با هم و به‌طور سه‌بعدی، بلوری و با نظم بلنددامنه روی هم انباشته شده‌است.

یادآوری ۱- از فرهنگ جامع اصطلاح‌شناسی شیمیایی IUPAC^۲ اقتباس شده‌است.

یادآوری ۲- دو شکل آلوتروپی دیگر با انباشت متفاوت وجود دارد: شش‌ضلعی و لوزوجهی.

[منبع: زیربند ۳-۱-۲-۲، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۳-۱-۸

ویژگی تفصیلی شاهد

blank detail specification BDS

ویژگی عمومی ساختاریافته مجموعه‌ای از مشخصه‌های کلیدی کنترلی که برای توصیف یک محصول نانوپدید^۳ خاص بدون تخصیص مقادیر و یا شاخصه‌های خاص، موردنیاز است.

یادآوری ۱- قالب‌های تعریف‌شده در ویژگی تفصیلی شاهد، مشخصه‌های کلیدی کنترلی را برای مواد یا محصول نانوپدید بدون تخصیص مقادیر خاص به آن فهرست می‌کنند.

یادآوری ۲- مثال‌هایی از محصولات نانوپدید عبارتند از: نانومواد، نانوجندسازه‌ها و هم‌گذاری‌های فرعی نانو^۱.

1- Allotropic

2 - International Union of Pure and Applied Chemistry

3- Nano- enabled

یادآوری ۳- ویژگی‌های تفصیلی شاهد برای تهیه ویژگی تفصیلی مورد استفاده در قراردادهای تدارکات دوجانبه توسط کاربران صنعتی در نظر گرفته شده است. ویژگی تفصیلی شاهد، مقایسه و محک‌زنی^۲ مواد مختلف را تسهیل می‌کند. علاوه بر این، یک قالب استاندارد شده، تدارکات را مؤثرتر و در برابر خطاها قوی‌تر می‌کند.

۹-۱-۳

ویژگی تفصیلی چندبخشی شاهد

sectional blank detail specification SBDS

ویژگی برپایه ویژگی تفصیلی شاهد، سازگار شده برای یک زیرگروه از محصول نانوپدید است.

یادآوری ۱- به‌طور کلی، ویژگی تفصیلی چندبخشی شاهد شامل زیرمجموعه‌ای از آن مشخصه‌های کلیدی کنترلی است که در ویژگی تفصیلی شاهد فهرست شده است. به‌علاوه، مشخصه‌های کلیدی کنترلی چندبخشی خاص را اگر در ویژگی تفصیلی شاهد فهرست نشده باشند، می‌توان اضافه کرد.

یادآوری ۲- قالب‌های تعریف شده در ویژگی تفصیلی چندبخشی شاهد، می‌توانند شامل مشخصه‌های کلیدی کنترلی با و بدون مقادیر و ویژگی‌های اختصاص داده شده باشند.

یادآوری ۳- مقطع را می‌توان با کاربرد، روش ساخت یا خواص کلی مواد تعریف کرد.

۱۰-۱-۳

ویژگی تفصیلی

detail specification DS

ویژگی برپایه ویژگی تفصیلی شاهد، با مقادیر و خصیصه‌های اختصاص داده شده است.

یادآوری ۱- خواص فهرست شده در ویژگی تفصیلی، معمولاً زیرمجموعه‌ای از مشخصه‌های کلیدی کنترلی فهرست شده در ویژگی تفصیلی شاهد مرتبط هستند. شرکای صنعتی فقط آن دسته از خواصی را تعریف می‌کنند که برای کاربرد در نظر گرفته شده، مورد نیاز باشند.

یادآوری ۲- ویژگی تفصیلی توسط شرکای صنعتی تعریف شده‌اند. سازمان‌های توسعه‌دهنده استاندارد (SDO)^۳ فقط در صورتی دخیل خواهند شد که نیاز کلی به ویژگی تفصیلی در یک بخش صنعتی وجود داشته باشد.

یادآوری ۳- شرکای صنعتی می‌توانند مشخصه‌های کلیدی کنترلی افزوده را در صورتی که در ویژگی تفصیلی شاهد فهرست نشده باشند، تعریف کنند.

1- Nano-subassemblies
2- Benchmarking
3- Standards Developing Organizations

مشخصه کلیدی کنترلی

شاخص کلیدی عملکرد

key control characteristic

KCC

key performance indicator

خاصیت ماده یا مشخصه محصول میانی که می‌تواند بر ایمنی یا انطباق با مقررات، برآزش، کارکرد، عملکرد، کیفیت، اطمینان‌پذیری^۱ یا پردازش بعدی محصول نهایی تأثیر بگذارد.

یادآوری ۱- اندازه‌گیری یک مشخصه کلیدی کنترلی در یک روش اجرایی اندازه‌گیری استاندارد شده، با درستی و دقت شناخته شده توصیف شده است.

یادآوری ۲- در صورتی که همبستگی نتایج به خوبی شناخته شده و مشخص باشد، می‌توان بیش از یک روش اندازه‌گیری را برای یک مشخصه کلیدی کنترلی تعریف کرد.

۲-۳ مشخصه‌های کلیدی کنترلی اندازه‌گیری شده مطابق با این استاندارد

۱-۲-۳

نقص

Defect

<ماده دوبعدی> به انحراف موضعی از نظم در شبکه بلوری یک ماده دوبعدی گفته می‌شود.

یادآوری ۱- انواع بسیار مختلفی از نقص در ماده گرافنی وجود دارد، شامل نقص استون-ولز^۲، نقص جای خالی منفرد، نقص جای خالی چندتایی و نقایص بین‌شبهه‌ای^۳ به‌طور کلی، حتی هترواتم‌های دوپه‌شده یا اتم‌های خارجی را می‌توان به‌عنوان یک نوع نقص در نظر گرفت. توجه شود که در اینجا از مرزهای دانه به‌عنوان نقایص یاد نمی‌شود، زیرا مرزهای دانه تقارن انتقالی^۴ را به جای تقارن ذاتی خاص می‌شکنند.

یادآوری ۲- نقص استون-ویلز با بازسازی خالص شبکه گرافنی (جابه‌جایی بین پنج‌ضلعی‌ها^۳ شش‌ضلعی‌ها و هفت‌ضلعی‌ها ایجاد می‌شود) [3].

یادآوری ۳- نقص جای خالی منفرد یا نقص جای خالی چندتایی با ناپدید شدن اتمی از شبکه گرافن ایجاد می‌شود [3].

یادآوری ۴- نقص بین‌شبهه‌ای با افزودن اتمی که پیکربندی پل کربونیل را در شبکه گرافن تشکیل می‌دهد، ایجاد می‌شود [3].

[منبع: زیربند ۳-۴-۱-۱، استاندارد ملی ایران- ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷، تغییر یافته- یادآوری‌ها اضافه شده است.]

1- Reliability
2- Stone-Wales
3- Interstitial
4- Translational symmetry

۳-۳ اصطلاحات مربوط به اندازه‌گیری

۱-۳-۳

طیف‌سنجی رامان

Raman spectroscopy

طیف‌سنجی که در آن تابش گسیل‌شده از یک نمونه تحت تابندگی با تابش تک‌فام از طریق کاهش یا افزایش انرژی ناشی از برانگیختگی چرخشی، ارتعاشی یا فونونی مشخصه‌یابی می‌شود.

[منبع: زیربند ۳-۳-۱-۶، استاندارد ملی ایران - ایزو شماره ۱۳-۸۰۰۰۴: سال ۱۳۹۷]

۲-۳-۳

نوار 2D

نوار G'

2D band

G' band

اتصال ایجادشده به‌وسیله دو فرآیند پراکندگی درون‌حفره‌ای^۱ غیرکشسان که شامل یک فونون iTO در اطراف نقطه K است.

یادآوری ۱- نوار 2D مربوط به یک فرآیند دو فونونی است که تقریباً در دو برابر فرکانس نوار D واقع شده‌است. بنابراین، اغلب به آن نوار 2D یا نوار G' می‌گویند. برای فعال‌شدن نیازی به نقص‌های شبکه نیست.

یادآوری ۲- نوار 2D همیشه در طیف رامان گرافن وجود داشته و برای فعال‌شدن نیازی به نقص شبکه نیست.

یادآوری ۳- موقعیت نوار 2D به‌عنوان تابعی از انرژی برانگیختگی متغیر است و برای طول‌موج برانگیختگی ۵۳۲ nm، نزدیک به 2700 cm^{-1} ظاهر می‌شود [4].

۳-۳-۳

نوار D+D'

D+D' band

نوار ایجادشده با یک فونون درون‌حفره‌ای در اطراف نقطه K، یک فونون درون‌حفره‌ای در اطراف نقطه K' و نقص‌ها است.

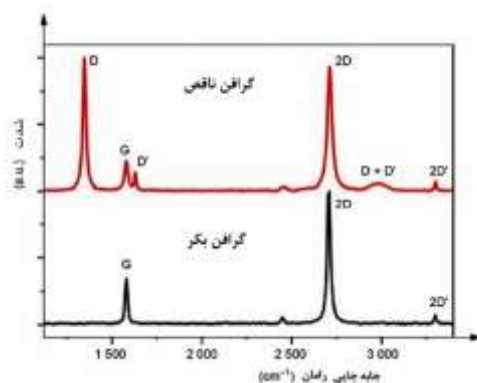
یادآوری ۱- در متون قبلی [5]، این نوار به‌عنوان نوار D+G نیز ذکر شده‌است. با این‌حال، این صحیح نیست زیرا سازوکار فعال‌سازی تعیین می‌کند که این نوار از مشتقات فرعی نوارهای D و G نیست [6].

یادآوری ۲- این نوار معمولاً نزدیک به 2960 cm^{-1} واقع می‌شود و همچنین به‌عنوان نوار S3 برچسب‌گذاری شده‌است [7]، [8].

۴ کلیات

۱-۴ اصل اندازه‌گیری

شکل ۳، طرحواره‌ای از طیف رامان معمول را برای گرافن ناقص بمباران‌شده یونی (طیف بالایی) و گرافن بکر^۱ (اولیه) (طیف پایینی) نشان می‌دهد. تفسیری از طیف رامان روی نوارهای ویژگی مربوط به گرافن ناقص، نوارهای D، G، D'، 2D و D+D' متمرکز شده‌است که در بالای صفحه شکل ۳، نشان داده شده‌است. این استاندارد، ارزشیابی از سطح نقص در پودر گرافن را با استفاده از نسبت شدت بین نوار D+D' و نوار 2D، $I_{D+D'}/I_{2D}$ مشخص می‌کند.



شکل ۳ - ترسیم طرحواره طیف رامان گرافن ناقص (بالا) و گرافن بکر (اولیه) (پایینی)

۲-۴ روش آماده‌سازی نمونه

سطح نقص در پودر گرافن را می‌توان با اطمینان به‌وسیله طیف‌سنجی رامان ارزشیابی کرد. ابتدا، مقداری پودر گرافن را روی یک بستره مسطح قرار دهید، سپس نمونه را با یک لام شیشه‌ای به آرامی فشار دهید تا برای اندازه‌گیری بیشتر، قرص گرافن به‌دست آید. توصیه می‌شود که قرص گرافن به اندازه کافی ضخیم باشد به‌طوری‌که بتوان سیگنال‌های رامان از بستره را نادیده گرفت. یک ترسیم طرحواره از روش آماده‌سازی نمونه در شکل ۴ نشان داده شده‌است.



شکل ۴ - ترسیم طرحواره‌ای از روش آماده‌سازی نمونه

توجه شود که هرگونه عمل‌آوری غیراستاندارد از نمونه ممکن است کیفیت ساختاری و ریخت‌شناسی را تغییر دهد و بنابراین بر نتیجه اندازه‌گیری‌ها تأثیر بگذارد. همچنین، توصیه می‌شود که از پوشانده‌نشدن نوارهای ویژگی گرافن ناقص با سیگنال‌های رامانی که از بستره‌های فلزی ناشی شده‌است، اطمینان حاصل شود.

۳-۴ توصیف تجهیزات/دستگاه اندازه‌گیری

اندازه‌گیری‌ها با استفاده از یک میکروطیف‌سنج رامان هم‌کانون مجهز به یک شیئی با بزرگنمایی بالا انجام می‌شود (روزنه عددی < 0.7).

۴-۴ مواد پشتیبان

بستره فلزی (به‌عنوان مثال صفحه آلومینیمی)، بستره شیشه‌ای صاف یا ویفر سیلیکونی، عینک محافظ و دستکش برای آماده‌سازی نمونه.

۵-۴ شرایط محیطی حین اندازه‌گیری

اندازه‌گیری‌های رامان باید در دمای اتاق و رطوبت نسبی زیر ۷۰٪ انجام شود. دما و رطوبت نسبی خاصی موردنیاز نیست، اما توصیه می‌شود که ثبت شود.

۵ روش اجرایی اندازه‌گیری

۱-۵ کالیبراسیون تجهیزات اندازه‌گیری

قبل از استفاده، تجهیزات آزمون باید مطابق با الزامات سازنده تجهیز، کالیبره شوند. یک روش معمول مورد استفاده برای کالیبراسیون تجهیز، استفاده از بستره سیلیکون تک‌بلور با نوار معمول در 520.7 cm^{-1} است. توصیه می‌شود که تفاوت بین موقعیت نوار اندازه‌گیری‌شده و موقعیت نوار معمول کمتر از $\pm 0.2 \text{ cm}^{-1}$ باشد. روش دیگر برای کالیبره کردن تجهیزات، استفاده از نمونه پلی‌استیرن با نوار معمول در 1400 cm^{-1} است.

۲-۵ پروتکل تفصیلی اجرایی اندازه‌گیری

اندازه‌گیری‌های رامان در دمای اتاق و شرایط محیطی در یک اتاق تاریک انجام می‌شود. تجهیز را مطابق با الزامات سازنده کالیبره کنید. از لیزری با طول‌موج برانگیختگی ۵۱۴ nm، ۵۳۲ nm و ۶۳۳ nm می‌توان استفاده کرد. توان تفکیک طیفی طیف‌سنجی رامان که بزرگتر از 2 cm^{-1} نباشد، لازم نیست. برای جلوگیری از سوختن نمونه تحت اثرات گرما، توصیه می‌شود که شدت توان فرودی لیزر $0.4 \text{ mW}/\mu\text{m}^2$ تا $1.2 \text{ mW}/\mu\text{m}^2$ باشد.

پس از این که نمونه روی صفحه میکروسکوپ قرار گرفت، برای فوکوس کردن (واضح‌سازی) نمونه از دکمه تنظیم فاصله کانونی استفاده کنید. اندازه‌گیری باید در ناحیه روبش مربعی $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$ انجام شود. توصیه می‌شود حداقل ۵ نقطه از هر نمونه اندازه‌گیری شود. توجه شود که همه اندازه‌گیری‌ها با تنظیمات

یکسان در اندازه‌گیری انجام شود (به‌عنوان مثال، توان لیزر، بستره طیفی، تعداد انباشت و زمان داده‌برداری) به طوری که طیف‌ها قابل مقایسه باشند. توصیه می‌شود که گستره طیفی طوری انتخاب شود که نوارهای رامان مرتبط (مانند $D, G, 2D$ و $D+D'$) در یک طیف منفرد ظاهر شده تا زمان اندازه‌گیری کاهش یابد.

۳-۵ درستی اندازه‌گیری

برای اطمینان از این‌که پهنای خط نوارها به‌خوبی از برازش گوسی استخراج شوند، باید زمان یکپارچه‌سازی^۱ برای هر طیف جداگانه تنظیم شود، تا نسبت سیگنال به نوفه برای نوارها از ده به یک بیشتر باشد. نسبت سیگنال به نوفه به‌صورت زیر تعریف می‌شود: تفاوت شدت نوار و شدت پس‌زمینه، تقسیم بر ریشه میانگین مربع^۲ شدت پس‌زمینه مرتبط با نوفه.

۴-۵ منبع عدم قطعیت اندازه‌گیری

توصیه می‌شود منبع عدم قطعیت اندازه‌گیری، از چندین احتمال که در زیر ذکر شده‌است در نظر گرفته‌شود:

الف - عدم قطعیت‌های مرتبط با بر جذب شیمیایی نمونه گرافن به‌دلیل نیروی واندروالس (به‌عنوان مثال بر جذب مولکول‌های کوچک در هوا)؛

ب - عدم قطعیت‌های مرتبط با خطای آماری، خطای مکانیکی و خطای تصادفی از دستگاه.

۶ طرح نمونه‌برداری

انتخاب یک طرح نمونه‌برداری با نقاط اندازه‌گیری متعدد در موقعیت‌های فضایی مختلف می‌تواند برای کنترل درستی اندازه‌گیری و عدم قطعیت در ناحیه اندازه‌گیری شده استفاده شود. تعداد نقاط اندازه‌گیری شده به نیازهای موردنظر بستگی دارد. برای جزئیات طرح‌های نمونه‌برداری به پیوست ب مراجعه شود.

۷ تحلیل داده‌ها/تفسیر نتایج

توصیه می‌شود ابتدا نوفه‌هایی مانند پرتوهای کیهانی و سایر تداخل‌ها از داده‌ها حذف شوند. با برازش طیف بدون نوارها، خط پایه پس‌زمینه را به‌دست آورید. پس از آن، توصیه می‌شود داده‌ها با روش‌های برازش پیک پردازش شوند. قبل از تحلیل سطح نقص، توصیه می‌شود داده‌های هر نمونه به‌وسیله سیگنال نوار $2D$ تحلیل شود تا ساختار لایه آن تعیین شود. اگر نسبت بین نوار اصلی و نوار شانه‌ای تقریباً بزرگتر از ۱/۲۵ باشد، این مجموعه داده‌ها برای تحلیل سطح نقص به‌دلیل وجود احتمالی ساختارهای گرافیتی، مناسب نخواهد بود.

نسبت شدت نوار $D+D'$ و نوار $2D$ ، به‌عنوان پارامتر مشخصه‌یابی سطح نقص محاسبه می‌شود. پس از حذف سیگنال‌ها از پرتوهای کیهانی، مقادیر میانگین $I_{D+D'}/I_{2D}$ به‌عنوان سطح نقص نمونه محاسبه می‌شود. هرچه نسبت $I_{D+D'}/I_{2D}$ کمتر باشد، سطح نقص کمتر است. توجه داشته باشید که این روش تحلیل نوار برای نمونه‌های خیلی ناقص که در آنها نوار $2D$ به‌سختی قابل مشاهده است، قابل اجرا نیست [5]. اطلاعات تفصیلی را می‌توان در پیوست پ یافت.

1- Integration

2- Root mean square

۸ گزارش نتایج

۸-۱ کلیات

نتایج اندازه‌گیری باید در گزارش اندازه‌گیری شامل تاریخ و زمان اندازه‌گیری و همچنین نام و امضای شخصی که مسئول درستی گزارش است، ثبت شود. رهنمودها در پیوست الف ارائه شده‌است.

۸-۲ شناسایی نمونه/محصول

گزارش باید شامل تمام اطلاعات برای شناسایی نمونه آزمون و ردیابی تاریخچه نمونه باشد:

- الف - اطلاعات عمومی تدارکات، مطابق با ویژگی تفصیلی شاهد از استاندارد IEC 62565-3-1.
- ب - توصیف عمومی مواد مطابق با ویژگی تفصیلی شاهد از استاندارد IEC 62565-3-1. شامل یک نقشه فنی:

- نمای بالا، نشان‌دهنده ناحیه بازرسی شده و محل موقعیت‌های اندازه‌گیری؛
- مقطع عرضی، نمایش ساختار لایه.

۸-۳ شرایط آزمون

شرایط محیطی آزمایشگاه حین آزمون

- گستره دما $17^{\circ}\text{C} < T < 24^{\circ}\text{C}$ ؛
- گستره رطوبت نسبی $40\% < RH < 70\%$.

۸-۴ اطلاعات خاص اندازه‌گیری

- وضعیت کالیبراسیون تجهیزات؛
- توان تفکیک طیفی طیف‌سنج؛
- طول موج، اندازه نقطه و توان لیزر مورداستفاده؛
- نسبت سیگنال به نوفه طیف رامان؛
- یک طیف رامان اندازه‌گیری شده معمول؛
- نسبت شدت نوار $D+D'$ و نوار $2D$ ، $I_{D+D'}/I_{2D}$ ؛
- ناحیه اندازه‌گیری شده اگر طرح نمونه‌برداری شامل چندین نقطه اندازه‌گیری است؛
- بافت‌نگاشت پهنای نوار دوبعدی در ناحیه روبش اگر طرح نمونه‌برداری شامل چندین نقطه اندازه‌گیری است؛
- مقدار 80% توزیع پهنای پیک $2D$ در پهنای کامل در نصف مقدار بیشینه $[2D\text{-FWHM}-(80\%)]^1$ که اگر طرح نمونه‌برداری شامل چندین نقطه اندازه‌گیری است، از بافت‌نگاشت یا جدول مقادیر به دست می‌آید.

1- Full width at half maximum $(2D)_{80}$

۵-۸ گزارش آزمون

- طرح نمونه برداری استفاده شده؛
- نتایج سطح نقص KCC اندازه گیری شده مطابق با این استاندارد؛
- جدول مقادیر میانگین و سطح نقص KCC اندازه گیری شده مطابق با این استاندارد در موقعیت های تعریف شده در طرح نمونه برداری.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

قالب پیشنهادی گزارش آزمون

توصیه می‌شود برگه گزارش آزمون براساس مشخصات مواد مربوط، بخش مرتبط با ویژگی تفصیلی شاهد یا ویژگی تفصیلی جهت‌گیری شود. جدول‌های الف-۱ تا الف-۴، رهنمودهایی برای نگارش گزارش آزمون هستند و می‌توانند برای برآورده کردن الزامات طرفین ذی‌نفع، سفارشی شوند.

جدول الف-۱- شناسایی محصول (مطابق با استاندارد IEC 62565-3-1)^۱

شماره	مورد	اطلاعات
۱-۱	تأمین‌کننده	
۲-۱	نام تجاری	
۳-۱	شماره ID	
۴-۱	مقدار معمول دسته	وزن (گرم)
۵-۱	الزامات قابل‌ردیابی	<input type="checkbox"/> شماره دسته
		<input type="checkbox"/> شماره سری
		<input type="checkbox"/> سایر، مشخص کنید
		تاریخ تولید
۶-۱	ویژگی	تعداد
		سطح بازنگری
		تاریخ صدور
۷-۱	دسترسی به برگه اطلاعات ایمنی مواد (MSDS)	<input type="checkbox"/> خیر
		<input type="checkbox"/> بله
		منبع

۱- استاندارد ویژگی تفصیلی شاهد برای گرافن (IEC 62565-3-1) توسط سازمان IEC در دست تدوین است.

جدول الف-۲- توصیف عمومی مواد (مطابق با استاندارد IEC 62565-3-1)

شماره	مورد	اطلاعات
۱-۲	نوع ماده	
۲-۲	روش ساخت	
۳-۲	حالت فیزیکی	
۴-۲	بستره	ماده
		نقشه فنی (نمای بالا)
		نقشه فنی (مقطع عرضی)
۵-۲	عمر مفید	
۶-۲	اندازه معمول دسته	

جدول الف-۳- اطلاعات مربوط به آزمون

شماره	مورد	اطلاعات
۱-۳	طرح نمونه برداری	ذکر.....
۲-۳	طول موج برانگیختگی	
۳-۳	توان لیزر	
۴-۳	بستره	
۵-۳	فشار پرس	
۶-۳	زمان پرس	
۷-۳	تعداد طیف / اندازه گیری	
۸-۳	نسبت سیگنال به نوفه	
۹-۳	نسبت شدت $I_{D+D'}/I_{2D}$	

جدول الف-۳- (ادامه)

	مقدار میانگین و توزیع انحراف معیار از FWHM	۱۰-۳
	دمای محیط	۱۱-۳
	رطوبت نسبی محیط	۱۲-۳
<input type="checkbox"/> پیوست شده است. <input type="checkbox"/> در صورت درخواست موجود است.	نقشه رامان	۱۳-۳

جدول الف-۴- نتایج اندازه‌گیری

انحراف معیار	متوسط $I_{D+D'}/I_{2D}$	از $I_{D+D'}/I_{2D}$ از سومین اندازه‌گیری	از دومین اندازه‌گیری $I_{D+D'}/I_{2D}$	از اولین اندازه‌گیری $I_{D+D'}/I_{2D}$	نقاط اندازه‌گیری مطابق با طرح نمونه‌برداری
					۱
					۲
					۳
					۴
					۵
					...

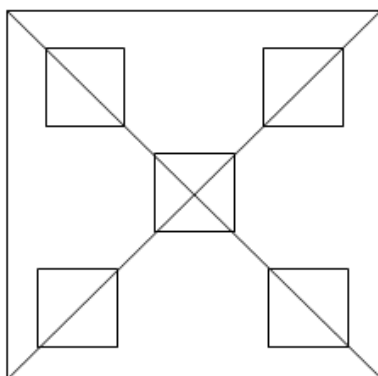
پیوست ب

(آگاهی دهنده)

طرح نمونه برداری

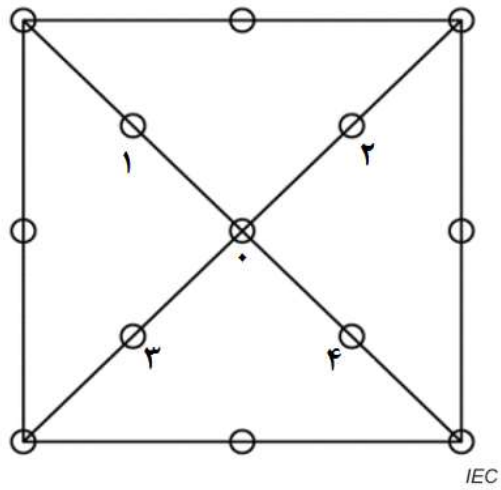
اندازه‌گیری رامان در یک نقطه از نمونه گرافن، نشان‌دهنده طیف رامان کلی نمونه نیست. به منظور ارزشیابی سطح نقص کلی نمونه گرافن، یک طرح نمونه برداری لازم است تا اطمینان حاصل شود که کاربران می‌توانند با انتخاب تعداد معینی از نقاط نمونه‌برداری، اطلاعات طیفی مناسبی که نماینده کل نمونه است، به‌دست آورند. یک رهیافت استاندارد شده برای نمونه‌برداری در زیر، ارائه شده است.

شکل ب-۱، روش نمونه‌برداری ۵ نقطه‌ای مورد استفاده برای اندازه‌گیری رامان را نشان می‌دهد. در اندازه‌گیری رامان هم‌کانون یک گرافن پودری پرس‌شده، توصیه می‌شود که ناحیه نمونه حداقل بیشتر دید میکروسکوپ را بپوشاند تا مناطق چهارگانه (چارک) آزمون مشخص شوند.



شکل ب-۱- ترسیم طرح حواره روش نمونه‌برداری ۵ نقطه‌ای

در روش نمونه‌برداری ۵ نقطه‌ای، توصیه می‌شود که ابتدا ناحیه نمونه‌برداری مستطیلی شکل کلی در نمای میکروسکوپی مشخص شود. شکل ب-۲، تمام نقاط مناسب اندازه‌گیری در هر نمونه را نشان می‌دهد. نقطه وسط (۰) قطرهای مستطیل، مرکز یک ربع آزمون است. چهار نقطه دیگر (۱، ۲، ۳ یا ۴) را در دو قطر انتخاب کنید به طوری که فاصله بین هر نقطه و نقطه میانی برابر باشد. براساس نقطه ۱، ۲، ۳ یا ۴، چهار ناحیه مستطیلی شکل دیگر می‌تواند به‌عنوان ربع آزمون توسعه داده شود. توصیه می‌شود که طول و عرض هر ربع یکسان باشد. نقاط اندازه‌گیری را می‌توان به‌طور تصادفی از گوشه‌ها، نقطه میانی هر لبه یا سه نقطه مساوی در قطرهای هر ربع نمونه‌برداری کرد. توصیه می‌شود که نقاط نمونه حداقل پنج ناحیه را پوشش دهند. این که کدام نقطه و چند نقطه انتخاب شود، به اطلاعات مورد نیاز و زمان اندازه‌گیری که مرتبط با هزینه هستند، بستگی دارد. توصیه می‌شود که تعداد نقاط نمونه‌برداری براساس الزامات مورد نظر تعیین شود.



شکل ب-۲- موقعیت نقاط اندازه گیری

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

مطالعه موردی: اندازه گیری و تحلیل داده

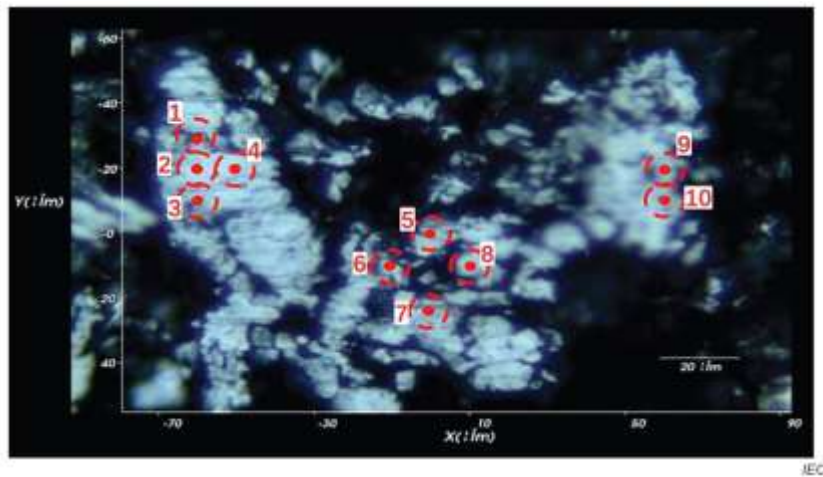
پ-۱ مرحله ۱: آماده سازی نمونه

یک نمونه شاهد از گرافن ناشناخته را روی یک صفحه آلومینیمی فلزی قرار دهید. یک لام شیشه‌ای روی نمونه قرار داده و نمونه را به آرامی برای تبدیل شدن به قرص فشار دهید. طرحواره آماده سازی نمونه در شکل ۴، نشان داده شده است.

هشدار- هنگام کار با پودرها، احتیاط لازم کار با نانومواد را در نظر بگیرید، به عنوان مثال: پوشیدن دستکش و ماسک.

پ-۲ مرحله ۲: آزمون رامان

نمونه به خوبی آماده شده را زیر میکروسکوپ یک طیفسنج رامان هم‌کانون^۱، با عدسی‌های شیئی با بزرگنمایی ده برابر ($\times 10$) قرار دهید. شکل پ-۱، میدان دید را نشان می‌دهد که در آن هر نقطه آزمون با یک دایره قرمز مشخص شده است.

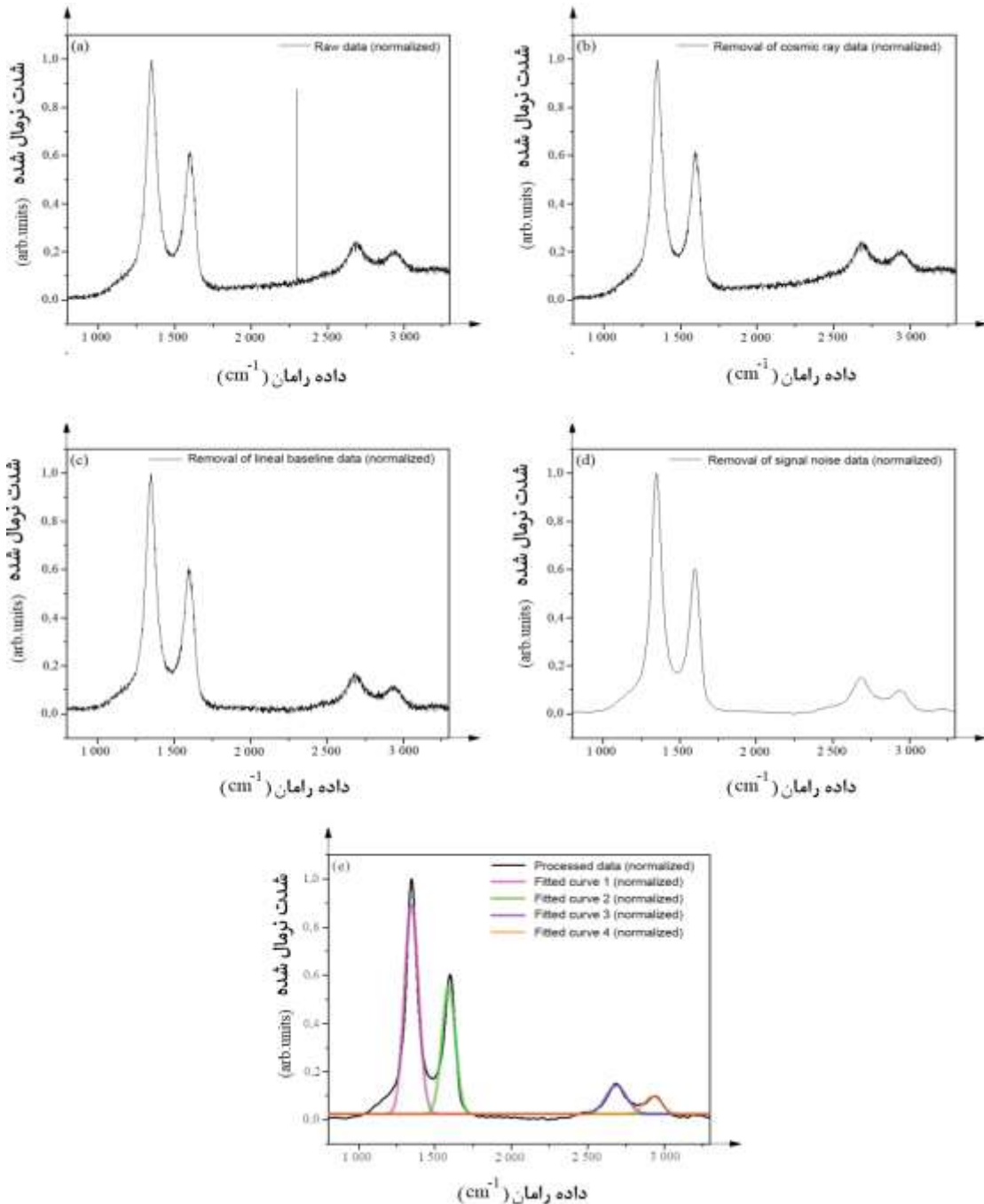


شکل پ-۱- میدان دید نمونه گرافن در زیر میکروسکوپ رامان

طول موج برانگیختگی لیزر ۵۳۲ nm و شدت توان برانگیختگی $0.8 \text{ mW}/\mu\text{m}^2$ است. در طول اندازه گیری رامان، عدد یکپارچه سازی ۲۰ و زمان یکپارچه سازی ۲ s تنظیم می‌شود. هر نقطه آزمون حداقل سه مرتبه اندازه گیری می‌شود و تمام طیف‌های رامان پردازش و تحلیل می‌شوند.

پ-۳ مرحله ۳: پردازش طیف رامان

از یک فیلتر درصدی برای حذف نوار پرتو کیهانی در طیف رامان اصلی استفاده کنید. خط پایه پس‌زمینه را با برازش طیف بدون نوارها، به‌دست آورید. داده‌ها را با فیلتر ساویتزکی-گولی^۱ صاف کنید تا نسبت بین نوار سیگنال و نوار نوفه پس‌زمینه ده به یک شود. پس از آن، توصیه می‌شود که نوارها با روش برازش گوسی، برازش شوند. روش اجرایی پردازش طیف رامان در شکل پ-۲ نشان داده شده‌است.

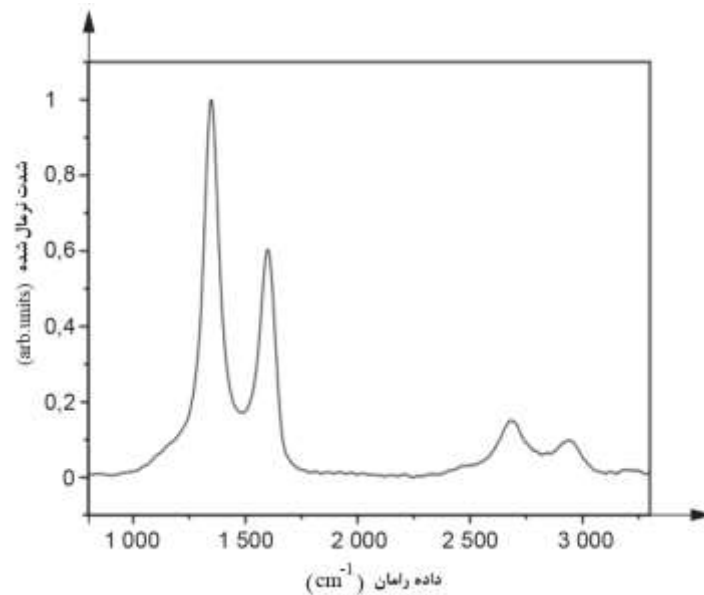


شکل پ-۲- روش اجرایی پردازش طیف رامان

پ-۴ مرحله ۴: تحلیل داده‌ها

1- Savitzky-Golay

در مطالعه موردی در پیوست پ، یک طیف رامان معمولی پس از پردازش در شکل پ-۳، نشان داده شده است. با برازش گوسی، نوارهای G، D، D+D' و 2D در طیف رامان پردازش شده متمایز شدند. براساس شدت نوارهای D+D' و 2D، نسبت $I_{D+D'}/I_{2D}$ را می توان محاسبه کرد. نسبت متوسط را می توان از اندازه گیری سه مرتبه در هر نقطه آزمون به دست آورد. در جدول پ-۱، متوسط $I_{D+D'}/I_{2D}$ هر نقطه آزمون ارائه شده است.

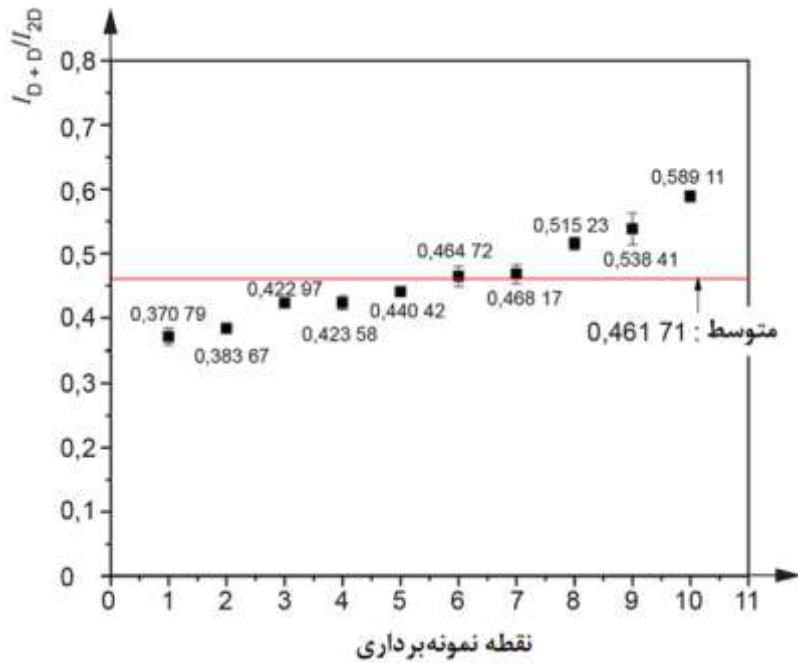


شکل پ-۳ - طیف معمولی رامان پس از پردازش

جدول پ-۱- متوسط I_{D+D}/I_{2D} از هر نقطه آزمون

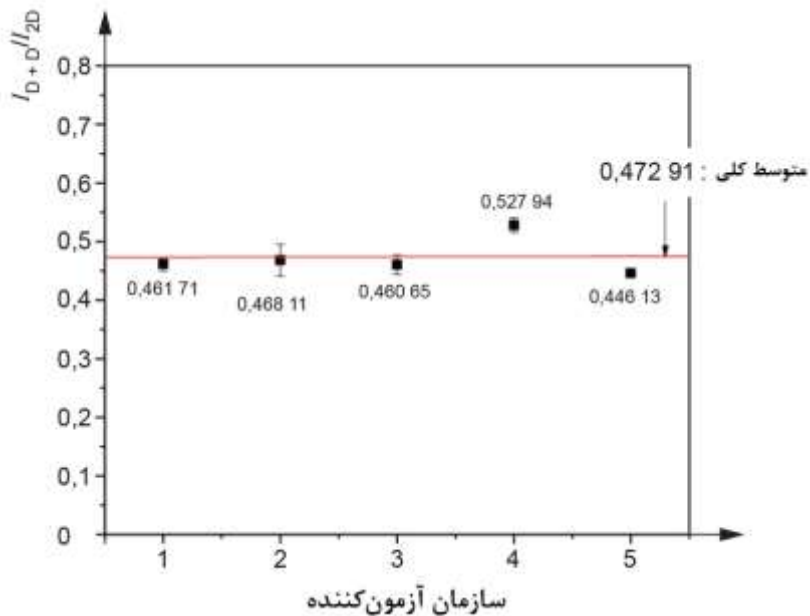
شماره	اولین اندازه گیری	دومین اندازه گیری	سومین اندازه گیری	متوسط I_{D+D}/I_{2D}	انحراف معیار
۱	0,356 344	0,374 088	0,381 942	0,370 79	0,013 11
۲	0,386 94	0,386 465	0,377 616	0,383 67	0,005 25
۳	0,417 931	0,420 147	0,430 844	0,422 97	0,006 91
۴	0,418 421	0,416 296	0,436 014	0,423 58	0,010 82
۵	0,445 258	0,431 649	0,444 346	0,440 42	0,007 61
۶	0,457 526	0,453 724	0,482 906	0,464 72	0,015 86
۷	0,457 828	0,484 638	0,462 047	0,468 17	0,014 42
۸	0,518 609	0,523 083	0,504 005	0,515 23	0,009 98
۹	0,515 553	0,564 277	0,535 396	0,538 41	0,024 50
۱۰	0,597 056	0,590 456	0,579 813	0,589 11	0,008 70
متوسط	0,457 147	0,464 482	0,463 493	0,461 71	0,011 72

با محاسبه متوسط I_{D+D}/I_{2D} ، تمامی نقاط آزمون، سطح نقص کلی یک نمونه آزمون را می توان به دست آورد. داده ها در شکل پ-۴، ارائه شده است. چنین نتایجی را می توان در جداول پیوست الف ثبت کرد.



شکل پ-۴- سطح نقص کلی از یک نمونه آزمون

آزمون‌های مقایسه‌ای توسط سازمان‌های مختلف آزمون‌کننده، از جمله دانشگاه‌ها، مؤسسات و شرکت‌های دستگاهی انجام شد. نتایج ترسیم‌شده در شکل پ-۵، ثابت می‌کند که داده‌ها تکرارپذیری خوبی دارند.



شکل پ-۵- نتایج اندازه‌گیری از سازمان‌های آزمون‌کننده مختلف

پیوست ت

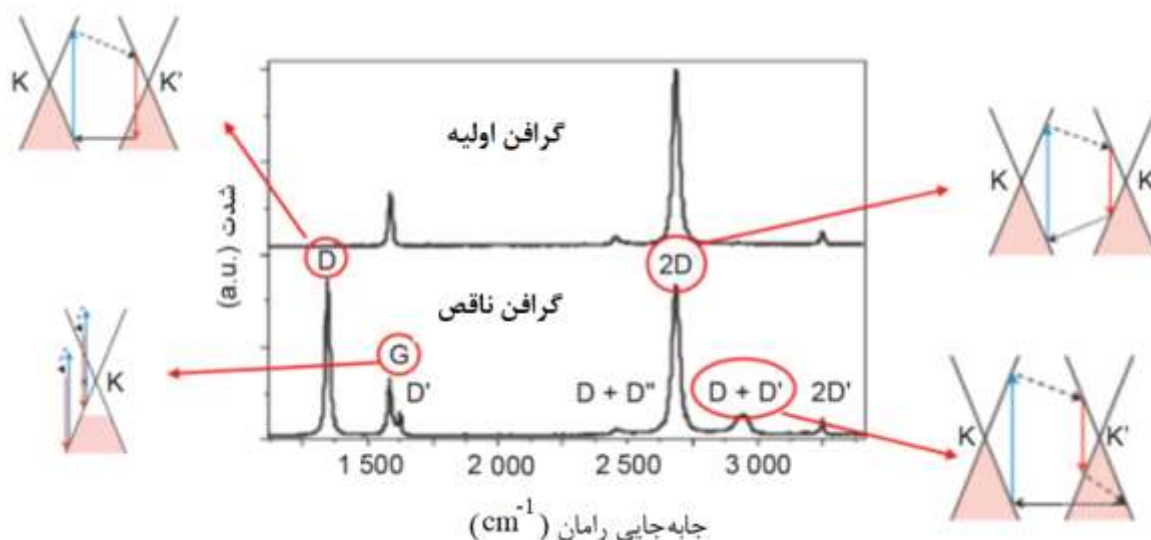
(آگاهی‌دهنده)

چرا از نسبت شدت $I_{D+D'}/I_{2D}$ برای مشخصه‌یابی سطح نقص پودر گرافن استفاده می‌شود؟

ت-۱ تفسیر نوارهای مشخصه در طیف رامان گرافن و سازوکار پراکندگی رامان

شکل ت-۱، نوارهای مشخصه در طیف رامان گرافن و پردازش‌های رامان را نشان می‌دهد. نوار D از حالت تنفس درون صفحه حلقه‌های کربنی سرچشمه می‌گیرد و برای فعال شدن، به نقص‌های شبکه نیاز دارد. این نوار ناشی از فونون‌های نوری عرضی (TO) در اطراف نقطه K یا K' در اولین منطقه بریلوئن است که شامل یک فرآیند تشدید دوگانه درون حفره‌ای است و به شدت با انرژی برانگیختگی پراکنده می‌شود. این تکانه^۲ موردنیاز برای اتصال نقاط K و K'، لازم است عمود بر لبه صندلی^۳ باشد. فقط مرز یا نقص از نوع صندلی می‌تواند نیاز را برآورده کند. یک لبه زیگزاگ کامل به‌سختی می‌تواند سیگنال نوار D را تولید کند. بنابراین نوار D، به نقص مرز نوع صندلی و مرز هیبریدی مربوط است. نوار G متناظر با فونون E_{2g} در مرکز منطقه بریلوئن است. نوار 2D به‌وسیله دو فرآیند پراکندگی غیرکشسان درون حفره‌ای ایجاد می‌شود که شامل یک فونون TO درون صفحه در اطراف نقطه K است. از آنجایی که نوار 2D از فرآیندی سرچشمه می‌گیرد که در آن پایستگی تکانه به‌وسیله دو فونون با بردار موج مخالف برآورده می‌شود، هیچ نقصی برای فعال‌سازی آن لازم نیست و بنابراین همیشه وجود دارد. با وجود نقص، یک فونون درون حفره‌ای در اطراف نقطه K' و یک فونون درون حفره‌ای در اطراف نقطه K می‌تواند تابش شود و نوار D+D' تولید شود. این نوار با سطح نقص در گرافن همبستگی زیادی دارد. نوار D+D' به‌عنوان نوار D+G یا نوار S3 نیز در مراجع قبلی برچسب‌گذاری شده است [5]، [7]، [8]. توجه شود که نوار D+G برچسب اشتباهی است، زیرا این نوار از مشتقات فرعی نوارهای D و G نیست [6].

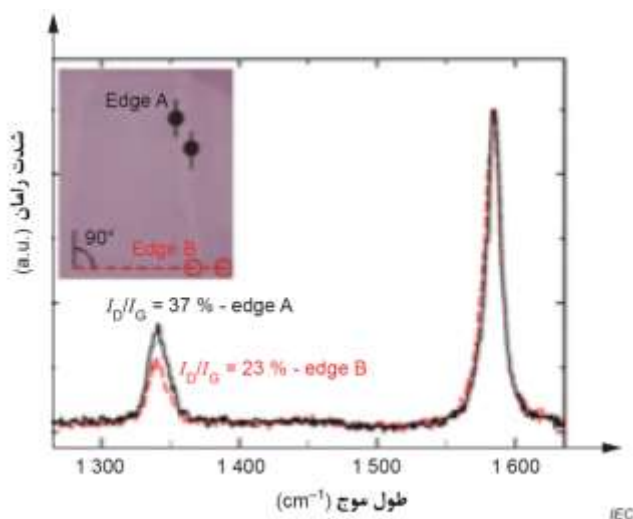
1- Transverse optical
2- Momentum
3- Armchair edge



شکل ت-۱- نوارهای مشخصه در طیف رامان گرافن و پردازش‌های رامان [۶]

ت-۲ مثال: تاثیر لبه‌ها در طیف رامان گرافن

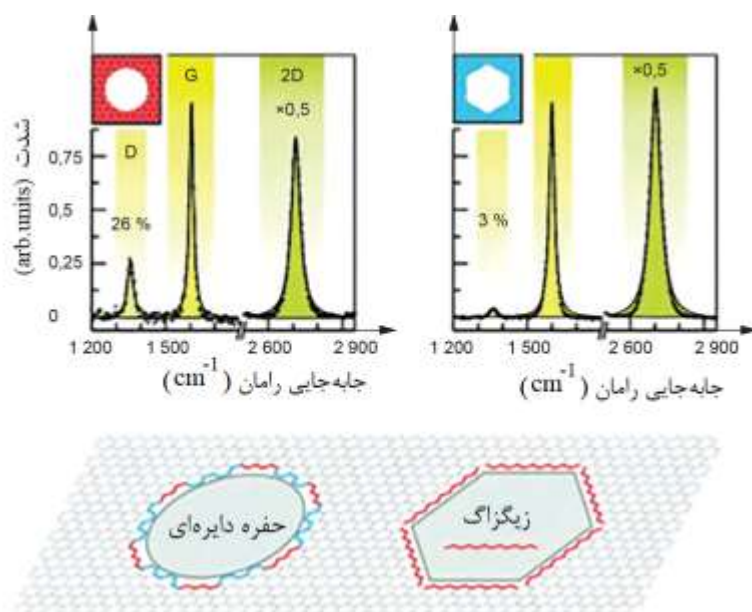
اندازه‌گیری‌های انجام‌شده روی لبه‌های گرافن صندلی و زیگزاگ که نسبت‌های شدت متفاوتی از I_D/I_G را نشان می‌دهند، در شکل ت-۲ [9] و ت-۳ [10] ارائه شده‌است. شکل ت-۲ طیف‌های رامان به‌دست‌آمده از لبه‌های یک نمونه گرافن تک‌لایه را نشان می‌دهد. نوار D اندازه‌گیری‌شده در لبه با جهت زیگزاگ (طیف خط‌چین) به‌طور قابل‌توجهی شدت کمتری نسبت به نوار D به‌دست‌آمده در لبه با جهت صندلی (طیف خط کامل) دارد.



شکل ت-۲- طیف رامان از لبه‌های یک نمونه گرافن تک‌لایه [9]

در مرجع [10] نویسندگان، آنالیز رامان نمونه‌های گرافن تک‌لایه با حفرات شش‌ضلعی و دایره‌ای را به‌ترتیب انجام دادند. درحالی‌که ثابت شد حفره‌های شش‌ضلعی از لبه‌های زیگزاگ تشکیل شده‌اند، حفره‌های دایره‌ای

با لبه‌هایی از مخلوط اجزای صندلی و زیگزاگ تشکیل شده‌اند (به توضیح در قسمت پایین شکل ت-۳ مراجعه شود).



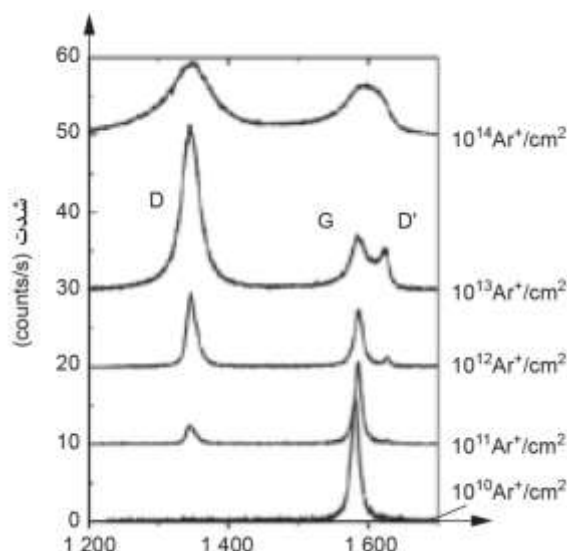
شکل ت-۳- طیف رامان به دست آمده از نمونه‌های گرافن تک لایه با حفره‌های شش ضلعی و دایره‌ای [10]

بر این اساس، تحلیل آماری رامان انجام شده در این دو نوع نمونه نشان داد که نسبت I_D/I_G به دست آمده از مرز حفرات شش ضلعی (لبه‌های زیگزاگ) تا ضریب ۳۰، کوچک‌تر از لبه حفرات گرد است.

در نتیجه، سیگنال نوار D ممکن است از نشر ناشی از نقص و لبه‌ها باشد. لبه‌های صندلی به طور قابل توجهی بر شدت نوار D تأثیر می‌گذارد، اما لبه‌های زیگزاگ بر سیگنال نوار D تأثیر کمی دارند.

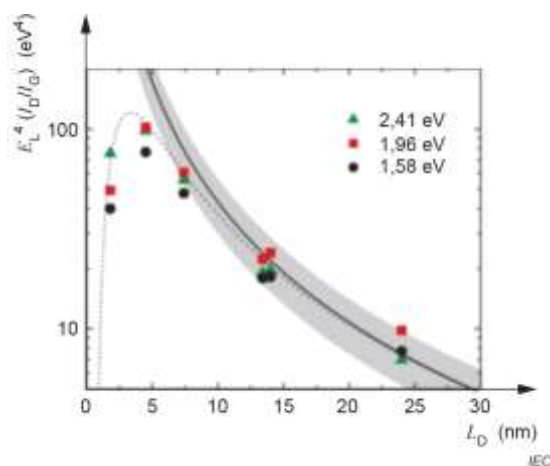
ت-۳ مثال: تأثیر نقص در طیف رامان گرافن تک لایه

پراکندگی رامان، برای مطالعه بی‌نظمی در گرافن تک لایه که در معرض بمباران یونی Ar^+ کم انرژی (eV) قرار دارد، استفاده می‌شود. شکل ت-۴، طیف‌های رامان را همراه نوارهای معمولی G، D و D' برای چهار دُز مختلف یونی نشان می‌دهد [1]. تکامل نسبت شدت بین نوار G و نوار D ناشی از بی‌نظمی با دُز یون تعیین می‌شود و روشی مبتنی بر طیف‌سنجی برای تعیین کمیت‌سنجی چگالی نقص در گرافن ارائه می‌کند.



شکل ت-۴- طیف رامان برای چهار دُز مختلف یون در گرافن [1]

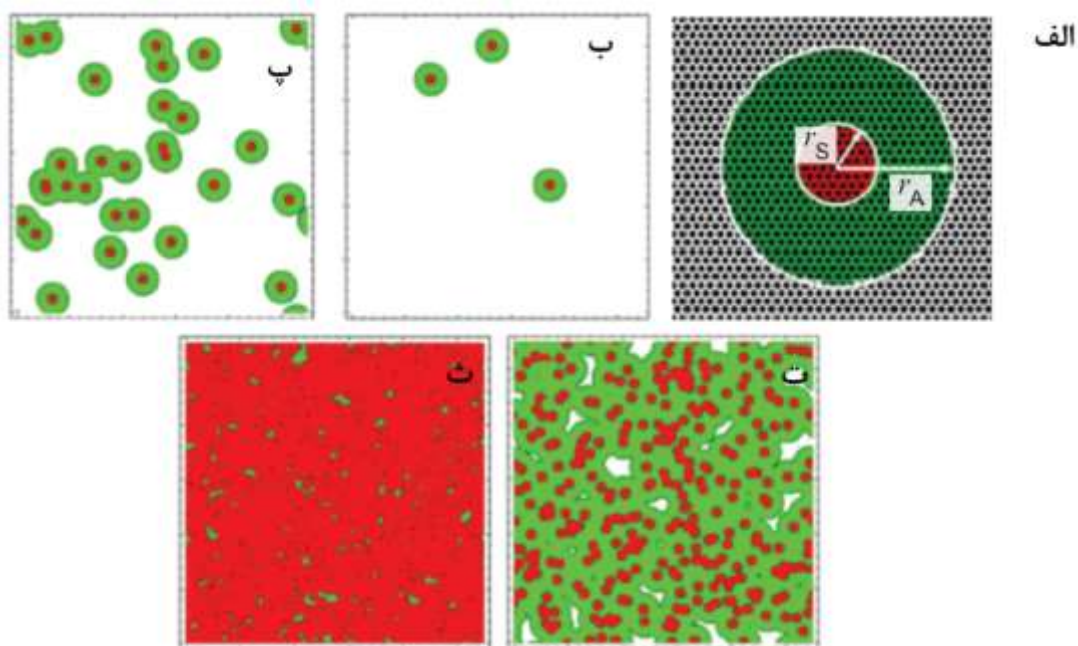
نسبت شدت I_D/I_G که وابستگی غیریکنواختی به متوسط فاصله L_D بین نقص‌ها دارد، برای کمیت‌سنجی نقص‌های یون‌القایی در فیلم گرافن استفاده شد [1]، [2]. شکل ت-۵، I_D/I_G را در مقابل L_D برای تمام گرافن تک‌لایه و انرژی‌های برانگیختگی E_L نشان می‌دهد [2]. این نسبت از یک تکامل دو مرحله‌ای با L_D پیروی می‌کند. در همه انرژی‌های برانگیختگی، I_D/I_G با کاهش L_D افزایش می‌یابد (مرحله ۱)، در $L_D \sim 3$ nm به حداکثر می‌رسد و برای $L_D < 3$ nm به سمت صفر کاهش می‌یابد (مرحله ۲).



شکل ت-۵- $E_L^4 [I_D/I_G]$ به صورت تابعی از L_D [2]

چنین رفتاری حاکی از وجود دو سازوکار رقابتی بی‌نظمی القاشده است که در نوار D رامان مشارکت می‌کند. یک مدل پدیدارشناختی برای وابستگی L_D به I_D/I_G در مرجع [1] ارائه شده‌است که در آن نویسندگان، دو مقیاس طول را تعریف کرده‌اند که با r_A و r_S در شکل ت-۶، نشان داده شده‌است. شعاع کوتاه‌تر r_S شعاع ناحیه بی‌نظم ساختاری ناشی از برخورد یک یون را تعیین می‌کند. شعاع ناحیه، r_A به‌عنوان احاطه‌کننده نقص نقطه‌ای که در آن پراکندگی نوار D رخ می‌دهد، تعریف می‌شود گرچه ساختار شش‌ضلعی sp^2 حفظ

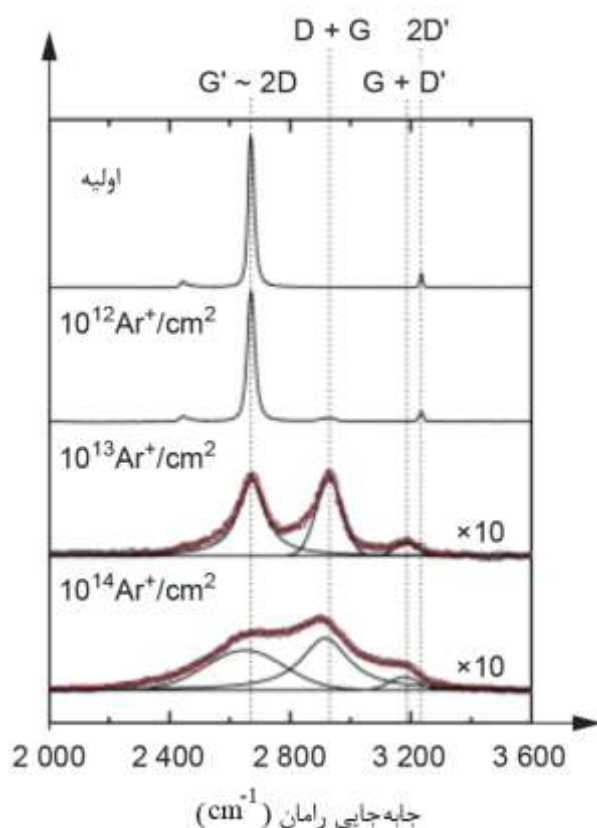
شده است. مناطق A فعال شده (سبز) بیشترین سهم را در نوار D دارند، در حالی که مناطق S بی نظم ساختاری (قرمز) به دلیل شکسته شدن خود ساختار شبکه، سهم کمتری در نوار D دارند. براساس مدل، مرجع [2] گزارش داده شده است که در رژیم با چگالی نقص کم ($L_D \geq 10 \text{ nm}$)، I_D/I_G متناسب است با $1/L_D^2$ (مرحله ۱) و در رژیم با چگالی نقص بالا، I_D/I_G متناسب با L_D^2 (مرحله ۲) است.



شکل ت-۶- (الف) تعریف ناحیه «A» فعال شده (سبز) و ناحیه «S» دارای بی نظمی ساختاری (قرمز). (ب-ه)

عکس‌های لحظه‌ای از تکامل ساختاری ورقه گرافن برای غلظت‌های مختلف نقص [1]

شکل ت-۷ تکامل نوار 2D یا (G') و سایر فرآیندهای مرتبه دوم در گرافن را برای چهار دُز مختلف یون نشان می‌دهد [5]. شدت‌های نوار 2D با زیاد شدن پهنا در اثر افزایش دُز یون کاهش می‌یابد. نوار مرتبط با نقص D+G در 2930 cm^{-1} را می‌توان در دُزهای بالاتر $10^{13} \text{ Ar}^+/\text{cm}^2$ مشاهده کرد. شکل ت-۷ ثابت می‌کند که شدت نوار D+D' (نوار D+G شکل ت-۷) با افزایش سطح نقص، افزایش می‌یابد و به حالت لبه و مرزی حساس نیست.

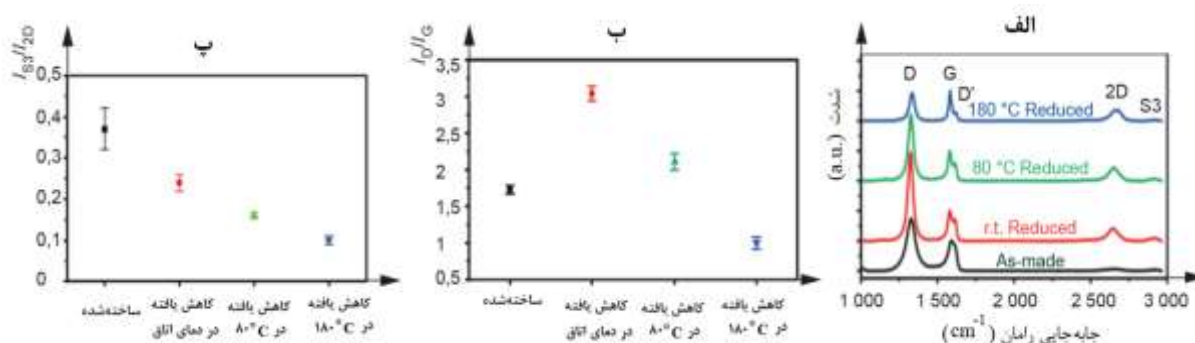


شدت دو نمودار پایین برای خوانایی در ضریب ۱۰ ضرب شده است.

شکل ت-۷- تکامل 2D و سایر نوارهای مرتبه دوم با افزایش دز یون [5]

ت-۴ مثال: مشخصه‌های رامان ورقه گرافن کاهش یافته

شکل ت-۸ مشخصه‌های رامان ورقه گرافن ساخته شده و انواع مختلف نمونه‌های فیلم ورقه گرافن کاهش یافته را نشان می‌دهد [7]. ورقه گرافن در دمای اتاق و 80°C با هیدرازین مونوهیدرات کاهش یافت. پس از این کاهش‌ها، نسبت I_D/I_G رامان بالاتر از ورقه گرافن ساخته شده بود که نشان‌دهنده افزایش تعداد حوزه‌های گرافنی کوچکتر است. در مقابل، زمانی که ورقه گرافن تحت شرایط حلال گرمایی 180°C کاهش یافت، نسبت شدت I_D/I_G کمتر از ورقه گرافن ساخته شده بود. اگرچه روند I_D/I_G با توجه به دمای کاهش یکنواخت نبود، نسبت شدت $I_{S3}/I_{2D}(I_{D+D'}/I_{2D})$ با افزایش دمای کاهش، به‌طور یکنواخت نزولی شد. این نشان می‌دهد که نسبت $I_{D+D'}/I_{2D}$ همبستگی خوبی با سطح نقص گرافن دارد.

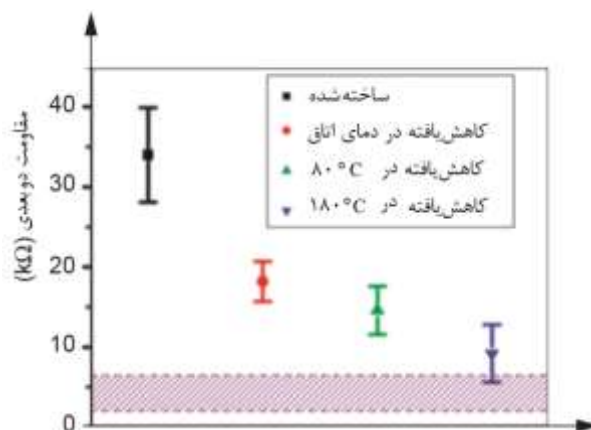


r.t. = دمای اتاق

شکل ت-۸- مشخصه‌های رامان ورقه گرافن ساخته شده و انواع مختلف نمونه‌های فیلم ورقه گرافن کاهش یافته:

(الف) طیف رامان؛ (ب) نسبت‌های شدت D/G؛ (پ) نسبت‌های شدت S3/2D [7]

شکل ت-۹، مقاومت ورقه گرافن ساخته شده و انواع مختلف ورقه گرافن کاهش یافته را نشان می‌دهد. با زیاد شدن دمای کاهش، متوسط مقاومت دوبعدی (2D) ورق گرافن پس از کاهش حلال گرمایی کم شد. مقاومت فقط با $I_{D+D'}/I_{2D}$ رابطه خطی دارد، اما با I_D/I_G رابطه خطی ندارد. این ثابت می‌کند که $I_{D+D'}/I_{2D}$ شاخص مقاومت یا رسانایی ماده است.



r.t. = دمای اتاق

شکل ت-۹- مقاومت ورقه گرافن ساخته شده و انواع مختلف ورقه گرافن کاهش یافته [7]

پ-۵ نتیجه‌گیری

همان‌طور که در شکل ۲، نشان داده شده است، فیلم گرافن و پودر گرافن دارای پیکربندی‌های مختلف بسته‌بندی نسبت به پرک‌های گرافن هستند. پودر گرافن دارای مرزهای بیشتری نسبت به فیلم گرافن است. ریخت‌شناسی ساختاری نقص نقطه‌ای در پودر گرافن مانند عکس لحظه‌ای شکل ت-۶- ت (L_D بزرگتر) به نظر می‌رسد، در حالی که ریخت‌شناسی ساختاری مرزها در پودر گرافن مانند عکس لحظه‌ای شکل ت-۶- ت (L_D کوچک‌تر) است. با وجود مرزهای زیاد، ریخت‌شناسی پودر گرافن در زیر نقطه لیزر مخلوطی از شکل

ت-۶- ت و ت-۶-ث است. مشخص است که نقص، مرز لبه صندلی و مرز هیبریدی در سیگنال نوار D مشارکت دارند [1]، [6]، [9]، [10]، اما تمایز سهم انفرادی در نوار D غیرممکن است. در مورد پودرگرافن، تعیین این که نسبت شدت I_D/I_G با L_D در مرحله ۱ یا L_D در مرحله ۲ مطابقت دارد، دشوار است. بنابراین، نسبت شدت I_D/I_G مورد استفاده برای تعیین کمیت نقص در فیلم گرافن [1]، [2]، برای مورد پودر گرافن مناسب نیست. از آنجایی که فقط نقص، در سیگنال نوار $I_{D+D'}$ مشارکت دارد [5]، [6]، استفاده از نسبت شدت $I_{D+D'}/I_{2D}$ برای مشخصه‌یابی سطح نقص پودر گرافن منطقی است. این نسبت با سطح نقص پودر گرافن رابطه یکنواختی دارد [5]، [11]. این رابطه را می‌توان با نتایج تجربی ارائه‌شده در پیوست پ نیز پشتیبانی کرد.

کتابنامه

- [1] Lucchese M.M., Stavale F., Martins Ferreira E.H., Vilani C., Moutinho M.V.O., Capaz R.B., Achete C.A., Jorio A., Quantifying ion-induced defects and Raman relaxation length in graphene. *Carbon* 48, 1592–1597 (2010)
- [2] Cancado L.G., Jorio A., Ferreira E.H.M., Stavale F., Ferrari, A.C., Quantifying defects in graphene via Raman spectroscopy at different excitation energies. *Nano Lett.*, 11(8), 3190-3196 (2011)
- [3] Banhart F., Kotakoski J., Krasheninnikov A.V., Structural defects in graphene. *ACS Nano*. 5.1:26-41(2015)
- [4] Kaniyoor A. and Ramaprabhu S., A Raman spectroscopic investigation of graphite oxide derived graphene. *AIP Advances*, 2 (3):241 (2012)
- [5] Martins Ferreira E.H., Moutinho M.V.O., Stavale F., Lucchese M.M., Capaz R.B., Achete C.A., and Jorio A., Evolution of the Raman spectra from single-, few-, and manylayer graphene with increasing disorder. *Phys. Rev. B*. 82, 125429 (2010)
- [6] Ferrari A.C. and Basko D.M., Raman spectroscopy as a versatile tool for studying the properties of graphene. *Nat. Nanotechnol.* 8.4:235-46 (2013)
- [7] Wang H.L., Robinson J.T., Li X.L., Dai H.J., Solvothermal reduction of chemically exfoliated graphene sheets. *JACS*. 131.29:9910-1 (2009)
- [8] Moon, I.K., Lee, J., Ruoff, R.S., Lee, H., Reduced graphene oxide by chemical graphitization. *Nat. Commun.*, 1(6), 1-6 (2010)
- [9] Neubeck S., You Y.M., Ni Z.H., Blake P., Shen Z.X., Geim A.K. and Novoselov K.S. Direct determination of the crystallographic orientation of graphene edges by atomic resolution imaging. *Appl. Phys. Lett.* 97, 053110 (2010)
- [10] Krauss B., Nemes-Incze P., Skakalova V., Biro L.P., von Klitzing K. and Smet J.H., Raman scattering at pure graphene zigzag edges. *Nano Lett.* 10 4544–8 (2010)
- [11] Johra, F.T., Lee, J.W., Jung, W.G., Facile and safe graphene preparation on solution based platform. *J. Ind. Eng. Chem.*, 20(5), 2883-2887 (2014)