

---

---

**Nanotechnologies — Caractérisation des  
nanotubes de carbone à simple paroi par  
microscopie électronique à balayage et  
spectroscopie à dispersion d'énergie**

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

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 10798:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0a3af60-0907-4aa9-9beb-344ed3a28400/iso-ts-10798-2011>



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO/TS 10798:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0a3af60-0907-4aa9-9beb-344ed3a28400/iso-ts-10798-2011>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2011

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives.....</b>	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions .....</b>	<b>1</b>
<b>3.1</b> <b>Microscopie électronique à balayage.....</b>	<b>1</b>
<b>3.2</b> <b>Termes relatifs à l'analyse par microsonde électronique .....</b>	<b>2</b>
<b>3.3</b> <b>Termes relatifs à l'échantillonnage.....</b>	<b>4</b>
<b>4</b> <b>Principes généraux .....</b>	<b>4</b>
<b>4.1</b> <b>Analyse MEB.....</b>	<b>4</b>
<b>4.2</b> <b>Analyse EDX .....</b>	<b>5</b>
<b>4.3</b> <b>Applicabilité à l'analyse de MWCNT .....</b>	<b>5</b>
<b>4.4</b> <b>Autres méthodes d'analyse auxiliaires .....</b>	<b>5</b>
<b>5</b> <b>Méthodes de préparation de l'échantillon .....</b>	<b>5</b>
<b>5.1</b> <b>Consignes et mesures de sécurité .....</b>	<b>5</b>
<b>5.2</b> <b>Préparation des échantillons pour les analyses par MEB/EDX.....</b>	<b>6</b>
<b>5.3</b> <b>Préparation de l'échantillon MEB/techniques de fixation .....</b>	<b>6</b>
<b>6</b> <b>Modes opératoires de mesure .....</b>	<b>8</b>
<b>6.1</b> <b>Analyse MEB.....</b>	<b>8</b>
<b>6.2</b> <b>Analyse EDX .....</b>	<b>9</b>
<b>7</b> <b>Analyse des données et interprétation des résultats .....</b>	<b>10</b>
<b>7.1</b> <b>Résultats obtenus par MEB.....</b>	<b>10</b>
<b>7.2</b> <b>Résultats obtenus par EDX .....</b>	<b>10</b>
<b>8</b> <b>Incertitude de mesure .....</b>	<b>10</b>
<b>8.1</b> <b>Analyse MEB.....</b>	<b>10</b>
<b>8.2</b> <b>Analyse EDX .....</b>	<b>10</b>
<b>Annexe A (normative) Méthodes d'échantillonnage pour MEB .....</b>	<b>12</b>
<b>Annexe B (informative) Informations auxiliaires sur la caractérisation par EDX des matériaux de NTC .....</b>	<b>14</b>
<b>Annexe C (informative) Étude de cas pour l'analyse d'échantillons de SWCNT synthétisés et purifiés.....</b>	<b>16</b>
<b>Annexe D (informative) Exemples d'analyse MEB/EDX de SWCNT .....</b>	<b>23</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>27</b>

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO/TS 10798 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

## Introduction

Les nanotubes de carbone à simple paroi (SWCNT) sont fabriqués à partir d'une forme unique de carbone dotée de propriétés mécaniques, thermiques et électroniques optimales. Ils sont constitués d'atomes de carbone disposés en réseau hexagonal sous forme de tube creux. Les diamètres de SWCNT vont de 0,5 nm à 3 nm, alors que leurs longueurs peuvent être inférieures à 1 µm dans la plage millimétrique.

Les applications possibles des SWCNT couvrent, entre autres, les matériaux composites renforcés, les systèmes de délivrance de médicaments et les dispositifs électroniques. La croissance des SWCNT peut être réalisée in situ, comme partie intégrée d'un dispositif électronique ou électromécanique ou sur substrat au moyen d'un arc électrique, un laser ou des méthodes de dépôt chimique en phase vapeur. Des détails sur la structure et sur les méthodes de fabrication des SWCNT peuvent être trouvés dans la littérature pertinente<sup>[12][18]</sup>.

La production des SWCNT résulte d'un mécanisme de croissance catalytique, utilisant des nanoparticules métalliques comme matériau catalytique. Ces nanoparticules peuvent être trouvées dans le matériau brut SWCNT à l'état de production. Les matériaux bruts peuvent également comprendre d'autres impuretés sous forme d'oxydes inorganiques, ainsi que différentes structures de nanocarbone telles que les fullerènes, le carbone nanocristallin et le carbone amorphe. Des solvants, des acides et d'autres agents chimiques sont utilisés pour purifier les matériaux bruts du SWCNT. Les impuretés seront réduites ou retirées au cours du processus de purification. Certaines méthodes de purification comportent l'oxydation par reflux à l'acide<sup>[17]</sup>, l'oxydation en phase gazeuse<sup>[14]</sup>, la microfiltration<sup>[11]</sup> et la chromatographie sur colonne<sup>[15]</sup>. Toutefois, en fonction de la méthode de purification, les SWCNT risquent d'être raccourcis, fonctionnalisés avec des groupes acides, regroupés (plusieurs SWCNT agglomérés) ou endommagés (défauts dans la structure de la paroi pouvant affecter les propriétés du matériau.)

La microscopie électronique à balayage haute résolution est une technique extrêmement utile pour caractériser les matériaux bruts et purifiés du SWCNT. Le microscope électronique à balayage haute résolution (MEB-HR) est utilisé pour faire la distinction entre des caractéristiques qui correspondent à des nanotubes de carbone à rapport de forme élevé et d'autres impuretés de carbone non filamenteux. L'analyse par spectrométrie à rayons X à sélection d'énergie (EDX) à base de MEB est également utilisée pour identifier la composition élémentaire de catalyseurs et autres impuretés inorganiques présentes dans le matériau.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TS 10798:2011](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0a3af60-0907-4aa9-9beb-344ed3a28400/iso-ts-10798-2011>

# Nanotechnologies — Caractérisation des nanotubes de carbone à simple paroi par microscopie électronique à balayage et spectroscopie à dispersion d'énergie

## 1 Domaine d'application

La présente Spécification technique définit les méthodes permettant de caractériser la morphologie et d'identifier la composition élémentaire des catalyseurs et d'autres impuretés inorganiques dans les poudres et films de nanotubes de carbone à simple paroi (SWCNT) bruts et purifiés, en utilisant pour cela l'analyse par microscopie électronique à balayage et par spectrométrie à rayons X à sélection d'énergie.

Les méthodes décrites pour les SWCNT dans la présente Spécification technique peuvent être également appliquées à l'analyse des nanotubes de carbone à parois multiples (MWCNT).

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 22493, *Analyse par microfaisceaux — Microscopie électronique à balayage — Vocabulaire*  
[http://www.iso.org/iso/catalogue\\_detail.htm?csnumber=344ed3a28400/iso-ts-10798-2011](http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm?csnumber=344ed3a28400/iso-ts-10798-2011)

ISO/TS 80004-3, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 3: Nano-objets en carbone*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 22493 et l'ISO/TS 80004-3, ainsi que les suivants s'appliquent.

### 3.1 Microscopie électronique à balayage

#### microscope électronique à balayage

##### MEB

instrument qui génère des images agrandies d'un échantillon en balayant sa surface au moyen d'un faisceau d'électrons bien focalisé

NOTE 1 Voir la Référence [16] pour des détails relatifs à l'instrumentation, au processus MEB et aux différents types de MEB.

NOTE 2 Un MEB conventionnel utilise comme source d'électrons un filament en matériaux de W ou de LaB<sub>6</sub> qui sont chauffés pour générer une source d'électrons par émission thermoélectronique. Les sondes à faisceau d'électrons ont des dimensions,  $d_p$ , comprises entre 3 nm et 4 nm, ce qui est insuffisant pour résoudre les SWCNT individuels. La gamme utile d'analyse est généralement effectuée à un grossissement de  $\times 100\,000$  et peut être beaucoup plus faible dans des matériaux non conducteurs. Les MEB conventionnels fonctionnent généralement à une tension d'accélération élevée (de 5 KV à 30 KV) et exigent souvent que les échantillons soient revêtus. Ces MEB peuvent être utilisés pour l'analyse par EDX.

NOTE 3 Un microscope électronique à balayage à émission de champ (MEB-EC) est doté d'une pointe de cathode extrêmement fine qui génère un plus petit diamètre de sonde par rapport à un MEB conventionnel, même à très basse tension d'accélération (de 0,5 KV à 5 KV). Dans les MEB-EC, les dimensions de la sonde du faisceau d'électrons peuvent être inférieures ou égales à 1 nm, ce qui permet d'élargir la gamme utile de grossissement d'un ordre de grandeur supérieur. Les matériaux non conducteurs peuvent former une image sans application d'un revêtement conducteur par l'utilisation d'une faible tension d'accélération. Un MEB-EC est parfois appelé MEB haute résolution (MEB-HR). Il est également possible de l'utiliser pour l'analyse par EDX et obtenir ainsi une meilleure résolution spatiale avec de faibles tensions d'accélération.

NOTE 4 Le MEB à pression variable (MEB-PV) permet de contrôler la pression autour de l'échantillon à partir de quelques centaines de Pascals, de manière à éliminer la charge superficielle de la surface et à réduire au minimum tout dommage à la surface de l'échantillon. Bien qu'elle ne s'inscrive pas actuellement dans le domaine d'application de la présente spécification, cette méthode est ici incluse pour caractérisation ultérieure d'une future MEB-PV pour des SWCNT qui peuvent être présents dans un tissu biologique ou un environnement fluide. Dans ce cas, l'analyse par EDX est possible mais la dispersion du faisceau d'électrons dans le gaz résiduel est telle que les résultats de l'analyse ponctuelle sont altérés par des contributions indésirables provenant de l'ensemble du plot porte-échantillon.

## 3.2 Termes relatifs à l'analyse par microsonde électronique

### 3.2.1

#### tension d'accélération

différence de potentiel appliquée entre le filament et l'anode pour accélérer les électrons émis par la source

[ISO 23833:2006, définition 4.1]

### 3.2.2

#### profondeur d'analyse

profondeur maximale à partir de laquelle une fraction définie (par exemple 95 % du total) de rayons X est émise par le volume d'interaction après absorption

[ISO 23833:2006, définition 4.7.1.2]

### 3.2.3

#### volume d'analyse

volume d'où une fraction définie (par exemple 95 % du total) de rayons X est émise après génération et absorption

[ISO 23833:2006, définition 4.7.1.3]

### 3.2.4

#### électron rétrodiffusé

##### BSE

électron éjecté au travers de la surface d'entrée de l'échantillon par un processus de rétrodiffusion

[ISO 23833:2006, définition 2.3.2.2]

NOTE Par convention, un électron éjecté avec une énergie supérieure à 50 eV peut être considéré comme un électron rétrodiffusé.

### 3.2.5

#### image en électrons rétrodiffusés

##### BEI

image d'un faisceau d'électrons à balayage dont le signal est issu d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés dédié (par exemple un scintillateur passif, une diode solide, un microcanal ou un détecteur Everhart-Thornley à polarisation négative)

NOTE Adapté de l'ISO 23833:2006, définition 3.4.2.

**3.2.6****artéfact dû au revêtement**

modification indésirable de la structure de l'échantillon et/ou du spectre de rayons X résultant des caractéristiques du matériau de revêtement et susceptible d'interférer avec l'interprétation des détails de l'échantillon proprement dit

NOTE Adapté de l'ISO 23833:2006, définition 4.6.3.1.

**3.2.7****spectromètre X à sélection d'énergie****EDS**

dispositif permettant de déterminer l'intensité des rayons X en fonction de l'énergie du rayonnement

[ISO 23833:2006, définition 3.6.4]

**3.2.8****spectrométrie X à sélection d'énergie****EDX**

forme de spectrométrie X dans laquelle l'énergie des photons individuels est mesurée et utilisée pour établir un histogramme numérique représentant la distribution des rayons X en fonction de l'énergie

[ISO 23833:2006, définition 3.6.5]

**3.2.9****microanalyse par sonde à électrons****EPMA**

technique d'analyse élémentaire à résolution spatiale basée sur la spectrométrie X par excitation d'électrons, utilisant une sonde électronique focalisée et un volume d'interaction des électrons dans des dimensions allant de l'échelle micrométrique à l'échelle submicrométrique

NOTE Adapté de l'ISO 23833:2006, définition 2.1.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0a3af60-0907-4aa9-9beb-344ed3a28400/iso-ts-10798-2011>

**3.2.10****analyse ponctuelle**

analyse obtenue lorsque la sonde électronique est placée en un endroit isolé et qu'elle y est maintenue pendant la durée des mesurages spectrométriques

[ISO 23833:2006, définition 3.4.10]

**3.2.11****électron secondaire****SE**

électron d'un échantillon émis suite à une diffusion inélastique de l'électron de faisceau primaire par des électrons de valence de l'échantillon faiblement liés

NOTE 1 Les électrons secondaires ont par convention des énergies inférieures à 50 eV.

NOTE 2 Adapté de l'ISO 23833:2006, définition 2.3.8.

**3.2.12****image en électrons secondaires****SEI**

image d'un faisceau d'électrons à balayage dont le signal provient d'un détecteur qui mesure de manière sélective les électrons secondaires (électrons de moins de 50 eV) et qui n'est pas directement sensible aux électrons rétrodiffusés

NOTE Adapté de l'ISO 23833:2006, définition 3.4.11.

### 3.3 Termes relatifs à l'échantillonnage

#### 3.3.1 échantillon in situ

échantillon prélevé du lot de production ou du matériau à caractériser

NOTE Adapté de l'EN 15443:2006.

#### 3.3.2 échantillon de laboratoire

sous-échantillon d'échantillon in situ ayant fait l'objet d'un certain nombre d'étapes de préparation d'échantillons (par exemple séchage, etc.) en laboratoire

NOTE Adapté de l'EN 15443:2006.

#### 3.3.3 échantillon pour analyse

sous-échantillon d'échantillon de laboratoire ayant une dimension nominale de quelques mm ou une masse de quelques dizaines de milligrammes, utilisé pour un certain nombre d'analyses physico-chimiques

NOTE Adapté de l'EN 15443:2006.

#### 3.3.4 prise d'essai

sous-échantillon d'échantillon pour analyse constitué par la quantité de matériau nécessaire à une seule exécution de la méthode d'essai

NOTE Adapté de l'EN 15443:2006.

#### 3.3.5 zone d'essai

emplacement spécifique, de coordonnées  $\langle x, y \rangle$ , située sur la prise d'essai et défini par le réglage du grossissement du MEB

NOTE Adapté de l'EN 15443:2006.

#### 3.3.6 sous-échantillon

échantillon partiel

NOTE Adapté de l'EN 15443:2006.

## 4 Principes généraux

### 4.1 Analyse MEB

L'analyse MEB est utilisée pour faire la distinction dans les échantillons de SWCNT entre les caractéristiques qui correspondent à la morphologie structurale des SWCNT, des autres formes de carbone et des autres impuretés. Les SWCNT ont des diamètres allant de moins de 1 nm à environ 3 nm. Ils ont des longueurs extrêmement variables qui peuvent parfois être supérieures à 10  $\mu\text{m}$ . À l'échelle nanométrique, les diamètres génèrent des forces d'attraction très élevées entre les particules; d'autre part des nanotubes extrêmement longs peuvent facilement s'enchevêtrer. De ce fait, on retrouve en général des nanotubes de carbone sous forme de «faisceaux» ou de «rubans» lorsqu'un grand nombre de nanotubes individuels est regroupé. Les dimensions des faisceaux sont bien supérieures à celles des tubes individuels.

## 4.2 Analyse EDX

L'analyse EDX est utilisée pour déterminer la composition élémentaire des impuretés non carbonées présentes dans l'échantillon de NTC. En l'état actuel des connaissances, tous les systèmes MEB/EDX peuvent détecter le carbone et présentent une bonne sensibilité vis-à-vis des autres impuretés du matériau telles que les catalyseurs résiduels, les agents de surface et les produits fonctionnalisés à l'acide. Certains fournisseurs proposent des programmes de logiciel évolués pour le calcul de données semi-quantitatives à partir de spectres de rayon X acquis sans utilisation de matériaux de référence.

## 4.3 Applicabilité à l'analyse de MWCNT

Les MWCNT sont constitués de feuilles de graphène imbriquées, concentriques ou quasi concentriques ayant des distances entre couches similaires à celles du graphite. Ils ont des diamètres extérieurs bien supérieurs en raison du nombre plus élevé de couches de graphène dans la structure de la paroi. Le nombre de parois va de deux ou trois (paroi double et triple, respectivement) à  $n$  parois. Ces structures peuvent aisément avoir des diamètres extérieurs de 10 nm à 15 nm, ce qui est bien supérieur à la dimension minimale de la sonde de MEB-HR (en général d'environ 1 nm). Les méthodes de dispersion et de préparation de l'échantillon sont également similaires à celles utilisées pour les SWCNT. Par conséquent, toutes les méthodes décrites pour la caractérisation des SWCNT par MEB/EDX s'appliquent également à l'analyse des MWCNT.

NOTE 1 La distance entre couches dans les MWCNT est d'environ 0,335 nm; cette valeur est proche de la distance qui sépare les couches de graphène dans le graphite. Par conséquent, le diamètre extérieur,  $D_o$ , d'un MWCNT est:

$$D_o \approx D_i + 2(n - 1) x$$

où

$D_i$  est le diamètre intérieur, en nanomètres;

$n$  est le nombre de parois;

$x$  est la distance entre couches, en nanomètres.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0a3af60-0907-4aa9-9beb-344e17e28400/iso-ts-10798-2011>

NOTE 2 Des informations supplémentaires sur la caractérisation des MWCNT peuvent être trouvées dans la Référence [3].

## 4.4 Autres méthodes d'analyse auxiliaires

Il existe d'autres techniques d'analyse qui sont nécessaires pour déterminer la structure exacte de la paroi, la présence de défauts, le type de carbone, la distribution du diamètre et la teneur en impuretés des nanotubes de carbone. Des exemples de certaines de ces autres techniques d'analyse qui sont généralement utilisées à l'appui de l'analyse des SWCNT par MEB/EDX sont fournies en C.3.

## 5 Méthodes de préparation de l'échantillon

### 5.1 Consignes et mesures de sécurité

Il est recommandé que les nanotubes de carbone soient manipulés par un personnel scientifique formé. Il convient de préparer l'échantillon en respectant les modes opératoires de sécurité appropriés relatifs à la manipulation des nanotubes de carbone et autres formes de nanoparticules. Il convient que des équipements de protection individuelle (EPI) soient utilisés, y compris des gants à usage unique, des lunettes de sécurité, des vêtements de laboratoire, des appareils de protection respiratoire filtrants, etc. Il convient que la préparation des échantillons soit effectuée sous une hotte aspirante munie de filtres à air appropriés afin d'éviter l'inhalation d'éventuelles poussières de NTC.

Il convient d'éviter les revêtements d'échantillons par évaporation ou par pulvérisation cathodique lorsqu'il s'agit d'imagerie haute résolution de SWCNT.

NOTE Les revêtements par pulvérisation cathodique peuvent générer des artefacts qui masquent les détails des images à forts grossissements et sont susceptibles d'être confondus avec les revêtements indésirables de carbone amorphe engendrés au cours du processus de production. Un exemple d'artefact de revêtement de MEB-HR est présenté en D.3.

## 5.2 Préparation des échantillons pour les analyses par MEB/EDX

### 5.2.1 Protocoles de préparation de l'échantillon

La fiabilité des mesurages par MEB/EDX est assurée par des méthodes uniformisées de manipulation et de préparation d'échantillons. La Référence [13] donne une description plus détaillée des protocoles de préparation des échantillons pour une caractérisation reproductible des SWCNT.

### 5.2.2 Sélection des échantillons

Le diagramme de flux de la Figure A.1 illustre une hiérarchie d'échantillons en partant de très grands échantillons in situ et de sous-échantillons de laboratoire. L'échantillon pour analyse est beaucoup plus petit et utilise simplement la quantité de matériau nécessaire pour effectuer un certain nombre d'essais physico-chimiques de laboratoire. Pour la sélection des échantillons, les modes opératoires décrits ci-dessous se limitent à la taille d'une prise d'essai généralement utilisée pour l'analyse par MEB/EDX.

La représentation schématique de la Figure A.2 représente un plot porte-échantillon MEB type, dont le diamètre peut être de l'ordre de 10 mm à 25 mm. Comme illustré sur le schéma, il convient de monter, sur le même plot porte-échantillon, trois prises d'essai séparées du même échantillon pour analyse. En variante, il est admis de préparer trois plots porte-échantillons séparés. La prise d'essai prélevée à partir de l'échantillon pour analyse doit être choisie de manière que l'échantillonnage soit totalement aléatoire. Agiter le flacon avant échantillonnage pour obtenir un mélange homogène. La dispersion de l'échantillon dans un solvant est également une méthode de mélange efficace (voir 5.3.3).

### 5.2.3 Types d'échantillons de NTC

ISO/TS 10798:2011

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0a3af60-0907-4aa9-9beb-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0a3af60-0907-4aa9-9beb-341ed3a28460/iso-ts-10798-2011)

La préparation de l'échantillon MEB et la technique de fixation dépendront de la forme physique du matériau:

- a) matières sèches de nanotubes de carbone bruts de production, parfois appelées «bucky paper»;
- b) perles ou poudre agglomérée tendre;
- c) poudre en vrac;
- d) poudre mouillée, les nanotubes étant dispersés dans un liquide.

## 5.3 Préparation de l'échantillon MEB/techniques de fixation

### 5.3.1 Méthode du ruban de carbone double face (méthode sèche)

Les modes opératoires suivants peuvent être utilisés pour l'analyse MEB de la feuille «bucky paper», des perles ou de la poudre agglomérée de NTC.

- 1) Fixer un morceau de ruban de carbone double face au plot porte-échantillon du MEB.
- 2) À l'aide d'une microspatule propre en acier inoxydable, de pincettes ou d'outils similaires, placer soigneusement une petite quantité (mg à µg) d'échantillon pulvérulent de NTC, de papier ou de pellicule sur le ruban.
- 3) Il convient de retirer l'excédent de matériau en tapotant doucement le porte-échantillon contre une surface dure ou en soufflant légèrement à l'aide d'une soufflette à air, d'un jet d'azote ou d'une bombe aérosol de dépoussiérage sous une hotte de captation de fumées ventilée.