
**Nanotechnologies — Caractérisation des
échantillons de nanotubes en carbone
multifeuillets (MWCNTs)**

*Nanotechnologies — Characterization of multiwall carbon nanotube
samples*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 10929:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-352404ef8226/iso-tr-10929-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-
352404ef8226/iso-tr-10929-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-352404ef8226/iso-tr-10929-2012)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TR 10929:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-352404ef8226/iso-tr-10929-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-352404ef8226/iso-tr-10929-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

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.

Exceptionnellement, lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique par exemple), il peut décider, à la majorité simple de ses membres, de publier un Rapport technique. Les Rapports techniques sont de nature purement informative et ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

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/TR 10929 a été élaboré par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 10929:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-352404ef8226/iso-tr-10929-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-352404ef8226/iso-tr-10929-2012>

Introduction

Du fait de la spécificité de leurs propriétés électroniques, électromagnétiques, thermiques, optiques et mécaniques, les nanotubes de carbone multiparois (MWCNT) sont des nanomatériaux prometteurs pour de nombreux domaines industriels. Leurs possibilités d'utilisation ont été envisagées dans diverses applications telles que les panneaux d'affichage à émission de champ, les matériaux composites renforcés, les capteurs multifonctionnels et les éléments de nouveaux circuits logiques à l'échelle nanométrique. Dans tous les cas, il est nécessaire de caractériser correctement les échantillons de MWCNT pour pouvoir fabriquer les produits requis.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TR 10929:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-352404ef8226/iso-tr-10929-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-352404ef8226/iso-tr-10929-2012>

Nanotechnologies — Caractérisation des échantillons de nanotubes en carbone multifeuillets (MWCNTs)

1 Domaine d'application

Le présent Rapport technique identifie les propriétés fondamentales des nanotubes en carbone multifeuillets (MWCNTs) et la teneur en impuretés qui caractérise les échantillons en vrac de MWCNTs, et met notamment l'accent sur les principales méthodes de mesure mises à la disposition de l'industrie pour déterminer ces paramètres.

Le présent Rapport technique constitue une base pour la recherche, le développement et la commercialisation de ces matériaux. Le présent Rapport technique ne couvre pas la préparation des échantillons et le protocole de mesure.

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO/TS 27687, *Nanotechnologies — Terminologie et définitions relatives aux nano-objets — Nanoparticule, nanofibre et nanofeuillet*

ISO/TS 80004-1, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 1: Termes «cœur»*

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-352404ef8226/iso-tr-10929-2012>

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO/TS 27687, l'ISO/TS 80004-1 et l'ISO/TS 80004-3 s'appliquent.

4 Abréviations

AAS	Spectrométrie d'absorption atomique (<i>Atomic absorption spectrometry</i>)
DTA	Analyse thermique différentielle (<i>Differential thermal analysis</i>)
EDS	Spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie (<i>Energy dispersive X-ray spectrometry</i>)
EGA-GCMS	Analyse des gaz dégagés par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (<i>Evolved Gas Analysis-Gas Chromatograph Mass Spectrometry</i>)
GC-MS	Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (<i>Gas chromatography-mass spectrometry</i>)
HPLC-MS	Chromatographie liquide à haute performance couplée à la spectrométrie de masse (<i>High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry</i>)
ICP-AES/OES	Spectroscopie d'émission atomique/spectroscopie d'émission optique à plasma induit (<i>Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy/Optical Emission Spectroscopy</i>)
ICP-MS	Spectrométrie de masse à plasma induit (<i>Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry</i>)
SEM	Microscopie électronique à balayage (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)
TEM	Microscopie électronique en transmission (<i>Transmission electron microscopy</i>)
TGA	Analyse thermogravimétrique (<i>Thermogravimetric analysis</i>)
XRD	Diffraction des rayons X (<i>X-Ray Diffractometry</i>)
XRF	Analyse par fluorescence à rayons X (<i>X-Ray Fluorescence</i>)

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Propriétés fondamentales et teneur en impuretés des MWCNTs: méthodes de mesure

Le Tableau 1 identifie les propriétés fondamentales et la teneur en impuretés des MWCNT pour la caractérisation des échantillons en vrac. Les propriétés et les teneurs sont associées à une ou à plusieurs méthodes de mesure disponibles dans l'industrie.

Bien qu'ils ne soient pas décrits dans le présent Rapport technique, il convient de tenir compte de l'échantillonnage et de l'homogénéité des échantillons.

Tableau 1 — Propriétés fondamentales, teneur en impuretés des MWCNTs et méthodes de mesure correspondantes

Catégorie	Propriété/Teneur	Méthode
MWCNT	Diamètre extérieur	TEM, SEM
	Diamètre intérieur	TEM
	Distance entre feuillets	XRD, TEM
	Longueur	SEM, TEM
	Désordre de la structure cristalline	Spectroscopie Raman, TEM
	Température d'oxydation	TGA /DTA
Impuretés	Teneur en matériaux de carbone sous une forme autre que des MWCNT	SEM, TEM, XRD, TGA
	Teneur en métaux	ICP-AES/OES, AAS, ICP-MS, XRF, SEM/EDS
	Teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques	HPLC-MS, GC-MS
	Teneur en substances volatiles à environ 100 °C	Méthode par perte de masse, TGA, EGA-GCMS
	Teneur en substances volatiles à des températures supérieures à 100 °C	Méthode par perte de masse, TGA, EGA-GCMS
	Teneur en cendres	Méthode par perte de masse, TGA

6 Méthodes de mesure pour les propriétés de MWCNTs

6.1 Généralités

Les méthodes de mesure disponibles dans l'industrie pour la détermination des propriétés des échantillons en vrac de MWCNTs sont indiquées ci-après. Le présent Rapport technique ne couvre pas la préparation des échantillons et le protocole de mesure.

6.2 Diamètre extérieur

Le diamètre extérieur des MWCNTs est le diamètre du feuillet de graphène dont est constitué le tube qui se trouve le plus à l'extérieur. Le diamètre extérieur des MWCNTs peut être mesuré par TEM et SEM à l'aide de techniques d'analyse d'images. L'applicabilité de la SEM dépend de la résolution de l'instrument SEM. Pour des mesurages TEM et SEM, des modes opératoires appropriés d'échantillonnage, de statistiques et d'étalonnage sont nécessaires.

L'ISO/TS 10797 et l'ISO/TS 10798 fournissent des recommandations pour la caractérisation des SWCNTs ainsi que des références pour les mesurages du diamètre extérieur par TEM et SEM.

6.3 Diamètre intérieur

Le diamètre intérieur des MWCNTs est le diamètre du feuillet de graphène dont est constitué le tube qui se trouve le plus à l'intérieur. Le diamètre intérieur peut être mesuré par TEM à l'aide de techniques d'analyse d'images. Pour des mesurages TEM, des modes opératoires appropriés d'échantillonnage, de statistiques et d'étalonnage sont nécessaires.

L'ISO/TS 10797 fournit des recommandations pour la caractérisation des SWCNTs, ainsi que des références pour les mesurages du diamètre intérieur par TEM.

6.4 Distance entre feuillets

L'empilement des MWCNTs est représenté par la distance entre les feuillets de graphène qui constituent les parois adjacentes d'un MWCNT. La distance entre parois de MWCNTs peut être mesurée au moyen de la méthode de diffraction des rayons X^[8] et par TEM en utilisant des modes opératoires d'échantillonnage et d'analyses statistiques appropriés pour l'échantillon global de MWCNTs.

L'ISO/TS 10797 fournit des recommandations pour la caractérisation des SWCNTs, ainsi que des références pour les mesurages de distance entre couches par TEM.

6.5 Longueur

La longueur des MWCNTs est la distance longitudinale entre leurs deux extrémités ou la distance du pied d'une branche à sa pointe pour les structures ramifiées. La longueur des MWCNTs peut être mesurée par SEM à l'aide de techniques d'analyse d'images. Il est également possible d'utiliser la TEM pour les tubes minces et courts s'ils s'inscrivent dans la taille d'image maximale de TEM. Pour des mesurages TEM et SEM, des modes opératoires appropriés d'échantillonnage, de statistiques et d'étalonnage sont nécessaires. Le mesurage de la longueur des MWCNTs peut être extrêmement difficile à réaliser car il est peu probable que l'on puisse saisir les deux extrémités d'un MWCNT en une seule image, que l'on utilise la SEM ou la TEM.

L'ISO/TS 10797 et l'ISO/TS 10798 fournissent des recommandations pour la caractérisation des SWCNTs ainsi que des références pour les mesures de la longueur par TEM et SEM.

6.6 Désordre de la structure cristalline

Les désordres de la structure cristalline des MWCNTs sont dus à des écarts géométriques et chimiques de la disposition des atomes de carbone par rapport à celle d'un MWCNT correctement ordonné. Les désordres les plus communs sont des défauts de la structure graphitique et des zones désorganisées de carbone amorphe. Ces désordres peuvent affecter les propriétés électriques, thermiques, mécaniques et chimiques du MWCNT.

L'importance du désordre peut être évaluée qualitativement à partir d'un spectre Raman des MWCNTs. Le rapport d'intensité de la bande D (à environ $1\,360\text{ cm}^{-1}$) à la bande G (à environ $1\,540\text{ cm}^{-1}$) (rapport D/G) obtenu à partir d'un spectre Raman au moyen d'une source laser visible fournit des informations quant à l'importance du désordre dans les MWCNTs. La bande D indique des défauts de la structure graphitique et les structures désorganisées, par exemple du carbone amorphe. La bande G est issue de la structure graphitique bien ordonnée. De faibles valeurs du rapport D/G indiquent un désordre moindre dans la structure cristalline des MWCNTs. Des procédures appropriées d'échantillonnage, de statistiques et d'étalonnage sont nécessaires pour les mesurages.

L'importance du désordre peut également être évaluée qualitativement à partir d'une observation TEM à résolution atomique.

6.7 Température d'oxydation

La température d'oxydation des MWCNTs fournit des informations sur la teneur en défauts. Plus la température d'oxydation est basse, plus il y a de défauts dans la structure cristalline des MWCNTs. Pour mesurer la température d'oxydation, un échantillon en vrac de MWCNTs est chauffé dans un environnement oxydant, depuis la température ambiante jusqu'à une température élevée définie, par exemple 900 °C ou plus, au moyen d'un appareillage TGA et DTA combiné. La température d'oxydation est déterminée à partir du point d'inflexion exothermique dans les profils DTA et au maximum des profils de perte de poids résultant de l'analyse TGA. Lorsque l'échantillon contient beaucoup d'impuretés, il peut y avoir plusieurs températures d'oxydation possibles dans les profils mesurés, qui sont dans ce cas dues aux différentes impuretés. Il convient que l'ensemble des résultats soit reporté comme décrit à l'Article 7 sans détermination de la température d'oxydation. Il est préférable d'utiliser un programme de température dynamique plutôt que linéaire.

L'ISO/TS 11308 fournit des recommandations pour la caractérisation des SWCNTs, ainsi que des références pour les mesurages de la température d'oxydation par TGA.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7 Méthodes de mesure de la teneur en impuretés des échantillons en vrac de MWCNTs

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/602fd97a-9e3a-4bbc-86b8-352404ef8226/iso-tr-10929-2012>

7.1 Généralités

Les méthodes de mesure disponibles dans l'industrie pour la détermination des teneurs en impuretés des échantillons en vrac de MWCNTs sont indiquées ci-après. Le présent Rapport technique ne couvre pas la préparation des échantillons et le protocole de mesure.

7.2 Teneur en matériaux de carbone sous une forme autre que des MWCNTs

Les matériaux de carbone qui ne se présentent pas sous la forme de MWCNTs et qui sont présents dans un échantillon en vrac, tels que les carbones amorphes et les paillettes de graphite, peuvent être identifiés par SEM, TEM, XRD et TGA. La teneur en matériaux de carbone ne se présentant pas sous la forme de MWCNTs est estimée qualitativement par SEM, TEM, XRD et TGA au moyen de modes opératoires d'échantillonnage et d'analyses statistiques appropriés.

L'ISO/TS 10798 fournit des recommandations pour la caractérisation des SWCNTs ainsi que des références pour les mesurages de la teneur en matériaux en carbone autres que des MWCNTs, par SEM et EDS.

7.3 Teneur en métaux

Les composants métalliques sont probablement dus aux catalyseurs et substrats utilisés dans la fabrication des MWCNTs. La teneur en métaux est décrite par l'identité du type de métal et la quantité de métal présente dans un échantillon global de MWCNTs. La teneur en métaux peut être mesurée par ICP-AES/OES, AAS, ICP-MS, XRF et SEM/EDS en utilisant des matériaux de référence pertinents. Ces méthodes s'appliquent à divers composants métalliques.

L'ISO/TS 13278 fournit des recommandations pour la caractérisation des SWCNTs, ainsi que des références pour le mesurage de la teneur en métaux par ICP-MS.

7.4 Teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques

De manière générale, les hydrocarbures aromatiques polycycliques sont des composants non volatils probablement introduits dans l'échantillon en vrac lors de la fabrication des MWCNTs. Des méthodes chromatographiques sont utilisées pour mesurer la teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques. Les hydrocarbures aromatiques polycycliques peuvent être extraits des échantillons globaux de MWCNTs au moyen de la méthode d'extraction Soxhlet. La HPLC-MS et la GC-MS avec injection liquide peuvent être utilisées pour séparer les hydrocarbures aromatiques polycycliques et on analyse la teneur au moyen de matériaux de référence pertinents.

7.5 Teneur en substances volatiles à environ 100 °C

Un échantillon en vrac de MWCNTs est chauffé dans un environnement inerte, de la température ambiante jusqu'à environ 100 °C et cette température est maintenue jusqu'à ce que les composants volatils soient complètement libérés. En supposant qu'il n'y a aucune réaction chimique au sein de l'échantillon, la teneur en substances volatiles est donnée par la perte de poids de l'échantillon pendant le chauffage. La TGA peut être utilisée pour mesurer la teneur en substances volatiles. La teneur en substances volatiles est en général exprimée en pourcentage de perte de masse résultant du chauffage. Lorsque la principale espèce libérée est l'eau, elle est généralement appelée teneur en humidité (taux d'humidité). Il est également possible d'utiliser une instrumentation combinant l'EGA et la GCMS pour analyser les gaz dégagés.

L'ISO/TS 11308 et l'ISO/TS 11251 fournissent des recommandations pour la caractérisation des SWCNTs ainsi que des références pour les mesurages de la teneur en substances volatiles par TGA et EGA-GCMS respectivement.

7.6 Teneur en substances volatiles à des températures supérieures à 100 °C

Un échantillon en vrac de MWCNTs est chauffé dans un environnement inerte, de la température ambiante jusqu'à la température d'intérêt, par exemple 900 °C et cette température est maintenue jusqu'à ce que les composants volatils soient complètement libérés. En supposant qu'il n'y a aucune réaction chimique au sein de l'échantillon global, la teneur en substances volatiles est donnée par la perte de poids de l'échantillon pendant le chauffage. La TGA peut être utilisée pour mesurer la teneur en substances volatiles. La teneur en substances volatiles est en général exprimée en pourcentage de perte de masse résultant du chauffage. Il est également possible d'utiliser une instrumentation combinant l'EGA et la GCMS pour analyser les gaz dégagés.

L'ISO/TS 11308 et l'ISO/TS 11251 fournissent des recommandations pour la caractérisation des SWCNTs ainsi que des références pour les mesurages de la teneur en substances volatiles par TGA et EGA-GCMS respectivement.

7.7 Teneur en cendres

Un échantillon en vrac de MWCNTs est chauffé dans un environnement oxydant, depuis la température ambiante jusqu'à une température bien au-delà de la température de combustion (aux environs de 1 000 °C ou supérieure) et cette température est maintenue jusqu'à combustion complète. La teneur en cendres est le poids des résidus après chauffage. La TGA peut être utilisée comme méthode de mesure de la teneur en cendres. La teneur en cendres est en général exprimée en pourcentage de perte de masse initiale de l'échantillon résiduel après chauffage.

NOTE En général, le catalyseur métallique utilisé pour la croissance des MWCNTs s'oxyde à de telles températures et peut ainsi donner lieu à une augmentation de la masse; il s'agit d'un constituant majeur de la teneur en cendres.

8 Rapport d'essai

Il convient que les comptes rendus faisant état des caractérisations obtenues comprennent les informations suivantes:

- a) les propriétés et teneurs évaluées, telles qu'énumérées dans le Tableau 1;
- b) les méthodes de mesure de chacune des propriétés et teneurs;