
**Nanotechnologies — Caractérisation des
composés volatils dans les nanotubes de
carbone à simple paroi (SWCNT) utilisant
l'analyse des gaz émis par
chromatographie en phase gazeuse
couplée à la spectrométrie de masse**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Nanotechnologies — Characterization of volatile components in single-wall carbon nanotube samples using evolved gas analysis/gas chromatograph-mass spectrometry

ISO/TS 11251:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35f561be-d919-4d0a-ba73-c4179aef680b/iso-ts-11251-2010>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO/TS 11251:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35f561be-d919-4d0a-ba73-c4179aef680b/iso-ts-11251-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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

Version française parue en 2012

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Préparation de l'échantillon	3
7 Procédures de mesure pour analyse des gaz émis par spectrométrie de masse et pour analyse des gaz émis par CG/SM	3
7.1 Généralités	3
7.2 Procédure de mesure pour analyse des gaz émis par spectrométrie de masse	3
7.3 Procédure de mesure pour analyse des gaz émis par CG/SM	4
8 Analyse des données et interprétation des résultats	4
8.1 Analyse qualitative	4
8.2 Analyse de la perte de masse	5
9 Exactitude et incertitude	5
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Étude de cas ISO/TS 11251:2010	6
Bibliographie https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/35f561be-d919-4d0a-ba73-c4179aef680b/iso-ts-11251-2010	11

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 normatifs:

- 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 11251 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

Nanotechnologies — Caractérisation des composés volatils dans les nanotubes de carbone à simple paroi (SWCNT) utilisant l'analyse des gaz émis par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique spécifie une méthode de caractérisation des composés volatils présents dans les nanotubes de carbone à simple paroi à l'aide de la méthode d'analyse des gaz émis par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables à 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/TS 27687, *Nanotechnologies — Terminologie et définitions relatives aux nano-objets — Nanoparticule, nanofibre et nanofeuillet*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO/TS 27687 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

analyse des gaz émis

technique permettant de déterminer la nature et/ou la quantité de produits volatils émis par une substance qui est soumise à un programme de températures contrôlées

NOTE Il convient que la méthode d'analyse soit toujours clairement indiquée (voir Référence [1] dans la Bibliographie).

3.2

analyse des gaz émis par spectrométrie de masse

technique de spectrométrie de masse permettant d'analyser les composés gazeux émis par un échantillon en fonction de la température

NOTE Bien que les gaz émis à une température particulière soient détectés simultanément, il peut être impossible d'identifier individuellement les différents composés en utilisant uniquement la spectrométrie de masse.

3.3

analyse des gaz émis par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse analyse des gaz émis par CG/SM

technique impliquant l'utilisation conjointe d'un chromatographe en phase gazeuse et d'un spectromètre de masse dans le but de déterminer la composition chimique des gaz émis par un échantillon en fonction de la température

NOTE On fait passer les gaz émis dans un chromatographe en phase gazeuse pour en séparer tous les composés, de sorte que ces derniers puissent être identifiés dans le bloc de spectrométrie de masse.

3.4 composé volatil

composé qui est émis par un échantillon à la température considérée

4 Principe

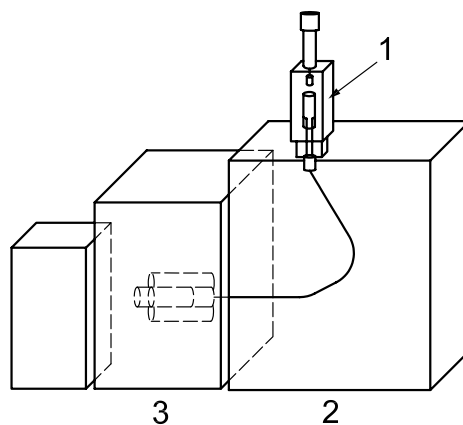
L'analyse des gaz émis par spectrométrie de masse et l'analyse des gaz émis par CG/SM sont utilisées pour caractériser les impuretés volatiles présentes dans des échantillons de nanotubes de carbone à simple paroi. Les composés volatils sont identifiés en mesurant le spectre de masse des composés gazeux émis par des échantillons qui sont chauffés dans un four ou dans tout autre dispositif de chauffage approprié, tel que ceux utilisés pour les pyrolyses ou pour les analyses thermogravimétriques à températures programmées. L'analyse des gaz émis par spectrométrie de masse est utilisée pour déterminer la plage de températures à partir de laquelle les émissions de composés volatils se produisent. L'analyse des gaz émis par CG/SM est utilisée pour identifier chaque constituant individuellement à l'aide d'une colonne capillaire. Des informations quantitatives peuvent également être obtenues à partir de la perte de masse de l'échantillon, déterminée au moyen d'une analyse thermogravimétrique (AT) et à partir de la surface des pics de l'analyse des gaz émis par spectrométrie de masse.

NOTE Les Références [2] à [6] dans la Bibliographie décrivent la technique plus en détail. L'analyse des gaz émis par CG/SM et l'AT sont complémentaires, l'AT étant principalement destinée à déterminer la masse des composés volatils.

5 Appareillage

La Figure 1 représente le schéma d'un appareillage d'analyse des gaz émis par spectrométrie de masse, constitué d'un four, d'un bloc de chauffage dépourvu de colonne de séparation et d'un bloc de spectrométrie de masse. Lors de l'analyse des gaz émis par spectrométrie de masse, le gaz émis dans le four est évacué vers le bloc de spectrométrie de masse à travers un tube capillaire, sans être soumis à un processus de séparation.

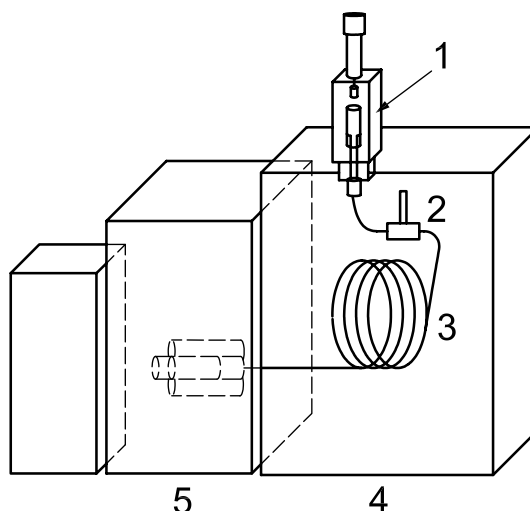
La Figure 2 représente le schéma d'un appareillage d'analyse des gaz émis par CG/SM, constitué d'un four, d'un chromatographe en phase gazeuse muni d'une colonne de séparation et d'un bloc de spectrométrie de masse. Lors de l'analyse des gaz émis par CG/SM, tous les composés émis par l'échantillon à l'intérieur du four sont capturés par le piège refroidisseur, puis introduits dans le bloc de chromatographie en phase gazeuse en chauffant ledit piège. Les composés sont alors séparés par la colonne dans le bloc de chromatographie en phase gazeuse.



Légende

- 1 four
- 2 bloc de chauffage
- 3 bloc de spectrométrie de masse

Figure 1 — Schéma d'un appareil d'analyse des gaz émis par spectrométrie de masse



Légende

- 1 four
- 2 piège refroidisseur
- 3 colonne capillaire
- 4 bloc de chromatographie en phase gazeuse
- 5 bloc de spectrométrie de masse

Figure 2 — Schéma d'un appareil d'analyse des gaz émis par CG/SM

6 Préparation de l'échantillon

Aucune préparation de l'échantillon, telle que la dissolution ou la dispersion de l'échantillon, n'est requise. Pour effectuer une analyse qualitative, l'échantillon doit être introduit tel quel dans l'appareil d'analyse des gaz émis par spectrométrie de masse ou d'analyse des gaz émis par CG/SM. Les échantillons ne doivent pas être séchés avant l'analyse afin d'éviter toute éventuelle évaporation des composés volatils présents.

7 Procédures de mesure pour analyse des gaz émis par spectrométrie de masse et pour analyse des gaz émis par CG/SM

7.1 Généralités

Introduire l'échantillon de nanotube de carbone à simple paroi dans le four et le faire chauffer afin de déterminer la plage de température de gazéification, à l'aide des mesurages effectués au cours de l'analyse des gaz émis par spectrométrie de masse. Identifier ensuite chaque composé au moyen d'une analyse des gaz émis par CG/SM, effectuée à une température comprise dans la plage désignée.

7.2 Procédure de mesure pour analyse des gaz émis par spectrométrie de masse

Peser entre 0,5 mg et 2 mg d'échantillon de nanotube de carbone à simple paroi, à 0,01 mg près, en utilisant une balance étalonnée.

Introduire l'échantillon pesé, ainsi que le récipient de l'échantillon utilisé lors du pesage, dans le four.

Chauffer l'échantillon à une vitesse constante jusqu'à ce que le dégagement de gaz cesse. Mesurer le nombre total d'ions issus des composés volatils. Déterminer les températures de début et de fin de gazéification à l'aide de la courbe de l'analyse des gaz émis.

Comparer le spectre de masse observé avec les données issues de la bibliothèque de valeurs spectrales pour spectrométrie de masse et déterminer chaque composé présent dans les gaz émis. Pour effectuer une comparaison appropriée des spectres de masse, le tension d'ionisation doit être conforme à celle indiquée dans la bibliothèque de valeurs spectrales.

Si le spectre mesuré ne peut pas être identifié à l'aide de la bibliothèque de valeurs spectrales pour spectrométrie de masse en raison de la diversité de ses composés (voir 7.3), réaliser une analyse des gaz émis par CG/SM.

Peser l'échantillon à l'issue des mesurages effectués au cours de l'analyse des gaz émis par spectrométrie de masse, à 0,01 mg près.

NOTE La vitesse de chauffage dépend de la capacité calorifique de l'échantillon. Une plage comprise entre 15 °C/min et 25 °C/min est généralement utilisée pour les analyses des gaz émis par spectrométrie de masse.

7.3 Procédure de mesure pour analyse des gaz émis par CG/SM

Peser entre 0,5 mg et 2 mg du même échantillon de nanotube de carbone à simple paroi que celui utilisé en 7.2, à 0,01 mg près.

Introduire l'échantillon dans le four.

Chauffer l'échantillon à une vitesse constante jusqu'à atteindre soit la température de fin de gazéification, soit la température maximale de l'instrument, la valeur la plus basse parmi ces deux températures étant retenue.

Comparer le spectre de masse observé avec ceux de la bibliothèque de valeurs spectrales pour spectrométrie de masse et déterminer chaque composé présent dans les gaz émis. La tension d'ionisation doit être conforme à celle indiquée dans la bibliothèque de valeurs spectrales.

Le détecteur du spectromètre de masse doit être étalonné à l'aide d'un matériau de référence pour étalonnage.

NOTE La vitesse de chauffage dépend de l'échantillon. Dans le but de réduire le temps d'analyse, une plage comprise entre 45 °C/min et 65 °C/min est généralement utilisée pour les analyses des gaz émis par CG/SM.

8 Analyse des données et interprétation des résultats

8.1 Analyse qualitative

L'analyse qualitative doit être fondée sur les valeurs spectrales de référence des composés. Les composés des gaz émis doivent être déterminés en comparant les spectres de masse mesurés avec ceux d'une bibliothèque de valeurs spectrales pour spectrométrie de masse.

- a) Choisir le composé à identifier.
- b) Soustraire le fond continu du spectre de masse obtenu.
- c) Rechercher les spectres similaires dans la bibliothèque de valeurs spectrales.
- d) Sélectionner les composés probables de l'échantillon à partir des candidats identifiés à l'aide des valeurs spectrales de référence.

NOTE 1 De nombreux types de logiciels permettant d'effectuer cette recherche dans une bibliothèque de valeurs spectrales pour spectrométrie de masse sont disponibles, par exemple le logiciel NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library with Search Program.

NOTE 2 À l'aide de cette méthode, le *n*-hexane, le benzène et le toluène ont été identifiés dans l'exemple présenté dans l'Annexe A et à la Figure A.4.

8.2 Analyse de la perte de masse

Les composés volatils présents dans les échantillons de nanotube de carbone à simple paroi sont déterminés à l'aide de la formule suivante:

$$P = \frac{W_0 - W_t}{W_0} \times 100$$

où

P est la teneur en impuretés volatiles, exprimée en pourcentage;

W_0 est la masse de l'échantillon (en milligrammes) avant chauffage;

W_t est la masse de l'échantillon (en milligrammes) après chauffage.

NOTE Des courbes d'étalonnage, montrant la relation entre l'intensité du signal et la concentration de chaque composé, sont normalement nécessaires à toute analyse quantitative par CG/SM. Il est toutefois impossible de préparer une courbe d'étalonnage pour chacun des composés concernés. Par conséquent, seule la perte de masse résultant du processus d'analyse des gaz émis est utilisée.

9 Fidélité et incertitude

Habituellement, les incertitudes sur la caractérisation des composés volatils présents dans les nanotubes de carbone à simple paroi par analyse des gaz émis par CG/SM sont dues à

- a) des fluctuations de la température dans le four ou dans le détecteur,
- b) un mauvais étalonnage du détecteur du spectromètre de masse, ou
- c) des fluctuations de la tension d'ionisation.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- a) une référence à la présente Spécification technique;
- b) les composés identifiés;
- c) la perte de masse, en pourcentage (%);
- d) les conditions de chauffage.