

---

---

**Nanotechnologies — Suspensions  
de nanotubes de carbone —  
Spécification des caractéristiques et  
méthodes de mesure**

*Nanotechnologies — Carbon nanotube suspensions — Specification of  
characteristics and measurement methods*

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

[ISO/TS 19808:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33760c3f-ea4a-4e13-b7ab-0addc4c4920e/iso-ts-19808-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33760c3f-ea4a-4e13-b7ab-0addc4c4920e/iso-ts-19808-2020>



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

[ISO/TS 19808:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33760c3f-ea4a-4e13-b7ab-0addc4c4920e/iso-ts-19808-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33760c3f-ea4a-4e13-b7ab-0addc4c4920e/iso-ts-19808-2020>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<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, définitions et abréviations</b> .....	<b>1</b>
3.1    Termes et définitions.....	1
3.2    Abréviations.....	2
<b>4</b> <b>Caractéristiques et méthodes de mesure</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>4</b>
5.1    Principe d'échantillonnage.....	4
5.2    Dispositifs d'échantillonnage.....	4
5.3    Récupération du CNT.....	4
<b>6</b> <b>Caractéristiques et méthodes de mesure</b> .....	<b>4</b>
6.1    Diamètre extérieur.....	4
6.2    Aire de surface spécifique.....	4
6.3    Homogénéité.....	5
6.4    Morphologie.....	5
6.5    Teneur en matières solides sèches.....	5
6.6    Teneur en CNT.....	6
6.7    Viscosité.....	6
6.8    Finesse.....	6
6.9    Teneur en impuretés élémentaires.....	7
6.10   pH.....	7
6.11   Teneur en eau.....	7
6.12   Conductivité thermique.....	7
6.13   Résistivité volumique.....	8
6.14   Durée de conservation.....	8
<b>7</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe A (informative) Présentation des caractéristiques de la suspension de CNT</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe B (informative) Étude de cas portant sur une dispersion de nanotube de carbone</b> .....	<b>11</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>12</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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

Les nanotubes de carbone (CNT) suscitent un grand intérêt en raison de leurs nombreuses applications possibles, par exemple comme matériau de renfort des composites, dans les réservoirs d'hydrogène, les super-condensateurs, les capteurs moléculaires et les pointes de sondes à balayage. Offrant des propriétés mécaniques, électriques et thermiques intéressantes, les CNT ont permis d'améliorer nettement les propriétés intrinsèques des matériaux lorsqu'ils sont introduits en faibles quantités pondérales.

La performance des nano-objets peut se dégrader avec la formation d'agglomérats ou d'agrégats après le traitement. Les suspensions dans des fluides et avec des additifs appropriés vont permettre de stabiliser les nano-objets, en empêchant leur agglomération et en réduisant les pertes dans l'environnement lors de leur manipulation. Une pratique largement répandue dans le secteur de la fabrication consiste à prétraiter les nano-objets en réalisant des suspensions avant la livraison aux clients en aval. Les produits industriels à base de suspensions de CNT en sont un bon exemple.

Étant donné que de nos jours les suspensions de CNT contenant des nanotubes de carbone multiparois (MWCNT) sont d'usage courant, le moment est propice pour élaborer des spécifications appropriées. Ces spécifications vont faciliter la communication entre les parties intéressées et la commercialisation des suspensions de CNT, et aider à générer des performances constantes dans les produits finis.

L'ISO/TC 229 a élaboré plusieurs documents de caractérisation en rapport avec les CNT, qui spécifient des méthodes et des modes opératoires de mesure des caractéristiques, notamment la morphologie, les impuretés, les composés volatils, etc. Le présent document spécifie les caractéristiques à mesurer pour les échantillons de suspension de CNT et décrit leurs méthodes de mesure. L'ISO/TR 10929 décrit les caractéristiques à mesurer pour les échantillons en yrac de MWCNT et leurs méthodes de mesure. L'ISO/TR 13097 fournit des lignes directrices sur la manière de caractériser la stabilité des suspensions. Elle comprend des lignes directrices générales sur la manière de caractériser la suspension en termes de propriétés physiques et chimiques pouvant avoir une incidence sur ses performances ou son utilisation dans des traitements ultérieurs.

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

ISO/TS 19808:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33760c3f-ea4a-4e13-b7ab-0addc4c4920e/iso-ts-19808-2020>

# Nanotechnologies — Suspensions de nanotubes de carbone — Spécification des caractéristiques et méthodes de mesure

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les caractéristiques à mesurer pour les suspensions contenant des nanotubes de carbone multiparois (suspensions de CNT). Il comprend les caractéristiques essentielles et additionnelles de la suspension de CNT, et les méthodes de mesure correspondantes.

Les caractéristiques spécifiques des questions d'hygiène, de sécurité et d'environnement sont exclues du présent document.

**AVERTISSEMENT — Le présent document peut impliquer l'utilisation de produits et la mise en œuvre de modes opératoires et d'appareillages à caractère dangereux. Il n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité ou environnementaux liés à son utilisation. L'application du présent document doit être confiée à des personnes expérimentées et qualifiées.**

## 2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

## 3 Termes, définitions et abréviations

### 3.1 Termes et définitions

ISO/TS 19808:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33760c3f-ea4a-4e13-b7ab-0addc4c4920e/iso-ts-19808-2020>

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

#### 3.1.1

##### **agglomérat**

ensemble de particules faiblement ou moyennement liées, dont l'aire de la surface externe résultante est similaire à la somme des aires de surface de chacun des composants

[SOURCE: ISO/TS 80004-2:2015, 3.4, modifiée — Notes 1 et 2 à l'article supprimées.]

#### 3.1.2

##### **agrégat**

particule composée de particules fortement liées ou fusionnées, dont l'aire de la surface externe résultante est significativement plus petite que la somme des aires de surface de chacun des composants

[SOURCE: ISO/TS 80004-2:2015, 3.5, modifiée — Notes 1 et 2 à l'article supprimées.]

#### 3.1.3

##### **nanotube de carbone**

##### **CNT**

nanotube composé de carbone

Note 1 à l'article: Les nanotubes de carbone sont, en général, constitués de couches de graphène enroulées sur elles-mêmes, et comprennent les nanotubes de carbone simple paroi et les nanotubes de carbone multiparois.

[SOURCE: ISO/TS 80004-3:2010, 4.3]

### 3.1.4

#### **suspension de nanotube de carbone suspension de CNT**

suspension contenant des nanotubes de carbone multiparois

Note 1 à l'article: Des nanotubes de carbone simple paroi peuvent être inclus dans la suspension.

### 3.1.5

#### **échantillon représentatif**

échantillon aléatoire sélectionné de telle sorte que les valeurs observées ont les mêmes distributions dans l'échantillon et la population

[SOURCE: ISO 3534-2:2006, 1.2.35, modifiée — EXEMPLE et Notes 1 et 2 à l'article supprimés.]

### 3.1.6

#### **durée de conservation**

durée recommandée de stockage d'un produit (suspension de CNT), au cours de laquelle la qualité définie d'une propriété spécifiée du produit reste acceptable dans les conditions prévues (ou spécifiées) de distribution, de stockage, d'étalage et d'utilisation

[SOURCE: ISO/TR 13097:2013, 2.14, modifiée — «(dispersion)» remplacé par «(suspension de CNT)».]

### 3.1.7

#### **teneur en matières solides sèches**

fraction massique des substances qui restent après la réalisation d'un processus de chauffage spécifié

Note 1 à l'article: Adapté de l'ISO 13580:2005, 3.1.

### 3.1.8

#### **suspension**

mélange hétérogène de matériaux comprenant un liquide et un matériau solide finement dispersé

[SOURCE: ISO/TS 80004-6:2013, 2.13]

### 3.1.9

#### **viscosité**

mesure de la friction interne d'un fluide lorsqu'il est mis en mouvement sous l'action d'une force externe

[SOURCE: ISO 13503-1:2011, 2.14]

### 3.1.10

#### **résistivité volumique**

quotient obtenu lorsque le gradient de potentiel est divisé par la densité de courant

[SOURCE: ISO 472:2013/Amd.1:2018, 3.17, modifiée — Note 1 à l'article supprimée.]

## 3.2 Abréviations

CNT	nanotube de carbone
ICP-AES	spectrométrie d'émission atomique à plasma à couplage inductif
ICP-OES	spectrométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif
ICP-MS	spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif



MWCNT	nanotube de carbone multiparois
MEB	microscopie électronique à balayage
MET	microscopie électronique à transmission

#### 4 Caractéristiques et méthodes de mesure

Étant donné les applications variées d'une suspension de CNT, les caractéristiques à mesurer sont différentes en fonction des applications souhaitées. Le présent document présente ces caractéristiques, classées en deux catégories:

- les caractéristiques essentielles de la suspension de CNT qui doivent être mesurées pour toutes les applications;
- les caractéristiques additionnelles de la suspension de CNT qu'il est recommandé de mesurer en fonction des applications spécifiques.

Les caractéristiques essentielles d'une suspension de CNT et de ses CNT constituants énumérées dans le [Tableau 1](#) doivent être mesurées et transmises à l'acheteur. Il convient de mesurer les caractéristiques additionnelles d'une suspension de CNT énumérées dans le [Tableau 2](#) en fonction des applications.

La méthode de mesure de chaque caractéristique est indiquée dans les [Tableaux 1](#) et [2](#).

Les caractéristiques d'une suspension de CNT sont résumées dans l'[Annexe A](#).

**Tableau 1 — Caractéristiques essentielles de la suspension de CNT et méthodes de mesure**

Caractéristiques	Méthodes de mesure
Diamètre extérieur	Voir <a href="#">6.1</a>
Aire de surface spécifique	Voir <a href="#">6.2</a>
Homogénéité	Voir <a href="#">6.3</a>
Morphologie	Voir <a href="#">6.4</a>
Teneur en matières solides sèches	Voir <a href="#">6.5</a>
Teneur en CNT	Voir <a href="#">6.6</a>
Viscosité	Voir <a href="#">6.7</a>

**Tableau 2 — Caractéristiques additionnelles de la suspension de CNT et méthodes de mesure**

Caractéristiques	Méthodes de mesure
Finesse	Voir <a href="#">6.8</a>
Teneur en impuretés élémentaires <sup>a</sup>	Voir <a href="#">6.9</a>
pH <sup>a,b</sup>	Voir <a href="#">6.10</a>
Teneur en eau <sup>a</sup>	Voir <a href="#">6.11</a>
Conductivité thermique <sup>c</sup>	Voir <a href="#">6.12</a>
Résistivité volumique <sup>b,c</sup>	Voir <a href="#">6.13</a>
Durée de conservation	Voir <a href="#">6.14</a>
<sup>a</sup> Valable pour l'application batterie Li-ion. <sup>b</sup> Valable pour l'application matériau composite. <sup>c</sup> Utilisation possible dans certains adhésifs, par exemple silicone.	

## 5 Échantillonnage

### 5.1 Principe d'échantillonnage

Il convient de prélever l'échantillon représentatif dans la suspension de CNT et dans les produits en poudre de CNT d'origine. Il convient que la quantité d'échantillon soit suffisante pour réaliser les mesures ultérieures. Il convient que la méthode d'échantillonnage détaillée soit conforme à l'ISO 15528.

### 5.2 Dispositifs d'échantillonnage

Lors du prélèvement d'échantillons sur un produit en suspension, il convient que les dispositifs d'échantillonnage puissent prélever des échantillons en suspension dans toutes les couches du produit contenu dans le récipient (en haut, au milieu et au fond). L'utilisation de pipettes jetables est recommandée afin de pouvoir prélever l'échantillon à différents niveaux (en haut, au milieu et au fond) du produit en suspension.

### 5.3 Récupération du CNT

Lorsqu'un spécimen d'essai de CNT sous forme de poudre est nécessaire pour mesurer les caractéristiques, le spécimen est récupéré à partir de l'échantillon de suspension en chauffant la suspension jusqu'à l'élimination totale du liquide. Dans les cas où il n'est pas possible d'obtenir un spécimen d'essai de CNT sous forme de poudre à partir de l'échantillon de suspension de CNT, l'échantillon en poudre de CNT d'origine avant la dispersion peut être utilisé pour mesurer les caractéristiques.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 6 Caractéristiques et méthodes de mesure

### 6.1 Diamètre extérieur

ISO/TS 19808:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33760c3f-ea4a-4e13-b7ab-0addc4c4920e/iso-ts-19808-2020>

Le diamètre extérieur d'un objet fibreux est la distance, sur une image en deux dimensions issue d'un microscope, entre les deux bords extérieurs de la section transversale sur une ligne orthogonale au sens longitudinal de la fibre. Un diamètre type extérieur est obtenu pour chaque objet fibreux. Chaque diamètre type est obtenu de manière aléatoire à partir de l'objet fibreux, en ne mesurant délibérément pas la zone la plus étroite ou la plus large de l'image de l'objet fibreux. Les objets fibreux ciblés à mesurer doivent être représentatifs de l'ensemble des objets fibreux solides contenus dans l'échantillon de suspension de CNT, c'est-à-dire que tous les types d'objets fibreux sur une image doivent être sélectionnés pour les mesures. Le nombre de données de diamètre peut faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

Le diamètre doit être mesuré par MET ou MEB. La MEB peut être utilisée lorsque la résolution spatiale est suffisamment précise pour les diamètres des CNT ciblés. Lorsqu'un spécimen d'essai est préparé en vue de la mesure, la dilution de la suspension de CNT doit être ajustée afin d'être suffisante.

Les résultats de mesure doivent être affichés sous la forme d'un histogramme du nombre d'objets fibreux en fonction du diamètre avec un intervalle de 1 nm. En outre, la moyenne (médiane) des données de diamètre des objets fibreux doit être exprimée en nm. Il convient de noter que les résultats de mesure peuvent n'être que qualitatifs, sachant que l'incertitude augmente lorsque la représentativité de l'échantillon est insuffisante sur les images observées au microscope.

L'ISO/TS 10797 et l'ISO/TS 10798 spécifient les protocoles à utiliser pour mesurer le diamètre des CNT simple paroi par MET et par MEB, respectivement. Ces documents peuvent être utiles pour les MWCNT.

### 6.2 Aire de surface spécifique

L'aire de surface spécifique (SSA) fait référence à l'aire de surface absolue de l'échantillon divisée par la masse de l'échantillon. La SSA est l'une des caractéristiques fondamentales des CNT et elle a une incidence sur les performances des produits incorporant des CNT.

Les échantillons en poudre de CNT d'origine sont de préférence utilisés pour la mesure de la SSA, quel que soit le mode d'obtention indiqué en 5.3. La SSA doit être mesurée par la méthode d'adsorption de gaz. Les résultats des mesures de SSA doivent être exprimés en  $\text{m}^2/\text{g}$ .

La technique d'analyse reposant sur le modèle développé par Brunauer, Emmett et Teller (BET) permet d'estimer l'aire de surface spécifique d'une poudre en mesurant la quantité de gaz qui est adsorbée. L'analyse BET est la méthode normalisée pour déterminer l'aire de surface spécifique à partir des isothermes d'adsorption de l'azote. L'ISO 9277 s'applique à la mesure de l'aire de surface spécifique. Ce document spécifie les modes opératoires de mesure des aires de surface spécifiques externes et internes totales (diamètre > 2 nm) de solides dispersés ou poreux en mesurant la quantité de gaz qui est physiquement adsorbée selon l'analyse BET. L'ISO 18757 fournit des informations détaillées utiles concernant des matériaux spécifiques. Des instruments de mesure par la méthode BET sont disponibles dans le commerce. Il convient de maintenir la traçabilité métrologique. Des matériaux de référence sont disponibles pour l'application de l'analyse BET à des nanoparticules sous forme de poudre.

### 6.3 Homogénéité

L'homogénéité d'un échantillon de suspension de CNT est la mesure de l'uniformité de la répartition des constituants de la suspension dans un échantillon plus grand, déterminée en mesurant des échantillons représentatifs de plus petite taille.

L'homogénéité d'une suspension de CNT doit être examinée par observation visuelle. Un échantillon est prélevé sur une suspension de CNT dans un récipient transparent, en vue d'être examiné. Le récipient contenant l'échantillon est laissé au repos pendant plus de 24 h avant l'examen. L'examen vise à déterminer si la couleur est noire et uniforme sur les surfaces de l'échantillon de suspension et s'il se produit une séparation de phases et une sédimentation. Les résultats de l'examen doivent être consignés qualitativement.

### 6.4 Morphologie

La morphologie d'un échantillon de suspension de CNT fait référence à la forme et à la structure des CNT et autres objets solides contenus dans l'échantillon de suspension. La morphologie doit être mesurée qualitativement pour observer la présence de CNT et d'autres objets solides contenus dans l'échantillon de suspension.

Des images issues de microscopes des objets solides présents dans un échantillon de CNT doivent être obtenues par MET ou par MEB. La MEB peut être utilisée lorsque la résolution spatiale est suffisamment précise pour les tailles des CNT ciblés.

Diluer suffisamment l'échantillon de suspension de CNT en ajoutant de l'éthanol anhydre à une concentration adéquate pour les mesures par MET et par MEB. Chaque image doit être précisément représentative des objets solides contenus dans un échantillon de suspension de CNT et être prise de sorte que les CNT puissent être clairement observés. L'échelle graphique est indiquée sur chaque image.

Plus de cinq images issues de microscopes doivent être prises et consignées.

### 6.5 Teneur en matières solides sèches

Un échantillon de suspension de CNT peut contenir des composants solides autres que des CNT et des matières dissoutes. La teneur en matières solides sèches peut être une indication de la teneur en CNT de l'échantillon de suspension lorsque les impuretés sont négligeables. La teneur en matières solides sèches d'un échantillon de suspension de CNT est le rapport de la masse de la suspension de CNT après séchage sur celle de la suspension de CNT avant séchage.

La teneur en matières solides sèches doit être mesurée par la méthode de séchage en étuve, qui consiste à faire sécher l'échantillon de suspension jusqu'à masse constante à des températures comprises