

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 13873:2023

ISO/TS 19808:2020

Xuất bản lần 1

**CÔNG NGHỆ NANO – HUYỀN PHÙ ỐNG NANO CACBON –
YÊU CẦU VỀ ĐẶC TÍNH VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐO**

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

HÀ NỘI – 2023

Lời nói đầu

TCVN 13873:2023 hoàn toàn tương đương với ISO/TS 19808:2020.

TCVN 13873:2023 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 229 *Công nghệ nano* biên soạn, Viện Tiêu chuẩn Chất lượng Việt Nam đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Ống nano carbon (*Carbon Nano Tubes – CNT hoặc CNTs*) đã thu hút được sự quan tâm lớn do có phạm vi ứng dụng rộng rãi, chẳng hạn như vật liệu gia cường compozit, vật liệu tích trữ hydro, siêu tụ điện, cảm biến phân tử và đầu dò quét. Nhờ các đặc tính cơ học, điện và nhiệt hấp dẫn, các CNT có thể tạo ra những sự thay đổi đáng kể dù chỉ cần bổ sung một lượng nhỏ.

Tính năng của các vật thể nano có thể bị suy giảm khi xảy ra hiện tượng kết tụ trong quá trình gia công. Huyền phù của các chất lỏng và phụ gia thích hợp sẽ ổn định các vật thể nano, ngăn ngừa sự kết tụ và giảm thất thoát ra môi trường trong quá trình xử lý. Thực tiễn phổ biến trong công nghiệp sản xuất là xử lý sơ bộ các vật thể nano bằng cách tạo huyền phù trước khi giao cho khách hàng tiêu dùng. Các sản phẩm công nghiệp dựa trên huyền phù CNT là một ví dụ điển hình.

Hiện nay, do huyền phù CNT có chứa các ống nano cacbon đa thành (MWCNT) được cung cấp rộng rãi, đã đến lúc cần phát triển các thông số kỹ thuật thích hợp. Các thông số kỹ thuật này sẽ tạo điều kiện thuận lợi cho việc trao đổi thông tin giữa các bên quan tâm và việc thương mại hóa các huyền phù CNT, và giúp tạo ra tính năng nhất quán trong các sản phẩm cuối cùng.

Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc tế về công nghệ nano ISO/TC 229 đã xây dựng một số tài liệu về đặc tính liên quan đến CNT, trong đó quy định các phương pháp và quy trình đo đối với các đặc tính bao gồm hình thái, tạp chất, thành phần dễ bay hơi, v.v... Tiêu chuẩn này quy định các đặc tính cần đo và các phương pháp đo mẫu huyền phù CNT. ISO/TR 10929 mô tả các đặc điểm cần đo và phương pháp đo của các mẫu MWCNT. ISO/TR 13097 cung cấp các hướng dẫn về cách mô tả tính ổn định của huyền phù theo các đặc tính vật lý và hóa học, có thể ảnh hưởng đến tính năng của huyền phù hoặc quá trình xử lý tiếp theo.

Công nghệ nano – Huyền phù ống nano cacbon – Yêu cầu về đặc tính và phương pháp đo

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

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các đặc tính cơ bản và các đặc tính bổ sung cần đo và các phương pháp đo tương ứng của huyền phù ống nano cacbon đa thành (huyền phù CNT).

Tiêu chuẩn này không quy định các ngưỡng/giới hạn đặc tính cụ thể liên quan đến các vấn đề sức khỏe, an toàn và môi trường.

CẢNH BÁO: Việc sử dụng tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các thiết bị, thao tác và vật liệu nguy hại. Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề về an toàn và môi trường liên quan đến việc sử dụng. Việc thực hiện tiêu chuẩn này phải được giao cho người có kinh nghiệm và trình độ thích hợp.

2 Tài liệu viện dẫn

Tiêu chuẩn này không có tài liệu viện dẫn.

3 Thuật ngữ, định nghĩa và từ viết tắt

3.1 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau.

3.1.1

Kết tụ (agglomerate)

Tập hợp các hạt liên kết mạnh trung bình hoặc yếu trong đó diện tích bề mặt bên ngoài thu được tương tự như tổng diện tích bề mặt của các thành phần riêng lẻ

[NGUỒN: ISO / TS 80004-2:2015, 3.4, đã sửa đổi]

TCVN 13873:2023

3.1.2

Kết tập (aggregate)

Hạt bao gồm các hạt được liên kết chặt chẽ hoặc hợp nhất trong đó diện tích bề mặt bên ngoài thu được nhỏ hơn đáng kể so với tổng diện tích bề mặt của các thành phần riêng lẻ

[NGUỒN: ISO / TS 80004-2:2015, 3.5, đã sửa đổi]

3.1.3

Ống nano carbon (carbon nanotube)

CNT

Ống nano cấu tạo từ cacbon

CHÚ THÍCH 1: Ống nano cacbon thường bao gồm các lớp graphen cong, bao gồm ống nano cacbon đơn thành và ống nano cacbon đa thành.

[NGUỒN: ISO / TS 80004-3:2010, 4.3]

3.1.4

Huyền phù ống nano carbon (carbon nanotube suspension)

Huyền phù CNT (CNT suspension)

Huyền phù chứa các ống nano cacbon đa thành

CHÚ THÍCH 1: Có thể bao gồm các ống nano cacbon đơn thành trong huyền phù.

3.1.5

Mẫu đại diện (representative sample)

Mẫu ngẫu nhiên được chọn sao cho các giá trị quan sát được có cùng phân bố trong mẫu như trong tổng thể

[NGUỒN: ISO 3534-2:2006, 1.2.35, đã sửa đổi]

3.1.6

Hạn sử dụng (shelf life)

Khoảng thời gian khuyến nghị mà sản phẩm (huyền phù CNT) có thể được bảo quản, trong đó các chỉ tiêu chất lượng của sản phẩm vẫn được chấp nhận trong các điều kiện phân phối, bảo quản, trưng bày và sử dụng dự kiến (hoặc quy định)

[NGUỒN: ISO / TR 13097:2013, 2.14, đã sửa đổi.]

3.1.7

Hàm lượng chất rắn khô (dry solid content)

Phần khối lượng của các chất còn lại sau khi hoàn thành một quá trình gia nhiệt xác định

CHÚ THÍCH 1: Phỏng theo ISO 13580:2005, 3.1.

3.1.8**Huyền phù (suspension)**

Hỗn hợp vật liệu không đồng nhất bao gồm chất lỏng và chất rắn phân tán mịn

[NGUỒN: ISO / TS 80004-6:2013, 2.13]

3.1.9**Độ nhớt (viscosity)**

Số đo ma sát trong của chất lỏng khi chảy do ngoại lực

[NGUỒN: ISO 13503-1:2011, 2.14]

3.1.10**Điện trở suất thể tích (volume resistivity)**

Thương số thu được khi chia gradien điện thế cho mật độ dòng điện

[NGUỒN: ISO 472:2013 / Amd.1:2018, 3.17, đã sửa đổi]

3.2 Các thuật ngữ viết tắt

CNT	Carbon nanotube	Ống nano cacbon
ICP – AES	Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry	Phép đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cặp cảm ứng
ICP – OES	Inductively coupled plasma optical emission spectrometry	Phép đo phổ phát xạ plasma cặp cảm ứng
ICP – MS	Inductively coupled plasma mass spectrometry	Phép đo khối phổ plasma cặp cảm ứng
MWCNT	Multi-walled carbon nanotube	Ống nano cacbon đa thành
SWCNT	Single-walled carbon nanotube	Ống nano cacbon đơn thành
SEM	Scanning electron microscopy	Hiển vi điện tử quét
TEM	Transmission electron microscopy	Hiển vi điện tử truyền qua

4 Đặc tính và phương pháp đo

Tùy theo ứng dụng khác nhau của huyền phù CNT, các đặc tính thông số kỹ thuật cần đo cũng khác nhau. Những đặc tính trong tiêu chuẩn này được phân thành hai loại:

a) các đặc tính cơ bản của huyền phù CNT sẽ được đo cho tất cả các ứng dụng;

TCVN 13873:2023

b) các đặc tính bổ sung của huyền phù CNT cần được đo tùy thuộc vào các ứng dụng cụ thể.

Các đặc tính cơ bản của cả huyền phù CNT và các CNT cấu thành được nêu trong Bảng 1 phải được đo và báo cáo cho người mua. Các đặc tính bổ sung của huyền phù CNT nêu trong Bảng 2 được đo tùy thuộc vào ứng dụng.

Phương pháp đo cho từng đặc tính được nêu trong Bảng 1 và Bảng 2.

Các đặc tính huyền phù CNT được tóm tắt trong Phụ lục A.

Bảng 1 – Các đặc tính cơ bản của huyền phù CNT và phương pháp đo

Đặc tính	Phương pháp đo
Đường kính ngoài	Xem 6.1
Diện tích bề mặt riêng	Xem 6.2
Tính đồng nhất	Xem 6.3
Hình thái học	Xem 6.4
Hàm lượng chất rắn khô	Xem 6.5
Hàm lượng CNT	Xem 6.6
Độ nhớt	Xem 6.7

Bảng 2 – Các đặc tính bổ sung của huyền phù CNT và phương pháp đo

Đặc tính	Phương pháp đo
Độ mịn	Xem 6.8
Hàm lượng tạp chất nguyên tố ^a	Xem 6.9
Giá trị pH ^b	Xem 6.10
Hàm lượng nước	Xem 6.11
Độ dẫn nhiệt ^c	Xem 6.12
Điện trở suất ^c	Xem 6.13
Hạn sử dụng	Xem 6.14

^a Có thể áp dụng đối với ứng dụng pin Li-ion.

^b Có thể áp dụng đối với ứng dụng hỗn hợp vật liệu.

^c Có thể được sử dụng trong một số chất kết dính, ví dụ silicon.

5 Lấy mẫu

5.1 Nguyên tắc lấy mẫu

Mẫu đại diện phải được lấy từ huyền phù CNT và các sản phẩm bột CNT ban đầu. Lượng mẫu phải đủ cho các phép đo tiếp theo. Phương pháp lấy mẫu chi tiết phải phù hợp với TCVN 2090 (ISO 15528).

5.2 Thiết bị lấy mẫu

Khi lấy mẫu từ sản phẩm dạng huyền phù, các thiết bị lấy mẫu phải có khả năng lấy mẫu huyền phù từ tất cả các lớp của sản phẩm trong vật chứa (trên cùng, giữa và dưới cùng). Nên sử dụng pipet dùng một lần để có thể lấy các mức khác nhau (trên cùng, giữa và dưới) của mẫu từ sản phẩm huyền phù.

5.3 Truy hồi CNT

Khi cần mẫu thử CNT dạng bột để đo các đặc tính, mẫu thử được lấy ra từ mẫu huyền phù bằng cách gia nhiệt huyền phù để loại bỏ hoàn toàn chất lỏng. Trong trường hợp không thể lấy mẫu thử CNT dạng bột từ mẫu huyền phù CNT thì có thể sử dụng mẫu bột CNT ban đầu trước khi phân tán để đo các đặc tính.

6 Mô tả các đặc tính và phương pháp đo

6.1 Đường kính ngoài

Đường kính ngoài của vật thể dạng sợi là khoảng cách trên hình ảnh hiển vi hai chiều giữa hai mép ngoài trên đường nằm trên mặt cắt ngang và vuông góc với hướng dọc của sợi. Một dữ kiện của đường kính ngoài thu được cho mỗi vật thể dạng sợi. Mỗi dữ liệu đường kính được lấy ngẫu nhiên từ vật thể dạng sợi mà không chú ý đo vùng hẹp hơn hoặc rộng hơn của hình ảnh của vật thể dạng sợi. Các vật thể dạng sợi mục tiêu được đo phải đại diện cho các vật thể rắn dạng sợi có trong mẫu huyền phù CNT, tức là tất cả các loại vật thể dạng sợi trên một hình ảnh phải được chọn như nhau để đo. Số lượng dữ liệu đường kính có thể được thỏa thuận giữa các bên liên quan.

Đường kính phải được đo bằng TEM hoặc SEM. SEM có thể được sử dụng khi độ phân giải không gian đủ chính xác đối với các đường kính CNT mục tiêu. Khi chuẩn bị mẫu thử để đo, nồng độ CNT của huyền phù được điều chỉnh để đủ loãng.

Kết quả đo sẽ được hiển thị dưới dạng biểu đồ số lượng vật thể dạng sợi so với đường kính nằm trong vi 1 nm. Ngoài ra, giá trị trung bình (trung vị) của dữ liệu đường kính của các vật thể dạng sợi phải được biểu thị bằng đơn vị nm. Cần lưu ý rằng kết quả đo có thể là định tính với độ không đảm bảo đo tăng lên khi hình ảnh hiển vi quan sát được thiếu tính đại diện của mẫu.

TCVN 13873:2023

ISO/TS 10797 và ISO/TS 10798 quy định các phương pháp đo đường kính của các CNT đơn thành tương ứng bằng TEM và SEM. Những tiêu chuẩn này có thể hữu ích cho các MWCNT.

6.2 Diện tích bề mặt riêng

Diện tích bề mặt riêng (SSA) là diện tích bề mặt tuyệt đối của mẫu chia cho khối lượng mẫu. SSA là một trong những đặc tính cơ bản của các CNT và ảnh hưởng đến hoạt động của các sản phẩm có chứa các CNT.

Tốt nhất nên sử dụng các mẫu bột CNT ban đầu để đo SSA, mặc dù không phù hợp với 5.3. SSA phải được đo bằng phương pháp hấp phụ khí. Kết quả của phép đo SSA phải được biểu thị bằng đơn vị m^2/g .

Kỹ thuật phân tích dựa trên mô hình được phát triển bởi Brunauer, Emmett và Teller (BET) cho phép ước tính diện tích bề mặt riêng của bột bằng cách đo lượng khí bị hấp phụ. Phân tích BET là phương pháp tiêu chuẩn để xác định diện tích bề mặt riêng từ các đường đẳng nhiệt hấp phụ nitơ. Áp dụng ISO 9277 để đo diện tích bề mặt riêng. Tiêu chuẩn này quy định các quy trình đo đối với toàn bộ diện tích bề mặt bên ngoài và bên trong (đường kính $> 2 \text{ nm}$) của chất rắn phân tán hoặc xốp bằng cách đo lượng khí hấp phụ vật lý theo phân tích BET. ISO 18757 cung cấp một số thông tin chi tiết hữu ích liên quan đến các vật liệu cụ thể. Dụng cụ đo lường cho phương pháp BET có sẵn trên thị trường. Phải duy trì khả năng truy xuất nguồn gốc đo. Vật liệu chuẩn cho ứng dụng phân tích BET cho các hạt nano dạng bột là có sẵn.

6.3 Tính đồng nhất

Độ đồng nhất của mẫu huyền phù CNT là thước đo mức độ phân bố đồng đều của các thành phần của huyền phù CNT trong toàn bộ mẫu lớn hơn, được xác định bằng cách đo các mẫu đại diện nhỏ hơn.

Tính đồng nhất của huyền phù CNT phải được kiểm tra bằng mắt thường. Mẫu để kiểm tra được lấy từ sản phẩm huyền phù CNT cho vào vật chứa trong suốt. Vật chứa mẫu được để yên trong thời gian hơn 24 h trước khi kiểm tra. Kiểm tra xem màu có đen và đồng nhất trên các bề mặt của mẫu huyền phù hay không và có sự tách pha và có sa lắng hay không. Kết quả kiểm tra phải được báo cáo định tính.

6.4 Hình thái học

Hình thái của mẫu huyền phù CNT dùng để chỉ hình dạng và cấu trúc của CNT và các vật thể rắn khác có trong mẫu huyền phù. Hình thái học phải được đo định tính để quan sát sự hiện diện của các CNT và các vật thể rắn khác có trong mẫu huyền phù CNT.

Hình ảnh hiển vi của vật rắn trong mẫu CNT thu được bằng TEM hoặc SEM. SEM có thể được sử dụng khi độ phân giải không gian đủ chính xác cho các kích thước CNT mục tiêu.

Mẫu huyền phù CNT được pha loãng đủ bằng cách thêm etanol khan ở nồng độ thích hợp cho phép đo TEM và SEM. Mỗi hình ảnh phải đại diện chính xác đối với các vật thể rắn có trong mẫu

huyền phù CNT và được chụp để có thể quan sát rõ ràng các CNT. Thanh tỷ lệ được hiển thị trên mỗi hình ảnh.

Phải thực hiện và báo cáo nhiều hơn năm hình ảnh hiển vi.

6.5 Hàm lượng chất rắn khô

Mẫu huyền phù CNT có thể chứa các thành phần rắn không phải CNT và các vật liệu hòa tan. Hàm lượng chất rắn khô có thể là chỉ số của hàm lượng CNT trong mẫu huyền phù khi tạp chất không đáng kể. Hàm lượng rắn khô của mẫu huyền phù CNT là tỷ số giữa khối lượng của huyền phù CNT sau khi làm khô và khối lượng của huyền phù CNT trước khi làm khô.

Hàm lượng chất rắn khô phải được đo bằng phương pháp sấy trong tủ sấy, phương pháp này bao gồm làm khô mẫu huyền phù đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ từ 100 °C đến 120 °C và cân. Kết quả đo hàm lượng chất rắn khô phải được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

CHÚ THÍCH: Khi các vật liệu tan trong mẫu huyền phù CNT không đáng kể, hàm lượng chất rắn khô gần bằng hàm lượng chất rắn của mẫu.

6.6 Hàm lượng CNT

Mẫu huyền phù CNT có thành phần chủ yếu là các vật liệu cacbon, có thể loại bỏ bằng cách đốt cháy ở nhiệt độ cao thích hợp. Mẫu có thể chứa các tạp chất kim loại và tạp chất vô cơ, chúng còn lại dưới dạng tro sau khi đốt. Hàm lượng tro được đo bằng cách cân cạn sau khi đốt trong lò điện ở nhiệt độ 800 °C ± 25 °C.

Hàm lượng CNT của mẫu huyền phù CNT là hiệu số giữa hàm lượng chất rắn khô và hàm lượng tro, với điều kiện là huyền phù có hàm lượng các chất hữu cơ không bay hơi và cacbon phi CNT không đáng kể. Kết quả hàm lượng CNT phải được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

6.7 Độ nhớt

Độ nhớt là một đặc tính lưu biến của chất lỏng thể hiện khả năng kháng lại các dòng chảy trượt. Độ nhớt của huyền phù CNT là một đặc tính cơ bản đối với việc xử lý chất lỏng và dữ liệu độ nhớt tương quan với chiều dài của CNT và trạng thái phân tán của CNT thường được lấy ở tốc độ chảy trượt thấp,.

Mẫu thử nghiệm được lấy từ mẫu huyền phù và để yên trong thời gian hơn 10 h trước khi đo để tránh ảnh hưởng bởi tính xúc biến của huyền phù CNT tại điểm bắt đầu đo.

Độ nhớt phải được đo bằng phép đo lưu biến quay tại một tốc độ chảy trượt nằm trong khoảng từ 0,2 s⁻¹ đến 2 s⁻¹ và tùy ý có thể được đo nhiều hơn ở các tốc độ chảy trượt khác.

Kết quả độ nhớt ở 25 °C phải được biểu thị bằng đơn vị Pa·s. Tốc độ chảy trượt mà tại đó các phép đo độ nhớt được thực hiện, môi trường phân tán và loại nhớt kế được sử dụng (ví dụ: trục đơn, trục đồng tâm, hình nón và đĩa hoặc các loại khác) phải được báo cáo cùng với kết quả độ nhớt.

6.8 Độ mịn

Độ mịn được đo để đánh giá trạng thái phân tán của huyền phù CNT. Một nghiên cứu điển hình về sự phân tán ống nano cacbon được nêu trong Phụ lục B.

Độ mịn liên quan đến số đo thu được trên máy đo tiêu chuẩn trong các điều kiện thử nghiệm quy định, cho biết độ sâu của (các) rãnh trên thước đo mà tại đó các hạt rắn rời rạc trong sản phẩm có thể dễ dàng nhận thấy.

Do CNT được chế tạo thường ở dạng kết tụ hoặc kết tập, do đó, độ mịn cần được sử dụng để đánh giá mức độ phân tán của huyền phù CNT bằng cách xác định cỡ lớn nhất của CNT kết tụ. Nếu cỡ tối đa nhỏ hơn một cỡ nhất định, thường là 5 μm , có nghĩa là CNT đã được phân tán tốt.

Độ mịn của huyền phù CNT phải được đo bằng cách sử dụng dụng cụ đo thích hợp, có vạch chia micromet. Thông thường, 1 giọt hoặc 2 giọt mẫu huyền phù CNT được lấy bằng pipet trên tấm có độ mịn tiêu chuẩn và gạt từ trên xuống dưới bằng dụng cụ gạt tiêu chuẩn, từ đó cỡ của các hạt rắn trong huyền phù CNT được xác định bằng mắt thường. Nếu vết cạo không đều, có thể thêm dung dịch pha loãng hoặc chất kết dính thích hợp vào mẫu bằng cách khuấy bằng tay và thử nghiệm được lặp lại.

Kết quả đo phải được hiển thị dưới dạng biểu đồ của số lượng mẫu thử so với cỡ lớn nhất. Ngoài ra, giá trị trung bình (trung vị) của cỡ lớn nhất phải được biểu thị bằng đơn vị μm .

Các quy trình đo chi tiết về độ mịn của hạt nghiền theo TCVN 2091:2015 (ISO 1524:2013).

6.9 Hàm lượng tạp chất nguyên tố

Các tạp chất nguyên tố có khả năng được đưa vào mẫu huyền phù CNT trong quá trình sản xuất các CNT. Hàm lượng tạp chất nguyên tố của mẫu huyền phù CNT là tỷ số giữa khối lượng tạp chất nguyên tố có trong mẫu so với khối lượng của mẫu. Hàm lượng tạp chất nguyên tố phải được đo bằng phương pháp phân hủy hóa học ướt và ICP-AES/OES hoặc ICP-MS. Đầu tiên, mẫu thử khô dạng bột được chuẩn bị từ mẫu huyền phù, sau đó phân hủy chúng trong hỗn hợp axit nitric, axit sulfuric và axit pecloic theo tỷ lệ 3: 3: 2. Sau cùng, các nguyên tố trong dung dịch phân hủy được xác định bằng ICP-AES/OES hoặc ICP-MS với các đường cong làm việc tương ứng. Kết quả đo phải được biểu thị bằng phần trăm khối lượng đối với mỗi nguyên tố có mặt.

ISO/TS 13278 quy định các phương pháp đo hàm lượng tạp chất nguyên tố của các CNT đơn thành và các MWCNT bằng ICP-MS. ISO 22036 quy định các quy trình đo hàm lượng tạp chất nguyên tố của đất bằng ICP-AES/OES, có thể áp dụng cho huyền phù CNT.

6.10 Giá trị pH

Giá trị pH là thước đo nồng độ axit hoặc kiềm của vật liệu ở dạng huyền phù. Đó là một trong những đặc tính cơ bản của huyền phù. pH của mẫu huyền phù CNT cần được đo bằng thiết bị đo pH. Kết quả phải được biểu thị bằng một số từ 0 đến 14. TCVN 8317-9 (ISO 787-9) quy định phương pháp thử chung để xác định giá trị pH của huyền phù trong nước của chất màu hoặc chất độn. Có thể áp dụng TCVN 8317-9 (ISO 787-9) để đo pH của huyền phù CNT.

6.11 Hàm lượng nước

Hàm lượng nước là lượng nước có trong vật liệu. Đối với huyền phù CNT không trong nước, cần phải kiểm soát chặt chẽ hàm lượng nước của huyền phù đối với một số ứng dụng nhất định, ví dụ: ứng dụng pin li-ti ion.

Hàm lượng nước của huyền phù CNT phải được đo theo thỏa thuận giữa các bên liên quan. Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer được khuyến nghị cho phép đo. Phép đo phải được thực hiện ngay sau khi mẫu được mở ra để tránh hút ẩm từ môi trường. Độ ẩm tương đối của môi trường đo không vượt quá 80 % và nhiệt độ môi trường xung quanh phải từ 5 °C đến 30 °C.

Mẫu huyền phù CNT được pha loãng vừa đủ bằng cách thêm etyl axetat đã loại bỏ nước bằng rây phân tử ở nồng độ thích hợp. Sau đó, hỗn hợp được khuấy và lọc ly tâm, và phần dung dịch phía trên được lấy để đo hàm lượng nước. Kết quả phải được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

6.12 Độ dẫn nhiệt

Độ dẫn nhiệt liên quan đến tốc độ truyền nhiệt trên một đơn vị diện tích của vật liệu chia cho gradient nhiệt độ gây ra sự truyền nhiệt. Nó thường phụ thuộc vào nhiệt độ, tức là nó thay đổi theo nhiệt độ.

Mẫu thử cho các phép đo được chuẩn bị bằng cách làm khô từ mẫu huyền phù CNT. Độ dẫn nhiệt phải được đo bằng phương pháp nguồn nhiệt phẳng chuyển tiếp (đĩa nóng). Việc bố trí thí nghiệm có thể được thiết kế để phù hợp với các kích thước mẫu vật khác nhau. Phép đo có thể được thực hiện trong môi trường khí và chân không trong phạm vi một dải nhiệt độ và áp suất. Kết quả đo độ dẫn nhiệt được biểu thị bằng đơn vị $W/(m \cdot K)$.

ISO 22007-2 quy định phương pháp xác định độ dẫn nhiệt và hệ số khuếch tán nhiệt, từ đó xác định nhiệt dung riêng trên một đơn vị thể tích chất dẻo. Phương pháp này thích hợp để kiểm tra các vật liệu đồng nhất và đẳng hướng, cũng như các vật liệu dị hướng có cấu trúc đơn trục. ISO 22007-2 có thể hữu ích đối với quy trình đo độ dẫn nhiệt đối với mẫu được làm khô từ huyền phù CNT.

6.13 Điện trở suất thể tích

Điện trở suất thể tích được sử dụng để đánh giá hiệu suất điện của vật liệu. Nói chung, điện trở suất thể tích càng nhỏ thì hiệu suất điện của huyền phù CNT càng tốt.

Có hai lựa chọn để chuẩn bị mẫu cho điện trở suất thể tích, cần được thỏa thuận giữa các bên liên quan. Một là làm khô các mẫu huyền phù CNT thành chất rắn và nén chúng ở dạng viên. Cách khác là trộn các mẫu huyền phù CNT với vật liệu không dẫn điện, ví dụ: TiO_2 , sau đó được nung nóng và nén ở dạng viên. Đối với cách thứ nhất, áp suất khi chuẩn bị mẫu thử dạng viên phải được báo cáo cùng với kết quả đo và khối lượng riêng của viên. Đối với cách thứ hai, loại và chất lượng của vật liệu không dẫn điện và phần khối lượng của nó phải được báo cáo để tạo ra kết quả đo tương thích về điện trở suất thể tích đối với các mẫu huyền phù CNT.

Điện trở suất thể tích của huyền phù CNT được đo bằng máy đo điện trở suất bốn đầu dò. Kết quả đo được biểu thị bằng đơn vị $\Omega \cdot m$.

Các quy trình đo chi tiết theo IEC 62899-202.

6.14 Thời hạn sử dụng

Nhà sản xuất phải đưa ra thời hạn sử dụng của sản phẩm huyền phù CNT. Nó được xác minh bằng cách quan sát tính đồng nhất và đo hàm lượng chất rắn khô và độ nhớt. Nếu trong khoảng thời gian nhất định có sự tách pha và sa lắng khi quan sát bằng mắt thường hoặc hàm lượng chất rắn khô ở các lớp trên, lớp giữa và lớp dưới hoặc độ nhớt của mẫu huyền phù vượt quá phạm vi sai lệch quy định so với giá trị ban đầu đã được thỏa thuận bởi người mua và người bán, khi đó sản phẩm đã hết hạn sử dụng. Các bên liên quan có thể thỏa thuận phương pháp thử gia tốc đối với thời hạn sử dụng và các điều kiện bảo quản tương ứng.

Kết quả kiểm tra phải được báo cáo.

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải có ít nhất các thông tin sau:

- viện dẫn tiêu chuẩn này, tức là TCVN 13873 (ISO/TS 19808);
- nhận dạng (tên sản phẩm, tên hóa chất);
- mô tả mẫu:
 - tên nhà cung cấp của sản phẩm huyền phù CNT;
 - số mẻ hoặc số lô;
 - tên hóa học của dung môi;
 - tên hóa học của các chất phụ gia được liệt kê trong bảng dữ liệu an toàn (vật liệu);
 - phương pháp sản xuất bột CNT ban đầu, ví dụ phương pháp CVD;
 - lấy mẫu; từ một sản phẩm được khuấy hoặc từ một lớp (trên/giữa/dưới) của sản phẩm;
- kết quả
 - kết quả đo các đặc tính, với tên của chúng và các phương pháp đo được sử dụng trong Bảng 1 và Bảng 2 khi được yêu cầu;
 - ngày đo và tên của các phòng thử nghiệm đo lường đối với các đặc tính riêng biệt;
 - nguồn mẫu thử dạng bột, lấy từ mẫu huyền phù hoặc lấy từ mẫu bột CNT ban đầu;
 - độ không đảm bảo (tùy thuộc vào thỏa thuận giữa người dùng, nhà cung cấp và cơ quan quản lý);
- thời hạn sử dụng được nhà sản xuất đảm bảo, nếu được yêu cầu, và kết quả đo độ đồng nhất, hàm lượng chất rắn khô và độ nhớt ở cuối thời hạn sử dụng với các điều kiện bảo quản đã thỏa thuận và phương pháp thử gia tốc, nếu có;
- sai lệch so với tiêu chuẩn này;
- thông tin bổ sung.

Phụ lục A

(tham khảo)

Tổng quan về đặc tính huyền phù CNT

Tổng quan về các đặc tính của huyền phù CNT được nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Tổng quan về các đặc tính huyền phù CNT

Đặc tính CNT	Đặc tính môi trường	Đặc tính huyền phù	Đặc tính ứng dụng cụ thể
Hình thái học ^a	Tên hóa học của dung môi ^c	Độ đồng nhất ^a	Hàm lượng tạp chất nguyên tố ^b
Đường kính ngoài ^a	Tên hóa học của phụ gia ^c	Ngoại quan ^c	Hàm lượng nước ^b
Diện tích bề mặt riêng ^a		Màu sắc ^c	Độ dẫn nhiệt ^b
Độ mịn ^b		Hàm lượng chất rắn khô ^a	Điện trở suất thể tích ^b
		Hàm lượng CNT ^a	Hạn sử dụng ^b
		Độ nhớt ^a	
^a Đặc tính cơ bản.			
^b Đặc tính bổ sung.			
^c Đặc tính khác có liên quan.			

Phụ lục B

(tham khảo)

Nghiên cứu điển hình về sự phân tán ống nano cacbon

B.1 Tổng quan

Các CNT, khi được chế tạo, thường tồn tại dưới dạng các kết tụ rời. Để sử dụng đầy đủ các tính chất độc đáo của vật liệu đặc biệt này, điều quan trọng là phải áp dụng các quy trình phân tán thích hợp. Phụ lục này cung cấp một số nghiên cứu điển hình có thể giúp đạt được mục tiêu này.

B.2 Sự phân tán ống nano cacbon - Vật liệu có độ nhớt cao

Về cơ bản có ba cách kết hợp các CNT vào các chất nóng chảy có độ nhớt cao:

- ngâm nóng chảy;
- ngâm dung môi;
- trùng hợp trực tiếp.

Ngâm thường được chấp nhận là cách tiếp cận dễ dàng nhất. Để đạt được sự phân bố đồng đều của CNT, các kết tụ của CNT được phân tán bởi lực trượt cao.

Tuy nhiên, cần cẩn thận để đạt được sự phân tán tối ưu của các CNT trong khi giảm thiểu mọi khả năng phá vỡ hoặc suy giảm chất dẫn điện.

Có thể đạt được kết quả phân tán tuyệt vời bằng cách gia công vật liệu nhiệt dẻo trong máy đùn hai trục vít. Nó có thể được sử dụng để sản xuất các phối liệu (compound) cũng như cho các chủ liệu (masterbatch) chứa các CNT với nồng độ cao trong nền polyme, có thể được pha loãng trong máy đùn một trục vít hoặc hai trục vít.

Đối với vật liệu cao su, thường sử dụng thiết bị Banbury tiêu chuẩn hoặc máy cán ba trục.

B.3 Sự phân tán ống nano cacbon - Vật liệu có độ nhớt trung bình

CNT có thể được phân tán trong môi trường có độ nhớt trung bình như polyol hoặc tiền polyme epoxit bằng cách gia công chúng trong máy cán 3 trục hoặc máy cán hình xoắn. Xử lý siêu âm cũng thích hợp nếu độ nhớt của chất nền thấp và nồng độ của CNT không quá cao (ví dụ: < 2 %). Người ta thấy rằng các kết tụ CNT không thể bị phân tán bằng cách sử dụng máy khuấy tốc độ cao hoặc đĩa phân tán.

B.4 Sự phân tán ống nano cacbon - Vật liệu có độ nhớt thấp

Các CNT có thể được phân tán trong môi trường có độ nhớt thấp như nước và dung môi hữu cơ bằng cách sử dụng bộ phân tán phun. Xử lý bằng siêu âm cũng thích hợp. Đặc biệt, chất ổn định (chất hoạt động bề mặt) cần được thêm vào để phân tán trong nước nhằm đảm bảo rằng các ống nano không kết tụ lại. Ví dụ về các chất hoạt động bề mặt thích hợp bao gồm natri decocyl sulfat, dodecylbenzene sulfonat, v.v....

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 472:2013/Amd.1:2018, *Plastics – Vocabulary/ – Amendment 1: Additional items* (Chất dẻo – Từ vựng / – Sửa đổi 1: Các mục bổ sung)
- [2] TCVN 2309 (ISO 760), *Xác định hàm lượng nước – Phương pháp Karl Fischer* (Phương pháp chung)
- [3] TCVN 8317-9 (ISO 787-9), *Bột màu và chất độn – Phần 9: Xác định giá trị pH của thể huyền phù trong nước*
- [4] TCVN 2091:2015 (ISO 1524:2013), *Sơn, vecni và mực in – Xác định độ mịn*
- [5] ISO 3534-2:2006, *Statistics – Vocabulary and symbols – Part 2: Applied statistics* (Thống kê – Từ vựng và ký hiệu – Phần 2: Thống kê áp dụng)
- [6] ISO 4618:2014, *Paints and varnishes – Terms and definitions* (Sơn và vecni – Thuật ngữ và định nghĩa)
- [7] ISO 9277, *Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption – BET method* (Xác định diện tích bề mặt riêng của chất rắn bằng phương pháp hấp phụ khí – BET)
- [8] ISO/TS 10797, *Nanotechnologies – Characterization of single-wall carbon nanotubes using transmission electron microscopy* (Công nghệ nano – Đặc tính của ống nano cacbon đơn thành sử dụng hiển vi điện tử truyền qua)
- [9] ISO/TS 10798, *Nanotechnologies – Characterization of single-wall carbon nanotubes using scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectrometry analysis* (Công nghệ nano – Đặc tính của ống nano cacbon đơn thành bằng cách sử dụng hiển vi điện tử quét và phân tích phổ tia X phân tán năng lượng)
- [10] ISO/TS 10867, *Nanotechnologies – Characterization of single-wall carbon nanotubes using near infrared photoluminescence spectroscopy* (Công nghệ nano – Đặc tính của ống nano cacbon đơn thành sử dụng quang phổ phát quang hồng ngoại gần)
- [11] ISO/TS 10868, *Nanotechnologies – Characterization of single-wall carbon nanotubes using ultraviolet-visible-near infrared (UV-Vis-NIR) absorption spectroscopy* (Công nghệ nano – Đặc tính của ống nano cacbon đơn thành sử dụng quang phổ hấp thụ tia cực tím-khả kiến-hồng ngoại gần (UV-Vis-NIR))
- [12] ISO/TR 10929, *Nanotechnologies – Characterization of multiwall carbon nanotube (MWCNT) samples* (Công nghệ nano – Đặc tính của các mẫu ống nano cacbon đa thành (MWCNT))
- [13] ISO/TS 11251, *Nanotechnologies – Characterization of volatile components in single-wall carbon nanotube samples using evolved gas analysis/gas chromatograph-mass spectrometry*

(Công nghệ nano – Đặc điểm của các thành phần dễ bay hơi trong các mẫu ống nano cacbon đơn thành bằng cách sử dụng phân tích khí rút ra/ sắc ký khí-khối phổ)

- [14] ISO/TS 11308, *Nanotechnologies – Characterization of single-wall carbon nanotubes using thermogravimetric analysis* (Công nghệ nano – Đặc tính của ống nano cacbon đơn thành sử dụng phân tích đo nhiệt trọng lượng)
- [15] ISO/TR 13097:2013, *Guidelines for the characterization of dispersion stability* (Hướng dẫn mô tả đặc tính của độ ổn định phân tán)
- [16] ISO/TS 13278, *Nanotechnologies — Determination of elemental impurities in samples of carbon nanotubes using inductively coupled plasma mass spectrometry* (Công nghệ nano – Xác định tạp chất nguyên tố trong ống nano cacbon sử dụng phép đo phổ khối plasma cặp cảm ứng)
- [17] ISO 13503-1:2011, *Petroleum and natural gas industries – Completion fluids and materials – Part 1: Measurement of viscous properties of completion fluids* (Các ngành công nghiệp dầu mỏ và khí đốt tự nhiên – Chất lỏng hoàn toàn và vật liệu – Phần 1: Phép đo các đặc tính nhớt của chất lỏng hoàn toàn)
- [18] ISO 13580:2005, *Yogurt – Determination of total solids content (Reference method)* (Sữa chua – Xác định tổng hàm lượng chất rắn (Phương pháp quy chiếu))
- [19] TCVN 2090 (ISO 15528), *Sơn, vecni và nguyên liệu cho sơn và vecni – Lấy mẫu*
- [20] ISO 17197, *Dimethyl ether (DME) for fuels – Determination of water content – Karl Fischer titration method* [Dimetyl ete (DME) cho nhiên liệu – Xác định hàm lượng nước – Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer]
- [21] ISO 18757, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – Determination of specific surface area of ceramic powders by gas adsorption using the BET method* (Gốm mịn (gốm cao cấp, gốm kỹ thuật tiên tiến) – Xác định diện tích bề mặt riêng của bột gốm bằng hấp phụ khí sử dụng phương pháp BET)
- [22] ISO 22007-2, *Plastics – Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity – Part 2: Transient plane heat source (hot disc) method* (Chất dẻo – Xác định độ dẫn nhiệt và độ khuếch tán nhiệt – Phần 2: Phương pháp nguồn nhiệt phẳng chuyển tiếp (đĩa nóng))
- [23] TCVN 8885 (ISO 22036), *Chất lượng đất – Xác định các nguyên tố vết trong dịch chiết đất bằng phổ phát xạ nguyên tử plasma cặp cảm ứng (ICP - AES)*
- [24] ISO/TS 80004-2:2015, *Nanotechnologies – Vocabulary – Part 2: Nano-objects* (Công nghệ nano – Từ vựng – Phần 2: Vật thể nano)
- [25] ISO/TS 80004-3:2010, *Nanotechnologies – Vocabulary – Part 3: Carbon nano-objects* (Công nghệ nano – Từ vựng – Phần 3: Vật thể nano cacbon)

TCVN 13873:2023

- [26] ISO/TS 80004-6: 2013, *Nanotechnologies – Vocabulary – Part 6: Nano-object characterization* (Công nghệ nano – Từ vựng – Phần 6: Đặc điểm vật thể nano)
- [27] IEC/TS 62607-2-1, *Nanomanufacturing - key control characteristics for CNT film applications – Resistivity – Part 2-1: (Sản xuất nano - các đặc tính kiểm soát chính đối với các ứng dụng màng CNT – Điện trở suất – Phần 2-1:)*
- [28] IEC 62899-202, *Printed electronics – Part 202: Materials-Conductive ink* (Điện tử in – Phần 202: Vật liệu-Mực dẫn điện)
-