

# DIN EN ISO 21363:2022-03 (D)

## Nanotechnologien - Messungen von Partikelgrößen- und Partikelformverteilungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie (ISO 21363:2020); Deutsche Fassung EN ISO 21363:2022

---

| Inhalt   | Seite |
|--|-------|
| Europäisches Vorwort.....  | 5     |
| Vorwort.....   | 6     |
| Einleitung.....  | 7     |
| 1 Anwendungsbereich.....   | 8     |
| 2 Normative Verweisungen.....  | 8     |
| 3 Begriffe und Symbole.....  | 8     |
| 3.1 Kernbegriffe — Partikel.....   | 8     |
| 3.2 Kernbegriffe — Erfassung und Analyse von Bildern.....                                  | 12    |
| 3.3 Kernbegriffe — Symbole und Begriffe aus der Statistik.....                             | 13    |
| 3.4 Kernbegriffe — Messgrößen.....   | 14    |
| 3.5 Kernbegriffe — Messtechnik.....  | 18    |
| 3.6 Kernbegriffe — Transmissionselektronenmikroskopie.....                                 | 20    |
| 3.7 Symbole, Messgrößen und Deskriptoren aus der Statistik.....                            | 22    |
| 3.7.1 Symbole aus der Statistik.....   | 22    |
| 3.7.2 Messgrößen und Deskriptoren.....   | 22    |
| 4 Anforderungen der interessierten Kreise an TEM-Messverfahren.....                        | 23    |
| 5 Probenvorbereitung.....  | 24    |
| 5.1 Allgemeines.....   | 24    |
| 5.2 Herkunft der Proben.....   | 25    |
| 5.3 Verwendung einer repräsentativen Probe.....  | 25    |
| 5.3.1 Allgemeines.....   | 25    |
| 5.3.2 Proben in Pulverform.....  | 25    |
| 5.3.3 Dispersionen von Nanopartikeln in Flüssigkeiten.....                                 | 26    |
| 5.4 Minimieren von Partikelagglomeration in der Probendispersion.....                      | 26    |
| 5.5 Auswahl des Trägers.....   | 26    |
| 6 Gerätespezifische Faktoren.....  | 27    |
| 6.1 Geräteaufbau.....  | 27    |
| 6.2 Kalibrierung.....  | 27    |
| 6.2.1 Allgemeines.....   | 27    |
| 6.2.2 Kalibriernormale.....  | 27    |
| 6.2.3 Allgemeines Kalibrierverfahren.....  | 28    |
| 6.3 Einstellen der TEM-Betriebsbedingungen für die Kalibrierung.....                       | 29    |
| 7 Bilderfassung.....   | 31    |
| 7.1 Allgemeines.....   | 31    |
| 7.2 Einstellen einer geeigneten Betriebsvergrößerung.....                                  | 31    |
| 7.3 Kleinste Partikelfläche.....   | 32    |
| 7.4 Anzahl der zu zählenden Partikel für Partikelgrößen- und Partikelformverteilungen..... | 32    |
| 7.5 Gleichmäßiger Hintergrund.....   | 32    |
| 7.6 Durchführung der Messung.....  | 33    |
| 7.6.1 Allgemeines.....   | 33    |
| 7.6.2 Entwicklung einer Prüfprobe.....   | 33    |
| 7.6.3 Einflüsse der Vergrößerung.....  | 34    |

|   |   |    |
|---|---|----|
| 7.6.4   | Bildausschnitte (Mikroaufnahmen).....   | 34 |
| 7.7   | Überarbeitung von Arbeitsvorschriften für die Bildaufnahme.....   | 34 |
| 8   | Partikelanalyse .....   | 34 |
| 8.1   | Allgemeines.....  | 34 |
| 8.2   | Individuelle Partikelanalyse .....  | 34 |
| 8.3   | Automatisierte Partikelanalyse .....  | 34 |
| 8.4   | Beispiel — Verfahren der automatisierten Partikelanalyse.....   | 35 |
| 9   | Datenanalyse .....  | 36 |
| 9.1   | Allgemeines.....  | 36 |
| 9.2   | Rohdaten-Sichtung — Erkennen von sich berührenden Partikeln, nichtselektierten<br>Partikeln, Artefakten und Verunreinigungen..... | 37 |
| 9.3   | Bewertung der Datenqualität — Wiederholpräzision, Laborpräzision und<br>Vergleichpräzision.....                                   | 38 |
| 9.4   | Anpassung der Verteilungen an Daten.....  | 40 |
| 9.5   | Bewertung der Messunsicherheit für Proben unter Wiederhol-, Laborpräzisions- und<br>Vergleichbedingungen.....                     | 41 |
| 9.5.1   | Gesamtstatistik für angepasste Parameter — Drei oder mehr Datensätze .....  | 41 |
| 9.5.2   | Messunsicherheit von angepassten Parametern.....  | 41 |
| 9.5.3   | Beispiel — Messunsicherheit für einen Größen-Deskriptor.....  | 42 |
| 9.6   | Bivariate Analyse .....   | 42 |
| 10  | Berichterstattung.....  | 43 |
| Anhang A (informativ) Überblick über Fallstudien.....         |   | 46 |
| A.1   | Allgemeines.....  | 46 |
| A.2   | Diskrete kugelförmige Nanopartikel (siehe Anhang B) .....   | 46 |
| A.3   | Mischung von Größen (siehe Anhang C) .....  | 47 |
| A.4   | Mischung von Formen (siehe Anhang D).....   | 47 |
| A.5   | Amorphe Aggregate (siehe Anhang E).....   | 47 |
| A.6   | Nanokristallit-Aggregate (siehe Anhang F) .....   | 47 |
| A.7   | Partikel mit kleinem Seitenverhältnis (siehe Anhang G).....   | 47 |
| A.8   | Nanopartikel mit spezifischem Kristallhabitus (siehe Anhang H).....   | 47 |
| Anhang B (informativ) Diskrete kugelförmige Nanopartikel..... |   | 48 |
| B.1   | Referenz .....  | 48 |
| B.2   | Hintergrund und Planungsziele .....   | 48 |
| B.3   | Höhepunkte.....   | 49 |
| Anhang C (informativ) Mischung von Größen .....               |   | 51 |
| C.1   | Zweck .....   | 51 |
| C.2   | Hintergrund und Planziele.....  | 51 |
| C.3   | Höhepunkte.....   | 53 |
| C.3.1   | Allgemeines.....  | 53 |
| C.3.2   | Rohdaten-Sichtung .....   | 53 |
| C.3.3   | Unterscheidung zwischen großen und mittelgroßen Partikel-Clustern.....  | 55 |
| C.3.4   | Laborpräzision.....   | 57 |
| C.4   | Schlussfolgerungen.....   | 62 |
| Anhang D (informativ) Mischung von Formen .....               |   | 63 |
| D.1   | Referenz .....  | 63 |
| D.2   | Hintergrund und Planziele.....  | 63 |
| D.3   | Höhepunkte.....   | 64 |
| D.3.1   | Verfahren zur Identifizierung und Trennung von Komplexen aus sich berührenden<br>Partikeln .....                                  | 64 |
| D.3.2   | Unterscheidung zwischen Nanostäbchen-Proben.....  | 66 |
| Anhang E (informativ) Amorphe Aggregate.....                  |   | 68 |
| E.1   | Referenz .....  | 68 |
| E.2   | Hintergrund und Planziele.....  | 69 |
| E.3   | Höhepunkte.....   | 69 |

|   |  |           |
|---|--|-----------|
| E.3.1   | Messunsicherheiten von Industrierußaggregat-Deskriptoren.....  | 69        |
| E.3.2   | Neuordnung der Deskriptorverteilungen mithilfe von vier Aggregatform-<br>Grundgesamtheiten .....                     | 70        |
| <b>Anhang F (informativ) Nanokristalline Aggregate.....</b>                     |  | <b>72</b> |
| F.1   | Referenz .....   | 72        |
| F.2   | Hintergrund und Planziele.....   | 73        |
| F.3   | Höhepunkte.....  | 73        |
| F.3.1   | Einfluss von Faktoren der Arbeitsvorschrift auf die Kristallitdaten-Qualität.....                                    | 73        |
| F.3.2   | Größen-Deskriptoren für Primärkristallite lassen sich am besten mit<br>Lognormalverteilungen modellieren .....       | 73        |
| <b>Anhang G (informativ) Nanofasern mit unregelmäßigen Querschnitten.....</b>   |  | <b>76</b> |
| G.1   | Referenz .....   | 76        |
| G.2   | Hintergrund und Planziele.....   | 76        |
| G.3   | Höhepunkte.....  | 77        |
| G.3.1   | Allgemeines.....   | 77        |
| G.3.2   | Datenqualität.....   | 78        |
| G.3.3   | Vergleiche von Größen-Deskriptoren für die Polygon-Abtastung und<br>Querschnittsanalyse.....                         | 80        |
| <b>Anhang H (informativ) Nanopartikel mit spezifischem Kristallhabitus.....</b> |  | <b>83</b> |
| H.1   | Zweck .....  | 83        |
| H.2   | Hintergrund und Planziele.....   | 83        |
| H.3   | Höhepunkte.....  | 84        |
| H.3.1   | Referenzmodelle und Unsicherheiten für Deskriptoren für Größe und Längsform .....                                    | 84        |
| H.3.2   | Vergleiche von Daten, die mit drei verschiedenen Gerätetypen (TEM, TSEM und<br>miniTEM) ermittelt wurden.....        | 87        |
| H.3.3   | Vergleich von Datensätzen, die mit denselben Partikeln in denselben Bildern ermittelt<br>wurden.....                 | 88        |
| H.3.4   | Vergleichpräzision von Daten, die nacheinander auf demselben Gitter von zwei<br>Laboratorien aufgenommen wurden..... | 89        |
| <b>Literaturhinweise .....</b>  |  | <b>90</b> |