

DIN EN ISO 19749:2023-07 (D)

Nanotechnologien - Messung der Partikelgrößenverteilung und Partikelformverteilung mit Rasterelektronenmikroskopie (ISO 19749:2021); Deutsche Fassung EN ISO 19749:2023

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	5
Vorwort.....	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich.....	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	9
3.1 Allgemeine Begriffe	9
3.2 Grundbegriffe: Bildanalyse	11
3.3 Grundbegriffe: Statistische Symbole und Definitionen.....	12
3.4 Grundbegriffe: Messgrößen und Deskriptoren	13
3.5 Grundbegriffe: Messtechnik.....	15
3.6 Kernbegriffe: Rasterelektronenmikroskopie	18
4 Allgemeine Grundlagen	20
4.1 REM-Bildgebung	20
4.2 Bildgestützte Partikelgrößenmessungen im REM.....	20
4.3 Bildgestützte Partikelformmessungen im REM.....	22
5 Probenvorbereitung.....	22
5.1 Grundlegende Informationen zur Probenvorbereitung.....	22
5.2 Allgemeine Empfehlungen	23
5.3 Sicherstellung einer guten Probenahme von Rohmaterialien aus pulverförmigen oder flüssigen Dispersionen	23
5.3.1 Pulver	23
5.3.2 Dispersionen von Nanopartikeln in Flüssigkeiten	23
5.4 Sicherstellung einer repräsentativen Dispersion.....	24
5.5 Deposition von Nanopartikeln auf ein Substrat	24
5.5.1 Allgemeines.....	24
5.5.2 Deposition von Nanopartikeln auf Wafern und Chips aus Silizium oder anderen Materialien	25
5.5.3 Deposition von Nanopartikeln auf TEM-Gittern.....	26
5.6 Anzahl der vorzubereitenden Proben	27
5.7 Anzahl der zu messenden Partikel für die Partikelgrößenbestimmung.....	27
5.8 Anzahl der zu messenden Partikel für die Partikelformbestimmung	28
6 Qualifizierung des REM für Messungen von Nanopartikeln.....	28
7 Bilderfassung.....	29
7.1 Allgemeines.....	29
7.2 Einstellen einer geeigneten Bildvergrößerung und Pixelauflösung	33
8 Partikelanalyse	35
8.1 Wesentliche Informationen zur Partikelanalyse	35
8.2 Individuelle Partikelanalyse	35
8.3 Automatisierte Partikelanalyse.....	36
8.4 Beispiel für ein automatisiertes Partikelanalyseverfahren	36

9	Datenanalyse	37
9.1	Allgemeines.....	37
9.2	Rohdatenprüfung: Erkennen von sich berührenden Partikeln, Artefakten und Verunreinigungen	38
9.3	Anpassen von Modellen an Daten	38
9.4	Bewertung der Messunsicherheit.....	38
9.4.1	Allgemeines.....	38
9.4.2	Beispiel: Messunsicherheit bei Partikelgrößenmessungen.....	39
9.4.3	Bivariate Analyse	40
10	Berichterstattung der Ergebnisse.....	40
Anhang A (normativ) Qualifizierung des REM für Messungen von Nanopartikeln		42
A.1	Hintergrund	42
A.2	Allgemeines.....	42
A.3	Messung der räumlichen Auflösung.....	43
A.4	Messung der Drifts.....	43
A.5	Messung der elektronenstrahlinduzierten Kontamination	44
A.6	Messung von Skala und Linearität.....	45
A.7	Messung des Rauschens	46
A.8	Messungen des Primärelektronenstrahlstroms	46
Anhang B (informativ) Vorbereitung von Querschnittsproben aus Titandioxid		48
B.1	Hintergrund und Ziele	48
B.2	Herstellung von Querschnittsproben	48
Anhang C (informativ) Fallstudie über gut dispergierte 60 nm große Siliziumdioxid-Nanopartikel.....		50
C.1	Hintergrund und Ziele	50
C.2	Ringversuch	50
C.3	Teilnehmer des Ringversuchs.....	50
C.4	Zusammenfassung des Protokolls für den Ringversuch in Phase 1.....	50
C.5	Einzelheiten zur Probenvorbereitung und zu den Beobachtungsbedingungen in Phase 1 des Ringversuchs.....	51
C.6	Ergebnisse der Größenverteilungsmessung in Phase 1 des Ringversuchs	52
C.7	Zusammenfassung des Protokolls für den Ringversuch in Phase 2.....	55
C.8	Einzelheiten zur Probenvorbereitung und zu den Bilderfassungsbedingungen in Phase 2 des Ringversuchs.....	55
C.9	Ergebnisse der Größenverteilungsmessung in Phase 2 des Ringversuchs	57
C.10	Hinweise.....	59
Anhang D (informativ) Fallstudie zu 40 nm großen Titandioxid-Nanopartikeln.....		60
D.1	Hintergrund und Ziele	60
D.2	Ringversuch	60
D.3	Teilnehmer des Ringversuchs.....	60
D.4	Protokolle für den Ringversuch in Phase 1	60
D.5	Einzelheiten zur Probenvorbereitung und zu den Bilderfassungsbedingungen in Phase 1 des Ringversuchs.....	61
D.6	Ergebnisse der Größenverteilungsmessung in Phase 1 des Ringversuchs	62
D.7	Protokolle für den Ringversuch in Phase 2	65
D.8	Einzelheiten zur Probenvorbereitung und zu den Bilderfassungsbedingungen in Phase 2 des Ringversuchs.....	65
D.9	Ergebnisse der Größenverteilungsmessung in Phase 2 des Ringversuchs	67
D.10	Hinweise.....	70
Anhang E (informativ) Beispiel für die Extraktion von Partikelgrößenergebnissen aus REM-basierten Nanopartikelmessungen mit ImageJ.....		71
Anhang F (informativ) Auswirkungen einiger Bilderfassungsparameter und Schwellenwertverfahren auf die Partikelgrößenmessung im REM.....		73
F.1	Allgemeines.....	73

F.2	Auswirkung einer leichten elektronenstrahlinduzierten Kontamination	73
F.3	REM-Parameter, die die Messung der Partikelgröße beeinflussen können	74
F.4	Auswirkung der Anzahl von Pixeln, die Partikel darstellen.....	75
Anhang G (informativ)	Beispiel für die Berichterstattung über die Ergebnisse von REM-	
	basierten Nanopartikelmessungen	78
Literaturhinweise		88