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