

# 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

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