DIN CEN/TS 18269:2026-11 (D)

Nanotechnologien - Leitlinien zur Bestimmung des Aggregations- und Agglomerationszustands von Nanoobjekten; Deutsche Fassung CEN/TS 18269:2026

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 8

Einleitung 9

1 Anwendungsbereich 10

2 Normative Verweisungen 10

3 Begriffe 10

4 Symbole und Abkürzungen 13

5 Aufbau dieses Dokuments 15

6 Agglomerate, Aggregate, Agglomerationszustand und Aggregationszustand 16
6.1 Einführung in die Terminologie 16
6.2 Agglomerate und Aggregate 16
6.3 Unterschiede in der Terminologie zwischen ISO/CEN und der Europäischen Kommission 22

7 Messgrößen 24
7.1 Einleitung 24
7.2 Anzahl der Partikel 25
7.3 Partikelgrößenverteilung 26
7.4 Form 27
7.5 Spezifische Oberfläche 28
7.6 Scheinbare Partikeldichte 28

8 Messverfahren zur Bestimmung des Agglomerations- und Aggregationszustands 29
8.1 Einleitende Überlegungen und Zusammenfassung der Verfahren 29
8.2 Probenvorbereitung 31
8.3 Mikroskopie-Verfahren 33
8.4 Messverfahren unter Verwendung von Suspensionen 36
8.4.1 Verfahren zur Messung der Partikelanzahl, Partikelanzahlkonzentration und Größenverteilung 36
8.4.2 Krafteinwirkung zur Trennung von Agglomeraten 44
8.5 Messverfahren unter Verwendung von Aerosolen 45
8.5.1 Einzelpartikelverfahren 45
8.5.2 Krafteinwirkung zur Trennung von Agglomeraten 48
8.5.3 Kombination von Verteilungsfunktionen verschiedener Größenbereiche 49
8.6 Messung der spezifischen Oberfläche 50

9 Zeitlicher Charakter und Stabilität 51

Anhang A (informativ) Experimentelle Beispiele und Aspekte des Aggregations- und Agglomerationszustands 53
A.1 Baustein-Partikel 53
A.2 Beispiel: synthetische amorphe Kieselsäure (SAS, en: synthetic amorphous silica) 54
A.2.1 Grundlegende SAS-Arten und Morphologie 54
A.2.2 Einfluss des Dispergierverfahrens — „Dispergierbarkeit“ 55
A.3 Beispiel: gefälltes Calciumcarbonat (PCC, en: precipitated calcium carbonate) 56
A.4 Beispiel: Kohlenstoffnanoröhren und Kohlenstoffruß in polymeren Matrices 57
A.5 Beispiel: Probenvorbereitung für TiO_2-Nanopartikel 58

Anhang B (informativ) Beispiel für die Messung des Agglomerationszustands in Nanoobjekt-Suspensionen ... 63

Anhang C (informativ) Faktoren, die die Agglomeration und/oder Aggregation beeinflussen ... 66
C.1 Einleitung ... 66
C.2 Bindungs-/Adhäsionsenergie und Deagglomeration ... 66
C.3 Oberflächenchemie und Umgebung von Partikeln ... 68
C.4 Anzahlkonzentration ... 69

Literaturhinweise ... 70

Bilder

Bild 1 — Schaubild, das den schrittweisen Ansatz zur Unterstützung bei der Bestimmung des AgAg-Zustands zusammenfasst ... 16

Bild 2 — Vereinfachte 2D-Darstellung des Unterschieds zwischen a) Agglomeraten und b) Aggregaten ... 17

Bild 3 — Verschiedene Partikelarten in einer vereinfachten 2D-Darstellung: a) isoliertes, einzelnes Partikel, b) Agglomerat, c) Aggregat, d) Agglomerat aus drei Aggregaten, die mit unterschiedlichen Farben dargestellt sind ... 18

Bild 4 — Vereinfachte Darstellung, die zeigt, dass der Aggregations- und Agglomerationszustand von der Struktur der Agglomerate und Aggregate abhängt ... 18

Bild 5 — Vereinfachte 2D-Darstellung von IIP, Agglomeraten und Aggregaten ... 19

Bild 6 — Schematische Darstellung möglicher Transformationen zwischen IIP, Agglomeraten und Aggregaten ... 19

Bild 7 — Trennung von Agglomeraten und Aggregaten entweder durch unterschiedlich starke Dispergierkräfte oder alternativ durch Zählen der Baustein-Partikel mittels Bildanalyse nach mikroskopischer Untersuchung ... 21

Bild 8 — Überblick über verschiedene Arten des Zählens von Baustein-Partikeln, Agglomeraten und Aggregaten ... 26

Bild 9 — Übersicht über den für Suspensions-, mikroskopische und aerosolbasierte Messtechniken erforderlichen Probenvorbereitungs- bzw. Umwandlungsprozess ... 32

Bild 10 — a) SEM-Bild von TiO_2-Partikeln, b) Binärbild, das nach Schwellenwertbildung erhalten wurde, c) Automatische Erkennung von Partikeln im Bild unter Verwendung des Schwellenwert-Verfahrens und d) Wasserscheiden-Verfahren, jedes CP wird mit einer anderen Farbe dargestellt ... 35

Bild 11 — Histogramm der Partikelanzahl-Größenverteilung einer monomodalen Nanopartikelpopulation ... 36

Bild 12 — Vergleich der Aerosol-Partikelgrößenverteilungen, die mit Trockenpulver-Dispergierverfahren unter Anwendung schwacher (3), mittlerer (2) und starker (1) Kräfte bestimmt wurden, wobei die Aerosolbildung durch Zerstäubung der ultraschallbehandelten Suspension aus einem transparenten nanoskaligen Eisenoxidpigment erfolgte (linkes Diagramm) und aus opaken Eisenoxidpigmenten (rechtes Diagramm) [36] ... 49

Bild A.1 — SEM-Bilder (links) der isolierten kompakten Strukturen, die durch Ultraschalldispergierung hergestellt wurden. TEM-Bilder der Oberfläche und der Übergangsbereiche innerhalb eines Baustein-Partikels (Mitte) sowie der detaillierten Struktur im Nanometerbereich (rechts); Probe 1: pyrogenes SiO_2, Probe 17: pyrogenes TiO_2, Probe 10: transparente Eisenoxidpigmente [40] ... 53

Bild A.2 — SEM-Bilder a) von pyrogenem SiO_2, b) gefälltem SiO_2, c) SiO_2-Gel ... 55

Bild A.3 — Einfluss der Beschallungsenergie auf die Lichtstreuergebnisse; links: 90-%-Quantil der volumengewichteten PSD; rechts: Opazität bei einer SAS-Konzentration von 1 000 ppm nach Masse ... 55

Bild A.4 — Einfluss der Beschallungsenergie auf die DLS-Ergebnisse (90°-Anordnung) nach Passieren einer 0,8-µm-gemischte-Cellulose-Ester-Membran; links: effektiver hydrodynamischer Durchmesser; rechts: Streuintensität ... 56

Bild A.5 — SEM-Bilder von Calciumcarbonat-Agglomeraten aus der Sprühtrocknung, dargestellt in unterschiedlichen Vergrößerungen ... 57

Bild A.6 — TEM-Aufnahmen der Verbundwerkstoffe mit unterschiedlichen Dispersionszuständen: a) Agglomerate von CNT in der Polymermatrix b) Vollständige Dispergierung von CNT in der Polymermatrix [41] ... 57

Bild A.7 — Optische Aufnahmen von Kohlenstoffruß /LDPE/UHMWPE-Verbundwerkstoffen [0,2/1,2/98,6 (a), 0,4/3,2/96,4 (b) und 1,0/8,1/90,9 (c) nach Volumen] [42] ... 58

Bild A.8 — SEM-Aufnahme eines Querschnitts von in einer Matrix eingebetteten TiO_2-Partikeln, die den Aggregationsgrad zeigt. Das Bild umfasst sechs identische Aufnahmen, die jeweils anders mit a) bis f) gekennzeichnet sind ... 61

Bild A.9 — Das Bild zeigt denselben Bildausschnitt (a und b), der mit unterschiedlichen Zählverfahren für TiO_2-Partikel in einer Matrix ausgewertet wurde ... 61

Bild B.1 — Größenverteilungen von nicht agglomerierten (durchgezogene Linie) und agglomerierten (gestrichelte Linie) PEG-beschichteten Gold-Nanopartikeln einer Partikelgröße von 80 nm ... 63

Tabellen

Tabelle 1 — Vergleich der wesentlichen Elemente der ISO- und EK-Definitionen für den Begriff „Baustein-Partikel“ (angepasst übernommen aus Bresch et al. [3]) und für den Begriff „Primärpartikel“ ... 22

Tabelle 2 — Messgrößen, die zur Bestimmung des Agglomerationszustands und Aggregationszustands verwendet werden können ... 24

Tabelle 3 — Messverfahren, die zur Bestimmung von Messgrößen bezüglich des Agglomerations- und Aggregationszustands angewendet werden können ... 30

Tabelle 4 — Vergleich von Verfahren zur Messung von Agglomeraten und Aggregaten in Suspensionen ... 39

Tabelle 5 — Vergleich von Verfahren zum mechanischen Aufbrechen von Agglomeraten und Aggregaten ... 44

Tabelle 6 — Merkmale ausgewählter Messgeräte zur Größenanalyse von Aerosolpartikeln 46

Tabelle 7 — Vergleich der für die Messung von Nanoobjekten aus oder in Suspensionen erforderlichen Zeitdauer einer bestimmten Technik 51

Tabelle A.1 — Liste beurteilter Messgrößen nach Tabelle 2, sämtliche Werte mit Ausnahme von Zeile 7 sind anzahlbasiert..... 61

Tabelle C.1 — Arten häufiger Wechselwirkungen zwischen Partikeln..... 67