

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 Partikeln, Artefakten und Verunreinigungen.....	37
9.3	Bewertung der Datenqualität — Wiederholpräzision, Laborpräzision und Vergleichpräzision.....	38
9.4	Anpassung der Verteilungen an Daten.....	40
9.5	Bewertung der Messunsicherheit für Proben unter Wiederhol-, Laborpräzisions- und 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 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- Grundgesamtheiten	70
Anhang F (informativ) Nanokristalline Aggregate.....		72
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 Lognormalverteilungen modellieren	73
Anhang G (informativ) Nanofasern mit unregelmäßigen Querschnitten.....		76
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 Querschnittsanalyse.....	80
Anhang H (informativ) Nanopartikel mit spezifischem Kristallhabitus.....		83
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 miniTEM) ermittelt wurden.....	87
H.3.3	Vergleich von Datensätzen, die mit denselben Partikeln in denselben Bildern ermittelt wurden.....	88
H.3.4	Vergleichpräzision von Daten, die nacheinander auf demselben Gitter von zwei Laboratorien aufgenommen wurden.....	89
Literaturhinweise		90