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