

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 |