

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 Dispergiervorgangs — „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 TiO₂-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 Ultraschalldispersion 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 Lichtstreuungsergebnisse; 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