
**Nanotechnologies — Détermination
de la distribution de taille et de
forme des particules par microscopie
électronique à balayage**

*Nanotechnologies — Measurements of particle size and shape
distributions by scanning electron microscopy*

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 19749:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f553fbbb-c22b-47a7-8c9a-951c783c2c17/iso-19749-2021>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 19749:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f553fbbb-c22b-47a7-8c9a-951c783c2c17/iso-19749-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principes généraux	12
4.1 Imagerie MEB	12
4.2 Mesurages de taille d'une particule fondés sur une image MEB	12
4.3 Mesurages de forme d'une particule fondés sur une image MEB	14
5 Préparation des échantillons	14
5.1 Renseignements fondamentaux concernant la préparation des échantillons	14
5.2 Recommandations générales	14
5.3 Garantie d'une bonne préparation d'échantillon de poudre ou de matériaux bruts dispersés dans un liquide	15
5.3.1 Poudres	15
5.3.2 Dispersions de nanoparticules dans des liquides	15
5.4 Garantie d'une dispersion représentative	15
5.5 Dépôt de nanoparticules sur un substrat	16
5.5.1 Généralités	16
5.5.2 Dépôt de nanoparticules sur des plaquettes de silicium ou d'autres matériaux	16
5.5.3 Dépôts de nanoparticules sur des grilles MET	18
5.6 Nombre d'échantillons à préparer	19
5.7 Nombre de particules à mesurer pour en déterminer la taille	19
5.8 Nombre de particules à mesurer pour en déterminer la forme	20
6 Qualification du MEB pour les mesurages des nanoparticules	20
7 Acquisition d'images	21
7.1 Généralités	21
7.2 Réglage d'une résolution et d'un grandissement corrects de l'image	25
8 Analyse de particules	26
8.1 Renseignements fondamentaux concernant l'analyse de particules	26
8.2 Analyse de particules individuelles	27
8.3 Analyse de particules automatisée	27
8.4 Exemple de mode opératoire d'analyse automatisée des particules	28
9 Analyse des données	29
9.1 Généralités	29
9.2 Tri des données brutes: détections des particules en contact, des artefacts et des contaminants	29
9.3 Ajustement des modèles aux données	30
9.4 Évaluation de l'incertitude de mesure	30
9.4.1 Généralités	30
9.4.2 Exemple: Incertitude de mesure pour les mesurages de taille de particules	30
9.4.3 Analyse à deux variables	31
10 Rapport de résultats	31
Annexe A (normative) Qualification du MEB pour les mesurages des nanoparticules	33
Annexe B (informative) Préparation d'échantillons transversaux de dioxyde de titane	38
Annexe C (informative) Étude de cas portant sur des nanoparticules bien dispersées de dioxyde de silicium de 60 nm	40

Annexe D (informative) Étude de cas portant sur des nanoparticules de dioxyde de titane de 40 nm	50
Annexe E (informative) Exemple d'extraction de résultats de taille des particules issus de mesurages de nanoparticules par MEB à l'aide d'ImageJ	59
Annexe F (informative) Effets de certains paramètres d'acquisition d'images et des méthodes de seuillage sur les mesurages de taille de particules par MEB	61
Annexe G (informative) Exemple de rapport de résultats de mesurages de nanoparticules par MEB	66
Bibliographie	76

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 19749:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f553fbbb-c22b-47a7-8c9a-951c783c2c17/iso-19749-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f553fbbb-c22b-47a7-8c9a-951c783c2c17/iso-19749-2021>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été préparé par le Comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Le présent document fournit des recommandations pour mesurer et établir des rapports sur les distributions de taille et de forme des particules à l'échelle nanométrique, en utilisant les images obtenues par un microscope électronique à balayage (MEB). Le présent document s'applique également au mesurage par MEB des particules de plus grande taille. Les nanoparticules sont des objets tridimensionnels (3D), mais l'image MEB n'est qu'une représentation bidimensionnelle (2D) de la forme 3D observée avec un angle de vue particulier. L'image MEB fournit de précieuses informations sur la taille et la forme des particules. Bien que l'image MEB contienne une certaine quantité d'informations 3D, pour des raisons de simplicité, le présent document ne traite pas de la reconstruction des informations 3D. Une caractérisation tridimensionnelle rigoureuse des nanoparticules inclurait la taille, la forme, la structure de surface (par exemple, la texture), la composition de la surface et des matériaux internes ainsi que leurs emplacements dans le volume 3D étudié. Le présent document porte sur deux attributs de morphologie, à savoir la taille et la forme, pour des nano-objets discrets et agrégés (matériaux ayant au moins une dimension à l'échelle nanométrique, c'est-à-dire entre 1 nm et 100 nm). Une préparation appropriée de l'échantillon est essentielle pour obtenir des images de qualité avec un microscope électronique et les techniques préférées varient souvent selon le matériau de l'échantillon. Il est tout aussi important de s'assurer que le MEB lui-même est capable d'effectuer les mesurages avec l'incertitude exigée. Les recommandations habituelles suggèrent de mesurer un grand nombre de particules, c'est-à-dire plusieurs centaines ou plusieurs milliers, afin d'obtenir des résultats statistiquement fiables pour les distributions de taille et de forme. Le nombre réel de nano-objets à mesurer dépend de l'échantillon, de l'incertitude exigée et des performances du MEB. L'évaluation statistique des données et l'évaluation de l'incertitude des mesurandes font partie intégrante des modes opératoires de mesure et de rédaction de rapports.

Le présent document contient des articles sur les modes opératoires de mesure, l'analyse des particules et des données et la rédaction de rapports. Les annexes fournissent des exemples spécifiques de mesurages ainsi que des recommandations concernant la qualification du MEB pour des mesurages quantitatifs fiables. L'automatisation de l'acquisition d'images et de l'analyse des données peut réduire le coût et améliorer la qualité des résultats. Les mesurages d'échantillons de nanoparticules isolées sont généralement plus faciles à effectuer avec des systèmes automatisés d'acquisition d'images et d'analyse de particules. Les mesurages de nanoparticules isolées complexes et d'agrégats ou d'agglomérats de nanoparticules peuvent nécessiter une acquisition d'images et une analyse assistées d'un opérateur. L'évaluation de la forme des particules est facilitée par un grand nombre de solutions logicielles d'analyse pertinentes qui permettent également la sélection automatique de divers attributs de forme.

Nanotechnologies — Détermination de la distribution de taille et de forme des particules par microscopie électronique à balayage

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes permettant de déterminer les distributions de taille et de forme des nanoparticules, par l'acquisition et l'évaluation d'images obtenues avec un microscope électronique à balayage, puis l'obtention de résultats exacts et la rédaction de rapports.

NOTE 1 Le présent document s'applique aux particules dont la limite de taille inférieure dépend de l'incertitude exigée et des performances appropriées du MEB, après démonstration de sa conformité aux exigences décrites dans le présent document.

NOTE 2 Le présent document s'applique également aux mesurages par MEB de taille et de forme des particules de taille supérieure à l'échelle nanométrique.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

Guide ISO/IEC 99, *Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*

ISO 9276-1, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 1: Représentation graphique*

ISO 9276-2, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 2: Calcul des tailles/diamètres moyens des particules et des moments à partir de distributions granulométriques*

ISO 9276-3, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 3: Ajustement d'une courbe expérimentale à un modèle de référence*

ISO 9276-5, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 5: Méthodes de calcul relatif à l'analyse granulométrique à l'aide de la distribution de probabilité logarithmique normale*

ISO 9276-6, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 6: Description et représentation quantitative de la forme et de la morphologie des particules*

ISO 13322-1, *Analyse granulométrique — Méthodes par analyse d'images — Partie 1: Méthodes par analyse d'images statiques*

ISO 16700, *Analyse par microfaisceaux — Microscopie électronique à balayage — Lignes directrices pour l'étalonnage du grandissement d'image*

ISO/IEC 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

ISO/TS 24597:2011, *Analyse par microfaisceaux — Microscopie électronique à balayage — Méthodes d'évaluation de la netteté d'image*

ISO 26824, *Caractérisation des particules dans les systèmes particuliers — Vocabulaire*

ISO/TS 80004-1, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 1: Termes "cœur"*