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

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

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

ISO 21363:2020

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/9e51d9e8-b8ec-450b-8f98-0c7c68a7f03f/iso-21363-2020>



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

ISO 21363:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9e51d9e8-b8ec-450b-8f98-0c7c68a7f03f/iso-21363-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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, définitions et symboles	1
3.1 Termes «cœur» — Particules	1
3.2 Termes «cœur» — Acquisition et analyse d'image	5
3.3 Termes «cœur» — Définitions et symboles statistiques	6
3.4 Termes «cœur» — Mesurandes	7
3.5 Termes «cœur» — Métrologie	11
3.6 Termes «cœur» — Microscopie électronique à transmission	13
3.7 Symboles statistiques, mesurandes et descripteurs	14
3.7.1 Symboles statistiques	14
3.7.2 Mesurandes et descripteurs	15
4 Besoins des parties prenantes en termes de modes opératoires de mesure par MET	16
5 Préparation des échantillons	17
5.1 Généralités	17
5.2 Sources d'échantillons	17
5.3 Emploi d'un échantillon représentatif	18
5.3.1 Généralités	18
5.3.2 Échantillons en poudre	18
5.3.3 Dispersions de nanoparticules dans des liquides	18
5.4 Minimisation de l'agglomération des particules dans la dispersion d'échantillon	19
5.5 Choix du support d'échantillon	19
6 Facteurs instrumentaux	20
6.1 Réglage de l'instrument	20
6.2 Étalonnage	20
6.2.1 Généralités	20
6.2.2 Étalons	20
6.2.3 Mode opératoire d'étalonnage général	20
6.3 Réglage des conditions de fonctionnement du MET pour l'étalonnage	22
7 Acquisition d'images	23
7.1 Généralités	23
7.2 Réglage d'un grandissement de fonctionnement adapté	24
7.3 Surface de particule minimale	24
7.4 Nombre de particules à compter pour les distributions de taille et de forme des particules	24
7.5 Fond uniforme	25
7.6 Mode opératoire de mesure	26
7.6.1 Généralités	26
7.6.2 Élaboration d'un échantillon d'essai	26
7.6.3 Effets du grandissement	26
7.6.4 Images (micrographies)	26
7.7 Révision des protocoles d'acquisition d'images	26
8 Analyse des particules	27
8.1 Généralités	27
8.2 Analyse de particules individuelle	27
8.3 Analyse de particules automatisée	27
8.4 Exemple de mode opératoire d'analyse de particules automatisée	27
9 Traitement des données	28
9.1 Généralités	28

9.2	Tri des données brutes — Détections des particules en contact, des particules non sélectionnées, des artefacts et des contaminants.....	29
9.3	Évaluation de la qualité des données — Répétabilité, fidélité intermédiaire et reproductibilité.....	30
9.4	Ajustement des distributions aux données.....	32
9.5	Évaluation de l'incertitude de mesure pour les échantillons dans des conditions de répétabilité, de fidélité intermédiaire ou de reproductibilité.....	33
9.5.1	Statistiques générales des paramètres ajustés — Trois ensembles de données ou plus.....	33
9.5.2	Incertitude de mesure des paramètres ajustés.....	34
9.5.3	Exemple — Incertitude de mesure pour un descripteur de taille.....	34
9.6	Analyse à deux variables.....	34
10	Rapport.....	35
Annexe A (informative)	Présentation d'études de cas.....	38
Annexe B (informative)	Nanoparticules sphéroïdales discrètes.....	40
Annexe C (informative)	Mélange de tailles.....	43
Annexe D (informative)	Mélange de formes.....	56
Annexe E (informative)	Agrégats amorphes.....	61
Annexe F (informative)	Agrégats nanocristallins.....	65
Annexe G (informative)	Nanofibres à sections transverses irrégulières.....	69
Annexe H (informative)	Nanoparticules à caractéristiques cristallines spécifiques.....	76
Bibliographie.....		83

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

ISO 21363:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9e51d9e8-b8ec-450b-8f98-0c7c68a7f03f/iso-21363-2020>

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré 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

Les modes opératoires de caractérisation des nanoparticules couvrent souvent, mais sans s'y limiter, la taille, la forme, la structure de surface (ou la texture) et la chimie de surface. Ces mesurages, associés à des informations sur les phases, telles que la phase cristalline, constituent la morphologie du matériau. Le présent document porte sur deux attributs de morphologie, les distributions de taille et de forme, des nano-objets discrets, agglomérés et agrégés (matériaux comportant au moins une dimension à l'échelle nanométrique, $1\text{ nm} < \text{une dimension} < 100\text{ nm}$). La microscopie électronique à transmission, un outil classique de mesure à l'échelle nanométrique, fournit des images bidimensionnelles de projections de particules. Ce flux d'opérations générique permettant de mesurer et d'évaluer des distributions de taille et de forme à l'échelle nanométrique comprend la préparation des échantillons, les facteurs instrumentaux, l'acquisition d'images, l'analyse des particules, le traitement des données et la communication des résultats au travers d'un rapport. Sept études de cas ont été incluses pour illustrer la façon dont le protocole générique peut être appliqué à différentes morphologies particulières et à différents types d'échantillons. Trois échantillons de particules discrètes sont présentés: un type sphéroïdal (nanosphères d'or), un mélange de particules avec une granulométrie bimodale (silices colloïdales) et un mélange de formes de particules (nanotiges d'or et nanocubes d'or). Deux échantillons agrégés sont mentionnés: des agrégats amorphes en grappes (noir de carbone) et des agrégats de cristallites primaires (dioxyde de titane). Des méthodes de mesure sont également présentées pour les échantillons à faible rapport d'aspect et les nanoparticules à caractéristiques cristallines spécifiques. Plusieurs des études de cas s'appuient sur des collaborations interlaboratoires menées conformément aux lignes directrices du VAMAS (Versailles Project on Advanced Materials and Standards) concernant les comparaisons interlaboratoires (CIL)^[42].

Trois types de descripteurs de taille et de forme sont pris en compte. Les descripteurs de taille incluent ceux déterminés par des mesurages linéaires ou surfaciques. Les descripteurs de forme comprennent des descripteurs d'allongement, tels que les rapports entre deux descripteurs de longueur, et des descripteurs de rugosité, représentant les irrégularités de surface.

Le protocole met l'accent sur l'analyse qualitative et quantitative de la qualité des données par l'utilisateur. Les comparaisons qualitatives d'ensembles de données incluent la détermination de la similitude ou des différences entre des moyennes de descripteur unique ou des moyennes à plusieurs variables. Les comparaisons quantitatives d'ensembles de données s'appuient sur la différence ou les similitudes entre les paramètres des modèles de référence ajustés aux distributions des descripteurs. Au moins deux paramètres (moyenne et dispersion) ainsi que leurs incertitudes sont nécessaires pour définir une distribution de descripteur. Dans certains cas, ces deux paramètres quantitatifs et leurs incertitudes peuvent ne pas suffire à caractériser les distributions de taille et de forme. Les techniques de visualisation des données, telles que les diagrammes quantiles et d'écart résiduel, et les corrélations de données, telles que les paires de descripteurs de taille et de forme ou l'analyse fractale, peuvent fournir d'autres méthodes pour évaluer et différencier des échantillons d'essai. L'association de mesures de qualité quantitatives et d'outils de visualisation et de corrélation permet aux utilisateurs d'adapter le protocole à leurs objectifs de qualité qualitatifs et quantitatifs.

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode permettant d'acquérir, de mesurer et d'analyser des images de microscopie électronique à transmission afin d'obtenir des distributions de taille et de forme à l'échelle nanométrique.

Le présent document s'applique de façon générale aux nano-objets ainsi qu'aux particules de dimensions supérieures à 100 nm. La plage de fonctionnement exacte de la méthode dépend de l'incertitude exigée et des performances du microscope électronique à transmission. Ces éléments peuvent être évalués conformément aux exigences décrites dans le présent document.

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).

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

ISO 9276-6:2008, *Représentation de données obtenues par analyse granulométrique — Partie 6: Description et représentation quantitative de la forme et de la morphologie des particules*

ISO 29301, *Analyse par microfaisceaux — Microscopie électronique analytique — Méthodes d'étalonnage du grandissement d'image au moyen de matériaux de référence de structures périodiques*

3 Termes, définitions et symboles

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 Termes «cœur» — Particules

3.1.1

nano-objet

portion discrète de matériau dont une, deux ou les trois dimensions externes sont à l'échelle nanométrique (3.1.2)

[SOURCE: ISO/TS 80004-2:2015, 2.2]