

DIN CEN ISO/TS 21357



ICS 07.120

**Nanotechnologien –
Ermittlung der mittleren Größe von Nanoobjekten in flüssigen
Dispersionen mit Hilfe von statischer Mehrfachlichtstreuung (SMLS)
(ISO/TS 21357:2022);
Deutsche Fassung CEN ISO/TS 21357:2023**

Nanotechnologies –

Evaluation of the mean size of nano-objects in liquid dispersions by static multiple light scattering (SMLS) (ISO/TS 21357:2022);
German version CEN ISO/TS 21357:2023

Nanotechnologies –

Évaluation de la taille moyenne des nano-objets dans les dispersions liquides par diffusion statique multiple de la lumière (DSML) (ISO/TS 21357:2022);
Version allemande CEN ISO/TS 21357:2023

Gesamtumfang 33 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO/TS 21357:2022 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 229 „Nanotechnologies“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 352 „Nanotechnologies“ als CEN ISO/TS 21357:2023 übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-08-17 AA „Nanotechnologies“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Technische Spezifikationen sind nicht Bestandteil des Deutschen Normenwerks.

Eine Technische Spezifikation ist das Ergebnis einer Normungsarbeit, das wegen bestimmter Vorbehalte zum Inhalt oder wegen des gegenüber einer Norm abweichenden Aufstellungsverfahrens von DIN noch nicht als Norm herausgegeben wird.

Zur vorliegenden Technischen Spezifikation wurde kein Entwurf veröffentlicht.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 13320:2020	siehe	DIN ISO 13320:2022-12
ISO 18115-1:2013	siehe	DIN ISO 18115:2017-07
ISO 18369-1:2017	siehe	DIN EN ISO 18369-1:2018-04
ISO/TS 80004-1	siehe	DIN CEN ISO/TS 80004-1 (DIN SPEC 52400-1)
ISO/TS 80004-2	siehe	DIN CEN ISO/TS 80004-2 (DIN SPEC 52400-2)
ISO/TS 80004-4	siehe	DIN CEN ISO/TS 80004-4 (DIN SPEC 52400-4)
ISO/TS 80004-6	siehe	DIN CEN ISO/TS 80004-6

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 18369-1:2018-04, *Augenoptik — Kontaktlinsen — Teil 1: Begriffe, Einteilung von Kontaktlinsenmaterialien und Empfehlungen für die Schreibweise von Kontaktlinsenspezifikationen (ISO 18369-1:2017, korrigierte Fassung 2017-10-01); Deutsche Fassung EN ISO 18369-1:2017*

DIN CEN ISO/TS 80004-1 (DIN SPEC 52400-1), *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 1: Kernbegriffe*

DIN CEN ISO/TS 80004-2 (DIN SPEC 52400-2), *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 2: Nanoobjekte*

DIN CEN ISO/TS 80004-4 (DIN SPEC 52400-4), *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 4: Nanostrukturierte Materialien*

DIN CEN ISO/TS 80004-6, *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 6: Charakterisierung von Nanoobjekten*

DIN ISO 13320:2022-12, *Partikelgrößenanalyse — Laserbeugungsverfahren (ISO 13320:2020)*

DIN ISO 18115-1:2017-07, *Chemische Oberflächenanalyse — Vokabular — Teil 1: Allgemeine Begriffe und Begriffe für die Spektroskopie (ISO 18115-1:2013)*

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Nanotechnologien —
Ermittlung der mittleren Größe von Nanoobjekten in flüssigen
Dispersionen mit Hilfe von statischer Mehrfachlichtstreuung
(SMLS) (ISO/TS 21357:2022)

Nanotechnologies —
Evaluation of the mean size of nano-objects in liquid
dispersions by static multiple light scattering (SMLS)
(ISO/TS 21357:2022)

Nanotechnologies —
Évaluation de la taille moyenne des nano-objets dans
les dispersions liquides par diffusion statique multiple
de la lumière (DSML) (ISO/TS 21357:2022)

Diese Technische Spezifikation (CEN/TS) wurde vom CEN am 17. März 2023 als eine künftige Norm zur vorläufigen Anwendung angenommen.

Die Gültigkeitsdauer dieser CEN/TS ist zunächst auf drei Jahre begrenzt. Nach zwei Jahren werden die Mitglieder des CEN gebeten, ihre Stellungnahmen abzugeben, insbesondere über die Frage, ob die CEN/TS in eine Europäische Norm umgewandelt werden kann.

Die CEN Mitglieder sind verpflichtet, das Vorhandensein dieser CEN/TS in der gleichen Weise wie bei einer EN anzukündigen und die CEN/TS verfügbar zu machen. Es ist zulässig, entgegenstehende nationale Normen bis zur Entscheidung über eine mögliche Umwandlung der CEN/TS in eine EN (parallel zur CEN/TS) beizubehalten.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Symbole und Abkürzungen	8
5 Kurzbeschreibung	9
5.1 Einschlägige Theorie	9
5.2 Hauptmessgrößen	10
5.3 Anwendbarkeit und Grenzen des Verfahrens	11
5.3.1 Allgemeines	11
5.3.2 Konzentration der Probe	12
5.3.3 Mittlerer Äquivalentpartikeldurchmesser	13
5.3.4 Homogenität und Stabilität der Probe	13
5.4 Eigenschaften des Verfahrens	13
6 Prüfeinrichtung	14
7 Messverfahren	15
7.1 Vorbereitung des Messgeräts	15
7.2 Handhabung der Probe	16
7.3 Systemeinstellungen	16
7.3.1 Allgemeines	16
7.3.2 Verfahren zum Nachweis der Homogenität der Probe	16
7.3.3 Volumenanteil	17
7.3.4 Brechzahl	17
8 Qualifizierung der Leistungsfähigkeit	17
9 Aufzeichnung der Daten	17
10 Messunsicherheit	18
Anhang A (informativ) I_{BS} und I_T in Abhängigkeit von l^* und l	19
Anhang B (informativ) I_{BS} und I_T in Abhängigkeit von D für Titandioxid- und Melaminharz-Partikel	20
Anhang C (informativ) Qualifizierung der Messgeräte	22
Anhang D (informativ) Vergleichsanalyse von Latex-Suspensionen mit verschiedenen Konzentrationen	23
Anhang E (informativ) Analyse von Titandioxid-Suspensionen mit verschiedenen Konzentrationen	24
Anhang F (informativ) Ergebnisse einer Vergleichsstudie zwischen Laboratorien	26
Literaturhinweise	29

Bilder

Bild 1 — Schematische Darstellung von I_{BS} , I_T , l und l^*	9
Bild 2 — Berechneter I_{BS} -Wert und I_T -Wert in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser für eine wässrige Dispersion ($n = 1,33$) von Titandioxid ($n = 2,50$, $\varphi = 5\%$, $\lambda = 880\text{ nm}$)	11
Bild 3 — Veränderung von I_T und I_{BS} mit dem Volumenanteil der Partikel für Kieselsäure-Beads ($n = 1,46$) in Wasser ($n = 1,33$) mit $D = 100\text{ nm}$ und $\lambda = 880\text{ nm}$	12
Bild 4 — Schematische Darstellung eines Aufbaus eines SMLS-Experiments	15
Bild A.1 — I_{BS} in Abhängigkeit von l^*	19
Bild A.2 — I_T in Abhängigkeit von l	19

Bild B.1 — I_{BS} in Abhängigkeit vom Äquivalentpartikeldurchmesser für TiO_2- ($n = 2,50$) und Melaminharz-Partikel ($n = 1,68$) in Wasser ($n = 1,33$)	20
Bild B.2 — I_T in Abhängigkeit vom Äquivalentpartikeldurchmesser für TiO_2- ($n = 2,50$) und Melaminharz-Partikel ($n = 1,68$) in Wasser ($n = 1,33$)	21
Bild E.1 — Cryo-TEM-Bilder von TiO_2-Partikeln	24
Bild E.2 — Mit SMLS erhaltener mittlerer Äquivalentpartikeldurchmesser für TiO_2-Dispersionen ($n = 2,50$) in Wasser ($n = 1,33$) mit unterschiedlichen Konzentrationen	25
Bild F.1 — Ergebnisse für die VAMAS-ILC mit SMLS mit Probe A (Kieselsäure mit 20 nm Durchmesser, 25 % Volumenanteil, $n = 1,46$)	27
Bild F.2 — Ergebnisse für die VAMAS-ILC mit SMLS mit Probe B (Kieselsäure mit 140 nm Durchmesser, 1,1 % Volumenanteil, $n = 1,46$)	28

Tabellen

Tabelle 1 — Eigenschaften der SMLS-Messung	13
Tabelle 2 — Mindestdatensatz für SMLS-Messungen	17
Tabelle D.1 — Wert des mit SMLS ermittelten mittleren Äquivalentpartikeldurchmessers	23

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO/TS 21357:2022 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 229 „Nanotechnologies“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 352 „Nanotechnologies“ als CEN ISO/TS 21357:2023 übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Entsprechend der CEN CENELEC Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/TS 21357:2022 wurde von CEN als CEN ISO/TS 21357:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 229, *Nanotechnologies* erarbeitet

Diese korrigierte Version von ISO/TS 21357:2022 enthält die folgenden Korrekturen:

— das IEC-Logo wurde von der Titelseite entfernt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Dispersionen von Nanopartikeln in Flüssigkeiten sind in der Industrie weit verbreitet. In Flüssigkeiten dispergierte Nanopartikel interagieren über eine Vielzahl von schwachen und starken Kräften, die zur Aggregation oder Agglomeration von Objekten (Primärpartikel, Agglomerate, Aggregate usw.) führen können. Infolgedessen können der Dispersionszustand und die scheinbare mittlere Partikelgröße und die Größenverteilung von denen abweichen, die während der Herstellung, Lagerung und Verarbeitung des Produkts ermittelt wurden, vor allem bei Messungen, die eine Verdünnung der Probe oder eine umfangreiche Vorbereitung erfordern. Die Probenvorbereitung kann zum Aufbrechen oder zur Bildung von Aggregaten oder Agglomeraten führen und in einigen Fällen auch die Morphologie der Primärpartikel beeinflussen. Interessensgruppen aus der Industrie benötigen für die Produktentwicklung, die Qualitätskontrolle und die Einhaltung von Vorschriften Analysemethoden, die auf Dispersionen in ihrem ursprünglichen Zustand anwendbar sind.

Obwohl es viele Verfahren zur Beschreibung der Eigenschaften von Nanopartikeln, vor allem ihrer Größe und Größenverteilung, gibt, erfordern diese Verfahren in der Regel eine spezifische und häufig komplexe Probenvorbereitung (z. B. Verdünnung, Rühren, Scheren oder Pumpen) und liefern daher keine spezifischen Eigenschaften für Dispersionen im Anlieferungszustand. Darüber hinaus verlangen einige Experimente keine Messung der vollständigen Partikelgrößenverteilung mit der mittleren Partikelgröße als Hauptmessgröße. Anhand der Messung der mittleren Partikelgröße können andere Dispersionsparameter des Systems, wie der Agglomerations-, Aggregations- oder Lösungszustand, überwacht werden.

Auf statischer Mehrfachlichtstreuung (SMLS) beruhende Verfahren erfordern keine Probenvorbereitung und ermöglichen innerhalb der in diesem Dokument dargelegten Grenzen die direkte Messung des mittleren Äquivalentpartikeldurchmessers im nativen (wie bei Anlieferung) Dispersionszustand. Außerdem ist die statische Mehrfachlichtstreuung über den Anwendungsbereich dieses Dokuments hinaus mitunter in der Lage, die zeitliche Entwicklung des mittleren Äquivalentpartikeldurchmessers aufgrund von Agglomerations- oder Aggregationsprozessen in Echtzeit zu überwachen.

In diesem Dokument wird ein genormtes Verfahren zur Bewertung des mittleren Äquivalentpartikeldurchmessers in verschiedenen Probenarten (einschließlich von Proben im Anlieferungszustand) mit einem breiten Konzentrationsbereich unter Verwendung des SMLS-basierten Verfahrens beschrieben.