



中华人民共和国国家标准

GB/T 45114—2024/ISO 21363:2020

纳米技术 透射电子显微术测量纳米 颗粒粒度及形状分布

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

(ISO 21363:2020, IDT)

2024-12-31 发布

2025-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语、定义和符号	1
3.1 颗粒核心术语	1
3.2 图像采集和分析核心术语	4
3.3 统计符号和定义核心术语	5
3.4 被测量核心术语	6
3.5 计量核心术语	9
3.6 透射电子显微术核心术语	10
3.7 统计符号,被测量和参量	11
4 用户对透射电镜测量程序的需求	12
5 样品制备	13
5.1 概述	13
5.2 样品来源	13
5.3 使用代表性样品	14
5.4 样品分散过程中减少颗粒团聚	14
5.5 支撑膜的选择	14
6 仪器因素	15
6.1 仪器设置	15
6.2 校准	15
6.3 设置校准的透射电镜操作条件	17
7 采集图像	18
7.1 概述	18
7.2 设置合适的图像放大倍率和像素分辨率	18
7.3 最小颗粒面积	18
7.4 计算粒度和形状分布的颗粒数量	19
7.5 均匀背景	19
7.6 测量步骤	19
7.7 调整采集图像方案	20
8 颗粒分析	20
8.1 概述	20

8.2	单个颗粒分析	20
8.3	自动颗粒分析	20
8.4	自动颗粒分析程序的示例	21
9	数据分析	21
9.1	概述	21
9.2	原始数据分类——识别接触颗粒、未选中颗粒、伪影和污染物	22
9.3	数据质量评估——重复性、期间精密度和再现性	23
9.4	数据的拟合分布	24
9.5	重复性、期间精密度或再现性条件下评定样品的测量不确定度	25
9.6	双变量分析	26
10	报告	26
附录 A (资料性)	案例研究综述	30
附录 B (资料性)	离散球形纳米颗粒	32
附录 C (资料性)	粒度混合物	34
附录 D (资料性)	形状混合物	43
附录 E (资料性)	无定形聚集体	46
附录 F (资料性)	纳米晶聚集体	49
附录 G (资料性)	具有不规则截面的纳米纤维	52
附录 H (资料性)	具有特定晶体习性的纳米颗粒	58
参考文献		64

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件等同采用 ISO 21363:2020《纳米技术 透射电子显微术测量纳米颗粒粒度及形状分布》。

本文件做了下列最小限度的编辑性改动：

——表 1 后面增加了注；

——5.5 增加了注；

——用资料性引用的 GB/T 21636—2021 代替了 ISO 22309:2011；

——将 7.7 中“分类(见 9.1)”更改为“分类(见 9.2)”，使条款号和内容相对应；

——将 9.2 中“方法(见 9.2)”更改为“方法(见 9.4)”，使条款号和内容相对应；

——注释中没有并列项时，将注 1 改为注。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国科学院提出。

本文件由全国纳米技术标准化技术委员会(SAC/TC 279)归口。

本文件起草单位：中国计量科学研究院、测试狗(成都)实验检测有限公司、河南科技大学、中铝科学技术研究院有限公司、北京市科学技术研究院分析测试研究所(北京市理化分析测试中心)、北京智芯微电子科技有限公司、山东省计量科学研究院、清华大学深圳国际研究生院、上海交通大学、中南大学、西南科技大学、南京市计量监督检测院。

本文件主要起草人：李旭、任玲玲、张毅、王宇婷、黄鹭、娄花芬、莫永达、曹丛、刘伟丽、李适、马拥军、王伶俐、郭新秋、刘俊杰、赵东艳、梁霄鹏、雷前、高思田、施玉书、崔磊、王亚磊。

引 言

通常,纳米颗粒的测量程序包括但不限于粒度、形状、表面结构(或纹理)和表面化学。这些测量结果和物相等信息,构成了纳米颗粒的形态。本文件聚焦离散、团聚和聚集纳米物体(物体至少在一个维度为纳米尺度, $1\text{ nm} < \text{一个长度维度} < 100\text{ nm}$)的两种形态属性:粒度和形状分布。透射电子显微镜是一种纳米尺度的标准测量工具,能够提供颗粒的二维投影图像。在纳米尺度测量、评估粒度和形状分布的一般示例包括样品制备、仪器调试、图像采集、颗粒分析、数据分析和报告。本文件给出了七个案例研究,用于说明通用方案是如何应用于不同的颗粒形态和样品类型。本文件报告了三种离散颗粒测试样品:球形物(金纳米球)、粒度双峰混合物(硅溶胶)和颗粒形状混合物(金纳米棒和金纳米立方体)。本文件报告了两种聚集体测试样品:无定形腺泡状聚集体(炭黑)和初级微晶聚集体(二氧化钛)。本文件还给出了低长宽比样品和具有特定晶体取向的纳米颗粒的测量方法。本文件的一些案例研究由新材料与标准凡尔赛组织(VAMAS)指导实施的实验室间比对(ILC)提供^[47]。

本文件考虑了三种粒度和形状参量。粒度参量包括那些由直线测量或面积测量确定的参量。形状参量包括延伸参量,例如两个长度参量之比,以及粗糙度参量,代表表面不规则性。

本文件的测量方案强调用户对数据质量进行定性和定量分析。数据集的定性比较包括确定单个参量均值或多变量均值之间的相似或差异。数据集的定量比较是基于拟合参量分布的参考模型参数之间的差异或相似。定义一个参量分布至少需要两个参数(平均值和扩展)及其不确定度。在某些情况下,两个定量参数及其不确定度也许不足以表征粒度和形状分布。残差、分位数图等数据可视化技术,成对的粒度和形状参量或分形分析等数据相关性,能提供额外的方法来评估和区分测试样品。总之,定性和定量的质量衡量标准加上可视化和相关性工具允许用户根据其定性和定量质量目标来制定方案。

纳米技术 透射电子显微术测量纳米 颗粒粒度及形状分布

1 范围

本文件规定了采集、测量和分析透射电子显微镜(简称“透射电镜”)图像,获得纳米颗粒粒度和形状分布的方法。

本文件适用于纳米物体以及尺寸大于 100 nm 的颗粒,具体适用范围取决于所需不确定度和透射电子显微镜性能。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 9276-3 粒度分析结果的表述 第 3 部分:将实验曲线调整为参考模型(Representation of results of particle size analysis—Part 3:Adjustment of an experimental curve to a reference model)

ISO 9276-6 粒度分析结果的表述 第 6 部分:颗粒形状和形态的定性及定量表述(Representation of results of particle size analysis—Part 6:Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology)

注:GB/T 15445.6—2014 粒度分析结果的表述 第 6 部分:颗粒形状和形态的定性及定量表述(ISO/TS 9276-6:2008,IDT)

ISO 29301 微束分析 透射电子显微术 用周期结构标准物质校准图像放大倍率的方法(Microbeam analysis—Analytical transmission electron microscopy—Methods for calibrating image magnification by using reference materials having periodic structures)

注:GB/T 34002—2017 微束分析 透射电子显微术 用周期结构标准物质校准图像放大倍率的方法(ISO 29301:2010,IDT)

3 术语、定义和符号

下列术语和定义适用于本文件。

ISO 和 IEC 在以下网址提供用于标准化的术语数据库:

——ISO 在线浏览平台:<https://www.iso.org/obp>;

——IEC 电子百科平台:<https://www.electropedia.org/>。

3.1 颗粒核心术语

3.1.1

纳米物体 nano-object

一维、二维或三维外部尺寸处于纳米尺度(3.1.2)的物体。

[来源:GB/T 32269—2015,2.2,有修改]