

TCVN 13874:2023

ISO 21363:2020

Xuất bản lần 1

**CÔNG NGHỆ NANO –
PHÉP ĐO PHÂN BỐ CỖ VÀ HÌNH DẠNG HẠT BẰNG
PHƯƠNG PHÁP HIỂN VI ĐIỆN TỬ TRUYỀN QUA**

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

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu	5
Lời giới thiệu.....	6
1 Phạm vi áp dụng	7
2 Tài liệu viện dẫn.....	7
3 Thuật ngữ và định nghĩa	8
4 Nhu cầu của các bên liên quan đối với quy trình phép đo TEM.....	24
5 Chuẩn bị mẫu.....	25
5.1 Yêu cầu chung	25
5.2 Nguồn mẫu	26
5.3 Sử dụng mẫu đại diện	26
5.4 Giảm thiểu sự kết tụ của các hạt trong quá trình phân tán mẫu	27
5.5 Lựa chọn giá đỡ.....	28
6 Hệ số thiết bị.....	28
6.1 Cài đặt thiết bị.....	28
6.2 Hiệu chuẩn.....	28
6.3 Thiết lập các điều kiện vận hành TEM để hiệu chuẩn	31
7 Chụp ảnh	33
7.1 Yêu cầu chung	33
7.2 Thiết lập độ phóng đại hoạt động phù hợp	33
7.3 Diện tích hạt nhỏ nhất	34
7.4 Số lượng hạt cần đếm để phân bố cỡ và hình dạng hạt	34
7.5 Nền đồng nhất	35
7.6 Quy trình đo	36
7.7 Hiệu chỉnh các quy trình chụp ảnh.....	37
8 Phân tích hạt.....	37
8.1 Yêu cầu chung	37
8.2 Phân tích hạt riêng lẻ	37
8.3 Phân tích hạt tự động.....	37
8.4. Ví dụ - Quy trình phân tích hạt tự động	38
9 Phân tích dữ liệu	39
9.1 Yêu cầu chung	39
9.2 Phân loại dữ liệu thô – Phát hiện các hạt chạm, các hạt không chạm, ảnh giả và tạp chất ..	40
9.3 Đánh giá chất lượng dữ liệu – Độ lặp lại, độ chụm trung gian và độ tái lập	42

9.4	Các phân bố phù hợp với dữ liệu	44
9.5	Đánh giá độ không đảm bảo đo đối với các mẫu dưới điều kiện độ lặp lại, độ chụm trung gian hoặc độ tái lập	45
9.6	Phân tích hai biến	46
10	Báo cáo	48
Phụ lục A (tham khảo)	Tổng quan về nghiên cứu điển hình	51
Phụ lục B (tham khảo)	Các hạt nano hình cầu rời rạc	53
Phụ lục C (tham khảo)	Cỡ hỗn hợp	56
Phụ lục D (tham khảo)	Hình dạng hỗn hợp	69
Phụ lục E (tham khảo)	Kết tập vô định hình	73
Phụ lục F (tham khảo)	Các kết tập nano tinh thể	78
Phụ lục G (tham khảo)	Nano dạng sợi có mặt cắt ngang bất thường	82
Phụ lục H (tham khảo)	Các hạt nano với thói quen tinh thể cụ thể	90
Thư mục tài liệu tham khảo		98

Lời nói đầu

TCVN 13874:2023 hoàn toàn tương đương với ISO 21363:2020.

TCVN 13874:2023 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 229 *Công nghệ nano* biên soạn, Viện Tiêu chuẩn Chất lượng Việt Nam đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Các quy trình đặc trưng cho các hạt nano thường bao gồm, nhưng không giới hạn ở cỡ, hình dạng, bề mặt cấu trúc (hoặc kết cấu) và hóa học bề mặt. Các phép đo này, kết hợp với thông tin pha, chẳng hạn như pha tinh thể, tạo thành hình thái của vật liệu. Tiêu chuẩn này tập trung vào hai thuộc tính hình thái, phân bố cỡ và hình dạng đối với các vật thể nano rời rạc, kết tụ và kết tập (vật liệu có ít nhất một chiều trong thang nano, $1 \text{ nm} < \text{chiều độ dài} < 100 \text{ nm}$). Phương pháp hiển vi điện tử truyền qua, một công cụ tiêu chuẩn cho các phép đo ở thang nano, cung cấp hình ảnh hai chiều của hình chiếu hạt. Quy trình chung này để đo và đánh giá sự phân bố cỡ và hình dạng hạt trên thang nano bao gồm việc chuẩn bị mẫu, các hệ số thiết bị, chụp ảnh, phân tích hạt, phân tích dữ liệu và báo cáo. Bảy nghiên cứu điển hình đã được đưa vào minh họa cách thức áp dụng quy trình chung cho các hình thái hạt và loại mẫu khác nhau. Ba mẫu thử nghiệm hạt rời rạc được báo cáo: dạng cầu (nano vàng dạng cầu), hỗn hợp của cỡ hạt (silica dạng keo), và hỗn hợp các hình dạng hạt (nano vàng thanh và nano vàng ống). Hai mẫu kết tập thử nghiệm được báo cáo: kết tập aciniform vô định hình (cacbon đen) và kết tập các tinh thể ban đầu (titania). Các phương pháp đo thường được thể hiện đối với các mẫu tỉ lệ đại diện thấp và các hạt nano với trạng thái tinh thể riêng. Một số nghiên cứu điển hình được hỗ trợ bởi sự hợp tác giữa các phòng thử nghiệm đưa ra theo hướng dẫn của Dự án Versailles về Vật liệu tiên tiến và Tiêu chuẩn (VAMAS) để so sánh liên phòng (ILC) [42].

Ba loại mô tả cỡ và hình dạng được xem xét. Các mô tả cỡ bao gồm những ký hiệu được xác định bằng các phép đo tuyến tính hoặc tương ứng. Các mô tả hình dạng bao gồm mô tả độ giãn dài, chẳng hạn như tỷ lệ hai bộ mô tả độ dài và bộ mô tả độ gồ ghề, biểu thị các bất thường bề mặt.

Quy trình nhấn mạnh phân tích định tính và định lượng chất lượng dữ liệu của người sử dụng. Các so sánh định tính các dữ liệu bao gồm xác định sự giống nhau hoặc khác nhau giữa các giá trị trung bình bộ mô tả đơn lẻ hoặc giá trị trung bình đa biến. So sánh định lượng của các dữ liệu dựa trên sự khác nhau hoặc sự giống giữa các tham số của các mô hình tham chiếu được sử dụng vào phân bố bộ mô tả. Ít nhất hai tham số (giá trị trung bình và độ chênh lệch) và độ không đảm bảo của chúng là cần thiết để xác định phân bố bộ mô tả. Trong một số trường hợp, hai thông số định lượng này và độ không đảm bảo của chúng có thể không đủ để đặc trưng của sự phân bố cỡ và hình dạng hạt. Các kỹ thuật trực quan hóa dữ liệu, chẳng hạn như độ lệch dư và đồ thị lượng tử, và các tương quan dữ liệu, chẳng hạn như các cặp mô tả cỡ và hình dạng hoặc phân tích hình thái học, có thể cung cấp các cách bổ sung để đánh giá và phân biệt các mẫu thử nghiệm. Tổng hợp lại, các chỉ số chất lượng định tính và định lượng cộng với các công cụ trực quan và tương quan cho phép người sử dụng điều chỉnh quy trình cho phù hợp với các mục tiêu chất lượng định tính và định lượng.

Công nghệ nano – Phép đo phân bố cỡ và hình dạng hạt bằng phương pháp hiển vi điện tử truyền qua

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

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định cách chụp, đo và phân tích hình ảnh bằng phương pháp hiển vi điện tử truyền qua để có được sự phân bố cỡ và hình dạng hạt trong thang nano.

Tiêu chuẩn này có thể áp dụng rộng rãi cho các vật thể nano cũng như các hạt có cỡ lớn hơn 100 nm. Dải làm việc chính xác của phương pháp phụ thuộc vào độ không đảm bảo yêu cầu và tính năng của thiết bị hiển vi điện tử truyền qua. Các yếu tố này có thể được đánh giá theo các yêu cầu được mô tả trong tiêu chuẩn này.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

ISO 9276-3, *Representation of results of particle size analysis – Part 3: Adjustment of an experimental curve to a reference model* (Trình bày kết quả phân tích cỡ hạt – Phần 3: Điều chỉnh đường cong thí nghiệm với một mô hình chuẩn)

ISO 9276-6:2008, *Representation of results of particle size analysis – Part 6: Descriptive and quantitative representation of particle shape and morphology* (Trình bày kết quả phân tích cỡ hạt – Phần 6: Trình bày mô tả và định lượng hình dạng và hình thái của hạt)

ISO 29301, *Microbeam analysis – Analytical electron microscopy – Methods for calibrating image magnification by using reference materials with periodic structures* (Phân tích tia viba – Phương pháp hiển vi điện tử phân tích – Phương pháp hiệu chuẩn phóng đại hình ảnh bằng cách sử dụng các vật liệu chuẩn có cấu trúc tuần hoàn)