

E DIN EN ISO 21362:2024-10 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2024-08-30

Nanotechnologien - Analyse von Nanoobjekten mit Hilfe von Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung und zentrifugaler Feldflussfraktionierung (ISO/DIS 21362:2024); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21362:2024

Nanotechnologies - Analysis of nano-objects using asymmetrical flow and centrifugal field-flow fractionation (ISO/DIS 21362:2024); German and English version prEN ISO 21362:2024

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	8
Vorwort.....	9
Einleitung.....	10
1 Anwendungsbereich.....	12
2 Normative Verweisungen.....	12
3 Begriffe.....	12
4 Symbole und Abkürzungen.....	20
5 Grundsätze der Betriebsweise.....	22
5.1 Feldflussfraktionierung (allgemein).....	22
5.2 Spezifische Anwendungen nach angelegtem Feld.....	24
5.2.1 Fluss-Feld.....	24
5.2.2 Zentrifugalfeld.....	26
6 Entwicklung von Methoden für die AF4.....	28
6.1 Allgemeines.....	28
6.2 Probenfestlegungen.....	28
6.3 Festlegungen zur mobilen Phase.....	29
6.4 Fraktionierung.....	30
6.4.1 Kanal- und Membranauswahl.....	30
6.4.2 Injektion und Relaxation.....	33
6.4.3 Optimierung der Flussbedingungen.....	34
6.4.4 Elutionsprogramm.....	34
6.4.5 Verwendung der FFF-Theorie zur Auswahl der anfänglichen Flusseinstellungen.....	35
7 Entwicklung von Verfahren für CF3.....	35
7.1 Allgemeines.....	35
7.2 Auswahl der mobilen Phase.....	36
7.3 Auswahl der Feldstärke.....	36
7.4 Programm für das Abklingen des Feldes.....	36
7.5 Auswahl der Kanalflussrate.....	37
7.6 Berechnung der Relaxationszeit.....	37
7.7 Berechnung der Verzögerung der Probeninjektion.....	37
7.8 Verwendung der FFF-Theorie zur Auswahl der anfänglichen Einstellungen.....	38
8 Analyse von Nanoobjekten.....	38
8.1 Allgemeines.....	38
8.2 Online-Größenanalyse.....	38
8.3 Online-Konzentrationsanalyse.....	40
8.3.1 Allgemeines.....	40
8.3.2 Massenbasierte Verfahren.....	40

8.3.3	Anzahlbasierte Verfahren	42
8.4	Online-Materialidentifizierung oder -zusammensetzung	42
8.5	Offline-Analyse (Fraktionssammlung)	43
8.6	Alternative und aufkommende Verfahren	44
9	Qualifizierung, Leistungskriterien und Messunsicherheit	45
9.1	Systemqualifizierung und Qualitätskontrolle	45
9.1.1	Grundlegende Systemqualifizierung	45
9.1.2	Fokussierleistung	46
9.1.3	Flussrate der Trägerflüssigkeit	46
9.1.4	Trennfeld	47
9.2	Leistungskriterien der Methode	47
9.2.1	Wiederfindung	47
9.2.2	Selektivität	48
9.2.3	Retentionsverhältnis	48
9.2.4	Auflösung	49
9.3	Präzision des Verfahrens und Messunsicherheit	49
10	Allgemeine Vorgehensweisen zur Messung von Proben	50
10.1	Einleitung	50
10.2	Kalibrierung der Retentionszeit für die Online-Größenanalyse	50
10.2.1	Kalibrierung des AF4-Kanals	50
10.2.2	Kalibrierung der AF4-Retentionszeit für Online-Größenmessungen	51
10.3	Allgemeiner Ablauf der Messung in der AF4	52
10.4	Allgemeiner Ablauf der Messung in der CF3	53
11	Prüfbericht	54
11.1	Allgemeines	54
11.2	Prüfeinrichtung und Messparameter	54
11.2.1	Angaben für AF4-Aufzeichnung/Berichterstattung	54
11.2.2	Angaben zur CF3-Aufzeichnung/Berichterstattung	55
11.3	Berichterstattung der Prüfergebnisse	56
Anhang A (informativ) Zusammenfassung eines Ringversuchs		57
A.1	Überblick über den Versuch	57
A.2	Prüfmaterialien	57
A.3	Vorschriften und Messgrößen	59
A.4	Ergebnisse für das Qualitätskontrollmaterial (QCM)	60
A.5	Ergebnisse für die Massenwiederfindung für Prüfmaterial (TM)	61
A.6	Fraktogramme und Peak-Erkennung beim Prüfmaterial (TM)	63
A.7	RMS-Radius und Selektivität	66
A.8	Vergleich von DLS-, SEM- und RMS-Größenmessungen	67
A.9	Restpeaks	70
A.10	Totzeit-Peak und nicht identifizierte Peaks	70
A.11	Retentionsverhältnis	70
A.12	Elutionszeit im Vergleich zur Retentionszeit	71
A.13	Schlussfolgerungen	72
Literaturhinweise		73

Bilder

Bild 1	— Schematische Darstellung der Feldflussfraktionierung	24
Bild 2	— Schaubild der CF3, das das Trennfeld und Größenfraktionierung darstellt	26
Bild 3	— Darstellung einer trapezförmigen Kanalgeometrie. Übernommen von Litzen und Wahlund 1991 [22]	31

Bild 4 — Grafische Darstellung üblicher Elutionsprogramme.....	35
Bild A.1 — Summenhäufigkeitsverteilungen anzahlgewichteter Partikeldurchmesser, gemessen mit REM.....	58
Bild A.2 — Beispiel für eine REM-Aufnahme für S100 (60 000-fache Vergrößerung, Spannung 20 kV)	59
Bild A.3 — Überlagerte AF4-Fraktogramme in dreifacher Ausführung, die von Labor 4 für TM berichtet wurden und eine beispielhafte Leistung mit Basislinienauflösung zeigen.....	64
Bild A.4 — Überlagerte CF3-Fraktogramme in dreifacher Ausführung, die von Labor 16 für TM berichtet wurden und eine beispielhafte Leistung mit Basislinienauflösung zeigen.....	65
Bild A.5 — Überlagerte AF4-Fraktogramme in dreifacher Ausführung, die von Labor 1 für TM berichtet wurden, als Beispiel für eine mangelhafte Gesamtleistung der Messung	66
Bild A.6 — RMS-Radius in Abhängigkeit von der Peak-Nummer	66
Bild A.7 — Größenselektivität in Abhängigkeit von der Labornummer und der Technik.....	67
Bild A.8 — Für TM berichtete DLS-Größen im Vergleich zur REM- und RMS-Äquivalentkugel.....	68
Bild A.9 — Für TM berichtete Kugelmodellgröße im Vergleich zur REM- und RMS-Äquivalentkugel.....	69

Tabellen

Tabelle A.1 — Im ILC verwendete monomodale Siliciumdioxid-Partikel	58
Tabelle A.2 — Berichtete Mittelwerte für Wiederfindung und RMS-Radius für QCM unter Anwendung von AF4^a	60
Tabelle A.3 — Berichtete Mittelwerte für Wiederfindung, RMS-Radius und DLS Durchmesser für QCM unter Anwendung von CF3^a	61
Tabelle A.4 — Berichtete Wiederfindung für TM unter Anwendung von AF4^a	62
Tabelle A.5 — Berichtete Wiederfindung für TM unter Anwendung von CF3^a	63
Tabelle A.6 — Berechnete Retentionsverhältnisse für jeden AF4-Peak.....	71
Tabelle A.7 — Berechnete Retentionsverhältnisse für jeden CF3-Peak	71