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