

DIN CEN/TS 17273:2019-06 (D)

Nanotechnologien - Leitfaden zur Detektion und Identifizierung von Nanoobjekten in komplexen Matrizen; Deutsche Fassung CEN/TS 17273:2018

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich.....	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	8
4 Symbole und Abkürzungen	9
5 Mögliche Aufgaben und Messtechniken.....	11
5.1 Beispiele für Detektions- und Identifizierungsaufgaben in komplexen Matrizen.....	11
5.2 Übersicht über Messtechniken	12
6 Anleitungen für die Probenvorbereitung, Partikeldetektion und Identifizierung von Nanoobjekten in komplexen Matrizen	13
6.1 Ansatz für die „Detektion und Identifizierung einer relevanten Population von Nanoobjekten auf Basis von a-priori-Wissen“ (Schaubild mit Anleitungen).....	13
6.2 Informationen über die zu untersuchenden Nanoobjekte	15
6.3 Informationen über die Probenmatrix	16
6.4 Qualitätsbewertung des Probenvorbereitungsprozesses.....	16
6.4.1 Suspension, Dispersion mit Bewertung der Ausbeute und Eigenschaft.....	16
6.4.2 Erstmessung der Größenverteilung und der Massenkonzentration aller isolierten Nanoobjekte	16
6.5 Messung der zu untersuchenden Nanoobjekte und Bewertung	18
7 Ausgewählte Messtechniken für die Detektion und Identifizierung von Nanoobjekten	18
7.1 Methode der Feld-Fluss-Fraktionierung (FFF)	18
7.1.1 Allgemeines	18
7.1.2 Prinzip und Theorie der Fraktionierung — Prinzip der Fraktionierung.....	19
7.1.3 Detektionsprinzip	20
7.1.4 Leistungsfähigkeit.....	21
7.1.5 Probenvorbereitung.....	22
7.1.6 Analysebericht und Interpretation der Ergebnisse	23
7.2 Elektronenmikroskopie (EM)	24
7.2.1 Allgemeines	24
7.2.2 Messprinzip der Elektronenmikroskopie	24
7.2.3 Leistungsfähigkeit der Elektronenmikroskopie	26
7.2.4 Probenvorbereitung für die Elektronenmikroskopie.....	27
7.2.5 Interpretation der Ergebnisse der Elektronenmikroskopie.....	28
7.3 Einzelpartikelmassenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (spICP-MS).....	29
7.3.1 Messprinzip.....	29
7.3.2 Leistungsfähigkeit.....	29
7.3.3 Probenvorbereitung.....	31
7.3.4 Auswertung der Ergebnisse	31
8 Liste mit erforderlichen Angaben über die Probenvorbereitung, Detektion und Identifizierung von Nanoobjekten in komplexen Matrizen	33
8.1 Allgemeine Angaben.....	33
8.2 Angaben zur Probenvorbereitung, in Abschnitt 6 erläutert	34

8.3	Angaben zur Messung, in Abschnitt 7 erläutert	34
Anhang A (informativ) Richtwertbereiche für Größe und Konzentration ausgewählter Messtechniken		
		35
Anhang B (normativ) Theorie der F4-Trennungen, Vorkehrungen bei Trennung breiter Partikelgrößenverteilungen und Probenvorbereitung.....		
		37
B.1	Theorie der F4-Trennungen	37
B.2	F4-Kalibrierung mit Hilfe der F4-Theorie oder externer Referenzen	38
B.3	Ansätze für die Vorbereitung komplexer Proben für die FFF.....	40
Anhang C (informativ) Beispiel: Analyse von aus der Beschichtung silberfarbener Perlen freigesetzten Partikeln mittels einer Kombination aus deskriptiver TEM-Analyse, Elektronenbeugung, analytischer TEM und quantitativer TEM.....		
		42
C.1	Ansatz und Methodik	42
C.2	Ergebnisse	43
Anhang D (informativ) Beispiel: Einzelpartikel-ICP-MS für die Größen- und quantitative Bestimmung von Nano-Silber in Hühnerfleisch		
		46
D.1	Einleitung.....	46
D.2	Beschreibung der Methode	46
D.2.1	Materialien und Methoden.....	46
D.2.2	Probenvorbereitung.....	46
D.2.3	Instrumentelle Analyse	47
D.2.4	Datenverarbeitung	47
D.3	Ergebnisse und Diskussion	47
D.3.1	Enzymatischer Abbau von Proben: sanfte Bedingungen zur Bewahrung der Partikeleigenschaften.....	47
D.3.2	Studiendesign und Ergebnisse der Validierung.....	48
D.3.3	Wiederholpräzision, Vergleichpräzision und Richtigkeit	49
D.3.4	Linearität und LOD/LOQ, Robustheit, Spezifität/Selektivität	50
Anhang E (informativ) Übersicht über alternative Detektionsverfahren		
		51
E.1	Allgemeines.....	51
E.2	Partikel-Tracking-Analyse (PTA).....	52
E.3	Tracerverfahren unter Verwendung stabiler isotoopenmarkierter Nanoobjekte	53
E.4	Hyperspektral-Bildsystem (HSIS) durch Streuung in einem Dunkelfeld-Hintergrund.....	54
E.5	Größenbestimmung mittels UV-Vis-Spektroskopie.....	54
E.6	Größenbestimmung einzelner Nanoobjekte in Flüssigkeiten mittels differentiellem elektronischem Mobilitätsanalysesystem (DMAS)	54
E.7	Laser-induzierte Breakdown-Detektion (LIBD)	55
E.8	Hydrodynamische Chromatographie-ICP-MS (HDC-ICP-MS) und Größenausschluss-Chromatographie-ICP-MS (SEC-ICP-MS)	56
Literaturhinweise		57