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-Kalibierung 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 isotopenmarkierter 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