DIN EN ISO 21362:2026-09 (D)

Nanotechnologien - Analyse von Nanoobjekten mit Hilfe von asymmetrischer Fluss-Feldflussfraktionierung und zentrifugaler Feldflussfraktionierung (ISO 21362:2026); Deutsche Fassung EN ISO 21362:2026

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 7
Vorwort 8
Einleitung 9
1 Anwendungsbereich 11
2 Normative Verweisungen 11
3 Begriffe 11
4 Symbole und Abkürzungen 19
5 Grundsätze der Betriebsweise 22
5.1 Feldflussfraktionierung (FFF) — Allgemeines 22
5.2 Spezifische Anwendungen nach angelegtem Feld 23
5.2.1 Fluss-Feld 23
5.2.2 Zentrifugalfeld 25
6 Entwicklung von Methoden für asymmetrische Fluss-Feldflussfraktionierung (AF4) 28
6.1 Allgemeines 28
6.2 Probenfestlegungen 28
6.3 Festlegungen zur mobilen Phase 29
6.4 Fraktionierung 31
6.4.1 Kanal- und Membranauswahl 31
6.4.2 Injektion und Relaxation 33
6.4.3 Optimierung der Flussbedingungen 34
6.4.4 Elutionsprogramm 34
6.4.5 Verwendung der Feldflussfraktionierung-Theorie (FFF) zur Auswahl der anfänglichen Flusseinstellungen 35
7 Entwicklung von Methoden für zentrifugale Feldflussfraktionierung (CF3) 36
7.1 Allgemeines 36
7.2 Auswahl der mobilen Phase 36
7.3 Auswahl der Feldstärke 36
7.4 Programm für das Abklingen des Feldes 37
7.5 Auswahl der Kanalflussrate 37
7.6 Berechnung der Relaxationszeit 37
7.7 Berechnung der Verzögerung der Probeninjektion 38
7.8 Verwendung der Feldflussfraktionierung-Theorie (FFF) 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 41
8.3.3 Anzahlbasierte Verfahren 42
8.4 Online-Materialidentifizierung oder -zusammensetzung 43

8.5 Offline-Analyse (Fraktionssammlung) ... 44
8.6 Alternative und aufkommende Verfahren ... 45

9 Qualifizierung, Leistungskriterien und Messunsicherheit ... 45
9.1 Systemqualifizierung und Qualitätskontrolle ... 45
9.1.1 Grundlegende Systemqualifizierung ... 45
9.1.2 Fokussierleistung ... 47
9.1.3 Flussrate der Trägerflüssigkeit ... 47
9.1.4 Trennfeld ... 47
9.2 Leistungskriterien der Methode ... 48
9.2.1 Wiederfindung ... 48
9.2.2 Selektivität ... 49
9.2.3 Retentionsverhältnis ... 49
9.2.4 Auflösung ... 49
9.3 Präzision des Verfahrens und Messunsicherheit ... 50

10 Allgemeine Vorgehensweisen zur Messung von Proben ... 51
10.1 Einleitung ... 51
10.2 Kalibrierung der Retentionszeit für die Online-Größenanalyse ... 51
10.2.1 Kalibrierung des asymmetrische Fluss-Feldflussfraktionierungskanals (AF4) ... 51
10.2.2 Kalibrierung der asymmetrische Fluss-Feldflussfraktionierung-Retentionszeit (AF4) für die Online-Größenmessungen ... 52
10.3 Allgemeiner Ablauf der Messung in der asymmetrische Fluss-Feldflussfraktionierung (AF4) ... 52
10.4 Allgemeiner Ablauf der Messung in der zentrifugalen Feldflussfraktionierung (CF3) ... 53

11 Prüfbericht ... 54
11.1 Allgemeines ... 54
11.2 Prüfeinrichtung und Messparameter ... 55
11.2.1 Angaben für die Aufzeichnung und Berichterstattung der asymmetrischen Fluss-Feldflussfraktionierung (AF4) ... 55
11.2.2 Angaben zur Aufzeichnung und Berichterstattung für die zentrifugale Feldflussfraktionierung (CF3) ... 56
11.3 Prüfbericht ... 57

Anhang A (informativ) Zusammenfassung eines Ringversuchs ... 58
A.1 Überblick über den Versuch ... 58
A.2 Prüfmaterialien ... 58
A.3 Protokolle und Messgrößen ... 60
A.4 Ergebnisse für das Qualitätskontrollmaterial (QCM) ... 61
A.5 Ergebnisse für die Massenwiederfindung für Prüfmaterial (TM) ... 63
A.6 Fraktogramme und Peak-Erkennung beim Prüfmaterial (TM) ... 65
A.7 RMS-Radius und Selektivität ... 68
A.8 Vergleich von DLS-, SEM- und RMS-Größenmessungen ... 69
A.9 Restpeaks ... 72
A.10 Totzeit-Peak und nicht identifizierte Peaks ... 72
A.11 Retentionsverhältnis ... 72
A.12 Elutionszeit im Vergleich zur Retentionszeit ... 74
A.13 Schlussfolgerungen ... 74

Literaturhinweise ... 75

Bilder

Bild 1 — Schaubild der Feldflussfraktionierung (FFF) ... 23

Bild 2 — Schaubild der zentrifugalen Feldflussfraktionierung (CF3) ... 26

Bild 3 — Trapezförmige Kanalgeometrie ... 31

Bild 4 — Übliche Elutionsprogramme **35**

Bild A.1 — Aufsummierte anzahlgewichtete Partikeldurchmesserverteilungen, gemessen mit REM **59**

Bild A.2 — Beispiel für eine REM-Aufnahme für S100 (60 000-fache Vergrößerung, Spannung 20 kV) **60**

Bild A.3 — Überlagerte AF4-Fraktogramme in dreifacher Ausführung, die für TM berichtet wurden **66**

Bild A.4 — Überlagerte CF3-Fraktogramme in dreifacher Ausführung, die für TM berichtet wurden **67**

Bild A.5 — Überlagerte AF4-Fraktogramme in dreifacher Ausführung, die für TM berichtet wurden **68**

Bild A.6 — RMS-Radius in Abhängigkeit von der Peak-Nummer für TM **68**

Bild A.7 — Größenselektivität in Abhängigkeit von der Technik des Laboratoriums für TM **69**

Bild A.8 — Für TM berichtete DLS-Größen im Vergleich zur REM- und RMS-Äquivalentkugel **70**

Bild A.9 — Für TM berichtete Kugelmodellgröße im Vergleich zur REM- und RMS-Äquivalentkugel **71**

Tabellen

Tabelle A.1 — Verwendete monomodale Siliciumdioxid-Partikel **58**

Tabelle A.2 — Berichtete Mittelwerte für Wiederfindung und RMS-Radius für QCM unter Anwendung von AF4 ..... **62**

Tabelle A.3 — Berichtete Mittelwerte für Wiederfindung, RMS-Radius und DLS Durchmesser für QCM unter Anwendung von CF3 ..... **62**

Tabelle A.4 — Berichtete Wiederfindung für TM unter Anwendung von AF4[a] **63**

Tabelle A.5 — Berichtete Wiederfindung für TM unter Anwendung von CF3 ..... **64**

Tabelle A.6 — Berechnete Retentionsverhältnisse für jeden TM-AF4-Peak **73**

Tabelle A.7 — Berechnete Retentionsverhältnisse für jeden TM-CF3-Peak **73**