

DIN CEN ISO/TS 21362

ICS 07.120

**Nanotechnologien –
Analyse von Nanoobjekten mit Hilfe von
Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung und zentrifugaler
Feldflussfraktionierung (ISO/TS 21362:2018);
Deutsche Fassung CEN ISO/TS 21362:2021**

Nanotechnologies –
Analysis of nano-objects using asymmetrical-flow and centrifugal field-flow fractionation
(ISO/TS 21362:2018);
German version CEN ISO/TS 21362:2021

Nanotechnologies –
Analyse des nano-objets par fractionnement par couplage flux-force asymétrique et à force
centrifuge (ISO/TS 21362:2018);
Version allemande CEN ISO/TS 21362:2021

Gesamtumfang 55 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO/TS 21362:2018 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 229 „Nanotechnologies“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als CEN ISO/TS 21362:2021 durch das Technische Komitee CEN/TC 352 „Nanotechnologies“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Unterausschuss NA 062-08-17-02 UA „Prüfverfahren“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Technische Spezifikationen sind nicht Bestandteil des Deutschen Normenwerks.

Eine Technische Spezifikation ist das Ergebnis einer Normungsarbeit, das wegen bestimmter Vorbehalte zum Inhalt oder wegen des gegenüber einer Norm abweichenden Aufstellungsverfahrens von DIN noch nicht als Norm herausgegeben wird.

Zur vorliegenden Technischen Spezifikation wurde kein Entwurf veröffentlicht.

Erfahrungen mit dieser Technischen Spezifikation sind erbeten:

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an nmp@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 22412:2017	siehe	DIN ISO 22412:2018-09
ISO/TS 80004-1	siehe	DIN CEN ISO/TS 80004-1
ISO/TS 80004-2	siehe	DIN CEN ISO/TS 80004-2
ISO/TS 80004-6	siehe	DIN CEN ISO/TS 80004-6

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN CEN ISO/TS 80004-1, *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 1: Kernbegriffe*

DIN CEN ISO/TS 80004-2, *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 2: Nanoobjekte*

DIN CEN ISO/TS 80004-6, *Nanotechnologien — Fachwörterverzeichnis — Teil 6: Charakterisierung von Nanoobjekten*

DIN ISO 22412:2018-09, *Partikelgrößenanalyse — Dynamische Lichtstreuung (DLS) (ISO 22412:2017)*

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Nanotechnologien —
Analyse von Nanoobjekten mit Hilfe von Asymmetrischer-
Fluss-Feldflussfraktionierung und zentrifugaler
Feldflussfraktionierung (ISO/TS 21362:2018)

Nanotechnologies —
Analysis of nano-objects using asymmetrical-flow and
centrifugal field-flow fractionation
(ISO/TS 21362:2018)

Nanotechnologies —
Analyse des nano-objets par fractionnement par
couplage flux-force asymétrique et à force centrifuge
(ISO/TS 21362:2018)

Diese Technische Spezifikation (CEN/TS) wurde vom CEN am 19. März 2021 als eine künftige Norm zur vorläufigen Anwendung angenommen.

Die Gültigkeitsdauer dieser CEN/TS ist zunächst auf drei Jahre begrenzt. Nach zwei Jahren werden die Mitglieder des CEN gebeten, ihre Stellungnahmen abzugeben, insbesondere über die Frage, ob die CEN/TS in eine Europäische Norm umgewandelt werden kann.

Die CEN Mitglieder sind verpflichtet, das Vorhandensein dieser CEN/TS in der gleichen Weise wie bei einer EN anzukündigen und die CEN/TS verfügbar zu machen. Es ist zulässig, entgegenstehende nationale Normen bis zur Entscheidung über eine mögliche Umwandlung der CEN/TS in eine EN (parallel zur CEN/TS) beizubehalten.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, der Republik Nordmazedonien, Rumänien, Schweden, der Schweiz, Serbien, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Rue de la Science 23, B-1040 Brüssel

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort.....	4
Vorwort	5
Einleitung.....	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Symbole und Abkürzungen.....	15
5 Grundsätze der Betriebsweise.....	17
5.1 Feldflussfraktionierung (allgemein)	17
5.2 Spezifische Anwendungen nach angelegtem Feld.....	18
5.2.1 Fluss-Feld.....	18
5.2.2 Zentrifugalfeld	20
6 Entwicklung von Methoden für die AF4	22
6.1 Allgemeines.....	22
6.2 Probenfestlegungen.....	22
6.3 Festlegungen zur mobilen Phase.....	23
6.4 Fraktionierung.....	24
6.4.1 Kanal- und Membranauswahl.....	24
6.4.2 Injektion und Relaxation	27
6.4.3 Optimierung der Flussbedingungen.....	27
6.4.4 Elutionsprogramm	28
6.4.5 Verwendung der FFF-Theorie zur Auswahl der anfänglichen Flusseinstellungen	29
7 Entwicklung von Verfahren für CF3.....	29
7.1 Allgemeines.....	29
7.2 Auswahl der mobilen Phase.....	29
7.3 Auswahl der Feldstärke.....	30
7.4 Programm für das Abklingen des Feldes.....	30
7.5 Auswahl der Kanalflussrate.....	31
7.6 Berechnung der Relaxationszeit.....	31
7.7 Berechnung der Verzögerung der Probeninjektion	31
8 Analyse von Nanoobjekten.....	31
8.1 Allgemeines.....	31
8.2 Online-Größenanalyse.....	31
8.3 Online-Konzentrationsanalyse	33
8.3.1 Allgemeines.....	33
8.3.2 Massenbasierte Verfahren	34
8.3.3 Anzahlbasierte Verfahren	35
8.4 Online-Materialidentifizierung oder -zusammensetzung.....	36
8.5 Offline-Analyse (Fraktionensammlung)	36
9 Qualifizierung, Leistungskriterien und Messunsicherheit.....	37
9.1 Systemqualifizierung und Qualitätskontrolle.....	37
9.1.1 Grundlegende Systemqualifizierung.....	37
9.1.2 Fokussierleistung	38

9.1.3	Flussrate der Trägerflüssigkeit.....	39
9.1.4	Trennfeld	39
9.2	Leistungskriterien der Methode.....	39
9.2.1	Wiederfindung.....	39
9.2.2	Selektivität.....	40
9.2.3	Retention	40
9.2.4	Auflösung.....	40
9.3	Präzision des Verfahrens und Messunsicherheit	41
10	Allgemeine Vorgehensweisen zur Messung von Proben	41
10.1	Allgemeines	41
10.2	Kalibrierung der Retentionszeit für die Online-Größenanalyse	42
10.2.1	Kalibrierung des AF4-Kanals	42
10.2.2	Kalibrierung der AF4-Retentionszeit für Online-Größenmessungen.....	43
10.3	Allgemeiner Ablauf der Messung in der AF4	43
10.4	Allgemeiner Ablauf der Messung in der CF3	44
11	Prüfbericht.....	45
11.1	Allgemeines	45
11.2	Instrumentierung und Messparameter.....	45
11.2.1	Angaben für AF4-Aufzeichnung/Berichterstattung	45
11.2.2	Angaben zur CF3-Aufzeichnung/Berichterstattung.....	46
11.3	Berichterstattung der Prüfergebnisse.....	46
	Literaturhinweise.....	48

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO/TS 21362:2018 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 229 „Nanotechnologies“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als CEN ISO/TS 21362:2021 durch das Technische Komitee CEN/TC 352 „Nanotechnologies“ übernommen, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN-CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, die Republik Nordmazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Serbien, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Türkei, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/TS 21362:2018 wurde von CEN als CEN ISO/TS 21362:2021 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 229, *Nanotechnologies*, erarbeitet.

Einleitung

Die Fähigkeit, verschiedene Populationen von Nanoobjekten und ihre Agglomerate oder Aggregate zu isolieren und zu analysieren, die oft in komplexen Matrizen suspendiert oder aus diesen extrahiert werden, ist entscheidend für Anwendungen, die von der Materialforschung und Nanofertigung bis hin zur Regulierungsaufsicht und umweltbezogenen Risikobewertung reichen. Darüber hinaus ist die Fähigkeit, diese Analyten mit minimalen Störungen ihres natürlichen oder nativen Zustandes zu charakterisieren, in hohem Maße wünschenswert. Die Liste verfügbarer Techniken, mit denen solche Ziele erreicht werden können, ist relativ kurz, und während alle Techniken Vor- und Nachteile haben und keine einzelne Technik allein für alle möglichen Anwendungen und Materialien angemessen oder geeignet ist, bietet eine Gruppe zugehöriger Trenntechniken, die gemeinsam als Feldflussfraktionierung (FFF, en: field-flow fractionation) bezeichnet wird und von J. Calvin Giddings 1966 [1] konzeptionell vorgeschlagen wurde, viele Vorteile für nanotechnologische Anwendungen. Bei der FFF wird der in einem flüssigen Medium suspendierte Analyt durch Anlegen eines Trennfeldes (z. B. Fluss, zentrifugal, elektrisch, Temperaturgradient, magnetisch) senkrecht zur Flussrichtung des Analyten fraktioniert und die mobile Phase durch einen dünnen festgelegten Kanal eluiert. Die Trennung tritt auf, wenn der Analyt auf das angelegte Feld reagiert, so dass Populationen mit unterschiedlichen Reaktionsempfindlichkeiten Gleichgewichtspositionen (d. h. im Gleichgewicht mit Diffusionskräften) erreichen, die höher oder niedriger in den laminaren Strömungslinien senkrecht zur Kanalströmung liegen, und somit unterschiedlich eluieren.

Unter den FFF-Varianten sind die Asymmetrischer-Fluss-FFF (in der Literatur verschiedentlich abgekürzt als AF4, A4F, AFFFF, AFFFF oder AsFFFF) und die Zentrifugal-FFF (abgekürzt als CF3, auch als Sedimentations-FFF und abgekürzt als SdFFF bezeichnet) im Handel erhältlich und am weitesten im Bereich der Nanotechnologie verbreitet (für die Einfachheit und Zweckmäßigkeit werden in diesem Dokument die Abkürzungen AF4 und CF3 verwendet). AF4 ist die wohl vielseitigste Technik sowohl im Hinblick auf das breite Spektrum an Anwendungen als auch auf die Materialien und Partikelgrößen, auf die sie angewandt wurde. Die symmetrischer Fluss-FFF (fFFF), die ursprüngliche „flussbasierte“ Technik, wie sie 1976 erstmals beschrieben wurde [2], wurde durch die 1987 eingeführte AF4-Technik [3] aufgrund mehrerer Vorteile kommerziell ersetzt, darunter eine einfachere Kanalauslegung, die Möglichkeit, die Probe durch eine transparente obere Kanalwand zu visualisieren, und eine reduzierte Analyt-Bandenverbreiterung. Die Theorie und Anwendung der CF3, wie sie derzeit angewendet wird, wurde 1974 von Giddings und Mitarbeitern beschrieben [4], obwohl ein zentrifugalfeldbasiertes FFF-System erstmals 1967 von Berg und Purcell unabhängig entwickelt und geprüft wurde [5]. Andere FFF-Feldvarianten, wie z. B. thermische, elektrische und magnetische, bieten einzigartige Möglichkeiten, sind jedoch im Hinblick auf ihre Anwendung in der Nanotechnologie oder ihrer kommerziellen Verfügbarkeit begrenzt.

War die FFF einst vorwiegend Spezialisten vorbehalten, werden diese Messgeräte heutzutage allgemein und zunehmend in staatlichen, industriellen und in akademischen Laboratorien als Teil des Werkzeugkastens für die Nano-Charakterisierung eingesetzt. Zwei Faktoren sind ausschlaggebend für diesen Anstieg bei deren Nutzung in der Nanotechnologie: die Ausgereiftheit handelsüblicher Messgeräte und die Vielseitigkeit hinsichtlich der Kopplung einer Vielzahl von Detektoren an FFF-Systeme. Im letzteren Fall haben jüngste Entwicklungen zur Verwendung hochempfindlicher Elementardetektoren (z. B. Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma oder ICP-MS) geführt, die für viele Materialien eine verbesserte Charakterisierung und Quantifizierung bieten. Darüber hinaus liefern herkömmliche Konzentrations- oder Größenbestimmungsdetektoren wie beispielsweise solche auf Basis der Absorption von ultravioletter und sichtbarem Licht (UV-Vis, en: ultraviolet and visible light), Fluoreszenz, Mehrwinkel-Lichtstreuung (MALS, en: multi-angle light scattering) und dynamischer Lichtstreuung (DLS, en: dynamic light scattering) Online-Daten eluierender Populationen und ermöglichen theoretisch genauere Aussagen über unfraktionierte polydisperse Systeme als Offline-Messungen. Die gemessene Retentionszeit eines eluierenden Peaks kann, basierend auf theoretischen Beziehungen oder der Kalibrierung mit einem bekannten Größenstandard, auch zur Bestimmung der hydrodynamischen Größe in der AF4 herangezogen werden. CF3 hat die einzigartige Fähigkeit, Stoffe gleicher Größe, aber unterschiedlicher Dichte schnell zu trennen.

Obwohl FFF-basierte Techniken die Fähigkeit besitzen, Analyten über einen extrem breiten Größenbereich von etwa 1 nm bis zu einigen zehn Mikrometern zu trennen und zu charakterisieren, befasst sich dieses Dokument hauptsächlich mit Materialien im Nanomaßstab und ihren dazugehörigen Strukturen. Die grundlegenden Prinzipien, der experimentelle Ansatz und die Gerätetechnik, die beschrieben sind, können umfassender angewendet werden.

Während diese Spezifikation die gebräuchlichsten Online-Detektionsschemata für die Analyse von Nanoobjekten enthält, wurden auch andere, weniger gebräuchliche Detektionsformen verwendet oder in der Literatur beschrieben, einschließlich der Differentialrefraktometrie (hauptsächlich für die makromolekulare Analyse verwendet), der Partikel-Tracking-Analyse, der Graphitrohrföfen-Atomabsorptionsspektrometrie, der Einzelpartikel-ICP-MS und der Röntgenkleinwinkelstreuung. Diese Anzahl wird in Zukunft aller Voraussicht nach weiter zunehmen, da neue Techniken aufkommen und bestehende modifiziert und für die Kopplung an die FFF bewertet werden.

Um Methoden für die Anwendung der FFF zur Analyse von Nanoobjekten und ihren Agglomeraten oder Aggregaten zu entwickeln und zu validieren und um experimentelle Ergebnisse und Bedingungen entsprechend zu berichten, um eine laborübergreifende Vergleichspräzision zu ermöglichen, ist es von entscheidender Bedeutung, Schlüsselparameter festzulegen, die zu kontrollieren und zu dokumentieren sind. Diese Parameter umfassen alle Aspekte der FFF-Methodik, einschließlich Probe/Analyt, Messgerät, Fraktionierung, Kalibrierung, Qualifizierung, Leistungsspezifikationen, Messunsicherheit und Datenanalyse. Dieses Dokument identifiziert die Schlüsselparameter und beschreibt einen allgemeinen Ansatz für die Methodenentwicklung für AF4 und CF3.

Allgemeine Verweisungen und weiterführende Literatur zur Theorie und Praxis der FFF sowie zu AF4- und CF3-Anwendungen in der Nanotechnologie sind in den Literaturhinweisen enthalten [6]-[18].

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument identifiziert als Teil eines integrierten Messsystems Parameter und Bedingungen, die zur Entwicklung und Validierung von Methoden für die Anwendung der Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung und zentrifugaler Feldflussfraktionierung zur Analyse von Nanoobjekten und ihren in wässrigen Medien dispergierten Aggregaten und Agglomeraten erforderlich sind. Zusätzlich zur Fraktionierung der Bestandteile kann die Analyse die Größe, Größenverteilung, Konzentration und Materialidentifizierung mit einem oder mehreren geeigneten Detektoren umfassen. Für die Anwendung werden allgemeine Anleitungen und Verfahren bereitgestellt, und es werden Mindestanforderungen an die Berichterstattung festgelegt, die zur Reproduzierung einer Methode und zur Vermittlung kritischer Aspekte erforderlich sind.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO/TS 80004-1, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 1: Core terms*

ISO/TS 80004-2, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 2: Nano-objects*

ISO/TS 80004-6, *Nanotechnologies — Vocabulary — Part 6: Nano-object characterization*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO/TS 80004-1, ISO/TS 80004-2, ISO/TS 80004-6 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

3.1

Nanoobjekt

einzelnes Stück Material mit einem, zwei oder drei Außenmaß(en) im Nanomaßstab (von etwa 1 nm bis 100 nm)

Anmerkung 1 zum Begriff: Dies ist ein generischer Begriff für alle einzelnen nanoskalierten Objekte.

[QUELLE: ISO/TS 80004-2:2015, 2.2, modifiziert – Im Begriff wurde „(von etwa 1 nm bis 100 nm)“ hinzugefügt. Anmerkung 1 zum Begriff wurde geändert.]

3.2

Nanopartikel

Nanoobjekt mit allen Außenmaßen im Nanomaßstab, wobei sich die Längen der längsten und kürzesten Achsen des Nanoobjekts nicht wesentlich unterscheiden

Anmerkung 1 zum Begriff: Wenn sich die Maße wesentlich unterscheiden (üblicherweise um mehr als das Dreifache), können die Begriffe Nanofaser oder Nanoplättchen statt des Begriffs Nanopartikel verwendet werden.

[QUELLE: ISO/TS 80004-2:2015, 4.4]

3.3

Feldflussfraktionierung

FFF

Trenntechnik, bei der an eine flüssige Suspension, die entlang eines schmalen Kanals geführt wird, ein Feld angelegt wird, um die in der Flüssigkeit vorhandenen Partikel abhängig von ihrer unterschiedlichen Mobilität unter Einwirkung der durch das Feld ausgeübten Kraft zu trennen

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei dem eingesetzten Feld kann es sich z. B. um Gravitationskräfte, Zentrifugalkräfte, einen Flüssigkeitsstrom, elektrische oder magnetische Kräfte handeln.

Anmerkung 2 zum Begriff: Durch den Einsatz eines geeigneten Detektors nach oder während der Trennung wird die Bestimmung der Größe und der Größenverteilung von Nanoobjekten ermöglicht.

[QUELLE: ISO/TS 80004-6:2013, 4.4, modifiziert – In der englischsprachigen Ausgabe wurde der Begriff „field flow“ in „field-flow“ geändert.]

3.4

Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung

Trenntechnik, bei der ein Querflussfeld senkrecht an einen Kanalstrom angelegt wird, um eine Trennung auf der Grundlage des Diffusionskoeffizienten oder der Größe des Analyten zu erreichen

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Querfluss entsteht durch eine halbdurchlässige (Akkumulations-)Wand im Kanal, während der Querfluss an einer gegenüberliegenden undurchlässigen (Abreicherungs-)Wand gleich null ist.

Anmerkung 2 zum Begriff: Im Vergleich dazu wird der Querfluss bei der symmetrischen Fluss-Feldflussfraktionierung getrennt vom Kanalfluss erzeugt, dringt durch eine durchlässige Wand (Fritte) und fließt durch eine gegenüberliegende halbdurchlässige Wand ab.

Anmerkung 3 zum Begriff: Nanoobjekte fraktionieren im Allgemeinen durch den „Normal“-Modus, in dem die Diffusion dominiert und die kleinsten Stoffe zuerst eluieren. Im Mikrometer-Größenbereich dominiert in der Regel der „steric-hyperlayer“-Modus der Fraktionierung, bei dem die größten Stoffe zuerst eluieren. Der Übergang vom Normal- in den „steric-hyperlayer“-Modus kann durch Materialeigenschaften oder Messparameter beeinflusst werden und ist demnach nicht eindeutig definiert; er kann aber explizit für eine Reihe vorgegebener experimenteller Bedingungen festgelegt werden; normalerweise erfolgt ein Übergang oberhalb eines Partikelgrößenbereichs von etwa 0,5 µm bis 2 µm.

Anmerkung 4 zum Begriff: Durch den Normal- und den „steric-hyperlayer“-Modus ist die Technik in der Lage, Partikel in einem Größenbereich von ungefähr 1 nm bis etwa 50 µm zu trennen.

3.5

zentrifugale Feldflussfraktionierung

Trenntechnik, bei der ein zentrifugales Feld senkrecht an einen kreisförmigen Kanal angelegt wird, der sich um seine eigene Achse dreht, um eine Trennung von Partikeln von ungefähr 10 nm bis etwa 50 µm zu erreichen

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Trennung wird durch eine Kombination aus Größe und effektiver Partikeldichte gesteuert.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der anwendbare Größenbereich hängt von der effektiven Partikeldichte ab und ist durch sie begrenzt.

3.6

Kanal

<Feldflussfraktionierung> dünne bandförmige Kammer mit einem parabolischen Flussprofil, das zur Trennung unter dem Einfluss eines senkrecht zum Kanalstrom angelegten Feldes erforderlich ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Kanaldicke kann variieren und wird durch einen Abstandhalterinsatz festgelegt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung wird üblicherweise ein trapezförmiger Kanal verwendet, typischerweise mit einer maximalen Breite von etwa 20 mm bis 25 mm und einer Länge von etwa 100 mm bis 300 mm.

Anmerkung 3 zum Begriff: Bei Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung ist eine Kanalfläche (Abreicherungs- wand) fest (undurchlässig) und die gegenüberliegende Fläche (Akkumulationswand) besteht aus einer semipermeablen Membran auf einer porösen Fritte.

Anmerkung 4 zum Begriff: Bei Zentrifugaler-Fluss-Feldflussfraktionierung sind sowohl die Innen- als auch die Außenwände des runden Kanals fest (nicht porös) und der Kanal ist gekrümmt. Üblicherweise wird ein trapezförmiger Kanal verwendet, typischerweise mit einer Breite von 10 mm bis 20 mm und einer Länge von 300 mm bis 550 mm.

3.7
Abstandhalter
<Feldflussfraktionierung> dünne Kunststoffolie mit einem Ausschnitt, der die Dicke und die seitlichen Maße des Kanals festlegt

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung werden am häufigsten trapezförmige oder rechteckige Ausschnitte verwendet.

Anmerkung 2 zum Begriff: Typische Dicken von Abstandhaltern, die zur Trennung von Nanoobjekten verwendet werden, liegen im Bereich von 190 µm bis 500 µm.

3.8
Kanaldicke
<Feldflussfraktionierung> Nenndicke, wie durch den Abstandhalter definiert

3.9
effektive Kanaldicke
<Feldflussfraktionierung> Dicke aufgrund von Kompressibilität oder Quellung der semipermeablen Membran an der Akkumulationswand, deren effektiver Wert vom Nennwert für einen gegebenen Abstandhalter abweichen kann und unter Verwendung eines genau definierten Analyten mit bekanntem Diffusionsvermögen unter den Prüfbedingungen bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die gemessene effektive Kanaldicke hängt von anderen Faktoren ab, wie z. B. den Wechselwirkungen zwischen dem Analyten und der Membran und der Variabilität bei der Fertigung der Abstandhalter.

3.10
Akkumulationswand
Oberfläche eines Feld-Flussfraktionierungskanals, auf die Probenkomponenten durch das angelegte Feld, das senkrecht zum Kanalstrom wirkt, gezwungen werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung ist die Akkumulationswand flach und besteht aus einer semipermeablen Membran auf einem porösen Frittensubstrat.

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei zentrifugaler Feldflussfraktionierung ist die Akkumulationswand undurchlässig und gekrümmt und befindet sich relativ zur Abreicherungs- wand weiter von der Rotationsachse entfernt. In dem seltenen Fall, dass die Partikel eine geringere Dichte als das wässrige Medium haben, sind die Abreicherungs- und Akkumulationswände umgekehrt.

3.11
Abreicherungs- wand
Oberfläche eines Feld-Flussfraktionierungskanals gegenüber der Akkumulationswand, die aufgrund der Bewegung des Analyten zur Akkumulationswand im angelegten Feld an Analyten abgereichert ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung ist die Abreicherungs- wand flach und undurchlässig.

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei zentrifugaler Feldflussfraktionierung ist die Abreicherungs wand undurchlässig und gekrümmt und befindet sich relativ zur Akkumulationswand näher an der Rotationsachse. Wenn die effektive Partikeldichte niedriger als die Dichte des Mediums ist, kehren sich die Abreicherungs- und Akkumulationswände um.

3.12

Trägerflüssigkeit

Elutionsmittel

mobile Phase

flüssige Phase, die zur Trennung und zum Transport von Analyten verwendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Elutionsmittel oder die mobile Phase dürfen Salze, Tenside und/oder andere chemische Bestandteile enthalten, die für eine optimierte Trennung und Wiederfindung eines Analyten erforderlich sind.

Anmerkung 2 zum Begriff: In diesem Dokument sind nur wässrige Phasen relevant, aber es können auch organische Lösungsmittel verwendet werden, wenn System und Kanal kompatibel sind.

3.13

Elution

<Feldflussfraktionierung> Verfahren, durch das Analyten in der mobilen Phase oder im Elutionsmittel durch den Fraktionierungskanal transportiert werden und aus diesem austreten

3.14

Fokussierung

<Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung> Verfahren, bei dem während und nach der Probeninjektion ein ausgeglichener, von entgegengesetzten Enden des Kanals (Einlass und Auslass) eintretender Fluss angewendet wird, um die Probenkomponenten in einem dünnen Band nahe des Einlassanschlusses und nahe der Akkumulationswand zu fokussieren

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieser Schritt ist notwendig, um die Bandenverbreiterung zu minimieren und es den Komponenten zu ermöglichen, eine Gleichgewichtslage (Relaxation) innerhalb des Kanals zu erreichen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Während der Fokussierung tritt ein Fluss nach außen nur durch die permeable Membran an der Akkumulationswand auf.

3.15

Relaxation

<Feldflussfraktionierung> Verfahren, bei dem die Probenkomponenten ihren Gleichgewichtszustand in Bezug auf die entgegengesetzten Kräfte der Diffusion und das angelegte Feld annehmen, bevor die Elution eingeleitet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei der Fluss-Feldflussfraktionierung gibt es zwei Möglichkeiten, eine Relaxation zu erreichen: normale Fokussierungsrelaxation und Fritteneinlass- (en: Frit inlet) oder hydrodynamische Relaxation.

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei zentrifugaler Feldflussfraktionierung wird der Kanalfluss gestoppt (en: Stop-Flow), um Relaxation zu erreichen.

3.16

Injektionsfluss

<Feldflussfraktionierung> Fluss, der die Probe aus der Injektionsschleife und in den Fraktionierungskanal transportiert

Anmerkung 1 zum Begriff: Je nach Auslegung des Messgeräts kann die Injektion über einen separaten Injektionsanschluss oder durch den Kanaleinlassanschluss erfolgen.

3.17

Querfluss

<Fluss-Feldflussfraktionierung> Flussfeld, das senkrecht zum Kanalfluss angelegt wird, um eine Trennung der Analyten zu erreichen

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung wird ein Querfluss durch die Druckdifferenz über eine permeable Membran an der Akkumulationswand erzeugt, was zu einer nach unten gerichteten Kraft führt, die mit zunehmendem Abstand von der Akkumulationswand abnimmt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Querfluss wird mit einer Durchflusssteuerung in Kombination mit einer einzelnen Pumpe oder mit einer zweiten zugeordneten Pumpe erzeugt.

3.18

Kanal-Einlassfluss

<Feldflussfraktionierung> Eluent, der am vorderen Ende in den Kanal eintritt (stromaufwärts)

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung wird der Einlassfluss während der Elution zwischen Querfluss und Kanalfluss aufgeteilt.

3.19

Kanalfluss

<Feldflussfraktionierung> Eluentenfluss durch den Kanal

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Kanalfluss entspricht im Allgemeinen dem Fluss, der unter typischen Versuchsbedingungen aus dem Kanal austritt und in die Detektoren eintritt, kann sich jedoch unterscheiden, wenn der aus dem Kanal austretende Fluss geteilt wird.

Anmerkung 2 zum Begriff: Bei Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung führt der Flüssigkeitsverlust durch die permeable Akkumulationswand zu einer linear abnehmenden Kanalflussgeschwindigkeit. Dieser Gradient kann durch eine trapezförmige Auslegung des Kanals mit abnehmender Kanalbreite zum Auslass hin ausgeglichen werden.

3.20

Tot-Volumen

<Feldflussfraktionierung> Flüssigkeitsvolumen, festgelegt durch die Maße des Kanals plus das Volumen zwischen dem Kanalausgang und dem ersten Detektor

3.21

Totzeit-Peak

<Feldflussfraktionierung> ein im Fraktogramm auftretender Peak, der nicht zurückgehaltenen, typischerweise kleinen Probenkomponenten entspricht, die sich nicht im Gleichgewicht mit dem Trennfeld befinden

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Totzeit-Peak bewegt sich mit der durchschnittlichen Eluentengeschwindigkeit und eluiert vor zurückgehaltenen Komponenten.

Anmerkung 2 zum Begriff: Nicht zurückgehalten bezeichnet in diesem Zusammenhang Komponenten, die nicht durch das Feld getrennt werden und mit dem Totzeit-Peak eluieren. Nicht zurückgehalten hat bei herkömmlichen chromatographischen Trennungen auf Enthalpiebasis eine andere Bedeutung.

3.22

Totzeit

Zeit zwischen dem Beginn der Elution und der Erfassung des Totzeit-Peaks, festgelegt bei seiner maximalen Signalintensität

3.23

Retentionszeit

Zeit zwischen dem Beginn der Elution und der Erfassung eines Analytenpeaks, festgelegt bei seiner maximalen Signalintensität

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei einem Gaußschen Peak sind das Maximum und Peakmitte äquivalent.

3.24

Retentionsparameter

<Feldflussfraktionierung> dimensionsloser Parameter, gleich dem Verhältnis des Schwerpunktsabstands der Analytenzone (von der Akkumulationswand) zur Kanaldicke

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Maß für die Stärke der Wechselwirkung zwischen dem angelegten Feld und dem Analyten.

3.25

Retentionsverhältnis

<Feldflussfraktionierung> Verhältnis der mittleren Geschwindigkeit der Analytenzone zur mittleren Geschwindigkeit der mobilen Phase im Kanal während der Elution

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieses kann theoretisch berechnet oder empirisch aus dem Verhältnis der Retentionszeiten der Totzeit- und Analytenpeaks bestimmt werden und steht in direktem Zusammenhang mit dem Retentionsparameter.

3.26

Selektivität

<Feldflussfraktionierung> Maß für die Fähigkeit einer Methode, Analyten mit unterschiedlichem Diffusionskoeffizienten oder unterschiedlicher Größe zu trennen; empirisch die Steigung einer doppelt logarithmischen Auftragung des Diffusionskoeffizienten gegen das Retentionsverhältnis für Analyten bekannter Größe, wobei ein hoher Wert eine große Änderung der Retentionszeit bei einer geringen Variation der Analytengröße widerspiegelt

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei der zentrifugalen Feldflussfraktionierung hängt die Selektivität auch von der effektiven Masse ab, allerdings wird die empirische Beziehung in der gleichen Weise wie bei Asymmetrischer-Fluss-Feldflussfraktionierung definiert.

3.27

Auflösungsfaktor

Fraktionierungsvermögen

Verhältnis der Differenz der Retentionszeit zum Durchschnitt der Peakbreiten, gemessen als Halbwertsbreite für zwei benachbarte eluierende Analyten

Anmerkung 1 zum Begriff: Maß für den Grad der Trennung zwischen benachbarten oder überlappenden Peaks.

3.28

Bandenverbreiterung

Gesamtdispersion oder Erweiterung eines Analytenbandes, wenn der Analyt ein Trennsystem durchläuft

3.29

Zonenverbreiterung

<Feldflussfraktionierung> Verbreiterung der Breite der Probenzone während der Trennung im Kanal