
**Nanotechnologies — Analyse des
nano-objets par fractionnement par
couplage flux-force asymétrique et à
force centrifuge**

*Nanotechnologies — Analysis of nano-objects using asymmetrical-
flow and centrifugal field-flow fractionation*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 21362:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-
44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 21362:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles et abréviations	8
5 Principes de fonctionnement	10
5.1 Fractionnement par couplage flux-force — Généralités.....	10
5.2 Applications spécifiques selon le type de champ appliqué.....	11
5.2.1 Champ de flux.....	11
5.2.2 Champ centrifuge.....	13
6 Développement d'une méthode pour la technique AF4	15
6.1 Généralités.....	15
6.2 Spécifications de l'échantillon.....	16
6.3 Spécifications de la phase mobile.....	17
6.4 Fractionnement.....	18
6.4.1 Choix du canal et de la membrane.....	18
6.4.2 Injection et relaxation.....	20
6.4.3 Optimisation des conditions d'écoulement.....	21
6.4.4 Programme d'élution.....	21
6.4.5 Utilisation de la théorie de la FFF pour le choix des paramètres d'écoulement initiaux.....	22
7 Développement d'une méthode pour la technique CF3	22
7.1 Généralités.....	22
7.2 Choix de la phase mobile.....	22
7.3 Choix de l'intensité de champ.....	23
7.4 Programme de diminution du champ.....	23
7.5 Choix du débit du canal.....	24
7.6 Calcul du temps de relaxation.....	24
7.7 Calcul du retard à l'injection de l'échantillon.....	24
8 Analyse des nano-objets	24
8.1 Généralités.....	24
8.2 Analyse granulométrique en ligne.....	25
8.3 Analyse de concentration en ligne.....	27
8.3.1 Généralités.....	27
8.3.2 Méthodes d'évaluation de la concentration en masse.....	27
8.3.3 Méthodes d'évaluation de la concentration en nombre.....	28
8.4 Identification des matériaux ou composition des échantillons en ligne.....	29
8.5 Analyse en mode «hors ligne» (collecte de fractions).....	29
9 Qualification, critères de performance et incertitude de mesurage	30
9.1 Qualification du système et contrôle de la qualité.....	30
9.1.1 Qualification du système de base.....	30
9.1.2 Performance de focalisation.....	31
9.1.3 Débit de l'éluant.....	32
9.1.4 Champ de séparation.....	32
9.2 Critères de performance de la méthode.....	33
9.2.1 Recouvrement.....	33
9.2.2 Sélectivité.....	33
9.2.3 Rétention.....	33
9.2.4 Résolution.....	34
9.3 Précision de la méthode et incertitude de mesurage.....	34

10	Procédures générales de mesurage des échantillons	35
10.1	Généralités.....	35
10.2	Étalonnage du temps de rétention pour une analyse granulométrique en ligne.....	35
10.2.1	Étalonnage du canal AF4.....	35
10.2.2	Étalonnage du temps de rétention dans un système d'AF4 pour des mesurages granulométriques en ligne.....	36
10.3	Procédure générale de mesurage pour le système d'AF4.....	36
10.4	Procédure générale de mesurage pour le système de CF3.....	37
11	Rapport d'essai	37
11.1	Généralités.....	37
11.2	Appareillage et paramètres de mesurage.....	38
11.2.1	Spécifications relatives aux enregistrements/rapports pour le système d'AF4.....	38
11.2.2	Spécifications relatives aux enregistrements/rapports pour le système de CF3.....	39
11.3	Consignation des résultats d'essai.....	39
	Bibliographie	41

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 21362:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018>

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

Introduction

La capacité à isoler et analyser des populations diverses de nano-objets et leurs agglomérats ou agrégats, généralement en suspension dans des matrices complexes ou qui en sont extraits, est essentielle pour de nombreuses applications, de la mise au point de nouveaux matériaux, la nanofabrication, mais aussi la surveillance réglementaire et l'évaluation des risques environnementaux. De plus, la possibilité de caractériser ces analytes en réduisant autant que possible les impacts sur leur état naturel ou natif est indispensable. Les techniques disponibles pour atteindre de tels objectifs sont limitées, et bien que toutes les techniques présentent à la fois des avantages et des inconvénients, aucune en particulier n'est en soi adéquate ou adaptée à toutes les applications et à tous les matériaux possibles. Un groupe de techniques de séparation connexes, collectivement désignées sous le nom de fractionnement par couplage flux-force (FFF) et qui ont été proposées conceptuellement par J. Calvin Giddings en 1966^[1], se distingue par les nombreux avantages qu'il offre pour leurs utilisations avec les nanotechnologies. Dans les techniques de FFF, l'analyte, en suspension dans un milieu liquide, est fractionné par l'application d'un champ (par exemple un flux, un champ centrifuge, un champ électrique, un gradient thermique, un champ magnétique) perpendiculairement au sens d'écoulement de l'analyte et de la phase mobile qui est élue à travers un mince canal. La séparation se produit lorsque l'analyte réagit au champ appliqué, de sorte que les populations ayant différentes sensibilités de réponse atteignent des positions d'équilibre (autrement dit, qu'elles se trouvent en équilibre avec les forces de diffusion) plus ou moins hautes ou basses dans l'épaisseur du canal ou avec des profils de vitesse plus ou moins élevés de l'écoulement laminaire du canal, de manière à être élués différemment.

Parmi les variantes de la technique FFF, le système asymétrique de fractionnement par couplage flux-force (désigné dans la littérature par les abréviations AF4, A4F, AFFFF, AFFFF ou AsFFFF) et le fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge (abrégé en CF3, également appelé FFF de sédimentation et abrégé par SdFFF), sont disponibles dans le commerce et ont été largement adoptés dans le domaine de la nanotechnologie (pour des raisons de commodité et de simplicité, les abréviations AF4 et CF3 sont utilisées dans l'ensemble du présent document). La technique AF4 est incontestablement la plus polyvalente compte tenu de la grande diversité d'applications, de matériaux et de granulométries pour lesquels elle a été appliquée. La FFF symétrique (FFFF), technique initiale «de flux» décrite pour la première fois en 1976^[2], a été remplacée commercialement par la technique AF4, introduite en 1987^[3], en raison de plusieurs avantages, notamment une conception de canal simplifiée, la possibilité de visualiser l'échantillon à travers une paroi supérieure de canal transparente et une réduction de la largeur de bande des analytes. La théorie et l'application de la technique CF3, telle qu'elle est actuellement appliquée, a été décrite par Giddings et ses collaborateurs en 1974^[4], bien qu'un système FFF à force centrifuge ait été pour la première fois développé et soumis à essai de façon indépendante par Berg et Purcell en 1967^[5]. D'autres variantes de la technique FFF, notamment thermique, électrique et magnétique, offrent des fonctionnalités uniques, mais sont limitées dans l'étendue de leurs applications du point de vue de la nanotechnologie ou de leur disponibilité commerciale.

Alors que la FFF était, à ses débuts, essentiellement réservé aux spécialistes, ces instruments se sont démocratisés pour la caractérisation des nanoobjets et sont de plus en plus utilisés dans les laboratoires institutionnels, industriels et universitaires. Deux facteurs sous-tendent ce recours croissant à la nanotechnologie: la maturation de l'instrumentation commerciale et la polyvalence qui permet d'associer une grande diversité de détecteurs aux systèmes de FFF. Dans ce dernier cas, les récents développements ont conduit à l'utilisation de détecteurs élémentaires extrêmement sensibles (par exemple des spectromètres de masse à plasma à couplage inductif ou ICP-MS), qui offrent de meilleures capacités de caractérisation et de quantification pour de nombreux matériaux. En outre, les détecteurs classiques de concentration ou de taille, notamment la spectroscopie d'absorption UV-visible (UV-Vis), la fluorescence, la diffusion de la lumière multi-angles (MALS) et la diffusion dynamique de la lumière (DLS), produisent des données en ligne pour les populations à élution et fournissent en théorie des informations plus précises que celles pouvant être obtenues par des mesures hors ligne de systèmes polydisperses non fractionnés. Le temps de rétention mesuré d'un pic d'élution peut également être utilisé pour déterminer la taille hydrodynamique par la technique AF4 à partir de relations théoriques ou d'un étalonnage reposant sur un étalon de taille connue. La technique CF3 a la particularité de séparer rapidement les espèces de même taille mais de différentes densités.

Bien que les techniques FFF aient la capacité de séparer et caractériser des analytes sur une très vaste plage granulométrique, de 1 nm environ jusqu'à quelques dizaines de micromètres, le présent document se concentre principalement sur les matériaux à l'échelle nanométrique ainsi que sur leurs structures associées. Les principes fondamentaux sous-jacents, l'approche expérimentale et le matériel décrits ici peuvent être appliqués dans un domaine plus large.

Si la présente spécification inclut les schémas de détection en ligne les plus courants pour l'analyse des nano-objets, d'autres formes de détection moins communes ont été utilisées ou rapportées dans la littérature, notamment la réfractométrie différentielle (essentiellement utilisée pour l'analyse macromoléculaire), l'analyse de suivi de particules, la spectrométrie d'absorption atomique en four graphite, l'ICP-MS en mode analyse individuelle de particule et la diffusion des rayons X aux petits angles. Le nombre de détecteurs est appelé à croître avec l'émergence de nouvelles techniques et lorsque les techniques existantes sont modifiées et évaluées pour un couplage avec la FFF.

Afin de développer et valider les méthodes d'application de la FFF à l'analyse des nano-objets et de leurs agglomérats ou agrégats, et pour rendre compte correctement des résultats obtenus et des conditions expérimentales appliquées en vue de favoriser la reproductibilité entre les différents laboratoires, il est essentiel de spécifier les principaux paramètres à contrôler et exprimer. Ces paramètres englobent tous les aspects de la méthodologie FFF, y compris les échantillons/analytes, l'instrumentation, le fractionnement, l'étalonnage, la qualification, les spécifications de performances, l'incertitude de mesurage et l'analyse des données. Le présent document identifie les principaux paramètres et établit une approche générale du développement d'une méthode pour les techniques d'AF4 et de CF3.

Des références générales ainsi que d'autres publications consacrées aux descriptions théoriques et pratiques de la FFF et aux applications de l'AF4 et du CF3 aux nanotechnologies, peuvent être trouvées dans la Bibliographie [6] [18].

(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 21362:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 21362:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018>

Nanotechnologies — Analyse des nano-objets par fractionnement par couplage flux-force asymétrique et à force centrifuge

1 Domaine d'application

Le présent document identifie, dans le cadre d'un système de mesures intégrées, les paramètres et conditions nécessaires au développement et à la validation de méthodes pour l'application des systèmes de fractionnement par couplage flux-force asymétrique et à force centrifuge à l'analyse de nano-objets et de leurs agrégats et agglomérats en dispersion dans des milieux aqueux. Outre le fractionnement des composants, l'analyse peut porter sur la taille, la distribution granulométrique, la concentration et l'identification des matériaux à l'aide d'un ou plusieurs détecteurs appropriés. Le présent document fournit des lignes directrices et procédures générales pour l'application et spécifie les exigences de rapport minimales afin de reproduire une méthode et de rendre compte des aspects critiques.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO/TS 80004-1, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 1: Termes "coeur"*
ISO/TS 21362:2018

ISO/TS 80004-2, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 2: Nano-objets*
44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018

ISO/TS 80004-6, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 6: Caractérisation des nano-objets*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO/TS 80004-1, l'ISO/TS 80004-2 et l'ISO/TS 80004-6, ainsi que les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

3.1

nano-objet

portion discrète de matériau dont une, deux ou les trois dimensions externes sont à l'échelle nanométrique (de 1 nm to 100 nm environ)

Note 1 à l'article: Terme générique pour tous les objets discrets à l'échelle nanométrique.

[SOURCE: ISO/TS 80004-2:2015, 2.2, modifiée — Dans la définition, la mention «(de 1 nm à 100 nm environ)» a été ajoutée. La Note 1 à l'article a été modifiée.]

3.2 nanoparticule

nano-objet dont toutes les dimensions externes sont à l'échelle nanométrique et dont les longueurs du plus grand et du plus petit axes ne diffèrent pas significativement

Note 1 à l'article: Si les dimensions diffèrent de façon significative (généralement d'un facteur supérieur à 3), des termes tels que nanofibre ou nanofeuillet peuvent être préférés au terme nanoparticule.

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

3.3 fractionnement par couplage flux-force FFF

technique de séparation dans laquelle un champ est appliqué à une suspension liquide passant dans un canal étroit de manière à provoquer la séparation des particules présentes dans le liquide en fonction de leur différence de mobilité sous l'effet de la force exercée par le champ

Note 1 à l'article: Le champ peut être, par exemple, gravitationnel, centrifuge, un flux de liquide, un champ électrique ou magnétique.

Note 2 à l'article: L'utilisation d'un détecteur approprié, après ou pendant la séparation, permet la détermination de la taille des nano-objets ainsi que leur distribution de taille.

[SOURCE: ISO/TS 80004-6:2013, 4.4]

3.4 fractionnement par couplage flux-force asymétrique

technique de séparation qui utilise un champ d'écoulement transversal appliqué perpendiculairement au flux du canal pour obtenir une séparation en fonction du coefficient de diffusion ou de la taille des analytes

Note 1 à l'article: L'écoulement transversal se produit au moyen d'une paroi semi-perméable dans le canal (paroi d'accumulation), alors que l'écoulement transversal est nul sur une paroi opposée non perméable (déplétion).

Note 2 à l'article: Par comparaison, dans un écoulement symétrique, l'écoulement transversal pénètre à travers une paroi perméable (fritté) et sort à travers une paroi opposée semi-perméable, et est généré séparément du flux du canal.

Note 3 à l'article: Les nano-objets se fractionnent généralement selon le mode «normal», où la diffusion domine et où la plus petite espèce est éluée en premier. À l'échelle micrométrique, le mode de fractionnement dit «stérique/hyperlayer» est généralement dominant, avec l'espèce la plus grande qui est éluée en premier. Le passage du mode normal au mode stérique/hyperlayer peut être influencé par les propriétés des matériaux ou par les paramètres du mesurage et, par conséquent, il n'est pas définitivement identifié; cependant, cette transition peut être définie de façon explicite pour un ensemble donné de conditions expérimentales; en règle générale, celle-ci intervient sur une plage granulométrique approximativement comprise entre 0,5 µm et 2 µm.

Note 4 à l'article: En incluant à la fois le mode normal et le mode stérique/hyperlayer, la technique permet de séparer des particules couvrant une plage granulométrique d'environ 1 nm à 50 µm.

3.5 fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge

technique de séparation qui utilise un champ centrifuge appliqué perpendiculairement à un canal circulaire qui tourne autour de son axe pour obtenir une séparation des particules d'une granulométrie approximativement comprise entre 10 nm et 50 µm

Note 1 à l'article: La séparation est régie à la fois par la granulométrie et par la densité effective des particules.

Note 2 à l'article: La plage granulométrique applicable dépend de et est limitée par la densité effective des particules.

3.6 canal

<fractionnement par couplage flux-force> système semblable à un mince ruban, ayant un profil d'écoulement parabolique nécessaire pour permettre la séparation de particules grâce à un champ appliqué perpendiculairement au flux du canal

Note 1 à l'article: L'épaisseur du canal peut varier et est définie par l'insertion d'une entretoise.

Note 2 à l'article: Dans un système asymétrique de fractionnement par couplage flux-force, un canal trapézoïdal, généralement d'une largeur maximale d'environ 20 mm à 25 mm et d'une longueur d'environ 100 mm à 300 mm, est habituellement utilisé.

Note 3 à l'article: Dans un système asymétrique, une des surfaces du canal (paroi de déplétion) est solide (imperméable) et la surface opposée (paroi d'accumulation) se compose d'une membrane semi-perméable déposée sur un fritté poreux.

Note 4 à l'article: Dans un système de fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge, les parois interne et externe du canal circulaire sont toutes les deux solides (non poreuses) et le canal est incurvé. Un canal trapézoïdal, généralement d'une largeur maximale d'environ 10 mm à 20 mm et d'une longueur d'environ 300 mm à 550 mm, est habituellement utilisé.

3.7 entretoise

<fractionnement par couplage flux-force> mince film plastique présentant une découpe qui définit l'épaisseur et les dimensions latérales du canal

Note 1 à l'article: Des découpes trapézoïdales et rectangulaires sont généralement utilisées dans la technique de fractionnement par couplage flux-force asymétrique.

Note 2 à l'article: L'épaisseur typique des entretoises utilisées pour la séparation de nano-objets est comprise entre 190 µm et 500 µm.

ISO/TS 21362:2018

3.8

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018)

épaisseur du canal

[44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018)

<fractionnement par couplage flux-force> épaisseur nominale définie par l'entretoise

3.9 épaisseur effective du canal

<fractionnement par couplage flux-force> épaisseur due à la compressibilité ou au gonflement de la membrane semi-perméable sur la paroi d'accumulation, dont la valeur effective peut être différente de la valeur nominale pour une entretoise donnée et est déterminée à l'aide d'un analyte bien défini et de diffusivité connue dans les conditions d'essai

Note 1 à l'article: L'épaisseur effective du canal mesurée dépend d'autres facteurs, tels que les interactions entre l'analyte et la membrane ou la variabilité des méthodes de fabrication de l'entretoise.

3.10 paroi d'accumulation

surface d'un canal de fractionnement par couplage flux-force vers laquelle est forcé l'acheminement des composants d'échantillon sous l'effet du champ appliqué perpendiculairement au flux du canal

Note 1 à l'article: Dans un système de fractionnement par couplage flux-force asymétrique, la paroi d'accumulation est plane et se compose d'une membrane semi-perméable déposée sur un fritté poreux.

Note 2 à l'article: Dans un système de fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge, la paroi d'accumulation est imperméable et est située à une plus grande distance de l'axe de rotation par rapport à la paroi de déplétion. Dans le cas rare où les particules présentent une densité inférieure à celle du milieu aqueux, les parois de déplétion et d'accumulation sont inversées.

3.11 paroi de déplétion

surface d'un canal de fractionnement par couplage flux-force opposée à la paroi d'accumulation, dont la concentration de l'analyte diminue sous l'effet du mouvement de l'analyte en direction de la paroi d'accumulation grâce au champ appliqué

Note 1 à l'article: Dans un système asymétrique de fractionnement par couplage flux-force, la paroi de déplétion est plane et imperméable.

Note 2 à l'article: Dans un système de fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge, la paroi de déplétion est imperméable et incurvée, et se trouve plus près de l'axe de rotation par rapport à la paroi d'accumulation. Lorsque la densité effective des particules est inférieure à la densité du milieu, les parois de déplétion et d'accumulation sont inversées.

3.12 liquide porteur éluant

phase mobile

phase liquide utilisée pour obtenir la séparation et le transport des analytes

Note 1 à l'article: L'éluant ou la phase mobile peut contenir des sels, des tensioactifs et/ou d'autres constituants chimiques nécessaires pour optimiser la séparation et le recouvrement d'un analyte.

Note 2 à l'article: Dans le présent document, seules les phases aqueuses sont pertinentes, mais des solvants organiques peuvent également être utilisés sous réserve de compatibilité de l'équipement et du canal.

3.13 élution

<fractionnement par couplage flux-force> procédé au cours duquel les analytes contenus dans la phase mobile ou l'éluant sont transportés à travers le canal de fractionnement jusqu'à leur sortie

3.14 focalisation

<fractionnement par couplage flux-force asymétrique> procédé au cours duquel, pendant et après l'injection de l'échantillon, un contre-flux provenant des extrémités opposées du canal (entrée et sortie) est appliqué pour concentrer les composants d'échantillon dans une mince bande proche du port d'entrée et à proximité de la paroi d'accumulation

Note 1 à l'article: Cette étape est nécessaire pour réduire autant que possible l'élargissement de la bande et pour permettre aux composants d'atteindre une position d'équilibre (relaxation) à l'intérieur du canal.

Note 2 à l'article: Au cours de la focalisation, l'écoulement vers l'extérieur se produit uniquement à travers la membrane perméable sur la paroi d'accumulation.

3.15 relaxation

<fractionnement par couplage flux-force> procédé au cours duquel les composants d'un échantillon atteignent leur état d'équilibre par rapport aux forces opposées de diffusion et au cours duquel le champ appliqué est initié avant l'élution

Note 1 à l'article: Dans un système de fractionnement par couplage flux-force, il existe deux façons d'atteindre la relaxation: la relaxation normale après la focalisation et la technique dite du frit inlet ou la relaxation hydrodynamique.

Note 2 à l'article: Dans un système de fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge, la relaxation est obtenue par la méthode d'interruption de flux («stop-flow»).

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO/TS 21362:2018

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018)

[44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc4a1590-32f1-433c-8a2f-44fe112e55dd/iso-ts-21362-2018)

3.16**flux d'injection**

<fractionnement par couplage flux-force> flux qui conduit l'échantillon hors de la boucle d'injection et l'achemine dans le canal de fractionnement

Note 1 à l'article: Selon la conception de l'instrument, l'injection peut se produire par un port d'injection distinct ou à travers le port d'entrée du canal.

3.17**écoulement transversal**

<fractionnement par couplage flux-force> champ d'écoulement appliqué perpendiculairement au flux du canal pour obtenir une séparation des analytes

Note 1 à l'article: Dans un système asymétrique de fractionnement par couplage flux-force, l'écoulement transversal est créé par une pression différentielle à travers une membrane perméable sur la paroi d'accumulation, ce qui entraîne une force descendante qui augmente proportionnellement à la distance par rapport à la paroi d'accumulation.

Note 2 à l'article: L'écoulement transversal est obtenu au moyen d'un régulateur de débit associé à une pompe unique ou par l'utilisation d'une deuxième pompe dédiée.

3.18**flux à l'entrée du canal**

<fractionnement par couplage flux-force> éluant qui pénètre dans le canal par l'avant (en amont)

Note 1 à l'article: Dans un système asymétrique de fractionnement par couplage flux-force, le flux à l'entrée est réparti entre l'écoulement transversal et le flux du canal pendant l'éluion.

3.19**flux du canal**

<fractionnement par couplage flux-force> flux de l'éluant à travers le canal

Note 1 à l'article: Le flux dans le canal équivaut généralement au flux de l'éluant qui sort du canal et qui pénètre dans les détecteurs dans des conditions expérimentales données, mais il peut différer en cas de division du flux en sortie du canal.

Note 2 à l'article: Dans un système asymétrique de fractionnement par couplage flux-force, la perte de fluide à travers la paroi d'accumulation perméable entraîne une diminution linéaire de la vitesse d'écoulement dans le canal. Ce gradient peut être compensé au moyen d'une conception de canal trapézoïdale dans laquelle la largeur du canal diminue vers la sortie.

3.20**volume mort**

<fractionnement par couplage flux-force> volume de fluide défini par les dimensions du canal auxquelles s'ajoute le volume entre la sortie du canal et le premier détecteur

3.21**pic au volume mort**

<fractionnement par couplage flux-force> pic observé sur le fractogramme, qui correspond à des composants d'échantillon non retenus, généralement de petites dimensions, qui n'ont pas atteint l'état d'équilibre avec le champ de séparation

Note 1 à l'article: Le pic au volume mort suit la vitesse moyenne de l'éluant et est élué avant les composants retenus.

Note 2 à l'article: Dans ce contexte, «non retenu» renvoie aux composants qui ne sont pas séparés par le champ et qui sont élués avec le pic au volume mort. Cette notion a une signification différente dans les séparations chromatographiques traditionnelles basées sur l'enthalpie.

3.22**temps mort**

temps s'écoulant entre le début de l'éluion et la détection d'un pic au volume mort défini par son maximum d'intensité du signal de détection

3.23

temps de rétention

temps s'écoulant entre le début de l'élution et la détection d'un pic d'analyte défini à son maximum d'intensité du signal de détection

Note 1 à l'article: Dans le cas d'un pic gaussien, la valeur maximale équivaut au centre du pic.

3.24

paramètre de rétention

<fractionnement par couplage flux-force> paramètre sans dimension égal au rapport entre la distance au centre de gravité de la zone de l'analyte (par rapport à la paroi d'accumulation) et l'épaisseur du canal

Note 1 à l'article: Mesure de la force d'interaction entre le champ appliqué et l'analyte.

3.25

rapport de rétention

<fractionnement par couplage flux-force> rapport entre la vitesse moyenne de l'analyte dans la zone et la vitesse moyenne de la phase mobile dans le canal pendant l'élution

Note 1 à l'article: Ce rapport peut être calculé par des moyens théoriques ou être déterminé de façon empirique à partir du rapport des temps de rétention associés au pic au volume mort et au pic de l'analyte, et est directement associé au paramètre de rétention.

3.26

sélectivité

<fractionnement par couplage flux-force> mesure l'aptitude d'une méthode à séparer des analytes ayant des granulométries ou des coefficients de diffusion différents; de façon empirique, grâce à la pente déterminée à partir d'une courbe bilogarithmique du coefficient de diffusion en fonction du rapport de rétention d'analytes de tailles connues, et dans laquelle une valeur élevée représente une variation importante du temps de rétention avec une faible variation de la taille des analytes

Note 1 à l'article: Dans un système de fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge, la sélectivité dépend également de la masse effective, mais la relation empirique est définie de la même manière que pour le système asymétrique de fractionnement par couplage flux-force.

3.27

facteur de résolution

pouvoir de fractionnement

rapport entre la différence des temps de rétention et la moyenne des largeurs à mi-hauteur mesurées des pics voisins pour deux analytes élués

Note 1 à l'article: Mesure du degré de séparation entre des pics voisins ou se chevauchant (co-élués).

3.28

élargissement de la bande

dispersion ou élargissement global(e) d'une bande d'analyte lorsque l'analyte traverse un système de séparation

3.29

élargissement de la zone

<fractionnement par couplage flux-force> élargissement de la largeur de la zone de l'échantillon pendant la séparation dans le canal

3.30 mode (d'élution) normal mode brownien

<fractionnement par couplage flux-force> mode d'élution dans lequel la diffusion est la force opposée dominante sur la force perpendiculaire appliquée (par exemple flux perpendiculaire ou force centrifuge), entraînant une migration relativement plus rapide des plus petites particules à travers le canal en raison de leur position dans les profils de vitesse élevés du flux laminaire, ainsi qu'une séquence d'élution où les plus petites particules sont éluées avant les plus grosses particules

Note 1 à l'article: Toutes les nanoparticules sont sujettes à un mode d'élution normal ou brownien qui domine pour les diamètres de particules inférieurs à environ 0,5 µm; les nano-objets ayant au moins une dimension supérieure à 0,5 µm peuvent être sujets à une élution en mode stérique/hyperlayer. La limite supérieure pour l'élution en mode normal n'est pas bien définie et dépend à la fois de facteurs liés aux matériaux et au mesurage.

Note 2 à l'article: Pour un système de fractionnement par couplage flux-force par force centrifuge, la séquence d'élution indiquée prend pour hypothèse que toutes les particules possèdent la même densité; pour des particules ayant une granulométrie et une densité différentes, il est possible d'inverser la séquence d'élution.

3.31 mode (d'élution) stérique lift hyperlayer

<fractionnement par couplage flux-force> élution dans laquelle les forces de diffusion sont négligeables et où le mouvement des particules dû à la force perpendiculaire appliquée (par exemple par flux perpendiculaire ou par force centrifuge) est essentiellement ralenti par la résistance de la paroi d'accumulation elle-même, entraînant une inversion de la séquence d'élution comparativement au mode normal

Note 1 à l'article: Les effets stériques se produisent lorsque des particules de plus grandes dimensions forment des couches au niveau de la paroi d'accumulation qui, en moyenne, se situent sur des profils de vitesse plus élevés du profil d'écoulement parabolique du canal. En conséquence, les plus grosses particules migreront plus rapidement que les particules de plus petite taille. L'effet «hyperlayer» ou «lift hyperlayer» se produit lorsque les particules forment de minces couches (se prolongeant au-delà) sur la paroi d'accumulation en raison des effets hydrodynamiques, les plus grosses particules étant surélevées par rapport aux particules de plus petite taille, entraînant ainsi leur migration plus rapide. Le mode stérique et le mode «lift hyperlayer» étant étroitement corrélés, formant un continuum et produisant un comportement d'élution similaire, les deux concepts sont généralement confondus.

Note 2 à l'article: La limite inférieure de l'élution en mode stérique/hyperlayer est mal définie et peut dépendre à la fois de facteurs liés aux matériaux et au mesurage, tels que l'épaisseur du canal et le débit ou l'intensité du champ appliqué. En règle générale, les particules ayant un diamètre effectif supérieur à 1 µm environ sont sujettes à une élution stérique-hyperlayer, mais le début des effets du mode stérique-hyperlayer peut apparaître sur une plage approximativement comprise entre 0,5 µm et 2 µm. La transition peut être déterminée par des moyens expérimentaux pour un ensemble de conditions donné.

3.32 fractogramme

<fractionnement par couplage flux-force> représentation graphique en deux dimensions des données expérimentales, d'un ou de plusieurs signaux de détecteurs généralement représentés sur l'axe des ordonnées tandis que le temps de rétention est représenté sur l'axe des abscisses

Note 1 à l'article: Cela équivaut à un chromatogramme en chromatographie classique.

3.33 recouvrement

<fractionnement par couplage flux-force> rapport entre la masse éluée au cours du fractionnement et la masse initiale injectée, exprimé en pourcentage

Note 1 à l'article: Déterminé par des méthodes expérimentales à l'aide d'un détecteur approprié sensible à la masse, soit en mode hors ligne (directement mesuré dans l'échantillon avant l'injection et après la collecte du pic d'élution), soit directement en ligne au cours de l'élution (en comparant les zones de pic obtenues avec et sans application du champ de force).