



Spécification technique

ISO/TS 19590

Nanotechnologies — Caractérisation des nano-objets par spectrométrie de masse à plasma induit en mode particule unique

*Nanotechnologies — Characterization of nano-objects using
single particle inductively coupled plasma mass spectrometry*

**Deuxième édition
2024-08**

iteh Standards
ards.iteh.ai)
Document Preview

[ISO/TS 19590:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/t92b1c1a-7786-405c-9d4e-beaf8a771283/iso-ts-19590-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/t92b1c1a-7786-405c-9d4e-beaf8a771283/iso-ts-19590-2024>

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO/TS 19590:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/t92b1c1a-7786-405c-9d4e-beaf8a771283/iso-ts-19590-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/t92b1c1a-7786-405c-9d4e-beaf8a771283/iso-ts-19590-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire	Page
Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Abréviations	3
5 Principe de fonctionnement	4
5.1 Introduction de la spICP-MS	4
5.2 Méthodes d'étalonnage dépendant du matériau de référence	7
5.2.1 Méthode basée sur la fréquence des particules	7
5.2.2 Méthode basée sur la taille des particules	8
5.3 Méthodes d'étalonnage sans matériau de référence	9
5.3.1 Méthode du débit massique dynamique	9
5.3.2 Méthode d'étalonnage par microgouttelettes	11
5.4 Détermination de la concentration en nombre de particules	14
5.5 Détermination de la masse des particules et du diamètre sphérique équivalent correspondant	15
5.6 Fraction dissoute d'un élément	17
5.7 Analyse multi-isotopique et multi-élémentaire	18
5.8 Traitement des données	18
6 Développement de la méthode	20
6.1 Spécification des échantillons	20
6.2 Préparation des échantillons	21
6.2.1 Suspensions aqueuses et pâtes	22
6.2.2 Suspensions non aqueuses et crèmes	22
6.2.3 Poudres	23
6.2.4 Matières solides de plus grande taille	23
6.3 Sélection des matériaux de référence, des matériaux de contrôle de la qualité et des matériaux d'essai représentatifs	23
6.4 Optimisation des conditions de fonctionnement de l'ICP-MS	24
7 Qualification, critères de performance et incertitude de mesure	25
7.1 Applicabilité de la spICP-MS	25
7.2 Qualification du système et contrôle de la qualité	26
7.3 Critères de performance de la méthode	26
7.3.1 Concentration en nombre de particules	26
7.3.2 Masse des particules et diamètre sphérique équivalent	27
7.4 Fidélité de la méthode et incertitude de mesure	27
8 Mode opératoire général de mesure	28
9 Rapport d'essai	28
9.1 Appareillage et paramètres de mesure	28
9.2 Rapports sur les résultats d'essai	28
Bibliographie	30

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevet.

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 352, *Nanotechnologies* du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition remplace et annule la première édition (ISO/TS 19590:2017), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes :

- réorganisation générale ;
- enrichissement du texte concernant la méthode d'essai ;
- intégration d'aspects liés à la fidélité de la méthode et à l'incertitude de mesure ;
- mise à jour des références normatives et bibliographiques.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Après l'introduction de la spectrométrie de masse à plasma induit en mode particule unique (spICP-MS) par Degueldre en 2003,^[1] cette technique a de plus en plus été utilisée pour la caractérisation des nano-objets en raison de sa haute sensibilité, de sa spécificité vis-à-vis des éléments, du fait qu'elle nécessite souvent une préparation minimale des échantillons et du développement d'une instrumentation nettement améliorée, ainsi que des logiciels d'analyse de données conviviaux.

En spICP-MS, une suspension fortement diluée contenant des nano-objets est introduite en continu dans un système ICP-MS afin que le nuage d'ions, provenant d'une particule à la fois, arrive sur le détecteur réglé pour acquérir des données avec une résolution temporelle (c'est-à-dire une durée d'acquisition) élevée. Après la nébulisation, une fraction des nano-objets entre dans le plasma où ils sont atomisés et où chaque atome est ionisé. Chaque particule atomisée entraîne un nuage d'ions qui est ensuite échantillonné par le spectromètre de masse. Le spectromètre de masse peut être paramétré par l'utilisateur de façon à mesurer tout élément spécifique. En général, une seule valeur masse/charge par particule unique sera suivie avec une instrumentation MS quadripolaire. Cependant, la technique peut également être employée avec des spectromètres de masse à temps de vol (TOF), ce qui permet une détection multi-élément et multi-isotope simultanée.

Le nombre d'événements détectés à chaque passe (balayage temporel) est directement proportionnel au nombre de nano-objets dans la suspension introduite, mais nécessite un étalonnage de l'efficacité du transport des ions afin de calculer la concentration en nombre de particules. Le présent document détaille plusieurs approches possibles pour mesurer l'efficacité du transport. L'intensité du signal mesuré est directement proportionnelle à la masse de l'élément mesuré dans le nano-objet, qui peut être déterminée après un étalonnage approprié du facteur de réponse de l'instrument, également décrit dans le présent document. Pour les particules dont la géométrie, la composition et la densité sont connues, la masse peut être associée à la taille des particules. La majorité des logiciels d'analyse de données actuellement disponibles dans le commerce présume une géométrie sphérique ; le diamètre des particules est proportionnel à la racine cubique de la masse du ou des éléments dans un nano-objet sphérique. En plus de la caractérisation des nano-objets par spICP-MS, les concentrations massiques d'éléments dissous présents dans un même échantillon peuvent également être déterminées à partir des mêmes données, si la séparation entre la fraction dissoute et la fraction particulaire est satisfaisante. Cette possibilité constitue l'un des principaux atouts de cette technique.

ISO/TS 19590:2024

Initialement, la spICP-MS était principalement réservée aux laboratoires spécialisés, mais les récents développements des matériels et des logiciels disponibles dans le commerce ont permis d'étendre l'utilisation de cette technique et de la rendre de plus en plus populaire pour l'analyse en routine à haut débit ainsi que pour les mesurages de référence de grande exactitude.

Pour de plus amples informations sur la spICP-MS, se reporter à l'ISO/TS 24672 et aux références^{[1],[2],[3],[4]} et^[5].

Nanotechnologies — Caractérisation des nano-objets par spectrométrie de masse à plasma induit en mode particule unique

1 Domaine d'application

Le présent document décrit les paramètres, conditions et autres aspects à prendre en compte pour la détection, la caractérisation et la quantification fiables des nano-objets en suspension aqueuse par spICP-MS.

La concentration en nombre de particules, la masse des particules, la concentration massique des particules, le diamètre sphérique équivalent des particules et la distribution granulométrique en nombre sont considérés comme les principaux mesurandes, mais la technique permet également de déterminer la fraction massique d'un élément dissout dans l'échantillon. Le présent document fournit des lignes directrices générales et des modes opératoires liés à l'application de la spICP-MS, et spécifie les exigences minimales en matière de rapport.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 18115-1, *Analyse chimique des surfaces — Vocabulaire — Partie 1: Termes généraux et termes utilisés en spectroscopie*

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

ISO/TS 80004-8, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 8: Processus de nanofabrication*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO/TS 80004-6, de l'ISO/TS 80004-8 et de l'ISO 18115-1 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 :

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

3.1 nano-objet

portion discrète de matériau dont une, deux ou les trois dimensions externes sont à l'échelle nanométrique

[SOURCE: : ISO 80004-1:2023, 3.1.5]

3.2 échelle nanométrique

échelle de longueur s'étendant approximativement de 1 nm à 100 nm

[SOURCE: : ISO 80004-1:2023, 3.1.1]

3.3

particule

minuscule portion de matière avec des limites physiques bien définies

Note 1 à l'article: Une limite physique peut également être décrite sous la forme d'une interface.

Note 2 à l'article: Cette définition générale de « particule » s'applique également aux nano-objets.

[SOURCE: : ISO 80004-1:2023, 3.2.1]

3.4

nanoparticule

NP

nano-objet dont les dimensions externes sont à l'échelle nanométrique

Note 1 à l'article: Si les dimensions diffèrent de façon significative (généralement d'un facteur supérieur à trois), des termes tels que « nanofibre » ou « nanoplaque » sont préférables au terme nanoparticule.

[SOURCE: : ISO 80004-1:2023, 3.3.4]

3.5

agglomérat

ensemble de particules faiblement ou moyennement liées, dont l'aire de la surface externe résultante est similaire à la somme des aires de surface de chacun des composants

Note 1 à l'article: Les forces assurant la cohésion d'un agglomérat sont faibles, par exemple des forces de Van der Waals ou des forces résultant d'un simple enchevêtrement physique.

Note 2 à l'article: Les agglomérats sont également appelés particules secondaires et les particules sources initiales sont appelées particules primaires.

[SOURCE: : ISO 26824:2022, 3.1.2]

3.6

agrégat

particule composée de particules fortement liées ou fusionnées, dont l'aire de la surface externe résultante est significativement plus petite que la somme des aires de surface de chacun des composants

Note 1 à l'article: Les forces assurant la cohésion d'un agrégat sont puissantes, par exemple des liaisons covalentes ou ioniques, ou des forces résultant d'un frittage ou d'un enchevêtrement physique complexe.

Note 2 à l'article: Les agrégats sont également appelés particules secondaires et les particules sources initiales sont appelées particules primaires.

[SOURCE: : ISO 26824:2022, 3.1.3, modifié — La Note 1 à l'article a été adaptée.]

3.7

spICP-MS

spectrométrie de masse à plasma induit en mode particule unique

méthode utilisant la spectrométrie de masse à plasma induit dans laquelle une suspension diluée de nano-objets est analysée et les signaux ICP-MS sont collectés avec une résolution temporelle élevée, ce qui permet d'effectuer une détection des éléments particule par particule à des pics de masse et des concentrations en nombre spécifiques, et de déterminer la taille et la distribution granulométrique

3.8

durée d'acquisition

temps pendant lequel le détecteur ICP-MS accumule un signal correspondant à une lecture individuelle pendant le balayage temporel

Note 1 à l'article: À la suite de l'intégration, le nombre total de comptages d'ions par durée d'acquisition est enregistré sous la forme d'un seul point de données, exprimé en comptages ou en comptages par seconde.

3.9

efficacité du transport

rapport des événements de particules détectés sur les particules introduites

Note 1 à l'article: Selon la combinaison solvant/analyte utilisée, l'efficacité du transport peut être considérée égale à l'efficacité de la nébulisation.

3.10

efficacité de la nébulisation

rapport de la quantité d'échantillon nébulisé atteignant le plasma sur la quantité d'échantillon introduit

Note 1 à l'article: Ce terme est souvent utilisé de façon interchangeable avec « efficacité du transport ».

3.11

balayage temporel

temps d'acquisition total

durée d'un mesurage répété

Note 1 à l'article: Cette durée est généralement fixée à 1 min, mais elle peut être étendue à quelques minutes afin d'augmenter le nombre d'événements de particules enregistrés.

3.12

événement

intensité de signal enregistrée par le spectromètre de masse, due au nuage d'ions émis par une particule unique, un agrégat ou un agglomérat

3.13

BED

diamètre de fond équivalent

diamètre sphérique équivalent de la plus petite particule qui peut être détectée par spICP-MS

Note 1 à l'article: En présumant que la géométrie est sphérique, pour les particules de composition chimique et de densité connues, le diamètre de fond équivalent correspondant peut être calculé (voir 5.3) à partir de la masse de la plus petite particule détectable par spICP-MS, qui est à son tour déterminée par la sensibilité de l'instrument ainsi qu'avec le signal de fond, pendant une durée d'acquisition donnée.

3.14

concentration en nombre de particules

nombre de particules dans la masse spécifique d'une suspension

Note 1 à l'article: La concentration en nombre de particules est généralement exprimée en g^{-1} ou kg^{-1} .

Note 2 à l'article: Elle peut également être exprimée par volume (par exemple L^{-1}).

Note 3 à l'article: Pour convertir entre les unités, la densité de la suspension doit être déterminée.

3.15

m/z

rapport masse/charge

valeur absolue positive de la grandeur formée en divisant la masse d'un ion par l'unité de masse atomique unifiée et par son nombre de charges

[SOURCE: : ISO 18115-1:2023, 20.1]

4 Abréviations

Pour les besoins du présent document, les symboles et abréviations suivants s'appliquent.

BIPM CCQM	Bureau International des Poids et Mesures - Comité consultatif pour la quantité de matière : métrologie en chimie et biologie
DI	instituts délégués (Delegated Institutes)
DMF	débit massique dynamique (Dynamic Mass Flow)
EM	multiplicateur d'électrons (Electron-Multiplier)
ICP-MS	spectrométrie de masse à plasma induit (Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry)
ILC	comparaison interlaboratoires (InterLaboratory Comparison)
INM	institut national de métrologie
IS	étalonnage interne (Internal Standardization)
LD	limite de détection
LQ	limite de quantification
LQS	limite de quantification supérieure
LQS _{taille}	limite de quantification supérieure de la taille
MCQ	matériaux de contrôle de la qualité
MER	matériau d'essai représentatif
MET	microscopie électronique à transmission
MR	matériaux de référence
PHD	distribution d'amplitude des impulsions (Pulse-Height Distribution)
PTA	analyse par traçage des particules (Particle Tracking Analysis)
Q-MS	spectromètres de masse quadripolaires (Quadrupole Mass Spectrometers)
SF-MS	spectromètre de masse à secteur magnétique (Sector-Field Mass Spectrometers)
TDV	temps de vol
TE	efficacité du transport (Transport Efficiency)
TRA	analyse à résolution temporelle (Time Resolved Analysis)
VAMAS	projet Versailles sur les matériaux et normes avancés (Versailles project on Advanced Materials And Standards)

5 Principe de fonctionnement

5.1 Introduction de la spICP-MS

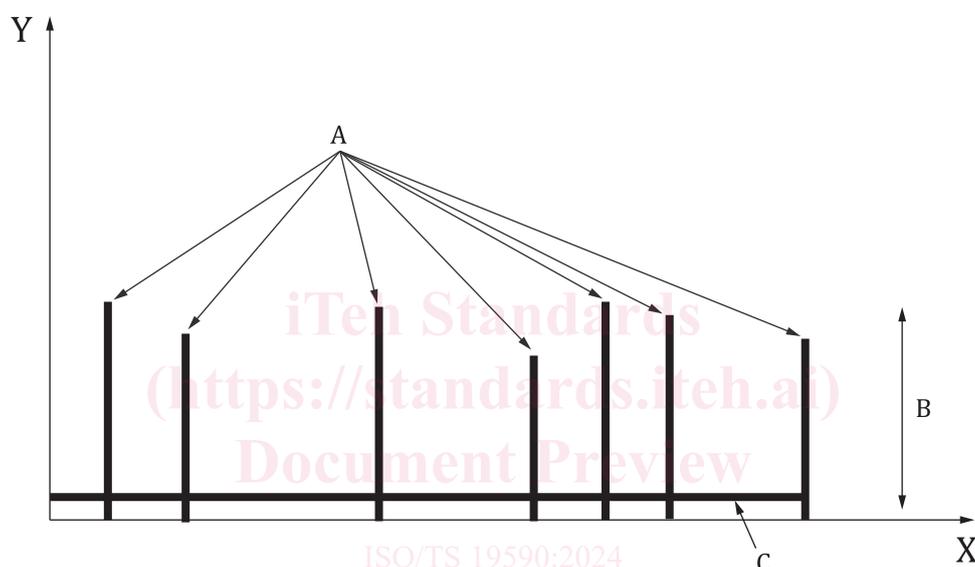
Depuis l'introduction de la spICP-MS par Degueldre en 2003,^[1] cette technique a de plus en plus gagné en popularité pour l'analyse des nanoparticules en raison de sa haute sensibilité, de sa spécificité vis-à-vis des éléments, de sa préparation d'échantillons souvent minimale et du développement d'une instrumentation nettement améliorée avec une acquisition rapide et continue des données et un logiciel capable de gérer la grande quantité de données produites lors des analyses par spICP-MS^[2].

En spICP-MS, une suspension de particules très diluée est introduite dans l'instrument afin de limiter le plus possible la possibilité de détecter plusieurs particules dans un seul événement (2 ou 3 particules, par exemple). Le plasma induit atomise et ionise l'analyte constitutif, en générant durant quelques centaines de microsecondes des impulsions discrètes d'ions au-dessus du signal de fond continu à un rapport masse/charge (m/z) correspondant. Si le détecteur du MS est réglé pour acquérir des données avec des durées d'acquisition dans la plage allant de la microseconde jusqu'à quelques millisecondes, des événements de particules individuels, dits « uniques » (pics d'intensité de signal), peuvent être détectés.

Le nombre d'événements détectés dans chaque fenêtre d'analyse (balayage temporel) est directement proportionnel au nombre de nano-objets en suspension introduits dans l'ICP-MS, alors que l'intensité du signal mesuré est directement proportionnelle à la masse de l'élément mesuré dans le nano-objet.

NOTE 1 Les particules individuelles ainsi que les agrégats sont comptés comme des objets uniques et, dans certains cas, il peut être difficile de déterminer les deux.

De plus, les concentrations massiques de la fraction d'élément dissoute présente dans l'échantillon à côté des nano-objets peuvent être déterminées à partir des mêmes données, comme le montre la [Figure 1](#).



<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/192b1c1a-7786-405c-9d4e-beaf8a771283/iso-ts-19590-2024>

Légende

- X temps
- Y intensité de l'événement, comptages
- A concentration en nombre de particules
- B masse d'élément par particule (~ taille)
- C fraction dissoute

Figure 1 — Principe de mesure de la spICP-MS

Le nombre d'événements détectés pendant le balayage temporel est lié à la concentration en nombre de particules, tandis que leur intensité est liée à la masse d'élément dans les particules, qui peut à son tour être convertie en taille de particule. Un élément dissous apparaît sous la forme d'un signal de fond constant.

Cependant, pour obtenir des valeurs précises de concentration en nombre de particules et de taille en spICP-MS, il est nécessaire d'établir la fraction des nano-objets acquis qui est réellement détectée sous forme d'événements de particules. Il s'agit d'un paramètre clé de l'analyse par spICP-MS, appelé efficacité du transport ($\eta_{transport}$). Les termes « efficacité du transport » et « efficacité de nébulisation » sont souvent

utilisés de façon interchangeable et sont liés aux processus d'introduction et de nébulisation des échantillons en spectrométrie atomique.

NOTE 2 Tharaud et al.^[3] suggèrent que l'efficacité du transport est une combinaison des efficacités de nébulisation et de transmission. De ce point de vue, l'efficacité de nébulisation est la quantité de liquide introduit réellement convertie en brouillard et atteignant le plasma (c'est-à-dire 100 % dans le cas d'un nébuliseur à consommation totale), alors que l'efficacité de transmission correspond à la proportion dans laquelle ce brouillard atteint effectivement le détecteur (c'est-à-dire après avoir été désolvaté, vaporisé, atomisé, ionisé, avoir traversé le spectromètre de masse et avoir été collecté sur le détecteur d'ions après séparation des masses). Cependant, la problématique des différentes ionisation, extraction, transmission et détection des particules en fonction des éléments dissous peut également être traitée d'une autre manière par une approche d'étalonnage^[4], où l'efficacité de ces processus est incluse dans une efficacité de détection (K_{ICP-MS}) d'après la [Formule \(1\)](#) :

$$Y_R = K_R X^M = K_{intro} K_{ICP-MS} K_M X^M \quad (1)$$

où

- K_R est la sensibilité d'analyse obtenue à partir d'un étalonnage conventionnel de Y_R en fonction de X^M (intensité du signal en cps par rapport à la concentration massique de l'élément) ;
- $K_{intro} (= \eta Q_{sam})$ est un facteur lié à l'introduction de l'échantillon ;
- η est l'efficacité de nébulisation de l'analyte ;
- Q_{sam} est le débit d'introduction des échantillons ;
- K_{ICP-MS} est l'efficacité de détection, qui représente le rapport entre le nombre d'ions détectés et le nombre d'atomes d'analyte de l'isotope mesuré introduits dans l'ICP ;
- K_M est un facteur lié à l'élément mesuré, incluant l'abondance atomique de l'isotope considéré, le nombre d'Avogadro et la masse atomique de l'élément.

Il est important de souligner que les méthodes de spICP-MS ne diffèrent pas des autres méthodes d'analyse quantitatives basées sur l'étalonnage et l'emploi d'étalons. Qui plus est, la concentration en nombre de particules ou la taille des particules peuvent être obtenues par étalonnage direct à l'aide de matériaux de référence (MR) respectivement caractérisés pour la concentration en nombre de particules ou la taille.

Avec les systèmes classiques d'introduction d'échantillons (c'est-à-dire un nébuliseur pneumatique et une chambre de pulvérisation cyclonique ou à double passage), selon le fabricant de l'instrument, l'efficacité du transport, $\eta_{transport}$ attendue est comprise entre 1 % et 15 %. Cependant, des systèmes d'introduction plus efficaces sont maintenant disponibles, tels que des systèmes d'introduction d'échantillons à consommation totale, des nébuliseurs à injection directe, des nébuliseurs à haut rendement à injection directe démontables et des systèmes d'introduction à cellule unique. Ils peuvent être utilisés pour atteindre des efficacités de transport allant jusqu'à 100 %. Il convient toutefois de déterminer les paramètres d'efficacité du transport pour les systèmes d'introduction d'échantillons à fois normalisés et à forte consommation, afin de garantir une caractérisation fiable des nano-objets.

Deux des approches les plus souvent utilisées pour calculer l'efficacité du transport sont les méthodes basées sur la fréquence des particules et sur la taille des particules. Ces deux approches reposent sur l'utilisation de MR de nanoparticules. Étant donné que le nombre de MR disponibles dans le commerce est limité (voir [Tableau 2](#)), les récents efforts de recherche se sont concentrés sur le développement d'approches sans MR pour déterminer l'efficacité du transport, telles que les méthodes à débit massique dynamique (DMF) et des microgouttelettes. Ces méthodes peuvent être utilisées pour caractériser des MR, des matériaux d'essai représentatifs (MER) ou des matériaux de contrôle de la qualité (MCQ) en interne pour la concentration en nombre de particules, entre autres techniques, telles que la microscopie électronique qui peut être utilisée pour caractériser la taille des particules.