



**Norme
internationale**

ISO 21362

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

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

**Première édition
2026-02**

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2026

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	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	11
5.1 Fractionnement par couplage flux-force (FFF) — Généralités	11
5.2 Applications spécifiques selon le type de champ appliqué	12
5.2.1 Champ d'écoulement	12
5.2.2 Champ centrifuge	14
6 Développement de la méthode de fractionnement par couplage flux-force asymétrique (AF4)	16
6.1 Généralités	16
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	21
6.4.3 Optimisation des conditions d'écoulement	21
6.4.4 Programme d'éluion	22
6.4.5 Utilisation de la théorie du fractionnement par couplage flux-force (FFF) pour le choix des paramètres d'écoulement initiaux	23
7 Développement de la méthode de fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge (CF3)	23
7.1 Généralités	23
7.2 Choix de la phase mobile	23
7.3 Choix de l'intensité de champ	24
7.4 Programme de diminution du champ	24
7.5 Choix du débit du canal	25
7.6 Calcul du temps de relaxation	25
7.7 Calcul du retard à l'injection de l'échantillon	25
7.8 Utilisation de la théorie du fractionnement par couplage flux-force (FFF) pour le choix des paramètres initiaux	25
8 Analyse des nano-objets	26
8.1 Généralités	26
8.2 Analyse granulométrique en ligne	26
8.3 Analyse de concentration en ligne	28
8.3.1 Généralités	28
8.3.2 Méthodes basées sur la masse	28
8.3.3 Méthodes basées sur le nombre	29
8.4 Identification des matériaux ou composition des échantillons en ligne	30
8.5 Analyse en mode «hors ligne» (collecte de fractions)	31
8.6 Méthodes alternatives et émergentes	31
9 Qualification, critères de performance et incertitude de mesure	32
9.1 Qualification du système et contrôle de la qualité	32
9.1.1 Qualification du système de base	32
9.1.2 Performances de focalisation	33
9.1.3 Débit de l'éluant	34
9.1.4 Champ de séparation	34
9.2 Critères de performance de la méthode	34

ISO 21362:2026(fr)

9.2.1	Recouvrement.....	34
9.2.2	Sélectivité.....	35
9.2.3	Rapport de rétention.....	35
9.2.4	Résolution.....	36
9.3	Précision de la méthode et incertitude de mesure.....	36
10	Procédures générales de mesure des échantillons.....	37
10.1	Introduction.....	37
10.2	Étalonnage du temps de rétention pour une analyse granulométrique en ligne.....	37
10.2.1	Étalonnage du canal de fractionnement par couplage flux-force asymétrique (AF4).....	37
10.2.2	Étalonnage du temps de rétention de fractionnement par couplage flux-force asymétrique (AF4) pour les mesurages granulométriques en ligne.....	38
10.3	Procédure générale de mesure par fractionnement par couplage flux-force asymétrique (AF4).....	38
10.4	Procédure générale de mesure par fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge (CF3).....	39
11	Rapport d'essai.....	40
11.1	Généralités.....	40
11.2	Appareillage et paramètres de mesure.....	40
11.2.1	Spécifications d'enregistrement et de rapport pour le fractionnement par couplage flux-force asymétrique (AF4).....	40
11.2.2	Spécifications d'enregistrement et de rapport pour le fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge (CF3).....	41
11.3	Rapport d'essai.....	42
Annexe A (informative) Résumé d'une comparaison interlaboratoires.....		44
Bibliographie.....		61

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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 tout ou partie 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 conjointement par le comité technique ISO/TC 229, *Nanotechnologies* et le comité technique IEC/TC 113, *Nanotechnologies relatives aux appareils et systèmes électrotechnologiques*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 352, *Nanotechnologie*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne). Le présent projet de document a été mis en circulation auprès des organismes nationaux de l'ISO et de l'IEC en vue d'un vote.

Cette première édition annule et remplace l'ISO/TS 21362:2018, qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- ajout de [paragraphe 8.6](#) traitant de méthodes alternatives et émergentes;
- révision du contenu technique pour refléter l'état actuel de la technique;
- ajout de l'[Annexe A](#) résumant une comparaison interlaboratoires effectuée dans le cadre de VAMAS.

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

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 et de la nano-fabrication à la surveillance réglementaire et à 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 dans la Référence [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 éluée 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 éluées 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 associé à l'abréviation 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. Le FFF symétrique (fFFF), technique initiale «de flux» décrite pour la première fois en 1976[2], a été remplacé 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 des pics des analytes. La théorie et l'application actuelles du CF3 ont été décrites en 1974,[4] bien qu'un système de FFF à base de champ centrifuge ait été développé et soumis à essai pour la première fois indépendamment en 1967.[5] D'autres variantes de champ de FFF, telles que thermiques, électriques et magnétiques, fournissent des capacités uniques, mais sont limitées dans le domaine de leurs applications vis-à-vis de la nanotechnologie ou de la disponibilité commerciale.

Alors que le FFF était, à ses débuts, essentiellement réservé aux spécialistes, ces instruments sont communément utilisés pour la caractérisation des nano-objets 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 induit 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 éluées et fournissent en théorie des informations plus précises que celles pouvant être obtenues par des mesurages hors ligne de systèmes polydisperses non fractionnés. Le temps de rétention mesuré d'un pic d'éluion peut également être utilisé pour estimer 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. Cependant, les principes fondamentaux sous-jacents, l'approche expérimentale et le matériel décrits ici peuvent être appliqués dans un domaine plus large.

Pour les références générales ainsi que d'autres publications consacrées aux descriptions théoriques et pratiques du FFF et aux applications d'AF4 et de CF3 aux nanotechnologies, voir les Références [6] à [18]. L'Annexe A résume une comparaison interlaboratoires menée dans le cadre d'un Programme de Versailles sur les matériaux de pointe et les normes (VAMAS) effectuée pour évaluer la capacité des techniques AF4 et CF3 à séparer et caractériser les composants d'un mélange multimodal complexe d'analytes de manière reproductible et avec un recouvrement et une résolution acceptables dans les laboratoires utilisant différentes plates-formes d'instruments commerciales et configurations d'instrument.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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

1 Domaine d'application

Le présent document décrit les principes généraux du fractionnement par couplage flux-force et spécifie les paramètres, les conditions et les exigences minimales à rapporter, dans le cadre d'un système de mesures intégrées, requis 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 leurs agrégats et agglomérats dans des milieux aqueux. Afin d'aider l'utilisateur, des lignes directrices et des procédures générales sont fournies.

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 80004-1:2023, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 1: Vocabulaire "cœur"*

ISO/TS 80004-6:2021, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 6: Caractérisation des nano-objets*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 80004-1 et l'ISO 80004-1 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 <https://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

3.1

échelle nanométrique

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

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

3.2

nano-objet

portion discrète de matériau dont une, deux ou les trois dimensions externes sont à l'échelle nanométrique (3.1)

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

3.3

nanoparticule

nano-objet (3.2) dont toutes les dimensions externes sont à l'échelle nanométrique (3.1)

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 préférés au terme «nanoparticule».

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

3.4 fractionnement par couplage flux-force FFF

technique de séparation dans laquelle un champ est appliqué à une suspension liquide passant dans un *canal* (3.7) 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 écoulement de liquide, un champ électrique ou magnétique.

Note 2 à l'article: L'utilisation d'un détecteur approprié, après ou pendant la séparation, permet de déterminer la taille moyenne des populations de *nano-objets* (3.2) ainsi que leur distribution granulométrique.

3.5 fractionnement par couplage flux-force asymétrique AF4

technique de séparation qui utilise un champ de *flux transversal* (3.19) appliqué perpendiculairement au *flux du canal* (3.21) pour obtenir une séparation en fonction du coefficient de diffusion ou de la taille des analytes

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

Note 2 à l'article: Par comparaison, dans un écoulement symétrique, le flux 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* (3.2) se fractionnent généralement selon le mode «normal», où la diffusion domine et où la plus petite espèce est éluee en premier. À l'échelle micrométrique, le mode de fractionnement dit «stérique de portance hyperlayer» est généralement dominant, avec l'espèce la plus grande qui est éluee en premier. Le passage du mode normal au *mode de portance stérique hyperlayer* (3.33) peut être influencé par les propriétés des matériaux ou par les paramètres de mesure 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 de portance stérique hyperlayer, la technique permet de séparer des particules couvrant une plage granulométrique d'environ 1 nm à 50 µm.

3.6 fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge CF3

technique de séparation qui utilise un champ centrifuge appliqué perpendiculairement à un *canal* (3.7) 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 taille 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.

3.7 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* (3.21)

Note 1 à l'article: L'épaisseur du canal (3.9) peut varier et est nominalement déterminée par l'insertion d'une *entretoise* (3.8), tandis que les canaux à hauteur fixe ont une épaisseur prédéfinie et n'utilisent pas d'entretoises.

Note 2 à l'article: Dans un système de *fractionnement par couplage flux-force asymétrique* (3.5), 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* (3.12)] est solide (imperméable) et la surface opposée [*paroi d'accumulation* (3.11)] 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* (3.6), les parois interne et externe du canal 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.

3.8 entretoise

<fractionnement par couplage flux-force> mince film plastique présentant une découpe qui définit l'épaisseur et les dimensions latérales du *canal* (3.7)

Note 1 à l'article: Des découpes trapézoïdales et rectangulaires sont généralement utilisées dans la technique de *fractionnement par couplage flux-force asymétrique* (3.5).

Note 2 à l'article: L'épaisseur typique des entretoises utilisées pour la séparation de *nano-objets* (3.2) est comprise entre 190 µm et 500 µm.

Note 3 à l'article: Les canaux à hauteur fixe n'utilisent pas d'entretoise; dans ce cas, la forme et l'épaisseur du canal sont prédéfinies.

3.9 épaisseur du canal

w
<fractionnement par couplage flux-force> épaisseur nominale telle que définie par l'*entretoise* (3.8) ou prédéfinie dans un *canal* (3.7) à hauteur fixe

3.10 épaisseur effective du canal

w_{eff}
<fractionnement par couplage flux-force> variant de la valeur nominale en raison de la compressibilité ou du gonflement de la membrane semi-perméable au niveau de la *paroi d'accumulation* (3.11)

Note 1 à l'article: La valeur de l'épaisseur effective peut différer de la valeur nominale pour une *entretoise* (3.8) donnée et peut être déterminée à l'aide d'un analyte bien défini de la diffusivité connue dans les conditions d'essai.

Note 2 à l'article: L'épaisseur effective du canal mesurée peut dépendre d'autres facteurs, tels que les interactions entre l'analyte et la membrane ou la variabilité des méthodes de fabrication de l'entretoise.

3.11 paroi d'accumulation

surface d'un canal de *fractionnement par couplage flux-force* (3.4) vers laquelle est forcé l'acheminement des composants d'échantillon sous l'effet du champ appliqué perpendiculairement au *flux du canal* (3.21)

Note 1 à l'article: Dans un système de *fractionnement par couplage flux-force asymétrique* (3.5), 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* (3.12). 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.

3.12 paroi de déplétion

surface d'un canal de *fractionnement par couplage flux-force* (3.4) opposée à la *paroi d'accumulation* (3.11), 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* (3.6), 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.

3.13 phase mobile liquide porteur éluant

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 un ou plusieurs sels, des tensioactifs et d'autres constituants chimiques nécessaires pour optimiser la séparation et le *recouvrement* (3.35) 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.

3.14 élution

<fractionnement par couplage flux-force> procédé au cours duquel les analytes contenus dans la *phase mobile* (3.13) ou l'éluant sont transportés à travers le *canal* (3.7) de fractionnement jusqu'à leur sortie

Note 1 à l'article: Une élution commence après que l'injection, la *focalisation* (3.16) et les autres étapes de pré-élution se sont achevées.

Note 2 à l'article: Une élution peut se produire avec ou sans un champ appliqué.

3.15 temps d'élution

<fractionnement par couplage flux-force> temps écoulé après le début de l'*élution* (3.14) et à l'exclusion des étapes préliminaires telles que l'injection, la *focalisation* (3.16) ou d'autres transitions

Note 1 à l'article: L'élution et la rétention partagent la même durée et peuvent être utilisées de manière interchangeable.

Note 2 à l'article: L'axe horizontal (temps) d'un *fractogramme* (3.34) est généralement exprimé en temps d'élution.

3.16 focalisation

<fractionnement par couplage flux-force asymétrique> application d'un flux contre-équilibré des extrémités opposées (entrée et sortie) du *canal* (3.7) pour concentrer les composants de l'échantillon dans une fine bande près du port d'entrée au niveau de la *paroi d'accumulation* (3.11)

Note 1 à l'article: Cette étape est requise pour réduire au minimum l'*élargissement de la bande* (3.30) et pour permettre aux composants d'atteindre une position d'équilibre [*relaxation* (3.17)] à l'intérieur du canal.

Note 2 à l'article: La focalisation ne se produit pas lors d'une injection sur un canal de type frit-inlet.

3.17 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* (3.14)

Note 1 à l'article: Dans un système de *fractionnement par couplage flux-force* (3.4) à flux, il existe deux façons d'atteindre la relaxation: la relaxation normale après la *focalisation* (3.16) 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* (3.6), la relaxation est obtenue par la méthode d'interruption de flux («stop-flow»).

3.18**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* (3.7) 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.

3.19**flux transversal**

<fractionnement par couplage flux-force à flux> champ d'écoulement appliqué perpendiculairement au *flux du canal* (3.21) pour obtenir une séparation des analytes

Note 1 à l'article: Dans un système *asymétrique de fractionnement par couplage flux-force* (3.5), le flux transversal est créé par une pression différentielle à travers une membrane perméable sur la *paroi d'accumulation* (3.11), ce qui entraîne une force dirigée vers la paroi d'accumulation qui diminue à mesure que la distance par rapport à celle-ci augmente.

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

3.20**flux à l'entrée**

<fractionnement par couplage flux-force> *phase mobile* (3.13), ou éluant, qui pénètre dans le *canal* (3.7) par l'avant (en amont)

Note 1 à l'article: Dans un système de *fractionnement par couplage flux-force asymétrique* (3.5), le flux à l'entrée est réparti entre le *flux transversal* (3.19) et le flux du canal pendant l'*élution* (3.14).

3.21**flux du canal**

<fractionnement par couplage flux-force> flux laminaire parabolique à travers le *canal* (3.7) et parallèlement à la *paroi d'accumulation* (3.11)

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* (3.5), 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.

3.22**volume mort**

V_0
<fractionnement par couplage flux-force> volume de fluide défini par les dimensions du *canal* (3.7) auxquelles s'ajoute le volume entre la sortie du canal et le premier détecteur

3.23**pic au volume mort**

<fractionnement par couplage flux-force> pic observé sur le *fractogramme* (3.34), qui correspond à un matériau non retenu qui n'a 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 du liquide porteur 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.

Note 3 à l'article: Un pic au volume mort est généré par la perturbation mécanique ou le changement des conditions d'écoulement lorsque l'*élution* (3.14) est initiée; dans ce contexte, il convient que le pic au volume mort contienne idéalement uniquement la *phase mobile* (3.13) et de petites espèces moléculaires non retenues par le champ appliqué.

3.24**temps mort** t_0

temps s'écoulant entre le début de l'*élution* (3.14) et la détection du *pic au volume mort* (3.23) défini par son maximum d'intensité du signal de détection

3.25**temps de rétention** t_R

temps s'écoulant entre le début de l'*élution* (3.14) 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.

Note 2 à l'article: Le temps de rétention et le *temps d'élution* (3.15) représentent des durées équivalentes. Ce dernier terme est générique, tandis que le premier est habituellement utilisé dans le contexte d'un pic d'analyte.

Note 3 à l'article: Le temps de rétention net peut être obtenu en soustrayant le *temps mort* (3.24) du temps de rétention du pic mesuré. Cela équivaut à normaliser le temps de rétention par rapport à l'*élution* du matériau non retenu se déplaçant à la vitesse moyenne de l'écoulement parabolique du canal.

3.26**paramètre de rétention** λ

<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* (3.11) et l'épaisseur du *canal* (3.7)

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

3.27**rapport de rétention** R

<fractionnement par couplage flux-force> rapport entre la vitesse moyenne de l'analyte dans la zone et la vitesse moyenne de la *phase mobile* (3.13) dans le *canal* (3.7) pendant l'*élution* (3.14)

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 d'élution* (3.15) associés au pic au volume mort et au pic de l'analyte, et est directement associé au *paramètre de rétention* (3.26).

3.28**sélectivité**

<fractionnement par couplage flux-force> mesure de la capacité d'une méthode à séparer des analytes de coefficient de diffusion ou de taille différents

Note 1 à l'article: Empiriquement, la sélectivité est calculée à partir de la pente d'un double graphique tracé en échelle logarithmique du coefficient de diffusion en fonction du *rapport de rétention* (3.27) ou du *temps de rétention* (3.25) en fonction du diamètre de l'analyte.

Note 2 à l'article: Une sélectivité élevée reflète un changement important du temps de rétention avec une faible variation de la taille de l'analyte.

Note 3 à l'article: Dans un système de *fractionnement par couplage flux-force à force centrifuge* (3.6), 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* (3.5).

3.29**facteur de résolution
pouvoir de fractionnement**

R_s
rapport entre la différence des *temps de rétention* (3.25) 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).

3.30**élargissement de la bande**

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

3.31**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* (3.7)

3.32**mode normal****mode brownien**

<fractionnement par couplage flux-force> mode d'*élution* (3.14) dans lequel la diffusion est la force opposée dominante sur la force perpendiculaire appliquée (par exemple *flux transversal* (3.19) ou force centrifuge), entraînant une séquence d'*élution* (3.14) où les plus petites particules sont éluées avant les plus grosses particules

Note 1 à l'article: Toutes les *nanoparticules* (3.3) 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* (3.2) ayant au moins une dimension supérieure à 0,5 μm peuvent être sujets à une *élution en mode de portance stérique hyperlayer* (3.33). 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* (3.6), 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*.

3.33**mode de portance stérique hyperlayer**

<fractionnement par couplage flux-force> mode d'*élution* (3.14) dans laquelle les forces de diffusion sont négligeables et où le mouvement des particules dû à la force perpendiculaire appliquée (par exemple par *flux transversal* (3.19) ou par force centrifuge) est essentiellement ralenti par la résistance de la *paroi d'accumulation* (3.11) elle-même, entraînant une inversion de la séquence d'*élution* comparativement au *mode normal* (3.32)

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 migrent plus rapidement que les particules de plus petite taille. L'effet «hyperlayer» ou «de portance 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 «de portance 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 de portance 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* (3.9) 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 de portance hyperlayer, mais le début des effets du mode de portance stérique hyperlayer peut apparaître sur une plage approximativement comprise entre 0,5 μm et 2 μm . Le point d'inversion peut être déterminé expérimentalement pour un ensemble donné de conditions en utilisant une méthode de détection appropriée comme la MALS.