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

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

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



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

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

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

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/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*.

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

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 AsFIFFF) 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].

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

ISO/TS 21362:2018

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