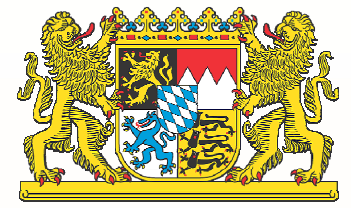


Nachweis von Nanopartikeln in Verbraucherprodukten (NanoExpo III)



R. Winterhalter, K. Berlin, W. Matzen, S. Dietrich, M. Kohlhuber, W. Völkel und H. Fromme

Bayerisches Landesamt für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit, Chemikaliensicherheit und Toxikologie, Pfarrstraße 3, 80538 München

Hintergrund

Eine Vielzahl handelsüblicher Spray-Produkte, darunter Imprägnier-, Reinigungs- und Desinfektionssprays, wird mittlerweile mit dem Attribut „Nano“ bzw. „Nanotechnologie“ versehen. Allerdings ist nur in den seltensten Fällen ersichtlich, ob in den angepriesenen Produkten tatsächlich Nanopartikel enthalten sind oder eventuell nur nanometerdicke Schichten nach der Anwendung entstehen sollen. Ziel dieser Untersuchung ist es, ausgesuchte Sprays auf den Gehalt an Nanopartikeln in der Flüssigkeit zu untersuchen. In einer begleitenden Studie wurden die Aerosole dieser Sprays nach der Sprühanwendung in der Testkammer untersucht (Poster NanoExpo II).

Methode

- Pumpsprays: Direkte Entnahme der Probe
- Druckgassprays: Einsprühen in Reagenzglas
- Verwendete Laufmittel: Isopropanol, Ethanol oder 15% Methanol
- Nachweis von Nanopartikeln mit asymmetrischer Fluss-Feldfluss-Fraktionierung
- Detektor: UV-Absorption und Lichtstreuung (35°, 50°, 75°, 90°, 105°, 130°, 145°)
- Kalibrierung mit Standardpartikeln (BSA, PSS)
- Reproduzierbarkeit der Größenbestimmung am Beispiel Nanosilber

Asymmetrischer Fluss-Feldfluss-Fraktionierung (AFFF, A4F, AF⁴)

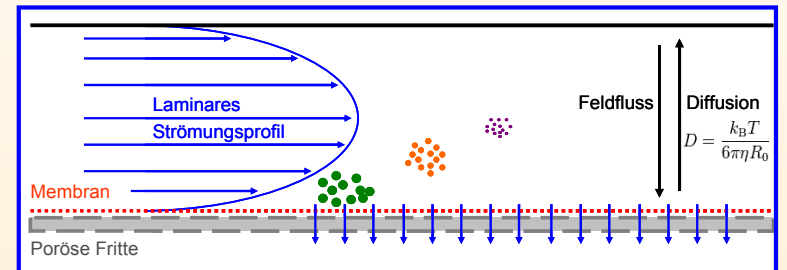
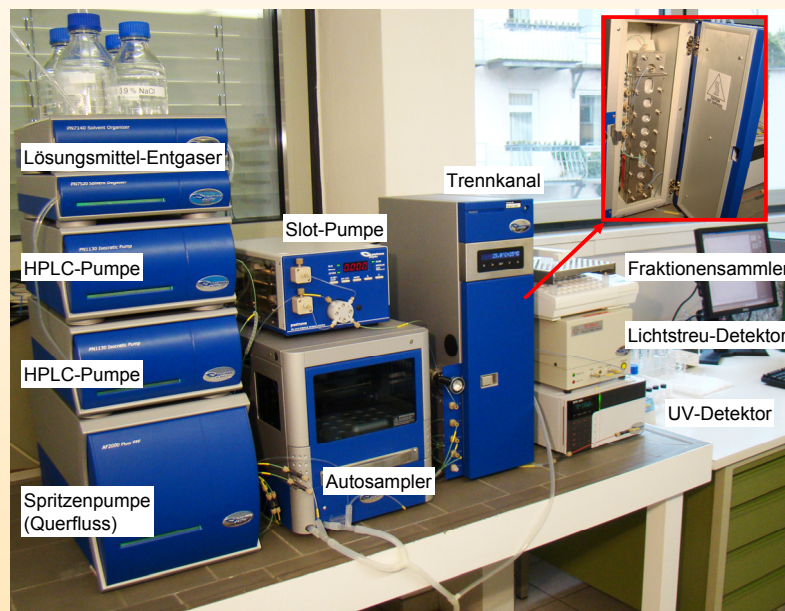
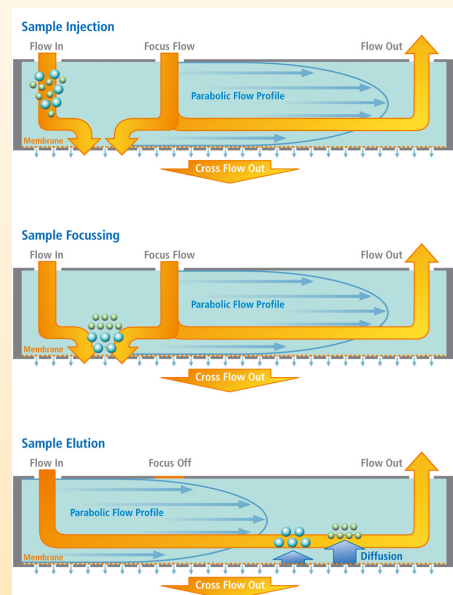


Abb. 1: Trennprinzip der A4F

A4F-Theorie

$$t_R \sim R_0 w^2 V_X / V_{Ch}$$

- R_0 : hydrodynamischer Radius
- t_R : Retentionszeit
- w : Kanalhöhe
- V_X : Querfluss
- V_{Ch} : Kanalfloss

Abb. 2: Ablauf einer Trennung (Quelle: Postnova Analytics GmbH)

Kalibrierung

UV-Absorption und Lichtstreuung bei 90° mit Rinderserum-Albumin (BSA, M_w 66 kDa). Normierung der anderen Lichtstreu-Winkel mit Polystyrolsulfonat (PSS, $<M_w>$ 63,9 kDa, Partikelradius 5 nm)

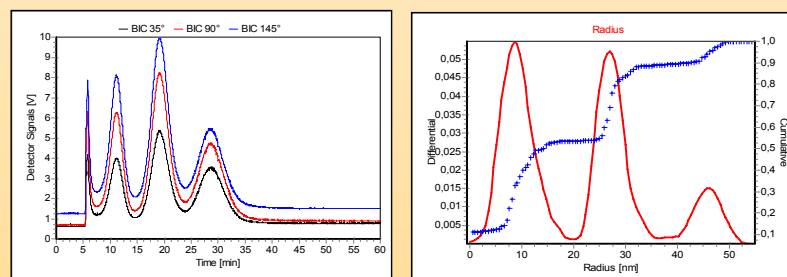


Abb. 3: Fraktogramm und Größenverteilung von Latexpartikeln

Mit Hilfe von A4F können Partikel im Bereich von wenigen Nanometern bis zu einigen Mikrometern getrennt und ihre Größe bestimmt werden. Die Trennung der Partikel erfolgt in einem flachen Trennkanal (350 bis 500 μm) durch einen laminaren Fluss, bei dem die Strömungsgeschwindigkeit im Zentrum am höchsten ist und zum Rand hin abnimmt (Abb. 1). Durch ein senkrecht zur Flussrichtung wirkendes Kraftfeld werden die Partikel in langsamere Bereiche gedrängt und ihr Austritt aus dem Kanal verzögert. Dem Kraftfeld wirkt die Diffusion der Partikel entgegen. Da größere Partikel langsamer diffundieren als kleinere Partikel, befinden sie sich in langsameren Strömungsbereichen und werden später aus dem Kanal gespült. Der hydrodynamische Partikelradius ist proportional zur Retentionszeit und wird zusätzlich durch statische Lichtstreuung ermittelt.

Reproduzierbarkeit der Größenbestimmung am Beispiel von Nanosilber

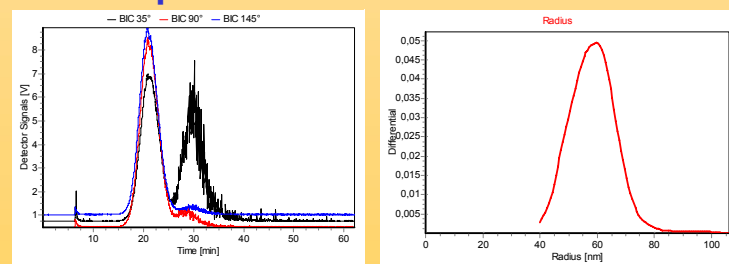


Abb. 4: Fraktogramm (links) und Größenverteilung (rechts) eines Geruchsstoppsprays mit Nanosilber

#	Injektionszeit (min)	Querfluss (mL/min)	Radius (nm)	Gesamtmasse (μg)
1	5	2,0	59,4	0,270
2	5	2,0	63,7	0,347
3	4	2,0	66,8	0,301
4	4	2,5	66,0	0,302
5	5	2,0	63,5	0,318
6	6	2,0	64,5	0,420
7	7	2,0	71,2	0,339
Mittelwert			65,0	0,328
SD			3,6	0,048

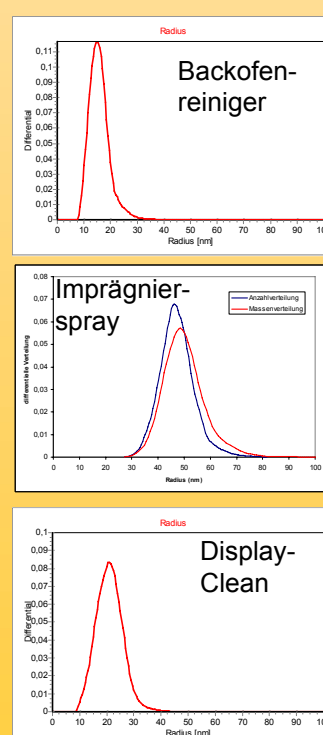


Tabelle 1: Untersuchte Sprays

Produkt-Nr.	Produktbeschreibung	Eluent	Verdünnungsfaktor	Retentionszeit (min)	Partikelradius (nm)
1	Geruchsstoppspray	15% Methanol	1:20	17-34	20-110
2	Imprägnierspray	15% Methanol	1:200	24	50
3	Imprägnierspray	1) 15% Methanol 2) 50% Ethanol	Unverdünt 1:10	-	-
4	Nässeschutzspray	50% Ethanol	1:10	34	61
6	Cockpit-Spray	1) 50% Ethanol 2) 2-Propanol	1:10 1:10	-	-
7	Lederpflegeschaum	2-Propanol	unverdünt	-	-
8	Scheibenklar	15% Methanol	unverdünt	-	-
9	Scheibenreiniger	15% Methanol	unverdünt	9	10
10	Badversiegler	15% Methanol	unverdünt	-	-
11	Lack- und Felgenreiniger	2-Propanol	1:10	-	-
12	Grill- und Backofenreiniger	15% Methanol	1:5	7,8	18
13	Textilimprägnierung	15% Methanol	unverdünt	7	35
14	Display-Clean	15% Methanol	unverdünt	15,5	28

Zusammenfassung und Ausblick

- Mit A4F konnten in 7 von 13 untersuchten Sprays Nanopartikel (20 bis 110 nm) detektiert und ihre Größenverteilung bestimmt werden
- Gute Reproduzierbarkeit der Größenbestimmung
- Anreicherung der Nanopartikel und nachfolgende Analyse der getrennten Fraktionen möglich
- weitere Charakterisierung der Nanopartikel mit Elektronenmikroskopie (REM-EDX) geplant