

## Identifizierung von Nanopartikeln in einem Instant-Lebensmittel mit AF4, MALS und DLS

[Petra Krystek<sup>1</sup>](#), [Dierk Roessner<sup>2</sup>](#) und [Thomas Jocks<sup>2</sup>](#)

1. Institute for Environmental Studies (IVM), VU University, Amsterdam (NL)

2. Wyatt Technology Europe, Dernbach, Deutschland

### Einleitung

Waren Nanopartikel vor einigen Jahren lediglich für eine begrenzte Forschungsgemeinde Gegenstand des Interesses, so haben sie inzwischen ihren Weg in zahlreiche Alltagsprodukte gefunden, mit denen viele Menschen nahezu täglich umgehen. Parallel zu dieser fast explosionsartigen Entwicklung wächst natürlich auch die Notwendigkeit, zuverlässige Daten über Ausbreitung, Größenverteilung, Bioverfügbarkeit oder Emissionsverhalten von Nanopartikeln zu gewinnen. Schließlich möchte man ein mögliches Gefahrenpotential für Mensch und Umwelt realistisch einschätzen oder ausschließen. Aber auch im Bereich der Qualitätskontrolle bei Konsumprodukten kann die Identifizierung und nähere Charakterisierung von Nanopartikeln wertvolle Erkenntnisse liefern.

### Analysenverlauf

Zu Beginn der Analyse muss man die Probe, die ja meist als Gemisch unterschiedlich großer Teilchen vorliegt, in ihre Bestandteile trennen. Hierzu wurde in der vorliegenden Untersuchung die asymmetrische Fluss-Feldflussfraktionierung (AF4) verwendet. Diese Separationsmethode arbeitet ohne Säule. Die Trennung findet in einem flachen Kanal statt, der vom Laufmittel durchströmt wird. Dabei wirken ausschließlich Strömungskräfte auf die Probe ein, was zu einer ebenso sauberen wie schonenden Separation entsprechend der Teilchengröße (genauer gesagt: dem Diffusionskoeffizienten der Partikel) führt. Sind die Komponenten aufgetrennt, erfolgt ihre Detektion mithilfe der Mehrwinkel-Lichtstreuungsmessung (MALS). MALS ist ein Verfahren, das absolute Messungen von Molekülmassen und -radien erlaubt, ohne das System mit Standards kalibrieren zu müssen.

In diesem Applikationsbericht stellen wir Messungen von Nanopartikeln in einer komplexen Matrix, nämlich einem kommerziell erhältlichen Instant-Cappuccino-Pulver, vor.

Wir zeigen in diesem Applikationsbericht, dass man in solchen Proben die Größenverteilung der Komponenten bestimmen kann. Die Daten wurden mit Hilfe von AF4 (Wyatt Eclipse 3+) und MALS (Dawn HELEOS) ermittelt. Batch-Messungen mit einem Wyatt Dyna Pro Plate Reader

lieferten mithilfe der Dynamischen Lichtstreuungsmessung (DLS) als zusätzlichen Parameter die Größenverteilungen der Partikel in der komplexen Matrix des zubereiteten Produktes.

Im fertigen Cappuccino erhält man mittels DLS für die Größenverteilung der Partikel folgendes Bild:

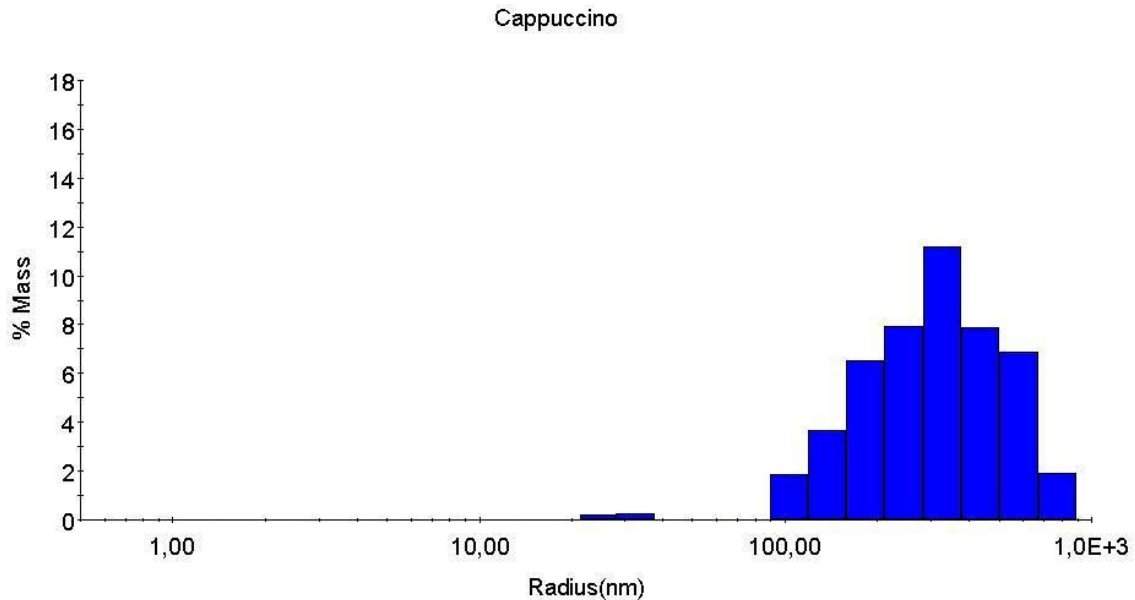


Abb. 1: Batch-Messung (DLS) der Größenverteilung der Partikel im Cappuccino.

Die Größe der Komponenten bewegt sich zwischen 100 und 1000 nm. Werden die Partikel mithilfe der AF4 in die verschiedenen Größenfraktionen getrennt und die Gyrationradien durch MALS bestimmt, so ergibt sich eine noch genauere Differenzierung, wie die zweite Abbildung zeigt.

Die Größe der Komponenten bewegt sich in diesem Fall zwischen 100 und etwa 2000 nm. Der Nachweis solcher Partikelgrößen von bis zu 2000 nm legt den Schluss nahe, dass es hier zur Bildung großer Aggregate mit Radien bis in den Mikrometerbereich hinein kommt. Diese kann man mit einem 18-Winkel MALS-Detektor sehr gut detektieren.

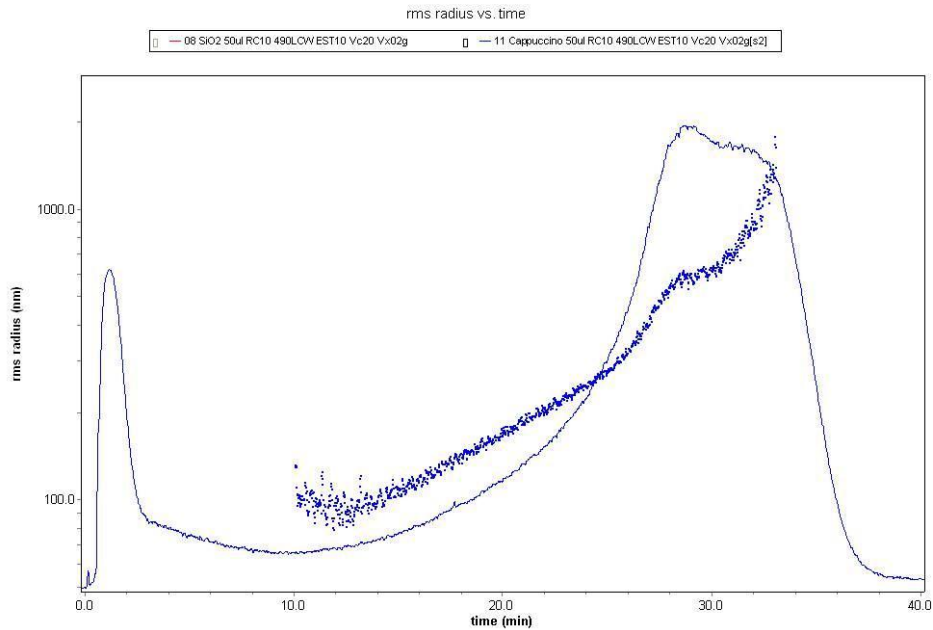


Abb. 2: Batch-Messung (DLS) der Größenverteilung der Partikel im Cappuccino.

## Zusammenfassung

In diesem Applikationsbericht wird gezeigt, dass die Batch-Messung mit dem Dyna Pro Plate Reader einen Überblick über die Größenverteilung der Komponenten liefern kann. Die Vorteile einer solchen Batch-Messung: sie ist schnell und meist ohne aufwändige Probenvorbereitung durchführbar. Gerade bei einer breit verteilten Probe mit einem deutlichen Anteil sehr großer Partikel ist es jedoch darüber hinaus sinnvoll, eine Auftrennung der Partikelfractionen mit AF4 vorzunehmen. Die anschließende MALS-Messung mit dem Dawn HELEOS erbringt dann ein sehr genaues, differenziertes Bild der Teilchengrößen.

Die Messungen wurden in den Labors von Wyatt Technology Europe GmbH, Dernbach, durchgeführt und ausgewertet.

## Literatur

Andrea Zattoni, Diana Cristina Rambaldi, Pierluigi Reschiglian, Manuela Melucci, Silke Krol, Ana Maria Coto Garcia, Alfredo Sanz-Medel, Dierk Roessner und Christoph Johann, *Asymmetrical flow field-flow fractionation with multi-angle light scattering detection for the analysis of structured nanoparticles*, Journal of Chromatography A **2009**, 1216, 9106-9112

Susan Dekkers, Petra Krystek, Ruud J.B. Peters, Danielle P.K. Lankveld, Bas G.H. Bokkers, Paula H. van Hoeven-Arentzen, Hans Bouwmeester und Agnes G. Oomen, *Presence and risks of nanosilica in food products*, Nanotoxicology **2011**, 5, 393-405

©[Wyatt Technology Europe GmbH](http://www.wyatt.com) 2011