

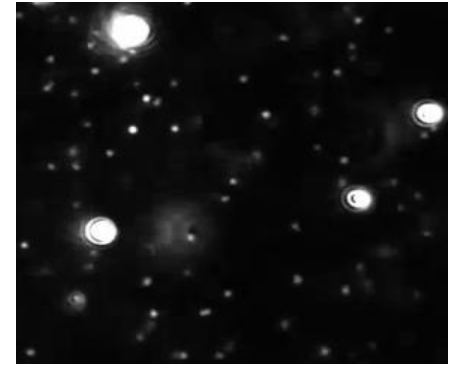
Gibt es spezifische internationale Standards für die qualitative und quantitative Messung von Nanopartikeln?

Jutta Tentschert

Was sind Nanomaterialien (NM) / Nanopartikel (NP)?

Empfehlung der Kommission zur Definition von Nanomaterialien (18. November 2011)

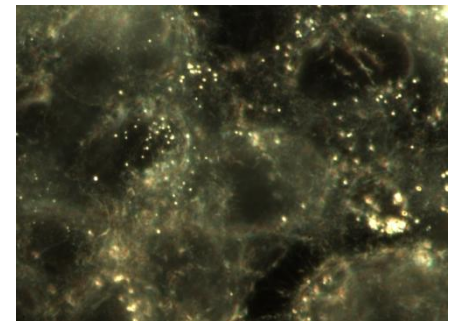
2. „Nanomaterial“ ist ein natürliches, bei Prozessen anfallendes oder hergestelltes Material, das Partikel in ungebundenem Zustand, als Aggregat oder als Agglomerat enthält, und bei dem **mindestens 50 %** der Partikel in der **Anzahlgrößenverteilung** ein oder mehrere Außenmaße im Bereich von **1 nm bis 100 nm** haben.
3. In besonderen Fällen kann der Schwellenwert von 50 % für die Anzahlgrößenverteilung durch einen Schwellenwert zwischen **1 % und 50 %** ersetzt werden, wenn Umwelt-, Gesundheits-, Sicherheits- oder Wettbewerbserwägungen dies rechtfertigen.



Aufnahme von Ag NP mit NTA von NanoSight Ltd.



Aufnahme von Ag (50nm) / Au (80nm) NP-Mix mit Hyperspectral Imaging von Cytoviva Ltd.



Aufnahme von SiO₂ (20nm) in THP-1 Zellen mit Hyperspectral Imaging von Cytoviva Ltd.

Wie wirkt sich die Definition (EC) auf das Messen von NP aus?

1. Messverfahren

⇒ *die Partikelgröße*

⇒ *die Partikelanzahl (Anzahl basierte Konzentration)*

- direkte Bestimmung der Partikelanzahl mit nur wenigen Verfahren möglich (Bsp. NTA, SP-ICP-MS)

2. Referenzmaterialien, zertifizierte Referenzmaterialien

⇒ *zur Kalibrierung der Messinstrumente und zur Quantifizierung der NP*

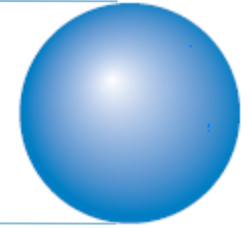
- nur in wenigen Fällen sind zertifizierte NP-Referenzmaterialien vorhanden
- nur in seltenen Fällen sind zertifizierte Referenzmaterialien für die Gerätekalibrierung vorhanden

3. Leitlinien

⇒ *verbindliche Richtlinien zur Harmonisierung der Messverfahren*

- Entwicklung von Leitlinien hat begonnen (DIN, ISO, OECD)

1a. Wie misst man die Größe eines Partikels? - Partikelform



a. Kugelförmige Partikel

⇒ ein Parameter – Durchmesser, Radius

Messverfahren : meist kugelförmige Modelle
für viele Partikel ist Kugelmodell eine gute Näherung

b. Stäbchenförmige Partikel

⇒ zwei Parameter – Radius und Höhe

das große Aspektverhältnis ist problematisch

c. Plättchenförmige Partikel

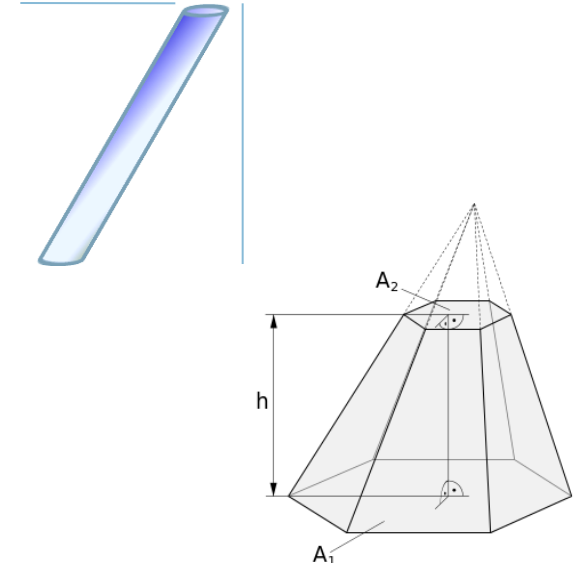
⇒ vertikale & horizontale Ausdehnung durch mehrere Längen
& Breitenangaben (z. B. Pyramidenstumpf);
mehr als drei Parameter

keine guten Näherungsmethoden

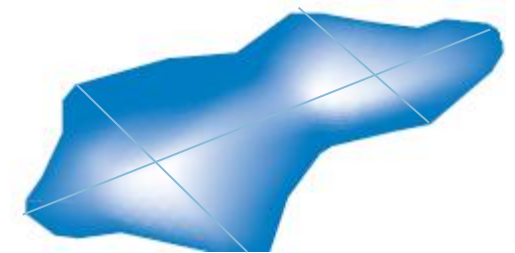
d. Keine regelmäßige geometrische Form

⇒ Näherung an geeignete geometrische Form

Siehe a-d



Häufiger Grund für
stark divergierende
Messergebnisse



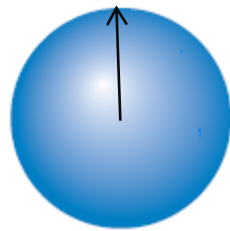
1a. Wie misst man die Größe eines Partikels? - Beschaffenheit

Kugelförmige Partikel

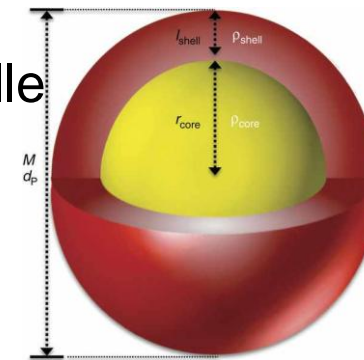
⇒ verschiedene Radien sind zu beachten

⇒ unterschiedliche Techniken messen unterschiedliche Größen

Radius des Partikels



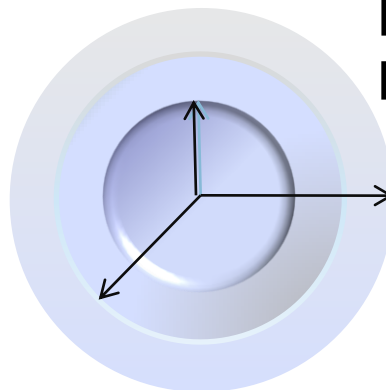
Radius der Hülle



Radius des
Partikelkerns

Carney et al
Nature Communications :
2: 335, 2011

Hydrodynamischer
Radius



Radius des
Partikelkerns

Radius der Hülle

1b. Wie bestimmt man die Partikelanzahl? – Konzentration

1. Elektronenmikroskopische Verfahren

⇒ *Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), Rasterelektronenmikroskopie (SEM)*

- Abbildungen repräsentativer Stichproben ⇒ „Zählen“ der Partikel
- Größenvermessung der Partikel
- Nachteil: das „Zählen“ der Partikel ist mühsam, da geeignete Software fehlt

2. Partikelmessung mittels Lichtstreuung

⇒ *Nano Tracking Analysis (NTA)*

- Brownsche Molekularbewegung einzelner Partikel wird erfasst (Video) und Partikel werden gezählt
- Partikelgröße berechnet
- Nachteil: das zugrunde liegende mathematische Modell beruht auf der Kugel

3. Elementbestimmung mit Massenspektrometrie

⇒ *Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma im Partikelmodus (SP-ICP-MS)*

- Partikel eines Elementes werden analysiert und dabei gezählt
- Größenbestimmung beruht auf einem kugelförmigen Modell
- Nachteil: es können keine organischen Partikel gemessen werden

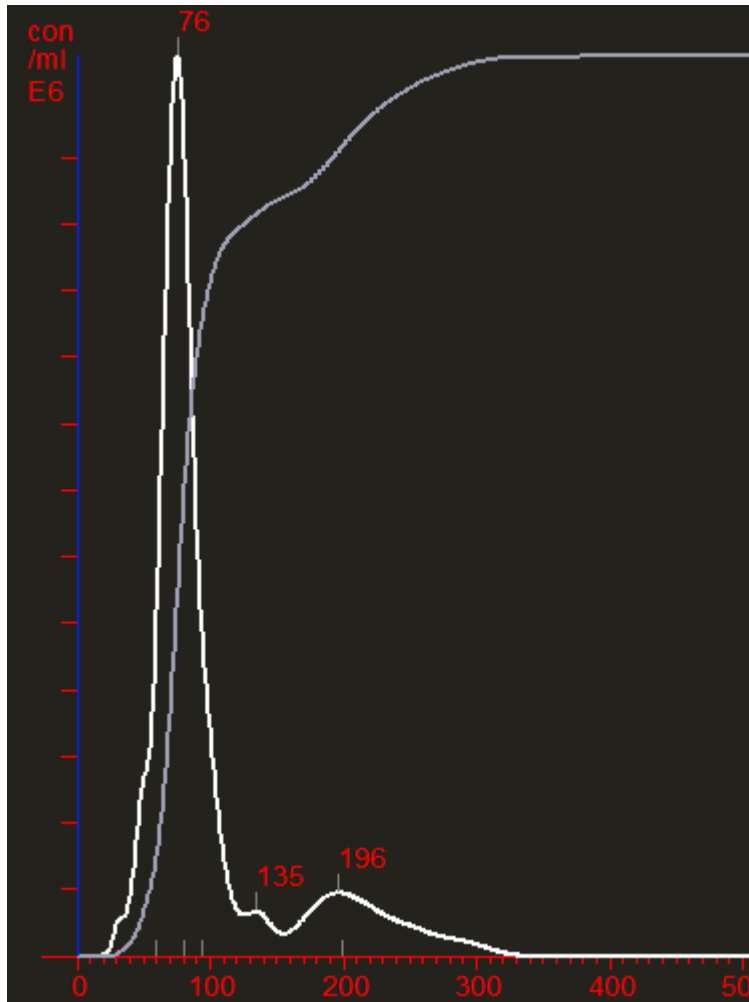
1b. Wie bestimmt man die Partikelanzahl? – Bestimmung alternativer Parameter – Umrechnung

Vergleich zweier Methoden: DLS und NTA

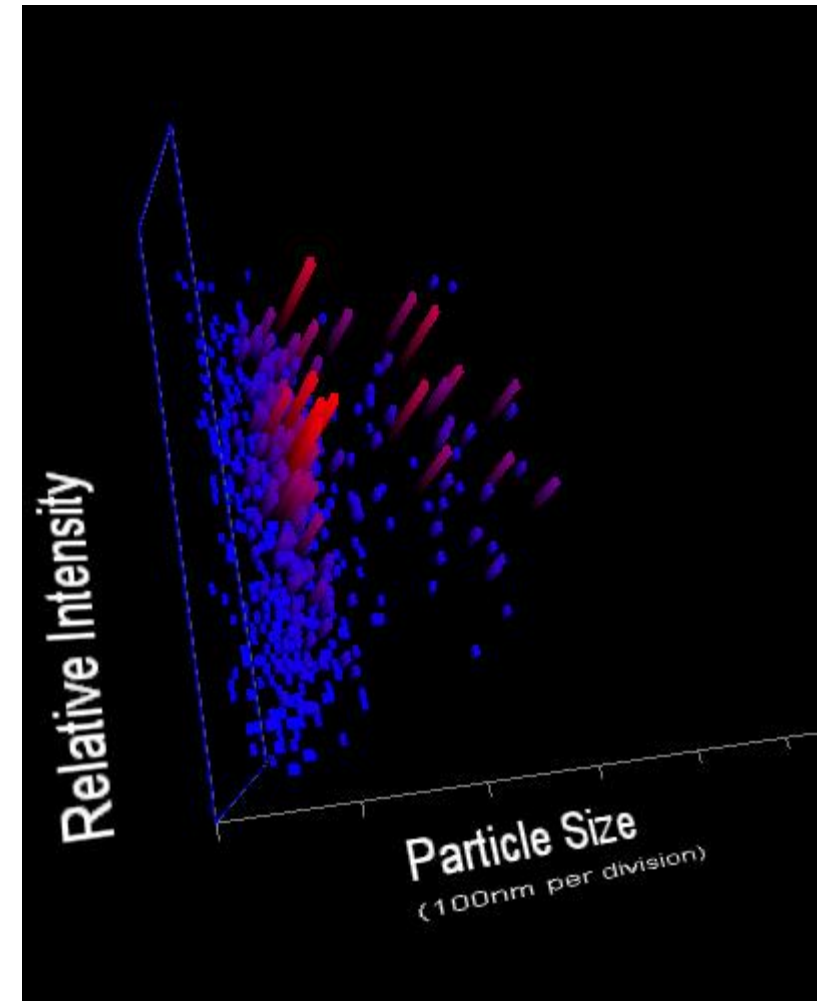
	DLS	NTA
Messgrundlage	Lichtstreuung	Lichtstreuung
Partikelanzahlbestimmung	Berechnung aus Intensität des Streulichtes über die Zeit	“Zählen” einzelner Partikel

Vergleich NTA vs DLS:

Mischung aus 2 Partikelgrößen



Ag NP 75 nm & Latex
Partikel 200 nm

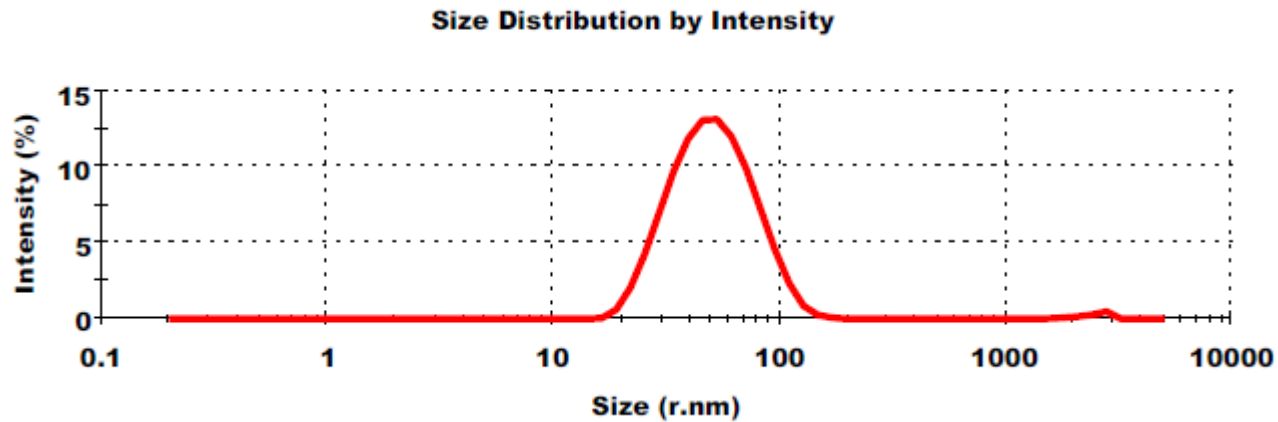


Ergebnis:

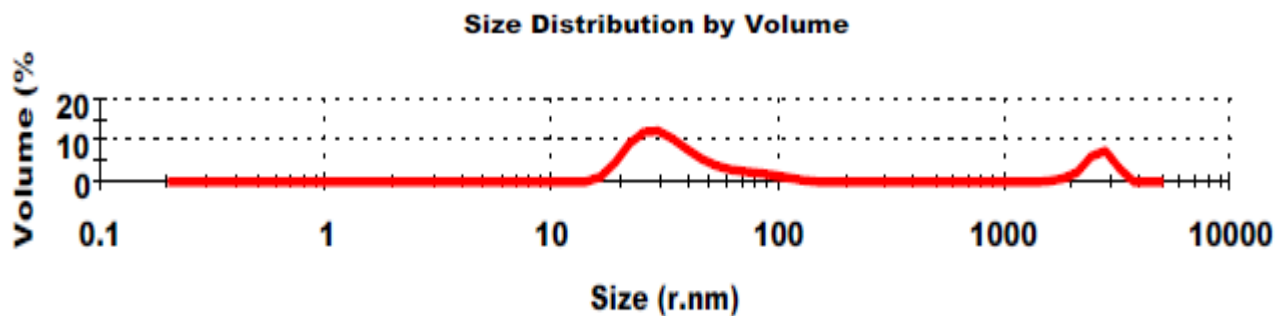
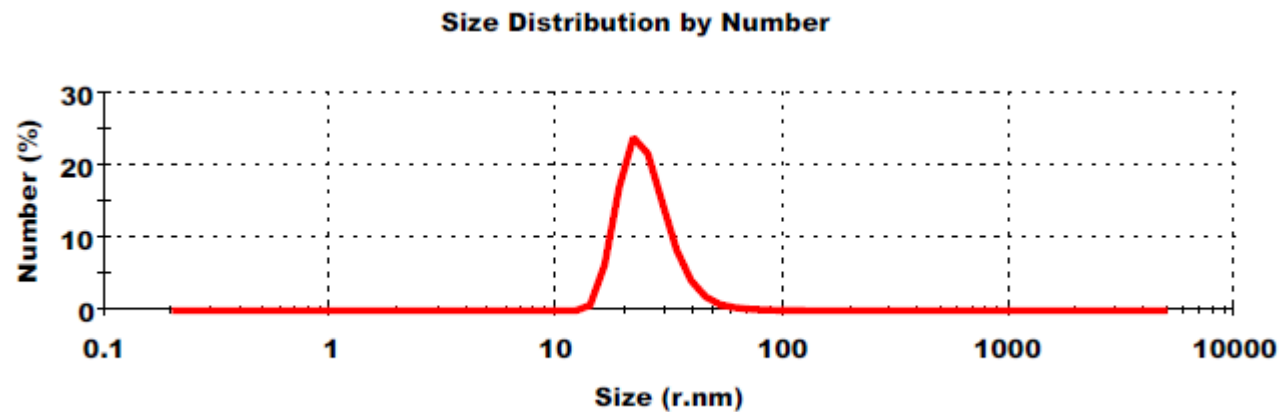
2 Partikelpopulationen: größere Anzahl kleiner Partikel neben kleinerer Anzahl größerer Partikel; Partikelgröße wie erwartet

Vergleich NTA vs DLS:

Mischung aus 2 Partikelgrößen



Ag NP 75 nm & Latex
Partikel 200 nm



Ergebnis:

1 Partikelpopulation,
Partikelgröße ist stark verschoben

Umrechnung von Messergebnissen:

Partikelvolumen in Partikelanzahl



Gleiches Volumen, aber unterschiedliche Anzahl an Partikeln

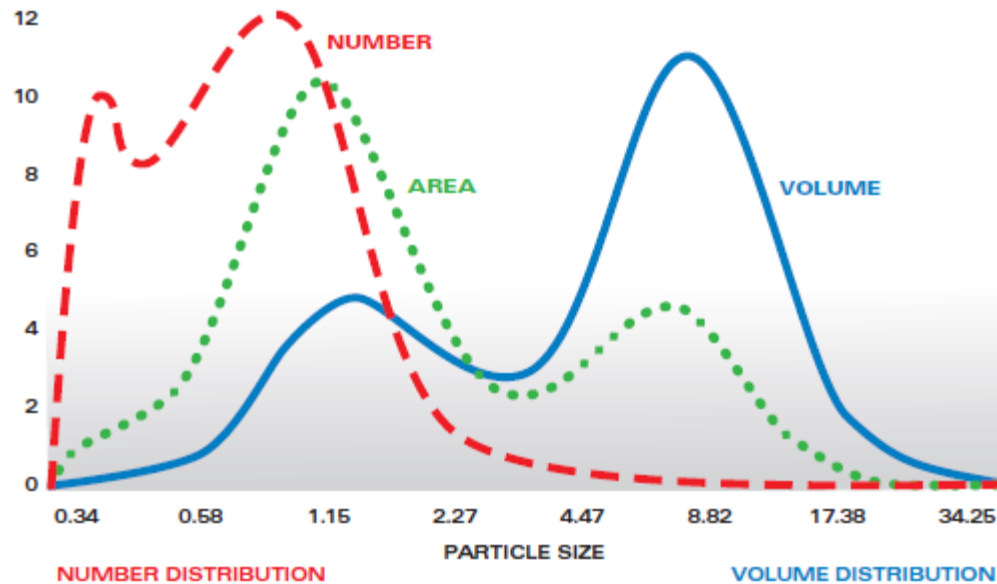


Umrechnung von Messergebnissen:

Partikelvolumen in Partikelanzahl



Gleiche Anzahl, aber unterschiedliches Partikelvolumen



Quelle: Horiba Scientific, Guidbook for PSA

2a. Zertifizierte Referenzmaterialien: JRC, IRMM, Geel

Privacy statement | Legal notice



JOINT RESEARCH CENTRE

Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM)

EUROPA > European Commission > JRC > IRMM > News

Search IRMM Internet

Font Size: [A](#) [A](#) [A](#) [A](#)

[News](#) | [Links](#) | [Press corner](#) | [Site map](#) | [Contact](#)

- ▣ [Activities](#)
- ▣ [Reference materials](#)
- ▣ [EU Reference Laboratories](#)
- ▣ [Interlaboratory comparisons](#)
- ▣ [Job opportunities](#)
- ▣ [Events](#)
- ▣ [Training](#)
- ▣ [Calls](#)
- ▣ [Publications](#)

21 February, 2011

The JRC's Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM) has developed the world's first certified nanoparticle reference material based on industry-sourced nanoparticles. This new material will help ensure the comparability of measurements worldwide, thereby facilitating trade, ensuring compliance with legislation.

Nanotechnology offers a range of benefits over traditional materials and enables the development of innovative applications and products. However, there are often concerns about the safety aspects and to what extent these have been investigated. High-quality measurements are the basis for reliable safety assessments, process improvement, quality control and the development of new nanotechnology applications.

Until now, however, no certified benchmarks incorporating industrial nanoparticles were available. Some synthetic materials were available, but they were not fully representative for "real-life" measurements.

For this reason, JRC-IRMM has produced the world's first



2a. Zertifizierte Referenzmaterialien: NIST, USA

Material Measurement Laboratory
Standard Reference Materials
SRM Order Request System

NIST
National Institute of Standards and Technology

[Login](#) | [My Account](#) | [View Cart](#) | [Checkout](#)

Search for Materials

SRM/RM Number:

Keywords:

Browse the ORS

- [ORS Home](#)
- [Ordering Information](#)
- [Shipping Information](#)
- [FAQs](#)
- [Price List](#)
- [Product Returns](#)
- [SRM Home](#)
- [Archived Certificates](#)

Search Results

SRM/RM Number:

Keywords:

D - Detail **T** - Table **C** - Certificate

SRMs			
	SRM	Description	Status
D	1898	Titanium Dioxide Nanomaterial	Now Selling
D	2483	Single-Wall Carbon Nanotubes (Raw Soot)	Now Selling
D	8011	Gold Nanoparticles, Nominal 10nm Diameter	Now Selling
D	8012	Gold Nanoparticles, Nominal 30nm Diameter	Now Selling
D	8013	Gold Nanoparticles, Nominal 60nm Diameter	Now Selling

2b. Referenzmaterialien: JRC, Ispra, Italien Repositorium für Nanomaterialien



JOINT RESEARCH CENTRE

Institute for Health and Consumer Protection (IHCP)

European Commission > JRC > IHCP > Our Activities > Nanotechnology > Nanomaterials Repository

- Home
- Home
- Our Institute
- Our Activities
 - Genetically modified organisms
 - Nanotechnology
 - Nano & Cosmetics
 - Nano & Chemical Substances
 - Nano & Food
 - Safety of Nanomaterials
 - Nano & Alternatives to Animal Testing
 - Nanomaterials Repository**
 - Identification and Characterisation of Nanomaterials
 - Innovative Applications of Nanotechnology

Nanomaterials Repository

— filed under: [NANOhub](#)

The availability of representative samples of nanomaterials is of key importance for the reproducibility and the reliability of nanomaterials safety testing.



In February 2011 the **Institute for Health and Consumer Protection (IHCP)** inaugurated a repository of representative nanomaterials. The samples of the selected nanomaterials have been prepared under Good laboratory Practice (GLP) and can serve as international benchmarks (e.g. for the  OECD sponsorship programme).

The repository brings together the principal nanomaterials from the OECD sponsorship programme including titanium dioxide, silicon dioxide, zinc oxide, cerium dioxide, nano-silver, nanoclays and multi-walled carbon nanotubes.

 [List of materials in the JRC Nanomaterials repository \(Updated 27 October 2011\)](#)

To support international collaborative studies, several thousand vials of nanomaterials have been distributed to laboratories in France, Germany, the United Kingdom, Belgium, the Netherlands, Denmark, Spain, Poland, Italy, Austria, Slovakia, USA, Canada, Japan, Korea, China and Russia.

2b. Referenzmaterialien: JRC, Ispra, Italien

Repositorium für Nanomaterialien



List of materials in the JRC Nanomaterials (NM) Repository

Last update: 27 October 2011


NM code	Type of material ¹	Label name	Mean particle size [nm]	Primary particle or crystal size [nm]	Specific surface area [m ² /g]	Average Length ² [micron]	Average Diameter ³ [nm]	Other information
NM-100	Titanium Dioxide	Titanium Dioxide	267	42 - 90	10			anatase
NM-101	Titanium Dioxide	Titanium Dioxide	38	6	320			anatase
NM-102	Titanium Dioxide	Titanium Dioxide, anatase	132	20	90			anatase
NM-103	Titanium Dioxide	Titanium Dioxide thermal, hydrophobic	186	20	60			rutile
NM-104	Titanium Dioxide	Titanium Dioxide thermal, hydrophilic	67	20	60			rutile
NM-105	Titanium Dioxide	Titanium Dioxide rutile-anatase	95	22	61			rutile-anatase
NM-110	Zinc Oxide, uncoated	Zinc Oxide	150	42	13			
NM-111	Zinc Oxide, coated	Zinc Oxide coated triethoxycaprylsilane	140	34	16			
NM-200	Silicon Dioxide	Synthetic Amorphous Silica PR-A-02	47	20	230			precipitated
NM-201	Silicon Dioxide	Synthetic Amorphous Silica PR-B-01	62	8-15	160			precipitated
NM-202	Silicon Dioxide	Synthetic Amorphous Silica PY-AB-03	108	8-15	200			thermal
NM-203	Silicon Dioxide	Synthetic Amorphous Silica PY-A-04	137	8-20	226			thermal
NM-204	Silicon Dioxide	Synthetic Amorphous Silica PR-A-05	75	8-15	144			precipitated

¹ Nanomaterials, even of the same chemical composition, can come in various sizes and/or shapes, which may influence their chemical and physical properties.

^{2,3} Applicable only to NM-40x series, CNT.

3. Leitlinien – verbindliche Richtlinien zur Harmonisierung der Messverfahren – National Cancer Institute

Assay Cascade Protocols
 Frederick National Lab
 Nanotechnology Characterization Laboratory

Physicochemical Characterization	Method ID
Size, Size Distribution	
<u>Measuring the Size of Nanoparticles in Aqueous Media Using Batch-Mode DLS</u>	<u>NIST-NCL PCC-1</u>
 <u>See the DLS Video Protocol demonstration</u>	
<u>Size Measurement of Nanoparticles Using Atomic Force Microscopy</u>	<u>NIST-NCL PCC-6</u>
<u>Measuring the Size of Nanoparticles Using Transmission Electron Microscopy</u>	<u>NIST-NCL PCC-7</u>
<u>Analysis of Gold Nanoparticles by Electrospray Differential Mobility Analysis</u>	<u>NIST-NCL PCC-10</u>
<u>Measuring the Size of Colloidal Gold Nanoparticles Using High-Resolution Scanning Electron Microscopy</u>	<u>NIST-NCL PCC-15</u>
Topology	
Molecular Weight	
Aggregation	
Purity	
Chemical Composition	
<u>Determination of Gold in Rat Tissue with Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry</u>	<u>NIST-NCL PCC-8</u>
<u>Determination of Gold in Rat Blood with Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry</u>	<u>NIST-NCL PCC-9</u>
<u>Method for Determination of the Mass Fraction of Particle-Bound Gold in Suspensions of Gold Nanoparticles</u>	<u>NIST-NCL PCC-11</u>
<u>Quantification of Free and Chelated Gadolinium Species in Nanoemulsion-Based Magnetic Resonance Imaging Contrast Agent Formulations using Hyphenated Chromatography Methods</u>	<u>NIST-NCL PCC-14</u>
Surface Characteristics	

3. Leitlinien – verbindliche Richtlinien zur Harmonisierung der Messverfahren – DIN

English Version Kontakt Warenkorb Livelihood

DIN NA 062 Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Normen erarbeiten Normen kaufen Normen anwenden

Aktuelles
Normen des NA
Spezifikationen des NA
Projekte des NA
Nationale Gremien
Europäische Gremien
Internationale Gremien
Wir über uns

Startseite > **NA 062-08-17 AA**

NA 062-08-17 AA Nanotechnologien

Der Arbeitsausschuss NA 062-08-17 AA "Nanotechnologien" hat die Aufgabe, Anforderungen und Prüfverfahren festzulegen, die im Zusammenhang mit dem Verstehen und Kontrollieren der Materialeigenschaften und Verfahren im Nanometermaßstab, typischerweise (aber nicht ausschließlich) unter 100 Nanometer in mindestens einer Dimension, wo üblicherweise größenabhängige Phänomene einsetzen, die neue Anwendungen ermöglichen, stehen. Weiterhin geht es um die Nutzung der Eigenschaften nanoskaliger Materialien, die sich von denen einzelner Atome, Moleküle und makroskopischer Stoffmengen unterscheiden, um verbesserte Materialien, Geräte und Systeme herzustellen, die diese neuen Eigenschaften ausschöpfen. Der Arbeitsausschuss hat 4 Unterausschüsse, die sich um die Entwicklung normativer Dokumente in den Bereichen Terminologie, Prüfverfahren, Sicherheits-, Gesundheits- und Umweltaspekte sowie Materialspezifikationen kümmern.

[Druckansicht](#)

Suche [Suchen](#)

Livelihood NA 062-08-17 AA

Ansprechpartner
Dr.-Ing. Michael Schmitt
[Nachricht senden](#)

[Normen des Gremiums](#) [Projekte des Gremiums](#)

Untergremien NA 062-08-17 AA

Kurzbezeichnung	Name
NA 062-08-17-01 UA	Terminologie
NA 062-08-17-02 UA	Prüfverfahren
NA 062-08-17-03 UA	Gesundheits- und Umweltaspekte
NA 062-08-17-04 UA	Werkstoffspezifikationen

3. Leitlinien – verbindliche Richtlinien zur Harmonisierung der Messverfahren – Normungsgremien auf Europäischer Ebene bzw. Spiegelausschüsse DIN

Von NA 062-08-17 AA gespiegelte Gremien

Kurzbezeichnung	Name
CEN/TC 352 Sekretariat : AFNOR	Nanotechnologien
CEN/TC 352/WG 1	Messung, Charakterisierung und Leistungsbewertung
CEN/TC 352/WG 2 Sekretariat : AFNOR	Handelsaspekte und andere Stakeholderaspekte
CEN/TC 352/WG 3 Sekretariat : AFNOR	Gesundheits-, Sicherheits- und Umweltaspekte
ISO/TC 229 Sekretariat : BSI	Nanotechnologien
ISO/TC 229/CAG	Beratungsgruppe des Vorsitzenden
ISO/TC 229/TG 2 Sekretariat : BSI	Verbraucherschutz und soziale Dimension der Nanotechnologie
ISO/TC 229/TG 3 Sekretariat : BSI	Nanotechnologie und Nachhaltigkeit
ISO/TC 229/JWG 1 Sekretariat : SCC	Terminologie und Nomenklatur
ISO/TC 229/JWG 2 Sekretariat : JISC	Messung und Charakterisierung
ISO/TC 229/WG 3 Sekretariat : ANSI	Gesundheits-, Sicherheits- und Umweltaspekte von Nanotechnologien
ISO/TC 229/WG 4 Sekretariat : SAC	Werkstoffspezifikationen

Zusammenfassung

Zu 1a **Partikelgrößenbestimmung:**

nicht nur eine einzige Technik benützen, besser mindestens zwei Techniken
Bsp. EFSA: eine davon EM-Verfahren

Zu 1b **Partikelanzahlbestimmung:**

nur wenige Verfahren verfügbar
wenn mathematische Umrechnung zulässig, dann nur mit größter Vorsicht

Zu 2a **zerifizierte Referenzmaterialien**

nur in wenigen Fällen vorhanden

Zu 2b **Referenzmaterialien**

nur die wichtigsten NM sind abgedeckt

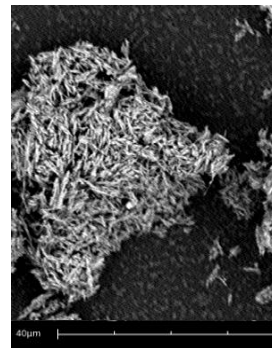
Zu 3 **Leitlinien**

auf internationaler Ebene, europäischer und nationaler Ebene damit begonnen
“Herkules”-Aufgabe

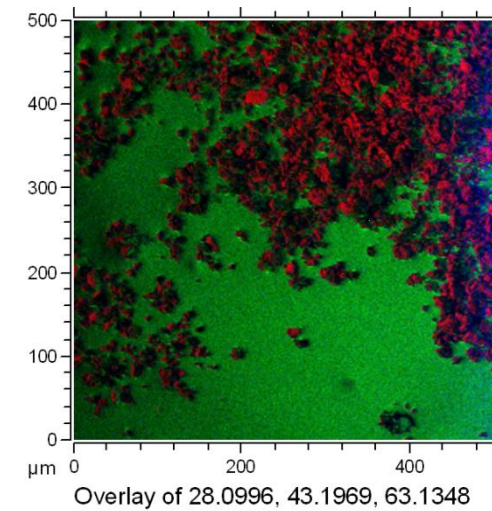
Dank

● Nadine Drejack, BfR

● Mark Drießen, BfR



Quelle: J. Tentschert
BfR, Berlin



DANKE FÜR IHRE AUFMERKSAMKEIT

Jutta Tentschert

Bundesinstitut für Risikobewertung

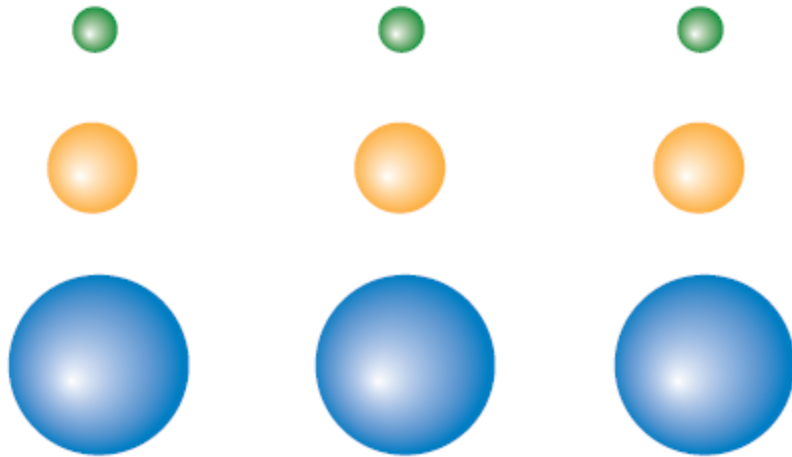
Max-Dohrn-Str. 8-10 • D-10589 Berlin

Tel. 0 30 - 184 12 3473 • Fax 0 30 - 184 12 - 47 41

jutta.tentschert@bfr.bund.de • www.bfr.bund.de

Umrechnung von Messergebnissen:

Partikelvolumen in Partikelanzahl



Durchmesser: $1\mu\text{m}$; Volumen; $0,52\mu\text{m}^3$
% Volumen: $0,52/18,8 = 2,8\%$

Durchmesser: $2\mu\text{m}$; Volumen; $4,2\mu\text{m}^3$
% Volumen: $4,2/18,8 = 22\%$

Durchmesser: $3\mu\text{m}$; Volumen; $14,1\mu\text{m}^3$
% Volumen: $14,1/18,8 = 75\%$

Gesamtvolumen: $0,52\mu\text{m}^3 + 4,2\mu\text{m}^3 + 14,1\mu\text{m}^3 = 18,8\mu\text{m}^3$

Bestimmung der Partikelkonzentration über andere Parameter?

Messung anderer Parameter mit darauffolgender mathematischer Umrechnung

Am Beispiel von Lichtstreuungsverfahren (DLS): Volumenkonzentration

- ⇒ Licht trifft auf Partikel:
Streuung in alle Richtungen (Rayleigh-Streuung)
durch Partikelbewegung Fluktuation des Streulichtes (Brownsche Molekularbewegung)
- ⇒ Fluktuationen abhängig von Partikelgröße, kleine Teilchen fluktuieren stärker

Analyse: Fluktuationen über Zeit; Messung der Intensität d. Streulichtes an einem Punkt zu versch. Zeitpunkten

- ⇒ Information über die Geschwindigkeit, mit der sich die Teilchen in Lösung bewegen
- ⇒ Ermittlung eines Diffusionskoeffizient ermitteln: nach der Stokes-Einstein-Beziehung wird der (hydrodynamische) Radius berechnet.

