

Entwicklung und Validierung eines parametergruppenübergreifend einheitlichen Extraktionsverfahrens für chlorierte und nicht chlorierte schwerflüchtige Kohlenwasserstoffe, Teil 1

Aufgabe eines Projektes war die Entwicklung einheitlicher Extraktionsverfahren für die Bestimmung von Mineralölkohlenwasserstoffen (MKW), Polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK), Polychlorierten Biphenylen (PCB) und Chlorkohlenwasserstoffen (CKW) sowie von lipophilen Stoffen und extrahierbaren organischen Kohlenwasserstoffen (EOX) aus einem Extrakt. Dabei stand die Erhöhung der Qualität der Feststoffanalytik bei gleichzeitig gesenktem Arbeitsaufwand im Labor im Vordergrund. Mit dem Ziel einer Standardisierung zur Vorbereitung einer Normung und einer zügigen Verbreitung des Verfahrens wurde auf die Verwendung herstellereinspezifischer Gerätschaften, wie Edge¹, ASE² oder Mikrowelle³, verzichtet.

Nach Sichtung der einschlägigen Normung wurden zwei Verfahrensvarianten, das Schütteln und die Ultraschallbehandlung als Extraktionsmethoden ausgewählt und bezüglich Extraktmenge und Extraktionsausbeute optimiert. Die Optimierungsuntersuchungen wurden an einem schwach belasteten Bodenmaterial durchgeführt, wobei nur die PAK, PCB und CKW während der Optimierung bestimmt wurden. Vor der Extraktion ist das Material mit 20 Gew. % Wasser befeuchtet worden, um eine reale Probenmatrix zu simulieren.

Bei Betrachtung der Medianwerte der untersuchten Analyten zeigte sich ein Gemisch aus 50 mL Aceton und 50 mL Cyclohexan bei einer Probeneinwaage von 50 g für den schwach belasteten Boden als ausreichend für die Extraktion. Die ausgewählte Extraktionszeit betrug 60 Minuten. Die anschließende Phasentrennung erfolgte, wie in der einschlägigen Normung beschrieben, durch zweimaliges Ausschütteln mit jeweils 100 mL Wasser. Nach einer Trocknung über Na₂SO₄ konnten die so erhaltenen Extrakte direkt analysiert werden. Die Extraktionsgefäße und das Trockenmittel sind mit Cyclohexan gespült und die Spüllösung anschließend der Analysenlösung zugeschlagen worden. Beide Extraktionsverfahren lieferten eine Extraktausbeute von über 80%. Die Analytgehalte sind nach dem Schütteln etwas höher als nach der Ultraschallbehandlung, wobei die Unterschiede zwischen beiden Verfahren im Bereich der analytischen Schwankungen (rel. Standardabweichung) liegen.

Für beide Extraktionsvarianten sind Arbeitsanweisungen formuliert worden.

Beide Verfahren wurden anschließend auf weitere Probenmatrices, einen hoch kontaminierten Boden und einen Straßenaufbruch, angewandt.

Für den hoch kontaminierten Boden umfasste das Untersuchungsspektrum alle adressierten Analyten, d.h. die Extraktmenge (Cyclohexanmenge) wurde für alle Untersuchungen aufgeteilt. Im Gegensatz zum schwach belasteten Boden sind bei einem frisch kontaminierten Material die Analytgehalte nach dem Ultraschallverfahren etwas höher als nach dem Schütteln, wobei auch hier die Abweichungen im Bereich der relativen Standardabweichungen liegen.

¹ Edge – automatisiertes Extraktionssystem der Firma CEM, <https://cem.com/de/edge>

² Accelerated solvent extraction, z.B. Dionex™ ASE™ 350;

[https://www.thermofisher.com/order/catalog/product/083114?gclid=Cj0KCQjw852XBhC6ARIsAJsFPN3QiJ5dXZCHWHa2ud2o74mtCNT0qcYsipa_u0ptlkjSppW7qe5Sw3QaAkX0EALw_wcB&cid=E.22CMD.DL102.05722.01&ef_id=Cj0KCQjw852XBhC6ARIsAJsFPN3QiJ5dXZCHWHa2ud2o74mtCNT0qcYsipa_u0ptlkjSppW7qe5Sw3QaAkX0EALw_wcB:G:s&s_kwcid=AL13652131298254391420le!!g!!accelerated solvent extractor](https://www.thermofisher.com/order/catalog/product/083114?gclid=Cj0KCQjw852XBhC6ARIsAJsFPN3QiJ5dXZCHWHa2ud2o74mtCNT0qcYsipa_u0ptlkjSppW7qe5Sw3QaAkX0EALw_wcB&cid=E.22CMD.DL102.05722.01&ef_id=Cj0KCQjw852XBhC6ARIsAJsFPN3QiJ5dXZCHWHa2ud2o74mtCNT0qcYsipa_u0ptlkjSppW7qe5Sw3QaAkX0EALw_wcB:G:s&s_kwcid=AL13652131298254391420le!!g!!accelerated%20solvent%20extractor)

³ z.B. <https://cem.de/> oder <https://www.anton-paar.com>

Die zweite Realprobe war ein Straßenaufbruch, der ebenfalls nach beiden Methoden extrahiert wurde. Aus dem Extrakt sind die PAK bestimmt worden. Hier zeigte sich, wie bereits beim schwach belasteten Boden, dass die Analytgehalte nach dem Schütteln etwas höher als beim Ultraschallverfahren sind. Aber auch hier liegen die Differenzen der Analytgehalte im Bereich der relativen Standardabweichung.

Als Ergebnis des Vorhabens konnten Vorschriften für zwei annähernd gleichwertige Extraktionsverfahren erstellt werden. Beide Verfahren sind als höchst handhabbar zu bezeichnen und können mit normaler Laborausstattung reproduziert werden.

Die Unterschiede zwischen beiden Verfahren bzgl. der Extraktausbeute und der Analytgehalte liegen im Bereich der relativen Standardabweichungen. Dennoch bleibt festzuhalten:

Da der Abschlussbericht noch nicht öffentlich verfügbar ist, muss an dieser Stelle auf eine ausführliche Darstellung der Ergebnisse verzichtet werden.

Förderhinweis:

Das Vorhaben wurde aus Mitteln des Länderfinanzierungsprogramms (LFP) „Wasser, Boden und Abfall“ im Auftrag des LAGA-Forums Abfalluntersuchungen finanziert.



Bund/Länder-Arbeitsgemeinschaft Abfall