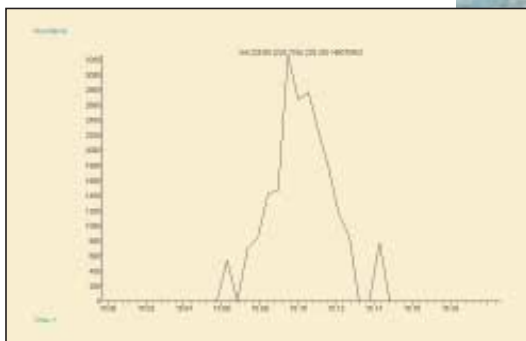
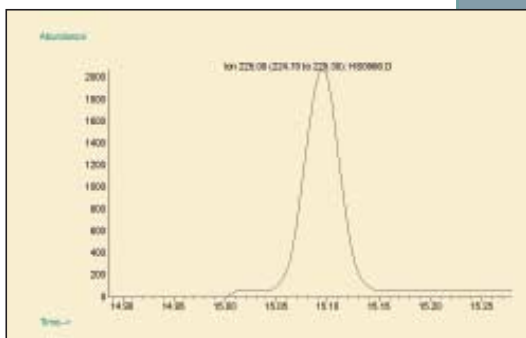


▼ **Abbildung 1:** 50 ng/L Hexachlorbutadien gemessen im Full-SCAN-Modus. Dargestellt ist die Massenspur 225. Das Ion 225 wurde dazu verwendet, im SIM-Modus zu quantifizieren (Abb. 2).



▼ **Abbildung 2:** 50 ng/L Hexachlorbutadien gemessen im SIM-Modus. Die Peaks sind durch eine höhere Zahl von Messpunkten im SIM-Modus besser zu definieren.



Autoren

A. Cantù, R. Tilio, E. Canuti, G. Hanke, S.J. Eisenreich
Institute for Environment and Sustainability, European Commission - Joint Research Center, I-21020 Ispra (VA), Italien

Headspace-GC/MS Flüchtige Verbindungen in Wasser sicher nachweisen

Das es fast unmöglich ist, den Eintrag potentiell toxischer Verbindungen in die Umwelt rückgängig zu machen, besitzt die Umweltsanalytik eine zunehmend größere Bedeutung. Sie kann genügend Handlungsspielraum schaffen, bevor kritische Werte erreicht werden.

Industrielle Abfälle und Abwässer etwa können flüchtige Verbindungen enthalten, die Wasserökosysteme gefährden. Chlorierte Lösemittel, die aus der Nutzung als Reinigungsmittel herrühren, oder Treib-

stoffe, die bei Unfällen freigesetzt werden, wirken sich eventuell nachteilig auf die Umwelt und die Gesundheit des Menschen aus. Mit anderen Worten bedarf es regelmäßiger Kontrolle im µg/L-Bereich.

Zur Bestimmung flüchtiger Komponenten in Wasser wird ein GC/MS-Headspace-System eingesetzt. Nachdem sich bei erhöhter Temperatur das Gleichgewicht zwischen der wässrigen und der Gasphase eingestellt hat, wird die Probe aus dem Dampfraum (Headspace) ent-

nommen und in das GERSTEL-KaltAufgabeSystem KAS des GC injiziert. Die massenselektive Detektion (MS) erlaubt die Identifikation der Kontaminationen und die Quantifizierung mittels Isotopenverdünnung mit deuteriertem oder einem C₁₃-markierten internen Standard. Das System verfügt über einen hohen Automatisierungsgrad und minimiert die Gefahr von Kreuzkontamination.

Das hier verwendete Headspace-GC/MS-System besteht aus einer Kombination GC 6890 und MSD 5973N von Agilent Technologies, einem KaltAufgabeSystem KAS 4 plus sowie einem MultiPurposeSampler MPS 2 (beide GERSTEL) für Flüssig- und Headspace-Injektion.

Fazit

Die Methode entspricht den Leistungsanforderungen für die Analyse von Trinkwasser, erlaubt allerdings noch geringere Detektionsgrenzen bis in den Bereich weniger ng/L, etwa zur Aufzeichnung von Konzentrationstrends. Im Full-SCAN-Modus lassen sich komponentenabhängig bis zu 0,1 µg/L nachweisen. Für gezielte Analysen im SIM-Modus wurde die Methode, ebenfalls komponentenabhängig, erfolgreich mit einer Minimumkonzentration von 0,005 µg/L getestet.

▼ **Tabelle 1:** Flüchtige Komponenten, die mittels Headspace-Gaschromatographie (HS-GC) untersucht und mit Massenspektrometrie (MS) detektiert wurden.

Komponenten	QS für In-Tr-Wasser (WFS)* HS-SIM µg / L	Nachweisgrenze HS-SIM µg / L	Bestimmungsgrenze HS-SIM µg / L
Dichlormethan	8,2	0,010	0,050
Trichlormethan	3,85	0,100	0,250
Tetrachlorkohlenstoff	7,2	0,500	1,000
Benzol	16	0,100	0,200
Trichlorethylen	10	0,002	0,005
Tetrachlorethylen	10	0,001	0,005
1,2,4 Trichlorbenzol	1,8	0,005	0,010
1,2,3 Trichlorbenzol	1,8	0,005	0,010
Naphthalin	2,4	0,001	0,005
Hexachlorbutadien	0,003	0,002	0,005
1,2 Dichlorethan	1060	0,500	1,000

* Der Qualitätsstandard (QS) bezieht sich auf die jährliche Durchschnittskonzentration für Inlands- und Transferwasser (In-Tr-Wasser), wie sie im Resultat der folgenden Studie vorgeschlagen ist: „Towards the Derivation of Quality Standards for Priority Substances in the Context of the Water Framework Directive“, P. Lepper (2002), Fraunhofer-Institut für Molekularbiologie und Angewandte Ökologie

Wünschen Sie weitere Informationen?
Coupon GA 31 / Headspace-GC/MS (4-5)



- 1) Nicht bekannt
- 2) Dichlorfluormethan
- 3) Chlormethan
- 4) Vinylchlorid
- 5) Brommethan
- 6) Chlorethan
- 7) Trichlorfluormethan
- 8) Bromdichlormethan
- 9) cis - 1,2 - Dichlorethylen
- 10) trans - 1,2 - Dichlorethylen
- 11) Methylenchlorid
- 12) 1,1 - Dichlorethylen
- 13) tert - Butylmethylether
- 14) 1,1 - Dichlorethan
- 15) 2,2 - Dichlorpropan
- 16) Chloroform
- 17) 1,1 - Dichlorpropylen
- 18) 1,2 - Dichlorethan
- 19) Trichlorethylen
- 20) Bromchlormethan
- 21) 1,1,1 - Trichlorethan
- 22) Tetrachlorkohlenstoff
- 23) 1,2 - Dichlorpropan
- 24) Dibrommethan
- 25) Benzol
- 26) Toluol
- 28) Tetrachlorethylen
- 29) Bromform
- 30) Chlorbenzol
- 31) Styrol
- 32) p-Xylol
- 33) o-Xylol
- 35) 1,2 - Dibromethan
- 36) 1,3 - Dichlorpropan
- 37) 1,1,2 - Trichlorethan
- 38) trans - 1,3 - Dichlorpropylen
- 39) cis - 1,3 - Dichlorpropylen
- 40) 1,1,1,2 - Tetrachlorethan
- 41) 1,1,2,2 - Tetrachlorethan
- 42) Ethylbenzol + m - Xylol
- 43) Dibromchlormethan
- 44) 1,2,3 - Trichlorpropan
- 46) Isopropylbenzol
- 47) n - Propylbenzol
- 48) 2 - Chlortoluol
- 49) 4 - Chlortoluol
- 50) tert - Butylbenzol
- 51) sec-Butylbenzol
- 52) 1,3 - Dichlorbenzol
- 53) 1,4 - Dichlorbenzol
- 54) 1,2 - Dichlorbenzol
- 55) Brombenzol
- 56) 1,3,5 - Trimethylbenzol
- 57) 1,2,4 - Trimethylbenzol
- 58) p - Isopropyltoluol
- 59) n - Butylbenzol
- 60) 1,2,4-Trichlorbenzol
- 61) Naphthalin
- 62) 1,2,3 - Trichlorbenzol
- 63) 1,2 - Dibrom - 3 - chlorpropan
- 64) Hexachlorbutadien

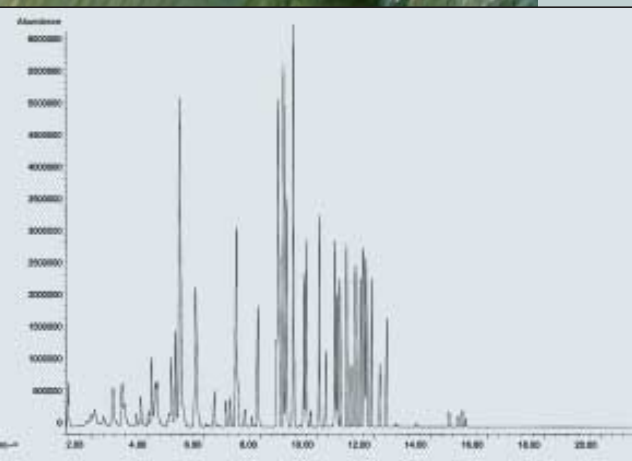
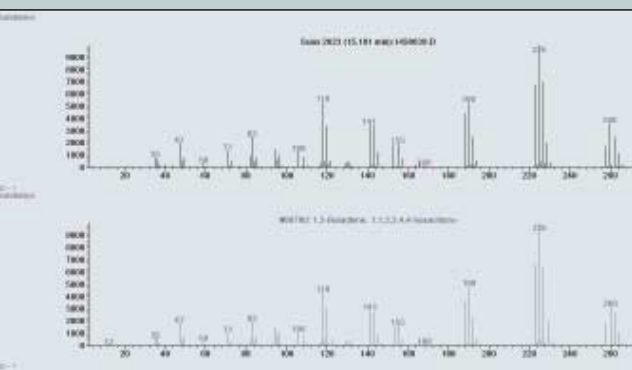


Abbildung 3 und 4: Bislang wurden mehr als 60 flüchtige Verbindungen (siehe Auflistung rechts) mittels Headspace-GC/MS detektiert und identifiziert.



MultiPurposeSampler MPS 2
(GERSTEL, Probengeber)
Probenvolumen: 1,5 mL
Inkubationstemperatur: 60 °C
Inkubationszeit: 20 min
Spritzentemperatur: 70 °C

KaltAufgabeSystem KAS 4 PLUS
(GERSTEL)
Equilib. Time: 0,2 min
Initial Temp.: -40 °C
Initial Time: 0,15 min
Rate: 12 °C/s
Final Temp.: 200 °C
Final Time: 3 min
Glasverdampferrohr gefüllt mit Tenax TA

GC 6890
(Agilent Technologies)
Standby Temp. 1: 40 °C
Standby Time 1: 10 min
Rate: 8 °C/min
Standby Temp. 2: 200 °C
Standby Time 2: 5 min
MS-Transfer-Line Temp.: 230 °C
Kapillarsäule: DB-VRX (J&W)
Länge: 30 m
Innerer Durchmesser: 0,32 mm
Filmdicke: 1,8 µm

MSD 5973
(Agilent Technologies)
Mass Range 35 – 500 amu
Delay Time: 1,00 min
Temp. MS-Ionenquelle: 230 °C
Temp. Quadrupol: 150 °C

Geräte-Parameter



Weitere Informationen:
Zahlen und Fakten des
Statistischen Bundesamtes zur
Veröffentlichung der Fachserie
19, Reihe 2.1, öffentliche
Wasserversorgung und
Abwasserbeseitigung 2001
sowie der Fachserie 19, Reihe
2.2, Wasserversorgung und
Abwasserbeseitigung in der
Industrie 2001.

Wussten Sie schon, dass ... ?

- ... ca. 81,7 Mio. Einwohner, also 99 % der Bevölkerung Deutschlands, ihr Trinkwasser aus dem öffentlichen Netz beziehen?
- ... jeder Einwohner im Schnitt täglich 127 Liter Trinkwasser verbraucht?
- ... das Wasser für die Versorgung der Bevölkerung zu 74 % aus Grund- und Quellwasser besteht?
- ... Industrie und Wärmekraftwerke das eingesetzte Frischwasser mehr als dreimal verwenden?
- ... infolge Kreislaufnutzung pro Jahr rund 75,6 Mrd. m³ Wasser gespart werden?
- ... etwa 78 Mio. Einwohner beziehungsweise 95 % der Bevölkerung ihr Abwasser über die öffentliche Kanalisation entsorgen?
- ... die Gesamtlänge des öffentlichen Kanalnetzes 486.159 km beträgt? Das entspricht etwa dem elffachen Erdumfang.
- ... im Kanalnetz etwa 37.000 Regenentlastungsanlagen (Überlauf-, Rückhalte- und Klärbecken) mit einem gesamten Speichervolumen von 42 Mio. m³ eingebaut sind? Das entspricht einem Sechstel des Stauraums der Edersee-Talsperre.
- ... das Abwasser von fast 76,5 Mio. Einwohnern in Abwasserbehandlungsanlagen gereinigt wird?
- ... in den öffentlichen Klärwerken 99,8 % des Abwassers (10,5 Mrd. m³) mit biologischen Verfahren behandelt wird?
- ... in öffentlichen biologischen Abwasserbehandlungsanlagen etwa 2,4 Mio. t Klärschlamm (auf Trockenmasse berechnet) anfallen? Rund die Hälfte (1,4 Mio. t) wird stofflich verwertet, etwa in der Landwirtschaft oder durch Kompostierung, ein Viertel (0,6 Mio. t) wird verbrannt.
- ... in der Industrie ungefähr 1,3 Mio. t Klärschlamm anfallen? (0,7 Mio. t aus der chemischen- und chemisch-physikalischen sowie 0,7 Mio. t aus der biologischen Abwasserbehandlung.)

Am Rande bemerkt:

Alle Angaben beziehen sich auf Deutschland. Es handelt sich um vorläufige Ergebnisse des Statistischen Bundesamtes bezogen auf das Jahr 2001.