

# PERFLUORIERTE TENSIDE IN WASSER

## Probenvorbereitung und Analyse

V. Gellrich\*<sup>1</sup>, T. Stahl<sup>2</sup>, T.P. Knepper<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Hochschule Fresenius, Limburger Str. 2, 65510 Idstein

<sup>2</sup> Landesbetrieb Hessisches Landeslabor, Glarusstr. 6, 65203 Wiesbaden

### Thema:

Perfluorierte Tenside (PFT) sind eine Gruppe von Industriechemikalien, die wegen ihrer besonderen oberflächenaktiven Eigenschaften vielfältig eingesetzt werden. Wasser gilt bisher als wichtigster Verbreitungsweg in der Umwelt. Über das Wasser gelangen die persistenten Stoffe auch in entlegenste Gebiete, werden von Pflanzen und Tieren aufgenommen, akkumulieren und biomagnifizieren; sie überstehen auch die meisten Verfahren der Wasseraufbereitung.

### Probleme bei der Analytik:

1. Kontamination: Da PFT, hauptsächlich PFOA, auch bei der Herstellung von PTFE (Polytetrafluorethylen, Teflon®) verwendet werden, ist darauf zu achten, Kontakt mit diesen Materialien bei der PFT-Analytik zu vermeiden. Auch Lösungsmittel (besonders auch Wasser) und das Messgerät selbst können Kontaminationsquellen darstellen.
2. Verlust: Viele PFT sind offenbar stark adsorptiv. Bei der Lagerung und der Aufarbeitung (z.B. Filtration) kann es zu Verlusten kommen. Noch sind die Wechselwirkungen, die diese umfangreiche Stoffgruppe eingeht, nicht vollständig erforscht. Labor-materialien aus Kunststoff (z.B. PE) gelten als besser geeignet als Glas.

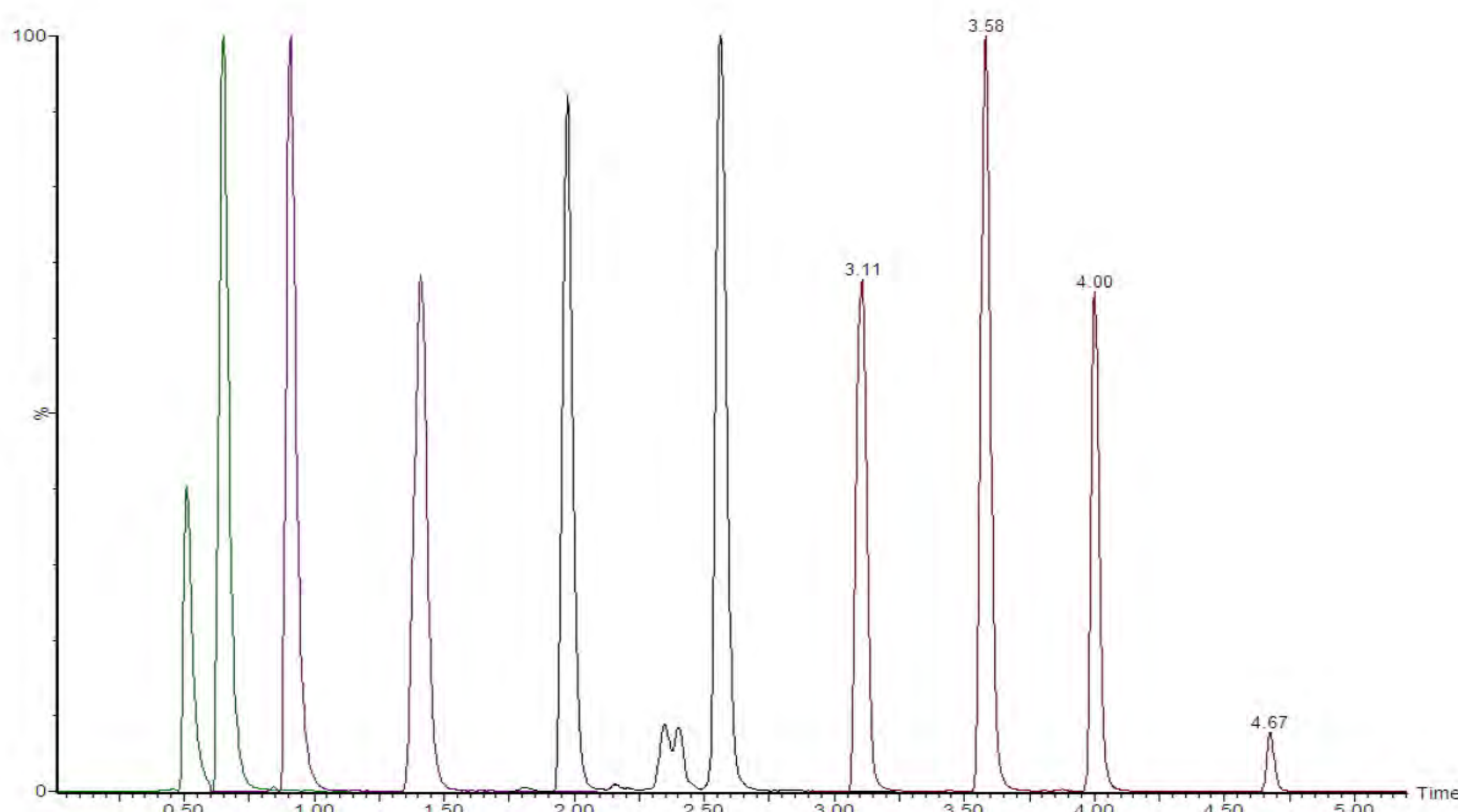


Abbildung 1: Chromatographische Trennung von 14 PFT

### Analyse mit UPLC-MS/MS:

System: Acquity UPLC-System mit TQ-Detector der Firma Waters.

- Chromatographische Trennung von 14 Substanzen in 5 Minuten
  - Injektion von 10 µl
  - Fluss: 0,4 ml/min
  - Säule: BEH C18, 1,7 µm, 2,1 x 50 mm, 40 °C
  - Gradient aus 2 mmol NH<sub>4</sub>Ac in Methanol und 2 mmol NH<sub>4</sub>Ac in H<sub>2</sub>O siehe Abbildung 2.
- Detektion
  - ESI negativ
  - Pro Substanz werden zwei Übergänge im MRM-Modus gemessen (für PFBA und PFPeA nur ein Übergang)
  - Source Temperature 80 °C, Desolvation Temperature 410 °C, Cone Gas Flow 60 l/h, Desolv. Gas Flow 650 l/h
- Quantifizierung
  - Verwendung 6 interner Standards (C13-markiert)
  - 5-Punkt-Kalibrierung

### Probenvorbereitung:

Festphasenextraktion mit Strata X-AW 60 mg Kartuschen:

- Konditionieren: 3 ml Methanol und 3 ml H<sub>2</sub>O
- 100 ml der unbehandelten Wasserprobe werden auf die Säule gegeben
- restliches Wasser wird mit einer Spritze von der Säule gedrückt und mit 1 ml Methanol nachgespült
- Elution der Analyten mit 3 ml 0,1%igem Ammoniak in Methanol

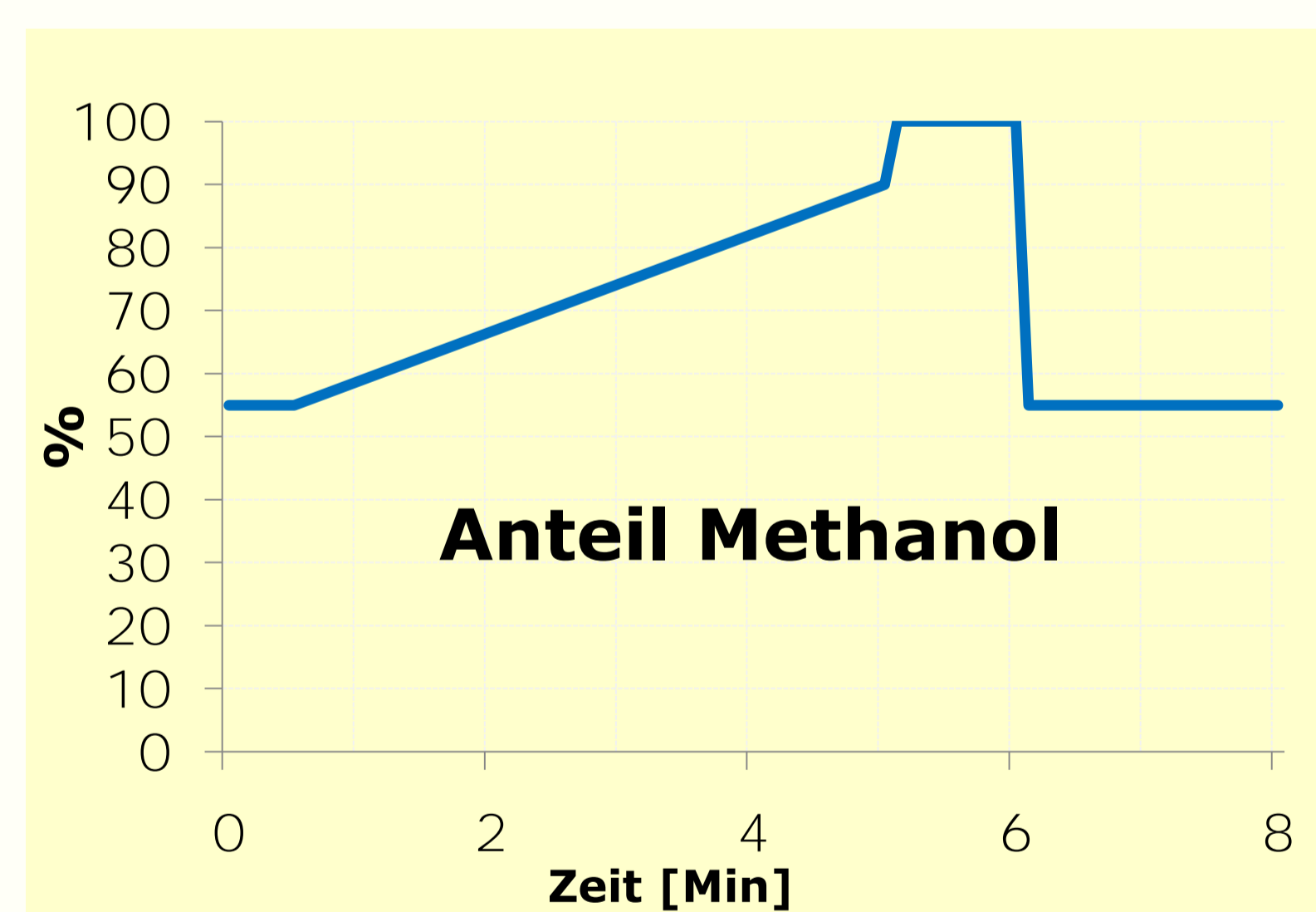


Abbildung 2: Gradientenzusammensetzung

Das Lösungsmittel wird im Stickstoffstrom bei ca. 38 °C verdampft. Der Rückstand wird in 250 µl einer Wasser-Methanol-Mischung (50:50; v:v) aufgenommen und in ein Kunststoffvial überführt.

	Anzahl C-Atome	Wiederfindung nach SPE [%]	Best.grenze [ng/l]
	4	53	0,4
	4	100	0,7
	5	105	0,8
	6	116	0,7
	6	98	0,6
	7	114	0,6
	8	112	0,8
	8	96	0,9
	9	128	0,4
	10	95	0,6
	10	56	0,4
	11	76	0,8
	12	54	0,4
	14	15	0,9

\*: Interner Standard vorhanden

Tabelle 1: Analyten mit Kenndaten