

Michaela Lange-Ventker, Peter Balsaa, Friedrich Werres

Hintergrund

- Acrylamid besitzt ein kanzerogenes Potential
- Acrylamid als Parameter in der Trinkwasserverordnung (Anlage 2, Teil 1, lfd. Nr. 1, Grenzwert (0,1 µg/L)
- Eintrag von Acrylamid in der Trinkwasseraufbereitung verursacht durch die Verwendung von Polyacrylamid als Flockungshilfsmittel

Ziel

- Entwicklung und Validierung eines schnellen und zuverlässigen Analysenverfahrens
- Einsatz eines internen Standards
- Einfluss von Oxidationsmitteln
- Stabilisierung von Wasserproben

Fazit

Anreicherung:

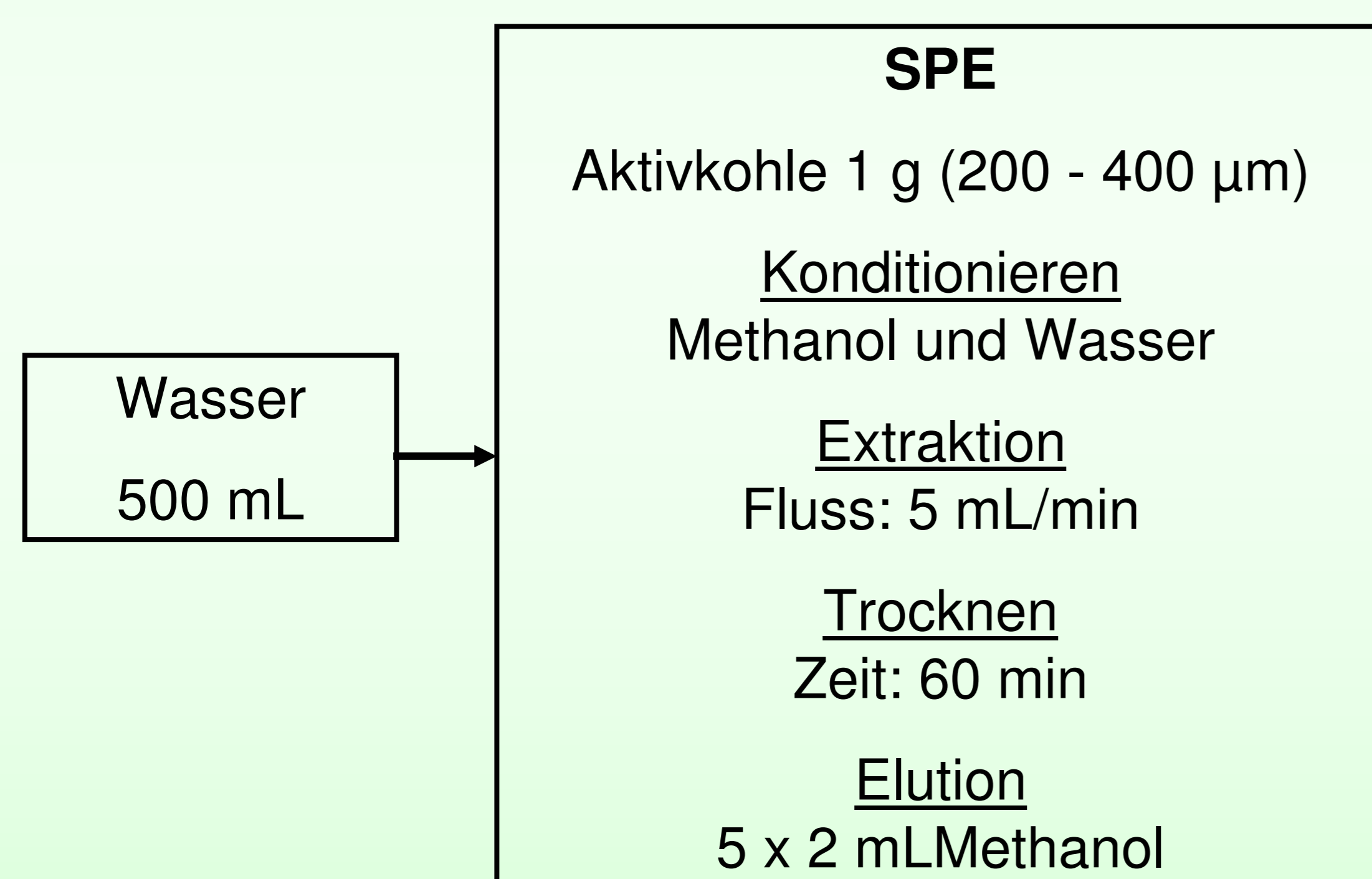
1. Die eingesetzte Aktivkohle (ROX 0.8) muss eine definierte Körnung (200 – 400 µm) aufweisen, um eine gute und reproduzierbare Anreicherung zu erzielen.
2. Oberfläche der Aktivkohle sollte mindestens > 1100 qm/g sein.
3. Je geringer die Extraktionsgeschwindigkeit, desto effektiver ist die Anreicherung von Acrylamid.
4. Oxidationsmittel führen zu Minderbefunden; Zugabe von Natriumthiosulfat bei der Probenahme notwendig
5. Oberflächenwasserproben durch Natriumazid stabilisieren

Chromatographie:

1. HPLC-MS unbedingt notwendig
2. D3-Acrylamid als ISTD zur Quantifizierung geeignet

Ergebnisse

Analytik:



HPLC-Bedingungen:

Säule: ODS Hypersil (250 x 3 mm; 3 µm)
Eluent: Wasser / Methanol + 0,1 %
Essigsäure (v/v: 94 / 6), isokratisch
Fluss: 0,4 mL/min
Säultemp.: 40 °C
Ion-Trap-Gerät : LCQDuo ThermoFinnigan

MS-Bedingungen:

APCI: +
vaporizer temp.: 400 °C
capillary temp.: 150 °C
sheath gas: 30 units
auxillary gas: 20 units
Detektion (m/z): 72 > 55, Acrylaamid
75 > 58, D3-Acrylamid



ROX 0,8
unbehandelt
(2 - 6 mm)



ROX 0,8
gemahlen und
gesiebt
(200 - 400 µm)

Reproduzierbarkeit: $\sigma = 6,3 \%$,
 $c = 0,1 \mu\text{g/L}$ (n = 5)
Linearität: $r = 0,996$,
 $c = 0,03 - 0,3 \mu\text{g/L}$
BG: **0,02 µg/L**,
(S/N= 5:1)
WFR: **> 85 %**