

## **Bestimmungen von prioritären organischen Substanzen in Oberflächenwasser mit Schwebstoffen mittels Festphasenextraktionsscheiben**

Die europäische Wasserrahmenrichtlinie (WRRL, Direktive 2000/60/EG) fordert eine intensive Überwachung von Oberflächengewässern auf die in der Direktive 2008/105/EG genannten prioritären und prioritär gefährlichen Stoffe. Viele dieser Substanzen können wegen ihres hydrophoben Charakters stark an Schwebstoffen sorbieren. Daher muss die sogenannte Gesamtwasserprobe, also die Wasserprobe einschließlich der darin befindlichen Feststoffe, untersucht werden. Die üblicherweise verwendeten Probenvorbereitungsverfahren, wie etwa die flüssig-flüssig Extraktion (liquid-liquid extraction, LLE) oder die Festphasenextraktion (solid phase extraction, SPE), werden durch die Bildung von Emulsionen, unzureichende Extraktion der partikelgebundenen Analyten oder Verstopfungen auf Grund der Schwebstoffe gestört. Folglich werden Schwebstoffe und Wasserprobe häufig voneinander getrennt, z.B. durch Filtration, und separat analysiert. Dieser Ansatz ist mit einem hohen Zeit- und Arbeitsaufwand verbunden. Eine Alternative können Festphasenextraktionsscheiben (SPE disks) sein. Sie besitzen einen größeren Durchmesser als SPE Kartuschen und neigen daher seltener zu Verstopfungen. Dadurch kann eine Extraktion der Gesamtwasserprobe in einem einzigen Verfahrensschritt ermöglicht werden.

Nach erstmaliger ausführlicher Untersuchung des Auftretens von residualem Wasser und seinen Auswirkungen auf die Festphasenextraktion mit SPE disks, um analytische Störungen zu reduzieren, wurde eine Multikomponentenmethode zur Spurenanalyse von 54 organischen Xenobiotika in Oberflächenwasser mittels SPE disk/Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS) unter Berücksichtigung der WRRL und ihrer Folgerichtlinien entwickelt und validiert. Das entwickelte Verfahren ermöglicht die Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAK), polychlorierten Biphenylen (PCB), polybromierten Diphenylethern (PBDE), Organochlorpestiziden (OCP) und anderen Pestiziden in 1 L Wasser mit Schwebstoffgehalten von bis zu 1000 mg/Probe. Dazu wurde die SPE disk Methode mit zwei GC-MS Methoden kombiniert, die sich nur in ihren Injektionsmodi unterscheiden, um einen großen Konzentrationsbereich abzudecken. Der große Konzentrationsbereich ist auf die große Anzahl der untersuchten Analyten und den anvisierten Bestimmungsgrenzen (BG), welche mit den Werten der Umweltqualitätsnorm (UQN) verbunden sind, zurückzuführen. Die Jahresdurchschnittswerte der UQN für die untersuchten Analyten in Oberflächenwasser liegen zwischen 0,0005 und 2,4 µg/L. Die erreichten BG von bis zu 0,1 ng/L (S/N = 6:1) sind niedriger als die vieler in der Literatur beschriebener Methoden und erstmalig wurde eine mit SPE disk gekoppelte Large Volume Injektion/GC-MS Methode validiert. Die Gesamtanalysenzeit beträgt ca. 2,5 h/Probe, einschließlich beider GC-MS Methoden. Für 85 % der untersuchten Analyten können alle Anforderungen der WRRL mit der beschriebenen SPE disk/GC-MS Prozedur erfüllt werden. Eine Verbesserung der Bestimmungsgrenze kann in Zukunft zum Beispiel durch die

Erhöhung des Probenvolumens, um 2 L oder mehr, oder durch die Verwendung sensitiverer Detektionsmethoden wie der GC-MS/MS, erreicht werden.

*Determination of priority organic substances in surface water containing suspended particulate matter by disk solid phase extraction, Dissertation von Christine Erger<sup>a,b</sup>, 1. Gutachter: Prof. Dr. Torsten C. Schmidt<sup>a,b,c</sup>, 2. Gutachter: Prof. Dr. Hendrik Emons<sup>d</sup>, Vorsitzender: Prof. Dr. Eckart Hasselbrink<sup>e</sup>*

<sup>a</sup>IWW Zentrum Wasser, Mülheim an der Ruhr <sup>b</sup>Instrumentelle Analytische Chemie, Universität Duisburg-Essen, <sup>c</sup>Zentrums für Wasser- und Umweltforschung, Universität Duisburg-Essen, <sup>d</sup>Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM)- Joint Research Centre, Geel (Belgium), <sup>e</sup>Physikalische Chemie, Universität Duisburg-Essen

#### Publikationen im Rahmen der Dissertation

C. Erger, P. Balsaa, F. Werres, T. C. Schmidt: Determination of organic priority pollutants in the low ng/L-range in water by solid phase extraction disk combined with large volume injection/gas chromatography-mass spectrometry, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, **405** (2013), 5215-5223.

C. Erger, P. Balsaa, F. Werres, T. C. Schmidt: Multi-component trace analysis of organic xenobiotics in surface water containing suspended particular matter by solid phase extraction/gas chromatography-mass spectrometry, *Journal of Chromatography A*, **1249** (2012), 181-189.

C. Erger, P. Balsaa, F. Werres, T. C. Schmidt: Occurrence of residual water within disk based solid phase extraction and its effect on GC-MS measurement of organic extracts of environmental samples, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, **303** (2012), 2541-2552.

Link: <http://duepublico.uni-duisburg-essen.de/servlets/DocumentServlet?id=32641>