

Automatisierung der Probenvorbereitung (SPE) von perfluorierten Chemikalien (PFC) in Trinkwasser

Dr. Thorsten Stahl, LHL Wiesbaden

Dietmar Janke + Stefan Karbstein, [Gilson International BV Germany](#)

Einführung

Der GX-271 ASPEC ist ein Standardsystem, das zur Automatisierung der Festphasenextraktion (SPE) genutzt wird. Üblicherweise werden Substanzen (Pestizide, Arzneimittel, etc.) aus verschiedenen Matrices aufgereinigt um anschließend analysiert zu werden. Das Qualitätskontrolllabor im Bereich Trinkwasser nutzt intensiv die LC/MS-Technologie als Standardverfahren. Die Anzahl der Kontaminaten, welche im Bereich Trinkwassergewinnung untersucht werden müssen ist sehr hoch.

Die SPE ist ein wichtiger Schritt vor der Analyse mittels LC/MS. Eine direkte Injektion ohne Probenvorbereitung ist keine Alternative. Einige Institutionen, welche auf die vorgeschaltete SPE verzichten haben, mussten feststellen, dass nach 200-500 Injektionen Effekte wie Verschleppung oder Anreicherungen auftraten. Insgesamt ermöglicht die hohe Sensitivität der heutigen LC/MS Systeme aber ein Probenvolumen von 30-50 ml. Die Anreicherung aus größeren Volumina (Wasser) ist meist nicht mehr nötig, aber möglich.

PFC sind anthropogene Umweltkontaminanten, die auch insbesondere in der Trinkwasseraufbereitung beobachtet werden müssen. Es handelt sich dabei um perfluorierte Substanzen, die nicht natürlich vorkommen. Unternehmen nutzen PFC um beispielsweise sogenannte Fluoropolymere (Teflon®, Gore-Tex®, Haushaltsoberflächenversiegelungen, PTFE) herzustellen, die in zahlreichen Produktionsprozessen eingesetzt werden.

Die Stabilität dieser Substanzen verhindert einen Abbau in der Natur. Eine weitreichende Anreicherung und die damit ggf. verbundene Bioakkumulation in den Nahrungsketten ist die Folge.

Einige PFC werden in Tierversuchen als krebserregend eingestuft und können zudem Allergien auslösen.



SPE Ausrüstung

Wasserproduzenten nutzen die ASPEC Systeme für die automatisierte SPE vor der LC/MS Analyse. Die SPE durch das GX-271 ASPEC für perfluorierte Substanzen (PFC, PFT) erhebt den besonderen Anspruch, dass keine Teflon®-Derivate aus dem System die Proben kontaminieren

können. Während des gesamten Prozesses der PFOA Analyse dürfen die eingesetzten Proben und Reagenzien nicht mit perfluorierten Derivaten (FEP, PTFE, etc.) in Kontakt kommen.



Das Standardmodell des GX-271 ASPEC ist mit einer Edelstahl-nadel und FEP-Schläuchen ausgestattet, welche während der SPE mit der Probe in Berührung kommen. Für die SPE während der PFC Analyse wird der ASPEC mit anderen Schlauchmaterialien ausgestattet. Eine teflonfreie Spritze mit HDPE-Dichtung für den Dilutor ergänzt das System.

Proben bis 50ml kann das System direkt von der Arbeitsfläche abarbeiten, für größere Volumina bis hin zu mehreren Litern wird eine externe Pumpe eingesetzt, die ebenfalls PTFE frei ist. Somit wurde bei Wasserlaboren ein Blindwert des systemseitigen PFC-Eintrages von <1ng/Liter Wasser erreicht.

Applikationsprotokoll

Das Applikationsprotokoll des GX271ASPEC sieht wie folgt aus:

SPE Kartusche SDB 3ml

200mg Konditionierung:

- 5ml Methanol

- 5ml Wasser

Laden der Probe:

50ml bis hin zu mehreren Litern Probe

Waschen: je nach Bedarf

Trocknen: je nach Bedarf mit N₂ oder Luft

Elution: 10ml Methanol

Eintrocknen, Aufnehmen mit jeweils 75µl Methanol und 75µl Wasser und anschließende LC-MS/MS.



Versuchsergebnisse (Wiederfindung WVR)

Es wurden ausgiebige Vergleiche mit der manuellen Methode und der optimierten GX-271 ASPEC Methode durchgeführt. Die Wiederfindungen von allen untersuchten Komponenten lagen zwischen 66 und 106 Prozent. (Vergleichstabelle auf Anfrage einsehbar)

Somit wurde das GX-271 ASPEC System erfolgreich in die Routinekontrolle beim LHL Landesbetrieb Hessisches Landeslabor eingesetzt. Weitere namhafte Wasserversorger setzen mittlerweile auf die Zuverlässigkeit der Gilson GX-ASPEC Reihe.

Weitere Anwendungen für den GX-271 ASPEC sind:

- Verdünnungen, Filtration, GPC / CleanUp
- Injektion z.B. Spektralphotometer oder HPLC, uvm.

Zusammenfassung

Die Automatisierung der manuellen Methode mit dem GX-271 ASPEC von Gilson zeigt hervorragende Wiederfindungsraten. Durch den kompletten Verzicht von Teflon© und PTFE/FEP haltigen Materialien können Blindwerte bis **<1ng/ Liter** erzielt werden. Die Cross-Kontamination einzelner Proben untereinander ist durch die intensiven Waschschriffe praktisch ausgeschlossen. Zugleich wird auch eine sehr gute Reproduzierbarkeit (hohe Präzision) erzielt.

Die Applikation wurde entwickelt mit freundlicher Unterstützung von LHL Wiesbaden, Dr.T. Stahl.

Die komplette Dokumentation mit allen zur Validierung relevanten Details senden wir Ihnen gerne auf Wunsch zu.