

ANALYTIK VON PRIORITÄREN STOFFEN UND BIOZIDEN IM KOMMUNALEN ABWASSER

Frankfurt, 17. Mai 2017

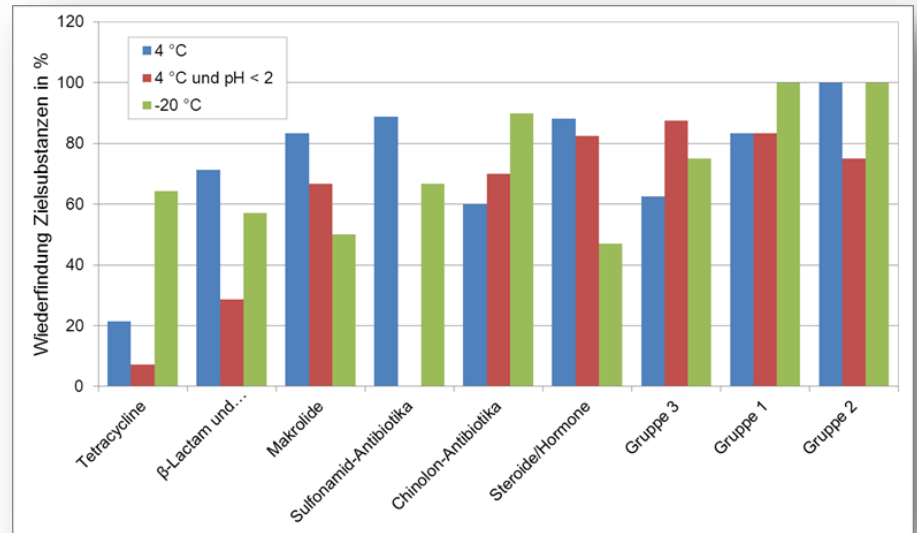
Frank Sacher und Astrid Thoma



ANFORDERUNGEN (1)

- **Biologisch aktive Proben**

→ Stabilisierung?



- **Inhomogene Proben**

→ Repräsentativität?

→ Untersuchungsziel?

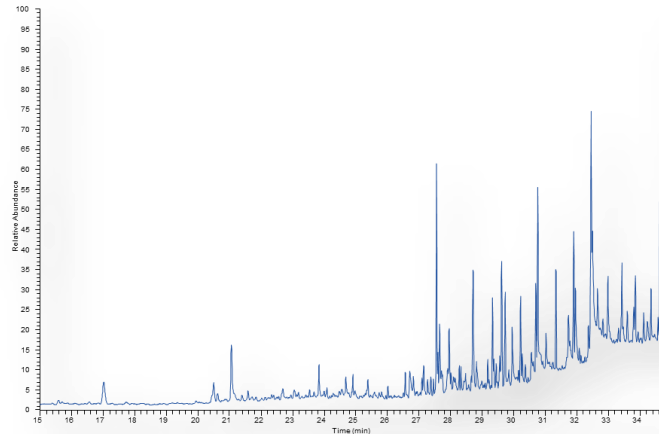


ANFORDERUNGEN (2)

- **Hohe Matrixbelastung**

→ Störungen bei

- Anreicherung
- Chromatographie
- Detektion



- **Niedrige**

Umweltqualitätsnormen

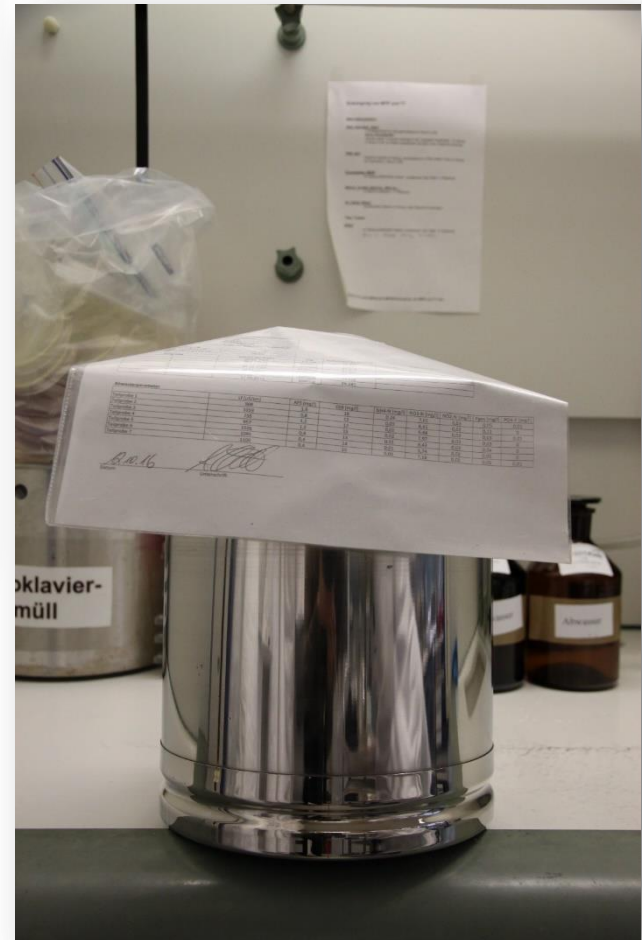
- **Niedrige**

Umweltkonzentrationen

→ niedrige Bestimmungsgrenzen

Parameter	UQN (µg/L)	BG _{soll} (µg/L)
Cadmium	0,08	0,024
Quecksilber	0,05	0,015
PBDE	0,0005	0,00015
Endosulfan	0,005	0,0015
Benzo[g,h,i]perylen	0,002	0,0006
Tributylzinn	0,0002	0,00006
Heptachlor(epoxid)	0,0000002	0,00000006
PFOS	0,00065	0,0002

VORGEHENSWEISE (1)



VORGEHENSWEISE (2)



VORGEHENSWEISE (3)



ANALYTIK IM LABOR

- Methodenentwicklung
- Methodenoptimierung
 - Analyse der Gesamtwasserprobe
 - Eliminierung von Störungen (clean-up)
 - Erhöhung der Nachweisempfindlichkeit
- Methodenvalidierung
 - Blindwerte
 - Nachweis-/Bestimmungsgrenze
 - Reproduzierbarkeit
 - Messunsicherheit
 - Vergleichsuntersuchungen
- Analyse der Proben
 - Kläranlagenabläufe
 - Kläranlagenzuläufe
 - Klärschlämme



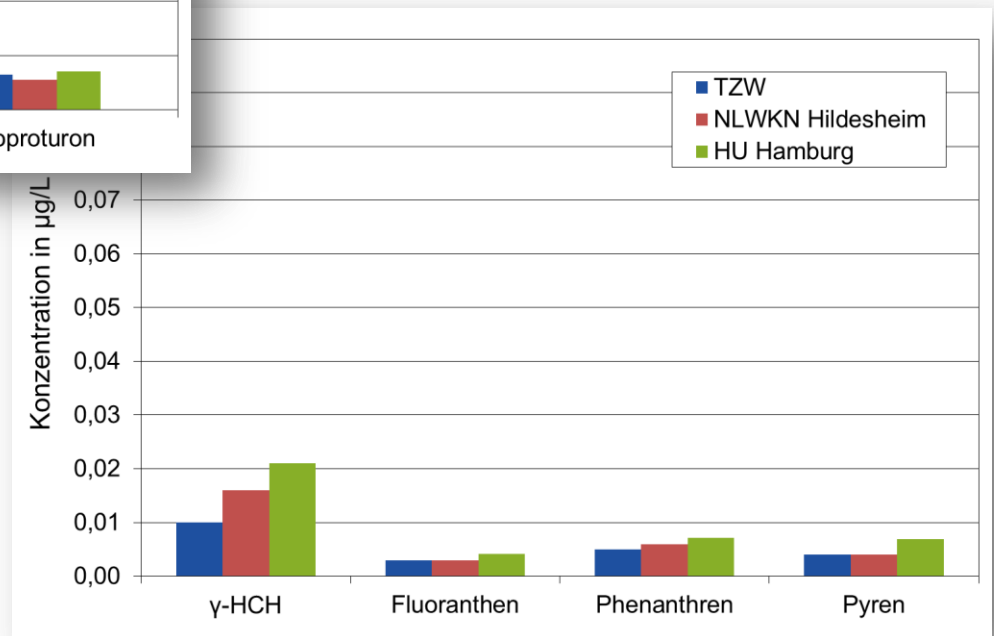
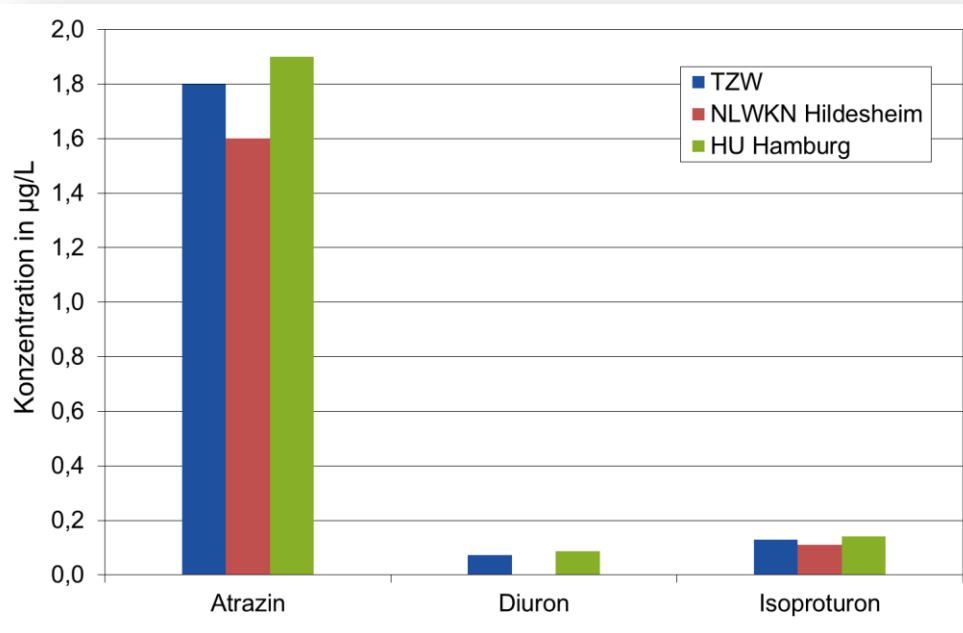
BLINDWERTE MILCHKANNEN

Parameter	BW [µg/L]	BG [µg/L]
Blei	< 0,10	0,10
Nickel	0,67	1,0
Cadmium	< 0,002	0,002
Quecksilber	< 0,001	0,001
Atrazin	< 0,010	0,010
Diuron	< 0,010	0,010
Isoproturon	< 0,010	0,010
iso-Nonylphenol	< 0,050	0,050
Oktylphenol	(0,005)	0,025
DEHP	0,14	0,10

Reinigung der
Milchkannen mit
Leitungswasser und
iso-Propanol

Parameter	BW [µg/L]	BG [µg/L]
Acenaphthen	(0,0001)	0,001
Acenaphthylen	(0,0001)	0,001
Anthracen	(0,00007)	0,001
Benzo(a)anthracen	(0,00007)	0,001
Benzo(a)pyren	< 0,0005	0,0005
Benzo(b)fluoranthen	(0,00006)	0,001
Benzo(g,h,i)perylene	< 0,0005	0,0005
Benzo(k)fluoranthen	< 0,001	0,001
Chrysen	(0,00014)	0,001
Dibenzo(a,h)anthracen	< 0,001	0,001
Fluoranthen	(0,0006)	0,001
Fluoren	(0,00008)	0,001
Indeno(1,2,3-c,d)pyren	< 0,0005	0,0005
Naphthalin	(0,001)	0,010
Phenanthren	(0,0006)	0,001
Pyren	(0,0005)	0,001

VERGLEICHSMESSUNGEN



1. Vergleichsuntersuchung,
Ablauf Kläranlage M

METHODEN UND BESTIMMUNGSGRENZEN (1)

Parameter	Methode	BG (µg/L)	UQN (µg/L)
Blei	ICP-MS	0,1	0,40
Nickel	ICP-MS	1,0	6,7
Cadmium	ICP-MS	0,002	0,027
Quecksilber	AFS	0,001	0,017
Atrazin	HPLC/MS-MS	0,010	0,20
Diuron	HPLC/MS-MS	0,010	0,067
Isoproturon	HPLC/MS-MS	0,010	0,10
Terbutryn	HPLC/MS-MS	0,010	0,022
Aclonifen	HPLC/MS-MS	0,040	0,040
Bifenox	HPLC/MS-MS	0,004	0,0040
Quinoxifen	GC/MS-MS	0,050	0,050
Dicofol	GC/MS-MS	0,025	0,00043
Heptachlor	GC/MS-MS	0,005	0,00000007
Heptachlorepoxyd	GC/MS-MS	0,005	0,00000007
Cypermethrin, gesamt	GC/MS-MS	0,005	0,000027
Dichlorvos	HPLC/MS-MS	0,050	0,00020
Cybutryn	HPLC/MS-MS	0,005	0,00083
iso-Nonylphenol	GC/MS-MS n. D.	0,050	0,10
Oktylphenol	GC/MS-MS n. D.	0,025	0,033

METHODEN UND BESTIMMUNGSGRENZEN (2)

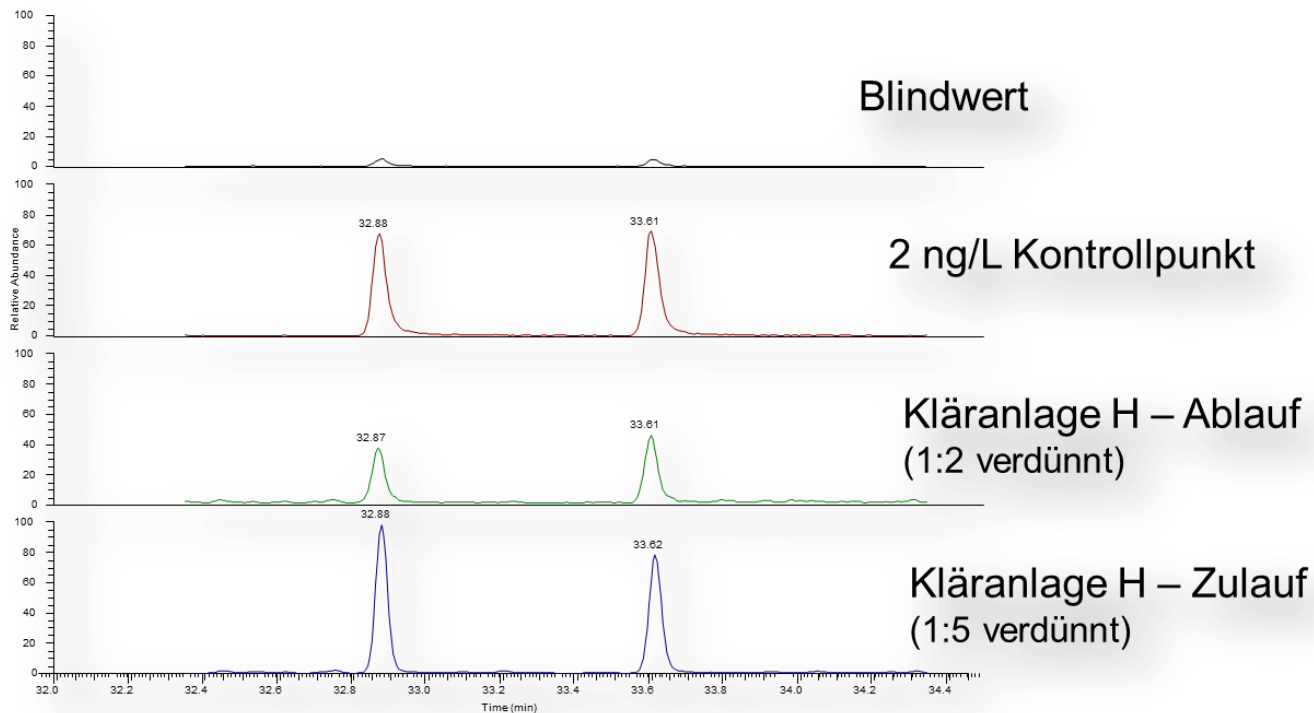
Parameter	Methode	BG (µg/L)	UQN (µg/L)
DEHP	GC/MS-MS	0,10	0,43
Acenaphthen	GC/MS-MS	0,001	
Acenaphthylen	GC/MS-MS	0,001	
Anthracen	GC/MS-MS	0,001	0,033
Benzo(a)anthracen	GC/MS-MS	0,001	
Benzo(a)pyren	GC/MS-MS	0,0005	0,000057
Benzo(b)fluoranthen	GC/MS-MS	0,001	
Benzo(g,h,i)perylene	GC/MS-MS	0,0005	
Benzo(k)fluoranthen	GC/MS-MS	0,001	
Chrysen	GC/MS-MS	0,001	
Dibenzo(a,h)anthracen	GC/MS-MS	0,001	
Fluoranthen	GC/MS-MS	0,001	0,0021
Fluoren	GC/MS-MS	0,001	
Indeno(1,2,3-c,d)pyren	GC/MS-MS	0,0005	
Naphthalin	GC/MS-MS	0,010	0,67
Phenanthren	GC/MS-MS	0,001	
Pyren	GC/MS-MS	0,001	
Perfluoroktansulfonsäure	HPLC/MS-MS	0,001	0,00022
Hexabromcyclododecan	GC/MS	0,005	0,00053

BIOZID-WIRKSTOFFE

Stoff	CAS-Nr.	Analytik TZW	Bestimmungsgrenze (KA-Ablauf) in µg/L
2-Aminobenzimidazol (TP von Carbendazim)	934-32-7	nein	
1,2-Benzisothiazolin-3(2H)-on (BIT)	2634-33-5	ja	0,1
Brodifacoum	56073-10-0	nein	
Carbendazim	10605-21-7	ja	0,05
Diethyltoluamid (DEET)	134-62-3	ja	0,1
Diclosan (DCPP)	3380-30-1	nein	
Difethialon	104653-34-1	nein	
Diuron	330-54-1	ja	0,05
Imazalil	35554-44-0	nein	
Imidacloprid	138261-41-3	ja	0,05
Isoproturon	34123-59-6	ja	0,05
Methyl-Diclosan (TP von Diclosan)	-	nein	
Methyl-Triclosan (TP von Triclosan)	4640-01-1	ja	0,05
Octhilinin (Octylisothiazolinon, OIT)	26530-20-1	ja	0,1
Permethrin	52645-53-1	ja	0,001
Permethrinsäure (TP diverser Pyrethroide)	55701-05-8	nein	
Prallethrin	103065-19-6	nein	
Propiconazol	60207-90-1	ja	0,05
Tebuconazol	107534-96-3	ja	0,05

BEISPIEL: ANALYTIK VON PAK

Substanz	BG in ng/L	VSA _{rel} in %
Hexachlorbenzol	0,19	1,2
γ-HCH	0,71	3,7
Fluoranthen	0,35	2,3
Benz[a]pyren	0,39	2,6



Fluoranthen und Pyren
(Übergang 202,08 → 200,06)

Auf eine gute Zusammenarbeit !



Dr. Frank Sacher

TZW: DVGW-Technologiezentrum Wasser

Karlsruher Straße 84 / 76139 Karlsruhe

frank.sacher@tzw.de

Astrid Thoma

TZW: DVGW-Technologiezentrum Wasser

Karlsruher Straße 84 / 76139 Karlsruhe

astrid.thoma@tzw.de