

Bestimmung von Mikroschadstoffen in Trinkwasserproben

BiENZ Erik

Bachelor-Thesis, Molecular Life Sciences, Chemie

Auftraggeber: Dipl. Chem. J. Noser, Amt für Lebensmittelsicherheit und Veterinärwesen
Expert/in: Dr. M. Ehrat
Begleitdozent/in: Prof. Dr. G. Schlotterbeck, FHNW Muttenz

ZUSAMMENFASSUNG

Die Spurenanalytik ist heutzutage eine wichtige Disziplin der analytischen Chemie. Mit ihr ist es möglich, Stoffe in sehr kleinen Konzentrationen qualitativ und quantitativ zu bestimmen. Das ist nötig um z.B. sicherzustellen dass keine giftigen Stoffe durch Menschen oder andere Lebewesen unbeabsichtigt eingenommen werden.

In dieser Bachelor-Thesis wurden LC-MS/MS Methoden für die quantitative Bestimmung der Mikroschadstoffe Desphenyl-chloridazon, Clarithromycin und Aliskiren in Trinkwasserproben erstellt und validiert.

Mit einer Acquity HSS T3 UPLC Säule wurde eine Chromatographische Trennung erreicht und für Desphenyl-chloridazon konnte mit einem Syncore Probenverdampfer eine Probenaufarbeitung entwickelt werden. Für Aliskiren und Clarithromycin war keine Aufkonzentrierung der Probe notwendig. Es wurden lineare Kalibrationen für alle Analyten erstellt und ihre Bestimmungsgrenzen bestimmt. Die Validierung wurde bei einer Konzentration von 100ng/L Analyt mit gespiktem Eptinger Mineralwasser durchgeführt. Die Wiederfindungen der drei Analyten lagen im Bereich 81-115% bei Streuungen von 4-11%.

EINLEITUNG

Chloridazon-desphenyl ist ein Metabolit des Herbizids Chloridazon. Der Gebrauch von Herbiziden ist nicht unproblematisch. Es werden Gewässer auf der ganzen Welt durch den Gebrauch von Pestiziden dauerhaft kontaminiert. Als Konsequenz davon kann das zur Verunreinigung des Grund- und Trinkwassers führen. Um Konsumenten zu schützen und eine hohe Qualität des Trinkwassers zu gewährleisten muss das Wasser auf Spuren von Pestiziden und deren Metaboliten untersucht werden. Chloridazon wird hauptsächlich als Unkrautvernichter im Rübenanbau verwendet. Es zersetzt sich sehr schnell durch UV-Licht zu Chloridazon-desphenyl und Methyl-desphenyl-chloridazon.

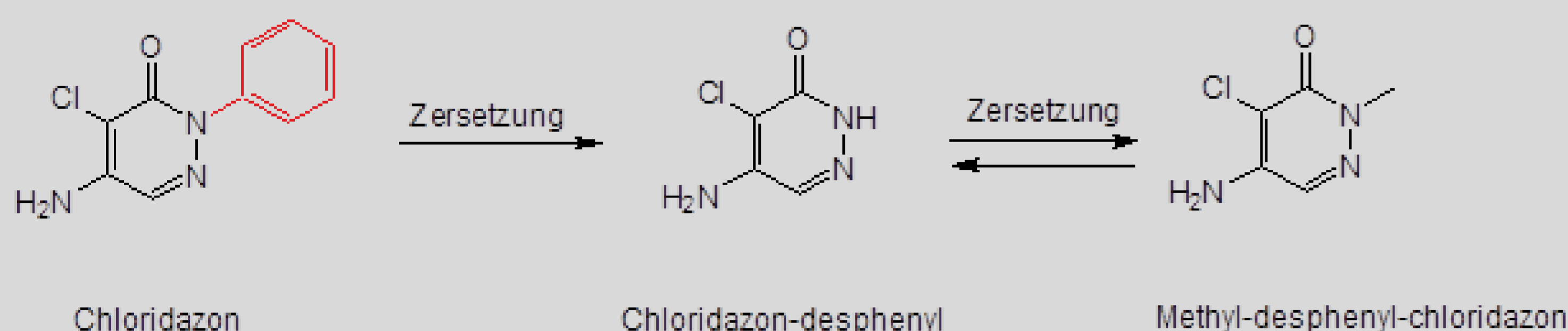


Abbildung 1: Strukturen von Chloridazon und den beiden Hauptmetaboliten

RESULTATE

Probenaufarbeitung

Desphenyl-chloridazon wurde am Syncore um den Faktor 10 aufkonzentriert und das Konzentrat wurde filtriert. SPE ist aufgrund der hohen Polarität des Moleküls nur mit einer schlechten Wiederfindungsrate möglich.

Vorteile der Syncore Methode sind geringe Kosten, kleine Verluste, sowie eine kurze Probenaufarbeitungszeit.



Abbildung 2: Büchi Syncore Polyvap



Abbildung 3: Eingeeigte Eptinger Wasserprobe

LC-MS/MS-Methode

Für die Analytik wurde das Xevo UPLC MS/MS System von Waters verwendet. Die chromatographische Trennung wurde mit einer Acquity HSS T3 UPLC Säule erreicht. Desphenyl-chloridazon wurde über den Massenübergang 146 -> 54 quantifiziert und mit den Übergängen 146 -> 117 und 146 -> 101 qualifiziert.

Validierung

Die Validierung wurde bei einer Konzentration von 100ng/L Analyt mit gespiktem Eptinger Mineralwasser durchgeführt. Die Wiederfindungen der drei Analyten lagen im Bereich 81-115% bei Streuungen von 4-11%.

Es wurden Bestimmungsgrenzen von 0.1ng/L für CLA, 0.5ng/L für ALI und 20ng/L für DPC in reinem Lösemittel gefunden. Je nach Trinkwassermatrix liegt die Bestimmungsgrenze höher.

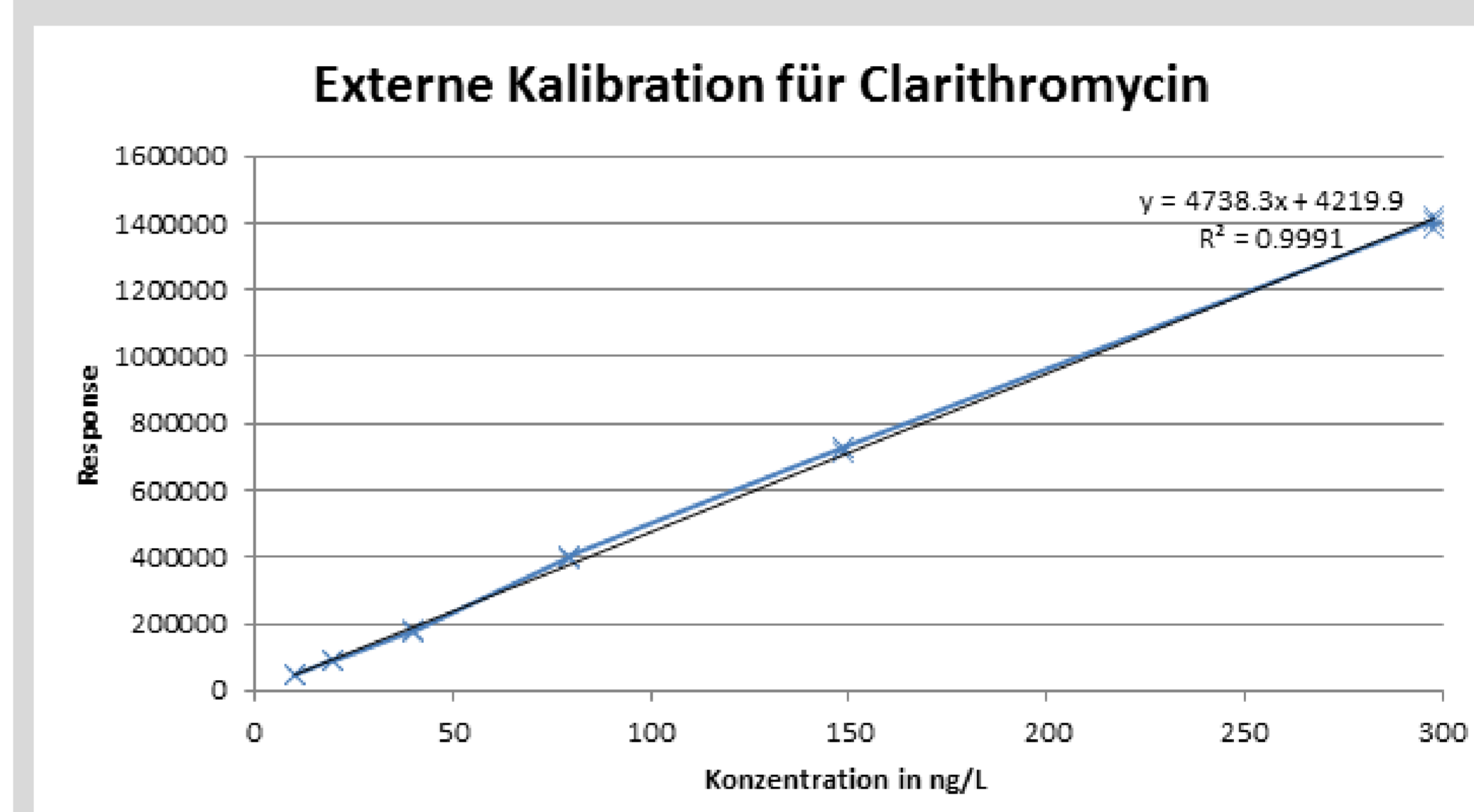


Abbildung 4: Kalibration von Clarithromycin mit $R^2 = 0.999$

Ringversuch

Drei Desphenyl-chloridazon Proben eines Ringversuchs wurden analysiert und Konzentrationen von 185ng/L, 277ng/L und 462ng/L gefunden. Die Auswertung des Ringversuches wird extern bearbeitet.

SCHLUSSFOLGERUNG

Mikroverunreinigungen im Trinkwasser sind unerwünscht und müssen vermieden werden. Um unsere Gesundheit zu schützen werden von den Behörden Grenzwerte für solche Chemikalien in den Gewässern festgelegt und die gilt es einzuhalten. Damit das überprüft werden kann, braucht es hoch sensible analytische Geräte, und gute Methoden. Mit den entwickelten Methoden kann sichergestellt werden, dass die Grenzwerte für Desphenyl-chloridazon, Clarithromycin und Aliskiren eingehalten werden und wir Konsumenten unser Trinkwasser genießen können.

REFERENZEN

- [1] D. Schleuder et al., New residues of pesticides in drinking water: Determination of chloridazon and its metabolites by LC-MS/MS, Applied Biosystems Germany, Zweckverband Landwasserversorgung, Langenau
- [2] E. Schüle et al., Polar Pesticide-Metabolites in drinking and mineral water, 2008, Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt Stuttgart, Fellbach, Germany
- [3] W. Weber, W.Seitz et al., Nachweis der Metaboliten Desphenyl-chloridazon und Methyl-desphenyl-chloridazon in Oberflächen-, Grund- und Trinkwasser, 2007, Vom Wasser vol. 105 (1), s. 7-14