



**Analyseverfahren zur gemeinsamen Bestimmung von NSO-Heterocyclen, Phenolen und PAK aus wässrigen und festen Proben über GC-MS und LC-MS/MS**

Mänz, Jan Sebastian; Siemers, Anne-Kathrin; Tangermann, L.; Palm, Wolf-Ulrich; Ruck, Wolfgang

*Published in:*  
Proceedings of the ANAKON 2011

*Publication date:*  
2011

*Document Version*  
Begutachtete Fassung (Peer reviewed)

[Link to publication](#)

*Citation for published version (APA):*

Mänz, J. S., Siemers, A-K., Tangermann, L., Palm, W-U., & Ruck, W. (2011). Analyseverfahren zur gemeinsamen Bestimmung von NSO-Heterocyclen, Phenolen und PAK aus wässrigen und festen Proben über GC-MS und LC-MS/MS. in: Proceedings of the ANAKON 2011 (S. 274).

**General rights**

Copyright and moral rights for the publications made accessible in the public portal are retained by the authors and/or other copyright owners and it is a condition of accessing publications that users recognise and abide by the legal requirements associated with these rights.

- Users may download and print one copy of any publication from the public portal for the purpose of private study or research.
- You may not further distribute the material or use it for any profit-making activity or commercial gain
- You may freely distribute the URL identifying the publication in the public portal ?

**Take down policy**

If you believe that this document breaches copyright please contact us providing details, and we will remove access to the work immediately and investigate your claim.

**Analyseverfahren zur gemeinsamen Bestimmung von  
NSO-Heterocyclen, Phenolen und PAK  
aus wässrigen und festen Proben über GC-MS und LC-MS/MS**

Mänz, J.S., Lüneburg/D, Siemers, A.-K., Lüneburg/D, Tangermann, L., Lüneburg/D  
Palm, W.-U., Lüneburg/D, Ruck, W., Lüneburg/D

Jan Sebastian Mänz, Leuphana Universität, Scharnhorststrasse 1, 21335 Lüneburg/D

**Hintergrund und Ziele** Die polaren NSO-Heterocyclen (NSO-HET) und Phenole sind neben den vergleichsweise unpolaren, homocyclischen PAK die wichtigsten Bestandteile von Teerölen und wurden im Rahmen der BMBF Forschungsprojekte KORA und RUBIN bezüglich ihres Verhaltens an teerölkontaminierten Altlaststandorten sowie bezüglich ihrer Sorptionseigenschaften auf Aktivkohle eingehend untersucht. In weiterführenden Untersuchungen wurde der Einfluss einer Teerölaltlast auf ein benachbartes Fließgewässer und erstmalig auch flächendeckende Untersuchungen dieser Verbindungen in niedersächsischen Oberflächengewässern durchgeführt. In diesem Zusammenhang wurde ein robustes und empfindliches Verfahren zur gemeinsamen Analyse von 36 NSO-HET, 14 Phenolen und 38 PAK aus Sedimenten, Schwebstoffen und Wasser über GC-MS und LC-MS/MS entwickelt.

**Material und Methoden** Für die Analyse von Feststoffproben wird ein mehrstufiges Ultraschallextraktionsverfahren mit einem Gemisch aus Methanol/Toluol angewendet und der eingeeengte Extrakt nachfolgend auf SPE-Kartuschen (Lichrolut EN<sup>®</sup>, Merck) überführt, eingetrocknet und mit Salzsäure konditioniert. Wässrige Proben werden auf pH 1 angesäuert, direkt auf Lichrolut EN<sup>®</sup> Kartuschen angereichert und mit Salzsäure nachgespült. Die beladenen und im N<sub>2</sub>-Strom getrockneten Kartuschen werden anschließend mit Dichlormethan eluiert (Fraktion 1: SO-HET, Phenole, PAK). Nach einem weiteren Trocknungsschritt werden die Kartuschen mit Ammoniaklösung konditioniert, abermals getrocknet und mit einem Gemisch aus Methanol/Aceton/Dichlormethan eluiert (Fraktion 2: N-Heterocyclen). Vor der Messung der Fraktion 1 in der GC-MS wird der Extrakt eingeeengt, in Toluol aufgenommen und ggf. über frisch gefälltes Kupfer entschwefelt. Die Fraktion 2 wird eingeeengt, in Acetonitril aufgenommen und über LC-MS/MS analysiert.

**Ergebnisse** Durchgeführte Ultraschall-Extraktionsversuche mit versch. Lösungsmitteln belegen die Notwendigkeit eines polaren Lösungsmittelanteils zur Extraktion der N-HET aus Sedimentproben. Die Extraktionsausbeuten des Verfahrens sind vergleichbar mit in der Literatur beschriebenen Ergebnissen aus Soxhlet- und ASE-Verfahren [1]. Die Fraktionierung der SO-HET, Phenole und PAK (Fraktion 1) und der N-HET (Fraktion 2) wird aufgrund der reversiblen kationischen Bindung der N-HET bei pH < pKs auf Lichrolut-EN<sup>®</sup> erreicht und ermöglicht die deutlich empfindlichere Analyse der N-HET über LC-MS/MS. Die sehr polaren, hydroxylierten N-HET konnten zuvor über GC mit typischen DB5-Säulen nur mit sehr schlechten Nachweisgrenzen analysiert werden. Das entwickelte Verfahren liefert für Sediment- und Schwebstoffproben mittlere Bestimmungsgrenzen zwischen 0,2-2,5 µg/kg TS und für wässrige Proben zwischen 0,4-5 ng/L. Detaillierte Ergebnisse werden auf dem Poster dargestellt und diskutiert.

[1] Koči et al., Journal of Environmental Analytical Chemistry 87(2), 111-123, 2007