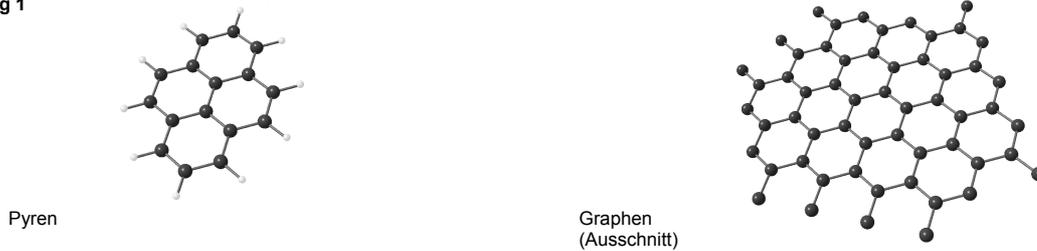


# Toluol-Druckextraktion von Textilpassivsammlern (TPS) zur Bestimmung lipophiler Schadstofffrachten

Franz Dietrich Oeste, gM-Ingenieurbüro, Tannenweg 2, D-35274 Kirchhain  
Philippe Brandner, blp GeoServices gmbh, Kapuzinerstraße 84e, A-4020 Linz

Textilpassivsammler (TPS) dienen der tiefenorientierten Bestimmung von relativen Frachten ausgewählter organischer Stoffgruppen, wie z. B. BTEX, PAK und CKW, die in den 4 mikrobiologischen Stoffabbau-Milieuzonen des Grundwasserquifers als Reduktionsmittel oder Oxidationsmittel wirken: 1. oxische bis suboxische Braunsteinstabilitätszone, 2. suboxische Eisenockerstabilitätszone, 3. suboxische Sulfatstabilitätszone, 4. anoxische H<sub>2</sub>S-, Methan- und Catechol-Stabilitätszone. Während die tiefenorientierte Abbildung dieser Abbauzone mit Braunstein-, Eisenocker- und Barytpigment beschichtetem Redoxmilieu-Detektorband (RMD) gelingt, war die Bestimmung hochsiedender lipophiler Stoffe mit hoher Affinität zum Aktivkohlefasersorbens im TPS nur unzureichend und sollte optimiert werden. Ursache war die mangelhafte Desorption der fest am Graphen-Molekulargerüst der Aktivkohle adsorbierten Stoffe mit den üblichen Extraktionsverfahren<sup>[1][2]</sup>. Besonders die polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK) sind sehr fest in den TPS adsorbiert. Das ist durch ihre Verwandtschaft mit dem Graphengitter der Aktivkohle begründet, wie Abb. 1 beispielhaft verdeutlicht.

Abbildung 1



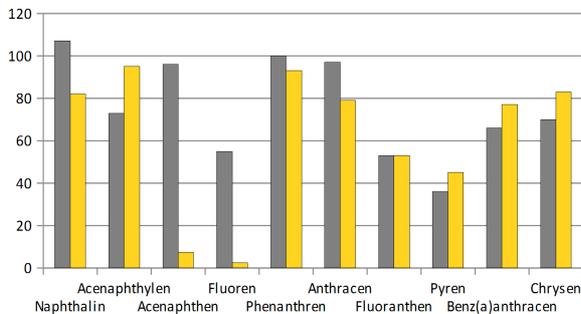
Die PAK-Löslichkeit lässt sich anhand der Löslichkeit der Steinkohlenteerpeche bemessen, die überwiegend aus PAK bestehen. Die Löslichkeit der Steinkohlenteerpeche fällt in der Lösungsmittelreihenfolge:

**Chinolin > Nitrobenzol > Pyridin >> Toluol > Chloroform > Benzol >> Aceton > n-Hexan > Methanol > Petrolether<sup>[3]</sup>**

U. a. wegen ihrer Toxizität eignen sich die drei erstgenannten Lösungsmittel mit der höchsten PAK-Löslichkeit nicht zur TPS-Extraktion. Deshalb und auf Grund seiner bereits nachgewiesenen Eignung<sup>[4]</sup>, wurde für die Untersuchung das Extraktionsmittel Toluol und das Druckextraktionsverfahren bei 150 °C ausgewählt. Diagramm 1 zeigt die Versuchsergebnisse der Toluol-Druckextraktion eines mit PAK beladenen TPS. Versuche, die PAK nach herkömmlichem Verfahren<sup>[1]</sup> mit n-Hexan aus den TPS zu extrahieren, schlugen vollkommen fehl.

Diagramm 1

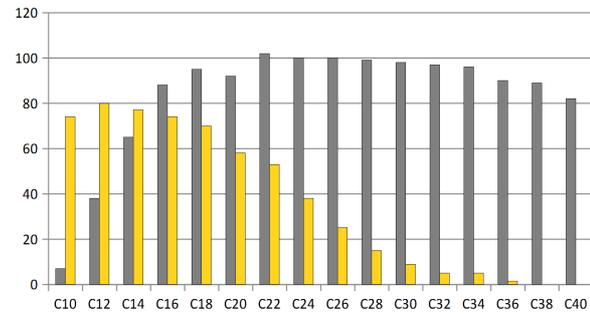
PAK-Wiederfindungsrate in % aus PAK-dotiertem TPS mit Toluol-Druckextraktion bei 150 °C



■ PAK-Beladung aus n-Hexan mit EPA-PAK-Standard-Mix.-Dotierung 160 µg absolut  
■ PAK-Beladung aus 250 ml Wasser, 14 Tage Expositionsdauer unter Luftzutritt mit EPA-Standard-Mix.-Dosierung 125 µg absolut

Diagramm 2

MKW-Wiederfindungsrate in % aus MKW-dotiertem TPS mit Toluol-Druckextraktion bei 150 °C und n-Hexan-Extraktion



■ Toluol-Druckextraktion bei 150 °C nach Beladung mit 20 mg "Alkan-Mix"  
■ n-Hexan-Ultraschall-Schüttelextraktion bei 20 °C nach Beladung mit 20 mg "Alkan-Mix"<sup>[2]</sup>

Durch Toluol-Druckextraktion der TPS gelingt auch die optimierte Bestimmung der Mineralölkohlenwasserstoffe (MKW) im Vergleich zum Standardverfahren<sup>[2]</sup> mit dem Extraktionsmittel n-Hexan (Diagramm 2). Auch die sog. POPs (Persistent Organic Pollutants) lassen sich durch Toluol-Druckextraktion sehr gut aus aktivkohlefasershaltigen Passivsammlern extrahieren<sup>[4]</sup>. Wir erwarten, dass sich bei noch höheren Extraktionstemperaturen auch die besonders fest in den TPS gebundenen 5- und 6-Ring-PAK bestimmen lassen.

Mit unseren Untersuchungen konnten wir außerdem belegen, dass die aus den sauerstoffarmen Aquiferzonen entnommenen TPS dem oxidativen Angriff unterworfen sind, wenn sie der Luft ausgesetzt werden. Das betrifft vor allem die CH<sub>2</sub>-Gruppen-haltigen PAK Acenaphthen und Fluoren, die dadurch etwa gemäß den Reaktionen 1 und 2 abgebaut werden. Die TPS müssen deshalb zwischen Entnahme aus dem Aquifer und ihrer Extraktion vor Sauerstoffzutritt geschützt werden.

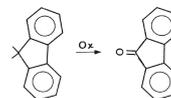
[1] DIN ISO 18287 (2006) Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe (PAK).

[2] DIN ISO 16703 (2011) Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des Gehalts an Kohlenwasserstoffen.

[3] Charette LP & Girolami L (1961): Solvent fractionation of electrode binder pitches; Fuel, 40, pp.89-98.

[4] Yagoh H, Murayama H, Suzuki T, Tominaga Y, Shibuya N, Masuda Y (2006): Simultaneous monitoring method of polycyclic aromatic hydrocarbons and persistent pollutants in the atmosphere using activated carbon fiber filter paper; Analytical Sciences, 22(4), pp. 538-590.

Reaktion 1



Reaktion 2

