

# PAK-Schnellmethode

## Ersatz des qualitativen PAK-Hinweises durch ein quantitatives HPTLC-Verfahren

### PAK-Hinweis mittels Infrarot-Spektroskopie

Der qualitative Hinweis auf PAK erfolgte bisher innerhalb der Kohlenwasserstoff-Bestimmung mit der IR-Methode. Mit dem neuen KW-Index mittels Gaschromatographie ist dieser Hinweis nicht mehr möglich, weil der KW-Methode ein völlig anderes Messprinzip zu Grunde liegt. In der Folge haben wir ein neues Verfahren zur Bestimmung der PAK-Summe gesucht, welches schnell und, in Bezug auf die geltenden Grenzwerte, quantitativ ist. Im Weiteren sollte gleichzeitig der Gehalt an Benzo(a)pyren ermittelt werden können. Nach Evaluation verschiedener Tests und Methoden erwies sich die Dünnschicht-Chromatographie als Methode der Wahl.

### Dünnschicht-Chromatographie (DC)

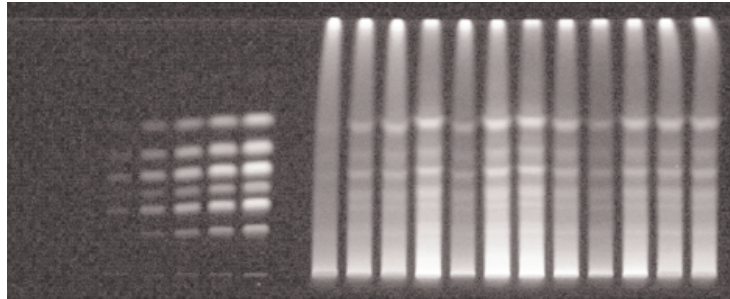
Bei der Dünnschicht-Chromatographie wird zuerst eine Glasplatte mit Kieselgel oder einem anderen Trägermaterial beschichtet. Dann trägt man kleinste Mengen von Probenextrakten und Referenzlösungen auf einer dünnen Linie am unteren Rand der Platte auf. Die Platte wird nun senkrecht in eine Wanne mit einigen Millilitern Lösungsmittel gestellt. Durch die Kapillarkräfte steigt das Lösungsmittel im Trägermaterial hoch und schleppt die Inhaltsstoffe der Extrakte und die Referenzsubstanzen mit. Dabei werden die Komponenten aufgrund der unterschiedlichen Wechselwirkungen zum Lösungsmittel und zum Trägermaterial aufgetrennt. Nach der eigentlichen chromatographischen Trennung wird die Platte getrocknet und anhand der für PAK-Substanzen charakteristischen Fluoreszenzen mit einem Scanner ausgewertet.

### Geschichte

Die Dünnschicht-Chromatographie ist eine der ältesten Chromatographie-Techniken. Das Prinzip wurde 1906 durch den russischen Botaniker M. S. Tswett beschrieben. Ihm gelang erstmals die Trennung von Pflanzenfarbstoffen durch Chromatographie über Kalkpulver. Später wurde die DC durch die HPLC verdrängt. Seit sowohl das Auftragen der Extrakte auf die Platte als auch das Detektieren und Quantifizieren der Substanzen automatisierbar sind, hat die DC wieder neue Anwendungen gefunden. In neuester Zeit wurden die Trägermaterialien verfeinert und auf bessere Trennschärfe optimiert. So hat sich die alte, qualitative Dünnschicht-Chromatographie (DC) zur quantitativen «High-Performance Thin Layer Chromatography» (HPTLC) weiterentwickelt.

### PAK in Bodenproben und anderen Feststoffen mittels HPTLC

In der Norm DIN 38407-7 ist die quantitative Bestimmung von sechs PAK-Substanzen mittels HPTLC in Wasser beschrieben.



Auswertung einer Dünnschichtplatte unter Fluoreszenzlicht. Jede Bahn ist eine einzelne Probe. Auf der linken Seite sind bei den Standardgemischen die einzelnen PAK-Flecken erkennbar.



Automatische Probenaufgabe

Aufbauend auf dieser Norm, haben wir eine Methode zur Bestimmung von PAK in Feststoffen entwickelt. Dabei wird das Rohextrakt aus dem neuen KW-Index direkt auf eine mit Koffein imprägnierte Kieselgel-Platte aufgetragen und in Dichlormethan chromatographiert. Die Detektion und Auswertung erfolgt automatisch mit einem Fluoreszenz-Scanner. Unter den vorgegebenen Bedingungen können sechs der sechzehn PAK-Substanzen detektiert werden. Eine der sechs Substanzen ist Benzo(a)pyren, welches somit direkt quantifizierbar ist. Mit der Auswertung mehrerer hundert PAK-Analysen mittels GCMS konnten wir feststellen, dass diese sechs PAKs immer etwa zu gleichen prozentualen Anteilen in den Proben vorliegen. So lässt sich die Summe PAK über die ermittelten Anteile bestim-

men. Zur Absicherung und Überprüfung werden periodisch Parallelmessungen mit GCMS durchgeführt. Insbesondere werden kritische Proben im Bereiche der Grenzwerte mittels GCMS überprüft.

### Neues Screening-Programm mit KW, PAK und Schwermetallen

Um der wachsenden Bedeutung der PAK-Bestimmung im Bereich von Verdachtsflächen sowie Aushub- und Abbruchmaterial Rechnung zu tragen, haben wir unser Screening-Programm 17 mit der Bestimmung der PAK-Summe und Benzo(a)pyren erweitert. Dank der neuen HPTLC-Methode kann das Programm zu einem günstigeren Preis angeboten werden als mit der klassischen GCMS-Analytik. Diese wird jedoch weiterhin auf Verlangen durchgeführt.

### Neue Programme für Feststoffe

|                           |  | Preise pro Probe in Fr. |
|---------------------------|--|-------------------------|
| Bachema Programm 16       | Schwermetalle (RFA), Kohlenwasserstoff-Index (GC) (entspricht altem Programm 17)       | 430.–                   |
| Bachema Programm 17 (neu) | Schwermetalle (RFA), Kohlenwasserstoff-Index (GC), Summe PAK und Benzo(a)pyren (HPTLC) | 550.–                   |
| KW/PAK                    | Kohlenwasserstoff-Index (GC), Summe PAK und Benzo(a)pyren (HPTLC)                      | 330.–                   |
| PAK (HPTLC)               | Summe PAK und Benzo(a)pyren (HPTLC)  | 150.–                   |

Alle Preise exklusive Probenaufbereitung