

Festphasenextraktion und HPLC-Bestimmung von PAH's aus Trinkwasser-, Boden- und Altölproben

H. G. Kicinski

Sowohl die Anreicherung als auch die Trennung und quantitative Bestimmung der polycyclischen Aromaten (PAH's) sind von grossem Interesse. Wegen der im allgemeinen geringen Konzentration in Umweltkompartimenten und aufgrund des niedrig angesetzten Grenzwertes nach der Trinkwasser-Verordnung (TVO) sind eine selektive Anreicherungsmethode sowie eine empfindliche Nachweismöglichkeit erforderlich. Beiden Forderungen kommen die Anreicherung über Festphasenextraktion an Einmal-Trennsäulen sowie die UV-Diodenarray- und/oder Fluoreszenzdetektion entgegen.

Für die höchstempfindliche Anzeige bis in den unteren Picogramm-Bereich werden die Wellenlängen für Anregung und Emission über die Analysenzeit programmiert. Hierdurch wird gewährleistet, dass alle Substanzen innerhalb einer Analyse mit höchster Empfindlichkeit angezeigt werden.

1. Einleitung

Polycyclische aromatische Kohlenwasserstoffe (PAH's) werden seit langem als Umwelttoxine mit grosser Aufmerksamkeit betrachtet, da sie weit verbreitet vorkommen und einige Einzelsubstanzen dieser Stoffklasse kanzerogen und damit stark gesundheitsgefährdend sind.

Die PAH's kommen dabei sowohl in Wasser und Boden als auch in der Luft unserer Umwelt vor. Aus diesen Gründen ist eine Analytik und damit eine Umweltüberwachung der PAH's sicher von grosser Bedeutung.

Da die Polycyclen langzeitstabil sind und somit eine hohe Verweilzeit in der Umwelt aufweisen, sind die Verteilprozesse durch Luft, Wasser, Schwebstoffe und Boden und daher ein Einbau in die Nahrungskette interessant.

Im langsamen biologischen Abbau dieser Substanzen besteht die Gefahr der Anreicherung im Fettgewebe des Organismus. Die grosse Toxizität und die hohe karzinogene Aktivität einiger PAH's sind Gründe für die grosse Bedeutung dieser Stoffklasse.

Die US-Umweltbehörde EPA (Environmental Protection Agency) hat 1976 unter anderen organischen Substanzen in der «Priority Pollutant List» zur Überwachung und Begrenzung von Schadstoffen im Wasser 16 PAH's festgelegt, die erfahrungsgemäss am häufigsten in der Umwelt nachzuweisen sind (vgl. Abb. 4).

Im folgenden soll ein HPLC-Verfahren vorgestellt werden, mit dem diese polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffe in Trinkwasser-, Boden- und Altölproben bestimmt werden können. Neben der Trennung an speziell konzipierten Säulen und der selektiven Detektion mit Hilfe eines UV-Diodenarray-Detektors und/oder eines über die Analysenzeit wellenlängenprogrammierbaren

Fluoreszenzdetektors gilt der Anreicherungsmethode grosses Interesse. Da Einmal-Trennsäulensysteme zunehmend an Bedeutung gewinnen, wird im vorgestellten Verfahren die Festphasenextraktion zur selektiven PAH-Anreicherung aus den genannten Matrices gewählt. Der Vorteil ist in der zeit- und lösemittelsparenden Arbeitsweise zu sehen, wodurch dieses Verfahren insbesondere als Konkurrenzverfahren zum Ausschütteln mit dem Scheidetrichter anzusehen ist.

2. Material und Methoden

2.1 Benötigte Hilfsmittel

Baker-10 Solid Phase Extraktions-System mit Kontrollmanometer

1000 mg/6 ml Baker SPE Trennsäulen (C₁₈, CN, NH₂, Florisil, Benzolsulfonsäure)

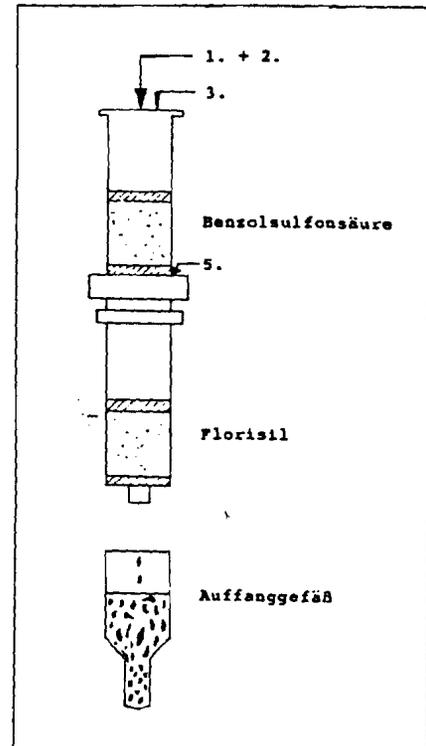


Abb. 1. Anreicherung von PAH's aus Altölproben durch Fest/Flüssig-Extraktion

1. Aktivierung der Kartuschen mit 6 ml n-Hexan
2. Auftragen von 0,5 ml Probelösung (1 bis 2 g der homogenisierten Ölprobe mit n-Hexan auf 50 ml auffüllen)
3. Aufgabe von 2 x 1 ml n-Hexan
4. Trennung der Steckkombination
5. 4 x 5 ml n-Hexan über die Florisilkartusche geben
6. 22 ml gereinigter PAH-Extrakt

2.2 Chemikalien

Alle Lösemittel bzw. Elutionsmittel müssen zur Rückstandsanalyse geeignet sein bzw. HPLC-Qualität aufweisen.

Zertifizierter PAH-Standard SRM 1647 (Promochem)

Dotierte Trinkwasserproben

Klassifizierte Bodenproben der LUFA Speyer (Boden 2.1, 2.2, 2.3; dotiert mit PAH-Standard SRM 1647)

Altölprobe der Deutschen BP (Wedel)

2.3 Arbeitsvorschriften

Während bei der PAH-Bestimmung aus Wasser- und Ölproben diese direkt, d.h. ohne Lösevermittler versehen, auf die Festphasenkartuschen aufgebracht werden können, müssen die PAH's aus Bodenproben zunächst aus dieser Matrix extrahiert werden. Vergleichende Extraktionsversuche zeigten, dass die Toluol-Soxhlet-Extraktion und die Toluol-Ultraschall-Extraktion die effektivsten Methoden darstellen [1, 2].

Einen Überblick zur Durchführung der festphasenextraktiven Anreicherung von PAH's aus Wasser-, Boden- und Altölproben gibt die Abb. 1 sowie die Literatur [2, 3].

2.4 HPLC-Analyse

Für die Trennung und Bestimmung der PAH-haltigen Fraktionen wird ein Hochdruckflüssigkeits-Chromatograph mit UV- und Fluoreszenz-Detektor verwendet.

Gerät

Hewlett-Packard 1090 L mit integriertem UV/VIS-Diodenarraydetektor sowie extern betriebenen wellenlängenprogrammierbaren Fluoreszenzdetektor Perkin-Elmer LS-4.

Detektionswellenlängen

UV: λ = 254 nm

Fluoreszenz: siehe Abb. 4 und Abb. 6

Stationäre Phase

Bakerbond Wide Pore C18, 300 A, 5 μm 4.6x250 mm [5]

Mobile Phase

Acetonitril-Wasser Gradient (siehe Abb. 4, 5, 6)

Säulentemperatur

37 °C

Flussrate

1,3 mL/min

3. Ergebnisse

Das Verfahren, PAH's entsprechend den in der Umweltanalytik erforderlichen Bedingungen zu trennen und zu detektieren, gliedert sich in drei Teilschritte:

1. Anreicherung der Substanzklasse durch Festphasenextraktion.
2. HPLC-Analyse an speziell konzipierten Trennsäulen (z. B. Bakerbond Wide Pore).
3. Selektive Detektion mit UV/VIS-Diodenarray- und/oder wellenlängenprogrammierter Fluoreszenzdetektion. Wegen der im allgemeinen geringen Konzentration der PAH's in Umweltkompartimenten und aufgrund des niedrig angesetzten Grenzwertes nach TVO ist eine selektive

Anreicherungsmethode erforderlich. Der Forderung kommen die Anreicherung über Festphasenextraktion an Einmaltrennsäulen sowie die unter Punkt 3 aufgeführten Detektionsmethoden, besonders die Fluoreszenzdetektion, entgegen, verbindet doch ein Fluoreszenzdetektor bekanntlich Selektivität und Empfindlichkeit:

Festphasenextraktion

a) Wasserproben

Zur Festphasenextraktion werden uns Anwendern zurzeit mehrere verschiedene Typen von Säulen mit Mengen zwischen 100 mg und 1000 mg Säuleninhalt angeboten, die ein weites Polaritätsspektrum erfassen (siehe Abb. 2). Durch spezifische molekulare Interaktionen mit dem oberflächenmodifizierten Silicagel soll eine möglichst starke, jedoch reversible Bindung mit der zu analysierenden Substanz hergestellt werden. Im Bereich der PAH-Analytik aus der Matrix Wasser werden die unpolaren Octadecylphasen allein oder in Steckkombination mit polaren Phasen (z.B. Aminopropyl) erfolgreich eingesetzt. Die Wechselwirkungen, die zwischen den PAH's und dem lipophilen RP-Material auftreten, sind über Van-der-Waals-Kräfte zu beschreiben: Kräfte zwischen 3 und 15 kJ/mol.

Die prinzipielle Vorgehensweise beim Arbeiten mit Festphasenkartuschen beruht zunächst auf der Vorkonditionierung der RP-Phasen [3]. Da infolge der Lipophilie der RP-Phasen diese mit Wasser nicht benetzbar sind, ist die Vorkonditionierung für diese Säulchen besonders wic-

Sorbens	Struktur
Unpolar	
Octadecyl C18	Si-C ₁₈ H ₃₇
Octyl C8	Si-C ₈ H ₁₇
Hexyl C6	Si-C ₆ H ₁₃
Butyl C4	Si-C ₄ H ₉
Ethyl C2	Si-C ₂ H ₅
Methyl C1	Si-CH ₃
Cyclohexyl CH	Si- 
Phenyl PH	Si- 
Diphenyl 2PH	Si- 
Polar	
Cyanopropyl CN	Si-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CN
Diol 2OH	Si-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ - 
Silica Si	Si- 
Aminopropyl NH2	Si-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -NH ₂
Ethylendiamin-N-propyl PSA	Si-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -N-CH ₂ -CH ₂ -NH ₂
Ionenaustauscher	
Benzolsulfonylpropyl SCX	Si-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -  -SO ₃ ⁻ H ⁺
Sulfonylpropyl PRS	Si-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -SO ₃ ⁻ Na ⁺
Carboxymethyl CBA	Si-CH ₂ -COO ⁻ H ⁺
Diethylaminopropyl DEA	Si-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -N(CH ₂ -CH ₃) ₂ Cl ⁻
Trimethylaminopropyl SAX	Si-CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -N(CH ₃) ₃ Cl ⁻

Abb. 2. Kommerziell erhältliche Sorbentien zur Festphasenextraktion

tig. Je nach dem sie umgebenden Lösemittelmilieu erfahren die Alkylketten, die ab C₄ frei beweglich sind, ihre Ausrichtung weg von der Sorbensoberfläche. Die Vorconditionierung erfolgt zunächst mittels Propanol-2, dann mit Propanol-2/Wasser (15:85).

Im zweiten Schritt wird die mit 15 Vol.-% Propanol-2 versetzte Wasserprobe auf das Säulchen aufgebracht und mit Vakuum durch das Sorbens gesaugt. Der Propanol-2-Zusatz ermöglicht zwei entscheidende Vorteile:

1. Ausrichtung der Alkylketten weg von der Sorbensoberfläche während des gesamten Anreicherungsschrittes,

2. Unterdrückung der Wandsorption der PAH's in der Probeflasche [6].

Der dritte Schritt beinhaltet die Entfernung eventuell interferierender Matrixbestandteile durch Waschen mit geeigneten Lösemitteln sowie die Trocknungsmöglichkeit (Wasserstrahlvakuum oder Gefriertrocknung). Im vierten Schritt werden die PAH's mit Dichlormethan eluiert, das erhaltene Eluat aufkonzentriert und nach Aufnahme des Rückstandes in Methanol oder Acetonitril der HPLC-Analyse zugeführt.

Unter optimierten Bedingungen beträgt die Wiederfindungsrate für die 16 EPA-PAH's nach Anreicherung und Desorption von den RP-Phasen ca. 90% bei einem Anreicherungsfaktor von 1000 aus 0,5 L bis 1,0 L Wasser [3].

b) Bodenproben

Eine Vorreinigung bzw. Vortrennung der Extrakte ist gerade bei Bodenproben unbedingt erforderlich, zumal dann, wenn erhebliche Kontaminationen vorliegen. Die Vorreinigung hat folgende Vorzüge:

1. Die Grundfluoreszenz wird verringert.
2. Organisch unpolare Substanzen, die erhebliche Verweilzeiten in der Säule aufweisen, werden vorher abgetrennt.
3. Folglich wird die Lebensdauer der HPLC-Trennsäule verlängert.

Neben den aromatischen Kohlenwasserstoffen enthalten die Bodenextrakte noch gesättigte Kohlenwasserstoffe sowie polare und petroletherunlösliche Substanzen. Da die gesättigten und polaren Substanzen zu Störungen bzw. Überlagerungen im Chromatogramm führen, soll die Festphasenextraktion so ausgelegt werden, dass aus den Extrakten der Bodenproben nur die aromatischen Kohlenwasserstoffe herausfiltriert werden.

Unter Verwendung einer Steckkombination, bestehend aus einer Octadecyl- und einer Cyanokartusche (die Cyanokartusche ist dabei über der Octadecylkartusche angeordnet, vergleichbar zu Abb. 1) beträgt die Wiederfindungsrate für 13 der 16 EPA-PAH's nach Anreicherung und Desorption ca. 95% bei einem Anreicherungsfaktor von 1000 aus 10 g Boden (vgl. Abb. 3). Die Leistungsfähigkeit der Festphasenextraktion kann somit durch den Einsatz von Säulchenkombinationen unterschiedlicher Polarität beachtlich erhöht werden. Auf jeden Fall sollten nur Kartuschen mit 1 g Füllinhalt verwendet werden.

c) Altölproben

Die Abtrennung der PAH's von störenden Begleitstoffen aus Altölproben erfolgt über ein zweistufiges festphasenextraktives Reinigungsverfahren (vgl. Abb. 1). In der ersten Stufe werden auf der ionischen Benzolsulfonsäurekartusche eventuell vorhandene Feststoffpartikel sowie ionische Verbindungen aufgrund des Ionenaustauschcharakters des Säulenmaterials zurückgehalten. Des wei-

teren können hier schwefelhaltige Verbindungen gebunden werden [4]. In einer zweiten Stufe werden auf der Oberfläche einer Florisilsäule polare Verbindungen, die sich störend auf die anschließende HPLC auswirken würden, abgetrennt. Die PAH's werden in diesem Festphasensystem keinerlei Wechselwirkung mit der Oberfläche der stationären Phase eingehen. Sie werden mit der Hexanphase direkt in das Auffanggefäß gespült.

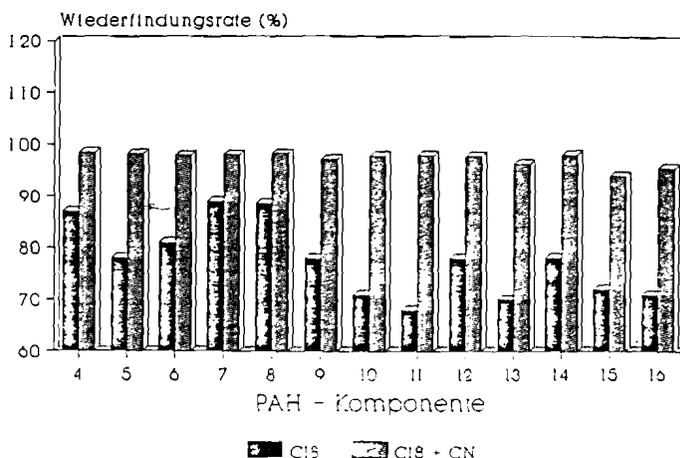


Abb. 3. Vergleich der Wiederfindungsrate für PAH's aus dotierten Bodenproben nach Festphasenextraktion an C₁₈- oder C₁₈/CN-Kartuschen; PAH-Komponenten 4 bis 16 vgl. Abb. 4.

HPLC-Trennung

Die geforderte Trennung der 6 PAH's nach TVO sollte in einem isokratischen Lauf vorgenommen werden, um ein möglichst einfaches Verfahren für die Routine zur Verfügung zu haben. Entscheidende Voraussetzung, um mit einem solchen Verfahren erfolgreich zu sein, ist eine geeignete Selektivität des verwendeten Säulenmaterials. Bei der hier verwendeten Säule ist die erreichte Auflösung sowohl durch die bei den angegebenen Eluenten herrschenden Selektivitätsverhältnisse als auch durch die hohe Effizienz gewährleistet. Letztere resultiert aus dem verwendeten Material von 5 µm Korngröße und kann dazu ausgenutzt werden, die Analyse in 10 min durchzuführen. Dies stellt sicher eine wichtige Voraussetzung für den Einsatz dieser Methode in der Routine dar. Auch dann, wenn in einer dotierten Wassermatrix gemessen wird, zeigt diese Säule quantifizierbare Trennergebnisse. Für die vollständige Trennung der 16 PAH's der EPA-Richtlinie ist die Gradientenanalyse unumgänglich. Unter Verwendung desselben Säulentyps ergibt sich bei der Anwendung eines mehrstufigen Gradienten das in Abb. 4 dargestellte Chromatogramm. Unter Berücksichtigung der komplexen Matrices, aus denen heraus Polycyclen zu bestimmen sind, ist sinnvollerweise statt in Richtung kurzer Analysenzeiten in Richtung hoher Auflösung zu optimieren. Mit einem entsprechend angepassten Gradienten können damit die in Abb. 4 gezeigten Resultate erzielt werden. Die Vorteile dieses Trennsystems sind gegeben durch eine verminderte Gefahr von aus der Matrix stammenden interferierenden Substanzpeaks und einen grösseren Bereich am Anfang des Chromatogramms, in dem stärker hydrophile Substanzen abgetrennt werden können. Eine Analysenzeit von 45 min einschliesslich Säulenconditionierung liegt sicher in einer Größenordnung, bei der auch unter Routinebedingungen ökonomisch gearbeitet werden kann. Wie eingangs erwähnt, zeichnen sich fast alle mehrkernigen Aromaten durch gute Fluoreszenzeigenschaften aus.

Bitte frankieren
Affranchir s.v.p.

Schweizerischer
Laborpersonal-Verband
Postfach

4002 Basel

Bitte frankieren
Affranchir s.v.p.

Schweizerischer
Laborpersonal-Verband
Postfach

4002 Basel

Bitte frankieren
Affranchir s.v.p.

Schweizerischer
Laborpersonal-Verband
Postfach

4002 Basel

Chemiker IBZ

in den Fachrichtungen

**Allgemeine +
technische
Chemie.**

**Biochemie +
Pharmazeutik.**

**Analytische +
physikalische
Chemie.**

Textil-Chemie.

**Chemische
Betriebstechnik**

**Diverse
Kurzcourse**

Fernschulungskurse – von der
Industrie unterstützt – für Labo-
ranten, welche sich in einer der
aufgeführten Fachrichtungen
weiterbilden wollen.

Interessenten verlangen mit
nebenstehender Karte die Pro-
gramme. Selbstverständlich
gratis, unverbindlich und ohne
Vertreterbesuch.

IBZ

**Institut für
Berufsbildung**

Fach- + eidg. anerkannte
Technikerschulen

Zentralsekretariat: 5200 Windisch

Tel. 056-414647

Anmeldeformular zur Aufnahme als Mitglied der Sektion *)

Herr Frau Fräulein

Personalien

Name: _____ Geburtsdatum: _____

Vorname: _____ Nationalität: _____

Strasse: _____ PLZ: _____ Ort: _____

Mitgliedschaft: Aktiv Gönner Lehrling

Fähigkeitsausweis: ja Seit wann: _____ nein

Arbeitgeber: Firma: _____ Ort: _____

Arbeitsrichtung: Chemie Physik Textil
 Biologie Metallurgie Agrobiologie

Beruf: Laborant/in Laborgehilfe/gehilfin Chemikant/in
 Spitallaborant/in Drogist/in Cheminist/in
 Laborist/in Apothekenhelferin andere

Ort, Datum: _____ Unterschrift: _____

*) Siehe dazu die Adressliste der Sektionen in der SLZ
 Zutreffendes bitte ankreuzen!

Bestellung von SLZ-Artikeln

_____ Stück SLZ-Sammelkassette(n) für Jahrgang: _____

_____ Stück «Synthesemethoden der organischen Chemie» von Dr. H. Stalder

_____ Stück «Phasentransferkatalyse» von Dr. H. Stalder

_____ Stück «Statistik im Laboratorium» von G. Rey und H. Kreuter

_____ Stück «Reaktionsmechanismen der organischen Chemie» von Dr. P. Flury

_____ Stück «Namensreaktionen der organischen Chemie»
 von Dr. H. R. Känel/dipl. chem. ETH M. Brosi

_____ Stück «Gaschromatographie» von H. Anderegg

_____ Stück «Bacterium E. coli unter der Lupe der Molekulargenetiker»
 von Prof. Dr. W. Arber

_____ Stück Rechentypenkatalog Chemie

_____ Stück Stoechiométrie destiné aux laborants en chimie

_____ Stück Rechentypenkatalog Biologie/Agrobiologie d/fr

_____ Stück Rechentypenkatalog für Laboristen

_____ Stück

Name: _____ Vorname: _____

Adresse: _____

Ort, Datum: _____ Unterschrift: _____

Abo-Bestellkarte



Ich / Wir bestelle(n) die Schweizerische Laboratoriums-Zeitschrift SLZ zum Bezugspreis von
 Fr. 66.- (Ausland: Fr. 88.-) für 1 Jahr

Einzelnummern

Stück SLZ Nr. _____ / 1990, Stück SLZ Nr. _____ / 1990

Name / Vorname: _____

Unterschrift: _____

**Handbücher
für den
Praktiker**

- Separatdrucke der SLZ
Druckerzeugnisse des SLV
- SLZ-Sammelkassette**
Fr. 15.-/Stück
- «Synthesemethoden der organischen Chemie»**
Dr. H. Stalder
Reduktions- und Oxidationsmethoden sowie Schutzgruppenreaktionen.
2. korrigierte und erweiterte Auflage.
Fr. 40.-/Stück
- «Phasentransferkatalyse»**
Dr. H. Stalder
Methoden und Literatur zur Phasentransferkatalyse.
40 Seiten
Fr. 12.-/Stück
- «Statistik im Laboratorium»**
G. Rey und H. Kreuter
Statistik: Methoden und Literatur für das Labor.
103 Seiten
Fr. 22.-/Stück
- «Namensreaktionen der organischen Chemie»**
Dr. H. R. Känel,
dipl. chem. ETH M. Brosi
185 Seiten
Fr. 32.-/Stück
- «Reaktionsmechanismen der organischen Chemie»**
Dr. P. Flury
78 Seiten
Fr. 20.-/Stück
- «Gaschromatographie Grundkurs für Einsteiger»**
H. Anderegg
Erscheint 1990!
Bitte SLZ-Inserate beachten!
- «Das Bakterium E. coli unter der Lupe der Molekulargenetiker»**
Prof. Dr. W. Arber
Broschüre A4, 31 Seiten
Fr. 10.-/Stück
- Druckerzeugnisse der Ausbildungskommission SLV**
- Rechentypenkatalog für Chemielaboranten
Fr. 9.-/Stück
- Recueil de problèmes de stoechiométrie destiné aux laborants en chimie
Fr. 9.-/Stück
- Rechentypenkatalog für Biologie und Agrobiologie laboranten.
Fr. 12.-/Stück
- Rechentypenkatalog für Laboristen
Fr. 9.-/Stück
- Porto + Versandkostenanteil:
Fr. 3.50/Lieferung
Fr. 4.-/Sammelkassettenlieferung

weitere nicht fluoreszierende Verbindungen zu vermuten. Diese stören aufgrund der recht guten Abtrennung durch Festphasenextraktion die Detektion nicht, sind aber geeignet, durch Belastung der Säule die Chromatographie zu beeinflussen (vgl. Abb. 5 und Abb. 6). Wie ein Vergleich des Probenchromatogramms mit dem Standardchromatogramm in Abb. 5 aber zeigt, sind die Abweichungen in der Retentionszeit unerheblich, so dass eine Peakzuordnung keine Schwierigkeiten bereitet. Es zählen sich in diesem Bereich der PAH-Analytik nicht nur die Güte der Probenvorbereitung, sondern auch die Selektivität der Detektion und die hohe Stabilität der chromatographischen Bedingungen aus. Letzteres lässt nicht nur Rückschlüsse auf die Belastbarkeit der Säule zu, sondern auch auf die Präzision, mit welcher der komplexe Lösemittelgradient gefördert wird.

Literatur

[1] Hagenmaier H., Krauss P., (1985). «Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Sediments, Sewage Sludges and Compost from Municipal Refuse by HPLC». *Intern. J. Environ. Anal. Chem.* **Vol. 23, Nr. 4.**

[2] Kicinski H.G., Adamek S., Kettrup A. (1989): «Trace Enrichment and HPLC Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Environmental Samples using Solid Phase Extraction in Connection with UV/VIS Diode-Array and Fluorescence Detection». *Chromatographia* **Vol. 28**, S. 203–208.

[3] Kicinski H.G., Kettrup A., (1988): «Festphasenextraktion und HPLC-Bestimmung von polycyclischen Aromaten aus Trinkwasser». *Vom Wasser, Band 71*, S. 245–254.

[4] Brenk F.R., (1986): «Bestimmung von polychlorierten Biphenylen in Ölproben». *LaborPraxis*, S. 222–224.

[5] Sander L.C., (1988): «Determination of Column Selectivity toward Polycyclic Aromatic Hydrocarbons». *J. of High Resolution Chromatography* **Vol. 11**.

[6] Ogan K., Katz E., Slavin W., (1978): «Concentration and Determination of Trace Amounts of Several Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Aqueous Samples». *J. Chrom Science* **51**, S. 1315ff.

[7] Kicinski H.G., Adamek S., Kettrup A., (1989): «Festphasen-Extraktion und HPLC-Bestimmung von PAH's aus Trinkwasser-, Boden- und Altölproben. *CLB 40, 10/89*, 537–541.

Neues für das Labor Nouveautés pour le laboratoire

SLZ-Kurzberichte über neue Geräte und Hilfsmittel der Laboratoriumspraxis

Charakterisierung des Fließverhaltens, der Elastizität über Oszillation und Normalspannung

Das «Rotovisco RV 20-Viskosimeter» mit Couette-Mess-System «CV 20» bringt eine wesentliche Erweiterung, besonders zur umfassenden Charakterisierung elastischer Eigenschaften von niedrig-, mittel- und hochviskosen Substanzen.

Über Oszillationsversuche lassen sich die kennzeichnenden Parameter $2'$, 2^* , G^* , G' und G'' als Funktion von Frequenz und Beanspruchung bestimmen. Darüber hinaus kann die 1. Normalspannungsdifferenz aus der Messung der Normalkraft berechnet werden.

Für diese Art der Messung werden Platte-Kegel und Platte-Kegel-Systeme eingesetzt.

Optimierte Technik

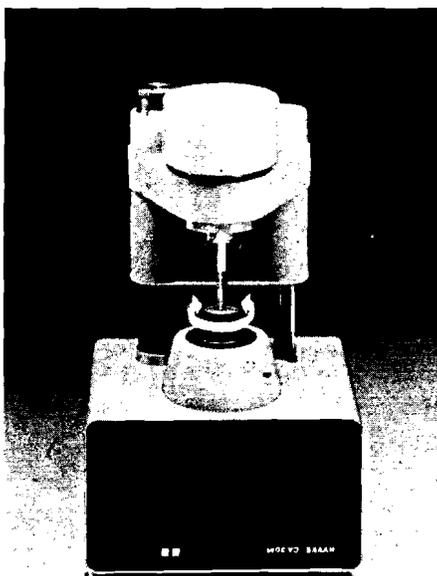
Das extrem steife Torsionselement mit einer Maximalauslenkung von nur 0,3 und extrem geringen Massenträgheitsmomenten ist prädestiniert, transiente Vorgänge zu erfassen, wie sie bei der Oszillation bei Anlauf- und Relaxationsmessungen und zur Aufnahme von Normalkräften vorliegen.

Um besonders empfindliche Substanzen reproduzierbar zu messen, werden Guardringe zur Vermeidung von Oberflächenspannungen, Verdunstungen und Überfüllen eingesetzt; ein variabler Lift passt das Einbringen des Messkörpers an die Struktur der Substanz an.

Computergesteuerter Messablauf

Die Steuerung des Messablaufes und die Auswertung der Daten erfolgt über Rheocontroller RC20 und einen 'PC' – IBM-AT kompatibel.

Die neue Version der Software «Rot 20» steuert über «handshaking» Modus die Pe-



riperie-Geräte. Sie bietet in deutscher Sprache (englisch/französisch) eine «Window-Technik» mit sehr komfortabler, durchsichtiger Benutzeroberfläche und unterstützt EGA und VGA «Graphik-Mode». Eine Maus kann ebenfalls eingesetzt werden.

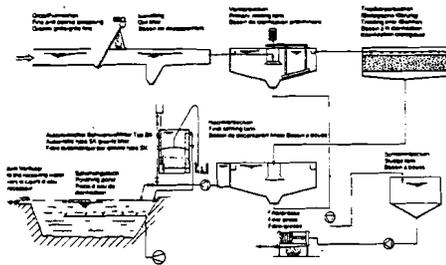
Die direkte «Hilfe-Funktion» sowie «FIND»- und «LOAD»-Softkeys erleichtern dem erfahrenen Anwender das Arbeiten und lassen durch Möglichkeiten wie z.B. Regressionsanalyse, Interpolation und bestechende Graphiken keine Wünsche offen.

Digitana AG
Burghaldenstrasse 11
8810 Horgen
Telefon 017/25 61 91

Schwerkraftfilter, die kostengünstige Lösung zur Wasseraufbereitung

Schwerkraftfilter von ProMinent sind automatisch arbeitende, wartungsfreie Filter für die Wasseraufbereitung. Sie werden bevorzugt innerhalb der 3. und 4. Reinigungsstufe der Abwasserfiltration eingesetzt, aber auch zur Fluss-, Prozess-, Brauch- und Trinkwasseraufbereitung. Diese Filter der Baureihe SK arbeiten nach dem Differenzdruckprinzip. Sie enthalten daher keine Armaturen, Regler oder Steuerungen. Dies macht ihren Einsatz kostengünstig und «pflegeleicht». Sie eignen sich auch bestens zur nachträglichen Installation in vorhandene Anlagensysteme, um Aufbereitungswerte zu verbessern.

Überlastete Kläranlagen, Umweltschutz und das Abwasser-Abgabengesetz fordern entsprechende Lösungen. Eine ist frühzeitige Teilstromreinigung hochbelasteter Abwasserströme und Phosphatfällung.



Der Einsatz eines SK-Filter, zum Beispiel in einer Kläranlage, erfüllt diese Anforderungen. Hier wird ein Teilstrom der Anlage über diesen Filter gereinigt. Feststoffe, aber auch Phosphate, werden bei Vor-, Simultan- oder Nachfällung zurückgehalten. Zur sicheren Einhaltung der Auflagen für Phos-

phat und Feststoffe bietet sich die Kombination der kostengünstigen «Simultanfällung» und der «Flockungsfiltration» an. Dies wird dann als 4. Reinigungsstufe bezeichnet.

Das sich im SK-Filter befindliche Sandfiltersystem wird selbständig regeneriert. Ein Austausch des Filtermaterials ist nicht notwendig. Überwiegend wird das Zweischichtfilterbett eingesetzt.

Durch eine derartige zusätzliche Reinigung des Abwassers können bei Überlastung der Kläranlage die Ablaufqualität des Abwassers verbessert und die Grenzwerte eingehalten werden. Gleichzeitig wird durch diese Filtration eine Reduzierung der BSB-Werte erreicht.

Auch bei Brauchwasser-Reinigung (Kühlwasser) wird mit einer Teilstromfiltration gearbeitet. Jedoch genügt hier oftmals die reine mechanische Reinigung ohne Flockungsmittelzusatz.

Bei der Betriebs- und Zusatzwasseraufbereitung (z. B. Flusswasser) erfolgt die Filtration je nach Verschmutzung mit oder ohne Vorreinigung bzw. Chemikalien-Dosierung. Brunnen- oder Quellwasser, aus dem Eisen und Kohlensäure entfernt werden soll, ist eine vorherige Zugabe von Luft und/oder Chemikalien notwendig. Die Arbeitsweise des SK-Filters bleibt auch bei Vorschaltung von Zusatzeinrichtungen unberührt. Weitere Informationen können vom Hersteller angefordert werden.

ProMinent Dosiertechnik AG/Schweiz
Trockenloostrasse 85
Telefon 01/840 53 80
Fax. 01/841 09 73
CH-8105 Regensdorf/Zürich

Neue Technologie zum Schutz von Tastaturen, Instrumenten und Eingabefeldern aller Art

Nach langjähriger Forschungsarbeit mit unzähligen Versuchen ist es nun endlich gelungen, eine robuste und zugleich äusserst flexible Polymerhaut zu entwickeln. Damit lassen sich Tastaturen, Instrumente und Eingabefelder aller Art kostengünstig und effektiv vor Fetten, Flüssigkeiten, Staub, Asche und vielen anderen Umwelteinflüssen permanent schützen.



SafeSkin ist hochtransparent und ermöglicht dadurch einwandfreie Lesbarkeit von Elementbeschriftungen. Es wird exakt nach Vorlage gefertigt und verliert seine Form und Eigenschaften auch nicht bei höchster Beanspruchung.

SafeSkin ist bereits für viele Standardprodukte erhältlich. Aber auch eine Herstellung nach Kundenwunsch ist wirtschaftlich vertretbar.

Der Vertrieb in der Schweiz erfolgt durch:

Schneeberger & Mosca AG
Bösch 108
6331 Hünenberg
Telefon 042/36 90 80

Partikel in Öl

Die Anwesenheit von Partikeln in Ölen oder hydraulischen Flüssigkeiten kann weitreichende Folgen haben die Funktion von Maschinen oder Anlagen, die mit Hilfe dieser Medien betrieben werden.

Deshalb kommt der Überwachung der Partikelbelastung in Ölen eine hohe Bedeutung zu.

Ein Analysegerät, das diese Messungen automatisiert und beschleunigt, wird jetzt als COULTER LCM II (Liquid Contamination Monitor) angeboten.

Das LCM II ermittelt die Anzahl der Partikel in Öl oder Hydraulikflüssigkeit über 5 und 15 Mikrometer.

Mit dem Gerät ist die Überprüfung nach ISO/DIN 4406 erstmals in einem automatisierten Vorgang möglich.

Das LCM II ist tragbar und lässt sich überall einsetzen, wo 220 Volt zur Verfügung stehen.

Das LCM II kann in einem frei programmierbaren, automatischen Messzyklus die Kontamination überwachen und Alarm auslösen bei Über- oder Unterschreitung vorgeählter Grenzwerte.

So ist mit dem COULTER LCM II z. B. eine kontinuierliche Überwachung und Steuerung einer Öl-Recyclinganlage möglich, indem das LCM II in festgelegten Zeitabständen die Partikelbelastung ermittelt und die Anlage nach Erreichen des voreingestellten Grenzwertes abschalten kann.

Für weitere Auskünfte
IG Instrumenten-Gesellschaft AG
Räffelstrasse 32
8045 Zürich
Telefon 01/461 33 11

Neuer Camag Probenautomat für die Dünnschicht-Chromatographie

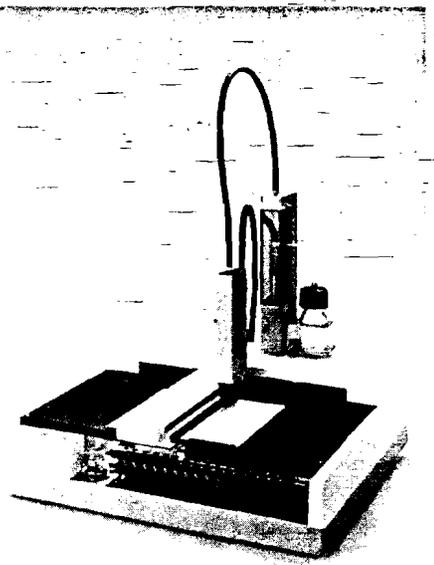
Von der gesamten Analysenzeit in der Dünnschicht-Chromatographie beansprucht das Probenauftragen bei manueller Ausführung rund ein Drittel. Dieser Anteil ist reine Arbeitszeit, während der dem Bedienpersonal hohe Konzentration abverlangt wird.

Mit dem neuen CAMAG DC-Probenautomat III wird durch volle Automatisierung dieses Arbeitsschrittes nicht nur die reine Arbeitszeit einer Analyse drastisch reduziert. Dank seiner grossen Arbeitsgeschwindigkeit kann sogar die Gesamt-Analysenzeit verringert werden. Die instrumentelle Dünnschicht-Chromatographie wird mit diesem praxisgerechten Gerät noch wirtschaftlicher, komfortabler, zuverlässiger und damit noch attraktiver als bisher.

Der Probenautomat wird von einem IBM-kompatiblen Mikrocomputer gesteuert. Das kann derselbe sein, der auch den CAMAG-Scanner für die densitometrische Auswertung steuert und die Messdaten verarbeitet. Somit kann der gesamte Analysenablauf mit allen Parametereingaben für Probenauftragen und Auswertung programmiert und abgespeichert werden.

Die Proben lassen sich mit dem neuen Gerät sowohl punkt- als auch strichförmig auftragen, und zwar auf Platten oder Folien bis zum Format 200x200 mm. Die Anordnung der Proben auf der Trennschicht ist für normale, doppelseitige, zirkulare und antizirkulare Entwicklung frei programmierbar. Der nutzbare dynamische Dosierbereich erstreckt sich bei punktförmigem Auftragen von 50 nL bis 5 µL und bei strichförmigem Aufsprühen von 1 bis 20 µL. Die Dosiergeschwindigkeit ist für jedes Chromatogramm frei wählbar.

Der neue Probenautomat wurde für rasche-



res Arbeiten bei hoher Dosier- und Positioniergenauigkeit ausgelegt: So verfügt das Gerät über eine kleine, entsprechend präzise Spritzmenge für die Dosierung und über eine zweite Pumpe mit grosserer Förderleistung für die rasche Spülung. Der Probenauftragekopf bewegt sich lateral mit einer Geschwindigkeit von 25 cm/Sekunde (!). Dadurch wird – selbst wenn durch langsames Dosieren eine hohe Auftragequalität erzielt werden soll – der Gesamtablauf sehr schnell.

Der CAMAG DC-Probenautomat III wird ab erstem Quartal 1990 lieferbar sein.

CAMAG
Sonnenmattstrasse 11
CH-4132 Muttenz
Telefon 061/61 34 34

Roboter Autosampler LiChroGraph® AS-4000

(Foto siehe Titelbild)

Der neue Roboter Autosampler LiChroGraph® AS-4000 ist das ideale Modul für alle Anwender, die in ihrer HPLC-Anlage mehr automatisieren wollen als nur die einfache Injektion. Mit dem AS-4000 lassen sich alle Probenvorbereitungen, die vor der Trennsäule ablaufen, automatisch durchführen. Dazu gehören Arbeitsschritte wie die automatische Verdünnung der Probe, Standard-Addition oder auch Extraktionen der Probe mit weiteren Eluenten. Auch Derivatisierungsreaktionen, die eine Zudosierung mehrerer Reagenzien erfordern, wie z. B. die Derivatisierung von Aminosäuren mit OPA (o-Phthalaldehyd) können mit dem AS-4000 durchgeführt werden.

Moderne Mikroelektronik macht es möglich. Der AS-4000 hat einen grossen internen Speicher, in dem Anwenderprogramme batteriegepuffert abgelegt werden können. Bis zu 30 Programme finden dort Platz. Auch bei Stromausfall sind diese Daten sicher aufgehoben.

MERCK ABS
Auer Bittmann Soulié AG
Rüchligstrasse 20
8953 Dietikon
Telefon 01/730 78 77