

Selektive 2,3,7,8-Abtrennung von Tetra- bis HexaCDD/CDF von anderen PCDD/PCDF durch Fraktionierung an Alumina B Super I für die Dioxinanalyse

Jürgen Höckel und Hanspaul Hagenmaier

Institut für Organische Chemie der Universität Tübingen, 72076 Tübingen

1. Einleitung

Die selektive Abtrennung von 2,3,7,8-TCDD von allen anderen PCDD/PCDF-Kongeneren durch Fraktionierung an Alumina B Super I (Woelm Eschwege, heute ICN Biomedicals) wurde von uns bereits 1986 beschrieben [1]. Svarev und Ballschmiter berichteten 1987, daß unter den gleichen Bedingungen nicht nur 2,3,7,8-TCDD, sondern auch 2,3,7,8-TCDF von den anderen PCDD/PCDF-Kongeneren abgetrennt werden kann. Beim Nachprüfen des Ergebnisses von Svarev und Ballschmiter stellten wir damals fest, daß die selektive Abtrennung der beiden 2,3,7,8-Kongeneren sehr stark von der Charge des verwendeten Alumina B Super I abhing. In den meisten Fällen verlor man jedoch das 2,3,7,8-PCDF bei der Fraktionierung. 1991 verbesserte ICN Biomedicals ihren Produktionsprozess für hochaktives Alumina B Super I und nannte das verbesserte Produkt „Alumina B-Super I für die Dioxin-Analyse“. Bei der Verwendung des neuen Produkts im Hinblick auf die selektive 2,3,7,8-Abtrennung unter den in [1] beschriebenen Bedingungen fanden wir heraus, daß mit diesem verbesserten Aluminiumoxid nicht nur 2,3,7,8-TCDD und 2,3,7,8-TCDF, sondern unter leicht veränderten Bedingungen auch die 2,3,7,8-substituierten Penta- und HexaCDD/CDF von den meisten anderen Kongeneren abgetrennt werden können.

2. Experimenteller Teil

Die Probe wird zuerst mit den für PCDD und PCDF üblichen Clean-up Methoden mit internen ¹³C-markierten Standards für alle 2,3,7,8-substituierten PCDD/PCDF aufgearbeitet. 2,5 g „Alumina B Super I für die Dioxinanalytik“ werden in einer Säule mit 2 g Na₂SO₄ überschichtet und mit 20 ml n-Heptan vorgewaschen.

Selektive Abtrennung von 2,3,7,8-TCDD und 2,3,7,8-TCDF

Die Probe wird auf die Säule aufgebracht und mit 30 ml Heptan/Dichlormethan (8:2) eluiert. Diese Fraktion enthält alle PCDDs und PCDFs außer 2,3,7,8-TCDD und 2,3,7,8-TCDF, die anschließend mit 40 ml Heptan/Dichlormethan (1:1) eluiert werden.

Selektive Abtrennung der 2,3,7,8-Tetra- bis HexaCDD/CDF

Die Probe wird auf die Säule aufgebracht und mit 40 ml Heptan/Dichlormethan (87,5:12,5) eluiert. Anschließend wird mit 40 ml Heptan/Dichlormethan (1:1) eluiert. Diese Fraktion enthält alle 2,3,7,8-substituierten Tetra- bis HexaCDD/CDF neben einer kleinen Anzahl anderer Kongeneren.

3. Diskussion und Ergebnis

Das Ergebnis der Fraktionierung von Tetra- bis HexaCDD/CDF und die prozentuale Verteilung der einzelnen Kongeneren zeigt Abb.1. Die prozentuale Wiederfindung für die einzelnen Kongeneren kann, abhängig von der jeweiligen Charge des Alumina B Super I, leicht variieren. Die selektive Abtrennung von 2,3,7,8-TCDD und 2,3,7,8-TCDF wird in Fällen verwendet, bei denen die Abtrennung dieser Kongeneren von den anderen Isomeren ungenügend ist. Ein praktisches Beispiel wird beschrieben werden. Die selektive Abtrennung der 2,3,7,8-Tetra- bis HexaCDD/CDF bringt einen enormen Vorteil in all den Fällen, bei denen eine eindeutige Identifizierung und Quantifizierung der 2,3,7,8-substituierten PCDD/PCDF gewünscht wird. Dies kann z. B. bei industriellen Proben der Fall sein, bei denen die Konzentration der nicht-2,3,7,8-substituierten Kongeneren sehr hoch ist.

4. Literatur

- [1] Hagenmaier H., Brunner H., Haag R., Kraft M., (1986) Fresenius Z. Anal. Chem. 323: 24-28.
[2] Svarev M., Ballschmiter K., (1987) Anal. Chem. 59: 2536-2538.

Selektive Abtrennung von 2,3,7,8-substituierten Tetra- bis HexaCDD/CDF Isomerenverteilung nach Fraktionierung an Alumina B Super 1 "für Dioxin-Analyse"

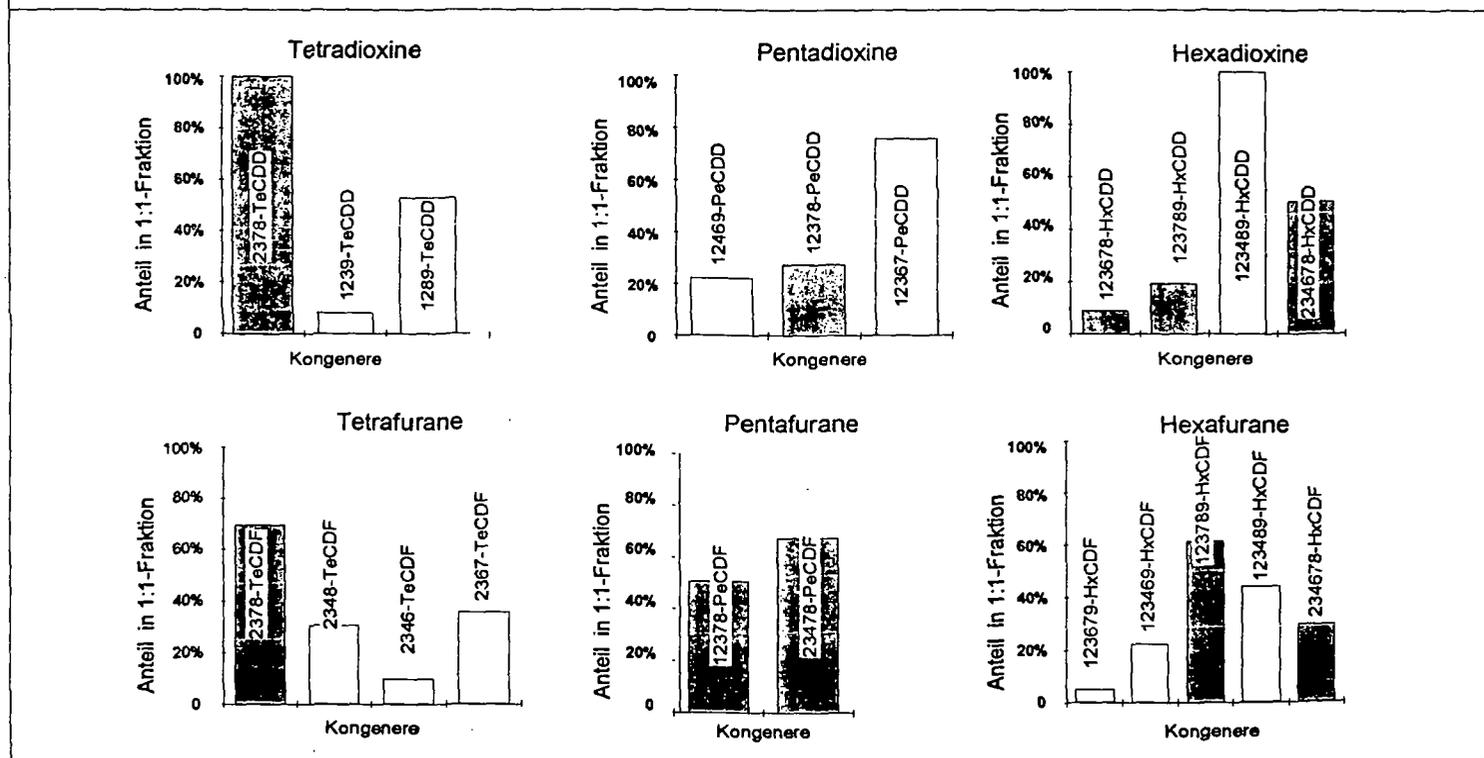


Abb. 1