

**Entwicklung eines Extraktions-
und Analysenverfahrens zur
quantitativen Bestimmung des
Gehalts an MCPP und MCPP-Estern in
Polymerbitumen-Abdichtungsbahnen**

T 3366

T 3366

Dieser Forschungsbericht wurde mit modernsten Hochleistungskopierern auf Einzelanfrage hergestellt.

Die in dieser Forschungsarbeit enthaltenen Darstellungen und Empfehlungen geben die fachlichen Auffassungen der Verfasser wieder. Diese werden hier unverändert wiedergegeben, sie geben nicht unbedingt die Meinung des Zuwendungsgebers oder des Herausgebers wieder.

Die Originalmanuskripte wurden reprotechnisch, jedoch nicht inhaltlich überarbeitet. Die Druckqualität hängt von der reprotechnischen Eignung des Originalmanuskriptes ab, das uns vom Autor bzw. von der Forschungsstelle zur Verfügung gestellt wurde.

© by Fraunhofer IRB Verlag

2019

ISBN 978-3-7388-0284-9

Vervielfältigung, auch auszugsweise,
nur mit ausdrücklicher Zustimmung des Verlages.

Fraunhofer IRB Verlag

Fraunhofer-Informationszentrum Raum und Bau

Postfach 80 04 69

70504 Stuttgart

Nobelstraße 12

70569 Stuttgart

Telefon (07 11) 9 70 - 25 00

Telefax (07 11) 9 70 - 25 08

E-Mail irb@irb.fraunhofer.de

www.baufachinformation.de

Fraunhofer-Institut für Bauphysik IBP

Forschung, Entwicklung,
Demonstration und Beratung auf
den Gebieten der Bauphysik

Zulassung neuer Baustoffe,
Bauteile und Bauarten

Bauaufsichtlich anerkannte Stelle für
Prüfung, Überwachung und Zertifizierung

Institutsleitung

Prof. Dr. Philip Leistner

Prof. Dr. Klaus Peter Sedlbauer

IBP-Bericht Nr. UHS-047/2018/282

Entwicklung eines Extraktions- und Analysenverfahrens zur quantitativen Bestimmung des Gehalts an MCPP und MCPP-Estern in Polymerbitumen-Abdichtungsbahnen

Abschlussbericht zum Forschungsvorhaben
P 52-5- 20.95-2021/18

Durchgeführt im Auftrag des
Deutschen Instituts für Bautechnik DIBt
Frau Dr. Kathleen Buller
Kolonnenstraße 30 B
10829 Berlin

Der Bericht umfasst
56 Seiten Text
17 Tabellen
16 Abbildungen

Andreas Schmohl
Sabine Johann

Holzkirchen, 11. Dezember 2018

Gruppenleiterin



M.Sc. Sabine Johann

Bearbeiter



Dr. rer. nat. Andreas Schmohl

Inhalt

1	Zusammenfassung	5
2	Ausgangssituation	7
3	Ziel des Forschungsvorhabens	9
4	Methodik	9
4.1	Untersuchte Dachabdichtungsbahnen und allgemeine Prüfparameter	9
4.2	Stoffnamen, CAS-Nummern und Strukturformeln	10
4.3	Extraktionsverfahren für wurzelhemmende Wirkstoffe aus Bitumendachabdichtungsbahnen zur nachfolgenden Gehaltsbestimmung	11
4.4	Aufbereitung der Extrakte	11
4.5	Chromatografische Analysenverfahren zur Bestimmung von MCPP und MCPP-Estern	11
4.5.1	Instrumentelle Analytik für Mecoprop	11
4.5.2	Instrumentelle Analytik für Mecoprop-Ester	12
4.6	Berechnung des flächenspezifischen Gehalts (FSG)	13
5	Ergebnisse zur Verfahrensentwicklung	15
5.1	Materialproben	15
5.2	Extraktion	15
5.3	Filtration	17
5.4	Verdünnung für UPLC-Analytik	20
5.5	Verdünnung für GC-Analytik	20
5.6	Interner Standard	20
6	Validierung des Gesamtverfahrens	22
6.1	Validierung UPLC-MS/MS (MCPP Racemat)	22
6.1.1	Analytische Kenngrößen UPLC-MS/MS	22
6.2	Validierung GC-MS (MCPP-Ester)	22
6.2.1	Linearität	22
6.2.2	Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze	24
6.2.3	Reproduzierbarkeit der Kalibrierung	26
6.3	Wiederfindung	28
6.4	Robustheit des Gesamtverfahrens	30
6.5	Stabilität der MCPP-Ester in den Extrakten und Lösungen	35
6.5.1	Stabilität in der Stammlösung	35
6.5.2	Stabilität in der verdünnten Isopropanol-Lösung	35

7	Anwendung der Verfahren: Bestimmung des Molverhältnisses MCPP / MCPP-Ester in Bitumen-Dachabdichtungsbahnen	37
8	Diskussion und Ausblick	39
9	Literaturverzeichnis	41
A.1	Standardarbeitsanweisungen	44
A.1.1	Extraktionsverfahren zur quantitativen Bestimmung des Gehalts an MCPP und MCPP-Estern in Polymerbitumen-Abdichtungsbahnen	44
A.1.2	UPLC-MS/MS-Analysenverfahren zur quantitativen Bestimmung des Gehalts an MCPP in Polymerbitumen-Abdichtungsbahnen	51
A.1.3	Flüssiginjektion-GC-MS Analysenverfahren zur quantitativen Bestimmung des Gehalts an MCPP-Estern in Polymerbitumen-Abdichtungsbahnen	52