

Andreas Schmohl, Sabine Johann

T 3394

Freisetzung von aromatischen Aminen aus Bauwerksabdichtungen

Verfahren zur analytischen Quantifizierung als
Grundlage für die Bewertung im Rahmen der abZ

T 3394

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

© by Fraunhofer IRB Verlag

2022

ISBN 978-3-7388-0733-2

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 UHS-051/2021

Freisetzung von aromatischen Aminen aus Bauwerksabdichtungen

Verfahren zur analytischen Quantifizierung als Grundlage für die Bewertung im Rahmen der abZ

Durchgeführt im Auftrag des
Deutschen Instituts für Bautechnik (DIBt)
Frau Brigitte Strathmann, Frau Dr. Kathleen Buller
Kolonnenstraße 30 B, 10829 Berlin
Forschungsvorhaben P 52-5-20.99-2049/19

Der Bericht umfasst
165 Seiten Text
13 Tabellen
119 Abbildungen


Dr. Andreas Schmohl
M. Sc. Sabine Johann

Valley, 30. Juni 2021

Gruppenleiterin

**Sabine
Johann**


M.Sc. Sabine Johann

 Digital unterschrieben
von Sabine Johann
Datum: 2021.06.30
11:16:43 +02'00'

Bearbeiter

Andreas Schmohl

Dr. rer. nat. Andreas Schmohl

 Digital unterschrieben von Andreas
Schmohl
Datum: 2021.06.30 10:41:36 +02'00'

Inhalt

1	Zusammenfassung und Fazit	5
2	Ausgangssituation und Ziele	12
2.1	Ausgangssituation	12
2.2	Ziele des Forschungsvorhabens	13
3	Methodik	14
3.1	Untersuchungsumfang Amine	14
3.2	Instrumentelle Analytik	18
3.3	Methodenvalidierung	18
3.4	Injektionsharz-Eluate aus inversen Säulenversuchen (ISV)	20
3.5	Methodenvergleich UPLC-MS/MS vs. GC-MS	21
3.6	Produktscreening und Zeitverlauf im ISV	23
4	Ergebnisse und Diskussion	24
4.1	Instrumentelle Analytik und Methodenvalidierung	24
4.1.1	Tandemmassenspektrometrie (MS/MS)	24
4.1.2	Flüssigchromatographie (UPLC)	25
4.1.3	Nachweis- und Bestimmungsgrenzen	27
4.1.4	Messsignalstabilität (QC-Verlauf)	40
4.1.5	2,4-Diaminoanisol (A09), Benzidin (A15) und 3,3'-Dimethylbenzidin (A18)	45
4.1.6	Stabilität der Stammlösungen	53
4.2	Methodenvergleich GC-MS vs. UPLC-MS/MS	54
4.2.1	Amine in Reinstwasser	54
4.2.2	Amine in ISV-Eluaten	63
4.3	Produktscreening und Zeitverlauf im ISV	69
4.3.1	Eluate ohne Zusatz (Transport und Lagerung)	69
4.3.2	Vergleich neutrale vs. angesäuerte Eluate (Transport und Lagerung)	73
5	Ergebniszusammenfassung	77
6	Ausblick	78
A.1	Anhang 1: Kalibrierung (0,01 bis 1,8 µg/L)	81
A.2	Anhang 2: Stabilität der Stammlösungen	89

A.3	Anhang 3: Wiederfindung in den Reinstwasserproben für den Methodenvergleich im Vergleich zu direkt vor der Analyse frisch angesetzten Lösungen	97
A.4	Anhang 4: Kalibrierung für Methodenvergleich	101
A.5	Anhang 5: Methodenvergleich (Amine einzeln)	111
A.6	Anhang 6: Vergleich angesäuertes vs. neutrales Eluat aus Projektphase II	121
A.7	Anhang 7: Während des Forschungsvorhabens verwendete Verfahrensbeschreibung	122
1	Vorbereitung	122
1.1	Lösungsmittelmischungen und verdünnte Säuren	122
1.1.1	Verdünnte Ameisensäure	122
1.1.2	Laufmittel A und B	122
1.1.3	Mischung A, B und C	122
1.1.4	Mischung Sg, Si, Ng und Ni	123
1.2	Ansetzen der Stammlösungen	124
1.3	Verdünnungsreihen für die Kalibrierung	126
1.4	Lösung SA	132
2	Durchführung	134
2.1	Allgemeine Vorgehensweise	134
2.2	Durchführung der Probenahme	136
2.3	Filtrierung der Proben	136
2.4	Probenvorbereitung für den Vortest (V)	136
2.5	Probenvorbereitung für den Matrixtest (M)	137
2.6	Probenvorbereitung für die Spurenanalyse (S)	137
2.7	Standardadditionsverfahren (A)	138
2.8	Injektionsvolumen	139
2.9	Analysensequenz	139
2.9.1	Grobe Kalibrierung	139
2.9.2	Feine Kalibrierung	139
2.9.3	Qualitätssicherung	140
2.9.4	Blindwerte	140
2.9.5	Vortest-Sequenz	140
2.9.6	Sequenz für Matrixtest, Spurenanalyse und Standardadditionsverfahren	141
2.10	Berechnung der Konzentrationen in den Proben	141

A.8	Anhang 8: Für die zukünftige, routinemäßige Aminanalyse vorgeschlagene UPLC-MS/MS-Verfahrensbeschreibung	143
1	Vorbereitung	143
1.1	Lösungsmittelmischungen und verdünnte Säuren	143
1.1.1	Laufmittel A und B	143
1.1.2	Mischung A und C	143
1.1.3	Mischung N	144
1.2	Ansetzen der Stammlösungen	144
1.3	Verdünnungsreihen für die Kalibrierung	146
1.4	Stabilität der Lösungen	151
2	Durchführung	152
2.1	Allgemeine Vorgehensweise	152
2.2	Durchführung der Probenahme	152
2.3	Filtrierung der Proben	153
2.4	Probenvorbereitung für den Vortest (V)	153
2.5	Standardadditionsverfahren (A) nach DIN 32633	154
2.6	Injektionsvolumen	155
2.7	Analysensequenz	155
2.7.1	Grobe Kalibrierung	155
2.7.2	Feine Kalibrierung	155
2.7.3	Qualitätssicherung	155
2.7.4	Blindwerte	156
2.7.5	Vortest-Sequenz	156
2.7.6	Sequenz für das Standardadditionsverfahren	156
2.8	Berechnung der Konzentrationen in den Proben	157