

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

Abschlussbericht zu dem Forschungsvorhaben
P 52-5- 20.95-2021/18

Kurzfassung

Polymerbitumen-Dachabdichtungsbahnen, die z. B. zur Dachabdichtung bei Gründächern eingesetzt werden, sind mit Estern der 2-(4-Chlor-2-methylphenoxy)-propionsäure („Mecoprop“, MCPP) ausgerüstet. Diese Mecoprop-Ester werden bei Kontakt mit Wasser aus der Bitumenbahn ausgewaschen; durch Hydrolyse der Ester wird Mecoprop freigesetzt. Durch die radizide Wirkung des Mecoprops werden Polymerbitumen-Dachabdichtungsbahnen mit Gründachaufbau vor Durchwurzelung geschützt. Wirksam ist allerdings nur das (R)-(+)-Enantiomer, „Mecoprop-P“, das in modernen Rezepturen zum Schutz vor Durchwurzelung überwiegend enthalten ist.

Für die Bestimmung des Gehaltes an MCPP und MCPP-Estern in Dachabdichtungsbahnen, z. B. für Homogenitätsprüfungen, wurden ein Extraktions-Verfahren sowie eine Analysenmethode für MCPP-Ester entwickelt und validiert. Für die Extraktion wurden Materialproben mit einem Stanzeisen aus Dachabdichtungsbahnen ausgestanzt. Die Extraktion der Analyten erfolgte mit Toluol bei Raumtemperatur unter Rühren für 1 bis 3 Stunden. Zur Vorbereitung der Analytik wurden die Extrakte filtriert und unter Wechsel des Lösungsmittels verdünnt. MCPP wurde mittels UPLC-MS/MS analysiert. Die Bestimmung der MCPP-Ester (MCPP-P-2-ethylhexylester, MCPP-P-n-octylester) erfolgte mittels Flüssiginjektion-GC-MS. Die GC-MS-Analytik und auch die UPLC-MS/MS-Analytik weisen Bestimmungsgrenzen von unter 1 µg/l auf; dies entspricht einem flächenspezifischen Gehalt (m/m) von 0,1 g/m² MCPP-Ester bzw. 0,005 g/m² MCPP.

Für die Validierung der GC-MS-Analytik sowie des Gesamtverfahrens wurden die Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenzen ermittelt. Außerdem wurden die Linearität des Analysenverfahrens, die Reproduzierbarkeit der Kalibrierung, die Wiederfindung, die Robustheit des Gesamtverfahrens und die Stabilität der Lösungen bestimmt. Außerdem erfolgten Untersuchungen an Extrakten zum Einfluss des Filtrierprozesses.

Die Anwendung der validierten Verfahren für die Gehaltsbestimmung von MCPP und dessen Octylester (MCPP-P-2-ethylhexylester, MCPP-P-n-octylester) erfolgte anhand von zwei Polymerbitumen-Dachabdichtungsbahnen. Der flächenspezifische Gehalt an MCPP-P-n-octylester in Dachabdichtungsbahn 1 betrug $9,2 \pm 0,5$ g/m². Dachabdichtungsbahn 2 enthielt $6,4 \pm 1,1$ g/m² MCPP-P-2-ethylhexylester. MCPP wurde in beiden Dachabdichtungsbahnen im Spurenbereich gefunden. Das Mol-Verhältnis (Ester/Carbonsäure) betrug für Dachabdichtungsbahn 2 nur 1,1 %, für Dachabdichtungsbahn 1 nur 0,3 %. Die Ergebnisse deuten darauf hin, dass der jeweilige Ester erst an der Oberfläche oder im wässrigen Eluat hydrolysiert, nicht jedoch in der Bitumen-Dachabdichtungsbahn selbst.