

1 Einleitung und Problemstellung

Die Nutzung neuer Produktionsmethoden und Materialien spielte in der Menschheitsgeschichte jederzeit eine wichtige Rolle. Mit der Verfügbarkeit immer mehr unterschiedlicher Ausgangsstoffe sowie komplexer Verarbeitungsmöglichkeiten in Verbindung mit einem rapiden Anstieg der Bevölkerungsdichte jedoch rücken auch die Folgeerscheinungen dieser intensivierten Recourcennutzung immer mehr in das Interesse der Öffentlichkeit. Erscheinen zivilisationsbedingte Zerstörungen spätestens seit der Antike belegbar, so werden die Auswirkungen menschlicher Besiedlung in neuerer Zeit umso deutlicher. Zusammen mit dem Wandel der Betrachtungsweise, die das Prinzip von Ursache und Wirkung allen Handlungen des analytisch geprägten Menschen unserer Zeit zugrunde legt, macht dies den enormen Fortschritt der chemischen Analytik mit zunehmender Industrialisierung und besonders seit den 70er Jahren des 20. Jahrhundert erklärbar.

Nachdem in den Anfängen analytischer Untersuchungen vor allem die Kontrolle der Reinheit der gewünschten Produkte im Mittelpunkt des Interesses stand, führten die infolge der Industriellen Revolution vermehrt auftretenden vergiftungsbedingten Erkrankungen zu einer stärkeren Beachtung gesundheitlicher Auswirkungen von Stoffen.

Diese veränderte Betrachtungsweise benötigte eine wirkstoffbezogene Ansicht. Gering konzentrierte Einzelstoffe in komplexen Matrices erweiterten die Anforderungen an die Analytik um ein Vielfaches. Jedoch blieb neben der Produktkontrolle vor allem der Gesundheitsschutz zentrales Thema analytischer Untersuchungen, erst die Entwicklungen der letzten Jahrzehnte verdeutlichten die Notwendigkeit differenzierterer Einblicke in die Zusammenhänge von Mensch und Umwelt - eine weitere Erhöhung der Anforderungen an die Analytik. Das Erkennen der Auswirkungen schon geringster Spureneinträge in unterschiedlichen Umweltkompartimenten, am Wirkort im Körper oder als Lebensmittelbestandteil erforderten Untersuchungsmethoden, die diesen unterschiedlichen Anforderungen gewachsen waren. Zudem zeigt sich heutzutage immer mehr die Notwendigkeit der Kontrolle unterschiedlichster Parameter in Form eines möglichst kontinuierlichen Monitorings. Geschwindigkeit und Kostenaufwand der Analyse gewinnen neben der Leistungsfähigkeit einen immer höheren Stellenwert.

Verschiedene Strategien wurden entwickelt, um diesen unterschiedlichen Ansprüchen gerecht zu werden. Neben der klassischen Einzelkomponentenanalyse haben sich Methoden durchgesetzt, die interessierende Stoffe gruppenweise bestimmen. Anhand der gemeinsamen Erfassung verschiedener Stoffe aufgrund gleicher Eigenschaften lässt sich der Aufwand mancher Analyse entscheidend verringern, die Nachweisgrenze unter Umständen erniedrigen.

Ein anderer Weg ist die Einschätzung des Gehaltes anhand einer oder weniger Leitkomponenten. Auch in diesem Fall verzichtet man auf die vollständige Analyse aller Einzelsubstanzen einer Stoffgruppe und bewertet die Proben aufgrund der Analyse einzelner, gut erfassbarer Vertreter.

Der Einsatz der zu verwendenden Methodik muss je nach gewünschter Aussagekraft des Ergebnisses ausgewählt werden. Trotz des eingeschränkten Informationsgehaltes kann die summarische oder Leitkomponentenbestimmung entscheidende Vorteile besitzen.

Zumeist bildet bereits die Probenvorbereitung einen essentiellen Bestandteil der Analyse. Extraktions- bzw. Sorptionsschritte sind in normativen Verfahrensvorschriften festgelegt. Die unter diesen Bedingungen von der Matrix abgetrennten Substanzen werden dann einer gemeinsamen Analyse unterworfen. Die Extraktion kann von einer summarischen Bestimmung wie von einer chromatographischen Auftrennung gefolgt werden.

Der Durchführung dieses ersten, einleitenden Abtrennungs- und Anreicherungsschrittes kommt somit eine hohe Bedeutung für die Auswahl der erfassbaren Stoffe sowie den erreichbaren Nachweisgrenzen zu.

Mit der **C**hromat**m**embran-Methode (CM-Methode), einem vor einigen Jahren von Prof. Dr. L. Moskvín in St. Petersburg entwickelten Extraktionsverfahren [1,2], bietet sich eine Möglichkeit, diesen zumeist aufwendigen Extraktionsschritt in ein automatisierbares Fließsystem zu integrieren und den notwendigen Aufwand auf ein Minimum zu begrenzen. In einer Durchflusszelle lassen sich zwei nicht mischbare Fluidphasen so aneinander vorbei führen, dass ein effektiver Stoffaustausch möglich ist.

In den vergangenen Jahren konnte die CM-Methode bereits für einige Anwendungen eingesetzt werden. Vor Allem für Extraktionsvorgänge zwischen einer gasförmigen und einer flüssigen Phase wurde die CM-Zelle in der Probenvorbereitung für Gas- und Ionenchromatographie mit guten Erfolgen getestet [3,4]. Jedoch auch bei der flüssig-flüssig-Extraktion lieferte die Methode in Kopplung mit photometrischer Detektion brauchbare Ergebnisse [5].

Die außerordentlich hohe Effektivität der Zellextraktion sowie die über Versuche mit Oberflächenreaktionen [6] belegte große Kontaktfläche der Phasen im Zellmodul lassen sich mit dem bisher zur Erklärung der Phasenflüsse im Modul herangezogenen Modell sich kreuzender Kapillarbündel nur unzureichend verstehen. Zudem machten erste elektronenmikroskopische Untersuchungen [7] einen sehr unregelmäßigen Aufbau des verwendeten Zellmaterials deutlich, so dass hier weitergehende Untersuchungen zu Materialeigenschaften und Fließbedingungen der Fluidphasen im Modul notwendig erschienen.

Die Anpassung der Modellvorstellung an die vorliegenden, ungleichmäßigen Fließbedingungen war ebenso Thema dieser Arbeit, wie die Klärung der zum Funktionieren des Systems notwendigen Materialeigenschaften des Füllkörpers. Porenstruktur wie Oberflächeneigenschaften sollten dokumentiert und in ihren Auswirkungen auf den Extraktionsprozess charakterisiert werden, sowie ein mathematisches Modell zur Beschreibung des tatsächlichen Fließverhaltens gefunden werden.

Weitere Zielsetzung war die Entwicklung neuer Anwendungen der CM-Methode zur Probenvorbereitung bei der automatisierten Analyse organischer Spurenkomponenten.

Um Möglichkeiten und Bedingungen der Kopplung der Chromatomembran-Extraktion in Verbindung mit chromatographischen Verfahren zu ermitteln, sollte die CM-Methode zur Extraktion schwerflüchtiger organischer Spurenkomponenten als Probenvorbereitung für Gaschromatographie (GC) und Hochdruck Flüssigchromatographie (HPLC) eingesetzt werden.

Mit Hilfe der CM-Methode sollte auch ein Fließsystem zur Bestimmung des Summenparameters EOX (**E**xtrahierbarer **O**rganisch gebundener Halogenanteil, X für Cl, Br und I) erstellt und hierbei die Einsatzmöglichkeiten der CM-Zelle unter ungünstigen Voraussetzungen, wie der vollständigen Extraktion auch mäßig polarer Verbindungen und bei hohen Flüssen, bestimmt werden. Durch die Einbeziehung der Ionenchromatographie (IC) sollte zudem eine Auftrennung der enthaltenen Halogenanteile ermöglicht und so die Aussagekraft des Summenparameters gegenüber der herkömmlichen Angabe als Chloräquivalent erhöht werden.