

TRANSFORMATION UND LÖSUNGSVERHALTEN – TESTSYSTEM UND SPEZIATIONSANALYSE

TRANSFORMATION / DISSOLUTION TESTING – TEST SYSTEM AND SPECIATION ANALYSIS

Hintergrund und Ziele

Im Rahmen der europäischen REACH- und CLP-Richtlinien ist es erforderlich, Daten zur ökotoxikologischen Relevanz von Metallen und Metallverbindungen vorzulegen. Aus diesem Grund kann eine Untersuchung des Transformations- und Lösungsverhaltens in wässrigen Lösungen gemäß OECD-Leitlinie 29 notwendig sein (Chemicals Testing Monograph No. 29: Guidance Document on Transformation / Dissolution of Metals and Metal Compounds in Aqueous Media, 2001).

Projektbeschreibung

In der OECD-Leitlinie wird ein Testsystem beschrieben, das es ermöglicht zu untersuchen, in welchem Ausmaß und mit welcher Geschwindigkeit Metalle oder schwerlösliche Metallverbindungen in wässrigen Medien lösliche Ionen oder andere metallhaltige Spezies bilden. Die Testbedingungen sollen repräsentativ für die Situation in der aquatischen Umwelt sein. Entsprechende Testmedien mit pH-Werten im Bereich von 5,5 – 8,5 basieren auf rekonstituiertem Wasser (ISO 6341). Der Test erfordert genaue und nachvollziehbare Prozeduren (z. B. exakte Einwaagen, Temperaturüberwachung, Massenbilanz am Ende des Tests). Am Fraunhofer IME wurde erfolgreich ein Testsystem etabliert, das die Untersuchung des Transformations- und Lösungsverhaltens diverser Metalle bzw. Metallverbindungen erlaubt und die Anforderungen der Leitlinie erfüllt. Die Tests erfolgen gemäß den Bedingungen der "Guten Laborpraxis" (GLP).

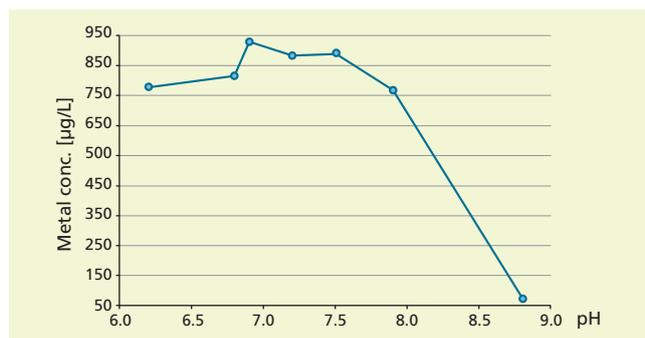


Figure 1: An example showing that the dissolution of a test substance (metal compound) is pH-dependent.

Angepasst an die jeweiligen Erfordernisse werden element-spezifische Bestimmungen mittels ICP-OES oder ICP-MS entwickelt und durchgeführt, um gelöste Metallionen und -spezies zu quantifizieren. Die Analysen werden mittels Messungen von zertifiziertem Referenzmaterial, mit Testsubstanzen aufgestockten Proben, Blindwerten und Rekalibrationsproben validiert.

Ergebnisse

Inzwischen wurden Tests mit einer Reihe von Metallverbindungen erfolgreich durchgeführt. Erwartungsgemäß ist die pH-Abhängigkeit häufig groß (siehe Figure 1). Im zeitlichen Verlauf zeigt sich in vielen Fällen eine Sättigung (Figure 2). Eindeutige Vorteile der eingesetzten analytischen Verfahren sind deren Möglichkeiten zur gleichzeitigen Bestimmung mehrerer Elemente (falls erforderlich), ein hoher Probandurchsatz, niedrige Bestimmungsgrenzen und ein weiter dynamischer Messbereich.

Während der Tests zum Transformations- und Lösungsverhalten können verschiedene (Redox-)Spezies entstehen. Für die erfolgreiche Trennung solcher Produkte wird zum Beispiel die Flüssigkeitschromatographie in Kopplung mit einer ICP-MS verwendet (siehe Figure 3). In solchen Fällen muss im Vorfeld auch häufig eine für die entsprechenden Metallspezies geeignete Methode zur (Redox-)Stabilisierung entwickelt werden.

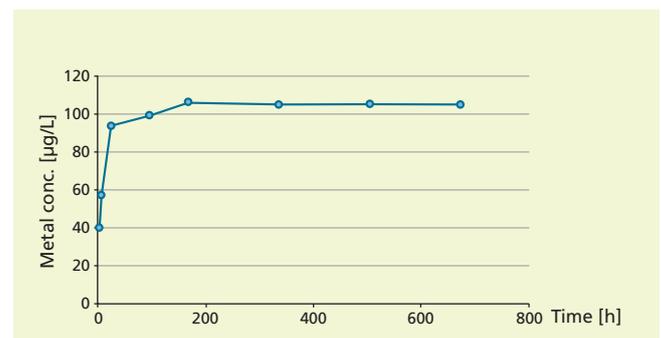


Figure 2: Example of the concentration of a dissolved metal measured over time (test performed in triplicate vessels).



Background and aims

The European REACH and CLP regulations will inevitably require the submission of data concerning the ecotoxicological potential of numerous metals and metal compounds. Therefore, it may be necessary to test such compounds according to Chemicals Testing Monograph No. 29: Guidance Document on Transformation / Dissolution of Metals and Metal Compounds in Aqueous Media (2001).

Approach

The guidance document describes a test system that determines the rate at which and the extent to which metals and sparingly-soluble metal compounds can produce soluble, available ionic and other metal-bearing species in aqueous media. The test conditions should be representative of the aqueous environment, and the test media are therefore based on reconstituted water according to ISO 6341 with a pH range of 5.5 to 8.5. The guidance document also demands accurate and comprehensible procedures (e. g. exact loadings, temperature monitoring, and mass balance analysis at the test endpoint). A system was developed that fulfills these test requirements for the transformation / dissolution of various metal substances and also redox-sensitive metals. The tests were carried out in accordance with the requirements of good laboratory practice (GLP). We developed and implemented methods adapted for particular needs for the quantitation of dissolved metal ions and species by ICP-OES or ICP-MS. These methods were validated by measuring certified reference materials, fortified samples, reagent and method blanks and recalibration samples along with the test samples.

Results

Successful tests were carried out on a number of metal compounds. As expected, dissolution tended to be clearly dependent on pH (Fig. 1) and saturation was often observed during testing (Fig. 2).

The available analytical instruments are advantageous because they allow multi-element analysis if required, high sample throughput, low limits of quantification and a wide linear dynamic range. Different (redox) species may be formed during the transformation / dissolution tests and these must be stabilized, and can then be separated by coupling liquid chromatography to ICP-MS (Fig. 3).

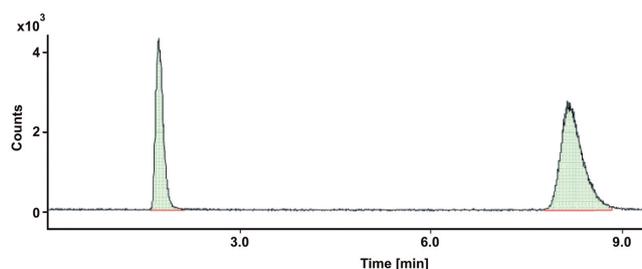


Figure 3: Example of liquid chromatography used to separate two metal species from the OECD 29 test, followed by detection using ICP-MS.

Contact / Ansprechpartner

Dr. Heinz Rüdell
Tel: +49 2972 302 - 301
heinz.ruedel@ime.fraunhofer.de

Dr. Thorsten Klawonn
Tel: +49 2972 302 - 119
thorsten.klawonn@ime.fraunhofer.de

Sponsor / Auftraggeber

Consultants and industry

Figure 4: Liquid chromatography coupled to ICP-MS.

Figure 5: Transformation/dissolution testing at Fraunhofer IME.