

Jetzt
kaufen auf
shop.wvgw.de

Als Print oder
PDF-Download

Deutscher Verein des
Gas- und Wasserfaches e.V.



➔ www.dvgw-forschung.de

Integration der Wirkungsbezogenen Analytik in die Non-Target-Screening basierte Bewertung von Prozessen der Trinkwassergewinnung

Abschlussbericht

Markus Flörs

Zweckverband Landeswasserversorgung (LW), Langenau

Dr. Lena Betz

Zweckverband Landeswasserversorgung (LW), Langenau

Dr. Oliver Happel

TZW: DVGW-Technologiezentrum Wasser, Karlsruhe

Dr. Gerhard Schertzinger

IWW Zentrum Wasser, Mülheim an der Ruhr

Beat Schmutz

TZW: DVGW-Technologiezentrum Wasser, Karlsruhe

Herausgeber

DVGW Deutscher Verein des Gas- und Wasserfaches e. V.

Technisch-wissenschaftlicher Verein

Josef-Wirmer-Straße 1–3

53123 Bonn

T +49 228 91885

F +49 228 9188990

info@dvwg.de

www.dvgw.de

Integration der Wirkungsbezogenen Analytik in die Non-Target-Screening basierte Bewertung von Prozessen der Trinkwassergewinnung

Abschlussbericht

Januar 2023

DVGW-Förderkennzeichen W 202003

Danksagung

Wir möchten uns bei Herrn Jonas Roller für seine Mitarbeit im Projekt bedanken. Er fertigte am TZW im Zeitraum von Oktober 2021 bis Februar 2022 seine Bachelor-Arbeit mit dem Titel „Erweiterung einer Laborversuchsanlage um oxidative Aufbereitungsstufen und eine UV-Desinfektionseinheit für analytisch-chemische und wirkungsbezogene Untersuchungen bei der Trinkwasseraufbereitung“ an.

Zusätzlich möchten wir uns bei Herrn Florian Plathe für seine Mitarbeit im Projekt bedanken. Er fertigte beim Zweckverband Landeswasserversorgung im Zeitraum von Februar 2022 bis August 2022 seine Bachelor-Arbeit mit dem Titel „Optimierung einer neuen Auswertestrategie in der Wirkungsbezogenen Analytik“ an.

Zusammenfassung

Im Forschungsprojekt WBA-NTS-ProTrink wurde eine auf die Wirkung bezogene Bewertung von Prozessen der Trinkwasseraufbereitung entwickelt. Hierfür wurden die Wirkungsbezogene Analytik, eine Kombination aus Fraktionierung mittels Hochleistungsdünnschichtchromatographie und Bioassay (HPTLC/WBA), eingesetzt. Wesentliches Projektziel war es, die notwendigen Verfahren und Konzepte zu erarbeiten, damit die Bewertung von einzelnen oder auch kombinierten Aufbereitungsprozessen durchgeführt werden kann. Es wurde die bereits im Vorgängerprojekt WBA-BeReit eingesetzte Laborversuchsanlage zur kontinuierlichen Ozonung mit anschließender Langsamsandfiltration (KOLa) modifiziert und um die Aufbereitungsprozesse Aktivkohlefiltration, Advanced Oxidation Processes (AOPs) und Chlorungs-Desinfektion erweitert.

Die Weiterentwicklung der verwendeten Anreicherungsverfahren zeigte aussichtsreiche Ergebnisse, damit durch zukünftige Methoden das anreicherbare Substanzspektrum um hochpolare und ionische Substanzen erweitert werden kann. Die in WBA-BeReit getestete Vakuumkonzentration wurde um einen Schritt zur Matrixabtrennung und Anreicherung, der sog. „Salz-Lösungsmittel-Extraktion“ (SLE), erweitert, um die aufkonzentrierte Salzmatrix abzutrennen und die Analyten auf das erforderliche Niveau anzureichern. Trotz aktueller Einschränkungen bei der Reproduzierbarkeit konnte in Kleinversuchen die prinzipielle Eignung des neuen Verfahrens anhand organischer Anionen gezeigt werden. Im Gegensatz zur reinen Vakuumkonzentration waren die SLE-Extrakte mit der WBA kompatibel.

Es wurden Roh-, Prozess- und Trinkwässer von elf Wasserversorgungsunternehmen aus Deutschland sowohl mit der WBA als auch mit Non-Target-Screening (NTS) untersucht. Die Ergebnisse zeigten deutliche Unterschiede im Auftreten von Wirkungen der Rohwasser- und Prozesswasserproben, wodurch Unterschiede zwischen den verwendeten Aufbereitungsprozessen festgestellt wurden. Oxidative und mikrobielle Prozesse wie z. B. Ozonung und Uferfiltration zeigten eine überwiegend gute Elimination der detektierten Wirkungen. Filtrationsprozesse hingegen beeinflussten die detektierten Wirkungen kaum. Für den Einsatz der Chlor-Desinfektion wurde die Bildung von potentiell gentoxisch wirkenden Substanzen beobachtet, eine Strukturaufklärung der wirkenden Substanz konnte nicht erzielt werden.

Weiterhin sollte die bestehende Testbatterie der HPTLC/WBA um die Endpunkte Androgenität (Yeast Androgen Screen) und Gentoxizität (umu-Assay) erweitert werden. Zur besseren quantitativen Einordnung der Wirkungsstärken wurde ein Arbeitsablauf erarbeitet, um die sog. bioanalytische Äquivalenzkonzentrationen (BEQ) bestimmen zu können. Auf Basis dieser Werte wurde ein Bewertungskonzept vorgeschlagen, um den Zustand der untersuchten Wasserprobe sowie die Effizienz der Aufbereitungsprozesse bewerten zu können. Die durchgeführten Versuche zum Einsatz humaner Zelllinien bei HPTLC/WBA waren insgesamt nicht erfolgreich und zeigten hauptsächlich die noch vorhandenen Limitierungen, wie z. B. den hohen Zeitbedarf oder die schwierige Versorgung der Zellen mit Nährlösung auf.

Das WBA-Bewertungskonzept konnte im Rahmen des Projektes nur anhand weniger Realproben angewandt werden. Eine routinemäßige und großflächigere Anwendung der WBA würde es erlauben, das Konzept weiter zu schärfen und Anforderungen ggf. anzupassen. Eine aktuelle Limitierung ist beim erfolglosen Einsatz humaner Zelllinien bei der HPTLC/WBA zu sehen. Weitere Arbeiten sollten hier ansetzen, da die Aussagekraft der Ergebnisse wesentlich erhöht und das detektierbare Wirkspektrum um wichtige Substanzklassen, wie beispielsweise der Per- und polyfluorierten Alkylsubstanzen, erweitert werden könnte.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
2	Literaturrecherche (AP 1).....	3
3	Auswahl der Wasserwerke (AP 2)	6
4	Laborversuchsanlage zum Prozessstudium (AP 3).....	10
4.1	Überblick über die bestehende Laborversuchsanlage.....	10
4.2	Vorgenommene Erweiterungen	11
4.2.1	UV-Desinfektionseinheit	12
4.2.2	Advanced Oxidation Process (AOP) per Dosierung mit H ₂ O ₂	13
4.3	Experimente zu den AOP-Verfahren.....	15
4.3.1	Umsetzung von para-Chlorbenzoesäure (pCBA).....	15
4.3.2	Umsetzung von Acesulfam (ACE)	17
4.3.3	Umsetzung von Gabapentin	19
4.4	Chlorungs-Desinfektion	21
4.5	Aktivkohlefiltration.....	23
4.6	Versuche mit anschließender Wirkungsbezogener Analytik (WBA)	26
5	Weiterentwicklung der Probenanreicherung.....	35
5.1	Charakterisierung von SPE-Materialien	35
5.2	Salz-Lösungsmittel-Extraktion (SLE).....	38
5.3	Anwendung der SLE auf Biotests	41
6	Untersuchung von Realproben (AP 4)	44
6.1	Probenübersicht	44
6.2	Ergebnisse der wirkungsbezogenen Analytik.....	44
6.2.1	Probenanreicherung und Trennung.....	44
6.2.2	<i>Aliivibrio fischeri</i> -Hemmtest	45
6.2.3	<i>Bacillus subtilis</i> -Hemmtest.....	47
6.2.4	Acetylcholinesterase-Hemmtest	48
6.2.5	Yeast Estrogen Screen	49
6.2.6	Yeast Androgen Screen	50
6.2.7	umu-Assay	51
6.3	Non-Target-Screening	54
7	Weiterentwicklung der WBA-Auswertung (AP 5).....	57
7.1	Implementierung des planaren umu-Assay (pumu).....	57
7.2	Implementierung des planaren Yeast Androgen Screen (pYAS).....	58
7.3	Implementierung des bioanalytischen Äquivalenzkonzentrationskonzepts (BEQ-Konzept)	61
8	Erweiterung des Bewertungskonzepts (AP 6).....	64
8.1	Zustandsbewertung von Wasserproben.....	64
8.2	Bewertung des Aufbereitungsprozesses.....	66
9	Kommunikation (AP 7)	69
10	Machbarkeitsstudie neuer Endpunkte auf Basis humaner Zelllinien (AP 8).....	70

10.1	Kombination planarer Wirktests mit adhärenenten humanen Zellen	70
10.1.1	Untersuchungskonzept und Ergebnisse	71
10.1.2	Fazit und Ausblick	74
10.2	Untersuchung der Realproben mit Wirktests auf Basis humaner Zelllinien	75
10.2.1	Ergebnisse	75
10.2.1.1	Zytotoxizität (MTT-Test mit ER α -, AR-, p53- und HepG2-Zellen).....	75
10.2.1.2	Östrogene Wirkung (ER α -CALUX)	76
10.2.1.3	Androgene Wirkung (AR-CALUX)	76
10.2.1.4	Gentoxizität (p53-CALUX und <i>in-vitro</i> Mikrokerntest)	76
10.2.2	Diskussion.....	77
11	Schlussfolgerungen und Ausblick	79
12	Literaturverzeichnis.....	81
13	Abbildungsverzeichnis	84
14	Abkürzungsverzeichnis	89
15	Tabellenverzeichnis	91
Anhang	92
Arbeitsvorschriften	92
Vakuumkonzentration	92
Festphasenextraktion	94
HPTLC Trennung	95
<i>Aliivibrio fischeri</i> -Hemmtest	98
<i>Bacillus subtilis</i> -Hemmtest.....	99
Acetylcholinesterase-Hemmtest	101
Yeast Estrogen Screen	103
Yeast Androgen Screen	105
umu-Assay	108
Auswertung der Bioassays	110
Weitere Ergebnisse	115
15.1.1	Prozessvergleiche des Non-Target-Screening	115
15.1.2	Ergebnisse des MTT-Tests	117