
BGI 505.5 (bisher ZH 1/120.5)

Verfahren zur Bestimmung von sechswertigem Chrom

Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften

Fachausschuß "Chemie"

Mai 1993

Erprobte und von den Berufsgenossenschaften anerkannte, diskontinuierliche Verfahren zur Bestimmung von sechswertigem Chrom in Arbeitsbereichen.

Es sind personenbezogene oder ortsfeste Probenahmen für Messungen zur Beurteilung von Arbeitsbereichen möglich:

1. Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Partikelfilter, Photometrie nach Naßaufschluß.
"CHROM – 1 – PHOT".
(Ausgabe: Dezember 1983, wird ersetzt durch Verfahren Nr. 2).
2. Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Partikelfilter, Photometrie nach Naßaufschluß.
"CHROM – 2 – PHOT".
Dieses Verfahren ersetzt das Verfahren Nr. 1.
(Ausgabe: Mai 1993).
3. Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Glasfaserfilter, Ionenchromatographie nach Naßaufschluß.
"CHROM – 3 – IC".
(Ausgabe: Mai 1993).

2. Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Partikelfilter, Photometrie nach Naßaufschluß

Kurzfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von sechswertigem Chrom im Arbeitsbereich personenbezogen oder ortsfest bestimmt.

Meßprinzip: Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch ein geglühtes Glasfaserfilter gesaugt. Die hierbei auf dem Filter in Form von Stäuben und Aerosolen zurückgehaltenen Chromverbindungen werden nach der Diphenylcarbazid-Methode bestimmt [1].

Technische Daten

Bestimmungsgrenze (berechnet als CrO₃):

1 µg bei 50 ml Meßlösung und 10 mm Küvettenschichtdicke.

Für personenbezogene Probenahme:

4,8 µg/m³ bei 0,42 m³ Probeluft für 10 ml Aufschluß- und 5 ml Filtratvolumen.

Für ortsfeste Probenahme:

0,04 µg/m³ bei 45 m³ Probeluft für 20 ml Aufschluß- und 10 ml Filtratvolumen.

- Selektivität:** Störungen können durch in der Luft befindliche Reduktionsmittel verursacht werden. Durch Sauerstoff kann es bei der alkalischen Aufarbeitung zur Oxidation von mitgesammeltem Chrom(III) kommen.
- Vorteile:** Personenbezogene Messungen möglich, geringer apparativer Aufwand.
- Apparativer Aufwand:** Pumpe mit Volumenstromanzeiger, binderfreies, geglühtes Glasfaserfilter, Grundausrüstung für die Photometrie.

Ausführliche Verfahrensbeschreibung

1 Geräte, Chemikalien und Lösungen

1.1 Geräte

Für die Probenahme

Staubsammelgerät: Geeignet sind Probenahmegeräte, die Stäube mit einer Ansauggeschwindigkeit von 1,25 m/s \pm 10% erfassen und die hinsichtlich ihrer Erfassungscharakteristik vorgegebenen Empfehlungen entsprechen [2].

ortsfest: z.B. Gravikon VC-25-G
(Firma Ströhlein GmbH, Kaarst).

personenbezogen: z.B. Probenahmesystem GSP
(Firma Ströhlein GmbH, Kaarst, Firma GSA GmbH, Neuss).

Pumpe: z.B. Personal Air Sampler "Alpha 1"
(DuPont Instruments, Vertrieb in Deutschland: Firma DEHA-Haan & Wittmer GmbH, Friolzheim).

Glasfaserfilter: binderfrei, geglüht.
Durchmesser: 150 mm (ortsfest) oder 37 mm (personenbezogen).
Die Filter sind vor Gebrauch bei 500 °C 14 Stunden zu glühen.

Für die Probenaufbereitung analytische Bestimmung:

UV-VIS-Photometer: Zur Extinktionsmessung bei 540 nm
(z.B. Firma Unicam GmbH, Kassel, Firma Shimadzu GmbH, Duisburg).

Glasgeräte:

Meßkolben: 50 ml, 100 ml, 1000 ml.

Pipetten 1 ml, 5 ml, 10 ml.

Bechergläser: 50 ml, 100 ml.

Küvetten: Quarzglasküvetten, Schichtdicke 10 mm.

PE¹-Flaschen mit Schraubverschluß: 50 ml.

¹ Polyethylen

1.2 Chemikalien und Lösungen

Kaliumdichromat p.a.,
Natriumhydroxid p.a.,
Natronlauge, $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$,
Natriumcarbonat p.a.,
Schwefelsäure $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,4 \text{ mol/l}$,
Diphenylcarbазид p.a.,
Aceton p.a.,
Phosphorsäure p.a. 85 % (Dichte 1,83 g/ml),
Kieselgel mit Feuchtigkeitsindikator (Blaugel).

Elutionslösung: Konzentration 0,5 mol/l NaOH;
0,28 mol/l Natriumcarbonat.
20 g Natriumhydroxid und 30 g Natriumcarbonat werden in
bidestilliertem Wasser gelöst und im Meßkolben auf 1000 ml aufgefüllt.

Diphenylcarbазид-Lösung:

Konzentration 0,25 %.

0,5 g Diphenylcarbазид werden in 100 ml Aceton gelöst und mit
bidestilliertem Wasser im Meßkolben auf 200 ml aufgefüllt.

Chromat-Stammlösung:

Konzentration 100 µg/ml, bezogen auf CrO_3 .

147,1 mg Kaliumdichromat werden in 100 ml Natronlauge gelöst und
anschließend mit Natronlauge im Meßkolben auf 1000 ml aufgefüllt. Die
Stammlösung ist ca. 6 Monate beständig.

Kalibrierlösung: Konzentration 1 µg/ml, bezogen auf CrO_3 . 1 ml Chromat-Stammlösung
wird mit Natronlauge im Meßkolben auf 100 ml aufgefüllt. Die
Kalibrierlösung muß bei Bedarf täglich neu angesetzt werden.

2 Probenahme

Bei der Beaufschlagung der Filter sind die unter Abschnitt 1.1 genannten Bedingungen
einzuhalten. Die beaufschlagten Filter werden nach der Probenahme im Exsikkator über
Blaugel aufbewahrt und spätestens nach sieben Tagen analysiert.

3 Probenaufbereitung und analytische Bestimmung

3.1 Probenaufbereitung

Die beaufschlagten Filter werden mit 10 ml (personenbezogene Probenahme) oder 20 ml
(ortsfeste Probenahme) Elutionslösung überschichtet und unter Inertgasatmosphäre
(Stickstoff, Argon) in einer verschlossenen PE-Flasche 16 Stunden stengelassen
(mehrfach vorsichtig umschütteln). Das Eluat wird filtriert. 5 ml (personenbezogen) bzw. 10
ml (ortsfest) des Filtrats werden in einem 50 ml-Meßkolben mit 5 ml Schwefelsäure, 1 ml
Phosphorsäure und 5 ml Diphenylcarbазидlösung versetzt. Anschließend wird mit Wasser
zur Marke aufgefüllt. Frühestens nach 15 Minuten kann die Extinktion gemessen werden.
Zur Ermittlung des Leerwertes wird ein unbeaufschlagtes Filter, wie oben beschrieben,
aufgearbeitet.

3.2 Photometrische Arbeitsbedingungen

Die im Abschnitt 6 genannten Verfahrenskenngrößen wurden unter folgenden Geräte- und Analysenbedingungen ermittelt:

UV-VIS-Photometer:	PU-8720 UV-VIS Scanning-Spektrophotometer (Firma Philips).
Küvette:	10 mm Schichtdicke.
Temperatur:	Raumtemperatur.
Meßwellenlänge:	540 nm.

4 Aufstellen der Kalibrierkurve

Man pipettiert 1, 3, 5, 7 und 10 ml der Kalibrierlösung in einen 50-ml Meßkolben und verarbeitet diese Kalibrierlösungen nach den in Abschnitt 3 genannten Anweisungen.

Durch Auftragen der ermittelten Extinktionen über den zugehörigen CrO₃-Massen wird die Kalibrierkurve erstellt. Diese ist im beschriebenen Konzentrationsbereich eine Gerade.

5 Berechnen des Analyseergebnisses

Aus der Extinktion der Meßlösung wird mit Hilfe der Kalibrierkurve die um den Leerwert korrigierte CrO₃-Masse bestimmt.

Die Chrom-Konzentration der Probeluft c_m in mg/m³, berechnet als CrO₃, ergibt sich aus:

$$c_m = \frac{m}{V}$$

Es bedeuten:

c_m = Massenkonzentration von Chrom, berechnet als CrO₃ in der Probeluft in mg/m³,

m = die aus der Kalibrierkurve ermittelte und um den Leerwert korrigierte CrO₃-Masse in der Meßlösung in µg,

V = Probeluftvolumen in l.

6 Beurteilung des Verfahrens

6.1 Genauigkeit

Wegen der unterschiedlichen Zusammensetzung und Eigenschaften der Aerosole in verschiedenen Arbeitsbereichen ist eine allgemein gültige Aussage über die Präzision des Gesamtverfahrens nicht möglich. Für Schweißrauche ergibt sich bei einer Konzentration von 0,04 mg/m³ eine relative Standardabweichung von 6,9 % für N = 21 Messungen.

6.2 Bestimmungsgrenze

Die Bestimmungsgrenze beträgt 1 µg, berechnet als CrO₃ (50 ml Meßlösung, 10 mm Küvetten-Schichtdicke). Für 10 ml (personenbezogen) bzw. 20 ml (ortsfest) Aufschlußvolumen und einem Filtratvolumen von 5 ml bzw. 10 ml entspricht das bei einem Probeluftvolumen von 0,42 m³ einer relativen Bestimmungsgrenze von 4,8 µg/m³ bzw. bei einem Probeluftvolumen von 45 m³ einer relativen Bestimmungsgrenze von 0,04 µg/m³, berechnet als CrO₃.

6.3 Selektivität

Querempfindlichkeiten sind insbesondere durch Eisen (III), Vanadium (V), Quecksilber (I, II) und Nitrate bekannt. Natriumchloridzusätze verhindern Störungen durch Quecksilber (I, II) und Natriumdihydrogenphosphatzusätze (pH = 2) verhindern Störungen durch Nitrate. Die Störungen durch Eisen (III) werden durch den Phosphorsäurezusatz deutlich gemindert.

7 Literatur

- [1] Analytische Chemie für die Praxis, Spurenanalytik des Chroms; C. Harzdorf, Georg Thieme Verlag, Stuttgart (1990).
- [2] Coenen, W.: Staub-Reinhalt. Luft 41 (1981), S. 472-479.

3. Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Glasfaserfilter; Ionenchromatographie (IC) nach Naßaufschluß

Kurzfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von sechswertigem Chrom im Arbeitsbereich personenbezogen oder ortsfest bestimmt.

Meßprinzip: Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch ein geglühtes, binderfreies Glasfaserfilter gesaugt.

Die hierbei auf dem Filter in Form von Stäuben und Aerosolen abgeschiedenen Chromverbindungen werden in einem definierten Volumen einer Pufferlösung aufgenommen, im Ultraschallbad in Lösung gebracht und abschließend membranfiltriert.

Das ionenchromatographische Meßverfahren mit Einsäulentchnik, Nachsäulenderivatisierung und direkter UV-VIS-Detektion ermöglicht eine simultane Bestimmung von Chrom(III) und Chrom(VI).

Vor der Bestimmung erfolgt zunächst eine Derivatisierung dreiwertiger Chromverbindungen, indem die Analysenlösung in einem Konzentrat des Eluenten aufgekocht wird. Hierbei setzt sich Chrom(III) mit Pyridin-2,6-dicarbonsäure (PDCA) zu einem blauvioletten, anionischen Chrom(III)-PDCA-Komplex um. Bei der anschließenden ionenchromatographischen Analyse erfolgt eine Auftrennung des Chrom(III)-Komplexes von Chrom(VI), welches als Chromat vorliegt. In der Nachsäulenderivatisierung wird darauf Chromat mit 1,5-Diphenylcarbазид (DPC) zu einem rotvioletten Chrom(III)-DPC-Komplex reduziert. Anschließend werden die Komplexe im UV-VIS-Detektor bestimmt.

Technische Daten

Bestimmungsgrenzen

	personenbezogen	ortsfest
	CrO ₃	CrO ₃
absolut	0,2 ng	0,2 ng
relativ ²	0,24 µg/m ³	0,01 µg/m ³

Selektivität: Durch die Kombination Ionenchromatographie mit Nachsäulenderivatisierung ist eine hohe Selektivität gewährleistet.

Vorteile: Personenbezogene und selektive Messungen möglich.
Simultane Bestimmung von Chrom(III)- und Chrom(VI)-Verbindungen.

Nachteile: Hoher apparativer Aufwand.
Die Trennsäulen sind sehr empfindlich gegen Matrixeffekte.

² personenbezogene Probenahme:

Luftvolumen: 0,42 m³,

Probelösung: 10 ml

Injektionsvolumen der Meßlösung: 200 µl

ortsfeste Probenahme:

Luftvolumen: 45 m³,

Probelösung: 50 ml.

Injektionsvolumen der Meßlösung: 200 µl

Apparativer Aufwand:

Pumpe mit Volumenstromanzeiger,
binderfreies, geglühtes Glasfaserfilter,
Ultraschallbad,
Ionenchromatograph mit Nachsäulenderivatisierung und UV-VIS-Detektor.

Ausführliche Verfahrensbeschreibung

1 Geräte, Chemikalien und Lösungen

1.1 Geräte

Für die Probenahme:

Geeignet sind Probenahmegeräte, die die Probeluft mit einer Ansauggeschwindigkeit von 1,25 m/s \pm 10 % erfassen (Gesamtstaub) und die hinsichtlich ihrer Erfassungscharakteristik den vorgegebenen Empfehlungen entsprechen [1].

ortsfest: z.B. Gravikon VC-25-G
(Firma Ströhlein GmbH, Kaarst).

personenbezogen: z.B. Probenahmesystem GSP
(Firma Ströhlein GmbH, Kaarst,
Firma GSA GmbH, Neuss).

Pumpe: z.B. Personal Air Sampler "Alpha 1"
(DuPont Instruments, Vertrieb Firma DEHA-Haan & Wittmer GmbH,
Frielzheim).

Glasfaserfilter: binderfrei, geglüht
(z.B. Firma Macherey-Nagel GmbH & Co KG, Düren).
Durchmesser 150 mm (ortsfest) oder 37 mm (personenbezogen).
Die Filter sind vor Gebrauch bei 500 °C 14 Stunden zu glühen.

Für die Probenaufbereitung und analytische Bestimmung:

- Exsikkator, Trockenmittel:
Kieselgel mit Feuchtigkeitsindikator (Blaugel),
- Reinstwasseranlage:
z.B. Nanopure ultrapure water system
(Barnstead, Vertrieb in Deutschland:
Firma Wilhelm Werner GmbH, Bergisch Gladbach),
- Lösemittelfiltrationsgerät mit Membranfilter 0,22 μ m (z.B. Firma Millipore GmbH,
Eschborn),
- Ultraschallgerät,
- Magnetrührer mit Heizplatte,
- Magnetührstäbchen,
- Meßpipetten, geeignet zur Dosierung von 10 μ l bis 100 ml,
- Meßkolben, Bechergläser,
- 5-ml-Einwegspritzen mit Millex-Filtereinheiten 0,45 μ m und 0,22 μ m,

- 20-ml-Probengefäße aus PE³ mit Verschlusskappen,
- 2-ml-Probengefäße mit PTFE⁴-kaschierten Septen und Schraubverschlusskappen,
- Ionenchromatograph mit Nachsäulenderivatisierung und UV-VIS-Detektor.

1.2 Chemikalien und Lösungen

- Ammoniumacetat p.a.,
- Chrom-Standardlösung Cr (NO₃)₃ · 9 H₂O,
c (Cr (III)) = 1 g/l in Salpetersäure, z.B. Firma Merck, Darmstadt,
- 1,5-Diphenylcarbazid p.a.,
- Kaliumdichromat p.a.,
- Lithiumhydroxid-Monohydrat p.a.,
- Dinatriumhydrogenphosphat-Dodecahydrat p.a.,
- Methanol p.a.,
- Natriumiodid p.a.,
- Pyridin-2,6-dicarbonsäure 99 %, z.B. Firma Aldrich-Chemie, Steinheim,
- Schwefelsäure Suprapur 96 %.

Eluent:

- Als Konzentrat des Eluentes und zur Vorsäulenderivatisierung von Chrom(III) dient eine Lösung der folgenden Zusammensetzung:
3,342 g Pyridin-2,6-dicarbonsäure,
7,163 g Dinatriumhydrogenphosphat-Dodecahydrat,
14,99 g Natriumiodid,
38,54 g Ammoniumacetat,
1,17 g Lithiumhydroxid-Monohydrat in 1000 ml Reinstwasser.
Das Konzentrat wird mit Hilfe des Lösemittelfiltrationsgerätes membranfiltriert. Das Filtrat ist bei 4 °C im Kühlschrank etwa 1 Woche haltbar.
- Als Eluent wird täglich eine 1:10 Verdünnung in Reinstwasser angesetzt. Das Eluent ist zu entgasen und muß vor Verwendung membranfiltriert werden.

Nachsäulenderivatisierungsreagenz:

Eine Lösung von 0,485 g 1,5-Diphenylcarbazid in 100 ml Methanol und eine Lösung von 25 ml Schwefelsäure in 500 ml Reinstwasser werden in einem 1-l-Meßkolben zusammengegeben und mit Reinstwasser zur Marke aufgefüllt. Die Lösung ist täglich neu anzusetzen und zu entgasen.

Stammlösungen für die Kalibrierung:

Als Chrom(III)-Stammlösung dient eine gebrauchsfertige Standardlösung, welche eine Chrom(III)-Konzentration von 1 g/l aufweist.

Zur Herstellung der Chrom(VI)-Stammlösung werden 0,147 g Kaliumdichromat in 100 ml Reinstwasser angesetzt; die Lösung hat einen Gehalt von 1 g/l, berechnet als Chromtrioxid (CrO₃).

³ Polyethylen

⁴ Polytetrafluorethylen

Kalibrierlösungen:

50 µl; 100 µl; 300 µl; 700 µl; 1000 µl; 2000 µl und 5000 µl Chrom(VI)-Stammlösung werden in je einen 100-ml-Meßkolben gegeben, darüber hinaus werden jeweils 0,5 ml; 1 ml; 2 ml; 3 ml; 5 ml; 7 ml und 10 ml Chrom(III)-Stammlösung dazugegeben. Es wird mit Reinstwasser bis zur Marke aufgefüllt. Die Lösungen enthalten 0,5 µg/ml bis 50 µg/ml an Chrom(VI), berechnet als CrO₃ sowie 5 µg/ml bis 100 µg/ml an Chrom(III).

Jeweils 10 ml der Lösungen werden entnommen und in einen 100-ml-Meßkolben gegeben, mit 10 ml Konzentrat des Eluenten versetzt, aufgeköcht und nach dem Abkühlen mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Hiervon werden 200 µl in den Ionenchromatographen injiziert.

Die so hergestellten Lösungen enthalten 0,05 µg/ml bis 5 µg/ml an Cr (VI) berechnet als CrO₃ sowie 0,5 µg/ml bis 10 µg/ml an Chrom(III). Dies entspricht bei 420 l Probeluftvolumen einem Konzentrationsbereich von 0,012 mg/m³ bis 1,2 mg/m³ an Cr (VI) berechnet als CrO₃ bzw. 0,12 mg/m³ bis 2,4 mg/m³ an Chrom(III).

2 Probenahme

Bei der Beaufschlagung der Filter sind die unter Abschnitt 1.1 genannten Bedingungen einzuhalten. Die beaufschlagten Filter werden nach der Probenahme im Exsikkator über Blaugel aufbewahrt und spätestens nach 7 Tagen analysiert.

3 Analytische Bestimmung

3.1 Probenaufbereitung und Analyse

Das beaufschlagte Filter wird in einem Probengefäß mit 10 ml (personenbezogene Probenahme) bzw. 50 ml (ortsfeste Probenahme) Konzentrat des Eluenten überschichtet und 15 min im Ultraschallbad behandelt.

Die überstehende Lösung (Probelösung) wird membranfiltriert (Einwegfilter: 0,45 µm) und 5 ml des Filtrats werden in einen 50-ml-Meßkolben pipettiert. Nach Zugabe von 5 ml Reinstwasser wird die Lösung für 1 min aufgeköcht (siehe Abschnitt 6 "Bemerkungen"). Nach Abkühlen auf Raumtemperatur wird der Kolben mit Reinstwasser zur Marke aufgefüllt. Die Lösung wird nochmals membranfiltriert (Einwegfilter: 0,22 µm), in das Probengefäß gegeben und anschließend 200 µl der Meßlösung in den Ionenchromatographen injiziert.

3.2 Ionenchromatographische Arbeitsbedingungen

Die in Abschnitt 5 angegebenen Verfahrenskenngrößen wurden unter folgenden Geräte- und Analysenbedingungen ermittelt:

Analysensystem:

Pumpen:	L-6000 Pump, Merck-Hitachi, L-6200 Intelligent Pump, Merck-Hitachi.
Injektor:	Autosampler AS 2000, Merck-Hitachi oder 7125 Rheodyne-Ventil.
Nachsäulenderivatisierung:	655 A-13 Reaction Pump, Merck-Hitachi.
Detektor:	L-4250 UV-VIS-Detektor, Merck-Hitachi.

Auswertung: D-6000 Interface, Merck-Hitachi,
D-6000 Chromatography Data Station,
Software HPLC-Manager.

Arbeitsbedingungen:

Säulen: HPLC-CS5 Trennsäule und HPLC-CG5 Vorsäule, Firma Dionex, Idstein.

Eluent: siehe Abschnitt 1.2.

Nachsäulenderivatisierungsreagenz:
siehe Abschnitt 1.2.

Flußrate: Eluent: 1,0 ml/min,
Nachsäulenderivatisierungsreagenz: 0,5 ml/min.

Säulentemperatur: 25 °C,

Temperatur der Derivatisierungskammer:
25 °C,

Länge der Reaktionsschleife:
5 m,

Injektionsvolumen: 200 µl,

Systemdruck: ca. 60 bar,

Detektion: UV-VIS, Meßwellenlänge 552 nm.

3.3 Kalibrierung

Von den in Abschnitt 1.2 beschriebenen Kalibrierlösungen werden je 200 µl in das Analysengerät injiziert. Durch Auftragen der ermittelten Flächen über den in den jeweiligen Kalibrierlösungen enthaltenen Chrom(III)-oder Chrom(VI)-Massen (gerechnet als CrO₃) wird die Kalibrierkurve erstellt und die Linearität überprüft. Im angegebenen Konzentrationsbereich ist die Kalibrierkurve eine Gerade.

4 Berechnen des Analyseergebnisses

Mit Hilfe der Kalibriergeraden wird die zur Peakfläche oder -höhe zugehörige Masse an Chrom(III) oder Chromtrioxid bestimmt. Die Chromkonzentration c_m in der Probeluft in mg/m³ berechnet sich nach folgender Formel:

$$c_m = \frac{m}{V} \tag{1}$$

Es bedeuten

c_m = Massenkonzentration an Chrom(III) oder CrO₃ in der Probeluft in mg/m³,

m = die aus der Kalibrierkurve ermittelte Masse von Chrom(III) oder CrO₃ in µg,

V = Probeluftvolumen in l.

5 Beurteilung des Verfahrens

5.1 Genauigkeit

Für wässrige Standardlösungen wurde die Präzision sowohl für niedrige als auch für hohe Konzentrationen bestimmt, um eine Aussage über den gesamten Konzentrationsbereich zu treffen.

Analyt	N	Konzentration		s _{rel} (%)
		(µg/ml)	(µg/m ³) ⁵	
CrO ₃	11	0,05	1,2	2,3
	11	1	24	2,2
	10	10	240	2,3
Cr(III)	11	5	120	2,7
	11	100	2400	5,0

N Anzahl der Bestimmungen.
s_{rel} relative Standardabweichung

Für Schweißrauche ergibt sich bei einer Konzentration von 0,04 mg/m³ eine relative Standardabweichung von 5,8 % für N = 21 Messungen.

Die Lagerfähigkeit von mit Kalibrierlösung beaufschlagten Filtern beträgt 7 Tage. Im angegebenen Zeitraum liegt die Wiederfindung im Bereich 95 ± 5 %. Bei einer Lagerung von mehr als einer Woche fällt sie deutlich ab, nach zwei Wochen ist die Wiederfindung < 80 %.

⁵ berechnet für 0,42 m³ Probeluftvolumen und 10 ml Probelösung

5.2 Bestimmungsgrenzen

Die Bestimmungsgrenzen wurden unter den in Abschnitt 3.2 beschriebenen Gerätebedingungen bestimmt. Sie betragen:

Bestimmungsgrenzen	personenbezogen		ortsfest	
	CrO ₃	Cr(III)	CrO ₃	Cr(III)
absolut	0,2 ng	20 ng	0,2 ng	20 ng
relativ ⁶	0,24 µg/m ³	24 µg/m ³	0,01 µg/m ³	1,1 µg/m ³

personenbezogene Probenahme:

Luftvolumen: 0,42 m³,

Probelösung: 10 ml

Injektionsvolumen der Meßlösung: 200 µl

ortsfeste Probenahme:

Luftvolumen: 45 m³,

Probelösung: 50 ml.

Injektionsvolumen der Meßlösung: 200 µl

5.3 Selektivität

Störungen können durch in der Luft befindliche Reduktionsmittel hervorgerufen werden. Verfärbungen der Probe werden durch das chromatographische System eliminiert und stören deshalb nicht.

6 Bemerkungen

In wässrigen Lösungen kann es einerseits im alkalischen Bereich durch Luftsauerstoff zur Oxidation von dreiwertigem Chrom und andererseits im sauren Milieu zur Reduktion von sechswertigem Chrom durch organische Inhaltsstoffe im Filter und in der Probenmatrix kommen. Um Minderbefunde an Chrom(VI) zu vermeiden, darf deshalb bei der Aufbewahrung der beaufschlagten Filter im Exsikkator kein saures Trockenmittel (P₂O₅, konz. H₂SO₄) verwendet werden.

Bei alleiniger Bestimmung von Chrom(VI) kann die Probenaufbereitung vereinfacht werden, da in diesem Fall ein Aufkochen des Filtrats nicht notwendig ist.

⁶ personenbezogene Probenahme:

Luftvolumen: 0,42 m³,

Probelösung: 10 ml

Injektionsvolumen der Meßlösung: 200 µl

ortsfeste Probenehmer:

Luftvolumen: 45 m³,

Probelösung: 50 ml.

Injektionsvolumen der Meßlösung: 200 µl

Trennkapazität und Lebensdauer der Trennsäule sind von der Probenmatrix abhängig. Zur Abtrennung von Partikeln (z.B. bei Schweißrauchen) erfolgt eine doppelte Membranfiltration. Der zweite Filtrationsschritt (Porengröße 0,22 µm) vermeidet einen bakteriellen Befall des Säulenmaterials.

Bei der Analyse von Holzproben wird zur Abtrennung von Lignin die Verwendung von ONGUARD-P-Kartuschen (Firma Dionex, Idstein) empfohlen.

7 Literatur

- [1] Riediger, G., Tobys, H. -U. und Schwaß, D.: Arbeitshygienische Staubmeßtechnik, Staub-Reinhalt. Luft 42 (1982), S. 89.
- [2] Dionex: "DETERMINATION OF CHROMIUM" Technical Note 24 (May 1987).