
BGI 505-9

Verfahren zur Bestimmung von 2-Naphthylamin

(bisher ZH 1/120.9)

Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften

Fachausschuß "Chemie"

Dezember 1983

Erprobte und von den Berufsgenossenschaften anerkannte, diskontinuierliche Verfahren zur Bestimmung von 2-Naphthylamin in Arbeitsbereichen.

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

1. Probenahme mit Pumpe und Absorption in Schwefelsäure, Dünnschichtchromatographie;
2. Probenahme mit Pumpe und Absorption an imprägniertem Silicagel, Gaschromatographie nach Elution.

Für die Suche nach Undichtigkeiten in Anlagen oder für Kontrollmessungen bei Reinigungs- und Reparaturarbeiten sowie zur Orientierung kann die Probenahme auch mit Hilfe einer evakuierten Gaspipette vorgenommen werden.

1 Probenahme mit Absorption in Waschflaschen und dünnschichtchromatographische Bestimmung

Meßprinzip: Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch Waschflaschen gesaugt, die mit verdünnter Schwefelsäure beschickt sind. Das absorbierte 2-Naphthylamin wird in die freie Base überführt, mit Toluol extrahiert und dünnschichtchromatographisch bestimmt.

Technische Daten

Nachweisgrenze: absolut: 30 ng 2-Naphthylamin,
relativ: $0,1 \text{ mg/m}^3 \cong 0,02 \text{ ml/m}^3$ (ppm) an 2-Naphthylamin für 60 l Probeluft.

Spezifität: Die Spezifität ist in jedem Einzelfall zu prüfen. Störungen ergeben sich durch Substanzen, die einen ähnlichen R_f -Wert wie 2-Naphthylamin haben und zu einer ähnlichen Färbung führen.

Vorteile: Spezifische Messung möglich, geringer apparativer Aufwand.

Nachteile: Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen, hoher Zeitaufwand.

Apparativer Aufwand: Probenahmeeinrichtung, bestehend aus zwei Waschflaschen (oder Impinger), Pumpe, Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger; Grundausüstung für die Dünnschichtchromatographie; High Performance Thin Layer Chromatography-(HPTLC)-Fertigplatten.

Ausführliche Verfahrensbeschreibung

Inhalt

- 1 Zusammenfassung
- 2 Geräte, Chemikalien und Lösungen
 - 2.1 Geräte
 - 2.2 Chemikalien und Lösungen
- 3 Probenahme
- 4 Probenaufbereitung
- 5 Analytische Bestimmung
 - 5.1 Dünnschichtchromatographische Bedingungen
 - 5.2 Durchführung der chromatographischen Bestimmung
 - 5.3 Auswertung durch Vergleich der Farbflecke
- 6 Berechnen des Analysenergebnisses
- 7 Beurteilung des Verfahrens
 - 7.1 Präzision
 - 7.2 Nachweisgrenze
 - 7.3 Spezifität
- 8 Grundsätzliches zum Verfahren
- 9 Hersteller
- 10 Literatur

1 Zusammenfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von 2-Naphthylamin im Arbeitsbereich ortsfest bestimmt.

Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch mit verdünnter Schwefelsäure beschickte Waschflaschen oder Impinger gesaugt. Hierdurch wird 2-Naphthylamin als Sulfat gebunden. Die Absorptionslösung wird durch Zugabe von festem Natriumhydroxid stark alkalisch gestellt und das freigesetzte Amin mit Toluol extrahiert. Die Bestimmung des 2-Naphthylamins erfolgt dünn-schichtchromatographisch.

Die absolute Nachweisgrenze beträgt 30 ng 2-Naphthylamin.

Die relative Nachweisgrenze beträgt $0,1 \text{ mg/m}^3 \cong 0,02 \text{ ml/m}^3$ an 2-Naphthylamin für 60 l Probeluft.

Unter optimierten Bedingungen an reinen 2-Naphthylamin-Kalibrierlösungen können noch 10 ng absolut nachgewiesen werden.

Die relative Nachweisgrenze beträgt unter optimierten Bedingungen $0,035 \text{ mg/m}^3 \cong 0,006 \text{ ml/m}^3$ (ppm) an 2-Naphthylamin für 60 l Probeluft.

Für die Suche nach Undichtigkeiten in Anlagen oder für Reinigungs- und Reparaturarbeiten sowie zur Orientierung kann die Probenahme auch mit Hilfe einer evakuierten Gaspipette vorgenommen werden. Diese wird mit verdünnter Schwefelsäure ausgeschüttelt. Anschließend wird weiter – wie schon beschrieben – verfahren.

2 Geräte, Chemikalien und Lösungen

2.1 Geräte

Für die Probenahme:

Ansaugsonde: Aus Glas oder Edelstahl, falls aus räumlichen Gründen erforderlich,

Absorptionsgefäße:

Waschflaschen oder Midget Impinger,

Tropfenabscheider,

Pumpe,

Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger,

Material für Verbindungsleitungen:

Geräteglas, Polytetrafluorethylen (PTFE) oder Polyethylen;

Gummileitungen dürfen nicht verwendet werden.

Für die Probenaufbereitung und analytische Bestimmung:

25 ml-Schüttelzylinder, 100 ml-Meßkolben,

10 µl-Pipette,

25 ml-Bürette,

Grundausrüstung für die Dünnschichtchromatographie,

High Performance Thin Layer Chromatography-(HPTLC)-Fertigplatte.

2.2 Chemikalien und Lösungen

Absorptionslösung:

Schwefelsäure p.a.,

$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$,

Natriumhydroxid p a.,

Toluol p.a.

Ligroin (80 °C ... 110 °C) p.a.,

Essigsäurebutylester p.a.,

Essigsäure p.a., 100 %,

Schwefelsäure p.a., konz.,

Ammoniumchlorid p.a.,

Salzsäure p.a., konz.,

Natriumnitrit p.a.,

N-[Naphthyl-(1)]-ethylendiammoniumdichlorid p.a.;
Sprühhlösung 0,5 %:

0,5 g N-[Naphthyl-(1)]-ethylendiammoniumdichlorid wird in 100 ml Wasser und zwei Tropfen konz. Salzsäure gelöst.

2-Naphthylamin-Stammlösung:

10 mg 2-Naphthylamin werden mit Toluol auf 100 ml aufgefüllt.

Vergleichslösungen:

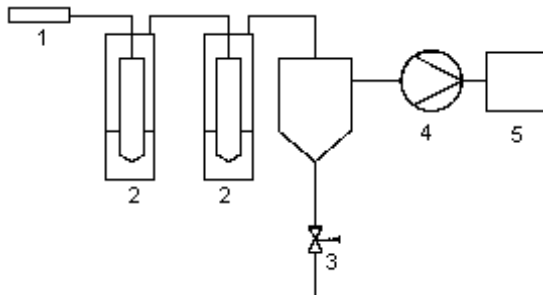
Aus einer 25 ml-Bürette werden 3,0; 5,0; 10,0; 15,0 und 20,0 ml der 2-Naphthylamin-Stammlösung in fünf 100 ml-Meßkolben gegeben. Alle Meßkolben werden mit Toluol auf 100 ml aufgefüllt.

Die Lösungen enthalten 3; 5; 10; 15; 20 µg/ml und die Stammlösung 100 µg/ml an 2-Naphthylamin.

3 Probenahme

Der Aufbau der Probenahmeeinrichtung ist in Abbildung 1 dargestellt.

Zur Probenahme werden je 10 ml Absorptionslösung in zwei Absorptionsgefäße eingefüllt und diese gemäß Abbildung 1 in die Probenahmeeinrichtung eingesetzt. Der Volumenstrom wird auf ca. 2 l/min eingestellt und 30 Minuten lang Probeluft durchgesaugt. Unter diesen Bedingungen wird 2-Naphthylamin praktisch quantitativ absorbiert.



- 1 Ansaugsonde
- 2 Absorptionsgefäße
- 3 Tropfenabscheider
- 4 Pumpe
- 5 Gasmengenzähler

Abb. 1: Probenahmeeinrichtung.

4 Probenaufbereitung

Der Inhalt der beiden Absorptionsgefäße wird in einem 25 ml-Schüttelzylinder vereinigt. Verwendet man eine Sonde, muß diese mit Absorptionslösung gespült werden.

Die Absorptionslösung wird unter Kühlung mit Natriumhydroxid gesättigt (pro 5 ml Lösung 7 g Natriumhydroxid zusetzen) und mit 2 ml Toluol extrahiert.

Die Toluolphase (Probelösung) wird dünnschichtchromatographisch untersucht.

5 Analytische Bestimmung

5.1 Dünnschichtchromatographische Bedingungen

Schicht: HPTLC-Fertigplatte,

Laufmittel: Ligroin/Essigsäurebutylester/Essigsäure, Volumenverhältnis 60:30:5,

Laufweg: aufsteigend, ca. 8 cm,

Laufzeit: ca. 15 min,

Temperatur: ca. 20 °C,

Aufzutragende Volumina:

je 10 µl Probelösung und Vergleichslösungen

5.2 Durchführung der chromatographischen Bestimmung

Nach der chromatographischen Trennung trocknet man die DC-Platte mit Warmluft und stellt sie in einen Trog mit Chlorwasserstoff (aus konz. Schwefelsäure und Ammoniumchlorid). Nach einer Verweilzeit von ca. 5 Minuten wird die Platte zur Diazotierung in einem anderen Trog nitrosen Gasen (aus konz. Salzsäure und Natriumnitrit) ausgesetzt. Nach Entfernen der überschüssigen nitrosen Gase mit einem Luftstrom von Raumtemperatur wird die Platte mit der Sprühlösung bis zur Transparenz besprüht. Bei dieser Reaktion (Kupplung) entstehen blauviolette Azofarbstoff-Flecke.

5.3 Auswertung durch Vergleich der Farbflecke

Zur Auswertung der Dünnschichtchromatogramme werden die Intensitäten der Farbflecke aus der Probelösung mit denen aus den Vergleichslösungen verglichen. Zwischenwerte können geschätzt werden.

Das Ergebnis ist die Konzentration X der Toluolphase an 2-Naphthylamin in µg/ml.

Die Anwendung eines optischen DC-Auswertegerätes mit variabler Wellenlänge ist auch möglich. Auf Meßfehler durch Verunreinigungen der Luft ist hier besonders zu achten.

6 Berechnen des Analyseergebnisses

Die 2-Naphthylamin-Konzentration in der Probeluft C_a errechnet sich in mg/m^3 nach der Gleichung

$$C_a = 33,3 \cdot X$$

für die in der Vorschrift angegebenen Volumina

Probeluft: 60 l,

Toluolphase (Probelösung): 2 ml,

auf die DC-Platte aufgegebene Vergleichslösungen und Probelösung: je 10 μl .

Müssen die genannten Volumina geändert werden, so gilt die Gleichung

$$C_a = \frac{X \cdot V_T \cdot V_1}{V \cdot V_2}$$

Es bedeuten:

C_a = Massenkonzentration von 2-Naphthylamin in der Probeluft in mg/m^3 ,

X = 2-Naphthylamin-Konzentration der Toluolphase nach Abschnitt 5.3 in $\mu\text{g}/\text{ml}$,

V_T = Volumen der Toluolphase in ml,

V = Probeluftvolumen in l,

V_1 = Volumen der aufgegebenen Vergleichslösung in μl ,

V_2 = Volumen der aufgegebenen Probelösung in μl .

7 Beurteilung des Verfahrens

7.1 Präzision

Die relative Standardabweichung beträgt für die Vergleichbarkeit der DC-Bestimmung $\pm 25\%$.

7.2 Nachweisgrenze

Die absolute Nachweisgrenze für das Gesamtverfahren beträgt 30 ng 2-Naphthylamin für HPTLC-Fertigplatte.

Die relative Nachweisgrenze für das Gesamtverfahren beträgt $0,1 \text{ mg}/\text{m}^3 \cong 0,02 \text{ ml}/\text{m}^3$ an 2-Naphthylamin für 60 l Probeluft, 2 ml Toluolphase, 10 μl auf die DC-Platte aufgegebene Probelösung.

Unter optimierten Bedingungen beträgt die Nachweisgrenze

absolut: 10 ng 2-Naphthylamin,

relativ: $0,035 \text{ mg}/\text{m}^3 \cong 0,006 \text{ ml}/\text{m}^3$ (ppm) an 2-Naphthylamin für 60 l Probeluft.

7.3 Spezifität

Die Spezifität ist in jedem Einzelfall zu prüfen. Störungen ergeben sich nur aus Substanzen, die einen vergleichbaren R_f Wert wie 2-Naphthylamin haben und zu einer ähnlichen Färbung führen. 2-Naphthylamin wird getrennt von 1-Naphthylamin ausgewiesen.

8 Grundsätzliches zum Verfahren

Das beschriebene Verfahren ist für die Bestimmung von 2-Naphthylamin zwischen 0,1 und 0,7 mg/m³ ausgelegt (60 l Probeluftvolumen, 2 ml Toluolphase, die zwischen 6 und 40 µg 2-Naphthylamin enthalten kann, 10 µl auf die DC-Platte aufgegebene Probelösung).

9 Hersteller

Pumpe: z.B. Bendix Super Sampler
B DX 44 Pumpe,
Firma Bendix,
Vertrieb in Deutschland:
Umwelt- und Prozeßkontroll GmbH (UPK), Bad Nauheim,
Personal Air Sampler P 4000,
Du Pont Instruments,
Vertrieb in Deutschland:
DEHA-Haan & Wittmer GmbH, Frielzheim,
Flow Airsampler Stabilized L 2S F,
Rotheroe & Mitchell Ltd. ,
Vertrieb in Deutschland:
I.L.S. Ingenieur-Gesellschaft
Ludwig Schäfer GmbH, Maintal 1,
KNS-Neuberger GmbH, Freiburg Munzingen,
"Reziprotor-Pumpe" 506 R,
Firma Reziprotor,
Vertrieb in Deutschland:
Edwards, Kniese & Co, Hochvakuum GmbH, Marburg;

Midget Impinger Part. No. 7202:

z.B. Firma Bendix,
Vertrieb in Deutschland:
Umwelt- und Prozeßkontroll GmbH (UPK), Bad Nauheim;

Grundausrüstung für die Dünnschichtchromatographie:

z.B. Desaga GmbH, Heidelberg;

High Performance Thin Layer Chromatography-(HPTLC)-Fertigplatten:

z.B. E. Merck AG, Darmstadt 2.

10 Literatur

Probenahme und dünnenschichtchromatographisches Arbeitsverfahren werden beschrieben in

Keller, J., Dunlap, K.L., Sandridge, R.L.: Determination of Isocyanate on the Working Atmosphere by Thin Layer Chromatography. Anal. Chem. 46 (1974), 1845/46;

Stahl, E.: Dünnschichtchromatographie, Ein Laboratoriumsbuch. 2. Auflage. Berlin-Heidelberg-New York: Springer (1967).

2 Probenahme mit Absorption an imprägniertem Silicagel und gaschromatographische Bestimmung

Meßprinzip: Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch imprägniertes Silicagel gesaugt. Das absorbierte 2-Naphthylamin wird mit einem Gemisch aus Dichlormethan und Ethanolamin extrahiert und gaschromatographisch erfaßt.

Technische Daten

Nachweisgrenze: absolut: 2 ng 2-Naphthylamin,
relativ: $0,05 \text{ mg/m}^3 \cong 0,009 \text{ ml/m}^3$ (ppm) an 2-Naphthylamin für 40 l Probeluft.

Spezifität: Die Spezifität ist in jedem Einzelfall zu prüfen. Störeinflüsse sind im allgemeinen durch Wahl einer anderen Säule eliminierbar.

Vorteile: Personenbezogene Messungen;
spezifische Messung möglich.

Nachteile: Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen,
hoher Zeitaufwand.

Apparativer Aufwand: Pumpe,
Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger;
Absorptionsröhrchen mit imprägniertem Silicagel;
Gaschromatograph mit Flammenionisations-Detektor (FID) oder Phosphor/Stickstoff-Detektor (PND).

Ausführliche Verfahrensbeschreibung

Inhalt

- 1 Zusammenfassung
- 2 Geräte, Chemikalien und Lösungen
 - 2.1 Geräte
 - 2.2 Chemikalien und Lösungen
- 3 Probenahme und Probenaufbereitung

- 4 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen
- 5 Analytische Bestimmung
- 6 Berechnen des Analyseergebnisses
 - 6.1 Aufstellen der Kalibrierkurve
 - 6.2 Auswertung der Proben
- 7 Beurteilung des Verfahrens
 - 7.1 Präzision
 - 7.2 Nachweisgrenze
 - 7.3 Spezifität
 - 7.4 Wiederfindungsrate
- 8 Hersteller
- 9 Literatur

1 Zusammenfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von 2-Naphthylamin im Arbeitsbereich personenbezogen oder ortsfest bestimmt.

Mit Hilfe einer Pumpe, die von einer Person mitgeführt wird oder die ortsfest angebracht ist, wird ein definiertes Luftvolumen durch ein mit Silicagel gefülltes Absorptionsröhrchen gesaugt. Anschließend wird das 2-Naphthylamin nach Elution mit einem Gemisch aus Dichlormethan und Ethanolamin gaschromatographisch bestimmt.

Die absolute Nachweisgrenze beträgt 2 ng 2-Naphthylamin.

Die relative Nachweisgrenze beträgt $0,05 \text{ mg/m}^3 \cong 0,009 \text{ ml/m}^3$ (ppm) an 2-Naphthylamin für 40 l Probeluft.

2 Geräte, Chemikalien und Lösungen

2.1 Geräte

Für die Probenahme und Probenaufbereitung:

Pumpe, Probenahmeröhrchen:

Glasrohr von 10 cm Länge,
ca. 6 mm Innendurchmesser,
ca. 8 mm Außendurchmesser,
das einseitig zu einer pipettenartigen Spitze ausgezogen ist. Dieses
Röhrchen wird mit imprägniertem Silicagel (Herstellung siehe Abschnitt 2.2)
gefüllt, wie in der Abbildung 1 dargestellt.

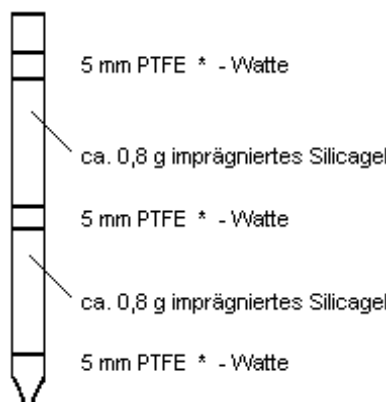
Probengefäß:

5 ml oder 10 ml mit Septum und Aluminiumverschlußkappe; dazu Vorrichtung zum Verschließen der Probengefäße.

Für die analytische Bestimmung:

Gaschromatograph mit Flammenionisations-Detektor.

Benutzt man einen Phosphor/Stickstoff-Detektor, kann das hier angegebene Verfahren ebenfalls angewendet werden, allerdings muß als Extraktionsmittel Methanol eingesetzt werden.



*) Polytetrafluorethylen

Abb. 1: Silicagelröhrchen.

2.2 Chemikalien und Lösungen

2-Naphthylamin, reinst,
Silicagel der Firma Grace, Typ 12,
Amidoschwefelsäure p.a.,
Dichlormethan p.a.,
Ethanolamin, 99 %;

Extraktionslösung:

50 ml Ethanolamin werden im 1000 ml-Meßkolben mit Dichlormethan zur Marke aufgefüllt.

Herstellung des imprägnierten Silicagels:

Für je 10 g Silicagel der Firma Grace, Typ 12, werden 0,5 g Amidoschwefelsäure in 5 ml Methanol/Wasser (1:1) gelöst und zum Silicagel gegeben. Die Mischung wird eine Stunde stehen gelassen, gelegentlich umgeschüttelt und das Lösungsmittel am Rotationsverdampfer bei Raumtemperatur abgezogen.

2-Naphthylamin-Stammlösung I:

Lösung mit 5 mg/ml an 2-Naphthylamin.
50 mg 2-Naphthylamin werden in einem 10 ml-Meßkolben mit
Extraktionslösung zur Marke aufgefüllt.

2-Naphthylamin-Stammlösung II:

Lösung mit 500 µg/ml an 2-Naphthylamin.
Z.B. wird 1 ml 2-Naphthylamin-Stammlösung I in einem 10 ml-Meßkolben mit
Extraktionslösung zur Marke aufgefüllt.

Kalibrierlösungen:

Durch Verdünnung der Stammlösung II werden Lösungen von 2-
Naphthylamin in Extraktionslösung hergestellt, die in 1 ml z.B. 3, 5, 10, 20, 30
µg 2-Naphthylamin enthalten.

3 Probenahme und Probenaufbereitung

Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen mit 40 l/h durch das
Probenahmeröhrchen gesaugt.

Nach der Probenahme werden die erste und die zweite Sorptionsschicht des
Probenahmeröhrchens getrennt jeweils in ein 5 ml-Probengefäß gegeben. Nach Zusatz
von genau 1 ml der Extraktionslösung wird das Gefäß verschlossen. Die Extraktionszeit
beträgt etwa 48 Stunden. Die so entstandene Probelösung wird gaschromatographisch
analysiert.

4 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

Die in Abschnitt 7 angegebenen Verfahrenskenngrößen wurden unter folgenden
Gerätebedingungen erarbeitet:

Gerät: Perkin Elmer, Modell F 22, mit Flammenionisations-Detektor.

Gerätebedingung A:

Gepackte Säule, isotherm.

Trennsäule: Glassäule: Länge 2 m, Innendurchmesser 3 mm, gefüllt mit 1,5 % SP
2250 + 1,95 % SP 2401 auf Supelcoport, 100 – 120 mesh.

Temperaturen: Einspritzblock: 280 °C,
Säule: 160 °C, isotherm,
Detektor: 300 °C.

Trägergas: 25 ml/min an Stickstoff.

Brenngase: 42 ml/min an Wasserstoff,
420 ml/min an synthetischer Luft.

Gerätebedingung B:

Kapillarsäule, temperaturprogrammiert, on column injection.

Trennsäule: Glaskapillarsäule: Länge 50 m, belegt mit SE 54.
Temperaturen: Einspritzblock: on column injection,
Säule: programmiert; 5 Minuten bei 80 °C,
anschließend mit 5 °C/min auf 280 °C heizen
Detektor: 300 °C.
Trärgas: Stickstoff (Säuleneingangsdruck 1,0 bar).

5 Analytische Bestimmung

1 µl der nach dem Arbeitsgang unter Abschnitt 3 hergestellten Probelösung wird in den Gaschromatographen injiziert. Man bestimmt die Peakfläche oder Peakhöhe von 2-Naphthylamin.

6 Berechnen des Analysenergebnisses

6.1 Aufstellen der Kalibrierkurve

Aus den Kalibrierlösungen, die in 1 ml z.B. 3; 5; 10; 20; 30 µg 2-Naphthylamin enthalten, wird je 1 µl in den Gaschromatographen eingespritzt. Durch Auftragen der ermittelten Peakflächen oder Peakhöhen über der in 1 ml der jeweiligen Kalibrierlösung enthaltenen 2-Naphthylamin-Masse in µg erhält man die Kalibrierkurve.

Die Kalibrierlösungen und die Probelösung müssen nacheinander analysiert werden.

6.2 Auswertung der Proben

Mit Hilfe der Kalibrierkurve wird aus der Peakfläche oder Peakhöhe der Probelösung unter Berücksichtigung des Leerwertes die Masse des 2-Naphthylamins in der Probe bestimmt.

Die Berechnung der 2-Naphthylamin-Konzentration der Probeluft in mg/m³ erfolgt nach der Formel:

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

Für die Errechnung der Volumenkonzentration C_V in ml/m³ aus C_a gilt, wenn C_a auf 20 °C und 1013 mbar bezogen ist:

$$C_V = 0,17 \cdot C_a$$

Es bedeuten:

C_a = Massenkonzentration von 2-Naphthylamin in der Probeluft in mg/m³,

C_V = Volumenkonzentration von 2-Naphthylamin in der Probeluft in ml/m³ (ppm),

m = Die aus der Kalibrierkurve ermittelte und um den Leerwert korrigierte Masse des 2-Naphthylamins in der Probelösung in µg,

V = Probeluftvolumen in l.

7 Beurteilung des Verfahrens

7.1 Präzision

Die relative Standardabweichung des Analysenverfahrens beträgt $\pm 6 \%$, ermittelt aus 6 Einzelmessungen, bei denen Kalibrierlösungen mit je $18 \mu\text{g}$ 2-Naphthylamin auf Silicagel aufgegeben wurden.

Der Streubereich berechnet sich hieraus zu $\pm 15 \%$.

7.2 Nachweisgrenze

Die absolute Nachweisgrenze beträgt 2 ng 2-Naphthylamin.

Die relative Nachweisgrenze beträgt $0,05 \text{ mg/m}^3 \cong 0,009 \text{ ml/m}^3$ (ppm) an 2-Naphthylamin für 40 l Probeluft, 1 ml Eluatvolumen und $1 \mu\text{l}$ Injektionsvolumen.

Die Nachweisgrenze hängt u.a. von Bauart und Zustand des gaschromatographischen Detektors und von der Qualität des Gerätes ab.

7.3 Spezifität

Die Spezifität ist in jedem Einzelfall zu prüfen.

Sie hängt insbesondere von der Art und Qualität der eingesetzten Trennsäule ab.

2-Naphthylamin wird unter den angegebenen gaschromatographischen Bedingungen von 1-Naphthylamin getrennt.

Der Flammenionisations-Detektor kann infolge Störkomponenten zu hohe Werte anzeigen. Störeinflüsse sind im allgemeinen durch Wahl einer anderen Säule eliminierbar. Gelingt die Abtrennung von Störkomponenten nicht, so läßt sich die Spezifität durch Verwendung eines phosphor/stickstoffspezifischen Detektors (PND) erhöhen.

7.4 Wiederfindungsrate

Die Wiederfindungsrate betrug 87% . Liegen Schwefeldioxid, nitrose Gase, Salzsäuregas oder Carbonylverbindungen in Konzentrationen vor, die über ihren Grenzwerten liegen, so kann die Wiederfindungsrate für 2-Naphthylamin deutlich vermindert werden.

8 Hersteller

Pumpe: z.B. Compur Electronic GmbH, München,
Du Pont Instruments,
Vertrieb in Deutschland:
DEHA-Haan & Wittmer GmbH, Frielzheim;

Silicagelröhrchen: z.B. Grace GmbH, Worms;

Gaschromatographen: z.B. Bodenseewerk Perkin Elmer & Co GmbH, Überlingen,
Carlo Erba,
Vertrieb in Deutschland:
Erba Science, Hofheim/Ts.,
Siemens AG, Karlsruhe,
Varian GmbH, Darmstadt.

9 Literatur

Blome, H., Thielen, R.G., und Hennig, H.: Untersuchungen über die Belastung von Kokereiarbeitern durch 2-Naphthylamin. Staub-Reinhalt. Luft 12 (1983).