

---

## **BGI 505.11 (bisher ZH 1/120.11)**

# **Verfahren zur Bestimmung von 2-Nitropropan**

**Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften**

**Fachausschuß "Chemie"**

**Dezember 1983**

---

Erprobtes und von den Berufsgenossenschaften anerkanntes, diskontinuierliches Verfahren zur Bestimmung von 2-Nitropropan in Arbeitsbereichen.

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

Probenahme mit Pumpe und Adsorption an Silicagel, Gaschromatographie nach Elution.

## **Probenahme mit Adsorption an Silicagel und gaschromatographische Bestimmung**

**Meßprinzip:** Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch Silicagel gesaugt. Das adsorbierte 2-Nitropropan wird nach Elution mit Methanol gaschromatographisch bestimmt.

### **Technische Daten**

**Nachweisgrenze:** Unter den Bedingungen in der Praxis beträgt die relative Nachweisgrenze  $0,3 \text{ ml/m}^3 \text{ (ppm)} \hat{=} 1,1 \text{ mg/m}^3$  an 2-Nitropropan.

**Spezifität:** Infolge Störkomponenten zu hohe Werte möglich. Störeinflüsse sind im allgemeinen durch Wahl einer anderen Säule eliminierbar.

**Vorteile:** Personenbezogene Messungen; spezifische Messungen möglich.

**Nachteile:** Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen, hoher Zeitaufwand.

**Apparativer Aufwand:** Pumpe, Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger, Silicagelröhrchen; Gaschromatograph mit Flammenionisations-Detektor (FID).

## **Ausführliche Verfahrensbeschreibung**

### **1 Zusammenfassung**

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von 2-Nitropropan 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 Glasröhrchen gesaugt. Anschließend wird das adsorbierte 2-Nitropropan nach Elution mit Methanol gaschromatographisch bestimmt.

Die absolute Nachweisgrenze beträgt unter den Bedingungen in der Praxis  $8 \text{ ng}$  2-Nitropropan.

Die relative Nachweisgrenze beträgt  $0,3 \text{ ml/m}^3 \hat{=} 1,1 \text{ mg/m}^3$  an 2-Nitropropan für  $20 \text{ l}$  Probeluft.

## **2 Geräte, Chemikalien und Lösungen**

### **2.1 Geräte**

Für die Probenahme und Probenaufbereitung:

Pumpe,

Adsorptionsröhrchen mit Silicagel E, Typ Dräger

(standardisiert, bestehend aus zwei durch poröses Material getrennten Silicagelfüllungen von ca. 1 g und 0,5 g),

10 ml-Meßkolben mit Schliffstopfen.

Für die analytische Bestimmung:

Gaschromatograph mit Flammenionisations-Detektor.

### **2.2 Chemikalien und Lösungen**

Methanol zur Rückstandsanalyse,

2-Nitropropan zur Synthese, 95 %.

2-Nitropropan Stammlösung:

20 mg 2-Nitropropan werden in 10 ml Methanol gelöst. Diese Lösung enthält 2 mg/ml an 2-Nitropropan.

Kalibrierlösungen:

Aus der Stammlösung werden mit Methanol Lösungen hergestellt, die in 10 ml z.B. 0,2; 1; 2 mg 2-Nitropropan enthalten.

Gase zum Betrieb des Gaschromatographen:

Stickstoff, Wasserstoff, synthetische Luft.

## **3 Probenahme und Probenaufbereitung**

Ein Silicagelröhrchen wird geöffnet und mit der Pumpe verbunden. Diese Einheit wird von einer Person während der Arbeitszeit getragen oder ortsfest verwendet.

Danach wird das beladene Silicagel in einen 10 ml-Meßkolben überführt. Anschließend fügt man 10 ml Methanol als Extraktionsmittel zu.

## **4 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen**

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

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

Trennsäule: Glassäule, Länge 2 m,  
Innendurchmesser 4 mm,  
gefüllt mit 0,1 % SP 1000 auf Carbopak C.

Temperaturen: Einspritzblock: 200 °C,  
Säule: 80 °C, isotherm,  
Detektor: 200 °C.

Trägergas: Stickstoff (Volumenstrom 20 ml/min).

## 5 Analytische Bestimmung

Nach ca. 16-stündigem Stehenlassen des Methanols über Silicagel werden 4 µl Lösung in den Einspritzblock des Gaschromatographen injiziert. Man bestimmt die Fläche oder Höhe des 2-Nitropropan-Peaks.

## 6 Berechnen des Analyseergebnisses

### 6.1 Aufstellen der Kalibrierkurve

4 µl der Kalibrierlösungen werden in den Gaschromatographen eingespritzt und die aus dem Chromatogramm entnommenen Peakhöhen oder die Peakflächen nach Korrektur um den Leerwert über den 2-Nitropropan-Massen aufgetragen.

### 6.2 Auswertung der Proben

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

Die 2-Nitropropan-Konzentration der Probeluft  $c_a$  in  $\text{mg}/\text{m}^3$  errechnet sich nach der Formel:

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

Für die Errechnung der Volumenkonzentration  $c_v$  in  $\text{ml}/\text{m}^3$  aus  $c_a$  gilt, wenn  $c_a$  bezogen ist auf 20 °C und 1013 mbar:

$$c_v = 0,28 \cdot c_a$$

Es bedeuten:

$c_a$  = Massenkonzentration des 2-Nitropropan in der Probeluft in  $\text{mg}/\text{m}^3$ ,

$c_v$  = Volumenkonzentration des 2-Nitropropan in der Probeluft in  $\text{ml}/\text{m}^3$  (ppm),

$m$  = Die aus der Kalibrierkurve ermittelte und um den Leerwert korrigierte Masse an 2-Nitropropan in der Probelösung in µg,

$V$  = Probeluftvolumen in l.

## 7 Beurteilung des Verfahrens

### 7.1 Präzision

Für das vollständige Meßverfahren ergab sich bei einem 2-Nitropropangehalt von 0,2 mg pro Probe und bei den angegebenen Arbeitsbedingungen aus 6 Bestimmungen eine relative Standardabweichung von  $\pm 5$  %.

### 7.2 Nachweisgrenze

Die absolute Nachweisgrenze beträgt unter den Bedingungen der Praxis 8 ng 2-Nitropropan.

Die relative Nachweisgrenze beträgt 0,3  $\text{ml}/\text{m}^3$  (ppm)  $\hat{=}$  1,1  $\text{mg}/\text{m}^3$  an 2-Nitropropan für 20 l Probeluft, 10 ml Eluatvolumen und 4 µl Injektionsvolumen.

## 8 Bemerkungen

Die Auswahl der Trennsäule hängt ab von weiteren Meßkomponenten und Störkomponenten.

## 9 Hersteller

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

Silicagelröhrchen, Typ Dräger:  
z.B. Drägerwerk AG, Lübeck;

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

