

---

## **BGI 505.17 (bisher ZH 1/120.17)**

# **Verfahren zur Bestimmung von 3,3'-Dichlorbenzidin**

**Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften**

Fachausschuß "Chemie"

Dezember 1983

---

Erprobte und von den Berufsgenossenschaften anerkannte, diskontinuierliche Verfahren zur Bestimmung von 3,3'-Dichlorbenzidin 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 Derivatisierung;
2. Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Partikelfilter, Gaschromatographie nach Elution.

## **1 Probenahme mit Abscheidung auf einem Partikelfilter und photometrische Bestimmung**

**Meßprinzip:** Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch ein Partikelfilter gesaugt. Das abgeschiedene 3,3'-Dichlorbenzidin wird mit Salzsäure eluiert. Nach Diazotieren und Zugabe eines Kupplungsreagens entsteht ein Azofarbstoff. Die analytische Bestimmung geschieht photometrisch.

### **Technische Daten**

**Nachweisgrenze:** absolut: 2,0 µg 3,3'-Dichlorbenzidin bei 25 ml Meßlösung und 10 mm Küvetten-Schichtdicke,  
relativ: 20 µg/m<sup>3</sup> an Dichlorbenzidin für 400 l Probeluft.

**Spezifität:** Die Spezifität ist in jedem Einzelfall zu prüfen.  
Es werden partikelförmige primäre Arylamine erfaßt. Ihre Nachweisgrenzen oder Störfaktoren sind sehr unterschiedlich. Sekundäre und tertiäre Arylamine bilden keine Azofarbstoffe. Phenole stören.

**Vorteile:** Niedrige Nachweisgrenze;  
geringer apparativer Aufwand.

**Nachteile:** Querempfindlichkeit gegenüber anderen Arylaminen und gegenüber Phenolen.

**Apparativer Aufwand:** Probenahmeeinrichtung,  
bestehend aus Partikelfilter,  
ggf. mit Ansaugsonde,  
Pumpe,  
Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger;  
Grundausrüstung für die Photometrie.

# Ausführliche Verfahrensbeschreibung

## 1 Zusammenfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von 3,3'-Dichlorbenzidin-Partikel im Arbeitsbereich ortsfest bestimmt.

Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch ein Partikelfilter gesaugt, an dem sich Dichlorbenzidin-Partikel abscheiden.

Nach Ende der Probenahme wird das Filter in einem Glasgefäß mit verdünnter Salzsäure eluiert. Nach Zugabe von Nitrit, Kupplungsreagens und Essigsäure zu einem aliquoten Teil des Eluates entsteht ein roter Azofarbstoff. Die Farbtiefe der Lösung stellt ein Maß dar für die in der Probeluft enthaltene Masse 3,3'-Dichlorbenzidin.

Die absolute Nachweisgrenze beträgt 2,0 µg 3,3'-Dichlorbenzidin bei 25 ml Meßlösung und 10 mm Küvetten-Schichtdicke.

Die relative Nachweisgrenze beträgt 20 µg/m<sup>3</sup> an 3,3'-Dichlorbenzidin für 400 l Probeluft.

## 2 Geräte, Chemikalien und Lösungen

### 2.1 Geräte

Für die Probenahme:

Probenahmeeinrichtung (siehe Abbildung 2).

Geeignet sind Probenahmeeinrichtungen, die Stäube mit einer Ansauggeschwindigkeit von 1,25 m/s ±10 % filternd erfassen.

Partikelfilter: Membranfilter aus Cellulosenitrat,  
Glasfaserfilter ohne organische Binder,  
mittlere Porenweite 1,2 µm.  
Die Filter dürfen gegenüber dem Testaerosol Paraffinölnebel einen Durchlaßgrad von höchstens 0,5 % haben.  
Es sind zum Probenahmesystem passende Filter zu verwenden.

Halterung für Filter: Aus Glas oder Edelstahl.

Pumpe: Einstellbar für Volumenstrom 50 bis 100 l/h.

Gasmengenzähler: Geeignet zur Messung von ca. 100 l/h.

Drosselventil und ggf. Volumenstromanzeiger:  
Zur Einstellung des Volumenstromes.

Für die Probenaufbereitung und analytischen Bestimmung:

Transport- und Eluiergefäß:

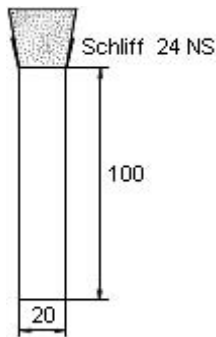
Aus Glas, z.B. entsprechend Abbildung 1.  
Inhalt ca. 50 ml, verschließbar, zur Aufnahme des Filters während der Elution des 3,3'-Dichlorbenzidins.

Glasgeräte: Vollpipetten oder Meßpipetten der Volumina 0,5 ml, 1 ml, 5 ml, 10 ml, 50 ml.  
Meßkolben der Volumina 25 ml, 1000 ml.

Spektralphotometer oder Filterphotometer:

Zur Extinktionsmessung bei 610 nm.  
Zur Messung mit einem Filterphotometer ist ein Absorptionsfilter oder Interferenzfilter anzuwenden, dessen maximale Durchlässigkeit bei 610 nm liegt.

Küvetten: Vierkantküvetten, 10 mm Schichtdicke.



**Abb. 1: Transport- und Eluiergefäß.**

## 2.2 Chemikalien und Lösungen

Salzsäure I: Stoffmengenkonzentration  $c(\text{HCl}) = 5 \text{ mol/l}$ ,

Salzsäure II: Stoffmengenkonzentration  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ ,

Nitritlösung: 0,33 g Natriumnitrit in 100 ml Wasser gelöst;

Amidoschwefelsäure-Lösung:

2 g Amidoschwefelsäure p.a. in 100 ml Wasser gelöst;

Kupplungsreagenz-Lösung:

500 mg N-[Naphthyl-(1)]-ethylendiammoniumdichlorid in 100 ml Wasser gelöst.

Die Lösung muß lichtgeschützt aufbewahrt werden.

Essigsäure p.a., konz. (Eisessig), mindestens 96 %,

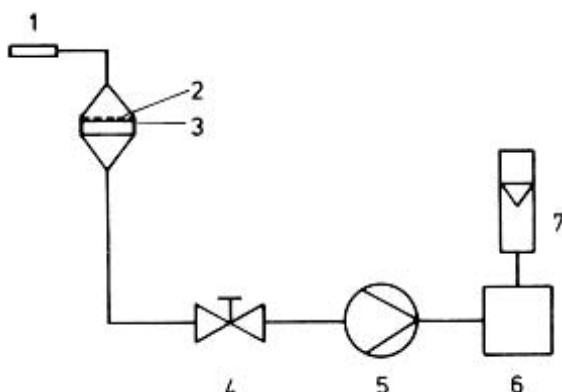
Salzsäure p.a., konz., mindestens 32 %,

3,3'-Dichlorbenzidin zur Synthese, Reinheitsgrad  $\geq 98 \%$ ;

Kalibrierlösung: In einem 1 l-Meßkolben werden 100 mg 3,3'-Dichlorbenzidin mit 5 ml konzentrierter Salzsäure versetzt und nach vollständigem Lösen mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Von dieser Lösung werden 50 ml entnommen und mit Wasser auf 1000 ml aufgefüllt. 1 ml dieser Lösung enthält  $5 \mu\text{g}$  3,3'-Dichlorbenzidin.

## 3 Probenahme

Der Aufbau der Probenahmeeinrichtung ist in Abbildung 2 dargestellt.



- 1 Ansaugsonde
- 2 Membranfilter
- 3 Filterhalter
- 4 Drosselventil
- 5 Pumpe
- 6 Gasmengenzähler
- 7 Volumenstromanzeiger

**Abb. 2: Probenahmeeinrichtung**

Das Probeluftvolumen beträgt ca. 400 l, die Probenahmedauer zwischen 4 und 8 Stunden. Kürzere Probenahmedauer erfordert entsprechende Anpassung der Probenahmeeinrichtung (Abschnitt 2.1). Je Quadratzentimeter wirksamer Filterfläche sollen nicht wesentlich mehr als 20 l durchgesaugt werden.

#### 4 Probenaufbereitung und analytische Bestimmung

Nach der Probenahme nimmt man das Filter vorsichtig aus der Halterung und gibt es in das Eluiergefäß.

Innerhalb von 24 Stunden treten keine 3,3'-Dichlorbenzidin-Verluste durch Verdampfung oder Reaktion mit abgeschiedenen Begleitstoffen auf dem Filter auf, die zu einer Verminderung der Wiederfindungsrate (Abschnitt 7.4) führen.

Zu dem Filter werden in das Eluiergefäß 20 ml Salzsäure II gegeben. Das Filter muß völlig in die Salzsäure eintauchen.

Das Eluiergefäß wird unter gelegentlichem Schütteln 90 Minuten stehen gelassen. Danach ist die Elution beendet.

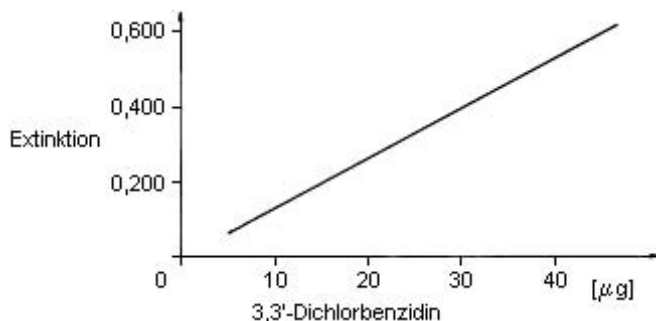
Aus dem Eluat werden 5 ml Lösung entnommen und diese in einem 25 ml-Meßkolben mit 1 ml Salzsäure I und 0,5 ml Nitritlösung versetzt. Nach 10 Minuten gibt man zur Zerstörung des überschüssigen Nitrits 1 ml Amidoschwefelsäure-Lösung und nach weiteren 5 Minuten 1 ml Kupplungsreagenz-Lösung hinzu und schüttelt leicht. Anschließend wird mit konz. Essigsäure bis zur Marke aufgefüllt und kräftig geschüttelt.

Nach frühestens 30 Minuten und spätestens 5 Stunden wird die Lösung in eine 10 mm-Küvette gegeben und die Extinktion im Wellenlängenbereich um 610 nm gegen Wasser gemessen. Zur Ermittlung des Leerwertes wird ein unbenutztes Filter verwendet und so verfahren, wie bei der Probe beschrieben. Es werden 3 Leerwerte bestimmt und hieraus der mittlere Leerwert errechnet.

#### 5 Aufstellen der Kalibrierkurve

In 25 ml-Meßkolben werden z.B. 2, 4, 6, 8 und 10 ml der Kalibrierlösung (siehe Abschnitt 2.2) pipettiert und jeweils 2 ml Salzsäure I und 0,5 ml Nitritlösung hinzugegeben. Der weitere Gang der analytischen Bestimmung entspricht den Angaben in Abschnitt 4.

Zur graphischen Darstellung der Kalibrierfunktion werden die unter Berücksichtigung des Leerwertes ermittelten Extinktionen über den in Form der Kalibrierlösung vorgelegten 3,3'-Dichlorbenzidin-Massen aufgetragen. Ein Beispiel für eine Kalibrierkurve zeigt Abbildung 3.



Arbeitsbedingungen:

Volumen: 25 ml  
Schichtdicke: 10 mm  
Wellenlänge: 617 nm  
k': 75 µg

**Abb. 3:** Beispiel einer Kalibrierkurve für 3,3'-Dichlorbenzidin.

## 6 Berechnen des Analyseergebnisses

Die Massenkonzentration  $c_a$  in  $\text{mg}/\text{m}^3$  errechnet sich aus

$$c_a = \frac{(E - \bar{E}_0) \cdot k' \cdot f}{V \cdot \eta}$$

Es bedeuten:

$c_a$  = Massenkonzentration von 3,3'-Dichlorbenzidin in der Probeluft in  $\text{mg}/\text{m}^3$ ,

$E$  = Extinktion der Reaktionslösung,

$\bar{E}_0$  = mittlere Extinktion des Leerwertes (gemittelt aus mindestens drei Einzelwerten)

$k'$  = reziproker Analysenfaktor der Kalibrierkurve in  $\mu\text{g}$  (siehe Abb. 3),

$V$  = am Gasmengenzähler abgelesenes Probeluftvolumen in l,

$\eta$  = Wiederfindungsrate (siehe Abschnitt 7.4),

$f$  = Aliquotierungsfaktor nach Abschnitt 4 ( $f = 4$ ).

## 7 Beurteilung des Verfahrens

### 7.1 Präzision

Zur Bestimmung der Standardabweichung wurden mit Hilfe einer Injektionspritze auf 12 Filter je 100  $\mu\text{l}$  einer Lösung gegeben, die 152  $\mu\text{g}$  3,3'-Dichlorbenzidin in Chloroform enthält. Nach Verdampfen des Chloroforms wurden die Filter in die Eluiergefäße gegeben. Die Probenaufbereitung und analytische Bestimmung geschah wie in Abschnitt 4 angegeben.

Aus 12 Einzelwerten errechnete sich die Standardabweichung  $s = 7 \%$  relativ ( $\cong 10,6 \mu\text{g}$  je Filter) für die Konzentration  $0,38 \text{ mg}/\text{m}^3$  ( $\cong 152 \mu\text{g}$  je Filter) an 3,3'-Dichlorbenzidin für 400 l Probeluft.

### 7.2 Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze der Methode beträgt bei Abwesenheit von Störkomponenten 2,0  $\mu\text{g}$  3,3'-Dichlorbenzidin absolut (25 ml Meßlösung, 10 mm Küvetten). Bezogen auf das Probeluftvolumen 400 l entspricht dies der relativen Nachweisgrenze von  $20 \mu\text{g}/\text{m}^3$ .

### 7.3 Spezifität

Die Bestimmung von 3,3'-Dichlorbenzidin wird gestört durch primäre Arylamine und Phenole. Die Querempfindlichkeit gegenüber diesen Verbindungen ist unterschiedlich.

Sekundäre und tertiäre Arylamine bilden keine Azofarbstoffe. Phenole können die Bestimmung infolge der Bildung von Azofarbstoffen stören.<sup>1</sup>

### 7.4 Wiederfindungsrate

Zur Bestimmung der Wiederfindungsrate wurden definierte Massen 3,3'-Dichlorbenzidin gemäß den Angaben in Abschnitt 7.1 auf Partikelfilter gebracht und 400 l Außenluft durch die Filter gesaugt. Elution und analytische Bestimmung erfolgten entsprechend den Angaben in Abschnitt 4.

Aus 14 Einzelmessungen ergab sich eine mittlere Wiederfindungsrate von 93 %.

---

<sup>1</sup> Siehe Abschnitt 9 Literatur.

## 8 Hersteller

- Glasfaserfilter: z.B. Drägerwerk AG, Lübeck,  
Macherey-Nagel GmbH & Co KG, Düren,  
Sartorius GmbH, Göttingen,  
Schleicher & Schüll GmbH, Dassel;
- 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, Frieolzheim,  
Flow Airsampler Stabilized  
L 2 S 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,  
Wilhelm Sauer GmbH & Co KG, Wuppertal;  
Spektralphotometer oder Filterphotometer:  
z.B. Bodenseewerk Perkin Elmer & Co GmbH, Überlingen,  
Dr. Bruno Lange GmbH,  
Industriemeßgeräte, Düsseldorf,  
Eppendorf Gerätebau Netheler & Hinz GmbH, Hamburg,  
Instruments S.A. GmbH, München,  
Carl Zeiss West Germany, Oberkochen.

## 9 Literatur

Kakác, B., Vejdelek, Z.J.: Handbuch der photometrischen Analyse organischer Verbindungen. Weinheim: Verlag Chemie (1974).

## 2 Probenahme mit Abscheidung auf einem Partikelfilter und gaschromatographische Bestimmung

<b>Meßprinzip:</b>	Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch ein Partikelfilter gesaugt. Das vom Filter zurückgehaltene 3,3'-Dichlorbenzidin wird nach Elution mit Triethylamin enthaltendem Methanol gaschromatographisch bestimmt.
<b>Technische Daten</b>	
Nachweisgrenze:	absolut: 5 ng 3,3'-Dichlorbenzidin, relativ: 20 µg/m <sup>3</sup> an 3,3'-Dichlorbenzidin für 250 l Probeluft.
Spezifität:	Die Spezifität ist in jedem Einzelfall zu prüfen. Infolge Störkomponenten zu hohe Werte möglich. Störeinflüsse sind im allgemeinen durch Wahl einer anderen Säule eliminierbar.
<b>Vorteile:</b>	Personenbezogene Messungen; spezifische Messungen möglich.
<b>Nachteile:</b>	Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen, hoher Zeitaufwand.
<b>Apparativer Aufwand:</b>	Pumpe, Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger, Partikelfilter, Gaschromatograph mit Flammenionisations-Detektor (FID).

## Ausführliche Verfahrensbeschreibung

### 1 Zusammenfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von 3,3'-Dichlorbenzidin-Partikel 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 Partikelfilter gesaugt. Anschließend wird das abgeschiedene 3,3'-Dichlorbenzidin nach Elution mit Triethylamin enthaltendem Methanol gaschromatographisch gegen einen internen Standard bestimmt.

Unter günstigen Bedingungen beträgt die absolute Nachweisgrenze 5 ng 3,3'-Dichlorbenzidin, die relative Nachweisgrenze 20 µg/m<sup>3</sup> an 3,3'-Dichlorbenzidin für 250 l Probeluft.

### 2 Geräte, Chemikalien und Lösungen

#### 2.1 Geräte

Für die Probenahme:

Geeignet sind Probenahmeeinrichtungen, die Stäube mit einer Ansauggeschwindigkeit von 1,25 m/s ±10 % filternd erfassen.

Partikelfilter: Glasfaserfilter ohne organische Binder,  
Membranfilter aus Cellulosenitrat,  
mittlere Porenweite 1,2 µm.

Die Filter dürfen gegenüber dem Testaerosol Paraffinölnebel einen Durchlaßgrad von höchstens 0,5 % haben.

Es sind zum Probenahmesystem passende Filter zu verwenden.

Halterung für Filter: Aus Glas oder Edelstahl.

Pumpe,  
Gasmengenzähler,  
Drosselventil und ggf. Volumenstromanzeiger:

Zur Einstellung des Volumenstromes.

Für die Probenaufbereitung und analytische Bestimmung:

Gaschromatograph mit Flammenionisations-Detektor (FID),

Ampullen mit Schraubverschluß und Septum, Inhalt ca. 20 ml und 50 ml zur Aufnahme des Filters während der Elution des 3,3'-Dichlorbenzidins,

Spitzkolben,  
Zentrifugengläser,  
Rotationsverdampfer,  
Meßkolben der Volumina 10 ml, 100 ml, 1000 ml,  
Meßpipetten, Vollpipetten.

## 2.2 Chemikalien und Lösungen

Methanol zur Rückstandsanalyse, Reinheit  $\geq 99$  %,

Triethylamin zur Synthese, Reinheit  $\geq 98$  %,

3,3'-Dichlorbenzidin zur Synthese, Reinheit  $\geq 98$  %,

2,2'-Binaphthyl, Reinheit = 98 % (interner Standard).

Elutionslösung: 0,2 Vol.-% Triethylamin in Methanol.

Standardlösung (interner Standard):

7 mg 2,2'-Binaphthyl, gelöst in 10 ml Methanol.

Kalibrierlösung (für internen Standard):

In einem 100 ml-Meßkolben werden 100  $\mu\text{g}$  3,3'-Dichlorbenzidin mit Elutionslösung versetzt und nach vollständigem Lösen mit Elutionslösung bis zur Marke aufgefüllt. Von dieser Lösung wird 1 ml entnommen und mit Elutionslösung auf 10 ml aufgefüllt. 1 ml dieser Lösung enthält 100  $\mu\text{g}$  3,3'-Dichlorbenzidin (siehe Abschnitt 5).

Gase zum Betrieb des Gaschromatographen:

Stickstoff, Wasserstoff, synthetische Luft.

## 3 Probenahme

Die Probenahmebedingungen sind entsprechend der Verwendung unterschiedlicher Probenahmeeinrichtungen verschieden und richten sich nach den in Abschnitt 2.1 genannten Bedingungen.

Die Abscheidung der 3,3'-Dichlorbenzidin-Partikel ist bis zu einem Probeluftdurchsatz von 2,4 l je Minute und Quadratzentimeter Filterfläche erprobt (siehe Abschnitt 7.4).



## 4 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

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

### Gerätebedingung A: Gepackte Säule, isotherm

Gerät:	Perkin Elmer, Modell F 22, mit Flammenionisations-Detektor, Linienschreiber.
Trennsäule:	Glassäule, Länge 2 m, Innendurchmesser 4 mm, gefüllt mit 1,5 % SP 2250 und 1,95 % SP 2401 auf Supelcoport 100 . . . 200 mesh. Die Glassäule wird unter Verwendung von Graphitdichtungen in das Gerät eingebaut.
Temperaturen:	Einspritzblock: 390 °C (Hochtemperatur-Septum verwenden!), Säule: 240 °C, isotherm, Detektor: 390 °C.
Trärgas:	Stickstoff (Volumenstrom 25 ml/min).

### Gerätebedingung B: Kapillarsäule, temperaturprogrammiert

Gerät:	Carlo Erba 4160 mit on-column-Injektion und Flammenionisations-Detektor, Linienschreiber.
Trennsäule:	Glaskapillarsäule, Länge 25 m, Innendurchmesser 0,34 mm, belegt mit SE 54.
Temperaturen:	Säule programmiert: 1 Minute bei 80 °C und dann mit 60 °C/min bis 180 °C Detektor: 350 °C.
Trärgas:	Stickstoff (Säuleneingangsdruck 0,8 bar).

## 5 Probenaufbereitung und analytische Bestimmung

Das Filter wird in eine 50 ml-Ampulle gegeben und mit 30 ml Elutionslösung versetzt. Nach ca. 16stündigem Stehenlassen wird die Elutionslösung in einen Spitzkolben abgegossen. Die Ampulle wird zweimal mit je 2 ml Elutionslösung nachgespült. Anschließend gibt man 1 ml Standardlösung in den Spitzkolben. Die Lösung wird am Rotationsverdampfer vorsichtig auf ca. 0,5 ml eingeeengt. Danach ist der Rand des Spitzkolbens z.B. mittels einer Kolbenspritze mehrmals mit jeweils 100 bis 200 µl Methanol bis auf ein Endvolumen von höchstens 1,0 ml zu spülen.

Von der erhaltenen Probelösung wird 1 µl in den Gaschromatographen injiziert und die Fläche des 3,3'-Dichlorbenzidin-Peaks bestimmt.

## 6 Berechnen des Analyseergebnisses

### 6.1 Aufstellen der Kalibrierkurve für internen Standard

Man pipettiert z.B. 1, 3, 5, 7 und 9 ml der Kalibrierlösung jeweils in einen 10 ml-Meßkolben, füllt mit Elutionslösung bis zur Eichmarke auf und verarbeitet diese Kalibrierlösungen nach den in Abschnitt 5 genannten Anweisungen, d.h. nach der Methode des internen Standards.

Durch Auftragen der ermittelten Peakflächen über den zugehörigen 3,3'-Dichlorbenzidin-Massen wird die Kalibrierkurve erstellt.

### 6.2 Auswertung der Proben

Die Berechnung der 3,3'-Dichlorbenzidin-Konzentration in der Probeluft  $c_a$  in  $\text{mg}/\text{m}^3$  erfolgt nach der Methode des internen Standards mittels Formel:

$$c_a = \frac{F_{DB} \cdot m_{BN} \cdot \bar{f}_{DB} \cdot 10^3}{F_{BN} \cdot V \cdot \mu} \quad [\text{mg}/\text{m}^3]$$

Es bedeuten:

$c_a$  = Massenkonzentration von 3,3'-Dichlorbenzidin in der Probeluft in  $\text{mg}/\text{m}^3$ ,

$F_{DB}$  = 3,3'-Dichlorbenzidin-Peakfläche für die Probe,

$F_{BN}$  = 2,2'-Binaphthyl-Peakfläche für die Probe,

$m_{BN}$  = Masse an 2,2'-Binaphthyl in der Methanollösung in mg,

$m_{DB}$  = Masse an 3,3'-Dichlorbenzidin in der Methanollösung in mg,

$\bar{f}_{DB}$  = mittlerer Flächenkorrekturfaktor,

$$\bar{f}_{DB} = \frac{F_{BN} \cdot m_{DB}}{F_{DB} \cdot m_{BN}}$$

$\eta$  = Wiederfindungsrate,

$V$  = Probeluftvolumen in l.

## 7 Beurteilung des Verfahrens

### 7.1 Präzision

Wegen der unterschiedlichen Zusammensetzung und sonstiger unterschiedlicher Eigenschaften der Aerosole in verschiedenen Arbeitsbereichen ist eine allgemein gültige Aussage über die Präzision des Gesamtverfahrens nicht möglich.

Für das beschriebene Meßverfahren ergab sich nach den vorliegenden Erfahrungen bei einem 3,3'-Dichlorbenzidin-Gehalt von 0,1  $\text{mg}/\text{Probe}$  und bei den angegebenen Arbeitsbedingungen aus 6 Bestimmungen eine relative Standardabweichung für die gaschromatographische Bestimmung von  $\pm 5\%$ .

### 7.2 Nachweisgrenze

Die absolute Nachweisgrenze beträgt unter günstigen Bedingungen 5 ng 3,3'-Dichlorbenzidin.

Die relative Nachweisgrenze beträgt 20  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  an 3,3'-Dichlorbenzidin für 250 l Probeluft, 1,0 ml Probelösung und 1  $\mu\text{l}$  Injektionsvolumen.

### 7.3 Spezifität

Die Methode ist auch geeignet zur Erfassung von Salzen des 3,3'-Dichlorbenzidins (z.B. 3,3'-Dichlorbenzidin-Dihydrochlorid).

Die Trennung des Dichlorbenzidins vom 4,4'-Methylen-bis-(2-chloranilin) [Handelsname: MOCA] gelingt nur mit der angegebenen Kapillarsäule.

### 7.4 Wiederfindungsrate

Die mittlere Wiederfindungsrate ist  $\geq 95$  %.

## 8 Hersteller

Staubsaammelgerät: z.B. VC 25 G,  
Ströhlein GmbH & Co, Düsseldorf;

Pumpe: z.B. Personal Air Sampler  
P 4000,  
Du Pont Instruments,  
Vertrieb in Deutschland:  
DEHA-Haan & Wittmer GmbH, Frielzheim;

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