

BGI 505-22

Verfahren zur Bestimmung von 2-Nitronaphthalin

Deutsche gesetzliche Unfallversicherung

Fachausschuss Chemie – AG Analytik ¹

Januar 2009

Erprobte und von den Unfallversicherungsträgern anerkannte Verfahren zur Bestimmung von 2-Nitronaphthalin in Arbeitsbereichen.

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

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

2-Nitronaphthalin – 01 – GC

(erstellt: Dezember 1983, zurückgezogen: Februar 2007)

[02](#) Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Glasfaserfilter mit nachgeschaltetem Kieselgelröhrchen, Flüssigchromatographie (HPLC) nach Desorption

2-Nitronaphthalin – 02 – HPLC

(erstellt: April 2008, ersetzt Verfahren 01)

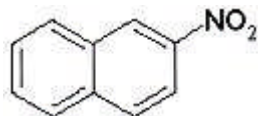
Name: 2-Nitronaphthalin

CAS-Nummer: 581-89-5

Summenformel: $C_{10}H_7NO_2$

Molmasse: 173,17 g/mol

Strukturformel:



¹

Korrespondenzadresse: Berufsgenossenschaft Chemie – Bereich Prävention Postfach 10 14 80, 69004 Heidelberg E-Mail: analytik@bgchemie.de

02 Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Glasfaserfilter mit nachgeschaltetem Kieselgelröhrchen, Flüssigchromatographie (HPLC) nach Desorption

Kurzfassung

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

Messprinzip: Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen mittels GSP-Probenahmesystem durch ein Glasfaserfilter mit nachgeschaltetem Kieselgelröhrchen gesaugt. Das adsorbierte 2-Nitronaphthalin wird mit Methanol desorbiert und flüssigchromatographisch bestimmt.

Bestimmungsgrenze: absolut: 3 ng 2-Nitronaphthalin
relativ: 3,8 µg/m³ an 2-Nitronaphthalin für 240 l Probeluft, 3 ml Probelösung und 10 µl Injektionsvolumen.

Selektivität: Infolge von Störkomponenten sind zu hohe Werte möglich. Störeinflüsse sind im Allgemeinen durch die Wahl anderer Trennbedingungen vermeidbar.

Vorteile: Personenbezogene und selektive Messungen möglich.

Nachteile: Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen.

Apparativer Aufwand: Pumpe,
Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger,
GSP-Probenahmesystem,
Glasfaserfilter,
Kieselgelröhrchen,
Flüssigchromatograph mit UV-VIS-Detektor.

Ausführliche Verfahrensbeschreibung

1 Geräte, Chemikalien und Lösungen

1.1 Geräte

Für die Probenahme:

- Pumpe, geeignet für einen Volumenstrom von 1000 ml/min, z. B. Typ BUCK-GENIE VSS5, Fa. Ravebo Supply B. V., 't Woud 2, 3232 LN Brielle, Niederlande.
- Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger.
- Glasfaserfilter, Durchmesser 37 mm, z. B. Typ GF 6, Fa. MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG, 52355 Düren.
- GSP-Probenahmesystem, Fa. DEHA, Haan & Wittmer GmbH, 71 292 Friolzheim (siehe [Abbildung 1](#)).
- Erfassungskegel für GSP-System für einen Volumenstrom von 1 l/min, Fa. DEHA, Haan & Wittmer GmbH.
- Adsorptionsröhrchen Kieselgel SKC 226-14, drei Phasen (600, 150 und 150 mg), Fa. Günter Karl OHG, 55435 Gau Algesheim.

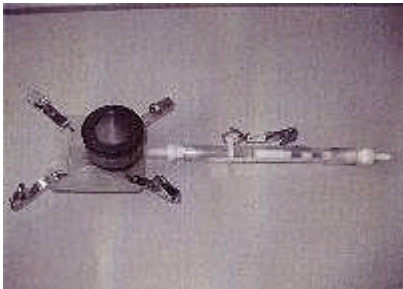


Abbildung 1: GSP-Probenahmesystem

Für die Probenaufbereitung und Analyse:

- Messkolben, 1, 10 und 100 ml.
- Variable Dosierpipetten, 100 μ l bis 1 ml, z. B. Typ Micromar, Fa. Abimed, 40764 Langenfeld.
- Rollrandfläschchen mit PTFE-kaschierten Aluminiumkappen, 10 ml.
- Verschlusszange zum Verschließen der Rollrandfläschchen.
- Mikroliterspritzen 1 und 10 μ l.
- HPLC-Gerät mit Gradientenpumpensteuerung und UV-VIS- oder Diodenarray-Detektor.
- Wasseraufbereitungsgerät, z. B. Typ Milli-Q plus, Fa. Millipore, 65760 Eschborn.
- Probengläschen, 1 ml.
- Schüttler, z. B. Typ MTS 4, Fa. IKA, 79219 Staufen.

1.2 Chemikalien und Lösungen

2-Nitronaphthalin, Reinheit 99,7 %, BCR Standard Nr. 307, Fa. Promochem, 46485 Wesel.

Methanol, Reinheit mindestens 99 %, z. B. Fa. Promochem.

Für die HPLC:

- Hochreines Wasser.
- Acetonitril, mindestens 99 %, z. B. Fa. Promochem.

Stammlösung: Lösungen von ca. 120 µg 2-Nitronaphthalin/ml Methanol.

In einen 100-ml-Messkolben werden ca. 12 mg 2-Nitronaphthalin auf 0,1 mg genau eingewogen. Anschließend wird mit Methanol bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Kalibrierlösungen: Lösungen von ca. 2,4 bis 48 mg 2-Nitronaphthalin/l Methanol.

In je einen 100-ml-Messkolben werden 2, 3, 6, 20, 30 bzw. 40 ml Stammlösung pipettiert, mit Methanol aufgefüllt und umgeschüttelt, entsprechend 2,4, 3,6, 7,2, 24, 36 bzw. 48 mg/l an 2-Nitronaphthalin in den Kalibrierlösungen.

Mit diesen Lösungen wird bei einem Probeluftvolumen von 240 l ein Konzentrationsbereich von ca. 0,03 bis 0,6 mg/m³ abgedeckt.

2 Probenahme

Zur Probenahme wird das GSP-Probenahmesystem mit Erfassungskegel für 1 l/min und in den Filterhalter eingelegten Glasfaserfilter über eine Schlauchverbindung (kein Kautschuk oder Silicon) mit dem Kieselgelröhrchen verbunden (siehe [Abbildung 1](#)) und an die Pumpe angeschlossen. Der Volumenstrom wird auf 1 l/min eingestellt. Damit wird die Definition des einatembaren Staubes nach DIN EN 481 [\[1\]](#) erfüllt. Bei einer Probenahmedauer von 4 Stunden entspricht dies einem Probeluftvolumen von 240 l. Die Pumpe mit Probenahmesystem wird von einer Person während der Arbeitszeit getragen oder ortsfest aufgestellt. Nach Beendigung der Probenahme werden Filterhalter und Röhrchen dem Probenahmesystem entnommen und verschlossen. Das Röhrchen wird zusätzlich mit Alufolie vor Licht geschützt.

3 Analytische Bestimmung

3.1 Probenaufbereitung und Analyse

Zur Aufbereitung wird das Glasfaserfilter und der gesamte Inhalt des Kieselgelröhrchens in ein 10-ml-Rollrandfläschchen überführt und mit 3 ml Methanol versetzt. Danach wird das Rollrandfläschchen verschlossen und zwei Stunden geschüttelt (Probelösung).

Um sicherzustellen, dass das zur Desorption verwendete Methanol, das Glasfaserfilter und das Kieselgelröhrchen keine störenden Verunreinigungen enthalten, werden ein unbeladenes Glasfaserfilter und ein Kieselgelröhrchen mit 3 ml Methanol desorbiert (Leerwertlösung).

Aus der Leerwert- und Probelösung werden je 10 µl entnommen, in den Flüssigchromatographen injiziert und Chromatogramme, wie unter [Abschnitt 3.2](#) beschrieben, angefertigt. Nach der chromatographischen Trennung wird das 2-Nitronaphthalin bei einer Wellenlänge von 300 nm detektiert.

3.2 HPLC-Arbeitsbedingungen

Die in [Abschnitt 5](#) angegebenen Verfahrenskenngrößen wurden unter folgenden Gerätebedingungen ermittelt:

Gerät:	Hewlett Packard 1100 mit UV-VIS-Detektor sowie Autosampler.
Trennsäule:	Länge: 150 mm, Innendurchmesser: 2,1 mm, stationäre Phase: GL Sciences Inertsil ODS3 3 µm, Fa. MZ-Analysentechnik, 55120 Mainz.
Elution:	Gradientenelution 0 bis 15 Minuten: von 60 % Wasser/40 % Acetonitril auf 10 % Wasser/90 % Acetonitril, 5 Minuten isokratisch, 10 Minuten Äquilibrierungszeit mit den Anfangsbedingungen.
Flussrate:	0,2 ml/min
Injektionsvolumen:	10 µl
Messwellenlänge:	300 nm
Ofentemperatur:	40 °C

4 *Auswertung*

4.1 Kalibrierung

Von den unter [Abschnitt 1.2](#) beispielhaft beschriebenen Kalibrierlösungen werden je 10 µl in den Flüssigchromatographen injiziert und chromatographiert.

Durch Auftragen der ermittelten Flächen über die in den jeweiligen Kalibrierlösungen enthaltenen Konzentrationen an 2-Nitronaphthalin wird die Kalibrierkurve erstellt. In dem untersuchten Bereich ist sie linear.

4.2 Berechnen des Analysenergebnisses

Die Berechnung der 2-Nitronaphthalin-Konzentration in der Probeluft in mg/m^3 erfolgt nach der Formel (1):

$$(1) \quad c = \frac{m}{V \cdot \eta}$$

Es bedeuten:

c = Massenkonzentration des 2-Nitronaphthalins in der Probeluft in mg/m^3

m = die aus der Kalibrierkurve ermittelte Masse des 2-Nitronaphthalins in der Probelösung in μg

V = Probeluftvolumen in l

η = Wiederfindung

5 Beurteilung des Verfahrens

5.1 Präzision und Wiederfindung

Die Präzision im Mindestmessbereich nach DIN EN 482 [\[2\]](#) sowie die Wiederfindung wurden für drei Konzentrationen (siehe [Tabelle 1](#)) bestimmt.

Validierlösung 1: Lösung von 10,05 mg 2-Nitronaphthalin/ml Methanol

In einen 10-ml-Messkolben wurden 100,5 mg 2-Nitronaphthalin eingewogen, mit Methanol bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt

Validierlösungen 2 und 3: Lösungen von 0,5 und 5 mg 2-Nitronaphthalin/ml Methanol

In zwei 10-ml-Messkolben wurden 0,5 bzw. 5 ml Validierlösung 1 pipettiert, mit Methanol bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Zur Ermittlung der relativen Standardabweichung des Verfahrens und der Wiederfindung wurden 14 μl der Validierlösungen 1, 2 und 3 auf je ein Glasfaserfilter mit nachgeschaltetem Kieselgelröhrchen aufgebracht. Anschließend wurden 240 l Laborluft wie unter [Abschnitt 2](#) beschrieben durch das Probenahmesystem gesaugt. Die dotierten Massen an 2-Nitronaphthalin entsprechen für das untersuchte Probeluftvolumen Konzentrationen von 0,59, 0,29 und 0,029 mg/m^3 . Nach 24-stündiger Lagerung im Kühlschrank (4 °C) wurden die Glasfaserfilter und die Röhrchen wie unter [Abschnitt 3.1](#) beschrieben analysiert. Bei jeweils sechsfacher Durchführung der beschriebenen Verfahrensweise ergaben sich die in der [Tabelle 1](#) aufgeführten relativen Standardabweichungen und Wiederfindungen:

Tabelle 1: Präzision und Wiederfindung

Luftkonzentration [mg/m ³]	relative Standardabweichung [%]	Wiederfindung
0,029	5,9	0,91
0,290	1,4	0,97
0,590	4,5	0,96

5.2 Bestimmungsgrenzen

Die absolute Bestimmungsgrenze beträgt 3 ng 2-Nitronaphthalin. Sie wurde nach der Kalibriergeradenmethode in Anlehnung an die DIN EN 32645 [3] für einen Kalibrierbereich von 1,7 bis 17 ng ermittelt, entsprechend einer Luftkonzentration von 2 bis 20 µg/m³.

Die relative Bestimmungsgrenze beträgt 3,8 µg/m³ an 2-Nitronaphthalin für ein Probeluftvolumen von 240 l, 3 ml Probelösung und 10 µl Injektionsvolumen.

5.3 Selektivität

Die Selektivität des Verfahrens hängt vor allem von der Wahl der Trennsäule und den Trennbedingungen ab. In der Praxis haben sich die angegebenen Trennbedingungen bewährt.

6 Bemerkungen

Die beaufschlagten Probenträger können ohne Verlust an 2-Nitronaphthalin 14 Tage im Kühlschrank (4 °C) gelagert werden. Zur Steigerung der Empfindlichkeit kann auch bei 210 nm, jedoch bei geringerer Selektivität, gemessen werden.

7 Literatur

[1] DIN EN 481

Arbeitsplatzatmosphäre; Festlegung der Teilchengrößenverteilung zur Messung luftgetragener Partikel

Beuth Verlag GmbH, Berlin 1993

[2] DIN EN 482

Arbeitsplatzatmosphäre – Allgemeine Anforderungen an Verfahren für die Messung von chemischen Arbeitsstoffen

Beuth Verlag GmbH, Berlin 1994

[3] DIN EN 32645

Chemische Analytik – Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze – Ermittlung unter Wiederholbedingungen – Begriffe, Verfahren, Auswertung

Beuth Verlag GmbH, Berlin 1994