

505-83

BGI/GUV-I 505-83

Information



Verfahren zur Bestimmung von aromatischen Aminen

Von den Unfallversicherungsträgern
anerkannte Analysenverfahren zur
Feststellung der Konzentrationen
krebserzeugender Arbeitsstoffe in
der Luft in Arbeitsbereichen

Impressum

Herausgeber:
Deutsche Gesetzliche
Unfallversicherung e.V. (DGUV)

Mittelstraße 51
10117 Berlin
Tel.: 030 288763800
Fax: 030 288763808
E-Mail: info@dguv.de
Internet: www.dguv.de

Arbeitsgruppe Analytik

im Sachgebiet „Gefahrstoffe“ des Fachbereichs
„Rohstoffe und chemische Industrie“ der DGUV

Korrespondenzadresse

Berufsgenossenschaft Rohstoffe und chemische Industrie
Prävention – Wissenschaftliche Fachreferate
Fachbereich Gefahrstoffe und biologische Arbeitsstoffe
Postfach 10 14 80, 69004 Heidelberg
E-Mail: analytik@bgrci.de

Layout & Gestaltung:
Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung e.V. (DGUV), Medienproduktion

Ausgabe Juni 2013

BGI/GUV-I 505-83 zu beziehen bei Ihrem zuständigen Unfallversicherungsträger
oder unter www.dguv.de/publikationen

Verfahren zur Bestimmung von aromatischen Aminen

Von den Unfallversicherungsträgern anerkannte Analysenverfahren zur Feststellung der Konzentrationen krebserzeugender Arbeitsstoffe in der Luft in Arbeitsbereichen

Verfahren 01

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem sauer imprägnierten Filter, Gaschromatographie nach Elution
Aromatische Amine – 01 – GC (erstellt: 03/2012)

Seite 5

Eine Übersicht über die aktuellen und zurückgezogenen Analysenverfahren der BGI/GUV-I 505 finden Sie als Download unter <http://analytik.bgrci.de>

Verfahren 01

Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem sauer imprägnierten Filter, Gaschromatographie nach Elution

Erprobtes und von den Unfallversicherungsträgern anerkanntes Verfahren zur Bestimmung von aromatischen Aminen in Arbeitsbereichen.

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

Für die folgenden Stoffe ist das Verfahren validiert.

Name	CAS-Nr.	Molmasse
Anilin; Aminobenzol	62-53-3	93,13
2,4-Dimethylanilin; 2,4-Xylidin	95-68-1	121,18
2,5-Dimethylanilin; 2,5-Xylidin	95-78-3	121,18
2,6-Dimethylanilin; 2,6-Xylidin	87-62-7	121,18
4-Ethoxyanilin; p-Phenetidin	156-43-4	137,18
2-Methoxyanilin; o-Anisidin	90-04-0	123,15
3-Methoxyanilin; m-Anisidin	536-90-3	123,15
4-Methoxyanilin; p-Anisidin	104-94-9	123,15
2-Methylanilin; o-Toluidin	95-53-4	107,16
3-Methylanilin; m-Toluidin	108-44-1	107,16
4-Methylanilin; p-Toluidin	106-49-0	107,16

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Kurzfassung	7
1 Geräte und Chemikalien	8
1.1 Geräte	8
1.2 Chemikalien	8
1.3 Herstellung der imprägnierten Filter	12
2 Probenahme	13
3 Analytische Bestimmung	14
3.1 Probenaufbereitung und Analyse	14
3.2 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen	14
4 Auswertung	16
4.1 Kalibrierung	16
4.2 Berechnen des Analysenergebnisses	16
5 Beurteilung des Verfahrens	17
5.1 Präzision und Wiederfindung	17
5.2 Bestimmungsgrenzen	19
5.3 Selektivität	20
5.4 Messunsicherheit	21
5.5 Lagerfähigkeit	21
6 Literatur	22
Anhang	
Chromatogramm einer Kalibriermischung	23

Kurzfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von Anilin, 4-Ethoxyanilin, Methoxyanilinen, Methylanilinen und Dimethylanilinen, im Folgenden kurz Amine genannt, im Arbeitsbereich personenbezogen oder ortsfest bestimmt.

- Messprinzip:** Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch einen mit einem sauer imprägnierten Filter bestückten Filterhalter gesaugt. Anschließend werden die abgeschiedenen Amine mit Acetonitril/Ammoniakwasser-Gemisch vom Filter desorbiert und nach gaschromatographischer Trennung mit dem massenselektiven Detektor bestimmt.
- Bestimmungsgrenze:** absolut: 0,2 bis 1,6 ng je Amin
relativ: von 0,003 bis 0,026 mg/m³ an Amin für 240 l Probeluftvolumen, 4 ml Desorptionslösung und einem Injektionsvolumen von 1 µl (siehe auch Abschnitt 5.2)
- Selektivität:** Eine hohe Selektivität wird durch die gaschromatographische Trennung und Verwendung eines massenselektiven Detektors erreicht.
- Vorteile:** Personenbezogene und selektive Messungen möglich.
- Nachteile:** Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen.
- Apparativer Aufwand:** Pumpe, Volumenstrommessgerät, Filterhalter mit sauer imprägniertem Filter, Gaschromatograph mit massenselektivem Detektor.

1 Geräte und Chemikalien

1.1 Geräte

Für die Probenahme:

- Probenahmepumpe, geeignet für einen Volumenstrom von 1 l/min, z. B. PP5, Fa. Gilian, Bezug z. B. über Fa. Haan & Wittmer, 71288 Frieolzheim
- Volumenstrommessgerät, z. B. Gilibrator, Fa. Gilian
- GSP-Probenahmesystem mit einem Ansaugkegel für einen Volumenstrom von 1 l/min, z. B. Fa. GSM, 41469 Neuss
- Glasfaserfilter, Durchmesser 37 mm, z. B. Typ MN 85/90 BF, Fa. Macherey und Nagel, 52355 Düren

Für die Probenaufbereitung und analytische Bestimmung:

- Flachbettschüttler
- Analysenwaage
- automatische Verdrängerpipette, z. B. Multipette pro, Fa. Eppendorf, 22339 Hamburg
- Mikroliterspritzen mit den Volumina von 10 bis 250 µl
- Messkolben 5 ml, 10 ml, 250 ml, 1000 ml
- Probengefäße 5 ml
- Gaschromatograph mit massenselektivem Detektor (MSD)
- Filterhalter mit Zwischenringen, z. B. Aerosol Analysis Monitors, Best.-Nr. M000037A0, Fa. Millipore, 65824 Schwalbach (für die Validierung)

1.2 Chemikalien

- Anilin, Reinheit 99,5 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich, 82024 Taufkirchen
- 2,4-Dimethylanilin, Reinheit 98 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- 2,5-Dimethylanilin, Reinheit 99 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- 2,6-Dimethylanilin, Reinheit 99 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- 4-Ethoxyanilin, Reinheit 98 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- 2-Methylanilin, Reinheit 99 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich

- 3-Methylanilin, Reinheit 99 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- 4-Methylanilin, Reinheit 99,7 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- 2-Methoxyanilin, Reinheit 99 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- 3-Methoxyanilin, Reinheit 97 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- 4-Methoxyanilin, Reinheit 99 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- 4-Propylanilin, Reinheit 98 % (interner Standard (ISTD)), z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- Ammoniakwasser, 25 %ig, z. B. Fa. Merck, 64293 Darmstadt
- Acetonitril, Chromasolv, Reinheit > 99,9 %, z. B. Fa. Sigma-Aldrich
- Methanol, zur Analyse, z. B. Fa. Merck
- Schwefelsäure 0,5 mol/l, z. B. Fa. Merck

Gase zum Betrieb des Gaschromatographen:

- Helium, Reinheit 99,999 %

Lösemittelgemisch: Lösemittelgemisch aus Acetonitril/Ammoniakwasser (95 + 5, v + v)

In einen 1000-ml-Messkolben werden 50 ml Ammoniakwasser vorgelegt und mit Acetonitril auf 1 l aufgefüllt. Dieses Gemisch ist mindestens 6 Monate haltbar.

Desorptionslösung: Lösung von ca. 36 mg 4-Propylanilin/l Lösemittelgemisch

In einen 250-ml-Messkolben, in dem einige Milliliter Lösemittelgemisch vorgelegt wurden, werden 10 µl 4-Propylanilin (Dichte 0,919 g/ml) pipettiert, mit dem Lösemittelgemisch bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Stammlösung: Lösungen von ca. 3 mg Amin/ml Desorptionslösung (siehe Tabelle 1)

In einen 10-ml-Messkolben werden die in Tabelle 1 aufgeführten Amine auf 0,1 mg genau eingewogen. Anschließend wird mit der Desorptionslösung bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Tabelle 1: Einwaagen und Konzentrationen der Amine in der Stammlösung

Stoff	Einwaage [mg]	Konzentration [mg/ml]
Anilin	29,94	3,0
2,4-Dimethylanilin	32,64	3,2
2,5-Dimethylanilin	32,22	3,2
2,6-Dimethylanilin	37,82	3,7
4-Ethoxyanilin	27,98	2,7
2-Methoxyanilin	29,95	3,0
3-Methoxyanilin	32,58	3,2
4-Methoxyanilin	31,60	3,1
2-Methylanilin	26,93	2,7
3-Methylanilin	27,24	2,7
4-Methylanilin	30,10	3,0

Kalibrierlösungen:

Lösungen von ca. 1,4 bis 37 mg Amin/l Desorptionslösung (siehe Tabelle 2)

In je einen 10-ml-Messkolben werden die sechs in der Tabelle 2 angegebenen Volumina der Stammlösung pipettiert, mit Desorptionslösung aufgefüllt und umgeschüttelt.

Tabelle 2: Konzentrationen der Amine in den Kalibrierlösungen in mg/l

Lösung	1	2	3	4	5	6
Zugabe Stammlösung in µl	5	20	40	60	80	100
Anilin	1,49	5,96	11,9	17,9	23,8	29,8
2,4-Dimethylanilin	1,60	6,40	12,8	19,2	25,6	32,0
2,5-Dimethylanilin	1,59	6,38	12,8	19,1	25,5	31,9
2,6-Dimethylanilin	1,87	7,49	15,0	22,5	30,0	37,4
4-Ethoxyanilin	1,37	5,48	11,0	16,5	21,9	27,4
2-Methoxyanilin	1,48	5,93	11,9	17,8	23,7	29,7
3-Methoxyanilin	1,58	6,32	12,6	19,0	25,3	31,6
4-Methoxyanilin	1,56	6,26	12,5	18,8	25,0	31,3
2-Methylanilin	1,33	5,33	10,7	16,0	21,3	26,7
3-Methylanilin	1,35	5,39	10,8	16,2	21,6	27,0
4-Methylanilin	1,50	6,00	12,0	18,0	24,0	30,0

Mit diesen Lösungen wird bezogen auf ein Probeluftvolumen von 240 l ein Konzentrationsbereich von ca. 0,02 bis ca. 0,6 mg/m³ an Einzelsubstanz (siehe Tabelle 3) abgedeckt.

Tabelle 3: Umgerechnete Konzentrationen der Amine in den Kalibrierlösungen in mg/m³ (bezogen auf ein Probeluftvolumen von 240 l)

Lösung	1	2	3	4	5	6
Anilin	0,025	0,099	0,20	0,30	0,40	0,50
2,4-Dimethylanilin	0,027	0,11	0,21	0,32	0,43	0,53
2,5-Dimethylanilin	0,027	0,11	0,21	0,32	0,43	0,53
2,6-Dimethylanilin	0,031	0,12	0,25	0,37	0,50	0,62
4-Ethoxyanilin	0,023	0,091	0,18	0,27	0,37	0,46
2-Methoxyanilin	0,025	0,099	0,20	0,30	0,40	0,49
3-Methoxyanilin	0,026	0,105	0,21	0,32	0,42	0,53
4-Methoxyanilin	0,026	0,104	0,21	0,31	0,42	0,52
2-Methylanilin	0,022	0,089	0,18	0,27	0,36	0,44
3-Methylanilin	0,022	0,090	0,18	0,27	0,36	0,45
4-Methylanilin	0,025	0,10	0,20	0,30	0,40	0,50

1.3 Herstellung der imprägnierten Filter

Die Glasfaserfilter werden in die 0,5 molare Schwefelsäure eingetaucht, auf ein Uhrglas abgelegt und über Nacht an der Luft getrocknet. Die imprägnierten Filter werden in verschlossenen Glasschalen bei Raumtemperatur gelagert und sind unter diesen Bedingungen mindestens sechs Monate haltbar.

2 Probenahme

Das GSP-Probenahmesystem wird mit einem sauer imprägnierten Glasfaserfilter bestückt und mit der Pumpe verbunden. Es wird ein Volumenstrom von 1 l/min eingestellt. Mit diesem Volumenstrom wird die Definition des einatembaren Staubes nach DIN EN 481 [1] eingehalten. Die Pumpe und das Probenahmesystem werden von einer Person im Arbeitsbereich getragen oder ortsfest verwendet. Das Verfahren wurde bis zu einem Probeluftvolumen von 240 l (entsprechend einer Probenahmedauer von 4 Stunden) überprüft. Nach der Probenahme ist der Volumenstrom auf Konstanz zu überprüfen. Ist die Abweichung vom eingestellten Volumenstrom größer $\pm 5\%$, wird empfohlen, die Messung zu verwerfen (siehe hierzu „Allgemeiner Teil“, Abschnitt 3, in BGI/GUV-I 505-0 [4]). Der Filterhalter wird anschließend aus dem Probenahmesystem entnommen und dicht verschlossen.

3 Analytische Bestimmung

3.1 Probenaufbereitung und Analyse

Zur Aufbereitung wird das Glasfaserfilter in ein 5-ml-Probengefäß überführt. Nach dem Zusatz von 4 ml Desorptionslösung wird das Gefäß sofort verschlossen und 30 Minuten auf dem Flachbettschüttler geschüttelt. Danach wird ein Aliquot der überstehenden Lösungen (Probelösung) in ein Autosamplergläschen überführt.

Um sicherzustellen, dass die verwendete Desorptionslösung und die Filter keine störenden Verunreinigungen enthalten, wird pro Probenserie ein sauer imprägnierter Filter mit 4 ml Desorptionslösung wie oben beschrieben desorbiert (Leerwertlösung).

Jeweils 1 µl der Probelösung und Leerwertlösung werden in den Gaschromatographen eingespritzt und ein Chromatogramm, wie nachfolgend beschrieben, angefertigt. Die quantitative Auswertung erfolgt nach der Methode des internen Standards über die Peakflächen des jeweiligen Amins und des 4-Propylanilins als internem Standard.

3.2 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

Die in Abschnitt 5 angegebenen Verfahrenskenngrößen wurden unter folgenden Gerätebedingungen erarbeitet:

Gerät:	Gaschromatograph HP 6890A mit massenspezifischem Detektor MSD 5973 Network und Split/Splitless-Injektor, Fa. Agilent
Trennsäule:	Quarzkapillare, stationäre Phase VF-Wax-MS quervernetzt, Innendurchmesser 0,25 mm, Länge 30 m, Filmdicke 0,5 µm, Fa. Varian
Temperaturen:	Injektor: 250 °C Ofen mit Temperaturprogramm: Anfangstemperatur: 100 °C Heizrate I: 25 °C/min bis 170 °C Heizrate II: 3 °C/min bis 190 °C Heizrate III: 25 °C/min bis 240 °C, 5 min isotherm

Injektion: Splitverhältnis 1:10
 Injektionsvolumen: 1 µl
 Gase: Trägergas Helium
 MSD-Bedingungen: Ionisierungsart: EI (70 eV)
 Messmodus: SIM/Scan (Massenbereich: 29 – 250 amu)

Tabelle 4: SIM-Auswertemassen (m/z)

Stoff	Target	Qualifier 1	Qualifier 2
Anilin	93	66	65
2,4-Dimethylanilin	121	120	106
2,5-Dimethylanilin	121	120	106
2,6-Dimethylanilin	121	120	106
4-Ethoxyanilin	108	109	137
2-Methoxyanilin	108	123	80
3-Methoxyanilin	123	94	93
4-Methoxyanilin	108	123	80
2-Methylanilin	106	107	77
3-Methylanilin	106	107	77
4-Methylanilin	106	107	77
4-Propylanilin (ISTD)	106	135	

4 Auswertung

4.1 Kalibrierung

Von den unter Abschnitt 1.2 exemplarisch beschriebenen sechs Kalibrierlösungen wird jeweils 1 µl in den Gaschromatographen eingespritzt.

Die Verhältnisse der Peakflächen der Amine zu den Peakflächen des 4-Propylanilins (ISTD) werden gegen die entsprechenden, aus den Kalibrierlösungen erhaltenen Massenverhältnisse aufgetragen. Mit Hilfe der Regressionsrechnung ermittelt man die Kalibrierfunktion.

4.2 Berechnen des Analyseergebnisses

Aus den erhaltenen Chromatogrammen werden die Peakflächen der Amine und des 4-Propylanilins ermittelt, der Quotient gebildet und aus der jeweiligen Kalibrierfunktion der zugehörige Wert für die Masse in der Probelösung in µg bestimmt.

Die Berechnung der Massenkonzentration der jeweiligen Einzelsubstanz in der Probeluft in mg/m³ erfolgt nach Formel (1):

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

Es bedeuten:

- c = Massenkonzentration des jeweiligen Amins in der Probeluft in mg/m³
- m = die aus der entsprechenden Kalibrierfunktion ermittelte Masse des Amins in der Probelösung in µg
- V = Probeluftvolumen in l
- η = Wiederfindung (siehe Abschnitt 5.1)

Sind die gefundenen Gehalte einzelner Amine außerhalb des Kalibrierbereiches, so ist die Probelösung entsprechend mit Desorptionslösung zu verdünnen und die Quantifizierung für diese Amine mit der verdünnten Probelösung zu wiederholen.

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 bestimmt. Die Validierlösung wurde entsprechend den Angaben in Tabelle 5 hergestellt:

Validierlösung: Lösung von ca. 2 bis 37 mg Amin/ml Methanol

In einen 5-ml-Messkolben wurden die in Tabelle 5 für die einzelnen Lösungen angegebenen Massen an Aminen auf 0,1 mg genau eingewogen. Anschließend wurde mit Methanol bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Für die Validierung wurden Millipore-Filterhalter mit Zwischenringen zur Aufnahme eines nicht imprägnierten und zweier sauer imprägnierter Filter verwendet. Mit einer Mikroliterspritze wurden 5, 50 und 100 µl der Validierlösung auf den nicht imprägnierten Glasfaserfilter dotiert, hinter dem die mit Schwefelsäure imprägnierten Filter, durch einen Zwischenring getrennt, angeordnet waren. Durch diese Kombination wurde vier Stunden lang Laborluft bei einer Umgebungstemperatur von 23 °C und einer Luftfeuchte von ca. 55 % mit einem Volumenstrom von 1 l/min gesaugt. Die Aufarbeitung und analytische Bestimmung erfolgte wie in Abschnitt 3 beschrieben. Die dotierten Massen entsprachen für 240 l Probeluftvolumen den in der Tabelle 5 angegebenen Validierkonzentrationen.

Tabelle 5: Konzentrationen der Amine in der Validierlösung und bei der Validierung

Substanz	Einwaage [mg]	Konzentration [mg/ml]	Validierkonzentration		
			c ₁ [mg/m ³]	c ₂ [mg/m ³]	c ₃ [mg/m ³]
Anilin	186,2	37,05	0,77	7,72	15,4
2,4-Dimethylanilin	24,1	4,77	0,10	0,994	1,99
2,5-Dimethylanilin	30,2	5,98	0,13	2,25	2,49
2,6-Dimethylanilin	25,8	5,10	0,11	1,06	2,12
4-Ethoxyanilin	26,9	5,27	0,11	1,01	2,20
2-Methoxyanilin	28,6	5,66	0,12	1,18	2,36
3-Methoxyanilin	14,8	2,86	0,06	0,597	1,19
4-Methoxyanilin	11,9	2,36	0,05	0,493	0,99
2-Methylanilin	15,4	3,05	0,06	0,636	1,27
3-Methylanilin	26,0	5,15	0,11	1,07	2,15
4-Methylanilin	25,2	5,04	0,11	1,05	2,10

Bei jeweils sechsfacher Durchführung der beschriebenen Vorgehensweise ergaben sich für die einzelnen Konzentrationen die in Tabelle 6 aufgeführten Wiederfindungen und relativen Standardabweichungen. Es konnte kein Durchbruch auf den zweiten sauer imprägnierten Filter festgestellt werden.

Tabelle 6: Präzision und Wiederfindungen bei der Validierung der Amine

Substanz	Wiederfindung				Relative Standardabweichung [%]			
	c ₁	c ₂	c ₃	∅	c ₁	c ₂	c ₃	∅
Anilin	0,97	0,98	0,97	0,97	1,3	0,5	1,7	1,2
2,4-Dimethylanilin	0,96	0,99	0,98	0,98	1,9	0,6	2,3	1,6
2,5-Dimethylanilin	0,95	0,98	0,98	0,97	1,8	0,6	1,9	1,4
2,6-Dimethylanilin	0,94	0,97	0,96	0,96	1,4	0,2	2,2	1,3
4-Ethoxyanilin	1,04	0,99	1,04	1,02	1,0	0,9	2,3	1,4
2-Methoxyanilin	0,95	0,98	0,98	0,97	1,0	0,4	2,1	1,2
3-Methoxyanilin	0,96	0,98	0,99	0,98	2,5	0,7	2,1	1,7
4-Methoxyanilin	1,04	1,01	1,03	1,03	4,5	0,9	2,0	2,5
2-Methylanilin	0,96	0,98	0,97	0,97	3,5	0,5	1,9	1,9
3-Methylanilin	0,99	0,99	1,00	0,99	1,9	0,7	1,8	1,5
4-Methylanilin	0,99	0,99	0,99	0,99	1,3	0,6	1,6	1,2

5.2 Bestimmungsgrenzen

Die Bestimmungsgrenzen wurden gemäß DIN 32645 [3] mittels einer 10-Punkt-Kalibrierung im unteren Konzentrationsbereich von ca. 5 bis 50 µg/m³ (bezüglich 240 l Probeluftvolumen) für eine statistische Sicherheit von 99 % und einer relativen Ergebnisunsicherheit von 33,3 % (k = 3) ermittelt.

Die absoluten Bestimmungsgrenzen der einzelnen Amine liegen zwischen 0,2 und 1,6 ng. Dies entspricht bei einem Probeluftvolumen von 240 l, einem Desorptionsvolumen von 4 ml und einem Einspritzvolumen von 1 µl relativen Bestimmungsgrenzen von 0,003 bis 0,026 mg/m³ (siehe Tabelle 7).

Tabelle 7: Bestimmungsgrenzen der Amine

Substanz	Bestimmungsgrenzen	
	absolut [ng]	relativ [$\mu\text{g}/\text{m}^3$]
Anilin	0,4	6
2,4-Dimethylanilin	0,2	3
2,5-Dimethylanilin	0,3	5
2,6-Dimethylanilin	0,2	4
4-Ethoxyanilin	1,6	26
2-Methoxyanilin	0,4	7
3-Methoxyanilin	1,0	17
4-Methoxyanilin	1,1	18
2-Methylanilin	0,6	10
3-Methylanilin	0,5	8
4-Methylanilin	0,3	5

5.3 Selektivität

Eine hohe Selektivität wird durch die gaschromatographische Trennung und Verwendung eines massenselektiven Detektors gewährleistet.

5.4 Messunsicherheit

Die erweiterte Messunsicherheit wurde unter Berücksichtigung aller relevanten Einflussgrößen nach DIN EN 482 [2] abgeschätzt. Die Ergebnisunsicherheit des Gesamtverfahrens und damit auch des Analysenergebnisses setzt sich im Wesentlichen zusammen aus den Unsicherheitsbeträgen bei der Probenahme (z. B. Probeluftvolumen, Abweichung zur Probenahmekonvention) und der analytischen Bearbeitung (Extraktionsmittelvolumen, Streuung der Kalibrierfunktion, Schwankung der Wiederfindungen und der Reproduzierbarkeiten). Die erweiterte Messunsicherheit liegt je nach Amin und Konzentration zwischen 21 % und 23 %.

5.5 Lagerfähigkeit

Die verlustfreie Lagerfähigkeit der Substanzen im adsorbierten Zustand beträgt bei Raumtemperatur mindestens 14 Tage.

6 Literatur

- [1] DIN EN 481
Arbeitsplatzatmosphäre, Festlegung der Teilchengrößenverteilung zur Messung luftgetragener Partikel
Beuth Verlag GmbH, Berlin 1993

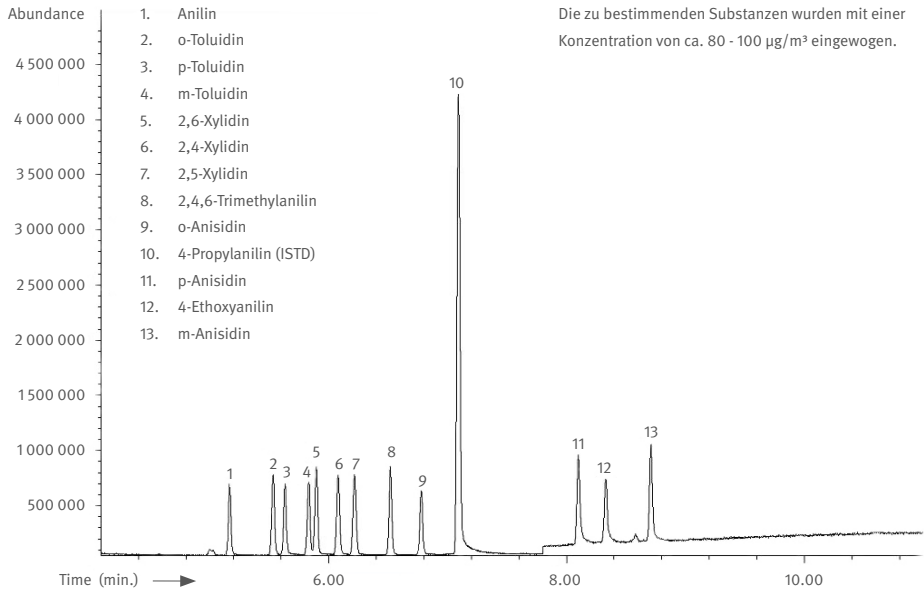
- [2] DIN EN 482
Arbeitsplatzatmosphäre – Allgemeine Anforderungen an die Leistungsfähigkeit von Verfahren zur Messung chemischer Arbeitsstoffe
Beuth Verlag GmbH, Berlin 2006

- [3] DIN 32645
Chemische Analytik – Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen – Begriffe, Verfahren, Auswertung
Beuth Verlag GmbH, Berlin 2008

- [4] BGI 505-0
Von den Berufsgenossenschaften anerkannte Analysenverfahren zur Feststellung der Konzentrationen krebserzeugender Arbeitsstoffe in der Luft in Arbeitsbereichen – A. Allgemeiner Teil –
Carl Heymanns Verlag, 2003

Anhang

Chromatogramm einer Kalibriermischung



**Deutsche Gesetzliche
Unfallversicherung e.V. (DGUV)**

Mittelstraße 51
10117 Berlin
Tel.: 030 288763800
Fax: 030 288763808
E-Mail: info@dguv.de
Internet: www.dguv.de