

2-Isopropoxyethanol – Bestimmung von 2-Isopropoxyethanol in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie (GC-FID)

Luftanalysen-Methode

Keywords

2-Isopropoxyethanol;
Luftanalysen; Analysenmethode;
Arbeitsplatzmessung;
Gefahrstoff; Gaschromatographie;
GC-FID; Chromosorb 106;
Thermodesorption

J. Karmann¹
R. Hebisch^{2,*}
R. Schmitt³

A. Hartwig^{4,*}
MAK Commission^{5,*}

¹ *Methodenentwicklung, Bundesanstalt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin (BAuA), Friedrich-Henkel-Weg 1–25, 44149 Dortmund*

² *Leitung der Arbeitsgruppe „Luftanalysen“ der Ständigen Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, Deutsche Forschungsgemeinschaft, Bundesanstalt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin (BAuA), Friedrich-Henkel-Weg 1–25, 44149 Dortmund*

³ *Methodenprüfung, BASF SE, Carl-Bosch-Straße 38, 67056 Ludwigshafen*

⁴ *Vorsitz der Ständigen Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, Deutsche Forschungsgemeinschaft, Institut für Angewandte Biowissenschaften, Abteilung Lebensmittelchemie und Toxikologie, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Adenauerring 20a, Geb. 50.41, 76131 Karlsruhe*

⁵ *Ständige Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, Deutsche Forschungsgemeinschaft, Kennedyallee 40, 53175 Bonn*

* *E-Mail: R. Hebisch (luftanalysen-dfg@baua.bund.de), A. Hartwig (andrea.hartwig@kit.edu), MAK Commission (arbeitsstoffkommission@dfg.de)*

Abstract

Citation Note:
Karmann J, Hebisch R, Schmitt R,
Hartwig A, MAK Commission.
2-Isopropoxyethanol –
Bestimmung von
2-Isopropoxyethanol in der
Luft am Arbeitsplatz mittels
Gaschromatographie (GC-FID).
Luftanalysen-Methode. MAK
Collect Occup Health Saf. 2022
Dez;7(4):Doc082. https://doi.org/10.34865/am10959d7_4or

This analytical method is a validated measurement procedure for the determination of 2-isopropoxyethanol [109-59-1] in workplace air in a concentration range of one tenth up to twice the currently valid occupational exposure limit value (OELV) in Germany of 44 mg/m³. For sampling a defined volume of air is drawn through a sorbent tube (for thermal desorption) filled with Chromosorb 106. The flow rate is set to 5 ml/min and sampling is performed over 2 hours (which corresponds to a sampling volume of 600 ml). The samples to which cyclooctane is added as internal standard are thermally desorbed. The quantitative determination is based on a calibration function, whereby the 2-isopropoxyethanol concentration of the calibration standard is plotted against the intensities, calculated over the internal cyclooctane standard. The limit of quantification is 4.48 mg/m³ based on an air sample volume of 600 ml. The mean recovery is 92% and the expanded uncertainty for the validation range of 4.62 to 83.08 mg/m³ is 28.4%.

Manuskript abgeschlossen:
12 Okt 2021

Publikationsdatum:
19 Dez 2022

Lizenz: Dieses Werk ist
lizenziert unter einer [Creative
Commons Namensnennung 4.0
International Lizenz](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).



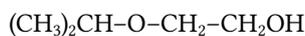
Methodennummer	1
Anwendbarkeit	Luftanalyse
Analyt. Messprinzip	Gaschromatographie mit Flammenionisationsdetektion (GC-FID)

1 Kenndaten des Verfahrens

Präzision:	Standardabweichung (rel.): $s = 2,9-3,4\%$ Erweiterte Messunsicherheit: $U = 28,4\%$ im Konzentrationsbereich von 4,62 bis 83,08 mg/m ³ und n = 6 Bestimmungen
Bestimmungsgrenze:	2,69 µg absolut 4,48 mg/m ³ bei einem Probeluftvolumen von 600 ml und einer Probenahmedauer von 2 h
Wiederfindung:	$\eta = 0,87-0,97$
Probenahmeempfehlung:	Probeluftvolumen: 600 ml Probenahmedauer: 120 min Volumenstrom: 5 ml/min Kurzzeitmessungen: 15 min Volumenstrom: 40 ml/min

2 Stoffbeschreibung

2-Isopropoxyethanol [109-59-1]



2-Isopropoxyethanol (auch: Ethylenglykolmonoisopropylether, Isopropylglykol, EGiPE, 2-(Isopropoxy)ethanol, Ethylenglykolisopropylether) ist eine farblose, mit Wasser mischbare, entzündbare Flüssigkeit mit etherischem Geruch. 2-Isopropoxyethanol wird u. a. als Lösungsmittel in Farben, Lacken und Klebstoffen sowie in Reinigungsmitteln für Maschinen verwendet (ECHA 2022).

Physikalisch-chemische Daten und Beurteilungsmaßstäbe von 2-Isopropoxyethanol sind in [Tabelle 1](#) aufgeführt.

Tab. 1 Stoffdaten (ECHA 2022) und Beurteilungsmaßstäbe zu 2-Isopropoxyethanol

Name	2-Isopropoxyethanol
CAS-Nr.	109-59-1
Molmasse [g/mol]	104,15
Aggregatzustand bei 20 °C	flüssig
Dichte bei 20 °C [g/cm ³]	0,903
Dampfdruck bei 25 °C [hPa]	5,99
Schmelzpunkt [°C]	-60,2
Siedepunkt bei 1013 hPa [°C]	145
Flammpunkt [°C]	43-45

Tab.1 (Fortsetzung)

Beurteilungsmaßstäbe	
AGW, Deutschland (AGS 2022)	44 mg/m ³ ^{a)} , 10 ml/m ³
MAK-Wert, Deutschland (DFG 2022)	43 mg/m ³ , 10 ml/m ³
Spitzenbegrenzungskategorie (Überschreitungsfaktor) (AGS 2022; DFG 2022)	I(2)

^{a)} Die Diskrepanz zwischen AGW und MAK-Wert ist rundungsbedingt.

3 Grundlage des Verfahrens

Mit diesem Analysenverfahren kann 2-Isopropoxyethanol in der Luft am Arbeitsplatz in einem Konzentrationsbereich vom 0,1- bis zum 2-fachen derzeit gültigen Arbeitsplatzgrenzwert (AGW) von 44 mg/m³ bzw. 10 ml/m³ und MAK-Wert von 43 mg/m³ bzw. 10 ml/m³ (AGS 2022; DFG 2022) bestimmt werden. Auch die Spitzenbegrenzung mit einem Überschreitungsfaktor von 2 (AGS 2022) kann hiermit überprüft werden (DIN 2021 a).

Zur Probenahme wird mit Hilfe einer Probenahmepumpe ein definiertes Luftvolumen aus dem Atembereich durch ein Adsorptionsröhrchen, gefüllt mit Chromosorb 106, gesaugt. Das 2-Isopropoxyethanol wird dabei an der Sammelphase adsorbiert. Nach Thermodesorption und gaschromatographischer Trennung erfolgt die Detektion mit einem Flammenionisationsdetektor (GC-FID). Die quantitative Auswertung erfolgt anhand einer 10-Punkt-Kalibrierung mit internem Standard (ISTD).

4 Geräte, Chemikalien und Lösungen

4.1 Geräte

Für die Probenahme:

- Adsorptionsröhrchen aus Edelstahl (6,3 mm × 90 mm, 5 mm ID), gefüllt mit 370 mg Chromosorb 106 (z. B. Fa. PerkinElmer LAS, 63110 Rodgau)
- Pumpe zur personengetragenen Probenahme, geeignet für einen Volumenstrom von 5 ml/min und 40 ml/min (z. B. Modell LFS-113DC, Fa. Gilian Inc., Carlsbad, Kalifornien, USA)
- Verschlusskappen mit PTFE-Dichtungen (z. B. Fa. Swagelok Company, Solon, Ohio, USA)
- Probenahmekappen aus Aluminium mit einer Bohrung von 1 mm ID

Für die Probenvorbereitung und analytische Bestimmung:

- Gaschromatograph mit Thermodesorber, FID und Auswertesystem (z. B. Clarus 680 mit FID, Fa. PerkinElmer LAS, 63110 Rodgau)
- Kapillarsäulen (z. B. DB-5 und DB-1701: 30 m, 1,0 µm Filmdicke, 0,32 mm ID, Fa. Agilent Technologies Germany GmbH & Co. KG, 76337 Waldbronn)
- Gasmengenzähler bzw. Stoppuhr und Seifenblasenströmungsmesser (z. B. 4100 Series, Fa. TSI Inc., Shoreview, Minnesota, USA)
- Direktanzeigendes Messgerät, Photoionisationsdetektor (z. B. MultiRAE 3000, Fa. RAE Systems Inc., San José, Kalifornien, USA)
- Dynamische Prüfgasapparatur
- Kolbenbürette (z. B. Titronic 110 plus, TA 01 mit 1-ml-Spritze, Fa. SCHOTT Instruments GmbH, 55122 Mainz)
- Analysenwaage (z. B. Modell AT250, Fa. Mettler GmbH, Greifensee, Schweiz)

- 10-ml-Braunglasflaschen mit Mininertverschluss (z.B. Flasche von Fa. Chromatographie Service GmbH, 52379 Langerwehe mit Verschluss von Fa. Valco Instruments Co. Inc., Houston, Texas, USA)
- Mikroliterspritzen 1000 µl, 2500 µl (z.B. Fa. Hamilton Bonaduz AG, Bonaduz, Schweiz)
- Dispensette (z.B. Dispensette Digital 2–10 ml, Fa. Brand GmbH + CO KG, 97877 Wertheim)

4.2 Chemikalien

- 2-Isopropoxyethanol, Reinheit $\geq 99\%$ (z.B. Fa. Merck KGaA, 64293 Darmstadt, Best.-Nr. 107891)
- 1,3-Dioxolan, Reinheit $\geq 99,9\%$ (z.B. Fa. Merck KGaA, 64293 Darmstadt, Best.-Nr. 803553)
- Methylal, Reinheit $\geq 99,5\%$ (z.B. Fa. Merck KGaA, 64293 Darmstadt, Best.-Nr. 806017)
- Cyclooctan, Reinheit $\geq 99\%$ (z.B. Fa. Merck KGaA, 64293 Darmstadt, Best.-Nr. C109401)
- Helium 5.0 (Trägergas)
- Stickstoff 5.0
- Wasserstoff 5.0
- synthetische Luft (Kohlenwasserstoff-frei)

4.3 Lösungen

Unter Verwendung der in [Abschnitt 4.2](#) aufgeführten Chemikalien wird folgende Stammlösung hergestellt:

Stammlösung: (138,46 g 2-Isopropoxyethanol/l in 1,3-Dioxolan/Methylal)

Mit Hilfe von Mikroliterspritzen werden 3 ml 1,3-Dioxolan, 2,5 ml Methylal und 1 ml 2-Isopropoxyethanol über ein Mininertventil in eine 10-ml-Braunglasflasche dosiert und zum Durchmischen kurz geschüttelt.

Jede Dosierung wird über eine auf 10 µg genaue Waage kontrolliert. Dabei sollten die Abweichungen nicht über 1% liegen.

Die Dichte der Stammlösung wird über die Summe der Einzelmassen und die Summe der Einzelvolumina berechnet. Eine evtl. vorliegende Volumenkontraktion wird nicht berücksichtigt.

Würde man die Dichte über eine Wägung kontrollieren, könnten aufgrund der hier geringen eingesetzten Menge die Fehler der Dosierung und Wägung in der Höhe der Abweichung von berechneter und „tatsächlicher“ Dichte liegen, weshalb eine ggf. geringe Volumenkontraktion vernachlässigt wird.

Bei der Erstellung der Stammlösung werden verschiedene Lösemittel eingesetzt, um zum einen die Komponenten zu verdünnen und andererseits Störgrößen chromatographisch/analytisch zu berücksichtigen, welche in der Matrix vorkommen können (siehe [Tabelle 2](#)).

Tab.2 Zusammensetzung der Stammlösung und im Prüfgas

Substanz	Dichte [g/ml]	Volumen [ml]	Stammlösung [g/l]	Prüfgas [mg/m ³]
1,3-Dioxolan	1,06	3	489,23	489,23
Methylal	0,86	2,5	330,77	330,77
2-Isopropoxyethanol	0,90	1	138,46	138,46

4.4 Prüfgas und Vergleichsstandards

Bei Thermodesorptionsverfahren empfiehlt es sich, mit Prüfgasen zu kalibrieren. Zur Herstellung von Prüfgasen gibt es unterschiedliche Verfahren (Flammenkamp und Risse 1994). Zudem ist die Dotierung mit jeweils 1 µl methanolischer Kalibrierlösungen möglich. Die Verfahrenskennndaten wurden überprüft und sind vergleichbar.

Eine Möglichkeit der Prüfgasherstellung ist die kontinuierliche Injektion (Abbildung 1).

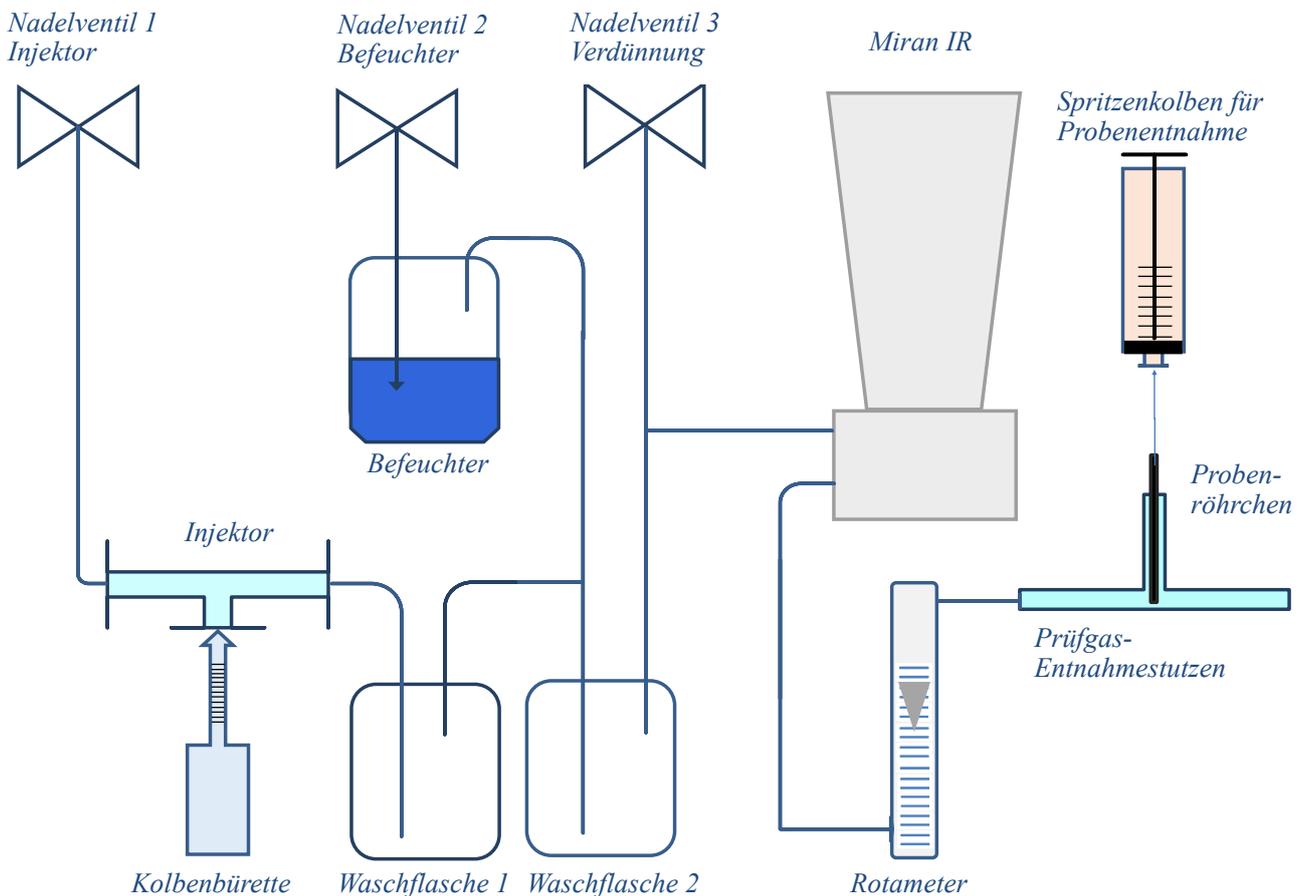


Abb. 1 Schematische Darstellung der dynamischen Prüfgasapparatur

Die Stammlösung (Abschnitt 4.3, Tabelle 2) bzw. der ISTD werden in einer dynamischen Prüfgasapparatur mit 150 µl/h in einen mit 250 ml/min fließenden Injektorstickstoffstrom kontinuierlich injiziert. Durch Verdünnung mit einem Stickstoffstrom von 2250 ml/min ergibt sich in dem resultierenden Gesamtprüfgasstrom von 2500 ml/min die berechnete Konzentration der Einzelkomponenten. Die Konzentration der Stammlösung im Prüfgas beträgt 1 µl/l.

Mit Chromosorb 106 gefüllte Adsorptionsröhrchen werden saugseitig an einen Spritzenkolben angeschlossen und Aliquote im Bereich von 15 bis 370 ml dieser Kalibriergasatmosphäre auf 20 Probenröhrchen gesaugt (Doppelbestimmung, 10-Punktkalibrierung). In Tabelle 3 sind die entsprechenden Massen der einzelnen Kalibrierpunkte aufgeführt. Die angegebene Dosierung und die Volumenströme am Injektor haben sich zum Herstellen von Prüfgasen in der Apparatur als am stabilsten ohne Schwankungen erwiesen.

Zur Erzeugung eines Prüfgases mit 80 % rel. Luftfeuchte wird aus dem Befeuchter über das entsprechende Nadelventil ein Volumenstrom von 2000 ml/min (mit 100 % rel. Luftfeuchte) zudosiert. Der Verdünnungsstickstoffstrom wird dann auf 250 ml/min abgesenkt, um den Gesamtprüfgasstrom von 2500 ml/min zu erhalten.

Tab. 3 Prüfgasvolumina und Kalibriermassen

Prüfgas [ml]	1,3-Dioxolan [µg]	Methylal [µg]	2-Isopropoxyethanol [µg]	ISTD-Gas Cyclooctan [ml]	[µg]
15	7,34	4,96	2,08	30	25
50	24,46	16,54	6,92	30	25
90	44,03	29,77	12,46	30	25
130	63,60	43,00	18,00	30	25
170	83,17	56,23	23,54	30	25
210	102,7	69,46	29,08	30	25
250	122,3	82,69	34,62	30	25
290	141,9	95,92	40,15	30	25
330	161,4	109,2	45,69	30	25
370	181,0	122,4	51,23	30	25

Alle Proben werden nach der Prüfgasbelegung jeweils mit 30 ml ISTD-Gasatmosphäre belegt (Konzentration von $1 \mu\text{l/l} \hat{=} 0,834 \mu\text{g/ml}$).

5 Probenahme und Probenaufbereitung

5.1 Vorbehandlung der Adsorptionsröhrchen

Vor der Verwendung werden die Adsorptionsröhrchen für ca. 15 Minuten im Thermodesorber bei 170 °C im Inertgasstrom (z. B. Helium) ausgeheizt und auf Blindwerte geprüft. Die Röhrchen werden danach mit Swagelok-Kappen mit Teflondichtung dicht verschlossen und bei Raumtemperatur gelagert.

5.2 Probenahme

Für die Probenahme werden die vorbehandelten Adsorptionsröhrchen ([Abschnitt 5.1](#)) eingesetzt. Zur Probenahme werden die Verschlusskappen entfernt und das Adsorptionsröhrchen mit der Probenahmepumpe verbunden. Um eine zusätzliche Stoffaufnahme durch Diffusion zu minimieren, wird auf der Eingangsseite der Röhrchen eine Verschlusskappe aus Aluminium mit 1-mm-Loch aufgesetzt.

Damit die Messwerte der Probenahme nicht außerhalb des Kalibrierbereichs liegen, ist ein Probenahmenvolumen von 600 ml anzustreben. Dies ist durch Anpassung von Volumenstrom und Probenahmedauer zu erreichen. Für eine zwei-stündige Probenahme ist dazu ein Pumpenvolumenstrom von 5 ml/min und bei Kurzzeitmessungen von 15 min einer von 40 ml/min einzustellen. Der Volumenstrom ist vor und nach der Probenahme zu überprüfen. Ist die Abweichung vom eingestellten Volumenstrom größer $\pm 5\%$, wird empfohlen, die Messung zu wiederholen (DIN 2014). Die für die Bestimmung der Luftkonzentration wichtigen Parameter (Probeluftvolumen, Temperatur, Luftdruck und relative Luftfeuchte) werden in einem Probenahmeprotokoll festgehalten.

Die Probenahme erfolgt im Atembereich und kann sowohl personengetragen als auch ortsfest durchgeführt werden, wobei die Öffnung des Adsorptionsröhrchens nicht verdeckt werden darf. Nach Beenden der Probenahme wird das beladene Adsorptionsröhrchen mit Swagelok-Kappen mit PTFE-Dichtungen verschlossen. Der Probentransport und die Lagerung erfolgen bei Raumtemperatur.

6 Instrumentelle Arbeitsbedingungen

Gaschromatograph

Gerät:	Gaschromatograph Clarus 680 mit FID, PerkinElmer LAS
Säule:	Material: Quarzkapillare Stationäre Phase: DB-5 und DB-1701 Länge jeweils: 30 m (hintereinander) Innerer Durchmesser (ID): 0,32 mm Filmdicke: 1,00 µm
Detektor:	FID
Detektortemperatur:	300 °C
Detektorgase:	Wasserstoff (40 ml/min), synthetische Luft (400 ml/min)
Temperaturprogramm:	5 min bei 30 °C, mit 40 °C/min auf 200 °C, 3 min

Thermodesorber

Gerät:	Turbomatrix 650 (PerkinElmer LAS)
Desorptionstemperatur:	170 °C
Desorptionszeit:	15 min
Konditionierfluss:	50 ml/min
Ventiltemperatur:	200 °C
Temperatur der Überführungsleitung:	200 °C
Überführungsleitung:	1,5 m deaktivierte, unbelegte Kapillare (ID 0,32 mm)
Kühlfalle (Adsorption):	5 °C
Kühlfalle (Injektion):	250 °C
Kühlfallenfüllung:	Air Toxics
Heizrate:	99 °C/s
Trägergas / Säulenfluss:	Helium / 2,2 ml/min konstanter Fluss
Split (vor der Kühlfalle):	80 ml/min (Input Split)
Fluss über die Kühlfalle:	10 ml/min (Desorb Flow)
Split (nach der Kühlfalle):	20 ml/min (Output Split = Recollect)
Trockenspülphase:	1 min bei Raumtemperatur mit 50 ml/min

Bei Verwendung anderer Thermodesorptionsgeräte sind die apparativen Bedingungen entsprechend anzupassen.

Unter den angegebenen Bedingungen liegt die Retentionszeit für 2-Isopropoxyethanol bei 10,4 Minuten.

7 Analytische Bestimmung

Die belegten Adsorptionsröhrchen werden jeweils im Thermodesorber erhitzt, wobei die Substanzen mittels Trägergas in eine mit Air Toxics gepackte Kühlfalle überführt werden. Nach vollständiger Desorption vom Adsorptionsröhrchen wird die Kühlfalle schnell erhitzt, so dass das Stoffgemisch als schmaler Substanzpfropf auf die Trennsäule gelangt. Bei Einhaltung des Probenahmenvolumen von 600 ml ist der Messbereich von einem Zehntel bis zum doppeltem Grenzwert abgedeckt.

8 Kalibrierung

Zur Erstellung der Kalibrierfunktion werden die in [Abschnitt 4.4](#) beschriebenen Kalibrierproben verwendet. Die Proben werden unter den in [Abschnitt 6](#) und [Abschnitt 7](#) beschriebenen Arbeitsbedingungen analysiert und die ermittelten Peakflächen gegen die jeweiligen Kalibriermassen unter Einbeziehung des ISTD aufgetragen.

Die Kalibrierfunktionen im untersuchten Konzentrationsbereich sind linear und sollten in der Routineanalytik regelmäßig überprüft werden. Dazu ist bei jeder Analysenreihe eine Kalibrierprobe bekannter Konzentration zu analysieren.

Haben sich die analytischen Bedingungen geändert oder die Qualitätskontrolle gibt Anlass dazu, ist eine neue Kalibrierung zu erstellen.

9 Berechnung des Analyseergebnisses

Anhand der Peakflächen wird aus der Kalibrierfunktion die zugehörige Masse X in μg je Probe ermittelt. Die zugehörige Massenkonzentration (ρ) errechnet sich nach [Gleichung 1](#) wie folgt:

$$\rho = \frac{X}{V \times \eta} \quad (1)$$

Zur Umrechnung auf 20 °C und 1013 hPa gilt [Gleichung 2](#):

$$\rho_0 = \rho \times \frac{273 + t_a}{293} \times \frac{1013}{p_a} \quad (2)$$

Es bedeuten:

ρ	Massenkonzentration der Substanz in der Luftprobe in mg/m^3 bezogen auf t_a und p_a
ρ_0	Massenkonzentration der Substanz in mg/m^3 bezogen auf 20 °C und 1013 hPa
X	Masse der Substanz in der Analysenprobe in μg
V	Probeluftvolumen in l (ermittelt aus Volumenstrom und Probenahmedauer, hier 0,6 l)
η	Wiederfindung
t_a	Temperatur während der Probenahme in °C
p_a	Luftdruck während der Probenahme in hPa

10 Beurteilung des Verfahrens

Die Kenndaten der Methode wurden gemäß DIN EN 482 ([DIN 2021 a](#)), DIN EN ISO 22065 ([DIN 2021 b](#)) und DIN 32645 ([DIN 2008](#)) ermittelt. Es wurde eine vollständige Methodvalidierung durchgeführt. Dazu wurden an der dynamischen Prüfgasstrecke Prüfgasgemische in den Konzentrationen 1/10, 1 und 2 AGW bei relativen Luftfeuchten von 0 und 80 % hergestellt.

10.1 Präzision und erweiterte Messunsicherheit

Zur Ermittlung der Präzision wurden zwei Versuchsreihen mit 2-Isopropoxyethanol-Konzentrationen im Bereich von einem Zehntel bis zum zweifachen AGW durchgeführt. Dazu wurden die Adsorptionsröhrchen, wie in [Abschnitt 4.4](#) beschrieben, belegt. In der ersten Versuchsreihe jeweils 6 Röhrchen unter Ausschluss von Luftfeuchte mit den Konzentrationen 1/10, 1 und 2 AGW und in der zweiten jeweils 5 Röhrchen bei 80 % rel. Luftfeuchte mit den Konzentrationen 1/10 und 2 AGW. Die Analytik wurde gemäß den [Abschnitten 6](#) und [7](#) durchgeführt.

Die erweiterte Messunsicherheit wurde unter Berücksichtigung aller relevanten Einflussgrößen nach DIN EN 482 ([DIN 2021 a](#)) und DIN EN ISO 22065 ([DIN 2021 b](#)) abgeschätzt und mit Hilfe des IFA-Excel-Sheets ([IFA o.J.](#)) zur Berech-

nung der erweiterten Messunsicherheit berechnet. Sie liegt für 2-Isopropoxyethanol bei 28,4 %. Die Ergebnisse sind in [Tabelle 4](#) zusammengefasst.

10.2 Wiederfindung

Die Wiederfindung von 2-Isopropoxyethanol wurde entsprechend der Präzision aus denselben Proben berechnet und ist jeweils für drei verschiedene Konzentrationen in [Tabelle 4](#) aufgelistet.

Im niedrigen Konzentrationsbereich ist die Wiederfindung mit durchschnittlich 84 % ca. 15 % geringer als die im mittleren und oberen Konzentrationsbereich.

Tab. 4 Wiederfindung, rel. Standardabweichung und erweiterte Messunsicherheit für drei verschiedene Konzentrationen

Konzentration [mg/m ³]	Wiederfindung bei 0% Luftfeuchte [%]	Rel. Standardabweichung [%]	Erweiterte Messunsicherheit U [%]	Wiederfindung bei 80% rel. Luftfeuchte [%]
4,62	87,0	3,4	28,4	81,0
41,54	96,6	2,9	28,4	–
83,08	100	2,9	28,4	101

10.3 Bestimmungsgrenze

Im Rahmen der Methodenentwicklung wurde die Bestimmungsgrenze gemäß der DIN 32645 (DIN 2008) nach der Kalibriergeradenmethode mit einer statistischen Sicherheit von P = 95 % und k = 3 ermittelt. Diese beträgt absolut 2,69 µg 2-Isopropoxyethanol.

Für ein Probeluftvolumen von 600 ml (entspricht einer 2-stündigen Probenahme bei einem Volumenstrom von 5 ml/min) beträgt die relative Bestimmungsgrenze 4,48 mg/m³.

10.4 Kapazität des Probenträgers

Zur Überprüfung der Kapazität des Probenträgers wurden Sammelröhrchen beim 2-fachen Grenzwert über 2 Stunden und beim 20-fachen AGW über 3 Stunden bei einem Volumenstrom von 85 ml/min belegt. Mit einem direktanzeigenden Messgerät, welches über einen Schlauch am Ausgang des Röhrchens angebracht wurde, wurde überprüft, ob es zu einem Durchbruch kommt. Bei beiden Messungen konnte kein Durchbruch beobachtet werden. Sowohl das Probenahmevolumen, der Volumenstrom als auch die Konzentration der Substanz liegen bei dieser Methode weit unter der Kapazität der mit 370 mg befüllten Chromosorb 106-Röhrchen.

10.5 Lagerfähigkeit

Zur Bestimmung der Lagerstabilität wurden je 12 Adsorptionsröhrchen, wie in [Abschnitt 4.4](#) beschrieben, über die Prüfgasstrecke mit 4,62 mg/m³, 41,54 mg/m³ und 83,08 mg/m³ 2-Isopropoxyethanol belegt. Die Probenträger wurden mit Swagelok-Kappen verschlossen und bei Raumtemperatur gelagert. Nach 1, 2, 3 und 4 Wochen wurden die Proben, wie in [Abschnitt 6](#) und [7](#) beschrieben, analysiert. Die Ergebnisse können der [Tabelle 5](#) entnommen werden. Die Lagerstabilität der Adsorptionsröhrchen ist über einen Zeitraum von 4 Wochen überprüft und gegeben.

Tab. 5 Ergebnisse zur Wiederfindung bei 0 % Luftfeuchte nach 1, 2, 3 und 4 Wochen

Konzentration [mg/m ³]	1 Tag [%]	1 Woche [%]	2 Wochen [%]	3 Wochen [%]	4 Wochen [%]
4,62	86,8	84,1	91,4	93,2	89,6
41,54	93,5	92,0	96,9	99,9	99,9
83,08	97,0	100,5	103,8	104,2	102,7

Zusätzlich wurde der Einfluss von Luftfeuchte auf die Lagerstabilität getestet. Hierzu wurden erneut je 10 Adsorptionsröhren mit 4,62 mg/m³ (0,1 AGW) und 83,08 mg/m³ (2 AGW) 2-Isopropoxyethanol bei 0 % und 80 % rel. Luftfeuchte belegt und jeweils 5 Proben nach einem Tag und 3 Wochen analysiert. Der apparative Aufbau, die Arbeitsbedingungen und die Analytik sind in den [Abschnitten 4.4, 6 und 7](#) beschrieben. Die Proben wurden 3 Wochen bei Raumtemperatur gelagert. Die Ergebnisse sind der [Tabelle 6](#) zu entnehmen. Es kann kein negativer Einfluss der Luftfeuchte auf die Lagerstabilität festgestellt werden.

Tab. 6 Lagerstabilität über 3 Wochen bei 0% und 80% rel. Luftfeuchte im Vergleich

Konzentration [mg/m ³]	0% rel. Luftfeuchte		80% rel. Luftfeuchte	
	1 Tag [%]	3 Wochen [%]	1 Tag [%]	3 Wochen [%]
4,62	78,2	84,7	81,0	90,0
83,08	100,3	100,1	100,7	104,1

10.6 Störeinflüsse

Das Analysenverfahren mittels Gaschromatographie und Flammenionisationsdetektion ist unter den angegebenen Arbeitsbedingungen spezifisch und robust. Störeinflüsse durch andere Lösemittel konnten nicht nachgewiesen werden.

11 Diskussion

Das hier beschriebene Messverfahren ermöglicht die Bestimmung von 2-Isopropoxyethanol in der Luft am Arbeitsplatz in einem Konzentrationsbereich vom 0,1- bis zum 2-fachen derzeit gültigen Arbeitsplatzgrenzwert von 44 mg/m³. Das Verfahren ist für die Überwachung des Kurzzeitwertes geeignet. Es konnten keine negativen Einflüsse der Luftfeuchte (von bis zu 80 % rel.) auf die Messergebnisse und die Lagerstabilität nachgewiesen werden.

Anmerkungen

Interessenkonflikte

Die in der Kommission etablierten Regelungen und Maßnahmen zur Vermeidung von Interessenkonflikten (www.dfg.de/mak/interessenkonflikte) stellen sicher, dass die Inhalte und Schlussfolgerungen der Publikation ausschließlich wissenschaftliche Aspekte berücksichtigen.

Literatur

- AGS (Ausschuss für Gefahrstoffe) (2022) Technische Regeln für Gefahrstoffe (TRGS 900). Arbeitsplatzgrenzwerte. Dortmund: BAuA. https://www.baua.de/DE/Angebote/Rechtstexte-und-Technische-Regeln/Regelwerk/TRGS/pdf/TRGS-900.pdf?__blob=publicationFile&v=4, abgerufen am 13 Okt 2022
- DFG (Deutsche Forschungsgemeinschaft), Hrsg (2022) MAK- und BAT-Werte-Liste 2022, Maximale Arbeitsplatzkonzentration und Biologische Arbeitsstofftoleranzwerte. Ständige Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, Mitteilung 58. Düsseldorf: German Medical Science. https://doi.org/10.34865/mbwl_2022_deu
- DIN (Deutsches Institut für Normung), Hrsg (2008) DIN 32645:2008-11. Chemische Analytik – Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen – Begriffe, Verfahren, Auswertung. Berlin: Beuth. <https://doi.org/10.31030/1465413>
- DIN (Deutsches Institut für Normung), Hrsg (2014) DIN EN ISO 13137:2014-03. Arbeitsplatzatmosphäre – Pumpen für die personenbezogene Probenahme von chemischen und biologischen Arbeitsstoffen – Anforderungen und Prüfverfahren (ISO 13137:2013); Deutsche Fassung EN ISO 13137:2013. Berlin: Beuth. <https://doi.org/10.31030/2024922>
- DIN (Deutsches Institut für Normung), Hrsg (2021 a) DIN EN 482:2021-05. Exposition am Arbeitsplatz – Verfahren zur Bestimmung der Konzentration von chemischen Arbeitsstoffen – Grundlegende Anforderungen an die Leistungsfähigkeit; Deutsche Fassung EN 482:2021. Berlin: Beuth. <https://doi.org/10.31030/3211072>
- DIN (Deutsches Institut für Normung), Hrsg (2021 b) DIN EN 22065:2021-02. Luft am Arbeitsplatz – Gase und Dämpfe – Anforderungen an die Evaluierung von Messverfahren mit pumpenbetriebenen Probenahmeeinrichtungen (ISO 22065:2020); Deutsche Fassung EN ISO 22065:2020. Berlin: Beuth. <https://doi.org/10.31030/3048469>
- ECHA (European Chemicals Agency) (2022) 2-Isopropoxyethanol (CAS Number 109-59-1). Registration dossier. Joint submission, first publication 03 Mar 2013, last modification 22 Sep 2022. <https://echa.europa.eu/de/registration-dossier/-/registered-dossier/12659/1/1>, abgerufen am 14 Okt 2022
- Flammenkamp E, Risse U (1994) Spezielle Vorbemerkungen. Herstellungsverfahren für Prüfgase. In: Kettrup A, Angerer J, Greim H, Hrsg. Analytische Methoden zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe. Band 1: Luftanalysen. 9. Lieferung. Weinheim: VCH. S. 38–68. Auch erhältlich unter <https://doi.org/10.1002/3527600418.amtestgasd0009>
- IFA (Institut für Arbeitsmedizin der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung) (o.J.) Software: Berechnung der erweiterten Messunsicherheit. Version Gase und Dämpfe 3 Konzentrationen 6. <https://www.dguv.de/medien/ifa/de/prg/gefahrstoffe/gase-und-daempfe.xlsm>, abgerufen am 17 Okt 2019