

213-548

DGUV Information 213-548



Verfahren zur Bestimmung von 1,2-Dichlorethan

Von den Unfallversicherungsträgern anerkannte Messverfahren zur Feststellung der Konzentrationen krebserzeugender, keimzellmutagener oder reproduktionstoxischer Stoffe in der Luft in Arbeitsbereichen

Impressum

Herausgegeben von:

Deutsche Gesetzliche
Unfallversicherung e.V. (DGUV)

Glinkastraße 40
10117 Berlin
Telefon: 030 13001-0 (Zentrale)
Fax: 030 13001-9876
E-Mail: info@dguv.de
Internet: www.dguv.de

Arbeitsgruppe Analytik

im Sachgebiet Gefahrstoffe
Fachbereich Rohstoffe und chemische Industrie der DGUV
Federführung Berufsgenossenschaft Rohstoffe und chemische Industrie (BG RCI)

Korrespondenzadresse

Berufsgenossenschaft Rohstoffe und chemische Industrie
Prävention – Kompetenz-Center Gefahrstoffe und biologische Arbeitsstoffe
Gefahrstoffe, Biostoffe, Analytik
Postfach 10 14 80, 69004 Heidelberg
E-Mail: analytik@bgrci.de

Ausgabe März 2021

© Diese Publikation ist urheberrechtlich geschützt. Die Vervielfältigung,
auch auszugsweise, ist nur mit ausdrücklicher Genehmigung gestattet.

DGUV Information 213-548
zu beziehen bei Ihrem zuständigen Unfallversicherungsträger oder unter
www.dguv.de/publikationen Webcode: p213548

Verfahren zur Bestimmung von 1,2-Dichlorethan

Von den Unfallversicherungsträgern anerkannte Messverfahren zur Feststellung der Konzentrationen krebserzeugender, keimzellmutagener oder reproduktionstoxischer Stoffe in der Luft in Arbeitsbereichen

Verfahren 02

Seite 5

Probenahme mit Pumpe und Adsorption an Chromosorb 106,
Gaschromatographie nach Thermodesorption
1,2-Dichlorethan – 02 – GC
(erstellt: März 2021)

Eingeschränkt geeignete Verfahren (Erläuterungen siehe Seite 4)

Verfahren 01

Seite 30

eingeschränkt geeignet – Kategorie E1 – Januar 2021
Probenahme mit Pumpe und Adsorption an Aktivkohle,
Dampfraumgaschromatographie nach Desorption
1,2-Dichlorethan – 01 – DRGC
(erstellt: März 1991)

Erläuterungen zur Gültigkeit

Einige Messverfahren dieser Reihe entsprechen bezüglich der Validierung, der Bestimmungsgrenze und der Probenahme nicht mehr den Anforderungen an das aktuelle Regelwerk, können aber für spezielle Aufgabenstellungen oder als Grundlage für eine Weiterentwicklung der Verfahren herangezogen werden. Diese sind als eingeschränkt geeignet mit den folgenden Kategorien gekennzeichnet:

E1: Validierung entspricht nicht den aktuellen Anforderungen

E2: Bestimmungsgrenze genügt nicht den aktuellen Anforderungen

E3: Probenahme entspricht nicht den aktuellen Anforderungen

Diese Verfahren sind unverändert in der Version der damaligen Ausgabe im Anhang wiedergegeben.

Als zurückgezogen werden Messverfahren bezeichnet, wenn das Verfahren durch ein neueres anerkanntes Verfahren gleicher Methodik ersetzt oder die angewandte Methode veraltet, nicht mehr nachvollziehbar oder fehlerbehaftet ist.

Teil dieses Verfahrens sind die im „Allgemeinen Teil“ (DGV Information 213-500) beschriebenen Anforderungen und Grundsätze.

Die Verfahren wurden bis 1998 unter der Nummer ZH 1/120.xx und von 1999 bis 2013 unter der Nummer BGI 505-xx bzw. BGI/GUV-I 505.xx veröffentlicht.

Eine Übersicht über die aktuellen und zurückgezogenen Analysenverfahren der DGV Information 213-500-Reihe finden Sie unter <http://analytik.bgrci.de>.

Verfahren 02

Probenahme mit Pumpe und Adsorption an Chromosorb 106,
Gaschromatographie nach Thermodesorption

Erprobtes und von den Unfallversicherungsträgern anerkanntes Messverfahren zur Bestimmung von 1,2-Dichlorethan in Arbeitsbereichen.

Für folgenden Stoff ist das Verfahren validiert:

Name	CAS-Nr.	Molmasse
1,2-Dichlorethan	107-06-2	98,96

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

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	7
1 Geräte, Chemikalien und Lösungen	9
1.1 Geräte	9
1.2 Chemikalien	10
1.3 Lösungen	10
1.3.1 Stammlösung für die Prüfgasherstellung	10
1.3.2 Lösungen für die Flüssigdotierung	11
1.4 Kalibrierstandards	11
1.4.1 Herstellung mittels Prüfgas	12
1.4.2 Herstellung mittels Flüssigdotierung	14
2 Probenahme	17
3 Analytische Bestimmung	18
3.1 Thermodesorptionsbedingungen	18
3.2 Chromatographische Arbeitsbedingungen	20
4 Auswertung	22
4.1 Kalibrierung	22
4.2 Berechnung des Analyseergebnisses	22
5 Beurteilung des Verfahrens	23
5.1 Präzision und Wiederfindung	23
5.2 Durchbruchsvolumen	24
5.3 Bestimmungsgrenze	24
5.4 Lagerfähigkeit	25
5.5 Selektivität	26
5.6 Messunsicherheit	26
5.7 Bemerkungen	27
6 Literatur	28

Kurzfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration an 1,2-Dichlorethan im Arbeitsbereich personengetragen oder ortsfest bestimmt.

Messprinzip: Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch ein mit Chromosorb 106 gefülltes Adsorptionsröhrchen gesaugt.

Anschließend wird das abgeschiedene 1,2-Dichlorethan thermisch desorbiert. Nach gaschromatographischer Trennung und Aufteilung des Eluates mittels Ausgangssplitter kann das 1,2-Dichlorethan mit massenselektivem Detektor (MSD) und Flammenionisationsdetektor (FID) bestimmt werden. Dabei ist die Bestimmung mittels MSD dem FID vorzuziehen, da beim MSD ein weitestgehend störungsfreies Messsignal vorliegt.

Die Kalibrierung erfolgt mit Hilfe von Prüfgasen oder flüssigdotierten Kalibrierproben nach der Methode des internen Standards.

Bestimmungsgrenze: absolut: 0,011 µg
relativ: 0,009 mg/m³ für 1,2 l Probeluftvolumen

Messbereich: MSD: von 0,009 mg/m³ bis 10 mg/m³

Selektivität: Durch den Einsatz eines massenselektiven Detektors hohe Selektivität.

Vorteile: Personengetragene und selektive Messungen möglich.

Nachteile: Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen.

Apparativer Aufwand: Pumpe
Volumenstrommessgerät
Adsorptionsröhrchen gefüllt mit 300 mg Chromosorb 106
Thermodesorber, Gaschromatograph mit FID und MSD

1 Geräte, Chemikalien und Lösungen

1.1 Geräte

Für die Probenahme:

- Probenahmepumpe, geeignet für einen Volumenstrom von 5 – 40 ml/min, z. B. PP1, Fa. Gilian, Bezug über Fa. DEHA Haan & Wittmer, 71296 Heimsheim
- Volumenstrommesser, z. B. Gilibrator, Fa. Gilian
- Adsorptionsröhrchen aus Edelstahl (6,3 mm × 90 mm, 5 mm innerer Durchmesser), gefüllt mit 300 mg Chromosorb 106, das zwischen zwei Metallsieben fixiert ist (z. B. Bestell-Nr. N9307007, Fa. PerkinElmer LAS, 63110 Rodgau). Vor der Benutzung werden die Adsorptionsröhrchen für 10 Minuten im Thermodesorber bei 170 °C ausgeheizt und auf Blindwerte geprüft. Zur Lagerung werden sie mit Swagelok-Kappen verschlossen.
- Verschlusskappen aus Messing für Transport und Lagerung, ¼-Zoll-Swagelok mit PTFE-Dichtungen, z. B. Fa. PerkinElmer LAS, Bestell-Nr. 0990-8851
- Verschlusskappen aus PTFE für die Analyse, z. B. Fa. PerkinElmer LAS, Bestell-Nr. N620-0119
- ¼-Zoll-Swagelok-Verschraubung mit PTFE-Konen zum Verbinden von Adsorptionsröhrchen, Fa. Swagelok, 63477 Maintal-Dörnigheim, Bestell-Nr. SS-400-6

Für die Analyse:

- Kolbenhubpipetten 10 µl, 100 µl und 1000 µl, z. B. Microman, Fa. Gilson International, 65555 Limburg an der Lahn
- Messkolben 50 ml, 100 ml
- Thermodesorber mit Gasdosierschleife (für internen Standard), Gaschromatograph mit Flammenionisationsdetektor (FID) und massenselektivem Detektor (MSD)
- Graphpack-3D/2-Eluatstromteiler, Fa. Gerstel, 45473 Mülheim/Ruhr, Bestell-Nr. GC08194-40, Teilungsverhältnis: 1:1 (FID/MSD)

Bei Kalibrierung mit Prüfgasen:

- dynamische Prüfgasapparatur (siehe Abbildung 1)
- Spritzenpumpe (Diluter/Dispenser), z. B. Microlab M, Fa. Hamilton, Bezug über Fa. DURATEC Analysentechnik GmbH, 68766 Hockenheim

1.2 Chemikalien

- 1,2-Dichlorethan, Reinheit $\geq 99,9\%$, z. B. Fa. Merck, 64293 Darmstadt
- Methanol, Reinheit $\geq 99,9\%$, z. B. Fa. Merck
- Prüfgas 20 ppm 4-Bromfluorbenzol (BFB) in Stickstoff (interner Standard für MS-Quantifizierung)

Gase zum Betrieb des Gaschromatographen:

- Helium, Reinheit 99,996%
- Wasserstoff, Reinheit 99,999%
- synthetische Druckluft, kohlenwasserstofffrei, Taupunkt kleiner -40°C
- Stickstoff, Reinheit 99,999%

1.3 Lösungen

1.3.1 Stammlösung für die Prüfgasherstellung

Lösung von ca. 150 g 1,2-Dichlorethan/l Methanol

In einem 100-ml-Messkolben werden 12,5 ml 1,2-Dichlorethan (Dichte 1,25 g/ml) auf 0,1 mg genau eingewogen. Anschließend wird mit Methanol zur Marke aufgefüllt, umgeschüttelt und zur Aufbewahrung in den Kühlschrank gestellt. Diese Lösung wird zur Herstellung von Prüfgasen verwendet, aus denen Kalibrierstandards entnommen werden.

Die hier verwendete Lösung hat eine Konzentration von 149,348 g/l.

1.3.2 Lösungen für die Flüssigdotierung

Lösung von ca. 25 g 1,2-Dichlorethan/l Methanol

In einem 50-ml-Messkolben wird ca. 1 ml 1,2-Dichlorethan auf 0,1 mg genau eingewogen. Anschließend wird mit Methanol zur Marke aufgefüllt, umgeschüttelt und zur Aufbewahrung in den Kühlschrank gestellt.

Die hier verwendete Lösung hat eine Konzentration von 24,996 g/l.

Zur Herstellung der Kalibrierlösungen werden in 50-ml-Messkolben, in denen Methanol vorgelegt wurde, Volumina von 5 ml, 500 µl und 50 µl der Stammlösung dosiert und mit Methanol zur Marke aufgefüllt.

Tabelle 1 Konzentrationen an 1,2-Dichlorethan in den Kalibrierlösungen in g/l

Kalibrierlösung	I	II	III
1,2-Dichlorethan	2,50	0,250	0,025

Bei +4 °C bis +8 °C gelagert sind die Stammlösung und die Kalibrierlösungen mindestens 4 Wochen haltbar.

1.4 Kalibrierstandards

Bei Thermodesorptionsverfahren empfiehlt es sich, mit Prüfgasen zu kalibrieren. Eine Möglichkeit der Prüfgasherstellung ist die kontinuierliche Injektion (siehe Abbildung 1) [1]. Steht eine solche Apparatur nicht zur Verfügung, erfolgt die Herstellung der Kalibrierproben durch Injektion von methanolischen Lösungen auf Adsorptionsröhrchen.

1.4.1 Herstellung mittels Prüfgas

Die Lösung nach Abschnitt 1.3.1 wird in einer dynamischen Prüfgasapparatur mit $20 \mu\text{l/h}$ in einen mit 200 ml/min fließenden Grundgasstrom kontinuierlich injiziert. Mit einem Verdünnungsgasstrom (hier 5000 ml/min) wird anschließend die gewünschte Konzentration eingestellt. Mit Chromosorb 106 gefüllte Adsorptionsröhrchen werden saugseitig an die Spritzenpumpe angeschlossen und Aliquote im Bereich von 1 ml bis 1000 ml von diesem Kalibriergas darüber gesaugt. Dabei ergeben sich bei einem Gesamtvolumenstrom von 5200 ml/min eine Prüfgaskonzentration von $9,57 \text{ mg/m}^3$ und die in Tabelle 2 aufgeführten resultierenden Kalibriermassen.

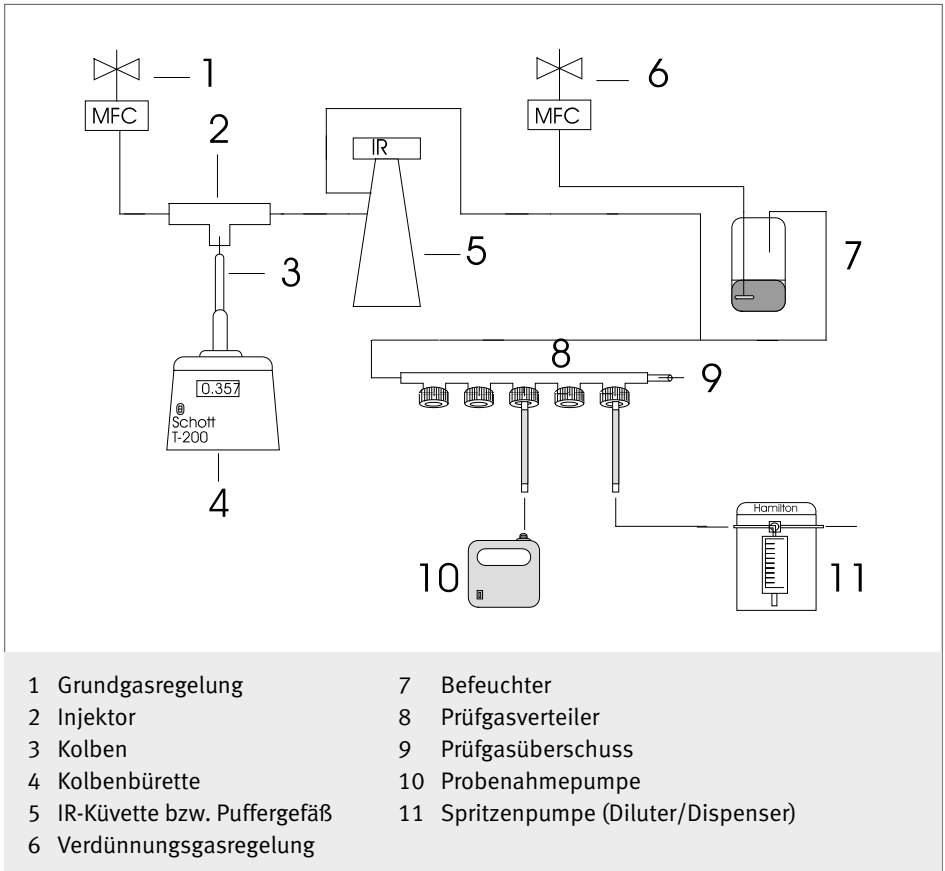


Abb. 1 Dynamische Prüfgasapparatur

Tabelle 2 Prüfgaskonzentration und Kalibriermassen

Komponente	1,2-Dichlorethan	
Konzentration [mg/m ³]	9,57	
Probenahmenvolumen [ml]	Masse pro Probe [µg]	Konzentration in der Probe bei V=1,2 l [mg/m ³]
1	0,010	0,008
5	0,048	0,040
10	0,096	0,080
25	0,239	0,199
50	0,479	0,399
100	0,957	0,798
200	1,92	1,60
300	2,87	2,39
400	3,83	3,19
500	4,79	3,99
1000	9,57	7,98

1.4.2 Herstellung mittels Flüssigdotierung

Zur Kalibrierung mittels Flüssigdotierung werden Aliquote der Kalibrierlösungen I bis III (siehe Abschnitt 1.3.2) in Probenahmerichtung auf das Sieb im Adsorptionsröhrchen gegeben. Durch das Spülen mit Stickstoff wird 1,2-Dichlorethan auf das Adsorbens überführt und der Großteil des

Lösungsmittels aus dem Röhrchen gespült. Hierzu reicht ein Stickstoffstrom von 30 ml/min über einen Zeitraum von 20 Minuten aus. Es ergeben sich für die dotierten Proben die in Tabelle 3 aufgeführten Kalibriermassen.

Tabelle 3 Kalibriermassen

Dotiertes Volumen [μ l]	Kalibrierlösung	Masse pro Probe [μ g]
0,5	III	0,0125
2	III	0,0500
5	III	0,125
10	III	0,250
2	II	0,500
5	II	1,25
10	II	2,50
2	I	5,00
5	I	12,5

Diese Kalibrierproben entsprechen bezogen auf ein Probeluftvolumen von 1,2l den Konzentrationen wie in Tabelle 4 dargestellt.

Tabelle 4 Konzentrationen an 1,2-Dichlorethan in den Kalibrierproben bei Flüssigdotierung in mg/m³ (bezogen auf ein Probeluftvolumen von 1,2 l)

Dotiertes Volumen [μl]	Kalibrierlösung	1,2-Dichlorethan Konzentration in mg/m ³
0,5	III	0,0104
2	III	0,0417
5	III	0,104
10	III	0,208
2	II	0,417
5	II	1,04
10	II	2,08
2	I	4,17
5	I	10,4

2 Probenahme

Zur Probenahme werden vorbehandelte Adsorptionsröhrchen eingesetzt (siehe Abschnitt 1.1). Zu Beginn der Probenahme werden die Verschlusskappen entfernt und das Adsorptionsröhrchen mit der Probenahmepumpe verbunden. Bei einem Volumenstrom von 20 ml/min beträgt die empfohlene Probenahmedauer 60 Minuten, was einem Probeluftvolumen von 1,2 l entspricht.

Die für die Bestimmung der Konzentration wichtigen Parameter (Probeluftvolumen, Temperatur, Luftdruck und relative Luftfeuchte) werden in einem Probenahmeprotokoll vermerkt.

Zur Probenahme werden die Pumpe und das Adsorptionsröhrchen von der Person während der Tätigkeit getragen oder ortsfest verwendet. Nach Beendigung der Probenahme wird das beladene Adsorptionsröhrchen an beiden Enden mit Swagelok-Verschraubungen verschlossen.

Nach der Probenahme ist der Volumenstrom auf Konstanz zu überprüfen. Ist die Abweichung vom eingestellten Volumenstrom größer als 5%, wird empfohlen, die Probenahme zu wiederholen (siehe hierzu auch DGUV Information 213-500 „Allgemeiner Teil“, Abschnitt 3 [2, 3, 4]).

3 Analytische Bestimmung

3.1 Thermodesorptionsbedingungen

Die Adsorptionsröhrchen werden mit Desorptionskappen versehen und in den Autosampler gegeben. Vor der Desorption wird der interne Standard mit Hilfe einer Gasdosierschleife auf das bereits belegte Röhrchen dosiert. Danach werden die adsorbierten Komponenten mittels Trägergas in eine mit Tenax TA gepackte Kühlfalle überführt. Nach der Desorption des Adsorptionsröhrchens wird die Kühlfalle erhitzt, sodass das 1,2-Dichlorethan und der interne Standard auf die Trennsäule gelangen.

Gerät:	Turbomatrix 650 (PerkinElmer LAS)
Desorptionstemperatur:	170 °C
Desorptionszeit:	10 min
Ventiltemperatur:	220 °C
Temperatur der Überführungsleitung:	200 °C
Überführungsleitung:	1,5 m desaktivierte unbelegte Kapillare, ID 0,32 mm
Kühlfalle (Adsorption):	-30 °C
Kühlfalle (Injektion):	280 °C
Kühlfallenfüllung:	20 mg Tenax TA
Heizrate:	40 °C/s

Trägergas:	Helium
Trägergasfluss:	1,7 ml/min
Split (vor der Kühlfalle):	0 ml/min (Input Split)
Fluss über die Kühlfalle:	30 ml/min (Desorb Flow)
Split (nach der Kühlfalle):	10 ml/min (Output Split)
Trockenspülphase:	1 min bei Raumtemperatur mit 50 ml/min

Gasdosierschleife zur Dosierung
des internen Standards
(20 ppm BFB):

Volumen:	5 ml
Fülldauer:	2 min
Equilibrierdauer:	2 min
Überspülzeit:	2 min
Spülfluss:	50 ml/min

3.2 Chromatographische Arbeitsbedingungen

GC-Bedingungen

Gerät:	Gaschromatograph Clarus 600 mit Flammenionisationsdetektor (FID) und massenselektivem Detektor (MSD) Clarus 600T, Fa. PerkinElmer LAS
Säule:	Material: Quarzkapillare stationäre Phase: DB-624 (6 % Cyanopropylphenylpolysiloxan und 94 % Dimethylpolysiloxan) Länge: 30 m Innendurchmesser: 0,25 mm
Filmdicke:	1,4 µm
Eluatstromteiler:	Graphpack-3D/2-Eluatstromteiler, Teilungsverhältnis: 1:1 (FID/MSD)
Eluatstromteiler:	Graphpack-3D/2-Eluatstromteiler, Bestell-Nr. 08194-40, Fa. Gerstel, Teilungsverhältnis: 1:1 (FID/MSD)
Temperaturprogramm:	10 min bei 35 °C, mit 10 °C/min auf 240 °C, 10 min

FID-Bedingungen

Detektortemperatur:	320 °C
Detektorgase:	Wasserstoff (45 ml/min), synthetische Luft (450 ml/min)

MS-Bedingungen

Temperaturen:	Ionenquelle: 180 °C Transferleitung: 200 °C
Art der Ionisierung:	Elektronenstoß (EI)
Ionisierungsenergie:	70 eV
Massenbereich:	
Interner Standard (BFB):	Fullscan-Messung: 35 – 520 amu (zur Auswertung wird die Summe der Massen 95, 174 und 176 herangezogen)
1,2-Dichlorethan:	SIM-Messung: m/z: 62 + 78 Dwell time (sec): 0,400 Inter-Channel Delay (sec): 0,005 Auswertemasse: 62

4 Auswertung

4.1 Kalibrierung

Die entsprechend Abschnitt 1.4 hergestellten Kalibrierstandards werden wie in Abschnitt 3 beschrieben analysiert.

Bei der Erarbeitung des Verfahrens wurden die MS-Daten bei der Auswertung verwendet.

Zur Bestimmung der Kalibrierfunktion werden die ermittelten Peakflächenverhältnisse des SIM-Signals von 1,2-Dichlorethan zu der Summe der Flächen der Massen 95, 174 und 176 des Fullscan-Signals von BFB gegen die jeweiligen Belegungsmassen aufgetragen (vergleiche Tabelle 2 bzw. 3). Die Kalibrierfunktion ist im untersuchten Konzentrationsbereich linear und sollte in der Routineanalytik regelmäßig überprüft werden. Dazu ist bei jeder Analysenreihe ein separat angesetzter Kontrollstandard mittlerer Konzentration zu analysieren.

4.2 Berechnung des Analyseergebnisses

Anhand der erhaltenen Peakflächenverhältnisse wird unter Berücksichtigung der Masse des internen Standards aus der Kalibrierkurve die zugehörige Masse m in μg je Probe ermittelt. Die zugehörige Massenkonzentration c errechnet sich nach folgender Gleichung:

$$c = \frac{m}{V \cdot \eta}$$

Es bedeuten:

c = Massenkonzentration an 1,2-Dichlorethan in der Luft in mg/m^3

m = Masse 1,2-Dichlorethan in der Analysenprobe in μg

V = Probeluftvolumen in Liter

η = Wiederfindung (siehe Abschnitt 5.1)

5 Beurteilung des Verfahrens

5.1 Präzision und Wiederfindung

Die Präzision im Mindestmessbereich nach DIN EN 482 [5] sowie die Wiederfindung wurden für 4 Konzentrationen (siehe Tabelle 5) bestimmt. Dazu wurden die unter Abschnitt 1.3.2 hergestellten Lösungen verwendet.

Von diesen Lösungen wurden jeweils 6 Proben flüssig dotiert und anschließend 1,2 l saubere Luft mit einer relativen Luftfeuchte von 50 – 60 % durch die Röhrchen gesaugt. Die Aufarbeitung und analytische Bestimmung erfolgte wie in Abschnitt 3 beschrieben.

Tabelle 5 Präzision und Wiederfindung

1,2-Dichlorethan-Masse [µg]	1,2-Dichlorethan-Konzentration* [mg/m ³]	relative Standard-abweichung [%]	Wiederfindung [%]
0,050	0,0417	8,3	99
0,25	0,208	2,6	115
1,25	1,04	3,1	97
9,99	8,33	0,73	106

* bezogen auf ein Probeluftvolumen von 1,2 l

Die mittlere Wiederfindung beträgt 104 %.

5.2 Durchbruchsvolumen

Es wurden zwei Adsorptionsröhrchen mit Hilfe einer ¼-Zoll-Swagelok-Verschraubung verbunden, das zweite Röhrchen diente als Kontrollschicht. Nach Dotierung mit 5 µl der Kalibrierlösung I (entsprechend 12,5 µg 1,2-Dichlorethan) wurden 4 l Raumluft über die Röhrchenkombination gesaugt. Bei der anschließenden analytischen Auswertung konnte auf dem Kontrollröhrchen weniger als 1 % der dotierten Masse an 1,2-Dichlorethan nachgewiesen werden.

5.3 Bestimmungsgrenze

Die Bestimmungsgrenze wurde nach DIN 32645 [6] nach der Kalibriergeradenmethode mit 10 Kalibrierstandards im unteren Konzentrationsbereich ermittelt.

Tabelle 6 Bestimmungsgrenze nach der Kalibriergeradenmethode (P=95 % und k=3)

Massenbereich [µg] von – bis	Bestimmungsgrenzen	
	absolut [µg]	relativ* [mg/m³]
0,005 – 0,046	0,011	0,009

* bezogen auf ein Probeluftvolumen von 1,2 l

5.4 Lagerfähigkeit

Die Ermittlung der Lagerfähigkeit erfolgte mit jeweils sechs beaufschlagten Probenträgern. Dazu wurden 3,5 µl der Lösung II (0,875 µg 1,2-Dichlorethan) entsprechend 0,729 mg/m³ und 3 µl der Lösung I (7,5 µg 1,2-Dichlorethan) entsprechend 6,25 mg/m³ verwendet. Nach Dotierung der Lösungen wurden jeweils 1,2 l Laborluft (22 °C, 30 – 55 % relative Feuchte) darüber gesaugt. Die Röhrchen wurden bei Raumtemperatur gelagert und waren mit Swagelok-Kappen verschlossen. Die Untersuchungen wurden über Zeiträume von 1, 2 und 4 Wochen mit jeweils 6 Proben je Versuchsreihe durchgeführt. Die Ergebnisse dazu sind in Tabelle 7 aufgeführt.

Tabelle 7 Lagerfähigkeit

Lagerdauer [Wochen]	Masse [µg]	Konzentration* [mg/m ³]	Wiederfindung (n = 6)	mittlere Wiederfindung
1	0,924	0,77	1,06	1,01
1	7,52	6,04	0,97	
2	0,906	0,755	1,04	
2	7,35	6,13	0,98	
4	0,91	0,758	1,04	
4	7,24	6,03	0,97	

* bezogen auf ein Probeluftvolumen von 1,2 l

Eine Lagerstabilität von 4 Wochen ist gewährleistet.

5.5 Selektivität

Die Selektivität hängt vor allem von der verwendeten Trennsäule ab. Bei der hier verwendeten Trennsäule kommt es zu einer Koelution von Benzol und 1,2-Dichlorethan. Durch Verwendung eines Massenspektrometers werden diese Störungen eliminiert.

5.6 Messunsicherheit

Die erweiterte Messunsicherheit wurde unter Berücksichtigung aller relevanten Einflussgrößen ermittelt [7]. Die Ergebnisunsicherheit des Gesamtverfahrens und damit auch des Analyseergebnisses setzt sich im Wesentlichen zusammen aus den Unsicherheitsbeträgen bei der Probenahme (z. B. Probeluftvolumen) und der analytischen Bearbeitung (vollständige Desorption, Streuung der Kalibrierfunktion, Schwankung der Wiederfindungen und der Reproduzierbarkeiten). Die erweiterten Messunsicherheiten betragen über den gesamten Messbereich 20 bis 21% (siehe Tabelle 8).

Tabelle 8 Erweiterte Messunsicherheiten

1,2-Dichlorethan-Konzentration [mg/m ³]	0,042	1,04	8,33
Erweiterte Messunsicherheit [%]	20,9	20,2	20,7

5.7 Bemerkungen

Bei der Analyse und Auswertung der Proben kann sowohl der massenselektive Detektor (MSD) als auch der Flammenionisationsdetektor (FID) verwendet werden. Die in dieser Methodenbeschreibung erarbeiteten Kenndaten wurden durch Auswertung des MSD-Signales ($m/z=62$) erhalten.

Bei Verwendung eines Flammenionisationsdetektors ist mit Störungen durch koeluiierendes Benzol zu rechnen.

Der Messbereich am Flammenionisationsdetektor ist unter den gewählten Bedingungen bezogen auf ein Probeluftvolumen von 1,2 l auf 4 mg 1,2-Dichlorethan/ m^3 begrenzt.

6 Literatur

- [1] DIN EN ISO 6145-4:2008-11
Gasanalyse – Herstellung von Kalibrier gasgemischen mit Hilfe von dynamisch-volumetrischen Verfahren – Teil 4: Kontinuierliches Spritzen-Injektionsverfahren (ISO 6145-4:2004); Deutsche Fassung EN ISO 6145-4:2008
Beuth Verlag, Berlin 2008

- [2] DGUV Information 213-500
Allgemeiner Teil
DGUV, Berlin 2015

- [3] 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
Beuth Verlag, Berlin 2013

- [4] DIN EN ISO 16017-1:2001-10
Innenraumluf t, Außenluft und Luft am Arbeitsplatz – Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsröhrchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie – Teil 1: Probenahme mit einer Pumpe (ISO 16017-1:2000); Deutsche Fassung EN ISO 16017-1:2000
Beuth Verlag, Berlin 2001

- [5] DIN EN 482:2015-12
Exposition am Arbeitsplatz – Allgemeine Anforderungen an die Leistungsfähigkeit von Verfahren zur Messung chemischer Arbeitsstoffe; Deutsche Fassung EN 482:2012+A1:2015
Beuth Verlag, Berlin 2015

- [6] DIN 32645:2008-11
Chemische Analytik – Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen – Begriffe, Verfahren, Auswertung
Beuth Verlag, Berlin 2008
- [7] Institut für Arbeitsschutz (IFA) der DGUV
Berechnung der erweiterten Messunsicherheit nach IFA
unter: <https://dguv.de/ifa/praxishilfen/praxishilfen-gefahrstoffe/software-berechnung-der-erweiterten-messunsicherheit-nach-ifa/index.jsp>
(Link vom 26.11.2019, https://dguv.de/medien/ifa/de/pra/gefahrstoffe/gase-und-daempfe_-6.xlsm)

Eingereicht durch Michael Tschickardt, Landesamt für Umwelt Rheinland-Pfalz, Mainz.

Erarbeitet und verabschiedet durch die AG Analytik im Sachgebiet „Gefahrstoffe“ des Fachbereichs „Rohstoffe und chemische Industrie“ der DGUV.

Verfahren 01

Probenahme mit Pumpe und Adsorption an Aktivkohle,
Dampfraumgaschromatographie nach Desorption

Erprobtes und von den Unfallversicherungsträgern anerkanntes Messverfahren zur Bestimmung von 1,2-Dichlorethan in Arbeitsbereichen.

Für folgenden Stoff ist das Verfahren validiert:

Name	CAS-Nr.	Molmasse
1,2-Dichlorethan	107-06-2	98,96

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

Unveränderter Nachdruck
Messverfahren eingeschränkt geeignet

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	32
1 Geräte, Chemikalien und Lösungen	33
1.1 Geräte	33
1.2 Chemikalien und Lösungen	34
2 Probenahme und Probenaufbereitung	36
3 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen	37
4 Analytische Bestimmung	39
5 Auswertung	40
5.1 Kalibrierung	40
5.1.1 Durchführung	41
5.1.2 1,2-Dichlorethan-Gehaltsbestimmung im Kalibriergas	42
5.2 Berechnung des Analysenergebnisses	43
6 Beurteilung des Verfahrens	44
6.1 Präzision	44
6.2 Bestimmungsgrenze	44
6.3 Selektivität	44
6.4 Wiederfindungsrate	45
7 Bemerkungen	46
7.1 Allgemeines	46
7.2 Bestimmung von Vinylchlorid	46

Kurzfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von 1,2-Dichlorethan im Arbeitsbereich personengetragen oder ortsfest bestimmt.

Messprinzip: Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch Aktivkohle gesaugt.

Das adsorbierte 1,2-Dichlorethan wird mit Dimethylacetamid-Wasser (3:1) desorbiert und mittels Dampfraumgaschromatographie (DRGC) analysiert. Die Auswertung wird nach der Methode des internen Standards (1,4-Dioxan) unter Verwendung eines Flammenionisationsdetektors (FID) durchgeführt.

Technische Daten

Bestimmungsgrenze: relativ: 0,08 mg/m³ an 1,2-Dichlorethan für 10 l Probeluft, das entspricht 0,8 µg 1,2-Dichlorethan je Aktivkohleröhrchen.

Selektivität: Infolge Störkomponenten zu hohe Werte möglich. Störeinflüsse sind im Allgemeinen durch Wahl einer anderen Säule eliminierbar.

Vorteile: Personengetragene und selektive Messungen möglich.

Nachteile: Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen, hoher Zeitaufwand, nur eine Messung möglich.

Apparativer Aufwand: Pumpe mit Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger, Aktivkohleröhrchen, Dampfraumgaschromatograph mit FID.

1 Geräte, Chemikalien und Lösungen

1.1 Geräte

Für die Probenahme und Probenaufbereitung:

- Pumpe mit Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger (z. B. Compur 4903 oder Du Pont Modell S 30)
- Gassammelgefäß (Gasmaus, die einige PTFE¹-Schlauchstückchen enthält) ca. 300 ml mit PTFE-Spindelhähnen und seitlichem Stutzen
- 20-ml-Injektionsflaschen mit PTFE-kaschiertem Septum und Aluminium-Verschlusskappe
- Vorrichtung zum Verschließen der Injektionsflaschen
- Adsorptionsröhrchen mit Aktivkohle (standardisiert, bestehend aus zwei durch poröses Polymermaterial getrennten Aktivkohlezonen von ca. 100 mg und 50 mg)
- Verschlusskappen für die geöffneten Aktivkohleröhrchen

Für die analytische Bestimmung:

- Dampfraumgaschromatograph mit FID und Probenthermostat mit „constant mode“-Thermostatisierung, automatischer Dosierung aus dem Dampfraum und Rückspüleinrichtung (back flush), z. B. Sigma 2000 mit HS 100 von PerkinElmer LAS
- Linienschreiber und/oder Labordatensystem, z. B. Labordatensystem 3350 A von Hewlett-Packard
- Mikroliterspritzen, gasdicht, z. B. Hamilton 1001 LTN, 1750 N und 1725 N

¹ Polytetrafluorethylen

1.2 Chemikalien und Lösungen

- 1,2-Dichlorethan, p.a.
- N,N-Dimethylacetamid, p.a.
- 1,4-Dioxan, p.a. (interner Standard)
- vollentsalztes Wasser

Desorptionslösung:

Gemisch Dimethylacetamid-Wasser 3:1

250 ml Wasser werden in einem 1-l-Messkolben vorgelegt, mit Dimethylacetamid bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

1,4-Dioxan-Stammlösung:

Lösung von 1000 mg 1,4-Dioxan in 100 ml Desorptionslösung

In einem 25-ml-Messkolben werden 5 ml Desorptionslösung vorgelegt und etwa 250 mg 1,4-Dioxan, auf 0,1 mg genau gewogen, dazugegeben. Anschließend wird der Messkolben mit Desorptionslösung bis zur Marke aufgefüllt.

1,4-Dioxan-Standardlösung:

Lösung von 5 mg 1,4-Dioxan in 100 ml Desorptionslösung

500 µl der Stammlösung werden in einem 100-ml-Messkolben mit Desorptionslösung bis zur Marke aufgefüllt.

1,2-Dichlorethan-1,4-Dioxan-Stammlösung:

Lösung von 100 mg 1,2-Dichlorethan und 200 mg 1,4-Dioxan
in 100 ml Desorptionslösung

In einem 25-ml-Messkolben werden 5 ml Desorptionslösung vorgelegt und etwa 25 mg 1,2-Dichlorethan und etwa 50 mg 1,4-Dioxan auf 0,1mg genau eingewogen. Anschließend wird der Messkolben mit Desorptionslösung zur Marke aufgefüllt.

1,2-Dichlorethan-1,4-Dioxan-Kalibrierlösung:

Lösung von 2 mg 1,2-Dichlorethan und 4 mg 1,4-Dioxan in 100 ml
Desorptionslösung

1 ml der Stammlösung wird in einem 50-ml-Messkolben mit
Desorptionslösung bis zur Marke aufgefüllt.

1,2-Dichlorethan-Kalibriergas:

Gasmischung mit 40 bis 45 μg 1,2-Dichlorethan in 1 ml Gas (bei 100 kPa)

In eine evakuierte 300-ml-Gasmaus werden mit einer Mikroliterspritze 20 μl
1,2-Dichlorethan flüssig über den seitlichen Stutzen eindosiert.

Anschließend erfolgt ein Druckausgleich mit Stickstoff bis zu einem
Gesamtdruck von etwa 200 kPa (Überdruck ca. 100 kPa).

Die Gasphase wird mit den in der Gasmaus befindlichen PTFE-Schlauch-
stückchen durchgemischt.

Gase zum Betrieb des Gaschromatographen:

- Stickstoff
- Wasserstoff
- synthetische Luft

2 Probenahme und Probenaufbereitung

Ein Aktivkohleröhrchen wird geöffnet und mit einer Pumpe verbunden. Pumpe und Röhrchen werden von einer Person während der Arbeitszeit getragen oder ortsfest verwendet.

Der Volumenstrom kann zwischen 1,2 l/h und 4 l/h variiert werden. Das Probeluftvolumen soll 10 l nicht übersteigen.

Der Inhalt des beladenen Aktivkohleröhrchens wird (getrennt in Sammel- und Kontrollphase) in je eine 20-ml-Injektionsflasche gegeben und 1 ml 1,4-Dioxan-Standardlösung zugesetzt. Danach wird die Injektionsflasche mit Septum und Aluminiumkappe dicht verschlossen.

Unveränderter Nachdruck
Messverfahren eingeschränkt geschützt

3 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

Die in Abschnitt 6 angegebenen Verfahrenskenngrößen wurden unter folgenden Gerätebedingungen erarbeitet:

Gerät:	Temperaturprogrammierbarer Gaschromatograph PerkinElmer LAS, Modell Sigma 2000 mit FID, automatische Dosiervorrichtung aus dem Dampfraum, Modell HS 100, Rückspüleinrichtung.
Trennsäule:	Edelstahlrohr, gefüllt mit Carbopack B (60 – 80 mesh), das mit 1% SP 1000 belegt ist. Länge 3 m; Innendurchmesser 2,4 mm. Zur Anwendung der Rückspülung ist die Säule in 1,0 m und 2,0 m unterteilt, wobei der kürzere Teil auf der Injektionsseite angeordnet ist.
Trägergas:	Stickstoff 40 ml/min 380 kPa abs., Rückspülung (back flush) 270 kPa abs.
Detektorgase:	Wasserstoff 42 ml/min 250 kPa abs. , synthetische Luft 250 ml/min 240 kPa abs.
Temperaturen:	
Säule:	mit Temperaturprogramm von 80 °C bis 90 °C mit 3 °C/min, dann von 90 °C bis 170 °C mit 5 °C/min
Detektor:	220 °C
Probenthermostat:	70 °C
Transferleitung:	100 °C

Zeiten: Probenthermostatisierung 30 min
 Injektion 0,15 min
 Druckaufbau 0,5 min
 Rückspülung nach 10,0 min
 Analysenzyklus 21,0 min

Unveränderter Nachdruck
Messverfahren eingeschränkt geeignet

4 Analytische Bestimmung

Um sicherzustellen, dass die verwendete Desorptionslösung, das 1,4-Dioxan und die Aktivkohle keine störenden Verunreinigungen enthalten, wird ein Gaschromatogramm mit der Füllung eines unbeladenen Aktivkohleröhrchens mit 1 ml 1,4-Dioxan-Standardlösung, wie nachfolgend für die analytische Bestimmung beschrieben, erstellt.

Die mit der beaufschlagten Aktivkohle und 1 ml 1,4-Dioxan-Standardlösung beschickte und dicht verschlossene Injektionsflasche wird im Proben-thermostat 30 Minuten bei 70 °C thermostatisiert. Anschließend wird automatisch aus dem Dampfraum dosiert und ein Gaschromatogramm angefertigt (Arbeitsbedingungen siehe Abschnitt 3).

Die quantitative Auswertung erfolgt nach der Methode des internen Standards über die Peakflächen.

5 Auswertung

5.1 Kalibrierung

Für die Quantifizierung und Verfahrensbeurteilung werden zwei Kalibrierfaktoren bestimmt.

Kalibrierfaktor f_k : 1,2-Dichlorethan-1,4-Dioxan und Desorptionslösung ohne Aktivkohle (2-Phasen-Gleichgewicht)

Der Kalibrierfaktor f_k dient in erster Linie zur exakten 1,2-Dichlorethan-Gehaltsbestimmung in dem Kalibriergas; f_k wird unter Verwendung der 1,2-Dichlorethan-1,4-Dioxan-Kalibrierlösung bestimmt.

Kalibrierfaktor f_a : 1,2-Dichlorethan-1,4-Dioxan in Gegenwart von 100 mg Aktivkohle und Desorptionslösung (3-Phasen-Gleichgewicht)

Kalibrierfaktor f_a wird zur Bestimmung der Masse 1,2-Dichlorethan an der Aktivkohle benötigt. Eine bekannte Masse 1,2-Dichlorethan aus dem Kalibriergas wird an der Aktivkohle adsorbiert und anschließend mit der 1,4-Dioxan-Standardlösung desorbiert.

5.1.1 Durchführung

Kalibrierfaktor f_k : 2-Phasen-Gleichgewicht

Eine Injektionsflasche wird mit Septum und Aluminiumkappe dicht verschlossen, anschließend 1 ml 1,2-Dichlorethan-1,4-Dioxan Kalibrierlösung eindosiert und die Lösung nach Abschnitt 3 analysiert.

Mit Hilfe der 1,2-Dichlorethan- und 1,4-Dioxan-Peakflächen wird der Kalibrierfaktor f_k nach der Formel (1) berechnet:

$$f_k = \frac{A_{st} \cdot m_1}{A_1 \cdot m_{st}} \quad (1)$$

Es bedeuten:

f_k = Kalibrierfaktor für 1,2-Dichlorethan

A_1 = Peakfläche für 1,2-Dichlorethan aus der Kalibrierlösung

A_{st} = Peakfläche für 1,4-Dioxan aus der Kalibrierlösung

m_1 = 1,2-Dichlorethan-Masse in mg in 1 ml Kalibrierlösung

m_{st} = 1,4-Dioxan-Masse in mg in 1 ml Kalibrierlösung

Kalibrierfaktor f_a : 3-Phasen-Gleichgewicht

Die 100-mg-Zone eines Aktivkohleröhrchens wird in eine Injektionsflasche gefüllt. Diese wird mit Septum und Aluminiumkappe verschlossen und 1 ml 1,2-Dichlorethan-Kalibriergas sowie 1 ml 1,4-Dioxan-Standardlösung zuge-setzt. Anschließend wird nach Abschnitt 4 analysiert.

Mit Hilfe der 1,2-Dichlorethan- und 1,4-Dioxan-Peakflächen wird der Kalibrierfaktor f_a nach der Formel (2) berechnet:

$$f_a = \frac{A_{st} \cdot m_2}{A_2 \cdot m_{st}} \quad (2)$$

Es bedeuten:

f_a = Kalibrierfaktor für 1,2-Dichlorethan im 3-Phasen-Gleichgewicht

A_2 = Peakfläche für 1,2-Dichlorethan aus dem Kalibriergas

A_{st} = Peakfläche für 1,4-Dioxan aus der 1,4-Dioxan-Standardlösung

m_2 = 1,2-Dichlorethan-Masse in mg in 1 ml Kalibriergas

m_{st} = 1,4-Dioxan-Masse in mg in 1 ml 1,4-Dioxan-Standardlösung

5.1.2 1,2-Dichlorethan-Gehaltsbestimmung im Kalibriergas

Eine Injektionsflasche wird mit Septum und Aluminiumkappe dicht verschlossen. In diese werden 1 ml 1,2-Dichlorethan-Kalibriergas und 1 ml 1,4-Dioxan-Standardlösung eindosiert. Anschließend analysiert man nach Abschnitt 4.

Die Masse 1,2-Dichlorethan in mg in 1 ml Kalibriergas wird über 1,4-Dioxan als interner Standard unter Berücksichtigung des Kalibrierfaktors f_k nach Formel (3) berechnet:

$$m_3 = \frac{f_k \cdot A_3 \cdot m_{st}}{A_{st}} \quad (3)$$

Es bedeuten:

f_k = Kalibrierfaktor für 1,2-Dichlorethan

m_3 = 1,2-Dichlorethan-Masse in mg in 1 ml Kalibriergas

m_{st} = 1,4-Dioxan-Masse in mg in 1 ml Standardlösung

A_3 = Peakfläche für 1,2-Dichlorethan

A_{st} = Peakfläche für 1,4-Dioxan

5.2 Berechnung des Analyseergebnisses

Die Berechnung der Massenkonzentration an 1,2-Dichlorethan in der Probeluft in mg/m^3 erfolgt nach der Formel (4):

$$c_a = \frac{f_a \cdot A_i \cdot m_{\text{St}}}{A_{\text{St}} \cdot V} \quad (4)$$

Für die Errechnung der Volumenkonzentration c_v in ml/m^3 aus c_a gilt, wenn c_v auf 20°C und 1013 hPa bezogen ist:

$$c_v = 0,24 \cdot c_a \quad (5)$$

Es bedeuten:

c_a = Massenkonzentration an 1,2-Dichlorethan in der Probeluft in mg/m^3

c_v = Volumenkonzentration an 1,2-Dichlorethan in der Probeluft in ml/m^3 (ppm)

f_a = Kalibrierfaktor für 1,2-Dichlorethan im 3-Phasen-Gleichgewicht

A_i = Peakfläche für 1,2-Dichlorethan

A_{St} = Peakfläche für 1,4-Dioxan

m_{St} = 1,4-Dioxan-Masse in mg in 1 ml Standardlösung

V = Probeluftvolumen in m^3

6 Beurteilung des Verfahrens

6.1 Präzision

Die relativen Standardabweichungen wurden unter Verwendung von Kalibriergas für die Massen 7,5 µg, 50 µg und 450 µg 1,2-Dichlorethan pro Aktivkohleröhrchen (100 mg) aus jeweils 10 Einzelmessungen zu 3,2%, 2,3% und 1,5% bestimmt.

6.2 Bestimmungsgrenze

Die relative Bestimmungsgrenze beträgt $0,08 \text{ mg/m}^3 \triangleq 0,02 \text{ ml/m}^3$ (ppm) an 1,2-Dichlorethan für 10 l Probeluft; das entspricht 0,8 µg 1,2-Dichlorethan je Aktivkohleröhrchen unter Verwendung von 100 mg Aktivkohle und 1 ml 1,4-Dioxan-Standardlösung.

6.3 Selektivität

Die Selektivität des Verfahrens hängt vor allem von der Art der verwendeten Trennsäule ab. In der Praxis hat sich die angegebene Säule bewährt.

Beim Vorliegen von Störkomponenten muss eine Säule mit anderer Trenncharakteristik verwendet werden.

6.4 Wiederfindungsrate

Die Bestimmung der Wiederfindungsrate wurde unter den in Abschnitt 3 genannten Arbeitsbedingungen durchgeführt. Hierzu wurden Kalibrier-gasgemische entsprechend Abschnitt 1.2 erstellt und mit einer gasdichten Spritze bekannte Volumina direkt in die Aktivkohleröhrchen dosiert.

Anschließend wurden 3 bis 4 l synthetische Luft mit einer Pumpe durch die Aktivkohleröhrchen gesaugt. Im Bereich von 7,5 µg bis 450 µg 1,2-Dichlorethan pro Probenträger lag die Wiederfindungsrate in allen Fällen > 95 %.

Unveränderter Nachdruck
Messverfahren eingeschränkt gelehrt

7 Bemerkungen

7.1 Allgemeines

Für eine eventuelle quantitative Auswertung der Kontrollphase des Aktivkohleröhrchens ist zu berücksichtigen, dass diese nur 50 mg Aktivkohle enthält und der Kalibrierfaktor f_a , nicht verwendet werden kann. Bei Bedarf muss dieser Kalibrierfaktor wie in Abschnitt 5.1.1 bestimmt werden.

Das Gesamtverfahren ist unter Laborbedingungen bis zu einer 1,2-Dichlorethan-Konzentration von maximal 40 mg/m^3 erprobt.

Die Lagerfähigkeit von 1,2-Dichlorethan in adsorbiertem Zustand beträgt bei Raumtemperatur eine Woche.

7.2 Bestimmung von Vinylchlorid

Unter den beschriebenen Verfahrensbedingungen ist es möglich, gleichzeitig Vinylchlorid zu bestimmen. Für die praktische Durchführung ist folgendes zu berücksichtigen:

- a) 1,4-Dioxan-Stammlösung (Abschnitt 1.2):
Dieser Lösung muss zusätzlich etwa 25 mg Diethylether (auf 0,1 mg genau gewogen) zugegeben werden. Die 1,4-Dioxan-Stammlösung enthält dann 1000 mg 1,4-Dioxan (interner Standard zur 1,2-Dichlorethan-Bestimmung) und 100 mg Diethylether (interner Standard zur Vinylchlorid-Bestimmung) in 100 ml Desorptionslösung.
- b) 1,2-Dichlorethan-1,4-Dioxan-Kalibrierlösung (Abschnitt 1.2):
Zu dieser Lösung werden 100 μl der nachfolgend beschriebenen Vinylchlorid-Diethylether-Stammlösung gegeben. Es wird eine Lösung erhalten mit 2 mg 1,2-Dichlorethan, 4 mg 1,4-Dioxan, 250 μg Vinylchlorid und 250 μg Diethylether in 100 ml Desorptionslösung.

Vinylchlorid-Diethylether-Stammlösung:

Lösung von 250 mg Vinylchlorid und 250 mg Diethylether in 100 ml Desorptionslösung

In eine 20-ml-Injektionsflasche werden 20 ml Desorptionslösung (Abschnitt 1.2) einpipettiert. Dazu werden 50 mg Diethylether auf 0,1 mg genau zugewogen und die Injektionsflasche mit Septum und Bördelkappe verschlossen. Durch das Septum werden mit einer gasdichten Spritze 20 ml Vinylchlorid (ca. 50 mg) eindosiert und auf 0,1 mg genau gewogen.

c) 1,2-Dichlorethan-Kalibriergas (Abschnitt 1.2):

In die noch evakuierte 300-ml-Gasmaus wird mit einer gasdichten Spritze zusätzlich 1 ml Vinylchlorid eindosiert. Es wird dadurch ein Gasgemisch mit 40 – 45 µg 1,2-Dichlorethan und 4 – 5 µg Vinylchlorid in 1 ml Gas (bei 100 kPa abs.) erhalten.

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

Glinkastraße 40

10117 Berlin

Telefon: 030 13001-0 (Zentrale)

Fax: 030 13001-9876

E-Mail: info@dguv.de

Internet: www.dguv.de