

---

## **BGI 505.36 (bisher ZH 1/120.36)**

# **Verfahren zur Bestimmung von N-Nitrosodiethanolamin**

**Hauptverband der gewerblichen Berufsgenossenschaften**

Fachausschuß "Chemie"

September 1992

---

Erprobte und von den Berufsgenossenschaften anerkannte, diskontinuierliche Verfahren zur Bestimmung von N-Nitrosodiethanolamin in Arbeitsbereichen.

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

1. Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem Glasfaserfilter, Gaschromatographie nach Extraktion,

(Ausgabe: Januar 1987, zurückgezogen September 1992).

2. Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem imprägnierten Glasfaserfilter, Kapillar-Gaschromatographie nach Extraktion und Silylierung

"N-NITROSODIETHANOLAMIN – 2 – GC“.

(Ausgabe: September 1992).

Dieses Verfahren ersetzt das Verfahren Nr. 1.

Anhang:

Bestimmung von N-Nitrosodiethanolamin in Kühlschmierstoffemulsionen

**IUPAC-Name:** N-Nitrosodiethanolamin

**CAS-Nr.:** 1116-54-7

## 2. Probenahme mit Pumpe und Abscheidung auf einem imprägnierten Glasfaserfilter, Kapillar-Gaschromatographie nach Extraktion und Silylierung

### Kurzfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von N-Nitrosodiethanolamin im Arbeitsbereich personenbezogen oder ortsfest bestimmt. Zur Einschränkung der Anwendbarkeit siehe Abschnitt 6 "Bemerkungen".

**Meßprinzip:** Mit Hilfe einer Pumpe wird ein definiertes Luftvolumen durch ein imprägniertes Glasfaserfilter gesaugt. Das auf dem Filter abgeschiedene N-Nitrosodiethanolamin wird mit Ethylformiat extrahiert. Der Extrakt wird zur Trockne eingeeengt, silyliert und gaschromatographisch mit Hilfe eines TEA<sup>1</sup>-Detektors bestimmt.

### Technische Daten:

**Bestimmungsgrenzen:** absolut: 0,14 ng,  
relativ: 0,035 µg/m<sup>3</sup> an N-Nitrosodiethanolamin bei 2 m<sup>3</sup> Probeluft, 0,5 ml Probelösung (Aliquotierung siehe Abschnitt 3.1) und 2 µl Injektionsvolumen.

**Selektivität:** In Kombination mit der gaschromatographischen Trennung ist das TEA-Detektorsystem sehr selektiv. Störungen ergeben sich ggf. bei organischen Stickstoffverbindungen, die ebenfalls ein TEA-Signal bei der Retentionszeit des N-Nitroso diethanolaminderivats liefern.

**Vorteile:** Personenbezogene und selektive Messungen möglich.

**Nachteile:** Erheblicher apparativer Aufwand.

**Apparativer Aufwand:** Pumpe, ggf. mit Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger; Gesamtstaubsammelkopf mit Glasfaserfilter; Gaschromatograph mit TEA-Detektor.

## Ausführliche Verfahrensbeschreibung

### 1 Geräte, Chemikalien und Lösungen

#### 1.1 Geräte

Für die Probenahme und Probenaufbereitung:

Probenahmegerät/Pumpen:

Geeignet sind Probenahmegeräte, die Probeluft mit einer Ansauggeschwindigkeit von 1,25 m/s ±10 % erfassen (Gesamtstaub) und die hinsichtlich ihrer Erfassungscharakteristik vorgegebenen Empfehlungen entsprechen [1].

Es sind Pumpen einzusetzen, deren Förderleistung hinreichend unabhängig vom Druckabfall am Filter ist.

ortsfest z.B. Gravikon VC 25 G  
(Firma Ströhlein GmbH, Kaarst),

personenbezogen z.B. Probenahmesystem GSP

---

<sup>1</sup> Thermal Energy Analyzer.

(Firma Ströhlein GmbH, Kaarst).

Glasfaserfilter: Filter dürfen gegenüber dem Testaerosol Paraffinölnebel einen Durchlaßgrad von höchstens 0,5 % haben. Sie dürfen kein Bindemittel enthalten (zu beziehen z.B. bei der Firma Macherey-Nagel GmbH & Co, Düren).

Filterimprägnierung  
siehe Abschnitt 1.3.

Gerät zum Ausstanzen des Filters:

Locheisen, Ø 30 mm,

Rollrandgläschen: 10 ml Inhalt mit Polyethylen-Verschlußkappe.

Probengefäß: 2 ml Inhalt mit Schraubkappen und eingelegtem PTFE<sup>2</sup>-kaschiertem Septum.

Molekularsiebfilter:

CTR<sup>TM</sup>-Gas-Stream-Filter  
(zu beziehen bei der Firma Isconlab GmbH, Heidelberg).

Injektionsspritzen,  
1-ml-Pipette,  
2-ml-Pipette.

Für die analytische Bestimmung:

Kapillar-Gaschromatograph:

z.B. Bodenseewerk Perkin Elmer & Co  
GmbH, Überlingen,  
Hewlett Packard, Böblingen,  
Siemens AG, Karlsruhe,  
Varian GmbH, Darmstadt.

TEA-Detektor: z.B. Isconlab GmbH, Heidelberg.

Apparatur zum Einengen von Lösungen unter einem Stickstoffstrom, 10-ml-Eindampfgefäße mit Schliffstopfen (NS 14,5).

## 1.2 Chemikalien und Lösungen:

Ethylformiat, p.a.: Auf Abwesenheit störender Amine und Nitrosaminverbindungen ist zu prüfen.

N-Nitrosamin-Stammlösungen:

Handelsübliche N-Nitrosaminstandards.  
N-Nitrosodiethanolamin (N-DELA) oder N-Nitrosodiisopropanolamin (interner Standard) liegen gelöst (z.B. in Ethanol) in einer Konzentration von ca. 100 µg/ml vor und sind z.B. bei der Firma PROMOCHEM GmbH, Wesel, zu beziehen<sup>3</sup>.

---

<sup>2</sup> Polytetrafluorethylen.

<sup>3</sup> Im Handel sind auch Einzelstandards in reiner Form in einer speziellen Sicherheitsflasche (Isopack) der Firma SIGMA CHEMIE GmbH, München erhältlich. Durch entsprechende Verdünnung erhält man Lösungen mit einer Konzentration von 10 mg/ml bzw. 1 mg/ml.

Silylierungsmittel: N-Methyl-N-trimethylsilylheptafluorbutyramid (MSHFBA)  
(z.B. Firma Macherey-Nagel GmbH & Co, Düren).

Isooctan p.a., wasserfrei,  
Ascorbinsäure p.a.,  
Amidoschwefelsäure p.a.,  
Salzsäure p.a., c (HCl) = 0,1 mol/l,  
Stickstoff 5.0 (99,999 %),  
Helium, 5.0 (99,999 %),  
Sauerstoff, 5.0 (99,999 %).

N-Nitrosamin-Kalibrierlösungen:

5 µl, 10 µl, 15 µl, 25 µl, 50 µl und 75 µl N-Nitrosodiethanolamin-Stammlösung sowie jeweils 15 µl N-Nitrosodiisopropanolamin-Stammlösung (interner Standard, IS) werden auf je ein imprägniertes Glasfaserfilter (Durchmesser 37 mm, siehe Abschnitt 1.3) gegeben, das sich in einem 10-ml-Rollrandgläschen befindet.

Die dotierten Filter werden mit 2 ml Ethylformiat überschichtet. Die Lösungen 1 bis 6 enthalten die in der folgenden Tabelle aufgeführten Konzentrationen:

Lösung	c(IS) (µg/ml)	c(N-DELA) (µg/ml)
1	0,75	0,25
2	0,75	0,50
3	0,75	0,75
4	0,75	1,25
5	0,75	2,50
6	0,75	3,75

### 1.3 Filterimprägnierung

Die bindemittelfreien Glasfaserfilter mit einem Durchmesser von 150 mm (ortsfeste Probenahme) bzw. 37 mm (personenbezogene Probenahme) werden mit 10 ml bzw. 0,6 ml einer Lösung von 1 % Ascorbinsäure und 1 % Amidoschwefelsäure in 0,1 molarer Salzsäure getränkt und über Nacht im Exsikkator getrocknet. Die getrockneten Filter werden einzeln in die dafür vorgesehene Kassette eingelegt und bis zur Probenahme in Polyethylen-Schutzhüllen aufbewahrt.

## 2 Probenahme

Die Probenahme richtet sich nach den unter Abschnitt 1.1 genannten Bedingungen. Die Probenträger dürfen nur innerhalb von 10 Tagen nach der Imprägnierung verwendet werden. Die Probenahmedauer soll nicht mehr als zwei Stunden betragen.

Nach der Probenahme wird das beaufschlagte Filter wieder in der Polyethylen-Schutzhülle aufbewahrt (siehe Abschnitt 1.3). Die analytische Bestimmung soll innerhalb von 7 Tagen erfolgen (im Dunkeln und kühl lagern) [2].

### 3 Analytische Bestimmung

#### 3.1 Probenaufbereitung

Das beaufschlagte Glasfaserfilter bzw. ein definierter Filterausschnitt (bei Filtern mit dem Durchmesser 150 mm wird ein Filterausschnitt mit dem Durchmesser 30 mm ausgestanzt, der bei einer Probenahmedauer von 2 Stunden einem Probeluftvolumen von 2 m<sup>3</sup> entspricht, wird in ein Probengefäß überführt und mit 2 ml Ethylformiat sowie mit 15 µl internem Standard (100 µg/ml an N-Nitrosodiisopropylamin) versetzt. Das Gefäß wird verschlossen und ca. 30 Minuten stehen gelassen (mehrfach vorsichtig umschütteln). Anschließend wird 1 ml des Extraktes mittels Pipette in ein Abdampfgefäß überführt und das Lösemittel bei 40 °C unter einem Stickstoffstrom entfernt. Der Rückstand wird mit 150 µl MSHFBA versetzt und 30 Minuten bei Raumtemperatur silyliert. Danach werden 350 µl Isooctan zugesetzt und 2 µl der Lösung (Probelösung) innerhalb von 10 Minuten in den Gaschromatographen eingespritzt. Es hat sich als günstig herausgestellt, erst kurz vor der Injektion Isooctan zuzugeben.

#### 3.2 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

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

Gerät:	VARIAN, Modell 3700 mit Gerstel-PAS 1 split/splitlos-Injektor. TEA-Detektor, Modell 543.
Trennsäule:	Quarzkapillare (fused silica, wide-bore), stationäre Phase CP-WAX 52 CB, Länge 25 m, Innendurchmesser 0,53 mm, Filmdicke 1,0 µm (zu beziehen bei der Firma Chrompack, Frankfurt/M.).
Temperaturen:	Einspritzblock: 210 °C, Säule: 115 °C (isotherm), Interface: 210 °C, Pyrolyseofen: 470 °C.
Injektionsvolumen:	2 µl, splitlos (1 min).
Trägergas:	Helium: 7,5 ml/min.
Detektorbedingungen:	Betriebsparameter nach Betriebsanleitung optimiert.

Für den Betrieb des TEA-Detektors mit Kapillarsäulen ist es notwendig, die Totvolumina im TEA-Detektor erheblich zu verkleinern, insbesondere die Querschnitte der PTFE<sup>4</sup>-Leitungen [3].

Vor und nach der Trennsäule sind jeweils ca. 50 cm desaktivierte unbelegte Kapillarsäulen (Innendurchmesser 0,53 mm) anzuschließen. Die Vorsäule verhindert eine schnelle Verschmutzung der Trennsäule; die Nachsäule verhindert den Durchbruch des Vakuums auf dem Detektor bis zur Trennsäule. Das Glasverdampferrohr ist täglich zu reinigen bzw. die silanisierte Glaswatte zu wechseln.

---

<sup>4</sup> Polytetrafluorethylen.

## 4 Auswertung

### 4.1 Kalibrierung

Die Kalibrierlösungen (siehe Abschnitt 1.2) werden, wie in Abschnitt 3.1 beschrieben, weiterbehandelt und jeweils 2 µl in den Gaschromatographen injiziert. In dem Bereich von 0,14 ng (Bestimmungsgrenze bis 40 ng N-DELA ist die Kalibrierfunktion linear.

### 4.2 Berechnen des Analyseergebnisses

Es hat sich als günstig herausgestellt, die Berechnung des Analyseergebnisses für N-DELA parallel mit der Methode des externen Standards und der Methode des internen Standards durchzuführen. Wenn die Resultate beider Berechnungsmethoden übereinstimmen (Unterschied ≤ 10 %), werden sie gemittelt und für weitere Berechnungen verwendet. Sind die Resultate unterschiedlich, ist erneut einzuspritzen (personenbezogene Probenahme) oder ein weiterer Filterausschnitt aufzuarbeiten und zu analysieren (ortsfeste Probenahme).

#### Methode externer Standard

Nach jeder Probe (bei größeren Probenserien nach jeder fünften Probe) wird eine der nach Abschnitt 3.1 weiterbehandelten N-DELA-Kalibrierlösungen zur Kontrolle gaschromatographisch bestimmt.

Die Berechnung der N-DELA-Konzentration in der Probeluft in µg/m<sup>3</sup> erfolgt nach der Formel (1):

$$c_m = \frac{F \cdot m_k}{F_k \cdot V} \quad (1)$$

Es bedeuten:

$c_m$  = Massenkonzentration von N-DELA in der Probeluft in µg/m<sup>3</sup>,

$F$  = N-DELA-Peakfläche aus der Probelösung,

$F_k$  = N-DELA-Peakfläche aus der Kalibrierlösung,

$m_k$  = N-DELA-Masse in µg in der Kalibrierlösung,

$V$  = Probeluftvolumen in m<sup>3</sup>.

#### Methode interner Standard

Der Responsefaktor  $f_N$  wird aus den Kalibrierchromatogrammen nach Formel (2) bestimmt.

$$f_N = \frac{F_{ki} \cdot c_{kN}}{F_{kN} \cdot c_{ki}} \quad (2)$$

Es bedeuten:

$f_N$  = Responsefaktor für N-DELA,

$F_{ki}$  = Peakfläche des internen Standards aus den Kalibrierlösungen,

$F_{kN}$  = Peakfläche des N-DELA aus den Kalibrierlösungen,

$c_{ki}$  = Konzentration des internen Standards in den Kalibrierlösungen in µg/ml,

$c_{kN}$  = Konzentration des N-DELA in den Kalibrierlösungen in µg/ml.

$f_N$  ist für alle Konzentrationen ungefähr gleich. Der Mittelwert  $f_N$  ist für die Berechnung des Analysenergebnisses zu verwenden.

Die Berechnung der N-DELA-Massenkonzentration in der Luft in  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  erfolgt nach Formel (3):

$$c_m = \frac{F_N \cdot m_i \cdot \bar{f}_N}{F_i \cdot V} \quad (3)$$

Es bedeuten:

$c_m$  = Massenkonzentration des N-DELA in der Probeluft in  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ,

$F_N$  = N-DELA Peakfläche aus der Probelösung,

$F_i$  = Peakfläche des internen Standards aus der Probelösung,

$m_i$  = Masse des internen Standards in der Probelösung in  $\mu\text{g}$ ,

$\bar{f}_N$  = mittlerer Responsefaktor für N-DELA,

$V$  = Probeluftvolumen in  $\text{m}^3$ .

## 5 Beurteilung des Verfahrens

Die nachfolgenden Verfahrenskenngrößen wurden für Arbeitsbereiche, in denen wassergemischte Kühlschmierstoffe eingesetzt werden, erarbeitet. Dazu wurden imprägnierte Glasfaserfilter vorab mit 100  $\mu\text{l}$  Kühlschmierstoffemulsion versetzt.

### 5.1 Genauigkeit

Zur Bestimmung der relativen Standardabweichung wurden 100  $\mu\text{l}$  Kühlschmierstoffemulsion auf ein vorbehandeltes Glasfaserfilter ( $\varnothing$  37 mm; siehe Abschnitt 1.3) gegeben. Die Kühlschmierstoffemulsion enthielt 1,3  $\mu\text{g}$  N-DELA in 100  $\mu\text{l}$  Lösung. Anschließend wurde 2 Stunden lang Laborluft durchgesaugt und wie in Abschnitt 3.1 beschrieben aufgearbeitet. Aus 10 Einzelmessungen wurde für die Methode des internen Standards eine relative Standardabweichung von 12 % berechnet (Streubereich 26 %), für die Methode des externen Standards betrug die relative Standardabweichung 14 % (Streubereich 31 %).

### 5.2 Bestimmungsgrenze

Die absolute Bestimmungsgrenze beträgt 0,14 ng.

Die relative Bestimmungsgrenze beträgt 0,035  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  bzw. 0,17  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  N-DELA bei 2  $\text{m}^3$  bzw. 420 l Probeluft, 2 ml Extrakt (davon 1 ml für die Herstellung von 0,5 ml Probelösung), 2  $\mu\text{l}$  Injektionsvolumen

### 5.3 Selektivität

In Kombination mit der gaschromatographischen Trennung ist das TEA-Detektor-System sehr selektiv.

Störungen können Stoffklassen wie organische Nitrite und Nitrate, Nitro- und C-Nitrosoverbindungen verursachen, die bei der Retentionszeit des N-Nitrosodiethanolaminderivats ebenfalls ein TEA-Signal liefern.

#### **5.4 Wiederfindungsrate**

Auf vorbehandelte Glasfaserfilter (Durchmesser 37 mm) wurden je 100 µg dotierte Kühlschmierstoffemulsion (Siehe Abschnitt 5.1) gegeben und 420 l Laborluft in 2 Stunden durchgesaugt. Die Filter wurden wie in Abschnitt 3.1 beschrieben aufgearbeitet. Die Wiederfindungsrate lag in allen Fällen > 90 %.

#### **6 Bemerkungen**

Der Anwendungsbereich des Verfahrens ist geprüft für die Bestimmung von N-DELA in Arbeitsbereichen, in denen wassergemischte Kühlschmierstoffe zum Einsatz kommen. Bei Messungen in anderen Arbeitsbereichen ist zu prüfen, ob die Lagerzeit nach der Beaufschlagung der Probenträger ebenfalls 7 Tage betragen darf.

#### **7 Literatur**

- [1] Riediger, G., H.-U. Tobys und D. Schwaß: Arbeitshygienische Staubmeßtechnik. Staub – Reinhalt. Luft 42 (1982), S. 89,
- [2] Breuer, D., M. Böckler-Klusemann, G. Klein, P. Michels und H. Thamm: N-Nitrosodiethanolamin in wassermischbaren Kühlschmierstoffen. Staub – Reinhalt. Luft 51 (1991), Heft 4,
- [3] Borwitzky, H.: Some Improvements in the Determination of Volatile Nitrosamines by Fused Silica-Capillary GC in Combination with a Thermal-Energy-Analyzer. Chromatographia (22), Nr.1-6, 65-72 (1986).



# Anhang

## Bestimmung von N-Nitrosodiethanolamin in Kühlschmierstoffemulsionen

### Vorbemerkung

Das Verfahren zur Bestimmung von N-Nitrosodiethanolamin (N-DELA) in Kühlschmierstoff-Emulsionen entspricht in vielen Punkten der Bestimmung von N-DELA in der Luft in Arbeitsbereichen. Die Abweichungen beziehen sich auf die Aufbereitung und Auswertung. Die gaschromatographischen Arbeitsbedingungen bleiben unverändert.

### A 1 Geräte, Chemikalien, Lösungen

#### A 1.1 Geräte für die Probenaufbereitung und analytische Bestimmung

Laborzentrifuge (z.B. Firma HERAEUS, Hanau),  
Mikro-Rotationsverdampfer (z.B. Firma HEIDOLPH, Kelheim),  
Schüttelapparatur zum Schütteln von Reagenzgläsern (z.B. Firma IKA, Stauffen),  
Apparatur zum Einengen von Lösungen unter einem Stickstoffstrom (z.B. Firma BARKEY, Bielefeld),  
Kapillar-Gaschromatograph mit TEA-Detektor,  
Zentrifugengläser, 15 ml,  
Reagenzgläser mit Stopfen, ca. 10 ml,  
10-ml-Eindampfgefäße mit Schliffstopfen (NS 14,5),  
Injektionsspritzen,  
Pipetten, 2,5 ml, 5 ml, 10 ml,  
50-ml-Scheidetrichter,  
10-ml-Meßkolben,  
25-ml-Spitzkolben mit Schliffstopfen (NS 14,5),  
Probengefäß, 2 ml Inhalt, mit Schraubkappen und eingelegtem PTFE<sup>5</sup>-kaschiertem Septum.

#### A 1.2 Chemikalien und Lösungen

Butanon (Methylethylketon), p.a.,  
Dichlormethan, p.a. (wasserfrei),  
Isooctan, p.a. (wasserfrei),  
Silylierungsmittel:  
N-Methyl-N-trimethylsilylheptafluorbutyramid (MSHFBA), (z.B. Firma  
MACHEREY-NAGEL GmbH & Co, Düren),

Kieselgur-Fertigsäulen

z.B. Extrelut 3 – Firma MERCK, Darmstadt; Extube CE 1003 oder 1203 der  
Firma ANALYTICHEM, Vertrieb Firma ECT, Frankfurt,

---

<sup>5</sup> Polytetrafluorethylen.

Natriumchlorid, p.a.,  
Ascorbinsäure, p.a.,  
Natriumsulfat wasserfrei, p.a.

N-Nitrosamin-Stammlösungen:

handelsübliche N-Nitrosaminstandards.

N-Nitrosodiethanolamin und N-Nitrosodiisopropanolamin (N-DiPLA) liegen gelöst (z.B. in Ethanol) in einer Konzentration von ca. 100 µg/ml vor und sind z.B. bei der Firma PROMOCHEM GmbH, Wesel, zu beziehen<sup>6</sup>.

## A 2 Probenaufbereitung

Die Auswertung erfolgt nach dem Standardadditionsverfahren [A 1]. Aus diesem Grund werden je 2,5 g Kühlschmierstoffemulsion in vier 10-ml-Reagenzgläser eingewogen. In diese vier Reagenzgläser werden je 100 µl (ca. 10 µg) N-DiPLA-Stammlösung als Kontrollstandard zugegeben. Der Kontrollstandard dient der Überprüfung des gesamten Aufbereitungsvorgangs (Wiederfindung und Vollständigkeit der Silylierungsreaktion).

Den Reagenzgläsern 2, 3 und 4 werden anschließend unterschiedliche Mengen an N-DELA-Stammlösung zugesetzt. Folgende Massen haben sich als zweckmäßig erwiesen:

Reagenzglas	N-DELA	N-DiPLA
1	0 (Orig. Probe)	10 µg
2	2 µg	10 µg
3	10 µg	10 µg
4	50 µg	10 µg

Die vier Emulsionen werden jeweils mit 1 g Natriumchlorid, 100 mg Ascorbinsäure und 5 ml Wasser versetzt. Anschließend werden die verschlossenen Gefäße ca. 5 Minuten kräftig geschüttelt.

Der Inhalt der Reagenzgläser wird jeweils in Scheidetrichter überführt und dreimal mit 10 ml Dichlormethan ausgeschüttelt, um die Mineralölanteile abzutrennen. Die organischen Phasen können verworfen werden. Zur Abtrennung von Dichlormethanresten wird die wässrige Phase zentrifugiert (15 Minuten bei ca. 3500 U/min).

Die wässrigen Phasen werden jeweils in einen 10-ml-Meßkolben überführt und mit destilliertem Wasser bis zur Marke aufgefüllt. Je 2,5 ml dieser Lösungen werden auf vier Kieselgur-Fertigsäulen gegeben und mit Butanon extrahiert.

Die Butanonextrakte werden jeweils mit ca. 2 g Natriumsulfat getrocknet, filtriert und an einem Mikro-Rotationsverdampfer oder einer Abdampfapparatur unter Stickstoff zur Trockne eingeeengt.

Die Rückstände werden mit je 150 µl MSHFBA bei Raumtemperatur silyliert. Direkt vor der Injektion werden jeweils 350 µl Isooctan zugesetzt und dann 2 µl splitlos in den Gaschromatographen injiziert.

Die gaschromatographischen Arbeitsbedingungen sind unter Abschnitt 3.2 des Verfahrens "N-DELA – 2 – GC" beschrieben. Die Auswertung erfolgt nach der Standardaddition [A1].

<sup>6</sup> Im Handel sind auch Einzelstandards in reiner Form in einer speziellen Sicherheitsflasche (Isopack) der Firma SIGMA CHEMIE GmbH, München, erhältlich. Durch entsprechende Verdünnung erhält man Lösungen mit einer Konzentration von 10 mg/ml bzw. 1 mg/ml.

### A 3 Bemerkung zur Auswertung

Kühlschmierstoffemulsionen sind kompliziert zusammengesetzte Mehrstoffgemische, die je nach Verwendungszweck und Hersteller unterschiedliche Zusammensetzungen haben. Die Zusammensetzung der Kühlschmierstoffemulsion ändert sich außerdem durch Alterung, Fremdüleinträge und bakterielle Zersetzungsreaktionen.

Dies führt zu unterschiedlichen Wiederfindungsraten für N-DELA. Sie liegen in der Regel zwischen 40 und 70 %. Daher ist das Standardadditionsverfahren anzuwenden [A1].

Bei einer Wiederfindungsrate von ca. 70 % beträgt die Bestimmungsgrenze 30 µg/l.

### Literatur

- [A1] Statistische Methoden in der Wasseranalytik.  
Hrsg.: W. Funk et al. in Zusammenarbeit mit der GDCh-Fachgruppe Wasserchemie.  
VCH Verlagsgesellschaft, D-69451 Weinheim (1985), S. 83-98.