

213-526

DGUV Information 213-526



Verfahren zur Bestimmung von 1,3-Butadien

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

komm**mit****mensch** ist die bundesweite Kampagne der gesetzlichen Unfallversicherung in Deutschland. Sie will Unternehmen und Bildungseinrichtungen dabei unterstützen, eine Präventionskultur zu entwickeln, in der Sicherheit und Gesundheit Grundlage allen Handelns sind. Weitere Informationen unter www.kommmitmensch.de

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 September 2018

DGUV Information 213-526 zu beziehen bei Ihrem zuständigen
Unfallversicherungsträger oder unter www.dguv.de/publikationen

Verfahren zur Bestimmung von 1,3-Butadien

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

Verfahren 02

Probenahme mit Pumpe und Adsorption an Aktivkohle,
Dampfraumgaschromatographie

1,3-Butadien – 02 – GC

(erstellt: September 2018, ersetzt Verfahren 01)

Zurückgezogene Verfahren (Erläuterungen siehe Seite 4)

Verfahren 01

Probenahme mit Pumpe und Adsorption an Aktivkohle,
Dampfraumgaschromatographie

1,3-Butadien – 01 – DRGC

(erstellt: Mai 1985, zurückgezogen November 2018)

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 der aktuellen Anforderung

E2: Bestimmungsgrenze genügt nicht den aktuellen Anforderungen

E3: Die Probenahme entspricht nicht den aktuellen Anforderungen

Diese Verfahren sind unverändert in der Version der damals voll gültigen 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“ (DGUV Information 213-500) beschriebenen Anforderungen und Grundsätze.

Die Verfahren wurden bis 1998 unter der Nummer ZH 1/120.XX und von 1999 bis 2014 unter der Nummer BGI 505-XX bzw. BGI/GUV-I 505-XX veröffentlicht.

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

Verfahren 02

Probenahme mit Pumpe und Adsorption an Aktivkohle, Dampfraumgaschromatographie

Erprobtes und von den Unfallversicherungsträgern anerkanntes Messverfahren zur Bestimmung von 1,3-Butadien in Arbeitsbereichen.

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

Name	CAS-Nr.	Molmasse
1,3-Butadien	106-99-0	54,09

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Kurzfassung	7
1 Geräte und Chemikalien	8
1.1 Geräte.....	8
1.2 Chemikalien.....	8
2 Probenahme	11
3 Analytische Bestimmung	12
3.1 Probenaufbereitung und Analyse.....	12
3.2 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen.....	13
4 Auswertung	14
4.1 Kalibrierung.....	14
4.2 Berechnung des Analysenergebnisses.....	14
5 Beurteilung des Verfahrens	15
5.1 Präzision und Wiederfindung.....	15
5.2 Bestimmungsgrenze.....	16
5.3 Lagerfähigkeit.....	17
5.4 Selektivität.....	17
5.5 Messunsicherheit.....	17
6 Literatur	18

Kurzfassung

Mit diesem Verfahren wird die über die Probenahmedauer gemittelte Konzentration von 1,3-Butadien im Arbeitsbereich personengetragen oder ortsfest bestimmt.

Messprinzip:	Mithilfe einer Pumpe werden definierte Luftvolumina aus dem Atembereich des Mitarbeiters durch Aktivkohleröhrchen gesaugt. Das adsorbierte 1,3-Butadien wird mit einem Benzylalkohol/Dimethylsulfoxid/Wasser-Gemisch (90+5+5 v/v) desorbiert. Die analytische Bestimmung wird mittels Dampfraumgaschromatographie (Headspace-GC) und Detektion mit einem massenselektiven Detektor (MSD) durchgeführt.
Bestimmungsgrenze:	absolut: 0,5 µg 1,3-Butadien pro Adsorptionsröhrchen relativ: 0,025 mg/m ³ an 1,3-Butadien für 20 l Probeluftvolumen
Messbereich:	Validiert im Bereich von 0,1 mg/m ³ bis 2 mg/m ³ bezogen auf ein Probeluftvolumen von 20 l.
Selektivität:	Störungen durch andere Komponenten werden durch die gaschromatographische Trennung in Kombination mit der massenselektiven Detektion eliminiert.
Vorteile:	Personengetragene und selektive Messungen möglich.
Nachteile:	Keine Anzeige von Konzentrationsspitzen.
Apparativer Aufwand:	Pumpe Volumenstrommessgerät Aktivkohleröhrchen Dampfraumgaschromatograph (Headspace-GC) mit MSD

1 Geräte und Chemikalien

1.1 Geräte

Für die Probenahme:

- Probenahmepumpe, geeignet für einen Volumenstrom von 40 ml/min, z. B. LFS 113, Fa. Sensidyne, Bezug über Fa. DEHA Haan & Wittmer, 71296 Heimsheim
- Volumenstrommesser, z. B. Gilibrator-2, Fa. Sensidyne
- Adsorptionsröhrchen mit Aktivkohle (standardisiert, bestehend aus zwei durch poröses Polymermaterial getrennten Aktivkohlefüllungen von 400 mg und 200 mg), z. B. Fa. SKC, Bezug über Fa. Analyt, 79379 Müllheim

Für die Analyse:

- Messkolben, 100 ml
- Mikroliterspritzen, gasdicht, 1 µl – 10 µl, 10 µl – 250 µl, z. B. Fa. Hamilton, 7402 Bonaduz, Schweiz
- Gasdichte Spritzen 1 ml (für MPS2-Headspace-Autosampler), 10 ml, z. B. Fa. Gerstel, 45473 Müllheim
- Headspace-Gläser, ca. 10 ml Inhalt
- automatische Verdrängerpipette, z. B. Multipette pro, Fa. Eppendorf, 22339 Hamburg
- Headspace-Probengeber
- Gaschromatograph mit massenselektivem Detektor
- Flüssigstickstoffversorgung

1.2 Chemikalien

- 1,3-Butadien, z. B. 99,3 %, Fa. GHC Gerling, Holz & Co, 22761 Hamburg
- Benzylalkohol, p.A., z. B. Fa. Merck, 64293 Darmstadt
- Dimethylsulfoxid, p.A., z. B. Fa. Merck
- Wasser, demineralisiert
- Dichlormethan-D2, z. B. 99,6 %, Fa. Merck

- Gase zum Betrieb des Gaschromatographen:
 - Helium, Reinheit 99,996 %
 - Stickstoff, Reinheit 99,995 %

Desorptionslösung: Lösung von 0,135 mg Dichlormethan-D2 in einem Liter Benzylalkohol/Dimethylsulfoxid/Wasser-Gemisch (90+5+5 v/v)

In einen 100-ml-Messkolben, in dem etwas Lösemittelgemisch vorgelegt wurde, werden 10 µl Dichlormethan-D2 dotiert und mit dem Lösemittelgemisch bis zur Marke aufgefüllt.

Kalibrierstammlösung: Lösung von ca. 0,45 mg 1,3-Butadien/ml Benzylalkohol

In ein 10-ml-Headspace-Gläschen werden 10 ml Benzylalkohol vorgelegt und das Gläschen zugedreht. Das Gläschen wird danach auf 0,1 mg genau ausgewogen. Anschließend wird zum Druckausgleich für die folgende Befüllung eine leere Kanüle durch das Septum gestochen. Aus der Druckgasflasche werden mit einer gasdichten Spritze ca. 2,5 ml 1,3-Butadien (Dichte 2,26 g/l) entnommen und mit einer Flussrate von ca. 10 ml/min direkt in die im Headspace-Glas befindliche Flüssigkeit injiziert. Bevor der letzte Milliliter des Gases aus der Spritze in das Lösemittel gedrückt wird, zieht man die Kanüle in den Dampfraum des Glases zurück, sodass diese bei der weiteren Überführung des restlichen Gases durchspült und damit eventuell eingedrungenes Lösemittel ausgeblasen wird. Das Gläschen wird nach dem