

The MAK Collection for Occupational Health and Safety

Phthalate – Methode zur Bestimmung von Phthalaten in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS)

Luftanalysen-Methode

L. Nitschke¹, D. Breuer², A. Frenzen¹, B. Heinrich², R. Hebisch^{3,*}, A. Hartwig^{4,*}, MAK Commission^{5,*}

¹ Methodenentwicklung, Bayerisches Landesamt für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit (LGL), Dienstgebäude Pfarrstraße 3, 80538 München

² Methodenprüfung, Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (IFA), Alte Heerstraße 111, 53757 Sankt Augustin

³ 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

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)

Keywords: Phthalate; Luftanalysen; Analysenmethode; Arbeitsplatzmessung; Gefahrstoff; Gaschromatographie; Massenspektrometrie; GC-MS; Glasfaserfilter; PU-Schaum

Citation Note: Nitschke L, Breuer D, Frenzen A, Heinrich B, Hebisch R, Hartwig A, MAK Commission. Phthalate – Methode zur Bestimmung von Phthalaten in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS). Luftanalysen-Methode. MAK Collect Occup Health Saf [Original-Ausgabe. Weinheim: Wiley-VCH; 2017 Apr;2(2):1091-1111]. Korrigierte Neuveröffentlichung ohne inhaltliche Bearbeitung. Düsseldorf: German Medical Science; 2026. https://doi.org/10.34865/am8461d0019_w

Neuveröffentlichung (Online): 08 Mai 2026

Vormals erschienen bei Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA; <https://doi.org/10.1002/3527600418.am8461d0019>

Manuskript abgeschlossen: 12 Mai 2016

Erstveröffentlichung (Online): 25 Apr 2017

Zur Vermeidung von Interessenkonflikten hat die Kommission *Regelungen und Maßnahmen* etabliert.

Dieses Werk ist lizenziert unter einer [Creative Commons Namensnennung 4.0 International Lizenz](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/). Das Werk enthält Elemente, die von der Creative Commons Namensnennung 4.0 International Lizenz ausgeschlossen sind. Abbildung 1 wurde übernommen aus Breuer D (2013) Messstrategie für Kühlschmierstoffe und komplexe kohlenwasserstoffhaltige Gemische. IFA-Arbeitsmappe - Sachgruppe 3 Gefährdungsbeurteilung: Stoffspezifische Informationen (0514-5). DGUV (Deutsche Gesetzliche Unfallversicherung), Hrsg. Berlin: Erich Schmidt Verlag, mit freundlicher Genehmigung vom Erich Schmidt Verlag.



Phthalates – Method for the determination of phthalates in workplace air using gas chromatography mass spectrometry (GC-MS)

[Phthalate – Methode zur Bestimmung von Phthalaten in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS)]

Air Monitoring Methods in German language

L. Nitschke¹, D. Breuer², A. Frenzen¹, B. Heinrich², R. Hebisch³, A. Hartwig⁴, MAK-Kommission⁵*

DOI: 10.1002/3527600418.am8461d0019

Abstract

This analytical method is a validated measurement procedure for the determination of several phthalates such as dimethyl phthalate, diethyl phthalate, diallyl phthalate, diisobutyl phthalate, dibutyl phthalate, benzyl butyl phthalate, dicyclohexyl phthalate, bis(2-ethylhexyl) phthalate and bis(2-propylheptyl) phthalate in workplace air. With this measure procedure airborne phthalates in the gaseous state and bound to particles are collected simultaneously. Sampling is performed by drawing a defined volume of air through a sampling system consisting of a glass fibre filter located in a GSP sampling head and an adsorption tube filled with PU foam connected downstream using a suitable pump. The flow rate is set to 1 L/min with a recommended air sample volume of 60 to 120 litres. For sample preparation the collected phthalates are desorbed from the sample carriers with 1,4-dioxane. The sample solutions are analysed by means of gas chromatography mass spectrometry (GC-MS). The quantitative determination is based on calibration functions obtained by means of multiple-point calibrations. The limit of quantification for the individual phthalate lies between 0.015 and 0.096 mg/m³.

Keywords

Dimethylphthalat; Diethylphthalat; Diallylphthalat; Diisobutylphthalat; Di-n-butylphthalat; Benzylbutylphthalat; Dicyclohexylphthalat; Di-(2-ethylhexyl)phthalat; Di-(2-propylheptyl)phthalat; Arbeitsplatzmessung; Gefahrstoffe; Luftanalysen; GGP Probenahmesystem; GSP Probenahmekopf; Gaschromatographie; Massenspektrometrie; GC-MS; Messverfahren; Glasfaserfilter; PU-Schaum

Author Information

¹ Bayerisches Landesamt für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit (LGL Bayern), Dienstgebäude Pfarrstr. 3, 80538 München

² Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (IFA), Alte Heerstr. 111, 53757 Sankt Augustin

³ Bundesanstalt für Arbeitsschutz und Arbeitsmedizin (BAuA), Friedrich-Henkel-Weg 1–25, 44149 Dortmund

⁴ 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

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

Phthalate – Methode zur Bestimmung von Phthalaten in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie- Massenspektrometrie (GC-MS)

Methodennummer	3
Anwendbarkeit	Luftanalyse
Analyt. Messprinzip	Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS)
Abgeschlossen im	Juni 2016

Zusammenfassung

Das hier beschriebene Analysenverfahren ermöglicht die Bestimmung von neun relevanten Phthalaten, wie z. B. Dimethylphthalat, Diethylphthalat, Diallylphthalat, Diisobutylphthalat, Di-n-butylphthalat, Benzylbutylphthalat, Dicyclohexylphthalat, Di-(2-ethylhexyl)phthalat und Di-(2-propylheptyl)phthalat in der Luft am Arbeitsplatz. Mit diesem Verfahren werden simultan gasförmig und partikulär vorkommende Phthalate erfasst. Zur Probenahme wird ein definiertes Luftvolumen mit einer geeigneten Probenahmepumpe durch ein kombiniertes Probenahmesystem, bestehend aus Glasfaserfilter und nachgeschaltetem Polyurethan-Schaum (PU-Schaum) gesaugt. Partikulär vorkommende Phthalate werden dabei auf dem Filter abgeschieden, während gasförmige Phthalate an PU-Schaum adsorbiert werden. Nach Beendigung der Probenahme werden die beaufschlagten Phthalate mit 1,4-Dioxan von Filter und PU-Schaum desorbiert und mittels GC-MS analysiert. Die quantitative Bestimmung erfolgt anhand von Mehrpunkt-Kalibrierungen.

Kenndaten des Verfahrens

Präzision:	Standardabweichung (rel.):	$s = 2,8$ bis $9,3$ %
	Erweiterte Messunsicherheit:	$U = 25,9$ bis $38,1$ %
	im Konzentrationsbereich von $0,058$ bis $1,0$ mg/m ³ und $n = 6$ Bestimmungen	
	Standardabweichung (rel.):	$s = 2,7$ bis $6,4$ %
	Erweiterte Messunsicherheit:	$U = 24,2$ bis $34,7$ %

im Konzentrationsbereich von 0,58 bis 10 mg/m³ und
n = 6 Bestimmungen

Standardabweichung (rel.): *s* = 2,9 bis 4,8 %

Erweiterte Messunsicherheit: *U* = 23,9 bis 33,0 %

im Konzentrationsbereich von 1,16 bis 20 mg/m³ und
n = 6 Bestimmungen

Bestimmungsgrenzen:	Dimethylphthalat (DMP)	0,025 mg/m ³
	Diethylphthalat (DEP)	0,029 mg/m ³
	Diallylphthalat (DAP)	0,077 mg/m ³
	Diisobutylphthalat (DiBP)	0,027 mg/m ³
	Di-n-butylphthalat (DBP)	0,015 mg/m ³
	Benzylbutylphthalat (BBP)	0,096 mg/m ³
	Dicyclohexylphthalat (DCHP)	0,021 mg/m ³
	Di-(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP)	0,037 mg/m ³
	Di-(2-propylheptyl)phthalat (DPHP)	0,095 mg/m ³
	bei einem Probeluftvolumen von 60 L, 20 mL Probelösung und einem Injektionsvolumen von 1 µL	
Wiederfindung:	Dimethylphthalat (DMP)	83,1 bis 94,3 %
	Diethylphthalat (DEP)	87,8 bis 103,0 %
	Diallylphthalat (DAP)	81,8 bis 103,1 %
	Diisobutylphthalat (DiBP)	89,8 bis 101,4 %
	Di-n-butylphthalat (DBP)	92,6 bis 97,0 %
	Benzylbutylphthalat (BBP)	84,3 bis 100,3 %
	Dicyclohexylphthalat (DCHP)	86,3 bis 102,3 %
	Di-(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP)	82,3 bis 103,7 %
	Di-(2-propylheptyl)phthalat (DPHP)	85,2 bis 97,2 %
	Probenahmeempfehlung:	Probenahmedauer:
Probeluftvolumen:		60 bis 120 L
Volumenstrom:		1 L/min

Stoffbeschreibung

Phthalate

Phthalate sind Verbindungen der Phthalsäure (1,2-Benzoldicarbonsäure) mit verschiedenen Alkoholen (Phthalsäureester). Es sind zumeist wasserunlösliche, schwerflüchtige Flüssigkeiten, die vor allem als Weichmacher Verwendung finden. In Tabelle D1 sind wichtige stoffspezifische Daten der untersuchten Phthalate aufgeführt. Phthalate werden z. B. harten und spröden Kunststoffen wie Polyvinylchlorid (PVC) zugesetzt und verleihen PVC auf diese Weise elastische Eigenschaften. Mehr als 90 % der hergestellten Phthalate werden in der Produktion von Weich-PVC eingesetzt.

1094 Deckblatt zu Phthalate

Tab. D 1 Stoffspezifische Kenndaten und physikalische Parameter

Phthalat	CAS-Nr.	Siedepunkt [°C]	Schmelzpunkt [°C]	Dichte [g/cm ³]	Dampfdruck [hPa; 20 °C]
Dimethylphthalat (DMP)	131-11-3	283	6	1,19	0,008
Diethylphthalat (DEP)	84-66-2	302	-40	1,12	0,002
Diallylphthalat (DAP)	131-17-9	290	-70	1,12	0,3 (100 °C)
Diisobutylphthalat (DiBP)	84-69-5	320	-64	1,04	≤ 0,01
Di-n-butylphthalat (DBP)	84-74-2	340	-35	1,05	9,7 × 10 ⁻⁵ (25 °C)
Benzylbutylphthalat (BBP)	85-68-7	370	-35	1,12	> 1 Pa (110 °C)
Dicyclohexylphthalat (DCHP)	84-61-7	226 (5,3 hPa)	62-64	1,15	0,39 mPa (50 °C)
Di-(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP)	117-81-7	390	-55	0,99	8,6 × 10 ⁻⁶
Di-(2-propylheptyl)phthalat (DPHP)	53306-54-0	251-253 (7 hPa)	-48	0,96	3,7 × 10 ⁻⁸
		Zersetzung			

Die größten Endnutzer von Weich-PVC sind:

- Bauindustrie (Kabel, Schläuche, Fußbodenbeläge, Folien, Tapeten)
- Elektro- und Kabelindustrie (Ummantelung von Kabeln und Leitungen)
- Automobilindustrie (Unterbodenschutz, Innenraumverkleidung, Dichtungen)
- Sport- und Freizeitartikel

Des Weiteren werden Phthalate als Trägerflüssigkeit in Pestiziden, Kosmetika und Parfüms eingesetzt und finden als Vorprodukte für Duroplaste, synthetische Fasern, Folien und Lackharze (Phthalatharze, Alkydharze) Verwendung.

Phthalate treten nahezu ubiquitär auf. Hauptursachen dafür sind neben der großen Produktionsmenge die Neigung von Phthalaten, sich an luftgetragene Partikel (z. B. Staubpartikel) anzulagern und in dieser Form über lange Strecken transportiert zu werden.

Ein Arbeitsplatzgrenzwert (AGW) für die in Tabelle D1 aufgeführten Phthalate existieren derzeit nur für DBP (0,58 mg/m³) und DEHP, dessen AGW in 2014 von 10 mg/m³ E abgesenkt wurde auf 2 mg/m³ E [1, 2]. Der im Rahmen der Methodenentwicklung gemäß den Vorgaben der DIN EN 482 [7] untersuchte Mindestmessbereich (0,1- bis 2-fache Grenzwert) orientiert sich für DEHP an dem bis 2014 gültigen AGW von 10 mg/m³ E. In der MAK- und BAT-Werte-Liste ist DEHP zudem in die krebserzeugende Kategorie 4 eingestuft [2] Zur Toxizität der ausgewählten Phthalate siehe toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründungen von MAK-Werten [3, 4, 5, 6].

Für das hier vorgestellte Messverfahren erfolgte neben einer experimentellen Prüfung zum Einfluss der Temperatur, der rel. Luftfeuchte sowie der Partikelgröße auf die Messergebnisse eine Plausibilitätsprüfung durch Experten der Arbeitsgruppe „Luftanalysen“ der Ständigen Senatskommission der DFG zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe (siehe Kapitel 10 „Bewertung von Luftanalysenverfahren ohne experimentelle Prüfung“ 2007).

Autoren: L. Nitschke, D. Breuer, A. Frenzen, B. Heinrich, R. Hebisch, A. Hartwig, MAK-Kommission

Phthalate – Methode zur Bestimmung von Phthalaten in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie- Massenspektrometrie (GC-MS)

Methodennummer	3
Anwendbarkeit	Luftanalyse
Analyt. Messprinzip	Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS)
Abgeschlossen im	Juni 2016

Inhaltsverzeichnis

1	Grundlage des Verfahrens	283
2	Geräte, Chemikalien und Lösungen	283
2.1	Geräte	283
2.2	Chemikalien	284
2.3	Lösungen	284
3	Probenahme und Probenaufbereitung	285
3.1	Probenahme	285
3.2	Probenaufbereitung	286
4	Gaschromatographische Arbeitsbedingungen	287
5	Analytische Bestimmung	288
6	Kalibrierung	288
7	Berechnung des Analysenergebnisses	289
8	Beurteilung des Verfahrens	290
8.1	Präzision und erweiterte Messunsicherheit	290
8.2	Wiederfindung	291
8.3	Bestimmungsgrenze	292
8.4	Einfluss der Luftfeuchte	293
8.5	Einfluss der Temperatur	293
8.6	Lagerfähigkeit	294
8.7	Blindwerte	295
8.8	Störeinflüsse	295
9	Diskussion	295
	Literatur	296

1 Grundlage des Verfahrens

Das hier beschriebene Analysenverfahren ermöglicht die Bestimmung von neun relevanten Phthalaten, wie z. B. Dimethylphthalat, Diethylphthalat, Diallylphthalat, Diisobutylphthalat, Di-n-butylphthalat, Benzylbutylphthalat, Dicyclohexylphthalat, Di-(2-ethylhexyl)phthalat und Di-(2-propylheptyl)phthalat in der Luft am Arbeitsplatz. Mit diesem Verfahren werden simultan gasförmig und partikulär vorkommende Phthalate erfasst. Zur Probenahme wird ein definiertes Luftvolumen mit einer geeigneten Probenahmepumpe durch ein kombiniertes Probenahmesystem, bestehend aus Glasfaserfilter und nachgeschaltetem Polyurethan-Schaum (PU-Schaum) gesaugt. Partikulär bzw. als Aerosol vorkommende Phthalate werden dabei auf dem Filter abgeschieden, während gasförmige Phthalate an PU-Schaum adsorbiert werden. Nach der Probenahme werden die beaufschlagten Probenträger (Glasfaserfilter und PU-Schaum) umgehend (Vor Ort!) in ein Schraubdeckelgläschen überführt und mit Lösemittel (1,4-Dioxan) überschichtet. Die Analytik erfolgt gaschromatographisch mit Hilfe eines massenselektiven Detektors (MSD), wobei die quantitative Bestimmung anhand von Mehrpunkt-Kalibrierungen durchgeführt wird.

2 Geräte, Chemikalien und Lösungen

2.1 Geräte

- Pumpe zur personenbezogenen Probenahme, geeignet für einen Volumenstrom von 1 L/min
- Gasmengenzähler
- Probenahmesystem GGP und Probenahmekopf GSP mit Erfassungskegel für einen Volumenstrom von 0,5; 1,0 oder 2,0 L/min zur Erfassung einatembare Aero-sole [8] (z. B. GSA Messgerätebau GmbH, 40880 Ratingen)
- Filterkassetten für 37-mm-Rundfilter mit Edelstahlstützboden und Transportabdeckung (z. B. GSA Messgerätebau GmbH)
- Glasfaserfilter (Ø 37 mm, z. B. MN 85/90 BF, MACHEREY-NAGEL)
- Polyurethan-Schaum (PU-Schaum), Länge 76 mm, Ø 22 mm (z. B. ORBO™-1000 Polyurethane Foam Replacement Plug, Supelco, Bezug über Sigma-Aldrich, 82024 Taufkirchen)
- Messkolben, 10, 50 und 100 mL
- Kolbenhubpipetten, 10 µL bis 5 mL
- Laborschüttler
- 40-mL-Schraubdeckelgläschen mit PTFE kaschierter Dichtung (z. B. Supelco Art.-Nr. 27182)
- 1,5-mL-Autosamplervials mit Rollrand
- Verschlusskappen aus Aluminium mit PTFE-beschichteten Silikonsepten
- Gaschromatograph mit massenselektivem Detektor (z. B. SHIMADZU GCMS-QP2010, Shimadzu Deutschland GmbH, 47269 Duisburg)
- Trennsäule: 30 m; Ø 0,25 mm; 0,25 µm Filmdicke (z. B. ZB-5ms, Phenomenex Ltd, 63741 Aschaffenburg)

2.2 Chemikalien

- Dimethylphthalat (DMP), $\geq 99\%$, z. B. SAFC, Art.-Nr. W50,850-0
- Diethylphthalat (DEP), $\geq 99\%$, z. B. Sigma-Aldrich, Art.-Nr. 524972
- Diallylphthalat (DAP), $\geq 98\%$, z. B. Sigma-Aldrich, Art.-Nr. 36925
- Diisobutylphthalat (DiBP), $\geq 99\%$, z. B. Sigma-Aldrich, Art.-Nr. 152641
- Di-n-butylphthalat (DBP), $\geq 99\%$, z. B. Sigma-Aldrich, Art.-Nr. 524980
- Benzylbutylphthalat (BBP), $\geq 99\%$, z. B. Sigma-Aldrich, Art.-Nr. 36927
- Dicyclohexylphthalat (DCHP), $\geq 99\%$, z. B. Sigma-Aldrich, Art.-Nr. 306150
- Di-(2-ethylhexyl)phthalat (DEHP), $\geq 99\%$, z. B. Sigma-Aldrich, Art.-Nr. 36735
- Di-(2-propylheptyl)phthalat (DPHP), $\geq 99\%$, z. B. CHEMOS, Art.-Nr. 271494
- 1,4-Dioxan, $\geq 99,5\%$, stabilisiert, z. B. Sigma-Aldrich CHROMASOLV®Plus, Art.-Nr. 34857
- Toluol, 99,9%, z. B. Sigma-Aldrich CHROMASOLV®, Art.-Nr. 34866
- Helium 5.0 für die Gaschromatographie

2.3 Lösungen

Stammlösung:

Jeweils 150 mg an Dimethyl-, Diethyl-, Diallyl-, Diisobutyl-, Benzylbutyl-, Dicyclohexyl-, Di-(2-propylheptyl)phthalat sowie 17,5 mg Di-n-butylphthalat und 300 mg Di-(2-ethylhexyl)phthalat werden in einen 50-mL-Messkolben auf 0,1 mg genau eingewogen, mit Toluol bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt. Die exakten Konzentrationen in der Stammlösung lassen sich anhand der Einwaagen berechnen.

Kalibrierstandards:

Aus der Stammlösung werden durch geeignete Verdünnung mit 1,4-Dioxan neun Kalibrierstandards hergestellt.

Entsprechen die Konzentrationen an Di-n-butylphthalat und Di-(2-ethylhexyl)phthalat dem jeweiligen AGW bzw. MAK-Wert, so entsprechen die Konzentrationen dieser beiden Phthalate bei einer angenommenen Probenahmedauer von einer Stunde, einem Volumenstrom von 1 L/min und 20 mL Probelösung, einer Verdünnung der Stammlösung von 1 : 200.

Entsprechend dem Mindestmessbereich (0,1- bis 2-facher AGW oder MAK-Wert) gemäß DIN EN 482 [7] werden aus der Stammlösung die in Tabelle 1 aufgeführten Verdünnungen im Verhältnis von 1 : 2000 bis 1 : 100 hergestellt.

Die Kalibrierlösungen sind bei $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ mindestens 5 Monate haltbar.

Dotierlösung:

Die Stammlösung kann zur Bestimmung der Wiederfindung der einzelnen Phthalate direkt als Dotierlösung verwendet werden. Dabei entsprechen die Massen an Di-n-butylphthalat und Di-(2-ethylhexyl)phthalat in 100 μL Dotierlösung dem jeweiligen AGW der beiden Phthalate bei einem Probeluftvolumen von 60 Litern. Unter den gleichen Probenahmebedingungen entsprechen 100 μL Stammlösung einer Konzentration von 5 mg/m^3 für alle anderen untersuchten Phthalate.

Tab. 1 Dosierschema zur Herstellung der Kalibrierstandards

Lsg.- Nr.	Verdünnung der Stamm- lösung	Volumen der Stammlösung [μL]	Endvolu- men [mL]	Konzentri- on an DBP [$\mu\text{g}/\text{mL}$]	Konzentri- on an DEHP [$\mu\text{g}/\text{mL}$]	Konzentration anderer Phthalate [$\mu\text{g}/\text{mL}$]
1	1:2000	5	10	0,175	3	1,5
2	1:1000	10	10	0,35	6	3
3	1:500	20	10	0,7	12	6
4	1:333	30	10	1,05	18	9
5	1:250	40	10	1,4	24	12
6	1:200	50	10	1,75	30	15
7	1:167	60	10	2,1	36	18
8	1:133	75	10	2,625	45	22,5
9	1:100	100	10	3,5	60	30

3 Probenahme und Probenaufbereitung

3.1 Probenahme

Zu Beginn der Probenahme wird das Probenahmesystem GGP (Gesamtstaub-Gas-Probenahmesystem) bestehend aus Filterkassette mit Glasfaserfilter und nachgeschaltetem PU-Schaum (Abbildung 1), mit einer durchflussstabilisierten Probenahmepumpe verbunden. Das GGP-System ist mit einem – dem Volumenstrom entsprechenden – Erfassungskegel von 1 L/min ausgestattet. Mit dieser Probenahmeeinrichtung wird die Definition des einatembaren Staubes eingehalten [9, 10]. Je nach Fragestellung und zu erwartenden Konzentrationen an Phthalaten können Probenahmezeiten zwischen 15 Minuten (Kurzzeitwert) und bis zu 2 Stunden gewählt werden. Dies entspricht Probeluftvolumina im Bereich von 15 bis 120 Liter. Bei Verwendung anderer Volumenströme (z. B. 0,5 oder 2 L/min) ist die Probenahmedauer entsprechend anzupassen. Die für die Bestimmung der Phthalat-Konzentrationen in der Luft wichtigen Parameter (Probenvolumen, Temperatur, Luftdruck, relative Luftfeuchte) werden im Probenahmeprotokoll dokumentiert. Nach Beendigung der Probenahme ist der Volumenstrom auf Konstanz zu überprüfen. Ist die Abweichung vom eingestellten Volumenstrom größer $\pm 5\%$ wird empfohlen, die Messung zu verwerfen [11].

Die Probenträger (Glasfaserfilter und PU-Schaum) werden unmittelbar nach Beendigung der Probenahme (Vor Ort!) mit einer Pinzette vorsichtig dem Probenahmesystem entnommen und gemeinsam in ein 40-mL-Schraubdeckelgläschen überführt. Danach werden Filter und PU-Schaum mit 30 mL an 1,4-Dioxan überschichtet, die Schraubdeckelgläschen mit den dafür vorgesehenen Kappen fest verschlossen und unverwechselbar beschriftet. Eine sofortige Überführung der beladenen Probenträger in ein Lösemittel ist zwingend erforderlich, weil bereits eine kurze Lagerdauer der beladenen Probenträger mit signifikanten Verlusten an Phthalaten verbunden ist (siehe Abschnitt 8.5)

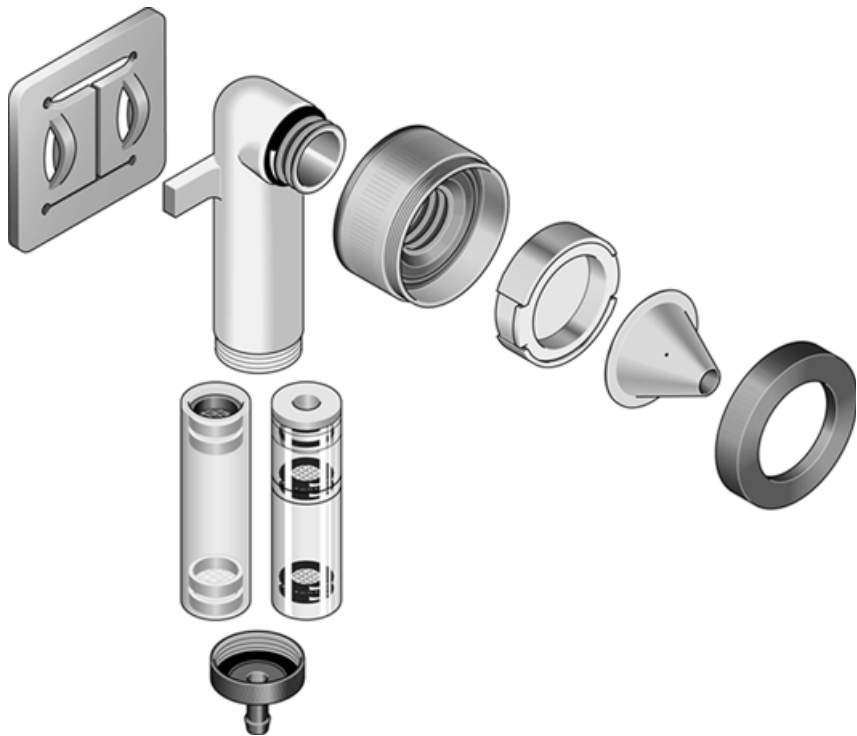


Abb. 1. Explosionsdarstellung des Probenahmesystem GGP (Gesamtstaub-Gas-Probenahmesystem) [12]

Anmerkung:

Bei Verwendung anderer – als in Abschnitt 2.1 genannten – Schraubdeckelgläschen ist darauf zu achten, dass die beladenen Probenträger (Glasfaserfilter und PU-Schaum) vollständig mit 1,4-Dioxan überschichtet sind, so dass ggf. größere Volumina an Extraktionsmittel eingesetzt werden müssen. In Abhängigkeit von der analytischen Fragestellung können Filter und PU-Schaum auch in getrennte Schraubdeckelgläschen überführt werden.

3.2 Probenaufbereitung

Zur Probenaufbereitung wird das Schraubdeckelgläschen mit den mit 1,4-Dioxan (30 mL) überschichteten beladenen Glasfaserfilter und PU-Schaum für 15 Minuten bei Raumtemperatur auf einem Laborschüttler geschüttelt. Danach wird von dem Überstand der Probelösung ein Aliquot in ein Autosamplervial überführt und mittels Gaschromatographie und massenselektiver Detektion analysiert.

4 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

Gerät: Gaschromatograph mit Autosampler und massenselektivem Detektor (z. B. SHIMADZU GCMS-QP2010)

Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

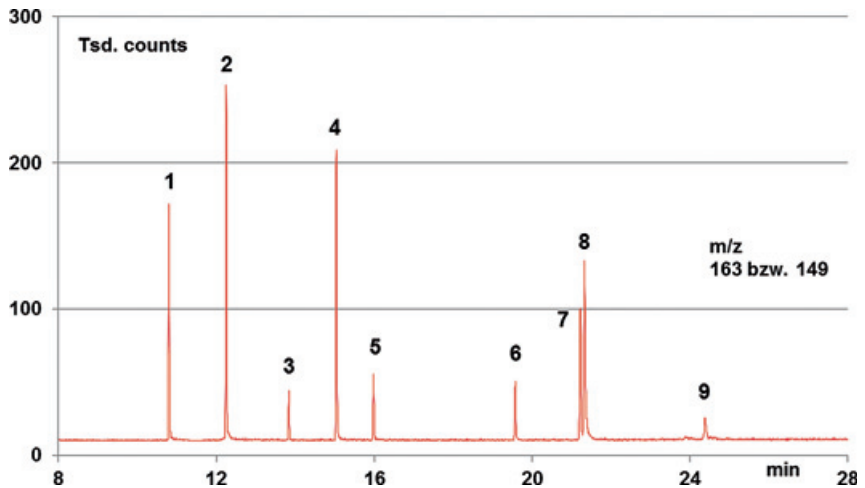
Säule:	Material:	Fused Silica
	Stationäre Phase:	z. B. ZB-5ms, Phenomenex
	Länge:	30 m
	Innerer Durchmesser:	0,25 mm
	Filmdicke:	0,25 µm
Injektor:	Split/Splitless-Injektor:	275 °C (isotherm)
	Splitverhältnis:	1 : 20
	Injektionsvolumen:	1 µL
Trärgas:	Helium 5.0:	1,25 mL/min
Temperaturprogramm:	50 °C (2 min) $\xrightarrow{15\text{ °C/min}}$ 150 °C $\xrightarrow{10\text{ °C/min}}$ 285 °C (5 min)	
Temperatur:	Autosampler:	20 °C (mind. 15 °C; der Schmelzpunkt von 1,4-Dioxan liegt bei ca. 12 °C)

Massenspektrometrische Arbeitsbedingungen

Temperaturen:	Transfer Line:	285 °C
	Ionenquelle:	230 °C
Ionisierungsart:	Elektronenstoßionisation (EI)	
Ionisierungsenergie:	70 eV	
Dwelltime:	200 ms	
Datenaufnahme:	SIM-Modus (ausgewählte Massen siehe Tabelle 2)	
Lösemittelausblendung:	8 min; sowie von 11,33 bis 11,65 min	

Tab. 2 Retentionszeiten und ausgewählte Massen der untersuchten Phthalate

Phthalat	Retentionszeit [min]	Quantifier [amu]	Qualifier [amu]
Dimethylphthalat	10,77	163	133, 194
Diethylphthalat	12,21	149	150, 177
Diallylphthalat	13,80	149	132, 189
Diisobutylphthalat	15,00	149	104, 223
Di-n-butylphthalat	15,94	149	205, 223
Benzylbutylphthalat	19,53	149	91, 206
Dicyclohexylphthalat	21,16	149	167, 249
Di-(2-ethylhexyl)phthalat	21,27	149	167, 279
Di-(2-propylheptyl)phthalat	24,31	149	150, 167



- | | | | |
|---|--------------------|---|-----------------------------|
| 1 | Dimethylphthalat | 6 | Benzylbutylphthalat |
| 2 | Diethylphthalat | 7 | Dicyclohexylphthalat |
| 3 | Diallylphthalat | 8 | Di-(2-ethylhexyl)phthalat |
| 4 | Diisobutylphthalat | 9 | Di-(2-propylheptyl)phthalat |
| 5 | Di-n-butylphthalat | | |

Abb. 2. Gaschromatogramm im SIM-Modus einer Standardlösung mit den neun untersuchten Phthalaten

In Abbildung 2 ist beispielhaft das im SIM-Modus (Selected-Ion-Monitoring) aufgezeichnete Chromatogramm einer Standardlösung mit den neun ausgewählten Phthalaten dargestellt und in Tabelle 2 sind die entsprechenden Retentionszeiten aufgeführt.

5 Analytische Bestimmung

Zur analytischen Bestimmung der nach Abschnitt 3.2 aufbereiteten Proben wird jeweils 1 µL der Probelösung in den Gaschromatographen injiziert und unter den in Abschnitt 4 angegebenen Arbeitsbedingungen analysiert. Liegen die ermittelten Konzentrationen oberhalb des Kalibrierbereiches, so ist von der Probelösung eine geeignete Verdünnung herzustellen und diese nochmals zu analysieren.

6 Kalibrierung

Zur Erstellung der Kalibrierfunktionen werden die unter Abschnitt 2.3 beschriebenen Kalibrierlösungen verwendet. Von diesen wird jeweils 1 µL in den Gaschroma-

tographen injiziert und wie die Probelösungen analysiert. Die ermittelten Peakflächen werden gegen die jeweiligen Konzentrationen aufgetragen. Die Kalibrierfunktionen sind in der Regel im untersuchten Konzentrationsbereich linear und sollten arbeitstäglich unter Verwendung einer Kontrollprobe überprüft werden.

Die Kalibrierung ist neu zu erstellen, wenn die analytischen Bedingungen sich ändern oder die Qualitätskontrolle dazu Anlass gibt.

7 Berechnung des Analyseergebnisses

Die Berechnung der Konzentrationen der untersuchten Phthalate in der Luft in Arbeitsbereichen erfolgt mit Hilfe der von der Datenauswerteeinheit ermittelten Konzentrationen der Phthalate in der Messlösung. Die Datenauswerteeinheit verwendet dazu die im Rahmen der Kalibrierung berechneten Kalibrierfunktionen.

Anhand der erhaltenen Peakflächen wird aus einer Kalibriergeraden die zugehörige Masse X in μg je Probe ermittelt. Die zugehörige Massenkonzentration (ρ) in mg/m^3 errechnet sich nach Gleichung (1) wie folgt:

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

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

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

Die zugehörige Volumenkonzentration σ – unabhängig von den Zustandsgrößen Druck und Temperatur – beträgt entsprechend den Gleichungen (3) und (4):

$$\sigma = \rho_0 \times \frac{V_m}{M} \quad (3)$$

$$\sigma = \rho \times \frac{273 + t_a}{p_a} \times \frac{1013}{293} \times \frac{V_m}{M} \quad (4)$$

Es bedeuten:

ρ Massenkonzentration eines Phthalates in mg/m^3

ρ_0 Massenkonzentration des Phthalates in mg/m^3 bezogen auf 20 °C und 1013 hPa

σ Volumenkonzentration in mL/m^3 (ppm)

M Molare Masse in g/mol

V_m Molares Volumen in L/mol

V Probeluftvolumen (ermittelt aus Volumenstrom und Probenahmedauer) in L

X Masse des Phthalates in der Probe in μg

t_a Temperatur bei der Probenahme in °C

p_a Luftdruck bei der Probenahme in hPa

1104 Air Monitoring Methods

Zur Berechnung der Volumenkonzentration σ in mL/m³ (ppm) gelten bei $t_a = 20\text{ }^\circ\text{C}$ und $p_a = 1013\text{ hPa}$ für die untersuchten Phthalate die in Tabelle 3 aufgeführten Faktoren.

Tab. 3 Faktoren zur Berechnung der Volumenkonzentration σ

Phthalat	Molare Masse [g/mol]	Umrechnungsfaktor mg/m ³ → mL/m ³ (ppm)	Umrechnungsfaktor mL/m ³ (ppm) → mg/m ³
Dimethylphthalat	194,19	0,124	8,07
Diethylphthalat	222,24	0,108	9,24
Diallylphthalat	246,26	0,098	10,24
Diisobutylphthalat	278,35	0,086	11,57
Di-n-butylphthalat	278,35	0,086	11,57
Benzylbutylphthalat	312,37	0,077	12,98
Dicyclohexylphthalat	330,42	0,073	13,73
Di-(2-ethylhexyl)phthalat	390,56	0,062	16,23
Di-(2-propylheptyl)phthalat	446,67	0,054	18,56

8 Beurteilung des Verfahrens

Die Kenndaten der Methode wurden nach Maßgaben der DIN EN 482 [7], DIN EN 1076 [13], DIN 32645 [14] und der DIN EN 13936 [9] ermittelt.

8.1 Präzision und erweiterte Messunsicherheit

Zur Ermittlung der Präzision und erweiterten Messunsicherheit wurden jeweils sechs Probenahmesysteme (Glasfaserfilter mit nachgeschaltetem PU-Schaum) mit definierten Massen der ausgewählten Phthalate beaufschlagt. Danach wurde für eine Stunde gereinigte Laborluft mit einem Volumenstrom von 1 L/min durch die Probenahmesysteme gesaugt. Filter und PU-Schaum wurden gemäß den Abschnitten 3, 4 und 5 aufbereitet und analysiert. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4 aufgeführt. Es ergeben sich die in der Tabellenspalte für „Konzentration“ aufgeführten Werte aus den Quotienten der Phthalatmassen (beaufschlagte Filter und PU-Schäume) und dem Luftvolumen (hier 60 L), das durch die Probenträger gesaugt wurde. Die Konzentrationen an Di-n-butylphthalat und Di-(2-ethylhexyl)phthalat entsprechen dabei einem Zehntel, dem einfachen sowie dem doppelten Bezugswert (AGW).

Die erweiterten Messunsicherheiten wurden unter Berücksichtigung aller relevanten Einflussgrößen nach DIN EN 482 [7] ermittelt und mithilfe der Software [15] berechnet. Die erweiterte Messunsicherheit für die einzelnen Phthalate kann Tabelle 4 entnommen werden.

Tab. 4 Relative Standardabweichungen und erweiterte Messunsicherheiten für $n=6$ Bestimmungen

Phthalat	Konzentration [mg/m ³]	Standardabweichung (rel.) [%]	Erweiterte Messunsicherheit U [%]
Dimethylphthalat	0,5	6,4	30,5
	5	4,7	27,1
	10	3,2	25,8
Diethylphthalat	0,5	4,9	30,3
	5	6,4	29,1
	10	3,0	27,7
Diallylphthalat	0,5	8,9	38,1
	5	4,1	34,7
	10	3,0	33,0
Diisobutylphthalat	0,5	3,7	26,9
	5	5,9	25,5
	10	4,4	25,0
Di-n-butylphthalat	0,058	9,3	25,9
	0,58	5,4	24,2
	1,16	2,9	23,9
Benzylbutylphthalat	0,5	5,9	32,8
	5	6,3	30,6
	10	3,8	28,5
Dicyclohexylphthalat	0,5	3,1	33,7
	5	4,3	30,8
	10	4,8	29,7
Di-(2-ethylhexyl)phthalat	1	2,8	35,8
	10	2,7	32,0
	20	4,4	31,4
Di-(2-propylheptyl)phthalat	0,5	6,4	29,7
	5	3,5	26,7
	10	3,3	25,5

8.2 Wiederfindung

Die Wiederfindungen der Phthalate nach Beaufschlagung der Probenträger und Durchsaugen von Luft wurden aus den bei der Ermittlung der Präzision erhaltenen Daten berechnet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5 dokumentiert. Dabei entsprechen die in den Spalten „unterer“ bzw. „oberer“ Konzentrationsbereich aufgeführten Konzentrationen einem Zehntel bzw. dem doppelten Bezugswert (AGW für Di-n-bu-

1106 Air Monitoring Methods

Tab. 5 Wiederfindungen der Phthalate

Phthalat	rel. Wiederfindung im „unteren“ Konzentrationsbereich [%]	entspricht Konzentration in der Luft [mg/m ³]	rel. Wiederfindung im „oberen“ Konzentrationsbereich [%]	entspricht Konzentration in der Luft [mg/m ³]
Dimethylphthalat	83,1	0,5	94,3	10
Diethylphthalat	87,8	0,5	103,0	10
Diallylphthalat	81,8	0,5	103,1	10
Diisobutylphthalat	89,8	0,5	101,4	10
Di-n-butylphthalat	92,6	0,058	97,0	1,16
Benzylbutylphthalat	84,3	0,5	100,3	10
Dicyclohexylphthalat	83,6	0,5	102,3	10
Di-(2-ethylhexyl)phthalat	82,3	1,0	103,7	20
Di-(2-propylheptyl)phthalat	85,2	0,5	97,2	10

tylphthalat und Di-(2-ethylhexyl)phthalat) in einer angenommenen realen Luftprobe bei einstündiger Probenahme und einem Volumenstrom von 1 L/min.

Bei Anwendung des hier beschriebenen Messverfahrens sollte für den Fall, dass die relative Wiederfindung eines Phthalates Werte < 95 % bzw. > 105 % annimmt (insbesondere im unteren Konzentrationsbereich), diese in die Berechnung der Messergebnisse mit einfließen.

8.3 Bestimmungsgrenze

Die Ermittlung der Bestimmungsgrenzen der untersuchten Phthalate erfolgte gemäß DIN 32645 [14] aus 10-Punkt-Kalibrierungen entsprechend den in Tabelle 6

Tab. 6 Bestimmungsgrenzen der Phthalate bei einem Probeluftvolumen von 60 L

Phthalat	Konzentrationsbereich [µg/mL]	Bestimmungsgrenze [mg/m ³]
Dimethylphthalat	0,04 - 0,4	0,025
Diethylphthalat	0,04 - 0,4	0,029
Diallylphthalat	0,1 - 1,0	0,077
Diisobutylphthalat	0,04 - 0,4	0,027
Di-n-butylphthalat	0,02 - 0,2	0,015
Benzylbutylphthalat	0,1 - 1,0	0,096
Dicyclohexylphthalat	0,04 - 0,4	0,021
Di-(2-ethylhexyl)phthalat	0,04 - 0,4	0,037
Di-(2-propylheptyl)phthalat	0,1 - 1,0	0,095

dokumentierten Konzentrationsbereichen mit einer statistischen Sicherheit von $P = 95\%$ und $k = 3$. Bezogen auf ein Probeluftvolumen von 60 Litern wurden für die einzelnen Phthalate die in Tabelle 6 aufgeführten relativen Bestimmungsgrenzen ermittelt.

8.4 Einfluss der Luftfeuchte

Der Einfluss der Luftfeuchte wurde bei zwei verschiedenen relativen Luftfeuchten (20 und 80 %) bei konstanter Temperatur von $25,0 \pm 0,5\text{ °C}$ untersucht. Dazu wurden jeweils sechs Probenträger (Filter und PU-Schaum) mit 10 μL bzw. 200 μL Stammlösung (vgl. Abschnitt 2.3) beaufschlagt. Danach wurde für 30 Minuten Stickstoff mit rel. Feuchten von 20 und 80 % mit Hilfe einer dynamischen Prüfgasstrecke mit einem Volumenstrom von 1 L/min durch die Probenträger gesaugt. Nach der Probenahme wurden Filter und PU-Schaum umgehend gemäß den Abschnitten 3, 4 und 5 aufbereitet und analysiert. Die relativen Wiederfindungen der untersuchten Phthalate sind in Tabelle 7 in Abhängigkeit der relativen Luftfeuchte aufgeführt. Die Untersuchungen zeigen, dass kein Einfluss der relativen Luftfeuchte auf die Messergebnisse besteht.

Tab. 7 Rel. Wiederfindungen der Phthalate bei zwei verschiedenen Luftfeuchten (rF) und jeweils zwei unterschiedlichen Dotiervolumina an Stammlösung (μL)

Phthalat	Rel. Wiederfindung [%]			
	20 % rF		80 % rF	
	10 μL dot.	200 μL dot.	10 μL dot.	200 μL dot.
Dimethylphthalat	117,2	92,9	106,0	89,7
Diethylphthalat	104,8	97,7	104,3	95,4
Diallylphthalat	112,2	99,9	105,2	98,0
Diisobutylphthalat	113,1	99,7	107,0	98,7
Di-n-butylphthalat	116,4	102,8	110,8	100,4
Benzylbutylphthalat	113,2	102,6	106,7	101,4
Dicyclohexylphthalat	111,6	103,4	105,7	100,7
Di-(2-ethylhexyl)phthalat	118,7	102,0	106,9	101,6
Di-(2-propylheptyl)phthalat	126,0	102,8	123,7	102,3

8.5 Einfluss der Temperatur

Untersuchungen zum Einfluss der Temperatur auf das Verhältnis zwischen dem Partikel- und Dampf-Anteil während der Probenahme wurde bei Temperaturen von 15 und 35 °C durchgeführt. Als Testsubstanz wurde Di-n-butylphthalat mit einer Konzentration von 1,2 mg/m³ eingesetzt, das in einem Aerosolgenerator bei 15 bzw. 35 °C mit einem Volumenstrom von 1 L/min über einen Zeitraum von 60 Minuten bei einer rel.

1108 Air Monitoring Methods

Luftfeuchte von 50 % untersucht wurde. Dabei erzeugtes Aerosol mit einem Partikel-durchmesser von 0,75 µm wurde auf dem Filter abgeschieden, während der gasförmige Anteil an PU-Schaum adsorbierte. Die Ergebnisse sind in Tabelle 8 aufgeführt.

Tab. 8 Verteilung von gesammeltem Di-n-butylphthalat zwischen dem Glasfaserfilter und PU-Schaum in Abhängigkeit der Temperatur

Temperatur	Glasfaserfilter [%]	PU-Schaum [%]
15 °C	97,9 - 99,6	0,4 - 2,1
35 °C	54 - 60	40 - 46

Die Ergebnisse zeigen, dass die Temperatur einen wesentlichen Einfluss auf das Verhältnis der Zusammensetzung des Partikel/Dampf-Gemisches von Phthalaten hinsichtlich ihrer Verteilung zwischen der Partikel- und Dampfphase besitzt. Da als Messergebnis jedoch die Gesamtkonzentration (Summe der Konzentrationen von Filter und PU-Schaum) ermittelt wird, kann der Einfluss der Temperatur vernachlässigt werden.

8.6 Lagerfähigkeit

Untersuchungen zur Lagerfähigkeit wurden mit den Probelösungen (Dioxan-Extrakt von Filter und PU-Schaum) durchgeführt, mit denen auch der Einfluss der Luftfeuchte ermittelt wurde (siehe Abschnitt 8.4). Dazu wurden die Probelösungen im Kühlschrank bei ca. 4 °C über einen Zeitraum von vier Wochen gelagert und danach gemäß den Abschnitten 4 und 5 analysiert. Die Ergebnisse zur Lagerfähigkeit sind in Tabelle 9 als relative Wiederfindungen dargestellt. Dabei entsprechen

Tab. 9 Wiederfindungen der Phthalate nach vierwöchiger Lagerung im Kühlschrank

Phthalat	rel. Wiederfindung im „unteren“ Konzentrations- bereich [%]	entspricht Konzentration in der Luft [mg/m ³]	rel. Wiederfindung im „oberen“ Konzentrations- bereich [%]	entspricht Konzentration in der Luft [mg/m ³]
Dimethylphthalat	96,3	0,5	99,5	10
Diethylphthalat	96,0	0,5	97,7	10
Diallylphthalat	90,0	0,5	92,7	10
Diisobutylphthalat	92,9	0,5	95,4	10
Di-n-butylphthalat	92,4	0,058	98,5	1,16
Benzylbutylphthalat	91,8	0,5	96,5	10
Dicyclohexylphthalat	95,3	0,5	93,6	10
Di-(2-ethylhexyl) phthalat	92,2	1,0	93,5	20
Di-(2-propylheptyl) phthalat	85,3	0,5	93,9	10

die in den Spalten „unterer“ bzw. „oberer“ Konzentrationsbereich aufgeführten Konzentrationen einem Zehntel bzw. dem doppelten Bezugswert (AGW für Di-n-butylphthalat und Di-(2-ethylhexyl)phthalat) in einer angenommenen realen Luftprobe bei einstündiger Probenahme und einem Volumenstrom von 1 L/min.

8.7 Blindwerte

Die verwendeten Glasfaserfilter und PU-Schäume können eventuell Phthalat-Blindwerte aufweisen. Zur Ermittlung von Blindwerten wird von jeder neuen Charge der Glasfaserfilter bzw. der PU-Schäume mindestens ein unbenutzter Filter bzw. PU-Schaum – ebenfalls vor Ort – in ein Schraubdeckelgläschen mit Verschluss gegeben, mit Extraktionsmittel überschichtet und wie die Proben gemäß den Abschnitten 3, 4 und 5 aufbereitet und analysiert.

8.8 Störeinflüsse

Das Analysenverfahren mittels GC-MS ist unter den angegebenen Arbeitsbedingungen spezifisch und robust. Es konnten keine Störungen beobachtet werden.

9 Diskussion

Mit dem hier beschriebenen Analysenverfahren lassen sich die Konzentrationen von Dimethylphthalat, Diethylphthalat, Diallylphthalat, Diisobutylphthalat, Di-n-butylphthalat, Benzylbutylphthalat, Dicyclohexylphthalat, Di-(2-ethylhexyl)phthalat und Di-(2-propylheptyl)phthalat in der Luft am Arbeitsplatz mit Bestimmungsgrenzen im Bereich von 0,015 bis 0,096 mg/m³ selektiv und ausreichend empfindlich bestimmen. Als Probenahmesystem ist die Kombination von Glasfaserfilter mit nachgeschaltetem PU-Schaum geeignet [12].

Zu berücksichtigen gilt, dass Phthalate als schwerflüchtige Stoffe dazu neigen, sich an Partikel (z. B. Staubpartikel) anzulagern und deshalb in der Luft überwiegend partikelgebunden vorkommen. Das bedeutet letztlich, dass luftgetragene Phthalate bei der Probenahme zusammen mit „Staubpartikeln“ auf dem Filter abgeschieden werden.

Die Versuche zur Ermittlung der Verfahrenskenndaten wurden mit Dotierlösungen von Standards durchgeführt. Dabei zeigte sich, dass einzelne Phthalate nach Verdampfen des Lösemittels ebenfalls vom Filter – trotz hoher Siedetemperaturen – verdampfen können und auf diese Weise mit dem Luftstrom weiter transportiert werden, um schließlich an PU-Schaum zu adsorbieren. Dass Phthalate sich relativ schnell verflüchtigen können, zeigte sich auch darin, dass beaufschlagte Glasfaserfilter selbst nach kurzer Lagerdauer signifikante Verluste an Phthalaten aufwiesen. Aus diesem Grund ist eine sofortige Überführung der beladenen Probenträger (Glasfaserfilter und PU-Schäume) in ein Lösemittel nach Beendigung der Probenahme unumgänglich.

1110 Air Monitoring Methods

Glasfaserfilter und PU-Schaum können ggf. auch getrennt voneinander untersucht werden, um zu eruieren, in welcher Zustandsform (partikelgebunden oder gasförmig) die zu bestimmenden Phthalate in der Arbeitsplatzluft vorkommen. In diesem Fall sollte der Filter, getrennt vom PU-Schaum, in ein 22-mL-Schraubdeckelgläschen (z. B. Supelco Art.-Nr. 27004) überführt und mit 20 mL 1,4-Dioxan überschichtet werden.

Mit dem hier beschriebenen Messverfahren lassen sich ggf. weitere Phthalate bestimmen. In diesem Fall sind die analytischen Kenndaten sowie die chromatographischen Bedingungen zu überprüfen und entsprechend anzupassen.

Literatur

- [1] TRGS 900 (2006) Arbeitsplatzgrenzwerte. BAuBl Heft 1/2006 S. 41-55 zuletzt geändert und ergänzt: GMBL 2016 S. 474 v. 24.6.2016, <http://www.baua.de/de/Themen-von-A-Z/Gefahrstoffe/TRGS/TRGS-900.html>
- [2] DFG – Deutsche Forschungsgemeinschaft (2016) MAK- und BAT-Werte-Liste 2016. Ständige Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, Mitteilung 52, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, <http://onlinelibrary.wiley.com/book/10.1002/9783527805976>
- [3] Henschler D. (Hrsg.) (1994) Dialylphthalat. Gesundheitsschädliche Arbeitsstoffe, toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründung von MAK-Werten, 20. Lieferung. Wiley-VCH Verlag, Weinheim, <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/3527600418.mb13117d0020/pdf>
- [4] Hartwig A. (Hrsg.) (2015) Di-n-butylphthalat. Gesundheitsschädliche Arbeitsstoffe, toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründung von MAK-Werten, 58. Lieferung. Wiley-VCH Verlag, Weinheim, <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/3527600418.mb8474yold0058/pdf>
- [5] Hartwig A. (Hrsg.) (2015) Di-(2-ethylhexyl)phthalat. Gesundheitsschädliche Arbeitsstoffe, toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründung von MAK-Werten, 59. Lieferung. Wiley-VCH Verlag, Weinheim, <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/3527600418.mb11781d0059/pdf>
- [6] Hartwig A. (Hrsg.) (2015) Di-(2-propylheptyl)phthalat. Gesundheitsschädliche Arbeitsstoffe, toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründung von MAK-Werten, 58. Lieferung. Wiley-VCH Verlag, Weinheim, <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/3527600418.mb5330654d0058/pdf>
- [7] DIN EN 482 (2012) Arbeitsplatzatmosphäre – Allgemeine Anforderungen an die Leistungsfähigkeit von Verfahren zur Messung chemischer Arbeitsstoffe. Beuth Verlag, Berlin
- [8] IFA Arbeitsmappe (2015) Kennzahl 3040: Geräte zur Probenahme von Stoffen, die gleichzeitig partikel- und dampfförmig vorliegen. Erich Schmidt Verlag, Berlin, <http://www.ifa-arbeitsmappedigital.de/did/00304000/redirect/301/inhalt.html>
- [9] DIN EN 13936 (2014) Exposition am Arbeitsplatz – Messung eines als Mischung aus luftgetragenen Partikeln und Dampf vorliegenden chemischen Arbeitsstoffes – Anforderungen und Prüfverfahren. Beuth Verlag, Berlin
- [10] DIN EN 481 (1993) Arbeitsplatzatmosphäre – Festlegung der Teilchengrößenverteilung zur Messung luftgetragener Partikel. Beuth Verlag, Berlin
- [11] DIN EN ISO 13137 (2014) Arbeitsplatzatmosphäre – Pumpen für die personenbezogene Probenahme von chemischen und biologischen Arbeitsstoffen – Anforderungen und Prüfverfahren. Beuth Verlag, Berlin
- [12] IFA Arbeitsmappe (2015) Kennzahl 30514/5: Messstrategie für Kühlschmierstoffe und komplexe kohlenwasserstoffhaltige Gemische. Erich Schmidt Verlag, Berlin, <http://www.ifa-arbeitsmappedigital.de/q/0514%7C5/truncation/0/suche.html>

- [13] DIN EN 1076 (2010) Arbeitsplatzatmosphäre – Messung von Gasen und Dämpfen mit pumpenbetriebenen Probenahmeeinrichtungen – Anforderungen und Prüfverfahren. Beuth Verlag, Berlin
- [14] DIN 32645 (2008) Chemische Analytik – Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze – Ermittlung unter Wiederholbedingungen; Begriffe, Verfahren, Auswertung. Beuth Verlag, Berlin
- [15] Heckmann P, Breuer D (2017) Berechnung der erweiterten Messunsicherheit nach IFA, <http://www.dguv.de/ifa/Praxishilfen/index.jsp>

Autoren: L. Nitschke, D. Breuer, A. Frenzen, B. Heinrich