

The MAK Collection for Occupational Health and Safety

2,3-Pentandion – Bestimmung von 2,3-Pentandion in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS)

Luftanalysen-Methode

C. Schuh¹, L. Nitschke², R. Hebisch^{3,*}, A. Hartwig^{4,*}, MAK Commission^{5,*}

¹ Methodenentwicklung, Berufsgenossenschaft Nahrungsmittel und Gastgewerbe (BGN), Dynamostraße 7–11, 68165 Mannheim

² Methodenprüfung, Bayerisches Landesamt für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit (LGL), Pfarrstraße 3, 80538 München

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: 2,3-Pentandion; Luftanalysen; Analysenmethode; Arbeitsplatzmessung; Gefahrstoff; Gaschromatographie; Massenspektrometrie; GC-MS; Silicagel; Flüssigdesorption

Citation Note: Schuh C, Nitschke L, Hebisch R, Hartwig A, MAK Commission. 2,3-Pentandion – Bestimmung von 2,3-Pentandion in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS). Luftanalysen-Methode. MAK Collect Occup Health Saf [Original-Ausgabe. Weinheim: Wiley-VCH; 2017 Okt;2(4):1659-1672]. Korrigierte Neuveröffentlichung ohne inhaltliche Bearbeitung. Düsseldorf: German Medical Science; 2026. https://doi.org/10.34865/am60014d0019b_w

Neuveröffentlichung (Online): 08 Mai 2026

Vormals erschienen bei Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA; <https://doi.org/10.1002/3527600418.am60014d0019b>

Manuskript abgeschlossen: 01 Mai 2017

Erstveröffentlichung (Online): 27 Okt 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.

2,3-Pentanedione – Method for the determination of 2,3-pentanedione in workplace air using gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

[2,3-Pentandion – Bestimmung von 2,3-Pentandion in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS)]

Air Monitoring Methods in German language

C. Schuh¹, L. Nitschke², R. Hebisch^{3,*}, A. Hartwig^{4,*}, MAK Commission^{5,*}

DOI: 10.1002/3527600418.am60014d0019b

Abstract

This analytical method is a validated measurement procedure for the determination of 2,3-pentanedione in workplace air in a concentration range of a tenth up to twice the currently valid MAK value of 0.083 mg/m³. Sampling is performed by drawing a defined volume of air through a silica gel tube using a suitable flow-regulated pump. The flow rate is set to 0.33 L/min with a recommended air sample volume of approx. 20 L. For sampling 1 hour or 15 min (checking the short-term value) can be used. The collected 2,3-pentanedione is desorbed with acetone containing the internal standard cyclohexanone and then analysed by means of gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). The quantitative evaluation is based on a calibration function obtained by means of a 10-point calibration using cyclohexanone as internal standard. The limit of quantification is 0.0025 mg/m³ based on an air sample volume of approx. 20 L or 0.010 mg/m³ based on an air sample volume of approx. 5 L (for short-term value).

Keywords

2,3-Pentandion; Arbeitsplatzmessung; Gefahrstoffe; Luftanalysen; Messverfahren; Kurzzeitmessung; Silicagelröhrchen; Gaschromatographie-Massenspektrometrie; GC-MS

Author Information

¹ Berufsgenossenschaft Nahrungsmittel und Gastgewerbe, Dynamostr. 7–11, 68165 Mannheim

² Bayerisches Landesamt für Gesundheit und Lebensmittelsicherheit (LGL Bayern), Pfarrstraße 3, 80538 München

³ Leiter 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 Vorsitzende 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

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

2,3-Pentandion – Bestimmung von 2,3-Pentandion in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS)

Methodennummer	2
Anwendbarkeit	Luftanalyse
Analyt. Messprinzip	Gaschromatographie-Massenspektrometrie (GC-MS)
Abgeschlossen im	Mai 2017

Zusammenfassung

Diese Analysenmethode ermöglicht die Bestimmung von 2,3-Pentandion in der Luft am Arbeitsplatz in einem Konzentrationsbereich von einem Zehntel bis zum 2-fachen des derzeit gültigen MAK-Wertes von 0,083 mg/m³ (0,02 ppm) [1]. Zur Probenahme wird ein definiertes Luftvolumen mit einer geeigneten Probenahmepumpe durch ein Silicagelröhrchen gesaugt, wobei 2,3-Pentandion an Silicagel adsorbiert wird. Das gesammelte 2,3-Pentandion wird mit Aceton im Ultraschallbad extrahiert und die Probelösung danach gaschromatographisch mit Hilfe eines massenselektiven Detektors (MSD) analysiert. Die quantitative Bestimmung erfolgt anhand einer Mehrpunkt-Kalibrierung unter Verwendung von Cyclohexanon als internem Standard. Das Verfahren ist geeignet zur Überwachung des Schichtmittel- und des Kurzzeitwertes.

Kenndaten des Verfahrens

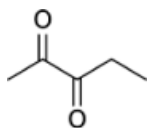
Wiederholpräzision:	Standardabweichung (rel.):	$s = 3,1 \%$ bei einer Konzentration von 719 ng/mL
Vergleichspräzision:	Standardabweichung (rel.):	$s = 2,6 \%$ bei einer Konzentration von 739 ng/mL

Erweiterte Mess- unsicherheit:	$U = 27$ bis 43 % im Konzentrationsbereich von 0,012 bis 0,163 mg/m ³ und einem Probeluftvolumen von 19,8 Litern
	$U = 28$ bis 43 % im Konzentrationsbereich von 0,047 bis 0,161 mg/m ³ und einem Probeluftvolumen von 4,95 Litern
Wiederfindung:	$\eta = 1,09$ (109 %) bei einem Probeluftvolumen von 19,8 L
Bestimmungsgrenze:	absolut: 50 pg bzw. 25 ng/mL Probelösung
	relativ: 2,5 µg/m ³ (0,0025 mg/m ³) bei einem Probeluftvolumen von 19,8 L
	relativ: 10 µg/m ³ (0,010 mg/m ³) bei einem Probeluftvolumen von 4,95 L
Probenahme- empfehlung:	Probenahmedauer: 60 min
	Probeluftvolumen: 19,8 L
	Für Kurzzeitwertmessungen: 15 min; 4,95 L

Stoffbeschreibung

2,3 Pentandion [600-14-6]

Strukturformel von 2,3-Pentandion



Synonyma: Pentan-2,3-dion, Acetylpropionyl

2,3-Pentandion ist eine grün-gelbliche Flüssigkeit von öligem Konsistenz und süßlich-butterartigem Aroma mit leichter Karamellnote (Molmasse 100,1 g/mol, Schmelzpunkt 52 °C, Siedepunkt 108 – 112 °C, Dampfdruck 28,5 hPa bei 20 °C). Die Löslichkeit in Wasser beträgt 60 g/L bei 15 °C. 2,3-Pentandion wird verschiedenen Lebensmitteln als künstlicher Aromastoff zugesetzt, wie z. B. Backwaren, Popcorn, Pudding, Eiscreme und einigen Getränken, um ihnen u. a. ein butterähnliches Aroma zu verleihen. Als Aromastoff wird es neuerdings auch in Liquids für E-Zigaretten eingesetzt. Als natürlich vorkommender Aroma- bzw. Geschmacksstoff ist 2,3-Pentandion z. B. in Bier, Wein und Joghurt enthalten, wo es durch Hefe bzw. Milchsäurebakterien bei der Gärung gebildet wird. Darüber hinaus wird es bei der Kaffeerösterei freigesetzt.

Der MAK-Wert von 2,3-Pentandion beträgt 0,02 ppm (0,083 mg/m³). Die Spitzenbegrenzung erfolgt nach Kategorie II mit dem Überschreitungsfaktor 1 [1]. Zur Toxizität von 2,3-Pentandion siehe toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründungen von MAK-Werten [2].

$$1\text{mL/m}^3 \text{ (ppm)} \cong 4,15 \text{ mg/m}^3$$

1662 Air Monitoring Methods

Für die hier vorgestellte Methode erfolgte eine Plausibilitätsprüfung (siehe Kapitel 10 „Bewertung von Luftanalysenverfahren ohne experimentelle Prüfung“ 2007) durch Experten der Arbeitsgruppe „Luftanalysen“ der Ständigen Senatskommission der DFG zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe.

Inhaltsverzeichnis

1	Grundlage des Verfahrens	1662
2	Geräte, Chemikalien und Lösungen	1663
2.1	Geräte	1663
2.2	Chemikalien	1663
2.3	Lösungen	1664
2.4	Kalibrierstandards	1664
3	Probenahme und Probenaufbereitung	1665
3.1	Probenahme	1665
3.2	Probenaufbereitung	1666
4	Gaschromatographische Arbeitsbedingungen	1666
5	Analytische Bestimmung	1667
6	Kalibrierung	1667
7	Berechnung des Analysenergebnisses	1667
8	Beurteilung des Verfahrens	1668
8.1	Präzision	1668
8.2	Wiederfindung	1669
8.3	Erweiterte Messunsicherheit des Gesamtverfahrens	1669
8.4	Bestimmungsgrenze	1671
8.5	Lagerfähigkeit	1671
8.6	Störeinflüsse	1671
9	Diskussion	1671
	Literatur	1672

1 Grundlage des Verfahrens

Diese Analysenmethode ermöglicht die Bestimmung von 2,3-Pentandion in der Luft am Arbeitsplatz in einem Konzentrationsbereich von einem Zehntel bis zum 2-fachen des derzeit gültigen MAK-Wertes von 0,083 mg/m³ (0,02 ppm) [1]. Zur Probenahme wird ein definiertes Luftvolumen mit einer durchflussstabilisierten Pumpe durch ein Silicagelröhrchen gesaugt, wobei luftgetragenes 2,3-Pentandion an Silicagel adsorbiert wird. Nach Beendigung der Probenahme wird das mit 2,3-Pentandion beladene Silicagel mit Aceton desorbiert und die Probelösung gaschromatographisch mit Hilfe eines massenselektiven Detektors (MSD) analysiert.

Die quantitative Bestimmung erfolgt anhand einer Mehrpunkt-Kalibrierung unter Verwendung von Cyclohexanon als internem Standard. Das Verfahren ist geeignet zur Überwachung des Schichtmittel- und des Kurzzeitwertes.

2 Geräte, Chemikalien und Lösungen

2.1 Geräte

- Pumpe zur personengetragenen Probenahme, Förderleistung 20 L/h (z. B. SG 350, GS Messtechnik, 40880 Ratingen)
- Gaschromatograph mit massenselektivem Detektor (z. B. Agilent GC 6890/MSD-N 5973, 76337 Waldbronn)
- Trennsäule CPSIL 8 CB 50 m, 5 µm Filmdicke, 0,32 mm Innendurchmesser (z. B. Agilent)
- Liner mit Quarzwolle (z. B. Gerstel, 45473 Mülheim, Best. Nr. 007519-010-00)
- Adsorptionsröhrchen gefüllt mit Silicagel (1100 und 480 mg) (z. B. Silicagelröhrchen Typ B/G von Dräger, 23560 Lübeck)
- Gasmengenzähler oder Volumenstromanzeiger (z. B. Dry Cal DC1, DEHA Haan & Wittmer, 71296 Heimsheim)
- Kolbenhubpipetten 100 und 1000 µL (z. B. Gilson)
- Schraubdeckelgläschen verschließbar, Nennvolumen 4 mL (Braunglas)
- Probengläschen für Autosampler, dunkel und verschließbar, Nennvolumen 2 mL
- 2-µL-Mikroliterspritze
- Spritzen, 1 und 2,5 mL (z. B. Hamilton)
- Messkolben, 5, 10 und 20 mL (Braunglas)
- 10-mL-Headspace Probengläschen (HS-Probengläser) mit PTFE-kaschiertem Septum und Aluminium-Verschlusskappe (Braunglas)
- Spritzenfilter, Millex FH, PTFE, Porengröße 0,45 µm (z. B. Millipore, Artikel Nr. SLFHX13 NL)
- 5-mL-Einmalspritzen und Kanülen
- Ultraschallbad

2.2 Chemikalien

- 2,3-Pentandion Reinsubstanz (Bezugssubstanz für die GC) (z. B. Sigma-Aldrich, Best. Nr. 69043)
- Aceton-Uvasol (z. B. Merck, 64293 Darmstadt, Best. Nr. 1.00022.0250)
- Cyclohexanon (Bezugssubstanz für die GC) (z. B. Merck, Best. Nr. 8.22269)
- Helium 5.0 für die Gaschromatographie

1664 Air Monitoring Methods

2.3 Lösungen

Interne Standardlösung (ISTD-Lösung): (Cyclohexanon in Aceton: 0,947 mg/mL)

In einen 10-mL-Messkolben, der als Vorlage einige Milliliter Aceton enthält, werden 10 µL Cyclohexanon dosiert. Anschließend wird der Messkolben mit Aceton bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt. Die Konzentration an Cyclohexanon beträgt 0,947 mg/mL.

Desorptionslösung: (Cyclohexanon in Aceton: 3,0304 µg/mL)

In einen 20-mL-Messkolben, der als Vorlage einige Milliliter Aceton enthält, werden 64 µL ISTD-Lösung dosiert. Danach wird der Messkolben mit Aceton bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt. Die Konzentration an Cyclohexanon beträgt 3,0304 µg/mL.

Die Lösungen sind vor jeder Probenserie und Kalibrierung frisch anzusetzen.

2.4 Kalibrierstandards

Stammlösung 1: (2877 µg 2,3-Pentandion/mL)

In einen 10-mL-Messkolben, der als Vorlage einige Milliliter Aceton enthält, werden 30 µL 2,3-Pentandion (Dichte: 0,959 g/mL) dosiert. Der Messkolben wird anschließend mit Aceton bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt. Die Konzentration an 2,3-Pentandion beträgt 2877 µg/mL.

Stammlösung 2: (14,39 µg 2,3-Pentandion/mL)

In einen 5-mL-Messkolben, der als Vorlage einige Milliliter Aceton enthält, werden 25 µL Stammlösung 1 dosiert. Der Messkolben wird anschließend mit Aceton bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt. Die Konzentration an 2,3-Pentandion beträgt 14,39 µg/mL.

Stammlösung 3: (71,93 µg 2,3-Pentandion/mL)

In einen 10-mL-Messkolben, der als Vorlage einige Milliliter Aceton enthält, werden 250 µL Stammlösung 1 dosiert. Der Messkolben wird anschließend mit Aceton bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt. Die Konzentration an 2,3-Pentandion beträgt 71,93 µg/mL.

Stammlösung 4: (719,3 ng 2,3-Pentandion/mL)

20 µL von Stammlösung 3 und 1980 µL Desorptionslösung werden in ein 10-mL-Probegläschen (Braunglas) pipettiert und umgeschüttelt. Die Konzentration an 2,3-Pentandion beträgt 719,3 ng/mL.

Kalibrierstandards aus Stammlösung 2:

Aus Stammlösung 2 (14,39 µg 2,3-Pentandion/mL) werden 10 Kalibrierlösungen wie folgt hergestellt: In 5-mL-Messkolben, die als Vorlage einige Milliliter Aceton enthalten, werden die in Tabelle 1 aufgeführten Volumina an Stammlösung 2 dosiert.

Tab. 1 Pipettierschema zur Herstellung von zehn 2,3-Pentandion-Kalibrierstandards aus Stammlösung 2

Standardlösung Nr.	Stammlösung 2 [μL]	Konzentration an internem Standard [ng/mL]	Konzentration an 2,3-Pentandion [ng/mL]
Kalibrierstandard I	20	3030,4	57,5
Kalibrierstandard II	80	3030,4	230,2
Kalibrierstandard III	140	3030,4	402,8
Kalibrierstandard IV	200	3030,4	575,4
Kalibrierstandard V	260	3030,4	748,0
Kalibrierstandard VI	320	3030,4	920,6
Kalibrierstandard VII	380	3030,4	1093
Kalibrierstandard VIII	440	3030,4	1266
Kalibrierstandard IX	500	3030,4	1439
Kalibrierstandard X	560	3030,4	1611

Nach Zugabe von 16 μL interner Standardlösung werden die Messkolben mit Aceton bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Die Kalibrierstandards sind vor jeder Kalibrierung frisch anzusetzen.

3 Probenahme und Probenaufbereitung

3.1 Probenahme

Zur Probenahme werden Silicagelröhrchen Typ B/G von Dräger verwendet, wobei als Sammelfase ausschließlich die G-Phase eingesetzt wird.

Unmittelbar vor Beginn der Probenahme werden die verschmolzenen Glasenden eines Silicagelröhrchens geöffnet und an eine durchflussstabilisierte Pumpe angeschlossen. Der Volumenstrom wird auf 0,33 L/min eingestellt. Für die Probenahmedauer können 15 Minuten (Ermittlung vom Kurzzeitwert) oder eine Stunde gewählt werden. Bei einer Probenahmedauer von 15 min entspricht dies einem Probeluftvolumen von ca. 5 L und bei einer Probenahmedauer von 60 min einem Probeluftvolumen von ca. 20 L. Die Probenahme kann personenbezogen oder ortsfest erfolgen. 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 [3]. Nach erfolgreicher Messung werden die mit 2,3-Pentandion beladenen Silicagelröhrchen mit den mitgelieferten Kappen verschlossen und bis zur Probenaufbereitung kühl und dunkel gelagert.

1666 Air Monitoring Methods

Zu jeder Probenserie ist eine Blindprobe (Field Blank) anzufertigen. Dazu wird ein Silicagelröhrchen (aus der gleichen Charge wie das zur Luftprobe verwendete) direkt nach dem Öffnen wieder verschlossen und danach wie die Analysenproben kühl und dunkel gelagert.

3.2 Probenaufbereitung

Zur Probenaufbereitung wird die G-Phase (Sammelphase) des Silicagelröhrchens zusammen mit dem Wattepfropf (positioniert zwischen Sammel- und Kontrollphase) in ein 4-mL-Schraubdeckelgläschen überführt und mit 2 mL Desorptionslösung überschichtet. Das Probengläschen wird verschlossen und für 20 Minuten im Ultraschallbad behandelt. Danach wird die Probelösung über einen Spritzenfilter (Millex FH 13) in ein GC-Probengläschen filtriert.

Die B-Phase (Kontrollphase) wird analog der G-Phase (Sammelphase) mit 1 mL Desorptionslösung aufbereitet. Ebenso wird die Blindprobe (Field Blank) entsprechend den Analysenproben aufbereitet.

4 Gaschromatographische Arbeitsbedingungen

Gerät:	Gaschromatograph Agilent 6890 mit massenselektivem Detektor MSD-N 5973 (z. B. Agilent, 76337 Waldbronn)	
Trennsäule:	Material:	Fused Silica
	Stationäre Phase:	CP SIL 8 CB (95 % Dimethylpolysiloxan, 5 % Phenylpolydimethylsiloxan)
	Länge:	50 m
	Innerer Durchmesser:	0,32 mm
	Filmdicke:	5 µm
Trärgas:	Helium 5.0:	60 kPa 1,7 mL/min
Injektionsvolumen:	2 µL	
Injektor:	Programmed Temperatur Vaporizer (PTV), splitless Liner mit Quarzwolle	
Temperaturprogramm:	35 °C (5 min) $\xrightarrow{5\text{ °C/min}}$ 100 °C $\xrightarrow{16\text{ °C/min}}$ 200 °C (10 min) $\xrightarrow{16\text{ °C/min}}$ 270 °C (7 min)	
PTV-Injektortemperatur:	35 °C für 0,5 min; Rate: 300 °C/min; Endtemperatur 270 °C	
Transfer Line:	270 °C	
Ionisierungsmodus:	Elektronenstoß (EI)	
Ionisierungsenergie:	70 eV	
Quadrupoltemperatur:	200 °C	

Die Analyse erfolgt im SCAN/SIM-Modus, wobei die Quantifizierung im SIM-Modus durchgeführt wird. In Tabelle 2 sind die zur Auswertung im SIM-Modus verwendeten Ionenspuren aufgelistet.

Tab. 2 Zur Auswertung verwendete Ionenspuren mit Aufnahmeparameter im SIM-Modus

	Target/Ion [m/z]	Qualifier 1 Ion [m/z]	Qualifier 2 Ion [m/z]
2,3-Pentandion	43	57	100
Cyclohexanon (ISTD)	98	55	69

5 Analytische Bestimmung

Zur analytischen Bestimmung werden jeweils 2 µL der nach Abschnitt 3.2 aufbereiteten Proben in den GC injiziert und unter den im Abschnitt 4 angegebenen Arbeitsbedingungen analysiert. Außerdem wird ein „Lab Blank“ (verwendete Desorptionslösung) entsprechend den Analysenproben gemessen.

Es gilt zu beachten, dass zu jeder Probenserie eine Blindprobe (Field Blank) analog den Analysenproben aufbereitet und mittels GC und massenselektiver Detektion gemessen wird. Weiterhin ist zu Beginn und am Ende einer Analysenreihe jeweils ein Kalibrierstandard mittlerer Konzentration zur Überprüfung der Kalibrierkurve zu messen.

6 Kalibrierung

Die entsprechend Abschnitt 2.4 hergestellten Kalibrierstandards werden wie in den Abschnitten 4 und 5 beschrieben analysiert. Zur Erstellung der Kalibrierfunktion werden die ermittelten Quotienten aus den Peakflächen von 2,3-Pentandion und dem internen Standard gegen die entsprechenden Konzentrationen an 2,3-Pentandion aufgetragen. Es besteht eine lineare Abhängigkeit, so dass eine Kalibrierfunktion 1. Grades daraus resultiert.

Die Kalibrierfunktion sollte in der Routineanalytik regelmäßig überprüft werden und ist neu zu erstellen, wenn Änderungen am Analysengerät vorgenommen wurden (z. B. Tunen).

7 Berechnung des Analyseergebnisses

Die Berechnung der Konzentration an 2,3-Pentandion in der Luft am Arbeitsplatz erfolgt unter Zuhilfenahme der Kalibrierfunktion. Ist der Wert für die Blindprobe (Field Blank) ungleich Null, so ist dieser Wert jeweils von dem der zu analysierenden

1668 Air Monitoring Methods

Proben zu subtrahieren. Die Korrektur erfolgt durch Differenzenbildung der Konzentration von Probe und Blindwert.

Zur Umrechnung der Konzentration an 2,3-Pentandion in mg/m^3 gilt Gleichung (1) wie folgt:

$$\rho = \frac{X \times 100 \times V_E}{V_L \times 1000 \times Wf} \quad (1)$$

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

$$\rho^0 = \rho \times \frac{273 + t_a}{293} \times \frac{1013}{p_a} \quad (2)$$

Es bedeuten:

ρ	Massenkonzentration an 2,3-Pentandion in mg/m^3
ρ^0	Massenkonzentration an 2,3-Pentandion in mg/m^3 bezogen auf 20°C und 1013 hPa
X	Konzentration an 2,3-Pentandion in der Probelösung abzüglich der Blindprobe (Field Blank) in ng/mL
V_E	Extraktionsvolumen (2 mL Aceton)
V_L	Probeluftvolumen (berechnet aus Volumenstrom und Probenahmedauer) in Liter
Wf	Relative Wiederfindung in %
t_a	Temperatur während der Probenahme in $^\circ\text{C}$
p_a	Luftdruck am Probenahmeort während der Probenahme in hPa

8 Beurteilung des Verfahrens

Die Kenndaten der Methode wurden entsprechend der DIN EN 482 [4], der DIN EN 1076 [5] und der DIN 32645 [6] ermittelt.

8.1 Präzision

Zur Ermittlung der Wiederholpräzision des Analysenverfahrens wurde an sechs verschiedenen Tagen ein Probenextrakt mit einer Konzentration von $719 \text{ ng}/\text{mL}$ analysiert (vgl. Abschnitt 2.4 und 2.5). Die dabei ermittelte relative Standardabweichung betrug 3,1 %.

8.2 Wiederfindung

Zur Ermittlung der Wiederfindung wurden die G-Phasen von sechs Silicagelröhrchen mit jeweils 20 μL von Stammlösung 3 (ca. 69,9 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 2,3-Pentandion) dotiert. Nach einer Standzeit von zwei Stunden wurde Luft mit einem Volumenstrom von 0,33 L/min für 60 Minuten durch die dotierten Silicagelröhrchen gesaugt. Anschließend wurden die Silicagelröhrchen entsprechend den Analysenproben aufbereitet und gaschromatographisch mit massenspektrometrischer Detektion analysiert (vgl. Abschnitte 3.2, 4 und 5). Als Referenz wurde Stammlösung 4 (vgl. Abschnitt 2.4) vierfach angesetzt und gaschromatographisch analysiert. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Tab. 3 Relative Wiederfindung von 2,3-Pentandion nach einstündigem Durchsaugen von Luft durch dotierte Silicagelröhrchen

	Sollkonzentration (theoretisch) [ng/mL]	Sollkonzentration (exp. ermittelt) [ng/mL]	Mittlere Wieder- findung [ng/mL]	Relative Wieder- findung [%]
2,3-Pentandion	699	678	739	109

Im Rahmen der Wiederfindungsversuche wurde anhand der relativen Standardabweichungen der Einzelwerte eine Vergleichspräzision von 2,6 % ermittelt.

8.3 Erweiterte Messunsicherheit des Gesamtverfahrens

Die Messunsicherheit wurde unter Abschätzung aller relevanten Einflussgrößen (bottom-up-Verfahren) ermittelt [4, 5]. Die Ergebnisunsicherheit des Gesamtverfahrens und damit auch die des Analysenergebnisses setzt sich im Wesentlichen zusammen aus den Unsicherheitsbeiträgen

- des Probeluftvolumens U_L ,
- des Extraktionsvolumens U_E ,
- der Wiederfindungen U_{Wf}
- von Lagerverlusten U_{Lg}
- sowie von Einflüssen auf die Messwerte U_ρ , insbesondere der Streuung der Kalibriergeraden und Kalibrierstandards sowie der laborinternen Reproduzierbarkeit (Präzision).

Unabhängig vom Analyten 2,3-Pentandion wurden die Unsicherheiten von Probeluftvolumen und Extraktionsvolumen bestimmt. Des Weiteren wurden die Unsicherheiten der Wiederfindung und des Messwertes ermittelt. Die Gesamt-Wiederfindung U_{Wfges} setzt sich aus den Beiträgen der Wiederfindungsversuche U_{Wf} unter Berücksichtigung der Unsicherheit der Referenzwerte sowie der Unsicherheit der Lagerstabilität U_{Lg} zusammen. Die von der Konzentration abhängige kombinierte Unsicherheit des Messwertes U_ρ ergibt sich aus den Unsicherheiten der Kalibrier-

1670 Air Monitoring Methods

geraden, der Kalibrierstammlösungen sowie der Kalibrierstandards und aus den Ergebnissen der Präzision. Die Kombination aller Unsicherheitsbeiträge führt zur konzentrationsabhängigen kombinierten Messunsicherheit U_{komb} .

Durch Multiplikation mit einem Wahrscheinlichkeitsfaktor (z. B. $k = 2$ für 95 % Sicherheit) erhält man die entsprechende erweiterte Messunsicherheit U_{erw} , die gleichzeitig die stoff- und konzentrationsabhängigen Messunsicherheiten des Gesamtverfahrens darstellen.

In den Tabellen 4 und 5 sind die einzelnen Größen, die zur erweiterten kombinierten Messunsicherheit im niedrigen, mittleren und hohen Konzentrationsbereich beitragen, aufgelistet. In Tabelle 4 sind die Unsicherheitsbeiträge für eine 60-minütige und in Tabelle 5 für eine 15-minütige Probenahmedauer (Überwachung des Kurzzeitwertes) aufgeführt.

Tab. 4 Unsicherheitsbeiträge U sowie kombinierte und erweiterte Unsicherheitsbeiträge (bot-tom-up-Verfahren) für eine Probenahmedauer von 60 min in %

U_E	U_L	U_{wf}	U_{Lg}	U_{Wfges}	$U\rho_{-h}$	$U\rho_{-m}$	$U\rho_{-n}$
4,6	3,4	9,4	2,6	9,7	7,3	8,0	18,2
					U_{komb-h}	U_{komb-m}	U_{komb-n}
					13,4	13,8	21,4
					U_{erw-h}	U_{erw-m}	U_{erw-n}
					27	28	43
zugehörige Konzentration in mg/m^3					0,163	0,041	0,012

Tab. 5. Unsicherheitsbeiträge U sowie kombinierte und erweiterte Unsicherheitsbeiträge (bot-tom-up-Verfahren) für eine Probenahmedauer von 15 min in %

U_E	U_L	U_{wf}	U_{Lg}	U_{Wfges}	$U\rho_{-m}$	$U\rho_{-n}$
4,6	3,9	9,4	2,6	9,7	8,0	18,2
					U_{komb-m}	U_{komb-n}
					14	21,5
					U_{erw-m}	U_{erw-n}
					28	43
zugehörige Konzentration in mg/m^3					0,161	0,047

Es bedeuten:

$U\rho_{-h}$ Unsicherheit des Messwertes bei einer **hohen** Konzentration (beinhaltet Präzision und Streuung der Kalibrierkurve)

$U\rho_{-m}$ Unsicherheit des Messwertes bei einer **mittleren** Konzentration (beinhaltet Präzision und Streuung der Kalibrierkurve)

$U_{\rho-n}$	Unsicherheit des Messwertes bei einer niedriger Konzentration (beinhaltet Präzision und Streuung der Kalibrierkurve)
U_{kamb-h}	kombinierte Messunsicherheit bei einer hohen Konzentration
U_{kamb-m}	kombinierte Messunsicherheit bei einer mittleren Konzentration
U_{kamb-n}	kombinierte Messunsicherheit bei einer niedrigen Konzentration
U_{erw-h}	erweiterte Messunsicherheit bei hoher Konzentration
U_{erw-m}	erweiterte Messunsicherheit bei mittlerer Konzentration
U_{erw-n}	erweiterte Messunsicherheit bei niedriger Konzentration

8.4 Bestimmungsgrenze

Die Ermittlung der Bestimmungsgrenze von 2,3-Pentandion erfolgte analog der Leerwertmethode gemäß DIN 32645 [6] mit $P = 95\%$ und $k = 3,33$.

Die absolute Bestimmungsgrenze wurde aus insgesamt 10 Blindwerten der Desorptionslösung und den aufgearbeiteten Kontrollphasen gemäß der Leerwertmethode nach DIN 32645 ermittelt. Für 2,3-Pentandion ergab sich eine absolute Bestimmungsgrenze von 25 ng (für 1 mL Probelösung), was bezogen auf ein Probeluftvolumen von 20 Litern einer relativen Bestimmungsgrenze von $0,0025 \text{ mg/m}^3$ entspricht. Bezogen auf ein Probeluftvolumen von 4,95 Litern ergab sich eine relative Bestimmungsgrenze von $0,010 \text{ mg/m}^3$ (Kurzzeitwert).

8.5 Lagerfähigkeit

Zur Ermittlung der Lagerfähigkeit wurden die G-Phasen von sechs Silicagelröhrchen mit $1,44 \mu\text{g}$ 2,3-Pentandion ($20 \mu\text{L}$ Stammlösung 3 mit einer Konzentration von $71,93 \mu\text{g/mL}$) beaufschlagt und bis zu zwei Wochen im Kühlschrank bei 4 bis 8°C gelagert. Die Verluste lagen nach einer Lagerdauer von 14 Tagen unter 2 %. Die beaufschlagten Probeträger sind im Dunkeln im Kühlschrank mindestens 14 Tage lagerfähig.

Zu beachten gilt, dass die kühl gelagerten Probenextrakte innerhalb von 1 Woche analysiert werden müssen, da ansonsten mit Verlusten zu rechnen ist.

8.6 Störeinflüsse

Das Analysenverfahren mittels GC-MS ist unter den angegebenen Arbeitsbedingungen spezifisch. Störeinflüsse durch andere Komponenten wurden im untersuchten Arbeitsbereich nicht beobachtet. Blindwerte werden durch die parallel zur Probenaufbereitung hergestellten Field Blanks berücksichtigt.

9 Diskussion

Die vorliegende Analysenmethode ermöglicht die Bestimmung von 2,3-Pentandindämpfen in der Luft am Arbeitsplatz in einem Konzentrationsbereich von $0,0025$

1672 Air Monitoring Methods

bis 0,163 mg/m³ bei einer Probenahmedauer von 60 Minuten und von 0,010 bis 0,651 mg/m³ bei einer Probenahmedauer von 15 Minuten (Kurzzeitwert).

Es ist davon auszugehen, dass analog zu Diacetyl (2,3-Butandion) (siehe Methode 2 zu „Diacetyl“ 2016) die Luftfeuchte keinen Einfluss auf das Messergebnis hat.

Literatur

- 1 Deutsche Forschungsgemeinschaft (2016) MAK- und BAT-Werte-Liste 2016. Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, Mitteilung 52, Wiley-VCH, Weinheim, <https://doi.org/10.1002/9783527805976>
- 2 Hartwig A und MAK-Kommission (2017) 2,3-Pentandion. Gesundheitsschädliche Arbeitsstoffe, Toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründung von MAK-Werten, Wiley-VCH, Weinheim, <https://doi.org/10.1002/3527600418.mb60014d0062>
- 3 DIN EN ISO 13137 (2014) Arbeitsplatzatmosphäre – Pumpen für die personenbezogene Probenahme von chemischen und biologischen Arbeitsstoffen – Anforderungen und Prüfverfahren (Deutsche Fassung EN ISO 13137:2013). Beuth Verlag, Berlin
- 4 DIN EN 482 (2015) Exposition am Arbeitsplatz – Allgemeine Anforderungen an die Leistungsfähigkeit von Verfahren zur Messung chemischer Arbeitsstoffe; Deutsche Fassung EN 482:2012+A1:2015. Beuth Verlag, Berlin
- 5 DIN EN 1076 (2010) Exposition am Arbeitsplatz – Messung von Gasen und Dämpfen mit pumpenbetriebenen Probenahmeeinrichtungen – Anforderungen und Prüfverfahren. Beuth Verlag, Berlin
- 6 DIN 32645 (2008) Chemische Analytik; Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen – Begriffe, Verfahren, Auswertung. Beuth Verlag, Berlin