

The MAK Collection for Occupational Health and Safety

2-Phenoxyethanol – Bestimmung von 2-Phenoxyethanol in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie nach Thermodesorption

Luftanalysen-Methode

M. Tschickardt¹, W. Krämer², R. Schmitt², R. Hebisch^{3,*}, A. Hartwig^{4,*}, MAK Commission^{5,*}

¹ Methodenentwicklung, Landesamt für Umwelt Rheinland-Pfalz, Kaiser-Friedrich-Straße 7, 55118 Mainz

² Methodenprüfung, BASF SE, ESE/MA – Z 570, Carl-Bosch-Straße 38, 67056 Ludwigshafen

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-Phenoxyethanol; Luftanalysen; Analysenmethode; Arbeitsplatzmessung; Gefahrstoff; Thermodesorptions-Gaschromatographie; Flammenionisationsdetektion; Massenspektrometrie; TD-GC-FID/MS; Quarzfaserfilter

Citation Note: Tschickardt M, Krämer W, Schmitt R, Hebisch R, Hartwig A, MAK Commission. 2-Phenoxyethanol – Bestimmung von 2-Phenoxyethanol in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie nach Thermodesorption. Luftanalysen-Methode. MAK Collect Occup Health Saf [Original-Ausgabe. Weinheim: Wiley-VCH; 2018 Okt;3(4):2132-2148]. Korrigierte Neuveröffentlichung ohne inhaltliche Bearbeitung. Düsseldorf: German Medical Science; 2025. https://doi.org/10.34865/am12299kskd0020_w

Neuveröffentlichung (Online): 12 Dez 2025

Vormals erschienen bei Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA; <https://doi.org/10.1002/3527600418.am12299kskd0020>

Manuskript abgeschlossen: 01 Mrz 2018

Erstveröffentlichung (Online): 19 Okt 2018

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-Phenoxyethanol – Method for the determination of 2-phenoxyethanol in workplace air using gas chromatography after thermodesorption

[2-Phenoxyethanol – Bestimmung von 2-Phenoxyethanol in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie nach Thermodesorption]

Air Monitoring Methods in German language

M. Tschickardt¹, W. Krämer², R. Schmitt², R. Hebisch^{3,*}, A. Hartwig^{4,*}, MAK Commission^{5,*}

DOI: 10.1002/3527600418.am12299kskd0020

Abstract

This analytical method is a validated measurement procedure for the determination of 2-phenoxyethanol [122-99-6] in workplace air in a concentration range of one tenth up to twice the currently valid MAK value of 5,7 mg/m³. With this method simultaneously airborne 2-phenoxyethanol in the gaseous state as well as particles are collected. Sampling is performed by drawing a defined volume of air through a quartz fibre filter located in the sampling head with an adsorption tube filled with Tenax TA connected downstream using a suitable pump. The flow rate is set to 0.066 L/min with a recommended air sample volume of approx. 4 litres. The collected 2-phenoxyethanol alcohol is thermally desorbed and then analysed by means of gas chromatography using two detectors, a FID for quantification and a MSD to recognise potential interferences. The quantitative determination is based on a calibration function obtained by means of a multi-point calibration. The limit of quantification is 0,095 mg/m³ based on an air sample of approx. 4 litres.

Keywords

2-Phenoxyethanol; Arbeitsplatzmessung; Gefahrstoffe; Luftanalysen; Messverfahren; Tenax TA; Quarzfaserfilter; Gaschromatographie; GC-FID; GC-MSD; Thermodesorption; GGP-Mini

Author Information

¹ Landesamt für Umwelt Rheinland-Pfalz, Kaiser-Friedrich-Str. 7, 55115 Mainz

² BASF SE, Abt. ESE/MA – Z 570, 67056 Ludwigshafen

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-Phenoxyethanol – Bestimmung von 2-Phenoxyethanol in der Luft am Arbeitsplatz mittels Gaschromatographie nach Thermodesorption

Methodennummer	1
Anwendbarkeit	Luftanalyse
Analyt. Messprinzip	Gaschromatographie (Thermodesorption)
Abgeschlossen im	März 2018

Zusammenfassung

Mit dem hier beschriebenen Analysenverfahren kann 2-Phenoxyethanol in der Luft am Arbeitsplatz von einem Zehntel bis zum 2-fachen des derzeit gültigen MAK-Wertes von 5,7 mg/m³ (1 ppm) bestimmt werden [1]. Mit diesem Verfahren wird simultan gasförmig und partikulär vorkommendes 2-Phenoxyethanol erfasst. Zur Probenahme wird ein definiertes Luftpolumen mit einer geeigneten Probenahmepumpe durch ein mit Tenax TA gefülltes Adsorptionsröhrchen gesaugt, dem zur Abscheidung der Aerosolanteile ein mit einem Quarzfaserfilter bestückter Probenahmekopf vom Typ GGP-Mini vorgeschaltet ist. Partikulär vorkommendes 2-Phenoxyethanol wird dabei auf dem Filter abgeschieden, während gasförmige Anteile an Tenax TA adsorbiert werden.

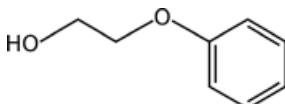
Nach der Probenahme wird das gesammelte 2-Phenoxyethanol von den Probenträgern thermisch desorbiert und mittels Gaschromatographie und Flammenionisationsdetektion (FID) analysiert. Parallel dazu wird ein massenselektiver Detektor (MSD) verwendet, der bei chromatographischen Interferenzen zur Identifikation und Quantifizierung herangezogen werden kann. Die quantitative Auswertung erfolgt anhand einer Mehrpunktikalibrierung durch Vergleich mit Kalibrierproben bekannter Konzentration. Es besteht eine lineare Abhängigkeit der Peakfläche von der Konzentration.

Kenndaten des Verfahrens

Präzision:	Standardabweichung (rel.):	$s = 1,1 - 2,5 \%$
	Erweiterte Messunsicherheit:	$U = 24,5 - 24,9 \%$
im Konzentrationsbereich der Bestimmungsgrenze bis zum 2-fachen Grenzwert und $n = 6$ Bestimmungen		
Bestimmungsgrenze:	0,095 mg/m ³ bei einem Probeluftvolumen von 4 L	
Wiederfindung:	$\eta > 0,96 (> 96 \%)$	
Probenahmeempfehlung:	Probenahmedauer:	60 min
	Probeluftvolumen:	4 L
	Volumenstrom:	4 L/h

Stoffbeschreibung

2-Phenoxyethanol [122-99-6]



Synonyma: Ethylenglykolmonophenylether,
Phenylglykol

2-Phenoxyethanol ist eine farblose, leicht viskose Flüssigkeit mit schwach nach Rosen riechenden Geruch (Molmasse 138,17 g/mol, Siedepunkt 245 °C, Schmelzpunkt 14 °C, Dampfdruck 0,04 Pa bei 20 °C, Dichte 1,11 g/cm³). In Wasser ist es mäßig löslich (24 g/L bei 20 °C), löst sich aber gut in den meisten organischen Lösemitteln.

2-Phenoxyethanol wirkt antibakteriell und antifungizid und wird in dermatologischen Produkten, wie z. B. Hautcremes, als Konservierungsstoff verwendet. In der EU ist es als Konservierungsmittel für Kosmetika bis zu einer Höchstkonzentration von 1,0 % in gebrauchsfertigen Zubereitungen zugelassen [2]. In der Pharmaindustrie wird 2-Phenoxyethanol als Konservierungsstoff für Impfstoffe eingesetzt. Des Weiteren ist es Bestandteil hydraulischer Flüssigkeiten und Fixativ für Parfüms und Seifen. Zudem dient es als Ersatzstoff für Natriumazid in biologischen Pufferlösungen, da es eine geringere Toxizität aufweist und nicht mit Kupfer oder Blei reagiert. 2-Phenoxyethanol wird als Betäubungsmittel für Fische in der Aquakultur eingesetzt und dient als Lösemittel für Tinten, Harze, Kugelschreiberpasten, Druckpasten und Stempelfarben sowie als Lösungsvermittler in Bodenbelagsklebern.

Der MAK-Wert von 2-Phenoxyethanol beträgt 5,7 mg/m³ (1 ppm). Der Kurzzeitwert von 2-Phenoxyethanol ist der Spitzenbegrenzungskategorie I mit dem Überschreitungsfaktor 1 zugeordnet. Zudem besitzt es die Fußnote: „*kann gleichzeitig als Dampf und Aerosol vorliegen*“ [1]. Zur Toxizität von 2-Phenoxyethanol siehe Toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründungen von MAK-Werten [3, 4, 5].

$$1 \text{ mL/m}^3 \text{ (ppm)} \triangleq 5,733 \text{ mg/m}^3 \quad 1 \text{ mg/m}^3 \triangleq 0,174 \text{ mL/m}^3 \text{ (ppm)}$$

Inhaltsverzeichnis

1	Grundlage des Verfahrens	2135
2	Geräte, Chemikalien und Lösungen	2136
2.1	Geräte	2136
2.2	Chemikalien	2136
2.3	Vorbehandlung des Probenahmesystems	2137
2.3.1	Adsorptionsröhrenchen	2137
2.3.2	Quarzfaserfilter	2138
2.4	Lösungen	2138
2.5	Vergleichsstandards	2138
3	Probenahme und Probenaufbereitung	2139
4	Chromatographische Arbeitsbedingungen	2140
5	Analytische Bestimmung	2141
6	Kalibrierung	2141
7	Berechnung des Analysenergebnisses	2142
8	Beurteilung des Verfahrens	2142
8.1	Präzision und erweiterte Messunsicherheit	2143
8.2	Wiederfindung und Einfluss der Luftfeuchte	2143
8.3	Einfluss der Temperatur	2143
8.4	Bestimmungsgrenze	2144
8.5	Kapazität des Probenahmesystems	2144
8.6	Lagerfähigkeit	2144
8.7	Störeinflüsse	2145
9	Diskussion	2145
Literatur		2146
Anhang		2147

1 Grundlage des Verfahrens

Mit dem hier beschriebenen Analysenverfahren kann 2-Phenoxyethanol in der Luft am Arbeitsplatz von einem Zehntel bis zum 2-fachen des derzeit gültigen MAK-Wertes von 5,7 mg/m³ (1 ppm) bestimmt werden [1]. Mit diesem Verfahren wird simultan gasförmiges und partikulär vorkommendes 2-Phenoxyethanol erfasst. Zur Probenahme wird ein definiertes Volumen der Raumluft mit einer geeigneten Probenahmepumpe durch ein Probenahmesystem, bestehend aus dem Probenahmekopf GGP-Mini mit Quarzfaserfilter und einem nachgeschalteten Adsorptionsröhrenchen mit Tenax TA, gesaugt. Dabei wird partikulär vorkommendes 2-Phenoxyethanol (frei bzw. gebunden) auf dem Filter abgeschieden und gasförmige Anteile an Tenax TA adsorbiert. Abgeschiedene Partikel, die während der Probenahme vom Filter verdampfen, werden im nachgeschalteten Tenaxröhrenchen gesammelt.

Nach der Probenahme wird der Filter dem Probenahmekopf entnommen und von der zum Probenahmekopf hin gerichteten Seite in das Adsorptionsröhrenchen geschoben. Die Probenaufbereitung erfolgt mittels Thermodesorption, wobei die thermische Desorption in umgekehrter Flussrichtung zur Probenahme stattfindet. Nach

2136 Air Monitoring Methods

thermischer Desorption und gaschromatographischer Analyse wird der Analyt mit Hilfe von zwei Detektoren erfasst. Zur Quantifizierung wird ein Flammenionisationsdetektor (FID) eingesetzt. Parallel dazu wird ein massenselektiver Detektor (MSD) verwendet, der bei chromatographischen Interferenzen zur Identifikation und Quantifizierung herangezogen werden kann. Die quantitative Auswertung erfolgt anhand einer Mehrpunktikalibrierung durch Vergleich mit Kalibrierproben bekannter Konzentration. Es besteht eine lineare Abhangigkeit der Peakflache von der Konzentration.

2 Gerate, Chemikalien und Losungen

2.1 Gerate

- Pumpe, geeignet fur einen Volumenstrom von 66 mL/min, z. B. Pocket Pump, Analyt-MTC Messtechnik GmbH, 79379 Mullheim
- Aerosol-Monitor zur Erfassung der einatembaren Aerosole, z. B. Probenahmekopf, Typ GGP-Mini mit Erfassungskegel fur 0,066 L/min (z. B. Analyt-MTC Messtechnik GmbH)
- Quarzfaserfilter, Munktell MK 360, Ø = 37 mm (z. B. Binzer & Munktell Filter GmbH, 35088 Battenberg)
- Filterstanze, Ø = 13 mm
- Muffelofen
- Adsorptionsrohrchen aus Edelstahl (6,3 mm × 90 mm, 5 mm ID), z. B. PerkinElmer LAS, 63110 Rodgau
- Siebeinsetzwerkzeug (z. B. PerkinElmer LAS, Bestell-Nr. L4070023)
- Metallsieb fur Edelstahlrohrchen (z. B. PerkinElmer LAS, Bestell-Nr. L4071034)
- Ruckhaltefeder fur Metallsieb (z. B. PerkinElmer LAS, Bestell-Nr. L4071123)
- Gaschromatograph mit Thermodesorber, Flammenionisationsdetektor (FID), massenselektivem Detektor (MSD) und Auswertesystem
- Verschlusskappen (z. B. Swagelok mit PTFE-Dichtungen, PTFE)
- Kapillarsule z. B. DB-624: 30 m, 1,4 µm Filmdicke, 0,25 mm ID, z. B. Agilent, 76337 Waldbronn
- Gasmengenzahler bzw. Stoppuhr und Seifenblasenstromungsmesser
- Analysenwaage
- Messkolben, Nennvolumen 100 mL
- Direktverdrangerpipette, Typ Microman, 1 bis 10 µL, Gilson, 65555 Limburg
- Pinzette

2.2 Chemikalien

- 2-Phenoxyethanol, zur Analyse, Reinheit ≥ 99 %, z. B. Merck, 64293 Darmstadt
- Methanol, zur Analyse, Reinheit ≥ 99,5 %, z. B. Merck
- Tenax TA® (35 – 60 mesh), z. B. Agilent Technologies, 64289 Darmstadt

Gase zum Betrieb des Gaschromatographen/Thermodesorbers

- Helium 5.0 (Trägergas)
- gereinigte oder synthetische Luft (KW-frei), Taupunkt besser –40 °C
- Wasserstoff 5.0
- Stickstoff 5.0

2.3 Vorbehandlung des Probenahmesystems

Das Probenahmesystem – bestehend aus Filter und nachgeschaltetem Adsorptionsröhren – wird vor seinen Einsatz wie folgt vorbereitet:

Die mit Tenax TA gefüllten Adsorptionsröhrenchen (75 mg Tenax TA® 35 – 60 mesh) sind kommerziell nicht erhältlich und müssen selbst hergestellt und konditioniert werden. Die Quarzfaserfilter werden vor der Probenahme für vier Stunden bei 500 °C im Muffelofen konditioniert.

2.3.1 Adsorptionsröhrenchen

Adsorptionsröhrenchen aus Edelstahl werden mit 75 mg Tenax TA® (35 – 60 mesh) gefüllt und das Adsorbens durch Klopfen leicht verdichtet. Dabei ist darauf zu achten, dass das Adsorbens nicht zu stark komprimiert wird. Die gefüllten Röhrenchen werden in das Siebeinsetzwerkzeug eingespannt und ein Metallsieb wird vorsichtig bis an das Ende der Adsorbenschicht geschoben. Anschließend wird eine Feder bis an das Sieb geschoben um zu verhindern, dass das Sieb aus dem Röhrenchen fallen kann (vgl. Abbildung 1). Bevor ein Adsorptionsröhrenchen zum ersten Mal verwendet wird, ist sein Strömungswiderstand zu überprüfen. Dieser sollte bei einem Volumenstrom von 1 L/min nicht mehr als 30 hPa betragen.

Vor der ersten Benutzung werden die mit Tenax TA gefüllten Adsorptionsröhrenchen für ca. 20 Minuten im Thermodesorber bei 300 °C konditioniert und anschließend auf Blindwerte geprüft. Zur Lagerung werden sie mit geeigneten Kappen verschlossen. Die Röhrenchen sind nach erfolgter Analyse wiederverwendbar.



Abb. 1 Schematische Darstellung der verwendeten Adsorptionsröhrenchen

- 1 Anschluss an Pumpe
- 2 Adsorbensrückhaltesieb
- 3 Adsorbens Tenax TA
- 4 Feder zur Fixierung
- 5 Probenahmeöffnung

2138 Air Monitoring Methods

2.3.2 Quarzfaserfilter

Die Quarzfaserfilter werden vor ihrer Verwendung für vier Stunden im Muffelofen bei 500 °C konditioniert. Durch diesen Arbeitsschritt wird der Untergrund an thermisch desorbierbaren Stoffen auf ein Minimum reduziert.

2.4 Lösungen

Stammlösung: 2-Phenoxyethanol (11,4 g/L)

In einen 100-mL-Messkolben wird 1,0 mL 2-Phenoxyethanol pipettiert und ausgewogen. Danach wird der Messkolben mit Methanol bis zur Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Kalibrierlösungen:

Zur Herstellung der Kalibrierlösungen wird die Stammlösung im Verhältnis 1:10 (Kalibrierlösung I) bzw. 1:100 (Kalibrierlösung II) mit Methanol verdünnt (Tabelle 1).

Tab. 1 Konzentration der Stammlösung und Kalibrierlösungen

Stoff	Stammlösung [g/L]	Kalibrierlösung I [µg/µL]	Kalibrierlösung II [µg/µL]
2-Phenoxyethanol	11,4	1,14	0,114

Die angesetzten Lösungen sind bei Lagerung im Kühlschrank bei ca. 4 °C mindestens 6 Monate haltbar. Das Herstellungsdatum ist auf dem Gefäß zu vermerken.

2.5 Vergleichsstandards

Zur Kalibrierung werden Aliquote von 1 bis 10 µL der Kalibrierlösungen (vgl. Tabelle 1) auf mit Tenax TA gefüllte Adsorptionsröhrchen dotiert. Anschließend wird für 10 Minuten saubere Luft oder Stickstoff mit einem Volumenstrom von 30 mL/min durch die Adsorptionsröhrchen gesaugt, um das überschüssige Lösemittel Methanol zu entfernen. Es ergeben sich für die dotierten Adsorptionsröhrchen die in Tabelle 2 aufgeführten Kalibermassen.

Tab. 2 Gehalte an 2-Phenoxyethanol in den Kalibrierproben

Lösung	Dosievolumen [µL]	Dotierte Masse [µg]	Konzentration bei 4 L Probeluft [mg/m³]
Kalibrierlösung II	1	0,114	0,0285
	5	0,570	0,143
	10	1,14	0,285
Kalibrierlösung I	2,5	2,85	0,713
	5	5,70	1,43
	7,5	8,55	2,14
	10	11,4	2,86
Stammlösung	2,5	28,5	7,13
	5	57,0	14,3

3 Probenahme und Probenaufbereitung

Zu Beginn der Probenahme wird der Probenahmekopf GGP-Mini mit einem vorbereiteten Quarzfaserfilter bestückt und mit einem – dem Volumenstrom entsprechenden – Erfassungskegel für 0,066 L/min ausgestattet. Ein mit Tenax TA gefülltes Adsorptionsröhrchen wird mit dem Schlauchanschluss des Probenahmekopfes und der Probenahmepumpe verbunden [6]. Die Verbindung zwischen Probenahmekopf und Adsorptionsröhrchen wird mit einem kurzen Stück Viton®-Schlauch hergestellt.

Mit dieser Probenahmeverrichtung wird die Definition des einatembaren Staubes eingehalten [7, 8]. In Abbildung 2 ist der schematische Aufbau des Probenahmesystems dargestellt.

Zur Probenahme werden Pumpe und Probenahmesystem von einer Person während der Tätigkeit getragen oder ortsfest eingesetzt. Die Probenahme erfolgt im Atembereich. Die Öffnung des Adsorptionsröhrchens sollte frei zugänglich sein. Bei einem vorgewählten Volumenstrom von 0,066 L/min wird bei einer Probenahmedauer von 60 Minuten ein Probeluftvolumen von 4 Litern gesammelt. Die für die Bestimmung der Luftkonzentration wichtigen Parameter (Probevolumen, Temperatur, Luftdruck und relative Luftfeuchte) werden im Probenahmeprotokoll vermerkt.

Nach der Probenahme wird der Filter aus dem Probenahmekopf entnommen, mit einer Pinzette gefaltet und auf der zum Probenahmekopf befindlichen Seite des Adsorptionsröhrchens hineingeschoben. Danach wird das Röhrchen bis zur Analyse beidseitig mit Swagelok-Kappen mit PTFE-Dichtungen verschlossen.

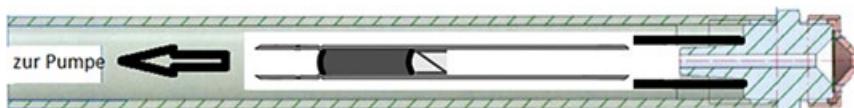


Abb. 2 Schematische Darstellung des Probenahmesystems bestehend aus dem Probenahmekopf GGP-Mini und nachgeschaltetem Adsorptionsröhrchen

4 Chromatographische Arbeitsbedingungen

Gerät:	Gaschromatograph Clarus 600 mit Flammenionisationsdetektor (FID) und massenselektivem Detektor (MSD) Clarus 600T, PerkinElmer LAS	
Säule:	Material:	Quarzkapillare
	Stationäre Phase:	DB-624 (6 % Cyanopropylphenyl- und 94 % Dimethylpolysiloxan)
	Länge:	30 m
	Innerer Durchmesser (ID):	0,25 mm
	Filmdicke:	1,4 µm
Eluatstromteiler:	Graphpack-3D/2-Eluatstromteiler, Best.Nr. GC 08194-40, Gerstel, Mülheim an der Ruhr	
	Teilungsverhältnis: 1:1 (FID/MSD)	
Detektoren:	Flammenionisationsdetektor (FID)/massenselektiver Detektor (MSD)	
Detektortemperatur (FID):	320 °C	
Detektorgase:	Wasserstoff (45 mL/min), synthetische Luft (450 mL/min)	
Temperaturprogramm:	10 min bei 35 °C, mit 10 °C/min auf 240 °C, 10 min	

MS-Arbeitsbedingungen

Temperaturen:	Ionenquelle:	180 °C
	Transferleitung:	200 °C
Art der Ionisierung:	Elektronenstoß (EI)	
Druck in der Ionenquelle:	3×10^{-6} kPa	
Ionisierungsenergie:	70 eV	
Massenbereich:	35 – 520 amu	

Unter den angegebenen Bedingungen beträgt die Retentionszeit für 2-Phenoxyethanol 23,6 Minuten (siehe Tabelle 7 im Anhang).

5 Analytische Bestimmung

Die Adsorptionsröhren werden im Thermodesorber in umgekehrter Probenahmerichtung erhitzt, wobei 2-Phenoxyethanol mittels Trägergas in eine mit Tenax TA gefüllte Kühlzelle überführt wird. Nach vollständiger Desorption wird die Kühlzelle spontan auf 280 °C erhitzt, so dass der Analyt als schmaler Substanzpfropf auf die Trennsäule gelangt.

Am Thermodesorber werden folgende apparative Bedingungen eingestellt:

Thermodesorptions-Bedingungen

Gerät:	Turbomatrix 650 (PerkinElmer LAS)
Desorptionstemperatur:	280 °C
Desorptionszeit:	20 min
Ventiltemperatur:	220 °C
Temperatur der Überführungsleitung:	200 °C
Überführungsleitung:	1,5 m desaktivierte unbelegte Kapillare, ID 0,32 mm
Kühlzelle (Adsorption):	-30 °C
Kühlzelle (Injektion):	280 °C
Kühlzellenfüllung:	20 mg Tenax TA
Heizrate:	40 °C/s
Trägergas:	Helium
Trägergasfluss:	1,7 mL/min
Split (vor der Kühlzelle):	200 mL/min (Input Split)
Fluss über die Kühlzelle:	10 mL/min (Desorb Flow)
Split (nach der Kühlzelle):	20 mL/min (Output Split)
Trockenspülphase:	1 min bei Raumtemperatur mit 50 L/min

Nach Vorbereitung des Thermodesorbers und Gaschromatographen werden die Kalibrier- und Analysenproben gemessen. Bei Verwendung anderer Thermodesorptionsgeräte sind die apparativen Bedingungen entsprechend anzupassen.

6 Kalibrierung

Die entsprechend Abschnitt 2.5 hergestellten Kalibrierproben werden wie in den Abschnitten 4 und 5 beschrieben analysiert. Zur Bestimmung der Kalibrierfunktion werden die ermittelten Peakflächen gegen die jeweilige Belegungsmasse aufgetragen (vgl. Tabelle 2).

2142 Air Monitoring Methods

Die Kalibrierfunktion ist im untersuchten Konzentrationsbereich linear und sollte in der Routineanalytik regelmäßig überprüft werden. Dazu ist bei jeder Analysenreihe eine Kalibrierprobe bekannter Konzentration zu analysieren.

7 Berechnung des Analysenergebnisses

Anhand der erhaltenen Peakflächen wird aus der jeweiligen Kalibrierkurve die zugehörige Masse X in µg je Probe ermittelt. Die zugehörige Massenkonzentration (ρ) errechnet sich nach Gleichung (1) wie folgt:

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

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

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

Es bedeuten:

- ρ Massenkonzentration von 2-Phenoxyethanol in der Raumluft in mg/m³ bezogen auf t_a und p_a
- ρ_0 Massenkonzentration von 2-Phenoxyethanol in mg/m³ bezogen auf 20 °C und 1013 hPa
- X Masse von 2-Phenoxyethanol in der Analysenprobe in µg
- V Probeluftvolumen in L (ermittelt aus Volumenstrom und Probenahmedauer)
- η Wiederfindung
- t_a Temperatur am Probenahmefluss während der Probenahme in °C
- p_a Luftdruck am Probenahmefluss während der Probenahme in hPa

8 Beurteilung des Verfahrens

Die Kenndaten der Methode wurden gemäß DIN EN 482 [9], DIN EN 1076 [10], DIN EN 13936 [7] und DIN 32645 [11] ermittelt. Die Ermittlung der Präzisionsdaten und des Einflusses der Luftfeuchte erfolgten jeweils aus einer Probenserie von sechs Messungen.

Die Proben wurden durch Dotieren der Filter mit Lösungen (vgl. Abschnitt 2.4; Tabelle 1) hergestellt und anschließend jeweils in einen Probenahmekopf GGP-Mini positioniert. Nach Aufsetzen des Erfassungskegels wurde der Probenahmekopf mit dem nachgeschalteten Adsorptionsröhrrchen verbunden und angefeuchtete Luft durch das Probenaehmesystem gesaugt. Die Analytik erfolgte nach Thermodesorpti-

on mittels Gaschromatographie gemäß den Abschnitten 4 und 5. Die Ermittlung der Lagerfähigkeit erfolgte mit dotierten Adsorptionsröhren.

8.1 Präzision und erweiterte Messunsicherheit

Zur Ermittlung der Präzision wurden drei Versuchsreihen mit Konzentrationen an 2-Phenoxyethanol im Bereich von einem Zehntel bis zum zweifachen MAK-Wert durchgeführt. Nach Dotierung der Filter und Verknüpfung eines Probenahmekopfes mit dem nachgeschalteten Adsorptionsröhren wurden 4 Liter Luft mit einer relativen Luftfeuchte von 80 % bei Raumtemperatur (23 °C) durch die Probenahmesysteme gesaugt.

Die erweiterte Messunsicherheit wurde unter Berücksichtigung aller relevanten Einflussgrößen nach DIN EN 482 [9] ermittelt und nach [12] abgeschätzt. Die erweiterte Messunsicherheit des Gesamtverfahrens setzt sich im Wesentlichen zusammen aus den Beträgen bei der Probenahme (z. B. Probeluftvolumen, Abweichung zur Probenahmekonvention) und der analytischen Bearbeitung (Streuung der Kalibrierfunktion, Schwankung bei der Überführung sowie der Reproduzierbarkeit). Die ermittelten Kenndaten wie relative Standardabweichung und erweiterte Messunsicherheit sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Tab. 3 Standardabweichungen (rel.), erweiterte Messunsicherheiten U und Wiederfindungen für 2-Phenoxyethanol für $n = 6$ Bestimmungen

Dotierte Masse [µg]	Konzentration bei $V = 4 \text{ L Luft}$ [mg/m ³]	Standardabwei- chung (rel.) [%]	Erweiterte Messunsicherheit U [%]	Wiederfindung [%]
2,28	0,57	1,1	23,6	96
22,8	5,7	2,5	23,8	96
45,6	11,4	1,4	24,0	94

8.2 Wiederfindung und Einfluss der Luftfeuchte

Die Wiederfindungen wurden aus den Präzisionsversuchen berechnet (siehe Abschnitt 8.1 und Tabelle 3). Die mittlere Wiederfindung betrug 96 %.

8.3 Einfluss der Temperatur

Zur Ermittlung des Temperatureinflusses während der Probenahme wurden zwei Versuchsreihen durchgeführt. Nach Dotierung der Filter mit 5 µL an Stammlösung (siehe Abschnitt 2.4) entsprechend 57 µg 2-Phenoxyethanol und anschließender Verknüpfung von Filter mit nachgeschaltetem Adsorptionsröhren wurden bei 10 °C und 40 °C vier Liter Luft mit einer relativen Luftfeuchte von 50 % durch die Probenahmesysteme gesaugt. Ein Einfluss der Temperatur konnte nicht nachgewiesen werden (vgl. Tabelle 4).

2144 Air Monitoring Methods

Tab. 4 Standardabweichungen (rel.) und Wiederfindungen für 2-Phenoxyethanol für $n = 3$ Bestimmungen

Dotierte Masse [µg]	Temperatur [°C]	Konzentration bei V = 4 L Luft [mg/m³]	Standardabwei- chung (rel.) [%]	Wiederfindung [%]
57	10	14,3	0,60	94
57	40	14,3	2,3	99

8.4 Bestimmungsgrenze

Die Bestimmungsgrenze wurde analog der DIN 32645 [11] nach der Kalibriergeradenmethode mit einer statistischen Sicherheit von $P = 95\%$ und $k = 3$ berechnet.

Für die Ermittlung der Bestimmungsgrenze wurden Aliquote von 1 bis 10 µL der Kalibrierlösung II (vgl. Abschnitt 2.4; Tabelle 1) auf Filter gegeben und die Filter mit einer Pinzette von der Rückseite her in das Adsorptionsröhrchen geschoben. Anschließend wurde für 10 Minuten Stickstoff mit einem Volumenstrom von 30 mL/min durch die Adsorptionsröhrchen gesaugt, um das überschüssige Methanol zu entfernen. Dabei waren die Adsorptionsröhrchen mit der Rückseite an den Stickstoffanschluss verbunden. Bezogen auf ein Probeluftvolumen von vier Litern beträgt die Bestimmungsgrenze für 2-Phenoxyethanol 0,095 mg/m³ (0,38 µg absolut) nach der Kalibriergeradenmethode ($P = 95\%$, $k = 3$).

8.5 Kapazität des Probenahmesystems

Zur Bestimmung der Kapazität des Probenahmesystems wurden 5 µL der Stammlösung (siehe Abschnitt 2.4) entsprechend 57 µg 2-Phenoxyethanol auf Adsorptionsröhrchen dotiert. Danach wurde ein zweites Adsorptionsröhrchen dahinter angeschlossen und acht Liter Luft mit relativer Luftfeuchte von 80 % bei Raumtemperatur (23 °C) und die Röhrchenkombination gesaugt. Es wurde kein Durchbruch festgestellt.

8.6 Lagerfähigkeit

Untersuchungen zur Lagerfähigkeit der beaufschlagten Probenahmesysteme wurden über einen Zeitraum von zwei und vier Wochen durchgeführt. Dazu wurden Versuchsreihen mit 2,28 und 45,6 µg 2-Phenoxyethanol – entsprechend 0,57 und 11,4 mg 2-Phenoxyethanol pro m³ bezogen auf ein Probeluftvolumen von 4 L – angelegt.

Zur Probenaufgabe wurden Aliquote im µL-Bereich direkt auf das Adsorbens Tenax TA in den Adsorptionsröhrchen aufgebracht und danach vier Liter Luft mit einer relativen Luftfeuchte von 80 % durch die Röhrchen gesaugt. Die Röhrchen wurden mit Swagelok-Kappen verschlossen und bei Raumtemperatur gelagert.

Nach einem Tag sowie nach zwei und vier Wochen wurden jeweils drei Adsorptionsröhren gemäß den Abschnitten 4 und 5 aufbereitet und analysiert. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5 aufgeführt. Über einen Zeitraum von vier Wochen konnten keine Verluste nachgewiesen werden, so dass eine Lagerstabilität von vier Wochen gewährleistet ist.

Tab. 5 Wiederfindungen an 2-Phenoxyethanol nach einer Lagerdauer von zwei und vier Wochen bei Raumtemperatur

Dotierte Masse [µg]	Gefundene Masse [µg] nach einer Lagerdauer von		
	1 Tag	2 Wochen	4 Wochen
2,28	2,20	2,56	2,50
45,6	43,3	45,7	46,3

8.7 Störeinflüsse

Aufgrund der geringen Spezifität von Flammenionisationsdetektoren sind prinzipiell Störungen durch Komponenten mit gleicher Retentionszeit möglich. Zur Absicherung des Analysenergebnisses können die Ergebnisse des massenselektiven Detektors herangezogen werden.

9 Diskussion

Das hier beschriebene Messverfahren ermöglicht die Bestimmung von 2-Phenoxyethanol in der Luft am Arbeitsplatz in einem Konzentrationsbereich vom 0,1- bis zum 2-fachen des derzeit gültigen MAK-Wertes von 5,7 mg/m³ (1 ppm) bei einem Probeluftvolumen von 4 L (0,004 m³). Das Messverfahren ist zudem geeignet, die Einhaltung der Spitzenbegrenzung (Kurzzeitwert) zu überprüfen.

Die Prüfung des beschriebenen Messverfahrens erfolgte mit zwei verschiedenen Konzentrationen. Dazu wurden jeweils sechs Probenträger im Labor des Entwicklers (LfU – Landesamt für Umwelt Rheinland-Pfalz) und des Prüfers (BASF SE Umweltanalytik) mit 5,48 µg bzw. 10,96 µg an 2-Phenoxyethanol dotiert. Anschließend wurden vier Liter Raumluft bei einer Luftfeuchte von ca. 55 % durch die Probenträger gesaugt. Die Probenträger wurden verschlossen und untereinander getauscht, sodass in jedem der beiden Laboratorien drei eigendotierte und drei fremddotierte Proben analysiert wurden. Die Analysen erfolgten entsprechend den Abschnitten 4 und 5 zeitgleich nach fünf Tagen. Es wurden Wiederfindungen von 87 bis 103 % ermittelt. Die genauen Ergebnisse sind Tabelle 6 zu entnehmen.

Die Probenahme mit dem GGP-Mini-Probenahmesystem gewährleistet, dass der luftgetragene Aerosolanteil immer vollständig erfasst wird [13].

2146 Air Monitoring Methods

Tab. 6 Ergebnisse der Überprüfung des Messverfahrens für 2-Phenoxyethanol

	Konzentration Sollwert [mg/m ³]	Labor 1 (LFU)		Labor 2 (BASF)	
		Konzentration gefunden [mg/m ³]	Wieder- findung [%]	Konzentration gefunden [mg/m ³]	Wieder- findung [%]
Versuchsreihe 1	1,37	1,23	90	1,26	92
Versuchsreihe 2	2,74	2,39	87	2,82	103

Literatur

- [1] DFG – Deutsche Forschungsgemeinschaft (2017) MAK- und BAT-Werte-Liste 2017. Senatskommission zur Prüfung gesundheitsschädlicher Arbeitsstoffe, Mitteilung 53, Wiley-VCH, Weinheim,
<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9783527818396>
- [2] Amtsblatt der Europäischen Union: VERORDNUNG (EG) Nr. 1223/2009 DES EUROPÄISCHEN PARLAMENTS UND DES RATES vom 30. November 2009 über kosmetische Mittel,
<http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2009:342:0059:0209:de:PDF>
- [3] Hartwig A und MAK Commission (2017) 2-Phenoxyethanol. Gesundheitsschädliche Arbeitsstoffe, Toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründung von MAK-Werten. The MAK Collection for Occupational Health and Safety, Vol. 2, No. 2. Wiley-VCH, Weinheim,
<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/3527600418.mb12299kskd0063/pdf>
- [4] Greim (Hrsg.) (2000) 2-Phenoxyethanol. Gesundheitsschädliche Arbeitsstoffe, Toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründung von MAK-Werten, 30. Lieferung. Wiley-VCH, Weinheim,
<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/3527600418.mb12299kskd0030/pdf>
- [5] Greim (Hrsg.) (1998) 2-Phenoxyethanol. Gesundheitsschädliche Arbeitsstoffe, Toxikologisch-arbeitsmedizinische Begründung von MAK-Werten, 26. Lieferung. Wiley-VCH, Weinheim
<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/3527600418.mb12299kskd0026/pdf>
- [6] DIN EN ISO 16017–1 (2001) Innenraumluft, Außenluft und Luft am Arbeitsplatz – Probenahme und Analyse flüchtiger organischer Verbindungen durch Sorptionsrörchen/thermische Desorption/Kapillar-Gaschromatographie – Teil 1: Probenahme mit einer Pumpe. Beuth Verlag, Berlin
- [7] 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
- [8] DIN EN 481 (1993) Arbeitsplatzatmosphäre – Festlegung der Teilchengrößenverteilung zur Messung luftgetragener Partikel, Beuth Verlag, Berlin
- [9] 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

- [10] DIN EN 1076 (2010) Exposition am Arbeitsplatz – Messung von Gasen und Dämpfen mit pumpenbetriebenen Probenahmeeinrichtungen – Anforderungen und Prüfverfahren. Beuth Verlag, Berlin
- [11] DIN 32645 (2008) Chemische Analytik – Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze unter Wiederholbedingungen – Begriffe, Verfahren, Auswertung. Beuth Verlag, Berlin
- [12] Heckmann P und Breuer D (2017) Berechnung der erweiterten Messunsicherheit nach IFA, <http://www.dguv.de/ifa/praxishilfen/praxishilfen-gefahrstoffe/index.jsp>
- [13] Breuer D, Friedrich C, Möhlmann C, Dragan GC (2015) Das miniaturisierte Probenahmestystem GGP-Mini zur gleichzeitigen Erfassung von Dampf/Tröpfchen-Gemischen schwerflüchtiger Verbindungen – Ergebnisse von Labor- und Prismessungen. Gefahrstoffe – Reinhaltung der Luft Vol. 75(10), S. 390-294, http://www.dguv.de/medien/ifa/de/pub/grl/pdf/2015_175.pdf

Anhang

Tab. 7 Retentionszeiten ausgewählter Lösemittel (Trennsäule 30 m DB-624, Analysenbedingungen siehe Abschnitt 4)

Retentionszeit [min]	Stoff	CAS Nummer
3,26	Methanol	[67-56-1]
4,48	Ethanol	[64-17-5]
5,22	Aceton	[67-64-1]
5,63	2-Propanol	[67-63-0]
6,03	Methylacetat	[79-20-9]
6,66	tert-Butanol	[75-65-0]
7,86	n-Hexan	[110-54-3]
8,91	1-Propanol	[71-23-8]
10,49	2-Butanon	[78-93-3]
10,85	Ethylacetat	[141-78-6]
11,27	Tetrahydrofuran	[109-99-9]
11,37	2-Butanol	[78-92-2]
12,03	Cyclohexan	[110-82-7]
12,98	iso-Butanol	[78-83-1]
13,26	iso-Propylacetat	[108-21-4]
13,64	n-Heptan	[142-82-5]
14,33	1-Methoxypropanol-2	[107-98-2]
14,42	1-Butanol	[71-36-3]
14,69	Methylcyclohexan	[108-87-2]

2148 Air Monitoring Methods

Tab. 7 (Fortsetzung)

Retentionszeit [min]	Stoff	CAS Nummer
15,26	Propylacetat	[109-60-4]
16,46	4-Methylpentan-2-on	[108-10-1]
16,72	Toluol	[108-88-3]
17,01	n-Octan	[111-65-9]
17,06	iso-Butylacetat	[110-19-0]
17,86	2-Hexanon	[591-78-6]
18,10	1-Butylacetat	[123-86-4]
18,18	Cyclopentanon	[120-92-3]
18,92	2-Methoxyethylacetat	[110-49-6]
19,20	Ethylbenzol	[100-41-4]
19,38	m+p-Xylol	[108-38-3]; [106-42-3]
19,46	n-Nonan	[111-84-2]
19,51	1-Methoxypropylacetat-2	[108-65-6]
19,98	o-Xylol	[95-47-6]
20,16	2-Ethoxyethylacetat	[111-15-9]
20,33	Cyclohexanol	[108-93-0]
20,56	Isopropylbenzol (Cumol)	[98-82-8]
20,61	2-Butoxyethanol	[111-76-2]
20,67	Cyclohexanon	[108-94-1]
21,17	n-Propylbenzol	[103-65-1]
21,44	1,3,5-Trimethylbenzol (Mesitylen)	[108-67-8]
21,47	n-Decan	[124-18-5]
21,64	2,6-Dimethylheptan-2-on	[108-83-8]
21,99	1,2,4-Trimethylbenzol	[95-63-6]
22,62	1,2,3-Trimethylbenzol	[526-73-8]
23,58	Benzylalkohol	[100-51-6]
23,61	2-Butoxyethylacetat	[112-07-2]
24,48	Nitrobenzol	[98-95-3]
25,20	1,2,3,4-Tetrahydronaphthalin	[119-64-2]
26,58	2-Phenoxyethanol	[122-99-6]