

# Einfache Methode zur Bestimmung von Lösemitteln in der Luft



Durch die strengeren gesetzlichen Auflagen wird die Zahl der Luftanalysen zunehmen. Die vielfach angewandte FID-Analyse als Summenparameter (VDI-Richtlinie 3481) ist zwar eine kontinuierliche Analyse, sagt aber nichts über die Einzelstoffe aus. Für den Analytiker mit einem GC und einem Head-Space-Sampler (z. B. QFID-100HR) gibt es eine einfache Alternative. Für die normale Luftprobenentnahme benötigt man Gassammelrohre (Gasmäuse). Schwachpunkt dieser Gassammelrohre ist die Dichtigkeit des Hahns. Bei Glasküken kann das Dichtungsfett Lösemittel absorbieren.

Anstelle dieser Luftprobenentnahme ist es möglich, die Gasproben in Head-Space-Flaschen (HSS Vial) zu entnehmen. Bei der Probenahme bedient man sich 2 verschiedener Methoden: Entnahme der Gasprobe mit einer gasdichten Spritze (100-200 ml) und anschließender Dosierung in die Head-Space-Flasche. Diese Spritze sollte mit dem zu untersuchenden Medium vorher zweimal gespült werden. Durch das große Volumen der Gasspritzen wird die Head-Space-Flasche gut durchgespült und anschließend schnell verkapselt. Nach der anderen Methode wird die verschlossene HSS Vial evakuiert. Am Schlauch der Vakuumpumpe befindet sich ein Kupferrohr an dessen Ende eine Metallinjektionsspritze angelötet ist. Sticht man diese Nadel in die Head-Space-Flasche dann ist nach 30-60 Sekunden die Flasche evakuiert. Das Vakuum hält sich in diesen Flaschen 6-8 Wochen. Eine einfache Kontrolle ist möglich indem man die Flaschen unter Wasser entspannt. In der Flasche befindet sich dann nur noch eine ganz kleine Luftblase.

Mit diesen evakuierten HSS Vial kann man vor Ort eine Probenahme durchführen. Man sticht eine Injektionsnadel in die Flasche und hat anschließend die entsprechende Luftprobe. Ohne weiteres entnimmt man so 10-20 Luftproben vor Ort. Der QUMA QFID-100HR Head-Space-GC kann automatisch 12 Proben über Nacht analysieren. Nach der direkten Probenahme werden die HSS Vial 5 Minuten bei 90° C temperiert und anschließend analysiert. Sind die Proben mehrere Stunden oder 1 bis 3 Tage alt, dann sollten diese eine Stunde bei 90° C vorher temperiert werden. Durch die einstündige Temperierung werden die Adsorptionsverluste an der Flaschenwandung und dem Septum reduziert. Anschließend findet die GC-Analyse statt. Die quantitative Auswertung geht über ein entsprechendes Eichgemisch. Auch hier gibt es 2 Methoden:



QFID®-100 HR zur Lösemittelbestimmung z.B. in der Druckerei

Bestellung eines Kalibriergemisches mit den entsprechenden Lösemitteln von einer Fachfirma. Das Prüfgas mit den Lösemitteldämpfen (in der Regel 1-3 Stoffe) wird in einer 10-Liter-Gasflasche geliefert.

Die Herstellung dieser Prüfgase erfordert viel Sorgfalt. Die Kosten sind hoch und die Gasherstellung / der Versandt dauert x Wochen. Die Auswertung einer unbekannt Probe gegenüber dem Kalibriergemisch erfolgt nach dem Externen Standard. Enthält die Gasprobe Lösemittel, die nicht in der Gasmischung enthalten sind, kann man diese über bereits ermittelte Responsefaktoren berechnen.

Substanz	Dichte	Menge 0,5µl [mg]	0,5µl in 20ml HSS Vial [mg/m³] *	0,5µl in 20ml HSS Vial [ppm]**	Molmasse M <sub>r</sub> [g/mol]	1ppm ** [mg/m³]
Ethylacetat	0,900	0,450	19230	5346	88,11	3,60
Methylethylketon	0,805	0,403	17201	5694	72,64	3,02
Ethanol	0,789	0,395	16795	8767	46,07	1,92
Toluol	0,872	0,436	18633	4863	92,14	3,83
Isopropanol	0,786	0,393	16795	6718	60,10	2,50
Methanol	0,791	0,396	16902	12693	32,04	1,33
Ethoxypropanol	0,896	0,448	19145	4422	104,15	4,33
Aceton	0,790	0,395	16880	6988	58,08	2,42

\* wenn ein HSS Vial real 23,4ml Volumen hat (1/42735 m³)

\*\* diese Umrechnung gilt nur bei 20°C und 1,013 bar Luftdruck

Bei der zweiten Methode gibt man 0,5 µl des entsprechenden Lösemittels in die Head-Space-Flasche. Das Volumen der Head-Space-Flasche muss zuerst exakt bestimmt werden. Über die Dichte des Lösemittels und dem Volumen der Flasche wird auf mg/m³ (ppm) umgerechnet. (Siehe hierzu die Tabelle.)

## ERGEBNIS:

Mittels der Berechnung mit externen Standard ist so leicht der Arbeitsplatz kalibrierbar und es können unbekannte Proben analysiert werden. Egal ob in mg/m³ oder in ppm. Ein Vergleich dieser Methoden ergab eine gute Übereinstimmung. Der Analytiker, der eine Head-Space-Ausrüstung besitzt, kann natürlich auch mit einer Gasspritze die HSS Vials füllen und so in die Luftanalytik einsteigen.

Natürlich kann man z.B. mit einem QFID-100 HR und der Standardkalibriertlösung mit einer Analyse den Arbeitsplatz für 23 Lösemittel kalibrieren und so leicht Gasgemische untersuchen und so auf teure zeitaufwendig Prüfgase verzichten.

Dieser Artikel wurde verfasst von Gerd Scharfenberger