

· 监测技术 ·

环境中三甲胺的气相色谱测定

Determination of Trimethylamine in Environment by Gas Chromatography

冯 忆 顾海东 (苏州市环境监测中心站 215004)

周振梅 (吴县石灰氮厂 苏州 215101)

摘 要 采用 PEG-20M 30 m $\times$ 530 μ m 弹性石英毛细管色谱柱分离, FID 检测器检测。环境空气用水吸收, 水样直接或顶空进样测定环境中的三甲胺。方法有较高的灵敏度和良好的线性关系, 简便快速。

关键词 气相色谱 三甲胺 环境

Abstract With the separation of capillary column PEG-20M 30 m $\times$ 530 μ m, detection of FID and the sampling of air by water, trimethylamine in environment was determined by direct injection or head-space. The method had higher sensirivity and linearity, and also simple and fast.

Key words Gas chromatography Trimethylamine Environment

三甲胺是一级易燃强腐蚀性气体^[1], 属低毒类物质, 主要用于制造表面活性剂, 离子交换树脂和胆碱盐促进动植物生长的激素等^[2,3]。因其沸点低 (101.3 kPa 时 3 $^{\circ}$ C、蒸汽压高 (20 $^{\circ}$ C 时 220 kPa)^[4], 生产和使用中极易逸出, 对人的眼、鼻、喉、皮肤均有刺激作用。今将大气中的三甲胺用水吸收, 水样直接或顶空进样, 以 PEG-20M 30 m $\times$ 530 μ m 弹性石英毛细管色谱柱分离, FID 检测器检测。

1 试验

1.1 主要仪器及试剂

PE-8700 气相色谱仪, FID 检测器, HS-101 顶空进样器, 美国 PE 公司; PEG-20M 30 m $\times$ 530 μ m 弹性石英毛细管色谱柱, 大连化物所; 三甲胺标准储备液: 用 ϕ (C_3H_9N) = 33 % 三甲胺水溶液 (化学纯) 配制 1 000 mg/L 标准储备液; 实验用水需经色谱检验不含干扰物质。

1.2 采样

气样用 KB-6A 型大气采样器以 0.5 L/min 流量采集环境空气 30 min~60 min, 吸收于 5 mL 水中, 生产车间及管道的采样时间可根据情况适当缩短。样品密封冷藏。

水样用无色具塞磨口玻璃瓶采集, 水样溢出后方可加盖冷藏, 3 d 内分析。

1.3 色谱条件

PEG-20M 30 m $\times$ 530 μ m 毛细管色谱柱; 柱温 80 $^{\circ}$ C, 恒温 2 min; 进样器温度 180 $^{\circ}$ C; 检测器温度 300 $^{\circ}$ C; 载气 N_2 20 mL/min; 氢气 45 mL/min; 空气 450 mL/min。

1.4 样品测定

(1) 直接进样: 1 μ L。

(2) 顶空进样: 试样温度 90 $^{\circ}$ C; 输送温度 110 $^{\circ}$ C; 针温度 120 $^{\circ}$ C; 恒温时间 20 min。增压时间 0.5 min, 进样时间 0.08 min。

以保留时间定性, 外标法定量。

由于柱温较低, 在直接进水样^[5]数次后, 最好将柱温升到 120 $^{\circ}$ C 以上进行吹扫, 以消除其带来的保留时间改变和分离度下降等问题。

2 结果与讨论

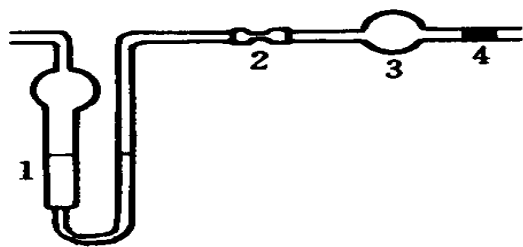
2.1 环境空气的采集效率

为考察采集效率, 用模拟采样装置 (图 1) 进行模拟采样^[6]。将一定量的 1 000 mg/L 三甲胺标准储备液注入球形管球体部位, 采样管内加入 5 mL 水, 接上大气采样器, 以 0.5 L/min 流量, 采集清洁空气 40 min, 测定收集液, 得采集效率列表 1。

2.2 色谱柱的选择

由于三甲胺极性较大, 采用 SE-54 50 m $\times$ 530 μ m、FFAP 30 m $\times$ 530 μ m 和 PEG-20M 30 m $\times$

冯 忆 女, 大学, 高级工程师, 发表论文 6 篇。

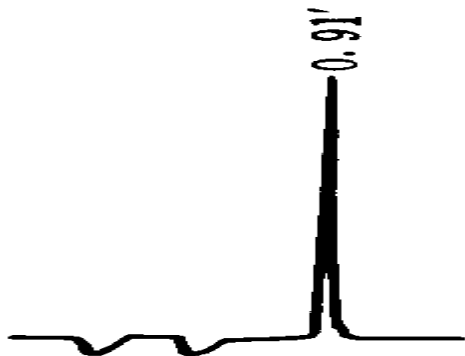


1 采样管(接大气采样器) 2 乳胶管 3 球形管 4 玻璃棉
图 1 模拟采样装置

表 1 方法的采集效率 (采样体积 20 L)

加标量 μg	回收量 μg	回收率 %
100	96.3	96.3
70	46.5	95.0
50	46.5	95.0
35	33.9	96.9
25	22.2	88.8

530 μm 三种毛细管柱进行分离试验,发现 SE-54 柱拖尾较严重,FFAP 柱与杂质难于分离,只有 PEG-20 M 柱有较好的分离度和较高的灵敏度(顶空进样色谱图见图 2),该柱可将三甲胺与甲胺、二甲胺等完全分离(图 3),故采用此柱。



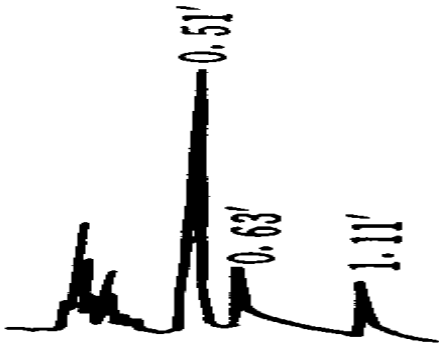
三甲胺保留时间 0.91'
图 2 顶空进样色谱峰

2.3 校准曲线的绘制

用 1 000 mg/L 三甲胺标准储备液配制成 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、25.0 mg/L、50.0 mg/L 和 100.0 mg/L 的标准溶液进行测定,以峰面积 (S) 对浓度 (C) 作线性回归,回归方程:

$S = 0.076 C + 0.116, \gamma = 0.999 6$

测定范围较宽,线性关系良好。



三甲胺 0.51' 二甲胺和甲胺 0.63' 1.11' 为杂质峰
图 3 三甲胺与甲胺、二甲胺的色谱峰

2.4 方法的检测限及精密度

表 2 方法检测限及精密度

	检测限		相对标准差 %
	水 mg/L	空气 mg/m^3	
顶空进样	0.3	0.02	2.6
直接进样	0.1	0.01	9.2

空气中三甲胺的职业接触阈限值为 24 mg/m^3 ,方法完全可以满足要求;水体尚无环境标准,有关权威资料^[4]指出:污物可能对水体有害,应对水体特别加以注意。前苏联地面水中二甲胺的标准为 0.1 mg/L ,而三甲胺的毒性低于二甲胺^[3]。因此,三甲胺的环境标准应宽于二甲胺。直接进样时方法检测限能够满足对环境水中三甲胺的分析要求。

根据以上试验可以认为,方法具有测定范围宽、线性关系好,灵敏度高,快速简便等特点,适用于环境中三甲胺的测定。

参考文献

1 段长强. 现代化学试剂手册. 北京:化学工业出版社,1988: 661~662
2 夏元洵. 化学物质毒性全书. 上海:上海科学技术文献出版社,1991:254~256
3 国家环保局有毒化学品管理办公室. 化学品毒性法规环境数据手册. 北京:中国环境科学出版社,1992:259
4 欧洲共同体委员会、国际化学品安全署. 国际化学品安全手册. 北京:化学工业出版社,1995:328
5 侯定远. 直接进水样气相色谱法测定水和工业排水中有机污染物. 中国环境科学,1995,15(5):383~386
6 龚淑贤. 大气中残留的有机磷农药的捕集. 色谱,1990,8(5):344

收稿日期:1998-01-21
收修改稿日期:1998-08-05