

气相色谱法测定环境空气中三甲胺

钱 瑾¹, 夏 凡¹, 忻雯怡², 唐红卫², 洪晓倩¹

(1. 上海市环境监测中心, 上海 200030; 2. 上海市应用技术学院, 上海 200233)

摘 要: 采用 4% 聚乙二醇(PEG)-20M+1%KOH GXD-401 为固定相, 2 m×3 mm 玻璃填充柱分离三甲胺, FID 检测。该方法有较高灵敏度和良好的线性关系。结果表明: 在柱温 140 ℃, 进样口温度 180 ℃, 检测器温度 180 ℃, 氮流量 30 mL/min 时, 平均回收率为 100.3%, 相对标准差为 3%。

关键词: 气相色谱; 三甲胺; 环境空气

中图分类号: O657.71 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2003)06-0029-02

To Detect Trimethylamine in Ambient Air with Gas Chromatography

QIAN Jin¹, XIA Fan¹, XIN Wenyi², TANG Hongwei², HONG Xiaoxian¹

(1. Shanghai Environmental Monitoring Center, Shanghai 200030, China; 2. Shanghai Applied Science College, Shanghai 200233, China)

Abstract: To take 4% PEG-20M+1%KOH GXD-401 as fixed phase and to use 2 m×3 mm glass packed column to separate trimethylamine, to detect with FID detector. This method had high sensitivity and good linear correlation. Under the condition that the temperature of column was 140 ℃, in sample inlet was 180 ℃, detector was 180 ℃, and the nitrogen flow was 30 mL/min, the average recovery rate was 100.3%, relative standard deviation was 3%.

Key words: Gas chromatography; Trimethylamine; Ambient air

恶臭属于感觉公害, 直接作用于嗅觉, 对人体造成危害。它作为大气污染公害之一, 已受到人们的广泛关注。三甲胺是我国确定的一种恶臭污染物, 是具有易燃、强腐蚀性气体, 属低毒类物质, 有鱼腥臭味, 高浓度蒸气对眼、鼻、咽喉有刺激症状^[1]。气相色谱法是测定三甲胺的一种较好的方法。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

HP 5890 气相色谱仪, 氢火焰离子化检测器。
三甲胺水溶液: 含量不低 33%, 使用时进行标定;
饱和氢氧化钾溶液: 需加热 60 ℃ 赶出挥发性杂质, 装瓶密封保存。

1.2 色谱柱

4%PEG-20M+1%KOH, GXD-401, 60 目~80 目, 2 m×3 mm 玻璃填充柱。

根据色谱柱担体与固定液的载荷比, 称取一定

质量的 GXD-401(60 目~80 目) 及 PEG-20M 和 KOH, 先用甲醇作溶剂涂渍 KOH, 再用丙酮作溶剂涂渍 PEG-20M。每次用溶剂将溶质溶解后, 溶液的体积以担体倒入后恰好浸没为度, 轻轻摇动容器使其浸匀, 然后置通风柜中红外灯下使溶剂均匀挥发(在挥发过程中需不断摇动容器, 使固定液涂渍均匀), 待溶剂全部挥发后, 固定相呈松散状态, 将固定相均匀装满玻璃柱内, 于 200 ℃、氮气流量 20 mL/min~50 mL/min 条件下老化 24 h。

在设定条件下色谱柱总分离度应 > 1。

1.3 试验步骤

1.3.1 色谱条件

柱温 140 ℃; 进样口温度 180 ℃; 检测器温度 180 ℃; 载气(高纯氮) 30 mL/min; 氢气 30 mL/min;

收稿日期: 2003-02-20; 修订日期: 2003-07-25

作者简介: 钱瑾(1962-), 女, 上海人, 高级工程师, 学士, 从事环境监测气相色谱分析工作。

空气 300 mL/min。

1.3.2 标准曲线

取于 φ (三甲胺) = 33% 溶液 3.3 mL, 加入蒸馏水 1 L, 配制约为 1 g/L 三甲胺溶液, 取 20 mL 置于 250 mL 带盖三角瓶中, 加入 1 g/L 溴甲酚绿乙醇溶液和 1 g/L 甲基红乙醇溶液混合指示剂(5:1) 数滴, 以 0.1 mol/L 盐酸滴定至颜色由淡蓝色变为淡橙红色终点。此三甲胺标准储备液质量浓度为 0.9823 g/L, 在 4 °C 可保存两周。

将标准储备液逐级稀释, 配成系列标准溶液注入色谱仪进行分析, 根据标准溶液量和色谱峰面积(或峰高) 绘制标准曲线。

1.3.3 实际样品测定

取气体 1 mL 直接注入色谱仪, 根据三甲胺峰面积(或峰高) 进行定量^[2]。

2 结果与讨论

2.1 柱温的选择

取高浓度三甲胺标准气, 在柱温 120 °C ~ 160 °C 之间进行柱温选择试验, 结果见表 1。

表 1 柱温选择试验

柱温 / °C	120	130	140	150	160
1	6.12×10^5	8.19×10^5	1.03×10^6	1.28×10^6	1.18×10^6
2	6.46×10^5	7.91×10^5	1.07×10^6	1.27×10^6	1.29×10^6
3	6.29×10^5	8.00×10^5	1.05×10^6	1.28×10^6	1.24×10^6

从表 1 可见, 当柱温 140 °C 时, 仪器已有较大的响应值, 柱温继续升高, 响应值有所增加, 但考虑到色谱柱的使用寿命, 以选用 140 °C 为测定柱温较为合适。

2.2 精密度

配制一定质量浓度的三甲胺标准气, 进行 8 次

平行分析, 平均值为 90.16 mg/m³, 相对标准差为 3%, 精密度较好。

2.3 准确度

取质量浓度 535.75 mg/m³ 三甲胺标准气进行试验, 8 次测定平均值为 537.60 mg/m³, 回收率在 95% ~ 105% 之间, 准确度较好。

2.4 方法检测限

方法检测限定义为一个物质能够以 99% 置信度检测和报告的最小浓度为一个分析物从含有该分析物的混合样品中能被检测大于零的浓度(美国 EPA“水和废水分析方法指南”“40 CFR Part 136 Appendix B”)。

$$\text{检测限} = t \times s$$

此处: s ——重复 9 次测定的标准偏差, 1.17 mg/m³;

t ——自由度为 8, 显著性水平为 0.01, t 分布表单测 t 值, 2.896。

$$\text{即 检测限} = t_{(0.01, 8)} \times s = 2.869 \times 1.17 = 3.4 \text{ mg/m}^3$$

2.5 样品分析

分析 8 个环境样品, 7 个样品均未检出, 检出的 1 个样品为 19.6 mg/m³。

3 结语

应用气相色谱法以 2 m 填充玻璃柱分离, FID 检测器检测环境空气中三甲胺具有测定范围宽、线性关系好、灵敏度高、精密度和准确度均较好以及快速简便等特点, 是一种有实用价值的测定方法。

[参考文献]

- [1] 段长强. 现代化学试剂手册[M]. 北京: 化学工业出版社, 1988. 661-662.
- [2] 侯定远. 直接进水样气相色谱测定水和工业排水中有机污染物[J]. 中国环境科学, 1995, 15(5): 383-386.

• 简讯 •

江苏省辐射环境监测管理站通过实验室认可

江苏省辐射环境监测管理站在江苏省环境保护厅大力支持下, 经过一年努力, 于 2003 年 7 月 12~13 日通过计量认证、实验室认可(二合一) 现场评审; 2003 年 10 月 28 日经中国实验室国家认可委员会批准授予中国实验室国家认可委员会认可证书(NO. L 0734)。

该站系我国辐射环境监测系统首家获准实验室认可单位。通过实验室认可, 全站无论在服务意识、内部管理、监测能力、质量保证, 持续改进诸方面均有明显进步。

郭晓萌