

文章编号:1001-5914(2008)12-1086-02

作业场所空气中 N-异丙基苯胺的 毛细管气相色谱测定法

蔡嵘,朱杰,彭谦

摘要:目的 建立用溶剂解吸气相色谱法测定工作场所空气中 N-异丙基苯胺的方法。方法 选用 NUKOL 柱,以 FID 检测器检测,按照《工作场所空气中有毒物质检测方法研究规范》的要求进行实验研究。结果 本方法在 0~2 500 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围具有良好的线性关系,相关系数为 0.999 7;方法的检出限为 1.33 $\mu\text{g}/\text{ml}$,以采样 3 L 空气样品计,最低检出浓度为 0.4 mg/m^3 ;不同浓度的相对标准偏差为 1.10%~3.65%;平均解吸效率为 94.6%~97.5%;采样效率为 100%;200 mg 硅胶对 N-异丙基苯胺的穿透容量为 >7.9 mg。结论 该方法各项指标均达到《工作场所空气中有毒物质检测方法研究规范》的要求,适用于工作场所空气中 N-异丙基苯胺的现场监测检测。

关键词:色谱法,气相;溶剂解吸;N-异丙基苯胺

中图分类号: O657.7

文献标识码: A

Determination of N-Isopropyl Aniline in Workplace Air by Capillary Column Gas Chromatography CAI Rong, ZHU Jie, PENG Qian. *Jiading Center for Disease Control and Prevention, Shanghai 201800, China*

Abstract: Objective To establish a method for determination of N-isopropyl aniline in workplace air with solvent desorption gas chromatography. **Methods** The air samples were collected according to the related guideline (GBZ 159—2004). For sampling in short time, the flow rate and time were 200 ml/min and 15 min, for sampling in long time, the flow rate and time were 30 ml/min and 2~8 h, and for individual sampling, they were 30 ml/min and 2~8 h. NUKOL column was used for separating the sample, the separated compounds were determined with a flame-ionization detector. **Results** The range of linear relationship of N-Isopropyl aniline was 0~2 500 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ($r=0.999\ 7$). The detection limit was 1.33 $\mu\text{g}/\text{ml}$. The lowest determinable concentration was 0.4 mg/m^3 when 3 liters workplace air sample was collected. The RSD was 1.10%~3.65% at different levels. The average desorption efficiencies were 94.6%~97.5%. Absorption efficiencies were 100%. The breakthrough volume of 200 mg silica gel was >7.9 mg. **Conclusion** This method can meet the requirement of the related guideline and is applicable to the determination of N-Isopropyl aniline in workplace air.

Key words: Chromatography, gas; Solvent desorption; N-Isopropyl aniline

N-异丙基苯胺在工作场所空气中以蒸气状态存在,毒性强。为保障作业人员健康,我国 GBZ 2—2002《工作场所所有害因素职业接触限值》中制定了 N-异丙基苯胺短时间接触容许浓度为 25 mg/m^3 ^[1],但无检测方法。笔者采用硅胶吸附采样,溶剂解吸气相色谱法检测,按《工作场所空气中有害物质检测方法》^[2]的要求,进行检测方法研究。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Agilent 6890N 型气相色谱仪(美国安捷伦科技有限公司),附 FID 检测器,化学工作站软件;硅胶管:溶剂解吸型,200 mg/100 mg 硅胶;空气采样器:流量范围 20~500 ml/min;5 ml 溶剂解吸瓶;10 μl 微量注射器。

丙酮为解吸液(色谱鉴定无干扰色谱峰);N-异丙基苯胺、异丙胺、2-异丙基苯胺、4-异丙基苯胺均为色谱纯。

1.2 采样

现场采样按照 GBZ 159—2004《工作场所空气中有害物质监测的采样规范》执行^[3]。短时间采样:以 200 ml/min 流量采集 15 min。长时间采样:以 30 ml/min 流量采集 2~8 h 空气样品。个体采样:以 30 ml/min 流量采集 2~8 h 空气样品。

1.3 测定方法

1.3.1 样品处理 将采过样的前后段硅胶分别倒入溶剂解吸瓶中,各加入 1.0 ml 解吸液,封闭后,振摇,解吸 30 min,解吸液供测定。

1.3.2 色谱条件 色谱柱:NUKOL 柱(30 m \times 0.53 mm, 0.5 μm);柱温:50 $^{\circ}\text{C}$ 保持 13 min,12 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 180 $^{\circ}\text{C}$,保持 20 min。进样口温度:220 $^{\circ}\text{C}$,分流比为 20:1;检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$;载气为氮气:40 ml/min;柱流量:1.2 ml/min; H_2 :40 ml/min;空气:400 ml/min。

1.3.3 标准曲线的绘制 用解吸液稀释标准溶液成 0.0、198.5、413.5、827.0、1 654.0、2 481.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ N-异丙基苯胺标准系列。每个浓度重复测定 3 次,以 N-异丙基苯胺的浓度($\mu\text{g}/\text{ml}$)为横坐标,对应的色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。198.5、413.5、827.0、1 654.0、

基金项目:上海市嘉定区卫生局科研资助项目(2005-12)

作者单位:上海市嘉定区疾病预防控制中心理化检验科(上海 201800)

作者简介:蔡嵘(1968-),女,主管技师,从事理化分析工作。

2 481.0 μg/ml N-异丙基苯胺对应的峰面积平均值分别为 103.184、220.563、451.215、839.981、1 272.996。

1.4 计算方法

按公式(1)将采样体积换算成标准采样体积:

$$V_0 = V \times \frac{293}{273+t} \times \frac{P}{101.3} \quad (1)$$

式中: V_0 —标准采样体积, L; V —在温度为 t °C, 大气压为 P 时的采样体积, L; t —采样点温度, °C; P —采样点的大气压力, kPa。

按公式(2)计算 N-异丙基苯胺的浓度:

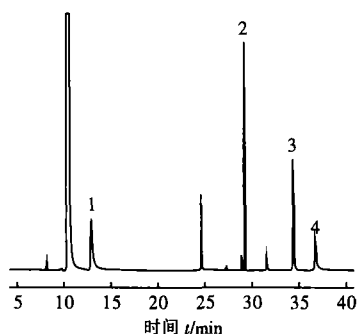
$$c = \frac{(c_1+c_2)v}{V_0D} \quad (2)$$

式中: c —空气中 N-异丙基苯胺的浓度, mg/m³; c_1 —测得前段硅胶解吸液中 N-异丙基苯胺的浓度, μg/ml; c_2 —测得后段硅胶解吸液中 N-异丙基苯胺的浓度, μg/ml; v —解吸液体积, ml; V_0 —换算成标准采样体积, L; D —解吸效率, %。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的选择

根据 N-异丙基苯胺的理化性质及现场可能共存的物质选择 NUKOL 柱作为色谱柱。实验表明, 按照仪器色谱条件操作, 能使 N-异丙基苯胺得到很好的色谱峰, 与空气中可能存在的干扰物质异丙胺、2-异丙基苯胺、4-异丙基苯胺分离效果理想, 见图 1。



1—异丙胺; 2—N-异丙基苯胺; 3—2-异丙基苯胺; 4—4-异丙基苯胺

图 1 N-异丙基苯胺与干扰物质色谱图

2.2 线性范围及检出限

本方法在 0~2 500 μg/ml 范围有良好的线性关系, 线性回归方程为 $y=7.55+0.510x$, $r=0.9997$ 。检出限(相当于 3 倍噪声的含量)为 1.33 μg/ml。在采样 3 L 的条件下, 方法的最低检测浓度为 0.4 mg/m³。

2.3 精密度

配制 200、800、2 000 μg/ml 的 N-异丙基苯胺标准溶液, 取 1 μl 进样, 重复测定 6 次, 相对标准偏差分别为 3.65%、1.10%、2.05%。符合《工作场所空气中有害物质检测方法研究规范》的要求。

2.4 样品稳定性试验

在一批硅胶管中, 加入 20 μl 17 818.9 μg/L 的 N-异丙基苯胺标准溶液, 立即用塑料帽套紧管口, 于 4 °C 冰箱下保存。然后分别于当天, 第 3、6、8、10 天各取 6 支分析, 测得浓度分别为 (350.75±5.512)、(378.70±2.056)、(369.93±7.076)、(359.26±7.531)、(315.55±6.015) μg/ml;

以当天的结果为 100, 计算存放不同时间的样品损失率, 损失率分别为: 0, -8.0%, -5.5%, -2.4%, 10.0%。保存第 10 d, 损失率 ≤ 10%, 样品可存放 10 d。

2.5 解吸效率试验

于硅胶管中, 加入一定量的 N-异丙基苯胺标准溶液, 立即盖上塑料帽, 放置一个晚上后, 再按测定方法测定 N-异丙基苯胺的含量, 在本方法条件下, N-异丙基苯胺加入量分别为 267.28, 534.57, 1 069.13 μg, 样本量为 6, 样本解吸效率分别为 97.47%, 96.24%, 94.60%。

2.6 采样效率试验

在实验室模拟现场, 加入少量的异丙胺、2-异丙基苯胺、4-异丙基苯胺等干扰物质, 串联 2 支硅胶管, 分别以 200、30 ml/min 的流量采样, 然后按照测定方法测定硅胶管的 N-异丙基苯胺浓度, 并计算硅胶管的采样效率, 见表 1。表 1 结果表明, 当空气中的 N-异丙基苯胺浓度为 70.01~165.37 mg/m³ 时, 硅胶管的采样效率为 100%, 均符合《工作场所空气中有毒物质检测方法研究规范》的要求。

表 1 不同采样流量条件下 N-异丙基苯胺的采样效率 (n=6)

采样流速 (ml/min)	采样时间 (min)	前段浓度 (mg/m ³)	后段浓度 (mg/m ³)	采样效率 (%)
30	120	70.01	未检出	100
30	120	155.01	未检出	100
200	15	70.92	未检出	100
200	15	165.37	未检出	100

2.7 穿透容量试验

当 N-异丙基苯胺浓度为 1 322.9 mg/m³ 时, 在室温 24 °C, 相对湿度 87% 的条件下, 以 200 ml/min 的流量连续采样 30 min, 200 mg 硅胶的穿透容量 > 7.9 mg。

2.8 干扰试验

本法能同时与 N-异丙基苯胺存在的异丙胺、2-异丙基苯胺、4-异丙基苯胺进行分离, 分离效果好, 互不干扰。

3 小结

实验结果表明, 测定 N-异丙基苯胺的效果良好。本方法在 0~2 500 μg/ml 范围呈线性关系; 样品管在 4 °C 冰箱中可保存 10 d; 方法准确、可靠。实验结果符合《工作场所空气中有毒物质检测方法研究规范》的要求。

参考文献:

- [1] GBZ 2—2002 工作场所有害因素职业接触限值[S].
- [2] 徐伯洪, 同慧芳. 工作场所有害物质检测方法[M]. 北京: 中国人民公安大学出版社, 2003: 398-402.
- [3] GBZ 159—2004 工作场所空气中有毒物质检测的采样规范[S].

(收稿日期: 2008-03-31 修回日期: 2008-06-15)

(本文编辑: 高申)