

## 中华人民共和国卫生行业标准

作业场所空气中丁胺的溶剂解吸  
气相色谱测定方法

WS/T 164—1999

Workplace air—Determination of n-butylamine  
—Solvent desorption gas chromatographic method

## 1 范围

本标准规定了作业场所空气中丁胺浓度的气相色谱测定方法。  
本标准适用于作业场所空气中丁胺浓度的测定。

## 2 原理

空气中的丁胺用碱性硅胶管采集,用 0.1 mol/L 硫酸溶液解吸,0.3 mol/L 氢氧化钾溶液碱化,经 Chromosorb 103 柱分离,氢焰离子化检测器检测,以保留时间定性,峰高定量。

## 3 仪器

- 3.1 硅胶管:溶液解吸型,内装碱性硅胶。
- 3.2 空气采样器:流量 0~1 L/min。
- 3.3 具塞比色管:10 mL。
- 3.4 恒温水浴箱。
- 3.5 振荡器。
- 3.6 微量注射器:10  $\mu$ L,1  $\mu$ L。
- 3.7 气相色谱仪,氢火焰离子化检测器。

色谱柱:柱长 2 m,内径 3 mm,玻璃柱。内装 Chromosorb 103;

柱温:170℃;

汽化室温度:200℃;

检测室温度:200℃;

载气(氮气):80 mL/min。

## 4 试剂

实验用水为蒸馏水。

- 4.1 碱性硅胶:将 20~40 目多孔微球硅胶在 1+1 盐酸溶液中煮沸 3 h,水洗至中性,于 110℃ 干燥。然后以 1 g 硅胶加 2 mL 20 g/L 氢氧化钾溶液浸泡过夜,倾去多余的溶液,再经 110℃ 干燥后,于 350℃ 活化 3 h,取出装入磨口试剂瓶中盖严,室内保存。
- 4.2 硫酸溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 4.3 氢氧化钾溶液:0.3 mol/L。
- 4.4 Chromosorb 103:色谱担体,60~80 目。
- 4.5 丁胺标准溶液:于 10 mL 量瓶中,加少量水,准确称量,加 2 滴丁胺,再准确称量,然后加水至刻度,混匀,计算出该溶液的浓度,并用水稀释成 60 mg/mL 丁胺标准溶液。

## 5 采样

在采样点打开硅胶管两端,垂直放置,以 0.2 L/min 流量采集 4 L 空气(用于最高容许浓度监测的采样)或以 0.05 L/min 流量采集 8 h(用于时间加权平均浓度监测的采样),采样后将管的两端套紧塑料帽,带回实验室分析。

## 6 分析步骤

- 6.1 对照实验:将硅胶管带到采样点,除不采集空气外,其余操作同样品,作为样品的空白对照。
- 6.2 样品处理:将样品管和空白对照管中的前后两段硅胶分别倒入具塞比色管中,加入 2.0 mL 硫酸溶液,85℃水浴中解吸 30 min,振摇 5 次,取出冷却后,取 0.5 mL 解吸液,加 0.5 mL 氢氧化钾溶液碱化,摇匀后供测定用。
- 6.3 标准曲线的绘制:取 5 只 10 mL 量瓶,分别加入 0,5,10,20  $\mu\text{L}$  丁胺标准溶液,加入 5 mL 硫酸溶液,用氢氧化钾溶液碱化并稀释至刻度,配制成 0,30,60,90 和 120  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准系列。将仪器按操作条件调节到最佳状态,进样 1  $\mu\text{L}$ ,每个浓度测定 3 次。以峰高均值为纵坐标,丁胺的浓度( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )为横坐标,绘制标准曲线。
- 6.4 测定:在标准系列测定的同样条件下,分别测定样品和空白对照,以测得的样品读数减去空白对照的读数后,由标准曲线查得丁胺的浓度( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。

## 7 计算

- 7.1 按式(1)将采集空气的体积换算成标准状况下的体积。

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

式中:  $V_0$ ——换算成标准状况下的采样体积, L;  
 $V$ ——采样体积, L;  
 $p$ ——采样场所的大气压力, kPa;  
 $t$ ——采样场所的气温,  $^{\circ}\text{C}$ 。

- 7.2 按式(2)计算空气中丁胺的浓度。

$$c = \frac{4(c_1 + c_2)}{V_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $c$ ——空气中丁胺的浓度,  $\text{mg}/\text{m}^3$ ;  
 $4$ ——样品处理后所得样品溶液的体积, mL;  
 $c_1, c_2$ ——由标准曲线查得的丁胺的浓度,  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;  
 $V_0$ ——换算成标准状况下的采样体积, L。

## 8 说明

- 8.1 本法的检出限为 0.3  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;最低检出浓度为 0.3  $\text{mg}/\text{m}^3$ (采集 4 L 空气);线性范围为 3~120  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;当丁胺的浓度为 30,60,120  $\mu\text{g}/\text{mL}$  时,本法的相对标准偏差分别为 3.1%、2.4%和 2.0%。
- 8.2 本法的平均采样效率为 100%;穿透容量为 6.3 mg(200 mg 硅胶,相对湿度 80%~85%);平均解吸效率为 94.9%。
- 8.3 采样用碱性硅胶,酸解吸后用氢氧化钾碱化后进样,解吸时温度、振摇的次数、力度、时间对解吸效率有明显影响,样品管与标准管应在相同条件下操作。样品室温下至少可保持 15 天。
- 8.4 丁醛、丁醇不干扰丁胺的测定。