

GC-FID 分析空气中三甲胺等脂肪族胺类化合物

赵紫璐 余翀天

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

关键词：TRACE1310 GC；空气；脂肪族胺类化合物；TG-5MS AMINE

引言

脂肪胺是指碳链长度在 C8-C22 范围内的一大类有机胺化合物。其中低沸点的三甲胺、二乙胺等是具有强烈刺激性，能刺激眼、气管、肺、皮肤和排泄系统，有鱼腥恶臭，易燃易爆，有毒且对环境危害较大。因此，如何快速准确地测定胺类化合物对环境化学、生物学、毒物学和临床医学具有重要意义。由于气相色谱具有高效、高选择性等优点，已成为测定有机胺的重要方法。

本文参考职业卫生标准 GB/T 160.69-2004 《工作场所空气有毒物质测定 脂肪族胺类化合物》，采用硅胶管采集空气中的脂肪族胺类，解析液采用普通超纯水，赛默飞胺类分析专用柱 TG-5MS AMINE，结合赛默飞世尔科技 Trace 1310 GC-FID 系统分析检测。该方法前处理操作简单，速度快，仪器灵敏度高，无杂质干扰。

仪器与耗材

Thermo Fisher Scientific™ TRACE1310 气相色谱，配分流不分流进样口，FID 检测器



Thermo Fisher Scientific™ Chromeleon 7.2 数据处理系统

Thermo Fisher Scientific™ TG-5MS AMINE 色谱柱 (30 × 0.25mm × 0.25μm, P/N: 26097-1420)

试剂与标准品

三甲胺水溶液 (4.3mol/L)，二乙胺 (1000mg/L)，三乙胺 (1000mg/L)，1-正丁胺，环己胺均购自上海安谱科学仪器有限公司，品牌为 o2si 和 Dr。

工作曲线的制备

工作曲线溶液：称取一定量的三甲胺水溶液（4.3mol/L），二乙胺（1000mg/L），三乙胺（1000mg/L），1-正丁胺，环己胺标准品溶液，用实验室超纯水稀释定容，配置各组分浓度为 50.0、100.0、250.0、500.0 和 1000.0 ug/mL 的标准品溶液。由于三甲胺等沸点较低，所有的标准品溶液均为现配现用。

样品采集与前处理

在上海某园区室外，采用碱性硅胶管采集，以 500mL/min 的流量采集 15min 空气样品。采样后，封闭吸收管的进出口，直立于清洁容器内运输和保存。将采过样的前后段硅胶分别倒入溶剂解吸瓶中，加入 2.0ml 硫酸溶液，封闭后超声

解吸 20min，于 300r/min 离心 10min。取 0.5ml 上清液于试管中，加 0.5ml 氢氧化钠溶液摇匀，待测。

GC 条件

进样口温度：200℃

进样模式：分流进样，分流比 30：1

进样体积：1ul

色谱柱载气流速：1 ml/min（氮气）

柱温程序：40℃（2min）-20℃/min - 120℃（2min）

FID 检测器温度：250℃

尾吹气流量：40.0 ml/min（氮气）

氢气流量：35.0 ml/min

空气流量：350.0 ml/min

结果与讨论

标准品色谱图

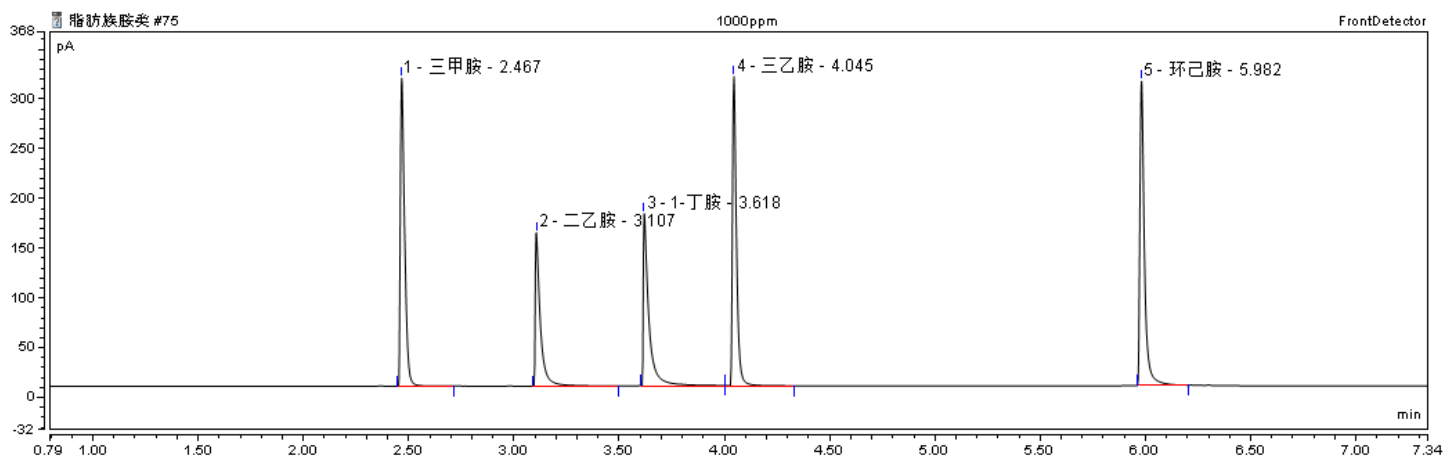


图 1 标准溶液色谱图

线性、检出限及 RSD

采用上述方法分别对 50.0、100.0、250.0、500.0 和 1000.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准品溶液进样分析，考察各组分的线性。实验结果表明 5 种脂肪族胺类在 50.0-1000.0 $\mu\text{g/mL}$ 线性关系良好，线性相关系数均大于 0.99（见表 1，图 2）。对

250.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液连续进样 6 针，RSD 分别在 2.35%-4.09% 之间，重复性良好（见图 3）。以三倍信噪比（S/N=3）计算各化合物的检出限，各组分仪器检出限在 0.267-1.256 $\mu\text{g/mL}$ 之间（见表 1）。

表 1 方法学数据

序号	化合物	保留时间 /min	线性方程	R ² /%	检出限 /μg/mL	RSD/% (n=6)
1	三甲胺	2.472	Y=0.76e2*X-0.1680	0.9983	0.267	2.35%
2	二乙胺	3.125	Y=0.44e2*X-0.0976	0.9967	0.714	4.05%
3	1- 丁胺	3.652	Y=0.56e2*X-0.2535	0.9946	1.256	4.09%
4	三乙胺	4.053	Y=0.72e2*X-0.1708	0.9988	0.269	2.36%
5	环己胺	5.997	Y=0.80e2*X-0.1636	0.9936	0.299	3.36%

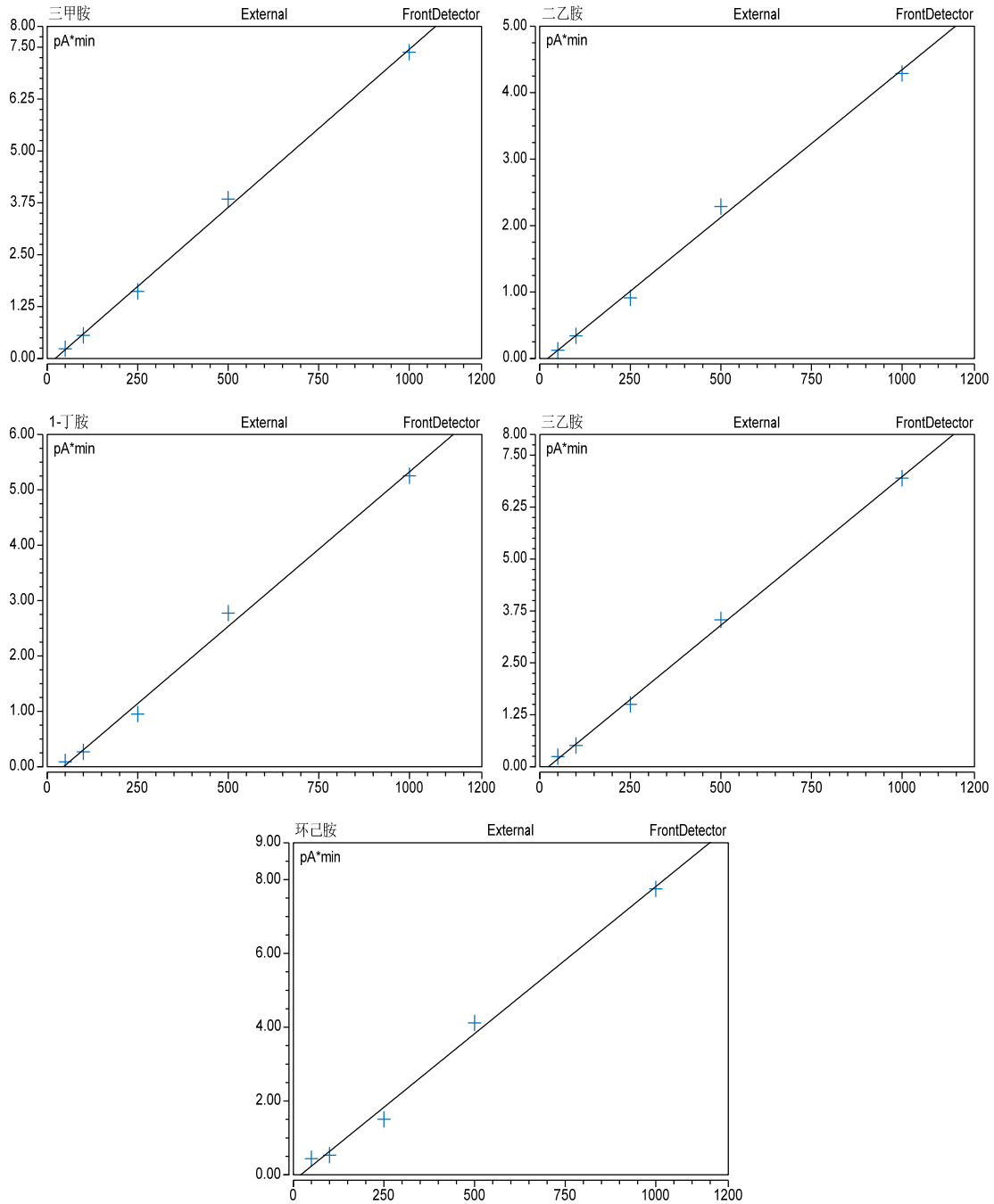


图 2 标准曲线图

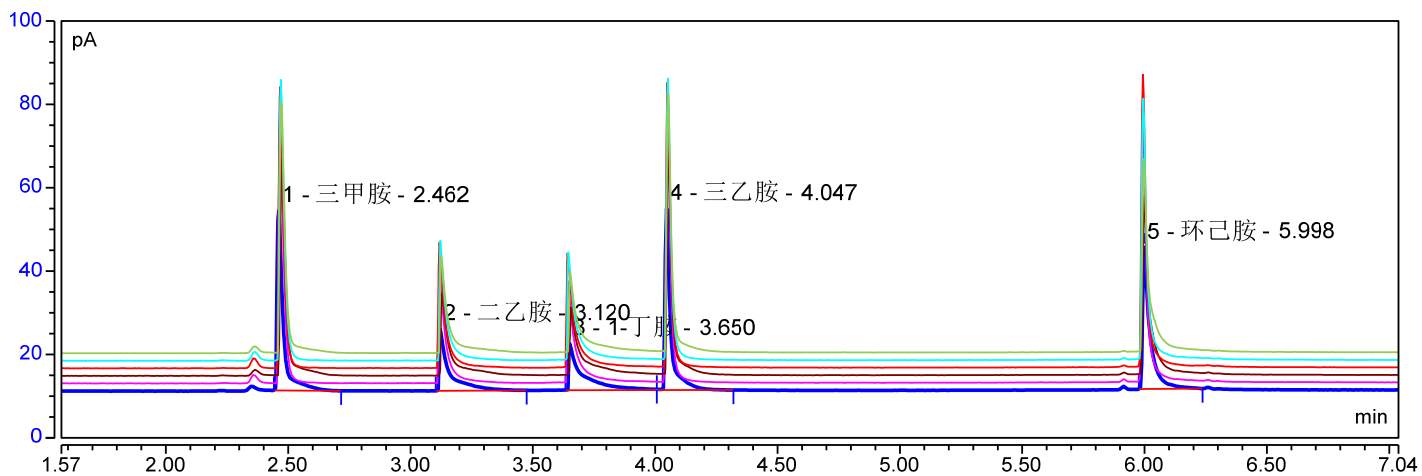


图 3 250µg/mL 标准品连续进样 6 针谱图

实际样品测定

在上海某园区办公室采集样品，参考本方法对空气中的三甲胺等 5 种脂肪族胺类进行分析检测。实验结果表明，样品中 5 种组分的脂肪族胺类均未检出。

结论

本文参考职业卫生标准 GB/T 160.69-2004 《工作场所空气有毒物质测定 脂肪族胺类化合物》对空气中的三甲胺等 5 种脂肪族胺类进行分析检测。采用赛默飞胺类分析专用柱 TG-5MS AMINE 进行分离，5 种脂肪族胺类化合物可以完全分离，且峰形良好，拖尾现象有明显改善。

此外，采用赛默飞世尔全新一代 TRACE 1310 气相色谱仪，结合其安装快捷方便，测定灵敏度高、重复性好、

结果可靠等优点，得到 5 种组分的脂肪族胺类在 50.0-1000.0 ug/mL 范围内，线性系数在 0.99 以上，连续 6 针 RSD 在 2.35%-4.09% 之间，各组分仪器检出限在 0.267-1.256 ug/mL。完全满足空气中脂肪族胺类化合物的分析与检测需要。

参考文献

GB/T 160.69-2004 《工作场所空气有毒物质测定 脂肪族胺类化合物》

钱瑾，夏凡等，气相色谱法测定环境空气中三甲胺. 光谱实验室, 2006, 23(2):353-355

马兴华，韩润平等，环境水样中二甲胺和二乙胺的检测方法比较. 分析化学, 2010, 38(5) 731~734



Orbitrap 组学俱乐部



赛默飞小分子质谱应用技术群

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

www.thermofisher.com

全国服务热线：800 810 5118
400 650 5118 (支持手机用户)

ThermoFisher
SCIENTIFIC