

中华人民共和国国家职业卫生标准

GBZ/T 300.136—2017
部分代替 GBZ/T 160.69—2004

工作场所空气有毒物质测定 第 136 部分：三甲胺、二乙胺和三乙胺

Determination of toxic substances in workplace air—
Part 136: Trimethylamine, diethylamine and triethylamine

2017-11-09 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本部分为GBZ/T 300的第136部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分代替GBZ/T 160.69—2004《工作场所空气有毒物质测定 脂肪族胺类化合物》。

本部分与GBZ/T 160.69—2004相比，主要修改如下：

——修改了标准名称；

——增加了待测物的基本信息；

——改进了空气采样和标准系列浓度的表达；

——补充了样品空白要求和方法性能指标。

本部分中的主要起草单位和主要起草人：

——二乙胺的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所、北京市疾病预防控制中心。

主要起草人：徐伯洪、姚明、肖宏瑞、宋景平。

——三甲胺的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：北京市疾病预防控制中心。

主要起草人：陶雪、宋景平。

——三乙胺的溶剂解吸-气相色谱法

主要起草单位：中国疾病预防控制中心职业卫生与中毒控制所。

主要起草人：黄雪祥。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 17066—1997；

——GBZ/T 160.69—2004。

工作场所空气有毒物质测定

第 136 部分：三甲胺、二乙胺和三乙胺

1 范围

GBZ/T 300的本部分规定了工作场所空气中三甲胺、二乙胺和三乙胺的溶剂解吸-气相色谱法。本部分适用于工作场所空气中蒸气态三甲胺、二乙胺和三乙胺浓度的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

GBZ/T 210.4 职业卫生标准制定指南 第4部分：工作场所空气中化学物质的测定方法

3 三甲胺、二乙胺和三乙胺的基本信息

三甲胺、二乙胺和三乙胺的基本信息见表1。

表1 三甲胺、二乙胺和三乙胺的基本信息

化学物质	化学文摘号 (CAS号)	分子式	相对分子质量
三甲胺 (Trimethylamine)	75-50-3	(CH ₃) ₃ N	59.11
二乙胺 (Diethylamine)	109-89-7	(C ₂ H ₅) ₂ NH	73.14
三乙胺 (Triethylamine)	121-44-8	(C ₂ H ₅) ₃ N	101.19

4 三甲胺、二乙胺和三乙胺的溶剂解吸-气相色谱法

4.1 原理

空气中的蒸气态三甲胺、二乙胺和三乙胺用碱性硅胶采集，硫酸溶液解吸后进样，经气相色谱柱分离，用氢焰离子化检测器检测，以保留时间定性，峰高或峰面积定量。

4.2 仪器

4.2.1 硅胶管，溶剂解吸型，内装 200mg/100mg 碱性硅胶（4.3.2）。

4.2.2 空气采样器，流量范围为 0L/min~1L/min。

4.2.3 溶剂解吸瓶，5mL。

- 4.2.4 超声清洗器。
- 4.2.5 试管，5mL。
- 4.2.6 微量注射器。
- 4.2.7 气相色谱仪，具氢焰离子化检测器，仪器操作参考条件：
- 色谱柱：2m×4mm 玻璃柱 KOH:Chromosorb 102 DMCS=5:100；
 - 柱温：150℃；
 - 气化室温度：210℃；
 - 检测室温度：230℃；
 - 载气(氮)流量：50mL/min。

4.3 试剂

- 4.3.1 实验用水为双蒸馏水，试剂为分析纯。
- 4.3.2 碱性硅胶：将 20 目~40 目多孔微球硅胶放在 6mol/L 盐酸溶液中煮沸 3h，水洗至中性，于 110℃ 干燥。然后以 1g 硅胶加 2mL20g/L 氢氧化钾溶液浸泡过夜，倾去多余的溶液，在 110℃ 干燥后，于 350℃ 活化 3h，置干燥器中保存，备用。
- 4.3.3 硫酸溶液，0.1mol/L。
- 4.3.4 氢氧化钠溶液，12g/L。
- 4.3.5 Chromosorb 102 担体，60 目~80 目。
- 4.3.6 标准溶液：容量瓶中加入水，准确称量后，分别加入一定量的三甲胺、二乙胺和/或三乙胺，再准确称量，加水至刻度；由称量之差计算溶液的浓度，为标准贮备液。临用前，用水稀释成 200.0μg/mL 三甲胺、二乙胺和/或三乙胺标准溶液。或用国家认可的标准溶液配制。

4.4 样品采集、运输和保存

- 4.4.1 现场采样按照 GBZ 159 执行。
- 4.4.2 短时间采样：在采样点，用硅胶管以 500mL/min 流量采集 15min 空气样品。
- 4.4.3 长时间采样：在采样点，用硅胶管以 50mL/min 流量采集 1h~4h 空气样品。
- 4.4.4 采样后，立即封闭硅胶管两端，置清洁的容器内运输和保存。样品在室温下可以保存 7d。
- 4.4.5 样品空白：在采样点，打开硅胶管两端，并立即封闭，然后同样品一起运输、保存和测定。每批次样品不少于 2 个样品空白。

4.5 分析步骤

- 4.5.1 样品处理：将前后段硅胶分别倒入两支溶剂解吸瓶中，各加入 2.0mL 硫酸溶液，封闭后，超声解吸 20min。样品溶液经针头式过滤器过滤后，取 0.5mL 置试管中，加 0.5mL 氢氧化钠溶液，供测定。
- 4.5.2 标准曲线的制备：取 4 支~7 支容量瓶，用水稀释标准溶液成 0.0μg/mL~200.0μg/mL 浓度范围的三甲胺、二乙胺和/或三乙胺标准系列。参照仪器操作条件，将气相色谱仪调节至最佳测定状态，进样 2.0μL，分别测定标准系列各浓度的峰高或峰面积。以测得的峰高或峰面积对相应的三甲胺、二乙胺和/或三乙胺浓度 (μg/mL) 绘制标准曲线或计算回归方程，其相关系数应≥0.999。
- 4.5.3 样品测定：用测定标准系列的操作条件测定样品溶液和样品空白溶液，测得的峰高或峰面积值由标准曲线或回归方程得样品溶液中三甲胺、二乙胺和/或三乙胺的浓度 (μg/mL)。若样品溶液中待测物浓度超过测定范围，用水稀释后测定，计算时乘以稀释倍数。

4.6 计算

- 4.6.1 按 GBZ 159 的方法和要求将采样体积换算成标准采样体积。

4.6.2 按式(1)计算空气中三甲胺、二乙胺和/或三乙胺的浓度:

$$C = \frac{4(c_1 + c_2)}{V_0 D} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- C ——空气中三甲胺、二乙胺和/或三乙胺的浓度,单位为毫克每立方米 (mg/m^3);
 4 ——样品溶液的体积乘以稀释倍数,单位为毫升 (mL);
 c_1 、 c_2 ——测得的前后段样品溶液中三甲胺、二乙胺和/或三乙胺的浓度(减去样品空白),单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$);
 V_0 ——标准采样体积,单位为升 (L);
 D ——解吸效率, %。

4.6.3 空气中的时间加权平均接触浓度 (C_{TWA}) 按 GBZ 159 规定计算。

4.7 说明

4.7.1 本法按照 GBZ/T 210.4 的方法和要求进行研制。本法的检出限、定量下限、定量测定范围、最低检出浓度、最低定量浓度(以采集 7.5L 空气样品计)、相对标准偏差、穿透容量(200mg 硅胶)和平均解吸效率等方法性能指标见表 2。应测定每批硅胶管的解吸效率。

表 2 方法的性能指标

性能指标	化学物质		
	三甲胺	二乙胺	三乙胺
检出限/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	6.4	3.9	0.6
定量下限/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	20	13	2
定量测定范围/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	20~200	13~200	2~200
最低检出浓度/ (mg/m^3)	1.7	1.0	0.16
最低定量浓度/ (mg/m^3)	5.6	3.3	0.53
相对标准偏差/ %	4.6~6.1	1.8~3.2	3.6~6.2
穿透容量/ mg	2	9	>4
平均解吸效率/ %	93.9	>90%	84~93

4.7.2 本法也可采用等效的其他气相色谱柱测定。根据测定需要可以选用恒温测定或程序升温测定。

4.7.3 配制标准溶液用的脂肪族胺,必要时需要经过重蒸馏,应避光保存。

4.7.4 三甲胺的含量不确定时需标定后,用于配制标准溶液。标定方法:取 20.0mL 0.1%三甲胺溶液,置 250mL 锥形瓶中,加入 2 滴 0.1%溴甲酚绿和甲基红混合乙醇溶液,作为指示剂;以 0.1000mol/L 盐酸溶液滴定至终点(溶液颜色由淡蓝色变为淡橙红色)。由式(2)计算三甲胺的浓度:

$$C = \frac{cV_1}{V} \times 59.11 \times 1000 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- C ——溶液中三甲胺的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;
 c ——盐酸溶液浓度, 0.1000mol/L;
 V_1 ——滴定所用盐酸溶液的体积, mL;
 V ——三甲胺的体积, 20.0mL;

59.11——三甲胺的分子量。
