

采用银基沾汞电极, 富集 200s, 可定量检出 0.1 μ g/L 的镉、0.1 μ g/L 的铅, 0.5 μ g/L 的锌, 0.5 μ g/L 的铜。

3.5 标准曲线的线性范围

在 10ml 溶液中每次加 0.5 μ g 铅标准溶液, 制作 0.0~2.0 μ g 铅的标准曲线, 同天测定 6 次, 得回归方程 $y=0.9+15.18x$, $r=0.9999$

制作 0.0~2.0 μ g 的镉标准曲线, 得回归方程

$$y=1+22.5x, r=0.9954$$

制作 0.0~5.0 μ g 的铜标准曲线, 得回归方程

$$y=3.1+9.1x, r=0.9955$$

制作 0.0~10.0 的锌标准曲线, 得回归方程

$$y=0.1+38.1x, r=0.9987$$

3.6 共存离子的干扰

试验证明 Zn 和 Cu 在汞滴中可以生成比较稳定的金属互化物, 使锌峰明显降低。在 10ml 正常人尿液中:

加 Zn 1 μ g, Cu 的峰值降低 2.7%;

加 Zn 4 μ g, Cu 的峰值降低 5.1%;

加 Zn 6 μ g, Cu 的峰值降低 10.8%。

在正常人 10ml 尿液中:

加 Cu 1 μ g, Zn 的峰值降低 5.9%;

加 Cu 2 μ g, Zn 的峰值降低 9.1%;

加 Cu 4 μ g, Zn 的峰值降低 21.5%。

消除这类干扰的办法通常有两种: (1) 加入能与干扰元素生成更稳定的金属化合物的离子, 消除干扰, 例如 Cu 对 Zn 的干扰, 通常加入镓离子, 使生成更稳定的 CuGa 金属化合物, 释放出锌而消除 Cu 对 Zn 的干扰。(2) 控制还原电位: 控制富集电位比-0.95V 更正的电位, Zn²⁺ 不被还原, 消除了 Zn 对铜的干扰。

3.7 底液的 pH 和电解质的选择: 试验证明测铅、镉、铜时 pH 1~3.5, 测 Zn 时 pH3~6 为好, 可加入 pH=5 的 HAC-NaAC 缓冲液测定锌后, 再滴加 1+5 盐酸将 pH 调至 3~3.5 测定 Pb、Cd、Cu。加酸可防止各种金属离子在中性条件下发生吸附现象。电解质对样品峰分辨率影响较大, 底液中电解质很少, 则灵敏度降低。

参考文献:

[1] 胡鑫尧, 孙扬名, 王心枢. 计算机在分析化学中的应用 [M]. 北京: 清华大学出版社, 1984. 153-179.

光离子化检测器气相色谱仪测定空气中胺类化合物

Determination of amines in the air with capillary gas chromatographic photo-ionization

陈彬, 焦红岩, 李淑香, 席亚清, 孟月, 卢春光

CHEN Bin, JIAO Hong-yan, LI Shu-xiang, XI Ya-qing, MENG Yue, LU Chun-guang

(吉林省劳动卫生职业病防治研究所, 吉林 长春 130061)

摘要: 介绍使用玻璃注射器采取空气样品, 用毛细色谱柱分离测定成分, 采用光离子化检测器 (PID 检测器) 检测, 以色谱峰的出峰时间定性, 峰高定量方法快速测定胺类化合物。

关键词: 光离子化检测器; 气相色谱; 胺类化合物

中图分类号: O623.731 文献标识码: B

文章编号: 1002-221X (2000) 05-0312-02

作业场所空气中胺类化合物的分析有多种方法。苯胺曾采用盐酸萘乙二胺比色法测定^[1], 分析时其他芳香伯胺同时测定, 其测定结果为它们的总和, 且当样品中含有较高浓度的苯酚时, 干扰苯胺的测定; 溶剂解吸气相色谱法克服了比色法的缺点, 但采样时间长, 一个样品的采集需 50 分钟, 大量样品的快速测定有困难^[2]。空气中二甲基甲酰胺、二甲基乙酰胺的测定采用聚乙二醇 2000 及氢氧化钾色谱柱分离, 用氢焰离子化检测器检测^[1], 二甲胺的测定采用二甲氨基二硫代甲酸比色法测定^[1]。由于采用的采样和测定方法各不相同,

同时测定以上化合物有困难。本文采用空气直接进样光离子化检测器气相色谱法进行测定, 该方法 (GC-PID 法) 为美国环境保护局 (EPA)、美国职业安全和卫生监督局 (OSHA) 及美国职业安全与卫生研究所 (NIOSH) 推荐的方法。它简化了胺类化合物检测的操作步骤, 使得空气中胺类化合物的现场快速测定成为可能。

1 仪器和设备

气相色谱仪: 美国 OI 公司 FM-2000 连续空气监测仪, 配有 586 微机、真空采样泵、微量注射器、100 毫升大玻璃注射器、采气袋。

2 试剂

苯胺: 分析纯, 如试剂存放过久, 呈黄色时, 应重蒸馏提纯。二甲胺: 色谱纯。二甲基甲酰胺: 分析纯。二甲基乙酰胺: 分析纯。

3 标准气配制

分别取二甲胺 1ml、二甲基甲酰胺 1ml、二甲基乙酰胺 1ml 和苯胺 1ml 配制成标准液, 用微量注射器取 1.0 μ l 此标准液, 注入 100ml 玻璃注射器中, 完全气化后, 用氮气或清洁空气稀释到 100ml, 制成含二甲胺 797.8mg/m³、二甲基甲酰胺 2290mg/m³、二甲基乙酰胺 2350mg/m³ 和苯胺 2554mg/m³ 的标准

收稿日期: 1999-07-13; 修回日期: 1999-08-27

作者简介: 陈彬 (1968-), 女, 广西玉林人, 学士, 主管技师, 吉林省预防医学会检验分会常务委员, 研究方向为劳动卫生检验。

气,再逐级稀释到所需浓度。

4 测定方法

气体样品用真空采样泵定量抽入仪器上的C型吸附管中,加热吸附管进行热解吸,用载气将待测成分携入色谱柱进行分离,经过光离子化检测器(PID)检测。

5 结果与讨论

5.1 测定条件的选择

5.1.1 解吸温度的选择 选择了90、125、160、190、210、220℃6个解吸温度进行测定,实验结果表明随解吸温度增高,峰面积增大,同浓度样品在190℃以上达到完全解吸。

5.1.2 柱温的选择 120℃时胺类化合物完全分离。

5.1.3 进样口温度选择 由于苯胺的沸点较高(184℃),所以进样温度宜选择80~100℃,以避免苯胺在进样口吸附。

5.2 方法精密度与准确度

配制3个浓度水平的胺类化合物气体样品重复测定,结果表明方法变异系数小于10%,可以满足现场监测的要求(见表1)。

表1 胺类化合物测定精密度

化合物名称	浓度(mg/m ³)	测定次数	相对标准偏差(%)
二甲胺	7.97	6	5.3
	3.99	6	6.8
	1.99	6	8.1
二甲基甲酰胺	22.90	6	4.3
	11.45	6	4.1
	5.72	6	3.4
二甲基乙酰胺	23.50	6	3.4
	11.75	6	3.2
	5.88	6	2.9
苯胺	25.54	6	2.5
	12.77	6	4.6
	3.19	6	7.3

5.3 方法检测限

用采气袋配制低浓度胺类气体,测得本方法在进样500毫升气体时,胺类化合物的检测限如表2。

表2 胺类化合物检出限 mg/m³

化合物名称	最低检出限	化合物名称	最低检出限
二甲胺	0.01	二甲基乙酰胺	0.05
二甲基甲酰胺	0.05	苯胺	0.4

5.4 标准曲线绘制

分别配制3种浓度的胺类化合物标准气体样品,直接进样,实际结果表明(见表3)空气中胺类化合物的检测在1~60mg/m³范围内都有良好的线性,相关系数大于0.9990。

表3 胺类化合物测定相关系数

化合物名称	相关系数	化合物名称	相关系数
二甲胺	0.9990	二甲基乙酰胺	0.9998
二甲基甲酰胺	0.9993	苯胺	0.9997

5.5 本实验室所用便携式气相色谱仪,配备了PID检测器。该检测器携带容易,并且具有检测灵敏度高、检测下限低、线性动态范围宽和不破坏被测物质分子结构等特点。它能够测定化学工业中几百种含量低至10⁻⁹级或者10⁻⁶级的有机和无机化合物,检测下限低于工业卫生标准以下^[3]。该仪器配置的色谱柱为毛细色谱柱,它缩小了整台仪器的体积,使得便携成为可能,并且它的优秀的分离效果与PID检测器、笔记本电脑、PCT吸附解吸管、真空进样泵等配合使用,使得快速、准确测定大气中的许多物质成为现实。

参考文献:

- [1] 中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所. 车间空气监测检验方法[M]. 第3版. 北京: 人民卫生出版社, 1990. 410-412.
- [2] 徐伯洪. 作业场所空气和生物材料检测推荐方法[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1996. 187-188.
- [3] 陈烈贤, 等. 光离子检测器及其在环境监测中的应用[J]. 分析仪器, 1993, 3: 38-42.

作业环境中二氧化钛含量测定

Determination of titanium dioxide in working environment

和利

HE Li

(哈尔滨市职业病防治院, 黑龙江 哈尔滨 150080)

摘要: 初步建立了作业环境中二氧化钛含量的测定方法,其灵敏度、精密度、准确度均较好,采样效率基本达到了实验要求。

关键词: 二氧化钛; 测定

中图分类号: O614.411 文献标识码: B

文章编号: 1002-221X(2000)05-0313-02

收稿日期: 1999-08-23; 修回日期: 1999-11-30

作者简介: 和利(1951—),女,河北省人,主管检验技师,从事劳动卫生检验工作。

为探讨电焊作业环境中二氧化钛实际浓度问题,参阅国内外资料,初步建立起以国产慢速定量滤纸阻留电焊烟尘,经湿消化法处理后,用变色酸比色定量的方法。本法的灵敏度、精密度、准确度均较好,采样效率基本达到了实验要求,现场采样分析样品管与标准管色调一致。