

空气质量 三甲胺的测定 气相色谱法
编制说明

(征求意见稿)

辽宁省环境监测中心站

2008年5月

目 录

一、任务来源.....	1
二、编制目的和意义.....	1
三、编制原则和依据.....	1
四、国内外有关标准现状.....	2
五、相关问题说明.....	3
六、与国外标准的对比.....	4

空气质量 三甲胺的测定 气相色谱法

编制说明

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，加强对空气中三甲胺的含量控制，加强环境管理与监测，保护生态环境，保障人民健康，改善环境质量，特制定本标准。

一、任务来源

2006年6月国家环境保护总局公布了《关于下达2006年度国家环境保护标准制订项目计划的通知》（环办函[2006]371号），向辽宁省环境监测中心站下达了修订《环境空气 三甲胺的测定 气相色谱法》的项目计划。根据国家环境保护总局科技标准司的意见，由辽宁省环境监测中心站承担《环境空气 三甲胺的测定 气相色谱法》的修订工作。

二、编制目的和意义

三甲胺属恶臭物质，有氨和鱼腥气味，它的嗅觉阈值是0.0001ppm，主要用于制造表面活性剂，离子交换树脂和胆碱盐促进动植物生长的激素等。因其沸点低（101.3KPa时3℃）、蒸汽压高（20℃时220KPa），生产和使用中极易逸出，对人的眼、鼻、喉、皮肤均有刺激作用。城市垃圾堆放物、污水处理厂、动植物养殖场、水产品加工厂及一些石化炼制和制药厂经常会排放出这种气体。

根据国家环境保护总局贯彻落实《国务院关于落实科学发展观加强环境保护的决定》（国发〔2005〕39号），推进环境执法和监督管理工作实现科学化、法制化和规范化，进一步健全环境保护法规，完善环境保护技术法规和标准体系，科学确定环境基准，努力使环境保护标准与环保目标相衔接，制定国家环境标准。此次制订的《环境空气 三甲胺的测定 气相色谱法》是《“十一五”期间需要制修订的国家环境保护标准名录》内容之一。开展对环境空气中三甲胺的测定，将为掌握空气质量提供基础性数据，对于保护空气环境、保障人民健康，具有重大意义。

三、编制原则和依据

3.1 基本原则

本标准的编制原则是既参考国外的标准方法技术，又考虑国内现有监测机构的监测能力和实际情况，确保方法标准的科学性、先进性、可行性和可操作性。

3.2 编制依据

目前我国空气中三甲胺的测定国标方法为GB/T 14676-93《空气质量 三甲胺的测定 气相色谱法》，通过向采样管中注入饱和氢氧化钠溶液和氮气使三甲胺游离成气态，注入气相色谱进行分析。三甲胺属于挥发性有机化合物，美国EPA-625/R-96/010b T015方法《特制罐采集气相色谱/质谱联用（GC/MS）法分析空气中的挥发性有机物（VOCs）》可以测定环境空气中的三甲胺。美国OSHA标准PV2060是采用气相色谱火焰离子化检测器分析环境空气中的三甲胺样品。在调查了国际国内现有文献和国际已有分析方法资料的基础上，结合国内实验室的实践经验，编制本标准。本标准是在GB/T 14676-93《空气质量 三甲胺的测定 气相色谱法》的基础上，将样品的前处理方法进行了改进，以减小试验过程中造成的损失，使测定结果更加准确。

3.3 技术路线

目前，国内三甲胺的分析普遍采用填充柱气相色谱法，常用内径3mm的聚乙二醇-20M填充柱分离。随着科技的发展，毛细管柱的应用越来越广泛，使用毛细管柱分析三甲胺已成为必然趋势。可用DB-WAX（30m×0.53mm×1.0μm）毛细管柱分离，FID检测器检测环境空气中的三甲胺。修订后的方法增加了毛细管柱分析这一部分。

国标方法中样品的解吸是采用负压操作，这种操作比较繁琐，不易掌握，重复性差，对操作人员的要求比较高。修订后的方法将原负压操作改为了正压操作，是将采样管前端塑料帽和后端硅胶塞取下，用硅胶管分别与解吸用注射器针头端和氮气气袋相连。从采样管后端注入1ml饱和氢氧化钠溶液，静置1min（外部空气不得进入系统），抽动解吸用注射器活塞，使氮气通过采样管将全部碱液导入注射器内并将注射器抽动到50ml。正压操作简单，重复性好，大大提高了分析效率。

四、国内外有关标准现状

环境空气三甲胺的测定普遍采用的是气相色谱法。我国环境空气三甲胺的测定国标方法为 GB/T 14676-93《空气质量 三甲胺的测定 气相色谱法》。美国 EPA 大气有机污染物监测分析方法系列为环境空气中有毒有害有机化合物监测分析方法，三甲胺属于挥发性有机化合物，使用 EPA-625/R-96/010b T015 方法《特制罐采集气相色谱/质谱联用 (GC/MS) 法分析空气中的挥发性有机物 (VOCs)》可以测定。但在 T015 方法列出的可测定的主要化合物表中并未列出三甲胺，只列出了三乙胺。美国 OSHA (职业安全与卫生条例管理局) 标准 PV2060，对空气中三甲胺的测定采用的是气相色谱法，火焰离子化检测器分析。

以下是对部分标准分析方法的简单介绍：

(1)GB/T 14676-93《空气质量 三甲胺的测定 气相色谱法》：将解吸瓶以饱和氢氧化钾溶液浸润内表面后塞住瓶口抽至负压，将采样管前端塑料帽取下，安上 9 号尼龙针头并插入解吸瓶内。从采样管后塞处注入 1ml 饱和氢氧化钾溶液静置 1min，再从采样管后塞处插入与氮气袋相接的针头，使氮气通过采样管将全部碱液导入瓶内并使解吸瓶内充满氮气至常压。用密闭注射器抽取解吸瓶内的气体 1~2ml 注入色谱仪分析。

(2)EPA T015：将所有空气采集在一个事先抽空的不锈钢采样罐中，采样后，关闭采样罐阀，将采样罐运回实验室分析。将采样罐中样品除水后，定量吹入一固体多吸附剂富集管中，该管置于冷阱中。将阱加热，并吹入氮气，使 VOCs 再次富集于第二个冷阱中。富集完成后，将阱加热，VOCs 解吸附，并随载气进入气相色谱，经色谱柱分离，MS 检测后，可定性定量分析。

(3)OSHA 标准 PV2060：用涂渍了 10% 磷酸的 XAD-7 管采集一定量的样品，样品用 1: 1 的甲醇: 去离子水溶液摇动解吸半小时，然后取 0.5ml 样品加入到 0.5ml 1: 4 的 1mol/L 氢氧化钠: 甲醇溶液中，用气相色谱火焰离子化检测器分析。

五、相关问题说明

5.1 概述

本标准对环境空气中三甲胺进行监测分析，包括样品采集、样品提取、样品分析和质量管理等方面的内容，详细介绍了实验材料、试剂、器具以及具体的操作步骤。并就质量控制和质量保证方面的内容做了阐述，以便于在实验过程中加强质量管理、保证数据质量。

5.2 与标准内容有关的说明

5.2.1 关于标准样品

该方法使用的三甲胺标准样品为三甲胺水溶液稀释后进行标定制得。

5.3 本标准在实施过程中的注意事项

5.3.1 同一个标准样品连续进样两次（平行测定），若两峰峰高（峰面积）相对偏差 $\leq 5\%$ 即认为仪器处于稳定状态。

5.3.2 实验室每批样品要有 10%进行平行双样测定，平行测定结果要满足要求。

5.3.3 批量分析样品时，需要用标准进行校准，一般每测定十个样品校准一次。

六、与国外标准的对比

各国分析环境空气中三甲胺的原理大致相同，都是吸附-解吸-进样的流程，只是吸附剂的采用的各不相同，分析方法普遍采用的是气相色谱法。本标准采用了涂着草酸的玻璃微珠作为吸附剂，用负压方法对采样管进行解吸。标准编制过程中力求保证在整体技术方面的先进性和具体实施上的可操作性。