

· 监测技术 ·

分光光度法测定作业场所空气中己二胺

张武政 孙世义 董保林

尼龙6(盐)作为生产帘子布的原料,在浓缩、聚合时有己二胺外排。近年来,国内6(盐)和帘子布工业发展迅速,但是目前国内尚无作业场所空气中己二胺的监测方法。我们经过大量的室内分析和现场采样后,探索出2,4-二硝基氯苯比色法测定作业场所空气中己二胺。

1 实验方法

1.1 原理

在碱性条件下,2,4-二硝基氯苯与己二胺发生缩合反应生成黄色物质,颜色较深,加酸后变为稳定的淡黄色,比色测定。

1.2 仪器与试剂

1.2.1 仪器 72型分光光度计, XQC-15E型大气采样器。

1.2.2 试剂 标准溶液:称取1.0000g分析纯己二胺,用少量水溶解,然后定容至1000ml,此贮备液含己二胺1mg/ml,测定时配制成50 μ g/ml使用液。2,4-二硝基氯苯乙醇溶液:称取1.0g化学纯2,4-二硝基氯苯溶解在100ml 95%乙醇中。碳酸钠溶液:称取5g分析纯无水碳酸钠溶解在100ml水中。0.6M盐酸溶液:5ml浓盐酸加100ml水。

1.3 分析方法

取10ml具塞比色管,分别加入0.00, 0.05, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40ml己二胺(50 μ g/ml)标准,配制标准系列,用水加至5ml,加入0.2ml碳酸钠溶液,0.5ml 2,4-二硝基氯苯乙醇溶液摇匀,在沸水浴中保持沸腾5分钟,冷却后加入1ml 0.6M盐酸溶液,加水定容至10ml,放置1分钟,于420nm下用2cm比色杯测定吸光度,同时空白对照,制作标准曲线。

2 实验结果

2.1 最大吸收波长的选择

取5 μ g标准,按分析方法操作,在不同波段下测定吸光度,最大吸收峰波长为420nm。

2.2 碳酸钠用量对显色的影响

取5 μ g的己二胺,加入不同量(即:0.1, 0.2, 0.3ml)的碳酸钠溶液,按分析方法所示步骤操作,结果表明加入0.2ml碳酸钠溶液可使显色剂充分显色,碳酸钠加入量不足,不显色。

2.3 2,4-二硝基氯苯用量的选择

取5 μ g的己二胺,加入不同量(即:0.4, 0.5, 0.6ml)的2,4-二硝基氯苯乙醇溶液,按分析方法进行操作,结果表明:加入0.5ml 2,4-二硝基氯苯乙醇溶液,显色清晰,空白值最低。

2.4 盐酸用量对色度的影响

取5 μ g的己二胺,加入不同量(0.8, 1.0, 1.2ml)的0.6M盐酸溶液,其他步骤和分析方法相同,结果表明,加入1.0ml 0.6M盐酸溶液,空白值最低,且显色后可稳定放置24h。

2.5 反应温度和反应时间的选择

升高温度,延长加热时间,使色度加深,但空白值也相应增加,经比较,沸水浴加热5~10分钟比较合适。

2.6 标准曲线的回归方程、相关性和方法的精密度、检测限

连续3天上、下午共制作6条标准曲线,取各浓度点吸光度的平均值(减零管)和标准含量进行回归,回归方程为 $y = 46.42x - 0.27$,相关系数 $r = 0.9999$,各浓度点6次重复测定的变异系数为2.2%~3.6%。按规定,吸光度为0.02时的浓度为检测限,将0.02代入回归方程得 $y = 0.66$,该方法的检测限为0.66 μ g/10ml见表1。

2.7 方法的准确度

将已知量的标准加到样品溶液中,使加标后己二胺含量仍在曲线线性范围内,测定结果如表2。

作者单位: 467000 平顶山市职业病防治所

表 1 标准曲线的有关数据和方法的精密度

含量 μg	0	2.5	5	10	15	20	r 值
A	0.030	0.085	0.145	0.245	0.370	0.465	0.9991
	0.030	0.090	0.157	0.250	0.352	0.447	0.9991
	0.032	0.087	0.147	0.252	0.359	0.469	0.9999
	0.030	0.085	0.145	0.245	0.345	0.453	0.9998
	0.031	0.086	0.141	0.258	0.366	0.481	0.9998
	0.030	0.090	0.147	0.257	0.365	0.480	0.9997
\bar{A}	0.030	0.087	0.147	0.251	0.360	0.466	0.9999
s	0.8×10^{-3}	2.3×10^{-3}	5.4×10^{-3}	5.6×10^{-3}	9.5×10^{-3}	13.9×10^{-3}	
CV%	2.7	2.6	3.6	2.2	2.6	3.0	

表 2 加标回收率测定结果

本底值 (μg)	加入量 (μg)	测定值 (μg)	回收率 (%)
2.40	2.50	4.83	97.20
2.40	2.50	5.07	106.80
2.40	2.50	5.07	106.80
4.80	10.00	14.85	100.50
4.80	10.00	14.70	99.00
4.80	10.00	14.23	94.30

2. 8 干扰实验

样品溶液中己二腈、联苯、联苯醚、氨浓度在 $100\mu\text{g}/\text{ml}$ 以下对测定不干扰。己二腈、联苯、联苯醚浓度过高样品出现浑浊，氨浓度过高影响样品的 pH 酸对测定有干扰，可在测定之前用碳酸钠溶液调样品的 pH 值为 9 左右来消除。

2. 9 吸收液的选择

分别用蒸馏水、10% 乙醇、1% 盐酸溶液作吸收液。串联 4 个吸收管，通过对这三种吸收液吸收率的比较，蒸馏水作吸收液，吸收效果好又方便。

2. 10 吸收率的测定

串联 4 个各装 5ml 吸收液的普通型玻板吸收管，抽取一定量的车间空气，分别测定各吸收管中己二胺的含量，作了 6 次实验，一级吸收率为 $67.9\% \sim 97.2\%$ 、二级吸收率为 $91.4\% \sim 99.2\%$ ，因此在实际采样时，可用两个吸收管串联即可。

3 作业场所空气中己二胺的测定

选择工人接毒点为采样点，串联两个各装 5ml 吸收液的吸收管，流量选择在 $0.4 \sim 0.8\text{L}/\text{min}$ ，采集 $5 \sim 20\text{L}$ 空气，将两个吸收管中的样品分别转移到比色管中，用少量吸收液冲洗吸收管，洗液与样品液合并用水稀释至 5ml ，分析步骤按标准曲线制作步骤进行。用此法对某帘子布厂原丝生产车间作业场所空气中己二胺进行了测定，共设监测点 10 个，测定样品 60 个，结果为 $0.01 \sim 0.52\text{mg}/\text{m}^3$ 。

$$\text{计算公式: } x = \frac{C_1 + C_2}{V}$$

式中: x ——作业场所空气中己二胺浓度 (mg/m^3),

C_1 ——第一吸收管样品含量 (μg),

C_2 ——第二吸收管样品含量 (μg),

V ——标准状况下采集空气体积 (L)

4 小结

4. 1 分光光度法测定作业场所空气中己二胺，简便、不需昂贵的仪器，便于在基层普及。

4. 2 在分析样品时，一定要控制加显色剂之前溶液的 pH 为 9 左右。

4. 3 现场采集的样品，不需加保护剂，冰箱中存放 3 天，不影响测定结果。

4. 4 本方法对空白管重复测定 6 次， $\bar{x} = 0.030$, $s = 0.8 \times 10^{-3}$, $CV = 2.7\%$ ，表明所用试剂空白稳定。

(收稿: 1998-06-10 修回: 1998-08-18)

(上接第 31 页)

4 参考文献

- 1 中华人民共和国卫生部. 卫生防疫工作规范 (劳动卫生分册), 1991
- 2 李江平, 李玉玖. 模糊综合评判在食品卫生监督质量评价中的应用. 中国卫生统计, 1994, 11 (4): 32
- 3 杨聚在, 等. 双理想点排序法用于劳动卫生环境质量的综合评价. 中国卫生统计, 1998, 15 (2): 4

- 4 郑其续, 纪效田. 人才管理. 东营: 石油大学出版社, 1993. 142
- 5 杨锁强. 技术成果法律状态评价研究. 科研管理, 1997, 18 (5): 76
- 6 谭浩强, 田淑清. BASIC 语言. 科学普及出版社, 1987.
- 7 刘英, 主编. 初级程序员软硬件知识 (第 2 版). 清华大学出版社, 1996. 187

(收稿: 1998-07-27 修回: 1998-08-24)