

# 顶空气相色谱法测定一甲胺水溶液中二甲胺、三甲胺

谢冰心

河南省药品审评查验中心(河南省疫苗检查中心) 郑州 450000

DOI: 10.12238/ems.v7i11.16071

**[摘要]** 建立了顶空气相色谱法测定一甲胺水溶液中二甲胺、三甲胺。采用顶空进样,经 Agilent CP-Volamine (30m×0.32mm) 毛细管色谱柱分离, FID 检测器测定。二甲胺在 42.67 μg/mL ~213.4 μg/mL 浓度范围内与色谱峰面积线性关系良好 ( $r=0.9976$ ), 检出限为 4.22 μg/mL, 定量限为 10.56 μg/mL; 三甲胺在 20.27 μg/mL ~101.4 μg/mL 浓度范围内与色谱峰面积线性关系良好 ( $r=0.9959$ ), 检出限为 0.68 μg/mL, 定量限为 1.701 μg/mL。该方法的精密度和准确度良好, 可用于测定一甲胺水溶液中二甲胺、三甲胺。

**[关键词]** 一甲胺; 二甲胺; 三甲胺; 顶空气相色谱法

**Abstract:** A headspace gas chromatography method was established for the determination of dimethylamine and trimethylamine in aqueous monomethylamine solution. Headspace sampling was employed, and separation was achieved using an Agilent CP-Volamine (30m×0.32mm) capillary column, followed by detection with a FID detector. Dimethylamine exhibited a good linear relationship with the chromatographic peak area within the concentration range of 42.67 μg/mL to 213.4 μg/mL ( $r=0.9976$ ), with a detection limit of 4.22 μg/mL and a quantification limit of 10.56 μg/mL. Trimethylamine demonstrated a good linear relationship with the chromatographic peak area within the concentration range of 20.27 μg/mL to 101.4 μg/mL ( $r=0.9959$ ), with a detection limit of 0.68 μg/mL and a quantification limit of 1.701 μg/mL. This method demonstrates good precision and accuracy and can be used for the determination of dimethylamine and trimethylamine in aqueous monomethylamine solution.

**Keywords:** monomethylamine; dimethylamine; trimethylamine; headspace gas chromatography

一甲胺( $\text{CH}_3\text{NH}_2$ )是重要的化工原料,广泛用于有机合成,制造农药、医药、聚合抑制剂、除漆剂、照相显影剂、火箭推进剂、染料、炸药、涂料等<sup>[1]</sup>。有关一甲胺、二甲胺、三甲胺的分析方法,文献报道的主要有气相色谱法<sup>[2]</sup>、离子色谱法<sup>[3]</sup>、分光光度法<sup>[4]</sup>等。本文中一甲胺水溶液作为原料药他达拉非的起始物料,对一甲胺水溶液的杂质二甲胺、三甲胺进行研究,开发了检测方法,并对方法进行了验证。

## 1 仪器与试剂

Agilent 7890B 气相色谱仪、Agilent 7697A 顶空进样器、梅特勒 XSR205 电子天平。

一甲胺水溶液(40%)、二甲胺水溶液(40%)、三甲胺水溶液(30%)、N,N-二甲基乙酰胺(色谱纯)

## 2 色谱条件

色谱柱: Agilent CP-Volamine (30m×0.32mm); 起始

温度为 70℃,维持 4 分钟,以 60℃/min 的速率升温至 200℃,维持 5 分钟;载气流速 2.5ml/min;检测器为 FID;进样口温度为 160℃;检测器温度为 180℃;分流比为 20:1;顶空进样,平衡温度 75℃,稀释液 N,N-二甲基乙酰胺。

应用上述条件,取一甲胺、二甲胺、三甲胺分别为 50μg/mL 的混合标准溶液进样,色谱图如下。

## 3 方法验证与结果

### 3.1 定检限

称取二甲胺水溶液 124.20mg,精密称定,置 50mL 量瓶中,定容,作为贮备液;移取 1mL 至 100mL 量瓶中,定容,再移取 1mL 至 100mL 量瓶,作为定量限溶液,同法配置三甲胺定量限溶液,顶空进样,信噪比为 10 左右,二甲胺与三甲胺定量限分别为 10.56μg/mL、1.70μg/mL;从贮备液逐级稀释,配制检测限溶液,信噪比为 3 左右,二甲胺与三甲胺检测限分别为 4.22μg/mL、0.68μg/mL。

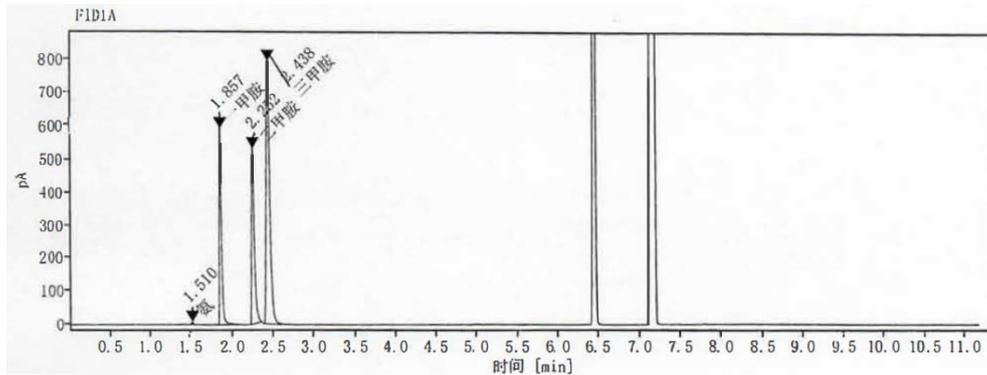


图1 混合溶液

### 3.2 线性与范围

分别配制浓度为 40、80、100、160、200 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的二甲胺与浓度为 20、40、50、80、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的三甲胺系列标准溶液，顶空进样，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标作图，进行线性回归，得标准曲线方程。二甲胺线性方程： $Y=7.0451X-61.5931$ ，相关系数  $r=0.9976$ ；三甲胺线性方程： $Y=13.2914X-20.6351$ ，相关系数  $r=0.9959$ 。在各自浓度范围内，二甲胺、三甲胺线性关系良好。

### 3.3 精密度

由实验员 A，精密称取一甲胺水溶液样品 2.5g，置 20ml 量瓶中，用稀释液溶解并稀释至刻度，摇匀；平行配制 6 份，顶空进样，对结果进行统计。更换实验员 B，同法测定 6 份样品。供试品重复测定 12 次，二甲胺含量均值为 0.12%，极差为 0.01%，测量结果差异不大，三甲胺均未检出，此方法精密度良好。

### 3.4 准确度

配置含二甲胺 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、三甲胺 25 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的 50%浓度水平回收率溶液 3 份，配置含二甲胺 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、三甲胺 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的 100%浓度水平回收率溶液 3 份，配置含二甲胺 150 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、三甲胺 75 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的 150%浓度水平回收率溶液 3 份，配置含二甲胺 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、三甲胺 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$  的对照品溶液，配置浓度为 125mg/mL 一甲胺溶液作为基质溶液，顶空进样。结果显示，二甲胺回收率在 102.074%~105.525%之间，三甲胺回收率在 102.143%~116.793%之间，准确度良好。

### 3.5 耐用性

微调色谱柱流速、起始柱温、升温速率，对二甲胺、三甲胺含量进行检测，考察方法耐用性。改变条件及检测结果如下表。

表1 二甲胺、三甲胺含量方法耐用性结果

改变条件	二甲胺含量	三甲胺含量	
流速	2.4ml/min	0.12%	N/D
	2.5ml/min	0.12%	N/D
	2.6ml/min	0.12%	N/D
起始柱温	65 $^{\circ}\text{C}$	0.11%	N/D
	70 $^{\circ}\text{C}$	0.12%	N/D
	75 $^{\circ}\text{C}$	0.12%	N/D
升温速率	58 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	0.13%	N/D
	60 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	0.12%	N/D
	62 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	0.11%	N/D

微调色谱柱流速、起始柱温、升温速率，二甲胺含量在 0.11%~0.12%之间，三甲胺均未检出，检测结果无明显差异，耐用性良好。

## 4 讨论

本文建立的顶空气相色谱检测方法简便、快捷，重现性良好，可以作为一甲胺水溶液中二甲胺、三甲胺含量检测的有效方法，为一甲胺水溶液质量控制提供帮助。

### [参考文献]

- [1]李文强. 甲胺生产及发展建议[J]. 青海科技, 2004 (04): 24-25.
- [2]毛莹. 空气中微量甲胺类化合物的毛细管气相色谱法的测定[J]. 化工生产与技术, 2015, 22 (6): 50-54.
- [3]杨梦迪, 胡晓宇, 张妍. 离子色谱法同时测定工作场所空气中的一甲胺、二甲胺、三甲胺[J]. 职业与健康, 2017, 04 (470-472).
- [4]吴润琴, 牟雅仙, 王玉芳. 吸光光度法测定空气中一甲胺的改进[J]. 理化检验-化学分册, 2001, 10 (474-475).

作者简介: 谢冰心 (1988-), 女, 硕士, 助理工程师, 研究方向为生物医药。