

# ARBETSMILJÖ FONDENS SAMMANFATTNINGAR

1206

## Utveckling av provtagnings- och analysmetoder för flyktiga alifatiska aminer i luft

*För innehållet i sammanfattningen svarar Lars Hansén, Bengt-Olov Hallberg, Charlotta Ugglå, Jan Sollenberg, Leif Astering, Arbetsmiljöinstitutet, Kemiblocket, 171 84 Solna, tel 08/730 91 00*

*Pnr 85-1428 Kemiska problemområden, allmänt (10)*

*September 1988*

### Bakgrund

Många aminer har stor industriell användning t ex inom plastindustrin, vid tillverkning av konstgödsel, färger, lacker, kemikalier eller läkemedel. Ett flertal aminer är retande och irriterande på hud och slemhinnor, andra är allergena och åter andra är carcinogena. I Arbetarskyddsstyrelsens lista över hygieniska gränsvärden finns 18 aminer upptagna. Därmed finns ett behov av moderna, känsliga och enkla provtagnings- och analysmetoder för dessa ämnen i arbetsmiljön.

För närvarande används mest personburen provtagning med pump, men den har flera väl kända nackdelar. Det är tungt och obekvämt för arbetstagaren, provtagningsutrustningen kräver service och kalibrering m.m.

I föreliggande arbete har den tidigare använda provtagningstekniken med pump ersatts med diffusionsprovtagning där aminen absorberas i en vätskelösning. Känsligheten vid analysen har ökat genom att aminen får bilda ett fluorescerande derivat, som sedan analyseras med vätskekromatografi.

### Undersökningens uppläggning

En ny typ av diffusionsprovtagare med absorptionslösning tillverkades. För provbehandling och derivatbildning var önskemålen att:

- aminen skulle kvantitativt absorberas i en lösning;
- ett fluorescensreagens skulle kunna lösas i absorptionslösningen och koppla irreversibelt till aminen;

kopplingen skulle ske under provtagningen och vid rumstemperatur; fluorescensderivatet skulle därefter vara stabilt; För analysmetoden var önskemålen att: känsligheten måste vara mycket god eftersom små mängder prov samlas i diffusionsprovtagaren.

## Material och metoder

### Diffusionsprovtagaren

En prototyp av diffusionsprovtagare tillverkades, se figur 1. Materialet var teflon. Diametern var 44 mm, tjockleken 15 mm, vätskehållrummets diameter 25 mm, djupet 3 mm och volymen 1,4 ml. Påfyllning och uttag görs i bottenplattan genom tre borrade hål. Påfyllningen görs med en injektions-spruta, vars kanyl är något smalare än den uppborrade kanalen. På så sätt kan luften i hållrummet passera ut vid påfyllningen. Ett teflonfilter med 37 mm diameter täcker hållrummet. Locket skruvas fast över filtret med sex stycken försänkta rostfria skruvar. I locket finns 65 stycken diffusionskanaler (5,0 mm djupa, 1,0 mm i diameter). En klämma är fastskruvad i diffusionsprovtagarens botten så att försökspersonen enkelt kan bära provtagaren fäst vid t ex bröstfickan. Provtagaren väger tom ca 57 g.

Provtagningshastigheten beräknades enligt formeln:

$$SR = \frac{D \times A \times 60}{L}$$

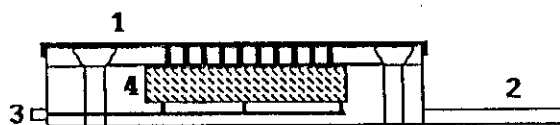
SR = provtagningshastighet,  $\text{cm}^3 \text{min}^{-1}$

D = diffusionskoefficient,  $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$

A = diffusionskanalernas area,  $\text{cm}^2$

L = diffusionskanalernas längd, cm

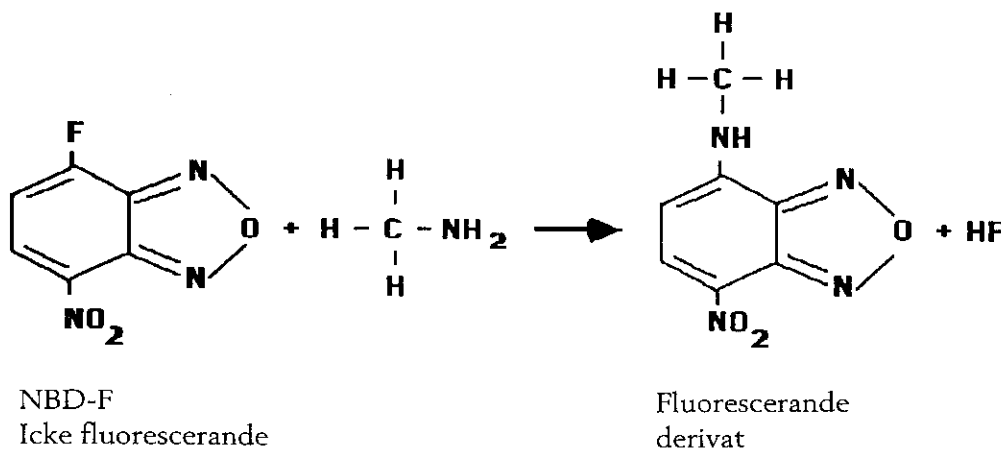
Diffusionskoefficienten för metylamin beräknades till 0,159  $\text{cm}^2/\text{s}$  och provtagningshastigheten till 9,8 ml/min. En anläggning för generering av standardiserade amin/luft-blandningar användes för att undersöka diffusionsprovtagarens egenskaper. Gasens hastighet förbi provtagarna är ca 0,3 m/s.



Figur 1. Prototyp av diffusionsprovtagare, 1: lock täcker diffusionskanalerna; 2: klämma; 3: gängad tapp för påfyllningskanalen; 4: hålrum för absorptionslösning.

### Derivatisering

Ett flertal fluorescensreagens för aminer testades. En lämplig reaktion visas i figur 2.



Figur 2. Exempel på bildande av fluorescerande derivat för metylamin.

I ett koniskt provrör (0,5 ml) sattes 10 µl aminstandard (500 pmol) och 10 µl boratbuffert (0,1 mol/l, pH 8,0). Till denna lösning sattes 20 µl nygjord NBD-F-lösning (50 mmol/l i etanol) och röret täcktes med aluminiumfolie. Röret fick stå i rumstemperatur i två timmar, därefter tillsattes 460 µl HCl (5 mmol/l). 20 µl av lösningen injicerades i HPLC-instrumentet.

#### Vätskekromatografisk analys

Separationerna genomfördes på en högtrycksvätskekromatograf, enligt följande:

Pump: LKB 2150; Injektor: Rheodyne 7125; Detektor: Schoeffel fluorimeter FS 970; Kolonn: Spherisorb ODS-2; Eluent: dinatriumvätefosfat (0,1 mol/l, pH 6,0)/tetrahydrofuran/metanol (60: 15: 25); Excitationsvåglängd: 470 nm; Detektion: >500 nm (filter); Flöde: 1,0 ml/min.

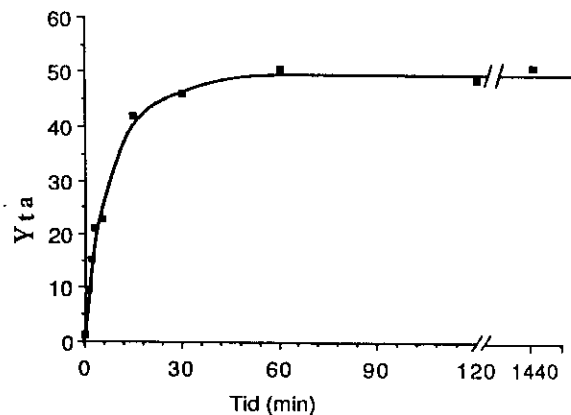
Utvärderingen och beräkningar utfördes med en Luxor ABC 812 med ett Kebo Chromatic 4.0 utvärderingsprogram.

## Resultat

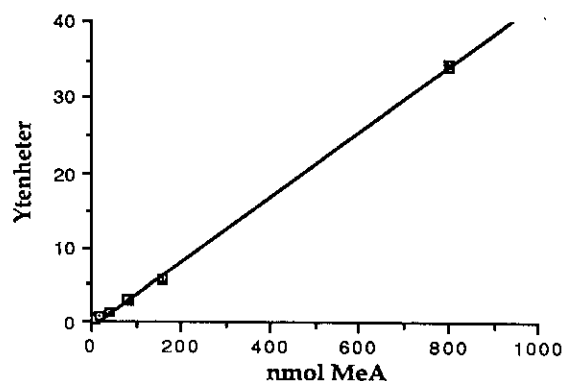
Provtagaren fyller väl de uppställda kraven på bekvämlighet och vikt vid personburen provtagning. Påfyllning och uttag av prov är lätt att göra i fält. Genom att materialet är inert kan provtagaren användas för de flesta absorptionslösningar och den blir därigenom mycket flexibel. Med det påtagbara locket kan provtagaren utan risk för förlust av prov transporteras till analyslaboratoriet.

Provtagningshastigheten för diffusionsprovtagaren har vid laboratorieförsök bestämts till 7,9 ml/min. Proverna kan efter provtagningen lagras i kylskåp minst 14 dagar utan förluster. Det har visat sig att det fluorescerande derivatet inte kan tillsättas direkt i absorptionslösningen, då det förstörs i provtagaren. Reagenset tillsätts därför i samband med analysen.

Ett fluorescerande derivat utvecklas vid rumstemperatur. Derivatet är fullt utvecklat efter ca en timme och är stabilt i minst två dygn (se figur 3). Standardkurvan för derivatet är linjer i området 10 till 800 nmol injicerad mängd metylamin (se figur 4). Den minsta mängd metylamin som praktiskt kan bestämmas är ca 20 pmol.



Figur 3. Fluorescensreaktion vid rumstemperatur mellan metylamin och NBD-F. Prov uttaget vid olika tidpunkter efter reaktionens start. Den integrerade ytan av toppen avsatt som funktion av tiden.



Figur 4. Standardkurva för det fluorescerande derivatet NBD-MeA. Toppyta avsatt mot nmol MeA. Linjens ekvation:  $Y = 0,043 + 0,036 X$ ;  $r = 1,00$ .

## Slutsatser

Provtagaren är lätt och enkel att handha vid provtagning i arbetsmiljö. Den har låg vikt och lågt pris jämfört med konventionell provtagning med pump. Analysmetoden är relativt snabb, känslig och specifik. Den utförs med vätskekromatografi, vilket är en metod som är allmänt förekommande.

## Rapportēn

Utveckling av metod för bestämning av flyktiga alifatiska aminer i luft (23 sid) kan beställas hos Arbetsmiljöinstitutet, Kemiblocket, 171 84 Solna.

# Arbetsmiljofonden

---

Box 1122, 111 81 Stockholm  
Tel 08-796 47 00 (vx)