细胞有直接毒作用外,还通过体内积聚的乙酰胆碱作用于肝内胆碱能受体而造成肝脏微循环障碍。中毒后肝损伤的临床症状常被明显的毒蕈碱样、烟碱样症状所掩盖而漏诊。

3.4 CRP是肝细胞合成的一种急性时相反应蛋白,血清CRP浓度升高是活动性组织损伤的证据^[5]。急性有机磷农药中毒患者血清CRP浓度明显升高($P < 0.001$),且升高的程度与中毒轻重有明显关系,提示有机磷农药中毒愈重,组织损伤愈明显。有机磷农药中毒后血清CRP增高可能是由于损伤组织细胞活化巨噬细胞,后者释放白介素1,刺激肝细胞合成和分泌CRP增加,血中CRP浓度升高。

血清AST、ALT、CK、LDH和CRP可作为机体心、肝、骨骼肌等多种组织器官损伤的标志物。在抢救有机磷农药中毒患者时,不仅要重视其对神经系统的毒作用,还要及时观察

血清组织损伤标志物的改变,以便及时了解患者心脏、肝脏等组织器官的损伤情况,积极采取相应的治疗措施。

参考文献:

[1] 戴自英. 实用内科学 [M]. 第9版. 北京: 人民卫生出版社, 1993. 453-454.

[2] 王永东. 有机磷农药中毒致尖端扭转型室速1例 [J]. 中国危重病急救医学, 1995, 3: 155.

[3] 王世俊. 有机磷农药中毒的诊断治疗问题 [J]. 中华内科杂志, 1990, 29 (2): 69.

[4] 姚新文. 有机磷农药中毒抢救过程中某些特殊情况的处理方法探讨 [J]. 实用内科杂志, 1991, 11 (12): 644.

[5] 闵月琴, 王好礼, 黄敏. CRP测定在肝病临床中的应用 [J]. 中原医刊, 1993, 20 (6): 25.

毛细管气相色谱法测定空气中二苯基二甲氧基硅烷

Determination of dimethoxydiphenylsilane in air by capillary gas chromatography

张 翊, 王春华

ZHANG Yi, WANG Chun-hua

(蚌埠医学院, 安徽 蚌埠 233003)

摘要: 采用毛细管气相色谱法测定空气中二苯基二甲氧基硅烷的浓度, 线性范围0.1~5.0 μg/ml, 标准曲线 $y = 54.97x + 3.16$, $r = 0.9991$, 检测限为 1.0×10^{-2} ng, 回收率94.3%~101.4%, 变异系数1.1%~6.8%, 结果表明本法便捷、灵敏、准确、精密。

关键词: 气相色谱; 毛细管; 二苯基二甲氧基硅烷

中图分类号: R134.4 文献标识码: B

文章编号: 1002-221X(2002)05-0306-02

二苯基二甲氧基硅烷 (Dimethoxydiphenylsilane, DDS) 是重要的化工原料, 化学性质较稳定^[1], 常温下为液体, 易溶于甲醇, 空气中以蒸气形式存在。DDS对人体有一定毒害作用, 为保障接触工人的健康, 车间空气监测十分必要, 但目前尚未见空气中其浓度测定方法的报道。为此, 我们采用毛细管气相色谱法测定车间空气中DDS的浓度, 结果令人满意。

1 材料与与方法

1.1 仪器

GC-1102型气相色谱仪, FID检测器(上海分析仪器厂); HP3394数据处理机(美国惠普公司); 色谱柱: SE-54 25 m × 0.25 mm (i. d) (中科院兰州化物所)。

1.2 色谱条件

初温200℃, 停1 min, 15℃/min程序升温至280℃, 停4 min. 检测器: 290℃, 汽化室: 290℃, 分流比: 100:1,

载气(高纯氮): 2 ml/min, 氢气(高纯): 30 ml/min, 空气: 300 ml/min, 灵敏度 10^9 , 衰减: 2^3 , 进样1.0 μl, 同时启动数据处理机, 得色谱图和峰面积, 或应用中标准曲线法程序, 直接给出物质的量。

1.3 试剂

DDS(纯品含量>99.85%), 甲醇(分析纯, 重蒸)。

1.4 采样

用装有5 ml吸收液(甲醇)的多孔玻板吸收管, 以0.5 L/min的速度抽取20 L空气。采样完毕, 将吸收液甲醇转移至5 ml容量瓶内, 以适量甲醇清洗吸收管, 此甲醇并入上述容量瓶至5 ml。

1.5 空白试验

将装入相同吸收液的吸收管带至现场, 但不抽空气, 余同样品分析。

1.6 标准曲线绘制

用甲醇配制1 ml标准液分别含DDS 0.50, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 μg。在上述色谱条件下, 进样1.0 μl, 重复测定3次, 取平均峰面积。以DDS质量浓度(μg/ml)对峰面积线性回归, 得标准曲线。

2 结果与讨论

2.1 采样效率

将2个多孔玻板吸收管各加入5 ml甲醇后串联采样, 前管DDS吸收率大于99%。数据见表1。

2.2 样品稳定性

所采样品和标准液在4~10℃密闭贮存, 分别于1、3、5、7天分析其浓度, 测定结果基本一致。

收稿日期: 2002-01-28; 修回日期: 2002-03-04

作者简介: 张翊(1962-), 女, 山东人, 副教授, 理学硕士, 从事化学教学与科研, 已发表论文数十篇。

表1 毛细管气相色谱法测定空气中 DDS 的采样效率

样号	前管 ($\mu\text{g/ml}$)	后管 ($\mu\text{g/ml}$)	采样效率 (%)
1	0.28	0.00	100.00
2	1.52	0.01	99.35
3	2.73	0.01	99.64

2.3 干扰实验

在所选色谱条件下, DDS 保留时间为 3.95 min, 而生产环境中存在的各有机溶剂的保留时间均小于 2 min, 其生产原料二苯基二氯硅烷保留时间为 2.87 min, 均无干扰, 方法可靠。

2.4 方法的线性和检测限

在上述色谱条件下, DDS 含量为 0.1~5.0 $\mu\text{g/ml}$ 时, 线性关系很好, DDS 色谱峰面积 y 和对应质量浓度 x ($\mu\text{g/ml}$) 作标准曲线得: $y=54.97x+3.16$ $r=0.9991$, 以 3 倍噪声法求得其检测限为 1.0×10^{-2} ng。

2.5 方法的精密度和准确度

取不同质量浓度样品。加不同标样, 得系列试样, 各试样平行制备 6 份, 分别测其质量浓度, 由表 2 可见, 本法准确度高, 精密度好。

表2 气相色谱法测定空气中 DDS 的准确度和精密度 $\mu\text{g/ml}$

样号	样品含量	加样量	测得量	回收率 (%)	CV (%)
1	0.72	0.50	1.15 $\pm$ 0.057	94.3	5.0
		1.00	1.70 $\pm$ 0.066	98.8	3.9
		1.50	2.14 $\pm$ 0.023	96.4	1.1
2	2.45	0.50	2.99 $\pm$ 0.204	101.4	6.8
		1.00	3.28 $\pm$ 0.152	95.1	4.6
		1.50	3.83 $\pm$ 0.180	97.0	4.7

2.6 样品分析

对模拟现场在不同时间, 以 0.5 L/min 的速度采样 20 L, 测得 DDS 含量范围为 0.1~2.4 mg/m^3 。

2.7 注意事项

由于甲醇有一定挥发性, 采样前后吸收管两端加上塑料帽, 密闭保存。当环境温度较高时, 吸收管可放入冰水浴中, 以减少吸收液挥发。

综上所述, 本法方便快捷、灵敏, 分离度好, 准确度高, 线性范围宽, 重现性极佳, 是分析测定车间空气中 DDS 的好方法。

参考文献:

- [1] 张翊. 二苯基二甲氧基硅烷反应速率常数求导 [J]. 有机硅材料, 2001, 15 (6): 15-16.

气袋采样气相色谱法测定呼出气中 1, 2-二氯乙烷

Gas chromatography analysis for 1, 2-dichloroethane in expired gas

王充¹, 黄建勋², 关玉群¹, 李来玉², 胡锡珉¹, 谭炳炎¹

WANG Chong¹, HUANG Jian-xun², GUAN Yu-qun¹, LI Lai-yu², HU Xi-min¹, TAN Bing-yan¹

(1. 中山医科大学公共卫生学院, 广东 广州 510089; 2. 广东省职业病防治院, 广东 广州 510300)

摘要: 采用气袋收集工人呼出气, 经活性炭管富集、二硫化碳解吸后, 取解吸液用气相色谱测定 1, 2-二氯乙烷浓度。工作曲线 $r=0.9996$, 合并变异系数 2.5%, 平均解吸率 98.2%~102.1%, 100 mg 活性炭对 DCE 穿透容量 5.0 mg, 检测限 3.0 ng。本方法能满足卫生监测的要求, 且方便、准确。

关键词: 呼出气; 二氯乙烷; 气相色谱

中图分类号: R134.4; O623.21 文献标识码: B

文章编号: 1002-221X(2002)05-0307-03

1, 2-二氯乙烷 (DCE) 是具有芳香气味的无色油状液体, 易挥发, 相对分子质量 98.96, 相对密度 1.26 g/cm^3 , 可用于制造氯乙烯单体, 广泛应用于金属部件去油污, 作为干洗剂及粘合剂的溶剂。

研究工人呼出气中 1, 2-二氯乙烷气相色谱测定方法, 对进一步研究作业场所空气浓度与工人呼出气浓度的相互关系, 以及对工人危害程度作出评价都有重大意义, 也可作为其接触程度的监测指标。

1 材料与方法

收稿日期: 2002-01-21; 修回日期: 2002-03-06

作者简介: 王充 (1968-), 男, 讲师, 从事卫生检验的教学及科研工作。

1.1 原理

气袋采集受试者呼出气, 炭管吸附浓缩, 二硫化碳解吸, 用微量注射器抽取适量解吸液进样, 经 15% DNP 柱分离后, 用氢火焰离子化检测器 (FID) 检测, 保留时间定性, 峰面积定量。

1.2 仪器及装置

日本岛津 GC-14B 气相色谱仪, FID 检测器; HB-91C 型空气采样器 (广东省环境保护监测中心站制), XW-80 旋涡混合器; 1L 聚乙烯塑料气袋, 10 μl 注射器, 2 ml 具塞小试管, 10 ml 容量瓶; GH-1 型热解吸活性炭采样管; 规格 120 mm, Φ 4 mm, 内装 100 mg 活性炭。SPSS 计算机统计软件包。

1.3 试剂

1.3.1 1, 2-二氯乙烷 (GR); 二硫化碳 (AR, 色谱仪检查无杂质方可使用, 必要时重蒸馏);

1.3.2 1, 2-二氯乙烷标准储备液 准确称取一定量的 1, 2-二氯乙烷, 用二硫化碳稀释成 40.25 mg/ml 。

1.3.3 1, 2-二氯乙烷标准应用液 取储备液, 依次稀释成质量浓度为 A 液: 4.025 mg/ml ; B 液: 0.4025 mg/ml ; C 液: 0.04025 mg/ml 。

1.4 分析步骤

1.4.1 呼出气的采集及富集 将受试者带离现场至空气干净处, 嘱其平静呼吸 5~6 次, 然后长吐一口气, 再将肺内残余