

的准确一致,必需做到以下几点:

1. 采用统一的计量单位:目前ZPP的单位有多种,单位的不同给学术交流和应用带来极大不便,为了获得可比较的测定结果,采用统一的计量单位实属必需。鉴于ZPP血液荧光计的原理,以 $\mu\text{g/g}$ Hb作ZPP的单位能客观地反映ZPP在血样中的相对关系,故这种表示方式在国内应用较多,但在推行法定计量单位的今天,更应采用 $\mu\text{mol/L}$ 。

2. 推广标准化测定方法:ZPP测定方法不止一种。用不同的方法对同一样品进行测定时,结果肯定存在或多或少的差异。为使测定结果具有可比性,应尽量采用统一的计量方法。目前国家虽未将血液荧光计测定ZPP作为标准方法发布,但鉴于国家技术监督局批准了用于校正ZPP血液荧光计的标准物质,且国家铅中毒诊断标准GB11504-89已将该方法列入,建议各单位测定ZPP时参考试用。

3. 制定仪器校验规范和使用标准物质:在测定过程的每个环节中,操作者的熟练程度、仪器的运行状态以及测定时周围环境的变化都会使测定产生误差。制定仪器校验规范和使用标准物质可判断仪器是否正常、测定方法和测定结果是否准确,找到产生误差的原因。因此不论何种型号的仪器均需定期校验零点、精密度、准确度,三者合格方能保证测定结果的科学性:(1)校零点:将ZPP血液荧光测定仪插上电源(最好加用稳压器),观察空载时数字显示情况,一般应为零,零点飘移不应超过 $\pm 0.2 \mu\text{g/gHb}$ 或 $\pm 0.02 \mu\text{mol/L}$ 。(2)校精密度:取低、中、高浓度的3个血样,分别测定6次,计算均数、标准差和相对标准偏差。相对标准偏差不应超

过10%。(3)校准准确度:取低、中、高浓度的3份标准物质,分别测定6次,计算均数和相对误差,各标准物质的单次测定值及其均值应在其相应的标定范围内,相对误差不得超过 $\pm 10\%$ 。

4. 消除影响ZPP测定的其它因素:影响ZPP测定的因素很多,需根据具体情况逐一解决。需要指出的是:ZPP测定仪显示的不是样品中ZPP的实际含量,而是ZPP与Hb的比值。当以 $\mu\text{g/g}$ Hb以外的单位表示样品中ZPP水平时,需了解样品中Hb的浓度。有的仪器虽能自行换算单位,但是以假定Hb为140 g/L为基础的^[6],而各样品的Hb浓度并不全是140 g/L。比较测定结果时应考虑到这一点。

参 考 文 献

- 1 王珩,王文广,陈学存. 红细胞原卟啉的应用及其测定. 国外医学·卫生学分册,1985,4:206.
- 2 Labbe RF. Clinical utility of zinc protoporphyrin. Clin Chem,1992,38:2167~2168.
- 3 Piomelli SA. Micromethod for free erythrocyte porphyrins: The FEP test. J Lab Clin Chem Med,1973,81:932.
- 4 Schifman RB, Finley PR. Measurement of near-normal concentrations of erythrocyte protoporphyrin with the hematofluorometer; influence of plasma on "front-surface illumination" assay. Clin Chem,1981,27:153~156.
- 5 陆培坤,罗莲君,施乃怡,等. 微量血中锌原卟啉的测定. 劳动卫生与环境医学,1982,5(2):40~50.
- 6 张基美. 锌原卟啉测定有关问题的回顾与展望. 职业医学,1993,20:366.
- 7 方绍峰,张基美,陈玉华,等. 红细胞锌原卟啉标准物质的研制. 中国工业医学杂志,1995,增刊:10~12.

(收稿:1996-10-28 修回:1997-01-02)

(本文编辑:何雅晖)

179-180 车间空气中硝基胍紫外分光光度法 R134.4
0657.32

夏宝清 王廷琦 王丽 王连珠 陈永平 唐虹 王振宇 汪冀 杨雪萍

硝基胍(Nitroguanidine, NGu, NQ)是一种价廉易得的火炸药,广泛用作火炮发射药的主要组分。目前,国内外尚未制订出NQ的卫生标准,相应的检测方法亦未见报道。我们研究了车间空气中NQ的紫外分光光度检测方法,现报道如下:

一、材料与方 法

1. 仪器:采样夹;滤料:过氯乙烯滤膜,直径40

本课题受兵器工业总公司科研基金资助

作者单位:710065 西安,兵器工业卫生研究所(夏宝清、王廷琦、王丽、陈永平、唐虹、王振宇、汪冀、杨雪萍);辽宁省凌源市向东化工厂(王连珠)

mm,孔径 $0.4 \mu\text{m}$;粉尘取样器:5~35 L/min;7520型紫外可见分光光度计,10 mm石英比色皿。

2. 试剂:NQ:99.9%,国防科工委化学计量一级站火炸药分站(西安)提供;9%(V/V)乙醇水溶液;标准溶液:准确称取0.4000 g经100℃干燥过的NQ,用少量热水溶解,转移到100 ml容量瓶中,并用水稀释至刻度,摇匀。此液为4.0 mg/ml的NQ标准储备液,临用时用水稀释成0.1 mg/ml的NQ标准应用液。

3. 采样:将滤料固定在采样夹中,以10 L/min的速度抽取50 L空气。

4. 分析步骤: (1)对照试验:将滤料固定在采样夹中,带至现场,但不抽取空气。照样品分析;(2)样品处理:将滤膜放入 15 ml 比色管中,准确加入 10 ml 乙醇水溶液,轻轻振摇使滤膜展开并浸入液面下,加塞。置 50℃ 水浴中保持 60 分钟,取出,自然冷却至室温。待测定;(3)标准曲线的绘制:按附表配制标准管。将各管加塞,摇匀。于 264 nm 处,以零管为参比,用 10 mm 石英比色皿测定吸光度(A),以 A 对 NQ 含量作图,绘制标准曲线;(4)测定:样品管 A 值减去空白管 A 值后,由标准曲线上查出 NQ 含量。

附表 NQ 标准管的配制

管号	标准溶液(ml)	乙醇溶液(ml)	NQ 含量(μg)
0	0	10.0	0
1	0.10	9.9	10.0
2	0.20	9.8	20.0
3	0.30	9.7	30.0
4	0.40	9.6	40.0
5	0.50	9.5	50.0
6	0.60	9.4	60.0

5. 计算: $X = \frac{C}{V_0}$, 式中: X—空气中 NQ 浓度, mg/m³; C—从标准曲线上查出的样品中 NQ 含量, μg; V₀—标准状况下的采样体积, L。

二、结果与讨论

1. 吸收光谱:利用 4 μg/ml NQ 水溶液在 200~370 nm 测定了 NQ 的吸收光谱,见图 1。

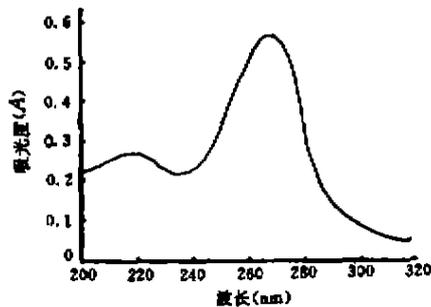


图1 NQ 在水溶液中的吸收光谱

2. 方法的线性范围和检出限:按 A 值 0.02 计^[1], 本法的检出限为 0.1 μg/ml。当 NQ 含量为 0.1~6.0 μg/ml 时,标准曲线(图 2)的线性关系良好,回归方程: $Y = 0.014X$, 相关系数 $r = 0.9999$ 。

3. 方法的精密性:取在本法测定范围内浓度分别为 16.2、32.9、63.5 μg 的低、中、高 3 种样品进行 6 次重复测定,测得相对标准偏差(RSD)分别为 3.7%、3.6%和 3.8%。

4. 方法的准确度:取在本法测定范围内浓度分别为 11.7、23.3、32.9 μg 的低、中、高 3 种样品加标测定,

每个样分别加入 10.0、20.0、30.0 μg NQ 标准,重复测定 3 次,3 种样品的平均加标回收率分别为 105.5% ± 1.1%、101.3% ± 2.2%、104.7% ± 3.9%。

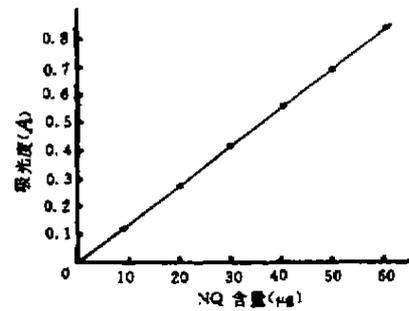


图2 NQ 的标准曲线图

5. 样品的稳定性试验:12 张滤膜上分别加入 28 μg NQ 标准溶液,放置过夜使其平衡。用清洁的镊子取出滤膜,面朝里对折 2 次,置于 15 ml 具塞比色管内。分别于当天、储存第 7 天各分析 6 张。结果表明:储存 7 天后分析与当天分析结果差异不大于 6%。因此,样品在室温下至少可保存 7 天。

6. 方法的洗脱效率:18 张滤膜上分别加入 12.0、28.0、48.0 μg NQ 标准液各 6 份。放置过夜使其平衡。依法分析,测得 NQ 含量分别为 11.26、28.71、47.28 μg,平均洗脱效率分别为 93.8%、102.6%、98.5%,6 张滤膜的 RSD 分别为 6.1%、2.2%、1.5%。

7. 方法的干扰试验:在 NQ 作业场所可能存在的物质有黑素金、硝酸铵、硝化甘油等。经试验,当溶液中黑素金大于 2 μg/ml 时,对测定有干扰;硝酸铵和硝化甘油对测定没有干扰。

8. 现场应用:对某厂 NQ 生产车间烘干加料、烘干出料和搓膜后装料 3 个作业点的空气浓度进行了测定。结果 NQ 平均浓度分别为 0.79、1.52、7.85 mg/m³,基本符合现场实际。两片滤膜串联,采样效率在 94.4% 以上。

9. 验证试验:经中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所验证,当 NQ 为 1.03、2.06、3.09、4.12、6.18 μg/ml 时,RSD 分别为 2.6%、1.2%、1.2%、1.0%、0.8%,标准曲线的线性关系良好,回归方程 $Y = 0.0196X + 0.0109$, $r = 0.9997$,检出限 0.05 μg/ml;洗脱效率 92.7%~98.9%。

参 考 文 献

- 1 中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所主编. 车间空气监测检验方法. 第 3 版. 北京:人民卫生出版社,1990. 499~503.

(收稿:1996-07-24 修回:1996-12-14)

(本文编辑:何雅晖)