

车间空气中噻嗪酮含量的测定

Determination of buprofezin in workplace air with gas chromatography

陈景衡¹, 杨俊¹, 谈立峰², 赵人¹

CHEN Jing-heng¹, YANG Jun¹, TAN Li-feng², ZHAO Ren-cheng¹

(1. 南京医科大学应用毒理研究所, 江苏 南京 210029; 2. 常州市疾病预防控制中心, 江苏 常州 213003)

摘要:按照《车间空气监测检验方法》的要求, 采用气相色谱法进行空气中噻嗪酮含量测定。结果在 5~200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内, 本方法具有良好的线性($r=0.9981$, $n=6$)。对某样品连续测定 6 次, 其相对标准偏差为 4.8%, 平均加标回收率为 104.6%~107.3%。测定实际样品也获得了理想的结果。表明本法测定车间空气中噻嗪酮含量是方便可行的。

关键词: 车间空气; 噻嗪酮; 含量

中图分类号: R122 **文献标识码:** B

文章编号: 1002-221X(2003)06-0372-02

噻嗪酮又名扑虱灵, 是一种粉状高效杀虫剂, 熔点 104.5~105.5 $^{\circ}\text{C}$, 蒸气压 $1.25 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ (25 $^{\circ}\text{C}$), 溶于有机溶剂, 难溶于水, 对酸、碱、光稳定^[1]。在我国广泛用于水稻等农作物的虫害防治。根据有关文献报道, 用 100 μmol 的噻嗪酮进行细胞培养, 便显示微核率显著性增加^[2]。但目前在我国尚未见空气中噻嗪酮浓度测定的报道, 因此研究车间空气中噻嗪酮含量的测定方法是非常必要的。本研究选用玻璃纤维滤膜采样, 有机溶剂洗脱, 采用气相色谱法^[3,4]测定车间空气中噻嗪酮含量, 实践证明方便可靠。

1 材料与方

1.1 仪器与试剂

日本岛津 GC-14B 气相色谱仪, ECD 检测器; 粉尘采样器 (DK60-2 型, 上海探伤机厂); 环己烷 (分析纯); 噻嗪酮原药 (质量分数 99.9%), 常州农药厂提供; 无水硫酸钠 (分析纯)。

1.2 采样

在安装玻璃纤维滤膜后, 用皂膜流量计对粉尘采样器采样流速进行校正, 车间采样时采样器流速 15 L/min, 采样时间 20 min。

1.3 分析方法

1.3.1 气相色谱测定条件 色谱柱 2% OV-17, 玻璃柱 3.2 mm $\times$ 2 m, 柱温 230 $^{\circ}\text{C}$, 检测室温度 280 $^{\circ}\text{C}$, 气化室温度 280 $^{\circ}\text{C}$, 载气流速 50 ml/min。

1.3.2 样品的预处理 将空气采样后的滤膜折叠后, 放入 5 ml 的试管中, 用剪刀仔细地将滤膜剪碎, 在试管中加入

2 ml 环己烷, 旋转振荡器上振荡约 1 min。随后将试管在 3 000 r/min 离心机上离心 5 min, 取上清液用环己烷进行适当稀释, 在稀释好的样液中加入适量无水硫酸钠 (约 0.1 g) 除去水分, 取 1 μl 样品于气相色谱仪上测定噻嗪酮的含量。

1.3.3 标准曲线制备 精确称取 0.010 0 g 噻嗪酮原药于 10 ml 容量瓶中, 用环己烷溶解并定容至刻度, 得到 1.000 mg/ml 标准储备液。分别吸取标准储备液 10、20、100、200、300、400 μl 于 2 ml 容量瓶中, 用环己烷定容至刻度得到浓度分别为 5、10、50、100、150、200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 标准系列应用液。随后在标准液中加入与样品中相同量的无水硫酸钠。

1.3.4 标准品与样品的分析 取 1 μl 标准系列应用液或进行适当稀释的样品溶液进样, 进行色谱分析。根据峰面积进行回归和计算。标准品及样品色谱图见图 1、图 2。



图 1 噻嗪酮标准品色谱图



图 2 噻嗪酮样品色谱图

1.3.5 计算

$$X = cV_1 / V_2$$

式中: X 为车间空气中噻嗪酮的质量浓度, mg/m^3 ; c 为测定样品在标准曲线上查出的质量浓度, $\mu\text{g}/\text{ml}$; V_1 为样品溶液稀释的总体积, ml; V_2 为标准状况下的采样总体积, L。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线的范围

噻嗪酮浓度在 5~200 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内线性关系良好, $r=0.9981$, 回归方程 $Y = -670.075 + 75.452X$

2.2 精密度实验

对同一样品平行测定 6 次, 结果见表 1。

表 1 精密度实验结果

测定次数	1	2	3	4	5	6	$\bar{x}$	RSD
浓度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	132.1	129.0	127.6	118.6	137.2	131.8	129.4	4.8%

收稿日期: 2003-01-23; 修回日期: 2003-03-31

作者简介: 陈景衡 (1958-), 男, 主要从事理化分析工作。

2.3 回收率实验

在纯净的玻璃纤维滤膜上精确称取一定量的噻嗪酮原药, 然后折叠滤膜, 并适当挤压, 使农药与滤膜吸附紧密, 以模拟现场采样。随后按样品预处理和测定的相同方法进行处理与测定, 回收率实验结果见表 2。

表 2 回收率实验结果

加标样数	平均加标量(mg)	平均回收量(mg)	平均回收率(%)
5	0.69	0.74	107.2
5	1.09	1.14	104.6
5	2.05	2.20	107.3

2.4 现场测定结果

某农药厂生产与包装车间空气中测得噻嗪酮含量, 最小为 0.01 mg/m^3 , 最大 62.5 mg/m^3 , 平均为 0.17 mg/m^3 。

3 小结

采用粉尘采样器, 以玻璃纤维滤膜富集采集车间空气中

噻嗪酮, 环己烷溶解简便易行, 回收率好。需要注意的是采样时间不宜过长, 当肉眼可见滤膜上有粉尘时即可停止采样, 一般采样时间约在 20~30 min。气相色谱法 ECD 检测器测定噻嗪酮含量, 线性范围宽、灵敏度高。总之, 采用本方法测定车间空气中噻嗪酮含量, 准确灵敏, 较为简便易行。

参考文献:

- [1] 周学良, 朱良天. 精细化学品大全(农药卷)[M]. 杭州: 浙江科学技术出版社, 2000: 17.
- [2] Herrera LA, Ostrosky Wegman P, Schiffmann D, et al. The insecticide buprofezin induce morphological transformation and kinetochore-positive micronuclei in cultured syrian hamster embryo cells in the absence of detectable DNA damage [J]. *Mutat Res*, 1993, 121-125.
- [3] 周碧青, 宋寿龄. 噻嗪酮在茶叶中残留与消解过程的气相色谱研究 [J]. *福建农业大学学报*, 1995, 24(2): 243-246.
- [4] 李拥军, 黄志强. 茶叶中噻嗪酮残留量的 GC-MS 测定 [J]. *分析测试学报*, 2000, 21(2):

三明市不同经济类型厂矿职业健康监护情况分析

戴延生, 官湘建, 陈建超

(三明市职业病防治院, 福建 三明 365000)

1997~2002 年是本市经济体制发生根本转变, 职业卫生面临着严峻挑战的时期, 总结分析这段时期的职业健康监护工作, 将会给我们更好地执行《职业病防治法》, 防范职业中毒事故发生提供宝贵经验, 现将情况报告如下。

1 资料与方法

1.1 资料来源

全部资料取自 1997~2002 年全市 12 个县(市)、区防疫站上报的劳动卫生监督、监测、健康检查年报表。

1.2 评价方法

将各类资料进行综合整理, 计算监测覆盖率、作业点合格率、体检率、检出率, 并运用秩和比(RSR)法进行评价。

2 结果

2.1 基本情况

本市是省重工业基地, 目前接触有毒有害的厂矿 333 家, 占企业总数的 78.1%, 其中全民企业占总数的 40.5%, 乡镇占 24.6%, 三资占 19.0%, 集体占 15.9%; 接触有害因素的职工 38 630 人, 占职工总数的 35.0%, 其中全民占总数的 87.0%, 乡镇和三资各占 5.0%, 集体占 3.0%。6 年来, 全市厂矿从 1997 年的 483 家到 2002 年只剩 333 家, 逐年减少 6.1%, 而生产环境有害物质监测覆盖率从 1997 年的 87.1% 下降到 2002 年的 75.3%, 年均递减 2.2%; 体检率从 1997 年的 31.4% 下降到 2002 年的 20.5%, 年均递减 6.9%, 检出率从

1997 年的 0.5% 上升到 2002 年的 0.8%, 年均递增 8.6%。近年“三同时”审查项目只有 15%, 而参与竣工验收的仅占 3.7%, 并逐年减少, 达不到安全生产、预防为主的目的。所以, 本市职业卫生形势不容乐观。

2.2 有害因素监测

各类厂矿有害作业监测覆盖率和作业点合格率的 RSR 值全民厂矿为 0.875, 排序为 1; 其余依次是三资、集体厂矿; 乡镇厂矿为 0.375, 排序最后。有害作业点监测合格率(%)分析结果显示, 全民厂矿的粉尘、毒物、物理因素作业点合格率排序为 7、2、4, 还是居前的; 虽然乡镇厂矿毒物点作业合格率排序为 1, 后 2 项的排序为 11、12, 总的还是居后。

2.3 职工健康体检

全市有害作业工人健康体检率不高, 为 9.7%~29.1%, 全民厂矿的粉尘、毒物、物理因素作业的工人健康体检率相对较高, 职业病检出率 0.3%~3.1%。检出率最低是三资厂矿, 最高是全民厂矿; 三资厂矿 RSR 值为 0.875, 排序为 1, 其余依次是全民、集体厂矿, 乡镇厂矿还是最后。这可能与厂矿领导重视, 有关政策得到落实有关。

3 讨论

通过 6 年来本市职业健康监护情况的综合分析, 全民厂矿状况较好, 而乡镇厂矿较差。其原因在于厂矿在转换经营机制过程中, 相当一部分领导职业卫生意识淡薄, 怕投资, 怕查出病人花钱治病, 影响企业形象, 对职业卫生工作不配合, 从而影响了这项工作的顺利进行。

要搞好职业卫生工作, 我们认为首先要做好职业危害防治工作, 应强化政府职能, 将职业卫生列入政府及企业领导责任目标, 才能使劳动卫生取得良好效果; 其次开展社会各层面《职业病防治法》的宣传教育, 重点放在用人单位和劳动者, 营造浓厚的治理氛围; 第三是抓住重点, 尤其是粉尘作业场所的监督监测, 以减少其职业危害, 保护工人的健康, 保障生产的健康发展。