

表 1 加标后的样品检测回收率

添加水平 (mg/kg)	实测值 (mg/kg)	回收率 (%)	相对标准差 (%)
0.005	0.0061~0.0037	122.0~74.0	18.4
0.010	0.0112~0.0082	112.0~82.0	12.0
0.050	0.0617~0.0434	123.4~86.8	12.2

2.3 市场样品测定结果 应用本法对南京市场的各大品牌酱油进行了普查,检测 17 份样品,小于欧盟标准的 2 份,占 11.76%;大于欧盟标准小于国家

标准的 14 份,占 82.35%;大于国家标准的占 5.89%。

3 结论

气-质联用仪测定酱油中 3-氯-1,2-丙二醇残留量,其方法准确,灵敏,快速,能较强去除本底干扰,值得推广应用。

(该项工作得到中国疾病预防控制中心营养与食品安全所吴永宁博士和赵云峰博士的指导,表示感谢!)

· 毒理与检验 ·

两种余氯测定方法的比较

李允勃

(南京市卫生监督所, 江苏南京 210018)

【文献标识码】 C 【中图分类号】 R-33 【文章编号】 1006-9070(2003)04-0061-02

【关键词】 碘量法; 比色法; 医院污水; 余氯

南京市卫生系统所属医院 1988 年以来全部建成了污水一级处理系统,并建立了消毒处理档案。为有效评价医院污水中氯化消毒处理的能力和效果,需要有一种快速、简便、可靠的污水中余氯测定方法,通常采用碘量法,该法分析步骤较多,操作繁琐,为此我们采用比色法进行分析,取得满意结果。

1 材料与方 法

1.1 试剂 邻联甲苯胺溶液(甲士立丁)、余氯标准比色溶液、0.00564 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液、5%碘化钾溶液、pH=4 醋酸缓冲液、0.5%淀粉溶液、0.0282 mol/L 碘标准溶液。

1.2 方 法

(1) 比色法:① 被测样品温度宜为 15℃~20℃,如低于此温度,应先将样品浸入温水中使其温度升至 15℃~20℃后,再测定数值。② 在盛有 5ml 样品的比色管内,滴加邻联甲苯胺溶液 2~3 滴,混匀。③ 将样品置于黑暗处,静置 15 分钟后,与余氯标准比色溶液比较测定,其结果为样品总余氯含量(比色时,眼睛从管口向下或由前面观察)。④ 如余氯浓度很高时,会产生桔黄色;当样品碱度过高以及余氯浓度很低时,可能产生淡蓝绿色或淡蓝色。此

时,可再加入 1ml(1+2)盐酸或 1ml 邻联甲苯胺溶液,即可产生正常的淡黄色,再进行测定。

(2) 碘滴定法(碘标准溶液反滴定法):① 污水水样中余氯小于 10 mg/L 时,取 200ml 污水样;余氯多时,应按比例减少水样体积。② 将 200ml 污水样加入 500 ml 锥形瓶中,加入 5~20ml 0.00564 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液,1ml 5%碘化钾溶液和 1 ml 醋酸缓冲液,加入 1 ml 淀粉溶液使 pH 保持在 3.5~4.2 之间。用 0.0282 mol/L 碘标准溶液滴定,滴至刚显淡蓝色为终点(混匀后蓝色不应消失)。把最后 1 滴碘液的体积(约为 0.05 ml)从读数中减去。200 ml 污水样消耗 1 ml 0.00564N 硫代硫酸钠溶液时,相当于存在 1mg/L 余氯,故余氯在 5mg/L 时,需用 5 ml 试剂;余氯在 10mg/L 时,应加入 10 ml 试剂。污水中余氯更高时,就按比例增加试剂。碘滴定法测得的余氯为总余氯,并按下式计算:

$$Cl_2(\text{mg/L}) = [(A-5B) \times 200] / C$$

式中: Cl_2 —总余氯(mg/L);

A—0.00564 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液的 ml 数;

B—0.0282 mol/L 碘标准溶液的 ml 数;

收稿日期: 2003-05-04

作者简介:李允勃(1956-),男,江苏南京人,主管技师。

C—污水样 ml 数。

2 结果与讨论

当医院污水采用加氯消毒后,同时用两种不同方法进行余氯测定,其结果见表 1。

表 1 两种方法测定医院污水中余氯的比较

加氯量浓度(mg/L)	比色法	碘量法
16.0	3.0	3.0
14.0	3.0	2.5
12.0	3.0	2.5
10.0	2.5	3.0
8.0	2.5	2.8
6.0	2.5	2.5

上述结果经统计学分析,显示两种方法无显著性差异($P>0.05$)。由于医院污水余氯量检测工作都是由非专业技术人员承担,仅仅经过简单的培训就上岗操作,所以分析方法不宜太难,而比色法测定医院污水余氯量操作简单,容易掌握,有利于医院污水余氯量监测工作的开展,适宜推广应用。

· 毒理与检验 ·

两种不同消化方法测定头发中钙、锌的比较

祁作华,李慧

(宿迁市疾病预防控制中心, 江苏 宿迁 223800)

【文献标识码】 B 【中图分类号】 R-33 【文章编号】 1006-9070(2003)04-0062-02

【关键词】 发钙;发锌;浸提法;干消化法

目前测定头发中微量元素的常用方法为干消化法,该法由于挥发、器壁吸附、酸不溶性颗粒吸附、定容时转移丢失等原因而引起待测元素的损失。浸提法具有操作简便、快速的优点,同样使用于大批量样品的预处理。其原理是利用浸提液能解离某些待测元素的结合键,并对待测元素或含待测元素的组分有良好的溶解力,从而将样品中待测元素浸提出。此法比较适合用于原子吸收分光光度法定量。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂 AA-7001 型原子吸收分光光度计(北京东西电子技术研究所)。采集的儿童枕部至耳部新生短发,用合成洗涤剂与去离子水洗净,低温烘干,将其剪成小段备用。 Ca^{2+} 、 Zn^{2+} 标准溶液,临用时配制成相应浓度。所用试剂为优级纯,实验用水为重蒸馏水。

1.2 分析方法

(1) 浸提法:称取处理好的发样 0.2500g 于 25ml 比色管中,加 2ml 硝酸待作用后放入沸水浴中加热 1h,然后加 2ml 过氧化氢(30%)继续加热

10min 取出,冷却后定容。如有浑浊,待沉淀后上机测定,同时做全程空白实验。

(2) 干消化法:称取处理好的发样 0.2500g 于坩锅内,放入马弗炉中,逐渐升温至 500℃ 灰化 6h,冷却后取出,加入硝酸(1+1)溶解,最后定容至 25ml 充分摇匀,静置 30min 后上机测定,同时做全程空白实验。

2 结果

2.1 两种方法测定结果 浸提法测定结果均高于干消化法的结果,见表 1。

表 1 同一样品两种不同处理方法测定结果(mg/kg)

样品号	浸提法测定值		干消化法测定	
	Ca^{2+}	Zn^{2+}	Ca^{2+}	Zn^{2+}
1	415	85	343	78
2	417	115	401	97
3	532	81	282	78
4	295	85	288	68
5	351	116	248	104

收稿日期: 2003-03-21

作者简介: 祁作华(1956-),女,江苏宿迁人,主管技师。