

帮助,在此表示衷心的感谢。

参 考 文 献

- [1] Walters S. M. *The Abstracts of 5th International Symposium on Column Liquid Chromatography* pp. 11—12, New York (1984).
- [2] Thomas R. S. *Carcinogenesis Vol. 3 Polynuclear Aromatic Hydrocarbons*, Paven Press Books Ltd. pp. 9—19, New York (1978).
- [3] 岛津製作所第一科学计测事业部,“HPLC 环境测定特集”, Shimadzu LC—NO. 5,株式会社岛津製作所, pp. 4—8(1981).
- [4] Waters Technical Bulletin, *Polyaromatic Hydrocarbons Analysis*, Waters Associates 34 Maple St/Milford Mass 01757, No. 7 (1982).
- [5] Sorrell R. K., *J. Chromatography* 185 p.p. 655—670 (1979).
- [6] 中国医学科学院卫生所,烟气测试技术,人民卫生出版社,(1982).
- [7] 姚渭溪等,环境化学,2,22(1983).

二氧化锰棉柱富集水中痕量铅——石墨炉原子吸收光度法测定

王 俊 汤 凤 庆

(广东省职业病防治院)

水中痕量铅的测定对环境水质监测和卫生评价有着重要的意义。为了准确地测定水中痕量铅,通常需要对水样进行预富集处理。目前报道的富集方法很多,最常见的为有机溶剂萃取法、共沉淀分离法和离子交换树脂分离法等。

最近,国外有人利用 MnO_2 能吸附溶液中各种阳离子的特性,提出用 MnO_2 富集水中痕量铅。Pb可能是通过与 $(\text{MnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O})$ 表面的羟基团起反应,形成牢固的结合力而被吸附^[1]。

本文采用脱脂棉为载体,制成 MnO_2 棉柱,吸附水中痕量 Pb。以稀 H_2O_2 - HNO_3 溶液作洗脱剂^[2],用石墨炉原子吸收法测定水样中的 Pb。

一、主要仪器和试剂

- 1. P-E4000 型原子吸收分光光度计。
- 2. HGA-400 型石墨炉。
- 3. AS-40 自动进样器。
- 4. Pb 元素空心阴极灯。
- 5. PHS-2 型酸度计。

6. 0.5% MnO_2 悬浮液,用分析纯 MnO_2 过筛,取 140—180 目,称 0.5g 加去离子水至 100ml。

7. 洗脱剂, 80ml 去离子水,加 1ml 超纯 HNO_3 , 5 ml 30% H_2O_2 (分析纯),加水至 100ml。

8. 铅标准溶液 称取光谱纯金属铅 1.000 g,用 10ml 浓 HNO_3 溶解,置于 1000ml 容量瓶,加去离子水至刻度。此为 1mgPb/ml 贮备液。用时以 0.2% HNO_3 逐级稀至 1 $\mu\text{gPb/ml}$ 标准应用液。

二、操作步骤

取一小团脱脂棉用玻棒装进滴定管 (50 ml) 底部,松紧适宜,约 3cm 高。充分摇匀 0.5% MnO_2 悬浮液,加 5ml 于棉柱内,去水,用少量去离子水把管壁上 MnO_2 冲进棉柱内,制成 MnO_2 棉柱。取水样 500ml (pH5—6) 于分液漏斗(视 Pb 含量而定),以 40—80ml/min 流速通过 MnO_2 棉柱进行富集,液面保持超过棉柱。

富集后,用 20ml 洗脱剂分三次洗脱柱上

MnO₂，并收集溶液于 25 ml 容量瓶中，流速为 2—3ml/min，用玻棒搅动，使 MnO₂ 完全溶解洗脱，尽量挤压干，加水至刻度，混匀，此为待测样品液。同时制备 MnO₂ 空白溶液。

工作曲线制备 分别吸取 1μgPb/ml 标准液 0.10, 0.20, 0.40, 0.60ml 于 5ml 容量瓶中，以样品液为底液，加至刻度，混匀，相当于 1.00, 2.00, 4.00, 6.00PPb Pb 标准系列。然后，自动进样，石墨炉原子吸收法测定。以氘灯进行背景校正，进样量 20μl，取二次进样测定平均值，由工作曲线计算出水样 Pb 含量。仪器测定条件参数列于表 1。

表 1 仪器测定条件参数

项 目	单 位	参 数
灯电流	mA	10
波长	nm	283.3
狭缝	nm	0.7
干燥温度	℃	100
时间(保持/斜坡)	s	30/2
灰化温度	℃	500
时间(保持/斜坡)	s	20/2
原子化温度*	℃	2300
时间	s	4 / 1
清除温度	℃	2500
时间	s	1 / 1

* 原子化时氩气流量为 50ml/min。

三、结果与讨论

1. 载体的选择

以醋酸纤维滤膜、快速定量滤纸和脱脂棉为载体，分别进行试验。滤膜和滤纸均易被 MnO₂ 微粒堵塞微孔，影响流速不宜采用。而脱脂棉则可随意调节流速，是 MnO₂ 的理想载体。

2. 洗脱剂的选择

分别用 6mol HCl 和稀 H₂O₂-HNO₃ 溶液作洗脱试验。6molHCl 需加热才能完全溶解 MnO₂，而且，高酸度对石墨炉测定有抑制作用。以稀 H₂O₂-HNO₃ 溶液作洗脱剂，可直接洗脱棉柱上的 MnO₂，对石墨炉测定也

没有影响，快速方便。对 H₂O₂ 和 HNO₃ 的比例、浓度也进行了试验，选出了快速洗脱 MnO₂ 的最低浓度为 100ml 洗脱剂中 HNO₃: H₂O₂ 为 1:1.5。

3. MnO₂ 粒度的选择

不同的 MnO₂ 粒度，其表面积不同，对 Pb 的吸附效率会有影响。对 60 目，100 目，140 目，180 目几种不同粒度的 MnO₂，以相同用量，相同流速通过 Pb 含量一致的加标准溶液水样进行试验，吸附效率最好的为 140—180 目。

4. 水样 pH 值和介质对富集效果的影响

用 Pb 含量一致的加标准溶液水样，以 HN₄OH 或 HNO₃ 调节 pH 值分别为 pH1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 进行试验，结果为水样 pH5—6 的富集效果好。

另外，分别用 0.1mol HAC、0.1mol HCl、0.05mol H₂SO₄ 和 0.1 mol HNO₃ 调节相同 Pb 含量的加标准溶液水样至 pH5—6，按上述方法富集 Pb 并测定，用 HAC, HCl, H₂SO₄, HNO₃ 做介质，其 Pb 的回收率分别为 100.2%，90.3%，96.4%，和 100%，由此可见，用这几种介质调节水样 pH 值对 Pb 的富集没有影响。

5. MnO₂ 用量对富集效果的影响

分别用 10ml 0.2%，0.5%，1.0%，2.0% MnO₂ 制成棉柱，通过相同含 Pb 量的加标准溶液水样，结果证明上述浓度的 MnO₂ 富集效果都很好。但 1.0% 以上则较难洗脱，以 0.5% 为宜。

然后以不同量的 0.5% MnO₂ 富集加标水

表 2 干扰试验

干扰离子	加入量 (ppm)	Pb 回收率%
AC ⁻	120	100.2
HN ₃ ⁺	20	104.0
NO ₃ ⁻	100	102.5
Cl ⁻	220	102.4
SO ₄ ²⁻	100	93.1
F ⁻	10	109.0
PO ₄ ³⁻	60	94.0

表 3 水样分析结果、精密度和回收率

水 样	含 Pb 量 PPb	加 Pb 量 PPb	测定量 PPb*	标准差	变异系数%	回收率%
去离子水	0.40	1.00	1.28	0.06	9.4	91.4
		2.00	2.28	0.09	7.9	95.0
		4.00	3.92	0.12	6.1	89.1
河水	0.46	1.00	1.44	0.08	10	98.6
		2.00	2.60	0.09	6.6	105.7
		4.00	4.40	0.13	5.8	98.6
自来水	0.54	1.00	1.40	0.12	17	90.9
		2.00	2.16	0.06	5.6	85.0
		4.00	4.40	0.24	11	96.9
井水	0.98	1.00	1.92	0.10	10	97.0
		2.00	3.10	0.03	2.1	104.0
		4.00	4.60	0.16	7.0	92.4
海水	0.44	1.00	1.34	0.05	8.7	93.4
		2.00	2.14	0.11	16	87.7
		4.00	3.88	0.09	4.6	87.4

* 去离子水、河水、井水、海水为 4 次测定平均值,自来水为 6 次测定平均值。

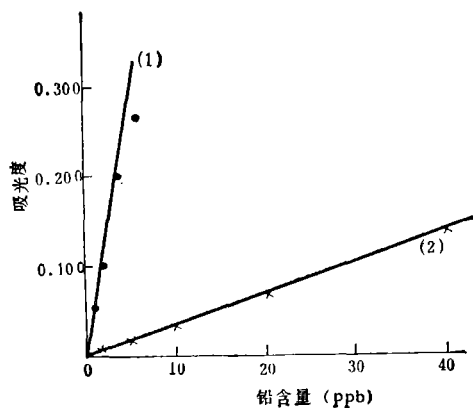


图 1 富集与未富集的工作曲线示意图

(1) 富集后, (2) 未富集

样,分别以 0,2,4,6,8,10ml 进行试验,结果为 4ml 以上的富集效果都很好,所以选定 5 ml 0.5% MnO_2 。

6. 流速对富集效果的影响

用相同含 Pb 量的加标准溶液水样,以流速分别为 20,40,60,80,100ml/分进行试验,结果为 100 ml/分以下的流速对富集没有明显的影响。

7. 干扰试验

用去离子水加 Pb 标准液 (2.00 $\mu\text{g Pb}/500\text{ml}$) 对可能影响富集 Pb 的常见离子进行了干扰试验,结果见表 2。实验证明, AC^- 、 HN_3^+ 、 NO_3^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 F^- 、 PO_4^{3-} 等对 MnO_2 富集 Pb 都没有干扰。

8. 样品分析精密度与回收试验

取各种水样 500ml,分别加入几种不同含量的 Pb 标准液,按操作方法进行富集测定,重复多次,计算出样品中 Pb 含量、精密度和回收率。结果列于表 3。

9. 方法的灵敏度和测定范围

取 500ml 含量分别为 0.50,1.00,2.00,4.00,6.00 ppb 的 Pb 的加标准溶液水样,按方法进行富集测定,绘出曲线。另取 Pb 含量分别为 2.00,5.00,10.0,20.0,40.0 PPb 的加标准溶液水样直接测定,绘出曲线,以比较富集与未富集的测定灵敏度。见图 1。

本法富集测定的线性范围为 0—4.00 PPb,计算出灵敏度为 0.10 PPb/1% 吸收,比未富集的灵敏度高十几倍。

参 考 文 献

[1] Mattheus. K. M., *Anal. Lett.*, 16 (A8), 633

(1983).

[2] 上海化学试剂采购供应站编, 试剂手册, 440 页, 上海科技出版社, 1963 年.

对游泳池池水污染病毒的检测

刘 征 利 李 洪 海

(中医研究院西苑医院)

1983 年夏季, 北京地区的中小学生中, 暴发一种以高烧 (体温 39—40℃)、眼红、咽扁桃体红肿为主要症状的流行性“咽结膜热”^[1,2], 来势凶猛, 传播迅速。经统计, 病儿 98% 有游泳史。

关于游泳池池水被感染性病毒所污染, 造成一些因游泳传染而致的传染性疾病流行与蔓延, 在国内外虽然早就有过报告^[3,4,5], 但从未从游泳池的水中分离出病毒^[3], 我们从当时游泳池的水中成功地分离出了腺病毒。

一、水体环境

水样取自于 1983 年 8 月中旬发病率较高的海淀区某游泳池。当时该游泳池的环境情况如表 1 所示 (取样日期为 1983 年 8 月 19 日)。

二、材料和方法

1. 标本采集与保存

采集深水池、浅水池与幼儿池水样各一份, 每份 15ml, 分别注入到盛有 1ml 青、链霉素混合液的无菌试管中 (浓度为青霉素 10000 u/ml, 链霉素为 10mg/ml), -30℃ 冻存。

2. 细胞培养与接种传代

(1) 人胚肾细胞培养 按实验室常规方法进行培养。生长液为含有 10% 小牛血清

的水解乳蛋白 Hank's 液。加入 1% 量的青、链霉素混合液, 37℃ 静置培养待接种。

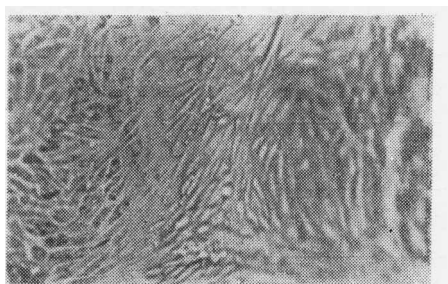


图 1 正常人胚肾细胞

(2) 接种传代 采用原代人胚肾细胞 (呈梭形排列, 如图 1 所示)。维持液为含有 2% 小牛血清的乳 Hank's 液, 并加入含量各为 5% 的青、链霉素与卡那霉素, 浓度同前。将细胞管中的生长液排除, 吸取水标本液 2ml, 接种于细胞管中。每份水标本接种 4—5 管, 放入 37℃ 温箱内静置吸附 3 小时。然后将水标本液吸出, 再用 Hank's 液反复冲洗细胞管 5—6 次。最后加入维持液 1ml。经 37℃ 静置培养, 逐日观察细胞病变。若细胞变圆、肿胀、聚成葡萄状, 似腺病毒典型病变 (图 2), 待病变达 +++—++++ 时收获并冻存, 以备毒株鉴定。对于那些经 10—14 天观察仍无病变出现的细胞标本, 盲传 4—5 代。

(3) 水标本病变出现时间与代数关系 如表 2 所示, 深水池标本第一代于第四天出现病变, 第八天病变达 ++++; 浅水池标本第二