

## 2. 样品分析结果

按拟定分析程序进行,其结果见表 1、2、

3.

表 3 空气中汞的分析结果

样 品	银丝富集法 (mg/m <sup>3</sup> )		KMnO <sub>4</sub> 吸收法 (mg/m <sup>3</sup> )	
	极谱室气样	0.072 0.069	0.071 0.070	0.064 0.059
光学室气样	0.029 0.031	0.030 0.032	0.010 0.013	0.012 0.011

## 参 考 文 献

- [1] Muscat, V. I., et al., *Anal. Chim. Acta*, **57**, 23 (1971).  
 [2] Thompson, K. C. et al., *Analyst*, **96**, 771, (1971).  
 [3] Carolli, P., et al *Analyst*, **101**, 1201 (1976).  
 [4] Bratzel, M. P. et al., *Anal. Chim. Acta*, **48**, 193, (1969).  
 [5] 杜文虎等,分析化学, 2, 941, (1976).  
 [6] 杜文虎,分析化学, 4, 250, (1977).

## 冷消化法测定尿铅的探讨

徐州地区卫生防疫站

尿铅测定,长期沿用湿式热消化法,此法操作繁、费时、刺激性强。为此我们在酸性介质中,利用 KMnO<sub>4</sub> 的氧化作用,破坏尿中的有机质,使铅呈离子状态,然后在弱碱性溶液中与双硫腙作用生成能溶于氯仿的红色络合物,比色定量。

## 一、试剂

1. 铅标准储备液 称 1.5984 克硝酸铅 (105°C, 2 小时)于盛有 10 毫升 HNO<sub>3</sub>(A. R.) 及少量无铅水(以下均称水)的 1000 毫升量瓶中溶解,再加水至刻度摇匀。此液 1.00 毫升中含 1.00 毫克铅。

2. 铅标准应用液 将铅储备液用 1:99 HNO<sub>3</sub> 稀释 100 倍。此液 1.00 毫升含铅 0.010 毫克。

3. 20% 盐酸羟胺 (A. R.) 按有关资料除铅。

4. 双硫腙氯仿储备液 按常规配制、保存。

5. 双硫腙氯仿应用液 取储备液适量,用纯氯仿 (A. R.) 稀释至透光率 60% (500 毫

微米波长, 1 厘米比色杯)。

6. 0.04% 酚红

7. 5% KMnO<sub>4</sub> (G. R.)

8. 缓冲溶液 取枸橼酸铵 400 克加水 400 毫升,用氨水 (A. R.) 调 pH8.5—9.0 加氯化铵 48 克,氨水 104 毫升, Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> 12 克溶解后用稀双硫腙氯仿液反复提取至氯仿层绿色不变,弃去氯仿层,加 KCN (A. R.) 20 克,摇匀溶解,用纯氯仿洗除多余的双硫腙至氯仿层无色,弃氯仿层,置于冰箱中过夜,再次弃尽氯仿层,加水至 1 升,置冰箱中备用。

## 二、分析步骤

取铅标准应用液 0.00、0.05、0.10、0.30、0.50、0.70、0.90 毫升,加水至 25 毫升,以下同尿样分析。

取尿样 25.0 毫升于三角瓶中,加 2 毫升 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (G. R.), 25 毫升 KMnO<sub>4</sub> 混匀 (37°C、24 小时) 滴加盐酸羟胺至 KMnO<sub>4</sub> 色泽完全褪尽,再多加 3—4 滴,静置 10 分钟,加酚红 2 滴,以氨水调至红色。凉至室温,转入分液漏斗中,用 20 毫升水洗三角瓶两次,加缓冲溶

液 10.0 毫升,摇匀,加双硫脲氯仿应用液 10.0 毫升,振摇 100 次,静置分层,将氯仿层通过已除铅的脱脂棉滤入 1 厘米比色杯,于 510 毫微米波长,以氯仿调零,比色定量。

### 三、讨论

1. 选择铅含量不同的尿样(—0.01 毫克/升、—0.08 毫克/升、—0.50 毫克/升) 55 份,分别用热\*、冷消化法同时操作,所得结果,经统计学处理  $t = 0.430, P > 0.5$ , 回收尿样 87 份(分别加入 1、3、5、7、9 毫微克铅),热法回收率均值 101.1%, 标准差 3.84%, 冷法回收率均值 103.3%, 标准差 3.57%。冷法结果的重现性、再现性均好。因此我们认为冷消化法是可行的,也便于普及。

2. 缓冲溶液在配制时,所用氨水(104 毫升)其浓度应在 14N 左右,否则应加计算量,使用中如变黄,即不宜用。如能分别配制(特别是 KCN)加入(氨-氯化铵溶液 10.0 毫升、50% 枸橼酸铵 8 毫升 10% KCN 2 毫升、12%  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  1 毫升)结果更好。

3. 个别尿样  $\text{CO}_3^{2-}$ 、 $\text{HCO}_3^-$  含量高,经消化,在调节 pH 时,氨水用量少至空白用量  $\frac{2}{3}$

时,会影响结果,可在尿样中加入与空白等量的氨水,再以  $\text{H}_2\text{SO}_4$  调至红色一致即可,其原因可能为尿样中的  $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{Cl}^-$  与加入的氨水是一缓冲对,由于共同离子效应,氨水低于一定量时, pH 会波动。

4. 极少数尿样加缓冲溶液后微混(可能是  $\text{CaSO}_4$ 、 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  等),但从结果及回收看,似无影响,可能为双硫脲络合铅的能力大于  $\text{CaSO}_4$  等对铅的吸附能力。

5. 尿样测定过程中,伴以试剂空白三只为宜。每批样品最好用同一瓶氨水调 pH,使基本能保持离子强度接近相等。玻璃仪器的严格除铅、仪器的校正、试剂纯度的检查等均不可忽略。

\* 热消化法系按统一方法,但有下列几点不同: 1. 缓冲溶液中不加 KCN。 2. 以缓冲溶液调 pH(酚红为指示剂)至显著红色,再多加 2 毫升。 3. 单独配制 10% KCN(除铅)加 1 毫升。

## 医院污水中 BOD 测定稀释倍数的探讨

代慧文 马 莉 张丽华 彭 琨 曹 京

(武汉市卫生防疫站)

### 前 言

生化需氧量(BOD)是一种间接表示有有机物污染程度的指标,在测定污水处理构筑物的废水负荷和计算这种处理系统效果中有广泛的用途。由于废水、污水含有机物质多少不同,但水中溶解氧却有限,往往不能满足五日生化过程中所消耗的氧量。因此需要采用稀释法来测定 BOD。为此配制几个水样的稀释液,以得到所需的缺氧量,即用含有适

当养分的饱和和溶解氧的水(即标准稀释用水)来稀释水样,在 20℃ 五日培养后,溶解氧减少率在 40—70% 的才算可靠。因而 BOD 值测定可靠性关键在水样的准确稀释倍数。

有关稀释技术,有多种不同建议<sup>[1-4]</sup>,各有优劣。本文在评价医院污水处理效果中,进行了大批 BOD 和 COD 的测定,就 BOD 与 COD 之间的相关性和稀释倍数的确定等问题进行了探讨。

### 1. BOD 和 COD 之间是否存在相关性?