

• 毒理与检验 •

流动注射分析法测定生活饮用水中氰化物

王媛, 汪小丰

(江苏省疾病预防控制中心, 江苏南京 210009)

【文献标识码】 C 【中图分类号】 R—331 【文章编号】 1006—9070(2006)01—0062—02

【关键词】 生活饮用水; 氰化物; 流动注射技术

目前国内测定生活饮用水中氰化物的标准方法有异烟酸—毗唑啉酮分光光度法、毗啶—巴比土酸分光光度法、异烟酸—巴比土酸分光光度法。这些方法操作繁琐, 需要蒸馏显色, 费时费试剂, 且使用的某些试剂对操作者和分析室的环境有二次污染的问题。流动注射技术的出现实现了前处理的自动化, 解决了上述问题。

1 材料与方法

1.1 原理 氰化物在弱酸条件下蒸馏, 通过扩散池分离, 被氢氧化钠溶液吸收。当用含有醋酸锌的酒石酸作蒸馏试剂时, 可抑制部分络合氰化物(如铁氰化物)分解, 使铁氰物质沉淀。吸收溶液中的未合成的氰与氯胺-T 在 pH<8 的条件下反应, 转化成氯化氰。再与异烟酸—巴比妥酸试剂反应形成紫蓝色染料。经检测器 600 nm 波长处比色测定, 其吸光度与水中氰化物的浓度成正比。

1.2 试剂 氢氧化钠溶液(0.025 M): 称取 1.0 g NaOH, 用纯水稀释至 1 000 ml, 临用时配制。磷酸缓冲液: 称取 97 g 无水磷酸二氢钾, 用纯水稀释至 1 000 ml。可使用 1 个月。氯胺-T: 称取 2.0 g 氯胺-T, 用纯水稀释至 1 000 ml, 临用时配制。异烟酸/巴比妥酸溶液: 称取 12.0 g NaOH 溶于纯水中, 当 NaOH 完全溶解后, 一边搅拌, 一边加入 13.6 g 巴比妥酸, 然后加入 13.6 g 异烟酸搅拌直至完全溶解, 用纯水稀释至 1 000 ml。可使用 1 周。蒸馏溶液: 称取 3.3 g 醋酸锌溶于纯水中, 当完全溶解后, 加入 13.2 g 酒石酸, 搅拌溶解后, 用纯水稀释至 1 000 ml。可使用 1 周。氰化物标准溶液[$\rho(\text{CN}^-)=65 \mu\text{g}/\text{ml}$]: 国家标物中心提供, GBW(E)080115。氰化物标准使用溶液[$\rho(\text{CN}^-)=1 \mu\text{g}/\text{ml}$]: 吸取一定体积氰化物标准溶液, 稀释成 $\rho(\text{CN}^-)=1 \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

临用时配制。上述试剂均用超纯水(电导率 $0.06 \mu\text{s}/\text{cm}$)配制。未指明规格者, 均为分析纯(AR)。

1.3 仪器 美国 Lachat 公司 QC8000 流动注射分析仪。

1.4 分析步骤 ① 打开计算机工作站, 参照该仪器使用说明书, 输入数据系统参数; ② 开启流动注射分析仪电源, 设定加热器温度 125°C 并加热; ③ 加热器达到 125°C 后, 泵纯水通过所有试剂管线并检查是否有泄漏及流动是否平滑; ④ 泵试剂时, 先将磷酸缓冲液泵入相应的管线, 然后再将氯胺-T、异烟酸/巴比妥酸溶液、蒸馏溶液泵入相应的管线直至系统出现稳定的基线; ⑤ 制备标准系列, 分别吸取氰化物标准使用溶液 0.00、0.20、0.50、1.00、3.00、5.00、7.00、及 10.0 ml 于 8 只 100 ml 容量瓶中, 用 0.025 M NaOH 溶液稀释至刻度, 摆匀; ⑥ 将标准系列及样品倒入相应的试管中由步骤 1 设置, 开始自动检测; ⑦ 检测结束后, 加热器维持在 125°C, 所有的试剂管线泵纯水 15 min, 泵空气 30 min 后, 关闭分析仪电源。

1.5 计算 水样中氰化物(以 CN^- 计)的质量浓度由数据处理系统依据峰高或峰面积从标准曲线上查得的结果直接给出。

2 结果

2.1 标准曲线线性范围 共测氰化物标准曲线 6 次, $2.00 \sim 100.0 \mu\text{g}/\text{L}$ 标准系列范围内, 相关系数 r 在 0.99993~0.99999 之间。

2.2 方法检出限 取 $2.00 \mu\text{g}/\text{L}$ 氰化物标准溶液, 重复测定 23 次, 以 tS 计算(美国 Lachat 公司 QuikChem10-204-00-4-B 方法), 本法最低检出限为 $0.25 \mu\text{g}/\text{L}$ 。

2.3 精密度与准确度试验 在模拟水样中分别加

入 $5.00\mu\text{g}/\text{L}$ 、 $50.0\mu\text{g}/\text{L}$ 、 $75.0\mu\text{g}/\text{L}$ 氰化物标准溶液, 各测定 6 次, 其相对标准偏差为 $0.48\% \sim 1.22\%$, 回收率为 $93.4\% \sim 96.9\%$, 见表 1。

表 1 精密度与准确度试验结果(本底值: 3.81)

测定次数	加标浓度($\mu\text{g}/\text{L}$)		
	5.00	50.0	75.0
1	8.61	51.0	77.0
2	8.52	51.4	76.3
3	8.33	51.7	77.9
4	8.40	51.2	75.3
5	8.56	51.5	76.9
6	8.50	51.5	75.9
\bar{x}	8.48	51.4	76.5
s	0.10	0.25	0.92
RSD%	1.22	0.48	1.20
回收率(%)	93.4	95.2	96.9

2.4 方法比对试验 分别用本法和国标法中的异烟酸—巴比土酸分光光度法配对测定 4 种类型水样(水样中均添加了氰化物标准溶液), 两种方法无显著差异($t=0.15, P>0.05$), 见表 2。

表 2 本法与国标法比对试验($\mu\text{g}/\text{L}$)

水样类型	本法	国标法	差值 D
浸泡水	10.1	8.11	1.99
自来水	5.62	5.47	0.15
矿泉水	30.1	33.2	-3.10
纯净水	20.0	19.7	0.30

2.5 干扰试验 在含有余氯的水样中加入已知浓度的氰化物标准溶液, 直接测定和加入除干扰试剂无水亚硫酸钠溶液后测定, 实验结果表明: 在有余氯干扰情况下, 平均回收率为 34.4% ; 除去干扰后, 平均回收率为 92.6% 。

3 讨论

为了保证测试的准确性, 对有浑浊或有颗粒状物质的水样, 应用滤膜过滤后检测。从干扰试验看出, 水样中如含有余氯, 将对测定结果产生影响, 须预先在水样中加入无水亚硫酸钠溶液去除干扰。另外, 本法灵敏度、精密度和准确度均较高, 样品和试剂用量少, 分析快速, 且检测结果与国标方法一致, 具有一定推广应用价值。

• 生命统计 •

无锡市滨湖区 2000 年~2004 年居民意外死亡分析

施锡兴, 黄文光

(无锡市滨湖区疾病预防控制中心, 江苏 无锡 214062)

【文献标识码】 B 【中图分类号】 R195.3 【文章编号】 1006-9070(2006)01-0063-02

【关键词】 居民; 意外死亡; 死因

意外死亡是一种非自然死亡。与省内外有关报道相似^[1~3], 近年来无锡市滨湖区死亡报告中意外死亡占较高比例, 给社会和家庭造成了严重不良影响。为摸清意外死亡的原因, 以制定有效的防范措施, 对 2000 年~2004 年该区居民意外死亡资料进行了统计分析, 报告如下。

1 材料与方法

1.1 资料来源 滨湖区居民病死死因年报表与死亡医学证明书, 人口资料来自当地公安部门人口统计年报表。

1.2 资料统计 死亡病例均为当地常住人口, 由各医疗单位确诊, 病人死亡后由各级医疗卫生单位(乡镇医院及街道卫生所)负责调查上报, 经区疾病预防控制中心核实。2000 年~2002 年死因分类按 ICD-9、2003 和 2004 年按 ICD-10 进行。

2 结果

2.1 意外死亡情况 全区 2000 年~2004 年总人口为 2 033 865 人, 其中男性 1 024 484 人, 女性 1 009 381 人, 男女之比 1:0.99。其间全区共发生意外死亡 1 030 人, 意外死亡率为 $50.64/10$ 万, 其