

# 氯化钡比浊法测定工作场所空气中硫酸含量的方法改进

俞幸幸<sup>1</sup>, 张茵<sup>2</sup>, 方辰<sup>2</sup>, 郑江<sup>1</sup>(1. 浙江省宁波市鄞州区疾病预防控制中心, 浙江 宁波 315100;  
2. 浙江省宁波市卫生职业技术学院, 浙江 宁波 315100)

目前工作场所空气中硫酸含量测定有离子色谱法、氯化钡比浊法两种国标方法<sup>[1]</sup>。氯化钡比浊法利用乙醇、氯化钡和甘油作为稳定剂,具有成本低,操作简单,方法易学易懂,无需大型仪器支持的优点,但也存在着标准曲线在高浓度段灵敏度低,线性差的缺点<sup>[2]</sup>。为此,我们对国标氯化钡比浊法作了一些改进,现报告如下。

## 1 材料与方 法

### 1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器 721 分光光度计;2 cm 比色皿;10 mL 具塞比色管。

1.1.2 试剂 ① 盐酸( $\rho_{20} = 1.18 \text{ g/mL}$ ); ② 氯化钡溶液(100 g/L):称取 11.73 g 氯化钡晶体( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于纯水中,加 0.4 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL; ③ 混合试剂:配制比例为乙醇(50%, v/v):氯化钡溶液:丙三醇=1:2:1,现用现配; ④ 标准溶液:准确称取0.1776 g 硫酸钾(105℃干燥 2 h),加入少量水溶解后,移入 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,此溶液为 1.0 mg/mL 标准储备液。临用前用水稀释成 50.0  $\mu\text{g/mL}$  硫酸标准溶液。

### 1.2 分析步骤

1.2.1 标准系列测定 取 7 支 10 mL 具塞比色管,分别加入 0、0.10、0.60、1.00、1.40、2.00、2.50 mL 硫酸标准溶液,各加水至 5 mL,配成 0.0、5.0、30.0、50.0、70.0、100.0、125.0  $\mu\text{g}$  硫酸标准系列。向各标准管中加入 2 mL 混合试剂,轻轻摇匀后放置 10 min。用 2 cm 比色皿,以纯水为参比溶液,于 420 nm 波长测定吸光度,以吸光度值对相应的硫酸含量绘制标准曲线。

1.2.2 样品处理 向装有采过样的滤膜的具塞比色管中加入 10.0 mL 水,振摇后放置 5 min,摇匀。吸取 5.0 mL 样品溶液置于另一具塞比色管中,供测定。

1.2.3 样品测定 用测定标准系列的操作条件测定

样品和样品空白溶液,测得吸光度后,由标准曲线查得硫酸含量( $\mu\text{g}$ )。

### 1.3 计算

$$c = 2 m / V_0$$

式中: $c$ —空气中硫酸的浓度, $\text{mg/m}^3$ ;  $m$ —测得样品溶液中硫酸的含量(减去样品空白), $\mu\text{g}$ ;  $V_0$ —标准采样体积,L。

## 2 结果与讨论

### 2.1 最大吸收峰

按照试验方法将硫酸含量为 100  $\mu\text{g}$  的标准显色溶液分别在 360~440 nm 波长下测定。测得显色溶液在 400~420 nm 波长处吸光度值最大,本文选用 420 nm 波长为测量波长。

### 2.2 显色时间选择

按照试验方法,分别放置 5 min、10 min、15 min、30 min、1 h 后测定吸光度,结果表明显色溶液在放置 5~30 min 内吸光度值无变化,本文选用 10 min 为显色反应时间。

### 2.3 标准曲线及线性范围

在试验条件下,准确吸取硫酸标准系列溶液按试验方法测定吸光度。结果硫酸浓度在 0.0~125.0  $\mu\text{g}/5 \text{ mL}$  范围内与对应的吸光度呈现良好的线性关系,其线性回归方程为  $y = 0.0030x + 0.0137$ ,相关系数为 0.9998(图 1)。

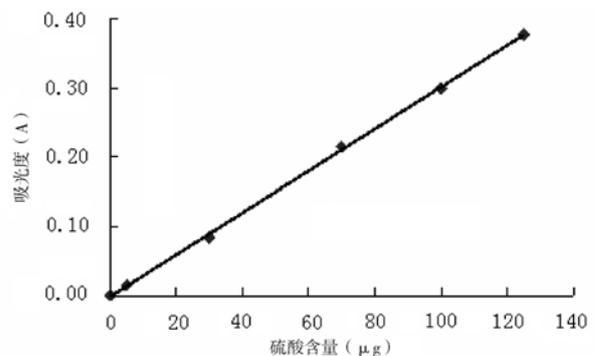


图 1 硫酸标准曲线

作者简介:俞幸幸(1969—),女,主管技师。

# 两种哺乳期乳腺脓肿治疗方法的疗效比较

吴培红 (浙江省宁海县妇幼保健院, 浙江 宁海 315600)

急性乳腺炎是哺乳期妇女的常见病,早期未及时治疗或治疗不当,容易发生乳腺脓肿,给患者带来较大痛苦。近4年来,我们采取不回奶+小切口引流+美丰片口服治疗,期间加强护理,不但恢复快,切口愈合美观,而且治愈后继续母乳喂养,比较经济、方便,广大患者容易接受。

## 1 资料与方法

### 1.1 一般资料

160例患者均来自本院门诊,年龄20~37岁,平均28岁,其中初产妇106例,经产妇54例,病程最短5d,最长16d,平均6d,均在哺乳期。全部患者表现为单侧乳房红、肿、痛、灼热,乳汁排出不畅,其中132例浅部肿块可触及波动感。28例深部肿块未及明显波动感。141例伴有不同程度的畏寒、发热,体温37.5℃~40℃。实验室检查:血常规中白细胞计数及中性粒细胞均有不同程度升高,C-反应蛋白也呈不同程度升高;彩超检查提示患侧乳房探及混合性低回声,可见血流进入;肿块穿刺可抽出脓液。按就诊先

作者简介:吴培红(1977—),女,主管护师。

后及患者自愿分为治疗组和对照组各80例,2组病例的年龄、病程、症状、体征各项数据比较均衡(表1)。

表1 两组患者治疗前一般资料比较

项目	治疗组	对照组
年龄(岁)	28±8.0	28±8.5
初产妇	52	54
经产妇	28	26
病程(d)	5~15	6~16
畏寒、发热	71	70
乳房红、肿、热、痛	80	80
排乳不畅	80	80
浅部脓肿	65	67
深部脓肿	15	13
彩超探及混合低回声	80	80

### 1.2 治疗方法

对照组:8号或9号针头穿刺排脓,2~3d穿刺1次。治疗组:在局麻下沿乳头行放射状切口(乳晕脓肿行弧形切口),切开脓肿,排出脓液,创面定期换药。术后均给予美丰片(头孢氨苄缓释片)0.5g口服,每日2次,5~7d停药。所有患者如体温高于38.5℃,可口服美林(布洛芬混悬液)15mL对症治疗。术后健侧乳房可继续哺乳,如体温高于39℃,则

## 2.4 检测限

对标准空白管进行多次测量( $n \geq 20$ 次),计算出标准偏差 $s = 0.0035$ ,根据检出限 $L = 3s/b$ ,计算出本方法检出限为 $0.7 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## 2.5 回收率试验和精密度试验

用本法对不同样品进行加标回收,重复测定6次,样品平均加标回收率为92.0%~99.0%,相对标准偏差为2.47%~4.85%(表1)。

表1 回收率和精密度试验结果

样品编号	样品浓度( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	加标浓度( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	检测值( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	回收率(%)	RSD(%)
1	2.6	2	4.5	95.0	4.85
2	5.0	10	14.9	99.0	2.47
3	1.5	15	15.3	92.0	3.88

通过优化混合试剂中乙醇溶液和氯化钡溶液的浓度,把乙醇浓度由原来国标法中的95%降低至50%,氯化钡浓度由原来国标法中的5%提高至10%,不仅有效地扩大了氯化钡比浊法的检测范围,且经过试验,改进后的方法重现性好,回收率和精密度都令人满意,适合实验室简单准确地开展作业场所空气中硫酸含量的检测。

## 3 参考文献

[1] GBZ-T 160.33-2004. 工作场所空气有毒物质测定[S].  
 [2] 冷琳,李明. 作业场所空气中硫酸雾测定的两种方法比较[J]. 工业卫生与职业病,2007,33(6):367-369.

(收稿日期:2012-11-26)