

实行托幼机构一个班级发生1例手足口病后,开展班级其他儿童劝退回家新规定。通过园方与儿童家长积极沟通,基本上能得到儿童家长积极配合。由于实行劝退新规定,幼儿园疫情蔓延得到有效控制。④针对散居儿童高发或集聚发病趋势,我们积极采取应对措施,同时制定相关规定:14 d内,在村、居委会范围内发生的散居首例病例,由社区卫生服务中心调查处置,确定病例密切接触者进行医学观察,同时对病家开展手足口病预防知识宣传、发放消毒药物、指导病家日常或终末消毒工作,对病例周围可能造成传播的易感儿童开展手足口病预防相关

知识宣传。针对外来儿童较多的村或居委会告知村或居委会卫生干部,配合社区卫生服务中心扩大手足口病预防宣传范围,对病例居住小区或村室外大型公共儿童玩具进行终末消毒。同时对在平均潜伏期(7d)内以村民组、同一楼道为单位2例以上手足口病爆发苗子,同样采取上述防控措施。由于加强首例散居儿童发病管理,2010年4、5月共调查处置660例散居首发病例,由于措施得当,在最长潜伏期内未发生二代病例和局灶性爆发,基本杜绝了疫情的扩散蔓延。

(收稿日期:2010-05-24)

文章编号:1004-9231(2010)08-0428-02

· 检验技术 ·

工作场所空气中五氧化二磷测定方法的新改进

陈洁, 崔世勇, 姜丽华, 樊珠凤 (上海宝山区疾病预防控制中心, 上海 200900)

依照GBZ—T160.30—2004标准,用钼酸铵分光光度法测定五氧化二磷^[1],发现相关系数达不到分析测试要求,且显色不稳定,重现性差,回收率低,难以作出理想的标准曲线。通过参考其他资料^[2-3],改进试剂,优化显色时间,调整波长,得到较好的效果,现将改进的方法报道如下。

1 材料与方法

1.1 仪器及试剂

空气中的磷酸雾用微孔滤膜采集,以水洗脱后,在酸性溶液中,与钼酸铵和抗坏血酸反应生成磷钼蓝,再进行比色定量。使用的仪器有微孔滤膜,孔径0.8 μm;采样夹,滤料直径为40 mm;小型塑料采样夹,滤料直径为25 mm;空气采样器,流量为0~3 L/min和0~10 L/min;具塞试管(10 mL);容量瓶(50 mL);烧杯(100 mL);恒温水浴箱;分光光度计。试剂有:实验用水为去离子水;硫酸:ρ₂₀=1.84 g/mL;硫酸溶液为1:1;钼酸铵溶液为3% (称取30 g钼酸铵溶于1 000 mL水中);抗坏血酸;分析纯;标准溶液(准确称取0.1918 g干燥过的磷酸二氢钾溶于水中,定量转移入1 000 mL容量瓶中,再稀释至刻度,此溶液为0.1 mg/mL标准贮备液,使用前用水稀释成10.0 g/mL五氧化二磷标准溶液,或用国家认可的标准溶液配制)。

1.2 样品采集、运输和保存

现场采样按照GBZ 159标准执行。短时间采样:在采样点,用装有微孔滤膜的采样夹,以5 L/min流量采集15 min空气样品。长时间采样:在采样点,将装有微孔滤

膜的小型塑料采样夹,以1 L/min流量采集4~8 h空气样品。个体采样:在采样点,将装有微孔滤膜的小型塑料采样夹,佩戴在采样对象的前胸上部,进气口尽量接近呼吸带,以1 L/min流量采集2~8 h空气样品。采样后,将滤膜的接平面朝里对折2次,放入具塞试管中运输和保存。样品在室温下可保存3 d。

1.3 分析步骤

1.3.1 五氧化二磷标准曲线的绘制 在6只具塞比色管中,分别加入0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL五氧化二磷标准溶液,加入水至5.0 mL,配成0.0 μg、2.0 μg、4.0 μg、6.0 μg、8.0 μg、10.0 μg五氧化二磷标准系列。向各标准管中准确加入0.25 mL (1:1)硫酸溶液,摇匀;加0.25 mL 3%钼酸铵溶液,混匀;加0.01 g抗坏血酸,于沸水浴中加热15 min,取出冷却。于700 nm波长下测量吸光度,以吸光度均值对相应的五氧化二磷含量(μg)绘制标准曲线。

1.3.2 对照试验 将装有微孔滤膜的采样夹带至采样点,除不连接空气采样器采集空气样品外,其余操作同样品,作为样品的空白对照。

1.3.3 五氧化二磷样品的处理 向装有滤膜的具塞比色管中加入10.0 mL水,洗脱10 min。取洗脱液5.0 mL,测定方法同标准系列。若洗脱液中磷酸浓度超过测定范围,可用洗脱液稀释后测定,计算时乘以稀释倍数。

1.3.4 样品测定 用测定标准系列的操作条件测定样品和空白对照的吸收液。测得的样品吸光度值减去空白对照吸光度值后,由标准曲线得五氧化二磷的含量(g)。

1.4 计算

将采样体积换算成标准采样体积。然后计算空气中五氧化二磷的浓度。公式:

$$C = \frac{2m}{V_0}$$

式中 C —空气中五氧化二磷的浓度 (mg/m^3); m —测得样品中五氧化二磷的含量 (μg); V_0 —标准采样体积 (L)。

2 结果与讨论

2.1 试剂配制方法改进

原方法测定显色不稳定,回归系数不好,达不到标准要求。用改进后的硫酸(1:1)、3%的钼酸铵和抗坏血酸作还原剂,测定五氧化二磷的标准曲线,相关系数好,方法简便。

2.2 波长的选择

取五氧化二磷标准溶液按实验方法操作显色,在分光光度计上于波长 500 ~ 800 nm 范围内扫描吸收光谱。其最大吸收波长为 700 nm,故本法选择 700 nm 为测定波长。

2.3 显色酸度的选择

分别取含量五氧化二磷量为 2.0 μg ,按实验方法,改变硫酸(1+1)的加入量,固定其他条件,测定吸光度,实验结果见表 1。结果表明,样品和标准液中加入 0.25 mL 时吸光度最合理。

表 1 显色酸度与吸光度关系

硫酸 (mL)	吸光度
0.10	0.025
0.15	0.030
0.20	0.040
0.25	0.062
0.30	0.055
0.35	0.040
0.40	0.035

2.4 钼酸铵用量的选择

分别取含 2.0 μg 五氧化二磷,按实验方法,改变 3% 钼酸铵用量,固定其他条件,测定吸光度,实验结果见表 2。结果显示,3% 钼酸铵用量为 0.25 mL 时吸光度最合理。

表 2 钼酸铵用量于吸光度关系

钼酸铵 (mL)	吸光度
0.10	0.000
0.15	0.001
0.20	0.032
0.25	0.063
0.30	0.059
0.35	0.040
0.40	0.038

改进方法后标准曲线为 $Y = 0.00019 + 0.030X$ 。X—五氧化二磷含量;Y—五氧化二磷的吸光值。

2.5 改进后方法的精密度及最低检出限

对 2.0 μg 、6.0 μg 、8.0 μg 的五氧化二磷标准进行测定,每种浓度测 6 次吸光度。另做 20 次零管样测定,计算出最低检出限,结果 $S_b = 0.002031$;标准曲线斜率 $b = 0.030$;检出限 $DL = 3S_b/b = 3 \times 0.002031/0.030 = 0.20 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。见表 4。

表 4 改进方法后精密度测试

P_2O_5 (μg)	平均吸光度	相对标准偏差
2.0	0.085	7.79
6.0	0.204	2.94
8.0	0.274	2.12

结果显示改进后方法的检出限 0.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和相对标准偏差在 2.12% ~ 7.79% 之间都满足比色分析的要求。

2.6 改进方法的准确度

测定样品含量的五氧化二磷本底值,将溶液分成 9 份,3 份 1 组,分别加低、中、高浓度的五氧化二磷,计算回收率。结果显示,回收率符合比色要求(表 5)。改进方法与原方法进行比较,结果显示,改进后的方法优于比原来方法(表 6)。

表 5 改进后方法的五氧化磷回收率

P_2O_5 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	平均回收率 (%)
2.07	1.0	2.97	96.0
2.00	3.0	4.86	95.0
1.97	5.0	6.92	98.2

表 6 两种方法比较

方法	显色时间 (min)	相关系数	平均回收率 (%)	相对标准偏差
原方法	不稳定	0.9816	59.6	25.4
改进法	10	0.9987	96.4	4.3

工作场所空气中五氧化二磷的测定方法通过改进后显色时间短、回归系数 r 为 0.9987,相对标准偏差为 4.3%,平均回收率为 96.4%,检出限为 0.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。此方法在平时测定工作场所五氧化二磷过程中值得推广。

3 参考文献

- [1] GBZ/T 160.30—2004. 工作场所空气有毒物质测定无机含磷化合物[S].
- [2] 孙建民,崔萌,高静. 痕量磷测定方法的研究与新进展[J]. 微量元素与健康,2005,2(22):55-58.
- [3] 王淑华,李一峻. 钼蓝光度法快速测定锰铁中磷[J]. 冶金分析,2005,25(2):81-83.

(收稿日期:2010-03-09)