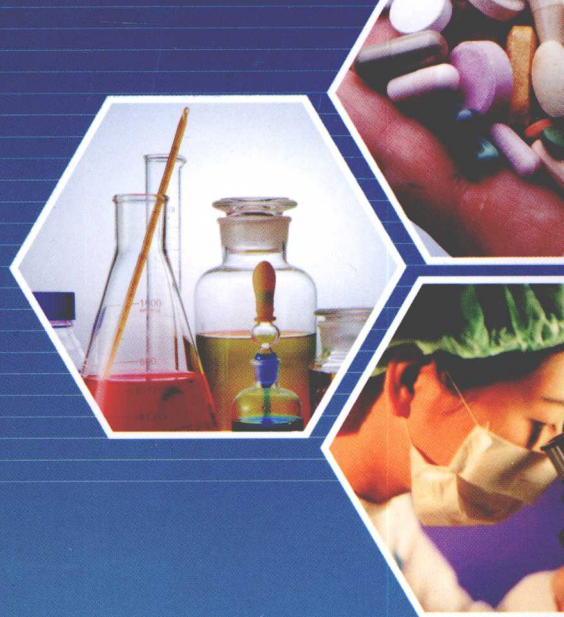




公共卫生综合实验

■ 主编 李芝兰 张 珂 李志强



兰州大学出版社

公共卫生综合实验

主编:李芝兰 张 珂 李志强

编者:(按姓氏音序排列)

李 盛 李小明

李芝兰 李志强

刘 清 刘成宏

刘晔玮 薛红丽

张 珂 张晓宇

兰州大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

公共卫生综合实验/李芝兰,张珂,李志强主编. — 兰州:兰州大学出版社,2009.5

ISBN 978-7-311-03344-6

I. 公… II. ①李…②张…③李… III. 公共卫生—实验—教材
IV. R1-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 058476 号

策划编辑 陈红升
责任编辑 丁武善
封面设计 朱万勤

书 名	公共卫生综合实验
作 者	李芝兰 张 珂 李志强 主编
出版发行	兰州大学出版社 (地址:兰州市天水南路 222 号 730000)
电 话	0931-8912613(总编办公室) 0931-8617156(营销中心) 0931-8914298(读者服务部)
网 址	http://www.onbook.com.cn
电子信箱	press@onbook.com.cn
印 刷	兰州德辉印刷有限责任公司
开 本	787×1092 1/16
印 张	7.25
字 数	137 千
版 次	2009 年 6 月第 1 版
印 次	2009 年 6 月第 1 次印刷
书 号	ISBN 978-7-311-03344-6
定 价	15.00 元

(图书若有破损、缺页、掉页可随时与本社联系)

前 言

我国的卫生防疫机构由先前的卫生防疫站改革为疾病预防控制中心（简称疾控中心）和卫生监督所两个部门，其职能定位、工作内涵和技术服务也发生了很大的变化。改革后的公共卫生工作涵盖疾病预防、拟定卫生法规政策、健康促进、提高生命质量等所有和公众健康有关的内容，但我国高等医学院校目前的公共卫生教育由于存在课程设置与实际工作脱节，教学方法封闭，脱离现实，实验内容陈旧，专业设置不能满足需求等问题，学生毕业后一般需经较长的时间才能逐步适应现实的公共卫生工作。

为适应时代的发展，改变传统的教育观念和教育模式，培养和造就具有创新意识 and 创新能力的高素质公共卫生专业人才，目前已成为公共卫生教育改革所面临的核心问题。在公共卫生教育中，提高教学质量，加强学生实践性训练和动手能力的培养，是造就高素质专业人才的重要环节之一。

公共卫生综合实验，是在对原有专业课（环境卫生学、职业卫生与职业病学、营养与食品卫生学、儿童少年卫生学、流行病学）实验课内容深入分析、充分论证的基础上，为解决课程间内容交叉、重复的问题，提出的一套能基本涵盖公共卫生专业培养要求的实验课程。本课程主要分为四大模块：理化实验（如空气、水、土壤，食品和生物材料中化学物质检测、物理因素监测等）、微生物实验（如环境因素中生物学效应检测、微生物检测等）、突发公共卫生事件的应急处理和环境监测等。2007 和 2008 年我们已按此设计，在我校预防医学专业学生中开课，得到了疾病预防控制中心有关人员以及学院师生的认同。

在本书问世之际，衷心感谢学校教务处以及相关部门的关心和帮助，由于得到兰州大学本科教学质量工程专项经费支持计划项目——《预防医学专业实验教学改革与建设》的资助，我们才得以开展教学改革的实践！同时，感谢兰州市疾病预防控制中心刘成宏、刘清、李小明、李盛、张晓宇等同志和兰州大学公共卫生学院薛红丽、刘晔玮等老师付出的辛勤劳动！

限于主编水平有限，本书难免有不尽如人意的地方和错误之处，恳请各位读者提出宝贵意见。

李芝兰 张 珂 李志强

2009 年 3 月

目 录

第一部分 理化实验	(1)
实验一 原子吸收分光光度法测定水中铜、锌、铁、铅、锰、镉含量	(1)
一、石墨炉原子吸收分光光度法	(1)
二、火焰原子吸收分光光度法(直接法)	(3)
三、火焰原子吸收分光光度法(萃取法)	(4)
四、火焰原子吸收分光光度法(共沉淀法)	(6)
五、火焰原子吸收分光光度法(巯基棉富集法)	(7)
实验二 挥发性物质测定——气相色谱法	(9)
一、水中氯仿、四氯化碳的测定	(9)
二、空气中苯、甲苯、二甲苯的测定	(11)
实验三 未知农药的定性测定——气相色谱-质谱联用法	(14)
实验四 食品中山梨酸、苯甲酸的检测方法	(17)
一、气相色谱法	(17)
二、高效液相色谱法	(19)
实验五 水中阴离子的测定——离子色谱法	(21)
实验六 污染元素的测定——原子荧光法	(24)
一、食品中总汞及有机汞的测定	(24)
二、食品中总砷的测定	(27)
第二部分 微生物实验	(30)
实验一 食品卫生微生物学检验	(30)
一、菌落总数测定	(30)
二、大肠菌群测定	(33)
三、沙门氏菌检验	(38)
四、志贺氏菌检验	(45)
五、金黄色葡萄球菌检验	(49)
实验二 生活饮用水微生物学检验	(51)
一、菌落总数测定	(51)
二、总大肠菌群测定	(53)
三、耐热大肠菌群检验	(58)
实验三 Vitek2 全自动细菌鉴定/药敏分析仪的应用	(59)
第三部分 突发公共卫生事件的应急处理	(62)
第一节 突发公共卫生事件的概念与分级分类	(62)
一、基本概念和特征	(62)

二、突发公共卫生事件分级	(62)
三、突发公共卫生事件分类	(65)
第二节 突发公共卫生事件的监测、预警与报告	(68)
一、突发公共卫生事件监测	(68)
二、突发公共卫生事件的预警	(69)
三、突发公共卫生事件信息报告的管理	(70)
第三节 突发公共卫生事件现场调查和处理	(74)
第四节 消毒隔离与个人防护	(77)
一、传染病的概念	(77)
二、传染病的流行过程及影响因素	(77)
三、消毒(disinfection)	(78)
四、防护原则	(80)
第五节 案例分析	(82)
一、人感染高致病性禽流感疫情	(82)
二、重症肺炎爆发调查	(88)
第四部分 环境监测	(98)
实验一 空气中有毒因素检测	(98)
实验二 粉尘浓度的测定	(100)
实验三 噪声测定	(102)
实验四 教室卫生调查及测量方法	(104)

第一部分 理化实验

实验一 原子吸收分光光度法测定水中 铜、锌、铁、铅、锰、镉含量

【目的与要求】

1. 掌握原子吸收分光光度法的基本原理及定量测定方法。
2. 熟悉原子吸收分光光度计的基本结构及使用方法。
3. 熟悉饮用水及水源水中铜、锌、铁、铅、锰、镉等金属元素不同浓度时的前处理方法及原子化方法的选择。

【实验原理】

原子吸收分光光度法是基于锐线光源辐射出待测元素的特征谱线通过样品的原子蒸气时，蒸气中待测元素的基态原子吸收该谱线，其吸光度与基态原子浓度成正比，而基态原子浓度又与溶液浓度成正比，故吸光度 A 与溶液浓度 C 成正比，符合 Lambert - Beer 定律。即：

$$A = KLC$$

当基态原子蒸气的厚度 L 一定时，与 K 合并，得

$$A = K'C$$

此式为原子吸收分光光度法的定量依据。

用标准曲线法或标准加入法，可以求算出元素的含量。

一、石墨炉原子吸收分光光度法

(一) 原理

石墨炉原子吸收分光光度法是利用石墨炉原子化器通电所产生的高温将试样中的金属元素经干燥、灰化、原子化后转变为原子蒸气。

(二) 仪器与试剂

1. 石墨炉原子吸收分光光度计。

2. 铜、锌、铁、铅、镉空心阴极灯。

3. 氩气钢瓶。

4. 微量加样器：20 μ L。

5. 聚乙烯瓶：100mL。

6. 标准储备溶液：称取 1.000g 纯铜（锌、铁、镉、铅、锰）粉，溶于 10mL 硝酸溶液（1+1）中，并用纯水定容至 1000mL，储存于聚乙烯瓶内 4℃ 保存，此溶液每毫升相当于 1mg 铜（或锌、铁、镉、铅、锰）。

7. 标准中间溶液：取铜（锌、铁、镉、铅、锰）标准储备溶液 5.00mL 于 100mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1+99）定容至刻度，摇匀，此溶液每毫升相当于 50 μ g 铜（或锌、铁、镉、铅、锰）。

8. 标准使用溶液：取铜（锌、铁、镉、铅、锰）标准中间溶液 2.00mL 于 100mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1+99）定容至刻度，摇匀，此溶液每毫升相当于 1 μ g 铜（或锌、铁、镉、铅、锰）。

（三）操作步骤

1. 吸取铜（锌、铁、镉、铅、锰）标准使用溶液 0mL、0.5mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL 和 4.00mL 于 6 个 100mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1+99）稀释至刻度，摇匀，配制成 0ng/mL、5.0ng/mL、10ng/mL、20ng/mL、30ng/mL 和 40ng/mL 的标准系列。

2. 设定仪器参数：如铜波长 324.7nm、干燥温度 120℃、干燥时间 30s、灰化温度 900℃、灰化时间 30s、原子化温度 2300℃、原子化时间 5s。

3. 水样可直接进行测定。

（四）结果计算

若样品经处理或稀释，从标准曲线查出铜（锌、铁、镉、铅、锰）浓度后，按下式计算：

$$X = \frac{X_1 \times V_1}{V}$$

式中：X——水样中金属元素的质量浓度，单位为微克每升（ μ g/L）；

X_1 ——从标准曲线上查得试样中金属元素的质量浓度，单位为微克每升（ μ g/L）；

V——原水样体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——测定样品的体积，单位为毫升（mL）。

（五）注意事项

1. 每次在进行石墨炉分析时，首先要检查石墨管的空白值情况：即管内无任何

物质, 仅仅是石墨管固有的吸光度值; 一般正常情况下这个值要 $<0.008\text{ABS}$, 如果此值过大或变化大, 就会使得测量值的重现性变差。

2. 当石墨管的空白值较大时, 首先要判断是石墨管的原因还是石墨环的原因。简单的判断方法是: 换上一只新石墨管后再观察空白值情况, 如有好转说明是管子有问题, 反之是石墨环的问题; 此时就要及时更换。

二、火焰原子吸收分光光度法 (直接法)

(一) 原理

当饮用水及水源水中铜、锌、铁、铅、锰、镉含量较高时, 可用火焰原子吸收分光光度法直接测定。水样中金属离子在火焰中转变为原子蒸气。

(二) 仪器与试剂

1. 火焰原子吸收分光光度计。
2. 铜、锌、铁、铅、锰、镉空心阴极灯。
3. 电热板。
4. 抽气瓶和玻璃砂芯滤器。
5. 硝酸 (优级纯)。
6. 盐酸 (优级纯)。
7. 标准储备溶液逐级稀释为标准使用溶液。

(三) 操作步骤

1. 水样的预处理

(1) 澄清的水样可直接进行测定。

(2) 悬浮物较多的水样分析前需酸化并消化有机物。若需测定溶解的金属, 则应在采样时将水样通过 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜过滤, 然后按每升水样加 1.5mL 硝酸酸化使 pH 小于 2。

2. 水样中的有机物一般不干扰测定, 为使金属离子能全部进入水溶液和促使颗粒物溶解以有利于萃取和原子化, 可采用盐酸-硝酸消化法。在每升酸化水样中加入 5mL 硝酸, 混匀后取定量水样, 按每 100mL 水样加入 5mL 盐酸的比例加入盐酸。在电热板上加热 15min 。冷至室温后, 用玻璃砂芯漏斗过滤, 最后用纯水稀释至一定体积。

3. 标准溶液的配制

将各种金属标准储备溶液用每升含 1.5mL 硝酸的纯水稀释并配制成下列浓度的标准系列: 铜 $0.20 \sim 5.0\text{mg/L}$, 铁 $0.30 \sim 5.0\text{mg/L}$, 锰 $0.10 \sim 3.0\text{mg/L}$, 锌 $0.050 \sim$

1.0mg/L, 镉 0.050 ~ 2.0mg/L, 铅 1.0 ~ 20mg/L。

注：所列测量范围受不同型号仪器的灵敏度及操作条件的影响而变化时，可酌情改变上述测量范围。

4. 水样测定：将标准、空白溶液和样品溶液依次喷入火焰，测量吸光度。

5. 绘制标准曲线并查出各待测金属元素的质量浓度。

(四) 结果计算

可从标准曲线直接查出水样中待测金属元素的质量浓度。

(五) 注意事项

1. 所有纯水均为去离子水。
2. 所有玻璃器皿，使用前均须先用硝酸溶液（1 + 9）浸泡，并直接用纯水清洗。
3. 测定锌所用的器皿，应严格防止与含锌的水（自来水）接触。

三、火焰原子吸收分光光度法（萃取法）

(一) 原理

饮用水及水源水中铜、锌、铁、铅、锰、镉浓度较低时，可经萃取分离富集后用火焰原子吸收分光光度法测定。

在微酸性水样中加入吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）和金属离子形成络合物，用甲基异丁基甲酮（MIBK）萃取，萃取液喷雾进入原子化器，测定各自波长下的吸光度，求出待测金属离子的浓度。

本方法最低检测质量铁、锰、铅，2.5 μ g；铜 0.75 μ g；锌、镉，0.25 μ g。若取 100mL 水样萃取，则最低检测质量浓度铁、锰、铅为 25 μ g/L，铜为 7.5 μ g/L，锌、镉为 2.5 μ g/L。

(二) 仪器与试剂

1. 火焰原子吸收分光光度计及铜、锌、铁、铅、锰、镉等空心阴极灯。
2. 分液漏斗：125 mL。
3. 具塞试管：10 mL。
4. 甲基异丁基甲酮（简称 MIBK）：对品级低的需要 5 倍体积的盐酸溶液（1 + 99）振摇，洗除所含杂质，弃去盐酸相，再用纯水洗去过量的酸。
5. 酒石酸溶液（150g/L）：称取 150g 酒石酸溶于纯水中，稀释至 1000mL。酒石酸中如含有金属杂质时，在溶液中加入 10mLAPDC 溶液，用 MIBK 萃取提纯。

6. 硝酸溶液 (1mol/L): 吸取 7.1mL 浓硝酸加到纯水中, 稀释至 100mL。
7. 氢氧化钠溶液 (40g/L): 称取 40g 氢氧化钠溶于纯水中, 稀释至 1000mL。
8. 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液 (简称 APDC) 溶液 (20g/L): 称取 2g 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶于纯水中, 滤去不溶物, 稀释至 100mL, 临用前配制。
9. 溴酚蓝指示剂 (0.5g/L): 称取 0.05g 溴酚蓝溶于 20% 乙醇溶液中, 稀释至 100mL。
10. 各种标准使用溶液: 用每升含 1.5mL 优级纯硝酸的纯水将各种金属离子储备溶液 (1mg/mL) 稀释成 1.00mL 含 10 μ g 铁、锰和铅, 1.00mL 含 3.0 μ g 铜及 1.00mL 含 1.0 μ g 锌、镉的标准使用液。

(三) 操作步骤

1. 吸取 100mL 水样于 125mL 分液漏斗中。
2. 分别向 6 个 125mL 分液漏斗中加入 0mL、0.25mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL 和 3.00mL 各金属标准使用液, 用 0.15% 的硝酸定容至 100mL, 其铁、锰、铅浓度分别相当于 0 μ g/L、25 μ g/L、50 μ g/L、100 μ g/L、200 μ g/L 和 300 μ g/L; 铜、锌、镉浓度分别相当于 0 μ g/L、2.50 μ g/L、5.00 μ g/L、10.0 μ g/L、20.0 μ g/L 和 30.0 μ g/L 的标准系列。
3. 向盛有水样及金属标准溶液的分液漏斗中各加 5mL 酒石酸溶液, 混匀。以溴酚蓝为指示剂, 用硝酸溶液或氢氧化钠溶液调节水样及标准溶液的 pH 值至 2.2 ~ 2.8, 此时溶液由蓝色变为黄色。
4. 向各分液漏斗加入 2.5mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液, 混匀。再各加入 10mL 甲基异丁基甲酮, 振摇 2min。静置分层, 弃去水相。用滤纸或脱脂棉擦去分液漏斗颈内壁的水膜。另取干燥脱脂棉少许塞于分液漏斗颈末端, 将萃取液通过脱脂棉滤入干燥的具塞试管中。
5. 将甲基异丁基甲酮萃取液喷入火焰, 并调节进样量为每分 0.8 ~ 1.5mL。减少乙炔流量, 调节火焰至正常高度。
6. 将标准系列和样品萃取液及甲基异丁基甲酮间隔喷入火焰, 测量吸光度。
7. 绘制工作曲线并查出水样中待测金属的质量浓度 (mg/L)。

(四) 结果计算

$$X = \frac{X_1}{V}$$

式中: X ——水样中待测金属的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

X_1 ——从标准曲线上查得待测金属质量, 单位为微克 (μ g);

V ——原水样体积, 单位为毫升 (mL)。

(五) 注意事项

1. 应在萃取后 5 小时内完成样品测定。
2. 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液需在临用前配制。
3. 对品级低的甲基异丁基甲酮需用 5 倍体积的盐酸溶液 (1 + 99) 振摇, 清除所含杂质, 弃去盐酸相, 再用纯水洗去过量的酸方可使用。

四、火焰原子吸收分光光度法 (共沉淀法)

(一) 原理

饮用水及水源水中铜、锌、铁、铅、锰、镉浓度较低时, 可经共沉淀分离富集后用火焰原子吸收分光光度法测定。水样中的铜、锌、铁、铅、锰、镉等金属离子经氢氧化镁共沉淀后, 加硝酸溶解沉淀, 酸液喷雾进入原子化器, 测定各自波长下的吸光度, 求出待测金属离子的浓度。

本方法最低检测质量: 铜、锰, $2\mu\text{g}$; 锌、铁, $2.5\mu\text{g}$; 镉, $1\mu\text{g}$; 铅, $5\mu\text{g}$ 。若取 250mL 水样共沉淀, 则最低检测质量浓度分别为 0.008mg/L 、 0.01mg/L 、 0.004mg/L 和 0.02mg/L 。

(二) 仪器与试剂

1. 原子吸收分光光度计及铁、锰、铜、锌、镉、铅空心阴极灯。
2. 量杯: 250mL。
3. 容量瓶: 25mL。
4. 各种金属离子的标准储备溶液。
5. 各种金属离子的混合标准溶液: 分别吸取一定量的各种金属离子标准储备溶液至于同一容量瓶中, 并用每升含 1.5mL 浓硝酸的纯水稀释, 配置下列浓度 ($\mu\text{g/mL}$): 镉 1; 铜、锰 2; 铁、锌 2.5; 铅 5。
6. 氯化镁溶液 (100g/L): 称取 10g 氯化镁 ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 用纯水溶解, 并稀释为 100mL。
7. 氢氧化钠溶液 (200g/L)。
8. 硝酸溶液 (1 + 1)。

(三) 操作步骤

1. 水样的预处理

- (1) 量取 250mL 水样于量杯中, 加入 2mL 氯化镁溶液, 边搅拌边滴加氢氧化

钠溶液 2mL (如系加酸保存水样, 则先用氨水中和至中性), 然后继续搅拌 1min。

(2) 静置, 使沉淀下降到 25mL 以下 (约 2h), 用虹吸法吸去上清液至剩余体积为 20mL 左右, 加 1mL 硝酸溶液溶解沉淀, 转入 25mL 容量瓶中, 加纯水至刻度, 摇匀。

2. 标准溶液的预处理

取 6 个量杯, 分别加入混合标准溶液 0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL 和 5.00mL, 加纯水至 250mL, 以下操作按水样的预处理进行。

3. 测定步骤

将水样及标准系列溶液分别喷雾, 测量各自波长下的吸光度。

4. 绘制工作曲线并查出水样中各金属离子的质量浓度。

(四) 结果计算

从工作曲线上直接查出各金属离子的质量浓度。

五、火焰原子吸收分光光度法 (巯基棉富集法)

(一) 原理

水中痕量的铅、镉、铜经巯基棉富集分离后, 在盐酸介质中用火焰原子吸收法测定, 以吸光度或峰高定量。

若取 500mL 水样, 经巯基棉富集分离与洗脱处理, 大多数阳离子不干扰测定。本方法最低检测质量: 铅 $1\mu\text{g}$, 镉 $0.1\mu\text{g}$, 铜 $1\mu\text{g}$; 若取 500mL 水样富集, 则最低检测质量浓度: 铅 0.004mg/L , 镉 0.0004mg/L 和铜 0.004mg/L 。

(二) 试剂及仪器

1. 铅、镉、铜标准储备溶液。

2. 铅、镉、铜混合标准溶液: 用铅、镉、铜标准储备溶液稀释成系列浓度的混合标准溶液: 铅 $10\mu\text{g/mL}$, 镉 $10\mu\text{g/mL}$ 和铜 $10\mu\text{g/mL}$ 。

3. 巯基棉: 取 100mL 巯基乙醇酸, 70mL 乙酸酐, 32mL 乙酸, 0.3mL 硫酸及 10mL 去离子水, 依次加到 250mL 广口瓶中, 充分摇匀, 冷却至室温。另取 30g 脱脂棉放入广口瓶中, 让棉花完全浸湿, 待反应热散去后 (必要时可用冷水冷却), 加盖, 在 35°C 烘箱中放置 2~4 天后取出, 经漏斗或滤器抽滤至干。用纯水充分洗去未反应的物质, 再加入盐酸溶液 (1mol/L) 淋洗, 最后用纯水淋洗至中性。抽干后摊开, 在烘箱中烘干, 于棕色瓶中密闭冷暗处保存, 有效期至少可达一年。

4. 原子吸收分光光度计及空心阴极灯。

5. 巯基棉富集装置: 用 500mL 分液漏斗制成。

6. 具塞刻度试管, 10mL。

(三) 操作步骤

1. 称取 0.1g 巯基棉均匀地装入分液漏斗颈管中, 加入少量纯水使巯基棉湿润。加入 5mL 盐酸溶液 (1+98) 通过巯基棉, 再用纯水淋洗至中性。

2. 取 500mL 加硝酸保存的水样, 用氨水 (1+9) 调节 pH 至 6.0~7.5, 移入 500mL 分液漏斗中, 以 5mL/min 的流速使水样通过巯基棉, 水样流完后用洗耳球吹尽颈管中残留水样。用 4.5mL 80℃ 热盐酸溶液分两次通过巯基棉洗脱待测组分, 收集洗脱液于 10mL 刻度试管内 (每次吹尽巯基棉中的残留液), 加纯水定容至 5mL。

3. 吸取混合标准使用溶液 0mL、1.00mL、3.00mL、5.00mL 和 7.50mL 分别置于 5 支 25mL 比色管中, 用盐酸溶液 (1+49) 稀释至刻度, 摇匀, 配置成标准系列, 与样品同时用火焰原子吸收法定量。

(四) 结果计算

$$X = \frac{X_1}{V}$$

式中: X ——水样中待测金属的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

X_1 ——从标准曲线上查得待测金属质量, 单位为微克 (μg);

V ——原水样体积, 单位为毫升 (mL)。

(五) 注意事项

1. 配置试剂所用纯水均为去离子水, 所用试剂均为优级纯。
2. 所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+4) 浸泡 12h, 并用纯水洗净。

实验二 挥发性物质测定——气相色谱法

一、水中氯仿、四氯化碳的测定

(一) 目的

掌握气相色谱法测定水中氯仿、四氯化碳的方法。

(二) 原理

被测水样置于密封的顶空瓶中，在一定的温度下经一定时间的平衡，水中的卤代烃逸至上部空间，并在气液两相中达到动态的平衡，此时，卤代烃在气相中的浓度与它在液相中的浓度成正比。通过对气相中卤代烃浓度的测定，可计算出水样中卤代烃的浓度。

(三) 仪器与试剂

1. 气相色谱仪，电子捕获检测器。

2. 微处理器或记录器。

3. 色谱柱：

(1) 色谱柱类型：U 型或螺旋形玻璃柱，长 2m，内径 2mm 或 3mm。

(2) 填充物

a. 载体：ChromosorbW AW 或 DMCS 60~80 目或 80~100 目，用前筛分，然后于 120℃ 烘烤 2h。

b. 固定液及含量：15% DC-550（含 25% 苯基的聚甲基硅氧烷）。

4. 恒温水浴：精度为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5. 恒温注射器：50 μL 。

6. 顶空瓶：血浆瓶，150mL。使用前在 120℃ 烘烤 2h。

7. 载气：高氮纯（99.999%）。

8. 抗坏血酸：分析纯。

9. 甲醇：优级纯，色谱检验无被测组分。

10. 色谱标准物：氯仿（99.92%）、四氯化碳（99.92%）均为色谱纯。

(四) 操作步骤

1. 样品的采集和储存：样品中被测组分易挥发。采样时先加 0.3~0.5g 抗坏血

酸于顶空瓶内，取水至满瓶，密封。采集后 2h 内完成测定。

2. 样品的处理：在空气中不会含有卤代烷烃等有机气体的实验室，将水样倾倒入至 100mL 刻度处，放在 40℃ 恒温水浴中平衡 1h。

3. 样品测定时，抽取顶空瓶内液上空间气体，可平行测定三次。

4. 仪器测定条件：

(1) 气化室温度：150℃。

(2) 柱温：85℃。

(3) 检测器温度：180℃。

(4) 载气流速：40mL/min。

5. 校准

(1) 定量分析中的校准方法：外标法。

(2) 标准样品：标准样品封装于棕色安瓿瓶中。每安瓿 2mL 的卤代烃甲醇溶液，浓度为 $\mu\text{g/mL}$ 水平，开封后只能使用一次。使用液在低温避光密封储存一周内不变。

(3) 标准储备液的制备

氯仿：称 100mL 容量瓶质量，加入一定量氯仿，立即盖上瓶塞称量，以减量法得到氯仿质量为 5.8667g，用甲醇溶解并定容。此溶液为 $\rho(\text{CHCl}_3) = 58.67\text{mg/mL}$ 。

四氯化碳：称 100mL 容量瓶质量，加入一定量四氯化碳，立即盖上瓶塞称量，以减量法得到四氯化碳质量为 0.4143g，用甲醇溶解并定容。此溶液为 $\rho(\text{CCl}_4) = 4.14\text{mg/mL}$ 。

(4) 标准混合液的制备

于 200mL 容量瓶中加入 100mL 甲醇再分别加入 1.0mL 的氯仿、四氯化碳的单标液，然后加入甲醇定容。混合标准液中各组分浓度： $\rho(\text{CHCl}_3) = 293.1\mu\text{g/mL}$ ， $\rho(\text{CCl}_4) = 20.7\mu\text{g/mL}$ 。

(5) 标准使用液的制备：取 1.0mL 标准混合液于 100mL 容量瓶中，用纯水定容。

(6) 标准曲线的制作：取 5 个 200mL 容量瓶依次加入标准使用液 0mL，0.50mL，1.00mL，2.00mL 和 4.00mL 并用纯水稀释至刻度，混匀。再倒入 5 个顶空瓶至 100mL 刻度处。加盖密封，于 40℃ 恒温水浴中平衡 1 小时，各取顶部空间气体 30 μL 注入色谱仪。以峰高为纵坐标，浓度为横坐标绘制标准曲线。

6. 试验

(1) 进样：用干净的微量注射器手动抽取顶空瓶内液上空间相，反复几次得到

均匀气样（动作不易快），将 30 μ L 气样快速注入色谱仪中。

（2）记录：用记录器或微处理机绘图，记下标样和水样色谱峰的保留时间，基线应稳定。

（3）定性分析

各组分的出峰顺序：氯仿、四氯化碳；保留时间：氯仿 1.967min，四氯化碳 2.342min。

（4）定量分析

色谱峰的测量：可量峰高或峰面积。用微处理机时可自动记录并测量；用记录器时需手工测量。峰高的测量：组分峰的最高点与基线（峰底）的垂直距离为峰高。计算：用样品的峰高直接从工作曲线中查出水样中卤代烃的质量浓度。

（五）结果计算

由于标准溶液与被测样品取相同体积，进样量也相同，标准液与试样测定之间无需校正系数，被测样按下式计算：

$$\rho(\text{CHCl}_3) = (\rho_1 \times h_1) / h$$

式中： $\rho(\text{CHCl}_3)$ ——水样中卤代烃的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

ρ_1 ——标准液中卤代烃的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

h_1 ——水样中卤代烃的峰高，mm；

h ——标准液中卤代烃的峰高，mm。

定性结果表示：利用保留时间的定性法，即根据标准色谱图各组分的保留时间，确定样品中的组分的数目和名称。

定量结果表示：含量的表示方法以微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）表示。

（六）注意事项

1. 电子捕获检测器需要载气纯度较高，同时使用金属净化器对载气进行纯化。
2. 色谱柱老化可除去涂固定液时残留溶剂及去交联不全或聚合度低的小分子化合物，使固定液均匀铺展，掩盖某些活性点。同时色谱柱使用温度不得超过最大值。
3. 本实验所用纯水均为提前煮沸后放置于室温所得。

二、空气中苯、甲苯、二甲苯的测定

（一）目的

掌握用溶剂解吸——气相色谱法检测工作场所空气中苯、甲苯、二甲苯的方法。