

DMA80 直接测汞仪测定螺旋藻粉中的总汞

陈辉, 林明珠

关键词: DMA80 直接测汞仪; 螺旋藻粉; 汞

食品中的汞测定通常采用“冷原子吸收法”, 样品前处理消化回流时间长、易损失; 原子荧光光谱法, 准确可靠, 灵敏度高, 样品前处理耗时相对较长, 并需要消耗化学试剂。应用直接测汞仪对 14 份螺旋藻粉进行测定, 此法与原子荧光光谱法比较, 具有取样量少、灵敏度高、精密度好、回收率高、省时简单、无需进行样品前处理、无试剂污染、可直接进行样品测定等优点, 现将结果报告如下。

1 材料与方法

1.1 原理

汞蒸气对波长 253.7 nm 的共振线具有强烈的吸收。样品经直接干燥燃烧分解, 再经催化、齐化反应后, 样品中的汞转化成元素汞, 以 O_2 为载体, 将元素汞吹入汞检测器。在一定浓度范围内, 其吸收值与汞含量成正比, 与标准系列比较定量。

1.2 仪器

DMA80 直接测汞仪 (意大利麦尔斯通公司); AFS—230a 双道原子荧光光度计 (北京万拓仪器有限公司); XT—9900 型智能微波消解仪 (上海新拓微波溶样测试技术有限公司); Milli-Q 纯水器 (法国密理博公司)。

1.3 仪器条件

干燥温度 300, 干燥时间 60 s; 分解温度 850, 分解时间 150 s; 等待时间 60 s; 齐化加热时间 12 s; 记录时间 30 s。载气流量: 200 ml/min。

1.4 试剂

汞标准物质 (1000 $\mu\text{g/ml}$) (国家标准物质研究中心)、硝酸 (G.R.)、过氧化氢 (A.R.)、超纯水 (18.2 M $\Omega\cdot\text{cm}$)

1.5 标准系列 低浓度系列: 0.00、5.00、10.00、20.00 ng 汞含量。高浓度系列: 0.00、100.00、200.00、300.00、400.00 ng 汞含量。

1.6 样品测定

先做空白实验, 后称取 0.05 g 左右样品放入直接测汞仪中测定。另外称取 0.3 g 左右样品置于聚四氟乙烯塑料内罐中,

加入 7 ml 硝酸于 80 电热板上预消化, 待冒白烟后取下冷却至室温, 再加入 2 ml 过氧化氢, 稍后装入消解外罐中, 旋紧密封, 置入微波炉中消解样品^[1]。待微波消解结束后放冷, 打开消解罐, 用水多次洗涤消解内罐, 并转入 25 ml 比色管中, 加水稀释至刻度混匀, 供原子荧光光谱法测定, 同时做样品空白。

2 结果与讨论

2.1 样品取样量的选择

样品取样量一般在 0.1~0.02 g 之间, 通常为 0.05 g 左右。取样量过多, 容易加剧样品中的汞对催化管、齐化管的毒害, 缩短其使用寿命; 取样量过少, 又会因样品的代表性降低引起测量误差。

2.2 测定方式的选择

该仪器有多样连续测定与单个测定两种方式。固体样品一般采用单个测定方式, 若前一份样品中的汞含量较高, 通常要再做 1~2 次空白实验, 以便消除因样品舟 (放置样品用) 存在记忆效应, 致使测定结果偏高的现象。

2.3 标准曲线及检出限

由 12 次空白测试结果得: $S = 0.00024$, $3S = 0.00072$, $DL = 0.02 \text{ ng}$, 按 0.05 g 样品计算, 样品的最低检出限为 0.4 $\mu\text{g/kg}$ 。对低浓度汞标准 0.00、5.00、10.00、20.00 ng 进行测定, $y = -0.0003x^2 + 0.0351x$, $R^2 = 1$; 对高浓度汞标准 0.00、100.00、200.00、300.00、400.00 ng 进行测定, $y = -8 \times 10^{-7}x^2 + 0.0022x$, $R^2 = 0.9992$ 。

2.4 精密度与准确度试验

用螺旋藻粉作样品本底, 在其中分别加入 6、15、24 ng 汞标准物质, 每天测定 2 次, 连续测定 3 d。样品回收率在 90.9%~102.4% 之间, 平均回收率为 96.0%, RSD 为 2.0%~3.0%。

2.5 直接测汞法与原子荧光光谱法^[1-4]的比对实验

取 14 份螺旋藻粉分别用上述两种方法测定其中的汞含量, 见表 1。经 t 检验进行数据处理, $t = 1.87$, $P > 0.05$, 测定结果两者差异无统计学意义。

表 1 14 份螺旋藻粉用直接测汞法与原子荧光法测定结果比较 ($\mu\text{g/kg}$)

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
直接测汞法	5.7	7.3	7.2	11.9	10.2	10.6	12.7	8.9	15.5	36.9	13.4	11.5	22.5	22.8
原子荧光法	6.5	6.9	7.0	12.8	11.0	11.3	13.5	10.1	15.0	36.0	14.8	11.0	23.8	22.8

作者简介: 陈辉 (1959-), 女, 副主任技师, 大学, 研究方向: 食品卫生理化检测

作者单位: 江苏省南京市疾病预防控制中心, 南京, 210003

本法测定螺旋藻粉中的总汞含量, 无需进行样品前处理, 可直接测定, 省时省力, 操作简单, 灵敏度高, 精密度、回收率好, 值得推广。

(下转第 1149 页)

病 2671 例， 占全省发病总数的 60.4%。 张家口和承德市发病也有明显的上升趋势， 报告病例分别从 2001 年的 8 例、 1 例上升到 2005 年的 35 例、 19 例。

2.1.2 时间分布 全年均有发病， 并呈现明显的春夏季流行高峰， 2001~2005 年的 3~6 月份病例分别占当年总病例的 56.72%、 60.59%、 47.03%、 65.73% 和 57.96%， 家鼠型（型） 疫区发病时间特征明显（图 1）。

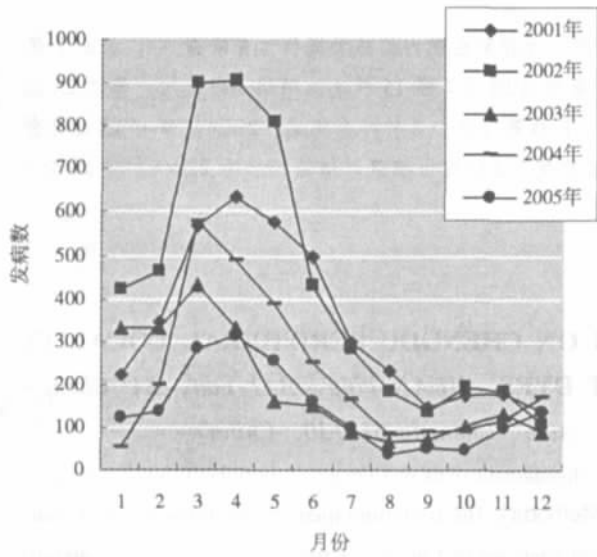


图 1 河北省 2001~2005 年 HFRS 发病时间分布

2.1.3 人群分布 发病年龄以青壮年为主， 2001~2005 年 20~59 岁人群发病数为 12471 例， 占发病总数的 79.06%， 年龄最小的 1 岁， 最大的 85 岁。 男性多于女性， 男女比例平均为 2.7 : 1。 发病以农民为主， 其次是学生、 工人和干部等。

2.2 鼠间疫情

2001~2005 年监测结果显示： 宅区鼠密度波动在 1.48%~4.86% 之间， 鼠带毒率波动在 3.39%~10.08% 之间； 野外鼠密度波动在 0.9%~2.49% 之间， 鼠带毒率波动在 0.97%~6.12% 之间（见表 1）。 鼠种构成以褐家鼠为主， 其次为小家鼠、 黑线姬鼠和仓鼠等。 宅区和野外的优势鼠种均为褐家鼠。

2.3 健康人群隐性感染率

2001~2005 年共检测健康人血清 15 629 份， 阳性 1 031 份， 隐性感染率平均为 6.60%。

3 讨论

河北省自 1981 年发现首例 HFRS 病例以来， 每年均有病例发生， 自 20 世纪 90 年代后期发病率明显上升， 且一直处于较高水平， 2002 年报告病例 5 037 例， 为有史以来最高的一

表 1 2001~2005 年 HFRS 鼠间疫情监测情况 (×10⁻²)

年份	宅区		野外	
	鼠密度	带毒率	鼠密度	带毒率
2001	4.86	10.08	2.49	6.12
2002	3.99	7.71	1.92	5.20
2003	3.37	3.89	2.23	4.27
2004	3.38	3.39	1.89	3.06
2005	1.48	4.62	0.99	0.97

年。 2003 年以后， 发病呈现下降趋势， 但在全国仍位居前列。

最近 5 年的监测证实， 河北省 HFRS 发病具有高度分散和相对集中性。 2001~2003 年， 病例主要集中于平原中南部的石家庄市、 沧州市、 保定市和东部的唐山市； 2004~2005 年， 中南部地区发病大幅下降， 而东部地区的秦皇岛市、 唐山市发病率明显攀升， 位居全省第 1、 2 位， 成为我省 HFRS 预防控制的重点地区。 北部地区张家口市、 承德市疫情上升的趋势， 也应引起高度重视。

血清学和分子生物学研究证实， 河北省是汉城（SEO） 病毒流行疫区^[3]。 流行病学资料显示， 发病高峰集中在 3~6 月份， 呈现春峰型季节特征， 人群隐性感染率波动在 4.00%~9.29% 之间， 平均为 6.60%， 病死率低， 这些都符合家鼠型疫区（型） 流行特征^[4]。 鼠间疫情监测结果显示， 宅区褐家鼠为我省 HFRS 的主要传染源。

长期以来， HFRS 在我省广大农村持续流行， 而预防上控制和消灭宿主鼠类难度很大， 因此安全有效的特异性预防已成为控制 HFRS 的重要措施。 我国目前已成功研制出 3 种 HFRS 灭活疫苗， 我省为家鼠型 HFRS 疫区， 这就要求今后应使用型或双价 HFRS 疫苗， 以形成有效的免疫屏障。 总之， 针对我省目前 HFRS 的流行状况， 防控措施仍应坚持“监测和宣传并举， 灭鼠和免疫并重” 的原则， 从而有效控制 HFRS 的流行， 保障人们的身体健康。

参考文献：

[1] 张启恩， 鲁志新， 韩光红. 我国自然疫源地与自然疫源性疾病的分布研究[M]. 沈阳： 辽宁科学技术出版社， 2003: 165-178.
 [2] 中华人民共和国国家标准 GB15996-1995. 流行性出血热诊断标准及处理原则[S]. 1997, 15.
 [3] 王世文， 杭长寿， 王化， 等. 我国汉坦病毒基因型和基因亚型的分布研究[J]. 病毒学报， 2002, 18 (3): 211-215.
 [4] 陈化新， 罗兆庄， 张家驹， 等. 肾综合征出血热疫苗预防效果和免疫策略研究[J]. 中国公共卫生， 1999, 15 (7): 563.

(收稿日期: 2006-04-23)

(上接第 1144 页)

参考文献：

[1] 中华人民共和国国家标准. 食品卫生检验方法·理化部分 (一) [M]. 北京： 中国标准出版社， 2004. 131-133.
 [2] 伍云卿. HG-AFS 法同时测定食品中的砷和汞 [J]. 中国公共卫

生， 2003, 19 (5): 614-615.

[3] 李静娜， 梁高道， 吴珩. 双道原子荧光光谱法同时测定食品中的砷和汞[J]. 中国卫生检验， 2001, 11 (1): 51-52.
 [4] 鲁琳， 刘子文， 梁春穗. 湿法消解原子荧光光谱法测定食品中汞的研究[J]. 中国卫生检验， 2000, 10 (2): 170-172.

(收稿日期: 2006-04-03)