



半封闭溶样冷原子荧光法测定鱼体中的总汞

A Methodological Development of Total Mercury in Fish Tissue by Using Half-closed Digestion and CVAFS

阎海鱼 冯新斌 李仲根 (中国科学院地球化学研究所, 环境地球化学国家重点实验室, 贵阳 550002)
Yan Haiyu Feng Xinbin Li Zhonggen (State Key Laboratory of Environmental Geochemistry, Institute of Geochemistry, Chinese Academy of Sciences, Guiyang 550002)

摘要 将半封闭混酸消化法与冷原子荧光法并用, 对鱼体肌肉组织在 95~140℃ 下进行消化并测定其总汞含量。实验结果检验表明, 该方法精确度高, 对于鱼汞国际标准样品 (TORT-2, DORM-2) 测定结果表明, 实测结果与推荐值间的误差小于 1.13%, 是快速、准确地测定鱼体中总汞的理想方法。同时, 此方法也适用于其它生物样品或沉积物和土壤中总汞的测定。

关键词: 鱼 总汞 测定方法

Abstract By using half-closed, mixture acid and CVAFS, fish tissue had been digested at 95 - 140℃ and its total mercury content was determined. The results has shown that this method has high precision, is easy to operate, and its error between the results of the determination and certified values is below 1.13% for fish reference material (TORT-2, DORM-2), and therefore is a satisfied method to determine total mercury in fish tissue accurately and rapidly. This method may be used to determine total mercury in other biological samples or sediments and soils.

Key word: Fish Total mercury Determination method

1 引言

目前, 我国国内关于鱼体内总汞的测定方法很多^[1,2,3], 但大多采用封闭式消化样品, 因而, 测定时易受氮氧化物的干扰; 另外, 测定需要加入的试剂种类较多, 试剂加入比例调配复杂, 且回收率偏低; 同时, 受实验条件所限, 对于低汞含量鱼体内总汞的测定比较困难。本方法可以快速、准确地测定鱼体内总汞含量。

2 实验部分

2.1 主要仪器与试剂

样品消化主要设备: 25mL 硼硅玻璃比色管, 玻璃球, 可控温的铁板加热炉 (或水浴锅);

汞的预富集体系: 高纯氮气, 聚四氟乙烯 3 通接头、连接管, 硼硅玻璃气泡瓶, Soda-lime 干燥管, 镀金石英砂管;

Tekran2505 标准汞蒸气源, Tekran2500CVAFS

测汞仪;

加热电压、温度及时间的控制系统 (自制), 积分仪;

超纯水制备系统 (NANOpore® Dlamond™ UV ultrapure water system);

18.2MΩ-cm 超纯水, 30% BrCl, 优级纯浓 H₂SO₄ 和浓 HNO₃, 分析纯 NH₂OH、HCl, 20% 的 SnCl₂·H₂O, 高纯氩气;

标准干鱼样 TORT-2, DORM-2。

2.2 试剂的配制

参见天然水体中汞的形态分析方法^[4]中试剂的配制法。

中国科学院海外杰出人才计划、国家自然科学基金资助项目, 编号 40173037; 中国科学院创新项目, 编号 KZCX2-105。

第一作者阎海鱼, 女, 1973 年生, 1997 年毕业于太原理工大学, 在读博士生。

该文作者还有蒋红梅, 何天容。



3 实验方法

实验包括样品采集、消化、预富集和测定。

3.1 鱼样的采集

本实验所用样品均购自百花湖渔民处。样品采集后立即运回实验室进行清洗并用干净的解剖刀切取脊部肌肉,装入自封口袋,贴好标签在冰箱中冷冻存放。

3.2 样品的前处理

取鲜鱼样品 0.5000 ~ 1.000g (TORT-2, DORM-2 标样取 0.1000 ~ 0.2000g) 置于 25mL 硼硅玻璃比色管中,同时带 5% 的空白,加入优级纯浓 H₂SO₄ 和浓 HNO₃ 混合酸 10mL (体积比为 2:8), 比色管口放上酸处理的玻璃球,然后在铁板上加热到 95 ~ 140 °C 约 2 ~ 3h, 冷却后加入 0.5mL BrCl, 约 24h 后再加 2 ~ 3 滴 NH₂OH·HCl 溶液, 大约 10h 后加超纯水定容。

3.3 样品的预富集测定

样品的预富集和测定方法同天然水中痕量汞的形

态测定原理^[4]。取 0.06mL SnCl 溶液和鱼样消化液 1.0mL, 加入到预富集系统, 通 30min 高纯氮气, 将富集了汞的金管在分析系统热解测定, 即可得到鱼样的总汞含量。

4 结果与讨论

4.1 测汞仪的工作标准曲线

本实验采用 Tekran2505 自动汞源提供标准汞蒸气, 以校正 Tekran2500 冷原子荧光测汞仪。根据峰面积和汞含量所得工作标准曲线的线性方程为 $y = 23927x$, x 取值范围是 0 ~ 500pg, 相关系数达到了 $R = 0.9996$ 。

4.2 标样测定及精密度检验

本实验仪器最低绝对检出限为 0.1pg, 方法最低检出限为 3 倍空白的标准偏差 0.013ng/g。在此基础上进行标样测定、精密度检验及误差分析(见表 1)。

测定结果表明, 本法的测定结果与推荐值相对误

表 1 标样总汞测定、精密度检验及误差分析¹⁾($\mu\text{g/g}$)

标样名称	平行测定次数					相对误差(%)	标准偏差
	1	2	3	4	5		
TORT-2	0.282	0.270	0.272	0.267	0.277	+1.45	0.006
DORM-2	4.569	4.542	4.495	4.889	4.518	-0.80	0.162

1) TORT-2、DORM-2 的推荐值分别分(0.27 ± 0.06)、(4.64 ± 0.26) $\mu\text{g/g}$ 。

差为 1.13%, 平均标准偏差为 0.084, 有较高的精密度和准确性。

4.3 百花湖鱼总汞含量测定结果

为了进一步检验本方法可靠性, 我们同时对百花湖新鲜鱼样中的总汞做了平行样和重复测定实验, 部分测定结果如下。

表 2 百花湖鱼体汞含量 (THg) 部分测定结果 (ng/g)

测定次数	样号					平行样			
	S-39	S-44	S-45	S-47	S-42	S-5	S-5	S-9	S-9
I	18.76	94.10	25.48	22.76	59.71	18.43	18.53	16.54	17.45
II	18.62	90.76	25.16	22.78	62.45	-	-	-	17.99

根据以上测定结果可以看出, 本方法对鱼体内总汞的测定有较好的重现性和平行性。

5 结语

本方法的整个实验过程中, 进行了部分样品的对比实验, 得出如下结论。

(1) 水浴(95 °C 左右)与铁板(95 ~ 140 °C)加热可以根据实验条件任意选取, 不会影响消化效果。

(2) 对于生物样品, 一定要采用 H₂SO₄ 和 HNO₃ 的混合酸进行消解, 否则在预富集过程中会产生大量气泡, 使实验无法进行; 对于沉积物或土壤也可以选用王水, 不会影响测定结果。

(3) 对于新鲜鱼肉组织消化, 取样量为 0.5 ~ 1.0g, 干样取样量为 0.1 ~ 0.2g。

(4) 对于高汞含量的样品, 可以稀释后用本法 (下转第 226 页)



替点信息的技术方法变化,而且充分显示了遥感等“WebGIS”空间信息获取技术的优势,形成一套全新的水资源环境信息动态监测的技术方法体系,能够推动学科理论的进一步提高。WebGIS 强大的空间分析功能和空间数据管理优势,将流域水资源环境模拟和空间模型建立变成可能,通过 WebGIS 手段,进行中尺度至大尺度的水资源环境模拟工作,模拟水资源环境的时间动态变化和空间分布变化。全球定位系统技术能够对动态空间位置实现精确、快速的定位,为点监测和调查提供技术保证。“WebGIS”技术的应用,将为区域水资源评价、合理开发利用与预测提供极大的便利条件,将有效提高环境监测信息管理现代化及业务水平^[6]。

(2) 目前空间数据的管理采用文件方式,无法实现网络化。今后将把空间数据也存储在关系数据库中,真正实现系统的网络化。随着不同流域等级的水环境信息系统的开发,以及水资源信息管理决策向多样性、多目标和多决策者特点发展,需建立具有统一规划标准和通过网络连接的多级分布式系统。

(3) 系统还停留在水资源环境监测信息系统的层次上,还需要扩充专业理论模型的研究,建立模型库(包括基础模型和决策分析模型),把应用提升到包括水资源环境的规划、预测、评价、管理、决策、立法和监督等诸多方面的信息的决策支持系统这个层面上,即水资源环境管理决策支持系统。

5 参考文献

- 1 陈述彭. 地球系统科学. 北京: 中国科学技术出版社, 1998.
- 2 姜旭平. 信息系统分析——概念·结构·机理·分支与发展. 北京: 北京航空学院出版社, 1987.
- 3 武强. 基于 GIS 的地质灾害和水资源研究理论与方法. 北京: 地质出版社, 2001.
- 4 郑景云, 郝志新, 狄小春. 历史环境变化数据库建设与应用. 地理研究, 2002.
- 5 陈燕申. 城市地理信息系统分析与设计. 北京: 地质出版社, 1999.
- 6 舒艳, 王红旗, 黄歆宇. 地理信息系统在环境保护领域中的应用. 环境保护, 2002.

责任编辑 唐东雄 (收到修改稿日期: 2004—10—10)

(上接第 218 页)

- 21 买文宁, 周荣敏. 从淀粉废水中提取蛋白饲料. 工业用水与废水, 2002, 33(3): 57.
- 22 买文宁. 气浮提取蛋白-UASB&SBR 工艺处理淀粉废水. 工业水处理, 2002, 22(6): 42.
- 23 何国庆, 尹源明, 冯 澜, 等. 在小麦淀粉废水中培养白地酶的研究. 中国粮油学报, 1998, 13(5): 33.
- 24 朱 辉, 何国庆. 利用淀粉废水培养食用菌菌丝体的初步研究. 中国粮油学报, 1998, 13(6): 35.
- 25 李素玉, 李光辉, 杨淑春, 等. 利用酵母菌净化玉米淀粉工业废水的研究. 水处理技术, 2002, 28(4): 227.

责任编辑 钟月华 (收到修改稿日期: 2004—09—20)

(上接第 220 页)

测定,也可用本方法进行酸消化,冷原子吸收法测定。总之,半封闭式酸消解——冷原子荧光法测定鱼体总汞,使鱼样消解变得简便易行,且检出限低,精确、灵敏;半封闭式消化有利于氮氧化物的逸出,避免了测定时氮氧化物对测定结果的干扰,适于测定鱼体之外的其它低汞生物组织、湖泊沉积物和土壤中的总汞含量。

6 参考文献

- 1 吕加平. 原子吸收光谱法测定鱼体总汞的方法研究. 食品科学, 1997, 18(9): 55 ~ 58.
- 2 马海华, 姜炳芳, 王树勋. 冷原子吸收法测定鱼中总汞样品处理方法的改进. 预防医学文献信息, 2002, 8(5): 550 ~ 551.
- 3 丁建森, 李凌. 原子荧光光谱法测定鱼中汞. 江苏预防医学, 2002, 13(1): 60 ~ 61.
- 4 阎海鱼, 冯新斌, 商立海, 等. 天然水体中痕量汞的形态分析方法研究. 分析测试学报, 2003, 22(5): 10 ~ 13.

责任编辑 唐东雄 (收稿日期: 2004—05—18)

