

体结合导致肝窦收缩以及肝窦内皮细胞增殖,加重门脉高压,同时还能促进肝星状细胞活化增殖,加重肝纤维化<sup>[3]</sup>。氯沙坦是一种选择性 Ang II 型受体拮抗剂,能在受体水平上完全阻断 Ang II 的作用,从而达到降低门脉压力的作用,同时能抑制肝纤维化。Castano 等<sup>[4]</sup>报道肝硬化患者服氯沙坦 25 mg/d,12 周后肝静脉压力梯度有明显下降(从  $11 \pm 3.2$  mmHg 下降至  $9.6 \pm 4.3$  mmHg;  $P < 0.05$ ),而平均动脉压无明显变化。从理论上来看,氯沙坦既能降低门脉压力又能抑制肝纤维化,治疗肝硬化门脉高压预防出血具有可行性。

彩色超多普勒超声具备敏感性高、迅速,易被患者接受,费用低廉且易重复性。近 20 多年来,肝硬化门静脉系统血流动力学的检测逐渐引起人们的重视,国内文献资料认为肝硬化患者的门静脉增宽、流速降低,流量增大。血流动力学的改变直接影响到肝功能的分级及预后。本研究结果显示,氯沙坦组和普萘洛尔组的血流动力学指标较各组治疗前均有不同程度的改善,2 组治疗后门静脉内径、脾静脉内径与治疗前比较明显减小,门静脉血流速度、脾静脉血流速度与治疗前比较增快。而两组组间比较无明显差异。氯沙坦组透明质酸、层粘蛋白、3 型前胶原与普萘洛尔组比较明显下降,差异有统计学意义( $P$

$< 0.05$ )。氯沙坦组治疗后血清丙氨酸氨基转移酶(ALT)、总胆红素(TB il)、白蛋白(ALB)、尿素氮(Bun)、肌酐(Cr)与普萘洛尔组比较差异无统计学意义( $P > 0.05$ )。

综上所述,氯沙坦在治疗肝硬化门静脉高压症时降低门静脉压力疗效同普萘洛尔相当,但是对于改善肝纤维化方面优于普萘洛尔,且副作用小,对肝肾功能影响少。可作为普萘洛尔的一个替代药物使用,在肝硬化门脉高压患者出血的预防具有重要的临床价值。

#### 参考文献

- [1] 马骁,刘冰熔.门脉高压药物治疗新进展[J].世界华人消化杂志,2008,16(33):3775-3781.
- [2] 张玲燕,邵建国.肝硬化门脉高压药物治疗的研究进展[J].南通大学学报,2012,32(4):292-294.
- [3] Watanabe N, Takashimizu S, Nishizaki Y, et al. An endothelin A receptor antagonist induces dilatation of sinusoidal endothelial fenestrae: implications for endothelin-1 in hepatic microcirculation[J]. J Gastroenterol, 2007, 42: 775-782.
- [4] Castano G, Viudez P, Frider B, et al. Discussion on randomized comparison of long term losartan versus propranolol in lowering portal pressure in cirrhosis[J]. Gastroenterology, 2002, 122(6): 1544-1545.

收稿日期:2013-11-28

(韩仰欢编辑 校对)

## 尿中汞热分解齐化原子吸收法测定\*

刘俊娓,侯言东,魏静

**摘要:**目的 建立热分解齐化原子吸收法测定尿中总汞的方法。方法 样品不经消解处理,采用直接测汞仪测定。结果 样品基体干扰少,测定方法线性良好,线性范围  $0.0 \text{ ng} \sim 1200 \text{ ng}$ ,方法检出限为  $0.0050 \text{ ng}$ ,精密度  $1.50\% \sim 2.62\%$ ,回收率在  $102\% \sim 107\%$  之间,测定国家标准参考物质,测定值均在标准值范围内。结论 热分解齐化原子吸收法方法简便、快速、干扰少、灵敏度高,适用于职业卫生中尿汞的筛查及汞中毒的快速检测,有较高实用价值。

**关键词:**尿汞;直接测汞仪;热分解齐化原子吸收法

### Determination of Urinary with thermal decomposition amalgamation atomic absorption spectrometry

LIU Wei, HOU Yan-dong, WEI Jing. (Department of Physical and Chemical Analysis, Lanzhou, Gansu Province 730020, China)

**Abstract: Objective** To develop a method for the determination of mercury in urine by thermal decomposition

\* 基金项目:甘肃省卫生行业科研计划(GSWST2013-10)

作者单位:甘肃省疾病预防控制中心理化室,兰州 730020

作者简介:刘俊娓(1963-),女,四川内江人,主任技师,学士,主要从事水质、食品及职业卫生理化检验和管理工作。

通讯作者:魏静,E-mail:icefire-weijing@126.com

amalgamation atomic absorption spectrometry. **Methods** The mercury in urine sample was determined without digestion. **Results** This method has less interference and good linearity, with a linear range of 0.0 ng~1200 ng, and a detection limit of 0.0050 ng. The precision of the method was 1.50%~2.62% and the recovery ranged between 102% and 107%. The analytical results of the national standard reference of urine samples were in good agreement with the certified values. **Conclusion** This method is of convenience, speediness, less interference, and high practical value and could be used for the screening of mercury in urine for the rapid detection of occupational health checkup and poisoning, and it is practical.

**Key words:** urinary mercury; direct mercury analyzer; thermal decomposition amalgamation atomic absorption spectrometry

汞及其化合物可通过呼吸道、消化道或皮肤被人体吸收。职业性汞中毒主要是由于吸入金属汞化合物的气溶胶所致，在生物材料代谢产物分析中尿汞被列为重点监测指标。尿汞的测定方法通常采用双硫腙比色法和冷原子吸收光谱法<sup>[1]</sup>，前者无需特殊仪器，但灵敏度较低，酸度及光照对呈色影响较大，操作繁琐。冷原子吸收光谱法灵敏度高，特异性较好，但线性范围较窄。随着原子荧光技术的出现，近些年采用氢化物-原子荧光光谱法测尿汞<sup>[2]</sup>的文章层出不穷，虽然荧光法有很好的灵敏度，检出限低，基体干扰少的优点，但仍需复杂的前处理，不能满足汞中毒的快速检测以及大量的职业汞接触的筛查。运用 DMA-80 型直接测汞仪，样品无需离线消解，可实现全自动直接进样，免除复杂的前处理过程，同时消除基体干扰及消解过程中的挥发损失，提高测试的精密度和灵敏度，保证重现性和准确性。结合尿样的特性，优化试验条件，整个分析过程只需 5 min。应用该法测定 100 余份尿汞，获得满意结果，结果报告如下。

## 1 材料与方法

**1.1 材料** 将尿样注入样品舟内，仪器将样品直接送进热解炉，样品首先经过干燥，然后再进行热分解。作为载气的氧气流将分解生成物通过分解管带入催化炉中，并以 650 °C 的温度完成分解，酸性卤化物和氧化物被吸附，残留的分解产物则进入纳米级金质汞齐化器，在此完成汞吸附。氧气流将一些残余气体排除，然后汞齐化器被迅速加热，汞蒸气被蒸发出吸收管，然后通过原子光谱法在 253.7 nm 处进行测量，测出尿液中汞的绝对含量(ng)。

**1.2 仪器** DMA-80 直接测汞仪(意大利 Milestone 公司)。

**1.3 试剂** 实验所用水为去离子水，所用酸均为优级纯；载气：高纯氧气。

**1.3.1 汞的标准储备液(1mg/mL)** 由国家标准物质研究中心提供。

**1.3.2 汞的标准中间液(10μg/mL)** 精确吸取 1.0mL 汞的标准储备液于 100mL 容量瓶中，用超纯水定容至 100mL。

**1.3.3 汞标准使用液(1.0μg/mL)** 精确吸取 10.0mL 汞的标准中间液于 100 mL 容量瓶中，用纯水定容至 100 mL。

**1.3.4 1% 硝酸溶液。**

## 1.4 分析步骤

**1.4.1 标准曲线的绘制** 分别吸取一定量 1.0μg/mL 的汞标准使用液，用 1% 硝酸配制成所需范围的标准系列溶液。标准曲线一般可使用 3 个月，当更换催化管等重要部件后必须重新绘制标准曲线，样品量较大时应带外质控样以检查仪器的稳定性。

**1.4.2 仪器条件** 干燥温度 200 °C；干燥时间 60 s；催化温度 650 °C；催化时间 60 s；分解温度 650 °C；分解时间 120 s；齐化温度 900 °C；信号采集时间 30 s。本条件已经能适合大多数尿液样品的分析工作，实际工作中可根据需要调节仪器的干燥、分解、汞齐化、热解等步骤的温度和时间以便达到最佳的分析效果。

**1.4.3 样品的测定** 进行样品测定前，先用 100 μL 的纯水进行分析，当其吸光度小于 0.003 时可以进行尿样的测定。量取 100 μL 尿样于石英样品舟中，样品按设定好的分析方法测定，通过 Milestone DMA-80 梯度分析仪数据分析软件直接获得样品中汞含量。

## 2 结 果

**2.1 标准曲线线性范围** 仪器可根据样品浓度不同直接切换测定高浓度和低浓度，选择适宜的浓度范围，一般低浓度范围为 0~30 ng，高浓度范围为 30~1 200 ng。汞蒸气首先被带入长的吸收池中，然后再进入短的吸收池中(长短吸收池的比例为 10:1 或者别的适当比例)。相同样品被测量两次，仪器首先读得长池信号，再直接将输入信号转切到短池，可得出最少 4 个数量级的线性范围<sup>[3]</sup>。

配制不同浓度范围的标准曲线 0.1~2 ng; 1~30 ng; 1~300 ng; 100~600 ng, 200~1200 ng, 结果显示, 5 条标准曲线线性关系良好, 相关系数在 0.9992~1.0000 之间。

**2.2 检出限** 连续测定样品空白溶液 11 次, 测量所得平均值为 0.0001, 检出限为 0.0050 ng。

**2.3 精密度试验** 按试验方法对编号为 ZK020-1/ZK020-2 的高低浓度质控尿样进行连续重复测定 7 次, 相对标准偏差为 1.50%~2.62%。

**2.4 准确度** 按本试验方法对编号为 ZK020-1/ZK020-2 的高、低浓度质控尿样进行连续重复测定 7 次, ZK020-1 测定结果均在  $(35.7 \pm 2.5)$  ng/mL 之内, ZK020-2 测定结果均在  $(49.0 \pm 4.2)$  ng/mL 之内, 实验准确度满意。

**2.5 回收率** 对尿样进行高、低 2 种浓度的加标回收实验, 回收率在 102%~107% 之间, 实验结果满意。

### 3 讨 论

采用热分解齐化原子吸收法测定尿汞, 选择最

佳的仪器条件, 方法的线性范围宽, 相关系数优于 0.9992, 检出限 0.0050 ng, 回收率良好, 测定了国家标准物质, 测定值在不确定度范围内。经 100 份尿样实际测定, 该法准确度和精密度高, 使用样品量少, 快捷、简便、可靠、低污染, 含汞废液经吸收液无害化处理后排放。同传统方法相比无需样品前处理, 省时省力, 节约试剂, 使实验人员免于接触大量的有毒有害的试剂, 更能保护环境。整个测定只需 5 min, 方法快捷简便, 具有更好的实用性, 适用于大批量样品的测定。

### 参考文献

- [1] 线引林. 生物材料中有毒物质分析方法手册 [M]. 北京: 人民卫生出版社, 1994: 201-205.
- [2] 陈剑刚, 胡小玲, 任坚, 等. 氢化物发生-原子荧光法同时测定尿中砷和汞 [J]. 中国卫生检验杂志, 2002, 12(3): 264-265.
- [3] Boylan HM, Walter PJ, Kingston HM1Direct mercury analysis: field and laboratory validation for EPA method 7473.

收稿日期: 2013-08-28

(周欣琳编辑 校对)