ISSN 1000-744X
CN52-1062/R

贵州医药

GUIZHOU YIYAO

Medical Journal

Volume 39, Number 3, 2015

2015年3月 第39卷 第3期

ISSN 1000-744X

03>

9 771000 744003

中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊)
美国《化学文摘》(CA)收录期刊
中国学术期刊综合评价数据库收录(来源)期刊
《中文生物医学期刊数据库》收录期刊
《万方数据——数字化期刊群》入网期刊

贵州省医药卫生学会办公室主管主办

[2] 李伟，唐波，刘华华，等. 妊娠期糖尿病治疗时机与母婴预后的关系[J]. 中国综合临床，2010，26(4)：404-406.
[3] 邹晓红，苏庆霞. 妊娠期糖尿病干预的相关性分析[J]. 国际医药卫生导报，2011，17(19)：2367-2369.
[4] 王蕴慧，张留苗，丁红，等. 妊娠期糖尿病不同诊断标准的临床适宜性比较[J]. 中华围产医学杂志，2012，15(9)：561-564.
[5] Rautio N, Jokelainen J, Korpi-Hyövälti E, et al. Lifestyle Intervention in Prevention of Type 2 Diabetes in Women With and Without a History of Gestational Diabetes Mellitus: One-Year Results of the FIN-D2D Project[J]. J Womens Health, 2014, 45(1): 21-26.
[6] 张楠，陈宇，刘东方，等. 2005 年至 2009 年重庆市区妊娠糖尿病发病率趋势回顾性调查及相关因素比较[J]. 中华内分泌代谢杂志，2011，27(5)：404-407.
[7] 石剑霞，杨金良. 浙江省象山县 1988 例妊娠期糖尿病筛查结果分析[J]. 中国基层医药，2013，20(11)：1676-1678.
[8] 黄静，卢洁，林先婷. 孕前体重指数及孕期体重增加与妊娠期糖尿病的关系剖析[J]. 齐齐哈尔医学院学报，2010，31(22)：3544-3545.
[9] 袁静，丛林，姚洁，等. 孕妇体质指数与妊娠期糖尿病关系[J]. 中国公共卫生，2007，23(12)：1476-1477.
[10] 张赵菊. 孕前体质指数及妊娠期体重增长与妊娠期糖尿病及高血压的关系[J]. 中国医师进修杂志，2013，36(4)：12-15.

(收稿日期：2014-11-23)

仪器测量尿汞的方法学评价

吴文毅　霍学义　谢相红

(贵州省疾病预防控制中心，贵州 贵阳 550004)

关键词　尿汞；　方法学评价；　配对样本 t 检验

中图分类号：R446.11　　**文献标识码**：B　　**文章编号**：1000-744X(2015)03-0264-02

doi：10.3969/j.ISSN.1000-744X.2015.03.030

汞及其化合物作为一种常用工业金属材料具有广泛的使用范围，汞在常温条件下即能蒸发，其蒸汽易经呼吸道进入人体产生毒性作用，主要通过肾脏由尿液排泄。因此，尿液中汞含量测定结果，是诊断职业性汞中毒重要的生物学评价指标。我单位采用酸性氯化亚锡还原法[1]，检测前需加酸消解样品后用冷原子吸收测汞仪测定；而 DMA-80 直接测汞仪，目前还没有该仪器测定尿汞的国家卫生行业标准方法。两种仪器的测定结果有无差异未见文献报道。本研究对仪器测定结果进行方法学评价找出准确、高效、简便、省时的方法，满足大批量样品的检测需求。

1　对象与方法

1.1　对象　2012 年 7 月从某金矿采集的 482 份职业体检人群样品中抽取 12 份样本，做两种仪器尿汞测定。

1.2　方法

1.2.1　仪器与试剂　冷原子吸收仪为上海华光仪器仪表厂生产的 F732-VJ 型冷原子吸收测汞仪；DMA-80 直接测汞仪为意大利莱伯泰科有限公司生产。

1.2.2　实验条件的确定　冷原子吸收测汞仪测定条件：按《酸性氯化亚锡还原法》WS/T26-1996 执行。DMA-80 直接测汞仪按照最佳化仪器技术文档给定的技术参数，仪器编程：最大开始温度：200 ℃；干燥/灰化：200 ℃ 60 s，120 s 时升温到 650 ℃，维持 60 s；脱气时间：60 s；齐化加热时间：12 s；记录时间：30 s；进样量：200 μL。

1.2.3　实验室质量控制　所用仪器经计量测试院校准并发给校准证书，样品测定时带《冻干人尿汞成份分析质量控制样品》ZK020-1 参与检测，定值结果在给定的参考值范围内判定该样品有效，纳入统计。

1.2.4　线性范围　据仪器实测浓度，尿总汞参考值综合考虑选取线性范围。

1.2.5　回收率与精密度测定　取汞标准液 100 mg/L用汞保存液(0.1 g 重铬酸钾溶于 1L 5+95 硝酸溶液中)稀释成 1 000 μg/L，再将 1 000 μg/L 汞标准液用正常人尿液配制成 0.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L、150.0 μg/L 低、中、高 3 个浓度，在 6 d 内用两种方法进行 6 次重复测定，测定结果计算回收率、精密度、配对 t 值检验。

1.2.6　统计学方法　用两种方法检测同一批次样品，并将两种方法的测定结果进行配对 t 值检验。

2 结 果

2.1 绘制标准曲线

2.1.1 冷原子测汞仪标准曲线 将 1 000 μg/L 汞标准液用汞保存液稀释成 0 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、150 μg/L 浓度，用冷原子吸收测汞仪进行测定其吸光度值分别为0.005、0.041、0.078、0.179、0.342、0.488。计算标准曲线，得回归方程 Y=0.006 3+0.003 2x，r=0.999 4。

2.1.2 DMA-80 直接测汞仪标准曲线 将 1 000 μg/L汞标准液用汞保存液稀释成浓度是：0 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、150 μg/L 汞标准系列，测定其吸光度值分别为 0.001 3、0.061 6、0.129 0、0.260 4、0.542 2、0.789 8。计算标准曲线，得回归方程 Y=0.008 3+0.005 2x，r=0.999 4。

2.2 线性范围 两法测定的线性范围，由标准曲线浓度计算均为 0～150 μg/L。

2.3 回收率与精密度测定结果计算 取 1.2.5 正常人尿液配制的汞浓度，在 6 d 内进行 6 次重复测量，用冷原子测汞仪测得实验结果见表 1。计算平均回收率(%)93.4、95.5、96.6，精密度(%)3.3、2.7、1.9。用 2.3.1 同样重复测量方法，测得 DMA-80 直接测汞仪实验结果见表 2。计算平均回收率(%)92.4、94.6、96.6，精密度(%)3.1、2.7、1.6。

表 1 冷原子测汞仪回收率测定实验结果

测定次数	汞含量/(μg/L)			
	0	20	50	150
1	0.73	19.12	48.23	145.25
2	0.66	20.36	50.12	150.73
3	0.97	19.23	49.58	144.25
4	0.58	18.82	47.99	146.70
5	1.02	20.24	46.85	145.17
6	0.69	18.92	48.25	142.28

表 2 DMA-80 直接测汞仪回收率测定实验结果

测定次数	汞含量/(μg/L)			
	0	20	50	150
1	0.86	19.12	48.72	145.25
2	0.90	20.45	50.05	149.12
3	1.20	19.25	48.13	145.28
4	0.62	18.92	47.95	146.99
5	0.99	19.08	46.25	142.25
6	0.50	19.18	47.87	145.88

2.4 方法比较实验结果 t 检验 将两种方法测定结果进行配对 t 检验，t 值范围为 0.310～1.515，均 $<t_{0.05(5)}=2.571$，$P>0.05$，说明两种仪器测定方法之间差异无统计学意义。

2.5 体检人群尿汞含量测定结果及结果 t 检验 12 例体检人员冷原子测汞仪测定结果(μg/g 肌酐)5.4、2.4、7.1、4.5、6.9、26.1、6.2、7.3、12.8、12.9、6.4、15.8。DMA-80 直接测汞仪测定结果(μg/g 肌酐)4.9、2.6、6.3、5.8、6.2、23.3、7.3、7.8、10.8、15.9、7.2、13.8。(1)计算检验统计量得 $t=1.074\ 7$；(2)确定 P 值，得出推断结论：查表得 $t_{0.05(11)}=2.201$，$t_{0.01(11)}=3.106$，$t<t_{0.05(11)}$，$P>0.05$，差别无统计学意义，可认为用两种测汞仪测定结果的差别无统计学意义。

3 讨 论

冷原子测汞仪的酸性法灵敏度、重现性和准确度都很好，但操作麻烦、干扰因素较多[2]，样品需经消化处理，较耗时(约 2 h)，高锰酸钾的加入量应足够，方能维持体系氧化状态。多次测定后汞蒸汽发生管内壁有白色附着物氧化亚锡，应用洗液浸泡除去，否则影响测定结果[3]。在用酸性法测尿汞，循环泵吹出空气在汞蒸汽发生瓶内产生气泡，气泡过大时易被吸入仪器的进样系统，对测汞仪循环泵、吸收池、连接管造成腐蚀。检测前加一滴正辛醇作降泡剂，正辛醇是一种低毒类液体，对皮肤和眼睛有一定的刺激作用。

查河霞等[4]实验表明，DMA-80 直接测汞仪的标准曲线无需每次测定，每次测定样品前要检查标准曲线的有效性：(1)用有证质控样品检查是否在允许范围；(2)检查超过或低于期望结果 10%，则须重测标准曲线。

DMA-80 直接测汞仪操作简单，无需对样品进行前处理，测量快速在 5～7 min 就可完成，样品需要量少 0.1～0.5 mL，精密度高、重现性好，样品从进样到分析测定的全过程均在仪器中完成，自动化程度高。该仪器所据有的测量量程，能满足任何浓度的尿汞检测需求。不足之处是：过保修期后仪器维护成本高，如做上千次尿汞测定时仪器部件进样叉易烧穿。考虑在高温的状况下标液中的酸、尿液中的盐渍，对金属的腐蚀所造成，建议：仪器标配是金属进样叉，若做尿汞测量时增配陶瓷进样叉可延长使用寿命。对 12 例职业体检人群尿汞含量测定结果进行配对样本 t 检验，可认为两种方法汞测定结果的差别无统计学意义。

参考文献

[1] WS/T26-1996，尿中汞的冷原子吸收光谱测定方法(二)酸性氯化亚锡还原法[S]. 北京：中国标准出版社，1996.

[2] 许春向，邹学贤. 现代卫生化学[M]. 北京：人民出版社，2000：744-745.

[3] 陈红梅，郝延英. 热消化处理尿样冷原子吸收法测定尿汞[J]. 职业与健康，2002，31(1)：37-38.

[4] 查河霞，于平胜. 工作场所空气中汞及其化合物的直接汞测定法[J]. 中华劳动卫生职业病，2007，33(11)：11-25.

(收稿日期：2014-09-27)