

DOI: 10.12161/j.issn.1005-6521.2021.16.024

# 微型氢化物发生-原子荧光法测定水产品汞形态

程雪萌<sup>1</sup>, 罗明标<sup>1\*</sup>, 席群丽<sup>1</sup>, 左丽华<sup>1</sup>, 李咸宇<sup>1</sup>, 王为民<sup>1</sup>, 杨梅<sup>2</sup>, 龚治湘<sup>2</sup>

(1. 东华理工大学 江西省合成化学重点实验室, 江西南昌 330013;

2. 谱焰实业(上海)有限公司, 上海 200000)

**摘要:**建立以溴化剂作为有机汞消解剂,微型氢化物发生-原子荧光光谱法测定水产品中汞形态的方法。采用单因素试验探讨还原剂浓度、盐酸浓度、灯电流、负高压、氧化剂用量及氧化时间对汞荧光强度的影响。经过优化试验,确定氧化有机汞效率最佳条件为0.5 mL 溴化剂(30 g/L 溴化钾和10 g/L 溴酸钾),消解时间40 min。在最优条件下,方法检出限为0.014 0 ng/mL,相对标准偏差在1.5%~6.2%之间,加标回收率在86%~101%之间,适用于水产品中有机汞的检测。

**关键词:**溴化剂;汞形态;微型氢化物发生;原子荧光光谱法;水产品

## Determination of Mercury Speciation in Aquatic Products Using the Micro-hydrate Generation-atomic Fluorescence Method

CHENG Xue-meng<sup>1</sup>, LUO Ming-biao<sup>1\*</sup>, XI Qun-li<sup>1</sup>, ZUO Li-hua<sup>1</sup>, LI Xian-yu<sup>1</sup>,WANG Wei-min<sup>1</sup>, YANG Mei<sup>2</sup>, GONG Zhi-xiang<sup>2</sup>

(1. Jiangxi Provincial Key Laboratory of Synthetic Chemistry, East China University of Technology, Nanchang 330013, Jiangxi, China; 2. Spectrum Industry (Shanghai) Co., Ltd., Shanghai 200000, China)

**Abstract:** In this study, a method for determining mercury forms in aquatic products using bromination agents as organic mercury digesters and micro-hydrate generation-atomic fluorescence spectrometry was established. A single factor experiment was conducted to explore the effects of reducing agent concentration, hydrochloric acid concentration, lamp current, negative high voltage, oxidant dosage, and oxidation time on mercury fluorescence intensity. Following optimization experiments, it was determined that the best conditions for the efficiency of oxidizing organic mercury were the use of 0.5 mL brominating agent (30 g/L potassium bromide and 10 g/L potassium bromate) and a digestion time of 40 min. Under optimal conditions, the detection limit of the method was 0.014 0 ng/mL, the relative standard deviation was between 1.5% and 6.2%, and the recovery rate of standard addition was between 86% and 101%, which were suitable for detecting organic mercury in aquatic products.

**Key words:** brominating agent; mercury speciation; micro-hydrate generation; atomic fluorescence spectrometry; aquatic products

引文格式:

程雪萌, 罗明标, 席群丽, 等. 微型氢化物发生-原子荧光法测定水产品汞形态[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(16): 163-169.

CHENG Xuemeng, LUO Mingbiao, XI Qunli, et al. Determination of Mercury Speciation in Aquatic Products Using the Micro-hydrate Generation-atomic Fluorescence Method[J]. Food Research and Development, 2021, 42(16): 163-169.

基金项目: 国家自然科学基金(21761001)

作者简介: 程雪萌(1997—), 女(汉), 硕士研究生, 研究方向: 环境分析化学。

\* 通信作者: 罗明标(1963—), 男, 教授, 博士, 研究方向: 环境分析化学。

汞是影响人类和生态系统健康的环境污染物之一<sup>[1]</sup>,所有汞都是有毒的,汞的毒性、生物利用度和流动性不仅取决于其总浓度,而且还取决于其化学形式<sup>[2]</sup>,形态不同,产生的毒性也不同,其中有机汞化合物通常比无机汞更具毒性<sup>[3]</sup>。虾蟹等水产品处于水生食物链较高位置,经食物链累积和生物放大作用,其体内通常积累了高浓度的有机汞,并通过食物链富集到人体内,对人体产生毒害作用<sup>[4-5]</sup>。因此,水产品中的形态分析具有非常重要的社会意义。汞形态分析最常见的方法是将一种强大的分离技术与一种灵敏的原子光谱检测仪联用,例如气相色谱(gas chromatography, GC)、液相色谱(liquid chromatography, LC),或者是毛细管电泳(capillary electrophoresis, CE)与电感耦合等离子体发射光谱(inductively coupled atomic emission spectroscopy, ICP-AES)、电感耦合等离子质谱(inductively coupled plasma-mass spectrometry, ICP-MS)、原子荧光光谱(atomic fluorescence spectroscopy, AFS)、原子吸收光谱(atomic absorption spectroscopy, AAS)等联用<sup>[6-13]</sup>,尽管这些联用技术强大,可以提供更多的信息,但是也存在一些缺点,大多仪器造价昂贵不适于普及,且均需要分离富集等复杂的预处理步骤<sup>[14-17]</sup>。而本试验不需联用技术,单用成本低廉、灵敏度高,基体干扰小的原子荧光光度计<sup>[18-19]</sup>即可实现汞形态的准确检测。试验利用汞不同形态的化学行为,以溴化剂作为有机汞的消解剂,以非色谱方法将有机汞转化为无机汞,在有溴化剂的条件下,检测水产品中总汞和无机汞,利用差减法即可得出有机汞的含量。采用具有新型微型氢化物发生装置的原子荧光光度计<sup>[20]</sup>,将氢化物发生控制在一个非常狭小的空间里,使氢化物可以在最短的时间和路径内被快速送入原子化器,可以有效地降低汞的记忆效应,使得原子荧光光度计在检测有机汞的同时提高检测的准确性。本文以溴化剂作为有机汞消解剂,微型氢化物发生-原子荧光光谱法作为检测方法,实现对水产品中汞形态准确检测,该方法高效、简便、价格低廉,为水产品中汞形态的测定提供理论依据。

## 1 材料与方 法

### 1.1 材料与试剂

盐酸(优级纯)、硝酸(优级纯)、溴酸钾(分析纯)、盐酸羟胺(分析纯)、硼氢化钠(分析纯)、高锰酸钾(分析纯)、过硫酸钠(分析纯)、氢氧化钠(分析纯):西陇化工股份有限公司;溴化钾(分析纯):天津市大茂化学试剂厂;Hg标准储备液(10 μg/L)、氯化甲基汞、氯化乙

基汞标准溶液:Merck公司;水产品:市售。

### 1.2 仪器与设备

CAF-1800原子荧光光度计:谱焰实业(上海)有限公司;TG18-WS台式高速离心机:长沙市维尔康湘鹰离心机有限公司;摩尔分析型超纯水器制备:上海摩勒生物科技有限公司;0.45 μm滤膜:美国Millipore公司。

### 1.3 方法

#### 1.3.1 提取方法

称取样品0.50 g~2.0 g(精确至0.000 1 g),置于15 mL塑料离心管中,加入10 mL的盐酸溶液(5 mol/L),25℃下超声30 min并放置过夜。25℃超声水浴提取60 min,期间振摇数次。4℃下以8 000 r/min转速离心5 min。随后吸取上清液,并用0.45 μm滤膜过滤,保存于4℃。

#### 1.3.2 样品中有机汞及无机汞的测定

取2.5 mL溶液置于离心管中,加入5 mL 50% HCl,定容至25 mL后,直接上机检测,结果为无机汞含量。取2.5 mL溶液置于离心管中,加入5 mL 50% HCl,0.5 mL溴化剂(30 g/L溴化钾+10 g/L溴酸钾),塞上瓶盖,放40 min,后滴加1滴~3滴盐酸羟胺溶液(30 g/L),用力振摇100次,至溶液由黄色转为无色,定容至25 mL,上机检测总汞含量。有机汞的含量为两者之差。同时做空白试验。

#### 1.3.3 有机汞对无机汞测定的影响

从50 ng/mL Hg标准溶液里分别取0、0.1、0.2、0.3、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL于25 mL容量瓶中,各加入5 mL 50% HCl,用水稀释至刻度摇匀备用,配制系列浓度为0、0.2、0.4、0.6、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 ng/mL的无机汞溶液。从25 ng/mL氯化甲基汞和氯化乙基汞混标溶液(其中氯化甲基汞溶液与氯化乙基汞溶液浓度相同)里分别取0、0.1、0.2、0.3、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL于25 mL容量瓶中,各加入5 mL 50% HCl,用水稀释至刻度摇匀备用,配制系列浓度为0、0.2、0.4、0.6、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 ng/mL的有机汞溶液。

#### 1.3.4 溴化剂用量及消解时间方法建立

两组样品,第一组分别取样品组织液2.5 mL置于若干个离心管中,加入5 mL 50% HCl,2.5 mL 10 ng/mL的氯化甲基汞乙基汞混标溶液,再分别加入0.3、0.5、1、2、3 mL溴化剂,塞上瓶盖,在25℃下分别放置20、40、60、80、100、120 min,后滴加1滴~3滴盐酸羟胺溶液,用力振摇100次,至溶液由黄色转为无色,定容至25 mL。第二组不加氯化甲基汞乙基汞混标溶液,其它条件同上,上机检测并计算回收率。

### 1.3.5 标准溶液的配制

汞标准工作液：用 10  $\mu\text{g/L}$  Hg 标准溶液（含 5%  $\text{HNO}_3$ ）稀释至 100  $\text{ng/mL}$ （含 5%  $\text{HNO}_3$ ），临用时将此溶液稀释成 5  $\text{ng/mL}$  标准溶液（含 2%  $\text{HNO}_3$ ）。分别取此溶液 0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 于 25 mL 容量瓶中，各加入 5 mL 50%  $\text{HCl}$ ，用水稀释至刻度摇匀备用，配制成系列浓度为 0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5  $\text{ng/mL}$  的 Hg 溶液。

### 1.3.6 参数优化

配制 0.5  $\text{ng/mL}$  的 Hg 标准溶液，固定其它条件不变，分别改变  $\text{NaBH}_4$  溶液在 0.02%~0.50% 之间，优化出最佳  $\text{NaBH}_4$  浓度；固定其它条件不变，分别改变盐酸溶液浓度在 5%~20% 之间，优化出最佳盐酸浓度；固定其它条件不变，分别改变灯电流在 5 mA~35 mA 之间，优化出最佳灯电流；固定其它条件不变，分别改变负高压在 200 V~250 V 之间，优化出最佳负高压。

### 1.3.7 CAF-1800 原子荧光光度计仪器工作条件

光电倍增管负高压：220 V；灯电流：15 mA；原子化器高度：9 mm；载带气流量：500  $\text{mL/min}$ ；屏蔽气流量：1 000  $\text{mL/min}$ ；延迟时间：0 s；读数时间：10 s；进样量：2 mL；测量方法：标准曲线法；读数方式：峰面积。

## 1.4 数据处理

样品分析均重复 3 次，结果以平均值 $\pm$ 标准差的形式表示。采用数学图形分析软件 Origin85 绘图，用 Excel 软件进行数据处理。

## 2 结果与分析

### 2.1 有机汞对无机汞测定的影响

分别配制无机汞系列和有机汞系列，在不加溴化剂的情况下，上机测定无机汞和有机汞的荧光强度。有机汞对无机汞测定的影响见图 1。

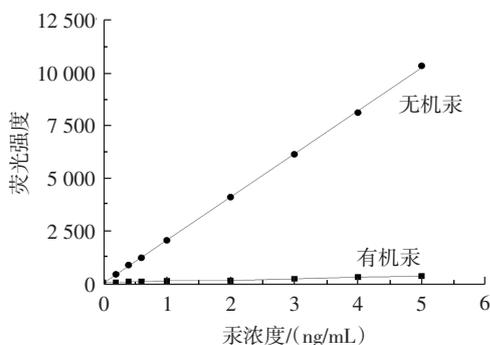


图1 有机汞对无机汞测定的影响

Fig.1 The influence of reducing agent on the determination of organic mercury

图 1 表明，无机汞能与  $\text{NaBH}_4$  反应且呈现良好的线性关系，而有机汞只能与部分  $\text{NaBH}_4$  反应<sup>[20]</sup>，5  $\text{ng/mL}$  的有机汞产生的信号小于同浓度无机汞信号的 3%。

因此在实际样品分析中，有机汞的存在不会影响到无机汞的测定，直接测出的是无机汞。将样品氧化后，有机汞可以转化成可测定的无机汞，实现无机汞和有机汞的测定。

### 2.2 有机汞氧化剂的选择

将有机汞转化为无机汞，常用的氧化剂有高锰酸钾、过硫酸钠、溴化剂等<sup>[22]</sup>。利用高锰酸钾溶液（2%）、过硫酸钠（2%）、溴化剂等氧化剂对 1  $\text{ng/mL}$  烷基汞标液进行氧化。表 1 为不同氧化剂及不同条件下对标液中有有机汞的氧化结果。

表 1 25  $^{\circ}\text{C}$  下不同氧化剂的消解效果(n=6)  
Table 1 Digestion effect of different oxidants at room temperature (n=6)

氧化剂	测定值/(ng/mL)	相对标准偏差/%	转化率/%
溴化剂	0.98	4.8	94~107
高锰酸钾	0.99	7.2	73~110
过硫酸钠	0.63	6.4	61~66

由表 1 可知，过硫酸钠在 25  $^{\circ}\text{C}$  下不能很好地将有机汞转化成无机汞，通常通过加热、微波或紫外线辅助处理，以提高有机汞的转化率<sup>[23]</sup>。高锰酸钾在 25  $^{\circ}\text{C}$  下可以很好地转化有机汞，但其作为氧化剂时，容易在管路内壁生成二氧化锰，既会造成管路堵塞又会对元素产生吸附<sup>[5]</sup>。溴化剂在 25  $^{\circ}\text{C}$  下就可以很好地将有机汞转化成无机汞，且不会出现管路堵塞的情况。综合考虑，选择溴化剂作为氧化剂。

### 2.3 溴化剂用量及消解时间的选择

有机汞是否能够消解完全，溴化剂的用量以及消解时间是关键因素。取若干份相同的螃蟹组织样品提取液，改变溴化剂的用量和消解时间对其进行氧化，结果见图 2。

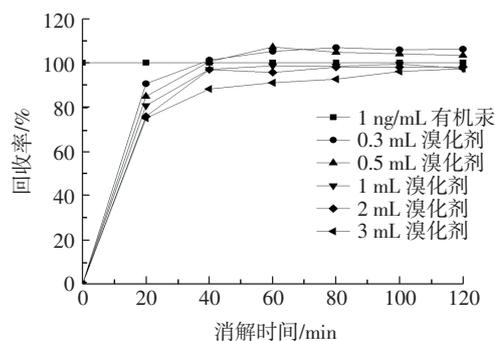


图2 溴化剂在不同用量和消解时间下对有机汞氧化结果的影响

Fig.2 The effect of brominating agent on the results of organic mercury oxidation under different dosages and digestion times

由图 2 可知，当溴化剂含量在 0.5 mL，消解时间达到 40 min 时回收率最好，因此最终选择溴化剂用量为 0.5 mL，消解时间为 40 min。

## 2.4 无机汞和有机汞的标准曲线

为了验证溴化剂消解后的有机汞和无机汞溶液能否用同一条标准曲线进行测定,配制了加入相同溴化剂用量的有机汞标液、无机汞标液、有机汞与无机汞混标溶液等3个系列标准溶液,结果见图3。

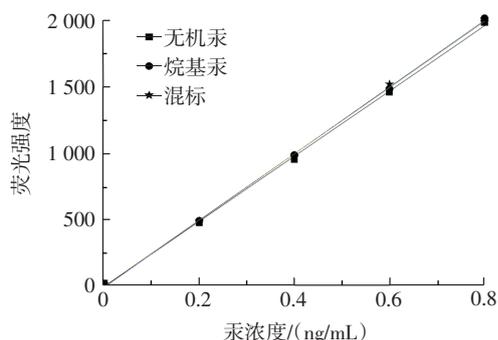


图3 3种系列溶液标准曲线

Fig.3 Standard working curves of three series of solutions

由图3可知,3种标液的标准曲线的斜率很接近,线性关系良好,表明总汞和无机汞可以用同一条曲线进行测定,同时也可以进一步证明,溴化剂可以将有机汞完全氧化成无机汞。

## 2.5 参数优化

### 2.5.1 还原剂溶液浓度的优化

硼氢化钠的浓度会影响到Hg的荧光强度,浓度太低会导致汞的荧光信号变弱,浓度太高时反应产生的氢气过多会稀释汞蒸气,使得灵敏度下降,精度变差。因此探究了不同NaBH<sub>4</sub>浓度下Hg的荧光强度,结果见图4。

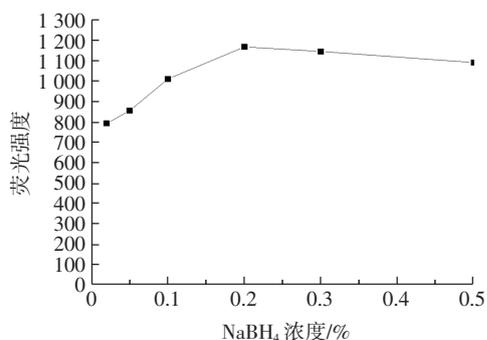


图4 不同NaBH<sub>4</sub>浓度下Hg的荧光强度

Fig.4 Fluorescence intensity of Hg under different NaBH<sub>4</sub> concentrations

通过试验结果综合判断,NaBH<sub>4</sub>溶液的浓度在0.2%时作为还原剂的效果最好。

### 2.5.2 盐酸溶液浓度的优化

盐酸的浓度会影响氢气的生成,进而会使荧光强度受到影响。在优选盐酸溶液浓度的过程中,不同盐

酸浓度对Hg荧光强度的影响见图5。

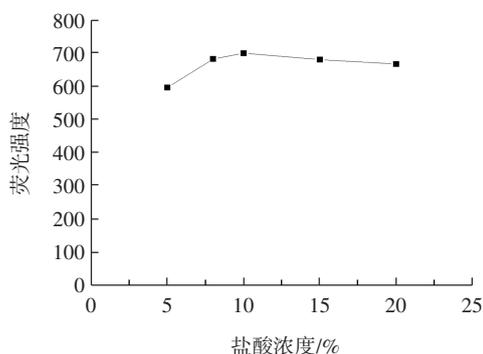


图5 不同盐酸浓度下Hg的荧光强度

Fig.5 Fluorescence intensity of Hg under different HCl concentration

通过试验结果综合判断,盐酸溶液的浓度在10%时的效果最好。

### 2.5.3 灯电流的优化

增加灯电流,会使汞的荧光强度增加,并且可以改善低浓度处的线性。但是灯电流过大会产生自吸现象,缩短高强度汞空心阴极灯的寿命。在优选灯电流的过程中,不同灯电流对Hg荧光强度的影响见图6。

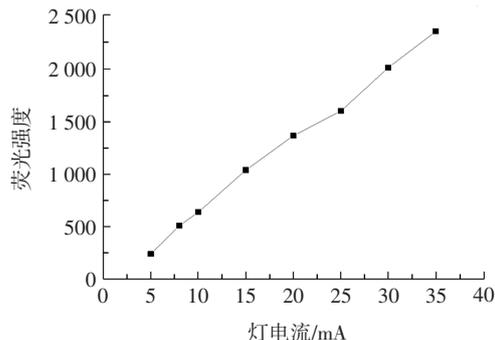


图6 灯电流对汞荧光强度的影响

Fig.6 Effect of lamp current on mercury fluorescence intensity

由图6可以发现,汞的荧光强度随着灯电流的增大而不断增大,但是较大的灯电流会减少高强度空心阴极灯的寿命,因此,通过试验结果综合判断,灯电流在15 mA时已经可以满足正常测定需求。

### 2.5.4 负高压的优化

负高压增加,会使噪声加大,同时信号也会增加。在优选负高压的过程中,不同负高压对Hg荧光强度的影响见图7。

通过试验结果综合判断,负高压在220 V时已经可以满足正常测定需求。

## 2.6 精密度与检出限

配制质量浓度为0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 ng/mL的

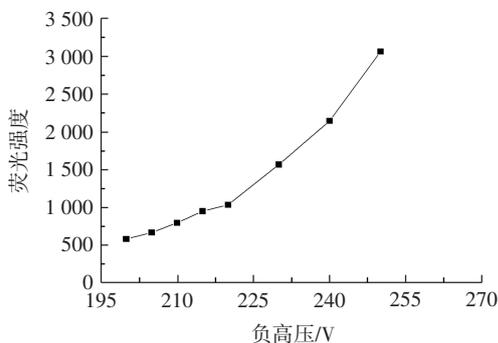


图7 负高压对汞荧光强度的影响

Fig.7 Influence of negative high pressure on mercury fluorescence intensity

无机汞标液,按照试验方法在仪器最佳条件下考察其线性范围,在0~1 ng/mL范围内,无机汞标液回归方程为 $y=2416.9x+5.3$ ,相关系数 $r=0.9997$ 。按照试验方法测得本法的检出限为( $n=11$ ) $0.0140\text{ ng/mL}$ ,对螃蟹组织样品连续测定7次,求得相对标准偏差为4.2%。

2.7 回收率

加标回收测定结果见表2。

在螃蟹体肉组织和花甲体肉组织的提取液中加入不同量的有机汞标准溶液,放置大约30 min,随后按照样品分析步骤进行分析测定。得到了各样品的加标回收率在86%~101%之间,相对标准偏差在1.5%~6.2%之间。

表2 加标回收测定结果( $n=6$ )  
Table 2 Test results of spiked recovery( $n=6$ )

样品	本底值/(ng/mL)	加标量/(ng/mL)	测定均值/(ng/mL)	相对标准偏差/%	回收率/%
螃蟹体肉	0.114	0.2	0.286	2.5	86
		0.4	0.490	1.6	94
		0.6	0.637	4.3	87
		0.8	0.836	1.8	90
		1.0	1.018	3.8	90
花甲体肉	0.058	0.2	0.251	1.9	96
		0.4	0.460	2.7	101
		0.6	0.636	3.0	96
		0.8	0.821	6.2	95
		1.0	1.047	1.5	99

2.8 样品分析

采用建立的方法随机对市售不同水产品的各个部位的无机汞和总汞进行检测,结果见表3。

通过对实际样品的分析,发现在螃蟹样品中汞主要以有机汞形式存在,其中蟹足肉、螃蟹体肉、花甲肉、虾肉的有机汞含量相对较高,所有水产品中各个部位的含量均未超过GB 2762—2017《食品安全国家标准食品中污染物限量》中水产生物及其制品中甲基汞的限量(0.5 mg/kg)。

表3 螃蟹中有机汞和无机汞的含量结果( $n=3$ )  
Table 3 Results of the content of organic and inorganic mercury in crabs( $n=3$ )

水产品品种	水产品部位	有机汞含量/(mg/kg)	无机汞含量/(mg/kg)	水产品品种	水产品部位	有机汞含量/(mg/kg)	无机汞含量/(mg/kg)
梭子蟹1	蟹黄	0.016±0.002	0.018±0.000	闸蟹2	蟹黄	0.020±0.003	0.007±0.001
	蟹腮	0.008±0.002	0.008±0.000		蟹腮	0.011±0.000	0.006±0.000
	蟹胃	0.009±0.001	0.004±0.000		蟹胃	0.024±0.003	0.004±0.000
	蟹足肉	0.036±0.002	0.003±0.000		蟹壳	0.018±0.003	0.008±0.000
	体肉	0.043±0.002	0.003±0.001		蟹足肉	0.081±0.003	0.003±0.000
	蟹黄	0.021±0.003	0.001±0.001		体肉	0.080±0.004	0.004±0.001
	蟹腮	0.030±0.005	0.003±0.001		蟹尾	0.021±0.002	ND
	蟹胃	0.018±0.002	0.002±0.001		花甲1	花甲肉	0.014±0.002
梭子蟹2	蟹壳	0.013±0.001	0.000±0.000	花甲壳	0.006±0.000	0.007±0.000	
	蟹足肉	0.009±0.003	0.002±0.001	花甲2	花甲肉	0.018±0.001	0.004±0.001
	体肉	0.020±0.003	0.003±0.001	花甲壳	0.010±0.002	0.006±0.000	
	蟹尾	0.023±0.003	0.004±0.001	花甲3	花甲肉	0.015±0.002	0.007±0.001
闸蟹1	蟹黄	0.009±0.001	ND	花甲壳	ND	0.016±0.002	
	蟹腮	0.008±0.002	0.002±0.001	虾1	虾肉	0.028±0.002	0.003±0.001
	蟹胃	ND	0.009±0.000	虾壳	0.018±0.003	0.011±0.001	
	蟹壳	0.020±0.002	0.005±0.000	虾头	0.022±0.001	0.002±0.000	
	蟹足肉	0.011±0.002	0.002±0.000	虾2	虾肉	0.030±0.001	0.001±0.001
	体肉	0.014±0.002	0.002±0.001	虾壳	0.026±0.004	0.001±0.000	
	蟹尾	0.007±0.001	0.004±0.001	虾头	0.018±0.001	0.012±0.000	

注:ND表示未检出。

### 3 结论

本文对微型氢化物发生-原子荧光光谱法检测水产品中汞形态的几个影响因素进行了优化和讨论,并在最优的条件下对虾、蟹、花甲等各个部位进行了测定,验证了该方法的有效性。试验结果表明,以溴化剂作为氧化剂,建立的微型氢化物发生-原子荧光光谱法测定水产品中有机汞的方法是准确可行的。它具有简单、无色谱、低成本和高灵敏度的特点。基于不同汞形态不同化学的非色谱方法为汞形态分析开辟了另一条途径。适用于水产品中有机汞的准确测定。

### 参考文献:

- [1] BEŁDOWSKA M, JEŃDRUCH A, ŁĘCZYŃSKI L, et al. Coastal erosion as a source of mercury into the marine environment along the Polish Baltic shore[J]. *Environmental Science and Pollution Research*, 2016, 23(16): 16372-16382.
- [2] HU P Y, WANG X, YANG L, et al. Speciation of mercury by hydride generation ultraviolet atomization-atomic fluorescence spectrometry without chromatographic separation[J]. *Microchemical Journal*, 2018, 143: 228-233.
- [3] 陈旋,鲁秀才. 中国临沧 Q 国家级口岸边贸进境水产品甲基汞的测定[J]. *南方农机*, 2019, 50(14): 168, 176.  
CHEN X, LU X C. Determination of methylmercury in imported aquatic products from border trade at the national port of Lincang Q in China[J]. *China Southern Agricultural Machinery*, 2019, 50(14): 168, 176.
- [4] 肖亚兵,崔颖,陈文硕,等. 液相色谱-原子荧光法测定鱼肉中有机汞形态[J]. *食品研究与开发*, 2014, 35(21): 106-108.  
XIAO Y B, CUI Y, CHEN W S, et al. Determination of organic mercury speciation in fish by LC-AFS[J]. *Food Research and Development*, 2014, 35(21): 106-108.
- [5] 魏洪敏,林建奇,逯玉凤,等. 液相色谱-原子荧光光谱法检测水产品中汞形态[J]. *化学分析计量*, 2016, 25(5): 99-103.  
WEI M H, LIN J Q, LU Y F, et al. Determination of different mercury deformations in aquatic products by HPLC-AFS[J]. *Chemical Analysis and Meterage*, 2016, 25(5): 99-103.
- [6] KRATA A A, VASSILEVA E. Simultaneous speciation analysis of mercury in marine origin samples by high performance liquid chromatography and species-specific isotope dilution inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. *Talanta*, 2020, 217: 121113.
- [7] ZHANG D Y, YANG S W, MA Q F, et al. Simultaneous multi-elemental speciation of As, Hg and Pb by inductively coupled plasma mass spectrometry interfaced with high-performance liquid chromatography[J]. *Food Chemistry*, 2020, 313: 126119.
- [8] 李妍,刘书娟,江冬青,等. 气相色谱-电感耦合等离子体质谱联用技术应用于水产品中汞形态分析[J]. *分析化学*, 2008, 36(6): 793-798.  
LI Y, LIU S J, JIANG D Q, et al. Gas chromatography-inductively coupled plasma-mass spectrometry for mercury speciation in seafoods[J]. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 2008, 36(6): 793-798.
- [9] 马名扬,张丽佳,毕鸿亮,等. 超声辅助溶剂萃取-原子荧光法用于土壤中汞的形态分析[J]. *分析试验室*, 2009, 28(10): 45-48.  
MA M Y, ZHANG L J, BI H L, et al. Determination of trace mercury species in vegetable farm soils by ultrasonic-assisted solvent extraction coupled with atomic fluorescence spectrometry[J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2009, 28(10): 45-48.
- [10] 彭人勇,张丽. 水中烷基汞的检测方法研究进展[J]. *分析试验室*, 2016, 35(12): 1483-1488.  
PENG R Y, ZHANG L. Research progress on determination of alkyl mercury in water[J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2016, 35(12): 1483-1488.
- [11] 欧阳静茹,邵昭明,戚慕怡,等. 佛山市禅城区食用鱼中汞和砷形态分析及食用安全性评价[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(18): 6575-6580.  
OUYANG J R, SHAO Z M, QI M Y et al. Species analysis and safety evaluation of mercury and arsenic in edible fish in Chancheng district in Foshan city[J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2020, 11(18): 6575-6580.
- [12] 杨玲春,丁元明,王英,等. HPLC-ICP-MS 法测定牛肝菌中汞的形态[J]. *食品研究与开发*, 2018, 39(9): 108-112.  
YANG L C, DING Y M, WANG Y, et al. Determination of mercury species in boletus by HPLC-ICP-MS[J]. *Food Research and Development*, 2018, 39(9): 108-112.
- [13] 解楠,曹程明,徐红斌,等. 贝类产品中汞化合物的存在形态及检测方法研究进展[J]. *食品工业*, 2013, 34(4): 184-188.  
XIE N, CAO M C, XU H B, et al. Research progress in the speciation analysis and determination methods of mercury compounds in shellfish[J]. *The Food Industry*, 2013, 34(4): 184-188.
- [14] 郝聪聪. 鱼肉中总汞及甲基汞的快速测定方法研究[D]. 邯郸: 河北工程大学, 2020.  
HAO C C. Study on rapid determination of total mercury and methyl mercury in fish[D]. Handan: Hebei University of Engineering, 2020.
- [15] 韦丽丽. 食品中汞与汞形态分析方法研究进展[J]. *职业与健康*, 2020, 36(9): 1291-1296.  
WEI L L. Research progress on analysis methods of mercury and mercury speciation in food[J]. *Occupation and Health*, 2020, 36(9): 1291-1296.
- [16] 齐文启,汪志国,孙宗光,等. 关于 As 和 Hg 在环境中的形态及其监测分析[J]. *中国环境监测*, 2000, 16(3): 9-15.  
QI W Q, WANG Z G, SUN Z G, et al. The form and monitoring of As and Hg in environment[J]. *Environmental Monitoring in China*, 2000, 16(3): 9-15.
- [17] 柳展飞,陈罡,杨中威,等. 提高气相色谱法测定水中烷基汞的回收率方法讨论[J]. *能源环境保护*, 2019, 33(1): 48-51.  
LIU Z F, CHEN G, YANG Z W, et al. Discussion on improving the alkyl mercury recovery when applying gas chromatography[J]. *Energy Environmental Protection*, 2019, 33(1): 48-51.

- [18] 杨珍, 贺攀红, 杨有泽, 等. 以水为载体-原子荧光光谱法测定大米中的痕量砷、汞[J]. 理化检验-化学分册, 2020, 56(9): 989-993.  
YANG Z, HE P H, YANG Y Z, et al. Determination of trace arsenic and mercury in rice by atomic fluorescence spectrometry with water as carrier[J]. Physical Testing and Chemical Analysis(Part B: Chemical Analysis), 2020, 56(9): 989-993.
- [19] 王琴, 王新建, 刘妍, 等. 原子荧光法测汞过程中仪器管路污染清洗方法的研究[J]. 医学动物防制, 2019, 35(8): 777-779.  
WANG Q, WANG J X, LIU Y, et al. Research for cleaning the polluted pipe in the testing process of mercury by atomic fluorescence photometry[J]. Journal of Medical Pest Control, 2019, 35(8): 777-779.
- [20] 龚治湘. 微型多功能进样装置: CN2720448[P]. 2005-08-24.  
GONG Z X. Miniature multifunctional sampling device: CN2720448 [P]. 2005-08-24.
- [21] 刘志付. 基于紫外光化学的有机汞的氧化降解方法研究及其在汞的形态分析中的应用[C]//中国地质学会 2015 学术年会论文摘要汇编(下册). 西安: 中国地质学会, 2015: 721-725.  
LIU Z F. UV induced advanced oxidation process for the degradation of organic mercury and its application to mercury speciation by atomic fluorescence spectrometry [C]//The Abstract Compilation of the 2015 Academic Conference of the Geological Society of China (next volume). Xi'an: Geological Society of China, 2015: 721-725.
- [22] 赵凯, 杨大进. 高效液相色谱原子荧光分光光度联用法测定海产品中的甲基汞含量[J]. 中国食品卫生杂志, 2011, 23(6): 534-539.  
ZHAO Kai, YANG Dajin. Determination of methylmercury in seafood by HPLC coupled with hydride generation and AFS[J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2011, 23(6): 534-539.
- [23] 梁立娜, 江桂斌, 胡敬田. 冷蒸气发生-原子荧光光谱法测定化工废水中的无机汞和总有机汞[J]. 分析化学, 2001, 29(4): 403-405.  
LIANG Lina, JIANG Guibin, HU Jingtian. Determination of inorganic mercury and total organic mercury in chemical waste water by cold vapor generation-atomic fluorescence spectrometry[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2001, 29(4): 403-405.

加工编辑: 姚骏

收稿日期: 2020-10-29