

尿中砷的DDC-Ag分光光度法 WS / T 28-1996

1 原理 尿样经硫酸-硝酸-高氯酸消化后,在碘化钾和酸性氯化亚锡存在下,使五价砷还原成三价砷,然后与新生态氢反应,生成的砷化氢气体被二乙氨基二硫代甲酸银(DDC-Ag)-三乙醇胺的氯仿溶液吸收,生成红色络合物,比色定量。

2 仪器

- 2.1 具盖聚乙烯塑料瓶,500ml。
- 2.2 尿比重计。
- 2.3 锥形烧瓶,150ml。
- 2.4 砷化氢发生装置,见图4-1。
- 2.5 分光光度计。

3 试剂 实验用水为去离子水。

- 3.1 硫酸。
- 3.2 硝酸。
- 3.3 高氯酸。
- 3.4 硫酸溶液,1+1。
- 3.5 氯仿。
- 3.6 无砷锌粒,10~20目,蜂窝状。
- 3.7 饱和草酸铵溶液。
- 3.8 碘化钾溶液,150g/L。
- 3.9 氯化亚锡溶液,溶解40g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于40ml浓盐酸中,用水稀释至100ml。
- 3.10 乙酸铅棉花,将脱脂棉浸入乙酸铅溶液(100g/L)中,取出,沥干后烘干备用。
- 3.11 二乙氨基二硫代甲酸银-三乙醇胺氯仿吸收液溶液:溶解0.25g二乙氨基二硫代甲酸银于约20ml氯仿中,加1ml三乙醇胺,用氯仿稀释至100ml,放置过夜,过滤,保存于棕色瓶中。
- 3.12 砷标准溶液:溶解0.1320g三氧化二砷(预先在105℃烘干2h)于0.5ml 200g/L氢氧化钠溶液中,用水稀释至100ml。此溶液为1.0mg/L砷标准贮备液。临用前,用水稀释成10.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 砷标准溶液。

4 样品的采集、运输和保存 用具盖聚乙烯塑料瓶收集一次尿样约100ml。尽快测量比重后,在冷藏下运输。置于冰箱中可保存3天。

5 分析步骤

5.1 样品处理:取25ml尿样于锥形烧瓶中,加2ml硫酸和3ml硝酸,加热至液体出现棕黄色。冷却后,加1ml硝酸和0.5ml高氯酸,加热至冒白烟,溶液应无色透明,否则补加硝酸,继续加热处理。冷却后,加2ml水和4ml饱和草酸铵溶液,加热至冒白烟,持续数分钟,但不得蒸干,放冷。同时,用25ml水同样处理,作为空白对照。

5.2 标准曲线的绘制:取6个锥形烧瓶,分别加入0、0.10、0.30、0.50、1.00、1.50ml标准溶液,加水至30.0ml,制备成0.0、1.0、3.0、5.0、10.0、15.0 μg 砷标准系列。各锥形烧瓶中加入5ml硫酸溶液,加2ml碘化钾溶液,混匀,放置5min。加1ml氯化亚锡溶液,混匀后放置15min。加4g无砷锌粒,立即塞上装有乙酸铅棉花的导气管,使产生的砷化氢气体通入盛有5.0ml吸收液的刻度离心管中。反

应45min后，取下刻度离心管，用氯仿补足至5.0ml。于520nm处测其吸光度。以砷含量(μg)对相应的吸光度绘制标准曲线。

5.3 样品测定：样品经消化处理后放冷，加30ml水，3ml硫酸溶液，然后按测定标准系列的条件，测定样品和空白对照的吸光度，样品的吸光度值减去空白对照的吸光度值后，由标准曲线得砷含量(μg)。

6 计算 按下式计算尿中砷的浓度：

$$C = \frac{m}{V} \times k$$

式中：C——尿中砷的浓度， mg/L ；m——由标准曲线得砷的含量， μg ；V——分析时所用的尿样体积，ml；k——尿样换算成标准比重下浓度的校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检出浓度为 0.025mg/L (按取25ml尿样计)；测定范围为 $1\sim 15\mu\text{g}$ ；相对标准偏差为 $1.8\%\sim 5.1\%$ (尿砷含量为 $1\sim 15\mu\text{g}$ ， $n=6$)；加标回收率为 $91.0\%\sim 94.4\%$ (加标量为1、5、 $7\mu\text{g}$ ， $n=6$)。

7.2 锌粒的表面积与砷的还原反应有很大关系，10~20目的锌粒反应平稳。

7.3 反应溶液的酸度在 1.25mol/L 硫酸溶液时最佳。尿样消解时，温度不能过高，否则会造成砷的损失。

7.4 铈(含量大于 $50\mu\text{g}$)对砷的测定有明显的正干扰，铬(含量高于 $30\mu\text{g}$)会产生负干扰。但通常情况下，不会存在如此高的铈和铬。

7.5 本法由上海市杨浦区中心医院曹通和鲁翼雯等同志研制。