

## 尿中砷的新银盐分光光度法

1 原理 尿样经混合酸与钼酸钠溶液催化消化后，用碘化钾和酸性氯化亚锡将五价砷还原成三价砷，然后与新生态氢反应，生成的砷化氢气体在聚乙烯醇表面活性剂的保护下，与吸收液中的银离子作用形成单质银胶态，使溶液呈黄色，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，100ml。

2.4 砷化氢发生装置。

2.5 分光光度计。

3 试剂 实验用水为去离子水。

3.1 消解混合液：称取8g钼酸钠，溶于150ml水中，加入150ml硫酸(优级纯)和75ml高氯酸(优级纯)，摇匀。

3.2 硫酸溶液，1+1。

3.3 无砷锌粒：10~20目，蜂窝状。

3.4 碘化钾溶液，150g/L。

3.5 氯化亚锡溶液：称取40g氯化亚锡，溶于40ml盐酸(优级纯)中，用水稀释至100ml。在冰箱中可保存1个月。

3.6 乙酸铅棉花：将脱脂棉浸于100g/L乙酸铅溶液中2h，取出，沥除过量的溶液，干燥后装管使用。

3.7 硝酸银溶液：称取1.0g硝酸银，溶于少量水中，加入2.0ml硝酸(优级纯)，用水稀释至100ml，贮于棕色瓶中。

3.8 聚乙烯醇溶液：称取0.5g聚乙烯醇于100ml烧杯中，加水100ml，加热至完全溶解后，盖上表面皿煮沸10min。冷却后补水至100ml，混匀。临用时配。

3.9 乙醇，95%(V/V)。

3.10 砷化氢吸收液：将硝酸银溶液、聚乙烯醇溶液和乙醇按1+1+2比例混合，充分摇匀后使用。临用时配制。

3.11 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1.0mg/ml砷标准贮备液。临用前，用水稀释成1.0μg/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尿液100ml以上，尽快测量比重后，在冷藏下运输，置于冰箱中可保存2周。

### 5 分析步骤

5.1 样品处理：尿样从冰箱中取出，充分摇匀。取10.0ml尿样置于砷化氢反应瓶中，供测定。同时取10.0ml水，同样处理，作为空白对照。

5.2 工作曲线的绘制：取6个砷化氢反应瓶，分别加入0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0ml砷标准溶液，各加水至10ml。分别含0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0μg砷标准系列。向各瓶中加入4.0ml硝化混合液，放在预先升温至100℃的电热板上，提高温度至180℃进行消化。待冒白烟后，液体呈黄色透明为止。取下冷却，加30ml水、3.0ml硫酸溶液、2ml碘化钾溶液及1ml氯化亚锡溶液，混匀，放置15min。于吸收管中分别加入5.0ml砷化氢吸收液。连接好吸收装置。然后向各反应瓶内倾入预先称好的5g无砷锌粒，立即塞紧瓶塞(最好用水封一下)，在常温下反

应1h。以吸收液做参比，于410nm波长处测定其吸光度。以吸光度对砷含量( $\mu\text{g}$ )绘制标准曲线。

5.3 样品测定：按测定标准系列的操作条件，测定样品和空白对照溶液，样品的吸光度值减去空白对照的吸光度值后，由标准曲线得样品中砷的含量( $\mu\text{g}$ )。

6 计算 按式(1)计算尿样中砷的浓度：

$$C = \frac{m}{V} \times k \quad (1)$$

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

## 7 说明

7.1 本法最低检出浓度为 $0.013\text{mg/L}$ (按取 $10\text{ml}$ 尿样计)；测定范围为 $0.5\sim 4\mu\text{g}$ ；相对标准偏差为 $3.8\%\sim 4.7\%$ (砷含量为 $0.5\sim 4\mu\text{g}$ ,  $n=6$ )；尿样加标回收率为 $90\%\sim 103\%$ (加标量为 $0.5$ 、 $1.0$ 、 $1.5\mu\text{g}$ ,  $n=6$ )。

7.2 锌粒的表面积与砷的还原反应有很大关系， $10\sim 20$ 目的锌粒反应平稳。

7.3 硫化氢和磷化氢可干扰反应，采用乙酸铅脱酯棉可去除干扰。锑含量高于 $0.1\text{mg/L}$ 时，可干扰测定，但尿中一般不会存在这么高浓度的锑。

7.4 尿样消解时，温度不能超过 $200^\circ\text{C}$ ，以防止造成砷的损失。

7.5 本法由中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所乔静榕同志研制。