

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) 一三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 μg/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1~15μg；相对标准偏差为1.8%~5.1%(尿砷含量为1~15μg，n=6)；加标回收率为91.0%~94.4%(加标量为1、5、7μg，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50μg)对砷的测定有明显的正干扰，铬(含量高于30μg)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。