

尿中砷的氢化物发生——原子吸收光谱法

WS / T 29-1996

1 **原理** 尿样用混合酸消化，以破坏有机物。加入硼氢化钠，产生的砷化氢被输到火焰燃烧器上的石英管中，在193.7nm波长下，用原子吸收光谱法测定砷的含量。

2 仪器

- 2.1 具盖聚乙烯塑料瓶，50ml，500ml。
- 2.2 尿比重计。
- 2.3 锥形烧瓶，100ml。
- 2.4 电热板。
- 2.5 容量瓶，25ml。
- 2.6 氢化物发生系统。
- 2.7 原子吸收分光光度计，具石英管和砷空心阴极灯。

3 **试剂** 实验用水为去离子水。

- 3.1 混合酸，3+1+1硝酸(高纯)+硫酸(高纯)+高氯酸(优级纯)。
- 3.2 盐酸(高纯)溶液，30% (V / V)。
- 3.3 氢氧化钠，优级纯。
- 3.4 氢氧化钠溶液：称取1g氢氧化钠，溶解于水后，稀释至100ml。
- 3.5 还原剂：称取3g硼氢化钠，溶解于氢氧化钠溶液中，加至100ml。
- 3.6 砷标准溶液：溶解0.1320g三氧化二砷(预先在105℃烘干2h)于5ml盐酸溶液中，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1.0 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班后尿，混匀后，尽快测定比重。取20ml尿，放入50ml具盖聚乙烯塑料瓶中，在室温下应尽快运输。置于4℃下可保存2周。

5 分析步骤

5.1 样品处理：取5.0ml尿样于锥形烧瓶中，加入1ml混合酸，置于电热板上，在较低温度下加热消化(必要时加少量硝酸防止碳化)至溶液澄清或白色残渣，冒尽白烟。冷却后，用水溶解，定量转移到容量瓶中，加水至25ml刻度，混匀，供测定。同时取5.0ml水同样品处理，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、0.05、0.10、0.20、0.30、0.40ml标准溶液，各加正常人混合尿5.0ml，制备成0、10、20、40、60、80 μg/L砷标准系列。按样品处理步骤进行操作，得25ml溶液，混匀。取出5.0ml于氢化物发生装置的反应瓶中，加入20ml盐酸溶液，与氢化物发生装置连接；加入硼氢化钠溶液，产生的砷化氢，用氩气输送到空气 / 乙炔火焰上的石英管中。将原子吸收分光光度计调节到最佳测定状态。在193.7nm波长处，测定砷原子的吸收峰高。减去第1管的峰高值后，与相应的砷浓度(μg/L)绘制标准曲线。

5.3 样品测定：按测定标准系列的仪器操作条件测定样品和空白对照溶液。将测得的样品峰高值减去空白对照的峰高值后，由标准曲线得尿样中砷的浓度(μg/L)。

6 **计算** 按下式计算尿中砷的浓度：

$$C=c \times k$$

式中：C——尿中砷的浓度，μg/L；c——由标准曲线得的砷浓度，μg/L；k——尿样换算成标准比重下浓度的校正系数。

7 说明

7.1 本法的最低检测浓度为 $2\mu\text{g/L}$ (按取5ml尿样计)；相对标准偏差为7.0%~9.1%(n=6)；尿样加标回收率为97.5%~113.6%(加标浓度为20~80 $\mu\text{g/L}$)。

7.2 职业接触者砷的排出很快，尿样采集时间可以在班末。尿样不需加任何保存剂。

7.3 氢化物发生的条件应根据不同仪器调节至最佳测定条件。载气可以用氮气代替氩气。盐酸溶液和还原剂的浓度对氢化反应的影响很大，同一批样品要严格保持一致。

7.4 1倍量以上的 Se^{4+} ，10倍量以上的 Cr^{6+} 有明显负干扰，但一般尿样中干扰元素的含量均未达到干扰水平。用尿样加标制备的标准曲线，足以消除可能存在的干扰。

7.5 尿样含砷量超出测定范围，可将样品液增加稀释倍数后测定，计算时乘上稀释倍数。

7.6 本法由广东省职业病防治院王俊等同志研制。