

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 769—2024

全血中砷的测定 氢化物发生原子荧光法

Determination of arsenic in total blood by hydride generation atomic
fluorescence spectrometry

2024 - 07 - 10 发布

2024 - 07 - 16 实施

广西标准化协会 发布

前 言

本文件参照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广西壮族自治区职业病防治研究院提出并宣贯。

本文件由广西标准化协会归口。

本文件起草单位：广西壮族自治区职业病防治研究院、南宁市疾病预防控制中心、贵港市疾病预防控制中心、广西壮族自治区分析测试研究中心、广电计量检测（南宁）有限公司。

本文件主要起草人：朱定姬、何宗剑、肖梅、曾永芳、陈思伊、朱杰、梁善范、宁攀良、覃利梅、周武旺、李燕、卿郅聪、李凤标、陈桂鸾、肖艳。

全血中砷的测定 氢化物发生原子荧光法

1 范围

本文件描述了全血中砷的氢化物发生原子荧光测定方法。
本文件适用于急性砷中毒或慢性砷中毒人员全血中砷含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GBZ/T 295 职业人群生物监测方法 总则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

全血经酸加热消解后，加入硫脲抗坏血酸使五价砷预还原为三价砷，再加入硼氢化钾使三价砷还原生成砷化氢，由载气（氩气）载入石英原子化器中分解为原子态砷，在砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度在固定条件下与被测液中砷浓度成正比，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明外，所用试剂均为分析纯及以上，水为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

5.1 试剂

- 5.1.1 氢氧化钠（NaOH）。
- 5.1.2 硫脲（ $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ ）。
- 5.1.3 抗坏血酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ）。
- 5.1.4 硼氢化钾（ KBH_4 ）。
- 5.1.5 硝酸（ HNO_3 ）。
- 5.1.6 硫酸（ H_2SO_4 ）。
- 5.1.7 高氯酸（ HClO_4 ）。
- 5.1.8 盐酸（ HCl ）。
- 5.1.9 氩气：纯度不低于 99.99%。

5.2 试剂配制

- 5.2.1 氢氧化钠溶液（40 g/L）：称取 4.0 g 氢氧化钠（5.1.1），溶于水并稀释至 100 mL，混匀。
- 5.2.2 氢氧化钠溶液（5 g/L）：称取 5.0 g 氢氧化钠（5.1.1），溶于水并稀释至 1 000 mL，混匀。
- 5.2.3 硼氢化钾溶液（10 g/L）：称取 10.0 g 硼氢化钾（5.1.4），溶于氢氧化钠溶液（5.2.2）中并稀释至 1 000 mL 混匀。临用现配。
- 5.2.4 硫脲+抗坏血酸溶液（50 g/L）：称取 50.0 g 硫脲（5.1.2），加约 800 mL 水溶解，再加入 50.0 g 抗坏血酸（5.1.3），稀释至 1 000 mL，混匀。临用现配。

5.2.5 消解液：V（硝酸）:V（硫酸）:V（高氯酸）= 3:1:1。

5.2.6 盐酸溶液（5+95）：量取 50 mL 盐酸（5.1.8），缓缓加入 950 mL 水中，混匀。

5.3 标准品

三氧化二砷(As_2O_3)：国家认可或有证标准物质。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 标准储备液（100 $\mu\text{g/mL}$ ）：准确称取于 105 $^\circ\text{C}$ 干燥 2 h 的三氧化二砷 0.1320 g，加入 10 mL 氢氧化钠溶液（5.2.1）和少量水溶解，转入 1000 mL 容量瓶，加 5 mL 盐酸（5.1.8），用水稀释至刻度，混匀。标准储备液也可采用国家认可或有证标准物质的砷标准溶液。

5.4.2 标准应用液（1.0 $\mu\text{g/mL}$ ）：准确吸取标准储备液（5.4.1）1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加入盐酸溶液（5.2.6）稀释至刻度，混匀。临用现配。

6 仪器设备

6.1 原子荧光光谱仪：配砷空心阴极灯。

6.2 电子天平：感量为 0.1 mg 和 10 mg。

6.3 恒温干燥箱。

6.4 恒温电热板。

6.5 三角烧瓶：25 mL。

6.6 容量瓶：100 mL 和 1000 mL。

6.7 具塞刻度试管：10 mL。

7 样品采集与保存

全血的采集与保存按照 GBZ/T 295 执行。

8 分析步骤

8.1 样品预处理

从冰箱中取出全血液，恢复至室温，摇匀，准确吸取 1.00 mL 全血于三角烧瓶中，加入 1.0 mL 水，加入两颗小玻璃珠，加 3.0 mL 消解液（5.2.5），在恒温电热板上加热至 150 $^\circ\text{C}$ ，保持 30 min，升温至 200 $^\circ\text{C}$ ，保持 20 min 后升温至 270 $^\circ\text{C}$ ，继续消解至冒白烟，液体近干，取下冷却至室温，加入 1.0 mL 硫脲+抗坏血酸溶液（5.2.4），放置 30 min 后转移至 10 mL 具塞刻度试管中，加入盐酸溶液（5.2.6）稀释至 10 mL，混匀，待测。

8.2 试样空白

吸取 1.0 mL 水代替全血，按 8.1 的要求处理。

8.3 标准曲线绘制

取 6 支具塞刻度试管，依次准确加入标准应用液（5.4.2）0.00 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.15 mL、0.20 mL 和 0.30 mL，各加水至 1.0 mL，加入 1.0 mL 硫脲+抗坏血酸溶液（5.2.4），放置 30 min，各加入盐酸溶液（5.2.6）稀释至 10 mL，混匀，待测。相当于砷浓度 0.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、15.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 和 30.0 $\mu\text{g/L}$ 。以砷质量浓度为横坐标，原子荧光强度为纵坐标，制作标准曲线。求回归方程和相关系数。

8.4 样品测定

8.4.1 仪器参考条件

根据仪器性能调至最佳状态。光电倍增管负高压：270V；灯电流：60mA；原子化器温度：200℃；载气流量：400mL/min；原子化器高度：8mm；屏蔽气流量：800mL/min。以盐酸溶液（5.2.6）为载流，硼氢化钾溶液（5.2.3）为还原剂，以氩气（5.1.9）为载气。

8.4.2 样品测定

按标准曲线绘制的仪器条件测定试样空白和样品溶液。

9 结果计算及表述

全血中砷含量按式（1）计算。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——全血中砷的含量，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- ρ ——全血消解液中砷的含量，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- ρ_0 ——试样空白中砷的含量，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- V ——全血的取样量，单位为毫升（mL）；
- V_1 ——全血消解液定容总体积，单位为毫升（mL）。

当砷含量 $\geq 10.0 \mu\text{g/L}$ 时，计算结果保留三位有效数字；当砷含量 $< 10.0 \mu\text{g/L}$ 时，计算结果保留两位有效数字。

10 其他

本法方法检出限为 $0.38 \mu\text{g/L}$ ；方法定量下限为 $1.27 \mu\text{g/L}$ ；测定范围为 $0.0 \mu\text{g/L} \sim 300.0 \mu\text{g/L}$ ；正常人混合血样加标回收率为 $94.4\% \sim 104.2\%$ （加标浓度 $30.0 \mu\text{g/L}$ 、 $100.0 \mu\text{g/L}$ 、 $200.0 \mu\text{g/L}$ ），精密度为 $0.5\% \sim 3.4\%$ （ $n=6$ ）。

中华人民共和国团体标准
全血中砷的测定 氢化物发生原子荧光法
T/GXAS 769—2024
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究