



Arseen voorscreening in urine

Ron v.'t Hart
A. Schweitzerziekenhuis Dordrecht

Dit epistel uit de Ph. Eur 3rd edition 1997 is een poging om de voorheen door ons gehanteerde bepaling uit Ned. Ph. Ed VI, die gebruik maakt van hetzelfde reactiemechanisme en hetzelfde kunstige glazen meetapparaat te updaten met de variant uit de Ph Eur 3rd edition 1997. Mijn voorkeur gaat na het doorwerken van onderstaand epos nog steeds uit naar de werkwijze zoals in de Ed. VI. Zowel de bepaling uit Ned. Ph. Ed VI als die uit de Ph Eur 3rd edition 1997 zijn een bruikbare voorscreening op arseen. De laatste keer dat de screening succesvol is ingezet bij een intoxicatie, dateert echter al van iets meer dan 10 jaar geleden! Het betrof een preparateur van dieren, die bij zijn handwerk o.a. gebruik maakte van Sapo Arsenicalis, zie foto. Hij had overduidelijk getracht zijn tong te prepareren, want we hebben nog vele dagen na inname arseen kunnen aantonen.



Werkwijze

Monster:
25 ml urine

Standaard:
Standaard arseen (1 mg/liter) pipetteer 0,1 ml van de stockoplossing arseen in een maatkolf van 100 ml, vul aan met water tot 100 ml. (Dit is oplossing S). Vers bereiden.

1. Pipetteer in de erlenmeyer van 100 ml:
2. Standaard: 1 ml oplossing S en voeg 25 ml water toe.
3. Blanco: 25 ml water.
4. Monster: 10 ml urine en voeg 15 ml water toe.
5. Voeg toe aan elk van de erlenmeyers:
6. 15 ml zoutzuur 37% , meng.
7. 0,1 ml tin(II)chloride oplossing, meng.
8. 5 ml kaliumjodideoplossing, meng.
9. Laat 15 minuten staan.
10. Voeg 5 gram geactiveerd zink toe en sluit de erlenmeyer **direct** met het van loodacetaat watten en mercuribromide papier voorziene opzetstuk af.
11. Plaats de kolf in enkele cm diep koud water. Tijdens de reactie mag er geen vloeistof/schuim het loodacetaatpapier of het mercuribromidepapier bereiken.
12. Beoordeel na 2 uur de onderzijde van de mercuribromidepapier-strippen
13. De blanco moet kleurloos zijn, bij afwijking van kleurloos is de test NIET geldig.
14. De standaard moet een citroengele vlek te zien geven, bij afwijking (kleurloos of duidelijk anders gekleurde vlek) is de test NIET geldig.
15. Als de intensiteit van de citroengele vlek lichter geel is dan die van de standaard dan bedraagt de hoeveelheid arseen in de urine minder dan 100 µg arseen/liter.
16. Als de intensiteit van de vlek donkerder geel is dan die van de standaard, dan bedraagt de hoeveelheid arseen meer dan 100 µg arseen/liter.

Opmerkingen:
R.C. Baselt, blz 32, second edition 1987, geeft als normaalwaarden in urine 10-30 µg/l, chronische intoxicatie 50-5000 µg/l en acute vergiftiging

1000 – 20000 µg/l arseen. Zij bewerkten de monsters voor door ze droog of nat te verassen. Nat verassen levert alleen de anorganische arseenwaarden, droge verassing de som van anorganisch en organisch arseen. Een bij ons aanwezig artikel (preciese bron helaas onbekend) vermeldt ook dat "om tijd te winnen een destructiestap is weggelaten en dat daarom de gebruikte methode (een iets andere dan de hier beschreven methode) wat te lage uitkomsten kan geven. Als destructie heeft de methode volgens Orheim de voorkeur". De hier gevolgde methode wordt in de Ph. Eur. alleen gebruikt voor grondstoffencontrole.

Reagentia:

1. Loodacetaatwatten;
Meng 10 delen van een oplossing van 95 gram loodacetaat/liter met 1 deel 2 M azijnzuur (12 gram ijsazijn tot 100 ml met water). Een praktische hoeveelheid is bijv. 0.95 gram loodacetaat/10 ml + 1 ml 2 M azijnzuur. Drenk hierin de vetvrije katoenwatten, laat de watten uitlekken (niet uitknippen) en droog de watten, bijvoorbeeld in de droogstoof bij 60 °C. Bewaar de watten in een goed afgesloten glazen pot. Houdbaar tot 5 jaar na aanmaak.
2. Mercuribromide papier;
Los 50 gram kwik(II) bromide op in 1000 ml alcohol 96% v/v. Drenk in deze oplossing S&S nr 597 filtreerpapier en laat aan de lucht drogen. Knip het filtreerpapier in stroken van minimaal 15x20 mm en bewaar deze donker in een goed afgesloten bruin glazen pot. Houdbaar tot 5 jaar na aanmaak. Een praktische hoeveelheid is 1,5 ml oplossing; 75 mg kwik(II)bromide/1,5 ml alcohol 96% v/v, dit is voldoende voor ruim één rond stuk S&S nr. 597 met een diameter van 125 mm.
3. Tin(II)chloride oplossing;
20 gram tin + 85 ml zoutzuur 37%, niet al het tin gaat in oplossing, gebruik de bovenstaande oplos-

sing. Vers bereiden. Een praktische hoeveelheid is 1 gram tin met 4 ml zoutzuur 37%.

4. Kaliumjodide oplossing; 166 gram KI/liter water (1 M), vers bereiden. Een praktische hoeveelheid is 3,3 gram KI/20 ml water.
5. Chloroplatinazuur oplossing; 50 mg chloroplatinazuur ($\text{H}_2\text{Cl}_6\text{Pt}_6 \text{H}_2\text{O}$)/liter. Een praktische hoeveelheid is 100 ml. Vers bereiden.
6. Geactiveerd zink; Weeg voldoende zinkpellets of cilindervormige stukken zink – 5 gram per monster/standaard – af in een erlenmeyer van bijvoorbeeld 100 ml. Giet zoveel van de chloroplatinazuuroplossing over het zink dat deze geheel onder de vloeistof staat. Giet na 10 minuten de vloeistof af en dep het zink meteen droog. Vers bereiden.
7. Arseen stockoplossing 1000 mg arseen/liter; Weeg 330 mg arseentrioxyde (As_2O_3) af in een bekersglas van

25 ml, los op in 5 ml 2 M NaOH oplossing, breng kwantitatief over in een maatkolf van 250 ml, vul aan met water tot 250 ml. Houdbaar tot 5 jaar na aanmaak.

Apparatuur:

Apparaat voor de bepaling van de grensreactie op arseen uit de Ph Eur 3rd edition 1997.

Breng in de onderste buis (het gedeelte 170 mm) een prop loodacetaatwatten van 50 à 60 mg, hou de prop los, niet vast aandrukken.

Breng het stukje mercuribromidepapier tussen de vlakgeslepen verbrede buisdelen, dusdanig dat de buisopeningen geheel bedekt zijn. Houdt beide buisdelen op elkaar met behulp van 2 veertjes of elastiekjes. Het bij ons aanwezige apparaat (Ph. Ned. Ed. VI) heeft een kortere onderbuis en een wat anders geconstrueerde opening onderin deze buis.

Veiligheid:

Arsentrioxyde As_2O_3 (CAS-No. [1327-53-3]): sterk vergift, niveau-2, werk met handschoenen.

Loodacetaat $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (CAS-No. [301-04-2]): vergift, werk met handschoenen.

KwikIbromide, mercuribromide, HgBr_2 (CAS-No. [7789-47-1]):

vergift, werk met handschoenen.

Chloroplatinazuur $\text{H}_2\text{Cl}_6\text{Pt}_6 \text{H}_2\text{O}$ (CAS-No. [16941-12-1;0 water]):

werk met handschoenen.

Zoutzuur 37% HCl (CAS-No. [7647-01-0]): sterk zuur, verwerken in de zuurkast met handschoenen, veiligheidsbril.

Milieu:

De arsentrioxyde, loodacetaat, kwikIbromide en chloroplatinazuur bevattende oplossingen/producten afvoeren als zware metalen bevattend afval.

Opmerkingen:

Vooraf niet aan beginnen!