

液相色谱-原子荧光联用仪测定农产中无机砷

摘要：本文采用我公司LC-AF 7590型液相色谱-原子荧光联用仪测定农产中无机砷的含量。该方法在(5~100) $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内线性相关系数 > 0.999 ，样品加标回收率在(86.7~108.6)之间，精密度良好。

砷是一种毒性较高污染元素，其天然形态中无机砷As，包括As(III)和As(V)具有较高的毒性，有机砷则相对毒性较低，仅有一甲基砷(MMA)、二甲基砷(DMA)具有较低毒性，其它有机砷则基本无毒，农产品中常见的砷甜菜碱(AsB)、砷胆碱(AsC)和砷糖(AsS)等均属此类。所以一般情况下可简单的认为无机砷的含量基本能够反映有毒砷的含量，这也是测量无机砷的卫生学基础。

1. 原理：

粮食中无机砷经稀硝酸提取后，以液相色谱进行分离，分离后的目标化合物在酸性环境下和硼氢化钾反应，生成气态砷化合物，以原子荧光光谱仪进行测定，按保留时间定性，外标法定量。

2. 实验部分

2.1 仪器和设备

LC-AF 7590 型液相色谱-原子荧光联用仪、高速粉碎机、离心机、PH计、天平、恒温干燥箱。

2.2 试剂

磷酸氢二铵、盐酸、硝酸、磷酸、氢氧化钠、硼氢化钾、亚砷酸根溶液标准物质、一甲基砷溶液标准物质、二甲基砷溶液标准物质、砷酸根溶液标准物质。

2.3 实验条件

2.3.1 液相色谱参考条件

色谱柱：PRP-X100 阴离子交换色谱柱(柱长：250mm，内径：4.1mm)、PRP-X100 阴离子交换色谱保护柱(柱长：250mm，内径：4.1mm)。
流动相：12mmol/L 磷酸氢二铵，流动相流速：1.0mL/min。

2.3.2 原子荧光参考条件

负高压：320V，灯主电流：60mA，灯辅电流：40mA。

载液：盐酸溶液，流速：5mL/min；还原剂硼氢化钾流速：5mL/min；载气：100 mL/min。

3. 样品分析

3.1 样品预处理

在采样和制备过程中应注意不使试样污染。

粮食去杂物后粉碎均匀，装入洁净瓶中，密封保存备用。

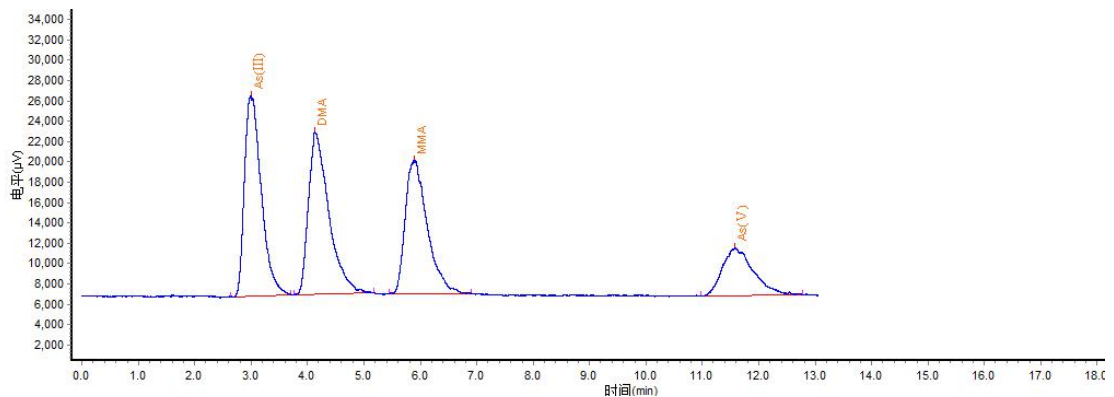
3.2 试样提取

称取适量粮食试样于塑料离心管中，加入硝酸溶液放置过夜。恒温箱中热浸提 2.5h，。提取完毕，取出冷却至室温，离心 15min，取上清液，经有机滤膜过滤后进样测定。按同一操作方法做空白试验。

3.3 标准曲线的制作

配置标准系列溶液的浓度分别为 0.0ng/mL、5.0ng/mL、10.0ng/mL、20.0ng/mL、50.0ng/mL、100.0ng/mL。

吸取标准系列溶液进样分析，以保留时间定性，以标准系列溶液中的目标化合物浓度为横坐标，色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。标准溶液色谱图见下图：



标准溶液色谱图

4. 实验结果

对浓度均为100 $\mu\text{g/L}$ 的As(III)、DMA、MMA、As(V)的4种As形态，混合标准溶液连续平行测定7次，各形态的精密度RS为:As(III) 0.99%、DMA 1.64%、MMA 0.82%、As(V) 2.92%。进样量100 μL ，以3倍基线噪声计算各形态的检出限各形态的检出限为:As(III) 0.054 $\mu\text{g/L}$ 、DMA 0.10 $\mu\text{g/L}$ 、MMA 0.11 $\mu\text{g/L}$ 、As(V) 0.26 $\mu\text{g/L}$ 。当各As形态浓度范围为(5 ~ 100) $\mu\text{g/L}$ 、各形态均可得到良好的线性关系，线性相关系数均大于等于0.9999。对目标物加标浓度为20 $\mu\text{g/L}$ 时，样品加标回收率在(86.7~108.6)之间。

	As 形态	大米	小麦	糯米	玉米
样品中含量 (mg/kg)	As(III)	0.09	0.00	0.06	0.00
	As(V)	0.00	0.00	0.00	0.00

5. 结论

本方法应用高压液相色谱-氢化物发生原子荧光联用技术,分离各种砷形态,检测标准方法处理过程的中间产物,为客观的反映样品中各种砷形态并提供可靠的分析结果建立非常使用的方法。