

Prin-Cen 高效快速测定食品中的无机砷解决方案(LC-AFS)



说明：此方法适用GB5009.11-2014中三类样品的分析，也适用GB2762-2017中有无机砷限值要求的样品

内容

- 一、试剂准备
- 二、仪器条件
- 三、标准溶液的配制
- 四、样品前处理
- 五、分析说明

一、试剂准备

1、标准溶液：国家标物中心

AsB: 0.518 $\mu\text{mol/g}$

DMA: 0.706 $\mu\text{mol/g}$

As³⁺: 1.011 $\mu\text{mol/g}$

MMA: 0.335 $\mu\text{mol/g}$

As⁵⁺: 0.233 $\mu\text{mol/g}$



2、试剂：优级纯HNO3，甲醇，正己烷，prin-cen ONLY WATER KIT

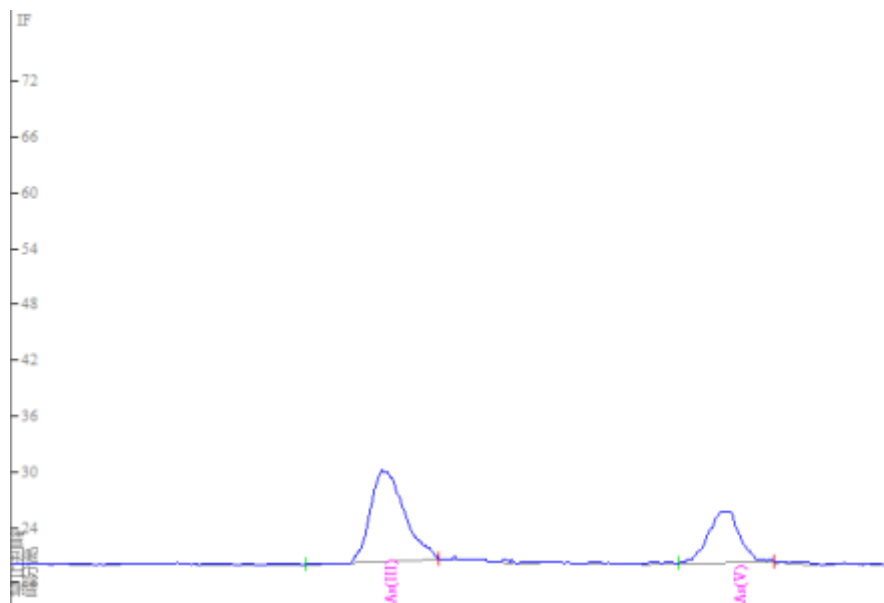
3、耗材：50ml离心管，15ml离心管，C18小柱、0.45um滤膜，5ml注射器

二、仪器条件

液相参数		原子荧光仪参数	
色谱柱	As Spec Guard column + As Spec Fast Column	负高压	270V
流动相	ONLY WATER KIT for A FS 10X Mobile Phase,用 超纯水稀释10倍	灯电流	砷灯, 60mA
流速	流动相: 1mL/min 还原剂: 5% HCl 2mL/m in, 1% KBH ₄ +0.5% Na OH 2mL/min	载气流量	400mL/min
进样量	100 μL	积分时间	0.5秒
运行时间	5.5 min	采样时间	5.5 min

三、标准溶液的配置

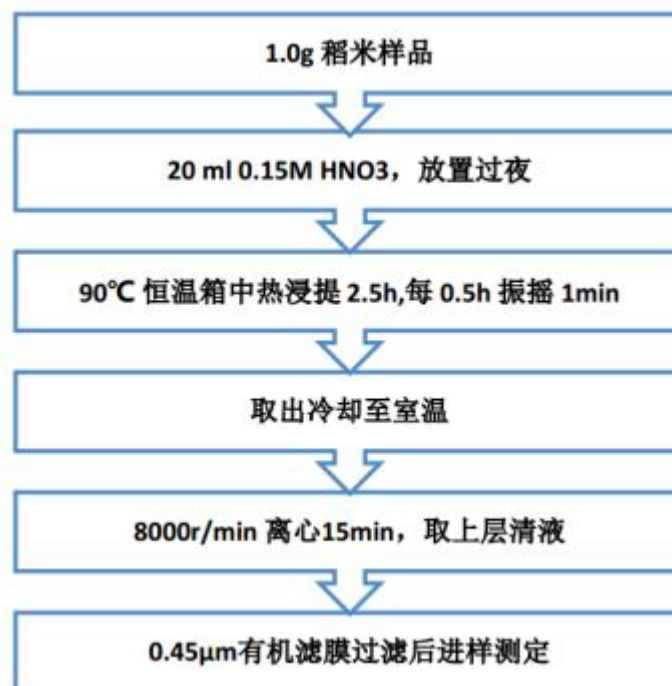
用纯水把五种砷形态配成1ppm的储备液，把1ppm的储备液稀释到200ppb的中间液，将200ppb的中间液用纯水逐级稀释到0ppb、1ppb、2ppb、5ppb、8ppb、10ppb、20ppb，然后直接进样。

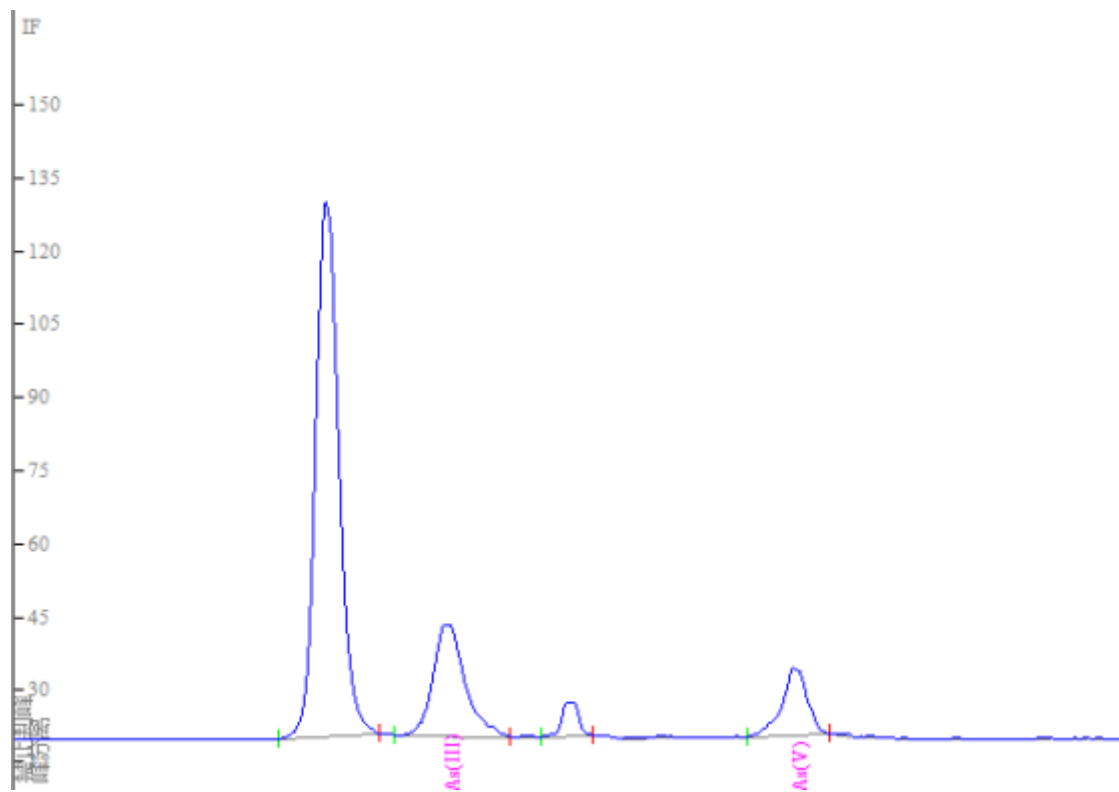


2ppb 2种砷形态标准溶液色谱图

四、样品前处理

1、稻米样品





NIST有证标物1568b色谱图

Table 2. Certified Mass Fraction Values (Dry-Mass Basis) for Selected Arsenic Species in SRM 1568b

Arsenic Species	Mass Fraction (mg/kg, as As)	Coverage Factor, <i>k</i>
Dimethylarsinic acid (DMA) ^(a,b,c)	0.180 ± 0.012	2.0
Monomethylarsonic acid (MMA) ^(a,c)	0.0116 ± 0.0035	2.0
Inorganic arsenic (iAs) ^(a,c,d)	0.092 ± 0.010	2.0

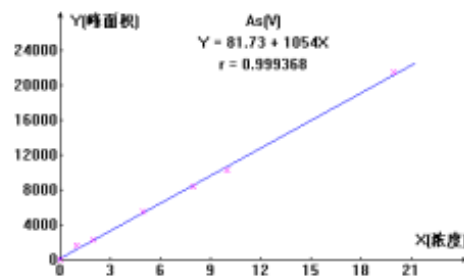
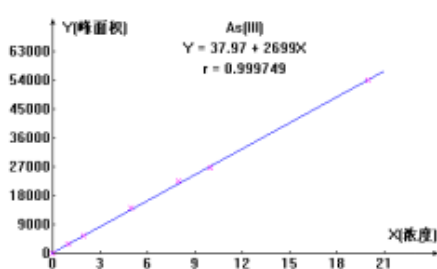
^(a) NIST IC/ICP-MS

^(b) NIST LC/MS/MS

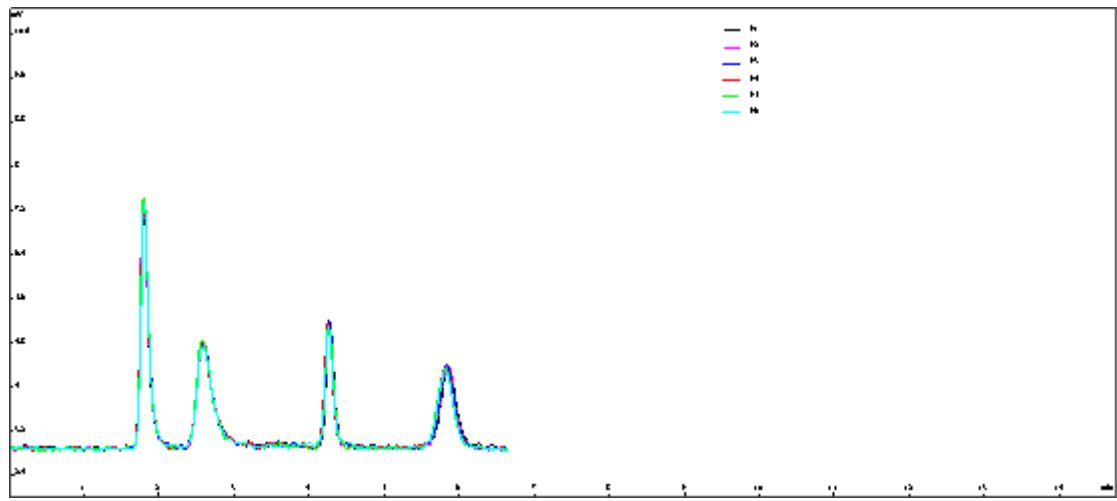
^(c) NMIJ IC/ICP-MS

^(d) As (III) and As (V), reported as total inorganic arsenic (iAs)

1568b证书无机砷标称值



两种砷形态线性



6针5ppb4种砷形态叠加，5ppb浓度下各种形态信噪比S/N均大于30以上

五、分析说明

- 1、由于砷形态存在不同形态的转化，特别在低浓度时，As³⁺和As⁵⁺很容易发生相互转化，建议配置好的标液要尽快上机测试。
- 2、建议使用Prin-Cen的ONLY WATER KIT只加水分析包，无需繁琐地配置流动相，便捷、省时的用户体验。
- 3、AsB在没开紫外消解的情况下，在原子荧光上响应值不高，甚至不响应，故可以降低AsB对无机砷定量的干扰。