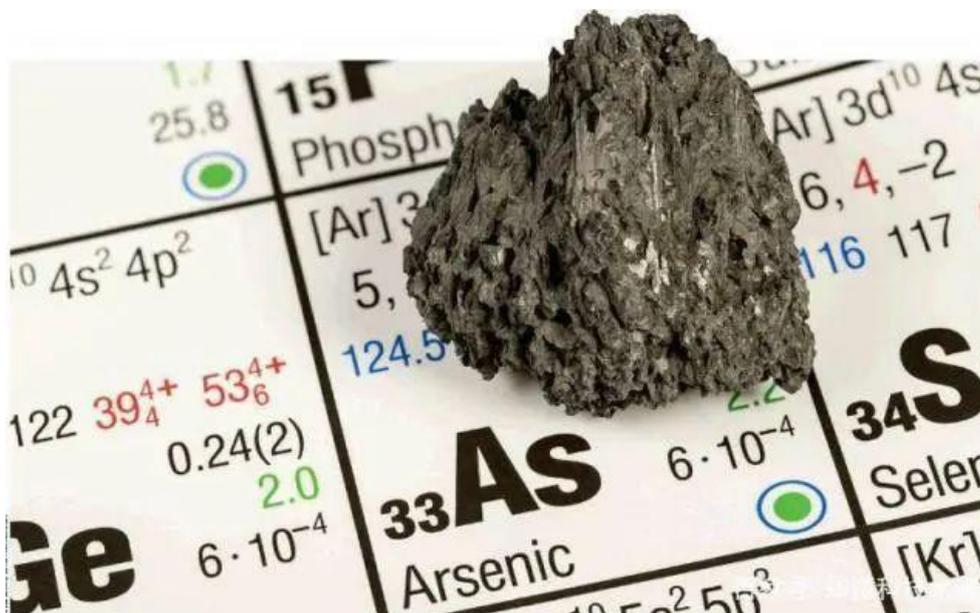


谱临晟应对 2023 年国抽新增无机砷检验项目提供解决方案



砷广泛存在于自然界中，主要的砷化合物形态有无机砷，常见的有 As 5+（砷酸盐）、As 3+（亚砷酸盐）；有机砷 MMA（一甲基砷）、DMA（二甲基砷）、AsB（砷甜菜碱）、砷糖等。一般认为，无机砷 As 5+和 As 3+毒性最大。砷中毒主要由砷化合物引起，三价砷化合物的毒性较五价砷为强，其中以毒性较大的三氧化二砷（俗称砒霜）中毒为多见，口服 0.01 ~ 0.05g 即可发生中毒，致死量为 0.76 ~ 1.95mg/kg。

最近，国家食品安全监督抽检新增了无机砷检验项目，小编对此新增的无机砷项目进行总结：

类别	国抽新增检验项目
大米	无机砷（以 As 计）
天然矿泉水	总砷（以 As 计）
饮用纯净水	总砷（以 As 计）
米粉	无机砷（以 As 计）
其他饮用水	总砷（以 As 计）
山梨酸钾（食品添加剂）	砷（As）
糖精钠（食品添加剂）	总砷（以 As 计）
甜蜜素（食品添加剂）	砷（As）

本文对国家食品安全监督抽检新增无机砷项目提供了两种解决方案：GB5009.11 第一法 LC-AFS、GB5009.11 第二法 LC-ICP-MS。

方案一：本方案用大米作为样品，使用第一法 LC-AFS 进行检验分析：

01 试剂准备

a.标准溶液：

DMA: 0.706umol/g

As 3+: 1.011umol/g

MMA: 0.335umol/g

As 5+:0.233umol/g

b.试剂：优级纯 HNO₃

c.耗材：50ml 离心管、15ml 离心管、0.45um 滤膜、5ml 注射器、1.5mlPP 材质进样小瓶

02 分析条件

a.仪器参数：

液相参数		原子荧光仪参数	
色谱柱	As Spec Guard Cloumn+As Spec Fast Cloumn	负高压	270V
流动相	ONLY WATER KIT for 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/min, 1%KBH ₄ +0.5%KOH 2mL/min	载气流量	400mL/min
进样量	100 μ L	积分	0.5 秒

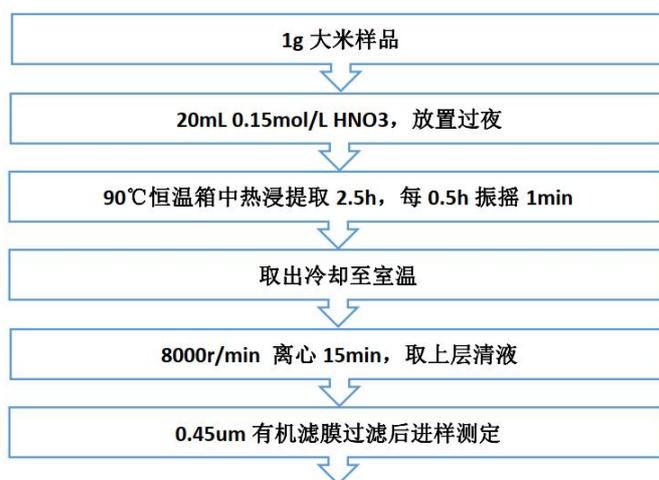
		时间	
运行时间	5.5min	采样时间	5.5min

b.仪器:



谱临晟 ELSPE-2 与原子荧光组成 LC-AFS 联用, 可兼容各品牌型号的原于荧光

03 样品处理

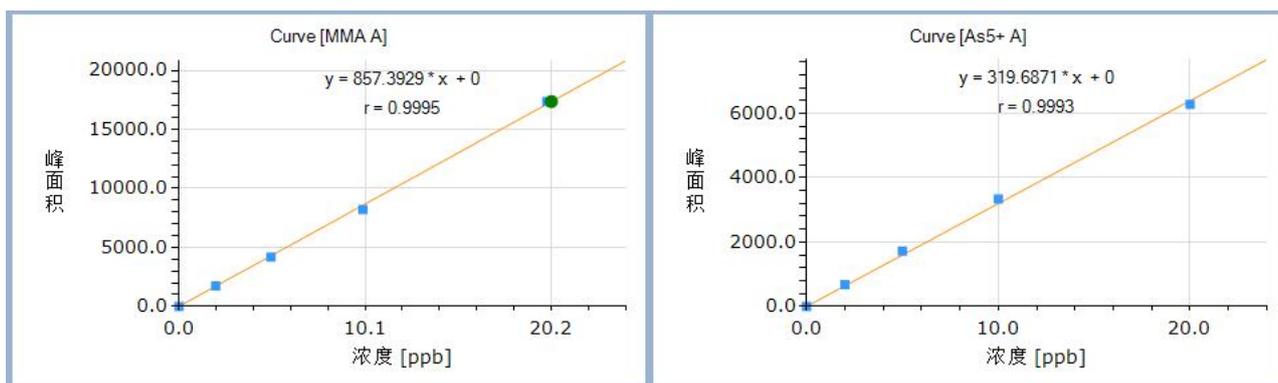
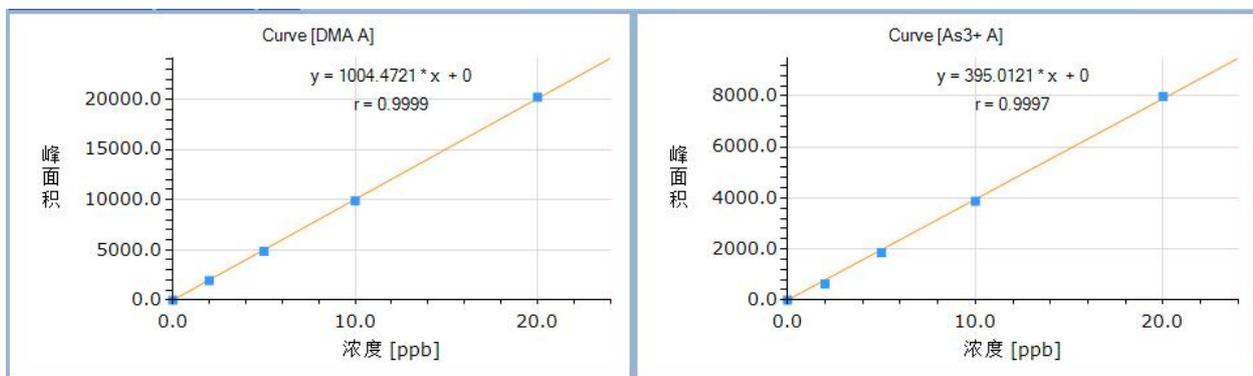


04 标准系列

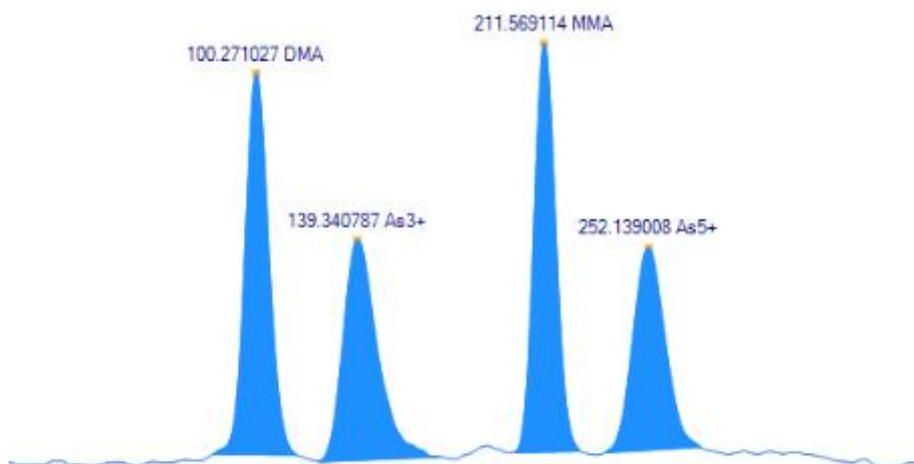
用 0.15mol/L 硝酸溶液把 4 种砷形态配成 1ppm 储备液, 把 1ppm 的储备液稀释到 200ppb 的中间液, 将 200ppb 的中间液用 0.15mol/L 硝酸溶液逐级稀释到 0ppb、2ppb、5ppb、10ppb、20ppb, 然后直接进样。

05 标准曲线

a. DMA、As 3+、MMA、As 5+线性均优于 0.999:



b. 10ppb 标准溶液图谱:



06 样品图谱

大米样品图谱:



07 计算检出限

以 3 倍信噪比对应的浓度作为检出限，结果如下：

组分	浓度 (ppb)	峰高 (uAU)	信噪比	检出限(ppb)
DMA	2	240.93662	57.497	0.1044
As3+	2	72.89806	25.684	0.2336
MMA	2	204.16395	48.721	0.1231
As5+	2	82.72684	19.742	0.3039

方案二——本方案用食用菌松茸作为样品，使用第二法 LC-ICP-MS 进行检验分析：

01 试剂准备

a. 标准溶液：

AsB: 0.518umol/g

DMA: 0.706umol/g

As 3+: 1.011umol/g

MMA: 0.335umol/g

As 5+:0.233umol/g

b.试剂： 优级纯 HNO₃

c.耗材： 50ml 离心管、15ml 离心管、0.45um 滤膜、5ml 注射器、1.5mlPP 材质进样小瓶

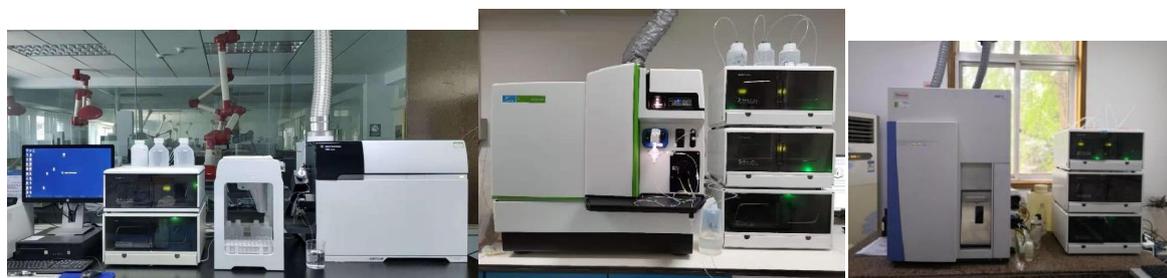
02 分析条件

a.仪器参数：

液相参数		ICP-MS 参数	
色谱柱	As Spec Guard Cloumn+As Spec Fast Cloumn	监测 离子	As ⁷⁵ Cl ³⁵
流动相	ONLY WATER KIT for ICPMS 10X Mobile Phase 用超纯水稀释 10 倍(硝酸铵流动相梯度模式)	模式	标准模式 (No Gas) 或者 He 模式 (As Spec column 属于阴离子交换柱， 可以把 Cl 离子和砷形态分离，故可 以避免 ArCl 干扰)

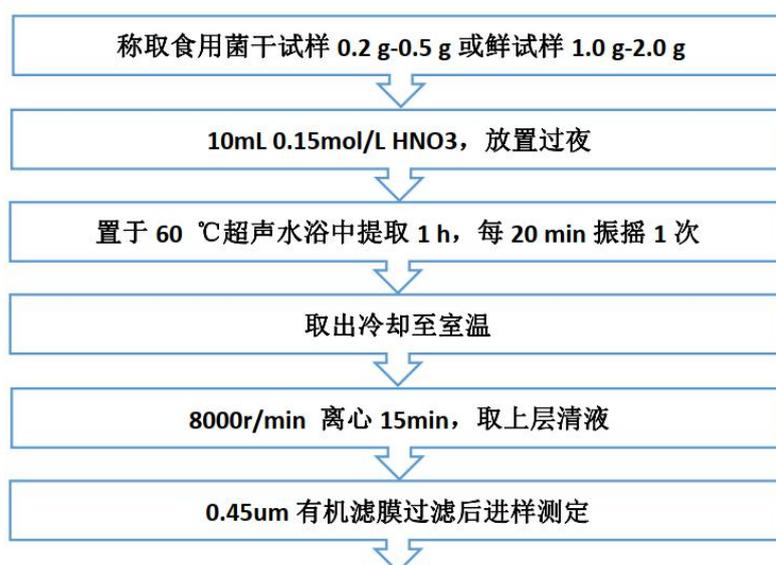
流速	1.2mL/min	雾化流量	1.0L/min
进样量	20 μL	积分时间	0.5 秒
运行时间	5.5min	采样时间	5.5min

b. 仪器:



谱临晟 ELSPE-2 与各品牌 ICP-MS 联机

03 样品处理

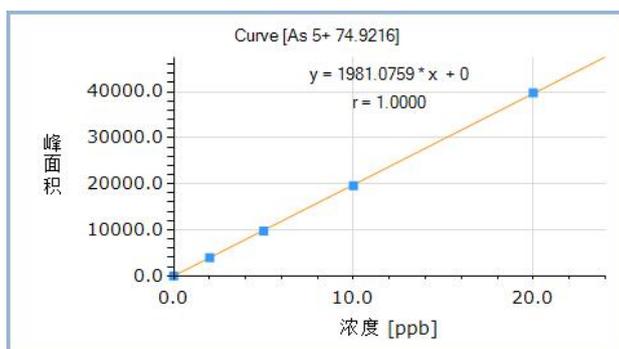
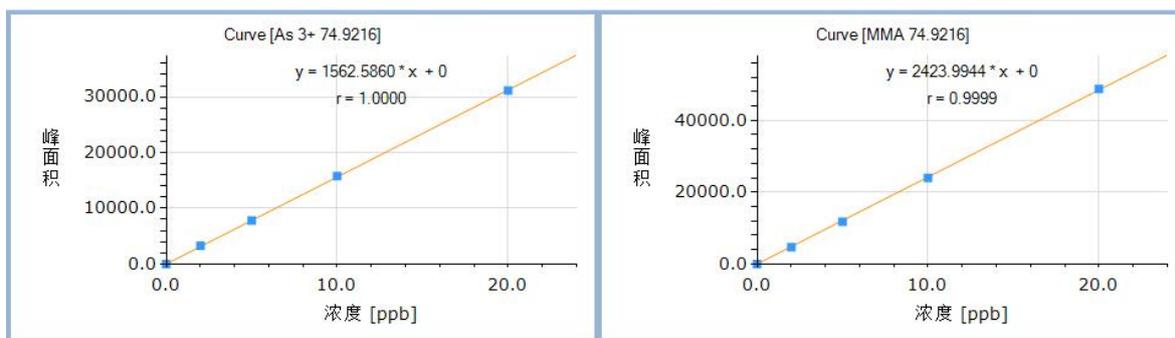
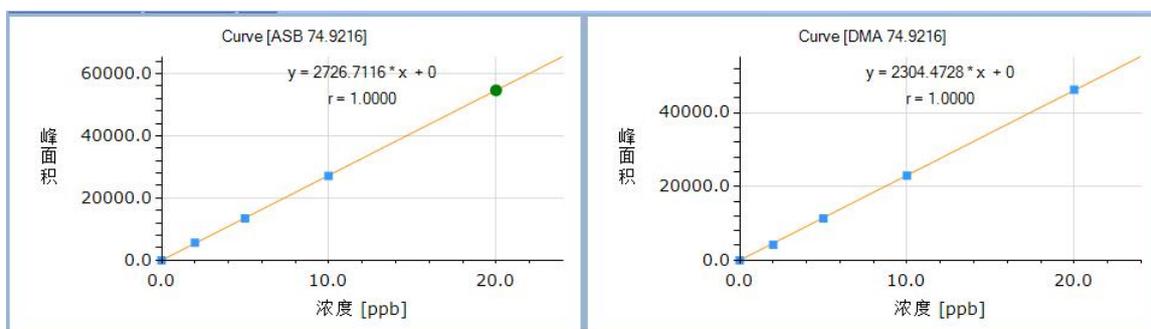


04 标准系列

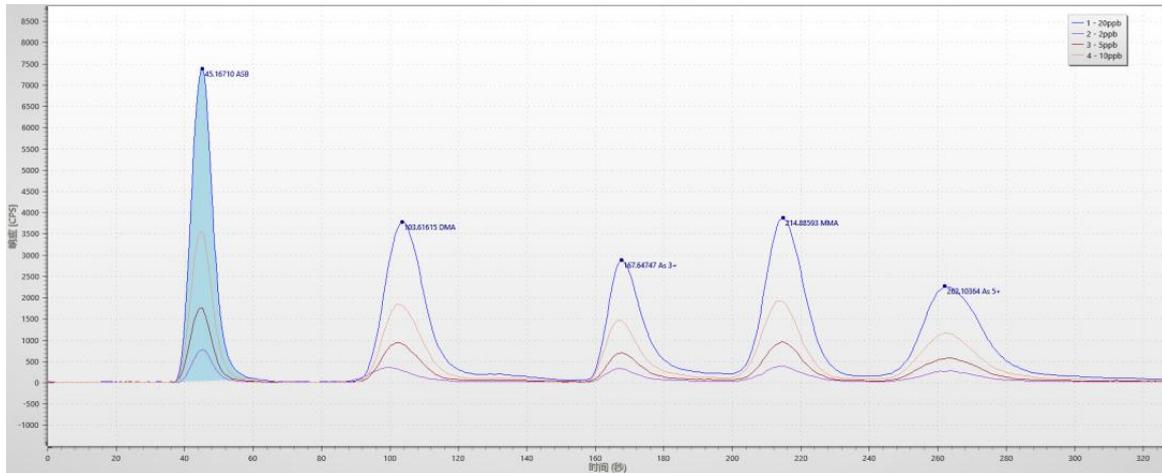
用 0.15mol/L 硝酸溶液把 5 种砷形态配成 1ppm 储备液，把 1ppm 的储备液稀释到 200ppb 的中间液，将 200ppb 的中间液用 0.15mol/L 硝酸溶液逐级稀释到 0ppb、2ppb、5ppb、10ppb、20ppb，然后直接进样。

05 标准曲线

a.AsB、DMA、As 3+、MMA、As 5+线性均优于 0.999:

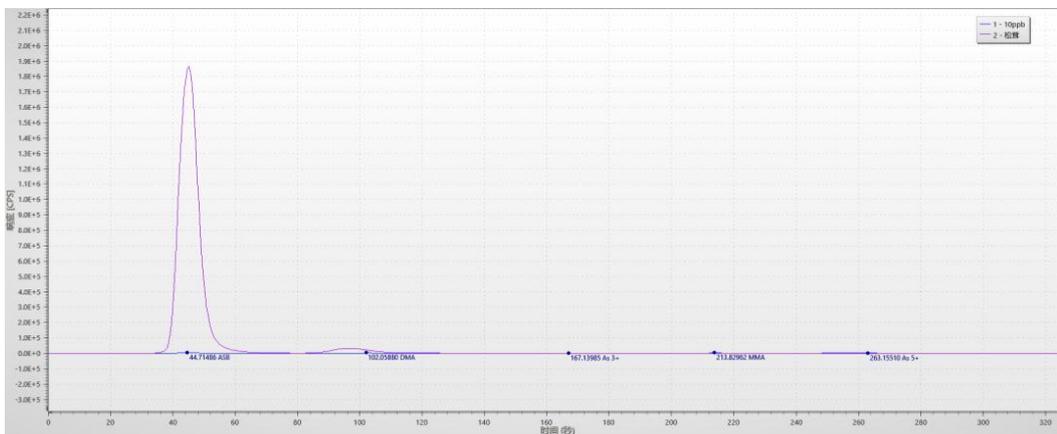


b. 标准曲线图谱:

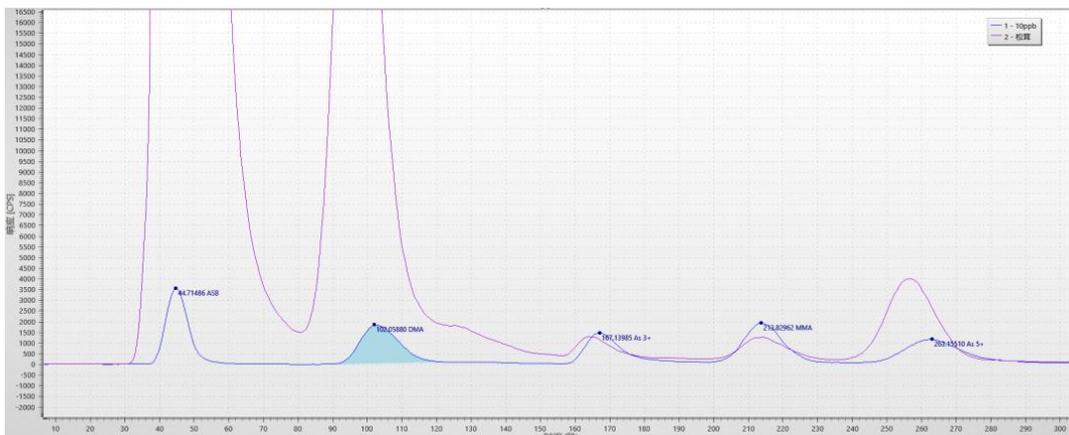


06 样品图谱

a. 松茸样品与 10ppb 标准溶液图谱:



b. 松茸样品与 10ppb 标准溶液放大图谱:



07 计算检出限

组分	浓度 (ppb)	峰高 (CPS)	信噪比	检出限(ppb)
AsB	2	760.43221	231.377	0.0259
DMA	2	324.92433	155.769	0.0385
As3+	2	303.59815	108.797	0.0551
MMA	2	359.65021	107.88	0.0556
As5+	2	248.78078	122.607	0.0489

小结

目前大多数实验室在元素形态遇到的问题：

1.LC-AFS 法：仪器灵敏度不理想、试剂消耗非常多、分析时间长、色谱柱分离度欠佳（PRP-X 色谱柱寿命短，进样 400 针左右后，As 3+和 DMA 就分不开了）。

2.LC-ICP-MS 法：分析时间长、流动相复杂（盐分高、含有机相），色谱柱分离度欠佳。

谱临晟科技元素形态分析解决方案拥有四大核心技术：

1.可与任何型号 ICP-MS 联用。

2.与 AFS 组成 LC-AFS 时，具有高效率的氢化物发生，具有很高的仪器灵敏度：DMA 可达到 0.10ppb，As 3+可达到 0.23ppb，MMA 可达到 0.12ppb，As 5+可达到 0.30ppb。与 ICP-MS 组成 LC-ICP-MS 时，具有非常高的仪器灵敏度：

AsB 可达到 0.03ppb，DMA 可达到 0.04ppb，As 3+与 MMA 都可达 0.06ppb，As 5+可达到 0.05ppb。

3.谱临晟自主研发的色谱柱技术，具有出色的分离度，6min 内可完成五种砷形态的分析。

4.“只需水”分析包，操作简便，加水即用。