

LC-AA 方法分析食品中的形态砷

砷元素有很多的形态:包括 As(III), As(V), 一甲基砷(MMA), 二甲基砷(DMA), 砷胆碱(AsB), 砷甜菜碱(AsC)以及砷糖等, 而且砷的毒性等很大程度上取决于它的形态, 无机砷 [As(III)和 As(V)]毒性很大, 少量就能致死, 甲基砷的毒性比无机砷毒性小了千倍, 但也有研究指出三价的甲基砷可能对人体神经系统的毒害非常大, 更复杂形态的砷的毒性大大降低, 砷胆碱(AsB), 砷甜菜碱(AsC)以及砷糖基本上可以认为是无毒的, 因此只给出总砷的测定结果远远不够, 更多的工作应当集中测定分析砷的各种形态, 这对于我国砷污染工作的调查的开展以及治理, 以及相关产品的进出口, 都是至关重要的。

用于生物样品中的砷形态分析方法较多, 可以用酶、甲醇-水、氯仿-甲醇-水和 Tris HCl 作提取液, 进行超声提取、振摇提取、微波提取和索氏萃取。由于生物样品中有机物较多, 砷的赋存形式又以有机砷为主, 因此以甲醇-水为提取液, 在控制条件下微波消解的方法较其他方法好。不仅有机砷形态提取率高, 而且耗时短。

LC-AA 砷形态分析系统利用液相对不同形态的砷进行分离, 然后进入原子吸收进行检测, 购机以及维护成本都比较低, 操作方面也非常简单。

■ 仪器

LC-10Ai HPLC System: CBM-102,
Rheodyne 9725i 手动进样器,

AA-6800, HVG

■ 分析条件

色谱柱: Hamilton 阴离子交换柱
PRP-X100 (250mm × 4.6mm)
PEEK
流动相: 20mM 磷酸氢二铵 (pH 6.02)
流速: 1.1 mL/min
进样体积: 100μL

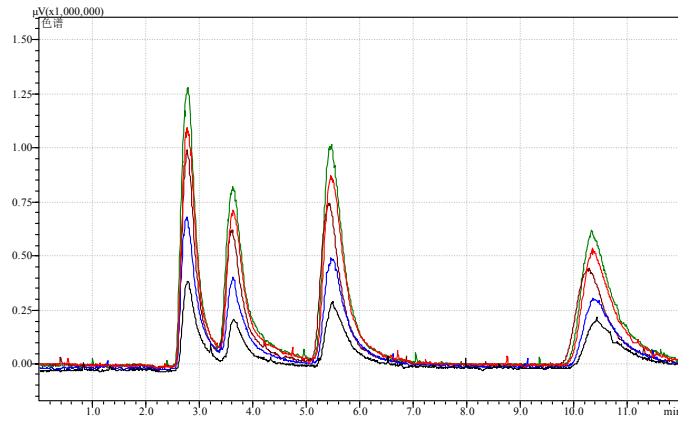
检测器: AA-6800
分析波长: 193.7nm
采样频率: 2 Hz
HVG 条件: 15% HCl 1.5% KBH₄ 0.5%
NaOH

■ 分析结果

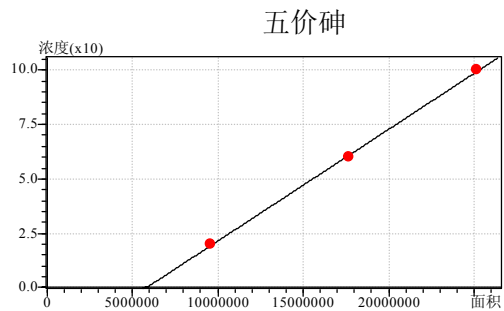
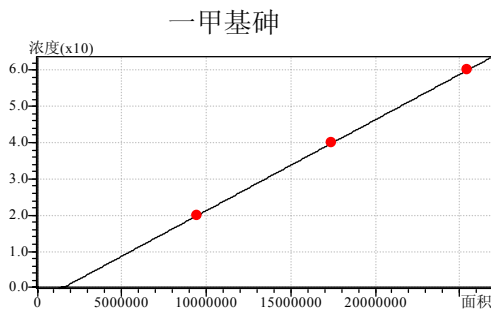
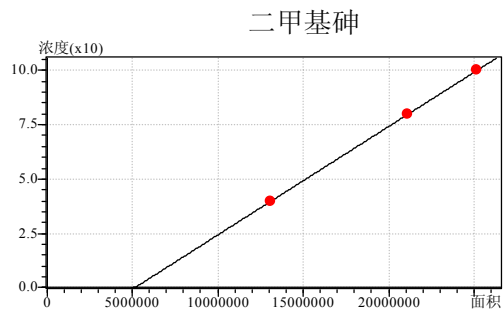
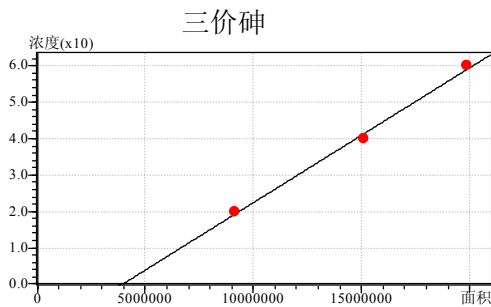
标准样品: As(III), As(V), MMA 和 DMA.

标准品的 5 种浓度水平如下 (单位: μg/L)

level	As(III)	DMA	MMA	As(V)
1	20	20	20	20
2	40	40	40	40
3	60	60	60	60
4	80	80	80	80
5	100	100	100	100



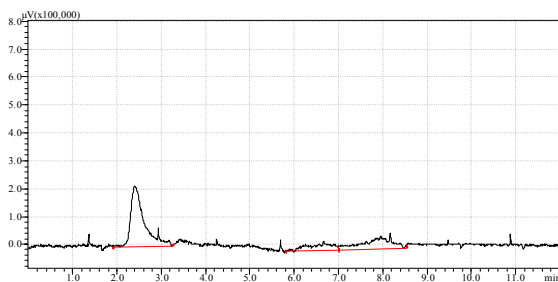
根据样品浓度取其中三点做工作曲线:



	RT(min)	Calibration Curve R ²
As(III)	2.774	0.9956
DMA	3.644	0.9951
MMA	5.485	0.9995
As(V)	10.430	0.9967

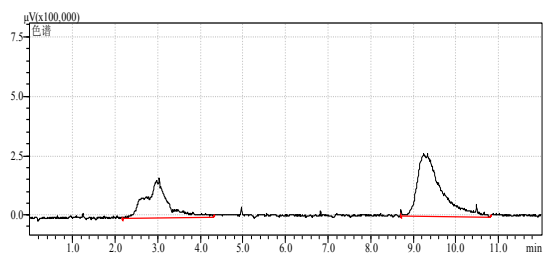
■ 样品分析

1 黄花鱼



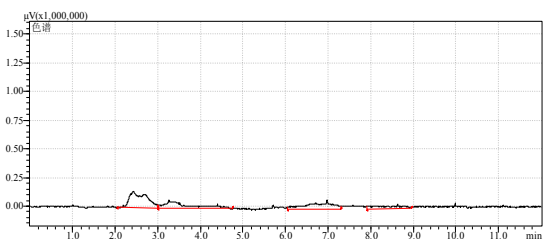
	RT(min)	Concentration(μg/L)
As(III)	2.406	5.1
DMA	-	-
MMA	-	-
As(V)	-	-

2 黄瓜



	RT(min)	Concentration($\mu\text{g/L}$)
As(III)	3.007	11
DMA	-	-
MMA	-	-
As(V)	9.251	26

3 大米



	RT(min)	Concentration($\mu\text{g/L}$)
As(III)	2.427	2.6
DMA	3.295	0.9
MMA	-	-
As(V)	-	-

注：数据出自岛津公司北京分析中心