

方法开发报告

IC-iCAP Q ICPMS 测定食品中砷形态.doc

检测项目	食品中亚砷酸根、砷酸根、一甲基砷、二甲基砷、砷甜菜碱
仪器型号	IC 1100 iCAP Q ICP-MS Qc
色谱柱类型及尺寸	IonPac AS7(4×250mm)
淋洗液组成及流速	7mmol 乙酸钠; 2mmol 磷酸二氢钠; 0.2mmol EDTA(2Na); 1% 无水乙醇, 用氢氧化钠水溶液调 pH=10.8 左右
仪器参数	RF 功率(W)1550
	冷却气(L/min)14
	辅助气(L/min)0.8
	雾化气(L/min)1.0
	驻留时间(ms)200
	Q Cell 气体(mL/min)4.0(He)
	KED 电压(v)3
	分析元素 75As
方法开发	潘炜娟
审核	荆淼

1. 样品前处理

试样用粉碎机粉碎混匀。准确称取 0.5g, 加入 24mL 去离子水, 涡旋混匀后, 超声萃取 30min, 加入 1mL 3%乙酸溶液, 混匀后, 于 4°C 冰箱中静置 5min, 取上清液过 0.45μm 过滤膜, 滤液注入离子色谱进行分析。

2. 试剂及配制

无水乙酸钠 (分析纯, 国药集团)

磷酸二氢钠 (分析纯, 国药集团)

乙二胺四乙酸二钠(EDTA(2Na)) (分析纯, 上海试剂四厂)

50%氢氧化钠水溶液 (西格玛)

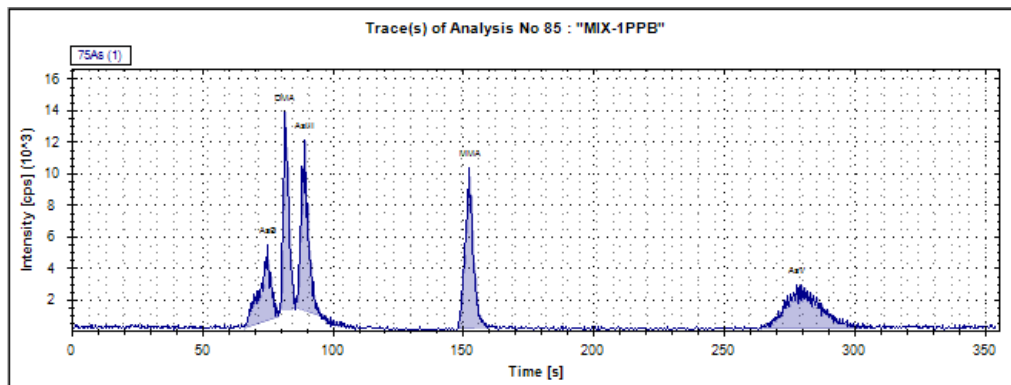
无水乙醇 (Optimal Grade, Fisher Scientific)

乙酸溶液 (HPLC, Fisher Scientific)

亚砷酸根、砷酸根、一甲基砷、二甲基砷、砷甜菜碱形态标液 (中国计量科学研究院)

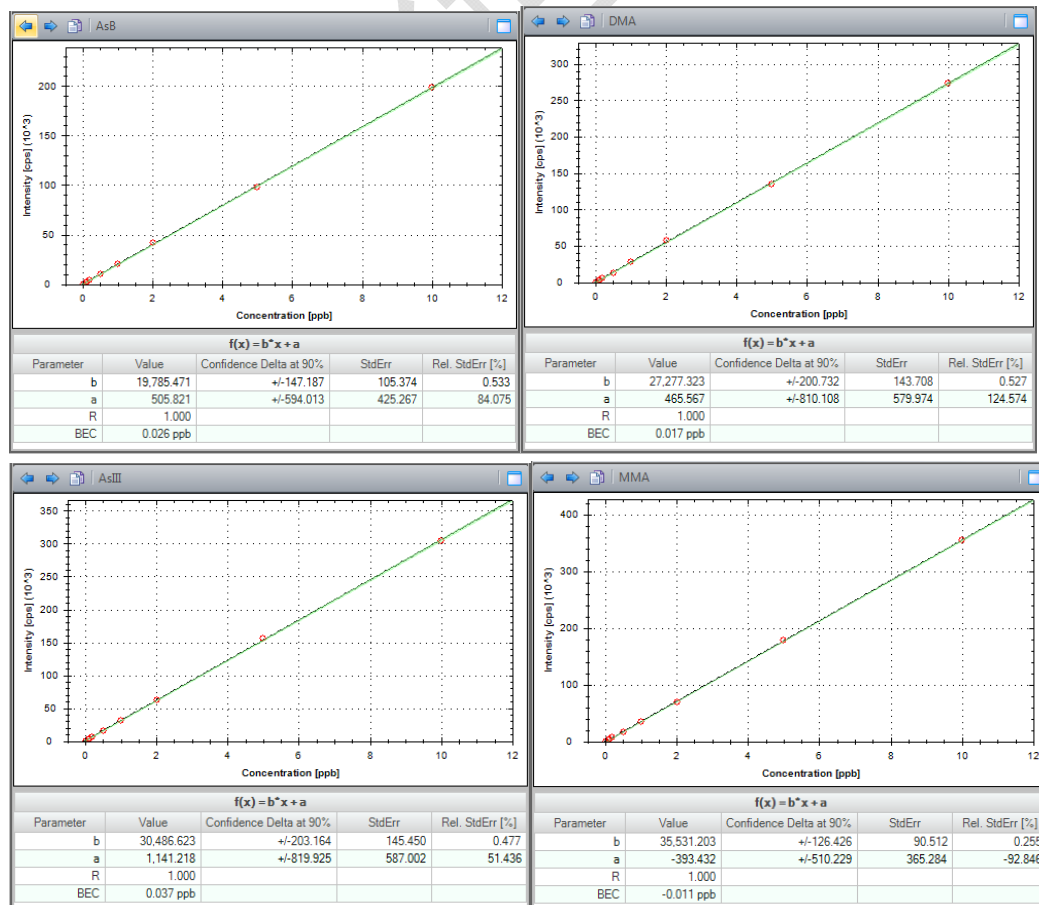
3.标准溶液色谱图

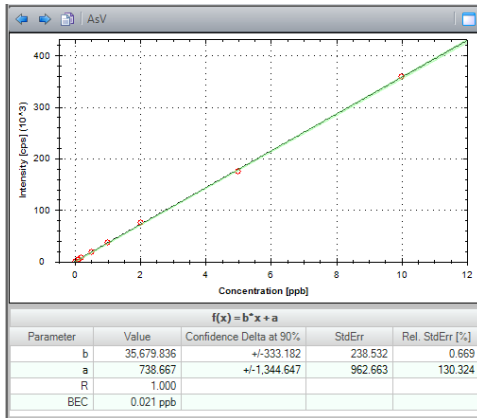
如图所示为校准溶液五种砷形态色谱分离图，AsB、DMA、AsIII、MMA、AsV 相对保留时间分别为：75s、85s、92s、152s、280s，总分离时间约为 320s.



4.线性和线性范围

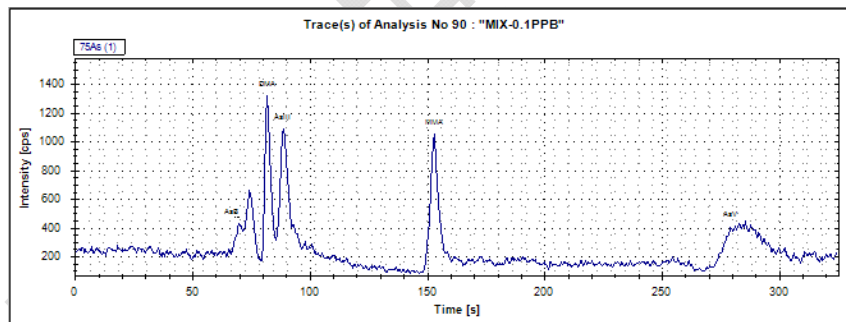
分别取不同浓度的砷形态标准溶液，用 0.15%乙酸溶液稀释成 0、0.1、0.2、0.5、1.0、2.0μg /L 混合标准溶液（浓度分别以亚砷酸根、砷酸根等基团计），作工作曲线。





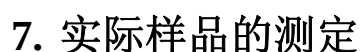
5. 检出限

如下图所示为 0.1 μ g/L 混合标准溶液色谱图，以各形态峰附近基线处三倍信噪比峰高($N \times 3 = 60$ counts)对应浓度作为检出限，溶液中 AsB、DMA、AsIII、MMA、AsV 的检出限分别为：0.015 μ g/L、0.0055 μ g/L、0.0071 μ g/L、0.0069 μ g/L、0.020 μ g/L，相应本方法中这五种形态的检出限分别为：0.75 μ g/kg、0.27 μ g/kg、0.35 μ g/kg、0.34 μ g/kg、1.0 μ g/kg。



6. 重复性

分别对标液重复测试三次，均能得到较好的重复性。以 1 μ g/L 标准溶液为例，如下图所示，给出了三次测试的色谱重叠图。



样品名称 (µg/kg)	砷甜菜碱	二甲基砷	亚砷酸根	一甲基砷	砷酸根
米粉	2.115	21.763	15.408	5.34	42.88
鸡肉	48.6	NA	/	3.81	4.389
鱼肉	183	/	/	NA	NA
奶粉	4.171	NA	NA	NA	NA
蔬菜	1.087	1.310	NA	NA	51.17

8. 回收率

[illegible]