

根据GB5009.11-2024分析 糙米粉中无机砷及总砷的含量

作者 陈文卿

上海屹尧仪器科技发展有限公司

前言

砷（As）是一种存在于自然界中的元素，以其潜在的毒性而闻名。它可以以多种形式存在，包括有机砷和无机砷。

其中无机砷对人类健康的威胁更大，被世界卫生组织列为一类致癌物。无机砷的危害在于，它可以通过皮肤吸收进入血液循环，积累后可引起急性或慢性中毒。高浓度的无机砷接触会导致急性中毒，表现为恶心、呕吐、腹泻等症状。

相对而言，有机砷的毒性比无机砷要低得多。有机砷化合物的可以通过降解产生无机砷，因此在大剂量摄入有机砷的情况下，也可能引发砷中毒的风险。



随着人们对砷的认识不断深入，砷的未来研究方向和发展趋势也日益明朗。一方面，人们将继续探索砷的毒性机制和解毒方法，以期找到更有效的降低砷毒性的途径；另一方面，人们也将关注砷的环保替代材料的研究与开发，以减少对砷的依赖和降低环境污染。

同时，随着科技的进步和环保意识的提高，砷的应用领域也将不断拓展和优化。例如，在新能源领域，砷化物可能作为一种新型的光电材料得到应用；在生物医药领域，砷化合物可能具有潜在的抗癌、抗病毒等生物活性。

综上所述，砷作为一种具有独特性质和广泛应用的元素，其毒性、存在形式、应用领域以及未来发展方向都值得我们深入研究和关注。通过不断探索和创新，我们有望更好地利用砷的优势，同时降低其潜在的风险和危害。

本研究根据 GB 5009.11-2024 标准方法，采用屹尧 M6 微波消解仪进行样品提取，再经过谱临晟 HPLC 和衡昇 iQuad 2300a ICP-MS 联用对糙米粉质控样（P17683）中的无机砷和总砷的含量进行快速准确测定。

实验部分

样品和试剂

样品：糙米粉质控样（P17683）

试剂：硝酸：GR；

甲醇：HPLC；

磷酸氢二铵：AR；

氨水：GR；

18.2 MΩ·cm 超纯水。

标准溶液

有机砷：AsB—砷甜菜碱；

DMA—二甲基砷；

MMA—一甲基砷；

无机砷：As(III)—亚砷酸根；

As(V)—砷酸根。

仪器

屹尧 M6 微波消解仪

谱临晟 HPLC

衡昇 iQuad 2300a ICP-MS

样品前处理

根据 GB 5009.11-2024 标准，称取市售的糙米粉质控样（P17683）0.5 g 于微波萃取罐内（萃取罐型号：M6-HP16），加入 15 mL 0.15 mol/L 硝酸溶液，混匀，置于微波消解仪中，采用梯度升温方式进行提取，微波辅助提取程序见表 1 所示。

表 1：屹尧 M6 微波消解仪升温程序设置

步骤	设置温度 (°C)	保温时间 (min)
1	70	2
2	90	2
3	110	15

提取完毕，冷却后全部转移到 50 mL 离心管内，于冰箱 4 °C 下静置过夜，取上清液经 0.45 μm 滤膜过滤，立即测试，以减少砷形态的转换，同时做空白试验。所有分析使用谱临晟 HPLC 以及衡昇 iQuad 2300a ICP-MS 联用系统，HPLC 与 ICP-MS 具体参数见表 2 和表 3 所示。

表 2：谱临晟 HPLC 参数

参数	设置
色谱柱	CNWSep AX HPLC Colum(250mm×4.0mm,10μm)
流动相	A: 5 mmol/L磷酸氢二铵+1%甲醇,PH=8.4 B: 20 mmol/L磷酸氢二铵+1%甲醇,PH=8.4
洗脱程序	0-2 min: 100%A 2-11 min: 100%B 11-15 min: 100%A
流速	1.0 mL/min
进样量	25 μL
温度	室温
驻留时间	50 ms

表 3：Hansel iQuad 2300a ICP-MS 参数

参数	设置
RF 功率	1400 W
雾化室温度	4 °C
等离子体气流量	14 L/min
模式	标准
驻留时间	50 ms

结果与讨论

校准曲线

用 0.15 mol/L 硝酸溶液配置成质量浓度为 0.0 μg/L、2.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L 和 100.0 μg/L 的系列标准溶液，所得谱图的叠图效果如图 1 所示，并进行分析。所得结果用于绘制砷形态校准曲线，如图 2 所示，五种砷形态在 GB 5009.11-2024 标准规定的校准曲线浓度范围内具有良好的线性。

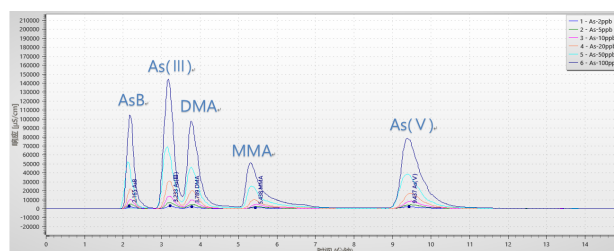
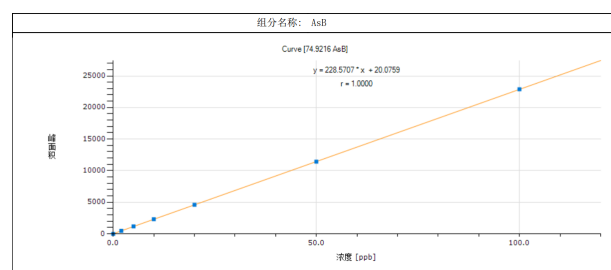


图 1 不同质量浓度的砷形态校准溶液图谱叠图



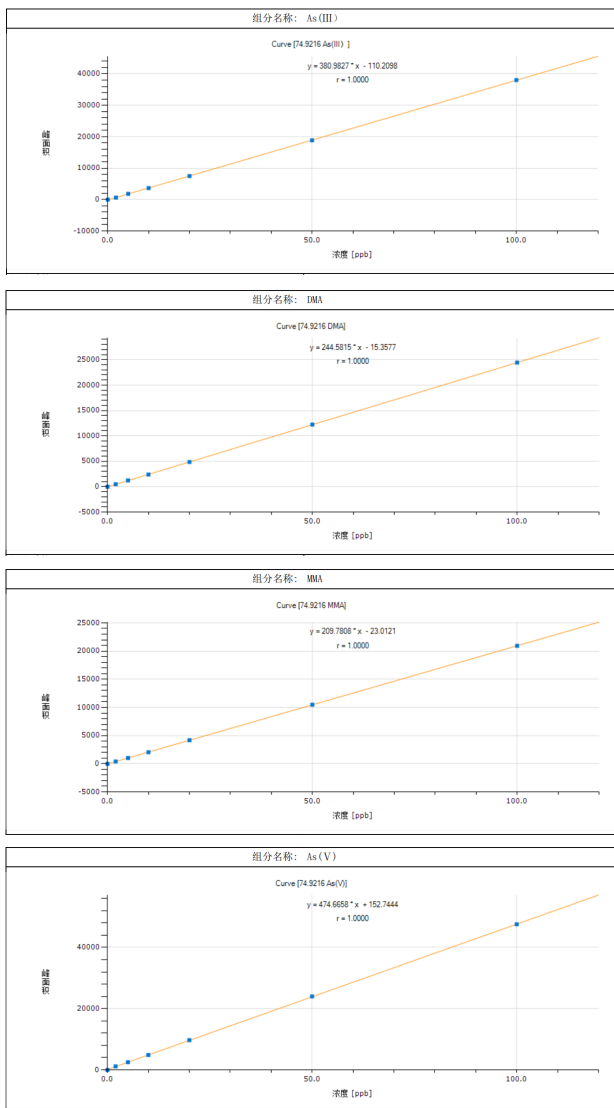


图 2 五种砷形态的校准曲线图

糙米粉质控样 (P17683) 实验结果

经查询市售糙米粉质控样 (P17683) 附带的证书, 无机砷与总砷的含量见表 4 所示。

表 4: 糙米粉质控样 (P17683) 证书

分析物	参考值	允许范围	单位
无机砷	1.7	1.4-2.0	mg/kg
总砷	1.8	1.5-2.1	mg/kg

对空白以及质控样的数据进行分析, 得到以下数据, 见表 5 所示。

表 5 糙米粉质控样 (P17683) 数据

样品	AsB (ng/mL)	As(III) (ng/mL)	DMA (ng/mL)	MMA (ng/mL)	As(V) (ng/mL)
空白-1	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
空白-2	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
质控样-1	未检出	10.16	0.63	2.66	43.22
质控样-2	未检出	11.96	0.56	2.57	42.57

质控样-3	未检出	10.38	0.66	2.75	43.35
质控样-4	未检出	10.53	0.64	2.83	42.53
质控样-5	未检出	11.45	0.56	2.66	42.25
质控样-6	未检出	11.19	0.56	2.52	42.14

再根据公式来计算糙米粉质控样 (P17683) 的无机砷和总砷的含量, 见表 6 所示。

表 6 糙米粉质控样 (P17683) 无机砷和总砷的含量

样品	无机砷 (mg/kg)	总砷 (mg/kg)
空白-1	未检出	未检出
空白-2	未检出	未检出
质控样-1	1.59	1.69
质控样-2	1.62	1.72
质控样-3	1.61	1.71
质控样-4	1.58	1.69
质控样-5	1.61	1.70
质控样-6	1.60	1.69
平均值	1.60	1.70
RSD	0.86%	0.73%

备注: 无机砷: As(III)和As(V)

总砷: AsB, DMA, MMA, As(III)和As(V)。

实验采用 2 个空白和 6 个平行质控样方式同时进行, 2 个空白均未检出任何砷形态。6 个质控样品的无机砷和总砷含量都在证书要求范围内, 且 RSD 值均小于 1%, 证实该方法的可靠性和准确性。

结论

本研究根据 GB 5009.11-2024 标准方法, 采用屹尧 M6 微波消解仪可以完全提取出糙米粉质控样 (P17683) 中的各种砷形态, 再经过谱临晟 HPLC 和衡昇 iQuad 2300a ICP-MS 联用, 分析出无机砷和总砷的含量。微波辅助提取方法相较于该标准中另一种热浸提法更高效、更节省人工, HPLC-ICP-MS 联用能很好地分离五种砷形态, 具有出色的灵敏度、精密性、稳定性、准确性。

糙米粉质控样 (P17683) 的无机砷和总砷含量均在要求范围内, 且 RSD 值均小于 1%, 进一步证明该方法的可靠性。

参考文献

无