

元素形态分析解决方案

元素的不同存在形态下具有不同的物理化学性质和生物活性, 决定了其在环境中表现出不同的毒性和生物效应, 如: 无机砷化合物的毒性比较大, 有机砷化合物的毒性较小或者基本没有毒性。痕(微)量元素的化学形态信息在环境科学、生物医学、中医医学、食品科学、营养学、微量元素医学以及商品中有毒元素限量新标准等研究领域起着非常重要的作用。

国家对食品、环境等领域元素形态分析越来越重视, 不断出台新的检测标准规范各种元素的形态分析。安谱携手北京吉天和聚光科技共同推出元素形态分析解决方案, 本方案包含了砷、汞、铬三种元素的形态分析。本方案主要采用 LC-AFS 和 LC-ICP-MS 两种方法, 利用安谱 CNW 液相色谱柱可以实现元素各形态的完美分离, 方法稳定性高、重现性好、检出限低, 满足元素形态衡量分析的要求。

一、砷形态分析 (对应标准 GB 5009.11-2014)

样品前处理: 参考国标 GB 5009.11-2014

分析方法:

(1) LC-AFS 法:

仪器: 液相色谱 - 原子荧光联用仪 (SA-20, 北京吉天)

色谱柱: CNW Sep AX 阴离子交换色谱柱, 250mm x 4.0mm, 10 μ m (LAEQ-4025G7)

保护柱: CNW Sep AX 保护柱, 5.0x4.0mm, 10 μ m (LBEQ-4005G7K)

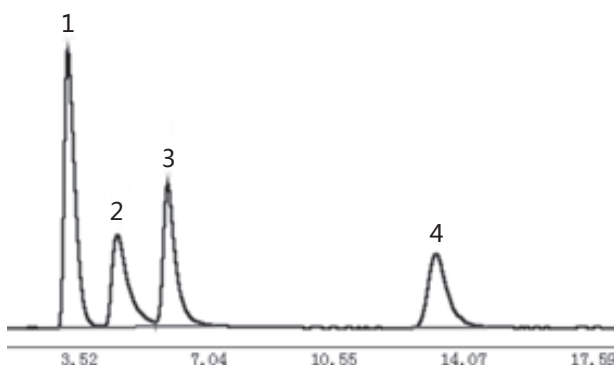
流动相: 15mmol/L 磷酸二氢铵;

流速: 1mL/min;

柱温: 30 $^{\circ}$ C;

进样量: 100 μ l (100ppb)

谱图:



实验数据:

序号	目标物	保留时 (min)	分离度	基质加标 (虾肉)	回收率
1	As (III)	2.632		50ppb	102%
2	DMA	3.971	1.0059		103%
3	MMA	5.339	0.9256		101%
4	As (V)	12.604	4.0549		95%

(2) LC-ICP-MS 法

色谱柱: CNW Sep AX 阴离子交换色谱柱, 250mm x 4.0mm, 10 μ m (LAEQ-4025G7)

保护柱: CNW Sep AX 保护柱, 5.0x4.0mm, 10 μ m (LBEQ-4005G7K)

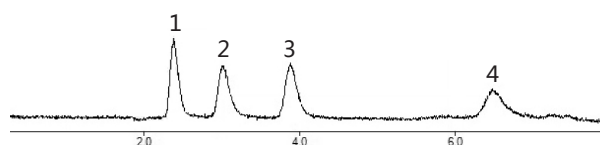
流动相: (含 10mmol/L 无水乙酸钠、3mmol/L 硝酸钾、10mmol/L 磷酸二氢钠、0.2mmol/L 乙二胺四乙酸二钠的缓冲溶液, 氨水调节 pH=10): 无水乙醇 99:1

流速: 1ml/min

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 50 μ l (5ppb)

谱图:



实验数据:

序号	组分名	样品测定值 (青口贝)	加标值 (ppb)	加标测得值 (ppb)	回收率
1	As (III)	12.1	10	21.9	98%
2	DMA	ND		9.7	97%
3	MMA	ND		9.5	95%
4	As (V)	ND		10.1	101%

ND: 未检出

二、汞形态分析 (对应标准 GB 5009.17-2014)

样品前处理: 参考国标 GB 5009.17-2014

分析方法:

LC-AFS 法:

仪器: 液相色谱 - 原子荧光联用仪 (SA-20, 北京吉天)

分析柱: C18 分析柱 250mm x 4.6mm, 5 μ m (LAEQ-462571)

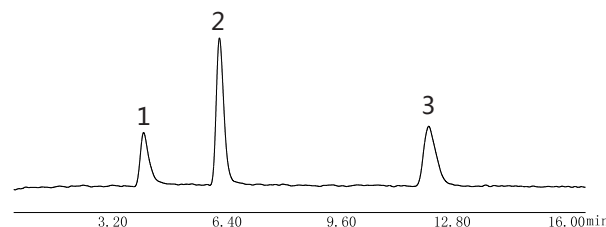
保护柱: C18 保护柱 4x20mm, 5 μ m (LBEQ-400271K)

流动相: 5% 甲醇 + 0.06mol/L 乙酸铵 + 0.1% L- 半胱氨酸

流速: 1mL/min

进样量: 100 μ l

谱图:



实验数据:

序号	组分名	样品测定值 (鱼)	加标值 (ppb)	加标测得值 (ppb)	回收率
1	Hg ²⁺	0.1	6	5.2	85%
2	MeHg	3	7.8	11	102.6%
3	EtHg	ND	6.6	5.2	78.8%

ND: 未检出



三、铬形态分析

样品前处理 (环境水):

采取地表水和污水, 0.45 μ m 过滤膜过滤, 并用缓冲溶液稳定, 4 $^{\circ}$ C 储存, 待测。

分析方法:

仪器: LC-ICP-MS (聚光科技);

色谱柱: CNW Sep AX 阴离子交换色谱柱, 250mm x 4.0mm, 10 μ m (LAEQ-4025G7)

保护柱: CNW Sep AX 保护柱,

5.0x4.0mm, 10 μ m (LBEQ-4005G7K)

流动相: 0.15mol/L HNO₃, 氨水调节 PH=7.0

流速: 1mL/min

进样体积: 50 μ L

ICP-MS (Expec 7000 电感耦合等离子体质谱仪)

实验数据:

样品名称	目标物	加标浓度 (μ g/mL)	测得值 (μ g/mL)	样品测量结果 (μ g/mL)	加标回收率 (%)	RSD%
地表水	三价铬	5	4.75	ND	94.9	3.3
	六价铬	5	4.84	ND	96.7	2.2
污水	三价铬	5	4.81	ND	96.2	3.3
	六价铬	5	5.73	1.14	91.8	5.4

ND: 未检出

实验谱图:

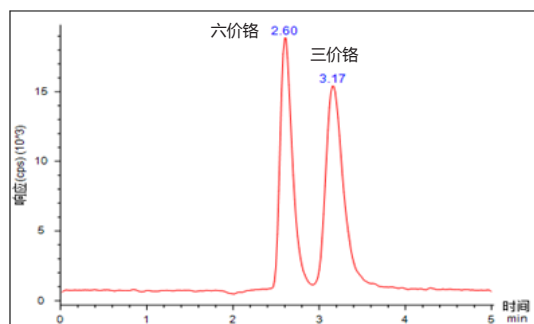


图1 标准溶液色谱图

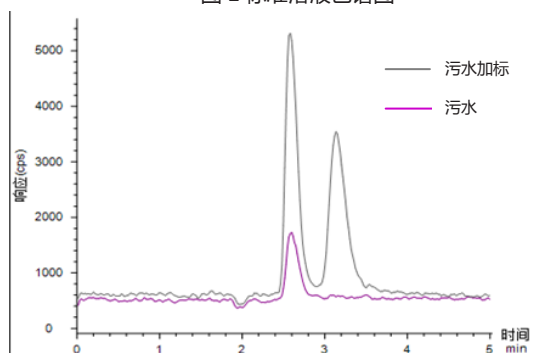


图2 污水及污水加标样色谱图

相关耗材:

货号	名称	规格	价格 (元)
LAEQ-4025G7	CNW Sep AX 阴离子交换色谱柱	250mm x 4.0mm, 10 μ m, 100A	6990
LBEQ-4005G7K	CNW Sep AX 保护柱套装	1个柱套 + 2个柱芯, 5.0x4.0mm, 10 μ m	1990
LAEQ-462571	Athena C18 液相色谱柱	250mm x 4.6mm, 5 μ m	2247
LBEQ-400271K	Athena C18 保护柱套装	1个柱套 + 1个柱芯, 4x20mm, 5 μ m	1100
CFGG-060024-13-01	铬 (Cr3+) ICP-MS 标准溶液	1000mg/L \pm 2% 溶于 2% HCl	465
CFGG-060024-08-01	铬 (Cr6+) ICP-MS 标准溶液	1000mg/L \pm 2% 溶于 H ₂ O	465
CFGG-060033-26-01	砷 (As5+) ICP-MS 标准溶液	1000mg/L 溶于 H ₂ O, 100mL	750
CFGG-060033-34-01	砷 (As5+) ICP-MS 标准溶液	100mg/L 溶于 H ₂ O, 100mL	675
CFGG-060033-08-01	砷 (As3+) ICP-MS 标准溶液	1000mg/L 溶于 2% HCl, 100mL	650
CFGG-060033-31-01	砷 (As3+) ICP-MS 标准溶液	1000mg/L 溶于 2% NaOH, 100mL	700
CFGG-060080-02-01	汞 (Hg) ICP-MS 标准溶液	1000mg/L \pm 0.3% 溶于 2% HNO ₃ , 100mL	450
CDGG-030355-02	氯化甲基汞标准品	1000 mg/L 于丙酮, 1 ml	666
CDGG-130413-01-1ml	氯化甲基汞和氯化乙基汞混标	1000 mg/l 于甲苯, 1ml	1050
SGEQ-C40055	微波消解内罐	适配 CEM Mars6 Xpress, 55mL 微波消解罐, TFM 罐体, PFA 盖子, TFM 垫片	3000
SGEQ-C24110	微波消解内罐	适配 CEM Mars6 Xpress, 110mL 微波消解罐, TFM 罐体, PFA 盖子, TFM 垫片	4000
SGEQ-C12100-V	微波消解内罐	适配 CEM Mars5 OMNI; Mars5 EasyPrep; Mars6 EasyPrep, 100mL 微波消解罐, TFM 罐体	3000
CFEQ-4-430525-0100	L-半胱氨酸	\geq 98.0%, 100g	850
CFEQ-4-120022-0100	(易制爆) 硼氢化钾, 98%, 还原剂, for AAS	100g	640
SBEQ-IC0410-RP	CNW IC-Guard RP 净化小柱	1mL, 10只/包	260
SCAA-101	水相聚醚砷针式过滤器	13mm*0.45 μ m, 100只/罐	100
CFEQ-4-120123-0250	优级纯磷酸二氢铵, \geq 98.0%	250g	400
CFEQ-4-110040-2501	优级纯硝酸, \geq 65%, 金属元素杂质 ppm 级别	2.5L	380
CFEQ-4-198528-0500	优级纯无水乙酸钠, \geq 99.0%	500g	420
CAEQ-4-012929-0100	HPLC 级磷酸二氢钠二水合物, \geq 99.0%	100g	335
CFEQ-4-120095-0100	优级纯乙二胺四乙酸二钠盐二水合物, EDTA 二钠盐 (ACS), 99.0-101.0%	100g	210

