

# 离子色谱—小麦面粉中 溴酸盐的专项检测技术

本方法符合国家标准GB/T 20188-2006



关注食品安全 关爱您的健康



戴安中国有限公司

# 目 录

有关溴酸盐的背景资料.....	2
有关小麦粉中溴酸盐测定的国家标准 .....	3
戴安公司提供小麦粉中的溴酸盐检测方法步骤 .....	4
戴安公司免化学试剂离子色谱(RFIC)技术 .....	6
溴酸盐专用分析柱—AS19柱子介绍.....	7
离子色谱等度法检测面粉中的溴酸盐 .....	8
小麦面粉中溴酸盐检测实例参考 .....	10



# 有关溴酸盐的背景资料

**溴酸钾：** Potassium bromate，分子式：KBrO<sub>3</sub>，分子量：167.0

## 用途：

氧化剂、分析试剂、面粉质量改良剂（通过抑制蛋白质分解酶改善面筋质量）

溴酸钾作为一种添加剂添加在面包专用粉中已经有91年的使用历史。它起到两种作用，一是增白，二是对面团起到一种急胀的作用。使用了溴酸钾后的面粉和面包的一致特征是面粉更白，制作出来的面包更具有弹性和韧性，发酵更加完全，外观更加漂亮。

溴酸钾的使用有两种方式，一是在面粉生产过程中使用，二是在面包制作过程中添加。研究发现，溴酸钾溶于水后可转化成溴酸根，正规大型面粉企业对面粉烘焙温度和溴酸盐在烘焙物中的残余量都有严格标准。但知情人士称，由于各个企业烘焙技术不同，对于溴酸钾在面包中残余量多少难以做到真正的监管。

## 为什么要检测小麦粉中的溴酸盐

日美科学家在多年前的实验中，已发现溴酸钾是一种致癌物质，过量食用会损害人的中枢神经、血液及肾脏。国际癌症研究机构也已将该化合物列为致癌物质。实际上世界卫生组织在几年前就已经建议禁止使用溴酸钾，欧洲国家目前也已不再使用。人终生暴露在5 ppb（ $\mu\text{g/L}$ ）溴酸盐下，致癌几率是1/10000，即使仅暴露在0.5 ppb（ $\mu\text{g/L}$ ）溴酸盐下，致癌几率依然高达1/100000。

## 溴酸盐的控制和禁用历程

世界卫生组织早已禁止使用溴酸钾：

1990年4月1日，欧洲食品统一立法运动致使英国开始禁用溴酸钾，如今欧盟所有成员国都禁用溴酸钾。

1991年美国焙烘业与FRO/WHO磋商后，自动将溴酸钾添加量从75 ppm降至50 ppm。

1992年2月，加拿大焙烤委员会建议其成员国主动停用溴酸钾，1994年6月溴酸钾被从面粉和面包中允许添加的配料名单中去除。

1998年美国烘焙业自动将溴酸钾使用量减为：面包30 ppm，面包卷15 ppm。

1999年8月澳大利亚开始禁止使用溴酸钾。

2001年11月溴酸钾在马来西亚被禁用，同时在大部分南美国家也被禁用。东南亚的新加坡、泰国、我国香港地区也禁止使用。

中国国家质检总局、国家标准化委员会 联合发出《关于停止使用溴酸钾作为面粉处理剂的通知》（国质检监联[2005]197号）：自2005年7月1日起，食品生产加工企业在生产过程中不得使用溴酸盐生产食品。通知还明确要求，各地质检部门要迅速通知辖区内的面粉生产企业，立即停止在面粉中使用溴酸钾，同时，各地质检部门要加强对此后生产的小麦面粉和相关食品中溴酸钾的监督检查。

中华人民共和国卫生部 2005年5月30日发布《2005年第9号公告》，在GB 2760《食品添加剂使用卫生标准》中取消溴酸钾作为面粉处理剂使用。自2005年7月1日起，禁止溴酸钾作为食品添加剂在小麦粉中的使用，此前按照《食品添加剂使用卫生标准》(GB 2760-1996)使用溴酸钾的食品可以在产品保质期内继续销售。

在卫生部最新公告发布之前，我国规定面粉烘焙物中溴酸钾残余量不能超过30 ppm(最大使用量0.03 g/kg)，即每公斤中不能超过30毫克。如超过将对人体产生较大危害。

2006年7月1日，中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局与中国国家标准化管理委员会发布了“小麦粉中溴酸盐的测定 离子色谱法”国家标准GB/T 20188-2006。

# 有关小麦粉中溴酸盐测定的国家标准

## GB/T 20188-2006

标准实施时间：2007年7月1日

### 标准部分内容摘录：

范围：

本标准规定了采用离子色谱测定小麦粉和小麦粉品质改良剂中溴酸盐的原理，试剂和材料、仪器、样品制备、离子色谱测定、计算及精密度。

原理：

用纯水提取样品中的溴酸根离子（ $\text{BrO}_3^-$ ），经Ag/H柱除去样品提取液中干扰氯离子（ $\text{Cl}^-$ ），超滤法除去样品提取液中水溶性大分子，采用离子交换色谱—电导检测器测定，外标法定量。

分析仪器：

离子色谱仪：配电导检测器

离子色谱测定条件：

梯度色谱条件：DIONEX IonPac<sup>®</sup> AS19 4mm×250mm(带IonPac<sup>®</sup> AG19 保护柱)

流动相：DIONEX EG50 自动淋洗液发生器  $\text{OH}^-$ 型

抑制器：DIONEX ASRS 4mm 阴离子抑制器：外加水抑制模式、抑制电流100mA

检测器：电导检测器，检测池温度：30℃

(以上摘自国家标准GB/T 20188-2006)

# 戴安公司提供小麦粉中的溴酸盐检测方法步骤

本方法符合国家标准GB/T 20188-2006

## 仪器配置建议方案：

	方案1	方案2	方案3
仪器	ICS-90离子色谱配RFC-30淋洗液自动发生控制器	ICS-1000或 ICS-1500离子色谱配RFC-30淋洗液自动发生控制器	带有梯度淋洗功能的 ICS-2000或ICS-3000离子色谱
色谱柱	AS19色谱柱+AG19保护柱	AS19色谱柱+AG19保护柱	AS19色谱柱+AG19保护柱
抑制器	ASRS II抑制器	ASRS II抑制器	ASRS II抑制器
前处理设备	OnGuard Ag/H柱， OnGuard RP柱	OnGuard Ag/H柱， OnGuard RP柱	OnGuard Ag/H柱， OnGuard RP柱
灵敏度	低于5 μg/L，完全满足国标和检测要求	低于1 μg/L，完全满足国标和检测要求	低于1 μg/L，完全满足国标和检测要求

## 样品制备 提取

### 1. 小麦粉

准确称取10g（精确至0.1g）小麦粉于250 mL具塞三角瓶中，加入100.0 mL高纯水，迅速摇匀后置振荡器上振荡20 min（或在间歇搅拌下于超声波中提取20 min），静置，转移20 ml上层液于50 mL离心管中，3000 r/min离心20 min，上清液备用。

### 2. 含油脂较多的试样

准确称取10g（精确至0.1g）于100 mL烧杯中，加入30 mL × 3次石油醚（分析纯 沸程30-60℃），洗去油脂，倾去石油醚，样品经室温干燥后按上述1中“加入100.0 mL高纯水，……上清液备用”操作。

以上上清液经0.2 μm的水性样品滤膜过滤后进入下面的净化步骤。

## 净化

1. 经过过滤的样品用固相柱净化，对含Cl<sup>-</sup>高的样品，选用戴安公司OnGuard Ag/H柱去除样品提取液中的Cl<sup>-</sup>，弃去前5 mL流出液，收集其后2 mL，流出液进行下一步净化，对含Cl<sup>-</sup>量在1 g/kg以下的小麦粉，也可省略此条件操作，直接进入下一步净化过程。

2. 上述溶液过戴安公司的OnGuard RP柱，弃去前5 mL流出液，收集其后2 mL直接进行色谱分析。

## 离子色谱测定

### 梯度色谱条件

色谱柱：戴安IonPac<sup>®</sup> AS19 4 mm × 250 mm（带IonPac AG19 4 mm × 50 mm保护柱）。

流动相：戴安 EG50自动淋洗液发生器，OH<sup>-</sup>型

抑制器：戴安ASRS 4 mm阴离子抑制器；外加水抑制模式，抑制电流100 mA

检测器：电导检测器，检测池温度：30℃。

进样量：根据样液中BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>含量选择进样20-200 μL

淋洗液OH<sup>-</sup>浓度：见表3。

表3. 淋洗液OH<sup>-</sup>浓度表

时间 (min)	流速 (mL/min)	OH <sup>-</sup> 浓度 (mmol/L)	梯度曲线 (curve)
0	1	5	5
15	1	5	5
25	1	35	5
42	1	35	5
46	1	5	5
48	1	5	5

### 计算

按公式 (1) 计算样品中BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>的含量 (C)：

$$C=Y \times V / m \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中：

C —— 试样中BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>的含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)

Y —— 由标准曲线得到样品溶液中BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>含量，单位为毫克每毫升 (μg/ml)

V —— 样品溶液定容体积，单位为毫升 (ml)

M —— 样品质量，单位为克 (g)

计算结果保留2位有效数字。

若结果以KBrO<sub>3</sub>计时，乘以系数1.31

计算结果小于本标准检出限0.5 mg/Kg (以BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>计) 时，视为未检出。

### 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

# 戴安公司免化学试剂离子色谱（RFIC）技术

免化学试剂离子色谱技术（Reagent Free Ion Chromatograph RFIC）是为解决科学工作者在进行色谱分析时经常遇到的淋洗液手工配制繁琐并容易引入手工误差、淋洗液放置氧化、梯度淋洗过程基线漂移、实验结果重复性差等问题，由戴安公司首创推出的。技术的基本原理是利用水的电解：电解水在线产生淋洗液、电解水产生电导抑制所需的阴阳离子以及电解水完成捕获柱的在线再生，使得离子色谱的分析工作者不需要配制淋洗液和再生液，只需要准备高纯水就可完成全部实验，减少了接触化学试剂的机会，利用恒流泵可完成梯度淋洗，降低了仪器的使用费用，消除了人工配制淋洗液所带来的误差，有效地改善了分析的重现性。是对实验室传统分析方法革命性的改变。

## RFIC三大核心技术

### 淋洗液自动发生器

淋洗液自动发生器省去了人工配制淋洗液的工作，利用恒流泵即可完成梯度淋洗，等浓度或浓度梯度淋洗均可以通过用鼠标点击来自动实现，为实验提供了前所未有的方便且无操作误差。淋洗液自动发生器靠电解和膜的原理保证提供精确的淋洗液浓度。

### 电解抑制型电导检测

电解抑制的优点是提供连续的抑制能力，可以大大提高分析的稳定性和重复性，降低噪声和漂移，减少背景电导和提高检出限，加快启动时间，抑制容量高，可以和高容量分析柱配套，使用成本低，使用方便高效的控温电导池使检测不受环境温度变化的影响。数字控制对分析样品提供很宽的动态范围，允许高含量组分和低含量组分在一次进样中同时被检测。

### 连续再生捕获柱（CR-TC）

CR-TC可自动连续去除淋洗液中痕量干扰离子和杂质（如去除在阴离子淋洗液中的碳酸盐），在线纯化淋洗液，是RFIC整体的一个部分。CR-ATC用于阴离子，CR-CTC用于阳离子，因为CR-TC是靠电解水自动连续再生的，所以不需要定期更换，可以长期连续使用。

### 免化学试剂离子色谱控制器—RFC-30

免化学试剂控制器RFC-30是戴安公司ICS-2000和ICS-3000型号以下离子色谱（如DX-系列，ICS-90/1000/1500）的选配件，可以使这些型号的离子色谱轻松升级为免化学试剂的离子色谱，在等度泵的条件下可进行梯度淋洗。

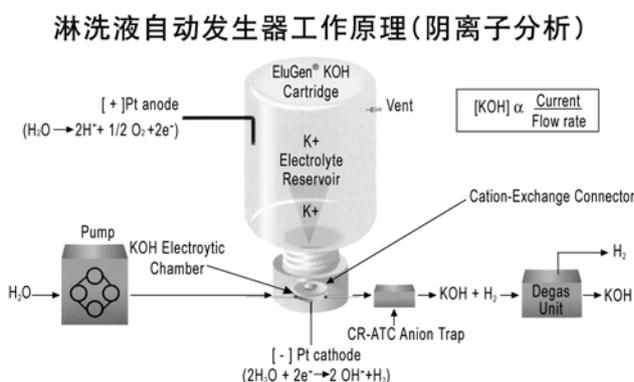
### RFIC-30特点

RFIC-30是为戴安公司DX-系列以及ICS-90/1000/1500型仪器专门设计的可独立操作的控制器。RFC-30可以电解产生淋洗液，控制抑制器（AES和SRS），并可控制捕获装置（CR-TC）。

电解淋洗液发生输送阴离子分离需要的氢氧化钾淋洗液和阳离子分离所需的甲磺酸。

独立仪器（不必软件），允许在仪器上控制，提供常规和简便的操作。

为EGC-KOH或EGC-MSA提供电流，使淋洗液浓度可以在0.1到100mM的范围内。



## 溴酸盐专用分析柱—AS19柱子介绍

### IonPac® AS19高容量阴离子分析柱

IonPac® AS19柱是以氢氧化物为淋洗液的高容量阴离子交换柱。主要用于分析卤素含氧酸和饮用水、地表水、废水和其它复杂样品基体中的常见无机阴离子，包括 $F^-$ ， $ClO_2^-$ ， $BrO_3^-$ ， $Cl^-$ ， $NO_3^-$ ， $PO_4^{3-}$ 和 $SO_4^{2-}$ 。AS19柱的重要应用是以氢氧化钾为淋洗液，梯度洗脱，抑制型电导检测，测定饮用水中的痕量溴酸盐。用AS19柱分析溴酸盐符合U.S.EPA Methods 300.0的要求以及中国国家标准GB/T20188-2006的要求，分析饮用水中消毒副产物一卤素含氧酸符合300.1的要求。溴酸盐是臭氧消毒副产物，也是小麦粉改良添加剂，用AS19柱可以确保用抑制型电导检测定量低ppb级的溴酸盐，甚至高浓度 $Cl^-$ ， $SO_4^{2-}$ ， $CO_3^{2-}$ 的存在也不影响溴酸盐的测定。AS19柱可用于小麦面粉中溴酸盐的分析，还用于分析臭氧消毒的大多数饮用水。

### 高效的填料结构

AS19柱是Dionex在聚合物键合技术方面的新进展，用高容量树脂（240 ueq/column）优化柱子对溴酸盐和 $BrO_3^-$ 的选择性。固定相由新型超多接枝阴离子交换缩聚物组成，通过静电作用吸附在大孔聚合物基质的表面，基质表面被磺化，这种阴离子交换树脂的涂层是由环氧树脂单体和有机胺合成的，是从基质上直接产生的。涂层的层数决定着树脂的容量。这种聚合物亲水性非常好，因此对 $OH^-$ 淋洗液选择性很好，可以使用较低浓度的淋洗液。

### AS19分析柱的特性：

分析小麦面粉中的溴酸盐，符合中国国家标准GB/T 20188-2006

分析饮用水中的痕量溴酸盐，符合或优于EPA Methods 300.0和300.1的要求

高容量柱，240  $\mu$ eq/column（4×250mm）

淋洗液KOH由RFIC系统的EG50淋洗液自动发生器在线产生，操作简便

ASRS-ULTRA II型抑制器降低背景电导和提高分析物测定灵敏度

室温或升温操作，柱选择性在操作温度30℃条件最优，确保保留时间的重现性

兼容有机溶剂，可提高分析物的灵敏度，调整柱选择性或可以进行柱清洗



## 离子色谱等度法检测面粉中的溴酸盐

除了前面提到的离子色谱梯度检测方法外，戴安公司对不具备梯度条件和没有淋洗液自动发生装置的用户提供了下列的等度法检测，本方法同样符合国家标准GB/T 20188-2006的规定。

### 仪器配置方案：

仪器：戴安公司ICS-90，ICS-1000，ICS-1500型离子色谱

色谱柱：IonPac AS23阴离子分析柱

### 样品制备：

#### 建议提取方法：

##### 前处理方法1：

称取10 g面粉样品，准确加入100 mL去离子水，超声提取或振荡提取20 min，静置，转移20 mL上层液于50 mL离心管中，于3000 r/min离心20 min，取出上清液备用。

超滤技术去除提取液中的水溶性大分子：将上一步收集的上清液经AG/H柱除氯后，经0.2 μm的水性样品过滤膜后注入到1.5 mL超滤杯中，于10000 r/min下离心30 min进行超滤，超滤液直接进入离子色谱仪分析。

##### 前处理方法2：

称取10 g面粉样品，准确加入100 mL去离子水，超声提取或振荡提取20 min，静置，转移20 mL上层液于50 mL离心管中，于3000 r/min离心20 min，取出上清液备用。

固相萃取技术去除提取液中的水溶性大分子：将上一步收集的上清液过RP小柱或C18小柱去除水溶性大分子，如果需要的话可将Ag/H小柱与RP柱串联依次进行除氯和除水溶性大分子。

### 离子色谱测定：

等度色谱条件：

色谱柱：戴安IonPac AS23 4 mm × 250 mm(带IonPac® AG23 保护柱)

流动相：4.5 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>，0.8 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>，流速1.0 mL/min

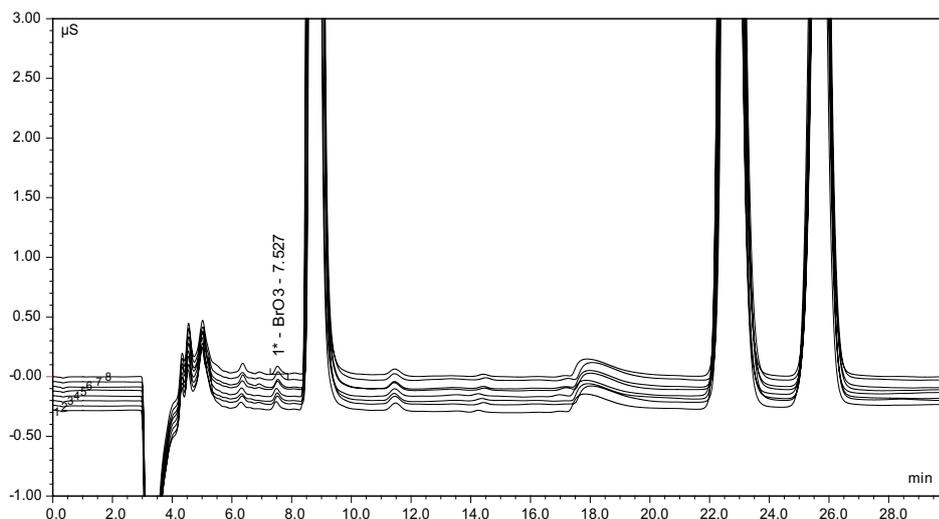
检测器：电导检测器

根据样液中BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>含量选择进样20 μL-200 μL

### 计算：

计算方式与梯度方法相同

### 检测小麦粉中溴酸盐实际谱图：



色谱柱：IonPac AS23分离柱+  
IonPac AG23保护柱  
淋洗液：4.5 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> +  
0.8 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>  
流速：1.0 mL/min  
样品浓度：42 μg/L  
进样体积：100 μL  
检出限：低于5 μg/L

阳性样品连续9针进样色谱图及重现性数据

Sample	Ret.Time Min	Area $\mu\text{S}\cdot\text{min}$	Height $\mu\text{S}$
1	7.493	0.0153	0.0682
2	7.480	0.0156	0.0673
3	7.527	0.0156	0.0675
4	7.520	0.0152	0.0678
5	7.493	0.0140	0.0656
6	7.530	0.0154	0.0675
7	7.540	0.0153	0.0677
8	7.547	0.0151	0.0675
9	7.527	0.0152	0.0664
Average:	7.517	0.0152	0.0673
Rel.Std.Dev:	0.31%	3.16%	1.17%

## 等度法溴酸盐专用分析柱—AS23色谱柱介绍

IonPac AS23色谱柱是一种碳酸盐体系的大容量阴离子交换柱，主要用于分离饮用水、地表水、废水、食品和其它各种样品基体中的常见无机阴离子和卤素含氧酸，包括氟离子、亚氯酸盐、溴酸盐、氯离子、亚硝酸盐、氯酸盐、溴离子、硝酸盐、磷酸盐和硫酸盐等。AS23色谱柱的主要作用是采用碳酸钠/碳酸氢钠淋洗液等度淋洗检测饮用水中的溴酸盐离子。AS23色谱柱还可以与戴安公司淋洗液自动发生装置（EG）和电控pH调节装置（EPM）所产生的碳酸盐缓冲溶液配合使用。

### AS23色谱柱特点：

经过优化的碳酸盐/碳酸氢盐淋洗液可以将多数样品基体中的卤素含氧酸及常见无机阴离子进行良好分离；

碳酸盐的峰不会干扰常见阴离子和卤素含氧酸的峰；

可以满足EPA 300.0和300.1方法的要求；

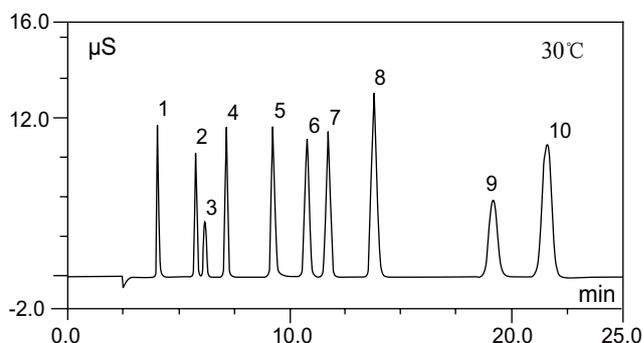
是AS9-HC的理想替代者；

可以配合戴安公司淋洗液自动发生装置（EG）和电控pH调节装置（EPM）所产生的碳酸盐缓冲溶液使用，碳酸盐体系也可以实现使用“只加水”的梦想；

4 mm体系色谱柱的柱容量高达320  $\mu\text{eq}/\text{col}$ ；

可在室温下或温控状态下使用，色谱柱在30℃时选择性最佳，保留时间非常稳定。

### AS23色谱柱等度分离常见阴离子和溴酸盐谱图



色谱峰	mg/L(ppm)
1 氟	3.0
2 亚氯酸盐	10.0
3 溴酸盐	20.0
4 氯化物	6.0
5 亚硝酸盐	15.0
6 氯酸盐	25.0
7 溴化物	25.0
8 硝酸盐	25.0
9 磷酸盐	40.0
10 硫酸盐	30.0

# 小麦粉中溴酸盐检测实例

## 1、抑制电导检测离子色谱测定面粉中的溴酸盐\*

### 仪器条件

戴安公司DX-600型离子色谱仪，戴安公司色谱柱IonPac® AG19保护柱(4×50mm)，IonPac® AS19分析柱(4×250mm)，ED50抑制型电导检测器，ASRS-ULTRA II 4mm阴离子抑制器，PeakNet 6.11色谱工作站。

### 色谱条件

淋洗液浓度为20mmol/L KOH溶液，流速为1.2mL/min；色谱柱为IonPac® AG19/AS19，柱温为30℃；抑制电导检测器，ASRS-ULTRA II 4mm阴离子抑制器，抑制电流为100mA；进样体积为50μL。

### 样品预处理

准确称取2g(精确到0.0001g)试样于100mL锥形瓶内，加入25-35mL高纯水轻轻摇匀，再用超声波提取15min后，转移到50mL容量瓶中定容至刻度。摇匀后取25-30mL试液于50mL离心管内，放入离心机以4000rpm离心15min，取上清液待测。

### 试样中溴酸根的检测

用微量取样器移取0.2mL溴酸根标准储备液于100mL容量瓶内定容至刻度，制成2.00mg/L标准溶液；然后将此标准溶液分别稀释成0.040、0.080、0.10、0.50、1.00mg/L的标准溶液，从低到高浓度依次进样，绘制标准曲线。先用高纯水通过C18柱，清洗3次后，再用C18柱过滤试样，去除试样中的大分子化合物，然后用带过滤头(内装0.2μm滤膜)的注射器吸取C18柱过滤试液注入离子色谱仪中，根据保留时间定性，外标法定量得到溶液中溴酸根浓度，从而计算出原样品中溴酸盐的浓度，并换算成溴酸钾含量。

### 色谱图

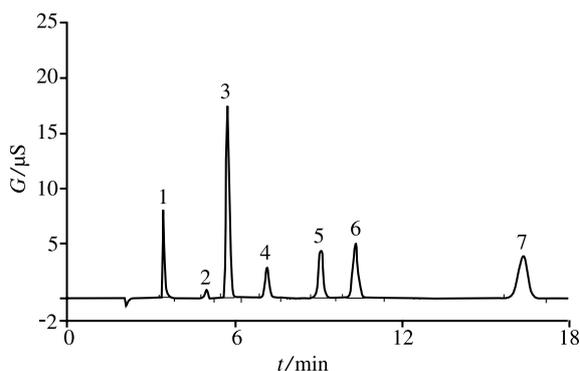


图1. 混合标准溶液离子色谱图

Fig.1 Ion chromatogram of the mixed standard solutions

- |   |  |
|---|--|
| 1. F <sup>-</sup> (2.000mg/L)                 | 2. BrO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (2.000mg/L) |
| 3. Cl <sup>-</sup> (10.000mg/L)               | 4. NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> (3.286mg/L)  |
| 5. Br <sup>-</sup> (10.000mg/L)               | 6. NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (10.000mg/L) |
| 7. SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (10.000mg/L) |  |

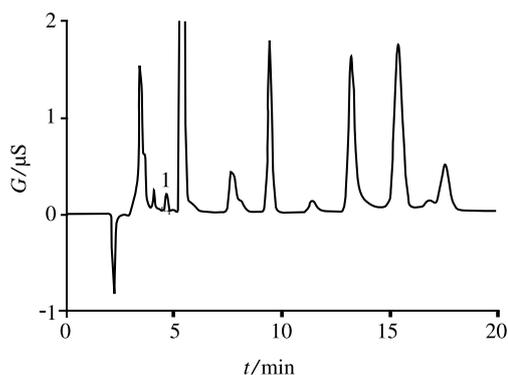


图2. 面粉样品离子色谱图

Fig.2 Ion chromatogram of the flour sample  
1. BrO<sub>3</sub><sup>-</sup> (0.457 mg/L)

\* 抑制电导检测-离子色谱法测定面粉中的溴酸盐 刘军 吴凌涛等 《分析测试学报》第24卷 第6期

## 2、离子色谱法检测面粉及面制品中痕量溴酸盐\*\*

### 仪器条件

戴安公司ICS-2000型离子色谱仪，戴安公司色谱柱IonPac® AG19保护柱(4×50mm)，IonPac® AS19分析柱(4×250mm)，DS6抑制型电导检测器，ASRS-ULTRA II 4mm阴离子抑制器。

### 色谱条件

淋洗液浓度为20mmol/L KOH溶液，流速为1.2mL/min；色谱柱为IonPac® AG19/AS19，柱温为30℃；抑制电导检测器，ASRS-ULTRA II 4mm阴离子抑制器，抑制电流为100mA；进样体积为50μL。

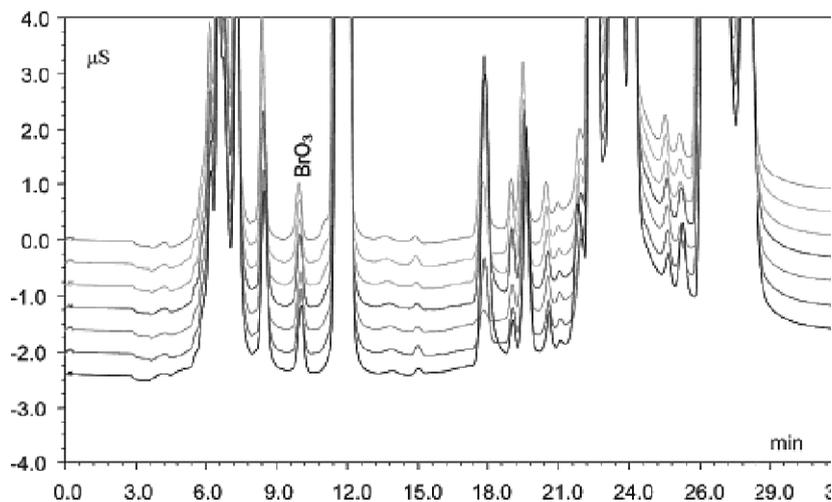
### 面粉及面制品样品准备：

所有面粉样品均从市场购得并用下述方法进行处理：面粉充分混匀，500克样品装入样品袋，面包、馒头、面条切成小块放入烘箱50℃干燥，粉碎过80目筛称重，所有样品在搅拌器中混匀，最终面粉和面制品样品均放入冰箱冷冻以防止样品变质或成分改变。

精确称取5克粉碎的面粉或面制品样品，放入250mL锥形瓶，加入250mL水，室温下超声30分钟，3000转/分离离心机离心10分钟，取上清液15mL，过0.22μm尼龙膜和OnGuard II RP柱（或OnGuard II Ag和H柱，如果样品中氯的含量超过50mg/L），过柱的前3-6mL样品丢弃不用，后面的可以收集后进样。

### 色谱图：

实际面粉样品7次连续进样色谱图



\*\*J. Agric. Food Chem. 2006, 54, 5217-5219 YALI SHI, LINA LIANG, YAQI CAI, AND SHIFEN MOU  
2005年11月 99-101页

# 离子色谱等度法检测面粉中的溴酸盐

除了前面提到的离子色谱梯度检测方法外，戴安公司对不具备梯度条件和没有淋洗液自动发生装置的用户提供了下列的等度法检测，本方法同样符合国家标准GB/T 20188-2006的规定。

## 仪器配置方案：

仪器：戴安公司ICS90，ICS1000，ICS1500型离子色谱

色谱柱：IonPac AS23阴离子分析柱

## 样品制备：

### 建议提取方法：

#### 前处理方法1：

称取10 g面粉样品，准确加入100 mL去离子水，超声提取或振荡提取20 min，静置，转移20 mL上层液于50 mL离心管中，于3000 r/min离心20 min，取出上清液备用。

超滤技术去除提取液中的水溶性大分子：将上一步收集的上清液经AG/H柱除氯后，经0.2 μm的水性样品过滤膜后注入到1.5 mL超滤杯中，于10000 r/min下离心30 min进行超滤，超滤液直接进入离子色谱仪分析。

#### 前处理方法2：

称取10 g面粉样品，准确加入100 mL去离子水，超声提取或振荡提取20 min，静置，转移20 mL上层液于50 mL离心管中，于3000 r/min离心20 min，取出上清液备用。

固相萃取技术去除提取液中的水溶性大分子：将上一步收集的上清液过RP小柱或C18小柱去除水溶性大分子，如果需要的话可将Ag/H小柱与RP柱串联依次进行除氯和除水溶性大分子。

## 离子色谱测定：

等度色谱条件：

色谱柱：戴安IonPac AS23 4 mm × 250 mm(带IonPac® AG23 保护柱)

流动相：4.5 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>，0.8 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>，流速1.0 mL/min

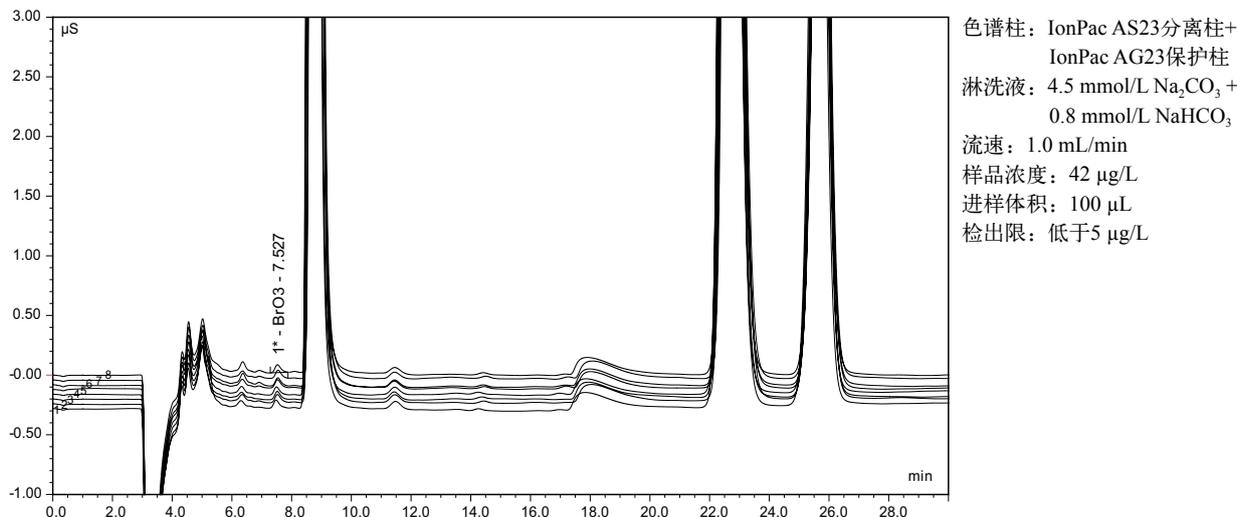
检测器：电导检测器

根据样液中BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>含量选择进样20 μL - 200 μL

## 计算：

计算方式与梯度方法相同

## 检测小麦粉中溴酸盐实际谱图：



阳性样品连续9针进样色谱图及重现性数据

Sample	Ret. Time Min	Area $\mu\text{S} \cdot \text{min}$	Height $\mu\text{S}$
1	7.493	0.0153	0.0682
2	7.480	0.0156	0.0673
3	7.527	0.0156	0.0675
4	7.520	0.0152	0.0678
5	7.493	0.0140	0.0656
6	7.530	0.0154	0.0675
7	7.540	0.0153	0.0677
8	7.547	0.0151	0.0675
9	7.527	0.0152	0.0664
Average:	7.517	0.0152	0.0673
Rel.Std.Dev:	0.31%	3.16%	1.17%

## 等度法溴酸盐专用分析柱－AS23色谱柱介绍

IonPac AS23色谱柱是一种碳酸盐体系的大容量阴离子交换柱，主要用于分离饮用水、地表水、废水、食品和其它各种样品基体中的常见无机阴离子和卤素含氧酸，包括氟离子、亚氯酸盐、溴酸盐、氯离子、亚硝酸盐、氯酸盐、溴离子、硝酸盐、磷酸盐和硫酸盐等。AS23色谱柱的主要作用是采用碳酸钠/碳酸氢钠淋洗液等度淋洗检测饮用水中的溴酸盐离子。AS23色谱柱还可以与戴安公司淋洗液自动发生装置（EG）和电控pH调节装置（EPM）所产生的碳酸盐缓冲溶液配合使用。

### AS23色谱柱特点：

经过优化的碳酸盐/碳酸氢盐淋洗液可以将多数样品基体中的卤素含氧酸及常见无机阴离子进行良好分离；

碳酸盐的峰不会干扰常见阴离子和卤素含氧酸的峰；

可以满足EPA300.0和300.1方法的要求；

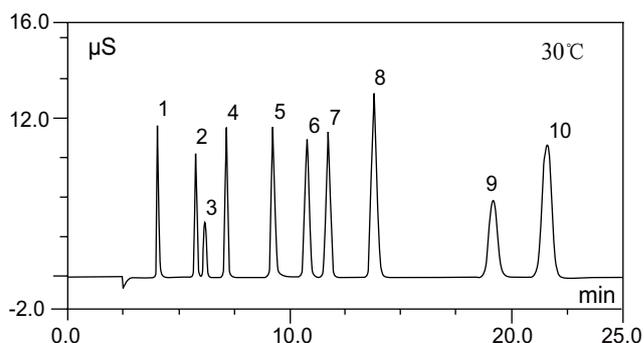
是AS9-HC的理想替代者；

可以配合戴安公司淋洗液自动发生装置（EG）和电控pH调节装置（EPM）所产生的碳酸盐缓冲溶液使用，碳酸盐体系也可以实现使用“只加水”的梦想；

4 mm体系色谱柱的柱容量高达320  $\mu\text{eq}/\text{col}$ ；

可在室温下或温控状态下使用，色谱柱在30℃时选择性最佳，保留时间非常稳定。

### AS23色谱柱等度分离常见阴离子和溴酸盐谱图



色谱峰	mg/L(ppm)
1 氟	3.0
2 亚氯酸盐	10.0
3 溴酸盐	20.0
4 氯化物	6.0
5 亚硝酸盐	15.0
6 氯酸盐	25.0
7 溴化物	25.0
8 硝酸盐	25.0
9 磷酸盐	40.0
10 硫酸盐	30.0

我们的目标是解答并解决您在样品分析时遇到的问题，提供完整的实验方案。

戴安的目标是提供对离子分析的问题解答，不论您是否购买了仪器。为了达到这个目标，我们提供完整的培训、服务、产品咨询、安装和质保服务以及综合性技术支持。

### 专业的应用支持

戴安中国有限公司应用中心及下属的上海、杭州、广州实验室以雄厚的技术资源，为广大用户解决分析应用中的技术问题。



### 及时的售后服务

戴安中国有限公司技术服务中心及下属的上海、广州、成都、沈阳等多个维修站是确保用户仪器运转正常的重要保障。



### 周到的用户培训

市场部及培训部每年举办各种不同仪器型号的近30期用户培训班，定期向用户寄发《产品通讯》，使用户及时了解和掌握最新产品信息。



### 全面的客户服务

随时有人接听的售后服务服务专线电话为用户提供一条与公司便捷沟通的服务渠道。



### 丰富的技术资源

丰富的技术资料，应用文献库及中英文网站，可使用户及时了解多方信息。



## 戴安中国有限公司

### 香港总部

香港新界葵涌兴芳路223号  
新都会广场1座16楼1618-1619室  
电话：(852) 24283282  
传真：(852) 24287898  
E-mail: dionex@dionex.com.hk

### 北京代表处

北京市朝阳区安定路33号  
化信大厦A座606室  
邮编：100029  
电话：(010) 64436740  
(010) 64436741  
传真：(010) 64432350  
E-mail: beijing@dionex.com.cn

### 上海代表处/维修站

上海淮海中路1号  
柳林大厦2311室  
邮编：200021  
电话：(021) 63735493  
(021) 63735348  
传真：(021) 63848294  
E-mail: shanghai@dionex.com.cn

### 应用研究中心

北京市海淀区双清路18号  
中科院生态环境中心  
邮编：100085  
电话：(010) 62849182  
传真：(010) 62849239  
E-mail: Dionex\_App@dionex.com.cn

### 维修服务中心

北京市朝阳区安定路33号  
化信大厦A座606室  
邮编：100029  
电话：(010) 64436740  
(010) 62936510  
传真：(010) 62923552  
E-mail: service@dionex.com.cn

### 广州联络处/维修站

广州市先烈中路100号大院34号楼203  
邮编：510770  
电话：(020) 87684181/2  
传真：(020) 87684169  
E-mail: liugangqian@dionex.com.cn

### 成都联络处/维修站

四川省成都市顺城大街308号  
冠城广场8楼F座  
邮编：610017  
电话：(028) 86528208  
传真：(028) 86528204  
E-mail: chengdu@dionex.com.cn

戴安公司维修服务专线：  
400-610-0104



中文网址：www.dionex.com.cn

Dionex products are designed, developed, and manufactured under an ISO 9001 Quality System.

2006 Dionex Corporation Analyst is a registered trademark of Applied Biosystems. Hystar is a trademark of Bruker Biosystems. FastLoc, MSQ, and Xcalibur are trademarks of Thermo Electron Corporation. All other trademarks and registered trademarks are the property of Dionex Corporation.



IC | MS | HPLC | EXTRACTION | PROCESS | AUTOMATION