

小麦粉及其制品中溴酸钾含量的测定

林 钦

(福建省中心检验所,福州 350002)

摘 要: 本方法采用离子色谱与电感耦合等离子体质谱联用技术(ICP-MS)检测小麦粉及其制品中溴酸钾的含量。该方法利用离子色谱将溴酸根与溴离子等含溴化合物分离后在 ICP-MS 上通过质谱的高选择性检测而排除氯离子和有机酸等物质的干扰。该方法对溴酸钾的检测限可达 0.02mg/kg。

关键词: 小麦粉;溴酸钾;离子色谱;电感耦合等离子体质谱

中图分类号: O657.72 **文献标识码:** A **文章编号:** 1009-8143(2007)02-0070-03

Determination of KBrO_3 in wheat flour and its products

Lin Qin

(Fujian Provincial Central Inspection Institute Fuzhou 350002, China)

Abstract: In this paper a method for determination of KBrO_3 in wheat flour and its products by ion chromatography coupled with inductively coupled plasma mass spectrometry was developed. BrO_3^- and Br^- or other compounds contain bromine was separated on ion chromatography and determined by ICP-MS. The interference of Cl^- and organic acid can be removed by high selectivity of ICP-MS. The detection limits for KBrO_3 was 0.02mg/kg.

Key words: wheat flour; KBrO_3 ; ion chromatography; inductively coupled plasma mass spectrometry

1 引言

溴酸钾是一种用作烘焙面包的添加剂,它能显著改善面粉的烘焙效果,但在 1992 年世界卫生组织发表对溴酸钾使用安全的审查报告中,确认溴酸根是一种氧化性致癌物,主要导致动物的肾和膀胱组织发生癌变。《中华人民共和国卫生部公告 2005 年第 9 号》文规定 2005 年 7 月 1 日以后禁止溴酸钾作为面粉处理剂在小麦粉中使用。因此,急需建立一种有效检测溴酸盐含量的方法。

离子色谱法能有效地分离溴酸根、溴离子和其它含溴物质^[1],但离子色谱常用的电导检测器属通用型检测器,定性、定量手段单一,容易受其它离子的干扰。电感耦合等离子体质谱作为一种高灵敏度、高选择性的检测手段已在环境分析中得到了广泛的应用^[2]。离子色谱与电感耦合等离子体质谱联用成为解决复杂基体中痕量有害离子分析的有效工具。

2 实验部分

2.1 仪器设备

戴安 ICS-2000 型离子色谱仪;安捷伦 7500A 型电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS);必能信超声波振荡器;密理博纯水机;赛多利斯分析天平(精确到 0.0002 克)。

2.2 试剂和材料

本法所用试剂均为分析纯,水为去离子水,载气为纯氩 $\geq 99.99\%$ 。

溴酸钾和溴化钾溶液:配制 1mmol/L 的溴酸钾和溴化钾的标准储备液,4℃下放置,使用时配成 0.5~5μmol/L 的标准使用溶液;沉淀剂:用 200g/L 的乙酸锌和 100g/L 的亚铁氰化钾溶液作为沉淀剂。使用时,根据样品情况分别向样品溶液中加入 1~3ml;0.45μm 纤维素滤膜;C18 固相萃取小柱(200mg/3ml);使用前依次用 2ml 甲醇和 2ml 水活化。

收稿日期:2006-8-21

作者简介:林钦(1973~),男,工程师,主要从事化学分析工作。Email: phlqfcii@126.com

2.3 样品制备

2.3.1 小麦粉、面包粉等样品混合均匀后取 0.5kg 作为试样,称取 5~10g (精确到 0.0002g) 样品于烧杯中,加入 50ml 纯水,超声波振荡 30 分钟,用纯水转入 100ml 容量瓶中,分别加入 1~3ml 的乙酸锌和亚铁氰化钾溶液沉淀淀粉、蛋白质等大分子物质,再滴加 15% NaOH,调 pH 为 8~8.5,定容,混匀,用滤纸过滤。对有机质含量较低的样品可直接用 0.45 μ m 滤膜过滤后上仪器测试。对有机质含量较高的样品,滤液取 5ml 过 C18 固相萃取小柱后上仪器测试。

2.3.2 含油脂较多的面制品,粉碎后,称取 5~10g (精确到 0.0002g),用 20ml $\times$ 3 次石油醚萃取除去脂肪后,在室温下挥发干后加入 50ml 水在超声波上振荡 30 分钟后同 2.3.1 法处理。

2.4 测定条件

2.4.1 仪器条件

2.4.1.1 戴安 ICS-2000 型离子色谱仪,AS50 自动进样器

色谱柱:戴安 AS18, 4.0 $\times$ 250mm 阴离子交换柱 (带 AG18 4.0 $\times$ 50mm 保护柱)

流动相: 32mM KOH

抑制器: ASRS 4mm 阴离子膜抑制器 (外加水模式), 抑制电流 80mA

流速: 1.0 ml/min

柱温: 30

进样量: 100 μ l

2.4.1.2 安捷伦 7500A 型电感耦合等离子体质谱仪

表 1 安捷伦 7500A 型电感耦合等离子体质谱仪工作条件

参 数	数 值
射频功率	1400W
雾化器	Agilent PFA - 100 微量雾化器
雾化室温度	2
采样模式	时间分辨 (色谱用)
载气流速	0.7 L/min
选择离子 (m/z)	Br ⁷⁹

2.4.1.3 离子流图

在该色谱条件下, BrO_3^- 和主要含溴物质 Br^- 能有效分离, 由于 ICP-MS 的高选择性其余不含溴物质均不会出峰, 因此均不会对 BrO_3^- 的检测造成干扰。

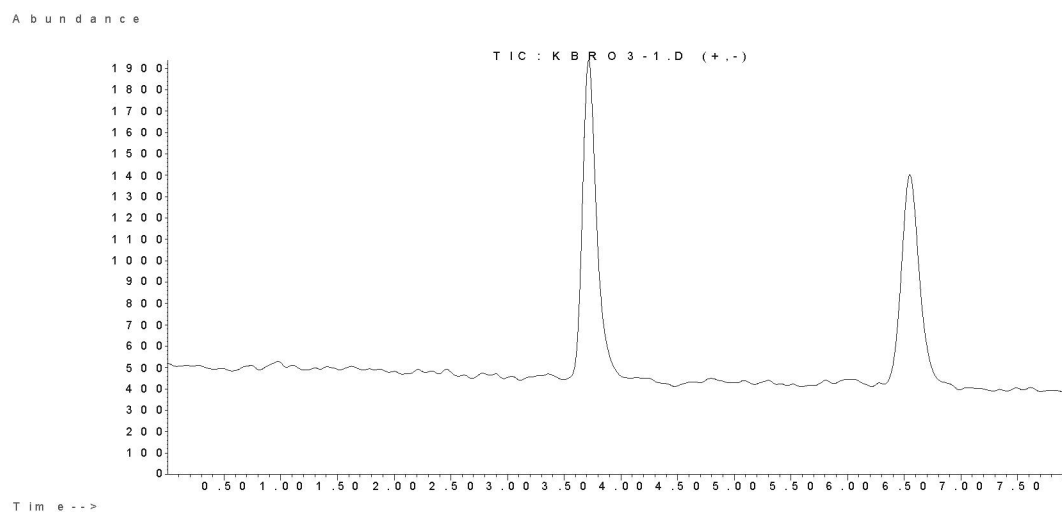


图 1 0.5 μ mol/L KBrO_3 、 KBr 混合标准溶液的 IC-ICP-MS 色谱图

Figure 1 Chromatogram of 0.5 μ mol/L KBrO_3 、 KBr mix standard by IC-ICP-MS

3 结果与讨论

3.1 方法线性范围

在 $0.05\mu\text{mol/L} \sim 10\mu\text{mol/L}$ 范围内,线性相关系数 $r=0.9998$ 。

3.2 方法检测限

用 3 倍噪音峰高来计算,在称样量为 10 克,定

容体积为 100 毫升,进样量为 $100\mu\text{l}$ 时,最低检测限为 0.02mg/kg 。

3.3 方法回收率

取三个小麦粉和两个面包进行加标试验,加标量为 $0.025\mu\text{mol} \sim 0.5\mu\text{mol}$,回收率为 $78.4\% \sim 92.0\%$ 。

表 2 样品加标测定结果

样 品	样品量 (μmol)	添加量 (μmol)	测得量 (μmol)	回收率 (%)
小麦粉 1	0	0.05	0.041	82.0
小麦粉 2	0	0.1	0.079	79.0
小麦粉 3	0	0.5	0.392	78.4
面包 1	0.012	0.025	0.035	92.0
面包 2	0.029	0.025	0.050	84.0

3.4 方法精密度

测结果见表 3。

取一小麦粉 6 份,分别添加 $0.1\mu\text{mol KBtO}_3$,检

表 3 加标样品测定的重现性

样品	样品量 (μmol)	添加量 (μmol)	测得值 (μmol)						相对标准偏差 RSD (%)
小麦粉	0	0.1	1#	2#	3#	4#	5#	6#	2.6
			0.075	0.073	0.079	0.076	0.075	0.075	

4 结论

本方法所建立的离子色谱—电感耦合等离子体质谱联用技术检测小麦粉及其制品中溴酸钾的含量,该方法灵敏度高,选择性好,抗干扰能力强,是检测溴酸钾的有效方法。

参考文献

- [1] 应波,李淑敏,岳银玲,鄂学礼. 色谱 [J]. 2006, 24(3): 320~304
- [2] 沈金灿,荆森,陈登云,沈阳,王小如. 分析化学 [J]. 2005, 33(7): 993