

小麦粉中溴酸盐的测定-离子色谱法

龚婷婷

(安徽皖仪科技股份有限公司, 安徽 合肥 230088)

摘要: 本文使用离子色谱测定双氧水中的无机阴离子, 样品为小麦粉和面包粉, 测试目标离子为溴酸根离子, 用纯水可提取目标离子, 由于样品中含有大分子有机物及氯离子, 进样前需净化, 使用 Ag/H 柱去除氯离子, 超滤去除大分子有机物, 本次测试按照 GB/T20188-2016 执行, 采用碳酸根和氢氧根两套体系进行测试。

关键词: 离子色谱;小麦;溴酸盐

Determination of bromate in wheat flour by ion chromatography

Abstract: In this paper, the inorganic anions in hydrogen peroxide are determined by ion chromatography. The sample is wheat flour and bread flour. The target ion is bromate ion. The target ion can be extracted with pure water. Because the sample contains macromolecular organics and chloride ions, it needs to be purified before sample introduction. The chlorine ions are removed by Ag/H column, and the macromolecular organics are removed by ultrafiltration. This test is carried out according to GB/T20188-2016, Carbonate and hydroxide systems were used for testing.

Keywords: Ion chromatography; Wheat; Brom

1 实验试剂及耗材

1.1 试剂

1.1.1 无水碳酸钠 (基准试剂, 99.95%-100.35%) ;

1.1.2 超纯水:电阻率 $\geq 18.25\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$,经过 $0.45\mu\text{m}$ 醋酸纤维微孔过滤膜过滤;

1.1.3 F-标准贮备液 ($\rho=1000\text{mg/L}$) ;

1.1.4 Cl-标准贮备液 ($\rho=1000\text{mg/L}$) ;

1.1.5 NO_3^- -标准贮备液 ($\rho=1000\text{mg/L}$) ;

1.1.6 NO_2^- -标准贮备液 ($\rho=1000\text{mg/L}$) ;

- 1.1.7 Br⁻标准贮备液 (ρ=1000mg/L) ;
- 1.1.8 BrO₃⁻标准贮备液 (ρ=1000mg/L) ;
- 1.1.9 SO₄²⁻标准贮备液 (ρ=1000mg/L) ;
- 1.1.10 PO₄³⁻标准贮备液 (ρ=1000mg/L) ;
- 1.1.11 甲酸钠 (二水) (CHNaO₂·H₂O AR 99.5%) ;
- 1.1.12 三水合乙酸钠 (CH₃COONa·3H₂O AR 99%) ;
- 1.1.13 草酸钠 (C₂Na₂O₄ 99.98%) ;
- 1.1.14 柠檬酸钠 (C₆H₅Na₃O₃·2H₂O 99%) ;

1.2 耗材

- 1.2.1 0.22μm 水性滤膜;
- 1.2.2 一次性注射器 1-5mL;
- 1.2.3 离心管: 10mL;
- 1.2.4 一次性吸管 (1~5mL) ;
- 1.2.5 Ag/H 型预处理柱;
- 1.2.6 超滤离心管;
- 1.2.7 锥形瓶: 250mL;

1.3 仪器设备

- 1.3.1 离子色谱仪 (配有电导检测器) : IC6200、IC6000
- 1.3.2 自动进样器: AS3100;
- 1.3.3 超声波清洗器;
- 1.3.4 淋洗液发生器: OH-型, EG6100
- 1.3.5 离心机
- 1.3.6 电子天平

3 前处理

3.1 相关离子标准混合液的配制

相关离子标准混合工作液												
序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
离子名称	F ⁻	BrO ₃ ⁻	Cl ⁻	NO ₂ ⁻	NO ₃ ⁻	Br ⁻	SO ₄ ²⁻	HPO ₄ ²⁻	乙酸根	甲酸根	草酸根	柠檬酸根

浓度/ (µg/mL)	6	20	25	20	20	20	20	20	20	10	20	30
-------------	---	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----	----

3.2 样品制备

3.2.1 提取

准确称取 2g 小麦粉于 250mL 具塞三角瓶中，加入 20.0mL 超纯水，迅速摇匀后在间歇搅拌下于超声波中提取 20min，静置，转移混合液于 10mL 离心管中，10000r/min 离心 10min，取上清液备用。

3.2.2 净化

将提取后的样品依次经活化后的 Ag/H 柱、0.22µm 滤膜过滤，滤液装入超滤离心管中于 10000r/min 下离心 20min，超滤液装入进样瓶中待测。

3.3 标准曲线配制

标准曲线浓度表					
序号	1	2	3	4	5
浓度 (mg/L)	0.0500	0.200	0.500	1.00	2.00

4 测试过程及结果分析

4.1 碳酸根体系

4.2 色谱条件

色谱柱：Shodex SI-52 4E 4mm×250mm，配 HS-5AG 4mm×10mm 保护柱；

柱温：45℃；

淋洗液：3.6mmol/L 碳酸钠；

流速：0.7mL/min；

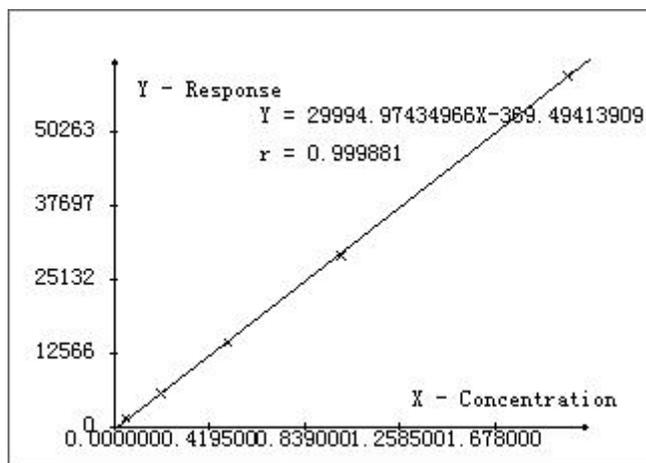
检测器：电导检测器，

检测器池温：45℃；

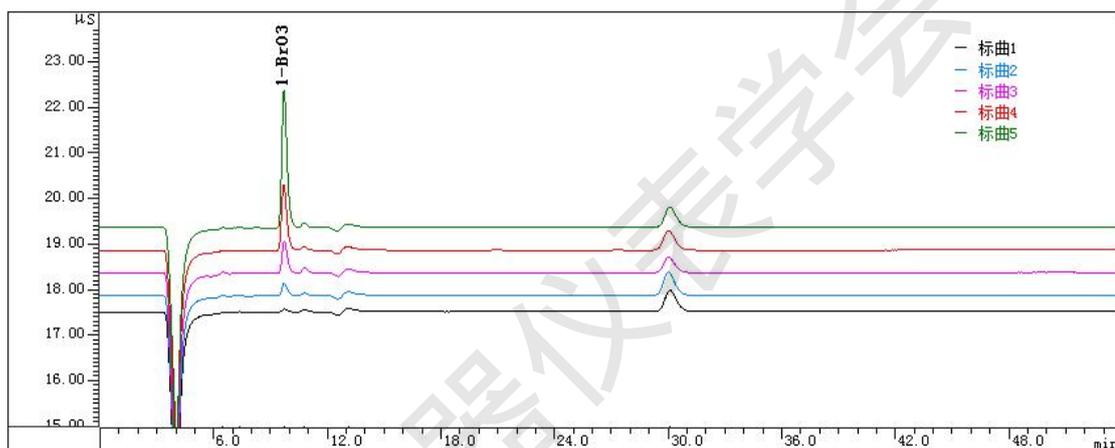
抑制器：阴离子抑制器；

抑制电流：30mA；

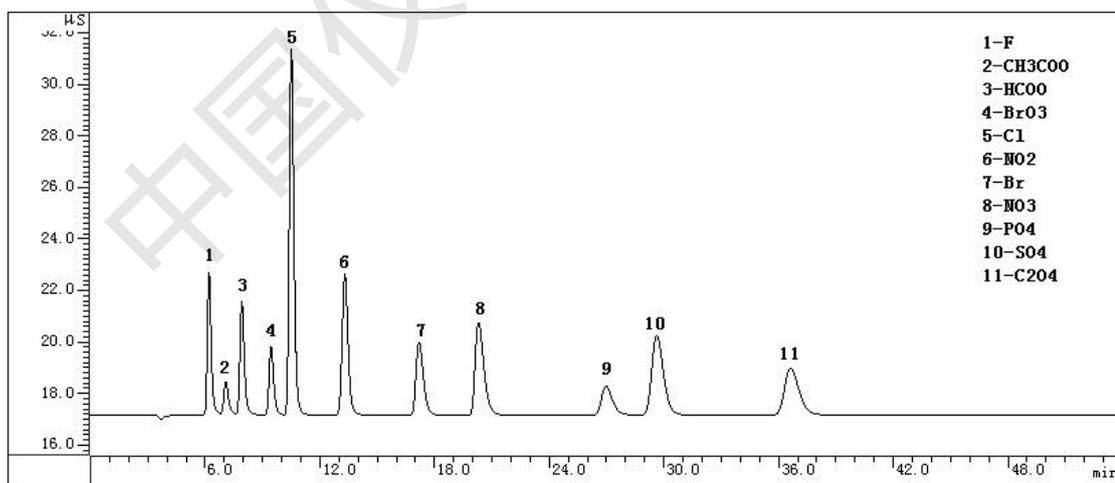
4.3 标曲线性



标曲重叠谱图



4.4 相关离子标准混合液测试

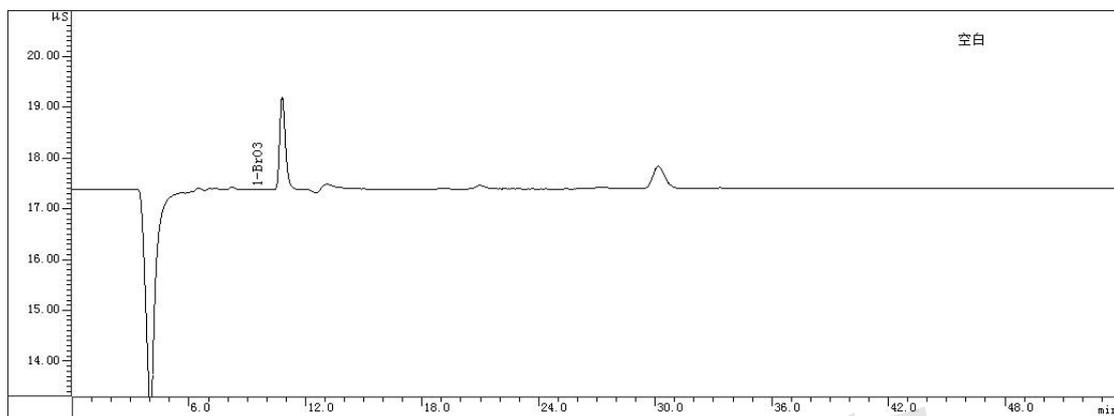


各离子分离度情况

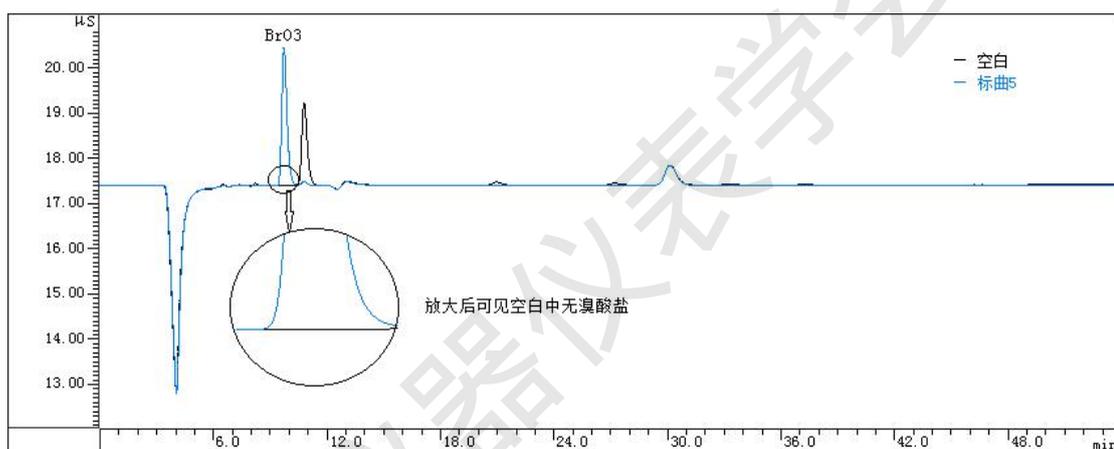
序号	组份名称	保留时间	峰面积	分离度	拖尾因子	理论塔板数
1	溴酸根	9.535	46334.29952	2.427454	1.275983	7383
2	氯离子	10.605	248474.8921	5.653333	1.239653	9372

4.5 样品测试

空白谱图

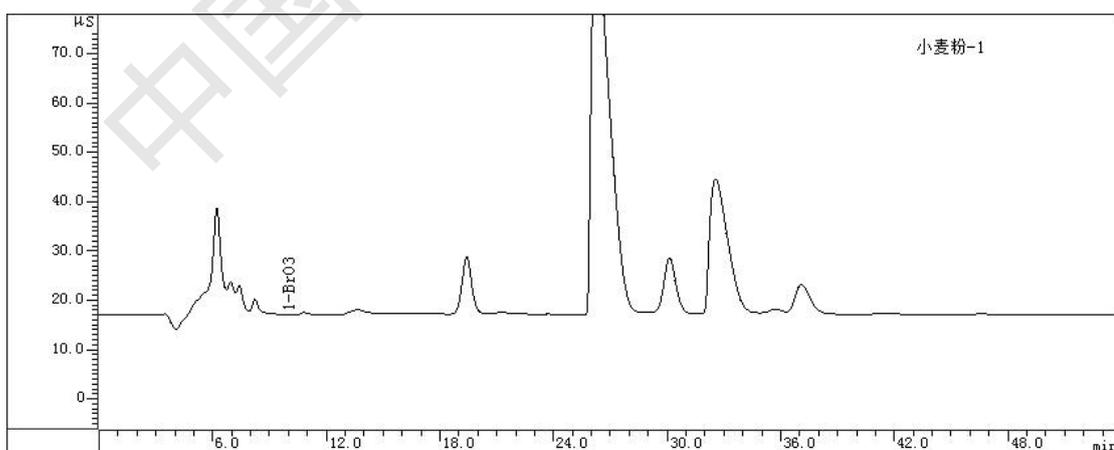


空白对比标样谱图

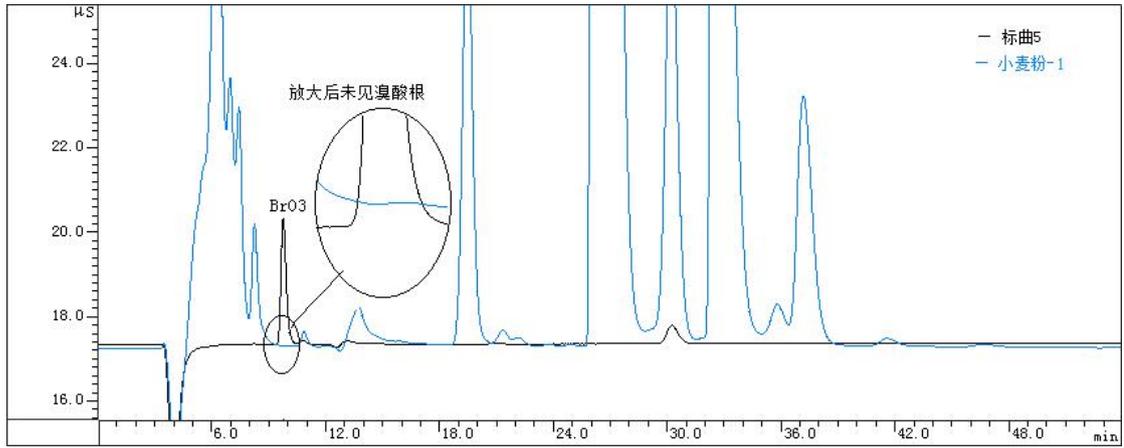


小麦粉测试

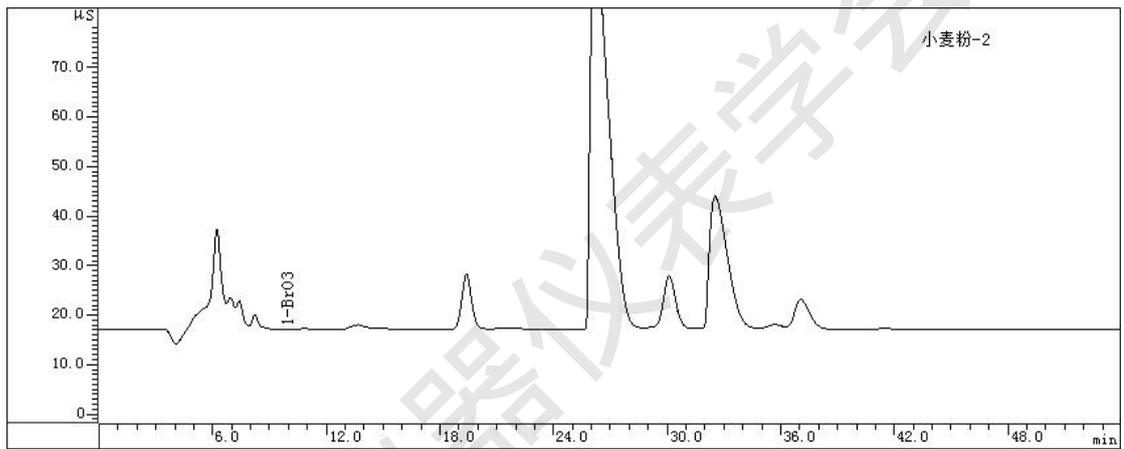
小麦粉-1 谱图



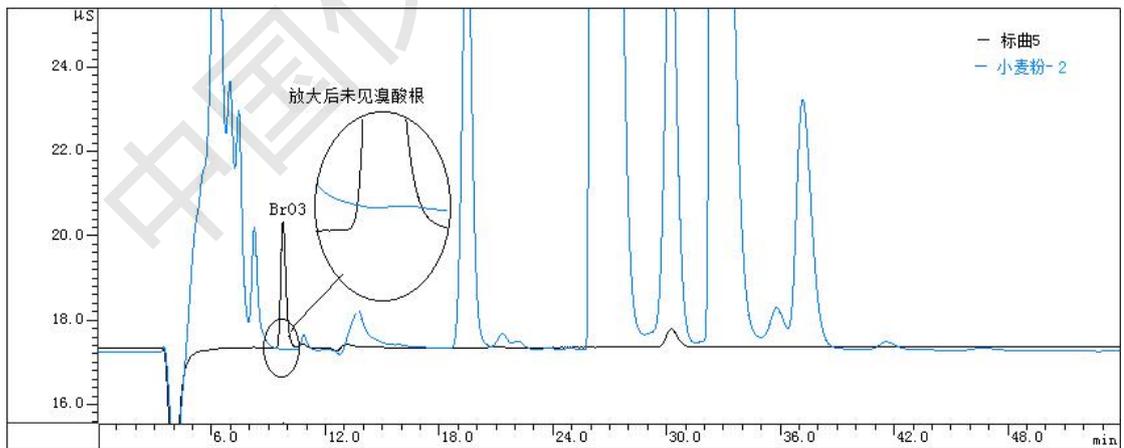
小麦粉-1 对比标样谱图



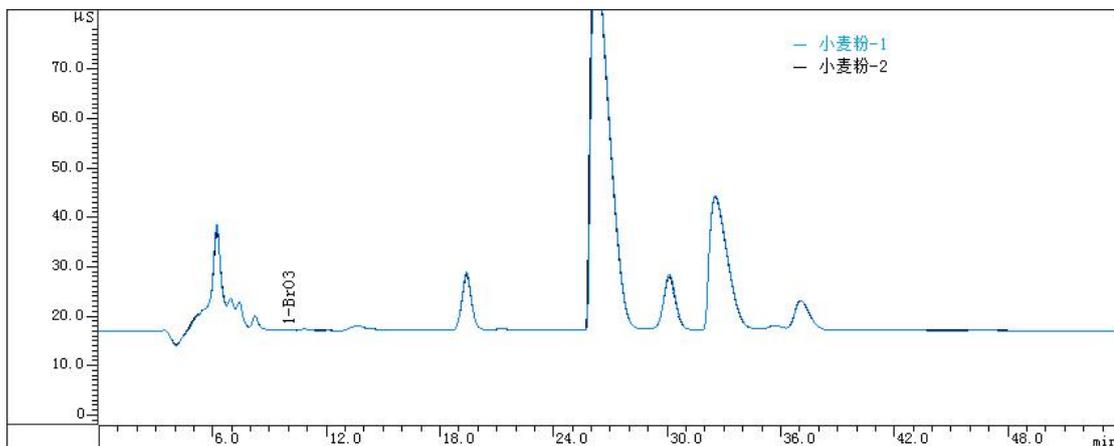
小麦粉-2 谱图



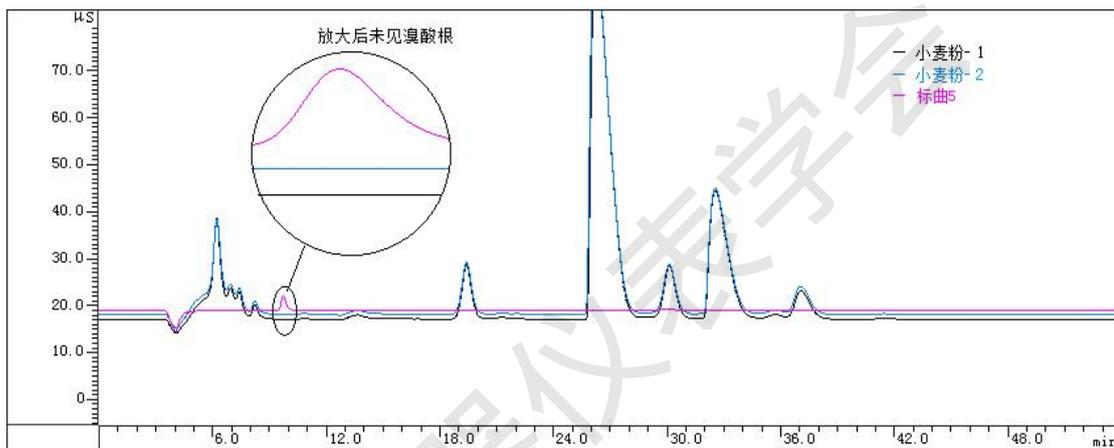
小麦粉-2 对比标样谱图



小麦粉重叠谱图



小麦粉重叠对比标样谱图

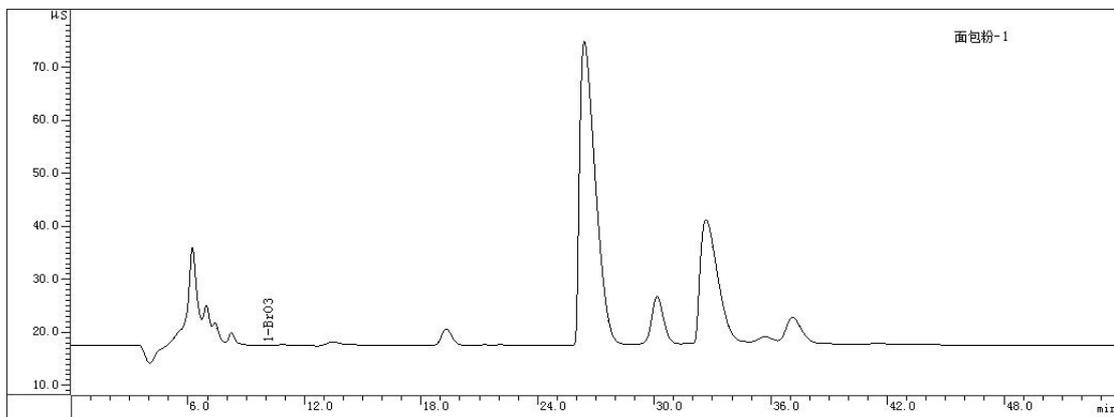


结果计算

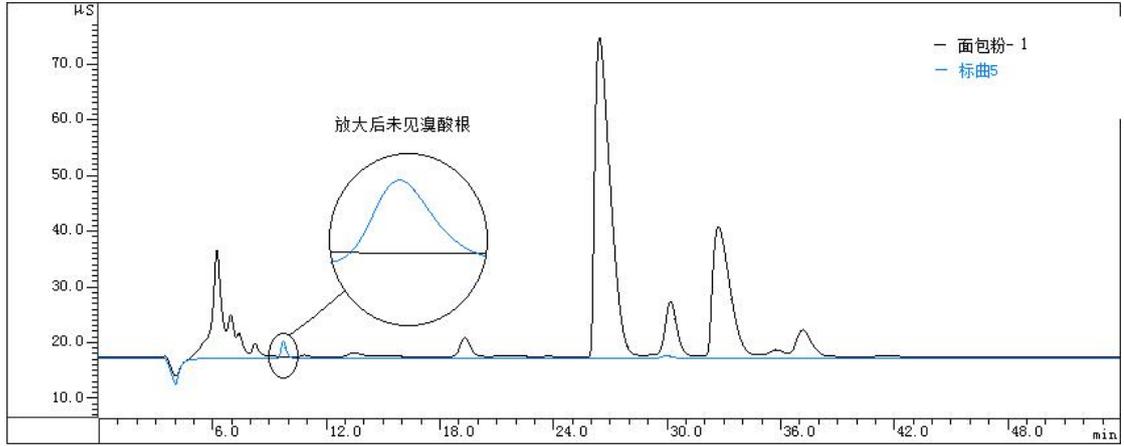
编号	称样量 (g)	定容体积 (mL)	测定浓度 (μg/mL)	结果 (mg/kg)
小麦粉-1	2.0016	20.0	未检出	未检出
小麦粉-2	2.0015		未检出	未检出

面包粉测试

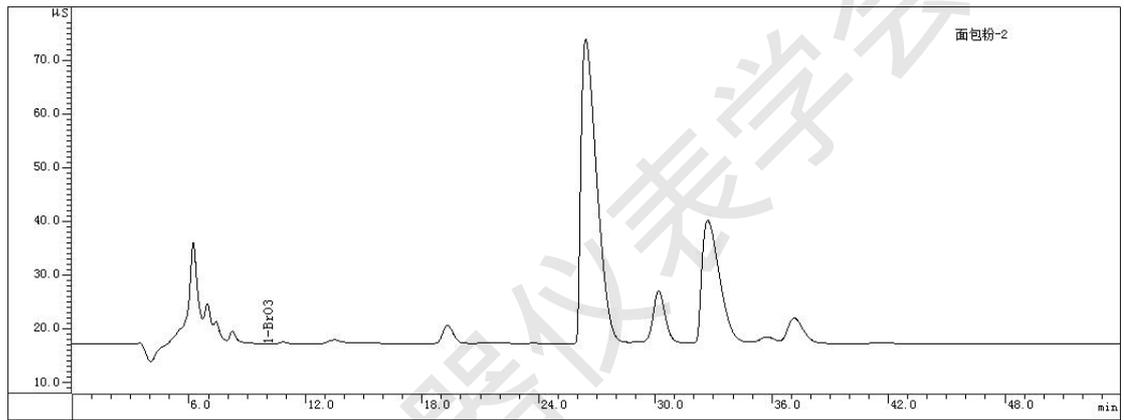
面包粉-1 谱图



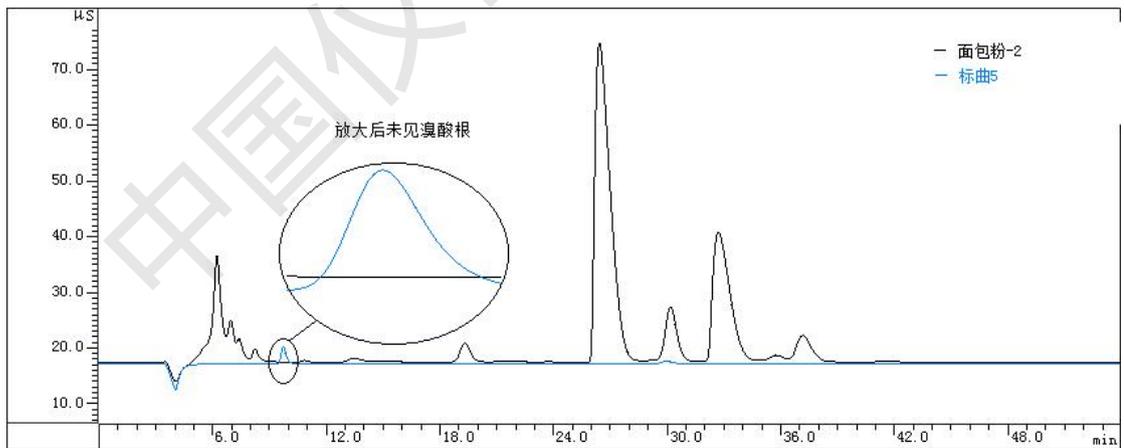
面包粉-1 对比标样谱图



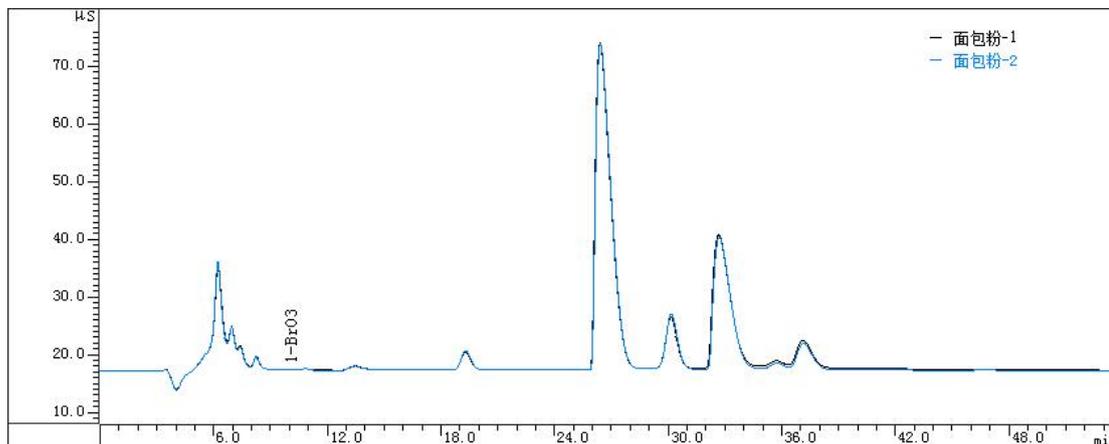
面包粉-2 谱图



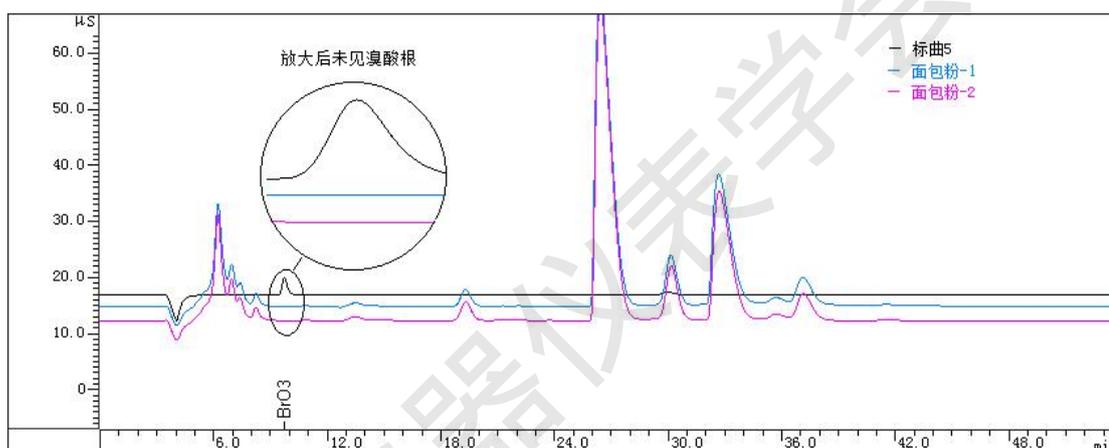
面包粉-2 对比标样谱图



面包粉重叠谱图



面包粉重叠对比标样谱图



5 结果计算

编号	称样量 (g)	定容体积 (mL)	测定浓度 (μg/mL)	结果 (mg/kg)
面包粉-1	2.0011	20.0	未检出	未检出
面包粉-2	2.0014		未检出	未检出

5.1 OH-体系

5.2 色谱条件

色谱柱：DIONEX IonPac AS19 4mm×250mm，配 HS-5AG 4mm×50mm 保护柱；

柱温：30℃；

淋洗液：KOH，梯度淋洗，梯度浓度见下表；

流速：1.0mL/min；

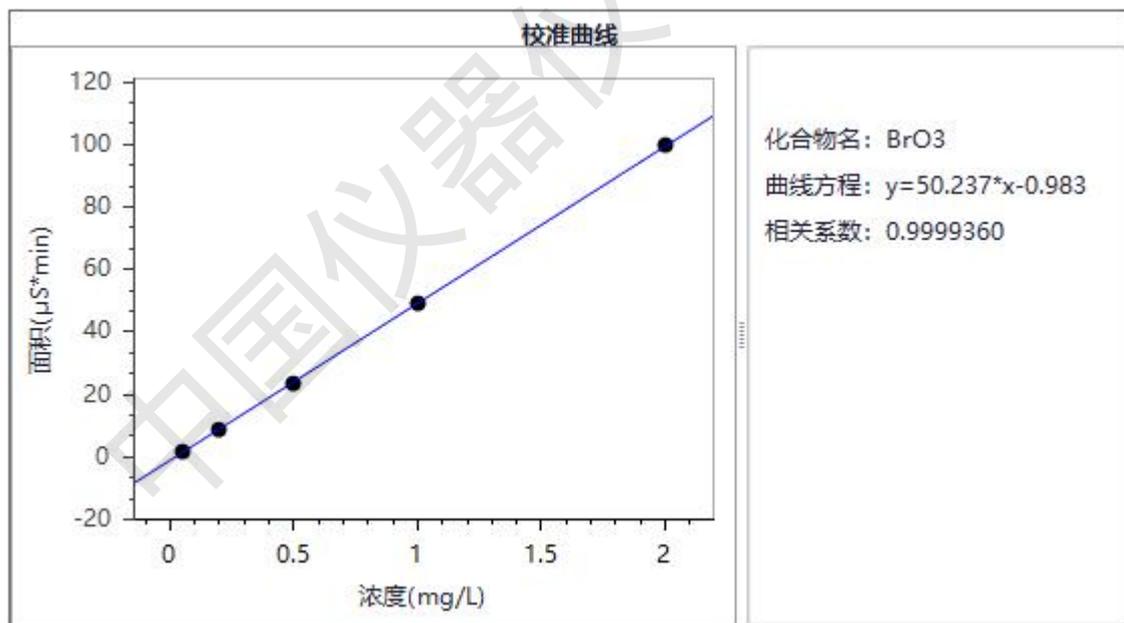
检测器：电导检测器；

检测器池温 35°C;

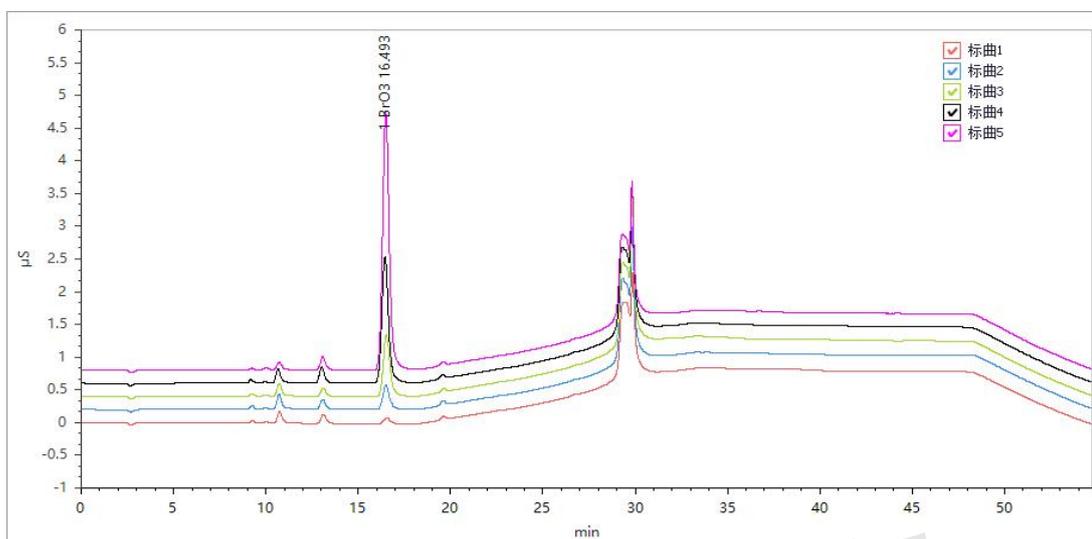
抑制电流: 120mA;

淋洗液 OH-浓度梯度表			
时间/min	流速/(mL/min)	线性类型	OH-浓度/(mmol/L)
0	1.0	线性	5
15	1.0	线性	5
25	1.0	线性	30
30	1.0	线性	40
45	1.0	线性	40
52	1.0	线性	5
55	1.0	线性	5

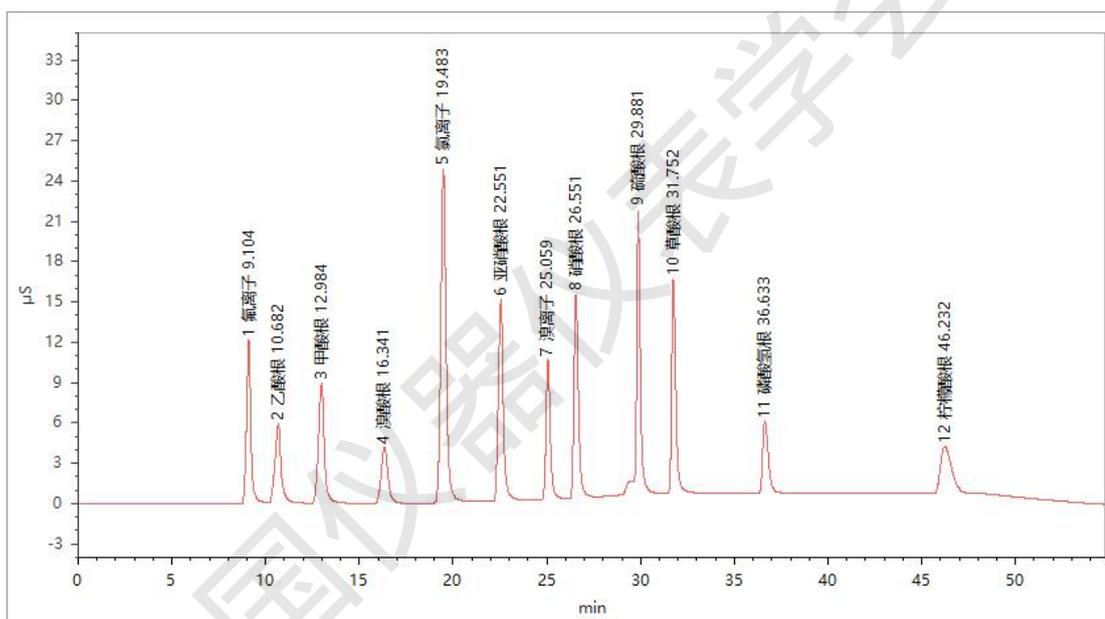
5.3 标曲线性



标准曲线重叠谱图



5.4 相关离子标准混合液测试

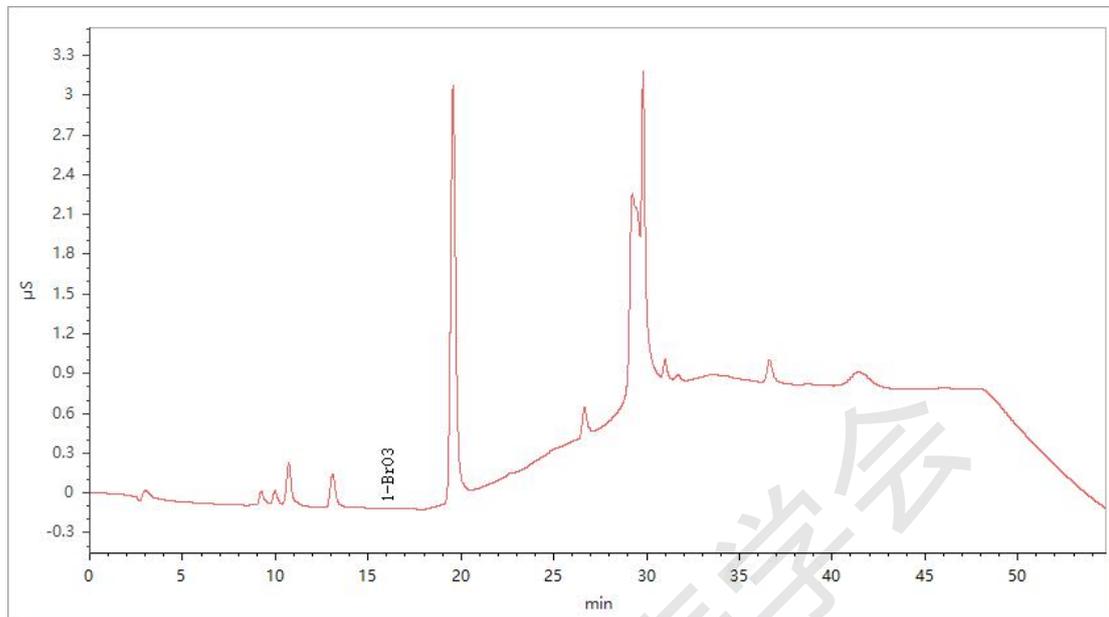


各离子分离度情况:

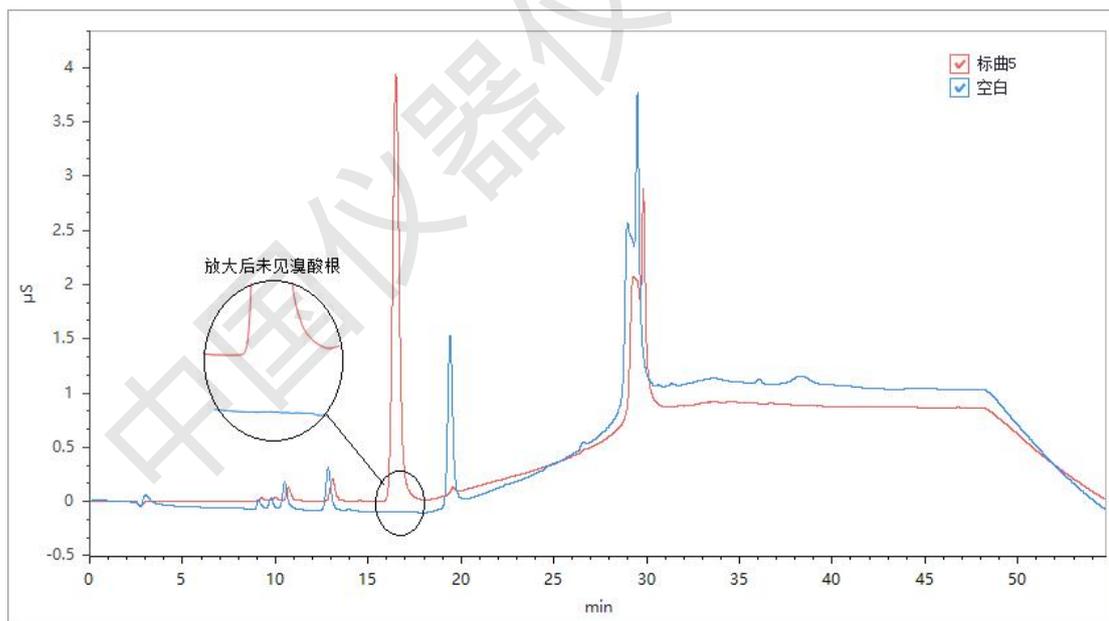
序号	化合物名	保留时间	峰面积	分离度	拖尾因子	理论塔板数	信噪比
1	溴酸根	16.341	108.266	5.517	1.164	10165	2019.111
2	氯离子	19.483	483.093	6.524	1.128	25207	11901.899

5.5 样品测试

空白谱图

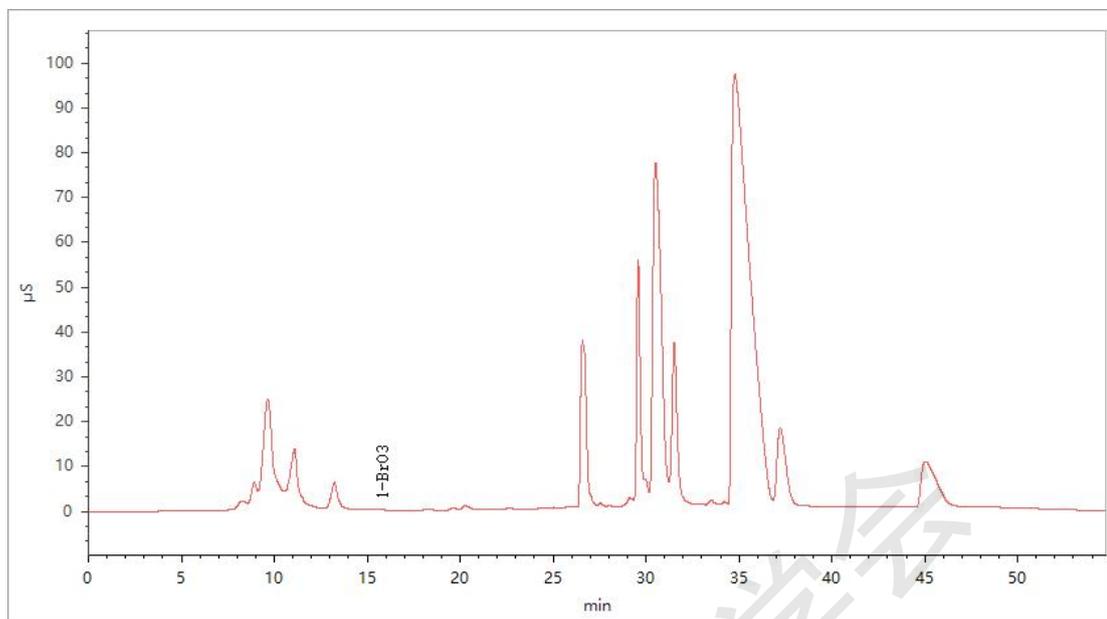


空白对比标样谱图

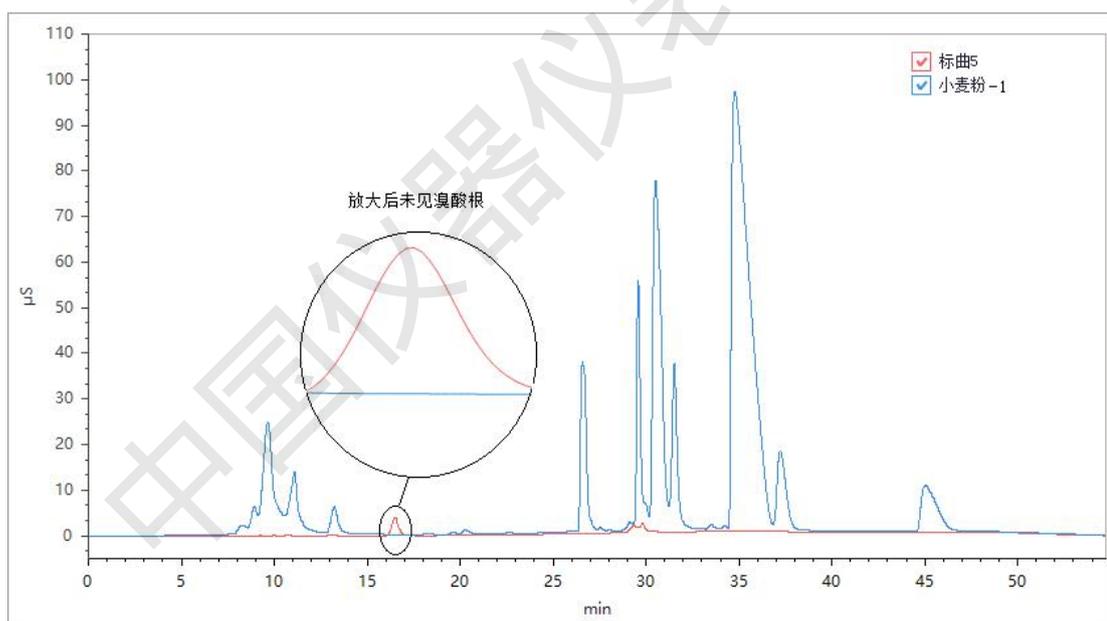


小麦粉测试

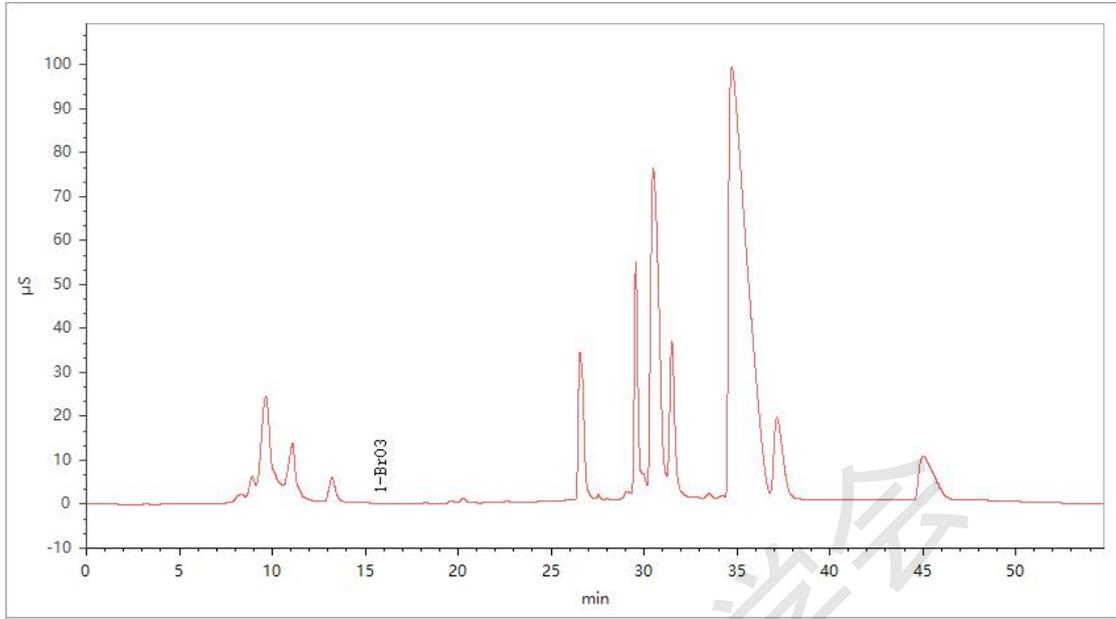
小麦粉-1 谱图



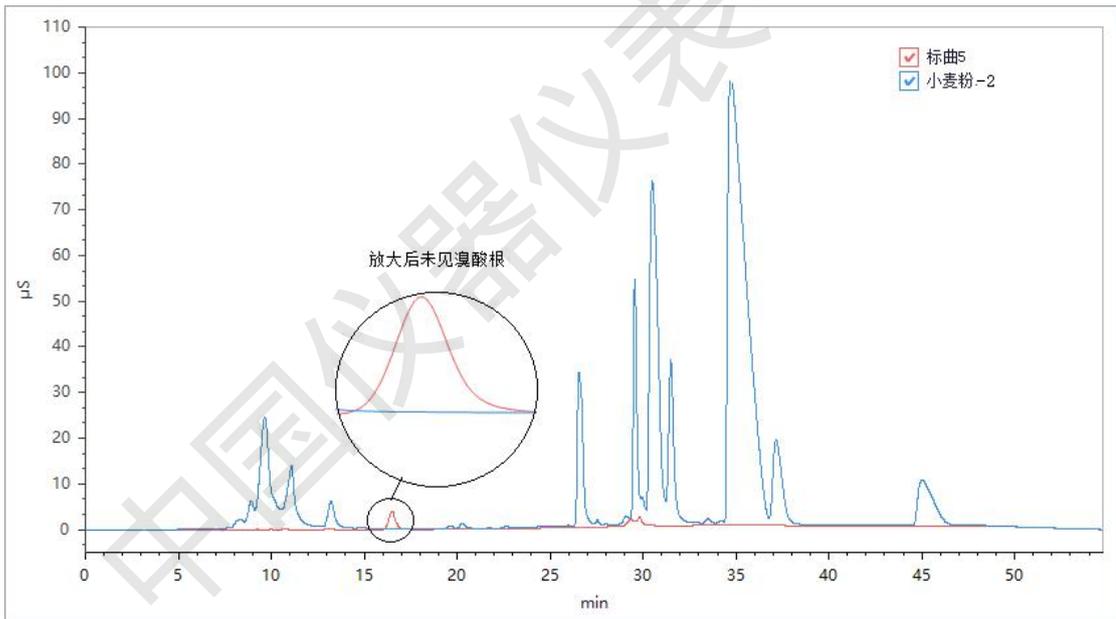
小麦粉-1 对比标样谱图



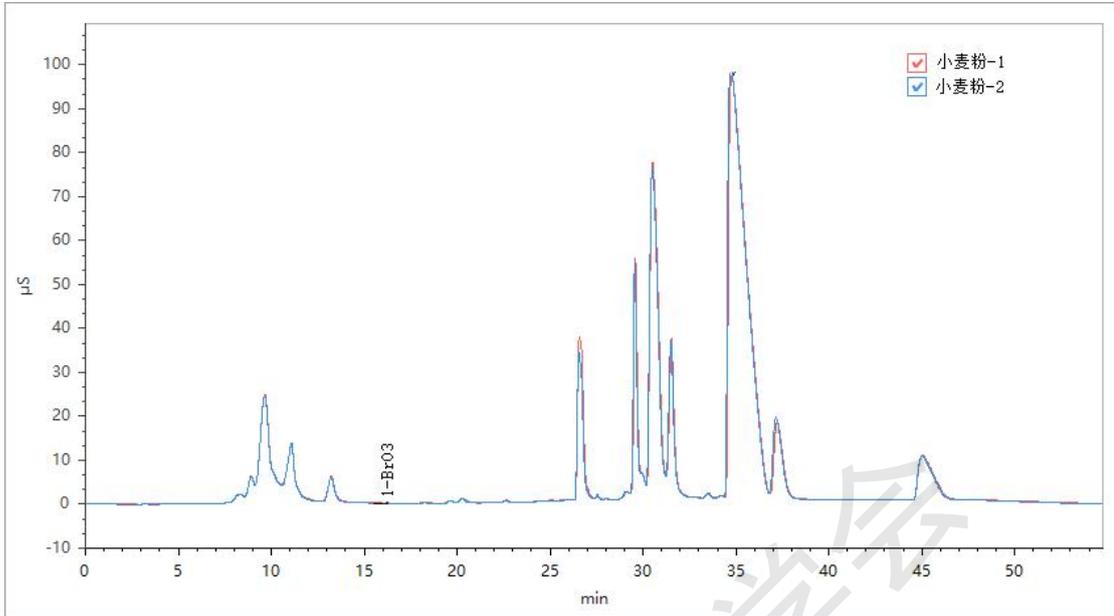
小麦粉-2 谱图



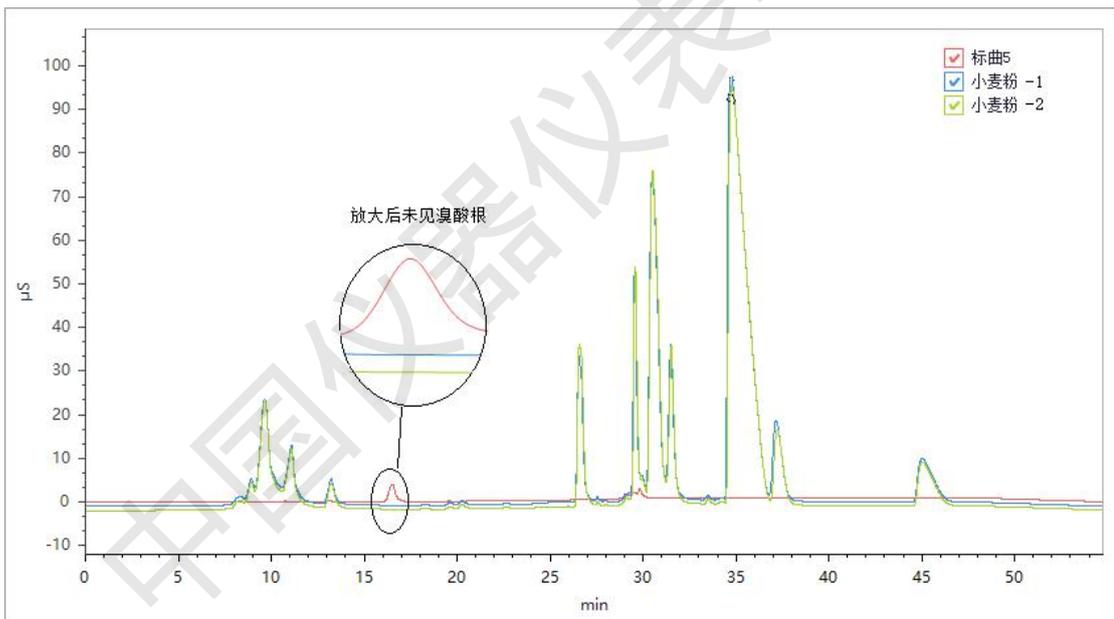
小麦粉-2 对比标样谱图



小麦粉重叠谱图



小麦粉重叠对比标样谱图

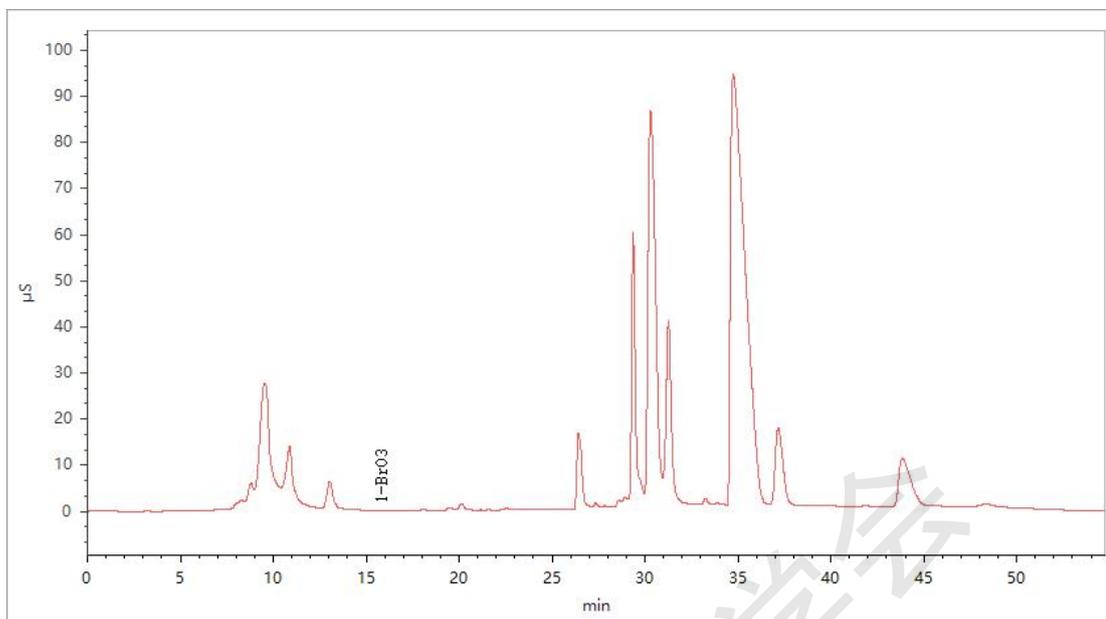


结果计算

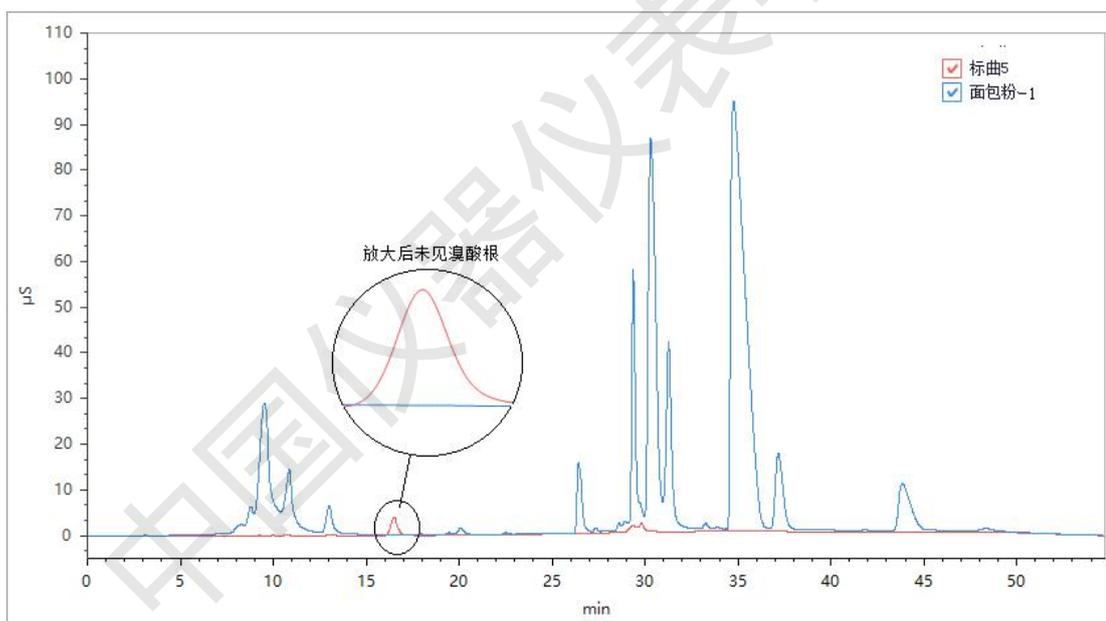
编号	称样量 (g)	定容体积 (mL)	测定浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	结果 (mg/kg)
小麦粉-1	2.0016	20.0	未检出	未检出
小麦粉-2	2.0015		未检出	未检出

面包粉测试

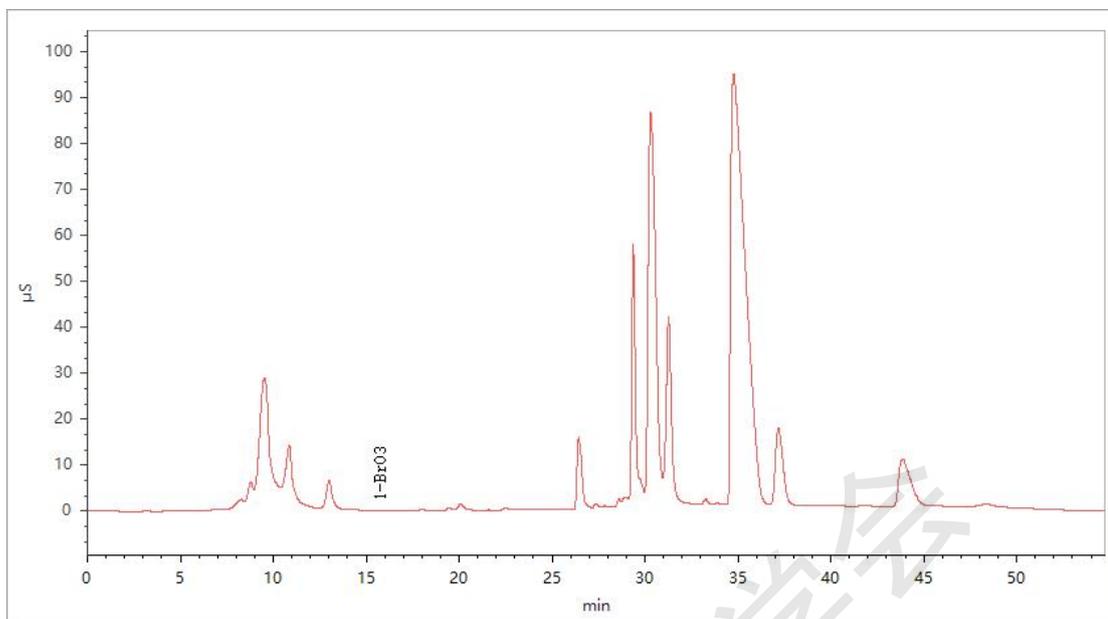
面包粉-1 谱图



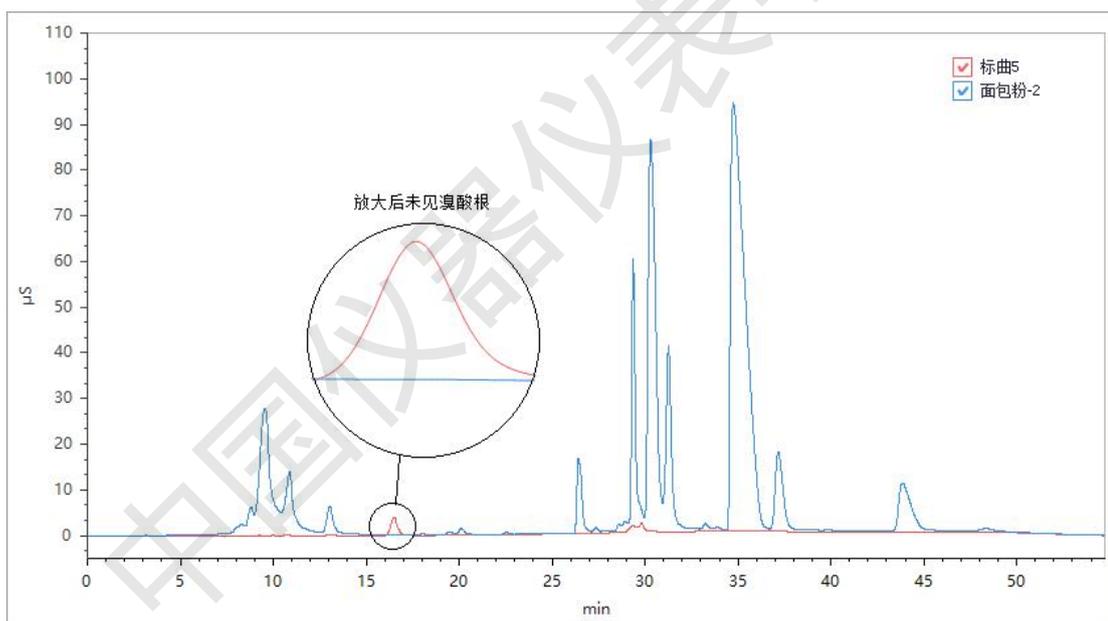
面包粉-1 对比标样谱图



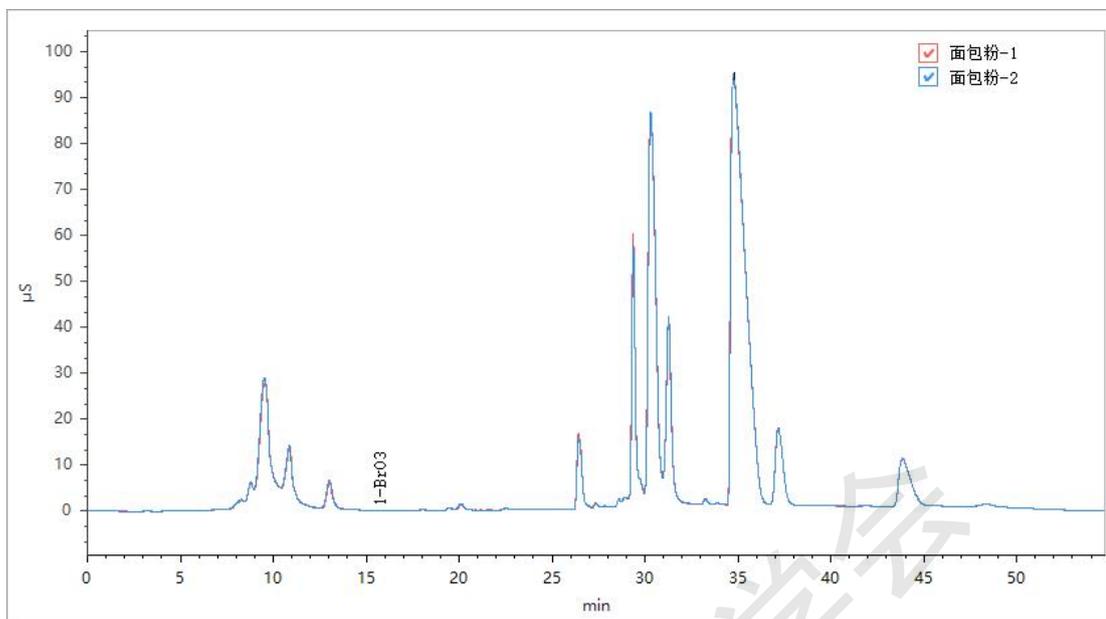
面包粉-2 谱图



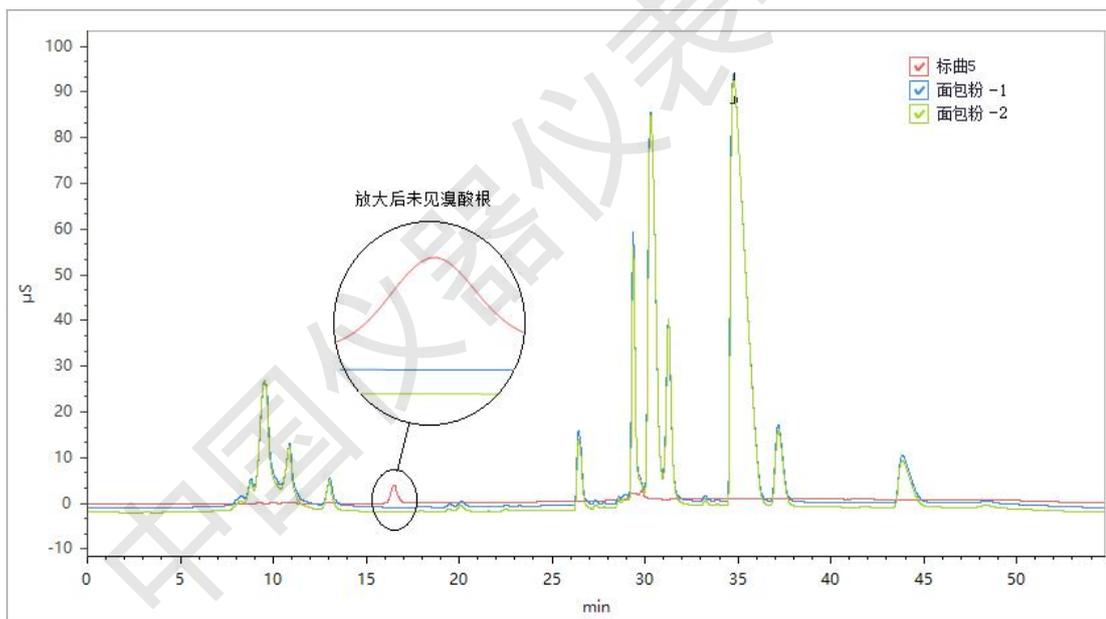
面包粉-2 对比标样谱图



面包粉重叠谱图



面包粉重叠对比标样谱图

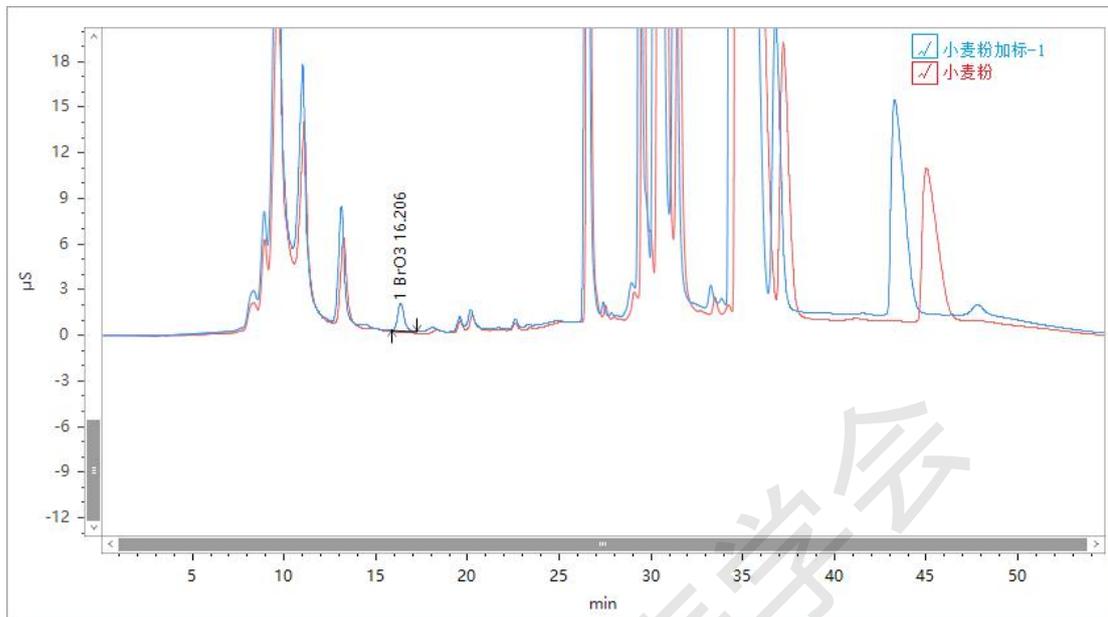


结果计算

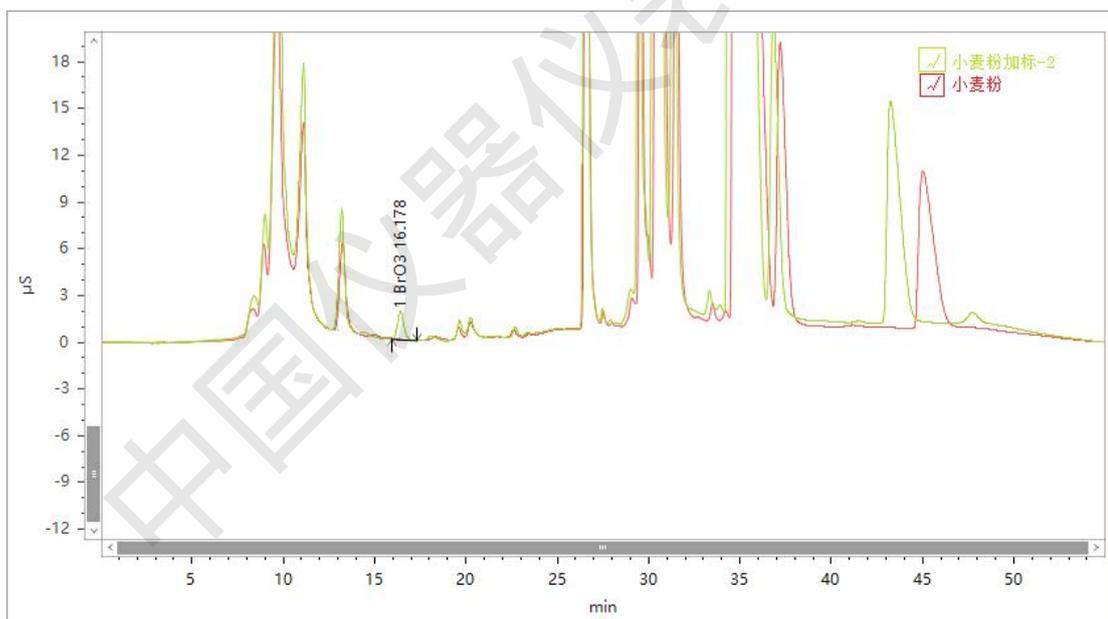
编号	称样量 (g)	定容体积 (mL)	测定浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	结果 (mg/kg)
面包粉-1	2.0011	20.0	未检出	未检出
面包粉-2	2.0014		未检出	未检出

5.6 加标回收测试

小麦粉加标-1 重叠谱图



小麦粉加标-2 重叠谱图



回收率结果计算

编号	称样量(g)	加标量 (μg)	加标前含量 (mg/kg)	加标后含量 (mg/kg)	回收率 (%)
小麦粉加标-1	2.0001	20	未检出	9.23	92.3
小麦粉加标-2	2.0008			9.21	92.1

5.7 综合结果

编号	BrO ₃ ⁻ 含量 (mg/kg)
小麦粉	未检出
面包粉	未检出

中国仪器仪表学会