

小麦粉中溴酸盐的测定

1.前言

研究发现，试验鼠在长期服用含有溴酸盐的饮用水后，会大大增加它们得肾癌、甲状腺和腹膜间皮瘤的发病率。因此，国际癌症研究协会认为，溴酸盐可能会增加人类患癌症的几率，将溴酸盐归为 2B 类致癌物质，对人体健康有害。

我国大部分面粉和面制品生产企业再生产面包粉过程中普遍使用溴酸盐，加之面包制作中使用的复合型面包添加剂大都含有溴酸钾，所以“双重添加”的情况很普遍。我国于 2006 年 6 月正式颁布实施 GB/T20188-2006《小麦粉中溴酸盐的检测-离子色谱法》国家标准检测方法，主要针对面包生产两大原料小麦粉和添加剂而定。

2.实验

2.1 仪器和设备

离子色谱仪（IC1820,上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；
万分之一分析天平（AE224,上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；
超声波清洗器；
离心机：6000 r/min（2 mL 离心管）
预处理小柱：C18 小柱、Ag 柱、0.22 μm 针头过滤器
常规实验室仪器

2.2 试剂

碳酸钠（优级纯）、溴酸钠（或溴酸根标准溶液）
超纯水（电阻率≥18.2 MΩ）

2.3.离子色谱测定条件

色谱柱：阴离子色谱柱，Shodex IC SI-52 4E
流动相：3.6 mM Na₂CO₃ aq.
流 速：0.8 mL/min
检测器：抑制型电导检测器（温度，40 °C）
抑制器电流：60 mA
柱 温：45 °C
进样量：25 μL（可根据离子含量改变）

2.4.样品预处理

依据 GB/T 20188-2006 称取 10 g（精确到 0.1 g）小麦粉于 250 mL 具塞三角瓶中，加入 100 mL 超纯水，迅速摇匀后超声 30 min（间歇搅拌），静置，转移上清液于离心管中，6000 r/min 离心 15 分钟，上清液备用。

取上述上清液 5 mL 依次过 0.22 μm 过滤膜、C18 柱，Ag 柱，弃去前面 3 mL，后面样品直接进离子色谱测定。

2.5 样品谱图

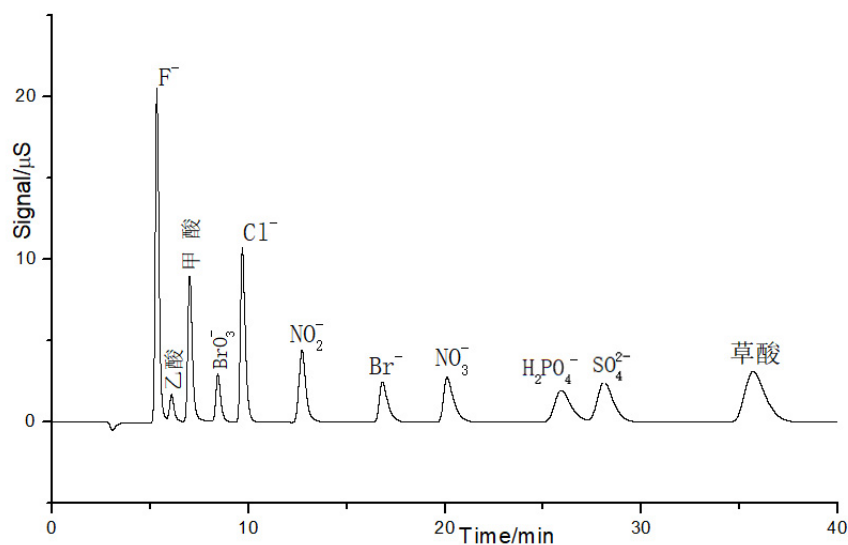


图 1

11 种阴离子和有机酸的等度分离谱图

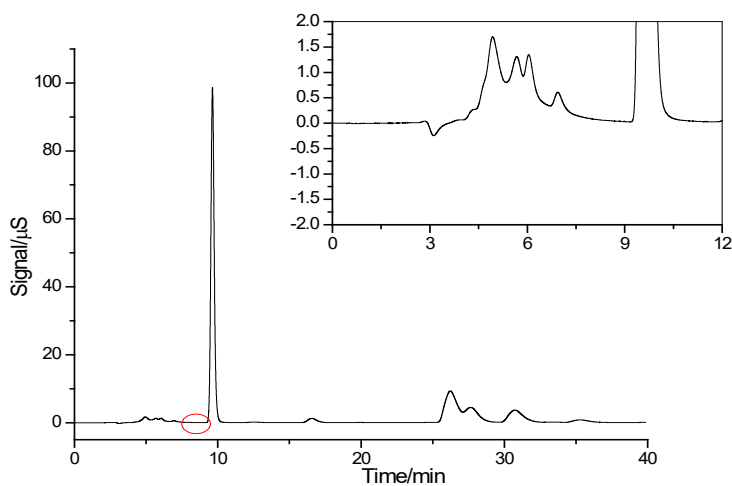


图 2

空白小麦粉等度分离谱图

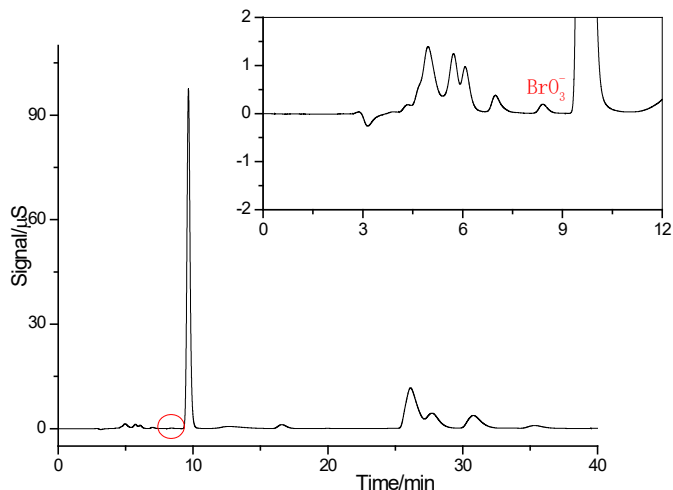


图 3

含 BrO_3^- 10 mg/kg 小麦粉等度分离谱

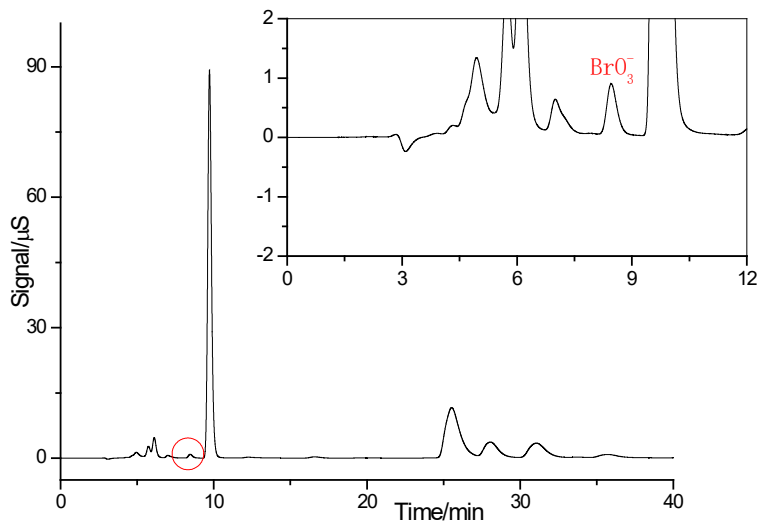


图 4

含 BrO_3^- 20 mg/kg 小麦粉等度分离谱图

2.6 检测方法

由于小麦粉空白溴酸盐的含量小于国标方法检出限 (0.5 mg/kg)，我们分别向小麦粉中加入相当于含溴酸盐 10 mg/kg、20 mg/kg 的 BrO_3^- 的标准液，测得其加标回收率分别为 98.2%、98.5%。

3. 结论

参照国标 GB/T 20188-2006，采用离子色谱法配置 Shodex IC SI-52 4E 色谱柱检测小麦粉中的溴酸盐。此方法具有简单、方便且准确率高等优点。

注：Shodex 是株式会社力森诺科的注册商标