

ICS 67.050
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 20188—2006

小麦粉中溴酸盐的测定 离子色谱法

Determination of bromate in wheat flour—
Ion chromatography method

2006-05-10 发布

2006-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准由中华人民共和国湖北出入境检验检疫局和大连市产品质量监督检验所共同负责起草。

本标准参加起草单位：中国科学院生态环境研究中心化学与生态毒理学国家重点实验室、上海天美科学仪器有限公司、浙江方圆检测集团。

本标准主要起草人：潘炜、郑顺利、崔海容、牟世芬、徐国平、陈自立、于利军、胡德聪、王树林、李伟明、陈建华、郭坚。

小麦粉中溴酸盐的测定 离子色谱法

1 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。

本标准适用于小麦粉和小麦粉品质改良剂中溴酸盐的测定。

本标准检出限为 0.5 mg/kg(以 BrO_3^- 计)。

2 原理

用纯水提取样品中溴酸根离子(BrO_3^-),经 Ag/H 柱除去样品提取液中干扰氯离子(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。

3 试剂和材料

3.1 硫酸溶液 $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=50 \text{ g/L}$ 。

3.2 硝酸银溶液 $c(\text{AgNO}_3)=50 \text{ g/L}$ 。

3.3 氯化钠溶液 $c(\text{NaCl})=0.5\%$ (质量分数)。

3.4 强酸型阳离子交换树脂(H型):732[#]强酸型阳离子交换树脂(总交换容量 $\geq 4.5 \text{ mmol/g}$)用水浸泡,用5倍体积去离子水洗涤3次、用1倍体积甲醇洗涤、再用5倍~10倍体积高纯水分数次洗涤,至清洗水无色澄清后,尽量倾出清洗水,加入2倍体积的硫酸溶液(3.1),用玻璃棒搅拌1h,使树脂转为H型,先用去离子水洗至接近中性,然后用高纯水洗,至清洗水的pH值约为6,将树脂转入广口瓶中覆盖高纯水备用。

注:可采用商品化的H型阳离子交换树脂柱 OnGuard II H 柱(1.0cc),或同等性能的其他柱子。

3.5 强酸型阳离子交换树脂(Ag型):取一定量处理好的H型阳离子交换树脂(3.4),加入2倍体积的硝酸银溶液(3.2),用玻璃棒搅拌1h,使树脂转成Ag型,先用5倍体积去离子水分数次洗涤,然后用5倍~10倍体积的高纯水分数次洗涤树脂,用0.5%氯化钠溶液检验清洗水,直至不出现白色浑浊为止,将树脂转入广口瓶中覆盖高纯水备用。

注:可采用商品化的Ag型阳离子交换树脂柱 OnGuard II Ag 柱(1.0cc),或同等性能的其他柱子。

3.6 层析柱:0.8 cm(内径) \times 10 cm(高)层析管。

3.7 BrO_3^- 标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):准确称取 KBrO_3 基准试剂(相对分子质量 167.00,含量 $\geq 99.9\%$) 0.131 0 g,用高纯水溶解并定容至 100 mL,配成含 BrO_3^- 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 标准储备液,置于棕色瓶中 4℃下保存,可稳定 2 个月。

3.8 BrO_3^- 标准稀释液(100 $\mu\text{g/mL}$):吸取 BrO_3^- 标准储备液 10.0 mL,用高纯水定容至 100 mL, BrO_3^- 浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

3.9 BrO_3^- 标准工作曲线溶液:分别取 BrO_3^- 标准稀释液(3.8)0 mL、0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL、3.0 mL,用高纯水定容至 50 mL,该标准工作曲线浓度为:0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、3.0 $\mu\text{g/mL}$ 、4.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、6.0 $\mu\text{g/mL}$ 。若采用 200 μL 大体积进样时,标准工作曲线溶液需进行适当稀释。