



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3138—2012

---

## 出口面制品中溴酸盐的测定 柱后衍生离子色谱法

Determination of bromate in flour products for export—  
Ion chromatography with postcolumn derivatization

2012-05-07 发布

2012-11-16 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国湖北出入境检验检疫局、中华人民共和国湖南出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：郭坚、崔海容、秦一娜、杜文、凌约涛、叶明立、陈换新。

# 出口面制品中溴酸盐的测定

## 柱后衍生离子色谱法

### 1 范围

本标准规定了面制品中溴酸盐的柱后衍生离子色谱测定方法。

本标准适用于面包、馒头、饼干、油条等面制品中溴酸盐的测定。

### 2 原理

试样中溴酸钾经超声波提取、离心分离后,以氢氧化钾溶液或氢氧化钠溶液为淋洗液,经离子色谱柱分离后的溴酸盐用氢碘酸衍生,用紫外检测器测定溴酸盐衍生物的含量,换算得出试样中溴酸钾的含量。采用外标法定量。

### 3 试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,实验用水为超纯水,电阻率为  $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

- 3.1 溴酸钾标准品:纯度大于等于 99.9%。
- 3.2 氢氧化钠:优级纯。
- 3.3 碘化钾。
- 3.4 57%(质量分数)碘化氢水溶液:相对密度为 1.70。
- 3.5 四水合钼酸铵。
- 3.6 石油醚:沸程  $30 \text{ }^\circ\text{C} \sim 60 \text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 3.7 钼酸铵溶液:准确称取 0.247 g(精确至 0.1 mg)四水合钼酸铵(3.5),加水溶解,并稀释至 100 mL。于  $4 \text{ }^\circ\text{C}$  保存,有效期为 1 个月。
- 3.8 碘化钾溶液:准确称取 43.1 g(精确至 0.01 g)碘化钾(3.3),加入 500 mL 水溶解,加入 215  $\mu\text{L}$  钼酸铵溶液(3.7),加水稀释至 1 L,超声 20 min。避光保存,有效期 3 d。
- 3.9 溴酸盐衍生试剂:取碘化钾溶液(3.8),可通过溴酸盐衍生试剂在线制备装置进行制备,制备方法参见附录 A。
- 3.10 淋洗液储备液 [ $c(\text{NaOH}) = 100 \text{ mmol/L}$ ]:称取 4 g(精确至 0.1 g)氢氧化钠(3.2),加水至 1 000 mL,混匀。也可使用自动淋洗液发生器  $\text{OH}^-$  型制备。
- 3.11 溴酸盐标准储备液 [ $c(\text{BrO}_3^-) = 1\ 000 \text{ }\mu\text{g/mL}$ ]:准确称取 0.131 g(精确至 0.1 mg)溴酸钾标准品(3.1),用水溶解,并定容至 100 mL。于  $4 \text{ }^\circ\text{C}$  保存,有效期为 6 个月。
- 3.12 溴酸盐标准溶液 [ $c(\text{BrO}_3^-) = 10 \text{ }\mu\text{g/mL}$ ]:移取溴酸盐标准储备液(3.11)1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容。于  $4 \text{ }^\circ\text{C}$  保存,有效期为 1 个月。

### 4 仪器和设备

- 4.1 离子色谱仪:带紫外检测器。
- 4.2 衍生装置:应配有恒流泵(流速可调范围为  $0 \text{ mL/min} \sim 1.0 \text{ mL/min}$ )、加热器、衍生反应管、溴酸