

DBS50

重 庆 市 地 方 标 准

DBS 50/027—2016

食品安全地方标准
包装饮用水中溴酸盐的测定
高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法

2016-05-20 发布

2017-01-01 实施

重庆市卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准首次发布。

食品安全地方标准

包装饮用水中溴酸盐的测定

高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了包装饮用水中溴酸盐的高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱测定方法。本标准适用于包装饮用水中溴酸盐的测定。

2 原理

样品经0.22 μm滤膜过滤后，用高效液相色谱仪对溴的不同形态进行分离，并直接导入电感耦合等离子体质谱仪测定，与标准样品进行比较，外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明，在分析中所使用试剂均为优级纯，用水为GB/T 6682规定的一级水。

3.1 试剂

硝酸铵 (NH_4NO_3)：优级纯。

3.2 试剂配制

50 mmol/L 硝酸铵溶液：准确称取 4.0 g 硝酸铵用水溶解并定容至 1000 mL。

3.3 标准品

溴酸根(溴酸盐) 溶液标准物质：1000 μg/mL。

3.4 标准溶液的配制

3.4.1 溴酸盐标准储备液 (10 μg/mL)：准确移取溴酸盐标准溶液 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。密封后避光 4 °C 下保存，有效期为 1 个月。

3.4.2 溴酸盐标准工作液：采用逐级稀释的方式将溴酸盐标准储备液配制成浓度为 0.5 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L 的标准使用溶液系列。

3.5 材料

0.22 μm 滤膜。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪 (HPLC)。

4.2 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP/MS)。

4.3 分析天平：感量 0.1 g。

5 分析步骤

5.1 试样的处理

水样经 0.22 μm 微孔滤膜过滤，待测。

5.2 测定条件

5.2.1 高效液相色谱 (HPLC) 条件 (Thermo Ultimate 3000)

a) 色谱柱参数：Dionex IonPac AG 19 阴离子保护柱 (4 mm×50 mm) 或相当者；Dionex IonPac AS 19 阴离子分析柱 (4 mm×250 mm) 或相当者。

b) 柱温：室温。

c) 流动相：50 mmol/L 硝酸铵溶液。

d) 流速：1.0 mL/min。

e) 进样量：100 μL。

5.2.2 电感耦合等离子体质谱 (ICP/MS) 参考条件 (Thermo Xseries II)

ICP-MS工作参数

参数	参数值
射频功率/Forward Power	1350 W
驻留时间/Dwell Time	400.0 ms
采样深度/Sampling Depth	150 mm
冷却气流速/Cool Gas Flow	13.0 L min ⁻¹
辅助气流速/Auxiliary Gas Flow	0.80 L min ⁻¹
雾化气流速/Nebulizer Gas Flow	0.90 L min ⁻¹
采集质量数/Acquisition Symbol	⁷⁹ Br

注：此处列出试验用仪器型号仅供参考，并不涉及商业目的，鼓励标准使用者尝试不同厂家或型号的仪器。

5.3 标准曲线的制作

在上述仪器条件下，将溴酸盐标准工作液依次进样，测定相应的峰面积，以标准工作液的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。溴酸盐标准样品色谱图见附录A。在上述条件下，溴酸盐的保留时间约为4.3 min。

5.4 试样溶液的测定

在相同的测定条件下，将试样溶液注入仪器中，以保留时间定性，以试样峰面积与标准比较定量。

6 分析结果的表述

试样中溴酸盐（以 BrO_3^- 计）的含量按公式（1）计算：

$$X = \frac{c \times f}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中溴酸盐（以 BrO_3^- 计）的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

c ——从标准曲线上查得的试样溶液中溴酸盐（以 BrO_3^- 计）浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

f ——试样溶液稀释倍数；

计算结果保留两位有效数字。

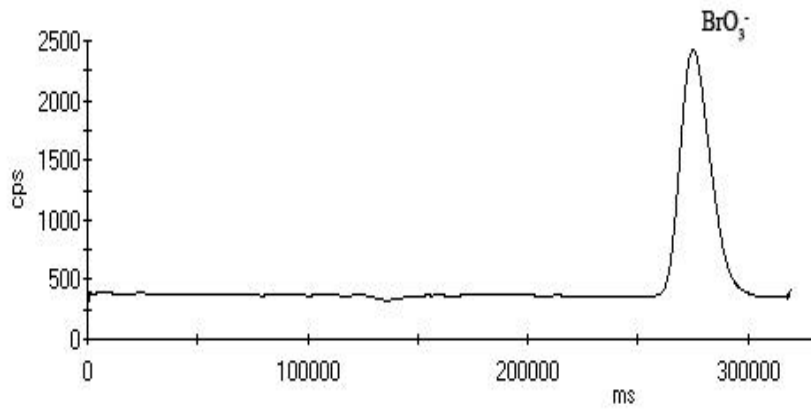
7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10 %。

8 其他

使用Thermo Ultimate 3000高效液相色谱(HPLC) 串联Thermo Xseries II 电感耦合等离子体质谱(ICP/MS)时，本方法的检出限为 $0.11 \mu\text{g/L}$ ，定量限为 $0.50 \mu\text{g/L}$ 。

附录 A
(资料性附录)
溴酸盐标准样品色谱图



图A.1 溴酸盐标准样品色谱图