食品中溴酸鹽之鑑別方法
Method of Identification for Bromate in Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於麵粉及其製品中溴酸鹽(bromate)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取及淨化後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC-MS/MS)分析之方法。

2.1. 裝置：

2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：

2.1.1.1. 離子源：電灑離子化(electrospray ionization, ESI)。

2.1.1.2. 層析管：ACQUITY UPLC BEH Amide，1.7 μm，內徑2.1 mm × 10 cm，或同級品。

2.1.2. 離心機(Centrifuge)：可達5000 ×g以上，且溫度控制可達5℃以下者。

2.1.3. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。

2.1.4. 固相真空萃取裝置(Solid phase extraction vacuum manifolds)。

2.2. 試藥：乙腈採用液相層析級；甲酸銨採用試藥特級；去離子水(比電阻於25℃可達18 MΩ‧cm以上)；溴酸鉀對照用標準品。

2.3. 器具及材料：

2.3.1. 容量瓶：5 mL及10 mL。

2.3.2. 離心管：50 mL，PP材質。

2.3.3. 固相萃取匣：Sep-Pak®C18，200 mg，3 mL，或同級品。

2.3.4. 濾膜：孔徑0.22 μm，PTFE材質。

2.4. 試劑之調製：

2.4.1. 70%乙腈溶液：

取乙腈70 mL，加去離子水使成100 mL。

2.5. 移動相溶液之調製：

2.5.1. 移動相溶液A：

稱取甲酸銨3.153 g，以去離子水溶解使成1000 mL，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液A。

2.5.2. 移動相溶液B：乙腈。

2.6. 標準溶液之配製：

精確稱取相當於含溴酸鹽10 mg之對照用標準品，以70%乙腈溶液溶解並定容至10 mL，作為標準原液，冷藏貯存。臨用時取適量標準原液，以70%乙腈溶液稀釋至5 ng/mL，供作標準溶液。

2.7. 檢液之調製：

2.7.1. 萃取：

將檢體均質混勻後，取約1 g，精確稱定，置於離心管中，加入70%乙腈溶液9.5 mL，以超音波振盪15分鐘，於5℃，以5000 ×g離心30分鐘，取上清液供淨化用。

2.7.2. 淨化：

取2.7.1.節供淨化用溶液，注入預先以甲醇5 mL及去離子水5 mL潤洗且排淨之固相萃取匣，收集流出液，以70%乙腈溶液定容至10 mL，經濾膜過濾後，供作檢液。

2.8. 鑑別試驗：

精確量取檢液及標準溶液各2 μL，分別注入液相層析串聯質譜儀中，依下列條件進行分析。就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及多重反應偵測相對離子強度(註1)鑑別之。

液相層析串聯質譜分析測定條件(註2)：

層析管：ACQUITY UPLC BEH Amide，1.7 µm，內徑2.1 mm × 10 cm。

移動相溶液：A液與B液以下列條件進行梯度分析。

時間(min)	A (%)	B (%)
0.0 → 3.0	10 → 10	90 → 90
3.0 → 5.0	10 → 40	90 → 60
5.0 → 8.0	40 → 40	60 → 60
8.0 → 9.0	40 → 10	60 → 90
9.0 → 15.0	10 → 10	90 → 90

移動相流速：0.3 mL/min。

注入量：2 µL。

毛細管電壓(Capillary voltage)：1.5 kV。

離子化模式：ESI負離子。

離子源溫度(Ion source temperature)：150℃。

溶媒揮散溫度(Desolvation temperature)：450℃。

進樣錐氣體流速(Cone gas flow rate)：150 L/hr。

溶媒揮散流速(Desolvation flow rate)：950 L/hr。

偵測模式：多重反應偵測(multiple reaction monitoring, MRM)。偵測離子對、去集簇電壓(declustering potential)及碰撞能量(collision energy)如下表。

	離子對	去集簇	碰撞

分析物	前驅離子(*m/z*) > 產物離子(*m/z*)	電壓 (V)	能量 (eV)
Bromate	127 > 111	40	20
	129 > 113	40	20

註：1. 相對離子強度由2偵測離子對之波峰面積相除而得(≤ 100%)，容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	± 20
> 20～50	± 25
> 10～20	± 30
≤ 10	± 50

2. 上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

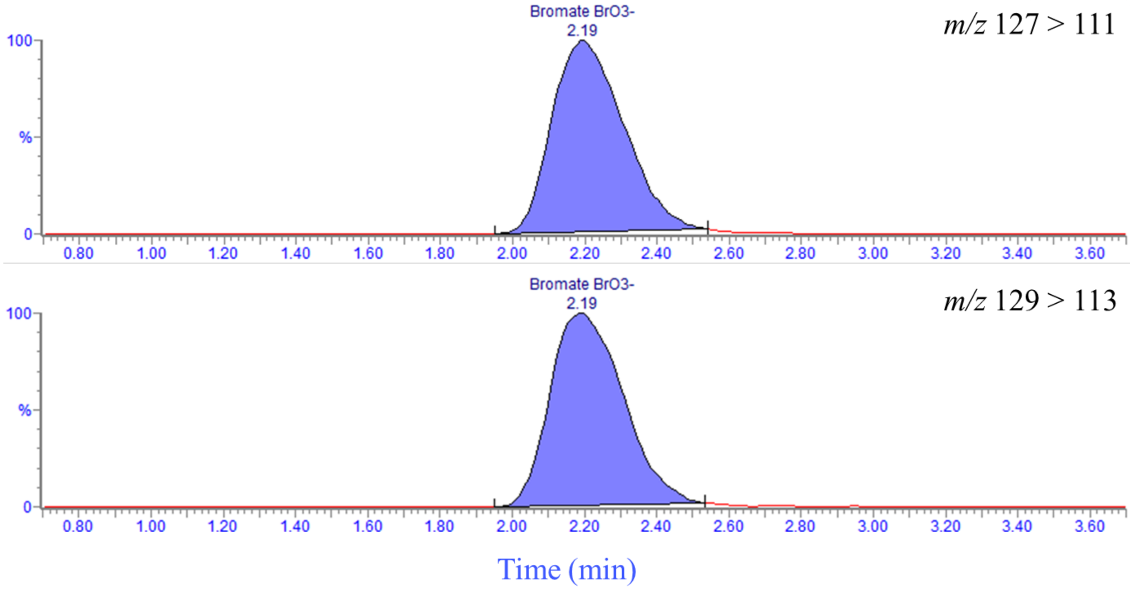
附註：1. 本檢驗方法之偵測極限為0.05 mg/kg。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. Himata, K., Noda, M., Ando, S. and Yamada, Y. 2000. Measurement of bromate in bread by liquid chromatography with post-column flow reactor detection. J. AOAC Int. 83: 347-355.
2. Kosaka, K., Asami, M., Takei, K. and Akiba, M. 2011. Analysis of bromate in drinking water using liquid chromatography–tandem mass spectrometry without sample pretreatment. Anal. Sci. 27: 1091-1095.

參考層析圖譜



圖、以 LC-MS/MS 分析溴酸鹽標準品之 MRM 圖譜