

食品中溴酸鉀檢驗方法之探討及其含量之調查

饒麥玲* 詹芳霖 李樹其 周薰修

行政院衛生署藥物食品檢驗局第四組

摘 要

本研究利用高效液相層析法(High performance liquid chromatography, HPLC)分析麵包及麵粉中溴酸鉀(potassium bromate)含量。檢體以去離子水溶解萃取,經LiChrolut SAX處理匣(過氯酸型)以0.06 M過氯酸鈉溶液(pH 3.5)沖提,再以HPLC分析、定量。溴酸鉀以Zorbax SAX分離管,用0.06 M過氯酸鈉溶液(pH 3.5)移動相及於後置反應裝置中經80°C加熱衍生化,於紫外光波長355 nm分析。添加溴酸鉀0.2、0.5及1 µg/mL於檢體中,其回收率分別為麵包80.0~83.1%,麵粉80.0~86.1%,變異係數在1.9%以下,最低檢出量為0.1 ppm。另以高效離子層析法(high performance ion chromatography, HPIC)針對麵粉做分析方法之探討,檢體前處理同於HPLC方法,但以OnGuard-Ag處理匣代替LiChrolut SAX處理匣去除氯離子後,以Dionex HPIC AS11分離管及Dionex HPIC AG11保護管,經0.25 mM NaOH流洗液以流速0.8 ml/min進行分析,添加1、2及5 µg/mL於檢體中,其回收率為79.7~86.3%,變異係數在3.9%以下,最低檢出量為0.5 ppm。比較兩種方法,以HPLC方法較佳。市售麵包40件及麵粉10件以HPLC法檢測,結果均未檢出。

關鍵詞：高效液相層析法，溴酸鉀，高效離子層析法。

前 言

溴酸鉀(potassium bromate)長久以來在世界各國均被添加於麵粉中作為麵包改良劑使用,它可改善麵糰操作性及增加麵包體積。其主要作用在於氧化麵筋蛋白之硫氫基為雙硫鍵,以形成較好之蛋白質網狀結構,改進麵糰中氣泡之保持性,使麵包體積提高,由於其在麵糰最後發酵與進爐烤焙時發生顯著功能,故在具有類似功能之食品添加物中,溴酸鉀之使用最為廣泛。

雖然溴酸鉀於麵包製造過程中扮演重要角色,但其毒性很早以前即引起討論。1976年河內指出此種食品添加物具突變性⁽¹⁾;1982年Kurokawa等之動物試驗結果指出溴酸鉀之致癌性⁽²⁾。純溴酸鹽本身具毒性,其動物試驗之

半數致死量(LD₅₀)為320 mg/kg,誤食可引起嘔吐、腸胃痛、中樞神經受損,甚至腎臟功能衰竭,最引起大眾關切者乃為溴酸鉀屬致癌物(carcinogen)。但由於麵粉中之溴酸鉀添加量在65 ppm以下時,經烘焙後在麵包中並不會有殘留,故仍被繼續使用。世界衛生組織於1992年發表對溴酸鉀使用安全之審查報告中,確認溴酸鉀是一種致癌物⁽³⁾,不宜再供添加於麵粉中。據此,歐洲國家早已不允許溴酸鉀之使用,英國、澳洲及紐西蘭等國則自1990年起先後禁止該品之使用;而在美國、加拿大及日本,溴酸鉀之使用已大幅減少,並已考慮立法禁止。行政院衛生署於83年1月5日,以衛署食字第83003514號公告禁止食品添加物溴酸鉀之使用,在我國食品衛生管理工作上,實為一重要之政策,對於維護國人健康,有其重大意

義。

溴酸鉀可用比色法(colorimetry)⁽⁴⁾，氣相層析法(gas chromatography)⁽⁵⁾，離子層析法(ion chromatography)⁽⁶⁾及高效液相層析法(HPLC)⁽⁷⁾進行分析。比色法用於檢測麵包及麵粉中溴酸鉀殘留量，其檢體前處理時須經陰離子交換樹脂管柱之純化，再以4,4'-二氨基-3,3'-二甲基聯苯鹽酸溶液呈色，然後以分光光度計定量。由於食品中有許多成份亦可呈色，定量時可能發生光譜重疊之干擾，致其可信度令人懷疑。同時檢體前處理相當繁複耗時，因此現今國內實有必要針對麵包及麵粉中溴酸鉀之定量尋求一較佳方法，以解決此問題。本報告即比較離子層析法和高效液相層析法二種檢驗方法，以尋求一較佳方法，做為日後定量方法之選擇及依據。本研究同時小規模抽購市售麵包及麵粉檢體，以了解現今溴酸鉀使用的情形，做為衛生行政及消費者購買商品的參考。

材料與方法

一、檢體來源

使用之檢體係82年1月至82年5月間於台北縣、市各超級市場及零售商店採購，計麵包40件及麵粉檢體10件。

二、試藥及試劑

過氯酸鈉、碘化鉀、鉬酸銨、硫酸均採用試藥特級；過氯酸(有害金屬測定用，60%)；丙酮採農藥殘留分析級；溴酸鉀對照標準品採標準品級，均購自E. Merck (Darmstadt, F.R. Germany)。去離子水係由Milli-Q SP純水系統製造取得。

三、儀器

(一)高效液相層析儀(Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan):

- 1.層析儀: Shimadzu LC-6AD pump。
- 2.檢出器: Shimadzu SPD-6AV, 355 nm。
- 3.積分儀: Shimadzu C-R4A Chromatopac。
- 4.層析管柱: Zorbax SAX, 粒徑5 μm , 內徑4.6 mm $\times$ 25 cm, Rockland Technologies, Inc., U.S.A.。
- 5.後置反應裝置:
恆溫槽: 可加熱至99°C, Shimadzu CTO-6A

column oven。

反應管柱: 內徑0.2 mm, 長度6 m之不銹鋼管。

(二)高效液相離子層析儀(Dionex Corporation, Sunnyvale, U.S.A.):

- 1.層析儀: Dionex Module/sp Cms-1。
- 2.檢出器: Dionex CDM-2。
- 3.積分儀: Simadzu C-R4A Chromatopac。
- 4.層析管柱: Dionex HPIC AS11-SC。
- 5.保護管柱: Dionex HPIC AG11-SC。
- 6.抑制器: Dionex Aums-1。

四、試劑之調製

(一)HPLC試劑之調製

1.反應試劑: 稱取5 g碘化鉀及0.1 g鉬酸銨溶於500 ml水中，以過氯酸調pH值至2.0，用孔徑0.45 μm 之濾膜(teflon材質)過濾，濾液再置於超音波槽中振盪脫氣備用。於使用前調製。

2.移動相溶液之配製: 稱取8.43 g過氯酸鈉溶於1000 ml水中，以過氯酸調pH值至3.5，為0.06 M過氯酸鈉溶液，用孔徑0.45 μm 之濾膜過濾，濾液再置於超音波槽中振盪脫氣備用。

3.陰離子處理匣之前處理: 以注射器將0.06 M過氯酸鈉20 ml注入陰離子處理匣(LiChrolut SAX cartridge, 容量2.8 ml, Germany)，待全部滴完後，再注入水10 ml，全部流出後，就形成過氯酸型式之處理匣備用。

(二)HPIC試劑之調製

1.流洗液: 稱取4 g氫氧化鈉溶於1000 ml去離子水中，用孔徑0.45 μm 之濾膜過濾，濾液再以去離子水稀釋至所需之倍數，於超音波槽中震盪脫氣備用。

2.再生液: 量取2.2 ml硫酸，溶於4.4 l去離子水中，於超音波槽中震盪脫氣備用。

3.氯離子去除處理匣(Dionex OnGard-Ag cartridge, 最大去除能力1.8-2.0 meq/cartridge, U.S.A.)之前處理: 注入6 ml去離子水後備用。

五、標準溶液之配製

稱取溴酸鉀標準品約100 mg，精確稱定，以水溶解並定容至10 ml，供作標準原液。HPLC方法臨用時再以水稀釋至2、1、0.5、0.2及0.1 $\mu\text{g/ml}$ 之標準溶液；HPIC方法臨用時則以

水稀釋至10、5、2、1及0.5 $\mu\text{g/ml}$ 之標準溶液。

六、檢液之製備

(-)HPLC方法

精確量取檢體約20 g置於均質攪拌杯中，加水60 ml及樹脂1滴，均質5分鐘後，置於100 ml容量瓶中並加水定容至100 ml，以冷凍離心機(Sorvall RC-5B, U.S.A.) 3500 $\times$ g離心20分鐘。取上澄液10 ml，加丙酮10 ml放置5分鐘，以濾紙過濾入濃縮瓶，殘渣再以水與丙酮混合液(1:1, v/v)清洗過濾。合併濾液，於40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中減壓濃縮(Buchi, Schweiz)至約5 ml，再加水清洗並定容至10 ml。取3 ml注入陰離子處理匣，流出液拋棄；加水10 ml入陰離子處理匣，流出液拋棄；再以0.06 M過氯酸鈉溶液(pH 3.5) 3 ml沖提，並定容至3 ml供作檢液。

(-)HPIC方法

先依HPLC方法操作至加水清洗並定容至10 ml。然後取3 ml注入氯離子去除處理匣，收集濾液，供作檢液。

七、標準曲線之製作

(-)HPLC方法

取溴酸鉀一系列標準溶液0.1、0.2、0.5、1及2 $\mu\text{g/ml}$ ，精確取標準溶液各50 μl 依序注入高效液相層析儀，每一濃度作三重覆，由波峰所得平均面積及標準溶液之濃度繪製標準曲線。

(-)HPIC方法

取溴酸鉀一系列標準溶液0.5、1、2、5及10 $\mu\text{g/ml}$ ，精確取標準溶液各50 μl 依序注入高效液相層析儀，每一濃度作三重覆，由波峰所得平均面積及標準溶液之濃度繪製標準曲線。

八、鑑別試驗及含量測定

(-)HPLC方法

取檢液及上述不同濃度之標準溶液各50 μl ，分別注入高效液相層析儀，就檢液所得波峰之滯留時間，分別與標準溶液比較鑑別之，並依標準曲線求出檢液之溴酸鉀濃度，再換算成檢體之溴酸鉀含量。高效液相層析測定條件如下：

- 1.層析管: Zorbax SAX, 5 μm , 內徑4.6 mm $\times$ 25 cm
- 2.移動相: 0.06 M過氯酸鈉溶液(pH 3.5)

3.檢出器: 紫外光檢出器355 nm

4.流速: 0.8 ml/min

5.注入量: 50 μl

6.後置反應裝置條件:

反應試劑: 1%碘化鉀, 0.02%鉬酸鉍溶液(pH 2.0)

流速: 1.2 ml/min

反應溫度: 80 $^{\circ}\text{C}$

檢體中溴酸鉀含量(ppm) =

$$\frac{C \times 100 \text{ ml(檢液體積)}}{W}$$

C: 檢液中溴酸鉀之濃度($\mu\text{g/ml}$)

W: 檢體重(g)

(-)HPIC方法

取檢液及上述不同濃度之標準溶液各50 μl ，分別注入高效離子層析儀，就檢液所得波峰之滯留時間，分別與標準溶液比較鑑別之，並依標準曲線求出檢液之溴酸鉀濃度，再換算成檢體之溴酸鉀含量。高效離子層析測定條件如下：

1.層析管: Dionex AS11

2.電傳導輸出範圍: 3 μS

3.流洗液: 50 mM氫氧化鈉溶液(活化層析管之流洗液)與0.25 mM氫氧化鈉溶液(檢液經離子層析儀分析前，先以50 mM氫氧化鈉溶液活化層析管約5分鐘，再以0.25 mM氫氧化鈉溶液為流洗液操作)，流速為0.8 ml/min。

4.再生液: 10 mM硫酸溶液(檢測器再生用)，流速為2 ml/min。

5.注入量: 50 μl

檢體中溴酸鉀含量(ppm) =

$$\frac{C \times 100 \text{ ml(檢液體積)}}{W}$$

C: 檢液中溴酸鉀之濃度($\mu\text{g/ml}$)

W: 檢體重(g)

九、回收試驗

(-)HPLC方法

於檢體中添加1、0.5及0.2 $\mu\text{g/ml}$ 之溴酸鉀，依上述方法作回收試驗，每一添加量作三重覆，同時作空白試驗，就檢液所得波峰之滯留時間及面積，分別與標準溶液比較鑑別並定量之，求出回收率。

(-)HPIC方法

於檢體中添加5、2.0及1.0 $\mu\text{g/ml}$ 之溴酸鉀，依HPLC方法作回收試驗。

十、最低檢出量試驗

(一)HPLC方法

於檢體中添加0.05、0.1及0.2 ppm之溴酸鉀，依上述方法作回收試驗，同時作空白試驗，就檢液所得波峰之滯留時間，分別與標準溶液比較鑑別之，估計溴酸鉀之最低檢出量。

(二)HPIC方法

於檢體中添加0.2、0.5及1.0 ppm之溴酸鉀，依HPLC方法操作並檢測。

結果與討論

一、以HPLC檢測麵包及麵粉中溴酸鉀之含量

(一)檢體中溴酸鉀之分離

溴酸鉀溶於水，由檢體中抽出相當容易。麵包及麵粉經均質機以水萃取，得到的混濁液，過濾困難，且直接以HPLC分析，會阻塞層析管柱使其劣化，經於10℃ 3500×g(Du Pont Instrument, Sorvall RC-5B Refrigerated Superspeed Centrifuge)離心20分鐘，即可得澄清液。本研究所使用交換容量大之層析管柱，食品中之氯離子不被分析，檢體抽出液直接以HPLC分析效果很好，但抽出液未經淨化易使層析管柱劣化。以DEAE-Sephadex A-25⁽⁸⁾及日高以Amberlite IRA-47⁽⁴⁾為層析管柱之填充劑，適用於檢體鹽濃度高(1.3~3%)及pH 7~8的溶出液，但對HPLC分析並不適合。本研究採用化學結合型之silica gel充填之LiChrolut SAX處理匣來作檢體之淨化處理，檢體須先經丙酮將蛋白質沈澱，再以LiChrolut SAX處理匣將雜質分離，可去除使HPLC層析管柱劣化之大分子，且溴酸鉀層析圖之分離良好，滯留時間在14.8分鐘左右(圖一)。食品中添加溴酸鉀1 ppm，依照上述檢驗方法處理，經LiChrolut SAX處理匣，以0.06 M過氯酸鈉溶出，於3 ml時可將溴酸鉀完全溶出，結果如圖二所示。而LiChrolut SAX處理匣操作簡便省時，使例行之檢驗工作可達更高效率。

(二)HPLC測定條件之探討

本研究以Spherex SAX及Zorbax SAX層析管柱比較分析食品中之溴酸鉀，理論板數高之Zorbax SAX層析管柱分離效果良好。將0.06 M過氯酸鈉溶液以過氯酸調pH至3.5為移動相，此溶液於紫外光不吸收，且因pH4以上會有許

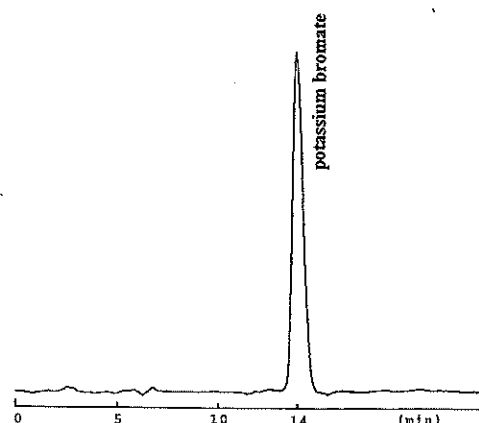


Figure 1. HPLC chromatogram of standard potassium bromate (1 µg/ml).

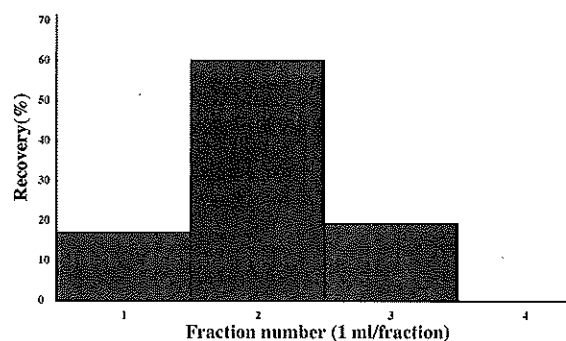


Figure 2. Elution of potassium bromate from LiChrolut SAX cartridge (C10₄ form) with 0.06 M NaClO₄(pH3.5).

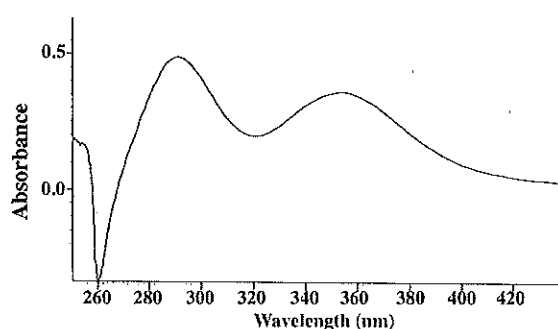


Figure 3. UV absorption-spectrum of triiodide ion(I₃⁻).

多干擾成份與溴酸鉀於同一滯留時間出現，而影響分離效果。溴酸鉀經後置反應裝置進行衍生化生成之三碘化物離子於紫外光波長290 nm及355 nm附近有極大吸收(圖三)，但有許多干

擾物質於波長290 nm具有吸光，所以本研究採用355 nm為測定波長。

(三)後置反應裝置之條件探討

溴酸離子於室溫及pH1時與過剩之碘化鉀反應生成三碘化物離子，如果改用後置反應衍生化，反應管柱為不銹鋼材質，反應試劑之pH為2，添加鉬酸鉍為反應促進劑，反應溫度上升，速率加快⁽⁷⁾。採用上述條件分析食品中之溴酸鉀，影響反應速率之條件很多，本研究就反應溫度，碘化鉀溶液流量及pH值一一探討。

1.反應溫度

本研究採用碘化鉀溶液之濃度1%，流量1.2 ml/min，鉬酸鉍濃度0.02%，pH2.0之固定條件下，反應槽溫度與波峰面積之關係如圖四所示，溴酸離子之感度於80℃時最好，溫度繼續上升，感度反而下降。

2.碘化鉀溶液之流量

反應槽溫度80℃，鉬酸鉍濃度0.02%，碘化鉀濃度1%，碘化鉀溶液之流量於0.8~1.2 ml/min作一探討，發現流量1.2 ml/min時之波峰面積最大。

3.pH值

pH對衍生化有相當大的影響，實驗發現pH值愈低所得波峰面積愈大；不銹鋼材質反應管柱於過低pH值下操作並不適當，依前述條件，取反應試劑pH值介於2.0~2.5探討，結果發現以pH 2.0效果最好(圖五)。反應試劑pH值低於2.0以下，改採鐵弗龍材質反應管柱，結果發現鐵弗龍材質無法承受HPLC所唧出之高壓，使得層析圖基線異常波動，標的波峰滯留時間漂移造成定性上之困擾。

(四)縮短HPLC分析時間

麵包及麵粉以本檢驗法分析之層析圖於滯留時間約28分鐘之位置有相當大的未知波峰出

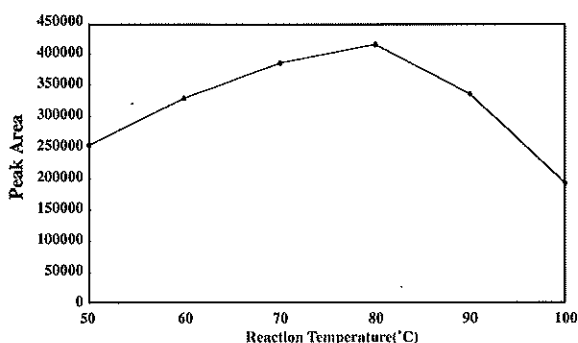


Figure 4. Effect of reaction-temperature on the derivation of potassium bromate.

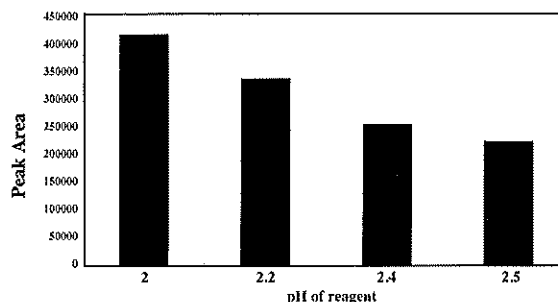


Figure 5. Effect of reagent pH on the derivation of potassium bromate.

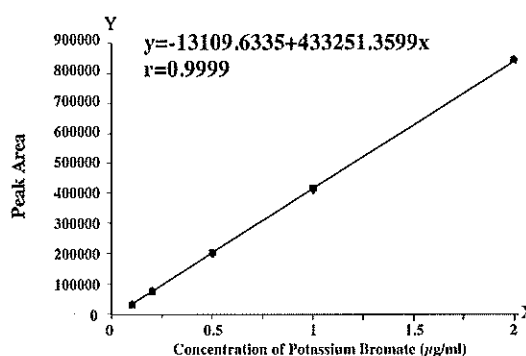


Figure 6. HPLC standard curve of potassium bromate.

現，此時將反應試劑流速暫停，移動相流速加大，使其他波峰快速通過，再將先前條件予以還原，如此對系統平衡並不會產生太大影響，且可縮短分析時間。

(五)標準曲線之製作

取溴酸鉀標準溶液0.1、0.2、0.5、1及2 µg/ml，依序各注入50 µl，以高效液相層析儀測定之，並作成標準曲線，其濃度在0.1~2 µg/ml內成線性關係，r值為0.9999(圖六)。

(六)添加回收試驗及最低檢出量

添加0.2、0.5及1 µg/ml之溴酸鉀標準品於麵包及麵粉二種檢體中，依上述檢驗法操作，各作三重覆，以高效液相層析儀偵測所得之層析圖如圖七、八。分別計算出回收率，其結果如表一所示。溴酸鉀之回收率在80.0~86.1%之間，其變異係數在0.3~1.9%之間，回收情況相當穩定。麵包外添加溴酸鉀之回收曲線如圖九，相關係數為0.9998。麵粉外添加溴酸鉀之回收曲線如圖十，相關係數為0.9997。本法之最低檢出量為0.1 ppm(圖十一)。

Table 1. Recoveries of potassium bromate from bread and flour by HPLC

Potassium bromate added (ppm)	Bread (n = 3 ^a)	Flour (n = 3 ^b)
0.2	80.7 ± 1.1% ^b	80.2 ± 0.3% ^b
0.5	82.1 ± 1.6%	84.2 ± 1.0%
1	82.1 ± 1.9%	85.2 ± 0.9%

a: Average of three determinations

b: Average ± CV %

Table 2. Effect of eluent concentration on the resolution of bromate and chloride

eluent concentration(mM)	resolution
0.10	3.47
0.25	2.55
0.50	1.51
1.00	1.05
2.50	0.93

Table 3. Effect of flow rate on the resolution of bromate and chloride

flow rate (ml/min)	resolution
0.6	0.95
0.8	0.94
1.0	0.93
1.5	0.93

二、以HPIC方法檢測麵粉中溴酸鉀之含量

(一)前處理

HPIC方法須注意到氯離子及雜質干擾等問題，從圖十二發現檢液中含有大量的氯離子，若降低或去除氯離子，影響溴酸根離子之定性與定量，所以本實驗以Dionex OnGuard-Ag去除氯離子，效果良好。日本渡邊等⁽⁶⁾及山本等⁽⁹⁾均以Ag-form的方式來解決氯離子干擾的問題。未經去除蛋白質的檢液，會嚴重滯留在層析管達2小時以上，影響分析，本實驗參考山本等之方法⁽⁹⁾，以丙酮處理淨化。

(二)HPIC條件之探討

1. 溴酸根與氯離子的解析度

溴酸根與氯離子不容易完全分離，本實驗以Dionex OnGuard-Ag去除氯離子，但在圖十三、十四皆在16.1 min有小量氯離子的存在。事實上以Dionex OnGuard-Ag只能去除大部份的氯離子，卻未能完全的去除，所以溴酸根與氯離子的解析度足以影響溴酸鉀的定性與定量，因此從流洗液及流速兩方面來探討與解析度的關係。從表二發現流洗液濃度越低其解析度越高，以0.25 mM時解析度為2.55，溴酸根與氯離子完全分離。從表三發現流速影響解析度的程度很小。AS11層析管使用1.7 mM NaH₂CO₃ / 1.8 mM Na₂CO₃，2 mM Na₂CO₃，1 mM NaH₂CO₃ / 1.2 mM Na₂B₄O₇做為流洗液

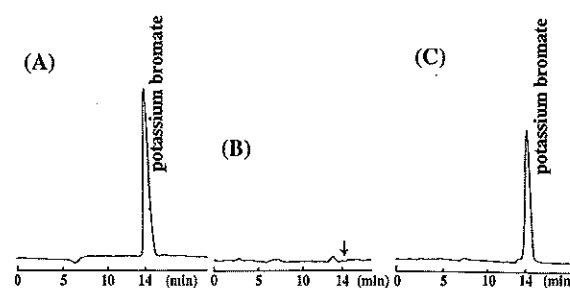


Figure 7. HPLC chromatograms of potassium bromate spiked in bread
(A) standard potassium bromate (0.5 μg/ml)
(B) bread only
(C) bread spiked with 0.5 μg/ml potassium bromate

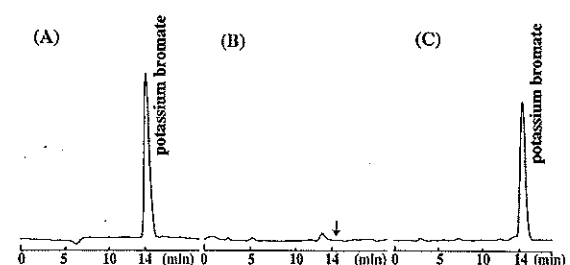


Figure 8. HPLC chromatograms of potassium bromate spiked in flour
(A) standard potassium bromate (0.5 μg/ml)
(B) flour only
(C) flour spiked with 0.5 μg/ml potassium bromate

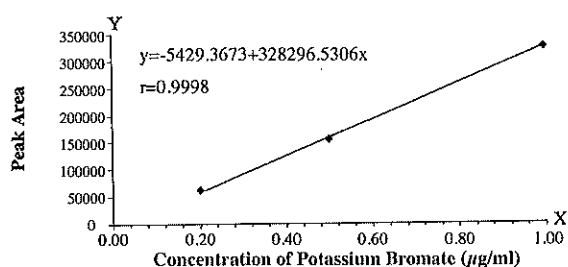


Figure 9. Calibration curve of potassium bromate from bread.

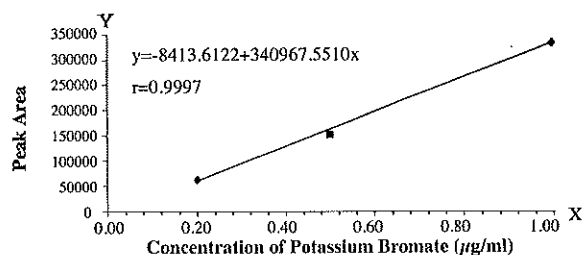


Figure 10. Calibration curve of potassium bromate from flour.

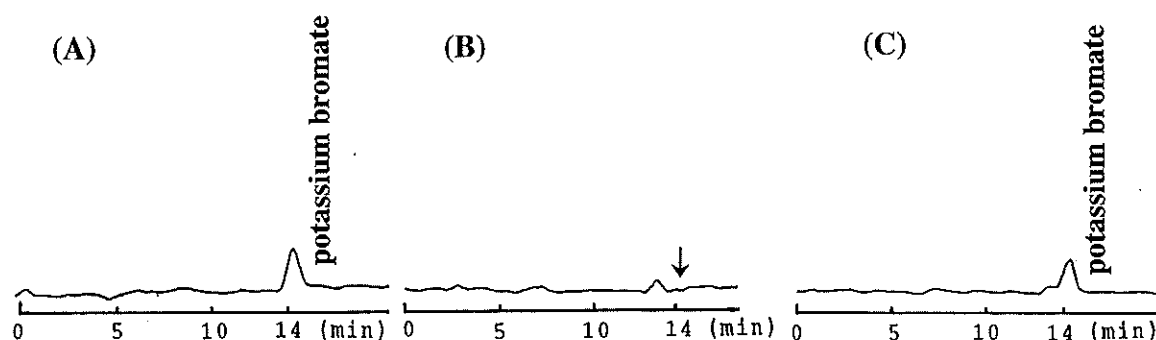


Figure 11. HPLC chromatograms and detection limit of potassium bromate

(A) standard potassium bromate (0.1 µg/ml)

(B) bread only

(C) bread spiked with 0.1 µg/ml potassium bromate

時，雜質滯留管柱時間過長(1.5小時以上)，影響分析甚鉅；使用0.25 mM NaOH時，雜質滯留管柱時間只需50分鐘。

2.再生液

以10 mM-25 mM的硫酸為再生液，可降低電導度背景值在3 µS以下，增加最低檢測極限。

(三)標準曲線之製作

取溴酸鉀標準溶液0.5、1、2、5及10 µg/ml，依序各注入50 µl，以高效離子層析儀測定之，並作成標準曲線，其濃度在0.1~2 µg內成線性關係，r值為0.9999(圖十三)。

(四)添加回收試驗及最低檢出量

添加1、2及5 µg/ml之溴酸鉀標準品於麵粉中，依上述檢驗法操作，各作三重覆，以高效離子層析儀偵測所得之層析圖如圖十三，其結果如表四所示。溴酸鉀之回收率在79.7~86.3%之間，其變異係數在2.9~3.9%之間，回收情況相當穩定。本法之最低檢出量為0.5 ppm(圖十四)。

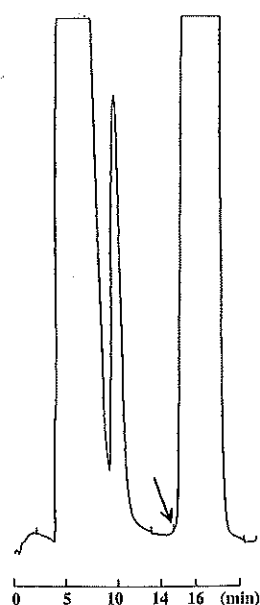


Figure 12. HPIC chromatograms of flour containing high concentration of protein and chloride (retention time of bromate and chloride were 14.8 and 16.1 minutes, respectively)

Table 4. Recoveries of potassium bromate in flour by HPLC

potassium bromate added (ppm)	Flour n = 3 ^a	coefficient of variation (CV, %)
1.0	81.43	2.97
2.0	82.57	2.76
5.0	82.60	3.92

^a: Average of three determinations

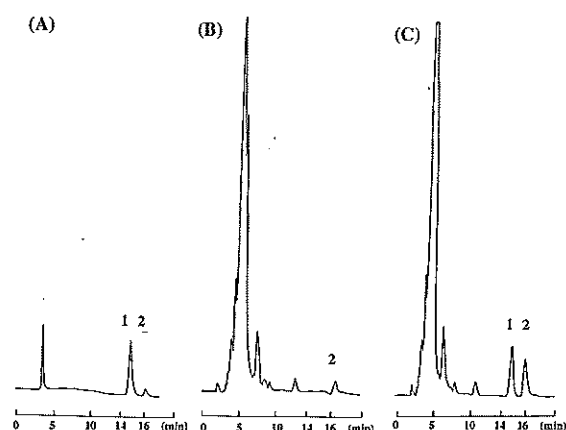


Figure 13. HPIC chromatograms of potassium bromate spiked in flour
(A) standard potassium bromate (1 µg/ml)
(B) flour only
(C) flour spiked with 1 µg/ml potassium bromate
(1. bromate 2. chloride)

三、方法探討與比較

麵包添加65 ppm溴酸鉀經烘培過程，殘留量低於1 ppm⁽¹⁰⁾，因此在選擇檢測食品中有無添加溴酸鉀，必須格外注意其最低檢出量。本實驗中HPLC及HPIC法之檢出最低限量分別為0.1 ppm及0.5 ppm，而現今常用的比色法⁽⁴⁾，其最低檢出量為1 ppm。渡邊等⁽⁶⁾及山本等⁽⁹⁾之IC法，其最低檢出量為1 ppm。綜合以上結果，以本實驗所建立的HPLC法檢測食品中溴酸鉀含量最為恰當。現今常用的比色法，操作繁複，呈色易受食品中有色成份干擾，以呈色法分析麵粉中溴酸鉀的含量⁽¹¹⁾，發現添加5、10、25及50 ppm溴酸鉀之回收率分別為25.0%，23.8%，20.3%及67.9%，回收率偏低。本實驗之HPLC及HPIC法之回收率分別為80-86.1%，79.3-86.3%，變異系數低，回收穩

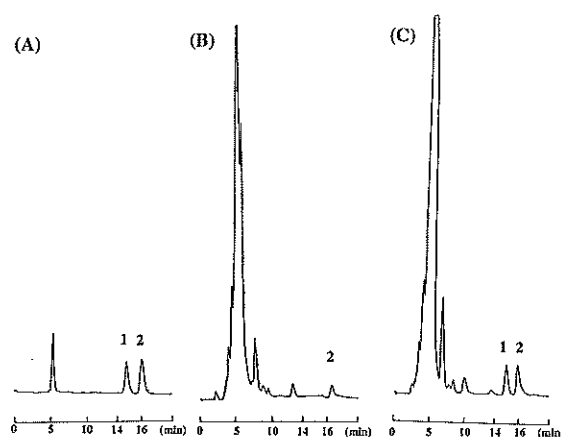


Figure 14. HPIC chromatograms and detection limit of potassium bromate in flour
(A) standard potassium bromate (0.5 µg/ml)
(B) flour only
(C) flour spiked with 0.5 µg/ml potassium bromate
(1. bromate 2. chloride)

定，尤以HPLC法操做簡易快速，無雜質干擾，最低檢出量為0.1 ppm，而HPIC法最低檢出量為0.5 ppm，高於HPLC方法，且較費時，因此選擇HPLC方法為檢測麵包及麵粉的方法。

四、市售麵包及麵粉中溴酸鉀含量之調查

市售麵包40件及麵粉10件，依前述實驗步驟操作，以高效液相層析儀檢測溴酸鉀，均未檢出。本次抽驗的結果反應出麵包與麵粉業者大都能遵守政府頒佈的法令，但仍須定期或不定期的抽驗，以杜絕非法使用溴酸鉀。

誌 謝

本研究承同仁李宗璘先生之全力支持，得予完成，特誌謝忱。

參考文獻

1. 河内卓：昭和5年度厚生省がん研究助成金による研究報告集. 1976. pp. 744-755.
2. 中華穀類食品工業技術研究所。1993。麵包溴酸鉀代用品研究宣導講習資料。1-2。
3. 薛復琴。1994。衛生報導 4(6): 16-18。
4. Toshio, H., Tadashi, K., Masaya, K., Yukio, S. and Taro, K. 1983. Determination of Potassium Bromate by Anion Exchange Resin Column Separation Followed by Colorimetry. 食衛誌. 24(4): 376-382.
5. Noritaka, O., Kaoru K., Seiichi U. and Mutsuo, I. 1983. Determination of Bromate in Foods by Gas Chromatography. 食衛誌. 24(6): 563-568.
6. Isao, W., Ryoichi, T. and Takashi, K. 1982. Determination of Potassium Bromate by Ion Chromatography. 食衛誌. 23 (2): 135-141.
7. Takasaki, M., Chizuru, N., Hideki, I. and Hiroyuki, K. 1985. Determination of Potassium Bromate in Foods by High Performance Liquid Chromatography. 食衛誌. 26(3): 563-568.
8. Toshihiro, N., Motohiro, N., Hisashi, K., Kazuo, Y., Kazuo, S., Akihiro, I., Hirofumi, U. and Yasuta, N. 1982. Analytical Procedure for Bromate in Bread. 食衛誌. 23(3): 253-258.
9. Atsushi, Y., Akinobu, M., Hisayoshi, S., Kazuichi, H. and Motoichi M. 1985. Determination of Potassium Bromate in Bread and Kamaboko by Photometric Ion Chromatography. 衛生化學. 31(1): 47-50.
10. Toshio, H., Tadashi, K., Masaya, K., Yukio, S. and Taro, K. 1983. Behavior of Potassium Bromate Added to Bread and Fish Paste Products during Preparation. 食衛誌. 24(4): 376-382.
11. 林慶陽、張文彬、許祝榮。1994。麵粉中溴酸鉀分析方法之探討。八十三年度食品衛生檢驗科技研討會研討報告彙編。268頁。

Studies on Analytical Methods for Determination of Potassium Bromate in Foods

MAI-LING JAO*, FUN-LIN CHAN, SHU-CHI LEE AND SHIN-SHOU CHOU

*Division of Food Chemistry, National Laboratories of Foods and Drugs,
Department of Health, Executive Yuan, Taipei, Taiwan, R.O.C.*

ABSTRACT

A high performance liquid chromatographic (HPLC) method for the determination of bromate in bread and flour has been developed. Bromate was extracted from samples with water. The extract was cleaned by the use of a LiChrolut SAX cartridge (perchlorate form) with 0.06 M sodium perchlorate solution (pH 3.5) as a fluent. Bromate was separated with Zorbax SAX column by using 0.06 M sodium perchlorate solution (pH 3.5) the mobile phase, and detected at 355 nm after derivatization in the post column 80°C. Recovery studies were performed using bread and flour samples each fortified with bromate at 0.2, 0.5 and 1 µg/ml separately. Recoveries were in the range of 80.0-86.1% with coefficients of variation under 1.9%. The limit of detection was 0.1 ppm.

For purposes of comparison, a study on high

performance ion chromatography for the determination of bromate in flour was performed. Sample solution was prepared in the same way as in HPLC method, except that the sample was passed through an OnGuard-Ag cartridge instead of a LiChrolut SAX cartridge to remove chloride. Bromate was analyzed with Dionex HPIC AS11 and AG11 column by using 0.25 mM sodium hydroxide solution as an eluent, in combination with a conductivity detector. Recovery studies were performed using flour samples fortified with bromate at 1, 2 and 5 µg/ml. Recoveries were in the range of 79.7-86.3% with coefficients of variation under 3.9%. The limit of detection was 0.5 ppm. Forty bread and ten flour samples collected from various markets were analyzed. No bromate residue was detected in any samples tested.

Key words: High performance liquid chromatography, potassium bromate, high performance ion chromatography.