

气相色谱法测定小麦粉中过氧化苯甲酰含量

GC-047

摘要： 本文利用岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪，建立了小麦粉中过氧化苯甲酰含量测定方法。该方法在 1~20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内标准曲线线性关系良好，相关系数 r 为 0.9999，且面积重复性良好，RSD 为 1.83%，检出限为 0.134 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (3 倍信噪比)，加标回收率平均值为 85~90%。该方法操作简单，可用于小麦粉中过氧化苯甲酰含量的测定。

关键词： 气相色谱仪 过氧化苯甲酰 小麦粉

过氧化苯甲酰 (BPO) 是一种白色或淡黄色细粉，有微苦杏仁气味，添加到小麦粉中能起到漂白和催熟作用从而改善面粉的外观。小麦粉中存在类胡萝卜素，类胡萝卜素中含有共轭双键，共轭双键是一个发色团，而添加到小麦粉中的 BPO 具有强氧化性，其受水分氧气共同作用，产生活性氧，活性氧会氧化类胡萝卜素中共轭双键，破坏发色团，使得小麦粉颜色变淡，从而实现增白效果。BPO 还能加快面粉后熟，自然状态下，面粉下机后一般后熟的时间为 2-3 周，而添加稀释 BPO 的面粉，一般 2-3 天就可以完成后熟。

但是，面粉中添加了 BPO 会破坏面粉的营养成分，

长期使用可能会对身体健康造成损害。目前不同国家和地区针对 BPO 的法规不尽相同。美国对 BPO 在小麦粉中使用无最大使用量限制；加拿大规定 BPO 在小麦粉中最大使用量为 150 mg/kg ，日本批准的最大使用量为 300 mg/kg ；而欧盟禁止使用 BPO。2011 年 3 月 1 日我国卫生部等多部门发出公告，自 2011 年 5 月 1 日起，禁止在面粉中添加 BPO。

本文采用岛津 GC-2010 Plus 气相色谱仪，参考 GB/T18415-2001《小麦粉中过氧化苯甲酰的测定方法》建立了检测小麦粉中 BPO 的分析方法。

实验部分

1.1 仪器配置

GC-2010 Plus 气相色谱仪

1.2 实验条件

GC 参数：

色谱柱：Stabilwax-DA, 30 $\text{m} \times 0.25 \text{ mm} \times 0.25 \mu\text{m}$

柱温：200 $^{\circ}\text{C}$ (12 min)

进样口温度：240 $^{\circ}\text{C}$

进样方式：分流进样

分流比：5:1

载气：氦气

载气线速度：40 cm/sec

进样量：1 μL

检测器：FID

检测器温度：240 $^{\circ}\text{C}$

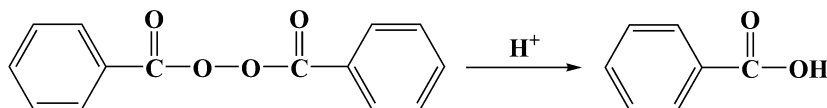
空气流量：400 mL/min

氢气流量：40 mL/min

尾吹气流量：30 mL/min

1.3 反应原理

小麦粉中的过氧化苯甲酰在酸性条件下被还原，生成苯甲酸，以溶剂提取并用气相色谱仪测定。



1.4 样品前处理

称取 5 g (精确至 0.0001) 样品置于具塞三角瓶中，加入 30 mL 酸性石油醚和搅拌块，以磁力搅拌器将试样分散。于 30 $^{\circ}\text{C}$ 恒温放置，并每隔 15 min 搅拌一次。4 h 后样品溶液经滤纸过滤，收集滤液于 50 mL 容量瓶中。分数次用酸性石油醚将三角瓶中残余样品尽量洗入过滤漏斗，收集滤液于容量瓶中，最后以少许酸性石油醚淋洗过滤漏斗中的样品残渣并用以定容，作为未知样品待测液。

实验结果

2.1 标准谱图

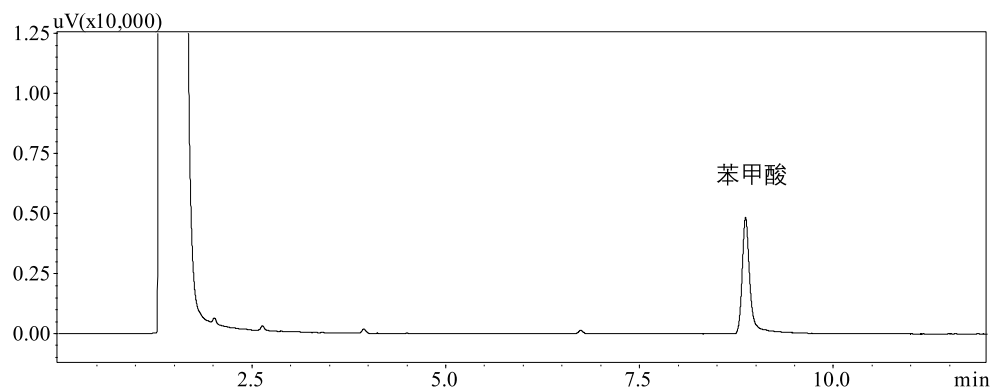


图1 苯甲酸标准溶液谱图(20 µg/mL)

2.2 标准曲线

使用丙酮配制苯甲酸标准溶液，浓度分别为 1、5、10、15、20 µg/mL。苯甲酸标线如图 2 所示。

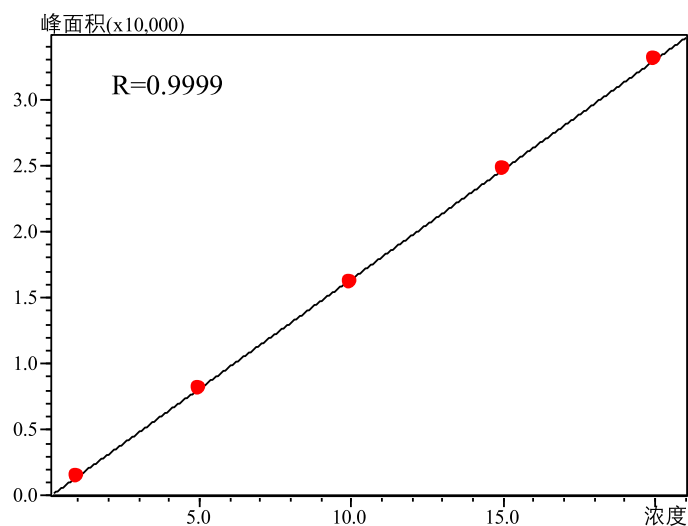


图2 苯甲酸标准曲线

2.3 检出限及重现性

根据 1 µg/mL 苯甲酸标准溶液平行 6 针进样数据，计算数据方法检出限（3 倍噪声）平均值以及数据重复性。苯甲酸检出限及重复性，见表 1

表1 苯甲酸检出限与重复性

| NO. | 组分名称 | 相关系数 | 检出限 (µg/mL) | RSD%(n=6) |
|-----|------|--------|-------------|-----------|
| 1 | 苯甲酸 | 0.9999 | 0.134 | 1.83 |

2.4 样品测试结果及回收率

分别向样品中添加 3 种不同浓度的过氧化苯甲酰，每个浓度添加样品平行处理三份进行实验，回收率为三份平行实验结果的平均值，实际样品测定结果和回收率数据见表 2。

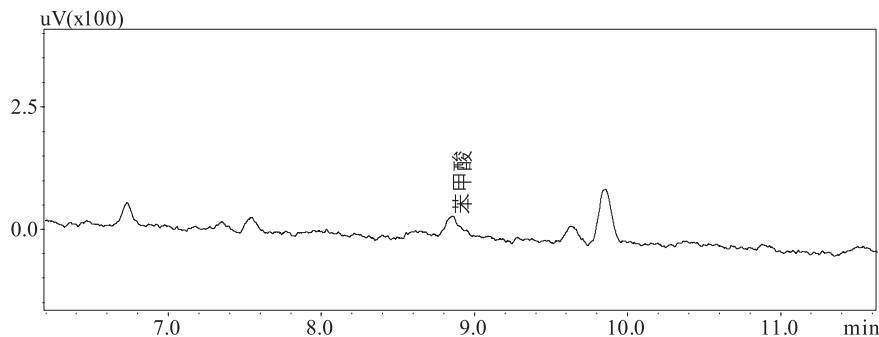


图3 小麦粉样品色谱局部放大图

表2 样品测定结果和回收率

| NO. | 样品名称 | 苯甲酸 (μg/kg) | 过氧化苯甲酰(μg/kg) | 加标量 (μg/kg) | 回收率% |
|-----|------|---------------------------------|-------------------------------------|----------------|------|
| | | benzoic acid CAS No. 65-85-0 | benzoyl peroxide CAS No. 94-36-0 | | |
| 1 | 小麦粉 | 3.15 | 3.12 | 4 | 88 |
| | | | | 10 | 90 |
| | | | | 20 | 85 |

结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2010 Plus 分析小麦粉中过氧化苯甲酰含量，在 1~20 μg/mL 浓度范围内标准曲线线性良好，检出限为 0.134 μg/mL(3 倍信噪比)，加标回收率平均值为 85~90 %。本方法可用于小麦粉中过氧化苯甲酰含量的检测。