

气相色谱法测定小麦粉中过氧化苯甲酰含量

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 1.0~20 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内标准曲线线性关系良好，相关系数为 0.9999，且面积重复性良好，RSD 为 1.83%，检出限为 0.134 $\mu\text{g/mL}$ (3 倍信噪比)，加标回收率在 85%~90% 之间。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 BPO 过氧化苯甲酰 小麦粉

过氧化苯甲酰 (BPO, CAS: 94-36-0) 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。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。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱仪 GC-2010 Plus (配 FID 检测器)

1.2 分析条件

色谱柱：Stabilwax-DA, 30m \times 0.25mm \times 0.25 μm

柱温：200 $^{\circ}\text{C}$ (12 min)

载气：氦气

载气控制方式：恒线速度

线速度：40 cm/sec

进样口温度：240 $^{\circ}\text{C}$

进样方式：分流进样

分流比：5:1

进样量：1 μL

检测器：FID

检测器温度：250 $^{\circ}\text{C}$

空气流量：400 mL/min

氢气流量：40 mL/min

尾吹气: 30 mL/min

1.3 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℃ 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。

2. 结果与讨论

2.1 标准谱图

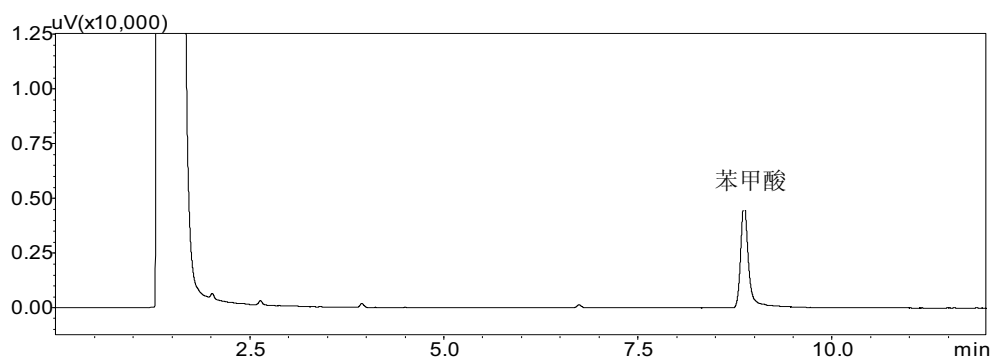


图1 苯甲酸标准溶液谱图 (20 µg/mL)

2.2 标准曲线

用丙酮配制苯甲酸标准溶液, 浓度分别为 1.0、5.0、10、15、20 µg/mL。苯甲酸标准曲线如图 2 所示。

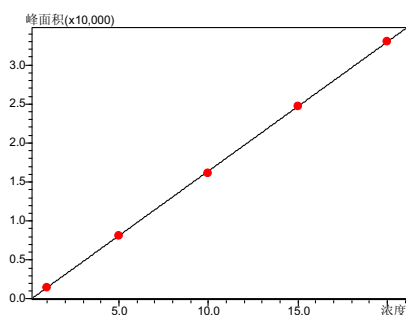


图2 苯甲酸标准曲线 (R=0.9999)

2.3 重复性及检出限

对 1.0 µg/mL 苯甲酸标准溶液连续 6 次进样分析, 得到苯甲酸重复性结果见表 1, 以 3 倍噪声计算数据检出限, 结果见表 1。

表 1 苯甲酸重复性与检出限

组分名称	相关系数	RSD (%)	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)
苯甲酸	0.9999	1.83	0.134

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结果见表 2。

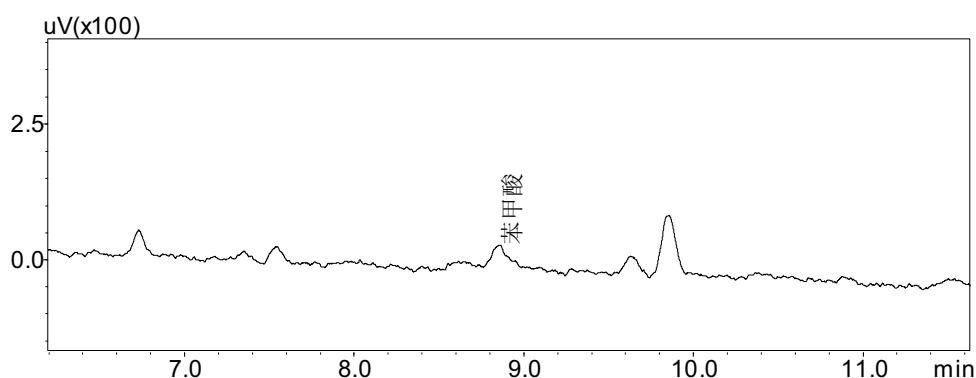


图 3 小麦粉样品色谱局部放大图

表 2 样品测定结果和回收率结果

样品名称	苯甲酸 (mg/kg)	BPO (mg/kg)	加标量 ($\mu\text{g/kg}$)	回收率 (%)
小麦粉	3.15	3.12	4	88
			10	90
			20	85

注: 由苯甲酸换算至过氧化苯甲酰 (BPO) 的换算系数: 0.992

3. 结论

本文利用岛津公司 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, 在 $1.0\sim 20 \mu\text{g/mL}$ 浓度范围内标准曲线线性良好, 检出限为 $0.134 \mu\text{g/mL}$ (3 倍信噪比), 加标回收率在 85%~90% 之间。本方法可用于小麦粉中过氧化苯甲酰含量的检测。