

小麦粉中过氧化苯甲酰的测定

过氧化苯甲酰对面粉具有漂白和防腐作用，而且还有加速小麦粉后熟，提高小麦的出粉率等作用。但在面粉加工时超量添加过氧化苯甲酰，会严重破坏食品中的维生素，其还原产物苯甲酸摄入过多，会导致肝功能衰弱或损伤等，对人体有一定的伤害作用。我国食品添加剂使用卫生标准规定过氧化苯甲酰最大允许使用量是0.06 g/kg。2011年3月卫生部等七部门联合发布公告，撤销过氧化苯甲酰和过氧化钙作为食品添加剂。

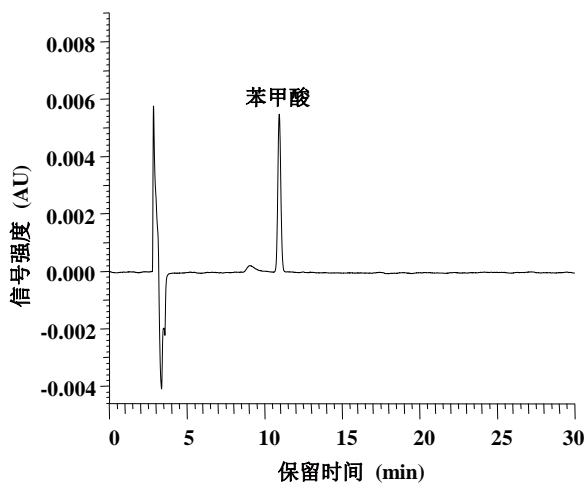
本报告参考GB/T 22325-2008高效液相色谱法，提取出的过氧化苯甲酰被碘化钾溶液还原为苯甲酸，应用Chromaster 系统，对小麦粉样品中的过氧化苯甲酰进行了测定。



Chromaster 系统

标准样品测定例

■ 标准样品测定例



苯甲酸标准样品的色谱图(浓度: 1.00 mg/L)

■ 分析条件

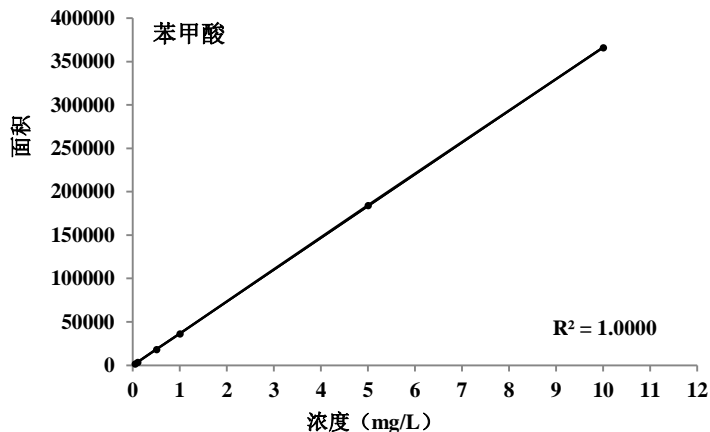
色谱柱 : HITACHI LaChrom C18(5 μm)
4.6 mm I.D. × 250 mm
流动相 : 甲醇 / 0.02 mol/L 醋酸铵溶液 = 7 / 93
流速 : 1.0 mL/min
柱温 : 30°C
检测波长 : UV: 230 nm
进样量 : 10 μL

■ 重现性 (1.00 mg/L 标准溶液, n=6)

成分	苯甲酸	
NO.	保留时间	峰面积
1	10.957	35503
2	10.957	35106
3	10.957	35259
4	10.960	35163
5	10.957	35089
6	10.963	35217
AV.	10.959	35223
RSD%	0.02%	0.43%

对苯甲酸标准溶液进行了连续进样测定，得到了良好的重现性。

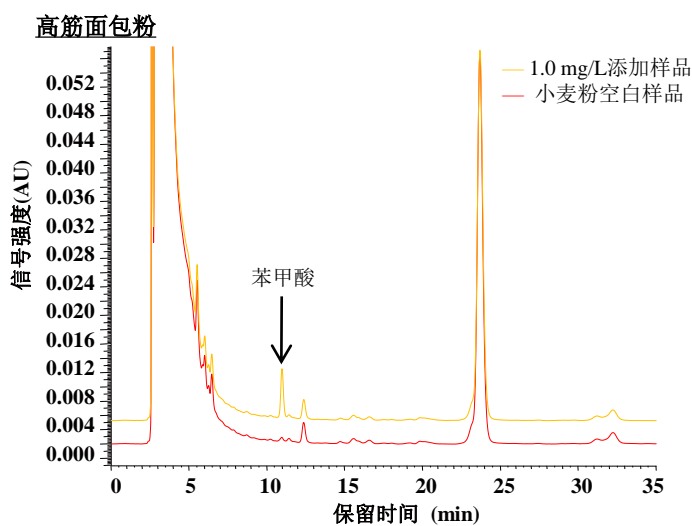
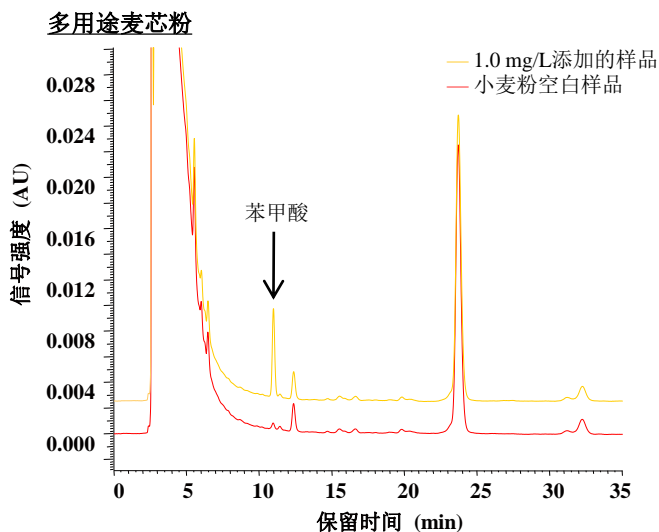
■ 线性



苯甲酸在0.05 ~ 10.00 mg/L标准溶液的浓度范围内，得到了 $R^2 = 1.0000$ 良好的线性关系。

样品测定例

■ 样品的测定例



小麦粉的空白样品与添加样品的色谱重叠图

■ 定量结果

样品	成分	空白样品		添加标准的样品				过氧化苯甲酰回收率 (%)
		空白样品液浓度 (µg/mL)	空白样品含量 (µg)	添加的标液浓度 (µg/mL)	添加的含量 (µg)	添加标准的样品含量 (µg)	转换系数	
多用途麦芯粉	苯甲酸	0.07	3.50	1.00	50.00	53.00	0.992	98.21%
高筋面包粉	苯甲酸	0.08	4.00	1.00	50.00	53.00		97.22%
高级颗粒麦芯粉	苯甲酸	0.06	3.00	1.00	50.00	52.50		98.21%

样品中的过氧化苯甲酰用碘化钾溶液作为还原剂将其还原为苯甲酸，通过苯甲酸的检测对样品中的过氧化苯甲酰的含量进行了测定，其含量在2.98 ~ 3.97 mg/kg之间，远低于限量值60 mg/kg，定量结果如上表格所示。

样品前处理方法

小麦粉



提取: 称取样品5 g (精确至0.1 mg) 置于50 mL具塞离心管中，加入10 mL甲醇，在旋涡混合器上混匀1 min，静置5 min



还原: 加入50%碘化钾水溶液5.0 mL，在旋涡混合器上混匀1 min，静置10 min



定容及过滤: 加纯水定容至50 mL，旋涡1 min混匀，以5000 r/min的转速离心分离5 min，吸取上清液过0.22 µm滤膜，滤液置于样品瓶中待进样分析

仪器配置: Chromaster 5110 泵, Chromaster 5210 自动进样器, Chromaster 5310 柱温箱, Chromaster 5410 紫外检测器.

注意: 本资料所示数据仅为测定例用数据而非可保证仪器性能的数据。本仪器只是研究用仪器，而不是诊断、治疗或预防人或动物疾病的医疗仪器。