

气相色谱法测定小麦粉中过氧化苯甲酰问题探讨

马忠阳

(吉林省四平市粮油卫生检验监测站,吉林 四平 136000)

摘要:依据 GB/ T18415 —2001《小麦粉中过氧化苯甲酰的测定方法》检测小麦粉中过氧化苯甲酰的含量,对使用气相色谱法处理标准使用液和样品时应注意的问题进行了探讨,对该方法的使用提供了参考。

关键词:气相色谱;小麦粉;过氧化苯甲酰

中图分类号:TS 211.4⁺3 **文献标识码:**B **文章编号:**1007 - 7561(2009)02 - 0066 - 01

在粮油卫生检验监测站对市售小麦粉质量检验过程中,过氧化苯甲酰的测定是重要项目之一。随着国外先进制粉工业设备及技术的引进,专用粉需求量增大,我国 20 世纪 80 年代初,开始使用过氧化苯甲酰作为小麦粉改良剂。过氧化苯甲酰的使用对提高小麦粉外观和延长保质期具有一定的积极意义,但是,过氧化苯甲酰发生氧化后生成的苯甲酰等物质需经肝脏解毒代谢,给肝脏带来一定负担,其过量使用对肝功能衰竭及肝功能损伤者有较大危害,其小麦粉中的过量使用也会破坏小麦粉的色香味、维生素的含量和面筋弹性等,会降低小麦粉的营养价值,所以严格控制小麦粉中过氧化苯甲酰的添加量是必要的。GB2760《食品添加剂使用卫生标准》规定,小麦粉中过氧化苯甲酰的加入量不得超过 0.06 g/kg。实际应用中,由于其纯度和添加不均匀等原因,可能导致其含量超标。

2001 年国家发布 GB/ T18415 —2001《小麦粉中过氧化苯甲酰的测定方法》,笔者通过多年检测实践发现,GB/ T18415 —2001 在小麦粉过氧化苯甲酰检测中存在一些问题,如果不引起相关检验人员重视,会造成过氧化苯甲酰检测结果偏低,使不合格面粉流入市场。

1 过氧化苯甲酰检测中存在的问题

GB/ T18415 —2001 规定的检测方法有两种。其中方法 2 的提取时间虽短,但色谱分析时间较长,因其前处理简单,所进样品中脂溶性物质太多,柱分离要求高,色谱柱易受污染,所以建议用方法 1。

在使用方法 1 测定过氧化苯甲酰的检测过程中,应注意标准系列制备。笔者在和其他质检机构相关检测人员交流时,发现一些检测机构在做标准工作曲线的过程中,苯甲酸标准使用液不按样品处理,直接注样打色谱做标准工作曲线,这样做不妥。由于苯甲酸的特性,在样品处理过程中会有较大损失,通过实验比较,一般损失在 30 % 左右。如果苯甲酸标准使用液不按样品处理,标准工作曲线斜率必然偏小,检测出的过氧化苯甲酰含量必然偏低,结果往往会将不合格面粉判为合格产品,产生较大误差,故标准系列制备一定要按标准做前期处理。

2 样品前期处理应注意问题

(1) 滤纸尽量用小号,或把滤纸剪小一圈,以尽量减少滤纸对样品的吸附。同时,在样品液过滤时,过滤漏斗应加盖表面皿,减少样品液挥发。

(2) 标准要求是在比色管中加入 3~4 勺固体氯化钠,其目的是使最后水溶液为高浓度或饱和氯化钠溶液,这样在加入石油醚—乙醚溶液提取苯甲酰时,既能防止醚层和水溶液发生乳化,便于醚层和水层分开,又可增加有机溶剂对苯甲酰提取量,减少误差。所以氯化钠加入量不可过少,一般在加入溶液及盐酸振摇后,以仍有部分氯化钠沉淀为宜。

(3) 关于标准要求先将比色管中残存乙醚除至无气味后,再加入石油醚—乙醚溶液的规定,要掌握好尺度。笔者实践发现,操作中,在比色管加入盐酸振摇后,随着反应液中大量二氧化碳排出,比色管中残存乙醚基本得以驱除。在水浴加热时,温度不可高过 50 ℃,时间控制在 30 min 内,并不时摇动比色管驱除残存乙醚,当乙醚气味较小时即可。因为人的嗅觉可感觉 ppm 级浓度乙醚存在,微量乙醚存在带来的检测误差很小,可忽略不计,故盲目追求将比色管中残存乙醚除至无气味没有意义。一些检测人员为将残存乙醚除至无气味,不得不增加比色管水浴加热时间,一些检测人员甚至把确认管内无乙醚气味为止理解为时间不限。结果是乙醚气味闻不到,苯甲酰也挥发的差不多了,甚至检测不出。所以这一环节操作不当往往会使用石油醚—乙醚溶液醚层体积增加,苯甲酰浓度偏低。

(4) 由于在苯甲酰标准使用液和小麦粉样品前期处理过程中,苯甲酰会有部分损失,所以,在苯甲酰标准使用液和小麦粉样品前期处理过程中应保持时间和步骤的一致性,以保证检测数据的准确性和重复性。正由于苯甲酰在前期处理过程中会有损失,才造成一些质检人员在做标准曲线时,低浓度苯甲酰标准液在使用气相色谱仪测定时不出峰的现象。为保证过氧化苯甲酰测定的准确性,有条件的质检机构可采用液相色谱仪检测,因其在处理和检测过程中苯甲酰基本没有损失,准确度较高。但液相色谱法测定面粉中过氧化苯甲酰还没有相应的国家标准,只能参考部分文献资料。对于使用气相色谱仪进行检测的质检机构可自制标准粉样进行比对,将已知含量过氧化苯甲酰面粉增白剂加入一定量空白面粉中进行检测比对,看其效果重现性。

(5) 色谱柱采用内径 3 mm、长 2 m 的玻璃柱,填装涂布 5 % (m/m) DEGS (丁二酸二乙二酯聚酯) 和 1 % 磷酸固定液,尽量填装紧密。为保证仪器分析的稳定性,应开气通机半小时以上。不同型号仪器要调整到最佳工作状态,如使用岛津 GC - 14C 型色谱仪时,进样口、检测器温度应分别设为 220 ℃,柱箱温度设为 180 ℃,色谱条件调节至最佳,再进行试样分析。

收稿日期:2008 - 07 - 28

作者简介:马忠阳(1957 -),男,辽宁辽源人,工程师,副站长。