

小麦粉中过氧化苯甲酰测定方法探讨

张春林 高艳

(锦州市粮食质量监督管理站,吉林 锦州 121000)

摘要: 阐述采用 GB/T18415—2001 国标法测定小麦粉中过氧化苯甲酰含量,试样前处理及加标样品测定时应注意的问题,探讨了采用气相色谱检测小麦粉过氧化苯甲酰的最佳条件。

关键词: 小麦粉; 过氧化苯甲酰; 色谱; 检测

中图分类号: TS 210.7 **文献标识码:** B **文章编号:** 1007-7561(2011)02-0035-01

过氧化苯甲酰作为面粉改良剂,20世纪50年代在国外开始用于小麦粉工业,我国到80年代初期,随着国外先进制粉工业设备及技术引进,专用粉需求量的增大,也开始使用小麦粉改良剂。过氧化苯甲酰缓慢地氧化小麦粉中类胡萝卜素、叶黄素而使小麦粉变白。其被还原产物苯甲酸可抑制小麦粉中一些酶及微生物的生长,促进小麦粉熟化。因此其在小麦粉加工储藏过程中起着积极的作用。但是目前少数小麦面粉生产企业在面粉生产过程添加增白剂的工艺落后或个别生产企业有意添加过量增白剂增加面粉的白度,使劣质或低等级面粉冒充高档面粉。过量添加过氧化苯甲酰,可破坏小麦粉中 β -胡萝卜素、维生素A、维生素E、维生素B₁等营养成分,人体过量摄入过氧化苯甲酰还会影响肝、肾的代谢,因此,加强小麦粉中过氧化苯甲酰的质量监控非常重要,我国在《食品添加剂使用卫生标准》中,规定其最大使用量为0.06 g/kg。在实际应用中,由于其纯度和添加不均匀等原因,可能导致含量超标。故过氧化苯甲酰在小麦粉中的应用有很大的争议。

2001年国家发布了GB/T18415—2001《小麦粉中过氧化苯甲酰的测定方法》的国家标准,其原理是使小麦粉中的过氧化苯甲酰被还原铁粉和盐酸反应产生的原子态氢还原,生成的苯甲酸经乙醚提取,以氯化钠溶液洗涤净化后,再加碱性氯化钠溶液使苯甲酸反应生成苯甲酸钠溶于水溶液中,并放入比色管又加入盐酸使之反应生成苯甲酸,加入石油醚—乙醚溶液提取苯甲酸后,用气相色谱仪测定,与标准系列比较定量,最后通过计算,换算为过氧化苯甲酰的含量。可见小麦粉中过氧化苯甲酰的测定就是苯甲酸的测定过程。因此要对苯甲酸及苯甲酸钠的一些特性有一定了解,以提高检测准确度。苯甲酸是微溶于水,易溶于乙醇、乙醚等有机溶剂的,苯甲酸在100℃下会升华,在50℃以

上也有少量升华发生。而苯甲酸钠却易溶于水和乙醇,不溶于乙醚等有机溶剂,性质较为稳定。

1 国标方法使用中应注意事项

笔者通过总结经验,同其他质检机构交流,发现小麦粉中过氧化苯甲酰的检测存在一些问题,如果不引起相关检验人员的重视,势必会造成过氧化苯甲酰的检测数据失真,特别是使过氧化苯甲酰的检测结果严重偏低,造成不合格面粉流入市场。根据笔者的实践体验,应用GB/T18415—2001中的测定方法时,应注意如下事项:

(1) 标准中规定有两种方法,方法2中提取时间短,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。

(2) 在使用方法1测定过氧化苯甲酰的检测过程中,应注意标准系列的制备,在和其他质检机构交流中,发现一些检测机构在做标准工作曲线时,苯甲酸标准使用液不按样品处理,直接注样色谱做标准工作曲线。这样做肯定不妥,由于苯甲酸具有易挥发的特性,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,检测出面粉中过氧化苯甲酰的含量必然偏低,往往将不合格面粉错判为合格产品,产生较大误差。故标准系列的制备一定要按检验标准做前处理工作。

2 样品前期处理过程中应注意事项

由于在苯甲酸标准使用液和小麦粉样品的前期处理过程中,苯甲酸会有部分因挥发(升华)而损失,因此,样品前处理应注意如下事项:

(1) 过滤用的滤纸尽量用小号的,或把滤纸撕小一圈,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) 国家标准要求在比色管中加入3~4勺固
(下转第45页)

收稿日期:2010-06-21

作者简介:张春林(1963-),男,辽宁兴城人,高级工程师。

2 试验结果

2.1 通风前后的温度变化

通风结束时,全仓各层粮温趋于平衡,达到了通

风的预期目的。4号平均粮温下降了10.7℃,8号仓平均粮温下降了10.8℃,两仓降温基本相等。降温情况见表1。

表1 通风前后温度变化表

时间	仓号	气温	仓温	仓平均粮温	最高粮温	最低粮温	一层	二层	三层	四层
通风前	4	-10.5	-7.4	6.2	13.5	-3.7	0.9	9.9	8.3	5.8
	8	-10.5	-6.9	6.0	11.3	-3.9	0.9	8.8	7.5	6.6
通风后	4	-8.9	-4.2	-4.5	7.3	-8.7	-3.1	-4.2	-6.2	-4.6
	8	-7.6	-4.1	-4.8	8.2	-9.3	-2.6	-5.8	-7.2	-3.4

2.2 通风前后的水分变化

在通风期间大气湿度最高值仅为67.0%,当时气温为-7.6℃,通风后粮食水分变化很小,两仓平均水分都降低了0.1%,而水分分布更加均匀。

2.3 通风能耗

4号仓从12月5日8点30分开始通风到12月8日18点停止通风,累计通风83.5h,计量电表显示电耗3037kW·h,单位能耗0.052kW·h/℃·t。

8号仓从12月5日8点30分开始通风到12月10日16点停止通风,累计通风115.5h(因天气停止通风12h),计量电表显示电耗为2540kW·h,单位能耗为0.044kW·h/℃·t。

3 结论

(1) 通风试验前两个试验仓房仓型、通风系统组成、粮食质量、粮食水分综合对比,两个仓房方面

情况基本一致。

(2) 通风试验后两个试验仓房粮温变化、水分变化、通风效果也基本相同。

(3) 计量电表显示改造后的离心风机通风节省电量497度,按平均电价0.85元/度计算,单仓节约费用422.45元。按照我库5栋平房仓,一个罩棚仓,每年通风两次计算,年可节约电费11828.60元,经济效益显著。

试验结果表明:风机改造和通风对比试验是对仓储通风环节节能降耗工作的一次有益研究和探索,节能降耗工作取得了预期效果,具有很好的示范效应,也给其他企业提供了一条节能降耗的有效途径。中央投资新建粮库配套的风机一般功率较大,能耗浪费比较普遍,如能根据企业通风实际进行技术改造,必将产生巨大的经济效益,而且风机改造本身并不复杂,投资效益比较明显。☉

(上接第35页)

体氯化钠,其目的是使最后的水溶液为高浓度或饱和氯化钠溶液,这样在加入石油醚-乙醚溶液提取苯甲酸时,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酸的提取量,减少误差。所以氯化钠的加入量不可过少,一般在加入溶液及盐酸振摇后,仍有部分氯化钠沉淀为宜。

(3) 关于国家标准要求先将比色管中残存乙醚赶至无气味后,再加入石油醚-乙醚溶液的规定,应当适量掌握,不可盲目追求将比色管中残存乙醚赶至无气味,这一环节操作不当往往会造成苯甲酸的大量存在,会使石油醚-乙醚溶液的醚层体积增加,使苯甲酸浓度偏低,但很少或微量乙醚存在不会影响检测数据的准确性,这也是色谱分析的特性所决定的。一般在比色管加入盐酸振摇后,随着反应液中大量二氧化碳的排出,比色管中残存的乙醚基本得以驱除,在水浴加热时,温度不可高过50℃,时间控制在30min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级浓度乙醚的存在,微量乙醚存在所带来检测误差是很小的,可忽略不计,故盲目追求将比色管中残存乙醚赶至无气味是没有意义的,一些检测人员为将残存乙醚赶至无气味,不得不增加比色管的水浴加热时间,结果是闻不到乙醚

气味了,但是由于苯甲酸易挥发升华的特性,也挥发损失的差不多了,甚至损失到检测不出的地步。可见这一环节应引起检验员高度注意。

(4) 既然在苯甲酸标准使用液和小麦粉样品的前期处理过程中,苯甲酸会有部分损失,苯甲酸标准使用液和小麦粉样品的前期处理过程,应保持时间和步骤的一致性,保证检测数据的准确性和重复性。由于苯甲酸在前期处理过程中会有损失,造成一些质检人员在标准曲线时,低浓度苯甲酸标准液在使用气相色谱仪测定时不出峰检测不到,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,其处理和检测过程中苯甲酸基本没有损失,准确度较高。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,即将已知含量的过氧化苯甲酰面粉增白剂加在一定量的空白面粉中进行检测比对,比较其效果的重现性。

(5) 色谱柱采用玻璃柱,填充涂有1%磷酸和5%DEGS(丁二酸二乙二醇聚酯)担体,尽量填充紧密;为保证仪器分析的稳定性,应开气通机半小时以上,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℃,将色谱条件调节至最佳,再进行进样分析。☉