

粮油应用方案

-----小麦粉中过氧化苯甲酰的测定

小麦粉中过氧化苯甲酰的测定

一、执行标准

《GB/T 18415-2001 小麦粉中过氧化苯甲酰的测定方法》

二、方法概述

国标中提供了两种气相色谱法来测定小麦粉中过氧化苯甲酰含量的测定：气相色谱法 I 的方法原理是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苯甲酸，经提取净化后采用气相色谱法测定；气相色谱法 II 的方法原理是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法测定。本实验按照气相色谱法 II 的前处理方法对小麦粉进行处理，采用 FFAP 毛细色谱柱，以苯甲酸梯度标准溶液制作校正曲线，线性相关系数为 0.998，苯甲酸最低定量限为 1.008ug/mL，20.16ug/mL 标准溶液的峰面积相对标准偏差为 1.9126%。

三、标准溶液配制

- 3.1 苯甲酸校准储备溶液：准确称取苯甲酸 0.0252g，用丙酮溶液并转移至 25mL 容量瓶中，定容。此溶液浓度为 1008ug/mL。
- 3.2 苯甲酸标准溶液：在上述苯甲酸标准储备溶液逐级稀释。制备成浓度为 0、5.04、10.08、15.12、和 20.16ug/mL 的苯甲酸标准溶液，供制作标准曲线用。

四、前处理方法

准确称取小麦粉（市售）5.00g，移入具塞三角瓶中，加入 30mL 酸性石油醚和搅拌块，以磁力搅拌器将试样分散（也可直接用手工操作，将表麦粉旋荡分散），于 30℃ 恒温放置，并每隔 15min 搅拌或旋荡一次。4h 后样品溶液经滤纸过滤，收集滤液于 50mL 容量瓶中。分数次用酸性石油醚将三角瓶中残余小麦粉尽量洗入过滤漏斗，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残渣并定容，作为试样测定液。

五、使用仪器设备

- 5.1 GC9720-FID 气相色谱仪
- 5.2 FL1090 自动进样器（选配）
- 5.3 RBX-FFAP/30m*0.32mm*0.25um 毛细柱



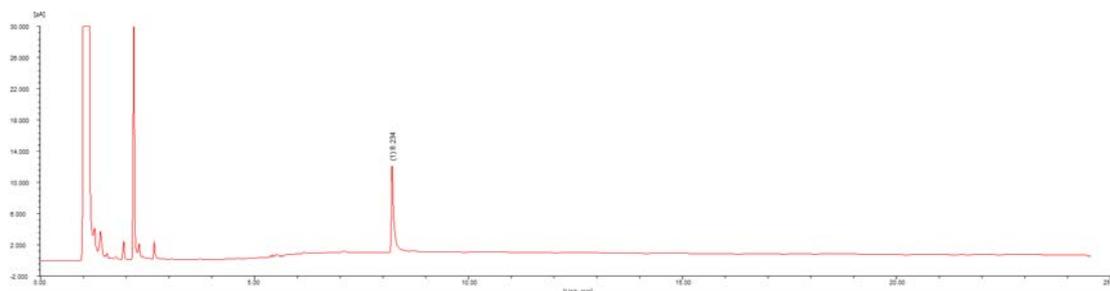
5.4 分析天平：感量 0.1mg

5.5 磁力搅拌器

5.6 具塞三角瓶

六、测定

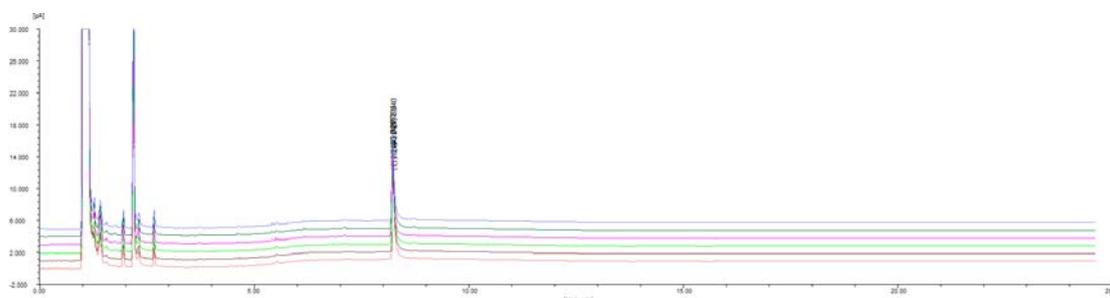
6.2 典型谱图



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	苯甲酸	8.234	0.060	11135.0	54057.3	100.0000	100.0000
总计:				11135.0	54057.3	100.0000	100.0000

图 1 20.16ug/mL 苯甲酸标准溶液

6.3 重复性实验



序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	苯甲酸	8.240	0.103	53111.4	1.9126	10794.0	3.4904	100.0000	0.0000	6

图 2 20.16ug/mL 苯甲酸标准溶液重复性谱图及结果

6.4 校正曲线及相关系数

曲线方程： $W=3.830476E-004*(A)$ ，相关系数：0.99814

联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：金迁

邮编：317500

审核：刘健

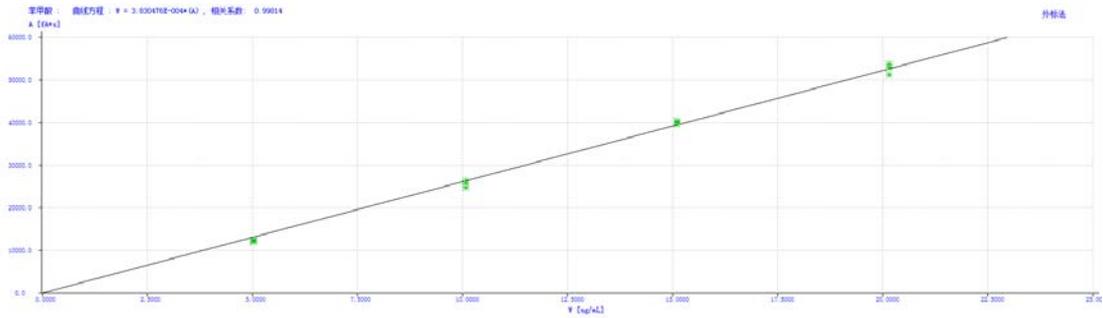


图 3 苯甲酸标准溶液校正曲线

6.5 最低定量限谱图

在称样量为 5.00g，定容体积为 50mL 时，本方法的最低定量限为 0.2 ug/g。

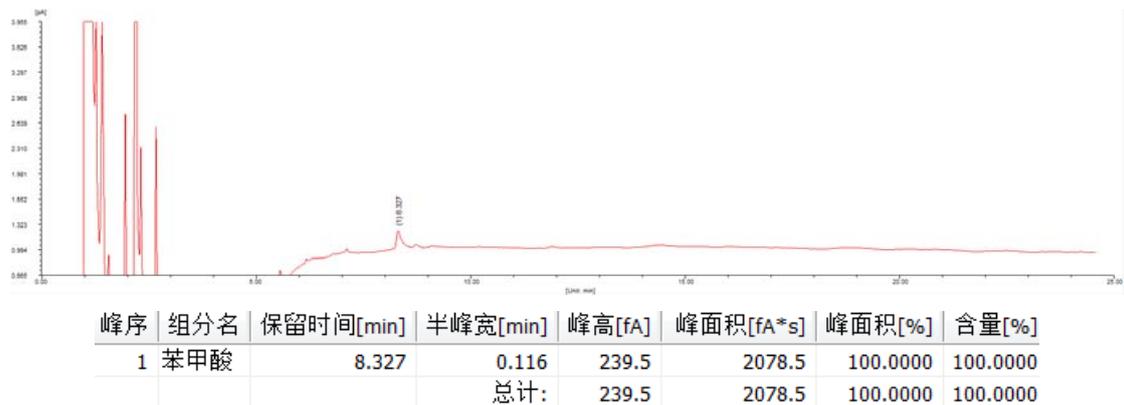
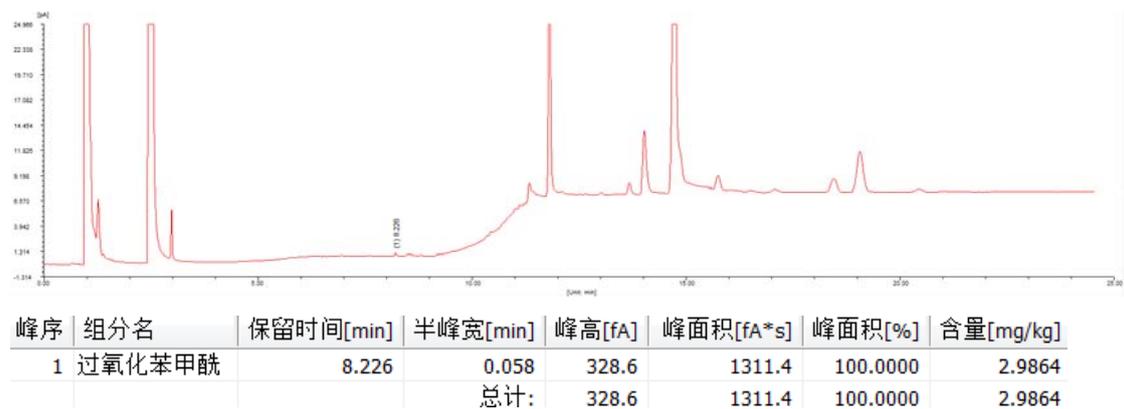


图 4 1.008ug/mL 苯甲酸标准溶液

6.6 小麦粉案例分析



6.7 空白（酸性石油醚）

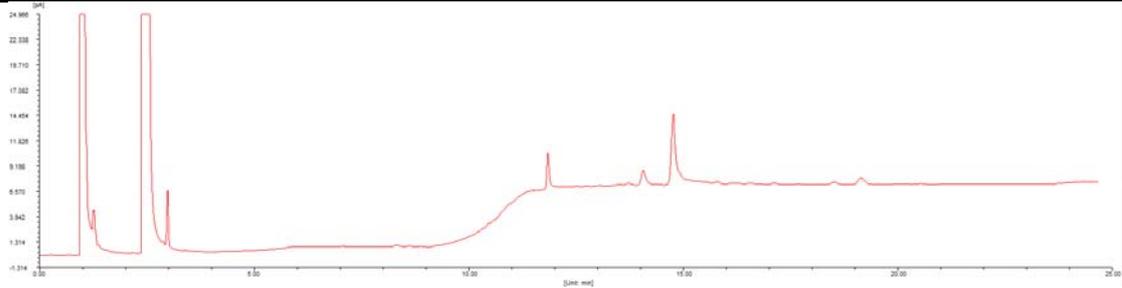
联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：金迁

邮编：317500

审核：刘健



七、色谱配置及主要试剂耗材清单

分析项目		微量分析	
主机配置	 GC9720	控温范围：室温加 5℃~450℃，(以 0.1℃增量任设)	
		程序升温速率：0-120℃/min	
		程序升温 30 阶	
		快速降温：250~100℃≤1.5 分钟	
		温度稳定性：±0.1℃	
	氢火焰离子化检测器 FID (含板)	最高使用温度：450℃ 温控精度：±0.1℃	1 套
		灵敏度≤3.0×10 ⁻¹² g/s[正十六烷]	
		自动点火	
	毛细进样系统	分流/不分流模式	1 套
	压力、流量传感器	压力控制范围：0-90psi 程序升压 8 阶 流量控制范围：0-600ml/min 程序升流 8 阶	
辅助进样系统	自动进样器 (选配)	FL1090 自动进样器	1 套
色谱柱	毛细色谱柱	GsBp-FFAP (30m×0.32mm×0.25um)	1 根
色谱工作站	反控工作站	FL9720 色谱工作站	1 套
气源	载气	高纯钢瓶氮气+减压阀 (钢瓶气用户自备)	1 套
	燃气	高纯钢瓶氢气+减压阀/氢气发生器 (钢瓶气用户自备)	1 套
	助燃气	无油空气发生器	1 台
净化器	气体净化器	GPI-2 气体净化器，用于净化气体	1 套
其他	电脑、打印机	电脑带 232 串口端口、网线端口，操作系统详见安装环境说明	1 套
	稳压电源	电压：220V±22V (不满足条件的用户必配)，功率 ≥2500W	1 台

联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：金迁

邮编：317500

审核：刘健



FULI

浙江福立分析仪器股份有限公司应用中心

易耗品	备件包	免费提供安装调试所有备件、半年期易耗品	1套
试剂与材料 ^①	乙醚	分析纯	1套
	盐酸	分析纯	1套
	还原铁粉	分析纯	1套
	氯化钠	分析纯	1套
	碳酸氢钠	分析纯	1套
	丙酮	分析纯	1套
	石油醚（60℃-90℃）	分析纯	1套
	苯甲酸（99.95%-100.05%）	基准试剂	1套
	微量注射器	10uL	1套
	天平	感量 0.01g 和 0.0001g	各1套
	具塞三角瓶	150mL	若干
	分液漏斗	150mL	若干
	具塞比色管	50mL	若干
	容量瓶	100mL	若干
	量筒	100mL	若干
	玻璃珠	∅6mm 左右	若干
试剂与材料 ^②	石油醚（60℃-90℃）	分析纯	1套
	冰乙酸	分析纯	1套
	苯甲酸（99.95%-100.05%）	基准试剂	1套
	微量注射器	10uL	1套
	天平	感量 0.01g 和 0.0001g	1套
	磁力搅拌器		1套
	具塞三角瓶	100mL	若干
	恒温箱	满足可设定 30℃	1套
	容量瓶	100mL、50mL	若干
	量筒	100mL	若干
	过滤漏斗		若干
	滤纸		若干
说明：①是按指气相色谱法 I 测定时所需的试剂及材料；			
②是按指气相色谱法 II 测定时所需的试剂及材料。			

应用中心：于永庆、金迁

2018.3.22.-2018.3.31

联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：金迁

邮编：317500

审核：刘健