

纵坐标,苯甲酸浓度为横坐标,绘制标准曲线。

12.4 测定

12.4.1 色谱条件:内径3 mm、长2 m的玻璃柱,填充涂布5%(m/m)DEGS+1%磷酸固定液的Chromosorb W/AW DMCS(60目~80目)。调节载气(氮气)流速,使苯甲酸于(5~10)min出峰。柱温为160℃,恒温10 min后,以10℃/min的升温速率程序升温至190℃,并保持恒温至32 min,完成测试。检测器和进样口温度为250℃。不同型号仪器调整为最佳工作条件。

12.4.2 进样:以10 μL微量注射器吸取2.0 μL测定液,注入气相色谱仪,取试样的苯甲酸峰面积与标准曲线比较定量。

13 结果计算

试样中的过氧化苯甲酰含量按式(2)进行计算:

$$X_2 = \frac{c_2 \times V}{m_2 \times 1\,000} \times 0.992 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_2 ——试样中的过氧化苯甲酰含量, g/kg;

c_2 ——由标准曲线上查出的试样测定液中相当于苯甲酸溶液的浓度, μg/mL;

V ——试样提取液的体积, mL;

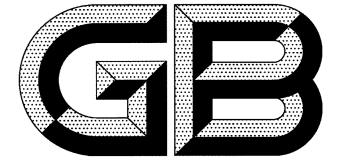
m_2 ——试样的质量, g;

0.992——由苯甲酸换算成过氧化苯甲酰的换算系数。

14 结果表述

取双试验测定算术平均值的二位有效数字。双试验测定值的相对相差不大于15%。

GB/T 18415—2001

ICS 67.050
X 04

中华人民共和国国家标准

GB/T 18415—2001

小麦粉中过氧化苯甲酰的测定方法

Methods of determination for benzoyl peroxide in wheat flour



GB/T 18415—2001

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-17885

定价: 8.00元

2001-08-29 发布

2001-09-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

式中： X_1 ——试样中的过氧化苯甲酰含量，g/kg；
 c_1 ——由工作曲线上查出的试样测定液中相当于苯甲酸溶液的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
 V ——试样提取液的体积，mL；
 m_1 ——试样的质量，g；
 0.992——由苯甲酸换算成过氧化苯甲酰的换算系数。

8 结果表述

取双试验测定算术平均值的二位有效数字。双试验测定值的相对相差不得大于15%。

第二篇 气相色谱法(I)

9 原理

小麦粉中的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。

10 试剂

- 10.1 石油醚(60℃~90℃)，分析纯。
- 10.2 冰乙酸，分析纯。
- 10.3 酸性石油醚：在500 mL石油醚中加入15 mL冰乙酸，混匀备用。
- 10.4 苯甲酸(含量99.95%~100.05%)，基准试剂。
- 10.5 苯甲酸标准储备溶液：准确称取苯甲酸(基准试剂)0.1000 g，用丙酮溶解并转移至100 mL容量瓶中，定容。此溶液浓度为1000 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 10.6 苯甲酸标准溶液：由上述苯甲酸标准储备溶液逐级稀释，制备成浓度为0.5、10、15和20 $\mu\text{g/mL}$ 的苯甲酸标准溶液，供制作标准曲线之用。

11 仪器和设备

实验室常用仪器及下述物品：

- 11.1 气相色谱仪，附有氢火焰离子化检测器。
- 11.2 10 μL 微量注射器。
- 11.3 天平(感量0.01 g和0.0001 g)。
- 11.4 100 mL具塞三角瓶。
- 11.5 磁力搅拌器。

12 分析步骤

12.1 样品的扦样、分样

按GB 5491执行。

12.2 测定液的制备

准确称取试样5.00 g，移入具塞三角瓶中，加入30 mL酸性石油醚和搅拌块，以磁力搅拌器将试样分散(也可直接用手工操作，将试样旋荡分散)，于30℃恒温放置，并每隔15 min搅拌或旋荡一次。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试样尽量洗入过滤漏斗，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试样残渣并用以定容，作为试样测定液。

12.3 标准曲线的制作

以微量注射器依次取不同浓度的苯甲酸标准溶液2.0 μL ，注入气相色谱仪。以其苯甲酸峰面积为

中华人民共和国
 国家标准
 小麦粉中过氧化苯甲酰的测定方法

GB/T 18415—2001

*

中国标准出版社出版
 北京复兴门外三里河北街16号
 邮政编码：100045

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
 新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8千字

2001年9月第一版 2001年9月第二次印刷

印数 201—3000

*

书号：155066·1-17885 定价 8.00元

网址 www.bzcs.com

版权专有 侵权必究
 举报电话：(010)68533533

5 仪器和设备

实验室常用仪器及下述物品：

- 5.1 气相色谱仪,附有氢火焰离子化检测器。
- 5.2 10 μL 微量注射器。
- 5.3 天平(感量 0.01 g 和 0.000 1 g)。
- 5.4 150 mL 具塞三角瓶。
- 5.5 150 mL 分液漏斗。
- 5.6 50 mL 具塞比色管。

6 分析步骤

6.1 样品的扦样、分样

按 GB 5491 执行。

6.2 样品前处理

准确称取试样 5.00 g 于具塞三角瓶中,加入 0.01 g 还原铁粉、约 20 粒玻璃珠($\phi 6$ mm 左右)和 20 mL 乙醚,混匀。逐滴加入 0.5 mL 盐酸,回旋摇动,用少量乙醚冲洗三角瓶内壁,放置至少 12 h 后,摇匀,静置片刻,将上清液经快速滤纸滤入分液漏斗中。用乙醚洗涤三角瓶内的残渣,每次 15 mL(工作曲线溶液每次用 10 mL),共洗三次,上清液一并滤入分液漏斗中。最后用少量乙醚冲洗过滤漏斗和滤纸,滤液合并于分液漏斗中。

向分液漏斗中加入 5% 氯化钠溶液 30 mL,回旋摇动 30 s,防止气体顶出活塞,并注意适时放气。静置分层后,弃去下层水相溶液。重复用氯化钠溶液洗涤一次,弃去下层水相。加入 1% 碳酸氢钠的 5% 氯化钠水溶液 15 mL,回旋摇动 2 min(切勿剧烈振荡,以免乳化,并注意适时放气)。待静置分层后,将下层碱液放入已预置 3~4 勺固体氯化钠的 50 mL 比色管中。分液漏斗中的醚层用碱性溶液重复提取一次,合并下层碱液于比色管中。加入 0.8 mL 盐酸(1+1),适当摇动比色管以充分驱除残存的乙醚和反应产生的二氧化碳气体(室温较低时可将试管置于 50℃ 水浴中加热,以便于驱除乙醚),至确认管内无乙醚的气味为止。加入 5.00 mL 石油醚-乙醚(3+1)混合溶液,充分振摇 1 min,静置分层。上层醚液即为进行气相色谱分析的测定液。

6.3 制作工作曲线

准确吸取苯甲酸标准使用液 0、1.0、2.0、3.0、4.0 和 5.0 mL,置于 150 mL 具塞三角瓶中,除不加还原铁粉外,其他操作同 6.1 样品前处理。其测定液的最终浓度分别为 0、20、40、60、80 和 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。以微量注射器分别取不同浓度的苯甲酸溶液 2.0 μL 注入气相色谱仪。以其苯甲酸峰面积为纵坐标,苯甲酸浓度为横坐标,绘制工作曲线。

6.4 测定

6.4.1 色谱条件:内径 3 mm、长 2 m 的玻璃柱,填充涂布 5%(m/m)DEGS+1% 磷酸固定液的(60~80)目 Chromosorb W/AW DMCS。调节载气(氮气)流速,使苯甲酸于(5~10)min 出峰。柱温为 180℃,检测器和进样口温度为 250℃。不同型号仪器调整为最佳工作条件。

6.4.2 进样:用 10 μL 微量注射器取 2.0 μL 测定液,注入气相色谱仪,取试样的苯甲酸峰面积与工作曲线比较定量。

7 结果计算

试样中的过氧化苯甲酰含量按式(1)进行计算:

$$X_1 = \frac{c_1 \times 5}{m_1 \times 1\,000} \times 0.992 \quad \dots\dots\dots(1)$$

前 言

本标准参考美国 AOAC 935.34《面粉中的过氧化苯甲酰漂白剂(苯甲酸)——光度法》、AOAC 983.16《食品中的苯甲酸和山梨酸(气相色谱法)》、日本厚生省环境卫生局汇编标准方法中关于面粉中过氧化苯甲酰的分析方法以及 GB/T 5009.29—1996《食品中山梨酸、苯甲酸的测定方法》中的有关原理和技术内容,在试验的基础上,通过简化操作步骤,提高方法的可操作性和准确性而研究制定。

本标准由国家粮食局提出并归口。

本标准起草单位:国家粮食局谷物油脂化学研究所、国家粮油质量监督检验中心。

本标准主要起草人:凌家煜、周光俊、尚艳娥、阮玲、周谔非。