

中华人民共和国国家标准

GB/T 22325—2008

小麦粉中过氧化苯甲酰的测定 高效液相色谱法

Determination of benzoyl peroxide in wheat flour—
High performance liquid chromatography

2008-08-22 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家农业标准化监测与研究中心(黑龙江)。

本标准起草人：彭丽萍、李光宇、耿叙武、王志强、姜举娟、刘庆、姜雯、陈丽华、王世琨、曹福成、解新周、孔鲁裔。

小麦粉中过氧化苯甲酰的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了以高效液相色谱测定小麦粉中过氧化苯甲酰含量的原理、试剂和材料、仪器设备、分析步骤、计算方法和精密度。

本标准适用于小麦粉中过氧化苯甲酰含量的测定。

本标准最低检出限为 0.5 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

由甲醇提取的过氧化苯甲酰,用碘化钾作为还原剂将其还原为苯甲酸,高效液相色谱分离,在 230 nm 下检测。

4 试剂和材料

本标准所用试剂除特别注明外,均为分析纯试剂,实验用水应符合 GB/T 6682 规定的一级水要求。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 碘化钾溶液:50%水溶液(质量浓度)。

4.3 苯甲酸:纯度 $\geq 99.9\%$,国家标准物质。

4.4 乙酸铵缓冲溶液(0.02 mol/L):称取乙酸铵 1.54 g 用水溶解并稀释至 1 L,混匀后用 0.45 μm 的滤膜过滤后使用。

4.5 苯甲酸标准贮备溶液(1 mg/mL):称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)苯甲酸,用甲醇稀释至 100 mL。

5 仪器设备

5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器;色谱柱: C_{18} 反相柱。

5.2 天平:感量 0.000 1 g。

5.3 旋涡混合器。

5.4 溶剂过滤器。

6 分析步骤

6.1 样品制备

称取样品 5 g(准确至 0.1 mg)于 50 mL 具塞比色管中,加 10.0 mL 甲醇,在旋涡混合器上混匀

1 min,静置 5 min,加 50%碘化钾水溶液 5.0 mL,在旋涡混合器上混匀 1 min,放置 10 min。加水至 50.0 mL,混匀,静置,吸取上层清液通过 0.22 μm 滤膜,滤液置于样品瓶中备用。

6.2 标准曲线的制备

准确移取苯甲酸标准贮备液 0 mL、0.625 mL、1.25 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、12.50 mL、25.00 mL 分别置于 8 个 25 mL 容量瓶中,分别加甲醇至 25.0 mL,配成浓度分别为 0 μg/mL、25.0 μg/mL、50.0 μg/mL、100.0 μg/mL、200.0 μg/mL、400.0 μg/mL、500.0 μg/mL、1 000.0 μg/mL 的苯甲酸标准系列溶液。

分别称取 8 份 5 g(精确至 0.1 mg)不含苯甲酸和过氧化苯甲酰的小麦粉于 8 支 50 mL 具塞比色管中,分别准确加入苯甲酸标准系列溶液 10.00 mL,其余操作同 6.1 中“在旋涡混合器上混匀 1 min”以下叙述。标准液的最终浓度分别为:0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、40.0 μg/mL、80.0 μg/mL、100.0 μg/mL、200.0 μg/mL。依次取不同浓度的苯甲酸标准液 10.0 μL,注入液相色谱仪,以苯甲酸峰面积为纵坐标,以苯甲酸浓度为横坐标,绘制标准曲线。标准物质色谱图和含有标准物质的小麦粉样品色谱图参见附录 A 中图 A.1、图 A.2。

6.3 测定

6.3.1 色谱条件

色谱柱:4.6 mm×250 mm, C₁₈ 反相柱(5 μm)(为了延长柱子寿命,建议加 C₁₈ 保护柱)。

检测波长:230 nm。

流动相:甲醇:水(含 0.02 mol/L 乙酸铵)为 10:90(体积分数)。

流速:1.0 mL/min。

进样量:10.0 μL。

6.3.2 样品测定

取 10.0 μL 试液(6.1)注入液相色谱仪,根据苯甲酸的峰面积从工作曲线上查取对应的苯甲酸浓度,并计算样品中过氧化苯甲酰的含量。

7 计算方法

按式(1)计算样品中过氧化苯甲酰含量:

$$D = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \times 0.992 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

D ——样品中过氧化苯甲酰的含量,单位为克每千克(g/kg);

c ——由工作曲线上查出的试样测定液中相当于苯甲酸的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——试样提取液的体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g);

0.992——由苯甲酸换算成过氧化苯甲酰的换算系数:242.2/(2×122.1)。

结果保留两位有效数字。

8 精密度

本标准的精密度数据是按照 GB/T 6379.2 的规定,通过 14 个实验室对 2 个添加水平的试样所做的试验中确定的。获得重复性和再现性的值是以 95%的可信度来计算。

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过重复性限(r),本标准的重复性限按式(2)计算:

小麦粉中过氧化苯甲酰的含量在 0.00 mg/kg~0.20 mg/kg 范围:

$$r = 4.796\ 4 + 0.059\ 4M \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：
M——两次测定值的平均值，单位为毫克每千克(mg/kg)。
如果差值超过重复性限，应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过再现性限(R)，本标准的再现性限按式(3)计算：

小麦粉中过氧化苯甲酰的含量在 0.00 mg/kg~0.20 mg/kg 范围：

$$R = 6.680\ 2 + 0.033\ 0M \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：
M——两次测定值的平均值，单位为毫克每千克(mg/kg)。

附 录 A
(资料性附录)
标准样品和小麦粉样品的液相色谱图

A.1 苯甲酸标准物质色谱图,见图 A.1。

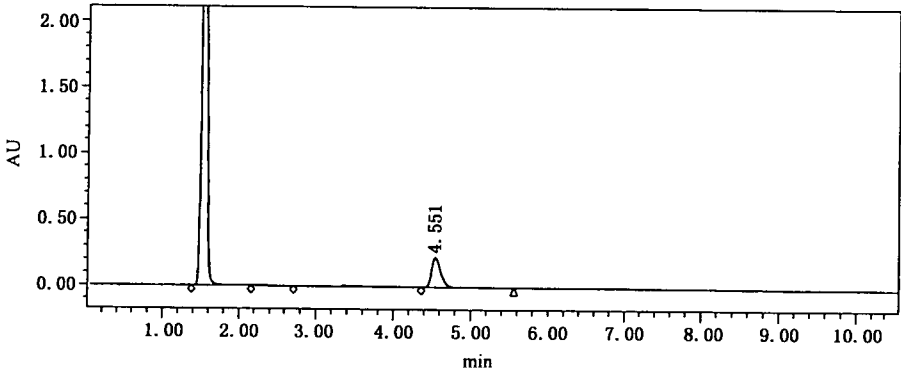


图 A.1 苯甲酸标准溶液液相色谱图

A.2 含有标准物质的小麦粉样品色谱图,见图 A.2。

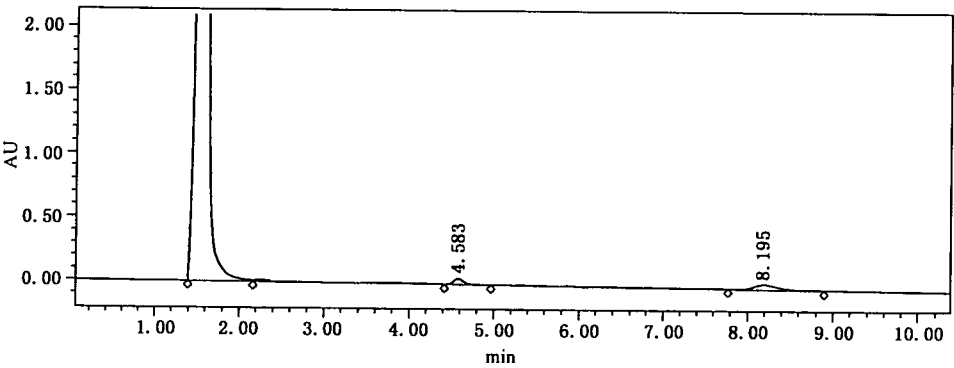


图 A.2 小麦粉样品液相色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
小麦粉中过氧化苯甲酰的测定
高效液相色谱法
GB/T 22325—2008

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-34567 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533