

## 毛细管气相色谱法检测面粉中的过氧化苯甲酰和山梨酸

吴迪<sup>1</sup> 高扬<sup>2</sup> 苗会娟<sup>1</sup> 赵莉<sup>1</sup> 温昊章<sup>1</sup> 孙童佳<sup>1</sup> 张令甲<sup>3</sup> 吕宪禹<sup>1</sup>

(1.南开大学 天津 300071)

(2.天津市林业果树研究所 天津 300112)

(3.山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司 滕州 277500)

**摘要** 过氧化苯甲酰和山梨酸是在面粉中常用的添加剂。本文采用毛细管气相色谱法检测面粉中的过氧化本甲酰,方法准确、快速。

**关键词** 毛细管气相色谱 过氧化苯甲酰 山梨酸 面粉

当前,食品安全问题引起越来越多的重视。面粉是人们最普遍的主食之一,在饮食结构中占有很大比例。保障面粉安全性就成为关乎人民生命健康和国际民生的大事。在面粉的生产过程中,一般要加食品添加剂,过氧化苯甲酰是面粉中常用的增白剂,山梨酸是一种防腐剂,国家对于它们的添加有严格的限制,因此开发出快速、灵敏、准确的检测方法具有重大意义。当前,针对面粉中过氧化苯甲酰和山梨酸,气相色谱法是首选的检测方法<sup>[1,2]</sup>。

本实验首次采用自制强极性熔融石英毛细管色谱柱测定面粉中过氧化苯甲酰和山梨酸的含量。通过优化条件,解决国标法中溶剂峰的拖尾问题。检测快速,结果准确。

### 1 仪器设备和试剂材料

山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司 SP-6890 型气相色谱仪、氢离子火焰检测器(FID);自行研制的丁二酸二乙二醇聚酯(DEGS)熔融石英毛细管柱。

过氧化苯甲酰由天津市赢达稀贵化学试剂厂生产;苯甲酸由天津市光复精细化工研究所生产;山梨酸由中国医药公司生产。

面粉自市场采购。

### 2 实验方法

#### 2.1 面粉的预处理

面粉的预处理参考赵立峰等<sup>[3]</sup>人的方法进行。称取10g面粉于50mL离心管中(带螺旋密封盖),加入0.2g盐酸羟胺及20.0mL丙酮,旋紧密封盖,振摇混匀药品,超声波处理3min,再摇匀后置于40℃水浴10min,冷却后以3000r/min离心5min,吸取上清液进行气相色谱分析以测定面粉中的过氧化苯甲酰。

将面粉酸化后用丙酮溶剂萃取,直接取上清液进样测定山梨酸。

#### 2.2 色谱条件

检测器:氢火焰离子检测器;色谱柱:0.53mm×30m DEGS 毛细管柱。气体:氮气(N<sub>2</sub>)作载气,柱前压0.03MPa;氢气(H<sub>2</sub>),0.03MPa;空气,0.12MPa。温度设定:柱温170℃,汽化室温度:250℃,检测器温度:250℃。进样量:2μL。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 工作曲线、重复性、回收率和检测限

分别精确配制20μg/mL、60μg/mL、100μg/mL、140μg/mL和180μg/mL浓度苯甲酸和山梨酸的丙酮溶液,进行气相色谱分析;每个浓度标准溶液进样6次,求出峰面积平均值,将样品浓度和对应峰面积平均值进行线性回归。当苯甲酸和山梨酸浓度在0~180μg/mL时,相关系数分别为R<sup>2</sup>=0.9996和R<sup>2</sup>=0.9988;线性回归方程为y=2513.9x-2758.0和y=2590.1x-9444.4。标准曲线的回归方程的线性关系良好。

用相同方法分批处理同一样品,记录待测组分的峰面积,根据工作曲线计算苯甲酸、山梨酸的含量,苯甲酸含量换算成过氧化苯甲酰含量。过氧化苯甲酰和山梨酸的相对平均偏差(RSD, n=3)分别为2.3%和1.0%,重复性良好。

向面粉中加入不同量的过氧化苯甲酰和山梨酸标样,按照上文方法处理并进行气相色谱分析,测定两种添加剂的含量,计算其回收率。过氧化苯甲酰的回收率在88.93%~95.00%之间,山梨酸的回收率在91.07%~94.5%之间。

按谱仪最低响应值S=3N计算,过氧化苯甲酰和山梨酸的检出限分别为3μg/mL和2μg/mL。

#### 3.2 溶剂峰拖尾的解决

本实验首次采用自制强极性熔融石英毛细管色谱柱  $0.53\text{mm} \times 20\text{m}$  测定面粉中增白剂过氧化苯甲酰和防腐剂山梨酸的含量, 山梨酸的保留时间为  $4.2\text{min}$ , 苯甲酸的保留时间为  $9.6\text{min}$ 。很好的解决溶剂峰拖尾现象<sup>[4]</sup>。

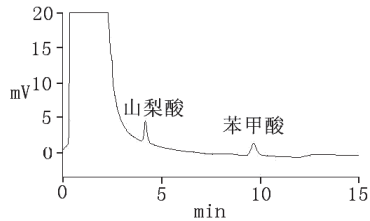


图1 山梨酸和苯甲酸的气相色谱图

### 3.3 分流避免

本实验采用自行研制的宽口径色谱柱, 口径  $0.53\text{mm}$ , 为全国首创, 由于其大口径的特点, 实验测定时不需要进行分流, 可以大容量进样, 避免

柱子超载, 减少被测物的流失<sup>[5]</sup>。

本实验使用丙酮作为溶剂提取山梨酸和苯甲酰,  $10\text{min}$  内就能完成 2 种成分的检测, 分离被测物质效果好, 峰型尖锐, 适合用于面粉的快速分析检测。

### 参考文献

- 1 李昌文、欧阳韶晖、罗勤贵、王长勇. 面粉的品质改良与添加剂的应用, 食品工业科技, 2004, 3 (25): 135~137
- 2 郝金枝. 面粉中过氧化苯甲酰检测方法的比较, 职业与健康, 2005, 2 (21): 219~220
- 3 赵立峰, 吴雪样. 气相色谱法快速测定面粉中过氧化苯甲酰, 中国公共卫生, 2003, 11 (19): 1348~1349
- 4 杨华梅. 面粉中过氧化苯甲酰检测方法的研究进展, 面粉通讯, 2007, (6): 41~44
- 5 周敏, 柯春晖, 郭柏坤. 气相色谱-质谱法快速测定面粉中过氧化苯甲酰, 中国卫生检验杂志, 2008, 12 (18): 2563~2564

## Determination of benzoyl peroxide and sorbic acid in flour by capillary gas chromatography

Wu Di<sup>1</sup> Gao Yang<sup>2</sup> Miao Huijuan<sup>1</sup> Zhao Li<sup>1</sup> Wen Haozhang<sup>1</sup>

Sun Tongjia<sup>1</sup> Zhang Lingjia<sup>3</sup> Lv Xianyu<sup>1</sup>

(1.Nankai University, Tianjin 300071)

(2.Tianjin Institute of Forest and Pomology, Tianjin 300122)

(3.Shandong Lunanruihong Chemical Engineering Instruments Co., Ltd., Tengzhou 277500)

**Abstract** Benzoyl peroxide and sorbic acid are common additives in flour. In this article, we determine benzoyl peroxide and sorbic acid in flour by capillary gas chromatography. The method has the advantages of accurate and high efficiency.

**Key words** Capillary gas chromatography Benzoyl peroxide Sorbic acid Flour

(下接第22页)

## Humidity sensing properties of TiO<sub>2</sub> nanotubes arrays

Li Minghui Li Yixing Du Fang Fu Wuyou Yang Haibing

(National laboratory of superhard materials, Jilin university, Changchun 130012)

**Abstract** The highly ordered TiO<sub>2</sub> nanotubes arrays are prepared by electrochemical anodic oxidation. The samples are calcined at  $300^\circ\text{C}$ ,  $400^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$  and  $600^\circ\text{C}$  respectively. The structure and the morphology of the TiO<sub>2</sub> nanotubes are analyzed by X-ray diffraction (XRD) and field emission scanning electron microscopy (FESEM). We design a novel sensor with the TiO<sub>2</sub> nanotubes films to investigate the humidity sensing behaviours. The samples calcined at  $600^\circ\text{C}$  show high sensitivity with nearly two orders change in the resistance and short response and recovery time ( $<190\text{s}$ ) during the relative humidity variation from 11% to 95%.

**Key words** Titania nanotubes Anodization Humidity sensor Thin film