

紫外分光光度法快速测定面粉制品中过氧化苯甲酰(BPO)的含量

王晓鹏 刘欣

(泰山医学院化学与化学工程学院, 山东 泰安 271016)

摘要: 目的 探讨面粉制品中的增白剂过氧化苯甲酰的快速简便的测定方法。方法 过氧化苯甲酰可以在被无水乙醇提取后, 在酸性加热的条件下能把 Fe^{2+} 氧化成 Fe^{3+} , Fe^{3+} 与邻菲罗啉发生褪色反应。结果 该褪色反应与过氧化苯甲酰含量在一定范围内呈线性关系, 建立了利用紫外分光光度法快速测定过氧化苯甲酰的方法。结论 该方法机理简单, 实验操作简便、快捷、成本低, 适用于基层单位测定面粉中微量的过氧化苯甲酰。

关键词: 过氧化苯甲酰; 紫外分光光度法; 快速测定

中图分类号: R155 **文献标识码:** A **文章编号:** 100427115(2010)0620446202

Rapid determination of benzoyl peroxide in flour and its products by ultraviolet spectrophotometry

WANG Xiaopeng, LIU Xin

(Institute of Chemistry and Chemical Engineering Taishan Medical College, Taian 271016, China)

Abstract Objective Explore a rapid and simple determination of BPO in flour. Methods BPO can be extract by absolute ethyl alcohol. Fe^{2+} can be oxidized to Fe^{3+} under acidic and heat condition. Fe^{3+} reacts color fading reaction with Phen. Results this reaction with BPO present a linear relation, so build a Rapid Determination of Benzoyl Peroxide in Flour and its products by Ultraviolet Spectrophotometry. Conclusion: The mechanism of this methods and operate is very simple, shortcut and low cost, especial apply to the Determination of Benzoyl Peroxide in Flour in basic units.

Key words BPO; Ultraviolet Spectrophotometry; Rapid Determination

过氧化苯甲酰(BPO)常被用作面粉的改良剂、增白剂, 如果过量使用, 则会产生对人体有害的苯甲酸和苯酚等物质。不仅会破坏面粉中的维生素 A、E 等营养成分, 而且会失去面粉特有的麦香味。过量食用增白剂对人体的危害主要体现以下三方面: 一是破坏面粉中的维生素。二是损害机体的重要脏器而诱发癌症。三是影响钙质的吸收。长期食用增白剂含量超出国家标准的面粉及面制品, 会加重肝脏的负担, 造成苯慢性中毒, 出现恶心、呕吐, 引起头昏、乏力、神经衰弱, 对肝功能衰退的人来说, 更容易引发多种疾病。因此, 美国、日本、欧盟等发达国家已禁止其小麦粉中使用。

GB27605食品添加剂使用卫生标准 6 中规定我国小麦粉中 BPO 的最大使用量为 0.06 g/kg。检验方法是 GB/T18415-2001 5 小麦粉中过氧化苯甲酰的测定方法 6, 标准采用气相色谱法。由于检测仪器昂贵, 测量时间长, 操作繁琐, 不利于基层及偏远地区生产企业和执法单位对 BPO 的监测。因此, 寻找一个快速简便而有效地测定方法显得十分重要。本文采用紫外分光光度法测定面粉制品中过氧化苯甲酰含量, 方法操作简便, 容易推广。^[2]

1 试验部分

1.1 原理

过氧化苯甲酰可以被无水乙醇提取出, 在酸性加热的条件下能把 Fe^{2+} 氧化成 Fe^{3+} , Fe^{3+} 与邻菲罗啉发生褪色反应, 褪色反应与过氧化苯甲酰含量在一定范围内呈线性关系。^[3]

1.2 主要仪器与试剂

UV-1500PC 紫外可见分光光度计 (上海美析仪器有限公司), FC 204 电子分析天平, TDL 2 60B 离心机, 10/40 MHz 超声振荡器 (日本日立公司), 恒温水浴锅, 比色管。

1.0 mg/ml 的过氧化苯甲酰标准溶液: 准确称取 0.1000 g 过氧化苯甲酰纯品, 用无水乙醇溶解, 于 100 ml 容量瓶中定容至刻度。

0.1 mg/ml 的过氧化苯甲酰标准溶液: 准确吸取上述标液 10 ml, 用无水乙醇将其稀释至 100 ml 容量瓶中。0.001 mol/L 的硫酸亚铁铵溶液: 准确称取 0.0392 g 硫酸亚铁铵固体, 用蒸馏水溶解, 定容至

• 作者简介: 王晓鹏 (1983), 女, 山东莱芜人, 助理实验师, 本科, 主要从事基础化学实验室工作。

100ml。

0.003mol/L的邻菲罗啉溶液:准确称取 0.0595g 邻菲罗啉固体,用蒸馏水溶解,定容至 100ml。

乙酸乙酸钠缓冲液:取无水乙酸钠 8.3g溶于水中,加冰乙酸 6ml稀释至 100ml用酸度计调其 pH,使 pH = 5。

1.3 试验方法

1.3.1 标准曲线的绘制

准确吸取 0.1mg/ml的过氧化苯甲酰标准液 0.00ml、0.08ml、0.20ml、0.40ml、0.60ml、0.80ml于 25ml比色管中,再准确吸取 1.0mg/ml的过氧化苯甲酰标准液 0.20ml、0.40ml、0.60ml于另外 3个比色管中,向 9个比色管中分别依次加入 0.001mol/L硫酸亚铁铵溶液 1.0ml、乙酸乙酸钠缓冲液 2.5ml混匀后置于水浴 60℃中反应 5min取出冷却至室温后,加入 0.003mol/L的邻菲罗啉溶液 1.0ml用蒸馏水定容至刻度,混匀后静置 20min用 1cm比色皿测定其吸光度。以吸光度为纵坐标,浓度为横坐标,绘制标准曲线。

1.3.2 样品处理

准确称取 0.5000g面粉样品,准确加入 10ml无水乙醇,超声提取 5min放置 10min然后以 4000r/min离心 5min取离心液。按标准曲线的步骤,测定其吸光度,然后在标准曲线范围内计算面粉中过氧化苯甲酰的含量。^[4]

2 结果与讨论

2.1 吸收波长选择

取 1.0mg/ml的过氧化苯甲酰标准溶液 0.4ml于 25ml比色管中,另一只不加过氧化苯甲酰标准溶液做参比,然后按标准曲线绘制的方法测定其吸光度值。结果如表 1。

由此我们可以看出波长在 510nm处,吸光度值最大,所以我们选择 510nm。

表 1 波长选择

波长 /nm	480	490	500	510	520	530	540	550
吸光度 (A)	0.356	0.372	0.386	0.402	0.391	0.373	0.349	0.322

2.2 pH值的选择

分别配制 pH值为 2.6、3.0、3.8、4.2、4.5、5.0、5.4、5.8的乙酸乙酸钠缓冲液,根据试验条件得到以上 pH值下的吸光度值,发现在 pH = 4.5时吸光度最大。

2.3 温度选择

取 1.0mg/ml的过氧化苯甲酰标准溶液 0.4ml于 25ml比色管中,在不同温度下测量吸光度值。试验结果表明,在 60℃时线性最好,所以试验选择 60℃水浴加热。

2.4 反应时间的选择

取 1.0mg/ml的过氧化苯甲酰标准溶液 0.4ml于 25ml比色管中,按照试验条件分别选择反应时间为 2min、5min、10min、20min、30min和 60min测

定吸光度值,结果如表 2。

2.5 线性范围

准确吸取过氧化苯甲酰系列标准溶液,按试验方法测定吸光度, BPO 含量在浓度 0.00~0.80mg/ml范围内符合朗伯比尔定律,摩尔吸光系数为 $1.1 \times 10^4 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ 。求得线性回归方程为 $A = 0.1404 + 0.6888C(\text{mg/ml})$ ($n = 7$), 相关系数为 0.9961。10次空白实验结果的标准偏差 ($s = 0.013$)求得检出限为 0.096mg/kg。

表 2 反应时间选择

反应时间 /min	2	5	10	20	30	60
吸光度 (A)	0.201	0.312	0.192	0.154	0.121	0.092

由此选定反应时间为 5min。

3 样品分析

按照 1.3.2中方法对从农贸市场随机购买的 3种面粉进行 BPO测定,在 510nm处测定吸光度值,平行测定 6次,测定结果见表 3加标回收率试验见表 4。^[6]

表 3 样品测定结果

样品	6次测定值 (g/kg)	平均值 (g/kg)	RSD (%)
1	0.125、0.121、0.123、0.121、0.126、0.121	0.122	1.54
2	0.062、0.064、0.066、0.063、0.064、0.066	0.064	2.64
3	0.075、0.072、0.072、0.074、0.071、0.072	0.072	1.98

表 4 加标回收试验

样品含 BPO量 (g/kg)	加入 BPO量 (g/kg)	测定值 (g/kg)	回收率 (%)
0.125	0.1	0.220	97.5%
0.12	10.1	0.219	99.1%
0.123	0.1	0.218	98.0%

本法可直接测定 BPO含量,方法反应机理简单,实验操作简便、快捷、成本低,适用于基层单位测定小麦粉中微量的 BPO。由于 BPO是一种典型的过氧化物,长时间放置受热、光照或辐射等,导致部分 BPO分子中的过氧键断裂,分解生成 O_2 和苯甲酸,使测定结果偏低,所以本法适用于新出厂的面粉测定。

参考文献:

- [1] Standard of the chemical industry (化学工业标准) 1Beijing (北京): Chinese standard press 中国标准出版社, 1996. 1463-2476.
- [2] 周绍芸. 分光光度法快速测定面粉中过氧化苯甲酰[J]. 质量检验与检测, 2007, 6: 58259.
- [3] 裴翠锦, 姚国光. 紫外分光光度法测定面粉中的过氧化苯甲酰[J]. 计量与测试技术, 2008, 35: 46249.
- [4] 丁静, 陈小全, 任少红. 面粉中过氧化苯甲酰和苯甲酸同时测定的导数)比导数紫外分光光度法[J]. 职业与健康, 2008, 5: 8412843.
- [5] 邓真丽, 王龔龙, 李栋, 等. 二阶导数紫外分光光度法测定面粉中的过氧化苯甲酰[J]. 化学分析计量, 2005, 14: 34235.
- [6] 张东, 余萍, 高俊杰. 光度法测定小麦面粉中过氧化苯甲酰[J]. 理化检验 2化学分册, 2008, 5: 362437.

(收稿日期 201020225)