



中华人民共和国国家标准

GB/T 21126—2007

小麦粉与大米粉及其制品中 甲醛次硫酸氢钠含量的测定

Determination of sodium formaldehyde sulfoxylate in grain products

2007-10-16 发布

2008-05-01 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：河南工业大学、国家粮油质量监督检验中心、陕西省粮油产品质量监督检验所。

本标准主要起草人：霍权恭、范璐、周展明、尚艳娥、党献民、刘旭、何丽君、张浩。

小麦粉与大米粉及其制品中 甲醛次硫酸氢钠含量的测定

1 范围

本标准规定了采用高效液相色谱测定小麦粉与大米粉及其制品中甲醛及甲醛次硫酸氢钠的原理、试剂、仪器、样品前处理、高效液相色谱测定、结果计算和精密度。

本标准适用于小麦粉、大米粉及其制品中残留甲醛及甲醛次硫酸氢钠含量的测定。

本标准的检出限为 $0.08 \mu\text{g/g}$ 。

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 2912.1—1998 纺织品 甲醛的测定 第1部分:游离水解的甲醛(水萃取法)

3 原理

在酸性溶液中，样品中残留的甲醛次硫酸氢钠分解释放出的甲醛被水提取，提取后的甲醛与2,4-二硝基苯肼发生加成反应，生成黄色的2,4-二硝基苯腙，用正己烷萃取后，经高效液相色谱仪分离，与标准甲醛衍生物的保留时间对照定性，用标准曲线法定量。

4 试剂

所用化学试剂中，正己烷为色谱纯，其余均为分析纯。配溶液所用水均为经高锰酸钾处理后的重蒸水。

4.1 盐酸-氯化钠溶液:称取20 g氯化钠于1 000 mL容量瓶中，用少量水溶解，加60 mL 37%盐酸，加水至刻度。

4.2 甲醛标准储备液:取1 mL 36%~38%甲醛溶液，用水定容至500 mL，使用前按GB/T 2912.1—1998中的亚硫酸钠法标定甲醛浓度。或者用甲醛标准溶液配制成 $40 \mu\text{g/mL}$ 的标准储备液，此溶液放置4℃冰箱中可保存1个月。

4.3 甲醛标准使用液:准确量取一定量经标定的甲醛标准储备液，配置成 $2 \mu\text{g/mL}$ 的甲醛标准使用液，此标准使用液必须使用当天配制。

4.4 磷酸氢二钠溶液:称取18 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ，加水溶解并定容至100 mL。

4.5 2,4-二硝基苯肼(DNPH)纯化:称取约20 g 2,4-二硝基苯肼(DNPH)于烧杯中，加167 mL乙腈和500 mL水，搅拌至完全溶解，放置过夜。用定性滤纸过滤结晶，分别用水和乙醇反复洗涤5次~6次后置于干燥器中备用。

4.6 衍生剂:称取经过纯化处理的2,4-二硝基苯肼(DNPH)200 mg，用乙腈溶解并定容至100 mL。

4.7 流动相:乙腈+水混合溶液 $[\text{V}(\text{乙腈}) + \text{V}(\text{水}) = 70 + 30]$ ，用 $0.45 \mu\text{m}$ 孔径的滤膜过滤，备用。

4.8 正己烷。

5 仪器

5.1 具塞三角瓶:150 mL、250 mL。