电感耦合等离子体发射光谱法测定食品中的硼酸含量

刘 聪* 祖文川 汪 雨

(北京市理化分析测试中心, 北京 100089)

摘 要：目的 利用电感耦合等离子体发射光谱法测定食品中的硼元素, 计算食品中的硼酸含量。**方法** 食品样品采用微波消解仪按设定程序消解, 消解液采用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定。对 ICP-OES 测定硼元素的仪器条件进行优化。**结果** 在 0.100~5.000 μg/mL 浓度范围内呈良好的线性, 标准曲线为 Y=63.38X+38.14, 相关系数 r 为 0.9997。本方法检出限为 3.54 μg/g。**结论** 该方法是一种快速、有效的测定食品中硼酸的分析方法, 可应用于市售的多种食品中的硼酸含量的测定。

关键词：硼酸; 电感耦合等离子体发射光谱法; 微波消解; 食品

Determination of boric acid in food by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry

LIU Cong*, ZU Wen-Chuan, WANG Yu

(*Beijing Center for Physical and Chemical Analysis*, *Beijing* 100089, *China*)

ABSTRACT: Objective To determine the content of boron and boric acid in food by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry (ICP-OES). **Methods** The food samples were digested by the microwave assisted digester under a prescribed program, then the sample solution obtained was used for the ICP-OES determination of boron content. The instrument parameters of ICP-OES determination of boron were optimized. **Results** A good linear relationship was detected in the concentration range of 0.100~5.000 μg/mL (r=0.9997), the formula of standard curve was Y=63.38X+38.14. The detection limit of this method was 3.54 μg/g. **Conclusion** The described method is fast and efficient, and can be applied for boric acid determination in various foods in the market.

KEY WORDS: boric acid; inductively coupled plasma-optical emission spectrometry; microwave digestion; food

1 引言

硼酸、硼砂等曾作为防腐剂和膨松剂在水产品、肉制品、豆制品、面制品等食品中使用, 现已被禁止添加。硼酸、硼砂在人体内蓄积, 影响消化酶的作用, 食用过量可引起恶心、呕吐、腹痛、腹泻等胃肠道症状, 还可引起皮疹等皮肤症状[1]。

目前硼酸的检测方法一般采用乙基乙二醇-三氯甲烷萃取姜黄比色法、电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法测定[2]。

本研究将样品经酸解消化后, 将样品溶液导入电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-OES)中, 与标准系列进行比较定量。

2 材料与方法

2.1 试剂及标准溶液

硝酸(优级纯, 北京化工厂); 过氧化氢(优级纯, 北京化工厂); 硼标准溶液(国家钢铁材料测试中心)。

基金项目：国家重大科学仪器设备开发专项(2011YQ14014700); 创新方法工作专项项目(2010IM040200)

*通讯作者：刘聪, 研究实习员, 主要从事仪器分析工作。电子邮箱: liucongxd@gmail.com。

样品鱼豆腐、鱼丸、牛肉丸、豆腐皮、鸡肉肠、萨其马等均购自本地超市。

2.2 仪器

ICP-2000 电感耦合等离子体发射光谱仪(江苏天瑞仪器股份有限公司); MDS-10 微波消解仪(上海新仪微波化学科技有限公司); EH20A plus 电加热板(北京莱伯泰科仪器有限公司)。

2.3 仪器工作条件

电感耦合等离子体发射光谱仪主要工作参数表 1。微波消解仪工作条件见表 2。

表 1 电感耦合等离子体发射光谱仪主要工作参数

Table 1 The main instrument parameters of inductively coupled plasma-optical emission spectrograph

仪器工作参数	设定值
射频功率／W	1350
等离子气流速／mL·min^{-1}	800
载气流速／mL·min^{-1}	25
积分时间/s	0.5
样品冲洗时间/s	25
蠕动泵转速/r·min^{-1}	40
提升量/ mL·min^{-1}	1.8
积分方式	高斯曲线
检测波长/nm	249.77

表 2 微波消解仪工作条件

Table 2 Working conditions of microwave digester

加热温度/℃	加热时间/min
110	6
160	6
190	10

*微波消解仪最高压力为 2.5 MPa。

2.4 实验方法

将食品样品捣碎成糜状，准确称取 0.300 g 样品于微波消解罐中，加入 8 mL 浓硝酸和 2 mL 30%过氧化氢，在 150 ℃加热板上预消解 20 min。按照上述微波消解条件进行消解。消解完毕后，用超纯水(18.2 MΩ·cm)少量多次洗入 50 mL 塑料容量瓶中，定容至 50 mL，摇匀。上述操作过程避免使用玻璃器皿。

3 结果

3.1 校准曲线与线性范围

将硼标准溶液(1000 μg/mL)依次稀释为 0.100、0.500、1.000、2.500、5.000 μg/mL。在上述的仪器条件下进行测定，绘制校准曲线，见图 1。

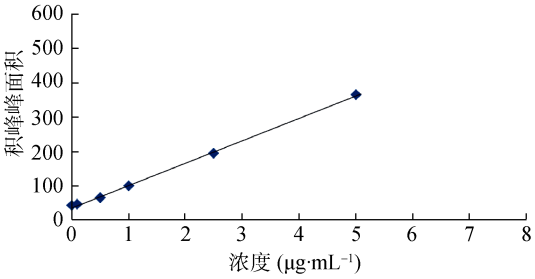


图 1 硼标准物质在 0.100 至 5.000 μg/mL 浓度范围内的校准曲线

Fig. 1 The calibration curve for boron standard solutions in the range of 0.100~5.000 μg/mL

实验结果表明，在上述的仪器条件下，硼校准曲线在 0.100 至 5.000 μg/mL 浓度范围内呈良好的线性，标准曲线为 Y=63.38X+38.14，相关系数 r 为 0.9997。

3.2 精密度、准确度与检出限

分别测定高、低浓度硼标液，获得在不同浓度下仪器的精密度，见表 3。

表 3 仪器精密度(***n***=5)

Table 3 Instrumental precision

浓度/μg·mL^{-1}	%RSD
0.100	0.95
2.000	0.49

分别测定高、低浓度硼的加标样品，获得在不同浓度下的添加回收率，见表 4。

表 4 添加回收率

Table 4 Added recoveries

浓度/μg·mL^{-1}	添加回收率%	%RSD
0.100(n=7)	100.50	9.45
2.000(n=7)	97.19	3.74

仪器的检出限为 4.80 μg/mL。进行 7 次平行试验，置信度为 99.5%时计算出的方法检出限为 3.54 μg/g。

3.3 样品测定结果

分别利用本方法对市购鱼豆腐、鱼丸、牛肉丸、豆腐皮、鸡肉肠、萨其马等 6 种样品进行了测定，均未检出硼酸。

4 讨论

本文建立了利用微波辅助消解-电感耦合等离子

体发射光谱法测定食品中硼酸含量的方法，并利用本方法测定了鱼丸等多种市售食品中的硼酸含量。本实验样品前处理及测试工作均由国产仪器完成，实验结果表明国产电感耦合等离子体发射光谱仪等国产仪器能够满足食品中硼酸的检测要求。

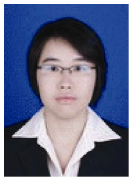
参考文献

[1] 叶蔚云，徐慧文，冯华妹，等. 广州市部分食品中添加硼酸、硼砂的调查[J]. 职业与健康, 2002, 18(12):42–43.

[2] GB/T 21918-2008，食品中硼酸的测定[S].

(责任编辑：孙媛媛)

作者简介



刘聪，研究实习员，主要从事仪器分析工作。

E-mail: liucongxd@gmail.com

“食品包装新材料”专题约稿函

当前食品生产与包装研发的联系越来越紧密，已成为食品安全的重要组成部分，包装材料与包装技术的应用和研究将越来越重要。各种新型食品包装材料如雨后春笋般涌现出来，如可食性包装材料、隔热隔水包装材料、可降解包装材料、功能性包装材料等。这些新型包装材料纷纷把安全环保、经济实用当作卖点，掀起了食品包装的新一轮创新。

鉴于此，本刊特别策划了“**食品包装新材料**”专题，围绕**食品包装新材料的研发、制造、应用、安全质量控制等的相关技术和方法**等问题展开讨论，计划在 2012 年下半年出版。编辑部特向各位专家诚征惠稿，综述、研究论文均可，以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。请在 10 月 15 日前通过网站或 Email 投稿。我们将快速处理并优先发表专题论文。

投稿方式：

网站: www.chinafoodj.com

Email: tougao@chinafoodj.com

《食品安全质量检测学报》编辑部