

石墨炉原子吸收法测定面粉中 B 元素含量

AAS-041

摘要：利用石墨炉原子吸收分析仪 (GF-AAS) 测定面粉中硼元素的含量。面粉样品经 $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ 微波消解，电热板赶酸，GF-AAS 上机测定。结果显示：在 0 ~ 1.00 mg/L 范围内线性关系良好，相关系数 $r=0.9999$ ，方法检出限为 4.50 mg/kg，测定下限为 14.80 mg/kg，加标回收率为 84.0%。

关键词：原子吸收石墨炉食品硼砂

水硼砂的英文名为 borax，化学式为 $\text{Na}_2[\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4] \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ，是一种无色半透明晶体或白色结晶粉末，加入食品中可以有防腐、增加弹性和膨胀的作用。但硼砂能致癌，对人体危害极大。连续摄取硼砂会在体内蓄积，妨害消化道的酶的作用，引起食欲减退、消化不良，成人服用超过 1 ~ 3 克剂量即会中毒，成人摄入 15 克即可致死，婴儿致死量约为 2 ~ 3 克。国家明令禁止食品中加入硼砂，但一些非法企业为使其产品口感更好仍有加入。

本文采用 $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ 体系，微波消解市购面粉样品。利用岛津公司 AA-6300C 石墨炉原子吸收光谱仪测定面粉中 B 元素的含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6300 C 石墨炉原子吸收光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

因玻璃器皿含有硼，故实验所用器皿均为聚四氟乙烯材料，并用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 、 H_2O_2 为电子纯试剂，NaOH 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

准确称取 0.50 g (精确至 0.1 mg) 面粉样品置于聚四氟乙烯消解罐内，加入 6 mL 硝酸，2 mL H_2O_2 混匀，静置 2 小时后，置于微波消解炉内，进行消解。消解完成后，将消解罐置于电热板上，200℃ 加热至近干；待消解罐冷却后，向消解罐内加入 3 mL 0.02 mol/L 的 NaOH 溶液，再次加热至近干，此操作重复 2-3 次，待硝酸赶干净之后，用 0.02 mol/L 的 NaOH 溶液溶解残渣，并将溶液转移至 50 mL 聚四氟乙烯容量瓶内，用 0.02 mol/L 的 NaOH 溶液定容至刻度，待测。同法制备样品空白溶液和样品加标溶液。

结果与讨论

2.1 仪器参数

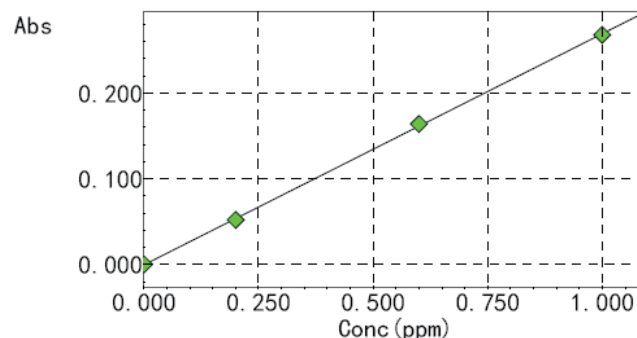
波长 249.7 nm，狭缝宽 0.2 nm，点灯方式 BGC-D₂，灯电流 16 mA，平台石墨管，石墨炉升温程序见表 1。

表 1 石墨炉升温程序

升温步骤	温度 (°C)	时间 (S)	加热方式	灵敏度	气体流量
1	80	5	RAMP	REGULAR	0.10
2	120	25	RAMP	REGULAR	0.10
3	250	10	RAMP	REGULAR	0.10
4	1000	10	RAMP	REGULAR	1.00
5	1000	10	RAMP	REGULAR	1.00
6	1000	3	STEP	HIGH	0.00
7	2800	3	STEP	HIGH	0.00
8	2800	2	STEP	REGULAR	1.00

2.3 标准曲线

配制 0.00, 0.20, 0.60 和 1.00 mg/L B 元素的标准溶液，溶剂为 0.02 mol/L NaOH 溶液，进样体积为 10 μL。其标准曲线见图 1。



$$\text{Abs} = 0.26949 \text{Conc} - 0.00027119$$

$$r = 0.9999$$

图 1 硼元素标准曲线

由 B 元素的标准曲线可以看出, 在 0.00 ~ 1.00 mg/L 浓度范围内, B 元素浓度与吸光度值有良好的线性关系, 相关系数为 $r=0.9999$ 。

2.3 方法检出限

按照实验方法, 对空白溶液重复测定 11 次, 取 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得 B 元素在溶液中的检出限; 取 10 倍的标准偏差除以曲线斜率求得 B 元素在溶液中的测定下限; 根据样品的称样量及定容体积, 求得该方法的检出限及方法定量下限, 见表 2。

表 2 B 元素的检出限和测定下限

溶液检出限 (mg/L)	溶液测定下限 (mg/L)	方法检出限 (mg/kg)	方法测定下限 (mg/kg)
0.045	0.148	4.50	14.80

2.5 分析结果

应用本方法测定市购面粉平行样品 2 份, 每个样品重复测定 6 次, 其结果见表 3。

表 3 分析结果

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定结果 (mg/L)	样品含量 (mg/kg)	RSD (n=6) (%)	样品含量 平均值(mg/kg)
样品1#	0.5020	50	N.D	N.D	-	N.D
样品2#	0.5003	50	N.D	N.D	-	N.D

N.D 表示未检出

2.6 加标回收率实验

为了验证本方法的准确性, 以同样的方法进行前处理, 向面粉样品中加入 0.50 mg/LB 标准溶液, 进行加标回收率实验, 其结果见表 4。

表 4 样品加标回收率

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 (mg/L)	总测定值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (n=6) (%)
样品3#	0.5012	50	N.D	0.50	0.42	84.00	3.12

结论

采用岛津公司石墨炉原子吸收光谱仪测定面粉中 B 元素的含量, B 元素线性关系良好, 定量较准确: 线性相关系数为 0.9999, 加标回收率为 84.0%, RSD 小于 3.12%。