

# 微波消解 ICP-AES 法测定面粉中 B 元素含量

ICP-037

**摘要:** 本文参考《GBT21918-2008 食品中硼砂的检测》方法标准, 利用电感耦合等离子体光谱法 (ICP-AES) 测定了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, 无需赶酸, 直接使用 ICP-AES 上机测定。实验结果表明: 选择 B 元素的分析波长为 249.773 nm, 相关系数  $r=0.99998$ , 方法检出限为 0.09 mg/kg, 测定下限为 0.30 mg/kg, 加标回收率在 97.20% ~ 99.32% 之间。该方法操作简便、快速, 样品前处理简单, 完全能够应对不同类型食品中硼砂、硼酸的检测工作。

**关键词:** ICP-AES 食品 面粉 硼砂

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。

本文参考《GBT21918-2008 食品中硼砂的检测》方法, 采用  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  体系, 微波消解市购面粉样品, 使用内标法, 利用岛津公司全谱直读型 ICPE-9000 光谱仪的轴向观测高灵敏度模式测定了面粉中硼砂的含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

### 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  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{O}_2$  为电子纯试剂, 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  $\text{H}_2\text{O}_2$  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, 待消解罐冷却至室温, 将其移至通风橱内; 缓缓摇动消解罐, 至红棕色气体挥发完全; 将溶液转移至 50 mL 聚四氟乙烯容量瓶内, 加入内标 Y, 其浓度为 1.00 mg/L, 用超纯水定容至刻度, 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

仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	等离子气流速 (L/min)	辅助气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频功率 (kW)
轴向	同心	Mini	旋流	10	0.6	0.7	27.12	1.2

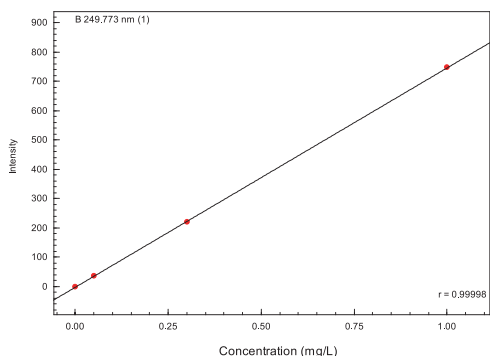
### 2.2 分析线的选择

B 元素有多条灵敏线, 第一灵敏线为 B 249.773 nm。本文选择 B 元素 249.773 nm 作为分析线。

Y 为内标元素, 选择无其它谱线干扰, 并且与分析元素波长接近、灵敏度接近的谱线, 故选择 Y 242.220 nm 作为内标元素的分析线。

### 2.3 标准曲线

配制 0.00, 0.05, 0.30 和 1.00 mg/L B 的标准溶液, 加入 1.00 mg/L 内标元素 Y, 用 10% 硝酸定容至 100 mL, 待测。其标准曲线见图 1。



计算公式:  $Conc. = a \cdot I^3 + b \cdot I^2 + c \cdot I + d$   
 系数: a = 0.0000000 c = 0.0013353 权重: 无  
 b = 0.0000000 d = 0.0023508 零截距: 无  
 检出限(3σ) = 8.979986e-004 定量下限(10σ) = 0.0029933

图 1 硼元素的标准曲线

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 元素浓度与强度有着良好的线性关系, 相关系数为 r=0.99998。

### 2.4 谱线轮廓图

标准溶液 0.05 mg/L、方法空白溶液、样品 1# 溶液的谱图见图 2; 标准溶液 1.00 mg/L、样品 +0.05 mg/L、样品 +0.50 mg/L 溶液的谱图见图 3。

B 249.773 Best  
条件1

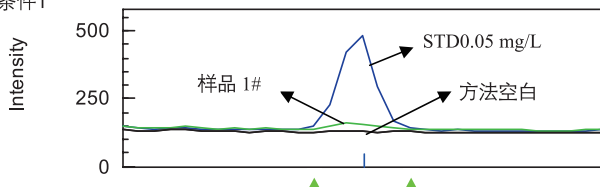


图 2 样品谱峰轮廓图

B 249.773 Best  
条件1

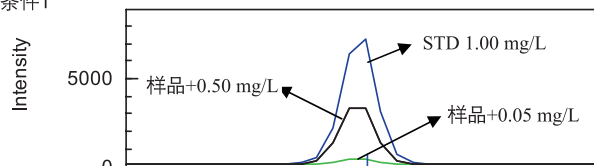


图 3 样品加标谱峰轮廓图

### 2.5 方法检出限

按照实验方法, 对空白溶液重复测定 10 次, 取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得 B 元素在溶液中的检出限为 0.90 μg/L; 取 10 倍强度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为 2.99 μg/L; 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测定下限, 见表 2。

表 2 B 元素的检出限和测定下限

溶液检出限 (μg/L)	溶液测定下限 (μg/L)	方法检出限 (mg/kg)	方法测定下限 (mg/kg)
0.90	2.99	0.09	0.30

结果显示, 岛津 ICPE-9000 原子发射光谱仪采用真空光室, 用该仪器测定 B 元素, 其仪器检出限远远低于《GBT21918-2008 食品中硼砂的检测》方法中 ICP-AES 的仪器检出限: 1.0 mg/kg。

### 2.6 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 (μg/L)	硼砂含量 (mg/kg)	RSD (n=6) (%)	硼砂含量 平均值 (mg/kg)
样品1#	0.5007	50	5.86	5.17	1.76	4.75
样品2#	0.5001	50	4.91	4.34	2.85	

### 2.7 方法准确度和精密度实验

为了验证本方法的准确性, 以同样的方法进行前处理, 称取面粉平行样 2 份, 分别向其中加入低浓度 0.05 mg/L 和高浓度 0.50 mg/L B 标准溶液, 对面粉样品进行加标回收率实验; 并对同一样品重复测定 6 次, 确定方法的精密度, 其结果见表 4。

表 4 样品加标回收率和精密度

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定值 (ug/L)	加标量 (mg/L)	总测定值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (n=6) (%)
样品3#	0.4997	50	5.37	0.05	0.054	97.20	0.67
样品4#	0.5005	50	5.38	0.50	0.502	99.32	0.38

结果表明，面粉样品 B 元素加标回收率在 97.20% ~ 99.32% 之间；相对标准偏差小于 0.67%，即该方法的实验数据准确可靠。

## ■ 结论

采用岛津公司电感耦合等离子体发射光谱 ICPE-9000 测定面粉中 B 元素的含量，B 元素线性关系及重复性良好，定量准确：线性相关系数为 0.99998，加标回收率在 97.20% ~ 99.32% 之间，RSD 小于 2.85%。该方法操作简便、快速，样品前处理简单，完全能够应对不同类型食品中硼砂、硼酸的检测工作。