

紫外分光光度法测定面粉中硼酸含量

UV-037

摘要：本文参考《GB/T 21918-2008 食品中硼酸的测定》标准方法，利用紫外可见分光光度计测定了面粉中硼酸的含量。面粉样品经富集、萃取，除去共存盐干扰，利用浓硫酸与姜黄混合生成的质子化姜黄与硼酸反应生成红色产物，通过分光光度法测定硼酸含量。标准曲线方程相关系数 $r^2=0.99848$ ，加标回收率在 91.7%。实验结果表明该方法操作简便、快速，完全能够应对不同类型食品中硼酸的检测工作。

关键词：分光光度法 食品 面粉 硼酸

硼砂的英文名为 (Borax)，CAS: 1303-96-4，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。硼砂在胃内与胃酸作用生成硼酸 (Boric acid)，可由消化道迅速吸收，而且吸收较为完全。吸收到体内的硼主要贮存于脑、肝、肾、脂肪组织以及骨骼中，脑脊液中硼的浓度也可增高，连续摄取会在体内聚积。硼主要由尿中排出，但速度较慢，易造成肾小管损伤。由于硼的抑菌作用弱，必须大量使用才能达到防腐目的，这也是造成急性硼中毒的主要原因。卫

生部发布的《食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂名单》，硼酸与硼砂位列其中；不过，因其能增加爽滑口感、防腐且价格便宜，以小作坊为主的违法添加屡禁不止。

本文参考《GB/T 21918-2008 食品中硼酸的测定》方法，采用乙基己二醇萃取 - 姜黄素分光光度法，利用岛津公司紫外可见分光光度计 UV-2700 测定了面粉中硼酸的含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 UV-2700 紫外可见分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为塑料容器。实验用水为超纯去离子水，其他试剂为分析纯。

亚铁氰化钾溶液：称取 10.6 g 亚铁氰化钾，用水溶解，稀释至 1000 mL。

乙酸锌溶液：称取 11.0 g 乙酸锌，加入 1.5 mL 冰乙酸，用水定容至 50 mL。

姜黄 - 冰乙酸溶液：称取姜黄素 0.10 g 溶于 100 mL 冰乙酸。

乙基己二醇 - 三氯甲烷溶液 (EHD- CHCl_3)：称取 2-乙基 -1,3-己二醇 5 mL，用三氯甲烷定容至 50 mL。

硼酸储备液 (500 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：准确称取真空干燥器干燥后硼酸 (优级纯) 0.0500 g，定容至 100 mL。

硼酸标准溶液 (5 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：取硼酸储备液 1 mL，加水定容至 100 mL。

1.3 样品的前处理

称取 2.00 ~ 10.00 g (精确至 0.1 g)，加入 40 mL ~ 60 mL 水混匀，缓慢滴加 2 mL 浓硫酸，超声 10 分钟促进溶解混合。加入乙酸锌溶液 5 mL、亚铁氰化钾溶液 5 mL，加水定容至 100 mL，过滤得到样品溶液。根据样品硼砂含量，取 2.00 mL 样品溶液溶于 25 mL 塑料试管中，加水定容至 5 mL。加入硫酸 (1+1) 溶液 1 mL，振荡摇匀。加入 EHD- CHCl_3 溶液 5.00 mL，振荡摇匀 2 分钟，静置分层，吸取下层 EHD- CHCl_3 溶液并通过干燥快速滤纸过滤，滤液作为样品测试液。

取样品测试液 1 mL 于 50 mL 塑料试管中，依次加入姜黄 - 冰乙酸溶液 1 mL、浓硫酸 0.5 mL，摇匀，静置 30 分钟，加入无水乙醇 25 mL，静置 10 分钟后 550 nm 下测试试液吸收值。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

测定方式：吸收值

狭缝带宽：2 nm

测定波长：550 nm

2.2 标准曲线

分别移取硼酸标准溶液 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 于 25 mL 塑料试管中，加水定容至 5 mL。加入硫酸 (1+1) 溶液 1 mL，振荡摇匀。采取样品同样

处理方式，加入 EHD-CHCl₃ 溶液萃取。然后取 1 mL 萃取液于 50 mL 塑料试管中，依次加入姜黄 - 冰乙酸溶液 1 mL、浓硫酸 0.5 mL，摇匀，静置 30 分钟，加入无水乙醇 25 mL，静置 10 分钟后 550 nm 下测试液吸收值。以硼酸量 (μg) 为横坐标，吸收值为纵坐标绘制标准曲线。

其标准曲线见图 1。

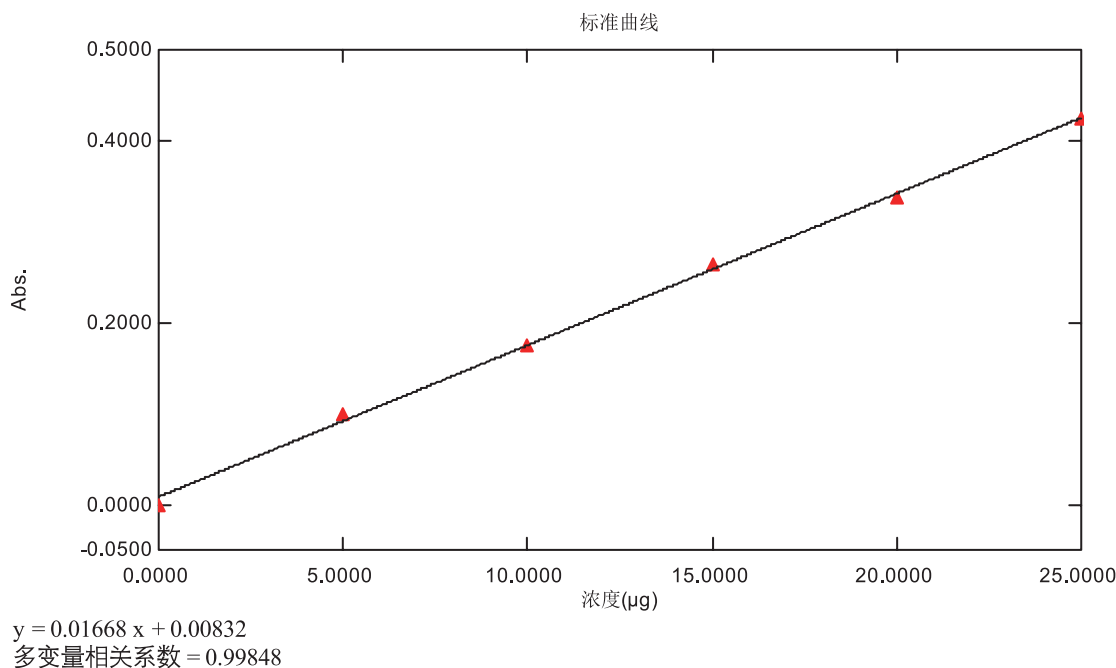


图 1 硼酸的标准曲线

2.3 分析结果

应用本方法测定市购面粉平行样品 2 份，其结果见表 1。

表 1 分析结果

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定结果 (μg)	样品含量 (μg)	RSD (n=6) (%)	样品含量平均值 (mg/kg)
样品1#	4.02	40	N.D	N.D	-	N.D
样品2#	4.02	40	N.D	N.D	-	N.D

N.D表示未检出

2.4 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 3.00 μg 硼酸，进行加标回收率实验，其结果见表 2。

表 2 样品加标回收率

样品名称	称取质量 (g)	定容体积 (mL)	测定值 (μg)	加标量 (μg)	总测定值 (μg)	回收率 (%)
样品1#	4.02	40	N.D	3.00	2.75	91.7

N.D表示未检出

■ 结论

采用岛津公司紫外 - 可见分光光度计 UV-2700 测定面粉中硼酸的含量, 硼酸线性关系良好, 定量准确: 线性相关系数为 0.99848, 加标回收率在 91.7%。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酸的检测工作。