

# 分光光度法测定食品中硼砂

2

**[摘要]** **目的:** 建立姜黄素分光光度法测定食品中硼砂含量的方法。**方法:** 食品在碱性条件下灰化, 在酸性条件下姜黄素分光光度法测定硼砂含量。**结果:** 方法的线性好 ( $r=0.9999$ ), 样品测定的相对标准差  $r_{sd}<5\%$ , 加标回收率为  $90.10\% \sim 104.15\%$ , 检出限为  $0.106 \text{ mg/kg}$ 。**结论:** 该方法灵敏、准确、精密、易于操作, 适用于食品中硼砂测定。

**[关键词]** 硼砂; 姜黄素; 食品; 分光光度法

**[中图分类号]** R15515

**[文献标识码]** A

**[文章编号]** 100328507 (2004) 032446202

## DETERMINATION OF BORAX IN FOODS BY SPECTROPHOTOMETRY ZHENG Bin, ZHENG Chun2

Mei Center For Disease Control And Prevention of Zhanjiang City, Zhanjiang, 5240371

**Abstract Objective:** To establish a curcumin spectrophotometry method for determination of borax in foods. **Methods:** After foods had turned into ashes in alkaline medium, borax in foods was quantitatively measured by curcumin spectrophotometry in acidic medium. **Results:** In this method, good regression ( $r=0.9999$ ) and good precision ( $RSD < 5\%$ ) were obtained. The recoveries were between  $90.10\%$  and  $104.15\%$ . The sensitivity of the method was  $0.106 \text{ mg/kg}$ . **Conclusions:** This method is precise, accurate and sensitive which is suitable for determining borax in foods.

**Key words:** Borax; Curcumin; Foods; Spectrophotometry

硼砂是食品禁用防腐剂, 分子式为  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ , 每日食用  $0.15 \text{ g}$  即引起食欲减退, 妨碍营养物质的吸收, 以致体重下降, 致死量成人约  $10 \text{ g}$  左右, 幼儿约  $5 \text{ g}$ , 成人  $1$  至  $3 \text{ g}$  即可引起中毒<sup>[1]</sup>。近年来, 有不少不法分子为了商业利益向河粉、米粉、腐竹等食品中加入硼砂, 对人民身体健康构成很大的危害。目前国家食品卫生标准中没有硼砂定量方法, 本文在参考文献的基础上<sup>[2]</sup>, 对用姜黄分光光度法测定食品中硼砂进行了研究, 现报告如下:

## 1 材料与方 法

**111 原理** 在酸性溶液中硼砂转化为硼酸, 硼酸与姜黄素生成红色化合物 (称为玫瑰红花青), 比色定量。

**112 仪器** V-1200 型分光光度计; 恒温水浴箱 ( $55 \pm 2^\circ\text{C}$ )。

### 113 试剂

**11311 姜黄素草酸溶液** 称取  $0.104 \text{ g}$  姜黄素和  $510 \text{ g}$  草酸, 溶于  $95\%$  乙醇, 加入  $412 \text{ ml}$  盐酸, 用  $95\%$  乙醇稀释至  $100 \text{ ml}$ , 如果试剂浑浊, 应过滤后贮存于聚乙烯瓶中, 保存于冰箱中。

**11312 碳酸钠 ( $40 \text{ g/L}$ )**

**11313 硼酸标准贮备溶液 ( $60010 \text{ mg/L}$ )** 称取  $0.13000 \text{ g}$  干燥无水硼酸 ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) 溶于纯水, 并定容至  $500 \text{ ml}$ , 贮存于聚乙烯瓶中。此硼酸溶液浓度为  $60010 \text{ mg/L}$ 。

**11314 硼酸标准使用溶液 ( $610 \text{ mg/L}$ )** 吸取  $10100 \text{ ml}$  硼酸标准贮备溶液, 用蒸馏水定容  $1000 \text{ ml}$ 。此溶液浓度为

$6100 \text{ mg/L}$ , 贮存于聚乙烯瓶中。

### 114 实验方法

**11411 样品预处理** 称取  $3 \sim 5 \text{ g}$  固体样品, 加  $40 \text{ g/L}$  碳酸钠溶液充分湿润后, 于小火上烧干, 炭化后再置高温炉中灰化。液体样品可量取  $10 \sim 20 \text{ g}$  样品, 加  $40 \text{ g/L}$  碳酸钠溶液至碱性后, 置电炉上蒸干、炭化后置高温炉中  $550^\circ\text{C}$  灰化, 灰化完全后, 用少量水和  $6 \text{ mol/L}$  盐酸搅拌使残渣溶解, 调到微酸性, 微温后过滤, 用纯水定容至  $25 \text{ ml}$ 。

**11412 标准溶液配制** 分别取硼酸标准使用溶液  $0, 0.125, 0.150, 0.175, 1100 \text{ ml}$  于相同类型、大小的瓷蒸发皿上, 各加纯水至  $1100 \text{ ml}$ 。

**11413 测定** 吸取  $1100 \text{ ml}$  样液于与配标液时一样瓷蒸发皿上, 向盛有样液和标液的蒸发皿中各加入  $4100 \text{ ml}$  姜黄素草酸溶液, 轻轻旋转蒸发皿使之混合均匀。置蒸发皿于  $55^\circ\text{C}$  恒温水浴上, 蒸干后继续维持  $15 \text{ min}$ , 取出冷却。用  $95\%$  乙醇溶解蒸发皿内固体物, 并完全移入  $25 \text{ ml}$  比色管内, 用  $95\%$  乙醇溶液定容至  $25 \text{ ml}$ , 于  $540 \text{ nm}$  波长用  $1 \text{ cm}$  比色皿, 以空白为参比, 测定样品和标准系列溶液吸光度。

**11414 计算**  $X = 1154 \text{ mV}_1 / V_2$

式中  $X$ ——样品中硼砂含量,  $\text{mg/kg}$ ;

$m$ ——从标准曲线中查得样品中硼酸的含量,  $\mu\text{g}$ ;

$M$ ——样品重量,  $\text{g}$ ;

$V_1$ ——样品定容量,  $\text{ml}$ ;

$V_2$ ——样品测定量,  $\text{ml}$ ;

$1154$ ——硼酸与硼砂转换系数。

## 2 结果与讨论

**211 样品前处理条件** 样品需在碱性条件下灰化, 以防硼

[作者单位] 1 广东省湛江市疾病预防控制中心, 湛江, 524037

2 广东医学院附属医院感染内科

[作者简介] 郑彬 (1969~), 男, 主管技师, 从事卫生检验工作 1



砂转化为硼酸, 硼酸在高温时能与水蒸气一同蒸发, 影响测定准确性。

212 反应液酸度的选择 分别配制含酸(草酸与盐酸各半) 2%、4%、6%、8%、10%、12%的姜黄素草酸溶液, 用含 3  $\mu\text{g}$  硼酸标准液按实验方法进行的操作, 结果表明酸度在 6%~10% 时反应显色溶液的吸光度较稳定, 见表 1, 本文选择含酸 8% 作为反应酸度。

表 1 酸度对反应影响

含酸量 (%)	2	4	6	8	10	12
吸光度	0.1190	0.1200	0.1215	0.1215	0.1217	0.1199

213 反应温度的选择 用含 3  $\mu\text{g}$  硼酸标准液按实验方法进行的操作, 分别在 40 $^{\circ}\text{C}$ 、50 $^{\circ}\text{C}$ 、60 $^{\circ}\text{C}$ 、70 $^{\circ}\text{C}$ 与显色剂反应, 测定显色溶液吸光度曲线, 结果表明在 50 $^{\circ}\text{C}$ ~70 $^{\circ}\text{C}$ 时反应的显色溶液吸光度较稳定, 见表 2, 本文选择 55 $^{\circ}\text{C}$ 作为反应温度。

表 2 温度对反应的影响

温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	40	50	60	70
吸光度	0.1186	0.1216	0.1217	0.1216

214 测定波长的选择 用含 3  $\mu\text{g}$  硼酸标准液按实验方法进行的操作, 结果表明显色溶液在波长 540 nm 处有最大吸收。

215 方法的线性范围 按测定方法实验, 标准溶液在 0~610  $\mu\text{g}$  范围内与吸光度有良好的线性关系, 相关系数  $r=0.9999$ , 数据见表 3, 检出限为 0.106  $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

表 3 标准溶液浓度与吸光度关系

标液 ( $\mu\text{g}$ )	0	115	310	415	610
吸光度	0	0.1106	0.1217	0.1330	0.1436

215 回收率实验 称 310 g 不同食品分别添加不同量硼砂, 按测定方法进行加标实验, 结果回收率为 90.10%~104.15%, 见表 4。

216 精确度实验 按测定方法对 3 种不同食品进行 7 次平行测定, 相对标准偏差  $rsd$  (%) 在 21.5%~31.5%, 见表 5。

表 4 方法准确度

样品	原含量 ( $\mu\text{g}$ )	加标值 ( $\mu\text{g}$ )	测得值 ( $\mu\text{g}$ )	回收率 (%)
河粉	120	100	220	100.10
米粉	81	100	174	93.10
腐竹 1	241	200	450	104.15
腐竹 2	53	50	98	90.10

表 5 精确度实验

样品	测定范围 ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ )	均值 ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ )	s ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ )	rad (%)
腐竹	60.11~66.11	63.17	2.11	3.13
河粉	43.11~44.12	44.17	1.11	2.15
米粉	27.10~29.19	28.18	1.10	3.15

217 干扰实验 铁离子产生正干扰, 含铁高的样品在灰化后加碱液生成沉淀过滤除去, 过氧化氢、重铬酸盐、氯酸盐等氧化物产生负干扰, 过氧化氢在灰化时已除去, 重铬酸盐、氯酸盐可加适量盐酸羟胺还原。

218 其它 实验时尽量避免使用玻璃器皿, 防止玻璃中硼的污染, 可采用聚四氟乙烯、聚乙烯、铂金材料。

3 小结 以上结果表明食品在碱性条件下经过灰化处理, 在酸性液中用姜黄素分光光度法测定食品中硼砂含量的方法简便、快捷、准确、灵敏, 而且仪器设备易于普及, 适用卫生监督监测工作需要。

(上接第 445 页)

本法测定发锌几乎不受其他金属离子干扰, 有很高的特异性,  $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{K}^{+}$ 、 $\text{Na}^{+}$  高于正常上限 5~10 倍对锌测定均无影响(这是化学法无法比拟的);  $\text{Co}^{2+}$  虽然也是碳酸酐酶的辅因子, 但  $\text{Co}^{2+}$  离子浓度 1125  $\mu\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  以下对测定无干扰, 实验发现  $\text{Co}^{2+}$  浓度达 6175  $\mu\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  时产生的干扰仅相当于  $\text{Zn}^{2+}$  0.161  $\mu\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  浓度。可能是与  $\text{Co}^{2+}$  激活脱辅基碳酸酐酶需数小时的延滞期<sup>[4]</sup>有关。本法测定结果与原子吸收法接近, 但操作简便, 与化学法比较, 方法性能优于化学法, 况且化学法测定发锌有时需氰化钾等剧毒物质, 试剂毒性大, 同时干扰因素多, 特异性较差, 临床不易接受<sup>[5]</sup>。

我们建立的碳酸酐酶法测定发锌具有操作简便快速、准确度高、特异性强、结果可靠、试剂稳定的优点, 发样高温灰化后, 可得到澄清的液体, 可用自动生化分析仪检测, 值得临床推广使用。