

## 紫外分光光度法测定面粉中硼酸含量

**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），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, CAS No.:10043-35-3），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。

## 1 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- $\text{CHCl}_3$ ）：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- $\text{CHCl}_3$ 溶液5.00 mL，振荡摇匀2分钟，静置分层，吸取下层EHD- $\text{CHCl}_3$ 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。

## 2. 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- $\text{CHCl}_3$ 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下测试试液吸收值。以硼酸量（ $\mu\text{g}$ ）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。

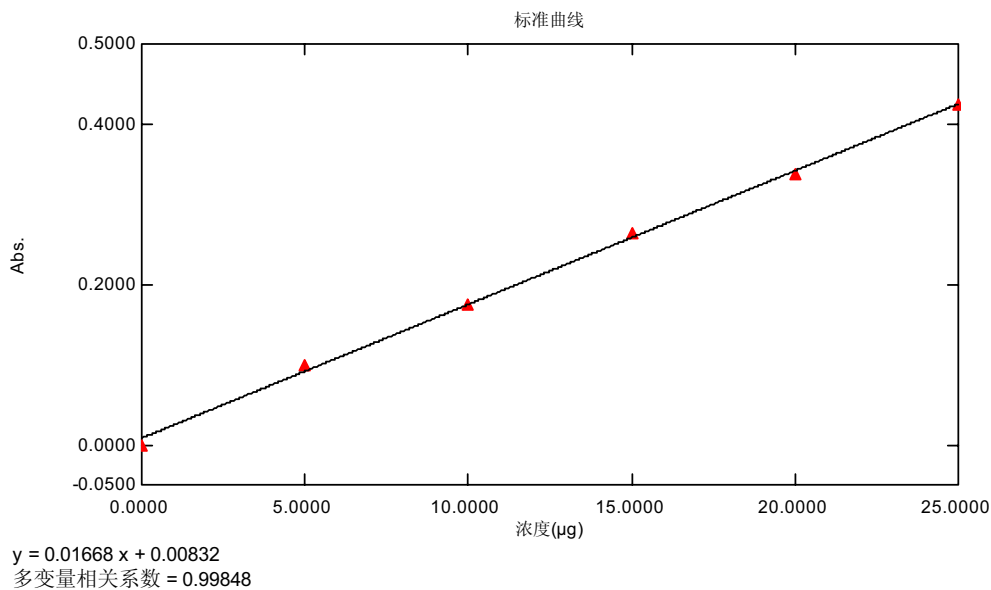


图1 硼酸的标准曲线

## 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

## 3. 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。