

ICP – AES 法测定大豆及其产品腐竹中硼含量

杨大鹏, 刘 晶

(河南省三门峡市质量技术监督检验检测中心, 河南 三门峡 472000)

摘 要: 为了研究腐竹生产过程中硼元素的迁移, 通过 ICP – AES 对三种不同原料豆和对应生产的腐竹中硼含量进行检测, 探索不同原料豆与腐竹中硼含量之间的关系。结果表明, 三种豆中均含有一定量的硼, 范围在 18 ~ 24 mg/kg 之间。腐竹中硼含量随原料豆不同而不同, 但其迁移率与原料种类无关, 都在 60% ~ 67% 之间。

关键词: ICP – AES; 腐竹; 硼; 迁移

中图分类号: TS 214.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007 – 7561 (2016) 04 – 0083 – 03

Determination of difference of boron content in soybean and its product yuba by ICP – AES

YANG Da – peng, LIU Jing

(Henan Sanmenxia Quality and Technology Supervision and Testing Center, Sanmenxia Henan 472000)

Abstract: The boron content in three different kinds of bean and their products yubas were determined by inductively coupled plasma – atomic emission spectrometry (ICP – AES) to research the migration of boron during the process of yubas and the relationship of boron content between different beans and yubas. The results showed that the boron contents were detected in all of the three kinds of beans, and the content was between 18 ~ 24 mg/kg. The boron contents in yubas were different because of the beans, but the mobilities of boron were independent of the species of bean, were all between 60% ~ 67%.

Key words: inductively coupled plasma – atomic emission spectrometry (ICP – AES); yuba; boron; migration

腐竹属于一种传统大豆制品, 起源于唐朝, 距今已有一千多年的历史。腐竹营养成分含量丰富, 其中蛋白质含量约 50%, 脂肪含量约 25%, 碳水化合物含量约 20%, 还含有异黄酮、磷脂等对人体有益的成分。同时由于其滋味鲜美、口感独特、食用方法多样、易于保存, 深受广大消费者的喜爱^[1]。目前, 我国的腐竹年生产量约 10 万 t 左右, 主要集中在河南、广西和福建三省^[2]。

硼砂是一种有毒化工原料, 在人体内有积存性,

多次摄取会在体内蓄积, 硼砂的成人中毒剂量为 1 ~ 3 g, 15 ~ 20 g 即致死, 婴儿致死量为 2 ~ 5 g。世界各国普遍禁止将其添加于食品中^[3]。GB 2760 中并未把硼砂列为食品添加剂, 但是 2008 年明确把硼砂列入食品中可能违法添加的非食用物质名单中^[4], 禁止其在食品中使用。然而硼元素作为豆科植物所必须的元素, 在豆科植物中势必会积累^[5]。由于腐竹是采用大豆为主要原料加工而成的, 因此腐竹中一定会携带入硼元素。然而现阶段受检测技术所限, 无法区分是人为添加的硼砂还是由原料带入的硼砂。本实验对硼元素在腐竹加工过程中的迁

收稿日期: 2016 – 02 – 02

作者简介: 杨大鹏, 1984 年出生, 男, 硕士研究生。

移行为进行研究,为我国制定腐竹中硼酸(硼砂)限量标准提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

腐竹样品:河南某食品有限公司提供。为保证实验准确,所有产品均由同一生产线生产,原料与产品是一一对应关系。样品为干燥后的成品腐竹,检验前在 105 ℃下烘干 2 h。并且是在同一批次样品中广泛采样。为保证样品的均匀性,样本总质量 500 kg,随机抽样 1 kg,并采用四分法取样。

浓硝酸(优级纯):国药集团化学试剂有限公司;实验用水为实验室一级水;各元素的标准溶液:均为市售国家标准溶液,使用时逐级稀释配制。

1.2 仪器及工作条件

OPTIMA8000 电感耦合等离子体发射光谱仪:美国 PE 公司生产,波长范围:160 ~ 900 nm,垂直、横向双向观测方式,旋流雾化室。光谱仪工作参数见表 1。微波消解智能萃取仪:上海新拓分析仪器科技有限公司。

表 1 光谱仪的工作参数

功率 /W	观测 方式	等离子 体流量 /(L/min)	蠕动泵 流速 /(mL/min)	辅助 气流量 /(L/min)	雾化器 流量 /(L/min)	设定波 长/nm
1300	轴向	10	1.50	0.2	0.55	249.772

1.3 样品处理

按照 GB/T21918—2008《食品中硼砂的测定》中第二法进行测定^[6],采用微波消解处理样品,称取已研磨碎的腐竹和原料豆各 0.5 g 左右,置于微波消解罐中,加入 5 mL 硝酸,再加入 1 mLH₂O₂,放置 1 h 以上,用微波消解仪分 3 个阶段进行消解,条件设置如下:功率分别为 1 100、1 200、1 300 W;压力分别为 10、20、30 psi;时间分别为 5、5、15 min。试样消解后冷却,开罐后样品为无色或浅黄色澄清透明溶液,再在电加热板上加热至溶液为黄豆粒大小后,用实验室一级水定容至 50 mL,待测。同时做试剂空白。

2 结果与分析

2.1 测定方法的准确性

采用加标回收率衡量方法的准确度,依据 GB/

T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》要求,对样品进行三水平加标试验。按试样消化步骤消化后,定容至 50 mL,上机测试,测得回收率如表 2 所示。

表 2 加标回收率

样品	未加标 样品浓度 /(μg/mL)	加标量 /(μg/mL)	加标后 测定量 /(μg/mL)	回收率 /%
黑豆	0.199	0.01	0.210	110
		0.02	0.220	105
		0.1	0.302	103
黑豆腐竹	0.125	0.01	0.136	110
		0.02	0.146	105
		0.1	0.227	102

由表 2 可知,本实验的加标回收率在 100% ~ 110% 之间,说明该方法能够反映样品中硼元素的真实含量。

2.2 硼元素含量分析

4 个大豆样品及相对应的腐竹样品中硼元素含量测定结果见表 3。由表 3 可知,4 个大豆中都含有一定量的硼元素,其硼元素含量顺序为黄豆 > 黑豆 > 青豆。由于原料大豆中含有硼元素,因此,其加工产品腐竹中也必然含有硼元素。腐竹中硼元素的含量多少与其原料中的含量成正相关。其硼元素含量顺序为黄豆腐竹 > 黑豆腐竹 > 青豆腐竹。

表 3 大豆和腐竹样品中 B 元素含量 mg/kg

样品 名称	郑州 大豆	郑州 腐竹	西安 大豆	西安 腐竹	甘肃 青豆	甘肃 青腐竹	甘肃 黑豆	甘肃 黑腐竹
B 元素 含量	21.91	13.96	23.94	14.42	18.41	11.23	19.09	12.67

2.3 样品中硼砂的迁移率

实验所用的原料与产品是一一对应关系。依据《GB/T21918—2008 食品中硼砂的测定》中的换算因子,把实验结果换算为硼砂,并计算相应的迁移率,结果见表 4。

表 4 样品的硼砂含量及迁移率

样品 名称	郑州 大豆	郑州 腐竹	西安 大豆	西安 腐竹	甘肃 青豆	甘肃 青腐竹	甘肃 黑豆	甘肃 黑腐竹
硼砂含量 /(mg/kg)	193.47	123.25	211.38	127.29	162.56	99.18	168.54	111.85
迁移率/%		63.71		60.22		61.01		66.37

由表4可知,四种产品中硼砂的迁移率差异不大,都在60%~67%之间。由此可见在工艺参数及操作人员不变的情况下,硼砂迁移率基本不变,硼砂含量只与原料豆中硼砂含量相关。

3 讨论

在249.772 nm处对硼标准系列进行测定,以硼含量为横坐标,以净强度为纵坐标绘制标准曲线,标准溶液在0~0.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内呈良好的线性关系,其回归方程: $y = 255\ 300x - 574$,相关系数 $r = 0.999\ 8$ 。在与分析实际样品完全相同的条件下,对空白平行测定10次,根据检测限(LoD) = 空白 + $3s$,得出检测限(LoD)为0.002 7 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。以称样量为0.500 0 g计,定容总体积50 mL,检出限为0.27 mg/kg,小于方法标准GB/T21918—2008《食品中硼砂的测定》中所定的1.00 mg/kg。

方法标准GB/T21918—2008《食品中硼砂的测定》中对结果精密度的要求为:在重复性条件下获得的两次测定结果的绝对差值不超过算术平均值的10%。平行实验的结果均满足标准要求。

由于硼砂属于食品中禁用的物质,按照GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》要求进行加标试验,结果回收率在100%~110%之间。硼元素有富集效应,本试验中在较低的加标量下仍能够满足标准要求,再结合校准曲线以及精密度结果,本试验所用方法满足相关标准要求,因此该方法可以准确反映样品中硼元素的含量。

4 结论

黄豆,黑豆以及青豆中都含有一定量的硼元素,其中黄豆中硼元素含量最高,其次为黑豆,最低的是青豆。换算为硼砂后,它们含量在160~212 mg/kg

之间,与李金林^[7]等人用分光法测定的结果差异不大。

腐竹中硼砂含量范围为:99~128 mg/kg,硼砂的迁移率在60%~67%之间。结合李金林^[8]等人对腐竹加工过程中硼砂迁移的研究,通过本实验结果可知,腐竹中硼砂含量只与原料有关,在生产工艺和操作人员一致的情况下,腐竹中硼砂的迁移率与原料豆种类无关。

硼以硼酸盐或硼酸的形式存在于各种豆类中,腐竹中检出一定含量的硼是正常的。鉴于目前没有一种方法能够鉴别外源硼砂和内源硼砂,因此,建议在判断腐竹中是否为非法添加硼砂时,应综合考虑硼砂本底值因素后,结合企业生产现场的实际情况,调查核实后再做出判定。

参考文献:

- [1]李永吉,曾茂茂,何志勇,等.腐竹加工技术及品质影响因素的研究进展[J].食品科学,2013,34(23):333-337.
- [2]田志刚,刘香英,康立宁.大豆品种品质与腐竹品质的关系研究[J].吉林农业科学,2013(3):72-75.
- [3]罗朝礼.食品中硼酸、硼砂的分析方法研究进展[J].海峡预防医学杂志,2015,21(1):13-16.
- [4]卫生部办公厅.关于印发《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品种名单(第一批)》的通知(食品整治办〔2008〕3号)[Z].2008-12-12.
- [5]刘鹏,杨玉爱.钼硼对大豆氮磷钾吸收及产量的影响[J].中国油料作物学报,2000(3):57-60.
- [6]GB/T 21918—2008,中华人民共和国国家标准食品中硼酸的测定[S].北京:中国标准出版社,2008.
- [7]李金林,刘林勇,黄丽.大豆及大豆制品中硼砂(硼酸)本底调查[J].江西食品工业,2012(2):44-45.
- [8]李金林,刘林勇,黄丽.腐竹硼砂本底调查及其加工过程中硼砂迁移研究.食品工业科技,2012,33(24):177-179. ㉞