# 食品中硼酸的快速检测 姜黄素比色法（KJ201909）

来源：网络 作者：浅语风铃 更新时间：2024-07-15

*附件9食品中硼酸的快速检测姜黄素比色法（KJ201909）范围本方法规定了食品中硼酸的姜黄素比色快速检测方法。本方法适用于粮食制品、淀粉及淀粉制品、糕点、豆制品、速冻食品（速冻面米食品、肉丸、蔬菜丸）中硼酸的快速测定。原理本方法采用姜黄素比...*

附件9

食品中硼酸的快速检测

姜黄素比色法

（KJ201909）

范围

本方法规定了食品中硼酸的姜黄素比色快速检测方法。

本方法适用于粮食制品、淀粉及淀粉制品、糕点、豆制品、速冻食品（速冻面米食品、肉丸、蔬菜丸）中硼酸的快速测定。

原理

本方法采用姜黄素比色法的原理，通过超声辅助用水提取样品中硼酸，用乙基己二醇-三氯甲烷溶液对样品中的硼酸进行快速的富集、萃取，利用硫酸与姜黄素混合生成的质子化姜黄与硼酸反应生成红色产物。溶液颜色的深浅与样品中硼酸的含量成正相关，通过色阶卡进行目视比色，确定样品中硼酸的含量。

试剂与材料

除另有规定外，本方法所用的试剂均为分析纯，水为GB/T6682规定的二级水。

3.1

试剂

3.1.1

硫酸。

3.1.2

无水乙醇。

3.1.3

亚铁氰化钾。

3.1.4

乙酸锌。

3.1.5

姜黄素（CAS:458-37-7），纯度≥

99%。

3.1.6

冰乙酸。

3.1.7

2-乙基-1,3-己二醇（色谱纯）。

3.1.8

三氯甲烷（色谱纯）。

3.1.9

硫酸溶液（1+1）：取等体积的硫酸（3.1.1）与水，将硫酸缓慢加入到水中，并用玻璃棒不断的搅拌，待冷却后装入塑料容器中。

3.1.10

亚铁氰化钾溶液：称取10.6

g亚铁氰化钾（3.1.3），用水溶解并稀释至100

mL。

3.1.11

乙酸锌溶液：称取22.0

g乙酸锌（3.1.4），用水溶解并稀释至100

mL。

3.1.12

2-乙基-1,3-己二醇-三氯甲烷溶液(EHD-CHCl3溶液)：称取2-乙基-1,3-己二醇(3.1.7)

10.6g，用三氯甲烷(3.1.8)溶解并稀释至100

mL，此溶液保存于塑料容器中。

3.1.13

姜黄-冰乙酸溶液：称取姜黄素(3.1.5)40

mg，溶于100

mL冰乙酸(3.1.6)中，此溶液保存于塑料容器中，该溶液需临用新制。

3.2

参考物质

硼酸参考物质中文名称、英文名称、CAS号、分子式、相对分子质量见表1。

表1

硼酸参考物质中文名称、英文名称、CAS号、分子式、相对分子质量

中午名称

英文名称

CAS登录号

分子式

相对分子质量

硼酸

Boric

Acid

10043-35-3

H3BO3

61.8

3.3

标准溶液配制

3.3.1

硼酸标准储备液（1000

μg/mL）：准确称取在硫酸干燥器中干燥5

h以上的硼酸标准品适量，用水溶解并配制成1000

μg/mL的标准储备液，保存于塑料容器中。

3.3.2

硼酸标准溶液（100

μg/mL）：取硼酸标准储备液10.0

mL，加水定容至100

mL，保存于塑料容器中。所配制溶液于0℃～4℃冰箱中可储存3个月。

3.4

材料

硼酸快速检测试剂盒，需在阴凉、干燥、避光条件下保存。

仪器与设备

4.1

电子天平：感量为0.01

g。

4.2

样品捣碎机。

4.3

超声仪。

4.4

离心机：转速≥4000

r/min。

4.5

氮气吹干仪或空气吹干仪：温度控制≥60℃。

4.6

涡旋振荡器。

4.7

移液器：200

µL、1

mL、10

mL。

分析步骤

5.1

试样的制备

取适量样品，充分粉碎混匀。

5.2

试样的提取

准确称取混合均匀的试样2

g（精确至0.1

g），置于50

mL离心管中，准确加水7

mL，加入硫酸溶液（3.1.9）2

mL，涡旋振荡提取1min后超声提取15

min，期间振摇2～3次，加入0.5mL亚铁氰化钾溶液（3.1.10）与0.5

mL乙酸锌溶液（3.1.11），混匀后于4000

r/min离心5

min(若离心效果不佳，可适当提高离心转速)，准确吸取1.0

mL上清液于2.0

mL离心管中，向离心管中加入EHD-CHCl3溶液（3.1.12）0.5

mL，上下颠倒振摇15～20次，静置分层（若有乳化现象，可低速离心），将上层溶液去除干净，取下层液体100

μL于2.0

mL离心管中，加入400

μL姜黄素-冰乙酸溶液（3.1.13），再加入20

μL硫酸溶液（3.1.9），于60℃～70℃水浴中氮气（或空气）吹至近干，加入1

mL无水乙醇，振摇使残渣全部溶解，为待测液。

注：粉丝、粉条等干基样品加入水和硫酸溶液后需浸泡15

min，再进行后续处理。

5.3

测定步骤

将待测液与标准色阶卡目视比色，15

min内判读结果。需进行平行试验，两次测定结果应一致，即显色结果无肉眼可辨识差异。

注：整个试验避免在阳光直射的地方操作。

5.4

质控试验

每批样品应同时进行空白试验和质控样品试验（或加标质控试验）。用色阶卡和质控试验同时对检测结果进行控制。

5.4.1

空白试验

称取空白样品，按照5.1～5.3步骤与样品同法操作。

5.4.2

质控样品试验（或加标质控试验）

5.4.2.1

质控样品

硼酸质控样品：采用典型样品基质或相似样品基质模拟实际生产工艺生产的，含有一定量硼酸(可考虑基质本底最大可能硼酸量)，并可稳定保存的样品。样品需经参比方法确认质控样品中硼酸的含量。

5.4.2.2

加标质控样品

硼酸加标质控样品：准确称取空白试样2

g（精确至0.1

g），加入适量硼酸标准溶液（1000

µg/mL

或100

µg/mL）（3.3），使在不同基质样品中硼酸含量与5.4.2.1相同。

质控样品（或加标质控样品）按5.1和5.2步骤与样品同法操作。

结果判定要求

观察待测液的颜色，与标准色阶卡比较判读样品中硼酸的含量。颜色浅于检测限（2.5

mg/kg）则为阴性样品；颜色深于检测限的根据颜色的深浅进行判读。色阶卡见图1。

图1

硼酸色阶卡

质控试验要求：空白试验测定结果应为阴性，质控样品试验测定结果应在其标示量值允差范围内，加标质控试验测定结果应与加标量相符。

结论

由于色阶卡目视判读存在一定误差，为尽量避免出现假阴性结果，读数时遵循就高不就低的原则。

性能指标

8.1

检测限

2.5mg/kg。

8.2

灵敏度

灵敏度应≥99%。

8.3

特异性

特异性应≥85%。

8.4

假阴性率

假阴性率应≤1%。

8.5

假阳性率

假阳性率应≤15%。

注：性能指标计算方法见附录A。

其他

本方法所述试剂、试剂盒信息及操作步骤是为给方法使用者提供方便，在使用本方法时不作限定。方法使用者在使用替代试剂、试剂盒或操作步骤前，须对其进行考察，应满足本方法规定的各项性能指标。色阶卡应确保在试剂盒保质期内不出现褪色或变色的情况。

若检测结果大于检测限，需对其进行研判，并采用参比方法确证。

本方法的参比方法为GB

5009.275-2024《食品安全国家标准

食品中硼酸的测定》。

附录A

快速检测方法性能指标计算表

表A.1

性能指标计算方法

样品情况a

检测结果b

总数

阳性

阴性

阳性

N11

N12

N1.=N11+N12

阴性

N21

N22

N2.=N21+N22

总数

N.1=N11+N12

N.2=N21+N22

N=N1.+N2.或N.1+N.2

显著性差异(х2)

c2=(|N12-N21|-1)2/(N12+N21),自由度（df）=1

灵敏度（p+，%）

p+=N11/N1.特异性（p-，%）

p-=N22/N2.假阴性率（pf-，%）

pf-=N12/N1.=100-灵敏度

假阳性率（pf+，%）

pf+=N21/N2.=100-特异性

相对准确度，%c

（N11+N22）/(N1.+N2.)

注：

a由参比方法检验得到的结果或者样品中实际的公议值结果；

b由待确认方法检验得到的结果。灵敏度的计算使用确认后的结果。用于确认方法时，结果≥2.5mg/kg时，判定为阳性（仅用于计算性能指标）；

c本方法规定：用于计算灵敏度和假阴性率的阳性样品，由参比方法检验得到的结果范围应在2.5～10mg/kg之间。

N：任何特定单元的结果数，第一个下标指行，第二个下标指列。例如：N11表示第一行，第一列，N1.表示所有的第一行，N.2表示所有的第二列；N12表示第一行，第二列。

d为方法的检测结果相对准确性的结果，与一致性分析和浓度检测趋势情况综合评价。

本方法负责起草单位：陕西省食品药品监督检验研究院

验证单位：江南大学、四川省食品药品检验检测院、湖北省食品质量安全监督检验研究院

本方法的主要起草人为：李涛

林芳

袁磊

乔蓉霞

孙秀兰

王一欣

周陶鸿

本文档由站牛网zhann.net收集整理，更多优质范文文档请移步zhann.net站内查找