

## 实验技术与方法

## 定量核磁共振技术检测食品中硼的含量

朱松松<sup>1,2,3</sup>,夏金涛<sup>1,2,3</sup>,朱芊<sup>1,2,3</sup>,程银棋<sup>1,2,3</sup>,江丰<sup>1,2,3</sup>,王会霞<sup>1,2,3</sup>

1. 湖北省食品质量监督检验研究院,湖北武汉 430075;
2. 国家市场监督管理总局重点实验室 动物源性食品中重点化学危害物检测技术,湖北武汉 430075;
3. 湖北省食品质量安全检测工程技术研究中心,湖北武汉 430075)

**摘要:**目的 开发一种可以快速检测并监控食品中硼含量的定量核磁共振(qNMR)分析方法。方法 在特定进样条件下,<sup>11</sup>B原子核在特定谱宽范围内的核磁共振信号峰与样品中硼的含量成正比;使用含硼量 $<0.01 \times 10^{-6}$ 的天然石英核磁管以消除干扰;向重水中添加三氟化硼乙醚作为内标( $\delta=0$  ppm),以 $\delta=19.38$  ppm的信号峰作为硼酸的特征化学位移进行定标、积分、计算;由于硼酸具有较好的水溶性,样品中的硼酸可直接采用去离子水提取的方法得到。结果 该方法线性结果良好: $y=507.81x+5597.4$ , $R^2>0.9999$ ;检出限和定量限分别为20、60 mg/kg;加标回收率90.3%~102.1%;日间精密密度为1.26%~1.61%。结论 该方法前处理简单、测定过程快捷、测定结果准确,具有良好的潜在应用前景。

**关键词:**硼酸;定量核磁共振(qNMR);重水;天然石英核磁管

中图分类号:R155 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2022)04-0687-06

DOI:10.13590/j.cjfh.2022.04.009

**Determination of the content of boron in food by quantitative nuclear magnetic resonance technology**ZHU Songsong<sup>1,2,3</sup>, XIA Jintao<sup>1,2,3</sup>, ZHU Qian<sup>1,2,3</sup>, CHENG Yinqi<sup>1,2,3</sup>, JIANG Feng<sup>1,2,3</sup>, WANG Huixia<sup>1,2,3</sup>

1. Hubei Provincial Institute for Food Supervision and Test, Hubei Wuhan 430075, China;
2. Key Laboratory of Detection Technology of Focus Chemical Hazards in Animal-derived Food for State Market Regulation, Hubei Wuhan 430075, China;
3. Hubei Provincial Engineering and Technology Research Center for Food Quality and Safety Test, Hubei Wuhan 430075, China)

**Abstract: Objective** To develop a method that can quickly determine the absolute content of boron in food by quantitative nuclear magnetic resonance (qNMR) analysis technology. **Methods** The signal area is directly proportional to the content of boron causing the peak under certain sample-acquired condition. Natural quartz NMR tubes (boron content  $<0.01 \times 10^{-6}$ ) was used to eliminate the interference. boron trifluoride etherate was used as an internal standard ( $\delta=0$  ppm) in Deuterium Oxide. Signal peak  $\delta=19.38$  ppm was set as the characteristic chemical shift of boric acid to pick peaks, integrate, and perform later mathematical operation. Boric acid was extracted from samples with deionized water since its glorious solvability. **Results** The linearity and the method repeatability of the method were good:  $y=507.81x+5597.4$ ,  $R^2>0.9999$ . The LODs and the LOQs were 20 and 60 mg/kg, respectively. The recoveries ranged from 90.3% to 102.1%. The precision between days was 1.26%–1.61%. **Conclusion** There are some good potential application prospects as for its simple pretreatment, quick measurement process, and accurate experimental result.

**Key words:** Boric acid; quantitative nuclear magnetic resonance (qNMR); Deuterium Oxide; natural quartz NMR tubes

“硼”是一种植物生长所必需的微量非金属元素<sup>[1,2]</sup>,天然硼元素有<sup>10</sup>B和<sup>11</sup>B两种稳定同位素<sup>[3]</sup>。

由于其物化性质特殊,各类含硼化合物在轻工材料<sup>[4-8]</sup>、食品化工<sup>[9]</sup>、农业医药<sup>[10-14]</sup>等各方面都发挥出了巨大作用。有文字记载的含硼化合物的使用最早可追溯到古希腊及罗马帝国时期<sup>[15]</sup>。硼的成人每日最大摄入量为 $0.3 \text{ mg/kg} \cdot \text{d}$ <sup>[16]</sup>,长期过量摄入硼砂会对人体生长造成不可逆损害。因此,我国最早已于20世纪70年代将硼酸(砂)列为禁用食品防腐剂。但由于硼砂在食品防腐保鲜、口感改善、增加食物(尤其是米、面制品)韧性等方面的独特作

收稿日期:2021-12-15

基金项目:国家重点研发计划(2018YFC1602304)

作者简介:朱松松 男 助理工程师 研究方向为核磁共振技术与食品安全 E-mail: zhusongs@outlook.com

通信作者:江丰 男 高级工程师 研究方向为食品技术与安全 E-mail: 1327192177@qq.com

用,许多不法商贩为攫取利益仍继续铤而走险<sup>[17-19]</sup>。  
鉴于向食品中添加硼酸的违法行为依然严重

(表1),目前亟须一种能针对食品中硼酸的违法添加进行快速方便、有效准确监管检测的新方法。

表1 近期部分食品中硼酸的违法添加情况

Table 1 Illegal addition of boric acid in some foods recently

产品	不合格项(标准值)	检验结果/(mg/kg)	发布单位
凉皮	硼酸(不得使用)	274	甘肃省市场监督管理局
凉皮	硼酸(不得检出)	158	宁夏回族自治区市场监督管理厅
酿皮	硼酸(不得使用)	412	宁夏回族自治区市场监督管理厅
凉皮	硼砂(不得检出)	1 847	新疆维吾尔自治区市场监督管理局
面皮	硼砂(不得检出)	1 665	新疆维吾尔自治区市场监督管理局
凉皮	硼酸(不得检出)	1 520	宁夏市场监管局

目前针对食品中硼的检测方法已较为成熟,主要有微波提取-姜黄素分光光度法<sup>[20]</sup>、紫外分光光度法<sup>[21]</sup>、甲亚胺-H酸法<sup>[22]</sup>、ICP-MS法<sup>[23]</sup>、高效液相色谱法<sup>[24]</sup>等。现行硼酸检测国家标准方法依据《食品安全国家标准 食品中硼酸的测定》(GB 5009.275—2016)执行,该方法使用1,3-二乙基己二醇-三氯甲烷混合溶剂对样品中的硼进行快速富集,再经硫酸质子化的姜黄与硼酸络合,最后通过比色测定样品中硼酸的含量。但上述几种方法均存在着一定的不足之处,其中微波提取-姜黄素分光光度法在前处理阶段使用了毒性较大的三氯甲烷及浓硫酸等较危险试剂,且操作繁琐,给实验人员的身体健康和人身安全带来了较大的安全隐患;甲亚胺-H酸法需要提前合成甲亚胺-H酸,且具有操作过程复杂、显色结果耗时较长等弊端;ICP-MS检测方法具有检测范围宽,精密度高等优势,但前处理过程依然较为复杂。

随着核磁共振技术的快速发展,定量核磁共振<sup>[25]</sup>(Quantitative nuclear magnetic resonance, qNMR)技术在食品安全监督检验中也扮演着越来越重要的角色<sup>[26-28]</sup>。本研究以 $\delta=19.38$  ppm的信号峰为积分区域,以峰面积作为定量依据,详实讨论提供了一种可以快速检测监控食品中硼酸含量的定量核磁共振分析方法。

## 1 材料与方 法

### 1.1 主要仪器与试剂

刀式捣磨仪(GM-300#,德国 Retsch GmbH公司);电子分析天平[ME 204#,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司];超声波清洗仪(德国 Elmasonic S 180H# Elma公司);紫外分光光度计(UH5300#,日本 HITACHI公司);核磁共振谱仪[AVANCE (III) HD 600 MHz,德国 Bruker公司];超纯水仪(Milli-Q,法国 Millipore公司)。

硼酸标准溶液(1 000 mg/L,北京坛墨质检科技有限公司);重水(99.8%,中国 Adamas 试剂);硫

酸、醋酸锌、亚铁氰化钾、氯仿(均为分析纯,购自国药试剂有限公司);2-乙基-1,3-己二醇[麦克林试剂(中国)有限公司];天然石英核磁管( $\phi=5$  mm,  $B<0.01$  ppm,美国 Norell 公司);实验用水为法国 Millipore 公司纯水仪制备的超纯水(现制现用)。

### 1.2 核磁共振条件

Bruker Avance (III) HD 600 MHz 傅里叶变换超导核磁共振波谱仪配备 PABBO 正向探头;锁场温度:298 K;<sup>11</sup>B-NMR 共振频率:192 MHz;扫描次数:4×1 024 次;谱宽:200 ppm;频谱中心:19.38 ppm;TD=8 192;D<sub>1</sub>=0.1 s。

### 1.3 样品前处理

#### 1.3.1 NMR法

称取 3.0 g 于刀式金属(或塑料)捣磨仪均匀碾碎的样品至 15 mL 塑料离心管中,加入 10 mL 超纯水,涡旋 30 s 后于室温下超声提取 10 min,于低速离心机(4 000 r/min)离心 5 min,取上清液 450  $\mu$ L 置于装有 50  $\mu$ L 重水的天然石英核磁管中,直接测试。期间避免待测样品直接接触玻璃仪器。

#### 1.3.2 分光光度计法

称取于刀式捣磨仪均匀碾碎的样品 3.0 g 至 150 mL 塑料烧杯中,加入 50.0 mL 超纯水、2.0 mL 浓硫酸;100 kHz,50  $^{\circ}$ C 超声 10 min;向超声后的溶液中分别加入 Zn(AcO)<sub>2</sub> 和 K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>·3H<sub>2</sub>O 溶液各 5.0 mL;加水定容至 100 mL,常压滤纸过滤后取 2.0 mL 于 25 mL 塑料试管中,加水至 5.0 mL;加入体积分数 50%(V/V)的硫酸溶液 1.0 mL,涡旋 1 min 混匀后,向其中加入 2-乙基-1,3-己二醇(EHD)-氯仿(CHCl<sub>3</sub>)溶液 5.0 mL,盖上盖子涡旋振荡器振摇 2 min,静置分层,吸取下层的 EHD-CHCl<sub>3</sub> 溶液并通过  $\phi=7$  cm 干燥快速滤纸过滤。过滤液作为样品测试液。期间避免待测样品直接接触玻璃仪器,各溶液配置要求参照 GB 5009.275—2016。

### 1.4 标准工作曲线

用移液枪分别准确量取 10.0、20.0、50.0、100.0、200.0、500.0  $\mu$ L 硼酸标准溶液于 2.0 mL 塑

料离心管中并用水定容至 1 mL,得到 10.0、20.0、50.0、100.0、200.0、500.0  $\mu\text{g/mL}$  的标准工作液。现用现配。

### 1.5 统计学分析

采用式(1)计算待测样品中硼酸的含量:

$$X = \frac{C \times V_1}{m \times V_2} \quad (1)$$

式中:

X:待测物硼酸的含量,mg/kg;C:由标准曲线得到的待测物溶液中硼酸的浓度,mg;m:样品质量,g; $V_1$ :试样定容体积,mL; $V_2$ :测试量取体积,mL。

数据采用 MestreNova(12.0 及以上版本)软件进行“splines”基线校正、积分、定值。

## 2 结果

### 2.1 自旋-晶格弛豫时间( $T_1$ )的测定

纵向弛豫时间脉冲序列:t1irpg;锁场温度:298 K; $^{11}\text{B}$ -NMR 共振频率:192 MHz;扫描次数:16次;谱宽:200 ppm;频谱中心:19.38 ppm;TD( $F_1$ )=10; $D_1$ =2 s;SI( $F_2$ )=16 k;WDW( $F_2$ )=EM;LB( $F_2$ )=0.3 Hz;SI( $F_1$ )=16。根据实验结果,硼酸标准溶液(重水中)的自旋-晶格弛豫时间( $T_1$ )在当前测试条件下的结果约为 159 ms。因此,根据  $D_1 > 5T_1$ ,将该实验的延迟时间设为 0.1 s。

选择标准实验“ProtonT1”;先后设置时域点数、谱宽、空扫次数、扫描次数、频谱中心值;在“VDLIST”键入对应弛豫值(默认单位为 s,最大值设置为 10 s);读取参数;键入“ased”,设置  $D_1$  值为 10 s;采样;窗口函数选择使用指数函数,线宽因子调整为 0.3;傅里叶变换,手动调整相位,键入“t1t2”进入  $T_1$  分析界面;调整相位、积分、计算,得到  $T_1=0.159$  s。

### 2.2 频谱中心(O1P)的测定

为使测得的  $^{11}\text{B}$  信号积分面积能更准确严谨地用于食品中硼酸的定量测试,在上述实验条件下,实验人员向核磁管中加入 20  $\mu\text{L}$  三氟化硼乙醚作为内标参照试剂,并将核磁共振信号峰定标为 0.00 ppm 以标定硼酸标准溶液在重水中的化学位移。结果显示,该条件下,硼酸标准溶液在重水中的化学位移为 19.38 ppm(图 1)。后续测试以该化学位移作为频谱中心。

### 2.3 方法学考察

#### 2.3.1 标准工作曲线的建立

取 1.4 标准溶液工作液按照条件 1.3.1 于 600 MHz 核磁共振谱仪上测试,绘得标准工作曲线,即  $y=507.81x+5597.4, R^2 > 0.9999$

由于  $^{11}\text{B}$  具有电四极矩,其自旋量子数  $I(^{11}\text{B}_s)=$

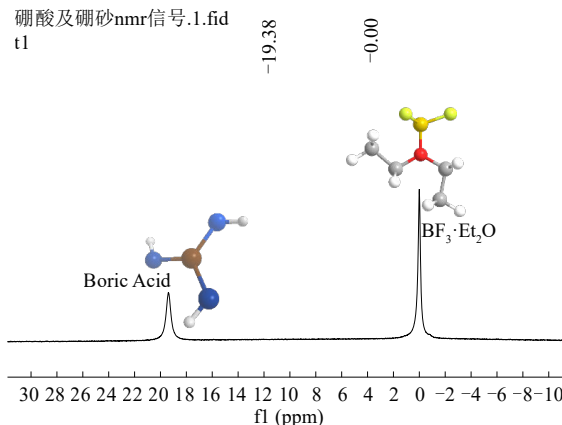


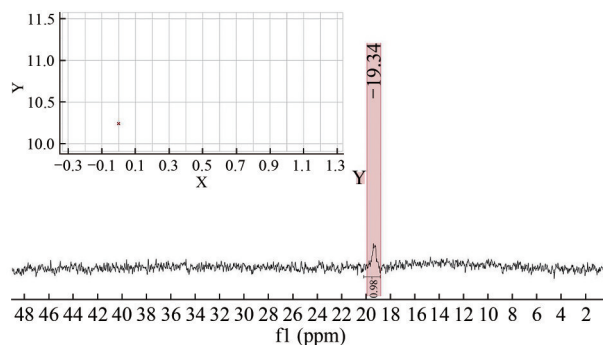
图 1 硼酸标准溶液在重水中的化学位移

Figure 1 Chemical shift of boric-acid standard solution in heavy water

3/2,导致硼的核磁共振信号通常较  $^1\text{H}_1(eQ=0)$  的核磁信号宽(通常  $>10$  Hz)。实验结果经相位校正、Splines 基线校正后以积分面积计算。

#### 2.3.2 最低检出限及定量限

本方法以  $S/N \geq 10$  确定硼酸检出限为 20 mg/kg [ $SNR(19.92, 18.86)=10.24$ ,图 2],以三倍检出限确定该方法定量限为 60 mg/kg,较《食品安全国家标准 食品中硼酸的测定》(GB 5009.275—2016)(检出限为 2.50 mg/kg,定量限为 7.50 mg/kg)灵敏度均降低了 8 倍左右。



(注: X: points; Y: S/N)

图 2 本方法检出限的确定

Figure 2 LODs of this method

造成这种结果的原因可能是:核磁共振谱仪频率目前尚达不到相当灵敏度;硼原子核的电四极效应导致硼谱的谱宽变宽,灵敏度下降;较氢元素更低的天然丰度和灵敏度(表 2)。

表 2 氢、硼、碳元素的基本原子信息

核	名称	相对丰度(较 $^{13}\text{C}$ )	I	频率/Hz
$^1\text{H}$	Hydrogen	5 680	1/2	600.13
$^{11}\text{B}$	Boron	754	3/2	192.545 553 2
$^{13}\text{C}$	Carbon	1	1/2	150.902 808 5

2.3.3 重复性实验

分别以面粉和米粉作为加标基质,对同一样品以相同实验条件分批次连续重复测定6次(表3),相对标准偏差0.97%~2.28%,结果表明该方法具有较好的重复性。

表3 硼酸含量的重复性实验

Table 3 Repeatability experiment of the content of boric acid

	第1次	第2次	第3次	第4次	第5次	第6次	均值	RSD/%
面粉	42.912	41.668	42.743	41.615	42.337	41.080	42.059	2.28
米粉	41.269	42.503	41.835	42.900	42.168	40.408	41.847	0.97

2.3.4 精密度实验

向空白基质中分别添加100.0 μg/mL的硼酸标准工作液50、100、200 μL,按照实验条件1.2.1连续测定6次,根据标准曲线计算硼酸含量,6次测试结果相对偏差分别为3.52%、2.58%、1.66%(图3)。

2.3.5 回收率实验

平行称取面粉及米粉待测样品,分别加入50、150、600 mg/kg 3水平浓度的硼酸标准溶液工作液,每个水平平行测定6次,计算回收率和相对标准偏差(表4)。方法回收率80.83%~99.19%,RSD为1.60%~4.55%。

2.3.6 紫外分光光度计法对比

参照《食品安全国家标准 食品中硼酸的测定》(GB 5009.275—2016)的方法,取1.3.2前处理的面皮类阳性样品测试,测得硼酸含量为180.671 mg/kg,与NMR测量结果(172.528 mg/kg)基本一致,RSD为4.61%。对比现行国标方法,该方法在保证准确性的同时将方法前处理时间从数十小时缩短至20~30 min,极大地压缩了检测的时间成本和经济成本。

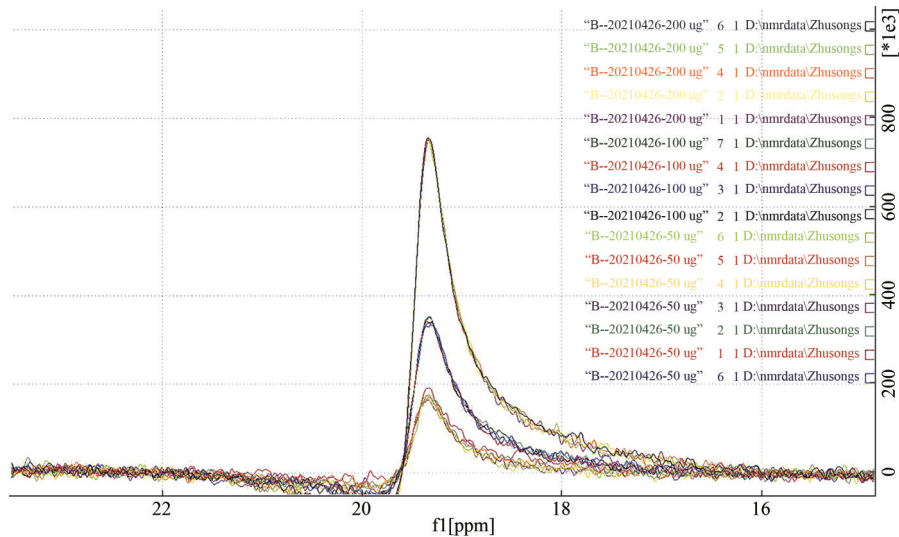


图3 不同浓度下的重复实验(50、100、200 μg/kg)

Figure 3 Repeated experiments at different concentrations (50, 100, 200 μg/kg)

表4 面粉中不同硼酸添加水平的回收率实验

Table 4 Average spiked recoveries and relative standard deviations of different additional levels of boric acid to flour

序号	测定值 <sup>x</sup> /(mg/kg)	测定值 <sup>y</sup> /(mg/kg)	测定值 <sup>z</sup> /(mg/kg)	序号	测定值 <sup>x</sup> /(mg/kg)	测定值 <sup>y</sup> /(mg/kg)	测定值 <sup>z</sup> /(mg/kg)
1 <sup>a</sup>	49.03	146.25	588.28	4 <sup>a</sup>	48.68	137.92	581.21
1 <sup>b</sup>	49.53	145.68	598.22	4 <sup>b</sup>	49.55	138.28	579.36
2 <sup>a</sup>	47.64	140.78	610.26	5 <sup>a</sup>	47.2	136.85	607.96
2 <sup>b</sup>	46.89	139.47	603.48	5 <sup>b</sup>	47.36	136.44	603.25
3 <sup>a</sup>	51.54	136.69	589.54	6 <sup>a</sup>	46.91	152.83	593.62
3 <sup>b</sup>	50.68	135.79	587.95	6 <sup>b</sup>	47.9	150.28	598.28
AVE <sup>a</sup>	48.5	141.89	595.15	AVE <sup>b</sup>	48.65	140.99	595.09
Rec R <sup>a</sup>	80.83%	94.59%	99.19%	Rec R <sup>b</sup>	81.09%	93.99%	99.18%
RSD <sup>a</sup>	3.51%	4.55%	1.94%	RSD <sup>b</sup>	3.05%	4.08%	1.60%

注:<sup>a</sup>:面粉基质;<sup>b</sup>:米粉基质;<sup>x</sup>:添加水平为60 mg/kg;<sup>y</sup>:添加水平为150 mg/kg;<sup>z</sup>:添加水平为600 mg/kg

3 讨论

硼原子[<sup>11</sup>B<sub>s</sub>]=3/2]原子核在外加磁场作用下吸收由一个变化的电场产生的振荡射频电磁辐射而进行 Larmor 进动,该进动切割磁场产生信号被计

算器捕获,经过傅里叶变换后转换后得到核磁共振谱图。鉴于定量核磁共振技术的高精密度和高重复性<sup>[29]</sup>,其近年在食品药品监管检测、化学生物代谢等方向发展迅速,部分欧美国家已有相当数量的

定量核磁共振技术的现行法定标准。

本方法以硼酸标准溶液绘制标准曲线,采用核磁共振硼谱法对食品中的硼含量进行测定,方法简便、快捷、准确。该方法剔除了繁琐冗杂的前处理过程,弃用了如浓硫酸、三氯甲烷等实验室高毒高危试剂;将现行标准中的数十小时的前处理步骤缩短至 20~30 min,在极大地降低经济成本和时间成本的同时也最大程度地保障了实验人员的身体健康安全和测试的准确性;样品测试过程快速,极大地提高了检测人员的工作效率,适合进行大批量样品的检测;样品检测结果准确,检出限、定量限均能满足日常检验工作中的任务需求。但是,由于硼元素独有的物化性质以及仪器方面的限制,目前还无法对硼酸、硼砂等不同含硼化学物质单独测定,并且在检出限度、检测时间等方面还有相当一部分待探索的空间。

#### 参考文献

- [1] 张文珠,郑翌,葛宇.食品中硼酸及硼酸盐污染分布研究[J].食品安全质量检测学报,2020,11(13):4242-4247.  
ZHANG W Z, ZHENG Y, GE Y. Study on pollution distribution of boric acid and borate in food[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2020, 11(13): 4242-4247.
- [2] HEINER E, GOLDBACH, WIMMER M A. Boron in plants and animals: Is there a role beyond cell-wall structure?[J]. Journal of Plant Nutrition and Soil Science, 2007, 170(1): 39-48.
- [3] 颜静,耿旺昌,闫毅.“硼”然心动:硼单质及其化合物[J].化学教育:中英文,2020,41(6):1-4.  
YAN J, GENG W C, YAN Y. Special “semi-metal”: boron[J]. Chinese Journal of Chemical Education, 2020, 41(6): 1-4.
- [4] 唐紫娟,梁健,江伟辉,等.硼砂对泡沫陶瓷结构和性能的影响[J].陶瓷学报,2021,42(1):63-68.  
TANG Z J, LIANG J, JIANG W H, et al. Effect of borax on structure and properties of foam ceramics [J]. Journal of Ceramics, 2021, 42(1): 63-68.
- [5] ZHI L F, LI J Y, LI X M, et al. Enhancing water solubility of N-dodecyl-d-gluconamide surfactant using borax [J]. Chemical Physics Letters, 2019, 725: 87-91.
- [6] 贺燕青,袁菲,郭亚飞,等.硼吸附材料及其应用[J].盐科学与化工,2021,50(8):8-12.  
HE Y Q, YUAN F, GUO Y F, et al. Boron adsorption materials and applications [J]. Journal of Salt Science and Chemical Industry, 2021, 50(8): 8-12.
- [7] KILIÇ M, KARABUL Y, ÖZDEMİR Z G, et al. Effect of borax additive on the dielectric response of polypyrrole[J]. Bulletin of Materials Science, 2018, 41(2): 1-9.
- [8] WANG K H, WANG S H, MENG D, et al. A facile preparation of environmentally-benign and flame-retardant coating on wood by comprising polysilicate and boric acid[J]. Cellulose, 2021, 28(18): 11551-11566.
- [9] ARISAL ÇETİN E, TİYEK İ. Production and thermal characterization of nanofiber textile surfaces from boric acid doped polyacrylonitrile-co-vinyl acetate polymer by electrospinning method [J]. Journal of the Institute of Science and Technology, 2021: 771-785.
- [10] SARKAR P K, PRAJAPATI P K, SHUKLA V J, et al. Evaluation of processed borax as antidote for aconite poisoning [J]. Journal of Ethnopharmacology, 2017, 205: 138-146.
- [11] ULUISIK I, KARAKAYA H C, KOC A. The importance of boron in biological systems [J]. Journal of Trace Elements in Medicine and Biology: Organ of the Society for Minerals and Trace Elements: GMS, 2018, 45: 156-162.
- [12] TOMBULOĞLU A, COPOĞLU H, AYDIN-SON Y, et al. *In vitro* effects of boric acid on human liver hepatoma cell line (HepG2) at the half-maximal inhibitory concentration [J]. Journal of Trace Elements in Medicine and Biology: Organ of the Society for Minerals and Trace Elements: GMS, 2020, 62: 126573.
- [13] 王新红.复方硼砂含漱液对部分口腔感染细菌的抑制作用研究[J].山东化工,2020,49(12):9-10.  
WANG X H. Study on the inhibitory effect of compound borax gargle on some oral infection bacteria [J]. Shandong Chemical Industry, 2020, 49(12): 9-10.
- [14] 翟卫红,马富春,晁宏梅.中药硼砂研究进展[J].动物医学进展,2007,28(8):87-91.  
ZHAI W H, MA F C, CHAO H M. Progress on traditional Chinese medicine borax [J]. Progress in Veterinary Medicine, 2007, 28(8): 87-91.
- [15] WEIR R J Jr, FISHER R S. Toxicologic studies on borax and boric acid [J]. Toxicology and Applied Pharmacology, 1972, 23(3): 351-364.
- [16] MURRAY F J. A human health risk assessment of boron (boric acid and borax) in drinking water [J]. Regulatory Toxicology and Pharmacology, 1995, 22(3): 221-230.
- [17] 张玉萍.食品中非法添加硼砂(硼酸)的危害及检测方法[J].食品安全导刊,2018(S1):80-82.  
ZHANG Y P. 食品中非法添加硼砂(硼酸)的危害及检测方法 [J]. China Food Safety Magazine, 2018(S1): 80-82.
- [18] 张薇,王晶,王若燕,等.绍兴地区主要食品中硼含量调查及居民膳食暴露初评估[J].中国卫生检验杂志,2021,31(7):873-876.  
ZHANG W, WANG J, WANG R Y, et al. Investigation of boron content in principal food and preliminary assessment of dietary exposure in Shaoxing area [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2021, 31(7): 873-876.
- [19] 黄婧楠.粮食类食品掺伪的鉴别和检验探讨[J].黑龙江科学,2018,9(9):160-161.  
HUANG J N. Discussion on the identification and testing of food adulteration [J]. Heilongjiang Science, 2018, 9(9): 160-161.
- [20] 黄忠意,张学英,陈茵,等.食品中硼酸(硼砂)快速测定方法研究[J].粮食与油脂,2019,32(2):80-82.  
HUANG Z Y, ZHANG X Y, CHEN Y, et al. Research on the fast determination of boric acid (borax) in food [J]. Cereals & Oils, 2019, 32(2): 80-82.
- [21] 何晓莹,黄艳芬,余旦,等.紫外分光光度法测定水晶泥中硼砂的含量[J].广州化工,2020,48(12):87-88.

- HE X Y, HUANG Y F, YU D, et al. Determination of borax in slime by UV-vis [J]. Guangzhou Chemical Industry, 2020, 48 (12): 87-88.
- [22] KZLAY Z, ERKEN H A, ÇETIN N K, et al. Boric acid reduces axonal and myelin damage in experimental sciatic nerve injury [J]. Neural Regeneration Research, 2016, 11(10): 1660-1665.
- [23] 成涛, 胡奇, 刘阒, 等. 基于ICP-MS法的包装用水基型胶粘剂中硼酸/硼砂残留量的快速检测[J]. 包装工程, 2020, 41(7): 120-124.
- CHENG T, HU Q, LIU K, et al. Rapid determination of boric acid or borax residual in water-based adhesive for packaging using ICP-MS[J]. Packaging Engineering, 2020, 41(7): 120-124.
- [24] 莫益倩, 肖之敏, 廖雯意, 等. 高效液相色谱法测定食品中的硼酸和硼砂[J]. 现代食品, 2020(11): 182-184, 195.
- MO Y Q, XIAO Z M, LIAO W Y, et al. Determination of boric acid and borax in food by HPLC[J]. Modern Food, 2020(11): 182-184, 195.
- [25] 徐雪晶, 万向勇, 赵锦漪, 等. 氢核磁共振定量法初探[J]. 广东化工, 2020, 47(4): 104, 87.
- XU X J, WAN X Y, ZHAO J Y, et al. The study on quantitative hydrogen nuclear magnetic resonance [J]. Guangdong Chemical Industry, 2020, 47(4): 104, 87.
- [26] 刘可, 王民昌, 徐敏, 等. 定量核磁法测定CL-20标准物质中有机杂质的含量[J]. 分析测试学报, 2017, 36(3): 414-417.
- LIU K, WANG M C, XU M, et al. Determination of organic impurity in reference materials CL-20 by quantitative nuclear magnetic resonance (qNMR) [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2017, 36(3): 414-417.
- [27] 韩智, 江丰, 周密, 等. 核磁共振磷谱定量测定肉制品中磷酸盐的含量[J]. 食品工业科技, 2021, 42(9): 275-280.
- HAN Z, JIANG F, ZHOU M, et al. Quantitative determination of phosphate in meat products by <sup>31</sup>P-nuclear magnetic resonance [J]. Science and Technology of Food Industry, 2021, 42(9): 275-280.
- [28] CAMIN F, SIMONI M, HERMANN A, et al. Validation of the 2 H-SNIF NMR and IRMS methods for vinegar and vinegar analysis: An international collaborative study [J]. Molecules: Basel, Switzerland, 2020, 25(12): 2932.
- [29] 万相勇, 徐雪晶, 徐英杰, 等. 定量核磁共振技术的测试流程[J]. 山东化工, 2020, 49(10): 141-142.
- WAN X Y, XU X J, XU Y J, et al. The study of testing process on quantitative nuclear magnetic resonance [J]. Shandong Chemical Industry, 2020, 49(10): 141-142.

## · 资讯 ·

# 关于发布《食品安全国家标准 食品添加剂 丁香酚》(GB 1886.129—2022)等36项食品安全国家标准和3项修改单的公告(2022年第3号)

2022年 第3号

根据《中华人民共和国食品安全法》规定,经食品安全国家标准审评委员会审查通过,现发布《食品安全国家标准 食品添加剂 丁香酚》(GB 1886.129—2022)等36项食品安全国家标准和3项修改单。其编号和名称如下:

- GB 1886.129—2022 食品安全国家标准 食品添加剂 丁香酚
- GB 1886.355—2022 食品安全国家标准 食品添加剂 甜菊糖苷
- GB 1886.356—2022 食品安全国家标准 食品添加剂 丙酸钙
- GB 1886.357—2022 食品安全国家标准 食品添加剂 靛蓝铝色淀
- GB 1886.358—2022 食品安全国家标准 食品添加剂 磷脂
- GB 1886.359—2022 食品安全国家标准 食品添加剂 胶基及其配料
- GB 1886.360—2022 食品安全国家标准 食品添加剂 茶多酚棕榈酸酯
- GB 1886.361—2022 食品安全国家标准 食品添加剂 叶绿素铜
- GB 1886.362—2022 食品安全国家标准 食品添加剂  $\epsilon$ -聚赖氨酸
- GB 1886.363—2022 食品安全国家标准 食品添加剂 植物活性炭(稻壳活性炭)
- GB 1886.364—2022 食品安全国家标准 食品添加剂 越橘红
- GB 1903.26—2022 食品安全国家标准 食品营养强化剂 二十二碳六烯酸油脂(金枪鱼油)
- GB 1903.27—2022 食品安全国家标准 食品营养强化剂 低聚半乳糖
- GB 1903.30—2022 食品安全国家标准 食品营养强化剂 多聚果糖
- GB 1903.33—2022 食品安全国家标准 食品营养强化剂 5'-单磷酸胞苷(5'-CMP)

(下转第779页)