SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2901—2011

出口食品接触材料　纸和纸制品　荧光增白剂的测定　液相色谱法

Food contact materials for export—Paper and paper products—Determination of fluorescent brightener—Liquid chromatography

2011-05-31 发布　　2011-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李彬、刘丽、刘志红、李智儒、邹春海、李英、罗艺青、孙明星。

出口食品接触材料　纸和纸制品　荧光增白剂的测定　液相色谱法

1　范围

本标准规定了与食品接触的纸和纸制品中荧光增白剂 VBL 液相色谱测定方法。

本标准适用于与食品接触的纸和纸制品中荧光增白剂 VBL 含量的测定。

2　规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法

3　方法提要

试样中荧光增白剂 VBL 经甲醇浸泡超声提取后，通过高效液相色谱柱进行分离，采用荧光检测器进行检测，外标法定量。

4　试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1　甲醇。

4.2　甲醇：色谱纯。

4.3　荧光增白剂 VBL：纯度不低于 99.0%。荧光增白剂 VBL 的详细信息见附录 A。

4.4　荧光增白剂 VBL 标准储备液(1.0 mg/mL)：准确称取荧光增白剂 VBL 标准物质(4.3)0.1 g(精确至 0.1 mg)于 25 mL 烧杯中，用少量甲醇(4.2)溶解后完全转移至 100 mL 容量瓶中，以甲醇(4.2)定容至刻度，摇匀，在 0 ℃～4 ℃条件下密封避光保存。

4.5　荧光增白剂 VBL 标准工作溶液：根据需要，将标准储备液用甲醇(4.2)稀释成适当浓度的标准工作溶液。

5　仪器和设备

5.1　高效液相色谱仪：配有荧光检测器。

5.2　分析天平：感量为 0.000 1 g。

5.3　旋涡混合器。

5.4　离心机：转速为 4 000 r/min 以上。

5.5　超声波提取器：带温度控制(30 ℃～90 ℃)。

5.6　氮吹仪。

5.7　具塞锥形瓶：50 mL。

5.8 离心管:50 mL。

5.9 容量瓶:5 mL。

5.10 调微量移液器:10 μL～100 μL;100 μL～1 000 μL。

6 分析步骤

6.1 提取

选取代表性样品,剪成至 5 mm×5 mm 以下,混匀后从中称取 0.5 g(精确至 0.1 mg)于 50 mL 具塞锥形瓶(5.7)中,加入 25 mL 甲醇(4.1),于 50 ℃超声萃取 40 min,将萃取液完全转移至 50 mL 离心管(5.8)中,用氮吹仪(5.6)浓缩至 2 mL 左右,用甲醇(4.1)转移至 5 mL 容量瓶(5.9)中,定容,摇匀后,取少量溶液放入离心机(5.4)中以 4 000 r/min 离心 5 min,取上层清液供液相色谱分析。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱条件

6.2.1.1 由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,下面给出的参数证明是可行的。

6.2.1.2 色谱柱:Diamonsil C_{18},柱长 250 mm,内径 4.6 mm,粒度 5 μm 或性能类似的分析柱。

6.2.1.3 柱温:30 ℃。

6.2.1.4 流动相及梯度洗脱条件见表 1。

表 1 流动相及梯度洗脱条件

时间 min	流动相 A(水) %	流动相 B(甲醇) %
0.00	75.0	25.0
3.00	35.0	65.0
4.00	35.0	65.0
5.00	5.0	95.0
10.00	5.0	95.0

6.2.1.5 激发波长:358 nm;发射波长:430 nm。

6.2.1.6 流速:1.0 mL/min。

6.2.1.7 进样量:20 μL。

6.2.2 液相色谱测定

根据样液中荧光增白剂 VBL 含量情况,选定峰面积相近的标准工作溶液,标准工作溶液和样液中荧光增白剂 VBL 响应值均应在仪器检测线性范围内。标准工作溶液和样液等体积交替进样测定。在上述色谱条件下标准品的色谱图参见附录 B 中图 B.1。

6.3 空白试验

除不加试样外,按上述 6.1～6.2 步骤进行空白试验。

7 结果计算

7.1 计算公式

按式(1)计算样品中荧光增白剂 VBL 的含量。

$$X=\frac{(A-A_0)\times cs\times V}{As\times m} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X ——样品中的荧光增白剂 VBL 含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

A ——试样提取液中荧光增白剂 VBL 峰面积；

A_0 ——空白中荧光增白剂 VBL 峰面积；

cs ——标准工作溶液中荧光增白剂 VBL 的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V ——试样定容的体积，单位为毫升(mL)；

As ——标准工作溶液中荧光增白剂 VBL 的峰面积；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

7.2 结果表示

取两次测定结果的平均值，结果保留三位有效数字。

8 测定低限

本方法对荧光增白剂 VBL 的测定低限为 1 mg/kg。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

附 录 A
（规范性附录）
荧光增白剂 VBL 详细信息

荧光增白剂 VBL（英文名称：fluorescent Brightener VBL），又称荧光增白剂 85，造纸类嗪氨基二苯乙烯类增白剂最常用的一种。CAS 号：12224-06-5；分子式：$C_{36}H_{34}N_{12}Na_2O_8S_2$；相对分子质量：872.84。结构式见图 A.1。

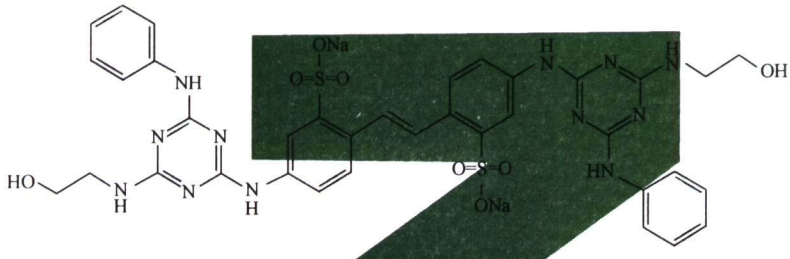


图 A.1 荧光增白剂 VBL 的结构式

附 录 B
（资料性附录）
荧光增白剂 VBL 标准品典型高效液相色谱图

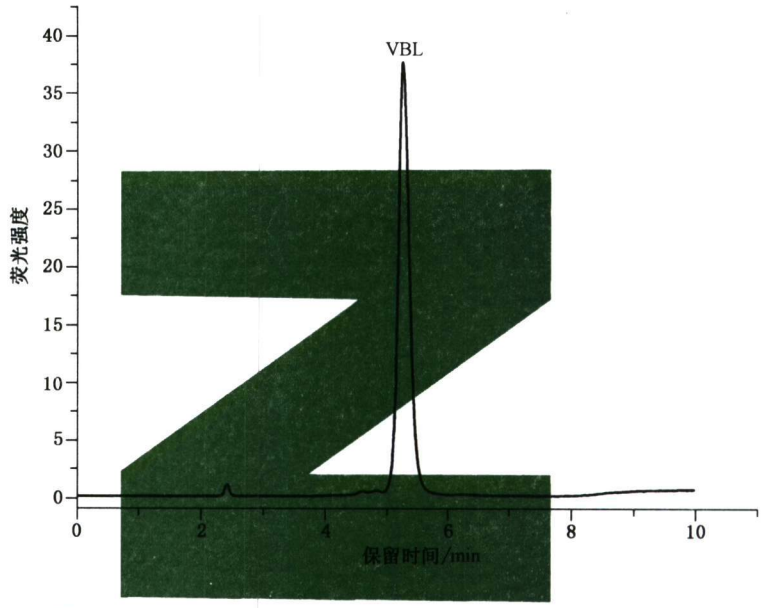


图 B.1 荧光增白剂 VBL 标准品典型高效液相色谱图