



中华人民共和国国家标准

GB 31604.47—2023

食品安全国家标准 食品接触材料及制品 纸、纸板及纸制品中荧光性物质的测定

2023-09-06 发布

2024-03-06 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB 31604.47—2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 纸、纸板及纸制品中荧光增白剂的测定》。

本标准与 GB 31604.47—2016 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 纸、纸板及纸制品中荧光性物质的测定》;
- 检测波长增加了 254 nm;
- 增加了标准对照纱布作用的表述;
- 修改了结果判定的表述。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

纸、纸板及纸制品中荧光性物质的测定

1 范围

本标准规定了食品接触用纸、纸板及纸制品中荧光性物质的测定方法。

本标准适用于食品接触用纸、纸板及纸制品中荧光性物质的测定。

2 原理

通过在紫外灯下直接观察食品接触用纸、纸板及纸制品试样是否有明显荧光现象(即有明显的蓝色或紫色荧光)来判定试样中是否含有荧光性物质。如果试样出现多处不连续小斑点状荧光或有荧光现象但不明显时,用碱性提取液提取,然后将提取液酸化,再用纱布吸附提取液中的荧光性物质,在紫外灯照射下,观察纱布是否有明显荧光现象,来确证试样中是否含有荧光性物质。

3 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。所用试剂和材料在紫外灯下应无荧光现象。

3.1 试剂

3.1.1 乙腈(C_2H_3N):色谱纯。

3.1.2 三乙胺($C_6H_{15}N$)。

3.1.3 氢氧化钠($NaOH$):优级纯。

3.1.4 盐酸(HCl)。

3.2 试剂配制

3.2.1 盐酸溶液(1+9):将盐酸和水按 1:9 的体积比混匀。

3.2.2 乙腈溶液(2+3):将乙腈和水按 2:3 的体积比混匀。

3.2.3 碱性提取液:将乙腈、水和三乙胺按 40:60:1 的体积比混匀。

3.3 标准品

荧光增白剂 220($C_{40}H_{40}N_{12}O_{16}S_4Na_4$,简称 C.I.220,CAS 号:16470-24-9):纯度 $\geq 95\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 标准储备液(1 000 mg/L):在避光条件下,准确称取 C.I.220 标准品 10 mg(精确至 0.1 mg)于烧杯中,用碱性提取液溶解,转移至 10 mL 棕色容量瓶中,用碱性提取液定容至刻度,混匀。将溶液转移

至棕色玻璃瓶中,于-18℃下避光保存,保存期为1个月。

3.4.2 标准工作液(40.0 mg/L):将标准储备液用乙腈溶液逐级稀释成40.0 mg/L的标准工作液,将溶液转移至棕色玻璃容器中,于4℃左右避光保存,保存期为1周。

3.5 材料

3.5.1 纱布。

3.5.2 玻璃棉。

4 仪器和设备

所有直接接触试样的仪器与设备在紫外灯下应无荧光现象。

4.1 紫外灯:波长365 nm和254 nm。

4.2 剪刀。

4.3 直角三角板。

4.4 超声波清洗器。

4.5 高速粉碎机:转速 $\geq 10\,000$ r/min。

4.6 旋转蒸发仪。

4.7 恒温水浴锅。

4.8 pH计:精度为0.1。

4.9 分析天平:感量分别为1 mg和0.1 mg。

4.10 鸡心瓶:250 mL。

4.11 具塞锥形瓶:250 mL。

4.12 玻璃漏斗。

4.13 玻璃表面皿。

4.14 托盘。

4.15 离心机:转速 $\geq 3\,500$ r/min。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 荧光性物质直接测定时的试样制备

对于食品接触用纸和纸板,如食品包装纸、糖果纸、冰棍纸等,用剪刀和直角三角板裁剪成10 cm×10 cm或100 cm²大小,如果试样面积小于100 cm²,则剪裁同批次试样相同的位置使总面积达到100 cm²。按照上述操作从该批次产品中随机取样并裁剪出5份面积为100 cm²的待测试样。

对于食品接触用纸制品,如纸杯、纸碗、纸桶、纸盒、纸碟、纸盘、纸袋等,用剪刀和直角三角板将待测纸层裁剪成100 cm²,如果试样面积小于100 cm²,则剪裁同批次试样相同的位置使总面积达到100 cm²,按照上述操作从该批次产品中随机取样并裁剪出2份面积为100 cm²的待测试样。

5.1.2 需要进行荧光性物质确证时的试样制备

对于需要确证试验的试样,称取10 g(精确至1 mg),剪成约5 mm×5 mm的纸屑,再用高速粉碎机粉碎至棉絮状,备用。如不能立即检测,应用干净的聚乙烯塑料袋盛放,在室温下避光保存,每个试样平行制备2份。

取未观察到荧光现象的纸样作为空白试样,按照上述步骤进行处理。

5.2 荧光性物质的直接测定及结果判定

于暗室或暗箱内,将 5.1.1 中裁剪好的 100 cm² 试样置于紫外灯光源下约 20 cm 处,打开紫外灯的电源开关,分别选择检测波长为 254 nm 和 365 nm,直接观察试样是否出现荧光现象。

对于食品接触用纸和纸板,在 254 nm 或 365 nm 的任何一个波长下,如果 5 份试样中任意一份的荧光面积大于 5 cm²,则判定该试样中荧光性物质为阳性,否则判定该试样中荧光性物质为阴性;对于食品接触用纸制品,在 254 nm 或 365 nm 的任何一个波长下,同批次 2 份试样中任意一份的荧光面积大于 5 cm²,则判定该试样中荧光性物质为阳性,否则判定该试样中荧光性物质为阴性。

如试样出现多处不连续小斑点状荧光,或试样有荧光现象但不明显时,则需继续进行荧光性物质的确证试验。

5.3 荧光性物质的确证

5.3.1 无荧光纱布的制备

用剪刀和直角三角板剪裁出若干张尺寸约 5 cm×5 cm 大小的纱布,然后将裁剪好的纱布浸没于碱性提取液中,在 40 ℃ 水浴下浸泡 30 min,用镊子取出纱布后,用水冲洗 2~3 遍,挤去大部分液体后,将纱布置于干燥通风处自然晾干。如不能立即进行检测,应用干净的聚乙烯塑料袋盛放,在室温下避光保存。

5.3.2 标准对照纱布的制备

称取 5.1.2 中粉碎均匀的空白试样 2.0 g(精确至 1 mg)于 250 mL 锥形瓶中,加入标准工作液(40.0 mg/L) 0.5 mL,于避光状态下(要求照度小于 20 lx)加入碱性提取液 100 mL,于 50 ℃ 下超声提取 40 min。提取结束后冷却至室温,将提取液通过装有少许玻璃棉的玻璃漏斗过滤到鸡心瓶中,或者 3 500 r/min 离心 5 min 获得澄清的提取液。将提取液在 50 ℃ 下减压浓缩至 40 mL~50 mL,将浓缩液转移至 250 mL 烧杯中,再用水洗涤鸡心瓶,将洗涤液一并转入 250 mL 烧杯中,用盐酸溶液调节 pH 为 3~5,加水至约 100 mL。然后将一块无荧光现象的纱布浸没于提取液中,在 40 ℃ 水浴下吸附 30 min。用镊子取出纱布后,挤去大部分液体,再将纱布叠成 4 层,每层面积约为 2.5 cm×2.5 cm,放于玻璃表面皿中。

5.3.3 试样提取与吸附(试样纱布的制备)

称取 5.1.2 操作步骤中粉碎均匀的试样 2.0 g 于 250 mL 锥形瓶中,其余操作按照 5.3.2 中“于避光状态下……,放于玻璃表面皿中”进行。

5.3.4 空白试验(空白试样纱布的制备)

称取 5.1.2 操作步骤中粉碎均匀的空白试样 2.0 g,其余操作按照 5.3.3 与试样同步进行。

5.3.5 荧光性物质确证测定试验

于暗室或暗箱内,将放置有标准对照纱布、空白试样纱布及 2 个平行试样纱布的表面皿一并置于紫外灯光源下方约 20 cm 处,打开紫外灯的电源开关,分别选择检测波长为 254 nm 和 365 nm,直接观察。在 254 nm 和 365 nm 2 个波长下,若标准对照纱布均有明显的荧光现象(即有明显的蓝色或紫色荧光)且空白试样纱布均无明显荧光现象,则认为试样提取与吸附的操作步骤无误;若在任何一个波长下,标准对照纱布无明显荧光现象或空白试样纱布有荧光现象,则认为试样提取与吸附的操作步骤不当,需重

新进行试验。当确认试样提取与吸附的操作步骤无误后,将 2 个平行试样纱布与空白试样纱布相比较,观察试样纱布是否有明显的蓝色或紫色荧光。

5.3.6 荧光性物质确证试验结果判定

在 254 nm 和 365 nm 2 个波长下,如果 2 个平行试样纱布均无明显荧光现象(即无明显的蓝色或紫色荧光),则判定该试样中荧光性物质为阴性;如 2 个平行试样纱布均有明显荧光现象,则判定该试样中荧光性物质为阳性;如只有 1 个平行试样纱布有明显荧光现象,需要重新进行 2 份试样的平行试验,如重新试验后 2 个平行试验均无明显荧光现象,则判定该试样中荧光性物质为阴性,否则判定该试样中荧光性物质阳性。
