

洗涤剂产品中荧光增白剂的检测 高效液相色谱法

Determination of Fluorescent Whitening Agent in Detergent by High Performance
Liquid Chromatography

2017 - 12 - 30 发布

2018 - 01 - 30 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由安徽省产品质量监督检验研究院提出。

本标准由安徽省化学工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：安徽省产品质量监督检验研究院。

本标准主要起草人：郭佳佳、姚帮本、丁燕、钟银飞、周浩丰、祝红蕾、陈赵然、方文加、李云。

洗涤剂产品中荧光增白剂的检测

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了洗涤剂产品中荧光增白剂 VBL、荧光增白剂 71、荧光增白剂 351、荧光增白剂 33（详见附录B）的检测-高效液相色谱法测定方法。

本标准适用于洗涤剂产品中荧光增白剂 VBL、荧光增白剂 71、荧光增白剂 351、荧光增白剂 33 的测定，适用于该产品的风险预警监测及相关科学研究。

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，仅所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 原理

试样中的荧光增白剂经三氯甲烷超声提取两次，合并提取液浓缩定容，吸取上清液过滤膜待高效液相色谱分析，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，实验室用水应符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 三氯甲烷，色谱纯。

4.2 乙腈，色谱纯。

4.3 荧光增白剂 VBL、荧光增白剂 71、荧光增白剂 351、荧光增白剂 33 标准品。

4.4 标准储备液：称取荧光增白剂标准品（精确至 0.1 mg），用三氯甲烷配制成 1000 mg/L 的储备液，于 0~4℃的冰箱中避光保存，有效期 2 个月。

4.5 标准工作液：将 4 种荧光增白剂标准储备液用三氯甲烷稀释至浓度分别为 0.1、0.2、0.5、1、2 μg/mL 的工作液待用。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪，配荧光检测器。

5.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。

5.3 超声波清洗仪。

5.4 旋转蒸发仪。

5.5 漩涡混合仪。

5.6 超纯水机。

6 分析步骤

6.1 试样处理

将洗涤剂样品混合均匀后，称取 1 g（精确至 0.01 g）样品于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 三氯甲烷，漩涡混匀后，超声提取 15 min，以 5000 转/min 离心 5 min，将上清液倒入鸡心瓶中，再于上述离心管中加入 20 mL 三氯甲烷，漩涡混匀，超声提取 15 min，以 5000 转/min 离心 5 min，合并两次提取液，45℃水浴旋转蒸发至干，再以三氯甲烷溶液定容至 2 mL，过 0.22 μm 滤膜待测。

6.2 标准工作曲线

取不同浓度的标准工作溶液，进行液相色谱分析，以标准溶液响应峰面积为纵坐标，标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线。上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果；典型的 4 种荧光增白剂高效液相色谱图见附录A。

6.3 空白试验

取不含荧光增白剂 VBL、荧光增白剂 71、荧光增白剂 351、荧光增白剂 33 的空白试样，均按上述测定步骤进行分析。

6.4 测定

6.4.1 参考分析条件

其中：

- a) 色谱柱：Eclipse XDB-C18 (250 mm × 4.6 mm × 5 μm) 或柱效相当的色谱柱；
- b) 流动相 A (乙腈) 30%，流动相 B (水) 70%，等度洗脱，运行时间 10 min；
- c) 检测器：激发波长：360 nm，发射波长：430 nm；
- d) 柱温箱：30℃；
- e) 进样量：5 μL；
- f) 流速：1.0 mL/min。

6.4.2 定性分析

在 6.4.1 仪器条件下，试样和标准品的色谱峰在相同保留时间处 (±0.1 min) 出现，此时可定性确证目标分析物。

6.4.3 定量分析

本标准采用外标校准曲线法定量测定。以荧光增白剂的标准溶液浓度为横坐标，标准溶液响应峰面积为纵坐标，作校准曲线线性回归方程，以试样的峰面积与标准曲线比较定量。

6.5 平行试验

按以上步骤，对同一试样进行平行测定。

6.6 结果计算

荧光增白剂的含量按公式 (1) 进行计算：

$$X = \frac{(C_i - C_0) \times V \times K}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X —— 试样中荧光增白剂的含量，mg/kg；
- C_i —— 试样中荧光增白剂峰面积对应的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
- C_0 —— 空白试样中荧光增白剂的浓度， $\mu\text{g/L}$ ；
- m —— 试样质量，g；
- V —— 提取液定容体积，mL；
- K —— 稀释倍数。

注：平行测定两次，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%，计算结果保留三位有效数字。

7 检测方法检出限和准确度

7.1 检出限

洗涤剂产品中荧光增白剂的检出限为 0.008 mg/kg。

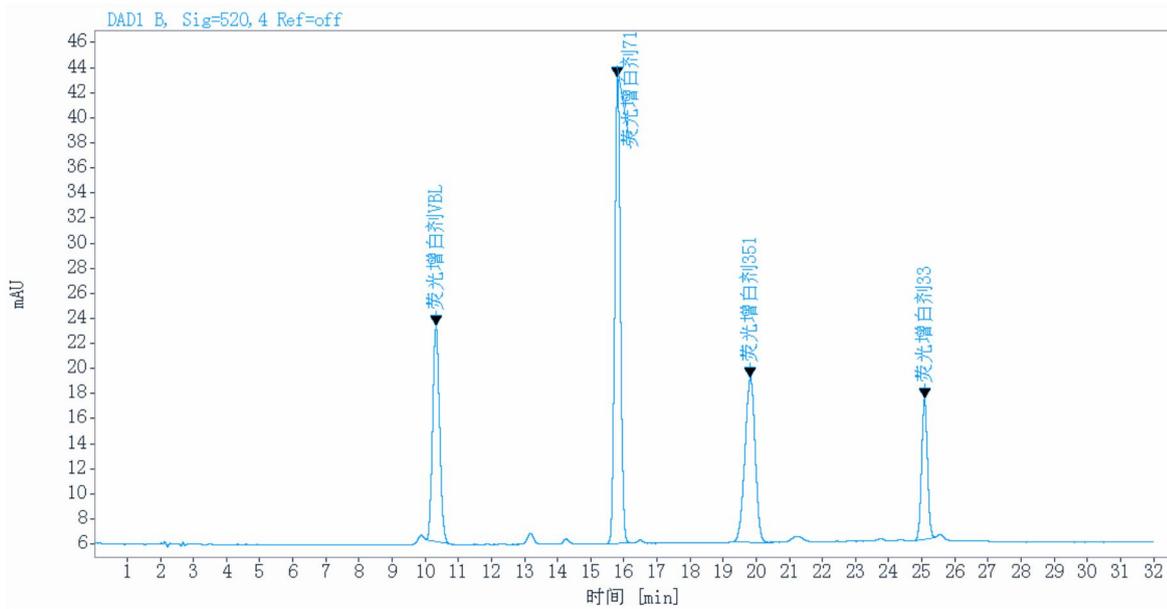
7.2 准确度

本方法在 0.14~2.8 mg/kg 添加范围浓度内，用空白添加标准校正，其回收率范围为 78~113%，相对标准偏差小于 10%。

附录 A

(资料性附录)

4 种荧光增白剂 标准物质的液相色谱图



图A.1 4 种荧光增白剂 标准物质的液相色谱图

附 录 B
(规范性附录)
4 种荧光增白剂

表B.1 4 种荧光增白剂

序号	荧光增白剂中文名称	荧光增白剂英文名称	CAS 号
1	荧光增白剂 VBL	Fluorescent brightener VBL	12224-06-5
2	荧光增白剂 33	Fluorescent brightener 33	16902-19-0
3	荧光增白剂 71	Fluorescent brightener 71	16090-02-1
4	荧光增白剂 351	Fluorescent Brightener 351	38775-22-3