



中华人民共和国国家标准

GB 31604.47—xxxx

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 (征求意见稿)

xxxx-xx-xx 发布

xxxx-xx-xx 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

本标准代替了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》；

——增加了254 nm波长测定荧光性物质；

——增加了标准对照纱布的作用；

——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

食品接触用纸、纸板及纸制品，在紫外灯下直接观察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（CH₃CN）：色谱纯。

3.1.2 三乙胺[(CH₃CH₂)₃N]。

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标准品（C₄₀H₄₀N₁₂O₁₆S₄Na₄，简称C.I.220，CAS号：16470-24-9），纯度>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（1000 mg/L）：于避光条件下，准确称取C.I.220标准品10 mg（精确到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，并定容至刻度，混匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中，于-18℃以下避光保存，保存期为3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15天。

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 ≥ 10000 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 ≥ 3500 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的试样制备

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 100 cm^2 大小，如果试样面积小于 100 cm^2 ，则剪裁同批次试样相同的位置使总面积达到 100 cm^2 ，按照上述操作从纸样中随机取样并裁剪出五份面积为 100 cm^2 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 cm^2 ，如果试样面积小于 100 cm^2 ，则剪裁同批次产品相同的位置使总面积达到 100 cm^2 ，按照上述操作从该批次的产品中随机取样并裁剪出两份面积为 100 cm^2 的试样。

5.1.2 荧光性物质确证的试样制备

对于需要确证实验的试样，称取10 g（精确到1 mg），剪成约5 mm×5 mm 的纸屑，再用高速粉碎机（转速在10000 r/min）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。

取未观察到荧光现象的纸样作为空白纸样，按照上述相同步骤进行处理。

5.2 荧光性物质直接测定

于暗室或暗箱内，打开紫外灯电源开关，检测波长选择254 nm和365 nm。将5.1中裁剪好的100 cm² 试样置于紫外灯光源下约20 cm处直接观察。

5.2.1 荧光性物质直接测定结果判定

对于食品接触用纸和纸板，如果5份中任何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，同批次的2份产品中任何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，则需继续执行荧光性物质的确证实验。

5.3 荧光性物质确证

5.3.1 无荧光纱布的制备

用剪刀和直角三角板剪裁成尺寸约5 cm×5 cm大小的纱布若干张，然后将纱布浸没于碱性提取液中，在40℃水浴中浸泡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，将纱布至于干燥通风处自然晾干，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。

5.3.2 标准对照纱布的制备

称取5.1.2操作步骤中粉碎均匀的空白纸样2.0 g（精确至1 mg）于250 mL锥形瓶中，加入40.0 mg/L C.I.220标准工作液0.5 mL，相当于纸样中C.I.220含量为10 mg/kg，于避光状态下（要求照度小于20 Lux）加入100 mL碱性提取液，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（要求不含荧光性物质）的玻璃漏斗过滤到鸡心瓶中，或者采用离心的方式（3500 r/min离心5 min）获得澄清的提取液。将提取液在50℃下减压浓缩至约40 mL~50 mL，将浓缩液转移至250 mL烧杯中，用水洗涤鸡心瓶后，洗液也一并转入250 mL烧杯中，用盐酸溶液调pH为3~5，并加水定容至约100 mL。然后将一块无荧光现象的纱布浸没于提取液中，在40℃水浴吸附30 min。用镊子取出纱布后，挤去大部分液体后，将纱布叠成四层，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

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步骤中“于避光状态下……，放于玻璃表面皿中”进行。每个试样进行两次平行试验。

5.3.4 空白试验

称取5.1.2操作步骤中粉碎均匀的空白纸样2.0 g，其余操作按照5.3.3操作步骤进行。

5.3.5 荧光性物质确证测定

于暗室或暗箱内，打开紫外灯电源开关，分别选择检测波长为254 nm和365 nm。将放置标准对照纱布、试样纱布及空白试验纱布的表面皿一起置于紫外灯光源下约20 cm处直接观察，若标准对照纱布有明显荧光现象（即有明显的蓝色或紫色荧光）且空白试验纱布无明显荧光现象，则试样的提取与吸附操作无误，若标准对照纱布无明显荧光现象或空白试验纱布有荧光现象，则试样的提取与吸附操作不当，需重新进行试验。

5.3.6 荧光性物质确证实验结果判定

如果试样的两个平行试验均无明显荧光现象（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，如两个平行试验均有明显荧光现象，则判定该试样中荧光性物质为阳性，如只有一个试

样纱布有明显荧光现象，需要重新进行两个平行试验，如重新试验后两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为阳性。
