

中华人民共和国国家标准

GB/T 34455—2017

纸、纸板和纸浆 2,2-二(4-羟基苯基) 丙烷(双酚 A)的测定 液相色谱法

Paper, board and pulps—Determination of 2,2-bis(4-hydroxyphenyl) propane
(bisphenol A)—Liquid chromatography

2017-09-29 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纸、纸板和纸浆 2,2-二(4-羟基苯基)
丙烷(双酚 A)的测定 液相色谱法
GB/T 34455—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2017 年 10 月第一版 2017 年 10 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-56997 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会(SAC/TC 141)归口。

本标准起草单位：中国制浆造纸研究院、江苏省产品质量监督检验研究院、国家纸张质量监督检验中心。

本标准主要起草人：高君、李萍、刘扬眉、费淞。

纸、纸板和纸浆 2,2-二(4-羟基苯基) 丙烷(双酚 A)的测定 液相色谱法

1 范围

本标准规定了采用液相色谱法测定纸、纸板和纸浆中 2,2-二(4-羟基苯基)丙烷(双酚 A)的方法。

本标准适用于各种纸、纸板和纸浆中 2,2-二(4-羟基苯基)丙烷(双酚 A)含量的测定。方法检出限以浓度计算为 0.05 mg/L,以质量计算为 0.5 mg/kg。

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 原理

纸和纸板中的双酚 A 经过溶液提取,提取液经过滤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。根据保留时间定性,外标法定量。

4 试剂或材料

4.1 水,GB/T 6682,一级。

4.2 双酚 A($C_{15}H_{16}O_2$,CAS 号:80-05-7),纯度大于 99.0%。

4.3 甲醇,色谱纯。

4.4 提取溶液,将 65 mL 甲醇加入到 35 mL 的水中。

4.5 双酚 A 标准储备溶液(100 mg/L),准确称取 10.0 mg 双酚 A(4.2)(精确至 0.1 mg)至 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.3)定容,于冰箱中冷藏保存。

5 仪器设备

5.1 高效液相色谱仪(配置荧光检测器)。

5.2 恒温振荡水浴。

5.3 微量注射器:10 μ L,50 μ L,1 000 μ L。

5.4 溶剂过滤器。

5.5 0.45 μ m 滤膜。

5.6 锥形瓶,25 mL。

5.7 分析天平,感量 0.000 1 g。

6 取样和试验溶液的制备

6.1 按面积取样时准确裁取 100 mm×100 mm 试样,按质量取样时称取 1 g(精确至 0.1 mg)试样。将取好的试样剪成 5 mm×5 mm 的小片,置于 25 mL 的锥形瓶中,加入 15 mL 的提取溶液(4.4),在 70 °C 恒温振荡水浴(5.2)中提取 1 h 后取出,待溶液冷却至室温后用 0.45 μm 滤膜(5.5)过滤,保留滤液供测试使用。平行制备两份试样溶液。

6.2 除不放入样品外,其余均按照 6.1 进行制备空白溶液。

7 试验步骤

7.1 测定条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不能给出色谱分析的普遍参数,下列参数已被证明对测试是合适的。

- a) 色谱柱:反相 C₁₈ 不锈钢柱,5 μm,4.6 mm×150 mm 或相当的色谱柱;
- b) 荧光检测器:激发波长 227 nm,发射波长 313 nm;
- c) 流动相:甲醇-水(65+35);
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 柱温:25 °C;
- f) 进样量:20 μL。

7.2 绘制标准工作曲线

7.2.1 双酚 A 标准工作溶液

准确移取浓度为 100 mg/L 的双酚 A 标准储备溶液(4.5)5 mL~100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.3)定容。然后准确移取 0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.8 mL、1.2 mL、1.6 mL、2.0 mL 于 10 mL 的容量瓶中,配制 0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L 的标准工作溶液。

7.2.2 标准工作溶液的测试

按照 7.1 所列测试条件,取标准工作溶液(7.2.1)20 μL 注入高效液相色谱仪(5.1)进行测试,标准溶液色谱图参见附录 A。以双酚 A 浓度为横坐标,以对应的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,得到线性方程。按式(1)计算回归参数:

$$y = ax + b \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- y ——标准工作溶液中双酚 A 的峰面积;
- a ——回归曲线的斜率;
- x ——标准工作溶液中双酚 A 浓度,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);
- b ——回归曲线的截距。

7.3 试液的测定

将试样溶液(6.1)和空白溶液(6.2)按照 7.1 所列测试条件依次进行测定。以保留时间定性,以色谱峰面积定量。

8 结果计算

扣除空白值峰面积,得到试样中双酚 A 色谱峰的峰面积,根据峰面积计算试样萃取液中双酚 A 的浓度 c ,单位以毫克每升(mg/L)表示。如果试样中双酚 A 含量以毫克每千克(mg/kg)表示,则按式(2)计算:

$$E = \frac{cV \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- E —— 双酚 A 含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c —— 试样萃取液中双酚 A 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V —— 萃取液的体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试样的绝干质量,单位为克(g)。

取两次检测结果的平均值作为测试结果,计算结果保留两位有效数字。如果小于 0.05 mg/L 或 0.5 mg/kg,试验结果报告“未检出”。

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%或绝对差值不超过 0.05 mg/L 或 0.5 mg/kg。

10 报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- a) 试验日期、地点;
- b) 完整识别试样所需的所有信息;
- c) 本标准的编号;
- d) 所用仪器类型;
- e) 任何与本标准的偏离;
- f) 试验过程中观察到的异常现象。

附录 A
(资料性附录)
双酚 A 标准溶液色谱图

双酚 A 标准溶液色谱图见图 A.1。
FLD1A, Ex=227, Em=313

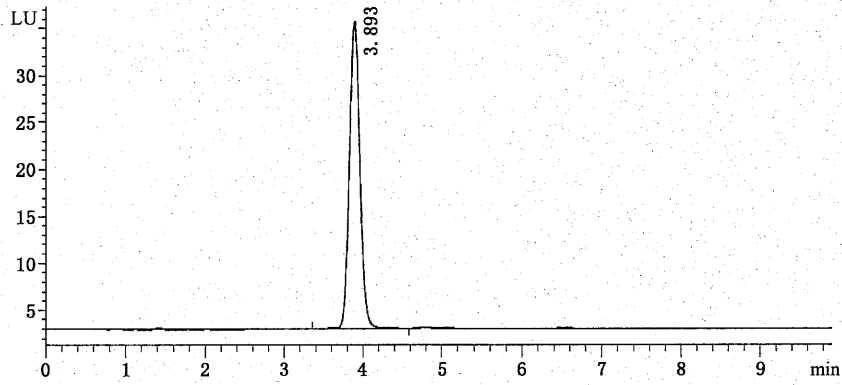
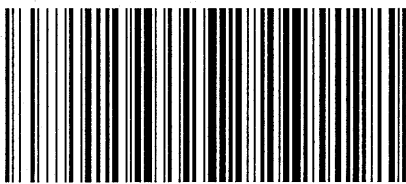


图 A.1 双酚 A 标准溶液(1.0 mg/kg)色谱图



GB/T 34455-2017

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-56997

定价: 14.00 元