

团体标准

T/CSATC 6—2020

丝绸 二苯并(a,h)蒽的测定 高效液相色谱法

Silk—Determination of Dibenz(a,h)anthracene—High performance liquid chromatographic

2020-12-07 发布

2020-12-07 实施

中国丝绸协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国丝绸协会提出。

本文件由中国丝绸协会团体标准化技术委员会(CSATC)归口。

本文件起草单位:浙江喜得宝丝绸科技有限公司、杭州市质量技术监督检测院、浙江生态纺织品禁用染化料检测中心有限公司、杭州市余杭区质量计量监测中心、苏州经贸职业技术学院。

本文件主要起草人:童俊、秦鑫、徐韵扬、丁杰、潘林燕、樊启平、赵兵、李志林、吴娟红、蒋伟、施峰、冯桂华、魏猛。



丝绸 二苯并(a, h)蒽的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了采用高效液相色谱仪-荧光检测器(HPLC-FLD)测定丝绸产品中二苯并(a, h)蒽的试验方法。

本文件适用于丝绸产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用甲醇超声萃取,萃取液经滤膜过滤后,采用高效液相色谱仪-荧光检测器(HPLC-FLD)进行二苯并(a, h)蒽的测定和确认。

5 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规定的二级水。

5.1 甲醇:色谱纯。

5.2 标准物质:二苯并(a, h)蒽,纯度 $\geq 99\%$,化合物信息见附录A中的表A.1。

5.3 标准储备溶液:准确称取适量的标准物质(5.2),用甲醇(5.1)配制成浓度为100.0 mg/L的标准储备溶液。

注:标准储备溶液保存在棕色瓶内,于0℃~4℃冰箱中保存,有效期为3个月。

5.4 标准中间液(1000 $\mu\text{g/L}$):准确移取标准储备溶液(100.0 mg/L) 1.00 mL于100 mL容量瓶中,加甲醇至刻度,混匀。

5.5 标准工作溶液:分别移取标准中间液(1000 $\mu\text{g/L}$) 0.20 mL、0.50 mL、1.0 mL、5.0 mL和10.0 mL于100 mL容量瓶中,加甲醇至刻度,混匀。此系列标准工作溶液质量浓度分别为2.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 和100 $\mu\text{g/L}$ 。

注:标准工作溶液存储于0℃~4℃冰箱中,有效期为1个月。可根据仪器的灵敏度及样品中二苯并(a, h)蒽实际含量配置相应浓度的标准工作溶液。

5.6 微孔滤膜(聚四氟乙烯):0.45 μm ,有机相。

6 设备和仪器

6.1 反应器:具密封塞,约50 mL,由硬质玻璃制成管状。

6.2 高效液相色谱仪:配有荧光检测器(FLD)。

6.3 超声波发生器:超声功率不低于270 W,超声频率50/60 kHz,温度控制范围25℃~60℃。

6.4 容量瓶:100 mL。

6.5 移液枪：分度值 0.1 mL。

6.6 天平：分度值 0.001 g。

7 分析步骤

7.1 样品制备

称取 5.0 g~10.0 g 试样，将其剪碎至 0.5 cm×0.5 cm 以下的小片，或 0.5 cm 以下小段，混匀。

7.2 试样前处理

从混合样（7.1）中称取 0.5 g，精确至 0.001 g，置于反应器（6.1）中，加入 10 mL 甲醇（5.1），置于超声波发生器（6.3）中，（30±5）℃条件下超声萃取 30 min，取出后 1 min 内冷却至室温（20±2）℃，萃取液经 0.45 μm 滤膜（5.6）过滤后作为测试液上机分析。

7.3 测定

7.3.1 HPLC-FLD 分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，无法给出色谱分析的通用参数。下面给出的参数已被证明是可行的：

- a) 色谱柱：Eclipse PAH（100 mm×4.6 mm，3.5 μm），或相当者；
- b) 流速：1.0 ml/L；
- c) 柱温：30℃；
- d) 检测器：荧光检测器（FLD）；
- e) 检测波长：发射波长：300 nm，激发波长：430 nm；
- f) 进样量：10 μL；
- g) 流动相：A：甲醇（5.1），B：水；
- h) 梯度：A：B=90：10（等梯度）；
- i) 分离时间：10 min。

7.3.2 标准工作曲线的制作

按 7.3.1 分析条件进样测定以标准物质浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。在上述液相色谱分析条件下，标准物质的液相色谱图见附录 B。

7.3.3 HPLC-FLD 定性和定量分析

分别移取试样测试液（7.2）和标准工作溶液（5.5）按 7.3.1 分析条件进行 HPLC-FLD 分析。通过比较试样与标样色谱峰的保留时间进行定性。如果试样中的待测物质色谱峰保留时间与标准物质对应的保留时间偏差在±2.5%范围内，则可判断试样中存在相应的被测物，外标法定量。标准工作溶液和测试液中待测物的响应值均应在仪器线性响应范围内，如果含量超过标准曲线范围，用甲醇（5.1）稀释到适当浓度后分析。

8 结果计算和表示

8.1 结果计算

试样中提取出二苯并(a,h)蒽的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{C \times V \times F}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X——试样中二苯并(a,h)蒽的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
C——从标准工作曲线得到的二苯并(a,h)蒽浓度，单位为微克每升（μg/L）；
V——样液最终体积，单位为毫升（mL）；
F——稀释因子；

m ——试样量，单位为克（g）。

8.2 结果表示

试验结果按照 GB/T 8170 规定修约到小数点后两位。低于测定低限时，试验结果为未检出。

9 测定低限

本方法的测定低限为 0.05 mg/kg。

10 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试，获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测试值的算术平均值的20%。

11 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

- a) 样品来源及描述；
- b) 采用的试样前处理方法；
- c) 采用的文件；
- d) 测试结果；
- e) 任何偏离本文件的细节；
- f) 试验日期。

附录 A
(规范性)
标准物质信息

标准物质信息见表 A. 1。

表 A. 1 标准物质信息表

化学名	英文名称	CAS 号	激发波长/nm	发射波长/nm
二苯并(a,h)蒽	dibenz(a,h)anthracene	53-70-3	300	430

附录 B
(资料性)
标准物质的典型液相色谱图

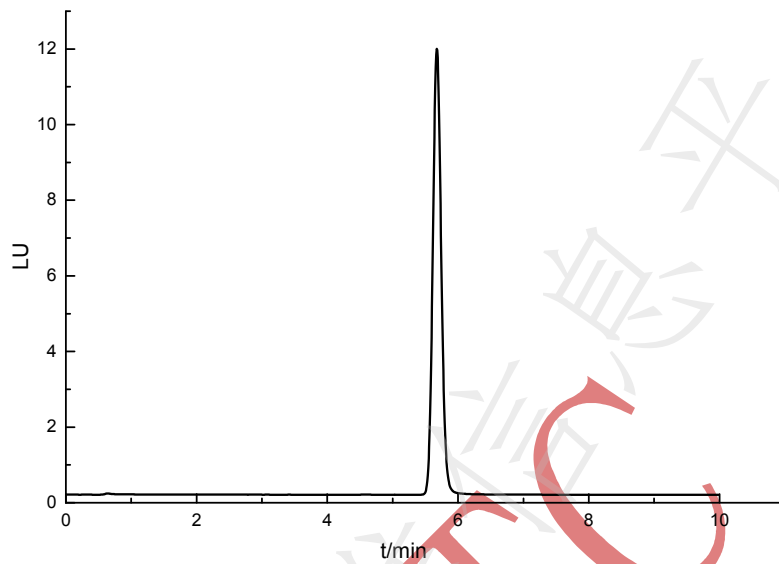


图 B.1 二苯并(a,h)蒽液相色谱图