

高效液相色谱-荧光法测定大米中 11 种双三嗪氨基二苯乙烯荧光增白剂方法的优化

朱 吕, 刘 俊, 陆春燕, 徐秋生, 厉晨皓, 张孝艳*

(平湖市食品药品检测中心, 平湖 314200)

摘 要: 目的 优化高效液相色谱-荧光检测法同时测定大米中 11 种双三嗪氨基二苯乙烯荧光增白剂的方法。

方法 大米样品经甲醇-水-氨水(60:39:1)提取, 提取液用初始流动相稀释后, 利用 Waters Symmetry C₁₈ 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm) 分离并进行液相色谱测定; 以甲醇和 25 mmol/L 四丁基溴化铵溶液为流动相梯度洗脱, 外标法定量。**结果** 在优化条件下, 11 种荧光增白剂在 0.005~0.100 μg/mL 的浓度范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.999, 检出限为 0.002~0.009 mg/kg。当加标水平为 0.1、0.4、2.0 mg/kg 时, 11 种荧光增白剂的平均回收率为 72.0%~92.0%, 相对标准偏差为 0.6%~6.8%。**结论** 该方法操作简便, 灵敏度高, 重现性好, 可应用于大米中二苯乙烯类荧光增白剂的检测。

关键词: 高效液相色谱-荧光检测法; 双三嗪氨基二苯乙烯; 荧光增白剂; 大米

Optimization of the determination of 11 kinds of bis(triazinyl) aminostilbene fluorescent whitening agents in rice by high performance liquid chromatography-fluorescence method

ZHU Lv, LIU Jun, LU Chun-Yan, XU Qiu-Sheng, LI Chen-Hao, ZHANG Xiao-Yan*

(Pinghu Food and Drug Inspection Center, Pinghu 314200, China)

ABSTRACT: Objective To optimize the method for the simultaneous determination of 11 kinds of bis(triazinyl) aminostilbene fluorescent whitening agents in rice by high performance liquid chromatography-fluorescence detection (HPLC-FLD). **Methods** The fluorescent brighteners in rice samples were extracted with methanol-water-ammonia (60:39:1, V:V:V), diluted with initial mobile phase. The separation was performed on Waters Symmetry C₁₈ column(250 mm×4.6 mm×5 μm) by gradient elution using methanol and 25 mmol/L TBA solution as the mobile phases. The results were quantified by the external standard method. **Results** Under the optimized conditions, the 11 fluorescent brighteners showed good linear relationships within the concentration range of 0.005–0.100 μg/mL, and the correlation coefficients were all greater than 0.999. The limits of detection were 0.002–0.009 mg/kg. When the standard levels were 0.1, 0.4 and 2.0 mg/kg, the average recoveries of 11 fluorescent brighteners were 72.0%–92.0%, and the relative standard deviation was 0.6%–6.8%. **Conclusion** The method is simple to operate, has high sensitivity and good reproducibility, and can be applied to the detection of stilbene fluorescent whitening agents in rice.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-fluorescence detection; bis(triazinyl) aminostilbene;

*通讯作者: 张孝艳, 工程师, 主要研究方向为食品、农产品质量安全检测。E-mail: 1948178203@qq.com

*Corresponding author: ZHANG Xiao-Yan, Engineer, Pinghu Food and Drug Inspection Center, Pinghu 314200, China. E-mail: 1948178203@qq.com

fluorescent whitening agent; rice

1 引言

荧光增白剂(fluorescent whitening agents, FWAs)是一种荧光染料, 又称为白色染料, 是一种能吸收不可见的紫外光(波长 300 ~ 400 nm), 再激发出可见的蓝色或蓝紫色荧光(波长 420 ~ 480 nm)的复杂有机化合物^[1]。荧光增白剂的化学结构有多种类型, 包括双三嗪氨基二苯乙烯、香豆素、苯并噁唑、苯并咪唑、吡唑啉、萘酰亚胺等。其中, 双三嗪氨基二苯乙烯荧光增白剂是增白剂最重要的化学结构类型。该类型的荧光增白剂, 目前在国内增白剂的品种中占绝对优势, 国外大约 80% 的增白剂产量属于该类型^[2,3]。荧光增白剂作为一种色彩调节剂, 具有增白增艳的作用, 被广泛应用于造纸、纺织、合成洗涤剂以及塑料、涂料等行业^[4]。但是, 科学表明, 荧光增白剂被人体吸收后, 一般不易分解, 会加重肝脏负担, 如果与伤口处的蛋白质结合, 会阻碍伤口的愈合, 接触过量的荧光增白剂, 会诱发细胞癌变, 是潜在的致癌因素之一^[5]。据报道, 近年来有不法商家在食品包装材料^[6-9]、食用菌^[10-12]和化妆品^[13,14]等产品中违法使用荧光增白剂。大米中检出荧光增白剂的原因可能为大米包装材料中的荧光增白剂发生迁移; 大米在生产加工过程中接触到管道和容器可能用含有荧光增白剂的洗涤剂清洗过; 不法商家为增白目的在劣质发黄大米中违法添加荧光增白剂。李蓉等^[15]应用质谱法检测出面粉中含有荧光增白剂; 吴钟玲等^[16]利用高效液相色谱法测定食品接触聚苯乙烯中存在 9 种荧光增白剂的迁移。目前, 国内对于大米中双三嗪氨基二苯乙烯检测方面的文献资料很少。何海彤等^[17]用高效液相法检测大米中 11 种荧光增白剂, 将 11 种荧光增白剂分为 3 组进行测定, 并未达到同时测定, 并且实验操作步骤较繁琐, 不适合大批量检测大米样品。

鉴于此, 本研究对高效液相色谱法进行优化改进, 实现大米中 11 种双三嗪氨基二苯乙烯的同时测定, 有利于对违禁添加荧光增白剂进行日常风险监管, 对保障粮食安全具有重大的意义和应用前景。

2 材料与方法

2.1 实验仪器

UltiMate-3000 高效液相色谱仪(配荧光检测器, 美国 Thermo Fisher 公司); Milli-Q Advantage A10 超纯水机(法国 Merck Millipore 公司); KQ3200 超声波清洗器(昆山市超声波仪器有限公司); K600 多功能食品粉碎机(德国 BRAUN 公司); PL602-L 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司); HC-3518 高速离心机(科大创新股份有限公司)。

2.2 试剂与耗材

甲醇(色谱纯, 美国 Thermo Fisher 公司); 四丁基溴化铵(tetrabutylammonium bromide, TBA, 分析纯, 天津市津科精细化工研究所); 氨水(浓度 25.0%~28.0%, 宜兴市辉煌化学试剂厂); 超纯水(实验室自制); 11 种荧光增白剂标准品: 荧光增白剂 5bm(FWA5bm)、荧光增白剂 VBL(C.I. 85)、荧光增白剂 BA(C.I. 113)、荧光增白剂 CXT(C.I. 71)、荧光增白剂 90(C.I. 90)、荧光增白剂 24(C.I. 24)、荧光增白剂 SH(C.I. 210)、荧光增白剂 BBU(C.I. 220)、荧光增白剂 BSU(C.I. 264)、荧光增白剂 MST(C.I. 357)、荧光增白剂 MST-H(C.I. 353)(质量浓度均为 200 $\mu\text{g/mL} \pm 2\%$, 溶剂为 40 % 乙醇水, 均购自福州勤鹏生物科技有限公司); Waters Symmetry C₁₈ 色谱柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm , 美国 Waters 公司)。

10 种 0.45 μm 微孔滤膜: 聚四氟乙烯(polytetrafluoroethylene, PTFE)、亲水聚四氟乙烯(PTFE hydrophilic)、混合纤维素(mixed cellulose membran, MCM)、增强型纤维素(Reg.Cellulose)、聚偏氟乙烯(polyvinylidene fluoride, PVDF)、亲水聚偏氟乙烯(polyvinylidene fluoride PVDF hydrophilic)、尼龙(nylon)、聚醚砜(polyethersulfone, PES)、聚丙烯(polypropylene, PP)、玻璃纤维(glass fibre), 规格均为 $\varnothing 13 \text{ mm} \times 0.45 \mu\text{m}$ (直径 $\times$ 孔径); 4 种 0.22 μm 微孔滤膜: 亲水聚四氟乙烯(PTFE hydrophilic)、亲水聚偏氟乙烯(PVDF hydrophilic)、聚丙烯(PP)、玻璃纤维(glass fibre), 规格均为 $\varnothing 13 \text{ mm} \times 0.22 \mu\text{m}$ (直径 $\times$ 孔径), 以上滤膜均购自天津博纳艾杰尔科技有限公司。

2.3 实验方法

2.3.1 标准溶液配制

吸取适量各标准品溶液(浓度均为 200 $\mu\text{g/mL}$), 用提取液稀释成浓度为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作液, 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光储存备用。吸取上述适量混合标准工作液, 用初始流动相逐级稀释成浓度为 0.005、0.010、0.020、0.050、0.100 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作溶液。

2.3.2 样品处理

准确称取 1 g 大米样品(精确至 0.01 g)置于 15 mL 塑料离心管中, 用甲醇-水-氨水(60:39:1, V:V)提取, 定容至 10 mL, 涡旋振荡 30 s, 超声 5 min 后, 静置 2 min, 取 0.5 mL 上层清液和 0.5 mL 初始流动相混匀, 经 0.45 μm 微孔滤膜(PTFE hydrophilic、PVDF hydrophilic、PP、glass fibre, 4 种微孔滤膜任选一种)过滤后进液相色谱仪分析。整个实验操作过程在避光条件下进行。

2.3.3 色谱条件

色谱柱: Waters Symmetry C₁₈ 色谱柱(250 mm $\times$ 4.6 mm,

5 μm); 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$; 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 20 μL ; 流动相: A 为甲醇, B 为四丁基溴化铵溶液(25 mmol/L), 流动相梯度洗脱程序见表 1; 荧光检测器: 激发波长 350 nm、发射波长 430 nm。

表 1 液相色谱梯度洗脱程序

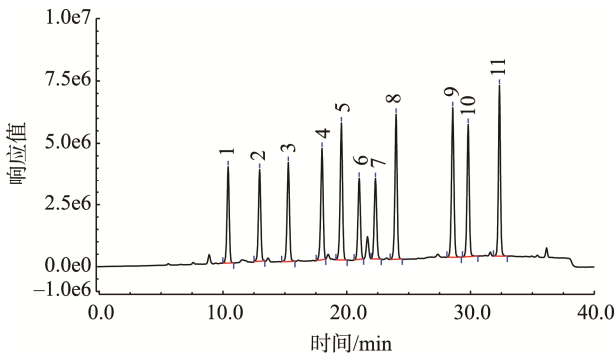
Table 1 Gradient elution procedure of liquid chromatography

时间/min	A/%	B/%
0.0	55	45
25.0	70	30
35.0	80	20
35.1	55	45
40.0	55	45

3 结果与分析

3.1 色谱柱的选择

双三嗪氨基二苯乙烯荧光增白剂的结构式中大多具有氨基或氨基基团, 容易解离, 也易与 C_{18} 色谱柱的游离硅羟基发生结合, 从而造成保留增强而使峰形变差。而 Waters Symmetry C_{18} 柱和 Thermo Synchronis C_{18} 柱都是高纯硅胶反相色谱柱, 键合度高, 端基封尾, 最大程度地减少残留硅醇基。因此选择 Waters Symmetry C_{18} 柱和 Thermo Synchronis C_{18} 柱进行比较。经过比较发现, Waters Symmetry C_{18} 柱可以完全分离 11 种荧光增白剂, 且峰形好。Thermo Synchronis C_{18} 柱在调整各种色谱条件下仍无法较好分离 C.I 113 和 C.I 357。因此本研究采用 Waters Symmetry C_{18} 柱。标准品色谱图见图 1。



注: 1、C.I 220; 2、C.I 24; 3、C.I 210; 4、C.I 264; 5、C.I 353; 6、C.I 85; 7、C.I 113; 8、C.I 357; 9、FWA 5bm; 10、C.I 90; 11、C.I 71。

图 1 11 种荧光增白剂标准溶液的色谱图(0.020 $\mu\text{g/mL}$)

Fig.1 Chromatogram of 11 kinds of fluorescent whitening agents standard solution(0.020 $\mu\text{g/mL}$)

3.2 峰型优化

在实验操作过程中发现, 直接用提取液提取样品, 微

孔滤膜过滤后上机测定, 对于出峰靠前的组分的峰型影响较大, C.I 220 和 C.I 24 会出现分叉峰。为改善峰形, 本实验在样品处理过程中, 取 0.5 mL 上层清液和 0.5 mL 初始流动相混匀, 微孔滤膜过滤后上机测定, 11 种荧光增白剂的峰形良好(图 1)。

3.3 11 种荧光增白剂的光稳定性实验

配制 0.020 $\mu\text{g/mL}$ 11 种荧光增白剂混合标准工作液, 分装在透明进样瓶中, 分别在 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 h 后进行测定, 如图 2 结果显示, 11 种荧光增白剂光稳定性均比较差, 在自然光照下仅 0.5 h 后, 11 种荧光增白剂相对残留量在 15.0%~28.5%之间, 之后趋于稳定, 监测到 4 h 后基本无明显变化。同时, 跟踪监测 0.020 $\mu\text{g/mL}$ 11 种荧光增白剂在避光条件下稳定性发现, 在室温条件下, 11 种荧光增白剂测定值在一周内无明显变化; 在 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光条件下, 11 种荧光增白剂测定值在一个月均无明显变化。因此, 标准物质配制和样品处理的全过程应在避光处进行, 实验中须使用棕色容器。

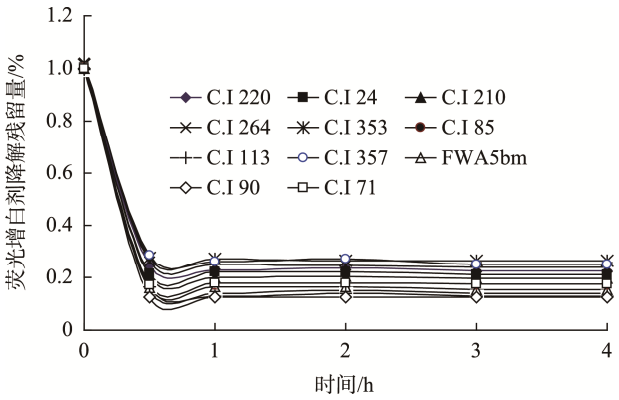


图 2 11 种荧光增白剂光稳定性实验

Fig.2 Light stability experiment of 11 kinds of fluorescent whitening agents

3.4 微孔滤膜的选择

在实验操作过程中发现, 不同材质的微孔滤膜对 11 种荧光增白剂的回收率有很大影响。微孔滤膜对荧光增白剂有吸附作用, 并不是所有材质的微孔滤膜都适用。查阅相关检测标准和研究文献, 都没有详细研究微孔滤膜对荧光增白剂检测结果的影响。仅韩晓欧等^[18]在用高效液相法测纸质食品接触材料中 11 种荧光增白剂的过程中提到微孔滤膜对荧光增白剂有吸附作用, 因而改用离心后直接进样测定。考虑到大米样品离心后仍处于浑浊状态, 所以优先选择的方法还是经微孔滤膜过滤后再上机测定。为了筛选出适用的微孔滤膜, 排除其他因素对回收率的影响, 直接用标准溶液进行比较。将质量浓度为 0.020 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准溶液分别经 10 种不同材质的 0.45 μm 微孔滤膜过滤后上机测定, 11 种荧光增白剂的回收率见表 2。

经过上述回收率比较,发现 PTFE hydrophilic、PVDF hydrophilic、PP、glass fibre(4 种微孔滤膜规格均为 Ø13 mm×0.45 µm)微孔滤膜对 11 种荧光增白剂的回收率基本无影响,其他 6 种材质的微孔滤膜对回收率影响较大,部分荧光增白剂能被微孔滤膜完全吸附。

为进一步研究微孔滤膜的孔径大小对 11 种荧光增白剂回收率的影响,将上述筛选出适用的 4 种微孔滤膜(PTFE hydrophilic、PVDF hydrophilic、PP、glass fibre)的规格更改为 Ø13 mm×0.22 µm,用同样的方法上机测定,实验结果表明,相同材质而孔径不同的上述 4 种微孔滤膜的回收率无明显差异。综上所述,微孔滤膜的材质对 11 种荧光增白剂的回收率有很大影响,选择合适的微孔滤膜对保证荧光增白

剂检测结果的准确性至关重要。

3.5 标准曲线与检出限

在优化条件下,取混合标准工作液用流动相配制浓度为 0.005、0.010、0.020、0.050、0.100 µg/mL 的混合标准系列溶液,以各组分的标准工作液的浓度为横坐标,以色谱峰的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,得到各组分的线性回归方程和相关系数(r^2)。如表 3 所示,11 种荧光增白剂的线性相关系数均大于 0.999,各组分在 0.005~0.100 µg/mL 的浓度范围内均具有良好的线性关系。在已知的空白大米样品中添加适量浓度的混合标准溶液,按照 2.3.2 样品处理方法处理后经色谱检测,以 3 倍信噪比(S/N)计算方法检出限(limits of quantification, LOD),结果见表 3。

表 2 10 种微孔滤膜回收率(%)
Table 2 Recoveries of 10 kinds of microporous membranes(%)

微孔滤膜	11 种荧光增白剂										
	C.I 220	C.I 24	C.I 210	C.I 264	C.I 353	C.I 85	C.I 113	C.I 357	FWA5bm	C.I 90	C.I 71
PTFE	50.5	44.0	41.0	20.5	19.0	69.5	66.5	17.5	53.5	62.0	51.0
PTFE Hydrophilic	99.5	102.5	99.0	98.0	99.0	98.5	99.0	99.0	98.5	101.0	99.5
MCM	46.5	21.5	0.0	0.0	0.0	61.0	50.5	0.0	11.0	28.0	0.0
Reg.Cellulose	49.5	25.0	0.0	0.0	0.0	61.5	53.5	0.0	13.5	26.5	0.0
PVDF Hydrophilic	100.0	102.5	98.5	97.0	99.5	98.0	99.0	99.0	98.0	100.0	99.5
PVDF	40.5	34.0	31.0	15.0	14.0	63.0	59.0	13.0	44.5	54.0	42.0
Nylon	38.0	34.0	0.0	76.5	70.5	0.0	0.0	66.5	0.0	0.0	0.0
PES	99.5	101.5	98.5	96.0	99.0	89.5	88.5	96.5	75.5	84.5	62.5
PP	99.5	102.5	99.0	98.0	99.5	99.0	98.5	99.5	99.0	101.5	98.5
Glass Fibre	100.0	102.5	99.5	98.0	98.0	99.5	99.0	99.0	99.5	101.0	99.5

表 3 11 种荧光增白剂的曲线方程、相关系数和检出限
Table 3 Standard curves, linear correlations and limits of detection of 11 kinds of fluorescent whitening agents

荧光增白剂名称	线性范围/(µg/mL)	线性回归方程	相关系数/ r^2	LOD/(mg/kg)
C.I 220	0.005~0.100	$Y=41503050.5070 X -4177.8654$	0.9999	0.002
C.I 24	0.005~0.100	$Y=41937580.6470 X -4181.5846$	0.9999	0.003
C.I 210	0.005~0.100	$Y=45593879.8532 X -1410.9749$	0.9999	0.003
C.I 264	0.005~0.100	$Y=49880133.6162 X -3185.6861$	0.9999	0.003
C.I 353	0.005~0.100	$Y=63836701.0785 X -11065.5802$	0.9999	0.002
C.I 85	0.005~0.100	$Y=41043750.6197 X -17501.0314$	0.9999	0.009
C.I 113	0.005~0.100	$Y=39470345.7742 X -3029.2911$	0.9999	0.009
C.I 357	0.005~0.100	$Y=63640686.0395 X -16335.9716$	0.9999	0.007
FWA 5bm	0.005~0.100	$Y=69713652.3784 X -1304.6103$	0.9999	0.006
C.I 90	0.005~0.100	$Y=56651370.9595 X -1286.9452$	0.9999	0.004
C.I 71	0.005~0.100	$Y=65957963.8805 X +2748.8741$	0.9999	0.004

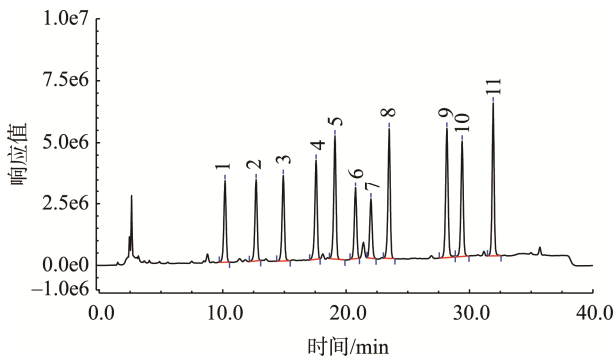
3.6 回收率和精密度

称取空白大米样品若干份, 分别添加 0.1、0.4、2.0 mg/kg 3 个不同水平的混合标准溶液, 按照 2.3.2 样品前处理方法进行前处理, 在优化好的色谱条件下进行测定, 每个添加水平平行测定 6 次, 计算回收率和精密度, 11 种荧光增白剂加标 0.4 mg/kg 的色谱图见图 3。11 种荧光增白

剂的测定结果如表 4 所示, 平均回收率为 72.0%~92.0%, 相对标准偏差 (relative standard deviation, RSD) 为 0.6%~6.8%, 表明本研究建立的方法具有良好的准确度和精密度, 可以满足实验室日常检测需求。此外个别方法回收率偏低, 可能是个别荧光增白剂对光敏感性太强, 因此检测过程中需要采用更加严格避光措施。

表 4 11 种荧光增白剂的平均回收率和精密度(n=6)
Table 4 Average recoveries and precisions of 11 kinds of fluorescent whitening agents(n=6)

荧光增白剂名称	添加浓度 0.1 mg/kg		添加浓度 0.4 mg/kg		添加浓度 2.0 mg/kg	
	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%	平均回收率/%	RSD/%
C.I 220	82.0	4.0	85.5	1.7	90.3	2.5
C.I 24	82.0	1.6	84.0	2.8	86.5	0.9
C.I 210	80.0	5.0	84.0	1.8	86.8	0.8
C.I 264	84.0	3.5	88.0	1.6	92.0	1.5
C.I 353	84.0	1.5	86.0	2.7	89.3	3.6
C.I 85	76.0	5.5	82.5	2.0	84.6	0.9
C.I 113	72.0	6.8	82.0	3.9	83.9	2.9
C.I 357	84.0	3.2	85.0	1.8	90.0	0.6
FWA 5bm	74.0	5.1	81.5	2.0	83.2	0.9
C.I 90	84.0	3.2	86.0	1.7	89.0	0.7
C.I 71	72.5	2.1	80.0	2.4	82.9	1.0



注: 1、C.I 220; 2、C.I 24; 3、C.I 210; 4、C.I 264; 5、C.I 353; 6、C.I 85; 7、C.I 113; 8、C.I 357; 9、FWA 5bm; 10、C.I 90; 11、C.I 71。

图 3 11 种荧光增白剂加标样品的高效液相色谱图(加标浓度 0.4 mg/kg)

Fig 3 Chromatogram of 11 kinds of fluorescent whitening agents recovery rate experiment(Standard concentration was 0.4 mg/kg)

3.7 实际样品测定

从农贸市场、超市采购 10 种不同品牌的大米, 在优化条件下进行样品处理和上机测定。结果显示 10 批次的大米均未检出 11 种荧光增白剂。但由于大米品种繁多, 二苯乙烯类荧光增白剂在日常生活中应用广泛, 大米的包装材料也会有荧光增白剂迁移的可能, 而大米是我国主要的粮

食作物之一, 因此建立同时测定大米中 11 种荧光增白剂的检测方法有一定意义。

4 结 论

本研究优化改进了高效液相色谱-荧光检测法同时测定大米中 11 种荧光增白剂的分析方法, 该方法可以将所研究的 11 种荧光增白剂完全分离, 各组分的加标回收率为 72.0%~92.0%, 精密度为 0.6%~6.8%。与检测标准 BJS 201903《食品中二苯乙烯类阴离子型荧光增白剂的测定》^[19]相比, 本研究重点研究了微孔滤膜对 11 种荧光增白剂的影响, 筛选出适合的微孔滤膜, 为其他研究者检测食品中荧光增白剂提供参考。该方法处理简单, 灵敏度高, 重现性好, 适合大米样品的大批量检测, 能够满足实验室日常检测的需求。

参考文献

[1] 朱晓玲, 刘杰, 文红, 等. 荧光增白剂检测技术研究进展[J]. 食品工业科技, 2014, 35(10): 366-371.
Zhu XL, Liu J, Wen H, et al. Research progress in determination method of fluorescent whitening agents [J]. Sci Technol Food Ind, 2014, 35(10): 366-371.
[2] 叶流颖, 徐保明, 李珠叶, 等. 三嗪氨基二苯乙烯类荧光增白剂的研究

- 进展[J]. 染整技术, 2019, 41(5): 28–32.
- Ye LY, XU BM, Li ZY, *et al.* Research progress of triazine-stilbene fluorescent brighteners [J]. Text Dye Finish J, 2019, 41(5): 28–32.
- [3] Chen RY, Qu JG, Yang D, *et al.* Light and perspiration stability of triazinylstilbene fluorescent brighteners on cotton fabrics [J]. Text Res J, 2014, 84(7): 772–782.
- [4] 宋卿, 杨婷, 飞志欣, 等. 昆明市售卫生纸中 11 种荧光增白剂监测结果分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(22): 7586–7590.
- Song Q, Yang T, Fei ZX, *et al.* Analysis of monitoring results of 11 fluorescent whitening agents in toilet tissue sold in Kunming [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(22): 7586–7590.
- [5] 缪文彬, 蒋伟, 陈相. 荧光增白剂致中国仓鼠卵巢细胞微核形成与基因突变研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(1): 188–192.
- Miao WB, Jiang W, Chen X. Effect of fluorescent brightener on micronucleus and gene mutation of Chinese hamster ovary cells [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(1): 188–192.
- [6] 陈秀雯, 董洁, 凌晨咖, 等. 上海市闵行区零售食品接触用纸中 11 种荧光增白剂的检测与调研[J]. 检验检疫学刊, 2019, 29(1): 9–10.
- Chen XW, Dong J, Ling CK, *et al.* Testing and investigation of 11 fluorescent whitening agents in food contact paper in Minhang district of Shanghai city [J]. J Insp Quar, 2019, 29(1): 9–10.
- [7] 胡佳薇, 王彩霞, 田丽, 等. 陕西省纸质食品包装材料中荧光增白剂的使用情况调查[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(14): 2106–2108, 2111.
- Hu JW, Wang CX, Tian L, *et al.* Investigation on usage of fluorescent whitening agents in food – contact paper in Shaanxi province [J]. Chin J Health Lab Technol, 2016, 26(14): 2106–2108, 2111.
- [8] 陈华峰, 林宏琳. 市售纸质食品包装材料中荧光增白剂分布调查[J]. 现代预防医学, 2017, 44(11): 1950–1954.
- Chen HF, Lin HL. Distribution of fluorescent whitening agent in commercial food packaging paper [J]. Mod Prev Med, 2017, 44(11): 1950–1954.
- [9] Alberto L, Tsochatzis, Emons, *et al.* Development and validation of an HPLC method with fluorescence detection for the determination of fluorescent whitening agents migrating from plastic beverage cups [Z]. 2018.
- [10] 张建莹, 肖锋, 叶刚, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测食用菌中荧光增白剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(9): 2682–2688.
- Zhang JY, Xiao F, Ye G, *et al.* Determination of Fluorescent whitening agents in edible mushrooms by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(9): 2682–2688.
- [11] 张宪臣, 李蓉, 周艳萍, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定食用菌中 7 种荧光增白剂[J]. 分析化学, 2017, 45(5): 777–783.
- Zhang XC, Li R, Zhou YP, *et al.* Simultaneous determination of seven kinds of fluorescent white agents in mushroom by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2017, 45(5): 777–783.
- [12] 黄建勤, 肖剑. 荧光增白剂在食品及餐饮行业中的应用及检测方法综述[J]. 食品工业, 2012, 33(7): 147–149.
- Huang JQ, Xiao J. Application and detection method of fluorescent brightening agent in food and catering industry [J]. Food Ind, 2012, 33(7): 147–149.
- [13] Xia L, Chen XM, Xiao XH, *et al.* Magnetic-covalent organic polymer solid-phase extraction coupled with high performance liquid chromatography for the sensitive determination of fluorescent whitening agents in cosmetics [J]. J Separat Sci, 2018, 41(19): 3733–3741.
- [14] Liao HY. Simultaneous determination of four fluorescent whitening agents (including trans and cis isomers) in facial mask by dispersive solid-phase extraction combined with ultra high performance liquid chromatography and diode array detection [J]. J Separat Sci, 2016, 39(19): 3683–3689.
- [15] 李蓉, 何春梅, 薄艳娜, 等. 高效液相色谱-三重四级杆质谱法测定面粉中 7 种荧光增白剂[J]. 色谱, 2017, 35(2): 162–168.
- Li R, He CM, Bo YN, *et al.* Determination of seven fluorescent whitening agents in flour by high performance liquid chromatography-triple quadruple mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2017, 35(2): 162–168.
- [16] 吴钟玲, 陈树东, 林晓佳, 等. 高效液相色谱法测定食品接触聚苯乙烯制品中 9 种荧光增白剂[J]. 现代食品科技, 2013, 29(11): 2757–2761.
- Wu ZL, Chen SD, Lin XJ, *et al.* Determination of nine fluorescent whitening agents in food contact polystyrene materials by high performance liquid chromatography [J]. Mod Food Sci Technol, 2013, 29(11): 2757–2761.
- [17] 何海彤, 黄楚雯, 伍志航. 高效液相色谱法检测大米中 11 种荧光增白剂[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(23): 153–158.
- He HT, Huang CW, Wu ZH. Determination of 11 kinds of fluorescent whitening agent in rice by high performance liquid chromatography [J]. Food Res Dev, 2018, 39(23): 153–158.
- [18] 韩晓欧, 李延升, 陈曦, 等. 高效液相法同时测定纸质食品接触材料中 11 种荧光增白剂[J]. 化学分析计量, 2017, 26(4): 36–40.
- Han XO, Li YS, Chen X, *et al.* Determination of 11 kinds of fluorescent whitening agents in paper food contact materials by high performance liquid chromatography [J]. Chem Anal Meter, 2017, 26(4): 37–40.
- [19] BJS 201903 食品中二苯乙烯类阴离子型荧光增白剂的测定[S]. BJS 201903 Determination of anionic fluorescent brighteners in food [S].

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



朱 吕, 助理工程师, 主要研究方向为食品、农产品仪器分析检测。
E-mail: 840825114@qq.com



张孝艳, 工程师, 主要研究方向为食品、农产品质量安全检测。
E-mail: 1948178203@qq.com