

ICS 71. 100. 01; 87. 060. 10
G 56; G 57
备案号：65234～65237—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5484～5487—2018

荧光增白剂 OB-3、2-甲氧基-5-甲基苯胺- 4-羟乙基砜硫酸酯、2-氯基-4-硝基-6-溴 苯胺和 3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5484—2018 荧光增白剂 OB-3	(1)
HG/T 5485—2018 2-甲氧基-5-甲基苯胺-4-羟乙基砜硫酸酯	(13)
HG/T 5486—2018 2-氯基-4-硝基-6-溴苯胺	(25)
HG/T 5487—2018 3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑	(35)

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 57

备案号：65234—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5484—2018

荧光增白剂 OB-3

Fluorescent whitening agent OB-3

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会（SAC/TC 134）归口。

本标准起草单位：浙江传化华洋化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：吕双、宋艳茹、周帅天、诸叶青。

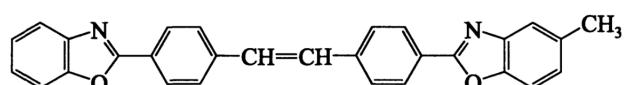
荧光增白剂 OB-3

1 范围

本标准规定了荧光增白剂 OB-3 产品的要求、采样、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于荧光增白剂 OB-3 的产品质量控制。

结构式：



分子式：C₂₉H₂₀N₂O₂

相对分子质量：428.48（按 2015 年国际相对原子质量）

CAS RN：5242-49-9

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 2386—2014 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法（mod ISO 3696:1987）

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 21876—2015 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

有效成分 effective ingredient

有效成分指荧光增白剂 OB-1、荧光增白剂 OB-2、荧光增白剂 OB-3 三种同系物结构的荧光增白剂总称。

本标准中涉及的有效成分相关物质的名称、CAS RN、结构式参见附录 A。

4 要求

荧光增白剂 OB-3 的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 荧光增白剂 OB-3 的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法 章条号
		一等品	合格品	
1	外观	黄色或黄绿色均匀粉末		6.3
2	紫外吸收	≥1 965	≥1 900	6.4
3	有效成分/%	≥98.00		6.5
4	荧光增白剂 OB-3 纯度/%	≥95.00	≥90.00	6.5
5	挥发分质量分数/%	≤0.50	≤1.00	6.6
6	灰分质量分数/%	≤0.50	≤0.50	6.7

5 采样

以批为单位采样，一次拼混均匀的产品为一批。每批采样件数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规定。所采样产品的包装应完好，采样时不应使外界杂质落入产品中。用探管从上、中、下三部分采样，所采样品总量不应少于 100 g。将采取的样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、密封良好的避光容器中，其上粘贴标签，注明产品名称、批号、生产厂名称、取样日期、取样地点。一个供检验，另一个保存备查。

6 试验方法

6.1 警告

使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

6.2 一般规定

除非另有规定，仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

6.3 外观的测定

在自然北昼光下采用目视评定。

6.4 紫外吸收的测定

6.4.1 仪器和设备

6.4.1.1 紫外可见分光光度计。

6.4.1.2 分析天平：感量±0.1 mg。

6.4.1.3 容量瓶：棕色，容量 250 mL、100 mL。

6.4.1.4 单标线移液管：5 mL。

6.4.1.5 石英比色皿：光程长 10 mm。

6.4.2 试剂和材料

N,N-二甲基甲酰胺 (DMF)。

6.4.3 测定步骤

称取 0.015 g~0.02 g 试样（精确至 0.0001 g），置于烧杯中，用 DMF 加热溶解。冷却，转移至 250 mL 棕色容量瓶中，用 DMF 稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取 5.00 mL 该溶液，置于 100 mL 棕色容量瓶中，用 DMF 稀释至刻度，摇匀。在 25 °C ± 5 °C 下，立即用 10 mm 石英比色皿，以 DMF 为参比溶液，于波长 300 nm~400 nm 处进行扫描检测，记录最大吸收波长 λ_{max} 和该波长下的吸光度值 A。

注 1：在测定过程中，从称样、溶解、稀释至测定吸光度必须连续操作，不应放置时间过长，以避免试样受光照而影响测定结果。

注 2：在称样、配制、测定时，房间应适当避光，避免阳光照射。

6.4.4 结果计算

荧光增白剂 OB-3 的紫外吸收以 $E_{1\text{cm}}^{10\text{ g/L}}$ 表示, $E_{1\text{cm}}^{10\text{ g/L}}$ 为换算成浓度为 10 g/L、用 10 mm 比色皿测得的吸光度值, 按公式 (1) 计算:

$$E_{1 \text{ cm}}^{10 \text{ g/L}} = \frac{A}{m} \times 50 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

A——测定溶液的吸光度值；

m—试样的质量的数值，单位为克(g)。

两次平行测定结果之差应不大于两次测定结果算术平均值的 2 %，取其算术平均值作为测定结果。

6.5 有效成分和荧光增白剂 OB-3 纯度的测定

6.5.1 测定原理

采用高效反相液相色谱法分离荧光增白剂 OB-1、荧光增白剂 OB-2、荧光增白剂 OB-3 及各有机杂质组分，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法计算有效成分和荧光增白剂 OB-3 纯度。

6.5.2 仪器设备

6.5.2.1 高效液相色谱仪：带紫外检测器。

6.5.2.2 色谱柱: 250 mm×4.6 mm 的不锈钢柱, 固定相为 C₁₈, 粒径 5 μm。

6.5.2.3 色谱工作站或积分仪。

6.5.2.4 微量注射器或自动进样器。

6. 5. 2. 5 天平：感量 ± 0.1 mg。

6.5.2.6 容量瓶：棕色，10 mL

6.5.2.7 微孔过滤膜 (水相): 孔

6.5.2.8 针式过滤器：孔径为 $0.45 \mu\text{m}$ 。

6.5.2.9 超声波发生器。

6.5.3 试剂和溶液

6.5.3.1 甲醇：色谱纯。

6.5.3.2 三氯甲烷。

6.5.3.3 水：经微孔过滤膜（水相）过滤。

6.5.4 色谱分析条件

6.5.4.1 流动相：甲醇与水的体积比=95:5。

6.5.4.2 流量：1.0 mL/min。

6.5.4.3 检测波长：365 nm。

6.5.4.4 进样量：10 μL。

6.5.4.5 柱温：30 °C。

6.5.5 试样溶液的制备

称取约0.01 g试样（精确至0.0001 g）于10 mL棕色容量瓶中，加入三氯甲烷溶解并定容，置于超声波发生器充分溶解，取出摇匀，冷却至室温，避光备用。进样前用针式过滤器过滤。

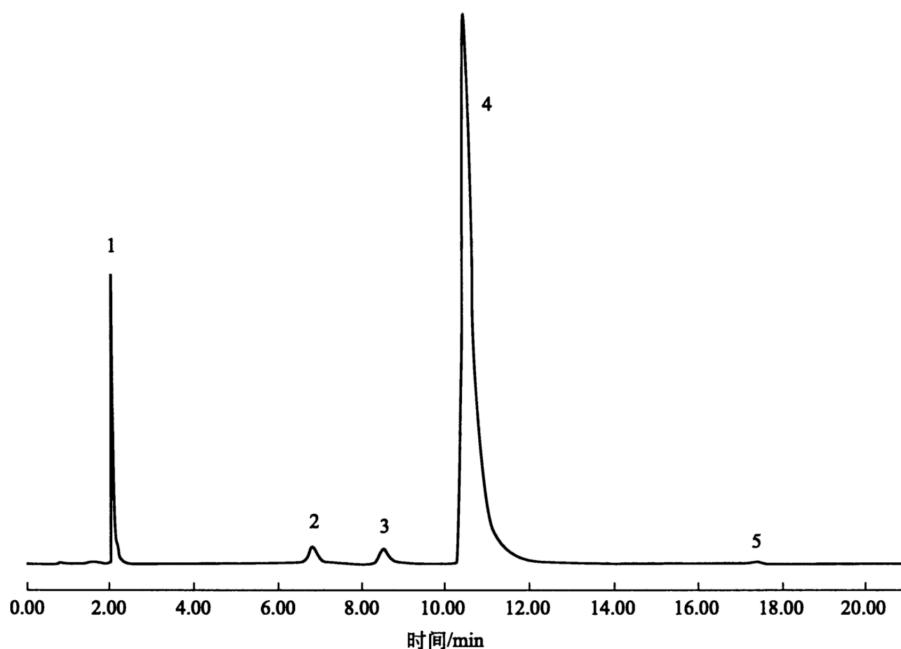
6.5.6 测定

可根据不同仪器设备选择最佳分析条件，流动相摇匀后应用超声波发生器进行脱气。开启色谱仪。待仪器运行稳定后，用进样器吸取试样溶液进样。待组分流出完毕，用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

注：在进行测定时，应适当避光，避免阳光照射测试样品。测定必须连续操作，不应放置时间过长，以避免样品溶液受光照而影响测定结果。

6.5.7 色谱示意图

色谱示意图如图1所示。



说明：

- 1——溶剂；
- 2——荧光增白剂 OB-1；
- 3——荧光增白剂 OB-2；
- 4——荧光增白剂 OB-3；
- 5——未知物。

图 1 荧光增白剂 OB-3 液相色谱示意图

6.5.8 结果计算

6.5.8.1 荧光增白剂 OB-3 纯度、荧光增白剂 OB-1 含量、荧光增白剂 OB-2 含量以 w_i 计，按公式(2)计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \% \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：

A_i ——试样溶液中荧光增白剂 OB-3、荧光增白剂 OB-1、荧光增白剂 OB-2 的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样溶液中荧光增白剂 OB-3 及各有机杂质的峰面积之和。

计算结果表示到小数点后 2 位。

6.5.8.2 有效成分以 w_4 计，按公式(3)计算：

$$w_4 = w_1 + w_2 + w_3 \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

w_1 ——试样中荧光增白剂 OB-3 纯度；

w_2 ——试样中荧光增白剂 OB-1 含量；

w_3 ——试样中荧光增白剂 OB-2 含量。

计算结果表示到小数点后 2 位。

6.5.9 允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.50 %，取其算术平均值作为测定结果。

6.6 挥发分的测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.2 烘干法的规定进行，烘干温度 105 ℃±2 ℃。

6.7 灰分的测定

按 GB/T 21876—2015 的有关规定进行，灼烧温度 650 ℃±25℃。

7 检验规则

7.1 检验分类

本标准第 4 章所列的检验项目均为出厂检验项目。

7.2 出厂检验

荧光增白剂 OB-3 应由生产厂的质量检验部门检验合格，附合格证明后方可出厂。生产厂应保证所有出厂的荧光增白剂 OB-3 产品均符合本标准的要求。

7.3 复检

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装中取样进行检验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品判定为不合格。

8 标志、标签、包装、运输、贮存

8.1 标志

荧光增白剂 OB-3 的每个包装容器上都应涂印耐久、清晰的标志。

标志内容至少应有：

- a) 产品名称、规格；
- b) 生产厂名称、地址；
- c) 生产日期；
- d) 净含量。

8.2 标签

荧光增白剂 OB-3 产品应有标签，标签上应注明产品生产日期、合格证明、执行标准编号、批号。

8.3 包装

荧光增白剂 OB-3 包装于内衬塑料袋的避光包装容器内，并加密封，每包装单位净含量 25 kg±0.2 kg、10 kg±0.1 kg，其他包装可与用户协商确定。

8.4 运输

荧光增白剂 OB-3 运输中应轻装和轻放，切勿曝晒和倒置，防止雨淋和碰撞。

8.5 贮存

荧光增白剂 OB-3 产品应密封贮存在阴凉、干燥、通风的仓库内，贮存期为 2 年。

附录 A
(资料性附录)
有效成分

有效成分包括的相关物质的名称、CAS RN、结构式见表 A. 1。

表 A. 1 有效成分包括的相关物质的名称、CAS RN、结构式

系列名称	CAS RN	结构式
荧光增白剂 OB-1	1533-45-5	
荧光增白剂 OB-2	2397-00-4	
荧光增白剂 OB-3	5242-49-9	

中华人民共和国
化工行业标准

荧光增白剂 OB-3、2-甲氧基-5-甲基苯胺-
4-羟乙基砜硫酸酯、2-氯基-4-硝基-6-溴苯胺
和 3-氨基-5-硝基-2,1-苯并异噻唑

(2018)

HG/T 5484~5487—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3 1/4 字数 66.2 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 2616

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：50.00 元

版权所有 违者必究