

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 57

备案号：63686—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3971—2018

代替 HG/T 3971—2007

C. I. 荧光增白剂 357(荧光增白剂 HST)

C. I. Fluorescent whitening agent 357 (Fluorescent whitening agent HST)

2018-04-30 发布

2018-09-01 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《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3971—2007《荧光增白剂 HST（C.I. 荧光增白剂 357）》。本标准与 HG/T 3971—2007 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 将标准名称修改为《C.I. 荧光增白剂 357（荧光增白剂 HST）》（见标准名称，2007 年版的标准名称）；
- 删除了产品应用内容（见 2007 年版的 1）；
- 将原标准要求修改为粉状产品要求，并增加了 4-氨基偶氮苯的控制项目和测定方法（见 3、5.10）；
- 增加了液状产品规格和相关要求（见 3、4、5.2、5.3、5.7、5.8、5.9、5.10、5.11、6.1、7.2、7.4）；
- 修改了粉状产品外观的指标要求和评定方法（见 3、5.2，2007 年版的 3、5.2）。

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/TC134）归口。

本标准起草单位：浙江传化华洋化工有限公司、河北三川化工有限公司、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：马艳丽、王勇、彭艳丽、姬兰琴、赵凯、贾荣荣、甘宏宇。

本标准于 2007 年 7 月首次发布，本次为第一次修订。

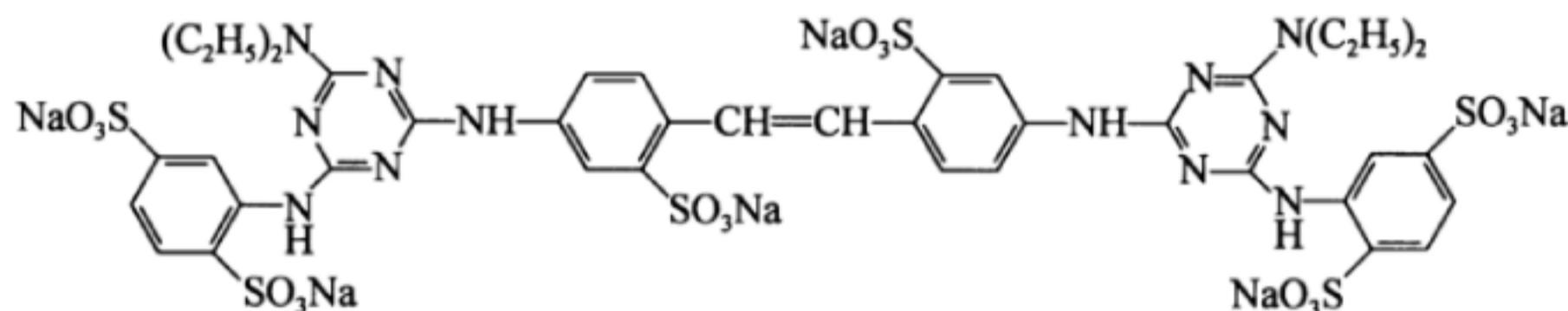
C. I. 荧光增白剂 357 (荧光增白剂 HST)

1 范围

本标准规定了 C. I. 荧光增白剂 357 (荧光增白剂 HST) 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。

本标准适用于产品的质量控制。

结构式：



分子式：C₄₀H₃₈N₁₂Na₆O₁₈S₆

相对分子质量：1305.12 (按 2013 年国际相对原子质量)

CAS RN：83512-97-4

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 2374—2017 染料 染色测定的一般条件规定

GB/T 2381—2014 染料及染料中间体 不溶物质含量的测定

GB/T 2386—2013 染料及染料中间体 水分的测定

GB/T 2390—2013 染料 pH 值的测定

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 19601 染料产品中 23 种有害芳香胺的限量及测定

GB 20814 染料产品中重金属元素的限量及测定

GB/T 23978—2009 液体染料 氯离子含量的测定 离子色谱法

GB/T 24101 染料产品中 4-氨基偶氮苯的限量及测定

3 要求

C. I. 荧光增白剂 357 的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 C. I. 荧光增白剂 357 的质量要求

序号	项 目	指 标		试验方法章 条号
		粉 状	液 状	
1	外观	淡黄色均匀粉末	透明的琥珀色液体	5. 2
2	紫外吸收	400±10	80±5	5. 3
3	增白强度(为标准品的)/分	100±3	—	5. 4
4	色光(与标准品)	近似~微	—	5. 4
5	水分的质量分数/%	≤5.0	—	5. 5
6	水不溶物的质量分数/%	≤0.2	—	5. 6
7	主物质纯度/%	—	≥85.0	5. 7
8	氯离子含量/%	—	≤1.0	5. 8
9	pH 值(25℃±2℃)	—	8.0~10.0	5. 9
10	有害芳香胺/(mg/kg)	符合 GB 19601 和 GB/T 24101 的标准要求	符合 GB 19601 和 GB/T 24101 的标准要求	5. 10
11	重金属元素/(mg/kg)	符合 GB 20814 的标准要求	符合 GB 20814 的标准要求	5. 11

4 采样

以批为单位采样，以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，所采粉状样品总量应不少于 200 g、液状样品总量应不少于 1 000 g，液状样品采样时采样管应符合 GB/T 6680—2003 的规定。将采得的样品充分混匀后，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、采样日期、地点。一个供检验，另一个保存备查。

5 试验方法

5.1 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 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。

在进行本标准的 5.3 和 5.4 的测定时，房间应适当避光，避免阳光照射测试样品。在测定过程中，从称样、溶解、稀释到测定必须连续操作，不应放置时间过长，以避免样品受光照而影响测定结果。

5.2 外观的评定

5.2.1 粉状样品外观的评定

在自然北昼光下目视评定。

5.2.2 液状样品外观的评定

把样品充分搅拌均匀，取 20 mL 样品，置于 25 mL 清洁、干燥的比色管中。在自然北昼光下目视评定。

5.3 紫外吸收的测定

5.3.1 仪器和设备

仪器和设备应符合 GB/T 2374—2017 中第 4 章的规定。

- a) 分光光度计：紫外可见分光光度计；
 - b) 分析天平：感量不大于 0.000 1 g；
 - c) 棕色容量瓶：100 mL, 500 mL, 1000 mL；
 - d) 移液管：5 mL, 10 mL；
 - e) 比色皿：1 cm 石英比色皿。

5.3.2 测定

称取约 0.5 g 液状 C. I. 荧光增白剂 357 试样或约 0.2 g 粉状 C. I. 荧光增白剂 357 试样（精确至 0.0001 g），置于烧杯中，用水溶解，转移至 500 mL 或 1 000 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。再用移液管吸取 5 mL 或 10 mL 该溶液，置于 100 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。立即用 1 cm 石英比色皿，以水作参比溶液，在 25 °C ± 5 °C 温度下，于最大吸收波长（348 nm～350 nm）处测定试样溶液的吸光度 A 值。

5.3.3 计算方法

紫外吸收用 $E_{1\text{cm}}^{10\text{ g/L}}$ 表示, $E_{1\text{cm}}^{10\text{ g/L}}$ 为换算成浓度为 10 g/L、1 cm 比色皿测得的吸光度值。按公式(1)计算:

式中，

A ——测试溶液浓度为 C 时的吸光度值；

C——测试溶液浓度的数值，单位为克每升 (g/L)；

m——样品的质量的数值，单位为克(g)；

n—样品溶液以升(L)计的总稀释倍数。

计算结果保留到整数位。

$E_{1\text{cm}}^{10\text{ g/L}}$ 的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。

5.4 增白强度和色光的测定

5.4.1 试剂和材料

定性快速滤纸。

5.4.2 仪器和设备

- a) 白度仪;
 - b) 小轧车。

5.4.3 测定步骤

5.4.3.1 纸样的准备

取大块滤纸，裁成 $5\text{ cm} \times 10\text{ cm}$ 的纸样，备用。

5.4.3.2 染浴的配制

准确称取标样和试样各 0.1 g (精确至 0.000 5 g)，分别置于烧杯中，用水溶解，转移至 100 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，即配成 1 g/L 染液，备用。

5. 4. 3. 3 染色操作

浸泡滤纸前将按本标准的 5.4.3.2 配制的溶液分别倒入烧杯，按编号顺序将事先准备好的滤纸放在烧杯中浸 10s 取出，用轧车轧干（轧液率 70%±5%），悬挂在阴凉、通风处晾干，干燥后测试自度。

5.4.3.4 色光的评定

按 GB/T 2374—2017 中第 7 章的有关规定进行。

5.4.3.5 增白强度的测定

增白强度 F (分), 按公式 (2) 计算:

$$F = \frac{W_2}{W_1} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

武中。

W_1 ——标样的白度：

W_2 —样品的白度。

F 的两次平行测定结果之差不大于 2, 取其算术平均值作为测定结果。

5.5 水分的测定

按 GB/T 2386—2013 中 3.2 烘干法的规定进行。

5.6 水不溶物含量的测定

按 GB/T 2381—2014 的规定进行。

5.7 主物质纯度的测定

5.7.1 仪器和设备

仪器和设备应符合以下要求：

- a) 液相色谱仪：输液泵——流量范围 $0.1 \text{ mL/min} \sim 5.0 \text{ mL/min}$ ，在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$ ；检测器——多波长紫外分光检测器或具有同等性能的紫外分光检测器；
 - b) 色谱柱：长为 150 mm 、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C_{18} ，粒径 $5 \mu\text{m}$ ；
 - c) 色谱工作站或积分仪；
 - d) 超声波发生器；
 - e) 微量注射器或自动进样器。

5.7.2 试剂和材料

试剂和材料应符合以下要求。

- a) 乙腈: 色谱纯;
 - b) 醋酸铵溶液: 1.54 g/L, 内含 0.6 g/L 四丁基溴化铵。

5.7.3 色谱分析条件

色谱分析条件如下：

- a) 流动相：乙腈和 1.54 g/L 醋酸铵，梯度洗脱程序为 0~20 min 乙腈由 25 % 到 95 %；
 - b) 流量：1.0 mL/min；
 - c) 检测波长：350 nm；
 - d) 进样量：2 μ L；
 - e) 柱温：30 °C。

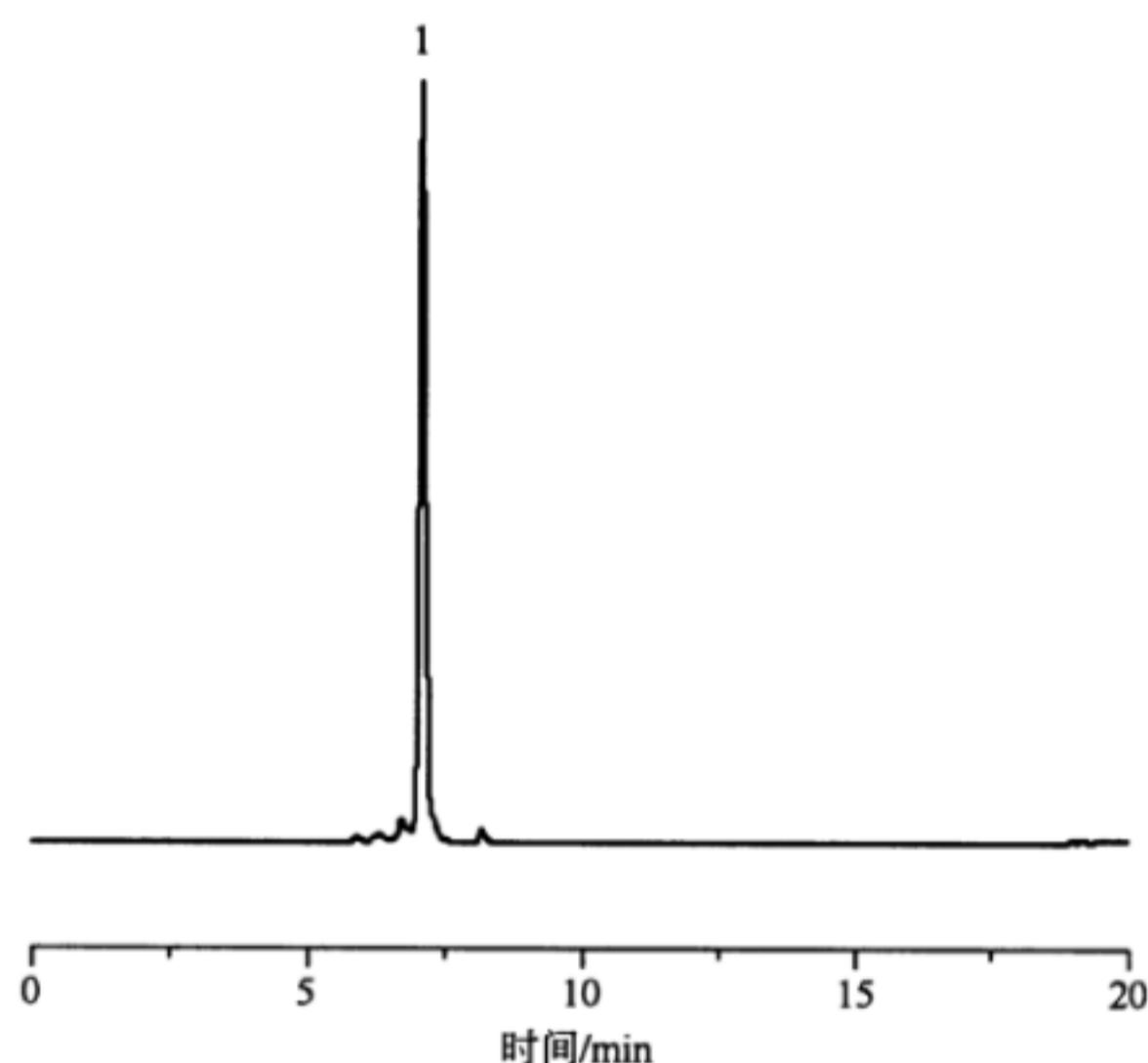
可根据仪器设备不同选择最佳分析条件，流动相应用超声波发生器进行脱气。

5.7.4 测定步骤

称取约 0.15 g C. I. 荧光增白剂 357 试样（精确至 0.0001 g）于 100 mL 棕色容量瓶中，加入水稀释并定容，置于超声波发生器充分溶解，取出摇匀，备用。待仪器运行稳定后，用进样器吸取 2 μ L 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。

5.7.5 色谱示意图

色谱示意图如图 1 所示。



说明：

1—C. I. 荧光增白剂 357。

图 1 C. I. 荧光增白剂 357 液相色谱示意图

5.7.6 计算方法

采用面积归一化法, C. I. 荧光增白剂 357 主物质纯度以 w_i 计, 按公式 (3) 计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \% \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

A_1 —试样溶液中 C. I. 荧光增白剂 357 及其他各有效成分的峰面积之和；

ΣA_i —试样溶液中 C. I. 荧光增白剂 357 及其各有机杂质的峰面积之和。

计算结果保留到小数点后 1 位。

5.7.7 允许差

C. I. 荧光增白剂 357 纯度含量两次平行测定结果之差应不大于 0.5 %，取其算术平均值作为测定结果。

5.8 氮离子含量的测定

5.8.1 离子色谱法（仲裁法）

移取 1 mL 试样称量（精确至 0.000 2 g），用水稀释 100 倍，定容为 100 mL，然后按 GB/T 23978—2009 中的规定进行。

5.8.2 滴定法

5.8.2.1 仪器及试剂

- a) 一般实验仪器设备；
 - b) 天平：感量不大于 0.000 1 g；
 - c) 滴定管：分度值为 0.1 mL；
 - d) 6.3 % (质量分数) 硝酸溶液：量取 73 mL 硝酸，用水稀释至 1 000 mL；
 - e) 二苯偶氮碳酰肼指示液 (5 g/L)：称取 0.5 g 二苯偶氮碳酰肼，溶于乙醇 (95 %)，用乙醇 (95 %) 稀释至 100 mL；
 - f) 硝酸汞标准溶液 (0.05 mol/L)：按 GB/T 601 中 4.22 的要求配制标定；
 - g) 乙醇 (95 %)；
 - h) 溴酚蓝指示液 (1.0 g/L)：称取 0.1 g 溴酚蓝，溶于乙醇 (95 %)，用乙醇 (95 %) 稀释至 100 mL。

5.8.2.2 分析步骤

称取约 3.0 g 荧光增白剂试样（精确至 0.000 5 g），置于 250 mL 锥形瓶中，用 100 mL 水充分溶解，再滴加 2 滴~3 滴溴酚蓝指示液，滴加 6.3 %（质量分数）硝酸溶液，至溶液由蓝变黄，再过量 2 滴~4 滴，再加入约 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，用 0.05 mol/L 硝酸汞标准溶液滴定，直至溶液由黄色变为紫红色即为终点，同时做空白试验。

5.8.2.3 结果计算

氯离子含量以质量分数 w 计，数值用%表示，按公式（4）计算：

$$w = \frac{c(V-V_0)M}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中：

c ——硝酸汞标准溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V——滴定所消耗的硝酸汞标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白滴定所消耗的硝酸汞标准溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m—被滴定试样的质量的数值，单位为克(g)；

M ——氯离子的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） $[M(Cl^-)=35.45]$ 。
计算结果保留到小数点后2位。

5.8.2.4 允许差

C.I. 荧光增白剂357氯离子含量两次平行测定结果之差应不大于0.5%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

5.9 pH值的测定

按GB/T 2390—2013的规定进行。

5.10 有害芳香胺的测定

按GB 19601和GB/T 24101的规定进行。

5.11 重金属元素的测定

按GB 20814的规定进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

本标准第3章所列的检验项目均为型式检验项目。其中本标准表1中1~9项为出厂检验项目，应逐批进行检验。

在正常连续生产情况下，每年至少进行一次型式检验。但如有下述情况需进行型式检验：

- a) 新产品最初定型时；
- b) 产品异地生产时；
- c) 生产配方、工艺及原材料有较大改变时；
- d) 停产3个月后又恢复生产时；
- e) 客户提出要求时。

6.2 出厂检验

C.I. 荧光增白剂357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C.I. 荧光增白剂357产品均符合本标准的要求。

6.3 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。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志

C.I. 荧光增白剂357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；
- b) 生产厂名称、地址；

- c) 生产日期；
- d) 净含量。

7.2 标签

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。

7.3 包装

C. I. 荧光增白剂 357 粉状产品装于内衬塑料袋的包装桶内，并加密封和封印，每桶净含量 25 kg ±0.2 kg；C. I. 荧光增白剂 357 液状产品用吨桶包装，并加密封，每桶净含量 1 100 kg±3 kg。其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

运输时应防止倒置，小心轻放，避免碰撞，切勿损坏包装。

7.5 贮存

C. I. 荧光增白剂 357 应贮存于阴凉、干燥、通风处，防止受潮、受热。粉状产品贮存期 2 年、液状产品贮存期半年，超过贮存期的产品在出厂前要重新检验。
