

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 57

备案号: 54416—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4973—2016

荧光增白剂 KSN

Fluorescent whitening agent KSN

2016-04-05 发布

2016-09-01 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、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：宋艳茹、蒲爱军、季浩、姬兰琴。

荧光增白剂 KSN

1 范围

本标准规定了荧光增白剂 KSN 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 KSN 的产品质量控制。

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 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和测定
GB/T 21876 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定
GB/T 24101 染料产品中 4-氨基偶氮苯的限量及测定

3 要求

荧光增白剂 KSN 的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 荧光增白剂 KSN 的质量要求

项 目	指 标	标准章条号
外观	淡黄绿色至淡绿色粉末	5.2
有效含量/% ≥	98.0	5.3
紫外吸收 ≥	2000	5.4
挥发分质量分数/% ≤	1.0	5.5
灰分质量分数/% ≤	1.0	5.6
有害芳香胺质量分数/(mg/kg)	符合 GB 19601 和 GB/T 24101 的标准要求	5.7
重金属元素质量分数/(mg/kg)	符合 GB 20814 的标准要求	5.8

4 采样

以批为单位采样，生产厂以均匀产品为一批。每批采样数应符合 GB/T 6678—2003 中 7.6 的规

HG/T 4973—2016

定。所采样品的包装必须完好，采样时勿使外界杂质落入产品中。采样时用探管采取包括上、中、下三部分的样品，所采样品总量不少于 200 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、避光的容器中，其上粘贴标签，注明产品名称、批号、生产厂名称、取样日期、地点。一个供检验，另一个保存备查。

5 试验方法

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

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 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，以避免标样和试样受光照而影响测定结果。

5.2 外观的评定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.3 有效含量的测定

5.3.1 方法提要

采用高效液相色谱法，在 C_{18} 反相柱上，以甲醇为流动相分离荧光增白剂 KSN 及其各有机杂质组分，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法测定荧光增白剂 KSN 中的有效成分的含量。

5.3.2 仪器设备

5.3.2.1 液相色谱仪。输液泵：流量范围 0.1 mL/min~5.0 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。

5.3.2.2 色谱柱：长为 150 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 ODS C_{18} ，粒径 5 μm 。

5.3.2.3 色谱工作站或积分仪。

5.3.2.4 超声波发生器。

5.3.2.5 微量注射器或自动进样器。

5.3.3 试剂材料

5.3.3.1 甲醇：色谱纯。

5.3.3.2 三氯甲烷。

5.3.4 色谱分析条件

5.3.4.1 流动相：甲醇。

5.3.4.2 流量：1.0 mL/min。

5.3.4.3 检测波长：375 nm。

5.3.4.4 进样量：10 μL 。

5.3.4.5 柱温：室温。

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。

5.3.5 试样溶液配制

称取 0.01 g 荧光增白剂 KSN 试样于 50 mL 棕色容量瓶中，加入三氯甲烷溶解并定容，置于超声波发生器中充分溶解，取出后摇匀，备用。

5.3.6 测定步骤

待仪器运行稳定后，吸取试样溶液注入进样器，待组分流出完毕，用色谱工作站或积分仪进行结果处理（见图 1）。

5.3.7 结果计算

荧光增白剂 KSN 中各有效组分含量以 w 计，按公式（1）计算：

$$w = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i ——试样中各有效组分的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样中各组分的峰面积之和。

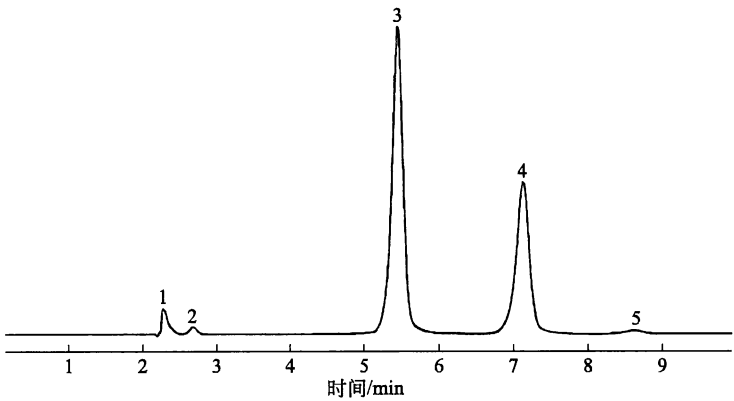
荧光增白剂 KSN 的有效含量为各有效组分含量之和。

计算结果保留到小数点后 1 位。

5.3.8 允许差

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。

色谱图见图 1。



说明：

- 1——溶剂；
- 2——杂质；
- 3——有效组分 1；
- 4——有效组分 2；
- 5——杂质。

图 1 荧光增白剂 KSN 色谱图

HG/T 4973—2016

5.4 紫外吸收的测定

5.4.1 仪器设备

5.4.1.1 分光光度计：紫外可见分光光度计。

5.4.1.2 石英比色皿：光程 1 cm。

5.4.2 试剂材料

N,N-二甲基甲酰胺（DMF）。

5.4.3 测定步骤

称取约 0.015 g 荧光增白剂 KSN 试样（精确至 0.000 1 g），置于烧杯中，加入 100 mL DMF，加热至微沸，溶解。冷却后转移至 250 mL 棕色容量瓶中，然后用 DMF 稀释至刻度，摇匀。再用移液管吸取该溶液 5.0 mL，置于 100 mL 棕色容量瓶中，用 DMF 稀释至刻度，摇匀。立即用石英比色皿，以 DMF 作参比溶液，于 300 nm~400 nm 范围内进行扫描，并记录最大吸收波长处试样溶液的吸光度 *A* 值。

5.4.4 结果计算

荧光增白剂 KSN 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 10 g/L 的样品溶液、用 1 cm 比色皿测得的吸光度值，按公式（2）计算：

$$E_{1\text{ cm}}^{10\text{ g/L}} = \frac{A}{c} \times 10 = \frac{A}{m} \times 50 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- A*——测试溶液浓度为 *c* 时的吸光度值；
 - c*——测试溶液的浓度的数值，单位为克每升（g/L）；
 - m*——样品的质量的数值，单位为克（g）。
- 计算结果保留到整数位。

5.4.5 允许差

$E_{1\text{ cm}}^{10\text{ g/L}}$ 的两次平行测定结果之差应不大于 50，取其算术平均值作为测定结果。

5.5 挥发分质量分数的测定

按 GB/T 2386—2014 中 3.2 的规定进行。

称取试样量为 2 g~5 g（精确至 0.000 1 g），干燥温度为 200 ℃±5 ℃，烘干时间为 3 h。

挥发分质量分数平行测定结果的绝对差值不大于测定结果算术平均值的 10 %，取其算术平均值作为测定结果。

计算结果保留到小数点后 1 位。如结果小于 0.1 %，则保留 1 位有效数字。

5.6 灰分质量分数的测定

按 GB/T 21876 的规定进行。

称取试样质量 2.0 g~2.5 g（精确至 0.000 1 g），灼烧温度为 650 ℃±25 ℃。灼烧至恒量。

计算结果保留到小数点后 1 位。如结果小于 0.1 %，则保留 1 位有效数字。

灰分质量分数平行测定结果的绝对差值不大于测定结果算术平均值的 15 %，取其算术平均值作

为测定结果。

5.7 有害芳香胺质量分数的测定

按 GB 19601 和 GB/T 24101 的规定进行测定。

5.8 重金属元素质量分数的测定

按 GB 20814 的规定进行测定。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验项目分型式检验项目和出厂检验项目。本标准第 3 章表 1 所列的所有检验项目均为型式检验项目，其中除了有害芳香胺质量分数和重金属元素质量分数外，其余均为出厂检验项目，应逐批进行检验。在正常连续生产情况下，每 3 个月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

荧光增白剂 KSN 应由生产厂的质量检验部门进行检验合格，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 KSN 都符合本标准的要求。

6.3 复检

如果检验结果中有一项指标不符合本标准的规定，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、运输和贮存

7.1 标志

荧光增白剂 KSN 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、批号；
- d) 净含量。

7.2 标签

荧光增白剂 KSN 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。

HG/T 4973—2016

7.3 包装

荧光增白剂 KSN 装于内衬塑料袋的包装桶内，每桶净含量 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$ ，其他包装可与用户协商确定。

7.4 运输

荧光增白剂 KSN 运输时应小心轻放，防止倒置、曝晒、碰撞、潮湿和雨淋，切勿损坏包装。

7.5 贮存

荧光增白剂 KSN 应贮存于阴凉、避光、干燥、通风处，防止受潮受热。贮存期 2 年。
