

ICS 71.100.01; 87.060.10
G 57
备案号: 63684~63685—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5323~5324—2018

荧光增白剂 CBS-L 和 C. I. 荧光增白剂 263 (2018)

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

目 录

HG/T 5323—2018	荧光增白剂 CBS-L	(1)
HG/T 5324—2018	C. I. 荧光增白剂 263	(9)

ICS 71. 100. 01; 87. 060. 10

G 57

备案号: 63685—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5324—2018

C. I. 荧光增白剂 263

Fluorescent whitening agent C. I. 263

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、张辰亮、蒲爱军、姬兰琴、蔡定汉、杨国忠、甘宏宇、王勇。

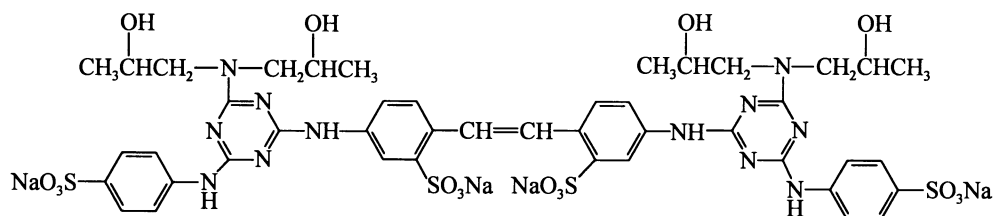
C. I. 荧光增白剂 263

1 范围

本标准规定了 C. I. 荧光增白剂 263 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 C. I. 荧光增白剂 263 的产品质量控制。

结构式：



分子式： $C_{44}H_{48}N_{12}Na_4O_{16}S_4$

相对分子质量：1 221. 14（按 2013 年国际相对原子质量）

CAS RN：49549-42-5

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 2390 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/T 23978—2009 液体染料 氯离子含量的测定 离子色谱法

3 要求

C. I. 荧光增白剂 263 的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 C. I. 荧光增白剂 263 的质量要求

序号	项 目	指 标	试验方法章条号
1	外观	透明的琥珀色液体	5.2
2	紫外吸收	75.0 ± 5.0	5.3
3	主物质纯度/%	≥ 85.0	5.4
4	氯离子含量/%	≤ 1.00	5.5
5	pH 值 (25 ℃ \pm 2 ℃)	8.0~10.0	5.6

4 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，所采样品总量应不少于 1 000 g，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、生产厂家名称、采样日期、地点。一个供检验用，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，放置时间不应过长，以避免样品受光照而影响测定结果。

5.2 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，1 000 mL；
- d) 移液管：10 mL；
- e) 比色皿：1 cm 石英比色皿。

5.3.2 测定步骤

称取约 0.5 g C. I. 荧光增白剂 263 试样（精确至 0.000 1 g），置于烧杯中，加水搅拌使其溶解，

转移至 1 000 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。再用移液管吸取该溶液 10 mL，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，在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下，以水为参比溶液，在最大吸收波长（349 nm～351 nm）处测定试样溶液的吸光度值 A 。

5.3.3 结果表述

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：

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

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。

计算结果保留到小数点后 1 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 主物质纯度的测定

5.4.1 仪器和设备

仪器和设备应符合以下要求：

- 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；
- 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 μm ；
- 色谱工作站或积分仪；
- 超声波发生器；
- 微量注射器或自动进样器。

5.4.2 试剂和材料

试剂和材料应符合以下要求：

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

5.4.3 色谱分析条件

色谱分析条件如下：

- 流动相：乙腈和 1.54 g/L 醋酸铵，梯度洗脱程序为 0 min～20 min 乙腈由 25% 到 95%；
- 流量：1.0 mL/min；
- 检测波长：350 nm；
- 进样量：2 μL ；
- 柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ 。

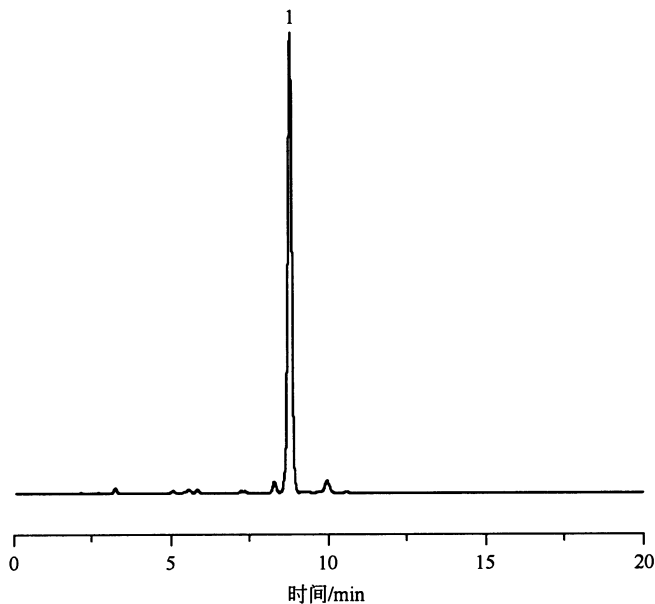
可根据仪器设备不同选择最佳分析条件，流动相应应用超声波发生器进行脱气。

5.4.4 测定步骤

称取约 0.15 g C. I. 荧光增白剂 263 试样（精确至 0.000 1 g）于 100 mL 棕色容量瓶中，加入水稀释并定容，置于超声波发生器中充分溶解，取出摇匀，备用。待仪器运行稳定后，用进样器吸取 2 μL 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。

5.4.5 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 263。

图 1 C. I. 荧光增白剂 263 液相色谱示意图

5.4.6 结果计算

采用面积归一化法，C. I. 荧光增白剂 263 纯度以 w_i 计，按公式（2）计算：

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

式中：

- A_i ——试样溶液中 C. I. 荧光增白剂 263 的峰面积；
 - $\sum A_i$ ——试样溶液中 C. I. 荧光增白剂 263 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。

5.4.7 允许差

C. I. 荧光增白剂 263 主物质纯度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。

5.5 氟离子含量的测定

5.5.1 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。

5.5.2 滴定法

5.5.2.1 仪器和试剂

仪器和试剂应符合以下要求：

- 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。

5.5.2.2 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。

5.5.2.3 结果计算

氯离子含量以质量分数 w 计，数值用 % 表示，按公式（3）计算：

$$w = \frac{c(V - V_0)M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

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） $[M(\text{Cl}^-) = 35.45]$ 。

计算结果保留到小数点后 2 位。

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。

5.6 pH 值的测定

按 GB/T 2390 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出厂检验项目。

6.2 出厂检验

C. I. 荧光增白剂 263 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 263 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 263 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 263 用吨桶包装，并加密封，每桶净含量为 $1\,100\text{ kg} \pm 3\text{ kg}$ ，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 263 应贮存于避光、阴凉、干燥、通风处。贮存期半年。
