

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 57

备案号: 56333—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5097—2016

荧光增白剂 KCB (C. I. 荧光增白剂 367)

Fluorescent whitening agent KCB (C. I. Fluorescent whitening agent 367)

2016-10-22 发布

2017-04-01 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《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、浙江传化股份有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：宋艳茹、杨振梅、赵婷、蒲爱军。

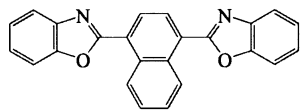
荧光增白剂 KCB (C. I. 荧光增白剂 367)

1 范围

本标准规定了荧光增白剂 KCB (C. I. 荧光增白剂 367) 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 KCB 的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_{24}H_{14}N_2O_2$

相对分子质量: 362.38 (按 2013 年国际相对原子质量)

CAS RN: 5089-22-5

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 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 21876—2008 溶剂及染料中间体 灰分的测定

3 要求

荧光增白剂 KCB 的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 荧光增白剂 KCB 的质量要求

项 目	指 标	试验方法
(1) 外观	亮黄绿色粉末	5.1
(2) 纯度/%	≥ 98.00	5.2
(3) 最大吸收波长 λ_{\max}/nm	374 ± 2	5.3
(4) 紫外吸收	≥ 900	5.3
(5) 挥发分/%	≤ 0.50	5.4
(6) 灰分/%	≤ 0.50	5.5

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

HG/T 5097—2016

的规定。所采样产品的包装必须完好，采样时勿使外界杂质落入产品中。用探管从上、中、下三部分采样，所采样品总量不得少于 100 g。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、取样日期和地点。一个供检验，另一个保存备查。

5 试验方法

5.1 外观的测定

在自然北昼光下采用目视评定。

5.2 纯度的测定

5.2.1 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 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。
- b) 色谱柱：长为 250 mm、内径为 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C_{18} ，粒径 5 μm 。
- 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。

5.2.2 试剂和材料

试剂和材料应符合以下要求：

- a) 三氯甲烷：分析纯。
- b) 甲醇：色谱纯。

5.2.3 色谱分析条件

色谱分析条件如下：

- a) 流动相：甲醇。
- b) 流量：1.0 mL/min。
- c) 检测波长：365 nm。
- d) 进样量：5 μL 。
- e) 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。

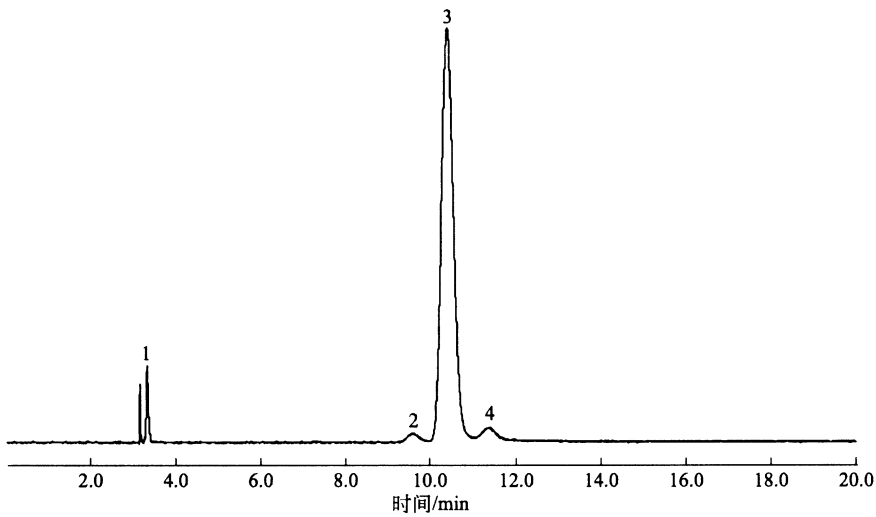
5.2.4 测定步骤

称取约 0.01 g（精确至 0.000 1 g）荧光增白剂 KCB 试样于 100 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，然后取出，摇匀，备用。待仪器运行稳定后，用进样器吸取 5 μL 进样，待组分流出色谱柱，用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

注：在进行测定时，房间应适当避光，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。

5.2.5 色谱图

典型的色谱图如图 1 所示。



说明：
1 溶剂；
2 杂质；
3 荧光增白剂 KCB；
4 杂质。

图 1 荧光增白剂 KCB 液相色谱图

5.2.6 结果计算

采用峰面积归一化法，荧光增白剂 KCB 纯度以 w 计，按公式（1）计算：

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

式中：
A —— 荧光增白剂 KCB 的峰面积；
 $\sum A_i$ —— 所有组分的峰面积之和。
计算结果保留到小数点后 2 位。

5.2.7 允许差

荧光增白剂 KCB 纯度的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。

5.3 最大吸收波长和紫外吸收的测定

5.3.1 仪器设备

- 仪器和设备应符合以下要求：
- a) 紫外分光光度计；
 - b) 分析天平：精度为 0.000 1 g；
 - c) 容量瓶：棕色，容量 250 mL、100 mL；
 - d) 移液管：5.0 mL；
 - e) 石英比色皿：光程长 10 mm。

HG/T 5097—2016

5.3.2 试剂和材料

三氯甲烷：分析纯。

5.3.3 测定步骤

称取 0.03 g~0.04 g（精确至 0.000 1 g）荧光增白剂 KCB 试样，置于烧杯中，用三氯甲烷溶解，然后转移至 250 mL 棕色容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。再用移液管吸取 5.0 mL 该溶液，置于 100 mL 棕色容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。在 25 °C ± 5 °C 下，立即用 10 mm 石英比色皿，以三氯甲烷为参比溶液，于 300 nm~400 nm 波长处进行扫描检测，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。

5.3.4 结果计算

荧光增白剂 KCB 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（2）计算。

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

式中：

A ——样品的吸光度值；

m ——样品的质量的数值，单位为克（g）。

$E_{1\text{ cm}}^{10\text{ g/L}}$ 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 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 200 °C ± 5 °C，烘干时间 3 h。

5.5 灰分的测定

按 GB/T 21876—2008 的有关规定进行，灼烧温度 650 °C ± 25 °C，灼烧时间 3 h。

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

荧光增白剂 KCB 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 KCB 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、运输和贮存

7.1 标志

荧光增白剂 KCB 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。

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

荧光增白剂 KCB 包装于内衬塑料袋的包装容器内，并加密封，每包装单位净含量 $25\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$ 、 $10\text{ kg} \pm 0.1\text{ kg}$ 。或按顾客要求进行包装。

7.4 运输

运输中应轻装和轻放，切勿曝晒和倒置，防止雨淋和碰撞。

7.5 贮存

产品应密封贮存在阴凉、干燥、通风的仓库内。贮存期为 2 年。
