

ICS 71.100.01; 87.060.10

G 57

备案号: 56334—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5098—2016

荧光增白剂 OM (荧光增白剂 ER-Ⅳ)

Fluorescent whitening agent OM (Fluorescent whitening agent ER-Ⅳ)

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、国家染料质量监督检验中心、浙江传化股份有限公司、沈阳化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：王勇、宋艳茹、赵婷、蒲爱军。

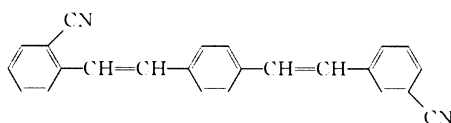
荧光增白剂 OM (荧光增白剂 ER-Ⅳ)

1 范围

本标准规定了荧光增白剂 OM (荧光增白剂 ER-Ⅳ) 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 OM 的产品质量控制。

结构式:



分子式: $C_{24}H_{16}N_2$

相对分子质量: 332.40 (按 2013 年国际相对原子质量)

CAS RN: 79026-03-2

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 溶剂染料及染料中间体 灰分的测定

3 术语与定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

有效成分 effective ingredient

有效成分指荧光增白剂 ER 系列产品的总称, 包括荧光增白剂 ER-I、荧光增白剂 ER-II、荧光增白剂 ER-III、荧光增白剂 ER-IV、荧光增白剂 ER-V、荧光增白剂 ER-VI 等 6 种异构体结构的荧光增白剂。

本标准中涉及的有效成分相关物质的名称、简称、CAS RN、结构式参见附录 A。

4 要求

荧光增白剂 OM 的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 荧光增白剂 OM 的质量要求

项 目	指 标	试验方法
(1) 外观	白色至淡黄色粉末	6. 1
(2) 紫外吸收	\geq 1 600	6. 2
(3) 纯度/%	\geq 92. 00	6. 3
(4) 有效成分含量/%	\geq 97. 00	6. 3
(5) 荧光增白剂 ER- I 含量/%	\leq 6. 00	6. 3
(6) 挥发分/%	\leq 1. 00	6. 4
(7) 灰分/%	\leq 1. 00	6. 5

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。

6 试验方法

6. 1 外观的测定

在自然北昼光下目视评定。

6. 2 紫外吸收的测定

6. 2. 1 仪器和设备

仪器和设备应符合以下要求：

- a) 紫外可见分光光度计；
- 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。

6. 2. 2 试剂和材料

三氯甲烷：分析纯。

6. 2. 3 测定步骤

称取约 0. 02 g（精确至 0. 000 1 g）荧光增白剂 OM 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 ℃ ± 5 ℃ 下，立即用 10 mm 石英比色皿，以三氯甲烷作参比，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。

6.2.4 结果计算

荧光增白剂 OM 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：

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

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。

6.3 纯度、有效成分含量和荧光增白剂 ER-I 含量的测定

6.3.1 仪器和设备

仪器和设备应符合以下要求：

- a) 高效液相色谱仪：带紫外检测器；
- b) 色谱柱：250 mm×4.6 mm，硅胶色谱柱，粒径 5 μm ，在保证分离效果的前提下也可采用其他类型的色谱柱；
- c) 色谱工作站或积分仪；
- d) 定量环：5 μL ；
- e) 天平：感量 0.000 1 g；
- f) 容量瓶：棕色，10 mL；
- g) 超声波发生器。

6.3.2 试剂和材料

试剂和材料应符合以下要求：

- a) 正己烷：分析纯；
- b) 二氧六环：分析纯。

6.3.3 色谱分析条件

根据装置不同选择最佳分析条件，典型的色谱分析条件如下：

- a) 流动相：正己烷与二氧六环的体积比=85：15；
- b) 检测波长：360 nm；
- c) 流速：1.5 mL/min；
- d) 柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ ；
- e) 进样量：5 μL 。

可根据仪器设备不同选择最佳分析条件，流动相应先用 0.45 μm 滤膜过滤，再用超声波发生器进行脱气。

6.3.4 测定步骤

称取约 0.02 g (精确至 0.000 1 g) 荧光增白剂试样，置于 10 mL 容量瓶中，加入二氧六环溶解。

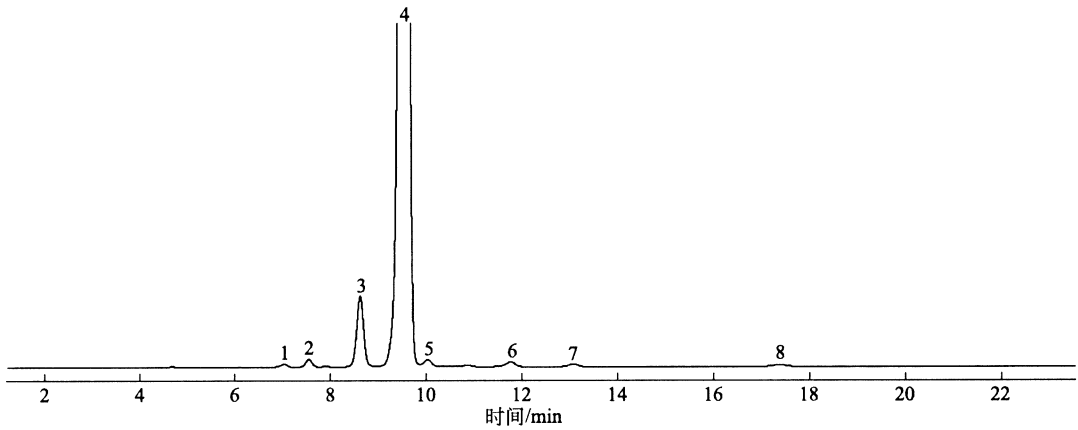
HG/T 5098—2016

待充分溶解后，再用二氧六环稀释至刻度，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，房间应当避光，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。

6.3.5 色谱图

典型的色谱图如图 1 所示。



说明：

- 1 未知物；
- 2 未知物；
- 3 荧光增白剂 ER-I ；
- 4 荧光增白剂 ER-IV ；
- 5 荧光增白剂 ER-II ；
- 6 荧光增白剂 ER-V ；
- 7 荧光增白剂 ER-III ；
- 8 未知物。

图 1 荧光增白剂 OM 液相色谱图

6.3.6 结果计算

采用峰面积归一化法，荧光增白剂 OM 纯度、有效成分含量、荧光增白剂 ER-I 含量以 w_i 计，按公式（2）计算：

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

式中：

A_i ——试样溶液中荧光增白剂 OM、荧光增白剂 ER-I 及其他各有效成分的峰面积；

$\sum A_i$ ——试样溶液中荧光增白剂 OM 及其各有机杂质的峰面积之和。

计算结果保留到小数点后 2 位。

6.3.7 允许差

荧光增白剂 OM 纯度、有效成分含量两次平行测定结果之差应不大于 0.50 %，荧光增白剂 ER-I 含量两次平行测定结果之差应不大于 0.20 %，取其算术平均值作为测定结果。

6.4 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 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，烘干时间 3 h。

6.5 灰分的测定

按 GB/T 21876—2008 的有关规定进行，灼烧温度 $650\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，灼烧时间 3 h。

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 OM 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 OM 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、运输和贮存

8.1 标志

荧光增白剂 OM 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

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 OM 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 $25\text{ kg} \pm 0.2\text{ kg}$ 、 $10\text{ kg} \pm 0.1\text{ kg}$ 。或按用户要求进行包装。

8.4 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。

8.5 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。

附 录 A
(资料性附录)
有效成分

有效成分包括的有关物质的名称、简称、CAS RN、结构式见表 A. 1。

表 A. 1 有效成分

系列名称	简称	CAS RN	结 构 式
荧光增白剂 ER- I	CPA	13001-39-3	
荧光增白剂 ER- II	OP	13001-38-2	
荧光增白剂 ER- III	PP	13001-40-6	
荧光增白剂 ER- IV	OM	79026-03-2	
荧光增白剂 ER- V	MP	79026-02-1	
荧光增白剂 ER- VI		36755-00-7	