

ICS 85-010
Y 30



中华人民共和国国家标准

GB/T 27741—2018
代替 GB/T 27741—2011

纸和纸板 可迁移性荧光增白剂的测定

Paper and board—Determination of migratable fluorescent whitening agents

2018-12-28 发布

2019-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 27741—2011《纸和纸板 可迁移性荧光增白剂的测定》。与 GB/T 27741—2011 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了标准适用范围(见第 1 章,2011 年版的第 1 章);
- 修改了可迁移性荧光增白剂的定义(见 3.1,2011 年版的 3.1);
- 修改了试样的制备(见 4.2,2011 年版的 5.4.1);
- 修改了玻璃漏斗的表述(见 5.3.2,2011 年版的 5.3.2);
- 增加了天平(见 5.3.4,6.1.3.2 和 6.2.3.2);
- 增加了恒温振荡水浴(见 5.3.5 和 6.1.3.3);
- 修改了定性测定中试验步骤的表述(见 5.4,2011 年版的 5.4);
- 修改了紫外可见分光光度法原理的表述(见 6.1.1,2011 年版的 6.1.1);
- 修改了试剂和材料中水的表述(见 6.1.2 和 6.2.2,2011 年版的 6.1.2 和 6.2.2.1);
- 修改了试剂和材料中萃取液的 pH(见 6.1.2.2 和 6.2.2.5,2011 年版的 6.1.2 和 6.2.2);
- 修改了试剂和材料中标准溶液配制的方式(见 6.1.2 和 6.2.2,2011 年版的 6.1.2 和 6.2.2);
- 修改了结果表示方式(见 6.1.5 和 6.2.5,2011 年版的 6.1.5 和 6.2.5);
- 修改了高效液相色谱法的分析方法(见 6.2,2011 年版的 6.2);
- 增加了检测低限和回收率(见第 8 章);
- 修改了试验报告(见第 9 章,2011 年版的第 9 章);
- 增加了规范性附录 A,荧光增白剂名称及化学结构信息;
- 增加了资料性附录 B,荧光增白剂标准物质 HPLC 分析的液相色谱图。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会(SAC/TC 141)归口。

本标准起草单位:国家纸张质量监督检验中心、深圳市检验检疫科学研究院、中国制浆造纸研究院有限公司、重庆理文卫生用纸制造有限公司。

本标准主要起草人:谢堂堂、王成云、高君、黎的非、徐嵘、林君峰、顾浩飞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 27741—2011。

纸和纸板 可迁移性荧光增白剂的测定

警示——使用本标准的人员应有正规化学实验工作的实践经验。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安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了纸和纸板中可迁移性荧光增白剂的定性和定量测定方法。

本标准中可迁移性荧光增白剂的定性分析方法适用于各种纸和纸板;定量分析方法中的紫外可见分光光度法适用于纸和纸板中可迁移性荧光增白剂(以 VBL 计)的测定,高效液相色谱法适用于纸和纸板中 7 种荧光增白剂(见附录 A)含量的测定,其他荧光增白剂可参照进行检测。纸浆中的可迁移性荧光增白剂可参照该标准中定性和定量方法进行检测。

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 450 纸和纸板 试样的采取及试样纵横向、正反面的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

可迁移性荧光增白剂 **migratable fluorescent whitening agents**

在规定试验条件下,从纸和纸板中转移到萃取溶液中的荧光增白剂。

4 取样与试样的制备

4.1 取样

试样的采取按 GB/T 450 规定进行。

4.2 试样的制备

将试样剪成约 5 mm×5 mm 的小块,混合均匀。

注:取样过程佩戴洁净无荧光现象的塑料或乳胶手套,避免试样受到污染。

5 定性测定

5.1 原理

用 pH 为 7.5~9.0 的萃取液提取纸和纸板中的荧光增白剂后,调节滤液的 pH 到 3.0~5.0,再将纱

布放入滤液中吸附。在波长 254 nm 和 365 nm 紫外灯下,观察试验纱布是否有荧光现象,并以此来定性判定试样中是否含有可迁移性荧光增白剂。

5.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水。所用试剂和材料紫外灯下应无荧光现象。

5.2.1 纱布:尺寸约 5 cm×5 cm。

5.2.2 盐酸溶液:10%。

5.2.3 氨水:0.1%。

5.2.4 萃取液:用 0.1%氨水(5.2.3)调节过 pH 的水溶液,溶液 pH 为 7.5~9.0。

5.3 仪器

5.3.1 三角烧瓶:250 mL。

5.3.2 玻璃漏斗:规格为 G1 的玻璃砂芯漏斗。

5.3.3 玻璃表面皿。

5.3.4 天平:感量为 0.1 g。

5.3.5 恒温振荡水浴:能将温度控制在 (40 ± 2) ℃。

5.3.6 紫外灯:波长为 254 nm 和波长 365 nm,具有保护眼睛的装置。

5.3.7 pH 计:读数准确至 0.01。

5.4 试验步骤

5.4.1 试样的萃取

准确称取 2.0 g 试样,置于三角烧瓶(5.3.1)中。在烧瓶中加入 100 mL 萃取液(5.2.4)。在缓慢摇晃烧瓶条件下,室温下萃取 10 min,然后用玻璃漏斗(5.3.2)过滤。用盐酸溶液(5.2.2)将滤液的 pH 调节到 3.0~5.0。将纱布(5.2.1)浸入滤液中,并在温度为 (40 ± 2) ℃的恒温振荡水浴(5.3.5)中加热 30 min。用镊子取出纱布,然后将滤液挤干并对折成四层,置于玻璃表面皿(5.3.3)上。

5.4.2 空白试验

除不加试样外,按 5.4.1 步骤进行空白试验。

5.4.3 测试

将放置试样纱布(5.4.1)及空白试验纱布(5.4.2)的玻璃表面皿,置于暗室或暗箱内的紫外灯(5.3.6)下约 20 cm 处,观察纱布荧光现象。每个试样进行两次平行测定。

5.5 结果判定

若两个平行试验的试样纱布与空白试验纱布比较,均没有明显荧光现象,则判定该试样无可迁移性荧光增白剂;若两个平行试验的试样纱布中有一个比空白试验纱布的荧光现象明显,则重新进行两个平行试验;若重新试验后的试样纱布与空白试验纱布比较,均没有明显荧光现象,则判定该试样无可迁移性荧光增白剂;否则判定该试样有可迁移性荧光增白剂。

6 定量测定

6.1 紫外可见分光光度法

6.1.1 原理

试样经 80 °C 水浴萃取,萃取溶液经过滤后,用紫外可见分光光度计测定试样滤液中荧光增白剂的吸光度,对照荧光增白剂 VBL 标准溶液工作曲线,从而测定样品中可迁移性荧光增白剂含量。

注:紫外可见分光光度法易受其他在波长 348 nm 下有光谱吸收物质的干扰,如木素、染料等。因此萃取液提取过程中有残余木素或染料析出的样品不宜采用紫外可见分光光度法进行分析。

6.1.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

6.1.2.1 氨水:0.1%。

6.1.2.2 萃取液:用 0.1%氨水(6.1.2.1)调节过 pH 的水溶液,溶液 pH 为 7.5~9.0。

6.1.2.3 荧光增白剂 VBL 标准品(染料索引号 C.I.85),CAS 号 12224-06-5,纯度≥99.0%。

6.1.2.4 荧光增白剂 VBL 标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取 0.100 0 g 荧光增白剂 VBL 标准品(6.1.2.3),用萃取液(6.1.2.2)溶解,并定容到 100 mL。

注:标准储备溶液在 2 °C~4 °C 的冰箱中避光保存,有效期为 6 个月。

6.1.2.5 荧光增白剂 VBL 标准工作溶液:根据需要准确移取一定体积的荧光增白剂 VBL 标准储备溶液(6.1.2.4),用萃取液(6.1.2.2)稀释成适当浓度的标准工作溶液。标准工作溶液现配现用。不同仪器不同工作条件下测定的线性范围有所不同,标准溶液浓度范围在 1 mg/L~20 mg/L 的线性被证明可以满足要求。

6.1.2.6 微孔滤膜:0.45 μm。

6.1.3 仪器

6.1.3.1 紫外可见分光光度计。

6.1.3.2 天平:感量分别为 0.1 mg 和 0.01 g。

6.1.3.3 恒温振荡水浴:能将温度控制在(80±2)°C。

6.1.3.4 具塞三角烧瓶:250 mL。

6.1.4 试验步骤

6.1.4.1 试样的萃取

称取约 1.00 g 试样于具塞三角烧瓶(6.1.3.4)中,准确加入 50 mL 萃取液(6.1.2.2),然后放入(80±2)°C 恒温水浴(6.1.3.3)振荡萃取 60 min。避光冷却至室温,然后用微孔滤膜(6.1.2.6)过滤,保留滤液。每个试样做两次平行试验。

6.1.4.2 空白试验

除不加试样外,按 6.1.4.1 步骤进行空白试验,制备空白溶液。

6.1.4.3 测定

调节紫外可见分光光度计的波长为 348 nm。测定标准工作溶液(6.1.2.5)、试样溶液(6.1.4.1)和空

白溶液(6.1.4.2)中荧光增白剂 VBL 的吸光度。用标准工作溶液的测定结果绘制标准曲线,计算试样滤液和空白溶液中可迁移性荧光增白剂质量浓度。

6.1.5 结果计算和表示

按式(1)计算试样中可迁移性荧光增白剂的含量 w (以 VBL 计):

$$w = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

w ——试样中可迁移性荧光增白剂的含量(以 VBL 计),单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——试样溶液中荧光增白剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——空白溶液中荧光增白剂的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——萃取液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的绝干质量,单位为克(g)。

计算结果修约至小数点后一位。

6.2 高效液相色谱法

6.2.1 原理

试样经 80 °C 水浴萃取,萃取溶液经过滤后,用高效液相色谱仪进行分析,以保留时间定性,外标法定量。

6.2.2 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

6.2.2.1 甲醇:色谱纯。

6.2.2.2 四丁基溴化铵(TBA):CAS 号 1643-19-2,纯度 $\geq 98\%$ 。

6.2.2.3 含 8 mmol/L 四丁基溴化铵的甲醇-水溶液(5:95,体积比):称取 2.58 g 的 TBA(6.2.2.2)于 1 000 mL 广口瓶中,加入 50 mL 甲醇(6.2.2.1)和 950 mL 水,充分溶解,用三乙胺将溶液 pH 调整至 8.0,经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后,超声波脱气。

6.2.2.4 氨水:0.1%。

6.2.2.5 萃取液:用 0.1%氨水(6.2.2.4)调节过 pH 的水溶液,溶液 pH 为 7.5~9.0。

6.2.2.6 荧光增白剂标准储备溶液(1 000 mg/L):准确称取 0.100 0 g 附录 A 所列的荧光增白剂标准物质,分别用萃取液(6.2.2.5)溶解,并定容到 100 mL。

注:标准储备溶液在 2 °C~4 °C 的冰箱中避光保存,有效期为 6 个月。

6.2.2.7 荧光增白剂标准工作溶液:根据需要准确移取一定体积的标准储备溶液(6.2.2.6),用萃取液(6.2.2.5)稀释成适当浓度的系列标准工作溶液。标准工作溶液现配现用。不同仪器不同工作条件下测定的线性范围有所不同,7 种荧光增白剂标准溶液浓度范围在 0.1 mg/L ~ 10.0 mg/L 的线性被证明可以满足要求。

6.2.2.8 微孔滤膜:0.45 μm 。

6.2.3 仪器

6.2.3.1 高效液相色谱仪,配有荧光检测器(FLD)。

6.2.3.2 天平:感量为 0.1 g 和 0.1 mg。

6.2.4 试验步骤

6.2.4.1 试样的萃取

按 6.1.4.1 进行。

6.2.4.2 空白试验

除不加试样外,按 6.1.4.1 步骤进行空白试验。

6.2.4.3 测定

6.2.4.3.1 HPLC 分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列参数已被证明对测试是合适的。

- a) 色谱柱: C18 柱, 5.0 μm , 4.6 mm \times 250 mm 或相当者;
- b) 流速: 1.0 mL/min;
- c) 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 进样量: 1 μL ;
- e) 检测器: 荧光检测器 (FLD);
- f) 激发波长: 350 nm;
- g) 发射波长: 430 nm;
- h) 流动相: 流动相 A——甲醇(6.2.2.1); 流动相 B——含 8 mmol/L 四丁基溴化铵的甲醇-水溶液(6.2.2.3);
- i) 梯度洗脱程序: 见表 1。

表 1 HPLC 梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	55	45
10	72	28
12	55	45
20	55	45

6.2.4.3.2 定性和定量分析

按仪器条件(6.2.4.3.1),依次取相同体积标准工作溶液(6.2.2.7)、试样溶液(6.2.4.1)和空白溶液(6.2.4.2)等体积交替进入高效液相色谱仪(6.2.3.1)测定。通过比较试样溶液与标准工作溶液的色谱峰保留时间进行定性分析,采用外标法进行定量分析。7 种荧光增白剂标准物质 HPLC 色谱图参见附录 B 的图 B.1。

6.2.5 结果计算和表示

按式(2)计算试样中各种可迁移性荧光增白剂的含量:

$$w_i = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_i ——试样中可迁移性荧光增白剂的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——试样溶液中荧光增白剂质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——空白溶液中荧光增白剂质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——萃取液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的绝干质量,单位为克(g)。

计算结果修约至小数点后一位。

7 检出限和回收率

紫外可见分光光度法的检出限为 20.0 mg/kg,高效液相色谱法的检出限为 1.0 mg/kg。在阴性样品中添加适量标准溶液,按第 6 章进行分析,荧光增白剂的回收率为 80%~120%。

8 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试,获得的两次独立测试结果的绝对差值均不大于这两个测定值的算术平均值的 15%。

9 试验报告

试验报告至少应包括以下内容:

- a) 样品来源及描述;
- b) 本标准编号及所使用的方法;
- c) 测试结果;
- d) 如果测定次数多于两次,说明测定次数;
- e) 任何偏离本标准的细节;
- f) 试验过程中观察到的任何异常的现象;
- g) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)

荧光增白剂名称及化学结构信息

荧光增白剂名称、化学文摘号及分子式见表 A.1。

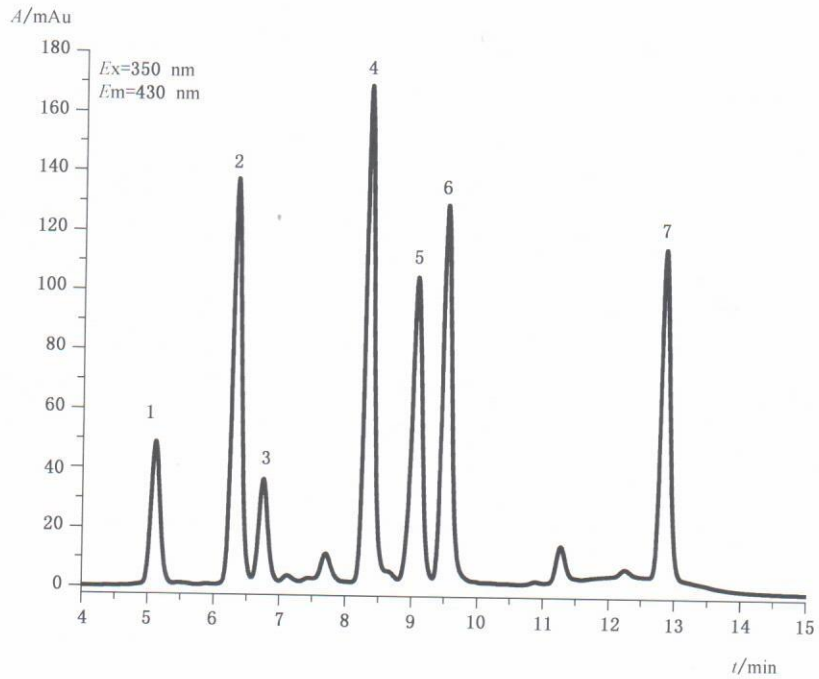
表 A.1 荧光增白剂名称、化学文摘号及分子式

序号	名称	染料索引号	化学文摘号 (CAS号)	分子式
1	荧光增白剂 BSU	C.I.264	76482-78-5	$C_{40}H_{38}N_{12}O_{22}S_6Na_5$
2	荧光增白剂 BBU	C.I. 220	16470-24-9	$C_{40}H_{40}N_{12}O_{16}S_4Na_4$
3	荧光增白剂 MST	C.I.353	55585-28-9	$C_{40}H_{34}N_{12}O_{20}S_6Na_5$
4	荧光增白剂 SH	C.I.210	28950-61-0	$C_{40}H_{36}N_{12}O_{14}S_4Na_4$
5	荧光增白剂 VBL	C.I.85	12224-06-5	$C_{36}H_{34}N_{12}O_8S_2Na_2$
6	荧光增白剂 VBA	C.I.28	4404-43-7	$C_{40}H_{44}N_{12}O_{10}S_2Na_2$
7	荧光增白剂 CXT	C.I.71	16090-02-1	$C_{40}H_{38}N_{12}O_8S_2Na_2$

附录 B
(资料性附录)

荧光增白剂标准物质 HPLC 分析的液相色谱图

荧光增白剂标准物质 HPLC 分析的液相色谱见图 B.1。



说明：

- 1——荧光增白剂 C.I.220 5.103 min;
- 2——荧光增白剂 C.I.210 6.321 min;
- 3——荧光增白剂 C.I.264 6.743 min;
- 4——荧光增白剂 C.I.353 8.331 min;
- 5——荧光增白剂 C.I.85 9.063 min;
- 6——荧光增白剂 C.I.28 9.511 min;
- 7——荧光增白剂 C.I.71 12.835 min。

图 B.1 荧光增白剂标准物质 HPLC 分析的液相色谱图



GB/T 27741-2018

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-61943

定价: 16.00 元