

中华人民共和国国家标准

GB/T 29598—2013

荧光增白剂中三嗪类杂质的限量与测定

Limit and determination of triazines in fluorescent brighteners

2013-07-19 发布

2013-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 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/TC 134)归口。

本标准起草单位:浙江宏达化学有限公司、浙江传化华洋化工有限公司、山西青山化工有限公司、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:容建明、季浩、高林峰、甘宏宇、沈日炯、蒋东文、李钢、姬兰琴、范约明。

荧光增白剂中三嗪类杂质的限量与测定

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。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

本标准规定了洗涤剂用荧光增白剂中三嗪类杂质(见附录 A)的限量标准与测定方法。
本标准适用于洗涤剂用荧光增白剂。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 要求

洗涤剂用荧光增白剂中三嗪杂质的质量要求应符合表 1 的规定。

表 1 荧光增白剂中三嗪杂质的质量要求

项 目	指 标	试验方法
2-羟基-4,6-二苯胺基均三嗪(三嗪 1,AAH)/%	≤0.10	第 4 章
2-苯胺基-4,6-二甲咪均三嗪(三嗪 2,AMM)/%	≤0.10	第 4 章
2-吗啉-4,6-二苯胺均三嗪(三嗪 3,AAM)/%	≤0.50	第 4 章

4 试验方法

4.1 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—2008 中规定的一级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 原理

荧光增白剂样品在流动相中溶解后,使用高效液相色谱对其进行分离,在最大吸收波长处测定其响应值,使用峰面积外标法定量测定其中的三种三嗪类杂质的含量。

4.3 试剂和溶液

4.3.1 乙腈。

4.3.2 氢氧化钠。

4.3.3 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.3.4 2-羟基-4,6-二苯胺基均三嗪标准样品,含量 $\geq 95\%$ (质量分数)。

4.3.5 2-苯胺基-4,6-二吗啉均三嗪标准样品,含量 $\geq 95\%$ (质量分数)。

4.3.6 2-吗啉-4,6-二苯胺均三嗪标准样品,含量 $\geq 95\%$ (质量分数)。

4.4 仪器设备

4.4.1 高效液相色谱仪:配有可变波长检测器。

4.4.2 色谱柱:长为150 mm,内径为4.6 mm的不锈钢柱,固定相为ODS C18,粒径5 μm ,如Agilent XDB-C18柱,或者其他可以达到同等分离效果的色谱柱,推荐使用耐碱性色谱柱。

4.4.3 色谱工作站或积分仪。

4.4.4 超声波发生器。

4.4.5 微量注射器:10 μL ~25 μL 平头。

4.4.6 天平:精度0.000 02 g。

4.5 色谱操作条件

4.5.1 流动相:乙腈与水的体积比=60:40。

4.5.2 柱温:室温。

4.5.3 波长:263 nm。

4.5.4 流量:0.8 mL/min。

4.5.5 进样量:5 μL 。

4.5.6 可根据装置不同,选择最佳分析条件,流动相应摇匀后用超声波发生器进行脱气。

4.6 标准溶液的配制

4.6.1 单一标准溶液的配制

分别称取附录A所列的标准物质0.005 g(准确至0.000 02 g),用4.5中流动相溶解,AAH如溶解效果不好,可以加入0.5 mL氢氧化钠溶液。用流动相定容至25 mL容量瓶中,配制成单一标准溶液。单一标准溶液需避光保存,有效期为7天。

4.6.2 混合标准溶液的配制

吸取各种适量的单一标准溶液于25 mL容量瓶中,用流动相定容至刻度,配制成与样品中所含三嗪量相近似的混合标准溶液。

4.6.3 样品溶液的配制

准确称取增白剂样品0.010 g(准确至0.000 02 g),用流动相溶解,加入0.1 mL氢氧化钠溶液,转移至25 mL容量瓶中,用流动相定容至刻度。此溶液为样品溶液。

4.7 测定步骤

开启色谱仪。待仪器各项操作条件稳定后,用微量注射器分别吸取混合标准溶液(与样品中所含三嗪量相近似的混合标准溶液)和样品溶液各5 μL 注入进样阀,待最后一个组分流完(参见附录B),用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

4.8 结果计算

样品中所含各种三嗪杂质含量以质量分数 w_i 计,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i m_{is} w_{is}}{A_{is} m}$$

.....(1)

式中:

- A_i ——样品溶液中各三嗪杂质的峰面积数值;
- m_{is} ——混合标准溶液中各三嗪杂质的质量数值,单位为克(g);
- w_{is} ——标准溶液中各三嗪杂质的质量分数,%;
- A_{is} ——混合标准溶液中各三嗪杂质的峰面积数值;
- m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后两位。

5 最小定量限、回收率和精密度

5.1 最小定量限

本方法对增白剂中三嗪杂质的最小定量限为 0.005%。

5.2 回收率

将 1 mL 的标准混合溶液加入到样品溶液中,按本标准的第 4 章操作,测得的各三嗪杂质回收率应在 90%~110%之间。

5.3 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不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

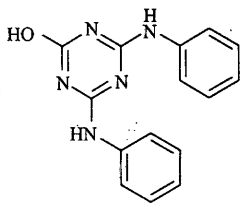
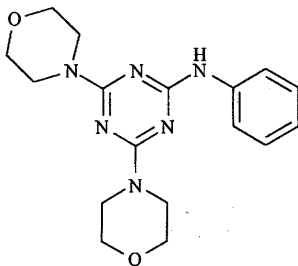
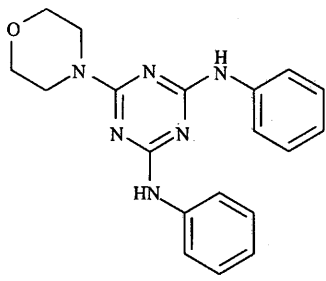
6 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 样品描述;
- b) 使用的标准;
- c) 试验结果;
- d) 偏离标准的差异;
- e) 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
三嗪杂质的名称及结构信息

表 A.1 三嗪杂质的名称及结构信息

名 称	分子式	缩写	结构式	相对分子质量
2-羟基-4,6-二苯胺基均三嗪 Anilino—Anilino—Hydroxy triazine	$C_{15}H_{13}N_5O$	AAH		279
2-苯胺基-4,6-二吗啉均三嗪 Anilino—Morpholino—Morpholino triazine	$C_{17}H_{22}N_6O_2$	AMM		342
2-吗啉-4,6-二苯胺均三嗪 Anilino—Anilino—Morpholino triazine	$C_{19}H_{20}N_6O$	AAM		348

附录 B
(资料性附录)
色谱图

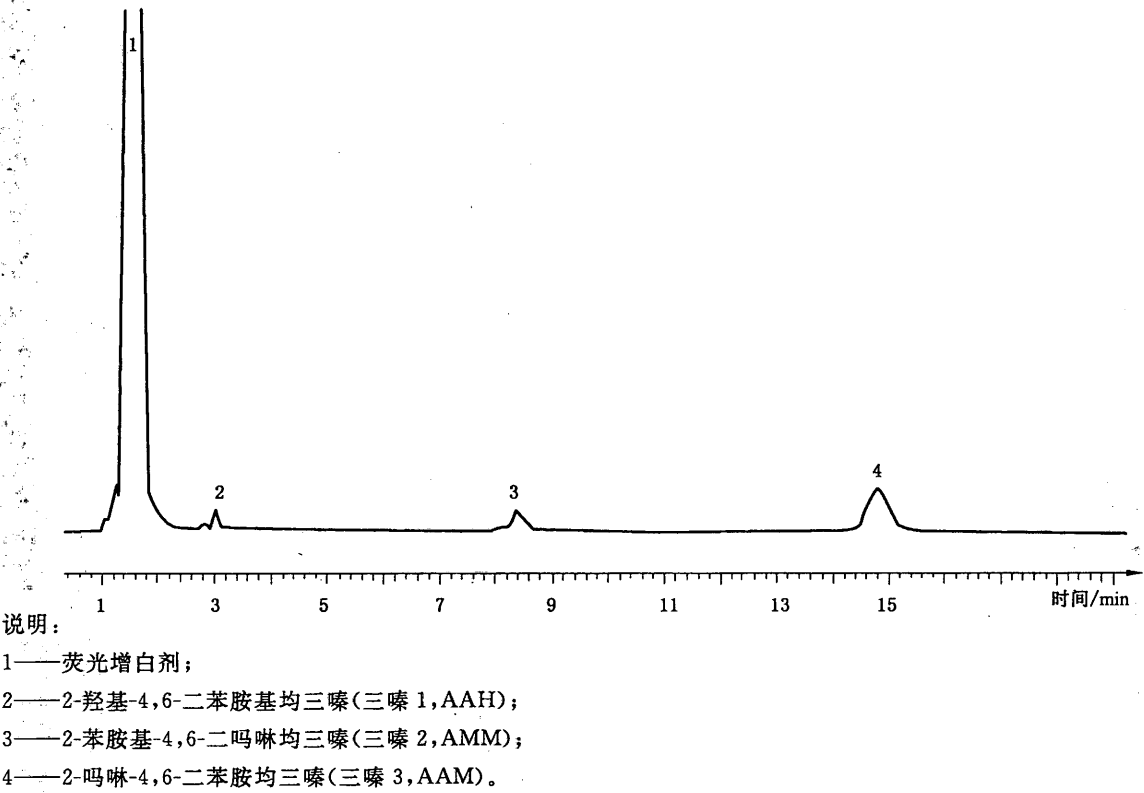


图 B.1 增白剂中三嗪测定液相色谱示意图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
荧光增白剂中三嗪类杂质的限量与测定
GB/T 29598—2013

*

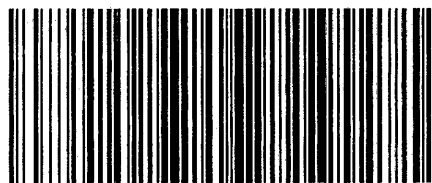
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2013 年 9 月第一版 2013 年 9 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-47436 定价 16.00 元



GB/T 29598-2013

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107