



中华人民共和国国家标准

— 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

2011-12-30 发布

2012-07-01 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。

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：浙江传化华洋化工有限公司、中国制浆造纸研究院、中顺洁柔纸业股份有限公司、广州宝洁有限公司、国家纸张质量监督检验中心。

本标准主要起草人：高君、李萍、陈曦、张清文、蔡定汉、张洪。

纸和纸板 可迁移性荧光增白剂的测定

警告: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检测方法。

本标准适用于各种纸和纸板中可迁移性荧光增白剂的测定。紫外可见分光光度法和高效液相色谱法检出限为 20.0 mg/kg。

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实验方法

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,纸和纸板中的荧光增白剂转移到萃取溶液中的部分。

4 取样

按 GB/T 450 进行。取样过程应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 可迁移性荧光增白剂的定性测定

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,并以此来定性测定试样中是否有可迁移性荧光增白剂。

5.2 试剂和材料

除非另有说明,在试验过程中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

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 氨水:0.1%。

5.2.3 盐酸溶液:10%。

5.2.4 萃取液:用 0.1%氨水(5.2.2)调节过 pH 的蒸馏水或去离子水,水溶液 pH 为 7.5~9.0。

5.3 仪器

一般实验室仪器及以下各项。

5.3.1 三角烧瓶:250 mL。

5.3.2 玻璃漏斗:1G1 玻璃砂芯漏斗。

5.3.3 玻璃表面皿。

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

5.3.5 pH 计:读数准确至 0.01。

5.4 试验步骤

5.4.1 将试样剪成约 5 mm×5 mm 的小块,准确称取 2.0 g 试样,置于三角烧瓶(5.3.1)中。

5.4.2 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。

5.4.3 用盐酸溶液(5.2.3)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℃的水浴中加热 30 min。

5.4.4 用镊子取出纱布,然后用手挤干滤液并平均折成四层,放在玻璃表面皿上(5.3.3)。

5.4.5 重复 5.4.2~5.4.4 步骤,进行空白试验。每个试样进行两次平行测定。

5.4.6 将放置试样纱布(5.4.4)及空白试验纱布(5.4.5)的玻璃表面皿置于紫外灯(5.3.4)下约 20 cm 处,观察纱布荧光现象。

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只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 可迁移性荧光增白剂的定量测定

6.1 紫外可见分光光度法

6.1.1 原理

荧光增白剂对波长 348 nm 左右的紫外光有最大的吸收。用紫外可见分光光度计测定试样滤液的吸光度,与 VBL 荧光增白剂标准溶液吸光度比较,从而定量测定样品中可迁移性荧光增白剂含量。

6.1.2 试剂和材料

除非另有说明,在试验过程中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

6.1.2.1 VBL 荧光增白剂标准溶液:100 mg/L。准确称取 0.010 0 g VBL 标准物质,用萃取液(6.1.2.3)溶解后倒入 1 L 的棕色容量瓶中,然后用萃取液定容到刻度。溶液应避光存放,存放时间不超过 24 h。

6.1.2.2 氨水:0.1%。

6.1.2.3 萃取液:用 0.1%氨水(6.1.2.2)调节过 pH 的蒸馏水或去离子水,溶液 pH 为 8.0~9.0。

6.1.2.4 具塞三角烧瓶:250 mL。

6.1.3 仪器

6.1.3.1 紫外可见分光光度计。

6.1.3.2 恒温振荡水浴。

6.1.3.3 滤膜:0.45 μm。

6.1.4 试验步骤

6.1.4.1 试样的萃取

称取约 1.000 g 试样于具塞三角烧瓶(6.1.2.4)中,加入 50 mL 萃取液(6.1.2.3),然后放入 80 ℃ 恒温振荡水浴(6.1.3.2)中,萃取 1 h。置于室温下避光冷却,然后用 0.45 μm 滤膜(6.1.3.3)过滤,保留滤液。每个试样做两次平行试验,同时做空白试验。

6.1.4.2 测定

分别吸取 1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL VBL 荧光增白剂标准溶液(6.1.2.1)于 100 mL 容量瓶中,用萃取液稀释到刻度。配制 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、15.0 mg/L、20.0 mg/L 的 VBL 荧光增白剂标准工作溶液。

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、试样滤液和空白溶液中荧光增白剂的吸光度。使用标准工作溶液测定结果绘制标准曲线,计算试样滤液和空白溶液中荧光增白剂含量。

6.1.5 结果处理

按式(1)计算试样中可迁移性荧光增白剂的含量 w (以 VBL 表示):

$$w = \frac{(c - c_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——试样中可迁移性荧光增白剂的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——滤液中荧光增白剂质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_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)。

计算结果精确到三位有效数字。

6.2 高效液相色谱法

6.2.1 原理

试样经 80 ℃ 水浴萃取,从纸张中萃取的荧光增白剂溶解到水中,萃取溶液经过滤后,加入高效液相色谱仪,经反相色谱分离后,利用紫外检测器,根据保留时间和峰面积进行定量测定。

6.2.2 试剂和材料

6.2.2.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂,水为 GB/T 6682 二级。

6.2.2.2 甲醇:色谱纯。

6.2.2.3 氨水:0.1%。

6.2.2.4 萃取液:用 0.1%氨水(6.2.2.3)调节过 pH 的蒸馏水或去离子水,溶液 pH 为 8.0~9.0。

6.2.2.5 VBL 荧光增白剂标准溶液:100 mg/L。准确称取 0.010 0 g VBL 标准物质,用萃取液(6.1.2.3)溶解后倒入 1 L 的棕色容量瓶中,然后用萃取液定容到刻度。溶液应避光存放,存放时间不超过 24 h。

6.2.2.6 VBL 荧光增白剂标准工作溶液(5.0 mg/L):吸取 5.0 mL VBL 荧光增白剂标准溶液(6.2.2.5)于 100 mL 容量瓶中,用萃取液稀释到刻度。

6.2.3 仪器

6.2.3.1 高效液相色谱仪(附紫外检测器)。

6.2.3.2 恒温振荡水浴。

6.2.3.3 滤膜:0.45 μm。

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 测定色谱条件

6.2.4.2.1 色谱柱:反相 C₁₈ 不锈钢柱,150 mm×4.6 mm, 5 μm。

6.2.4.2.2 UV 检测器:检测波长为 348 nm。

6.2.4.2.3 流动相:30 mL~70 mL 甲醇(6.2.2.2)溶液。

6.2.4.2.4 柱温:室温。

6.2.4.2.5 流速:0.5 mL/min。

6.2.4.2.6 进样量:10 μL。

6.2.4.3 测定

按仪器条件,依次取相同体积 VBL 标准工作溶液(6.2.2.6)、试样滤液和空白溶液等体积交替加入高效液相色谱仪(6.2.3.1)中测定。根据色谱图中的保留时间进行定性,外标法定量测定荧光增白剂含量。

6.2.5 结果计算

按式(2)计算试样中可迁移性荧光增白剂的含量 w (以 VBL 表示):

$$w = \frac{(c - c_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w ——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);

c ——滤液中荧光增白剂质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_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)。

计算结果精确到三位有效数字。

7 质量控制

光对荧光增白剂溶液浓度有明显的影响,导致测定结果产生偏差。试验过程中,标准溶液的配制和存放以及试样的萃取和滤液的存放应尽可能避免光线的照射。

8 精密度

可迁移性荧光增白剂在重复性条件下两次独立测定得到的测定结果,对于含量不大于 30.0 mg/kg 的试样,测定结果相对偏差应不大于 20%;含量大于 30.0 mg/kg 的试样,测定结果相对偏差应不大于 10%。

9 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 完整鉴定样品所必要的全部资料;
 - b) 本标准编号及所使用的方法;
 - c) 如果测定次数多于两次,说明测定次数;
 - d) 测定结果;
 - e) 如果对标准步骤有所更改,报告标准步骤的任何变更情况;
 - f) 试验过程中观察到的任何异常的现象。
-