



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 38339—2019

## 荧光增白剂产品中磷含量的测定

Determination of phosphorus content in fluorescent brightener products

2019-12-31 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
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：沈阳新纪化学有限公司、深圳市标色染料科技有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、沈阳化工研究院有限公司、国家染料指令监督检验中心。

本标准主要起草人：王振元、胥维昌、梁沛基、王勇、薛岩、姬兰琴、弓玮、谈成、王蓓、杨振梅。



# 荧光增白剂产品中磷含量的测定

## 1 范围

本标准规定了磷钼蓝法和磷钼黄法测定荧光增白剂产品中磷含量的方法。  
本标准适用于荧光增白剂产品中磷含量的测定。  
磷钼黄法仅适用于荧光增白剂产品中磷含量在 500 mg/kg 以上产品的测定。

## 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

## 3 原理

试样经消解分解有机物,并使磷完全转化为正磷酸根,在酸性条件下,正磷酸根与钼酸铵生成杂多酸。在锑或铋存在下,用抗坏血酸还原成磷锑(铋)钼蓝;或在钒存在下,生成稳定的黄色的钒钼磷酸盐  $[(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4\text{NH}_4\text{VO}_3 \cdot 16\text{MoO}_3]$ 。在一定浓度范围内符合比尔定律。

## 4 试剂或材料

实验室用水应符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求,本标准所用的试剂除特殊说明外均为分析纯。

- 4.1 硝酸。
- 4.2 高氯酸。
- 4.3 混酸:高氯酸与硝酸的体积比为 1 : 3。
- 4.4 盐酸。
- 4.5 过氧化氢。
- 4.6 硫酸溶液:硫酸与水的体积比为 1 : 1。
- 4.7 钼酸铵溶液:溶解 13 g 钼酸铵  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  于 100 mL 水中,溶解 0.35 g 酒石酸锑钾  $[\text{KSbC}_4\text{H}_4\text{O}_2 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$  于 100 mL 水中。在不断搅拌下把钼酸铵溶液徐徐加入 300 mL 硫酸溶液(4.6)中,再把酒石酸锑钾溶液缓慢加入,并混合均匀。
- 4.8 钒钼酸铵显色溶液:称取偏钒酸铵  $[\text{H}_4\text{NO}_5\text{V}]$  1.25 g,加水 200 mL 加热溶解,冷却后再加入 250 mL 硝酸。另称取钼酸铵 25 g,加水 400 mL 加热溶解,在冷却的条件下,将两种溶液混合,用水定容至 1 000 mL。避光保存,若产生沉淀则不能使用。
- 4.9 抗坏血酸溶液(100 g/L):溶解 10 g 抗坏血酸  $(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6)$  于 100 mL 水中。
- 4.10 磷标准贮备溶液(50 mg/L):准确称取 0.219 7 g(精确到 0.000 2 g)于 110 ℃干燥 2 h 并在干燥器中冷却 30 min 的磷酸二氢钾,用水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中,加入大约 800 mL 水,加 3 mL 硝酸,用水稀释至刻度,摇匀。1.00 mL 此标准溶液含 50.0 μg 磷。也可购买有证标准溶液配制。

注：此标准溶液冰箱中冷藏可贮存六个月。

4.11 磷标准使用溶液：将 10.00 mL 磷标准贮备溶液(4.10)转移到 100 mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀。1.00 mL 此标准溶液含 5.0 μg 磷(使用当天配制)。

5 仪器设备

- 5.1 分析天平，精度 0.000 1 g。
- 5.2 分光光度计，测定波长包含 400 nm~700 nm。
- 5.3 容量瓶，50 mL、100 mL、1 000 mL。
- 5.4 刻度移液管，10 mL、20 mL。
- 5.5 具塞刻度管，50 mL。

6 试验步骤

6.1 样品前处理

6.1.1 湿法消解

称取荧光增白剂试样 1 g(精确至 0.000 1 g)，置于 150 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 盐酸(4.4)和 10 mL 硝酸(4.1)，将锥形瓶放在加热器上缓慢加热，直至黄烟基本消失；稍冷后加入 10 mL 混酸(4.3)，在加热器上大火加热，至试样完全消解而得到无色透明的溶液(为此，有时需酌情补加混酸)；稍冷后加入 10 mL 水，加热至沸并进而冒白烟，再保持数分钟以驱除残余的混酸，然后冷却到室温，把消解溶液全部转移至 50 mL 的容量瓶中(若溶液出现浑浊、沉淀或机械性杂质，则应过滤)，用水洗涤容器并稀释到刻度。

同时按相同方法制备一空白溶液，测定时作为空白参比溶液。

6.1.2 微波消解

称取荧光增白剂试样 0.1 g~0.5 g(精确至 0.000 1 g)，置于消解内管中，加入 8 mL 硝酸(4.1)、2 mL 过氧化氢(4.5)。室温下静置过夜或将消解内管盖上内管盖在配套的加热板中 80 ℃~100 ℃预加热 20 min，让样品和浓酸及过氧化氢初步反应完全(至不再明显地冒烟或冒泡)，冷却至室温。然后将容器封闭，并按照微波消解仪的操作规程，置于微波消解仪内，设定适当的消解程序(例如表 1 所示)，在微波消解仪中进行消解。消解完成，待容器冷却至室温后，打开容器。把消解溶液全部转移至 50 mL 的容量瓶中(若溶液出现浑浊、沉淀或机械性杂质，则应过滤)，用水洗涤容器并稀释到刻度。

同时按相同方法制备一空白溶液，测定时作为空白参比溶液。

表 1 消解程序

| 阶段 | 温度/℃ | 压力/MPa | 保持时间/min |
|----|------|--------|----------|
| 1  | 100  | 2.0    | 2.0      |
| 2  | 130  | 3.0    | 2.0      |
| 3  | 160  | 3.5    | 3.0      |
| 4  | 190  | 4.0    | 3.0      |
| 5  | 220  | 4.5    | 5.0      |

6.2 测定

6.2.1 磷钼蓝法测定

6.2.1.1 工作曲线绘制

准确移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 磷标准使用溶液(4.11)于 7 个具塞刻度管中(含磷量分别为 0 μg、5 μg、10 μg、20 μg、30 μg、40 μg、50 μg),分别加水至约 20 mL,然后加入 2 mL 钼酸铵溶液(4.7),充分混匀后加入 2 mL 抗坏血酸溶液(4.9),用水稀释到 50 mL,充分混匀,室温放置 15 min。使用光程为 10 mm 的比色皿,在 700 nm 波长下,以水作参比溶液,测定各溶液的吸光度值。以含磷量为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准工作曲线。

6.2.1.2 样品测定

移取一定体积的消解液于 50 mL 具塞刻度管中,用水调整体积至约 20 mL,然后加入 2 mL 钼酸铵溶液(4.7),充分混匀后加入 2 mL 抗坏血酸溶液(4.9),用水稀释到 50 mL,充分混匀,室温放置 15 min。使用光程为 10 mm 的比色皿,在 700 nm 波长下,以水作参比溶液,测定样品溶液的吸光度值。在标准工作曲线上查得样品溶液含磷量,或通过工作曲线参数计算出含磷量。

按相同过程测定和计算空白溶液的含磷量。

6.2.2 磷钼黄法测定

6.2.2.1 工作曲线绘制

准确移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL 磷标准贮备溶液(4.10)于 6 个具塞刻度管中(含磷量分别为 0 μg、50 μg、100 μg、200 μg、400 μg、800 μg),分别加入 10 mL 钒钼酸铵显色溶液(4.8),用水稀释到 50 mL,充分混匀,室温放置 15 min。使用光程为 10 mm 的比色皿,在 400 nm 波长下,以水作参比溶液,测定各溶液的吸光度值。以含磷量为横坐标,吸光度值为纵坐标,绘制标准工作曲线。

6.2.2.2 样品测定

移取一定体积的消解液(含磷量 50 μg~750 μg)于 50 mL 具塞刻度管中,加入 10 mL 钒钼酸铵显色溶液(4.8),用水稀释到 50 mL,充分混匀,室温放置 15 min。使用光程为 10 mm 的比色皿,在 400 nm 波长下,以水作参比溶液,测定各溶液的吸光度值。在标准工作曲线上查得样品溶液含磷量,或通过工作曲线参数计算出含磷量。

按相同过程测定和计算空白溶液的含磷量。

7 结果计算

样品中磷含量  $w$  以毫克每千克(mg/kg)计,按式(1)计算:

$$w = \frac{(m_1 - m_0) \times 50}{m \times V}$$

.....( 1 )

式中:

- $m_1$ ——样品溶液的含磷量,单位为微克(μg);
- $m_0$ ——空白溶液的含磷量,单位为微克(μg);
- 50 ——样品消解溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$  —— 荧光增白剂样品的质量,单位为克(g);

$V$  —— 移取样品消解溶液的体积,单位为毫升(mL)。

两次平行测定结果之差不大于 2 mg/kg 或两次测定结果平均值的 10%,取其平均值作为测定结果。

8 试验报告

试验报告包括以下内容:

- a) 被测荧光增白剂的名称;
  - b) 本标准编号;
  - c) 试验方法和试验条件;
  - d) 使用仪器的名称、型号;
  - e) 测试结果;
  - f) 在测试过程中的特殊情况;
  - g) 与本方法的差异;
  - h) 试验日期。
-