



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

代替 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

（征求意见稿）

（本草案完成时间：2026-06-25）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 38339—2019《荧光增白剂产品中磷含量的测定》，与GB/T 38339—2019相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——增加了电感耦合等离子发射光谱法；

——增加了磷钼蓝法和磷钼黄法的检出限；

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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国染料标准化技术委员会（SAC/TC 134）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2019年首次发布为GB/T 38339—2019；

——本次为第一次修订。

荧光增白剂产品中磷含量的测定

1 范围

本标准规定了荧光增白剂产品中磷含量的测定方法。

本标准适用于荧光增白剂产品中磷含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）

4.1 原理

试样经消解后，由电感耦合等离子体发射光谱仪测定，以元素的特征发射光谱谱线波长定性；待测元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量分析。

4.2 试剂和材料

4.2.1 硝酸。

4.2.2 高氯酸。

4.2.3 混酸：高氯酸与硝酸的体积比=1：3。

4.2.4 盐酸。

4.2.5 盐酸溶液：3 mol/L。

4.2.6 过氧化氢。

4.2.7 磷标准贮备溶液（50mg/L）：准确称取 0.2197g（精确到 0.0002g）于 110℃干燥 2h 并在干燥器中冷却 30min 的磷酸二氢钾，用水溶解后转移至 1000mL 容量瓶中，加入大约 800mL 水，加 3mL 硝酸，用水稀释至刻度，摇匀。1.00mL 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。

4.2.8 磷标准工作液：分别吸取 50 mg/L 磷标准贮备液（4.2.7）0.00 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加 10.0 mL 3 mol/L 盐酸溶液（4.2.5），用水定容到刻度，摇匀，即得 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L 磷标准系列溶液。

4.3 仪器和设备

- 4.3.1 分析天平，感量 0.0001g。
- 4.3.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP-OES）：氩气纯度≥99.9%，以提供稳定清澈的等离子体焰炬，在仪器合适的工作条件下进行测定。
- 4.3.3 电加热器，温度可调。
- 4.3.4 微波消解仪。

4.4 试验方法

4.4.1 样品前处理

4.4.1.1 湿法消解

称取荧光增白剂试样1g（精确至0.0001g），置于150mL锥形瓶中，加入10mL盐酸（4.2.4）和10mL硝酸（4.2.1），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10mL混酸（4.2.3），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10mL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50mL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。

4.4.1.2 微波消解

称取荧光增白剂试样0.1g~0.5g（精确至0.0001g），置于消解内管中，加入8mL硝酸（4.2.1）、2mL过氧化氢（4.2.6）。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20min，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50mL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

4.4.2 测定

将磷标准系列溶液（5.8）由低浓度到高浓度依次导入电感耦合等离子体发射光谱仪，按照仪器参考测量条件测量发射强度。以磷标准系列质量浓度为横坐标，发射强度值为纵坐标，建立目标元素的校准曲线。

空白溶液和待测液直接用电感耦合等离子体发射光谱仪测定。从仪器上获得空白溶液和待测液的磷浓度。

4.5 磷含量计算

样品中磷含量，按式（1）计算：

$$w = \frac{(c_1 - c_0) \times 50}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- w ——样品中磷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 c_1 ——样品溶液的含磷量，单位为微克（ μg ）；
 c_0 ——空白溶液的含磷量，单位为微克（ μg ）；
 50 ——样品消解溶液定容的体积，单位为毫升（mL）；
 m ——样品质量，单位为克（g）。

4.6 检出限和测量低限

本方法的检出限为0.003mg/L，测定下限为0.009mg/L。当称样量为1g，定容体积为50mL时，方法检出限为0.15mg/kg，测量低限为0.45mg/kg。

4.7 精密度

在重复条件下，两次结果的绝对值之差不大于算数平均值的10%。

5 磷钼蓝法

5.1 原理

试样消解后，磷元素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，在一定浓度范围内符合比尔定律。

5.2 试剂和材料

- 5.2.1 硝酸。
- 5.2.2 高氯酸。
- 5.2.3 混酸：高氯酸与硝酸的体积比=1：3。
- 5.2.4 盐酸。
- 5.2.5 过氧化氢。
- 5.2.6 硫酸溶液：硫酸与水的体积比=1：1。
- 5.2.7 钼酸铵溶液：溶解 13g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于 100mL 水中，溶解 0.35g 酒石酸锑钾 $[\text{KSbC}_4\text{H}_4\text{O}_{12} \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$ 于 100mL 水中。在不断搅拌下把钼酸铵溶液徐徐加入到 300mL 硫酸溶液（12.7）中，再把酒石酸锑钾溶液缓慢加入，并混合均匀。
- 5.2.8 抗坏血酸溶液（100g/L）：溶解 10g 抗坏血酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ）于 100mL 水中。
- 5.2.9 磷标准贮备溶液（50mg/L）：同 4.2.7。
- 5.2.10 磷标准使用溶液：将 10.00mL 磷标准贮备溶液（12.9）转移到 100mL 容量瓶中，用水稀释到刻度，摇匀。1.00mL 此标准溶液含 5.0 μg 磷。（使用当天配制）

5.3 仪器和设备

- 5.3.1 分析天平，感量 0.0001g。
- 5.3.2 分光光度计，测定波长包含 400nm~700nm。

5.3.3 电加热器，温度可调。

5.3.4 微波消解仪。

5.4 试验方法

5.4.1 样品前处理

同7.1

5.4.2 测定

5.4.2.1 工作曲线绘制

准确移取0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL磷标准使用溶液（12.10）于7个具塞刻度管中（含磷量分别为0、5、10、20、30、40、50 μg），分别加水至约20mL，然后加入2mL钼酸铵溶液（12.7），充分混匀后加入2mL抗坏血酸溶液（12.8），用水稀释到50mL，充分混匀，室温放置15min。使用光程为10mm的比色皿，在700nm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。

5.4.2.2 样品测定

移取一定体积的消解液于50mL具塞刻度管中，用水调整体积至约20mL，然后加入2mL钼酸铵溶液（12.7），充分混匀后加入2mL抗坏血酸溶液（12.8），用水稀释到50mL，充分混匀，室温放置15min。使用光程为10mm的比色皿，在700nm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。

5.5 计算

样品中磷含量，按式（2）计算：

$$w = \frac{(m_1 - m_0) \times 50}{mV} \dots\dots\dots (2)$$

式（1）中：

- w ——样品中磷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- 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 —— 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）。

5.6 检出限和测量低限

磷钼蓝法检出限为0.003mg/L，测定下限为0.009mg/L，当称样量为1g，定容体积为50mL，移取消解液5mL时，测定方法检出限为1.5mg/kg，测量低限为4.5mg/kg。

5.7 精密度

在重复条件下，两次结果的绝对值之差不大于算数平均值的10%。

6 磷钼黄法

6.1 原理

试样消解后，磷元素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。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。

6.2 试剂和材料

6.2.1 硝酸。

6.2.2 高氯酸。

6.2.3 混酸：高氯酸与硝酸的体积比=1：3。

6.2.4 盐酸。

6.2.5 过氧化氢。

6.2.6 钒钼酸铵显色溶液：称取偏钒酸铵 $[\text{H}_4\text{NO}_3\text{V}]$ 1.25g，加水 200mL 加热溶解，冷却后再加入 250mL 硝酸。另称取钼酸铵 25g，加水 400mL 加热溶解，在冷却的条件下，将两种溶液混合，用水定容至 1000mL。避光保存，若产生沉淀则不能使用。

6.2.7 磷标准贮备溶液（50mg/L）：同 4.2.7。

6.3 仪器和设备

同5.3。

6.4 试验方法

6.4.1 样品前处理

同4.4.1。

6.4.2 测定

6.4.2.1 工作曲线绘制

准确移取0.00、1.00、2.00、4.00、8.00、16.00mL磷标准贮备溶液（5.7）于6个具塞刻度管中（含磷量分别为0、50、100、200、400、800 μg ），分别加入10mL钒钼酸铵显色溶液（19.6），用水稀释到50mL，充分混匀，室温放置15min。使用光程为10mm的比色皿，在400nm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。

6.4.2.2 样品测定

移取一定体积的消解液（含磷量50 μg ~750 μg ）于50mL具塞刻度管中，加入10mL钒钼酸铵显色溶液（4.8），用水稀释到50mL，充分混匀，室温放置15min。使用光程为10mm的比色皿，在400nm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。

6.5 计算

同5.5。

6.6 检出限和测量低限

磷钼黄法检出限为0.6mg/L，检出下限为1.8mg/L，当称样量为1g，定容体积为50mL，取消解液10mL时，测定检出限为150mg/kg，测量低限为450mg/kg。

6.7 精密度

在重复条件下，两次结果的绝对值之差不大于算数平均值的10%。

7 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、年代号；
 - 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。
-