

ICS 59.060.20
W 51

FZ

中华人民共和国纺织行业标准

FZ/T 51018—2020

纤维用海藻酸钠

Sodium alginate for fiber

2020-12-09 发布

2021-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

订单号: 0113210406260860 防伪编号: 2021-0406-0846-0047-5162 购买单位: 青岛源海新材料科技有限公司

青岛源海新材料科技有限公司 专用

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业联合会提出并归口。

本标准起草单位：青岛大学、山东洁晶集团股份有限公司、青岛源海新材料科技有限公司、青岛海之林生物科技开发有限公司、上海市纺织工业技术监督所、烟台泰桑生物技术有限公司、中国化学纤维工业协会、绍兴蓝海纤维科技有限公司、青岛海赛尔新材料科技有限公司、厦门百美特生物材料科技有限公司、青岛聚大洋藻业集团有限公司、上海纺织集团检测标准有限公司。

本标准主要起草人：夏延致、全凤玉、林成彬、成芳芳、陈宏、李红杰、许信权、张子昕、王荣根、郝继海、黄福龙、吴仕鹏、罗文婷、程跃谟。

青岛源海新材料科技有限公司 专用

订单号: 0113210406260860 防伪编号: 2021-0406-0846-0047-5162 购买单位: 青岛源海新材料科技有限公司

青岛源海新材料科技有限公司 专用

纤维用海藻酸钠

1 范围

本标准规定了纤维用海藻酸钠(又名:褐藻酸钠)的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存的要求。

本标准适用于生产纤维的海藻酸钠。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1886.243—2016 食品安全国家标准 食品添加剂 海藻酸钠(又名褐藻酸钠)

GB 5009.3—2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4—2016 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

JJG 512 白度计

YY/T 0606.8—2008 组织工程医疗产品 第8部分:褐藻酸钠

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

水不溶物 water insoluble residue

海藻酸钠中不溶于水的杂质,例如:泥沙、海藻酸、海藻表皮残渣等。

3.2

钙离子含量 content of calcium ion

海藻酸钠中钙离子质量占总质量的百分比。

3.3

结构组成 structure composition

海藻酸钠($C_6H_7O_6Na$)_n 主要由海藻酸的钠盐组成,由 α -L-甘露糖醛酸(M 单元)与 β -D-古罗糖醛酸(G 单元)依靠 β -1,4-糖苷键连接并由不同比例的 GM、MM 和 GG 片段组成。古罗糖醛酸与甘露糖醛酸含量比值(G/M)即海藻酸钠结构组成(G/M)。

4 技术要求

4.1 产品分等

产品分为一等品和合格品两个等级。

4.2 性能项目和指标

见表 1。

表 1 纤维用海藻酸钠性能项目和指标

序号	项 目	一等品	合格品
1	黏度 ^a /(mPa·s)	$M_1^b(1\pm 20\%)$	$M_1(1\pm 25\%)$
2	水不溶物/%	≤ 0.15	0.40
3	钙离子含量/%	≤ 0.25	0.40
4	白度/%	≥ 70	60
5	水分/%	≤ 15.0	
6	灰分/%	18.0~27.0	
7	pH 值	6.0~8.0	
^a 黏度是指水分含量 13% 时的湿基黏度。 ^b M_1 为黏度中心值, 范围为 300 mPa·s~400 mPa·s, 也可根据供需双方协商确定。			

4.3 结构组成(G/M)

由供需双方协商确定。

4.4 相对分子质量分布(M_w/M_n)

由供需双方协商确定。

5 试验方法

5.1 黏度

按 GB 1886.243—2016 附录 A 中 A.3 的规定执行, 海藻酸钠浓度为 10 g/L, 测试结果保留整数。

5.2 水不溶物

按 GB 1886.243—2016 附录 A 中 A.4 的规定执行, 测试结果保留两位小数。

5.3 钙离子含量

按附录 A 规定执行。

5.4 白度

按附录 B 规定执行。

5.5 水分

按 GB 5009.3—2016 第一法——直接干燥法规定执行。

5.6 灰分

按 GB 5009.4—2016 第一法——食品中总灰分的测定规定执行,马弗炉温度设置为 $(650\pm 25)^{\circ}\text{C}$ 。

5.7 pH 值

按 GB/T 9724 规定执行。

5.8 结构组成(G/M)

按附录 C 规定执行。

5.9 相对分子质量分布(M_w/M_n)

按 YY/T 0606.8—2008 附录 B 中 B.3 凝胶色谱法(GPC)规定执行。

6 检验规则

6.1 检验类型

检验分为型式检验和出厂检验。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品投产时;
- b) 长期停产,恢复生产时;
- c) 原料变化或改变主要生产工艺,可能影响产品质量时;
- d) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时;
- e) 出厂检验与上次型式检验有较大差异时。

6.2 检验项目

表 1 中项目为出厂检验项目。表 1 中项目以及结构组成(G/M)、相对分子质量分布(M_w/M_n)为型式检验项目。

6.3 组批规定

在规定周期内同一原料生产的产品为一批。

6.4 取样规定

6.4.1 按 GB/T 6679—2003 的 3.2.3 进行取样。

6.4.2 取出的样品应充分混匀,然后按四分法将样品缩分至样品量至少 500 g,将样品封存于磨口瓶或塑料袋中,并做好标识。

6.5 判定规则

各性能项目的测定值或计算值与表 1 所规定的性能项目指标的极限数值比较,逐一评定。最终以检验批中性能项目指标中最低项的等级,定为该批产品的等级。

6.6 复验规则

6.6.1 通则

批产品到收货方时应及时检查批号、规格、件数与货单(或外包装标识)是否相符。如因运输、保管等原因影响品质时,应查明责任,由责任方负责。

收货方如对产品质量有异议时,可在货到1个月内向生产厂提请复验,也可与生产厂协商提请第三方复验,逾期不予受理。复验结果为最终结果。若该批产品已用去三分之一以上时,不得申请复验,如果由于纤维用海藻酸钠质量影响后加工质量,并造成严重损失时,供需双方应分析原因,明确责任,协商处理。

6.6.2 检验项目

同6.2。

6.6.3 组批规定

同6.3。

6.6.4 取样规定

同6.4。

6.6.5 复验结果评定

按6.5评定,高于或等于原等级则判为符合,低于原等级则判为不符合。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

包装上应有牢固、清晰的标志,标明生产厂名、产品名称、生产地址、商标、批号、生产日期、净重、产品标准代号等。

7.2 包装

7.2.1 应采用适宜的包装,确保纤维用海藻酸钠(褐藻酸钠)产品的安全性和有效性。

7.2.2 每批产品应附产品合格证、质量检验单。

7.3 运输

运输工具应清洁、卫生、防雨,运输中应防止日晒、雨淋及受热、受潮,不得与有毒有害物质混放。

7.4 贮存

应存放在干净、干燥、防晒的库房中,避免雨淋及日晒,防止受热、受潮,不得与有毒有害物质混放。

附录 A

(规范性附录)

海藻酸钠中钙离子含量的测定

A.1 范围

本附录规定了海藻酸钠中钙离子含量的测定方法。

本附录适用于纤维用海藻酸钠。

A.2 原理

灼烧后的试样经溶解后,加入氢氧化钾使溶液 pH 值大于 12,同时加入三乙醇胺做掩蔽剂,用钙红做指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液络合滴定,以消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的量来计算钙的含量。

A.3 试剂

本附录除另有规定外,所用试剂的纯度应为分析纯,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.3.1 氢氧化钾溶液,2 mol/L。

A.3.2 三乙醇胺溶液,10%。

A.3.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液, $C=0.01$ mol/L。

A.3.4 钙红指示剂。

A.3.5 浓盐酸。

A.4 仪器设备

A.4.1 电炉:1 000 W。

A.4.2 马弗炉:最高温度为 1 000 ℃。

A.4.3 定量滤纸: $\phi 12.5$ cm,中速。

A.4.4 烧杯:250 mL。

A.4.5 容量瓶:100 mL。

A.4.6 酸式滴定管:50 mL。

A.4.7 电子天平:最小分度值为 0.1 mg。

A.4.8 移液管:10 mL。

A.5 测定步骤

A.5.1 准确称取约 1.0 g 已知水分含量(w)的试样,质量记为 m ,置于预先 (650 ± 25) ℃处理至恒重的瓷坩埚中,先用电炉慢慢炭化完全,再移入马弗炉中,于 (650 ± 25) ℃灰化 3 h,取出,冷却至室温。

A.5.2 缓慢加入 5 mL 浓盐酸(A.3.5)和 10 mL 三级水于坩埚中,煮沸 5 min,冷却转移至烧杯内,然后再加入 2 mL 浓盐酸(A.3.5)和 10 mL 三级水于坩埚中,煮沸 5 min,冷却后转移合并入同一烧杯中,然后用容量瓶定容至 100 mL,用干燥的定量滤纸过滤,弃去最先滤出的 20 mL 滤液,收集其他滤液于烧杯内。

A.5.3 用移液管准确移取 10 mL 待测滤液于烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钾溶液(A.3.1),搅拌均匀,再加入 1 mL 三乙醇胺溶液(A.3.2),0.1 g 钙红指示剂(A.3.4),溶解后,在不断搅拌下,以乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(A.3.3)滴定至红色突变为蓝色,即为终点。记录所消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(A.3.3)的体积 V 。

A.6 结果计算

钙离子含量按照公式(A.1)计算:

$$W = \frac{V \times C}{1\,000} \times \frac{100}{10} \times \frac{1}{m(1-w)} \times 40 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- W —— 钙离子含量, %;
- V —— 滴定所消耗 EDTA 的体积,单位为毫升(mL);
- C —— 滴定所用 EDTA 浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- m —— 样品的质量,单位为克(g);
- w —— 样品水分, %;
- 40 —— 钙离子的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

取平行二次测定数据的算术平均值作为试验结果,保留小数点后两位。

A.7 重复性

两个平行样测定结果相差不超过 5%, 否则重新测定。

A.8 试验报告

试验报告应包括:

- 试样名称和来源;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 试验结果;
- 与基本分析步骤的差异;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期。

订购号: 0113210406260860 防伪编号: 2021-0406-0846-0047-5162 购买单位: 青岛源海新材料科技有限公司

附录 B
(规范性附录)
海藻酸钠白度的测定

B.1 范围

本附录规定了纤维用海藻酸钠白度的测定方法。
本附录适用于纤维用海藻酸钠。

B.2 原理

模拟 D65 光源、漫射/垂直(d/0)光学几何条件下,测定试样对主波长 457 nm 蓝光的漫反射因数(%),表示白度测定结果。

B.3 仪器——白度测定仪**B.3.1 几何条件**

B.3.1.1 以漫射球对试样漫射照明。球直径不小于 100 mm,球内孔隙面积的总和不超过球内反射整球面积的 10%。

B.3.1.2 试样孔直径不小于 20 mm。

B.3.1.3 在漫反射球内壁设光泽吸收器,消除了试样镜面反射光的影响。

B.3.1.4 测量照明系统:模拟 D65 光源;光学几何条件:蓝光、漫射/垂直(d/0)。

B.3.1.5 光束及方向:单束光、无方向性。

B.3.2 光谱特性

B.3.2.1 模拟 D65 标准光源照明,特别是有与 D65 光源同样丰富的紫外辐射含量,定期用带荧光的标准板对仪器光源的紫外辐射含量进行校准。

B.3.2.2 R457 滤光片,该滤光片与仪器的光源、透镜、球壁和接受器的光谱特性相匹配,给出主波长 ± 0.5 nm,半波宽 44 nm 的光谱分布特性。

B.3.3 仪器的误差值

B.3.3.1 示值漂移小于或等于 0.2。

B.3.3.2 示值误差小于或等于 1.0。

B.3.3.3 重复性误差小于或等于 0.2。

B.3.4 标准黑筒

筒内黑色,无反射。

B.3.5 标准工作白板

需要定期校准,时间符合 JJG 512 有关规定。

B.3.6 试样盒

圆柱形,可以装载试样,表面有光学玻璃片,玻片厚度为 1 mm。

B.4 试验步骤

B.4.1 测定前按仪器的操作规程先调整好仪器,将试样盒清扫干净,将标准黑筒加上试样盒内的玻璃片,放置在试样座上,校准零点。

B.4.2 用标准工作白板和试样盒内的玻璃片,调整“标准白度值”。

B.4.3 取试样装满试样盒,保持厚度均匀。压紧试样,旋紧圆盖,将其放置在试样座上,测出白度值,记录。

B.5 结果计算

取平行二次测定数据的算术平均值作为试验结果,保留整数位。

两个平行样测定数据的绝对差值不得超过 1.0,否则重新测试。

B.6 试验报告

试验报告应包括:

- 试样名称和来源;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 试验结果;
- 与基本分析步骤的差异;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期。

附 录 C
(规范性附录)
海藻酸钠结构组成的测定

C.1 范围

本附录规定了海藻酸钠结构组成的测定方法——固态¹³C核磁共振法。
本附录适用于纤维用海藻酸钠。

C.2 原理

对纤维用海藻酸钠进行固态¹³C核磁共振法测试得到相应的图谱,根据古罗糖醛酸(G单元)和甘露糖醛酸(M单元)在图谱中吸收峰面积的大小,计算古罗糖醛酸含量(F_G)、甘露糖醛酸含量(F_M)、以及古罗糖醛酸与甘露糖醛酸含量比值(G/M),古罗糖醛酸与甘露糖醛酸含量比值(G/M)即海藻酸钠结构组成(G/M)。

C.3 仪器

¹³C魔角旋转核磁共振谱仪(¹³C CP-MAS NMR)。

C.4 测定步骤

取1 g~2 g海藻酸钠粉末,采用魔角旋转(Magic Angle Spinning,缩写MAS)技术进行核磁共振测试,转速为5 000 Hz,测试时间为1 h。

C.5 结果计算

参考谱图见图 C.1。

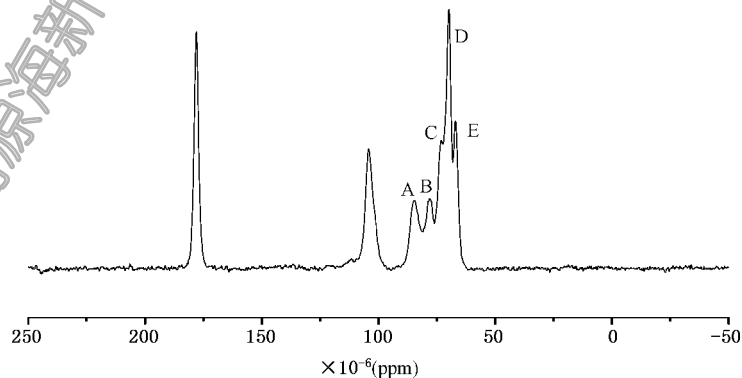


图 C.1 参考谱图

其中,化学位移在90~60之间的5个峰的积分强度与 G/M 比值有关,按位移从大到小将5个峰

分别标记为 A、B、C、D、E,其中古罗糖醛酸产生吸收峰为 A、D、E,而甘露糖醛酸产生的吸收峰为峰 B 和 C。测试得到核磁共振曲线进行分峰拟合,分峰拟合后,计算 A、B、C、D、E 处对应独立峰的峰面积(此处峰面积用 A、B、C、D、E 表示)。相关公式如下:

$$G = A + D + E \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

$$M = B + C \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

$$F_G = \frac{G}{G + M} \quad \dots\dots\dots (C.3)$$

$$F_M = \frac{M}{G + M} \quad \dots\dots\dots (C.4)$$

$$G/M = \frac{F_G}{F_M} \quad \dots\dots\dots (C.5)$$

式中:

- G ——古罗糖醛酸产生吸收峰的峰面积;
- M ——甘露糖醛酸产生吸收峰的峰面积;
- F_G ——古罗糖醛酸含量;
- F_M ——甘露糖醛酸含量;
- G/M ——古罗糖醛酸与甘露糖醛酸含量比值。

C.6 试验报告

试验报告应包括:

- 试样名称和来源;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 试验结果,包括涉及“结果计算”一章的内容;
- 与基本分析步骤的差异;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期。

购买单位: 青岛源海新材料科技有限公司
防伪编号: 2021-0406-0846-0047-5162
订单号: 0113210406260860

青岛源海新材料科技有限公司 专用

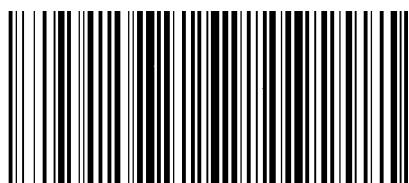
青岛源海新材料科技有限公司 专用

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: FZ/T 51018-2020
购买者: 青岛源海新材料科技有限公司
订单号: 0113210406260860
防伪号: 2021-0406-0846-0047-5162
时 间: 2021-04-06
定 价: 24元



FZ/T 51018-2020



码上扫一扫 正版服务到

中 华 人 民 共 和 国 纺 织
行 业 标 准
纤 维 用 海 藻 酸 钠
FZ/T 51018—2020

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.org.cn

服务热线:400-168-0010

2021年1月第一版

*

书号: 155066·2-35633

版权专有 侵权必究