

ICS 59.060.20  
W 50

# FZ

## 中华人民共和国纺织行业标准

FZ/T 50018—2013

FZ/T 50018—2013

### 蛋白粘胶纤维蛋白质含量试验方法

Determination of the protein content of the protein viscose fiber

中华人民共和国纺织  
行业标准  
蛋白粘胶纤维蛋白质含量试验方法  
FZ/T 50018—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](http://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

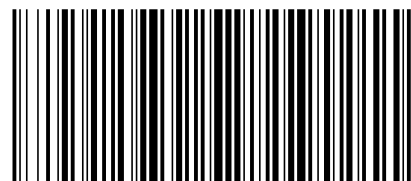
\*

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

\*

书号: 155066·2-26267 定价 16.00 元

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



FZ/T 50018-2013

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

式中:

$V_3$ ——稀释前次氯酸钠原液体积,单位为毫升(mL);

$c_3$ ——稀释后次氯酸钠溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_4$ ——稀释后次氯酸钠溶液总体积,单位为毫升(mL);

$c_1$ ——次氯酸钠原液浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

#### 4.2.3 仪器

4.2.3.1 恒温振荡水浴锅:控制温度为 $(25\pm 2)^\circ\text{C}$ ,振荡频率 $(60\pm 5)$ 次/min。

4.2.3.2 具塞三角烧瓶:容量为 250 mL。

4.2.3.3 天平:分度值为 0.001 g。

4.2.3.4 玻璃砂芯坩埚:容量为 30 mL~40 mL,微孔直径为  $40\ \mu\text{m}\sim 80\ \mu\text{m}$  的烧结式圆形过滤坩埚。

4.2.3.5 抽滤装置一套。

4.2.3.6 干燥箱:能保持温度为 $(105\pm 3)^\circ\text{C}$ 。

4.2.3.7 干燥器:装有变色硅胶。

#### 4.2.4 取样

短纤维按 GB/T 14334 规定,长丝按 GB/T 6502 规定取出实验室样品。

#### 4.2.5 试验步骤

##### 4.2.5.1 水分含量

按 4.1.5.1 的规定测定。

##### 4.2.5.2 蛋白质含量

###### 4.2.5.2.1 试样准备

从实验室样品中随机取样,取四份样品,两份测水分含量,将另两份试样剪切成 10 mm~15 mm 长,称取约 1 g(m),精确到 0.001 g。

###### 4.2.5.2.2 溶解

将试样移入具塞三角烧瓶(4.2.3.2)中,每克试样加入 100 mL 次氯酸钠溶液(4.2.2.12.2)于具塞三角烧瓶中,盖上瓶盖,振荡润湿试样后放入恒温振荡水浴锅(4.2.3.1)中,水浴温度为 $(25\pm 2)^\circ\text{C}$ ,振荡频率为 $(60\pm 5)$ 次/min,在此条件下振荡 $(30\pm 2)$ min。将残留物移至已知干燥质量( $m_0$ )的玻璃砂芯坩埚(4.2.3.4)中,用 50 mL 次氯酸钠溶液分两次清洗残留物,用清水洗 2 次,再用 100 mL 的稀乙酸溶液(4.2.2.7)清洗残留物,最后用清水清洗残留物,用酚酞指示液(4.2.2.11)检验清洗液呈无色为止。每次清洗时先用重力排液,再用真空抽吸排液。

###### 4.2.5.2.3 干燥、称量

将坩埚和残留物烘干至恒重(约 4 h),冷却并称量( $m_1$ ),精确到 0.001 g。

#### 4.2.6 结果表示

蛋白粘胶纤维中蛋白质含量以质量分数  $w_3$  计,数值以百分数(%)表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \left[ 1 - \frac{(m_1 - m_0)d}{m(1 - w_1)} \right] \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

## 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。

本标准由上海市纺织工业技术监督所归口。

本标准起草单位:上海市纺织工业技术监督所、宜宾海丝特纤维有限责任公司、恒天海龙股份有限公司。

本标准主要起草人:陈小诚、吴雅萍、邓传东、马君志、申世红、李蓉玲、李昌垒。

取两次平行试验结果的算术平均值作为水分含量,保留3位有效数字。

#### 4.1.5.2 蛋白质含量

##### 4.1.5.2.1 试样准备

从实验室样品中随机取样,将试样剪切成10 mm~15 mm长,称取约2 g( $m_3$ ),精确到0.001 g。

##### 4.1.5.2.2 蛋白质分解

将试样移入凯氏烧瓶(4.1.3.1)中,加入0.4 g 硫酸铜(4.1.2.2)、10 g 硫酸钾(4.1.2.3)、20 mL 硫酸(4.1.2.4)及数粒玻璃珠。摇匀后于瓶口倒扣一只小漏斗,将瓶以45°角斜支于电炉(4.1.3.2)上,小心加热。待瓶内试样完全炭化,泡沫完全停止后,加强火力,并保持瓶内液体微沸,至液体呈蓝绿色澄清透明后,再继续加热30 min。取下凯氏烧瓶冷却至约室温,小心加入20 mL水,摇匀。同时做空白试验。

##### 4.1.5.2.3 蒸馏

按图1装好定氮蒸馏装置。在水蒸气发生器内装水至2/3处并加入数粒玻璃珠。然后在接收的锥形瓶内加入50 mL 硼酸溶液(4.1.2.12)及4滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液(4.1.2.17)或甲基红-溴甲酚绿混合指示液(4.1.2.18),使冷凝管下口浸入硼酸溶液中。沿漏斗向凯氏烧瓶中缓慢加入70 mL 氢氧化钠溶液(4.1.2.13),此时瓶内液体应呈黑褐色(碱性)。通入水蒸气,至少收集80 mL 蒸馏液(包括50 mL 硼酸)。再降低锥形瓶的位置,使冷凝管口离开液面,继续蒸馏3 min。用少量水冲洗冷凝管管口,洗液并入锥形瓶,取下锥形瓶。

##### 4.1.5.2.4 滴定

用盐酸或硫酸标准滴定溶液(4.1.2.11)滴定蒸馏液,使用甲基红-亚甲基蓝混合指示液由翠绿色至出现紫红色为终点,用甲基红-溴甲酚绿混合指示液由天蓝色至出现砖红色为终点,记录消耗的盐酸或硫酸标准滴定溶液的体积。

作空白试验,记录消耗的盐酸或硫酸标准滴定溶液的体积。

##### 4.1.5.2.5 结果计算

蛋白粘胶纤维中蛋白质含量以质量分数 $w_2$ 计,数值以百分数(%)表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0) \times c \times M}{m_3 (1 - w_1)} \times F \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w_2$ ——试样蛋白质含量,%;

$V$ ——试样耗用盐酸或硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——空白试验耗用盐酸或硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c$ ——盐酸或硫酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$M$ ——氮的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)( $M=0.014$ );

$m_3$ ——试样质量,单位为克(g);

$w_1$ ——试样水分含量,%;

$F$ ——氮换算成蛋白质的系数,蛋白质纤维氮换算系数为6.25。

取两次平行试验结果的算术平均值作为蛋白粘胶纤维中蛋白质含量,保留3位有效数字。

## 蛋白粘胶纤维蛋白质含量试验方法

### 1 范围

本标准规定了两种测定蛋白粘胶纤维中蛋白质含量的试验方法。包括方法A——凯氏定氮法和方法B——次氯酸钠法。

本标准适用于蛋白粘胶纤维中蛋白质含量的测定。

### 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 4146.1 纺织品 化学纤维 第1部分:属名
- GB/T 4146.3 纺织品 化学纤维 第3部分:检验术语
- GB/T 6502 化学纤维 长丝取样方法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 14334 化学纤维 短纤维取样方法

### 3 术语和定义

GB/T 4146.1、GB/T 4146.3界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**蛋白粘胶纤维蛋白质含量** **protein content of the protein viscose fiber**

蛋白粘胶纤维中蛋白质的质量分数。

### 4 试验方法

#### 4.1 方法A(凯氏定氮法)

##### 4.1.1 原理

蛋白粘胶纤维与硫酸在催化剂作用下一同加热,使蛋白质分解,分解的氨与硫酸结合成硫酸铵,然后碱化蒸馏使氨游离,用硼酸吸收后再以硫酸或盐酸标准溶液滴定,根据硫酸或盐酸标准溶液的消耗量乘以换算系数,计算得到蛋白质的含量。

##### 4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 所用试剂的纯度为分析纯,所用溶液以质量分数表示。实验室用水应符合GB/T 6682中三级水的规格。

4.1.2.2 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )。