

QB

【分类编号】 Y43

备案号：619、620—1997

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2317、2318—97

牙膏用天然碳酸钙 牙膏用羧甲基纤维素钠

1997—09—01发布

1998—05—01实施

中国轻工总会 发布

【分类编号】Y43

备案号：620—1997

中华人民共和国轻工行业标准

牙膏用羧甲基纤维素钠

QB/T 2318—97

前 言

本行业标准根据国内牙膏工业要求和羧甲基纤维素钠生产厂家的产品规格而制定。

本标准参照GB 1904—89《食品添加剂 羧甲基纤维素钠》起草。

本标准在分析方法上主要采用国内较为公认和通用的方法，并在某种程度上参考了美国材料试验标准和大力神公司的标准。这些分析方法有较多的相同或相似之处。

本标准由中国轻工总会质量标准部提出。

本标准由全国牙膏蜡制品标准化中心归口。

本标准起草单位：柳州两面针股份有限公司、西安惠安化工厂、张家港新光化工厂。

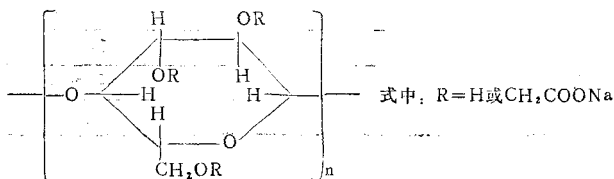
本标准主要起草人：董梅芬、陈光业、乔承忠、徐永山、许忠喜、何正刚。

牙膏用羧甲基纤维素钠

1 范围

本标准规定了牙膏用羧甲基纤维素钠的技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于以纤维素、烧碱及氯乙酸或其钠盐制得的牙膏用羧甲基纤维素钠。该产品在牙膏中用做粘合剂。其结构式如下：



相对分子质量：当代替度为1时，单元相对分子质量为242.16。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB 601—88 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
- GB 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 9724—88 化学试剂 pH值测定通则
- GB 6882—92 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 4789.2—84 食品卫生微生物学检验 菌落总数测定
- GB 191—90 包装储运图示标志

3 技术要求

3.1 外观 本品为白色或微黄色纤维状粉末，目视无杂质。

3.2 理化指标 牙膏用羧甲基纤维素钠应符合表1的要求。

表 1 理化指标要求

项 目	指 标
细度(250 μ m试验筛通过率) %	≥ 98
粘度(2%水溶液) mPa·s	900~1200
代替度	≥ 0.90
pH值	6.5~8.5
水分含量 %	≤ 7.0
氯化物(以NaCl计)含量 %	≤ 3.0
菌落总数 个/g	≤ 100
重金属(以Pb计)含量 %	≤ 0.002
砷(As)含量 %	≤ 0.0005
铁(Fe)含量 %	≤ 0.03

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其它要求时,均指分析纯试剂和GB 6682中规定的三级水。

试验中所需的各种溶液、制剂或制品,在没有注明其他要求时,均按GB 601、GB 602、GB 603规定制备。

4.1 鉴别

4.1.1 试剂

- a) 盐酸;
- b) 1%硫酸铜溶液: 1g硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于100mL水中。

4.1.2 试样溶液

取2g试样,置于100mL温热水中,搅拌均匀,并继续搅拌至胶状,冷却至室温。

4.1.3 鉴别方法

- a) 取30mL试样溶液(4.1.2),加入3mL盐酸(4.1.1a),产生白色沉淀;
- b) 取50mL试样溶液(4.1.2),加入10mL硫酸铜溶液(4.1.1b),产生绒毛状淡蓝色沉淀;
- c) 用盐酸湿润铂丝,在无色火焰上灼烧至无色,再蘸取试样溶液(4.1.2)少许,在无色火焰中燃烧,火焰即呈鲜黄色。

4.2 细度的测定

4.2.1 仪器

筛孔尺寸为250 μ m(即60目)的试验筛。

一般实验室仪器。

4.2.2 测定步骤

称取试样10g(称准至0.001g),置于试验筛中,充分过筛至筛余物不能通过筛孔为止。称出筛余物的质量。

4.2.3 结果的表示和计算

以质量百分数表示的细度 X_1 按式(1)计算。

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——试样质量, g;

m_2 ——筛余物质量, g。

4.2.4 允许差

平行试验结果的绝对差值不大于0.2%,取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.3 粘度的测定

4.3.1 仪器

旋转式粘度计,测量精度等于或优于10mPa·s;

一般实验室仪器。

4.3.2 测定步骤

称取经105°C烘箱干燥2h的试样2.00g,置于200mL磨口瓶中,加入98.0g水,放置5~10h,在放置过程中充分搅拌使试样全部溶解均匀。将试样溶液放入恒温水浴内,使试样溶液温度控制在 $25 \pm 1^\circ\text{C}$,然后用旋转式粘度计于 $25 \pm 1^\circ\text{C}$ 测定试样溶液的绝对粘度。

4.3.3 允许差

平行试验结果的绝对差值不大于50mPa·s,取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.4 代替度的测定

4.4.1 试剂

4.4.1.1 无水乙醇。

4.4.1.2 90%乙醇:90mL无水乙醇溶于100mL水中。

4.4.1.3 硫酸标准溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1\text{mol/L}$ 。

4.4.1.4 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 。

4.4.1.5 甲基红指示液: 1g/L。

4.4.2 仪器

一般实验室仪器。

4.4.3 测定步骤

称取试样1.5g(粗称)于G2或G3砂芯玻璃过滤坩埚内,加入预先加热至 $50 \sim 70^\circ\text{C}$ 的90%乙醇(4.4.1.2)进行洗滤。乙醇溶液量每次均加满砂芯玻璃过滤坩埚,连续洗滤五次。最后再用无水乙醇洗滤一次。然后将试样转移入扁型称量瓶中,于 120°C 烘箱烘2h(烘至1h左右时,将称量瓶内试样轻轻敲松)。烘完后,放入干燥器内冷却至室温后立即称量,迅速将此干燥样品移入20~25mL瓷坩埚中,再将称量瓶称量,两次质量之差即为计算时的试样质

量。置瓷坩埚于高温炉内从室温开始升温灼烧，当温度升至700°C（±25°C）时，即断开高温炉电源，待温度低于200°C后，取出瓷坩埚，冷却后用水将灼烧残渣全部洗入250mL烧杯内，加水至约100mL，准确加入50mL硫酸标准溶液（4.4.1.3），加热，缓缓沸腾10min，加2~3滴甲基红指示液（4.4.1.5），稍冷，用氢氧化钠标准溶液（4.4.1.4）滴定至红色恰褪。

4.4.4 结果的表示和计算

每克试样所含钠（Na）的毫摩尔数B按（2）式计算。

$$B = \frac{c_1 V_1 - c_2 V_2}{m} \dots \dots \dots (2)$$

式中：c₁——硫酸标准溶液的浓度，mol/L；

V₁——加入硫酸标准溶液的体积，mL；

c₂——氢氧化钠标准溶液的浓度，mol/L；

V₂——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

m——经乙醇纯化并干燥后的试样的质量，g。

代替度（DS）定义为置换在纤维素每个葡萄糖单元上的羧甲基的平均数目，按（3）式计算。

$$DS = \frac{0.162B}{1 - 0.080B} \dots \dots \dots (3)$$

式中：B——由（1）式算出的每克试样所含钠（Na）的毫摩尔数，mmol/g；

0.162——纤维素葡萄糖单元的毫摩尔质量，g/mmol；

0.080——纤维素的葡萄糖单元每置换上1mmol羧甲基钠（CH₂COONa）后质量的增加值，g/mmol。

4.4.5 允许差

平行试验结果的绝对差值不大于0.02，取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.5 pH值的测定

4.5.1 仪器

pH计及其配套的电极。测量精度等于或优于0.02pH单位。

4.5.2 试剂

pH标准缓冲溶液：按GB 9724配制。

4.5.3 测定步骤

称取试样1.00g，加入100g水，搅拌至均匀的胶状，做为试样溶液。用与试样溶液pH接近的标准缓冲溶液对pH计定位，然后测定试样溶液的pH值。测定时试样溶液温度应在25±1°C的范围内。

4.5.4 允许差

平行试验结果的绝对差值不大于0.10，取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.6 水分含量的测定

4.6.1 仪器

一般实验室仪器。

4.6.2 测定步骤

称取试样3~5g(称准至0.001g),置于事先已在105°C烘箱中干燥恒重已知质量的扁形称量瓶中,放入105°C烘箱中干燥2h,然后取出放入干燥器中冷却至室温称量。

4.6.3 结果的表示和计算

以质量百分数表示的水分含量 X_2 按(4)式计算。

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

式中: m_1 ——干燥前试样质量, g;

m_2 ——干燥后试样质量, g。

4.6.4 允许差

平行试验结果的绝对差值不大于0.35%,取平行试验结果的算术平均值作为测定结果。

4.7 氯化物含量的测定

4.7.1 试剂

4.7.1.1 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.7.1.2 30%过氧化氢。

4.7.1.3 无水乙醇。

4.7.1.4 铬酸钾溶液(5%): 5g铬酸钾(K_2CrO_4)溶于100mL水中。

4.7.1.5 氢氧化钠溶液(1%): 1g氢氧化钠(NaOH)溶于100mL水中。

4.7.1.6 稀硝酸溶液: 0.5mL浓硝酸,溶于100mL水中。

4.7.1.7 酚酞指示液: 10g/L。

4.7.2 测定步骤

称取试样1g(称准至0.002g),置于250mL锥形瓶中,加入少量无水乙醇润湿,并迅速加入150mL水,5mL过氧化氢(4.7.1.2),加热至试样全部溶解并缓和沸腾10min,冷却至室温,加入2滴酚酞指示液(4.7.1.7)。如显红色,用稀硝酸溶液(4.7.1.6)中和至刚好显无色;如显无色,则先滴加1%氢氧化钠溶液(4.7.1.5)至显红色,再用稀硝酸溶液(4.7.1.6)中和至刚好显无色。然后加入2mL铬酸钾溶液(4.7.1.4),用硝酸银标准溶液(4.7.1.1)滴定至刚刚出现砖红色沉淀。滴定时注意剧烈振荡。

4.7.3 结果的表示和计算

以质量百分数表示的氯化物(以NaCl计)含量 X_3 按(5)式计算。

$$X_3 = \frac{0.05844 \times c \times V}{m} \times 100 \quad \text{..... (5)}$$

式中: c ——硝酸银标准溶液浓度, mol/L;

V ——滴定消耗硝酸银标准溶液的体积, mL;

m ——试样质量, g

0.05844——NaCl的毫摩尔质量, g/mol。

4.7.4 允许差

平行试验结果的绝对差值不大于0.06%，取平行试验结果的算术平均值做为测定结果。

4.8 菌落总数的测定

按GB 4789.2进行测定。

4.9 重金属含量的测定

4.9.1 试剂

4.9.1.1 盐酸。

4.9.1.2 铅标准溶液：1mL溶液含有0.1mgPb。

4.9.1.3 乙酸溶液：1体积冰乙酸溶于4体积水中。

4.9.1.4 硫化钠溶液（10%）：10g硫化钠（ $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ）溶于100mL水中。

4.9.2 仪器

25mL纳氏比色管。

一般实验室仪器。

4.9.3 测定步骤

称取试样2.00g，置于瓷坩锅中，在微火上炭化后，移入500°C的高温炉中灰化1h，取出冷却后加入2mL盐酸（4.9.1.1），在水浴上蒸发至干，残留物用4mL乙酸溶液（4.9.1.3）溶解，经滤纸过滤至50mL容量瓶中，洗涤坩锅、滤纸数次，洗涤液滤入容量瓶中，加水至刻度，摇匀。移取25.0mL至纳氏比色管中做为试验溶液。

另取一支纳氏比色管加入0.20mL铅标准溶液（4.9.1.2），2mL乙酸溶液（4.9.1.3）加水至体积为25.0mL，摇匀。

往试验溶液和标准溶液比色管中各加入两滴硫化钠溶液（4.9.1.4），很快加以混合，放置5min后，在白色背景下进行颜色的比较。

4.9.4 结果的表示

样品管颜色不深于标准管颜色为合格，样品管颜色深于标准管颜色为不合格。

4.10 砷含量的测定

4.10.1 试剂

4.10.1.1 硝酸。

4.10.1.2 硫酸。

4.10.1.3 15%碘化钾溶液：15g碘化钾（KI）溶于85g水中。

4.10.1.4 氯化亚锡溶液：400g/L。

4.10.1.5 无砷金属锌。

4.10.1.6 砷标准溶液：称取0.1320g于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷（ As_2O_3 ）溶于5mL20%氢氧化钠溶液中。加入1mol/L硫酸25mL，移入1000mL容量瓶中，加新煮沸冷却的水稀释至刻度。此溶液1.00mL含砷0.100mg。临用前取1.00mL，加1mol/L硫酸1mL，加新煮沸冷却的水稀释至100.0mL。此溶液1.00mL含砷1.00 μg 。

注：1mol/L硫酸指 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 1\text{mol/L}$ 的硫酸溶液。

4.10.2 仪器

定砷瓶。

一般实验室仪器。

4.10.3 测定步骤

称取试样1.00g。在250mL锥形瓶中，预先加入10mL硝酸，缓缓加热，慢慢加入样品，待作用缓和后，稍冷，沿壁加入5mL硫酸，再缓缓加热，至溶液开始变棕色，不断滴加硝酸，至有机质分解完全，继续加热，生成大量的二氧化硫白色烟雾，最后溶液应无色或微带黄色。冷却后加20mL水煮沸，除去残留的硝酸至产生白烟为止。如此处理两次，放冷，将溶液全部移入定砷瓶中，加水至体积约30mL。

取相同量的硝酸、硫酸，按上述方法作试剂空白试验。

吸取含砷 $1.00\mu\text{g}/\text{mL}$ 的砷标准溶液5.00mL，放入试剂空白溶液中，在样品溶液和试剂空白溶液各加入5mL碘化钾溶液（4.10.1.3），0.2mL氯化亚锡溶液（4.10.1.4），混匀，室温放置10min。

向上述定砷瓶中，各加入3g无砷金属锌（4.10.1.5），并立即塞上预先装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管，于 25°C 放置1h，取出砷斑进行比较。

4.10.4 结果的表示

样品砷斑颜色不深于标准砷斑颜色为合格，样品砷斑颜色深于标准砷斑颜色为不合格。

4.11 铁含量的测定

4.11.1 试剂

4.11.1.1 1+1盐酸溶液：1体积浓盐酸溶于1体积水中。

4.11.1.2 30%过氧化氢

4.11.1.3 20%硫氰酸钾（KSCN）溶液。

4.11.1.4 铁标准溶液（1mL溶液含有 0.1gFe ）。

4.11.2 仪器

50mL纳氏比色管。

一般实验室仪器。

4.11.3 测定步骤

称取试样2.00g于瓷坩埚中，在微火上炭化后，移入 500°C 高温炉中灰化1h，灰分用0.2mL盐酸溶液（4.11.1.1）溶解后，移入50mL烧杯，加水至约20mL，加入过氧化氢溶液（4.11.1.2）1mL，煮沸2min，冷却后经滤纸过滤至50mL容量瓶中，洗涤烧杯、滤纸数次，洗涤液滤入容量瓶中，加水至刻度，摇匀，移取25.00mL至纳氏比色管中做为试验溶液。

另取一支纳氏比色管加入3.00mL铁标准溶液（4.11.1.4），加水至25.0mL，摇匀。

往试验溶液和标准溶液的比色管中各加入0.4mL盐酸溶液（4.11.1.1），10mL硫氰酸钾溶液（4.11.1.3），混匀，放置3min后，加水至刻度，摇匀，在白色背景下进行颜色的比较。

4.11.4 结果的表示

样品管颜色不深于标准管颜色为合格，样品管颜色深于标准管颜色为不合格。

5 检验规则

5.1 本标准中规定的所有的十一个技术要求项目为型式检验项目，其中外观、细度、粘度、代

替度、pH值、水分含量、氯化物含量和菌落总数为常规检验项目，应逐批检验。正常生产情况下，每三个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，应进行型式检验。

- a) 当原材料、生产工艺有大的变化，可能影响产品性能时；
- b) 产品长时间停产恢复生产时；
- c) 国家质量机构或购货单位提出型式检验要求时；
- d) 原材料采用新供应点时。

5.2 本品应由生产厂的质量检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品均符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书。

5.3 使用单位有权按照本标准规定对所收到的产品进行验收。

5.4 每批量不超过生产厂每班的产量。

5.5 检验取样方法：应从每批包（桶）数的5%中选取试样，小批时不得少于三包（桶）。从选出的包中，用取样管等取样工具伸入每包的3/4深处，取出不少于100g的试样，将选取的试样迅速混匀，用四分法缩分后装于清洁、干燥的容器中，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称，批号及取样日期，送化验室分析。

5.6 如果检验中有指标不符合本标准要求时，应重新从两倍量的包装袋中选取试样进行分析。重新检验的结果有一项指标不符合本标准的要求，则判整批不合格。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议需要仲裁时，仲裁机构由双方协商选定，仲裁时应按照本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

6 包装、标志、运输和贮存

6.1 用内有一层食品级聚乙烯袋的编织袋或纸桶包装，每袋净含量20kg或25kg。包装方式也可由供需双方协商确定。

6.2 包装上应牢固标明生产厂名称、产品名称、商标、批号、生产日期和净含量，并标有“牙膏用”或“牙膏级”字样以及GB 191中的“怕湿”标志。

6.3 本产品运输或贮存时，应放在清洁、干燥的场所，不得与有毒物质混装、混运或一起存放。本产品易吸水，因此在贮运过程中，应注意避免与水接触和避免包装破损。

6.4 在符合本标准包装、运输、贮存的条件下，本产品自生产之日起，保质期为一年。