

ICS 67.120.30  
CCS X 20

SC

# 中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3404—2025

代替 SC/T 3404—2012

## 岩藻多糖

Fucoidan

2025-12-09 发布

中华人民共和国农业农村部 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 SC/T 3404—2012《岩藻多糖》，与 SC/T 3404—2012 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术内容变化如下：

- a) 增加了原料要求、生产用水和食品添加剂要求(见 4.1、4.2、4.3)；
- b) 增加了产品定性鉴别要求及其试验方法(见 4.4、5.1)；
- c) 删除了总糖、游离硫酸根指标及其试验方法(见 2012 年版的 4.2、5.2.1、5.2.4、附录 A、附录 D)；
- d) 更改了感官要求(见 4.5,2012 年版的 4.1)；
- e) 增加了游离态 L-岩藻糖指标及其试验方法(见 4.6、5.3.1)；
- f) 更改了岩藻糖、硫酸基项目及其试验方法(见 4.6、5.3.2、5.3.3、附录 A、附录 B,2012 年版的 4.2、5.2.2、5.2.3、附录 B、附录 C)；
- g) 增加了安全指标的限量要求及其试验方法(见 4.7、5.4)；
- h) 更改了出厂检验指标(见 6.3.1,2012 年版的 6.2.1)；
- i) 更改了判定规则(见 6.4,2012 年版的 6.3)；
- j) 更改了标识、包装、运输和储存的具体要求(见第 7 章,2012 年版的第 7 章)。

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。

本文件由农业农村部渔业渔政管理局提出。

本文件由全国水产标准化技术委员会水产品加工分技术委员会(SAC/TC 156/SC 3)归口。

本文件起草单位：中国水产科学研究院黄海水产研究所、青岛明月海藻生物健康科技集团有限公司、山东洁晶集团股份有限公司、北京雷力联合海洋生物科技有限公司、威海市宇王集团海洋生物工程有限公司、浙江金海蕴生物股份有限公司、大连海洋大学、汤臣倍健股份有限公司。

本文件主要起草人：郭莹莹、王联珠、汤洁、孙占一、冷凯良、赵丽、何云海、孙伟红、朱文嘉、李娜、白义化、吕志中、申培丽、罗诗慧、江艳华、姚琳、惠锋基、严国富、邢晓明、戴先安、苗钧魁、孙晓杰、董权锋、于凡、王小娟、刘丽清。

本文件的及其所代替文件历次版本发布情况为：

——2012 年首次发布为 SC/T 3404—2012；

——本次为第一次修订。



# 岩藻多糖

## 1 范围

本文件规定了生产岩藻多糖的原料要求、生产用水、食品添加剂,以及岩藻多糖产品的定性鉴别、感官要求、理化指标、安全指标和净含量,描述了相应的试验方法,同时对检验规则、标识、包装、运输和贮存做出了规定。

本文件适用于以海带属(*Laminaria* 或 *Saccharina*)、裙带菜属(*Undaria*)、泡叶藻属(*Ascophyllum*)、马尾藻属(*Sargassum*)等褐藻为原料,经提取、精制得到的岩藻多糖的生产、销售和监督管理。

## 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 191 包装储运图示标志
- GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量
- GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
- GB 5749 生活饮用水卫生标准
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则
- GB 19643 食品安全国家标准 藻类及其制品
- GB/T 30891 水产品抽样规范
- SC/T 3202 干海带
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**岩藻多糖 fucoidan**

岩藻聚糖硫酸酯

褐藻糖胶

褐藻聚糖硫酸酯

以 L-岩藻糖和结合态硫酸基为主要组成特征的一类水溶性硫酸化杂多糖。

## 4 要求

### 4.1 原料

褐藻原料应清洁、无外来杂质,干海带还应符合 SC/T 3202 的要求。

### 4.2 生产用水

应符合 GB 5749 的要求。

### 4.3 食品添加剂

生产中使用的加工助剂品种及用量应符合 GB 2760 的要求。

### 4.4 定性鉴别

岩藻多糖溶液与氯化十六烷基吡啶溶液反应,应生成絮状沉淀。

### 4.5 感官要求

应符合表 1 的要求。

表 1 感官要求

项目	要求
色泽	呈类白色、淡黄色、黄褐色、褐色等产品固有色泽
外观	呈均匀粉末状
气味	具有褐藻固有的气味,无异味
杂质	无正常视力可见外来杂质

### 4.6 理化指标

应符合表 2 的要求。

表 2 理化指标

项目	指标
游离态 L-岩藻糖 <sup>a</sup> , %	≤1.5
L-岩藻糖 <sup>b</sup> , %	≥15
结合态硫酸基, %	≥15
水分, g/100g	≤10
灰分, g/100g	≤32
pH	4.5~7.5

<sup>a</sup> 未经水解的岩藻多糖中游离态 L-岩藻糖含量。  
<sup>b</sup> 岩藻多糖经水解后 L-岩藻糖含量。

### 4.7 安全指标

#### 4.7.1 污染物指标

应符合 GB 2762 的要求。

#### 4.7.2 微生物指标

即食产品中微生物指标应符合 GB 19643 的要求。

### 4.8 净含量

预包装产品的净含量应符合 JJF 1070 的要求。

## 5 试验方法

### 5.1 定性鉴别

5.1.1 称取试样 0.2 g(精确至 0.01 g)于 50 mL 具塞离心管中,加入 20 mL 蒸馏水,涡旋混匀,置于 40℃水浴振荡 10 min~20 min,使其充分溶解,得到浓度为 1%的岩藻多糖溶液。

5.1.2 将上述溶液 8 000 r/min 离心 5 min,取适量上清液加入数滴 2.5%氯化十六烷基吡啶溶液,观察是否生成絮状沉淀。

### 5.2 感官

在光线充足、无异味和其他干扰的环境中,将适量试样置于白色搪瓷盘上,按表 1 逐项检验。

### 5.3 理化指标

#### 5.3.1 游离态 L-岩藻糖

按附录 A 的规定检测

### 5.3.2 L-岩藻糖

按附录 A 的规定检测。

### 5.3.3 结合态硫酸基

按附录 B 的规定检测。

### 5.3.4 水分

按 GB 5009.3 的规定检测。

### 5.3.5 灰分

按 GB 5009.4 的规定检测。

### 5.3.6 pH

按 5.1.1 配制适量岩藻多糖溶液,按 GB/T 9724 的规定检测。

## 5.4 安全指标

### 5.4.1 污染物

按 GB 2762 的规定检测。

### 5.4.2 微生物

按 GB 19643 的规定检测。

## 5.5 净含量

按 JJF 1070 的规定检测。

## 6 检验规则

### 6.1 组批规则

在原料及生产条件基本相同的情况下,同一天或同一班组生产的产品为一个检验批,按批号抽样。

### 6.2 抽样方法

按 GB/T 30891 的规定执行。

### 6.3 检验分类

#### 6.3.1 出厂检验

每批产品应进行出厂检验。检验项目为感官、水分、灰分、pH、游离态 L-岩藻糖、L-岩藻糖和结合态硫酸基,即食产品还应检验微生物指标。检验合格后签发合格证,产品凭检验合格证出厂。

#### 6.3.2 型式检验

有下列情况之一时应进行型式检验,检验项目为本文件中规定的全部项目:

- a) 停产 6 个月以上,恢复生产时;
- b) 原料变化或改变主要生产工艺,可能影响产品质量时;
- c) 国家行政监管部门提出进行型式检验要求时;
- d) 出厂检验与上次型式检验有较大差异时;
- e) 正常生产时,每年至少 2 次的周期性检验;
- f) 对质量有争议,仲裁需要时。

### 6.4 判定规则

6.4.1 当定性鉴别未出现絮状沉淀时,则判定该批产品不符合本文件的规定。

6.4.2 当检验项目全部合格时,则判定该批产品符合本文件的规定。

6.4.3 当微生物项目不合格时,则判定该批产品不符合本文件的规定,不应复检。

6.4.4 当其他检验项目不合格时,应重新自同批产品中抽取两倍量样品进行复检,以复检结果为准。若仍有 1 项不合格,则判定该批产品不符合本文件的规定。

## 7 标识、包装、运输和储存

### 7.1 标识

7.1.1 预包装产品的标签应符合 GB 7718 的要求,产品标签上还应标示 L-岩藻糖和结合态硫酸基的含量。

7.1.2 非预包装产品应标示产品名称、产地、生产者或销售者名称、生产日期等。

7.1.3 运输包装标识应符合 GB/T 191 的要求。

## 7.2 包装

7.2.1 内包装材料应洁净、防水、无毒、无异味,外包装材料应牢固、防潮、不易破损。

7.2.2 将密封包装后的产品装入外包装箱,箱中产品应排列整齐,并附产品合格证明。

## 7.3 运输

7.3.1 运输工具应清洁、无异味,不应接触有腐蚀性物质或其他有害物质。

7.3.2 运输过程中应防止受潮、日晒、虫害和有害物质的污染及其他损害,不应与气味浓郁物品混运。

## 7.4 储存

7.4.1 产品应储存在通风、干燥、清洁、无异味的库房内,防止受潮、日晒、虫害和有害物质的污染及其他损害。

7.4.2 不同批次的产品应分垛存放,标示清楚,并用垫板垫起,与地面距离不少于 10 cm,与墙壁距离不少于 30 cm,堆放高度以外包装箱受压不变形为宜。

**附 录 A**  
(规范性)  
**L-岩藻糖含量的测定**

**A.1 原理**

岩藻多糖在酸性条件下水解为 L-岩藻糖,经 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮衍生化,液相色谱-紫外检测器或二极管阵列检测器测定,外标法定量。

**A.2 试剂和材料**

除另有说明,所有试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 一级水的规定。

**A.2.1 试剂**

A.2.1.1 甲醇(CH<sub>3</sub>OH):色谱纯。

A.2.1.2 三氯甲烷(CHCl<sub>3</sub>)。

A.2.1.3 乙腈(CH<sub>3</sub>CN):色谱纯。

A.2.1.4 硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>):含量 95%~98%。

A.2.1.5 氨水(NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O):含量 25%~28%。

A.2.1.6 磷酸二氢钾(KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)。

A.2.1.7 氢氧化钠(NaOH)。

A.2.1.8 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮(C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O,PMP,CAS 号:89-25-8):化学纯,纯度≥99.0%。

A.2.1.9 冰乙酸(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>)。

A.2.1.10 磷酸(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>):含量≥85%。

**A.2.2 标准品**

A.2.2.1 L-岩藻糖标准品(C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>,CAS 号:2438-80-4),纯度≥98.0%。

**A.2.3 溶液配制**

A.2.3.1 1 mol/L 硫酸溶液:移取硫酸 5.4 mL,缓缓注入适量水中,冷却至室温后用水定容至 100 mL,混匀。

A.2.3.2 0.1 mol/L 磷酸二氢钾缓冲液:称取磷酸二氢钾 6.80 g,加入约 400 mL 水溶解,用氨水调节 pH 为 6.8~7.0,再用水定容至 500 mL,混匀。

A.2.3.3 1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 4.00 g,用适量水溶解,冷却至室温,用水定容至 100 mL,混匀。

A.2.3.4 0.3 mol/L 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 1.20 g,用适量水溶解,冷却至室温,用水定容至 100 mL,混匀。

A.2.3.5 0.5 mol/L PMP-甲醇溶液:称取 4.36 g PMP,用甲醇溶解并定容至 50 mL,现用现配。

A.2.3.6 0.3 mol/L 冰乙酸溶液:移取冰乙酸 1.7 mL,用水定容至 100 mL,混匀。

A.2.3.7 50 mmol/L 磷酸溶液:移取磷酸 333 μL,用水定容至 100 mL,混匀。

A.2.3.8 50 mmol/L 磷酸二氢钾缓冲液:称取磷酸二氢钾 6.80 g,加入约 900 mL 水溶解,用氨水调节 pH 为 6.8~7.0,用水定容至 1 L,过 0.45 μm 滤膜,备用。

**A.2.4 标准溶液配制**

A.2.4.1 L-岩藻糖标准储备液(1.0 mg/mL):称取 L-岩藻糖标准品约 10 mg(精确至 0.01 mg),用水溶

解并定容于 10 mL 容量瓶中,4 °C 密封保存,有效期 15 d。

A.2.4.2 L-岩藻糖标准中间液(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):准确量取 L-岩藻糖标准储备液(A.2.4.1)适量,用水稀释配制成浓度为 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的 L-岩藻糖标准中间液,现配现用。

#### A.2.5 材料

A.2.5.1 具塞消化管:20 mL 螺旋盖玻璃试管,配置聚对苯二甲酸丁二醇酯(PBTP)耐压盖。

A.2.5.2 精密 pH 试纸:测量范围 4.5~9.0 和 0.0~6.0。

A.2.5.3 具塞试管:10 mL,聚丙烯材质。

A.2.5.4 针式滤器:水相,0.22  $\mu\text{m}$ 。

#### A.3 仪器设备

A.3.1 液相色谱仪:配紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.3.2 分析天平:感量 0.01 g、0.1 mg 和 0.01 mg。

A.3.3 涡旋混合器。

A.3.4 电热恒温鼓风干燥箱。

A.3.5 离心机:转速不低于 4 000 r/min。

A.3.6 恒温水浴锅。

#### A.4 测定步骤

##### A.4.1 水解液制备

准确称取岩藻多糖试样 0.02 g(精确至 0.1 mg)于 20 mL 具塞消化管中,加入 1 mol/L 硫酸溶液(A.2.3.1)2 mL,充分涡旋,充氮封管,置于电热恒温干燥箱中,110 °C 水解 2 h。取出消化管冷却至室温,将水解液全部转移至 50 mL 离心管中,用 0.1 mol/L 磷酸二氢钾缓冲液(A.2.3.2)5 mL 分 2 次冲洗消化管,洗液并于上述 50 mL 离心管中。4 000 r/min 离心 10 min,将上清液转移到 25 mL 容量瓶中,加入 1 mol/L 氢氧化钠溶液(A.2.3.3)3.7 mL~4.0 mL,将 pH 调节至 4.5~9.0,加入 0.1 mol/L 磷酸二氢钾缓冲液(A.2.3.2)定容至刻度,待衍生化。

上述水解液若不能及时衍生化应密封保存,放置时间不应超过 24 h。

##### A.4.2 衍生化

A.4.2.1 准确移取水解液 1 mL 于具塞试管中,准确加入 0.3 mol/L 氢氧化钠溶液(A.2.3.4)1 mL、0.5 mol/L PMP-甲醇溶液(A.2.3.5)1 mL,涡旋混合 30 s,置于恒温水浴锅中,70 °C 反应 70 min。取出冷却至室温,准确加入 0.3 mol/L 冰乙酸溶液(A.2.3.6)1 mL、水 1 mL,涡旋混匀。

A.4.2.2 准确移取上述试液 1 mL 于另一具塞试管中,加入三氯甲烷(A.2.1.2)2 mL,涡旋混合 30 s,静置分层,吸弃下层三氯甲烷相,按上述方法再用三氯甲烷重复萃取 2 次。准确移取上层水相 500  $\mu\text{L}$ ,准确加入 50 mmol/L 磷酸溶液(A.2.3.7)500  $\mu\text{L}$ ,涡旋混匀,此时 pH 应为 4.0~4.5,用针式滤器过滤至进样小瓶中,供液相色谱分析。

##### A.4.3 标准工作曲线制作

准确移取适量 1.0 mg/mL L-岩藻糖标准储备液(A.2.4.1)或者 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  L-岩藻糖标准中间液(A.2.4.2),用水配制成 L-岩藻糖浓度分别为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、200  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、500  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的系列标准工作液,按照 A.4.2 的步骤进行衍生化,供液相色谱测定。以 L-岩藻糖衍生物的峰面积为纵坐标,相应的 L-岩藻糖浓度为横坐标,绘制标准曲线。

##### A.4.4 测定

###### A.4.4.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

a) 色谱柱: $\text{C}_{18}$  色谱柱,250 mm $\times$ 4.6 mm(内径),5  $\mu\text{m}$ ,或性能相当者;

- b) 柱温:40℃;
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 进样量:20 μL;
- e) 检测波长:250 nm;
- f) 流动相:A 为 50 mmol/L 磷酸二氢钾缓冲液(A. 2. 3. 8),B 为乙腈,A : B = 65 : 35(体积比),等度洗脱。

#### A. 4. 4. 2 测定方法

##### A. 4. 4. 2. 1 定性方法

按 A. 4. 4. 1 列出的色谱条件进行液相色谱分析测定,根据 L-岩藻糖衍生物色谱峰的保留时间定性。在相同测试条件下,试样溶液中 L-岩藻糖衍生物的保留时间与标准品的保留时间偏差在±2.5%以内。

##### A. 4. 4. 2. 2 定量方法

取试样溶液做多点校准,以色谱峰面积定量,按外标法计算,标准溶液及试样溶液中 L-岩藻糖衍生物响应值均应在仪器检测的线性范围内,超过线性范围时用水稀释后再进样分析。

#### A. 4. 5 空白试验

除不称取试样外,采取完全相同的测定步骤进行检测。

### A. 5 游离态 L-岩藻糖含量测定

准确称取岩藻多糖试样 0.02 g(精确至 0.1 mg)置于 50 mL 具塞试管中,加入 20 mL 蒸馏水,涡旋混匀,使其充分溶解,转入 25 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。准确移取上述溶液 1 mL 于具塞试管中,按 A. 4. 2 进行衍生化,按 A. 4. 4 进行测定。

### A. 6 数据处理

试样中 L-岩藻糖的含量按公式(A. 1)计算。

$$X = \frac{c \times V \times f}{m \times 10^4} \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

- X —— 试样中 L-岩藻糖含量的数值,单位为克每百克(g/100g);
- c —— 试样溶液中 L-岩藻糖浓度的数值,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V —— 定容体积的数值,单位为毫升(mL);
- f —— 稀释倍数;
- m —— 试样质量的数值,单位为克(g);
- 10<sup>4</sup> —— 换算系数。

平行测定结果用算术平均值表示,结果保留 3 位有效数字。

### A. 7 方法灵敏度和精密度

#### A. 7. 1 灵敏度

岩藻多糖中 L-岩藻糖的方法检出限为 1.25 g/100 g,方法定量限为 5.00 g/100 g。

#### A. 7. 2 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

### A. 8 色谱图

A. 8. 1 L-岩藻糖标准溶液衍生物的液相色谱图(100 μg/mL) 见图 A. 1。

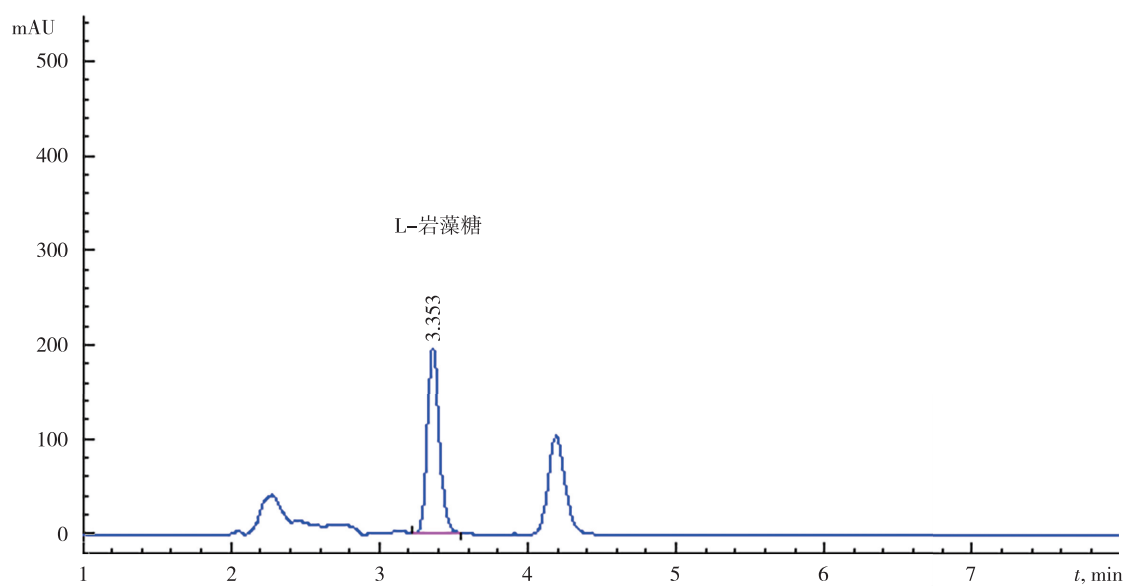


图 A.1 L-岩藻糖标准溶液衍生物液相色谱图(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

A.8.2 岩藻多糖典型样品的液相色谱图见图 A.2。

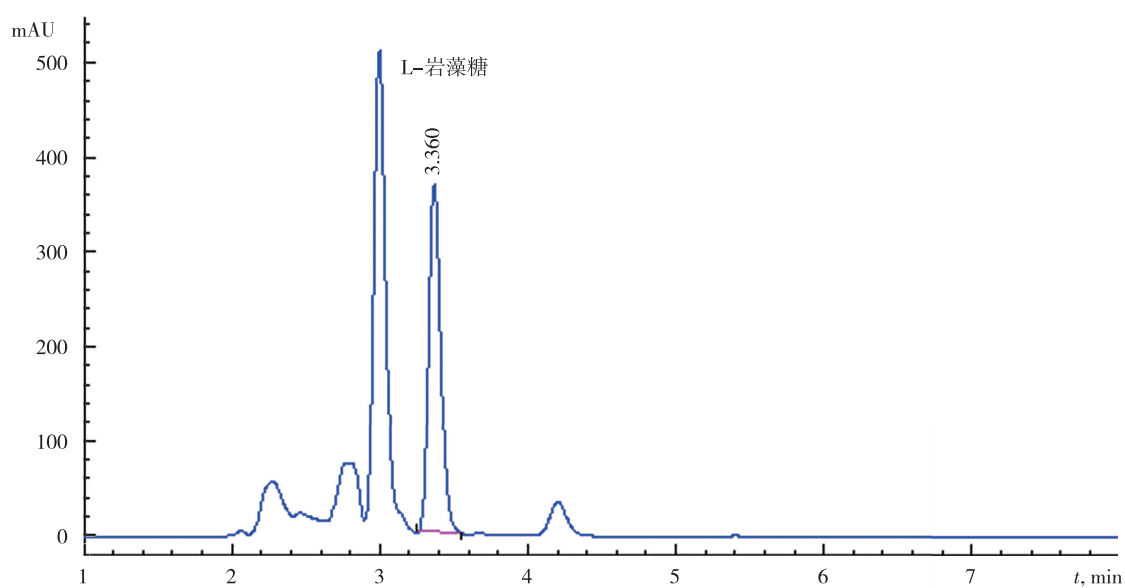


图 A.2 岩藻多糖典型样品的液相色谱图

**附 录 B**  
(规范性)  
结合态硫酸基的测定

**B.1 原理**

岩藻多糖中硫酸根以结合态硫酸基的形式存在。用盐酸将岩藻多糖中结合态硫酸基全部水解为游离硫酸根,在酸性条件下加入钡盐沉淀硫酸根,将沉淀洗涤,干燥称重,计算总硫酸根含量。

向未经水解的岩藻多糖溶液中加入无水乙醇,经醇沉、离心去除多糖、褐藻胶等干扰成分,在弱酸性条件下,向上清液中加入钡盐沉淀游离硫酸根,将沉淀洗涤,干燥称重,计算游离硫酸根含量。

总硫酸根含量减去游离硫酸根含量即为岩藻多糖中结合态硫酸基的含量。

**B.2 试剂和材料**

除另有说明,所用试剂均为分析纯,试验用水应符合 GB/T 6682 三级水的规定。

**B.2.1 试剂**

B.2.1.1 浓盐酸(HCl)。

B.2.1.2 氯化钡(BaCl<sub>2</sub>)。

B.2.1.3 硝酸银(AgNO<sub>3</sub>)。

B.2.1.4 氯化钾(KCl)。

B.2.1.5 无水乙醇:≥99%。

**B.2.2 溶液配制**

B.2.2.1 1 mol/L 盐酸溶液:量取 90 mL 浓盐酸注入 1 000 mL 水中,摇匀。

B.2.2.2 10%氯化钡溶液:称取 50 g 氯化钡,用水溶解并定容至 500 mL。

B.2.2.3 0.5%氯化钡溶液:称取 0.5 g 氯化钡,用水溶解并定容至 100 mL。

B.2.2.4 1%氯化钾溶液:称取 1 g 氯化钾,用水溶解并定容至 100 mL。

B.2.2.5 0.1 mol/L 硝酸银溶液:称取硝酸银 1.7 g,用水溶解并定容至 100 mL。

**B.2.3 材料**

B.2.3.1 水解管:耐压螺盖玻璃管,体积 20 mL~30 mL。

B.2.3.2 锥形瓶:250 mL。

B.2.3.3 容量瓶:100 mL、500 mL。

B.2.3.4 玻璃砂芯漏斗:G4,250 mL。

B.2.3.5 精密 pH 试纸:测量范围 0.0~6.0。

B.2.3.6 快速定量滤纸。

B.2.3.7 具塞离心管:100 mL。

**B.3 仪器**

B.3.1 分析天平:感量 0.1 mg。

B.3.2 恒温水浴振荡器:室温~99.9℃,温控精度±0.5℃。

B.3.3 电热恒温鼓风干燥箱:室温+10℃~250℃,温控精度±0.5℃。

B.3.4 离心机:转速≥8 000 r/min。

**B.3.5 涡旋混合器。****B.4 测定步骤****B.4.1 样液制备**

准确称取岩藻多糖试样 0.5 g ( $M_0$ , 精确至 0.1 mg), 放入水解管中, 加入 1 mol/L 盐酸溶液 15 mL, 密封, 涡旋混匀, 使其充分溶解。然后在 105 °C 条件下水解 4 h, 冷却至室温, 用快速定量滤纸过滤, 收集滤液于锥形瓶中, 以少量水洗涤水解管和定量滤纸, 收集所有滤液于锥形瓶中。

**B.4.2 总硫酸根的测定**

将锥形瓶中溶液煮沸 1 min 左右, 一边搅拌一边趁热逐滴加入 10% 氯化钡溶液 20 mL, 再煮沸 3 min~5 min, 然后置于 70 °C~80 °C 恒温水浴中陈化 2 h。用已烘干恒重的玻璃砂芯漏斗进行抽滤, 用水洗涤沉淀至用 0.1 mol/L 硝酸银溶液检测滤出液中无白色氯化银沉淀生成为止, 然后将玻璃砂芯漏斗置于 105 °C 恒温干燥箱中烘干至恒重, 称重  $M_1$ 。

**B.4.3 游离硫酸根的测定**

称取 0.1 g 岩藻多糖 ( $m_0$ , 精确至 0.1 mg) 于锥形瓶中, 加入 10 mL 水, 使其充分溶解。加入 1% 氯化钾溶液 2 滴和无水乙醇 40 mL, 搅拌, 静置 1 h, 用 1 mol/L 盐酸溶液调节 pH 至 4~5, 8 000 r/min 离心 5 min, 收集上清液于锥形瓶中, 加热至微沸, 加入 0.5% 氯化钡溶液 10 mL, 再煮沸 2 min, 期间不断搅拌, 冷却至室温, 观察是否生成白色粉末, 再加入数滴 0.5% 氯化钡溶液检查是否沉淀完全。用已恒重的玻璃砂芯漏斗进行抽滤, 用水洗涤硫酸钡沉淀至用 0.1 mol/L 硝酸银溶液检测滤出液中无白色氯化银沉淀生成为止, 将玻璃砂芯漏斗置于 105 °C 恒温干燥箱中烘干至恒重, 称重  $m_1$ 。

**B.5 数据处理**

**B.5.1** 试样中结合态硫酸基的含量按公式(B.1)计算。

$$X = \left( \frac{M_1}{M_0} - \frac{m_1}{m_0} \right) \times \frac{96.06}{233.39} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- $X$  —— 试样中结合态硫酸基含量的数值, 单位为百分率(%);
- $M_1$  —— 测定总硫酸根时, 无水硫酸钡质量的数值, 单位为克(g);
- $M_0$  —— 测定总硫酸根时, 岩藻多糖试样质量的数值, 单位为克(g);
- $m_1$  —— 测定游离硫酸根时, 无水硫酸钡质量的数值, 单位为克(g);
- $m_0$  —— 测定游离硫酸根时, 岩藻多糖试样质量的数值, 单位为克(g);
- 96.06 —— 硫酸根摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol);
- 233.39 —— 硫酸钡摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)。

平行测定结果用算术平均值表示, 结果保留 3 位有效数字。

**B.6 精密度**

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。