



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.42—2003
代替 GB/T 5009.42—1996

食盐卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of table salt

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.42—1996《食盐卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.42—1996 相比主要修改如下：

按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所、北京市卫生防疫站、江苏省连云港市卫生防疫站、湖南省卫生防疫站、四川绵阳地区卫生防疫站、广东省卫生防疫站、四川省卫生防疫站负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，于 1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

食盐卫生标准的分析方法

1 范围

本标准规定了食盐的各项卫生指标的分析方法。

本标准适用于食盐的各项卫生指标的分析。

氟的比色法测定最低检出浓度为 1.0 mg/kg, 硫酸盐的测定的最低检出浓度为 0.050 g/100 g。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 5009.4 食品中水分的测定
- GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定
- GB/T 5009.12 食品中铅的测定
- GB/T 5009.13 食品中铜的测定
- GB/T 5009.14 食品中锌的测定
- GB/T 5009.15 食品中镉的测定
- GB/T 5009.17 食品中总汞及有机汞的测定
- GB/T 5009.18—2003 食品中氟的测定
- GB/T 5009.33 食品中亚硝酸盐及硝酸盐的测定
- GB/T 5009.39—2003 酱油卫生标准的分析方法

3 感官检查

3.1 将试样均匀铺在一张白纸上,观察其颜色,应为白色,或白色带淡灰色或淡黄色,加有抗结剂铁氰化钾的为淡蓝色,因其来源而异,不应含有肉眼可见的外来机械杂质。

3.2 约取 20 g 试样于瓷乳钵中研碎后,立即检查,不应有气味。

3.3 约取 5 g 试样,用 100 mL 温水溶解,其水溶液应具有纯净的咸味,无其他异味。

4 理化检验

4.1 水分

按 GB/T 5009.4 中直接干燥法操作。

4.2 水不溶物

4.2.1 试剂

硝酸银溶液(50 g/L)。

4.2.2 分析步骤

4.2.2.1 预先取 ϕ 12.5 cm(或 9 cm)新华快速定量滤纸,折叠后置高型称量瓶中,滤纸连同称量瓶在 $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘至恒量。

4.2.2.2 称取 25.00 g 试样,置于 400 mL 烧杯中,加约 200 mL 水,置沸水浴上加热,时刻用玻璃棒搅拌,使全部溶解。

4.2.2.3 将 4.2.2.2 溶液通过恒量滤纸过滤,滤液收集于 500 mL 容量瓶中,用热水反复冲洗沉淀及

滤纸至无氯离子反应为止(加 1 滴硝酸银溶液检查不发现白色混浊为止)。加水至刻度,混匀,此液留作其他项目测定用。

4.2.2.4 将沉淀及滤纸置于已干燥至恒量的高型称量瓶中,在 100℃±5℃干燥至恒量,首次干燥 1 h,以后每次为 0.5 h。取出放干燥器中 0.5 h,称量,至两次所称质量之差不超过 0.001 0 g。

4.2.3 结果计算

试样中水不溶物的含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样中水不溶物的含量,单位为克每百克(g/100 g);

m₁——称量瓶和带有水不溶物的滤纸质量,单位为克(g);

m₂——称量瓶加滤纸质量,单位为克(g);

m₃——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.2.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

4.3 食盐(以氯化钠计)

4.3.1 原理、试剂、仪器

同 GB/T 5009.39—2003 中 4.3.1~4.3.3。

4.3.2 分析步骤

吸取 25.0 mL 4.2.2.3 滤液于 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。再吸取 25.0 mL 置于 200 mL 锥形瓶中,加水至 50 mL,以下按 GB/T 5009.39—2003 中 4.3.4 自“加入 1 mL 铬酸钾溶液(50 g/L)……”起依法操作。

4.3.3 结果计算

试样中食盐(以氯化钠计)含量(以干基计)按式(2)进行计算。

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.0585}{m \times \frac{25}{500} \times \frac{25}{250}} \times 100 / (1 - A) \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X——试样中食盐(以氯化钠计)含量(以干基计),单位为克每百克(g/100 g);

A——试样中水分,g/g;

m——试样质量,单位为克(g);

V₁、V₂、c、0.058 5——分别同 GB/T 5009.39—2003 中 4.3.5 中的 V₁、V₂、c。

计算结果保留三位有效数字。

4.3.4 精密度

在重复性条件下两次平行滴定标准滴定液体积的绝对差值不得超过 0.10 mL。

4.4 硫酸盐(铬酸钡法)

4.4.1 原理

铬酸钡溶解于稀盐酸中,可与试样中硫酸盐生成硫酸钡沉淀,溶液中和后,多余的铬酸钡及生成的硫酸钡呈沉淀状态,过滤除去,而滤液则含有为硫酸根所取代出的铬酸离子。与标准系列比较定量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 铬酸钡混悬液:称取 19.44 g 铬酸钾与 24.44 g 氯化钡(BaCl₂·2H₂O)分别溶于 1 000 mL 水中,加热至沸腾。将两液共同倾入 3 000 mL 烧杯内,生成黄色铬酸钡沉淀。待沉淀沉降后,倾出上层液体,然后每次用 1 000 mL 水冲洗沉淀 5 次左右。最后加水至 1 000 mL,成混悬液,每次使用前混匀。

4.4.2.2 盐酸(1+4)。

4.4.2.3 氨水(1+2)。

4.4.2.4 硫酸盐标准溶液:准确称取 1.478 7 g 干燥过的无水硫酸钠或 1.814 1 g 干燥过的无水硫酸钾,溶于少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶,加水稀释至刻度,此溶液每毫升含 1.0 mg 硫酸根。

4.4.3 仪器

分光光度计。

4.4.4 分析步骤

吸取 10.0 mL~20.0 mL 4.2.2.3 滤液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水至 50 mL。吸取 0,0.50,1.0,3.0,5.0,7.0 mL 硫酸盐标准溶液(相当于 0,0.50,1.0,3.0,5.0,7.0 mg 硫酸根),分别置于 150 mL 锥形瓶中,各加水至 50 mL。于每瓶中加入 3 粒~5 粒玻璃珠(以防爆沸)及 1 mL 盐酸(1+4),加热煮沸 5 min。再分别加入 2.5 mL 铬酸钡混悬液,再煮沸 5 min 左右,使铬酸钡和硫酸盐生成硫酸钡沉淀。取下锥形瓶放冷,于每瓶内逐滴加入氨水(1+2),中和至呈柠檬黄色为止。再分别过滤于 50 mL 具塞比色管中(滤液应透明),用水洗涤三次,洗液收集于比色管中,最后用水稀释至刻度,用 1 cm 比色杯以零管调节零点,于波长 420 nm 处,测吸光度,绘制标准曲线比较。

4.4.5 结果计算

试样中硫酸盐的含量(以硫酸根计)按式(3)进行计算。

$$X = \frac{m_1}{m_2 \times \frac{V}{500} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X ——试样中硫酸盐的含量(以硫酸根计),单位为克每百克(g/100 g);

V ——测定时试样稀释液体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——测定用试样相当硫酸盐的质量,单位为毫克(mg);

m_2 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.4.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

4.5 镁

4.5.1 滴定法

4.5.1.1 原理

钙、镁离子可与乙二胺四乙酸二钠生成可溶性络合物,铬黑 T 指示剂与钙、镁离子生成酒石红色,当滴定至终点时,乙二胺四乙酸二钠和钙、镁络合成无色络合物而使铬黑 T 游离,溶液即由红色变为亮蓝色,根据溶液 pH 不同及用不同指示剂分别测出钙、镁总量及钙量,两者之差即为镁含量。

4.5.1.2 试剂

4.5.1.2.1 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.010 \text{ mol/L}$]。

4.5.1.2.2 紫尿酸铵混合指示剂(2%):取 10 g 干燥氯化钠及 0.2 g 紫尿酸铵于玻璃乳钵中混合,研细,贮于棕色广口瓶中备用。

4.5.1.2.3 氢氧化钠溶液(80 g/L):取 8 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 100 mL。

4.5.1.2.4 氨缓冲溶液:取 20 g 氯化铵溶于 300 mL 水中,加 100 mL 氨水,再加水稀释至 1 000 mL,贮于棕色瓶中。

4.5.1.2.5 铬黑 T 混合指示剂(1%):取 10 g 干燥氯化钠研细,加 0.10 g 铬黑 T 于玻璃乳钵中,混合研细,贮于棕色广口瓶中备用。

4.5.1.3 仪器

10 mL 微量滴定管。

4.5.1.4 分析步骤

吸取 50 mL 4.2.2.3 的滤液,置于 250 mL 锥形瓶中。加入 2 mL 氢氧化钠溶液(80 g/L)及约 5 mg 紫尿酸铵混合指示剂(2%),搅拌溶解后,立即用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定,至溶液由红色变成蓝紫色为止,记录消耗溶液毫升数。再吸取 50 mL 4.2.2.3 滤液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 5 mL 氨缓冲溶液及约 5 mg 铬黑 T 混合指示剂,搅拌溶解后立即以乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定,至溶液由酒石红色变为亮蓝色为止。记录消耗溶液毫升数。

4.5.1.5 结果计算

试样中镁的含量按式(4)进行计算。

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.0243}{m \times \frac{50}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X —— 试样中镁的含量,单位为克每百克(g/100 g);

V₁ —— 滴定钙离子消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V₂ —— 滴定钙镁离子总量消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c —— 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m —— 试样质量,单位为克(g);

0.0243 —— 与 1 mL 乙二胺四乙酸二钠标准溶液 [$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.010 \text{ mol/L}$] 相当的镁的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.5.1.6 精密度

在重复性条件下两次平行滴定标准滴定液体积的绝对差值不得超过 0.10 mL。

4.5.2 示波极谱法

4.5.2.1 原理

镁-铬黑 T 络合物在乙二胺-氢氧化钾催化体系中于 1.03 V(VS · SCE)处有一尖锐良好对称络合物吸附波,最佳支持电解质为乙二胺(20%)-铬黑 T($5 \times 0.00010 \text{ mol/L}$)-氢氧化钾(0.050 mol/L),在此底液中波高与镁浓度在 0.10 μg/mL~4.0 μg/mL 之间呈直线关系,试样中镁的波峰电流与标准系列波峰电流比较定量。

4.5.2.2 试剂

所有试验用水均为去离子水。

4.5.2.2.1 乙二胺(20%):吸取 20 mL 乙二胺(一水合物)用水稀释至 100 mL。

4.5.2.2.2 铬黑 T 溶液($5 \times 0.00010 \text{ mol/L}$):称取 0.2307g 铬黑 T 用三乙醇胺溶液(5%)溶解至 100 mL,贮冰箱保存,三日内使用有效,临用时将此溶液用三乙醇胺溶液(5%)稀释 10 倍。

4.5.2.2.3 氢氧化钾溶液(0.050 mol/L):称取 2.8 g 氢氧化钾,用水溶解并稀释至 100 mL。

4.5.2.2.4 镁标准溶液:准确称取 0.5000 g 金属镁,加 9 mL 盐酸(1+1)溶解后,再加盐酸(1+99)定容至 500 mL,此溶液 1 mL 相当于 1.0 mg 镁,临用时再将此溶液用水稀释至标准使用液,每毫升相当于 10.0 μg 镁。

4.5.2.3 仪器

4.5.2.3.1 示波极谱仪。

4.5.2.3.2 25 mL 试管。

4.5.2.3.3 10 μL~100 μL 微量注射器或吸液器。

4.5.2.3.4 玻璃器皿:所有玻璃器皿均用硝酸(10%)浸泡过夜,最后用水冲洗干净,并在无尘、无烟环

境中晾干备用。

4.5.2.4 试样处理

采集市售食盐试样(如系颗粒性状态,先置玻璃乳钵磨成粉状)置清洁瓷盘内于 $100^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 干燥箱中加热干燥4 h,冷却至室温,贮广口塑料瓶内,加盖备用。

4.5.2.5 分析步骤

4.5.2.5.1 称取约0.500 g食盐,加水溶解定容至50 mL,吸取此试样溶液0.01 mL~2.0 mL(相当于含 $0.10\ \mu\text{g}\sim 4\ \mu\text{g}$ 镁)于25 mL试管中,用水稀释至5.0 mL待测。

4.5.2.5.2 吸取镁标准溶液(4.5.2.2.4)0,0.010,0.025,0.050,0.10,0.20,0.30,0.40 mL(相当于含0,0.10,0.25,0.50,1.0,2.0,3.0,4.0 μg 镁)于25 mL试管中,加水至5.0 mL,待测。

4.5.2.5.3 于试样管及标准管中,依次加入1.0 mL乙二胺(20%),1.0 mL铬黑T溶液($5\times 10^{-4}\ \text{mol/L}$),0.5 mL氢氧化钾溶液(0.50 mol/L),加水至10 mL,摇匀,于原点电位 $-0.7\ \text{V}$,三电极、阴极化,调节电流倍率适当进行一次导数扫描测定,于 $-1.03\ \text{V}$ 处分别记录试样和镁标准的波峰电流值,采用直接比较法计算结果。

4.5.2.6 结果计算

试样中镁含量按式(5)进行计算。

$$X = \frac{(h_i - h_o) \times C_s \times V_1 \times 100}{(h_s - h_o) \times V_2 \times m \times 1\ 000} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

X ——试样中镁含量,单位为克每百克(g/100 g);

h_i ——试样中波峰电流值,单位为微安(μA);

h_o ——试剂空白波峰电流值,单位为微安(μA);

h_s ——镁标准波峰电流值,单位为微安(μA);

C_s ——镁标准质量,单位为微克(μg);

V_1 ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——用于测定时试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.5.2.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

4.6 钡

4.6.1 原理

钡离子与硫酸根生成硫酸钡,混浊,利用比浊作限量测定。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 稀硫酸:量取5.7 mL硫酸,倒入50 mL水中,再加水稀释至100 mL。

4.6.2.2 钡标准溶液:准确称取1.788 7 g氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,移入100 mL容量瓶中,加水至刻度,混匀,此溶液每毫升相当于10.0 mg钡。

4.6.2.3 钡标准使用液:吸取1.0 mL钡标准溶液,置于100 mL容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于钡0.10 mg。

4.6.3 分析步骤

称取50.00 g试样,加水溶解至500 mL,过滤,弃去初滤液,量取50 mL滤液于50 mL比色管中,另取1 mL钡标准溶液(相当于0.10 mg钡)置于50 mL比色管中,加水至刻度,混匀。于两管中各加2 mL稀硫酸,摇匀,放置2 h,试样管不得比标准管混浊,即 $\leq 20\ \text{mg/kg}$ 的钡。

4.7 氟

4.7.1 比色法

4.7.1.1 原理

某些含有羟基的天然物质中,对一些元素离子具有良好的吸附交换性能,在氟化物存在的环境下,羟基与氟离子之间发生离子交换,利用此反应可进行微量氟化物的分离和富集,然后在酸性溶液中使氟与镧(Ⅲ)、茜素氨羧络合剂生成蓝色三元络合物。

4.7.1.2 试剂

4.7.1.2.1 稀盐酸:吸取 23.4 mL 盐酸加水稀释至 100 mL。

4.7.1.2.2 氯化钡溶液(100 g/L)。

4.7.1.2.3 氢氧化镁混悬液:取 15.6 g 硫酸镁($MgSO_4 \cdot 7H_2O$),置于 2 000 mL 锥形瓶内,加 100 mL 水,溶解,在不断搅拌下缓缓加入 1 350 mL 氢氧化钠溶液(4 g/L),加热混悬液并在 $60^\circ C \sim 70^\circ C$ 保持 10 min~15 min,冷却至室温,待混悬物沉降后,用虹吸法吸弃上层溶液。如此反复用水洗涤混悬物,直至洗液滴加稀盐酸与氯化钡溶液不再发生混浊。将此混悬物移入 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,使用前充分混匀,混悬液保持两个月吸附性能不变。

4.7.1.2.4 缓冲液(pH4.7):称取 30 g 无水乙酸钠,溶于 400 mL 水中,加 22 mL 冰乙酸,再缓缓加冰乙酸调 pH 为 4.7,然后加水稀释至 500 mL。

4.7.1.2.5 硝酸镧溶液(0.001 0 mol/L):同 GB/T 5009.18—2003 中 3.7。

4.7.1.2.6 茜素氨羧络合剂溶液(0.001 0 mol/L):同 GB/T 5009.18—2003 中 3.5。

4.7.1.2.7 丙酮。

4.7.1.2.8 氟标准溶液:同 GB/T 5009.18—2003 中 3.12。

4.7.1.2.9 氟标准使用液:临用时吸取 1.0 mL 氟标准溶液(4.7.1.2.8),于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 10.0 μg 氟。

4.7.1.2.10 硝酸(1+31):量取 5 mL 硝酸,加水稀释至 160 mL。

4.7.1.3 仪器

离心机。

4.7.1.4 分析步骤

称取 5.00 g 试样于 50 mL 离心管中,加水溶解至 20 mL。另分别吸取 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 mL 氟标准使用液(4.7.1.2.9)(相当于 0, 10, 20, 30, 40, 50 μg 氟)于 50 mL 离心管中,再各加水至 20 mL。于试样及标准管中各加入氢氧化镁混悬液 20 mL,充分搅拌后,于沸水浴中加热 10 min,放冷。以 2 000 r/min 离心 5 min,小心倾出上清液,再加 40 mL 水,混匀后再离心,如此反复 2 次~3 次,最后倾出上清液。各管均加入 20 mL 硝酸(1+31),并于水浴上加热振摇,使沉淀完全溶解。将各管溶液分别移入 50 mL 比色管中,并用水洗涤离心管数次,洗液合并于比色管中,加水至刻度,混匀,再于各管中加 3 mL 茜素氨羧络合剂溶液(0.001 0 mol/L),3 mL 缓冲液(pH4.7),8 mL 丙酮,3 mL 硝酸镧溶液(0.001 0 mol/L),混匀,放置 10 min,用 1 cm 比色杯以零管调节零点,于波长 580 nm 处测吸光度,绘制标准曲线,比较定量。

4.7.1.5 结果计算

试样中氟的含量按式(6)进行计算。

$$X = \frac{m_1 \times 1\,000}{m_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X —— 试样中氟的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 —— 测定用试样中的氟质量,单位为微克(μg);

m_2 —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.7.1.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

4.7.2 氟电极法

4.7.2.1 原理、试剂、仪器

离子强度缓冲液:称取无水乙酸钠 62.0 g,柠檬酸钠 0.3 g,冰乙酸 15 mL,溶解后稀释至 1 L。其他同 GB/T 5009.18—2003 中第 10、11、12 章,但要求氟标准使用液每毫升相当于 50.0 μg 氟。

4.7.2.2 分析步骤

称取约 100 g 试样,置于乳钵中适当研细(粒径约 0.5 mm 左右)备用。

称取 2.00 g 研细试样,置于 25 mL 小烧杯中,加 10 mL 水、10 mL 离子强度缓冲液,放在磁力搅拌器上,将电极浸入被测溶液中,搅拌 30 min,于静态读取毫伏数为 E_1 。再加入 0.2 mL 氟标准使用液(1 mL 相当于 0.050 mg 氟),搅拌 10 min,测得毫伏数为 E_2 。此时 E_2 小于 E_1 ,同时记录测定时溶液温度。

4.7.2.3 结果计算

4.7.2.3.1 试样中氟的含量按式(7)进行计算。

$$X = \frac{m_1 \times 1\,000}{m_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

X ——试样中氟的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——测定用试样中氟的质量,单位为微克(μg);

m_2 ——试样质量,单位为克(g)。

4.7.2.3.2 测定用试样中氟的质量按式(8)进行计算。

$$m_1 = \frac{c}{(\log^{-1} \frac{\Delta E}{S}) - 1} \dots\dots\dots(8)$$

式中:

c ——加入已知氟的质量,为 10 μg;

ΔE ——两次毫伏之差,即 $E_1 - E_2$;

S ——表示斜率,25℃时为 59.16 mV。

计算结果保留两位有效数字。

4.7.2.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

4.8 铅

按 GB/T 5009.12 操作。

4.9 砷

按 GB/T 5009.11 操作。

4.10 锌

按 GB/T 5009.14 中第二法操作。

4.11 亚铁氰化钾(硫酸亚铁法)

4.11.1 原理

亚铁氰化钾在酸性条件下与硫酸亚铁生成蓝色复盐,与标准比较定量。最低检出浓度为 1.0 mg/kg。

4.11.2 试剂

4.11.2.1 硫酸亚铁溶液(80 g/L)。

4.11.2.2 稀硫酸:量取 5.7 mL 硫酸,倒入 50 mL 水中,冷后再加水至 100 mL。

4.11.2.3 亚铁氰化钾标准溶液:准确称取 0.100 0 g 亚铁氰化钾,溶于少量水,移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当 1.0 mg 亚铁氰化钾。

4.11.2.4 亚铁氰化钾标准使用液:吸取 10.0 mL 亚铁氰化钾标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当 0.10 mg 亚铁氰化钾。

4.11.3 仪器

分光光度计。

4.11.4 分析步骤

称取 10.00 g 试样溶于水,移入 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀,过滤,弃去初滤液,然后吸取 25.0 mL 滤液于比色管中。

吸取 0,0.1,0.2,0.3,0.4 mL 亚铁氰化钾使用液(相当 0,10.0,20.0,30.0,40.0 μg 亚铁氰化钾),分别置于 25 mL 比色管中,各加水至 25 mL。

试样管与标准管各加 2 mL 硫酸亚铁溶液(80 g/L)及 1 mL 稀硫酸,混匀。20 min 后,用 3 cm 比色杯,以零管调节零点,于波长 670 nm 处测吸光度,绘制标准曲线,试样从曲线上查出含量,或与标准色列目测比较。

4.11.5 结果计算

试样中亚铁氰化钾的含量按式(9)进行计算。

$$X = \frac{m_1 \times 1\,000}{m_2 \times \frac{25}{50} \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots(9)$$

式中:

X —— 试样中亚铁氰化钾的含量,单位为克每千克(g/kg);

m_1 —— 测定用样液中亚铁氰化钾的质量,单位为微克(μg);

m_2 —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

4.11.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

4.12 碘(加碘食盐)

4.12.1 定性

4.12.1.1 试剂

混合试剂:硫酸(1+3)4 滴;亚硝酸钠溶液(5 g/L)8 滴;淀粉溶液(5 g/L)20 mL。临用时混合。

4.12.1.2 分析步骤

取约 2 g 试样,置于白瓷板上,滴(2~3)滴混合试剂于试样上,如显蓝紫色,表示有碘化物存在。

4.12.2 碘酸钾定性

4.12.2.1 原理

碘酸钾为氧化剂,在酸性条件下,易被硫代硫酸钠还原生成碘,遇淀粉显蓝色,硫代硫酸钠控制一定浓度可以建立此定性反应。

4.12.2.2 试剂

显色液配制:淀粉溶液(5 g/L)10 mL;硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)(10 g/L)12 滴;硫酸(5+13)5 滴~10 滴。临用时现配。

4.12.2.3 分析步骤

称取数克试样,滴 1 滴显色液,显浅蓝色至蓝色为阳性反应,阴性者不反应(此反应特异)。测定范围:每克盐含 30 μg 碘酸钾(即含 18 μg 碘),立即显浅蓝色,含 50 μg 呈蓝色,含碘越多蓝色越深。

4.12.3 定量

4.12.3.1 原理

试样中的碘化物在酸性条件下用饱和溴水氧化成碘酸钾,再于酸性条件中氧化碘化钾而游离出碘,以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定,计算含量。

4.12.3.2 试剂

4.12.3.2.1 磷酸。

4.12.3.2.2 碘化钾溶液(50 g/L):临用时配制。

4.12.3.2.3 饱和溴水。

4.12.3.2.4 淀粉指示液:称取 0.5 g 可溶性淀粉,加少量水搅匀后,倒入 50 mL 沸水中,煮沸,临用现配。

4.12.3.2.5 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100 \text{ mol/L}$],临用时准确稀释 50 倍,浓度为 0.0020 mol/L 。

4.12.3.3 分析步骤

称取 10.00 g 试样,置于 250 mL 锥形瓶中,加水溶解,加 1 mL 磷酸摇匀。滴加饱和溴水至溶液呈浅黄色,边滴边振摇至黄色不褪为止(约 6 滴),溴水不宜过多,在室温放置 15 min,在放置期内,如发现黄色褪去,应再滴加溴水至淡黄色。

放入玻璃珠 4 粒~5 粒,加热煮沸至黄色褪去,再继续煮沸 5 min,立即冷却。加 2 mL 碘化钾溶液(50 g/L),摇匀,立即用硫代硫酸钠标准溶液(0.0020 mol/L)滴定至浅黄色,加入 1 mL 淀粉指示剂(5 g/L),继续滴定至蓝色刚消失即为终点。

如盐样含杂质过多,应先取盐样加水 150 mL 溶解,过滤,取 100 mL 滤液至 250 mL 锥形瓶中,然后进行操作。

4.12.3.4 结果计算

试样中碘的含量按式(10)进行计算。

$$X = \frac{V \times c \times 21.15 \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

X ——试样中碘的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

V ——测定用试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量,单位为克(g);

21.15——与 1.0 mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的碘的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果保留两位有效数字。

4.12.3.5 精密度

在重复性条件下两次平行滴定标准滴定液体积的绝对差值不得超过 0.10 mL。

4.13 铜

按 GB/T 5009.13 操作。

4.14 镉

按 GB/T 5009.15 操作。

4.15 总汞

按 GB/T 5009.17 操作。

4.16 亚硝酸盐

按 GB/T 5009.33 操作。