



中华人民共和国国家标准

GB 5009.42—2016

食品安全国家标准 食盐指标的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.42—2003《食盐卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.42—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食盐指标的测定”;
- 删除了感官检查、水不溶物、氟、锌、铜、亚硝酸盐等的分析方法;
- 修改了氯化钠、氯离子、镁、硫酸根、铅、钡、碘等的分析方法;
- 增加了钙、氯化钾的分析方法;
- 明确了食盐中总砷、镉、总汞的分析方法。

食品安全国家标准

食盐指标的测定

1 范围

本标准规定了食盐中氯化钠、铅、总砷、镉、总汞、钡、氯化钾、亚铁氰化钾、碘的检测方法。
本标准适用于食盐指标的测定。

2 氯化钠的测定

2.1 水分的测定

按 GB 5009.3 中直接干燥法操作,将干燥温度设定为 $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。干燥至前后两次质量差不超过 5 mg,即为恒重。

2.2 氯离子的测定

2.2.1 原理

样品溶解后,用铬酸钾作指示剂,用硝酸银标准滴定溶液滴定,测定氯离子的含量。

2.2.2 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

2.2.2.1 试剂

2.2.2.1.1 硝酸银。

2.2.2.1.2 铬酸钾。

2.2.2.2 试剂的配制

2.2.2.2.1 硝酸银标准滴定溶液(0.1 mol/L)。

2.2.2.2.2 铬酸钾指示剂:称取 10 g 铬酸钾溶于 100 mL 水中,搅拌下滴加硝酸银溶液至出现红棕色沉淀,过滤。

2.2.3 仪器和设备

2.2.3.1 天平:感量 0.1 mg。

2.2.3.2 水浴锅。

2.2.4 分析步骤

2.2.4.1 试样处理

称取 25 g(精确至 0.001 g)粉碎的试样于 400 mL 烧杯中,加约 200 mL 的水,加热,用玻璃棒搅拌至全部溶解。冷却后转移至 500 mL 容量瓶,加水定容,摇匀,必要时过滤。吸取 25.00 mL 试样溶液于

250 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

2.2.4.2 测定

吸取 25.00 mL 稀释的试样溶液(2.2.4.1)于 150 mL 锥形瓶中,加水至 50 mL,加入 4 滴铬酸钾指示剂(2.2.2.2.2),边搅拌边用硝酸银标准滴定溶液(2.2.2.2.1)滴定,直至悬浊液中出现稳定的桔红色为终点。同时做空白试验。

2.2.5 分析结果的表述

试样中氯离子含量按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 35.453 \times f}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_1 —— 试样中氯离子含量, %;
- V_1 —— 硝酸银标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 空白试验硝酸银标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);
- c —— 硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 35.453 —— 氯离子的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- f —— 试样液稀释倍数;
- m —— 试样质量,单位为克(g);
- 100、1 000 —— 单位换算系数。

计算结果表示到小数点后两位。

2.2.6 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 5%。

2.3 钙的测定

按 GB/T 5009.92 中原子吸收分光光度法操作。

2.4 镁的测定

按 GB/T 5009.90 操作。

2.5 硫酸根的测定(EDTA 络合滴定法)

2.5.1 原理

过量的氯化钡与试样中硫酸根生成难溶的硫酸钡沉淀,剩余的钡离子用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液滴定,间接法测定硫酸根。

2.5.2 试剂和材料

注:除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

2.5.2.1 试剂

- 2.5.2.1.1 盐酸。
- 2.5.2.1.2 氨水。
- 2.5.2.1.3 氯化铵。

- 2.5.2.1.4 无水乙醇。
- 2.5.2.1.5 乙二胺四乙酸二钠镁($C_{10}H_{12}MgN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$, Mg-EDTA)。
- 2.5.2.1.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)。
- 2.5.2.1.7 铬黑 T。
- 2.5.2.1.8 盐酸羟胺。
- 2.5.2.1.9 氯化钡。

2.5.2.2 试剂的配制

- 2.5.2.2.1 盐酸溶液(1 mol/L):量取 12 mL 浓盐酸,用水稀释至 100 mL。
- 2.5.2.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液(pH \approx 10):称取 20 g 氯化铵,用水溶解,加入 100 mL 氨水,用水稀释至 1 L。
- 2.5.2.2.3 乙二胺四乙酸二钠镁溶液:称取 17.2 g 乙二胺四乙酸二钠镁,溶于 1 L 水中。
- 2.5.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(0.02 mol/L)。
- 2.5.2.2.5 铬黑 T 指示剂:称取 0.2 g 铬黑 T 和 2 g 盐酸羟胺,无水乙醇溶解并稀释至 100 mL,贮于棕色瓶内。
- 2.5.2.2.6 氯化钡溶液(0.02 mol/L):称取 2.40 g 氯化钡,溶于 500 mL 水中,室温放置 24 h,过滤后使用。

吸取 5.00 mL 氯化钡溶液置于 150 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 乙二胺四乙酸二钠镁溶液(2.5.2.2.3)、10 mL 无水乙醇、5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(2.5.2.2.2)、4 滴铬黑 T 指示剂(2.5.2.2.5),用 EDTA 标准滴定溶液(2.5.2.2.4)滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止,记录消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积 V_1 。

2.5.3 仪器和设备

- 2.5.3.1 天平:感量 0.1 mg。
- 2.5.3.2 水浴锅。

2.5.4 分析步骤

2.5.4.1 试样处理

称取 25 g(精确至 0.001 g)粉碎的试样于 400 mL 烧杯中,加约 200 mL 的水,置沸水浴上加热,用玻璃棒搅拌至全部溶解。冷却后转移至 500 mL 容量瓶,加水定容,摇匀,必要时过滤。当试样中待测离子含量过高时可适当稀释后再测定。

2.5.4.2 测定

吸取一定体积(使溶液中硫酸根含量在 8 mg 以下)的试样溶液(2.5.4.1),置于 150 mL 锥形瓶中,加 1 滴盐酸溶液(2.5.2.2.1),加入 5.00 mL 氯化钡溶液(2.5.2.2.6),搅拌片刻,放置 5 min,加入 5 mL 乙二胺四乙酸二钠镁溶液,10 mL 无水乙醇,5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液、4 滴铬黑 T 指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止,记录消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积 V_3 。

溶液中钙镁总量的滴定:吸取与测定硫酸根体积相同的试样溶液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水至 25 mL,加入 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液、4 滴铬黑 T 指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止,记录消耗的 EDTA 标准溶液的体积 V_2 。

2.5.5 分析结果的表述

试样中硫酸根的含量按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(V_1 + V_2 - V_3) \times c \times 96.06 \times F}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- X_2 —— 试样中硫酸根的含量，%；
 V_1 —— 滴定氯化钡溶液时 EDTA 标准滴定溶液的用量，单位为毫升(mL)；
 V_2 —— 滴定钙镁总量时 EDTA 标准滴定溶液的用量，单位为毫升(mL)；
 V_3 —— 滴定硫酸根时 EDTA 标准滴定溶液的用量，单位为毫升(mL)；
 c —— EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
96.06 —— 硫酸根的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；
 F —— 试样液稀释倍数；
 m —— 试样的质量，单位为克(g)；
100、1 000 —— 单位换算系数。
计算结果表示到小数点后两位。

2.5.6 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%。

2.6 氯化钠的测定

2.6.1 分析步骤

由上述各项检验结果，得出食盐样品所含单项离子的百分含量，然后依表 1 中所注顺序号计算各化合物成分的百分含量。依次计算硫酸钙、硫酸镁、硫酸钠、氯化钙、氯化镁、氯化钾的含量，剩余氯离子计算为氯化钠含量。

表 1 化合物成分计算顺序表

阴离子	阳离子			
	钙(Ca ²⁺)	镁(Mg ²⁺)	钾(K ⁺)	钠(Na ⁺)
硫酸根(SO ₄ ²⁻)	(1)硫酸钙	(2)硫酸镁	—	(3)硫酸钠
氯离子(Cl ⁻)	(4)氯化钙	(5)氯化镁	(6)氯化钾	(7)氯化钠

若依顺序号计算时，某种化合物因阴离子或阳离子不存在而不能形成，则依次以下一顺序号递补进行计算。

2.6.2 分析结果的表述

2.6.2.1 氯化钠(湿基)

试样中氯化钠(湿基)的含量 $X_{(w)}$ 即按 2.6.1 计算后所得氯化钠含量，以%计。
计算结果表示到小数点后两位。

2.6.2.2 氯化钠(以干基计)

试样中氯化钠含量按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{X_{(w)}}{1 - P} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

X_3 ——试样中氯化钠(以干基计)的含量，%；

$X_{(w)}$ ——试样中氯化钠(湿基)的含量，%；

P ——水分含量，%。

计算结果保留至小数点后两位。

2.6.3 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%。

3 铅的测定

3.1 原理

试样经处理后，铅离子在一定 pH 条件下与二乙基二硫代氨基甲酸钠(DDTC)形成络合物，经 4-甲基-2-戊酮萃取分离，导入原子吸收光谱仪中，电热原子化后吸收 283.3 nm 共振线，在一定浓度范围内，其吸收值与铅含量成正比，与标准系列比较定量。

3.2 试剂和材料

注：除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。所用试剂用时现配。

3.2.1 试剂

3.2.1.1 硝酸。

3.2.1.2 高氯酸。

3.2.1.3 硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 。

3.2.1.4 柠檬酸铵。

3.2.1.5 溴百里酚蓝。

3.2.1.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠(DDTC)。

3.2.1.7 氨水。

3.2.1.8 4-甲基-2-戊酮(MIBK)。

3.2.2 试剂的配制

3.2.2.1 混合酸：硝酸-高氯酸(9+1)。

3.2.2.2 硫酸铵溶液(300 g/L)：称取 30 g 硫酸铵，用水溶解并稀释至 100 mL。

3.2.2.3 柠檬酸铵溶液(250 g/L)：称取 25 g 柠檬酸铵，用水溶解并稀释至 100 mL。

3.2.2.4 溴百里酚蓝溶液(1 g/L)。

3.2.2.5 二乙基二硫代氨基甲酸钠(DDTC)溶液(50 g/L)：称取 5 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠，用水溶解并稀释至 100 mL。

3.2.2.6 氨水溶液(1+1)。

3.2.2.7 硝酸溶液(5+95)：量取 50 mL 硝酸缓慢倒入 950 mL 水中，混匀。

3.2.3 标准品

铅标准储备液(1.0 mg/mL)。

3.2.4 标准溶液配制

铅标准使用液:精确吸取铅标准储备液于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(3.2.2.7)定容至刻度。如此经多次稀释成每毫升分别含 0.0 ng、5.0 ng、10.0 ng、20.0 ng、40.0 ng 铅的标准使用液。

3.3 仪器和设备

3.3.1 原子吸收光谱仪,附石墨炉及铅空心阴极灯。

3.3.2 天平:感量 0.001 g。

3.3.3 可调式电热板、可调式电炉。

3.4 分析步骤

3.4.1 试样处理

准确称取 10 g(精确至 0.01 g)试样于 100 mL 烧杯中,加少量水溶解,再加少量混合酸(3.2.2.1),加热煮沸,放冷后全部转移至 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀备用。

3.4.2 萃取分离

视试样情况,吸取 25.0 mL~50.0 mL 按 3.4.1 制备的样液及试剂空白液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,补加水至 60 mL。加 2 mL 柠檬酸铵溶液(3.2.2.3),溴百里酚蓝溶液(3.2.2.4)3 滴~5 滴,用氨水溶液(3.2.2.6)调 pH 至溶液由黄变蓝,加硫酸铵溶液(3.2.2.2)10.0 mL,DDTC 溶液(3.2.2.5)10 mL,摇匀。放置 5 min 左右,加入 10.0 mL 的 MIBK(3.2.1.8),剧烈振摇提取 1 min,静置分层后,弃去水层,将 MIBK 层放入 10 mL 带塞刻度管中,备用。分别吸取铅标准使用液 10.0 mL 于 125 mL 分液漏斗中,与试样相同方法萃取。同时做试剂空白。

3.4.3 测定

同 GB 5009.12 中石墨炉原子吸收光谱法的测定。

3.5 分析结果的表述、精密度

同 GB 5009.12 石墨炉原子吸收光谱法中分析结果的表述、精密度。

4 总砷的测定

按 GB 5009.11 中氢化物原子荧光光度法操作。

5 镉的测定

按 GB 5009.15 中原子吸收光谱法操作。

6 总汞的测定

按 GB 5009.17 中原子荧光光谱分析法操作。

7 钡的测定

7.1 原理

钡离子与硫酸根生成硫酸钡沉淀,利用比浊作限量测定。

7.2 试剂和材料

注:除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

7.2.1 试剂

7.2.1.1 硫酸。

7.2.1.2 氯化钡。

7.2.2 试剂的配制

7.2.2.1 硫酸溶液:量取 5.7 mL 硫酸,倒入 50 mL 水中,再加水稀释至 100 mL。

7.2.2.2 钡标准溶液:准确称取 2.668 0 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,摇匀,1 mL 此溶液相当于 15.0 mg 钡。

7.2.2.3 钡标准使用液:吸取 1.0 mL 钡标准溶液(7.2.2.2),置于 200 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。1 mL 此溶液相当于 0.075 mg 钡。

7.3 仪器和设备

天平:感量 0.001 g。

7.4 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 钡标准使用液(7.2.2.3)置于 50 mL 比色管中,加水至刻度,混匀。于两管中各加入 2 mL 硫酸溶液(7.2.2.1),摇匀,放置 2 h 后目测比较,试样管不得比标准管混浊,即 ≤ 15 mg/kg 的钡。

8 氯化钾的测定

注:食盐中氯化钾含量 > 2 g/100 g 时,按重量法操作;食盐中氯化钾含量 < 2 g/100 g 时,按火焰发射光谱法操作。

8.1 火焰发射光谱法

8.1.1 按 GB/T 5009.91 操作。

8.1.2 分析结果的表述

试样中氯化钾的含量按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(c - c_0) \times V \times f \times 1.9066}{m \times (1 - P) \times 1000 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- X_4 —— 试样中氯化钾(以干基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g);
- c —— 测定用试样液中钾的浓度(由标准曲线查出),单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- c_0 —— 试剂空白液中钾的浓度(由标准曲线查出),单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V —— 试样液定容体积,单位为毫升(mL);

- f ——试样液稀释倍数；
 m ——试样的质量,单位为克(g)；
 P ——水分含量, %；
 1.906 6 ——换算系数；
 100、1 000 ——单位换算系数。
 计算结果表示到小数点后两位。

8.2 重量法

8.2.1 原理

试样用水溶解后,在弱碱性溶液中四苯硼酸钠与钾离子生成四苯硼钾沉淀物,沉淀物经干燥后称量。加入乙二胺四乙酸二钠消除其他阳离子的干扰。

8.2.2 试剂

注:除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

8.2.2.1 试剂

- 8.2.2.1.1 氢氧化铝。
 8.2.2.1.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)。
 8.2.2.1.3 氢氧化钠:不含钾。
 8.2.2.1.4 四苯硼酸钠。
 8.2.2.1.5 酚酞。
 8.2.2.1.6 乙醇(95%)。

8.2.2.2 试剂的配制

- 8.2.2.2.1 乙二胺四乙酸二钠溶液(100 g/L):称取 10 g EDTA,溶于 100 mL 水中。
 8.2.2.2.2 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取 20 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。
 8.2.2.2.3 四苯硼酸钠溶液(25 g/L):称取 6.25 g 四苯硼酸钠于 400 mL 烧杯中,加入约 200 mL 水使其溶解。加入 5 g 氢氧化铝,搅拌 10 min,用慢速滤纸过滤,如滤液呈混浊,应反复过滤至澄清,集全部滤液于 250 mL 容量瓶中,加入 1 mL 氢氧化钠溶液,定容,摇匀,使用前重新过滤。
 8.2.2.2.4 四苯硼酸钠洗液(1 g/L):吸取 20 mL 四苯硼酸钠溶液于 500 mL 容量瓶中,定容,摇匀。
 8.2.2.2.5 酚酞指示液(5 g/L):称取 0.5 g 酚酞,溶解于 100 mL 的 95%乙醇溶液中。

8.2.3 仪器和设备

- 8.2.3.1 4 号玻璃砂芯漏斗(滤板孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$)。
 8.2.3.2 循环水式真空泵。
 8.2.3.3 电热恒温干燥箱。
 8.2.3.4 干燥器:内附有效干燥剂。
 8.2.3.5 分析天平:感量 0.1 mg。

8.2.4 分析步骤

称取 2.5 g(精确至 0.000 1 g)试样,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后过滤,并弃去最初滤液。

准确吸取 25.0 mL 滤液(样液中氯化钾含量不得超过 48 mg)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL EDTA 溶液、2 滴酚酞指示液,在不断搅拌下逐滴加入氢氧化钠溶液,直至试液的颜色变成粉红色,然后再过量 1 mL,摇匀(此时试液体积约 40 mL)。

在不断搅拌下,逐滴加入按理论量(16 mg 氯化钾需 3 mL 四苯硼酸钠溶液)多 4 mL 的四苯硼酸钠溶液,静置 0.5 h。

用预先经 120 °C 烘至恒重的 4 号玻璃砂芯漏斗抽滤沉淀,将沉淀用四苯硼酸钠洗液全部洗入砂芯漏斗内,再用该洗液洗涤 5 次,每次用 5 mL,最后用水洗涤 2 次,每次用 2 mL。将砂芯漏斗连同沉淀置于 120 °C 干燥箱内,干燥 1 h 取出,放入干燥器冷却至室温后称量(精确到 0.000 1 g)。

同时做空白试验。

(砂芯漏斗的处理:将砂芯漏斗中沉淀物洗掉后放入丙酮溶液中浸泡 0.5 h,取出冲洗干净,放入蒸馏水中煮沸片刻抽滤,烘干。)

8.2.5 分析结果的表述

试样中氯化钾的含量按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{0.2081 \times (m_1 - m_2)}{m \times (1 - P)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X_5 ——试样中氯化钾(以干基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g);

m_1 ——所取试样中四苯硼钾沉淀的质量,单位为克(g);

m_2 ——空白试验中四苯硼钾沉淀的质量,单位为克(g);

m ——吸取试样溶液相当于试样的质量,单位为克(g);

P ——水分含量,%;

0.2081 ——四苯硼钾换算为氯化钾的系数。

计算结果保留到小数点后两位。

8.2.6 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%。

9 亚铁氰化钾的测定(硫酸亚铁法)

9.1 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。方法检出限为 1.0 mg/kg。

9.2 试剂

注:除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

9.2.1 试剂

9.2.1.1 硫酸。

9.2.1.2 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。

9.2.1.3 亚铁氰化钾。

9.2.2 试剂的配制

9.2.2.1 硫酸溶液:量取 5.7 mL 硫酸,倒入 50 mL 水中,冷却后再加水至 100 mL。

9.2.2.2 硫酸亚铁溶液(80 g/L):称取 8 g 硫酸亚铁,溶于 100 mL 硫酸溶液中,过滤,贮于棕色试剂瓶中低温保存。

9.2.3 标准溶液的制备

9.2.3.1 亚铁氰化钾标准溶液:准确称取 0.199 3 g 亚铁氰化钾($K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$),溶于少量水,移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。1 mL 此溶液相当于 1.0 mg 亚铁氰根($[Fe(CN)_6]^{4-}$)。

9.2.3.2 亚铁氰化钾标准工作液: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,1 mL 此溶液相当于 0.10 mg 亚铁氰根($[Fe(CN)_6]^{4-}$)。

9.3 仪器和设备

9.3.1 分光光度计。

9.3.2 天平:感量为 0.001 g。

9.4 分析步骤

称取 10 g(精确至 0.01 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 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL、0.4 mL、0.5 mL 亚铁氰化钾标准工作液 [相当于 0 μ g、10.0 μ g、20.0 μ g、30.0 μ g、40.0 μ g、50.0 μ g 亚铁氰根($[Fe(CN)_6]^{4-}$)],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,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。以亚铁氰根质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制标准工作曲线。根据试样的吸光度,从工作曲线查出测定用样液中亚铁氰根的含量。

9.5 分析结果的表述

试样中亚铁氰化钾的含量按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_1 \times 1\,000}{m_2 \times \frac{25}{50} \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X_6 ——试样中亚铁氰化钾(以 $[Fe(CN)_6]^{4-}$ 计)的含量,单位为克每千克(g/kg);

m_1 ——测定用样液中亚铁氰根的质量,单位为微克(μ g);

m_2 ——试样质量,单位为克(g);

25/50——50 mL 试样滤液中取 25 mL 用于试验;

1 000——单位换算系数。

计算结果保留两位有效数字。

9.6 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%。

10 碘的测定(氧化还原滴定法)

10.1 原理

试样中的碘离子在酸性条件下用次氯酸钠氧化成碘酸根,草酸除去过剩的次氯酸钠,碘酸根氧化碘

化钾而游离出单质碘,以淀粉溶液做指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定,计算碘含量。

10.2 试剂

注:除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

10.2.1 试剂

- 10.2.1.1 草酸。
- 10.2.1.2 磷酸($\rho=85\%$)。
- 10.2.1.3 碘化钾。
- 10.2.1.4 次氯酸钠试剂溶液(有效氯 10%)。
- 10.2.1.5 淀粉。
- 10.2.1.6 硫代硫酸钠。

10.2.2 试剂的配制

- 10.2.2.1 草酸-磷酸混合液:称取 15 g 草酸,加水溶解,加入 34 mL 磷酸,用水稀释至 500 mL。
- 10.2.2.2 碘化钾溶液(50 g/L):称取 25.0 g 碘化钾,用水溶解并稀释至 500 mL,贮于棕色瓶中,临用时配制。
- 10.2.2.3 次氯酸钠溶液(有效氯约 3%):量取 10 mL 次氯酸钠试剂溶液,加 30 mL 水,摇匀,贮于棕色瓶中。
- 10.2.2.4 淀粉指示剂(5 g/L):称取 0.5 g 可溶性淀粉,加少量水调成糊状,倒入 100 mL 沸水中,搅拌后再煮沸 0.5 min,冷却,临用现配。
- 10.2.2.5 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 0.002 0 mol/L。

10.3 仪器和设备

- 10.3.1 天平:感量 0.001 g。
- 10.3.2 电炉。

10.4 分析步骤

称取 10 g(精确至 0.01 g)试样,置于 250 mL 碘量瓶中,加 50 mL 水溶解,加 2 mL 草酸-磷酸混合液、1.0 mL 次氯酸钠溶液,用水洗净瓶壁,放入玻璃珠 4 粒~5 粒,在电炉上加热至溶液刚沸腾时立即取下,水浴冷却至 30 °C 以下。加 5 mL 碘化钾溶液,摇匀,立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色,加入 1 mL 淀粉指示剂,继续滴加至蓝色刚消失即为终点。同时做试剂空白。

10.5 分析结果的表述

试样中碘的含量按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{V \times c \times 21.15 \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- X_7 —— 试样中碘的含量(以 I 计),单位为毫克每千克(mg/kg);
- V —— 滴定时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[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.100 \text{ mol/L}$]相当的碘的质量,单位为克每摩尔(g/mol);

1 000 ——单位换算系数。
计算结果保留两位有效数字。

10.6 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%。
