UDC 634/635：543.062
B 31

中华人民共和国国家标准

GB/T 15667—1995

水果、蔬菜及其制品 氯化物含量的测定

Fruits, vegetables and their products —Determination of chloride content

1995-08-18发布　　1996-06-01实施

国家技术监督局　发布

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中华人民共和国国家标准

水果、蔬菜及其制品 氯化物含量的测定

GB/T 15667—1995

Fruits, vegetables and their products —Determination of chloride content

本标准等效采用国际标准 ISO 3634:1979《蔬菜制品——氯化物含量的测定》，并增加了水果及制品的测定。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了水果、蔬菜及制品氯化物含量测定的原理、试剂、仪器设备、样品和测定步骤。

本标准适用于水果、蔬菜及制品中氯化物含量的测定，测定结果以氯化钠含量百分率表示。

2 测定原理

样品中的氯化物用沸水提取，提取液中加入过量的硝酸银标准溶液沉淀氯离子，然后用硫氰酸钾标准溶液滴定剩余的硝酸银，计算样品中氯化物含量。若样品中含有天然花青甙色素或在样品处理过程中受多酚氧化酶氧化使颜色变深，可加高锰酸钾氧化脱色。

3 试剂

除特殊规定外，试剂均为分析纯。试剂配制及测定用水为蒸馏水或同等纯度的去离子水。

3.1 硝酸(GB 626)。

3.2 硝基苯(GB 9335)。

3.3 草酸(HG 3—988)。

3.4 饱和高锰酸钾溶液：高锰酸钾用水溶解后再加入过量高锰酸钾使其成为饱和状态。

3.5 酸化饱和硫酸高铁铵溶液：硫酸高铁铵用水溶解后再加入过量硫酸高铁铵使其成为饱和状态。按每 100 mL 加 5 mL 硝酸酸化。

3.6 硝酸银标准溶液〔$c(AgNO_3)=0.1\ 000$ mol/L〕：准确称取于 150℃干燥 2 h，并于干燥器中冷却的硝酸银(基准试剂)16.989 0 g，用水溶解后定容至 1 000 mL。

3.7 硝酸银标准溶液〔$c(AgNO_3)=0.020\ 0$ mol/L〕：将硝酸银标准溶液〔$c(AgNO_3)=0.100\ 0$ mol/L〕用水准确稀释 5 倍。此溶液用于氯化物含量低于 1%的样品。

3.8 硫氰酸钾标准溶液〔$c(KSCN)=0.10$ mol/L〕：称取硫氰酸钾 9.72 g，用水溶解后定容至 1 000 mL。

按下述方法标定准确浓度：准确吸取硝酸银标准溶液〔$c(AgNO_3)=0.1\ 000$ mol/L〕20 mL 于 150 mL 锥形瓶中，加 5 mL 硝酸和 5 mL 酸化饱和硫酸高铁铵溶液，混匀，用硫氰酸钾标准溶液〔$c(KSCN)=0.10$ mol/L〕滴定至淡红棕色，保持 5 min 不变，记录消耗的硫氰酸钾标准溶液毫升数，按下式计算其准确浓度：

国家技术监督局 1995-08-18 批准　　1996-06-01 实施

$$c = \frac{c_1 \times V_1}{V}$$

式中：c——KSCN 浓度，mol/L；

c_1——$AgNO_3$ 浓度，mol/L；

V——KSCN 溶液体积，mL；

V_1——$AgNO_3$ 溶液体积，mL。

3.9 硫氰酸钾标准溶液〔c(KSCN)=0.02 mol/L〕：将硫氰酸钾标准溶液〔c(KSCN)=0.10 mol/L〕用水准确稀释 5 倍，按其标定的准确浓度计算稀释溶液的准确浓度。此溶液用于氯化物含量低于 1%的样品。

4 仪器设备

4.1 分析天平：感量 0.000 1 g。

4.2 捣碎机：容积不少于 500 mL。

4.3 烧杯：250 mL。

4.4 容量瓶：250 mL。

4.5 移液管：5，10，20 mL。

4.6 锥形瓶：150，200 mL。

4.7 滴定管：10，25 mL。

4.8 电炉：温度可调。

5 样品

5.1 固体样品：取洗净具有代表性的样品，切成小块，并称取一定数量置于捣碎机中，按 1∶1 的样液比加水，捣碎成浆。

5.2 具有固-液两相的样品：若产品有明确的固、液两相规格，则应按规格比例取一定量样品于捣碎机中捣碎成浆。无规格比例则应将样品全部捣碎成浆。

5.3 稠状、浆状样品：直接搅拌均匀。

6 测定步骤

6.1 试液制备

称取样品 25.00 g，精确到 0.01 g，盛入 250 mL 烧杯(4.3)中，加热水 100 mL，混匀，于电炉(4.8)上低温加热至沸，保持沸腾 1 min，取下冷却，用水定量移入 250 mL 容量瓶(4.4)中，稀释至刻度，混匀，静置 15 min，用快速定性滤纸过滤，滤液收集于干燥容器中。

6.2 无色试液测定

用移液管(4.5)吸取滤液(6.1)20 mL 于锥形瓶(4.6)中，加 5 mL 硝酸(3.1)和 5 mL 酸化饱和硫酸高铁铵溶液(3.5)，混匀，用滴定管(4.7)滴加硝酸银标准溶液(3.6 或 3.7)，使硝酸银溶液的加入量足够在氯化物沉淀后有过量 5～10 mL 硝酸银溶液存在，再加入 3 mL 硝基苯(3.2)，并用力摇动瓶内内容物，促使沉淀凝聚。

注意：硝基苯毒性强，勿粘附皮肤，应在通风处操作。一般测定可不加硝基苯，仲裁等精密测定必须加硝基苯。

用硫氰酸钾标准溶液(3.8 或 3.9)回滴定过量硝酸银溶液，直至出现淡红棕色保持 5 min 不变，记录所用硫氰酸钾溶液体积(mL)。

6.3 有色试液测定

用移液管(4.5)吸取滤液(6.1)20 mL 于锥形瓶(4.6)中，加 20 mL 硝酸(3.1)。用滴定管(4.7)滴加

20 mL 硝酸银标准溶液(3.6 或 3.7),于电炉(4.8)上低温加热至沸,保持微沸 2～3 min,在微沸状态下每次加入饱和高锰酸钾溶液(3.4)0.5～1.0 mL,直至液体变为无色。若产生了二氧化锰沉淀,则加入少许草酸(3.3)。将无色溶液继续煮沸 5 min,取下冷却,加入 5 mL 酸化饱和硫酸高铁铵溶液(3.5),用硫氰酸钾标准溶液(3.8 或 3.9)回滴定过量的硝酸银溶液,直至出现淡红棕色保持 5 min 不变,记录所用硫氰酸钾溶液的体积(mL)。

6.4 每份样品做不少于两次平行测定。

7 测定结果的表述

7.1 氯化物含量百分率由下式给出:

$$\text{氯化钠含量百分率}(\%) = (V_1c_1 - V_2c_2) \times 58.45 \times \frac{V_3}{V_4} \times \frac{100}{m \times 1000}$$

式中:V_1——硝酸银标准溶液体积,mL;

V_2——硫氰酸钾标准溶液体积,mL;

V_3——样品试液稀释体积,mL;

V_4——用于滴定的滤液体积,mL;

c_1——硝酸银标准溶液浓度,mol/L;

c_2——硫氰酸钾标准溶液浓度,mol/L;

58.45——NaCl 的摩尔质量;

$100/m \times 1000$——将氯化物含量换算为百分率的系数,m 为称样质量,单位为 g,若样品在捣碎时加水稀释,应扣除稀释水分质量。

7.2 用平行测定的算术平均值表示,保留小数点后两位。

7.3 平行测定的允许相差见下表

氯化物含量,%	绝对相差,%
<1	≤0.03
≥1	≤0.06

附加说明:

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国农业分析标准化委员会归口。

本标准由四川省农业科学院中心实验室负责起草。

本标准主要起草人李果、傅绍清、苏方康、雷绍荣。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中华人民共和国
国家标准
水果、蔬菜及其制品
氯化物含量的测定
GB/T 15667—1995
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电　　话:8522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行　各地新华书店经售
版权专有　不得翻印
*
开本 880×1230　1/16　印张 1/2　字数 6 千字
1996年1月第一版　1996年1月第一次印刷
印数 1—2 000
*
书号:155066·1-12182　定价 8.00 元
*
标目 278—42

GB/T 15667-1995