

中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.7—1999

制盐工业通用试验方法 碘离子的测定

General test method in salt industry—
Determination of iodide ion

1999-05-28 发布

1999-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 13025.7—1991《制盐工业通用试验方法 碘离子的测定》的修订。本标准经修订后列入四种方法。直接滴定法简便、快速,适用于碘酸钾为碘剂的加碘盐中碘的测定;高锰酸钾-硫酸联氨氧化法,能测定各种价态碘离子总量,适用于不同原料,不同碘剂加碘盐中碘离子含量的测定;氧化还原滴定法列为仲裁法;光度法,简便、快速、准确、便携,适于现场测定。

本标准实施之日起,同时代替 GB/T 13025.7—1991。

本标准由国家轻工业局提出。

本标准由全国海湖盐标准化中心、全国井矿盐标准化中心归口。

本标准起草单位:中国轻工总会制盐研究所、自贡井矿盐工业设计研究院。

本标准主要起草人:佟云琨、侯翠云、李炳权、李孟华、张能君、闵素华、付淑英。

制盐工业通用试验方法
碘离子的测定

GB/T 13025.7—1999

代替 GB/T 13025.7—1991

General test method in salt industry—
Determination of iodide ion

1 范围

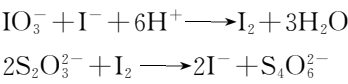
本标准规定了加碘食用盐中碘的测定方法。
本标准适用于加碘食用盐中碘含量的测定。

2 容量法

2.1 直接滴定法

2.1.1 原理

在酸性溶液中,试样中的碘酸根氧化碘化钾析出碘,用硫代硫酸钠标准溶液滴定,测定碘离子的含量。



2.1.2 仪器设备

一般实验室仪器。

2.1.3 试剂和溶液

本方法所用试剂和水未注明要求时,均使用分析纯试剂和蒸馏水(或相应纯度的水)。

2.1.3.1 碘酸钾(GB/T 1258):0.002 mol/L 1/6 碘酸钾(KIO₃)标准溶液。

称取 1.427 g 于 110 C ± 2 C 烘至恒重的基准碘酸钾,称准至 0.000 1 g,加水溶解。转入 1 000 mL 容量瓶,稀释至刻度,摇匀。此溶液浓度为 0.04 mol/L 1/6 碘酸钾(KIO₃),用水准确稀释 20 倍,得浓度 0.002 mol/L 1/6 碘酸钾(KIO₃)标准溶液。

2.1.3.2 硫代硫酸钠(GB/T 637):0.002 mol/L 硫代硫酸钠(Na₂S₂O₃)标准溶液。

配制:称取 25 g 硫代硫酸钠、1.0g 氢氧化钠,溶于 1 000 mL 水中,贮于棕色瓶,取上层清液,稀释 50 倍,贮于棕色瓶内,备用。

标定:吸取 10.00 mL 0.002 mol/L 1/6 碘酸钾(KIO₃)标准溶液于 250 mL 碘量瓶,加约 80 mL 水、2 mL 1 mol/L 磷酸、5 mL 50 g/L 碘化钾,立即用 0.002 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定。滴定至溶液呈浅黄色时,加入约 4 mL 5 g/L 淀粉溶液,继续滴定至蓝色恰好消失为止。

硫代硫酸钠标准溶液对碘离子的滴定度按式(1)计算:

$$T_{\text{I}^-/\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{c_{1/6\text{KIO}_3} \times 21.15 \times 10 \times 1\,000}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: $T_{\text{I}^-/\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ ——硫代硫酸钠标准溶液对碘离子的滴定度, $\mu\text{g/mL}$;

$c_{1/6\text{KIO}_3}$ ——碘酸钾标准溶液之物质的量浓度, mol/L ;

V ——硫代硫酸钠标准溶液的用量,mL;

21.15—— $1/6\text{I}^-$ 的毫摩尔质量,mg/mmol;

10——碘酸钾标准溶液取样量,mL。

2.1.3.3 磷酸(GB/T 1282):1 mol/L 溶液。

量取 17 mL85%磷酸,加水稀至 250 mL。

2.1.3.4 碘化钾(GB/T 1272):50 g/L 溶液(用时新配)。

称取 25.0 g 碘化钾,用水溶解并稀释至 500 mL,贮于棕色瓶中。

2.1.3.5 淀粉(HGB 3095):5 g/L 溶液(用时新配)。

称取 0.5 g 淀粉,用水调成糊状。倾入 100 mL 沸水,搅拌后再煮沸 0.5 min,冷却、备用。

2.1.4 分析步骤

称取 10.0 g 均匀加碘食用盐,置于 250 mL 碘量瓶中,加约 80 mL 水溶解。加 2 mL 1 mol/L 磷酸和 5 mL 50 g/L 碘化钾溶液,用 0.002 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定。滴定至溶液呈浅黄色时,加入约 5 mL5 g/L 淀粉溶液,继续滴定至蓝色恰好消失为止。

2.1.5 结果的表示和计算

碘离子含量按式(2)计算:

$$\text{碘离子}(\mu\text{g/g}) = \frac{T_{\text{I}^-/\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times V}{10.0} \dots\dots\dots (2)$$

式中: $T_{\text{I}^-/\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ ——硫代硫酸钠标准溶液对碘离子的滴定度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——硫代硫酸钠标准溶液的用量,mL;

10.0——称取样品质量,g。

2.1.6 允许差

表 1

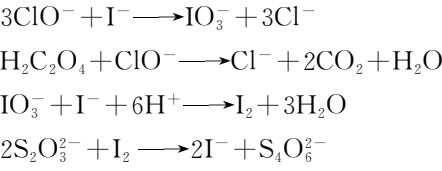
碘离子, $\mu\text{g/g}(\text{mg/kg})$	允许差, $\mu\text{g/g}(\text{mg/kg})$
0~200	2.0

2.2 氧化还原滴定法

此法为仲裁法。

2.2.1 原理

样品溶液在酸性中,次氯酸钠将碘氧化成碘酸根,草酸除去过剩的次氯酸钠,碘酸根氧化碘化钾析出碘,用硫代硫酸钠标准溶液滴定,测定碘离子含量。



2.2.2 仪器设备

一般实验室仪器。

2.2.3 试剂和溶液

2.2.3.1 碘酸钾标准溶液:按 2.1.3.1 条配制。

2.2.3.2 硫代硫酸钠标准溶液:按 2.1.3.2 条配制。

2.2.3.3 次氯酸钠:5%溶液。

量取 10%浓溶液,用水稀释一倍。

2.2.3.4 草酸-磷酸混合液:称取 15 g 草酸,加水溶解,加入 85%磷酸 34 mL,加水稀释至 500 mL。

2.2.3.5 碘化钾溶液:按 2.1.3.4 条配制。

2.2.3.6 淀粉(HGB 3095)溶液:按 2.1.3.5 条配制。

2.2.4 分析步骤

称取 10.0 g 样品置入 250 mL 碘量瓶中,加入约 80 mL 水、2.0 mL 草酸-磷酸混合液、1.0 mL 次氯酸钠溶液,用水洗净瓶壁。加热溶解样品,至刚刚沸腾时立即取下,水浴冷却至 35℃ 以下。加入 5 mL 50 g/L 碘化钾溶液,以下操作按 2.1.4 条进行。

2.2.5 结果的表示和计算

按 2.1.5 条进行。

2.2.6 允许差

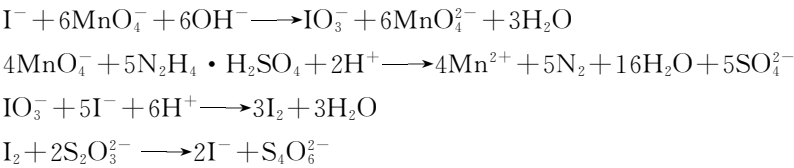
表 2

碘离子,μg/g(mg/kg)	允许差,μg/g(mg/kg)
0~200	2.0

2.3 氧化滴定法(高锰酸钾-硫酸联氨体系)

2.3.1 原理

在碱性溶液中,高锰酸钾氧化碘离子为碘酸根。在微酸性条件下,硫酸联氨除去过量的高锰酸钾。在酸性条件下加入碘化钾,与碘酸根反应生成游离碘。用硫代硫酸钠标准溶液滴定,测定碘离子含量。



2.3.2 仪器设备

一般实验室仪器。

2.3.3 试剂和溶液

按 2.1.3 条进行配制。

2.3.3.1 碘酸钾(GB/T 1258): $c_{1/6\text{KIO}_3}=0.003\text{ mol/L}$ 标准溶液。

称取 0.53 g 于(110±2)℃ 烘至恒重的基准碘酸钾,称准至 0.000 1 g,加水溶解,转入 500 mL 容量瓶,稀释至刻度,摇匀。此溶液浓度 $c_{1/6\text{KIO}_3}=0.03\text{ mol/L}$ 。用水稀释 10 倍,得浓度 $c_{1/6\text{KIO}_3}=0.003\text{ mol/L}$ 标准溶液。

2.3.3.2 硫代硫酸钠(GB/T 637): $c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}=0.003\text{ mol/L}$ 标准溶液。

配制:称取 25 g 硫代硫酸钠,0.2 g 氢氧化钠,溶于 1 000 mL 无二氧化碳水中,贮于棕色瓶,静止一周后取上层清液 60 mL 于棕色瓶中,用无二氧化碳水稀释至 2 000 mL。

标定:吸取 10.00 mL 碘酸钾标准溶液于 250 mL 碘量瓶,加 70 mL 水,2 mL 硫酸溶液[2.3.3.4 a)],摇匀后加 5 mL 碘化钾溶液,立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定,至溶液呈浅黄色时,加入 3 mL 淀粉溶液,继续滴定至蓝色恰好消失为止。

硫代硫酸钠标准溶液对碘离子的滴定度按 2.1.3.2 中式(1)计算。

2.3.3.3 氢氧化钠(GB/T 629)-高锰酸钾(GB/T 643)混合溶液。

称取 4.0 g 氢氧化钠,溶于 1 000 mL 水中,其溶液浓度 $c_{\text{NaOH}}=0.1\text{ mol/L}$,吸取 2.0 mL 此溶液,加 1 滴甲基橙溶液(1 g/L),用硫酸溶液[2.3.3.4 b)]滴定,终点由黄色变为橙色,并记下消耗硫酸溶液的体积。

另称取 3.3 g 高锰酸钾,把它溶解在上述 1 000 mL $c_{\text{NaOH}}=0.1\text{ mol/L}$ 的溶液中,配制成氢氧化钠-高锰酸钾混合溶液,并贮于棕色瓶中。

2.3.3.4 硫酸(GB/T 625)溶液。

a) $c_{1/2\text{H}_2\text{SO}_4}=1\text{ mol/L}$ 溶液;

- 量取 30 mL 浓硫酸,缓缓注入 1 000 mL 水中,冷却,混匀。
- b) $c_{1/2H_2SO_4}=0.1\text{ mol/L}$ 溶液。
- 用 2.3.3.4 a)溶液稀释 10 倍。
- 2.3.3.5 硫酸联氨(GB/T 698):10 g/L。
- 称取 1.0 g 硫酸联氨,用 100 mL 水溶解。
- 2.3.3.6 碘化钾(GB/T 1272):按 2.1.3.4 条进行配制。
- 2.3.3.7 淀粉(HGB 3095):按 2.1.3.5 条进行配制。
- 2.3.4 分析步骤
- 称取 10.0 g 样品,置于 250 mL 碘量瓶中。加 80 mL 水溶解,加 2.0 mL 氢氧化钠-高锰酸钾混合液(2.3.3.3),摇匀,放置 5 min,加与 2.0 mL $c_{NaOH}=0.1\text{ mol/L}$ 相当的硫酸溶液[2.3.3.4 b)]的体积,并过量 0.4 mL。在剧烈摇动下,逐滴加入硫酸联氨至溶液呈浅黄色时,再缓慢地滴加至溶液恰至无色。加 6 滴硫酸溶液[2.3.3.4 a)],5 mL 碘化钾溶液,立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定。至溶液呈浅黄色时,加 3 mL 淀粉溶液,继续滴定至溶液恰好变成无色。
- 2.3.5 结果的表示和计算
- 按 2.1.5 的公式(2)表示和进行计算。
- 2.3.6 允许差

表 3

碘离子, $\mu\text{g/g}(\text{mg/kg})$	允许差, $\mu\text{g/g}(\text{mg/kg})$
18~70	2.0

3 光度法(专用碘量仪测定)

3.1 原理

在酸性溶液中,试样中碘酸根被碘化钾还原为游离碘,与淀粉生成蓝色化合物,用光度法测定。

3.2 仪器设备

- 3.2.1 碘量仪:WYD 型。
- 3.2.2 顶载天平:感量 0.01 g 或感量 0.1 g。
- 3.2.3 一般实验室仪器。

3.3 试剂和溶液

3.3.1 碘酸钾(GB/T 1258):1.000 mg 碘离子/mL 标准储备溶液。

称取 0.843 2 g 于 $110\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘至恒重的基准碘酸钾,称准至 0.000 2 g,溶解后转移至 500 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,备用。

3.3.2 碘酸钾:10 μg 碘离子/mL-200 g/L 氯化钠标准溶液。

吸取 5.00 mL 碘酸钾标准储备溶液(3.3.1)于 500 mL 容量瓶中,加入 100 g 氯化钠(GB/T 1266)及 0.5 g 碳酸钠(GB/T 639),加水溶解,稀释至刻度,摇匀。

3.3.3 碘化钾(GB/T 1272)-淀粉(HGB 3095)溶液。

称取 2.0 g 可溶性淀粉,加水调和,倾入 200 mL 沸水,继续煮沸 0.5 min,冷却后加入 1.0 g 碘化钾和 40 g 磷酸氢二钾,溶解,混匀。

3.3.4 硫酸(GB/T 625):1 mol/L 溶液。

量取 11 mL 硫酸,加入 190 mL 水中,混匀。

3.3.5 溴水:3%(m/V)市售(HGB 3108)。

3.3.6 甲酸钠(HGB 966):100 g/L 溶液。

称取 10 g 甲酸钠溶于 100 mL 水中。

3.4 分析步骤

3.4.1 标准试液的制备

吸取碘酸钾标准溶液(3.3.2)5.0 mL 于 50 mL 比色管中,加2 mL碘化钾-淀粉混合液,摇匀。加 2 mL 硫酸(1 mol/L),摇匀,加水至刻度,充分摇匀。

3.4.2 试样溶液制备

称取 1.0 g±0.05 g 充分混匀的盐样于 50 mL 比色管中,加 10 mL 水,溶解。加 2 mL 碘化钾-淀粉混合液,摇匀。加 2 mL 硫酸(1 mol/L),摇匀,加水至刻度,充分摇匀。

注

- 1 若盐中含有碘离子及还原性物质,需经氧化。称 1.0 g±0.05 g 均匀碘盐于 50 mL 比色管中,加 10 mL 水溶解。滴加 3%溴水至溶液呈浅黄色,加 0.5 mL 甲酸钠溶液,盖上塞子,充分振荡。放置 1~2 min,加 2 mL 碘化钾-淀粉混合液,以下操作按 3.4.1 条。
- 2 加碘不均匀的碘盐,可称 10.0 g 配至 50 mL,取 5.0 mL 至 50 mL 比色管中,其余步骤按 3.4.1 进行。

3.4.3 测定

用 1.0 cm 比色池,水作参比校零,用标准试液(3.4.1)校正仪器读数为 50.0,然后测定试样溶液,读数即为碘含量(mg 碘离子/kg 盐)。

3.5 允许差

表 4

碘离子,μg/g(mg/kg)	允许差,μg/g(mg/kg)
10~60	2.0
60~90	3.0

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
制盐工业通用试验方法
碘离子的测定

GB/T 13025.7—1999

*

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:68522112

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 3/4 字数 10 千字

1999年10月第一版 1999年10月第一次印刷

印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-16188 定价 10.00 元

*

标 目 388—15



GB/T 13025.7—1999