

制盐与制糖卷

中国
轻工
工业
标准
汇编

中国标准出版社

中国轻工业标准汇编

制盐与制糖卷

国家轻工业局质量标准处 编

图书在版编目(CIP)数据

中国轻工业标准汇编·制盐与制糖卷/国家轻工业局
质量标准处编. -北京:中国标准出版社,1999

ISBN 7-5066-1914-8

I. 中… II. 国… III. ①轻工业-标准-汇编-中国
②制糖工业-标准-汇编-中国③制盐工业-标准-汇编-中
国 IV. TS-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(1999)第 45034 号

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 21½ 字数 678 千字

1999 年 11 月第一版 1999 年 11 月第一次印刷

*

印数 1—2 000 定价 73.00 元

*

标 目 380—12

前 言

中国轻工业标准汇编按行业分类立卷,分别由制鞋卷、日用机械卷、日用化学品卷、日用五金卷、工具五金卷、建筑五金卷、家具卷、洗涤用品卷、地毯卷、毛皮与制革卷、玩具卷、灯具卷、制盐与制糖卷、日用杂品卷、玻璃仪器卷(上、下)、油墨卷、轻工机械卷、工艺美术卷、文教用品卷、体育用品卷、乐器卷、香精与香料卷、造纸卷(上、下)、瓷器卷(上、下)二十四卷,二十七册组成。

近年来随着人民生活水平的不断提高,人们对食盐与食糖的安全性、卫生性要求也愈来愈高。为便于制盐与制糖生产企业、科研单位、技术监督部门对食盐与食糖市场的监督和为打假工作提供检验依据,解决质量投诉、质量纠纷案件,维护消费者和企业的合法权益,由国家轻工业局质量标准处及制盐与制糖研究、生产的有关部门根据我国制盐与制糖行业的实际,及时地把先进、成熟的科技成果转化为标准,使制盐与制糖生产的各个环节按标准进行生产,并不断地强化了标准化在生产中的作用。为解决制盐与制糖相关单位缺少标准和标准收集不全的实际困难,特出版此书。本汇编中的国家标准部分由中国标准出版社第一编辑室负责收集、整理;行业标准部分由国家轻工业局质量标准处提供,并由中国标准出版社第一编辑室负责加工、编辑。

本汇编收集了截止 1999 年 4 月底以前发布的有关制盐与制糖的国家标准、行业标准共计 51 项,其中国家标准 33 项,轻工行业标准 18 项。本书由四部分组成,第一部分:制盐工业基础标准与通用试验方法标准;第二部分:盐类产品质量标准;第三部分:制糖工业基础标准与试验方法标准;第四部分:糖类产品质量标准。

本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB 或 GB/T),年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些国家标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

根据国家轻工业局国轻行[1999]112 号文件“关于发布轻工专业标准、清理整顿后的部分国家标准转化为轻工行业标准的通知”:GB 8453—1987《工业氯化镁》转化为 QB/T 3706—1999《工业氯化镁》;GB 9085—1988《甜菜颗粒粕》转化为 QB/T 3707—1999《甜菜颗粒粕》。

本书可供制盐与制糖生产企业、商业部门、质量检验监督机构及有关科研单位使用。

在编辑本汇编时由于时间较为仓促,难免有不妥之处,恳请读者批评指正,以便再版时改正。

编 者

1999 年 5 月

目 录

一、制盐工业基础标准与通用试验方法标准

GB/T 5009.42—1996	食盐卫生标准的分析方法	3
GB/T 8618—1988	制盐工业主要产品取样方法	12
GB/T 13025.1—1991	制盐工业通用试验方法 粒度的测定	20
GB/T 13025.2—1991	制盐工业通用试验方法 白度的测定	22
GB/T 13025.3—1991	制盐工业通用试验方法 水分的测定	25
GB/T 13025.4—1991	制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定	28
GB/T 13025.5—1991	制盐工业通用试验方法 氯离子的测定	30
GB/T 13025.6—1991	制盐工业通用试验方法 钙和镁离子的测定	35
GB/T 13025.7—1991	制盐工业通用试验方法 碘离子的测定	41
GB/T 13025.8—1991	制盐工业通用试验方法 硫酸根离子的测定	44
GB/T 13025.9—1991	制盐工业通用试验方法 铅离子的测定(光度法)	51
GB/T 13025.10—1991	制盐工业通用试验方法 亚铁氰化钾的测定	55
GB/T 13025.11—1994	制盐工业通用试验方法 氟离子的测定	57
GB/T 13025.12—1994	制盐工业通用试验方法 钡离子的测定	59
GB/T 13025.13—1994	制盐工业通用试验方法 砷离子的测定	63
QB/T 1854—1993	制盐工业术语	68

二、盐类产品质量标准

GB 5461—1992	食用盐	89
GB 5462—1992	工业盐	97
GB/T 7118—1999	工业氯化钾	99
QB 1680—1993	加氟食用盐	104
QB/T 1879—1993	液体盐	107
QB 2019—1994	低钠盐	115
QB 2020—1994	调味盐	118
QB/T 2021—1994	工业溴	123
QB 2238—1996	强化营养盐	128
QB/T 3706—1999	工业氯化镁(原 GB 8453—1987)	140

三、制糖工业基础标准与试验方法标准

GB/T 1445.2—1991	绵白糖试验方法	151
GB/T 5009.55—1996	食糖卫生标准的分析方法	160
GB/T 9289—1988	制糖工业术语	164

注：本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB 或 GB/T)，年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的，现尚未修订，故正文部分仍保留原样；读者在使用这些国家标准时，其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

GB/T 10497—1989	糖料甜菜试验方法	206
GB/T 10499—1989	糖料甘蔗试验方法	210
GB 13104—1991	白糖卫生标准	215
GB 14964—1994	赤砂糖卫生标准	217
QB/T 1215—1991	方糖试验方法	219
QB/T 1216—1991	果葡糖浆及其试验方法	221
QB/T 2343.2—1997	赤砂糖试验方法	233
QB/T 1310—1991	甘蔗制糖工业企业综合能耗标准和计算方法	240

四、糖类产品质量标准

GB 317—1998	白砂糖	259
GB 1445.1—1991	绵白糖	271
GB/T 9084—1988	甜菜干粕	275
GB/T 10496—1989	糖料甜菜	280
GB/T 10498—1989	糖料甘蔗	282
GB/T 15108—1994	原糖	284
QB 1008—1990	糖用甜菜种子	291
QB/T 1173—1991	单晶体冰糖	296
QB/T 1174—1991	多晶体冰糖	305
QB/T 1213—1991	精制白砂糖	314
QB/T 1214—1991	方糖	319
QB/T 1681—1993	精制绵白糖	323
QB/T 2343.1—1997	赤砂糖	328
QB/T 3707—1999	甜菜颗粒粕(原 GB 9085—1988)	332

一、制盐工业基础标准与 通用试验方法标准

食盐卫生标准的分析方法

代替 GB 5009.42—85

Method for analysis of hygienic standard of table salt

1 主题内容与适用范围

本标准规定了井盐、矿盐、海盐、湖盐各项卫生指标的分析方法。

本标准适用于井盐、矿盐、海盐、湖盐各项卫生指标的分析。

氟比色法最低检出浓度为 1 mg/kg，硫酸盐的最低检出浓度为 0.050 g/100 g。

2 引用标准

GB 5009.4 食品中水分的测定方法

GB/T 5009.11 食品中总砷的测定方法

GB/T 5009.12 食品中铅的测定方法

GB/T 5009.14 食品中锌的测定方法

GB/T 5009.18 食品中氟的测定方法

GB/T 5009.39 酱油卫生标准的分析方法

3 感官检查

3.1 将样品撒在一张白纸上，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 样品于瓷乳钵中研碎后，立即检查，不应有气味。

3.3 约取 5 g 样品，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 $\phi 12.5$ 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 $100 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘至恒量。

4.2.2.2 称取 25.00 g 样品，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 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 g。

4.2.3 计算

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: X_1 ——样品中水不溶物的含量, g/100g;

m_1 ——称量瓶和带有水不溶物的滤纸质量, g;

m_2 ——称量瓶加滤纸质量, g;

m_3 ——样品质量, g。

结果的表述:报告算术平均值的二位有效数字。

4.2.4 允许差

相对相差 $\leq 5\%$ 。

4.3 食盐(以氯化钠计)

4.3.1 原理、试剂、仪器

同 GB/T 5009.39 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,置于瓷蒸发皿中,加水至 50 mL,以下按 GB/T 5009.39 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 计算

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1 \times 0.0585}{m_4 \times \frac{25}{500} \times \frac{25}{250}} \times 100 / (1 - A) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_2 ——样品中食盐(以氯化钠计)含量(以干基计), g/100g;

A ——样品中水分, g/g;

m_4 ——样品质量, g;

V_1 、 V_2 、 c_1 、0.0585 分别同 GB/T 5009.39 中 4.3.5 中的 V_4 、 V_5 、 c_2 。

结果的表述:报告算术平均值的三位有效数。

4.3.4 允许差

平行滴定标准滴定液允许差 ≤ 0.1 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,可与样品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($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),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,此溶液每毫升相当于 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 10.00~20.00 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 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 3~5 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 计算

$$X_3 = \frac{m_4}{m_5 \times \frac{V_2}{500} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_3 —— 样品中硫酸盐的含量(以硫酸根计),g/100g;

V_2 —— 测定时样品稀释液体积,mL;

m_4 —— 测定用样品相当硫酸盐的质量,mg;

m_5 —— 样品质量,g。

结果的表述:报告算术平均值的二位有效数。

4.4.6 允许差

相对相差 $\leq 10\%$ 。

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铬合物,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、镁离子生成无色铬合物而使铬黑 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 [$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.01 \text{ mol/L}$]。

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,贮于棕色小广口瓶中备用。

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 0.1 g 铬黑 T 于玻璃乳钵中,混合研细,贮于棕色小广口瓶中备用。

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(80g/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 计算

$$X_4 = \frac{(V_3 - V_4) \times c_2 \times 0.0243}{m_6 \times \frac{50}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: X_4 ——样品中镁的含量, g/100g;

V_4 ——滴定钙离子消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_3 ——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, mL;

c_2 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m_6 ——样品质量, g;

0.0243 ——与 1 mL 乙二胺四乙酸二钠标准溶液 [$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.01000 \text{ mol/L}$] 相当的镁的质量, g。

结果的表述: 报告算术平均值的二位有效数。

4.5.1.6 允许差

平行滴定标准滴定液允许差 $\leq 0.1 \text{ mL}$ 。

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 ($5 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$)—氢氧化钾(0.05 mol/L), 在此底液中波高与镁浓度在 0.1~4.0 $\mu\text{g/mL}$ 之间呈直线关系, 样品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

所有实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($5 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$): 称取 0.2307 g 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(0.05 mol/L): 称取 2.8g 氢氧化钾, 用水溶解并稀释至 100 mL。

4.5.2.2.4 镁标准溶液: 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 10~100 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 样品处理

采集市售食盐样品(如系颗粒性状态, 先置玻璃乳钵磨成粉状)置清洁瓷盘内于 $100 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥箱中加热烘烤 4 h, 待冷, 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 0.01~2.0 mL(相当含 0.1~4 μg 镁)于 25 mL 试管中, 用水稀释至 5.0 mL 待测。

4.5.2.5.2 吸取(4.5.2.2.4)镁标准溶液 0, 0.01, 0.025, 0.05, 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 于样品管及标准管中,依次加入 1.0 mL 乙二胺(20%),1.0 mL 铬黑 T 溶液(5×10^{-4} mol/L),0.5 mL 氢氧化钾溶液(0.5 mol/L),加水至 10 mL,摇匀,于原点电位 -0.7 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 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 计算

$$X_s = \frac{(h_i - h_o) \times C_s \times V_1 \times 100}{(h_s - h_o) \times V_2 \times m_7 \times 1\,000} \dots\dots\dots (5)$$

式中: X_s ——样品中镁含量, g/100g;

h_i ——样品中波峰电流值, μA ;

h_o ——试剂空白波峰电流值, μA ;

h_s ——镁标准波峰电流值, μA ;

C_s ——镁标准质量, μg ;

V_1 ——样品溶液定容体积, mL;

V_2 ——用于测定时样品溶液的体积, mL;

m_7 ——样品质量, g。

结果的表述:报告算术平均值的二位有效数。

4.5.2.7 允许差

相对相差为 $\leq 10\%$ 。

4.6 钡

4.6.1 原理

钡离子与硫酸根生成硫酸钡,混浊,利用比浊作限度测定。

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

4.6.3.1 称取 50.00 g 样品,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 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,样品管不得比标准管混浊,即 ≤ 20 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($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),置于 2000 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 $60 \sim 70^\circ\text{C}$ 保持 $10 \sim$

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 mol/L):同 GB/T 5009.18 中 3.6。

4.7.1.2.6 茜素羧络合剂溶液(0.001 mol/L):同 GB/T 5009.18 中 3.4。

4.7.1.2.7 丙酮

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

4.7.1.2.9 氟标准使用液:临时时吸取 1.0 mL(4.7.1.2.8)氟标准溶液,于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当 10 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 样品于 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 (4.7.1.2.9)氟标准使用液(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。于样品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 2~3 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 茜素羧络合剂溶液(0.001 mol/L),3 mL 缓冲液(pH4.7),8 mL 丙酮,3 mL 硝酸镧溶液(0.001 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 计算

$$X_6 = \frac{m_8 \times 1\,000}{m_9 \times 1\,000} \dots\dots\dots(6)$$

式中: X_6 ——样品中氟的含量,mg/kg;

m_8 ——测定用样品中的氟质量, μg ;

m_9 ——样品质量,g。

结果的表述:报告算术平均值的两位有效数。

4.7.1.6 允许差

相对相差 $\leq 10\%$ 。

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 中 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 样品,置于乳钵中适当研细(粒径约 0.5 mm 左右)备用。

称取 2.00 g 研细样品,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 0.05 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 计算

$$X_7 = \frac{m_{10} \times 1\,000}{m_{11} \times 1\,000} \dots\dots\dots (7)$$

式中: X_7 —— 样品中氟的含量,mg/kg;
 m_{10} —— 测定用样品中氟的质量,μg;
 m_{11} —— 样品质量,g。

$$m_{10} = \frac{C}{(\log^{-1} \frac{\Delta E}{S}) - 1} \dots\dots\dots (8)$$

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。
结果的表述:报告算术平均值的二位有效数

4.7.2.4 允许差

相对相差为≤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 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 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 0.1 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 样品溶于水,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。

样品管与标准管各加 2 mL 硫酸亚铁溶液(80 g/L)及 1 mL 稀硫酸,混匀。20min 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,样品从曲线上查出含量,或与标准色列目测比较。

4.11.5 计算

$$X_8 = \frac{m_{12} \times 1\,000}{m_{13} \times \frac{25}{50} \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots (9)$$

式中: X_8 ——样品中亚铁氰化钾的含量, g/kg;

m_{12} ——测定用样液中亚铁氰化钾的质量, μg ;

m_{13} ——样品质量, g。

结果的表述: 报告算术平均值的二位有效数。

4.11.6 允许差

相对相差 $\leq 10\%$ 。

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 样品, 置于白瓷板上, 滴 2~3 滴混合试剂于样品上, 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, 如硫代硫酸钠浓度较高时, 生成的碘又可和剩余的硫代硫酸钠反应, 生成碘离子, 使蓝色消失, 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($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)(10 g/L), 12 滴; 硫酸(5+13), 5~10 滴。临用时现配。

4.12.2.3 分析步骤

称取数克样品, 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

样品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 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$], 临用时准确稀释至 50 倍, 浓度为 0.002 mol/L。

4.12.3.3 分析步骤

称取 10.00 g 样品, 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 4~5 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(0.002 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 计算

$$X_9 = \frac{V_5 \times c_3 \times 21.15 \times 1\,000}{m_{14}} \dots\dots\dots (10)$$

式中: X_9 ——样品中碘的含量,mg/kg;

V_5 ——测定用样品消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,mL;

c_3 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液实际浓度,mol/L;

m_{14} ——样品质量,g;

21.15 ——与 1.00 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,mg。

结果的表述:报告算术平均值的二位有效数。

4.12.3.5 允许差

平行滴定标准滴定液允许差 $\leq 0.1 \text{ mL}$ 。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

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。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。