

GB/T12457-2008 食品中氯化钠的测定方法的改进

岳安红¹, 李 群¹, 苏惠侠²
(1 陕西省汉中市产品质量监督检验所 汉中 723000;
2 陕西省汉中市城固县质量技术监督检测检验所 城固 723200)

摘 要: 为了简化 GB/T12457-2008《食品中氯化钠的测定》中空白实验的操作,本实验用 GB/T12457-2008 食品中氯化钠的测定中 F 值计算法取代空白实验操作,实验结果经分析, F 值计算法与空白实验操作结果相同。GB/T12457-2008《食品中氯化钠的测定》中空白实验可用 F 值计算法取代,从而改进该标准的实验步骤。
关键词: 氯化物;空白实验; F 值
中图分类号: X04 **文献标识码:** A **国家标准学科分类代码:** 410.50

The method improvement of the GB/T12457-2008
“determination of chloride in food”

Yue Anhong¹, LiQun¹, Su Huixia²
(1 Hanzhong City in Shanxi Products Quality Supervision and Inspection Institute, Hanzhong 723000, China;
2 Chenggu County of Hanzhong City in Shanxi Province Quality and Technical Supervision and
Inspection Inspection, Chenggu 723200, China)

Abstract: To simplify the GB/T12457-2008 “determination of sodium chloride in food” in the operation of the blank experiment, the experimental determination of sodium chloride in food GB/T12457-2008 F value calculation method in the experimental operation to replace the blank, the experimental results by analysis, F value calculation method and the result is the same operation blank test. GB/T12457-2008 “determination of sodium chloride in food” in the blank test F value of the calculation can be replaced, thus improving experimental procedures standard.
Key words: chloride; blank experiment; F numerical value

1 引 言

对于食品中氯化钠含量的测定,1985 年国家标准 GB5009.39-85 的测试方法是以铬酸钾为指示剂的银量法,即摩尔法。1990 年国家标准 GB/T12457-90《食品中氯化钠的测定方法》(下面简称 90 标准)代替了 GB5009.39-85 的测试方法,90 标准是以硫酸铁铵作指示剂的银量法,即佛尔哈特法。2008 年国家标准 GB/T12457-2008《食品中氯化钠的测定》又代替了 90 标准,其中

第一法是间接沉淀滴定法,仍然采用佛尔哈特法;第二法为电位滴定法;直接沉淀滴定法即摩尔法,作为资料性附录附加在标准的最后。本文讨论的是 GB/T12457-2008 第一法间接沉淀滴定法中空白实验的简化问题。

2 材料与方法

2.1 仪器和设备:
粉碎机、研钵、振荡器、分析天平。

2.2 试剂和溶液:

硝酸溶液(1+3);0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液;0.1mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液;硫酸铁铵饱和溶液;基准氯化钠(标定 0.1mol/L 硝酸银标准滴定溶液)。

除特指外,所有试剂均使用分析纯试剂,分析用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水规格。

3 实验方法

3.1 GB/T 12457-2008《食品中氯化钠的测定》(以下简称标准)间接沉淀滴定法中,标准对 F 值的确定方法为:

硝酸银标准滴定溶液与硫氰酸钾标准滴定溶液体积比的确定:取 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液 20.00 mL (V_3) 与 250 mL 锥形瓶中,加入 30 mL 水,5 mL 硝酸(1+3)溶液,2 mL 硫酸铁铵饱和溶液,边剧烈摇动边用 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液滴定至出现淡棕红色,保持 1 min 不褪色,记录消耗 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液的体积数值(V_4)。

硝酸银标准滴定溶液浓度和硫氰酸钾标准滴定溶液浓度的计算:

按式(1)、(2)、(3)分别计算硝酸银标准滴定溶液浓度的准确值(C_1)和硫氰酸钾标准滴定溶液的准确值(C_2):

$$F = \frac{V_3}{V_4} = \frac{C_1}{C_2}$$
 (1)

式中:

F ——硝酸银标准滴定溶液与硫氰酸钾标准滴定溶液的体积比;

V_3 ——确定体积比(F)时,硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——确定体积比(F)时,硫氰酸钾标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);

C_1 ——硫氰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

C_2 ——硝酸银标准滴定溶液的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L)。

$$C_2 = \frac{\frac{m_0}{0.05844}}{V_1 - 2 \times V_2 \times F}$$
 (2)

式中:

C_2 ——硝酸银标准滴定溶液的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——氯化钠的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——沉淀氯化物时加入硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定过量硝酸银时消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

F ——硝酸银标准滴定溶液与硫氰酸钾标准滴定溶液的体积比;

0.05844——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液[$C(A_gNO_3) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的氯化钠的质量的数值,单位为克(g)。

$$C_1 = C_2 \times F$$
 (3)

式中:

C_1 ——硫氰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

C_2 ——硝酸银标准滴定溶液的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L)。

F ——硝酸银标准滴定溶液与硫氰酸钾标准滴定溶液的体积比;

3.2 氯化物的沉淀

取含有 50 mg ~ 100 mg 氯化钠的试液,于 100 mL 容量瓶中。加入 5 mL 硝酸溶液(1+3)。剧烈摇动时,准确滴加 20.00 mL ~ 40.00 mL 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液,用水稀释至刻度,在避光处静置 5 min。用快速滤纸过滤,弃去 10 mL 最初滤液。

当加入 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液后,如不出现氯化银凝聚沉淀,而呈现胶体溶液时,应在定容、摇匀后移入 100 mL 锥形瓶中,置沸水浴中加热数分钟(不得用直接火加热),直至出现氯化银凝聚沉淀。取出,在冷水中迅速冷却至室温,用快速滤纸过滤,弃去 10 mL 最初滤液。

3.3 滴定

取 50 mL 滤液于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 mL 硫酸铁铵饱和溶液。边剧烈摇动边用 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液滴定至出现淡棕红色,保持 1 min 不退色。记录消耗 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液的毫升数。

3.4 空白实验

用 50 mL 水代替 50 mL 滤液,准确加入沉淀试样氯化物时滴加 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液体积的二分之一,以下按 3.2 和 3.3 步骤操作。记录消耗 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液的毫升数(V_0)。

4 结果与分析

下面以手工挂面中氯化钠含量测试为例,结果见表 1。

表 1 氯化钠测定方法的比较

Table 1 The comparison of different methods to determine sodium chloride

样品号	F 值	$V_{1/2}$ (mL)	V'_0 (mL)	V_0 (mL)
1	0.9911	15.00	14.87	14.87
2	0.9911	20.00	19.82	19.82

表 1 中, $F = \frac{C_1}{C_2} = \frac{0.1006}{0.1015}$; $V_{1/2}$ 为沉淀试样

氯化物时滴加 0.1 mol/L 硝酸银标准溶液体积的二分之一(mL); $V'_0 = F \times V_{1/2}$ 为用 F 值计算消耗 0.1 mol/L 硫氰酸钾的毫升数; V_0 为按标准中 3.4 空白实验的测定方法测得空白消耗 0.1 mol/L 硫氰酸钾的毫升数。

由以上实验数据可以看出, $V'_0 = V_0$, 即通过 F 值计算方法, 得出所需要消耗 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液的毫升数(V'_0), 而无需再进行滴定实验。

分析空白试验与 F 值确定的试验操作, 可以发现其操作步骤基本相同, 只是前者所用水比后者多 20 mL。

该实验用水为 GB/T6682 规定的二级水规格,同时符合 GB17323-1998 纯净水标准。其中氯化物(以 Cl^- 计) $mg/L \leq 6.0$, 则 20 mL 的氯化物含量计算为 0.12 mg。由于 GB/T12457-2008 中允许差规定,同一样品两次平行测定结果之差每 100 g 试样不得超过 0.2 g,所以空白实验和 F 值确定试验用水量的不同对结果的影响可忽略。

5 结论

通过以上实验和分析,GB/T12457-2008 中

的空白实验通过 F 值计算即可得到, 无需进行重复操作, 这样既可以减少实验步骤, 节约硝酸银试剂的用量, 又可以降低污染。因此, 建议空白试验方法简化为:

根据准确加入沉淀试样氯化物时滴加 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液体积的二分之一, 用标准 3.1 的规定计算的 F 值, 计算出相应的消耗 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液的毫升数(V'_0)。

$$V'_0 = F \times V_{1/2}$$

参考文献

[1] GB/T12457-2008 食品中氯化钠的测定[S].
GB/T12457-2008 The determination of sodium chloride in foods[S].
[2] GB/T12457-1990 食品中氯化钠的测定方法[S].
GB/T12457-1990 The determination method of sodium chloride in foods[S].
[3] GB/T6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法[S].
GB/T6682-2008 The water for analytical laboratory specifications and test methods[S].
[4] GB17323-1998 瓶装饮用纯净水[S].
GB17323-1998 The standard of the bottled purified water[S].

作者简介



岳安红, 女, 陕西省汉中市产品质量监督检验所高级工程师, 从事食品化工产品质量检验 27 年。
E-mail: yah219@ qq. com

Yue Anhong, female, senior engineer of Hanzhong Product Quality Supervision and Inspection, and she is engaged in food chemical products quality inspection for 27 years.

李群, 女, 助理工程师, 陕西省汉中市产品质量监督检验所, 研究方向为食品化工产品质量检验。

Li Qun, female, assistant engineer of Hanzhong Product Quality Supervision and Inspection, and her research interest is chemical products quality inspection.

苏惠侠, 女, 陕西省汉中市城固县质量技术监督检测检验所工程师, 从事食品化工产品质量检验 22 年。

Su Huixia, female, engineer of Chenggu Quality and Technical Supervision and Inspection, and she is engaged in food quality testing of chemical products for 22 years.