

ICS 71.060.50
X 35



中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.10—2012
代替 GB/T 13025.10—2003

制盐工业通用试验方法 亚铁氰根的测定

General test method in salt industry—Determination of ferrocyanide

2012-06-29 发布

2012-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本部分为制盐工业通用试验方法系列标准之一，该系列标准目前分为以下 13 部分，其他试验方法标准将在后续工作中补充制定。

- GB/T 13025.1 制盐工业通用试验方法 粒度的测定；
- GB/T 13025.2 制盐工业通用试验方法 白度的测定；
- GB/T 13025.3 制盐工业通用试验方法 水分的测定；
- GB/T 13025.4 制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定；
- GB/T 13025.5 制盐工业通用试验方法 氯离子的测定；
- GB/T 13025.6 制盐工业通用试验方法 钙和镁的测定；
- GB/T 13025.7 制盐工业通用试验方法 碘的测定；
- GB/T 13025.8 制盐工业通用试验方法 硫酸根的测定；
- GB/T 13025.9 制盐工业通用试验方法 铅的测定；
- GB/T 13025.10 制盐工业通用试验方法 亚铁氰根的测定；
- GB/T 13025.11 制盐工业通用试验方法 氟的测定；
- GB/T 13025.12 制盐工业通用试验方法 钡的测定；
- GB/T 13025.13 制盐工业通用试验方法 砷的测定。

本部分为 GB/T 13025 的第 10 部分。

本部分依据 GB/T 1.1—2009 的规则编制。

本部分代替 GB/T 13025.10—2003《制盐工业通用试验方法 亚铁氰化钾的测定》，本部分对 GB/T 13025.10—2003 进行了编辑性修改。

本部分由中国轻工业联合会提出，全国盐业标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：全国海湖盐标准化中心。

本部分主要起草人：佟云琨、霍俊霏。

本部分历次版本发布情况为：

- GB/T 13025.10—1991；
- GB/T 13025.10—2003。

制盐工业通用试验方法 亚铁氰根的测定

1 范围

GB/T 13025 的本部分规定了食用盐中亚铁氰根的检验方法。

本部分硫酸亚铁法适用于亚铁氰根含量 1 mg/kg 以上试样的测定,吡啶-吡啶啉酮法适用于亚铁氰根含量 1 mg/kg 以下试样的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 硫酸亚铁法

3.1 原理

在酸性条件下,亚铁氰根与硫酸亚铁反应,生成白色亚铁氰化亚铁沉淀,经空气氧化生成普鲁士兰,用光度法测定。

3.2 试剂

3.2.1 试剂规格

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

3.2.2 氯化钠

称取 50 g 氯化钠,放入高温炉中,于 800 °C 灼烧 30 min,冷却后备用。

3.2.3 硫酸溶液(1+20)

量取 5 mL 浓硫酸,缓慢放入 100 mL 水中,搅拌均匀。

3.2.4 40 g/L 硫酸亚铁溶液

称取 4 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),溶于 100 mL 硫酸溶液(3.2.3)中,过滤,贮于棕色试剂瓶中低温保存。

3.2.5 亚铁氰化钾标准储备液(1 mL 溶液含 1.0 mg $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$)

准确称取 0.199 3 g 亚铁氰化钾($\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),加少量水溶解,稀释至 100 mL。

3.2.6 亚铁氰化钾标准工作液(1 mL 溶液含 50 $\mu\text{g}[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$)

吸取 5.00 mL 亚铁氰化钾标准储备液(3.2.5),稀释至 100 mL。

3.3 仪器

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 一般实验室仪器。

3.4 分析步骤

3.4.1 限量法测定

吸取与限量相对应的亚铁氰化钾标准工作液(3.2.6)于50 mL比色管中,加入5 g氯化钠(3.2.2),加水溶解,加入4 mL硫酸亚铁溶液(3.2.4),加水稀释至刻度,摇匀,放置10 min后,在670 nm波长,用试剂空白作参比,测定吸光度。另取一只50 mL比色管,称取5.0 g试样置于比色管中,加40 mL水溶解(若溶液混浊应用0.45 μm的滤膜过滤),加入4 mL硫酸亚铁溶液(3.2.4),加水稀释至刻度,摇匀,放置10 min后,在670 nm波长,用试剂空白作参比,测定吸光度。试样溶液吸光度低于标准溶液吸光度为合格,反之不合格。

3.4.2 工作曲线法测定

3.4.2.1 标准曲线

吸取含亚铁氰根0 μg、10 μg、20 μg、30 μg、40 μg、50 μg的标准工作液(3.2.6)分别于50 mL比色管中,分别加入5 g氯化钠(3.2.2),加水溶解,加4 mL硫酸亚铁溶液(3.2.4),加水稀释至刻度,摇匀,放置10 min后,在670 nm波长,用试剂空白作参比,测定吸光度。以亚铁氰根质量为横坐标,以对应的吸光度为纵坐标绘制标准工作曲线。

3.4.2.2 试样的测定

称取5.0 g试样置于50 mL比色管中,加40 mL水溶解(若溶液混浊应用0.45 μm的滤膜过滤),加4 mL硫酸亚铁溶液,加水稀释至刻度,摇匀,放置10 min后,在670 nm波长,用试剂空白作参比,测定吸光度。根据试样的吸光度,由工作曲线查出亚铁氰根的质量。

3.4.2.3 结果计算

试样中亚铁氰根含量以质量分数 ω 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{m_1}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的亚铁氰根质量,单位为微克(μg);

m ——称取试样的质量,单位为克(g)。

3.4.2.4 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表1的规定。

表 1

亚铁氰根含量/(mg/kg)	结果的绝对差值/(mg/kg)
≤10.0	1.0

4 吡啶-吡啶啉酮法

4.1 原理

亚铁氰根在酸性条件下经蒸馏分解出氰化物,与氯胺 T 反应生成氯化氰(CNCl),然后与吡啶-吡啶啉酮生成蓝色染料,光度法测定。

4.2 试剂

4.2.1 吡啶(GB/T 689)

4.2.2 氯胺 T 溶液(10 g/L)

称取 1.0 g 氯胺 T,溶于 100 mL 水中。

4.2.3 磷酸盐缓冲溶液

称取 17.8 g 无水磷酸氢二钠和 17.0 g 无水磷酸二氢钾,加水溶解,稀释至 500 mL。

4.2.4 氢氧化钠溶液(0.1 mol/L)

称取 1.0 g 氢氧化钠,溶于 250 mL 水中。

4.2.5 乙酸溶液(1 mol/L)

吸取 11.5 mL 乙酸,加水至 200 mL,混匀。

4.2.6 酒石酸溶液(10.0 g/L)

称取 20.0 g 酒石酸溶于 200 mL 水中,过滤。

4.2.7 标准溶液

4.2.7.1 标准储备液

称取 10.0 g 氯化钠(3.2.2),加 100 mL 水溶解,加入 4.0 mL 亚铁氰化钾标准工作液(3.2.6),混匀,转入 500 mL 蒸馏烧瓶中,加入 10 mL 酒石酸溶液(4.2.6),迅速连接冷凝器开始蒸馏。用盛有 10 mL 氢氧化钠溶液(4.2.4)的 100 mL 容量瓶收集馏出液,维持蒸馏瓶中溶液沸腾 10 min。冷却后取下容量瓶,加水至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 $2.0 \mu\text{g}[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 。

4.2.7.2 标准工作液

取储备液(4.2.7.1)20.00 mL~100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 $0.4 \mu\text{g}[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 。

4.2.8 1-苯基-3-甲基-5 吡啶啉酮溶液

称取 1.0 g 1-苯基-3-甲基-5 吡啶啉酮,溶于 200 mL 无水乙醇中,加 1.2 mL 吡啶,混匀。

4.2.9 酚酞指示剂

称取 1.0 g 酚酞,溶解于 60 mL 无水乙醇中,加 40 mL 水,混匀。

4.3 仪器

4.3.1 分光光度计。

4.3.2 蒸馏冷凝装置。

4.3.3 一般实验室仪器。

4.4 分析步骤

4.4.1 标准曲线

取含亚铁氰根 $0\ \mu\text{g}$ 、 $0.8\ \mu\text{g}$ 、 $1.6\ \mu\text{g}$ 、 $2.4\ \mu\text{g}$ 、 $3.2\ \mu\text{g}$ 的标准工作液(4.2.7.2),分别置于 25 mL 比色管中,加水至 10 mL,加 1 滴酚酞指示剂(4.2.9),用乙酸溶液(4.2.5)调至无色,加 4.0 mL 磷酸盐缓冲溶液(4.2.3)、0.3 mL 氯胺 T 溶液(4.2.2),摇匀,放置 3 min。加 5.0 mL 吡啶-吡唑啉酮溶液(4.2.8),摇匀,静置 20 min,加水至刻度,摇匀。在 620 nm 波长,以水作参比,测定吸光度。以亚铁氰根质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

4.4.2 试样测定

称取 10.0 g 试样,加 100 mL 水溶解,转入 500 mL 蒸馏烧瓶中,加入 10 mL 酒石酸溶液,迅速连接冷凝器开始蒸馏。用盛有 10 mL 氢氧化钠溶液的 100 mL 容量瓶收集馏出液,维持蒸馏瓶中溶液沸腾 10 min。取下容量瓶,加水至刻度,摇匀。吸取 10.00 mL 于 25 mL 比色管中,加 1 滴酚酞指示剂,用乙酸溶液调至无色,加 4.0 mL 磷酸缓冲溶液、0.3 mL 氯胺 T 溶液,放置 3 min。加 5.0 mL 吡啶-吡唑啉酮溶液,摇匀,静置 20 min,加水至刻度,摇匀。在 620 nm 波长,以水作参比,测定吸光度,从标准曲线上查出亚铁氰根质量(单位为 μg),此数值即为试样中亚铁氰根的含量(以质量分数计),单位为毫克每千克(mg/kg)。

4.5 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 2 的规定。

表 2

亚铁氰根含量/(mg/kg)	结果绝对差值/(mg/kg)
≤ 5.0	0.2



GB/T 13025.10-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-45431

定价: 14.00 元