

ICS 71.060.50  
X 35



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13025.7—2012  
代替 GB/T 13025.7—1999

## 制盐工业通用试验方法 碘的测定

General test method in salt industry—Determination of iodine

MACY 美析仪器  
MACY INSTRUMENT  
专业光度计系列生产厂家  
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

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 发布  
中国国家标准化管理委员会



## 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,必要时,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 7 部分。

本部分依据 GB/T 1.1—2009 的规则编制。

本部分代替 GB/T 13025.7—1999《制盐工业通用试验方法 碘离子的测定》,本部分与 GB/T 13025.7—1999 相比除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- 取消了氧化滴定法中高锰酸钾-硫酸联氨体系的测定方法;
- 修改了氧化还原滴定法中次氯酸钠的加入量。

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 13025.7—1991;
- GB/T 13025.7—1999。

## 制盐工业通用试验方法 碘的测定

### 1 范围

GB/T 13025 的本部分规定了加碘食用盐中碘的测定方法。

本部分中直接滴定法适用于添加碘酸盐的加碘食用盐中碘的测定；氧化还原滴定法适用于添加碘化物或含有还原物质的加碘食用盐中碘的测定；光度法适用于碘的快速测定。

### 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。

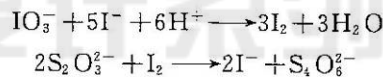
GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 容量法

#### 3.1 直接滴定法

##### 3.1.1 原理

在酸性介质中，试样中的碘酸根离子氧化碘化钾析出单质碘，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，测定碘的含量。



##### 3.1.2 试剂

###### 3.1.2.1 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。

###### 3.1.2.2 磷酸溶液(1 mol/L)

量取 17 mL 85% 磷酸，加水稀释至 250 mL。

###### 3.1.2.3 碘化钾溶液(50 g/L)

称取 25.0 g 碘化钾，用水溶解并稀释至 500 mL，贮于棕色瓶中，现用现配。

###### 3.1.2.4 碘酸钾标准溶液

准确称取 1.427 g 于 110 °C ± 2 °C 干燥至恒重的碘酸钾基准试剂，置于 150 mL 烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，此溶液浓度为  $c(\frac{1}{6}\text{KIO}_3) = 4.000 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$ 。

将上述溶液准确稀释 20 倍，得到浓度为  $c(\frac{1}{6}\text{KIO}_3) = 2.000 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$  碘酸钾标准溶液。

3.1.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液

配制:称取 25 g 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )和 1.0 g 氢氧化钠,用 1 L 水溶解,贮于棕色试剂瓶中。取上层清液稀释 50 倍贮于棕色试剂瓶中,备用。

标定:吸取 10.00 mL 浓度为  $2.000 \times 10^{-3}$  mol/L 的碘酸钾标准溶液(3.1.2.4)于 250 mL 碘量瓶中,加 50 mL 水、2 mL 磷酸溶液(3.1.2.2)、5 mL 碘化钾溶液(3.1.2.3),立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.1.2.5)滴定。滴定至溶液呈浅黄色时,加入约 5 mL 淀粉溶液(3.1.2.6),继续滴定至蓝色恰好消失为止。

硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度按式(1)计算:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{c(\frac{1}{6}\text{KIO}_3) \times 10.00}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $c(\frac{1}{6}\text{KIO}_3)$ ——碘酸钾标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 10.00——吸取碘酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V——硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL)。

3.1.2.6 淀粉溶液(5 g/L)

称取 0.5 g 淀粉,放入 200 mL 烧杯中,加入少许水调成糊状,倾入 100 mL 沸水,搅拌后再煮沸 0.5 min,冷却,现用现配。

3.1.3 仪器

一般实验室仪器。

3.1.4 分析步骤

称取 10.00 g 试样,置于 250 mL 碘量瓶中,加 50 mL 水溶解后,加 2 mL 磷酸溶液、5 mL 碘化钾溶液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。滴定至溶液呈浅黄色时,加入约 5 mL 淀粉溶液,继续滴定至蓝色恰好消失为止。

3.1.5 结果计算

试样中碘含量以质量分数  $\omega$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$\omega = \frac{V_1 \times c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 126.90 \times 1\,000}{6 \times 10.00} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $V_1$ ——滴定碘时硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);
- $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 126.90——碘的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 1 000——单位换算系数;
- 10.00——所称取样品质量,单位为克(g)。

3.1.6 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。

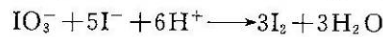
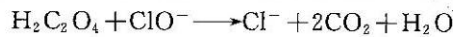
表 1

碘含量/(mg/kg)	结果的绝对差值/(mg/kg)
0~200	2.0

### 3.2 氧化还原滴定法

#### 3.2.1 原理

在酸性介质中,次氯酸钠将碘离子氧化成碘酸根,草酸除去过剩的次氯酸钠,碘酸根氧化碘化钾析出单质碘,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,测定碘含量。



### 3.3 试剂

#### 3.3.1 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。

#### 3.3.2 次氯酸钠溶液(有效氯约 3%)

量取 10 mL 次氯酸钠试剂溶液(有效氯 10%),加 30 mL 水,摇匀,贮于棕色瓶中。

#### 3.3.3 草酸-磷酸混合液

称取 15 g 草酸,加水溶解,加入 34 mL 磷酸( $\rho=85\%$ ),用水稀释至 500 mL。

### 3.4 仪器

一般实验室仪器。

### 3.5 分析步骤

称取 10.00 g 试样,置于 250 mL 碘量瓶中,加 50 mL 水溶解,加 2 mL 草酸-磷酸混合液(3.3.3)、1.0 mL 次氯酸钠溶液(3.3.2),用水洗净瓶壁,放在电炉上加热,加热至溶液刚刚沸腾时立即取下,水浴冷却至 30 °C 以下。加入 5 mL 碘化钾溶液(3.1.2.3),用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.1.2.5)滴定。滴定至溶液呈浅黄色时,加入约 5 mL 淀粉溶液(3.1.2.6),继续滴定至蓝色恰好消失为止。

### 3.6 结果计算

试样中的碘含量以质量分数  $\omega$  计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(3)计算:

$$\omega = \frac{V_1 \times c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 126.90 \times 1000}{6 \times 10.00} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$V_1$  —— 滴定碘时硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量,单位为毫升(mL);

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$  —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

- 126.90 —— 碘的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);  
 1 000 —— 单位换算系数;  
 10.00 —— 所称取样品质量,单位为克(g)。

### 3.7 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

碘含量/(mg/kg)	结果的绝对差值/(mg/kg)
0~200	2.0

## 4 光度法(专用碘量仪测定法)

### 4.1 原理

在酸性介质中,试样中的碘酸根被碘化钾还原为碘单质,与淀粉生成蓝色化合物,用光度法测定。

### 4.2 试剂

#### 4.2.1 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。

#### 4.2.2 溴水(3%)

#### 4.2.3 甲酸钠溶液(100 g/L)

称取 10.00 g 甲酸钠溶于 100 mL 水中。

#### 4.2.4 碘化钾-淀粉混合液(A 液)

称取 2.0 g 可溶性淀粉,加水调成糊状,倾入 200 mL 沸水,煮沸 2 min,冷却后加入 1.0 g 碘化钾、40 g 磷酸氢二钾和 2 g 硼砂,溶解、混匀后,贮于试剂瓶中。

#### 4.2.5 硫酸溶液(B 液)

量取 11.0 mL 硫酸,缓慢放入 190 mL 水中,混匀。

#### 4.2.6 碘酸钾标准储备液[ $\rho(\text{I}) = 1.000 \text{ mg/mL}$ ]

准确称取 0.843 2 g 在  $110 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  干燥至恒重的碘酸钾基准试剂,称准至 0.000 2 g,用水溶解后转移至 500 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

#### 4.2.7 碘酸钾标准工作液[ $\rho(\text{I}) = 10 \text{ } \mu\text{g/mL}$ ]

吸取 5.00 mL 碘酸钾标准储备液(4.2.6)于 500 mL 容量瓶中,加入 100 g 氯化钠及 0.5 g 碳酸钠,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。

### 4.3 仪器

- 4.3.1 碘量仪:WYD型。  
 4.3.2 天平:感量0.01 g。  
 4.3.3 一般实验室仪器。

### 4.4 分析步骤

#### 4.4.1 仪器校正

吸取5.00 mL碘酸钾标准工作液(4.2.7)于50 mL比色管中,加入2 mL A液(4.2.4)、2 mL B液(4.2.5),加水至刻度,充分摇匀。用1.0 cm比色池,以水调零,校正仪器读数为50.0。

#### 4.4.2 样品测定

称取1.00 g试样于50 mL比色管中,加入10 mL水溶解,加入2 mL A液、2 mL B液,加水至刻度,充分摇匀。用1.0 cm比色池,以水调零,测定样品溶液,读数即为碘含量。碘含量以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示。

对于含有低价态碘或含有还原物质的样品,必须进行氧化处理。具体步骤为:称取1.00 g试样于50 mL比色管中,加10 mL水溶解,滴加溴水(4.2.2)至溶液呈淡黄色,加入0.5 mL甲酸钠溶液(4.2.3),盖上塞子,充分振荡,放置1 min~2 min,加入2 mL A液、2 mL B液,加水至刻度,充分摇匀。用1.0 cm比色池,用水调零,测定样品溶液,读数即为碘含量。碘含量以质量分数计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示。

### 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3的规定。

表 3

碘含量/(mg/kg)	结果的绝对差值/(mg/kg)
10~60	2.0
60~90	3.0