

团 体 标 准

T/CQYX 001-2023

风味食用盐中碘的测定

Flavor edible iodized salt - Determination of iodine

(征求意见稿)

2023-XX-XX 发布

2023-XX-XX 实施

重庆市盐业协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由重庆合川盐化工业有限公司提出。

本文件由重庆市盐业协会归口。

本文件起草单位：重庆合川盐化工业有限公司、重庆市食品药品检验检测研究院、中盐西南盐业有限公司、重庆市盐业协会。

本文件主要起草人：魏兵、陈绍宇、熊其碧、江生、黄思瑜、李新、龙立利、赵博、张亚川、曾彩君、李文君、汪敏。

本文件于 2023 年 XX 月 XX 日首次发布。

风味食用盐中碘的测定

1 范围

本文件规定了风味食用盐中碘的测定方法。

本文件适用于辅料总量不大于5%的风味食用盐中碘的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8618 制盐工业主要产品取样方法

3 原理

采用氢氧化钠(NaOH)为碘保护剂，通过炭化、灰化处理将试样中的有机物破坏，试样中的碘离子在酸性条件下用次氯酸钠氧化成碘酸根，草酸除去过剩的次氯酸钠，碘酸根氧化碘化钾而游离出单质碘，以淀粉溶液作指示剂，用硫代硫酸钠标准溶液滴定，计算碘含量。

4 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 试剂

4.1.1 氢氧化钠(NaOH)。

4.1.2 酚酞($C_{20}H_{14}O_4$)。

4.1.3 盐酸(HCl)。

4.1.4 95%乙醇。

4.1.5 草酸($H_2C_2O_4$)。

4.1.6 磷酸(H_3PO_4) ($\rho=85\%$)。

4.1.7 碘化钾(KI)。

4.1.8 次氯酸钠溶液(有效氯 10%)。

4.1.9 可溶性淀粉($(C_6H_{10}O_5)_n$)。

4.1.10 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)。

4.2 试剂的配制

4.2.1 2 mol/L 氢氧化钠溶液:将事先配制的氢氧化钠饱和溶液(100 g 氢氧化钠加 100 mL 水)放置澄清后取 52 mL 上层清液，用水稀释至 500 mL。

4.2.2 1%酚酞指示剂:称取 1.0 g 酚酞，溶于少量 95%乙醇溶液，再用 95%乙醇溶液稀释至 100 mL。

4.2.3 1 mol/L 盐酸溶液:量取 12 mL 盐酸，用水稀释至 100 mL。

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

4.2.5 次氯酸钠溶液 (有效氯 3.0%):量取 10 mL 次氯酸钠试剂溶液,加 30 mL 水,摇匀,贮于棕色瓶中。

4.2.6 碘化钾溶液 (50 g/L):称取 25 g 碘化钾,用水溶解并稀释至 500 mL,贮于棕色瓶中,现用现配。

4.2.7 淀粉指示剂 (5 g/L):称取 0.5 g 可溶性淀粉,加少量水调成稠状,倒入 100 mL 沸水中,搅拌后再煮沸 0.5 min,冷却,现用现配。

4.3 标准溶液的配制

4.3.1 硫代硫酸钠标准贮备液 (0.1 mol/L):称取 26 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),加 0.2 g 无水碳酸钠,溶于 1 000 mL 水中,缓缓煮沸 10 min,冷却。放置两周后过滤、标定。可采用经国家认证并授予标准物质证书的硫代硫酸钠标准溶液。

4.3.2 硫代硫酸钠标准溶液 (0.002 mol/L):吸取 2.00 mL 硫代硫酸钠标准贮备液,用新煮沸冷却的水稀释至 100 mL,现用现配。

5 仪器和设备

5.1 天平:感量 0.01 g。

5.2 坩埚:瓷质, 50 mL。

5.3 可调电炉:1 000 W。

5.4 马弗炉。

5.5 容量瓶:200 mL。

5.6 碘量瓶:250 mL。

6 分析步骤

6.1 试样制备

包装规格为 2 000 g 及以下的小包装试样,通过直接在小包装内搅拌均匀制备试样。包装规格为 2 000 g 以上及采取份样的,按照 GB/T8618《制盐工业主要产品取样方法》附录 A 规定的锥形四分法均匀缩样法制备缩分试样。

6.2 试样溶液的制备

称取 6.1 制备的试样 20 g (精确至 0.01 g),放入 50 mL 瓷坩埚中,加入氢氧化钠溶液 (4.2.1) 4 mL,让氢氧化钠溶液将试样充分浸湿 (若样品未完全浸润,可补加 2 mL 水),静置 3 分钟,放在电炉上用中小火 (防止样品飞溅损失) 加热炭化,待试样不再有烟气冒出时取下,放入马弗炉中 600 °C 灼烧 30 分钟,待炉温降至 200 °C 以下取出室温冷却,用水少量多次将试样完全溶解移入 200 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,用中速定量滤纸过滤,吸 50 mL 滤液于 250 mL 碘量瓶中,加入 2 滴酚酞指示剂 (4.2.2),用盐酸 (4.2.3) 将溶液调节至中性 (溶液呈无色),再过量 2 滴盐酸 (4.2.3),保留试样溶液备测。

6.3 试样溶液的测定

用 6.2 制备的试样溶液加 2 mL 草酸-磷酸混合液 (4.2.4)、1.0 mL 次氯酸钠溶液 (4.2.5),用水洗净瓶壁,在电炉上加热至溶液刚沸腾时立即取下,水浴冷却至 30 °C 以下。加 5 mL 碘化钾溶液 (4.2.6),

摇匀,立即用硫代酸钠标准溶液(4.3.2)滴定至浅黄色,加入1 mL淀粉指示剂(4.2.7),继续滴定至蓝色恰好消失即为终点。同时做试剂空白。

7 测定结果的表述

试样中碘的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(V - V_0) \times c \times f \times 21.15 \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X —— 试样中碘的含量(以 I 计),单位为毫克每千克(mg/kg);
- V —— 滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 滴定空白时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- f —— 试样稀释倍数;
- m —— 试样质量,单位为克(g);
- 21.15 —— 与 1.0 mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100 \text{ mol/L}$] 相当的碘的质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 1 000 —— 单位换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留两位有效数字。

8 精密度

在重复条件下,获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。当绝对差值大于算术平均值的10%时须重新制样重新检测。