



中华人民共和国国家标准

GB 5009.42—2025

食品安全国家标准 食用盐指标的测定

2025-03-16 发布

2025-09-16 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 氯化钠	1
3 氯化钾	11
4 碘	17
5 钡	20
6 亚铁氰化钾	21
7 铅	23
8 总砷	26
9 镉	29
10 总汞	32
11 食用盐中多元素的测定	34

前 言

本标准代替 GB 5009.42—2016《食品安全国家标准 食盐指标的测定》。

本标准与 GB 5009.42—2016 相比,除结构性调整和编辑性改动外,主要变化如下:

- 更改了标准名称;
- 更改了标准范围;
- 更改了水分干燥失重法的计算公式;
- 更改了氯离子测定方法的精密度;
- 更改了亚铁氰化钾分析步骤;
- 更改了铅的石墨炉原子吸收光谱法的表述;
- 增加了水分的测定中的灼烧法、氯离子的测定中的自动电位滴定法、钙的测定中的电感耦合等离子体光谱法和滴定法、镁的测定中的电感耦合等离子体光谱法和滴定法、氯化钾的测定中的火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体光谱法、钡的测定中的电感耦合等离子体光谱法、碘的测定中的直接滴定法、铅的测定中的电感耦合等离子体质谱法、总砷的测定中的电感耦合等离子体质谱法、镉的测定中的电感耦合等离子体质谱法、汞的测定中的电感耦合等离子体质谱法、食用盐中多元素的测定。

食品安全国家标准

食用盐指标的测定

1 范围

本标准规定了食用盐指标的测定方法。

本标准适用于食用盐指标的测定。

2 氯化钠

2.1 水分

2.1.1 范围

干燥失重法适用于精制盐、低钠盐和粉碎洗涤盐中水分的测定,灼烧法适用于日晒盐中水分的测定。

2.1.2 干燥失重法

2.1.2.1 原理

试样于 $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重后,称量干燥前后的质量。食用盐中水分是干燥减量与硫酸钙、硫酸镁、氯化钙、氯化镁干燥后残留结晶水之和。

2.1.2.2 仪器和设备

2.1.2.2.1 电子天平:感量 $0.000\text{ }1\text{ g}$ 。

2.1.2.2.2 恒温干燥箱。

2.1.2.2.3 扁型称量瓶: $60\text{ mm} \times 30\text{ mm}$,使用前放入温度为 $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温干燥箱干燥至恒重。

2.1.2.2.4 干燥器:内附有效干燥剂。

2.1.2.3 分析步骤

称取 10 g (精确至 $0.000\text{ }1\text{ g}$) 粉碎至 2 mm 以下的均匀试样,放入称量过的扁型称量瓶中,放入恒温干燥箱内,瓶盖斜支于瓶边,升温至 $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,继续干燥 2 h ,盖上称量瓶盖,取出,移入干燥器内,冷却至室温称量。以后每次干燥 1 h 称量(精确至 $0.000\text{ }1\text{ g}$),干燥至前后两次质量差不超过 5 mg ,即为恒重。

2.1.2.4 分析结果的表述

试样中水分含量按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 + w_1 \times 0.066\text{ }2 + w_2 \times 0.149\text{ }7 + w_3 \times 0.324\text{ }6 + w_4 \times 0.378\text{ }4 \cdots (1)$$

式中:

X_1 ——试样中水分含量,单位为克每百克($\text{g}/100\text{ g}$);

- m_1 ——干燥前试样加称量瓶质量,单位为克(g);
 m_2 ——干燥后试样加称量瓶质量,单位为克(g);
 m ——称取试样质量,单位为克(g);
 100 ——单位换算系数;
 w_1 ——试样中硫酸钙含量,单位为克每百克(g/100 g);
 0.066 2 ——食用盐经 140 °C 干燥后,硫酸钙残留结晶水换算系数;
 w_2 ——试样中硫酸镁含量,单位为克每百克(g/100 g);
 0.149 7 ——食用盐经 140 °C 干燥后,硫酸镁残留结晶水换算系数;
 w_3 ——试样中氯化钙含量,单位为克每百克(g/100 g);
 0.324 6 ——食用盐经 140 °C 干燥后,氯化钙残留结晶水换算系数;
 w_4 ——试样中氯化镁含量,单位为克每百克(g/100 g);
 0.378 4 ——食用盐经 140 °C 干燥后,氯化镁残留结晶水换算系数。

水分含量 ≥ 1.00 g/100 g 时,结果保留三位有效数字;水分含量 < 1.00 g/100 g 时,结果保留两位有效数字。

2.1.2.5 精密度

水分含量 < 1.00 g/100 g 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 0.10 g/100 g;水分含量在 1.00 g/100 g~4.00 g/100 g 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 0.20 g/100 g。

2.1.3 灼烧法

2.1.3.1 原理

试样在 600 °C 下灼烧后,称量灼烧前后的质量。灼烧减量扣除氯化镁损失质量后得到食用盐中水分含量。

2.1.3.2 仪器和设备

2.1.3.2.1 电子天平:感量 0.000 1 g。

2.1.3.2.2 高温炉。

2.1.3.2.3 瓷坩埚:60 mm×60 mm(内部附加内盖),使用前放入高温炉 600 °C 灼烧 1 h,自然冷却至 200 °C 以下后取出。放置在干净的瓷板上冷却 5 min~6 min,移入干燥器,冷却至室温称量。

2.1.3.2.4 干燥器:内附有效干燥剂。

2.1.3.3 分析步骤

称取 3 g(精确至 0.000 1 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样于已称量的瓷坩埚中,盖上内盖和外盖后放入高温炉中,升温至 600 °C,继续灼烧 1 h 后,停止灼烧,自然冷却至 200 °C 以下后取出。放置在干净的瓷板上冷却 5 min~6 min,移入干燥器,冷却至室温称量(精确至 0.000 1 g)。

2.1.3.4 分析结果的表述

试样中水分含量按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 - w_5 \times 0.4 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X_2 ——试样中水分含量,单位为克每百克(g/100 g);

- m_1 ——灼烧前试样加瓷坩埚质量,单位为克(g);
 m_2 ——灼烧后试样加瓷坩埚质量,单位为克(g);
 m ——称取试样质量,单位为克(g);
 100 ——单位换算系数;
 w_5 ——样品中氯化镁的含量,单位为克每百克(g/100 g);
 0.4 ——灼烧中氯化镁(MgCl_2)分解为氧化镁(MgO)导致质量损失的经验系数。
 结果保留至小数点后两位。

2.1.3.5 精密度

水分含量 <1.00 g/100 g时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过0.10 g/100 g;水分含量在1.00 g/100 g~5.00 g/100 g时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过0.20 g/100 g;水分含量 ≥ 5.00 g/100 g时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过0.30 g/100 g。

2.2 氯离子

2.2.1 范围

本方法适用于食用盐中氯离子的测定。

2.2.2 莫尔法

2.2.2.1 原理

样品溶解后,以铬酸钾为指示剂,用硝酸银标准滴定溶液滴定。根据硝酸银标准滴定溶液的消耗量,计算氯离子的含量。

2.2.2.2 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。

2.2.2.2.1 试剂

2.2.2.2.1.1 硝酸银(AgNO_3)。

2.2.2.2.1.2 铬酸钾(K_2CrO_4)。

2.2.2.2.2 试剂配制

2.2.2.2.2.1 硝酸银标准滴定溶液(0.1 mol/L):按照 GB/T 601 的要求配制和标定。

2.2.2.2.2.2 铬酸钾指示剂:称取 10 g 铬酸钾溶于 100 mL 水中,搅拌下滴加硝酸银溶液(0.1 mol/L)至出现红棕色沉淀,过滤。

2.2.2.3 仪器和设备

2.2.2.3.1 电子天平:感量 0.001 g。

2.2.2.3.2 滴定管:25 mL。

2.2.2.4 分析步骤

2.2.2.4.1 试样处理

称取 25 g(精确至 0.001 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样于 400 mL 烧杯中,加约 200 mL 水,加

热,用玻璃棒搅拌至全部溶解。冷却后转移至 500 mL 容量瓶,用水定容,混匀,必要时过滤。吸取 25.00 mL 试样溶液于 250 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。

2.2.2.4.2 测定

吸取 25.00 mL 稀释的试样溶液于 150 mL 锥形瓶中,加入 4 滴铬酸钾指示剂,边搅拌边用硝酸银标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定,直至悬浊液中出现稳定的橘红色为终点。

同时做空白试验。

2.2.2.5 分析结果的表述

试样中氯离子含量按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times V_2 \times 35.453 \times f}{m \times V_3 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- X_3 —— 试样中氯离子含量,单位为克每百克(g/100 g);
- V_1 —— 消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c —— 硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 —— 试样溶解定容体积,单位为毫升(mL);
- 35.453 —— 氯离子的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- f —— 试样液稀释倍数;
- m —— 称取试样质量,单位为克(g);
- V_3 —— 移取至锥形瓶中试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- 100 和 1 000 —— 单位换算系数。

结果保留至小数点后两位。

2.2.2.6 精密度

在重复性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 0.3%。

2.2.2.7 其他

氯离子的定量限为 0.02 g/100 g。

2.2.3 自动电位滴定法

2.2.3.1 原理

样品溶解后,用硝酸银标准滴定溶液滴定,通过离子选择性电极的电位突变指示终点。根据硝酸银标准滴定溶液的消耗量,计算氯离子的含量。

2.2.3.2 仪器和设备

2.2.3.2.1 自动电位滴定仪:配银离子选择性电极和 20 mL 及以上滴定管,可控制 0.01 mL 标准滴定溶液。

2.2.3.3 分析步骤

吸取一定体积(含氯离子 85 mg 以下)的试样溶液(2.2.2.4.1)于 150 mL 烧杯中,启动自动电位滴定

仪,用硝酸银标准滴定溶液(0.1 mol/L)(2.2.2.2.1)滴定,滴定停止后,记录消耗硝酸银标准滴定溶液的体积。

同时做空白试验。

注:每个样品滴定结束后,电极应冲洗干净,再用适量的水冲洗后方可进行下一个样品的测定;搅拌子用水清洗干净、拭干后方可重复使用。

2.2.3.4 分析结果的表述

试样中氯离子含量按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times V_2 \times 35.453 \times f}{m \times V_3 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- X_4 —— 试样中氯离子含量,单位为克每百克(g/100 g);
- V_1 —— 消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 空白试验消耗硝酸银标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c —— 硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 —— 试样溶解定容体积,单位为毫升(mL);
- 35.453 —— 氯离子的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- f —— 试样液稀释倍数;
- m —— 称取试样质量,单位为克(g);
- V_3 —— 移取试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- 100 和 1 000 —— 单位换算系数。

结果保留至小数点后两位。

2.2.3.5 精密度

在重复性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 1.0%。

2.2.3.6 其他

氯离子的定量限为 0.02 g/100 g。

2.3 钙

2.3.1 范围

本方法适用于食用盐中钙的测定。

2.3.2 火焰原子吸收光谱法

同 11.1。

2.3.3 电感耦合等离子体光谱法

同 11.2。

2.3.4 滴定法

2.3.4.1 原理

试样溶液调至碱性(pH≈12),以钙指示剂为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,测定

钙的含量。

2.3.4.2 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 中规定的三级水。

2.3.4.2.1 试剂

2.3.4.2.1.1 氢氧化钠(NaOH)。

2.3.4.2.1.2 氯化钠(NaCl):使用前于 110 °C 干燥 2 h。

2.3.4.2.1.3 2-羟基-1-(2-羟基-4-磺酸-1-萘偶氮基)-3-萘甲酸($C_{21}H_{14}N_2O_7S$)。

2.3.4.2.1.4 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$, EDTA-2Na)。

2.3.4.2.2 试剂配制

2.3.4.2.2.1 氢氧化钠溶液(2 mol/L):称取 40 g 氢氧化钠,加水溶解,用水稀释至 500 mL,混匀。

2.3.4.2.2.2 钙指示剂:称取 0.2 g 2-羟基-1-(2-羟基-4-磺酸-1-萘偶氮基)-3-萘甲酸和 10 g 氯化钠研磨混匀,放入棕色试剂瓶中,于干燥器内贮存。

2.3.4.2.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA-2Na)标准滴定溶液(0.02 mol/L):按 GB/T 601 的要求配制和标定。

2.3.4.3 仪器和设备

2.3.4.3.1 电子天平:感量为 0.001 g。

2.3.4.3.2 可调式电热板或可调式电热炉。

2.3.4.3.3 滴定管:25 mL。

2.3.4.4 分析步骤

2.3.4.4.1 试样处理

称取 25 g(精确至 0.001 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水,加热至试样全部溶解,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水定容,混匀,必要时过滤。

2.3.4.4.2 测定

吸取一定体积(含钙 12 mg 以下)的试样溶液于 150 mL 锥形瓶中,加水至 25 mL,加入 2 mL 氢氧化钠溶液(2 mol/L)和约 10 mg 钙指示剂,用 EDTA-2Na 标准滴定溶液(0.02 mol/L)滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色为止。

同时做空白试验。

2.3.4.5 分析结果的表述

试样中钙含量按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times V_2 \times 40.078}{m \times V_3 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X_5 ——试样中钙含量,单位为克每百克(g/100 g);

V_1 ——滴定钙时消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

- c —— EDTA-2Na 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 —— 试样溶解定容体积,单位为毫升(mL);
- 40.078 —— 钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- m —— 称取试样质量,单位为克(g);
- V_3 —— 移取试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- 100 和 1 000 —— 单位换算系数。
- 结果保留三位有效数字。

2.3.4.6 精密度

钙含量 < 0.10 g/100 g 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 0.01 g/100 g;钙含量在 0.10 g/100 g~1.00 g/100 g 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 0.02 g/100 g。

2.3.4.7 其他

钙的检出限为 0.02 g/100 g。

2.4 镁

2.4.1 范围

本方法适用于食用盐中镁的测定。

2.4.2 火焰原子吸收光谱法

同 11.1。

2.4.3 电感耦合等离子体光谱法

同 11.2。

2.4.4 滴定法

2.4.4.1 原理

试样溶液调至碱性($\text{pH} \approx 10$),以铬黑 T 为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,测定钙和镁的总量,从总量中减去钙含量即为镁含量。

2.4.4.2 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 中规定的三级水。

2.4.4.2.1 试剂

- 2.4.4.2.1.1 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)。
- 2.4.4.2.1.2 氨水。
- 2.4.4.2.1.3 氯化铵(NH_4Cl)。
- 2.4.4.2.1.4 铬黑 T($\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{NaO}_7\text{S}$)。
- 2.4.4.2.1.5 盐酸羟胺(NH_2OHCl)。

2.4.4.2.2 试剂配制

2.4.4.2.2.1 氨-氯化铵缓冲溶液(pH≈10):称取 20 g 氯化铵,用水溶解,加入 100 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

2.4.4.2.2.2 0.2% 铬黑 T 指示剂:称取 0.2 g 铬黑 T 和 2 g 盐酸羟胺,用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL,混匀,保存于棕色瓶内。

2.4.4.3 仪器和设备

2.4.4.3.1 电子天平:感量为 0.001 g。

2.4.4.3.2 可调式电热板或可调式电热炉。

2.4.4.3.3 滴定管:25 mL。

2.4.4.4 分析步骤

吸取与 2.3.4.4.2 中相同体积(含镁 12 mg 以下)的试样溶液(2.3.4.4.1)于 150 mL 锥形瓶中,加水至 25 mL,加入 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(pH≈10)、4 滴 0.2% 铬黑 T 指示剂,用 EDTA-2Na 标准滴定溶液(0.02 mol/L)(2.3.4.2.2.3)滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止。此 EDTA-2Na 标准滴定溶液的用量为测定钙和镁的总用量。

2.4.4.5 分析结果的表述

试样中镁含量按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times V_3 \times 24.305}{m \times V_4 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

X_6 ——试样中镁含量,单位为克每百克(g/100 g);

V_2 ——滴定钙和镁时消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定钙时消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——EDTA-2Na 标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——试样溶解定容体积,单位为毫升(mL);

24.305 ——镁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

m ——称取试样质量,单位为克(g);

V_4 ——移取试样溶液体积,单位为毫升(mL);

100 和 1 000 ——单位换算系数。

结果保留三位有效数字。

2.4.4.6 精密度

镁含量<0.10 g/100 g 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 0.01 g/100 g; 镁含量在 0.10 g/100 g~1.00 g/100 g 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 0.02 g/100 g。

2.4.4.7 其他

镁的检出限为 0.02 g/100 g。

2.5 硫酸根

2.5.1 范围

本方法适用于食用盐中硫酸根的测定。

2.5.2 原理

过量的氯化钡与试样中硫酸根生成难溶的硫酸钡沉淀,剩余的钡离子用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定,根据间接法测定硫酸根含量。

2.5.3 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。

2.5.3.1 试剂

2.5.3.1.1 盐酸(HCl)。

2.5.3.1.2 氨水。

2.5.3.1.3 氯化铵(NH_4Cl)。

2.5.3.1.4 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)。

2.5.3.1.5 乙二胺四乙酸二钠镁($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{MgN}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, Mg-2Na-EDTA)。

2.5.3.1.6 铬黑 T($\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{NaO}_7\text{S}$)。

2.5.3.1.7 盐酸羟胺(NH_2OHCl)。

2.5.3.1.8 氯化钡(BaCl_2)。

2.5.3.2 试剂配制

2.5.3.2.1 盐酸溶液(1 mol/L):量取 8.3 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL,混匀。

2.5.3.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液($\text{pH} \approx 10$):称取 20 g 氯化铵,用水溶解,加入 100 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

2.5.3.2.3 乙二胺四乙酸二钠镁溶液:称取 17.2 g 乙二胺四乙酸二钠镁,用水溶解并稀释至 1 L,混匀。

2.5.3.2.4 铬黑 T 指示剂:称取 0.2 g 铬黑 T 和 2 g 盐酸羟胺,用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL,混匀,贮于棕色瓶内。

2.5.3.2.5 氯化钡溶液(0.02 mol/L):称取 2.08 g 氯化钡,溶于 500 mL 水中,室温放置 24 h,过滤后使用。

2.5.4 仪器和设备

2.5.4.1 电子天平:感量为 0.001 g。

2.5.4.2 可调式电热板或可调式电热炉。

2.5.4.3 滴定管:25 mL。

2.5.5 分析步骤

吸取 5.00 mL 氯化钡溶液于 150 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 乙二胺四乙酸二钠镁溶液、10 mL 无水乙醇、5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液($\text{pH} \approx 10$)、4 滴铬黑 T 指示剂,用 EDTA-2Na 标准滴定溶液(0.02 mol/L) (2.3.4.2.2.3)滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止,记录消耗的 EDTA-2Na 标准滴定溶液体积 V_1 。

吸取与 2.3.4.4.2 相同体积(使溶液中硫酸根含量在 8 mg 以下)的试样溶液(2.3.4.4.1)于 150 mL

锥形瓶中,加 1 滴盐酸溶液(1 mol/L),加入 5.00 mL 氯化钡溶液(0.02 mol/L),搅拌片刻,放置 5 min,加入 5 mL 乙二胺四乙酸二钠镁溶液、10 mL 无水乙醇、5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(pH≈10)、4 滴铬黑 T 指示剂,用 EDTA-2Na 标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变为亮蓝色为止,记录消耗的 EDTA-2Na 标准滴定溶液(0.02 mol/L)(2.3.4.2.2.3)体积 V_3 。

溶液中钙镁总量的滴定:滴定钙镁总量时 EDTA-2Na 标准滴定溶液的用量 V_2 为 2.4.4.4 中滴定体积。

2.5.6 分析结果的表述

试样中硫酸根的含量按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{(V_1 + V_2 - V_3) \times c \times V_4 \times 96.06}{m \times V_5 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- X_7 —— 试样中硫酸根的含量,单位为克每百克(g/100 g);
- V_1 —— 滴定氯化钡溶液时消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 —— 滴定钙镁总量时消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 —— 滴定硫酸根时消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c —— EDTA-2Na 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_4 —— 试样溶解定容体积,单位为毫升(mL);
- 96.06 —— 硫酸根的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- m —— 称取试样质量,单位为克(g);
- V_5 —— 移取试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- 100 和 1 000 —— 单位换算系数。

结果保留三位有效数字。

2.5.7 精密度

在重复性条件下,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%。

2.6 氯化钠的计算

2.6.1 范围

本方法适用于食用盐中氯化钠含量的测定。

2.6.2 分析步骤

由上述各项检验结果,得出食用盐样品所含单项离子的百分含量,然后依表 1 中所注顺序号计算各化合物成分的百分含量。依次计算硫酸钙、硫酸镁、硫酸钠、氯化钙、氯化镁、氯化钾的含量,剩余氯离子计算为氯化钠含量。

表 1 化合物成分计算顺序表

阴离子	阳离子			
	钙(Ca^{2+})	镁(Mg^{2+})	钾(K^{+})	钠(Na^{+})
硫酸根(SO_4^{2-})	(1)硫酸钙	(2)硫酸镁	—	(3)硫酸钠
氯离子(Cl^{-})	(4)氯化钙	(5)氯化镁	(6)氯化钾	(7)氯化钠

若依顺序号计算时,某种化合物因阴离子或阳离子不存在而不能形成,则依次以下一顺序号递补进行计算。

2.6.3 分析结果的表述

2.6.3.1 氯化钠(以湿基计)

试样中氯化钠(以湿基计)的含量 X_8 为按 2.6.2 计算后所得氯化钠含量,以克每百克(g/100 g)计。结果保留至小数点后两位。

2.6.3.2 氯化钠(以干基计)

试样中氯化钠(以干基计)含量按式(8)计算:

$$X_9 = \frac{X_8}{100 - P} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

X_8 ——试样中氯化钠(以湿基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g);

X_9 ——试样中氯化钠(以干基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g);

P ——水分含量,单位为克每百克(g/100 g)。

结果保留至小数点后两位。

3 氯化钾

3.1 范围

火焰原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体光谱法适用于氯化钾含量 ≤ 2 g/100 g 的食用盐中氯化钾含量的测定,重量法适用于氯化钾含量 ≥ 2 g/100 g 的食用盐中氯化钾含量的测定。

3.2 火焰原子发射光谱法

3.2.1 原理

试样经溶解后,注入火焰光度计或原子吸收光谱仪中,火焰原子化后测定钾的发射强度。钾发射波长为 766.5 nm,在一定浓度范围内,其发射值与钾含量成正比,外标法定量。

3.2.2 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 中规定的二级水。

3.2.2.1 试剂

3.2.2.1.1 硝酸(HNO₃)。

3.2.2.2 试剂配制

3.2.2.2.1 硝酸溶液(1+99):量取 10 mL 硝酸,缓慢加入 990 mL 水中,混匀。

3.2.2.3 标准品

氯化钾(KCl, CAS 号:7447-40-7):纯度 $> 99.99\%$ 。或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.2.2.4 标准溶液的配制

3.2.2.4.1 钾标准贮备液(1 000 mg/L):将氯化钾置于烘箱中 110 °C~120 °C 干燥 2 h。精确称取 1.906 6 g 氯化钾,溶于 100 mL 水中,然后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶内,冷藏保存。

3.2.2.4.2 钾标准中间液(100 mg/L):准确吸取 10.0 mL 钾标准贮备液(1 000 mg/L)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)定容至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中,冷藏保存。

3.2.2.4.3 钾标准系列工作液:准确吸取 0 mL、0.100 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 4.00 mL 钾标准中间液(100 mg/L)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)定容至刻度,混匀。此标准系列工作液中钾质量浓度分别为 0 mg/L、0.100 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L 和 4.00 mg/L。

注:可根据仪器的灵敏度及样品中钾的实际含量确定标准溶液系列中元素的具体浓度。

3.2.3 仪器和设备

3.2.3.1 火焰光度计或原子吸收光谱仪(具备发射功能)。

3.2.3.2 电子天平:感量为 0.01 g 和 0.000 1 g。

3.2.3.3 电热恒温干燥箱。

3.2.4 分析步骤

3.2.4.1 试样处理

3.2.4.1.1 试样预处理

称取 10 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样,用少量硝酸溶液(1+99)溶解后,转移至 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)定容至刻度,混匀。

3.2.4.1.2 试样待测液

准确吸取 5 mL 预处理后试样,置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)定容至刻度,混匀备用,此为试样待测液。

3.2.4.1.3 空白试验

除不称取试样外,其余按照 3.2.4.1.1 和 3.2.4.1.2 操作进行空白试验。

3.2.4.2 仪器参考条件

根据所用仪器型号将仪器调至最佳状态。测定参考条件如下:

测定方式:发射;波长:766.5 nm;狭缝:0.5 nm;燃气流量:1.2 L/min。

3.2.4.3 标准曲线的制作

分别将钾标准系列工作液注入火焰光度计或原子吸收光谱仪中,测定发射强度,以标准工作液浓度为横坐标、发射强度为纵坐标,绘制标准曲线。

3.2.4.4 试样溶液的测定

根据试样溶液中被测元素的含量,必要时将试样溶液用硝酸溶液(1+99)稀释至适当浓度。将空白溶液和试样最终测定液注入火焰光度计或原子吸收光谱仪中,测定钾的发射强度,根据标准曲线得到待测液中钾的浓度。

3.2.5 分析结果的表述

试样中氯化钾的含量按式(9)和式(10)计算:

$$X_{10} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_3 \times f \times 1.9066}{m \times V_2 \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

$$X_{11} = \frac{X_{10}}{100 - P} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

X_{10} ——试样中氯化钾(以湿基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g);

ρ ——试样溶液中钾的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——空白溶液中钾的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——分取试样定容体积,单位为毫升(mL);

f ——试样液稀释倍数;

1.9066 ——换算系数;

m ——称取试样质量,单位为克(g);

V_2 ——分取试样体积,单位为毫升(mL);

100 和 1 000 ——单位换算系数;

X_{11} ——试样中氯化钾(以干基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g);

P ——水分含量,单位为克每百克(g/100 g)。

结果保留三位有效数字。

3.2.6 精密度

在重复性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%。

3.2.7 其他

以称样量 10.0 g,定容至 100 mL,分取 5.0 mL,定容至 50 mL 计算,方法检出限为 0.002 g/100 g,定量限为 0.005 g/100 g。

3.3 火焰原子吸收光谱法

3.3.1 原理

试样经溶解后,注入原子吸收光谱仪中,钾元素经火焰原子化后吸收 766.5 nm 共振线,在一定浓度范围内,其吸收值与钾含量成正比,外标法定量。

3.3.2 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 中规定的二级水。

3.3.2.1 试剂

3.3.2.1.1 硝酸(HNO₃)。

3.3.2.1.2 氯化铯(CsCl)。

3.3.2.1.3 氯化钠(NaCl):工作基准试剂。

3.3.2.2 试剂配制

3.3.2.2.1 硝酸溶液(5+95):取 50 mL 硝酸,缓慢加入 950 mL 水中,混匀。

3.3.2.2.2 氯化铯溶液(50 g/L):将 5.0 g 氯化铯溶于水,用水稀释至 100 mL,混匀。

3.3.2.2.3 氯化钠溶液(100 g/L):称取 10.0g(精确至 0.01g)氯化钠,加硝酸溶液(5+95)溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。

3.3.2.3 标准品

同 3.2.2.3。

3.3.2.4 标准溶液的配制

3.3.2.4.1 钾标准贮备液(1 000 mg/L):同 3.2.2.4.1。

3.3.2.4.2 钾标准中间液(100 mg/L):准确吸取钾标准贮备液(1 000 mg/L)10 mL 于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)至刻度,混匀,贮存于聚乙烯瓶中,冷藏保存。

3.3.2.4.3 钾标准系列工作溶液:分别吸取钾标准中间液(100 mg/L) 0 mL、0.100 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 4.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加 4 mL 氯化铯溶液(50 g/L),10 mL 氯化钠溶液(100 g/L),用硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。此钾标准系列溶液中钾的质量浓度分别为 0 mg/L、0.100 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L 和 4.00 mg/L。

注:可根据仪器的灵敏度及样品中钾的实际含量确定标准溶液系列中元素的具体浓度。

3.3.3 仪器和设备

3.3.3.1 原子吸收光谱仪:配火焰原子化器,钾空心阴极灯。

3.3.3.2 电子天平:感量为 0.01 g 和 0.000 1 g。

3.3.4 分析步骤

3.3.4.1 试样预处理

3.3.4.1.1 试样预处理

称取 10 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样,用少量硝酸溶液(5+95)溶解后,转移至 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。

3.3.4.1.2 试样待测液

准确吸取 5 mL 预处理后试样置于 50 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 氯化铯溶液(50 g/L),用硝酸溶液(5+95)定容至 50 mL,混匀备用,此为试样溶液。

3.3.4.1.3 空白试验

准确吸取 5 mL 氯化钠溶液(100 g/L)置于 50 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 氯化铯溶液(50 g/L),用硝酸溶液(5+95)定容至 50 mL,混匀备用,此为空白溶液。

注:若试样待测液需要稀释,则需要在稀释后加入一定体积的氯化铯溶液(50 g/L)、氯化钠溶液(100 g/L)使待测液中铯和氯化钠的浓度与标准曲线铯和氯化钠的浓度相匹配。

3.3.4.2 仪器参考条件

根据所用仪器型号将仪器调至最佳状态。测定参考条件如下:

测定方式:吸收;波长:766.5 nm;狭缝:0.5 nm;灯电流:8 mA;燃烧头高度:3 mm;燃气流量:1.2 L/min。

3.3.4.3 标准曲线的制作

使用 0 mg/L 的钾标准溶液进行仪器调零,然后分别将钾标准系列工作溶液注入原子吸收光谱仪中,测定吸光度值,以标准工作液的浓度为横坐标、吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

3.3.4.4 试样溶液的测定

于测定标准系列工作溶液相同的试验条件下,将空白溶液和试样溶液注入原子吸收光谱仪中,测定钾的吸光值,根据标准曲线得到待测液中钾的浓度。

3.3.5 分析结果的表述

试样中氯化钾的含量按式(11)和式(12)计算:

$$X_{12} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_3 \times f \times 1.9066}{m \times V_2 \times 1000 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

$$X_{13} = \frac{X_{12}}{100 - P} \times 100 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

- X_{12} —— 试样中氯化钾(以湿基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g);
- ρ —— 试样溶液钾的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ_0 —— 空白溶液中钾的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V_1 —— 试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- V_3 —— 分取试样定容体积,单位为毫升(mL);
- f —— 试样液稀释倍数;
- 1.9066 —— 换算系数;
- m —— 称取试样质量,单位为克(g);
- V_2 —— 分取试样体积,单位为毫升(mL);
- 100 和 1000 —— 单位换算系数;
- X_{13} —— 试样中氯化钾(以干基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g);
- P —— 水分含量,单位为克每百克(g/100 g)。

结果保留三位有效数字。

3.3.6 精密度

在重复性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%。

3.3.7 其他

以称样量 10.0 g,定容至 100 mL,分取 5.0 mL,定容至 50 mL 计算,方法检出限为 0.002 g/100 g,定量限为 0.005 g/100 g。

3.4 电感耦合等离子体光谱法

同 11.2。

3.4.1 分析结果的表述

试样中氯化钾的含量按式(13)和式(14)计算:

$$X_{14} = X_{26} \times 1.9066 \quad \dots\dots\dots(13)$$

$$X_{15} = \frac{X_{14}}{100 - P} \times 100 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中：

X_{14} ——试样中氯化钾(以湿基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g)；

X_{26} ——试样中钾的含量,单位为克每百克(g/100 g)；

1.906 6——换算系数；

X_{15} ——试样中氯化钾(以干基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g)；

P ——水分含量,单位为克每百克(g/100 g)。

3.5 重量法

3.5.1 原理

在弱碱性溶液中,试样溶液中钾离子与四苯硼酸钠生成四苯硼酸钾沉淀,沉淀物经过滤、干燥后称量。

3.5.2 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。

3.5.2.1 试剂

3.5.2.1.1 氢氧化铝[Al(OH)₃]。

3.5.2.1.2 乙二胺四乙酸二钠(C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈, EDTA-2Na)。

3.5.2.1.3 氢氧化钠(NaOH)。

3.5.2.1.4 四苯硼酸钠(C₂₄H₂₀BNa)。

3.5.2.1.5 酚酞(C₂₀H₁₄O₄)。

3.5.2.1.6 乙醇(95%)。

3.5.2.2 试剂配制

3.5.2.2.1 乙二胺四乙酸二钠溶液(100 g/L):称取 10 g EDTA-2Na,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。

3.5.2.2.2 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取 20 g 氢氧化钠,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。

3.5.2.2.3 四苯硼酸钠溶液(25 g/L):称取 6.25 g 四苯硼酸钠于 400 mL 烧杯中,加入约 200 mL 水使其溶解。称取 5 g 氢氧化铝,缓慢加入上述溶液中,搅拌 10 min,用慢速滤纸过滤,如滤液呈混浊,应反复过滤至澄清,集全部滤液于 250 mL 容量瓶中,加入 1 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),用水定容至刻度,混匀。使用前重新过滤。

3.5.2.2.4 四苯硼酸钠洗液(1 g/L):吸取 20 mL 四苯硼酸钠溶液(25 g/L)于 500 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。

3.5.2.2.5 酚酞指示剂(5 g/L):称取 0.5 g 酚酞,用 95%乙醇溶液溶解并稀释至 100 mL,混匀。

3.5.3 仪器和设备

3.5.3.1 电子天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。

3.5.3.2 电热恒温干燥箱。

3.5.3.3 循环水式真空泵。

3.5.3.4 干燥器:内附有效干燥剂。

3.5.3.5 4 号玻璃砂芯漏斗:滤板孔径 5 μm~15 μm。

3.5.4 分析步骤

称取 2.5 g(精确至 0.000 1 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样于 100 mL 烧杯中,加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用水定容,混匀后过滤,弃去最初滤液。

准确吸取 25.0 mL 滤液(样液中氯化钾含量不应超过 48 mg)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL EDTA-2Na 溶液(100 g/L)、2 滴酚酞指示液(5 g/L),在不断搅拌下逐滴加入氢氧化钠溶液(200 g/L),直至试液的颜色变成粉红色,然后再过量 1 mL,混匀(此时试液体积约 40 mL)。

在不断搅拌下,逐滴加入按理论量(16 mg 氯化钾需 3 mL 四苯硼酸钠溶液)多 4 mL 的四苯硼酸钠溶液(25 g/L),静置 0.5 h。

用预先经 120 °C 烘至恒重的 4 号玻璃砂芯漏斗抽滤沉淀,用四苯硼酸钠洗液(1 g/L)将沉淀全部洗入砂芯漏斗内,再用该洗液洗涤 5 次,每次用 5 mL,最后用水洗涤 2 次,每次用 2 mL。将砂芯漏斗连同沉淀于 120 °C 干燥箱内,干燥 1 h 取出,放入干燥器冷却至室温后称量(精确至 0.000 1 g)。

同时做空白试验。

注:砂芯漏斗的处理:将砂芯漏斗中沉淀物洗掉后放入丙酮溶液中浸泡 0.5 h,取出冲洗干净,放入水中煮沸片刻,抽滤,烘干。

3.5.5 分析结果的表述

试样中氯化钾的含量按式(15)和式(16)计算:

$$X_{16} = \frac{0.2081 \times (m_1 - m_2) \times V_1}{m \times V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(15)$$

$$X_{17} = \frac{X_{16}}{100 - P} \times 100 \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中:

X_{16} ——试样中氯化钾(以湿基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g);

0.208 1——四苯硼酸钾换算为氯化钾的系数;

m_1 ——所取试样中四苯硼酸钾沉淀的质量,单位为克(g);

m_2 ——空白试验中四苯硼酸钾沉淀的质量,单位为克(g);

m ——称取试样质量,单位为克(g);

V_1 ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取试样体积,单位为毫升(mL);

X_{17} ——试样中氯化钾(以干基计)的含量,单位为克每百克(g/100 g);

P ——水分含量,单位为克每百克(g/100 g)。

结果保留到小数点后两位。

3.5.6 精密度

在重复性条件下,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%。

4 碘

4.1 范围

氧化还原滴定法适用于食用盐中碘含量的测定;直接滴定法适用于以碘酸盐为碘强化剂的食用盐中碘含量的测定。

4.2 氧化还原滴定法

4.2.1 原理

试样中的碘离子在酸性条件下经次氯酸钠氧化为碘酸根,草酸除去过量的次氯酸钠,碘酸根氧化碘化钾为单质碘,以淀粉溶液为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。根据硫代硫酸钠标准溶液用量计算碘含量。

4.2.2 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。

4.2.2.1 试剂

4.2.2.1.1 草酸($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$)。

4.2.2.1.2 磷酸(H_3PO_4 , $\rho = 85\%$)。

4.2.2.1.3 碘化钾(KI)。

4.2.2.1.4 次氯酸钠溶液(有效氯 $\geq 10\%$)。

4.2.2.1.5 可溶性淀粉。

4.2.2.1.6 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)。

4.2.2.2 试剂配制

4.2.2.2.1 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,混匀。

4.2.2.2.2 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,混匀,贮于棕色瓶中,现用现配。

4.2.2.2.3 次氯酸钠溶液(有效氯 $> 3.0\%$):量取 10 mL 次氯酸钠溶液(有效氯 $\geq 10\%$),用水稀释至 30 mL,混匀,贮于棕色瓶中,现用现配。

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

4.2.2.2.5 硫代硫酸钠标准溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$]:按照 GB/T 601 的要求配制和标定。

4.2.2.2.6 硫代硫酸钠标准溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.002 \text{ mol/L}$]:用移液管吸取 2.0 mL 硫代硫酸钠标准溶液(0.1 mol/L)至 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。现用现配,必要时重新标定。

4.2.3 仪器和设备

4.2.3.1 电子天平:感量 0.01 g。

4.2.3.2 可调式电热板或可调式电热炉。

4.2.3.3 滴定管:25 mL。

4.2.4 分析步骤

称取 10 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样于 250 mL 碘量瓶中,加 50 mL 水溶解,加 2 mL 草酸-磷酸混合液、1.0 mL 次氯酸钠溶液(有效氯 $> 3.0\%$),用水洗净瓶壁,放入玻璃珠 4 粒~5 粒,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(50 g/L),混匀,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,继续滴定至蓝色刚消失即为终点。

同时做试剂空白试验。

4.2.5 分析结果的表述

试样中碘的含量按式(17)计算：

$$X_{18} = \frac{(V - V_0) \times c \times 126.90 \times 1\,000}{m \times 6} \dots\dots\dots (17)$$

式中：

- X_{18} ——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 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,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)；
- 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；
- m ——称取试样质量,单位为克(g)；
- 6 ——换算系数。

结果保留三位有效数字。

4.2.6 精密度

在重复性条件下,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%。

4.2.7 其他

当取样量为 10.0 g,方法定量限为 2.50 mg/kg。

4.3 直接滴定法

4.3.1 原理

在酸性介质中,试样中的碘酸根离子氧化碘化钾为单质碘,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。根据硫代硫酸钠标准溶液用量计算碘的含量。

直接滴定法不适用于含有还原物质的食用盐中碘的测定。

4.3.2 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。

4.3.2.1 试剂

- 4.3.2.1.1 磷酸(H_3PO_4 , $\rho = 85\%$)。
- 4.3.2.1.2 碘化钾(KI)。
- 4.3.2.1.3 可溶性淀粉。
- 4.3.2.1.4 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)。

4.3.2.2 试剂配制

- 4.3.2.2.1 磷酸溶液(1 mol/L):量取 17 mL 磷酸,加水稀释至 250 mL,混匀。
- 4.3.2.2.2 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,混匀,贮于棕色瓶中,现用现配。

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

4.3.2.2.4 硫代硫酸钠标准溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}]$:按照 GB/T 601 的要求配制和标定。

4.3.2.2.5 硫代硫酸钠标准溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.002 \text{ mol/L}]$:用移液管吸取 2.0 mL 硫代硫酸钠标准溶液(0.1 mol/L)至 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。现用现配,必要时重新标定。

4.3.3 仪器和设备

4.3.3.1 电子天平:感量 0.01 g。

4.3.3.2 滴定管:25 mL。

4.3.4 分析步骤

称取 10 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样于 250 mL 碘量瓶中,加 50 mL 水溶解,加 2 mL 磷酸溶液(1 mol/L)、5 mL 碘化钾溶液(50 g/L),用硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.002 mol/L)滴定。滴定至溶液呈浅黄色时,加入约 1 mL 淀粉指示剂,继续滴定至蓝色恰好消失为止。同时做空白试验。

4.3.5 分析结果的表述

试样中碘的含量按式(18)计算:

$$X_{19} = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 126.90 \times 1\,000}{m \times 6} \dots\dots\dots (18)$$

式中:

X_{19} ——试样中碘的含量(以 I 计),单位为毫克每千克(mg/kg);

V_1 ——滴定碘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 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——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);

m ——称取样品质量,单位为克(g)。

1 000 ——单位换算系数;

6 ——换算系数。

结果保留三位有效数字。

4.3.6 精密度

在重复性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%。

4.3.7 其他

当取样量为 10.0 g,方法定量限为 2.50 mg/kg。

5 钡

5.1 范围

本方法适用于食用盐中钡的测定。

5.2 比浊法

5.2.1 原理

试样中钡离子与硫酸根生成硫酸钡沉淀,与同法处理的标准溶液比较,利用比浊法做限量测定。

5.2.2 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。

5.2.2.1 试剂

5.2.2.1.1 硫酸(H_2SO_4)。

5.2.2.1.2 二水合氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

5.2.2.2 试剂配制

5.2.2.2.1 硫酸溶液(1 mol/L):量取 5.7 mL 硫酸,搅拌下缓慢滴入 50 mL 水中,冷却后再加水至 100 mL,混匀。

5.2.2.2.2 钡标准溶液:称取 2.668 0 g 二水合氯化钡,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。1 mL 此溶液相当于 15.0 mg 钡。

5.2.2.2.3 钡标准使用液:吸取 1.0 mL 钡标准溶液,置于 200 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。1 mL 此溶液相当于 0.075 mg 钡。

5.2.3 仪器和设备

5.2.3.1 电子天平:感量 0.001 g 和 0.000 1 g。

5.2.4 分析步骤

称取 50.00 g 粉碎至 2 mm 以下的均匀试样,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 钡标准使用液置于 50 mL 比色管中,加水至刻度,混匀。于两管中各加入 2 mL 硫酸溶液(1 mol/L),混匀,放置 2 h 后目测比较,试样管不应比标准管浑浊,即 ≤ 15 mg/kg 的钡。

5.3 电感耦合等离子体光谱法

同 11.2。

6 亚铁氰化钾

6.1 范围

本方法适用于食用盐中亚铁氰化钾的测定。

6.2 原理

亚铁氰根在酸性条件下与硫酸亚铁生成蓝色复盐,在一定浓度范围内,其在波长 670 nm 处的吸光度与亚铁氰根含量成正比,外标法定量。

6.3 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。

6.3.1 试剂

6.3.1.1 硫酸(H_2SO_4)。6.3.1.2 七水合硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。6.3.1.3 氯化钠(NaCl):优级纯,使用前经 600 °C 灼烧 30 min 并冷却。

6.3.2 试剂配制

6.3.2.1 硫酸溶液(1 mol/L):量取 5.7 mL 硫酸,搅拌下缓慢滴入 50 mL 水中,冷却后再加水至 100 mL,混匀。

6.3.2.2 硫酸亚铁溶液(43.7 g/L):称取 8 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),用硫酸溶液(1 mol/L)溶解并稀释至 100 mL,混匀,过滤,贮于棕色试剂瓶中冷藏保存。

6.3.2.3 氯化钠溶液(200 g/L):称取 100 g 氯化钠,溶于 400 mL 水中,中速定量滤纸过滤,转移至 500 mL 容量瓶中,定容至刻度,混匀。

6.3.3 标准品

三水合亚铁氰化钾 $\{\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$,CAS 号:14459-95-1};纯度 $\geq 99.0\%$ 。或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

6.3.4 标准溶液配制

6.3.4.1 亚铁氰化钾标准溶液:称取 0.199 3 g 亚铁氰化钾 $\{\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}\}$,溶于少量水,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。1 mL 此溶液相当于 1.0 mg 亚铁氰根 $\{[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}\}$ 。6.3.4.2 亚铁氰化钾标准工作液:吸取 10.0 mL 亚铁氰化钾标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。1 mL 此溶液相当于 0.10 mg 亚铁氰根 $\{[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}\}$ 。

6.4 仪器和设备

6.4.1 分光光度计。

6.4.2 电子天平:感量为 0.01 g 和 0.000 1 g。

6.5 分析步骤

称取 10 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样溶于水,移入 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。中速定量滤纸过滤,弃去初滤液,然后吸取 25.0 mL 滤液于比色管中。

吸取 0 mL、0.100 mL、0.200 mL、0.300 mL、0.400 mL 和 0.500 mL 亚铁氰化钾标准工作液(相当于 0 μg 、10.0 μg 、20.0 μg 、30.0 μg 、40.0 μg 和 50.0 μg 亚铁氰根),分别置于 25 mL 比色管中,各加氯化钠溶液(200 g/L)至 25 mL。

试样管与标准管各加 2 mL 硫酸亚铁溶液(43.7 g/L),混匀。20 min 后,用 3 cm 比色杯,以零管调节零点,于波长 670 nm 处测吸光度。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。根据试样的吸光度,利用标准曲线得到试样溶液中亚铁氰根的含量。

6.6 分析结果的表述

试样中亚铁氰化钾的含量按式(19)计算:

$$X_{20} = \frac{m_1 \times 1\,000}{m_2 \times \frac{25}{50} \times 1\,000} \dots\dots\dots (19)$$

式中：

X_{20} ——试样中亚铁氰化钾(以 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 计)的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

m_1 ——测定用样液中亚铁氰根的质量,单位为微克(μg)；

1 000 ——单位换算系数；

m_2 ——称取试样质量,单位为克(g)；

25/50——50 mL 试样滤液中取 25 mL 用于试验。

结果保留三位有效数字。

6.7 精密度

在重复性条件下,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%。

6.8 其他

当称样量为 10.0 g,亚铁氰化钾检出限为 1.0 mg/kg。

7 铅

7.1 范围

本方法适用于食用盐中铅的测定。

7.2 石墨炉原子吸收法

7.2.1 原理

试样经处理后,铅离子在一定 pH 条件下与二乙基二硫代氨基甲酸钠形成络合物,经 4-甲基-2-戊酮萃取分离,导入原子吸收光谱仪中,石墨炉原子化后吸收 283.3 nm 共振线,在一定浓度范围内,其吸收值与铅含量成正比,外标法定量。

7.2.2 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

7.2.2.1 试剂

7.2.2.1.1 硝酸(HNO_3)。

7.2.2.1.2 高氯酸(HClO_4)。

7.2.2.1.3 硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 。

7.2.2.1.4 柠檬酸铵($\text{C}_6\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_7$)。

7.2.2.1.5 溴百里酚蓝($\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{O}_5\text{SBr}_2$)。

7.2.2.1.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{NCS}_2\text{Na}$, DDTC)。

7.2.2.1.7 氨水。

7.2.2.1.8 4-甲基-2-戊酮($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$, MIBK)。

7.2.2.1.9 磷酸二氢铵($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$)。

7.2.2.1.10 硝酸钯 $[\text{Pd}(\text{NO}_3)_2]$ 。

7.2.2.2 试剂配制

7.2.2.2.1 硫酸铵溶液(300 g/L):称取 30 g 硫酸铵,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。

7.2.2.2.2 柠檬酸铵溶液(250 g/L):称取 25 g 柠檬酸铵,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。

7.2.2.2.3 溴百里酚蓝溶液(1 g/L):称取 0.1 g 溴百里酚蓝,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。

7.2.2.2.4 二乙基二硫代氨基甲酸钠(DDTC)溶液(50 g/L):称取 5 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。

7.2.2.2.5 氨水溶液(1+1):量取 50 mL 氨水,加入 50 mL 水,混匀。

7.2.2.2.6 硝酸溶液(5+95):量取 50 mL 硝酸,缓慢加入 950 mL 水中,混匀。

7.2.2.2.7 硝酸-高氯酸混合溶液(9+1):量取 10 mL 高氯酸,缓慢加入 90 mL 硝酸中,混匀。

7.2.2.2.8 磷酸二氢铵-硝酸钡溶液:称取 0.02 g 硝酸钡,加少量硝酸溶液(5+95)溶解后,再加入 2 g 磷酸二氢铵,溶解后用硝酸溶液(5+95)稀释至 100 mL,混匀。

7.2.2.3 标准品

硝酸铅[Pb(NO₃)₂,CAS 号:10099-74-8]:纯度≥99.99%。或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

7.2.2.4 标准溶液配制

7.2.2.4.1 铅标准贮备液(1 000 mg/L):称取 1.598 5 g(精确至 0.000 1 g)硝酸铅,用少量硝酸溶液(5+95)溶解,移入 1 000 mL 容量瓶,用水定容至刻度,混匀。于冰箱中冷藏保存,有效期 1 年。或经国家认证并授予标准物质证书的铅标准溶液。

7.2.2.4.2 铅标准中间液(1.00 mg/L):准确吸取铅标准贮备液(1 000 mg/L)1.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。于冰箱中冷藏保存,有效期 6 个月。

7.2.2.4.3 铅标准系列溶液:分别吸取铅标准中间液(1.00 mg/L)0 mL、0.200 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 4.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。此铅标准系列溶液的质量浓度分别为 0 ng/mL、2.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL 和 40.0 ng/mL。现用现配。

注:可根据仪器的灵敏度及样品中铅的实际含量确定标准系列溶液中铅的质量浓度。

7.2.3 仪器和设备

注:所有玻璃器皿需用硝酸溶液(1+4)浸泡过夜,用水反复冲洗干净。

7.2.3.1 原子吸收光谱仪:配石墨炉及铅空心阴极灯。

7.2.3.2 电子天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。

7.2.3.3 可调式电热板或可调式电热炉。

7.2.4 分析步骤

7.2.4.1 试样处理

称取 10 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,再加 4 mL 硝酸-高氯酸混合溶液,加热煮沸,冷却后全部转移至 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀后备用。

7.2.4.2 萃取分离

视试样情况,吸取 25.0 mL~50.0 mL 按 7.2.4.1 制备的样液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,加水至 60 mL。加 2 mL 柠檬酸铵溶液(250 g/L)、3 滴~5 滴溴百里酚蓝溶液(1 g/L),用氨水溶液(1+1)调 pH 至溶液由黄变蓝,加 10.0 mL 硫酸铵溶液(300 g/L),10 mL DDTC 溶液(50 g/L),混匀。放置 5 min 左右,加入 10.0 mL 的 MIBK,剧烈振摇提取 1 min,静置分层后,弃去水层,将 MIBK 层放入

10 mL带塞刻度管中,待测试。

7.2.4.3 标准系列溶液处理

分别吸取铅标准溶液 10.0 mL 于 125 mL 分液漏斗中,与试样相同方法萃取。

7.2.4.4 空白试验

除不称取试样外,按照 7.2.4.1 和 7.2.4.2 操作。

7.2.4.5 测定

7.2.4.5.1 仪器参考条件

根据各自仪器性能调至最佳状态。原子吸收光谱仪(配石墨炉及铅空心阴极灯)测定参考条件如下:波长 283.3 nm;狭缝 0.5 nm;灯电流 8 mA~12 mA;干燥温度 85 °C~120 °C;干燥时间 40 s~50 s;灰化温度 750 °C;灰化时间 20 s~30 s;原子化温度 2 300 °C;原子化时间 4 s~5 s。

7.2.4.5.2 标准曲线的制作

按质量浓度由低到高的顺序分别将 10 μL 铅标准系列溶液和 5 μL 磷酸二氢铵-硝酸钡溶液(可根据所使用的仪器确定最佳进样量)同时注入石墨炉,原子化后测其吸光度值,以质量浓度为横坐标、吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

7.2.4.5.3 试样溶液的测定

在与测定标准溶液相同的试验条件下,将 10 μL 空白溶液或试样溶液与 5 μL 磷酸二氢铵-硝酸钡溶液(可根据所使用的仪器确定最佳进样量)同时注入石墨炉,原子化后测其吸光度值。

7.2.5 分析结果的表述

试样中铅含量按式(20)计算:

$$X_{21} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times V_1}{m \times V_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots (20)$$

式中:

X_{21} ——试样中铅的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——试样溶液中铅的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——空白溶液中铅的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——加入 MIBK 的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——试样溶解定容体积,单位为毫升(mL);

m ——称取试样质量,单位为克(g);

V_2 ——移取试样溶液体积,单位为毫升(mL);

1 000 ——单位换算系数。

结果保留两位有效数字。

7.2.6 精密度

在重复性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 20%。

7.2.7 其他

当称样量为 10.0 g,定容体积为 10 mL 时,方法的检出限为 0.02 mg/kg,定量限为 0.04 mg/kg。

7.3 电感耦合等离子体质谱法

同 11.3。

8 总砷

8.1 范围

本方法适用于食用盐中总砷的测定。

8.2 氢化物发生原子荧光光谱法

8.2.1 原理

试样经处理后,加入硫脲使五价砷还原为三价砷,再加入硼氢化钠或硼氢化钾使其还原为砷化氢,由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷,在高强度砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度在固定条件下与被测液中的砷浓度成正比,外标法定量。

8.2.2 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

8.2.2.1 试剂

8.2.2.1.1 氢氧化钠(NaOH)。

8.2.2.1.2 氢氧化钾(KOH)。

8.2.2.1.3 硼氢化钾(KBH₄):分析纯。

8.2.2.1.4 硫脲(CH₄N₂O₂S):分析纯。

8.2.2.1.5 盐酸(HCl)。

8.2.2.1.6 硝酸(HNO₃)。

8.2.2.1.7 硫酸(H₂SO₄)。

8.2.2.1.8 高氯酸(HClO₄)。

8.2.2.1.9 抗坏血酸(C₆H₈O₆)。

8.2.2.1.10 硝酸镁[Mg(NO₃)₂·6H₂O]:分析纯。

8.2.2.1.11 氧化镁(MgO):分析纯。

8.2.2.2 试剂配制

8.2.2.2.1 氢氧化钾溶液(5 g/L):称取 5.0 g 氢氧化钾,用水溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。

8.2.2.2.2 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 20.0 g 硼氢化钾,用氢氧化钾溶液(5 g/L)溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。

8.2.2.2.3 硫脲-抗坏血酸溶液:称取 10.0 g 硫脲,加约 80 mL 水,加热溶解,待冷却后加入 10.0 g 抗坏血酸,用水稀释至 100 mL,混匀。现用现配。

8.2.2.2.4 氢氧化钠溶液(100 g/L):称取 10.0 g 氢氧化钠,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。

8.2.2.2.5 硝酸镁溶液(150 g/L):称取 15.0 g 硝酸镁,用水溶解并稀释至 100 mL,混匀。

8.2.2.2.6 硫酸溶液(1+9):量取 100 mL 硫酸,缓缓倒入 900 mL 水中,混匀。

8.2.2.2.7 硝酸溶液(2+98):量取 20 mL 硝酸,缓缓倒入 980 mL 水中,混匀。

8.2.2.2.8 盐酸溶液(1+1):量取 100 mL 盐酸,缓缓倒入 100 mL 水中,混匀。

注：本方法也可用硼氢化钠作为还原剂：称取 10 g 硼氢化钠，用氢氧化钠溶液(3.5 g/L)溶解并稀释至 1 000 mL，混匀。现用现配。

8.2.2.3 标准品

三氧化二砷(As_2O_3 , CAS 号:1327-53-3)；纯度不低于 99.5%。或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

8.2.2.4 标准溶液配制

8.2.2.4.1 砷标准贮备液(100 mg/L, 以 As 计)：称取于 100 °C 干燥 2 h 的 0.013 2 g 三氧化二砷，加 1 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)和少量水溶解，转入 100 mL 容量瓶中，加入适量盐酸调整其酸度近中性，加水稀释至刻度，混匀。冷藏避光保存，有效期 1 年。或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

8.2.2.4.2 砷标准工作液(1.00 mg/L, 以 As 计)：准确吸取 1.00 mL 砷标准贮备液(100 mg/L)于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(2+98)稀释至刻度，混匀。现用现配。

8.2.3 仪器和设备

注：所有玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需硝酸溶液(1+5)或硝酸溶液(1+4)浸泡过夜，用自来水反复冲洗，最后用水冲洗干净，并晾干。

8.2.3.1 原子荧光光谱仪。

8.2.3.2 电子天平：感量 0.01 g 和 0.000 1 g。

8.2.3.3 微波消解系统：配聚四氟乙烯消解罐。

8.2.3.4 可调式电热板或可调式电热炉。

8.2.3.5 超声水浴箱。

8.2.3.6 马弗炉。

8.2.4 分析步骤

8.2.4.1 试样预处理

称取 20 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样，用少量硝酸溶液(2+98)溶解后，转移至 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(2+98)定容至刻度，混匀。

8.2.4.2 试样消解

8.2.4.2.1 微波消解法

准确移取 8.2.4.1 试样 1.00 mL~3.00 mL 于微波消解罐中，加入 5 mL~10 mL 硝酸，按微波消解的操作步骤消解试样。冷却后取出消解罐，用少量水冲洗内盖，将消解罐放在可调式电热炉上或超声水浴箱中，于 100 °C 加热 30 min 或超声脱气 2 min~5 min，然后转移至 25 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硫脲-抗坏血酸溶液，用硫酸溶液(1+9)定容至 25 mL，混匀，放置 30 min，待测。同时做试剂空白试验。

消解参考条件：0 min~5 min，升温至 120 °C，保持 5 min；然后以 6 °C/min 升温至 150 °C，保持 5 min，然后以 8 °C/min 升温至 190 °C，保持 20 min。

8.2.4.2.2 湿法消解

准确移取 8.2.4.1 试样 1.00 mL~5.00 mL 于带刻度消化管中，加入 10 mL 硝酸，0.5 mL 高氯酸，1.25 mL 硫酸在可调式电热炉上消解，消解至溶液澄清，再持续蒸发至高氯酸的白烟散尽，硫酸的白烟

开始冒出。冷却后,加水 10 mL,再蒸发至冒硫酸白烟。冷却后转移至 25 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硫脲-抗坏血酸溶液,用水定容至 25 mL,混匀,放置 30 min,待测。同时做试剂空白试验。

8.2.4.2.3 干灰化法

准确移取 8.2.4.1 试样 1.00 mL~5.00 mL 于坩埚中,加入 10 mL 硝酸镁溶液(150 g/L)混匀,低温蒸干,将 1 g 氧化镁覆盖在干渣上,于电热炉上灰化至无黑烟,移入 550 °C 马弗炉灰化 4 h。取出放冷,小心加入 10 mL 盐酸溶液(1+1)以中和氧化镁并溶解灰分,转移溶液至 25 mL 容量瓶中,用 4 mL 硫酸溶液(1+9)分次洗涤坩埚,合并洗涤液至 25 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硫脲-抗坏血酸溶液,用水定容至刻度,混匀,静置 30 min,待测。同时做试剂空白试验。

8.2.4.3 仪器参考条件

负高压:260 V;砷空心阴极灯电流:50 mA~80 mA;载气:氩气;载气流速:500 mL/min;屏蔽气流速:800 mL/min;测量方式:荧光强度;读数方式:峰面积。

8.2.4.4 标准曲线制作

取 25 mL 容量瓶 6 个,依次准确加入 1.00 mg/L 砷标准工作液 0 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.5 mL 和 3.0 mL(分别相当于砷质量浓度 0 ng/mL、4.0 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、60 ng/mL 和 120 ng/mL),各加 12.5 mL 硫酸溶液(1+9),2 mL 硫脲+抗坏血酸溶液,用水定容至刻度,混匀后静置 30 min 后测定。

仪器预热稳定后,将标准系列溶液依次引入仪器进行原子荧光强度的测定。以原子荧光强度为纵坐标、砷浓度为横坐标,绘制标准曲线。

8.2.4.5 测定

相同条件下,将空白溶液和样品溶液分别引入仪器,测定其原子荧光强度,根据标准曲线得到空白溶液和试样溶液中砷的浓度。

8.2.5 分析结果的表述

试样中砷含量按式(21)计算:

$$X_{22} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_3 \times 1\,000}{m \times V_2 \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots (21)$$

式中:

- X_{22} ——试样中砷的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ ——试样溶液中砷的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- ρ_0 ——空白溶液中砷的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V_1 ——定容的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——分取试样定容体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 ——单位换算系数;
- m ——称取试样质量,单位为克(g);
- V_2 ——分取试样体积,单位为毫升(mL)。

结果保留两位有效数字。

8.2.6 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

8.2.7 其他

称样量为 20 g,定容体积为 100 mL,分取 2.5 mL,定容至 25 mL 时,方法检出限为 0.020 mg/kg,方法定量限为 0.080 mg/kg。

8.3 电感耦合等离子体质谱法

同 11.3。

9 镉

9.1 范围

本方法适用于食用盐中镉的测定。

9.2 石墨炉原子吸收光谱法

9.2.1 原理

试样经处理后,注入原子吸收光谱仪中,经石墨炉原子化后吸收 228.8 nm 共振线,在一定浓度范围内,其吸光度值与镉含量成正比,外标法定量。

9.2.2 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 规定的二级水。

9.2.2.1 试剂

9.2.2.1.1 硝酸(HNO_3):优级纯。

9.2.2.1.2 盐酸(HCl):优级纯。

9.2.2.1.3 磷酸二氢铵($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$)。

9.2.2.1.4 硝酸钯 $[\text{Pd}(\text{NO}_3)_2]$ 。

9.2.2.2 试剂配制

9.2.2.2.1 硝酸溶液(1+99):量取 10 mL 硝酸,缓慢加入 990 mL 水中,混匀。

9.2.2.2.2 硝酸溶液(1+9):量取 10 mL 硝酸,缓慢加入 90 mL 水中,混匀。

9.2.2.2.3 硝酸溶液(5+95):量取 5 mL 硝酸,缓慢加入 95 mL 水中,混匀。

9.2.2.2.4 盐酸溶液(1+1):量取 50 mL 盐酸,缓慢加入 50 mL 水中,混匀。

9.2.2.2.5 磷酸二氢铵-硝酸钯溶液:称取 0.02 g 硝酸钯,加少量硝酸溶液(1+9)溶解后,再加入 2 g 磷酸二氢铵,溶解后用硝酸溶液(5+95)定容至 100 mL,混匀。

9.2.2.3 标准品

镉(Cd):纯度为 99.99%。或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

9.2.2.4 标准溶液配制

9.2.2.4.1 镉标准贮备液(1 000 mg/L):称取 1 g 镉(精确至 0.000 1g)于小烧杯中,分次加 20 mL 盐酸溶液(1+1)溶解,加 2 滴硝酸,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。冷藏避光保存,有效期 1 年。或采用经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

9.2.2.4.2 镉标准中间液(10.0 mg/L):吸取 1.00 mL 镉标准贮备液(1 000 mg/L)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)定容至刻度,混匀。冷藏避光保存,有效期 6 个月。

9.2.2.4.3 镉标准使用液(100 ng/mL):吸取 1.0 mL 镉标准中间液(10.0 mg/L)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)定容至刻度,混匀。冷藏避光保存,有效期 3 个月。

9.2.2.4.4 镉标准曲线工作液:准确吸取 0 mL、0.50 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL 和 3.0 mL 镉标准使用液(100 ng/mL)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)定容至刻度,混匀后即得到镉含量分别为 0 ng/mL、0.50 ng/mL、1.0 ng/mL、1.5 ng/mL、2.0 ng/mL 和 3.0 ng/mL 的标准系列溶液。现用现配。

9.2.3 仪器和设备

注:所有玻璃器皿聚四氟乙烯消解内罐及其他压力罐均需硝酸溶液(1+5)或硝酸溶液(1+4)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净,并晾干。

9.2.3.1 原子吸收光谱仪:配石墨炉和镉空心阴极灯。

9.2.3.2 电子天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。

9.2.3.3 恒温干燥箱。

9.2.3.4 压力消解罐。

9.2.3.5 微波消解系统:配聚四氟乙烯或其他合适的压力罐。

9.2.3.6 可调式电热板或可调式电热炉。

9.2.4 分析步骤

9.2.4.1 试样预处理

称取 20 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样,用少量硝酸溶液(5+95)溶解后,转移至 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)定容至刻度,混匀。

9.2.4.2 试样消解

9.2.4.2.1 微波消解法

准确移取 9.2.4.1 试样 1.00 mL~3.00 mL 于微波消解罐中,加入 5 mL~10 mL 硝酸,按照微波消解的操作步骤消解试样。冷却后取出消解罐,用少量水冲洗内盖,加热赶酸至近干,转移至 25 mL 容量瓶中,用少量硝酸溶液(1+99)冲洗消解罐后合并洗涤液,用硝酸溶液(1+99)定容至 25 mL,混匀,待测。同时做试剂空白试验。

消解参考条件:0 min~5 min,升温至 120 °C,保持 5 min;然后以 6 °C/min 升温至 150 °C,保持 5 min,然后以 8 °C/min 升温至 190 °C,保持 20 min。

9.2.4.2.2 压力罐消解

准确移取 9.2.4.1 试样 1.00 mL~5.00 mL 于消解内罐中,加入 5 mL 硝酸。盖好内盖,旋紧不锈钢外套,放入恒温干燥箱,于 140 °C~160 °C 下保持 4 h~5 h。冷却后缓慢旋松外罐,取出消解内罐,打开后加热赶酸至近干,转移至 25 mL 容量瓶中,用少量硝酸溶液(1+99)冲洗消解罐后合并洗涤液,用硝酸溶液(1+99)定容至 25 mL,混匀,待测。同时做试剂空白试验。

9.2.4.2.3 湿法消解

准确移取 9.2.4.1 试样 1.00 mL~5.00 mL 于带刻度消化管中,加入 10 mL 硝酸,1 mL 高氯酸,在可调式电热炉上消解,消解至溶液澄清,再持续蒸发至冒白烟,取出消化管,冷却后转移溶液至 25 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)定容至 25 mL,混匀,待测。同时做试剂空白试验。

9.2.4.3 仪器参考条件

根据所用仪器型号将仪器调至最佳状态。原子吸收光谱仪测定参考条件如下：波长 228.8 nm；狭缝 0.2 nm~1.0 nm；灯电流 2 mA~10 mA；干燥温度 105 ℃；干燥时间 20 s；灰化温度 400 ℃~700 ℃；灰化时间 20 s~40 s；原子化温度 1 300 ℃~2 300 ℃；原子化时间 3 s~5 s；背景校正为氘灯或塞曼效应。

9.2.4.4 标准曲线制作

按浓度由低到高的顺序各取 20 μL 标准曲线工作液、5 μL 硝酸钡-磷酸二氢铵混合溶液（可根据使用仪器选择最佳进样量），同时注入石墨炉，测其吸光度值，以标准曲线工作液的浓度为横坐标、相应的吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

9.2.4.5 测定

于测定标准曲线工作液相同的试验条件下，吸取 20 μL 空白溶液或试样消化液、5 μL 硝酸钡-磷酸二氢铵混合溶液（可根据使用仪器选择最佳进样量），同时注入石墨炉，测其吸光度值，根据标准曲线得到试样溶液中镉的浓度。若测定结果超出标准曲线范围，用硝酸溶液（1+99）稀释后再行测定。

9.2.5 分析结果的表述

试样中镉含量按式(22)计算：

$$X_{23} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_3 \times 1\,000}{m \times V_2 \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots (22)$$

式中：

- X_{23} —— 试样中镉的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
- ρ —— 试样溶液中镉的质量浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；
- ρ_0 —— 空白溶液中镉的质量浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；
- V_1 —— 定容的体积，单位为毫升(mL)；
- V_3 —— 分取试样定容体积，单位为毫升(mL)；
- 1 000 —— 单位换算系数；
- m —— 称取试样质量，单位为克(g)；
- V_2 —— 分取试样体积，单位为毫升(mL)。

结果保留两位有效数字。

9.2.6 精密度

在重复性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 20%。

9.2.7 其他

称样量为 20 g，定容体积为 100 mL，分取 2.5 mL，定容至 25 mL 时，方法检出限为 0.002 mg/kg，方法定量限为 0.006 mg/kg。

9.3 电感耦合等离子体质谱法

同 11.3。

10 总汞

10.1 范围

本方法适用于食用盐中总汞的测定。

10.2 原子荧光光谱法

10.2.1 原理

试样经处理后,在酸性介质中,试样中汞被硼氢化钾或硼氢化钠还原成原子态汞,由载气(氩气)带入原子化器中,在汞空心阴极灯照射下,基态汞原子被激发至高能态,在由高能态回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与汞含量成正比,外标法定量。

10.2.2 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

10.2.2.1 试剂

10.2.2.1.1 硝酸(HNO_3)。

10.2.2.1.2 硫酸(H_2SO_4)。

10.2.2.1.3 氢氧化钾(KOH)。

10.2.2.1.4 硼氢化钾(KBH_4):分析纯。

10.2.2.1.5 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)。

10.2.2.2 试剂配制

10.2.2.2.1 硝酸溶液(1+9):量取 50 mL 硝酸,缓慢加入 450 mL 水中,混匀。

10.2.2.2.2 硝酸溶液(5+95):量取 50 mL 硝酸,缓慢加入 950 mL 水中,混匀。

10.2.2.2.3 氢氧化钾溶液(5 g/L):称取 5.0 g 氢氧化钾,用水溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。

10.2.2.2.4 硼氢化钾溶液(5 g/L):称取 5.0 g 硼氢化钾,用氢氧化钾溶液(5 g/L)溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。现用现配。

10.2.2.2.5 重铬酸钾的硝酸溶液(0.5 g/L):称取 0.5 g 重铬酸钾,用硝酸溶液(5+95)溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。

注:本方法也可用硼氢化钠作为还原剂:称取 3.5 g 硼氢化钠,用氢氧化钠溶液(3.5 g/L)溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。现用现配。

10.2.2.3 标准品

氯化汞(HgCl_2 ,CAS 号:7487-94-7):纯度 $\geq 99\%$ 。

10.2.2.4 标准溶液配制

10.2.2.4.1 汞标准贮备液(1 000 mg/L):称取 0.135 4g 氯化汞,用重铬酸钾的硝酸溶液(0.5 g/L)溶解并转移至 100 mL 容量瓶中,用重铬酸钾的硝酸溶液(0.5 g/L)稀释并定容至刻度,混匀。于冰箱中冷藏避光保存,有效期 2 年。或经国家认证并授予标准物质证书的汞标准物质。

10.2.2.4.2 汞标准中间液(10.0 mg/L):准确吸取汞标准贮备液(1 000 mg/L)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用重铬酸钾的硝酸溶液(0.5 g/L)稀释并定容至刻度,混匀。于冰箱中冷藏避光保存,有效期

1 年。

10.2.2.4.3 汞标准使用液(50.0 $\mu\text{g/L}$):准确吸取汞标准中间液(10.0 mg/L)1.00 mL 于 200 mL 容量瓶中,用重铬酸钾的硝酸溶液(0.5 g/L)稀释并定容至刻度,混匀。现用现配。

10.2.2.4.4 汞标准系列溶液:分别吸取汞标准使用液(50.0 $\mu\text{g/L}$)0 mL、0.200 mL、0.500 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 和 2.50 mL 于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(1+9)稀释并定容至刻度,混匀,相当于汞质量浓度为 0 $\mu\text{g/L}$ 、0.200 $\mu\text{g/L}$ 、0.500 $\mu\text{g/L}$ 、1.00 $\mu\text{g/L}$ 、1.50 $\mu\text{g/L}$ 、2.00 $\mu\text{g/L}$ 和 2.50 $\mu\text{g/L}$ 。现用现配。

10.2.3 仪器和设备

注:所有玻璃器皿,聚四氟乙烯消解内罐及压力罐均需硝酸溶液(1+5)或硝酸溶液(1+4)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净,并晾干。

10.2.3.1 原子荧光光谱仪:配汞空心阴极灯。

10.2.3.2 电子天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。

10.2.3.3 恒温干燥箱。

10.2.3.4 压力消解罐。

10.2.3.5 微波消解系统:配聚四氟乙烯或其他合适的压力罐。

10.2.3.6 可调式电热板或可调式电热炉。

10.2.3.7 超声水浴箱。

10.2.4 分析步骤

10.2.4.1 试样预处理

称取 20 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样,用少量硝酸溶液(5+95)溶解后,转移至 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。

10.2.4.2 试样消解

10.2.4.2.1 微波消解法

准确移取 10.2.4.1 试样 1.00 mL~3.00 mL 于微波消解罐中,加入 5 mL~10 mL 硝酸,按照微波消解的操作步骤消解试样。冷却后取出消解罐,用少量水冲洗内盖,将消解罐放在可调式电热炉上或超声水浴箱中,于 100 $^{\circ}\text{C}$ 加热 30 min 或超声脱气 2 min~5 min,转移至 25 mL 容量瓶中,用少量水冲洗消解罐后合并洗涤液,用硝酸溶液(1+9)定容至 25 mL,混匀,待测。同时做试剂空白试验。

消解参考条件:0 min~5 min,升温至 120 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min;然后以 6 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 150 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min,然后以 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 190 $^{\circ}\text{C}$,保持 20 min。

10.2.4.2.2 压力罐消解

准确移取 10.2.4.1 试样 1.00 mL~5.00 mL 于消解内罐中,加入 5 mL 硝酸。盖好内盖,旋紧不锈钢外套,放入恒温干燥箱,于 140 $^{\circ}\text{C}$ ~160 $^{\circ}\text{C}$ 下保持 4 h~5 h。冷却后缓慢旋松外罐,取出消解内罐,放在可调式电热板上或超声水浴箱中,于 100 $^{\circ}\text{C}$ 加热 30 min 或超声脱气 2 min~5 min,转移至 25 mL 容量瓶中,用少量水冲洗消解罐后合并洗涤液,用硝酸溶液(1+9)定容至 25 mL,混匀,待测。同时做试剂空白试验。

10.2.4.3 仪器参考条件

根据各自仪器性能调至最佳状态。光电倍增管负高压:240 V;汞空心阴极灯电流:30 A;原子化器

温度:200 ℃;载气流速:500 mL/min;屏蔽气流速:1 000 mL/min。

10.2.4.4 标准曲线制作

设定好仪器最佳条件,连续用硝酸溶液(1+9)进样,待读数稳定之后,转入标准系列溶液测量,由低到高浓度顺序测定标准溶液的荧光强度,以汞的质量浓度为横坐标、荧光强度为纵坐标,绘制标准曲线。

注:可根据仪器的灵敏度及样品中汞的实际含量微调标准系列溶液中汞的质量浓度范围。

10.2.4.5 测定

先用硝酸溶液(1+9)进样,使读数基本回零,再分别测定空白溶液和试样溶液中汞的荧光强度,根据标准曲线得到试样溶液中汞的浓度。

10.2.5 分析结果的表述

试样中汞含量按式(23)计算:

$$X_{24} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_3 \times 1\,000}{m \times V_2 \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots (23)$$

式中:

X_{24} ——试样中汞的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ ——试样溶液中汞的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——空白溶液中汞的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V_1 ——定容的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——分取试样定容体积,单位为毫升(mL);

1 000 ——单位换算系数;

m ——称取试样质量,单位为克(g);

V_2 ——分取试样体积,单位为毫升(mL)。

结果保留两位有效数字。

10.2.6 精密度

在重复性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 20%。

10.2.7 其他

称样量为 20.0 g,定容体积为 100 mL,分取 2.5 mL,定容至 25 mL 时,方法检出限为 0.003 mg/kg,方法定量限为 0.010 mg/kg。

10.3 电感耦合等离子体质谱法

同 11.3。

11 食用盐中多元素的测定

11.1 食用盐中钙和镁的测定 火焰原子吸收光谱法

11.1.1 范围

本方法适用于食用盐中钙和镁的测定。

11.1.2 原理

试样经溶解后,加入镧溶液作为释放剂,经原子吸收火焰原子化,钙、镁分别吸收 422.7 nm、202.6 nm 共振线,在一定浓度范围内其吸光度值与它们的含量成正比,外标法定量。

11.1.3 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 中规定的二级水。

11.1.3.1 试剂

11.1.3.1.1 硝酸(HNO_3)。

11.1.3.1.2 盐酸(HCl)。

11.1.3.1.3 氧化镧(La_2O_3)。

11.1.3.1.4 氯化钠(NaCl):工作基准试剂。

11.1.3.2 试剂配制

11.1.3.2.1 硝酸溶液(5+95):量取 50 mL 硝酸,缓慢加入至 950 mL 水中,混匀。

11.1.3.2.2 盐酸溶液(1+1):量取 500 mL 盐酸,缓慢加入至 500 mL 水中,混匀。

11.1.3.2.3 镧溶液(20 g/L):称取 23.45 g 氧化镧,先用少量水湿润后再加入 75 mL 盐酸溶液(1+1)溶解,转入 1 000 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,混匀。

11.1.3.2.4 氯化钠溶液(100 g/L):称取 10.0 g 氯化钠,加硝酸溶液(5+95)溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。

11.1.3.3 标准品

钙、镁元素标准溶液(1 000 mg/L):采用经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

11.1.3.4 标准溶液的配制

11.1.3.4.1 钙、镁混合标准中间液:准确吸取 10 mL 钙标准溶液(1 000 mg/L)、5 mL 镁标准溶液(1 000 mg/L)于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)至刻度,混匀。混合标准中间液中钙的质量浓度为 100 mg/L,镁的质量浓度为 50 mg/L。

11.1.3.4.2 钙、镁混合标准系列溶液:分别吸取钙、镁混合标准中间液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 和 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,另在各容量瓶中加入 5 mL 镧溶液(20 g/L),10 mL 氯化钠溶液(100 g/L),最后加硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。此钙、镁混合标准系列溶液中钙的质量浓度分别为 0 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、8.00 mg/L 和 10.0 mg/L;镁的质量浓度分别为 0 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L 和 5.00 mg/L。

注:可根据仪器的灵敏度及样品中钙、镁的实际含量确定标准溶液系列中元素的具体浓度。

11.1.4 仪器和设备

注:所有玻璃器皿需硝酸溶液(1+5)或硝酸溶液(1+4)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净,并晾干。

11.1.4.1 原子吸收光谱仪:配火焰原子化器,钙空心阴极灯,镁空心阴极灯。

11.1.4.2 电子天平:感量为 0.01 g。

11.1.5 分析步骤

11.1.5.1 试样处理

11.1.5.1.1 试样预处理

称取 10 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样,用少量硝酸溶液(5+95)溶解后,转移至 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。

11.1.5.1.2 试样待测液

准确吸取 5 mL 预处理后试样至 50 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 镧溶液(20 g/L),用硝酸溶液(5+95)定容至 50 mL,混匀备用,此为试样待测液。

11.1.5.1.3 空白试验

准确吸取 5 mL 氯化钠溶液(100 g/L)至 50 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 镧溶液(20 g/L),用硝酸溶液(5+95)定容至 50 mL,混匀备用,此为空白溶液。

注:若试样待测液需稀释,应在稀释后加入一定体积的镧溶液(20 g/L)、氯化钠溶液(100 g/L),使待测液中镧和氯化钠的浓度与标准曲线中镧和氯化钠的浓度相匹配。

11.1.5.2 仪器参考条件

根据所用仪器型号将仪器调至最佳状态。测定参考条件如下:

钙:波长:422.7 nm;狭缝:0.5 nm;灯电流:5 mA~15 mA;燃烧头高度:3 mm;空气流量:13.5 L/min;乙炔流量:2 L/min。

镁:波长:202.6 nm;狭缝:1.0 nm;灯电流:5 mA~15 mA;燃烧头高度:3 mm;空气流量:13.5 L/min;乙炔流量:2 L/min。

11.1.5.3 标准曲线的制作

使用 0 mg/L 的钙、镁混合标准溶液进行仪器调零,然后将钙、镁混合标准系列溶液按浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器,测定吸光度值,以标准系列溶液中钙、镁的质量浓度为横坐标,以相应的吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

11.1.5.4 试样溶液的测定

在与测定标准溶液相同的试验条件下,将空白溶液和试样待测液分别导入原子化器,测定相应的吸光度值,根据标准曲线得到试样溶液中待测元素的浓度。

11.1.6 分析结果的表述

试样中钙、镁含量按式(24)计算:

$$X_{25} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_3 \times f}{V_2 \times m \times 10\,000} \dots\dots\dots (24)$$

式中:

X_{25} ——试样中待测元素含量,单位为克每百克(g/100 g);

ρ ——试样待测液中待测元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——空白溶液中待测元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 ——试样溶解定容体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——分取试样定容体积,单位为毫升(mL);

f ——稀释倍数;

V_2 ——分取试样体积,单位为毫升(mL);

m ——称取试样质量,单位为克(g);

10 000 ——单位换算系数。

结果保留三位有效数字。

11.1.7 精密度

在重复性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%。

11.1.8 其他

以称样量为 10.0 g,定容至 100 mL,分取量 5 mL,定容至 50 mL 计算,钙的方法检出限为 0.002 g/100 g,定量限为 0.005 g/100 g;镁的方法检出限为 0.002 g/100 g,定量限为 0.005 g/100 g。

11.2 食用盐中钙、镁、钾和钡的测定 电感耦合等离子体光谱法

11.2.1 范围

本方法适用于食用盐中钙、镁、钾和钡的测定。

11.2.2 原理

试样溶解后,使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定,以元素的特征谱线波长定性;待测元素谱线信号强度与元素浓度成正比,外标法定量。

11.2.3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 中规定的一级水。

11.2.3.1 试剂

11.2.3.1.1 硝酸(HNO_3)。

11.2.3.1.2 盐酸(HCl)。

11.2.3.1.3 氯化钠(NaCl):工作基准试剂。

11.2.3.1.4 氩气(Ar):纯度 $\geq 99.995\%$ 或液氩。

11.2.3.2 试剂配制

11.2.3.2.1 硝酸溶液(5+95):量取 50 mL 硝酸,缓慢加入至 950 mL 水中,混匀。

11.2.3.2.2 氯化钠溶液(100 g/L):称取 10.0 g(精确至 0.01 g)氯化钠,加硝酸溶液(5+95)溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。

11.2.3.3 标准品

钙、镁、钾和钡元素标准溶液(1 000 mg/L 或 10 000 mg/L):采用经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

11.2.3.4 标准溶液的配制

11.2.3.4.1 混合标准工作液:准确吸取钙、镁和钾元素标准溶液(1 000 mg/L)10.0 mL,钡元素标准溶

液(1 000 mg/L)1.0 mL至100 mL容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。其中钙、镁和钾质量浓度为100.0 mg/L,钡质量浓度为10.0 mg/L。

11.2.3.4.2 标准系列溶液:分别吸取混合标准工作液0 mL、0.020 mL、0.050 mL、0.100 mL、0.500 mL、1.00 mL和2.00 mL于10 mL容量瓶中,在各容量瓶中加入1 mL氯化钠溶液(100 g/L),最后加硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。此标准系列溶液中钙、镁、钾的质量浓度分别为0 mg/L、0.200 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L和20.0 mg/L,钡的质量浓度分别为0 mg/L、0.020 mg/L、0.050 mg/L、0.100 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L和2.00 mg/L。

注:依据样品溶液中元素质量浓度水平,可适当调整标准系列各元素质量浓度范围。

11.2.4 仪器和设备

11.2.4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

11.2.4.2 电子天平:感量为0.01 g。

11.2.5 分析步骤

11.2.5.1 试样处理

11.2.5.1.1 试样预处理

同11.1.5.1.1。

11.2.5.1.2 试样待测液

准确吸取5 mL预处理后试样至50 mL容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至50 mL,混匀备用,此为试样待测液。

11.2.5.1.3 空白试验

准确吸取5 mL氯化钠溶液(100 g/L)至50 mL容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至50 mL,混匀备用,此为空白溶液。

注:若试样待测液需要稀释,则需要在稀释后加入一定体积的氯化钠溶液(100 g/L)使待测液中氯化钠的浓度与标准曲线氯化钠的浓度匹配。

11.2.5.2 仪器参考条件

优化仪器操作条件,使待测元素的灵敏度等指标达到分析要求,编辑测定方法、选择各待测元素合适的分析谱线,测试仪器操作参考条件和待测元素推荐分析谱线如下:

- a) 功率:1 150 W。
- b) 等离子气流量:15 L/min。
- c) 辅助气流量:0.5 L/min。
- d) 雾化气气体流量:0.65 L/min。
- e) 分析泵速:50 r/min。
- f) 分析谱线:钙:315.88/317.93 nm;镁:279.08 /280.27 nm;钾:766.49/769.89 nm;钡:455.40 nm。
- g) 观测方式:垂直观测,若仪器具有双向观测方式,建议钙、镁元素采用垂直观测方式,建议钾、钡采用水平观测方式。

11.2.5.3 标准曲线的制作

将标准系列工作溶液注入电感耦合等离子体发射光谱仪中,测定待测元素的信号响应值,以待测元

素的浓度为横坐标、待测元素信号响应值为纵坐标,绘制标准曲线。

11.2.5.4 试样溶液的测定

将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体发射光谱仪中,测定待测元素的信号响应值,根据标准曲线得到试样溶液中待测元素的浓度。

11.2.6 分析结果的表述

试样中钙、镁和钾的含量按式(25)计算,试样中钡的含量按式(26)计算:

$$X_{26} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_3 \times f}{V_2 \times m \times 10\,000} \dots\dots\dots (25)$$

$$X_{27} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_3 \times f}{V_2 \times m} \dots\dots\dots (26)$$

式中:

- X_{26} ——试样中待测元素含量,单位为克每百克(g/100 g);
- ρ ——试样待测液中待测元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ_0 ——空白溶液中待测元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V_1 ——试样溶解定容体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——分取试样定容体积,单位为毫升(mL);
- f ——稀释倍数;
- V_2 ——分取试样体积,单位为毫升(mL);
- m ——称取试样质量,单位为克(g);
- 10 000 ——单位换算系数;
- X_{27} ——试样中钡元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

结果保留三位有效数字。

11.2.7 精密度

在重复性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%。

11.2.8 其他

以称样量10.0 g,定容至100 mL,分取5 mL,定容至50 mL计算,钙的方法检出限为0.002 g/100 g,方法定量限为0.005 g/100 g;镁的方法检出限为0.002 g/100 g,方法定量限为0.005 g/100 g;钾的方法检出限为0.002 g/100 g,方法定量限为0.005 g/100 g;钡的方法检出限为3.0 mg/kg,方法定量限为10.0 mg/kg。

11.3 食用盐中铅、总砷、镉和总汞的测定 电感耦合等离子体质谱法

11.3.1 范围

本方法适用于食用盐中铅、总砷、镉和总汞的测定。

11.3.2 原理

试样经处理后,由电感耦合等离子体质谱仪测定,以元素特定质量数(质荷比, m/z)定性,采用外标法,以待测元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度成正比进行定量分析。

11.3.3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为GB/T 6682中规定的一级水。

11.3.3.1 试剂

11.3.3.1.1 硝酸(HNO_3)。

11.3.3.1.2 氩气(Ar):纯度 $\geq 99.995\%$ 或液氩。

11.3.3.1.3 氦气(He):纯度 $\geq 99.995\%$ 。

11.3.3.1.4 金元素(Au)溶液:1 000 mg/L。

11.3.3.2 试剂配制

11.3.3.2.1 硝酸溶液(5+95):量取 50 mL 硝酸,缓慢加入 950 mL 水中,混匀。

11.3.3.2.2 汞标准稳定剂:量取 0.2 mL 金元素(Au)溶液,用硝酸溶液(5+95)稀释至 1 000 mL,混匀,用于汞标准溶液的配制。

注:汞标准稳定剂也可采用 2 g/L L-半胱氨酸盐酸盐+硝酸(5+95)混合溶液,或其他等效稳定剂。

11.3.3.3 标准品

11.3.3.3.1 铅、镉、砷和汞元素标准溶液(1 000 mg/L 或 100 mg/L):采用经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

11.3.3.3.2 锆、铟、铈、铪、铍、铂和钯等内标元素标准溶液(1 000 mg/L):采用经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

11.3.3.4 标准溶液的配制

11.3.3.4.1 混合标准工作溶液:吸取适量铅、镉和砷元素标准溶液,用硝酸溶液(5+95)逐级稀释配成混合标准工作溶液系列,各元素质量浓度分别为 0 $\mu\text{g/L}$ 、1.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、30.0 $\mu\text{g/L}$ 和 50.0 $\mu\text{g/L}$ 。

注:依据样品消解溶液中元素质量浓度水平,适当调整标准系列中各元素质量浓度范围。

11.3.3.4.2 汞标准工作溶液:取适量汞元素标准溶液,用汞标准稳定剂逐级稀释配成标准工作溶液系列,其浓度为 0 $\mu\text{g/L}$ 、0.10 $\mu\text{g/L}$ 、0.50 $\mu\text{g/L}$ 、1.00 $\mu\text{g/L}$ 、1.50 $\mu\text{g/L}$ 和 2.00 $\mu\text{g/L}$ 。

11.3.3.4.3 内标使用液:取适量内标元素标准溶液,用硝酸溶液(5+95)配制合适浓度的内标使用液,由于不同仪器采用的蠕动泵管内径有所不同,当在线加入内标时,需考虑使内标元素在样液中的浓度,样液混合后的内标元素参考浓度范围为 25 $\mu\text{g/L}$ ~100 $\mu\text{g/L}$,低质量数元素可以适当提高使用液浓度。

注:内标溶液既可在配制混合标准工作溶液和样品消化液中手动定量加入,也可由仪器在线加入。

11.3.4 仪器和设备

11.3.4.1 电感耦合等离子体质谱仪。

11.3.4.2 电子天平:感量为 0.01 g。

11.3.4.3 恒温干燥箱。

11.3.4.4 压力消解罐。

11.3.4.5 微波消解系统:配聚四氟乙烯或其他合适的压力罐。

11.3.4.6 可调式电热板或可调式电热炉。

11.3.4.7 超声水浴箱。

11.3.5 分析步骤

11.3.5.1 试样处理

11.3.5.1.1 试样预处理

称取 10 g(精确至 0.01 g)粉碎至 2 mm 以下的均匀试样,用少量硝酸溶液(5+95)溶解后,转移至

100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5+95)定容至刻度,混匀。

11.3.5.1.2 试样消解

11.3.5.1.2.1 微波消解法

准确移取 11.3.5.1.1 试样 1.00 mL~3.00 mL 于微波消解罐中,加入 5 mL~10 mL 硝酸,按照微波消解的操作步骤消解试样。冷却后取出消解罐,用少量水冲洗内盖,将消解罐放在可调式电热炉上或超声水浴中,于 100 °C 加热 30 min 或超声脱气 2 min~5 min,转移至容量瓶中,用少量水冲洗消解罐后合并洗涤液,用水定容至 25 mL 或 50 mL,混匀。同时做试剂空白试验。

消解参考条件:0 min~5 min,升温至 120 °C,保持 5 min;然后以 6 °C/min 升温至 150 °C,保持 5 min,然后以 8 °C/min 升温至 190 °C,保持 20 min。

11.3.5.1.2.2 压力罐消解

准确移取 11.3.5.1.1 试样 1.00 mL~5.00 mL 于消解内罐中,加入 5 mL 硝酸。盖好内盖,旋紧不锈钢外套,放入恒温干燥箱,于 140 °C~160 °C 下保持 4 h~5 h。冷却后缓慢旋松外罐,取出消解内罐,放在可调式电热板上或超声水浴中,于 100 °C 加热 30 min 或超声脱气 2 min~5 min,转移至容量瓶中,用少量水冲洗消解罐后合并洗涤液,用水定容至 25 mL 或 50 mL,混匀。同时做试剂空白试验。

注:可根据仪器对固形物的耐受程度,适当调整溶液中固形物含量在 0.2%~2% 范围内。

11.3.5.2 仪器参考条件

优化仪器操作条件,使待测元素的灵敏度等指标达到分析要求,编辑测定方法、根据待测元素的性质选择相应的内标元素,仪器操作参考条件、待测元素和内标元素的推荐质荷比 m/z 如下:

- a) 参考仪器条件:射频功率:1 500 W;等离子体气流量:15 L/min;载气流量:0.80 L/min;辅助气流量:0.40 L/min;氦气流量:4 mL/min~5 mL/min;雾化室温度:2 °C;样品提升速率:0.3 r/s;雾化器:高盐/同心雾化器;采样锥/截取锥:镍/铂锥;采样深度:8 mm~10 mm;采集模式:跳峰(Spectrum);检测方式:自动;每峰测定点数:1~3;重复次数:2~3。

- b) 分析模式:铅、汞,普通/碰撞反应池;砷、镉,碰撞反应池。

注:对没有合适消除干扰模式的仪器,需采用干扰校正方程对测定结果进行校正,铅、镉、砷、元素干扰校正方程如下: ^{208}Pb : $[^{208}\text{Pb}] = [206] + [207] + [208]$; ^{114}Cd : $[^{114}\text{Cd}] = [114] - 1.628\ 5 \times [108] - 0.014\ 9 \times [118]$; ^{75}As : $[^{75}\text{As}] = [75] - 3.127\ 8 \times [77] + 1.017\ 7 \times [78]$ 。

- c) 待测元素推荐选择的同位素和内标元素:铅, m/z 206/207/208,内标, $^{185}\text{Re}/^{195}\text{Pt}/^{209}\text{Bi}$;汞, m/z 200/202,内标, $^{185}\text{Re}/^{195}\text{Pt}/^{209}\text{Bi}$;镉, m/z 111,内标, $^{103}\text{Rh}/^{106}\text{Pd}/^{115}\text{In}$;砷, m/z 75,内标, $^{72}\text{Ge}/^{103}\text{Rh}/^{106}\text{Pd}/^{115}\text{In}$ 。

11.3.5.3 标准曲线的制作

将混合标准溶液或汞标准溶液注入电感耦合等离子体质谱仪中,测定待测元素和内标元素的信号响应值,以待测元素的浓度为横坐标、待测元素与所选内标元素响应信号值的比值为纵坐标,绘制标准曲线。

11.3.5.4 试样溶液的测定

将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体质谱仪中,测定待测元素和内标元素的信号响应值,根据标准曲线得到试样溶液中待测元素的浓度。

11.3.6 分析结果的表述

试样中待测元素含量按式(27)计算:

$$X_{28} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times V_3 \times f}{V_2 \times m \times 1\,000} \dots\dots\dots (27)$$

式中：

- X_{28} —— 试样中待测元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ —— 试样待测液中待测元素的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- ρ_0 —— 空白溶液中待测元素的质量浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- V_1 —— 试样溶解定容体积,单位为毫升(mL);
- V_3 —— 分取试样定容体积,单位为毫升(mL);
- f —— 稀释倍数;
- V_2 —— 分取试样体积,单位为毫升(mL);
- m —— 称取试样质量,单位为克(g);
- 1 000 —— 单位换算系数。

结果保留两位有效数字。

11.3.7 精密度

重复性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 20%。

11.3.8 其他

以称样量 10.0 g,定容至 100 mL,分取 2.5 mL,消解定容至 50 mL 计算,铅的方法检出限为 0.04 mg/kg,方法定量限为 0.10 mg/kg;砷的方法检出限为 0.004 mg/kg,方法定量限为 0.010 mg/kg;镉的方法检出限为 0.004 mg/kg,方法定量限为 0.010 mg/kg;汞的方法检出限为 0.002 mg/kg,方法定量限为 0.006 mg/kg。