

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXX—XXXX

食用盐中抗结剂柠檬酸铁铵的测定

Determination of ferric ammonium citrate in edible salt

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国盐业标准化技术委员会（SAC/TC 295）归口。

本文件起草单位：中盐安徽盐化集团股份有限公司、国家盐产品质量监督检验中心、广东省广盐集团股份有限公司、江苏苏盐井神股份有限公司。

本文件主要起草人：任青考、黄炳海、罗卫、顾中桂、赵君楠、李娜、武晓雨。

本文件为首次发布。

食用盐中抗结剂柠檬酸铁铵的测定

1 范围

本文件描述了两种食用盐中抗结剂柠檬酸铁铵含量的测定方法——火焰原子吸收光谱法和邻菲罗啉分光光度法。

本文件适用于食用盐中抗结剂柠檬酸铁铵含量的测定。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 火焰原子吸收光谱法

4.1 原理

试样中柠檬酸铁铵的铁与吡咯烷二硫代氨基甲酸铵络合，用甲基异丁基甲酮萃取，火焰原子吸收法测定。

4.2 试剂或材料

4.2.1 试剂规格

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。

4.2.2 甲基异丁基甲酮

4.2.3 甲酸

4.2.4 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液（10 g/L）

称取 1.00 g 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵，加水溶解，并定容至 100 mL，过滤后使用。用时新配。

4.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液

称取 54.4 g 乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ），溶于水，加入 92 mL 冰乙酸，稀释至 1000 mL，摇匀备用。

4.2.6 铁标准溶液（100 mg/L）

称取0.864 g硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,加10 mL体积分数为25%硫酸溶液,移入1000 mL容量瓶中,定容至刻度,摇匀备用。也可采用经国家认证并授予标准物质证书的铁标准溶液。

4.2.7 铁标准工作液(10 mg/L)

取10.00 mL铁标准溶液(4.2.6)至100 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀备用。

4.3 仪器设备

4.3.1 电子天平:感量为0.001 g和0.01 g。

4.3.2 原子吸收光谱仪。

4.3.3 移液枪:1 mL和0.1 mL。

4.3.4 可调式电热板。

4.3.5 恒温干燥箱。

4.4 试验步骤

4.4.1 空白样品的制备

称取100.00 g试样,置于500 mL烧杯中,加100 mL甲酸(4.2.3),充分搅拌后,静置20 min,过滤,并用40 mL甲酸(4.2.3)洗涤留在滤纸上的试样。洗涤完毕,将滤纸取下,放入表面皿,通风橱中自然干燥2 h。干燥完毕将滤纸上的试样倾倒在表面皿上,将表面皿置于恒温干燥箱中,于110 °C继续干燥2 h后,取出备用。

4.4.2 试样测定溶液的配制

称取20.00 g试样,加水溶解后,转移入100 mL容量瓶,定容后摇匀。准确移取10.00 mL溶液置于25 mL比色管中,加1 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.2.5),摇匀,加4 mL吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液(4.2.4)充分混匀后,加4 mL甲基异丁基甲酮(4.2.2),剧烈振荡萃取2 min,静置待测。同时用制备的空白样品(4.4.1)做空白试验。

4.4.3 标准系列溶液的配制

用移液枪分别移取0 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.8 mL、1.6 mL、2.4 mL的铁标准工作液(4.2.7)于25 mL比色管中,加10 mL水,加1 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.2.5),摇匀,加4 mL吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液(4.2.4)充分混匀后,加4 mL甲基异丁基甲酮(4.2.2),剧烈振荡萃取2 min,静置待测。此系列标准溶液中铁的质量分别为0 μg 、2.0 μg 、4.0 μg 、8.0 μg 、16.0 μg 、24.0 μg 。

4.4.4 仪器参考条件

波长248.3 nm,狭缝宽度0.2 nm,燃烧头高度5 mm,空气-乙炔火焰。

4.4.5 测定

使用原子吸收光谱仪,测定标准系列溶液、样品空白溶液和试样溶液的有机相的吸光度,以铁的质量为横坐标,仪器响应信号值为纵坐标,绘制曲线,计算回归方程。根据标准曲线得到样品空白溶液和试样溶液中铁的质量。

4.5 结果计算

试样中柠檬酸铁铵的含量按式（1）计算：

$$\omega = \frac{(m_1 - m_0) \times V_1}{m_2 \times V_2 \times 0.185} \quad (1)$$

式中：

ω ——试样中柠檬酸铁铵的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m_1 ——试样溶液中的铁的测得质量，单位为微克（ μg ）；

m_0 ——样品空白溶液中的铁的测得质量，单位为微克（ μg ）；

V_1 ——配制的试样溶液体积，单位为毫升（mL）；

m_2 ——称取的试样质量，单位为克（g）；

V_2 ——移取到比色管中的试样溶液体积，单位为毫升（mL）；

0.185——柠檬酸铁铵中铁含量的换算系数。

4.6 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应超过算术平均值的10%。

4.7 检出限

当试样称样量为20.00 g，溶解后定容的体积为100 mL，移取至比色管中的体积为10.00 mL时，方法的检出限为0.06mg/kg。

5 邻菲罗啉分光光度法

5.1 原理

柠檬酸铁铵中的三价铁离子被抗坏血酸还原成二价铁离子，在pH为2~9的条件下，二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色的络合物，用分光光度计于波长510 nm进行测定。

5.2 试剂或材料

5.2.1 试剂规格

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 盐酸溶液（1+1）

量取100 mL盐酸，溶于100 mL水中。

5.2.3 抗坏血酸溶液（20 g/L）

称取2.00 g抗坏血酸，加水溶解，并定容至100 mL，用时新配。

5.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液

称取6.40 g乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ），溶于水，加4.6 mL冰乙酸，加水定容，摇匀备用。

5.2.5 邻菲罗啉溶液（2 g/L）

称取0.20 g邻菲罗啉（ $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ），加水溶解，并定容至100 mL，摇匀备用。

5.3 仪器设备

5.3.1 电子天平：感量为0.001g和0.01 g。

5.3.2 分光光度计。

5.3.3 移液枪：1 mL。

5.4 试验步骤

5.4.1 标准曲线的绘制

分别取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL铁标准工作液（4.2.7）于50 mL比色管，加2 mL抗坏血酸溶液（5.2.3），5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（5.2.4），1 mL邻菲罗啉溶液（5.2.5），定容后摇匀，静置15min。此系列标准溶液中铁的质量浓度分别为：0 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.8 mg/L、1.2 mg/L、1.6 mg/L。于510 nm波长处，用3 cm比色池，测定吸光度，以铁的质量浓度为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线，计算回归方程。

5.4.2 试样测定

称取20.00 g试样，置于150 mL烧杯中，加80 mL水，1 mL盐酸溶液（5.2.2），煮沸2 min，冷却后置于100 mL容量瓶中，定容，摇匀备用。移取25.00 mL试样溶液于50 mL比色管中，加2 mL抗坏血酸溶液（5.2.3），5 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（5.2.4），1 mL邻菲罗啉溶液（5.2.5），定容后摇匀，静置15min。于510 nm波长处，用3 cm比色池，测定吸光度，与标准系列比较定量。同时用制备的空白样品（4.4.1）做空白试验。

5.5 结果计算

试样中柠檬酸铁铵的含量按式（2）计算

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_3 \times V_1}{m_2 \times V_2 \times 0.185} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω ——试样中柠檬酸铁铵的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ρ_1 ——试样测定溶液中铁的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——样品空白溶液中铁的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V_3 ——试样测定溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——配制的试样溶液体积，单位为毫升（mL）；

m_2 ——称取的试样质量，单位为克（g）；

V_2 ——移取到比色管中的试样溶液体积，单位为毫升（mL）；

0.185——柠檬酸铁铵中铁含量的换算系数。

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应超过算术平均值的10%。

5.7 检出限

当试样称样量为20.00 g，溶解后定容的体积为100 mL，移取至比色管中的体积为25.00 mL时，方法的检出限为0.05mg/kg。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示