

## 食品中氯化钠的测定方法

## Method for determination of sodium chloride in foods

本标准参照采用国际标准 ISO 1841—1981《肉与肉制品中氯化钠的测定》和 ISO 3634—1979《蔬菜制品中氯化钠的测定》。

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了使用容量法或电位滴定法测定食品中氯化钠的方法。

本标准的容量法适用于肉禽制品、水产制品、蔬菜制品、腌制品、调味品等食品中氯化钠的测定，不适用于深色食品；电位滴定法适用于上述各类食品中氯化钠的测定。

## 2 容量法(铁铵钒指示剂法)

### 2.1 原理

样品经处理、酸化后，加入过量的硝酸银溶液，以硫酸铁铵为指示剂，用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定过量的硝酸银。根据硫氰酸钾标准滴定溶液的消耗量，计算食品中氯化钠的含量。

### 2.2 试剂

所用试剂均为分析纯；水为蒸馏水或同等纯度的水(以下简称水)。

#### 2.2.1 冰乙酸(GB 676)。

#### 2.2.2 蛋白质沉淀剂

试剂 I：称取 106 g 亚铁氰化钾(GB 1273)溶于水中，转移到 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

试剂 II：称取 220 g 乙酸锌(HG 3—1098)溶于水中，并加入 30 mL 冰乙酸，转移到 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

2.2.3 硝酸溶液(1:3)：量取 1 体积浓硝酸(GB 627)与 3 体积水混匀。使用前须经煮沸、冷却。

2.2.4 80%乙醇溶液：量取 80 mL 95%乙醇(GB 679)与 15 mL 水混匀。

2.2.5 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液：称取 17 g 硝酸银(GB 670)溶于水中，转移到 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，置于暗处。

2.2.6 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液：称取 9.7 g 硫氰酸钾(GB 648)溶于水中，转移到 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

2.2.7 硫酸铁铵饱和溶液：称取 50 g 硫酸铁铵(GB 1279)溶于 100 mL 水中，如有沉淀须过滤。

2.2.8 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液和 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液的标定：称取 0.10~0.15 g 基准试剂氯化钠(GB 1253)或经 500~600 °C 灼烧至恒重的分析纯氯化钠(GB 1266)，精确至 0.000 2 g，于 100 mL 烧杯中，用水溶解，转移到 100 mL 容量瓶中。加入 5 mL 硝酸溶液(2.2.3)，边猛烈摇动边加入 30.00 mL ( $V_1$ ) 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液(2.2.5)，用水稀释至刻度，摇匀。在避光处放置 5 min，用快速定量滤纸过滤，弃去最初滤液 10 mL。

取上述滤液 50.00 mL 于 250 mL 锥形瓶中，加入 2 mL 硫酸铁铵饱和溶液(2.2.7)，边猛烈摇动边用 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液(2.2.6)滴定至出现淡棕红色，保持 1 min 不褪色。记录消耗硫氰

酸钾标准滴定溶液的毫升数( $V_2$ )。

取 0.1 mol/L 硝酸银标准滴定溶液 20.00 mL( $V_3$ )于 250 mL 锥形瓶中,加入 30 mL 水、5 mL 硝酸溶液(2.2.3)和 2 mL 硫酸铁铵饱和溶液(2.2.7)。以下按上述标定步骤操作记录消耗 0.1 mol/L 硫氰酸钾标准滴定溶液的毫升数( $V_4$ )。

计算:

根据硝酸银标准滴定溶液与硫氰酸钾标准滴定溶液的体积比( $F$ ),计算硝酸银标准滴定溶液和硫氰酸钾标准滴定溶液的浓度( $c_1, c_2$ ):

$$F = \frac{V_3}{V_4} = \frac{c_1}{c_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$c_2 = \frac{m_0}{V_1 - 2V_2F} \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$c_1 = c_2 \cdot F \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: $F$ ——硝酸银标准滴定溶液与硫氰酸钾标准滴定溶液的体积比;

$c_1$ ——硫氰酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$c_2$ ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m_0$ ——氯化钠的质量, g;

$V_1$ ——标定时加入硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

$V_2$ ——滴定时消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

$V_3$ ——测定体积比( $F$ )时,硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

$V_4$ ——测定体积比( $F$ )时,硫氰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

0.058 44——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [ $c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的氯化钠的质量, g。

## 2.3 仪器、设备

实验室常用仪器及下列各项:

2.3.1 组织捣碎机;

2.3.2 研钵;

2.3.3 水浴锅;

2.3.4 分析天平:感量 0.000 1 g。

## 2.4 试样的制备

2.4.1 固体样品:取去除不可食部分并具有代表性的样品至少 200 g,在研钵中研细,或加等量水在组织捣碎机中捣碎,置于 500 mL 烧杯中备用。

如干制品或半干制品,则将 200 g 样品切成细粒,加 2 倍水置于 500 mL 烧杯中,浸泡 30 min,然后在组织捣碎机中捣碎,置于 500 mL 烧杯中备用。

2.4.2 固液体样品:按固液体比例,取具有代表性的样品至少 200 g,去除不可食部分,在组织捣碎机中捣碎,置于 500 mL 烧杯中备用。

2.4.3 液体样品:取充分混匀的液体样品至少 200 g,置于 500 mL 烧杯中备用。

## 2.5 试液的制备

2.5.1 肉禽及水产制品:称取约 20 g 试样(2.4),精确至 0.001 g,于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 70 °C 热水沸腾后保持 15 min,并不断摇动。取出,冷却至室温,依次加入 4 mL 试剂 I 和 4 mL 试剂 I (2.2.2)。每次加入后充分摇匀,在室温静置 30 min。将锥形瓶中的内容物全部转移到 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用滤纸过滤,弃去最初部分滤液。

## 2.5.2 蔬菜制品

2.5.2.1 蛋白质及淀粉含量较高的试样(如蘑菇、青豆):称取约10 g试样(2.4),精确至0.001 g,于100 mL烧杯中,用80 %乙醇溶液(2.2.4)将其全部转移到100 mL容量瓶中,稀释至刻度充分振摇,抽提15 min。用滤纸过滤,弃去最初部分滤液。

2.5.2.2 其他蔬菜试样:称取约20 g试样(2.4),精确至0.001 g,于250 mL锥形瓶中,加入100 mL 70 °C热水,充分振摇,抽提15 min。将锥形瓶中的内容物全部转移到200 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用滤纸过滤,弃去最初部分滤液。

## 2.5.3 腌制品及调味品

2.5.3.1 腌制品试样:称取约10 g试样(2.4),精确至0.001 g,于250 mL锥形瓶中,加入100 mL 70 °C热水。以下按第2.5.2条步骤操作。

2.5.3.2 调味品试样:称取约5 g试样(2.4),精确至0.001 g,于100 mL烧杯中,加入适量水使其溶解(液体样品可直接转移),全部转移至200 mL容量瓶中。以下按2.5.2条步骤操作。

2.5.4 淀粉制品及其他制品:称取约20 g试样(2.4),精确至0.001 g,于250 mL锥形瓶中,加入100 mL 70 °C热水。以下按第2.5.2条步骤操作。

## 2.6 分析步骤

2.6.1 沉淀氯化物:取A mL试液(2.5),使之含50~100 mg氯化钠,于100 mL容量瓶中,加入5 mL硝酸溶液(2.2.3)。边猛烈摇动边加入20.00~40.00 mL 0.1 mol/L硝酸银标准滴定溶液(2.2.5),用水稀释至刻度,在避光处放置5 min。用快速定量滤纸过滤,弃去最初滤液10 mL。

当加入0.1 mol/L硝酸银标准滴定溶液后,如不出现氯化银凝聚沉淀,而呈现胶体溶液时,应在定容、摇匀后移入250 mL锥形瓶中,置沸水浴中加热数分钟(不得用直接火加热),直至出现氯化银凝聚沉淀。取出,在冷水中迅速冷却至室温,用快速定量滤纸过滤,弃去最初滤液10 mL。

2.6.2 滴定:取50.00 mL滤液(2.6.1)于250 mL锥形瓶中。以下按第2.2.8条步骤操作,记录消耗0.1 mol/L硫氰酸钾标准滴定溶液的毫升数( $V_6$ )。

2.6.3 空白试验:用50 mL水代替50.00 mL滤液,加入滴定试样时消耗0.1 mol/L硝酸银标准滴定溶液体积的二分之一,以下按第2.6.2条步骤操作。记录空白试验消耗0.1 mol/L硫氰酸钾标准滴定溶液的毫升数( $V_0$ )。

## 2.7 分析结果表述

食品中氯化钠的含量以质量百分率表示,按式(4)计算:

$$X_1(\%) = \frac{0.05844 \times c_1 \times (V_0 - V_6) \times K_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: $X_1$ ——食品中氯化钠的含量,质量百分率,%;

$V_0$ ——空白试验时消耗0.1 mol/L硫氰酸钾标准滴定溶液的体积,mL;

$V_6$ ——滴定试样时消耗0.1 mol/L硫氰酸钾标准滴定溶液的体积,mL;

$K_1$ ——稀释倍数;

$m$ ——试样的质量,g。

计算结果精确至小数点后第二位。

## 2.8 允许差

同一样品的两次测定值之差,每100 g试样不得超过0.2 g。

## 3 电位滴定法

### 3.1 原理