

前 言

本标准规定了水产及水产加工品中盐分含量的测定方法——直接滴定法和电位滴定法。本标准方法也适用于渔用饲料中盐分含量的测定。

本标准由农业部渔业局提出。

本标准由全国水产标准化技术委员会水产品加工分技术委员会归口。

本标准主要起草单位：国家水产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：翟毓秀。

水产品中盐分的测定

Determination of salt in aquatic products

1 范围

本标准规定了水产及水产加工品中盐分(以氯化钠计)的测定方法——直接滴定法、电位滴定法。

本标准适用于水产及水产加工品中盐分(以氯化钠计)含量的测定,渔用饲料中盐分(以氯化钠计)含量的测定也可参照本标准执行。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 5009.1—1996 食品卫生检验方法 理化部分 总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

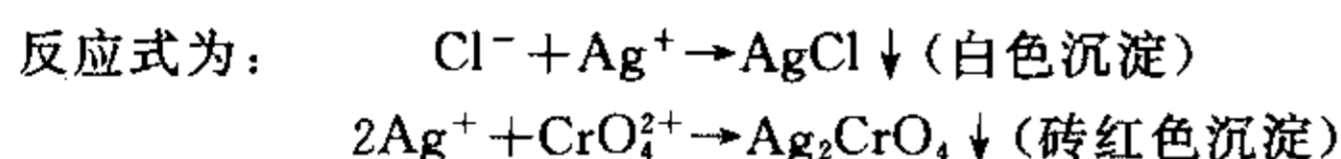
3 直接滴定法

3.1 范围

本方法适用于经处理后样品的水溶液颜色较浅的样品。

3.2 原理

样品经灰化完全后用水洗出氯离子(或经稀释后),用硝酸银溶液直接滴定,用铬酸钾溶液指示终点。



3.3 试剂

本方法所用水均为蒸馏水,蒸馏水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定;试剂为分析纯。

3.3.1 10%铬酸钾溶液:称取 10 g 铬酸钾固体,溶于 100 mL 水中。

3.3.2 0.1 mol/L 硝酸银标准液:按 GB/T 5009.1 中附录 B 的规定执行。

3.3.3 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 4 g 氢氧化钠溶于 1 000 mL 水中。

3.3.4 0.1 mol/L 盐酸溶液:移取 8.3 mL 盐酸于 1 000 mL 水中,混匀。

3.3.5 0.1%百里香酚蓝(麝香草酚蓝):按 GB/T 603 中 4.5.12 配制。

3.4 样品处理及试液制备

3.4.1 固体样品

粉末状样品可直接取样,片状或其他形状的大块样品需将样品处理成 3 mm×3 mm 以下小块或捣碎,混合均匀。

称试样 2~3 g(称准至 0.000 1 g)于干燥的 30 mL 瓷坩埚中,在电炉上炭化至无烟(样品水分大的可先在 130℃烘箱中烘干),放入 550~600℃高温炉中灼烧 2 h(至样品残渣易压碎为止),取出放冷。在

中华人民共和国农业部 2001-09-27 批准

2001-11-01 实施

坩埚内加入少量水润湿后用玻璃棒捣碎并研磨均匀,小心移入 100 mL 容量瓶中,摇匀过滤,取滤液备用(含盐量低的样品可直接全量过滤于 250 mL 三角烧瓶中)。

3.4.2 液体样品

称取充分混匀的样品 10 g(称准至 0.01 g)或移取 10 mL(按产品标准中标示单位要求确定)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度备用(如样品中含有悬浮物干扰测定,可用干滤纸过滤,弃取最初的 10 mL,取滤液备用)。

3.4.3 固液体样品

按固液体比例,取具有代表性样品至少 200 g,去除不可食部分,用研钵或组织捣碎机捣碎,混匀。取样品 5 g 于 30 mL 瓷坩埚中,在 130℃ 烘箱中烘干。在电炉上炭化至无烟,放入 550~600℃ 高温炉中灼烧 2 h,取出放冷后,在坩埚内加少量水用玻璃棒捣碎并研磨均匀转移入 100 mL 容量瓶中定容至刻度,混匀,过滤,滤液备用。

3.4.4 盐渍样品

用滤纸吸干样品表面水分,将表面附盐杂质去除干净(至肉眼看不见为止),捣碎混匀,或剪成 5 mm × 5 mm 以下的小块,混合均匀。

称取 20 g 样品(称准至 0.01 g)于 250 mL 烧杯中,加水 150 mL,加热煮沸,自然放冷后,将液体转入 500 mL 容量瓶中,然后将残渣用 50 mL 水冲洗三次,洗液合并于同一容量瓶中,放冷,用水稀释至刻度备用。

3.5 分析步骤

取 3.4 制备的样品液适量(含氯化钠 50~100 mg,含量低的样品可采用全量分析),于 250 mL 三角瓶中,加水至约 100 mL(必要时,加 2~3 滴百里香酚蓝指示剂,用 0.1 mol/L 盐酸或 0.1 mol/L 氢氧化钠滴定至刚显淡蓝色(pH 值在 6.5~10.5 之间),加 0.5 mL 10% 铬酸钾指示剂,用 0.1 mol/L 的硝酸银标准液滴定至刚显砖红色为终点,同时做一空白对照。

3.6 结果计算

样品中盐分含量按式(1)计算。计算结果保留至小数点后第二位。

$$X(\text{以 NaCl 计, \%}) = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.05845}{m \times \frac{V_1}{V_2}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——样品中盐分含量(以 NaCl 计), %;

V ——滴定样品所用硝酸银标准液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白所用硝酸银的体积, mL;

V_1 ——滴定移取滤液的体积, mL;

V_2 ——样品处理后的总体积, mL;

c ——硝酸银标准液的浓度, mol/L;

m ——称取样品的质量, g;

0.05845——与 1 mL 1 mol/L 硝酸银标准液相当的氯化钠质量, g。

3.7 重复性

同时做两个平行样,盐分含量 $\geq 3\%$ 时,测定结果相对偏差允许 3%;盐分含量 $< 3\%$ 时,测定结果绝对差允许 0.2%,结果取平行样的算术平均值。

3.8 注意事项

滴定时溶液的 pH 值应在 6.5~10.5 之间,否则测定结果会有误差。

4 电位滴定法

4.1 范围

本方法适用于样品处理后,溶液颜色较深、直接滴定法不易判断终点的样品。

4.2 原理

样品经处理后,取液体酸化,以甘汞电极为参比电极,银电极为指示电极,用硝酸银标准液滴定试液中的氯化钠,根据电位的突跃判定滴定终点,用硝酸银的消耗量计算氯化钠的含量。

4.3 试剂

4.3.1 稀硝酸(1+49):吸取 20 mL 硝酸用水稀释到 1 L。

4.3.2 0.1 mol/L 硝酸银:同 3.3.2。

4.4 仪器设备

4.4.1 电位计(或自动电位滴定仪):数字直读式,量程至少±700 mV,配有甘汞电极和银电极,银电极应经常冲洗。

4.4.2 电磁搅拌器:可调变速,调定后以恒速搅拌。

4.5 样品处理及试液制备

参见本标准 3.4 条。

4.6 分析步骤

取试液适量(含氯化钠 50~100 mg,含量低的样品可采用全量分析)于 250 mL 烧杯中,加水至约 50 mL,加稀硝酸(1+49)50 mL,插入电极,开动磁力搅拌器剧烈搅动,在无外溅并固定速度下,用硝酸银标准溶液进行滴定,按照电位计读数变化速度调节滴定速度(起始时每加 1 mL 滴定一次,在终点附近每滴入一滴读一次),以便准确绘制毫伏-硝酸银毫升数(E-V)的曲线。连续滴定至电位改变不明显为止,记录每次滴加硝酸银标准液的体积和电位。

在滴定曲线最大曲率的两点上划两条直线与轴成 45°斜度,并与滴定曲线相切来定出拐点,在此两直线当中画一条平行线,该线与滴定曲线的交点即为终点,记录所用硝酸银标准液的体积。

4.7 结果计算

样品中盐分含量按式(2)计算。计算结果保留至小数点后第二位。

$$X(\text{以 NaCl 计,}\%) = \frac{c \times V \times 0.05845}{m \times \frac{V_1}{V_2}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X——样品中盐分含量(以 NaCl 计), %;

V——滴定样品所用硝酸银标准液的体积, mL;

V₁——滴定移取滤液的体积, mL;

V₂——样品处理后的总体积, mL;

c——硝酸银标准液的浓度, mol/L;

m——称取样品的质量, g;

0.05845——与 1 mL 1 mol/L 硝酸银标准液相当的氯化钠质量, g。

4.8 重复性

同时做两个平行样,盐分含量≥3%时,测定结果相对偏差允许 3%;盐分含量<3%,测定结果绝对差允许 0.2%,结果取平行样的算术平均值。