

团 体 标 准

T/SATA 058—2023

食用盐中柠檬酸铁铵含量的测定 分光光度法

Determination of ammonium ferric citrate in edible salt

2023 - 04 - 18 发布

2023 - 05 - 18 实施

深圳市分析测试协会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器和设备	1
7 试验步骤	1
7.1 空白样品制备	2
7.2 标准曲线绘制	2
7.3 测定	2
8 分析结果与计算	2
9 精密度	2

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。

本文件由深圳市分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：华测检测认证集团股份有限公司、深圳市格物正源质量标准系统有限公司。

本文件主要起草人：罗雯、谢林云、邱险辉、储成群、单志学、贾艳艳、胡艳、何婷、陈仁熙、荣凤霞、杨涛、张秀芹、郭晓雷、梁伟方、严杏。

食用盐中柠檬酸铁铵含量的测定

分光光度法

1 范围

本文件规定了食用盐中柠檬酸铁铵含量的测定方法。
本文件适用于食用盐中柠檬酸铁铵含量的测定。
本文件分光光度法的检出限为 1.00 mg/kg，定量限为 3.00 mg/kg。

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 原理

在pH 2~6 的条件下，柠檬酸铁铵的铁被抗坏血酸还原成二价铁离子，邻菲罗啉与二价铁离子形成橙红色络合物，用分光光度计在波长 510 nm 处测定吸光度，计算。

5 试剂和材料

除非另有说明，本文件所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 中规定的三级水。

- 5.1 盐酸溶液（1+1）：量取 100 mL 盐酸，溶于 100 mL 水中。
- 5.2 抗坏血酸溶液（20 g/L）：称取 2.0 g 抗坏血酸溶解于 100 mL 水中。临用现配。
- 5.3 邻菲罗啉溶液（2 g/L）：称取 0.20 g 邻菲罗啉溶解于 100 mL 水中（必要时加热）。
- 5.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH=4.5）：称取 54 g 结晶乙酸钠，先加入少量水溶解，再加入 30 mL 冰乙酸，加水稀释至 1 L。
- 5.5 柠檬酸铁铵标准储备溶液（1 mg/mL）：准确称取 0.5000 g（精确至 0.1 mg）柠檬酸铁铵（纯度 >99%），加入 20 mL 盐酸溶液（5.1），加热煮沸 1 min，取下冷却后，加水定容至 500 mL。置 4 ℃ 冰箱储存，保存期为 7 天。
- 5.6 柠檬酸铁铵标准工作溶液（25 μg/mL）：准确移取 5.00 mL 柠檬酸铁铵标准储备溶液（5.5）于 200 mL 容量瓶中，加水定容。临用现配。

6 仪器和设备

- 6.1 分光光度计。
- 6.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.1 mg。

7 试验步骤

7.1 空白样品制备

称取 10 g (精确至 0.01 g) 氯化钠于烧杯中, 加少量水溶解, 移入 50 mL 容量瓶, 加水至刻度, 混匀, 过滤, 弃去初滤液, 然后吸取 25 mL 滤液于 50 mL 比色管中。

7.2 标准曲线绘制

吸取 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 柠檬酸铁铵标准工作溶液 (相当于 0 g、12.5 g、25.0 g、50.0 g、100.0 g、150.0 g、200.0 g、250.0 g 柠檬酸铁铵), 分别置于 50 mL 比色管中, 各加水至 25 mL。

7.3 测定

称取 10 g (精确至 0.01 g) 试样于烧杯中, 加少量水溶解, 移入 50 mL 容量瓶, 加水至刻度, 混匀, 过滤, 弃去初滤液, 然后吸取 25 mL 滤液于 50 mL 比色管中。

试样管和标准管各加入 2 mL 抗坏血酸溶液, 摇匀, 加入 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲液, 摇匀, 加入 1 mL 邻菲罗啉溶液, 摇匀, 放入沸水浴中加热 1 min, 取下冷却后, 加水稀释至 50 mL, 摇匀。室温下放置 15 min 后, 用 1 cm 比色皿, 以零管调节零点, 在 510 nm 波长处测定吸光度。以柠檬酸铁铵质量为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标绘制标准工作曲线。根据试样的吸光度, 从工作曲线查出测定用样液中柠檬酸铁铵的含量。同时做空白试验。

8 分析结果与计算

试样中柠檬酸铁铵的含量按公式 (1) 计算:

$$\chi = \frac{m_1 \times v_1 \times 1000}{m \times v_2 \times 1000} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

χ —— 试样中柠檬酸铁铵的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

m_1 —— 测定用样液中柠檬酸铁铵的含量, 单位为微克 (g);

v_1 —— 样品定容体积, 单位为毫升 (mL);

v_2 —— 测定体积, 单位为毫升 (mL);

m —— 试样的称样量 (g);

计算结果以两次独立测定结果的算术平均值表示, 结果保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下, 两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。