

ICS 67.050
B 50
备案号: 25986-2009

DB44

广东省地方标准

DB44/T 658—2009

水产品中明矾含量的测定

Determination of the alum in fishery products

2009-08-06 发布

2009-12-01 实施

广东省质量技术监督局 发布

前 言

本标准由广东省海洋与渔业局提出。

本标准由中国水产科学研究院南海水产研究所质量与标准化技术研究中心归口。

本标准起草单位：中国水产科学研究院南海水产研究所。

本标准主要起草人：岑剑伟、李来好、杨贤庆、郝淑贤、石红、马海霞、戚勃。

水产品中明矾含量的测定

1 范围

本标准规定了水产品中明矾含量的测定方法。

本标准适用于水产品中明矾含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

采用高氯酸溶液加热处理样品，充分释放出铝离子，乙二胺四乙酸二钠在酸性条件下与铝离子反应形成稳定的络合物，用锌标准溶液滴定多余的EDTA溶液，计算样品中明矾的含量。

4 试剂

除氧化锌为基准试剂外，本标准所用试剂均为分析纯，试验用水符合 GB/T 6682 规定的二级水或以上。

4.1 高氯酸溶液(0.6 mol/L)：取 50 mL 高氯酸加水定容至 1 000 mL。

4.2 乙二胺四乙酸二钠溶液(EDTA) (0.03 mol/L)：称取 11.2 g 乙二胺四乙酸二钠 ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$) 溶于 1 000 mL 水中，摇匀，保存于试剂瓶中。

4.3 氨水溶液(1+1)：取相同体积的氨水和水，混匀。

4.4 盐酸溶液(1+1)：取相同体积的浓盐酸和水，混匀。

4.5 乙酸钠缓冲液 (pH 4.2)：称取 54 g 乙酸钠 ($NaCOOCH_3 \cdot 3H_2O$) 溶于 950 mL 水中，用冰乙酸，调节 pH 值至 4.2，定容至 1 000 mL，摇匀。

4.6 六次甲基四胺—盐酸缓冲液 (pH 5.4)：称取 40 g 六次甲基四胺溶于 100 mL 水中，加入 15 mL 盐酸溶液 (1+1)，混匀，调节 pH 值至 5.4。

4.7 二甲酚橙指示剂(0.5 %)：称取 0.5 g 二甲酚橙，溶于 100 mL 水中，摇匀。

4.8 锌标准溶液(0.01 mol/L)：准确称取在 800℃灼烧至恒重的氧化锌 0.82 g (称准至 0.0001)，加入 1+1 盐酸溶液 7 mL 溶解，加入六次甲基四胺—盐酸缓冲液调节溶液 pH 值为 5.0，定容至 1 000 mL。锌标准溶液的准确浓度按公式(1)计算：

$$C = \frac{m}{81.37} \dots\dots\dots(1)$$

式中：C —— 锌标准溶液浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

81.37 —— ZnO 的摩尔质量，单位为克 (g)；

m —— 称取 ZnO 的质量，单位为克 (g)。

5 仪器

5.1 分析天平 (感量 0.0001 g)、天平 (感量 0.01 g)

- 5.2 捣碎机。
- 5.3 电炉。
- 5.4 马福炉
- 5.5 微量酸式滴定管：最小分度值为 0.01 mL。
- 5.6 烧杯：100 mL。
- 5.7 容量瓶：100 mL。
- 5.8 三角瓶：200 mL。

6 测定步骤

6.1 样品制备

称取水产品可食部分100 g于捣碎机中均匀捣碎，从中称取10 g（精确到0.01 g）于100 mL烧杯中
加入50 mL高氯酸溶液（0.6 mol/L）。加热煮沸6 min，冷却后定容至100 mL后过滤，取滤液备用。

6.2 滴定

吸取6.1样品提取溶液10 mL至200 mL三角瓶中，加入40 mL水。准确加入EDTA溶液(4.2)5 mL，加二
甲酚橙指示剂1滴，滴加氨水（4.3）至溶液变刚刚变红，再滴加盐酸溶液（4.4）至溶液变黄并过量3
滴，加5 mL乙酸钠缓冲液（4.5），煮沸1 min后，冷却至室温，再用氨水（4.3）调至溶液刚刚变红后，
用盐酸（4.4）调至溶液变黄，加入10 mL六次甲基四胺—盐酸缓冲液（4.6），二甲酚橙指示剂2滴，用
锌标准溶液（4.8）滴定至溶液由黄色变为酒红色为终点。同时进行空白试验。

6.3 结果计算

明矾的含量按公式(2)计算：

$$X = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.4742}{m \times 10 / 100} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- X ——样品中明矾的含量，单位为质量百分数（%）；
 - V_0 ——滴定空白所用锌标准液体积，单位为毫升（mL）；
 - V ——滴定样品用锌标准液体积，单位为毫升（mL）；
 - c ——锌标准液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
 - m ——称取样品的质量，单位为克（g）；
 - 0.4742 ——明矾的毫摩尔质量，单位为克（g）；
- 计算结果保留三位有效数字。

7 方法检测限

本方法检测限为0.05%。

8 精密度

平行测定结果 RSD≤10%。