

中华人民共和国国家标准

GB/T 9984.10—2004/ISO 5375:1979
代替 GB/T 9984.10—1988

工业三聚磷酸钠(包括食品工业用) 氮的氧化物含量的测定 3,4-二甲苯酚分光光度法

**Sodium tripolyphosphate for industrial use(including foodstuffs)—
Determination of oxides of nitrogen content—3,4-Xylenol
spectrophotometric method**

(ISO 5375:1979 Condensed phosphates for industrial use(including
foodstuffs)—Determination of oxides of nitrogen content—
3,4-Xylenol spectrophotometric method, IDT)

2004-03-15 发布

2004-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 9984《工业三聚磷酸钠试验方法》系列标准分为 11 个部分：

GB/T 9984.1 工业三聚磷酸钠 白度的测定

GB/T 9984.2 工业三聚磷酸钠 总五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法

GB/T 9984.3 工业三聚磷酸钠 离子交换柱色谱法分离测定不同形式的磷酸盐

GB/T 9984.4 工业三聚磷酸钠 水不溶物的测定

GB/T 9984.5 工业三聚磷酸钠和焦磷酸钠 灼烧损失的测定

GB/T 9984.6 工业三聚磷酸钠 铁含量的测定 2,2'-联吡啶分光光度法

GB/T 9984.7 工业三聚磷酸钠 pH 的测定 电位计法

GB/T 9984.8 工业三聚磷酸钠 颗粒度的测定

GB/T 9984.9 工业三聚磷酸钠 表观密度的测定 给定体积称量法

GB/T 9984.10 工业三聚磷酸钠(包括食品工业用) 氮的氧化物含量的测定 3,4-二甲苯酚分光光度法

GB/T 9984.11 工业三聚磷酸钠 I 型含量的测定

本部分为 GB/T 9984 的第 10 部分。

本部分代替 GB/T 9984.10—1988《工业三聚磷酸钠(包括食品工业用) 氮的氧化物含量的测定 3,4-二甲苯酚分光光度法》。

本部分等同采用 ISO 5375:1979《工业用缩合磷酸钠(包括食品工业用) 氮的氧化物含量的测定 3,4-二甲苯酚分光光度法》(英文版)。

为了便于使用,本标准做了如下的编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”,代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本部分起草单位:国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)。

本部分主要起草人:姚晨之、李晓辉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 9984.10—1988。

工业三聚磷酸钠(包括食品工业用)

氮的氧化物含量的测定

3,4-二甲苯酚分光光度法

1 范围

本标准规定了工业用三聚磷酸钠(包括食品工业用)氮的氧化物含量的测定 3,4-二甲苯酚分光光度法。

本标准适用于以氮(N)计的氧化物含量等于或大于 2 mg/kg 的三聚磷酸钠产品。

2 原理

用高锰酸钾将试样中三价氮氧化成五价氮。

五价氮与 3,4-二甲苯酚在规定条件下反应生成硝酸盐的衍生物。蒸馏硝酸盐的衍生物并用氢氧化钠溶液吸收。在波长约 435 nm 处对黄色的硝基苯酚进行分光光度测量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 乙酸高汞(HG/T 31096);

3.2 硫酸(GB/T 625),约 80%(质量分数)的溶液

将 800 mL 硫酸(密度约 1.84 g/mL)小心加入到 200 mL 水中,并加热至放出白烟以除去硫酸中氮的氧化物。冷却,将此发烟酸加入到另外的 200 mL 水中,并再次加热至发烟。再重复一次稀释和发烟。

冷却,在搅拌下将该硫酸 750 mL 加入到 250 mL 水中。

3.3 3,4-二甲苯酚,50 g/L 乙酸溶液

取 3,4-二甲苯酚 5 g 溶解于冰乙酸中,并用冰乙酸(GB/T 676)稀释至 100 mL。

此溶液在低于 5℃ 贮存。

3.4 高锰酸钾(GB/T 643),约 16 g/L 溶液。

3.5 氢氧化钠(GB/T 629),约 80 g/L 溶液。

3.6 过氧化氢(HG/T 1082),1 g/L 溶液。

3.7 硝酸钾(GB/T 647),相当于每毫升含氮 500 μg 的标准溶液

称取预先在 120℃ 干燥 2 h 并在干燥器中冷却了的硝酸钾 3.609 g(精确到 0.001 g)。溶解于少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度并混匀。1 mL 此标准溶液含氮 500 μg。

3.8 硝酸钾(GB/T 647),相当于每毫升含氮 5 μg 的标准溶液

移取 10.0 mL 标准硝酸钾溶液(3.7)于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度并混匀。

1 mL 此标准溶液含氮 5 μg。

4 仪器

常用实验室仪器和

4.1 水浴,能控制在 35℃ ± 1℃;

4.2 蒸馏装置,带有 24/29 锥形磨口玻璃接头和下列部件(见图 1);

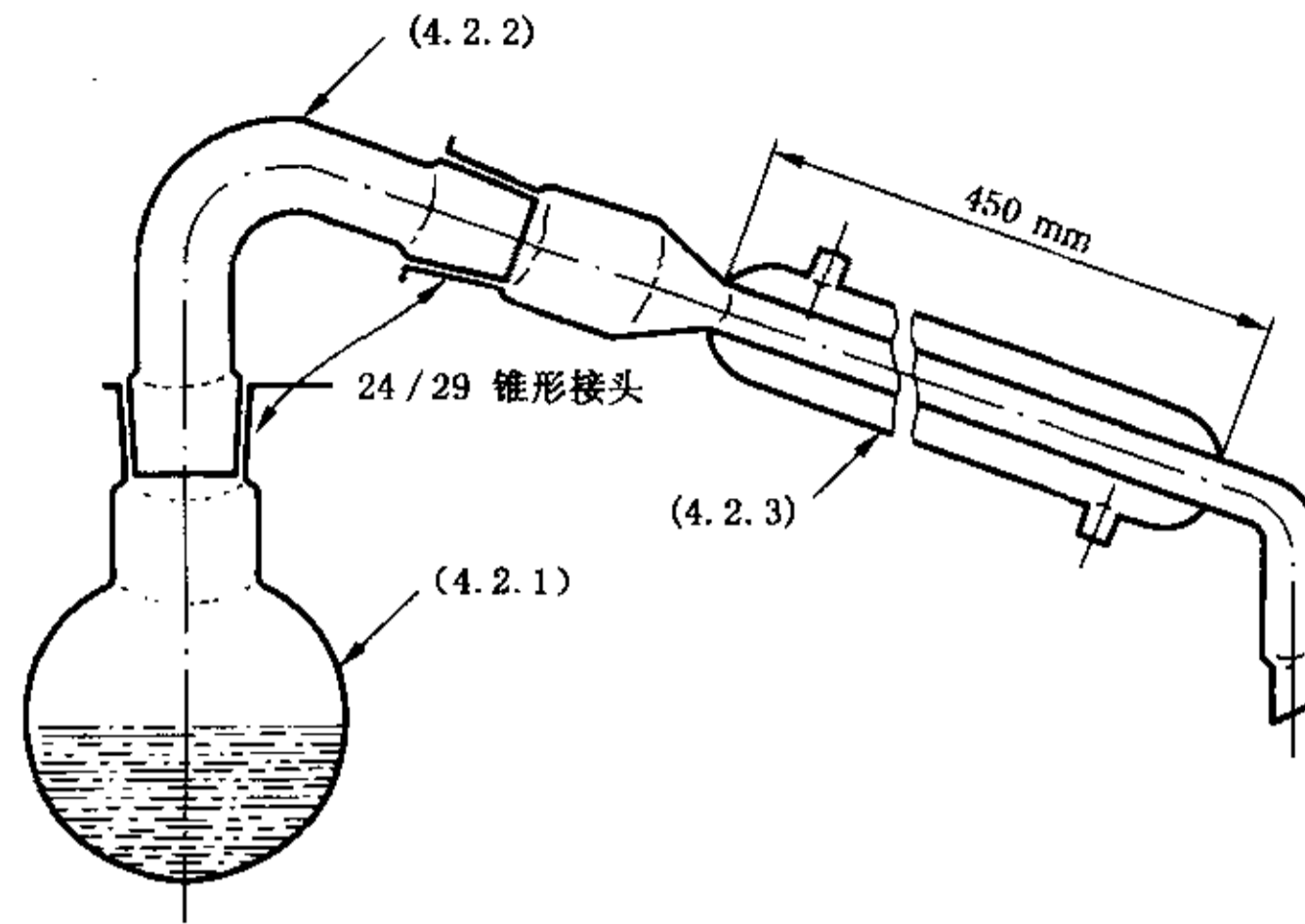


图 1 蒸馏装置

- 4.2.1 蒸馏烧瓶, 容积为 250 mL;
- 4.2.2 回收弯头, 75°角;
- 4.2.3 李比希式冷凝器(即直管冷凝器), 水循环, 有效长度约 450 mm, 与回收弯头(4.2.2)相接;
- 4.3 分光光度计。

5 程序

注意: 蒸馏残液含有汞盐, 为防止废水污染, 溶液可以如下处理以除去和回收汞盐:

- a) 将残液收集于一容积合适的容器中;
- b) 用过量的亚硫酸钠在碱性介质中沉淀汞;
- c) 过量亚硫酸盐用过氧化氢氧化以防止汞以聚亚硫酸盐形式重新溶解;
- d) 倾析滤去无汞溶液;
- e) 将不溶性残渣转入贮藏容器, 日后由专门公司回收汞。

5.1 试验份

称取试样约 1 g, 精确到 0.001 g。

5.2 空白试验

按同样程序, 应用测定中所用同量全部试剂, 在测定的同时作一空白试验。

5.3 校正曲线的制作

5.3.1 光度测量用标准比色溶液的制备(采用光径长度为 4 cm 或 5 cm 的比色池)

在七个蒸馏烧瓶(4.2.1)中, 按表 1 体积加入标准硝酸钾溶液(3.8), 每瓶内容物用水稀释到 5 mL 并作如下处理:

将蒸馏瓶(4.2.1)置入冰水浴中, 各瓶加入 0.200 g 乙酸高汞(3.1)。然后, 在搅拌下一小部分一小部分地缓缓加入 15 mL 硫酸溶液(3.2), 使温度始终不超过 35°C。逐滴加高锰酸钾溶液(3.4), 其量应能使溶液转为粉红色且稳定数分钟, 再逐滴滴加过氧化氢溶液(3.6)使溶液脱色。从水浴上取下烧瓶, 加入 3,4-二甲苯酚溶液(3.3)1 mL, 搅拌并将烧瓶置入水浴(4.1), 控温 35°C ± 1°C, 不时地搅拌。30 min 后, 在搅拌下小心加水 100 mL。

注: 加入乙酸高汞是为避免氯化物的干扰。

表 1 标准硝酸钾溶液的移取量

标准硝酸钾溶液(3.8)/mL	相应含氮量/ μg	标准硝酸钾溶液(3.8)/mL	相应含氮量/ μg
0 ^a	0	3.0	15
0.4	2	4.0	20
1.0	5	5.0	25
2.0	10	^a 补偿溶液	

5.3.2 蒸馏

将烧瓶与装置(4.2)相连接上,加热至沸后在约 15 min 内收集 30 mL 馏出物于一盛有 10 mL 氢氧化钠溶液(3.5)的 50 mL 单刻度容量瓶中。停止冷凝水的循环,并再蒸出几毫升。将盛有蒸馏物的容量瓶冷却到室温,稀释至刻度并混匀。

5.3.3 分光光度测量

15 min 后用分光光度计(4.3)在最大吸收波长(波长约 435 nm)处进行测量,仪器要在补偿溶液校正到零点吸收后方可进行。

5.3.4 曲线图的绘制

以 50 mL 标准溶液中的含氮(N)量(μg)为横坐标,相应的吸光度值为纵坐标作图。

5.4 测定

5.4.1 试液的制备

5.4.1.1 如试验份(5.1)中含有(2~25) μg 以氮(N)计的氮的氧化物,可直接置入蒸馏瓶(4.2.1),加水 5 mL 后,按 5.4.1.3 进行。

5.4.1.2 如试验份(5.1)含氮的氧化物量(以 N 计)超过 25 μg ,可先溶于水,然后定量转移此溶液于一容积适宜的容量瓶中,稀释至刻度并混匀。该溶液每 5 mL 应含有(2~25) μg (N)。将此溶液 5.0 mL 移入蒸馏烧瓶(4.2.1)中后按 5.4.1.3 进行。

5.4.1.3 将蒸馏烧瓶及内容物放入冰水浴并加入 0.200 g 乙酸高汞(3.1)。然后在搅拌下非常缓慢地一小部分一小部分加入 15 mL 硫酸溶液(3.2),务使温度始终不超过 35 $^{\circ}\text{C}$ 。逐滴加高锰酸钾溶液(3.4)至出现的粉红色稳定数分钟。然后逐滴加入过氧化氢溶液(3.6)使溶液脱色。从冰水浴上取下烧瓶,加入 3,4-二甲苯酚溶液(3.4)1 mL,搅拌并置烧瓶于水浴上(4.1),控制于 35 $^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$,不断地搅拌,30 min 后,在搅拌下向烧瓶内小心加入 100 mL 水。

5.4.2 蒸馏

将烧瓶与蒸馏装置(4.2)连接并按 5.3.2 进行蒸馏。

5.4.3 分光光度测量

试液(5.4.2),空白溶液(5.2)按 5.3.3 规定进行分光光度测量。仪器须先用水校正至零吸光度。

6 结果计算

由试验溶液的净吸光度从标准曲线(5.3.4)上查得相应的含氮(N)量(μg)。

三聚磷酸钠试样中氮的含量(质量分数)以(N)表示,单位为 mg/kg,按下式计算:

$$w(\text{N}) = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times D$$

式中:

m_1 ——试液中测得的氮量, μg ;

m_2 ——空白试液中测得的氮量, μg ;

m_0 ——试验份(5.1)的质量,g;

D ——试液体积(mL)对测定用体积(mL)之比(以全部试液进行测定的 D 等于 1)。

以两次测定结果的算术平均值表示至个位作为测定结果。

7 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 所用的参考方法；
 - b) 结果和所用的表示方法；
 - c) 测定过程中出现的任何异常现象；
 - d) 本标准未包括的任何操作或自选操作；
 - e) 试验日期。
-