

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0623—1996



20010040

出口食盐检验规程

Rule for inspection of edible salt for export

1997-02-13 发布

1997-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

目 次

前言 Ⅲ

1 范围 1

2 引用标准 1

3 定义 1

4 抽样 2

5 检验 3

6 检验结果的判定 6

7 不合格的处置 6

8 检验有效期 6

9 附录 A(标准的附录) 钙、镁、硫酸根离子 ICP-AES 测定法..... 7

前 言

本标准是根据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》和 GB 5461—92《食用盐》,并参阅了国内外食盐检验有关标准方法以及国际市场对食盐质量的要求而制定。它为我国出口食盐检验提供一个统一的检验依据,以促进出口食盐检验工作质量的进一步提高,适应对外贸易发展的需要。

本规程以既能满足出口食盐检验要求,又能适合我国实际情况,切实可行原则。本标准依据 GB 5461—92《食用盐》的规定,在技术内容上借鉴了 GB 5461—92《食用盐》,并根据出口检验工作的需要增加了一部分特有的内容,包括抽样、钾的测定、钙、镁、硫酸根的 ICP-AES 快速测定法、包装标志检验、重量鉴定及检验结果的判定,进一步完善了出口食盐检验工作。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国江苏进出口商品检验局。

本标准主要起草人:蔡宝亮、王立英、杨淑兰、笪靖祥、陆成良、钱成、袁为宏。

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口食盐检验规程

SN/T 0623—1996

Rule for inspection of edible salt for export

1 范围

本标准规定了出口食盐的检验方法。

本标准适用于出口食盐的抽样、感官检验、理化检验、包装标志检验、重量鉴定及检验结果的判定。

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为本标准的条文。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 5461—92 食用盐

GB/T 13025.1—91 制盐工业通用试验方法 粒度的测定

GB/T 13025.2—91 制盐工业通用试验方法 白度的测定

GB/T 13025.3—91 制盐工业通用试验方法 水分的测定

GB/T 13025.4—91 制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定

GB/T 13025.5—91 制盐工业通用试验方法 氯离子的测定

GB/T 13025.6—91 制盐工业通用试验方法 钙和镁离子的测定

GB/T 13025.7—91 制盐工业通用试验方法 碘离子的测定

GB/T 13025.8—91 制盐工业通用试验方法 硫酸根离子的测定

GB 13025.9—91 制盐工业通用试验方法 铅离子的测定(光度法)

GB 13025.10—91 制盐工业通用试验方法 亚铁氰化钾的测定

SN/T 0188—93 进出口商品衡器鉴定规程 衡器鉴重

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 检验批

生产日期相近、加工工艺相同、规格相同、品质均匀、标志一致并具有同样质量证明书的一次出口的产品为一个检验批。

3.2 份样

在一个检验批货物的一个点或一个部位取出的样品。

3.3 大样

由全部份样组成的样品。

3.4 定量包装

同一包装,且净重、皮重又基本一致的包装称为定量包装。

3.5 有害杂质

各种有毒、有害或有碍食品卫生的物质,包括蚊、蝇、虫、玻璃碎屑、橡胶、塑料、漆片、头发、金属物及其他污秽物。

3.6 一般物质

不属于 3.5 条的其他杂质。

3.7 安全卫生项目

重金属、有害杂质等。

4 抽样

4.1 抽样条件

4.1.1 抽样工具

4.1.1.1 不锈钢取样杆

一般采用长约 550 mm、外径约 15 mm、在离柄约 50 mm 处沿管开一宽约 10 mm 的槽直至尖端,尖端约 30°斜角的不锈钢管制得(见图 1)。

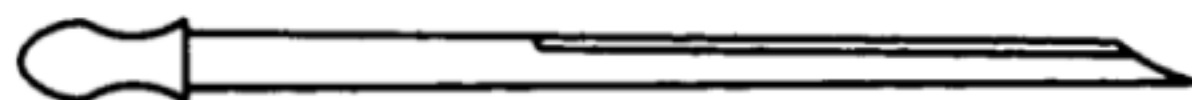


图 1 不锈钢取样杆

4.1.1.2 不锈钢取样铲

4.1.1.3 塑料袋或磨口瓶

4.1.2 抽样场所

进库产品应成批堆放,做到堆垛整齐,批次清楚,抽样场所应光线良好,清洁卫生,便于抽样。

4.2 抽样数量

以一个检验批为单位进行抽样。

4.2.1 份样数的确定

份样数的抽取按表 1 确定。

表 1 选取份样数的规定

总件数	选取最少份样数
1~50	11
51~100	14
101~150	16
151~200	18
201~250	19
251~300	20
301~350	21
351~400	22
401~450	23
451~500	24
501 件及以上	$3 \times \sqrt[3]{N}$ (N 为总件数)如遇小数时,则进为整数

4.2.2 份样量

每个份样取出的试样质量不少于 100 g。

4.3 抽样方法

4.3.1 扦样应具有代表性。按检验批在堆垛四周、上、中、下各部位以曲线走向,随机抽取。

4.3.2 将不锈钢样扦按一定角度插入包装袋中,扦子应槽口向下,将扦子转动两三次,小心地把扦子抽回,并注意抽回时应保持槽口向上,将样品迅速倒入塑料袋中,扎紧袋口。如有外包装,则应先打开外包装然后用不锈钢取样铲随机取样。

4.4 样品制备

将所抽份样充分混匀后组成大样(重量不少于 2 kg),用圆锥四分法将其缩分成总量不少于 500 g 的试样二份,分别装入干燥洁净的塑料袋或具塞磨口瓶中,并贴上标签,注明品名、数/重量、批号、抽样地点、抽样时间、抽样人等。1 份试样用于品质检验,1 份作为存查样品。

4.5 样品存查

根据对外贸易惯例和合同规定的条款进行妥善保存,玻璃瓶装以蜡封口,塑料袋装密封保存,规定不明确的,一般保存 6 个月。

5 检验

5.1 感官检验

5.1.1 检验场所条件

5.1.1.1 检验场所应光线充足,通风良好,清洁、卫生、无异味。

5.1.1.2 检验台台面应光滑平整,耐腐蚀、易于清洗、消毒,保持清洁卫生。

5.1.2 检验用具

白色瓷皿、玻璃棒、烧杯、瓷研钵。

5.1.3 色泽检验

取约 50 g 试样(4.4)均匀撒在白色瓷盘内,检查食盐的颜色是否呈白色。

5.1.4 气味检验

取约 20 g 试样(4.4)于瓷研钵中研碎后,闻其气味是否正常,是否有其他异味。

5.1.5 滋味检验

取约 5 g 试样(4.4)溶于 100 mL 水中,口尝其水溶液应具有特有的咸味。

5.1.6 杂质检验

在进行以上检验的同时,检验是否有一般杂质和有害杂质。

5.2 理化检验

本方法所用试剂和水在没有注明其他要求时,均使用分析纯试剂或蒸馏水(或相应纯度的水)。

本方法规定的允许误差系指两次平行测定结果不超过的差值。

5.2.1 粒度

按 GB/T 13025.1 规定方法操作。

5.2.2 白度

按 GB/T 13025.2 规定方法操作。

5.2.3 水分

按 GB/T 13025.3 规定方法操作。

5.2.4 水不溶物

按 GB/T 13025.4 规定方法操作。

5.2.5 氯离子

按 GB/T 13025.5 规定方法操作。

5.2.6 钙和镁离子

按 GB/T 13025.6 或附录 A 规定方法操作。

5.2.7 碘离子

按 GB/T 13025.7 规定方法操作。

5.2.8 硫酸根离子

按 GB/T 13025.8 或附录 A 规定方法操作。

5.2.9 钾离子(此项测定只用于加钾食盐)

5.2.9.1 方法提要

试样用水溶解后,在弱碱性溶液中四苯硼酸钠与钾离子生成四苯硼钾沉淀物,沉淀物经干燥后称重。加入乙二胺四乙酸二钠消除其他阳离子的干扰。

5.2.9.2 仪器、设备

- a) 4 号玻璃坩埚:滤板孔径 5~15 μm 。
- b) 一般实验室仪器、设备。

5.2.9.3 试剂和溶液

- a) 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:100 g/L,配制:溶解 10 g EDTA 于 100 mL 水中。
- b) 氢氧化钠溶液:200 g/L,配制:溶解 20 g 不含钾的氢氧化钠于 100 mL 水中。
- c) 酚酞指示液:5 g/L,配制:称取 0.5 g 酚酞溶解于 100 mL 95% 乙醇溶液中。
- d) 氢氧化铝。
- e) 四苯硼酸钠溶液:25 g/L,配制:称取 6.25 g 四苯硼酸钠于 400 mL 烧杯中,加入约 200 mL 水使其溶解,加入 5 g 氢氧化铝,搅拌 10 min,用慢速滤纸过滤,如滤液呈浑浊,必须反复过滤至澄清,集全部滤液于 250 mL 容量瓶中,加入 1 mL 氢氧化钠溶液 b),然后稀释至标线,摇匀,使用前重新过滤。
- f) 四苯硼酸钠洗液:1 g/L,配制:吸取四苯硼酸钠溶液 e) 20 mL 加水稀释至 500 mL。

5.2.9.4 测定

称取 2.5 g 试样(4.4),精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后过滤,并弃去最初滤液。

准确吸取 25 mL 滤液(样液中氯化钾含量不得超过 48 mg)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL EDTA 溶液 a)、2 滴酚酞指示液,在不断搅拌下逐滴加入氢氧化钠溶液 b),直至试液的颜色变成粉红色,然后再过量 1 mL,摇匀(此时试液体积约 40 mL)。

在不断搅拌下,逐滴加入按理论量 16 mg 氯化钾需 3 mL 四苯硼酸钠溶液 e)多 4 mL 的四苯硼酸钠溶液 e),静止 0.5 h。

在预先经 120℃ 烘至恒重的 4 号玻璃坩埚抽滤沉淀,将沉淀用四苯硼酸钠溶液 f)全部洗入坩埚内,再用该洗液洗涤 5 次,每次用 5 mL,最后用水洗涤 2 次,每次用 2 mL。

将坩埚连同沉淀置于 120℃ 电烘箱内,干燥 1 h 取出,放入干燥器冷却至室温后称重¹⁾(称准至 0.000 1 g)。

同时做空白试验。

5.2.9.5 以质量百分数表示的氯化钾(KCl)含量(X)按式(1)计算:

$$X(\%) = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.2081}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——所取试样中四苯硼钾沉淀的质量,g;

m_2 ——空白试验中四苯硼钾沉淀的质量,g;

m ——吸取试样溶液相当于试样的质量,g;

0.2081——四苯硼钾换算为氯化钾的系数。

1) 坩埚的处理:将坩埚中沉淀物洗掉后放入丙酮溶液中浸泡 0.5 h,取出冲洗干净,放入蒸馏水中煮沸片刻抽滤,烘干。

5.2.9.6 允许误差

氯化钾百分含量平行测定结果的绝对值不大于 0.2%。

5.2.10 微量铅离子限量的测定

5.2.10.1 分光光度法

按 GB 13025.9 规定方法操作。

5.2.10.2 原子吸收法

按 GB 5461 中 5.10 规定方法操作。

5.2.11 微量砷离子限量的测定

按 GB 5461 中 5.11 规定方法操作。

5.2.12 微量氟离子限量的测定

按 GB 5461 中 5.13 规定方法操作。

5.2.13 亚铁氰化钾限量的测定

按 GB 13025.10 规定方法操作。

5.2.14 氯化钠百分含量的计算

由上述各项检验的结果,得出食盐样品所含单项离子的百分含量,然后依表 2 所标注顺序号计算化合物成分。依次计算硫酸钙、硫酸镁、硫酸钠、氯化钙、氯化镁、氯化钾之和,其余氯离子计算为氯化钠含量。

若依顺序号计算时,某种化合物因阴离子或阳离子不存在而不能形成,即依次以下一顺序号递补进行计算,计算结果算至小数点后第三位,取至第二位。

检验所得化合物百分数总和加上水不溶物、水分(140℃烘干失重加残留结晶水或 600℃灼烧测定值)之和为 99.50%~100.50%时,认为分析数据成立。

食盐在 140℃时的残留结晶水,以硫酸钙含 1/2 个结晶水,硫酸镁含 1 个结晶水,氯化镁含 2 个结晶水,氯化钙含 2 个结晶水计算。

表 2 化合物成分计算顺序表

阳 离 子 阴 离 子	钙离子	镁离子	钾离子	钠离子
硫酸根	1 硫酸钙	2 硫酸镁	—	3 硫酸钠
氯离子	4 氯化钙	5 氯化镁	6 氯化钾 ¹⁾	7 氯化钠
¹⁾ 氯化钾:适用于加钾食盐。				

5.3 重量鉴定

5.3.1 衡器

符合国家计量部门的有关规定,并在规定的有效期内。

衡器的最大称量值应不高于被衡商品重量的 5 倍,特殊情况下可适当放宽,但不得高于被衡商品重量的 10 倍。

5.3.2 鉴定方法

按 SN/T 0188 规定方法进行。

5.3.3 核算净重

按 SN/T 0188 规定方法从每个检验批随机抽取 5~50 件检查毛重、皮重,核算净重,并按抽查部分每件平均净重推算全批总净重。每件净重按式(2)计算:

$$m_5 = m_3 - m_4 \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_5 ——每件食盐净重的质量,kg;
 m_3 ——每件食盐毛重的质量,kg;

m_4 ——每件皮重的质量,kg。

5.4 包装标志检验

5.4.1 外包装检验

检查包装使用性能,即检查外包装是否坚固、完整,是否清洁卫生、有无污染、破损、潮湿、霉变现象,封口是否牢固,适合于长途运输。

5.4.2 内包装检验

检查内包装塑料袋有无破损、污染,扎口或封口是否牢固,符合规定。

5.4.3 标志检验

检查包装上的品名、唛头、批号、重量等标志是否准确、清晰并与内容物相符。

6 检验结果的判定

根据以上项目检验,依据对外贸易合同、信用证及有关质量标准进行判定,检验合格的则判为合格批。

7 不合格的处置

7.1 经检验有一项指标不合格,则判该检验批为不合格批。

7.2 判为不合格的检验批,申请复查时,应加倍取样,其复查结果按 7.1 条判定。

7.3 涉及安全卫生的不合格产品,不得复查。

8 检验有效期

检验有效期为 3 个月。

附录 A

(标准的附录)

钙、镁、硫酸根离子 ICP-AES 测定法

A1 原理

以高纯氯化钠作基体,测定钙、镁、硫酸根混合标准系列溶液的发射强度,绘制浓度-强度标准工作曲线,经过仪器两点标准化校准后测定样品溶液中待测元素含量。

A2 仪器

具有钙、镁、硫通道的真空型等离子发射光谱仪。

A3 试剂和溶液

A3.1 硫酸根(SO_4^{2-})标准储备液(1 mg/mL)

准确称取经 110℃ 烘干 2 h 的无水硫酸钾 1.814 0 g,溶解于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A3.2 钙离子(Ca^{2+})标准储备液(1 mg/mL)

准确称取经 110℃ 烘干 2 h 的碳酸钙 2.497 3 g 于 300 mL 烧杯中,加少量水湿润后,盖上表面皿,滴加盐酸(1+1)使其溶解,加热煮沸,除去二氧化碳,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A3.3 镁离子(Mg^{2+})标准储备液(1 mg/mL)

准确称取在 950℃ 灼烧过的氧化镁 1.658 3 g 于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,逐滴加入约 30 mL 盐酸(1+1),加热溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A3.4 钙离子、镁离子、硫酸根离子混合标准系列溶液

表 A1 钙离子、镁离子、硫酸根离子混合标准溶液的配制

元 素 瓶 号	浓 度, $\mu\text{g/mL}$				
	1	2	3	4	5
Ca^{2+}	0	0.2	0.5	1.0	5.0
Mg^{2+}	0	1.0	5.0	10.0	25.0
SO_4^{2-}	0	5.0	10.0	50.0	100.0

在一组 5 个 500 mL 容量瓶中,采用上述 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 的标准储备液(1 mg/mL),按表 A1 分别配制成所需的混合标准系列溶液,并在每个瓶内加入 0.95 g 氯化钠(高纯试剂)使基体与样品溶液匹配(如是低钠盐,基体应考虑加入相当量的基准氯化钠和氯化钾)。

A4 分析样品溶液的制备

准确称取品质检验用样品(4.4)1.0 g(称准至 0.000 2 g)于 100 mL 烧杯中,加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,必要时过滤。

A5 测定

A5.1 测定条件

A5.1.1 测定波长

测定元素谱线波长按表 A2 进行。

表 A2 钙、镁、硫元素谱线波长

元素	Ca	Mg	S
波长,m	3933.7×10^{-10}	2802.7×10^{-10}	1807.3×10^{-10}

A5.1.2 仪器参数

入射功率 1.2 kW 保护气 3.4 L/min
载气流量 1.0 L/min 观察高度 感应线圈上方 15 mm
冷却气 10.5 L/min 样液提升量 2.7 mL/min
等离子气 1.2 L/min 积分时间 20 s

A5.2 测定步骤

按等离子发射光谱仪使用规则,开机恒温 3 h 后,分别调整仪器参数至最佳状态,测定标准系列溶液钙、镁、硫的发射强度,绘制标准工作曲线。在同一参数条件下,测定样液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 SO_4^{2-} 的浓度。整个测定过程由计算机控制完成,并打印出样液浓度值,按式(A1)计算百分含量。

A5.3 计算

$$\text{SO}_4^{2-}(\text{Ca}^{2+}, \text{Mg}^{2+})(\%) = \frac{c \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(\text{A1})$$

式中: c ——试样溶液中 $\text{SO}_4^{2-}(\text{Ca}^{2+}, \text{Mg}^{2+})$ 的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

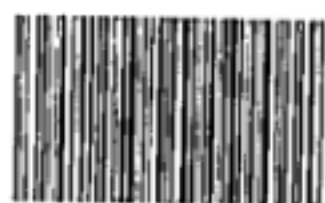
V ——被测试样溶液的体积, mL;

m ——称取试样的质量, g。

A6 允许误差

钙和镁离子按 GB/T 13025.6 执行。

硫酸根离子按 GB/T 13025.8 执行。



SN/T0623-1996

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1997 年 8 月第一版 1997 年 8 月第一次印刷 书号:155066·2-11713