

ICS 71.040.10

N 53

备案号: 45912—2014

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 12019—2014

**多参数食品现场快速检测仪
通用技术条件**

General specification for multi-parameter field fast food quality analyzer

2014-05-06 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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 要求.....	2
4.1 正常工作条件.....	2
4.2 速测仪波长示值误差和重复性.....	2
4.3 速测仪线性.....	2
4.4 速测仪稳定性.....	2
4.5 速测仪与仪器配带的试剂盒（包）的配套性.....	2
4.6 符合率.....	3
4.7 安全要求.....	3
4.8 运输、运输贮存.....	3
4.9 外观.....	3
5 试验方法.....	3
5.1 试验条件.....	3
5.2 速测仪波长示值误差和重复性.....	4
5.3 速测仪线性.....	4
5.4 速测仪稳定性.....	4
5.5 速测仪与仪器随机配带的试剂盒（包）的配套性.....	4
5.6 符合率.....	5
5.7 安全要求.....	5
5.8 运输、运输贮存.....	5
5.9 外观检查.....	6
6 检验规则.....	6
6.1 检验分类.....	6
6.2 出厂检验.....	6
6.3 型式检验.....	6
7 标志、包装、运输和贮存.....	7
7.1 标志.....	7
7.2 包装.....	7
7.3 运输.....	7
7.4 贮存.....	7
附录 A（资料性附录）标准溶液的制备及标定方法.....	8
A.1 甲醛.....	8
A.2 亚硝酸盐.....	9
A.3 二氧化硫.....	9
A.4 过氧化氢.....	10
表 1 速测仪示值误差与重复性要求.....	2
表 2 参数及相应的检验标准.....	5
表 3 型式检验.....	6

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量和控制标准化技术委员会（SAC/TC124）归口。

本标准负责起草单位：吉林省计量科学研究院、长春吉大·小天鹅仪器有限公司。

本标准参加起草单位：吉林大学、国家食品质量监督检验中心、北京普析通用仪器有限责任公司、北京华夏科创仪器技术有限公司、厦门安东电子有限公司、中国检验检疫科学研究院、国家农业标准化监测与研究中心（黑龙江）。

本标准主要起草人：安卫东、高德江、宋大千、韩晓飞、李栋、于爱民、曹宝森、刘景会、张新民、肖国专、邹明强、彭丽萍。

本标准为首次发布。

多参数食品现场快速检测仪通用技术条件

1 范围

本标准规定了多参数食品现场快速检测仪的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于采用光度吸收法（波长范围为 360 nm~800 nm）原理，使用试剂盒（包）对食品中甲醛、亚硝酸盐、甲醛次硫酸氢钠、亚硫酸盐和过氧化氢进行现场快速检测的仪器（以下简称“速测仪”）。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 2829—2002 周期检验计数抽样程序及表（适用于对过程稳定性的检验）

GB 4793.1—2007 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分：通用要求

GB 5009.33—2010 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定

GB/T 5009.34—2003 食品中亚硫酸盐的测定

GB/T 11606—2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 21126—2007 小麦粉与大米粉及其制品中甲醛次硫酸氢钠含量的测定

GB/T 23499—2009 食品中残留过氧化氢的测定方法

GB/T 26810—2011 可见分光光度计

SC/T 3025—2006 水产品中甲醛的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

多参数 multi-parameter

本标准提及的参数指仪器检测的项目，多参数是指仪器能够检测一个以上的项目。

3.2

质控品 quality control materials

由仪器生产商提供的，按国家标准方法验证的，用于校准速测仪某一参数的物质。

3.3

试剂盒（包） reagent kit

与速测仪主机配套使用，用于食品参数检测所必需的全部试剂。

3.4

样品前处理装置 sample pretreatment device

与速测仪配套使用的天平、恒温器、离心机和移液器等辅助设备。

3.5

食品现场快速检测仪 field fast food quality analyzer

由样品前处理装置、速测仪主机、质控品和试剂盒（包）构成，用于对食品中的甲醛、亚硝酸盐、甲醛次硫酸氢钠、亚硫酸盐和过氧化氢进行现场快速（各参数从取样到得出检测结果的时间均小于 90 min）检测，并可直接读出结果的仪器。

4 要求

4.1 正常工作条件

除非另有规定，速测仪正常工作条件应满足下列要求：

- a) 供电电源
交流供电：电压 220 V±22 V，频率 50 Hz±1 Hz；
直流供电：由仪器制造厂商规定。
- b) 环境温度：5℃~40℃；
- c) 相对湿度：10%~85%。

4.2 速测仪波长示值误差和重复性

在 360 nm~800 nm 波长范围内，波长示值误差应不超出±10 nm，波长重复性应不大于 2 nm。

4.3 速测仪线性

检测参数工作曲线的线性相关系数应不小于 0.99。

4.4 速测仪稳定性

在速测仪工作波长处，30 min 内蒸馏水吸光度的变化应不大于 0.010。

4.5 速测仪与仪器配带的试剂盒（包）的配套性

速测仪的示值误差与重复性应符合表 1 的要求。

表 1 速测仪示值误差与重复性要求

参 数	项目和指标		
	测量范围 mg/kg	示值误差 %	重复性 %
甲 醛	5.0~50.0	±20.0	≤10.0
	50.0~500.0	±10.0	≤10.0
亚硝酸盐	2.0~20.0	±20.0	≤10.0
	20.0~180.0	±10.0	≤10.0
甲醛次硫酸氢钠 ^a	30.0~300.0	±20.0	≤10.0
亚硫酸盐（以二氧化硫计）	10.0~50.0	±20.0	≤10.0
	50.0~200.0	±10.0	≤10.0
过氧化氢	10.0~50.0	±20.0	≤10.0
	50.0~250.0	±10.0	≤10.0

^a 检测甲醛次硫酸氢钠参数的仪器必须具备判断是否为甲醛次硫酸氢钠的功能。

4.6 符合率

对速测仪检出的 30 份以上阳性样品,按国家标准提供的方法进行验证,阳性结果的符合率应在 80% 以上。

4.7 安全要求

4.7.1 接触电流

由交流电网供电的仪器,其接触电流应符合 GB 4793.1—2007 中 6.3 的有关规定。

4.7.2 保护接地

由交流电网供电的仪器,其保护接地应符合 GB 4793.1—2007 中 6.5.1 的有关规定。

4.7.3 介电强度

由交流电网供电的仪器,在正常工作条件下,应能承受 1 500 V 交流电压有效值连续 1 min 的电压试验,不应出现飞弧或击穿现象。

4.8 运输、运输贮存

速测仪在运输包装状态下,应按 GB/T 11606—2007 的 2.4 试验项目中的交变湿热试验、低温贮存试验、高温贮存试验、跌落试验和碰撞试验进行试验,其中,高温 55℃、低温-40℃或-20℃(液晶);交变湿热:相对湿度 95%,温度 40℃;跌落高度 250 mm。试验后包装箱不应有较大的变形和损伤,受试速测仪不应有变形松脱、涂覆层剥落等机械损伤。全部试验完成后,将速测仪置于正常工作条件下进行检验,应符合 4.2~4.7 的要求。

4.9 外观

速测仪主机外观应符合下列要求:

- a) 面板上的文字、符号、标识清晰牢固;
- b) 刚性连接部件不应松动;
- c) 可动部件应使用顺畅,开关及按键应正常工作;
- d) 比色皿(瓶)应透明,无影响光吸收的划痕,比色皿(瓶)盖与比色皿(瓶)之间应无泄漏现象,比色皿(瓶)锁定部件应灵活、稳定。

5 试验方法

5.1 试验条件

5.1.1 应符合 4.1 规定的正常工作条件。

5.1.2 试验用标准物质应采用国家有证标准物质或按附录 A 配制相应的标准溶液。

5.1.3 采用固体发光器件的速测仪,试验用波长测量装置应采用波长最大允许误差为 ± 0.5 nm 的光纤光谱仪,并配有与被检仪器相匹配的光纤连接装置和光源接收装置;采用连续光谱扫描的速测仪,应采用 GB/T 26810—2011 中 5.2.1 规定的试验工具。

5.1.4 试验用试剂盒(包)、玻璃器皿、样品前处理装置和质控品应采用速测仪随机配带的或制造商推荐的。

5.2 速测仪波长示值误差和重复性

采用固体发光器件的速测仪，将光纤光谱仪的专用光源接收装置置于比色池光路中，对测量参数的工作波长，连续测量 3 次，按公式 (1) 计算波长示值误差，按公式 (2) 计算波长重复性。

$$\Delta\lambda = \lambda - \bar{\lambda} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $\Delta\lambda$ —— 波长示值误差；
- $\bar{\lambda}$ —— 3 次测量所得波长的平均值；
- λ —— 固体发光器件标称波长值。

$$\delta_\lambda = \lambda_{\max} - \lambda_{\min} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- δ_λ —— 波长重复性；
- λ_{\max} —— 3 次测量所得波长的最大值；
- λ_{\min} —— 3 次测量所得波长的最小值。

采用连续光谱扫描的速测仪，按照 GB/T 26810—2011 中 5.2 的试验方法进行。

5.3 速测仪线性

按照速测仪使用说明书，使用速测仪对测量范围中的均匀浓度点（包括线性范围的测定下限、中间和测定上限浓度点）标准溶液进行测定，平行测定 3 次，取其测定值的算术平均值，按照线性回归法求出工作曲线的线性相关系数。

5.4 速测仪稳定性

在各参数工作波长处，用蒸馏水对速测仪进行调零，在 30 min 内每隔 5 min 测定 1 次吸光度值，取最大值与最小值之差。

5.5 速测仪与仪器随机配带的试剂盒（包）的配套性

使用速测仪和配套试剂盒（包）对各参数的有证标准物质分别测定 11 次，按公式 (3) 计算示值误差。

$$\delta = \frac{\bar{c} - c_s}{c_s} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- δ —— 示值误差；
- \bar{c} —— 标准物质测定结果的算术平均值；
- c_s —— 标准物质的标准值。

按公式 (4) 计算相对标准偏差 (RSD)，即速测仪的重复性。

$$RSD = \frac{1}{\bar{c}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n-1}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- RSD —— 相对标准偏差；
- c_i —— 第 i 次的测定结果；
- \bar{c} —— 测定结果的算术平均值；

n ——测定次数。

5.6 符合率

对速测仪检出的 30 份以上阳性样品，按下列标准（见表 2）规定的方法进行验证，计算速测仪测量结果与相关标准方法测量结果的符合程度。

表 2 参数及相应的检验标准

序号	参 数	标准号
1	甲醛	SC/T 3025—2006
2	亚硝酸盐	GB 5009.33—2010
3	甲醛次硫酸氢钠	GB/T 21126—2007
4	亚硫酸盐（以二氧化硫计）	GB/T 5009.34—2003
5	过氧化氢	GB/T 23499—2009

5.7 安全要求

5.7.1 接触电流

5.7.1.1 豁免条件

在正常工作条件下，交流电压有效值不超过 30 V，或直流电压不超过 60 V 时可以不进行该项试验。

5.7.1.2 试验方法

应按 GB 4793.1—2007 中 6.3 的有关规定进行试验。

5.7.2 保护接地

应按 GB 4793.1—2007 中 6.5.1 的有关规定进行试验。

5.7.3 介电强度

5.7.3.1 试验工具

试验采用耐电压测试仪。

耐电压测试仪产生的试验电压应为正弦波形，其失真系数应不大于 5%，频率应为 50 Hz±2.5 Hz。

5.7.3.2 试验程序

仪器的电源插头不接入电网，电源开关置于接通位置，将耐电压测试仪的输出电流置于适当挡位，耐电压测试仪的高压输出一端接在电源插头的相线和中线连线上，另一端接在所有连接在一起的可触及到的非带电的导电零部件之间，在 2 s 内试验电压从 0 V 开始逐渐上升到 1 500 V，并保持 1 min，然后平稳下降到 0 V。

5.8 运输、运输贮存

应按 GB/T 11606—2007 中第 8 章、第 15 章～第 18 章的方法进行试验。

5.9 外观检查

采用目视法检验。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验分为：

- a) 出厂检验；
- b) 型式检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 每台仪器须经检验部门检验合格后方可出厂，并应附有产品合格证书。

6.2.2 出厂检验项目：4.2~4.5、4.7和4.9。

6.2.3 若出厂时入库已超过12个月，则应重新进行出厂检验。

6.3 型式检验

6.3.1 存在下列情况之一时，应进行型式检验。

- a) 仪器设计定型或生产定型时；
- b) 仪器转厂或转移生产地时；
- c) 仪器正式生产后，结构、材料、工艺有较大改变，可能影响仪器性能时；
- d) 仪器长期停产，恢复生产时；
- e) 仪器正常生产时，定期或积累一定产量后，应进行周期性检验，检验周期一般为3年；
- f) 国家各级质量监督检验要求时；
- g) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时。

6.3.2 型式检验的样本应从出厂检验合格的批次中随机抽取，检验的样本量一般不少于3台。

6.3.3 型式检验应按GB/T 2829—2002的规定进行，采取1次抽样方案。仪器的检验项目、不合格分类、不合格质量水平（RQL）、判别水平（DL）按表3的规定进行。批质量以每百单位仪器不合格数表示。

表3 型式检验

序号	不合格分类	检验项目及章条			不合格质量水平 (RQL)	判别水平 (DL)	抽样方案	
		项目	要求章条	试验方法章条			样品量 (n)	判定数组 (A _c , R _c)
1	A	波长示值误差和重复性	4.2	5.2	30	I	3	(0, 1)
2		线性	4.3	5.3				
3		稳定性	4.4	5.4				
4		示值误差和重复性	4.5	5.5				
5		符合率	4.6	5.6				
6		安全要求	4.7	5.7				
7	B	仪器的运输、运输贮存	4.8	5.8	65			(1, 2)
8	C	外观	4.9	5.9	100			(2, 3)

6.3.4 若型式检验不合格，应分析原因，采取纠正措施，验证有效后，重新提交检验。若型式检验再次不合格，则被抽样的该批产品应停止出厂，再重复上述分析、纠正、验证、重新提交的步骤，直至合格为止。

6.3.5 若型式检验合格，被抽样的该批产品可以提交鉴定、定型或出厂、入库。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 速测仪标志

在速测仪适当的明显位置固定铭牌，其上应有如下的标志：

- a) 制造厂商名称；
- b) 速测仪型号、名称；
- c) 出厂编号；
- d) 制造日期。

7.1.2 包装标志

包装箱的标志如下：

- a) 制造厂商名称、地址；
- b) 速测仪型号、名称、规格；
- c) 包装储运图示标志“易碎物品”“向上”“怕雨”等应符合 GB/T 191—2008 的规定。

7.2 包装

仪器装箱时应附有下列文件：

- a) 装箱单；
- b) 产品合格证；
- c) 使用说明书；
- d) 质量信息反馈单。

7.3 运输

速测仪在包装完整的情况下，可用一般交通工具运输。运输过程中应按运输标志的要求进行运输作业，防止雨淋、翻倒及强烈冲击。

7.4 贮存

速测仪应放置在通风、干燥、不含腐蚀性气体，且环境温度为 0℃~40℃，相对湿度不大于 85% 的室内。

附 录 A
(资料性附录)
标准溶液的制备及标定方法

A.1 甲醛

A.1.1 试剂

A.1.1.1 碘溶液 [$c(1/2 I_2) = 0.10 \text{ mol/L}$]: 称量 40 g 碘化钾, 溶于 25 mL 水中, 加入 12.7 g 碘, 待碘完全溶解后, 用水定容至 1 000 mL, 移入棕色瓶中, 暗处贮存。

A.1.1.2 1 mol/L 氢氧化钠溶液: 称量 40 g 氢氧化钠, 溶于水, 并稀释至 1 000 mL。

A.1.1.3 0.5 mol/L 硫酸溶液: 取 28 mL 浓硫酸缓慢加入水中, 冷却后, 稀释至 1 000 mL。

A.1.1.4 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100 0 \text{ mol/L}$]: 称量 25 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 溶于 1 000 mL 新煮沸并已冷却的水中, 加入 0.2 g 无水碳酸钠, 贮存于棕色瓶中, 放置一周后, 再按 A.1.3 的方法标定其准确浓度。

A.1.1.5 0.5% 淀粉溶液: 将 0.5 g 可溶性淀粉用少量水调成糊状后, 加入 100 mL 沸水, 并煮沸约 2 min ~ 3 min 至溶液透明, 冷却后, 加入 0.1 g 水杨酸或 0.4 g 氯化锌保存。

A.1.1.6 甲醛标准储备溶液: 取 2.8 mL 含量为 36%~38% 的甲醛溶液, 放入 1 L 的容量瓶中, 加水稀释至刻度线。1 mL 此溶液约相当于 1 mg 甲醛, 其准确浓度用碘量法标定。

A.1.1.7 碘酸钾标准溶液 [$c(1/6 \text{KIO}_3) = 0.100 0 \text{ mol/L}$]: 准确称量 3.566 7 g 经 105℃ 烘干 2 h 的碘酸钾 (优级纯), 溶解于水, 移入 1 L 的容量瓶中, 再用水定容至 1 000 mL。

A.1.1.8 1 mol/L 盐酸溶液: 量取 82 mL 浓盐酸加水稀释至 1 000 mL。

A.1.2 甲醛标准储备溶液的标定

精确量取 20.00 mL 待标定的甲醛标准储备溶液, 置于 250 mL 碘量瓶中。加入 20.00 mL 碘溶液 [$c(1/2 I_2) = 0.10 \text{ mol/L}$] 和 15 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液, 放置 15 min。加入 20 mL 0.5 mol/L 硫酸溶液, 再放置 15 min, 用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100 0 \text{ mol/L}$] 滴定, 至溶液呈现淡黄色时, 加入 1 mL 0.5% 淀粉溶液继续滴定至恰使蓝色褪去为止, 记录所用硫代硫酸钠标准溶液的体积 V_2 。同时做空白试验, 记录空白试验滴定所用硫代硫酸钠标准溶液的体积 V_1 。甲醛标准储备溶液的浓度按公式 (A.1) 计算:

$$c = \frac{(V_1 - V_2)c_1 \times 15}{20} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

c ——甲醛标准储备溶液的浓度, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

V_1 ——空白试验滴定所用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100 0 \text{ mol/L}$] 的体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——甲醛标准储备溶液滴定所用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100 0 \text{ mol/L}$] 的体积, 单位为毫升 (mL);

c_1 ——硫代硫酸钠标准溶液的物质的量浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

15——与 1 mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100 0 \text{ mol/L}$] 相当的甲醛的质量, 单位为毫克 (mg);

20——所取甲醛标准储备溶液的体积，单位为毫升（mL）。

标准和空白滴定各平行滴定两次，两次所用硫代硫酸钠标准溶液的体积相差应不超过 0.05 mL，否则应重新滴定。

A.1.3 硫代硫酸钠标准溶液的标定

精确量取 25.00 mL 碘酸钾标准溶液 [$c(1/6 \text{ KIO}_3) = 0.100 0 \text{ mol/L}$]，置于 250 mL 碘量瓶中，加入 75 mL 新煮沸并已冷却的水，再加入 3 g 碘化钾及 10 mL 1 mol/L 的盐酸溶液，摇匀后置于暗处静置 3 min。用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘，至溶液呈淡黄色时，加入 1 mL 0.5% 的淀粉，溶液呈蓝色，再继续滴定至恰使蓝色褪去为止。记录所用硫代硫酸钠标准溶液的体积 V ，其准确浓度按公式 (A.2) 计算：

$$c = \frac{0.100 0 \times 25.00}{V} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

c ——硫代硫酸钠标准溶液的物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——滴定所用硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

平行滴定两次，两次所用硫代硫酸钠标准溶液的体积相差应不超过 0.05 mL，否则应重新滴定。

A.2 亚硝酸盐

A.2.1 亚硝酸盐标准储备溶液：准确称取 0.500 g 于硅胶干燥器中干燥 24 h 的亚硝酸钠，加水溶解并移入 500 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度线，混匀。此溶液每毫升相当于 1 000 μg 亚硝酸钠。

A.2.2 亚硝酸盐标准使用溶液：准确移取 1.00 mL 亚硝酸盐标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度线，混匀。此溶液每毫升相当于 10.0 μg 亚硝酸钠。

A.3 二氧化硫

A.3.1 试剂

A.3.1.1 淀粉指示液：将 0.5 g 可溶性淀粉用少量水调成糊状后，加入 100 mL 沸水，并煮沸 2 min~3 min 至溶液透明，冷却后，加入 0.1 g 水杨酸或 0.4 g 氯化锌保存。

A.3.1.2 四氯汞钠吸收液：称取氯化汞 13.6 g 及氯化钠 6.0 g，溶于水并稀释至 1 000 mL，放置过夜，过滤后备用。

A.3.1.3 二氧化硫标准储备溶液：称取 0.5 g 亚硫酸氢钠，溶于 200 mL 四氯汞钠溶液中，放置过夜，上清液用定量滤纸过滤后备用。

A.3.2 二氧化硫标准储备溶液的标定

量取 10.00 mL 二氧化硫标准储备溶液于 250 mL 碘量瓶中，加入 100 mL 水，准确加入 20.00 mL 碘溶液 [$c(1/2 \text{ I}_2) = 0.100 0 \text{ mol/L}$] 和 5 mL 冰乙酸溶液，放置于暗处，2 min 后迅速用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100 0 \text{ mol/L}$] 滴定至淡黄色，加入 0.5 mL 淀粉指示液，继续滴定至无色，记录所用硫代硫酸钠标准溶液的体积 V_2 。同时做空白试验，记录空白试验滴定所用硫代硫酸钠标准溶液的体积 V_1 。二氧化硫标准储备溶液的浓度按公式 (A.3) 计算：

$$c = \frac{(V_1 - V_2)c_1 \times 32.03}{10} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

c ——二氧化硫标准储备溶液浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_1 ——空白试验滴定所用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100\ 0\ \text{mol/L}$] 的体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——二氧化硫标准储备溶液滴定所用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100\ 0\ \text{mol/L}$] 的体积, 单位为毫升 (mL);

c_1 ——硫代硫酸钠标准溶液的物质的量浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

32.03——与 1 mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.100\ 0\ \text{mol/L}$] 相当的二氧化硫的质量, 单位为毫克 (mg);

10——所取二氧化硫标准储备溶液的体积, 单位为毫升 (mL)。

A.4 过氧化氢

A.4.1 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\ \text{KMnO}_4) = 0.1\ \text{mol/L}$] 的制备和标定

A.4.1.1 制备

称取约 3.3 g 高锰酸钾, 加 1 000 mL 水, 煮沸 15 min。加塞静置两天以上, 用垂熔漏斗过滤, 置于带有玻璃塞的棕色瓶中密塞保存。

A.4.1.2 标定

准确称取 0.2 g 在 110°C 干燥至恒重的基准草酸钠, 加入 250 mL 新煮沸并已冷却的水、10 mL 浓硫酸, 搅拌使之溶解。迅速加入约 25 mL 高锰酸钾标准滴定溶液, 待褪色后, 加热至 65°C, 继续用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色, 保持 30 s 不褪色。在滴定终了时, 溶液温度应不低于 55°C。同时做空白试验。高锰酸钾标准滴定溶液的物质的量浓度按公式 (A.4) 计算:

$$c_1 = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.067\ 0} \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中:

c_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液的物质的量浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——基准草酸钠的质量, 单位为克 (g);

V_1 ——滴定草酸钠所用高锰酸钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——空白试验滴定所用高锰酸钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

0.067 0——与 1.00 mL 高锰酸钾标准溶液 [$c(1/5\ \text{KMnO}_4) = 0.1\ \text{mol/L}$] 相当的基准草酸钠的质量, 单位为克 (g)。

A.4.2 过氧化氢标准溶液的标定

用 10 mL~25 mL 的滴瓶以减量法称取各种规格的试样, 质量分数为 27.5%~30% 的过氧化氢称取约 0.15 g~0.20 g, 35% 的过氧化氢称取约 0.12 g~0.16 g, 精确至 0.000 2 g。置于一已加有 100 mL (1+15) 硫酸溶液的 250 mL 锥形瓶中。50%~70% 的过氧化氢称取约 0.8 g~1.0 g, 精确至 0.000 2 g, 置于 250 mL 容量瓶中稀释至刻度线, 用移液管移取 25 mL 稀释后的溶液于已加有 100 mL (1+15) 硫酸溶液的 250 mL 锥形瓶中。用约 0.1 mol/L 的高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色, 并在 30 s 内不消失即为终点。过氧化氢的准确浓度按公式 (A.5)、公式 (A.6) 计算:

27.5%~35% 的过氧化氢的准确质量分数为 w_1 , 数值以%表示, 按公式 (A.5) 计算:

$$w_1 = \frac{VcM / 2\ 000}{m} \times 100 = \frac{1.701Vc}{m} \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

50%~70% 的过氧化氢的准确质量分数为 w_2 , 数值以%表示, 按公式 (A.6) 计算:

$$w_2 = \frac{VcM / 2\,000}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{17.01Vc}{m} \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

V ——滴定所用高锰酸钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的物质的量浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

M ——过氧化氢的摩尔质量, 34.02 g/mol;

m ——试样的质量, 单位为克 (g)。

