

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0623—2010
代替 SN/T 0623—1996

进出口食盐检验规程

Rules for inspection of edible salt for import and export

2010-11-01 发布

2011-05-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN/T 0623—1996《出口食盐检验规程》。

本标准与 SN/T 0623—1996 相比,主要技术变化如下:

- 将原标准名称《出口食盐检验规程》改为《进出口食盐检验规程》;
- 依据 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2001 对标准文本格式和标准结构进行了修改;
- 扩大并修改了本标准的范围;
- 修改了规范性引用文件;
- 修改了部分定义;
- 抽样方法修改为按 GB/T 8618 规定方法操作;
- 增加了技术要求;
- 增加了进口食盐的检验;
- 增加了理化检验“微量钡离子限量的测定”;
- 修改了部分理化检验的操作方法;
- 修改了检验结果的判定;
- 修改了不合格的处理。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:张睿、蔡宝亮、魏志勇、钱成、韩宝和、黄昌坡、刘宏庆、王祥明、胡晓牧。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN/T 0623—1996。

进出口食盐检验规程

1 范围

本标准规定了进出口食盐的抽样、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。

本标准适用于进出口供于食用的精制盐、粉碎洗涤盐及日晒盐。

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 2721 食用盐卫生标准

GB 5461 食用盐

GB/T 5009.42 食盐卫生标准的分析方法

GB/T 8618 制盐工业主要产品取样方法

GB/T 13025.1 制盐工业通用试验方法 粒度的测定

GB/T 13025.2 制盐工业通用试验方法 白度的测定

GB/T 13025.3 制盐工业通用试验方法 水分的测定

GB/T 13025.4 制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定

GB/T 13025.5 制盐工业通用试验方法 氯离子的测定

GB/T 13025.6 制盐工业通用试验方法 钙和镁离子的测定

GB/T 13025.8 制盐工业通用试验方法 硫酸根离子的测定

GB/T 13025.10 制盐工业通用试验方法 亚铁氰化钾的测定

SN/T 0188 进出口商品衡器鉴定规程 衡器鉴重

3 定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

检验批 inspection lot

同一发货人和收货人的同一规格、同一包装标记、同一运输工具,来自或运往同一地点,同时出境或入境的货物为同一检验批。

3.2

份样 sample

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 bulk sample

由全部份样组成的样品。

3.4

定重包装商品 products in prepackages with fixed weight

净重按同一标称值包装,且皮重又基本一致的预包装商品。

3.5

杂质 foreign matters

3.5.1

有毒有害杂质 detrimental foreign matters

混入本品的一切非本品的有毒、有害及有碍食品安全卫生的物质,包括但不限于人畜毛发、金属、玻璃、沙石、塑料、昆虫体、寄生卵及其他污秽物等。

3.5.2

一般杂质 common foreign matters

不属于(3.5.1)的其他非本品物质。

4 抽样

4.1 抽样方法

按 GB/T 8618 规定方法操作。

4.2 样品制备

将所抽取份样充分混匀后组成大样(质量不少于 2 kg),用圆锥四分法将其缩分成总量不少于 500 g 的试样两份,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/质量、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。

4.3 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,塑料袋装密封常温保存,规定不明确的,一般保存 6 个月。

5 技术要求

5.1 进口食盐

按 GB 5461 规定执行。

5.2 出口食盐

按进口国要求执行,若进口国无明确要求可参照 5.1 执行。

6 检验

6.1 进口食盐检验

6.1.1 感官检验

6.1.1.1 检验场所条件

检验场所应光线充足,通风良好,清洁、卫生、无异味。

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。

6.1.1.2 检验用具

白色瓷皿、玻璃棒、烧杯、瓷研钵。

6.1.1.3 色泽检验

取约 50 g 试样(4.2)均匀撒在白色瓷皿内,检查食盐的颜色。

6.1.1.4 气味检验

取约 20 g 试样(4.2)于瓷研钵中研碎后,闻其气味,合格品应无其他异味。

6.1.1.5 滋味检验

取约 5 g 试样(4.2)溶于 100 mL 水中,口尝其水溶液,合格品应具有特有的咸味。

6.1.1.6 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毒有害杂质。

6.1.2 理化检验

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

6.1.2.1 粒度

按 GB/T 13025.1 规定方法操作。

6.1.2.2 白度

按 GB/T 13025.2 规定方法操作。

6.1.2.3 水分

按 GB/T 13025.3 规定方法操作。

6.1.2.4 水不溶物

按 GB/T 13025.4 规定方法操作。

6.1.2.5 氯离子

按 GB/T 13025.5 规定方法操作。

6.1.2.6 钙和镁离子

按 GB/T 13025.6 或遵照附录 A 的规定方法操作。

6.1.2.7 碘离子

按 GB/T 5009.42 规定方法操作。

6.1.2.8 硫酸根离子

按 GB/T 13025.8 或遵照附录 A 的规定方法操作。

6.1.2.9 钾离子(此项测定只用于加钾食盐,以氯化钾计)

6.1.2.9.1 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,沉淀物经干燥后称量。加入乙二胺四乙酸二钠消除其他阳离子的干扰。

6.1.2.9.2 试剂

6.1.2.9.2.1 氢氧化铝。

6.1.2.9.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(100 g/L):称取 10 g EDTA,溶于 100 mL 水中。

6.1.2.9.2.3 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取 20 g 不含钾的氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

6.1.2.9.2.4 四苯硼酸钠溶液(25 g/L):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。称取 5 g 氢氧化铝,加入,搅拌 10 min,用慢速滤纸过滤,如滤液呈浑浊,应反复过滤至澄清,集全部滤液于 250 mL 容量瓶中,量取 1 mL 氢氧化钠溶液加入,然后稀释至标线,摇匀,使用前重新过滤。

6.1.2.9.2.5 四苯硼酸钠洗液(1 g/L):吸取 20 mL 四苯硼酸钠溶液于 500 mL 容量瓶中,加水稀释至标线,摇匀。

6.1.2.9.2.6 酚酞指示液(5 g/L):称取 0.5 g 酚酞溶解于 100 mL 95%乙醇溶液中。

6.1.2.9.3 仪器、设备

除一般化学分析仪器外,还应具备:4号玻璃坩埚:滤板孔径 5 μm~15 μm。

6.1.2.9.4 测定

称取 2.5 g 试样(4.2),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、2 滴酚酞指示液,在不断搅拌下逐滴加入氢氧化钠溶液,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)多 4 mL 的四苯硼酸钠溶液,静止 0.5 h。

用预先经 120 °C 烘至恒重的 4 号玻璃坩埚抽滤沉淀,将沉淀用四苯硼酸钠洗液全部洗入坩埚内,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 °C 电烘箱内,干燥 1 h 取出,放入干燥器冷却至室温后称量¹⁾(精确到 0.000 1 g)。

同时做空白试验。

6.1.2.9.5 结果计算

氯化钾(KCl)含量按式(1)计算:

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

式中:

X —— 试样中氯化钾的含量,%;

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。

- m_1 ——所取试样中四苯硼钾沉淀的质量,单位为克(g);
- m_2 ——空白试验中四苯硼钾沉淀的质量,单位为克(g);
- m ——吸取试样溶液相当于试样的质量,单位为克(g);
- 0.2081 ——四苯硼钾换算为氯化钾的系数。

计算结果表示到小数点后三位。

6.1.2.9.6 精密度

在重复性条件下,氯化钾百分含量两次测定结果的绝对差值不大于0.2%。

6.1.2.10 微量铅离子限量的测定

按 GB/T 5009.42 规定方法操作。

6.1.2.11 微量砷离子限量的测定

按 GB/T 5009.42 规定方法操作。

6.1.2.12 微量氟离子限量的测定

按 GB/T 5009.42 规定方法操作。

6.1.2.13 微量钡离子限量的测定

按 GB/T 5009.42 规定方法操作。

6.1.2.14 亚铁氰化钾限量的测定

按 GB/T 13025.10 规定方法操作。

6.1.2.15 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1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。

表1 化合物成分计算顺序表

| 阴离子 | 阳离子 | | | |
|-----|-------|-------|--------------------|-------|
| | 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 ^a | 7 氯化钠 |

^a 氯化钾:适用于加钾食盐。

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。

注:本方法规定的精密度系指在重复性条件下两次测定结果的绝对差值。

6.1.3 重量鉴定

6.1.3.1 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。

6.1.3.2 鉴定方法

按 SN/T 0188 规定方法进行。

6.1.3.3 核算净重

按 SN/T 0188 规定方法从每个检验批随机抽取 5 件~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:

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

式中:

m_5 ——每件食盐净重的质量,单位为千克(kg);

m_3 ——每件食盐皮重的质量,单位为千克(kg);

m_4 ——每件食盐毛重的质量,单位为千克(kg)。

计算结果表示到小数点后三位。

6.1.4 包装标志检验

6.1.4.1 外包装检验

检验包装使用性能,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,是否符合长途运输的要求。

6.1.4.2 内包装检验

检验与食盐直接接触的内包装有无破损、污染,扎口和封口是否牢固。检查内包装的安全、卫生项目是否符合相关规定。

6.1.4.3 标志检验

检查包装上的品名、唛头、批号、质量等标志是否准确、清晰并与内容物相符,是否符合相关法规。

6.2 出口食盐检验

出口食盐的检验依照进口国的要求、对外贸易合同、信用证及有关质量标准进行检验。若无明确要求 and 规定,可参照 6.1 进行检验。

7 检验结果的判定

7.1 进口食盐检验结果的判定

进口食盐依据 GB 5461 规定判定。

7.2 出口食盐检验结果的判定

依据相关法律法规及质量标准,采用出口企业监管与出口食盐抽查检验相结合的方式,综合判定出口食盐是否符合进口国的要求、对外贸易合同、信用证及有关质量标准。符合的则判为合格批。

8 不合格的处理

8.1 进口食盐

按 GB 5461 规定执行。涉及不符合 GB 2721 规定的产品,不得重验。

8.2 出口食盐

依据进口国的要求、对外贸易合同、信用证及有关质量标准执行。若无明确要求和规定,可参照 8.1 处理。

9 检验有效期

检验有效期为 3 个月。

附录 A

(规范性附录)

钙、镁、硫酸根离子 ICP-AES 测定法

A.1 原理

以高纯氯化钠作为基体,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。

A.2 仪器

具有钙、镁、硫通道的真空型等离子发射光谱仪。

A.3 试剂

A.3.1 硫酸根(SO_4^{2-})标准储备液(1 mg/mL)

准确称取经 110 °C 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。

A.3.2 钙离子(Ca^{2+})标准储备液(1 mg/mL)

准确称取经 110 °C 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。

A.3.3 镁离子(Mg^{2+})标准储备液(1 mg/mL)

准确称取在 950 °C 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,用时稀释至刻度,摇匀。

A.3.4 钙离子、镁离子、硫酸根离子混合标准系列溶液

钙离子、镁离子、硫酸根离子混合标准溶液的配制见表 A.1。

表 A.1 钙离子、镁离子、硫酸根离子混合标准溶液的配制

| 元 素 | 浓度/($\mu\text{g}/\text{mL}$) | | | | |
|--------------------|--------------------------------|-----|------|------|-------|
| | 瓶 1 | 瓶 2 | 瓶 3 | 瓶 4 | 瓶 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 A.1 分别配制成所需的混合标准系列溶液,并在每个瓶中加入 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)。

A.4 分析样品溶液的制备

准确称取品质检验用样品,(4.2)1.0 g,精确到 0.000 2 g。放入 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。

A.5 测定

A.5.1 测定条件

A.5.1.1 测定波长

测定元素谱线波长按表 A.2 进行。

表 A.2 钙、镁、硫元素谱线波长

| 元 素 | Ca | Mg | S |
|------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| 波长/m | $3\,933.7 \times 10^{-10}$ | $2\,802.7 \times 10^{-10}$ | $1\,807.3 \times 10^{-10}$ |

A.5.1.2 仪器参数

仪器参数如下:

- a) 入射功率 1.2 kW;
- b) 保护气 3.4 L/min;
- c) 载气流量 1.0 L/min;
- d) 观察高度感应线圈上方 15 mm;
- e) 冷却气 10.5 L/min;
- f) 样液提升量 2.7 mL/min;
- g) 等离子气 1.2 L/min;
- h) 积分时间 20 s。

A.5.2 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。

A.5.3 结果计算

按式(A.1)计算 Ca^{2+} (Mg^{2+} 、 SO_4^{2-}) 的质量分数。

$$X_1 = \frac{c \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

X_1 ——试样中 Ca^{2+} (Mg^{2+} 、 SO_4^{2-}) 的浓度, %;

C ——试样溶液中 Ca^{2+} (Mg^{2+} 、 SO_4^{2-}) 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——被测试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——称取试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后三位。

A.6 精密度

钙和镁离子按 GB/T 13025.6 执行。

硫酸根离子按 GB/T 13025.8 执行。
