

中华人民共和国国家标准

UDC (633.1 + 633.85
+ 664.33).001.4

粮食、油料及植物油脂检验

GB 5490—85

一般规则

General rules of inspection grain, oilseeds
and vegetable oils

本标准适用于商品粮食、油料和植物油脂的质量检验。

1 粮油样品

从受检的粮、油中,按规定扦取一定数量具有代表性的部分,称为样品。样品是决定一批粮油质量的主要依据。

1.1 原始样品:从一批受检的粮、油中最初扦取的样品,称为原始样品。原始样品的数量,是根据一批粮油的数量和满足质量检验的要求而定的。粮食、油料的原始样品一般不少于2kg。油脂的原始样品不少于1kg。零星收付的粮、油的样品,可酌情减少。

1.2 平均样品:原始样品按照规定方法经过混合平均,均匀地分出一部分,称为平均样品。平均样品一般不少于1kg。

1.3 试验样品:平均样品经过混合分样,根据需要从中称取一部分作为试验用的样品,称为试验样品,简称试样。试样用量,按第7章的规定执行。

1.4 样品登记:扦取的样品必须登记。登记项目包括:扦样日期、样品编号、粮、油名称、代表数量、产地、生产年度、扦样处所(车、船、仓库、堆垛号码)、包装或散装、扦样员姓名等。

1.5 保存样品:对于调拨、出口的粮、油要保存不少于1kg的原始样品,经登记、密封、加盖公章和经手人签字后置干燥低温(水分超过安全水分者应于15℃以下,油脂样品要避光)处妥善保存一个月,以备复验。

2 仲裁方法

一个检验项目只有一种检验方法,或有两种以上方法的第一种方法,除特别注明者外,为仲裁方法。仲裁检验时以仲裁方法为准。

3 原始记录和检验单

每批粮、油经过检验后,必须有完整的原始记录,并按照检验结果准确填写质量检验单。

4 化学分析用水和试剂仪器

各个检验项目中的化学分析用水,均为蒸馏水;化学分析所用试剂,除基准物质和特别注明试剂纯度要求外,均为化学纯试剂;所用仪器尽量采用定型产品,非定型仪器应符合误差要求。

5 检验结果计算

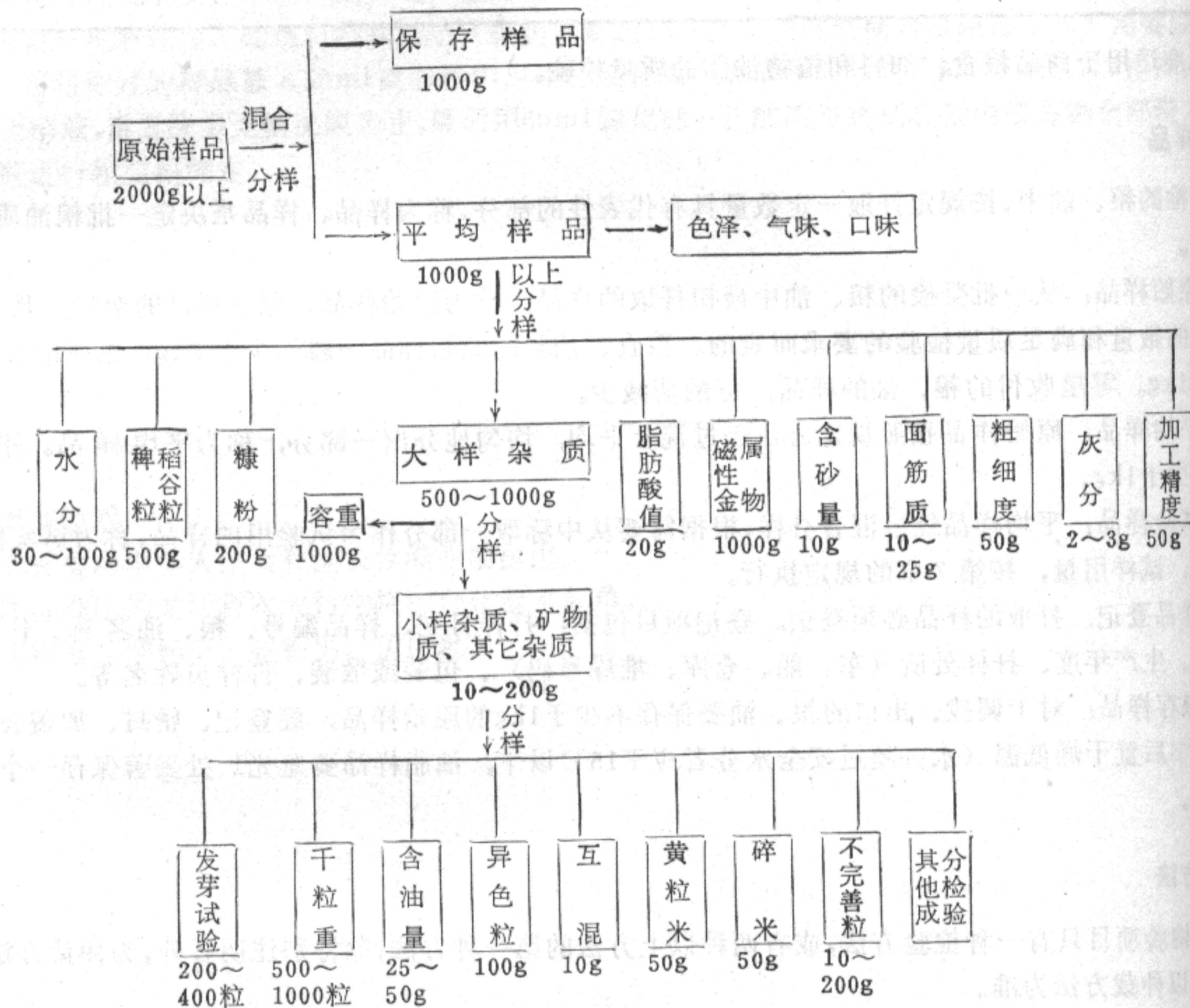
各个检验项目中检验结果的计算,在有效数字确定后,其余数据按“四舍六入,逢五奇进偶舍”的规则进行取舍。

6 安全措施

分析试样时，如产生有毒有害气体，要在通风橱内进行，确保安全。

7 粮食、油料检验程序和试样用量的规定

粮、油检验程序和试样用量的规定见下图：



附录 A

误差和数据处理

(参考件)

A.1 误差

测定值与真值之差称为误差,用以判断测定值的准确度。按其来源,可分为系统误差和偶然误差。

A.1.1 系统误差

由仪器、试剂、分析方法和操作等带来的误差均属系统误差,可采用以下方法进行检验和校正。

A.1.1.1 对使用的量器和仪器进行校正。

A.1.1.2 对照试验:用标准方法或经典方法,或用已知含量的标准物质,或作回收率进行对照试验,以检验误差大小。

$$\text{回收率}(\%) = \frac{x_1 - x_2}{W} \times 100 \dots\dots\dots (A1)$$

式中: x_1 ——在试样中加入标准物质后测得的被测物质重量;

x_2 ——试样中被测物质重量;

W ——在试样中加入的标准物质重量。

A.1.1.3 空白试验:在操作程序中不加试样,最后从试样的测定值中减去空白试验值,以检验由试剂带来的误差。

A.1.2 偶然误差

主要由温、湿度、气压以及各种偶然因素等引起的误差,可采用多次重复测定使其控制在一定范围内。

A.2 有效数字

有效数字是数据中数字的可靠程度,在数据中可保留一位可疑数字。如称得物重为12.3g,因其称量精度为0.1g,有三位有效数字,所以,不能写成12.30g。

数据中的“0”,在0.0003中的“0”不是有效数字;在数据末尾的“0”,如35600,有效数字有三位时,应写作 3.56×10^4 。

各数值加减或乘除时,保留的小数位数应与其中小数位数最少的相同。

在有效数字确定后,其余数字按“四舍五入”或“四舍六入”(逢五时,前位“奇进偶舍”)规则进行取舍。

A.3 准确度和精确度

A.3.1 准确度:是测定值与真值接近的程度。两数值之间的差异程度用绝对误差和相对误差表示。

$$\text{绝对误差}(R) = x - \mu \dots\dots\dots (A2)$$

式中: x ——测定值;

μ ——真值。

相对误差是绝对误差占真值的百分误差:

$$\text{相对误差 (\%)} = \frac{R}{\mu} \times 100 \dots\dots\dots (A3)$$

式中：R——绝对误差；
 μ ——真值。

准确度也可用相对误差来表示。在真值不易得到的情况下，通常不用准确度，而用精密度。

A.3.2 精密度：精密度表示一组各测定值之间的符合程度。精密度高，说明各测定值的重现性良好。精密度常用标准差(S)来表示。S愈小，说明测定值的变异程度愈小。

设以n表示测定次数，以 $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$ 表示一组各测定值，以 \bar{X} (读作xbar)表示各测定值的平均值，各测定值与 \bar{X} 之差称为偏差(d)， \bar{X} 与S可用公式(A4)和(A5)求得。

$$\bar{X} = \frac{\sum x}{n} \dots\dots\dots (A4)$$

式中： \bar{X} ——各测定值的平均值；
 Σ ——积加符号，读作Sigma；
 Σx ——各次测定值之和；
 n——测定次数。

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{X})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{\sum d^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (A5)$$

式中：S——标准差；
 $(x - \bar{X})^2$ ——测定值与平均值之差的平方；
 d^2 ——偏差之平方。

例：应用下列表A1中有关数值计算S；
 代入公式(A5)得

$$S = \sqrt{\frac{0.0520}{5 - 1}} = 0.114$$

标准差S有以下四点用处：

A.3.2.1 判断测定值分布的离散程度。S大，说明测定值围绕平均值的分布较离散，平均值代表性较差；反之，S小，说明平均值代表性较好。

A.3.2.2 估计测定值频数的分布情况。应用 \bar{X} 结合S的计算，按正态曲线下面积分布规律，能估计各测定值在 $\bar{X} \pm S$ 区间出现的概率。

五次测定小麦蛋白质含量结果(占干物)百分率见表A1：

表A1

测定值 % x	偏差 (x - \bar{X}) = d	偏差平方 d^2	x^2
11.20	0.14	0.0196	125.44
11.40	0.06	0.0036	129.96
11.50	0.16	0.0256	132.25
11.30	0.04	0.0016	127.69
11.30	0.04	0.0016	127.69
$\Sigma x = 56.70$ $\bar{X} = 11.34$	$\Sigma d = 0.44$	$\Sigma d^2 = 0.0520$	$\Sigma x^2 = 643.03$

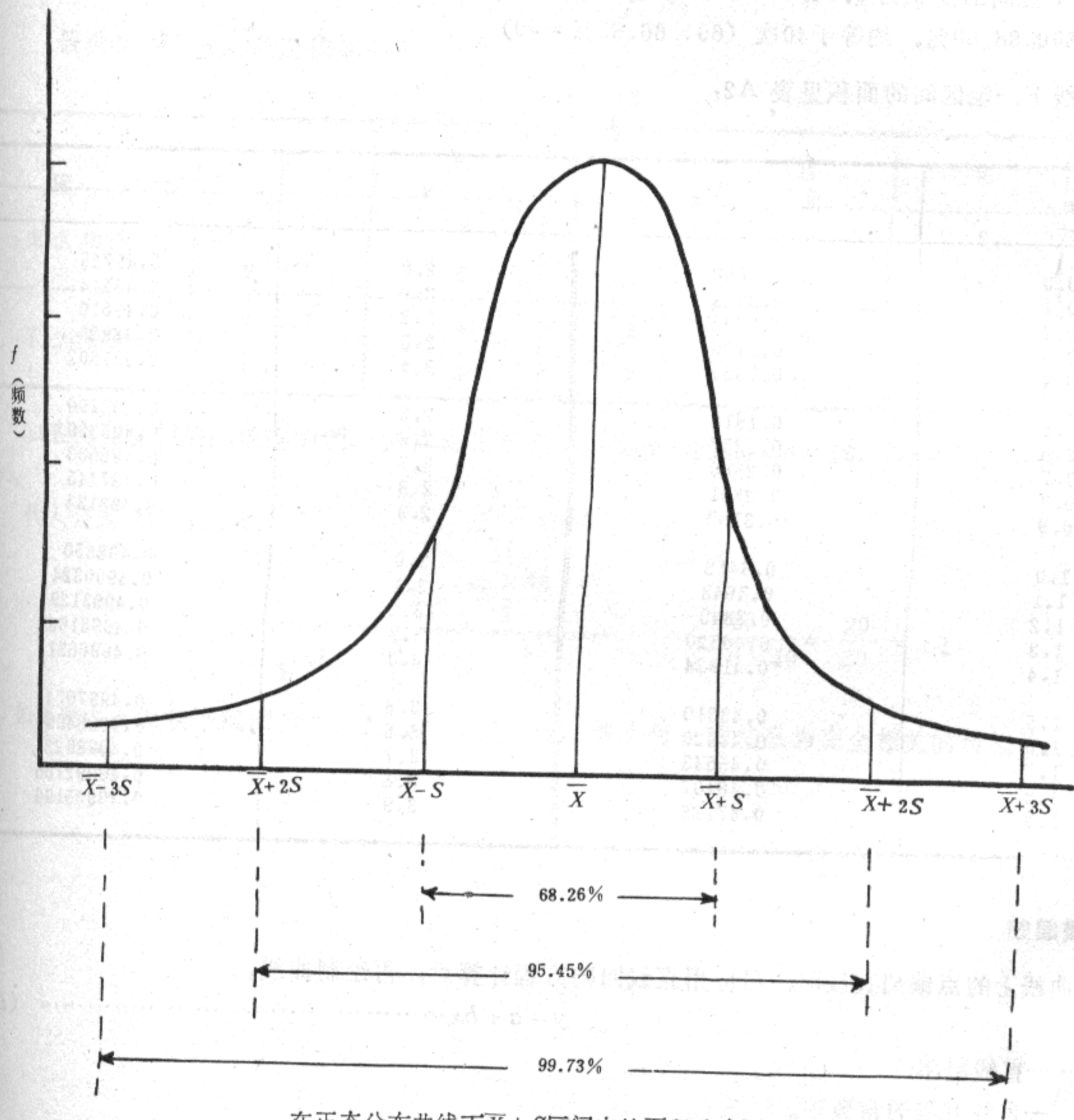
A.3.2.3 用S计算变异系数。当两组测定值单位不同或两组平均值相差较大时，可将两者的S分别化为变异系数(CV)来判断其变异程度。CV小的一组，说明其变异程度小。按公式(A6)计算。

$$CV (\%) = \frac{S}{\bar{X}} \times 100 \dots\dots\dots (A6)$$

A.3.2.4 用S计算标准误。样品平均数的标准差，称为标准误 ($S_{\bar{x}}$)，可用来判断样品平均数与总体平均数的接近程度。 $S_{\bar{x}}$ 小，说明样品平均数代表总体平均数的可靠性大。反之， $S_{\bar{x}}$ 大，说明其可靠性小。

A.4 正态分布

正态分布主要用于统计上需要了解各测定值围绕平均值的分布情况。正态曲线是一条高峰居中，两端逐渐下降而对称，并且永远不与横轴相交的钟形曲线。曲线下面积的分布有一定规律 (如图)。图中以 \bar{x} 作为总体平均值 μ 的估计值，以 S 作为总体标准差 σ (小写sigma) 的估计值，将曲线下总面积作为100%。一组测定值如符合正态分布， $\bar{x} \pm S$ 的面积占总面积的68.26%； $\bar{x} \pm 2S$ 的面积占总面积的95.4%； $\bar{x} \pm 3S$ 的面积占总面积的99.73%。在统计上常用1.96S代2S，2.58S代3S作为正态分布理论频数的计算。



在正态分布曲线下 $\bar{x} \pm S$ 区间内的面积分布图

在一定区间的面积也有不同的表示方式，当 $u = \frac{x - \mu}{\sigma}$ 为任何数值时，可查正态曲线表来计算理论

频数。表内数值不是以“ \bar{x} ”，而是以“0”为中心，对应于不同 u 值的单侧面积。如 $u=1.5$ 时，单侧面积为 0.4332，即 43.32%。又如稻谷淀粉含量（占干物）重复测定 60 次， $\bar{x}=71.55$ ， $S=2.08$ ，求在 70.14~74.39% 范围内的理论频数。以 \bar{x} 代替 μ ，以 S 代替 σ ，则

$$u = \frac{x - \bar{x}}{S} \dots\dots\dots (A7)$$

代入式

$$u_1 = \frac{70.14 - 71.55}{2.08} = -0.68$$

$$u_2 = \frac{74.39 - 71.55}{2.08} = 1.37$$

查表 A2，当 $u_1=0.68$ 时，左侧面积等于 0.2516， $u_2=1.37$ 时，右侧面积等于 0.4144。所以，-0.68~1.37 区间的面积为 $0.2516 + 0.4144 = 0.6660 = 66.60\%$ ，即淀粉含量在 70.14~74.39% 范围内的频数为 60 的 66.60%，约等于 40 次 ($60 \times 66.60\% = 40$)。

正态曲线下一定区间的面积见表 A2:

表 A2

u	面 积	u	面 积
0.0	0.0000	2.0	0.47725
0.1	0.0398	2.1	0.48214
0.2	0.0793	2.2	0.48610
0.3	0.1179	2.3	0.48928
0.4	0.1554	2.4	0.491802
0.5	0.1915	2.5	0.493790
0.6	0.2257	2.6	0.495339
0.7	0.2580	2.7	0.496533
0.8	0.2881	2.8	0.497445
0.9	0.3159	2.9	0.498134
1.0	0.3413	3.0	0.498650
1.1	0.3643	3.1	0.4990324
1.2	0.3849	3.2	0.4993129
1.3	0.40320	3.3	0.4995166
1.4	0.41924	3.4	0.4996631
1.5	0.43319	3.5	0.4997674
1.6	0.44520	3.6	0.4998409
1.7	0.45543	3.7	0.4998922
1.8	0.46407	3.8	0.49992765
1.9	0.47128	3.9	0.49995190

A.5 直线回归

标准曲线上的点偏离直线时，可应用直线回归方程计算后，再绘制曲线。

$$y = a + bx \dots\dots\dots (A8)$$

式中： b ——直线斜率；

a ——直线方程的常数项。

$$b = \frac{\sum (xy) - \frac{(\sum x)(\sum y)}{n}}{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}} \dots\dots\dots (A9)$$

$$a = \frac{\sum y}{n} - \frac{b \sum x}{n} \dots\dots\dots (A10)$$

设 $n=5$, $\sum x=47.2$, $\sum y=85.85$, $\sum(xy)=821.266$, $\sum x^2=459.26$, $(\sum x)^2=(47.2)^2$ 。

代公式 (A9)、(A10) 得 $b=0.978$, $a=7.884$, 将 a 和 b 值代入公式 (A8) 得:

$$y = 7.884 + 0.978x$$

当 $x=7$, $y=14.73$; $x=12$, $y=19.62$ 。

由算出的两对 x 、 y 值即可确定回归直线。

A.6 相关系数

相关系数 (r), 表示两个变数的相关程度。

$$r = \frac{\sum(xy) - \frac{(\sum x)(\sum y)}{n}}{\sqrt{\left[\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}\right] \left[\sum y^2 - \frac{(\sum y)^2}{n}\right]}} \dots\dots\dots (A11)$$

假设有两组 5 对测定值如表 A3:

表 A3

	I	II	III	IV	V	平均值
完全相关	x 1	2	3	4	5	3
	y 3	5	7	9	11	7
不完全相关	x 1	2	3	4	5	3
	y 3	8	8	6	10	7

以表内完全相关的数据为例, 计算相关系数 r 。 $\sum xy=125$, $\sum x=15$, $\sum y=35$, $\sum x^2=55$, $\sum y^2=285$ 。

代入公式 (A11) 得:

$$r = \frac{125 - \frac{15 \times 35}{5}}{\sqrt{\left(55 - \frac{15^2}{5}\right) \left(285 - \frac{35^2}{5}\right)}} = \frac{20}{\sqrt{10 \times 40}} = \frac{20}{20} = +1$$

如将表内 x 的顺序颠倒为 5, 4, 3, 2, 1 时, 则 x 与 y 的关系为完全相关的负相关, r 为 -1 。

附录 B

几种标准溶液的配制和标定

(参考件)

B.1 1N、0.5N及0.1N氢氧化钠标准溶液

B.1.1 配制: 将氢氧化钠配成饱和溶液, 注入塑料桶中密闭放置至溶液清亮, 使用前以塑料管虹吸上层清液。

a. 1N氢氧化钠标准溶液: 量取 52ml 氢氧化钠饱和溶液, 注于 1000ml 不含二氧化碳的水中, 摇匀。

b. 0.5N 氢氧化钠标准溶液: 量取 26ml 氢氧化钠饱和溶液, 注于 1000ml 不含二氧化碳的水中, 摇匀。

c. 0.1N 氢氧化钠标准溶液: 量取 5 ml 氢氧化钠饱和溶液, 注于 1000ml 不含二氧化碳的水中, 摇匀。

B.1.2 标定

B.1.2.1 测定方法

a. 1N 氢氧化钠标准溶液: 称取 6g 于 105~110℃ 烘至恒重的基准苯二甲酸氢钾, 称准至 0.0002g, 溶于 80ml 不含二氧化碳的水中, 加 2 滴 1% 酚酞指示液, 用 1N 氢氧化钠溶液滴定至溶液所呈粉红色与标准色相同。同时作空白试验。

b. 0.5N 氢氧化钠标准溶液: 称取 3g 于 105~110℃ 烘至恒重的基准苯二甲酸氢钾, 称准至 0.0002g。溶于 80ml 不含二氧化碳的水中, 加 2 滴 1% 酚酞指示液, 用 0.5N 氢氧化钠溶液滴定至溶液所呈粉红色与标准色相同。同时作空白试验。

c. 0.1N 氢氧化钠标准溶液: 称取 0.6g 于 105~110℃ 烘至恒重的基准苯二甲酸氢钾, 称准至 0.0002g。溶于 50ml 不含二氧化碳的水中, 加 2 滴 1% 酚酞指示液, 用 0.1N 氢氧化钠溶液滴定至溶液所呈粉红色与标准色相同。同时作空白试验。

注: 标准色配制: 量取 80ml pH8.5 的缓冲溶液, 加 2 滴 1% 酚酞指示液, 摇匀。

B.1.2.2 计算

氢氧化钠标准溶液的当量浓度按式 (B1) 计算

$$N = \frac{G}{(V_1 - V_2) \times 0.2042} \dots\dots\dots (B1)$$

式中: G ——苯二甲酸氢钾之重量, g;

V_1 ——氢氧化钠溶液之用量, ml;

V_2 ——空白试验氢氧化钠溶液之用量, ml;

0.2042——每毫克当量苯二甲酸氢钾之克数。

B.1.3 比较

B.1.3.1 测定方法: 量取 30.00~35.00ml 盐酸标准溶液 (1N、0.5N、0.1N), 加 50ml 不含二氧化碳的水及 2 滴 1% 酚酞指示液, 用相应浓度的氢氧化钠溶液滴定, 近终点时加热至 80℃ 继续滴定至溶液呈粉红色。

B.1.3.2 计算: 氢氧化钠标准溶液的当量浓度 N 按式 (B2) 计算:

$$N = \frac{V_1 \cdot N_1}{V} \dots\dots\dots (B2)$$

式中: V_1 ——盐酸标准溶液之用量, ml;

N_1 ——盐酸标准溶液之当量浓度, N;

V ——氢氧化钠溶液之用量, ml。

B.2 1N、0.5N及0.1N盐酸标准溶液

B.2.1 配制

a. 1N盐酸标准溶液: 量取90ml浓盐酸, 注入1000ml水中。

b. 0.5N盐酸标准溶液: 量取45ml浓盐酸, 注入1000ml水中。

c. 0.1N盐酸标准溶液: 量取9ml浓盐酸, 注入1000ml水中。

B.2.2 标定

B.2.2.1 测定方法

a. 1N盐酸标准溶液: 称取1.6g于270~300℃灼烧至恒重的基准无水碳酸钠, 称准至0.0002g。溶于50ml水中, 加10滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液, 用1N盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸2min, 冷却后继续滴定至溶液呈暗红色。

b. 0.5N盐酸标准溶液: 称取0.8g于270~300℃灼烧至恒重的基准无水碳酸钠, 称准至0.0002g。溶于50ml水中, 加10滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液, 用0.5N盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸2min, 冷却后继续滴定至溶液呈暗红色。

c. 0.1N盐酸标准溶液: 称取0.2g于270~300℃灼烧至恒重的基准无水碳酸钠, 称准至0.0002g。溶于50ml水中, 加10滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液, 用0.1N盐酸溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色, 煮沸2min, 冷却后继续滴定至溶液呈暗红色。

B.2.2.2 计算

盐酸标准溶液的当量浓度 N 按式 (B3) 计算:

$$N = \frac{G}{(V_1 - V_2) \times 0.05299} \dots\dots\dots (B3)$$

式中: G ——无水碳酸钠之重量, g;

V_1 ——盐酸溶液之用量, ml;

V_2 ——空白试验盐酸溶液之用量, ml;

0.05299——每毫克当量碳酸钠之克数。

B.2.3 比较: 方法按照 B.1.3。

B.3 1N、0.5N及0.1N硫酸标准溶液

B.3.1 配制

a. 1N硫酸标准溶液: 量取30ml浓硫酸, 缓缓注入1000ml水中, 冷却, 摇匀。

b. 0.5N硫酸标准溶液: 量取15ml浓硫酸, 缓缓注入1000ml水中, 冷却, 摇匀。

c. 0.1N硫酸标准溶液: 量取3ml浓硫酸, 缓缓注入1000ml水中, 冷却, 摇匀。

B.3.2 标定: 方法按照 B.2.2。

B.3.3 比较: 方法按照 B.2.3。

B.4 1N及0.1N碳酸钠标准溶液

B.4.1 配制

a. 1N碳酸钠标准溶液: 称取53g无水碳酸钠, 溶于1000ml水中, 摇匀。

b. 0.1N碳酸钠标准溶液: 称取5.3g无水碳酸钠, 溶于1000ml水中, 摇匀。

B.4.2 标定

B.4.2.1 测定方法

a. 1N 碳酸钠标准溶液：量取30.00~35.00ml 1N碳酸钠溶液，加50ml水及10滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液，用1N盐酸标准溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸2min，冷却后继续滴定至溶液呈暗红色。

b. 0.1N 碳酸钠标准溶液：量取30.00~35.00ml 0.1N碳酸钠溶液，加20ml水及10滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液，用0.1N盐酸标准溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸2min，冷却后继续滴定至溶液呈暗红色。

B.4.2.2 计算

碳酸钠标准溶液的当量浓度 N 按式(B4)计算：

$$N = \frac{V_1 \cdot N_1}{V} \dots\dots\dots (B4)$$

式中： V_1 ——盐酸标准溶液之用量，ml；

N_1 ——盐酸标准溶液之当量浓度，N；

V ——碳酸钠溶液之用量，ml。

B.5 0.1N重铬酸钾标准溶液

B.5.1 配制：称取5g重铬酸钾，溶于1000ml水中，摇匀。

B.5.2 标定

B.5.2.1 测定方法：量取30.00~35.00ml 0.1N重铬酸钾溶液，置于碘量瓶中，加2g碘化钾及20ml 4N硫酸，摇匀。于暗处放置10min。加150ml水，用0.1N硫代硫酸钠标准溶液滴定，近终点时加3ml 0.5%淀粉指示液，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时作空白试验。

B.5.2.2 计算

重铬酸钾标准溶液的当量浓度 N 按式(B5)计算：

$$N = \frac{(V_1 - V_2) N_1}{V} \dots\dots\dots (B5)$$

式中： V_1 ——硫代硫酸钠标准溶液之用量，ml；

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠标准溶液之用量，ml；

N_1 ——硫代硫酸钠标准溶液之当量浓度，N；

V ——重铬酸钾溶液之用量，ml。

B.6 0.1N硫代硫酸钠标准溶液

B.6.1 配制：称取26g硫代硫酸钠（或16g无水硫代硫酸钠）和3.8g硼砂，溶于1000ml水中，缓慢煮沸10min，冷却，放置两周后过滤备用。

B.6.2 标定

B.6.2.1 测定方法：称取0.15g于120℃烘至恒重的基准重铬酸钾，称准至0.0002g。置于碘量瓶中，溶于25ml水，加2g碘化钾及20ml 4N硫酸，摇匀。于暗处放置10min。加150ml水，用0.1N硫代硫酸钠溶液滴定，近终点时加3ml 0.5%淀粉指示液，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色，同时作空白试验。

B.6.2.2 计算

硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度 N 按式(B6)计算：

$$N = \frac{G}{(V_1 - V_2) \times 0.04903} \dots\dots\dots (B6)$$

式中： G ——重铬酸钾之重量，g；

V_1 ——硫代硫酸钠溶液之用量, ml;

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠溶液之用量, ml;

0.04903——每毫克当量重铬酸钾之克数。

B.6.3 比较

B.6.3.1 测定方法: 准确量取 30.00~35.00ml 0.1N 碘标准溶液, 置于碘量瓶中, 加 150ml 水, 用 0.1N 硫代硫酸钠溶液滴定, 近终点时加 3ml 0.5% 淀粉指示液, 继续滴定至溶液蓝色消失。

同时作水所消耗碘的空白试验, 方法如下: 取 250ml 水, 加 0.05ml 0.1N 碘标准溶液, 3ml 0.5% 淀粉指示液, 用 0.1N 硫代硫酸钠溶液滴定至溶液蓝色消失。

B.6.3.2 计算

硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度 N 按式 (B7) 计算:

$$N = \frac{(V_1 - 0.05)N_1}{V - V_2} \dots\dots\dots (B7)$$

式中: V_1 ——碘标准溶液之用量, ml;

N_1 ——碘标准溶液之当量浓度, N;

V ——硫代硫酸钠溶液之用量, ml;

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠溶液之用量, ml;

0.05——空白试验碘标准溶液之用量, ml。

B.7 0.1N 碘标准溶液

B.7.1 配制: 称取 13g 碘及 35g 碘化钾, 溶于 100ml 水中, 稀释至 1000ml, 摇匀, 保存于棕色具塞瓶中。

B.7.2 标定

B.7.2.1 测定方法: 称取 0.15g 预先在硫酸干燥器中干燥至恒重的基准三氧化二砷, 称准至 0.0002g。置于碘量瓶中, 加 4ml 1N 氢氧化钠溶解, 加 50ml 水, 加 2 滴 1% 酚酞指示液, 用 1N 硫酸中和, 加 3g 碳酸氢钠及 3ml 0.5% 淀粉指示液, 用 0.1N 碘溶液滴定至溶液呈浅蓝色。同时作空白试验。

B.7.2.2 计算

碘标准溶液的当量浓度 N 按式 (B8) 计算:

$$N = \frac{G}{(V_1 - V_2) \times 0.04946} \dots\dots\dots (B8)$$

式中: G ——三氧化二砷之重量, g;

V_1 ——碘溶液之用量, ml;

V_2 ——空白试验碘溶液之用量, ml;

0.04946——每毫克当量三氧化二砷之克数。

B.7.3 比较: 方法按照 B.6.3。

B.8 0.1N 高锰酸钾标准溶液

B.8.1 配制: 称取 3.3g 高锰酸钾, 溶于 1050ml 水中, 缓缓煮沸 15min, 冷却后置于暗处密闭保存两周。以 4 号玻璃滤坩过滤于干燥的棕色瓶中。

注: 过滤高锰酸钾溶液所使用的 4 号玻璃滤坩, 事先, 应以同样的高锰酸钾溶液缓缓煮沸 5min, 收集瓶也要用此高锰酸钾溶液洗涤 2~3 次。

B.8.2 标定

B.8.2.1 测定方法: 称取 0.2g 于 105~110℃ 烘至恒重的基准草酸钠, 称准至 0.0002g。溶于 100ml 含有 8ml 硫酸的水中, 用 0.1N 高锰酸钾标准溶液滴定, 近终点时加热至 65℃, 继续滴定至溶液呈

粉红色保持 30s。同时作空白试验。

B.8.2.2 计算

高锰酸钾标准溶液的当量浓度 N 按式 (B9) 计算:

$$N = \frac{G}{(V_1 - V_2) \times 0.06700} \dots\dots\dots (B9)$$

式中: G ——草酸钠之重量, g;

V_1 ——高锰酸钾溶液之用量, ml;

V_2 ——空白试验高锰酸钾溶液之用量, ml;

0.06700——每毫克当量草酸钠之克数。

B.8.3 比较

B.8.3.1 测定方法: 量取 30.00~35.00ml 0.1N 高锰酸钾溶液, 置于碘量瓶中, 加 2g 碘化钾及 20ml 4N 硫酸, 摇匀。于暗处放置 5 min。加 150ml 水, 用 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液滴定, 近终点时加 3 ml 0.5% 淀粉指示液, 继续滴定至溶液蓝色消失。同时作空白试验。

B.8.3.2 计算

高锰酸钾标准溶液当量浓度 N 按式 (B10) 计算:

$$N = \frac{(V_1 - V_2) N_1}{V} \dots\dots\dots (B10)$$

式中: V_1 ——硫代硫酸钠标准溶液之用量, ml;

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠标准溶液之用量, ml;

N_1 ——硫代硫酸钠标准溶液之当量浓度, N;

V ——高锰酸钾溶液之用量, ml。

附加说明:

本标准由中华人民共和国商业部提出。

本标准由商业部粮食储运局负责起草。

本标准主要起草人高修吾、杨浩然、吴艳霞、吕桂芬。