**《制盐工业通用检测方法 溶解速度的测定》 行业标准编制说明**

**（征求意见稿）**

**一、工作简况**

**1任务来源**

本项目是根据工业和信息化部行业标准制修订计划（工信厅科函[2022]158号），计划编号为2022-1057T-QB，项目名称“制盐工业通用检测方法 溶解速度的测定”进行制定，主要起草单位：国家盐产品质量监督检验中心、中盐工程技术研究院有限公司、国盐检测（天津）有限责任公司、广东省广盐集团股份有限公司等,计划应完成时间2024年7月。

**2主要工作过程**

**2.1起草阶段**

标准起草任务下达后，起草单位迅速成立了标准起草工作组。工作组通过讨论，初步明确了标准起草进程安排和各起草单位分工。

标准起草工作组成员查阅了大量相关资料，确立了初步的实验方案。由于盐的溶解过程是一个物理-化学过程，盐在液体中的溶解过程是盐体与溶剂界面发生的一种非均质反应。这种反应包括溶剂进入被溶物质表面，溶剂与被溶物质间相互作用以及溶解后的物质从被溶物质表面扩散的过程。为了能够将盐的溶解性定量的表征出来，我们引入溶解速度这一参数，定义为用定量的试样溶解在定量溶液中所需要的时间。

由于盐溶解在水溶液中会解离成离子，随着离子的不断溶解和扩散，会引起溶液电导值的变化，当溶液中离子结晶速度与溶解速度相等时，会形成动态平衡，这时，溶液的电导值不在变化。因此，经过标准起草工作组充分讨论，初步确定了盐及盐化工固态产品溶解速度的测定方法：电导法，同时为了加速溶质扩散过程，配置了电磁搅拌装置。检测方法建立后，通过大量实验验证该方法的的可行性，最终编写了标准草案。

**2.2征求意见阶段**

《制盐工业通用检测方法 溶解速度的测定》行业标准草案形成后，标准起草工作组成员通过大量讨论，并征求了部分盐生产企业意见，对标准进行了认真修改，最终形成了《制盐工业通用检测方法 溶解速度的测定》行业标准的征求意见稿。

**3、主要参加单位**

本标准由国盐检测（天津）有限责任公司、大连理工大学、山东菜央子盐场有限公司、天津科技大学、中盐工程技术研究院有限公司、云南省盐业有限公司、浙江省盐业专营有限公司、广东省广盐集团股份有限公司、四川为众检测科技有限公司等共同起草。

**二、标准编制原则和主要内容**

**1标准编制原则**

本标准的制定符合产业发展的需要，充分考虑了产业发展现状、趋势及产品生产和使用双方的要求，本着先进性、科学性、合理性和可操作性的原则制定了本标准。在本标准的编写结构和内容编排等方面依据“标准化工作导则、指南和编写规则”系列标准的要求，进行了编写。

**2标准主要内容**

本文件描述了制盐工业通用检测方法溶解速度的测定——电导法。

本文件适用于盐及盐化工固态产品溶解速度的测定。

**2.1原理**

盐固体在水溶液中离解成离子，随着离子的不断溶解，溶液的电导值不断增大，当全部溶解后即溶液中离子结晶速度与溶解速度相等时，会形成动态平衡，溶液的电导值恒定。用定量盐试样溶解在定量溶剂中所需时间表征溶解速度。

2.2试验步骤

本标准规定的电导法测定盐及盐化工固态产品的溶解速度，在定量水溶剂达到恒温的前提下，固定电导仪电极的位置，调整转速，然后放入未结块的盐固体溶质，记录从加入试样到电导值恒定的所需时间。该方法能够将不同种类盐产品的溶解速度准确定量表征出来，甄别“速溶产品”的真实性，同时该方法所用仪器设备成本低廉、易于操作，便于生产企业实现检测。具体操作步骤如下：

将盛有50mL水的100mL烧杯用封口膜封口放置于电磁搅拌器上，打开加热装置，设定加热温度为25℃，使烧杯中水温度恒定10min。去掉封口膜，在烧杯中放入搅拌转子于底部中心，再将电导仪的电极插入其中，与烧杯内壁相距10mm，与烧杯底部相距13mm，调节转速250r/min，开动搅拌。称取未结块的固体试样5.00g，由漩涡中心上部缓慢加入烧杯中。当电导仪显示的电导值恒定（0.5min内变化＜0.6mS/cm），停止试验。

2.3 结果表示

本文件规定了溶解速度测试结果表示为：以min表示，记录从试样加入至电导值恒定所需时间。

2.4 精密度

根据多次试验结果的相对极差，取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于0.03g/mL。

**3解决的主要问题**

近些年，市场上出现了以“速溶海盐”、“雪花盐”为代表的盐产品，商家以“溶解速度快，能够大大提高拌菜、炒菜的速度”为卖点销售，市场反应好，颇受消费者喜爱。然而，对于溶解速度快慢的定量检测方法标准尚未制定，也就无法确定“产品速溶”的真实性。同时，由于大多生产企业测定溶解速度指标执行企业内控标准，存在检测技术不统一的问题。

由于没有适用和统一的检验方法，生产企业无法准确掌握产品溶解速度特性，无法有效实施质量监控活动，市场监督管理部门也无法对标有“速溶”产品进行有效监管，使产品存在一定的质量隐患。因此，本标准能够填补盐行业溶解速度测定方法标准的空白，为企业有效控制盐及盐化工固态产品的溶解速度提供统一检测方法标准，也为相关监督检测机构进行市场监督提供检测方法依据。

**三、主要试验（或验证）情况**

**1电导电极的选择**

实验室常用的电导电极按电极常数看，通常分为三种：0.01cm-1、0.1cm-1、1.0cm-1、10cm-1。电极常数决定了电导率测量范围和精度，电极常数越小，精度越高，测量范围越小。不同浓度盐溶液电导率值是不同的，为了能够选择合适测量范围的电极，我们参照GB/T 27503-2011《电导率仪的试验溶液 氯化钠溶液的制备方法》中给出的不同质量浓度氯化钠溶液对应的电阻率数值计算电导率数值，进而获得测量范围。

氯化钠溶液质量浓度选取范围为1%～26%，其中1%质量浓度是我们考虑到极小浓度值的情况；氯化钠在20℃下，溶于100g水里达到饱和状态时所溶解的质量是36.0g，计算得到氯化钠饱和溶液浓度近似值26%，因此，我们选取26%的氯化钠浓度作为最大值的极限情况。

由于溶液的电导率和电阻率互为倒数关系，公式如下：

K=1/ρ

式中：K——溶液的电导率，单位为西门子每厘米（S/cm）；

ρ——溶液的电阻率，单位为欧姆厘米（Ω·cm）。

GB/T 27503-2011《电导率仪的试验溶液 氯化钠溶液的制备方法》5.2溶液电导率中给出1%氯化钠溶液电阻率为65.387欧姆厘米（Ω·cm），26%氯化钠溶液电阻率为4.640欧姆厘米（Ω·cm），通过计算得到1%氯化钠溶液电导率为15.29mS/cm，26%氯化钠溶液电导率为215.52mS/cm。即1%～26%氯化钠质量浓度对应的电导率范围为15.29mS/cm～215.52mS/cm。同时26%氯化钠溶液是饱和状态的极限浓度，实际配制浓度一定低于26%。由此，我们初步确定了选择型号为DJS-10C的铂黑电极，该电极的测量范围为2mS/cm～200mS/cm，能够最大限度的满足检测需求。

**2 样品溶液浓度的选择**

我们用定量的试样溶解在定量溶液中所需要的时间为溶解速度。由于不同质量的固体试样溶解在不同体积的水溶液中离子溶解扩散达到平衡所需时间是不同的。为了选取合适的样品质量和溶剂体积，进而对不同类型盐产品的溶解速度指标进行有效测定，同时能够对不同类型盐产品特别是声称“速溶”的盐产品测试结果有明显区分。因此选取了具有代表性的三种样品：精制盐、雪花盐以及日晒盐，分别称取样品5g，配制成5%、10%、15%、20%质量浓度溶液，按照标准中描述的分析步骤进行操作：“称取未结块的固体试样5.00g，由漩涡中心上部缓慢加入烧杯中”。由于温度和搅拌速度影响盐溶解的速度，测试时保持水温的一致性，预热到25℃，磁转子搅拌速度统一为250r/min。电极测试位置保持一致，与烧杯内壁相距10mm，与烧杯底部相距13mm。测试结果如下：

单位：分钟（min）

浓度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 类型 | 5% | 10% | 15% | 20% |
| 精制盐 | ＜0.5 | 2 | 2 | — |
| 雪花盐 | ＜0.5 | 1.5 | 1.5 | — |
| 日晒盐 | 2 | 5 | 5 | — |

从上表中可以看出，若选择配制近似5%质量浓度的溶液，精制盐和雪花盐的溶解速度均＜0.5min，二者数值不能明显区分，众所周知，市面上以“雪花盐”为代表的盐产品常以“速溶”声称，若溶解速度定量检测方法测得数值不能与精制盐有明显差异，则该指标没有意义；若选择配制成20%质量浓度的溶液，由于配制溶液浓度过高，测不到稳定数值，舍去。

对比10%浓度与15%浓度测得的数值，我们发现并没有明显差异，能够得到相对稳定的数值，但15%浓度溶液加水体积相对于10%浓度偏小，水面刚能够过电极头，且电极底端贴烧杯底部易碰到搅拌转子，因此，考虑到试验的可操作性和数值的稳定性，选取配制接近10%的浓度。

综上所述，我们选择配制成近似浓度为10%的溶液进行测定。水的体积可选择50mL和100mL，考虑到搅拌转子的搅拌能力，我们选取50mL水体积，计算得出称取试样质量为5.00g。

**3 消除其他因素的影响**

由于样品结块、溶剂温度、转子搅拌速度以及电极测试位置均对测试结果有影响，为了消除上述影响，保证测试结果的重现性，我们规定了要称取未结块的试样，试验用水的温度为25℃，磁转子搅拌速度为250r/min，同时保证电极深入溶液测试位置的一致，即与烧杯内壁相距10mm，与烧杯底部相距13mm。

**4 精密度的验证**

样品选取的广泛性。我们选取了以“精制盐”、“日晒盐”、“腌制盐”、“工业盐”、“粉碎洗涤盐”、5个不同厂家生产的“雪花盐”、“自然食用盐”、“速溶海盐”、为代表的食用盐，以“氯化钾”、“氯化镁”、“无水硫酸钠”为代表的盐化工产品。

表1 不同盐产品精密度测试结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 类型 | 1/min | 2/min | 3/min | 4/min | 5/min | 6/min | 相对标准偏差/% | 极差/min |
| 1 | 精制盐 | 2.0 | 2.1 | 2.0 | 2.0 | 2.1 | 2.0 | 2.54 | 0.1 |
| 2 | 日晒盐 | 5.0 | 5.1 | 5.0 | 5.2 | 5.0 | 5.0 | 1.66 | 0.2 |
| 3 | 腌制盐 | 3.1 | 3.2 | 3.1 | 3.1 | 3.1 | 3.1 | 1.31 | 0.1 |
| 4 | 工业湿盐 | 2.4 | 2.5 | 2.5 | 2.4 | 2.5 | 2.5 | 2.09 | 0.1 |
| 5 | 粉碎洗涤盐 | 3.5 | 3.4 | 3.5 | 3.6 | 3.5 | 3.4 | 2.16 | 0.2 |
| 6 | 雪花盐1 | 1.5 | 1.4 | 1.5 | 1.4 | 1.5 | 1.5 | 3.52 | 0.1 |
| 7 | 雪花盐2 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.6 | 2.69 | 0.1 |
| 8 | 雪花盐3 | 1.5 | 1.6 | 1.5 | 1.5 | 1.6 | 1.5 | 3.37 | 0.1 |
| 9 | 雪花盐4 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 1.4 | 1.4 | 3.52 | 0.1 |
| 10 | 雪花盐5 | 1.6 | 1.6 | 1.5 | 1.6 | 1.5 | 1.6 | 3.30 | 0.1 |
| 11 | 速溶海盐 | 1.7 | 1.7 | 1.6 | 1.6 | 1.7 | 1.6 | 3.32 | 0.1 |
| 12 | 自然食用盐 | 2.5 | 2.6 | 2.5 | 2.6 | 2.5 | 2.5 | 2.04 | 0.1 |
| 13 | 氯化钾 | 1.2 | 1.3 | 1.2 | 1.3 | 1.2 | 1.3 | 4.38 | 0.1 |
| 14 | 氯化镁 | 1.1 | 1.2 | 1.1 | 1.2 | 1.1 | 1.2 | 4.76 | 0.1 |
| 15 | 无水硫酸钠 | 4.5 | 4.6 | 4.6 | 4.6 | 4.6 | 4.7 | 1.37 | 0.2 |

从上表中我们可以看出，15种盐产品6个平行样测试结果的相对标准偏差均＜5%，表明该方法测试结果稳定，重现性好。依据15组检测结果的极差数值，我们要求平行测量结果的绝对差值不得大于0.2min。

**四、标准中涉及专利情况**

本标准中不涉及专利问题。

**五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况**

目前，盐行业现有标准体系中没有关于溶解速度的定量检测方法，无法甄别市场声称“速溶”盐产品的真实性。单单就“雪花盐”一种产品而言，国内就有多家生产企业，每家的设计产能在1500吨至7000吨之间。由此可知，该类盐产品具有广阔的市场前景。但生产企业测定溶解速度指标大多执行企业内控标准，存在检测技术不统一的问题，无法实现产品该指标的有效监测。

《制盐工业通用检测方法 溶解速度的测定》标准的制定是对盐行业现有标准体系的补充和完善，不仅能够使技术要求和检测方法统一化，满足企业的检测需求，还能促进生产企业产品质量管理的规范化。同时，该标准的制定利于市场监管，有效打击谎称“速溶”的假冒伪劣产品，从而更好的规范生产、流通、销售秩序，在一定程度上维护了公平公正的市场竞争环境，保护了合法生产企业的合法权益，促进产业健康、快速发展。

**六、与国际、国外对比情况**

本标准制定过程中未查到同类国际、国外标准，没有采用国际标准或国外先进标准。本标准水平为国内领先水平。

**七、在标准体系中的位置，与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性**

本专业领域的标准体系框架如下图：

 本标准属于盐业标准体系“99其他”大类，体系编号为：“152950000000000057FF”。

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

无。

**九、标准性质的建议说明**

建议本标准的性质为推荐性行业标准。

**十、贯彻标准的要求和措施建议**

建议本标准批准发布6个月后实施。

**十一、废止现行相关标准的建议**

无。

**十二、其他应予说明的事项**

无。

《制盐工业通用检测方法 溶解速度的测定》

行业标准工作组

2024年4月8日