

中华人民共和国国家标准

GB 22216—2008

食品添加剂 过氧化氢

Food additive—Hydrogen peroxide

2008-06-25 发布

2009-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前　　言

本标准的第4章、第7章和第9章为强制性，其余为推荐性。

本标准与联合国粮农组织和世界卫生组织(FAO/WHO)食品添加剂联合专家委员会(JECFA)2004《食品添加剂 过氧化氢》(英文版)的一致性程度为非等效。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)和全国食品添加剂标准化技术委员会(SAC/TC 11)共同归口。

本标准主要起草单位：杭州临安精欣化工有限公司、天津化工研究设计院、广州市金珠江化学有限公司、德化天鸿泰富化工有限公司、广东中成化工股份有限公司、上海阿科玛双氧水有限公司、广州市中壹化工有限公司、上海远大过氧化物有限公司、沈阳康利精细化工有限责任公司。

本标准参加起草单位：上海哈勃化学技术有限公司。

本标准主要起草人：王彦、刘幽若、汪永超、李志云、晏昭欣、邓键、张盈、张平均、王凤、王刚。

食品添加剂 过氧化氢

1 范围

本标准规定了食品添加剂过氧化氢(俗称食品级双氧水)的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于食品添加剂过氧化氢。该产品主要用于食品添加剂防腐剂和食品工业用加工助剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997,MOD)

GB/T 5009.16—2003 食品中锡的测定

GB/T 5009.76—2003 食品添加剂中砷的测定

GB/T 5009.87—2003 食品中磷的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB 13690—1992 常用危险化学品的分类及标志

GB 15603 常用化学危险品贮存通则

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: H_2O_2

相对分子质量: 34.01(按 2007 年国际相对原子量)

4 要求

4.1 外观及气味: 无色透明液体, 略带刺激性气味。

4.2 食品添加剂过氧化氢应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	30%	35%	50%
过氧化氢, w/% ≥	30.0	35.0	50.0
稳定性, w/% ≥	98.0		
不挥发物, w/% ≤	0.006 0		0.008 0
酸度(以 H_2SO_4 计), w/% ≤	0.02		

表 1 (续)

项 目	指 标		
	30%	35%	50%
磷酸盐(以 PO_4 计), $w/\%$ \leqslant	0.005 0		0.007 0
锡(Sn), $w/\%$ \leqslant		0.001 0	
铁(Fe), $w/\%$ \leqslant		0.000 05	
铅(Pb), $w/\%$ \leqslant		0.000 4	
砷(As), $w/\%$ \leqslant		0.000 1	
总有机碳(TOC), $w/\%$ \leqslant	0.008 0		0.010 0

5 试验方法

5.1 安全提示:标准所用盐酸、硝酸、硫酸以及过氧化氢等化学品具有腐蚀性和氧化性,使用者应小心操作避免溅到皮肤上。一旦溅在皮肤上立即用大量水冲洗,严重者须治疗。

5.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观及气味的判别

在自然光下，采用目视判别所取样品，并用手将样品散发的气味扇向自己的鼻部，判断气味。

5.4 过氧化氢含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性介质中，过氧化氢与高锰酸钾发生氧化还原反应。根据高锰酸钾标准滴定溶液的消耗量，计算过氧化氢的含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 磷酸溶液: 1±15%

5.4.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{5} \text{KMnO}_4\right)$ 约为 0.1 mol/L。

5.4.3 分析步骤

5.4.3.1 质量分数为 30% 和 35% 的过氧化氢试样的称取:用 10 mL~25 mL 的滴瓶以减量法称取约 0.16 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于已加有 100 mL 硫酸溶液的 250 mL 锥形瓶中。

5.4.3.2 50%的过氧化氢试样的称取:称取0.8 g~1.0 g,精确至0.0002 g,置于250 mL容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取25 mL稀释后的溶液置于已加有100 mL硫酸溶液的250 mL锥形瓶中。

5.4.3.3 测定：用高锰酸钾标准溶液滴定至溶液呈粉红色，并在 30 s 内不消失即为终点。

5.4.4 结果计算

30%或35%的过氧化氢含量以过氧化氢(H_2O_2)的质量分数 w_1 ,其数值以%表示,按式(1)计算:

50%的过氧化氢含量以过氧化氢(H_2O_2)的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按式(2)计算:

式中：

m_1 ——瓷蒸发皿、铂片或铂丝和残渣的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——瓷蒸发皿、铂片或铂丝的质量的数值,单位为克(g);

m—试料的质量的数值,单位为克(g)

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.001%。

5.7 酸度的测定

5.7.1 方法提要

以甲基红-亚甲基蓝为指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样中的游离酸,从而测定试样酸度。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(\text{NaOH})$ 约为 0.1 mol/L

5.7.2.2 用甚红-用甚蓝混合指示液

5.7.3 仪器设备

微量滴定管：分度值为 0.02 mL 或 0.01 mL

5.7.4 分析步骤

称取约 40 g 试样, 精确至 0.01 g, 用 50 mL 不含二氧化碳的水将试样全部移入锥形瓶中, 加入 2~3 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为暗蓝色即为终点。

5.7.5 结果计算

酸度(以 H_2SO_4 计)以质量分数 w_1 计, 数值以%表示。按式(5)计算。

$$w_4 = \frac{V}{1\,000} \times cM \times 100$$

式中。

V——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)。

c —氯化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)。

m —试料的质量的数值, 单位为克(g)。

M ——硫酸($\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.04$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.001%。

5.8 磷酸盐含量的测定

按照 GB/T 5009.87—2003 中 15.1 标准曲线绘制操作。称取 (1.00 ± 0.01) g 试样, 水浴蒸干, 用 10 mL 盐酸溶液(1+1)溶解残渣后, 完全转移至 100 mL 容量瓶中, 并用水稀释至刻度, 摆匀。移取 10 mL 溶液置于 25 mL 比色管中, 然后按照 GB/T 5009.87—2003 中 15.2.2 中“加入 2 mL 钼酸铵溶液, ……”至操作结束。

5.9 铁含量的测定

5.9.1 限量目视比色

5.9.1.1 试剂

- a) 氯化钠；
 - b) 过硫酸铵；
 - c) 盐酸溶液:1+1；
 - d) 硫氰酸铵溶液:将 8 g 硫氰酸铵溶解于 100 mL 水中；
 - e) 铁标准溶液:1 mL 溶液含有铁(Fe)1.00 μg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铁标准溶液, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。

5.9.1.2 分析步骤

称取(20.00±0.01)g试样于瓷蒸发皿中,加入0.01g氯化钠,于水浴上蒸干。用2mL盐酸溶液溶解残渣,用50mL水稀释后加入0.01g过硫酸铵,10mL硫氰酸铵溶液,混匀。溶液所呈红色或粉红色不得深于标准溶液。

标准溶液：移取 1 mL 铁标准溶液，与试样同时同样处理。

5.9.2 邻菲啰啉分光光度法(仲裁法)

5.9.2.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中的三价铁还原成二价铁，在 pH 值为 4~6 时，二价铁离子可与邻菲啰啉生成橙红色络合物，使用分光光度计，在最大吸收波长 510 nm 处测量其吸光度。

5.9.2.2 试剂

- a) 盐酸溶液:1+1;
 - b) 抗坏血酸溶液:2%;
 - c) 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈4.5;
 - d) 邻菲啰啉溶液:0.2%;
 - e) 铁标准溶液4 mL 溶液含有铁(Fe)1.00 μg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铁标准溶液, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。

5.9.2.3 仪器设备

分光光度计，带有厚度为 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

5 9 3 4 分析步驟

- a) 试验溶液的制备
称取约 20 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于瓷蒸发皿中, 加入 0.01 g 氯化钠, 于水浴上蒸发至干。冷却, 用 5 mL 盐酸溶液溶解残渣。同时制备空白试验溶液, 分别全部移入 50 mL 容量瓶中, 加水至 20 mL。

b) 标准比色液的配制

于一系列 50 mL 容量瓶中分别加入待测溶液 0 mL (试剂空白试验)、5.00 mL、10.00 mL、

15.00 mJ 20.00 mJ

试验溶液和标准比色液分别用盐酸溶液调至 pH 约为 2(用精密 pH 试纸检验) 加 2.5 mL

试验报告单
抗压硫酸溶液

选用 4 cm 或 5 cm 的比色皿,于最大吸收波长(510 nm)处,以水为参比调零,进行吸光度的测量。

、一、二、三、四、五、六、七、八

从每个标准比色液的吸光度中减去试剂空白试验的吸光度,以铁的质量(μg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

吸光度法

铁含量以铁(Fe)的质量分数 计 数值以%表示 按式(6)计算

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

三

从工作曲线上查出的试样溶液的铁(II)的质量的数值，单位为微克(μg)。

从工作曲线上查出的试样溶液的铁(Fe)的质量的数值,单位为微克(μg);

m—试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 01%。

5.10 锡含量的测定

称取(1.00±0.01)g试样于瓷蒸发皿中,于水浴上蒸发至干。用5mL硫酸(1+9)溶解残渣,完全转移至25mL比色管中。同时制备试剂空白溶液。然后按GB/T 5009.16—2003中12.1.2试样预处理及标准曲线制备的“吸取0,0.20……”和12.2试样测量操作。

5.11 铅含量的测定

5.11.1 试剂

5. 11. 1. 1 盐酸溶液:1+1;

5.11.1.2 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)10 μg;

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配置的铅标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摆匀。用时配制。

5.11.1.3 水:符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

5.11.2 分析步骤

5.11.2.1 试验溶液的制备:称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g),置于瓷蒸发皿中,于水浴上蒸发至干,加入 5 mL 盐酸溶液使残渣溶解,冷却后完全转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.11.2.2 标准溶液的制备:于一系列 100 mL 容量瓶中分别加入铅标准溶液 0 mL(试剂空白试验)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

5.11.2.3 测定:在原子吸收分光光度计上,用空气-乙炔火焰,在波长 283.3 nm 下,用水调零,测定上述溶液的吸光度。

5.11.2.4 工作曲线的绘制

从每个标准比色液的吸光度中减去试剂空白试验的吸光度,以铅的质量(μg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.11.3 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数 w_6 计, 数值以%表示, 按式(7)计算:

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的铅(Pb)的质量的数值,单位为微克(μg);

m—试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1%。

5.12 砷含量的测定

5.12.1 二乙基二硫代氨基甲酸银-分光光度法(仲裁法)

称取(3.00±0.01)g试样,置于瓷蒸发皿中,于水浴上蒸干。加入10mL硫酸溶液使残渣溶解,冷却后完全转移至锥形瓶中。用移液管移取3mL砷标准溶液置于另一只锥形瓶中。各加入5mL盐酸。然后按照GB/T 5009.76—2003的2.4测定中“加水至30mL,……”至操作结束。

5.12.2 砧斑法

称取(3.00±0.01)g试样,置于瓷蒸发皿中,于水浴上蒸干。加入10mL硫酸溶液使残渣溶解,冷却后完全转移至定砷瓶中,加水至30mL。然后按GB/T 5009.76—2003中第11章测定进行操作至结束。

5.13 总有机碳含量的测定

5.13.1 方法提要

试样中的有机碳在催化剂三氧化二铬和钯石棉的作用下,于900℃的氧气流中均被氧化成二氧化

碳,此二氧化碳由氧气流带入红外线气体分析仪,测定其总有机碳含量。

5.13.2 试剂

- 5.13.2.1 苯二甲酸氢钾;
- 5.13.2.2 三氧化二铬;
- 5.13.2.3 钡石棉;
- 5.13.2.4 碱石灰;
- 5.13.2.5 无水氯化钙;
- 5.13.2.6 盐酸溶液:1+2;
- 5.13.2.7 水:符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

5.13.3 仪器设备

- 5.13.3.1 红外线二氧化碳气体分析仪或适用型号的有机碳测定仪;
- 5.13.3.2 恒温干燥箱:0 ℃~300 ℃;
- 5.13.3.3 氧气:钢瓶装;
- 5.13.3.4 管式电阻炉:0 ℃~1,000 ℃;
- 5.13.3.5 半导体冷阱;
- 5.13.3.6 微量注射器:50 μL;
- 5.13.3.7 石英管;
- 5.13.3.8 干燥管;
- 5.13.3.9 硅橡胶垫:厚度 5 mm。

5.13.4 分析步骤

5.13.4.1 催化剂的制备

取数克三氧化二铬于瓷蒸发皿(或小烧杯)中,用少量水浸湿,使粉状三氧化二铬粘合在一起,在小型压片机上成型,然后粉碎成 3 mm~4 mm 的不规则颗粒,于 900 ℃下焙烧 2 h 后,放入干燥管中冷却,备用。

5.13.4.2 填装石英管

按照仪器说明填装,将干燥清洁的石英碎片、三氧化二铬触媒、钯石棉一次装入管内,要求填装紧密均匀。最后将与石英管直径大小相同的硅橡胶垫塞好,并用细铁丝固定好,以防高温下气体压力剧增而弹出。将装好的石英管放入管式电阻炉内。

5.13.4.3 碳标准溶液的制备

准确称取 2.125 g 在 110 ℃下干燥 2h 的苯二甲酸氢钾,置于 1 000 mL 容量瓶中,用不含二氧化碳的水稀释至刻度。用移液管移取上述溶液 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL 分别置于 5 个 50 mL 容量瓶中定容。即浓度为 0 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、60 mg/L、80 mg/L 的碳标准溶液。

5.13.4.4 测定

a) 工作曲线的绘制

将测定仪器调至最佳试验条件后,用微量注射器刺过硅橡胶垫向石英管内分别注入 15 μL 不同浓度的碳标准溶液,得到与标准溶液相应的峰值,以有机碳含量(mg/L)为横坐标,峰值为纵坐标,绘制工作曲线;

b) 试样中总碳含量的测定

用微量注射器将 15 μL 试样注入石英管中,仪器显示出相应的峰值,在工作曲线上查出总有机碳含量。

5.13.5 结果计算

总有机碳的含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_7 = \frac{T \times 10^{-6}}{\rho} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (8)$$

式中：

T——试样测定显示的峰值在工作曲线上查出的总有机碳含量,单位为毫克每升(mg/L);

ρ ——用密度仪或密度计测出的试样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 本标准所有指标项目为型式检验项目。正常情况下,每一个月至少进行一次型式检验。

6.1.2 本标准规定项目中的过氧化氢含量、稳定度、不挥发物、酸度、磷酸盐、锡、铅、砷为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 每批产品不得大于 100 t。

6.3 取样方法

6.3.1 食品添加剂过氧化氢用桶或槽车装时,按照GB/T 6678和GB/T 6680进行采样。

6.3.2 取样器应为玻璃或聚乙烯塑料制成。所取试样量不少于 500 mL，混匀后装在经钝化处理的清洁、干燥的硬质玻璃瓶或聚乙烯瓶中，瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名，供当日检验用。

6.3.3 生产厂可在贮罐中取样，当供需双方发生质量争议时，以出厂产品中取样为准。

6.4 食品添加剂过氧化氢应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

6.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6.6 使用单位有权按照本标准的规定对收到的食品添加剂过氧化氢产品进行验收,验收时间在两日内进行。

7 标志、标签

7.1 食品添加剂过氧化氢包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、规格、“食品添加剂”字样、净含量、批号或生产日期、危险化学品生产证号、生产许可证号、卫生许可证号及本标准编号,以及 GB/T 191—2008 中规定的“向上”及“怕晒”标志、GB 13690 中规定的:过氧化氢的质量分数不大于 40% 的产品应有“氧化剂”标志,过氧化氢的质量分数大于 40% 的产品应增加“腐蚀品”标志,及安全使用说明书。

7.2 每批出厂的食品添加剂过氧化氢都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、规格、“食品添加剂”字样、净含量、批号或生产日期、危险化学品生产证号、生产许可证号、卫生许可证号、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 食品添加剂过氧化氢产品应用食品级聚乙烯塑料桶或不锈钢桶包装,每桶净含量 25 kg、50 kg,或按照用户要求的规格进行包装。

8.2 食品添加剂过氧化氢在运输过程中应防止日光照射或受热,不能与易燃品和还原剂混运,如出现容器破裂或渗漏现象,应用大量水冲洗。禁止与有害、有毒物质及其他污染物品混贮、混运。

8.3 食品添加剂过氧化氢的贮存应符合 GB 15603 中规定的要求。

8.4 食品添加剂过氧化氢保质期为六个月,逾期检验合格,仍可继续使用。

9 安全

由于食品添加剂过氧化氢属于危险化学品中的氧化剂类,为了避免采样、试验等操作过程中过氧化氢样品的迸溅或外溢,操作人员应佩戴必要的防护用品,如:橡胶手套、护目镜等。

中华人民共和国

国家标准

食品添加剂 过氧化氢

GB 22216—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字
2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

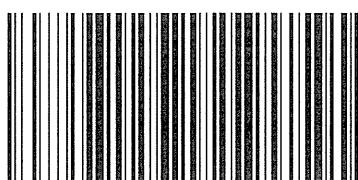
*

书号: 155066 · 1-34180

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB 22216-2008