

中华人民共和国化工行业标准

HG 2684—95

食品添加剂 稀释过氧化苯甲酰

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂稀释过氧化苯甲酰的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于食品添加剂过氧化苯甲酰与食品添加剂明矾、磷酸钙盐、硫酸钙、碳酸钙、碳酸镁和淀粉中的一种以上为稀释剂配制而成的稀释过氧化苯甲酰(又称面粉增白剂),用于小麦面粉品质改良。

主要成分过氧化苯甲酰的分子式: $(C_6H_5CO)_2O_2$

过氧化苯甲酰相对分子质量: 242.22(按 1991 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 8450 食品添加剂中砷的测定方法

GB/T 8451 食品添加剂中重金属限量试验法

3 技术要求

3.1 外观: 白色流畅性粉末。

3.2 食品添加剂 稀释过氧化苯甲酰应符合下表要求。

项 目	指 标
过氧化苯甲酰含量 $(C_{14}H_{10}O_4)$, %	28 ± 1.0
水分, % \leq	2.0
细度(R 40/3 系列, $\Phi 200 \times 50/0.075$ mm 试验筛, 筛余物), % \leq	10
延烧试验	合格
盐酸试验	合格

中华人民共和国化学工业部 1995-04-05 批准

1996-01-01 实施

续表

项	目	指 标
铵盐试验		合格
钡盐试验		合格
10%水溶液 pH 值		6.0~9.0
重金属(以 Pb 计)含量, %	≤	0.004
砷(以 As 计)含量, %	≤	0.000 3

4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

本标准所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品在没有其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4.1 鉴别试验

4.1.1 试剂和溶液

a. 氯仿;

b. 4,4'-二氨基二苯胺溶液:加少量乙醇于 4,4'-二氨基二苯胺硫酸盐中,充分研磨混合,再加乙醇,经回流冷凝器,在水浴上加热回流制成饱和溶液。

4.1.2 分析步骤

称取样品 0.2g,放入试管中,加氯仿 7mL,充分摇混,放置后,试管底部应残留白色不溶物。加 4,4'-二氨基二苯胺溶液 2mL,液体及不溶物应显蓝绿色。

4.2 过氧化苯甲酰含量的测定

4.2.1 方法提要

在丙酮溶液中,过氧化苯甲酰与碘化钾反应生成游离碘,以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

4.2.2 试剂和溶液

a. 丙酮;

b. 碘化钾溶液:500g/L;

c. 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}$ 。

4.2.3 分析步骤

称取样品 1g(精确至 0.000 2g),置于 250mL 玻璃三角瓶中,加丙酮 30mL 使之溶解,加碘化钾溶液 2mL,立即盖上塞子。摇匀后放在暗处 15min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定(不加淀粉指示液),直至棕色消失为滴定终点。同时进行空白试验。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的过氧化苯甲酰含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 0.1211}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——样品消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——样品的质量, g;

0.121 1——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的过氧化苯甲酰的质量。

4.2.5 允许差

两次平行测定结果之差值不大于 0.2%, 取其算术平均值为测定结果。

4.3 水分的测定

4.3.1 仪器与材料

- a. 真空干燥箱;
- b. 称量瓶, 直径 50mm, 高 30mm。

4.3.2 分析步骤

称取样品 2g (精确至 0.000 2g), 于预先恒重的称量瓶中。置于真空度为 $6.4 \times 10^4 \sim 7.1 \times 10^4 \text{Pa}$ (相当于 480~530mm Hg) 的真空干燥箱中, 于 $50 \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至恒重, 称量。

4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分 (X_2) 按式 (2) 计算:

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m ——干燥前样品的质量, g;

m_1 ——干燥后样品的质量, g。

4.3.4 允许差

两次平行测定结果之差值不大于 0.2%, 取其算术平均值为测定结果。

4.4 细度的测定

4.4.1 试验筛 (GB 6003): R 40/3 系列, $\Phi 200\text{mm} \times 50\text{mm} / 0.075\text{mm}$ 。附有筛底与筛盖。

4.4.2 分析步骤

称取样品 10g (精确至 0.1g), 置于试验筛中, 激烈震荡 2min, 并不断敲打。称取试验筛中的残余物, 不大于 1.0g 为合格。

4.5 延烧试验

称取样品 1g (精确至 0.01g), 按高 3mm; 宽 10mm, 放置在玻璃板上, 从一端点火, 延烧不到另一端为合格。

4.6 盐酸试验

4.6.1 试剂和溶液

- a. 乙醚;
- b. 盐酸溶液: 1→4。

4.6.2 分析步骤

称取样品 0.2g (精确至 0.01g), 置于试管中, 加盐酸溶液 10mL, 充分摇匀, 徐徐加热并煮沸约 1min, 冷却后加乙醚 8mL, 充分摇匀后放置, 分层后, 两液层应澄明, 其浊度不得大于澄明标准比浊溶液所呈浊度, 并两液层界面无显著悬浮物为合格。

澄明标准比浊溶液的制备见附录 A (补充件)。

4.7 铵盐试验

4.7.1 溶液

氢氧化钠溶液:400g/L。

4.7.2 分析步骤

称取样品 0.2g(精确至 0.01g),置入试管内,加氢氧化钠溶液 3mL,加热、煮沸,在试管口用湿润的红色石蕊试纸试之,若不变成蓝色为合格。

4.8 钡盐试验

4.8.1 溶液

a. 硝酸溶液:1→10;

b. 硫酸溶液:1→20;

c. 氨水溶液:2→5。

4.8.2 分析步骤

称取样品 2g(精确至 0.01g),置入试管中,加硝酸溶液 15mL,摇混后过滤,水洗,合并洗液和滤液,加水配至 40mL,用氨水溶液调至 pH 值为 2.4~2.8 后加水配至 50mL,加硫酸溶液 1mL,放置 10min 后,其浊度不得大于混浊标准比浊溶液所呈浊度。

混浊标准比浊溶液的制备见附录 B(补充件)。

4.9 10%水溶液 pH 值

4.9.1 仪器

酸度计,最小分度值为 0.1pH,带有甘汞参比电极和玻璃测量电极。

4.9.2 分析步骤

称取样品 3g(精确至 0.1g),置入烧杯中,加水 30mL 摇匀,过滤后的溶液,在酸度计上测量 pH 值。

4.9.3 允许差

两次平行测定结果之差值不大于 0.2pH,取其算术平均值为测定结果。

4.10 重金属含量的测定

4.10.1 溶液

a. 盐酸溶液:1→4;

b. 硫化钠溶液:称取硫化钠 5g,溶于 10mL 水,再加 30mL 甘油摇匀,装入棕色玻璃瓶中,密封避光保存,配制三个月内有效。

c. 铅标准溶液:0.01mg Pb/mL,取含 0.1mg Pb/mL 的溶液 10mL,于 100mL 容量瓶中,稀释至刻度。

4.10.2 样品液与铅限量标准溶液的制备

称取样品 1.0g,加盐酸溶液 7mL 和水 10mL,充分摇混后,在 90℃ 恒温水浴中加热 30min,冷却后过滤,水洗,合并洗液和滤液,加水配至 40mL。取此液 20mL 作为样品液。

吸取铅标准溶液 2.0mL,与样品液同时同样处理,作为铅限量标准溶液。

4.10.3 分析步骤

按 GB/T 8451 的规定进行。在 6.4 条中,向各管加入 10mL 新鲜制备的硫化氢饱和液,改为加两滴硫化钠溶液。

4.11 砷含量的测定

4.11.1 溶液

a. 盐酸溶液:1→4;

b. 砷标准溶液:0.001mg As/mL,取含 0.1mg As/mL 的砷标准溶液 1mL,加 1mL(3+100)硫酸溶液于 100mL 容量瓶中,加新煮沸冷却的水稀释至刻度。

4.11.2 样品液与砷限量标准溶液的制备

称取样品 0.33g,加盐酸溶液 5mL,平稳加热至沸,迅速在冰水中冷却后过滤,用 15mL 水洗涤滤渣,合并洗液和滤液,加水配至 40mL,此液为样品液。

吸取砷标准溶液 1.0mL 与样品液同时同样方法处理,作为砷限量标准溶液。

4.11.3 分析步骤

按 GB/T 8450 中砷斑法的规定进行。

5 检验规则

5.1 该产品应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定对产品质量进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

每批出厂的产品都应附有质量合格证,其内容包括:产品名称、本标准编号、产品质量符合本标准的证明、生产许可证号、食品卫生许可证号、生产日期、批号、净重、质检员、贮存期、生产厂名称和地址。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

5.3 一次生产的均匀产品为一批。

5.4 按 GB/T 6678 中第 6.6 条规定确定采样单元数。采样时,从每桶一小袋中均匀采样,每小袋不少于 50g,将所采样品充分混合,以四分法缩分到不少于 200g,分别装入两个干燥、清洁、密闭的玻璃瓶中。瓶上粘贴标签,并注明:生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶留样备查。

5.5 检验结果若有一项指标不符合本标准要求时,则重新自两倍量的包装桶中采样检验。复查结果仍有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按《中华人民共和国产品质量法》之规定办理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 每个包装容器上应有明显的“食品添加剂”字样,并标明产品名称、生产许可证号、商标、批号、生产日期、净重、生产厂名称和地址、本标准编号及按 GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2 本产品用内衬食品级塑料袋硬质桶包装,内装用食品级塑料袋包装的 5 小袋,每小袋净重 5kg,每桶净重 25kg,或根据用户要求进行包装。桶内附有产品使用说明书。

6.3 本产品在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮,严禁与有毒有害物品混运。

6.4 本产品应贮存于阴凉、干燥、通风的仓库中,防止受热或阳光曝晒,严禁与有毒有害物品混贮。

6.5 本产品贮存期为二年,逾期重新检验是否符合本标准要求。合格者仍可继续使用。

附录 A
澄明标准比浊溶液的制备
(补充件)

A1 试剂和溶液

- a. 硝酸溶液:1→3;
- b. 糊精溶液:20g/L;
- c. 硝酸银溶液:20g/L;
- d. 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 。

A2 标准比浊溶液的制备

A2.1 含氯(Cl)每 1mL 为 1mg 溶液的制备

量取盐酸标准溶液 14.1mL,置于 50mL 的容量瓶中,加水稀释至刻度。

A2.2 含氯(Cl)每 1mL 为 0.01mg 溶液的制备

量取每 1mL 含氯(Cl)为 1mg 的溶液 10mL,置于 1 000mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

A2.3 澄明标准比浊溶液的制备

准确量取每 1mL 含氯(Cl)为 0.01mg 的溶液 0.2mL,加水至 20mL,加入硝酸溶液 1mL,糊精溶液 0.2mL 及硝酸银溶液 1mL,摇匀,在暗处放置 15min。

附录 B
混浊标准比浊溶液的制备
(补充件)

B1 试剂和溶液

- a. 硝酸溶液:1→3;
- b. 糊精溶液:20g/L;
- c. 硝酸银溶液:20g/L;
- d. 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 。

B2 标准比浊溶液的制备

B2.1 含氯(Cl)每 1mL 为 1mg 溶液的制备

量取盐酸标准溶液 14.1mL,置于 50mL 的容量瓶中,加水稀释至刻度。

B2.2 混浊标准比浊溶液的制备

准确量取每 1mL 含氯(Cl)为 1mg 的溶液 0.3mL,加水至 20mL,加入硝酸溶液 1mL,糊精溶液 0.2mL 及硝酸银溶液 1mL,摇匀,在暗处放置 15min。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部北京化工研究院、卫生部食品卫生监督检验所技术归口。

本标准由河南省许昌制药厂一分厂和核工业理化工程研究院负责起草。

本标准主要起草人夏书军、赵启泰、张根义、薛江峰。

自本标准等效采用《日本食品添加剂公定书》第五版(1986)《稀释过氧化苯甲酰》。