



中华人民共和国国家标准

GB 25573—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 过氧化钙

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部发布

前　　言

本标准的附录 A 为规范性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 过氧化钙

1 范围

本标准适用于以氯化钙、过氧化氢、氨水为原料或以氢氧化钙、过氧化氢为原料生产的食品添加剂过氧化钙。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 分子式和相对分子质量

3.1 分子式

CaO_2

3.2 相对分子质量

72.08 （按 2007 年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 感官要求：应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

| 项 目 | 要 求 | 检验方法 |
|------|------|---------------------------|
| 色泽 | 淡黄色 | 取适量试样置于 50mL 烧杯中，在自然光下观察色 |
| 组织状态 | 结晶粉末 | 泽和组织状态。 |

4.2 理化指标：应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

| 项 目 | 指 标 | 检验方法 |
|-------------------------------|-------|-------------|
| 活性氧 (O), w/ % \geq | 16.6 | 附录 A 中 A.4 |
| 水分, w/ % \leq | 2.0 | 附录 A 中 A.5 |
| pH (10g/L 水溶液) | 11~13 | 附录 A 中 A.6 |
| 重金属 (以 Pb 计) / (mg/kg) \leq | 10 | 附录 A 中 A.7 |
| 铅 (Pb) / (mg/kg) \leq | 4 | 附录 A 中 A.8 |
| 砷 (As) / (mg/kg) \leq | 3 | 附录 A 中 A.9 |
| 氟化物 (以 F 计) / (mg/kg) \leq | 50 | 附录 A 中 A.10 |

附录 A
(规范性附录)

检验方法

A. 1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用剧毒品时，应严格按照有关规定管理；使用时应避免吸入或与皮肤接触，必要时应在通风橱中进行。暴露部位有伤口的人员不能接触。

A. 2 一般规定

本标准的检验方法中所用试剂和水，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 之规定制备。

A. 3 鉴别试验

A. 3. 1 试剂和材料

- A. 3. 1. 1 盐酸溶液：1+2。
- A. 3. 1. 2 氨水溶液：1+3。
- A. 3. 1. 3 乙酸铵溶液：35 g/L。
- A. 3. 1. 4 酚酞指示液：10 g/L。

A. 3. 2 分析步骤

A. 3. 2. 1 取试样少许，加盐酸溶液溶解后，加入2滴~3滴酚酞指示液，用氨水溶液调至中性，加入乙酸铵溶液即产生白色沉淀，此沉淀能溶解于盐酸溶液，而不溶于冰乙酸。

A. 3. 2. 2 用盐酸溶液将钙盐润湿，产生一种暂时的微红色至暗红色。

A. 4 活性氧的测定

A. 4. 1 方法提要

在酸性条件下，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，确定活性氧含量。

A. 4. 2 试剂和材料

- A. 4. 2. 1 磷酸溶液：1+3。
- A. 4. 2. 2 硫酸溶液：1+3。
- A. 4. 2. 3 高锰酸钾标准滴定溶液： $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A. 4. 3 分析步骤

称取约 0.2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于盛有 25mL 磷酸溶液的锥形瓶中，待试样溶解后加入约 25 mL 硫酸溶液，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，并在 30 s 内不消失即为终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与测定试验相同。

A. 4.4 结果计算

活性氧含量以氧 (O) 的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式 (A.1) 计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m} \times 100\% \quad \text{(A.1)}$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_0 ——空白试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——试料质量的数值, 单位为克 (g);

M ——氧 (1/2 O) 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=7.999$)。

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 0.2%。

A. 5 水分的测定

A. 5.1 仪器和设备

A. 5.1.1 称量瓶: $\varnothing 25 \text{ mm} \times 40 \text{ mm}$ 。

A. 5.1.2 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 $118^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

A. 5.2 分析步骤

用已于 $118^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定的称量瓶, 称取约 1 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 $118^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中放置 2 h, 将称量瓶置于干燥器中冷却至室温后称量。并测定干燥后的活性氧含量。(分析方法及结果计算按 A.4 规定测定, 干燥后的活性氧含量以 w_2 计。)

A. 5.3 结果计算

水分以质量分数 w_3 计, 数值以%表示, 按公式 (A.2) 计算:

$$w_3 = \frac{(m_2 - m_3) - m \times w_1 + (m_3 - m_1) \times w_2}{m} \times 100\% \quad \text{(A.2)}$$

式中:

m_1 ——称量瓶质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值, 单位为克 (g);

m_3 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值, 单位为克 (g);

m ——试料质量的数值, 单位为克 (g);

w_1 ——按 A.4 测得的活性氧含量, 以%表示;

w_2 ——干燥 2 h 后测得的活性氧含量, 以%表示。

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 0.2%。

A. 6 pH的测定

A. 6.1 试剂和材料

无二氧化碳的水。

A. 6.2 仪器和设备

pH 计：分度值为 0.02。

A. 6.3 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 150 mL 烧杯中，加入约 25°C 的 100 mL 无二氧化碳的水，待试样溶解后，按 GB/T 9724—2007 的规定进行测定。

A. 7 重金属的测定

A. 7.1 试剂和材料

A. 7.1.1 硝酸溶液：1+1。

A. 7.1.2 氨水溶液：1+1。

A. 7.1.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液： $\text{pH} \approx 3$ 。

A. 7.1.4 硫化钠溶液：此溶液应遮光、加盖密闭保存于棕色瓶。配制后三个月内有效。

配制方法一：称取硫化钠 5g，在 10mL 水及 30mL 丙三醇的混合溶液中溶解。

配制方法二：称取氢氧化钠 5g，在 30mL 水和 90mL 丙三醇的混合溶液中溶解。将一半体积的溶液边冷却边通入硫化氢气体使之饱和，然后将剩下的一半加入混合。

A. 7.1.5 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

A. 7.2 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中。加入 10 mL 水、8 mL 硝酸溶液，待试样完全溶解，盖上表面皿，在电炉上加热至试样近干。冷却后，加少量水使残渣溶解，过滤试验溶液至 50 mL 比色管中，用氨水溶液调节 pH 为 3~4（用 pH 试纸检验）。加入 5 mL 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液，滴加 2 滴硫化钠溶液，用水稀释至刻度，摇匀。暗处放置 5 min 后，在白色背景下观察，其颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液移取 1.00 mL 铅标准溶液，置于 50 mL 比色管中，从“加入 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液……，”开始与试验溶液同时同样处理。

A. 8 铅的测定

A. 8.1 双硫腙比色法（仲裁法）

A. 8.1.1 试剂和材料

A. 8.1.1.1 硝酸溶液：1+1。

A. 8.1.1.2 其他试剂同 GB/T 5009.75—2003 的第 3 章。

A. 8.1.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.75—2003 的第 4 章。

A. 8.1.3 分析步骤

称取 $2.50 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 100mL 烧杯中，加入 20 mL 水和 8 mL 硝酸溶液，加热至沸，微沸 5 min 使试样完全分解（不再有气泡产生）冷却后，置于分液漏斗中。

用移液管移取 1.00 mL 铅标准溶液，置于分液漏斗中，作为标准比对溶液，以下按 GB/T

5009.75—2003 第 6 章规定进行测定。

A.8.2 原子吸收分光光度法

A.8.2.1 方法提要

样品经溶解，其中铅经与吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）络合、萃取等处理后，导入原子吸收分光光度计中，测量其原子化后在 283.3 nm 处的吸光度，与铅标准限量比较。

A.8.2.2 试剂和材料

A.8.2.2.1 盐酸。

A.8.2.2.2 三氯甲烷。

A.8.2.2.3 硝酸。

A.8.2.2.4 氢氧化钠溶液：250 g/L。

A.8.2.2.5 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶液：2%。

称取 2 g 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶于 100 mL 水中。如有不溶物，使用前过滤。

A.8.2.2.6 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

A.8.2.2.7 精密 pH 试纸：pH 0.5~5.0。

A.8.2.2.8 二级水：符合 GB/T 6682—2008。

A.8.2.3 仪器和设备

A.8.2.3.1 分液漏斗：250 mL。

A.8.2.3.2 原子吸收分光光度计。

A.8.2.4 测定步骤

A.8.2.4.1 铅标准测定溶液的制备及测定

准确移取 4.00 mL 铅标准溶液，加到 150 mL 烧杯中，加 30 mL 水、10 mL 盐酸，盖上表面皿加热至沸，并沸腾 5 min。冷却，用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH 为 1.0~1.5（用精密 pH 试纸检验）。将溶液移入分液漏斗中，用水稀释至约 200 mL。加入 2 mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶液，摇匀。用三氯甲烷萃取两次，每次加入 20 mL，将萃取液（即有机相）收集于 50 mL 烧杯中，在通风橱中用水浴加热蒸发至干。在残余物中加入 3 mL 硝酸，加热近干。加入 0.5 mL 硝酸和 10 mL 水，加热至剩余液体体积为 3 mL~5 mL，移入 10 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。选用空气-乙炔火焰，于 283.3 nm 波长处，用水调零，测定溶液的吸光度。

A.8.2.4.2 试样测定溶液的制备及测定

称取 10.0 g±0.1 g 试样置于 150 mL 烧杯中，加入 30 mL 水，加入 10 mL 盐酸，盖上表面皿加热使试样溶解，并沸腾 5 min。然后按 A.8.2.4.1 从“冷却，用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH 为 1.0~1.5”至“测定溶液的吸光度”进行操作，测定相应吸光值。

A.8.2.5 结果判定

试样测定溶液的吸光度不得大于铅标准测定溶液的吸光度。

A.9 砷的测定

A.9.1 试剂和材料

A. 9. 1. 1 硝酸溶液: 1+1。

A. 9. 1. 2 砷标准溶液: 1 mL 溶液含有砷 (As) 0.001mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的砷标准溶液, 置于 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。该溶液现用现配。

A. 9. 1. 3 其他试剂同 GB/T 5009.76—2003 的第 9 章。

A. 9. 2 仪器和设备

同 GB/T 5009.76—2003 的第 10 章。

A. 9. 3 分析步骤

称取 1.00 g \pm 0.01 g 试样, 置于 100 mL 烧杯中, 加入 20 mL 水和 8 mL 硝酸溶液, 加热至沸, 微沸 5 min 使试样完全分解 (不再有气泡产生) 冷却后, 全部转移至定砷瓶中。

限量标准溶液得配制: 用移液管移取 3.00 mL 砷标准溶液, 置于定砷瓶中, 以下按 GB/T 5009.76—2003 中第 11 章的规定进行测定。

A. 10 氟化物的测定

A. 10. 1 试剂和材料

A. 10. 1. 1 盐酸溶液: 1+4。

A. 10. 1. 2 总离子强度缓冲液: 将乙酸钠溶液与柠檬酸钠溶液等量混合, 该溶液现用现配。

A. 10. 1. 3 乙酸钠溶液: c ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) =3 mol/L。

称取 204 g 乙酸钠溶于约 300 mL 水中, 冷却, 以 1 mol/L 乙酸调节 pH \approx 7.0, 全部转移至 500 mL 容量瓶, 用水稀释至刻度, 摆匀。

A. 10. 1. 4 柠檬酸钠溶液: c ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) =0.75 mol/L。

称取 110 g 柠檬酸钠, 溶于约 300 mL 水中, 加高氯酸 14 mL, 全部转移至 500 mL 容量瓶, 用水稀释至刻度, 摆匀。

A. 10. 1. 5 氟化物标准溶液: 1 mL 溶液含氟 (F) 0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氟化物标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。贮存于聚乙烯瓶中, 该溶液现用现配。

A. 10. 2 仪器和设备

A. 10. 2. 1 氟电极。

A. 10. 2. 2 甘汞电极。

A. 10. 2. 3 电位计。

A. 10. 2. 4 磁力搅拌器。

A. 10. 3 分析步骤

A. 10. 3. 1 氟标准工作溶液的配制

移取氟化物标准溶液 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 分别置于五个 50 mL 容量瓶中, 各加入 4 mL 盐酸溶液, 加 25 mL 总离子强度缓冲液, 用水稀释至刻度, 摆匀。

A. 10. 3. 2 试验溶液的制备

称取约 1.5 g 试样, 精确至 0.01 g, 加入 4 mL 盐酸溶液、25 mL 总离子强度缓冲液, 溶解, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。

A. 10. 3. 3 测定

将氟电极和甘汞电极与电位计的负端和正端联接，将电极插入盛有水的 50 mL 聚乙烯塑料烧杯中，预热仪器，在磁力搅拌器上以恒速搅拌，读取平衡电位值，更换浸泡电极的水，至电极说明书中规定的电位值后，即可进行标准工作溶液和试样溶液的电位测定。

由低至高浓度分别测定氟标准工作溶液的平衡电位。以电极电位作纵坐标，氟离子浓度 (mg/mL) 作横坐标，在半对数坐标纸上绘制工作曲线。

同法测定试样溶液的平衡电位，从工作曲线上查出试样中的氟离子的浓度 (mg/mL)。

A. 10.4 结果计算

氟化物含量以氟(F)的质量分数 w_4 计, 数值以(mg/kg)表示, 按公式(A.3)计算:

式中：

c——从工作曲线上查得的氟离子的浓度的数值，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

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 10 mg/kg 。