中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB XXXXX—XXXX

食品安全国家标准
食品添加剂 过氧化氢

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国 家 市 场 监 督 管 理 总 局　发布

食品安全国家标准
食品添加剂 过氧化氢

1 范围

本标准适用于蒽醌法过氧化氢经精馏法、树脂吸附法、离子交换树脂法或膜分离法精制所制得的食品添加剂过氧化氢。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

H_2O_2

2.2 相对分子质量

34.01（按2016年国际相对原子质量）

3 技术要求

3.1 感官要求

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	无色	在自然光下，佩戴护目镜，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
状态	略带刺激性气味的液体	

3.2 理化指标

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
		35%	50%	
过氧化氢（H_2O_2）含量，*w*/%	≥	35.0	50.0	附录 A 中 A.4
稳定度，*w*/%	≥	98.0		附录 A 中 A.5
不挥发物 /（mg/kg）	≤	60		附录 A 中 A.6
酸度（以H_2SO_4计），*w*/%	≤	0.02		附录 A 中 A.7
磷酸盐（以PO_4计）/（mg/kg）	≤	50		附录 A 中 A.8
铁（Fe）/（mg/kg）	≤	0.5		附录 A 中 A.9
锡（Sn）/（mg/kg）	≤	10		附录 A 中 A.10
铅（Pb）/（mg/kg）	≤	4		附录 A 中 A.11
砷（As）/（mg/kg）	≤	1		附录 A 中 A.12
总有机碳（TOC）（以C计）/（mg/kg）	≤	80	100	附录 A 中 A.13

附　录　A
检验方法

A.1　警示

标准所用盐酸、硝酸、硫酸以及过氧化氢样品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或眼睛中。一旦溅在皮肤上或眼睛中立即用大量水冲洗，严重者须治疗。

A.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规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。实验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.3　鉴别试验

A.3.1　试剂和材料

A.3.1.1　乙醚。

A.3.1.2　硫酸溶液：6 +100。

A.3.1.3　重铬酸钾溶液：75 g/L。

A.3.2　鉴别方法

移取1 mL试样，置于已加有1 滴硫酸溶液和10 mL水的试管中，摇匀，加入2 mL乙醚。滴加1 滴重铬酸钾溶液，水层应出现暂短的蓝色，稍摇晃然后静置，乙醚层应呈现蓝色。

A.4　过氧化氢（H_2O_2）含量的测定

A.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。

A.4.2　试剂和材料

A.4.2.1　硫酸溶液：1+15。

A.4.2.2　高锰酸钾标准滴定溶液：c（1/5$KMnO_4$）=0.1 mol/L。

A.4.3　分析步骤

A.4.3.1　用10 mL～25 mL的滴瓶以减量法称取约0.13 g的35 %的过氧化氢试样，精确至0.0002 g，置于已加有100 mL硫酸溶液的250 mL锥形瓶中。

A.4.3.2　用10 mL～25 mL的滴瓶以减量法称取0.8 g～1.0 g的50 %的过氧化氢试样，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100mL硫酸溶液的250 mL锥形瓶中。

A.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。

A.4.4　结果计算

35 %的过氧化氢含量的质量分数 w_1，按式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{V_1 \times c_1 \times M_1}{m_1 \times 1000} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（A.1）$$

50 %的过氧化氢含量的质量分数 w_1，按式（A.2）计算：

$$w_1 = \frac{V_1 \times c_1 \times M_1 \times 250}{m_1 \times 25 \times 1000} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（A.2）$$

式中：

V_1——滴定中消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_1——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_1——过氧化氢（1/2 H_2O_2）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（M_1=17.01）；

250——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m_1——试样的质量，单位为克（g）；

25——移取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

1000——换算因子。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.10 %。

A.5　稳定度的测定

A.5.1　方法提要

把一定量的试样置于沸水浴上，恒温一定时间，冷却后，加水至原体积，然后测定过氧化氢的含量。

A.5.2　试剂和材料

A.5.2.1　氢氧化钠溶液：100 g/L。

A.5.2.2　硝酸溶液：3+5。

A.5.3　仪器和设备

A.5.3.1　烧杯：5 mL或10 mL。

A.5.3.2　硬质玻璃瓶：50 mL，带刻度。

A.5.3.3　沸水浴。

A.5.4　分析步骤

A.5.4.1　硬质玻璃瓶和烧杯的钝化处理

将洗净的硬质玻璃瓶和烧杯注满氢氧化钠溶液，放置 1 h，再用水充分洗净后，注满硝酸溶液，放置 3 h，然后用水充分洗净，最后用过氧化氢试样洗净。

A.5.4.2　测定

将试样加入到硬质玻璃瓶中至刻度，瓶颈上部套上聚四氟乙烯脱脂生料带，用烧杯盖在瓶口上，然后置于沸水浴中（瓶内的液面应保持在水浴水面以下），加热 5 h。迅速冷却至室温，加水至刻度，摇匀。按 A.4 的规定测定过氧化氢含量。

A.5.5　结果计算

稳定度 w_2，按式（A.3）计算：

$$w_2 = \frac{w_1'}{w_1} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots \text{（A.3）}$$

式中：

w_1'——A.5.4.2 中测得的过氧化氢的质量分数，%；

w_1——A.4 中测得的过氧化氢含量的质量分数，%。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.8 %。

A.6　不挥发物的测定

A.6.1　方法提要

在一定温度下，将一定量的试样在沸水浴上蒸干后经烘干至质量恒定，从而测定不挥发物含量。

A.6.2　试剂和材料

铂片或铂丝。

A.6.3 仪器和设备

A.6.3.1 瓷蒸发皿：150 mL。

A.6.3.2 沸水浴。

A.6.3.3 电热恒温干燥箱：温度能控制在105 ℃±2 ℃。

A.6.4 分析步骤

称取约 100 g 试样，精确至 0.001 g，置于已于 105 ℃±2 ℃下干燥至质量恒定的盛有铂片或铂丝的瓷蒸发皿中，在沸水浴上蒸干后，置于 105 ℃±2 ℃电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

A.6.5 结果计算

不挥发物含量的质量分数 w_3，单位为毫克每千克（mg/kg），按式（A.4）计算：

$$w_3 = \frac{(m_2 - m_3) \times 10^6}{m_4} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（A.4）$$

式中：

m_2——瓷蒸发皿、铂片或铂丝和残渣的质量，单位为克（g）；

m_3——瓷蒸发皿、铂片或铂丝的质量，单位为克（g）；

10^6——换算因子；

m_4——试样的质量，单位为克（g）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 10 mg/kg。

A.7 酸度（以H_2SO_4计）的测定

A.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。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液：c（NaOH）约为0.02 mol/L。移取20毫升按GB/T 601要求配制的氢氧化钠溶液标准滴定溶液[c（NaOH）=1 mol/L]，置于1 L容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度并摇匀，临用前配制。

A.7.2.2 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

A.7.2.3 无二氧化碳的水。

A.7.3 仪器和设备

微量滴定管：分度值为 0.05 mL 或 0.02 mL。

A.7.4 分析步骤

称取约 40 g 试样，精确至 0.01 g，置于 250 mL 锥形瓶中，加 50 mL 无二氧化碳的水，加入 2 滴～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。

A.7.5 结果计算

酸度（以 H_2SO_4 计）的质量分数 w_4，按式（A.5）计算：

$$w_4 = \frac{V_2 \times c_2 \times M_2}{m_5 \times 1000} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（A.5）$$

式中：

V_2——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_2——氢氧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_2——硫酸（$1/2H_2SO_4$）的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（M_2=49.04）；

m_5——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算因子。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.001 %。

A.8　磷酸盐（以PO_4计）的测定

按照 GB 5009.87—2016 中 5.3.1.1 或 5.3.2.1 的规定进行标准曲线的制作。称取约 10 g 试样，精确至 0.001 g，水浴蒸发至干，用 10 mL 盐酸溶液（1+1）溶解残渣后，转移至 100 mL 容量瓶中，并用水稀释至刻度，摇匀。移取 10 mL 溶液及等量的空白溶液按照 GB 5009.87—2016 中 5.3.1.2 或 5.3.2.2 中“分别置于 25 mL 具塞试管中，……”至操作结束。

磷酸盐（以 PO_4 计）含量的质量分数 w_5，单位为毫克每千克（mg/kg），按式（A.6）计算：

$$w_5 = \frac{m_6 - m_7}{m_8 \times \frac{10}{100}} \times 3.066 \quad \text{（A.6）}$$

式中：

m_6 ——由标准曲线上查得试样溶液中磷的质量，单位为微克（μg）；

m_7——由标准曲线上查得空白试样溶液中磷的质量，单位为微克（μg）；

m_8 ——试样的质量，单位为克（g）；

10 ——测定试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

100 ——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

3.066——磷换算为磷酸根的系数。

A.9　铁（Fe）的测定

A.9.1　火焰原子吸收光谱法

称取约 50 g 试样，精确至 0.001 g，置于 100 mL 瓷蒸发皿中，于水浴上蒸发至干。待冷却后用 2 mL 盐酸溶液（1+1）溶解残渣，并用水转移至 25 mL 容量瓶中。同时制备试验空白溶液。

按 GB 5009.90—2016 的 5.3 进行测定，并按第 6 章进行结果计算。

A.9.2　1,10-菲啰啉分光光度法

A.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 4～6 时，二价铁离子可与 1,10-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。

A.9.2.2　试剂和材料

A.9.2.2.1　盐酸溶液：1+1。

A.9.2.2.2　氨水溶液：10 %。

A.9.2.2.3　抗坏血酸溶液：2 %。

A.9.2.2.4　乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈4.5。

A.9.2.2.5　1,10-菲啰啉溶液：2 g/L。

A.9.2.2.6　铁标准溶液：1 mL溶液含有铁（Fe）1.00 μg。移取1.00 mL按GB/T 602要求配制的铁标准溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.9.2.3　仪器和设备

A.9.2.3.1　沸水浴。

A.9.2.3.2　分光光度计，带有厚度为4 cm或5 cm的比色皿。

A.9.2.4　分析步骤

A.9.2.4.1　试验溶液的制备

称取约 20 g 试样，精确至 0.001 g，置于瓷蒸发皿中，于沸水浴上蒸发至干。冷却，用 2 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。

A.9.2.4.2　标准比色液的配制

于一系列 50 mL 容量瓶中分别加入铁标准溶液 0 mL（试剂空白试验）、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL，以上各容量瓶加水至 20 mL。

A.9.2.4.3　显色

试验溶液和标准比色液分别用氨水溶液调节至 pH 约为 2（用精密 pH 试纸检验），加 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、5 mL1,10-菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

A.9.2.4.4　吸光度的测量

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。

A.9.2.4.5　标准曲线的绘制

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，以铁的质量（μg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

A.9.2.5　结果计算

铁（Fe）含量的质量分数 w_6，单位为毫克每千克（mg/kg），按式（A.7）计算：

$$w_6 = \frac{m_9 - m_{10}}{m_{11}} \quad \text{（A.7）}$$

式中：

m_9——从标准曲线上查出的试样溶液的铁（Fe）的质量，单位为微克（μg）；

m_{10}——从标准曲线上查出的空白试验溶液的铁（Fe）的质量，单位为微克（μg）；

m_{11}——试样的质量，单位为克（g）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.1 mg/kg。

A.10　锡（Sn）的测定

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.001 g 试样于瓷蒸发皿中，于沸水浴上蒸发至干。用 5 mL 硫酸（1+9）溶解残渣，完全转移至 25 mL 比色管中。同时制备试剂空白溶液。然后按 GB 5009.16—2014 中 12.1.2 进行试样制备，按照 GB 5009.16—2014 中 12.2 进行及标准曲线制备的“吸取 0，0.20……”和 GB 5009.16—2014 中 12.3 试样测量操作，并按照 GB 5009.16—2014 中第 13 章进行计算。

A.11　铅（Pb）的测定

称取约1.0 g试样，精确至0.001 g，置于瓷蒸发皿中，于沸水浴上蒸发至干，加入适量硝酸溶液（0.5 mol/L）使残渣溶解，冷却后转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。然后按照GB 5009.75—2014中13.2进行测定，按照GB 5009.75—2014中第14章进行结果计算，再将单位换算为毫克每千克（mg/kg）。试验中所用水为GB/T 6682规定的二级水。

A.12　砷（As）的测定

A.12.1　二乙基二硫代氨基甲酸银-分光光度法

称取 5.00 g±0.01 g 试样，置于瓷蒸发皿中，于沸水浴上蒸发近干。加入 5 mL 硫酸溶液（1+1）使残渣溶解，冷却后转移至锥形瓶中。用移液管移取 5 mL 砷标准使用液（1 μg/mL）置于另一只锥形瓶中，加入 5 mL 硫酸溶液（1+1）。分别用水稀释至约 50 mL。然后按照 GB 5009.76—2014 中 6.2.2 进行测定，按照 6.2.3 判定结果。试验中所用水为 GB/T 6682 规定的二级水。

A.12.2　氢化物原子荧光光度法

称取1.00 g试样，精确至0.001 g，置于瓷蒸发皿中，于沸水浴上蒸发近干。冷却后用硫酸溶液（1+9）（约12 mL）分次将残留物转移至25 mL容量瓶中，加入2.5 mL硫脲溶液（50 g/L），用水稀释至刻度后

摇匀。同时制备空白试验溶液。然后按照GB 5009.76—2014中12.2制备标准系列溶液，按照GB 5009.76—2014中12.3进行测定，并按照GB 5009.76—2014中第13章进行计算。试验中所用水为GB/T 6682规定的二级水。

A.13 总有机碳（TOC）（以C计）的测定

A.13.1 方法提要

注射样品到燃烧炉高温区，样品中总有机碳在催化剂和氧气氛围中被分解为二氧化碳。产生的二氧化碳通过干燥单元干燥后被输送到是非色散红外检测器检测。使用标准曲线法测定样品中的总碳含量和无机碳含量。总有机碳（TOC）等于总碳（TC）减去无机碳（IC）。

A.13.2 试剂和材料

A.13.2.1 总碳标准溶液：1 mL溶液含碳（C）1.0 mg。称取在120 ℃±2 ℃干燥2 h的基准邻苯二甲酸氢钾2.125 g，加无二氧化碳的水溶解，移入1000 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

A.13.2.2 无机碳标准储备溶液：1 mL溶液含碳（C）1.0 mg。称取在280 ℃～290 ℃干燥1 h的基准碳酸钠4.41 g，再称取在硅胶干燥器干燥2 h的碳酸氢钠3.50 g，加无二氧化碳的水溶解，移入1000 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

A.13.2.3 无机碳标准使用溶液：1 mL溶液含碳（C）0.01 mg。用移液管移取1 mL无机碳标准储备溶液（见A.13.2.2），置于100 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

A.13.2.4 无二氧化碳的水。

A.13.3 仪器和设备

总有机碳（TOC）分析仪：使用的高纯氧符合GB/T 14599—2008的要求。

A.13.4 分析步骤

A.13.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 的总碳标准溶液，置于 100 mL 的容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积，从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制总碳标准曲线。

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 的无机碳标准使用溶液，置于 100 mL 的容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积，从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制无机碳标准曲线。

A.13.4.2 测定

将测定过密度的试样导入总有机碳（TOC）分析仪，经仪器测定并运算得出试样的总有机碳的质量浓度（mg/L）。

A.13.5 结果计算

总有机碳（TOC）（以 C 计）的质量分数 w_7，单位以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（A.8）计算：

$$w_7 = \frac{T_{TOC}}{\rho \times 10^{-3}} \quad \text{(A.8)}$$

式中：

T_{TOC}——试样测定时总有机碳（TOC）分析仪给出的总有机碳含量，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，单位为克每升（g/L）；

10^{-3}——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 10 mg/kg。