



中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB 25574—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 次氯酸钠

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 次氯酸钠

1 范围

本标准适用于由食品添加剂氢氧化钠和氯气反应制得的食品添加剂次氯酸钠。

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

NaClO

3.2 相对分子质量

74.442（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	无色或淡黄色	取适量试样置于50mL塑料烧杯中，在自然光下观察色泽和组织状态。
组织状态	液体	

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
有效氯（以Cl计），w/%	≥ 5.0	附录A中A.4
游离碱（以NaOH计），w/%	0.2~1.0	附录A中A.5
铁（Fe）/（mg/kg）	≤ 50	附录A中A.6
重金属（以Pb计）/（mg/kg）	≤ 10	附录A中A.7
砷（As）/（mg/kg）	≤ 1	附录A中A.8

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部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

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 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 磷酸盐缓冲溶液: pH≈8.0。

溶液 I: 称取 23.8g 无水磷酸氢二钠,溶于水,稀释至 1000mL;

溶液 II: 称取 9.07g 磷酸钾晶体,溶于水,稀释至 1000mL;

将 50 份的溶液 I 和 7 份的溶液 II 混合,分别用溶液 I 或溶液 II 调节至混合液的 pH 值约为 8.0。

A.3.1.2 石蕊试纸。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 本样品具有钠盐反应和次氯酸盐反应。

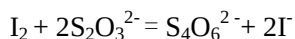
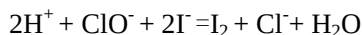
A.3.2.2 量取 1mL 试样,用水稀释至 25mL。量取 4mL 上述试验溶液,加入 100mL 磷酸盐缓冲溶液,该溶液于波长 291nm~294nm 处有最大吸收值。

A.3.2.3 本样品用红色石蕊试纸浸入时石蕊试纸变蓝色,然后褪色。

A.4 有效氯的测定

A.4.1 方法提要

在酸性介质中,次氯酸根与碘化钾反应,析出碘,以淀粉为指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,至蓝色消失为终点。反应式如下:



A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 碘化钾溶液: 100g/L。

A.4.2.2 硫酸溶液: 3+100。

A.4.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}$ 。

A.4.2.4 淀粉指示液: 10g/L。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 试样溶液制备

量取约20mL试样，置于内装约20mL水并已称量（精确至0.01g）的100mL烧杯中，称量（精确至0.01g），然后全部移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液A，用于有效氯含量、游离碱含量、铁含量、重金属含量、砷含量的测定。

A.4.3.2 测定

移取10.00mL试样溶液A，置于内装50mL水的250mL碘量瓶中，加入10mL碘化钾溶液和10mL硫酸溶液，迅速盖紧瓶塞后水封，于暗处静置5min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色，加2mL淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失即为终点。

A.4.4 结果计算

有效氯含量以氯（Cl）的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{(V/1000)cM_1}{m_1 \times (10/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——滴定消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m_1 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

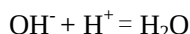
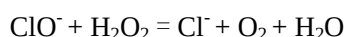
M_1 ——氯（Cl）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1=35.453$ ）。

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 游离碱的测定

A.5.1 方法提要

用过氧化氢分解次氯酸根，以酚酞为指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色为终点。反应式如下：



A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 过氧化氢溶液：1+5。

A.5.2.2 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 。

A.5.2.3 酚酞指示液：10g/L。

A.5.2.4 淀粉-碘化钾试纸。

A.5.3 分析步骤

移取50.00mL试样溶液A，置于250mL锥形瓶中，滴加过氧化氢溶液至不含次氯酸根为止（不使淀粉-碘化钾试纸变蓝），加2滴~3滴酚酞指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色为终点。

A.5.4 结果计算

游离碱以氢氧化钠（NaOH）的质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式（A.2）表示：

$$w_2 = \frac{(V/1000)cM_2}{m_2 \times (50/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——滴定消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m_2 ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

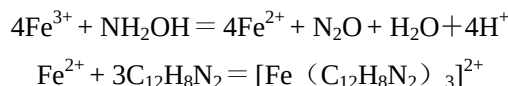
M_2 ——氢氧化钠（NaOH）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2 = 40.00$ ）。

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0.04%。

A.6 铁的测定

A.6.1 方法提要

在不含次氯酸根的介质中，盐酸羟胺将 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} ，在pH4~4.5缓冲溶液体系中， Fe^{2+} 同1, 10-菲啰啉生成橙红色络合物，用分光光度计测定吸光度。反应式如下：



A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 过氧化氢溶液：1+5。

A.6.2.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈4.5。

A.6.2.3 盐酸羟胺溶液：10g/L。

A.6.2.4 称取1g盐酸羟胺，溶于水，稀释至100mL。

A.6.2.5 铁标准溶液：1mL溶液含铁（Fe）0.1mg。

A.6.2.6 铁标准溶液：1mL溶液含铁（Fe）0.01mg。

移取 25.00mL 铁标准溶液（A.6.2.5），置于 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

A.6.2.7 1,10-菲啰啉溶液：2g/L。

A.6.2.8 淀粉-碘化钾试纸。

A.6.3 仪器和设备

分光光度计。

A.6.4 分析步骤

A.6.4.1 工作曲线绘制

A.6.4.1.1 移取铁标准溶液（A.6.2.6）0.00mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL分别置于8个100mL容量瓶中，向每个容量瓶中分别加入5mL盐酸羟胺溶液、10mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液和5mL1, 10-菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置10min。

A.6.4.1.2 以不加铁标准溶液的空白溶液调整分光光度计零点，在波长510nm处，选用适宜的比色皿，测定吸光度。

A.6.4.1.3 以100mL标准比色溶液中铁含量（mg）为横坐标，与其对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线或回归线性方程。

A.6.4.2 空白试验

不加试样溶液，采用与测定试样溶液完全相同的分析步骤、试剂和用量进行空白试验。

A.6.4.3 测定

移取50.00mL试样溶液A，置于100mL容量瓶中，滴加过氧化氢溶液至不含次氯酸根为止（不使淀粉-碘化钾试纸变蓝），然后加5mL盐酸羟胺溶液、10mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液和5mL1,10-菲啰啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀，静置10min。以下按A.6.4.1.2规定进行。

A.6.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_3 计,数值以mg/kg表示,按公式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_4}{m_3 \times (50/500) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_3 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——由工作曲线查得的或线性回归方程计算的试料中铁的质量的数值,单位为毫克(mg)。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于10 mg/kg。

A.7 重金属的测定

A.7.1 方法提要

在弱酸性(pH3~4)的条件下,重金属离子与硫离子生成棕黑色沉淀,与同法处理的铅标准溶液比较,作限量试验。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 盐酸。

A.7.2.2 过氧化氢溶液:1+5。

A.7.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈3。

A.7.2.4 硫化氢饱和溶液。

将硫化氢气体通入不含二氧化碳的水中,至饱和为止。此溶液现用现配。

A.7.2.5 铅标准溶液:1mL溶液含铅(Pb)0.1mg。

A.7.2.6 铅标准溶液:1mL溶液含铅(Pb)0.01mg。

移取10.00mL铅标准溶液(A.7.2.5),置于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

A.7.2.7 酚酞指示液:10g/L。

A.7.2.8 淀粉-碘化钾试纸。

A.7.3 仪器和设备

纳氏比色管:50mL。

所用玻璃仪器用10%~20%硝酸浸泡24h以上,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 A管:移取1.00mL铅标准溶液(A.7.2.6)置于50mL纳氏比色管中,加水至25mL,加5mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液,摇匀。备用。

A.7.4.2 B管:取一支与A管配套的纳氏比色管,移取25.00mL试样溶液A,置于50mL纳氏比色管中,加水至25mL,滴加过氧化氢溶液,至不含次氯酸根为止(不使淀粉-碘化钾试纸变蓝)。加1滴酚酞指示液,用盐酸调节至微红色,再加5mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液,摇匀。备用。

A.7.4.3 C管:取一支与A、B管配套的50mL纳氏比色管,加入与B管等量的相同的试样溶液,再加入与A管等量的铅标准溶液(A.7.2.6),加水至25mL,滴定过氧化氢溶液,至不含次氯酸根为止(不使淀粉-碘化钾试纸变蓝)。加1滴酚酞指示液,用盐酸调节至微红色,再加入5mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液,摇匀。备用。

A. 7. 4. 4 向各管中加入10mL新制备的硫化氢饱和溶液，加水至50mL刻度，混匀，于暗处放置5min。在白色背景下观察，B管的色度不得深于A管的色度，C管的色度应与A管的色度相当或深于A管的色度。

A. 8 砷的测定

A. 8. 1 方法提要

在碘化钾和氯化亚锡存在下，高价砷还原为三价砷，三价砷与锌粒和酸产生的新生态氢，生成砷化氢气体，通过乙酸铅棉花除去硫化氢干扰，再与溴化汞试纸生成黄色至橙色色斑，与标准砷斑比较做限量试验。

A. 8. 2 试剂和材料

A. 8. 2. 1 盐酸。

A. 8. 2. 2 过氧化氢溶液：1+5。

A. 8. 2. 3 碘化钾溶液：150g/L；

称取15.0g碘化钾，溶于水，用水稀释至100mL。

A. 8. 2. 4 氯化亚锡溶液：400g/L。

A. 8. 2. 5 砷标准溶液：1mL溶液含砷（As）0.1mg。

A. 8. 2. 6 砷标准溶液：1mL溶液含砷（As）1.0 μg。

移取1.00mL砷标准溶液（A.8.2.5），置于100mL容量瓶中，稀释至100mL，摇匀。该溶液现用现配。

A. 8. 2. 7 乙酸铅棉花。

A. 8. 2. 8 溴化汞试纸。

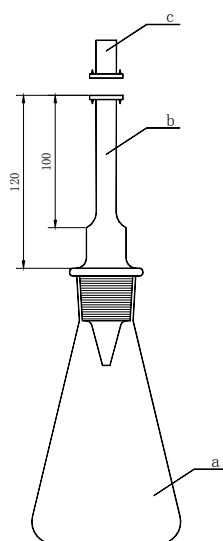
A. 8. 2. 9 淀粉-碘化钾试纸。

A. 8. 2. 10 锌粒。

A. 8. 3 仪器和设备

定砷仪见图A.1。

单位为毫米



a — 100mL锥形瓶；

b — 吸收管；

c — 吸收管帽。

图 A. 1 定砷仪示意图

A. 8. 4 分析步骤

A. 8. 4. 1 移取1.00mL砷标准溶液（A.8.2.6）置于定砷仪的锥形瓶中，加5mL盐酸，加水至30mL，再加5mL碘化钾溶液和5滴氯化亚锡溶液，摇匀，静置10min。

A. 8. 4. 2 移取25.00mL试样溶液A置于定砷仪的锥形瓶中，滴加过氧化氢溶液，至不含次氯酸根为止（不使淀粉-碘化钾试纸变蓝）。用盐酸中和试样溶液至中性，并过量5mL盐酸，加水至30mL，再加5mL碘化钾溶液和5滴氯化亚锡溶液，摇匀，静置10min。

A. 8. 4. 3 向上述各锥形瓶中各加2g锌粒，立即与已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的吸收管连接好，于25℃，暗处放置1h。

A. 8. 4. 4 取出砷斑，试样溶液砷斑不得深于砷的限量标准的砷斑。每次测定应同时制备标准砷斑。
