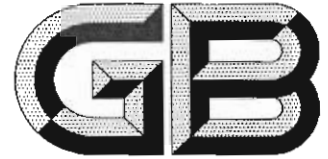


ICS 67.050  
X 04



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23499—2009

## 食品中残留过氧化氢的测定方法

Determination of hydrogen peroxide residues in foods

2009-04-27 发布

2009-08-01 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

本标准由全国食品安全应急标准化工作组提出并归口。

本标准主要起草单位：国家食品质量监督检验中心(上海)、上海市质量监督检验技术研究院。

本标准主要起草人：葛宇、冯俊、褚君艳、李勤、张辉、巢强国。

## 食品中残留过氧化氢的测定方法

### 1 范围

本标准规定了食品中残留过氧化氢的测定方法。

本标准适用于食品中残留过氧化氢的测定。碘量法定量检出限为 3 mg/kg; 钛盐比色法定量检出限为 1.6 mg/kg, 定性检出限为 0.5 mg/kg。

### 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

### 3 碘量法

#### 3.1 原理

食品中的强氧化物在稀硫酸中使碘化钾氧化,产生定量的碘,生成的碘以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定得到强氧化物总量。加入过氧化氢酶分解去除试样中的过氧化氢,用硫代硫酸钠标准溶液滴定去除过氧化氢后的其他氧化物含量。2次滴定结果之差可计算得到样品中过氧化氢的含量。

#### 3.2 试剂与材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

3.2.1 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准储备液:按 GB/T 601 规定的方法配制和标定。

3.2.2 0.002 0 mol/L 硫代硫酸钠标准使用液:临用时用标准储备液稀释。

3.2.3 淀粉指示剂(10 g/L):称取可溶性淀粉 0.50 g,加少许水,调成糊状,倒入 50 mL 沸水中调匀,煮沸。临用时现配。

3.2.4 碘化钾溶液(100 g/L):称取 10.00 g 碘化钾,加水溶解,定容至 100 mL,贮于棕色瓶中。临用时现配。

3.2.5 10%稀硫酸(质量浓度):量取 60 mL 硫酸,缓缓注入约 700 mL 水中,冷却,稀释至 1 000 mL。

3.2.6 3%钼酸铵溶液:称取 3.00 g 钼酸铵,加 100 mL 水溶解。

3.2.7 0.1%过氧化氢酶溶液:称量 0.10 g 过氧化氢酶(单位活力大于 200 000 U/mL),用 100 mL 蒸馏水分多次将其溶解,冷藏可保存两个月。

3.2.8 亚铁氰化钾溶液:称取 106.0 g 亚铁氰化钾 $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ ,用水溶解,并稀释至 1 000 mL。

3.2.9 乙酸锌溶液:称取 220.0 g 乙酸锌 $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$ ,加 30 mL 冰乙酸,用水溶解,稀释至 1 000 mL。

3.2.10 活性炭:将 100 g 活性炭加至 750 mL 1 mol/L 盐酸中,回流 1 h~2 h,过滤,用水洗数次,至滤液中无铁离子( $Fe^{3+}$ )为止,然后置于 110 °C 烘箱中烘干。

检验铁离子方法:利用普鲁士蓝反应。将 20 g/L 亚铁氰化钾与 1%盐酸等量混合,将上述洗出液滴入,如有铁离子则产生蓝色沉淀。

3.3 仪器和设备

3.3.1 电子天平(感量 0.01 g)。

3.3.2 高速捣碎机。

3.4 样品处理

3.4.1 固体样品

称取粉碎均匀的试样 10 g(精确到 0.01 g),加适量水溶解,转移入 100 mL 容量瓶中,对蛋白质、脂肪含量较高的样品可加入乙酸锌溶液 5 mL,亚铁氰化钾溶液 5 mL,加水定容至刻度,摇匀。浸泡 30 min,用滤纸过滤,滤液作为试样液备用。

3.4.2 液体样品

吸取 25 g(精确到 0.01 g)试样于 100 mL 容量瓶中,对蛋白质、脂肪含量较高的样品可加入乙酸锌溶液 5 mL,亚铁氰化钾溶液 5 mL,加水定容至刻度,摇匀,用滤纸过滤,滤液作为试样液备用。

3.4.3 如样品滤液有颜色,加入 1 g 活性炭,振摇 1 min,用干燥滤纸过滤,弃去初滤液,滤液待用。

3.5 测定

3.5.1 试样测定

分别吸取滤液 25.0 mL,置于 A、B 两个 250 mL 碘量瓶中,A 瓶中加入 0.1% 过氧化氢酶溶液(3.2.7)0.5 mL,混匀,放置 10 min(放置过程中摇动数次)。在 A、B 两瓶中各加入 10% 硫酸 5.0 mL、碘化钾溶液 5.0 mL、3% 钼酸铵 3 滴,混匀,置暗处放置 10 min,各加水 50 mL,分别用硫代硫酸钠标准溶液(3.2.2)滴定,待滴至微黄色时,加淀粉指示剂 0.5 mL,继续滴至蓝色消失,分别记录 A、B 两瓶消耗硫代硫酸钠标准溶液的毫升数。

3.5.2 结果计算

试样中过氧化氢的含量按式(1)进行计算:

$$X = \frac{(V_B - V_A) \times c \times B \times 34.02}{m} \times 1000 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——样品中过氧化氢的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

V<sub>A</sub>——A 瓶中消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V<sub>B</sub>——B 瓶中消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m——试样质量,单位为克(g);

B——样品稀释倍数;

34.02——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准溶液[c(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)=1.000 mol/L]相当的过氧化氢的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果保留三位有效数字。

3.6 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

4 钛盐比色法

4.1 原理

过氧化氢在酸性溶液中,与钛离子生成稳定的橙色络合物。在 430 nm 下,吸光度与样品中过氧化氢含量成正比,用比色法测定样品中过氧化氢的含量。

4.2 试剂与材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2.1 高锰酸钾标准溶液[c( $\frac{1}{5}$ KMnO<sub>4</sub>)=0.100 mol/L]:按 GB/T 601 规定的方法配制和标定。

4.2.2 过氧化氢标准储备液:吸取 30% 双氧水( $\text{H}_2\text{O}_2$ )溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。

吸取 20.00 mL 上述溶液于 250 mL 锥形瓶中,加入 10% 稀硫酸 25 mL,用高锰酸钾标准溶液 [ $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.100 \text{ mol/L}$ ] 滴定至微红色。

过氧化氢标准储备液的浓度按式(2)进行计算:

$$X = \frac{17.01 \times c \times V}{20.00} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X——过氧化氢标准储备液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V——滴定所用高锰酸钾标准溶液 [ $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.100 \text{ mol/L}$ ] 的体积,单位为毫升(mL);

c——高锰酸钾 [ $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.100 \text{ mol/L}$ ] 标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

17.01——每毫升高锰酸钾 [ $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.100 \text{ mol/L}$ ] 标准溶液相当于过氧化氢的质量,单位为毫克(mg)。

4.2.3 过氧化氢标准使用液:根据 4.2.2 的标定结果将过氧化氢标准储备液稀释成 20  $\mu\text{g/mL}$ 。

4.2.4 钛溶液:称取 1.00 g 二氧化钛( $\text{TiO}_2$ )、4.00 g 硫酸铵于 250 mL 锥形瓶,加入 100 mL 浓硫酸,上面放置一小漏斗,置于可控温电热套中 150  $^\circ\text{C}$  保温 15 h~16 h,冷却后以 400 mL 水稀释,最后用滤纸过滤,清液备用。

4.2.5 1 mol/L 盐酸:量取 90 mL 盐酸,加入 1 000 mL 水中。

4.2.6 硫酸(1+4):量取 10 mL 硫酸,加入 40 mL 水中。

### 4.3 仪器和设备

4.3.1 电子天平(感量 0.01 g)。

4.3.2 高速捣碎机。

4.3.3 分光光度计:配 5 cm 比色皿。

### 4.4 样品处理

同 3.4。

### 4.5 结果计算

#### 4.5.1 标准曲线的绘制

吸取 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.0 mL 过氧化氢标准使用液(相当于 0  $\mu\text{g}$ 、5  $\mu\text{g}$ 、10  $\mu\text{g}$ 、20  $\mu\text{g}$ 、50  $\mu\text{g}$ 、100  $\mu\text{g}$ 、150  $\mu\text{g}$ 、200  $\mu\text{g}$  过氧化氢),分别置于 25 mL 带塞比色管中。各加入钛溶液 5.0 mL,用水定容至 25 mL,摇匀,放置 10 min。用 5 cm 比色皿,以空白管调节零点,于波长 430 nm 处测吸光度。以标准系列的过氧化氢浓度( $\mu\text{g/mL}$ )对吸光度绘制标准曲线。

#### 4.5.2 试样测定

吸取 10.00 mL 试样液于 25 mL 带塞比色管中,以下按标准曲线绘制步骤操作(从“各加入钛溶液 5.0 mL……于波长 430 nm 处测吸光度”),同时做试剂空白。

如果经过活性炭吸附后试样液仍有颜色干扰,应扣除试样液的本底色,即用 5.0 mL 稀硫酸(1+4)代替钛溶液,其他按上述方法操作。

#### 4.5.3 结果计算

试样中过氧化氢的含量按式(3)进行计算:

$$X = \frac{c \times V_1 \times B}{m \times V_2} \dots\dots\dots(3)$$

GB/T 23499—2009

式中：

 $X$ ——样品中过氧化氢含量，单位为毫克每千克(mg/kg)； $c$ ——试样测定液中过氧化氢的质量，单位为微克( $\mu\text{g}$ )； $V_1$ ——试样处理液总体积，单位为毫升(mL)； $V_2$ ——测定用样液体积，单位为毫升(mL)； $B$ ——样品稀释倍数； $m$ ——试样质量，单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

#### 4.6 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。



GB/T 23499-2009

版权专有 侵权必究

\*

书号：155066·1-37626

定价：14.00 元