

前 言

本标准是等效采用美国《食品用化学品法典》第四版即 FCC IV (1996 年)《氢氧化钠》对 GB 5175—1985《食品添加剂 氢氧化钠》进行修订的,与美国《食品用化学品法典》的主要技术差异如下:

在测定方法上,砷含量的测定美国 FCC IV 采用二乙基二硫代氨基甲酸银比色法,本标准采用砷斑法。铅含量美国 FCC IV 采用双硫脲比色法,本标准采用双硫脲比色法与原子吸收法并列,原子吸收法为仲裁法。

本标准与原国家标准相比取消了氯化钠、三氧化二铁两项指标;增加了铅、不溶物和有机杂质、汞含量指标;液体氢氧化钠指标参数的表示方法以折算成固体氢氧化钠的方法表示。

本标准自实施之日起,代替 GB 5175—1985。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由原中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、广州昊天化学(集团)有限公司、浙江善高化学有限公司。

本标准主要起草人:时洁、苏培基、陈亨亨、余金炎、张月蝉。

本标准于 1985 年首次发布。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB 5175—2000

食品添加剂 氢氧化钠

代替 GB 5175—1985

Food additive—Sodium hydroxide

1 范围

本标准规定了食品添加剂氢氧化钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于苛化法、单纯隔膜电解法及离子膜法制得的食品添加剂氢氧化钠，在食品工业上用作酸度调节剂。

分子式：NaOH

相对分子质量：40.00(按 1997 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353/1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(neq ISO 6353/1:1982)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

GB/T 8451—1987 食品添加剂中重金属限量试验方法

GB/T 11198.10—1989 工业硫酸 汞含量的测定 冷原子吸收分光光度法

3 要求

3.1 外观：食品添加剂固体氢氧化钠为白色或近乎白色。

食品添加剂液体氢氧化钠是清亮的或略有混浊，无色或微带颜色的液体。

3.2 食品添加剂固体氢氧化钠应符合表 1 要求：

表 1

项 目	指 标
总碱量(以 NaOH 计)， %	95.0~100.5
碳酸钠(Na ₂ CO ₃)含量， %	≤ 3.0
砷(As)含量， %	≤ 0.000 3

国家质量技术监督局 2000-06-16 批准

2000-12-01 实施

表 1(完)

项 目	指 标
重金属(以 Pb 计)含量, %	≤ 0.002
铅(Pb)含量, %	≤ 0.001
不溶物及有机杂质	通过试验
汞(Hg)含量, %	≤ 0.000 01
注: 当重金属含量的实测结果小于 0.001% 时, 可不测定铅含量。	

3.3 食品添加剂液体氢氧化钠应符合表 2 要求。

表 2

%

项 目	指 标
总碱量(以 NaOH 计)(按氢氧化钠的标示值折算)	97.0~103.0
碳酸钠(Na ₂ CO ₃)含量(按氢氧化钠的标示值折算) ≤	3.0
砷(As)含量(以干基计) ≤	0.000 3
重金属(以 Pb 计)含量(以干基计) ≤	0.002
铅(Pb)含量(以干基计) ≤	0.001
汞(Hg)含量(以干基计) ≤	0.000 1
注: 当重金属含量的实测结果小于 0.001% 时, 可不测定铅含量。	

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 GB/T 6682 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示: 本产品是强碱, 同试验中所用的强酸一样, 具有腐蚀性, 操作时应小心。如溅到皮肤上, 立即用大量水冲洗。

4.1 鉴别试验

4.1.1 本品的水溶液能离解出 OH⁻, 呈强碱性反应。

4.1.2 钠离子的鉴别

4.1.2.1 仪器、设备

顶端烧制有铂丝的玻璃棒。

4.1.2.2 操作步骤

用洁净的铂丝以盐酸润湿后, 在火焰上燃烧至无色; 蘸取试样, 在无色火焰中燃烧, 火焰即呈鲜黄色。

4.2 总碱量和碳酸钠含量的测定¹⁾

4.2.1 方法提要

总碱量: 试样溶液以甲基橙为指示液, 用盐酸标准滴定溶液滴定至终点, 根据盐酸标准滴定溶液的

采用说明:

1) 美国 FCC IV 取一次样, 先以酚酞为指示液, 再用甲基橙为指示液, 用硫酸标准滴定溶液滴定试验溶液, 以测定总碱度和碳酸钠含量。本标准取二次样, 用盐酸标准滴定溶液滴定, 以甲基橙为指示液测定总碱量; 再用氯化钡沉淀碳酸钠, 以酚酞为指示液测定氢氧化钠含量, 用总碱量减去氢氧化钠含量, 得到碳酸钠含量。

消耗量确定总碱量。

碳酸钠含量:于试样溶液中加入氯化钡,则碳酸钠转化为碳酸钡沉淀;溶液中的氢氧化钠以酚酞为指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至终点,测得氢氧化钠的含量。用总碱量减去氢氧化钠含量,则可得碳酸钠的含量。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 氯化钡溶液:100 g/L。

使用前以酚酞为指示液,用氢氧化钠溶液调至粉红色。

4.2.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约为 1 mol/L。

4.2.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

4.2.2.4 甲基橙指示液:1 g/L。

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 试验溶液的制备

用已知质量的称量瓶,迅速称取固体氢氧化钠(38±1)g 或液体氢氧化钠(50±1)g,精确至 0.01 g,放入 400 mL 烧杯中,用水溶解,冷却到室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。此为试验溶液 A。

4.2.3.2 测定

用移液管移取 50 mL 试验溶液 A,注入 250 mL 具塞三角瓶中,加入 2~3 滴甲基橙指示液,在磁力搅拌器搅拌下,用盐酸标准滴定溶液密闭滴定至溶液呈橙色为终点。

用移液管另移取 50 mL 试验溶液 A,注入 250 mL 具塞三角瓶中,加入 20 mL 氯化钡溶液,再加入 2~3 滴酚酞指示液,在磁力搅拌器搅拌下,用盐酸标准滴定溶液密闭滴定至溶液呈粉红色为终点。

4.2.4 分析结果的表述

4.2.4.1 以质量百分数表示的总碱量(以 NaOH 计)(X_1)按式(1)计算:

$$X_1(\%) = \frac{V_1 \cdot c \times 0.040\ 00}{m \times \frac{50}{1\ 000}} \times 100 = \frac{80.00 \times V_1 \cdot c}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

4.2.4.2 以质量百分数表示的氢氧化钠中的碳酸钠(Na_2CO_3)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{(V_1 - V) \cdot c \times 0.052\ 99}{m \times \frac{50}{1\ 000}} \times 100 = \frac{105.98 \times (V_1 - V) \cdot c}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——以酚酞为指示液,滴定试验溶液 A 所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——以甲基橙为指示液,滴定试验溶液 A 所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

m ——固体试料的质量, g;

0.040 00——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000$ mol/L] 相当的以克表示的氢氧化钠的质量;

0.052 99——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000$ mol/L] 相当的以克表示的碳酸钠的质量。

4.2.4.3 以相对于标示值的百分数表示的液体氢氧化钠的总碱量(以 NaOH 计)(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{X_1}{b} \quad \dots\dots\dots(3)$$

4.2.4.4 以相对于标示值的百分数表示的液体氢氧化钠中碳酸钠(Na_2CO_3)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{X_2}{b} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: b ——液体氢氧化钠浓度的标示值。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于:

氢氧化钠(NaOH):0.10%;

碳酸钠(Na_2CO_3):0.05%。

4.3 砷含量的测定^{1]}

称取固体氢氧化钠试样(5.00±0.01)g或相当于固体氢氧化钠试样(5.00±0.01)g(以实测的液体氢氧化钠的百分含量折算)的液体试样,加水约20mL溶解或稀释,用盐酸溶液(1+1)中和至中性(用pH试纸试之),冷至室温后,移入100mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀(必要时干过滤,弃去初滤液),备用。此为试验溶液B。

用移液管移取10mL试验溶液B,置于定砷瓶中,以下按GB/T 8450的砷斑法进行测定。

用移液管移取1.5mL砷标准溶液(1mL溶液含有1μg砷)作为标准,以下按GB/T 8450的砷斑法进行测定。

4.4 重金属含量的测定

用移液管移取20mL试验溶液B于50mL比色管中,加入1滴酚酞指示液,以氨水(1+1)调至粉红色,以下按GB/T 8451—1987第6章进行测定。

用移液管移取2mL铅标准溶液(1mL溶液含10μg铅)作为标准,以下按GB/T 8451—1987第6章进行测定。

4.5 铅含量的测定^{2]}

4.5.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

4.5.1.1 方法提要

在稀硝酸介质中,于原子吸收分光光度计上,在波长283.3nm处,使用空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定。

4.5.1.2 试剂和材料

a) 硝酸溶液:1+1;

b) 铅标准溶液:1mL溶液含有0.01mg铅,临用时配置。

配置:用移液管移取10mL按GB/T 602配置的铅标准溶液,置于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.1.3 仪器、设备

a) 原子吸收分光光度计(配有铅空心阴极灯)工作条件:波长:283.3nm;火焰:空气-乙炔。

4.5.1.4 分析步骤

称取固体氢氧化钠试样约10g或相当于固体氢氧化钠试样约10g的液体氢氧化钠,精确至0.01g,用50mL水溶解,用硝酸调节pH值至中性,再过量1mL,移入250mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管分别移取25mL试验溶液于4个100mL容量瓶中,再用移液管分别加入0、1.00、2.00、3.00mL铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。将仪器调整至最佳工作条件,用水调零,测定吸光度。

以铅的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横轴相交处,即为试验溶液中的铅质量。

4.5.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铅(Pb)含量(X_5)按式(5)计算:

采用说明:

1] 美国FCC N采用二乙基二硫代氨基甲酸银法,本标准采用砷斑法。

2] 美国FCC N采用双硫脲比色法,本标准采用双硫脲比色法与原子吸收法并列,原子吸收法为仲裁法。

$$X_s(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中的铅质量，mg；

m ——试料的质量，g。

4.5.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 4%。

4.5.2 双硫脲比色法

安全提示：本方法操作过程中要使用到剧毒药品氰化钾，禁止接触皮肤或吸入人体。试验后的试液按附录 A(提示的附录)处理后排放。

4.5.2.1 方法提要

在碱性条件下，用氰化钾溶液掩蔽除铅以外的干扰金属离子，在 pH=10 时，以双硫脲-三氯甲烷溶液萃取样中的铅并与之显色，与标准比色溶液比较，判断铅含量是否在限定之内。

4.5.2.2 试剂和材料

- a) 盐酸羟胺；
- b) 硝酸溶液：1+9；
- c) 柠檬酸铵溶液：400 g/L；
- d) 氰化钾溶液：150 g/L；
- e) 氨-氯化铵缓冲溶液(甲)：pH=10；
- f) 双硫脲-三氯甲烷溶液：0.02 g/L；

配制：溶解 0.02 g 双硫脲于 1 L 三氯甲烷中，避光在 10℃ 下保存。

g) 铅标准溶液：1 mL 溶液含有 0.010 mg 铅。

制备：用移液管移取 10.00 mL 按 GB/T 602 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。稀释液使用前制备。

4.5.2.3 分析步骤

称取固体氢氧化钠试样约(0.50±0.01) g 或相当于固体氢氧化钠试样约(0.50±0.01) g 的液体氢氧化钠。置于 50 mL 比色管中，加 25 mL 水溶解，用硝酸溶液调节 pH≈8。加 5 mL 柠檬酸铵溶液、5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液、10 mL 氰化钾溶液，摇匀。加 0.5 g 盐酸羟胺，摇匀。加入 5 mL 双硫脲-三氯甲烷溶液后振摇 1 min。待溶液分层后，双硫脲-三氯甲烷萃取层所呈颜色不得红于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 0.50 mL 铅标准溶液与试样同时同样处理。

4.6 不溶物和有机杂质的测定

称取(5.00±0.01) g 固体氢氧化钠，溶于 100 mL 水中。此溶液是完全清亮、无色或略微带点颜色。

4.7 汞含量的测定

4.7.1 方法提要

同 GB/T 11198.10—1989 的第 2 章。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 硫酸溶液：1+1；

其他同 GB/T 11198.10—1989 的第 3 章。

4.7.3 仪器、设备

同 GB/T 11198.10—1989 的第 4 章。

4.7.4 工作曲线的绘制

同 GB/T 11198.10—1989 的第 6 章。

4.7.5 分析步骤

4.7.5.1 试验溶液的制备

称量固体氢氧化钠(2.00±0.01) g 或相当于(2.00±0.01) g 固体氢氧化钠的液体氢氧化钠,置于100 mL 烧杯中,溶于20 mL 水中,加入10 mL 硫酸溶液(4.7.2.1),加入0.5 mL 高锰酸钾溶液,将此烧杯盖上表面玻璃,煮沸几秒钟,然后冷却。

4.7.5.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,与试验溶液同时同样处理。

4.7.5.3 测定

将试验溶液和空白试验溶液,按 GB/T 11198.10—1989 的 6.2 进行测定。

4.7.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的汞(Hg)含量(X_s)按式(6)计算:

$$X_s(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{m_1 - m_0}{10m} \dots\dots\dots(6)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中汞的质量,mg;

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中汞的质量,mg;

m ——试料的质量,g。

4.7.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值:

固体氢氧化钠为不大于 0.000 005%。液体氢氧化钠为不大于 0.000 05%。

5 检验规则

5.1 本标准采用型式检验和常规检验。

5.1.1 型式检验

要求中规定的固体氢氧化钠所有七项指标、液体氢氧化钠所有六项指标为型式检验项目,在正常情况下三个月至少进行一次型式检验。

5.1.2 常规检验

总碱量、碳酸钠、砷、重金属、铅、不溶物及有机杂质为常规检验项目,应逐批检验。

5.2 每批产品不超过 300 t。

5.3 食品添加剂固体氢氧化钠按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器慢速插入至容器深度的三分之二处采样。将采得的样品混匀,总量不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的塑料袋或具塞的塑料瓶中,密封。

食品添加剂液体氢氧化钠用槽车或贮槽装运时,从上、中、下三处(上部离液面十分之一液层,下部离液体底部十分之一液层)取出等量试样,混匀,总样量不得少于 500 mL。置于塑料瓶中密封。

在塑料瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号或槽车号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.4 食品添加剂氢氧化钠应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的食品添加剂氢氧化钠都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的食品添加剂氢氧化钠进行验收,验收应在货到之日起的一个月内进行。

5.6 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6 标志、标签

6.1 食品添加剂氢氧化钠包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、商标、

“食品添加剂”字样、净含量、批号或生产日期、生产许可证号、本标准编号、GB 190 中规定的“腐蚀品”标志及 GB 191 中规定的“向上”标志和“怕湿”标志。

6.2 每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、“食品添加剂”字样、净含量、批号或生产日期、生产许可证号、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 食品添加剂固体氢氧化钠采用铁桶或其他密闭容器包装,包装容器应符合有关规定。桶盖必须密封牢固。每桶净含量 200 kg,片状固体氢氧化钠 25 kg。

食品添加剂液体氢氧化钠用专用槽车或贮槽装运,并定期清洗。允许使用符合食品包装标准要求的塑料桶、槽车装运食品添加剂液体氢氧化钠或片状氢氧化钠。

7.2 食品添加剂氢氧化钠在运输过程中不得与酸和有毒有害物品混运并防止撞击。

7.3 食品添加剂氢氧化钠应贮存在阴凉干燥处,避免破损、污染、受潮及与酸接触。

8 安全

氢氧化钠具有强腐蚀性,操作时必须戴好防护眼镜和胶皮手套等劳动保护用具。

附 录 A
含氰化钾废液的处理
(提示的附录)

为了防止含氰化钾废液的污染,每天分析后含氰化钾废液均应进行后处理后方可排放。

A1 方法提要

在碱性条件下,二价铁和氰离子生成稳定的络合离子。

A2 处理步骤

将废液收集于 500 mL 烧杯中,加入 50 mL 1 200 g/L 的硫酸亚铁溶液,搅拌,充分反应后排放。
上述所用药剂均可用工业级。
