中华人民共和国化工行业标准

食品添加剂 4-氯苯氧乙酸钠

HG 2302—92

1 主题内容和适用范围

本标准规定了4-氯苯氧乙酸钠的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存等要求。

本标准适用于以对氯苯酚、氯乙酸为原料在碱性条件下经缩合、精制而成的4-氯苯氧乙酸钠。该产品用于培育无根豆芽。

分子式：$C_8H_6O_3ClNa$

结构式：

相对分子质量：208.6(按1989年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 617 化学试剂 熔点测定法

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法

GB 8451 食品添加剂中重金属限量试验法

3 技术要求

3.1 外观：白色针状或棱柱状结晶。

3.2 食品添加剂4-氯苯氧乙酸钠应符合下表要求。

中华人民共和国化学工业部1992-06-01批准 1993-01-01实施

项　　目		指　　标
4-氯苯氧乙酸钠含量(以干基计),%	≥	98.5
4-氯苯氧乙酸熔点范围,℃		154～156
干燥失重,%	≤	0.5
水不溶物,%	≤	0.10
砷含量(以 As 计),%	≤	0.000 05
重金属含量(以 Pb 计),%	≤	0.001

4　试验方法

本标准所用试剂和水,除特殊注明外,均指符合现行国家标准或行业标准的分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

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规定时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

4.1　鉴别试验

4.1.1　试剂和溶液

a.　盐酸溶液:(1+1);

b.　硫酸溶液:(1→9);

c.　溴化钾:满足红外吸收光谱测定的要求;

d.　刚果红试纸。

4.1.2　仪器和设备

a.　铂丝:直径约 0.8mm,顶端成直线形状;

b.　煤气灯或酒精灯;

c.　红外分光光度计;

d.　玛瑙研钵;

e.　玻璃过滤坩埚:滤板孔径 5～15μm。

4.1.3　试样的制备

称取约 10g 样品于 400mL 烧杯中,加入 300mL 水,并加热溶解,样品溶解后加入 20mL 硫酸溶液,用玻璃棒搅拌使酸化完全,将酸化后所得沉淀用玻璃过滤坩埚抽滤,并用蒸馏水洗涤沉淀至无游离酸(用刚果红试纸检验,蓝色几乎消失),将坩埚连同沉淀一起置于烘箱中,在 110±2℃下烘 2h,取出于干燥器中冷却,备用。

4.1.4　鉴别方法

a.　取 4.1.3 条制备的试样 1～2mg 于玛瑙研钵中,与 100mg 左右干燥的溴化钾混匀、研细,放入成形器中,向压片面加 490～980MPa 压力,经过 5～8min 压片成形,将压片装入红外分光光度计进行红外吸收光谱测定,在波数为 1 700cm^{-1}、1 600cm^{-1}(为双峰)、1 230cm^{-1}、1 080cm^{-1}、825cm^{-1}、700cm^{-1}区域附近应有吸收峰。

b.　称取约 5g 样品,加少量盐酸溶液使成为糊状,点燃煤气灯或酒精灯,用铂丝顶端约 5mm 蘸取少量试样,沿水平方向立刻送入无色焰中进行试验,焰色反应呈黄色,持续约 4s。

4.2 4-氯苯氧乙酸钠含量的测定

4.2.1 原理

将4-氯苯氧乙酸钠酸化变成4-氯苯氧乙酸，以酚酞作指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定之。以消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积，计算出4-氯苯氧乙酸钠含量。

4.2.2 试剂和溶液

a. 乙醚；

b. 无水乙醇：中性；

c. 硫酸溶液(1→9)；

d. 氢氧化钠标准滴定溶液：$c(NaOH)=0.1mol/L$；

e. 氯化钠饱和溶液；

f. 酚酞指示液：10g/L 乙醇溶液。

4.2.3 仪器和设备

250mL 分液漏斗和一般实验室仪器。

4.2.4 分析步骤

称取已于 110±2℃烘 2h 并在干燥器中冷却的试样 0.3～0.4g(精确至 0.000 2g)，置于 100mL 烧杯中，加入水 15mL，加热搅拌至完全溶解，冷却后移入 250mL 分液漏斗中，用少量氯化钠饱和溶液冲洗烧杯数次，洗液并入分液漏斗中，加硫酸溶液 1mL 于分液漏斗中，摇荡 1min，冷却至室温，后再加入 40mL 乙醚，摇荡 1min，摇荡中及时排除漏斗中的乙醚蒸汽，静置分层后将下面的水层细心放入第二个分液漏斗中。加 25mL 乙醚于第二个分液漏斗中，重复上述操作进行第二次萃取，水层放入第三个分液漏斗中，用 25mL 乙醚进行第三次萃取。将第二、第三次乙醚萃取液合并于第一个分液漏斗中；并用少量乙醚冲洗另两个分液漏斗，洗涤液并入第一个分液漏斗中，然后，每次用 10mL 氯化钠饱和溶液洗涤乙醚萃取液数次，直至洗涤液加两滴氢氧化钠标准滴定溶液后，使酚酞指示剂显粉红色(一般洗涤四次)。将乙醚萃取液转移至 250mL 锥形瓶中，并用少量乙醚冲洗分液漏斗，乙醚洗液合并于 250mL 锥形瓶中，然后将锥形瓶置于 40～60℃水浴上，待乙醚蒸完后，用 30mL 乙醇将锥瓶中的沉积物完全溶解，加酚酞指示液 2～3 滴，以氢氧化钠标准滴定溶液滴定至粉红色，15s 不腿色为终点。

4.2.5 结果的表示和计算

4-氯苯氧乙酸钠的质量百分数 X_1 按式(1)计算：

$$X_1=\frac{c\times V\times 0.208\,6}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：c——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V——滴定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

m——试样的质量，g；

0.208 6——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液〔$c(NaOH)=1.000mol/L$〕相当的，以克表示的 4-氯苯氧乙酸钠的质量。

允许差：两次平行测定结果之差不大于 0.2%，取其算术平均值为测定结果。

4.3 4-氯苯氧乙酸熔点范围的测定

4.3.1 仪器和设备

a. 精密温度计：温度范围 140～160℃，分度值 0.1℃；

b. 装有甘油的热浴。

4.3.2 分析步骤

4-氯苯氧乙酸熔点范围的测定按 GB 617 中的毛细管法，用 4.1.3 条制备的试样进行测定。

4.4 干燥失重的测定

4.4.1 仪器

称量瓶：直径为 45mm，高为 25mm。

4.4.2 分析步骤

称取试样 2～3g(精确至 0.001g)，置于已烘至恒量的称量瓶中，放入烘箱，在 105～110℃下烘 2h，取出后放入干燥器内，冷却至室温，称量。

4.4.3 结果的表示和计算

干燥失重的质量百分数 X_2 按式(2)计算：

$$X_2=\frac{m_1-m_2}{m_1}\times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：m_1——干燥前试样的质量，g；

m_2——干燥后试样的质量，g。

允许差：两次平行测定结果之差不大于 0.05%，取其算术平均值为测定结果。

4.5 水不溶物含量的测定

4.5.1 仪器

玻璃过滤坩埚：滤板孔径 5～15μm。

4.5.2 分析步骤

称取试样 5g(精确至 0.001g)，置于 250mL 烧杯中，加 200mL 水加热使其溶解，溶液全部转入预先恒量的玻璃过滤坩埚抽滤，使水不溶物全部转入坩埚中，用热水洗涤沉淀至溶液呈中性，将坩埚连同沉淀一起置于 105～110℃烘箱中烘至恒量。

4.5.3 结果的表示和计算

水不溶物质量百分数 X_3 按式(3)计算：

$$X_3=\frac{m_3-m_4}{m_5}\times 100 \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：m_3——玻璃过滤坩埚和水不溶物的质量，g；

m_4——玻璃过滤坩埚的质量，g；

m_5——试样的质量，g。

允许差：两次平行测定结果之差不大于 0.02%，取其算术平均值为测定结果。

4.6 砷含量的测定

4.6.1 样品处理

按 GB 8450 中 1.4.2.1 条湿法消解之规定进行。

4.6.2 分析步骤

按 GB 8450 中 1.5.3 条定量测定之规定进行。

4.7 重金属含量的测定

4.7.1 样品处理

按 GB 8451 中 5.2.2 条干法消解之规定进行。

4.7.2 分析步骤

吸取 10mL(相当于 1g 试样)4.7.1 条样品处理后试样溶液，按 GB 8451 中规定进行。标准是准确移取 1mL 铅标准溶液(1.0mL 相当于 10μg 铅)。

5 检验规则

5.1 本产品由生产厂的质量检验部门进行检验，生产厂应保证出厂的产品符合本标准的要求。每批出厂产品必须附有产品质量检验合格证明书。

5.2 使用单位有权按本标准规定检验收到的产品质量是否符合本标准的要求。

5.3 生产厂每班产量为批。

5.4 采样方法：按每批总包装盒(袋)数的 $3\times\sqrt[3]{N}$ 选取样品，小批者也不得少于 5 盒(袋)，每盒(袋)中取样数不少于 10 小包，但每批取样总量不少于 150g。将取出的样品充分混合后，用四分法缩分到 75g，分装于二个清洁、干燥、带有磨口的广口瓶中，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、生产日期或批号及取样日期，一份送化验室分析，一份备验，保存三个月。

5.5 如果在检验中有一项指标不符合标准要求时，应重新自两倍的包装中取样进行复验，重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格品。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议可由双方协商，或按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》有关规定进行处理。

5.7 检验结果的判定

按 GB 1250 中修约值比较法进行。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 本品包装上应附有下列标志：生产厂名称、厂址、产品名称、商标、生产日期、批号、净重、本标准编号及“食品添加剂”等字样。每批产品内应附有产品质量符合本标准要求的检验合格证明。

6.2 本品应装入食品用塑料包装袋内，热压封口，每小包质量可分别为 1.78g、1.27g、0.71g。外层可用纸盒或塑料袋包装，每盒或袋内装 100 小包。

6.3 运输本品时应注意防潮和防止受热，不得与有毒有害物质混装、混运。

6.4 本品应贮存于阴凉、干燥、通风的仓库中，应防止受潮、受热和日晒。保质期 2 年。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部北京化工研究院和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由南京电化厂负责起草。

本标准主要起草人夏定国、王华芝。