

中华人民共和国国家标准

GB 1903.15—2016

食品安全国家标准

食品营养强化剂 醋酸钙(乙酸钙)

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
国 家 食 品 药 品 监 督 管 理 总 局 发 布

前　　言

本标准代替 GB 15572—1995《食品添加剂 乙酸钙》。

本标准与 GB 15572—1995 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品营养强化剂 醋酸钙(乙酸钙)”;
- 修改了标准的适用范围;
- 删去了镁盐与碱金属盐、钡盐和重金属三项指标项目和检验方法;
- 增加了铅指标项目和检验方法;
- 修改了砷、氟化物的检验方法。

食品安全国家标准

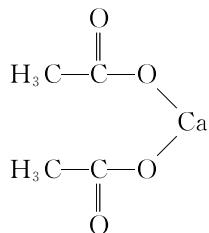
食品营养强化剂 醋酸钙(乙酸钙)

1 范围

本标准适用于以优质石灰石与食品添加剂冰乙酸反应制得的食品营养强化剂醋酸钙(乙酸钙)。

2 结构式、分子式和相对分子质量

2.1 结构式



2.2 分子式

$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Ca}$

2.3 相对分子质量

158.17(按 2013 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	白色	取适量试样置于清洁干燥的白瓷盘中,在自然光下观察色泽和状态,嗅其味
状态	细小疏松粉末	
气味	无臭	

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
乙酸钙($C_4H_6O_4Ca$)含量(以无水物计), $w/\%$	98.0~102.0	附录 A 中 A.4
硫酸盐, $w/\%$	\leqslant 0.1	附录 A 中 A.5
氯化物, $w/\%$	\leqslant 0.05	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	\leqslant 2.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75
砷(As)/(mg/kg)	\leqslant 2.0	GB 5009.76
水分, $w/\%$	\leqslant 7	GB 5009.3 卡尔·费休法
氟化物, $w/\%$	\leqslant 0.005	GB/T 5009.18
pH(20 g/L)	6~8	附录 A 中 A.7

附录 A 检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。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 乙醇。
- A.3.1.2 盐酸溶液:1+10。
- A.3.1.3 硫酸溶液:1+1。
- A.3.1.4 氨水溶液:1+2。
- A.3.1.5 草酸铵溶液:40 g/L。
- A.3.1.6 氯化铁溶液:90 g/L。
- A.3.1.7 甲基红指示液:1 g/L。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 钙的鉴别

- A.3.2.1.1 称取约 0.1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水溶解,即得样品溶液。
- A.3.2.1.2 取铂丝,用盐酸润湿,先在无色火焰上烧至无色,然后蘸取试样溶液,在无色火焰上燃烧,火焰呈砖红色。
- A.3.2.1.3 在试样溶液中加入 2 滴甲基红指示液,用氨水溶液中和,再逐滴加入盐酸溶液直至溶液呈酸性。加入草酸铵溶液即生成白色的草酸钙沉淀,该沉淀不溶于乙酸,但可溶于盐酸。

A.3.2.2 乙酸根的鉴别

试样与硫酸和乙醇共热时,产生乙酸乙酯的特殊香气。样品的中性水溶液加氯化铁溶液产生深红色,加无机酸红色消失。

A.4 乙酸钙($C_4H_6O_4Ca$)含量的测定

A.4.1 方法提要

试样中加入三乙醇胺溶液将三价铁离子、铝离子、二价锰离子等离子掩蔽起来,加入氢氧化钠溶液,

使溶液 pH 大于 12, 镁离子则形成氢氧化镁沉淀, 排除干扰后, 在此碱性溶液中, 加入铬蓝黑 R 指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙离子。

A.4.2 试剂和材料

- A.4.2.1 氢氧化钠溶液: 40 g/L。
- A.4.2.2 三乙醇胺溶液: 20%。
- A.4.2.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。
- A.4.2.4 铬蓝黑 R 指示剂。

A.4.3 分析步骤

称取约 0.2 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 加 100 mL 水溶解后, 加入 5 mL 三乙醇胺溶液, 15 mL 氢氧化钠溶液, 约 0.1 g 铬蓝黑 R 指示剂, 然后用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为纯蓝色即得。

同时做空白试验, 空白试验溶液除不加试样外, 其他加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

A.4.4 结果计算

乙酸钙($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Ca}$)含量的质量分数 w_1 , 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{m \times (1 - w_{\text{水}}) \times 1000} \times 100\% \quad (\text{A.1})$$

式中:

- V_1 ——试验溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——乙酸钙的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Ca}) = 158.17$];
- m ——试样的质量, 单位为克(g);
- 1 000——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 0.3%。

A.5 硫酸盐的测定

A.5.1 方法提要

在盐酸介质中, 钙离子与硫酸根离子生成难溶的硫酸钙, 与用相同方法处理的硫酸根标准比浊溶液比较。

A.5.2 试剂和材料

- A.5.2.1 盐酸溶液: 1+1。
- A.5.2.2 氯化钡溶液: 250 g/L。
- A.5.2.3 硫酸盐标准溶液: 1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4^{2-}) 0.10 mg。

A.5.3 分析步骤

称取 0.10 g±0.01 g 试样, 溶于 40 mL 水中, 加 2 mL 盐酸溶液, 置于 50 mL 比色管中, 加氯化钡溶

液 5 mL, 用水稀释至刻度, 摆匀。放置 10 min, 与标准比浊溶液比较, 其浊度不应深于标准。

标准比浊溶液的制备: 移取 1 mL 硫酸盐标准溶液, 加 40 mL 水, 置于 50 mL 比色管中, 加 2 mL 盐酸溶液, 加 5 mL 氯化钡溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀, 放置 10 min, 与试样同时处理。

A.6 氯化物的测定

A.6.1 方法提要

在硝酸介质中, 银离子与氯离子反应生成氯化银沉淀, 与标准比浊溶液进行比较。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 硝酸溶液: 1+2。

A.6.2.2 硝酸银溶液: 17 g/L。

A.6.2.3 氯化物标准溶液: 1 mL 溶液含氯(Cl)0.10 mg。

A.6.3 分析步骤

称取 $0.10 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样, 溶于 25 mL 水中, 加 10 mL 硝酸溶液, 置于 50 mL 比色管中, 加水至约 40 mL, 加 1 mL 硝酸银溶液, 用水稀释至刻度, 摆匀, 在暗处放置 5 min, 与标准比浊溶液比较, 其浊度不应深于标准。

标准比浊溶液的制备: 移取 0.5 mL 氯化物标准溶液, 置于 50 mL 比色管中, 加 10 mL 硝酸溶液, 1 mL 硝酸银溶液, 加水至刻度, 摆匀。置于暗处放置 5 min。与试样同时处理。

A.7 pH 的测定

A.7.1 仪器和设备

pH 计: 精度 0.02。

A.7.2 分析步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样, 溶解于 100 mL 无二氧化碳的水中, 按 GB/T 9724 的规定测定 pH。
