



# 中华人民共和国国家标准

GB 1886.356—2022

## 食品安全国家标准 食品添加剂 丙酸钙

2022-06-30 发布

2022-12-30 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会  
国 家 市 场 监 督 管 理 总 局 发 布

## 前　　言

本标准代替 GB 25548—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 丙酸钙》。

本标准与 GB 25548—2010 相比,主要变化如下:

- 范围由“本标准适用于以丙酸和氢氧化钙(或碳酸钙)为原料,经中和、精制、干燥制得的食品添加剂丙酸钙”修改为“本标准适用于以丙酸和氢氧化钙(或碳酸钙或氧化钙)为原料,经中和、精制、干燥制得的食品添加剂丙酸钙”;
- 修改了丙酸钙的外观及主含量指标;
- 修改了丙酸钙含量的试验方法;
- 砷的测定由“砷斑法”修改为采用 GB 5009.76。

# 食品安全国家标准

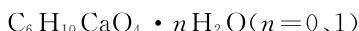
## 食品添加剂 丙酸钙

### 1 范围

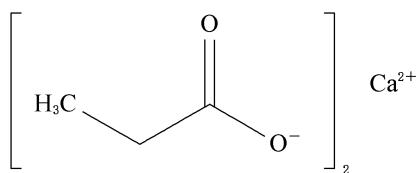
本标准适用于以丙酸和氢氧化钙(或碳酸钙或氧化钙)为原料,经中和、精制、干燥制得的食品添加剂丙酸钙。

### 2 分子式、结构式和相对分子质量

#### 2.1 分子式



#### 2.2 结构式



#### 2.3 相对分子质量

186.22(无水物)(按 2018 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
外观	白色结晶、颗粒或粉末	取适量试样,置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下目视观察,嗅其气味
气味	无臭或带轻微丙酸味	

#### 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
丙酸钙(以 C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> CaO <sub>4</sub> 计,以干基计),w/% ≥	98.0	附录 A 中 A.4
水不溶物,w/% ≤	0.30	附录 A 中 A.5
游离酸或游离碱试验	通过试验	附录 A 中 A.6
干燥减量,w/% ≤	9.5	附录 A 中 A.7
砷(As)/(mg/kg) ≤	3.0	GB 5009.76
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) ≤	10	附录 A 中 A.8
氟化物(以 F 计)/(mg/kg) ≤	30	附录 A 中 A.9
铁(Fe)/(mg/kg) ≤	50	附录 A 中 A.10

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 警告

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

#### A.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验方法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 之规定制备。

#### A.3 鉴别试验

##### A.3.1 试剂和材料

- A.3.1.1 盐酸溶液:1+3。
- A.3.1.2 硫酸溶液:1+9。
- A.3.1.3 草酸铵溶液:40 g/L。
- A.3.1.4 乙酸溶液:1+20。

##### A.3.2 分析步骤

###### A.3.2.1 丙酸鉴别

称取 0.5 g 样品,精确至 0.01 g,置于装有 5 mL 水的 100 mL 烧杯中,搅拌溶解,加 5 mL 硫酸溶液,加热时,应有特殊臭味产生。按照 A.4 的步骤和条件测定丙酸钙的主含量,其典型色谱图应符合附录 B 中图 B.1。

###### A.3.2.2 钙盐鉴别

称取 0.5 g 样品,精确至 0.01 g,置于装有 5 mL 水的 100 mL 烧杯中,搅拌溶解,加草酸铵溶液,即产生白色沉淀。分离沉淀,加乙酸溶液,沉淀不溶解;再加盐酸溶液,可完全溶解。用盐酸湿润后的铂丝蘸取样品,在无色火焰中呈红色。

#### A.4 丙酸钙含量测定(高效液相色谱法)

##### A.4.1 试剂与材料

- A.4.1.1 磷酸。
- A.4.1.2 磷酸氢二铵。
- A.4.1.3 磷酸溶液:1 mol/L。在 50 mL 水中加入 53.5 mL 磷酸混匀后加水定容至 1 000 mL。
- A.4.1.4 磷酸氢二铵溶液:1.5 g/L。称取磷酸氢二铵 1.5 g,加水溶解定容至 1 000 mL。
- A.4.1.5 丙酸标准品( $C_3H_6O_2$ ):色谱纯,质量分数不小于 99.5%。

A.4.1.6 丙酸标准贮备液: 10 mg/mL。精确称取 1 000.0 mg 丙酸标准品于 100 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 置于 4 ℃ 冰箱中保存, 有效期为 6 个月。

#### A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器,整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 16631 中有关规定。

#### A.4.2.2 天平: 感量 0.000 1 g 和 0.01 g。

#### A.4.2.3 pH 计。

#### A.4.3 分析步骤

#### A.4.3.1 样品制备与处理

准确称取约 0.2 g(精确至 0.000 1 g)经过 A.7 干燥减重后的样品放入 500 mL 容量瓶,加入 400 mL 的水,摇匀,用 1 mol/L 磷酸溶液调 pH 为 3.0 左右,用水定容至刻度,配制成样品溶液。

#### A.4.3.2 色谱操作条件

A.4.3.2.1 色谱柱: C<sub>18</sub> 柱, 4.6 mm×250 mm, 5 μm 或等效色谱柱。

A.4.3.2.2 流动相:1.5 g/L 磷酸氢二铵溶液,用 1 mol/L 磷酸溶液调 pH 为 2.7~3.5(使用时配制),经 0.45 μm 微孔滤膜过滤。

A.4.3.2.3 流速: 1.0 mL/min。

#### A.4.3.2.4 柱温:25 °C。

#### A.4.3.2.5 进样量:20 μL。

#### A.4.3.2.6 波长:214 nm。

A.4.3.2.7 色谱柱清洗参考条件：实验结束后，用 10% 甲醇清洗 1 h，再用 100% 甲醇清洗 1 h。

#### A.4.3.3 标准曲线绘制

分别准确吸取丙酸标准储备液 1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水定容至刻度,其浓度分别为 100 μg/mL、200 μg/mL、300 μg/mL、400 μg/mL、500 μg/mL。经 0.45 μm 微孔滤膜过滤,浓度由低到高进样,以浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

#### A.4.3.4 样品的测定

取样品溶液(A.4.3.1)经 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤进样,丙酸响应值应在标准曲线线性范围内,超出浓度线性范围则应稀释后再进样分析。

#### A.4.4 结果计算

试样中丙酸钙的质量分数(以干基计) $w_1$  按式(A.1)计算。

式中：

*c* ——由标准曲线得出的样品溶液中的丙酸浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

500 ——配制样品溶液定容的体积,单位为毫升(mL);

$10^{-6}$  ——换算系数；

$M_1$  ——丙酸钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)〔 $M(C_6H_{10}CaO_4)=186.22$ 〕;

$m$  ——称量试样的质量,单位为克(g);  
 $M_2$  ——丙酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[ $M(C_3H_6O_2)=74.08$ ];  
 $2$  ——换算系数。

计算结果保留三位有效数字。取两次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应不大于 0.5%。

### A.5 水不溶物含量的测定

#### A.5.1 仪器和设备

玻璃滤埚：滤板孔径  $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。

### A.5.2 分析步骤

称取 10.0 g 样品, 精确至 0.01 g, 加 100 mL 水, 搅拌溶解后放置 1 h, 用已质量恒定的玻璃滤埚过滤, 用 30 mL 水洗涤滤渣, 于 180 °C ± 2 °C 干燥 4 h, 冷却后称量。

### A.5.3 结果计算

水不溶物的质量分数  $w_2$  按式(A.2)计算。

式中：

$m_1$ ——滤渣的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——称取样品的质量,单位为克(g)。

取两次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 0.02%。

#### A.6 游离酸或游离碱试验

#### A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

#### A.6.1.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$

#### A.6.1.3 酚酞指示液:10 g/L。

### A.6.2 分析步骤

称取 2.0 g 样品, 精确至 0.01 g, 溶于 20 mL 无二氧化碳水, 加 2 滴酚酞指示液, 若溶液呈红色, 加 0.3 mL $\pm$ 0.02 mL 盐酸标准滴定溶液, 溶液应呈无色; 若溶液呈无色, 加 0.6 mL $\pm$ 0.02 mL 氢氧化钠标准滴定溶液, 溶液应呈粉红色。

#### A.7 干燥减量的测定

#### A.7.1 分析步骤

称取约 1 g 样品, 精确至 0.000 2 g, 置于预先在 120 ℃±2 ℃ 干燥至质量恒定的称量瓶中, 平摊样品于称量瓶底部, 高度不超过 5 mm。在 120 ℃±2 ℃ 的恒温干燥箱中干燥 2 h, 置于干燥器中冷却 30 min 称量。

### A.7.2 结果计算

干燥减量的质量分数  $w_3$  按式(A.3)计算。

式中：

*m* — 干燥前样品的质量, 单位为克(g);

$m_1$ ——干燥后样品的质量,单位为克(g)。

取两次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 0.2%。

## A.8 重金属的测定

#### A.8.1 试剂和材料

#### A.8.1.1 乙酸溶液:1+19。

A.8.1.2 硫化钠溶液:称取 5 g 硫化钠,用 10 mL 水和 30 mL 甘油的混合溶液溶解,如有必要可适当加热使样品完全溶解,冷却至室温后,将一半体积的该溶液通入硫化氢使之饱和,然后将剩下的一半加入混合。在遮光下充满小瓶,加盖密闭保存。配制后 3 个月内有效。

### A.8.2 分析步骤

称取 2.0 g 实验室样品, 精确至 0.01 g, 置于 50 mL 比色管中, 加 40 mL 水溶解, 加 2 mL 乙酸溶液, 加水至 50 mL, 加 2 滴硫化钠溶液, 于暗处放置 5 min。所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的配制：取 2 mL $\pm$ 0.02 mL 铅(Pb)标准溶液(0.01 mg/mL)，与样品同时同样处理。

## A.9 氟化物的测定

#### A.9.1 试剂和材料

#### A.9.1.1 高氯酸。

#### A.9.1.2 丙酮。

#### A.9.1.3 高氯酸溶液:1+100。

#### A.9.1.4 氢氧化钠溶液:40 g/L。

#### A.9.1.5 氢氧化钠溶液:4 g/L。

#### A.9.1.6 乙酸溶液:1+16。

#### A.9.1.7 硝酸银溶液:17 g/

A.9.1.8 酚酞指示液: 10 g/L。

A.9.1.9 茜素氨基络合液:称取 0.04 g 茜素氨基

A.9.1.10 高氯酸镧溶液:称取 0.04 g 氧化镧,加 0.25 mL 高氯酸,温热溶解,用水稀释至 50 mL。

A.9.1.11 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：称取 11.0 g 无水乙酸钠，加 30 mL 冰乙酸、170 mL 水，摇至溶解。

A.9.1.12 复合试剂：量取 60.0 mL 茜素氯羧络合液及 6.0 mL 高氯酸镧溶液、20.0 mL 乙酸-乙酸锌溶液。

冲溶液,用水稀释至 200 mL。

氯化物(+) 溶液浓度: 100 mg/L

### A.9.2 分析步骤

称取 5.0 g 样品,精确至 0.01 g,置于 125 mL 带支管蒸馏瓶中,加入几粒玻璃珠,慢慢加入 10 mL 高氯酸溶液、10 mL 水、3 滴~5 滴硝酸银溶液,蒸馏瓶装一双孔橡皮塞,一孔插入 200 ℃ 温度计一支,温度计水银球应插入试验溶液中,另一孔装一分液漏斗,下接一毛细管,毛细管插入液面。支管接冷凝器,冷凝器出口端接一玻璃弯管,玻璃弯管另一头插入盛有水 10 mL、氢氧化钠(A.9.1.4)数滴和酚酞指示液 1 滴的 100 mL 容量瓶中并使管口置于液面下。加热蒸馏,用分液漏斗滴加水控制,保持试液温度在 135 ℃~140 ℃ 之间,当馏出液约为 80 mL 时停止蒸馏。馏出液用氢氧化钠溶液(A.9.1.4)中和至浅红色,然后用乙酸溶液中和至无色,用水稀释至刻度,摇匀。量取 10 mL 置于 50 mL 比色管中,加 5 mL 复合试剂、6 mL 丙酮,加水至 50 mL,摇匀,室温放置 25 min。与标准比色溶液比较,所呈蓝紫色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的配制:取 1.5 mL±0.02 mL 氟化物(F)标准溶液,与样品同时同样处理。

## A.10 铁的测定

### A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 盐酸。

A.10.1.2 过硫酸铵。

A.10.1.3 硫氰酸铵溶液:250 g/L。

A.10.1.4 铁(Fe)标准溶液:0.01 mg/mL。

### A.10.2 分析步骤

称取 0.5 g 样品,精确至 0.01 g,溶于 40 mL 水中,加 2 mL 盐酸、40 mg 过硫酸铵和 5 mL 硫氰酸铵溶液,摇匀,此为试样溶液。

标准比色溶液的配制:取 2.5 mL±0.02 mL 铁(Fe)标准溶液,加水至 40 mL,与样品同时同样处理。

试样溶液所呈红色不得深于标准比色溶液,即为通过试验。

附录 B  
丙酸鉴别的典型色谱图

丙酸鉴别的典型色谱图见图 B.1。

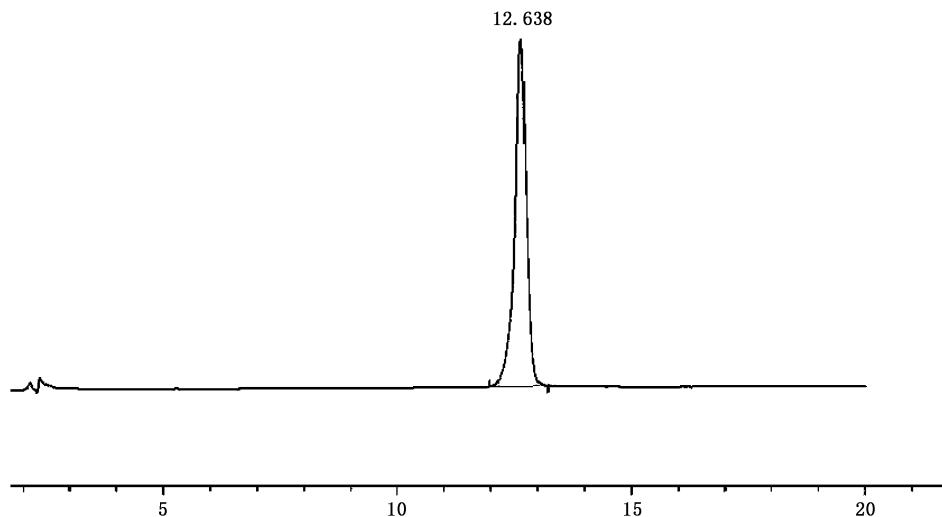


图 B.1 丙酸鉴别的典型色谱图