

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 乙酸钙

GB 15572—1995

Food additive—Calcium acetate

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂乙酸钙(醋酸钙)的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮藏条件。

本标准适用于以优质石灰石与食用冰乙酸(发酵法)反应制得的乙酸钙,在食品工业中作为营养强化剂。

2 引用标准

中华人民共和国药典一九九〇年版二部
GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法

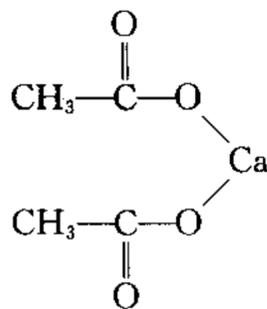
3 化学名称、分子式、结构式、分子量

化学名称:乙酸钙

Calcium acetate

分子式: $C_4H_6O_4Ca$

结构式:



分子量:158.17(按1987年国际原子量计)

4 技术要求

4.1 性状

本品为白色针状结晶或结晶性粉末,无臭,有乙酸味,极易吸湿。本品易溶于水,微溶于乙醇。

4.2 项目与指标

项 目	指 标
$C_4H_6O_4Ca$ (以无水物计),%	98.0~102.0
pH 值	6~8

国家技术监督局1995-06-02批准

1995-12-01实施

续表

项 目	指 标
硫酸盐, %	≤ 0.1
氯化物, %	≤ 0.050
重金属(以 Pb 计), %	≤ 0.002 5
砷盐(以 As 计), %	≤ 0.000 2
镁盐与碱金属盐, %	≤ 1.0
钡盐	符合规定
水分, %	≤ 7
氟化物, %	≤ 0.005

5 试验方法

本标准试验中所用试剂为分析纯试剂,水为蒸馏水或相应纯度的水,溶液为水溶液,测定中所需溶液在未注明时,均按中华人民共和国药典一九九〇年版二部附录制备。

本标准试验所用的滴定管、移液管、容量瓶等试验仪器,均应符合现行国家标准、计量器具检定规程的规定。

5.1 鉴别

5.1.1 试剂和溶液

- 5.1.1.1 盐酸(GB 622)。
- 5.1.1.2 硫酸(GB 625)。
- 5.1.1.3 三氯化铁(HG 3—1085)。
- 5.1.1.4 草酸铵(HG 3—976):4%溶液。
- 5.1.1.5 样品溶液的制备

称取样品 0.1 g,加 20mL 水溶解,即得。

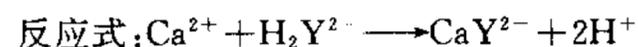
5.1.2 鉴别方法

- 5.1.2.1 取样品溶液(5.1.1.5)2 mL,加草酸铵试液 1 滴,即生成白色沉淀。
- 5.1.2.2 取铂丝,用盐酸润湿,先无色火焰上烧至无色,然后蘸取样品溶液(5.1.1.5),在无色火焰上燃烧,火焰呈砖红色。
- 5.1.2.3 取样品 0.2 g,加硫酸 0.5 mL,加热,即发生乙酸的特臭。
- 5.1.2.4 取样品溶液(5.1.1.5)2 mL,滴加三氯化铁试液 1 滴,溶液呈深红色,加稀盐酸,红色即褪去。

5.2 含量测定

5.2.1 原理

样品中加入三乙醇胺溶液将 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Mn^{2+} 等离子掩蔽起来,加入氢氧化钠试液,使溶液 pH 大于 12, Mg^{2+} 则形成 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 沉淀,排除干扰后,在此碱性溶液中,加入钙紫红素指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定液滴定钙离子。



5.2.2 试剂和溶液

- 5.2.2.1 氢氧化钠(GB 629)。

5.2.2.2 三乙醇胺(化学纯):20%溶液。

5.2.2.3 乙二胺四乙酸二钠(GB 1401):0.05 mol/L 标准滴定溶液。

5.2.2.4 钙紫红素。

5.2.3 测定方法

称取样品约 0.2 g,准确至 0.000 2g,加水 100 mL 溶解后,加入三乙醇胺试液 5 mL,氢氧化钠试液 15 mL,钙紫红素指示剂约 0.1 g,然后用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(0.05 mol/L)滴定至溶液由红色变为纯蓝色即得。

5.2.4 分析结果的表述

乙酸钙含量以质量百分数(X_1)表示,按下式计算:

$$X_1 = \frac{V \cdot c \times 0.1582}{m(1 - X_2)} \times 100$$

式中: X_1 ——乙酸钙含量的质量百分数,%;

V ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积,mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m ——样品的质量,g;

X_2 ——水分的质量百分数,%;

0.1582——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.00 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的乙酸钙的质量。

注:水分的质量百分数用 5.10 的测定结果。

所得结果取两次平行测定的算术平均值,保留四位有效数字。

5.2.5 允许差

两次平行测定结果的相对偏差不超过 0.3%。

5.3 溶液的 pH 值测定

称取样品 2.0g 溶解于 100 mL 新煮沸并冷却至室温的水中,按中华人民共和国药典一九九〇年版二部附录 44 页测定。

5.4 硫酸盐的测定

称取样品 0.1 g,加 40 mL 水溶解,按中华人民共和国药典一九九〇年版二部附录 48 页检查,如发生浑浊,其浊度不得超过与标准硫酸钾 1 mL 制成的对照液的浊度。

5.5 氯化物的测定

称取样品 0.1 g,加 25 mL 水溶解,按中华人民共和国药典一九九〇年版二部附录 48 页检查,与标准氯化钠溶液 5.0 mL 制成的对照液比较,不得更浓。

5.6 重金属测定

称取样品 0.4 g,加乙酸盐缓冲液(pH 值 3.5)2 mL 与水适量使成 25 mL,按中华人民共和国药典一九九〇年版二部附录 51 页第一法检查。

5.7 砷盐的测定

称取样品 1.0 g,按 GB 8450 中的砷斑法测定。样品处理采用硝酸-硫酸法。

5.8 镁盐与碱金属盐的测定

5.8.1 试剂和溶液

5.8.1.1 氯化铵(GB 658)。

5.8.1.2 草酸铵试液:取草酸铵(HG 3—976)3.5 g,加水使溶成 100 mL。

5.8.1.3 硫酸(GB 625)。

5.8.2 测定方法

称取样品 1.0 g,加水 40 mL 溶解后,加氯化铵 0.5 g 煮沸 1 min,加过量草酸铵试液 40 mL 使钙完

全沉淀,置水浴上加热 1 h,放冷,加水稀成 100 mL,滤过,取澄清滤液 50 mL,加硫酸 0.5 mL,蒸干后,灼灼至恒重,残留物重不得超过 5 mg。

5.9 钡盐测定

5.9.1 试剂和溶液

5.9.1.1 硫酸钙试液:取硫酸钙(HG 3—903)适量,加水制成饱和溶液。

5.9.2 测定方法

称取样品 2.0 g,加水 20 mL 溶解,滤过,滤液分为两等份,一份中加新制的硫酸钙试液 5 mL,另一份中加水 5 mL,静置 1 h,与对照管比较应同样澄清。

5.10 水分测定

称取样品约 0.2 g,准确至 0.000 2g,按中华人民共和国药典一九九〇年版二部附录 55 页费休氏法测定。

5.11 氟化物测定

5.11.1 试剂和溶液

5.11.1.1 丙酮。

5.11.1.2 70%高氯酸。

5.11.1.3 10%氢氧化钠溶液。

5.11.1.4 0.2mol/L 乙酸标准液。

5.11.1.5 1%酚酞指示液。

5.11.1.6 稀高氯酸液

以 70%~72%高氯酸和水配成(1+100)体积比溶液。

5.11.1.7 茜素氨羧络合液

称取 0.04 g 茜素氨羧络合剂,加入少许 0.1 mol/L 氢氧化钠液溶解,以稀高氯酸中和至橙红色(但不能生成乳浊),以水稀释至 200 mL,摇匀。

5.11.1.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液

称取 11.0 g 无水乙酸钠,加入 30 mL 99%乙酸及 170 mL 水,摇至溶解。

5.11.1.9 高氯酸钡溶液

称取 0.04 g 氧化钡,加入 0.25 mL 70%~72%高氯酸,温热溶解,以水稀释至 50 mL,摇匀。

5.11.1.10 复合试剂

量取 60.0 mL 茜素氨羧络合液及 6.0 mL 高氯酸钡液、20.0 mL 乙酸-乙酸钠缓冲液,用水稀释至 200 mL。

5.11.1.11 氟化物杂质标准液

称取 0.022 1g 干燥的分析纯氟化钠,溶解,稀释至 1 000 mL,贮在聚乙烯塑料瓶中。

5.11.2 测定方法

称取 5 g 样品,称准确至 0.01 g,放入 50 mL 支管蒸馏瓶中,加 5 mL 70%高氯酸,15 mL 水及几粒玻璃珠,支管接冷凝器,蒸馏瓶装一双孔橡皮塞,一孔插入一支 200℃ 的温度计,温度计应插入液面,一孔装一小分液漏斗,下接一转细管,毛细管插入液面下,馏至温度达到 135℃,接受管一端接冷凝器出口,一端插入接受瓶液面下,保持液体温度在 135~140℃ 以下(由分液漏斗滴加水控制),收集蒸馏液 70 mL,用 10%氢氧化钠中和至酚酞变浅粉红色,然后用乙酸(0.2 mol/L)中和至无色,稀释至 80 mL,取 8 mL,放入 25 mL 容量瓶中,加 5 mL 复合试剂及 6 mL 丙酮,以水稀至刻度,摇匀。25 min 后转入干燥比色管中,所呈蓝紫色不得大于标准。

标准是取 2.5 mL 的氟化物杂质标准液,加 10%氢氧化钠,即中和样品时所耗用 10%氢氧化钠用量的十分之一和 8 mL 水,加 1 滴酚酞后与样品溶液同时同样处理。

6 检验规则

6.1 本产品经最后混合具有均一性的成品为一批。

6.2 本产品由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保持所有出厂的产品均符合本标准的要求,每批出厂的产品都应附有质量合格证。

6.3 使用单位可按照本标准规定的检验规则和试验方法,对所收到的产品进行质量检验。检验其指标是否符合本标准的要求。

6.4 取样方法及取样量

每一包装一件数,总件数 $n \leq 3$ 时,取样数为每件取样;总件数 $n \leq 300$ 时,取样数 $\sqrt{n} + 1$;总件数 $n > 300$ 时,取样数为 $\frac{\sqrt{n}}{2} + 1$ 。每件等量取样,用四分法缩样取化验的 10 倍量,装入清洁干燥玻璃瓶中,贴上标签。一份送化验室检验,另一份应密封保存以备仲裁分析用。

6.5 如果在检验中有一项指标不符合标准时,应重新自两倍量的件数中取样品进行核验,产品重新检验结果如仍有一项指标不合格,则该产品判为不合格。

6.6 如供需双方对产品质量发生异议时,可由双方协商选定仲裁单位,按本标准的有关规定进行仲裁。

7 标志、包装、运输和贮藏

7.1 包装上应有牢固的标志,内容至少应有“食品添加剂”字样及品名、批号、厂名、净重、标准编号、生产许可证号、注册商标、保质期等。

7.2 本品装于双层食品用塑料袋内,外用塑料或纸板圆桶包装,每桶 5 kg、25 kg 或按客户要求包装,包装应符合运输和贮藏的要求。

7.3 运输时不得与有害物质混放,防止重压、碰撞、曝晒、雨淋。

7.4 本品应在凉暗、干燥处保存,不得与有毒、有害物质混放。

7.5 本品在原包装条件下,保质期为贰年。

附加说明:

本标准由国家医药管理局提出。

本标准由国家医药管理局中国医药工业公司和天津药物研究院技术归口。

本标准由广东省九连山制药厂、广东盖世宝有限公司负责起草。

本标准主要起草人廖月星、李久成、谢辉明、熊庆华。

本标准非等效采用美国食品化学法典 FCC1983 年(Ⅱ)标准。