

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 抗坏血酸钙

GB 15809—1995

Food additive—
Calcium ascorbate

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂抗坏血酸钙的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮藏的要求。

本标准适用于以抗坏血酸和钙盐为原料制得的抗坏血酸钙,在食品工业中作为抗氧化剂、营养强化剂。

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 613 化学试剂 比旋度测定通用方法

GB 5009.18 食品中氟的测定方法

GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法

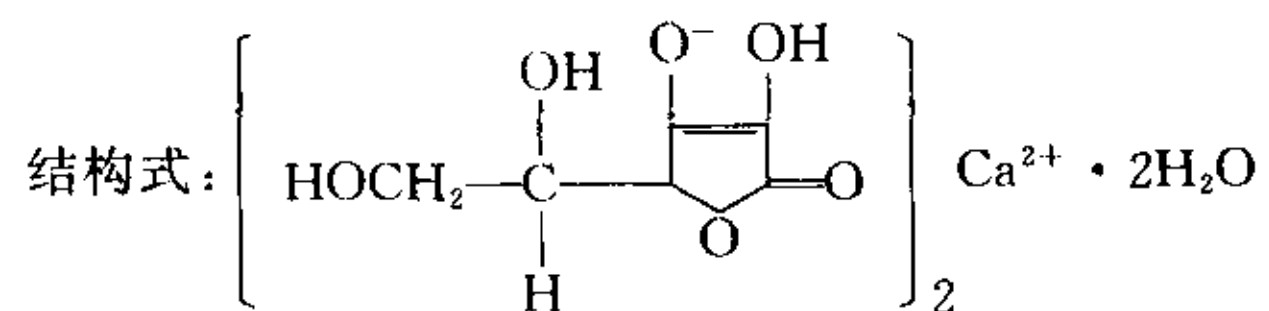
中华人民共和国药典 1990 年版(二部)

3 化学名称、分子式、结构式、分子量

化学名称:抗坏血酸钙

英文名:Calcium ascorbate

分子式: $C_{12}H_{14}CaO_{12} \cdot 2H_2O$



分子量:426.35(按 1987 年国际原子量计)

4 技术要求

4.1 性状

本品为白色或淡黄色结晶粉末,无臭,溶于水,微溶于乙醇,不溶于乙醚。

4.2 项目与指标

项 目	指 标
含量(以 $C_{12}H_{14}CaO_{12} \cdot 2H_2O$ 计), %	≥ 98.0
比旋度 $[\alpha]_D^{20}$	$+95^{\circ} \sim +97^{\circ}$
砷(以 As 计), %	≤ 0.0003
氟化物, %	≤ 0.001
重金属(以 Pb 计), %	≤ 0.001
草酸盐试验	合格
pH(10%水溶液)	6.8~7.4

5 试验方法

本标准中所用试剂为分析纯试剂,水为蒸馏水或相应纯度的水,没有指明的溶液均为水溶液。

5.1 鉴别

5.1.1 试剂和溶液

- 甲基红试液:取甲基红 0.1 g 加 0.05 mol/L 氢氧化钠(GB 629)溶液 7.4 mL 使溶解,再加水稀释至 200 mL 即得。变色范围 pH4.2~6.3(试液由红变黄);
- 氨试液:取氨水(GB 831)400 mL,加水稀释至 1 000 mL,即得;
- 稀盐酸:取盐酸(GB 622)234 mL,加水稀释至 1 000 mL,即得;
- 草酸铵试液:取草酸铵(HG 3—976)3.5 g,加水使溶解成 100 mL,即得;
- 二氯靛酚钠试液:取 2,6-二氯靛酚钠 0.1 g,加水 100 mL 溶解后,过滤,即得。

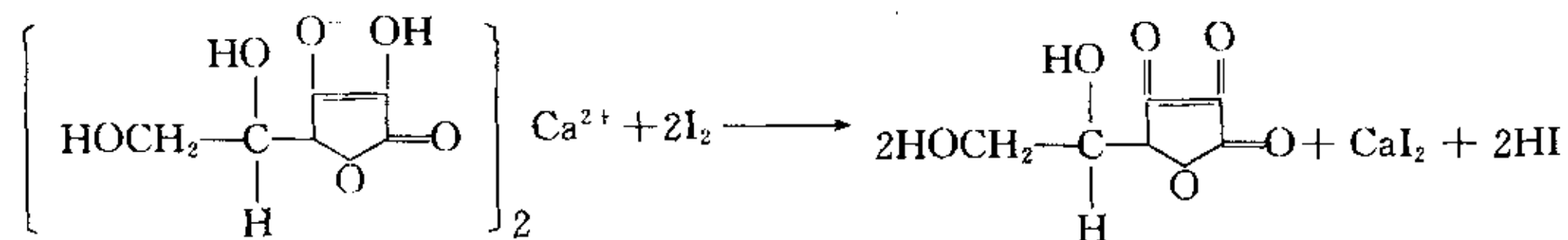
5.1.2 鉴别方法

- 取 1 g 样品溶于 10 mL 水中,加甲基红指示液 2 滴,用氨试液中中和,再滴加盐酸至恰呈酸性;加草酸铵试液,即生成白色沉淀;分离,沉淀不溶于乙酸,但可溶于盐酸。
- 取 1 g 样品溶于 10 mL 水中,加入二氯靛酚钠试液二滴,二氯靛酚钠试液褪色。

5.2 抗坏血酸钙的含量测定

5.2.1 原理

本品中的抗坏血酸部分可被碘定量地氧化成去氢抗坏血酸,根据碘滴定液的颜色判断滴定终点。



5.2.2 试剂和溶液

- 碘(GB 675);
- 碘标准滴定溶液:0.1 mol/L 碘标准滴定溶液采用 GB 601 方法配制与标定。

5.2.3 测定方法

称取样品约 0.3 g,置 250 mL 锥形瓶中,加水 50 mL 使溶解,立即用碘标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定,至溶液显浅黄色,在 30 s 内不褪,即得。每 1 mL 的碘液(0.1 mol/L)相当于 0.010 66 g 的 $C_{12}H_{14}CaO_{12} \cdot 2H_2O$ 。

5.2.3.1 分析结果的表述

抗坏血酸钙含量按下式计算:

$$X = \frac{V \cdot F \times 0.01066}{m} \times 100$$

式中：V——样品消耗碘标准滴定溶液的体积，mL；

F——碘标准滴定溶液的浓度换算值： $F = \frac{\text{滴定液的实测浓度}(\text{mol/L})}{\text{滴定液的规定浓度}(\text{mol/L})}$ ；

m——样品的质量，g；

0.01066——与 1.00 mL 碘标准滴定溶液 [$c(1/2I_2) = 0.1 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的抗坏血酸钙 ($C_{12}H_{14}CaO_{12} \cdot 2H_2O$) 的质量。

5.2.4 允许差

本方法两次平行测定结果相对偏差不超过 0.3%。

5.3 比旋度

5.3.1 仪器

旋光仪。

5.3.2 方法

取样品 1 g 加水到 25 mL，按 GB 613 测定。

5.4 砷盐测定

5.4.1 试剂和溶液

a. 盐酸(GB 622)；

b. 砷标准溶液：按 GB 8450 配制。此溶液 1.0 mL 相当于 1.0 μg 砷。

5.4.2 测定方法

取样品 3 g，采用 GB 8450 砷斑法测定。

5.5 氟化物测定

5.5.1 试剂和溶液

a. 氟化钠(GB 1264)；

b. 氟标准使用液：按 GB 5009.18 配制，此溶液 1.0 mL 相当于 5 μg 氟。

5.5.2 测定方法

称取样品 5 g，按 GB 5009.18 中灰化蒸馏-氟试剂比色法测定。

5.6 重金属测定

5.6.1 试剂和溶液

a. 6 mol/L 盐酸：量取 50 mL 盐酸(GB 622)，用水稀释至 100 mL；

b. 1%硝酸：取 1 mL 硝酸(GB 627)加水稀释至 100 mL；

c. pH3.5 的乙酸盐缓冲液：称取 25.0 g 乙酸铵(GB 1292)溶于 25 mL 水中，加 45 mL 6 mol/L 盐酸，用稀盐酸或稀氨水调节 pH 值到 3.5，用水稀释至 100 mL；

d. 硫代乙酰胺溶液：称取硫代乙酰胺 4 g，加水使溶解成 100 mL，置冰箱中保存。临用前取混合液 [取氢氧化钠溶液(1 mol/L)15 mL，水 5.0 mL 及甘油 20 mL 混合摇匀] 5.0 mL，加本溶液 1.0 mL，置水浴上加热 20 s，冷却，立即使用；

e. 铅标准液：称取 0.1598 g 高纯硝酸铅(HG 3—1309)，溶于 10 mL 1%硝酸中，定量移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液 1 mL 相当于 1.0 mg 铅。临用前用水稀释 100 倍，使成 1.0 mL 相当于 10 μg 铅。

5.6.2 测定方法

5.6.2.1 A 管：取 50 mL 纳氏比色管，向管中加入铅标准溶液 2.0 mL 和 pH3.5 乙酸盐缓冲液 2 mL，加水稀释至 25 mL。

5.6.2.2 B 管：取与 A 管配套的 50 mL 纳氏比色管，向管中加入样品 2 g，加水到 25 mL。

5.6.2.3 向 A、B 两管中分别加入硫代乙酰胺溶液 2 mL，并加水至 50 mL，混匀，放置 2 min 在白色背

景下观察,B管的色度不得深于A管色度。

5.7 草酸盐试验

5.7.1 试剂和溶液

- a. 冰乙酸(GB 676);
- b. 乙酸钙(HGB 3126):10%溶液。

5.7.2 测定方法

取样品1g加水10mL,加冰乙酸2滴和10%乙酸钙溶液5mL,静置5min溶液应保持澄清。

5.8 酸度值测定

取样品5g加水至50mL,测定pH值。

6 检验规则

6.1 本品由生产厂的质量检验部门按本标准进行检验,生产厂家保证所有出厂的产品均符合本标准的要求,每桶出厂的产品都应附有产品检验合格证。

6.2 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。

6.3 本产品经最后混合具有均一性的成品为一批。

6.4 取样方法及取样量

每一包装为一件数,总件数 $n \leq 3$ 时,每件取样; $n \leq 300$ 时,取样数为 $\sqrt{n} + 1$;总件数 $n > 300$ 时,取样数为 $\sqrt{n}/2 + 1$;每件等量取样,取样混合均匀后,用四分法缩样取化验的8倍量,分二份装入清洁干净容器中,贴上标签,一份作检验分析用,另一份密封保存为留样,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检验,如仍有一项指标不合格,则该批产品判为不合格。

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

7 包装、标志、运输和贮藏

7.1 包装上应贴有牢固的标志,并标明“食品添加剂”字样、品名、标准编号、生产许可证号、注册商标、净重、批号、厂名、厂址。

7.2 产品有5kg,25kg两种规格,产品装入两层聚乙烯袋中,充氮热压封口,外套牛皮纸袋封入纸板圆桶或纸箱内。也可按用户需要包装,但包装应符合运输和贮藏要求。

7.3 运输时不得与有毒有害物质混放,防止重压、碰撞、曝晒、雨淋。

7.4 本品应在避光、干燥、防热及阴凉处贮藏,不得与有害物质混存。

7.5 保质期:原包装在所要求的保管条件下,保质期一年半。

附加说明:

本标准由国家医药管理局提出。

本标准由中国医药工业公司和天津药物研究院技术归口。

本标准由湖北宜昌制药厂负责起草。

本标准主要起草人袁尔敏、蔡涛、方群。

本标准等效采用美国食品化学品法规(FCC)1983 Ⅲ版。