

中华人民共和国国家标准

GB 25548—2010

---

食品安全国家标准  
食品添加剂 丙酸钙

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

# 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）为原料，经中和、精制、干燥制得的食品添加剂丙酸钙。

### 2 规范性引用文件

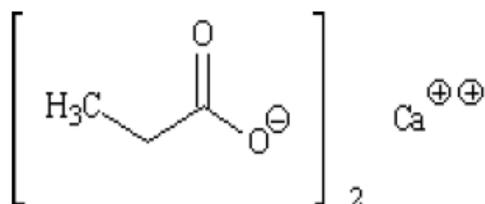
本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

### 3 分子式、结构式和相对分子质量

#### 3.1 分子式



#### 3.2 结构式



#### 3.3 相对分子质量

186.22（无水物）（按2007年国际相对原子质量）

### 4 技术要求

4.1 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
色泽和组织状态	白色结晶、颗粒或结晶性粉末	取适量实验室样品，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	

4.2 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/%	≥ 99.0	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	附录 A 中 A.8
重金属(以Pb计)/(mg/kg)	≤ 10	附录 A 中 A.9
氟化物(以F计)/(mg/kg)	≤ 30	附录 A 中 A.10
铁(Fe)/(mg/kg)	≤ 50	附录 A 中 A.11

## 附 录 A

(规范性附录)

## 检验方法

## A.1 警示

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: 40g/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 0.5g 实验室样品,精确至 0.01g,置于装有 5mL 水的 100mL 烧杯中,搅拌溶解,加 5mL 硫酸溶液,加热时,应有特殊臭味产生。

## A.3.2.2 钙盐鉴别

称取 0.5g 实验室样品,精确至 0.01g,置于装有 5mL 水的 100mL 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 丙酸钙的测定

## A.4.1 方法提要

以钙试剂羧酸钠为指示剂,在碱性条件下用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定干燥试样的水溶液,根据消耗乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积,计算以 $C_6H_{10}CaO_4$ 计的丙酸钙含量。

## A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 氢氧化钠溶液: 100g/L。

A.4.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:  $c(EDTA)=0.05mol/L$ 。

A.4.2.3 钙试剂羧酸钠指示剂: 称取 0.5g 钙试剂羧酸钠,加 50g 硫酸钾研磨、混匀。

### A.4.3 分析步骤

称取约1g A.7.1中干燥物A，精确至0.000 2g，溶于水，移入100mL容量瓶中，稀释至刻度。量取(25±0.02) mL该样品溶液，加75mL水，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至近终点，加15mL氢氧化钠溶液，放置1min，加0.1g钙试剂羧酸钠指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至红色完全消失呈现蓝色为终点。

### A.4.4 结果计算

丙酸钙（以  $C_6H_{10}CaO_4$  计，以干基计）的质量分数  $w_1$ ，数值以%表示，按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{(V/1000)cM}{m \times 25/100} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$V$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(A.4.2.2)体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——丙酸钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=186.2$ )。

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.5 水不溶物含量的测定

### A.5.1 仪器和设备

玻璃滤坩：滤板孔径（5~15） $\mu\text{m}$ 。

### A.5.2 分析步骤

称取 10.0g 实验室样品，精确至 0.01g，加 100mL 水，搅拌溶解后放置 1h，用已质量恒定的玻璃滤坩过滤，用水 30mL 洗涤滤渣，于(180±2)°C干燥 4h，冷却后称量。

### A.5.3 结果计算

水不溶物的质量分数  $w_2$ ，数值以%表示，按式(A.2)计算：

$$w_2 = \frac{m_1}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

$m_1$ ——滤渣质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——试料质量的数值,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.6.1.2 酚酞指示液：10g/L。

### A.6.2 分析步骤

称取2.0g实验室样品,精确至0.01g,溶于20mL无二氧化碳水,加2滴酚酞指示液,若溶液呈红色,加(0.3±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±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1g实验室样品,精确至0.0002g,置于预先在(120±2)°C干燥至质量恒定的称量瓶中,铺成5mm以下的层。在(120±2)°C的恒温干燥箱中干燥2h,置于干燥器中冷却30min称量。保留部分干燥物(此为干燥物A)用于丙酸钙含量的测定。

### A.7.2 结果计算

干燥减量的质量分数 $w_3$ ,数值以%表示,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$m$ ——干燥前试料质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——干燥后试料质量的数值,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 砷的测定

按GB/T 5009.76砷斑法进行。称取0.25g实验室样品,精确至0.01g,加水5mL溶解。

限量标准液的配制:用移液管移取(0.75±0.02)mL砷(As)标准溶液(相当于0.75μg As),与试样同时同样处理。

## A.9 重金属的测定

### A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 乙酸溶液:1+19。

A.9.1.2 硫化钠溶液:称取5g硫化钠,用10mL水及30mL甘油的混合溶液溶解。将一半体积的该溶液边冷却边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。配制后三个月内有效。

### A.9.2 分析步骤

称取2.0g实验室样品,精确至0.01g,置于50mL比色管中,加40mL水溶解,加2mL乙酸溶液,加水至50mL,加2滴硫化钠溶液,于暗处放置5min。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±0.02)mL铅(Pb)标准溶液(0.01mg/mL),与样品同时同样处理。

## A.10 氟化物的测定

### A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 高氯酸。

- A. 10. 1. 2 丙酮。
- A. 10. 1. 3 高氯酸溶液：1+100。
- A. 10. 1. 4 氢氧化钠溶液：40g/L。
- A. 10. 1. 5 氢氧化钠溶液：4g/L。
- A. 10. 1. 6 乙酸溶液：1+16。
- A. 10. 1. 7 硝酸银溶液：17g/L。
- A. 10. 1. 8 酚酞指示液：10g/L。
- A. 10. 1. 9 茜素氨羧络合液：称取 0.04g 茜素氨羧络合剂，加少许氢氧化钠溶液（A.10.1.5）溶解，以高氯酸溶液中和至橙红色（但不能生成乳浊），用水稀释至 200mL。
- A. 10. 1. 10 高氯酸镉溶液：称取 0.04g 氧化镉，加 0.25mL 高氯酸，温热溶解，用水稀释至 50mL。
- A. 10. 1. 11 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：称取 11.0g 无水乙酸钠，加 30mL 冰乙酸、170mL 水，摇至溶解。
- A. 10. 1. 12 复合试剂：量取 60.0mL 茜素氨羧络合液及 6.0mL 高氯酸镉溶液、20.0mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，用水稀释至 200mL。
- A. 10. 1. 13 氟化物（F）标准溶液：0.01mg/mL。

#### A. 10. 2 分析步骤

称取 5.0g 实验室样品，精确至 0.01g，置于 125mL 带支管蒸馏瓶中，加入几粒玻璃珠，慢慢加入 10mL 高氯酸溶液、10mL 水、3~5 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，玻璃弯管插入盛有水 10mL、氢氧化钠溶液（A.10.1.4）数滴和酚酞指示液 1 滴的 100mL 容量瓶液面下。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 80mL 时停止蒸馏。馏出液用氢氧化钠溶液（A.10.1.4）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 10mL 置于 50mL 比色管中，加 5mL 复合试剂、6mL 丙酮，加水至 50mL，摇匀，室温放置 25min。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±0.02）mL 氟化物（F）标准溶液，与样品同时同样处理。

#### A. 11 铁的测定

##### A. 11. 1 试剂和材料

- A. 11. 1. 1 盐酸。
- A. 11. 1. 2 过硫酸铵。
- A. 11. 1. 3 硫氰酸铵溶液：250g/L。
- A. 11. 1. 4 铁（Fe）标准溶液：0.01mg/mL。

##### A. 11. 2 分析步骤

称取 0.5g 实验室样品，精确至 0.01g，溶于 40mL 水中，加 2mL 盐酸、40mg 过硫酸铵和 5mL 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±0.02）mL 铁（Fe）标准溶液，加水至 40mL，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。