

DB

X41

河北省地方标准

DB13/343-1998

食品添加剂

柠檬酸钙

1998-03-20**发布**

1998-04-01**实施**

河北省技术监督局发布

前 言

本标准等效采用美国药典USP-23版。技术要求与之等同，试验方法中铅、砷、氟化物的测定按有关国家标准执行。

本标准由河北省化工厅提出。

本标准起草单位：唐山市安东实业有限公司。

本标准主要起草人：肖维璞、张翠忠

河北省地方标准

食品添加剂 柠檬酸钙

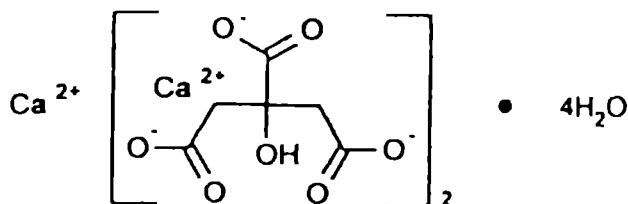
DB13/343-1998

1 范围

本标准规定了食品添加剂柠檬酸钙的技术要求、试验方法、检验规则、以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以食品级柠檬酸、碳酸钙为原料合成的食品添加剂柠檬酸钙(以下简称柠檬酸钙)。

结构式:



实验式: $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{Ca}_3\text{O}_{14} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 570.50(按1993年国际相对原子质量计)

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T601-1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB1908-1980 食品添加剂 磷酸二氢钠

GB/T6682-1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T8449-1987 食品添加剂中铅的测定方法

GB/T8450-1987 食品添加剂中砷的测定方法

GB7718-1994 食品标签通用标准

河北省技术监督局1998-03-20批准

1998-04-01实施

3 技术要求

- 3.1 外观：白色粉末。
3.2 柠檬酸钙应符合表1要求。

表1 柠檬酸钙控制项目指标

项 目	指 标
柠檬酸钙质量分数(以干基计), % >	97.5
干燥失重 %	10.0~13.3
酸不溶物质量分数 % <	0.2
砷(以As计) mg/kg <	3
铅(以Pb计) mg/kg <	10
氟化物, mg/kg <	30

4 试验方法

除另有说明, 本试验所用试剂均为分析纯, 水应符合 GB/T6682-1992中三级水规格。

4.1 鉴别试验

将0.5g样品溶于10ml水和2.5ml硝酸[C(HNO₃)=2mol/L]溶液中, 加入1ml硫酸汞试液, 加热至沸腾; 再加入1ml高锰酸钾试液, 产生白色沉淀。

4.2 柠檬酸钙质量分数

4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 氢氧化钠溶液: C(NaOH) = 1mol/L

4.2.1.2 盐酸: 体积分数为10%

4.2.1.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: C(EDTA)=0.05mol/L按GB/T 601-1988制备。

4.2.1.4 羟基萘酚蓝指示剂

4.2.2 测定步骤

精确称取预经150℃干燥4h的试样0.35g(精确至0.0002g)，溶于10ml水和2ml的盐酸溶液(4.2.1.2)中，用水稀释至100ml，在搅拌下由50ml滴定管加乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(4.2.1.3)约30ml，再加15ml氢氧化钠溶液及0.3g羟基萘酚兰指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至兰色为终点。

4.2.3 计算

柠檬酸钙质量分数X(%)按式(1)计算

$$X_1 = \frac{C \times V \times 0.166}{m} \times 100 \quad \text{-----(1)}$$

式中：C——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V——滴定试样所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，ml；

m——试样质量，g；

0.166——与1.00ml乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[C(EDTA)=1.000mol/L]相当的柠檬酸钙的质量，g。

计算结果应表示至二位小数。

4.2.4 允许差

两次平行测定结果之允许差不得大于1.0%。

4.3 干燥失重

称取5g试样(精确至0.002g)，置于已恒重的称量瓶中，在105℃恒温干燥箱中烘至恒重。

干燥失重X₂(%)按(2)式计算：

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \text{-----(2)}$$

式中m₁——干燥后试样的质量，g；

m——试样质量，g。

4.4 酸不溶物质量分数

4.4.1 试剂

盐酸溶液：盐酸+水=2+1

4.4.2 仪器

玻璃砂芯坩锅： G_4

电热恒温干燥箱

4.4.3 测定步骤

称取5g试样(精确至0.002g)放入盛有15ml盐酸溶液的烧杯中，加热30min，用已恒重的玻璃砂芯坩锅抽滤，再用15ml盐酸溶液分三次洗涤烧杯并抽滤。将坩锅置于105℃恒温干燥箱中干燥2h，取出在干燥器中冷至室温，称重(精确至0.002g)。

4.4.4 结果计算

酸不溶物质量分数 X_3 (%)按(3)式计算：

$$X_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \text{-----(3)}$$

式中 m_1 ——干燥后酸不溶物与坩锅的总质量，g；

m_0 ——坩锅的质量，g；

m ——试样质量，g。

4.5 砷

按GB/T8450执行。

4.6 铅

按GB/T8449执行。

4.7 氟化物

按GB/T1908-1980的3.17执行。

5 检验规则

5.1 产品须经生产厂质检部门按本标准检验合格并出具合格证后方可出厂。

5.2 产品检验分出厂检验和型式检验，出厂检验项目为外观、柠檬酸钙质量分数、干燥失重、酸不溶物。型式检验为全项检验。

5.3 出厂检验

产品以一次投料的产量为一批，按包装件的1%采样，总样量不得少于250g。若有一项不合格时，应重新加倍取样复验，若仍有不合格项判该批产品不合格。

5.4 型式检验

5.4.1 有下列情形之一时应进行型式检验：

- a) 新产品投产鉴定时；
- b) 原材料及工艺有重大变动可能影响产品质量时；
- c) 正常生产时，每半年进行一次；
- d) 停产半年以上又恢复生产时；
- e) 上级技术监督部门提出要求时。

5.4.2 从出厂检验合格的产品中随机抽取不少于3个包装件的样品进行检验。若有不合格项时，应重新加倍取样复验，若仍有不合格项判该型式检验不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 产品标签应符合GB7718的要求。并应标有：生产许可证号、卫生许可证号，以及食品添加剂字样。

6.2 产品用符合食品卫生要求的包装袋包装。

6.3 产品应贮存在清洁、干燥的库房内，运输时应防雨淋、日晒，不得于有毒物质混贮、混运。

6.4 本品保质期为二年。