



中华人民共和国国家标准

GB 1886.45—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 氯化钙

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 22214—2008《食品添加剂 氯化钙》。

本标准与 GB 22214—2008 相比,主要变化如下:

——标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 氯化钙”。

食品安全国家标准

食品添加剂 氯化钙

1 范围

本标准适用于食品添加剂氯化钙。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

无水氯化钙: CaCl_2

二水合氯化钙: $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

2.2 相对分子质量

无水氯化钙 :110.98(按 2007 年国际相对原子质量)

二水合氯化钙 :147.01(按 2007 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
	无水氯化钙	二水合氯化钙	氯化钙溶液	
色泽	白色,灰白色或略带黄色		无色透明或微浊	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	块状、片状或粒状固体		液体	

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
		无水氯化钙	二水氯化钙	氯化钙溶液	
氯化钙	(以 CaCl_2 计), $w/\%$	≥ 93.0	—	38.0~45.0	附录 A 中 A.4
	(以 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 计), $w/\%$	—	99.0~107.0	—	附录 A 中 A.4
游离碱 [$\text{Ca}(\text{OH})_2$], $w/\%$	\leq	0.25	0.15		附录 A 中 A.5
镁及碱金属盐, $w/\%$	\leq	5.0			附录 A 中 A.6
重金属(以 Pb 计) / (mg/kg)	\leq	20			GB 5009.74
铅(Pb) / (mg/kg)	\leq	5.0			GB 5009.75
砷(As) / (mg/kg)	\leq	3.0			GB 5009.76
氟(F), $w/\%$	\leq	0.004			附录 A 中 A.7

附录 A 检验方法

A.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

A.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 盐酸溶液:1+11。

A.3.1.2 草酸铵溶液:35 g/L。

A.3.1.3 氨水:1+3。

A.3.1.4 硝酸银溶液:10 g/L。

A.3.1.5 甲基红指示液:1 g/L。

A.3.2 钙盐鉴别方法

取约 0.2 g 试样,加 10 mL 水溶解,此溶液作为试样溶液 A(用作钙盐和氯化物的鉴别)。

取适量试样溶液 A,加 2 滴甲基红指示液,用氨水中和,加草酸铵溶液即产生白色沉淀,此沉淀在盐酸中溶解,但在乙酸中不溶解。

A.3.3 氯化物鉴别方法

取试样溶液 A,加硝酸银溶液即产生白色沉淀,此沉淀不溶于硝酸。

A.4 氯化钙的测定

A.4.1 方法提要

在 pH 约为 12 条件下,以钙试剂羧酸钠盐为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 盐酸溶液:1+3。

A.4.2.2 三乙醇胺溶液:1+2。

A.4.2.3 氢氧化钠溶液:100 g/L。

A.4.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.5 钙试剂羧酸钠盐指示剂：1 g 钙试剂羧酸钠盐与 100 g 氯化钠混合配制。

A.4.3 分析步骤

称取约 10 g 固体试样或 20 g 液体试样，精确至 0.000 2 g，固体试样置于 250 mL 烧杯中，加水溶解。将试样溶液全部转移至 500 mL 容量瓶中，加水至约 200 mL，再加 5 mL 盐酸溶液，混匀，用水稀释至刻度，摇匀。移取 10 mL 试验溶液置于 250 mL 锥形瓶中，加水至约 50 mL，加 5 mL 三乙醇胺溶液，2 mL 氢氧化钠溶液，约 0.1 g 钙试剂羧酸钠盐指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定，溶液由红色变为纯蓝色即为终点。

同时做空白试验。空白试验除不加试样外，其他操作均与上述操作步骤相同。

A.4.4 结果计算

氯化钙(以 CaCl_2 计)的质量分数 w_1 ，按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{\frac{c \times (V - V_0)}{1\,000} \times M}{m \times \frac{10}{500}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白试验中消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

M ——氯化钙的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)，[$M(\text{CaCl}_2) = 111.0$ ； $M(\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 147.0$]；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

10 ——移取试验溶液的体积，单位为毫升(mL)；

500 ——试验溶液的总体积，单位为毫升(mL)；

1 000 ——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果绝对差值不大于 0.2%。

A.5 游离碱 [$\text{Ca}(\text{OH})_2$] 的测定

A.5.1 方法提要

将试样溶于水，加入过量的盐酸标准滴定溶液，煮沸赶走二氧化碳，以溴百里香酚蓝为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的盐酸。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.5.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.5.2.3 溴百里香酚蓝指示液：1 g/L。

A.5.3 分析步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于 400 mL 烧杯中，加适量的水溶解。加入 2 滴~3 滴溴百里香

酚蓝指示剂,用滴定管加入盐酸标准滴定溶液中和并过量约 5 mL。准确记录盐酸标准滴定溶液的体积。加热煮沸 2 min,再加入 2 滴溴百里香酚蓝指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至由黄色变为蓝色为终点。

A.5.4 结果计算

游离碱[Ca(OH)₂]的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{(c_1 \times V_1 - c_2 \times V_2) \times M_1}{m_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

c_1 —— 盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 —— 滴定时加入盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_2 —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)

V_2 —— 滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M_1 —— 氢氧化钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $\left\{ M \left[\frac{1}{2} \text{Ca(OH)}_2 \right] = 37.05 \right\}$;

m_1 —— 试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果绝对差值不大于 0.05%。

A.6 镁及碱金属盐的测定

A.6.1 方法提要

试样溶液在氨性溶液中加入草酸,生成草酸钙沉淀,分离出钙。将溶液蒸干、灼烧,残渣即为镁及碱金属盐。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 氯化铵。

A.6.2.2 草酸溶液:63 g/L。

A.6.2.3 氨水溶液:1+3。

A.6.2.4 甲基红指示液:1 g/L。

A.6.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,加 500 mg 氯化铵后煮沸 1 min,迅速加入 40 mL 草酸溶液,激烈搅拌使其生成沉淀。立即加入 2 滴甲基红指示液,再滴加氨水溶液至刚呈碱性,冷却。将此溶液移入 100 mL 量筒中,加水至刻度。静置 4 h 或放置过夜。过滤上层清液,移取 50 mL 滤液置于质量恒定的坩埚中,加 0.5 mL 硫酸,蒸发至干,再于 800 °C ± 25 °C 下灼烧至质量恒定。

A.6.4 结果计算

镁及碱金属盐的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_3}{m_2 \times \frac{50}{100}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m_3 ——残渣的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

50 ——移取试验溶液的体积,单位为毫升(mL);

100 ——试验溶液的总体积,单位为毫升(mL)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果绝对差值不大于 0.01%。

A.7 氟(F)的测定

A.7.1 方法提要

同 GB/T 5009.18—2003 第 10 章。

A.7.2 试剂和材料

同 GB/T 5009.18—2003 第 11 章。

A.7.2.1 盐酸溶液:1+11。

A.7.2.2 柠檬酸钠溶液:1 mol/L。称取 146 g 柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 300 mL 水中,加 14 mL 高氯酸,加水稀释至 500 mL。

A.7.2.3 乙二胺四乙酸二钠溶液 0.2 mol/L。

A.7.2.4 氟标准溶液:1 mL 溶液含有氟(F)1.0 mg。准确称取 0.221 0 g 经 95 °C~105 °C 干燥 4 h,并冷却至室温的氟化钠,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,置于冰箱中保存,备用。

A.7.2.5 氟标准使用溶液:1 mL 溶液含氟(F)10 μg 。移取 1 mL 氟标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前制备。

A.7.3 仪器和设备

A.7.3.1 氟电极。

A.7.3.2 酸度计。

A.7.3.3 磁力搅拌器。

A.7.3.4 甘汞电极。

A.7.4 分析步骤

标准溶液的制备:移取 1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL、6.0 mL 氟标准使用溶液,分别置于 6 个 50 mL 容量瓶中,各加 5 mL 盐酸溶液、10 mL 柠檬酸钠溶液和 10 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液,加水至刻度,摇匀。

试样溶液的制备:称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 250 mL 烧杯中,加水溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 10 mL 试样溶液,置于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液、10 mL 柠檬酸钠溶液和 10 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液加水至刻度,摇匀。

将甘汞电极和氟电极与测量仪器相连接,电极插入盛有水的 25 mL 的塑料烧杯中,在电磁搅拌下,读取电位值,更换 2 次~3 次水,待电位值平衡后,依次从低浓度到高浓度测量标准溶液的电位值,及试样溶液的电位值。

以电极电位为纵坐标,50 mL 溶液中氟的质量(μg)为横坐标,在半对数坐标纸上绘制工作曲线。根据试样溶液的电位值,在工作曲线上查得的试样溶液的氟的质量。

A.7.5 结果计算

氟(F)的质量分数 w_4 ,按式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{A \times 10^{-6}}{m_7} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

A ——从工作曲线上查得的氟的质量,单位为微克(μg);

10^{-6} ——换算系数;

m_7 ——试样的质量数值,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果绝对差值不大于 0.000 4%。