



中华人民共和国国家标准

GB 30614—2014

食品安全国家标准 食品添加剂 氧化钙

2014-04-29 发布

2014-11-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 氧化钙

1 范围

本标准适用于用碳酸钙灼烧后制得食品添加剂氧化钙。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

CaO。

2.2 相对分子质量

56.08(按 2011 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
色泽	白色或灰白色	取适量试样置于 50 mL 烧杯中,在自然光下观察色泽和状态
状态	颗粒或粉末	

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
氧化钙(CaO)含量(以干基计,质量分数)/%	95.0~100.5	附录 A 中 A.4
镁和碱金属(质量分数)/%	≤ 3.6	A.5
无机砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	A.6
氟(F)/(mg/kg)	≤ 150	A.7
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2	A.8
酸不溶物(质量分数)/%	≤ 1	A.9
灼烧减量(质量分数)/%	≤ 10	A.10

附 录 A

检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

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 中规定的三级水。本标准试验中所需标准溶液、杂质测定用标准溶液、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。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 冰乙酸。

A.3.1.2 草酸铵溶液:35 g/L。

A.3.1.3 氨水溶液:2+3。

A.3.1.4 盐酸溶液:1+4。

A.3.1.5 甲基红指示液。

A.3.2 鉴别方法

称取 1 g 试样,加入 20 mL 水,加入冰乙酸至试样完全溶解,再加入 2 滴甲基红指示液,用氨水溶液调至黄色,再逐滴加入盐酸溶液使溶液呈酸性后加入草酸铵溶液,即产生白色沉淀。此沉淀溶于盐酸,而不溶于冰乙酸。用铂丝蘸取用盐酸浸湿的钙盐溶液,透过无光火焰燃烧后呈现砖红色。

A.4 氧化钙(CaO)含量(以干基计)的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 盐酸溶液:1+4。

A.4.1.2 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.4.1.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.4 钙羧酸钠盐指示剂。

A.4.2 分析步骤

称取约 0.4 g 按照 A.10 灼烧后的试样,精确至 0.000 2 g。加入 20 mL 盐酸溶液使其完全溶解,全部转移至 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 试样溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 30 mL 水,用 50 mL 滴定管准确加入 20 mL 的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液,摇匀后再加

入 15 mL 的氢氧化钠溶液、0.3 g 钙羧酸钠盐指示剂,继续用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色。同时作空白试验。

空白试验除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

A.4.3 结果计算

氧化钙(CaO)含量的质量分数 w_1 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M \times 250}{m \times 25 \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_1 —— 滴定试样溶液所消耗的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 —— 滴定空白溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

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);

M —— 氧化钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{CaO})=56.08$];

250 —— 容量瓶的容积,单位为毫升(mL);

m —— 试样的质量,单位为克(g);

25 —— 移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

1 000 —— 换算因子。

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的绝对差值不大于 0.2%。

A.5 镁和碱金属的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 硫酸。

A.5.1.2 盐酸溶液:1+4。

A.5.1.3 氨水溶液:1+1。

A.5.1.4 草酸溶液:63 g/L。

A.5.1.5 甲基红指示液。

A.5.2 仪器和设备

铂坩埚:100 mL。

A.5.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 的烧杯中,缓慢加入 15 mL 盐酸溶液至试样溶解,加热煮沸 1 min,迅速加入 40 mL 草酸溶液并搅拌,加入 2 滴甲基红指示液后用氨水溶液调节 pH 至中性,于恒温水浴中加热 1 h,冷却后转移至 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用慢速滤纸干过滤,弃去初滤液 20 mL,用移液管移取 50 mL 滤液,置于已于 800 °C ± 25 °C 干燥至质量恒定的铂坩埚中,加入 0.5 mL 硫酸,于电炉上蒸发至干,再于 800 °C ± 25 °C 下灼烧至质量恒定。

A.5.4 结果计算

镁和碱金属含量的质量分数 w_2 按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m \times 50} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_1 ——铂坩埚和残渣的质量，单位为克(g)；

m_2 ——空铂坩埚的质量，单位为克(g)；

100——容量瓶的容积，单位为毫升(mL)；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

50 ——移取试样溶液的体积，单位为毫升(mL)。

实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的绝对差值不大于0.2%。

A.6 无机砷(以 As 计)的测定

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，加水使试样完全润湿，滴加盐酸溶液(1+1)至试样完全溶解并过量2 mL，加热至微沸，冷却后作为被测定试样溶液，按照 GB 5009.11 或 GB 5009.76 中的规定进行测定。

A.7 氟(F)的测定

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，加水使试样完全润湿，滴加盐酸溶液(1+1)至试样完全溶解并过量2 mL，加热至微沸，冷却后完全转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。移取5.00 mL上述溶液置于50 mL容量瓶中，以下按照 GB/T 5009.18 中规定的进行测定。

A.8 铅(Pb)的测定

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，加水使试样完全润湿，滴加盐酸溶液(1+1)至试样完全溶解并过量2 mL，加热至微沸，冷却后完全转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按照 GB 5009.12 中规定的进行测定。

A.9 酸不溶物的测定

A.9.1 方法提要

用盐酸溶液将试样溶解后过滤，将不溶物烘干，称量。

A.9.2 试剂和材料

A.9.2.1 盐酸溶液：1+1。

A.9.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

A.9.3 仪器和设备

A.9.3.1 玻璃砂坩埚：孔径 $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。

A.9.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制为 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.9.4 分析步骤

称取约5 g试样，精确至0.000 2 g，用水湿润，滴加盐酸溶液使试样完全溶解，加热微沸2 min。趁热用预先于 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用热水洗涤至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验)。将玻璃砂坩埚连同不溶物置于电热恒温干燥箱中，于 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥1 h至质量恒定。

A.9.5 结果计算

酸不溶物含量的质量分数 w_3 按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚和不溶物的质量,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试样质量,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的绝对差值不大于 0.03%。

A.10 灼烧减量的测定

A.10.1 仪器和设备

A.10.1.1 铂坩埚:50 mL;

A.10.1.2 高温炉:温度能控制为 $1\ 100\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ 。

A.10.2 分析步骤

在预先于 $1\ 100\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的铂坩埚中称取约 1 g 试样,精确到 0.000 2 g,在 $1\ 100\ ^\circ\text{C} \pm 50\ ^\circ\text{C}$ 下灼烧 2 h,冷却 30 min,称量。

A.10.3 结果计算

灼烧减量的质量分数 w_4 按式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

m_1 ——试样和铂坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试样和铂坩埚质量,单位为克(g);

m ——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的绝对差值不大于 0.5%。