前　　言

本标准非等效采用《日本食品添加物公定书》(1992 年版)中磷酸三钙,本标准与《日本食品添加物公定书》的主要技术差异如下:

1　指标项目

《日本食品添加物公定书》中有碳酸盐的定性检验,本标准不设此项;

《日本食品添加物公定书》中不控制氟化物含量,本标准增设此项;

《日本食品添加物公定书》砷含量是以 As_2O_3 计,本标准以 As 计。

2　指标

《日本食品添加物剂公定书》主含量是以磷酸三钙计,实际产品是磷酸钙盐的混合物,以钙计更为科学合理,因而本标准以钙计。

3　试验方法

《日本食品添加物公定书》主含量测定用乙酸锌标准滴定溶液,以铬黑 T 为指示液测定,本标准采用硫酸锌标准滴定溶液,以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示液作指示剂测定。砷含量的测定采用 GB/T 8450食品添加剂中砷的测定方法。重金属的测定采用 GB/T 8451 食品添加剂中重金属限量试验方法。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究院、连云港红旗化工厂。

本标准主要起草人:张静娟、潘杭军。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG 2789—1996

食品添加剂　磷酸三钙

1　范围

本标准规定了食品添加剂　磷酸三钙的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于食品添加剂　磷酸三钙。该产品在食品加工中作抗结块剂、缓冲剂、营养强化剂。

2　引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，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 191—1990　包装储运图示标志

GB/T 601—1988　化学试剂　滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988　化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988　化学试剂　试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 6678—1986　化工产品采样总则

GB/T 6682—1992　分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8450—1987　食品添加剂中砷的测定方法

GB/T 8451—1987　食品添加剂中重金属限量试验方法

GB 8946—1988　塑料编织袋

GB 10619—1989　食品添加剂　磷酸二氢钙

3　定义

本标准采用下列定义：

磷酸三钙

由可变的磷酸钙组成，近似组分为 $10CaO \cdot 3P_2O_5 \cdot H_2O$。

4　要求

4.1　外观：白色晶体或粉末。

4.2　食品添加剂　磷酸三钙应符合表1要求。

表1　要求

项　　目		指　　标
磷酸三钙(以 Ca 计)含量/%		34.0～40.0
重金属(以 Pb 计)含量/%	≤	0.002
砷(As)含量/%	≤	0.000 3
氟化物(以 F 计)含量/%	≤	0.007 5

中华人民共和国化学工业部 1996-04-10 批准　　1997-01-01 实施

表 1(完)

项　　目		指　　标
加热减量(200℃)/%	≤	10.0
澄清度		微浊

5　试验方法

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。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

5.1　鉴别

5.1.1　试剂和材料

5.1.1.1　硝酸银溶液：50 g/L；

5.1.1.2　冰乙酸溶液：1＋3；

5.1.1.3　草酸铵溶液：30 g/L。

5.1.2　鉴别试验

5.1.2.1　试样用硝酸银溶液润湿后显黄色。

5.1.2.2　取 0.1 g 试样，加 5 mL 冰乙酸溶液，煮沸后冷却，过滤，向滤液中加 5 mL 草酸铵溶液，出现白色沉淀。

5.2　磷酸三钙(以 Ca 计)含量的测定

5.2.1　方法提要

在试验溶液中，加入过量的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液与钙络合，以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 作指示剂，用锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠溶液。

5.2.2　试剂和材料

5.2.2.1　盐酸溶液：1＋4；

5.2.2.2　氨-氯化铵缓冲溶液：pH＝10(甲)；

5.2.2.3　酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂：称取 0.3 g 酸性铬蓝 K 和 0.1 g 萘酚绿 B 溶解于水中，稀释至 100 mL；

5.2.2.4　铬黑指示液：5 g/L；

5.2.2.5　乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液：c(EDTA)约为 0.05 mol/L；

5.2.2.6　七水合硫酸锌标准滴定溶液：$c(ZnSO_4)$约 0.05 mol/L。

配制和标定：称取 15 g 七水合硫酸锌，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。移取 30 mL～35 mL 配制好的硫酸锌溶液，加 70 mL 水和 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液，加 5 滴铬黑 T 指示液，用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。

同时作空白试验。

硫酸锌标准滴定溶液的浓度 $c(ZnSO_4)$按式(1)计算：

$$c(ZnSO_4) = \frac{(V_1 - V_2)c}{V} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：V_1——滴定所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

V_2——空白试验消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

c——EDTA 标准滴定溶液物质的量浓度，mol/L；

V——移取硫酸锌标准滴定溶液的体积，mL。

5.2.3　分析步骤

称取约 0.3 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸溶液溶解,移入 250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 置于 300 mL 锥形瓶中,加入 25.00 mLEDTA 标准滴定溶液,50 mL 水,10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液,放置 5 min,加 4 滴酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示液,用硫酸锌标准滴定溶液滴定至溶液由蓝色变为紫色,30 s 紫色不褪即为终点。

与分析试样同样的操作步骤,加入同样量的试剂,只是不加试样,进行空白试验。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸三钙(以 Ca 计)含量 X_1 按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(V_0 - V)c \times 0.040\ 08}{m \times \frac{25}{250}} \times 100$$

$$= \frac{40.08 \times (V_0 - V)\ c}{m} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中: V_0——空白试验消耗的硫酸锌标准滴定溶液的体积,mL;

V——试验溶液所消耗的硫酸锌标准滴定溶液的体积,mL;

c——硫酸锌标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m——试样的质量,g;

0.040 08——与 1.00 mL 硫酸锌标准滴定溶液〔$c(ZnSO_4) = 1.000$ mol/L〕相当的以克表示的钙的质量。

5.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

5.3 氟含量的测定

称取 1.2 g 试样(精确至 0.01 g),按 GB 10619 中 4.5.4 的规定操作。

标准比色溶液是移取 0.9 mL 氟化物标准溶液(1 mL 溶液含有 0.010 mg F),与试验溶液同时同样处理。

5.4 重金属含量的测定

称取 2.00 g 试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 水和 10 mL 盐酸溶液,加热溶解,冷却后用氨水中和至产生少量沉淀,用滤纸过滤,滤液和洗水置于 100 mL 容量瓶中,稀释到刻度,摇匀。移取 25 mL 置于 50 mL 纳氏比色管中(B 管),按 GB/T 8451 的第 6 章操作。

标准比色溶液是用移液管移取 1 mL 铅标准溶液(1 mL 溶液含有 0.01 mg Pb),置于 50 mL 纳氏比色管中(A 管),与试验溶液同时同样处理。

如果 A 管的颜色深于 C 管则应在加饱和硫化氢水之前每个管中加 0.5 g 抗坏血酸。

5.5 砷含量的测定

称取 0.5 g 试样(精确至 0.01 g),置于测砷装置的锥形瓶中,加 8 mL 水、15 mL 盐酸溶解,按 GB/T 8450的 2.4 规定操作。

标准比色溶液是用移液管移取 1.5 mL 砷标准溶液(1 mL 溶液含有 0.001 mg As),置于测砷装置的锥形瓶中,与试验溶液同时同样处理。

5.6 干燥减量

5.6.1 仪器、设备

称量瓶:ϕ40×25 mm。

5.6.2 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于已在 200±5℃下恒重的称量瓶中,于 200±5℃下干燥 3 h,称量,精确至 0.000 2 g。

5.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的干燥减量 X_2 按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：m_1——试料干燥后的质量，g；

m——试料质量，g。

5.6.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

5.7 澄清度

5.7.1 试剂和材料

5.7.1.1 盐酸标准滴定溶液：c(HCl)为 0.1 mol/L；

5.7.1.2 硝酸溶液：1+3；

5.7.1.3 硝酸银溶液：20 g/L；

5.7.1.4 可溶性淀粉溶液：20 g/L；

5.7.1.5 测浊度用标准溶液：1 mL 溶液含有 1 mg Cl，移取 14.1 mL 盐酸标准溶液，置于 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀(储备液)。

5.7.1.6 测浊度用标准溶液：1 mL 溶液含 0.01 mg Cl，将上述储备液稀释 100 倍。

5.7.2 分析步骤

称取 2 g 试样(精确至 0.1 g)，置于 25 mL 比色管中，加 17 mL 水及 5 mL 盐酸，在水浴上加热 5 min，试验溶液浊度应低于标准比浊溶液。

标准比浊溶液：移取 6 mL 测浊度用标准溶液，置于 25 mL 比色管中，加水至 20 mL，加 1 mL 硝酸溶液，0.2 mL 淀粉溶液，1 mL 硝酸银溶液，摇匀，放置 15 min。

6 检验规则

6.1 食品添加剂 磷酸三钙应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、“食品添加剂”字样、净重、批号或生产日期、保存期、生产许可证号、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

6.3 每批产品不超过 5 t。

6.4 按 GB/T 6678 中 6.6 规定确定采样单元数。每一塑料编织袋为一包装单元。

采样时，将采样器自包装袋的中心垂直插入料层深度的 3/4 处采样，将所采的样品混匀后，按四分法缩分至约 500 g，分装于两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作实验室样品，另一瓶保存三个月备查。

6.5 检验结果有一项指标不符合本标准要求时，则重新自两倍量的包装中采样核验。重新核验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输的贮存

7.1 食品添加剂 磷酸三钙包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、“食品添加剂”字样、净重、批号或生产日期、保存期、生产许可证号、本标准编号以及 GB 191 中的“怕湿”标志。

7.2 食品添加剂 磷酸三钙采用三层包装。内包装采用食品用聚乙烯薄膜袋，厚度不小于0.005 mm，中间为牛皮纸袋，外包装用塑料编织袋，其性能和检验方法应符合 GB 8946 B 型的规定。每袋净重 20 kg。

7.3 食品添加剂 磷酸三钙的包装，内袋封口机封口，中袋和外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边，在

距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。针距不大于 7 mm～12 mm，缝线整齐，针距均匀。无漏缝和跳线现象。

7.4 食品添加剂 磷酸三钙在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混运。

7.5 食品添加剂 磷酸三钙应贮存在通风，干燥的库房内，防止雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混贮。

7.6 食品添加剂 磷酸三钙在符合本标准包装、运输、贮存的条件下，该产品从出厂之日起保存期 3 年。