前　　言

本标准是等效采用日本食品添加物公定书第六版(1992)《丙酸钙》对化工行业标准 HG 2921—1986《食品添加剂　丙酸钙》修订而成。

本标准与日本食品添加物公定书第六版(1992)《丙酸钙》的主要技术差异为：

——丙酸钙含量指标由大于等于 98.0%改为大于等于 99.0%。

——丙酸钙含量测定仍采用 HG 2921—1986 方法，因日本食品添加物公定书第六版方法加碱后试液混浊，滴定终点较难观察。

——为保障人体健康，增加了氟化物的控制。

本标准与 HG 2921—1986 的主要技术差异为：

——未设水溶液 pH 值、镁等二项指标。

——水不溶物指标由小于等于 0.15%改为小于等于 0.30%。

——砷(以 As_2O_3 计)的指标由小于等于 0.000 2%改为小于等于 0.000 4%。

本标准自实施之日起，同时代替 HG 2921—1986。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部基本有机产品标准化技术归口单位和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准起草单位：杭州群力营养源厂。

本标准主要起草人：庄建新、马勇、顾荣跃。

本标准 1986 年首次发布为国家标准，1997 年调整为强制性化工行业标准，并重新进行了编号。

本标准委托化工部基本有机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

食品添加剂 丙酸钙

HG 2921—1999

代替 HG 2921—1986

Food additive

Calcium Propionate

1 范围

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

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。该产品在食品工业中作防霉剂。

分子式：$C_6H_{10}CaO_4 \cdot nH_2O$($n=0\sim1$)

相对分子质量：186.22(无水盐)(按 1995 年国际相对原子质量)

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 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

3 要求

3.1 外观：白色结晶、颗粒或结晶性粉末，无臭或带轻微丙酸味。

3.2 食品添加剂 丙酸钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标
丙酸钙含量[1](以干基计)，%	≥	99.0
水不溶物含量，%	≤	0.30
游离酸或游离碱		通过试验
加热减量，%	≤	9.5

采用说明：

1] 日本食品添加物公定书第六版此项为≥98.0%。

国家石油和化学工业局1999-06-16批准 2000-06-01实施

续表 1

项　　目		指　　标
砷(以 As_2O_3 计)含量,%	≤	0.000 4
重金属(以 Pb 计)含量,%	≤	0.001
氟化物[1](F)含量,%	≤	0.003

4　试验方法

本标准所用的试剂和水,均为分析纯试剂和蒸馏水或离子交换水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,除特别注明外,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

4.1　鉴别试验

4.1.1　试剂和材料

4.1.1.1　盐酸溶液:1+3。

4.1.1.2　硫酸溶液:1+9。

4.1.1.3　草酸铵溶液:40g/L。

4.1.1.4　乙酸溶液:1+20。

4.1.2　鉴别方法

4.1.2.1　丙酸鉴别

称取试样 0.5g,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。

4.1.2.2　钙盐鉴别

称取试样 0.5g,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,加入乙酸溶液,沉淀不溶解;再加入盐酸溶液,可完全溶解。

用盐酸湿润后的铂丝蘸取试样,在无色火焰中呈红色。

4.2　丙酸钙含量的测定

4.2.1　方法提要

试样在碱性条件下,以消耗络合剂 EDTA 的多少来计算其含量的高低,用钙试剂羧酸钠指示剂的颜色变化来判断滴定的终点。

4.2.2　试剂和材料

4.2.2.1　氢氧化钠溶液:100g/L。

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

4.2.2.3　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。

4.2.3　分析步骤

称取经 120℃干燥 2h 的试样 1g(精确至 0.000 2g),溶于水,移入 100mL 容量瓶中,稀释至刻度。量取 25.00mL,加水 75mL,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至近终点,加氢氧化钠溶液 15mL[2],放置 1min,加入钙试剂羧酸钠指示剂 0.1g,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。

4.2.4　分析结果的表述

采用说明:

1] 日本食品添加物公定书第六版未设此项。

2] 在日本食品添加物公定书第六版方法中,先加氢氧化钠溶液,再进行滴定。

以质量百分数表示的丙酸钙(以 $C_6H_{10}CaO_4$ 计)的含量(X_1)按式(1)计算：

$$X_1=\frac{Vc\times 0.186\ 2}{m\times\frac{25}{100}}\times 100=\frac{Vc\times 74.48}{m} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：V——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，mL；

c——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m——试样质量，g；

0.186 2——与 1.00mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[c(EDTA)=1.000mol/L]相当的以克表示的丙酸钙的质量。

4.2.5 允许差

取其算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不大于 0.2%。

4.3 水不溶物含量的测定

4.3.1 仪器、设备

玻璃过滤器：IG4。

4.3.2 分析步骤

称取试样 10.0g(精确至 0.01g)，加水 100mL，搅拌溶解后放置 1h，用已质量恒定的玻璃过滤器过滤，用水 30mL 洗涤滤渣，于 180℃干燥 4h，冷却后称量。

4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_2)按式(2)计算：

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

式中：m_1——水不溶物滤渣质量，g；

m——试样质量，g。

4.3.4 允许差

取其算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不大于 0.02%。

4.4 游离酸或游离碱的试验

4.4.1 试剂和材料

4.4.1.1 氢氧化钠标准溶液：c(NaOH)=0.1mol/L。

4.4.1.2 盐酸标准溶液：c(HCl)=0.1mol/L。

4.4.1.3 酚酞指示液：10g/L。

4.4.2 分析步骤

称取试样 2.0g(精确至 0.01g)，溶于新煮沸冷却的水 20mL，加酚酞指示液 2 滴，加盐酸标准溶液 0.30mL，溶液呈无色，加氢氧化钠标准溶液 0.60mL，溶液呈粉红色。

4.5 加热减量的测定

4.5.1 分析步骤

称取试样 1g(精确至 0.000 2g)，置于已质量恒定的称量瓶中，于 120℃干燥 2h，冷却后称量。

4.5.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的加热减量(X_3)按式(3)计算：

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

式中：m——干燥前试样的质量，g；

m_1——干燥后试样的质量，g。

4.5.3 允许差

取其算术平均值为测定结果。两次平行测定结果之差不大于 0.2%。

4.6 砷含量的测定

4.6.1 试剂和材料

砷标准溶液：每毫升含 0.001mg As。

取每毫升含 0.1mg As 的标准溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

4.6.2 分析步骤

称取试样 0.25 g(精确至 0.01 g)，加水 5 mL 溶解，以下按 GB/T 8450 砷斑法规定进行。限量标准取砷标准溶液 0.75 mL。

4.7 重金属含量的测定

4.7.1 试剂和材料

4.7.1.1 乙酸溶液：1→20。

4.7.1.2 硫化钠溶液。

称取硫化钠 5 g，用水 10 mL 及甘油 30 mL 的混合液溶解。将一半体积的该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。

4.7.1.3 铅标准溶液：每毫升含 0.01 mg Pb。

取每毫升含 0.1 mg Pb 的标准溶液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

4.7.2 分析步骤

称取试样 2.0 g(精确至 0.01 g)，置于 50 mL 比色管中，加水 40 mL 溶解，加乙酸溶液 2 mL，加水至 50 mL，加硫化钠溶液 2 滴，于暗处放置 5 min。所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液取 2.0 mL 铅标准溶液，与试样同时同样处理。

4.8 氟化物含量的测定

4.8.1 试剂和材料

4.8.1.1 高氯酸。

4.8.1.2 丙酮。

4.8.1.3 高氯酸溶液：1＋100。

4.8.1.4 氢氧化钠溶液：40 g/L。

4.8.1.5 氢氧化钠溶液：4 g/L。

4.8.1.6 乙酸溶液：1＋16。

4.8.1.7 硝酸银溶液：17 g/L。

4.8.1.8 酚酞指示液：10 g/L。

4.8.1.9 茜素氨羧络合液。

称取 0.04 g 茜素氨羧络合剂，加入少许氢氧化钠溶液(4.8.1.5)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 200 mL。

4.8.1.10 高氯酸镧液。

称取氧化镧 0.04 g，加高氯酸 0.25 mL，温热溶解，用水稀释至 50 mL。

4.8.1.11 乙酸-乙酸钠缓冲溶液。

称取无水乙酸钠 11.0 g，加入冰乙酸 30 mL、水 170 mL，摇至溶解。

4.8.1.12 复合试剂。

量取茜素氨羧络合液 60.0 mL 及高氯酸镧液 6.0 mL、乙酸-乙酸钠缓冲溶液 20.0 mL，用水稀释至 200 mL。

4.8.1.13 氟化物标准溶液：每毫升含 0.01 mg F。

取每毫升含 0.1 mg F 的标准溶液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

4.8.2 分析步骤

称取试样 5.0 g(精确至 0.01 g)，置于 125 mL 带支管蒸馏瓶中，加入几粒玻璃珠，慢慢加入高氯酸

10 mL、水 10 mL、硝酸银溶液 3～5 滴，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 10 mL、氢氧化钠溶液(4.8.1.4)数滴和酚酞指示液 1 滴的 100 mL 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 80 mL 时停止蒸馏。馏出液用氢氧化钠溶液(4.8.1.4)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 10 mL 置于 50 mL 比色管中，加入复合试剂 5 mL、丙酮 6 mL，加水至 50 mL，摇匀，室温放置 25 min。与标准比色溶液比较，所呈蓝紫色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液取氟化物标准溶液 1.5 mL，与试验溶液同时同样处理。

5 检验规则

5.1 本标准中所列的全部项目为型式检验项目，其中丙酸钙含量、水不溶物、游离酸或游离碱、加热减量、砷、重金属等六项为出厂检验项目，应逐批检验。在正常生产情况下，每半年至少进行一次型式试验。

5.2 食品添加剂 丙酸钙由生产厂的质量检验部门按本标准的规定对产品质量进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。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。

每批出厂的产品都应附有质量合格证。其内容包括：产品名称、生产厂名称和厂址、批号或生产日期、批量、保质期、生产许可证、产品符合本标准的证明及本标准编号。

5.3 每个混料罐的均匀产品为一批。

5.4 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 规定确定采样单元数。采样时，从每袋中均匀采样，每袋不少于 50 g。将所采试样充分混合，以四分法缩分到不少于 200 g，分别装入两只双层聚乙烯薄膜食品袋中。粘贴票签并注明：生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一袋供检验用，另一袋留样备查。

5.5 检验结果若有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样复检，复检结果如仍有一项指标不符合本标准要求时，则该批产品判为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 产品内包装用双层聚乙烯薄膜食品袋，每袋净含量 1 kg，外包装用瓦楞箱，每箱净含量 10 kg 或根据用户要求包装。

6.2 包装上应有牢固清晰的标志，内容包括：产品名称、商标、“食品添加剂”字样、批号或生产日期、生产厂名称和厂址、净含量、保质期、生产许可证号和本标准编号、以及 GB 191 中的“防湿”标志。

6.3 本产品应存放在干燥、通风、阴凉处，不得与有毒有害物品混放。产品在运输过程中防止日晒雨淋，不得与有毒有害物品混运。

6.4 在符合本标准规定条件下，自生产之日起保质期限为一年半。

逾期应重新检验是否符合本标准的要求，合格者可继续使用。