前　言

本标准等效采用日本食品添加物公定书 JSFA—VI《碳酸钙》，技术要求等同于日本食品添加物公定书 JSFA—VI，试验方法除重金属和砷采用我国食品添加剂测定的通用方法外，其他均采用日本食品添加物公定书 JSFA—VI 中规定的方法。

本标准与原国家标准主要技术差异为：

1　增设碱金属及镁和游离碱两项指标，取消了用户不作要求的铁含量指标。

2　卫生指标砷、重金属、钡含量指标均优于原标准。

3　盐酸不溶物指标调整为与日本食品添加物公定书 JSFA—VI“碳酸钙”规定的指标相同。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准起草单位：化工部天津化工研究院、浙江菱化企业集团公司、山东淄博华信化工股份有限公司。

本标准主要起草人：姚锦娟、阮士祥、宓传涛。

本标准于 1980 年首次发布，1987 年 4 月进行修订。

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。

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 沉淀碳酸钙

Food additive
Calcium carbonate precipitated

GB 1898—1996

代替 GB 1898—87

1 范围

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

本标准适用于以沉淀法制得的食品添加剂沉淀碳酸钙。该产品在食品加工中作疏松剂、钙质补充剂。

分子式：$CaCO_3$

相对分子质量：100.09(按 1991 年相对原子质量)

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—90 包装储运图示标志

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—88 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—86 化工产品采样总则

GB 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8450—87 食品添加剂中砷的测定方法

GB/T 8451—87 食品添加剂中重金属限量试验方法

3 要求

3.1 外观：白色粉末。

3.2 食品添加剂沉淀碳酸钙应符合表 1 要求：

表 1

%

项 目		指 标
碳酸钙($CaCO_3$)含量(干基计)		98.0～102.0
盐酸不溶物含量	≤	0.20
游离碱含量		合格

国家技术监督局 1996-09-13 批准　　1997-05-01 实施

续表 1

%

项　　目		指　　标
重金属(以 Pb 计)含量	≤	0.002
碱金属及镁含量	≤	1.0
钡(Ba)含量	≤	0.030
砷(As)含量	≤	0.000 3
干燥减量	≤	2.0

4　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 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 的规定制备。

4.1　鉴别试验

4.1.1　钙的鉴别

取试样少许，加盐酸溶液(1＋2)溶解后，以酚酞溶液(10 g/L)作指示剂，用氨水溶液(1＋3)调至中性，加入乙酸铵溶液(35 g/L)即产生白色沉淀，此沉淀能溶解于盐酸溶液(1＋2)，而不溶于冰乙酸。

钙盐在焰色反应试验时，呈砖红色。

4.1.2　碳酸盐的鉴别

取试样少许，加盐酸溶液(1＋2)后可产生气体，该气体通入氢氧化钙溶液(3 g/L)中有白色沉淀产生。

4.2　碳酸钙含量的测定

4.2.1　方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量三价铁、三价铝和二价锰等离子，在 pH 大于 12 的介质中，以钙试剂羧酸钠盐作指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙离子。

4.2.2　试剂和材料

4.2.2.1　盐酸：1＋1 溶液；

4.2.2.2　氢氧化钠：100 g/L 溶液；

4.2.2.3　三乙醇胺：1＋3 溶液；

4.2.2.4　乙二胺四乙酸二钠(EDTA)：$c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2)$约为 0.02 mol/L 标准滴定溶液；

4.2.2.5　钙试剂羧酸钠盐[1-(2-羟基-4-磺基-1-萘偶氮)-2-羟基-3-萘甲酸]：1%(m/m)固体指示剂；

将钙试剂羧酸钠盐指示剂与氯化钠按 1＋99 的比例在研钵中充分研细混匀，贮于带磨口塞的广口瓶中。

4.2.3　分析步骤

称取约 0.6 g 预先在 200±5℃下干燥 4 h 的试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿，盖上表面皿，滴加盐酸溶液至试料完全溶解，移入 250 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。用移液管移取 25 mL 试验溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 30 mL 水、5 mL 三乙醇胺溶液，摇动下滴加氢氧化钠溶液，当溶液刚成混浊时，加入 0.1 g 钙试剂羧酸钠盐指示剂，继续滴加氢氧化钠溶液至试验溶液由蓝色变为酒红色，过量 0.5 mL。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；

4.2.4　分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钙($CaCO_3$)含量 X_1 按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c \times 0.100\,1}{m \times 25/250} \times 100 = \frac{100.1 \times (V_1 - V_2) \cdot c}{m} \quad \cdots\cdots(1)$$

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_1——滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_2——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，mL；

m——试料的质量，g；

0.100 1——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[$c(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2) = 1.000$ mol/L]相当的，以克表示的碳酸钙的质量。

4.2.5 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 0.2%。

4.3 盐酸不溶物含量的测定

4.3.1 试剂和材料

4.3.1.1 盐酸：1+1 溶液；

4.3.1.2 硝酸银：10 g/L 溶液。

4.3.2 分析步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.01 g，置于高型烧杯中，加水润湿后，缓缓加入 25 mL 盐酸溶液，加热至沸，趁热用中速定量滤纸过滤，用热水洗涤至无氯离子(用硝酸银溶液检验)。将滤纸连同不溶物移入已于 850～900℃下灼烧至恒重的瓷坩埚中，灰化后，于 850～900℃下灼烧至恒重。

4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的盐酸不溶物含量 X_2 按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：m_1——空坩埚的质量，g；

m_2——坩埚及不溶物灼烧后的质量，g；

m——试料的质量，g。

4.3.4 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 0.05%。

4.4 游离碱含量的测定

4.4.1 试剂和材料

4.4.1.1 盐酸：c(HCl)约 0.1 mol/L 标准滴定溶液；

4.4.1.2 酚酞：10 g/L 指示液。

4.4.2 分析步骤

称取 3.00 g 试样，精确至 0.01 g，置于 100 mL 烧杯中，加入 30 mL 新煮沸放冷的水，摇匀。3 min 后干过滤，用移液管移取 20 mL 滤液，加 2 滴酚酞指示液，加入 0.20 mL 盐酸标准滴定溶液，红色消失即为合格。

4.5 重金属含量的测定

称取 5.00 g 试样，精确至 0.01 g，置于 100 mL 烧杯中，加入 40 mL 盐酸溶液(1+3)溶解，移入 100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 20 mL 试验溶液。

用移液管移取 2 mL 铅标准溶液(1 mL 溶液含 10 μgPb)作为标准，以下按 GB/T 8451—87 第 6 章进行测定。

4.6 碱金属及镁含量的测定

4.6.1 试剂和材料

4.6.1.1 硫酸；

4.6.1.2 盐酸：1＋9 溶液；

4.6.1.3 氨水：1＋1 溶液；

4.6.1.4 草酸铵：40 g/L 溶液。

4.6.2 分析步骤

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加水润湿后缓慢加入 30 mL 盐酸溶液溶解试料，煮沸并除去二氧化碳，冷却后加氨水中和，加入 60 mL 草酸铵溶液，于水浴上加热 1 h，冷却后转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀，干过滤。用移液管移取 50 mL 滤液，置于已于 450～550℃下灼烧至恒重的瓷坩埚中，加入 0.5 mL 硫酸，蒸发至干，于 450～550℃下灼烧至恒重。

4.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的碱金属及镁含量 X_3 按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m \times 50/100} \times 100 = \frac{200(m_2 - m_1)}{m} \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：m_1——空坩埚的质量，g；

m_2——坩埚及残渣灼烧后的质量，g；

m——试料的质量，g。

4.6.4 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 0.2%。

4.7 钡含量的测定

4.7.1 方法提要

在微酸性介质中，铬酸根离子与钡离子生成铬酸钡沉淀，与标准比浊溶液比较。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 乙酸钠；

4.7.2.2 盐酸：1＋3 溶液；

4.7.2.3 冰乙酸：1＋19 溶液；

4.7.2.4 铬酸钾：50 g/L 溶液；

4.7.2.5 钡标准溶液：1 mL 溶液含有 0.1 mgBa。

4.7.3 分析步骤

称取 1.00 g 试样，精确至 0.01 g，置于烧杯中，加水润湿后缓慢加入 8 mL 盐酸溶液溶解，移入 50 mL纳氏比色管中；用移液管移取 3 mL 钡标准溶液于另一个纳氏比色管中；各加水至 20 mL。分别加入 2 g 乙酸钠、1 mL 冰乙酸溶液和 0.5 mL 铬酸钾溶液，加水至刻度，放置 15 min 后比较其浊度。试验溶液所呈浊度不得深于标准比浊溶液。

4.8 砷含量的测定

称取 0.25 g 试样，精确至 0.01 g。加 5 mL 盐酸溶液(1＋3)溶解试料，作为试验溶液。

用移液管移取 0.75 mL 砷标准溶液(1 mL 溶液含有 1 μgAs)作为标准，以下按 GB/T 8450—87 的砷斑法进行测定。

4.9 干燥减量的测定

4.9.1 仪器、设备

4.9.1.1 称量瓶：ϕ40×25 mm。

4.9.2 分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于已于 200±5℃下干燥至恒重的称量瓶中，于 200±5℃下干燥 4 h，称量，精确至 0.000 2 g。

4.9.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的干燥失重 X_4 按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：m_1——称量瓶和试料干燥前的质量，g；

m_2——称量瓶和试料干燥后的质量，g；

m——试料的质量，g。

4.9.4 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 0.05%。

5 检验规则

5.1 食品添加剂沉淀碳酸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，生产厂应保证所有出厂的食品添加剂沉淀碳酸钙都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标和“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和本标准编号。

5.2 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。

5.3 食品添加剂沉淀碳酸钙每批产品不超过 20 t。

5.4 按 GB/T 6678—86 的 6.6 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 500 g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中，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。一瓶用于检验，另一瓶保存三个月备查。

5.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行核验，核验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 食品添加剂沉淀碳酸钙包装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、本标准编号及 GB 191—90 中规定的标志 7“怕湿”标志。

6.2 食品添加剂沉淀碳酸钙采用两种包装。

6.2.1 布袋包装。内包装采用食品用聚乙烯塑料薄膜袋，厚度不得小于 0.05 mm。外包装采用布袋，其性能和检验方法应符合有关规定。每袋净重 25 kg。

6.2.2 木桶包装。内包装采用牛皮纸袋，外包装采用木桶，其性能和检验方法应符合有关规定。每桶净重 25 kg。

6.3 食品添加剂沉淀碳酸钙采用两种封口方式。

6.3.1 采用布袋包装时，内袋采用尼龙绳两次扎紧，或用与其相当的其它方式封口；外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边，在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其它质量相当的线缝口。针距不大于 10 mm，缝线整齐，针距均匀。无漏缝和跳线现象。

6.3.2 采用木桶包装时，内袋在距袋边不小于 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 10 mm，缝线整齐，针距均匀，无漏缝和跳线现象；外包装木桶应加盖密封。

6.4 食品添加剂沉淀碳酸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。

6.5 食品添加剂沉淀碳酸钙应贮存在阴凉干燥处，防止雨淋，受潮。不得与有毒有害物品混贮。

6.6 产品保存期自出厂之日起为两年。