中华人民共和国国家标准

GB 1886.90—2015

食品安全国家标准
食品添加剂　硅酸钙

2015-09-22 发布　　2016-03-22 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　硅酸钙

1　范围

本标准适用于由新熟化的石灰与合成二氧化硅反应而得的食品添加剂硅酸钙。

2　技术要求

2.1　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	白色至灰白色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下观察色泽和状态
状态	粉末	

2.2　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
二氧化硅含量，w/%	≥	40	附录 A 中 A.2
氧化钙含量，w/%	≥	0.75	附录 A 中 A.3
氟(F)/(mg/kg)	≤	10.0	附录 A 中 A.4
干燥失重，w/%	≤	10.0	附录 A 中 A.5
灼烧失重，w/%	≤	20.0	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	≤	5.0	附录 A 中 A.7

附 录 A
检验方法

A.1 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。试验中所用标准溶液、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。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.2 二氧化硅含量的测定

注意：操作高氯酸和氢氟酸需在通风橱内。

精确称取400 mg试样(精确至0.1 mg)，置于烧杯中，加入5 mL水和10 mL高氯酸，加热直至产生高氯酸的白色浓烟。使用表面皿盖住烧杯，并持续加热15 min。待冷却后，加入30 mL水，过滤，并用200 mL热水清洗滤渣。合并滤液和清洗液，为试样A，用于氧化钙含量的测定。转移滤纸和滤渣至铂坩埚，缓慢加热直至干燥，再充分加热至滤纸烧焦。冷却后，加入几滴硫酸，在1 300 ℃灼烧直至恒定。加入5滴硫酸湿润残渣，再加入15 mL氢氟酸，小心加热直至所有酸挥发，在不超过1 000 ℃的温度下灼烧至恒定。在干燥器中冷却并称重。减少的质量等同于试样中二氧化硅的量。

A.3 氧化钙含量的测定

取上述试样A，以石蕊做指示剂，用1 mol/L氢氧化钠溶液中和，然后边搅拌边从50 mL的试管中加入30 mL 0.05 mol/L的EDTA二钠盐溶液。加入15 mL的1 mol/L氢氧化钠溶液和300 mg羟基萘酚蓝指示剂。继续用EDTA二钠盐溶液滴定至蓝色终点。每毫升0.05 mol/L的EDTA二钠盐溶液相当于2.804 mg氧化钙。

A.4 氟(F)的测定

注意：所有氟化物溶液应使用塑料容器。

A.4.1 0.2 mol/L EDTA-0.2 mol/L TRIS溶液：称取18.6 g EDTA二钠盐和6.05 g TRIS，移入250 mL的烧杯中。加入200 mL热去离子水，搅拌直至全部溶解。用5 mol/L氢氧化钠调节pH至7.5～7.6。冷却溶液，并用5 mol/L氢氧化钠调节pH至8.0。将溶液转移至250 mL的量筒中，并用去离子水稀释至刻度。混合均匀后，储存在塑料容器中。

A.4.2 氟标准贮存溶液(1 000 mg/kg)：将2.210 g氟化钠溶于50 mL去离子水中。将溶液移入1 L的量筒中，加水稀释至刻度。

A.4.3 氟标准溶液(1 mg/kg和10 mg/kg)：移取10 mL标准贮存溶液至100 mL的量筒中，用去离子水稀释至刻度，并混合均匀。分别移取10 mL和1 mL该溶液至单独的100 mL量筒中，分别用去离子水稀释至刻度。

注意：该溶液应当天配置当天使用。

A.4.4 试样溶液：沉淀或其他二氧化硅基产品：将5 g试样移入聚四氟乙烯烧杯中。加入40 mL去离子水和20 mL的1 mol/L盐酸。加热近沸1 min，并持续搅拌。冰浴冷却烧杯，转移内容物至100 mL

量筒，并用去离子水稀释至刻度。

注意：试样并不完全溶解。

硅藻土基产品：将 5 g 试样移入聚四氟乙烯烧杯中。加入 60 mL 去离子水，并搅拌 1 min。转移内容物至 100 mL 量筒，并用去离子水稀释至刻度。将上清液转入 2 个 50 mL 离心管中，离心直至溶液清澈，通常不超过 30 min。

注意：试样并不完全溶解。

A.4.5 校正曲线：移取以上两种浓度的标准溶液各 20 mL 至单独的 100 mL 塑料烧杯中，分别加入 10 mL 的 0.2 mol/L EDTA-0.2 mol/L TRIS 溶液。使用 Orion model 96-09 组合氟电极（或其他等同产品）测量电势。通过标准溶液氟离子浓度（mg/kg）的对数与电势做图可得到一条标准曲线。或对 Orion 可扩展离子分析仪 EA-940（或其他等同产品）校正，以直接读出浓度。

A.4.6 分析：移取 20 mL 试样溶液至 100 mL 塑料烧杯中，加入 10 mL 的 0.2 mol/L EDTA-0.2 mol/L TRIS 溶液，测量溶液的电势，并通过校正曲线计算出氟离子的浓度。

A.5 干燥失重的测定

取 1 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于和试样相同条件下干燥至恒定的扁形称量瓶中，在 105 ℃下干燥 2 h。保留此干燥过的试样为试样 B，供测定灼烧失重时使用。

干燥失重的质量分数 w_1，按式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \qquad \cdots\cdots (A.1)$$

式中：

m_2——称量瓶和干燥后试样的质量，单位为克（g）；

m_0——称量瓶的质量，单位为克（g）；

m_1——称量瓶和干燥前试样的质量，单位为克（g）。

A.6 灼烧失重的测定

称取 1 g～2 g 上述干燥后的试样，精确至 0.000 2 g，置于预先于 900 ℃下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中灼烧 2 h。取出，于干燥器中冷却，称量。

灼烧失重的质量分数 w_2，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{m_4 - m_3}{m_5 - m_3} \qquad \cdots\cdots (A.2)$$

式中：

m_4——试料和瓷坩埚灼烧后的质量，单位为克（g）；

m_3——瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

m_5——试料和瓷坩埚灼烧前的质量，单位为克（g）。

A.7 铅（Pb）的测定

A.7.1 标准贮存溶液（100 μg/mL 铅离子）：将 159.8 mg 硝酸铅（分析纯）溶解于含 1 mL 硝酸的 100 mL 水中。用水稀释至 1 L 并混合。

注意：本溶液应在无铅离子的玻璃容器中准备和储存。

A.7.2 标准溶液：由标准贮存溶液制备铅浓度为 0.25 μg/mL 的溶液。

A.7.3 样品溶液：将 5.0 g 样品置入 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 的 0.5 mol/L 盐酸，用表面皿覆盖，缓慢加热至沸腾。温和沸腾 15 min，冷却，使未溶解物质静置。使用 Whatman 四号滤纸或其他等同滤纸将上清液过滤至 100 mL 的量筒中，尽可能保持不溶解物质在烧杯中。使用 10 mL 热水清洗浆质和烧杯三次，并将液体过滤至量筒中。最后使用 15 mL 热水清洗滤纸，将滤液冷却至室温，加水稀释至刻度，混合均匀。

A.7.4 分析：使用合适的原子吸收分光光度计，设定 217 nm，使用水进行调零，分别测定标准溶液和样品溶液的吸光度。样品溶液的吸光度应不大于标准溶液的吸光度。