

《食品安全国家标准 食品营养强化剂 柠檬酸钙》(征求意见稿) 编制说明

一、标准起草基本情况

本标准于 2018 年立项(项目编号 spaq-2018-028),项目承担单位为上海市质量监督检验技术研究院和国家食品安全风险评估中心。2018 年 11 月 9 日正式启动,2018 年 11 月 11 日召开了任务部署会议,2019 年 6 月 15 日至 2020 年 10 月 15 日开展试验研究和验证,期间召开多次专家研讨会,2020 年 11 月 1 日形成草案,2020 年 11 月 2 日至 12 月 5 日进行行业内征求意见,2020 年 12 月 12 日形成《食品安全国家标准 食品营养强化剂 柠檬酸钙》草稿。2021 年 4 月 27 日-28 日经第二届食品安全国家标准审评委员会营养与特膳专业委员会第四次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

本标准的制定主要是整合了 GB 1903.14-2016《食品营养强化剂 柠檬酸钙》(四水)和原卫生部公告 2012 年第 15 号柠檬酸钙(三水),并参考了国内、外相关标准或技术规范,同时结合了我国产品的实际质量状况。与整合的两个标准相比,柠檬酸钙(四水)增加了总汞、盐酸不溶物和重金属(以 Pb 计)限量指标,氟化物检验方法直接引用相应的国家标准,砷指标改为总砷并增加一个检验方法(GB 5009.11),指标设置为:总汞 ≤ 1.0 mg/kg、重金属(以 Pb 计) ≤ 20 mg/kg、盐酸不溶物 ≤ 0.1 %;柠檬酸钙(三水)增加了总汞限量指标,删除了溶解度和溶液澄清度,柠檬酸钙含量由以三水柠檬酸钙计修改为以干基计、柠檬酸钙计,指标由 98.0 %~100.5 %修改为 97.5 %~100.5 %,干燥减量指标改为水分,方法由烘箱法改为卡尔费休库伦法,指标由 1.0 %~1.5 %修改为 8.0 %~12.0 %,铅增加一个检验方法(GB 5009.75),砷指标改为总砷并增加一个检验方法(GB 5009.76),氟化物检验方法直接引用相应的国家标准。

三、国内外相关法规标准情况

根据标准起草组查阅和掌握的资料,目前国内外柠檬酸钙的标准和资料有:GB 1903.14-2016《食品营养强化剂 柠檬酸钙》、原卫生部公告 2012 年第 15 号(柠檬酸钙)、FAO 食品添加剂联合专家委员会(JECFA)(2002)、Regulation (EU) No 231/2012、USP-NF(2018)、FCC 12、《日本食品添加剂公定书》(第九版)、《韩国食品添加剂法典》(2020)以及《中国台湾地区食品添加剂规格检验方法》。

上述标准除了原卫生部公告 2012 年第 15 号(柠檬酸钙)是指三水柠檬酸钙,其他国内国外标准皆指四水柠檬酸钙。表 1 是国内外柠檬酸钙产品标准技术指标对比情况,表 2 是国内外柠檬酸钙产品标准检测方法对比情况。

四、其他需要公开说明的事项

暂无。

表 1 国内外同类产品标准技术要求一览表

项目 \ 标准	GB 1903.14-2016	原卫生部公告 2012 年第 15 号 (柠檬酸钙)	JECFA (2002)	Regulation (EU) No 231/2012	FCC 12	日本食品添加剂公定书 (第九版)、	韩国食品添加剂法典 (2020)	USP-NF (2018)	中国台湾地区食品添加剂规格检验方法	本标准
样品类别	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (三水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (三水&四水)
感官	白色晶体或结晶性粉末	无臭白色晶体或结晶性粉末	无臭、精细白色粉末	精细白色粉末	精细白色粉末	白色粉末、无味	无臭白色粉末	—	无臭白色粉末	白色晶体或结晶性粉末
柠檬酸钙含量 (以干基计), w/%	97.5~100.5	98.0~100.5 [以 Ca ₃ (C ₆ H ₅ O ₇) ₂ ·3H ₂ O 计]	≥97.5	≥97.5	97.5~100.5	≥97.0	≥97.5	97.5~100.5	≥97.0	97.5~100.5
干燥减量, w/%	10.0~14.0	1.0~1.5	10~14	≤14.0	10.0~14.0	10.0~14.0	10~14	10.0~13.3	10~14	四水: 10.0~14.0 ;
水分, w/%	—	—	—	—	—	—	—	—	—	三水: 8.0~12.0
氟化物 / (mg/kg)	≤30	—	≤30	≤30	—	—	≤30	—	—	≤30
氟化物 (以 F 计), w/%	—	≤0.003	—	—	≤0.003	—	—	≤0.003	≤0.003	—
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤2.0	≤5	≤2	≤1	≤2	≤2	≤1.0	≤10	≤10	≤2.0
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤3.0	≤3	—	≤1	—	≤3	≤4.0	≤3	≤4	≤3.0
重金属 (以 Pb 计) / (mg/kg)	—	≤20	—	—	—	—	—	—	≤20	≤20
盐酸不溶物, w/%	—	≤0.1	—	—	—	≤0.060	≤0.06	≤0.2	≤0.06	≤0.1
溶解度 (25°C, 100 mL 水) / (g)	—	3.0~4.0	—	—	—	—	—	—	—	—
溶液澄清度	—	通过试验	—	—	—	—	—	—	—	—
游离酸碱	—	—	通过试验	—	—	—	—	—	—	—
草酸盐	—	—	通过试验	—	—	—	—	—	—	—
草酸盐 (以草酸计、以干基计) / (mg/kg)	—	—	—	≤100	—	—	—	—	—	—
总汞 (以 Hg 计) / (mg/kg)	—	—	—	≤1	—	—	≤1.0	—	—	≤1.0
铝 (Al) / (mg/kg)	—	—	—	≤30 (infant) ; ≤200 (others)	—	—	—	—	—	—
碳酸盐	—	—	—	通过试验	—	—	—	—	—	—
氯化物 (以 Cl 计), w/%	—	—	—	—	—	≤0.007	≤0.007	—	≤0.007	—
硫酸盐, w/%	—	—	—	—	—	≤0.024	≤0.024	—	≤0.024	—
pH	—	—	—	—	—	—	6.0~8.0	—	6.0~8.0	—

表 2 国内外同类产品检测方法一览表

项目 \ 标准	GB 1903.14-2016	原卫生部公告 2012 年第 15 号 (柠檬酸钙)	JECFA (2002)	Regulation (EU) No 231/2012	FCC 12	日本食品添加剂公定书 (第九版)、	韩国食品添加剂法典 (2020)	USP-NF (2018)	中国台湾地区食品添加物规格检验方法	本标准
样品类别	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (三水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (四水)	柠檬酸钙 (三水&四水)
感官	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中, 在自然光线下观察其色泽和状态	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中, 在自然光线下观察其色泽和组织状态, 嗅其气味	—	—	—	—	—	—	—	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中, 在自然光线下观察其色泽和状态
鉴别试验	1.溶解性试验 2.沉淀反应	沉淀反应	1.溶解性试验 2.沉淀反应	沉淀反应	沉淀反应	沉淀反应	沉淀反应	沉淀反应	沉淀反应	1. 溶解性试验 2. 沉淀反应
柠檬酸钙含量 (以干基计)	滴定法	滴定法	滴定法	—	滴定法	滴定法	滴定法	滴定法	滴定法	滴定法
干燥减量	150℃, 4h	105℃, 2h	150℃, 4h	180℃, 4h	150℃, 4h	150℃, 4h	150℃, 4h	150℃, 4h	150℃, 4h	四水: 150℃, 4h;
水分	—	—	—	—	—	—	—	—	—	三水: 卡尔费休库伦法
氟化物	硝酸钍比色法	硝酸钍比色法	—	—	离子选择电极法	—	离子选择电极法	离子选择电极法	—	GB/T 5009.18
铅 (Pb)	GB 5009.75 或 GB 5009.12	GB 5009.12	原子吸收分光光度法	—	原子吸收分光光度法	原子吸收分光光度法	原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体发射光谱法	—	—	GB 5009.75 或 GB 5009.12
总砷 (以 As 计)	GB 5009.76	GB 5009.11	—	—	—	二乙氨基二硫代甲酸银比色法	砷限量检测	—	—	GB 5009.76 或 GB 5009.11
重金属 (以 Pb 计)	—	GB 5009.74	—	—	—	—	—	—	—	GB 5009.74
盐酸不溶物	—	重量法	—	—	—	重量法	重量法	重量法	重量法	重量法
溶解度	—	加水搅拌, 过滤, 烘干	—	—	—	—	—	—	—	—

溶液澄清度	—	药典 2010 版二部	—	—	—	—	—	—	—	—
游离酸碱	—	—	1g+5ml H ₂ O+酚酞 +0.5ml 0.1N NaOH	—	—	—	—	—	—	—
草酸盐	—	—	1g+5mlHCl+ 2g 乙酸钠	—	—	—	—	—	—	—
总汞(以 Hg 计)	—	—	—	—	—	—	汞限量检测	—	—	GB 5009.17
铝	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
碳酸盐	—	—	—	1g+10ml 2N HCL	—	—	—	—	—	—
氯化物	—	—	—	—	—	目视比色	氯化物限量 检测	—	目视比色	—
硫酸盐	—	—	—	—	—	目视比色	硫酸盐限量 检测	—	目视比色	—
pH	—	—	—	—	—	—	1 g+20 ml H ₂ O	—	1 g+20 ml H ₂ O	—