中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

食品安全国家标准

食品添加剂　乙二胺四乙酸二钠钙

(征求意见稿)

201×-××-××发布　　201×-××-××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　乙二胺四乙酸二钠钙

1　范围

本标准适用于由乙二胺四乙酸二钠与钙螯合形成的食品添加剂乙二胺四乙酸二钠钙。

2　化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

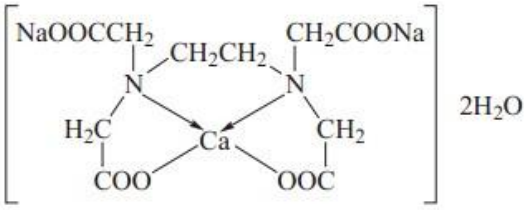
2.1　化学名称

乙二胺四乙酸二钠钙

2.2　分子式

$C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$

2.3　结构式



2.4　相对分子质量

410.30（按 2007 年国际相对原子质量）

3　技术要求

3.1　感官要求

感官要求应符合表 1 规定。

表 1 感官要求

项　　目	要　　求	检验方法
色泽	白色至灰白色或类白色	取试样置于白瓷盘中，在自然光下，观察其色泽、状态，嗅其气味；取适量试样溶于水中，观察其溶解性。
性状	固体结晶或粉末，微吸湿性，在空气中稳定，易溶于水	
气味	无臭	

3.2　理化指标

理化指标应符合表 2 规定。

表 2 理化指标

项　　目	指　　标	检验方法
乙二胺四乙酸二钠钙含量（$C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$），*w*/%（以干重计）	97.0～102.0	附录 A 中 A.3

水分，*w*/% ≤	13	GB 5009.3 第一法
pH 值（10mg/mL 溶液）	6.5～7.5	GB/T 9724
镁螯合物转移试验	通过试验	附录 A 中 A.4
氨基三乙酸，*w*/% ≤	0.1	附录 A 中 A.5
铅(Pb)/（mg/kg） ≤	2.0	GB 5009.75
砷(As)/（mg/kg） ≤	3.0	GB 5009.76

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。实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　鉴别试验

A.2.1　方法提要

用火焰试验鉴别样品中的钠离子；用草酸试验鉴别样品中的钙离子；乙二胺四乙酸二钠钙中残留乙二胺四乙酸离子可使氯化铁溶液褪色，鉴别乙二胺四乙酸离子；红外光谱是根据组成物质的离子基团在红外光范围内（中红外：400 cm^{-1}～4000 cm^{-1}）的吸收谱带，对乙二胺四乙酸二钠钙进行定性分析。

A.2.2　试剂和材料

A.2.2.1　氢氧化铵溶液：6mol/L，量取 400mL的 28%氢氧化铵溶液用水稀释至 1000mL。

A.2.2.2　草酸铵溶液：0.5mol/L，取 3.5g一水合草酸铵溶于水中，并定容至 100mL。

A.2.2.3　硫氰酸铵溶液：0.02g/ml，称取 2g 硫氰酸铵溶于水中，并定容至 100mL。

A.2.2.4　盐酸溶液：3 mol/L，量取 226mL 的盐酸用水稀释至 1000mL。

A.2.2.5　氯化铁溶液：1mol/L，称取 9g 的六水氯化铁溶于水并定容至 100mL。

A.2.2.6　甲基红溶液：称取 100mg 甲基红溶于 100mL 乙醇，必要时过滤。

A.2.3　仪器和设备

红外分光光度计。

A.2.4 鉴别方法

A.2.4.1称取0.2g试样，配制50mg/mL试样溶液，取铂丝，用盐酸溶液湿润后，蘸取试样溶液，在无色火焰中燃烧，火焰显亮黄色。

A.2.4.2取A.2.4.1中50mg/mL的试样溶液5mL，加入2滴甲基红溶液作为指示剂，用氢氧化铵溶液调至中性。然后用盐酸溶液将试样溶液滴定至酸性，加入草酸铵溶液即产生白色沉淀物草酸钙，草酸钙不溶于醋酸，溶于盐酸。用盐酸溶液湿润后，蘸取试样溶液，在无色火焰中燃烧，火焰显黄红色。

A.2.4.3 取 5mL 水加入试管中，加入 2 滴硫氰酸铵溶液和 2 滴氯化铁溶液，得到深红色溶液，再加入 50mg 的样品，混合后，深红色消失。

A.2.4.4　乙二胺四乙酸二钠钙的红外光谱图见附录 B。

A.3　乙二胺四乙酸二钠钙（$C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$•$2H_2O$）含量的测定

A.3.1 方法提要

乙二胺四乙酸二钠钙在酸性条件下，以二苯卡巴腙为指示剂，硝酸汞溶液滴定至紫红色即为终点，以消耗硝酸汞的量计算乙二胺四乙酸二钠钙含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1　硝酸汞溶液。

A.3.2.2　硝酸溶液。

A.3.2.3　硫酸铁铵溶液：称取 8g 十二水硫酸铁铵溶于水，并定容至 100mL。

A.3.2.4　0.1 mol/L 硫氰酸铵标准滴定溶液：称取 8g 硫氰酸铵溶于水中，并定容至 1000mL，根据 GB/T601 要求标定。

A.3.2.5　6%乙酸溶液：6%，量取冰乙酸 60mL或乙酸 166mL，用水稀释并定容至 1000mL。

A.3.2.6　二苯卡巴腙溶液：称取 1g二苯卡巴腙溶于乙醇中，并定容至 100mL，贮存于棕色瓶中。

A.3.3　分析步骤

A.3.3.1　0.1mol/L 硝酸汞溶液制备：取硝酸汞约 35g，溶于 1%硝酸溶液中，再加水稀释到 1000mL。

按如下方式进行标定：精确量取此溶液 20mL，移入锥形瓶中，加硝酸 2mL 和硫酸铁铵溶液 2mL。冷却至 20℃以下，用 0.1mol/L 硫氰酸铵滴定至棕色，且 30s 不褪色。

硝酸汞溶液的浓度 c，单位为摩尔每升（mol/L），按式(A.1)进行计算：

$$c=\frac{1}{2}\times\frac{c'\times v_1}{20}\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\text{（A.1）}$$

式中：

c' ——硫氰酸铵标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

v_1 ——消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

1/2 —— 1mol 硫氰酸铵相当于 1/2mol 硝酸汞；

20 —— 硝酸汞溶液体积, 单位为毫升（mL）。

A.3.3.2　测试 精确称取样品约 1.2g，于 250mL 的烧杯中，加水 75mL 溶解，加稀醋酸溶液 25mL 和二苯卡巴腙溶液 1.0mL。用 0.1mol/L 硝酸汞溶液缓慢滴定至紫红色。

A.3.4　结果计算

乙二胺四乙酸二钠钙含量 x，单位为克每百克（g/100g），按式（A.2）计算：

$$x=\frac{c\times v_2\times 0.4103}{w}\times 100\%\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\text{（A.2）}$$

式中：

c——硝酸汞溶液的浓度，单位摩尔每升（mol/L）

w——称取试样的质量，单位为克（g）；

v_2——滴定过程中消耗的硝酸汞溶液的体积，单位为毫升（mL）；

0.4103——每毫升 1mol/L 硝酸汞相当于本品（$C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8\cdot 2H_2O$）0.4103g。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A.4　镁螯合物转移试验

A.4.1　方法提要

样品中残留的乙二胺四乙酸游离单体在碱性条件下，优先与镁离子形成稳定络合物，当过量的镁离子与酸性酪黑T络合时，生成深酒红色络合物。

A.4.2　试剂和材料

A.4.2.1　浓氨水：28%氨水。

A.4.2.2　酸性媒介黑试液：称取酸性酪黑T约200mg和盐酸羟氨2g溶于甲醇，并定容至50mL，过滤，贮存于遮光容器中，2周内使用。

A.4.2.3　0.1mol/L醋酸镁溶液:精确称取1.1g四水醋酸镁溶于水中，并定容至100mL 。

A.4.3　分析步骤

A.4.3.1 缓冲溶液制备

精确称取氯化铵67.5g，溶于200mL水后，加入570mL浓氨水，并加水稀释至1000mL。

A.4.3.2 测试

准确称量1g样品，溶解在5mL的水中，添加缓冲溶液5mL，再加入酸性媒介黑试液5滴，以醋酸镁溶液滴定至呈深酒红颜色。醋酸镁溶液需要量≤2mL为通过。

A.5 氨基三乙酸的测定

A.5.1 方法提要

氨基三乙酸与铜离子络合，在离子对色谱条件下与乙二胺四乙酸二钠钙基线分离，通过试样加标溶液定性，并确定限量。

A.5.2 试剂和材料

10mg/mL硝酸铜溶液：称取1g硝酸铜溶于水中，并定容至100mL。

A.5.3 仪器和设备

高效液相色谱仪：配备紫外检测器，检测波长为254nm。

A.5.4 色谱参考条件

A.5.4.1 色谱柱：4.6mm×15cm柱，5μm；C18填料或其他等效的色谱柱。

A.5.4.2 流速：2mL/min。

A.5.4.3 进样量：20μL。

A.5.4.4 氨基三乙酸和乙二胺四乙酸二钠钙的色谱保留时间分别约为3.5min和9min。

A.5.5 分析步骤

A.5.5.1 流动相的制备

量取10mL25%的四丁基氢氧化铵溶液于200mL水中，用1mol/L磷酸调整溶液pH至7.5±0.1。将此溶液转移至1000mL容量瓶中，加入90mL甲醇，再加水稀释至刻度，混匀，用0.5μm薄膜过滤，脱气后备用。

A.5.5.2 标准贮备溶液的制备

准确称量的100mg氨基三乙酸，转移至10mL容量瓶中，加入氨水0.5mL，混合。加水稀释至刻度，浓度为10mg/mL。

A.5.5.3 标准使用溶液的制备

准确量取100μL标准贮备溶液（A.5.5.2）至100mL容量瓶中，用硝酸铜溶液稀释至刻度，浓度为10μg/mL。

A.5.5.4 试样溶液的制备

准确称取1.0g试样转移至100mL容量瓶中，用硝酸铜溶液稀释至刻度，混匀，如果需要可进行超声溶解。

A.5.5.5 试样加标溶液的制备

准确称取1.0g试样转移至100mL容量瓶中，加入100μL标准贮备溶液，用硝酸铜溶液稀释至刻度，混匀，如果需要可进行超声溶解。

A.5.5.6 系统适应性试验

将标准溶液重复三次注入色谱仪，记录峰响应值。标准试样的三次测定结果的相对标准偏差≤2.0%，氨基三乙酸和乙二胺四乙酸二钠钙的分离度≥4.0。

A.5.5.7 测定

在A.5.4参考色谱条件下，分别取等体积（20μL）试样加标溶液和试样溶液进行色谱分析，记录色谱图，计算氨基三乙酸的响应值。

A.5.6　结果判定

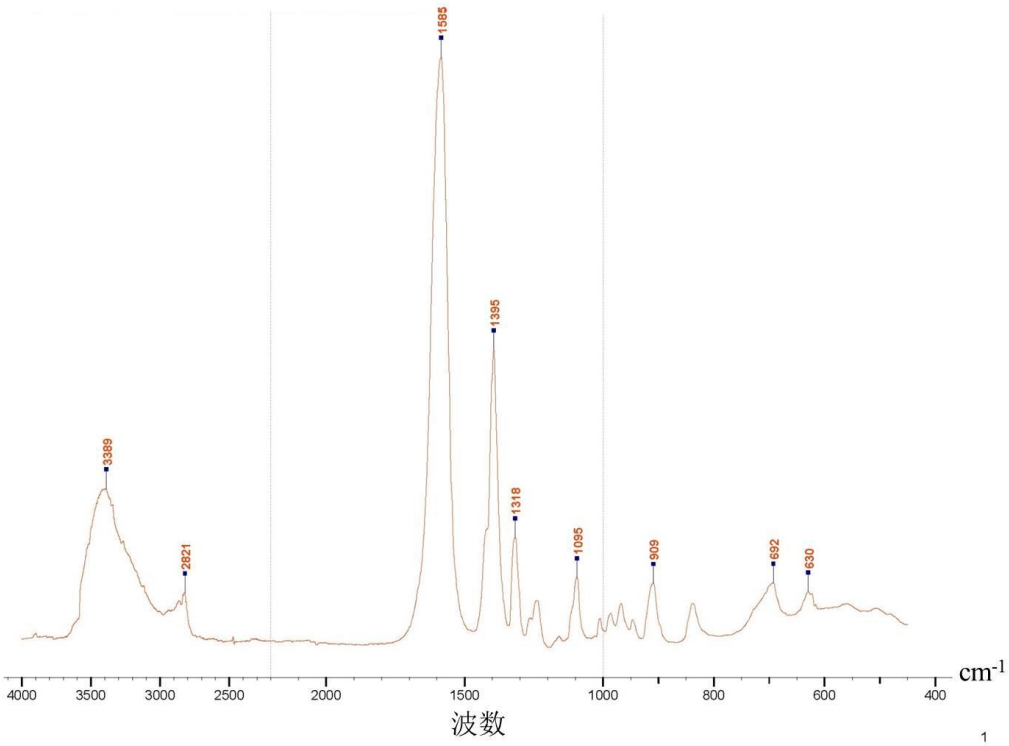
试样溶液中氨基三乙酸色谱峰的响应值应不超过试样加标溶液和试样溶液所得氨基三乙酸色谱峰的响应值之差。

附　录　8

乙二胺四乙酸二钠钙的红外光谱图

B.1　乙二胺四乙酸二钠钙的红外光谱图

乙二胺四乙酸二钠钙的红外光谱图见图B.1。



图B.1　乙二胺四乙酸二钠钙的红外光谱图