中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB 25555－2010

食品安全国家标准
食品添加剂　L-乳酸钙

2010-12-21 发布　　2011-02-21 实施

中 华 人 民 共 和 国 卫 生 部　发布

食品伙伴网http://www.foodmate.net/

前　言

本标准的附录 A 为规范性附录。

食品伙伴网http://www.foodmate.net/

食品安全国家标准

食品添加剂　L-乳酸钙

1　范围

本标准适用于以发酵法生产的L-乳酸与碳酸钙（或氢氧化钙）合成制得的食品添加剂L-乳酸钙。

2　规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3　化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

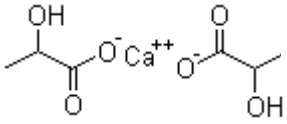
3.1　化学名称

α-羟基丙酸钙

3.2　分子式

$C_6H_{10}CaO_6 \cdot xH_2O$($x$=0～5)

3.3　结构式



•（0~5）H_2O

3.4　相对分子质量

218.22（无水物）（按2007年国际相对原子质量）

4　技术要求

4.1　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	取适量实验室样品，置于清洁、干燥的玻璃培养皿中，在自然光线下，从上方及侧面观察其色泽及外观，嗅其气味。
气味	无异味	
组织状态	颗粒或粉末	

4.2　理化指标：应符合表2 的规定。

食品伙伴网http://www.foodmate.net/

表 2　理化指标

项　　目	指　　标	检验方法
立体化学纯度（L体），　%　　≥	96.0	附录 A 中 A.4
总乳酸钙（以干基计），*w* /%	98.0～101.0	附录 A 中 A.5
干燥减量，*w* /%	22.0～27.0(五水)；15.0～20.0(三水)；5.0～8.0(一水)；≤3.0(无水)	附录 A 中 A.6
水溶解试验	通过试验	附录 A 中 A.7
游离酸和游离碱试验	通过试验	附录 A 中 A.8
挥发性脂肪酸试验	通过试验	附录 A 中 A.9
镁及碱金属，*w* /%　　≤	1.0	附录 A 中 A.10
氯化物（以Cl计），*w* /%　　≤	0.05	附录 A 中 A.11
硫酸盐（以SO_4计），*w* /%　　≤	0.075	附录 A 中 A.12
铁（Fe），*w* / %　　≤	0.005	附录 A 中 A.13
砷（As）/(mg/kg)　　≤	2	附录 A 中 A.14
铅（Pb）/(mg/kg)　　≤	2	附录 A 中 A.15
钡（Ba）试验	通过试验	附录 A 中 A.16
氟化物（以F计），*w* /%　　≤	0.0015	附录 A 中 A.17

食品伙伴网http://www.foodmate.net/

附 录 A

（规范性附录）

检验方法

A.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

A.2 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682－2008中规定的三级水。

试验方法中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 之规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 硫酸。

A.3.1.2 高锰酸钾溶液：3.2g/L。

A.3.1.3 草酸铵溶液：40g/L。

A.3.1.4 盐酸溶液：1+3。

A.3.1.5 乙酸溶液：1+20。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 钙盐的鉴别

取约0.5g实验室样品，溶于10mL水，滴加草酸铵溶液，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，沉淀完全溶解。

A.3.2.2 乳酸盐的鉴别

取约0.5g实验室样品，加10mL热水溶解，滴加硫酸使其呈酸性，加高锰酸钾溶液，加热，即发出乙醛的气味。

A.4 立体化学纯度（L体）的测定

A.4.1 方法提要

用高效液相色谱法，在选定的工作条件下，通过色谱柱使样品溶液中 L 体乳酸钙和 D 体乳酸钙组分分离，用紫外吸收检测器检测，用面积归一化法定量，计算总乳酸钙中 L 体乳酸钙的含量，即为 L-乳酸钙的立体化学纯度。

A.4.2 试剂和材料

硫酸铜溶液：0.001mol/L。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 高效液相色谱系统(HPLC)

A.4.3.1.1 高压泵：无脉冲，能将流速保持在 0.1mL/min～10.0mL/min。

A.4.3.1.2 定量环：5μL。

食品伙伴网http://www.foodmate.net/

A.4.3.1.3　紫外光检测器：可变波长。

A.4.3.1.4　数据处理系统：色谱工作站或数据处理机。

A.4.3.2　抽滤系统

抽滤系统使用孔径为 0.45μm 的纤维素酯膜滤纸（用于流动相的预处理）。

A.4.3.3　过滤系统

过滤系统使用孔径为 0.45μm 的纤维素酯膜滤纸（用于样品的预处理）。

A.4.3.4　微量进样针

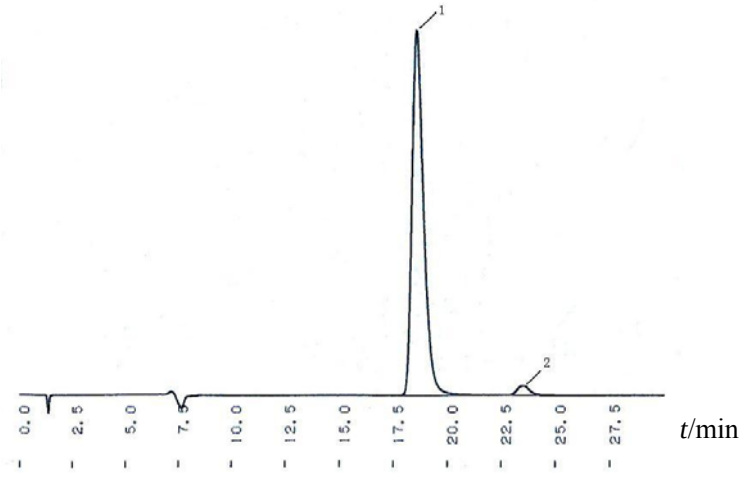
HPLC 专用，50μL、100μL（或自动进样器）。

A.4.4　色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 A.1，立体化学纯度（L 体）的测定典型高效液相色谱图见图 A.1。保留时间：L 体乳酸钙约 18.5min，D 体乳酸钙约 23.5min（保留时间会有变动，以标准样品出峰时间为准）。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 A.1　色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	柱长 150mm，柱内径 4.6mm ，以配位交换型光学活性固定相涂敷于 ODS 二氧化硅的填料手性色谱柱
柱温	（20～40）℃，控制精度±1℃
流动相	硫酸铜溶液
流动速度/(mL /min)	1.0
检测器检测波长/nm	254
进样量/μL	5（注入乳酸浓度约为 0.1%），D 体与 L 体分离度在 1.0 以上



1 ——L体乳酸钙；

2 ——D体乳酸钙。

图A.1 立体化学纯度（L体）测定典型高效液相色谱图

A.4.5　分析步骤

A.4.5.1 样品制备

称取实验室样品约0.15 g，精确至 0.001g，加热水溶解后，转移至100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀备用。

A.4.5.2　测定

食品伙伴网http://www.foodmate.net/

根据仪器说明书，调节仪器至表 A.1 所示的操作条件，待仪器稳定后即可开始测定。用微量注射器或用自动进样器进样，用色谱数据处理机或工作站处理计算结果，以面积归一化法定量。

A.4.6 结果计算

立体化学纯度（L体）即总乳酸钙中L体乳酸钙的含量X_1，数值以 % 表示，按式（A.1）计算：

$$X_1 = \frac{A_l}{A_l + A_d} \times 100\ \% \qquad \text{……（A.1）}$$

式中：

A_l——L 体乳酸钙组分的峰面积；

A_d——D 体乳酸钙组分的峰面积。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.5 总乳酸钙（以干基计）的测定

A.5.1 方法提要

在碱性条件下，以干燥减量后的试样消耗络合剂乙二胺四乙酸二钠标准滴定液的体积计算其总乳酸钙的含量，用钙试剂羧酸钠指示剂的颜色变化判断滴定的终点。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 氢氧化钠溶液：100g/L。

A.5.2.2 盐酸溶液：1+4。

A.5.2.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液：c(EDTA)=0.05 mol/L。

A.5.2.4 钙试剂羧酸钠指示剂：称取 0.1g钙试剂羧酸钠盐，加10g在约110℃干燥过的氯化钠研磨，混匀。

A.5.3 分析步骤

称取约0.3gA.6.1中干燥物A，精确至0.000 2g，溶于已加有2mL盐酸溶液的50mL水中，边搅拌边滴加15mL乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液，再加5mL氢氧化钠溶液和0.1g钙试剂羧酸钠指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定液滴定至溶液呈现蓝色为终点。

A.5.4 结果计算

总乳酸钙含量的质量分数 w_2, 数值以%表示，按式(A.2)计算：

$$w_2 = \frac{(V/1000)\,cM}{m} \times 100\ \% \qquad \text{…… (A.2)}$$

式中：

V ——试料消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL)；

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试料质量的数值,单位为克(g)；

M ——乳酸钙（$C_6H_{10}CaO_6$）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）(M=218.2）

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

食品伙伴网http://www.foodmate.net/

A.6　干燥减量的测定

A.6.1　分析步骤

称取约1.5g实验室样品,精确至0.000 2g,置于预先在(120±2)℃干燥至质量恒定的扁形称量瓶中,铺成3mm以下的层。在(120±2)℃的恒温干燥箱中干燥4h，置于干燥器中冷却30min称量。保留部分干燥物（此为干燥物A）用于总乳酸钙含量的测定。

A.6.2　结果计算

干燥减量的质量分数w_3，数值以%表示，按式(A.3)计算:

$$w_3=\frac{m-m_1}{m}\times 100\% \qquad \text{……(A.3)}$$

式中：

m——干燥前试料质量的数值,单位为克(g)；

m_1——干燥后试料质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

A.7　水溶解试验

A.7.1　试剂和材料

A.7.1.1　硝酸溶液：1+2。

A.7.1.2　糊精溶液：20g/L。

A.7.1.3　硝酸银溶液：17g/L。

A.7.1.4　浊度标准溶液：含氯（Cl）0.01mg/mL。量取c(HCl)=0.1mol/L盐酸标准溶液14.1mL，置于50mL容量瓶中，加水稀释至刻度。量取该溶液10.00mL，置于1000mL容量瓶中，加水稀释至刻度。

A.7.2　分析步骤

称取1.0g实验室样品，精确至0.01g，置于25mL比色管中，加20mL水，在水浴上加热溶解，作为试验溶液；取另一只比色管，加入（0.20±0.02)mL浊度标准溶液，加水至20mL，加1mL硝酸溶液、0.2mL糊精溶液和1mL硝酸银溶液，摇匀，避光放置15min，作为标准比浊溶液。在无阳光直射情况下，目视轴向及侧面观察，试验溶液的浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

A.8　游离酸和游离碱试验

A.8.1　试剂和材料

A.8.1.1　氢氧化钠标准溶液：c(NaOH)=0.1mol/L。

A.8.1.2　酚酞指示液：10g/L。

A.8.2　分析步骤

称取 1.0g 实验室样品，精确至 0.01g，溶于 20mL 无二氧化碳的水，加 3 滴酚酞指示液，不应有粉红色产生；加 0.5mL 氢氧化钠标准溶液，应呈粉红色。

A.9　挥发性脂肪酸试验

食品伙伴网http://www.foodmate.net/

称取约0.5g实验室样品，精确至0.01g，置于干燥蒸发皿中，加1mL硫酸，搅拌，在水浴上加热，不应有脂肪酸气味逸出。

A.10　镁及碱金属含量的测定

A.10.1　方法提要

样品中的钙在酸性条件下与草酸生成难溶的草酸钙沉淀，过滤，滤液中的镁及碱金属和硫酸加热生成硫酸盐，再过滤，滤液蒸干，灼烧后定量。

A.10.2　试剂和材料

A.10.2.1　盐酸。

A.10.2.2　硫酸。

A.10.2.3　氨水。

A.10.2.4　草酸溶液：150g/L。

A.10.2.5　甲基红指示液：1g/L。

A.10.3　分析步骤

称取1.0g实验室样品，精确至0.01g，加水40mL，再加1mL盐酸，煮沸1min，迅速加40mL草酸溶液和2滴甲基红指示液，用氨水中和至溶液刚好呈黄色，冷却至室温。移入100mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，放置4h或过夜。用干燥滤纸过滤，取50mL澄清滤液，置于预先于（800±25）℃干燥至质量恒定的坩埚中，加0.5mL硫酸，在水浴上蒸发至近干，在电炉上加热至硫酸蒸气逸尽，于（800±25）℃灼烧至质量恒定。残渣质量不得大于5.0mg。

A.11　氯化物的测定

按《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录Ⅷ A 的规定进行。称取 0.1g 实验室样品，精确至 0.001g，其所呈浊度不得大于标准比浊溶液。量取（5±0.02）mL 氯化物（Cl）标准溶液（0.01mg/mL）制备标准比浊溶液。

A.12　硫酸盐的测定

按《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录Ⅷ B 的规定进行。称取试样 0.20g，精确至 0.001g，其所呈浊度不得大于标准比浊溶液。量取（1.5±0.02)mL 硫酸盐（SO_4）标准溶液（0.1mg/mL）制备标准比浊溶液。

A.13　铁的测定

按《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录ⅧG 的规定进行。称取 0.5g 实验室样品，精确至 0.01g，加 25mL 水，置于水浴中加热溶解，冷却后为试验溶液，其所呈颜色不得深于标准比色溶液。量取（2.5±0.02)mL 铁（Fe）标准溶液（0.01mg/mL）制备标准比色溶液。

A.14　砷的测定

按GB/T 5009.76砷斑法进行。测定时称取1.0g实验室样品，精确至0.01g，加10mL热水溶解。

限量标准液的配制：用移液管移取2.00mL砷（A_S）标准溶液（相当于0.002mgAs），与试样同时同样处理。

食品伙伴网http://www.foodmate.net/

A.15　铅的测定

按GB/T 5009.75 “限量试验”进行。样品处理为：称取3.0g试样，精确至0.01g，加热水30mL溶解，移入分液漏斗中，加1%硝酸至40mL。量取0.60mL铅（Pb）标准溶液（相当于0.006mgPb）制备铅限量标准液。

A.16　钡试验

称取1.0g实验室样品，精确至0.01g，加20mL热水溶解，分为两等份置于2个25mL比色管中，一份加1mL硫酸钙饱和溶液混匀，另一份加1mL水，放置15min后比较，样品管所呈混浊不得大于对照管。

A.17　氟化物的测定

A.17.1　方法提要

在高氯酸介质中，通过蒸汽蒸馏使氟自样品中分离，氟与茜素氨羧络合剂和硝酸镧的混合剂形成蓝色络合物，在620nm处测定其吸光度，根据工作曲线计算试样的氟化物含量。

A.17.2　试剂和材料

A.17.2.1　丙酮。

A.17.2.2　高氯酸。

A.17.2.3　氢氧化钠溶液：4g/L。

A.17.2.4　氢氧化钠溶液：40g/L。

A.17.2.5　硝酸银溶液：2g/100mL。

A.17.2.6　盐酸：1+10。

A.17.2.7　硝酸镧溶液：称取 0.22g 硝酸镧，用少量乙酸溶液（3+47）溶解，加水至约 450mL，用乙酸钠溶液（250g/L）调节 pH 为 5.0，再加水稀释至 500mL，置冰箱内(6～8℃)保存，生霉后则重配。

A.17.2.8　缓冲液（pH4.7）：称取 44g 乙酸钠，溶于 400mL 水中，加 22mL 冰乙酸，再缓缓加冰乙酸调节 pH 为 4.7，然后加水稀释至 500mL。

A.17.2.9　氟标准溶液：0.01mg /mL。

称取经 105℃干燥 2h 的氟化钠 0.221g，精确至 0.000 2g。溶于水，移入 100mL 容量瓶中，加水至刻度，混匀，贮于聚乙烯瓶中备用，置冰箱中保存，此氟标准储备液浓度为 1.0mg/mL。

临用前，吸取（1±0.02）mL 氟标准储备液，稀释至 100mL，混匀，贮于聚乙烯瓶中。此为 0.01 mg /mL 的氟标准溶液。

A.17.2.10　酚酞指示液：10g/L。

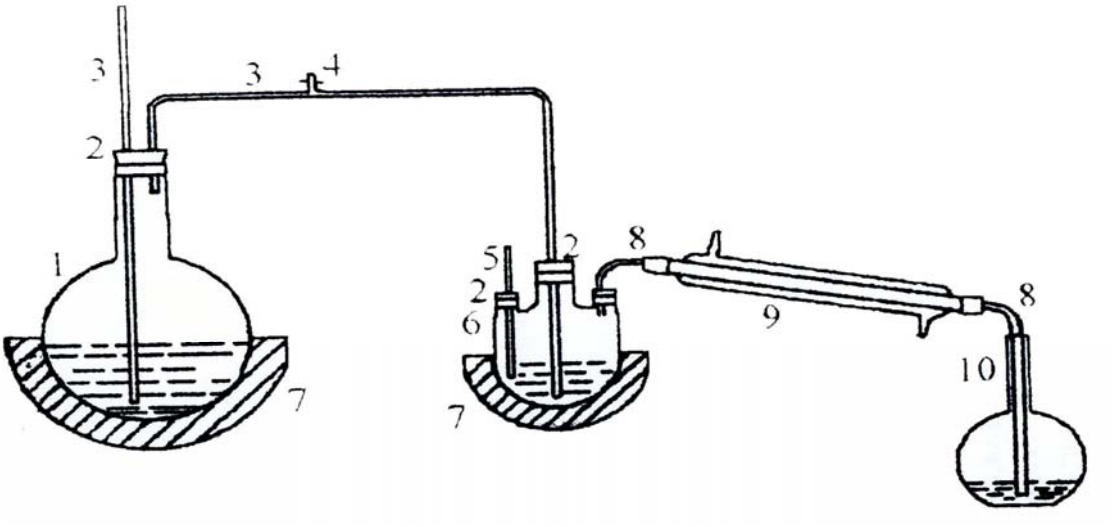
A.17.2.11　茜素氨羧络合剂溶液：称取 0.193g 茜素氨羧络合剂，加少量水及氢氧化钠溶液（40g/L）使其溶解，加 0.13g 乙酸钠，用 1mol/L 乙酸调节 pH 为 5.0(红色)，加水稀释至 500mL，贮于棕色瓶中, 置冰箱内（6～8℃）保存，出现沉淀时应重配。

A.17.3　仪器和设备

A.17.3.1　分光光度计：带有光程为 30mm 的石英比色皿，吸光度精度为±0.004(A)。

A.17.3.2　测氟蒸馏装置示意图见图 A.2。

食品伙伴网http://www.foodmate.net/



1——水蒸气发生器(1000mL烧瓶)；
2——橡皮塞；
3——∅5mm玻璃管；
4——三通管和螺丝夹；
5——200℃温度计；
6——250mL三口烧瓶；
7——加热套或电炉；
8——玻璃弯管；
9——500mm直形冷凝管；
10——250mL容量瓶。

图A.2 测氟蒸馏装置示意图

A.17.4 分析步骤

A.17.4.1 氟标准曲线的绘制

分别吸取 0mL、0.5mL、1.0mL、1.5mL、2.0mL、2.5mL 氟标准溶液置于 6 根 50mL 比色管中，每根比色管加入(5±0.02)mL 茜素氨羧络合剂溶液和(3±0.02)mL 缓冲液，混匀。慢慢加入(5±0.02)mL 硝酸镧溶液，振摇，再加（10±0.02)mL 丙酮，加水至 50mL，混匀，室温放置 25min。移入 30mm 的石英比色皿中，于波长 620nm 处测定吸光度；以氟质量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

A.17.4.2 测定

称取 2g 实验室样品，精确至 0.01g,置于 250mL 三口烧瓶中，加玻璃珠 5～6 粒,缓慢加入高氯酸 10mL，用约 8mL 的水冲洗瓶壁，加硝酸银试液 4～6 滴；按测氟蒸馏装置示意图(见图 A.2)接好装置，瓶塞上的温度计应密塞，温度计的水银球应插入试验溶液中，冷凝器末端的玻璃弯管插入已加入约 90mL 氢氧化钠溶液（A.17.2.3）和 2 滴酚酞的 250 mL 容量瓶中。水蒸气发生器中加入 500mL 水，5～10 粒玻璃珠；并滴加氢氧化钠溶液（A.17.2.4）使成碱性。打开螺丝夹，加热至近沸。关闭螺丝夹，将水蒸气通入 250mL 三口烧瓶，同时加热三口烧瓶，调节水蒸气的进入量使温度上升后保持在 135～140℃之间；如果容量瓶中溶液褪色，补加适量的氢氧化钠溶液（A.17.2.3），保持馏出液呈碱性，直

食品伙伴网http://www.foodmate.net/

至 200mL，停止蒸馏；用氢氧化钠溶液（A.17.2.3）和盐酸溶液调节 pH 为中性（用精密 pH 试纸检验），再加盐酸溶液 2 滴，加水至 250mL，摇匀，为试验溶液。从容量瓶中吸取（25±0.02)mL 样品溶液于比色管中，加（5±0.02)mL 茜素氨羧络合剂溶液和（3±0.02)mL 缓冲液，混匀。慢慢加入（5±0.02)mL 硝酸镧溶液，振摇，再加（10±0.02)mL 丙酮，加水至 50mL，混匀，室温放置 25min。移入 30mm 的石英比色皿中，在波长 620nm 处测定吸光度。根据预先做好的标准曲线查出氟的质量。

A.17.5　结果计算

氟化物（以F计）的质量分数w_4，数值以 % 表示，按式（A.4）计算：

$$w_4 = \frac{10m_1}{1000m} \times 100\ \% \qquad \cdots\cdots\cdots\