

THÔNG TƯ
Ban hành 10 Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia
đối với phụ gia thực phẩm

Căn cứ Luật an toàn thực phẩm số 55/2010/QH12 ngày 17 tháng 6 năm 2010;

Căn cứ Luật tiêu chuẩn và quy chuẩn kỹ thuật số 68/2006/QH13 ngày 29 tháng 6 năm 2006;

Căn cứ Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật tiêu chuẩn và quy chuẩn kỹ thuật và Nghị định số 78/2018/NĐ-CP ngày 16 tháng 5 năm 2018 của Chính phủ sửa đổi, bổ sung một số điều của Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều Luật tiêu chuẩn và quy chuẩn kỹ thuật;

Căn cứ Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02 tháng 02 năm 2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm;

Căn cứ Nghị định số 75/2017/NĐ-CP ngày 20 tháng 6 năm 2017 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Y tế;

Theo đề nghị của Cục trưởng Cục An toàn thực phẩm;

Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành Thông tư ban hành 10 Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia đối với phụ gia thực phẩm.

Điều 1. Ban hành quy chuẩn kỹ thuật quốc gia

Ban hành kèm theo Thông tư này 10 Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia đối với phụ gia thực phẩm, bao gồm:

1. QCVN 4-24:2020/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm Calci cyclamat;
2. QCVN 4-25:2020/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm Natri cyclamat;
3. QCVN 4-26:2020/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm Calci saccharin;
4. QCVN 4-27:2020/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm Kali saccharin;
5. QCVN 4-28:2020/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm Natri saccharin;

6. QCVN 4-29:2020/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm Sucralose;

7. QCVN 4-30:2020/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm Alitam;

8. QCVN 4-31:2020/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm muối Aspartam-acesulfam;

9. QCVN 4-32:2020/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm Siro polyglycitol;

10. QCVN 4-33:2020/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm Siro sorbitol.

Điều 2. Hiệu lực thi hành

Thông tư này có hiệu lực thi hành từ ngày 01 tháng 9 năm 2021.

Điều 3. Điều khoản chuyển tiếp

1. Các phụ gia thực phẩm quy định tại Điều 1 của Thông tư này đã được cấp Giấy xác nhận công bố phù hợp quy định an toàn thực phẩm trước ngày Thông tư này có hiệu lực được tiếp tục sản xuất, kinh doanh đến hết thời hạn hiệu lực ghi trong Giấy xác nhận và hết thời hạn sử dụng của sản phẩm.

2. Các phụ gia thực phẩm quy định tại Điều 1 của Thông tư này đã thực hiện tự công bố sản phẩm và được sản xuất, kinh doanh trước ngày Thông tư này có hiệu lực thì tiếp tục được lưu thông đến hết thời hạn sử dụng của sản phẩm.

Điều 4. Trách nhiệm thi hành

Cục trưởng Cục An toàn thực phẩm, Thủ trưởng các đơn vị thuộc, trực thuộc Bộ Y tế; Giám đốc Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc trung ương và tổ chức, cá nhân liên quan chịu trách nhiệm thi hành Thông tư này.

Trong quá trình thực hiện nếu có khó khăn, vướng mắc, các cơ quan, tổ chức, cá nhân phản ánh về Bộ Y tế (Cục An toàn thực phẩm) để nghiên cứu, giải quyết.

Nơi nhận:

- Ủy ban về các vấn đề xã hội của Quốc hội;
- VPCP (Công báo, Công TTĐT Chính phủ);
- Các Bộ, cơ quan ngang Bộ, cơ quan thuộc Chính phủ;
- Bộ Tư pháp (Cục Kiểm tra VBQPPL);
- Bộ trưởng (để b/c);
- Các đơn vị thuộc Bộ Y tế;
- UBND các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Tổng cục TC-ĐL-CL (để đăng bạ);
- Công thông tin điện tử Bộ Y tế;
- Lưu: VT, K2ĐT, PC, ATTP.

**KT. BỘ TRƯỞNG
THỨ TRƯỞNG**



Trương Quốc Cường



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-24:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM CALCI CYCLAMAT**

National technical regulation of Calcium cyclamate

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-24:2020/BYT do Ban soạn thảo xây dựng Thông tư ban hành các quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm biên soạn, Cục An toàn thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Thông tư số 31 /2020/TT-BYT ngày 31 tháng 12 năm 2020.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM CALCI CYCLAMAT

National technical regulation of Calcium cyclamate

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu quản lý và yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Calci cyclamat.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân sản xuất, kinh doanh phụ gia thực phẩm Calci cyclamat (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

- 3.1. Mã số C.A.S. (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.
- 3.2. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.3. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.4. TCVN: Tiêu chuẩn quốc gia.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Calci cyclamat được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

5. Phương pháp thử được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này. Phương pháp thử khác được áp dụng trong trường hợp bảo đảm độ chính xác tương đương.

6. Lấy mẫu theo quy định của pháp luật hiện hành.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

7. Công bố hợp quy

Tổ chức, cá nhân phải thực hiện công bố hợp quy dựa trên phương thức tự công bố sản phẩm theo quy định tại Điều 4, Điều 5 Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02/02/2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm và Điều 3 Nghị định số 155/2018/NĐ-CP ngày 12/11/2018 của Chính phủ về sửa đổi, bổ sung một số quy định liên quan đến điều kiện đầu tư kinh doanh thuộc phạm vi quản lý nhà nước của Bộ Y tế.

8. Ghi nhãn

Việc ghi nhãn phụ gia thực phẩm Calci cyclamat thực hiện theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14/4/2017 của Chính phủ về nhãn hàng hoá và các quy định của pháp luật có liên quan.

9. Kiểm tra đối với phụ gia thực phẩm Calci cyclamat

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Calci cyclamat thực hiện theo quy định của pháp luật hiện hành.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

10. Tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm, đảm bảo sản phẩm đáp ứng với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này và các quy định của pháp luật hiện hành.

11. Tổ chức, cá nhân thực hiện công bố hợp quy theo quy định tại Điều 7 của Quy chuẩn này.

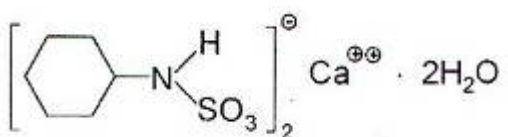
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

13. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

14. Trường hợp phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM CALCI CYCLAMAT

1. Tên khác, chỉ số	Calci cyclohexylsulfamat; calci cyclohexansulfamat INS 952(ii) ADI: 0 – 11 mg/kg thể trọng đối với acid cyclamic và các muối calci và natri của nó (tính theo acid cyclamic)
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Calci cyclamat, calci cyclohexylsulfamat; calci cyclohexansulfamat
<i>Mã số C.A.S.</i>	139-06-0
<i>Công thức hóa học</i>	$C_{12}H_{24}CaN_2O_6S_2 \cdot 2H_2O$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	432,57
3. Cảm quan	Tinh thể hoặc bột tinh thể trắng. Độ ngọt cao gấp khoảng 30 lần sucrose
4. Mã HS	2933.59.90
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong nước, ít tan trong ethanol
<i>Tạo kết tủa</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Thử calci</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hao hụt khối lượng sau khi sấy</i>	Không thấp hơn 6,0 % và không vượt quá 9,0 % (140 °C trong 2 h)
<i>Cyclohexylamin</i>	Không vượt quá 10 mg/kg
<i>Dicyclohexylamin</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
<i>Chì</i>	Không vượt quá 1 mg/kg

5.3. Hàm lượng Calci cyclamat Không thấp hơn 98,0 % và không vượt quá 101,0 % tính theo chế phẩm khan

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Độ tan Xác định theo TCVN 6469:2010, *Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý* (mục 3.7).

Tạo kết tủa Thêm 1 ml dung dịch acid hydrocloric 10 % (khối lượng/thể tích) vào 10 ml dung dịch mẫu thử 1 : 100 (thể tích), trộn thêm 1 ml dung dịch bari clorid (BaCl₂.2H₂O) 12% (khối lượng/thể tích). Dung dịch vẫn trong nhưng khi thêm 1 ml dung dịch natri nitrit 10 % (khối lượng/thể tích) thì tạo thành kết tủa trắng.

Thử calci Xác định theo TCVN 6534:2010, *Phụ gia thực phẩm - Phép thử nhận biết* (mục 4.1.2).

6.2. Độ tinh khiết

Hao hụt khối lượng sau khi sấy Xác định theo TCVN 8900-2:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần vô cơ - Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit* (mục 5.1), thực hiện ở 140 °C trong 2 h.

Cyclohexylamin Xác định theo TCVN 9052:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần hữu cơ* (mục 2.3)

Dicyclohexylamin Xác định theo TCVN 9052:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần hữu cơ* (mục 2.4)

Lưu ý: Quy trình này dành cho sắc ký khi dùng cột nhồi. Nếu không có sẵn cột nhồi cho sắc ký khí, có thể dùng cột mao quản cho sắc ký khí. Cần phải thiết lập điều kiện sắc ký, có thể tham khảo điều kiện sau đây:

- Cột Agilent DB-5 (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm)
- Chương trình Gradient:

Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian giữ (phút)
0,0	40,0	1,0
10,0	260,0	2,0
20,0	300,0	2,0

Thời gian lưu của dicyclohexylamin và nitrobenzen khoảng 8 phút và 13 phút

Chì Xác định theo TCVN 8900-6:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần vô cơ - Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa; hoặc*

TCVN 8900-8:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit.*

6.3. Định lượng

Cân chính xác 0,4 g mẫu thử, hòa tan trong hỗn hợp 50 ml nước và 5 ml dung dịch acid hydrochloric 10 % (khối lượng/thể tích).

Chuẩn độ dung dịch thử bằng dung dịch natri nitrit 0,1 M. Khi gần đến điểm kết thúc chuẩn độ, thêm từng giọt dung dịch natri nitrit 0,1 M cho đến khi dùng que thủy tinh chấm một giọt dung dịch đã chuẩn độ lên giấy thử tinh bột iod thì tạo thành vết màu xanh lam. Điểm kết thúc chuẩn độ cũng có thể được xác định bằng đo điện thế. Khi kết thúc chuẩn độ, điểm kết thúc có thể tái lập sau khi để yên hỗn hợp trong 1 phút.

Hàm lượng phần trăm (%) calci cyclamat trong mẫu thử theo chế phẩm khan tính theo công thức:

$$X = \frac{V \times 19,83}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch natri nitrit 0,1 M đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

19,83 là số miligam (mg) calci cyclamat tương đương với 1 ml dung dịch natri nitrit 0,1 M;

W là khối lượng mẫu thử tính theo chế phẩm khan, tính bằng miligam (mg);

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam (mg) sang gam (g).



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-25:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM NATRI CYCLAMAT**

National technical regulation of Sodium cyclamate

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-25:2020/BYT do Ban soạn thảo xây dựng Thông tư ban hành các quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm biên soạn, Cục An toàn thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Thông tư số 31 /2020/TT-BYT ngày 31 tháng 12 năm 2020.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM NATRI CYCLAMAT

National technical regulation of Sodium cyclamate

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu quản lý và yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Natri cyclamat.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân sản xuất, kinh doanh phụ gia thực phẩm Natri cyclamat (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

- 3.1. Mã số C.A.S. (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.
- 3.2. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.3. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.4. TCVN: Tiêu chuẩn quốc gia.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Natri cyclamat được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

5. Phương pháp thử được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này. Phương pháp thử khác được áp dụng trong trường hợp bảo đảm độ chính xác tương đương.

6. Lấy mẫu theo quy định của pháp luật hiện hành.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

7. Công bố hợp quy

Tổ chức, cá nhân phải thực hiện công bố hợp quy dựa trên phương thức tự công bố sản phẩm theo quy định tại Điều 4, Điều 5 Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02/02/2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm và Điều 3 Nghị định số 155/2018/NĐ-CP ngày 12/11/2018 của Chính phủ về sửa đổi, bổ sung một số quy định liên quan đến điều kiện đầu tư kinh doanh thuộc phạm vi quản lý nhà nước của Bộ Y tế.

8. Ghi nhãn

Việc ghi nhãn phụ gia thực phẩm Natri cyclamat thực hiện theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14/4/2017 của Chính phủ về nhãn hàng hoá và các quy định của pháp luật có liên quan.

9. Kiểm tra đối với phụ gia thực phẩm Natri cyclamat

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Natri cyclamat thực hiện theo các quy định của pháp luật hiện hành.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

10. Tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm, đảm bảo sản phẩm đáp ứng với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này và các quy định của pháp luật hiện hành.

11. Tổ chức, cá nhân thực hiện công bố hợp quy theo quy định tại Điều 7 của Quy chuẩn này.

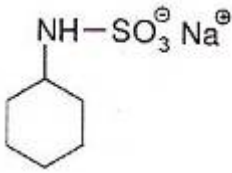
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

13. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

14. Trường hợp phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM NATRI CYCLAMAT

1. Tên khác, chỉ số	Natri cyclohexylsulfamat; natri cyclohexansulfamat INS 952(iv) ADI: 0 - 11 mg/kg thể trọng đối với acid cyclamic và các muối calci và natri của nó (tính theo acid cyclamic)
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Natri cyclamat, natri cyclohexylsulfamat; natri cyclohexansulfamat
<i>Mã số C.A.S.</i>	139-05-9
<i>Công thức hóa học</i>	$C_6H_{12}NNaO_3S$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	201,22
3. Cảm quan	Tinh thể hoặc bột tinh thể trắng
4. Mã HS	2929.90.10
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong nước, hầu như không tan trong ethanol
<i>Tạo kết tủa</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Thử natri</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hao hụt khối lượng sau khi sấy</i>	Không vượt quá 1,0 % (105 °C trong 1 h)
<i>Cyclohexylamin</i>	Không vượt quá 10 mg/kg
<i>Dicyclohexylamin</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
<i>Chì</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. Hàm lượng natri cyclamat	Không thấp hơn 98,0 % và không vượt quá 101,0 % tính theo chế phẩm đã sấy khô
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu</i>

vật lý (mục 3.7).

Tạo kết tủa Thêm 1 ml dung dịch acid hydrocloric 10 % (khối lượng/thể tích) vào 10 ml dung dịch mẫu thử 1 : 100 (thể tích), trộn, thêm 1 ml dung dịch bari clorid (BaCl₂.2H₂O) 12% (khối lượng/thể tích). Dung dịch vẫn trong nhưng khi thêm 1 ml dung dịch natri nitrit 10 % (khối lượng/thể tích) thì tạo thành kết tủa trắng.

Thử natri Xác định theo TCVN 6534:2010, *Phụ gia thực phẩm – Phép thử nhận biết* (mục 4.1.10).

6.2. Độ tinh khiết

Hao hụt khối lượng sau khi sấy Xác định theo TCVN 8900-2:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần vô cơ - Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit* (mục 5.1), thực hiện ở 105 °C trong 1 h.

Cyclohexylamin Xác định theo TCVN 9052:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần hữu cơ* (mục 2.3)

Dicyclohexylamin Xác định theo TCVN 9052:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần hữu cơ* (mục 2.4)

Lưu ý: Quy trình này dành cho sắc ký khi dùng cột nhồi. Nếu không có sẵn cột nhồi cho sắc ký khí, có thể dùng cột mao quản cho sắc ký khí. Cần phải thiết lập điều kiện sắc ký, có thể tham khảo điều kiện sau đây:

- Cột Agilent DB-5 (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm)
- Chương trình Gradient:

Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian giữ (phút)
0,0	40,0	1,0
10,0	260,0	2,0
20,0	300,0	2,0

Thời gian lưu của dicyclohexylamin và nitrobenzen khoảng 8 phút và 13 phút

Chì Xác định theo TCVN 8900-6:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa; hoặc*

TCVN 8900-8:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit.*

6.3. Định lượng

Cân chính xác 0,4 g mẫu thử, hòa tan trong hỗn hợp 50 ml nước và 5 ml dung dịch acid hydrochloric 10 % (khối lượng/thể tích).

Chuẩn độ dung dịch thử bằng dung dịch natri nitrit 0,1 M. Khi gần đến điểm kết thúc chuẩn độ, thêm từng giọt dung dịch natri nitrit 0,1 M cho đến khi dùng que thủy tinh chấm một giọt dung dịch đã chuẩn độ lên giấy thử tinh bột iod thì tạo thành vệt màu xanh lam. Điểm kết thúc chuẩn độ cũng có thể được xác định bằng đo điện thế (phương pháp chuẩn độ điện thế). Khi kết thúc chuẩn độ, điểm kết thúc có thể tái lập sau khi để yên hỗn hợp trong 1 phút.

Hàm lượng phần trăm (%) natri cyclamat trong mẫu thử (X) tính theo chế phẩm đã sấy khô theo công thức:

$$X = \frac{V \times 20,12}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch natri nitrit 0,1 M đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

20,12 là số miligam (mg) natri cyclamat tương đương với 1 ml dung dịch natri nitrit 0,1 M;

W là khối lượng mẫu thử tính theo chế phẩm đã sấy khô, tính bằng miligam (mg);

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam (mg) sang gam (g).



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-26:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM CALCI SACCHARIN**

National technical regulation of Calcium saccharin

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-26:2020/BYT do Ban soạn thảo xây dựng Thông tư ban hành các quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm biên soạn, Cục An toàn thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Thông tư số 31/2020/TT-BYT ngày 31 tháng 12 năm 2020.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM CALCI SACCHARIN

National technical regulation of Calcium saccharin

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu quản lý và yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Calci saccharin.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân sản xuất, kinh doanh phụ gia thực phẩm Calci saccharin (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

- 3.1. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.2. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.3. TCVN: Tiêu chuẩn quốc gia.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Calci saccharin được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

5. Phương pháp thử được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này. Phương pháp thử khác được áp dụng trong trường hợp bảo đảm độ chính xác tương đương.

6. Lấy mẫu theo quy định của pháp luật hiện hành.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

7. Công bố hợp quy

Tổ chức, cá nhân phải thực hiện công bố hợp quy dựa trên phương thức tự công bố sản phẩm theo quy định tại Điều 4, Điều 5 Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02/02/2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an

toàn thực phẩm và Điều 3 Nghị định số 155/2018/NĐ-CP ngày 12/11/2018 của Chính phủ về sửa đổi, bổ sung một số quy định liên quan đến điều kiện đầu tư kinh doanh thuộc phạm vi quản lý nhà nước của Bộ Y tế.

8. Ghi nhãn

Việc ghi nhãn phụ gia thực phẩm Calci saccharin thực hiện theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14/4/2017 của Chính phủ về nhãn hàng hoá và các quy định của pháp luật có liên quan.

9. Kiểm tra đối với phụ gia thực phẩm Calci saccharin

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Calci saccharin thực hiện theo các quy định của pháp luật hiện hành.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

10. Tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm, đảm bảo sản phẩm đáp ứng với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này và các quy định của pháp luật hiện hành.

11. Tổ chức, cá nhân thực hiện công bố hợp quy theo quy định tại Điều 7 của Quy chuẩn này.

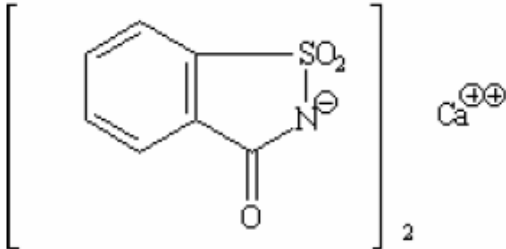
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

13. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

14. Trường hợp phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM CALCI SACCHARIN

1. Tên khác, chỉ số	INS 954(ii) ADI: 0 - 5 mg/kg thể trọng đối với saccharin và các muối Ca, K, Na của nó
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Muối calci hydrat (2:7) của 1,2-benzisothiazol-3-one-1,1-dioxid, 3-oxo-2,3-dihydrobenzo[d]isothiazol-1,1-dioxid, 2,3-dihydro-3-oxobenzisulfonazol; calci o-benzosulfimid
<i>Công thức hóa học</i>	$C_{14}H_8CaN_2O_6S_2 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	467,48
3. Cảm quan	Dạng tinh thể, hoặc bột tinh thể trắng, không mùi hoặc có mùi thơm nhẹ.
4. Mã HS	2925.11.00
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, tan trong ethanol
<i>Khoảng nóng chảy</i>	226 °C – 230 °C
<i>Dẫn xuất hóa tạo acid salicylic</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Dẫn xuất hóa tạo hợp chất có huỳnh quang</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Thử calci</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hao hụt khối lượng sau khi sấy</i>	Không vượt quá 15 % (120 °C trong 4h)
<i>Acid benzoic và acid salicylic</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Các hợp chất dễ bị carbon hóa</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Toluensulfonamid</i>	Không vượt quá 25 mg/kg

<i>Selen</i>	Không vượt quá 30 mg/kg
<i>Chì</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. Hàm lượng calci saccharin	Không thấp hơn 99 % sau khi sấy khô
6. Phương pháp thử	
6.1 Định tính	
<i>Độ tan</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.7).
<i>Khoảng nóng chảy</i>	Thêm 1ml dung dịch acid hydrocloric đặc vào 10 ml dung dịch mẫu thử 1:10 (thể tích). Kết tủa tinh thể của saccharin được hình thành. Rửa kỹ kết tủa bằng nước lạnh và làm khô ở 105 °C trong 2h. Xác định khoảng nóng chảy của saccharin theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.2).
<i>Dẫn xuất hóa tạo acid salicylic</i>	Hòa tan 0,1 g mẫu thử trong 5 ml natri hydroxyd 5%. Cho bay hơi đến khô và nung nhẹ cần trên ngọn lửa nhỏ đến khi không còn mùi amoniac thoát ra. Sau khi để nguội, hòa tan cần trong 20 ml nước, trung hòa dung dịch bằng dung dịch acid hydrocloric 10% (khối lượng/thể tích) và lọc. Thêm 1 giọt dung dịch sắt (III) clorid (FeCl ₃ .6H ₂ O) 9% (khối lượng/thể tích) vào dịch lọc, dung dịch có màu tím.
<i>Dẫn xuất hóa tạo hợp chất có huỳnh quang</i>	Trộn 20 mg mẫu thử với 40 mg resorcinol, thêm 10 giọt acid sulfuric đặc, đun cách dầu hỗn hợp hỗn hợp trong bể chất lỏng tại 200 °C trong 3 phút, sau khi làm mát, thêm 10 ml nước và lượng dư dung dịch natri hydroxyd (4,3 g natri hydroxyd trong 100 ml nước). Dung dịch này có huỳnh quang xanh lục.
<i>Thử calci</i>	Xác định theo TCVN 6534:2010, <i>Phụ gia thực phẩm – Phép thử nhận biết</i> (mục 4.1.2).
6.2. Độ tinh khiết	
<i>Hao hụt khối lượng sau khi sấy</i>	Xác định theo TCVN 8900-2:2012, <i>Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần vô cơ - Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit</i> (mục 5.1), thực hiện ở 120 °C trong 4h.
<i>Acid benzoic và acid salicylic</i>	Thêm từng giọt dung dịch sắt (III) clorid (FeCl ₃ .6H ₂ O) 9% (khối lượng/thể tích) vào 10 ml dung dịch mẫu thử nóng, đã bão hòa. Dung dịch không được có màu tím hoặc xuất hiện kết tủa.

Các hợp chất dễ bị carbon hóa

Hòa tan 0,2 g mẫu trong 5 ml dung dịch acid sulfuric nồng độ từ 94,5 % đến 95,5% (khối lượng/thể tích). Giữ ở nhiệt độ 48 °C - 50 °C trong 10 phút. Màu của dung dịch không được đậm hơn màu vàng nâu nhạt của dung dịch đối chứng A (Matching Fluid A).

Dung dịch đối chứng A:**Thuốc thử****1. Dung dịch acid hydrochloric loãng:**

Pha loãng 25 ml acid hydrochloric đặc (nồng độ từ 36,5% đến 38 % khối lượng/thể tích) trong 975 ml nước.

2. Dung dịch cobalt (II) clorua:

Hòa tan khoảng 65 g cobalt (II) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrochloric loãng, thêm dung dịch acid hydrochloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch cobalt (II) clorua đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch cobalt (II) clorua đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 5 ml dung dịch thử hydrogen peroxyd (nồng độ từ 2,5 % đến 3,5 % khối lượng/thể tích) và 15 ml dung dịch natri hydroxyd (khoảng 20% khối lượng/thể tích), đun sôi trong 10 phút, để nguội rồi thêm 2 g kali iodua và 20 ml dung dịch acid sulfuric loãng (khoảng 20% khối lượng/thể tích). Sau khi kết tủa đã hòa tan hết, chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 23,79 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch cobalt (II) clorua bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrochloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch cobalt (II) clorua chứa 59,5 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

3. Dung dịch sắt (III) clorua:

Hòa tan khoảng 55 g sắt (III) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrochloric loãng, thêm dung dịch acid hydrochloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch sắt (III) clorua đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch sắt (III) clorua đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 15 ml nước, 3 g kali iodua và 5 ml acid hydrochloric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích), để yên hỗn hợp trong 15 phút. Pha loãng với 100 ml nước và chuẩn độ lượng iodua giải phóng

được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 27,03 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch sắt (III) clorua bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrochloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch sắt (III) clorua chứa 45,0 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4. Dung dịch đồng (II) sulfat:

Hòa tan khoảng 65 g đồng (II) sulfat ngậm năm phân tử nước ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrochloric loãng, thêm dung dịch acid hydrochloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch đồng (II) sulfat đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch đồng (II) sulfat đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 40 ml nước, 4 ml acid acetic đặc (nồng độ không nhỏ hơn 99,7 % thể tích), 3 g kali iodua và 5 ml acid hydrochloric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích). Chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 24,97 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch đồng (II) sulfat bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrochloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch đồng (II) sulfat chứa 62,4 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Pha dung dịch đối chứng A:

Chuẩn bị dung dịch so màu từ dung dịch cobalt (II) clorua, dung dịch sắt (III) clorua, dung dịch đồng (II) sulfat và nước theo tỷ lệ 0,1 : 0,4 : 0,1 : 4,4 (phần thể tích).

Toluensulfonamid

Xác định theo TCVN 9052:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần hữu cơ* (mục 2.16)

CHÚ THÍCH: Quy trình này dành cho sắc ký khi dùng cột nhồi. Nếu không có sẵn cột nhồi cho sắc ký khí, có thể dùng cột mao quản cho sắc ký khí kiểu không phân dòng. Cần phải thiết lập điều kiện sắc ký, có thể tham khảo điều kiện sau:

- Cột Agilent DB-5 (30 m x 0,25mm x 0,25µm)
- Chương trình Gradient:

Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian giữ (phút)
0,0	180,0	1,0
10,0	260,0	5,0
20,0	300,0	2,0

Thời gian lưu của o-toluen sulfonamid, p-toluen sulfonamid và chuẩn nội n-tricosan lần lượt là khoảng 5; 6 và 9 phút.

Selen

Xác định theo TCVN 8900-5:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5 : Các phép thử giới hạn* (mục 2.8).

Chì

Xác định theo TCVN 8900-6:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa*; hoặc

- TCVN 8900-8:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit*.

6.3. Định lượng

Cân chính xác 0,5 g mẫu thử và chuyển định lượng sang bộ chiết bằng cách sử dụng 10 ml nước. Thêm 2 ml dung dịch acid hydrocloric 10 % (khối lượng/thể tích) và chiết saccharin đã kết tủa bằng 30 ml, sau đó với năm lần, mỗi lần 20 ml hỗn hợp gồm 9 phần thể tích cloroform và 1 phần thể tích ethanol. Lọc mỗi dịch chiết qua giấy lọc đã làm ẩm với hỗn hợp dung môi chiết. Gom dịch lọc và cho bay hơi trên bề mặt nước đến khô với dòng không khí chạy qua. Hòa tan phần còn lại trong 75 ml nước nóng, để nguội, thêm dung dịch phenolphthalein và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N.

Tính kết quả

Hàm lượng phần trăm (%) calci saccharin trong mẫu thử (X), tính theo công thức:

$$X = \frac{V \times 20,22}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch natri hydroxyd 0,1 N đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

20,22 là số miligam (mg) calci saccharin tương đương với 1 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N;

W là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam (mg) sang gam (g).



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-27:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM KALI SACCHARIN**

National technical regulation of Potassium saccharin

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-27:2020/BYT do Ban soạn thảo xây dựng Thông tư ban hành các quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm biên soạn, Cục An toàn thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Thông tư số 31 /2020/TT-BYT ngày 31 tháng 12 năm 2020.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM KALI SACCHARIN

National technical regulation of Potassium saccharin

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu quản lý và yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Kali saccharin.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân sản xuất, kinh doanh phụ gia thực phẩm Kali saccharin (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

- 3.1. Mã số C.A.S. (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.
- 3.2. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.3. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.4. TCVN: Tiêu chuẩn quốc gia.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Kali saccharin được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

5. Phương pháp thử được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này. Phương pháp thử khác được áp dụng trong trường hợp bảo đảm độ chính xác tương đương.

6. Lấy mẫu theo quy định của pháp luật hiện hành.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

7. Công bố hợp quy

Tổ chức, cá nhân phải thực hiện công bố hợp quy dựa trên phương thức tự công bố sản phẩm theo quy định tại Điều 4, Điều 5 Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02/02/2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm và Điều 3 Nghị định số 155/2018/NĐ-CP ngày 12/11/2018 của Chính phủ về sửa đổi, bổ sung một số quy định liên quan đến điều kiện đầu tư kinh doanh thuộc phạm vi quản lý nhà nước của Bộ Y tế.

8. Ghi nhãn

Việc ghi nhãn phụ gia thực phẩm Kali saccharin thực hiện theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14/4/2017 của Chính phủ về nhãn hàng hoá và các quy định của pháp luật có liên quan.

9. Kiểm tra đối với phụ gia thực phẩm Kali saccharin

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Kali saccharin thực hiện theo các quy định của pháp luật hiện hành.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

10. Tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm, đảm bảo sản phẩm đáp ứng với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này và các quy định của pháp luật hiện hành.

11. Tổ chức, cá nhân thực hiện công bố hợp quy theo quy định tại Điều 7 của Quy chuẩn này.

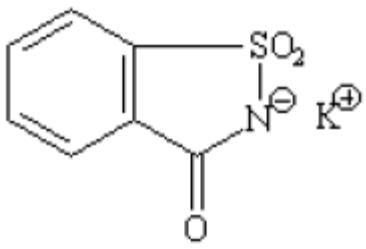
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

13. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

14. Trường hợp phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM KALI SACCHARIN

1. Tên khác, chỉ số	INS 954(iii) ADI: 0 - 5 mg/kg thể trọng đối với saccharin và các muối Ca, K, Na của nó
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Muối kali của 1,2-benzisothiazol-3(2H)-one-1,1-dioxid monohydrat, 3-oxo-2,3-dihydrobenzo[d]isothiazol-1,1-dioxid monohydrat, 2,3-dihydro-3-oxobenzisulfonazol monohydrat; kali o-benzosulfimid
<i>Mã số C.A.S.</i>	10332-51-1
<i>Công thức hóa học</i>	$C_7H_4KNO_3S \cdot H_2O$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	239,77
3. Cảm quan	Dạng tinh thể hoặc bột tinh thể trắng, không mùi hoặc có mùi thơm nhẹ.
4. Mã HS	2925.11.00
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Đễ tan trong nước, ít tan trong ethanol
<i>Khoảng nóng chảy</i>	226 °C – 230 °C
<i>Dẫn xuất hóa tạo acid salicylic</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Dẫn xuất hóa tạo hợp chất có huỳnh quang</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Thử kali</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hao hụt khối lượng sau khi sấy</i>	Không vượt quá 8 % (120 °C trong 4 h)
<i>Độ acid và độ kiềm</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Acid benzoic và acid salicylic</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử

<i>Các hợp chất dễ bị carbon hóa</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Toluensulfonamid</i>	Không vượt quá 25 mg/kg
<i>Selen</i>	Không vượt quá 30 mg/kg
<i>Chì</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
<i>5.3. Hàm lượng kali saccharin</i>	Không thấp hơn 99 % và không vượt quá 101 % tính theo chế phẩm đã sấy khô.

6. Phương pháp thử

6.1 Định tính

Độ tan Xác định theo TCVN 6469:2010, *Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý* (mục 3.7).

Khoảng nóng chảy Thêm 1 ml dung dịch acid hydroclorhydric đặc vào 10 ml dung dịch mẫu thử 1 : 10 (thể tích). Kết tủa tinh thể của saccharin được hình thành. Rửa kỹ kết tủa bằng nước lạnh và làm khô ở 105 °C trong 2 h.

Xác định khoảng nóng chảy của saccharin theo TCVN 6469:2010, *Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý* (mục 3.2).

Dẫn xuất hóa tạo acid salicylic Hòa tan 0,1 g mẫu thử trong 5 ml natri hydroxyd 5 %. Cho bay hơi đến khô và nung nhẹ cẩn trên ngọn lửa nhỏ đến khi không còn mùi amoniac thoát ra. Sau khi để nguội, hòa tan cẩn trong 20 ml nước, trung hòa dung dịch bằng dung dịch acid hydrocloric 10% (khối lượng/thể tích) và lọc.

Thêm 1 giọt dung dịch sắt (III) clorid ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 9% (khối lượng/thể tích) vào dịch lọc, dung dịch có màu tím.

Dẫn xuất hóa tạo hợp chất có huỳnh quang Trộn 20 mg mẫu thử với 40 mg resorcinol, thêm 10 giọt acid sulfuric đặc, đun hỗn hợp trong bể chất lỏng tại 200 °C trong 3 phút, sau khi làm mát, thêm 10 ml nước và lượng dư dung dịch natri hydroxyd (4,3 g natri hydroxyd trong 100 ml nước). Dung dịch này có huỳnh quang xanh lục.

Thử kali Xác định theo TCVN 6534:2010, *Phụ gia thực phẩm – Phép thử nhận biết* (mục 4.1.9).

Tiến hành thử với cặn thu được khi đốt 2 g mẫu thử.

6.2 Độ tinh khiết

Hao hụt khối lượng sau khi sấy Xác định theo TCVN 8900-2:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần vô cơ - Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit* (mục 5.1), thực hiện ở 120 °C trong 4 h.

Độ acid và độ kiềm

Hòa tan 1 g mẫu thử trong 10 ml nước mới đun sôi và làm lạnh. Thêm một giọt dung dịch phenolphthalein (hòa tan 0,2 g phenolphthalein trong 60 ml ethanol 90% và thêm nước đến 100ml). Dung dịch không xuất hiện màu hồng. Thêm một giọt dung dịch natri hydroxyd 0,1 N. Dung dịch mẫu thử xuất hiện màu hồng.

Acid benzoic và acid salicylic

Thêm 3 giọt dung dịch sắt (III) clorid ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 9% (khối lượng/thể tích) vào 10 ml dung dịch mẫu thử 1:20 (thể tích) (trước đó đã acid hóa bằng 5 giọt dung dịch acid acetic). Dung dịch không được có kết tủa hoặc màu tím xuất hiện.

Các hợp chất dễ bị carbon hóa

Hòa tan 0,2 g mẫu trong 5 ml dung dịch acid sulfuric nồng độ từ 94,5 % đến 95,5 % (khối lượng/thể tích). Giữ ở nhiệt độ 48 °C - 50 °C trong 10 phút. Màu của dung dịch không được đậm hơn màu vàng nâu nhạt của dung dịch đối chứng A (Matching Fluid A).

Dung dịch đối chứng A:**Thuốc thử**

1. Dung dịch acid hydrochloric loãng:

Pha loãng 25 ml acid hydrochloric đặc (nồng độ từ 36,5% đến 38 % khối lượng/thể tích) trong 975 ml nước.

2. Dung dịch cobalt (II) clorua:

Hòa tan khoảng 65 g cobalt (II) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrochloric loãng, thêm dung dịch acid hydrochloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch cobalt (II) clorua đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch cobalt (II) clorua đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 5 ml dung dịch thử hydrogen peroxyd (nồng độ từ 2,5 % đến 3,5 % khối lượng/thể tích) và 15 ml dung dịch natri hydroxyd (khoảng 20% khối lượng/thể tích), đun sôi trong 10 phút, để nguội rồi thêm 2 g kali iodua và 20 ml dung dịch acid sulfuric loãng (khoảng 20% khối lượng/thể tích). Sau khi kết tủa đã hòa tan hết, chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 23,79 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch cobalt (II) clorua bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrochloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch cobalt (II) clorua chứa 59,5 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

3. Dung dịch sắt (III) clorua:

Hòa tan khoảng 55 g sắt (III) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrochloric loãng, thêm dung dịch acid hydrochloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch sắt (III) clorua đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch sắt (III) clorua đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 15 ml nước, 3 g kali iodua và 5 ml acid hydrochloric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích), để yên hỗn hợp trong 15 phút. Pha loãng với 100 ml nước và chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 27,03 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch sắt (III) clorua bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrochloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch sắt (III) clorua chứa 45,0 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4. Dung dịch đồng (II) sulfat:

Hòa tan khoảng 65 g đồng (II) sulfat ngậm năm phân tử nước ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrochloric loãng, thêm dung dịch acid hydrochloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch đồng (II) sulfat đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch đồng (II) sulfat đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 40 ml nước, 4 ml acid acetic đặc (nồng độ không nhỏ hơn 99,7 % thể tích), 3 g kali iodua và 5 ml acid hydrochloric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích). Chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 24,97 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch đồng (II) sulfat bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrochloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch đồng (II) sulfat chứa 62,4 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Pha dung dịch đối chứng A

Chuẩn bị dung dịch so màu từ dung dịch cobalt (II) clorua, dung dịch sắt (III) clorua, dung dịch đồng (II) sulfat và nước theo tỷ lệ 0,1 : 0,4 : 0,1 : 4,4 (phần thể

tích).

Toluensulfonamid

Xác định theo TCVN 9052:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần hữu cơ* (mục 2.16)

CHÚ THÍCH: Quy trình này dành cho sắc ký khi dùng cột nhồi. Nếu không có sẵn cột nhồi cho sắc ký khí, có thể dùng cột mao quản cho sắc ký khí kiểu không phân dòng. Cần phải thiết lập điều kiện sắc ký, có thể tham khảo điều kiện sau:

- Cột Agilent DB-5 (30 m x 0,25mm x 0,25µm)
- Chương trình Gradient:

Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian giữ (phút)
0,0	180,0	1,0
10,0	260,0	5,0
20,0	300,0	2,0

Thời gian lưu của o-toluen sulfonamid, p-toluen sulfonamid và chuẩn nội n-tricosan lần lượt là khoảng 5; 6 và 9 phút

Selen

Xác định theo TCVN 8900-5:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5 : Các phép thử giới hạn* (mục 2.8)

Chì

Xác định theo TCVN 8900-6:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa*; hoặc

TCVN 8900-8:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit*

6.3 Định lượng

Cân chính xác 0,3 g mẫu thử đã sấy khô, hòa tan trong 20 ml dung dịch acid acetic băng. Thêm 2 giọt dung dịch tím tinh thể 1 % trong acid acetic băng làm chất chỉ thị và chuẩn độ bằng acid perchloric 0,1 N. Kết thúc chuẩn độ khi màu của dung dịch chuyển từ màu tím sang màu xanh lá cây qua màu xanh nhạt. Tiến hành song song màu trắng và hiệu chỉnh nếu cần thiết.

Hàm lượng phần trăm (%) kali saccharin trong mẫu thử (X), tính theo công thức:

$$X = \frac{V \times 22,18}{W \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch acid perchloric 0,1 N đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

22,18 là số miligam (mg) kali saccharin tương đương với 1 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N;

W là khối lượng mẫu thử đã sấy khô, tính bằng gam (g);

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam (mg) sang gam (g).



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-28:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM NATRI SACCHARIN**

National technical regulation of Sodium saccharin

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-28:2020/BYT do Ban soạn thảo xây dựng Thông tư ban hành các quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm biên soạn, Cục An toàn thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Thông tư số 31 /2020/TT-BYT ngày 31 tháng 12 năm 2020.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM NATRI SACCHARIN

National technical regulation of Sodium saccharin

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu quản lý và yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Natri saccharin.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân sản xuất, kinh doanh phụ gia thực phẩm Natri saccharin (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

- 3.1. Mã số C.A.S. (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.
- 3.2. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.3. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.4. TCVN: Tiêu chuẩn quốc gia.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Natri saccharin được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

5. Phương pháp thử được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này. Phương pháp thử khác được áp dụng trong trường hợp bảo đảm độ chính xác tương đương.

6. Lấy mẫu theo quy định của pháp luật hiện hành.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

7. Công bố hợp quy

Tổ chức, cá nhân phải thực hiện công bố hợp quy dựa trên phương thức tự công bố sản phẩm theo quy định tại Điều 4, Điều 5 số Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02/02/2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm và Điều 3 Nghị định số 155/2018/NĐ-CP ngày 12/11/2018 của Chính phủ về sửa đổi, bổ sung một số quy định liên quan đến điều kiện đầu tư kinh doanh thuộc phạm vi quản lý nhà nước của Bộ Y tế

8. Ghi nhãn

Việc ghi nhãn phụ gia thực phẩm Natri saccharin thực hiện theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14/4/2017 của Chính phủ về nhãn hàng hoá và các quy định của pháp luật có liên quan.

9. Kiểm tra đối với phụ gia thực phẩm Natri saccharin

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Natri saccharin thực hiện theo các quy định của pháp luật hiện hành.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

10. Tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm, đảm bảo sản phẩm đáp ứng với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này và các quy định của pháp luật hiện hành.

11. Tổ chức, cá nhân thực hiện công bố hợp quy theo quy định tại Điều 7 của Quy chuẩn này.

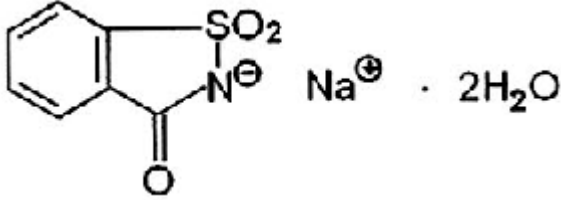
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

13. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

14. Trường hợp phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM NATRI SACCHARIN

1. Tên khác, chỉ số	Soluble saccharin INS 954(iv) ADI: 0-5 mg/kg thể trọng đối với saccharin và các muối Ca, K, Na của nó
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Muối natri dihydrat of 1,2-Benzisothiazolin-3(2H)-one-1,1-dioxid, 3-oxo-2,3-dihydrobenzo[d]isothiazole-1,1-dioxid; natri obenzosulfimid.
<i>Mã số C.A.S.</i>	128-44-9
<i>Công thức hóa học</i>	$C_7H_4NNaO_3S \cdot 2H_2O$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	241,19
3. Cảm quan	Dạng tinh thể hoặc bột tinh thể trắng, không mùi hoặc có mùi thơm nhẹ
4. Mã HS	2925.11.00
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Đễ tan trong nước, ít tan trong ethanol.
<i>Khoảng nóng chảy</i>	226 °C đến 230 °C
<i>Dẫn xuất hóa tạo acid salicylic</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Dẫn xuất hóa tạo hợp chất có huỳnh quang</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Thử natri</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hao hụt khối lượng sau khi sấy</i>	Không vượt quá 15 % (120 °C trong 4 h)
<i>Độ acid và độ kiềm</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Acid benzoic và acid salicylic</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Các hợp chất dễ bị carbon hóa</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử

<i>Toluensulfonamid</i>	Không vượt quá 25 mg/kg
<i>Selen</i>	Không vượt quá 30 mg/kg
<i>Chi</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. Hàm lượng natri saccharin	Không thấp hơn 99 % và không vượt quá 101 % tính theo chế phẩm đã sấy khô

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Độ tan Xác định theo TCVN 6469:2010, *Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý* (mục 3.7).

Khoảng nóng chảy Thêm 1 ml dung dịch acid hydrocloric đặc vào 10 ml dung dịch mẫu thử 1 : 10 (thể tích). Kết tủa tinh thể của saccharin được hình thành. Rửa kỹ kết tủa bằng nước lạnh và làm khô ở 105 °C trong 2 h.

Xác định khoảng nóng chảy của saccharin theo TCVN 6469:2010, *Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý* (mục 3.2).

Dẫn xuất hóa tạo acid salicylic Hòa tan 0,1 g mẫu thử trong 5 ml natri hydroxyd 5 %. Cho bay hơi đến khô và nung nhẹ cần trên ngọn lửa nhỏ đến khi không còn mùi amoniac thoát ra. Sau khi để nguội, hòa tan cần trong 20 ml nước, trung hòa dung dịch bằng dung dịch acid hydrocloric 10% (khối lượng/thể tích) và lọc.

Thêm 1 giọt dung dịch sắt (III) clorid ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 9% (khối lượng/thể tích) vào dịch lọc, dung dịch có màu tím.

Dẫn xuất hóa tạo hợp chất có huỳnh quang Trộn 20 mg mẫu thử với 40 mg resorcinol, thêm 10 giọt acid sulfuric đặc, đun hỗn hợp trong bể chất lỏng tại 200 °C trong 3 phút, sau khi làm mát, thêm 10 ml nước và lượng dư dung dịch natri hydroxyd (4,3 g natri hydroxyd trong 100 ml nước). Dung dịch này có huỳnh quang xanh lục.

Thử natri Xác định theo TCVN 6534:2010, *Phụ gia thực phẩm – Phép thử nhận biết* (mục 4.1.10).

6.2. Độ tinh khiết

Hao hụt khối lượng sau khi sấy Xác định theo TCVN 8900-2:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần vô cơ - Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit* (mục 5.1), thực hiện ở 120 °C trong 4 h.

Độ acid và độ kiềm

Hòa tan 1 g mẫu thử trong 10 ml nước mới đun sôi và làm lạnh. Thêm một giọt dung dịch phenolphthalein (hòa tan 0,2 g phenolphthalein trong 60 ml ethanol 90% và thêm nước đến 100ml). Dung dịch không xuất hiện màu hồng. Thêm một giọt dung dịch natri hydroxyd 0,1 N. Dung dịch mẫu thử xuất hiện màu hồng.

Acid benzoic và acid salicylic

Thêm từng giọt dung dịch sắt (III) clorid ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 9% (khối lượng/thể tích) vào 10 ml dung dịch mẫu thử nóng, đã bão hòa. Dung dịch không được có màu tím hoặc xuất hiện kết tủa.

Các hợp chất dễ bị carbon hóa

Hòa tan 0,2 g mẫu trong 5 ml dung dịch acid sulfuric nồng độ từ 94,5 % đến 95,5 % (khối lượng/thể tích). Giữ ở nhiệt độ 48 °C - 50 °C trong 10 phút. Màu của dung dịch không được đậm hơn màu vàng nâu nhạt của dung dịch đối chứng A (Matching Fluid A).

Dung dịch đối chứng A:**Thuốc thử****1. Dung dịch acid hydrochloric loãng:**

Pha loãng 25 ml acid hydrochloric đặc (nồng độ từ 36,5% đến 38 % khối lượng/thể tích) trong 975 ml nước.

2. Dung dịch cobalt (II) clorua:

Hòa tan khoảng 65 g cobalt (II) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrochloric loãng, thêm dung dịch acid hydrochloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch cobalt (II) clorua đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch cobalt (II) clorua đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 5 ml dung dịch thử hydrogen peroxyd (nồng độ từ 2,5 % đến 3,5 % khối lượng/thể tích) và 15 ml dung dịch natri hydroxyd (khoảng 20% khối lượng/thể tích), đun sôi trong 10 phút, để nguội rồi thêm 2 g kali iodua và 20 ml dung dịch acid sulfuric loãng (khoảng 20% khối lượng/thể tích). Sau khi kết tủa đã hòa tan hết, chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 23,79 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch cobalt (II) clorua bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch

acid hydrocloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch cobalt (II) clorua chứa 59,5 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

3. Dung dịch sắt (III) clorua:

Hòa tan khoảng 55 g sắt (III) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrocloric loãng, thêm dung dịch acid hydrocloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch sắt (III) clorua đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch sắt (III) clorua đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 15 ml nước, 3 g kali iodua và 5 ml acid hydrocloric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích), để yên hỗn hợp trong 15 phút. Pha loãng với 100 ml nước và chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 27,03 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch sắt (III) clorua bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrocloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch sắt (III) clorua chứa 45,0 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4. Dung dịch đồng (II) sulfat:

Hòa tan khoảng 65 g đồng (II) sulfat ngậm năm phân tử nước ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrocloric loãng, thêm dung dịch acid hydrocloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch đồng (II) sulfat đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch đồng (II) sulfat đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 40 ml nước, 4 ml acid acetic đặc (nồng độ không nhỏ hơn 99,7 % thể tích), 3 g kali iodua và 5 ml acid hydrocloric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích). Chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 24,97 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch đồng (II) sulfat bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrocloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch

đồng (II) sulfat chứa 62,4 CuSO₄.5H₂O.

Pha dung dịch đối chứng A

Chuẩn bị dung dịch so màu từ dung dịch cobalt (II) clorua, dung dịch sắt (III) clorua, dung dịch đồng (II) sulfat và nước theo tỷ lệ 0,1 : 0,4 : 0,1 : 4,4 (phần thể tích).

Toluensulfonamid

Xác định theo TCVN 9052:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần hữu cơ* (mục 2.16)

CHÚ THÍCH: Quy trình này dành cho sắc ký khi dùng cột nhồi. Nếu không có sẵn cột nhồi cho sắc ký khí, có thể dùng cột mao quản cho sắc ký khí kiểu không phân dòng. Cần phải thiết lập điều kiện sắc ký, có thể tham khảo điều kiện sau:

- Cột Agilent DB-5 (30 m x 0,25mm x 0,25µm)
- Chương trình Gradient

Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian giữ (phút)
0,0	180,0	1,0
10,0	260,0	5,0
20,0	300,0	2,0

Thời gian lưu của o-toluen sulfonamid, p-toluen sulfonamid và chuẩn nội n-tricosan lần lượt là khoảng 5; 6 và 9 phút.

Selen

Xác định theo TCVN 8900-5:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5 : Các phép thử giới hạn* (mục 2.8).

Chi

Xác định theo TCVN 8900-6:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa*; hoặc

TCVN 8900-8:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit*.

6.3 Định lượng

Cân chính xác 0,3 g mẫu thử đã sấy khô, hòa tan trong 20 ml dung dịch acid acetic băng. Thêm 2 giọt dung dịch tím tinh thể 1 % trong acid acetic băng làm chất chỉ thị và chuẩn độ bằng acid percloric 0,1 N. Kết thúc chuẩn độ khi màu của dung dịch chuyển từ màu tím sang màu xanh lá cây qua màu xanh nhạt. Tiến hành song song màu trắng và hiệu chỉnh nếu cần thiết.

Hàm lượng phần trăm (%) natri saccharin trong mẫu thử (X), tính theo công thức:

$$X = \frac{V \times 20,52}{W \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch acid perchloric 0,1 N đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

20,52 là số miligam (mg) natri saccharin tương đương với 1 ml dung dịch acid perchloric 0,1 N;

W là khối lượng mẫu thử đã sấy khô, tính bằng gam (g);

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam (mg) sang gam (g).



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-29:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM SUCRALOSE**

National technical regulation of Sucralose

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-29:2020/BYT do Ban soạn thảo xây dựng Thông tư ban hành các quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm biên soạn, Cục An toàn thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Thông tư số 31 /2020/TT-BYT ngày 31 tháng 12 năm 2020.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM SUCRALOSE

National technical regulation of Sucralose

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu quản lý và yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Sucralose.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân sản xuất, kinh doanh phụ gia thực phẩm Sucralose (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

- 3.1. Mã số C.A.S. (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.
- 3.2. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.3. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.4. TCVN: Tiêu chuẩn quốc gia.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Sucralose được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

5. Phương pháp thử được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này. Phương pháp thử khác được áp dụng trong trường hợp bảo đảm độ chính xác tương đương.

6. Lấy mẫu theo quy định của pháp luật hiện hành.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

7. Công bố hợp quy

Tổ chức, cá nhân phải thực hiện công bố hợp quy dựa trên phương thức tự công bố sản phẩm theo quy định tại Điều 4, Điều 5 Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02/02/2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm và Điều 3 Nghị định số 155/2018/NĐ-CP ngày 12/11/2018 của Chính phủ về sửa đổi, bổ sung một số quy định liên quan đến điều kiện đầu tư kinh doanh thuộc phạm vi quản lý nhà nước của Bộ Y tế.

8. Ghi nhãn

Việc ghi nhãn phụ gia thực phẩm Sucralose thực hiện theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14/4/2017 của Chính phủ về nhãn hàng hoá và các quy định của pháp luật có liên quan.

9. Kiểm tra đối với phụ gia thực phẩm Sucralose

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Sucralose thực hiện theo các quy định của pháp luật hiện hành.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

10. Tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm, đảm bảo sản phẩm đáp ứng với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này và các quy định của pháp luật hiện hành.

11. Tổ chức, cá nhân thực hiện công bố hợp quy theo quy định tại Điều 7 của Quy chuẩn này.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

13. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

14. Trường hợp phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM SUCRALOSE

1. Tên khác, chỉ số 4,1',6'-trichlorogalactosucrose
 INS 955
 ADI: 0 - 15 mg/kg thể trọng

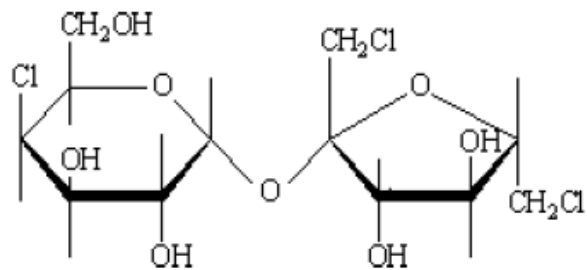
2. Định nghĩa

Tên hóa học 1,6-Dichloro-1,6-dideoxy-β-D-fructofuranosyl-4-chloro-4-deoxy-α-D-galactopyranoside

Mã số C.A.S. 56038-13-2

Công thức hóa học C₁₂H₁₉Cl₃O₈

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 397,64

3. Cảm quan Dạng bột tinh thể không mùi, màu trắng đến trắng ngà

4. Mã HS 2940.00.00

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Dễ tan trong nước, methanol và ethanol, rất ít tan trong ethyl acetat

Sự hấp thụ hồng ngoại Đạt yêu cầu theo phương pháp thử

Sắc ký lớp mỏng Đạt yêu cầu theo phương pháp thử

5.2. Độ tinh khiết

Hàm lượng nước Không vượt quá 2,0 % (phương pháp chuẩn độ Karl Fischer)

Góc quay cực riêng [α]₂₀, D: từ +84,0° đến +87,5° (dung dịch 10% khối lượng/thể tích)

Tro sunfat Không vượt quá 0,7 %

Các disaccharid được clo hóa khác Đạt yêu cầu theo phương pháp thử

Các monosaccharid được Đạt yêu cầu theo phương pháp thử

clo hóa

<i>Triphenylphosphin oxid</i>	Không vượt quá 150 mg/kg
<i>Methanol</i>	Không vượt quá 0,1%
<i>Chi</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. <i>Hàm lượng sucralose</i>	Không thấp hơn 98 % và không vượt quá 102% tính theo chế phẩm khan

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

<i>Độ tan</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.7).
<i>Sự hấp thụ hồng ngoại</i>	Phổ hồng ngoại của mẫu phân tán trong kali bromid tương ứng với phổ hồng ngoại đối chiếu tại mục 6.3.
<i>Sắc ký lớp mỏng</i>	Vết chính trong sắc ký lớp mỏng của dung dịch thử có cùng giá trị R_f như vết chính của dung dịch chuẩn A thu được trong thử nghiệm theo mô tả tại phương pháp thử đối với chỉ tiêu các <i>disaccharid</i> được clo hóa khác.

6.2. Định lượng

<i>Hàm lượng nước</i>	Xác định theo TCVN 8900-1:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 1: Hàm lượng nước (Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer)</i> .
<i>Góc quay cực riêng</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.6).
<i>Tro sulfat</i>	Xác định theo TCVN 8900-2:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit</i> (mục 5.3.3).
<i>Chi</i>	Xác định theo TCVN 8900-6:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa</i> ; hoặc TCVN 8900-8:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit</i> .
<i>Các disaccharid được clo hóa khác</i>	<u>Tấm TLC:</u> Sử dụng các tấm sắc ký lớp mỏng pha đảo được phủ 0,20 mm lớp chất hấp thụ gel silica (ví dụ: Whatman LKC18).

Pha đông:

Trộn 7 thể tích dung dịch natri clorid 5,0 % (khối lượng/thể tích) với 3 thể tích acetonitril.

Thuốc thử phun:

Sử dụng dung dịch 15 % (thể tích/thể tích) acid sulfuric đậm đặc trong methanol.

Dung dịch chuẩn:

Hòa tan 1,0 g sucralose chuẩn tham chiếu trong 10 ml methanol (Dung dịch A). Pha loãng 0,5 ml Dung dịch A với methanol đến 100 ml (Dung dịch B).

Dung dịch thử nghiệm:

Hòa tan 1,0 g mẫu trong 10 ml methanol

Tiến hành:

Chấm 5 μ l từng dung dịch A, dung dịch B và dung dịch thử nghiệm vào đáy tấm sắc ký. Đặt tấm sắc ký vào buồng sắc ký thích hợp chứa pha động vừa mới được chuẩn bị và để dung môi khai triển đến 15 cm. Lấy tấm sắc ký ra khỏi buồng, để khô và phun thuốc thử phun. Làm nóng tấm sắc ký trong tủ ở 125 °C trong 10 phút. Vết chính trong dung dịch thử có cùng giá trị R_f như vết chính của dung dịch A và không có vị trí nào khác trong dung dịch thử nghiệm đậm hơn vị trí 0,5 % của dung dịch B.

Các monosaccharid được clo hóa

Tấm TLC:

Sử dụng tấm sắc ký lớp mỏng có độ dày 0,25 mm (Merck-silica gel 60 hoặc tương đương).

Thuốc thử phun:

Hòa tan 1,23 g p-anisidin và 1,66 g acid phthalic trong 100 ml methanol.

Bảo quản dung dịch ở nơi tối và để trong tủ lạnh để tránh mất màu. Không sử dụng nếu dung dịch đã bị mất màu.

Lưu ý: p-anisidin gây độc khi hấp thụ qua da và đường hô hấp nên cần được sử dụng thận trọng.

Dung dịch chuẩn A:

Hòa tan 10,0 g manitol (cân chính xác đến 0,001 g) trong nước đựng trong bình định mức 100 ml và pha loãng đến vạch bằng nước.

Dung dịch chuẩn B:

Hòa tan 10 g manitol và 40 mg fructose (loại phân tích) trong 25 ml nước trong bình định mức 100 ml và thêm nước đến vạch.

Dung dịch mẫu:

Hòa tan 2,5 g mẫu trong 5 ml methanol trong bình định mức 10 ml và thêm methanol đến vạch.

Tiến hành:

Chấm 5 μ l từng dung dịch A và dung dịch B vào tấm TLC, chấm từ từ mỗi lần 1 μ l và để khô giữa các lần chấm.

Chấm 5 µl dung dịch mẫu vào TLC theo cách thức tương tự. Ba điểm nên có kích thước tương tự nhau. Phun thuốc thử phun lên tấm sắc ký và sấy ở 100 °C ± 2 °C trong 15 phút. Ngay sau khi sấy, quan sát tấm TLC này trên nền tối. Vết sắc ký từ dung dịch mẫu không đậm màu hơn vết tạo thành từ dung dịch B (tương đương với giới hạn 0,1 % tổng số monosaccharid được clo hóa tối đa).

(Nếu vết manitol từ dung dịch chuẩn A bị sẫm màu chứng tỏ tấm sắc ký lớp mỏng bị để quá lâu trong tủ sấy và cần thực hiện lại với tấm sắc ký lớp mỏng thứ hai).

Triphenylphosphin oxid

Hệ thống sắc ký:

Sử dụng hệ thống sắc ký lỏng hiệu năng cao, vận hành tại nhiệt độ phòng, với bơm cao áp và buồng chứa cột pha đảo C18 Rad Pak (10 cm x 8 mm). Pha động được duy trì ở áp suất và tốc độ dòng (thường là 1,5 ml/phút) để thu được thời gian rửa giải yêu cầu. Máy sắc ký được trang bị đầu dò UV (220 nm).

Pha động:

Thêm 67 thể tích acetonitril (loại HPLC, UV, được lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương) với 33 thể tích nước (đã được cất bằng dụng cụ thủy tinh và được lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương). Trộn và khử khí hoàn toàn.

Dung dịch chuẩn:

Cân chính xác 100 mg triphenylphosphin oxid cho vào bình định mức 10 ml. Hòa tan và định mức đến vạch bằng pha động. Lấy 1,0 ml dung dịch thu được và thêm pha động để thu được 100 ml. Từ dung dịch này, chuẩn bị dung dịch pha loãng thêm 100 lần với pha động và sử dụng làm dung dịch chuẩn. Lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương.

Dung dịch thử:

Cân chính xác khoảng 100 mg mẫu vào bình định mức 10 ml. Hòa tan và định mức đến vạch bằng pha động. Lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương. Ghi lại khối lượng của mẫu là W_t (mg).

Tiến hành:

Bơm lặp lại các lượng 25 µl dung dịch thử và dung dịch chuẩn vào máy sắc ký. Theo các điều kiện nêu trên với thời gian lưu của triphenylphosphin oxid là 6 phút. Ghi lại diện tích pic trung bình đối với dung dịch chuẩn và dung dịch thử tương ứng là A_s và A_t . Tính nồng độ triphenylphosphin oxid (TPPO) trong mẫu từ công thức sau:

$$\text{TPPO mg/kg} = A_t/A_s \times 1000/W_t$$

Methanol

Thiết bị:

Sử dụng thiết bị sắc ký khí thích hợp được trang bị detector

hydrogen ion hóa ngọn lửa với cột nhồi bằng thủy tinh kích thước 2,1 m x 4,0 mm (đường kính trong) chứa hạt porapak PS 80-100 mesh hoặc vật liệu tương đương.

Điều kiện vận hành:

Các điều kiện hoạt động có thể thay đổi tùy thuộc vào thiết bị cụ thể được sử dụng nhưng sắc ký đồ phù hợp có thể thu được bằng cách sử dụng các điều kiện sau:

- Nhiệt độ cột: 150 °C (đẳng nhiệt)
- Nhiệt độ đầu vào: 200 °C
- Nhiệt độ detector: 250 °C
- Khí mang Nitơ: 20 ml/phút

Dung dịch chuẩn:

Sử dụng pipet chuyển 2,0 ml methanol vào bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng pyridin và trộn. Chuyển 1,0 ml dung dịch này vào bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng pyridin và trộn.

Dung dịch mẫu:

Cân chính xác khoảng 2 g mẫu cho vào bình định mức 10 ml và pha loãng bằng pyridin đến vạch và trộn.

Quy trình:

Bơm 1µl dung dịch chuẩn vào cột sắc ký khí, thu lấy sắc ký đồ và đo diện tích của pic được tạo ra. Độ lệch chuẩn tương đối khi bơm lặp lại không lớn hơn 2,0 %. Tính diện tích pic trung bình của dung dịch chuẩn. Tương tự, bơm 1 µl dung dịch mẫu vào máy sắc ký và đo diện tích các pic được tạo bởi methanol. Tính diện tích pic trung bình và xác định nồng độ methanol sử dụng công thức sau:

$$\% \text{Methanol} = \frac{S_A \times C_S \times V_S}{A_S \times W_S}$$

Trong đó:

S_A là diện tích pic của dung dịch mẫu

C_S là nồng độ methanol trong tiêu chuẩn tính bằng phần trăm (thể tích của methanol x hệ số pha loãng x Mật độ của dung môi bằng $2 \times 10^{-4} \times 0,79 \times 100$)

V_S là thể tích của dung dịch mẫu

A_S là diện tích pic của dung dịch chuẩn

W_S là khối lượng của mẫu

CHÚ THÍCH: Quy trình này dành cho sắc ký khi dùng cột nhồi. Nếu không có sẵn cột nhồi cho sắc ký khí, có thể dùng cột mao quản cho sắc ký khí kiểu không phân dòng. Cần phải thiết lập điều kiện sắc ký phù hợp.

6.3. Định lượng

Hệ thống sắc ký:

Sử dụng thiết bị sắc ký lỏng hiệu năng cao, hoạt động ở nhiệt độ phòng, bơm cao áp với cột pha đảo loại C18 (10 cm, 5 µm). Pha động được duy trì ở áp suất và tốc độ dòng (thường là 1,5 ml /phút) để cho thời gian rửa giải cần thiết

(xem Kiểm tra sự phù hợp của hệ thống). Sử dụng detector UV tại bước sóng hấp thụ 190 nm hoặc detector chỉ số khúc xạ.

Pha động:

Cho 150 ml acetonitril (loại dùng cho HPLC được lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương) với 850 ml nước (được cất bằng dụng cụ thủy tinh, đã lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương). Trộn và khử khí kỹ.

Dung dịch chuẩn:

Cân chính xác khoảng 250 mg chất chuẩn sucralose vào bình định mức 25 ml. Hòa tan và định mức đến vạch bằng pha động. Lọc dung dịch qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương. Ghi lại khối lượng của chất chuẩn là W_S .

Dung dịch thử:

Cân chính xác khoảng 250 mg mẫu vào bình định mức 25 ml. Hòa tan và định mức đến vạch bằng pha động. Lọc dung dịch qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương. Ghi lại khối lượng của mẫu là W_t .

Kiểm tra sự phù hợp của hệ thống:

Bơm lặp lại 20 µl dung dịch chuẩn vào máy sắc ký. Thời gian lưu của sucralose khoảng 9 phút.

CHÚ THÍCH: Thời gian lưu này là thích hợp cho cột kích thước 10 cm, 5 µm Rad-Pak C18. Nếu một cột có kiểu dáng hoặc độ dài khác được sử dụng, thì cần điều chỉnh tỷ lệ acetonitril trong dịch rửa giải để thu được thời gian lưu yêu cầu). Hệ số biến thiên (100 x độ lệch chuẩn chia cho diện tích pic trung bình) đối với diện tích pic không được vượt quá 2 %.

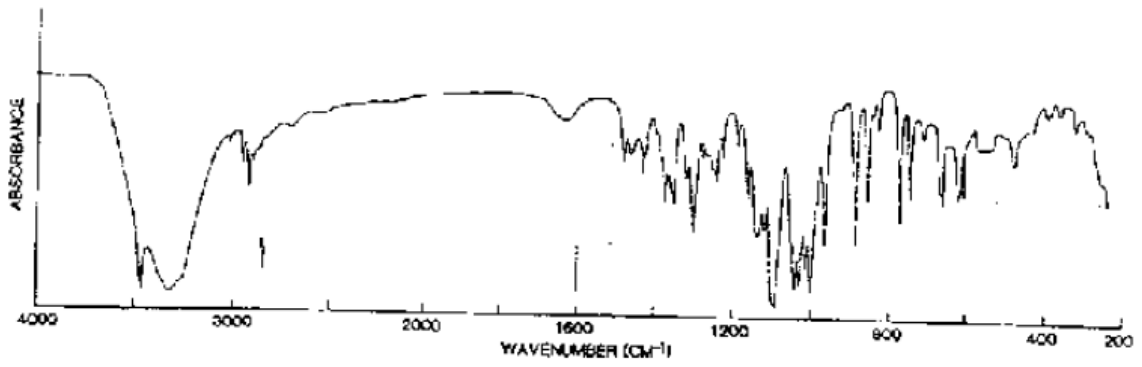
Quy trình:

Phân tích dung dịch thử trong các điều kiện nêu trên, thực hiện bơm lặp lại các lượng 20 µl và tính diện tích pic trung bình. Tính phần trăm độ tinh khiết từ các diện tích pic tương đối của dung dịch thử nghiệm (A_t) và dung dịch chuẩn (A_S) theo công thức sau:

$$\% \text{ độ tinh khiết} = \frac{A_t \times W_S}{A_S \times W_t}$$

Tính phần trăm độ tinh khiết theo chế phẩm không chứa nước và methanol sử dụng các giá trị hàm lượng nước và methanol đã được xác định trong các phép thử trên để tính toán.

6.4. Phổ hồng ngoại của Sucralose





CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-30:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM ALITAM**

National technical regulation of Alitame

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-30:2020/BYT do Ban soạn thảo xây dựng Thông tư ban hành các quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm biên soạn, Cục An toàn thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Thông tư số 31 /2020/TT-BYT ngày 31 tháng 12 năm 2020.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM ALITAM

National technical regulation of Alitame

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu quản lý và yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Alitam.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân sản xuất, kinh doanh phụ gia thực phẩm Alitam (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

- 3.1. Mã số C.A.S. (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.
- 3.2. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.3. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.4. TCVN: Tiêu chuẩn quốc gia.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Alitam được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

5. Phương pháp thử được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này. Phương pháp thử khác được áp dụng trong trường hợp bảo đảm độ chính xác tương đương.

6. Lấy mẫu theo quy định của pháp luật hiện hành.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

7. Công bố hợp quy

Tổ chức, cá nhân phải thực hiện công bố hợp quy dựa trên phương thức tự công bố sản phẩm theo quy định tại Điều 4, Điều 5 Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02/02/2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm và Điều 3 Nghị định số 155/2018/NĐ-CP ngày 12/11/2018 của Chính phủ về sửa đổi, bổ sung một số quy định liên quan đến điều kiện đầu tư kinh doanh thuộc phạm vi quản lý nhà nước của Bộ Y tế.

8. Ghi nhãn

Việc ghi nhãn phụ gia thực phẩm Alitam thực hiện theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14/4/2017 của Chính phủ về nhãn hàng hoá và các quy định của pháp luật có liên quan.

9. Kiểm tra đối với phụ gia thực phẩm Alitam

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Alitam thực hiện theo các quy định của pháp luật hiện hành.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

10. Tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm, đảm bảo sản phẩm đáp ứng với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này và các quy định của pháp luật hiện hành.

11. Tổ chức, cá nhân thực hiện công bố hợp quy theo quy định tại Điều 7 của Quy chuẩn này.

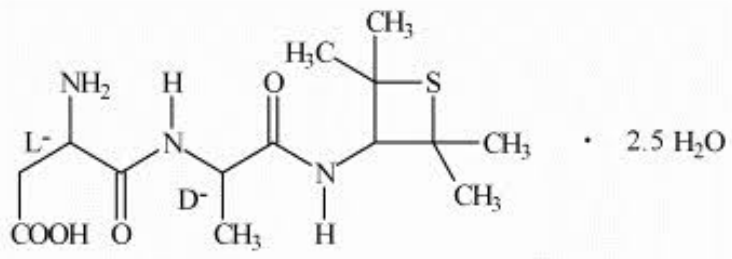
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

13. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

14. Trường hợp phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM ALITAM

1. Tên khác, chỉ số	INS 956 ADI: 0 - 1 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	Alitam là chất được tổng hợp qua nhiều bước phản ứng giữa hai chất trung gian gồm acid (S) - [2,5-dioxo- (4-thiazolidine)] acetic và (R) -2-amino-N- (2,2,4, 4-tetramethyl-3-thietanyl) propanamid. Sản phẩm cuối cùng được tách và tinh chế bằng phương pháp kết tinh hỗn hợp alitam/acid 4-metylbenzenesulfonic và các giai đoạn tinh chế khác, cuối cùng alitam được kết tinh lại trong nước ở dạng ngậm 2.5 phân tử H ₂ O
<i>Tên hóa học</i>	L- α -Aspartyl-N-(2,2,4,4-tetramethyl-3-thietanyl)-D-alaninamid, hydrated
<i>Mã số C.A.S.</i>	99016-42-9 (dạng ngậm nước) 80863-62-3 (dạng khan)
<i>Công thức hóa học</i>	C ₁₄ H ₂₅ N ₃ O ₄ S. 2.5H ₂ O
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	376,5 (dạng ngậm nước)
3. Cảm quan	Dạng bột tinh thể màu trắng, không mùi hoặc có mùi nhẹ đặc trưng. Độ ngọt gấp khoảng 2000 lần so với đường sucrose
4. Mã HS	2934
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước và ethanol
<i>Phổ hồng ngoại</i>	Phổ hồng ngoại của mẫu phân tán trong kali bromid tương ứng với phổ hồng ngoại đối chiếu tại mục 6.4
<i>pH</i>	Từ 5,0 đến 6,0 (dung dịch 5/100)
<i>Phản ứng màu</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Đồng phân Beta</i>	Không vượt quá 0,3 %, tính theo chế phẩm khan

<i>Alanin amid</i>	Không vượt quá 0,2 %, tính theo chế phẩm khan
<i>Hàm lượng nước</i>	Từ 11 % đến 13 % (phương pháp chuẩn độ Karl Fischer)
<i>Góc quay cực riêng</i>	[α] 25, D: từ +40° đến +50°, 1 % (khối lượng/thể tích) trong nước
<i>Tro sulfat</i>	Không vượt quá 1,0 %
<i>Chì</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. Hàm lượng Alitam	Không được thấp hơn 98,0 % và không vượt quá 101,0 % tính theo chế phẩm khan

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

<i>Độ tan</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.7)
<i>pH</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.8)
<i>Phản ứng màu</i>	<p>Thêm 10 mg mẫu vào 5 ml dung dịch chứa 300 mg ninhydrin trong 100 ml n-butanol và 2 ml acid acetic băng, và đun nóng để hồi lưu nhẹ. Màu xanh tím đậm được hình thành.</p> <p>Thêm 10 mg mẫu vào 5 ml dung dịch kali permanganat 0,001 mol/l mới chuẩn bị và trộn kỹ. Dung dịch màu tím chuyển sang màu nâu.</p>

6.2. Độ tinh khiết

<i>Hàm lượng nước</i>	Xác định theo TCVN 8900-1:2012, <i>Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần vô cơ - Phần 1: Hàm lượng nước (Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer)</i>
<i>Góc quay cực riêng</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.6)
<i>Tro sulfat</i>	Xác định theo TCVN 8900-2:2012, <i>Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần vô cơ - Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit</i> (mục 5.3.3)
<i>Chì</i>	<p>Xác định theo TCVN 8900-6:2012, <i>Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần vô cơ - Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa</i>; hoặc</p> <p>TCVN 8900-8:2012, <i>Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần vô cơ - Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò grafit</i>.</p>

6.3. Định lượng

Nguyên tắc

Alitam, đồng phân beta và alanin amid được xác định bằng HPLC pha đảo cặp ion.

Hệ thống sắc ký

Phù hợp với sắc ký lỏng hiệu năng cao, hoạt động ở nhiệt độ phòng, với bơm dòng không đổi và cột pha đảo cặp ion NovaPak C18 150 x 4,0 mm (Waters) hoặc tương đương. Pha động được duy trì ở áp suất và tốc độ dòng (thường là 1,0 ml/phút) để thu được thời gian rửa giải cần thiết. Sử dụng detector UV để thu được độ hấp thụ tại bước sóng 217 nm.

Pha động

Để pha dung dịch đệm, thêm 0,69 g natri phosphat, monobasic, monohydrat và 4,32 g natri 1-octansulfonat, loại thuốc thử, vào bình định mức 1000 ml. Thêm 200 ml nước, khuấy để hòa tan muối và điều chỉnh pH đến 2,5 bằng acid phosphoric (85 %, loại thuốc thử). Thêm nước vừa đủ đến vạch. Lọc qua bộ lọc Millipore 0,22 µm hoặc tương đương. Lấy chính xác một phần theo thể tích của acetonitril (loại tinh khiết LC, độ truyền qua hơn 90 % ở 210 nm) và ba phần theo thể tích dung dịch đệm và trộn đều. Khử khí bằng chân không.

Dung dịch chuẩn A1

Cân chính xác khoảng 25 mg mỗi đồng phân beta và alanin amid và chuyển định lượng vào bình định mức 500 ml. Thêm 50 ml methanol để hòa tan và pha loãng với nước đến vạch mức. Bảo quản trong tủ lạnh.

Dung dịch chuẩn A2

Chuyển 15,0 ml dung dịch chuẩn A1 vào bình định mức 50 ml và pha loãng với nước đến vạch mức.

Dung dịch chuẩn làm việc W1

Cân chính xác khoảng 50 mg chất chuẩn đối chiếu Alitam, chuyển định lượng vào bình định mức 10 ml, thêm 5 ml dung dịch chuẩn A2 và pha loãng với nước đến vạch mức.

Dung dịch chuẩn làm việc W2

Chuyển 5,0 ml dung dịch chuẩn làm việc W1 sang bình định mức 50 ml và pha loãng với nước đến vạch mức.

Dung dịch thử S1

Cân chính xác khoảng 50 mg mẫu, chuyển định lượng vào bình định mức 10 ml và pha loãng với nước đến vạch mức.

Dung dịch thử S2

Chuyển 5,0 ml dung dịch thử S1 sang bình định mức 50 ml và pha loãng với nước đến vạch mức.

Kiểm tra sự phù hợp của hệ thống

Tiêm 100 µl, lặp lại 3 lần dung dịch chuẩn làm việc W1 và W2 vào máy sắc ký. Thời gian lưu của các đồng phân beta, alitam và alanin amid nên lần lượt là khoảng 6 phút, 10 phút và 15 phút. (Lưu ý: Thời gian lưu này là phù hợp với cột NovaPak 150 x 4,0 mm. Nếu sử dụng loại cột khác hoặc độ dài khác, thì có thể cần phải điều chỉnh tỷ lệ acetonitril trong dung môi pha động để đạt được độ phân giải cần thiết và thời gian lưu của các chất cũng có thể khác với các khoảng trên). Hệ số biến thiên của diện tích pic (100 x độ lệch chuẩn chia cho diện tích pic trung bình) không được quá 2 %.

Tiến hành

Cân bằng cột bằng cách bơm pha động qua cột cho đến khi thu được đường nền ổn định. Phân tích các dung dịch chuẩn và dung dịch mẫu thử trong các điều kiện được mô tả ở trên. Bơm ba mẫu lặp lại của dung dịch chuẩn làm việc W1 và tính diện tích pic trung bình của đồng phân beta và alanin amid. Bơm ba mẫu lặp lại dung dịch chuẩn làm việc W2 và tính diện tích pic trung bình cho alitam. Bơm ba mẫu lặp lại dung dịch thử S1 và tính diện tích pic trung bình của đồng phân beta và alanin amid. Bơm ba mẫu lặp lại dung dịch thử S2 và tính diện tích pic trung bình cho alitam.

Tính độ tinh khiết của alitam theo công thức:

$$W_t \% = \frac{R_A \times W_S \times P_S}{R_S \times W_A}$$

Trong đó:

R_A là diện tích pic chất phân tích trong dung dịch thử S2

W_S là khối lượng của chất chuẩn tham chiếu alitam đã được hiệu chỉnh hàm lượng nước, tính bằng g

P_S là phần trăm độ tinh khiết của chất chuẩn tham chiếu, tức là, 100,00 - tổng của tạp chất

R_S là diện tích pic chất phân tích trong chuẩn làm việc W2

W_A là khối lượng của mẫu đã được hiệu chỉnh hàm lượng nước, tính bằng g.

Tính phần trăm của đồng phân beta và alanin amid bằng công thức sau:

$$W_t \% = \frac{R_A \times W_S \times P_S \times DF}{R_S \times W_A}$$

Trong đó:

R_A là diện tích pic phân tích trong dung dịch thử S1

W_S là khối lượng của các đồng phân beta hoặc alanin amid, chưa hiệu chỉnh theo hàm lượng nước, tính bằng g

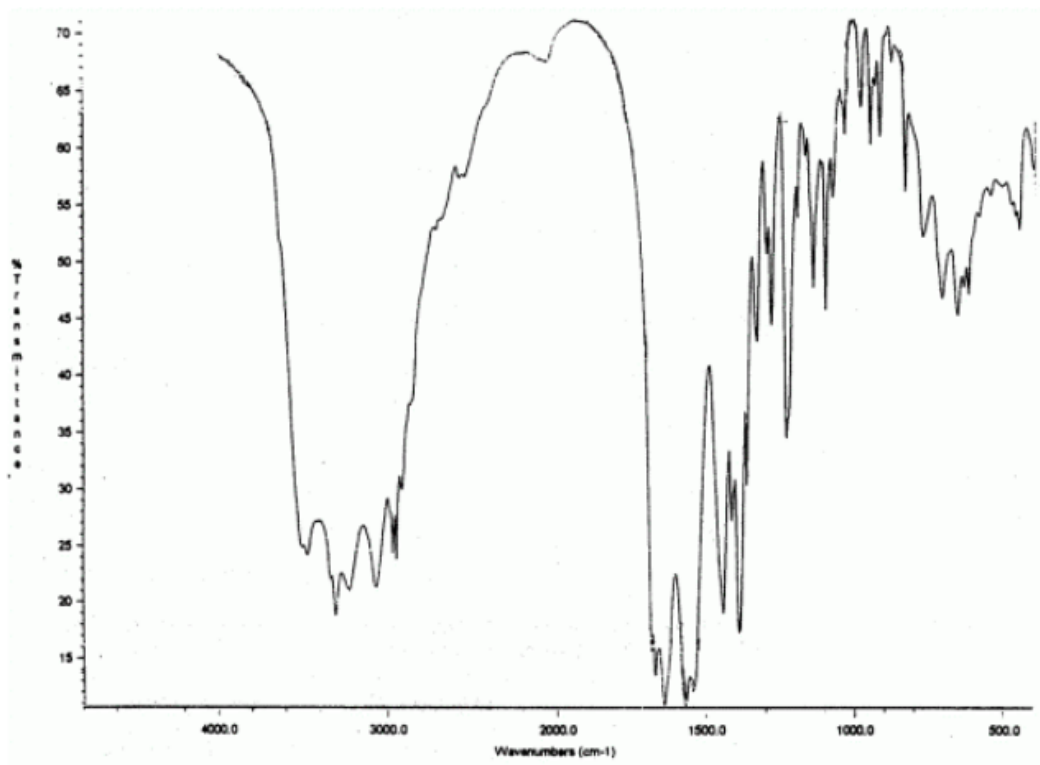
P_S là phần trăm độ tinh khiết của chuẩn đồng phân beta hoặc alanin amid (100,00 - tổng số tạp chất)

R_S là diện tích pic chất phân tích trong chuẩn làm việc W1
 W_A là khối lượng của mẫu, chưa hiệu chỉnh theo hàm lượng nước, tính bằng g

DF là hệ số pha loãng (0,003).

Lưu ý: trong trường hợp chỉ sử dụng chất chuẩn Alitam, vẫn có thể tiến hành phân tích mẫu thử theo các điều kiện nêu trên. Nếu trên sắc ký đồ mẫu thử, trước 20 phút, chỉ xuất hiện pic của Alitam thì có thể coi mẫu phân tích không chứa đồng phân beta và alanin amid.

6.4. Phổ hồng ngoại của Alitam





CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-31:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM MUỐI ASPARTAM-
ACESULFAM**

National technical regulation of Aspartame-Acesulfame salt

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-31:2020/BYT do Ban soạn thảo xây dựng Thông tư ban hành các quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm biên soạn, Cục An toàn thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Thông tư số 31 /2020/TT-BYT ngày 31 tháng 12 năm 2020.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM MUỐI ASPARTAM-ACESULFAM

National technical regulation of Aspartame-Acesulfame salt

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu quản lý và yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Muối aspartam-acesulfam.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân sản xuất, kinh doanh phụ gia thực phẩm Muối aspartam-acesulfam (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

- 3.1. Mã số C.A.S. (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.
- 3.2. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.3. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.4. TCVN: Tiêu chuẩn quốc gia.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Muối aspartam-acesulfam được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

5. Phương pháp thử được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này. Phương pháp thử khác được áp dụng trong trường hợp bảo đảm độ chính xác tương đương.

6. Lấy mẫu theo quy định của pháp luật hiện hành.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

7. Công bố hợp quy

Tổ chức, cá nhân phải thực hiện công bố hợp quy dựa trên phương thức tự công bố sản phẩm theo quy định tại Điều 4, Điều 5 Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02/02/2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm và Điều 3 Nghị định số 155/2018/NĐ-CP ngày 12/11/2018 của Chính phủ về sửa đổi, bổ sung một số quy định liên quan đến điều kiện đầu tư kinh doanh thuộc phạm vi quản lý nhà nước của Bộ Y tế.

8. Ghi nhãn

Việc ghi nhãn phụ gia thực phẩm Muối aspartam-acesulfam thực hiện theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14/4/2017 của Chính phủ về nhãn hàng hoá và các quy định của pháp luật có liên quan.

9. Kiểm tra đối với phụ gia thực phẩm Muối aspartam-acesulfam

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Muối aspartam-acesulfam thực hiện theo các quy định của pháp luật hiện hành.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

10. Tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm, đảm bảo sản phẩm đáp ứng với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này và các quy định của pháp luật hiện hành.

11. Tổ chức, cá nhân thực hiện công bố hợp quy theo quy định tại Điều 7 của Quy chuẩn này.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

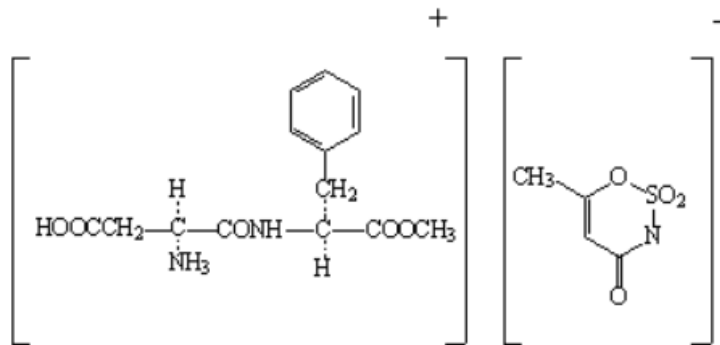
12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

13. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

14. Trường hợp phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM MUỐI ASPARTAM-ACESULFAM

1. Tên khác, chỉ số	Aspartame-Acesulfame INS 962 ADI: 0 - 40 mg/kg thể trọng đối với aspartam và 0 - 15 mg/kg thể trọng đối với acesulfam kali
2. Định nghĩa	Muối được sản xuất bằng cách gia nhiệt aspartam và acesulfam K theo tỷ lệ khoảng 2 : 1 (khối lượng/khối lượng) trong dung dịch có độ pH acid và tạo kết tinh. Kali và độ ẩm được loại bỏ. Sản phẩm bền hơn aspartam.
<i>Tên hóa học</i>	Muối 6-methyl-1,2,3-oxathiazin-4(3H)-one-2,2-dioxid của acid L-phenylalanyl-2-metyl-L- α -aspartic; [2-carboxy- β -(N-(b-methoxycarbonyl-2-phenyl)etylcarbamoyl)]ethanaminium-6-methyl-4-oxo-1,2,3-oxathiazin-3-ide-2,2-dioxid
<i>Mã số C.A.S.</i>	106372-55-8
<i>Công thức hóa học</i>	$C_{18}H_{23}O_9N_3S$
<i>Công thức cấu tạo</i>	



<i>Khối lượng phân tử</i>	457,46
3. Cảm quan	Bột tinh thể màu trắng, không mùi
4. Mã HS	2924.29.10
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Ít tan trong nước và rất ít tan trong ethanol
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hao hụt khối lượng sau khi sấy</i>	Không vượt quá 0,5 % khối lượng (105 °C trong 4 h)
<i>Độ truyền quang</i>	Tỷ lệ độ truyền quang của hỗn hợp dung dịch mẫu thử 1 % trong nước, được xác định bằng cuvet 1 cm ở 430 nm với máy đo quang phổ thích hợp, so với độ truyền quang của nước, là không nhỏ hơn 0,95, tương đương với độ hấp thụ

không vượt quá 0,022.

Góc quay cực riêng [α] 20, D: từ +14,5° đến +16,5°

Hàm lượng acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic Không vượt quá 0,5 %

Chì Không vượt quá 1 mg/kg

5.3. Hàm lượng aspartam và acesulfam Hàm lượng aspartam từ 63,0 đến 66,0 % tính theo chế phẩm đã sấy khô và hàm lượng acesulfam dạng acid từ 34,0 đến 37,0 % tính theo chế phẩm đã sấy khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Độ tan Xác định theo TCVN 6469:2010, *Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý* (mục 3.7).

6.2. Độ tinh khiết

Hao hụt khối lượng sau khi sấy Xác định theo TCVN 8900-2:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit* (mục 5.1), thực hiện ở 105 °C trong 4 h.

Góc quay cực riêng Xác định theo TCVN 6469:2010, *Phụ gia thực phẩm – Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý* (mục 3.6).

Chuẩn bị dung dịch từ 6,2 g mẫu thử trong 100 ml acid formic 15 N; đo góc quay cực trong vòng 30 phút sau khi chuẩn bị dung dịch; chia góc quay cực riêng tính được cho 0,646 để hiệu chỉnh hàm lượng aspartam của muối aspartam-acesulfam.

Chì Xác định theo TCVN 8900-6:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa*; hoặc

TCVN 8900-8:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit*.

Hàm lượng axit 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin axetic Nguyên tắc

Mẫu thử được hòa tan trong hỗn hợp methanol : nước, xác định acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic bằng cách so sánh với chất chuẩn sau khi tách bằng sắc kí lỏng hiệu năng cao (HPLC).

Pha đồng

Hòa tan 5,6 g kali dihydro phosphat vào 820 ml nước đựng trong bình định mức 1 lít và chỉnh pH đến 4,3 bằng acid phosphoric. Thêm 180 ml methanol và trộn. Lọc qua bộ lọc 0,45 μm và khử khí.

Dung dịch chuẩn acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic

Cân chính xác khoảng 25 mg chất chuẩn acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic, chuyển vào bình định mức 100 ml, thêm 10 ml methanol để hòa tan và thêm nước đến vạch rồi trộn. Dùng pipet lấy 15 ml dung dịch vừa chuẩn bị vào bình định mức 50 ml, thêm hỗn hợp methanol: nước (tỷ lệ 1:9 phần thể tích, chuẩn bị mới hàng ngày) đến vạch và trộn.

Thiết bị

Thiết bị HPLC, được trang bị detector UV để đo độ hấp thụ ở 210 nm và cột dài 250 mm, đường kính trong 4,6 mm được nhồi octyldecyl silica đã silan hóa (ví dụ: Partisil ODS-3 10 µm), vận hành trong các điều kiện đẳng dòng ở 40 °C.

Chuẩn bị mẫu thử

Cân chính xác khoảng 50 mg mẫu thử, cho vào bình định mức 10 ml và thêm hỗn hợp methanol: nước (tỷ lệ 1:9 phần thể tích, chuẩn bị mới hàng ngày) đến vạch.

Cách tiến hành

Bơm riêng rẽ các thể tích 20 µl dung dịch chuẩn và dung dịch mẫu thử vào hệ thống sắc kí với tốc độ pha động khoảng 2 ml/phút. Ghi lại diện tích pic trên sắc kí đồ của chất chuẩn và mẫu thử. Trong các điều kiện được quy định, thời gian lưu của acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic và aspartam tương ứng khoảng 4 phút và 11 phút.

Đo diện tích pic của acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic trên mỗi sắc kí đồ.

Tính kết quả

Hàm lượng acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic trong mẫu thử biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo Công thức:

$$\% = 1000(A_U \times C_S)/(A_S \times W_U)$$

Trong đó:

A_U và A_S là diện tích pic acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic tương ứng trên sắc kí đồ của mẫu thử và chất chuẩn;

C_S là nồng độ acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic trong dung dịch chuẩn, tính bằng miligam trên mililit (mg/ml);

W_U là khối lượng mẫu thử, tính bằng miligam (mg)

6.3. Định lượng

Nguyên tắc

Mẫu thử được hòa tan trong methanol và chuẩn độ điện thế bằng tetrabutylamoni hydroxyd.

Chuẩn hóa dung dịch chuẩn tetrabutylamoni hydroxyd

- Dung dịch chuẩn tetrabutylamoni hydroxyd, 0,1M trong hỗn hợp 2-propanol : methanol (tỉ lệ thể tích 1:1)

Cân lần lượt 24 mg và 98 mg acid benzoic, chính xác đến 0,01 mg, cho vào hai bình định mức 50 ml, thêm 2-propanol đến vạch.

Chuẩn độ cả hai dung dịch bằng dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1 M và ghi lại thể tích cần để đạt đến điểm tương đương, với độ chính xác 0,001 ml. Thực hiện phép chuẩn độ trắng với 50 ml 2-propanol. Xác định hệ số chuẩn (F) đối với mỗi phép chuẩn độ và tính trung bình hai hệ số như sau:

$$F = [(W_S \times 1000)/(122 \times (V_S - V_0))]$$

Trong đó:

W_S là khối lượng của acid benzoic đã cân, tính bằng gam (g);

V_S là thể tích dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1M đã sử dụng để chuẩn độ acid benzoic, tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1M đã sử dụng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

122 là khối lượng phân tử acid benzoic.

Thiết bị

Thiết bị chuẩn độ tự động (ví dụ: Metrohm 670), được trang bị điện cực pH thủy tinh (ví dụ: Yokogawa SM 21-AL41)) và điện cực so sánh bạc-bạc clorua (ví dụ: SR 20-AS521)).

Cách tiến hành

Cân chính xác khoảng 100 mg đến 150 mg mẫu thử, hòa tan trong 50 ml methanol. Chuẩn độ với dung dịch chuẩn tetrabutylamoni hydroxyd 0,1 M đã chuẩn hóa nồng độ. Xác định thể tích dung dịch chuẩn cần để đạt đến điểm tương đương thứ nhất và điểm tương đương thứ hai.

Thực hiện phép chuẩn độ mẫu trắng đối với methanol.

Tính kết quả

Hàm lượng acesulfam trong mẫu thử tính theo công thức:

$$\% = [(V_1 - V_B) \times N \times 163 / (10 \times W)]$$

Hàm lượng aspartam trong mẫu thử tính theo công thức:

$$\% = [(V_2 - V_1) \times N \times 294 / (10 \times W)]$$

Trong đó:

V_1 là thể tích dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1M đã dùng để chuẩn độ tại điểm tương đương thứ nhất, tính bằng mililit (ml);

V_2 là thể tích dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1M đã dùng để chuẩn độ tại điểm tương đương thứ hai, tính bằng mililit (ml);

V_B là thể tích dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1M đã dùng để chuẩn độ tại điểm tương đương của phép thử trắng, tính bằng mililit (ml);

N là nồng độ đương lượng của dung dịch chuẩn tetrabutylamoni hydroxyd 0,1 M đã được chuẩn hóa;

163 và 294 là khối lượng phân tử tương ứng của acesulfam và aspartam;

10 là hệ số chuyển từ gam (g) sang phần trăm (%) khối lượng;

W là khối lượng mẫu thử tính theo chế phẩm đã sấy khô, tính bằng gam (g).



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-32:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM SIRO POLYGLYCITOL**

National technical regulation of Polyglycitol syrup

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-32:2020/BYT do Ban soạn thảo xây dựng Thông tư ban hành các quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm biên soạn, Cục An toàn thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Thông tư số 31 /2020/TT-BYT ngày 31 tháng 12 năm 2020.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM SIRO POLYGLYCITOL

National technical regulation of Polyglycitol sirup

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu quản lý và yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Siro polyglycitol.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân sản xuất, kinh doanh phụ gia thực phẩm Siro polyglycitol (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

- 3.1. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.2. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.3. TCVN: Tiêu chuẩn quốc gia.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Siro polyglycitol được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

5. Phương pháp thử được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này. Phương pháp thử khác được áp dụng trong trường hợp bảo đảm độ chính xác tương đương.

6. Lấy mẫu theo quy định của pháp luật hiện hành.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

7. Công bố hợp quy

Tổ chức, cá nhân phải thực hiện công bố hợp quy dựa trên phương thức tự công bố sản phẩm theo quy định tại Điều 4, Điều 5 Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02/02/2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm và Điều 3 Nghị định số 155/2018/NĐ-CP ngày 12/11/2018 của Chính phủ về

sửa đổi, bổ sung một số quy định liên quan đến điều kiện đầu tư kinh doanh thuộc phạm vi quản lý nhà nước của Bộ Y tế.

8. Ghi nhãn

Việc ghi nhãn phụ gia thực phẩm Siro polyglycitol thực hiện theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14/4/2017 của Chính phủ về nhãn hàng hoá và các quy định của pháp luật có liên quan.

9. Kiểm tra đối với phụ gia thực phẩm Siro polyglycitol

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Siro polyglycitol thực hiện theo các quy định của pháp luật hiện hành.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

10. Tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm, đảm bảo sản phẩm đáp ứng với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này và các quy định của pháp luật hiện hành.

11. Tổ chức, cá nhân thực hiện công bố hợp quy theo quy định tại Điều 7 của Quy chuẩn này.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

13. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

14. Trường hợp phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM SIRO POLYGLYCITOL

1. Tên khác	Hydrogenated starch hydrolysate, polyglucitol INS 964 ADI: Không xác định
2. Định nghĩa	Là một hỗn hợp bao gồm chủ yếu là maltitol và sorbitol và chứa một lượng nhỏ hơn là oligo hydro hóa, polysaccharid và maltotriitol. Được sản xuất bằng cách hydro hóa xúc tác của hỗn hợp bao gồm glucose, maltose và polyme glucose; thường là dạng siro; cũng có thể ở dạng rắn sau khi được sấy khô
3. Cảm quan	Chất lỏng nhớt trong hoặc khối tinh thể màu trắng, không màu và không mùi
4. Mã HS	1702.20.00
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Rất dễ tan trong nước, rất ít tan trong ethanol
<i>Thử maltitol</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Thử sobitol</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hàm lượng nước</i>	Không vượt quá 31 % (phương pháp Karl Fischer)
<i>Tro sulfat</i>	Không vượt quá 0,1 %
<i>Clorid</i>	Không vượt quá 50 mg/kg
<i>Sulfat</i>	Không vượt quá 100 mg/kg
<i>Niken</i>	Không vượt quá 2 mg/kg
<i>Đường khử</i>	Không vượt quá 0,3 %
<i>Chì</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 99,0 % hàm lượng các saccharid hydro hoá (%) tính theo chế phẩm khan; không vượt quá 50,0 % maltitol và không vượt quá 20,0 % sorbitol tính theo chế phẩm khan
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.7).

<i>Thử maltitol</i>	<p>Xác định theo TCVN 9052:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần hữu cơ</i> (mục 2.10)</p> <p>Dung dịch chuẩn: Hòa tan 50 mg chất chuẩn maltitol trong 20 ml nước.</p> <p>Dung dịch thử: hòa tan 50 mg mẫu thử trong 20 ml nước.</p>
<i>Thử sobitol</i>	<p>Cho vào 5 g mẫu: 7 ml methanol, 1 ml benzaldehyd và 1 ml acid clohydric. Trộn và lắc trên máy lắc cơ học cho đến khi tinh thể xuất hiện. Lọc các tinh thể và hòa tan trong 20 ml nước sôi chứa 1 g natri bicarbonat. Lọc dung dịch nóng và để nguội cho đến khi tinh thể được hình thành. Lọc các tinh thể, rửa bằng 5 ml hỗn hợp của nước – methanol (1 trong 2) và làm khô trong không khí. Các tinh thể của dẫn xuất monobenzylidin của sorbitol thu được tan chảy trong khoảng nhiệt độ từ 173 °C đến 179 °C.</p>
6.2. Độ tinh khiết	
<i>Hàm lượng nước</i>	<p>Xác định theo TCVN 8900-1:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 1: Hàm lượng nước (Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer)</i>.</p>
<i>Tro sulfat</i>	<p>Xác định theo TCVN 8900-2:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit</i> (mục 5.3.3), cách tiến hành theo Phương pháp I với 3 g mẫu thử.</p>
<i>Clorid</i>	<p>Xác định theo TCVN 8900-5:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5 : Các phép thử giới hạn</i> (mục 2.3).</p> <p>Phép thử được tiến hành trên 10 g mẫu thử, dùng 1,5 ml acid clohydric 0,01 N để đối chiếu.</p>
<i>Sulfat</i>	<p>Xác định theo TCVN 8900-5:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5 : Các phép thử giới hạn</i> (mục 2.9).</p> <p>Phép thử được tiến hành trên 10 g mẫu thử, dùng 2,0 ml acid sulfuric 0,01 N để đối chiếu.</p>
<i>Niken</i>	<p><u>Thuốc thử</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - Dung dịch acid acetic 1 N. - Dung dịch amoni pyrolidinedithiocarbamat 1% (khối lượng/thể tích). - Methyl isobutyl keton - Dung dịch chuẩn Niken: 10 mg/kg - Dung dịch chuẩn làm việc: <p>Thêm các thể tích 0,5 ml, 1,0 ml và 1,5 ml dung dịch chuẩn niken 10 mg/kg vào hỗn hợp dung dịch acid acetic 1N và nước (tỷ lệ thể tích 1:1) đựng trong bình</p>

thủy tinh và thêm hỗn hợp nêu trên đến vạch 100 ml. Thêm 2,0 ml dung dịch amoni pyrolidinedithiocarbamat 1% và 10 ml methyl isobutyl keton. Trộn và để cho tách lớp, giữ lại lớp methyl isobutyl keton.

Thiết bị, dụng cụ

- Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử, được trang bị đèn catot rỗng niken và ngọn lửa không khí - acetylen, đo được độ hấp thụ ở bước sóng 232,0 nm
- Cân phân tích, độ chính xác đến 1 mg
- Pipet
- Bình định mức 100 ml

Cách tiến hành

- Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Cho 20,0 g mẫu thử vào bình định mức 100 ml, hòa tan bằng hỗn hợp dung dịch acid acetic 1 N và nước (tỷ lệ thể tích 1:1) và pha loãng bằng dung dịch này đến vạch định mức. Thêm 2,0 ml dung dịch amoni pyrolidinedithiocarbamat 1% và 10 ml methyl isobutyl keton. Trộn và để cho tách lớp, giữ lại lớp methyl isobutyl keton.

- Chuẩn bị dung dịch mẫu trắng

Chuẩn bị mẫu trắng theo hướng dẫn chuẩn bị mẫu thử nhưng không có mẫu thử.

- Dụng đường chuẩn

Xác định độ hấp thụ ở bước sóng 232,0 nm của các dung dịch chuẩn làm việc, ít nhất ba lần mỗi dung dịch, ghi lại số đọc trung bình của ba lần đọc. Dụng đường chuẩn độ hấp thụ trung bình theo nồng độ của các dung dịch chuẩn.

- Xác định hàm lượng niken

Sử dụng dung dịch mẫu trắng để hiệu chỉnh thiết bị đo phổ về không. Xác định độ hấp thụ ở bước sóng 232,0 nm của dung dịch mẫu thử, ít nhất ba lần mỗi dung dịch, ghi lại số đọc trung bình của ba lần đọc. Giữa mỗi phép xác định, bơm dung dịch mẫu trắng và hiệu chỉnh thiết bị về không.

Hàm lượng niken trong mẫu thử được tính từ độ hấp thụ ở bước sóng 232,0 nm của dung dịch mẫu thử, sử dụng đường chuẩn.

Đường khử

Xác định theo TCVN 9052:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần hữu cơ* (mục 2.13.2).

Lượng đồng (I) oxid không vượt quá 50 mg.

Chì

Xác định theo TCVN 8900-6:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng*

THƯ VIỆN PHÁP LUẬT * Tel +84-28-3930 3279 * www.ThuVienPhapLuat.vn

antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa; hoặc

TCVN 8900-8:2012, Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit.

6.3. Định lượng

Tổng hàm lượng các saccharid hydro hoá (%)

$$\% = \frac{100 - (\% \text{ Nước} + \% \text{ Tro Sulfat} + \% \text{ Đường khử})}{100 - \% \text{ Nước}} \times 100$$

Xác định hàm lượng sorbitol và maltitol

Thiết bị:

- Thiết bị sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC);
- Detector: Máy đo khúc xạ vi phân, được duy trì ở nhiệt độ ổn định; Máy ghi tích phân; Cột AMLNEX HPX 87 C (hoặc cột nhựa tương đương ở dạng canxi) dài 30 cm, đường kính trong 9 mm;
- Dung môi rửa giải: Nước cất 2 lần đã được loại khí (đã được lọc qua màng lọc 0,45 mm).
- Điều kiện sắc ký

Nhiệt độ cột: 85 °C ± 0,5 °C;

Tốc độ dòng của dung môi rửa giải: 0,5 ml/phút

Thuốc thử:

Dung dịch chuẩn: Hoà tan trong nước một lượng maltitol và sorbitol đã được cân chính xác để thu được dung dịch có nồng độ maltitol 10,0 mg/ml và sorbitol 5 mg/ml.

Dung dịch mẫu: Chuyển khoảng 1 g mẫu đã được cân chính xác vào bình định mức 50 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và lắc đều.

Cách tiến hành:

Bơm riêng rẽ các thể tích bằng nhau (khoảng 20 µl) dung dịch mẫu và dung dịch chuẩn vào máy sắc ký. Ghi lại sắc ký đồ và đo tín hiệu của từng pic.

Tính kết quả:

Tính hàm lượng maltitol và sorbitol trong mẫu, bằng mg, theo công thức sau đây:

$$50 \times C \times \frac{R_u}{R_s}$$

Trong đó:

C là nồng độ của maltitol và sorbitol trong dung dịch chuẩn, tính bằng mg trên ml;

R_u là tín hiệu pic của dung dịch mẫu;

R_s là tín hiệu pic của dung dịch chuẩn.



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-33:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM SIRO SORBITOL**

National technical regulation of Sorbitol syrup

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-33:2020/BYT do Ban soạn thảo xây dựng Thông tư ban hành các quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm biên soạn, Cục An toàn thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định, Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành theo Thông tư số 31 /2020/TT-BYT ngày 31 tháng 12 năm 2020.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM SIRO SORBITOL

National technical regulation of Sorbitol syrup

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu quản lý và yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Siro sorbitol.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân sản xuất, kinh doanh phụ gia thực phẩm Siro sorbitol (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt

- 3.1. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.2. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.3. TCVN: Tiêu chuẩn quốc gia.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm Siro sorbitol được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

5. Phương pháp thử được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này. Phương pháp thử khác được áp dụng trong trường hợp bảo đảm độ chính xác tương đương.

6. Lấy mẫu theo quy định của pháp luật hiện hành.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

7. Công bố hợp quy

Tổ chức, cá nhân phải thực hiện công bố hợp quy dựa trên phương thức tự công bố sản phẩm theo quy định tại Điều 4, Điều 5 Nghị định số 15/2018/NĐ-CP ngày 02/02/2018 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm và Điều 3 Nghị định số 155/2018/NĐ-CP ngày 12/11/2018 của Chính phủ về sửa

đổi, bổ sung một số quy định liên quan đến điều kiện đầu tư kinh doanh thuộc phạm vi quản lý nhà nước của Bộ Y tế.

8. Ghi nhãn

Việc ghi nhãn phụ gia thực phẩm Siro sorbitol thực hiện theo quy định tại Nghị định số 43/2017/NĐ-CP ngày 14/4/2017 của Chính phủ về nhãn hàng hoá và các quy định của pháp luật có liên quan.

9. Kiểm tra đối với phụ gia thực phẩm Siro sorbitol

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Siro sorbitol thực hiện theo các quy định của pháp luật hiện hành.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

10. Tổ chức, cá nhân chịu trách nhiệm về sản phẩm, đảm bảo sản phẩm đáp ứng với các yêu cầu kỹ thuật tại Quy chuẩn này và các quy định của pháp luật hiện hành.

11. Tổ chức, cá nhân thực hiện công bố hợp quy theo quy định tại Điều 7 của Quy chuẩn này.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

13. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

14. Trường hợp phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM SIRO SORBITOL

1. Tên khác, chỉ số	Siro D-Glucitol , 420(ii)
2. Định nghĩa	<p>Siro sorbitol được hình thành do sự hydro hoá siro glucoza. Siro sorbitol bao gồm D-sorbitol, D-manitol và các saccharid khác đã bị hydro hoá.</p> <p>Phần sản phẩm không phải là D-sorbitol chủ yếu bao gồm các oligosaccharid bị hydro hoá, được hình thành do hydro hoá siro glucoza nguyên liệu thô (trong trường hợp siro không kết tinh), hoặc mannitol; có thể có mặt một lượng không đáng kể disaccharid, trisaccharid và tetrasaccharid đã bị hydro hoá.</p>
3. Cảm quan	Dung dịch nước trong không màu
4. Mã HS	2905.44.00
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong nước, glycerol và propan 1,2-diol
<i>Sắc ký lớp mỏng</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hàm lượng nước</i>	Không vượt quá 31 % (phương pháp Karl Fischer)
<i>Tro sulfat</i>	Không vượt quá 0,1 %
<i>Clorid</i>	Không vượt quá 50 mg/kg
<i>Sulfat</i>	Không vượt quá 100 mg/kg
<i>Niken</i>	Không vượt quá 2 mg/kg
<i>Đường khử</i>	Không vượt quá 0,3 %
<i>Chì</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 99,0 % hàm lượng các saccharid hydro hoá (%) và không thấp hơn 50,0 % D-sorbitol tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	
6.1 Định tính	
<i>Độ tan</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.7).

<i>Sắc ký lớp mỏng</i>	<p>Xác định theo TCVN 9052:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần hữu cơ</i> (mục 2.10).</p> <p>Dung dịch chuẩn: Hoà tan 50 mg chất chuẩn sorbitol trong 20 ml nước;</p> <p>Dung dịch thử: Hoà tan 50 mg mẫu thử trong 20 ml nước.</p>
6.2. Độ tinh khiết	
<i>Hàm lượng nước</i>	<p>Xác định theo TCVN 8900-1:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 1: Hàm lượng nước</i> (Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer).</p>
<i>Tro sulfat</i>	<p>Xác định theo TCVN 8900-2:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit</i> (mục 5.3.3), cách tiến hành theo Phương pháp I với 3 g mẫu thử.</p>
<i>Clorid</i>	<p>Xác định theo TCVN 8900-5:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5 : Các phép thử giới hạn</i> (mục 2.3).</p> <p>Phép thử được tiến hành trên 10 g mẫu thử, dùng 1,5 ml acid clohydric 0,01 N để đối chiếu.</p>
<i>Sulfat</i>	<p>Xác định theo TCVN 8900-5:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5 : Các phép thử giới hạn</i> (mục 2.9).</p> <p>Phép thử được tiến hành trên 10 g mẫu thử, dùng 2,0 ml acid sulfuric 0,01 N để đối chiếu.</p>
<i>Niken</i>	<p><u>Thuốc thử</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - Dung dịch acid acetic 1 N - Dung dịch amoni pyroliđinedithiocarbamat 1% (khối lượng/thể tích) - Methyl isobutyl keton - Dung dịch chuẩn Niken: 10 mg/kg - Dung dịch chuẩn làm việc: <p>Thêm các thể tích 0,5 ml, 1,0 ml và 1,5 ml dung dịch chuẩn niken 10 mg/kg vào hỗn hợp dung dịch acid acetic 1N và nước (tỷ lệ thể tích 1:1) đựng trong bình thủy tinh và thêm hỗn hợp nêu trên đến vạch 100 ml.</p> <p>Thêm 2,0 ml dung dịch amoni pyroliđinedithiocarbamat 1% và 10 ml methyl isobutyl keton. Trộn và để cho tách lớp, giữ lại lớp methyl isobutyl keton.</p> <p><u>Thiết bị, dụng cụ</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử, được trang bị đèn catot rỗng niken và ngọn lửa không khí - acetylen, đo được độ hấp thụ ở bước sóng 232,0 nm - Cân phân tích, độ chính xác đến 1 mg

THƯ VIỆN PHÁP LUẬT * Tel +84-28-3930 3279 * www.ThuVienPhapLuat.vn

- Pipet
- Bình định mức 100 ml

Cách tiến hành

- Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Cho 20,0 g mẫu thử vào bình định mức 100 ml, hòa tan bằng hỗn hợp dung dịch acid acetic 1 N và nước (tỷ lệ thể tích 1:1) và pha loãng bằng dung dịch này đến vạch định mức. Thêm 2,0 ml dung dịch amoni pyrolidinedithiocarbamat 1% và 10 ml methyl isobutyl keton. Trộn và để cho tách lớp, giữ lại lớp methyl isobutyl keton.

- Chuẩn bị dung dịch mẫu trắng

Chuẩn bị mẫu trắng theo hướng dẫn chuẩn bị mẫu thử nhưng không có mẫu thử.

- Dụng cụ chuẩn

Xác định độ hấp thụ ở bước sóng 232,0 nm của các dung dịch chuẩn làm việc, ít nhất ba lần mỗi dung dịch, ghi lại số đọc trung bình của ba lần đọc. Dụng cụ chuẩn độ hấp thụ trung bình theo nồng độ của các dung dịch chuẩn.

- Xác định hàm lượng niken

Sử dụng dung dịch mẫu trắng để hiệu chỉnh thiết bị đo phổ về không. Xác định độ hấp thụ ở bước sóng 232,0 nm của dung dịch mẫu thử, ít nhất ba lần mỗi dung dịch, ghi lại số đọc trung bình của ba lần đọc. Giữa mỗi phép xác định, bơm dung dịch mẫu trắng và hiệu chỉnh thiết bị về không.

Hàm lượng niken trong mẫu thử được tính từ độ hấp thụ ở bước sóng 232,0 nm của dung dịch mẫu thử, sử dụng đường chuẩn.

Đường khử

Xác định theo TCVN 9052:2012 *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần hữu cơ* (mục 2.13.2).

Lượng đồng (I) oxid không vượt quá 50 mg.

Chì

Xác định theo TCVN 8900-6:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa*; hoặc

TCVN 8900-8:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit*.

6.3 Định lượng

Tổng hàm lượng các saccharid hydro hoá (%)

$$\% = \frac{100 - (\% \text{ Nước} + \% \text{ Tro Sulfat} + \% \text{ Đường khử})}{100 - \% \text{ Nước}} \times 100$$

Xác định hàm lượng sorbitol của mẫu

Thiết bị:

- Máy sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC);
- Detector: Máy đo khúc xạ vi phân, được duy trì ở nhiệt độ ổn định;
- Máy ghi tích phân;
- Cột AMLNEX HPX 87 C (hoặc cột nhựa tương đương ở dạng canxi) dài 30 cm, đường kính trong 9mm;
- Dung môi rửa giải: Nước cất 2 lần đã được loại khí (đã được lọc qua màng lọc 0,45 mm).

Điều kiện sắc ký

Nhiệt độ cột: 85 °C ± 0,5 °C

Tốc độ dòng của dung môi rửa giải: 0,5 ml/phút.

Thuốc thử

Dung dịch chuẩn: Hoà tan trong nước một lượng sorbitol đã được cân chính xác để thu được dung dịch có nồng độ đã biết khoảng 10,0 mg sorbitol trong 1 ml.

Dung dịch mẫu: Chuyển khoảng 1 g mẫu đã được cân chính xác vào bình định mức 50 ml, pha loãng bằng nước đến vạch và lắc đều.

Cách tiến hành

Bơm riêng rẽ các thể tích bằng nhau (khoảng 20 µl) của dung dịch mẫu và dung dịch chuẩn vào máy sắc ký. Ghi lại sắc ký đồ và đo tín hiệu của từng pic.

Tính kết quả

Tính hàm lượng sorbitol trong mẫu, bằng miligam, theo công thức sau đây:

$$50 \times C \times \frac{R_U}{R_S}$$

Trong đó:

C là nồng độ của sorbitol trong dung dịch chuẩn, tính bằng mg/ml;

R_U là tín hiệu pic của dung dịch mẫu;

R_S là tín hiệu pic của dung dịch chuẩn.