

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

QCVN 4-1: 2010/BYT

VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT ĐIỀU VỊ

*National technical regulation
on Food Additive - Flavour Enhancer*

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

QCVN 4-1 :2010/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số 18/2010/TT-BYT ngày 20 tháng 5 năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT ĐIỀU VỊ

National technical regulation on Food additive – Flavour enhancer

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 kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất điều vị được sử dụng với mục đích làm phụ gia thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất điều vị làm phụ gia thực phẩm (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. *Các chất điều vị*: là phụ gia thực phẩm được sử dụng với mục đích tăng hương vị của các sản phẩm thực phẩm.
- 3.2. *JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food additive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006)*: Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.
- 3.3. *Mã số C.A.S (Chemical Abstracts Service)*: Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.
- 3.4. *TS (test solution)*: Dung dịch thuốc thử.
- 3.5. *ADI (Acceptable daily intake)*: Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.6. *INS (International numbering system)*: Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

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

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các chất điều vị được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

- 1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid L-Glutamic
- 1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với mononatri L-glutamat
- 1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với monokali L-glutamat

- 1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci di-L-glutamat
- 1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid 5'-guanylic
- 1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid 5'-inosinic
- 1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với maltol
- 1.8. Phụ lục 8: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với ethyl maltol

2. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong Quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong các phụ lục. Các phương pháp thử được hướng dẫn trong Quy chuẩn này không bắt buộc phải áp dụng, có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

3. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư 16/2009/TT-BKHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất điều vị phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất điều vị

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất điều vị phải thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.

2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất điều vị sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

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

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

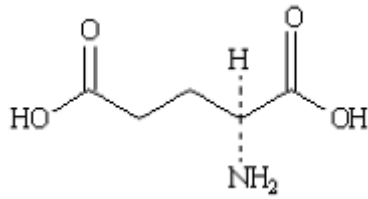
3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

PHỤ LỤC 1

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID L-GLUTAMIC

1. Tên khác, chỉ số	L-glutamic acid, Glutamic acid INS 620 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Acid L-glutamic; Acid L-(+)-glutamic, acid L-2-amino-pentandioic; Acid L-alpha-aminoglutaric
<i>Mã số C.A.S.</i>	56-86-0
<i>Công thức phân tử</i>	C ₅ H ₉ NO ₄

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử

147,13

3. Cảm quan

Tinh thể hoặc bột tinh thể màu trắng, hoặc không màu.

4. Chức năng

Chất điều vị, thay thế muối.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Ít tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol và ether.

Glutamat

Phải có phản ứng đặc trưng của glutamat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

Không được quá 0,2%
(Sấy tại 80 °C trong 3 giờ).

pH

Dung dịch bão hòa mẫu thử có pH trong khoảng 3,0 - 3,5.

Góc quay cực riêng

Dung dịch mẫu thử 10% (kl/tt) trong acid hydrocloric 2 N có $[\alpha]_{D_{20}}$ trong khoảng +31,5 đến +32,2°

Tro sulfat

Không được quá 0,2%.

Clorid

Không được quá 0,2%.

Acid pyrrolidon carboxylic

Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).

Arsen

Không được quá 3,0 mg/kg

Chì

Không được quá 1,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng C₅H₉NO₄

Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1 Độ tinh khiết

Tro sulfat

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Phương pháp I, cân 1 g mẫu.

Clorid

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Cân 0,07 g mẫu thử, tiến hành theo hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn clorid, sử dụng 0,4 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N làm mẫu chứng.

Acid pyrrolidon carboxylic

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. Phương pháp sắc ký bản mỏng.

- Mẫu thử : Chuẩn bị dung dịch mẫu thử 0,5%. Lấy 2 µl.

- Chuẩn : pha dung dịch chuẩn mononatri glutamat 0,5% chứa 2,5 mg acid pyrrolidon carboxylic.

- Dung môi: hỗn hợp n-butanol/acid acetic băng/nước, tỷ lệ thể tích 2/1/1.

- Pha tĩnh hấp phụ : Silicagel.

Dung dịch hồ tinh bột-kali iodid : Đun nóng 0,5 g tinh bột trong 50 ml nước khuấy đều đến khi hồ hóa. Để nguội, thêm 0,5 g kali iodid và thêm nước đến đủ 100 ml.

- Tiến hành chạy sắc ký theo hướng dẫn trong chuyên luận sắc ký bản mỏng (các phương pháp phân tích). Dừng quá trình sắc ký khi tuyến dung môi cách điểm xuất phát khoảng 10 cm, để khô dung môi trong không khí, khoảng 30 phút.

- Đồng thời, chuẩn bị buồng sắc ký tương tự, đặt vào 1 cốc thủy tinh dung tích 50 ml, cho vào cốc 3 g natri hypoclorid, thêm từ từ vào cốc 1 ml acid hydrocloric để tạo khí clor, đậy nắp và để yên trong 30 giây để tạo môi trường khí clor trong buồng. Đặt bản mỏng đã để khô vào buồng sắc ký, đậy nắp và để yên trong 20 phút. Lấy bản mỏng ra khỏi buồng,

để yên 10 phút trong không khí và xịt ethanol lên bản mỏng. Sau khi để khô, xịt dung dịch hồ tinh bột-kali iodid lên bản mỏng, quan sát dưới ánh sáng thường ngay sau khi vết chuẩn xuất hiện.

Yêu cầu : Trong sắc ký đồ của mẫu thử không được có vết tương đương vết acid pyrrolidon carboxylic trong sắc ký đồ của chuẩn (độ nhạy 0,2%).

Arsen

- Thử JECFA monograph 1 - Vol.4, Phương pháp II.

Chi

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 200 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước, hòa tan trong 6 ml acid formic, thêm 100 ml acid acetic băng. Chuẩn độ với dung dịch acid percloric 0,1 N, xác định điểm kết thúc chuẩn độ bằng đo thế. Tiến hành làm mẫu trắng song song để hiệu chỉnh nền.

Mỗi ml dung dịch acid percloric 0,1 N tương đương với 14,713 mg $C_5H_9NO_4$.

PHỤ LỤC 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI MONONATRI L-GLUTAMAT

1. Tên khác, chỉ số

Monosodium L-glutamate, Sodium glutamate

INS 621

ADI không giới hạn

2. Định nghĩa

Tên hóa học

Mononatri L-glutamat monohydrat; Muối mononatri của acid glutamic, monohydrat

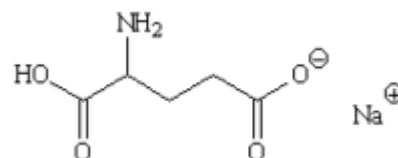
Mã số C.A.S.

6106-04-3

Công thức phân tử

$C_5H_8NNaO_4 \cdot H_2O$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử

187,13

3. Cảm quan

Tinh thể hoặc bột tinh thể trắng, thực tế không mùi.

4. Chức năng

Chất điều vị.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Dễ tan trong nước, ít tan trong ethanol, thực tế không tan trong ether.

Glutamat

Phải có phản ứng đặc trưng của glutamat.

Natri

Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

Không được quá 0,5% (Sấy tại 98°C trong 5 giờ).

pH

Dung dịch mẫu thử 1/50 có pH trong khoảng 6,7 - 7,2.

Góc quay cực riêng

Dung dịch mẫu thử 10% (kl/tt) trong acid hydrocloric 2 N có $[\alpha]_{D20}$ trong khoảng +24,8 đến +25,3°

Clorid

Không được quá 0,2%.

Acid pyrrolidon carboxylic

Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).

<i>Chi</i>	Không được quá 1,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_5H_8NNaO_4.H_2O$	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1 Độ tinh khiết	
<i>Clorid</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Cân 0,07 g mẫu thử, tiến hành theo hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn clorid, sử dụng 0,4 ml dung dịch acid hydrochloric 0,01 N làm mẫu chứng.
<i>Acid pyrrolidon carboxylic</i>	<ul style="list-style-type: none"> - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. Phương pháp sắc ký bản mỏng. - Mẫu thử : Chuẩn bị dung dịch mẫu thử 0,5%. Lấy 2 μl. - Chuẩn : pha dung dịch chuẩn mono natri glutamat 0,5% chứa 2,5 mg acid pyrrolidon carboxylic. - Dung môi: hỗn hợp n-butanol/acid acetic băng/nước, tỷ lệ thể tích 2/1/1. - Pha tĩnh hấp thụ : Silicagel. <p>Dung dịch hồ tinh bột-kali iodid : Đun nóng 0,5 g tinh bột trong 50 ml nước khuấy đều đến khi hồ hóa. Để nguội, thêm 0,5 g kali iodid và thêm nước đến đủ 100 ml.</p> <ul style="list-style-type: none"> - Tiến hành chạy sắc ký theo hướng dẫn trong chuyên luận sắc ký bản mỏng (các phương pháp phân tích). Dừng quá trình sắc ký khi tuyến dung môi cách điểm xuất phát khoảng 10 cm, để khô dung môi trong không khí, khoảng 30 phút. - Đồng thời, chuẩn bị buồng sắc ký tương tự, đặt vào 1 cốc thủy tinh dung tích 50 ml, cho vào cốc 3 g natri hypoclorid, thêm từ từ vào cốc 1 ml acid hydrochloric để tạo khí clor, đậy nắp và để yên trong 30 giây để tạo môi trường khí clor trong buồng. Đặt bản mỏng đã để khô vào buồng sắc ký, đậy nắp và để yên trong 20 phút. Lấy bản mỏng ra khỏi buồng, để yên 10 phút trong không khí và xịt ethanol lên bản mỏng. Sau khi để khô, xịt dung dịch hồ tinh bột-kali iodid lên bản mỏng, quan sát dưới ánh sáng thường ngay sau khi vết chuẩn xuất hiện. <p>Yêu cầu : Trong sắc ký đồ của mẫu thử không được có vết tương đương vết acid pyrrolidon carboxylic trong sắc ký đồ của chuẩn (độ nhạy 0,2%).</p>
<i>Chi</i>	<ul style="list-style-type: none"> - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.2. Định lượng	
	<p>Cân khoảng 200 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước, hòa tan trong 6 ml acid formic, thêm 100 ml acid acetic băng. Chuẩn độ với dung dịch acid percloric 0,1 N, xác định điểm kết thúc chuẩn độ bằng đo thế. Tiến hành làm mẫu trắng song song để hiệu chỉnh nền.</p> <p>Mỗi ml dung dịch acid percloric 0,1 N tương đương với 9,356 mg $C_5H_9NNaO_4.H_2O$.</p>

PHỤ LỤC 3

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI MONOKALI L-GLUTAMAT

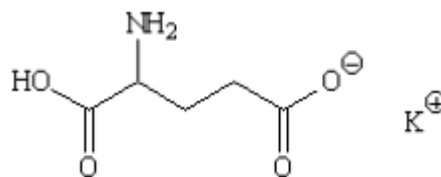
1. Tên khác, chỉ số	Monopotassium L-glutamate, Potassium glutamate; MPG INS 622 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Monokali L-glutamat monohydrat; Muối monokali của acid glutamic

Mã số C.A.S.
Công thức phân tử
Công thức cấu tạo

monohydrat

19473-49-5

$C_5H_8NKO_4 \cdot H_2O$



Khối lượng phân tử

203,24

3. Cảm quan

4. Chức năng

Chất điều vị, thay thế muối.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Dễ tan trong nước, ít tan trong ethanol.

Glutamat

Phải có phản ứng đặc trưng của glutamat.

Kali

Phải có phản ứng đặc trưng của kali.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

Không được quá 0,2% (Sấy tại 80°C trong 5 giờ).

pH

Dung dịch mẫu thử 1/50 có pH trong khoảng 6,7 - 7,3.

Góc quay cực riêng

Dung dịch mẫu thử 10% (kl/tt) trong acid hydrocloric 2 N có $[\alpha]_{D_{20}}$ trong khoảng +22,5 đến +24,0°

Clorid

Không được quá 0,2%.

Acid pyrrolidon carboxylic

Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).

Chì

Không được quá 1 mg/kg.

5.3. Hàm lượng

$C_5H_8NKO_4 \cdot H_2O$

Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1 Độ tinh khiết

Clorid

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4

- Cân 0,07 g mẫu thử, tiến hành theo hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn clorid, sử dụng 0,4 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N làm mẫu chứng.

Acid pyrrolidon carboxylic

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. Phương pháp sắc ký bản mỏng.

- Mẫu thử : Chuẩn bị dung dịch mẫu thử 0,5%. Lấy 2 μ l.

- Chuẩn : pha dung dịch chuẩn mono natri glutamat 0,5% chứa 2,5 mg acid pyrrolidon carboxylic.

- Dung môi: hỗn hợp n-butanol/acid acetic băng/nước, theo tỷ lệ thể tích tương ứng 2/1/1.

- Pha tĩnh hấp thụ : Silicagel.

Dung dịch hồ tinh bột-kali iodid : Đun nóng 0,5 g tinh bột trong 50 ml nước khuấy đều đến khi hồ hóa. Để nguội, thêm 0,5 g kali iodid và thêm nước đến đủ 100 ml.

- Tiến hành chạy sắc ký theo hướng dẫn trong chuyên luận sắc ký bản mỏng (các phương pháp phân tích). Dừng quá trình sắc ký khi tuyến dung môi cách điểm xuất phát khoảng 10 cm, để khô dung môi trong không khí, khoảng 30 phút.

- Đồng thời, chuẩn bị buồng sắc ký tương tự, đặt vào 1 cốc thủy tinh dung tích 50 ml, cho vào cốc 3 g natri hypoclorid, thêm từ từ vào cốc 1 ml acid hydrocloric để tạo khí clor, đậy nắp và để yên trong 30 giây để tạo môi trường khí clor trong buồng. Đặt bản mỏng đã để khô vào buồng sắc ký, đậy nắp và để yên trong 20 phút. Lấy bản mỏng ra khỏi buồng,

để yên 10 phút trong không khí và xịt ethanol lên bản mỏng. Sau khi để khô, xịt dung dịch hồ tinh bột-kali iodid lên bản mỏng, quan sát dưới ánh sáng thường ngay sau khi vết chuẩn xuất hiện.

Yêu cầu : Trong sắc ký đồ của mẫu thử không được có vết tương đương vết acid pyrrolidon carboxylic trong sắc ký đồ của chuẩn (độ nhạy 0,2%).

Chi

- Thử theo JECFA monograph 1 - vol. 4

- Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 200 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước, hòa tan trong 6 ml acid formic, thêm 100 ml acid acetic băng. Chuẩn độ với dung dịch acid perchloric 0,1 N, xác định điểm kết thúc chuẩn độ bằng đo thế. Tiến hành làm mẫu trắng song song để hiệu chỉnh nền

Mỗi ml dung dịch acid perchloric 0,1 N tương đương với 10,162 mg $C_5H_8KNO_4.H_2O$.

PHỤ LỤC 4

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI di-L-GLUTAMAT

1. Tên khác, chỉ số

Monocalcium di-L-glutamate, Calcium glutamate;

INS 623

ADI không giới hạn

2. Định nghĩa

Tên hóa học

Monocalci di-L-glutamat;

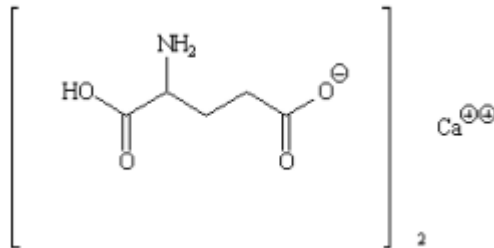
Mã số C.A.S.

19238-49-4

Công thức phân tử

$C_{10}H_{16}CaN_2O_8 \cdot xH_2O$ (x = 0, 1, 2, 6 hoặc 4)

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử

332,32 (dạng khan)

3. Cảm quan

Tinh thể hoặc bột tinh thể trắng, thực tế không mùi.

4. Chức năng

Chất điều vị, thay thế muối.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Dễ tan trong nước.

Glutamat

Phải có phản ứng đặc trưng của glutamat.

Calci

Phải có phản ứng đặc trưng của calci.

5.2. Độ tinh khiết

Nước

Không được quá 19%

Góc quay cực riêng

Dung dịch mẫu thử 10% (kl/tt) trong acid hydrochloric 2 N có $[\alpha]_{D_{20}}$ trong khoảng +27,4 đến +29,2°

Clorid

Không được quá 0,2%.

Acid pyrrolidon carboxylic

Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).

Chi Không được quá 1,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_{10}H_{16}CaN_2O_8$ Không thấp hơn 98,0% và không được quá 102,0% tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1 Độ tinh khiết

Nước

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
- Phương pháp Karl Fischer.

Clorid

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
- Cân 0,07 g mẫu thử, tiến hành theo hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn clorid, sử dụng 0,4 ml dung dịch acid hydrochloric 0,01 N làm mẫu chứng.

Acid pyrrolidon carboxylic

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. Phương pháp sắc ký bản mỏng.
- Mẫu thử : Chuẩn bị dung dịch mẫu thử 0,5%. Lấy 2 μ l.
- Chuẩn : pha dung dịch chuẩn mono natri glutamat 0,5% chứa 2,5 mg acid pyrrolidon carboxylic.
- Dung môi: hỗn hợp n-butanol/acid acetic băng/nước, tỷ lệ thể tích 2/1/1.
- Pha tĩnh hấp thụ : Silicagel.

Dung dịch hồ tinh bột-kali iodid : Đun nóng 0,5 g tinh bột trong 50 ml nước khuấy đều đến khi hồ hóa. Để nguội, thêm 0,5 g kali iodid và thêm nước đến đủ 100 ml.

- Tiến hành chạy sắc ký theo hướng dẫn trong chuyên luận sắc ký bản mỏng (các phương pháp phân tích). Dừng quá trình sắc ký khi tuyến dung môi cách điểm xuất phát khoảng 10 cm, để khô dung môi trong không khí, khoảng 30 phút.

- Đồng thời, chuẩn bị buồng sắc ký tương tự, đặt vào 1 cốc thủy tinh dung tích 50 ml, cho vào cốc 3 g natri hypoclorid, thêm từ từ vào cốc 1 ml acid hydrochloric để tạo khí clor, đậy nắp và để yên trong 30 giây để tạo môi trường khí clor trong buồng. Đặt bản mỏng đã để khô vào buồng sắc ký, đậy nắp và để yên trong 20 phút. Lấy bản mỏng ra khỏi buồng, để yên 10 phút trong không khí và xịt ethanol lên bản mỏng. Sau khi để khô, xịt dung dịch hồ tinh bột-kali iodid lên bản mỏng, quan sát dưới ánh sáng thường ngay sau khi vết chuẩn xuất hiện.

Yêu cầu : Trong sắc ký đồ của mẫu thử không được có vết tương đương vết acid pyrrolidon carboxylic trong sắc ký đồ của chuẩn (độ nhạy 0,2%).

Chi

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 250 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước, hòa tan trong 6 ml acid formic, thêm 100 ml acid acetic băng. Chuẩn độ với dung dịch acid perchloric 0,1 N, xác định điểm kết thúc chuẩn độ bằng đo thế. Tiến hành làm mẫu trắng song song để hiệu chỉnh nền

Mỗi ml dung dịch acid perchloric 0,1 N tương đương với 8,308 mg $C_{10}H_{16}CaN_2O_8$. Tính hàm lượng dựa trên chế phẩm khan.

PHỤ LỤC 5

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID 5'-GUANYLIC

1. Tên khác, chỉ số 5'-Guanylic acid; Guanylic acid; GMP

INS 626

ADI không giới hạn

2. Định nghĩa

Tên hóa học

Acid Guanosin-5'-monophosphoric

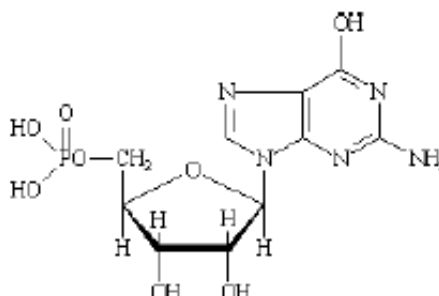
Mã số C.A.S.

85-32-5

Công thức phân tử

C₁₀H₁₄N₅O₈P

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử

363,22

3. Cảm quan

Tinh thể trắng hoặc không màu, bột tinh thể trắng; không mùi

4. Chức năng

Chất điều vị

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Ít tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol.

Phổ hấp thụ quang

Dung dịch mẫu thử 1/50000 trong acid hydrocloric 0,01 N có cực đại hấp thụ tại 256±2 nm. Tỷ số A₂₅₆/A₂₆₀ trong khoảng từ 0,95 đến 1,03 và tỷ số A₂₈₀/A₂₆₀ trong khoảng từ 0,63 đến 0,71.

Ribose

Phải có phản ứng đặc trưng của ribose.

Phosphat hữu cơ

Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat hữu cơ.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

Không được quá 1,5%
(sấy ở 120 °C trong 4 giờ).

pH

Dung dịch mẫu thử 1/400 có pH từ 1,5 đến 2,5 .

Các tạp chất ngoại lai có liên quan

Không phát hiện bằng phương pháp sắc ký.

Chì

Không được quá 1 mg/kg.

5.3. Hàm lượng C₁₀H₁₄N₅O₈P

Không thấp hơn 97,0% và không được quá 102,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phosphat hữu cơ

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4
- Dịch thử là dung dịch mẫu thử 1/400.

6.2. Độ tinh khiết

Các tạp chất ngoại lai có liên quan

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4
- dùng 2 µl dung dịch mẫu thử 1/400.

Chì

Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 0,5 g (chính xác đến 0,1 mg) mẫu thử hòa tan trong acid hydrocloric 0,01 N và định mức đến 1000 ml. lấy 10 ml dung dịch này pha loãng với acid hydrocloric 0,01 N vừa đủ để thu được 250 ml. Xác

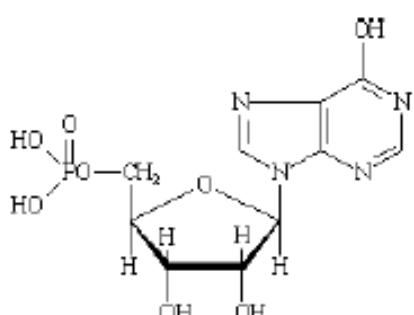
định độ hấp thụ quang của dung dịch này trong cuvet 1 cm tại bước sóng 260 nm và sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,01 N làm mẫu chứng.

Tính hàm lượng % C₁₀H₁₄N₅O₈P trong mẫu thử theo công thức sau:

$$\% = \frac{A}{235} \times \frac{250000}{\text{Khối lượng mẫu (mg)}} \times \frac{100}{100 - \text{giảm khối lượng khi làm khô (\%)}} \times 100$$

PHỤ LỤC 6

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID 5'-INOSINIC

1. Tên khác, chỉ số	5'- Inosinic acid; Inosinic acid; IMP INS 630 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Acid Inosin-5'-monophosphoric
<i>Mã số C.A.S.</i>	131-99-7
<i>Công thức phân tử</i>	C ₁₀ H ₁₃ N ₄ O ₈ P
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	348,21
3. Cảm quan	Tinh thể trắng hoặc không màu, bột tinh thể trắng; không mùi
4. Chức năng	Chất điều vị
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, ít tan trong ethanol.
<i>Phổ hấp thụ quang</i>	Dung dịch mẫu thử 1/50000 trong acid hydrochloric 0,01 N có cực đại hấp thụ tại 250±2 nm. Tỷ số A ₂₅₀ /A ₂₆₀ trong khoảng từ 1,55 đến 1,65 và tỷ số A ₂₈₀ /A ₂₆₀ trong khoảng từ 0,20 đến 0,30.
<i>Ribose</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của ribose.
<i>Phosphat hữu cơ</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat hữu cơ.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 3,0% (sấy tại 120 °C trong 4 giờ).
<i>pH</i>	Dung dịch mẫu thử 1/20 có pH từ 1,0 đến 2,0.
<i>Các tạp chất ngoại lai có liên quan</i>	Không phát hiện bằng phương pháp sắc ký.
<i>Chì</i>	Không được quá 1 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C ₁₀ H ₁₃ N ₄ O ₈ P	Không thấp hơn 97,0% và không được quá 102,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Phosphat hữu cơ</i>	- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4

- Dịch thử là dung dịch mẫu thử 1/400.

6.2. Độ tinh khiết

Các tạp chất ngoại lai có liên quan

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4

- dùng 1 µl dung dịch mẫu thử 1/200.

Chi

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 0,5 g (chính xác đến 0,1 mg) mẫu thử hòa tan trong acid hydrochloric 0,01 N và định mức đến 1000 ml. lấy 10 ml dung dịch này pha loãng với acid hydrochloric 0,01 N vừa đủ để thu được 250 ml. Xác định độ hấp thụ quang của dung dịch trong cuvet 1 cm tại bước sóng 250 nm và sử dụng dung dịch acid hydrochloric 0,01 N làm mẫu chứng.

Tính hàm lượng % C₁₀H₁₃N₄O₈P trong mẫu thử theo công thức sau:

$$\% = \frac{A}{349} \times \frac{250000}{\text{Khối lượng mẫu (mg)}} \times \frac{100}{100 - \text{giá trị giảm khối lượng khi làm khô (\%)}} \times 100$$

PHỤ LỤC 7

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI MALTOL

1. Tên khác, chỉ số

INS 636

ADI = 0 - 1 mg/kg thể trọng

2. Định nghĩa

Maltol thu được bằng cách tổng hợp hóa học

Tên hóa học

3-hydroxy-2-methyl-4-pyron

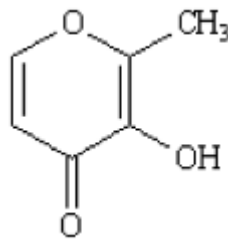
Mã số C.A.S.

118-71-8

Công thức hóa học

C₆H₆O₃

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử

126,11

3. Cảm quan

Bột tinh thể trắng có mùi caramel bơ ngào đường.

4. Chức năng

Chất điều vị, trợ hương, hương liệu.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Ít tan trong nước, tan trong ethanol và propylen glycol.

Khoảng nóng chảy

160° - 164°.

Hấp thụ tử ngoại

Phổ hấp thụ tử ngoại của dung dịch mẫu thử 10 mg/l trong acid hydrochloric 0,1 N có 1 cực đại hấp thụ tại 274 nm.

5.2. Độ tinh khiết

Nước

Không được quá 0,5%

Tro sulfat

Không được quá 0,2%. (Cân 5 g mẫu).

<i>Chi</i>	Không được quá 1 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C ₆ H ₆ O ₃	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	
<i>Nước</i>	- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. - Phương pháp Karl-Fischer.
<i>Tro sulfat</i>	- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. - Mẫu thử: Cân 5 g .
<i>Chi</i>	- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật AAS-ICP/AES thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần Các phương pháp chung, tạp chất kim loại.

6.2. Định lượng

Dung dịch chuẩn

Cân 50 mg (chính xác) chuẩn Maltol USP, cho vào bình định mức 250 ml, hòa tan và định mức đến vạch bằng acid hydrochloric 0,1 N và lắc đều. Dùng pipet lấy 5 ml cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng acid hydrochloric 0,1 N, lắc đều.

Dung dịch định lượng

Cân 50 mg (chính xác) mẫu thử, cho vào bình định mức 250 ml, hòa tan và định mức đến vạch bằng acid hydrochloric 0,1 N và lắc đều. Dùng pipet lấy 5 ml cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng acid hydrochloric 0,1 N, lắc đều.

Tiến hành thử

Xác định độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn và dung dịch định lượng tại 274 nm sử dụng cuvet đo 1 cm bằng thạch anh, acid hydrochloric 0,1 N là mẫu trắng.

Tính hàm lượng % của maltol trong mẫu thử theo công thức sau:

$$\% \text{ Maltol} = 100 \times W_S \times A_A / (A_S \times W_A)$$

Trong đó:

A_A là độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu (dung dịch định lượng)

A_S là độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn

W_A là khối lượng mẫu trong dung dịch định lượng (mg)

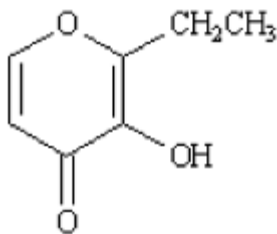
W_S là khối lượng chuẩn trong dung dịch chuẩn (mg)

PHỤ LỤC 8

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ETHYL MALTOL

1. Tên khác, chỉ số	INS 637 ADI = 0 - 2 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	Ethyl maltol thu được bằng cách tổng hợp hóa học
<i>Tên hóa học</i>	2-Ethyl-3-hydroxy-4-pyron
<i>Mã số C.A.S.</i>	4940-11-8
<i>Công thức hóa học</i>	C ₇ H ₈ O ₃

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử

140,14

3. Cảm quan

Bột tinh thể trắng có mùi kẹo bông.

4. Chức năng

Chất điều vị, trợ hương, hương liệu.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Ít tan trong nước, tan trong ethanol và propylen glycol.

Khoảng nóng chảy

89° - 93°.

Hấp thụ tử ngoại

Phổ hấp thụ tử ngoại của dung dịch mẫu thử 10 mg/l trong acid hydrochloric 0,1 N có 1 cực đại hấp thụ tại 276 nm.

5.2. Độ tinh khiết

Nước

Không được quá 0,5% .

Tro sulfat

Không được quá 0,2%.

Chì

Không được quá 1 mg/kg.

5.3. Hàm lượng C₇H₈O₃

Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1 Độ tinh khiết

Nước

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4
- Phương pháp Karl Fischer

Tro sulfat

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4
- Cân 5 g mẫu

Chì

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật AAS-ICP/AES thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần Các phương pháp chung, tạp chất kim loại.

6.2. Định lượng

Dung dịch chuẩn

Cân 50 mg (chính xác) chuẩn Ethyl maltol USP, cho vào bình định mức 250 ml, hòa tan và pha loãng đến vạch bằng acid hydrochloric 0,1 N và lắc đều. Dùng pipet lấy 5 ml cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng acid hydrochloric 0,1 N, lắc đều.

Dung dịch mẫu thử

Cân 50 mg (chính xác) mẫu thử, cho vào bình định mức 250 ml, hòa tan và pha loãng đến vạch bằng acid hydrochloric 0,1 N và lắc đều. Dùng pipet lấy 5 ml cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng acid hydrochloric 0,1 N, lắc đều.

Tiến hành thử

Xác định độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn và dung dịch mẫu thử tại 276 nm sử dụng cuvet đo 1-cm bằng thạch anh, acid hydrochloric 0,1 N là mẫu trắng.

Tính hàm lượng % của Ethyl maltol trong mẫu thử theo công thức sau:

$$\% \text{ Ethyl maltol} = 100 \times W_S \times A_A / (A_S \times W_A)$$

Trong đó:

A_A là độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu thử

A_S là độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn

W_A là khối lượng mẫu trong dung dịch định lượng (mg)

W_S là khối lượng chuẩn trong dung dịch chuẩn (mg)