

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

QCVN 4-16:2010/BYT

VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT ĐỘN

National technical regulation on Food Additive – Propellant
HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

QCVN 4- :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 ...44/2010/TT-BYT ngày ...22. tháng ...12. năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT ĐỘN

NATIONAL TECHNICAL REGULATION ON FOOD ADDITIVE – BULKING AGENT

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 độn 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 độn 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. Chất độn: là phụ gia thực phẩm được bổ sung vào thành phần chính của thực phẩm với giá trị năng lượng không đáng kể.

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 độn 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 cellulose vi tinh thể

1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với sáp carnauba

1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri alginat

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 độn 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 độn

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất độn 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 độn 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 CELULOSE VI TINH THỂ

1. Tên khác, chỉ số	Mycrocrystalline cellulose; Cellulose gel; INS 460 ADI không giới hạn.
2. Định nghĩa	Celulose tinh khiết, được cắt mạch một phần bằng cách xử lý alpha-celulose, thu được như một khối bột nhão từ các nguyên liệu thực vật dạng sợi xử lý với các acid vô cơ. Độ polyme hóa thường nhỏ hơn 400. Không quá 10% tiểu phân có đường kính nhỏ hơn 5 µm.
Tên hóa học	Celulose
Mã số C.A.S.	9004-34-6
Công thức hóa học	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n
3. Cảm quan	Bột tinh thể trơn chảy, mịn, màu trắng hoặc gần như trắng, không mùi.
4. Chức năng	Chất độn, chất nhũ hóa, chất ổn định, chất chống đông vón, tác nhân phân tán.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Không tan trong nước, ethanol, ether và các acid vô cơ loãng. Ít tan trong dung dịch natri hydroxyd.
Hấp thụ hồng ngoại	Phổ hấp thụ hồng ngoại của mẫu thử phân tán trong kali bromid phải tương ứng với phổ hồng ngoại dưới đây.
Tạo huyền phù	Phải có phản ứng tạo huyền phù đặc trưng
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	Không được quá 7,0 %. (sấy tại 105°C, trong 3 giờ).
pH	5,0 - 7,5
Các chất tan trong nước	Không được quá 0,24 %.
Tro sulfat	Không được quá 0,05 %.
Tinh bột	Không phát hiện.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 97% carbohydrat, tính theo cellulose trên chế phẩm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Tạo huyền phù	Trộn 30 g mẫu thử với 270 ml nước trong máy trộn tốc độ cao (18.000 vòng/phút) trong 5 phút. Chuyển 100 ml hỗn hợp vào ống đong chia độ dung tích 100 ml, để yên trong 3 giờ. Thu được một huyền phù trắng, đục, không có bọt, huyền phù này sau đó phân lớp .
6.2. Độ tinh khiết	
pH	Lắc 5 g mẫu thử với 40 ml nước trong 20 phút và đem ly tâm. Xác định pH của phần dung dịch phía trên.
Các chất tan trong nước	Lắc 5 g mẫu thử với khoảng 80 ml nước trong 10 phút, lọc qua giấy lọc Whatman No.42 hoặc giấy lọc tương đương, thu dịch lọc vào bình đã cân bì, rửa phần còn lại trên giấy lọc bằng 20 ml nước và đun cách thủy đến khô. Sấy khô ở nhiệt độ 105°C trong 1 giờ, làm nguội, cân và tính % khối lượng.
Tro sulfat	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Phương pháp 1, (cân 10 g mẫu).
Tinh bột	Thêm vài giọt dung dịch iod (TS) vào 20 ml huyền phù thu được từ phép thử định tính tinh bột, trộn đều. Không được phép xuất hiện màu tím xanh hoặc màu xanh.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ 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 125 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, chuyển vào bình nón 300 ml bằng khoảng 25 ml nước. Thêm 50,0 ml kali dicromat 0,5 N vào và trộn đều. Cần thận thêm 100 ml acid sulfuric và đun đến sôi. Lấy dung dịch ra, để ở nhiệt độ phòng trong 15 phút và làm mát bằng cách ngâm trong bể điều nhiệt. Chuyển dung dịch thu được vào bình định mức 250 ml. Rửa bình nón bằng nước cất, gộp dịch rửa vào bình định mức và pha loãng gần tới vạch bằng nước. Đợi nhiệt độ của bình định mức đạt tới nhiệt độ phòng (25°C), sau đó định mức tới vạch bằng nước và lắc đều. Chuẩn độ 50 ml dung dịch thu được với dung dịch sắt (II) amoni sulfat 0,1N, sử dụng 2 đến 3 giọt dung dịch ortho-phenanthrolin (TS) làm chỉ thị và ghi lại thể tích đã sử dụng (S) ml. Tiến làm mẫu trắng song song và ghi lại thể tích dung dịch sắt (II) amoni sulfat tiêu tốn (B) ml. Tính phần trăm cellulose trong mẫu thử theo công thức sau:

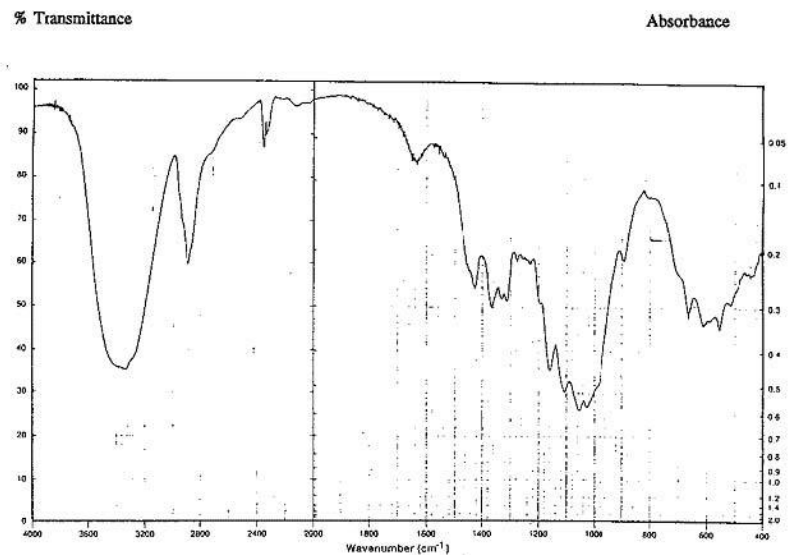
$$(B - S) \times \frac{338}{W} \%$$

trong đó:

W là khối lượng mẫu thử, mg, đã được hiệu chỉnh khối lượng sau khi làm khô.

Phổ hồng ngoại

Celulose vi tinh thể



PHỤ LỤC 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI SÁP CARNAUBA

1. Tên khác, chỉ số	INS 903 ADI = 0-7 mg/kg
2. Định nghĩa	Sáp tinh luyện thu được từ lá của cây cọ nhiệt đới Brazil <i>Copernicia cerifera</i> (Arruda) Mart. [syn. <i>C. purnifera</i> (Muell.)]; là hỗn hợp của một số hợp chất hoias học, chủ yếu là các ester, ví dụ như: <ul style="list-style-type: none">- Các ester mạch thẳng (Ester giữa các acid mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C24 đến C28 và các rượu mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C30 đến C34).- Các ester alpha-hydroxy (Ester giữa các hydroxyl acid mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C22 đến C28, các acid mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C24 đến C28, và các rượu đơn chức mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C24 đến C34 và rượu diol mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C24 đến C34).- Các Diester cinnamic aliphatic (Ester giữa acid p-methoxy cinnamic và các rượu diol mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C24 đến C34). Ngoài ra chế phẩm cũng chứa các acid tự do (các acid mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C22 đến C28), các rượu tự do (các rượu mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C30 đến C34), các hydrocarbon (mạch thẳng có mạch carbon lẻ từ C27 đến C31) và nhựa.
Mã số C.A.S.	8015-86-9
3. Cảm quan	Dạng rắn, cứng, ròn màu vàng nhạt đến nâu sáng, có vết nứt trong.
4. Chức năng	Chất làm bóng, chất độn, chất điều chỉnh độ acid, chất mang.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Không tan trong nước, ít tan trong ethanol sôi và tan trong ether.
Khoảng nóng chảy	80oC - 86oC
5.2. Độ tinh khiết	
Chỉ số acid	Từ 2 đến 7.
Chỉ số xà phòng hóa	Từ 78 đến 95.
Chỉ số ester	Từ 71 đến 93. Chỉ số ester thu được khi lấy giá trị chỉ số xà phòng hóa trừ đi giá trị chỉ số acid.
Tro sulfat	Không được quá 0,25 % (kl/kl).
Các chất không xà phòng hóa	Từ 50% đến 55%.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	
Tro sulfat	Cân 2 g mẫu thử vào một chén sứ hoặc đĩa platin đã xác định trọng lượng bì, đun trên lửa đến khi hơi bay ra không còn mùi hăng. Nung theo hướng dẫn tại huyền luận xác định tro sulfat, phương pháp I - JECFA monograph 1 - Vol.4).
Các chất không xà phòng hóa	Cân 5 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào bình dung tích 250 ml thêm vào cốc dung dịch gồm 2g kali hydroxyd trong 40 ml ethanol, đun hồi lưu (sôi nhẹ) trong khoảng 1 giờ hoặc đến khi quá trình xà phòng hóa xảy ra hoàn toàn. Sau khi kết thúc đun hồi lưu, chuyển hỗn hợp trong bình và một phễu chiết có nút thủy tinh dài khoảng 30 cm, đường kính 3,5 cm và có chia vạch thể tích (ở 40,80 và 130 ml). Tráng bình cất bằng cồn, gộp dịch tráng vào phễu chiết, sao cho đủ 40 ml; tiếp tục tráng bình bằng nước cất nóng, nước cất lạnh, gộp dịch tráng vào phễu chiết sao cho đạt khoảng 80 ml; cuối cùng tráng bình cất bằng vài ml ether dầu hỏa, gộp dịch tráng vào phễu chiết, làm mát phễu chiết và dịch trong phễu về nhiệt độ phòng, thêm 50 ml ether dầu hỏa. Đậy nút phễu chiết và lắc đều trong

ít nhất 1 phút, để tách lớp hỗn hợp đến khi hỗn hợp trong phễu chiết tách thành 2 lớp, trong. Gạn lấy lớp ether phía trên vào phễu chiết 500 ml (chú ý không để lẫn lớp dịch phía dưới). Lặp lại 6 lần quá trình chiết như trên với lớp dịch nước, mỗi lần với 50 ml ether dầu hỏa, gộp các dịch chiết ether dầu hỏa vào phễu chiết 500 ml. Rửa dịch chiết ether dầu hỏa trong phễu chiết 500 ml nhiều lần, mỗi lần với 25 ml ethanol 10%, lắc đều, rửa cho đến khi dịch rửa còn trung tính với phenolphthalein, loại bỏ dịch rửa còn. Cho dịch ether dầu hỏa đã rửa vào cốc đã xác định trọng lượng bì, rửa phễu chiết bằng 10 ml ether, gộp dịch rửa này vào cốc đựng dịch ether dầu hỏa. Cho bay hơi hỗn hợp trong cốc đến khô trên hơi nước của bể cách thủy. Sấy khô cạn đến khối lượng không đổi tại 75oC đến 80oC trong chân không không quá 200 mmHg hoặc tại 100oC trong 30 phút. Để nguội trong trong bình hút ẩm, cân khối lượng cạn còn lại (các chất không xà phòng hóa).

Hòa tan cạn trong 50 ml ethanol trung tính ẩm và chuẩn độ với natri hydroxyd 0,02N, sử dụng chỉ thị là phenolphthalein. Mỗi ml natri hydroxyd 0,02N tương đương với 5,659 mg acid béo, tính theo acid oleic.

Hiệu chỉnh kết quả: Lấy khối lượng cạn thu được trừ đi khối lượng acid béo thu được khối lượng chính xác các chất không xà phòng hóa trong mẫu thử.

Chi

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ 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.

PHỤ LỤC 3

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI ALGINAT

1. Tên khác, chỉ số	INS 401 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	Muối natri của acid alginic
Mã số C.A.S.	9005-38-3
Công thức hóa học	(C ₆ H ₇ NaO ₆) _n
Công thức cấu tạo	Công thức cấu tạo do Phillips, Wedlock and Williams công bố trong Gums and Stabilizers for the Food Industry 5 (1990), nhà xuất bản Oxford University Press.
	<p style="text-align: center;"> $\text{--- G}^{(1\text{C}_4)} \text{---}_{\alpha-1,4} \text{G}^{(1\text{C}_4)} \text{---}_{\alpha-1,4} \text{M}^{(4\text{C}_1)} \text{---}_{\beta-1,4} \text{M}^{(4\text{C}_1)} \text{---}_{\beta-1,4} \text{G}$ </p>
	Số lượng và trình tự của các phần mannuronat và gluconat có thể thay đổi trong alginat tự nhiên. Công thức trên chưa thể hiện sự kết hợp với nước.
Khối lượng phân tử	Đơn vị cấu trúc : 198,11 (lý thuyết); 222 (trung bình trên thực tế). Đại phân tử: 10000-600000 (trung bình thông thường)
3. Cảm quan	Dạng hạt, bột hoặc sợi mảnh màu trắng đến vàng nâu.
4. Chức năng	Chất độn, chất ổn định, chất làm dày, chất tạo gel, chất nhũ hóa
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan chậm trong nước, tạo ra dung dịch nhớt. Không tan trong ethanol và ether.
Tạo kết tủa với calci clorid	Phải có phản ứng kết tủa đặc trưng với calci clorid.
Tạo kết tủa với amoni sulfat	Phải có phản ứng kết tủa đặc trưng với amoni sulfat.
Alginat	Phải có phản ứng đặc trưng của alginat.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 15% (Sấy tại 105oC trong 4 giờ).
Chất không tan trong nước	Không được quá 2% tính theo chế phẩm khô.
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 5,0 mg/kg.
5.3. Yêu cầu về vi sinh vật	
Tổng số vi sinh vật hiếu khí	Không được quá 5000 khuẩn lạc/g.
Tổng số bào tử nấm men-mốc	Không được quá 500 khuẩn lạc/g
Coliforms	Âm tính
Salmonella	Âm tính
5.3. Hàm lượng	Chế phẩm khan chứa không thấp hơn 18,0% và không được quá 21,0%

(C₆H₇NaO₆)n CO₂ tương đương với không thấp hơn 90,8% và không được quá 106,0% natri alginat (C₆H₇NaO₆)n.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Tạo kết tủa với calci clorid Thêm dung dịch calci clorid 2,5% vào dịch thử là dung dịch mẫu thử 0,5% trong dung dịch natri hydroxyd (TS), với thể tích bằng 1/5 thể tích dịch thử. Xuất hiện tủa khối lớn dạng keo. Phép thử này phân biệt calci alginat với gôm arabic, natri carboxymethyl cellulose, carragenan, gelatin, gôm ghatti, gôm karaya, gôm carob bean, methyl cellulose, gôm tragacanth.

Tạo kết tủa với amoni sulfat Thêm dung dịch amoni sulfat bão hòa vào dịch thử là dung dịch mẫu thử 0,5% trong dung dịch natri hydroxyd (TS), với thể tích bằng 1/2 thể tích dịch thử. Không được xuất hiện tủa. Phép thử này phân biệt calci alginat với thạch, natri carboxymethyl cellulose, carragenan, pectin de-este hóa, gelatin, gôm carob bean, methyl cellulose và tinh bột.

Alginat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Natri Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Chất không tan trong nước Cân 2 g (chính xác đến 0,1 mg) mẫu, hòa vào 800 ml nước trong bình 2000 ml. Trung hòa tới pH 7 bằng dung dịch natri hydroxyd (TS) và thêm dư 3 ml. Thêm 40 ml dung dịch hydro peroxyd 30% (kl/kl), đậy bình và đun trong khoảng 1 giờ, khuấy thường xuyên. Lọc nóng qua một chén lọc Gooch có màng lọc bằng xơ thủy tinh đã cân bì (2,4 cm, No 934 AH, Reeve Angel & Co, Clifton, N.Y., USA hoặc tương đương). Nếu quá trình lọc bị chậm do dung dịch mẫu có độ nhớt cao, đun sôi đến khi độ nhớt giảm đến mức có thể lọc được. Rửa kỹ chén lọc bằng nước nóng, sấy chén lọc và phần chất không tan tại 105o trong 1 giờ, để nguội và cân. Tính hàm lượng % của phần chất không tan đã sấy khô.

Arsen Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. phương pháp II.

Chi - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ 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. Các yêu cầu về VSV

Tổng số vi sinh vật hiếu khí Ban đầu chuẩn bị đậm độ pha loãng gốc 10-1 bằng cách thêm 50g mẫu vào 450ml dung dịch pha loãng đệm phosphat Butterfield và đồng nhất mẫu bằng máy trộn tốc độ cao.

6.2. Định lượng

Tiến hành theo hướng dẫn trong chuyên luận Xác định carbon dioxyd bằng phương pháp decarboxyl hóa tại JECFA monograph 1 - Vol.4.

Mỗi ml natri hydroxyd 0,25 N sử dụng tương đương với 5,5 mg carbon dioxyd hoặc 27,75 mg natri alginat (tương đương khối lượng 222).