

# QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

QCVN 4-17:2010/BYT

## VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT KHÍ ĐẨY

*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 KHÍ ĐẨY

NATIONAL TECHNICAL REGULATION ON FOOD ADDITIVE – PROPELLANT

### 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 khí đẩy 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 khí đẩy 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 khí đẩy: là phụ gia thực phẩm dạng khí được cho vào 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 khí đẩy 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 khí nitrogen

1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với khí nitrogen oxyd

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 khí đẩy 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 khí đẩy**

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất khí đẩy 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 khí đẩy 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 KHÍ NITROGEN

1. Tên khác, chỉ số	Nitrogen INS 941 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	Chuyên luận này định nghĩa Nitrogen với hàm lượng oxygen tối đa là 1%, chỉ phù hợp với một số đối tượng thực phẩm. Một số đối tượng thực phẩm khác yêu cầu độ tinh khiết cao hơn (tương ứng với hàm lượng oxygen thấp hơn).
Tên hóa học	Nitrogen
Mã số C.A.S.	7727-37-9
Công thức hóa học	N <sub>2</sub>
Khối lượng phân tử	28,0
3. Cảm quan	Khí hoặc dạng lỏng không màu, không mùi.
4. Chức năng	Tác nhân làm lạnh, chất khí đẩy, khí dùng trong bao gói
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Thử ngọn lửa	Ngọn lửa bị tắt trong môi trường tạo ra bởi mẫu thử.
5.2. Độ tinh khiết	
Oxygen	Theo hãng sản xuất công bố, nhưng không được quá 1% (tt/tt) (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Carbon monoxyd	Không được quá 10 µl/l (mô tả trong phần Phương pháp thử).
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 99,0 % tt/tt.
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	
Oxygen	Sử dụng thiết bị phân tích oxygen với detector có khoảng làm việc từ 0 - 100 µl/l, gắn với một pin điện hóa. Mẫu khí thử được dẫn qua detector điện hóa chứa dung dịch lỏng, thường là dung dịch kali hydroxyd. Oxygen trong mẫu khí thử sẽ tạo nên sự thay đổi tín hiệu điện. Sự thay đổi này được ghi lại ở đầu ra của pin điện hóa và tỷ lệ với hàm lượng oxygen.  Hiệu chuẩn lại thiết bị phân tích theo hướng dẫn của hãng sản xuất. Sử dụng bộ điều áp phù hợp và các ống kim loại không rò khí (airtight) để dẫn khí chạy qua thiết bị phân tích. Vận hành với tốc độ dòng khí đã cho đến khi đạt được tín hiệu ổn định.
Carbon monoxyd	Cho khoảng 1050±50 ml mẫu khí thử chạy qua ống detector đo carbon monoxyd với tốc độ khí được chỉ định cho ống detector. Hàm lượng tương ứng với sự thay đổi tín hiệu thu được không được phép quá 10 µl/l.
6.2. Định lượng	
	Xác định bằng sắc kí khí với các điều kiện đo như sau: Cột tách: vật liệu: thép không rỉ chiều dài : 2m đường kính trong: 2 mm chất nhồi cột: rây phân tử phù hợp, có khả năng hấp thụ các phân tử có đường kính đến 0,5 nm. Khí mang: - Khí: heli (không thấp hơn 99.995 % (v/v) He) - Tốc độ dòng khí: 40 ml/min

Detector: Detector dẫn nhiệt

Injector: injector vòng

Nhiệt độ cột: 50°C

Nhiệt độ detector: 130°C

Khí đối chiếu (a): không khí

Khí đối chiếu (b): Nitrogen (không thấp hơn 99.999 % (tt/tt) của N<sub>2</sub>, thấp hơn 1 ppm CO, thấp hơn 5 ppm O<sub>2</sub>)

Tiến hành:

Bơm khí đối chiếu (a). Điều chỉnh thể tích bơm và điều kiện đo sao cho chiều cao của peak nitrogen trên sắc đồ chiếm ít nhất là 35 % toàn thang ghi. Phép thử sẽ không chính xác nếu sắc đồ không tách được rõ rệt nitrogen và oxygen.

Bơm mẫu thử và khí đối chiếu (b). Peak chính trong sắc đồ thu được của mẫu thử phải có diện tích bằng ít nhất là 99,0% diện tích của peak chính thu được trong sắc đồ của khí đối chiếu (b).

## PHỤ LỤC 2

### YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KHÍ NITROGEN OXYD

1. Tên khác, chỉ số	Nitrogen oxyde, dinitrogen monoxyde, INS 942 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Dinitrogen monoxyd
Mã số C.A.S.	10024-97-2
Công thức hóa học	N <sub>2</sub> O
Khối lượng phân tử	44,01
3. Mô tả	Khí không màu, không mùi.
4. Chức năng	Chất khí đẩy, chất chống oxi hóa, khí dùng trong bao gói, chất tạo bọt
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	1 thể tích mẫu thử hòa tan trong 1,5 thể tích nước (ở 20°C, 760 mm Hg)
Thử ngọn lửa	Gỗ vụn, nung nóng khi tiếp xúc với nitrogen oxyd sẽ cháy bùng thành ngọn lửa (phân biệt với nitrogen).
Thử Pyrogallol	Đạt yêu cầu (phân biệt với oxygen).
5.2. Độ tinh khiết	
Carbon monoxyd	Không được quá 10 µl/l.
Nitric oxyd và nitrogen dioxyd	Không được quá 5 µl/l.
Các Halogen và hydrogen sulfid	Không được quá 5 µl/l.
Arsin and phosphin	Đạt yêu cầu.
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 97,0 % (tt/tt).
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Thử Pyrogallol	Lấy khoảng 100 ml khí thử vào ống dung tích 100 ml, đầu ống được gắn khóa vòi. Mở khóa vòi, nhanh chóng thêm vào đó dung dịch 500mg pyrogallol / 2ml nước mới pha và dung dịch 12 g kali hydroxyd/ 8 ml nước mới pha. Lập tức đóng khóa vòi lại, lắc đều. Khí thử không bị hấp thụ và dung dịch không chuyển thành màu nâu.
6.2. Độ tinh khiết	Chú ý: Với các phép thử sau đây, phải giữ bình khí thử tại nhiệt độ phòng ít nhất là 6 giờ trước khi tiến hành phép thử. Trong tất cả các phép thử, bình khí thử phải được giữ thẳng đứng, khi chuyển khí, van khí ra phải hướng lên trên. Nếu không có chỉ dẫn nào khác thì dẫn khí với tốc độ không đổi là 4 L/giờ và tiến hành phép thử hoặc tính toán kết quả tham chiếu với khí ở 20°C và 760 mm Hg.
Carbon monoxyd	Nguyên tắc: Tiến hành phép thử với phần mẫu thử đầu tiên lấy ra từ bình khí. Lấy 5 L nitrogen oxyd để thử và 5,0 L không khí không chứa carbon monoxyd để làm mẫu chứng. Chênh lệch thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,002 N dùng để chuẩn độ trong 2 thử nghiệm không được quá 0,5 ml. Thiết bị: Thiết bị bao gồm các phần được nối thành chuỗi như sau: - Ống hình chữ U có chứa silicagel khan nhồi trong crom trioxyd. - Bình rửa khí (loại dreschel) chứa 100 dung dịch kali hydroxyd 40% kl/tt. - Ống hình chữ U đựng các viên kali hydroxyd. - Ống hình chữ U đựng phosphor pentoxyd phân tán trong đá bọt dạng

viên nung chảy.

- Ống đựng anhydrid iodic ( $I_2O_5$ ) đã kết tinh lại, dạng viên, đã được sấy khô ở  $200^\circ C$  và giữ ở nhiệt độ  $120^\circ C$ . Anhydrid iodic khan được nhồi trong ống đặt trong các cột chiều dài lớp anhydrid iodic là 1cm, các lớp anhydrid iodic cách nhau bởi phần bông thủy tinh dày 1 cm sao cho tổng chiều dài hiệu dụng là 5 cm.

- Bình có chứa 2 ml dung dịch kali iodid (TS) và 3 giọt dung dịch hồ tinh bột (TS)

Tiến hành

Sục 5,0 L không khí không chứa carbon dioxyd qua thiết bị. Nếu cần, làm mất màu xanh của dung dịch iod bằng cách thêm vào đó một lượng tối thiểu dung dịch natri thiosulfat 0,002 N mới pha. Tiếp tục sục khí qua thiết bị cho đến khi thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,002 N cần dùng không lớn hơn 0,045 ml, sau khi đã sục 5 L không khí không chứa carbon dioxyd.

Dẫn khí chạy từ bình khí qua thiết bị đo, với thể tích và tốc độ dòng khí như đã mô tả trong chuyên luận. Chuyển toàn bộ lượng vết iod tạo thành vào bình phản ứng bằng cách cho 1 L không khí không chứa carbon monoxyd chạy qua thiết bị. Chuẩn độ lượng iod được giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,002 N.

Tiến hành làm mẫu trắng song song, với khí không có carbon monoxyd. Hiệu thể tích natri thiosulfat 0,002 N cần dùng giữa 2 lần chuẩn độ không được lớn hơn giới hạn đã cho trong các chuyên luận.

Nitric oxyd và nitrogen dioxyd Nguyên tắc:

Tiến hành phép thử sau khi 5 L mẫu thử dùng trong phép thử carbon monoxyd đã được rút ra khỏi bình khí. Dẫn khí chạy qua dung dịch chứa kali permanganat 2,5 % (kl/tt) và acid sulfuric 1,2 % (kl/tt) và chạy vào ống lấy mẫu chân không có dung tích 1 L với tốc độ khí là 15,0 L/giờ. Dẫn khí cho đến khi áp suất trong ống đạt được 50 mm dưới áp suất khí quyển, đo theo áp kế thủy ngân. Tính thể tích khí ở  $20^\circ C$  và 760 mm Hg.

Dung dịch acid sulfanilic/naphthylendiamin (TS):

Dung dịch I: Hòa tan 2 g acid sulfanilic (TS) vào hỗn hợp 10 ml acid acetic băng và 180 ml nước.

Dung dịch II: Hòa tan 0,2 g naphthylendiamin dihydroclorid vào 10 ml dung dịch acid acetic băng 50% (tt/tt) đun nóng nhẹ và pha loãng thành 200 ml bằng nước.

Trộn 9 thể tích dung dịch I với 1 thể tích dung dịch II

Tiến hành

Cho 20,0 ml dung dịch acid sulfanilic /naphthylendiamin (TS) vào ống lấy mẫu bằng cách nhúng đáy ống vào đĩa chứa hỗn hợp và cẩn thận mở vò khóa. Lắc ống, sau đó để yên trong 10 phút (thỉnh thoảng lắc một lần). Chuẩn bị dung dịch đối chứng bằng cách thêm 0,25 ml dung dịch natri nitrit 0.00308% (kl/tt) vào 20,0 ml dung dịch acid sulfanilic /naphthylendiamin (TS). Đo độ hấp thụ quang của lớp dung dịch thu được dày 1 cm tại bước sóng 550 nm và hiệu chỉnh kết quả theo 1,0 L khí tại  $20^\circ C$  và 760 mmHg.

Độ hấp thụ quang đo được ở thử nghiệm của 1,0 L mẫu thử không được vượt quá giá trị tương ứng của dung dịch đối chứng.

Các halogen và hydrogen sulfid  
Chú ý: Trong thử nghiệm sau, phải dẫn khí vào một bình thủy tinh kín, đáy phẳng. Ống này được nối với (a) một ống dẫn có đường kính trong 1 mm; cách đáy bình 2 mm và (b) ống dẫn khí ra. Ống dẫn khí được nhúng ngập trong thuốc thử ở độ sâu từ 12 đến 14 cm.

Cho 10,0 L mẫu khí thử chạy qua 49 ml nước có chứa 1 ml dung dịch bạc nitrat (TS). Dung dịch không bị sẫm màu. Sau 5 phút, nếu như dung dịch bị đục, có màu trắng sữa, độ đục của dung dịch không được phép đậm hơn độ đục của của hỗn hợp gồm 1 ml dung dịch bạc nitrat (TS), 20 ml dung dịch clorid chuẩn (5 mg Cl/1L) và 0,15 ml acid nitric loãng (TS), được pha loãng bằng nước thành 50 ml và để yên trong 5 phút.

Arsin và phosphin

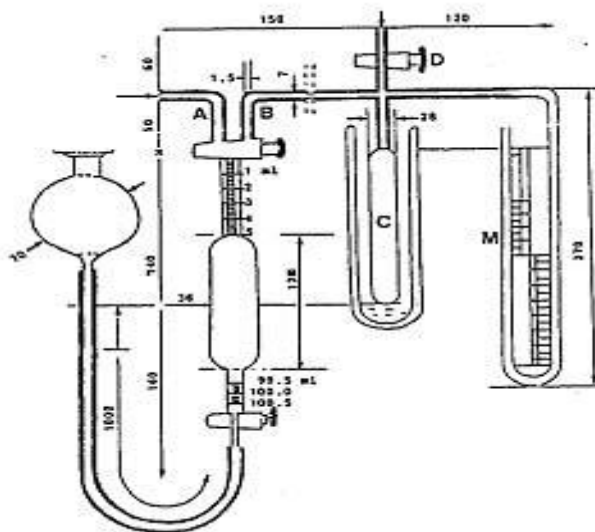
Dung dịch DDC bạc/Quinolin (TS): hòa tan 50 mg bột mịn bạc nitrat vào 100 ml quinolin và thêm vào đó 0,2 g bạc diethyldithiocarbamat. Sử dụng

thuốc thử ngay sau khi pha.

Tiến hành: dẫn 10,0 L khí thử, tốc độ 1,0 L/phút chạy qua một ống thủy tinh nhồi bông tẩm dung dịch chì acetat (TS) có đầu sục khí hình vòm bằng thủy tinh xốp, độ xốp 100, vào một ống có đường kính trong khoảng 2,5 cm, có chứa 5 ml dung dịch DDC bạc/Quinolin (TS). Đầu sục khí gần như tiếp xúc với đáy của ống. Màu của dung dịch DDC bạc/Quinolin (TS) không được thay đổi.

### 6.3. Định lượng

Dùng buret khí (xem hình vẽ) có dung tích 100 ml. Phần trên của buret có vòi 2 chiều gắn với 2 ống mao quản, một ống mao quản (ống A) được dùng để đưa khí vào thiết bị, ống mao quản kia (ống B) được nối với sinh hàn (C) và áp kế (M). Phần dưới của buret có vòi 1 chiều nối với bình thủy ngân bằng một ống cao su. Phần trên của buret khí được chia độ từ 0 đến 5 ml, theo thang 10 vạch/1 ml; và phần dưới được chia độ từ 99,5 đến 100,5 ml, theo thang 10 vạch/1 ml. Ống mao quản (B) được nối với một ống nối mao quản thẳng đứng tạo thành khớp nối 4 chiều, phần dưới ống nối của khớp nối được nối với một ống ngưng sinh hàn (C) có dung tích 60 ml. Ống bên phải của khớp nối được nối với một áp kế thủy ngân (M). Vòi (D) của ống nối trên mở thông với không khí bên ngoài.



Đóng 3 vòi khí lại và nhúng ống sinh hàn vào nitrogen lỏng đến ngang phần trên của ống sinh hàn. Bằng cách điều chỉnh vòi 2 chiều và bình thủy ngân động, tạo môi trường bán chân không trong hệ thiết bị với áp suất tùy ý từ Po 50 đến 60 mm Hg (đo chính xác). Áp suất này phải được giữ không đổi trong 10 phút để hiển thị rằng thiết bị kín khí.

Mở vòi 2 chiều vào ống (A) và lấp đầy buret và ống (A) bằng thủy ngân. Đóng vòi 2 chiều. Nối ống cao su vào van thoát khí của bình đựng nitrogen oxyd và cho dòng nitrogen oxyd chạy qua ống cao su trong 1 phút. Trong khi cho khí chạy qua, nối ống cao su với ống (A) và ngay lập tức mở vòi 2 chiều vào ống (A). Cho 100 ml nitrogen oxyd chạy vào buret bằng cách hạ thấp bình thủy ngân. Đóng vòi 2 chiều lại.

Nâng bình thủy ngân cao trên ống (A) và hạ thấp mức nitrogen lỏng xuống ngang mức giữa ống sinh hàn. Cần thận mở vòi buret nối thông với sinh hàn hồi lưu và cho thủy ngân dâng vào buret đến ngang vòi. Đóng vòi lại. Nâng mức nitrogen lỏng lên sao cho ngập toàn bộ sinh hàn. Đọc số chỉ áp suất và đợi đến khi áp suất ổn định trong vòng 2 phút.

Đặt bình thủy ngân vào vị trí đáy, mở vòi buret nối thông với sinh hàn hồi lưu. Dịch chuyển bình thủy ngân sao cho số chỉ trên áp kế bằng với áp suất ban đầu Po. Đóng vòi buret lại và bằng cách dịch chuyển bình thủy ngân tạo áp suất khí trong buret bằng với áp suất khí quyển. Thể tích khí trong buret (ml) biểu thị thể tích khí không ngưng tụ trong 100 ml khí nitrogen oxyd. Thể tích khí không ngưng tụ không được quá 3 ml. Cứ sau mỗi loạt 10 thử nghiệm lại cho không khí vào buret bằng cách mở vòi (D), tháo hết nitrogen lỏng ra khỏi sinh hàn và để sinh hàn ấm đến nhiệt độ phòng.

