



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.

Chỉ

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 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.