

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10630:2015

Xuất bản lần 1

PHỤ GIA THỰC PHẨM – AXIT SORBIC

Food additives – Sorbic acid

HÀ NỘI – 2015

Lời nói đầu

TCVN 10630:2015 được xây dựng dựa trên cơ sở JECFA (2004),
Sorbic acid;

TCVN 10630:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4
Gia vị và phụ gia thực phẩm biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Phụ gia thực phẩm – Axit sorbic

Food additives – Sorbic acid

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho hợp chất axit sorbic được sử dụng làm phụ gia thực phẩm.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6469: 2010, *Phụ gia thực phẩm – Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý*

TCVN 8900-1:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 1: Hàm lượng nước (Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer)*

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*

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*

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*

JECFA 2006, *Combined compendium of food additive specifications, Volume 4: Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications (Tuyển tập quy định kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4: Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm và dung dịch phòng thử nghiệm được sử dụng và viện dẫn trong các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm)*

3 Mô tả

3.1 Tên hóa học: Axit sorbic; axit 2,4-hexadienoic; axit 2-propenylacrylic

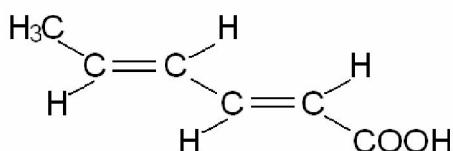
3.2 Kí hiệu

INS (mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm): 200

C.A.S (mã số hóa chất): 110-44-1

3.3 Công thức hoá học: $C_6H_8O_2$

3.4 Công thức cấu tạo (xem Hình 1)



Hình 1 – Công thức cấu tạo của axit sorbic

3.5 Khối lượng phân tử: 112,12

3.6 Chức năng sử dụng: Chất bảo quản kháng vi sinh vật, chất chống nấm.

CHÚ THÍCH: Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được (ADI) của axit sorbic và các muối canxi, kali và natri là từ 0 mg/kg thể trọng đến 25 mg/kg thể trọng.

4 Các yêu cầu

4.1 Nhận biết

4.1.1 Ngoại quan

Dạng tinh thể hình kim không màu hoặc bột trơn chảy màu trắng.

4.1.2 Mùi

Có mùi đặc trưng nhẹ.

4.1.3 Độ hòa tan

Rất ít tan trong nước, tan được trong etanol.

CHÚ THÍCH: Theo TCVN 6469:2010, một chất được coi là “rất ít tan” nếu cần từ 100 đến dưới 1 000 phần dung môi để hòa tan 1 phần chất tan, một chất “tan được” nếu chỉ cần từ 10 đến dưới 30 phần dung môi để hòa tan 1 phần chất tan.

4.1.4 Dải nhiệt độ nóng chảy

Từ 132 °C đến 135 °C.

4.1.5 Quang phổ

Cực đại hấp thụ của dung dịch 1/400 000 trong isopropanol là 254 nm ± 2 nm.

4.2 Các chỉ tiêu lí - hóa

Các chỉ tiêu lí - hóa của axit sorbic theo quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Chỉ tiêu lí - hóa của axit sorbic

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Phép thử liên kết đôi	Đạt phép thử tại 5.4
2. Hàm lượng nước, % khối lượng, không lớn hơn	0,5
3. Hàm lượng axit sorbic (C ₆ H ₈ O ₂), % khối lượng tính theo chất khô, không nhỏ hơn	99
4. Hàm lượng tro sulfat, % khối lượng, không lớn hơn	0,2
5. Hàm lượng các aldehyt, tính theo formaldehyt, % khối lượng, không lớn hơn	0,1
6. Hàm lượng chì, mg/kg, không lớn hơn	2

5 Phương pháp thử

5.1 Xác định độ hòa tan, theo 3.7 của TCVN 6469:2010.

5.2 Xác định dải nhiệt độ nóng chảy, theo 3.2 của TCVN 6469:2010.

Máy đo điểm nóng chảy cần được gia nhiệt đến 125 °C trước khi cho mẫu vào đo.

5.3 Xác định quang phổ, theo JECFA 2006, Volume 4.

5.4 Phép thử liên kết đôi**5.4.1 Thuốc thử****5.4.1.1 Dung dịch brom bão hòa**

Khuấy từ 2 ml đến 3 ml brom (Br₂) với 100 ml nước lạnh trong chai đầy nút thủy tinh, nút có thể được bôi trơn bằng mỡ khoáng (petrolatum). Bảo quản dung dịch trong điều kiện lạnh và tránh sáng.

5.4.2 Thiết bị, dụng cụ

5.4.2.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5.4.3 Cách tiến hành

Dùng cân (5.4.2.1), cân khoảng 0,02 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg, lắc đều với 1 ml dung dịch brom (5.4.1.1). Dung dịch brom sẽ mất màu.

5.5 Xác định hàm lượng nước, theo TCVN 8900-1:2012 (phương pháp Karl Fischer).

5.6 Xác định hàm lượng axit sorbic

5.6.1 Thuốc thử

5.6.1.1 Metanol, dạng khan.

5.6.1.2 Dung dịch natri hydroxit, 0,1 N.

5.6.1.3 Dung dịch phenolphthalein

Hòa tan 0,2 g phenolphthalein ($C_{20}H_{14}O_4$) trong 60 ml ethanol 90 % đựng trong bình định mức 100 ml (5.6.2.5), thêm nước đến vạch và trộn.

5.6.2 Thiết bị, dụng cụ

5.6.2.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5.6.2.3 Pipet.

5.6.2.4 Buret.

5.6.2.5 Bình định mức, dung tích 100 ml.

5.6.3 Cách tiến hành

Cân 0,25 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg, hoà tan trong 50 ml metanol khan (5.6.1.1) đã được trung hoà bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 N (5.6.1.2). Thêm vài giọt dung dịch phenolphthalein (5.6.1.3), chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit 0,1 N cho đến khi xuất hiện màu hồng bền trong vòng 30 s.

5.6.4 Tính kết quả

Hàm lượng axit sorbic có trong mẫu thử, X, biểu thị bằng phần trăm khối lượng chất khô, tính theo công thức sau:

$$X = \frac{V \times 11,21}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

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

11,21 là số miligam axit sorbic tương đương với 1 ml dung dịch natri hydroxit 0,1 N;

w là khối lượng mẫu thử theo chất khô, tính bằng gam (g);

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam sang gam.

5.7 Xác định hàm lượng tro sulfat, theo 5.3.3 của TCVN 8900-2:2012.

Sử dụng 2 g mẫu thử.

5.8 Xác định hàm lượng các aldehyt

5.8.1 Thuốc thử

5.8.1.1 Thuốc thử Schiff

Hòa tan 0,125 g tinh thể rosaline chlorohydrat trong 1 000 ml và làm mất màu bằng axit sulfuro (H_2SO_3).

5.8.1.2 Dung dịch formaldehyt, 2 $\mu\text{g/ml}$.

5.8.1.3 Nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương.

5.8.2 Cách tiến hành

Thêm 0,5 ml dung dịch thuốc thử Schiff (5.8.1.1) vào 1 ml dung dịch bão hòa mẫu thử trong nước rồi để yên từ 10 min đến 15 min.

So sánh màu của ống thử với màu tạo thành từ 1 ml dung dịch formaldehyt (5.8.1.2) với cùng thể tích thuốc thử Schiff và cùng điều kiện như mẫu thử.

Màu của dung dịch thử không được đậm hơn màu của dung dịch formaldehyt.

5.9 Xác định hàm lượng chì, theo TCVN 8900-6:2012 hoặc TCVN 8900-8:2012.