

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11169:2015

PHỤ GIA THỰC PHẨM - AACORBYL PALMITAT

Food additives - Ascorbyl palmitate

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11169:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo JECFA (2003)
Ascorbyl palmitate;

TCVN 11169:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4 *Giá 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 - Ascorbyl palmitat

Food additives - Ascorbyl palmitate

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho hợp chất ascorbyl palmitat 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 8900-2:2012, *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*

3 Mô tả

3.1 Tên gọi

Tên hóa học: L-ascorbyl palmitat; ascorbyl palmitat; 2,3-didehydro-L-threo-hexono-1,4-lacton-6-palmitat; 6-palmitoyl-3-keto-L-gulofuranolacton

Tên khác: Vitamin C palmitat

TCVN 11169:2015

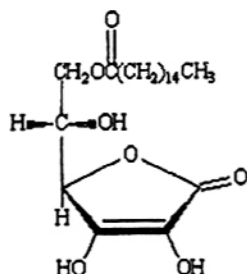
3.2 Kí hiệu

INS (mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm): 304

C.A.S (mã số hóa chất): 137-66-6

3.3 Công thức hoá học: $C_{22}H_{38}O_7$

3.4 Công thức cấu tạo (xem Hình 1)



Hình 1 – Công thức cấu tạo của ascorbyl palmitat

3.5 Khối lượng phân tử: 414,55

3.6 Chức năng sử dụng: Chất chống oxy hóa.

4 Các yêu cầu

4.1 Nhận biết

4.1.1 Ngoại quan

Dạng rắn màu trắng đến trắng vàng, có mùi của quả thuộc chi Cam chanh.

4.1.2 Độ hòa tan

Chỉ hơi tan trong nước, dễ tan trong etanol.

CHÚ THÍCH: Theo TCVN 6469:2010, một chất được coi là "chỉ hơi tan" nếu cần từ 1 000 đến dưới 10 000 phần dung môi để hòa tan 1 phần chất tan, một chất "dễ tan" nếu chỉ cần từ 1 đến dưới 10 phần dung môi để hòa tan 1 phần chất tan.

4.1.3 Dải nóng chảy

Từ 107 °C đến 117 °C.

4.1.4 Phản ứng khử

Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 5.3.

4.2 Các chỉ tiêu lí - hóa

Các chỉ tiêu lí - hóa của ascorbyl palmitat được quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Chỉ tiêu lí - hóa của ascorbyl palmitat

Tên chỉ tiêu	Mức yêu cầu
1. Hàm lượng $C_{22}H_{38}O_7$, % khối lượng chất khô, không nhỏ hơn	95,0
2. Hao hụt khối lượng khi sấy, % khối lượng, không lớn hơn	2
3. Góc quay cực riêng, $[\alpha]_{25}^D$ [dung dịch mẫu thử trong nước, nồng độ 10 % (khối lượng/thể tích)]	từ +21° đến +24°
4. Hàm lượng tro sulfat, % khối lượng, không lớn hơn	0,1
5. 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 nóng chảy, theo 3.2 của TCVN 6469:2010.

5.3 Phản ứng khử

5.3.1 Thuốc thử

5.3.1.1 Dung dịch 2,6-diclorophenol indophenol

Cho 0,1 g natri 2,6-dichlorophenol-indophenol ($C_{12}H_6C_{12}NNaO_2$) vào 100 ml nước, đun nóng để hòa tan và lọc. Dung dịch đã chuẩn bị bền trong 3 ngày.

5.3.1.2 Etanol.

5.3.2 Cách tiến hành

Dung dịch mẫu thử trong etanol sẽ làm mất màu của dung dịch 2,6-diclorophenol indophenol (5.3.1.1).

TCVN 11169:2015

5.4 Xác định hàm lượng ascorbyl palmitat

5.4.1 Thuốc thử

5.4.1.1 Nước, không chứa cacbon dioxit.

5.4.1.2 Cloroform.

5.4.1.3 Dung dịch axit sulfuric, 10 % (khối lượng)

Thêm cẩn thận 57 ml axit sulfuric đặc [từ 95 % đến 98 % (khối lượng)] vào khoảng 100 ml nước, sau đó để nguội đến nhiệt độ phòng và thêm nước đến 1 000 ml.

5.4.1.4 Dung dịch iot, 0,1 N (12,690 g/l)

Hòa tan 36 g kali iodua trong 100 ml nước, sau đó thêm 14 g iot. Thêm 3 giọt axit clohydric và thêm nước đến 1 000 ml.

Bảo quản dung dịch iot đã chuẩn bị trong lọ thủy tinh có nút đậy và kiểm tra nồng độ thường xuyên.

Kiểm tra nồng độ dung dịch như sau:

Nghiền asen trioxit (As_2O_3) thành bột và sấy đến khối lượng không đổi ở 100 °C. Cân khoảng 0,15 g asen trioxit, chính xác đến 0,1 mg, hòa tan trong 20 ml dung dịch natri hydroxit 1 N, có thể đun nóng nếu cần. Pha loãng dung dịch với khoảng 40 ml nước, thêm 2 giọt chỉ thị metyl da cam nồng độ 1 g/l và thêm axit clohydric loãng (khoảng 10 % khối lượng) đến khi màu vàng chuyển sang màu hồng nhạt. Thêm 2 g natri bicarbonat và 50 ml nước, thêm 3 ml dung dịch chỉ thị tinh bột. Chuẩn độ với dung dịch iot đã chuẩn bị như trên, đến khi dung dịch có màu xanh bền. Mỗi mililit dung dịch iot 0,1 N tương đương với 4,946 mg asen trioxit. Từ đó tính được nồng độ đương lượng thực của dung dịch iot đã chuẩn bị.

5.4.1.5 Dung dịch chỉ thị tinh bột

Trộn 1 g tinh bột mịn với 10 ml nước nguội và rót chậm trong khi khuấy vào 200 ml nước sôi. Đun hỗn hợp cho đến khi thu được chất lỏng trong suốt (thời gian sôi dài hơn thì dung dịch sẽ ít nhậy). Để lắng và sử dụng phần chất lỏng trong phía trên. Sử dụng dung dịch ngay sau khi chuẩn bị.

5.4.2 Cách tiến hành

Cân 0,800 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào hỗn hợp gồm 50 ml nước không có cacbon dioxit (5.4.1.1), 50 ml cloroform (5.4.1.2) và 25 ml dung dịch axit sulfuric loãng (5.4.1.3). Chuẩn độ ngay dung dịch này với dung dịch iot 0,1 N (5.4.1.4), chú ý lắc đều hỗn hợp, khi gần đạt điểm kết thúc chuẩn độ thêm vài giọt dung dịch chỉ thị tinh bột (5.4.1.5) và chuẩn độ tiếp đến khi đạt điểm kết thúc.

5.4.3 Tính kết quả

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

$$X = \frac{V \times 20,73}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

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

20,73 là số miligam ascorbyl palmitat tương đương với 1 ml dung dịch iot 0,1 N;

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

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam sang gam.

5.5 Xác định hao hụt khối lượng sau khi sấy, theo 5.1 của TCVN 8900-2:2012.

Sấy mẫu thử 1 h ở 56 °C đến 60 °C trong tủ sấy chân không.

5.6 Xác định góc quay cực riêng, theo 3.6 của TCVN 6469:2010.

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

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