



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-26:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM CALCI SACCHARIN**

National technical regulation of Calcium saccharin

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-26:2020/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 CALCI SACCHARIN

National technical regulation of Calcium saccharin

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 Calci saccharin.

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 Calci saccharin (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 Calci saccharin 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 Calci saccharin 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 Calci saccharin

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Calci saccharin 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.

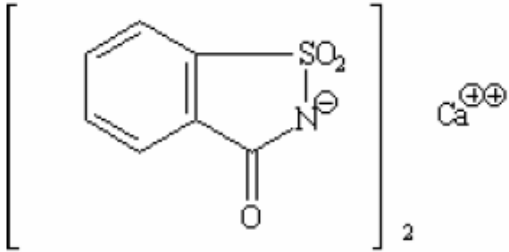
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

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 CALCI SACCHARIN

1. Tên khác, chỉ số	INS 954(ii) ADI: 0 - 5 mg/kg thể trọng đối với saccharin và các muối Ca, K, Na của nó
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Muối calci hydrat (2:7) của 1,2-benzisothiazol-3-one-1,1-dioxid, 3-oxo-2,3-dihydrobenzo[d]isothiazol-1,1-dioxid, 2,3-dihydro-3-oxobenzisosulfonazol; calci o-benzosulfimid
<i>Công thức hóa học</i>	$C_{14}H_8CaN_2O_6S_2 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	467,48
3. Cảm quan	Dạng tinh thể, hoặc bột tinh thể trắng, không mùi hoặc có mùi thơm nhẹ.
4. Mã HS	2925.11.00
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Đễ tan trong nước, tan trong ethanol
<i>Khoảng nóng chảy</i>	226 °C – 230 °C
<i>Dẫn xuất hóa tạo acid salicylic</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Dẫn xuất hóa tạo hợp chất có huỳnh quang</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Thử calci</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hao hụt khối lượng sau khi sấy</i>	Không vượt quá 15 % (120 °C trong 4h)
<i>Acid benzoic và acid salicylic</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Các hợp chất dễ bị carbon hóa</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Toluensulfonamid</i>	Không vượt quá 25 mg/kg

<i>Selen</i>	Không vượt quá 30 mg/kg
<i>Chì</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. Hàm lượng calci saccharin	Không thấp hơn 99 % sau khi sấy khô
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>Khoảng nóng chảy</i>	Thêm 1ml dung dịch acid hydrocloric đặc vào 10 ml dung dịch mẫu thử 1:10 (thể tích). Kết tủa tinh thể của saccharin được hình thành. Rửa kỹ kết tủa bằng nước lạnh và làm khô ở 105 °C trong 2h. Xác định khoảng nóng chảy của saccharin 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 3.2).
<i>Dẫn xuất hóa tạo acid salicylic</i>	Hòa tan 0,1 g mẫu thử trong 5 ml natri hydroxyd 5%. Cho bay hơi đến khô và nung nhẹ cần trên ngọn lửa nhỏ đến khi không còn mùi amoniac thoát ra. Sau khi để nguội, hòa tan cần trong 20 ml nước, trung hòa dung dịch bằng dung dịch acid hydrocloric 10% (khối lượng/thể tích) và lọc. Thêm 1 giọt dung dịch sắt (III) clorid ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 9% (khối lượng/thể tích) vào dịch lọc, dung dịch có màu tím.
<i>Dẫn xuất hóa tạo hợp chất có huỳnh quang</i>	Trộn 20 mg mẫu thử với 40 mg resorcinol, thêm 10 giọt acid sulfuric đặc, đun cách dầu hỗn hợp hỗn hợp trong bể chất lỏng tại 200 °C trong 3 phút, sau khi làm mát, thêm 10 ml nước và lượng dư dung dịch natri hydroxyd (4,3 g natri hydroxyd trong 100 ml nước). Dung dịch này có huỳnh quang xanh lục.
<i>Thử calci</i>	Xác định theo TCVN 6534:2010, <i>Phụ gia thực phẩm – Phép thử nhận biết</i> (mục 4.1.2).
6.2. Độ tinh khiết	
<i>Hao hụt khối lượng sau khi sấy</i>	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 5.1), thực hiện ở 120 °C trong 4h.
<i>Acid benzoic và acid salicylic</i>	Thêm từng giọt dung dịch sắt (III) clorid ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 9% (khối lượng/thể tích) vào 10 ml dung dịch mẫu thử nóng, đã bão hòa. Dung dịch không được có màu tím hoặc xuất hiện kết tủa.

Các hợp chất dễ bị carbon hóa

Hòa tan 0,2 g mẫu trong 5 ml dung dịch acid sulfuric nồng độ từ 94,5 % đến 95,5% (khối lượng/thể tích). Giữ ở nhiệt độ 48 °C - 50 °C trong 10 phút. Màu của dung dịch không được đậm hơn màu vàng nâu nhạt của dung dịch đối chứng A (Matching Fluid A).

Dung dịch đối chứng A:***Thuốc thử*****1. Dung dịch acid hydrochloric loãng:**

Pha loãng 25 ml acid hydrochloric đặc (nồng độ từ 36,5% đến 38 % khối lượng/thể tích) trong 975 ml nước.

2. Dung dịch cobalt (II) clorua:

Hòa tan khoảng 65 g cobalt (II) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrochloric loãng, thêm dung dịch acid hydrochloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch cobalt (II) clorua đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch cobalt (II) clorua đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 5 ml dung dịch thử hydrogen peroxyd (nồng độ từ 2,5 % đến 3,5 % khối lượng/thể tích) và 15 ml dung dịch natri hydroxyd (khoảng 20% khối lượng/thể tích), đun sôi trong 10 phút, để nguội rồi thêm 2 g kali iodua và 20 ml dung dịch acid sulfuric loãng (khoảng 20% khối lượng/thể tích). Sau khi kết tủa đã hòa tan hết, chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 23,79 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch cobalt (II) clorua bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrochloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch cobalt (II) clorua chứa 59,5 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

3. Dung dịch sắt (III) clorua:

Hòa tan khoảng 55 g sắt (III) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrochloric loãng, thêm dung dịch acid hydrochloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch sắt (III) clorua đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch sắt (III) clorua đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 15 ml nước, 3 g kali iodua và 5 ml acid hydrochloric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích), để yên hỗn hợp trong 15 phút. Pha loãng với 100 ml nước và chuẩn độ lượng iodua giải phóng

được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 27,03 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch sắt (III) clorua bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrochloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch sắt (III) clorua chứa 45,0 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

4. Dung dịch đồng (II) sulfat:

Hòa tan khoảng 65 g đồng (II) sulfat ngậm năm phân tử nước ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch acid hydrochloric loãng, thêm dung dịch acid hydrochloric loãng đến 1000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch đồng (II) sulfat đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch đồng (II) sulfat đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 40 ml nước, 4 ml acid acetic đặc (nồng độ không nhỏ hơn 99,7 % thể tích), 3 g kali iodua và 5 ml acid hydrochloric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích). Chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit (ml) dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 24,97 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch đồng (II) sulfat bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch acid hydrochloric loãng sao cho mỗi mililit (ml) dung dịch đồng (II) sulfat chứa 62,4 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Pha dung dịch đối chứng A:

Chuẩn bị dung dịch so màu từ dung dịch cobalt (II) clorua, dung dịch sắt (III) clorua, dung dịch đồng (II) sulfat và nước theo tỷ lệ 0,1 : 0,4 : 0,1 : 4,4 (phần thể tích).

Toluensulfonamid

Xác định theo TCVN 9052:2012, *Phụ gia thực phẩm - Xác định các thành phần hữu cơ* (mục 2.16)

CHÚ THÍCH: Quy trình này dành cho sắc ký khi dùng cột nhồi. Nếu không có sẵn cột nhồi cho sắc ký khí, có thể dùng cột mao quản cho sắc ký khí kiểu không phân dòng. Cần phải thiết lập điều kiện sắc ký, có thể tham khảo điều kiện sau:

- Cột Agilent DB-5 (30 m x 0,25mm x 0,25µm)
- Chương trình Gradient:

Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	Thời gian giữ (phút)
0,0	180,0	1,0
10,0	260,0	5,0
20,0	300,0	2,0

Thời gian lưu của o-toluen sulfonamid, p-toluen sulfonamid và chuẩn nội n-tricosan lần lượt là khoảng 5; 6 và 9 phút.

Selen

Xác định theo TCVN 8900-5:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5 : Các phép thử giới hạn* (mục 2.8).

Chì

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

Cân chính xác 0,5 g mẫu thử và chuyển định lượng sang bộ chiết bằng cách sử dụng 10 ml nước. Thêm 2 ml dung dịch acid hydrocloric 10 % (khối lượng/thể tích) và chiết saccharin đã kết tủa bằng 30 ml, sau đó với năm lần, mỗi lần 20 ml hỗn hợp gồm 9 phần thể tích cloroform và 1 phần thể tích ethanol. Lọc mỗi dịch chiết qua giấy lọc đã làm ẩm với hỗn hợp dung môi chiết. Gom dịch lọc và cho bay hơi trên bề mặt nước đến khô với dòng không khí chạy qua. Hòa tan phần còn lại trong 75 ml nước nóng, để nguội, thêm dung dịch phenolphthalein và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N.

Tính kết quả

Hàm lượng phần trăm (%) calci saccharin trong mẫu thử (X), tính theo công thức:

$$X = \frac{V \times 20,22}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

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

20,22 là số miligam (mg) calci saccharin tương đương với 1 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N;

W là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g);

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam (mg) sang gam (g).