



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-30:2020/BYT

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

National technical regulation of Alitame

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-30:2020/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 ALITAM

National technical regulation of Alitame

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 Alitam.

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 Alitam (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. Mã số C.A.S. (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.
- 3.2. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.
- 3.3. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.
- 3.4. 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 Alitam 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 Alitam 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 Alitam

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

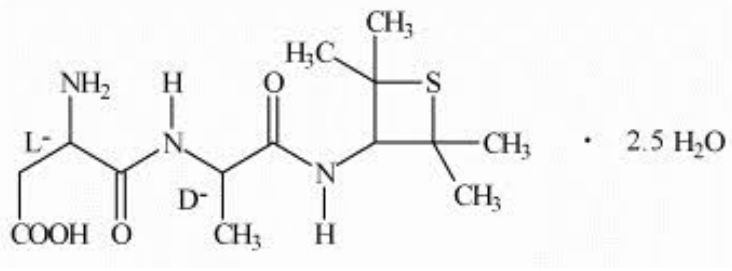
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

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 ALITAM

1. Tên khác, chỉ số	INS 956 ADI: 0 - 1 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	Alitam là chất được tổng hợp qua nhiều bước phản ứng giữa hai chất trung gian gồm acid (S) - [2,5-dioxo- (4-thiazolidine)] acetic và (R) -2-amino-N- (2,2,4, 4-tetramethyl-3-thietanyl) propanamid. Sản phẩm cuối cùng được tách và tinh chế bằng phương pháp kết tinh hỗn hợp alitam/acid 4-metylbenzenesulfonic và các giai đoạn tinh chế khác, cuối cùng alitam được kết tinh lại trong nước ở dạng ngậm 2.5 phân tử H ₂ O
<i>Tên hóa học</i>	L-α-Aspartyl-N-(2,2,4,4-tetramethyl-3-thietanyl)-D-alaninamid, hydrated
<i>Mã số C.A.S.</i>	99016-42-9 (dạng ngậm nước) 80863-62-3 (dạng khan)
<i>Công thức hóa học</i>	C ₁₄ H ₂₅ N ₃ O ₄ S. 2.5H ₂ O
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	376,5 (dạng ngậm nước)
3. Cảm quan	Dạng bột tinh thể màu trắng, không mùi hoặc có mùi nhẹ đặc trưng. Độ ngọt gấp khoảng 2000 lần so với đường sucrose
4. Mã HS	2934
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước và ethanol
<i>Phổ hồng ngoại</i>	Phổ hồng ngoại của mẫu phân tán trong kali bromid tương ứng với phổ hồng ngoại đối chiếu tại mục 6.4
<i>pH</i>	Từ 5,0 đến 6,0 (dung dịch 5/100)
<i>Phản ứng màu</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Đồng phân Beta</i>	Không vượt quá 0,3 %, tính theo chế phẩm khan

<i>Alanin amid</i>	Không vượt quá 0,2 %, tính theo chế phẩm khan
<i>Hàm lượng nước</i>	Từ 11 % đến 13 % (phương pháp chuẩn độ Karl Fischer)
<i>Góc quay cực riêng</i>	[α] 25, D: từ +40° đến +50°, 1 % (khối lượng/thể tích) trong nước
<i>Tro sulfat</i>	Không vượt quá 1,0 %
<i>Chì</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. Hàm lượng Alitam	Không được thấp hơn 98,0 % và không vượt quá 101,0 % 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>pH</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 3.8)
<i>Phản ứng màu</i>	<p>Thêm 10 mg mẫu vào 5 ml dung dịch chứa 300 mg ninhydrin trong 100 ml n-butanol và 2 ml acid acetic băng, và đun nóng để hồi lưu nhẹ. Màu xanh tím đậm được hình thành.</p> <p>Thêm 10 mg mẫu vào 5 ml dung dịch kali permanganat 0,001 mol/l mới chuẩn bị và trộn kỹ. Dung dịch màu tím chuyển sang màu nâu.</p>

6.2. Độ tinh khiết

<i>Hàm lượng nước</i>	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>
<i>Góc quay cực riêng</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 3.6)
<i>Tro sulfat</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 5.3.3)
<i>Chì</i>	<p>Xác định theo TCVN 8900-6:2012, <i>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</i>; hoặc</p> <p>TCVN 8900-8:2012, <i>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 grafit</i>.</p>

6.3. Định lượng

Nguyên tắc

Alitam, đồng phân beta và alanin amid được xác định bằng HPLC pha đảo cặp ion.

Hệ thống sắc ký

Phù hợp với sắc ký lỏng hiệu năng cao, hoạt động ở nhiệt độ phòng, với bơm dòng không đổi và cột pha đảo cặp ion NovaPak C18 150 x 4,0 mm (Waters) hoặc tương đương. Pha động được duy trì ở áp suất và tốc độ dòng (thường là 1,0 ml/phút) để thu được thời gian rửa giải cần thiết. Sử dụng detector UV để thu được độ hấp thụ tại bước sóng 217 nm.

Pha động

Để pha dung dịch đệm, thêm 0,69 g natri phosphat, monobasic, monohydrat và 4,32 g natri 1-octansulfonat, loại thuốc thử, vào bình định mức 1000 ml. Thêm 200 ml nước, khuấy để hòa tan muối và điều chỉnh pH đến 2,5 bằng acid phosphoric (85 %, loại thuốc thử). Thêm nước vừa đủ đến vạch. Lọc qua bộ lọc Millipore 0,22 µm hoặc tương đương. Lấy chính xác một phần theo thể tích của acetonitril (loại tinh khiết LC, độ truyền qua hơn 90 % ở 210 nm) và ba phần theo thể tích dung dịch đệm và trộn đều. Khử khí bằng chân không.

Dung dịch chuẩn A1

Cân chính xác khoảng 25 mg mỗi đồng phân beta và alanin amid và chuyển định lượng vào bình định mức 500 ml. Thêm 50 ml methanol để hòa tan và pha loãng với nước đến vạch mức. Bảo quản trong tủ lạnh.

Dung dịch chuẩn A2

Chuyển 15,0 ml dung dịch chuẩn A1 vào bình định mức 50 ml và pha loãng với nước đến vạch mức.

Dung dịch chuẩn làm việc W1

Cân chính xác khoảng 50 mg chất chuẩn đối chiếu Alitam, chuyển định lượng vào bình định mức 10 ml, thêm 5 ml dung dịch chuẩn A2 và pha loãng với nước đến vạch mức.

Dung dịch chuẩn làm việc W2

Chuyển 5,0 ml dung dịch chuẩn làm việc W1 sang bình định mức 50 ml và pha loãng với nước đến vạch mức.

Dung dịch thử S1

Cân chính xác khoảng 50 mg mẫu, chuyển định lượng vào bình định mức 10 ml và pha loãng với nước đến vạch mức.

Dung dịch thử S2

Chuyển 5,0 ml dung dịch thử S1 sang bình định mức 50 ml và pha loãng với nước đến vạch mức.

Kiểm tra sự phù hợp của hệ thống

Tiêm 100 µl, lặp lại 3 lần dung dịch chuẩn làm việc W1 và W2 vào máy sắc ký. Thời gian lưu của các đồng phân beta, alitam và alanin amid nên lần lượt là khoảng 6 phút, 10 phút và 15 phút. (Lưu ý: Thời gian lưu này là phù hợp với cột NovaPak 150 x 4,0 mm. Nếu sử dụng loại cột khác hoặc độ dài khác, thì có thể cần phải điều chỉnh tỷ lệ acetonitril trong dung môi pha động để đạt được độ phân giải cần thiết và thời gian lưu của các chất cũng có thể khác với các khoảng trên). Hệ số biến thiên của diện tích pic (100 x độ lệch chuẩn chia cho diện tích pic trung bình) không được quá 2 %.

Tiến hành

Cân bằng cột bằng cách bơm pha động qua cột cho đến khi thu được đường nền ổn định. Phân tích các dung dịch chuẩn và dung dịch mẫu thử trong các điều kiện được mô tả ở trên. Bơm ba mẫu lặp lại của dung dịch chuẩn làm việc W1 và tính diện tích pic trung bình của đồng phân beta và alanin amid. Bơm ba mẫu lặp lại dung dịch chuẩn làm việc W2 và tính diện tích pic trung bình cho alitam. Bơm ba mẫu lặp lại dung dịch thử S1 và tính diện tích pic trung bình của đồng phân beta và alanin amid. Bơm ba mẫu lặp lại dung dịch thử S2 và tính diện tích pic trung bình cho alitam.

Tính độ tinh khiết của alitam theo công thức:

$$W_t \% = \frac{R_A \times W_S \times P_S}{R_S \times W_A}$$

Trong đó:

R_A là diện tích pic chất phân tích trong dung dịch thử S2

W_S là khối lượng của chất chuẩn tham chiếu alitam đã được hiệu chỉnh hàm lượng nước, tính bằng g

P_S là phần trăm độ tinh khiết của chất chuẩn tham chiếu, tức là, 100,00 - tổng của tạp chất

R_S là diện tích pic chất phân tích trong chuẩn làm việc W2

W_A là khối lượng của mẫu đã được hiệu chỉnh hàm lượng nước, tính bằng g.

Tính phần trăm của đồng phân beta và alanin amid bằng công thức sau:

$$W_t \% = \frac{R_A \times W_S \times P_S \times DF}{R_S \times W_A}$$

Trong đó:

R_A là diện tích pic phân tích trong dung dịch thử S1

W_S là khối lượng của các đồng phân beta hoặc alanin amid, chưa hiệu chỉnh theo hàm lượng nước, tính bằng g

P_S là phần trăm độ tinh khiết của chuẩn đồng phân beta hoặc alanin amid (100,00 - tổng số tạp chất)

R_S là diện tích pic chất phân tích trong chuẩn làm việc W_1
 W_A là khối lượng của mẫu, chưa hiệu chỉnh theo hàm lượng nước, tính bằng g
 DF là hệ số pha loãng (0,003).

Lưu ý: trong trường hợp chỉ sử dụng chất chuẩn Alitam, vẫn có thể tiến hành phân tích mẫu thử theo các điều kiện nêu trên. Nếu trên sắc ký đồ mẫu thử, trước 20 phút, chỉ xuất hiện pic của Alitam thì có thể coi mẫu phân tích không chứa đồng phân beta và alanin amid.

6.4. Phổ hồng ngoại của Alitam

