



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-31:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM MUỐI ASPARTAM-
ACESULFAM**

National technical regulation of Aspartame-Acesulfame salt

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-31:2020/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 MUỐI ASPARTAM-ACESULFAM**

National technical regulation of Aspartame-Acesulfame salt

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 Muối aspartam-acesulfam.

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 Muối aspartam-acesulfam (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 Muối aspartam-acesulfam 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 Muối aspartam-acesulfam 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 Muối aspartam-acesulfam

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Muối aspartam-acesulfam 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

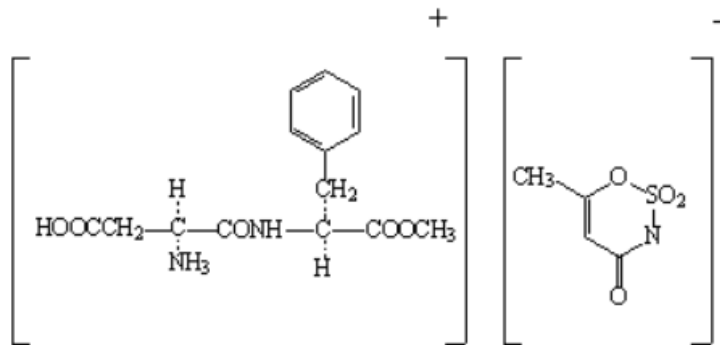
12. Giao Cục An toàn thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan tổ chức hướng dẫn, triển khai thực hiện Quy chuẩn này.

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 MUỐI ASPARTAM-ACESULFAM

1. Tên khác, chỉ số	Aspartame-Acesulfame INS 962 ADI: 0 - 40 mg/kg thể trọng đối với aspartam và 0 - 15 mg/kg thể trọng đối với acesulfam kali
2. Định nghĩa	Muối được sản xuất bằng cách gia nhiệt aspartam và acesulfam K theo tỷ lệ khoảng 2 : 1 (khối lượng/khối lượng) trong dung dịch có độ pH acid và tạo kết tinh. Kali và độ ẩm được loại bỏ. Sản phẩm bền hơn aspartam.
<i>Tên hóa học</i>	Muối 6-methyl-1,2,3-oxathiazin-4(3H)-one-2,2-dioxid của acid L-phenylalanyl-2-metyl-L- α -aspartic; [2-carboxy- β -(N-(b-methoxycarbonyl-2-phenyl)ethylcarbamoyl)]ethanaminium-6-methyl-4-oxo-1,2,3-oxathiazin-3-ide-2,2-dioxid
<i>Mã số C.A.S.</i>	106372-55-8
<i>Công thức hóa học</i>	$C_{18}H_{23}O_9N_3S$
<i>Công thức cấu tạo</i>	



<i>Khối lượng phân tử</i>	457,46
3. Cảm quan	Bột tinh thể màu trắng, không mùi
4. Mã HS	2924.29.10
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Ít tan trong nước và rất ít tan trong ethanol
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hao hụt khối lượng sau khi sấy</i>	Không vượt quá 0,5 % khối lượng (105 °C trong 4 h)
<i>Độ truyền quang</i>	Tỷ lệ độ truyền quang của hỗn hợp dung dịch mẫu thử 1 % trong nước, được xác định bằng cuvet 1 cm ở 430 nm với máy đo quang phổ thích hợp, so với độ truyền quang của nước, là không nhỏ hơn 0,95, tương đương với độ hấp thụ

	không vượt quá 0,022.
<i>Góc quay cực riêng</i>	$[\alpha]_{20, D}$: từ +14,5° đến +16,5°
<i>Hàm lượng acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic</i>	Không vượt quá 0,5 %
<i>Chì</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. Hàm lượng aspartam và acesulfam	Hàm lượng aspartam từ 63,0 đến 66,0 % tính theo chế phẩm đã sấy khô và hàm lượng acesulfam dạng acid từ 34,0 đến 37,0 % tính theo chế phẩm đã sấy khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Độ tan Xác định theo TCVN 6469:2010, *Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý* (mục 3.7).

6.2. Độ tinh khiết

Hao hụt khối lượng sau khi sấy Xác định theo 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* (mục 5.1), thực hiện ở 105 °C trong 4 h.

Góc quay cực riêng Xác định theo TCVN 6469:2010, *Phụ gia thực phẩm – Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý* (mục 3.6).

Chuẩn bị dung dịch từ 6,2 g mẫu thử trong 100 ml acid formic 15 N; đo góc quay cực trong vòng 30 phút sau khi chuẩn bị dung dịch; chia góc quay cực riêng tính được cho 0,646 để hiệu chỉnh hàm lượng aspartam của muối aspartam-acesulfam.

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*.

Hàm lượng axit 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic

Nguyên tắc

Mẫu thử được hòa tan trong hỗn hợp methanol : nước, xác định acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic bằng cách so sánh với chất chuẩn sau khi tách bằng sắc kí lỏng hiệu năng cao (HPLC).

Pha động

Hòa tan 5,6 g kali dihydro phosphat vào 820 ml nước đựng trong bình định mức 1 lít và chỉnh pH đến 4,3 bằng acid phosphoric. Thêm 180 ml methanol và trộn. Lọc qua bộ lọc 0,45 µm và khử khí.

Dung dịch chuẩn acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic

Cân chính xác khoảng 25 mg chất chuẩn acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic, chuyển vào bình định mức 100 ml, thêm 10 ml methanol để hòa tan và thêm nước đến vạch rồi trộn. Dùng pipet lấy 15 ml dung dịch vừa chuẩn bị vào bình định mức 50 ml, thêm hỗn hợp methanol: nước (tỷ lệ 1:9 phần thể tích, chuẩn bị mới hàng ngày) đến vạch và trộn.

Thiết bị

Thiết bị HPLC, được trang bị detector UV để đo độ hấp thụ ở 210 nm và cột dài 250 mm, đường kính trong 4,6 mm được nhồi octyldecyl silica đã silan hóa (ví dụ: Partisil ODS-3 10 µm), vận hành trong các điều kiện đẳng dòng ở 40 °C.

Chuẩn bị mẫu thử

Cân chính xác khoảng 50 mg mẫu thử, cho vào bình định mức 10 ml và thêm hỗn hợp methanol: nước (tỷ lệ 1:9 phần thể tích, chuẩn bị mới hàng ngày) đến vạch.

Cách tiến hành

Bơm riêng rẽ các thể tích 20 µl dung dịch chuẩn và dung dịch mẫu thử vào hệ thống sắc ký với tốc độ pha động khoảng 2 ml/phút. Ghi lại diện tích pic trên sắc ký đồ của chất chuẩn và mẫu thử. Trong các điều kiện được quy định, thời gian lưu của acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic và aspartam tương ứng khoảng 4 phút và 11 phút.

Đo diện tích pic của acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic trên mỗi sắc ký đồ.

Tính kết quả

Hàm lượng acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic trong mẫu thử biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo Công thức:

$$\% = 1000(A_U \times C_S)/(A_S \times W_U)$$

Trong đó:

A_U và A_S là diện tích pic acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic tương ứng trên sắc ký đồ của mẫu thử và chất chuẩn;

C_S là nồng độ acid 5-benzyl-3,6-dioxo-2-piperazin acetic trong dung dịch chuẩn, tính bằng miligam trên mililit (mg/ml);

W_U là khối lượng mẫu thử, tính bằng miligam (mg)

6.3. Định lượng

Nguyên tắc

Mẫu thử được hòa tan trong methanol và chuẩn độ điện thế bằng tetrabutylamoni hydroxyd.

Chuẩn hóa dung dịch chuẩn tetrabutylamoni hydroxyd

- Dung dịch chuẩn tetrabutylamoni hydroxyd, 0,1M trong hỗn hợp 2-propanol : methanol (tỉ lệ thể tích 1:1)

Cân lần lượt 24 mg và 98 mg acid benzoic, chính xác đến 0,01 mg, cho vào hai bình định mức 50 ml, thêm 2-propanol đến vạch.

Chuẩn độ cả hai dung dịch bằng dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1 M và ghi lại thể tích cần để đạt đến điểm tương đương, với độ chính xác 0,001 ml. Thực hiện phép chuẩn độ trắng với 50 ml 2-propanol. Xác định hệ số chuẩn (F) đối với mỗi phép chuẩn độ và tính trung bình hai hệ số như sau:

$$F = [(W_S \times 1000)/(122 \times (V_S - V_0))]$$

Trong đó:

W_S là khối lượng của acid benzoic đã cân, tính bằng gam (g);

V_S là thể tích dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1M đã sử dụng để chuẩn độ acid benzoic, tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1M đã sử dụng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

122 là khối lượng phân tử acid benzoic.

Thiết bị

Thiết bị chuẩn độ tự động (ví dụ: Metrohm 670), được trang bị điện cực pH thủy tinh (ví dụ: Yokogawa SM 21-AL41)) và điện cực so sánh bạc-bạc clorua (ví dụ: SR 20-AS521)).

Cách tiến hành

Cân chính xác khoảng 100 mg đến 150 mg mẫu thử, hòa tan trong 50 ml methanol. Chuẩn độ với dung dịch chuẩn tetrabutylamoni hydroxyd 0,1 M đã chuẩn hóa nồng độ. Xác định thể tích dung dịch chuẩn cần để đạt đến điểm tương đương thứ nhất và điểm tương đương thứ hai.

Thực hiện phép chuẩn độ mẫu trắng đối với methanol.

Tính kết quả

Hàm lượng acesulfam trong mẫu thử tính theo công thức:

$$\% = [(V_1 - V_B) \times N \times 163 / (10 \times W)]$$

Hàm lượng aspartam trong mẫu thử tính theo công thức:

$$\% = [(V_2 - V_1) \times N \times 294 / (10 \times W)]$$

Trong đó:

V_1 là thể tích dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1M đã dùng để chuẩn độ tại điểm tương đương thứ nhất, tính bằng mililit (ml);

V_2 là thể tích dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1M đã dùng để chuẩn độ tại điểm tương đương thứ hai, tính bằng mililit (ml);

V_B là thể tích dung dịch tetrabutylamoni hydroxyd 0,1M đã dùng để chuẩn độ tại điểm tương đương của phép thử trắng, tính bằng mililit (ml);

N là nồng độ đương lượng của dung dịch chuẩn tetrabutylamoni hydroxyd 0,1 M đã được chuẩn hóa;

163 và 294 là khối lượng phân tử tương ứng của acesulfam và aspartam;

10 là hệ số chuyển từ gam (g) sang phần trăm (%) khối lượng;

W là khối lượng mẫu thử tính theo chế phẩm đã sấy khô, tính bằng gam (g).