

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12101-1:2017

Xuất bản lần 1

**PHỤ GIA THỰC PHẨM - AXIT ALGINIC VÀ
CÁC MUỐI ALGINAT - PHẦN 1: AXIT ALGINIC**

Food additives- Alginic acid and alginates - Part 1: Alginic acid

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 12101-1:2017 được xây dựng trên cơ sở tham khảo JECFA Monograph 1 (2006) *Alginic acid*;

TCVN 12101-1:2017 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;

Bộ tiêu chuẩn TCVN 12101 *Phụ gia thực phẩm – Axit alginic và các muối alginat* gồm các phần sau đây:

- TCVN 12101-1:2017 *Phụ gia thực phẩm – Axit alginic và các muối alginat – Phần 1: Axit alginic*;
- TCVN 12101-2:2017 *Phụ gia thực phẩm – Axit alginic và các muối alginat – Phần 2: Natri alginat*;
- TCVN 12101-3:2017 *Phụ gia thực phẩm – Axit alginic và các muối alginat – Phần 3: Kali alginat*;
- TCVN 12101-4:2017 *Phụ gia thực phẩm – Axit alginic và các muối alginat – Phần 4: Amoni alginat*;
- TCVN 12101-5:2017 *Phụ gia thực phẩm – Axit alginic và các muối alginat – Phần 5: Canxi alginat*;
- TCVN 12101-6:2017 *Phụ gia thực phẩm – Axit alginic và các muối alginat – Phần 6: Propylen glycol alginat*.

Phụ gia thực phẩm – Axit alginic và các muối alginat –

Phần 1: Axit alginic

Food additives – Alginic acid and alginates –

Part 1: Alginic acid

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho axit alginic 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 natri hydroxit 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*

TCVN 8900-9:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 9: Định lượng arsen và antimon bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hydrua hóa*

TCVN 11039-1:2015, *Phụ gia thực phẩm – Phương pháp phân tích vi sinh vật – Phần 1: Xác định tổng số vi sinh vật hiếu khí bằng kỹ thuật đếm đĩa*

TCVN 11039-2:2015, *Phụ gia thực phẩm – Phương pháp phân tích vi sinh vật – Phần 2: Xác định tổng số vi sinh vật hiếu khí bằng kỹ thuật đếm đĩa xoắn*

TCVN 12101-1:2017

TCVN 11039-3:2015, *Phụ gia thực phẩm – Phương pháp phân tích vi sinh vật – Phần 3: Phát hiện và định lượng coliform và E. coli bằng kỹ thuật đếm số có xác suất lớn nhất (Phương pháp chuẩn)*

TCVN 11039-4:2015, *Phụ gia thực phẩm – Phương pháp phân tích vi sinh vật – Phần 4: Phát hiện và định lượng coliform và E. coli bằng kỹ thuật đếm số có xác suất lớn nhất (Phương pháp thông dụng)*

TCVN 11039-5:2015, *Phụ gia thực phẩm – Phương pháp phân tích vi sinh vật – Phần 5: Phát hiện Salmonella*

TCVN 11039-8:2015, *Phụ gia thực phẩm – Phương pháp phân tích vi sinh vật – Phần 8: Định lượng nấm men và nấm mốc*

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 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

Axit alginic (alginic acid):

polysaccharid tự nhiên dạng keo ưa nước thu được từ các loài rong biển nâu (Phaeophyceae). Đây là một đồng polyme mạch thẳng gồm chủ yếu các monome của axit D-mannuronic với liên kết β -1,4 và axit L-glucuronic với liên kết α -1,4. Các monome này thường được sắp xếp thành các khối homopolyme cách nhau bởi các vùng 2 monome axit tuần tự xen kẽ nhau.

3.2 Tên gọi

Tên hóa học: Axit alginic

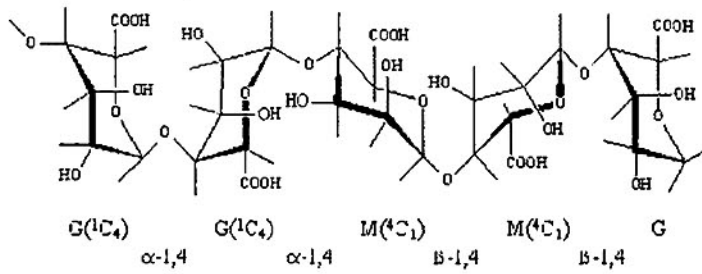
3.3 Kí hiệu

INS (mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm): INS 400

C.A.S (mã số hóa chất): 9005-32-7

3.4 Công thức hoá học: $(C_6H_8O_6)_n$

3.5 Công thức cấu tạo (xem Hình 1)



Hình 1 – Công thức cấu tạo của axit alginic

Số lượng và thứ tự của các phần mannuronat và gluconat có thể thay đổi trong alginat tự nhiên. Công thức trên chưa thể hiện sự kết hợp với nước.

3.6 Khối lượng phân tử

Đơn vị cấu trúc: 176,13 (lý thuyết); 200 (trung bình thực tế).

Đại phân tử: từ 10 000 đến 600 000 (trung bình điển hình).

3.7 Chức năng sử dụng

Chất ổn định, làm dày, tạo gel và nhũ hóa.

4 Các yêu cầu

4.1 Nhận biết

4.1.1 Cảm quan

Dạng hạt, bột hoặc sợi mảnh màu trắng đến vàng nâu.

4.1.2 Phép thử tạo kết tủa với amoni sulfat

Đạt yêu cầu của phép thử trong 5.1.

4.1.3 Phép thử alginat

Đạt yêu cầu của phép thử trong 5.2.

4.2 Các chỉ tiêu lý - hóa

Các chỉ tiêu lý - hóa của axit alginic theo quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Chỉ tiêu lý - hóa của axit alginic

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Hàm lượng axit alginic ($C_6H_8O_6$) _n , % khối lượng tính theo chất khô	từ 91,0 đến 104,5 ^{a)}
2. Hao hụt khối lượng sau khi sấy, % khối lượng, không lớn hơn	15
3. Trị số pH (huyền phù 0,3 : 10 phần khối lượng/thể tích)	từ 2,0 đến 3,5
4. Hàm lượng tro sulfat, % khối lượng tính theo chất khô, không lớn hơn	8
5. Hàm lượng các chất không tan trong natri hydroxit, % khối lượng tính theo chất khô, không lớn hơn	2
6. Hàm lượng asen, mg/kg, không lớn hơn	3
7. Hàm lượng chì, mg/kg, không lớn hơn	5
^{a)} Tương ứng với lượng cacbon dioxit sinh ra từ 20,0 đến 23,0 % khối lượng tính theo chất khô.	

4.3 Các chỉ tiêu vi sinh

Các chỉ tiêu vi sinh của axit alginic theo quy định trong Bảng 2.

Bảng 2 – Chỉ tiêu vi sinh của axit alginic

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Tổng số vi sinh vật hiếu khí, CFU/g, không lớn hơn	5×10^3
2. Tổng số nấm men và nấm mốc, CFU/g, không lớn hơn	5×10^2
3. Coliform, MPN/g	Không được có
4. <i>Salmonella</i> , CFU/25 g	Không được có

5 Phương pháp thử

5.1 Phép thử tạo kết tủa với amoni sulfat

Thêm dung dịch amoni sulfat bão hòa vào hỗn hợp 0,5 % mẫu thử trong dung dịch natri hydroxit 1 M, với thể tích dung dịch amoni sulfat bằng 1/2 thể tích dung dịch thử. Không tạo thành kết tủa.

CHÚ THÍCH: Phép thử này phân biệt axit alginic với aga, natri carboxymethyl cellulose, carragenan, pectin khử este hóa, gelatin, gôm đậu carob, methyl cellulose và tinh bột.

5.2 Phép thử alginat

Lắc để hòa tan hoàn toàn 0,1 g mẫu thử trong 0,15 ml dung dịch natri hydroxit 0,1 M, thêm 1 ml dung dịch sắt (III) sulfat $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3]$ trong môi trường axit. Trong vòng 5 min, xuất hiện màu đỏ anh đào sau đó chuyển thành màu đỏ tía đậm.

Chuẩn bị dung dịch sắt (III) sulfat trong môi trường axit: Hòa tan 50 g sắt (III) sulfat bằng 500 ml nước và trộn kỹ. Thêm 200 ml axit sulfuric vào hỗn hợp này, lắc kỹ và thêm nước đến 1 000 ml.

5.3 Xác định hàm lượng axit alginic

Tiến hành phép thử theo JECFA 2006, Volume 4, xác định cacbon dioxide bằng phương pháp decarboxyl hóa.

Hàm lượng axit alginic của mẫu thử, X_1 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) theo chất khô, tính theo Công thức (1):

$$X_1 = \frac{25 \times V}{w \times 1000} \times 100 \quad (1)$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch natri hydroxit 0,25 N sử dụng trong phép thử, tính bằng mililit (ml);

25 là số miligam axit alginic tương đương với 1 ml dung dịch natri hydroxit 0,25 N đã sử dụng;

1 000 là hệ số chuyển đổi từ miligam sang gam;

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

5.4 Xác định hao hụt khối lượng sau khi sấy, theo 5.1 của TCVN 8900-2:2012, thực hiện ở nhiệt độ 105 °C trong 4 h.

5.5 Xác định pH, theo 3.8 của TCVN 6469:2010.

5.6 Xác định tro sulfat, theo 5.3.3 của TCVN 8900-2:2012.

5.7 Xác định chất không tan trong natri hydroxit

5.7.1 Thuốc thử

5.7.1.1 Dung dịch natri hydroxit (NaOH), nồng độ 1 M.

5.7.2 Thiết bị, dụng cụ

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

5.7.2.2 Máy ly tâm.

5.7.2.3 Ống ly tâm.

5.7.2.4 Bộ lọc thủy tinh mịn.

5.7.2.5 Tủ sấy, có thể hoạt động ở nhiệt độ 105 °C.

5.7.2.6 Bình hút ẩm.

5.7.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg, hòa tan trong 100 ml dung dịch natri hydroxit 1 M (5.7.1.1), ly tâm và gạn lấy phần cặn. Rửa phần cặn năm lần bằng nước, bao gồm các bước: trộn cặn với nước, ly tâm và gạn phần cặn. Chuyển phần cặn thu được bằng nước vào bộ lọc thủy tinh mịn (5.7.2.4) đã biết trước khối lượng, sấy khô ở nhiệt độ 105 °C trong 1 h, để nguội trong bình hút ẩm (5.7.2.6) và cân.

5.7.4 Tính kết quả

Hàm lượng chất không tan trong natri hydroxit của mẫu thử, X_2 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng (%) theo chất khô, tính theo Công thức (2):

$$X_2 = \frac{w_2 - w_1}{w} \times 100 \quad (2)$$

Trong đó:

w_1 là khối lượng phễu lọc, tính bằng gam (g);

w_2 là khối lượng phễu lọc chứa các chất không tan trong natri hydroxit sau khi sấy, tính bằng gam (g);

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

5.8 Xác định hàm lượng asen, theo TCVN 8900-9:2012.

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

5.10 Xác định tổng số vi sinh vật hiếu khí, theo TCVN 11039-1:2015 hoặc TCVN 11039-2:2015.

Chuẩn bị dịch pha loãng 10^{-1} bằng cách thêm 50 g mẫu thử vào 450 ml dung dịch pha loãng đệm phosphat và đồng hóa trong máy trộn tốc độ cao.

5.11 Xác định nấm men và nấm mốc, theo TCVN 11039-8:2015.

5.12 Xác định coliform, theo TCVN 11039-3:2015 hoặc TCVN 11039-4:2015.

5.13 Xác định *Salmonella*, theo TCVN 11039-5:2015.