

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11168 : 2015

Xuất bản lần 1

PHỤ GIA THỰC PHẨM – AXIT ASCORBIC

Food additive – Ascorbic acid

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11168:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo JECFA (2003)
Ascorbic acid;

TCVN 11168:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4 Gia 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 - Axit ascorbic

Food additives - Ascorbic acid

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho axit ascorbic 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: Axit L-ascorbic; axit ascorbic; 2,3-didehydro-L-threo-hexono-1,4-lacton;
3-keto-L-gulofuranolacton

Tên khác: Vitamin C

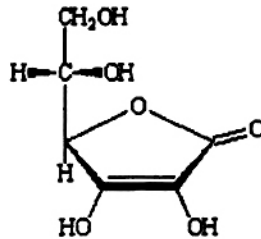
3.2 Kí hiệu

INS (mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm): 300

C.A.S (mã số hóa chất): 50-81-7

3.3 Công thức hoá học: $C_6H_8O_6$

3.4 Công thức cấu tạo (xem Hình 1)



Hình 1 – Công thức cấu tạo của axit ascorbic

3.5 Khối lượng phân tử: 176,13

3.6 Chức năng sử dụng: Chất chống oxy hóa.

4 Các yêu cầu

4.1 Nhận biết

4.1.1 Ngoại quan

Bột tinh thể trắng đến vàng nhạt, không mùi.

4.1.2 Điểm nóng chảy

Điểm nóng chảy khoảng 190 °C, kèm theo sự phân hủy.

4.1.3 Độ hòa tan

Dễ tan trong nước, ít tan trong etanol, không tan trong ete.

CHÚ THÍCH: Theo TCVN 6469:2010, một chất "dễ tan" nếu chỉ cần từ 1 đến dưới 10 phần dung môi để hòa tan 1 phần chất tan, một chất được coi là "ít tan" nếu cần từ 30 đến dưới 100 phần dung môi để hòa tan 1 phần chất tan, một chất "không tan" nếu cần trên 10 000 phần dung môi để hòa tan 1 phần chất tan.

4.1.4 Phản ứng màu

Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 5.3.

4.1.5 Phản ứng khử

Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 5.4.

4.2 Các chỉ tiêu lí - hóa

Các chỉ tiêu lí - hóa của axit ascorbic theo quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Chỉ tiêu lí - hóa của axit ascorbic

Tên chỉ tiêu	Mức yêu cầu
1. Hàm lượng $C_6H_8O_6$, % khối lượng chất khô, không nhỏ hơn	99,0
2. Hao hụt khối lượng khi sấy, % khối lượng, không lớn hơn	0,4
3. Góc quay cực riêng, $[\alpha]_{25}^D$	từ $+20,5^\circ$ đến $+21,5^\circ$
4. pH (dung dịch 1/50)	từ 2,4 đến 2,8
5. Hàm lượng tro sulfat, % khối lượng, không lớn hơn	0,1
6. Hàm lượng chì, mg/kg, không lớn hơn	2

5 Phương pháp thử

5.1 Xác định điểm nóng chảy, theo 3.2 của TCVN 6469:2010.

5.2 Xác định độ hòa tan, theo 3.7 của TCVN 6469:2010.

5.3 Phản ứng màu

5.3.1 Thuốc thử

5.3.1.1 Natri hydrocarbonat.

5.3.1.2 Sắt (II) sulfat.

5.3.1.3 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.

TCVN 11168:2015

5.3.2 Cách tiến hành

Cho 2 ml nước, 0,1 g natri hydrocarbonat (5.3.1.1) và khoảng 0,02 g sắt (II) sulfat (5.3.1.2) vào 2 ml dung dịch mẫu thử 2,0 % trong nước. Lắc đều và để yên. Dung dịch có màu tím đậm, màu tím sẽ mất khi thêm 5 ml dung dịch axit sulfuric loãng (5.3.1.3).

5.4 Phản ứng khử

5.4.1 Thuốc thử

5.4.1.1 Dung dịch kali permanganat, 1,0 % (khối lượng).

5.4.1.2 Dung dịch 2,6-diclorophenol indophenol

Cho 0,1 g natri 2,6-dichlorophenol-indophenol ($C_{12}H_8C_{12}NNaO_2$) vào 100 ml nước, đun nóng để hòa tan và lọc. Dung dịch đã chuẩn bị được dùng trong 3 ngày.

5.4.2 Cách tiến hành

Dung dịch mẫu thử trong nước sẽ khử ngay dung dịch kali permanganat (5.4.1.1) mà không cần đun nóng, sản phẩm thu được là kết tủa màu nâu.

Dung dịch mẫu thử trong etanol sẽ làm mất màu của dung dịch 2,6-diclorophenol indophenol (5.4.1.2).

5.5 Xác định hàm lượng axit ascorbic

5.5.1 Thuốc thử

5.5.1.1 Nước, không chứa cacbon dioxit.

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

Chuẩn bị theo 5.3.1.3.

5.5.1.3 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.

5.5.1.4 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 nhạy). Để lắng và sử dụng phần chất lỏng trong phía trên. Sử dụng dung dịch ngay sau khi chuẩn bị.

5.5.2 Cách tiến hành

Làm khô mẫu thử 24 h trong bình hút ẩm trong điều kiện chân không sử dụng axit sulfuric đặc.

Cân 0,400 g mẫu thử đã làm khô, chính xác đến 1 mg, hòa tan trong 100 ml nước không chứa cacbon dioxit (5.5.1.1) và 25 ml dung dịch axit sulfuric loãng (5.5.1.2). Chuẩn độ dung dịch này bằng dung dịch iot 0,1 N (5.5.1.3), khi gần đạt điểm kết thúc chuẩn độ thêm vài giọt dung dịch chỉ thị tinh bột (5.5.1.4) và chuẩn độ tiếp đến khi đạt điểm kết thúc.

5.5.3 Tính kết quả

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

$$X = \frac{V \times 8,806}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

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

8,806 là số miligam axit ascorbic 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.

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

Làm khô mẫu thử 24 h trong bình hút ẩm trong điều kiện chân không sử dụng axit sulfuric đặc.

TCVN 11168:2015

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

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

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

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

