

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11177 : 2015

Xuất bản lần 1

PHỤ GIA THỰC PHẨM – KALI SULFIT

Food additive – Potassium sulfite

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11177:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo JECFA (1999)
Potassium sulfite;

TCVN 11177:2015 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 - Kali sulfit

Food additives - Potassium sulfite

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho kali sulfit 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 6534:2010, *Phụ gia thực phẩm – Phép thử nhận biết*

TCVN 8900-5:2012 *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 5: Các phép thử giới hạn*

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: Kali sulfit

3.2 Kí hiệu

INS (mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm): 225

C.A.S (mã số hóa chất): 10117-38-1

TCVN 11177:2015

3.3 Công thức hoá học: K_2SO_3

3.5 Khối lượng phân tử: 158,25

3.6 Chức năng sử dụng: Chất chống nâu hóa, chất chống oxy hóa, chất bảo quản.

4 Các yêu cầu

4.1 Nhận biết

4.1.1 Ngoại quan

Bột hoặc hạt màu trắng, không mùi.

4.1.2 Độ hòa tan

Dễ tan trong nước, rất ít tan trong etanol.

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

4.1.3 Phép thử kali

Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 5.2.

4.1.4 Phép thử sulfit

Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 5.3.

4.2 Các chỉ tiêu lí - hóa

Các chỉ tiêu lí - hóa của kali sulfit được quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Chỉ tiêu lí - hóa của kali sulfit

Tên chỉ tiêu	Mức yêu cầu
1. Hàm lượng kali sulfit (K_2SO_3), % khối lượng, không nhỏ hơn	90,0
2. Độ kiềm, tính theo kali cacbonat (K_2CO_3), % khối lượng	từ 0,25 đến 0,45
3. Hàm lượng sắt, mg/kg, không lớn hơn	10,0
4. Hàm lượng chì, mg/kg, không lớn hơn	2,0
5. Hàm lượng selen, mg/kg, không lớn hơn	5,0

5 Phương pháp thử

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

5.2 Phép thử kali, theo 4.1.9 của TCVN 6534:2010.

5.3 Phép thử sulfit, theo 4.1.25 của TCVN 6534:2010.

5.4 Xác định hàm lượng kali sulfit

5.4.1 Thuốc thử

5.4.1.1 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 bicacbonat 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.

5.4.1.2 Dung dịch axit clohydric, 10 % (khối lượng)

Pha loãng 266 ml dung dịch axit clohydric đặc [36 % (khối lượng)] với lượng nước vừa đủ đến 1 000 ml.

5.4.1.3 Dung dịch natri thiosulfat, 0,1 N

Hòa tan khoảng 26 g natri thiosulfat ngậm năm phân tử nước ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) và 200 mg natri cacbonat (Na_2CO_3) vào 1 000 ml nước đun sôi để nguội.

Kiểm tra nồng độ dung dịch như sau:

Nghiền mịn và làm khô kali dicromat ở 120 °C trong 4 h. Cân khoảng 210 mg kali dicromat đã làm khô, chính xác đến 0,1 mg, hòa tan trong 100 ml nước đựng trong bình có nút thủy tinh dung tích 500 ml.

TCVN 11177:2015

Xoay bình để hòa tan kali dicromat, mở nút và thêm nhanh 3 g kali iodua (KI) cùng 5 ml axit clohydric đặc [36 % (khối lượng)]. Đậy nút bình, xoay bình để trộn và để yên nơi tối trong 10 min. Dùng nước tráng nút bình và thành trong của bình sau đó chuẩn độ iot giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat đã chuẩn bị, đến khi có màu vàng nhạt bền. Thêm dung dịch chỉ thị tinh bột và tiếp tục chuẩn độ đến khi dung dịch chuẩn sang màu xanh. Tính nồng độ thực của dung dịch natri thiosulfat đã chuẩn bị.

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

5.4.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,75 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, hoà tan trong hỗn hợp gồm 100 ml dung dịch iot 0,1 N (5.4.1.1) và 5 ml dung dịch axit clohydric loãng (5.4.1.2). Chuẩn độ iot dư bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N (5.4.1.3) với dung dịch chỉ thị tinh bột (5.4.1.4).

5.4.3 Tính kết quả

Hàm lượng kali sulfat có trong mẫu thử, X, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, tính theo công thức sau:

$$X = \frac{(V_0 - V) \times 7,912}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V_0 là thể tích dung dịch iot 0,1 N đã dùng ban đầu, tính bằng mililit ($V_0 = 100$ ml);

V là thể tích dung dịch iot 0,1 N tương ứng với lượng dư iot chuẩn độ được, tính bằng mililit (ml);

7,912 là số miligam kali sulfat tương đương với 1 ml dung dịch iot 0,1 N;

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

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam sang gam.

5.5 Xác định độ kiềm

5.5.1 Thuốc thử

5.5.1.1 Dung dịch hydro peroxit, 3 %.

5.5.1.2 Dung dịch chỉ thị đỏ methyl

Hòa tan 1 g đỏ methyl trong 100 ml etanol, lọc nếu cần.

5.5.1.3 Axit clohydric, 0,02 N.

5.5.2 Cách tiến hành

Hoà tan 1 g mẫu thử trong 20 ml nước cất, thêm 25 ml dung dịch hydro peroxit 3 % (5.5.1.1) đã được trung hoà, sử dụng dung dịch chỉ thị đỏ metyl (5.5.1.2). Trộn kỹ, để nguội về nhiệt độ phòng và chuẩn độ bằng axit clohydric 0,02 N (5.5.1.3). Tiến hành mẫu trắng, sử dụng 25 ml dung dịch hydro peroxit đã được trung hoà.

5.5.3 Tính kết quả

Độ kiềm của mẫu thử, X_a , biểu thị bằng phần trăm khối lượng kali cacbonat, tính theo công thức sau:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times 1,38}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V_1 là thể tích dung dịch axit clohydric 0,02 N dùng cho mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

V_2 là thể tích dung dịch axit clohydric 0,02 N dùng cho mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

1,38 là số miligam kali cacbonat tương đương với 1 ml dung dịch axit clohydric 0,02 N;

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

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam sang gam.

5.6 Xác định hàm lượng sắt, theo 2.6 của TCVN 8900-5:2012.

Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn sắt (chứa 5 μg Fe) làm dung dịch đối chứng.

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

5.8 Xác định hàm lượng selen

5.8.1 Thuốc thử

5.8.1.1 Axit clohydric, 36 % (khối lượng).

5.8.1.2 Hydrazin sulfat.

5.8.1.3 Dung dịch chuẩn selen, 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$

5.8.2 Cách tiến hành

Cân $2,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ mẫu thử, cho vào cốc có mỏ 50 ml. Thêm 10 ml nước cất, 5 ml axit clohydric (5.8.1.1) và đun sôi để đuổi hết lưu huỳnh dioxit (SO_2).

Cân $1,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ mẫu thử, cho vào một cốc có mỏ khác, thêm 0,05 ml dung dịch chuẩn selen (5.8.1.3) và tiến hành như trên.

Thêm vào mỗi cốc 2 g hydrazin sulfat (5.8.1.2) và đun nhẹ để hòa tan. Để yên trong 5 min. Pha loãng dung dịch trong các cốc thành 50 ml trong các ống so màu Nessler, so sánh màu của 2 ống. Màu hồng của ống chứa dung dịch thử phải nhạt hơn màu của ống đối chứng (có thêm chuẩn).

