BỘ Y TẾ

BỘ Y TẾ	CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM Độc lập - Tự do - Hạnh phúc
Số: 24/2010/TT-BYT	*Hà Nội, ngày 20 tháng 5 năm 2010*

THÔNG TƯ
Ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất chống tạo bọt

Căn cứ Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật ngày 29 tháng 6 năm 2006 và Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật;

Căn cứ Pháp lệnh Vệ sinh an toàn thực phẩm ngày 07 tháng 8 năm 2003 và Nghị định số 163/2004/NĐ-CP ngày 07 tháng 9 năm 2004 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Pháp lệnh Vệ sinh an toàn thực phẩm;

Căn cứ Nghị định số 188/2007/NĐ-CP ngày 27 tháng 12 năm 2007 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Y tế;

Theo đề nghị của Cục trưởng Cục An toàn vệ sinh thực phẩm, Vụ trưởng Vụ Khoa học và Đào tạo, Vụ trưởng Vụ Pháp chế,

QUY ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành kèm theo Thông tư này:

QCVN 4-7: 2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất chống tạo bọt.

Điều 2. Thông tư này có hiệu lực từ ngày 01 tháng 01 năm 2011.

Điều 3. Cục trưởng Cục An toàn vệ sinh thực phẩm, Thủ trưởng các đơn vị thuộc Bộ Y tế, các đơn vị trực thuộc Bộ Y tế; Giám đốc Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc Trung ương và các tổ chức, cá nhân có liên quan chịu trách nhiệm thi hành Thông tư này./.

KT. BỘ TRƯỞNG
THỨ TRƯỞNG

Trịnh Quân Huấn

QCVN 4-7: 2010/BYT

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM -YÊU CẦU KỸ THUẬT ĐỐI VỚI CHẤT CHỐNG TẠO BỌT

National technical regulation on Food Additive - Antifoaming Agent

Lời nói đầu

QCVN 4-7: 2010/BYT do *Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến* biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số 24/2010/TT-BYT ngày 20 tháng 5 năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT CHỐNG TẠO BỌT

National technical regulation on food additive - Antifoaming Agent

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 kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất chống tạo bọt được sử dụng với mục đích làm phụ gia thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất chống tạo bọt làm phụ gia thực phẩm (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. Các chất chống tạo bọt: là phụ gia thực phẩm được sử dụng với mục đích ngăn ngừa và giảm thiểu sự tạo bọt cho các sản phẩm thực phẩm.

3.2. JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food addiditive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006): Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.

3.3. Mã số C.A.S (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.

3.4. TS (test solution): Dung dịch thuốc thử.

3.5. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.

3.6. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các chất chống tạo bọt được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với propylen glycol

1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với polyethylen glycol

1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với polyoxyethylen (20) sorbitan monooleat

2. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong Quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong các phụ lục. Các phương pháp thử được hướng dẫn trong Quy chuẩn này không bắt buộc phải áp dụng, có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

3. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư số 16/2009/TT-BKHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất chống tạo bọt phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất chống tạo bọt

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất tạo bọt phải thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.

2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất chống tạo bọt sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

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

2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về 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 1
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI PROPYLEN GLYCOL

1. Tên khác, chỉ số Propanediol, methyl glycol,
INS 1520
ADI = 0-25 mg/kg thể trọng

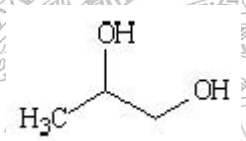
2. Định nghĩa

Tên hóa học Propan-1,2-diol, 1,2-dihydroxypropan

Mã số C.A.S. 57-55-6

Công thức phân tử $C_3H_8O_2$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 76.10

3. Cảm quan Chất lỏng sánh, trong, không màu, hút ẩm.

4. Chức năng Chống tạo bọt, dung môi, chất làm bóng, chất làm ẩm.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Tan trong nước, ethanol và aceton.

Phổ hồng ngoại Phổ hồng ngoại của mẫu phân tán trong kali bromid tương ứng với phổ hồng ngoại kèm theo quy chuẩn này.

5.2. Độ tinh khiết

Nước Không được quá 1,0% (Phương pháp Karl Fischer)

Khoảng chưng cất Dung dịch với hàm lượng 99% (tt/tt) có khoảng chưng cất là 185 - 189°C.

Tỷ trọng d (20,20) = 1,035 - 1,040.

Tro sulfat Không được quá 0,07%. (Thử 5 g mẫu).

Acid tự do Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_3H_8O_2$ Không thấp hơn 99,5% tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Nước (Phương pháp Karl Fischer)

Acid tự do Thêm 3 đến 6 giọt dung dịch đỏ phenol (TS) vào 50 ml nước, thêm dung dịch natri hydroxyd 0,1 N cho đến khi dung dịch có màu đỏ bền vững trong 30 giây. Thêm 50 g mẫu thử đã được cân chính xác vào dung dịch này. Chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,01 N cho đến khi dung dịch trở lại màu đỏ như ban đầu và bền vững trong 15 giây. Thể tích dung dịch natri hydroxyd 0,01 N sử dụng để chuẩn độ cho 50,0 g mẫu thử Không được quá 1,67 ml.

Chì - Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Sử dụng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp để xác định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ).

6.2. Định lượng

Bơm 10 µL mẫu thử vào hệ đo sắc ký khí phù hợp, được trang bị detector đo độ dẫn nhiệt và cột tách làm bằng thép không rỉ, 1 m x 1/4 in, nhồi Carbowax 20 M 4% trên Chromosorb T 40/60 mesh, hoặc vật liệu tương đương. Sử dụng khí mang là heli với tốc độ là 75 ml/phút. Nhiệt độ của cổng injector là 240°C, nhiệt độ cột từ 120 đến 200°C, được đặt chương trình tăng nhiệt với tốc độ 5°C/phút, và nhiệt độ block là 250°C. Trong các điều kiện trên, thời gian lưu của propylen glycol là khoảng 5,7 phút và thời gian lưu của 3 đồng phân của dipropylen glycol lần lượt là 8,2; 9,0 và 10,2 phút.

Đo diện tích các pic, tính phần trăm diện tích pic của propylen glycol trên tổng diện tích các pic và quy ra phần trăm khối lượng.

Phụ lục 2
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI POLYETHYLEN GLYCOL

1. Tên khác, chỉ số PEG, Macrogol;
INS 1521
ADI = 0 - 10 mg/kg thể trọng

2. Định nghĩa Là các polymer cộng hợp của ethylen oxyd và nước, được ký hiệu bằng con số tương ứng với trọng lượng phân tử.

Tên hóa học alpha-Hydro-omega-hydroxypoly (oxy-1,2-ethandiol).

Mã số C.A.S. 25322-68-3

Công thức phân tử $(C_2H_4O)_{n+1}H_2O$

Công thức cấu tạo $HOCH_2 - (CH_2 - O - CH_2)_n - CH_2OH$

Khối lượng phân tử 200 ÷ 9500

3. Cảm quan Các PEG có khối lượng phân tử nhỏ hơn 700 thường là các chất lỏng trong suốt đến hơi đục, không màu, hút ẩm nhẹ và có mùi nhẹ. Các PEG có khối lượng phân tử trong khoảng từ 700 đến 900 là các chất nửa rắn. Các PEG có khối lượng phân tử lớn hơn 1000 là chất rắn dạng sáp, dạng vẩy, hoặc bột trơn chảy, màu trắng kem.

4. Chức năng Chống tạo bọt, dung môi, chất làm bóng, chất làm ẩm.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Các Polyethylen glycol có khối lượng phân tử lớn hơn hoặc bằng 1000 dễ tan trong nước; các polyethylen glycol tan trong nhiều dung môi hữu cơ như các keton béo và các cồn béo, cloroform, glycol ether, ester và các hydrocarbon thơm; không tan trong ether và phần lớn các hydrocarbon béo; khi khối lượng phân tử tăng, độ tan trong nước và độ tan trong các dung môi hữu cơ giảm.

Khối lượng phân tử Các PEG có khối lượng phân tử dưới 1000: không thấp hơn 95,0% và không quá 105,0% giá trị công bố.

Các PEG có khối lượng phân tử trong khoảng từ 1000 đến 7000: không thấp hơn 90,0% và không quá 110,0% giá trị công bố.

Các PEG có khối lượng phân tử lớn hơn 7000: không thấp hơn 87,5% và không quá 112,5% giá trị công bố.

Độ nhớt Khoảng độ nhớt, theo đơn vị cSt, của các PEG ở nhiệt độ 100 ± 0,3°C:

KLPT trung bình	Khoảng độ nhớt, cSt
200	4,1-4,8
300	5,4-6,4
400	6,8-8,0
500	8,3-9,6
600	9,9-11,3
700	11,5-13,0
800	12,5-14,5
900	15,0-17,0
1000	16,0-19,0
1100	18,0-22,0
1200	20,0-24,5
1300	22,0-27,0
1400	24,0-30,0
1450	25,0-32,0
1500	26,0-33,0
1600	28,0-36,0
1700	31,0-39,0
1800	33,0-42,0
1900	35,0-45,0
2000	38,0-49,0
2100	40,0-53,0
2200	43,0-56,0
2300	46,0-60,0
2400	49-65
2500	51-70
2600	54-74
2700	57-78
2800	60-83
2900	64-88
3000	67-93
3250	73-105
3350	76-110
3500	87-123
3750	99-140

4000	110-158
4250	123-177
4500	140-200
4750	150-228
5000	170-250
5500	206-315
6000	250-390
6500	295-480
7000	350-590
7500	405-735
8000	470-900

Với các PEG không cho trong bảng, tính toán giá trị giới hạn bằng cách nội suy.

5.2. Độ tinh khiết

pH 4,5 ÷ 7,5 (dung dịch 1/20)

Tro sulfat Không được quá 0,1%.

Thử 5 g mẫu

Độ acid Không quá 0,05% kl/kl (tính theo acid acetic).

1,4-Dioxan Không được quá 10,0 mg/kg.

Ethylen oxyd Không được quá 0,02%

Ethylen glycol và diethylen glycol Tổng hàm lượng không được quá 0,25% (kl/kl) tính riêng hoặc kết hợp.

Chì Không được quá 1,0 mg/kg

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Độ acid Chuyển 6 g mẫu thử vào bình nón 250 ml, thêm dung dịch phenolphtalein (TS) và 50 ml ethanol trung tính rồi chuẩn độ bằng dung dịch kali hydroxyd 0,1 N trong ethanol tới khi dung dịch chuyển màu hồng bền vững trong ít nhất 15 giây. Thể tích dung dịch kali hydroxyd 0,1 N trong ethanol để chuẩn độ không được được quá 0,5 ml.

1,4-Dioxan Tiến hành như hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn dioxan bằng Sắc ký khí. Xem thêm phần phương pháp sắc ký khí không gian hơi trong Phần phương pháp thử Ethylen oxyd dưới đây.

Chì Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. Sử dụng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp để xác định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ).

6.2. Định tính

Khối lượng phân tử Dung dịch Anhydrid phthalic

Cho 49 g anhydrid phthalic vào chai màu nâu hổ phách và hòa tan trong 300 ml pyridin (mới được cất lại để loại anhydrid phthalic). Lắc mạnh chai để hòa tan hoàn toàn. Để yên qua đêm trước khi sử dụng.

Chuẩn bị mẫu polyethylen glycol lỏng

Cẩn thận thêm 25 ml dung dịch anhydrid phthalic vào bình khô, sạch, có áp suất chịu nhiệt. Thêm vào bình một lượng đã cân chính xác của mẫu thử, tương đương với khối lượng phân tử của nó chia cho 160 (ví dụ, với PEG 200 cân khoảng 1,3 g mẫu thử, với PEG 600 cân khoảng 3,8g mẫu thử). Đóng nút bình lại, gói cẩn thận trong túi vải.

Chuẩn bị mẫu polyethylen glycols rắn

Cẩn thận thêm 25 ml dung dịch anhydrid phthalic vào một bình áp suất chịu nhiệt sạch và khô. Thêm vào bình một lượng đã cân chính xác của mẫu thử nung chảy, tương đương với khối lượng phân tử của nó chia cho 160. Do độ tan hạn chế của mẫu, không lấy nhiều hơn 25 g mẫu thử. Thêm vào đó 25 ml pyridin (đã được cất lại để loại anhydrid phthalic). Lắc đều để hòa tan hoàn toàn, đóng nút bình và gói cẩn thận trong túi vải.

Tiến hành

Đặt bình đựng mẫu vào bể nước ở mức ngang với vạch chất lỏng trong bình và giữ nhiệt độ trong khoảng từ 96 đến 100°C. Đun bình trong 30 đến 60 phút. Lấy bình ra và làm lạnh đến nhiệt độ phòng. Mở nắp bình cẩn thận để xả áp suất, lấy bình ra khỏi túi vải, thêm 5 giọt dung dịch phenolphtalein trong pyridin 1/100. Chuẩn độ bằng dung

dịch natri hydroxyd 0,5 N đến khi xuất hiện màu hồng bền vững trong 15 giây. Ghi lại thể tích cần dùng, S, theo ml. Tiến hành làm mẫu trắng song song với 25 ml dung dịch anhydrid phthalic cộng với lượng pyridin đã thêm vào mẫu. Ghi lại thể tích natri hydroxyd 0,5 N cần dùng để chuẩn độ, B, theo ml. Tính khối lượng phân tử của mẫu theo công thức sau:

$$\text{Khối lượng phân tử} = 2000 \times W / [(B-S)N]$$

trong đó:

W = khối lượng mẫu thử, g.

B = thể tích dung dịch NaOH 0,5 N dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính theo ml.

S = thể tích dung dịch NaOH 0,5 N dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính theo ml.

N = độ chuẩn chính xác của NaOH.

Phương pháp dự kiến khác dùng sắc ký rây kích thước (sắc ký gel thẩm thấu).

1. Các polyethylene glycol có khối lượng phân tử dự đoán dưới 1000.

Thiết bị

Dùng sắc ký lỏng hiệu năng cao HPLC thích hợp, được trang bị bộ phận đo khúc xạ vi phân và cột 0,60 m x 7,7 mm (đường kính trong), nhồi gel PL 10 µm 50 Å, dùng pha động là tetrahydrofuran.

Điều kiện đo

Các thông số đo có thể thay đổi tùy thuộc vào mỗi hệ đo nhưng có thể dùng các điều kiện sau để thu được một sắc đồ hợp lý:

- Tốc độ pha động: 1 ml/phút.
- Áp suất: 35 bar.
- Thể tích mẫu bơm: 20 µl dung dịch 1% (kl/tt).
- Nhiệt độ detector: 25°C ± 0,1°C.

Quy trình này cho phép nhận biết các PEG sau khi so sánh với chất chuẩn và dùng để kiểm tra các hỗn hợp PEG.

2. Các polyethylene glycol có khối lượng phân tử dự đoán lớn hơn hoặc bằng 1000.

Thực hiện cùng một quy trình như trên nhưng với pha động là Tetrahydrofuran/n-heptan (80/20).

Thể tích rửa giải dự kiến của PEG, tùy thuộc vào mỗi hệ đo và điều kiện đo, được cho trong bảng sau:

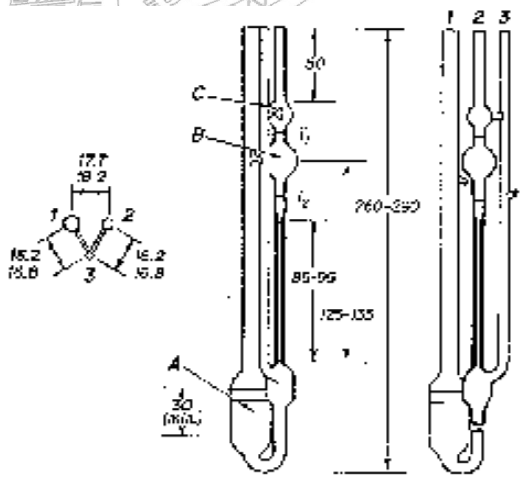
KLPT	V rửa giải, ml
35 000	21,2
10 000	22,8
6 000	24,2
4 000	25,1
2 000	26,8
1 000	28,4

KLPT	V rửa giải, ml
35000	21,2
10000	22,8
6000	24,2
4000	25,1
2000	26,8
1000	28,4

Độ nhớt

Thiết bị

Nhớt kế Ubbelohde, được minh họa trong hình vẽ dưới đây, có thể dùng để xác định một cách hiệu quả độ nhớt của các polyethylen glycol.



Hình. Nhớt kế Ubbelohde (các kính thước được cho theo mm)

Để xác định độ nhớt trong khoảng từ 300 to 600 centistoke, dùng thiết bị đo độ nhớt cỡ 3, có đường kính mao quản là 2,00 ± 0,04 mm. Thiết bị đo độ nhớt phải được đặt trên giá đỡ phù hợp với kính thước của các ống tách như trong hình vẽ, và có thể giữ thiết bị đo độ nhớt thẳng đứng. Mũi tên trong bầu A chỉ thể tích tối đa và tối thiểu của chất lỏng, sử dụng trong các điều kiện phù hợp. Thể tích của bầu B xấp xỉ 5 ml.

Hiệu chuẩn thiết bị đo độ nhớt

Xác định hằng số nhớt (C) cho mỗi thiết bị đo độ nhớt bằng cách sử dụng một loại dầu có độ nhớt đã biết. Nghiêng thiết bị khoảng 30 độ so với phương thẳng đứng, bầu A nằm dưới mao quản, và đưa một lượng mẫu vào ống 1 đủ để mức chất lỏng ngang với vạch nạp dưới. Vạch chất lỏng không được phép cao hơn vạch nạp trên khi cho thiết bị đo độ nhớt quay về phương thẳng đứng và cho mẫu thử chảy ra từ ống 1. Nạp chất lỏng vào thiết bị sao cho ống hình chữ U đặt ở đáy phải hoàn toàn không có bọt khí. Sau khi đã đặt thiết bị đo độ nhớt vào bình điều nhiệt trong thời gian đủ để mẫu cân bằng nhiệt, đặt một ngón tay lên ống 3 và hút ống 2 cho đến khi chất lỏng được hút vào đến giữa bầu C. Ngừng hút, rút tay ra khỏi ống 3, đặt lên ống 2 cho đến khi mẫu thử chảy từng giọt ra khỏi đầu dưới của mao quản. Rút tay ra khỏi ống 2, tính khoảng thời gian (chính xác đến 0,1 giây) cần thiết để mặt khum của chất lỏng chuyển dịch từ vạch T_1 đến vạch T_2. Để thu được kết quả chính xác trong một khoảng thời gian hợp lý, thiết bị cần phải được điều chỉnh sao cho khoảng thời gian trôi là từ 80 đến 100 giây.

Tính hằng số nhớt C theo công thức sau $C = cSt/t_1$ trong đó cSt là độ nhớt, tính theo đơn vị centistoke, và t_1 là thời gian chảy (efflux), tính theo giây, của chất lỏng chuẩn.

Xác định độ nhớt của mẫu thử, giữ nhiệt độ ở 100 ± 0,3°C và sử dụng nhớt kế mao quản có thời gian chảy ít nhất là 200 giây (s) đối với PEG cần kiểm tra. Độ nhớt phải nằm trong giới hạn chỉ định trong bảng, hoặc được nội suy từ các giá trị cho trong bảng.

Ethylen oxyd

Dung dịch Morpholin

Trộn 1 phần morpholin đã được cất lại với 9 phần methanol khan.

Chỉ thị hỗn hợp

Cân 0,050 g 4,4'bis-(amino-1-naphthylazo-2,2'-stilbendisulfonic acid) và 0,010 g vàng brilliant vào bình 65 ml. Dung pipet lấy 1,5 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N vào bình, trộn đều. Thêm vào đó 3,5 ml nước, trộn đều. Chuyển hỗn hợp trên vào bình bảo quản, tráng rửa bằng 45 ml methanol, trộn đều.

Dung dịch acid hydrocloric trong methanol chuẩn

Trộn 8,5 ml acid hydrocloric và 1000 ml methanol khan. Chuẩn lại nồng độ bằng cách lấy 9 ml dung dịch, chuẩn độ bằng dung dịch NaOH 0,1 N (TS) với chỉ thị phenolphtalein. Chuẩn hóa lại nồng độ nếu dùng dung dịch này sau 48 giờ.

Để chuẩn bị mẫu thử trắng, chuyển 25 g mẫu thử đã được cân chính xác vào bình cầu, lắc đều để tan hoàn toàn. Chuẩn độ bằng dung dịch acid hydrocloric trong methanol đã chuẩn hóa đến khi chuyển màu xanh biếc.

Khi gần tới điểm kết thúc phải thêm từ từ từng lượng nhỏ chất chuẩn.

Thêm 50 ml dung dịch morpholin vào bình áp suất chịu nhiệt. Tạo mẫu thuốc thử trắng bằng cách thêm một lượng tương đương Morpholin vào một bình tương tự khác. Thêm vào bình thứ nhất 25 g mẫu thử đã được cân chính xác, lắc đều để tan hoàn toàn. Gói cẩn thận các bình này trong túi vải, đặt 2 bình cạnh nhau trong bể cách thủy điều nhiệt ở 98 ± 2°C trong 30 phút, giữ mức nước trong bể trên mức chất lỏng trong bình một chút. Lấy các bình ra, để nguội đến nhiệt độ phòng. Khi các bình đã nguội, nới lỏng túi vải bọc, mở nắp bình để xả áp lực và gỡ túi vải bọc ra. Từ từ thêm 20 ml anhydrid acetic khan vào mỗi bình, lắc đều để tan hoàn toàn. Để yên ở nhiệt độ phòng trong 15 phút. Nếu các bình vẫn ấm, để nguội đến nhiệt độ phòng. Thêm vào mỗi bình 4 đến 6 giọt chỉ thị hỗn hợp và chuẩn độ bằng

dung dịch acid hydrocloric trong methanol chuẩn đến khi chuyển màu xanh biếc. Khi gần tới điểm kết thúc phải thêm từ từ từng lượng rất nhỏ chất chuẩn.

Tính phần trăm ethylen oxyd theo công thức sau:

$$4.41 \times N \times \frac{(A - B)}{W_1 - \frac{C}{W_2}}$$

trong đó:

N = độ chuẩn của dung dịch acid hydrocloric trong methanol chuẩn

A, B, and C = thể tích (ml) tương ứng dùng để chuẩn độ mẫu thử, mẫu thuốc thử trắng và mẫu thử trắng,

W_1 and W_2 = khối lượng (g) tương ứng của mẫu thử lấy cho phản ứng và cho mẫu thử trắng.

Sắc ký khí không gian hơi (headspace):

Phương pháp đề xuất khác để xác định 1,4-Dioxan and Ethylen oxyd

Nguyên tắc:

Sau khi đã thêm nước vào mẫu, phân tích ethylen oxyd và 1,4-dioxan bằng sắc ký khí không gian hơi (headspace)

Dung dịch chuẩn

- Dung dịch gốc 1,4-Dioxan

- Dung dịch chuẩn của 1,4-dioxan trong nước được pha bằng cách cân khoảng 1,00 g 1,4-dioxan trong100 ml nước cất (dung dịch gốc) sau đó pha loãng nhiều lần. Sử dụng hai dung dịch chuẩn 20 and 100 µg 1,4-dioxan/ml nước.

- Dung dịch gốc chuẩn Ethylen Oxyd (EO)

Thêm 25 ml nước cất vào lọ bơm mẫu nhiều lần (multidose injection vial). Đóng septum lại và cắm một syranh không dò khí vào. Từ từ đưa 20 ml khí ethylen oxyd (khoảng 40 mg) vào dung dịch. Xác định chính xác khối lượng ethylen oxyd thêm vào bằng cách cân lọ mẫu trước và sau thi thêm khí (dung dịch gốc).

Chuẩn bị hai dung dịch làm việc chuẩn bằng cách pha loãng 2 và 10 µg ethylen oxyd trong 1 ml nước, pha loãng nhiều lần.

Thiết bị

Dùng máy sắc ký khí trang bị detector ion hóa ngọn lửa (FID), với cột mao quản 30 m tráng dimethylpolysiloxan, đường kính trong 0,25 mm, độ dày lớp tráng là 1,0 µm.

Điều kiện đo

Điều kiện đo có thể thay đổi tùy thuộc vào mỗi thiết bị cụ thể, nhưng có thể dùng những điều kiện sau để thu được sắc đồ phù hợp:

Đặt chương trình lấy mẫu không gian hơi (Headspace Sampler)

- Thời gian cân bằng nhiệt: 45 phút
- Nhiệt độ: 70°C
- Nhiệt độ đường truyền: 150°C
- Thời gian đặt áp lực: 30 giây
- Thời gian bơm: 6 giây
- Thời gian phân tích: 45 phút

Điều kiện đo sắc ký khí

Nhiệt độ: Cột, 50°C (giữ trong 5 phút), tăng lên 180°C với tốc độ tăng nhiệt 5°C/phút

Detector (FID): 250°C

Khí mang: Heli, 1 ml/phút

Áp suất khí mang: 0,7 bar

Tỉ lệ chia dòng: 40: 1

Hydro và không khí: cho FID

Chuẩn bị mẫu

Chuyển khoảng 1 g mẫu đã được cân chính xác đến 0,1 mg vào lọ mẫu và thêm 1 ml nước cất. Đóng lọ mẫu lại và đặt vào trong thiết bị phân tích không gian hơi để cân bằng trong 45 phút tại 70°C. Chuẩn bị 2 lọ mẫu trong cùng điều kiện, thêm vào mỗi lọ mẫu 1 g mẫu thử (đã được cân chính xác tới 0,1 mg) và 1 ml dung dịch gốc 1,4-dioxan và EO.

Dung dịch chuẩn làm việc

Pha hai dung dịch chuẩn A và B (để thêm chuẩn) như sau:

A. 1 ml dung dịch gốc EO có nồng độ xấp xỉ 200 mg EO/100 ml + 2 ml dung dịch gốc 1,4-dioxan có nồng độ xấp xỉ 1000 mg dioxan/100 ml + nước đến thể tích đủ 100 ml. Dung dịch này sẽ được pha loãng với nước theo tỷ lệ 1: 10 để có nồng độ khoảng 2 µg EO/ml và 20 µg 1,4-dioxan/ml.

B. 1 ml dung dịch gốc EO có nồng độ xấp xỉ 500 mg EO/100 ml + 5 ml dung dịch gốc 1,4-dioxan có nồng độ xấp xỉ 1000 mg dioxan/100 ml + nước đến thể tích 100 ml. Dung dịch này sẽ được pha loãng với nước theo tỷ lệ 2 : 10 để có nồng độ khoảng 10 µg EO/ml và 100 µg 1,4-dioxan/ml.

Tính toán

Nồng độ của chất (i) có thể tính theo công thức sau:

$$\mu g \text{ chất } (i)/g = (W_i \times A_i)/A_{is}$$

trong đó

µg chất i/g = khối lượng của 1,4-dioxane hoặc EO trong mẫu thử [µg/g]

W_i = khối lượng chất i được thêm vào, chuẩn lại theo 1 g mẫu thử [µg/g]

A_i = Diện tích pic của chất i trong mẫu thử, chuẩn lại theo 1 g mẫu thử

A_{is} = Diện tích pic của chất i trong mẫu thử đã được thêm chuẩn, chuẩn lại theo 1 g mẫu thử

Ethylen glycol và diethylen glycol

Các polyethylen glycol có khối lượng phân tử nhỏ hơn 450

Thiết bị

Dùng máy sắc ký khí trang bị detector ion hóa ngọn lửa hydro và cột thép không rỉ 1,5 m x 3 mm (đường kính trong, nhồi sorbitol 12%, theo khối lượng, trên đất diatomit 60/80 mesh không rửa acid (Chromosorb W, hoặc tương đương).

Điều kiện đo

Các thông số đo có thể thay đổi tùy thuộc vào từng thiết bị sử dụng, nhưng có thể thu được một sắc đồ phù hợp trong các điều kiện sau:

Nhiệt độ cột: 165°C; Nhiệt độ đầu khí vào: 260°C ; Khí mang: nitơ (hoặc một khí trơ phù hợp); tốc độ khí: 70ml/phút; Máy ghi: - 0,5 to 1,05 mV, toàn thang, 1 giây, đáp ứng toàn thang; Khí hydro và không khí với tốc độ khí vào đầu đốt được tối ưu hóa để có độ nhạy lớn nhất.

Dung dịch chuẩn

Chuẩn bị dung dịch sắc ký tiêu chuẩn bằng cách hòa tan trong nước một lượng cân chính xác của ethylen glycol thương mại và diethylen glycol (nếu cần thì cất tinh khiết lại). Khoảng nồng độ phù hợp là từ 1 đến 6 mg glycol/ml.

Chuẩn bị dung dịch

Chuyển khoảng 4 g mẫu thử, đã được cân chính xác, vào bình định mức 10 ml, định mức đến vạch và lắc đều.

Tiến hành

Bơm 2 µl dung dịch chuẩn và ghi lại sắc ký đồ. Trong các điều kiện đã cho, thời gian rửa giải của ethylen glycol và diethyl glycol tương ứng là khoảng 2 phút và 6,5 phút. Đo chiều cao pic, và ghi lại các gía trị như sau:

A = chiều cao, tính theo mm, của pic ethylen glycol;

B = khối lượng, tính theo mg, của ethylen glycol trong 1 ml dung dịch chuẩn;

C = chiều cao, mm, của pic diethylen glycol;

D = khối lượng, mg, của diethylen glycol trong 1 ml dung dịch chuẩn

Tương tự, bơm 2 µl dung dịch dung dịch mẫu thử và ghi lại sắc đồ. Đo chiều cao pic, E, của ethylen glycol, và chiều cao F của pic diethylen glycol.

Tính toán

Tính phần trăm của ethylen glycol trong mẫu theo công thức sau: (E x B)/A x khối lượng mẫu thử (g).

Tính phần trăm diethylen glycol trong mẫu theo công thức: (F x D)/C x khối lượng mẫu thử (g).

Các polyethylen glycol có khối lượng phân tử lớn hơn hoặc bằng 450

Chuẩn bị mẫu

Hòa tan 50 g mẫu thử vào 75 ml diphenyl ether trong bình cất 250 ml. Cất chậm ở áp suất 1 - 2 mm Hg và hứng vào bình 100 ml chia vạch đến 1 ml, cho đến khi thu được 25 ml dịch cất. Thêm 25 ml nước vào dịch cất, lắc mạnh, để yên một lúc để dung dịch tách lớp. Làm lạnh trong đá để lớp diphenyl ether đóng rắn và dễ tách loại. Lọc lớp nước qua giấy lọc vào ống đong thủy tinh 50 ml chia độ có nút đậy. Thêm một thể tích tương đương acetonitril (mới cất tinh khiết lại) vào dịch lọc.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Chuyển 50 mg diethylen glycol vào bình định mức 25 ml, pha loãng tới vạch bằng hỗn hợp 1:1 của acetonitril (mới cất tinh khiết lại) trong nước, trộn đều.

Tiến hành

Chuyển 10 ml dung dịch mẫu và 10 ml dung dịch chuẩn vào 2 bình 50 ml, riêng trong mỗi bình đã chứa 15 ml dung dịch ceri IV amoni nitrat (TS), trộn đều. Đo độ hấp thụ quang của dung dịch bằng máy đo quang trong cuvet 1 cm tại bước sóng 450 nm trong vòng 2 đến 5 phút. Đo mẫu trắng có chứa 15 ml dung dịch ceri IV amoni nitrat (TS) và 10 ml hỗn hợp 1:1 của acetonitril trong nước. Độ hấp thụ quang của dung dịch mẫu thử không được lớn hơn độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn.

Phương pháp dự kiến khác xác định mono and diethylen glycol

Dung dịch thử

Cân 5 g mẫu cần kiểm tra vào bình định mức 100 ml, hòa tan bằng aceton và pha loãng tới vạch bằng aceton.

Dung dịch đối chiếu

Cân 100 mg monoethylen glycol và 500 mg diethylen glycol vào bình định mức 100 ml. Pha loãng bằng 100 ml aceton. Pha loãng 1 ml dung dịch này thành 10 ml bằng aceton.

Tiến hành

Tiến hành đo sắc ký khí sử dụng :

- Cột thủy tinh 1,8 m và có đường kính trong 2 mm, nhồi diatomit dùng cho sắc ký khí, đã được rửa sạch và silan hóa (Chromosorb G.AW.DMCS 100 - 125 mesh là phù hợp), ngâm tẩm trong 4% (kl/kl) polyethylen glycol 20.000 (Carbowax 20 M là phù hợp).

- Khí mang Nitơ, với tốc độ dòng khí là 30 ml/phút,

- Detector ion hóa ngọn lửa

Trong trường hợp cần thiết, luyện cột tại 200°C trong khoảng 15 giờ.

Điều chỉnh nhiệt độ ban đầu để thu được thời gian lưu thu được của diethylen glycol có giá trị từ 14 đến 16 phút. Hạ nhiệt độ cột xuống 140°C. Bơm các dung dịch vào và tăng nhiệt độ cột lên 170°C, với tốc độ tăng nhiệt là 2°C/phút. Duy trì nhiệt độ cổng bơm và nhiệt độ detector ở 250°C. Bơm 2,0 µl dung dịch thử và 2,0 µl dung dịch so sánh. Kiểm tra độ lặp lại của tín hiệu sau 5 lần bơm.

Tính toán

Đo diện tích các pic thu được của mono và diethyl glycol trong sắc đồ của dung dịch thử và dung dịch so sánh. Tính hàm lượng của mono và diethylen glycol trong dung dịch thử từ diện tích pic.

Phụ lục 3
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI POLYOXYETYLEN (20) SORBITAN MONOOLEAT

1. Tên khác, chỉ số Polysorbat 80;

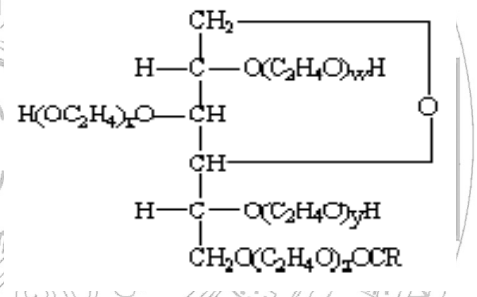
INS 433

ADI = 0 - 25 mg/kg thể trọng

2. Định nghĩa Hỗn hợp bao gồm các ester một phần của sorbitol và các dẫn chất mono - và dianhydrid của nó (có chỉ số acid dưới 7,5 và hàm lượng nước dưới 0,2%) với acid oleic thực phẩm và được cô với xấp xỉ 20 mol ethylen oxyd cho 1 mol sorbitol và các anhydrid của nó.

Mã số C.A.S. 9005-65-6

Công thức cấu tạo Công thức danh nghĩa và thành phần gần đúng:



Trong đó w + x + y + z = ~20 và RCO - là phần acid béo

3. Cảm quan Ở 25°C là dung dịch sánh màu vàng chanh đến màu hổ phách có mùi nhẹ đặc trưng

4. Chức năng Chống tạo bọt, Chất nhũ hóa, chất phân tán.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Tan trong nước, ethanol, methanol, ethyl acetat và toluen; không tan trong dầu khoáng và ether dầu hỏa.

Hấp thụ hồng ngoại Phổ hồng ngoại của mẫu thử đặc trưng cho este một phần của acid béo và polyoxyethyl polyol

Phản ứng màu Đúng yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Acid béo Phải có phản ứng đặc trưng của acid béo.

Liên kết không no Phải có phản ứng đặc trưng của liên kết không no.

Gelatin hóa	Tại nhiệt độ thường hoặc thấp hơn, hỗn hợp mẫu thử trong nước cất (60/40: v/v) tạo ra một khối đặc.
Xà phòng hóa	100 g mẫu cho khoảng 23 g acid béo và 75 g polyol.
5.2. Độ tinh khiết	
Nước	Không được quá 3,0% (phương pháp Karl-Fischer).
Tro sulfat	Không được quá 0,25%.
Chỉ số acid	Không được quá 2,0.
Chỉ số Xà phòng hóa	Không được thấp hơn 45 và không được quá 55.
Chỉ số Hydroxyl	Không được thấp hơn 65 và không được quá 80.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 65,0% và không được quá 69,5% nhóm oxyethylen tương đương với không thấp hơn 96,5% và không được quá 103,5% polyoxyethylen (20) sorbitan monooleat tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phản ứng màu	Thêm 10 ml dung dịch amoni cobalt (II) thiocyanat và 5 ml chloroform vào 5 ml dung dịch mẫu thử tan trong nước nồng độ 5% (m/v). Lắc đều và để tách lớp; lớp chloroform sẽ có màu xanh da trời. (Dung dịch amoni cobaltothiocyanat: 37,5 g cobalt nitrat và 150 g amoni thiocyanat hòa tan và chỉnh thể tích đến đủ 100 ml bằng nước cất - pha hàng ngày trước khi sử dụng).
Acid béo	Thêm 5 ml dung dịch natri hydroxyd (TS) vào 5 ml dung dịch mẫu thử 5% (m/v) trong nước. Đun sôi hỗn hợp trong vài phút, để nguội, acid hóa hỗn hợp bằng acid hydrocloric loãng. Dung dịch rất đục, do acid béo được giải phóng.
Liên kết không no	Nhỏ giọt dung dịch brom (TS) vào dung dịch mẫu thử (1/20). Dung dịch brom sẽ mất màu.
Gelatin hóa	Tại nhiệt độ thường hoặc thấp hơn, hỗn hợp mẫu thử trong nước cất (60/40: v/v) tạo thành một khối mềm đặc.

6.2. Độ tinh khiết

Chì Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 (phần các phương pháp phân tích công cụ).

6.3. Định lượng

Xác định hàm lượng nhóm Oxyethylen (theo hướng dẫn tại *JECFA monograph 1 - Vol.4*).