



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4-29:2020/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
ĐỐI VỚI PHỤ GIA THỰC PHẨM SUCRALOSE**

National technical regulation of Sucralose

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu

QCVN 4-29:2020/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 SUCRALOSE

National technical regulation of Sucralose

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 Sucralose.

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 Sucralose (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 Sucralose 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 Sucralose 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 Sucralose

Việc kiểm tra chất lượng, an toàn đối với phụ gia thực phẩm Sucralose 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.

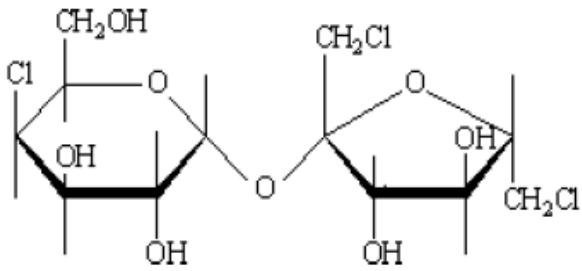
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

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 SUCRALOSE

1. Tên khác, chỉ số	4,1',6'-trichlorogalactosucrose INS 955 ADI: 0 - 15 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	1,6-Dichloro-1,6-dideoxy-β-D-fructofuranosyl-4-chloro-4-deoxy-α-D-galactopyranoside
<i>Mã số C.A.S.</i>	56038-13-2
<i>Công thức hóa học</i>	C ₁₂ H ₁₉ Cl ₃ O ₈
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	397,64
3. Cảm quan	Dạng bột tinh thể không mùi, màu trắng đến trắng ngà
4. Mã HS	2940.00.00
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Đễ tan trong nước, methanol và ethanol, rất ít tan trong ethyl acetat
<i>Sự hấp thụ hồng ngoại</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Sắc ký lớp mỏng</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hàm lượng nước</i>	Không vượt quá 2,0 % (phương pháp chuẩn độ Karl Fischer)
<i>Góc quay cực riêng</i>	[α] ₂₀ , D: từ +84,0° đến +87,5° (dung dịch 10% khối lượng/thể tích)
<i>Tro sunfat</i>	Không vượt quá 0,7 %
<i>Các disaccharid được clo hóa khác</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử
<i>Các monosaccharid được</i>	Đạt yêu cầu theo phương pháp thử

clo hóa

<i>Triphenylphosphin oxid</i>	Không vượt quá 150 mg/kg
<i>Methanol</i>	Không vượt quá 0,1%
<i>Chi</i>	Không vượt quá 1 mg/kg
5.3. <i>Hàm lượng sucralose</i>	Không thấp hơn 98 % và không vượt quá 102% tính theo chế phẩm khan

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

<i>Độ tan</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.7).
<i>Sự hấp thụ hồng ngoại</i>	Phổ hồng ngoại của mẫu phân tán trong kali bromid tương ứng với phổ hồng ngoại đối chiếu tại mục 6.3.
<i>Sắc ký lớp mỏng</i>	Vết chính trong sắc ký lớp mỏng của dung dịch thử có cùng giá trị R_f như vết chính của dung dịch chuẩn A thu được trong thử nghiệm theo mô tả tại phương pháp thử đối với chỉ tiêu các <i>disaccharid</i> được clo hóa khác.

6.2. Định lượng

<i>Hàm lượng nước</i>	Xác định theo TCVN 8900-1:2012, <i>Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 1: Hàm lượng nước (Phương pháp chuẩn độ Karl Fischer)</i> .
<i>Góc quay cực riêng</i>	Xác định theo TCVN 6469:2010, <i>Phụ gia thực phẩm - Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý</i> (mục 3.6).
<i>Tro sulfat</i>	Xác định theo TCVN 8900-2:2012, <i>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</i> (mục 5.3.3).
<i>Chi</i>	Xác định theo TCVN 8900-6:2012, <i>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</i> ; hoặc TCVN 8900-8:2012, <i>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</i> .
<i>Các disaccharid được clo hóa khác</i>	<u>Tấm TLC:</u> Sử dụng các tấm sắc ký lớp mỏng pha đảo được phủ 0,20 mm lớp chất hấp thụ gel silica (ví dụ: Whatman LKC18).

Pha động:

Trộn 7 thể tích dung dịch natri clorid 5,0 % (khối lượng/thể tích) với 3 thể tích acetonitril.

Thuốc thử phun:

Sử dụng dung dịch 15 % (thể tích/thể tích) acid sulfuric đậm đặc trong methanol.

Dung dịch chuẩn:

Hòa tan 1,0 g sucralose chuẩn tham chiếu trong 10 ml methanol (Dung dịch A). Pha loãng 0,5 ml Dung dịch A với methanol đến 100 ml (Dung dịch B).

Dung dịch thử nghiệm:

Hòa tan 1,0 g mẫu trong 10 ml methanol

Tiến hành:

Chấm 5 μ l từng dung dịch A, dung dịch B và dung dịch thử nghiệm vào đáy tấm sắc ký. Đặt tấm sắc ký vào buồng sắc ký thích hợp chứa pha động vừa mới được chuẩn bị và để dung môi khai triển đến 15 cm. Lấy tấm sắc ký ra khỏi buồng, để khô và phun thuốc thử phun. Làm nóng tấm sắc ký trong tủ ở 125 °C trong 10 phút. Vết chính trong dung dịch thử có cùng giá trị R_f như vết chính của dung dịch A và không có vị trí nào khác trong dung dịch thử nghiệm đậm hơn vị trí 0,5 % của dung dịch B.

Các monosaccharid được clo hóa

Tấm TLC:

Sử dụng tấm sắc ký lớp mỏng có độ dày 0,25 mm (Merck-silica gel 60 hoặc tương đương).

Thuốc thử phun:

Hòa tan 1,23 g p-anisidin và 1,66 g acid phthalic trong 100 ml methanol.

Bảo quản dung dịch ở nơi tối và để trong tủ lạnh để tránh mất màu. Không sử dụng nếu dung dịch đã bị mất màu.

Lưu ý: p-anisidin gây độc khi hấp thụ qua da và đường hô hấp nên cần được sử dụng thận trọng.

Dung dịch chuẩn A:

Hòa tan 10,0 g manitol (cân chính xác đến 0,001 g) trong nước đựng trong bình định mức 100 ml và pha loãng đến vạch bằng nước.

Dung dịch chuẩn B:

Hòa tan 10 g manitol và 40 mg fructose (loại phân tích) trong 25 ml nước trong bình định mức 100 ml và thêm nước đến vạch.

Dung dịch mẫu:

Hòa tan 2,5 g mẫu trong 5 ml methanol trong bình định mức 10 ml và thêm methanol đến vạch.

Tiến hành:

Chấm 5 μ l từng dung dịch A và dung dịch B vào tấm TLC, chấm từ từ mỗi lần 1 μ l và để khô giữa các lần chấm.

Chấm 5 µl dung dịch mẫu vào TLC theo cách thức tương tự. Ba điểm nên có kích thước tương tự nhau. Phun thuốc thử phun lên tấm sắc ký và sấy ở 100 °C ± 2 °C trong 15 phút. Ngay sau khi sấy, quan sát tấm TLC này trên nền tối. Vết sắc ký từ dung dịch mẫu không đậm màu hơn vết tạo thành từ dung dịch B (tương đương với giới hạn 0,1 % tổng số monosaccharid được clo hóa tối đa).

(Nếu vết manitol từ dung dịch chuẩn A bị sẫm màu chứng tỏ tấm sắc ký lớp mỏng bị để quá lâu trong tủ sấy và cần thực hiện lại với tấm sắc ký lớp mỏng thứ hai).

Triphenylphosphin oxid

Hệ thống sắc ký:

Sử dụng hệ thống sắc ký lỏng hiệu năng cao, vận hành tại nhiệt độ phòng, với bơm cao áp và buồng chứa cột pha đảo C18 Rad Pak (10 cm x 8 mm). Pha động được duy trì ở áp suất và tốc độ dòng (thường là 1,5 ml/phút) để thu được thời gian rửa giải yêu cầu. Máy sắc ký được trang bị đầu dò UV (220 nm).

Pha động:

Thêm 67 thể tích acetonitril (loại HPLC, UV, được lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương) với 33 thể tích nước (đã được cất bằng dụng cụ thủy tinh và được lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương). Trộn và khử khí hoàn toàn.

Dung dịch chuẩn:

Cân chính xác 100 mg triphenylphosphin oxid cho vào bình định mức 10 ml. Hòa tan và định mức đến vạch bằng pha động. Lấy 1,0 ml dung dịch thu được và thêm pha động để thu được 100 ml. Từ dung dịch này, chuẩn bị dung dịch pha loãng thêm 100 lần với pha động và sử dụng làm dung dịch chuẩn. Lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương.

Dung dịch thử:

Cân chính xác khoảng 100 mg mẫu vào bình định mức 10 ml. Hòa tan và định mức đến vạch bằng pha động. Lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương. Ghi lại khối lượng của mẫu là W_t (mg).

Tiến hành:

Bơm lặp lại các lượng 25 µl dung dịch thử và dung dịch chuẩn vào máy sắc ký. Theo các điều kiện nêu trên với thời gian lưu của triphenylphosphin oxid là 6 phút. Ghi lại diện tích pic trung bình đối với dung dịch chuẩn và dung dịch thử tương ứng là A_s và A_t . Tính nồng độ triphenylphosphin oxid (TPPO) trong mẫu từ công thức sau:

$$\text{TPPO mg/kg} = A_t/A_s \times 1000/W_t$$

Methanol

Thiết bị:

Sử dụng thiết bị sắc ký khí thích hợp được trang bị detector

hydrogen ion hóa ngọn lửa với cột nhồi bằng thủy tinh kích thước 2,1 m x 4,0 mm (đường kính trong) chứa hạt porapak PS 80-100 mesh hoặc vật liệu tương đương.

Điều kiện vận hành:

Các điều kiện hoạt động có thể thay đổi tùy thuộc vào thiết bị cụ thể được sử dụng nhưng sắc ký đồ phù hợp có thể thu được bằng cách sử dụng các điều kiện sau:

- Nhiệt độ cột: 150 °C (đẳng nhiệt)
- Nhiệt độ đầu vào: 200 °C
- Nhiệt độ detector: 250 °C
- Khí mang Nitơ: 20 ml/phút

Dung dịch chuẩn:

Sử dụng pipet chuyển 2,0 ml methanol vào bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng pyridin và trộn. Chuyển 1,0 ml dung dịch này vào bình định mức 100 ml, pha loãng đến vạch bằng pyridin và trộn.

Dung dịch mẫu:

Cân chính xác khoảng 2 g mẫu cho vào bình định mức 10 ml và pha loãng bằng pyridin đến vạch và trộn.

Quy trình:

Bơm 1µl dung dịch chuẩn vào cột sắc ký khí, thu lấy sắc ký đồ và đo diện tích của pic được tạo ra. Độ lệch chuẩn tương đối khi bơm lặp lại không lớn hơn 2,0 %. Tính diện tích pic trung bình của dung dịch chuẩn. Tương tự, bơm 1 µl dung dịch mẫu vào máy sắc ký và đo diện tích các pic được tạo bởi methanol. Tính diện tích pic trung bình và xác định nồng độ methanol sử dụng công thức sau:

$$\% \text{ Methanol} = \frac{S_A \times C_S \times V_S}{A_S \times W_S}$$

Trong đó:

S_A là diện tích pic của dung dịch mẫu

C_S là nồng độ methanol trong tiêu chuẩn tính bằng phần trăm (thể tích của methanol x hệ số pha loãng x Mật độ của dung môi bằng $2 \times 10^{-4} \times 0,79 \times 100$)

V_S là thể tích của dung dịch mẫu

A_S là diện tích pic của dung dịch chuẩn

W_S là khối lượng của mẫu

CHÚ THÍCH: Quy trình này dành cho sắc ký khi dùng cột nhồi. Nếu không có sẵn cột nhồi cho sắc ký khí, có thể dùng cột mao quản cho sắc ký khí kiểu không phân dòng. Cần phải thiết lập điều kiện sắc ký phù hợp.

6.3. Định lượng

Hệ thống sắc ký:

Sử dụng thiết bị sắc ký lỏng hiệu năng cao, hoạt động ở nhiệt độ phòng, bơm cao áp với cột pha đảo loại C18 (10 cm, 5 µm). Pha động được duy trì ở áp suất và tốc độ dòng (thường là 1,5 ml /phút) để cho thời gian rửa giải cần thiết

(xem Kiểm tra sự phù hợp của hệ thống). Sử dụng detector UV tại bước sóng hấp thụ 190 nm hoặc detector chỉ số khúc xạ.

Pha động:

Cho 150 ml acetonitril (loại dùng cho HPLC được lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương) với 850 ml nước (được cất bằng dụng cụ thủy tinh, đã lọc qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương). Trộn và khử khí kỹ.

Dung dịch chuẩn:

Cân chính xác khoảng 250 mg chất chuẩn sucralose vào bình định mức 25 ml. Hòa tan và định mức đến vạch bằng pha động. Lọc dung dịch qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương. Ghi lại khối lượng của chất chuẩn là W_S .

Dung dịch thử:

Cân chính xác khoảng 250 mg mẫu vào bình định mức 25 ml. Hòa tan và định mức đến vạch bằng pha động. Lọc dung dịch qua bộ lọc Millipore 0,45 µm hoặc tương đương. Ghi lại khối lượng của mẫu là W_t .

Kiểm tra sự phù hợp của hệ thống:

Bơm lặp lại 20 µl dung dịch chuẩn vào máy sắc ký. Thời gian lưu của sucralose khoảng 9 phút.

CHÚ THÍCH: Thời gian lưu này là thích hợp cho cột kích thước 10 cm, 5 µm Rad-Pak C18. Nếu một cột có kiểu dáng hoặc độ dài khác được sử dụng, thì cần điều chỉnh tỷ lệ acetonitril trong dịch rửa giải để thu được thời gian lưu yêu cầu). Hệ số biến thiên (100 x độ lệch chuẩn chia cho diện tích pic trung bình) đối với diện tích pic không được vượt quá 2 %.

Quy trình:

Phân tích dung dịch thử trong các điều kiện nêu trên, thực hiện bơm lặp lại các lượng 20 µl và tính diện tích pic trung bình. Tính phần trăm độ tinh khiết từ các diện tích pic tương đối của dung dịch thử nghiệm (A_t) và dung dịch chuẩn (A_S) theo công thức sau:

$$\% \text{ độ tinh khiết} = \frac{A_t \times W_S}{A_S \times W_t}$$

Tính phần trăm độ tinh khiết theo chế phẩm không chứa nước và methanol sử dụng các giá trị hàm lượng nước và methanol đã được xác định trong các phép thử trên để tính toán.

6.4. Phổ hồng ngoại của Sucralose

