

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11173 : 2015

Xuất bản lần 1

PHỤ GIA THỰC PHẨM – BUTYL HYDROXYANISOL

Food additive – Butylated hydroxyanisole

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11173:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo JECFA (2003)
Butylated hydroxyanisole;

TCVN 11173:2015 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 - Butyl hydroxyanisol

Food additives - Butylated hydroxyanisole

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho butyl hydroxyanisol (BHA) 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: 3-tertiary-butyl-4-hydroxyanisol, hỗn hợp của 3- và 2-tertiary-butyl-4-hydroxyanisol

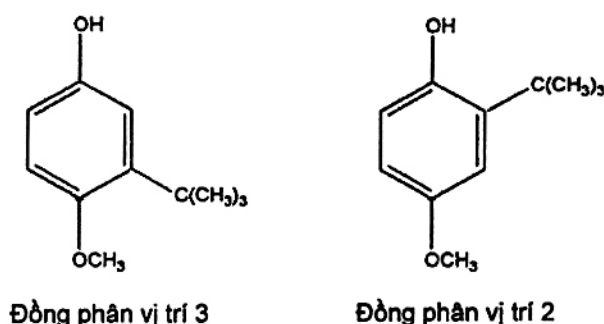
3.2 Kí hiệu

INS (mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm): 320

C.A.S (mã số hóa chất): 25013-16-5

3.3 Công thức hoá học: $C_{11}H_{16}O_2$

3.4 Công thức cấu tạo (xem Hình 1)



Hình 1 – Công thức cấu tạo của BHA

3.5 Khối lượng phân tử: 180,25

3.6 Chức năng sử dụng: Chất chống oxy hóa.

4 Các yêu cầu

4.1 Nhận biết

4.1.1 Ngoại quan

Chất rắn dạng sáp hoặc tinh thể màu trắng đến vàng nhạt, có mùi đặc trưng nhẹ.

4.1.2 Độ hòa tan

Không tan trong nước, dễ tan trong propan-1,2-diol và etanol.

CHÚ THÍCH: Theo TCVN 6469:2010, một chất được coi là "không tan" nếu cần trên 10 000 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 Phản ứng màu

Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 5.2.

4.2 Các chỉ tiêu lí - hóa

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

Bảng 1 – Chỉ tiêu lí - hóa của BHA

Tên chỉ tiêu	Mức yêu cầu
1. Hàm lượng BHA ($C_{11}H_{16}O_2$), % khối lượng chất khô, không nhỏ hơn	98,5
2. Hàm lượng 3-tertiary-butyl-4-hydroxyanisol, % khối lượng chất khô, không nhỏ hơn	85
3. Hàm lượng tro sulfat, % khối lượng, không lớn hơn	0,05
4. Hàm lượng tạp chất phenol, % khối lượng, không lớn hơn	0,5
5. Hàm lượng chì, mg/kg, không lớn hơn	2

5 Phương pháp thử

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

5.2 Phản ứng màu

5.2.1 Thuốc thử

5.2.1.1 Etanol, 72 % thể tích.

5.2.1.2 Dung dịch natri borat, 2 % (khối lượng/thể tích)

Chuẩn bị từ natri borat ngậm mười phân tử nước ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) trong nước.

5.2.1.3 Dung dịch 2,6-dicloroquinonclorimid trong etanol tuyệt đối, 1/10 000 (khối lượng/thể tích).

5.2.2 Cách tiến hành

Lấy 5 ml dung dịch mẫu thử nồng độ 1/10 000 trong etanol 72 % (5.2.1.1), thêm 2 ml dung dịch natri borat (5.2.1.2) và 1 ml dung dịch 2,6-dicloroquinonclorimid 1/10 000 (5.2.1.3) trong etanol tuyệt đối, lắc đều, xuất hiện màu xanh lam.

5.3 Xác định hàm lượng BHA

5.3.1 Phương pháp sắc ký khí

5.3.1.1 Thuốc thử

5.3.1.1.1 Dung dịch chuẩn nội

Cân 500 mg chất chuẩn nội, diphenylamin hoặc 4-tertiary-butylphenol, chính xác đến 0,1 mg, hoà tan trong axeton và định mức đến 250 ml.

5.3.1.1.2 Dung dịch chuẩn

Cân 90 mg 3-tertiary-butyl-4-hydroxyanisol và 10 mg 2-tertiary-butyl-4-hydroxyanisol, chính xác đến 0,01 mg, hoà tan trong dung dịch chuẩn nội (5.3.1.1.1) và định mức đến 100 ml.

5.3.1.2 Thiết bị, dụng cụ

5.3.1.2.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,01 mg.

5.3.1.2.2 Bình định mức, dung tích 50 ml.

5.3.1.2.3 Thiết bị sắc ký khí với detector ion hoá ngọn lửa. Điều kiện làm việc như sau:

a) Điều kiện để chất chuẩn nội rửa giải sau 3-tertiary-butyl-4-hydroxyanisol:

Cột bằng thủy tinh kích thước 1,5 m x 2 mm

- Chất nhồi: XE-60 10 %, cỡ hạt từ 100 mesh đến 200 mesh;
- Nhiệt độ cột: 155 °C;
- Nhiệt độ detector: 250 °C;
- Nhiệt độ bộ bơm mẫu: 250 °C;

Khí mang: nitơ, tốc độ dòng 30 ml/min

b) Điều kiện để chất chuẩn nội rửa giải trước 3-tertiary-butyl-4-hydroxyanisol:

Cột bằng thủy tinh kích thước 2 m x 3 mm

- Chất nhồi: Versamit-900, 5 %, cỡ hạt từ 80 mesh đến 100 mesh;
- Nhiệt độ cột: 170 °C;
- Nhiệt độ bộ bơm mẫu: 225 °C;
- Nhiệt độ detector: 250 °C;

Khí mang: nitơ, tốc độ dòng 30 ml/min.

5.3.1.3 Cách tiến hành

Cân 10 mg mẫu thử, chính xác đến 0,01 mg, hoà tan trong dung dịch chuẩn nội (5.3.1.1.1) và định mức đến 50 ml. Bơm nhiều lần dung dịch này vào thiết bị sắc ký khí (5.3.1.2.3).

Dùng đường chuẩn biểu thị tương quan giữa chiều cao pic 2- và 3-butyl hydroxyanisol/ chiều cao pic của chất chuẩn nội tại các nồng độ xác định khác nhau, sử dụng các dung dịch chuẩn nội (5.3.1.1.1) chứa các nồng độ BHA khác nhau.

Bơm dung dịch mẫu. Dựa vào đường chuẩn để xác định nồng độ 2- và 3-butyl hydroxyanisol.

5.3.1.4 Tính kết quả

Hàm lượng cần xác định trong mẫu thử là tổng hàm lượng đồng phân 2- và 3-butyl hydroxyanisol.

5.3.2 Phương pháp sắc ký khí thay thế

5.3.2.1 Thuốc thử và vật liệu thử

5.3.2.1.1 Dung dịch chuẩn nội, xem 5.3.1.1.1.

5.3.2.1.2 Dung dịch chuẩn, xem 5.3.1.1.2

5.3.2.1.3 Đất silic, loại dùng cho sắc ký

Đất silic được nung chảy bằng cách trộn hỗn hợp diatomit với natri cacbonat (Na_2CO_3) nung chảy và nung ở 900 °C. Đất silic được rửa bằng dung dịch axit, sau đó được rửa bằng nước cho đến khi trung tính. Đất silic được silan hóa bằng cách xử lý với tác nhân như dimethyldiclorosil để che phủ cho bề mặt nhóm silanol.

5.3.2.2 Thiết bị, dụng cụ

5.3.2.2.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,01 mg.

5.3.2.2.2 Bình định mức, dung tích 10 ml.

5.3.2.2.3 Thiết bị sắc ký khí với detector ion hoá ngọn lửa.

Hệ thống sắc ký khí có cột bằng thép không gỉ kích thước 1,8 m x 2 mm, được nhồi chất mang đã được tẩm 10 % pha tĩnh lỏng, cột được duy trì trong chế độ đẳng nhiệt ở nhiệt độ trong khoảng 175 °C đến 185 °C, khí mang sử dụng là heli.

Bơm dung dịch chuẩn vào máy, đủ số lượng để dựng đường chuẩn để đảm bảo chắc chắn rằng độ lệch chuẩn tương đối không vượt quá 2 % với đồng phân 3-tertiary-butyl-4-hydroxyanisol và không

TCVN 11173:2015

vượt quá 6 % với đồng phân 2-tertiary-butyl-4-hydroxyanisol, ghi lại pic. Độ phân giải giữa các đồng phân không được nhỏ hơn 1,3 và hệ số đoãng pic không được vượt quá 2,0.

Pha lỏng: 25 % 2-cyanoethyl và 75 % methyl-polysiloxan.

5.3.2.3 Cách tiến hành

Cân 100 mg mẫu thử, chính xác đến 0,01 mg, hoà tan trong dung dịch chuẩn nội (5.3.1.1.1) và định mức đến 10 ml.

Bơm lần lượt khoảng 5 µl các dung dịch chuẩn (5.3.2.1.2) và dung dịch mẫu thử vào máy sắc ký khí (5.3.2.2.3), ghi lại sắc ký đồ. Đo diện tích pic của mỗi đồng phân và chuẩn nội trong mỗi sắc đồ.

5.3.2.4 Tính kết quả

Khối lượng của mỗi đồng phân trong mẫu thử, X, biểu thị bằng miligam (mg), được tính theo công thức:

$$X = 10 \times C_s \times \frac{R_u}{R_s}$$

Trong đó:

C_s là nồng độ của đồng phân trong dung dịch chuẩn, tính bằng miligam (mg);

R_s là tỷ số diện tích pic của mỗi đồng phân so với chất chuẩn nội trên cùng sắc ký đồ chuẩn;

R_u là tỷ số diện tích của mỗi đồng phân so với chất chuẩn nội trên cùng sắc ký đồ mẫu thử.

Khối lượng của $C_{11}H_{16}O_2$ trong mẫu thử, tính bằng miligam (mg), bằng tổng khối lượng của 2 đồng phân.

5.4 Xác định hàm lượng tro sulfat, theo 5.3.3 của TCVN 8900-2:2012 (Phương pháp I), sử dụng 5 g mẫu.

5.5 Xác định hàm lượng tạp chất phenol (kỹ thuật sắc ký lớp mỏng)

5.5.1 Thuốc thử

5.5.1.1 Ete.

5.5.1.2 Cloroform.

5.5.1.3 Dung dịch sắt (III) clorua, 2 %.

5.5.1.4 Dung dịch kali fericyanua, 1 %.

5.5.1.5 Dung dịch axit clohydric, 2 N.

5.5.2 Thiết bị, dụng cụ

Bản mỏng silicagel G.

5.5.3 Cách tiến hành

Chuẩn bị dung dịch 1: Hoà tan 0,25 g mẫu thử trong 10 ml ete (5.5.1.1).

Chuẩn bị dung dịch 2: Pha loãng 1 ml dung dịch 1 đến 10 ml bằng ete (5.5.1.1) và tiếp theo pha loãng 1 ml dung dịch này tới 20 ml bằng ete. Sử dụng dung dịch pha loãng cuối cùng là dung dịch 2.

Lần lượt chấm 2 μ l dung dịch 1 và dung dịch 2 trên các bản sắc ký riêng biệt. Đặt bản mỏng vào trong bình sắc ký đã bão hòa dung môi cloroform (5.5.1.2). Để dung môi khai triển cách vạch xuất phát 15 cm. Lấy bản mỏng ra khỏi bình sắc ký, phun lên bản mỏng hỗn hợp gồm dung dịch sắt (III) clorua 2 % (5.5.1.3) và kali fericyanua 1 % (5.5.1.4) mới pha. Trên bản mỏng xuất hiện các vết màu xanh, các vết này sẽ hiện rõ hơn bằng cách phun axit clohydric 2 N (5.5.1.5) lên bản mỏng.

Bất kỳ vết màu xanh nào xuất hiện trên sắc ký đồ của dung dịch 1 (ngoài vết chính và vết có $R_f = 0,35$) không được đậm hơn so với vết chính xuất hiện trong sắc ký đồ của dung dịch 2.

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