

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11921-2:2017

Xuất bản lần 1

**PHỤ GIA THỰC PHẨM - CÁC HỢP CHẤT CELLULOSE -
PHẦN 2: CELLULOSE BỘT**

Food additives - Cellulose derivatives - Part 2: Powdered cellulose

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 11921-2:2017 được xây dựng trên cơ sở tham khảo JECFA Monograph 1 (2006) *Powdered cellulose*;

TCVN 11921-2:2017 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;

Bộ tiêu chuẩn TCVN 11921 *Phụ gia thực phẩm – Các hợp chất cellulose* gồm các phần sau đây:

- TCVN 11921-1:2017 *Phụ gia thực phẩm – Các hợp chất cellulose – Phần 1: Cellulose vi tinh thể*;
- TCVN 11921-2:2017 *Phụ gia thực phẩm – Các hợp chất cellulose – Phần 2: Cellulose bột*;
- TCVN 11921-3:2017 *Phụ gia thực phẩm – Các hợp chất cellulose – Phần 3: Methyl cellulose*;
- TCVN 11921-4:2017 *Phụ gia thực phẩm – Các hợp chất cellulose – Phần 4: Ethyl cellulose*;
- TCVN 11921-5:2017 *Phụ gia thực phẩm – Các hợp chất cellulose – Phần 5: Hydroxypropyl cellulose*;
- TCVN 11921-6:2017 *Phụ gia thực phẩm – Các hợp chất cellulose – Phần 6: Hydroxypropylmethyl cellulose*;
- TCVN 11921-7:2017 *Phụ gia thực phẩm – Các hợp chất cellulose – Phần 7: Methyl ethyl cellulose*;
- TCVN 11921-8:2017 *Phụ gia thực phẩm – Các hợp chất cellulose – Phần 8: Natri carboxymethyl cellulose*.

Phụ gia thực phẩm – Các hợp chất cellulose – Phần 2: Cellulose bột

Food additives – Cellulose derivatives –

Part 2: Powdered cellulose

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng đối với cellulose bột 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 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau đây:

Cellulose bột (powdered cellulose)

cellulose tinh khiết, được depolyme bằng cách xử lý alpha-cellulose từ bột xơ thực vật bởi phương pháp cơ học.

3.2 Tên gọi

Tên hóa học: Cellulose, polyme mạch thẳng của các glucose với liên kết 1 : 4

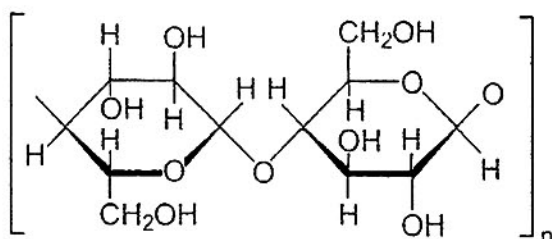
3.3 Kí hiệu

INS (mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm): 460(ii)

C.A.S (mã số hóa chất): 9004-34-6

3.4 Công thức hoá học: $(C_{12}H_{20}O_{10})_n$

3.5 Công thức cấu tạo (xem Hình 1)



Hình 1 – Công thức cấu tạo của cellulose bột

3.6 Khối lượng phân tử: $(324)_n$ (n chủ yếu bằng hoặc lớn hơn 500), bằng hoặc lớn hơn $1,6 \times 10^5$.

3.7 Chức năng sử dụng: chất chống đông vón, tác nhân phân tán và tạo cấu trúc.

4 Các yêu cầu

4.1 Nhận biết

4.1.1 Cảm quan

Chất có màu trắng, không mùi, chứa các phân tử xơ có thể tự liên kết thành dạng viên nhưng nhanh chóng phân rã trong nước; có các mức độ mịn khác nhau, có thể ở dạng bột đặc chảy tự do đến dạng bột thô không tự chảy.

4.1.2 Độ tan

Không tan trong nước, ethanol, ete và các axit vô cơ loãng. Rất ít tan trong dung dịch natri hydroxit.

CHÚ THÍCH: Theo TCVN 6469:2010, một chất được coi là "không tan" nếu phải cần từ 10 000 phần dung môi trở lên để hòa tan 1 phần chất tan; 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.

4.1.3 Phép thử tạo huyền phù

Đạt yêu cầu của phép thử trong 5.2.

4.2 Các chỉ tiêu lý - hóa

Các chỉ tiêu lý - hóa của cellulose bột theo quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Chỉ tiêu lý - hóa của cellulose bột

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Hàm lượng carbohydrat, % khối lượng cellulose tính theo chất khô, không nhỏ hơn	92
2. Hao hụt khối lượng sau khi sấy, % khối lượng, không lớn hơn	7,0
3. pH (dung dịch pha loãng 1 : 9 phần khối lượng/thể tích)	từ 5,0 đến 7,5
4. Hàm lượng các chất tan trong nước, % khối lượng, không lớn hơn	1,5
5. Hàm lượng tro tổng số, % khối lượng, không lớn hơn	0,3
6. Tinh bột	không phát hiện
7. Hàm lượng chì, mg/kg, không lớn hơn	2,0

5 Phương pháp thử

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

5.2 Phép thử tạo huyền phù

Cân 30 g mẫu thử, trộn với 270 ml nước trong máy trộn tốc độ cao (12 000 r/min) trong 5 min. Hỗn hợp thu được hoặc là dạng huyền phù chảy tự do hoặc là huyền phù nặng, vón cục, chảy chậm nếu để lắng nhẹ, và chứa nhiều bọt khí.

Nếu thu được huyền phù chảy tự do thì chuyển 100 ml hỗn hợp thu được vào ống đong chia vạch dung tích 100 ml và để yên trong 1 h, thu được phần chất rắn lắng và dịch lỏng phía trên.

5.3 Xác định hàm lượng carbohydrat

5.3.1 Thuốc thử

5.3.1.1 Nước cất hai lần.

5.3.1.2 Dung dịch kali dicromat, 0,5 N.

5.3.1.3 Axit sulfuric, từ 95,0 % đến 98,0 % (khối lượng/thể tích).

5.3.1.4 Dung dịch sắt (II) amoni sulfat, 0,1 N.

5.3.1.5 Dung dịch sắt (II) sulfat

Cân 1,48 g sắt (II) sulfat ngậm bảy phân tử nước ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), hòa tan trong 100 ml nước.

Chuẩn bị dung dịch ngay trước khi sử dụng.

5.3.1.6 Dung dịch ortho-phenanthrolin

Cân 0,15 g ortho-phenanthrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), hòa tan trong 10 ml dung dịch sắt (II) sulfat (5.3.1.5).

Bảo quản dung dịch đã chuẩn bị trong vật chứa kín khí.

5.3.2 Thiết bị, dụng cụ

5.3.2.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 1 mg.

5.3.2.2 Pipet.

5.3.2.3 Buret.

5.3.2.4 Bình nón, dung tích 300 ml.

5.3.2.5 Bình định mức, dung tích 250 ml.

5.3.2.6 Nồi cách thủy.

5.3.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 125 mg mẫu thử, chính xác đến 1 mg, chuyển vào bình nón 300 ml (5.3.2.4) dùng khoảng 25 ml nước (5.3.1.1). Thêm 50,0 ml dung dịch kali dicromat 0,5 N (5.3.1.2) vào và trộn đều. Cẩn thận thêm 100 ml axit sulfuric (5.3.1.3) và đun đến sôi. Lấy dung dịch ra, để ở nhiệt độ phòng trong 15 min và làm mát bằng cách ngâm trong nồi cách thủy (5.3.2.6). Chuyển dung dịch thu được vào bình định mức 250 ml (5.3.2.5). Rửa bình nón bằng nước cất, gộp dịch rửa vào bình định mức và thêm nước gần đến vạch. Khi nhiệt độ của bình định mức đạt đến nhiệt độ phòng (25 °C) thì thêm nước đến vạch và trộn.

Chuẩn độ 50 ml dung dịch thu được với dung dịch sắt (II) amoni sulfat 0,1 N (5.3.1.4), sử dụng từ 2 đến 3 giọt dung dịch ortho-phenanthrolin (5.3.1.6) làm chỉ thị và ghi lại thể tích dung dịch sắt (II) amoni sulfat 0,1 N đã sử dụng.

Thực hiện mẫu trắng song song và ghi lại thể tích dung dịch sắt (II) amoni sulfat 0,1 N đã sử dụng.

5.3.4 Tính kết quả

Hàm lượng carbohydrat trong mẫu thử, X_1 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng cellulose tính theo chất khô, được tính theo Công thức (1):

$$X_1 = \frac{(B - S) \times 3,38}{w} \times 100 \quad (1)$$

Trong đó:

B là thể tích dung dịch sắt (II) amoni sulfat 0,1 N đã sử dụng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

S là thể tích dung dịch sắt (II) amoni sulfat 0,1 N đã sử dụng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

3,38 là số miligam cellulose tương ứng với 1 ml dung dịch sắt (II) amoni sulfat 0,1 N;

w là khối lượng mẫu thử đã được hiệu chỉnh khối lượng sau khi làm khô, tính bằng miligam (mg).

5.4 Xác định hao hụt khối lượng sau khi sấy, theo 5.1 của TCVN 8900-2:2012, thực hiện ở nhiệt độ 105 °C trong 3 h.

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

Cân 10 g mẫu thử đã sấy khô, chính xác đến 0,1 mg, trộn với 90 ml nước và để yên trong 1 h, thỉnh thoảng có khuấy. Xác định pH của phần dịch lỏng phía trên.

5.6 Xác định hàm lượng các chất tan trong nước

5.6.1 Thiết bị, dụng cụ

5.6.1.1 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5.6.1.2 Giấy lọc, Whatman No.42 hoặc loại tương đương.

5.6.1.3 Đĩa bay hơi nước.

5.6.1.4 Nồi cách thủy.

5.6.1.5 Tủ sấy, có thể hoạt động ở nhiệt độ 105 °C.

5.6.1.6 Bình hút ẩm, có chứa chất hút ẩm hiệu quả.

5.6.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 6 g mẫu thử đã sấy khô, chính xác đến 0,1 mg, trộn với 90 ml nước mới đun sôi và để nguội, để yên trong 10 min, thỉnh thoảng có khuấy. Lọc qua giấy lọc (5.6.1.2), loại bỏ 10 ml dịch lọc đầu tiên và cho dịch lọc thu được qua giấy lọc lần thứ hai, nếu cần, để thu được dịch lọc trong.

Lấy 15 ml phần dịch lọc, chuyển vào đĩa bay hơi nước (5.6.1.3) đã biết trước khối lượng, đặt trong nồi cách thủy (5.6.1.4) và cho bay hơi nước đến khô. Sấy phần chất khô trên đĩa ở nhiệt độ 105 °C trong 1 h, để nguội trong bình hút ẩm (5.6.1.6) và cân.

Lượng cặn còn lại không lớn hơn 15 mg.

5.6.3 Tính kết quả

Hàm lượng các chất tan trong nước có trong mẫu thử, X_2 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo Công thức (2):

$$X_2 = \frac{w_1 - w_0}{w} \times \frac{V_1}{V_2} \times 100 \quad (2)$$

Trong đó:

w_0 là khối lượng đĩa bay hơi, tính bằng gam (g);

w_1 là khối lượng đĩa bay hơi và lượng chứa trong đĩa đã sấy khô, tính bằng gam (g);

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

V_1 là thể tích nước sôi đã dùng để trộn mẫu thử ($V_1 = 90$ ml);

V_2 là thể tích phần dịch lọc đã dùng để xác định cặn ($V_2 = 15$ ml).

5.7 Xác định hàm lượng tro tổng số, theo 5.3.1 của TCVN 8900-2:2012, nung ở khoảng 800 °C đến khối lượng không đổi.

5.8 Phát hiện tinh bột

Thêm vài giọt dung dịch iod vào 20 ml huyền phù thu được từ phép thử tạo huyền phù (5.2), trộn đều. Huyền phù không xuất hiện màu tím xanh hoặc màu xanh.

Chuẩn bị dung dịch iod như sau: Hòa tan 14 g iod trong dung dịch 36 g kali iodua trong 100 ml nước, thêm 3 giọt axit clohydric 36,5 % đến 38,0 % (khối lượng/thể tích), thêm nước đến 1 000 ml.

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