

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5778:2015

Xuất bản lần 2

PHỤ GIA THỰC PHẨM - CACBON DIOXIT

Food additive - Carbon dioxide

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 5778:2015 thay thế TCVN 5778:1994;

TCVN 5778:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo JECFA (1997),
Carbon dioxide;

TCVN 5778:2015 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 - Cacbon dioxit

Food additive - Carbon dioxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho cacbon dioxit dùng làm phụ gia thực phẩm.

2 Mô tả

2.1 Tên hóa học: Cacbon dioxit

2.2 Kí hiệu

INS (mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm): 290

C.A.S (mã số hóa chất): 124-38-9

2.3 Công thức hóa học: CO_2

2.4 Khối lượng phân tử: 44,01

2.5 Chức năng sử dụng

Chất khí đẩy, chất đóng băng, chất cacbonat hóa, chất bảo quản, dung môi chiết.

2.6 Nhận biết

Ở điều kiện thông thường, cacbon dioxit là chất khí không màu, không mùi, khối lượng riêng khoảng 1,98 g/l tại nhiệt độ 0 °C và áp suất 760 mmHg (101,3 kPa). Tại áp suất khoảng 59 at (5978 kPa), cacbon dioxit dạng khí chuyển thành dạng lỏng, một phần tạo thành thể rắn màu trắng (đá khô) bay hơi nhanh. Cacbon dioxit thể rắn bay hơi mà không tan chảy khi tiếp xúc với không khí. Vận chuyển cacbon dioxit thương mại trong bình chịu áp lực hoặc trong các hệ thống vận chuyển chất lỏng áp suất thấp hoặc ở trạng thái rắn.

3 Các yêu cầu

Các quy định kỹ thuật sau đây (Bảng 1) áp dụng đối với cacbon dioxit dạng khí được sản xuất từ cacbon dioxit dạng lỏng đã ngưng tụ hoặc dạng rắn bằng cách chuyển về thể khí ở các điều kiện môi trường thông thường. Có thể áp dụng các quy định kỹ thuật bổ sung cho cacbon dioxit dạng lỏng hoặc dạng rắn.

Bảng 1 – Chỉ tiêu lí - hóa của cacbon dioxit

Tên chỉ tiêu	Mức yêu cầu
1. Hàm lượng cacbon dioxit, % thể tích, không nhỏ hơn	99
2. Khả năng tạo kết tủa	Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 4.2
3. Phép thử ống đầu dò (detector)	Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 4.3
4. Độ axit	Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 4.4
5. Phép thử phosphin, hydro sulfua và các chất khử hữu cơ khác	Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 4.5
6. Hàm lượng cacbon monoxit, $\mu\text{l/l}$, không lớn hơn	10
7. Hàm lượng các hydrocacbon không bay hơi, mg/kg , không lớn hơn	10
8. Hàm lượng các hydrocacbon dễ bay hơi, $\mu\text{l/l}$, không lớn hơn	50
9. Hàm lượng nước	Đạt yêu cầu của phép thử nêu trong 4.9

4 Phương pháp thử

4.1 Xác định hàm lượng cacbon dioxit

4.1.1 Thuốc thử

4.1.1.1 Kali hydroxit, dung dịch 1 : 3.

4.1.1.2 Natri clorua, dung dịch 1 : 10.

4.1.2 Thiết bị, dụng cụ

4.1.2.1 Pipet khí.

4.1.2.2 Buret khí.

4.1.3 Cách tiến hành

Chuyển dung dịch kali hydroxit 1 : 3 (4.1.1.1) vào pipet khí (4.1.2.1) có dung tích thích hợp. Đong chính xác khoảng 1 000 ml mẫu thử vào buret khí (4.1.2.2) chứa dung dịch natri clorua 1 : 10 (4.1.1.2). Chuyển mẫu vào pipet khí và lắc đều. Ghi thể tích khí còn lại không được hấp thụ khi thể tích này đạt giá trị không đổi.

4.1.4 Tính kết quả

Hàm lượng cacbon dioxide có trong mẫu thử, X, biểu thị theo phần trăm thể tích, được tính theo Công thức (1):

$$X = \frac{V_0 - V}{V_0} \times 100 \quad (1)$$

Trong đó:

V_0 là thể tích mẫu thử, tính bằng mililit (ml);

V là thể tích khí còn lại không được hấp thụ, tính bằng mililit (ml).

4.2 Phép thử tạo kết tủa

4.2.1 Thuốc thử

4.2.1.1 Dung dịch bari hydroxit.

4.2.1.2 Axit axetic loãng.

4.2.2 Cách tiến hành

Cho dòng mẫu thử dạng khí qua dung dịch bari hydroxit (4.2.1.1) thì tạo kết tủa trắng, kết tủa này hòa tan và sủi bọt trong axit axetic loãng (4.2.1.2).

4.3 Phép thử ống đầu dò

4.3.1 Thuốc thử

4.3.1.1 Chất chỉ thị hydrazin.

4.3.1.2 Tím tinh thể.

TCVN 5778:2015

4.3.2 Thiết bị, dụng cụ

4.3.2.1 Ống đầu dò

Ống thủy tinh được hàn kín, được thiết kế để cho khí đi qua và chứa các bộ lọc hấp thụ thích hợp và hỗ trợ môi trường chỉ thị hydrazin và tím tinh thể (ví dụ Draeger No. CH 30801)¹⁾.

4.3.3 Cách tiến hành

Cho 100 ml ± 5 ml mẫu thử, được tách từ pha hơi của lượng chứa trong bình đựng, đi qua ống đầu dò cacbon dioxit (4.3.2.1) với tốc độ theo quy định của nhà sản xuất. Chất chỉ thị hydrazin (4.3.1.1) và tím tinh thể (4.3.1.2) thay đổi nằm ngoài dải chỉ thị của ống.

4.4 Phép thử độ axit

4.4.1 Thuốc thử

4.4.1.1 Nước.

4.4.1.2 Thuốc thử metyl da cam

Hòa tan 0,1 g metyl da cam trong 100 ml nước, lọc nếu cần.

4.4.1.3 Axit clohydric, dung dịch 0,01 N.

4.4.2 Thiết bị, dụng cụ

4.4.2.1 Ống so màu (Nessler tube).

4.4.2.2 Ống mao quản, đường kính trong 1 mm.

4.4.3 Cách tiến hành

Chuyển 50 ml nước (4.4.1.1), đã đun sôi và làm nguội đến nhiệt độ phòng, vào ống so màu (4.4.2.1). Đưa 1 000 ml mẫu thử đi qua ống mao quản (4.4.2.2) vào nước trong ống so màu, giữ đầu hở của ống cách đáy ống khoảng 2 mm. Thêm 0,1 ml dung dịch thuốc thử metyl da cam (4.4.1.2).

Màu đỏ sinh ra không đậm hơn màu của dung dịch kiểm chứng đồng nhất đã thay cacbon dioxit bằng 1,0 ml dung dịch axit clohydric 0,01 N (4.4.1.3).

¹⁾ Draeger No. CH 30801 là sản phẩm của National Draeger Inc., P.O. Box 120, Pittsburgh, PA 15205-0120, USA, dải đo từ 0,01 % đến 0,30 %. Thông tin này nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng sản phẩm này. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.

4.5 Phép thử phosphin, hydro sulfua và các chất khử hữu cơ khác

4.5.1 Thuốc thử

4.5.1.1 Thuốc thử bạc amoni nitrat

Hòa tan 1 g bạc nitrat trong 20 ml nước. Thêm từng giọt dung dịch thử amoniac (4.5.1.2), trong khi khuấy đều, cho đến khi tạo kết tủa hoàn toàn không tan. Lọc và bảo quản trong bình chứa kín, chống ánh sáng.

4.5.1.2 Thuốc thử amoniac, dung dịch amoniac (NH_3) có nồng độ từ 9,5 % đến 10,5 % (khoảng 6 N)

Chuẩn bị bằng cách pha loãng 400 ml amoni hydroxit (28 %) với lượng nước thích hợp đến 1 000 ml.

4.5.2 Thiết bị, dụng cụ

4.5.2.1 Ống so màu (Nessler tube).

4.5.2.2 Ống mao quản, đường kính trong 1 mm.

4.5.2.3 Pipet.

4.5.3 Cách tiến hành

Chuyển 25 ml dung dịch thử thuốc thử bạc amoni nitrat (4.5.1.1) và 3 ml dung dịch thử thuốc thử amoniac (4.5.1.2) vào ống Nessler (4.5.2.1). Đưa 1 000 ml mẫu đi qua ống vào nước theo 4.4.3 trong điều kiện không có ánh sáng. Không được có màu nâu sinh ra.

4.6 Xác định hàm lượng cacbon monoxit

4.6.1 Nguyên tắc

Cacbon monoxit có trong mẫu thử sẽ khử iot pentoxit (I_2O_5), chuẩn độ lượng iot (I_2) được giải phóng bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

4.6.2 Thuốc thử và vật liệu thử

4.6.2.1 Silica gel khan, được tẩm crom trioxit.

4.6.2.2 Kali hydroxit, dung dịch 40 % (khối lượng).

4.6.2.3 Phospho pentoxit.

4.6.2.4 Iot pentoxit (iot anhydrit, I_2O_5) đã tái kết tinh hóa, dạng viên, đã làm khô trước ở 200 °C và bảo quản ở nhiệt độ 120 °C.

TCVN 5778:2015

4.6.2.5 Dung dịch kali iodua (KI), 16,5 % (khối lượng) (khoảng 1 N)

Bảo quản trong bình chứa chống ánh sáng.

4.6.2.6 Dung dịch chỉ thị hồ 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 nhạy). Để lắng và sử dụng phần chất lỏng trong phía trên. Sử dụng dung dịch ngay sau khi chuẩn bị.

4.6.2.7 Natri thiosulfat, dung dịch 0,002 N.

4.6.2.8 Không khí, không chứa cacbon dioxit.

4.6.2.9 Không khí, không chứa cacbon monoxit.

4.6.2.10 Nitơ, không chứa cacbon monoxit.

4.6.2.11 Bông thủy tinh.

4.6.3 Thiết bị, dụng cụ

4.6.3.1 Thiết bị xác định hàm lượng cacbon monoxit, gồm các bộ phận được kết nối theo trình tự sau:

- Ống chữ U chứa silica gel khan (4.6.2.1) đã tẩm crom trioxit.
- Chai rửa khí Scrubber (kiểu dreschel) chứa 100 ml dung dịch kali hydroxit 40 % (4.6.2.2).
- Ống chữ U chứa phospho pentoxit (4.6.2.3) đã được phân tán thành hạt.
- Ống chứa iot anhydrit (4.6.2.4), iot anhydrit được nhồi trong ống đặt thành các cột 1 cm được ngăn cách bằng các cột 1 cm bông thủy tinh để có được chiều dài hiệu quả là 5 cm.
- Bình chứa 2,0 ml thuốc thử kali iodua (4.6.2.5) và 3 giọt dung dịch chỉ thị hồ tinh bột (4.6.2.6).

4.6.4 Cách tiến hành

Thổi sạch dụng cụ (4.6.3.1) bằng 5,0 lít không khí không chứa cacbon dioxit (4.6.2.8) và nếu cần thì làm mất màu xanh trong dung dịch iodua (trong bình chứa của thiết bị) bằng cách thêm một lượng cần thiết nhỏ nhất của dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (4.6.2.7) mới được chuẩn bị. Tiếp tục thổi cho đến khi thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,002 N cần sử dụng không nhiều hơn 0,045 ml sau khi cho 5,0 lít không khí không chứa cacbon dioxit (4.6.2.8) đi qua.

Cho mẫu thử dạng khí từ chai chứa mẫu vào dụng cụ đo. Thổi sạch các vết iot đã giải phóng còn lại vào bình phản ứng bằng cách cho 1,0 lít không khí không chứa cacbon monoxit (4.6.2.9) đi qua thiết bị. Chuẩn độ lượng iot được giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,002 N (4.6.2.7).

Thực hiện mẫu phân tích trắng, dùng 10 lít nitơ không chứa cacbon monoxit (4.6.2.10).

Chênh lệch giữa các thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,002 N đã sử dụng giữa hai lần chuẩn độ không được lớn hơn 0,5 ml.

4.6.5 Tính kết quả

Hàm lượng cacbon monoxit có trong mẫu thử, X_{CO} , biểu thị bằng microlit trên lít ($\mu\text{l/l}$), được tính theo Công thức (2):

$$X_{CO} = \frac{22,4 \times 0,4 \times 10^3 \times V_1 \times C_M}{V_0} \times 100 \quad (2)$$

Trong đó:

22,4 là thể tích của một mol khí, tính bằng lít trên mol (l/mol);

0,4 là số mol natri thiosulfat tương ứng với 1 mol cacbon monoxit;

V_1 là thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,002 N sử dụng, đã hiệu chỉnh theo mẫu trắng, tính bằng mililit (ml);

10^3 là hệ số chuyển đổi từ milili sang microlit;

C_M là nồng độ mol của dung dịch natri thiosulfat, tính bằng mol trên lít (trong trường hợp này $C_M = 0,002 \text{ M}$);

V_0 là thể tích mẫu thử, tính bằng lít (l).

4.7 Xác định hàm lượng các hydrocacbon không bay hơi

4.7.1 Thuốc thử

4.7.1.1 Dung môi thích hợp, không chứa cặn.

4.7.2 Thiết bị, dụng cụ

4.7.2.1 Bộ phân phối (snow horn).

4.7.2.2 Cốc có mở.

4.7.2.3 Mặt kính đồng hồ.

4.7.2.4 Đĩa Petri.

4.7.2.5 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

TCVN 5778:2015

4.7.3 Cách tiến hành

Cho mẫu thử dạng lỏng đi qua bộ phân phối (4.7.2.1) vào miệng của vật chứa sạch. Cân 500 g mẫu này vào cốc có mỏ sạch (4.7.2.2). Để cho cacbon dioxit thể rắn thăng hoa hoàn toàn, sử dụng mặt kính đồng hồ (4.7.2.3) đặt trên cốc để ngăn cản nhiễm tạp từ môi trường. Rửa cốc có mỏ bằng dung môi không cặn (4.7.1.1) và chuyển dung môi từ cốc vào đĩa Petri (4.7.2.4) hoặc mặt kính đồng hồ sạch, đã cân trước, tráng cốc hai lần bằng dung môi này. Để dung môi bay hơi, gia nhiệt đến 104 °C đến khi đĩa Petri hoặc kính đồng hồ có khối lượng không đổi. Xác định khối lượng phần cặn theo chênh lệch giữa các lần cân.

4.7.4 Tính kết quả

Hàm lượng các hydrocacbon không bay hơi có trong mẫu thử, X_1 , biểu thị theo miligam trên kilogam (mg/kg), được tính theo Công thức (3):

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \quad (3)$$

Trong đó:

m_1 là khối lượng cặn thu được theo 4.7.3, tính bằng miligam (mg);

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (trong trường hợp này $m = 500$ g).

4.8 Xác định hàm lượng các hydrocacbon dễ bay hơi

4.8.1 Thuốc thử và vật liệu thử

4.8.1.1 Khí heli.

4.8.1.2 Metan.

4.8.2 Thiết bị, dụng cụ

4.8.2.1 Hệ thống sắc kí khí, được trang bị detector ion hóa ngọn lửa và cột kim loại chiều dài 1,8 m x 3 mm đường kính ngoài, được nhồi Hayesep Q từ 80 đến 100 mesh (hoặc tương đương).

Khí mang:	heli
Tốc độ dòng:	30 ml/min
Nhiệt độ bơm:	230 °C
Nhiệt độ detector:	230 °C

Nhiệt độ cột: Giữ ở 70 °C trong 1 min, sau đó tăng đến 200 °C với tốc độ 20 °C/min rồi giữ ở 200 °C trong 10 min.

Các thông số đối với detector là dải độ nhạy 10^{-12} A/mV, hệ số tắt dần: 32

Thời gian lưu đặc trưng: metan là 0,4 min, cacbon dioxit là 0,8 min và hexan là 14,4 min.

4.8.2.2 Bàu lấy mẫu, bằng thủy tinh, dung tích 500 ml.

4.8.3 Cách tiến hành

4.8.3.1 Chuẩn bị chất chuẩn

Thổi sạch bàu lấy mẫu thủy tinh dung tích 500 ml (4.8.2.2) bằng khí heli (4.8.1.1) và bơm vào bàu 5,00 ml metan (4.8.1.2). Để yên bàu 15 min để các khí trộn lẫn và sau đó bơm 2,50 ml hỗn hợp này vào bàu lấy mẫu thứ hai 500 ml, cũng đã được thổi sạch bởi heli và để yên ống 15 min để trộn lẫn các khí. Hỗn hợp này được quy ước là chất chuẩn 50 µl/l.

Xác định nồng độ từ các thể tích chính xác của các bàu lấy mẫu khí. Để xác định các thể tích này, cân các ống rỗng, thêm đầy nước và cân lại. Từ lượng cân của nước và nhiệt độ, tính thể tích của các ống.

4.8.3.2 Xác định

Bơm đồng thời ba thể tích 1,00 ml chất chuẩn (4.8.3.1) vào máy sắc kí khí (4.8.2.1) và tính trung bình diện tích pic. Độ lệch chuẩn tương đối không được lớn hơn 5,0 %.

Tương tự, bơm đồng thời ba thể tích 1,00 ml mẫu, tính trung bình diện tích pic của từng nhóm pic riêng rẽ, trừ các pic cacbon dioxit.

CHÚ THÍCH: Thành phần của các hydrocacbon có mặt là khác nhau giữa các mẫu.

4.8.3.3 Tính kết quả

Nồng độ hydrocacbon dễ bay hơi tổng số có trong mẫu thử, X_2 , tính theo đương lượng metan, biểu thị bằng microlit trên lít (µl/l), được tính theo Công thức (4):

$$X_2 = \frac{S \times A_v}{A_s} \quad (4)$$

trong đó:

S là nồng độ metan tính theo microlit trên lít (µl/l) có trong dung dịch chuẩn (khoảng 50 µl/l);

A_v là tổng của các trung bình diện tích pic riêng rẽ của mẫu;

A_s là diện tích trung bình của các diện tích pic của chất chuẩn.

TCVN 5778:2015

4.9 Xác định hàm lượng nước

4.9.1 Thuốc thử

4.9.1.1 Sol khí selen trong huyền phù axit sulfuric.

4.9.2 Thiết bị, dụng cụ

4.9.2.1 Ống đầu dò hơi nước

Ống thủy tinh hàn kín (ví dụ Draeger No. CH 67 28531²⁾) được thiết kế để cho khí đi qua và chứa các bộ lọc hấp thụ thích hợp và môi trường hỗ trợ cho chất chỉ thị, chỉ thị gồm sol khí selen trong huyền phù axit sulfuric (4.9.1.1).

4.9.2.2 Cân, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

4.9.3 Cách tiến hành

Cho 24,000 ml mẫu dạng khí qua ống hấp thụ nước thích hợp (4.9.2.1) có chiều dài không ít hơn 100 mm, đã được thổi sạch bằng 500 ml mẫu và đã được cân. Chính tốc độ dòng sao cho thời gian khí đi qua là khoảng 60 min. Khối lượng ống hấp thụ không được tăng quá 1,0 mg.

²⁾ Draeger No. CH 67 28531 là sản phẩm của National Draeger Inc., P.O. Box 120, Pittsburgh, PA 15205-0120, USA, dải đo từ 5 mg/m³ đến 200 mg/m³. Thông tin này nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng sản phẩm này. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho kết quả tương đương.