

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10626:2015

Xuất bản lần 1

PHỤ GIA THỰC PHẨM – AXIT BENZOIC

Food additives – Benzoic acid

HÀ NỘI – 2015

Lời nói đầu

TCVN 10626:2015 được xây dựng dựa trên cơ sở JECFA (2004),
Benzoic acid;

TCVN 10626:2015 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 – Axit benzoic

Food additives – Benzoic acid

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho hợp chất axit benzoic 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 6534:2010, *Phụ gia thực phẩm – Phép thử nhận biết*

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*

TCVN 9052:2012, *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần hữu cơ*

3 Mô tả

3.1 Tên hóa học: axit benzoic, axit benzencacboxylic, axit phenylcacboxylic

TCVN 10626:2015

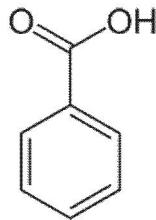
3.2 Kí hiệu

INS (mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm): 210

C.A.S (mã số hóa chất): 65-85-0

3.3 Công thức hoá học: $C_7H_6O_2$

3.4 Công thức cấu tạo (xem Hình 1)



Hình 1 – Công thức cấu tạo của axit benzoic

3.5 Khối lượng phân tử: 122,12

3.6 Chức năng sử dụng: chất bảo quản kháng vi sinh vật.

CHÚ THÍCH: Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được (ADI) của axit benzoic là từ 0 mg/kg thể trọng đến 5 mg/kg thể trọng.

4 Các yêu cầu

4.1 Nhận biết

4.1.1 Ngoại quan

Tinh thể rắn màu trắng, thường có dạng vảy hoặc hình kim.

4.1.2 Mùi

Có mùi đặc trưng nhẹ.

4.1.3 Độ hòa tan

Rất ít tan trong nước, dễ tan trong etanol.

CHÚ THÍCH: Theo TCVN 6469:2010, 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, một chất “dễ tan” nếu chỉ cần từ 1 đến dưới 10 phần dung môi để hòa tan 1 phần chất tan.

4.1.4 Dải nhiệt độ nóng chảy

Từ 121 °C đến 123 °C.

4.2 Các chỉ tiêu lí - hóa

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

Bảng 1 – Chỉ tiêu lí - hóa của axit benzoic

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Phép thử benzoat	Đạt phép thử tại 5.3
2. Trị số pH (dung dịch trong nước)	Khoảng 4,0
3. Hao hụt khối lượng sau khi làm khô bằng axit sulfuric trong 3 h, % khối lượng, không lớn hơn	0,5
4. Phép thử thăng hoa	Đạt phép thử tại 5.6
5. Hàm lượng axit benzoic, % khối lượng tính theo chất khô, không nhỏ hơn	99,5
6. Hàm lượng tro sulfat, % khối lượng, không lớn hơn	0,05
7. Hàm lượng chì, mg/kg, không lớn hơn	2,0
8. Các chất dễ bị cacbon hóa	Đạt phép thử tại 5.9
9. Các chất dễ bị oxy hóa	Đạt phép thử tại 5.10
10. Hàm lượng các hợp chất hữu cơ clo hóa, tính theo Cl ₂ , % khối lượng, không lớn hơn	0,07

5 Phương pháp thử

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

5.2 Xác định dải nhiệt độ nóng chảy, theo 3.2 của TCVN 6469:2010.

5.3 Phép thử benzoat, theo 4.2.4 của TCVN 6534:2010.

Sử dụng 0,1 g mẫu với 0,1 g canxi cacbonat và 5ml nước.

5.4 Xác định trị số pH, theo 3.8 của TCVN 6469:2010.

5.5 Xác định hao hụt khối lượng sau khi làm khô, theo 5.1 của TCVN 8900-2:2012.

5.6 Phép thử thăng hoa

Cho một lượng nhỏ mẫu thử vào trong một ống nghiệm khô. Bọc ống nghiệm bằng một giấy lọc ẩm cách đáy ống 4 cm. Đốt nóng ống nghiệm trên ngọn lửa yếu. Axit benzoic thăng hoa, các tinh thể ở phần lạnh hơn của ống nghiệm sẽ bay đi và không còn cặn ở đáy ống nghiệm.

5.7 Xác định hàm lượng tro sulfat, theo 5.3.3 của TCVN 8900-2:2012.

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

5.9 Xác định các chất dễ bị cacbon hóa

5.9.1 Thuốc thử

5.9.1.1 Axit sulfuric đặc, nồng độ từ 94,5 % đến 95,5 % (khối lượng/thể tích).

5.9.1.2 Dung dịch so màu

5.9.1.2.1 Dung dịch axit clohydric loãng

Pha loãng 25 ml axit clohydric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích) trong 975 ml nước.

5.9.1.2.2 Dung dịch cobalt (II) clorua

Hòa tan khoảng 65 g cobalt (II) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch axit clohydric loãng (5.9.1.2.1), thêm dung dịch axit clohydric loãng đến 1 000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch cobalt (II) clorua đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch cobalt (II) clorua đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 5 ml dung dịch thử hydro peroxit (nồng độ từ 2,5 % đến 3,5 % khối lượng/thể tích) và 15 ml dung dịch natri hydroxit (nồng độ khoảng 20 % khối lượng/thể tích), đun sôi trong 10 min, để nguội rồi thêm 2 g kali iodua và 20 ml dung dịch axit sulfuric loãng (được chuẩn bị từ 1 phần thể tích axit sulfuric đặc và 4 phần thể tích nước). Sau khi kết tủa đã hòa tan hết, chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 23,79 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch cobalt (II) clorua bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch axit clohydric loãng (5.9.1.2.1) sao cho mỗi mililit dung dịch cobalt (II) clorua chứa 59,5 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

5.9.1.2.3 Dung dịch sắt (III) clorua

Hòa tan khoảng 55 g sắt (III) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch axit clohydric loãng (5.9.1.2.1), thêm dung dịch axit clohydric loãng đến 1 000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch sắt (III) clorua đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch sắt (III) clorua đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 15 ml nước, 3 g kali iodua và 5 ml axit clohydric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích), để yên hỗn hợp trong 15 min. Pha loãng với 100 ml nước và chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 27,03 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch sắt (III) clorua bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch axit clohydric loãng (5.9.1.2.1) sao cho mỗi mililit dung dịch sắt (III) clorua chứa 45,0 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

5.9.1.2.4 Dung dịch đồng (II) sulfat

Hòa tan khoảng 65 g đồng (II) sulfat ngậm năm phân tử nước ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) trong một lượng dung dịch axit clohydric loãng (5.9.1.2.1), thêm dung dịch axit clohydric loãng đến 1 000 ml.

Chuẩn hóa nồng độ dung dịch đồng (II) sulfat đã chuẩn bị như sau:

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch đồng (II) sulfat đã chuẩn bị, cho vào bình nón 250 ml có nút mài, thêm 40 ml nước, 4 ml axit axetic đặc (nồng độ không nhỏ hơn 99,7 % thể tích), 3 g kali iodua và 5 ml axit clohydric đặc (nồng độ từ 36,5 % đến 38 % khối lượng/thể tích). Chuẩn độ lượng iodua giải phóng được bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, sử dụng 3 ml chất chỉ thị hồ tinh bột.

Tiến hành phép thử trắng với cùng lượng thuốc thử.

Mỗi mililit dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đã sử dụng tương đương với 24,97 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Chỉnh thể tích cuối cùng của dung dịch đồng (II) sulfat bằng cách thêm lượng vừa đủ dung dịch axit clohydric loãng (5.9.1.2.1) sao cho mỗi mililit dung dịch đồng (II) sulfat chứa 62,4 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

5.9.1.2.5 Chuẩn bị dung dịch so màu

Chuẩn bị dung dịch so màu từ dung dịch cobalt (II) clorua (5.9.1.2.2), dung dịch sắt (III) clorua (5.9.1.2.3), dung dịch đồng (II) sulfat (5.9.1.2.4) và nước theo tỉ lệ 0,2 : 0,3 : 0,1 : 4,4 (phần thể tích).

5.9.2 Cách tiến hành

Cân 0,5 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, hòa tan trong 5 ml axit sulfuric đặc (5.9.1.1). Màu tạo thành trong dung dịch không được đậm hơn màu hồng nhạt của dung dịch so màu (5.9.1.2.5).

TCVN 10626:2015

5.10 Xác định các chất dễ bị oxy hóa

5.10.1 Thuốc thử

5.10.1.1 Dung dịch kali permanganat, 0,1 N.

5.10.1.2 Thuốc thử oxy hóa

Thêm 1,5 ml axit sulfuric đặc (nồng độ từ 94,5 % đến 95,5 %) vào 100 ml nước, đun sôi hỗn hợp, nhỏ từng giọt dung dịch kali permanganat 0,1 N đến khi dung dịch có màu hồng bền trong 30 s.

5.10.2 Thiết bị, dụng cụ

5.10.2.1 Bếp điện.

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

5.10.2.3 Pipet.

5.10.2.4 Buret.

5.10.3 Cách tiến hành

Cân 1 g mẫu, chính xác đến 1 mg, cho vào dung dịch thuốc thử oxy hóa (5.10.1.2) còn nóng và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N (5.10.1.1) cho đến khi dung dịch có màu hồng bền trong 15 s. Thể tích dung dịch kali permanganat sử dụng để chuẩn độ không lớn hơn 0,5 ml.

5.11 Xác định hàm lượng các hợp chất hữu cơ clo hóa, theo 2.2 của TCVN 9052:2012.

Sử dụng 0,25 g mẫu thử, hòa tan trong 10 ml dung dịch natri hydroxit 0,1 N thay vì 10 ml nước. Sử dụng 0,5 ml dung dịch axit clohydric 0,01 N khi chuẩn bị dung dịch so sánh.

5.12 Xác định hàm lượng axit benzoic

5.12.1 Thuốc thử

5.12.1.1 Etanol.

5.12.1.2 Dung dịch phenol đỏ (phenolsulfonphthalein)

Hòa tan 0,1 g phenolsulfonphthalein trong 100 ml etanol, lọc nếu cần.

5.12.1.3 Dung dịch natri hydroxit, 0,5 N.

5.12.1.4 Dung dịch phenolphthalein

Hòa tan 0,2 g phenolphthalein (C₂₀H₁₄O₄) trong 60 ml etanol 90 % thể tích đựng trong bình định mức 100 ml, thêm nước đến vạch và trộn.

5.12.1.5 Nước cất hoặc nước có chất lượng tương đương.

5.12.2 Thiết bị, dụng cụ

5.12.2.1 Tủ sấy.

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

5.12.2.3 Pipet.

5.12.2.4 Buret.

5.12.3 Cách tiến hành

Cân 2,5 g mẫu thử đã được sấy khô, chính xác đến 1 mg. Hoà tan trong 15 ml etanol ấm, trước đó đã được trung hoà, sử dụng dung dịch phenol đỏ (5.12.1.2) làm chất chỉ thị. Thêm 20 ml nước và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit 0,5 N (5.12.1.3) với chỉ thị là phenolphthalein (5.12.1.4).

5.12.4 Tính kết quả

Hàm lượng axit benzoic có trong mẫu thử, X, biểu thị bằng phần trăm khối lượng tính theo chất khô, tính theo công thức sau:

$$X = \frac{V \times 61,06}{w \times 1000} \times 100$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch natri hydroxit 0,5 N đã dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit (ml);

61,06 là số miligam axit benzoic (C₇H₆O₂) tương đương với 1 ml dung dịch natri hydroxit 0,5 N;

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

1000 là hệ số chuyển đổi từ miligam sang gam.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] U.S. Pharmacopeia (Dược điển Hoa Kỳ), *Part 631 – Color and achromicity*
-