

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9960 : 2013

Xuất bản lần 1

PHỤ GIA THỰC PHẨM – CHẤT TẠO MÀU – TITAN DIOXIT

Food additives – Colours – Titanium dioxide

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 9960:2013 được xây dựng dựa trên cơ sở JECFA Monograph 13 (2012), *Compendium of Food Additive Specifications*;

TCVN 9960:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4 *Già 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 - Chất tạo màu - Titan dioxit

Food additives - Colours - Titanium dioxide

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho chất tạo màu titan dioxit được sử dụng làm phụ gia thực phẩm.

CHÚ THÍCH: Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được (ADI) của titan dioxit là "Không giới hạn".

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 6470:2010, *Phụ gia thực phẩm – Phương pháp thử đối với các chất tạo màu*

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 8900-7:2012 *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 7: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES)*

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 8900-9:2012 *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 9: Định lượng asen và antimon bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hydrua hóa*

TCVN 8900-10:2012 *Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 10: Định lượng thủy ngân bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi lạnh*

3 Mô tả

3.1 Titan dioxit được sản xuất bằng quy trình sulfat hoặc quy trình clorua. Các điều kiện sản xuất sẽ xác định dạng của sản phẩm cuối cùng (cấu trúc anatase hoặc rutil).

Trong quy trình sulfat, axit sulfuric được dùng để phân hủy ilmenit (FeTiO_3) hoặc ilmenit và xỉ titan. Sau một loạt các bước tinh sạch, titan dioxit phân tách lần cuối được rửa bằng nước, nung và nghiền mịn.

Trong quy trình clorua, khí clo phản ứng với chất khoáng chứa titan ở điều kiện khử, tạo thành titan tetraclorua khan, chất này được tinh sạch và chuyển thành titan dioxit bằng oxy hóa có nhiệt trực tiếp hoặc bằng phản ứng với luồng hơi nước trong pha hơi. Có thể cho axit clohydric đặc phản ứng với khoáng chứa titan tạo thành dung dịch titan tetraclorua, sau đó tinh sạch và chuyển thành titan dioxit bằng thủy phân. Titan dioxit được lọc, rửa và nung.

Chế phẩm titan dioxit thương mại có thể được bao bởi một lượng nhỏ nhôm oxit và/hoặc silic dioxit để tăng cường các đặc tính kỹ thuật của sản phẩm.

3.2 Tên gọi

Tên hóa học: Titan dioxit

Tên khác: Titania, CI Pigment white 6, CI (1975) No. 77891

3.3 Kí hiệu

INS (mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm): 171

C.A.S (mã số hóa chất): 13463-67-7

3.4 Công thức hoá học: TiO_2

3.5 Khối lượng phân tử: 79,88.

4 Các yêu cầu

4.1 Ngoại quan

Dạng bột vô định hình, màu trắng đến trắng ngà.

4.2 Độ hòa tan

Không tan trong nước, axit clohydric (HCl), axit sulfuric (H_2SO_4) loãng và các dung môi hữu cơ. Hòa tan chậm trong axit flohydric (HF) và axit sulfuric đặc nóng.

4.3 Phản ứng màu

Đạt yêu cầu của phép thử quy định trong 5.2.

4.4 Các chỉ tiêu lí - hóa

Các chỉ tiêu lí - hóa của titan dioxide theo quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 – Chỉ tiêu lí - hóa của titan dioxide

Tên chỉ tiêu	Mức yêu cầu
1. Hao hụt khối lượng khi sấy ở 105 °C trong 3 h, % khối lượng, không lớn hơn	0,5
2. Hao hụt khối lượng khi nung ở 800 °C, % khối lượng tính theo chất khô, không lớn hơn	1,0
3. Hàm lượng titan dioxide, % khối lượng tính theo chất khô không chứa nhôm oxit và silic dioxide, không nhỏ hơn	99
4. Hàm lượng nhôm oxit và/hoặc silic oxit, đơn lẻ hoặc kết hợp, % khối lượng, không lớn hơn	2
5. Hàm lượng các chất tan trong axit, % khối lượng, không lớn hơn	
– đối với sản phẩm chứa alumina hoặc silica	1,5
– đối với các sản phẩm khác	0,5
6. Hàm lượng các chất tan trong nước, % khối lượng, không lớn hơn	0,5
7. Hàm lượng tạp chất tan trong axit clohydric 0,5 N, mg/kg, không lớn hơn	
– antimon	2
– asen	1
– cadimi	1
– chì	10
8. Hàm lượng thủy ngân, mg/kg, không lớn hơn	1

5 Phương pháp thử

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

5.2 Phản ứng màu

Thêm 5 ml axit sulfuric đặc vào 0,5 g mẫu thử, đun nóng nhẹ tới khi xuất hiện khói của axit sulfuric, rồi để nguội. Pha loãng cẩn thận bằng nước đến khoảng 100 ml và lọc. Thêm vài giọt hydro peroxit vào 5 ml dịch lọc trong, xuất hiện ngay màu đỏ cam.

5.3 Xác định hao hụt khối lượng khi sấy, theo 3.15 trong TCVN 6470:2010.

5.4 Xác định hao hụt khối lượng khi nung, theo 5.2 trong TCVN 8900-2:2012.

5.5 Xác định hàm lượng titan dioxit

5.5.1 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, nước sử dụng phải là nước cất đã khử ion hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

5.5.1.1 Dung dịch axit clohydric, 2 % (khối lượng/thể tích).

5.5.1.2 Dung dịch chuẩn titan, nồng độ từ 0,5 µg/ml đến 1,5 µg/ml.

5.5.2 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.5.2.1 Thiết bị đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES), có thể đo ở các bước sóng thích hợp.

5.5.3 Cách tiến hành

Chuẩn bị dung dịch mẫu thử bằng cách pha loãng 1 000 lần dung dịch A (xem 5.6) bằng dung dịch axit clohydric 2 % (5.5.1.1), lưu ý rằng hệ số pha loãng trong mỗi bước pha loãng không được lớn hơn 20.

Phân tích hàm lượng titan trong dung dịch mẫu thử bằng kỹ thuật ICP-AES. Cài đặt các thông số thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Sử dụng vạch phân tích đối với titan ở bước sóng 334,941 nm.

Dựng đường chuẩn từ các dung dịch chuẩn titan có nồng độ từ 0,5 µg/ml đến 1,5 µg/ml (5.5.1.2).

Đọc nồng độ của titan trong dung dịch mẫu thử.

5.5.4 Tính kết quả

Tính hàm lượng titan dioxit có trong mẫu thử, X , biểu thị bằng phần trăm khối lượng theo chất khô, theo công thức sau:

$$X = \frac{1,688 \times C \times 250 \times 1\,000}{w \times 10^6 \times \frac{100 - X_m - X_1 - X_2}{100}} \times 100$$

$$X = \frac{4\,220 \times C}{w \times (100 - X_m - X_1 - X_2)}$$

Trong đó:

1,688 là tỉ lệ khối lượng phân tử giữa titan và titan dioxit;

C là nồng độ titan trong dung dịch mẫu thử, tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);

250 là thể tích dung dịch A thu được, tính bằng mililit (ml);

1 000 là hệ số pha loãng dung dịch A;

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

10^6 là hệ số chuyển đổi từ gam sang microgam;

X_m là hao hụt khối lượng khi sấy, xác định được theo 5.3, tính bằng phần trăm khối lượng (%);

X_1 là hàm lượng nhôm oxit, xác định được theo 5.6, tính bằng phần trăm khối lượng (%);

X_2 là hàm lượng silic oxit, xác định được theo 5.6, tính bằng phần trăm khối lượng (%).

5.6 Xác định hàm lượng nhôm oxit và/hoặc silic oxit

5.6.1 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, nước sử dụng phải là nước cất đã khử ion hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

5.6.1.1 Kali hydroxit.

5.6.1.2 Axit boric.

5.6.1.3 Axit clohydric, đặc.

5.6.1.4 Dung dịch axit clohydric, nồng độ 2 % (khối lượng/thể tích).

TCVN 9960:2013

5.6.1.5 Dung dịch chuẩn nhôm, nồng độ từ 0,2 µg/ml đến 5,0 µg/ml.

5.6.1.6 Dung dịch chuẩn silic, nồng độ từ 0,2 µg/ml đến 5,0 µg/ml.

5.6.2 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.6.2.1 Thiết bị đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES), có thể đo ở các bước sóng thích hợp.

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

5.6.2.3 Chén nung, bằng platin hoặc nikel.

5.6.2.4 Cốc có mỏ, bằng PTFE, dung tích 250 ml.

5.6.2.5 Bình định mức, bằng polypropylen, dung tích 250 ml.

5.6.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 0,5 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg, cho vào chén nung platin hoặc nikel (5.6.2.3), thêm 5 g kali hydroxit (5.6.1.1) và 2 g axit boric (5.6.1.2), trộn và cho tan chảy hoàn toàn bằng ngọn lửa đèn xi rồi để yên ở nhiệt độ phòng.

Nghiêng chén nung để chuyển sản phẩm phản ứng vào 150 ml nước nóng đã khử ion đựng trong cốc có mỏ PTFE dung tích 250 ml (5.6.2.4), khuấy để hòa tan cặn. Rửa cốc bằng nước nóng đã khử ion, thu nước rửa vào cốc có mỏ. Thêm 50 ml axit clohydric (5.6.1.3) vào cốc có mỏ và chuyển lượng chứa trong cốc vào bình định mức polypropylen dung tích 250 ml (5.6.2.5). Rửa cốc có mỏ ba lần bằng nước nóng đã khử ion, chuyển nước rửa vào bình định mức và thêm nước nóng đã khử ion đến vạch, thu được dung dịch A.

Chuẩn bị dung dịch mẫu thử bằng cách pha loãng dung dịch A năm lần với dung dịch axit clohydric 2 % (5.6.1.4).

Phân tích hàm lượng nhôm và silic trong dung dịch mẫu thử bằng kỹ thuật ICP-AES. Cài đặt các thông số thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Sử dụng vạch phân tích đối với nhôm ở bước sóng 396,152 nm và silic ở bước sóng 251,611 nm.

Dựng đường chuẩn từ các dung dịch chuẩn nhôm (5.6.1.5) và/hoặc dung dịch chuẩn silic (5.6.1.6) có nồng độ từ 0,2 µg/ml đến 5,0 µg/ml.

Đọc nồng độ của nhôm và silic trong dung dịch mẫu thử.

5.6.4 Tính kết quả

Tính hàm lượng nhôm oxit có trong mẫu thử, X_1 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$X_1 = \frac{1,889 \times C_1 \times 250 \times 5}{w \times 10^6} \times 100$$

Tính hàm lượng silic dioxit có trong mẫu thử, X_2 , biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$X_2 = \frac{2,139 \times C_2 \times 250 \times 5}{w \times 10^6} \times 100$$

Trong đó:

1,889 là tỉ lệ khối lượng phân tử giữa nhôm và nhôm oxit;

2,139 là tỉ lệ khối lượng phân tử giữa silic và silic oxit;

C_1 là nồng độ nhôm trong dung dịch mẫu thử, tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);

C_2 là nồng độ silic trong dung dịch mẫu thử, tính bằng microgam trên mililit ($\mu\text{g/ml}$);

250 là thể tích dung dịch A thu được, tính bằng mililit (ml);

5 là hệ số pha loãng dung dịch A;

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

10^6 là hệ số chuyển đổi từ gam sang microgam.

5.7 Xác định hàm lượng các chất tan trong axit

5.7.1 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

5.7.1.1 Dung dịch axit clohydric, 0,5 N.

5.7.2 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.7.2.1 Cân, có thể cân chính xác đến 1 mg.

5.7.2.2 Nồi cách thủy.

TCVN 9960:2013

5.7.2.3 Chén lọc Gooch.

5.7.2.4 Giấy lọc sợi thủy tinh.

5.7.2.5 Bộ bay hơi.

5.7.2.6 Thiết bị nung.

5.7.3 Cách tiến hành

Cân 5 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, hòa tan trong 100 ml dung dịch axit clohydric 0,5 N (5.7.1.1) và đặt vào nôi cách thủy (5.7.2.2) trong 30 min, thỉnh thoảng khuấy. Sau đó, lọc hỗn hợp qua chén lọc Gooch (5.7.2.3) được gắn với giấy lọc sợi thủy tinh (5.7.2.4). Rửa phần trên giấy lọc ba lần, mỗi lần dùng 10 ml dung dịch axit clohydric 0,5 N. Gộp các phần dịch lọc và nước rửa rồi cho bay hơi đến khô, sau đó nung bằng nguồn nhiệt nóng đỏ đến khối lượng không đổi.

5.8 Xác định hàm lượng các chất tan trong nước

Thực hiện theo 5.7, dùng nước thay cho dung dịch axit clohydric 0,5 N.

5.9 Xác định hàm lượng tạp chất tan trong axit clohydric 0,5 N

5.9.1 Thuốc thử

Tất cả thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích, nước sử dụng phải là nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

5.9.1.1 Dung dịch axit clohydric, 0,5 N.

5.9.2 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.9.2.1 Cân, có thể cân chính xác đến 1 mg.

5.9.2.2 Cốc có mỏ, dung tích 250 ml.

5.9.2.3 Máy li tâm.

5.9.2.4 Ống li tâm, dung tích từ 100 ml đến 150 ml.

5.9.2.5 Giấy lọc, Whatman No. 4 hoặc loại tương đương.

5.9.2.6 Bình định mức, dung tích 100 ml.

5.9.3 Cách tiến hành

Cân 10,0 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, chuyển vào cốc có mỏ 250 ml (5.9.2.2), thêm 50 ml dung dịch axit clohydric 0,5 N (5.9.1.1), đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ rồi đun sôi hỗn hợp trên bếp điện. Để cho hỗn hợp sôi nhẹ trong 15 min rồi rót phần vật chất dạng sệt ở đáy cốc vào ống li tâm dung tích từ 100 ml đến 150 ml (5.9.2.4). Tiến hành li tâm trong 10 min đến 15 min hoặc cho đến khi các chất lắng cặn không còn hòa tan được nữa. Gạn phần dịch nổi qua giấy lọc Whatman No. 4 hoặc loại tương đương (5.9.2.5), gom dịch lọc vào bình định mức dung tích 100 ml (5.9.2.6) và giữ lại càng nhiều càng tốt phần không hòa tan trong ống li tâm. Thêm 10 ml nước nóng vào cốc có mỏ ban đầu, dùng nước rửa mặt kính đồng hồ và rót lượng chứa trong cốc có mỏ vào ống li tâm. Dùng đũa thủy tinh để khuấy trộn tạo thành hỗn hợp dạng sệt rồi li tâm. Gạn phần dịch nổi qua cùng giấy lọc ở trên và gom nước rửa vào bình định mức chứa dịch chiết mẫu ban đầu. Lặp lại quá trình rửa thêm hai lần. Cuối cùng, rửa giấy lọc bằng khoảng 10 ml đến 15 ml nước nóng. Để nguội lượng chứa trong bình định mức đến nhiệt độ phòng sau đó thêm nước đến vạch và trộn.

Xác định cadimi và chì bằng kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử-nguyên tử hóa nhiệt điện theo TCVN 8900-8:2012, xác định antimon bằng kỹ thuật ICP-AES theo TCVN 8900-7:2012 và xác định asen bằng kỹ thuật đo phổ hấp thụ nguyên tử hydrua hóa theo TCVN 8900-9:2012.

5.10 Xác định hàm lượng thủy ngân, theo TCVN 8900-10:2012.
