TCVN **TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

TCVN 6471 : 1998

PHỤ GIA THỰC PHẨM – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CHO CÁC CHẤT TẠO HƯƠNG

Food additives – Methods for flavouring substances

HÀ NỘI – 1998

Lời nói đầu

TCVN 6471 : 1998 hoàn toàn phù hợp với phần VI của sách Hướng dẫn yêu cầu kỹ thuật cho những chú ý chung, thử nhận biết, dung dịch thử và các tài liệu tham khảo khác của JECFA (Guide to specifications, general notices, general analytical techniques, identification tests, test solutions and other reference materials – JECFA – FAO FOOD and nutrition paper – 5 rev 2).

TCVN 6471 : 1998 do ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F4 Phụ gia thực phẩm biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Phụ gia thực phẩm - Phương pháp xác định cho các chất tạo hương

Food additives - Methods for flavouring substances

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định cho các chất tạo hương.

1 Xác định axetal

1.1 Thuốc thử

Dung dịch hydroclorua hydroxilamin

Chuẩn bị như trong mục “xác định anđêhyt”.

1.2 Cách tiến hành

Cân chính xác khối lượng mẫu như đã chỉ định theo tài liệu, và cho vào một bình tam giác dung tích 125 ml. Thêm 30 ml dung dịch hydroclorua hydroxilamin, và cho hồi lưu trên thiết bị cách hơi nước, đúng 60 phút . Sau khi nhấc bình này ra khỏi thiết bị cách hơi nước, hứng dung dịch ngưng 5 phút nữa. Tháo và nhanh chóng làm nguội bình tới nhiệt độ phòng. Thêm bromo phenol màu xanh làm chất chỉ thị, và chuẩn độ bằng dung dịch 0,5 N kali hydroxit tan trong cồn tới pH - 3,4 hoặc tới khi dung dịch chuyển sang màu sáng giống như màu ban đầu của dung dịch hydroclorua hydroxilamin đã được thêm vào để làm chất chỉ thị. Tính số ml dung dịch kali hydroxit tan trong cồn tiêu tốn cho mỗi gam mẫu (a).

Dùng một phần mẫu thử riêng rẽ khác, tiến hành như trong mục “xác định anđêhyt” Tính số mililit dung dịch 0,5 N kali hydroxit (trong cồn) tiêu tốn cho mỗi gam của mẫu (b).

Tính phần trăm axetal (AC) theo công thức :

$$AC = (a - b)\, e$$

trong đó : e là hệ số tương đương được cho trong tài liệu chuyên biệt.

Chú thích – Nhiệt độ quy định ở tiêu chuẩn này là nhiệt độ C (°C).

2 Chỉ số axit

Hoà tan khoảng 10 g mẫu, đã cân chính xác, vào 50 ml etanol, đã được trung hoà từ trước bằng natri hydroxit 0,1 N với chỉ thị phenolphthalein. Thêm 1 ml phenolphthalein và chuẩn độ với hydroxit natri 0,1 N cho đến khi dung dịch này giữ lại màu hồng nhạt sau khi lắc 10 giây, trừ khi có chỉ dẫn khác. Tính chỉ số axit (AV), theo công thức :

$$AV = \frac{5,61 \times S}{w}$$

trong đó :

S là thể tích natri hydroxit 0,1 N đã dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

w là lượng cân mẫu, tính bằng gam.

3 Xác định anđêhyt

3.1 Thuốc thử

Dung dịch hydroclorua hydroxilamin

Hoà tan 50 g hydroclorua hydroxilamin, tốt nhất nên kết tinh lại trước khi sử dụng, trong 90 ml nước và pha loãng thành 1 000 ml với etanol không chứa anđêhyt. Điều chỉnh pH tới 3,4 bằng dung dịch 0,5 N kali hydroxit (trong cồn).

3.2 Cách tiến hành

Cho một lượng mẫu đã cân chính xác như xác định trong chuyên luận riêng vào một bình tam giác 125 ml. Thêm 30 ml dung dịch hydroclorua hydroxilamin, trộn kỹ và để yên ở nhiệt độ phòng 10 phút, trừ khi có chỉ dẫn khác. Tiến hành xác định một mẫu trắng song song với việc xác định mẫu thử. Chuẩn độ axit clohydric được giải phóng bằng dung dịch 0,5 N kali hydroxit tan trong cồn tới thời điểm có màu vàng hơi xanh, dùng thuốc thử bromo phenol xanh làm chỉ thị, hoặc tốt nhất là chuẩn độ tới pH bằng 3,4 , sử dụng pH met thích hợp. Tính phần trăm anđêhit (A) theo công thức :

$$A = \frac{(S - b)(100\ e)}{w}$$

trong đó :

S là thể tích dung dịch 0,5 N kali hydroxit tan trong cồn đã dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

b là thể tích dung dịch 0,5 N kali hydroxit tan trong cồn dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

e là hệ số tương đương, đã cho trong chuyên luận riêng;

w là lượng cân mẫu, tính bằng miligam.

4 Xác định anđêhyt và xeton

4.1 Thuốc thử

Dung dịch hydroxilamin

Hoà tan 20 g hydroclorua hydroxilamin (thuộc loại thuốc thử, hc tốt nhất nên kết tinh lại) trong 40 ml nước và pha loãng thành 400 ml với etanol. Trong khi khuấy, thêm 300 ml dung dịch 0,5 N kali hydroxit tan trong cồn, lọc. Sử dụng dung dịch này trong vòng 2 ngày.

4.2 Cách tiến hành

Chuyển một lượng mẫu, đã cân chính xác như đã nêu trong chuyên luận riêng, vào một bình thuỷ tinh có nút dung tích 250 ml. Thêm 75,0 ml dung dịch hydroxilamin, đậy nút bình lại. Nếu thành phần phải xác định là một anđêhyt, cho phép lắc hỗn hợp và để yên ở nhiệt độ phòng trong 1 giờ, trừ khi có chỉ định khác trong tài liệu chuyên biệt. Nếu thành phần phải xác định là một xeton, lắp bình này vào một ống ngưng thích hợp, và cho hồi lưu hỗn hợp này trong 1 giờ, trừ khi có chỉ dẫn khác trong tài liệu chuyên biệt, sau đó làm nguội tới nhiệt độ phòng. Chuẩn độ dung dịch này bằng axit clohydric 0,5 N tới khi có màu vàng hơi xanh, dùng bromo phenol xanh làm chỉ thị, tốt hơn nên chuẩn độ tới pH 3,4 có dùng pH met thích hợp. Tiến hành phép thử trắng đồng thời với xác định mẫu. Tính phần trăm anđêhyt hoặc xeton theo công thức :

$$AK = \frac{(b - S)\,(100\ e)}{w}$$

trong đó :

AK là tỉ lệ phần trăm của anđêhyt hoặc xeton;

S là thể tích axit clohydric 0,5 N dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

b là thể tích axit clohydric 0,5 N dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

e là hệ số tương đương đã cho trong chuyên luận riêng;

w là lượng cân mẫu, tính bằng miligam.

5 Phép thử giới hạn các hợp chất clorin hoá

Cuốn một lưới đồng mắt lưới 20 mesh, có kích thước 1,5 cm x 1,5 cm vòng quanh mép của một dân đồng. Đốt tấm lưới này trên một ngọn lửa không phát quang của đèn để đốt Bunsen đến khi nó toả sáng mà không làm ngọn lửa có màu xanh. Để cho lưới này nguội dần và đốt lại vài lần cho đến khi tạo được một lớp vỏ oxit bền vững. Dùng một ống nhỏ thuốc, nhỏ hai giọt mẫu thử vào lưới đồng đã nguội, đốt và để nó cháy tự do trong không khí. Lại làm nguội lưới đồng, thêm hai giọt nữa và đốt như trước. Tiếp tục quy trình này cho đến khi tộng cộng thêm và nhỏ được 6 giọt và đốt. Sau đó giữ tấm lưới ở mép ngoài của ngọn lửa của đèn đốt Busen, điều chỉnh chiều cao ngọn lửa là 4 cm. Không được để ngọn lửa phát ra màu xanh dù chỉ là rất nhanh.

6 Xác định este

Chuyển một lượng mẫu, được cân chính xác như đã nêu trong chuyên luận riêng vào một bình tam giác dung tích 125 ml có chứa một vài viên bi chống tràn. Thêm 25 ml dung dịch 0,5 N kali hydroxit tan trong cồn vào bình này, và đồng thời cho mẫu trắng vào một bình tương tự. Nối từng bình này với một ống ngưng hồi lưu, và đun nóng các hỗn hợp này trên thiết bị cách hơi nước, đúng 1 giờ, trừ khi có hướng dẫn khác trong tài liệu chuyên biệt. Để hỗn hợp này nguội, thêm 10 giọt phenolphthalein vào mỗi bình, và chuẩn độ kiếm dư trong mỗi bình với axit clohydric 0,5 N. Tính phần trăm este (E) theo công thức :

$$A = \frac{(b - S)(100\ c)}{w}$$

trong đó :

S là thể tích axit clohydric 0,5 N dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

b là số ml của axit clohydric 0,5 N đã dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

c là hệ số tương đương được cho trong chuyên luận riêng;

w là lượng cân mẫu, tính bằng miligam.

7 Độ tan trong cồn etanol

Trừ khi có quy định khác, cho 1 ml mẫu vào một ống thuỷ tinh hình trụ dung tích 10 ml có nút, đã được hiệu chuẩn 10 ml, có các vạch chia 0,1 ml, và thêm từ từ các lượng nhỏ etanol với nồng độ và khối lượng đã được cho trong chuyên luận riêng. Duy trì nhiệt độ ở 20°. Ta sẽ thu được một dung dịch trong, không có tạp chất lạ.

8 Xác định rượu tổng số

Cho 10 g mẫu thể rắn, hoặc 10 ml mẫu thể lỏng đã được cân đong chính xác vào một bình 100 ml thon cổ. Thêm 10 ml axetic anhydric và 1 g axetat natri khan, trộn các hỗn hợp với nhau, lắp bình với một bộ ngưng hồi lưu, cho hồi lưu hỗn hợp trong 1 ^{h}. Để nguộ và thêm 50 ml nước ở khoảng nhiệt độ 50 °C đến 60 °C qua ống ngưng. Thỉnh thoảng lắc bình trong thời gian 15 phút, làm nguội đến nhiệt độ phòng, chuyển toàn bộ hỗn hợp này vào một phễu chiết, để cho các lớp phân tách nhau, và sau đó tháo bỏ lớp dung dịch phía dưới. Rửa tiếp lớp dầu, tiếp bằng 50 ml dung dịch clorua natri bão hoà. Nếu dầu vẫn có tính axit với giấy quì ẩm, rửa tiếp bằng dung dịch clorua natri cho đếnk hi không còn axit. Rút lớp dầu, làm khô nóng bằng natri sunfat khan, sau đó mang lọc.

Cân lượng dầu được axetil hoá như trên theo quy định trong chuyên luận, cho vào một bình tam giác dung tích 125 ml đã cân trước khối lượng, thêm 10 ml etanol trung tính, 10 giọt phenolphthalein và dung dịch 0,1 N kali hydroxit trong etanol, nhỏ từng giọt cho đến khi có màu hồng. Nếu cần nhiều hơn 0,20 ml, xả mẫu, rửa và kiểm tra dầu đã axetil hoá còn lại cho đến khi hàm lượng axit của nó thấp hơn mức này. Chuẩn bị một

mẫu trắng, dùng cùng lượng etanol và chất chỉ thị, và thêm 1 giọt kali hydroxit trong etanol 0,1 N để tạo ra 1 điểm chuyển màu hồng. Đong 25 ml dung dịch 0,5 N kali hydroxit trong etanol cho vào mỗi bình, cho hồi lưu song song trong 1 giờ, để nguội, và chuẩn độ dung dịch trong mỗi bình bằng axit clohydric 0,5 N cho tới khi mất màu hồng . Tính phần trăm rượu tổng số (TA) bằng công thức :

$$TA = \frac{(b - S)\ (100\ e)}{w - 21\ (b - S)}$$

trong đó :

S là thể tích axit clohydric 0,5 N đã dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

b là thể tích axit clohydric 0,5 N đã dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

e là hệ số tương đương được cho trong chuyên luận;

w là lượng cân mẫu dầu đã axetil hoá, tính bằng miligam.