

BỘ Y TẾ

CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

Độc lập - Tự do - Hạnh phúc

Số: 44/2010/TT-BYT

Hà Nội, ngày 22 tháng 12 năm 2010

THÔNG TƯ

BAN HÀNH CÁC QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM

BỘ TRƯỞNG BỘ Y TẾ

Căn cứ Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật ngày 29 tháng 6 năm 2006 và Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật;

Căn cứ Pháp lệnh Vệ sinh an toàn thực phẩm ngày 07 tháng 8 năm 2003 và Nghị định số 163/2004/NĐ-CP ngày 07 tháng 9 năm 2004 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Pháp lệnh Vệ sinh an toàn thực phẩm;

Căn cứ Nghị định số 188/2007/NĐ-CP ngày 27 tháng 12 năm 2007 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Y tế;

Theo đề nghị của Cục trưởng Cục An toàn vệ sinh thực phẩm, Vụ trưởng Vụ Khoa học và Đào tạo, Vụ trưởng Vụ Pháp chế,

QUY ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành kèm theo Thông tư này các Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm, bao gồm

1. QCVN 4-12:2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất bảo quản;
2. QCVN 4-13:2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất ổn định;
3. QCVN 4-14:2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất tạo phức kim loại;
4. QCVN 4-15:2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất xử lý bột;
5. QCVN 4-16:2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất chất độn;
6. QCVN 4-17:2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất khí đẩy.

Điều 2. Thông tư này có hiệu lực từ ngày 01 tháng 7 năm 2011.

Điều 3. Cục trưởng Cục An toàn vệ sinh thực phẩm, Thủ trưởng các đơn vị thuộc Bộ Y tế, các đơn vị trực thuộc Bộ Y tế; Giám đốc Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc trung ương và các tổ chức, cá nhân có liên quan chịu trách nhiệm thi hành Thông tư này. /.

**KT. BỘ TRƯỞNG
THỨ TRƯỞNG**

Nơi nhận:

- VPCP (Văn xã, Công báo, Cổng TTĐT Chính phủ);
- Các Bộ, cơ quan ngang Bộ, cơ quan thuộc CP;
- Bộ Tư pháp (Cục Kiểm tra VBQPPL);
- Bộ trưởng Nguyễn Quốc Triệu (để báo cáo);
- UBND các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Viện Kiểm sát nhân dân tối cao;
- Tòa án nhân dân tối cao;
- Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Chi cục ATTP các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- TTYTDP các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Các cơ quan KTNN về thực phẩm nhập khẩu;
- Tổng Cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng (để đăng bạ);
- Website Bộ Y tế;
- Lưu: VT, K2ĐT, PC, ATTP.

Trịnh Quân Huấn

QCVN 4 - 12: 2010/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT BẢO QUẢN**

National technical regulation on Food Additive - Stabilizer

HÀ NỘI - 2010

LỜI NÓI ĐẦU

QCVN 4- :2010/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số/2010/TT-BYT ngày tháng năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT BẢO QUẢN

NATIONAL TECHNICAL REGULATION ON FOOD ADDITIVE – PRESERVATIVE

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất bảo quản được sử dụng với mục đích làm phụ gia thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất bảo quản làm phụ gia thực phẩm (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).

2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

3.1. Chất bảo quản: là phụ gia thực phẩm được sử dụng với mục đích kéo dài thời hạn sử dụng của sản phẩm bằng cách ngăn chặn sự hư hỏng do ô nhiễm vi sinh vật.

3.2. JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food additive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006): Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.

3.3. Mã số C.A.S (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.

3.4. TS (test solution): Dung dịch thuốc thử.

3.5. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.

3.6. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các chất bảo quản được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid sorbic

1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali sorbat

- 1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci sorbat
- 1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid benzoic
- 1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri benzoat
- 1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali benzoat
- 1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci benzoat
- 1.8. Phụ lục 8: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với ethyl p-hydroxybenzoat
- 1.9. Phụ lục 9 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với methyl p-hydroxybenzoat
- 1.10. Phụ lục 10 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với lưu huỳnh dioxyd
- 1.11. Phụ lục 11 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri sulfit
- 1.12. Phụ lục 12 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri hydrogen sulfit
- 1.13. Phụ lục 13 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri metabisulfít
- 1.14. Phụ lục 14: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali metabisulfít
- 1.15. Phụ lục 15: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali sulfít
- 1.16. Phụ lục 16: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với nisin
- 1.17. Phụ lục 17: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với hexamethylen tetramin
- 1.18. Phụ lục 18: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dimethyl dicarbonat
- 1.19. Phụ lục 19: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid propionic
- 1.20. Phụ lục 20: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri propionat
- 1.21. Phụ lục 21: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri thiosulfat

2. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri nitrat và kali nitrat sử dụng làm chất bảo quản được quy định tại QCVN 4-5 :2010/BYT ban hành theo Thông tư số 22/TT-BYT ngày 22/5/2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

3. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong Quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong các phụ lục. Các phương pháp thử được hướng dẫn trong Quy chuẩn này không bắt buộc phải áp dụng, có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

4. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư 16/2009/TT-BKHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất bảo quản phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất bảo quản

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất bảo quản phải thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.

2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất bảo quản sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

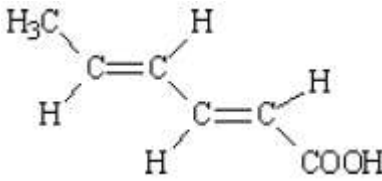
1. Giao Cục An toàn vệ sinh thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn triển khai và tổ chức việc thực hiện Quy chuẩn này.

2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

PHỤ LỤC 1

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID SORBIC

1. Tên khác, chỉ số	Sorbic acid INS 200 ADI = 0 – 25 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Acid sorbic; acid 2,4-hexadienoic; acid 2-propenylacrylic
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	112,12
3. Cảm quan	Dạng tinh thể hình kim không màu hoặc bột trơn chảy màu trắng, có mùi nhẹ đặc trưng.
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật, chất chống nấm
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong ethanol, ít tan trong nước.
Khoảng nhiệt độ nóng chảy	132-135oC (Máy đo điểm chảy cần được gia nhiệt đến 125o trước khi cho mẫu vào đo).
Quang phổ	Cực đại hấp thụ của dung dịch 1/400.000 trong isopropanol là 254±2 nm.
Liên kết đôi	Phải có phản ứng đặc trưng cho liên kết đôi.
5.2. Độ tinh khiết	
Hàm lượng nước	Không được quá 0,5%.
Tro sunfat	Không được quá 0,2%.
Các Aldehyd	Không được quá 0,1% (tính theo formaldehyd).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C6H8O2	Không được thấp hơn 99% tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	

Liên kết đôi Lắc khoảng 0,02 g mẫu thử với 1ml dung dịch brom (TS) . Dung dịch brom sẽ mất màu.

6.2. Độ tinh khiết

Hàm lượng nước

- Phương pháp Karl Fischer.
- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Tro sunfat

- Sử dụng 2 g mẫu thử.
- Thử theo phương pháp I, JECFA monograph 1 - Vol.4.

Các Aldehyd

Thêm 0,5 ml dung dịch thuốc thử Schiff (TS) vào 1 ml dung dịch bão hòa mẫu thử trong nước rồi để yên 10-15 phút. So sánh màu của ống thử với màu tạo thành từ 1 ml dung dịch formaldehyd (chứa 2 µg) với cùng lượng thuốc thử Schiff và cùng điều kiện như mẫu thử. Màu của dung dịch thử không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng.

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

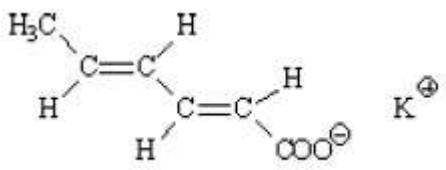
6.3. Định lượng

Cân 0,25 g (chính xác đến mg) mẫu thử, hoà tan trong 50 ml methanol khan đã được trung hoà bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N. Thêm vài giọt dung dịch phenolphthalein (TS), chuẩn độ tiếp bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N cho đến khi xuất hiện màu hồng bền trong vòng 30 giây.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 11,21 mg $C_6H_8O_2$.

PHỤ LỤC 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI SORBAT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium sorbate INS 202 ADI = 0 – 25 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Kali sorbat: Muối kali của acid trans- trans-2,4-hexadienoic
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	150,22
3. Cảm quan	Dạng tinh thể, bột tinh thể hoặc hạt nhỏ có màu trắng hoặc trắng hơi vàng.
4. Chức năng	Chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan tốt trong nước, tan trong ethanol.
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Khoảng nhiệt độ nóng chảy	132-135oC.
của acid sorbic lấy ra từ mẫu thử	
Liên kết không no	Phải có phản ứng đặc trưng của liên kết không no
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 1,0 %.
Tính acid hoặc tính kiềm	Không được quá 1,0 % (tính theo acid sorbic hoặc kali carbonat).
Các Aldehyd	Không được quá 0,1% (tính theo formaldehyd).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C6H7KO2	Không được thấp hơn 98,0% và không được quá 102,0% tính theo chế phẩm khô.
6. Phương pháp thử	

6.1. Định tính

Kali Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Khoảng nhiệt độ nóng chảy Acid hóa dung dịch mẫu thử bằng dung dịch acid hydrochloric loãng (TS). của acid sorbic lấy ra từ mẫu Lọc và thu phần acid sorbic kết tủa tạo thành trên giấy lọc, rửa tủa bằng thử nước cho đến khi không còn clorid và làm khô trên acid sulfuric trong chân không.

Thử liên kết không no Thêm vài giọt dung dịch thuốc thử brom (TS) vào 2 ml dung dịch mẫu thử nồng độ 1/10. Nước brom sẽ mất màu.

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. (sấy ở 105oC trong 3 giờ).

Tính acid hoặc tính kiềm Hoà tan 1,1 g mẫu thử trong 20 ml nước và thêm 3 giọt dung dịch phenolphthalein (TS). Nếu dung dịch thử không màu, chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N đến khi xuất hiện màu hồng bền trong 15 giây. Thể tích dung dịch natri hydroxyd 0,1 N sử dụng không được quá 1,1 ml.

Nếu dung dịch mẫu thử có màu hồng, chuẩn độ bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 N đến khi mất màu. Thể tích dung dịch acid hydrochloric 0,1 N sử dụng không quá 0,8 ml.

Các Aldehyd Pha dung dịch mẫu thử 0,3 %, chỉnh pH đến 4 bằng HCl 1 N và lọc. Lấy 5 ml dịch lọc, thêm 2,5 ml thuốc thử Schiff (TS) và để yên 10-15 phút. So sánh màu của dịch thử với màu thu được khi lấy 5 ml dung dịch chứng có chứa 15 µg formaldehyd thay cho mẫu thử. Màu của dịch thử không được đậm hơn màu của dung dịch chứng.

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

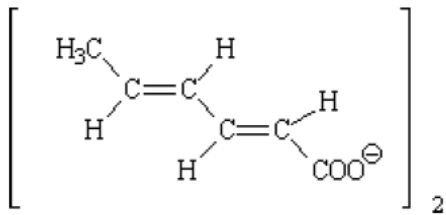
Cân 0,25 g mẫu thử (chính xác đến 0,1 mg), đã được sấy ở 105oC trong 3 giờ. Hoà tan vào hỗn hợp gồm 36 ml acid acetic băng và 4 ml anhydrid acetic trong bình dung tích 250 ml có nút thủy tinh, làm ấm dung dịch để tan hoàn toàn. Làm nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 2 giọt chỉ thị là dung dịch tím tinh thể (TS) và chuẩn độ bằng dung dịch acid percloric 0,1 N

trong acid acetic băng, đến khi dung dịch có màu lục lam bền ít nhất 30 giây. Tiến hành làm mẫu trắng song song và hiệu chỉnh kết quả chuẩn độ nếu cần.

Mỗi ml dung dịch acid perchloric 0,1 N trong acid acetic băng tương đương với 15,02 mg C₆H₇KO₂.

PHỤ LỤC 3

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI SORBAT

1. Tên khác, chỉ số	Calcium sorbate INS 203 ADI = 0 - 25 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	
3. Cảm quan	Bột tinh thể trắng, mịn, không thay đổi màu khi đun nóng tại 105oC trong 90 phút.
4. Chức năng	Chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol
Calci	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
Khoảng nhiệt độ nóng chảy của acid sorbic lấy ra từ mẫu thử	132-135oC.
Liên kết không no	Phải có phản ứng đặc trưng của liên kết không no.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 3,0 %.

Florid	Không được quá 10,0 mg/kg.
Aldehyd	Không được quá 0,1% (tính theo formaldehyd).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C ₁₂ H ₁₄ CaO ₄	Không được thấp hơn 98,0% và không được quá 102,0% tính theo chế phẩm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Calci Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Khoảng nhiệt độ nóng chảy Acid hóa dung dịch mẫu thử bằng dung dịch acid hydrochloric loãng (TS). của acid sorbic lấy ra từ mẫu Lọc và thu phần acid sorbic kết tủa tạo thành trên giấy lọc, rửa tủa với thử nước tinh khiết đến khi không còn clorid và làm khô trên acid sulfuric trong chân không.

Liên kết không no Thêm vài giọt dung dịch thuốc thử brom (TS) và 2 ml dung dịch mẫu thử nồng độ 1/10. Dung dịch brom sẽ mất màu.

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 (trong chân không, trên acid sulfuric trong 4 giờ).

Florid Thử theo phương pháp I hoặc III, JECFA monograph 1 - Vol. 4 (cân 5 g mẫu thử, chính xác đến mg).

Aldehyd Pha dung dịch mẫu thử 0,3 %, chỉnh pH đến 4 bằng HCl 1 N và lọc. Lấy 5 ml dịch lọc, thêm 2,5 ml thuốc thử Schiff (TS) và để yên 10-15 phút. So màu của mẫu thử với màu thu được với 5 ml dung dịch chứng có chứa 15 µg formaldehyd thay cho mẫu thử. Màu của dung dịch thử không được đậm hơn màu của dung dịch chứng.

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

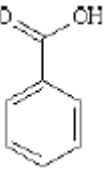
Cân 0,25 g mẫu thử đã được làm khô, chính xác đến mg. Hoà tan vào 35 ml acid acetic băng và 4 ml anhydrid acetic trong bình 250 ml có nút thủy tinh, làm ấm dung dịch. Để nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 2 giọt

chỉ thị tím tinh thể (TS) và chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric 0,1 N trong acid acetic băng, khi đến điểm kết thúc dung dịch có màu lục lam bền ít nhất 30 giây. Tiến hành làm mẫu trắng và hiệu chỉnh kết quả chuẩn độ nếu cần.

Mỗi ml dung dịch acid perchloric 0,1 N trong acid acetic băng tương đương với 13,12 mg $C_{12}H_{14}CaO_4$

PHỤ LỤC 4

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID BENZOIC

1. Tên khác, chỉ số	Benzoic acid INS 210 ADI = 0 – 5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Acid benzoic, acid benzencarboxylic, acid phenylcarboxylic
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	122,12
3. Cảm quan	Tinh thể rắn màu trắng, thường có dạng vảy hoặc hình kim, có mùi đặc trưng rất nhẹ.
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Ít tan trong nước, dễ tan trong ethanol
Khoảng nóng chảy	121oC -123oC
Benzoat	Phải có phản ứng đặc trưng của benzoat.
pH	Khoảng 4,0 (dung dịch trong nước)
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	Không được quá 0,5%.
Thử thăng hoa	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Tro sunfat	Không vượt quá 0,05%
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
Các chất dễ bị than hóa	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Các hợp chất clor hữu cơ	Không được quá 0,07% (tính theo Cl ₂).
Các chất dễ bị oxy hóa	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

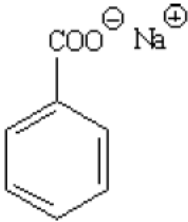
5.3. Hàm lượng C ₇ H ₆ O ₂	Không được thấp hơn 99,5% tính theo chế phẩm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Benzoat	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng 0,1 g mẫu với 0,1 g calci carbonat và 5ml nước
6.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Làm khô trên acid sulfuric, trong 3 giờ.
Thử thăng hoa	Cho một lượng nhỏ mẫu thử vào trong một ống nghiệm khô. Bọc ống nghiệm bằng một giấy lọc ẩm cách 4 cm tính từ đáy ống. Đốt nóng ống nghiệm trên ngọn lửa. Acid benzoic thăng hoa và các tinh thể hình thành bám trên thành ống nghiệm có nhiệt độ thấp hơn và không còn cặn ở đáy ống nghiệm.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
Các chất dễ bị than hóa	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Cân 0,5g (chính xác đến mg) mẫu thử, hòa tan trong 5 ml acid sulfuric (TS). Màu tạo thành trong dung dịch không được đậm hơn màu hồng nhạt của “dung dịch đối chứng Q”
Các chất clor hữu cơ	Thử với 0,25 g mẫu thử được hòa tan trong 10 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1N, sử dụng 0,5 ml dung dịch acid hydrochloric 0,01N làm đối chứng
Các chất dễ bị oxy hóa	Thêm 1,5 ml acid sulfuric vào 100 ml nước cất, đun sôi hỗn hợp, nhỏ từng giọt dung dịch kali permanganat 0,1N đến khi dung dịch có màu hồng bền trong 30 giây. Cân 1 g mẫu, chính xác đến mg, cho vào dung dịch đã chuẩn bị, còn nóng, và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N tới khi dung dịch có màu hồng bền trong 15 giây. Thể tích dung dịch kali permanganat sử dụng để chuẩn độ không được quá 0,5 ml.
6.3. Định lượng	

Cân 2,5 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được sấy khô. Hoà tan trong 15 ml ethanol ấm, trước đó đã được trung hoà và với chỉ thị là dung dịch đỏ phenol (TS). Thêm 20 ml nước cất và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,5 N với chỉ thị là phenolphthalein (TS).

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,5 N tương đương với 61,06 mg C₇H₆O₂.

PHỤ LỤC 5

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI BENZOAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium benzoate; INS 211 ADI = 0 - 5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	 $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^- \text{Na}^+$ α ncarboxylic, muối natri của acid phenylcarboxylic
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	144,11
3. Cảm quan	Bột tinh thể, dạng mảnh hay hạt, màu trắng, hầu như không mùi
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, ít tan trong ethanol.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Benzoat	Phải có phản ứng đặc trưng của benzoat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 1,5%.
Tính acid hoặc tính kiềm	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Các chất dễ bị than hóa	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Các hợp chất clor hữu cơ	Không được quá 0,07% (tính theo Cl ₂).
Các chất dễ bị oxy hóa	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_7H_5NaO_2$	Không được thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Natri	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
Benzoat	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng dung dịch mẫu thử 10%)
6.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sấy tại 105oC trong 4 giờ.
Tính acid hoặc tính kiềm	Cân 2 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 20 ml nước mới đun sôi để nguội. Trung hòa dung dịch này bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1N hoặc acid hydrocloric 0,1 N với chỉ thị là dung dịch phenolphtalein (TS). Thể tích dung dịch natri hydroxyd 0,1 N hoặc acid hydrocloric 0,1 N sử dụng không được quá 0,5 ml.
Các chất dễ bị than hóa	Cân 0,5 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 5 ml acid sulfuric (TS). Màu tạo thành trong dung dịch không được đậm hơn màu hồng nhạt của “dung dịch đối chứng Q” (Thử theo hướng dẫn trong JECFA monograph 1 - Vol. 4).
Các chất clor hữu cơ	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Thử với 0,25 g mẫu thử, sử dụng 0,5 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N làm đối chứng
Các chất dễ bị oxy hóa	Thêm 1,5 ml acid sulfuric vào 100 ml nước cất, đun sôi hỗn hợp, nhỏ vào từng giọt dung dịch kali permanganat 0,1 N đến khi dung dịch có màu hồng bền trong 30 giây. Cân 1g mẫu, chính xác đến mg, hòa vào dung dịch đã chuẩn bị, còn nóng, và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N tới khi dung dịch có màu hồng bền trong 15 giây. Thể tích dung dịch kali permanganat 0,1 N sử dụng để chuẩn độ không được quá 0,5 ml.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

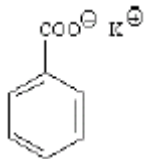
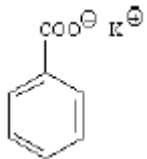
6.3. Định lượng

Cân 3 g mẫu thử đã được sấy tại 105oC trong 4 giờ, chính xác đến mg, cho vào bình nón 250 ml. Thêm 50 ml nước cất, hòa tan. Trung hòa dung dịch bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 N với chỉ thị là dung dịch phenolphthalein (TS) nếu cần. Thêm 50 ml ether và vài giọt dung dịch xanh bromophenol (TS), chuẩn độ bằng dung dịch acid hydrochloric 0,5 N, lắc bình đều khi chuẩn độ, đến khi chỉ thị bắt đầu đổi màu. Chuyển phần nước phía dưới sang bình khác. Rửa lớp ether còn lại với 10 ml nước cất, gộp phần nước rửa vào vào phần nước đã tách ra và thêm 20 ml ether vào nước rửa. Chuẩn độ tiếp bằng dung dịch acid hydrochloric 0,5 N, lắc đều.

Mỗi ml dung dịch acid hydrochloric 0,5 N tương đương với 72,05 mg $C_7H_5NaO_2$.

PHỤ LỤC 6

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI BENZOAT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium benzoate; INS 212 ADI=0 - 5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	muối kali của acid benzencarboxylic, muối kali của acid phenylcarboxylic
Mã số C.A.S.	 ng khan)
Công thức hóa học	$C_7H_5KO_2$
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	160,22 (dạng khan $C_7H_5KO_2$) 214,27 (dạng trihydrat $C_7H_5KO_2.3H_2O$)
3. Cảm quan	Bột tinh thể màu trắng
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, tan trong ethanol.
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Benzoat	Phải có phản ứng đặc trưng của benzoat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 26,5%.
Tính acid hoặc tính kiềm	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Các chất dễ bị than hóa	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Các hợp chất clor hữu cơ	Không được quá 0,07% (tính theo Cl ₂).
Các chất dễ bị oxy hóa	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng C₇H₅KO₂ Không được thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Kali	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng dung dịch mẫu thử 10%.
Benzoat	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng dung dịch mẫu thử 10%.

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sấy tại 105°C trong 4 giờ.
Tính acid hoặc tính kiềm	Cân 2 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 20 ml nước mới đun sôi để nguội. Trung hòa dung dịch này bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N hoặc acid hydrocloric 0,1 N với chỉ thị là dung dịch phenolphthalein (TS). Thử tích dung dịch natri hydroxyd 0,1 N hoặc acid hydrocloric 0,1 sử dụng không được quá 0,5 ml.
Các chất dễ bị than hóa	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Cân 0,5 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 5 ml acid sulfuric (TS). Màu tạo thành trong dung dịch không được đậm hơn màu hồng nhạt của "dung dịch đối chứng Q".
Các chất clor hữu cơ	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Thử với 0,25 g mẫu thử, sử dụng 0,5 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N làm đối chứng
Các chất dễ bị oxy hóa	Thêm 1,5 ml acid sulfuric vào 100 ml nước cất, đun sôi hỗn hợp, nhỏ vào từng giọt dung dịch kali permanganat 0,1 N đến khi dung dịch có màu

hồng bền trong 30 giây. Cân 1g mẫu, chính xác đến mg, hòa tan vào dung dịch đã chuẩn bị, còn nóng, và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N tới khi dung dịch có màu hồng bền trong 15 giây. Thể tích dung dịch kali permanganat 0,1 N sử dụng để chuẩn độ không được quá 0,5 ml.

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân 2,5-3 g mẫu thử (chính xác đến 0,1 mg) đã được sấy tại 105°C trong 4 giờ, cho vào bình nón 250 ml. Thêm 50 ml nước cất, hòa tan. Trung hòa dung dịch bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 N với chỉ thị là dung dịch phenolphthalein (TS) nếu cần. Thêm 50 ml ether và vài giọt dung dịch xanh bromophenol (TS), chuẩn độ bằng dung dịch acid hydrochloric 0,5 N, lắc bình đều khi chuẩn độ, đến khi chỉ thị bắt đầu đổi màu. Chuyển phần nước phía dưới sang bình khác. Rửa lớp ether còn lại với 10 ml nước cất, gộp phần nước rửa vào vào phần nước đã tách ra và thêm 20 ml ether vào nước rửa. Chuẩn độ tiếp bằng dung dịch acid hydrochloric 0,5 N, lắc đều.

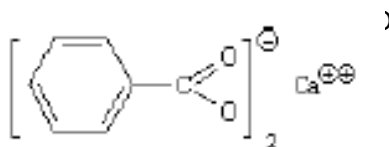
Mỗi ml dung dịch acid hydrochloric 0,5 N tương đương với 80,11 mg $C_7H_5KO_2$.

PHỤ LỤC 7

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI BENZOAT

1. Tên khác, chỉ số	Monocalcium benzoate; INS 213 ADI = 0 - 5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Calci benzoat
Mã số C.A.S.	2090-05-3
Công thức hóa học	Dạng khan $C_{14}H_{10}CaO_4$ Dạng monohydrat $C_{14}H_{10}CaO_4.H_2O$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử

Dạng khan 282,31

Dạng monohydrat 300,32

Dạng trihydrat 336,36

3. Cảm quan

Tinh thể trắng hoặc không màu, bột trắng.

4. Chức năng

Chất bảo quản chống vi sinh vật

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Ít tan trong nước

Calci

Phải có phản ứng đặc trưng của calci.

Benzoat

Phải có phản ứng đặc trưng của benzoat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô Không được quá 17,5%.

Các chất không tan trong nước Không được quá 0,3%.

Tính acid hoặc tính kiềm

Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Florid

Không được quá 10,0 mg/kg.

Chì

Không được quá 2,0 mg/kg.

Các chất clor hữu cơ

Không được quá 0,07% (tính theo Cl₂).

Các chất dễ bị oxy hóa

Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

5.3. Hàm lượng

Không được thấp hơn 99,0 % tính theo chế phẩm khan.

C₁₄H₁₀CaO₄

6. Phương pháp thử

6.1 Định tính

Calci

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Benzoat

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Sấy tại 105oC trong 4 giờ.

Các chất không tan trong nước Cân 10 g (chính xác đến mg) mẫu thử, hòa tan trong 100 ml nước nóng. Lọc qua một phễu lọc Gooch đã cân bì (chính xác đến 0,2 mg). Rửa cặn bằng nước nóng. Sấy khô phễu lọc và cặn tại 105oC trong 2 giờ. Để nguội, cân và tính hàm lượng %.

Tính acid hoặc tính kiềm Cân 2 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 20 ml nước mới đun sôi để nguội. Trung hòa dung dịch này bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N hoặc acid hydrocloric 0,1 N với chỉ thị là dung dịch phenolphthalein (TS). Thể tích dung dịch natri hydroxyd 0,1 N hoặc acid hydrocloric 0,1 N sử dụng không được quá 0,5 ml.

Florid - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, phương pháp I hoặc III.

- Cân 5 g (chính xác đến mg) mẫu thử.

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

Các chất clor hữu cơ Thử với 0,25 g mẫu thử, sử dụng 0,5 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N làm đối chứng

Các chất dễ bị oxy hóa Thêm 1,5 ml acid sulfuric vào 100 ml nước cất, đun sôi hỗn hợp, nhỏ từng giọt dung dịch kali permanganat 0,1 N đến khi dung dịch có màu hồng bền trong 15 giây. Cân 1 g mẫu, chính xác đến mg, hòa tan vào dung dịch đã chuẩn bị, còn nóng, và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N tới khi dung dịch có màu hồng bền trong 15 giây. Thể tích dung dịch kali permanganat sử dụng để chuẩn độ không được quá 0,5 ml.

6.3. Định lượng

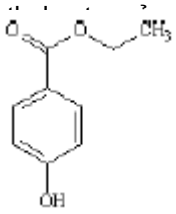
Cân 0,6 g mẫu thử đã được sấy khô, chính xác đến 0,1 mg. Hòa tan trong 20 ml nước và 2 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TS). Pha loãng bằng nước vừa đủ để thu được 100 ml. Khuấy bằng máy khuấy từ, dùng buret 50 ml thêm khoảng 30 ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M, sau đó thêm 15 ml dung dịch natri hydroxyd (TS), 40 mg hỗn hợp chỉ thị murexid (có thể thay bằng 0,25 g chỉ thị xanh da trời hydroxynaphtol, trong trường hợp này không thêm dung dịch xanh lục naphtol (TS)) và 3 ml dung dịch xanh lục naphtol (TS), tiến hành chuẩn độ dung dịch đến màu xanh da

trời đậm.

Mỗi ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M tương đương với 14,116 mg C₁₄H₁₀CaO₄.

PHỤ LỤC 8

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ETHYL p-HYDROBENZOAT

1. Tên khác, chỉ số	Ethyl p-oxybenzoat; Ethylparaben INS 214 ADI= 0 – 10 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Ethyl p-hydroxybenzoat,
Mã số C.A.S.	 acid p-hydroxybenzoic
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	166,18
3. Cảm quan	Bột tinh thể màu trắng hoặc tinh thể nhỏ không màu, hầu như không mùi.
4. Chức năng	Chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong ethanol, ether và propylen glycol
Khoảng nhiệt độ nóng chảy	115oC -118oC.
p-Hydroxybenzoat	Khoảng nóng chảy của acid p-hydroxybenzoic được điều chế từ mẫu thử là 212-217o.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 0,5 %.
Tro sunfat	Không được quá 0,05 %.
Tính acid	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Acid p-hydroxybenzoic	và Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

acid salicylic

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng C₉H₁₀O₃ Không được thấp hơn 99,0 % tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

p-Hydroxybenzoat Cân chính xác 0,5 g mẫu thử. Thêm 10 ml dung dịch natri hydroxyd (TS) vào mẫu. Đun sôi mẫu thử trong khoảng 30 phút và cô dung dịch cạn bớt đến còn khoảng 5 ml. Để nguội, acid hoá bằng dung dịch acid sulfuric loãng (TS), lọc qua giấy lọc, thu lấy kết tủa trên giấy lọc và rửa kỹ kết tủa bằng nước cất. Làm khô giấy lọc trong bình hút ẩm trên acid sulfuric đặc. Đo khoảng nóng chảy của acid p-hydroxybenzoic thu được.

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Không được quá 0,5% (sấy tại 80oC trong 2 giờ).

Tro sunfat

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, phương pháp I.

- Mẫu thử : 2 g.

Tính acid

Cân 750 mg mẫu thử, thêm 15 ml nước, đun nóng ở 80o trong 1 phút, để nguội, lọc dung dịch. Dịch lọc phải có tính acid hoặc trung tính đối với chỉ thị là quỳ tím. Thêm 0,2 ml dung dịch NaOH 0,1 N và 2 giọt dung dịch đỏ methyl (TS) vào 10 ml dịch lọc. Dung dịch phải có màu vàng không có ánh hồng.

Acid p-hydroxybenzoic và acid salicylic Cân chính xác 0,5 g mẫu thử, hoà tan trong 30 ml ether. Thêm 20 ml dung dịch natri hydrogen carbonat 1%, lắc kỹ, tách lấy lớp nước. Rửa lớp nước bằng 20 ml ether (rửa 2 lần). Thêm tiếp 5 ml acid sulfuric loãng và 30 ml ether, lắc lần nữa. Tách lấy lớp ether, thêm 10 ml nước, lắc kỹ. Lọc lớp ether. Tráng bình hứng và giấy lọc bằng một lượng nhỏ ether rồi gộp với dịch lọc cho cô quay loại bỏ dung môi. Làm khô cạn thu được trên acid sulfuric đến khối lượng không đổi. Khối lượng cạn không được vượt quá 5 mg. Hoà tan cạn trong 25 ml nước, đun nóng ở 70o, lọc và thêm vài giọt dung dịch sắt (III) clorid (TS), Dung dịch này không được xuất hiện màu tím đến tím đỏ.

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị

mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

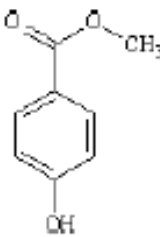
6.3. Định lượng

Cân 2 g mẫu thử đã được sấy khô, chính xác đến mg, cho vào bình thủy tinh. Thêm 40 ml dung dịch NaOH 1 N và tráng rửa thành bình bằng nước. Đậy bình bằng mặt kính đồng hồ, đun sôi nhẹ trong 1h rồi để nguội. Thêm 5 giọt dung dịch xanh bromothymol (TS) và chuẩn độ lượng NaOH dư bằng acid sulfuric 1 N, so sánh màu của dung dịch với màu của dung dịch đệm (pH 6,5) có chứa lượng chỉ thị tương đương. Tiến hành một mẫu trắng với các thuốc thử, hiệu chuẩn kết quả nếu cần thiết.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1 N tương đương với 166,18 mg C₉H₁₀O₃.

PHỤ LỤC 9

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI METHYL p-HYDROXYBENZOAT

1. Tên khác, chỉ số	Methyl p-oxybenzoat; Methylparaben INS 218 ADI = 0 - 10mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Methyl p-hydroxybenzoat, acid p-hydroxybenzoic
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	152,15
3. Cảm quan	Bột tinh thể màu trắng hoặc tinh thể nhỏ không màu, hầu như không mùi.
4. Chức năng	Chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Ít tan trong nước, dễ tan trong ethanol và propylen glycol, tan được trong ether.

Khoảng nhiệt độ nóng chảy	125oC -128oC.
p-Hydroxybenzoat	Điểm chảy của acid p-hydroxybenzoic được chuyển hoá từ mẫu thử là 212-217o.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô	Không được quá 0,5%.
Tro sunfat	Không được quá 0,05%.
Tính acid	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Acid p-hydroxybenzoic và acid salicylic	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
-----	---------------------------

5.3. Hàm lượng C ₈ H ₈ O ₃	Không được thấp hơn 99,0 % tính theo chế phẩm khan.
---	---

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

p-Hydroxybenzoat	Cân 0,5 g mẫu thử. Thêm 10 ml natri hydroxyd (TS) vào mẫu. Đun sôi mẫu thử trong khoảng 30 phút, cô dung dịch cạn bớt đến khi còn khoảng 5 ml. Để nguội, acid hoá bằng acid sulfuric loãng (TS), lọc qua giấy lọc, thu lấy kết tủa trên giấy lọc và rửa kỹ kết tủa bằng nước cất. Làm khô giấy lọc trong bình hút ẩm với acid sulfuric đặc. Đo điểm nóng chảy của acid p-hydroxybenzoic thu được.
------------------	---

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Trên silicagel trong 5 giờ.
Tro sunfat	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, phương pháp I (mẫu thử : 2 g).
Tính acid	Cân 750 mg mẫu thử, thêm 15 ml nước, đun nóng ở 80o trong 1 phút. Để nguội, lọc dung dịch. Dịch lọc phải có tính acid hoá hoặc trung tính với giấy quỳ. Thêm 0,2 ml dung dịch NaOH 0,1 N và 2 giọt đỏ methyl (TS) vào 10 ml dịch lọc. Dung dịch này phải có màu vàng, không có ánh hồng.
Acid p-hydroxybenzoic và acid salicylic	Cân chính xác 0,5 g mẫu thử, hoà tan trong 30 ml ether. Thêm 20 ml dung dịch natri hydrogen carbonat 1%, lắc kỹ, tách lấy lớp nước. Rửa lớp nước bằng 20 ml ether (rửa 2 lần). Thêm tiếp 5ml acid sulfuric loãng và 30 ml ether, lắc lần nữa. Tách lấy lớp ether, thêm 10 ml nước, lắc kỹ. Lọc lớp ether. Tráng bình hứng và giấy lọc bằng một lượng nhỏ ether rồi

gộp với dịch lọc để cất quay loại bỏ dung môi. Làm khô cặn thu được trên acid sulfuric đến khối lượng không đổi. Khối lượng cặn không được vượt quá 5 mg. Hoà tan cặn trong 25 ml nước, đun nóng ở 70o, lọc và thêm vài giọt dung dịch sắt (III) clorid (TS), Dung dịch này không được xuất hiện màu tím đến tím đỏ.

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân 2 g mẫu thử đã được sấy khô, chính xác đến mg, cho vào bình nón 250 ml. Thêm 40 ml dung dịch NaOH 1 N và rửa thành bình bằng nước. Đậy bình bằng mặt kính đồng hồ. Đun sôi nhẹ trong 1 giờ rồi để nguội. Thêm 5 giọt xanh bromothymol (TS) và chuẩn độ lượng NaOH dư bằng acid sulfuric 1 N, so sánh màu của dung dịch với màu của dung dịch đệm (pH 6,5) có chứa lượng chỉ thị tương đương. Thực hiện một mẫu trắng với các thuốc thử, hiệu chỉnh kết quả nếu cần.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1N tương đương với 152,2 mg $C_8H_8O_3$.

PHỤ LỤC 10

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI LƯU HUỖNH DIOXYD

1. Tên khác, chỉ số	INS 220 ADI = 0 - 0,7 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Mã số C.A.S.	7446-09-5
Công thức cấu tạo	SO ₂
Khối lượng phân tử	64,07
3. Cảm quan	<p>Là chất khí, không màu, không cháy, mùi hăng mạnh, gây khó thở. Tỷ trọng hơi gấp 2,26 lần so với không khí tại áp suất khí quyển ở 0oC. Trọng lượng riêng của chất lỏng khoảng 1,436 ở 0o/4oC. Ở 20oC độ tan là 10 g SO₂/100 g dung dịch. Chế phẩm thương mại thường được cung cấp dưới dạng khí nén, trong bình khí nén tồn tại ở cả 2 pha lỏng và khí.</p> <p>Chú ý: Khí SO₂ gây kích ứng mắt, họng và đường hô hấp trên. Lưu huỳnh dioxyd lỏng có thể gây bỏng da do tác dụng gây đông đặc các dịch trong mô. Các cảnh báo an toàn trong tài liệu kỹ thuật của nhà sản xuất, nhà cung cấp khí SO₂ hóa lỏng hoặc các tổ chức của các nhà sản xuất, phân phối khí SO₂ hóa lỏng cần được tuân thủ trước khi thao tác với khí SO₂.</p>
4. Chức năng	Chất bảo quản, chất chống ngả màu nâu, chất chống oxy hóa.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong nước (36/1, tt/tt) và ethanol (114/1, tt/tt) (thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol. 4).
Các hợp chất sulfuro	Phải có phản ứng đặc trưng với hợp chất sulfuro.
Hoạt tính oxy hóa	Phải có phản ứng hoạt tính oxy hóa đặc trưng.
5.2. Độ tinh khiết	
Nước	Không được quá 0,05%.
Cặn không bay hơi	Không được quá 0,05%.
Selen	Không được quá 20,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 5,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng SO ₂	Không được thấp hơn 99,9% SO ₂ tính theo khối lượng.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Các hợp chất sulfuro	Mẫu thử sẽ làm đen giấy tẩm ướt bằng dung dịch thủy ngân (I) nitrat (TS).
Hoạt tính oxy hóa	Cho miếng giấy lọc đã tẩm kali iodat và dung dịch hồ tinh bột (TS) vào luồng mẫu khí. Màu xanh lơ sẽ xuất hiện trên giấy, màu sẽ nhạt dần nếu vẫn để miếng giấy lọc trong mẫu khí.

6.2. Độ tinh khiết

Nước	<ul style="list-style-type: none">- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.- Chuyển khoảng 50 ml lưu huỳnh dioxyd lỏng vào bình chuẩn độ Karl-Fischer, xác định khối lượng mẫu đã lấy, xác định hàm lượng nước bằng phương pháp Karl-Fischer.
Cặn không bay hơi	Lấy khoảng 200 ml lưu huỳnh dioxyd (288 g) vào bình nón 250 ml. Xác định khối lượng mẫu đã lấy bằng cách xác định sự thay đổi khối lượng của bom khí. Cho bay hơi đến khô trên bề cách thủy và đuổi hết khí SO ₂ bằng cách sục không khí khô, lau khô thành bình, để nguội trong bình hút ẩm và cân.
Selen	<ul style="list-style-type: none">- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, phương pháp II (lượng dịch thử : 2,0 ml)- Hướng dẫn lấy mẫu và chuẩn bị mẫu mô tả trong phần Phương pháp thử.
Chì	<ul style="list-style-type: none">- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.3. Lấy mẫu	Mẫu lưu huỳnh dioxyd có thể lấy một cách an toàn từ bồn chứa hay ống dẫn thông qua một van có vòi 1 cm. Mẫu được chứa vào bom khí chế tạo từ thép không rỉ 316 chịu được áp suất 7MPa (1000 psig) 2 đầu gắn với van kim cứng bằng thép không rỉ 316. Trước khi lấy mẫu bom chứa mẫu được thổi không khí khô qua để đuổi hết khí SO ₂ (có thể còn dư từ mẫu trước đó). Nối bom chứa mẫu với bồn chứa hay ống dẫn bằng một nối cứng. Đầu còn lại của bom chứa mẫu nối với một ống mềm nhúng ngập trong dung dịch xút loãng hoặc nước. Khí trong bom sẽ được xả vào dung dịch xút loãng hoặc nước khi mở van khí gắn với ống nối cứng và sau đó

từ từ mở van nối với ống mềm. Khi khí ra hết khỏi bom và lưu huỳnh dioxyd lỏng bắt đầu vào dung dịch xút loãng hoặc nước, thì khóa van nối với ống mềm, sau đó từ từ khóa van nối với ống nối cứng và tách bom mẫu ra khỏi ống nối với bồn chứa hay ống dẫn. Sau đó xả khoảng 15% lượng lưu huỳnh dioxyd lỏng trong bom ra dung dịch xút loãng hoặc nước, đậy kín nắp đầu bom và chuyển bom đến phòng thí nghiệm để phân tích.

Cảnh báo: Không bao giờ để bom mẫu chứa chất lỏng có thể tích vượt quá 85% tổng dung tích của bom.

Dung dịch thử để xác định chì và selen: Lấy 100 ml lưu huỳnh dioxyd (144 g) vào bình nón 125 ml. Xác định khối lượng mẫu đã lấy bằng cách xác định khối lượng mất đi của bom mẫu. Cho bay hơi đến khô trên bể cách thủy. Thêm vào bình nón khô 3 ml acid nitric và 10 ml nước cất, đun nhẹ trên bếp trong 15 phút. Chuyển toàn bộ dịch trong bình nón vào bình định mức 100 ml, định mức đến vạch bằng nước cất, lắc đều. Lấy 10,0 ml sang một bình định mức 100ml thứ hai, định mức đến vạch bằng nước cất, lắc đều.

Chú ý: Các phép thử có sử dụng dung dịch này sẽ chính xác nếu lượng mẫu lấy đúng 144 g, nếu không đúng thì khi tính toán phải sử dụng khối lượng mẫu thực tế đã lấy.

6.4. Định lượng

Lấy 100% trừ đi hàm lượng (%) của cặn không bay hơi và nước nêu trên, thu được hàm lượng % của lưu huỳnh dioxyd.

PHỤ LỤC 11

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI SULFIT

1. Tên khác, chỉ số	Disodium sulfite; INS 221 ADI=0 - 0,7 mg/kg thể trọng tính theo SO ₂
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Natri sulfit
Mã số C.A.S.	7757-83-7
Công thức hóa học	Na ₂ SO ₃
Khối lượng phân tử	126,04
3. Cảm quan	Bột trắng có mùi lưu huỳnh dioxyd nhẹ.
4. Chức năng	Chất tẩy trắng, chất chống oxy hóa, chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, khó tan trong ethanol.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Sulfit	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfit.
5.2. Độ tinh khiết	
pH	Dung dịch 1/10 phải có pH trong khoảng 8,5-10,0.
Thiosulfat	Không được quá 0,1%.
Sắt	Không được quá 10,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
Selen	Không được quá 5 mg/kg.
5.3. Hàm lượng Na ₂ SO ₃	Không được thấp hơn 95,0%
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Natri	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
Sulfit	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
6.2. Độ tinh khiết	

Thiosulfat	Khi acid hóa dung dịch mẫu thử 10% bằng acid sulfuric hoặc acid hydrochloric, dung dịch phải trong.
Sắt	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn (5 µg Fe) làm đối chứng.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
Selen	Thuốc thử: Acid hydrochloric, hydrazin sulfat, dung dịch chuẩn selen (100 µg Se/ml) Tiến hành: Cân 2,0 ± 0,1 g mẫu thử, cho vào cốc có mỏ 50 ml. Thêm 10 ml nước cất, 5 ml acid hydrochloric và đun sôi để đuổi hết SO ₂ . Cân 1,0 ± 0,1 g mẫu thử, cho vào một cốc có mỏ thứ 2, thêm 0,05 ml dung dịch selen chuẩn và tiến hành như trên. Thêm vào mỗi cốc 2 g hydrazin sulfat và đun nhẹ để hòa tan. Để yên trong 5 phút. Pha loãng dung dịch trong các cốc tới 50 ml trong các ống so màu Nessler, so sánh màu của 2 ống. Màu hồng của ống thử phải nhạt hơn màu của ống chứng (có thêm chuẩn).

6.3. Định lượng

Cân 250 mg mẫu thử, cho vào bình có nút thủy tinh và thêm 50 ml dung dịch iod 0,1 N, đậy nút. Để yên trong 5 phút, thêm 1 ml acid hydrochloric, chuẩn độ iod dư bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N với chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS).

Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 6,302 mg Na₂SO₃.

PHỤ LỤC 12

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI HYDROSULFIT

- | | |
|---------------------|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Sodium hydrogen sulfite;

INS 222

ADI =0 - 0,7 mg/kg thể trọng tính theo SO ₂ |
| 2. Định nghĩa | |

Tên hóa học	Natri hydrosulfit, natri bisulfit
Mã số C.A.S.	7631-90-5
Công thức hóa học	NaHSO ₃
Khối lượng phân tử	104,06
3. Cảm quan	Bột, hạt hoặc tinh thể trắng có mùi đặc trưng của lưu huỳnh dioxyd.
4. Chức năng	Chất tẩy trắng, chất chống oxy hóa, chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, khó tan trong ethanol.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Sulfit	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfit.
5.2. Độ tinh khiết	
Tạp chất không tan trong nước	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
pH	Dung dịch 1/10 phải có pH trong khoảng 2,5-4,5.
Sắt	Không được quá 10,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
Selen	Không được quá 5mg/kg.
5.3. Hàm lượng SO ₂	Không được thấp hơn 58,5% và không được quá 67,4% tính theo SO ₂
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Natri	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
Sulfit	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
6.2. Độ tinh khiết	
Tạp chất không tan trong nước	Hoà tan 20 g mẫu thử trong 200 ml nước cất, dung dịch phải trong, chỉ được phép có rất ít cặn lơ lửng.
Sắt	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn (5µg Fe) làm đối chứng.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho

hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

Selen

Thuốc thử:

Acid hydrochloric, hydrazin sulfat, dung dịch chuẩn selen (100 µg Se/ml)

Tiến hành:

Cân $2,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào cốc có mỏ 50 ml. Thêm 10 ml nước cất, 5 ml acid hydrochloric và đun sôi để đuổi hết SO₂.

Cân $1,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào một cốc có mỏ khác, thêm 0,05 ml dung dịch selen chuẩn và tiến hành như trên.

Thêm vào mỗi cốc 2 g hydrazin sulfat và đun nhẹ để hòa tan. Để yên trong 5 phút. Pha loãng dung dịch trong các cốc thành 50 ml trong các ống so màu Nessler, so sánh màu của 2 ống. Màu hồng của ống thử phải nhạt hơn màu của ống chứng (có thêm chuẩn).

6.3. Định lượng

Cân 0,2 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào bình có nút thủy tinh và thêm 50 ml dung dịch iod 0,1 N, đậy nút. Để yên trong 5 phút, thêm 1ml acid hydrochloric, chuẩn độ iod dư bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N với chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS).

Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 3,203 mg SO₂.

PHỤ LỤC 13

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI META BISULFIT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium metabisulfite; INS 223 ADI = 0 - 0,7mg/kg thể trọng tính theo SO ₂
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Natri disulfit, dinatri pentaoxidisulfat, dinatri pyrosulfit
Mã số C.A.S.	7681-57-4
Công thức hóa học	Na ₂ S ₂ O ₅
Khối lượng phân tử	190,11
3. Cảm quan	Bột tinh thể hoặc tinh thể trắng có mùi đặc trưng của lưu huỳnh dioxyd.

Selen

Thuốc thử:

Acid hydrochloric, hydrazin sulfat, dung dịch chuẩn selen (100 µg Se/ml)

Tiến hành:

Cân $2,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào cốc có mỏ 50 ml. Thêm 10ml nước cất, 5 ml acid hydrochloric và đun sôi để đuổi hết SO₂.

Cân $1,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào một cốc có mỏ khác, thêm 0,05 ml dung dịch selen chuẩn và tiến hành như trên.

Thêm vào mỗi cốc 2 g hydrazin sulfat và đun nhẹ để hòa tan. Để yên trong 5 phút. Pha loãng dung dịch trong các cốc thành 50 ml trong các ống so màu Nessler, so sánh màu của 2 ống. Màu hồng của ống thử phải nhạt hơn màu của ống chứng (có thêm chuẩn).

6.3. Định lượng

Cân 0,2 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào bình có nút thủy tinh và thêm 50 ml dung dịch iod 0,1 N, đậy nút. Để yên trong 5 phút, thêm 1 ml acid hydrochloric, chuẩn độ iod dư bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N với chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS).

Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 4,753 mg Na₂S₂O₅.

PHỤ LỤC 14

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI META BISULFIT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium metabisulfite; INS 224 ADI=0 - 0,7 mg/kg thể trọng tính theo SO ₂
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Kali disulfit, kali pentaoxidisulfat, kali pyrosulfit
Mã số C.A.S.	16731-55-8
Công thức hóa học	K ₂ S ₂ O ₅
Khối lượng phân tử	222,33
3. Cảm quan	Hạt, bột tinh thể hoặc tinh thể không màu, trơn chảy, thường có mùi đặc trưng của lưu huỳnh dioxyd.
4. Chức năng	Chất tẩy trắng, chất chống oxy hóa, chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	

5.1. Định tính

Độ tan	Tan trong nước, không tan trong ethanol.
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Sulfit	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfit.

5.2. Độ tinh khiết

Tạp chất không tan trong nước Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Thiosulfat	Không được quá 0,1%.
Sắt	Không được quá 10,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
Selen	Không được quá 5,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng K₂S₂O₅ Không được thấp hơn 90,0%

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Sulfit	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfit.

6.2. Độ tinh khiết

Tạp chất không tan trong nước Hoà tan 20 g mẫu thử trong 200 ml nước cất, dung dịch phải trong, chỉ được phép có rất ít cặn lơ lửng.

Thiosulfat	Dung dịch mẫu thử 10% không được thay đổi độ trong sau khi acid hóa bằng acid sulfuric hoặc acid hydrochloric.
Sắt	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn (5 µg Fe) làm đối chứng.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
Selen	Thuốc thử: Acid hydrochloric, hydrazin sulfat, dung dịch chuẩn selen (100 µg Se/ml) Tiến hành:

Cân $2,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào cốc có mỏ 50 ml. Thêm 10 ml nước cất, 5 ml acid hydrochloric và đun sôi để đuổi hết SO_2 .

Cân $1,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào một cốc có mỏ khác, thêm 0,05 ml dung dịch selen chuẩn và tiến hành như trên.

Thêm vào mỗi cốc 2 g hydrazin sulfat và đun nhẹ để hòa tan. Để yên trong 5 phút. Pha loãng dung dịch trong các cốc thành 50 ml trong các ống so màu Nessler, so sánh màu của 2 ống. Màu hồng của ống thử phải nhạt hơn màu của ống chứng (có thêm chuẩn).

6.3. Định lượng

Cân 250 mg mẫu thử cho vào bình có nút thủy tinh và thêm 50 ml dung dịch iod 0,1 N, đậy nút. Để yên trong 5 phút, thêm 1 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TS), chuẩn độ iod dư bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N với chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS).

Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 5,558 mg $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$.

PHỤ LỤC 15

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI SULFIT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium sulfite; INS 225 ADI=0 - 0,7 mg/kg thể trọng tính theo SO_2
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Kali sulfit
Mã số C.A.S.	10117-38-1
Công thức hóa học	K_2SO_3
Khối lượng phân tử	158,25
3. Cảm quan	Bột hoặc hạt màu trắng, không mùi.
4. Chức năng	Chất tẩy trắng, chất chống oxy hóa, chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, ít tan trong ethanol
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Sulfit	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfit.

5.2. Độ tinh khiết

Tính kiềm Từ 0,25 đến 0,45% tính theo K₂CO₃.

Sắt Không được quá 10,0 mg/kg.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

Selen Không được quá 5,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng K₂SO₃ Không được thấp hơn 90,0%

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Kali Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Sulfit Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

6.2. Độ tinh khiết

Tính kiềm Hoà tan 1 g mẫu thử trong 20 ml nước cất, thêm 25 ml dung dịch hydrogen peroxyd 3% đã được trung hoà sử dụng chỉ thị là dung dịch đỏ methyl (TS). Trộn kỹ, để nguội về nhiệt độ phòng và chuẩn độ bằng acid hydrochloric 0,02 N. Tiến hành mẫu trắng sử dụng 25 ml dung dịch hydrogen peroxyd đã được trung hoà. Mỗi ml acid hydrochloric tương đương với 1,38 mg K₂CO₃

Sắt - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn (5 µg Fe) làm đối chứng.

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

Selen Thuốc thử:

Acid hydrochloric, hydrazin sulfat, dung dịch chuẩn selen (100 µg Se/ml)

Tiến hành:

Cân 2,0 ± 0,1 g mẫu thử, cho vào cốc có mỏ 50 ml. Thêm 10 ml nước cất, 5 ml acid hydrochloric và đun sôi để đuổi hết SO₂.

Cân 1,0 ± 0,1 g mẫu thử, cho vào một cốc có mỏ khác, thêm 0,05 ml dung dịch selen chuẩn và tiến hành như trên.

Thêm vào mỗi cốc 2 g hydrazin sulfat và đun nhẹ để hòa tan. Để yên trong 5 phút. Pha loãng dung dịch trong các cốc thành 50 ml trong các ống so màu Nessler, so sánh màu của 2 ống. Màu hồng của ống thử phải nhạt hơn màu của ống chứng (có thêm chuẩn).

6.3. Định lượng

Cân khoảng 0,75 g mẫu thử, chính xác đến mg, hoà tan trong hỗn hợp gồm 100 ml dung dịch iod 0,1 N và 5 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TS). Chuẩn độ iod dư bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N với chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS).

Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 7,912 mg K_2SO_3 .

PHỤ LỤC 16

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NISIN

1. Tên khác, chỉ số	INS 234
2. Định nghĩa	Nisin là hỗn hợp của các polypeptid gắn nhau có tính kháng khuẩn được sản sinh bởi chủng vi khuẩn <i>Lactococcus lactis</i> subsp. <i>lactis</i> , theo
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
	Abu : acid alpha-aminobutyric, Dha : dehydroalanin, Dhb : dehydrobutyrin
Khối lượng phân tử	Khoảng 3.354
3. Cảm quan	Bột mịn, màu trắng đến màu nâu sáng
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong nước và không tan trong các dung môi không phân cực
Phân biệt với các chất kháng khuẩn khác	Phải có phản ứng đặc trưng khác biệt với các chất kháng khuẩn khác
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 3,0% (sấy ở 1050C trong 2 giờ).
Chì	Không được quá 1,0 mg/kg.
Chỉ tiêu vi sinh	Salmonella : Không được có trong 25 g mẫu Coliforms tổng số: Không được quá 30/g Escherichia coli: Không được có trong 25 g mẫu
5.3. Hàm lượng	Không được nhỏ hơn 900 IU nisin/mg và không được nhỏ hơn 50% muối NaCl

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phân biệt với các chất kháng khuẩn khác - Độ bền vững trong môi trường acid: Cho 100 mg mẫu vào trong dung dịch HCl 0,02N được mô tả trong phần “Dung dịch chuẩn” của phần Định lượng. Đun sôi dung dịch này trong thời gian 5 phút.

Sử dụng phương pháp định lượng dưới đây để xác định hoạt độ nisin. Xử lý nhiệt không làm giảm hoạt độ nisin. Nồng độ nisin tính toán trong mẫu đã đun sôi là $100\% \pm 5\%$ giá trị định lượng. Điều chỉnh pH của dung dịch nisin tới giá trị pH = 11 bằng cách thêm dung dịch NaOH 5N. Gia nhiệt dung dịch ở 65°C trong 30 phút, sau đó làm nguội. Điều chỉnh đến pH = 2 bằng cách nhỏ vào từng giọt dung dịch HCl. Xác định lại nồng độ nisin sử dụng phương pháp định lượng được miêu tả dưới đây. Hoạt tính kháng khuẩn của nisin mất hoàn toàn thấy rõ sau quá trình xử lý này.

- Khả năng tồn tại của vi khuẩn *Lactococcus lactis* trong môi trường có nồng độ nisin cao: Chuẩn bị nhân giống *Lactococcus lactis* (ATCC 11454, NCIMB 8596) trong sữa đã tách chất béo tiệt trùng (chất béo sữa < 1%) và ủ ấm trong 18 giờ, nhiệt độ 30°C. Chuẩn bị một hoặc nhiều bình tam giác chứa 100 ml sữa quì, tiệt trùng ở nhiệt độ 121°C trong 15 phút. Cho 0,1 g mẫu vào sữa quì đã được tiệt trùng và để ở nhiệt độ phòng trong 2 giờ. Thêm vào 0,1 ml môi trường *L.lactis* và ủ ở 30°C trong 24 giờ. Vi khuẩn *L.lactis* sẽ phát triển trong dịch mẫu có nồng độ khoảng 1.000 IU/ml; tuy nhiên, vi khuẩn *L.lactis* sẽ không phát triển ở các nồng độ tương tự của các chất kháng khuẩn khác. Phép thử này không phân biệt được nisin và subtilin.

6.2 Độ tinh khiết

Chỉ - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quì định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Nisin (theo phương pháp của Friedman và Epstein, J.Gen. Microbiol.5: 830, 1951) Chuẩn bị vi khuẩn thử:
Chuyển *Lactococcus lactis* sbsp .cremoris (ATCC 14365, NCDO 495) được nuôi cấy hàng ngày trong sữa đã tách chất béo tiệt trùng vào bình McCartney có chứa sữa quì bằng que cấy và ủ ở nhiệt độ 30°C. Chuẩn bị

sữa đã chứa vi khuẩn cho phép thử bằng cách cấy 2% dịch nuôi vi khuẩn 24h vào lượng tỷ lệ phù hợp sữa đã tách béo tiệt trùng, đặt vào bể điều nhiệt ở 300C trong 90 phút. Sau đó mang dùng ngay.

Dung dịch chuẩn gốc:

Hoà tan một lượng nisin chuẩn được cân chính xác trong dung dịch acid HCl 0,02N để tạo dung dịch 5.000 đơn vị/ml. Ngay trước khi dùng, pha loãng dung dịch này bằng acid HCl 0,02 N tạo dung dịch 50 đơn vị/ml (Lưu ý: Chế phẩm nisin của hãng Sigma, St Louis, USA hoặc Fluka gồm có 2,5% nisin, hoạt độ tối thiểu 106 IU/g, có thể sử dụng làm dung dịch chuẩn gốc tương tự, là chế phẩm có tên Nisaplin của hãng Danisco, Copenhagen, Đan Mạch).

Dung dịch mẫu:

Cân một lượng mẫu đủ để đảm bảo rằng các ống tương ứng của mẫu phù hợp với loạt chuẩn, tức là trong những giới hạn chặt chẽ, hàm lượng nisin trong mẫu và chuẩn là như nhau. Pha loãng dung dịch mẫu bằng dung dịch acid HCl 0,02N đến nồng độ 50 đơn vị nisin/ml.

Dung dịch resazurin:

Phải chuẩn bị dung dịch resazurin 0,0125% trong nước ngay trước khi dùng

Cách tiến hành:

Dùng pipet hút các thể tích (0,60; 0,55; 0,50; 0,45; 0,41; 0,38; 0,34; 0,31; 0,28; 0,26 ml) của dung dịch mẫu 50 đơn vị/ml và dung dịch chuẩn cho vào các hàng 10 ống thử vi sinh đã được làm khô, kích thước ống 6 x 5/8 inch. Bổ sung 4,6 ml sữa đã chứa vi khuẩn vào từng ống bằng thiết bị pipet tự động. Cho thêm sữa đã chứa vi khuẩn vào từng hàng ống có cùng nồng độ không đáng kể trừ hàng có 10 ống. Đặt các ống vào bể điều nhiệt ở nhiệt độ 300C trong 15 phút, sau đó làm nguội trong bể nước đá, cùng lúc đó thêm vào 1 ml dung dịch resazurin cho mỗi ống. Việc thêm vào đó được thực hiện bởi thiết bị pipet tự động. Lắc đều các ống. Tiếp đó ủ ở nhiệt độ 300C, thời gian 3 – 5 phút trong bể điều nhiệt .

Kiểm tra các ống bằng ánh sáng huỳnh quang trong buồng tối. Ống mẫu có nồng độ cao nhất phân biệt rõ trước tiên thông qua màu sắc (chẳng hạn như chuyển từ màu xanh sang màu hoa cà) được so sánh với các ống trong dòng chuẩn để tìm ra được sự đồng màu nhất. Tìm sự phù hợp ở hai nồng độ thấp hơn kế tiếp của mẫu và chuẩn. Nội suy sự phù hợp ở

các bước pha loãng một nửa. Khi các ống chuẩn đã biết hàm lượng nisin thì sẽ tính được nồng độ nisin trong dung dịch mẫu. Có được 3 nồng độ của dung dịch và trung bình của chúng. Tính hoạt độ của chế phẩm theo đơn vị IU/g.

NaCl

Cân chính xác 100 mg mẫu cho vào một bát sứ. Thêm 100 ml nước, 2 ml dung dịch dextrin 2% và 1 ml dung dịch diclorofluorescein 0,1%. Trộn đều và chuẩn độ bằng dung dịch AgNO₃ 0,1N cho đến khi AgCl kết vón lại và hỗn hợp có màu hồng nhạt.

$$\frac{V \times N \times 100 \times 58.5}{W}$$

(Nồng độ) được tính theo công thức sau:

Trong đó:

V: Thể tích dung dịch AgNO₃ dùng để chuẩn độ (ml)

N: Nồng độ đương lượng của dung dịch AgNO₃

58,5 : Khối lượng phân tử của NaCl

W: Khối lượng mẫu (mg)

PHỤ LỤC 17

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI HEXAMETHYLEN TETRAMIN

1. Tên khác, chỉ số

Hexamethylenetertramine; Hexamine; Methenamine

INS 239

ADI = 0 - 0,15 mg/kg thể trọng.

2. Định nghĩa

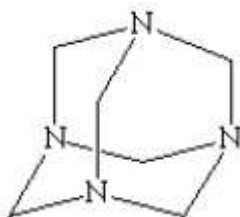
Tên hóa học

1,3,5,7-tetraazaheptan; hexamethylen- tetramin

Mã số C.A.S.

Công thức hóa học

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử

140,19

3. Cảm quan

Tinh thể không màu, bóng sáng, gần như không mùi hoặc bột tinh thể màu trắng.

4. Chức năng

Chất bảo quản chống vi sinh vật.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan	Dễ tan trong nước, tan được trong ethanol.
Formaldehyd	Phải có phản ứng đặc trưng của formaldehyd.
Amoni	Phải có phản ứng đặc trưng của amoni.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô	Không được quá 2,0%.
Tro sulfat	Không được quá 0,05%.
Các muối amoni	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng C₆H₁₂N₄ Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã sấy khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Formaldehyd	Đun nóng dung dịch mẫu thử 1/10 với dung dịch acid hydrochloric loãng (TS). Formaldehyd được giải phóng, nhận biết qua mùi của nó và tính chất làm đen giấy tẩm dung dịch bạc amoni nitrat (TS).
Amoni	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 (làm khô trên P ₂ O ₅ trong 4 giờ).
Tro sulfat	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, phương pháp I (cân 2 g mẫu).
Các muối amoni	Thêm 1 ml thuốc thử Nessler (TS) vào 10 ml dung dịch mẫu thử 5%. Màu của dung dịch không được thẫm hơn màu của hỗn hợp 1 ml thuốc thử Nessler (TS) trong 10 ml nước.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

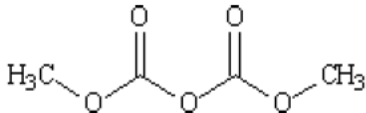
Cân 1 g (chính xác đến 0,1 mg) mẫu thử đã được làm khô trước trong 4 giờ trên P₂O₅. Cho vào cốc và thêm 40,0 ml acid sulfuric 1 N. Đun nhẹ và thêm nước từ từ (nếu cần) đến khi không thấy còn mùi formaldehyd. Làm

mát, thêm 20 ml nước, dung dịch đồ methyl (TS) và chuẩn độ acid dư bằng natri hydroxyd 1 N.

Mỗi ml acid sulfuric 1 N tương đương với 35,05 mg C₆H₁₂N₄.

PHỤ LỤC 18

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI DIMETHYL DICARBONAT

1. Tên khác, chỉ số	Dimethyl dicarbonate; DMDC, dimethyl pyrocarbonat INS 242
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Dimethyl dicarbonat
Mã số C.A.S.
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	139,09
3. Cảm quan	Dạng lỏng không màu. Chú ý: có tính ăn mòn với mắt và da, gây độc qua đường hô hấp và tiêu hóa. Phải bảo quản trong bao bì kín để tránh ẩm.
4. Chức năng	Chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong nước kèm theo phân hủy, có thể hòa lẫn với toluen.
Hấp thụ hồng ngoại	Phổ hồng ngoại của mẫu phải tương ứng với phổ chuẩn ở phần phụ lục.
5.2. Độ tinh khiết	
Dimethyl carbonat	Không được quá 0,2%.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C ₄ H ₆ O ₅	Không được thấp hơn 99,8%
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	
Dimethyl carbonat	Thiết bị: Máy sắc ký khí với detector ion hóa ngọn lửa (FID), cột sắc ký mao quản, bộ phận inlet cho kỹ thuật "on column" (VD Carlo Erba Fraktovap

4160, hoặc Hewlett-Packard 5880 hoặc 5792 hoặc các thiết bị khác tương đương).

- Cột mao quản: 50 m SE 30-D (đường kính trong 0,3 mm).

- Máy ghi (đo) thế, 1mV

- Microsyring với kim tiêm thạch anh, dung tích 0,01ml, phù hợp

Điều kiện hoạt động của thiết bị

Nhiệt độ:

- Buồng bơm mẫu: nhiệt độ phòng ~25oC.

- Detector: 200oC.

- Cột: Nhiệt độ ban đầu 30oC; giữ nhiệt độ trong 5 phút, sau đó tăng nhiệt độ lên 120oC với tốc độ 40oC/phút, giữ tại 120oC trong 5 phút.

Khí mang:

- Áp suất van sơ cấp: 3,0 bar (heli)

- Tốc độ dòng qua cột: 11 ml/phút

- Tốc độ dòng khí make up: 28ml/phút

- Tốc độ khí hydro: 35 ml/phút

- Tốc độ không khí nén: 300 ml/phút

Tốc độ máy ghi: 1 cm/phút

Thuốc thử:

Methylisobutylketon, tinh khiết sắc ký.

Tiến hành:

Cân khoảng 10 g mẫu, chính xác đến mg (lượng cân chính xác là w1 mg), cho vào 1 lọ đựng mẫu. Thêm 1 lượng (W2 mg) dimethyl-isobutyl keton tương đương với hàm lượng ước đoán của dimethyl carbonat. Đậy kín lọ, lắc kỹ và bơm vào máy sắc ký 0,002 ml.

Thời gian lưu thu được như sau:

dimethyl carbonat: ~ 2 phút

methyl-isobutyl keton: ~4,5 phút

dimethyl-isobutyl keton: ~8 phút.

Sắc ký đồ mẫu ở phần 7.2

Xác định diện tích pic, tính hàm lượng (%) dimethyl carbonat theo công

$$\frac{W2 \times F1 \times K \times 100}{F2 \times W1}$$

trong đó:

F1: Diện tích pic dimethyl carbonat

F2: Diện tích pic chuẩn

K: Hệ số hiệu chỉnh cho dimethyl carbonat

Chú ý:

1. Dimethyl dicarbonat nhạy với độ ẩm và nhiệt.
2. Nếu pic sắc ký bị chệch đôi trong những điều kiện sắc ký nào đó, diện tích pic được xác định bằng tổng diện tích của 2 pic.
3. Hệ số hiệu chỉnh đối với dimethyl carbonat được xác định khi đo dung dịch Dimethyl dicarbonat không chứa dimethyl carbonat.
4. Mẫu đã trộn chuẩn cần phân tích ngay.
5. Syring Hamilton với đầu kim bằng kim loại có thể gây ra sự phân hủy một phần Dimethyl dicarbonat.

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Lấy khoảng 70 ml aceton tinh khiết vào cốc thủy tinh dung tích 150 ml. Dùng syring lấy khoảng 1,0-1,3 g mẫu, mẫu cần cân chính xác đến 0,1 mg, cho vào cốc thủy tinh. Dùng pipet lấy chính xác 20 ml dung dịch dibutyl amin (thêm clorobenzen vào 120 g dibutyl amin đến đủ 1 l), cho vào cốc thủy tinh, khuấy đều. Chuẩn độ với acid hydrocloric 1 N, xác định điểm tương đương bằng đo thế. Tiến hành đồng thời một mẫu trắng.

Tính hàm lượng dimethyl dicarbonat theo công thức sau:

$$\frac{(V_2 - V_1) \times t \times 134,1 \times 100}{1000 \times W} = \frac{(V_2 - V_1) \times t \times 13,41}{M}$$

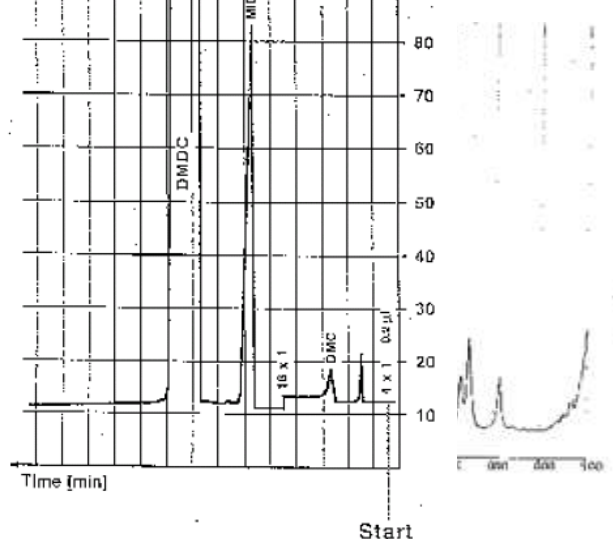
trong đó:

V1: Lượng acid hydrocloric chuẩn độ mẫu thử (ml)

7. Phổ và sắc ký đồ đối chiếu

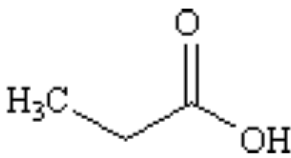
7.1. Phổ hồng ngoại chuẩn

7.2. Sắc ký đồ



PHỤ LỤC 19

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID PROPIONIC

1. Tên khác, chỉ số	Propionic acid; acid propanoic; ethylformic acid; methylacetic acid INS 280 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Acid propionic
Mã số C.A.S.	
Công thức phân tử	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	74,08
3. Cảm quan	Dung dịch sánh, có mùi hăng nhẹ
4. Chức năng	Chất bảo quản, chống nấm, chống đặc quánh, hương liệu
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Có thể trộn lẫn với nước và ethanol.
Khối lượng riêng	d ₂₀ ²⁰ = 0,993 – 0,997.
5.2. Độ tinh khiết	
Khoảng chưng cất	138,5 - 142,5o.
Cặn không bay hơi	Không được quá 0,01% (khi sấy ở 140oC đến khối lượng không đổi)
Acid formic	Không được quá 0,1 %.
Các aldehyd	Không được quá 0,2 % (tính theo propionaldehyd)
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng C₃H₆O₂ Không thấp hơn 99,5% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Acid formic

Hòa tan 15 g natri hydroxyd trong 50 ml nước, làm nguội và thêm 6 ml nước brom, khuấy để hòa tan hoàn toàn, pha loãng bằng nước đến đủ 2000 ml. Lấy 25 ml dung dịch này vào một bình nón 250 ml nút mài có chứa 100 ml nước, thêm 10 ml dung dịch natri acetat 1/5 và 10,0 ml mẫu thử. Để yên 15 phút, thêm 5 ml dung dịch kali iodid 1/4 và 10 ml acid hydrocloric. Chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đến khi dung dịch mất màu nâu. Tiến hành làm mẫu trắng song song. Sự chênh lệch giữa thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,1 N chuẩn độ mẫu thử so với mẫu trắng không được quá 4,4 ml.

Các aldehyd

Chuyển 10,0 ml mẫu thử vào bình nón 250 ml nút mài đã chứa sẵn 50 ml nước và 10,0 ml dung dịch natri bisulfite 1/8. Đậy nút và lắc đều, để yên hỗn hợp trong 30 phút. Tiến hành làm mẫu trắng song song. Sau đó chuẩn độ mẫu trắng với dung dịch iod 0,1 N đến khi màu dung dịch bắt đầu có màu nâu và tiếp tục chuẩn độ bình thử đến khi có màu tương đương với màu của bình trắng. Sự chênh lệch giữa thể tích dung dịch iod 0,1 N chuẩn độ mẫu thử so với mẫu trắng không được quá 7,0 ml.

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 3 g (chính xác đến 0,1 mg) mẫu thử, hòa tan trong 50 ml nước trong bình 250 ml, thêm dung dịch phenolphthalein (TS) và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 1 N đến khi dung dịch bắt đầu có màu hồng nhạt bền trong 30 giây.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1 N tương đương với 74,08 mg C₃H₆O₂.

PHỤ LỤC 20

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI PROPIONAT

1. Tên khác, chỉ số

Sodium propionate; Sodium propanoate;

INS 281

ADI “không giới hạn”

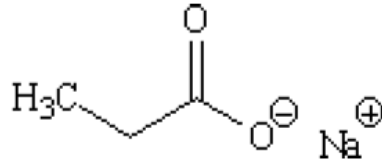
2. Định nghĩa

Tên hóa học

Natri propionat

Mã số C.A.S.

Công thức phân tử



Công thức cấu tạo

Khối lượng phân tử

96,06

3. Cảm quan

Tinh thể trắng hoặc không màu, dễ hút ẩm, có mùi đặc trưng rất nhẹ.

4. Chức năng

Chất bảo quản, chống nấm, chống đặc quánh.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Dễ tan trong nước, tan được trong ethanol.

Natri

Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

Propionat

Phải có phản ứng đặc trưng của propionat.

Muối kiềm của acid hữu cơ

Phải có phản ứng đặc trưng của muối kiềm của acid hữu cơ.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

Không được quá 4,0 %.

pH

Dung dịch mẫu thử 1/10 có pH trong khoảng 7,5 - 10,5.

Chất không tan trong nước

Không được quá 0,1 %.

Sắt

Không được quá 50,0 mg/kg.

Chì

Không được quá 5,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng C₃H₆NaO₂

Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Natri

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Propionat

Làm nóng mẫu bằng acid sulfuric ; acid propionic thoát ra có thể nhận biết bởi mùi đặc trưng.

Muối kiềm của acid hữu cơ

Nung mẫu thử ở nhiệt độ tương đối thấp. Cặn còn lại có tính kiềm và sủi

bột với acid.

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 (sấy tại 105o trong 2 giờ).
Chất không tan trong nước	Cân 5 g (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào cốc 100 ml và thêm 50 ml nước. Khuấy đến khi mẫu thử tan hoàn toàn. Lọc qua chén lọc Gooch đã cân bì (cân chính xác đến $\pm 0,2$ mg). Rửa cốc bằng 20 ml nước. Sấy khô chén lọc chứa phần không tan trong tủ sấy tại 60o đến khối lượng không đổi. để nguội trong bình hút ẩm, cân và tính hàm lượng %.
Sắt	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Cân 0,5 g mẫu. Sử dụng 2,5 ml dung dịch sắt chuẩn (25 μg Fe) làm mẫu chứng.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phân các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 3 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được sấy khô tại 105o trong 1 giờ, thêm 200 ml dung dịch acid phosphoric 50%. Đun sôi trong 2 giờ, thu lấy dịch cất. Trong suốt quá trình cất, duy trì thể tích dịch trong bình cất khoảng 200 ml bằng cách bổ sung thêm nước qua một phễu nhỏ giọt. Chuẩn độ dịch cất với dung dịch natri hydroxyd 1 N, sử dụng chỉ thị là dung dịch phenolphtalein đến khi dung dịch bắt đầu có màu hồng nhạt bền trong 30 giây.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1 N tương đương với 96,06 mg $\text{C}_3\text{H}_6\text{NaO}_2$.

PHỤ LỤC 21

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI THIOSULFAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium hyposulfite; INS 539 ADI = 0 - 0,7 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	

Tên hóa học	Natri thiosulfat
Mã số C.A.S.	7772-98-7
Công thức hóa học	Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O
Khối lượng phân tử	248,17
3. Cảm quan	Tinh thể không màu, hoặc bột tinh thể thô, chảy rữa trong không khí ẩm và lên hoa tại nhiệt độ > 33o trong không khí khô.
4. Chức năng	Chất bảo quản, chống biến màu, chất chống oxy hóa, chất tạo phức kim loại.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Rất dễ tan trong nước, không tan trong ethanol
Hoạt tính khử	Phải có phản ứng khử đặc trưng.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Thiosulfat	Phải có phản ứng đặc trưng của thiosulfat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	32 - 37% (sấy tại 40-45o dưới chân không trong 16 giờ).
Sắt	Không được quá 10,0 mg/kg.
Selen	Không được quá 5,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng Na ₂ S ₂ O ₃	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Hoạt tính khử	Thêm vào ung dịch mẫu thử 1/10 và giọt dung dịch iod (TS). Màu của dung dịch iod sẽ mất.
Natri	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
Thiosulfat	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
6.2. Độ tinh khiết	
Sắt	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn sắt (5µg sắt) làm mẫu chứng.

Selen

Thuốc thử

Acid hydrochloric, hydrazin sulfat, dung dịch chuẩn selen (100 μ g Se/ml).

Tiến hành thử

Cân 2 g \pm 0,1 g mẫu thử, cho vào cốc 50 ml.

Cân 1 g \pm 0,1 g mẫu thử, cho vào một cốc thứ hai, thêm 0,05 ml dung dịch chuẩn selen

Thêm vào cả hai cốc: 10 ml nước, 5 ml acid hydrochloric và đun sôi để loại bỏ hết SO₂; Sau đó thêm 2 g hydrazin sulfat và làm ấm dung dịch (trong cả 2 cốc) để hòa tan hoàn toàn. Pha loãng 2 dung dịch bằng nước đến đủ 50 ml và cho vào 2 ống Nessler, so màu hai dung dịch. Màu hồng của dung dịch mẫu nhạt hơn màu của dung dịch mẫu thêm chuẩn.

Chỉ

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 0,5 g (chính xác đến mg) mẫu thử. Hòa tan trong 30 ml nước. Chuẩn độ với dung dịch iod 0,1 N, dùng chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS). Tiến hành làm mẫu trắng song song.

Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 15,81 mg Na₂S₂O₃.

QCVN 4 - 13: 2010/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT ỔN ĐỊNH**

National technical regulation on Food Additive - Stabilizer

HÀ NỘI - 2010

LỜI NÓI ĐẦU

QCVN 4- :2010/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số/2010/TT-BYT ngày tháng năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT ỔN ĐỊNH

NATIONAL TECHNICAL REGULATION ON FOOD ADDITIVE – STABILIZER

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất ổn định được sử dụng với mục đích làm phụ gia thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất ổn định làm phụ gia thực phẩm (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).

2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

3.1. Chất ổn định: là phụ gia thực phẩm được sử dụng với mục đích duy trì sự phân tán của hai hay nhiều thành phần nhằm tạo nên sự đồng nhất cho sản phẩm

3.2. JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food additive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006): Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.

3.3. Mã số C.A.S (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.

3.4. TS (test solution): Dung dịch thuốc thử.

3.5. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.

3.6. MTDI (Maximum tolerable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày tối đa chịu đựng được.

3.7. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các chất ổn định được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Polyvinylpyrrolidon

- 1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci lactat
- 1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali dihydrocitrat
- 1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dinatri orthophosphat
- 1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dikali orthophosphat
- 1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với tricalci orthophosphat
- 1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với amoni polyphosphat
- 1.8. Phụ lục 8: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri hydrogcarbonat
- 1.9. Phụ lục 9 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali carbonat
- 1.10. Phụ lục 10 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với amoni hydrocarbonat
- 1.11. Phụ lục 11 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali clorid
- 1.12. Phụ lục 12 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với monokali orthophosphat

2. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci carbonat sử dụng làm chất ổn định được quy định tại QCVN 3-4 :2010/BYT ban hành kèm theo Thông tư số 17/TT-BYT ngày 20/5/2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

3. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong Quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong các phụ lục. Các phương pháp thử được hướng dẫn trong Quy chuẩn này không bắt buộc phải áp dụng, có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

4. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư 16/2009/TT-BKHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất ổn định phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất ổn định

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất ổn định phải thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

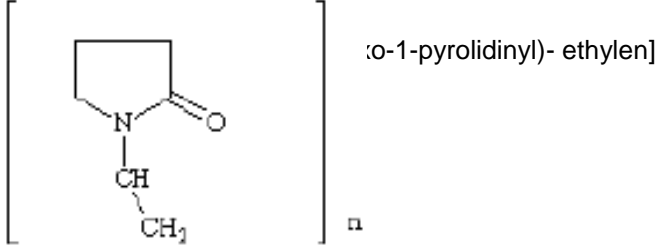
1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.
2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất ổn định sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

1. Giao Cục An toàn vệ sinh thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn triển khai và tổ chức việc thực hiện Quy chuẩn này.
2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.
3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

PHỤ LỤC 1

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI POLYVINYLPIRROLIDON

1. Tên khác, chỉ số	Povidone, PVP, Polyvinylpyrrolidone INS 1201 ADI = 0-50 mg/kg
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	
Mã số C.A.S.	
Công thức phân tử	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	
3. Cảm quan	Bột trắng tới nâu nhạt, chế phẩm thương mại gồm 2 dạng khối lượng phân tử, giá trị khối lượng phân tử chung là trung bình cộng giá trị khối lượng phân tử của 2 dạng.
4. Chức năng	Tác nhân làm trong, chất ổn định, chất làm dày, tá dược viên nén, tác nhân phân tán.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong nước, ethanol và cloroform; không tan trong ether
pH	3,0 – 7,0 (dung dịch 5%)
Tạo kết tủa	Phải có phản ứng tạo kết tủa đặc trưng.
5.2. Độ tinh khiết	
Nước	Không được quá 5%.
Độ nhớt tương đối	Từ 1,188 tới 1,325 đối với chế phẩm có khối lượng phân tử thấp, và từ 3,225 tới 5,662 đối với chế phẩm có khối lượng phân tử cao (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Tro toàn phần	Không được quá 0,02%.
Aldehyd	Không được quá 0,2% (tính theo acetaldehyd)
Hàm lượng monomer	Không được quá 1,0% (tính theo vinylpyrrolidon) (mô tả trong phần

	Phương pháp thử).
Hydrazin	Không được quá 1,0 mg/kg (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng Nitrogen	Không được nhỏ hơn 12,2% và không quá 13,0% Nitrogen (N) tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	
6.1 Định tính	
Tạo kết tủa	<p>Thêm 5 acid hydrochloric loãng (TT), 5 ml nước và 2 ml dung dịch kali dicromat 1/10 vào 5 ml dung dịch chế phẩm thử 1/50. Xuất hiện tủa vàng.</p> <p>Thêm 5 ml dung dịch chế phẩm thử 1/50 vào 75 mg cobalt nitrat và 0,3 g amoni thiocyanat đã hòa tan trong 2 ml nước, lắc đều và acid hóa bằng acid hydrochloric loãng (TT). Xuất hiện tủa màu xanh nhạt.</p> <p>Thêm 1 acid hydrochloric 25% (TT), 5 ml bari clorid 5% và 1 ml dung dịch acid phosphomolybdotungstic 5% vào 5 ml dung dịch chế phẩm thử 1/50. Khối tủa trắng lớn tạo thành, tủa này dần dần chuyển sang màu xanh khi để dưới ánh sáng ban ngày (Chú ý: sự xuất hiện màu xanh dưới ánh sáng ban ngày dùng để phân biệt polyvinylpyrrolidon với polyethylen oxyd, chất này cho tủa tương tự với thuốc thử trên nhưng vẫn giữ nguyên màu trắng dưới ánh sáng ban ngày).</p>
6.2. Độ tinh khiết	
Nước	<ul style="list-style-type: none"> - Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. - Phương pháp Karl Fischer.
Độ nhớt tương đối	<p>Cho một lượng cân chính xác mẫu thử, tương ứng với 1 g polyvinylpyrrolidon khan, vào một bình nón 250 ml, và tính lượng nước thêm vào để thu được dung dịch 1%. Để hỗn hợp ở nhiệt độ phòng, thỉnh thoảng lắc, tới khi tan hoàn toàn, sau đó để yên trong 1 giờ nữa. Lọc qua phễu lọc xốp khô có lỗ lọc thô, sau đó cho 10 ml dịch lọc vào nhớt kế Cannon-Fenske, hoặc loại tương đương, và đặt nhớt kế vào trong nồi cách thủy duy trì nhiệt độ ở $25 \pm 0,05^\circ\text{C}$. Sau khi để dung dịch mẫu thử và pipet trong nồi cách thủy để làm ấm trong 10 phút, lấy dung dịch bằng cách hút lên rất nhẹ qua ống mao quản tới khi tạo thành mặt khum của chất lỏng từ 3 tới 4 mm trên vạch. Giảm từ từ chân không, và khi mặt khum của chất lỏng đạt tới vạch mức trên, bắt đầu tính thời gian</p>

chảy qua mao quản. Ghi chính xác thời gian khi mặt khum của chất lỏng đạt đến vạch mức dưới, và tính thời gian chảy chính xác tới 0,1 giây. Lập lại phép thử này ít nhất 3 lần. Giá trị thu được phải không lệch quá 0,3 giây; nếu không, xác định lại với 10 ml dung dịch mẫu thử khác sau khi rửa ống đo độ nhớt bằng dung dịch rửa acid sulfuric-dicromat. Tính thời gian chảy trung bình của dung dịch mẫu thử, và sau đó, đo thời gian chảy trung bình theo cách tương tự của 10 ml nước lọc trên cùng ống đo độ nhớt. Tính độ nhớt tương đối bằng cách chia thời gian chảy trung bình của dung dịch mẫu thử cho thời gian chảy trung bình của nước.

Tro toàn phần

Cân 10 g mẫu thử.

Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4

Aldehyd

Cho khoảng 10 g mẫu thử, cân chính xác và hòa tan trong 300 ml nước, vào bình đáy tròn 1000 ml có chứa 80 ml acid sulfuric 25%, đun hồi lưu trong khoảng 45 phút dưới một ống sinh hàn làm lạnh bằng nước, và sau đó cất khoảng 100 ml vào bình hứng có 20 ml hydroxylamin hydroclorid 1 N trước đó đã được điều chỉnh tới pH 3,1. Chuẩn độ hỗn hợp trong bình chứa bằng natri hydroxyd 0,1 N tới pH 3,1, dùng máy đo pH. Tiến hành làm một mẫu trắng và hiệu chỉnh nếu cần.

1 ml natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 4,405 mg C₂H₄O.

Hàm lượng monomer

Hòa tan khoảng 4 g mẫu thử, cân chính xác, vào 30 ml nước trong bình đáy tròn 125 ml, thêm 0,5 g natri acetat, trộn đều và bắt đầu chuẩn độ bằng iod 0,1 N. Khi màu của iod không còn nhạt đi nữa, thêm 3,0 ml dung dịch chuẩn độ, để yên dung dịch trong khoảng 5 tới 10 phút. Thêm hồ tinh bột (TT), và chuẩn độ iod dư bằng natri thiosulfat 0,1 N. Song song tiến hành làm một mẫu trắng, sử dụng cùng thể tích iod 0,1 N, lấy chính xác, như mẫu thử.

1 ml iod 0,1 N tương ứng với 5,56 mg vinylpyrrolidon.

Hydrazin

Cho 2,5 g chế phẩm thử vào một ống ly tâm 50 ml, thêm 25 ml dung dịch salicylaldehyd 1/20 trong methanol, lắc xoáy, và đun nóng trong cách thủy ở 60°C trong 15 phút. Để nguội, thêm 2,0 ml toluen, đậy nắp ống ly tâm, lắc mạnh trong 2 phút, và ly tâm. Trên bản mỏng sắc ký thích hợp, được phủ lớp hỗn hợp silica gel dimethylsilan hóa dày 0,25 mm, chấm 10 µL lớp toluen trong phía trên trong ống ly tâm và 10 µL dung dịch chuẩn salicylaldazin trong toluen chứa 9,38 µg/ml. Để vết chấm khô, và khai triển trong hệ dung môi methanol và nước (2:1) tới khi tuyến dung môi đi được ba phần tư chiều dài của bản mỏng. Lấy bản mỏng ra khỏi

bình triển khai, đánh dấu tuyến dung môi, và để cho dung môi bay hơi. Phát hiện vết trên bản mỏng dưới ánh sáng tử ngoại tại bước sóng 365 nm: vết salicylaldazin phát quang có giá trị R_f khoảng 0,3, và huỳnh quang của bất kỳ vết salicylaldazin của mẫu thử không được đậm hơn vết thu được của dung dịch chuẩn salicylaldazin (hydrazin 1 ppm).

Dung dịch chuẩn Salicylaldazin: Hòa tan 300 mg hydrazin sulfat trong 5 ml dung dịch salicylaldehyd 20% (tt/tt) trong alcol isopropyl mới pha, lắc đều, và để yên tới khi xuất hiện tủa màu vàng. Chiết hỗn hợp hai lần, mỗi lần với 15 ml methylen clorid. Gộp dịch chiết methylen clorid, và làm khô trên natri sulfat khan. Gạn dung dịch methylen clorid, và cô tới khô. Kết tinh lại cặn salicylaldazin từ hỗn hợp toluen và methanol ẩm (60:40) bằng cách làm lạnh; lọc và làm khô tinh thể trong chân không. Tinh thể có khoảng chảy từ 213oC tới 214oC.

Chỉ

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

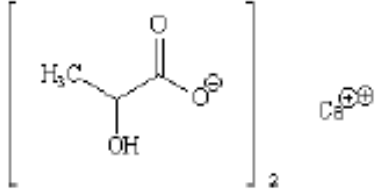
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Tiến hành theo chỉ dẫn trong phần Xác định Nitrogen ở Vol.4, sử dụng khoảng 1 g chế phẩm thử, cân chính xác.

PHỤ LỤC 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI LACTAT

1. Tên khác, chỉ số	INS 327 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Calci dilactat, calci dilactat dihydrat, muối calci của acid 2-
Mã số C.A.S.	
Công thức phân tử	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	218,22 (dạng khan)
3. Cảm quan	Bột tinh thể hoặc hạt nhỏ màu trắng đến kem, hầu như không mùi. Dạng pentahydrat đôi khi có thể lên hoa.
4. Chức năng	Chất ổn định, đệm, thức ăn cho men
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong nước, không tan trong ethanol.
Lactat	Phải có phản ứng đặc trưng của lactat.
Calci	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	Không được quá 30%
pH	Trong khoảng từ 6,0 - 8,0 (Dung dịch mẫu thử 1/20).
Độ acid	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Muối magnesi và các muối kiềm	Không được quá 1 %
Florid	Không được quá 30 mg/kg
Chì	Không được quá 2 mg/kg
5.3. Hàm lượng C ₆ H ₁₀ CaO ₆	Không thấp hơn 98,0% tính theo chất khô.
6. Phương pháp thử	
6.1 Định tính	

Lactat	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
Calci	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
6.2 Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Sấy tại 120o trong 4 giờ.
Độ acid	Hòa tan 1 g mẫu thử trong 20 ml nước, thêm 3 giọt dung dịch phenolphtalein (TS) và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 0,1 N. Thể tích dung dịch natri hydroxyd 0,1 N sử dụng không được quá 0,5 ml.
Muối magnesi và các muối kiềm	Cân 1 g mẫu thử, hòa tan trong 40 ml nước, thêm 0,5 g amoni clorid và thêm khoảng 20 ml dung dịch amoni oxalat (TS). Đun trong bể cách thủy trong 1 giờ, làm mát, thêm nước đến đủ 100 ml và lọc. Lấy 50 ml dịch lọc, thêm 0,5 ml acid sulfuric và cho bay hơi hỗn hợp đến cạn. Nung cạn tới khối lượng không đổi. Để nguội, cân và tính hàm lượng %. Khối lượng cạn không được quá 5 mg.
Florid	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.3. Định lượng	Cân 350 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước. Hòa tan trong 150 ml nước có chứa 2 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TS). Khuấy đều (tốt nhất khuấy bằng máy khuấy từ), trong khi khuấy dùng buret thêm khoảng 30 ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M. Sau đó thêm 15 ml natri hydroxyd (TS) và 300 mg hỗn hợp chỉ thị xanh da trời hydroxy-naphtol, tiếp tục chuẩn độ đến điểm kết thúc, dung dịch có màu xanh da trời. Mỗi ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M tương đương với 10,91 mg C ₆ H ₁₀ CaO ₆ .

PHỤ LỤC 3

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI DIHYDROCITRAT

1. Tên khác, chỉ số	Monopotasium citrate; Potasium citrate monobasic INS 332i ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Kali dihydrogen citrat; Muối monokali của acid 2-hydroxy-1,2,3-tripropionicarboxylic
Mã số C.A.S.	
Công thức phân tử	$\begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{COOH} \\ \\ \text{HO}-\text{C}-\text{COO}^\ominus \\ \\ \text{CH}_2-\text{COOH} \end{array} \quad \text{K}^\oplus$
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	230,21
3. Cảm quan	Tinh thể trong hoặc bột tinh thể trắng, không mùi.
4. Chức năng	Chất ổn định, đệm, chất tạo phức kim loại, thức ăn cho nấm men.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, rất ít tan trong ethanol.
pH	Dung dịch mẫu thử 1/10 có pH trong khoảng 3,5 - 3,9.
Citrat	Phải có phản ứng đặc trưng của citrat.
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	Không được quá 0,5% (sấy tại 105o trong 4 giờ).
Oxalat	Không được quá 0,04%.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C ₆ H ₇ NaO ₇	Không thấp hơn 99,0% và không được quá 101,0% tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Citrat	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Kali	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
6.2 Độ tinh khiết	
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.3. Định lượng	Cân khoảng 180 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã sấy khô, hòa tan trong 25 ml nước và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 0,1 N, xác định điểm kết thúc chuẩn độ bằng đo thế . Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 11,511 mg C ₆ H ₇ NaO ₇ .

PHỤ LỤC 4

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI DINATRI HYDROGEN PHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Disodium hydrogen phosphate; Disodium phosphate; Dibasic sodium phosphate; Disodium acid phosphate; secondary sodium phosphate; Dinatri orthophosphat INS 339ii MTDI=70mg/kg thể trọng tính theo Phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Dinatri hydrogen phosphat; Dinatri hydrogen orthophosphat; Dinatri hydrogen monophosphat;
Mã số C.A.S.	7558-79-4
Công thức hóa học	Dạng khan: Na ₂ HPO ₄ Dạng hydrat: Na ₂ HPO ₄ .xH ₂ O
Khối lượng phân tử	141,98 (dạng khan)
3. Cảm quan	Dạng khan: Bột trắng, không mùi, háo nước. Dạng dihydrat: Tinh thể trắng, không mùi. Dạng heptahydrat: Tinh thể trắng, không mùi có thể lên hoa hoặc dạng bột hạt nhỏ. Dạng dodecahydrat: Tinh thể hoặc bột màu trắng, không mùi, có thể lên hoa.

4. Chức năng	Chất ổn định, chất nhũ hóa, đệm, chất tạo kết cấu
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.
pH	9,0-9,6 (dung dịch 1/100).
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
Orthophosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của orthophosphat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Dạng khan: Không được quá 5,0% (40oC trong 3 giờ, sau đó 105oC trong 5 giờ) Dạng dihydrat: Không được quá 22,0% (40oC trong 3 giờ, sau đó 105oC trong 5 giờ) Dạng heptahydrat: Không được quá 50,0% (40oC trong 3 giờ, sau đó 105oC trong 5 giờ) Dạng dodecahydrat: Không được quá 61,0% (40oC trong 3 giờ, sau đó 105oC trong 5 giờ)
Các chất không tan trong nước	Không được quá 0,2%.
Florid	Không được quá 50,0 mg/kg.
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng Na ₂ HPO ₄	Không được thấp hơn 98,0% sau khi sấy khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Natri	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
Phosphat	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
Orthophosphat	Hòa tan 0,1g mẫu trong 10ml nước cất. Acid hóa nhẹ dung dịch bằng acid acetic loãng (TS), thêm 1ml dung dịch bạc nitrat (TS). Trong dung dịch phải xuất hiện kết tủa màu vàng
6.2. Độ tinh khiết	

Florid	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - phương pháp I hoặc III.
Arsen	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - phương pháp II.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 6,5g mẫu thử, chính xác đến mg, mẫu thử đã được làm khô trước, cho vào cốc 250ml. Thêm 50ml dung dịch acid hydrochloric 1N và 50ml nước cất, khuấy đều đến khi mẫu tan hết. Cho điện cực của pH kế thích hợp vào dung dịch và chuẩn độ lượng acid dư bằng dung dịch natri hydroxyd 1N đến điểm uốn tại khoảng pH = 4, ghi lại thể tích đọc trên buret, tính toán thể tích (A) acid hydrochloric 1N mẫu thử đã tiêu thụ. Tiếp tục chuẩn độ đến điểm uốn tại khoảng pH=8,8; ghi lại thể tích trên buret và tính thể tích dung dịch (B) natri hydroxyd 1N đã tiêu tốn để chuẩn độ giữa 2 điểm uốn (pH=4 đến pH=8,8).

Nếu (A) bằng hoặc nhỏ hơn (B), mỗi ml HCl 1N trong thể tích (A) tương đương với 142,0mg Na₂HPO₄.

Nếu (A) lớn hơn (B), mỗi ml natri hydroxyd 1N trong hiệu thể tích 2(B)-(A) tương đương với 142,0mg Na₂HPO₄.

PHỤ LỤC 5

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI DIKALI HYDROGEN PHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Dipotassium hydrogen phosphate; Dibasic potassium phosphate; Dipotassium monophosphate; Dipotassium phosphate; Dipotassium acid phosphate; Secondary potassium phosphate INS 340ii MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính theo Phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Dikali hydrogen phosphat; Dikali hydrogen orthophosphat; Dikali hydrogen monophosphat
Mã số C.A.S.	7758-11-4
Công thức hóa học	K_2HPO_4
Khối lượng phân tử	174,18
3. Mô tả	Dạng bột hạt, tinh thể hoặc khối không màu hoặc có màu trắng; dạng tan chảy
4. Chức năng	Chất ổn định, chất độn, chất tạo phức kim loại, thực phẩm cho nấm men
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.
pH	8,7-9,3 (dung dịch 1/100).
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
Orthophosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của orthophosphat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 5% (105°C trong 4 giờ).
Các chất không tan trong nước	Không được quá 0,2%.
Fluorid	Không được quá 10,0 mg/kg.
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng K_2HPO_4	Không được thấp hơn 98,0% sau khi sấy khô

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Kali	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
Phosphat	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
Orthophosphat	Hòa tan 0,1 g mẫu thử trong 10 ml nước cất, acid hóa nhẹ dung dịch bằng acid acetic loãng (TS) và thêm 1 ml bạc nitrat (TS). Trong dung dịch phải xuất hiện kết tủa màu vàng

6.2. Độ tinh khiết

Fluorid	<p>Cân 5 g mẫu thử cho vào một bình cầu cất 250 ml, thêm 25 ml nước, 50 ml acid perchloric, 5 giọt dung dịch bạc nitrat (1 trong 2) và vài viên bi thủy tinh. Nối bình cầu với 1 ống sinh hàn có gắn nhiệt kế và một ống mao quản sục khí, đầu nhiệt kế và ống mao quản phải ngập trong dung dịch chứa trong bình. Gắn một phễu nhỏ giọt chứa nước hoặc bộ sinh hơi nước vào ống mao quản. Đặt bình trên đế amiăng có lỗ sao cho 1/3 đáy bình tiếp xúc với ngọn lửa. Tiến hành cất đến khi nhiệt độ trong bình đạt 1350C. Thêm nước từ phễu vào bình hoặc cho hơi nước qua bình để duy trì nhiệt độ trong bình luôn đạt 1350C -1400C. Tiếp tục cất đến khi thu được 225-240 ml dịch cất sau đó pha loãng dịch cất thu được với nước đến đủ 250 ml, lắc đều. Lấy 50 ml dung dịch này cho vào một ống Nessler 100 ml. Trong một ống Nessler tương tự khác lấy 50 ml nước làm mẫu chứng. Thêm vào mỗi ống 0,1 ml dung dịch natri alizarinsulfonat (1 trong 1000) đã lọc và 1 ml dung dịch hydroxylamin (1 trong 4000) mới pha, lắc đều. Thêm từng giọt dung dịch natri hydroxyd 0,05 N vào ống chứa dịch cất, vừa thêm vừa khuấy, đến khi màu ống chứa dịch cất giống với màu ống chứng, là màu hồng nhạt. Sau đó thêm vào mỗi ống chính xác 1 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 N và lắc đều. Sử dụng buret chia vạch 0,05 ml thêm từ từ vừa đủ dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) vào ống chứa dịch cất để sau khi lắc đều màu của dung dịch chuyển về màu hồng nhạt. Ghi thể tích dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) đã sử dụng, thêm chính xác cùng lượng dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) như vậy vào ống chứng, lắc đều. Dùng buret thêm dung dịch natri fluorid (TS) (10 µg F / ml) vào ống chứng để cho màu hai ống giống nhau sau khi pha loãng về cùng thể tích. Lắc đều, để yên cho bọt khí thoát hết trước khi so màu. Kiểm tra điểm tương đương bằng cách thêm 1-2 giọt dung dịch natri fluorid (TS) vào ống chứng. Sự thay đổi màu rõ rệt sẽ xảy ra. Ghi lại thể tích dung dịch natri fluorid (TS) đã sử dụng. Thẻ</p>
---------	---

tích dung dịch natri flourid dùng cho ống chứng phải không quá 1 ml.

Arsen

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4- phương pháp II.

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 6,5 g (chính xác đến mg) mẫu thử, đã được làm khô trước, cho vào cốc 250 ml. Thêm 50 ml dung dịch acid hydrocloric 1 N và 50 ml nước cất, khuấy đều đến khi mẫu tan hết. Cho điện cực của pH kế thích hợp vào dung dịch và chuẩn độ lượng acid dư bằng dung dịch natri hydroxyd 1 N đến điểm uốn tại pH~4, ghi lại thể tích đọc trên buret, tính thể tích (A) acid hydrocloric 1 N mẫu thử đã sử dụng. Tiếp tục chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 1 N đến điểm uốn tại pH~8,8; ghi lại thể tích trên buret và tính thể tích dung dịch (B) natri hydroxyd 1N đã sử dụng để chuẩn độ giữa 2 điểm uốn (pH~4 đến pH~8,8).

Nếu $(A) \leq (B)$, mỗi ml acid hydrocloric 1 N trong thể tích (A) tương đương với 174,2 mg K_2HPO_4 .

Nếu $(A) > (B)$, mỗi ml natri hydroxyd 1 N trong hiệu thể tích $2(B)-(A)$ tương đương với 174,2 mg K_2HPO_4 .

PHỤ LỤC 6

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI TRICALCI ORTHOPHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Calcium phosphate, tribasic; Calcium phosphate kết tủa; INS 341iii MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính theo phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	Bao gồm hỗn hợp với các tỷ lệ khác nhau của các muối calci phosphat, thành phần gần đúng là $10\text{CaO} \cdot 3\text{P}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Chế phẩm thương mại còn được phân loại theo chỉ số chuẩn độ.
3. Cảm quan	Dạng bột màu trắng, không mùi, bền trong không khí.
4. Chức năng	Chất ổn định, chất chống đông vón, đệm.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Khó tan trong nước, không tan trong ethanol, tan trong acid hydrochloric loãng và acid nitric loãng.
Calci	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi nung	Không được quá 10% sau khi nung đến khối lượng không đổi tại 825 oC.
Fluorid	Không được quá 50 mg/kg.
Chì	Không được quá 4 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	Không được thấp hơn tương đương 90% $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ tính theo chế phẩm sau khi nung.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Calci	Hòa tan khoảng 100 mg mẫu thử bằng cách đun nóng với 5 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TS) và 5 ml nước. Thêm nhỏ giọt dung dịch amoniac (TS) vào hỗn hợp, vừa thêm vừa lắc đều, sau đó thêm 5 ml dung dịch amoni oxalat (TS). Trong dung dịch xuất hiện kết tủa trắng.
Phosphat	Hòa tan mẫu thử trong acid nitric dư, đun nóng hỗn hợp, thêm dung dịch amoni molybdat (TS). Trong dung dịch xuất hiện kết tủa màu vàng.
6.2 Độ tinh khiết	

Fluorid	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Phương pháp I hoặc III
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân 200 mg (chính xác đến 0,1 mg) mẫu thử, hoà tan trong hỗn hợp gồm 10ml dung dịch acid nitric loãng (TS) và 25 ml nước. Lọc nếu cần, rửa kết tủa, thêm dung dịch amoniac (TS) vào dịch lọc vừa đủ để tạo kết tủa nhẹ. Sau đó hòa tan kết tủa bằng cách thêm 1 ml dung dịch acid nitric loãng (TS). Chính nhiệt độ về 50o, thêm 75 ml dung dịch amoni molybdat (TS). Giữ nhiệt độ tại 50o trong 30 phút, thỉnh thoảng khuấy. Gạn rửa tủa 1 hoặc hai lần, mỗi lần với 30 đến 40 ml nước. Chuyển tủa sang một phễu lọc và rửa tủa bằng dung dịch kali nitrat (1/100) đến khi dịch rửa không còn acid khi thử bằng giấy quỳ. Chuyển tủa, giấy lọc vào một bình kết tủa, thêm 40 ml natri hydroxyd 1N, lắc đều đến khi kết tủa tan hoàn toàn, thêm 3 giọt dung dịch phenolphthalein (TS), sau đó chuẩn độ kiềm dư bằng acid sulfuric 1N.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1N tương đương với 6,743 mg $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

PHỤ LỤC 7

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI AMONI POLYPHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	INS 452v MTDI = 70 mg/kg thể trọng, tính theo phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Amoni polyphosphat
Mã số C.A.S.	6833-79-9
Công thức hoá học	Hỗn hợp dị thể các muối amoni của acid polyphosphoric được trùng ngưng mạch thẳng có công thức chung: $\text{H}_n+2\text{P}_n\text{O}_{3n+1}$
3. Cảm quan	Dạng dung dịch lỏng
4. Chức năng	Chất ổn định, tạo phức kim loại, chất nhũ hoá

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan	Tan hoàn toàn trong nước
pH	4,0 – 9,0 (dung dịch 1%)
Amoni	Phải có phản ứng đặc trưng của amoni.
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.

5.2. Độ tinh khiết

Phosphat mạch vòng	Không vượt quá 8,0% tính theo P ₂ O ₅
Fluorid	Không vượt quá 10,0 mg/kg
Arsen	Không vượt quá 3,0 mg/kg
Chì	Không vượt quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng	Không được thấp hơn 55,0% và không được quá 75,0% tính theo P ₂ O ₅ trên chế phẩm khan

6. Phương pháp thử

6.1 Định tính

Amoni	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
Phosphat	- Trộn đều 0,5 g mẫu với 10 ml acid HNO ₃ và 50 ml nước, đun sôi trong 30 phút và để nguội. - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4

6.2 Độ tinh khiết

Phosphat mạch vòng	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
Fluorid	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
Arsen	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3 Định lượng

Tiến hành như chỉ dẫn « Xác định photphat tính theo P₂O₅ », Phương pháp

PHỤ LỤC 8

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI HYDROCARBONAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium hydrogen carbonate; bột nở; soda bicarbonat; natri bicarbonat INS 500(ii) ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Natri hydrogen carbonat, natri acid carbonat
Mã số C.A.S.	144-55-8
Công thức hóa học	NaHCO ₃
Khối lượng phân tử	84,01
3. Cảm quan	Khối tinh thể hoặc bột tinh thể trắng hoặc không màu
4. Chức năng	Chất ổn định, chất kiềm hóa, bột nở, đệm, chất tạo xốp
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong nước, không tan trong ethanol.
pH	8,0 - 8,6 (dung dịch mẫu thử 1/100 trong nước lạnh, không lắc)
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Carbonat	Phải có phản ứng đặc trưng của carbonat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	Không được quá 0,25% (Trên silicagel, trong 4 giờ).
Các chất không tan trong nước Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).	
Muối amoni	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng NaHCO ₃	Không được thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm khan
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Natri	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Carbonat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Các chất không tan trong nước 1 g mẫu thử hoà tan hoàn toàn trong 20 ml nước phải thu được dung dịch trong.

Muối amoni Đốt nóng 1 g mẫu thử trong một ống nghiệm. Không được có mùi ammoniac.

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp với hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ).

6.3. Định lượng

Cân 3 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã sấy khô, hòa tan trong nước, thêm chỉ thị là dung dịch da cam methyl (TS) và chuẩn độ bằng acid sunfuric 1 N.

Mỗi ml acid sulfuric 1 N tương đương với 84,01 mg NaHCO₃.

PHỤ LỤC 9

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI CARBONAT

- | | |
|---------------------|--|
| 1. Tên khác, chỉ số | INS 501(i)
ADI “không giới hạn” |
| 2. Định nghĩa | |
| Tên hóa học | Kali carbonat, muối kali của acid carbonic |
| Mã số C.A.S. | 584-08-7 |
| Công thức hóa học | Dạng khan: K ₂ CO ₃
Dạng hydrat hóa: K ₂ CO ₃ .1½H ₂ O |
| Khối lượng phân tử | 138,21 (dạng khan) |
| 3. Cảm quan | Bột dễ hút ẩm, màu trắng, không mùi. Dạng hydrat hóa thường gặp là tinh thể hoặc hạt nhỏ trắng, trong. |
| 4. Chức năng | Chất ổn định, chất kiềm hóa |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |

PHỤ LỤC 10

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI AMONI HYDROCARBONAT

1. Tên khác, chỉ số	Amonium hydrogen carbonate; amoni bicarbonat INS 503(ii) ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Amoni hydrogcarbonat
Mã số C.A.S.	1066-33-7
Công thức hóa học	CH ₅ NO ₃
Công thức cấu tạo	NH ₄ HCO ₃
Khối lượng phân tử	79,06
3. Cảm quan	Tinh thể trắng hoặc bột tinh thể có mùi ammoniac nhẹ.
4. Chức năng	Chất ổn định, bột nổi.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, không tan trong ehtanol
pH	Khoảng 8,0 (dung dịch 1/20).
Carbonat	Phải có phản ứng đặc trưng của carbonat.
Amoni	Phải có phản ứng đặc trưng của amoni.
Nhiệt	Khi bị đốt nóng, mẫu thử hóa hơi mà không bị than hóa, hơi có tính kiềm khi thử bằng giấy quỳ ẩm.
5.2. Độ tinh khiết	
Cặn không bay hơi	Không được quá 500,0 mg/kg (Sử dụng 4 g mẫu thử trong 10 ml nước)
Clorid	Không được quá 30,0 mg/kg (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Sulfat	Không được quá 70,0 mg/kg (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg (mô tả trong phần Phương pháp thử).
5.3. Hàm lượng NH ₄ CO ₃	Không được thấp hơn 99,0%
6. Phương pháp thử	

6.1. Định tính

Carbonat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Amoni Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Clorid - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Hoà tan 500 mg mẫu thử trong 10ml nước nóng, thêm khoảng 5mg natri carbonat, làm khô trên bề cách thủy. Thử cặn thu được như hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn clorid. Độ đục của dung dịch thu được không vượt quá độ đục của dung dịch tiến hành như trên đối với mẫu chứng có chứa 15 µg ion clorid (Cl⁻).

Sulfat Hoà tan 4g mẫu thử trong 40ml nước. Thêm 10mg natri carbonat và 1ml hydrogen peroxyd 30% và làm khô trên bề cách thủy. Xử lý cặn thu được theo hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn sulfat. Độ đục của dung dịch thu được không quá độ đục của dung dịch tiến hành như trên đối với mẫu chứng có chứa 280 µg ion sulfat (SO₄²⁻).

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp với hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ).

6.3. Định lượng

Lấy 10ml nước vào một cốc cân. Tiến hành xác định bì (cốc và nước). Thêm vào cốc 2g mẫu thử (cân chính xác đến mg). Chuyển toàn bộ hỗn hợp trong cốc vào một bình nón 250ml. Thêm từ từ, vừa thêm vừa lắc 50ml acid sulfuric 1N. Sau khi dung dịch đã phản ứng xong, tráng rửa thành bình, thêm chỉ thị là dung dịch da cam methyl (TS) và chuẩn độ acid dư bằng dung dịch natri hydroxyd 1N.

Mỗi ml acid sulfuric 1N tương đương với 79,06 mg NH₄HCO₃.

PHỤ LỤC 11

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI CLORID

1. Tên khác, chỉ số	Sylvite; Sylvine INS 508 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Kali clorid
Mã số C.A.S.	7447-40-7
Công thức hóa học	KCl
Khối lượng phân tử	74,56
3. Cảm quan	Tinh thể không màu hình khối lập phương, lăng trụ hoặc thon dài; hoặc dạng bột, hạt nhỏ màu trắng; không mùi.
4. Chức năng	Chất ổn định, gia vị, chất tạo gel, thức ăn cho nấm men.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.
Clorid	Phải có phản ứng đặc trưng của clorid.
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	Không được quá 1,0 % (105oC trong 2 giờ).
Độ acid hoặc độ kiềm	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Iodid hoặc bromid	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Natri	Âm tính (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng KCl	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Clorid	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
Kali	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Độ acid hoặc độ kiềm	Cân 5 g mẫu thử, hòa tan trong 50 ml nước mới đun sôi, để nguội, thêm 3 giọt dung dịch phenolphtalein (TS). Dung dịch không được có màu hồng. Sau đó thêm 0,3 ml dung dịch natri hydroxyd 0,02 N, dung dịch chuyển thành màu hồng.
Iodid hoặc bromid	Cân 2 g mẫu thử, hòa tan trong 6 ml nước, thêm 1 ml cloroform, sau đó thêm nhỏ giọt 5 ml hỗn hợp gồm dung dịch clor (TS) và nước (1:1 – tt/tt), vừa thêm vừa lắc đều. Lớp cloroform không được có màu tím (không bền) hoặc màu cam (bền).
Natri	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 250 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã làm khô hòa tan trong 50 ml nước trong một bình thủy tinh nút mài. Thêm 50 ml dung dịch bạc nitrat 0,1 N, 3 ml acid nitric và 5 ml nitrobenzen, vừa thêm vừa lắc mạnh, thêm 2 ml sắt (III) amoni sulfat (TS). Chuẩn độ lượng bạc nitrat dư với dung dịch amoni thiocyanat 0,1 N.

Mỗi ml dung dịch bạc nitrat 0,1 N tương đương với 7,456 mg KCl.

PHỤ LỤC 12

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI DIHYDROGEN PHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium dihydrogen phosphate; Monobasic potassium phosphate; Monopotassium monophosphate; Potassium acid phosphate; Potassium biphosphate INS 340i MTDI=70mg/kg thể trọng tính theo Phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Kali dihydrogen phosphat; Monokali dihydrogen orthophosphat; Monokali dihydrogen monophosphat
Mã số C.A.S.	7778-77-0

Công thức hóa học	KH_2PO_4
Khối lượng phân tử	136,09
3. Cảm quan	Dạng tinh thể không màu, không mùi, dạng hạt trắng hoặc dạng bột tinh thể
4. Chức năng	Chất ổn định, đệm, tác nhân trung hòa, chất tạo phức kim loại, thức ăn cho nấm men
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.
pH	4,2 - 4,7 (dung dịch 1/100).
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
Orthophosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của orthophosphat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 2,0% (105°C trong 4 giờ).
Các chất không tan trong nước	Không được quá 0,2%.
Florid	Không được quá 10,0 mg/kg.
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng KH_2PO_4	Không được thấp hơn 98,0% sau khi sấy khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Kali	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
Phosphat	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
Orthophosphat	Thêm dung dịch bạc nitrat (TS) vào 5ml dung dịch mẫu thử (dung dịch 1/100). Trong dung dịch phải xuất hiện kết tủa màu vàng.
6.2 Độ tinh khiết	
Fluorid	Cân 5 g mẫu thử cho vào một bình cầu cất 250 ml, thêm 25 ml nước, 50 ml acid perchloric, 5 giọt dung dịch bạc nitrat (1 trong 2) và vài viên bi thủy tinh. Nối bình cầu với 1 sinh hàn có gắn nhiệt kế và một ống mao quản

sục khí, đầu nhiệt kế và ống mao quản phải ngập trong dung dịch chứa trong bình. Gắn một phễu nhỏ giọt chứa nước hoặc bộ sinh hơi nước vào ống mao quản. Đặt bình trên đế amiăng có lỗ sao cho 1/3 đáy bình tiếp xúc với ngọn lửa. Tiến hành cất đến khi nhiệt độ trong bình đạt 135o. Thêm nước từ phễu vào bình hoặc cho hơi nước qua bình để duy trì nhiệt độ trong bình luôn đạt 135o-140o. Tiếp tục cất đến khi thu được 225-240 ml dịch cất sau đó pha loãng dịch cất thu được với nước đến đủ 250 ml, lắc đều. Lấy 50 ml dung dịch này cho vào một ống Nessler 100 ml. Trong một ống Nessler tương tự khác lấy 50 ml nước làm mẫu chứng. Thêm vào mỗi ống 0,1 ml dung dịch natri alizarinsulfonat (1 trong 1000) đã lọc và 1 ml dung dịch hydroxylamin (1 trong 4000) mới pha, lắc đều. Thêm từng giọt dung dịch natri hydroxyd 0,05 N vào ống chứa dịch cất, vừa thêm vừa khuấy, đến khi màu ống chứa dịch cất giống với màu ống chứng là màu hồng nhạt. Sau đó thêm vào mỗi ống chính xác 1 ml dung dịch acid hydrocloric 0,1 N và lắc đều. Sử dụng buret chia vạch 0,05 ml thêm từ từ vừa đủ dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) vào ống chứa dịch cất để sau khi lắc đều màu của dung dịch chuyển về màu hồng nhạt. Ghi thể tích dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) đã sử dụng, thêm chính xác cùng lượng dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) như vậy vào ống chứng, lắc đều. Dùng buret thêm dung dịch natri fluorid (TS) (10 µg F / ml) vào ống chứng để cho màu hai ống giống nhau sau khi pha loãng về cùng thể tích. Lắc đều, để yên cho bọt khí thoát hết trước khi so màu. Kiểm tra điểm tương đương bằng cách thêm 1-2 giọt dung dịch natri fluorid (TS) vào ống chứng. Sự thay đổi màu rõ rệt sẽ xảy ra. Ghi lại thể tích dung dịch natri fluorid (TS) đã sử dụng.

Thể tích dung dịch natri florid (TS) sử dụng cho ống chứng không được quá 1 ml.

Arsen

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - phương pháp II.

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 5,0 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước, cho vào cốc 250 ml. Thêm 100 ml nước cất và 5 ml dung dịch acid

hydrochloric 1 N, khuấy đều đến khi mẫu tan hết. Cho điện cực của pH kế thích hợp vào dung dịch và chuẩn độ từ từ (khuấy đều liên tục) lượng acid dư bằng dung dịch natri hydroxyd 1 N, đến điểm uốn tại pH~4. Ghi lại thể tích đọc trên buret, tính thể tích (A) acid hydrochloric 1 N đã sử dụng (nếu cần). Tiếp tục chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 1 N đến điểm uốn tại pH~8,8; ghi lại thể tích trên buret và tính thể tích dung dịch (B) natri hydroxyd 1N đã tiêu tốn để chuẩn độ giữa 2 điểm uốn (pH~4 đến pH~8,8).

Mỗi ml natri hydroxyd 1 N của hiệu thể tích (B)-(A) tương đương với 136,1 mg KH_2PO_4 .



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4 - 14: 2010/BYT

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT TẠO PHỨC KIM LOẠI

National technical regulation on Food Additive – Propellant

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

QCVN 4- :2010/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số/2010/TT-BYT ngày tháng năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT TẠO PHỨC KIM LOẠI

NATIONAL TECHNICAL REGULATION ON FOOD ADDITIVE – SEQUESTRANT

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất tạo phức kim loại được sử dụng với mục đích làm phụ gia thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất tạo phức kim loại làm phụ gia thực phẩm (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).

2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

3.1. Chất tạo phức kim loại: là phụ gia thực phẩm được sử dụng với mục đích kiểm soát lượng cation khả dụng trong thực phẩm.

3.2. JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food additive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006): Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.

3.3. Mã số C.A.S (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.

3.4. TS (test solution): Dung dịch thuốc thử.

3.5. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.

3.6. MTDI (Maximum Tolerable Daily Intake): Lượng ăn vào hàng ngày tối đa chịu đựng được.

3.7. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các chất tạo phức kim loại được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với isopropyl citrat

- 1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci dinatri ethylendiamintetraacetat
- 1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dinatri ethylendiamintetraacetat
- 1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với tetranatri diphosphat
- 1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với tetrakali diphosphat
- 1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với pentanatri triphosphat
- 1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với pentakali triphosphat
- 1.8. Phụ lục 8: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri polyphosphat
- 1.9. Phụ lục 9 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali polyphosphat
- 1.10. Phụ lục 10 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri calci polyphosphat
- 1.11. Phụ lục 11 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri gluconat
- 1.12. Phụ lục 12 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali gluconat

2. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong Quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong các phụ lục. Các phương pháp thử được hướng dẫn trong Quy chuẩn này không bắt buộc phải áp dụng, có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

3. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư 16/2009/TT-BKHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất tạo phức kim loại phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất tạo phức kim loại

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất tạo phức kim loại phải thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.
2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất tạo phức kim loại sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

1. Giao Cục An toàn vệ sinh thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn triển khai và tổ chức việc thực hiện Quy chuẩn này.
2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.
3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

PHỤ LỤC 1

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI HỖN HỢP ISOPROPYL CITRAT

1. Tên khác, chỉ số	Isopropyl citrat mixture INS 384 ADI = 0 – 14 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Hỗn hợp ester của acid citric với 2-propanol. Chế phẩm thương mại là hỗn hợp monoisopropyl citrat, được phối trộn từ 38 phần isopropyl citrat với 62 phần tá-hỗn hợp mono và diglycerid, theo tỷ lệ khối lượng.
Công thức cấu tạo	$\begin{array}{c} \text{CH}_2 - \text{COOR} \\ \\ \text{HC} - \text{CH} - \text{COOR} \\ \\ \text{CH}_2 - \text{COOR} \end{array}$ <p>Trong đó R có thể là nhóm isopropyl hoặc hydrogen. Thành phần chính của 38 phần hỗn hợp isopropyl citrat là mono-isopropyl citrat (xấp xỉ 25 phần), phần còn lại là di-isopropyl citrat (xấp xỉ 9 phần) và tri-isopropyl citrat (xấp xỉ 4 phần).</p> <p>Thành phần gần đúng:</p> <p>mono-isopropyl citrat: 27 phần khối lượng</p> <p>di-isopropyl citrat 9 phần khối lượng</p> <p>tri-isopropyl citrat 2 phần khối lượng</p>
3. Cảm quan	Dạng nửa rắn hòa lẫn được với dầu. Chế phẩm thương mại là hỗn hợp mono-isopropyl citrat có dạng siro, không màu, nhớt, để yên có thể kết tinh và có thể tiến hành thử chỉ số xá phòng hóa, chỉ số acid, hàm lượng acid citric và hàm lượng isopropyl.
4. Chức năng	Chất chống oxy hóa, chất tạo phức kim loại.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong nước và ethanol.
Citrat	Phải có phản ứng đặc trưng của citrat.
Isopropanol	Phải có phản ứng đặc trưng của isopropanol.
5.2. Độ tinh khiết	
Các acid khác ngoài acid citric	Không được có.
Các rượu khác ngoài	Không được có.

isopropanol

Tro sulfat Không được quá 0,3 %.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Citrat Đun hồi lưu 3 g mẫu thử với 50 ml natri hydroxyd (TS) trong 1 giờ. Để nguội, dung dịch này được sử dụng để tiến hành các phép thử như sau:

Trung hòa dung dịch bằng dung dịch acid sulfuric (1/20), thêm lượng dư dung dịch thủy ngân II sulfat (TS), đun sôi, và thêm dung dịch kali permanganat (TS). Dung dịch permanganat sẽ mất màu và xuất hiện kết tủa trắng.

Trung hòa dung dịch bằng acid hydrochloric. Thêm lượng dư dung dịch calci clorid (TS) và đun sôi. Trong dung dịch xuất hiện kết tủa tinh thể trắng, tinh thể này không tan trong dung dịch natri hydroxyd (TS), nhưng tan được trong dung dịch acid hydrochloric loãng (TS).

Isopropanol Đun hồi lưu 2 g mẫu thử với 50 ml natri hydroxyd (TS) trong 1 giờ. Cát lấy 20 ml. Cho vào một bình cầu 8 g crom oxid, thêm 15 ml nước cất, 2 ml acid sulfuric đặc. Lắp bình cầu cát với ống sinh hàn hồi lưu, cho từ từ 5 ml dịch cát thu được ở trên qua sinh hàn hồi lưu vào bình cầu. Đun hồi lưu trong 30 phút, sau đó để nguội và cất lấy 2 ml. Thêm 3 ml nước cất và 10 ml dung dịch thủy ngân (II) sulfat (TS) vào dịch cát. Đun nóng trong bể cách thủy đang sôi trong 3 phút. Trong dung dịch xuất hiện kết tủa trắng hoặc vàng xác định sự có mặt của isopropanol trong mẫu thử.

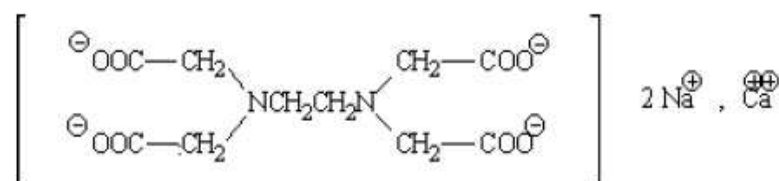
6.2 Độ tinh khiết

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

PHỤ LỤC 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI DINATRI ETHYLENDIAMINETETRAACETAT

1. Tên khác, chỉ số	Calcium disodium ethylenediaminetetraacetate; calcium disodium EDTA; calcium disodium edetat INS 385 ADI=0 - 2,5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	N,N'-1,2-Ethandiylbis[N-(carboxymethyl)-glycinat](4-)- N,N',O,O',ON,ON]calciat(2-)dinatri; Calci dinatri ethylenediaminetetraacetat;
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	410,31
3. Cảm quan	Dạng hạt kết tinh màu trắng không mùi hoặc bột trắng đến gần trắng, háo nước nhẹ.
4. Chức năng	Chất tạo phức kim loại, chất bảo quản.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, khó tan trong ethanol.
Calci	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Hoạt tính tạo chelat với ion kim loại	Phải có phản ứng đặc trưng tạo chelat với ion kim loại.
5.2. Độ tinh khiết	
pH	6,5-7,5 (dung dịch 1/100)
Các phức chelat của maggesi	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

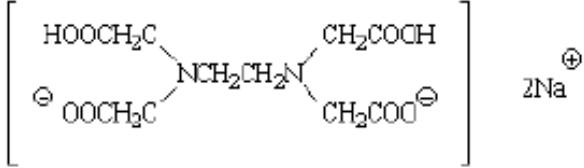
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$	Không được thấp hơn 97,0% và không được quá 102% tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Calci	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
Natri	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
Hoạt tính tạo chelat với ion kim loại	Cho vào một ống nghiệm 5 ml nước cất, 2 giọt dung dịch amoni thiocyanat (TS) và 2 giọt dung dịch sắt(III) clorid (TS), dung dịch có màu đỏ sẫm. Thêm khoảng 50 mg mẫu thử vào dung dịch và trộn đều. Dung dịch sẽ mất màu đỏ sẫm.
6.2 Độ tinh khiết	
Các phức chelat của maginesi	Cân 1 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào một cốc nhỏ và hòa tan với 5 ml nước cất. Thêm vào cốc 5 ml dung dịch đệm (được chuẩn bị bằng cách hòa tan 67,5 g amoni clorid trong 200 ml nước cất, thêm 570 ml dung dịch amoniac đặc (TS), và pha loãng với nước cất đến đủ 1000 ml). Thêm vào dung dịch trong cốc 5 giọt dung dịch đen eriocrom (TS) và chuẩn độ với dung dịch maginesi acetat 0,1 M đến khi xuất hiện màu đỏ vang sẫm. Thể tích dung dịch maginesi acetat 0,1 M sử dụng không được quá 2,0 ml.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.3. Định lượng	
	Cân khoảng 1,2 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào cốc 250 ml, hòa tan trong 75 ml nước cất. Thêm 25 ml dung dịch acid acetic loãng (TS) và 1 ml dung dịch diphenylcarbazon (1g/100 ml ethanol). Chuẩn độ chậm với dung dịch thủy ngân (II) nitrat 0,1 M(*) tới khi dung dịch bắt đầu xuất hiện màu tím.
	Mỗi ml dung dịch thủy ngân (II) nitrat 0,1M tương đương với 37,43 mg $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$.

(*) Các pha dung dịch thủy ngân (II) nitrat:

Hòa tan 35 g thủy ngân (II) nitrat $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ trong hỗn hợp gồm 5 ml dung dịch acid nitric và 500 ml nước cất, định mức đến 1000 ml bằng nước cất. Chuẩn hóa dung dịch như sau: Lấy chính xác 20 ml dung dịch cho vào bình nón thêm 2 ml acid nitric, 2ml dung dịch sắt (III) amoni sulfat (TS). Làm mát xuống dưới 20°C và chuẩn độ với dung dịch amoni thiocyanat 0,1 N đến khi xuất hiện màu nâu nhạt bền. Tính nồng độ dung dịch. (0,1 M=32,46g $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2/\text{l}$).

PHỤ LỤC 3

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI DINATRI ETHYLENDIAMINETETRAACETAT

1. Tên khác, chỉ số	Dinatri EDTA, dinatri edetate; Disodium ethylenediaminetetraacetate; INS 386 ADI = 0 - 2,5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Muối dinatri của N,N'-1,2-Ethanediylobis[N-(carboxymethyl)glycin]; dinatri dihydrogen ethylen diamin tetraacetat; dinatri dihydrogen (ethylen-dinitrilo)-tetraacetat
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	
3. Cảm quan	Bột trắng tới trắng ngà hoặc hạt kết tinh không mùi, màu trắng
4. Chức năng	Chất tạo phức kim loại, tác nhân chelat hóa, tác nhân chống oxy hóa, chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Rất dễ tan trong nước, khó tan trong ethanol.
Hấp thụ hồng ngoại	Phổ hồng ngoại của mẫu thử phải phù hợp với phổ hồng ngoại chuẩn đối chiếu (Phổ chuẩn đối chiếu có thể có trong Dược điển Mỹ, 12601 Twin Brook Parkway, Rockville, Maryland 20852)
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Hoạt tính Chelat hóa với ion kim loại	Phải có phản ứng của chelat hóa với ion kim loại.
5.2. Độ tinh khiết	
pH	4,3 - 4,7 (dung dịch 1/100)

Acid nitrilotriacetic Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng Không được nhỏ hơn 99,0%
C₁₀H₁₄N₂Na₂O₈

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Natri Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Hoạt tính Chelat hóa với ion Cho 5 ml nước vào một ống nghiệm và thêm 2 giọt amoni thiocyanat kim loại (TS) và 2 giọt sắt III clorid (TS). Dung dịch xuất hiện màu đỏ thẫm. Thêm khoảng 50 mg mẫu thử và lắc đều. Màu đỏ thẫm biến mất.

6.1. Độ tinh khiết

Acid nitrilotriacetic Dung dịch thử gốc

Cho 10 g chế phẩm thử vào bình định mức 100 ml, hòa tan trong 40 ml dung dịch kali hydroxyd 1/10, pha loãng bằng nước tới vạch, và lắc đều.

Dung dịch thử gốc loãng

Lấy 10 ml “dung dịch thử gốc” cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng tới vạch bằng nước.

Dung dịch thử

Lấy 20 ml “dung dịch thử gốc loãng” cho vào cốc 150 ml, thêm 1 ml dung dịch kali hydroxyd 1/10, 2 ml dung dịch amoni nitrat 1/10, và khoảng 50 mg chỉ thị đen eriocrom T, và chuẩn độ bằng dung dịch cadmi nitrit 3/100 tới màu đỏ. Ghi thể tích, ml, của dung dịch chuẩn độ V, và bỏ dung dịch này.

Lấy 20 ml “dung dịch thử gốc loãng” cho vào bình định mức 100 ml, thêm V ml dung dịch cadmi nitrit 3/100 như đã tiêu thụ trong chuẩn độ trên, cho dư 0,05 ml. Thêm 1,5 ml dung dịch kali hydroxyd 1/10, 10 ml dung dịch amoni nitrat 1/10, thêm 0,5 ml đỏ methyl (TS), sau đó pha loãng bằng nước tới vạch, trộn đều.

Dung dịch chuẩn gốc

Cho 1,0 g acid nitrilotriacetic vào bình định mức 100 ml, hòa tan trong 10 ml dung dịch kali hydroxyd 1/10, pha loãng bằng nước tới vạch, lắc đều.

Dung dịch chuẩn gốc loãng

Lấy 1 ml “dung dịch chuẩn gốc” và 10 ml “dung dịch thử gốc” cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng tới vạch bằng nước, lắc đều.

Dung dịch chuẩn

Tiến hành theo chỉ dẫn ở phần “dung dịch thử”, sử dụng “dung dịch chuẩn gốc loãng” thay cho “dung dịch thử gốc loãng”.

Đo cực phổ: Tráng cốc đo cực phổ bằng “dung dịch chuẩn”, sau đó thêm một thể tích thích hợp vào cốc đo, nhúng cốc đo vào nồi cách thủy giữ nhiệt độ không đổi ở $25 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, và loại khí bằng cách sục khí nitơ không có oxy tự do vào dung dịch trong 10 phút. Cho điện cực giọt thủy ngân của máy cực phổ thích hợp, và ghi cực phổ đồ -0,6 tới -1,2 von với độ nhạy 0,006 microampe/mm, sử dụng điện cực calomel bão hòa là điện cực so sánh. Theo cách tương tự, thu được cực phổ đồ của “dung dịch thử” Đo cường độ dòng khuếch tán của “dung dịch thử”, giá trị này không được lớn hơn 10% so với hiệu số dòng khuếch tán thu được của “dung dịch chuẩn” và “dung dịch thử”. (Chú ý: Một sóng cực phổ phụ xuất hiện phía trước sóng phức hợp acid nitrilotriacetic-cadmi có thể do cadmi không tạo phức. Khi đo dòng khuếch tán không cần chú ý đến sóng này).

Chỉ

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

Cho khoảng 5 g, cân chính xác, mẫu thử, vào bình định mức 250 ml, hòa tan trong nước, pha loãng tới vạch và lắc đều, thu được dung dịch thử. Cho khoảng 200 mg, cân chính xác, calci carbonat loại tinh khiết có hàm lượng đã biết vào một cốc 400 ml, thêm 10 ml nước và lắc xoáy để tạo thành vữa. Đậy cốc bằng mặt kính đồng hồ và cho 2 ml acid hydrocloric (TS) bằng pipet, luồn vào giữa miệng cốc và rìa của mặt kính đồng hồ. Lắc xoáy hỗn hợp trong cốc để hòa tan calci carbonat. Rửa bên ngoài của pipet, mặt kính đồng hồ, thành cốc, và pha loãng tới 100 ml bằng nước. Khuấy dung dịch, tốt nhất là dùng máy khuấy từ, thêm khoảng 30 ml dung dịch thử từ buret 50 ml. Thêm 15 ml natri hydroxyd (TS), 300 mg hỗn hợp chỉ thị xanh hydroxynaphthol và tiếp tục chuẩn độ bằng dung dịch thử tới khi xuất hiện màu xanh lam. Tính hàm lượng phần

trăm $\frac{92080}{200} \times m_t$ trong mẫu thử theo công thức sau:

$$\% \text{Dinatri EDTA} = \frac{V_t \times m_t}{100}$$

Trong đó

m_{CaCO_3} = khối lượng (g) calci carbonat;

V_t = thể tích (ml) của dung dịch thử; và

m_t = khối lượng (g) của mẫu thử lấy định lượng

PHỤ LỤC 4

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI TETRANATRI PYROPHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium pyrophosphate, tetrasodium diphosphate INS 450iii MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính cho phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Tetranatri diphosphat; tetranatri pyrophosphat
Mã số C.A.S.	7722-88-5
Công thức hóa học	Dạng khan: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ Dạng decahydrat: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$
Khối lượng phân tử	Dạng khan: 265,94 Dạng decahydrat: 446,09
3. Cảm quan	Tinh thể trắng hoặc không màu; hoặc dạng hạt nhỏ, bột tinh thể trắng. Dạng decahydrat có thể lên hoa nhẹ trong không khí khô.
4. Chức năng	Chất độn, chất tạo phức kim loại, chất nhũ hóa.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong nước, không tan trong ethanol.
pH	9,9-10,8 (dung dịch 1/100).
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi nung	Dạng khan: Không được quá 0,5% Dạng decahydrat: trong khoảng 38-42% (105oC trong 4 giờ sau đó 550o trong 30 phút).
Các chất không tan trong nước	Không được quá 0,2 %.
Fluorid	Không được quá 10,0 mg/kg.
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ Không thấp hơn 95,0% sau khi nung.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Natri Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Phosphat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Các chất không tan trong nước Hòa tan 10 g mẫu thử trong 100 ml nước nóng. Lọc qua một chén lọc đã cân bì. Rửa cặn không tan trên chén lọc bằng nước nóng. Sấy khô tại (105°C trong 2 giờ). Để nguội và cân.

Fluorid Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - phương pháp I hoặc III.

Arsen Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - phương pháp II.

Chì - Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân một lượng mẫu (chính xác đến mg) tương đương với khoảng 500 mg mẫu thử khan $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, hòa tan trong 100 ml nước trong cốc 400 ml. Chính pH dung dịch về 3,8 bằng dung dịch acid hydrochloric loãng (TS), dùng pH kế để xác định pH dung dịch. Sau đó thêm 50 ml dung dịch kẽm sulfat (1/8 - 125 g $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ hòa tan trong nước, pha loãng đến đủ 1000 ml, lọc và chính pH về 3,8), để yên trong khoảng 2 phút. Chuẩn độ acid tự do bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N đến khi pH dung dịch lại trở về 3,8. Sau mỗi lần thêm natri hydroxyd gần đến điểm tương đương, cần để một thời gian để nếu có kết tủa kẽm hydroxyd thì kết tủa có thể tan hết.

Mỗi ml natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 13,30 mg $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$.

PHỤ LỤC 5

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI TETRAKALI PYROPHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Tetrapotassium diphosphate; Potassium pyrophosphate. INS 450v MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính cho phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Tetrakali pyrophosphat, Tetrakali diphosphat; muối tetrakali của acid diphosphoric
Mã số C.A.S.	7320-34-5
Công thức hóa học	$K_4P_2O_7$
Khối lượng phân tử	330,34
3. Cảm quan	Dạng tinh thể hoặc hạt hoặc bột tinh thể không màu hoặc màu trắng; dễ hút ẩm
4. Chức năng	Chất ổn định, chất nhũ hóa, chất tạo phức kim loại
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan trong nước, không tan trong ethanol.
pH	10,0 - 10,7 (dung dịch 1/100).
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi nung	Không được quá 2,0% (105oC trong 4 giờ, sau đó 550oC trong 30 phút)
Các chất không tan trong nước	Không được quá 0,2 %.
Fluorid	Không được quá 10,0 mg/kg (mô tả ở phần Phương pháp thử).
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $K_4P_2O_7$	Không được thấp hơn 95,0 % tính theo chế phẩm sau khi nung
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	

Kali Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Phosphat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Fluorid Cân 5 g mẫu thử cho vào một bình cầu cất 250 ml, thêm 25 ml nước, 50 ml acid perchloric, 5 giọt dung dịch bạc nitrat (1 trong 2) và vài viên bi thủy tinh. Nối bình cầu với 1 sinh hàn có gắn nhiệt kế và một ống mao quản sạch khí, đầu nhiệt kế và ống mao quản phải ngập trong dung dịch chứa trong bình. Gắn một phễu nhỏ giọt chứa nước hoặc bộ sinh hơi nước vào ống mao quản. Đặt bình trên tấm amiăng có lỗ sao cho 1/3 đáy bình tiếp xúc với ngọn lửa. Tiến hành cất đến khi nhiệt độ trong bình đạt 135o. Thêm nước từ phễu vào bình hoặc cho hơi nước qua bình để duy trì nhiệt độ trong bình luôn đạt 135o-140o. Tiếp tục cất đến khi thu được 225-240 ml dịch cất sau đó pha loãng dịch cất thu được với nước đến đủ 250 ml, lắc đều.

Lấy 50 ml dung dịch này cho vào một ống Nessler 100 ml. Trong một ống Nessler tương tự khác lấy 50 ml nước làm mẫu chứng. Thêm vào mỗi ống 0,1 ml dung dịch natri alizarinsulfonat (1 trong 1000) đã lọc và 1 ml dung dịch hydroxylamin (1 trong 4000) mới pha, lắc đều. Thêm từng giọt dung dịch natri hydroxyd 0,05 N vào ống chứa dịch cất, vừa thêm vừa khuấy, đến khi màu ống chứa dịch cất giống với màu ống chứng là màu hồng nhạt. Sau đó thêm vào mỗi ống chính xác 1 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 N và lắc đều. Sử dụng buret chia vạch 0,05 ml thêm từ từ vừa đủ dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) vào ống chứa dịch cất để sau khi lắc đều màu của dung dịch chuyển về màu hồng nhạt. Ghi thể tích dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) đã sử dụng, thêm chính xác lượng dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) như vậy vào ống chứng, lắc đều. Dùng buret thêm dung dịch natri fluorid (TS) (10 µg F / ml) vào ống chứng để cho màu hai ống giống nhau sau khi pha loãng về cùng thể tích. Lắc đều, để yên cho bọt khí thoát hết trước khi so màu. Kiểm tra điểm tương đương bằng cách thêm 1-2 giọt dung dịch natri fluorid (TS) vào ống chứng. Sự thay đổi màu rõ rệt sẽ xảy ra. Ghi lại thể tích dung dịch natri fluorid (TS) đã sử dụng.

Thể tích dung dịch natri fluorid (TS) sử dụng cho ống chứng không được quá 1 ml.

Arsen Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 -phương pháp II.

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

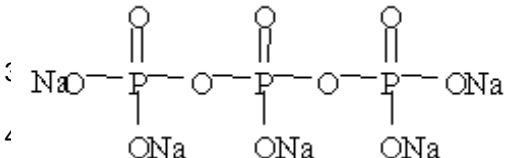
6.3. Định lượng

Cân 600 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, hòa tan trong 100 ml nước trong cốc 400 ml. Chỉnh pH dung dịch về đúng 3,8 bằng dung dịch acid hydrochloric loãng (TS), dùng pH kế để xác định pH dung dịch. Sau đó thêm 50 ml dung dịch kẽm sulfat (1 trong 8 - 125 g $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ hòa tan trong nước, pha loãng đến đủ 1000 ml, lọc và chỉnh pH về 3,8), để yên trong khoảng 2 phút. Chuẩn độ acid tự do bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N đến khi pH dung dịch lại trở về 3,8. Sau mỗi lần thêm natri hydroxyd gần đến điểm tương đương, cần để một thời gian để nếu có kết tủa kẽm hydroxyd thì kết tủa có thể tan hết.

Mỗi ml natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 16,52 mg $K_4P_2O_7$.

PHỤ LỤC 6

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI PENTANATRI TRIPHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Penta sodium tripolyphosphate, sodium triphosphate, sodium tripolyphosphae, triphosphate; INS 451i
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Pentanatri triphosphat, pentanatri tripolyphosphat
Mã số C.A.S.	7758-29-4
Công thức hóa học	$\text{Na}_5\text{O}_{10}\text{P}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ (x = 0 hoặc 6)
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	
3. Cảm quan	Dạng bột màu trắng hoặc dạng hạt hơi ẩm
4. Chức năng	Chất tạo phức kim loại, chất tạo kết cấu
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan hoàn toàn trong nước, không tan trong ethanol
pH	9,1 – 10,1 (dung dịch đo 1%)
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Dạng khan: Không được quá 0,7% (nhiệt độ sấy 1050C trong 1 giờ). Dạng ngậm 6 phân tử nước: Không được quá 23,5% (nhiệt độ sấy 600C trong 1 giờ sau đó được sấy tiếp ở nhiệt độ sấy 1050C trong 4 giờ).
Chất không tan trong nước	Không được quá 0,1%
Polyphosphat bậc cao	Không được có (xem mô tả trong phần Phương pháp thử)
Fluorid	Không được quá 50,0 mg/kg (Phương pháp I hoặc II)
Asen	Không được quá 3,0 mg/kg (Phương pháp II)
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.

Xác định Na₅O₁₀P₃:

- Dung dịch và thuốc thử:

+ Dung dịch đệm kali acetat (pH = 5,0): Hoà tan 78,5 g kali acetat trong 1.000 ml nước và điều chỉnh pH của dung dịch tới 5,0 bằng acid acetic. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid để ngăn chặn sự phát triển của nấm mốc.

+ Dung dịch KCl 0,3M: Hoà tan 22,35 g KCl trong nước, thêm vào 5 ml dung dịch đệm kali acetat, pha loãng bằng nước đến thể tích 1.000 ml và khuấy đều. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid.

+ Dung dịch KCl 0,6M: Hoà tan 44,7 g KCl trong nước, thêm vào 5 ml dung dịch đệm kali acetat, pha loãng bằng nước đến thể tích 1.000 ml và khuấy đều. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid.

+ Dung dịch KCl 1M: Hoà tan 74,5 g KCl trong nước, thêm vào 5 ml dung dịch đệm kali acetat, pha loãng bằng nước đến thể tích 1.000 ml và khuấy đều. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid.

- Cột sắc ký: Sử dụng cột sắc ký chuẩn có chiều dài từ 20 – 40 cm, đường kính trong 20 – 28 mm, bên trong có đĩa thủy tinh dạng lỗ. Cột sắc ký có nắp kín và có van thích hợp.

- Cách tiến hành: Đóng van cột sắc ký, đổ nước vào khoảng trống giữa đĩa thủy tinh xếp và van, nối đường dẫn chân không vào van. Chuẩn bị một lượng bột nhão 1 : 1 của nhựa trao đổi ion Dowex Fx8, hoặc tương đương, dạng clorid, nhựa trao đổi ion styrendivinylbenzen có cỡ hạt từ 100 – 200 hoặc 200 – 400 mesh, và gạn bỏ các hạt nhỏ mịn, bột. Làm từ 2 đến 3 lần cho đến khi không nhìn thấy các hạt nhỏ lơ lửng và bột. Cho bột nhão vào cột và mở van để tạo chân không trong trong cột đến khi các hạt nhựa lắng xuống và mực nước cao lên trên bề mặt các hạt nhựa thì đóng van cột lại. Bất kỳ lúc nào cũng không được để mực chất lỏng thấp hơn bề mặt các hạt nhựa. Lặp lại các thao tác trên cho đến khi cột chứa các hạt nhựa cao 15 cm ở phía trên đĩa thủy tinh. Đặt giấy lọc thành vòng tròn bên trên của lớp nhựa sau đó đặt một đĩa làm bằng nhựa polyethylen có lỗ lên trên giấy lọc. Cách khác, cắm một cái nút bằng bông thủy tinh ở bên trên. Đóng đỉnh cột với một nút cao su có chiều dài 7,6 cm và ở giữa đặt ống mao quản xuyên qua (đường kính trong 1,5 mm, đường kính ngoài 7 mm), để dư khoảng 12 mm của ống xuyên qua đáy nút. Nối đỉnh của ống mao quản với chuỗi của một bình gạn thể tích 500 ml bằng ống nhựa vinyl mềm, kẹp bình gạn với giá đỡ hình khuyên trên cột. Rửa cột

bằng cách thêm 100 ml nước vào bình gạn với điều kiện van của cột đã khoá. Mở van của bình gạn sau đó mở van của cột. Tốc độ dòng 5 ml/phút. Khi dung dịch trong bình gạn chảy hết thì đóng van của cột và đóng van của bình gạn lại.

Cân chính xác 500 mg mẫu và cho vào bình định mức dung tích 250 ml, hoà tan và pha loãng bằng nước, trộn đều. Cho 10 ml dung dịch trên vào bình gạn, mở van và cho dung dịch chảy vào trong cột, rửa bình gạn bằng 20 ml nước. Loại bỏ phần dịch chảy ra. Thêm 370 ml dung dịch KCl 0,3M vào bình gạn và cho dung dịch chảy qua cột, loại bỏ phần đã chảy qua. Cho 250 ml dung dịch KCl 0,6M vào bình gạn và cho dung dịch chảy qua cột và giữ lại phần đã tách ra vào trong cốc thuỷ tinh dung tích 400 ml. (để đảm bảo cột sạch cho lần làm tiếp sau, rửa qua cột bằng 100 ml dung dịch KCl 1M, sau đó rửa lại bằng 100 ml nước, loại bỏ toàn bộ nước rửa). Cho 15 ml acid nitric vào cốc thuỷ tinh trên, trộn đều và đun trong thời gian 15 – 20 phút. Thêm dung dịch da cam methyl và trung hoà dung dịch bằng dung dịch amoniac đặc. Cho 1 g amoni molybdat vào và khuấy mạnh trong 3 phút hoặc thỉnh thoảng khuấy trong khoảng thời gian 10 – 15 phút. Sau đó lọc chân không qua giấy lọc đặt trên đĩa sứ (đường kính 25 mm) có lỗ kích thước 6 – 7mm. Sau khi lọc xong rửa cốc thuỷ tinh 5 lần bằng 10 ml dung dịch NaNO₃ hoặc KNO₃ 1%, cho phần rửa qua bộ phận lọc, sau đó rửa bộ phận lọc 5 lần bằng 5 ml dung dịch rửa. Cho quay trở lại tấm lọc và phần kết tủa vào cốc thuỷ tinh, rửa phễu lọc bằng nước vào trong cốc thuỷ tinh và pha loãng tới 150 ml. Thêm vào dung dịch NaOH 0,1N từ buret cho đến khi kết tủa màu vàng tan hoàn toàn, sau đó thêm quá từ 5 -8 ml nữa. Cho vào phenolphthalein và chuẩn độ kiềm dư bằng acid nitric 0,1N. Cuối cùng, chuẩn độ bằng dung dịch NaOH 0,1N cho đến khi bắt đầu xuất hiện màu hồng. Hiệu số giữa tổng thể tích dung dịch NaOH 0,1N thêm vào và thể tích acid nitric 0,1N cần là V (ml) của dung dịch NaOH 0,1N đã tiêu thụ bởi phức photphomolybdat.

$$\% \text{Na}_5\text{O}_{10}\text{P}_3 = \frac{0.533 \times 25 \times V}{a} \times 100 \text{ mg mẫu (\%)}$$

Trong đó:

a: Trọng lượng mẫu (mg)

Xác định P₂O₅:

Cân chính xác 20 g mẫu và cho vào cốc thuỷ tinh. Thêm vào 150 ml nước và 20 ml acid nitric đậm đặc. Cho vào các hạt chống trào, đậy cốc thuỷ

ting bằng tấm kính có thể quan sát được và đun nhẹ trong 1 giờ. Làm nguội tới nhiệt độ phòng. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 500 ml, pha loãng bằng nước, lắc đều và pha loãng đến thể tích mong muốn bằng nước. Lấy 20 ml dung dịch cho vào cốc nhựa, pha loãng với nước đến khoảng 50 ml và để cốc nhựa đó vào thiết bị chuẩn độ tự động được trang bị một pH kế. Điều chỉnh pH của dung dịch trong khoảng 2,5 – 2,8 bằng dung dịch NaOH 5 mol/l. Chuẩn độ bằng dung dịch NaOH 0,5 mol/l. Ghi lại thể tích đã sử dụng tại các điểm uốn pH = 4 (V1) và pH = 9 (V2)

Công thức tính hàm lượng P2O5 (%)

$$\% \text{ P2O5} = [(V2 - V1)/2000] \times f \times 70,97 \times (500/20) \times (100/w)$$

$$= [(V2 - V1)/w] \times f \times 88,71$$

Trong đó:

w: Trọng lượng mẫu (g)

f : Hệ số hiệu chỉnh của dung dịch NaOH 0,5 mol/l (bằng phân tử gam thực tế/0,5)

PHỤ LỤC 7

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI PENTAKALI TRIPHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Penta potassium tripolyphosphate, potassium triphosphate, potassium tripolyphosphate; INS 451ii MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính theo phosphor từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Pentakali triphosphat, penta kalitripolyphosphat
Mã số C.A.S.	13845-36-8
Công thức hóa học	K5O10P3
Khối lượng phân tử	448,42
3. Cảm quan	Dạng bột màu trắng hoặc dạng hạt ưa ẩm
4. Chức năng	Chất tạo phức kim loại, chất tạo kết cấu
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	

Độ tan	Tan hoàn toàn trong nước
pH	9,2 – 10,1 (dung dịch 1%)
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.

5.2. Độ tinh khiết

Chất không tan trong nước	Không được quá 2,0 %
Giảm khối lượng khi nung	Không được quá 0,4% sau khi sấy ở nhiệt độ sấy 1050C trong 4 giờ, sau đó nung ở nhiệt độ 5500C trong 30 phút.
P2O5	Không được nhỏ hơn 46,5% và không được quá 48,0% (sử dụng lượng mẫu khô 1,5 g).
Fluorid	Không được quá 10,0 mg/kg (xem mô tả trong phần Phương pháp thử)
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg (Phương pháp II)
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng K5O10P3 Không được nhỏ hơn 85% K5O10P3 tính theo chất khô, phần còn lại chủ yếu là các kali phosphat khác.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phosphat	Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.
Kali	Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Fluorid	Cho 5 g mẫu, 25 ml nước, 50 ml acid perchloric, 5 giọt dung dịch AgNO ₃ 50% và vài hạt thủy tinh vào trong bình chưng cất dung tích 250 ml được kết nối với bình ngưng có kèm một nhiệt kế và một ống mao quản, cả hai đều phải nhúng vào chất lỏng. Nối một phễu nhỏ giọt, được đổ đầy nước, hoặc một thiết bị sinh hơi nước với ống mao quản. Đặt bình trên một tấm amiăng có một lỗ bằng khoảng một phần ba bình tới ngọn lửa. Chưng cất cho đến khi nhiệt độ đạt 1350C. Thêm nước qua phễu hoặc cho hơi nước qua mao quản để đảm bảo nhiệt độ đạt 135 – 1400C. Tiếp tục chưng cất cho đến khi lấy được 225 – 240 ml, sau đó pha loãng tới 250 ml bằng nước và lắc đều. Lấy 50 ml dung dịch thu được cho vào ống Nessler 100 ml. Trong ống Nessler tương tự khác cho 50 ml nước làm đối chứng. Thêm mỗi ống 0,1 ml dung dịch natri alizarinsulfonat 0,1% và 1 ml dung dịch hydroxylamin hydroclorid (1/4.000), và lắc đều. Thêm từng giọt dung dịch NaOH 0,05N và
---------	---

lắc ống có chứa phần chưng cất cho đến khi màu của nó phù hợp với màu của đối chứng - màu hồng nhạt. Sau đó thêm vào mỗi ống 1 ml dung dịch acid HCl 0,01N và lắc đều. Dùng buret có vạch định mức 0,05 ml, cho từ từ vào ống có chứa phần chưng cất dung dịch thori nitrat (1/4.000), sau đó lắc đều cho đến khi màu của dịch lỏng vừa chuyển sang màu hồng nhạt. Ghi lại thể tích dung dịch đã thêm, thêm chính xác thể tích như vậy vào ống đối chứng và lắc đều. Từ buret cho vào đối chứng dung dịch natri fluorid (10 µg F/ml) để tạo màu sắc của hai ống là như nhau sau khi pha loãng cùng một thể tích. Lắc đều và cho toàn bộ bọt khí thoát ra trước khi cho những giọt cuối cùng của dung dịch natri fluorid vào đối chứng. Sự thay đổi màu sắc sẽ xảy ra. Ghi lại thể tích dung dịch natri fluorid thêm vào. Thể tích dung dịch natri fluorid cần thiết cho dung dịch đối chứng không được quá 1,0 ml.

Chỉ

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Dung dịch và hoá chất:

- Dung dịch đệm kali acetat (pH = 5,0): Hoà tan 78,5 g kali acetat trong 1.000 ml nước và điều chỉnh pH tới 5,0 bằng acid acetic. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid để ngăn chặn sự phát triển của nấm mốc.

- Dung dịch KCl 0,3M: Hoà tan 22,35 g KCl trong nước, thêm vào 5 ml dung dịch đệm kali acetat, pha loãng bằng nước đến thể tích 1.000 ml và khuấy đều. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid.

- Dung dịch KCl 0,6M: Hoà tan 44,7 g KCl trong nước, thêm vào 5 ml dung dịch đệm kali acetat, pha loãng bằng nước đến thể tích 1.000 ml và khuấy đều. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid.

- Dung dịch KCl 1M: Hoà tan 74,5 g KCl trong nước, thêm vào 5 ml dung dịch đệm kali acetat, pha loãng bằng nước đến thể tích 1.000 ml và khuấy đều. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid.

Cột sắc ký:

Sử dụng cột sắc ký chuẩn có chiều dài từ 20 – 40 cm, đường kính trong 20 – 28 mm, bên trong có đĩa thủy tinh dạng lỗ. Cột sắc ký có nắp kín và có van.

Cách tiến hành:

Đóng van cột sắc ký, đổ nước vào khoảng trống giữa đĩa thủy tinh và van, nối đường dẫn chân không vào van. Chuẩn bị một lượng bột nhão 1 : 1 của nhựa trao đổi ion Dowex Fx8, hoặc tương đương dạng clorid, nhựa trao đổi ion styrenedivinybenzen có cỡ hạt từ 100 – 200 hoặc 200 – 400 mesh, và gạt bỏ các hạt nhỏ mịn, bột. Làm từ 2 đến 3 lần cho đến khi không nhìn thấy các hạt nhỏ lơ lửng và bột. Cho bùn vào cột và mở van để tạo chân không trong cột đến khi các hạt nhựa lắng xuống và mực nước cao lên trên bề mặt các hạt nhựa thì đóng van cột lại. Bất kỳ lúc nào cũng không được để mực chất lỏng thấp hơn bề mặt các hạt nhựa. Lặp lại các thao tác trên cho đến khi cột chứa các hạt nhựa cao 15 cm ở phía trên đĩa thủy tinh. Đặt giấy lọc thành vòng tròn bên trên của lớp nhựa sau đó đặt một đĩa làm bằng nhựa polyethylen có lỗ lên trên giấy lọc. Cách khác, cắm một cái nút bằng bông thủy tinh ở bên trên. Đóng đỉnh cột với một nút cao su có chiều dài 7,6 cm và ở giữa đặt ống mao quản xuyên qua (đường kính trong 1,5 mm, đường kính ngoài 7 mm), để dư khoảng 12 mm của ống xuyên qua đáy nút. Nối đỉnh của ống mao quản với đầu nối của một bình gạt thể tích 500 ml bằng ống nhựa vinyl mềm, kẹp bình gạt với giá đỡ hình khuyên trên cột. Rửa cột bằng cách thêm 100 ml nước vào bình gạt với điều kiện van của cột đã khoá. Mở van của bộ phận tách sau đó mở van của cột. Tốc độ dòng 5 ml/phút. Khi dung dịch trong bình gạt đã chảy hết thì đóng van của cột và đóng van của bình gạt lại.

Cân chính xác 500 mg mẫu đã được sấy khô ở nhiệt độ 105°C trong 4 giờ và cho vào bình định mức dung tích 250 ml, hoà tan và pha loãng bằng nước, trộn đều. Chuyển 10 ml dung dịch trên vào bình gạt, mở van và cho dung dịch chảy vào trong cột, rửa bình gạt bằng 20 ml nước. Loại bỏ phần dịch chảy qua. Thêm 370 ml dung dịch KCl 0,3M vào bình gạt và cho dung dịch chảy qua cột, loại bỏ phần đã chảy ra. Cho 250 ml dung dịch KCl 0,6M vào bình gạt và cho dung dịch chảy qua cột và giữ lại phần đã tách ra vào trong cốc thủy tinh dung tích 400 ml (để đảm bảo cột sạch cho lần làm tiếp sau, rửa qua cột bằng 100 ml dung dịch KCl 1M, sau đó rửa lại bằng 100 ml nước, loại bỏ toàn bộ nước rửa). Cho 15 ml acid nitric vào cốc thủy tinh trên, trộn đều và đun trong thời gian 15 – 20 phút. Thêm dung dịch da cam methyl và trung hoà bằng dung dịch amoniac đặc. Cho 1 g tinh thể amoni nitrat vào và khuấy tan, để nguội. Thêm 15 ml dung dịch amoni molybdat, khuấy mạnh trong 3 phút hoặc thỉnh thoảng khuấy trong khoảng 10 – 15 phút. Sau đó lọc chân không qua giấy lọc đặt trên đĩa sứ (đường kính 25 mm) có lỗ kích thước 6 – 7mm. Sau khi lọc xong rửa cốc thủy tinh 5 lần bằng 10 ml dung

dịch NaNO₃ hoặc KNO₃ 1%, cho phần rửa qua bộ phận lọc, sau đó rửa bộ phận lọc 5 lần bằng 5 ml dung dịch rửa. Cho quay trở lại tấm lọc và phần kết tủa vào cốc thủy tinh, rửa phễu lọc bằng nước vào trong cốc thủy tinh và pha loãng tới 150 ml. Thêm vào dung dịch NaOH 0,1N từ buret cho đến khi kết tủa màu vàng tan hoàn toàn, sau đó thêm quá từ 5 -8 ml nữa. Cho vào phenolphthalein và chuẩn độ kiềm dư bằng acid nitric 0,1N. Cuối cùng, chuẩn độ bằng dung dịch NaOH 0,1N cho đến khi bắt đầu xuất hiện màu hồng. Hiệu số giữa tổng thể tích dung dịch NaOH 0,1N thêm vào và thể tích acid nitric cần là V (ml) của dung dịch NaOH 0,1N đã tiêu thụ bởi phức photphomolybdat.

Hàm lượng K₅O₁₀P₃ trong mẫu (mg) = 0,650 x 25V.

PHỤ LỤC 8

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI POLYPHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium hexametaphosphate, sodium tetrapolyphosphate, muối Graham INS 452i MTDI = 70 mg/kg thể trọng, tính theo phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	Thu được bằng cách nấu chảy và làm lạnh kế tiếp natri orthophosphat; một nhóm các hợp chất gồm các polyphosphat vô định hình, chuỗi mạch thẳng được tạo thành từ các metaphosphat, tan trong nước.
Tên hóa học	ametaphosphat, natri polyphosphat
Mã số C.A.S.	$\text{Na}_2\text{O}_3\text{PO} \left[\begin{array}{c} \text{Na} \\ \text{O} \\ \text{P} \text{ O} \\ \text{O} \end{array} \right]_x \text{PO}_3\text{Na}_2$ 3-2
Công thức cấu tạo	
	Trong đó x = 2 ; 4 ; 13 – 18, 20 – 100 hoặc lớn hơn
3. Cảm quan	Dạng hạt hoặc dạng bột, không màu hoặc màu trắng, dạng tiểu cầu trong suốt,
4. Chức năng	Chất nhũ hoá, chất tạo phức kim loại, chất tạo kết cấu
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan hoàn toàn trong nước
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri (dung dịch 5,0%)
Orthophosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của orthophosphat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi nung	Không được quá 1,0%
Chất không hoà tan	Không được quá 0,1%
Fluorid	Không được quá 10,0 mg/kg (Phương pháp I hoặc II)
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng P₂O₅ Không được nhỏ hơn 60% và không được quá 71% P₂O₅

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Orthophosphat Hoà tan 0,1 g mẫu trong 5 ml dung dịch acid nitric loãng, nóng. Làm ấm trong nồi cách thủy trong 10 phút và làm nguội. Trung hoà bằng dung dịch NaOH có sử dụng quì tím và thêm vào AgNO₃. Kết tủa màu vàng hình thành tan trong acid nitric loãng.

6.2. Độ tinh khiết

Chất không hoà tan Hoà tan 10 g mẫu trong 100 ml nước nóng và lọc. Rửa cặn không tan bằng nước nóng, sấy ở nhiệt độ 105°C trong 2 giờ, sau đó cân.

Chì - Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân chính xác 800 mg mẫu và cho vào cốc thủy tinh dung tích 400 ml. Thêm vào 100 ml nước, 25 ml acid nitric và đầy lại bằng một kính đồng hồ, đun sôi trong 10 phút trên tấm gia nhiệt. Rửa phần ngưng trên kính đồng hồ vào cốc thủy tinh; làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng; chuyển dung dịch đó vào bình định mức dung tích 500 ml; pha loãng bằng nước và lắc đều. Dùng pipet cho 20 ml dung dịch trên vào bình Erlenmeyer dung tích 500 ml, thêm vào 100 ml nước và gia nhiệt cho đến sôi. Bổ sung 50 ml dung dịch quimociac và khuấy đồng thời, sau đó đầy bằng một kính đồng hồ và đun sôi trong thời gian 1 phút. Làm nguội tới nhiệt độ phòng, thỉnh thoảng lắc xoáy trong quá trình làm nguội, sau đó lọc và rửa 5 lần mỗi lần 25 ml nước. Sấy ở nhiệt độ 225°C trong 30

phút, làm nguội và cân. Mỗi mg kết tủa thu được như vậy tương đương với 32,074 μg P₂O₅.

PHỤ LỤC 9

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI POLYPHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium metaphosphate; MTDI = 70 mg/kg thể trọng, tính theo phospho từ các nguồn thực phẩm INS 452ii
2. Định nghĩa	Hỗn hợp dị thể các muối kali của các acid polyphosphoric trùng ngưng mạch thẳng, có công thức tổng quát là $H_n+2P_nO_{3n+1}$, trong đó n không bé hơn 2.
Tên hóa học	Kali metaphosphat, kali polymetaphosphat, kali polyphosphat
Mã số C.A.S.	7790-53-6
Công thức hóa học chung	$H_n+2P_nO_{3n+1}$ Trong đó $n \geq 2$
3. Cảm quan	Khối màu trắng trong, dạng mảnh, dạng tinh thể hoặc dạng bột không mùi, không màu.
4. Chức năng	Chất nhũ hoá, chất giữ độ ẩm, chất tạo phức kim loại, chất tạo kết cấu
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	1 g hoà tan trong 100 ml dung dịch natri acetat 4%
Tạo gel	Phải có phản ứng tạo gel đặc trưng.
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi nung	Không được quá 2% sau khi sấy ở nhiệt độ 1050C trong 4 giờ, sau đó nung ở 5500C trong 30 phút
Phosphat mạch vòng	Không được quá 8,0 %
Fluorid	Không được quá 10,0 mg/kg.
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg (Phương pháp II)
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng P ₂ O ₅	Không được nhỏ hơn 53,5% và không được quá 61,5% P ₂ O ₅ theo khối lượng sau nung

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Tạo gel	Cân 1 g mẫu bột nghiền mịn và thêm từ từ vào 100 ml dung dịch NaCl 2%, vừa thêm vừa khuấy mạnh. Khối gel được hình thành.
Kali	Hoà 0,5 g mẫu với 10 ml dung dịch acid nitric và 50 ml nước, đun sôi khoảng 30 phút và làm nguội. Dung dịch thu được được sử dụng cho phân tích.
Phosphat	Hoà 0,5 g mẫu với 10 ml dung dịch acid nitric và 50 ml nước, đun sôi khoảng 30 phút và làm nguội. Dung dịch thu được được sử dụng cho phân tích.

6.2. Độ tinh khiết

Fluorid	Cho 5 g mẫu, 25 ml nước, 50 ml acid perchloric, 5 giọt dung dịch AgNO_3 50% và vài hạt thủy tinh vào trong một bình chưng cất 250 ml được kết nối với bình ngưng có kèm một nhiệt kế và một ống mao quản, cả hai đều phải nhúng vào chất lỏng. Nối một phễu nhỏ giọt, được đổ đầy nước, hoặc một thiết bị sinh hơi nước với ống mao quản. Đặt bình trên một tấm amiăng có một lỗ bằng khoảng một phần ba bình tới ngọn lửa. Chưng cất cho đến khi nhiệt độ đạt 1350C . Thêm nước qua phễu hoặc cho hơi nước qua mao quản để đảm bảo nhiệt độ đạt $135 - 1400\text{C}$. Tiếp tục chưng cất cho đến khi lấy được 225 – 240 ml, sau đó pha loãng tới 250 ml bằng nước và lắc đều. Lấy 50 ml dung dịch thu được cho vào ống Nessler 100 ml. Trong ống Nessler tương tự khác cho 50 ml nước làm đối chứng. Thêm mỗi ống 0,1 ml dung dịch natri alizarinsulfonat 0,1% đã được lọc và 1 ml dung dịch hydroxylamin hydroclorua (1/4.000), và lắc đều. Thêm từng giọt dung dịch NaOH 0,05N và lắc ống có chứa phần chưng cất cho đến khi màu của nó phù hợp với màu của đối chứng – màu hồng nhạt. Sau đó thêm vào mỗi ống 1 ml dung dịch acid HCl 0,1N và lắc đều. Dùng buret có vạch định mức 0,05 ml, cho từ từ vào ống có chứa phần chưng cất dung dịch thori nitrat (1/4.000), sau đó lắc đều cho đến khi màu của dịch lỏng vừa chuyển sang màu hồng nhạt. Lưu ý thể tích dung dịch đã thêm, thêm chính xác thể tích như vậy vào đối chứng và lắc đều. Từ buret cho vào đối chứng dung dịch natri fluorid (10 $\mu\text{g F/ml}$) để tạo màu sắc của hai ống sau khi pha loãng cùng một thể tích. Lắc đều và cho toàn bộ bọt khí thoát ra trước khi cho những giọt cuối cùng của dung dịch natri fluorid vào đối chứng. Kiểm tra điểm kết thúc bằng cách thêm vào 1 hoặc 2 giọt natri fluorid vào đối chứng. Sự thay đổi màu sắc sẽ xảy ra. Ghi lại thể tích dung
---------	---

dịch natri fluorid thêm vào. Thể tích dung dịch natri fluorid cần thiết cho dung dịch đối chứng không quá 1 ml.

Chì

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 – Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 – Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Trộn 300 mg mẫu đã được cân chính xác với 15 ml dung dịch acid nitric và 30 ml nước, đun sôi trong 30 phút sau đó pha loãng bằng nước cho đến thể tích 100 ml. Gia nhiệt 600C, thêm dư dung dịch amoni molybdat và gia nhiệt 500C trong 30 phút. Lọc và rửa phần kết tủa bằng dung dịch acid nitric loãng (1/36), tiếp đó rửa bằng dung dịch KNO₃ 1% cho đến khi dịch lọc ra không còn acid, dùng chất chỉ thị là quì tím. Hoà tan phần kết tủa trong 50 ml dung dịch NaOH 1N, thêm vào phenolphthalein và chuẩn độ NaOH dư bằng acid H₂SO₄ 1N. Mỗi ml dung dịch NaOH 1N tương ứng với 3,088 mg P₂O₅.

PHỤ LỤC 10

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI CALCI POLYPHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium calcium polyphosphate, glassy INS 452iii MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính cho phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Natri calci polyphosphat
Công thức hóa học	$(\text{NaPO}_3)_n \cdot \text{CaO}$ trong đó n thường là 5
3. Cảm quan	Tinh thể trắng, trong, hình cầu
4. Chức năng	Chất tạo phức kim loại, chất ổn định, chất làm nổi, chất nhũ hóa, chất dinh dưỡng
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Phosphat	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
Calci	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
5.2. Độ tinh khiết	
Fluorid	Không được quá 10,0 mg/kg.
Arsenic	Không được quá 3,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng P ₂ O ₅	Không được thấp hơn 61,0% và không được quá 69,0% P ₂ O ₅ tính theo chế phẩm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Natri	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
Phosphat	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
Calci	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
6.2. Độ tinh khiết	
Fluorid	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Phương pháp 3, sử dụng cỡ

mẫu và thể tích dung dịch chuẩn thích hợp để dựng đường chuẩn).

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 200 mg mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 10 ml acid nitric loãng (TS) và 25 ml nước cất. Đun sôi trong khoảng 30 phút, lọc nếu cần, nếu có tủa thì rửa tủa, sau đó hòa tan tủa bằng cách thêm 1 ml acid nitric loãng (TS). Chính nhiệt độ về 50oC, thêm 75 ml dung dịch amoni molybdat (TS) và đun ở 50oC trong 30 phút, thỉnh thoảng khuấy đều. Để yên sau 16 giờ hoặc qua đêm tại nhiệt độ phòng. Gạn bỏ phần dịch phía trên qua giấy lọc, rửa tủa 2 lần, mỗi lần với 40ml nước cất, cho tủa lên phễu lọc nêu trên. Rửa tủa bằng dung dịch kali nitrat (1/100) đến khi dịch rửa không còn acid với quỳ tím. Hòa tan tủa trong 50 ml dung dịch natri hydroxyd 1N, lắc đến khi tủa tan hoàn toàn, thêm 3 giọt dung dịch phenolphthalein (TS) và chuẩn độ lượng natri hydroxyd dư bằng acid sulfuric 1N.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1N tương đương với 3,088 mg P2O5.

PHỤ LỤC 11

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI GLUCONAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium gluconate INS 576 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Natri D-gluconat
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	218,14
3. Cảm quan	Dạng hạt hoặc bột tinh thể mịn màu trắng đến nâu.

4. Chức năng	Chất tạo phức kim loại, thức ăn cho nấm men
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Rất dễ tan trong nước, ít tan trong ethanol.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
Gluconat	Phải có phản ứng đặc trưng của gluconat.
5.2. Độ tinh khiết	
Các hợp chất khử	Không được quá 1,0% tính theo D-glucose.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C ₆ H ₁₁ NaO ₇	Không thấp hơn 98,0%.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Natri	Thử theo JECFA monograph 1 – Vol.4.
Gluconat	Thử theo JECFA monograph 1 – Vol.4.
6.2. Độ tinh khiết	
Các hợp chất khử	Thử theo JECFA monograph 1 – Vol.4 – phương pháp I.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 – Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 – Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.3. Định lượng	
	Cân khoảng 150 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào 1 bình nón 200 ml khô, sạch, thêm 75 ml acid acetic băng và hòa tan bằng cách đun nóng trên bếp. Làm mát và thêm dung dịch đỏ quinaldin (TS). Sử dụng microburet 10 ml, chuẩn độ với dung dịch acid perchloric 0,1 N trong acid acetic băng, đến khi dung dịch mất màu. Mỗi ml dung dịch acid perchloric 0,1 N tương đương với 21,81 mg C ₆ H ₁₁ NaO ₇ .

PHỤ LỤC 12

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI GLUCONAT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium gluconate, Potassium D-gluconate INS 577 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Kali D-gluconat
Mã số C.A.S.	Dạng khan: 299-27-4
Công thức hóa học	$ \begin{array}{ccccccc} & \text{OH} & \text{OH} & \text{H} & \text{OH} & & \\ & & & & & & \\ \text{HOCH}_2 & -\text{C}- & \text{C}- & \text{C}- & \text{C}- & \text{COO}^- & \text{K}^+ \\ & & & & & & \\ & \text{H} & \text{H} & \text{OH} & \text{H} & & \end{array} $
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	Dạng khan: 234,25 Dạng monohydrat: 252,26
3. Cảm quan	Dạng hạt hoặc bột tinh thể màu trắng đến trắng vàng, không chảy, không mùi.
4. Chức năng	Chất tạo phức kim loại, chất điều chỉnh độ acid, chất dinh dưỡng bổ sung, thức ăn cho men
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Gluconat	Phải có phản ứng đặc trưng của gluconat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	Dạng khan: Không được quá 3% Dạng monohydrat: Không ít hơn 6% và không được quá 7,5%. (sấy tại 105o, trong 4 giờ, chân không).
Các hợp chất khử	Không được quá 1,0% tính theo D-glucose.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C ₆ H ₁₁ KO ₇	Không thấp hơn 97,0% và không được quá 103,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	

Kali Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Gluconat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Các hợp chất khử Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - phương pháp I.

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 175 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào 1 bình nón 200 ml khô, sạch, thêm 75 ml acid acetic băng và hòa tan bằng cách đun nóng trên bếp. Làm mát và thêm dung dịch đỏ quinaldin (TS). Sử dụng microburet 10 ml, chuẩn độ với dung dịch acid perchloric 0,1 N trong acid acetic băng, đến khi dung dịch mất màu.

Mỗi ml dung dịch acid perchloric 0,1 N tương đương với 23,42 mg $C_6H_{11}KO_7$.



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4 - 15: 2010/BYT

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT XỬ LÝ BỘT

National technical regulation on Food Additive – Propellant

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

QCVN 4- :2010/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số/2010/TT-BYT ngày tháng năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT XỬ LÝ BỘT

NATIONAL TECHNICAL REGULATION ON FOOD ADDITIVE – FLOUR TREATMENT AGENT

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất xử lý bột được sử dụng với mục đích làm phụ gia thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất xử lý bột làm phụ gia thực phẩm (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).

2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

3.1. Chất xử lý bột: là phụ gia thực phẩm được bổ sung vào bột nhằm cải thiện chất lượng nướng hoặc màu cho thực phẩm.

3.2. JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food additive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006): Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.

3.3. Mã số C.A.S (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.

3.4. TS (test solution): Dung dịch thuốc thử.

3.5. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.

3.6. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với azodicarbonamid sử dụng làm chất xử lý bột được quy định tại phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này.

2. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong Quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong phụ lục. Các phương pháp thử được hướng dẫn

trong Quy chuẩn này không bắt buộc phải áp dụng, có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

3. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư 16/2009/TT-BKHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất xử lý bột phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất xử lý bột

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất xử lý bột phải thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.

2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất xử lý bột sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

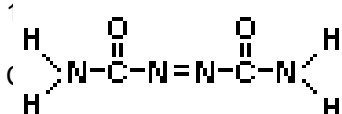
1. Giao Cục An toàn vệ sinh thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn triển khai và tổ chức việc thực hiện Quy chuẩn này.

2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

PHỤ LỤC

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI AZODICARBONAMID

1. Tên khác, chỉ số	Azobisformamide; INS 927a
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Azodicarbonamid, diamid của acid azodicarboxylic
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	116,08
3. Cảm quan	Bột tinh thể màu vàng đến đỏ cam, không mùi
4. Chức năng	Chất xử lý bột
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Không tan trong nước, không tan trong ethanol; ít tan trong dimethyl sulfoxid
Độ nóng chảy	Phân hủy hoàn toàn ở nhiệt độ lớn hơn 1800C
Oxy hoá	Phải có phản ứng oxy hóa đặc trưng (giải phóng iod từ dung dịch KI trong môi trường acid H2SO4 10 %)
CO2	Phải có phản ứng đặc trưng của carbon dioxyd.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 0,5% (nhiệt độ sấy 500C trong 2 giờ, áp suất chân không).
pH	Không được nhỏ hơn 5,0 (tạo hỗn dịch theo tỷ lệ 1 : 50 bằng cách cho 2 g mẫu vào 100 ml nước và khuấy mạnh bằng máy khuấy trong 5 phút).
Tro sulfat	Không được quá 0,15% (Lấy 1,5 g mẫu, thử theo phương pháp I)
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng	Không được nhỏ hơn 98,6% ; hàm lượng nitrogen tính theo chất khô không được nhỏ hơn 47,2% và không được quá 48,7%
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	

CO₂

Đun nóng 10 mg mẫu trong một chén sứ. Dùng đũa thủy tinh lấy một giọt dung dịch Ba(OH)₂ hơ lên trên mẫu thử, giọt thuốc thử trở nên đục trắng.

6.2. Độ tinh khiết

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Định lượng azodicarbonamid bằng phương pháp chuẩn độ:

Cân chính xác 225 mg mẫu (trước đó đã được sấy khô trong tủ sấy chân không ở nhiệt độ 500C trong 2 giờ) cho vào bình tam giác thủy tinh tối màu có nút đậy dung tích 250 ml. Thêm vào đó 23 ml dimethyl sulfoxid, rửa hoàn toàn mẫu xuống phía dưới bằng dung môi, đậy nắp bình và tráng miệng bình bằng 2 ml dung môi. Thỉnh thoảng lắc cho đều dung dịch sau đó nới lỏng nút đậy để phần dung dịch dính ở trên chảy vào trong bình và rửa mẫu đã được hoà tan trong dung dịch. Thêm 5 g KI và 15 ml nước, ngay lập tức dùng pipet cho 10 ml HCl 0,5 N vào trong bình và đậy nút bình thật nhanh. Lắc đều cho đến khi KI được hoà tan và để yên từ 20 – 25 phút trong điều kiện không có ánh sáng. Chuẩn độ iod được giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1N cho đến khi mất màu vàng. Chuẩn độ tiếp với natri thiosulfat nếu có màu vàng xuất hiện trong 15 phút. Thực hiện xác định đối với mẫu trắng với dung dịch có chứa 25 ml dimethyl sulfoxid, 5 g KI, 15 ml nước và 5 ml HCl 0,5N và hiệu chỉnh nếu cần thiết. Mỗi ml dung dịch Na₂S₂O₃ 0,1N tương ứng với 5,804 mg C₂H₄N₄O₂.

Định lượng nitrogen bằng phương pháp Kjeldahl:

Cân chính xác 50 mg mẫu (trước đó đã được sấy khô trong tủ sấy chân không ở nhiệt độ 500C trong thời gian 2 giờ) cho vào bình Kjeldahl thể tích 100 ml, thêm vào 3 ml acid hydriodic (nồng độ tối thiểu 57%), đun trong thời gian 75 phút và bổ sung thêm nước nếu cần để duy trì đúng thể tích ban đầu. Tăng nhiệt ở giai đoạn cuối của quá trình đun và tiếp tục đun cho đến khi thể tích trong bình giảm còn một nửa. Làm nguội ở nhiệt độ phòng, thêm vào 1,5 g K₂SO₄ và 3 ml nước. Thêm cẩn thận 4,5 ml H₂SO₄ đậm đặc và gia nhiệt cho đến khi iod không bay ra nữa. Để nguội và rửa thành bình bằng nước, gia nhiệt đến khi hoá than và lại làm nguội ở nhiệt độ phòng. Thêm 40 mg thủy ngân (II) oxyd vào bình chứa than và gia nhiệt cho đến khi

màu của dung dịch trở thành màu vàng nhạt, làm nguội, rửa thành bình bằng một vài ml nước và đun hỗn hợp trong thời gian 3 giờ. Làm nguội và thêm vào 20 ml nước không chứa amoniac, 16 ml dung dịch NaOH 50%, 5 ml dung dịch Na₂S₂O₃ 44%. Lấp bình với bộ phận chưng cất và cất, hứng dịch cất vào 10 ml dung dịch acid boric 4%. Thêm vài giọt thuốc thử đồ methyl - xanh methylen TS và chuẩn độ bằng acid H₂SO₄ 0,05N. Thực hiện xác định đối với mẫu trắng. Mỗi ml acid H₂SO₄ 0,05N tương ứng với 0,7004 mg nitrogen.



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4 - 16: 2010/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT ĐỘN**

National technical regulation on Food Additive – Propellant

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

QCVN 4- :2010/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số/2010/TT-BYT ngày tháng năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT ĐỘN

NATIONAL TECHNICAL REGULATION ON FOOD ADDITIVE – BULKING AGENT

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất độn được sử dụng với mục đích làm phụ gia thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất độn làm phụ gia thực phẩm (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).

2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

3.1. Chất độn: là phụ gia thực phẩm được bổ sung vào thành phần chính của thực phẩm với giá trị năng lượng không đáng kể.

3.2. JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food additive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006): Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.

3.3. Mã số C.A.S (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.

3.4. TS (test solution): Dung dịch thuốc thử.

3.5. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.

3.6. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các chất độn được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với cellulose vi tinh thể

1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với sáp carnauba

1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri alginat

2. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong Quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong các phụ lục. Các phương pháp thử được hướng dẫn trong Quy chuẩn này không bắt buộc phải áp dụng, có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

3. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư 16/2009/TT-BKHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất độn phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất độn

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất độn phải thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.

2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất độn sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

1. Giao Cục An toàn vệ sinh thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn triển khai và tổ chức việc thực hiện Quy chuẩn này.

2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

PHỤ LỤC 1

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CELULOSE VI TINH THỂ

1. Tên khác, chỉ số	Mycrocrystalline cellulose; Cellulose gel; INS 460 ADI không giới hạn.
2. Định nghĩa	Celulose tinh khiết, được cắt mạch một phần bằng cách xử lý alpha-celulose, thu được như một khối bột nhão từ các nguyên liệu thực vật dạng sợi xử lý với các acid vô cơ. Độ polyme hóa thường nhỏ hơn 400. Không quá 10% tiểu phân có đường kính nhỏ hơn 5 µm.
Tên hóa học	Celulose
Mã số C.A.S.	9004-34-6
Công thức hóa học	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n
3. Cảm quan	Bột tinh thể trơn chảy, mịn, màu trắng hoặc gần như trắng, không mùi.
4. Chức năng	Chất độn, chất nhũ hóa, chất ổn định, chất chống đông vón, tác nhân phân tán.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Không tan trong nước, ethanol, ether và các acid vô cơ loãng. Ít tan trong dung dịch natri hydroxyd.
Hấp thụ hồng ngoại	Phổ hấp thụ hồng ngoại của mẫu thử phân tán trong kali bromid phải tương ứng với phổ hồng ngoại dưới đây.
Tạo huyền phù	Phải có phản ứng tạo huyền phù đặc trưng
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	Không được quá 7,0 %. (sấy tại 105°C, trong 3 giờ).
pH	5,0 - 7,5
Các chất tan trong nước	Không được quá 0,24 %.
Tro sulfat	Không được quá 0,05 %.
Tinh bột	Không phát hiện.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 97% carbohydrat, tính theo cellulose trên chế phẩm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Tạo huyền phù

Trộn 30 g mẫu thử với 270 ml nước trong máy trộn tốc độ cao (18.000 vòng/phút) trong 5 phút. Chuyển 100 ml hỗn hợp vào ống đong chia độ dung tích 100 ml, để yên trong 3 giờ. Thu được một huyền phù trắng, đục, không có bọt, huyền phù này sau đó phân lớp .

6.2. Độ tinh khiết

pH

Lắc 5 g mẫu thử với 40 ml nước trong 20 phút và đem ly tâm. Xác định pH của phần dung dịch phía trên.

Các chất tan trong nước

Lắc 5 g mẫu thử với khoảng 80 ml nước trong 10 phút, lọc qua giấy lọc Whatman No.42 hoặc giấy lọc tương đương, thu dịch lọc vào bình đã cân bì, rửa phần còn lại trên giấy lọc bằng 20 ml nước và đun cách thủy đến khô. Sấy khô ở nhiệt độ 105°C trong 1 giờ, làm nguội, cân và tính % khối lượng.

Tro sulfat

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Phương pháp 1, (cân 10 g mẫu).

Tinh bột

Thêm vài giọt dung dịch iod (TS) vào 20 ml huyền phù thu được từ phép thử định tính tinh bột, trộn đều. Không được phép xuất hiện màu tím xanh hoặc màu xanh.

Chì

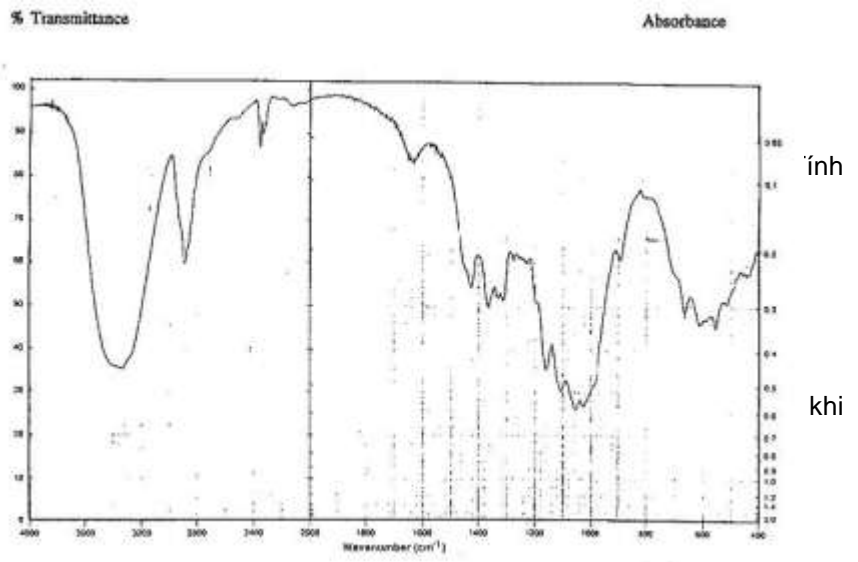
- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 125 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, chuyển vào bình nón 300 ml bằng khoảng 25 ml nước. Thêm 50,0 ml kali dicromat 0,5 N vào và trộn đều. Cần thận thêm 100 ml acid sulfuric và đun đến sôi. Lấy dung dịch ra, để ở nhiệt độ phòng trong 15 phút và làm mát bằng cách ngâm trong bể điều nhiệt. Chuyển dung dịch thu được vào bình định mức 250 ml. Rửa bình nón bằng nước cất, gộp dịch rửa vào bình định mức và pha loãng gần tới vạch bằng nước. Đợi nhiệt độ của bình định mức đạt tới nhiệt độ phòng (25°C), sau đó định mức tới vạch bằng nước và lắc đều. Chuẩn độ 50 ml dung dịch thu được với dung dịch sắt (II) amoni sulfat 0,1N, sử dụng 2 đến 3 giọt dung dịch ortho-phenanthrolin (TS) làm chỉ thị và ghi lại thể tích đã sử dụng (S) ml. Tiến làm mẫu trắng song

Phổ hồng ngoại



PHỤ LỤC 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI SÁP CARNAUBA

1. Tên khác, chỉ số	INS 903 ADI = 0-7 mg/kg
2. Định nghĩa	<p>Sáp tinh luyện thu được từ lá của cây cọ nhiệt đới Brazil <i>Copernicia cerifera</i> (Arruda) Mart. [syn. <i>C. purnifera</i> (Muell.)]; là hỗn hợp của một số hợp chất hoias học, chủ yếu là các ester, ví dụ như:</p> <ul style="list-style-type: none">- Các ester mạch thẳng (Ester giữa các acid mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C24 đến C28 và các rượu mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C30 đến C34).- Các ester alpha-hydroxy (Ester giữa các hydroxyl acid mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C22 đến C28, các acid mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C24 đến C28, và các rượu đơn chức mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C24 đến C34 và rượu diol mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C24 đến C34).- Các Diester cinnamic aliphatic (Ester giữa acid p-methoxy cinnamic và các rượu diol mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C24 đến C34). <p>Ngoài ra chế phẩm cũng chứa các acid tự do (các acid mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C22 đến C28), các rượu tự do (các rượu mạch thẳng có mạch carbon chẵn từ C30 đến C34), các hydrocarbon (mạch thẳng có mạch carbon lẻ từ C27 đến C31) và nhựa.</p>
Mã số C.A.S.	8015-86-9
3. Cảm quan	Dạng rắn, cứng, ròn màu vàng nhạt đến nâu sáng, có vết nứt trong.
4. Chức năng	Chất làm bóng, chất độn, chất điều chỉnh độ acid, chất mang.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Không tan trong nước, ít tan trong ethanol sôi và tan trong ether.
Khoảng nóng chảy	80oC - 86oC
5.2. Độ tinh khiết	
Chỉ số acid	Từ 2 đến 7.
Chỉ số xà phòng hóa	Từ 78 đến 95.
Chỉ số ester	Từ 71 đến 93.

Chỉ số ester thu được khi lấy giá trị chỉ số xà phòng hóa trừ đi giá trị chỉ số acid.

Tro sulfat Không được quá 0,25 % (kl/kl).

Các chất không xà phòng hóa Từ 50% đến 55%.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Tro sulfat Cân 2 g mẫu thử vào một chén sứ hoặc đĩa platin đã xác định trọng lượng bì, đun trên lửa đến khi hơi bay ra không còn mùi hăng. Nung theo hướng dẫn tại huyền luận xác định tro sulfat, phương pháp I - JECFA monograph 1 - Vol.4).

Các chất không xà phòng hóa Cân 5 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào bình dung tích 250 ml thêm vào cốc dung dịch gồm 2g kali hydroxyd trong 40 ml ethanol, đun hồi lưu (sôi nhẹ) trong khoảng 1 giờ hoặc đến khi quá trình xà phòng hóa xảy ra hoàn toàn. Sau khi kết thúc đun hồi lưu, chuyển hỗn hợp trong bình và một phễu chiết có nút thủy tinh dài khoảng 30 cm, đường kính 3,5 cm và có chia vạch thể tích (ở 40,80 và 130 ml). Tráng bình cất bằng cồn, gộp dịch tráng vào phễu chiết, sao cho đủ 40 ml; tiếp tục tráng bình bằng nước cất nóng, nước cất lạnh, gộp dịch tráng vào phễu chiết sao cho đạt khoảng 80 ml; cuối cùng tráng bình cất bằng vài ml ether dầu hỏa, gộp dịch tráng vào phễu chiết, làm mát phễu chiết và dịch trong phễu về nhiệt độ phòng, thêm 50 ml ether dầu hỏa. Đậy nút phễu chiết và lắc đều trong ít nhất 1 phút, để tách lớp hỗn hợp đến khi hỗn hợp trong phễu chiết tách thành 2 lớp, trong. Gạn lấy lớp ether phía trên vào phễu chiết 500 ml (chú ý không để lẫn lớp dịch phía dưới). Lặp lại 6 lần quá trình chiết như trên với lớp dịch nước, mỗi lần với 50 ml ether dầu hỏa, gộp các dịch chiết ether dầu hỏa vào phễu chiết 500 ml. Rửa dịch chiết ether dầu hỏa trong phễu chiết 500 ml nhiều lần, mỗi lần với 25 ml ethanol 10%, lắc đều, rửa cho đến khi dịch rửa còn trung tính với phenolphthalein, loại bỏ dịch rửa còn. Cho dịch ether dầu hỏa đã rửa vào cốc đã xác định trọng lượng bì, rửa phễu chiết bằng 10 ml ether, gộp dịch rửa này vào cốc đựng dịch ether dầu hỏa. Cho bay hơi hỗn hợp trong cốc đến khô trên hơi nước của bể cách thủy. Sấy khô cạn đến khối lượng không đổi tại 75oC đến 80oC trong chân không không quá 200 mmHg hoặc tại 100oC trong 30 phút. Để nguội trong trong bình hút ẩm, cân khối lượng cạn còn lại (các chất không xà phòng hóa).

Hòa tan cặn trong 50 ml ethanol trung tính ấm và chuẩn độ với natri hydroxyd 0,02N, sử dụng chỉ thị là phenolphtalein. Mỗi ml natri hydroxyd 0,02N tương đương với 5,659 mg acid béo, tính theo acid oleic.

Hiệu chỉnh kết quả: Lấy khối lượng cặn thu được trừ đi khối lượng acid béo thu được khối lượng chính xác các chất không xà phòng hóa trong mẫu thử.

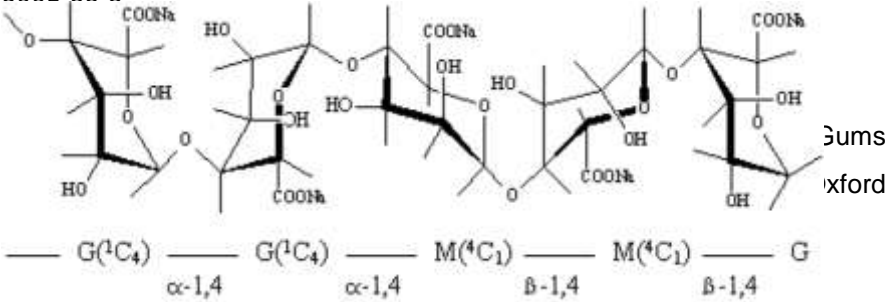
Chỉ

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

PHỤ LỤC 3

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI ALGINAT

1. Tên khác, chỉ số	INS 401 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	Muối natri của acid alginic
Mã số C.A.S.	
Công thức hóa học	
Công thức cấu tạo	
	Số lượng và trình tự của các phần mannuronat và gluconat có thể thay đổi trong alginat tự nhiên. Công thức trên chưa thể hiện sự kết hợp với nước.
Khối lượng phân tử	Đơn vị cấu trúc : 198,11 (lý thuyết); 222 (trung bình trên thực tế). Đại phân tử: 10000-600000 (trung bình thông thường)
3. Cảm quan	Dạng hạt, bột hoặc sợi mảnh màu trắng đến vàng nâu.
4. Chức năng	Chất độn, chất ổn định, chất làm dày, chất tạo gel, chất nhũ hóa
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan chậm trong nước, tạo ra dung dịch nhớt. Không tan trong ethanol và ether.
Tạo kết tủa với calci clorid	Phải có phản ứng kết tủa đặc trưng với calci clorid.
Tạo kết tủa với amoni sulfat	Phải có phản ứng kết tủa đặc trưng với amoni sulfat.
Alginat	Phải có phản ứng đặc trưng của alginat.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 15% (Sấy tại 105oC trong 4 giờ).
Chất không tan trong nước	Không được quá 2% tính theo chế phẩm khô.

Arsen Không được quá 3,0 mg/kg.

Chì Không được quá 5,0 mg/kg.

5.3. Yêu cầu về vi sinh vật

Tổng số vi sinh vật hiếu khí Không được quá 5000 khuẩn lạc/g.

Tổng số bào tử nấm men- Không được quá 500 khuẩn lạc/g mốc

Coliforms Âm tính

Salmonella Âm tính

5.3. Hàm lượng Chế phẩm khan chứa không thấp hơn 18,0% và không được quá 21,0% (C₆H₇NaO₆)_n CO₂ tương đương với không thấp hơn 90,8% và không được quá 106,0% natri alginat (C₆H₇NaO₆)_n.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Tạo kết tủa với calci clorid Thêm dung dịch calci clorid 2,5% vào dịch thử là dung dịch mẫu thử 0,5% trong dung dịch natri hydroxyd (TS), với thể tích bằng 1/5 thể tích dịch thử. Xuất hiện tủa khối lớn dạng keo. Phép thử này phân biệt calci alginat với gồm arabic, natri carboxymethyl cellulose, carragenan, gelatin, gồm ghatti, gồm karaya, gồm carob bean, methyl cellulose, gồm tragacanth.

Tạo kết tủa với amoni sulfat Thêm dung dịch amoni sulfat bão hòa vào dịch thử là dung dịch mẫu thử 0,5% trong dung dịch natri hydroxyd (TS), với thể tích bằng 1/2 thể tích dịch thử. Không được xuất hiện tủa. Phép thử này phân biệt calci alginat với thạch, natri carboxymethyl cellulose, carragenan, pectin de-este hóa, gelatin, gồm carob bean, methyl cellulose và tinh bột.

Alginat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Natri Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Chất không tan trong nước Cân 2 g (chính xác đến 0,1 mg) mẫu, hòa vào 800 ml nước trong bình 2000 ml. Trung hòa tới pH 7 bằng dung dịch natri hydroxyd (TS) và thêm dư 3 ml. Thêm 40 ml dung dịch hydro peroxyd 30% (kl/kl), đậy bình và đun trong khoảng 1 giờ, khuấy thường xuyên. Lọc nóng qua một chén lọc Gooch có màng lọc bằng xơ thủy tinh đã cân bì (2,4 cm, No 934 AH, Reeve Angel & Co, Clifton, N.Y., USA hoặc tương đương). Nếu quá trình

lọc bị chậm do dung dịch mẫu có độ nhớt cao, đun sôi đến khi độ nhớt giảm đến mức có thể lọc được. Rửa kỹ chén lọc bằng nước nóng, sấy chén lọc và phần chất không tan tại 105o trong 1 giờ, để nguội và cân. Tính hàm lượng % của phần chất không tan đã sấy khô.

Arsen

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. phương pháp II.

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Các yêu cầu về VSV

Tổng số vi sinh vật hiếu khí

Ban đầu chuẩn bị đậm độ pha loãng gốc 10-1 bằng cách thêm 50g mẫu vào 450ml dung dịch pha loãng đệm phosphat Butterfield và đồng nhất mẫu bằng máy trộn tốc độ cao.

6.2. Định lượng

Tiến hành theo hướng dẫn trong chuyên luận Xác định carbon dioxyd bằng phương pháp decarboxyl hóa tại JECFA monograph 1 - Vol.4.

Mỗi ml natri hydroxyd 0,25 N sử dụng tương đương với 5,5 mg carbon dioxyd hoặc 27,75 mg natri alginat (tương đương khối lượng 222).



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4 - 17: 2010/BYT

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT KHÍ ĐẨY

National technical regulation on Food Additive – Propellant

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

QCVN 4- :2010/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số/2010/TT-BYT ngày tháng năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT KHÍ ĐẨY

NATIONAL TECHNICAL REGULATION ON FOOD ADDITIVE – PROPELLANT

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất khí đẩy được sử dụng với mục đích làm phụ gia thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất khí đẩy làm phụ gia thực phẩm (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).

2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

3.1. Chất khí đẩy: là phụ gia thực phẩm dạng khí được cho vào thực phẩm.

3.2. JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food additive specifications; Joint FAO/WHO expert committee on food additives; Volume 4 - Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications; FAO, 2006): Các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4 Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm, dung dịch thử nghiệm được sử dụng (hoặc tham chiếu) trong yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm; JECFA biên soạn; FAO ban hành năm 2006.

3.3. Mã số C.A.S (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hóa chất của Hiệp hội Hóa chất Hoa Kỳ.

3.4. TS (test solution): Dung dịch thuốc thử.

3.5. ADI (Acceptable daily intake): Lượng ăn vào hàng ngày chấp nhận được.

3.6. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các chất khí đẩy được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với khí nitrogen

1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với khí nitrogen oxyd

2. Các yêu cầu kỹ thuật quy định trong Quy chuẩn này được thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, ngoại trừ một số phép thử riêng được mô tả trong các phụ lục. Các phương pháp thử được hướng dẫn trong Quy chuẩn này không bắt buộc phải áp dụng, có thể sử dụng các phương pháp thử khác tương đương.

3. Lấy mẫu theo hướng dẫn tại Thông tư 16/2009/TT-BKHCN ngày 02 tháng 6 năm 2009 của Bộ Khoa học và Công nghệ về hướng dẫn kiểm tra nhà nước về chất lượng hàng hóa lưu thông trên thị trường và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất khí đẩy phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-BKHCN ngày 28 tháng 9 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra đối với chất khí đẩy

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất khí đẩy phải thực hiện theo các quy định của pháp luật.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.

2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất khí đẩy sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

1. Giao Cục An toàn vệ sinh thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn triển khai và tổ chức việc thực hiện Quy chuẩn này.

2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

PHỤ LỤC 1

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KHÍ NITROGEN

1. Tên khác, chỉ số	Nitrogen INS 941 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	Chuyên luận này định nghĩa Nitrogen với hàm lượng oxygen tối đa là 1%, chỉ phù hợp với một số đối tượng thực phẩm. Một số đối tượng thực phẩm khác yêu cầu độ tinh khiết cao hơn (tương ứng với hàm lượng oxygen thấp hơn).
Tên hóa học	Nitrogen
Mã số C.A.S.	7727-37-9
Công thức hóa học	N ₂
Khối lượng phân tử	28,0
3. Cảm quan	Khí hoặc dạng lỏng không màu, không mùi.
4. Chức năng	Tác nhân làm lạnh, chất khí đẩy, khí dùng trong bao gói
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Thử ngọn lửa	Ngọn lửa bị tắt trong môi trường tạo ra bởi mẫu thử.
5.2. Độ tinh khiết	
Oxygen	Theo hãng sản xuất công bố, nhưng không được quá 1% (tt/tt) (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Carbon monoxyd	Không được quá 10 µl/l (mô tả trong phần Phương pháp thử).
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 99,0 % tt/tt.
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	
Oxygen	Sử dụng thiết bị phân tích oxygen với detector có khoảng làm việc từ 0 - 100 µl/l, gắn với một pin điện hóa. Mẫu khí thử được dẫn qua detector điện hóa chứa dung dịch lỏng, thường là dung dịch kali hydroxyd. Oxygen trong mẫu khí thử sẽ tạo nên sự thay đổi tín hiệu điện. Sự thay đổi này được ghi lại ở đầu ra của pin điện hóa và tỷ lệ với hàm lượng oxygen.

Hiệu chuẩn lại thiết bị phân tích theo hướng dẫn của hãng sản xuất. Sử dụng bộ điều áp phù hợp và các ống kim loại không rò khí (airtight) để dẫn khí chạy qua thiết bị phân tích. Vận hành với tốc độ dòng khí đã cho đến khi đạt được tín hiệu ổn định.

Carbon monoxyd

Cho khoảng 1050 ± 50 ml mẫu khí thử chạy qua ống detector đo carbon monoxyd với tốc độ khí được chỉ định cho ống detector. Hàm lượng tương ứng với sự thay đổi tín hiệu thu được không được phép quá 10 μ l/l.

6.2. Định lượng

Xác định bằng sắc kí khí với các điều kiện đo như sau:

Cột tách:

vật liệu: thép không rỉ

chiều dài : 2m

đường kính trong: 2 mm

chất nhồi cột: rây phân tử phù hợp, có khả năng hấp thụ các phân tử có đường kính đến 0,5 nm.

Khí mang:

- Khí: heli (không thấp hơn 99.995 % (v/v) He)

- Tốc độ dòng khí: 40 ml/min

Detector: Detector dẫn nhiệt

Injector: injector vòng

Nhiệt độ cột: 50°C

Nhiệt độ detector: 130°C

Khí đối chiếu (a): không khí

Khí đối chiếu (b): Nitrogen (không thấp hơn 99.999 % (tt/tt) của N₂, thấp hơn 1 ppm CO, thấp hơn 5 ppm O₂)

Tiến hành:

Bơm khí đối chiếu (a). Điều chỉnh thể tích bơm và điều kiện đo sao cho chiều cao của peak nitrogen trên sắc đồ chiếm ít nhất là 35 % toàn thang ghi. Phép thử sẽ không chính xác nếu sắc đồ không tách được rõ rệt nitrogen và oxygen.

Bơm mẫu thử và khí đối chiếu (b). Peak chính trong sắc đồ thu được của

mẫu thử phải có diện tích bằng ít nhất là 99,0% diện tích của peak chính thu được trong sắc đồ của khí đối chiếu (b).

PHỤ LỤC 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KHÍ NITROGEN OXYD

1. Tên khác, chỉ số	Nitrogen oxyde, dinitrogen monoxyde, INS 942 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Dinitrogen monoxyd
Mã số C.A.S.	10024-97-2
Công thức hóa học	N ₂ O
Khối lượng phân tử	44,01
3. Mô tả	Khí không màu, không mùi.
4. Chức năng	Chất khí đẩy, chất chống oxi hóa, khí dùng trong bao gói, chất tạo bọt
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	1 thể tích mẫu thử hòa tan trong 1,5 thể tích nước (ở 20oC, 760 mm Hg)
Thử ngọn lửa	Gỗ vụn, nung nóng khi tiếp xúc với nitrogen oxyd sẽ cháy bùng thành ngọn lửa (phân biệt với nitrogen).
Thử Pyrogallol	Đạt yêu cầu (phân biệt với oxygen).
5.2. Độ tinh khiết	
Carbon monoxyd	Không được quá 10 µl/l.
Nitric oxyd và nitrogen dioxyd	Không được quá 5 µl/l.
Các Halogen và hydrogen sulfid	Không được quá 5 µl/l.
Arsin and phosphin	Đạt yêu cầu.
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 97,0 % (tt/tt).
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Thử Pyrogallol	Lấy khoảng 100 ml khí thử vào ống dung tích 100 ml, đầu ống được gắn khóa vòi. Mở khóa vòi, nhanh chóng thêm vào đó dung dịch 500mg pyrogallol / 2ml nước mới pha và dung dịch 12 g kali hydroxyd/ 8 ml nước

mới pha. Lập tức đóng khóa vòi lại, lắc đều. Khí thử không bị hấp thụ và dung dịch không chuyển thành màu nâu.

6.2. Độ tinh khiết

Chú ý: Với các phép thử sau đây, phải giữ bình khí thử tại nhiệt độ phòng ít nhất là 6 giờ trước khi tiến hành phép thử. Trong tất cả các phép thử, bình khí thử phải được giữ thẳng đứng, khi chuyển khí, van khí ra phải hướng lên trên. Nếu không có chỉ dẫn nào khác thì dẫn khí với tốc độ không đổi là 4 L/giờ và tiến hành phép thử hoặc tính toán kết quả tham chiếu với khí ở 20°C và 760 mm Hg.

Carbon monoxyd

Nguyên tắc:

Tiến hành phép thử với phần mẫu thử đầu tiên lấy ra từ bình khí. Lấy 5 L nitrogen oxyd để thử và 5,0 L không khí không chứa carbon monoxyd để làm mẫu chứng. Chênh lệch thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,002 N dùng để chuẩn độ trong 2 thử nghiệm không được quá 0,5 ml.

Thiết bị:

Thiết bị bao gồm các phần được nối thành chuỗi như sau:

- Ống hình chữ U có chứa silicagel khan nhồi trong crom trioxyd.
- Bình rửa khí (loại dreschel) chứa 100 dung dịch kali hydroxyd 40% kl/tt.
- Ống hình chữ U đựng các viên kali hydroxyd.
- Ống hình chữ U đựng phosphor pentoxyd phân tán trong đá bọt dạng viên nung chảy.
- Ống đựng anhydrid iodic (I_2O_5) đã kết tinh lại, dạng viên, đã được sấy khô ở 200°C và giữ ở nhiệt độ 120°C. Anhydrid iodic khan được nhồi trong ống đặt trong các cột chiều dài lớp anhydrid iodic là 1cm, các lớp anhydrid iodic cách nhau bởi phần bông thủy tinh dày 1 cm sao cho tổng chiều dài hiệu dụng là 5 cm.
- Bình có chứa 2 ml dung dịch kali iodid (TS) và 3 giọt dung dịch hồ tinh bột (TS)

Tiến hành

Sục 5,0 L không khí không chứa carbon dioxyd qua thiết bị. Nếu cần, làm mất màu xanh của dung dịch iod bằng cách thêm vào đó một lượng tối thiểu dung dịch natri thiosulfat 0,002 N mới pha. Tiếp tục sục khí qua thiết bị cho đến khi thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,002 N cần dùng không lớn hơn 0,045 ml, sau khi đã sục 5 L không khí không chứa carbon dioxyd.

Dẫn khí chạy từ bình khí qua thiết bị đo, với thể tích và tốc độ dòng khí

như đã mô tả trong chuyên luận. Chuyển toàn bộ lượng vết iod tạo thành vào bình phản ứng bằng cách cho 1 L không khí không chứa carbon monoxyd chạy qua thiết bị. Chuẩn độ lượng iod được giải phóng bằng dung dịch natri thiosulfat 0,002 N.

Tiến hành làm mẫu trắng song song, với khí không có carbon monoxyd. Hiệu thể tích natri thiosulfat 0,002 N cần dùng giữa 2 lần chuẩn độ không được lớn hơn giới hạn đã cho trong các chuyên luận.

Nitric oxyd và nitrogen dioxyd Nguyên tắc:

Tiến hành phép thử sau khi 5 L mẫu thử dùng trong phép thử carbon monoxyd đã được rút ra khỏi bình khí. Dẫn khí chạy qua dung dịch chứa kali permanganat 2,5 % (kl/tt) và acid sulfuric 1,2 % (kl/tt) và chạy vào ống lấy mẫu chân không có dung tích 1 L với tốc độ khí là 15,0 L/giờ. Dẫn khí cho đến khi áp suất trong ống đạt được 50 mm dưới áp suất khí quyển, đo theo áp kế thủy ngân. Tính thể tích khí ở 20°C và 760 mm Hg.

Dung dịch acid sulfanilic/naphthylendiamin (TS):

Dung dịch I: Hòa tan 2 g acid sulfanilic (TS) vào hỗn hợp 10 ml acid acetic băng và 180 ml nước.

Dung dịch II: Hòa tan 0,2 g naphthylendiamin dihydroclorid vào 10 ml dung dịch acid acetic băng 50% (tt/tt) đun nóng nhẹ và pha loãng thành 200 ml bằng nước.

Trộn 9 thể tích dung dịch I với 1 thể tích dung dịch II

Tiến hành

Cho 20,0 ml dung dịch acid sulfanilic /naphthylendiamin (TS) vào ống lấy mẫu bằng cách nhúng đáy ống vào đĩa chứa hỗn hợp và cẩn thận mở vòi khóa. Lắc ống, sau đó để yên trong 10 phút (thỉnh thoảng lắc một lần). Chuẩn bị dung dịch đối chứng bằng cách thêm 0,25 ml dung dịch natri nitrit 0.00308% (kl/tt) vào 20,0 ml dung dịch acid sulfanilic /naphthylendiamin (TS). Đo độ hấp thụ quang của lớp dung dịch thu được dày 1 cm tại bước sóng 550 nm và hiệu chỉnh kết quả theo 1,0 L khí tại 20°C và 760 mmHg.

Độ hấp thụ quang đo được ở thử nghiệm của 1,0 L mẫu thử không được vượt quá giá trị tương ứng của dung dịch đối chứng.

Các halogen và hydrogen Sulfid Chú ý: Trong thử nghiệm sau, phải dẫn khí vào một bình thủy tinh kín, đáy phẳng. Ống này được nối với (a) một ống dẫn có đường kính trong 1 mm; cách đáy bình 2 mm và (b) ống dẫn khí ra. Ống dẫn khí được nhúng ngập

khi cho khí chạy qua, nối ống cao su với ống (A) và ngay lập tức mở vòi 2 chiều vào ống (A). Cho 100 ml nitrogen oxyd chạy vào buret bằng cách hạ thấp bình thủy ngân. Đóng vòi 2 chiều lại.

Nâng bình thủy ngân cao trên ống (A) và hạ thấp mức nitrogen lỏng xuống ngang mức giữa ống sinh hàn. Cần thận mở vòi buret nối thông với sinh hàn hồi lưu và cho thủy ngân dâng vào buret đến ngang vòi. Đóng vòi lại. Nâng mức nitrogen lỏng lên sao cho ngập toàn bộ sinh hàn. Đọc số chỉ áp suất và đợi đến khi áp suất ổn định trong vòng 2 phút.

Đặt bình thủy ngân vào vị trí đáy, mở vòi buret nối thông với sinh hàn hồi lưu. Dịch chuyển bình thủy ngân sao cho số chỉ trên áp kế bằng với áp suất ban đầu P_0 . Đóng vòi buret lại và bằng cách dịch chuyển bình thủy ngân tạo áp suất khí trong buret bằng với áp suất khí quyển. Thể tích khí trong buret (ml) biểu thị thể tích khí không ngưng tụ trong 100 ml khí nitrogen oxyd. Thể tích khí không ngưng tụ không được quá 3 ml. Cứ sau mỗi loạt 10 thử nghiệm lại cho không khí vào buret bằng cách mở vòi (D), tháo hết nitrogen lỏng ra khỏi sinh hàn và để sinh hàn ấm đến nhiệt độ phòng.