

BỘ Y TẾ**CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM****Độc lập - Tự do - Hạnh phúc**

Số: 21/2010/TT-BYT

Hà Nội, ngày 20 tháng 5 năm 2010

THÔNG TƯ**Ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia
về phụ gia thực phẩm - Chất chống đông vón**

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:

QCVN 4-4: 2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất chống đông vón.

Điều 2. Thông tư này có hiệu lực từ ngày 01 tháng 01 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****Trịnh Quân Huấn**

QCVN 4-4: 2010/BYT**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT CHỐNG ĐÔNG VÓN**
*National technical regulation on Food additives - Anticaking agents***Lời nói đầu**

QCVN 4-4: 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 21/2010/TT-BYT ngày 20 tháng 5 năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT CHỐNG ĐÔNG VÓN
National technical regulation on Food additives – Anticaking agents

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 chống đông vón 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 chống đông vón 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 chống đông vón: là phụ gia thực phẩm được sử dụng với mục đích giảm sự kết dính giữa các thành phần của 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. PTWI (Provisional Tolerable Weekly Intake): Lượng ăn vào hàng tuần tạm thời 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 chống đông vón 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 muối của các acid béo.

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

1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các muối natri, kali, calci ferrocyanid.

1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dioxid silic vô định hình.

1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci silicat.

1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri nhôm silicat.

1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci nhôm silicat.

1.8. Phụ lục 8: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với nhôm silicat.

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 số 16/2009/TT-BKHHCN 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 chống đông vón 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 chống đông vón

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất chống đông vón 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 yêu cầu 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.

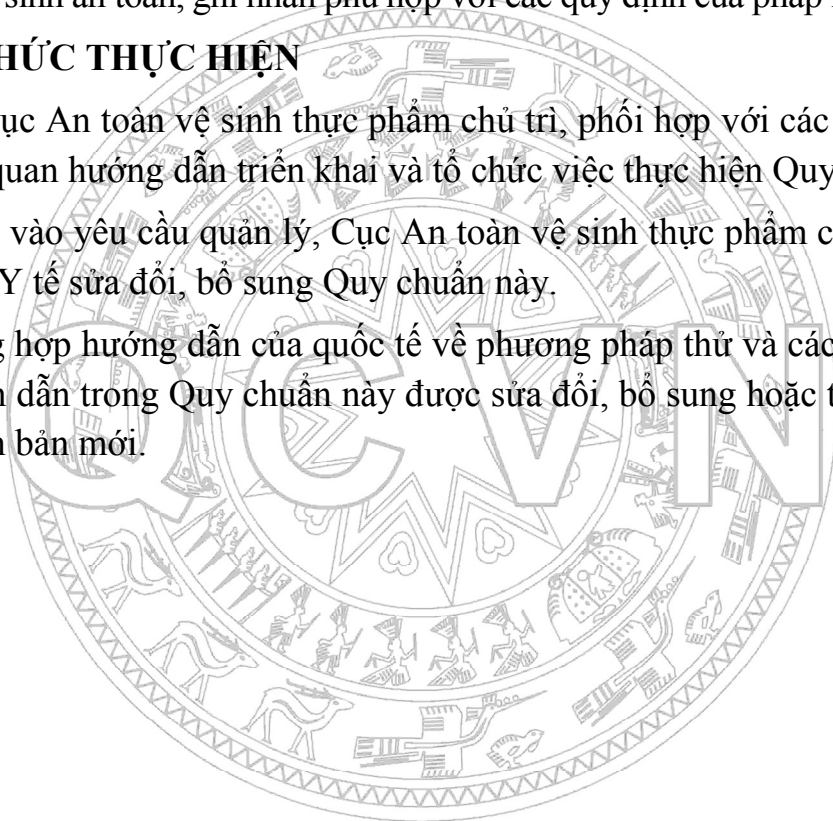
2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất chống đông vón sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

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**QUY ĐỊNH KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI
VỚI MUỐI CỦA CÁC ACID BÉO**

- 1. Tên khác, chỉ số** Salts of fatty acids
INS 470
ADI không giới hạn
- 2. Định nghĩa** Các sản phẩm này chứa muối calci, kali và natri của các acid myristic, oleic, palmitic, stearic hoặc hỗn hợp các acid này thu được từ mỡ và dầu ăn. Sản phẩm thương mại còn được phân loại dựa trên:
- Chỉ số xà phòng hóa;
 - Điểm đông đặc của các acid béo thu được từ các mẫu trên;
 - Chỉ số iod;
 - Cặn còn lại sau khi nung bao gồm cả hàm lượng các cation;
 - Độ ẩm.
- 3. Cảm quan** Tinh thể rắn hoặc bán rắn, bóng, màu trắng hoặc vàng nhạt, hoặc bột màu trắng hoặc trắng vàng.
- 4. Chức năng** Chất chống đông vón, chất nhũ hóa.
- 5. Yêu cầu kỹ thuật**
- 5.1. Định tính
- Độ tan* Các muối kali và natri tan trong nước và ethanol, các muối calci không tan trong nước, ethanol và ether.
- Cation* Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
- Thành phần acid béo* Sử dụng Phương pháp Định lượng để nhận dạng từng mẫu béo. Các acid béo chiếm lượng lớn nhất phải phù hợp với thành phần công bố trên nhãn sản phẩm.
- 5.2. Độ tinh khiết
- Các acid béo tự do* Không được quá 3,0%.
- Các chất không xà phòng hóa* Không được quá 2,0 %.

<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng các muối acid béo	Không thấp hơn 95% tổng các muối acid béo, tính theo khối lượng khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

<i>Cation</i>	Đun nóng 1 g mẫu thử với hỗn hợp gồm 25 ml nước và 5 ml acid hydrocloric. Các acid béo tạo thành nổi trên bề mặt thành một lớp rắn hoặc dầu, tan trong hexan. Sau khi làm nguội, gạn lấy lớp nước và cho bay hơi đến khô. Hòa tan chất rắn còn lại trong nước và thử các cation thích hợp.
---------------	--

6.2. Độ tinh khiết

<i>Các acid béo tự do</i>	Xác định các acid béo tự do theo hướng dẫn trong phần Phương pháp xác định Acid béo tự do. Tính hàm lượng acid béo tự do, sử dụng hệ số tương đương (e) bằng với 1/10 khối lượng phân tử của muối.
---------------------------	--

<i>Các chất không xà phòng hóa</i>	Các chất không xà phòng hóa là toàn bộ lượng sản phẩm có mặt trong các chất béo sau khi được xà phòng hóa với các hydroxyd kim loại kiềm và chiết bằng một dung môi nhất định, vẫn không bay hơi trong các điều kiện xác định của phép thử.
------------------------------------	---

Các chất này bao gồm các lipid có nguồn gốc tự nhiên như các sterol, các rượu no mạch dài hơn, các phẩm màu và các hydrocarbon cũng như bất kỳ một tạp chất nào không bay hơi ở 103⁰C có mặt trong sản phẩm.

Cân khoảng 5 g (chính xác đến 0,01 g) mẫu thử đã được trộn đều vào bình cầu đáy tròn 250 ml. Thêm 50 ml dung dịch kali hydroxyd ~ 0,5 N và thêm một ít đá bọt. Gắn bình vào sinh hàn hồi lưu, đun nhẹ trong 1 giờ. Ngừng đun. Thêm 100 ml nước cất qua đầu sinh hàn và lắc.

Sau khi làm mát, chuyển dung dịch vào phễu chiết. Tráng rửa bình và đá bọt vài lần bằng diethyl ether (tổng cộng khoảng 100 ml) và đổ dịch rửa vào phễu tách. Đóng nút và lắc mạnh trong 1 phút, đều đặn xả áp suất bằng cách lật ngược phễu tách và mở khóa vòi.

Để yên phễu tách cho đến khi 2 pha hoàn toàn tách lớp. Sau đó rút lấy càng triệt để càng tốt dung dịch xà phòng vào phễu chiết thứ 2.

Chiết dung dịch xà phòng ethanol trong nước thêm hai lần nữa, mỗi lần với 100 ml diethyl ether theo cách trên. Gộp 3 dịch chiết ether vào 1 phễu tách có sẵn 40 ml nước.

Nhẹ nhàng quay tròn phễu tách chứa dịch chiết và 40 ml nước. Nếu lắc quá mạnh trong giai đoạn này, nhũ tương có thể hình thành. Để hỗn hợp tách lớp hoàn toàn và rút bỏ lớp nước ở dưới. Rửa lớp ether hai lần nữa với 40 ml nước, lắc đều và loại bỏ lớp nước ở dưới sau khi hỗn hợp đã phân lớp. Với mỗi dung dịch rửa rút ra 2 ml, sau đó quay tròn phễu tách quanh trục, đợi vài phút, rút bỏ phần tách ra, đóng khóa vòi khi ether bắt đầu chảy qua.

Rửa dung dịch ether nhiều lần bằng 40 ml dung dịch kali hydroxyd 0,5 N, 40 ml nước, rửa thêm một lần bằng 40 ml dung dịch kali hydroxyd, sau đó rửa ít nhất 2 lần nữa bằng 40 ml nước. Liên tục rửa bằng nước cho đến khi dung dịch hết màu hồng khi thử bằng chỉ thị là dung dịch phenolphthalein.

Chuyển định lượng từng lượng nhỏ dung dịch ether qua đầu của phễu tách vào bình cầu đã sấy khô và đã cân bì (chính xác đến 0,0001 g).

Làm bay hơi dung môi bằng cách cất trên bề cách thủy nước sôi. Thêm 5 ml acetone và loại bỏ hoàn toàn dung môi bay hơi bằng cách thổi không khí nhẹ, nghiêng bình cầu khi quay trong bề cách thủy.

Sấy khô phần cặn còn lại ở nhiệt độ $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 15 phút, đặt bình cầu theo phương gần như nằm ngang. Làm nguội trong bình hút ẩm và cân (chính xác đến 0,0001 g). Lặp lại quá trình sấy trong mỗi 15 phút liên tiếp cho đến khi chênh lệch giữa 2 lần cân liên tiếp nhỏ hơn 0,0015g.

Chú ý: Nếu không thu được khối lượng không đổi sau 3 lần sấy khô, các chất không xà phòng hóa có thể đã bị nhiễm bẩn.

Sau khi đã cân, hòa tan phần cặn trong 4 ml diethyl ether, thêm 20 ml ethanol đã được trung hòa (dung dịch có màu hồng khi thêm chỉ thị là dung dịch phenolphthalein (TS). Chuẩn độ bằng dung dịch kali hydroxyd trong ethanol 0,1 N đã chuẩn hóa (pha dung dịch kali hydroxyd trong ethanol có nồng độ gần đúng 1 N bằng cách hòa tan 60 g kali hydroxyd trong 50 ml nước và định mức thành 1 lít bằng ethanol; pha loãng dung dịch này 1: 10 bằng ethanol) đến khi dung dịch có màu phớt hồng.

Hiệu chuẩn khối lượng cặn còn lại theo hàm lượng acid tự do trong mẫu trắng. Tính hàm lượng chất không xà phòng hóa, theo % (kl/kl) bằng công thức sau:

$$[100 \times (m_1 - 0,281 \times T \times V)] / m$$

trong đó:

m = khối lượng (g), của phần mẫu thử,

m_1 = khối lượng (g), của cặn còn lại.

V = thể tích dung dịch kali hydroxyd đã chuẩn hóa nồng độ dùng để chuẩn độ.

T = Nồng độ chính xác của dung dịch kali hydroxyd dùng để chuẩn độ.

Chì

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Sử dụng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp với hàm lượng chì định để xác 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

Nguyên tắc: Xà phòng hóa các muối và ester hóa các acid béo bằng methanol, có mặt bo triflorid, methanol kiềm. Tiến hành sắc ký khí lỏng của các ester methyl của acid béo.

Phần A - Chuẩn bị các ester methyl của acid béo

Thiết bị

- Bình đáy tròn cổ nhám 50 và 100 ml.

- Sinh hàn hồi lưu, chiều dài hiệu dụng 20 đến 30 cm, có khớp nối nhám tương thích với bình cầu.
- Các phễu tách 250 ml.
- Đường ống vào dẫn khí nitơ.
- Ống nghiệm có nút thủy tinh nhám.
- Pipet chia độ, có thể tích ít nhất là 10 ml, có gắn quả bóp cao su, hoặc pipet tự động.

Thuốc thử

- Heptan, dùng cho sắc ký (*Chú ý 2 và 4*)
- Dầu nhẹ đã được cất lại (nhiệt độ sôi từ 40 - 60°), chỉ số brom < 1, không có cặn, hoặc hexan (*Chú ý 2*)
- Natri sulfat khan
- Dung dịch Natri hydroxyd trong methanol ~ 0,5 N: Hòa tan 2g natri hydroxyd trong 100 ml methanol chứa không quá 0,5% (kl/kl) nước. Nếu giữ dung dịch tương đối lâu có thể tạo thành một lượng nhỏ kết tủa màu trắng của natri. Điều này không ảnh hưởng đến kết quả điều chế methyl ester.
- Dung dịch bo triflorid trong methanol, 12 đến 25% (kl/kl). Chế phẩm thương mại sẵn có là dung dịch 14 và 50% (*chú ý 2*)

Cảnh báo: Bo triflorid độc. Vì vậy thử nghiệm viên không nên pha dung dịch bo triflorid trong methanol từ methanol và boron triflorid. (chú ý 3).

- Dung dịch bão hòa natri clorid trong nước.
- Dung dịch đỏ methyl, 1 g/l trong ethanol 60% (tt/tt)
- Nitơ, có hàm lượng oxy < 5 mg/kg

Tiến hành

Do bo triflorid độc, các thí nghiệm sau tốt nhất nên tiến hành trong tủ hút. Các dụng cụ thủy tinh phải được rửa bằng nước ngay sau khi sử dụng.

Sấy khô mẫu ở nhiệt độ 105°C đến khối lượng không đổi, cứ 2 giờ thì kiểm tra khối lượng 1 lần. Cân khoảng 350 mg (chính xác đến mg) mẫu đã sấy khô. Có thể lấy lượng mẫu lớn hoặc nhỏ hơn 350 mg, tuy nhiên, thể tích của bình cầu và lượng thuốc thử sử dụng phải phù hợp với số liệu trong bảng sau:

Khối lượng mẫu (mg)	Thể tích bình (ml)	NaOH 0.5 N (ml)	Dung dịch BF ₃ trong methanol (ml)
100 - 250	50	4	5
250 - 500	50	6	7
500 - 700	100	8	9
750 - 1000	100	10	12

Cho lượng acid béo đã định vào bình cầu phù hợp. Thêm với lượng phù hợp dung dịch bo triflorid trong methanol. Đun sôi trong vòng 2 phút.

Thêm 2 đến 5 ml heptan (*chú ý 4*) (lượng chính xác không ảnh hưởng đến phản ứng) qua đầu trên của sinh hàn vào hỗn hợp đang đun sôi và tiếp tục đun sôi trong 1 phút.

Ngắt nguồn nhiệt, lấy sinh hàn ra. Thêm lượng nhỏ dung dịch natri clorid bão hòa và lắc nhẹ bình bằng cách quay tròn bình vài lần.

Thêm dung dịch natri clorid bão hòa vào bình cầu sao cho mức chất lỏng ngang cổ bình. Để yên cho hỗn hợp tách lớp và chuyển khoảng 1 ml lớp trên (lớp heptan) vào ống nghiệm cổ nhám và thêm vào một lượng nhỏ natri sulfat khan để loại hết nước. Nếu lượng mẫu lấy là 350 mg, dung dịch này chứa khoảng 7 - 17% methyl ester và có thể bơm trực tiếp vào cột sắc ký khí - lỏng. Nếu không thì pha loãng dung dịch bằng heptan để đạt được nồng độ methyl ester là 5 - 10% (*chú ý 5*).

Để thu hồi toàn bộ lượng ester khô, chuyển dung dịch muối và lớp heptan vào phễu tách. Tách riêng các lớp. Chiết phần dung dịch muối 2 lần bằng 50 ml dầu nhẹ. Gộp dịch chiết dầu nhẹ thu được vào phần dung dịch heptan, rửa bằng 20 ml nước đến khi hết acid (thử bằng chỉ thị đỏ methyl). Làm khô bằng natri sulfat khan, lọc và cho bay hơi dung môi trong bể cách thủy và thổi khí nitơ (*chú ý 6 và 7*). Với các mẫu có khối lượng nhỏ hơn 500 mg phải giảm thể tích dung môi và nước sử dụng theo tỷ lệ tương ứng.

Bên cạnh phương pháp trên còn có một số phương pháp khác không sử dụng đến bo triflorid. Có thể thay các thuốc thử methyl hóa, như dung dịch natri hydroxyd 0,5N trong methanol và dung dịch bo triflorid 12 - 25%, trong methanol bằng:

- Kali hydroxyd 1 N trong methanol, (phản ứng với chất béo khi có mặt lượng dư methanol có hàm lượng nước nhỏ);
- Dung dịch natri methylat (điều chế bằng cách hòa tan 1 g natri kim loại trong 100 ml methanol có hàm lượng nước nhỏ).

Chú ý

1. Nếu các chất không xà phòng hóa gây cản trở, pha loãng dung dịch xà phòng hóa với nước và loại bỏ các chất không xà phòng hóa bằng cách chiết với diethyl ether hoặc hexan. Acid hóa dung dịch nước xà phòng và tách lấy các acid béo. Điều chế các methyl ester từ các acid béo theo hướng dẫn.

2. Khi đo sắc ký khí lỏng của các methyl ester, một số thuốc thử, đặc biệt là bo triflorid trong methanol có thể tạo nên các pic ngẫu nhiên trên sắc đồ (trong vùng các ester có mạch $C_{20} - C_{22}$ nếu dùng bo triflorid trong methanol). Do vậy cần phải kiểm tra lại mỗi đợt thuốc thử mới bằng cách điều chế các methyl ester của acid oleic tinh khiết, và đo sắc ký. Nếu xuất hiện pic ngẫu nhiên, phải bỏ không dùng thuốc thử. Các thuốc thử khác nhau không được phép cho pic gây nhiễu đến các pic của các methyl ester của các acid béo trong quá trình chạy sắc ký.

Dung dịch bo triflorid trong methanol phải được bảo quản trong tủ lạnh.

3. Nếu bắt buộc phải điều chế dung dịch bo triflorid từ bo trifluorid dạng khí, nên dùng phương pháp sau: Cân khối lượng của bình cầu 2 l chứa 1 l methanol. Làm lạnh trong bể nước đá. Vẫn giữ nguyên bình trong bể nước đá, sục khí BF_3 từ chai khí (cylinder) qua ống dẫn thủy tinh vào dung dịch methanol cho đến khi hấp thụ được 125 g BF_3 . Tiến hành thí nghiệm trong tủ hút. Phải cho BF_3 chạy qua ống thủy tinh trước khi đặt ống vào và rút ống ra khỏi methanol để tránh trường hợp chất lỏng bị hút vào hệ thống van của chai khí. Không được cho khí chạy nhanh quá để có hơi khí trắng ra khỏi bình. Thuộc thử pha theo cách này bên trong 2 năm.

4. Nếu mẫu không có các acid béo chứa 20 hoặc nhiều hơn 20 nguyên tử carbon, có thể thay heptan bằng hexan (hỗn hợp của các đồng phân C_7 tinh khiết có thể được kiểm tra bằng sắc kí khí lỏng).

5. Nếu không có đủ lượng mẫu như yêu cầu, có thể lấy 10 mg, thậm chí ít hơn, miễn là lượng thuốc thử và kích thước của các dụng cụ thủy tinh được giảm theo tỷ lệ tương ứng.

6. Các dung dịch methyl ester cần được phân tích càng sớm càng tốt. Nếu cần, bảo quản dung dịch heptan chứa các methyl ester trong môi trường khí trơ trong tủ lạnh. Nếu cần phải bảo quản trong thời gian dài, nên bảo vệ các methyl ester khỏi sự oxi hóa bằng cách thêm vào dung dịch các chất chống oxi hóa ở nồng độ không ảnh hưởng đến kết quả phân tích, ví dụ như 0,05 g/l EHT (2,6-di-tert-butyl-4-methyl phenol).

Trong trường hợp cần thiết, có thể bảo quản các methyl ester khô sạch dung môi bằng khí trơ trong tủ lạnh trong 24 giờ, hoặc lâu hơn nếu giữ đông lạnh sâu trong ống kín trong chân không.

7. Một phần các methyl ester dễ bay hơi nhất có thể bị mất nếu thời gian bay hơi dung môi kéo dài, hoặc nếu dòng khí nitơ quá mạnh,

Để đo phổ hồng ngoại, phải loại bỏ dung môi càng triệt để càng tốt.

Để đo sắc ký khí lỏng, loại bỏ dung môi.

Phần B. Sắc ký khí lỏng đối với các ester methyl của acid béo

Thiết bị

Thiết bị thông thường dùng cho sắc ký khí lỏng, dùng cột nhồi và detector ion hóa ngọn lửa (chú ý 1). Bất kỳ một thiết bị nào cho hiệu quả và độ phân giải cao với chất béo cần xác định đều phù hợp.

Sắc ký khí lỏng

Hệ thống bơm mẫu: Hệ thống bơm mẫu phải có không gian chết nhỏ nhất có thể. Nếu được, phải nâng được nhiệt độ cao hơn nhiệt độ cột từ 20 đến 50°C.

Lò: Lò phải cung cấp cho cột nhiệt độ ít nhất là 220°C và phải duy trì được nhiệt độ cần thiết trong khoảng $\pm 1^\circ\text{C}$.

Nếu dùng chương trình đặt nhiệt độ, nên dùng thiết bị có cột đôi.

Cột nhồi:

- Cột: Cột phải được làm từ vật liệu trơ với chất cần phân tích: thủy tinh hoặc nếu không thì dùng thép không rỉ (*chú ý 2*). Chiều dài: 1 đến 3 m, nên dùng cột tương đối ngắn nếu có các acid mạch dài (C_{20+}). Để xác định các acid béo C_4 và C_6 , nên dùng cột 2 m; đường kính trong từ 2 đến 4 mm.

Nhồi cột

- Chất mang: Diatomit rửa acid và đã được silan hóa, hoặc các chất mang trơ phù hợp khác có khoảng biến thiên đường kính hẹp (25 μm) trong khoảng cỡ hạt từ 125 - 200 μm , cỡ hạt trung bình phải tương ứng với đường kính trong và chiều dài cột.

- Pha tĩnh: Dạng polyester của một chất lỏng phân cực (ví dụ diethylen glycol polysuccinat, butandiol polysuccinat, ethylen glycol polyadipat...) hoặc bất kỳ chất lỏng nào khác (ví dụ cyanosilicon...) thỏa mãn các điều kiện dưới

đây. Pha động phải chiếm 5 đến 20% dung lượng nhồi. Dùng một pha tĩnh không phân cực, tùy theo từng phép tách cụ thể.

- Hoạt hóa cột mới chế tạo: Tháo cột ra khỏi detector. Nếu có thể, từ từ nâng nhiệt độ lò đến 185°C và dẫn dòng khí trơ qua cột với tốc độ 20 - 60 ml/phút trong ít nhất là 16 giờ tại nhiệt độ này, và thêm 2 giờ nữa tại 195°C.

Detector: Các vận hành dưới đây tương ứng với detector ion hóa ngọn lửa (*chú ý 1*)

Syring: có dung tích tối đa là 10 μ l, chia độ đến 0,1 μ l.

Máy ghi:

Nếu sử dụng đường ghi để tính thành phần hỗn hợp phân tích, phải dùng một máy ghi điện tử có độ chính xác cao. Máy ghi phải tương thích với thiết bị đo. Các đặc trưng của máy đo phải như sau:

- Tốc độ đáp ứng dưới 1,5 giây, tốt nhất là dưới 1 giây (tốc độ đáp ứng là thời gian cần để bút ghi chạy từ 0 đến 90 % theo 100 % tín hiệu)
- Độ rộng của giấy: tối thiểu là 25 cm
- Tốc độ giấy: 25 - 100 cm/giờ.

Bộ tích phân Integrator hoặc máy tính (tùy chọn)

Có thể tính một cách nhanh và chính xác nếu dùng bộ tích phân điện tử hoặc máy tính. Trong trường hợp này phải có được tín hiệu tuyến tính với độ nhạy phù hợp, và hiệu chỉnh cho độ lệch đường nền phải thỏa đáng.

Hóa chất

- Khí mang: Khí trơ (nitơ, heli, argon...) khô, và chứa ít hơn 10 mg/kg oxy.
- Khí phụ trợ: Hydro (tinh khiết tối thiểu 99,9%) không có các tạp chất hữu cơ, không khí hoặc oxy.
- Các chất chuẩn so sánh: Hỗn hợp của các methyl ester, hoặc các ethyl ester của một chất dầu đã biết trước thành phần, tốt nhất là tương tự với chất béo cần phân tích.

Tiến hành

Điều kiện thử

Xác định các điều kiện chạy tối ưu: Các giá trị cho trong bảng 1 và 2 cho dưới đây về nguyên tắc có thể cho các kết quả mong muốn:

Bảng 1

Đường kính trong của cột	Khí mang cung cấp
2 mm	15 - 25 ml/phút
3 mm	20 - 40 ml/phút
4 mm	40 - 60 ml/phút

Bảng 2

Nồng độ của pha tĩnh	Nhiệt độ
5%	175°C
10%	180°C
15%	180°C
20%	185°C

Nếu được, injector phải ở nhiệt độ khoảng 200°C và detector phải ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn nhiệt độ cột.

Về nguyên tắc dòng khí hydro cung cấp cho detector ion hóa ngọn lửa phải có tốc độ bằng một nửa tốc độ khí mang, và tốc độ khí oxy phải bằng khoảng 5 đến 10 lần tốc độ khí hydro.

Xác định hiệu suất và độ phân giải (tùy chọn)

Tiến hành phân tích mẫu chuẩn methyl stearat. Lựa chọn kích thước mẫu, nhiệt độ cột tách và tốc độ khí mang sao cho pic của methyl stearat xuất hiện 15 phút sau pic dung môi và cao khoảng 3/4 tín hiệu toàn thang.

- Phân tích:

Dùng mẫu kiểm tra là 0,1 đến 2 µl dung dịch heptan của các methyl ester, pha theo hướng dẫn trong phần A. Trong trường hợp không có các ester trong dung dịch, chuẩn bị

dung dịch có nồng độ khoảng 10% trong heptan và bơm 0,1 đến 1 μ l dung dịch này.

Các điều kiện tiến hành được cho dưới đây. Tuy nhiên, có thể làm việc với nhiệt độ cột thấp hơn nếu xác định các acid có mạch carbon dưới C_{12} hoặc ở nhiệt độ cao hơn nếu xác định các acid béo trên C_{20} .

Đôi khi có thể sử dụng chương trình đặt nhiệt độ cho cả 2 trường hợp trên. Nếu mẫu có chứa các methyl ester của các acid béo dưới C_{12} , phải bơm mẫu ở nhiệt độ 100°C (hoặc ở nhiệt độ từ $50 - 60^{\circ}\text{C}$ nếu có acid butyric) và ngay lập tức tăng nhiệt độ với tốc độ tăng nhiệt từ $4 - 8^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ tùy chọn. Trong một số trường hợp có thể gộp cả 2 quy trình lại: sau khi tăng nhiệt, tiếp tục rửa giải tại nhiệt độ không đổi cho đến khi tất cả các hợp phần được rửa giải ra. Nếu thiết bị không vận hành với chương trình nhiệt độ, làm việc tại 2 nhiệt độ cố định trong khoảng từ 100 đến 195°C .

Biểu thị kết quả

Phân tích định tính

Phân tích hỗn hợp chất chuẩn so sánh có thành phần đã biết trong các điều kiện sử dụng để đo mẫu thử. Đo khoảng cách lưu (hoặc thời gian lưu) cho các ester béo tương ứng. Dùng giấy bán logarit, vẽ đồ thị biểu diễn sự phụ thuộc của logarit khoảng cách lưu (hoặc thời gian lưu) vào số nguyên tử carbon của các acid; trong điều kiện đẳng nhiệt đồ thị của các ester mạch thẳng có cùng độ không bão hòa phải là các đường thẳng gần như song song với nhau.

Nhận dạng các pic của mẫu thử từ các đồ thị này, nếu cần thì dùng phép nội suy. Phải tránh các điều kiện đo làm xuất hiện các “pic bị che phủ (masked peaks)”, có nghĩa là độ phân giải không đủ lớn để tách được 2 hợp phần.

Phân tích định lượng

Xác định thành phần

Trừ các trường hợp đặc biệt, sử dụng phương pháp chuẩn hóa diện tích, có nghĩa là giả thiết rằng toàn bộ các hợp

phần đều được biểu diễn trên sắc đồ, sao cho tổng diện tích các pic thể hiện 100 % các hợp phần (tổng rửa giải).

Bằng một quy trình chuẩn hóa phù hợp (dùng hỗn hợp chất chuẩn tham chiếu hoặc dùng chất chuẩn nội), xác định tổng khối lượng của các acid béo trong mẫu khô. Tính hàm lượng muối của các acid béo với các cation đặc trưng trong mẫu. Tổng hàm lượng muối Acid béo không được lớn hơn 95% khối lượng mẫu khô. Ngoài ra, nếu có các chỉ tiêu cho hàm lượng của mỗi acid béo ghi trên nhãn sản phẩm, mẫu phải thỏa mãn được các chỉ tiêu này.

Chú ý

1. Có thể sử dụng máy sắc ký khí - lỏng dùng thiết bị đo độ dẫn nhiệt của khí (catharometer) (làm việc trên nguyên tắc đo sự thay đổi độ dẫn nhiệt). Các điều kiện đo khi đó được thay đổi như sau:

Cột

- Chiều dài: 2 đến 4 m
- Đường kính trong: 4 mm
- Chất mang: đường kính hạt trong khoảng 160 đến 200 μm
- Pha tĩnh: 15 đến 25%

Khí mang: heli, nếu không thì dùng hydro, có hàm lượng oxy càng nhỏ càng tốt. Không dùng khí phụ trợ

- Tốc độ khí: thường trong khoảng từ 60 đến 80 ml/phút

Nhiệt độ

Injector: cao hơn từ 40°C đến 60°C so với nhiệt độ cột

Cột: 180°C to 200°C

Phân tích định lượng: phải hiệu chỉnh theo các hệ số thu được khi phân tích hỗn hợp so sánh của các ester có thành phần đã biết trong cùng điều kiện đo với mẫu thử.

2. Nếu trong mẫu có các thành phần không no chứa nhiều hơn 3 nối đôi, chúng có thể bị phân hủy trên cột thép không rỉ.

Phụ lục 2
QUY ĐỊNH KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI MAGNESI OXYD

1. Tên khác, chỉ số	INS 530 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Magnesi oxyd
<i>Mã số C.A.S.</i>	1309-48-4
<i>Công thức hóa học</i>	MgO
<i>Khối lượng phân tử</i>	40,31
3. Cảm quan	Dạng bột trắng, bông, thường gọi là magnesi oxyd nhẹ hoặc dạng bột trắng tương đối chặt, thường gọi là magnesi oxyd nặng. 5g magnesi oxyd nhẹ chiếm thể tích từ 40 đến 50 ml, trong khi 5 g magnesi oxyd nặng chiếm thể tích từ 10 đến 20 ml.
4. Chức năng	Chất chống đông vón
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Thực tế không tan trong nước, không tan trong ethanol.
<i>Tính kiềm</i>	Mẫu thử có tính kiềm với giấy quỳ ướt.
<i>Magnesi</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của magnesi.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	Không được quá 5,0% sau khi nung ở nhiệt độ từ 800°C đến 825°C đến khối lượng không đổi.
<i>Kiểm (tự do) và các muối hòa tan</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
<i>Calci oxyd</i>	Không được quá 1,5%.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng MgO	Không được thấp hơn 96,0% sau khi nung ở nhiệt độ khoảng 800°C.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Magnesi</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của magnesi.

6.2. Độ tinh khiết

Kiểm (tự do) và các muối hòa tan

Cân 2 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan vào 100 ml nước cất và đun sôi trong 5 phút trong một cốc thủy tinh có nắp và lọc nóng. Lấy 50 ml dịch lọc đã để nguội, cho thêm chỉ thị đỏ methyl (TS) và chuẩn độ với dung dịch acid sulfuric 0,1 N. Thể tích acid sử dụng để chuẩn độ không được quá 2 ml. Cho bay hơi 25 ml dịch lọc đến khô và sấy khô ở 105°C trong 1h. Lượng cặn còn lại không được quá 10 mg.

Oxyd calci

Cân 400 mg mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg, hòa tan vào một hỗn hợp gồm 3 ml dung dịch acid sulfuric và 22 ml nước cất. Cho thêm 50 ml ethanol và để yên hỗn hợp qua đêm. Nếu tinh thể của magnesi sulfat tách ra, hòa tan bằng cách làm nóng hỗn hợp đến 50°C. Lọc qua chén lọc bằng sứ đã nung trước và cân bì, sau đó rửa kết tủa vài lần bằng hỗn hợp ethanol và acid sulfuric loãng (TS) với tỷ lệ thể tích 2:1. Nung đỏ chén và cặn, để nguội và cân. Khối lượng calci sulfat thu được nhân với 0,4119, tương đương với lượng calci oxyd có trong mẫu thử.

Chì

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật 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

Nung khoảng 400 mg mẫu thử đến khối lượng không đổi ở nhiệt độ từ 800 - 825°C trong một chén platin đã cân bì. Cân chính xác mẫu thử sau khi nung và hòa tan trong 25,0 ml acid sulfuric 1N, đun sôi nhẹ để loại hết carbon dioxyd, sau đó để nguội. Thêm dung dịch chỉ thị đỏ methyl (TS) và chuẩn độ acid dư bằng dung dịch natri hydroxyd 1 N. Lấy thể tích dung dịch acid sulfuric 1N thực sử dụng ở trên trừ đi thể tích dung dịch acid sulfuric tương ứng lượng CaO trong mẫu thử (hệ số tương ứng là 1 ml dung dịch acid sulfuric 1N tương đương với 28,04 mg CaO). Hiệu số này chính là thể tích dung dịch acid sulfuric dùng để trung hòa oxyd manegsi.

Mỗi ml dung dịch acid sulfuric 1N tương đương với 20,16 mg MgO.

Phụ lục 3**QUY ĐỊNH KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI
CÁC MUỐI NATRI, KALI, CALCI FEROCYANID**

1. Tên khác, chỉ số	Sodium ferrocyanide, Potassium ferrocyanide, Calcium ferrocyanide; Yellow prussiate of lime, potash, soda; natri, calci, kali hexacyanoferrat INS 535 (Natri ferocyanid) INS 536 (Kali ferocyanid) INS 538 (Calci ferocyanid) ADI = 0 - 0,025 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Natri, kali, calci ferocyanid; Natri, kali, calci hexacyanoferrat II.
<i>Chỉ số C.A.S.</i>	13601-19-9 (Natri ferocyanid) 13943-58-3 (Kali ferocyanid) 1327-39-5 (Calci ferocyanid)
<i>Công thức hóa học</i>	$\text{Na}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ $\text{Ca}_2\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$
<i>Khối lượng phân tử</i>	484,1 (natri ferocyanid) 422,4 (Kali ferocyanid) 508,3 (Calci ferocyanid)
3. Cảm quan	Tinh thể hoặc bột tinh thể màu vàng.
4. Chức năng	Chất chống đông vón
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong nước, các muối K, Na không tan trong ethanol.
<i>Ferocyanid</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).

Natri (đối với muối natri) Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

Kali (đối với muối kali) Phải có phản ứng đặc trưng của kali.

Calci (đối với muối calci) Phải có phản ứng đặc trưng của calci.

5.2. Độ tinh khiết

Cyanid Không phát hiện.

Fericyanid Không phát hiện.

Arsen Không được quá 3,0 mg/kg.

Chì Không được quá 5,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng ferocyanid Không được thấp hơn 99,0% tương ứng theo ferocyanid.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Ferocyanid Lấy 10 ml dung dịch mẫu thử 10%, thêm 1 ml dung dịch sắt (III) clorid (TS), xuất hiện kết tủa màu xanh sẫm.

6.2. Độ tinh khiết

Cyanid Hòa tan 10 g đồng sulfat vào hỗn hợp gồm 8 ml nước và 2 ml dung dịch amoniac (TS). Tắm ướt 1 băng giấy lọc bằng dung dịch này, cho băng giấy lọc đã tẩm hóa chất vào luồng khí hydro sulfid. Khi nhỏ 1 giọt dung dịch mẫu thử 1% lên băng giấy lọc đã xử lý hóa chất (có màu nâu). Trên băng giấy không được xuất hiện đốm tròn màu trắng.

Fericyanid Hòa tan khoảng 10 mg mẫu thử trong 10 ml nước, nhỏ 1 giọt dung dịch này lên lam kính (hoặc phiến sứ dùng để thử nhỏ giọt). Thêm 1 giọt dung dịch chì nitrat 1%, tiếp theo là vài giọt dung dịch acid acetic 2 N lạnh đã bão hòa benzidin. Không được xuất hiện kết tủa xanh hoặc màu xanh.

Arsen - Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol. 4
- Phương pháp II.

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

- Xác định bằng kỹ thuật 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

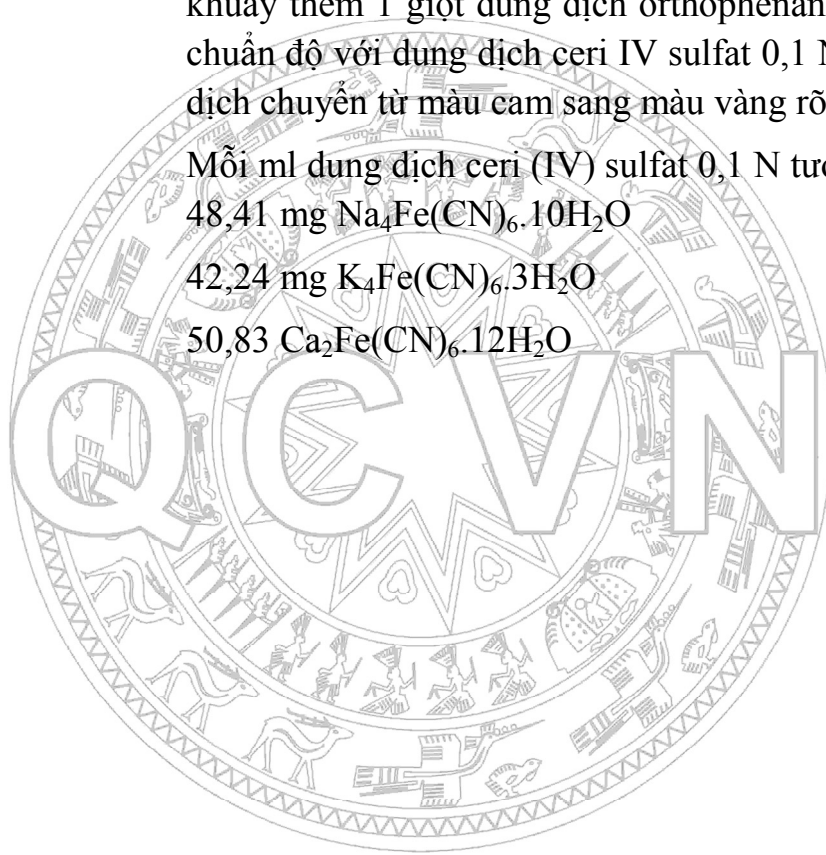
Cân khoảng 3 g (chính xác đến 0,1 mg) mẫu thử cho vào cốc 400 ml. Hòa tan trong 225 ml nước và thêm cẩn thận 25 ml dung dịch acid sulfuric (TS). Khuấy đều, trong khi khuấy thêm 1 giọt dung dịch orthophenanthrolin (TS) và chuẩn độ với dung dịch ceri IV sulfat 0,1 N đến khi dung dịch chuyển từ màu cam sang màu vàng rõ rệt.

Mỗi ml dung dịch ceri (IV) sulfat 0,1 N tương đương với:

48,41 mg $\text{Na}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

42,24 mg $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

50,83 mg $\text{Ca}_2\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$



Phụ lục 4

QUY ĐỊNH KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI SILIC DIOXYD VÔ ĐỊNH HÌNH

1. Tên khác, chỉ số	Silicon dioxyde, Silica INS 551 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	Các chế phẩm được quy định bởi quy chuẩn này bao gồm: silica dạng aerogel (silic dioxyd kết tủa); silicagel dehydrat. Chế phẩm thương mại còn được phân loại dựa trên chỉ tiêu giảm khối lượng khi là khô và các muối có thể ion hóa.
<i>Tên hóa học</i>	Silic dioxyd
<i>Mã số C.A.S.</i>	7631-86-9
<i>Công thức hóa học</i>	$(\text{SiO}_2)_x$
<i>Khối lượng phân tử</i>	60,09 (SiO_2)
3. Cảnh quan	Silica dạng aerogel: silica cấu trúc siêu mịn dạng bột hay hạt nhỏ. Silica hydrat hóa: là silic dioxyd kết tủa, hydrat hóa dạng bột vô định hình, hoặc hạt.
4. Chức năng	Chất chống đông vón.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Không tan trong nước và ethanol; Tan trong acid hydrofloric và trong kiềm (80°C - 100°C). <i>(Cảnh báo: acid hydrofloric rất độc, có tính ăn mòn, không được để tiếp xúc với da. Tiến hành thao tác trong tủ hood).</i>
<i>Silic</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của silic.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi nung</i>	Không được quá 6% tính theo chế phẩm đã làm khô (sấy tại 105°C đến khối lượng không đổi).

<i>Chì</i>	Không được quá 5,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng SiO ₂	Dạng aerogel: Không thấp hơn 90,0% SiO ₂ tính theo chế phẩm sau khi nung. Dạng hydrat hóa: Không thấp hơn 89,0% SiO ₂ tính theo chế phẩm sau khi nung.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Silic Thử tính bay hơi của SiF₄. (Xem phần định lượng).

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi nung Dạng aerogel: nung tại 600°C đến khối lượng không đổi.
Dạng hydrat hóa: nung tại 900°C đến khối lượng không đổi.

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

Xác định bằng kỹ thuật 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 2 g (chính xác đến 0,1 mg) mẫu thử, chuyển vào một chén nung platin đã cân bì. Nung tại 1000°C trong 1 giờ, để nguội trong bình hút ẩm và cân, tính mức giảm khối lượng (m₁). Tẩm ướt tro với 7 - 8 giọt ethanol, 3 giọt acid sulfuric đặc và cẩn thận thêm vừa đủ acid hydrofloric tẩm hết phần tro ướt. Cho bay hơi đến khô trên bếp điện (95 - 105°C), sau đó thêm 5 ml acid hydrofloric, lắc xoay tròn nhẹ đĩa để rửa thành đĩa và cho bay hơi đến khô. Nung phần cặn còn lại trên ngọn lửa đỏ bằng đèn đốt Meker, để nguội trong bình hút ẩm và cân, tính mức giảm khối lượng (m₂).

Sự chênh lệch giữa m₁ và m₂ biểu thị khối lượng SiO₂ trong mẫu thử.

Phụ lục 5**QUY ĐỊNH KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI CALCI SILICAT**

1. Tên khác, chỉ số	Calcium silicate; INS 552 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	Calci silicat hoặc polysilicat được sản xuất bằng hàng loạt các phản ứng giữa các hợp chất chứa silic (như đất diatomit và các hợp chất calci tự nhiên (như vôi, vôi thành phần gồm các nguyên tố khác như magnesi...)). Chế phẩm thương mại còn được phân loại dựa trên các yếu tố về hàm lượng calci, silic dioxyd, giảm khối lượng khi làm khô, giảm khối lượng khi nung, pH của dung dịch đục trong nước 10%, dung trọng, độ ẩm, sulfat và clorid.
<i>Tên hóa học</i>	Calci silicat
<i>Mã số C.A.S.</i>	1344-95-2
3. Cảm quan	Bột rất mịn màu trắng hoặc trắng nhờ vôi dung trọng thấp và hấp thụ nước cao.
4. Chức năng	Chất chống đông vón.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Không tan trong nước và ethanol.
<i>Silicat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của silicat
<i>Calci</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của calci
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Florid</i>	Không được quá 50 mg/kg.
<i>Amiăng</i>	Không được có.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Silicat</i>	Cân khoảng 500 mg mẫu thử, trộn với khoảng 200 mg natri carbonat khan và 2 g kali carbonat khan, đun nóng hỗn hợp trên chén nung bằng platin hoặc niken đến khi hỗn hợp chảy hoàn toàn. Để nguội và thêm 5 ml nước,

để yên trong 3 phút. Đun nhẹ đáy chén nung để tách phần bị nung chảy ra khỏi chén. Dùng 50 ml nước để tráng và chuyển phần này vào cốc. Thêm acid hydrocloric vào đến khi không còn sủi bọt, sau đó thêm dư 10 ml acid hydrocloric, cho bay hơi hỗn hợp đến khô trên bề cách thủy nước sôi. Làm mát và thêm 20 ml nước, đun sôi và lọc hỗn hợp qua giấy lọc không tro. Cặn silica không tan sẽ bị giữ lại trên giấy lọc (*chú ý giữ lại phần dịch lọc để thử calci*). Chuyển phần cặn keo vào một đĩa platin và thêm cẩn thận 5 ml acid hydrofloric (*Cảnh báo: acid hydrofloric rất độc, có tính ăn mòn, không được để tiếp xúc với da. Tiến hành thao tác trong tủ hood*). Tủa rắn sẽ bị hòa tan (nếu không tan lặp lại quá trình cho bay hơi với acid hydrofloric. Đun nóng và giữ một đĩa thủy tinh (đầu đĩa có 1 giọt nước) trong luồng hơi thoát ra. Giọt nước ở đầu đĩa sẽ trở nên đục.

Calci

Trung hòa dịch lọc thu được trong phần thử silicat bằng dung dịch amoniac (TS) dùng chỉ thị là 2 giọt dung dịch đỏ methyl (TS). Thêm từng giọt dung dịch acid hydrocloric loãng (TS) đến khi dung dịch có tính acid. Tiếp theo thêm dung dịch amoni oxalat (TS), trong dung dịch xuất hiện tủa calci oxalat. Tủa này không tan trong acid acetic nhưng tan trong acid hydrocloric.

6.2. Độ tinh khiết

Florid

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4 chuyên luận thử giới hạn florid phương pháp I hoặc II.
- Cân 1 g mẫu

Amiăng

Phương pháp soi kính hiển vi điện tử (tạm thời): Mẫu thử được nghiền đồng nhất đến mức có thể. Sử dụng kính hiển vi điện tử quan sát tối thiểu 100 lần, kiểm tra từng phần tử của mẫu, nếu phát hiện ra bất cứ vật liệu dạng sợi thì mẫu thử không đạt.

Chì

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật 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 6
QUY ĐỊNH KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI NATRI NHÔM SILICAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium aluminosilicate; Sodium silicoaluminate; INS 554 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	Gồm các dạng của natri nhôm silicat hydrat. Chế phẩm thương mại còn được phân loại dựa trên hàm lượng nhôm oxyd, silic dioxyd, natri oxyd, giảm khối lượng khi làm khô, giảm khối lượng khi nung và pH của khối hỗn dịch trong nước.
<i>Tên hóa học</i>	Natri nhôm silicat
3. Cảm quan	Bột vô định hình hoặc hạt nhỏ màu trắng, không mùi
4. Chức năng	Chất chống đông vón.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Không tan trong nước và ethanol, ít tan trong acid mạnh và hydroxyd kiềm.
<i>Natri</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
<i>Nhôm</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của nhôm.
<i>Silicat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của silicat.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Chì</i>	Không được quá 5,0 mg/kg.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Silicat</i>	Cân khoảng 500 mg mẫu thử, trộn với khoảng 200 mg natri carbonat khan và 2 g kali carbonat khan, đun nóng hỗn hợp trên chén nung bằng platin hoặc niken đến khi hỗn hợp chảy hoàn toàn. Để nguội và thêm 5 ml nước, để yên trong 3 phút. Đun nhẹ đáy chén nung để tách phần bị

nung chảy ra khỏi chén. Dùng 50 ml nước để tráng và chuyển phần này vào cốc. Thêm acid hydrocloric vào đến khi không còn sủi bọt, sau đó thêm dư 10 ml acid hydrocloric, cho bay hơi hỗn hợp đến khô trên bề cách thủy nước sôi. Làm mát và thêm 20 ml nước, đun sôi và lọc hỗn hợp qua giấy lọc không tro. Cặn silica không tan sẽ bị giữ lại trên giấy lọc (*chú ý giữ lại phần dịch lọc để thử nhôm*). Chuyển phần cặn keo vào một đĩa platin và thêm cẩn thận 5 ml acid hydrofloric (*Cảnh báo: acid hydrofloric rất độc, có tính ăn mòn, không được để tiếp xúc với da. Tiến hành thao tác trong tủ hood*). Tủa rắn sẽ bị hòa tan (nếu không tan lặp lại quá trình cho bay hơi với acid hydrofloric. Đun nóng và giữ một đĩa thủy tinh (đầu đĩa có 1 giọt nước) trong luồng hơi thoát ra. Giọt nước ở đầu đĩa sẽ trở nên đục.

6.2. Độ tinh khiết

Chỉ

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4 .
- Xác định bằng kỹ thuật 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 7**QUY ĐỊNH KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI CALCI NHÔM SILICAT**

- 1. Tên khác, chỉ số** Aluminium calcium silicate; Calcium aluminosilicate;
Calcium silicoaluminate; sodium calcium silicoaluminate.
INS 556
PTWI = 1 mg/kg thể trọng
- 2. Định nghĩa**
- Tên hóa học* Calci aluminosilicat
- 3. Cảm quan** Bột mịn màu trắng, trơn chảy.
- 4. Chức năng** Chất chống đông vón.
- 5. Yêu cầu kỹ thuật**
- 5.1. Định tính**
- Độ tan* Không tan trong nước và ethanol.
- 5.2. Độ tinh khiết**
- Giảm khối lượng khi nung* Không thấp hơn 14% và không được quá 18%.
(nung tại 1000° đến khối lượng không đổi).
- Giảm khối lượng khi sấy* Không được quá 10%.
(sấy tại 105° trong 2 giờ).
- Florid* Không được quá 50,0 mg/kg.
- Chì* Không được quá 5,0 mg/kg.
- 5.3. Hàm lượng SiO₂, Al₂O₃, CaO, Na₂O**
- Không thấp hơn 44,0% và không được quá 50,0% SiO₂
Không thấp hơn 3,0% và không được quá 5,0% Al₂O₃
Không thấp hơn 32,0% và không được quá 38,0% CaO
Không thấp hơn 0,5% và không được quá 4,0% Na₂O.
- 6. Phương pháp thử**
- 6.1. Độ tinh khiết**
- Florid* Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4,
chuyên luận thử giới hạn florid phương pháp I hoặc II
- Cân 1 g mẫu và thử.

Chi

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật 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

Silic dioxyd:

Cân khoảng 500 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước tại 105°C trong 2 giờ, cho vào cốc 250 ml. Rửa thành cốc bằng vài ml nước, sau đó thêm 30 ml acid perchloric 72% và 15 ml acid hydrochloric. Đun trên bếp đến khi khói trắng thoát ra dày đặc. Để nguội và thêm 15ml acid hydrochloric và đun đến khi khói trắng bay ra. Để nguội và thêm 70 ml nước, lọc qua giấy lọc Whatman No. 40 (hoặc tương đương). Rửa giấy lọc và rửa nhiều lần bằng nước để loại bỏ hoàn toàn acid perchloric. Chuyển toàn bộ giấy lọc và rửa vào chén nung platin đã cân bì và nung tại 900° đến khối lượng không đổi. Tẩm ướt tro bằng vài giọt nước, sau đó thêm 15 ml acid hydrochloric và 8 giọt acid sulfuric. Đun nóng trên bếp điện đến khi khói trắng của lưu huỳnh trioxyd xuất hiện. Để nguội, thêm 5 ml nước, 10 ml acid hydrofloric và 3 giọt acid sulfuric, sau đó cho bay hơi đến khô trên bếp. Cần thận đun nóng trên ngọn lửa đến khi không còn khói trắng của lưu huỳnh trioxyd bay ra. Sau đó nung tại 900° đến khối lượng không đổi. Sự giảm khối lượng từ giai đoạn thêm acid hydrofloric biểu thị khối lượng SiO₂ có trong mẫu thử.

(Cảnh báo: acid hydrofloric rất độc, có tính ăn mòn, không được để tiếp xúc với da. Tiến hành thao tác trong tủ hood)

Nhôm oxyd:

Đun chảy cạn thu được trong phân xác định dioxyd silic với 2 g kali pyrosulfat trong 5 phút. Để nguội và hòa tan trong nước, cho vào bình định mức 250 ml, pha loãng đến vạch bằng nước. Lấy 100 ml dung dịch này vào cốc 600 ml, thêm 100 ml nước và 5 giọt xanh bromothymol

(TS) và đun nóng đến sôi nhẹ. Thêm từng giọt amoni hydroxyd đến khi dung dịch có màu xanh da trời, đun sôi trong 5 phút để đuổi hết amoni dư. Lọc qua giấy lọc Whatman No. 41 (hoặc tương đương), rửa tủa 6 lần, mỗi lần với dung dịch amoni clorid 1/50 nóng. Chuyển giấy lọc và cặn vào chén nung platin đã cân bì, hóa than giấy lọc và nung trên đèn Meker đến khối lượng không đổi. Khối lượng cặn sau khi trừ đi khối lượng tro của giấy lọc nhân với 2,5 biểu thị khối lượng Al_2O_3 trong mẫu thử.

Calci oxyd:

Gộp dịch rửa và dịch lọc trong phân xác định silic dioxyd, khuấy đều và dùng buret 50 ml thêm khoảng 30ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M và 300 mg chỉ thị xanh hydroxynaphtol, tiếp tục chuẩn độ đến điểm tương đương, dung dịch có màu xanh da trời.

Mỗi ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M tương đương với 2,804 mg CaO.

Natri oxyd:

Cân khoảng 500 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã được sấy khô trước tại 105° trong 2 giờ, chén nung platin đã cân bì. Tẩm ướt bằng 8 - 10 giọt nước. Thêm 25 ml acid percloric 70% và 10 ml acid hydrofloric (*Cảnh báo: acid hydrofloric rất độc, có tính ăn mòn, không được để tiếp xúc với da. Tiến hành thao tác trong tủ hood*). Đun trên bếp đến khi khói trắng của acid percloric thoát ra. Thêm 10 ml acid hydrofloric và lại đun đến khi có khói trắng thoát ra và hòa tan phần còn lại với nước vừa đủ để thu được 250 ml. Chỉnh quang kế ngọn lửa về bước sóng đo 589 nm. Hiệu chỉnh nền về không bằng cách đo sự truyền quang qua nước và đặt truyền quang 100% khi đo dung dịch chuẩn chứa 200 μg natri (dạng clorid)/ml. Đo tỷ lệ truyền quang của 3 dung dịch 50; 100; 150 μg natri (dạng clorid)/ml. Vẽ đồ thị biểu thị tương quan giữa % truyền quang và nồng độ natri. Đặt dung dịch mẫu vào máy đo và đọc % truyền quang. Dựa vào đường chuẩn xác định nồng độ natri (C) trong dung dịch mẫu thử và tính hàm lượng Na_2O trong mẫu theo công thức sau:

$$250 \times C \times \frac{1,348}{1000} - F$$

Trong đó:

F là lượng natri oxyd tương đương với natri sulfat có mặt trong mẫu, và được xác định như sau:

Hiệu chỉnh đối với hàm lượng sulfat:

Cân khoảng 12,5 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước tại 105° trong 2 giờ và khuấy bằng máy khuấy cao tốc với 240 ml nước trong ít nhất 5 phút. Chuyển hỗn hợp vào ống đong 250 ml, đầy ống đong, lộn ngược ống vài lần để trộn đều mẫu, xác định độ dẫn của dung dịch đục, sử dụng cầu đo độ dẫn thích hợp. Để dựng đường chuẩn, đo độ dẫn của các dung dịch chuẩn chứa 50; 100; 200 và 500 mg natri sulfat/100 ml. Dựa vào đường chuẩn xác định nồng độ natri sulfat trong dung dịch mẫu (C) (mg/100 ml) và tính hệ số hiệu chỉnh (F) theo công thức sau:

$$F = 0,437 \times 2,5 \times C \times \frac{W}{W}$$

Trong đó:

w là khối lượng mẫu thử lấy để xác định natri oxyd.

W là khối lượng mẫu thử lấy để chuẩn bị hỗn hợp với nước ở trên.

Phụ lục 8

QUY ĐỊNH KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NHÔM SILICAT

- 1. Tên khác, chỉ số** Aluminium silicate; Cao lanh (nhẹ hoặc nặng)
INS 559
PTWI = 1 mg/kg thể trọng
- 2. Định nghĩa** Là nhôm silicat hydrat hóa có trong tự nhiên, đã loại phần lớn các tạp chất bằng cách gạn rửa và sấy khô. Chế phẩm thương mại còn được phân loại dựa trên các tiêu chí về clorid, tạp chất, cỡ hạt, giảm khối lượng khi làm khô, giảm khối lượng khi nung và giá trị pH.
- 3. Mô tả** Bột mềm, hơi trắng, không có sạn, không mùi.
- 4. Chức năng** Chất chống đông vón.
- 5. Yêu cầu kỹ thuật**
- 5.1. Định tính
- Độ tan* Không tan trong nước, ethanol và các acid khoáng.
- Tính dẻo* Lấy 8 g mẫu thử thêm 5 ml nước và trộn đều. Hỗn hợp phải có tính dẻo.
- Silicat* Phải có phản ứng đặc trưng của silicat
- Nhôm* Phải có phản ứng đặc trưng của nhôm
- 5.2. Độ tinh khiết
- Các chất tan trong nước* Không được quá 0,3%.
- Các chất tan trong acid* Không được quá 2,0%.
- Amiăng* Không được có.
- Chì* Không được quá 5,0 mg/kg.
- 6. Phương pháp thử**
- 6.1. Định tính
- Silicat* Cân khoảng 500 mg mẫu thử, trộn với khoảng 200 mg natri carbonat khan và 2 g kali carbonat khan, đun nóng hỗn hợp trên chén nung bằng platin hoặc niken đến khi hỗn hợp chảy hoàn toàn. Để nguội và thêm 5 ml nước, để yên trong 3 phút. Đun nhẹ đáy chén nung để tách phần bị

nung chảy ra khỏi chén. Dùng 50 ml nước để tráng và chuyển phần này vào cốc. Thêm acid hydrochloric vào đến khi không còn sủi bọt, sau đó thêm dư 10 ml acid hydrochloric, cho bay hơi hỗn hợp đến khô trên bề cách thủy nước sôi. Làm mát và thêm 20 ml nước, đun sôi và lọc hỗn hợp qua giấy lọc không tro. Cặn silica không tan sẽ bị giữ lại trên giấy lọc (*chú ý giữ lại phần dịch lọc để thử nhôm*). Chuyển phần cặn keo vào một đĩa platin và thêm cẩn thận 5 ml acid hydrofloric (*Cảnh báo: acid hydrofloric rất độc, có tính ăn mòn, không được để tiếp xúc với da. Tiến hành thao tác trong tủ hood*). Tủa rắn sẽ bị hòa tan (nếu không tan lặp lại quá trình cho bay hơi với acid hydrofloric. Đun nóng và giữ một đĩa thủy tinh (đầu đĩa có 1 giọt nước) trong luồng hơi thoát ra. Giọt nước ở đầu đĩa sẽ trở nên đục.

Nhôm

Thêm dung dịch amoniac (TS) vào dịch lọc thu được trong phần thử silicat. Trong dung dịch xuất hiện tủa keo màu trắng, tủa này không tan khi thêm dư dung dịch amoniac (TS) nhưng tan trong dung dịch natri hydroxyd (TS).

6.2. Độ tinh khiết

Các chất tan trong nước Cân 5 g (chính xác đến mg) mẫu thử, đun sôi với 50 ml nước trong 30 phút, thỉnh thoảng bổ sung nước để duy trì thể tích ban đầu. Lọc và cho bay hơi dịch lọc đến khô, sấy tại 105° trong 1 giờ và cân.

Hàm lượng các chất tan trong nước (%) = $m/[10 \times W]$

Trong đó:

m = Khối lượng cặn (mg)

W = khối lượng mẫu thử (g).

Các chất tan trong acid Cân 2 g (chính xác đến mg) mẫu thử, đun hồi lưu sôi với 100 ml dung dịch acid hydrochloric loãng(TS) trong 15 phút. Để nguội, lọc và cho bay hơi 50 ml dịch lọc đến khô, sau đó nung nhẹ đến khối lượng không đổi và cân.

Hàm lượng các chất tan trong acid (%) = $m/[5 \times W]$

Trong đó:

m = Khối lượng cặn (mg)

W = Khối lượng mẫu thử (g).

Amiăng

Phương pháp soi kính hiển vi điện tử (dự kiến): Mẫu thử được nghiền đồng nhất đến mức có thể. Sử dụng kính hiển vi điện tử với tối thiểu 100 hiển vi thường, kiểm tra tiêu bản từ mẫu, nếu phát hiện ra bất cứ vật liệu dạng sợi thì mẫu thử không đạt.

Chì

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật 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.

