PHẦN I. VĂN BẢN QUY PHẠM PHÁP LUẬT

BỘ Y TẾ

BỘ Y TẾ	**CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM** **Độc lập - Tự do - Hạnh phúc**
Số: 28/2010/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 điều chỉnh độ acid

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 4-11:2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất điều chỉnh độ acid.

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 4-11: 2010/BYT

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT ĐIỀU CHỈNH ĐỘ ACID

National technical regulation on Food Additives - Acidity regulators

Lời nói đầu

QCVN 4-11: 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 28/2010/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 ĐIỀU CHỈNH ĐỘ ACID

National technical regulation on Food Additives - Acidity regulators

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 điều chỉnh độ acid 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 điều chỉnh độ acid 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 điều chỉnh độ acid: là phụ gia thực phẩm được sử dụng với mục đích thay đổi hoặc kiểm soát tính acid hoặc tính kiềm của thực phẩm.

3.2. JECFA monograph 1 - Vol. 4 (JECFA monographs 1 - Combined compendium of food addiditive 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 điều chỉnh độ acid 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 kali acetat.

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

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

1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci acetat

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

1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid malic

1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid fumaric

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

1.9. Phụ lục 9: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali lactat

1.10. Phụ lục 10: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid citric

1.11. Phụ lục 11: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri dihydrogen citrat

1.12. Phụ lục 12: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với trinatri citrat

1.13. Phụ lục 13: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với trikali citrat

1.14. Phụ lục 14: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid tartric

1.15. Phụ lục 15: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dinatri tartrat

1.16. Phụ lục 16: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali natri tartrat

1.17. Phụ lục 17: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với mononatri orthophosphat

1.18. Phụ lục 18: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid orthophosphoric

1.19. Phụ lục 19: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với trinatri orthophosphat

1.20. Phụ lục 20: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dicalci orthophosphat

1.21. Phụ lục 21: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci malat

1.22. Phụ lục 22: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri fumarat

1.23. Phụ lục 23: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với magnesi carbonat

1.24. Phụ lục 24: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với nhôm kali sulfat

1.25. Phụ lục 25: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri hydroxid

1.26. Phụ lục 26: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali hydroxid

1.27. Phụ lục 27: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci hydroxid

1.28. Phụ lục 28: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci oxid

1.29. Phụ lục 29: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri nhôm phosphat, acid

1.30. Phụ lục 30: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri nhôm phosphat, kiềm

1.31. Phụ lục 31: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với glucono delta Lacton

1.32. Phụ lục 32: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid acetic băng

1.33. Phụ lục 33: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid adipic

1.34. Phụ lục 34: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với monocalci ortho-phosphat

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-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 điều chỉnh độ acid 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 điều chỉnh độ acid

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất điều chỉnh độ acid 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 điều chỉnh độ acid 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 KALI ACETAT

1. Tên khác, chỉ số	INS 261
	ADI "không giới hạn".
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Kali acetat
Mã số C.A.S.	127-08-2
Công thức hóa học	$C_2H_3KO_2$
Công thức cấu tạo	CH_3-COOK
Khối lượng phân tử	98,14
3. Cảm quan	Tinh thể tan, không màu hoặc bột tinh thể màu trắng, không mùi hoặc hơi có mùi acetic.
4. Chức năng	Chất điều chỉnh độ acid, chất đệm, chất bảo quản chống vi sinh vật.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Rất dễ tan trong nước, dễ tan trong ethanol.
pH	7,5 - 9,0 (dung dịch 1 trong 20).
Kali	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
Acetat	Phải có phản ứng đặc trưng của acetat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi sấy khô	Không được quá 8,0% (Sấy tại 150°C trong 2h).
Tính kiềm	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Natri	Âm tính.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng CH_3-COOK	Không được thấp hơn 98,0% sau khi sấy khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Tính kiềm Hòa tan 1 g mẫu thử trong 20 ml nước đun sôi để nguội vừa chuẩn bị, thêm 3 giọt dung dịch phenolphatalein (TS). Nếu dung dịch có mầu hồng thì làm mất màu bằng cách cho thêm dung dịch acid hydrocloric 0,1N, lượng acid hydrocloric 0,1 N sử dụng không được quá 0,5 ml.

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.

6.2. Định lượng

Cân 200mg mẫu thử đã được làm khô trước, chính xác đến mg, hòa tan trong 25 ml dung dịch acid acetic băng. Cho thêm 2 giọt dung dịch tím tinh thể (TS) và chuẩn độ với dung dịch acid percloric 0,1 N trong acid acetic băng. Tiến hành xác định mẫu trắng và hiệu chuẩn kết quả chuẩn độ nếu cần.

Mỗi ml dung dịch acid percloric 0,1N tương đương với 9,814mg $C_2H_3KO_2$.

Phụ lục 2
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI ACETAT

1. Tên khác, chỉ số INS 262(i)

ADI không giới hạn

2. Định nghĩa

Tên hóa học Natri acetat

Mã số C.A.S. 127-09-3

Công thức hóa học $C_2H_3NaO_2 . nH_2O$ (n = 0 hoặc 3)

Công thức cấu tạo $CH_3COONa . nH_2O$ (n = 0 hoặc 3)

Khối lượng phân tử Dạng khan: 82,03; dạng trihydrat: 136,08

3. Cảm quan Dạng khan: bột dễ hút ẩm hoặc hạt màu trắng, không mùi

Dạng trihydrat: tinh thể trong suốt, không màu hoặc bột, hạt tinh thể, không mùi hoặc có mùi acetic nhẹ. Lên hoa trong không khí khô, ấm.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Rất dễ tan trong nước, tan trong ethanol.

pH 8,0 - 9,5 (dung dịch 1 trong 100)

Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

Acetat Phải có phản ứng đặc trưng của acetat.

Nhiệt Dạng khan: Khi làm nóng dần dần mẫu thử, đầu tiên mẫu thử tan chảy chậm và sôi, sau đó bị phân hủy và giải phóng ra hơi có mùi aceton. Dung dịch còn lại có phản ứng kiềm với giấy quỳ.

Dạng trihydrat: Khi làm nóng dần dần mẫu thử, mẫu thử bị tan chảy. Sau khi nước bốc hơi hết phần còn lại là dạng bột. Tiếp tục gia nhiệt mạnh, phần bột còn lại bị tan chảy, tạo thành hỗn hợp rắn lỏng, sau đó phân hủy và giải phóng ra hơi có mùi aceton. Dung dịch còn lại có phản ứng kiềm với giấy quỳ.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô	Dạng khan: không được quá 2,0% (sấy tại 120°C trong 4h). Dạng trihydrat: giữa 36,0 và 42,0% (sấy tại 120°C trong 4h).
Kali	Âm tính.
Tính Acid và tính kiềm	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_2H_3NaO_4$	Không được thấp hơn 98,5% sau khi sấy khô

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Acid và tính kiềm	Dạng khan: Hòa tan 1,2 g mẫu thử trong 20 ml nước cất đun sôi để nguội mới chuẩn bị. Cho thêm 2 giọt dung dịch phenolphtalein (TS) và giữ dung dịch tại 10°C. Nếu dung dịch không có màu thì cho thêm dung dịch natri hydroxyd 0,1 N đến khi dung dịch có màu hồng, lượng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N sử dụng không được quá 0,1 ml . Nếu dung dịch có màu hồng, cho thêm dung dịch acid hydrocloric 0,1 N để làm mất màu, lượng dung dịch acid hydrocloric 0,1 N sử dụng không được quá 0,1 ml. Dạng trihydrat: Cân 2 g mẫu thử và tiến hành xác định như đối với dạng khan ở trên.
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.
6.2. Định lượng	Cân 200 mg mẫu thử, chính xác đến mg, lấy từ phép thử "Giảm khối lượng khi sấy khô". Hòa tan trong 40 ml dung dịch acid acetic băng, cho thêm 2 giọt dung dịch tím tinh thể (TS) và chuẩn độ với dung dịch acid percloric 0,1 N trong acid acetic băng. Tiến hành xác định mẫu trắng và hiệu chuẩn nếu cần thiết. Mỗi ml dung dịch acid percloric 0,1 N tương đương với 8,203 mg $C_2H_3NaO_4$.

Phụ lục 3
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI DIACETAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium diacetate INS 262(ii) ADI = 0 - 15 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Natri hydrodiacetat
Mã số C.A.S.	Natri acetat: 127-09-3. Acid acetic: 64-19-7
Công thức hóa học	$C_4H_7NaO_4 . xH_2O$
Khối lượng phân tử	142,09 (dạng khan)
3. Cảm quan	Chất rắn kết tinh dễ hút ẩm, màu trắng có mùi acetic.
4. Chức năng	Chất điều chỉnh độ acid, chất chống nấm, chống ôi thiu, chất tạo phức kim loại.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước.
Thử nung	Nung mẫu thử. Cặn còn lại có tính kiềm, cặn này khi được acid hóa sẽ sủi bọt.
Acetat	Phải có phản ứng đặc trưng của acetat.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
5.2. Độ tinh khiết	
Nước	Không được quá 2,0% (Phương pháp Karl Fischer)
pH	4,5 - 5,0 (dung dịch 1 trong 10).
Acid formic và các tạp chất có thể oxy hóa	Vết (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Aldehyd	Không được quá 0,2% (tính theo propanal).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng	39,0 - 41,0% đối với acid acetic tự do; 58,0 - 60,0% đối với natri acetat
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	

Acid formic và các tạp chất có thể oxy hóa — Hòa tan 2,5 g mẫu thử trong 5 ml nước cất. Thêm 2,5 ml dung dịch kali dicromat 0,1N và 6 ml acid sulfuric và để yên trong 1 phút. Thêm 20 ml nước, làm nguội về 15°C và thêm 1 ml dung dịch kali iodid (TS). Xuất hiện ngay màu vàng nhạt hoặc nâu nhạt.

Aldehyd — Hòa tan 5 g mẫu thử trong 10 ml nước và tiến hành cất. Lấy 5 ml dịch cất đầu tiên, thêm 10 ml dung dịch thủy ngân (II) clorid (TS) và kiềm hóa bằng dung dịch natri hydroxyd. Để yên trong 5 phút, acid hóa bằng dung dịch acid sulfuric loãng (TS). Dung dịch chỉ được phép hơi đục.

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.

6.2. Định lượng

Natri acetat:

Cân 0,5 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan vào 50 ml acid acetic băng. Làm khô bên ngoài của tổ hợp điện cực calomel - thủy tinh gắn với 1 pH kế, nhúng điện cực vào trong dung dịch, đặt pH kế về mức hiệu chỉnh +mV, sau đó thêm acid percloric 0,1N, mỗi lần thêm một thể tích tương đối lớn cho đến gần điểm tương đương (sự dao động của kim có thể dễ nhận thấy). Sau đó giảm thể tích acid percloric 0,1N của mỗi lần thêm là 0,1 ml đến khi sau mỗi lần thêm dung dịch, điện thế giảm rõ rệt. Xây dựng đồ thị biểu diễn tương quan giữ thể tích acid percloric 0,1N với điện thế đo được, qua đó định lượng chất cần chuẩn độ tương ứng với điểm giữa của bước nhảy thế.

$$\% \text{ Natri diacetat} = \frac{V \times N \times 0{,}1421}{w} \times 100$$

Trong đó:

V: thể tích của dung dịch acid percloric, ml

N: độ chuẩn chính các của dung dịch acid percloric

w: trọng lượng của mẫu thử, g

Acid acetic tự do:

Cân 4 g mẫu thử, chính xác đến mg, và hòa tan trong 50 ml dung dịch nước cất pha loãng. Chuẩn độ dung dịch với dung dịch natri hydroxyd N có sử dụng dung dịch phenolphatalein (TS) làm chất chỉ thị.

$$\% \text{ Acid acetic tự do} = \frac{V \times N \times 0{,}060}{w} \times 100$$

Trong đó:

V: thể tích của dung dịch natri hydroxyd, ml

N: độ chuẩn chính các của dung dịch natri hydroxyd

w: trọng lượng của mẫu thử, g

Phụ lục 4
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI ACETAT

1. Tên khác, chỉ số INS 263
ADI không giới hạn.

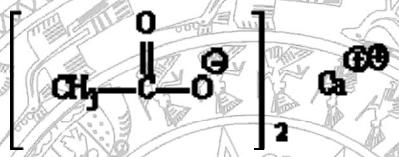
2. Định nghĩa

Tên hóa học Calci acetat

Mã số C.A.S. 62-54-4

Công thức hóa học Dạng khan: $C_4H_6CaO_4$
Dạng hydrat hóa: $C_4H_6CaO_4.H_2O$; $C_4H_6CaO_4.xH_2O$ (x<1)

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử Dạng khan: 158,17; dạng monohydrat 176,18

3. Cảm quan Chất rắn kết tinh cồng kềnh, dễ hút ẩm, màu trắng; có thể có mùi acid acetic nhẹ. Dạng monohydrat có thể dạng hình kim, hạt hoặc dạng bột.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất chống nấm, chống ôi thiu, chất ổn định, đệm.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.

Acetat Phải có phản ứng đặc trưng của acetat.

Calci Phải có phản ứng đặc trưng của calci.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô Không được quá 11% (dạng monohydrat - sấy tại 155°C đến khối lượng không đổi).

pH 6 - 9 (dung dịch 1/10)

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

Acid formic và các tạp chất có thể oxy hóa Vết (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Aldehyd	Vết (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_4H_6CaO_4$	Không được thấp hơn 98,0% sau khi sấy khô

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Tạp chất không tan trong nước	Cân 10 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 100 ml nước nóng. Lọc qua chén lọc Gooch (đã được cân bì, chính xác đến 0,2 mg), rửa kỹ chén bằng nước cất. Sấy chén tại 105°C trong 2 giờ. Để nguội, cân và tính hàm lượng %. (Trọng lượng cặn khô không được quá 30 mg).
Acid formic và các tạp chất có thể oxy hóa	Hòa tan 1 g mẫu thử trong 5 ml nước cất. Thêm 2,5 ml dung dịch kali dicromat 0,1N và 6 ml acid sulfuric và để yên trong 1 phút. Thêm 20 ml nước, làm nguội về 15°C và thêm 1 ml dung dịch kali iodid (TS). Xuất hiện ngay màu vàng nhạt hoặc nâu nhạt.
Aldehyd	Hòa tan 2 g mẫu thử trong 10 ml nước và tiến hành cất. Lấy 5 ml dịch cất đầu tiên, thêm 10 ml dung dịch thủy ngân (II) clorid (TS) và kiềm hóa bằng dung dịch natri hydroxyd. Để yên trong 5 phút, acid hóa bằng acid sulfuric loãng (TS). Dung dịch chỉ được phép hơi đục.
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.

6.2. Định lượng

1. Hàm lượng calci:

Cân 2,5 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào cốc, hòa tan trong 5 ml dung dịch acid hydrocloric loãng nóng. Để nguội, chuyển vào bình định mức 250 ml, pha loãng đến vạch bằng nước cất, lắc đều. Lấy 50 ml dung dịch này vào cốc 400 ml, thêm 100 ml nước cất, 25 ml dung dịch natri hydroxyd (TS), 40 mg hỗn hợp chỉ thị murexid và

3 ml dung dịch xanh lục naphtol (TS) (có thể sử dụng chỉ thị thay thế là 2,5g xanh lam hydroxynaphtol, trong trường hợp này không sử dụng dung dịch xanh lục naphtol). Chuẩn độ bằng dung dịch dinatri ethylendiamin tetraacetat 0,05M đến khi dung dịch có màu xanh đậm.

Mỗi ml dinatri ethylendiamin tetraacetat 0,05M tương đương với 7,909mg $C_4H_6CaO_4$.

2. Hàm lượng acid:

Nhồi đến nửa cột sắc ký (đường kính 1,5 cm, cao 20cm) bằng nhựa trao đổi cation mạnh (Amberlite IR120, Amberlite IR100, Duolit C III, Dorvex 50, Lewatit KS, Ion exchanger I Merck). Cho dung dịch acid hydrocloric 0,1 N lên cột từ trên xuống dưới, với vòi cột được khóa đến khi phần nhựa ngập trong dung dịch, để yên 1-2 giờ. Rút hết acid và rửa cột bằng nước cất (khoảng 1 lít nước), thử dịch rửa giải bằng cách lấy 20 ml dịch rửa giải, nhỏ 1 giọt dung dịch natri hydroxyd 0,02N và một giọt dung dịch phenolphtalein (TS), đến khi thử dịch rửa giải không cho màu hồng thì ngừng quá trình rửa cột. Cân (chính xác đến mg) 0,05g mẫu thử trước đó đã được sấy khô ở 155°C đến khối lượng không đổi, cho vào bình thủy tinh. Hòa tan trong 15 ml nước cất và rót từ từ lên đầu cột. Rửa bình và rửa giải cột bằng khoảng 200 ml nước cất. Thu dịch rửa giải vào bình nón. Thêm hai giọt dung dịch phenolphtalein (TS) và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 0,1 N sử dụng microburet.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 7,909 mg $C_4H_6CaO_4$.

Phụ lục 5
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID LACTIC

1. Tên khác, chỉ số INS 270

ADI "không giới hạn"

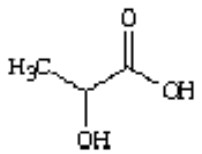
2. Định nghĩa Thu được bằng cách lên men lactic đường hoặc tổng hợp, có thể chứa các sản phẩm ngưng tụ như acid lactic, lactat, dilactid. Chế phẩm thương mại thường là dung dịch 50 - 90%. Ngoài ra còn có chế phẩm dạng rắn chứa khoảng 100 - 125% acid lactic có thể chuẩn độ được *(chú ý: Acid lactic dễ hút nước và khi cô đặc bằng cách đun sôi hoặc chưng cất tạo ra sản phẩm ngưng tụ, khi pha loãng sản phẩm này với nước và đun nóng nó bị thủy phân thành acid lactic.*

Tên hóa học Acid lactic, Acid 2-hydroxypropanoic, Acid 2-hydroxy-propionic

Mã số C.A.S. 50-21-5 (L-:79-33-4; D-:10326-41-7; DL-:598-82-3

Công thức phân tử $C_3H_6O_3$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 90,08

3. Cảm quan Dạng lỏng, sánh không màu hoặc dạng bột, rắn, có màu trắng đến vàng nhạt

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Dạng lỏng: tan trong nước và trong ethanol

Dạng rắn: Ít tan trong nước, tan trong aceton

Acid Phải có phản ứng đặc trưng của acid.

Lactat Phải có phản ứng đặc trưng của lactat.

5.2. Độ tinh khiết

Tro sulfat	Không được quá 0,1%. (Phương pháp I, cân 2 g mẫu thử. Giữ lại tro để thử sắt).
Clorid	Không được quá 0,2%.
Sulfat	Không được quá 0,25%.
Sắt	Không được quá 10,0 mg/kg.
Cyanid	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Acid citric, oxalic, phosphoric hoặc tartric	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Các đường	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Các hợp chất dễ bị than hóa	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_3H_6O_3$	Không thấp hơn 95,0% và không được quá 105% so với nồng độ ghi trên nhãn. Đối với thử độ tinh khiết, pha dung dịch acid lactic 40% trong nước, sử dụng nồng độ đã ghi trên nhãn để pha. Nếu cần, đun nóng để hòa tan hoàn toàn. Nếu nồng độ ghi nhãn < 40% thì có thể sử dụng trực tiếp chế phẩm để tiến hành thử độ tinh khiết mà không cần pha loãng. Lượng mẫu cần lấy trong các phép thử là lượng acid lactic tính được từ nồng độ ghi trên nhãn của chế phẩm, ngoại trừ trong phép thử "Các đường" và "Các hợp chất dễ bị than hóa", trong 2 phép thử này thuật ngữ "mẫu thử" dùng để chỉ dung dịch acid lactic 40%. Giới hạn của các phép thử dựa trên lượng acid lactic, tính từ nồng độ ghi trên nhãn.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Clorid	Cân (chính xác đến mg) một lượng mẫu thử tương đương với 50 g acid lactic, hòa tan trong 50 ml nước, trung hòa bằng dung dịch natri hydroxyd 1/4 với chỉ thị là quỳ tím. Thêm 2 ml dung dịch kali cromat (TS) và chuẩn độ với dung dịch bạc nitrat 0,1 N cho đến khi dung dịch bắt đầu đỏ nhạt. Mỗi ml dung dịch bạc nitrat 0,1 N tương đương với 3,545 mg clorid.

Sulfat Cân (chính xác đến mg) một lượng mẫu thử tương đương với 50 g acid lactic, cho vào cốc có mỏ 600 ml, hòa tan trong 200 ml nước, trung hòa bằng dung dịch natri hydroxyd 1/2 đến khi pH khoảng 4,5 - 6,5 và hiệu chỉnh pH cuối cùng bằng dung dịch kiềm loãng. Lọc nếu cần, đun nóng dịch lọc hoặc dung dịch trong đến nhiệt độ ngay dưới điểm sôi. Thêm 10 ml dung dịch bari clorid, khuấy đều và đun sôi hỗn hợp trong 5 phút, để yên trong thời gian tối thiểu 2 giờ, tốt nhất là để qua đêm. Thu kết tủa sulfat vào một chén nung Gooch, rửa tủa đến khi hết clorid, sấy tủa và nung ở 600° đến khối lượng không đổi. Cân cặn bari sulfat sau nung. Hàm lượng sulfat trong mẫu được tính bằng cách lấy khối lượng cặn bari sulfat sau nung nhân với 0,412.

Sắt Lấy phần cặn chuẩn bị trong phần thử tro sulfat, thêm 2 ml dung dịch acid hydrocloric 1/2, cho bay hơi đến khô trên bể cách thủy nước sôi. Hòa tan cặn trong 1 ml acid hydrocloric, pha loãng đến 40 ml bằng nước. Thêm 40 mg tinh thể amoni persulfat và 10 ml dung dịch amoni thiocyanat (TS). Tiến hành làm song song mẫu chứng thay mẫu thử bằng 2 ml dung dịch sắt (20 µg Fe). So sánh màu của ống thử và ống chứng, màu của ống thử không được đậm hơn màu của ống chứng.

Cyanid Cân 0,1 g mẫu thử, thêm 3 ml dung dịch natri hydroxyd 20%, đun nóng trong bể cách thủy 10 phút. Sau khi làm mát, thêm 1 giọt dung dịch phenolphtalein (TS) và thêm từng giọt dung dịch acid acetic loãng (TS) đến khi hỗn hợp không còn màu hồng. Thêm 3 giọt dung dịch acid acetic loãng (TS) và pha loãng bằng nước tới đủ 40 ml. Thêm 0,6 ml dung dịch cloramin T (pha như sau: hòa tan 1 g cloramin T, $C_7H_7NaO_2SCl.3H_2O$, và nước đến đủ 100 ml, sử dụng dung dịch ngay sau khi pha). Thêm 10 ml dung dịch pyridin-pyrazolon (pha như sau: hòa tan 0,5 g 1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolon trong 100 ml nước nóng 75°, làm mát về nhiệt độ phòng, trộn với 20 ml pyridin có chứa 0,025 g bis-1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolon, sử dụng dung dịch ngay sau khi pha), để yên

	trong 25 phút. Dung dịch không được có màu xanh (giới hạn ~ 1 mg/kg).
Acid citric, oxalic, phosphoric hoặc tartric	Cân 1 g mẫu thử, hòa tan trong 10 ml nước, thêm 40 ml dung dịch calci hydroxyd (TS), đun sôi trong 2 phút. Dung dịch không được đục.
Các đường	Thêm 5 ml dung dịch mẫu thử vào trong 10 ml dung dịch đồng (II) tartrat kiềm (TS), Không được xuất hiện kết tủa đỏ.
Các hợp chất dễ bị than hóa	Thêm từ từ, cẩn thận 5 ml dung dịch mẫu thử có nhiệt độ 15° lên trên 5 ml dung dịch acid sulfuric (TS) được giữ tại 15°. Sau 15 phút, vùng tiếp xúc giữa 2 lớp dung dịch không được có màu xám đậm.
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.

6.2. Định lượng

Cân (chính xác đến mg) lượng mẫu thử tương đương với 3 g acid lactic, chuyển vào bình 250 ml, thêm 50 ml dung dịch natri hydroxyd 1 N, lắc đều và đun sôi trong 20 phút. Thêm dung dịch phenolphtalein (TS), khi dung dịch còn nóng, chuẩn độ lượng kiềm dư với acid sulfuric 1 N, tiến hành làm 1 mẫu trắng song song.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1N tương đương với 90,08 mg $C_3H_6O_3$.

Phụ lục 6
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID MALIC

1. Tên khác, chỉ số dl-Malic acid; acid 2-hydroxybutandioic
INS 296
ADI "Không giới hạn".

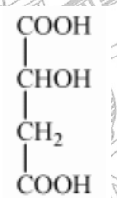
2. Định nghĩa

Tên hóa học Acid dl-malic; acid 2-hydroxybutandioic; acid hydroxy-succinic.

Mã số C.A.S. 6915-15-7

Công thức phân tử $C_4H_6O_5$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 134,1

3. Cảm quan Bột tinh thể hoặc hạt màu trắng hoặc gần như trắng.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Rất tan trong nước, dễ tan trong ethanol.

Khoảng nóng chảy 127° - 132°.

Malat Phải có phản ứng đặc trưng của malat (dịch thử là dung dịch mẫu thử 1/20 đã được trung hòa bằng dung dịch amoniac (TS)).

5.2. Độ tinh khiết

Acid fumaric và acid maleic Acid fumaric không được quá 1,0%
Acid maleic không được quá 0,05%.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_4H_6O_5$ Không thấp hơn 99,0%.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Chì Thử theo hướng dẫn tại *JECFA monograph 1 - Vol. 4*. Xác định bằng kỹ thuật AAS/ICP-AES 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*.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 2 g (chính xác đến mg) mẫu thử, hòa tan trong 40 ml nước mới đun sôi, để nguội, thêm 2 giọt dung dịch phenolphtalein (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 67,04 mg $C_4H_6O_5$.

Phụ lục 7
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID FUMARIC

1. Tên khác, chỉ số INS 297

ADI không giới hạn

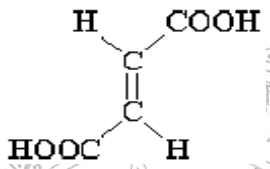
2. Định nghĩa

Tên hóa học Acid trans-butendioic, acid trans-1,2-ethylen-dicarboxylic

Mã số C.A.S. 110-17-8

Công thức hóa học $C_4H_4O_4$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 116,07

3. Cảm quan Bột hoặc hạt tinh thể trắng, không mùi.

4. Chức năng Chất điều chỉnh acid, chất tạo mùi.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Tan trong ethanol; khó tan trong nước và trong diethyl ether.

pH 2,0-2,5 (dung dịch 1 trong 30).

Acid 1,2 dicarboxylic Phải có phản ứng đặc trưng của Acid 1,2 dicarboxylic.

Liên kết đôi Phải có phản ứng đặc trưng của liên kết đôi.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô Không được quá 0,5%. (120°C, trong 4 giờ).

Khoảng nhiệt độ nóng chảy 286°C - 302°C (ống mao quản kín, làm nóng nhanh).

Tro sulfat Không được quá 0,1%. (Thử 2 g mẫu thử - Phương pháp 1).

Acid maleic Không được quá 0,1%.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_4H_4O_4$ Không được thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Acid 1,2 dicarboxylic Lấy 50 g mẫu thử vào trong ống nghiệm, thêm 2 - 3 mg resorcinol và 1 ml acid sulfuric, lắc đều, đun nóng 130°C trong 5 phút và để nguội. Pha loãng với nước cất cho đủ 5 ml và nhỏ từng giọt dung dịch natri hydroxyd (2 trong 5) để kiềm hóa dung dịch, để nguội và pha loãng với nước cất đến 10 ml. Khi soi dưới đèn tử ngoại dung dịch có huỳnh quang xanh lam ánh lục.

Liên kết đôi Thêm 10 ml nước cất vào 0,5 g mẫu thử, đun sôi để hòa tan. Thêm 2 hoặc 3 giọt dung dịch brom (TS) vào dung dịch nóng. Màu của dung dịch brom sẽ mất.

6.2. Độ tinh khiết

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 1g mẫu thử, chính xác đến mg, chuyển vào bình nón 250 ml, thêm 50 ml methanol, hòa tan mẫu bằng cách làm ấm nhẹ trên bể cách thủy. Để nguội, thêm dung dịch phenolphtalein (TS) và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 0,5 N cho đến khi xuất hiện màu hồng bền trong ít nhất 30 giây. Tiến hành xác định mẫu trắng và hiệu chuẩn nếu cần.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,5 N tương ứng với 29,02 mg $C_4H_4O_4$.

Phụ lục 8
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI LACTAT

1. Tên khác, chỉ số INS 325

ADI "không giới hạn".

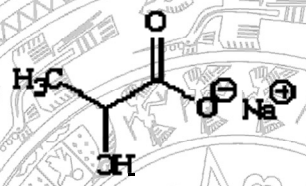
2. Định nghĩa

Tên hóa học Natri lactat, Natri 2-hydroxypropanoat.

Mã số C.A.S. 72-17-3

Công thức phân tử $C_3H_5NaO_3$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 112,06 (dạng khan).

3. Cảm quan Dạng lỏng, trong, không màu, không mùi hoặc có mùi đặc trưng nhẹ.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất chống oxy hóa, chất làm ẩm.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Nung Nung tro hóa mẫu thử. Tro có tính kiềm và sủi bọt khi thêm acid.

Phản ứng màu Cho 2 ml mẫu thử lên trên 5 ml dung dịch catechol 1/100 trong acid sulfuric. Vùng tiếp xúc giữa 2 dung dịch phải có màu đỏ đậm.

Lactat Phải có phản ứng đặc trưng của lactat.

Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

5.2. Độ tinh khiết

Tính acid Đạt yêu cầu.

pH Dung dịch mẫu thử 1/5 có pH trong khoảng 6,5 -7,5.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_3H_5NaO_3$ — Không thấp hơn 95,0% và không được quá 110,0% so với lượng ghi trên nhãn. Yêu cầu này dựa trên dung dịch natri lactat 60,0% (kl/kl) trong nước.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Tính acid — Để trung hòa 1 g mẫu thử với chỉ thị là dung dịch phenolphtalein (TS) không sử dụng quá 0,5 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N.

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.

6.2. Định lượng

Cân 0,6 g (chính xác đến mg) mẫu cho vào một cốc nhỏ và cho bay hơi đến khô. Thêm vào cặn còn lại 60 ml hỗn hợp anhydrid acetic/acid acetic băng (1/5), khuấy đều đến khi cặn tan hoàn toàn. Thêm dung dịch tím tinh thể (TS) và chuẩn độ với dung dịch acid percloric 0,1 N đến điểm kết thúc dung dịch có màu xanh.

Mỗi ml dung dịch acid percloric 0,1 N tương đương với 11,21 mg $C_3H_5NaO_3$.

Phụ lục 9
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI LACTAT

1. Tên khác, chỉ số INS 326

ADI "không giới hạn".

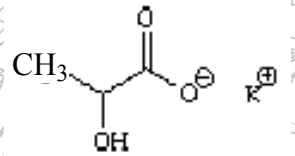
2. Định nghĩa

Tên hóa học Kali lactat, Kali 2-hydroxypropanoat.

Mã số C.A.S. 996-31-6

Công thức phân tử $C_3H_5KO_3$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 128,17 (dạng khan)

3. Cảm quan Dạng lỏng, hơi nhớt, trong, không mùi hoặc có mùi đặc trưng nhẹ.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất hỗ trợ chống oxy hóa.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Nung Nung tro hóa mẫu thử. Tro có tính kiềm và sủi bọt khi thêm acid.

Phản ứng màu Cho 2 ml mẫu thử lên trên 5 ml dung dịch catechol 1/100 trong acid sulfuric. Vùng tiếp xúc giữa 2 dung dịch phải có màu đỏ đậm.

Lactat Phải có phản ứng đặc trưng của lactat.

Kali Phải có phản ứng đặc trưng của kali.

5.2. Độ tinh khiết

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

Các hợp chất khử Mẫu thử không được có phản ứng khử đối với dung dịch Fehling.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_3H_5KO_3$ Không thấp hơn 95,0% và không được quá 110,0% so với lượng ghi trên nhãn. Yêu cầu này dựa trên dung dịch natri lactat 60,0% (kl/kl) trong nước.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Tính 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 0,2 ml.

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.

6.2. Định lượng

Cân 0,6 g (chính xác đến mg) mẫu cho vào một cốc nhỏ và cho bay hơi đến khô. Thêm vào cặn còn lại 60 ml hỗn hợp anhydrid acetic/acid acetic băng (1/5), khuấy đều đến khi cặn tan hoàn toàn. Thêm dung dịch tím tinh thể (TS) và chuẩn độ với dung dịch acid percloric 0,1 N đến điểm kết thúc dung dịch có màu xanh. Tiến hành làm mẫu trắng song song và hiệu chỉnh kết quả nếu cần.

Mỗi ml dung dịch acid percloric 0,1 N tương đương với 12,82 mg $C_3H_5KO_3$.

Phụ lục 10
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID CITRIC

1. Tên khác, chỉ số INS 330
ADI "không giới hạn".

2. Định nghĩa Acid citric có thể được sản xuất từ các nguồn như chanh hoặc nước dứa hay lên men từ dung dịch đường hoặc các môi trường thích hợp sử dụng chủng *Candida* spp. hoặc chủng *Aspegillus niger* không có độc tính.

Tên hóa học Acid 2-hydroxy-1,2,3-propantricarboxylic.

Mã số C.A.S. Dạng khan: 77-92-9.
Dạng monohydrat: 5949-29-1.

Công thức phân tử Dạng khan: $C_6H_8O_7$.
Dạng monohydrat: $C_6H_8O_7.H_2O$.

Công thức cấu tạo

Dạng khan — Dạng monohydrat

Khối lượng phân tử Dạng khan: 192,13
Dạng monohydrat: 210,14

3. Cảm quan Tinh thể rắn màu trắng hoặc không màu, không mùi. Dạng monohydrat có thể lên hoa trong không khí khô.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất tạo phức kim loại, chất hỗ trợ chống oxy hóa, hương liệu.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Dễ tan trong ethanol, rất tan trong nước, ít tan trong ether.

Citrat Phải có phản ứng đặc trưng của citrat.

5.2. Độ tinh khiết

Hàm lượng nước Dạng khan: Không được quá 0,5%
Dạng monohydrat: Không được thấp hơn 7,5% và không được quá 8,8%. (Phương pháp Karl-Fischer).

Tro sulfat Không được quá 0,05%.

Oxalat	Không được quá 100,0 mg/kg.
Sulfat	Không được quá 150,0 mg/kg.
Các hợp chất dễ than hóa	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Chì	Không được quá 0,5 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_6H_8O_7$	Không thấp hơn 99,5% và không được quá 100,5% tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Oxalat	Thử theo hướng dẫn tại *JECFA monograph 1 - Vol.4* - chuyên luận thử giới hạn Oxalat dùng 1 g mẫu thử. Đo độ hấp thụ quang tại 520 nm, sử dụng cuvet 10 mm. Độ hấp thụ quang của dịch thử đo được phải nhỏ hơn 0,023 đơn vị đo độ hấp thụ.
Sulfat	Thử theo hướng dẫn tại *JECFA monograph 1 - Vol.4* - chuyên luận thử giới hạn Sulfat: dùng 20 g mẫu thử và 6 ml dung dịch acid sulfuric làm chuẩn.
Các hợp chất dễ than hóa	Đun nóng 1 g mẫu thử với 10 ml acid sulfuric 98% trong bể cách thủy nhiệt độ 90±^{o} trong 60 phút. Màu của dung dịch không được đậm hơn màu của dung dịch đối chứng Matching fluid K (25°) (độ hấp thụ quang khi đo tại bước sóng 470 nm, sử dụng cuvet 10 mm không được quá 0,5 đơn vị hấp thụ.
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.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 2,5 g (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào một bình đã cân bì. Hòa tan trong 40 ml nước và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 1 N, dùng chỉ thị là dung dịch phenolphtalein (TS).

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1 N tương đương với 64,04 mg $C_6H_8O_7$.

Phụ lục 11
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI DIHYDROGEN CITRAT

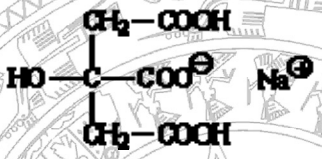
1. Tên khác, chỉ số Monosodium citrate; Sodium citrate monobasic.
INS 331i.
ADI "không giới hạn".

2. Định nghĩa

Tên hóa học Mononatri citrat; Muối natri của acid 2-hydroxy-1,2,3-propantricarboxylic.

Công thức phân tử $C_6H_7NaO_7$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 214,11

3. Cảm quan Tinh thể màu trắng hoặc bột tinh thể không mùi.

4. Chức năng Đệm, chất tạo phức kim loại, chất điều chỉnh độ acid.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Dễ tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol.

pH Dung dịch mẫu thử 1/10 có pH trong khoảng 3,4 - 3,8.

Citrat Phải có phản ứng đặc trưng của citrat.

Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô Không được quá 0,4% (sấy tại 105° trong 4 giờ).

Oxalat Đạt yêu cầu.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_6H_7NaO_7$ Không thấp hơn 99,0% và không được quá 101,0% tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

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.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 180 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, 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 10,706 mg $C_6H_7NaO_7$.

Phụ lục 12
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI TRINATRI CITRAT

1. Tên khác, chỉ số Trisodium citrate; Sodium citrate;
INS 331iii.
ADI "không giới hạn".

2. Định nghĩa

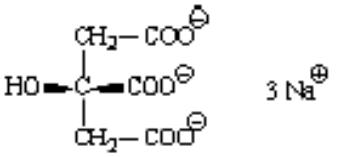
Tên hóa học Trinatri citrat; Muối trinatri của acid 2-hydroxy-1,2,3-propantricarboxylic; Muối trinatri của acid β-hydroxy tricarballynic.

Mã số C.A.S. 68-04-2

Công thức phân tử Dạng khan: $C_6H_5Na_3O_7$

Dạng hydrat: $C_6H_5Na_3O_7.xH_2O$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 258,07 (dạng khan).

3. Cảm quan Tinh thể không màu hoặc bột tinh thể màu trắng, không mùi. Dạng hydrat hóa bao gồm dihydrat và pentahemi-hydrat.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, đệm, chất tạo phức kim loại, chất ổn định nhũ tương.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Dễ tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol.

Citrat Phải có phản ứng đặc trưng của citrat.

Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô Dạng khan: Không được quá 1,0%.
Dạng dihydrat: Không được quá 13,0%.
Dạng pentahemihydrat: Không được quá 30,0% (sấy tại 180° đến khối lượng không đổi).

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

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

Chì Không được quá 2 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_6H_5Na_3O_7$ Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã được làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Citrat Lấy 5 ml dung dịch mẫu thử 1/10, thêm 1 ml dung dịch calci clorid (TS) và 3 giọt dung dịch xanh bromothymol (TS), acid hóa nhẹ bằng dung dịch acid hydrocloric loãng (TS). Thêm dung dịch natri hydroxyd (TS) đến khi dung dịch chuyển thành màu xanh da trời trong, sau đó đun sôi dung dịch trong 3 phút, lắc nhẹ trong khi đun. Trong dung dịch xuất hiện kết tủa trắng, kết tủa này không tan trong dung dịch natri hydroxyd (TS) nhưng tan trong dung dịch acid acetic (TS).

Lấy 10 ml dung dịch mẫu thử 1/10, thêm 1 ml dung dịch thủy ngân (II) sulfat (TS). Đun sôi hỗn hợp và thêm vài giọt dung dịch kali permanganat (TS). Trong dung dịch xuất hiện kết tủa trắng.

Natri Lấy 5 ml dung dịch mẫu thử 1/20, acid hóa bằng dung dịch acid acetic (TS) và thêm 1 ml dung dịch uranyl kẽm acetat (TS). Sau vài phút trong dung dịch xuất hiện kết tủa màu vàng.

6.2. Độ tinh khiết

Tính kiềm Dung dịch mẫu thử 1/20 phải có tính kiềm khi thử bằng quỳ. Thêm 0,2 ml dung dịch acid sulfuric 0,1 N và 1 giọt dung dịch phenolphtalein (TS) vào 10 ml dung dịch mẫu thử, dung dịch không được có màu hồng.

Oxalat Lấy 10 ml dung dịch mẫu thử 1/10, thêm 5 giọt dung dịch acid acetic loãng (TS) và 2 ml dung dịch calci clorid (TS). Sau 1 giờ dung dịch không được đục.

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 350 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào cốc 250 ml. Thêm 100 ml acid acetic băng, khuấy đến khi tan hoàn toàn và chuẩn độ với dung dịch acid percloric 0,1 N, sử dụng chỉ thị là dung dịch tím tinh thể (TS). Tiến hành làm một mẫu trắng song song và hiệu chỉnh kết quả nếu cần.

Mỗi ml dung dịch acid percloric 0,1 N tương đương với 8,602 mg $C_6H_5Na_3O_7$.

QCVN

Phụ lục 13
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI TRIKALI CITRAT

1. Tên khác, chỉ số Potasium citrate;

INS 332ii

ADI "không giới hạn".

2. Định nghĩa

Tên hóa học Trikali citrat; Muối trikali của acid 2-hydroxy-1,2,3-propantricarboxylic; Muối trikali của acid β-hydroxy tricarballynic.

Mã số C.A.S. 866-84-2

Công thức phân tử $C_6H_5K_3O_7.H_2O$

Công thức cấu tạo

Khối lượng phân tử 324,42

3. Cảm quan Tinh thể trong, không màu dễ chảy rữa, hoặc bột dạng hạt mầu trắng, không mùi.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, đệm, chất tạo phức kim loại, chất ổn định.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Rất dễ tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol.

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 6,0% (sấy tại 180°C trong 4 giờ).

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

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

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_6H_5K_3O_7$ — Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã được làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Citrat — Lấy 5 ml dung dịch mẫu thử 1/10, thêm 1 ml dung dịch calci clorid (TS) và 3 giọt dung dịch xanh bromothymol (TS), acid hóa nhẹ bằng dung dịch acid hydrocloric loãng (TS). Thêm dung dịch natri hydroxyd (TS) đến khi dung dịch chuyển thành màu xanh da trời trong, sau đó đun sôi dung dịch trong 3 phút, lắc nhẹ trong khi đun. Trong dung dịch xuất hiện kết tủa trắng, kết tủa này không tan trong dung dịch natri hydroxyd (TS) nhưng tan trong dung dịch acid acetic (TS).

Lấy 10 ml dung dịch mẫu thử 1/10, thêm 1 ml dung dịch thủy ngân (II) sulfat (TS). Đun sôi hỗn hợp và thêm vài giọt dung dịch kali permanganat (TS). Trong dung dịch xuất hiện kết tủa trắng.

Kali — Trong môi trường acid hydrocloric, dung dịch mẫu thử sẽ tạo kết tủa tinh thể màu vàng với dung dịch platin clorid (TS), acid hóa bằng dung dịch acid acetic (TS) và thêm 1 ml dung dịch uranyl kẽm acetat (TS). Kết tủa này khi nung sẽ còn lại kali clorid và platin.

6.2. Độ tinh khiết

Tính kiềm — Dung dịch mẫu thử 1/20 phải có tính kiềm khi thử bằng quỳ. Thêm 0,2 ml dung dịch acid sulfuric 0,1 N và 1 giọt dung dịch phenolphtalein (TS) vào 10 ml dung dịch mẫu thử, dung dịch không được có màu hồng.

Oxalat — Lấy 10 ml dung dịch mẫu thử 1/10, thêm 5 giọt dung dịch acid acetic loãng (TS) và 2 ml dung dịch calci clorid (TS). Sau 1 giờ dung dịch không được đục.

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 250 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô. Thêm 40 ml acid acetic băng, đun nhẹ để hòa tan hoàn toàn. Để nguội về nhiệt độ phòng thêm 2 giọt dung dịch tím tinh thể (TS) và chuẩn độ với dung dịch acid percloric 0,1 N. Tiến hành làm một mẫu trắng song song và hiệu chỉnh kết quả nếu cần.

Mỗi ml dung dịch acid percloric 0,1 N tương đương với 10,21 mg $C_6H_5K_3O_7$.

Phụ lục 14
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID TARTRIC

1. Tên khác, chỉ số L(+)-tartaric acid

INS 334

ADI = 0 - 30 mg/kg thể trọng.

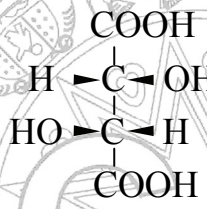
2. Định nghĩa

Tên hóa học Acid L(+)-tartaric; Acid L-2,3-dihydroxybutanedioic; Acid L-2,3-dihydroxysuccinic.

Mã số C.A.S. 87-69-4

Công thức phân tử $C_4H_6O_6$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 150,09

3. Cảm quan Tinh thể không màu, trong mờ hoặc bột tinh thể, hạt nhỏ màu trắng; không mùi.

4. Chức năng Chất hỗ trợ chống oxy hóa, chất điều chỉnh độ acid, chất tạo phức kim loại, hương liệu.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Rất dễ tan trong nước và dễ tan trong ethanol.

Độ quay cực riêng Dung dịch mẫu thử 1/10 hữu tuyền.

Tartrat Phải có phản ứng đặc trưng của tartrat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô Không được quá 0,5% (trên P_2O_5 trong 3 giờ).

Góc quay cực riêng α^D_{20} = trong khoảng từ + 11,5° đến + 13,5°.

Tro sulfat Không được quá 0,1 %.

Sulfat Không được quá 0,05%.

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

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_4H_6O_6$ Không thấp hơn 99,5% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Tro sulfat Phương pháp I, cân 2 g mẫu.

Sulfat Thử 0,4 g mẫu, phải đạt yêu cầu trong chuyên luận thử giới hạn sulfat, sử dụng 0,2 mg ion sulfat (SO_4^{2-}) làm mẫu chứng.

Oxalat Trung hòa 10 ml dung dịch mẫu thử 1/10 bằng dung dịch amoniac (TS), thêm 10 ml calci sulfat (TS), Dung dịch không được đục.

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.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 2 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô, hòa tan trong 40 ml nước, thêm dung dịch phenolphtalein (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 75,04 mg $C_4H_6O_6$.

Phụ lục 15

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

1. Tên khác, chỉ số Sodium tartrate; Sodium dextro-tartrate; Natri L(+)-tartrat
INS 335ii
ADI = 0 - 30 mg/kg thể trọng.

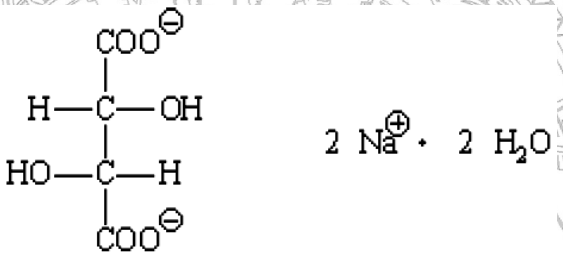
2. Định nghĩa

Tên hóa học Dinatri L-tartrat; Dinatri (+)-tartrat; Muối dinatri của acid L(+) -2,3-dihydroxybutandioic.

Mã số C.A.S. 868-18-8

Công thức phân tử $C_4H_4Na_2O_6.2H_2O$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 230,8

3. Cảm quan Tinh thể trong, không màu, không mùi.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất tạo phức kim loại và chất ổn định cho các sản phẩm thịt và chế biến xúc xích.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan 1 g chế phẩm tan trong 3 ml nước, không tan trong ethanol.

Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

Tartrat Phải có phản ứng đặc trưng của tartrat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô Không được quá 17,0% và không thấp hơn 14,0%. (sấy tại 150°C trong 3 giờ).

pH Dung dịch mẫu thử 1/10 có pH trong khoảng 7,0 - 7,5.

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

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_4H_4Na_2O_6$ Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Oxalat Thêm 5 giọt dung dịch acid acetic loãng (TS) và 2 ml calci clorid (TS) vào 10 ml dung dịch mẫu thử 10%, sau 1 giờ dung dịch không được đục.

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.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 1,5 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được sấy khô vào một chén nung bằng sứ đã cân bì. Đầu tiên nung nhẹ đến khi chế phẩm bị than hóa hoàn toàn, tránh cho chế phẩm bị than hóa luôn tiếp xúc với ngọn lửa. Để nguội, đặt chén nung vào một cốc thủy tinh, dùng đũa thủy tinh dầm nhỏ khối cặn than hóa. Để nguyên chén nung và đũa trong cốc, thêm vào cốc thủy tinh 50 ml nước, 50 ml dung dịch acid sulfuric 0,5 N. Đậy cốc và đun sôi trong 30 phút. Lọc và rửa cặn bằng nước nóng đến khi dịch rửa trung tính khi thử bằng quỳ, để nguội. Gộp dịch lọc và dịch rửa. Thêm dung dịch da cam methyl (TS) và chuẩn độ acid dư bằng dung dịch natri hydroxyd 0,5 N.

Mỗi ml dung dịch acid sulfuric 0,5 N tương đương với 0,0097 g $C_4H_4Na_2O_6$.

Ngoài ra có thể tiến hành định lượng theo cách sau:

Cân 0,45 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước, cho vào cốc 250 ml, thêm 100 ml acid acetic băng và khuấy đều hỗn hợp bằng máy khuấy từ đến khi mẫu tan hoàn toàn. Chuẩn độ dung dịch với dung dịch acid percloric 0,1 N trong acid acetic băng, xác định điểm tương đương bằng đo thế, khi gần đến điểm tương đương chuẩn độ chậm lại, mỗi lần chỉ thêm 0,2 ml thuốc thử.

Mỗi ml dung dịch natri acid percloric 0,1 N trong acid acetic băng tương đương với 0,0097 g $C_4H_4Na_2O_6$.

Phụ lục 16

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI KALI NATRI TARTRAT

1. Tên khác, chỉ số Potassium sodium tartrate; Potassium sodium dextro-tartrate; Muối Rochelle, Muối Seignette.

INS 337

ADI = 0 - 30 mg/kg thể trọng.

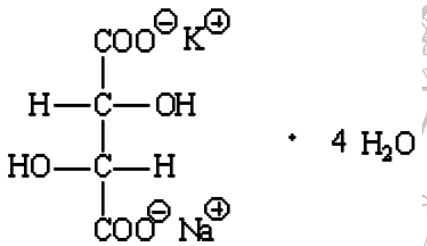
2. Định nghĩa

Tên hóa học Kali natri L-tartrat; Kali natri (+)-tartrat; Muối kali natri của acid L-2,3-dihydroxybutandioic.

Mã số C.A.S. 304-59-6

Công thức phân tử $C_4H_4NaKO_6.4H_2O$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 282,23

3. Cảm quan Tinh thể không màu hoặc bột tinh thể màu trắng.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất tạo phức kim loại và chất ổn định cho các sản phẩm thịt và chế biến xúc xích và phomát.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan 1g chế phẩm tan trong 1 ml nước, không tan trong ethanol.

Kali Phải có phản ứng đặc trưng của kali.

Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

Tartrat Phải có phản ứng đặc trưng của tartrat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô Không được quá 26,0% và không thấp hơn 21,0%. (sấy tại 150° trong 3 giờ).

pH Dung dịch mẫu thử 1/10 có pH trong khoảng 6,5 - 7,5.

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

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_4H_4NaKO_6$ Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Oxalat Thêm 3 giọt dung dịch acid acetic loãng (TS) và 2 ml calci clorid (TS) vào 10 ml dung dịch mẫu thử 10%, sau 1 giờ dung dịch không được đục.

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.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 1,5 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được sấy khô vào một chén nung bằng sứ đã cân bì. Đầu tiên nung nhẹ đến khi chế phẩm bị than hóa hoàn toàn, tránh cho chế phẩm bị than hóa luôn tiếp xúc với ngọn lửa. Nhiệt độ cuối cùng không được cao quá nhiệt độ nóng đỏ. Để nguội, đặt chén nung vào một cốc thủy tinh, dùng đũa thủy tinh dầm nhỏ khối cặn than hóa. Để nguyên chén nung và đũa trong cốc, thêm vào cốc thủy tinh 50 ml nước, 50 ml dung dịch acid sulfuric 0,5 N. Đậy cốc và đun sôi trong 30 phút. Lọc và rửa cặn bằng nước nóng đến khi dịch rửa trung tính khi thử bằng quỳ, để nguội. Gộp dịch lọc và dịch rửa. Thêm dung dịch da cam methyl (TS) và chuẩn độ acid dư bằng dung dịch natri hydroxyd 0,5 N.

Mỗi ml dung dịch acid sulfuric 0,5 N tương đương với 0,05254 g $C_4H_4NaKO_6$.

Phụ lục 17
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID PHOSPHORIC

1. Tên khác, chỉ số Phosphoric acid, orthophosphoric acid
INS 338
MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính theo phospho từ các nguồn thực phẩm.

2. Định nghĩa

Tên hóa học Acid phosphoric; acid orthophosphoric.

Mã số C.A.S. 7664-38-20

Công thức hóa học H_3PO_4

Khối lượng phân tử 98,00

3. Cảm quan Trong, không màu, không mùi, dạng dung dịch sánh.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất tạo phức kim loại, chất hỗ trợ chống oxy hóa.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Có thể trộn với nước và ethanol.

Acid Acid mạnh, ngay cả khi nồng độ rất loãng.

Phosphat Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.

5.2. Độ tinh khiết

Các nitrat Không được quá 5,0 mg/kg.

Các acid dễ bay hơi Không được quá 10,0 mg/kg tính theo acid acetic.

Clorid Không được quá 200,0 mg/kg tính theo clor.

Sulfat Không được quá 0,15 %.

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 H_3PO_4 Không thấp hơn 75,0%, và không thấp hơn mức thấp nhất hoặc trong giới hạn mà nhà phân phối công bố.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phosphat Trung hòa vài ml dung dịch acid phosphoric và thêm dung dịch acid nitric loãng (TS). Sau đó cho thêm đồng

thể tích dung dịch nhôm molybdat (TS) và làm ấm hỗn hợp. Sẽ xuất hiện kết tủa màu hoàng yến, tủa này tan trong dung dịch amoniac loãng (TS).

6.2. Độ tinh khiết

Các nitrat Pha loãng 3,48 g mẫu thử bằng nước cất đến 10 ml và cho thêm 5 mg natri clorid, 0,1ml dung dịch indigo carmin (TS) và 10 ml dung dịch acid sulfuric. Trong vòng 5 phút, màu xanh da trời sẽ không biến mất hoàn toàn.

Các acid dễ bay hơi Pha loãng 60,05 g mẫu thử với 75 ml nước đã đun sôi để nguội trong bình chưng cất có bẫy hơi, cất lấy 50 ml dịch cất. Thêm dung dịch phenolphtalein (TS) vào dịch cất rồi chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 0,1 N. Thể tích dung dịch natri hydroxyd 0,1 N dùng để trung hòa không được quá 0,1 ml.

Clorid Cân 1,78 g mẫu thử, tiến hành thử theo hướng dẫn ở phần thử giới hạn clor, sử dụng 1,0 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N làm mẫu chứng.

Sulfat Cân 1,25 g mẫu thử, mẫu thử phải phù hợp với các yêu cầu nêu trong chuyên luận thử giới hạn sulfat.

Arsen Dung dịch gồm 1,5 g mẫu thử trong 35 ml nước cất phải phù hợp với các yêu cầu nêu trong chuyên luận thử giới hạn arsen (phương pháp II), sử dụng hỗn hợp gồm 3 ml dung dịch arsen chuẩn (3 µg As) và 1,5 g dung dịch acid phosphoric (TS) làm mẫu chứng. (thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4).

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 1,00 g mẫu thử cho vào bình thủy tinh nút mài, pha loãng với 100 ml nước cất, thêm 0,5 ml dung dịch thymolphtalein (TS) và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 1 N.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1N tương đương với 0,049 g H_3PO_4.

Phụ lục 18

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI MONONATRI ORTHO-PHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số Mononatri orthophosphat; Sodium dihydrogen phosphate; Monobasic sodium phosphate; Monosodium mono-phosphate; Sodium acid phosphate; Sodium biphosphate.

INS 339i

MTDI = 70mg/kg thể trọng tính theo Phospho từ các nguồn thực phẩm.

2. Định nghĩa

Tên hóa học Natri dihydrophosphat; Mononatri hydrogen orthophosphat; Mononatri dihydrogen monophosphat.

Mã số C.A.S. 7558-80-7.

Công thức hóa học Dạng khan: NaH_2PO_4.

Dạng monohydrat: $NaH_2PO_4.H_2O$.

Dạng dihydrat: $NaH_2PO_4.2H_2O$.

Khối lượng phân tử Dạng khan: 119,98.

Dạng monohydrat: 138,00.

Dạng dihydrat: 156,01.

3. Cảm quan Dạng bột dễ tan, tinh thể hoặc dạng hạt, không mùi màu trắng.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất tạo phức kim loại.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol, ether hoặc cloroform.

pH 4,2 - 4,6 (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 Ortho-phosphat (mô tả trong phần Phương pháp thử).

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô	Dạng khan: Không được quá 2,0% (60°C trong 1 giờ, sau đó 105°C trong 4 giờ).
	Dạng monohydrat: Không được quá 15,0% (60°C trong 1 giờ, sau đó 105°C trong 4 giờ).
	Dạng dihydrat: Không được quá 25,0% (60°C trong 1 giờ, sau đó 105°C trong 4 giờ).
Acid tự do và dinatri	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
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 NaH_2PO_4	Không được thấp hơn 97,0% sau khi sấy khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Orthophosphat	Thêm dung dịch bạc nitrat (TS) vào dung dịch mẫu thử 1%; trong dung dịch phải xuất hiện kết tủa màu vàng, tủa này tan trong dung dịch acid nitric loãng (TS).

6.2. Độ tinh khiết

Acid tự do và dinatri	Để trung hòa dịch thử (gồm 2 g mẫu thử trong 40 ml nước cất), sử dụng không quá 0,3 ml dung dịch natri hydroxyd 1 N hoặc dung dịch acid sulfuric 1 N, sử dụng chỉ thị là dung dịch da cam methyl (TS).
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 0,7 g mẫu thử đã sấy khô, chính xác đến mg, cho vào cốc 250 ml, thêm 50 ml dung dịch acid hydrocloric 0,1 N và khuấy đều đến khi mẫu tan hết. Cho điện cực của pH

kế thích hợp vào dung dịch và dùng buret cho từ từ dung dịch natri hydroxyd 0,1 N vào, vừa thêm vừa khuấy đều, cho tới khi pH = 3,3. Tiếp tục cho thêm 0,5ml hoặc 1 ml dung dịch natri hydroxyd (tùy theo độ chia vạch của buret). Lập bảng dữ liệu thực nghiệm theo mẫu:

V (ml) (1)	pH (2)	Δ pH (3)	Δ_2 pH (4)

Trong đó:

V (ml): Thể tích dung dịch natri hydroxyd 0,1N đọc trên buret.

Δ pH: Hiệu số chênh lệch pH giữa 2 lần thêm dung dịch natri hydroxyd 0,1N liên tiếp.

Δ_2 pH: Hiệu số chênh lệch giữa Δ pH sau so với giá trị Δ pH liền trước, dấu của giá trị Δ_2 pH có thể dương hoặc âm tùy thuộc giá trị Δ pH sau lớn hơn (hoặc nhỏ hơn) so với giá trị Δ pH liền trước.

Điểm tương đương của quá trình chuẩn độ được xác định tại bước thêm 0,5 ml natri hydroxyd 0,1N cho giá trị Δ pH lớn nhất. Xác định giá trị chính xác của điểm tương đương = giá trị thể tích cận trên của bước thêm thể tích natri hydroxyd 0,1N có điểm tương đương + 0,5 b/B.

Trong đó:

- b là giá trị Δ_2 pH cuối cùng mang dấu (+).

- B là tổng trị tuyệt đối của Δ_2 pH cuối cùng mang dấu (+) và Δ_2 pH đầu tiên mang dấu (-).

Xác định 2 điểm tương đương của quá trình chuẩn độ tại giữa pH 3,3 và pH 6 (ký hiệu là F); giữa pH 8,5 và pH 10 (ký hiệu là T). Thể tích dung dịch natri hydroxyd 0,1N dùng trong chuẩn độ là giá trị F - T. Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,1N tương đương với 12,0 mg NaH_2PO_4.

Phụ lục 19

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI TRINATRI ORTHO-PHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số Trisodium phosphate; Tribasic sodium phosphate; Sodium phosphate.

INS 339iii

MTDI = 70mg/kg thể trọng tính theo Phospho từ các nguồn thực phẩm.

2. Định nghĩa

Tên hóa học Trinatri orthophosphat; Trinatri phosphat; Trinatri monophosphat.

Mã số C.A.S. 7601-54-9

Công thức hóa học Dạng khan: Na_3PO_4

Dạng hydrat: $Na_3PO_4.xH_2O$

Khối lượng phân tử 163,94 (dạng khan)

3. Cảm quan Dạng tinh thể, hạt hoặc bột tinh thể trắng, không mùi; dạng hydrat sẵn có gồm hemi và monohydrat, hexahydrat, octahydrat, decahydrat và dodecahydrat; dạng dodecahydrat bao gồm 1/4 mol dung dịch natri hydroxyd.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, đệm, chất tạo phức kim loại, chất ổn định nhũ tương.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.

pH 11,5 - 12,5 (dung dịch 1/100).

Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Phosphat Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Orthophosphat Phải có phản ứng đặc trưng của orthophosphat (mô tả trong phần Phương pháp thử).

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi nung	Dạng khan: Không được quá 2% (120°C trong 2 giờ, sau đó 800°C trong 30 phút). Dạng monohydrat: Không được quá 11% (120°C trong 2 giờ, sau đó 800°C trong 30 phút). Dạng dodecahydrat: 45 - 58% (120°C trong 2 giờ, sau đó 800°C trong 30 phút).
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 10,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng Na_3PO_4	Dạng khan, hemihydrat và monohydrat: không thấp hơn 97,0% tính theo chế phẩm khan. Dạng dodecahydrat: không thấp hơn 92,0% tính theo chế phẩm sau khi nung.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Natri	Thêm 1 ml dung dịch acid acetic (TS) và 1 ml dung dịch kẽm uranyl acetat (TS) vào 5 ml dung dịch mẫu thử (dung dịch 1/20). Trong hỗn hợp dung dịch phải xuất hiện kết tủa dạng tinh thể màu vàng trong vòng vài phút.
Phosphat	Thêm 1 ml dung dịch acid nitric đặc và 5 ml dung dịch nhôm molybdat (TS) vào 5 ml dung dịch mẫu thử (dung dịch 1/100) và làm ấm. Trong dung dịch phải xuất hiện kết tủa vàng nhạt.
Orthophosphat	Hòa tan 0,1 g mẫu trong 10ml nước cất. Acid hóa nhẹ dung dịch bằng acid acetic loãng (TS), thêm 1 ml dung dịch bạc nitrat (TS). Trong dung dịch phải xuất hiện kết tủa màu vàng.

6.2. Độ tinh khiết

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 mẫu, chính xác đến mg, khối lượng mẫu tương đương với khoảng 5,5 - 6 g Na_3PO_4, hòa tan vào 40 ml nước cất trong cốc 400 ml, thêm 100 ml dung dịch acid hydrocloric 1N. Sục dòng không khí đã khử carbon dioxyd qua dung dịch, chỉnh cho dòng khí tạo bọt nhỏ, thời gian sục khoảng 30 phút để đuổi hết carbon dioxyd, đậy nhẹ miệng cốc để ngăn ngừa mất dịch trong khi sục khí. Rửa nắp và thành cốc bằng nước cất và cho điện cực của pH kế thích hợp vào dung dịch. Chuẩn độ dung dịch bằng dung dịch natri hydroxyd 1 N đến điểm uốn tại pH ~ 4, tính thể tích (A) acid hydrocloric 1 N đã tiêu thụ. Bảo vệ dung dịch tránh hấp thụ carbon dioxyd từ không khí và tiếp tục chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 1 N đến điểm uốn tại pH ~ 8,8. Tính thể tích dung dịch (B) natri hydroxyd 1 N đã tiêu tốn khi chuẩn độ.

Nếu (A) ≥ 2(B), mỗi ml natri hydroxyd 1 N trong thể tích (B) tương đương với 163,9 mg Na_3PO_4.

Nếu (A) < 2(B), mỗi ml natri hydroxyd 1 N trong hiệu thể tích (A) - (B) tương đương với 163,9 mg Na_3PO_4.

Phụ lục 20

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI DICALCI ORTHO-PHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Calcium mono hydrogen phosphate; Dibasic calcium phosphate; Dicalcium phosphate,. INS 341ii MTDI = 70mg/kg thể trọng tính theo Phospho từ các nguồn thực phẩm.
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Calci monohydrophosphat, Calcium hydrogen orthophosphate, Secondary calcium phosphate.
Mã số C.A.S.	Dạng khan: 7757-93-9.
Công thức hóa học	Dạng khan: $CaHPO_4$. Dạng dihydrat: $CaHPO_4.2H_2O$.
Khối lượng phân tử	Dạng khan: 136,06. Dạng dihydrat: 172,09.
3. Cảm quan	Dạng tinh thể hoặc hạt, bột màu trắng.
4. Chức năng	Chất điều chỉnh độ acid, thức ăn cho men.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Ít tan trong nước, không tan trong ethanol.
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 sấy khô	Dạng khan: Không được quá 2% (200°C, trong 3 giờ). Dạng dihydrat: Không thấp hơn 18% và không được quá 22% (200°C trong 3 giờ).
Florid	Không được quá 50,0 mg/kg.
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg (Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng $CaHPO_4$ — Không được thấp hơn 98,0% và không được quá 102,0% tính theo chế phẩm sau khi sấy khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định lượng — Cân 0,3 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được sấy khô trong 3 giờ ở 200°, hòa tan trong 10 ml dung dịch acid hydrocloric (TS). Thêm 120 ml nước và vài giọt dung dịch da cam methyl (TS) và đun sôi trong 5 phút, duy trì liên tục thể tích và pH của dung dịch trong quá trình đun sôi bằng cách cho thêm dung dịch acid hydrocloric hoặc nước nếu cần thiết. Thêm 2 giọt dung dịch đỏ methyl (TS) và 30 ml dung dịch amoni oxalat (TS), sau đó thêm từng giọt (vừa thêm vừa khuấy) hỗn hợp đồng thể tích dung dịch amoniac 6 N và nước đến khi dung dịch bắt đầu có màu hồng.

Để hỗn hợp trong bể cách thủy nước sôi trong 30 phút, làm nguội tới nhiệt độ phòng và chờ kết tủa lắng xuống, lọc bỏ phần dịch qua phễu lọc thủy tinh xốp, hút chân không nhẹ nếu cần. Rửa tủa trong cốc với khoảng 30 ml dung dịch rửa lạnh (dưới 20°), được pha bằng cách lấy 10 ml dung dịch amoni oxalat (TS) pha loãng với nước đến đủ 1000 ml. Để kết tủa lắng xuống, gạn phần dịch phía trên qua phễu lọc, làm như vậy thêm 3 lần. Dùng dịch rửa, chuyển toàn bộ phần kết tủa vào phễu lọc, rửa cốc và thành phễu bằng nước lạnh (dưới 20°) 2 lần X 10 ml. Đặt phễu lọc thủy tinh xốp lên trên cốc, thêm 100 ml nước và 50 ml dung dịch acid sulfuric loãng lạnh (1 trong 6). Dùng buret cho 35 ml kali permanganat 0,1N vào dung dịch. Khuấy đều đến khi dung dịch mất màu. Đun nóng đến khoảng 70° và chuẩn độ tiếp bằng dung dịch kali permanganat 0,1N.

Mỗi ml dung dịch kali permanganat 0,1N tương đương với 6,803 mg $CaHPO_4$.

Phụ lục 21

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

1. Tên khác, chỉ số Calcium dl-Malate; Monocalcium dl-malate
INS 352ii
ADI "Không giới hạn".

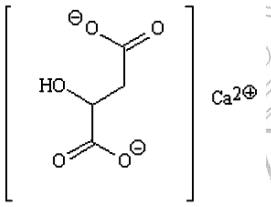
2. Định nghĩa

Tên hóa học Monocalcium dl-malat Muối monocalci của acid 2-hydroxybutandioic.

Mã số C.A.S. 17482-42-7

Công thức phân tử $C_4H_4CaO_5$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 172,1

3. Cảm quan Bột trắng hoặc không màu.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, đệm.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Ít tan trong nước, không tan trong ethanol.

Malat Phải có phản ứng đặc trưng của malat.

Calci Phải có phản ứng đặc trưng của calci.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô Không được quá 2,0%.
(Sấy tại 110°C trong 3 giờ).

Florid Không được quá 30,0 mg/kg (phương pháp I hoặc III).

Acid maleic Không được quá 0,05%.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg. (Xác định bằng kỹ thuật AAS/ICP-AES thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng $C_4H_4CaO_5$ — Không được thấp hơn 97,5%.

6. Phương pháp thử

6.1. Định lượng — Cân khoảng 0,4 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được sấy khô tại 110° trong 3 giờ, hòa tan trong hỗn hợp gồm 10 ml nước và 2 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TS), sau đó pha loãng bằng nước đến đủ 100 ml. Khuấy đều bằng máy khuấy từ, trong khi khuấy, 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) và 300 mg chỉ thị xanh hydroxynaphtol và tiếp tục chuẩn độ đến khi dung dịch có màu xanh da trời.

Mỗi ml dung dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M tương đương với 8,607 mg $C_4H_4CaO_5$.

Phụ lục 22

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

1. Tên khác, chỉ số Monosodium fumarate,

INS 365

ADI không giới hạn.

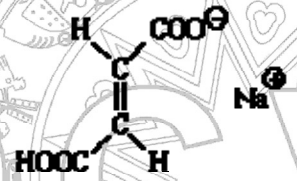
2. Định nghĩa

Tên hóa học Mononatri fumarat, acid mononatri trans-butendioic, mononatri trans-1,2-ethylendicarboxylat; acid mononatri trans-1,2-ethylendicarboxylic.

Mã số C.A.S. 7704-73-6

Công thức hóa học $C_4H_3NaO_4$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 138,06

3. Cảm quan Bột tinh thể trắng, không mùi.

4. Chức năng Tác nhân đệm, chất điều chỉnh độ acid, chất trợ hương.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Tan trong nước.

pH 3 - 4 (dung dịch 1 trong 30).

Acid 1,2 dicarboxylic Phải có phản ứng đặc trưng của acid 1,2 dicarboxylic (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Liên kết đôi Phải có phản ứng đặc trưng của liên kết đôi (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô Không được quá 0,5% (120°C, trong 4 giờ).

Sulfat Không được quá 0,01%.

Acid maleic Không được quá 0,05%.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg (Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng $C_4H_3NaO_4$ 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

Acid 1,2 dicarboxylic Lấy 50 mg mẫu thử vào trong ống nghiệm, thêm 2 - 3mg resorcinol và 1 ml acid sulfuric, lắc đều, đun nóng 130°C trong 5 phút và để nguội. Pha loãng với nước cất cho đủ 5 ml và nhỏ từng giọt dung dịch natri hydroxyd (2 trong 5) để kiềm hóa dung dịch, để nguội và pha loãng với nước cất đến 10 ml. Khi soi dưới đèn tử ngoại dung dịch có huỳnh quang xanh lam ánh lục.

Liên kết đôi Thêm 10 ml nước cất vào 0,5 g mẫu thử, đun sôi để hòa tan. Thêm 2 hoặc 3 giọt dung dịch brom (TS) vào dung dịch nóng. Màu của dung dịch brom sẽ mất.

6.2. Độ tinh khiết

Sulfat Thêm 30 ml nước cất vào 1 g mẫu, lắc đều, thêm 1 giọt dung dịch phenolphtalein (TS), thêm từng giọt dung dịch amoniac (TS) đến khi dung dịch có màu hồng nhạt. Thêm 1 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TS). Tiến hành thử theo hướng dẫn trong chuyên luận Thử giới hạn tạp chất. Dung dịch này tương ứng với không quá 0,2 ml acid sulfuric 0,01 N.

6.3. Định lượng

Cân 0,3 g chính xác đến mg, mẫu thử đã được làm khô, hòa tan trong 30 ml nước cất. Chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 0,1N, sử dụng chỉ thị là 2 giọt dung dịch phenolphtalein (TS).

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,1N tương ứng với 13,81 mg $C_4H_3NaO_4$.

Phụ lục 23

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

1. Tên khác, chỉ số	Magnesium carbonate INS 504(i) ADI = "Không giới hạn".
2. Định nghĩa	Là dạng magnesi carbonat hydrat kiềm hoặc magnesi carbonat hydrat, hoặc là hỗn hợp của 2 dạng trên.
Tên hóa học	Magnesi carbonat.
Mã số C.A.S.	546-93-0
Công thức hóa học	$MgCO_3$
Khối lượng phân tử	
3. Cảm quan	Khối màu trắng sáng, không mùi, dễ vỡ hoặc bột trắng.
4. Chức năng	Chất chống đông vón, kháng tẩy trắng, chất điều chỉnh độ acid.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Thực tế không tan trong nước, không tan trong ethanol.
Magnesi	Phải có phản ứng đặc trưng của magnesi.
Carbonat	Phải có phản ứng đặc trưng của carbonat.
5.2. Độ tinh khiết	
Các chất không tan trong acid	Không quá 0,05%.
Các chất tan trong nước	Không quá 1,0%.
Calci	Không được quá 0,4%.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg (Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp với hàm lượng quy định).
5.3. Hàm lượng Mg	Không được thấp hơn 24,0% và không được quá 26,4%
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	

Các chất không tan trong acid Cân 5 g mẫu thử, chính xác đến mg, trộn lẫn với 75 ml nước. Thêm từng phần nhỏ acid hydroclorid, vừa cho vừa khuấy đến khi mẫu thử không hòa tan thêm được nữa, đun sôi trong 5 phút. Nếu còn cặn không tan, tiến hành lọc, rồi rửa cặn bằng nước đến khi sạch clorid. Nung cặn, để nguội, cân và tính kết quả (%).

Các chất tan trong nước Cân 2 g mẫu thử, chính xác đến mg. Thêm 100 ml nước mới đun sôi để nguội. Đun sôi hỗn hợp, vừa đun vừa khuấy, sau đó để nguội và lọc. Lấy 50 ml dịch lọc đem cô cạn trên bếp cách thủy, sau đó sấy cặn ở 120° trong 3 giờ. Để nguội, cân và tính hàm lượng % (Khối lượng cặn thu được không được quá 10mg).

Calci Cân 1 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg, hòa tan trong hỗn hợp 3ml acid sulfuric và 22 ml nước. Thêm 5 ml ethanol và để hỗn hợp qua đêm. Nếu tinh thể magnesi sulfat hình thành, đun nóng hỗn hợp tới khoảng 50^oC để hòa tan. Lọc kết tủa bằng phễu lọc sứ đã được nung khô và cân bì. Rửa kết tủa vài lần bằng hỗn hợp ethanol và dung dịch acid sulfuric loãng (TS) theo tỷ lệ 2:1 (tt:tt). Nung phễu lọc sứ trong ngọn lửa đỏ, để nguội và cân. Khối lượng calci sulfat thu được, nhân với hệ số 0,294 được giá trị tương đương với lượng calci trong mẫu thử.

6.2. Định lượng

Cân 1 g mẫu thử, chính xác đến 0,1 mg, chuyển vào bình nón 250ml. Thêm 50 ml acid sulfuric 1N, khuấy cho tan mẫu. Chuẩn độ acid dư bằng dung dịch natri hydroxyd 1N dùng chỉ thị là dung dịch da cam methyl (TS). Hiệu giữa thể tích acid sulfuric 1 N tiêu tốn trừ đi lượng acid sulfuric 1 N tương ứng với lượng Ca có trong mẫu (20,04 mg Ca tương ứng với 1 ml acid sulfuric 1 N) chính là thể tích acid sulfuric 1N tiêu tốn để trung hòa magnesi carbonat.

Mỗi ml acid sulfuric 1 N tương đương với 12,16 mg Mg.

Phụ lục 24

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NHÔM KALI SULFAT

1. Tên khác, chỉ số Aluminium potassium sulfate; Potassium alum; Potashalum; Burnt alum (khan).

INS 522 (dạng dodecahydrat).

PTWI = 1 mg/kg thể trọng.

2. Định nghĩa

Tên hóa học Nhôm kali sulfat dodecahydrat; Nhôm kali sulfat khan.

Mã số C.A.S. Dạng khan: 10043-67-1.

Dạng dodecahydrat: 7784-24-9.

Công thức hóa học $AlK(SO_4)_2.xH_2O$ (x = 0 hoặc 12).

Khối lượng phân tử Dạng khan: 258,21.

Dạng dodecahydrat: 474,38.

3. Cảm quan Tinh thể lớn, trong suốt, hoặc mảnh tinh thể, hoặc bột tinh thể không mùi.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, làm rắn chắc, chất tạo xốp.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.

pH Dung dịch mẫu thử 10% có pH trong khoảng 3,0 - 4,0.

Nhôm Phải có phản ứng đặc trưng của nhôm.

Kali Phải có phản ứng đặc trưng của kali.

Sulfat Phải có phản ứng đặc trưng của sulfat.

5.2. Độ tinh khiết

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

Florid Không được quá 30,0 mg/kg.

Selen Không được quá 30,0 mg/kg. (Phương pháp II, cân 0,2 g mẫu).

Chì Không được quá 5,0 mg/kg.

(Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng $AlK(SO_4)_2$

Dạng khan: Không thấp hơn 96,5%.

Dạng dodecahydrat: Không thấp hơn 99,5%.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Các muối amoni

Đun nóng 1 g mẫu với 10 ml dung dịch natri hydroxyd (TS) trên bể cách thủy nước sôi trong 1 phút. Không nhận thấy có mùi amoniac.

Florid

Huyền phù vôi

Cho cẩn thận, từ từ khoảng 56 g calci oxyd (có hàm lượng clorid thấp - khoảng 2 mg/kg) vào 250 ml nước, thêm từ từ 250 ml acid percloric 60% vào, khuấy đều. Thêm vài viên bi thủy tinh, đun nóng đến khi khói acid percloric bay ra nhiều, làm mát, thêm 200 ml nước và tiếp tục đun. Lặp lại quá trình pha loãng này thêm 1 lần, để nguội và lọc nếu có kết tủa silic dioxyd. Rót dịch lọc trong, vừa rót vừa khuấy vào 1000 ml dung dịch natri hydroxyd 1/10, để kết tủa lắng xuống, gạn bỏ lớp dịch trong. Loại muối natri ra khỏi tủa bằng cách rửa 5 lần trong bình ly tâm lớn, mỗi lần rửa lắc mạnh. Cuối cùng lắc kết tủa thành huyền phù và pha loãng đến 2000 ml. Bảo quản huyền phù trong chai có nút gắn parafin, trước khi dùng cần lắc đều. 100 ml huyền phù này được xem như mẫu trắng (chứa flor ở mức không đáng kể) khi được cô trong đĩa platin và xử lý theo hướng dẫn trong phần "Tiến hành thử" bắt đầu từ giai đoạn "Nung trong thời gian ngắn tại 600°C ...".

Thiết bị chưng cất

Nối bình cầu cất 125 ml với 1 sinh hàn, đồng thời nối với ống mao quản và nhiệt kế sao cho đầu ống mao quản và nhiệt kế ngập vào dung dịch trong bình. Nối ống mao quản với một phễu nhỏ giọt hoặc bộ phận sinh hơi nước. Để giảm thiểu nền trắng do florid thôi từ thủy tinh, thiết bị cất được xử lý trước như sau: Xử lý tất cả các dụng cụ thủy tinh cần sử dụng với dung dịch natri hydroxyd 10% nóng, tiếp theo xối qua vòi nước và tráng bằng nước cất. Tối

thiểu 1 lần/ngày, xử lý thêm bằng cách đun sôi 15 - 20 ml dung dịch acid sulfuric 1/2 trong hệ thống cất đến khi hệ thống đầy khói acid, để nguội, đổ bỏ acid, tái xử lý với dung dịch natri hydroxyd 10%, tráng rửa toàn bộ hệ thống cất.

Tiến hành thử

Cân 1,67 g (chính xác đến mg) mẫu, cho vào bình cầu cất, thêm 25 ml dung dịch acid sulfuric 1/2. Cất đến khi đạt nhiệt độ 160°, sau đó duy trì nhiệt độ tại 160° đến 165° bằng cách thêm nước từ phễu nhỏ giọt vào bình, thu lấy 300 ml dịch cất. Oxy hóa dịch cất bằng cách thêm 2 - 3 ml dung dịch hydrogen peroxyd 30% không có florid (đã được loại bỏ sulfit), để yên hỗn hợp vài phút, cho bay hơi trên đĩa platin có sẵn lượng dư huyền phù vôi.

Nung trong thời gian ngắn tại 600°, sau đó làm mát và tẩm ướt tro với khoảng 10 ml nước. Đậy đĩa platin bằng mặt kính đồng hồ, cận thận thêm vào lượng acid percloric 60% đủ để hòa tan tro. Cho dịch trên đĩa platin qua phễu nhỏ giọt vào bình cất có chứa sẵn vài viên bi thủy tinh (tất cả thiết bị cất vừa mới xử lý), lượng acid percloric 60% để hòa tan tro và tráng chuyển dịch từ đĩa platin vào phễu không quá 20 ml. Thêm 10 ml nước và vài giọt dung dịch bạc perclorat 1/2 qua phễu nhỏ giọt vào bình. Tiếp tục tiến hành theo hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn florid, phương pháp 1 - Phương pháp lên màu với Thori nitrat, bắt đầu từ giai đoạn "Chưng cất đến khi nhiệt độ đạt 135°...".

6.2. Định lượng

a) Dạng Dodecahydrat

Cân khoảng 1 g (chính xác đến mg) mẫu thử. Hòa tan trong 50 ml nước, thêm 50 ml dung dịch EDTA 0,05 M, đun sôi nhẹ trong 5 phút. Làm mát, và khuấy đều, trong khi khuấy thêm (theo đúng thứ tự) 20 ml dung dịch đệm pH 4,5 (77,1 g amoni acetat và 57 ml acid acetic băng trong 1000 ml), 50 ml ethanol, 2 ml dung dịch dithizon

(TS). Chuẩn độ với dung dịch kẽm sulfat 0,05 M đến khi dung dịch có màu hồng nhạt. Tiến hành làm mẫu trắng song song, dùng 10 ml nước thay cho mẫu.

Mỗi ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M tương đương với 23,72 mg $AlK(SO_4)_2.12H_2O$.

b) Dạng khan

Cân khoảng 0,8 g (chính xác đến mg) bột mẫu thử nhôm kali sulfat đã được sấy khô trước tại 200° trong 4 giờ. Thêm 50 ml nước, hòa tan bằng cách đun nóng trong bể cách thủy và lắc đều, lọc và rửa kỹ phần không tan bằng nước. Gộp dịch rửa và dịch lọc, thêm nước đến đủ 200 ml. Lấy 25 ml dung dịch này, thêm 50 ml dung dịch EDTA 0,01 M, đun sôi. Làm mát, thêm 7 ml dung dịch natri acetat 14% và 85 ml cồn tuyệt đối. Chuẩn EDTA dư bằng dung dịch kẽm sulfat 0,01 M với chỉ thị là 3 giọt dung dịch da cam xylenol (TS) đến khi dung dịch chuyển từ màu vàng sang màu đỏ.

Mỗi ml dung dịch EDTA 0,01 M tương đương với 2,5821 mg $AlK(SO_4)_2$.

Phụ lục 25

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

1. Tên khác, chỉ số	Sodium hydroxide; xút ăn da; kiềm; natri hydrat INS 524 ADI = không giới hạn.
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Natri hydroxyd.
Mã số C.A.S.	1310-73-2
Công thức hóa học	NaOH
Khối lượng phân tử	40,00
3. Cảm quan	Dạng viên, vảy, hình que, khối dễ chảy màu trắng, trắng ngà hoặc các dạng khác.
4. Chức năng	Chất điều chỉnh độ acid.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Rất dễ tan trong nước; dễ tan trong ethanol.
Kiềm	Dung dịch mẫu thử 1 trong 100 có phản ứng kiềm mạnh.
Natri	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
5.2. Độ tinh khiết	
Các hợp chất không tan trong nước	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
Carbonat	Không được quá 3,0% tính theo natri carbonat. Mỗi ml dung dịch acid sulfuric 1 N dùng để chuẩn độ dung dịch từ điểm tương đương nhận biết bằng chỉ thị phenolphtalein đến điểm tương đương nhận biết bằng chỉ thị da cam methyl (mô tả trong phần định lượng) tương đương với 106 mg Na_2CO_3.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg (Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng NaOH Không được thấp hơn 95,0% tổng lượng kiềm tính theo NaOH.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Các hợp chất không tan trong nước Hòa tan hoàn toàn 1 g mẫu thử trong 20 ml nước cất sẽ tạo thành một dung dịch trong và không màu.

6.2. Định lượng

Cân 1,5 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 40 ml nước vừa mới đun sôi để nguội, làm nguội đến 15^0C, cho thêm dung dịch phenolphtalein (TS) và chuẩn độ với dung dịch acid sulfuric 1N. Khi dung dịch mất màu hồng, ghi lại thể tích acid nếu cần, cho thêm dung dịch da cam methyl (TS) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi có màu hồng. Ghi chép lại tổng thể tích dung dịch acid chuẩn độ.

Mỗi ml dung dịch acid sulfuric 0,1 N tương đương với 40,0 mg tổng lượng kiềm, tính theo NaOH.

Phụ lục 26

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

1. Tên khác, chỉ số Potassium hydroxide; potash ăn da; kali hydrat

INS 525

ADI = không giới hạn.

2. Định nghĩa

Tên hóa học Kali hydroxyd.

Mã số C.A.S. 1310-58-3

Công thức hóa học KOH

Khối lượng phân tử 56,11

3. Cảm quan Dạng viên, vảy, hình que, khối dễ chảy màu trắng, trắng ngà hoặc các dạng khác.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Rất dễ tan trong nước; dễ tan trong ethanol.

Kiềm Dung dịch mẫu thử 1 trong 100 có phản ứng kiềm mạnh.

Kali Phải có phản ứng đặc trưng của kali.

5.2. Độ tinh khiết

Các hợp chất không tan trong nước Hòa tan hoàn toàn 1 g mẫu thử trong 20 ml nước cất sẽ tạo thành một dung dịch trong và không màu.

Carbonat Không được quá 3,5% tính theo kali carbonat.

Mỗi ml dung dịch acid sulfuric 1 N dùng để chuẩn độ dung dịch từ điểm tương đương nhận biết bằng chỉ thị phenolphtalein đến điểm tương đương nhận biết bằng chỉ thị da cam methyl (mô tả trong phần định lượng) tương đương với 138,2 mg K_2CO_3.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg (Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng KOH Không được thấp hơn 85,0% tổng lượng kiềm tính theo KOH.

6. Phương pháp thử

6.1. Định lượng Cân 1,5 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 40 ml nước vừa mới đun sôi để nguội, làm nguội đến 15^0C, cho thêm dung dịch phenolphtalein (TS) và chuẩn độ với dung dịch acid sulfuric 1N. Khi dung dịch mất màu hồng, ghi lại thể tích acid nếu cần, cho thêm dung dịch da cam methyl (TS) và tiếp tục chuẩn độ cho đến khi có màu hồng. Ghi chép lại tổng thể tích dung dịch acid chuẩn độ.

Mỗi ml dung dịch acid sulfuric 0,1 N tương đương với 56,11 mg tổng lượng kiềm, tính theo KOH.

Phụ lục 27
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI HYDROXID

1. Tên khác, chỉ số	Calcium hydroxide; vôi tôi INS 526 ADI = không giới hạn.
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Calci hydroxyd.
Mã số C.A.S.	1305-62-0
Công thức hóa học	$Ca(OH)_2$
Khối lượng phân tử	74,09
3. Cảm quan	Bột trắng.
4. Chức năng	Chất điều chỉnh độ acid, tác nhân trung hòa, đệm, chất làm chắc.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Khó tan trong nước, không tan trong ethanol, tan trong glycerol.
Kiềm	Mẫu thử có tính kiềm với giấy quỳ ướt.
Calci	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
5.2. Độ tinh khiết	
Bari	Không được quá 0,03%.
Magnesi và các muối kiềm	Không được quá 6,0%.
Tro không tan trong acid	Không được quá 1,0%.
Florid	Không được quá 50,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg (Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).
5.3. Hàm lượng $Ca(OH)_2$	Không được thấp hơn 92,0%.
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	
Bari	Trộn 1,5 g mẫu thử với 10 ml nước cất, thêm 15 ml acid hydrocloric loãng (TS), pha loãng đến 30 ml bằng nước cất và lọc. Lấy 20 ml dịch lọc, thêm 2 g natri acetat, 1 ml

acid acetic loãng (TS) và 0,5 ml dung dịch kali cromat (TS), để yên 15 phút. Độ đục của dung dịch này không được lớn hơn độ đục của dung dịch chứng được pha bằng cách lấy 0,3 ml dung dịch bari chuẩn (1,779g bari clorid trong 1000 ml nước cất) thêm nước cất cho đủ 20 ml, thêm 2 g natri acetat, 1 ml acid acetic loãng (TS) và 0,5 ml dung dịch kali cromat (TS), để yên 15 phút.

Magnesi và các muối kiềm

Hòa tan 500 mg mẫu thử vào hỗn hợp gồm 30 ml nước cất và 10 ml acid hydrocloric loãng (TS) và đun sôi trong 1 phút. Thêm nhanh 40 ml dung dịch acid oxalic (TS), khuấy mạnh đến khi kết tủa hoàn toàn. Thêm ngay 2 giọt dung dịch đỏ methyl (TS), sau đó thêm từng giọt dung dịch amoniac (TS) đến khi hỗn hợp vừa có tính kiềm, để nguội. Chuyển dung dịch vào ống đong 100 ml, pha loãng dung dịch đến 100 ml bằng nước cất, để yên trong 4 giờ hoặc qua đêm, sau đó lọc gạn phần nước trong phía trên qua giấy lọc khô. Lấy 50 ml dịch lọc trong vào một bát platin, thêm 0,5 ml acid sulfuric và cho hỗn hợp bay hơi cách thủy đến gần cạn. Cho bay hơi từ từ phần còn lại trên ngọn lửa đến khô, tiếp tục đun cho đến khi các muối amoni phân hủy và bay hơi hoàn toàn. Cuối cùng nung phần cặn còn lại đến khối lượng không đổi. Khối lượng cặn không được quá 15 mg.

Tro không tan trong acid

Hòa tan 2 g mẫu thử trong 30 ml acid hydrocloric loãng (1 trong 3) và đun sôi. Lọc hỗn hợp, rửa bằng nước nóng và nung. Khối lượng cặn còn lại không được quá 20 mg.

6.2. Định lượng

Cân 1,5 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào cốc thủy tinh, thêm 30 ml acid hydrocloric loãng (TS). Khi mẫu tan hoàn toàn, chuyển dung dịch vào bình định mức 500 ml, tráng sạch cốc thủy tinh và gộp nước rửa cốc vào bình định mức, định mức đến vạch bằng nước cất, lắc đều. Hút lấy 50 ml dung dịch này vào bình nón có dung tích thích hợp và thêm 50 ml nước cất, 15 ml dung dịch natri hydroxyd (TS), 40 mg hỗn hợp chỉ thị murexid (amoni purpurat) và 3 ml dung dịch xanh lục naphtol (TS). Chuẩn độ với dung dịch dinatri ethylendiaminte-traacetat 0,05M đến khi dung dịch có màu xanh da trời đậm.

Mỗi ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05M tương đương với 3,075 mg $Ca(OH)_2$.

Phụ lục 28
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI OXYD

1. Tên khác, chỉ số	Calcium oxide; vôi INS 529 ADI = 0 - 6mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Calci oxyd
Mã số C.A.S.	1305-78-8
Công thức hóa học	CaO
Khối lượng phân tử	58,08
3. Cảm quan	Dạng hạt, khối hoặc bột không mùi, cứng, màu trắng đến trắng xám nhạt.
4. Chức năng	Chất điều chỉnh độ acid, chất điều hòa bột nhão, thức ăn cho men
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Khó tan trong nước, không tan trong ethanol, tan trong glycerol. (chú ý: bảo vệ mắt khi thêm nước vào mẫu thử)
Phản ứng với nước	Tẩm ướt mẫu thử với nước, nhiệt được sinh ra. (chú ý: bảo vệ mắt khi thêm nước vào mẫu thử).
Kiềm	Mẫu thử có tính kiềm với giấy quỳ ướt.
Calci	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng sau khi nung	Không được quá 10,0% (cân 1g, nung tại 800^0C đến khối lượng không đổi)
Bari	Không được quá 0,03%.
Magnesi và các muối kiềm	Không được quá 3,6%.
Chất không tan trong acid	Không được quá 1,0%.
Florid	Không được quá 50,0 mg/kg (phương pháp I hoặc III).

Chì Không được quá 2,0 mg/kg (Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng CaO Không được thấp hơn 95,0% tính theo chế phẩm sau nung.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Bari Trộn cẩn thận 1,5 g mẫu thử với 10 ml nước cất, thêm 15 ml acid hydrocloric loãng (TS), pha loãng đến 30 ml bằng nước cất và lọc. Lấy 20 ml dịch lọc, thêm 2 g natri acetat, 1 ml dung dịch acid acetic loãng (TS) và 0,5 ml dung dịch kali cromat (TS), để yên 15 phút. Độ đục của dung dịch này không được lớn hơn độ đục của dung dịch chứng được chuẩn bị bằng cách lấy 0,3 ml dung dịch bari chuẩn (1,779 g bari clorid trong 1000 ml nước cất) thêm nước cất cho đủ 20 ml, thêm 2 g natri acetat, 1 ml dung dịch acid acetic loãng (TS) và 0,5 ml dung dịch kali cromat (TS), để yên 15 phút.

Magnesi và các muối kiềm Hòa tan 500 mg mẫu thử vào hỗn hợp gồm 30 ml nước cất và 10 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TS) và đun sôi trong 1 phút. Thêm nhanh 40 ml dung dịch acid oxalic (TS), khuấy mạnh. Thêm 2 giọt dung dịch đỏ methyl (TS), sau đó trung hòa dung dịch bằng dung dịch amoniac (TS) đến khi calci kết tủa hoàn toàn. Đun nóng hỗn hợp trên bể cách thủy trong 1 giờ, để nguội, pha loãng đến 100 ml bằng nước cất, trộn đều và lọc. Lấy 50 ml dịch lọc trong, thêm từ từ 0,5 ml acid sulfuric đặc và cho hỗn hợp bay hơi đến khô và nung đến khối lượng không đổi trong chén nung platin (đã cân bì).

Chất không tan trong acid Tôi 5 g mẫu, trộn với 100 ml nước cất và thêm từng giọt acid hydrocloric đến vừa đủ để hòa tan. Đun sôi hỗn hợp, để nguội và thêm acid hydrocloric (nếu cần) để tạo môi trường acid, lọc qua một chén lọc đã cân bì, rửa cặn bằng nước cất đến khi hết clorid. Sấy ở 105°C trong 1 giờ, để nguội và cân.

6.2. Định lượng

Nung 1 g mẫu thử ở nhiệt độ ~ 800°C đến khối lượng không đổi. Cân chính xác lượng cặn và hòa tan trong 20 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TS). Để nguội dung dịch, pha loãng với nước cất đến 500 ml và trộn đều. Hút lấy 50 ml dung dịch này vào bình nón có dung tích thích hợp và thêm 50 ml nước cất, 15 ml dung dịch natri hydroxyd (TS), 40 mg hỗn hợp chỉ thị murexid và 3 ml dung dịch xanh lục naphtol (TS). Chuẩn độ với dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05M đến khi dung dịch có màu xanh da trời đậm.

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

Phụ lục 29

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI NHÔM PHOSPHAT - ACID

1. Tên khác, chỉ số Sodium aluminium phosphate, acidic; SALP

INS 541i

PTWI = 1mg/kg thể trọng tính theo nhôm và các muối nhôm.

2. Định nghĩa

Tên hóa học Natri trialumini tetradecahydrogen octaphosphat tetrahydrat hoặc trinatri dialumini pentadecahydrogen octaphosphat.

Công thức hóa học $Na_3Al_2H_{15}(PO_4)_8$.

$NaAl_3H_{14}(PO_4)_8.4H_2O$.

Khối lượng phân tử $Na_3Al_2H_{15}(PO_4)_8$: 897,82.

$NaAl_3H_{14}(PO_4)_8.4H_2O$: 949,88.

3. Cảm quan Bột màu trắng, không mùi.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, tác nhân làm nở.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Không tan trong nước, tan trong acid hydrocloric.

pH Acid đối với quỳ tím (thử theo hướng dẫn tại vol. 4).

Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri (Dịch thử là dung dịch mẫu thử (1/10) trong acid hydrocloric loãng (1/2)).

Phosphat Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat (Dịch thử là dung dịch mẫu thử (1/10) trong acid hydrocloric loãng (1/2)).

Nhôm Phải có phản ứng đặc trưng của nhôm (Dịch thử là dung dịch mẫu thử (1/10) trong acid hydrocloric loãng (1/2)).

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô $Na_3Al_2H_{15}(PO_4)_8$: 19,5 - 21% (750 - 800^oC trong 2 giờ).

$NaAl_3H_{14}(PO_4)_8.4H_2O$: 15 - 16% (750 - 800$^oC$ trong 2 giờ).

Florid Không được quá 25,0 mg/kg.

Arsen Không được quá 3,0 mg/kg.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg (Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng $Na_3Al_2H_{15}(PO_4)_8$: Không được thấp hơn 95,0%.

$NaAl_3H_{14}(PO_4)_8.4H_2O$: Không được thấp hơn 95,0%.

6. Phương pháp thử

6.1. Định lượng Cân khoảng 2,5 g mẫu thử đã được làm khô trước, chính xác đến mg, cho vào bình định mức 250 ml. Thêm 15 ml acid hydrocloric và một viên bi thủy tinh, đun nhẹ trong khoảng 5 phút. Để nguội và định mức đến vạch bằng nước cất, lắc đều. Lấy 10 ml, cho vào cốc 250 ml, thêm chỉ thị là dung dịch phenolphtalein (TS) và trung hòa bằng dung dịch amoniac (TS). Thêm dung dịch acid hydrocloric loãng (1/2) đến khi tủa vừa đủ tan, sau đó pha loãng đến 100 ml bằng nước cất và đun đến 70 - 80^oC. Thêm 10 ml dung dịch 8-hydroxyquinolin (TS) và thêm vừa đủ dung dịch amoni acetat (TS) đến khi tạo kết tủa màu vàng, sau đó thêm dư 30 ml. Giữ hỗn hợp tại 70^oC trong 30 phút. Lọc hỗn hợp qua chén lọc đã cân bì, rửa tủa bằng nước nóng. Sấy khô tại 105^oC trong 2 giờ và cân.

Mỗi mg tủa thu được tương đương với 0,689 mg $NaAl_3H_{14}(PO_4)_8.4H_2O$ hoặc 0,977 mg $Na_3Al_2H_{15}(PO_4)_8$.

Phụ lục 30

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NATRI NHÔM PHOSPHAT - KIỀM

1. Tên khác, chỉ số Sodium aluminium phosphate, basic; Kasal

INS 541i

PTWI = 1mg/kg thể trọng tính theo nhôm và các muối nhôm.

2. Định nghĩa Là hỗn hợp tự nhiên của natri nhôm phosphat kiềm (xấp xỉ $Na_8Al_2(OH)_2(PO_4)_4$) với khoảng 30% dinatri hydrogen phosphat.

3. Cảm quan Bột màu trắng, không mùi.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất nhũ hóa.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Tan trong acid hydrocloric; phần natri phosphat tan trong nước trong khi đó phần natri nhôm phosphat ít tan trong nước.

Natri Phải có phản ứng đặc trưng của natri (Dịch thử là dung dịch mẫu thử (1/10) trong acid hydrocloric loãng (1/2)).

Phosphat Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat (Dịch thử là dung dịch mẫu thử (1/10) trong acid hydrocloric loãng (1/2)).

Nhôm Phải có phản ứng đặc trưng của nhôm (Dịch thử là dung dịch mẫu thử (1/10) trong acid hydrocloric loãng (1/2)).

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi nung Không được quá 9,0% (750 - 800°C trong 2 giờ).

Florid Không được quá 25,0 mg/kg.

Arsen Không được quá 3,0 mg/kg.

Chì Không được quá 4,0 mg/kg (xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng Al_2O_3 Không được thấp hơn 9,5% và không được quá 12,5% Al_2O_3, tính theo chế phẩm sau khi nung.

6. Phương pháp thử

6.1. Định lượng Cân khoảng 2,5 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào bình định mức 250 ml. Thêm 15 ml acid hydrocloric và một viên bi thủy tinh, đun nhẹ trong khoảng 5 phút. Để nguội và định mức đến vạch bằng nước cất, lắc đều. Lấy 10 ml, cho vào cốc 250 ml, thêm chỉ thị là dung dịch phenolphtalein (TS) và trung hòa bằng dung dịch amoniac (TS). Thêm dung dịch acid hydrocloric loãng (1/2) đến khi tủa vừa đủ tan, sau đó pha loãng đến 100 ml bằng nước cất và đun đến 70 - 80^oC. Thêm 10 ml dung dịch 8-hydroxyquinolin (TS) và thêm vừa đủ dung dịch amoni acetat (TS) đến khi tạo kết tủa màu vàng, sau đó thêm dư 30 ml. Giữ hỗn hợp tại 70^oC trong 30 phút. Lọc hỗn hợp qua chén lọc đã cân bì, rửa tủa bằng nước nóng. Sấy khô tại 105^oC trong 2 giờ và cân.

Mỗi mg tủa thu được tương đương với 0,111 mg Al_2O_3.

Phụ lục 31
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI GLUCONO DELTA-LACTON

1. Tên khác, chỉ số Glucono-delta-lacton; Gluconolacton; GDL; Delta-gluconolacton

INS 575

ADI "không giới hạn".

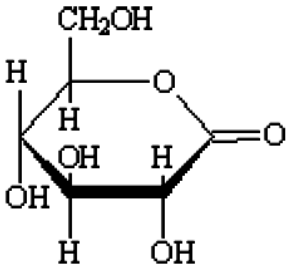
2. Định nghĩa Glucono delta lacton là ester nội phân tử 1,5- của acid D-gluconic. Trong môi trường nước nó bị thủy phân thành hỗn hợp cân bằng gồm acid D-gluconic (55-66%); delta- và gamma-lacton.

Tên hóa học D-glucon-1,5-lacton; Acid D-gluconic delta-lacton.

Mã số C.A.S. 90-80-2

Công thức phân tử $C_6H_{10}O_6$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 178,14

3. Cảm quan Tinh thể hoặc bột tinh thể không mùi, màu trắng hoặc gần như không màu.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất tạo phức kim loại, chất tạo xốp.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Dễ tan trong nước khi đun nhẹ, ít tan trong ethanol.

Phản ứng màu Lấy 1 ml dung dịch mẫu thử 1/50, thêm 1 giọt dung dịch sắt (III) clorid (TS), dung dịch có màu vàng đậm.

Gluconat Phải có phản ứng đặc trưng của gluconat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô	Không được quá 1,0% (sấy tại 105°C, trong 2 giờ).
Tro sulfat	Không được quá 0,1% (cân 2 g mẫu thử, phương pháp I).
Các hợp chất khử	Không được quá 0,5% (tính theo D-glucose).
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg. (Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).
5.3. Hàm lượng $C_6H_{10}O_6$	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Các hợp chất khử Cân khoảng 10 g (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào 1 cốc 400 ml, hòa tan mẫu trong 40 ml nước, thêm dung dịch phenolphtalein (TS) và trung hòa bằng dung dịch natri hydroxyd 1/2. Pha loãng bằng nước đến đủ 50 ml, thêm 50 ml dung dịch đồng (II) tartrat kiềm (TS). Đun nóng hỗn hợp trên một lưới amiăng đặt trên đèn đốt Bunsen, kiểm soát ngọn lửa để dung dịch sôi sau 4 phút và để dung dịch sôi trong chính xác 2 phút. Lọc qua chén lọc Gooch, rửa bằng 3 ml nước hoặc chia làm nhiều lần. Đặt chén lọc nằm ngửa trong cốc 400 ml ban đầu. Thêm vào chén lọc 5 ml nước và 3 ml acid nitric, dùng đũa thủy tinh khuấy đều để hòa tan hoàn toàn đồng (I) oxyd, rửa chén lọc bằng vài ml nước, thu dịch rửa vào cốc. Thêm vào cốc lượng đủ dung dịch brom (TS) (5 hoặc 10 ml) đến khi dung dịch trong cốc bắt đầu có màu vàng, pha loãng bằng nước đến đủ 75 ml, thêm vài viên bi thủy tinh và đun hỗn hợp trên đèn Bunsen đến khi đuổi hết brom, làm mát. Thêm từ từ amoni hydroxyd đến khi dung dịch bắt đầu có màu xanh da trời, hiệu chỉnh pH về 4 bằng acid acetic băng và pha loãng bằng nước đến đủ 100 ml. Thêm 4 g kali iodid và chuẩn độ với dung dịch natri thiosulfat 0,1 N, khi gần đến điểm tương đương thêm chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS). Thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,1 N sử dụng không được quá 16,1 ml.

6.2. Định lượng

Cân khoảng 0,6 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã làm khô, hòa tan trong 50 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N, để yên trong 20 phút. Thêm 3 giọt dung dịch phenolphtalein (TS) và chuẩn độ lượng natri hydroxyd dư với dung dịch acid sulfuric 0,1 N. Tiến hành làm mẫu trắng song song.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 17,81 mg $C_6H_{10}O_6$.

Phụ lục 32

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ACID ACETIC BĂNG

1. Tên khác, chỉ số INS 260

ADI không giới hạn đối với acid acetic và muối kali và natri của acid acetic.

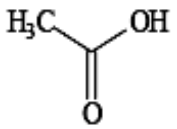
2. Định nghĩa

Tên hóa học Acid acetic, acid ethanoic.

Mã số C.A.S. 64-19-7

Công thức hóa học $C_2H_4O_2$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 60,05

3. Cảm quan Chất lỏng không màu, có mùi cay đặc trưng.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, chất tạo hương.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Có thể trộn lẫn với nước, ethanol, glycerol và diethyl ether.

Acid Dung dịch mẫu thử trong nước 1/3 có tính acid.

Acetat Phải có phản ứng đặc trưng của acetat. Thử đối với dung dịch mẫu thử trong nước 1/3.

5.2. Độ tinh khiết

Điểm đông đặc Không được thấp hơn 15,6°C.

Cặn không bay hơi Không được quá 0,01% sau khi bay hơi 20 g mẫu thử và giữ ở nhiệt độ 100°C trong 2 h.

Các chất dễ bị ôxy hóa Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

Chì Không được quá 0,5 mg/kg (Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng $C_2H_4O_2$ Không được thấp hơn 99,5%.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Các chất dễ bị ôxy hóa Pha loãng 2 ml dung dịch mẫu thử trong một bình thủy tinh nút mài bằng 10 ml nước cất, cho thêm 0,1 ml dung dịch kali permanganat 0,1N. Trong 30 phút, màu hồng của dung dịch không được chuyển sang màu nâu.

6.2. Định lượng Lấy 2 ml mẫu thử, chuyển vào bình thủy tinh nút mài đã cân bì. Thêm 40 ml nước cất và dung dịch phenolphthalein (TS) rồi chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 1N. Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1N tương đương với 60,05 mg $C_2H_4O_2$.

Phụ lục 33

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

1. Tên khác, chỉ số INS 355

ADI = 0 - 5 mg/kg thể trọng

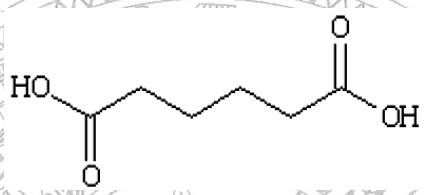
2. Định nghĩa

Tên hóa học Acid hexandioic; Acid 1,4-butandicarboxylic

Mã số C.A.S. 124-04-9

Công thức phân tử $C_6H_{10}O_4$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 146,14

3. Cảm quan Tinh thể hoặc bột tinh thể trắng, không mùi.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, hương liệu.

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Ít tan trong nước, rất dễ tan trong ethanol.

Khoảng nóng chảy 151,5°C - 154°C.

5.2. Độ tinh khiết

Nước Không được quá 0,2% (Phương pháp Karl Fischer).

Tro sulfat Không được quá 20,0 mg/kg

Chì Không được quá 2,0 mg/kg

(Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định).

5.3. Hàm lượng $C_6H_{10}O_4$ Không thấp hơn 99,6% và không quá 101,0%

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Tro sulfat Cân 100 g mẫu thử vào một đĩa platin 125 ml đã cân bì và được làm sạch trước bằng cách đun chảy trong đĩa

đó 5 g kali pyrosulfat hoặc bisulfat, tiếp theo đun sôi dung dịch acid sulfuric loãng (TS) và tráng bằng nước. Đun chảy mẫu hoàn toàn bằng đèn khí sau đó nung. Sau khi bắt đầu quá trình nung, điều chỉnh giảm nhiệt độ để tránh mẫu bị sôi, và giữ nhiệt độ ổn định để mẫu bị than hóa hoàn toàn. Sau đó nung trong lò ủ nhiệt tại 850°C trong 30 phút hoặc đến khi carbon hoàn toàn cháy hết. Để nguội và cân.

6.2. Định lượng

Cân 3 g (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào bình nón 250 ml, thêm 50 ml methanol và hòa tan bằng cách đun nóng nhẹ trong bể cách thủy, để nguội và thêm dung dịch phenolphtalein (TS) và chuẩn độ với natri hydroxyd 1N. Tiến hành làm mẫu trắng song song và hiệu chỉnh kết quả chuẩn độ nếu cần.

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1N tương đương với 73,07 mg $C_6H_{10}O_4$.

Phụ lục 34

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI MONOCALCI ORTHO-PHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số

Calcium dihydrogen phosphate; Monobasic calcium phosphate; Monocalcium orthophosphate, Monocalcium phosphate; Calcium biphosphate; Acid calcium phosphate;

INS 341i

MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính theo Phospho từ các nguồn thực phẩm.

2. Định nghĩa

Tên hóa học Calci dihydrophosphat.

Mã số C.A.S. Dạng khan: 7758-23-8.

Dạng monohydrat: 10031-30-8.

Công thức hóa học Dạng khan: $Ca(H_2PO_4)_2$.

Dạng monohydrat: $Ca(H_2PO_4)_2.H_2O$.

Khối lượng phân tử Dạng khan: 234,05.

Dạng monohydrat: 252,07.

3. Cảm quan Dạng tinh thể hoặc hạt màu trắng, dễ hút ẩm hoặc dạng hạt mịn.

4. Chức năng Chất điều chỉnh độ acid, đệm, chất làm rắn chắc, chất tạo phức kim loại, bột nở, chất điều hòa dạng nhão, chất tạo kết cấu, thực phẩm cho men và chất dinh dưỡng

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Ít tan trong nước, không tan trong ethanol.

Calci Phải có phản ứng đặc trưng calci.

Phosphat Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô Dạng monohydrat: Không được quá 1,0% (60°C trong 3 giờ).

Giảm khối lượng khi nung	Dạng khan: giữa 14,0 và 15,5% (800°C trong 3 phút).
Florid	Không được quá 50 mg/kg. (thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4 Dạng khan: tiến hành xác định theo Phương pháp II; Dạng monohydrat: tiến hành xác định theo phương pháp IV).
Arsen	Không được quá 3,0 mg/kg.
Chì	Không được quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng Ca	Dạng khan: Không được thấp hơn 16,8% và không được quá 18,3%. Dạng monohydrat: Không được thấp hơn 15,9% và không được quá 17,7%.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết	
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.
6.2. Định lượng	Cân mẫu thử (chính xác đến mg) khối lượng tương đương với khoảng 475 mg muối khan, hòa tan trong 10 ml dung dịch acid hydrocloric (TS). Thêm vài giọt dung dịch da cam methyl (TS) và đun sôi trong 5 phút, duy trì liên tục thể tích và pH của dung dịch trong quá trình đun sôi bằng cách cho thêm dung dịch acid hydrocloric hoặc nước cất nếu cần thiết. Thêm 2 giọt dung dịch đỏ methyl (TS) và 30 ml dung dịch amoni oxalat (TS), sau đó thêm từng giọt (vừa thêm vừa khuấy) hỗn hợp đồng thể tích dung dịch amoniac 6 N và nước đến khi dung dịch bắt đầu có màu hồng. Để hỗn hợp trong bể cách thủy nước sôi trong 30 phút, làm nguội tới nhiệt độ phòng và chờ kết tủa lắng xuống, lọc bỏ phần dịch qua phễu lọc thủy tinh xốp, hút chân

không nhẹ nếu cần. Rửa tủa trong cốc với khoảng 30 ml dung dịch rửa lạnh (dưới 20°), được pha bằng cách lấy 10 ml dung dịch amoni oxalat (TS) pha loãng với nước đến đủ 1000 ml. Để kết tủa lắng xuống, gạn phần dịch phía trên qua phễu lọc, làm như vậy 3 lần. Dùng dịch rửa, chuyển toàn bộ phần kết tủa vào phễu lọc, rửa cốc và thành phễu bằng nước lạnh (dưới 20°) 2 lần, mỗi lần với 10 ml. Đặt phễu lọc thủy tinh xốp lên trên cốc, thêm 100 ml nước và 50 ml dung dịch acid sulfuric loãng lạnh (1 trong 6). Dùng buret cho 35 ml kali permanganat 0,1 N vào dung dịch. Khuấy đều đến khi dung dịch mất màu. Đun nóng đến khoảng 70° và chuẩn độ tiếp bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N.

Mỗi ml dung dịch kali permanganat 0,1 N tương đương với 2,004 mg Ca.