

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

QCVN 4-14:2010/BYT

VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT TẠO PHỨC KIM LOẠI

National technical regulation on Food Additive – Propellant

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

QCVN 4- :2010/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về Phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số44/2010/TT-BYT ngày ...22. tháng ...12. năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

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

NATIONAL TECHNICAL REGULATION ON FOOD ADDITIVE – SEQUESTANT

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

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

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

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

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

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

- 1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với isopropyl citrat
- 1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci dinatri ethylenđiamintetraacetat
- 1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dinatri ethylenđiamintetraacetat
- 1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với tetranatri diphosphat
- 1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với tetrakali diphosphat
- 1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với pentanatri triphosphat
- 1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với pentakali triphosphat
- 1.8. Phụ lục 8: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri polyphosphat
- 1.9. Phụ lục 9: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali polyphosphat
- 1.10. Phụ lục 10: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri calci polyphosphat
- 1.11. Phụ lục 11: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri gluconat
- 1.12. Phụ lục 12: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali gluconat

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

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

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

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

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

2. Kiểm tra đối với chất tạo phức kim loại

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

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

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

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

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

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

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

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

PHỤ LỤC 1

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

| | |
|---------------------------------|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Isopropyl citrat mixture INS 384 ADI = 0 – 14 mg/kg thể trọng |
| 2. Định nghĩa | |
| Tên hóa học | Hỗn hợp ester của acid citric với 2-propanol. Chế phẩm thương mại là hỗn hợp monoisopropyl citrat, được phối trộn từ 38 phần isopropyl citrat với 62 phần là hỗn hợp mono và diglycerid, theo tỷ lệ khối lượng. |
| Công thức cấu tạo | $\begin{array}{c} \text{CH}_2 - \text{COOR} \\ \\ \text{HO} - \text{CH} - \text{COOR} \\ \\ \text{CH}_2 - \text{COOR} \end{array}$ <p>Trong đó R có thể là nhóm isopropyl hoặc hydrogen. Thành phần chính của 38 phần hỗn hợp isopropyl citrat là mono-isopropyl citrat (xấp xỉ 25 phần), phần còn lại là di-isopropyl citrat (xấp xỉ 9 phần) và tri-isopropyl citrat (xấp xỉ 4 phần).</p> <p>Thành phần gần đúng:</p> <p>mono-isopropyl citrat: 27 phần khối lượng di-isopropyl citrat 9 phần khối lượng tri-isopropyl citrat 2 phần khối lượng</p> |
| 3. Cảm quan | Dạng nửa rắn hòa lẫn được với dầu. Chế phẩm thương mại là hỗn hợp mono-isopropyl citrat có dạng siro, không màu, nhớt, dễ yên có thể kết tinh và có thể tiến hành thử chỉ số xá phòng hóa, chỉ số acid, hàm lượng acid citric và hàm lượng isopropyl. |
| 4. Chức năng | Chất chống oxy hóa, chất tạo phức kim loại. |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Độ tan | Tan trong nước và ethanol. |
| Citrat | Phải có phản ứng đặc trưng của citrat. |
| Isopropanol | Phải có phản ứng đặc trưng của isopropanol. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| Các acid khác ngoài acid citric | Không được có. |
| Các rượu khác ngoài isopropanol | Không được có. |
| Tro sulfat | Không được quá 0,3 %. |
| Chì | Không được quá 2,0 mg/kg. |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Citrat | Đun hồi lưu 3 g mẫu thử với 50 ml natri hydroxyd (TS) trong 1 giờ. Để nguội, dung dịch này được sử dụng để tiến hành các phép thử như sau: Trung hòa dung dịch bằng dung dịch acid sulfuric (1/20), thêm lượng dư dung dịch thủy ngân II sulfat (TS), đun sôi, và thêm dung dịch kali permanganat (TS). Dung dịch permanganat sẽ mất màu và xuất hiện kết tủa trắng. Trung hòa dung dịch bằng acid hydrocloric. Thêm lượng dư dung dịch calci clorid (TS) và đun sôi. Trong dung dịch xuất hiện kết tủa tinh thể trắng, tinh thể này không tan trong dung dịch natri hydroxyd (TS), nhưng tan được trong dung dịch acid hydrocloric loãng (TS). |
| Isopropanol | Đun hồi lưu 2 g mẫu thử với 50 ml natri hydroxyd (TS) trong 1 giờ. Cát lấy 20 ml. Cho vào một bình cầu 8 g crom oxid, thêm 15 ml nước cất, 2 |

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

6.2 Độ tinh khiết

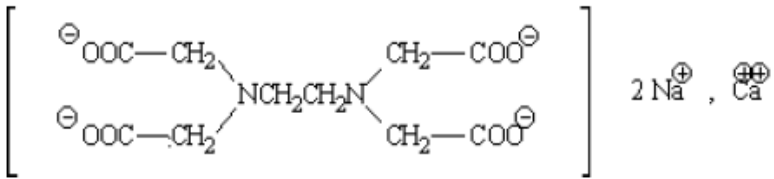
Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

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

PHỤ LỤC 2

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

| | |
|--|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Calcium disodium ethylenediaminetetraacetate; calcium disodium EDTA; calcium disodium edetat INS 385 ADI=0 - 2,5 mg/kg thể trọng |
| 2. Định nghĩa | |
| Tên hóa học | N,N'-1,2-Ethandiylbis[N-(carboxymethyl)-glycinat](4-)-N,N',O,O',ON,ON]calciat(2-)-dinatri; Calci dinatri ethylenediaminetetraacetat; Calci dinatri (ethylen-dinitrilo)-tetraacetat. |
| Mã số C.A.S. | 662-33-9 |
| Công thức hóa học | C ₁₀ H ₁₂ CaN ₂ Na ₂ O ₈ .2H ₂ O |
| Công thức cấu tạo |  |
| Khối lượng phân tử | 410,31 |
| 3. Cảm quan | Dạng hạt kết tinh màu trắng không mùi hoặc bột trắng đến gần trắng, háo nước nhẹ. |
| 4. Chức năng | Chất tạo phức kim loại, chất bảo quản. |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Độ tan | Dễ tan trong nước, khó tan trong ethanol. |
| Calci | Phải có phản ứng đặc trưng của calci. |
| Natri | Phải có phản ứng đặc trưng của natri. |
| Hoạt tính tạo chelat với ion kim loại | Phải có phản ứng đặc trưng tạo chelat với ion kim loại. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| pH | 6,5-7,5 (dung dịch 1/100) |
| Các phức chelat của maggesi | Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử). |
| Chì | Không được quá 2,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng C ₁₀ H ₁₂ CaN ₂ Na ₂ O ₈ | Không được thấp hơn 97,0% và không được quá 102% tinh theo chế phẩm khan. |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Calci | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| Natri | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| Hoạt tính tạo chelat với ion kim loại | Cho vào một ống nghiệm 5 ml nước cất, 2 giọt dung dịch amoni thiocyanat (TS) và 2 giọt dung dịch sắt(III) clorid (TS), dung dịch có màu đỏ sẫm. Thêm khoảng 50 mg mẫu thử vào dung dịch và trộn đều. Dung dịch sẽ mất màu đỏ sẫm. |
| 6.2 Độ tinh khiết | |
| Các phức chelat của maggesi | Cân 1 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào một cốc nhỏ và hòa tan với 5 ml nước cất. Thêm vào cốc 5 ml dung dịch đệm (được chuẩn bị bằng cách hòa tan 67,5 g amoni clorid trong 200 ml nước cất, thêm 570 ml |

dung dịch amoniac đặc (TS), và pha loãng với nước cất đến đủ 1000 ml). Thêm vào dung dịch trong cốc 5 giọt dung dịch đen eriocrom (TS) và chuẩn độ với dung dịch magnesi acetat 0,1 M đến khi xuất hiện màu đỏ vang sẫm. Thể tích dung dịch magnesi acetat 0,1 M sử dụng không được quá 2,0 ml.

Chỉ

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

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

6.3. Định lượng

Cân khoảng 1,2 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào cốc 250 ml, hòa tan trong 75 ml nước cất. Thêm 25 ml dung dịch acid acetic loãng (TS) và 1 ml dung dịch diphenylcarbazon (1g/100 ml ethanol). Chuẩn độ chậm với dung dịch thủy ngân (II) nitrat 0,1 M(*) tới khi dung dịch bắt đầu xuất hiện màu tím.

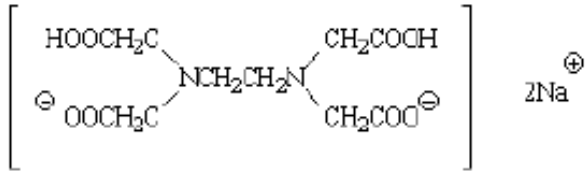
Mỗi ml dung dịch thủy ngân (II) nitrat 0,1M tương đương với 37,43 mg $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$.

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

Hòa tan 35 g thủy ngân (II) nitrat $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$ trong hỗn hợp gồm 5 ml dung dịch acid nitric và 500 ml nước cất, định mức đến 1000 ml bằng nước cất. Chuẩn hóa dung dịch như sau: Lấy chính xác 20 ml dung dịch cho vào bình nón thêm 2 ml acid nitric, 2ml dung dịch sắt (III) amoni sulfat (TS). Làm mát xuống dưới 20oC và chuẩn độ với dung dịch amoni thiocyanat 0,1 N đến khi xuất hiện màu nâu nhạt bền. Tính nồng độ dung dịch. (0,1 M=32,46g $Hg(NO_3)_2/l$).

PHỤ LỤC 3

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

| | |
|--|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Dinatri EDTA, dinatri edetate; Disodium ethylenediaminetetraacetate; INS 386 ADI = 0 - 2,5 mg/kg thể trọng |
| 2. Định nghĩa | |
| Tên hóa học | Muối dinatri của N,N'-1,2-Ethanediybis[N-(carboxymethyl)glycin]; dinatri dihydrogen ethylen diamin tetraacetat; dinatri dihydrogen (ethylen-dinitrilo)-tetraacetat |
| Mã số C.A.S. | 139-33-3 |
| Công thức hóa học | C ₁₀ H ₁₄ N ₂ Na ₂ O ₈ · 2H ₂ O |
| Công thức cấu tạo |  |
| Khối lượng phân tử | 372,24 |
| 3. Cảm quan | Bột trắng tới trắng ngà hoặc hạt kết tinh không mùi, màu trắng |
| 4. Chức năng | Chất tạo phức kim loại, tác nhân chelat hóa, tác nhân chống oxy hóa, chất bảo quản |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Độ tan | Rất dễ tan trong nước, khó tan trong ethanol. |
| Hấp thụ hồng ngoại | Phổ hồng ngoại của mẫu thử phải phù hợp với phổ hồng ngoại chuẩn đối chiếu (Phổ chuẩn đối chiếu có thể có trong Dược điển Mỹ, 12601 Twin Brook Parkway, Rockville, Maryland 20852) |
| Natri | Phải có phản ứng đặc trưng của natri. |
| Hoạt tính Chelat hóa với ion kim loại | Phải có phản ứng của chelat hóa với ion kim loại. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| pH | 4,3 - 4,7 (dung dịch 1/100) |
| Acid nitrilotriacetic | Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử). |
| Chì | Không được quá 2,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng C ₁₀ H ₁₄ N ₂ Na ₂ O ₈ | Không được nhỏ hơn 99,0% |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Natri | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| Hoạt tính Chelat hóa với ion kim loại | Cho 5 ml nước vào một ống nghiệm và thêm 2 giọt amoni thiocyanat (TS) và 2 giọt sắt III clorid (TS). Dung dịch xuất hiện màu đỏ thẫm. Thêm khoảng 50 mg mẫu thử và lắc đều. Màu đỏ thẫm biến mất. |
| 6.1. Độ tinh khiết | |
| Acid nitrilotriacetic | Dung dịch thử gốc Cho 10 g chế phẩm thử vào bình định mức 100 ml, hòa tan trong 40 ml |

dung dịch kali hydroxyd 1/10, pha loãng bằng nước tới vạch, và lắc đều.

Dung dịch thử gốc loãng

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

Dung dịch thử

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

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

Dung dịch chuẩn gốc

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

Dung dịch chuẩn gốc loãng

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

Dung dịch chuẩn

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

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

Chi

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

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

6.2. Định lượng

Cho khoảng 5 g, cân chính xác, mẫu thử, vào bình định mức 250 ml, hòa tan trong nước, pha loãng tới vạch và lắc đều, thu được dung dịch thử. Cho khoảng 200 mg, cân chính xác, calci carbonat loại tinh khiết có hàm lượng đã biết vào một cốc 400 ml, thêm 10 ml nước và lắc xoáy để tạo thành vữa. Đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ và cho 2 ml acid hydrochloric (TS) bằng pipet, luồn vào giữa miệng cốc và rìa của mặt kính đồng hồ. Lắc xoáy hỗn hợp trong cốc để hòa tan calci carbonat. Rửa bên ngoài của pipet, mặt kính đồng hồ, thành cốc, và pha loãng tới 100 ml bằng nước. Khuấy dung dịch, tốt nhất là dùng máy khuấy từ, thêm khoảng 30 ml dung dịch thử từ buret 50 ml. Thêm 15 ml natri hydroxyd (TS), 300 mg hỗn hợp chỉ thị xanh hydroxynaphthol và tiếp tục chuẩn độ bằng dung dịch thử tới khi xuất hiện màu xanh lam. Tính hàm lượng phần trăm $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ trong mẫu thử theo công thức sau:

$$\% \text{Dinatri EDTA} = \frac{92980 \times m_{\text{CaCO}_3}}{V_t \times m_t}$$

Trong đó

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

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

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

PHỤ LỤC 4

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

| | |
|--|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Sodium pyrophosphate, tetrasodium diphosphate INS 450iii MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính cho phospho từ các nguồn thực phẩm |
| 2. Định nghĩa | |
| Tên hóa học | Tetranatri diphosphat; tetranatri pyrophosphat |
| Mã số C.A.S. | 7722-88-5 |
| Công thức hóa học | Dạng khan: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ Dạng decahydrat: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ |
| Khối lượng phân tử | Dạng khan: 265,94 Dạng decahydrat: 446,09 |
| 3. Cảm quan | Tinh thể trắng hoặc không màu; hoặc dạng hạt nhỏ, bột tinh thể trắng. Dạng decahydrat có thể lên hoa nhẹ trong không khí khô. |
| 4. Chức năng | Chất đệm, chất tạo phức kim loại, chất nhũ hóa. |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Độ tan | Tan trong nước, không tan trong ethanol. |
| pH | 9,9-10,8 (dung dịch 1/100). |
| Natri | Phải có phản ứng đặc trưng của natri. |
| Phosphat | Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| Giảm khối lượng khi nung | Dạng khan: Không được quá 0,5% Dạng decahydrat: trong khoảng 38-42% (105oC trong 4 giờ sau đó 550o trong 30 phút). |
| Các chất không tan trong nước | Không được quá 0,2 %. |
| Fluorid | Không được quá 10,0 mg/kg. |
| Arsen | Không được quá 3,0 mg/kg. |
| Chì | Không được quá 4,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ | Không thấp hơn 95,0% sau khi nung. |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Natri | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| Phosphat | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| 6.2. Độ tinh khiết | |
| Các chất không tan trong nước | Hòa tan 10 g mẫu thử trong 100 ml nước nóng. Lọc qua một chén lọc đã cân bì. Rửa cặn không tan trên chén lọc bằng nước nóng. Sấy khô tại (105oC trong 2 giờ). Để nguội và cân. |
| Fluorid | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - phương pháp I hoặc III. |
| Arsen | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - phương pháp II. |
| Chì | - Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ. |
| 6.3. Định lượng | |

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

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

PHỤ LỤC 5

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

| | |
|---|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Tetrapotassium diphosphate; Potassium pyrophosphate. INS 450v MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính cho phospho từ các nguồn thực phẩm |
| 2. Định nghĩa | |
| Tên hóa học | Tetrakali pyrophosphat, Tetrakali diphosphat; muối tetrakali của acid diphosphoric |
| Mã số C.A.S. | 7320-34-5 |
| Công thức hóa học | K ₄ P ₂ O ₇ |
| Khối lượng phân tử | 330,34 |
| 3. Cảm quan | Dạng tinh thể hoặc hạt hoặc bột tinh thể không màu hoặc màu trắng; dễ hút ẩm |
| 4. Chức năng | Chất ổn định, chất nhũ hóa, chất tạo phức kim loại |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Độ tan | Tan trong nước, không tan trong ethanol. |
| pH | 10,0 - 10,7 (dung dịch 1/100). |
| Kali | Phải có phản ứng đặc trưng của kali. |
| Phosphat | Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| Giảm khối lượng khi nung | Không được quá 2,0% (105oC trong 4 giờ, sau đó 550oC trong 30 phút) |
| Các chất không tan trong nước | Không được quá 0,2 %. |
| Fluorid | Không được quá 10,0 mg/kg (mô tả ở phần Phương pháp thử). |
| Arsen | Không được quá 3,0 mg/kg. |
| Chì | Không được quá 4,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng K ₄ P ₂ O ₇ | Không được thấp hơn 95,0 % tính theo chế phẩm sau khi nung |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Kali | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| Phosphat | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| 6.2. Độ tinh khiết | |
| Fluorid | <p>Cân 5 g mẫu thử cho vào một bình cầu cất 250 ml, thêm 25 ml nước, 50 ml acid perchloric, 5 giọt dung dịch bạc nitrat (1 trong 2) và vài viên bi thủy tinh. Nối bình cầu với 1 sinh hàn có gắn nhiệt kế và một ống mao quản sạch khí, đầu nhiệt kế và ống mao quản phải ngập trong dung dịch chứa trong bình. Gắn một phễu nhỏ giọt chứa nước hoặc bộ sinh hơi nước vào ống mao quản. Đặt bình trên tấm amiăng có lỗ sao cho 1/3 đáy bình tiếp xúc với ngọn lửa. Tiến hành cất đến khi nhiệt độ trong bình đạt 135o. Thêm nước từ phễu vào bình hoặc cho hơi nước qua bình để duy trì nhiệt độ trong bình luôn đạt 135o-140o. Tiếp tục cất đến khi thu được 225-240 ml dịch cất sau đó pha loãng dịch cất thu được với nước đến đủ 250 ml, lắc đều.</p> <p>Lấy 50 ml dung dịch này cho vào một ống Nessler 100 ml. Trong một ống Nessler tương tự khác lấy 50 ml nước làm mẫu chứng. Thêm vào mỗi ống 0,1 ml dung dịch natri alizarinsulfonat (1 trong 1000) đã lọc và 1 ml dung dịch hydroxylamin (1 trong 4000) mới pha, lắc đều. Thêm từng giọt dung dịch natri hydroxyd 0,05 N vào ống chứa dịch cất, vừa thêm vừa khuấy, đến khi màu ống chứa dịch cất giống với màu ống chứng là màu hồng nhạt. Sau đó thêm vào mỗi ống chính xác 1 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 N và lắc đều. Sử dụng buret chia vạch 0,05 ml thêm từ từ</p> |

vừa đủ dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) vào ống chứa dịch cất để sau khi lắc đều màu của dung dịch chuyển về màu hồng nhạt. Ghi thể tích dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) đã sử dụng, thêm chính xác lượng dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) như vậy vào ống chứa, lắc đều. Dùng buret thêm dung dịch natri fluorid (TS) (10 µg F / ml) vào ống chứa để cho màu hai ống giống nhau sau khi pha loãng về cùng thể tích. Lắc đều, để yên cho bọt khí thoát hết trước khi so màu. Kiểm tra điểm tương đương bằng cách thêm 1-2 giọt dung dịch natri fluorid (TS) vào ống chứa. Sự thay đổi màu rõ rệt sẽ xảy ra. Ghi lại thể tích dung dịch natri fluorid (TS) đã sử dụng.

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

Arsen

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

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

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

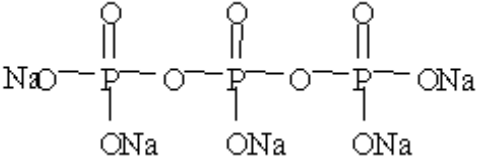
6.3. Định lượng

Cân 600 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, hòa tan trong 100 ml nước trong cốc 400 ml. Chính pH dung dịch về đúng 3,8 bằng dung dịch acid hydrocloric loãng (TS), dùng pH kế để xác định pH dung dịch. Sau đó thêm 50 ml dung dịch kẽm sulfat (1 trong 8 - 125 g ZnSO₄.7H₂O hòa tan trong nước, pha loãng đến đủ 1000 ml, lọc và chính pH về 3,8), để yên trong khoảng 2 phút. Chuẩn độ acid tự do bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N đến khi pH dung dịch lại trở về 3,8. Sau mỗi lần thêm natri hydroxyd gần đến điểm tương đương, cần để một thời gian để nếu có kết tủa kẽm hydroxyd thì kết tủa có thể tan hết.

Mỗi ml natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 16,52 mg K₄P₂O₇.

PHỤ LỤC 6

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

| | |
|-----------------------------|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Penta sodium tripolyphosphate, sodium triphosphate, sodium tripolyphosphae, triphosphate; INS 451i |
| 2. Định nghĩa | |
| Tên hóa học | Pentanatri triphosphat, pentanatri tripolyphosphat |
| Mã số C.A.S. | 7758-29-4 |
| Công thức hóa học | $\text{Na}_5\text{O}_{10}\text{P}_3 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ (x = 0 hoặc 6) |
| Công thức cấu tạo |  |
| Khối lượng phân tử | 367,86 (dạng khan) 475,94 (dạng ngậm 6 phân tử nước) |
| 3. Cảm quan | Dạng bột màu trắng hoặc dạng hạt hơi ẩm |
| 4. Chức năng | Chất tạo phức kim loại, chất tạo kết cấu |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Độ tan | Tan hoàn toàn trong nước, không tan trong ethanol |
| pH | 9,1 – 10,1 (dung dịch đo 1%) |
| Phosphat | Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat. |
| Natri | Phải có phản ứng đặc trưng của natri. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| Giảm khối lượng khi sấy khô | Dạng khan: Không được quá 0,7% (nhiệt độ sấy 1050C trong 1 giờ). Dạng ngậm 6 phân tử nước: Không được quá 23,5% (nhiệt độ sấy 600C trong 1 giờ sau đó được sấy tiếp ở nhiệt độ sấy 1050C trong 4 giờ). |
| Chất không tan trong nước | Không được quá 0,1% |
| Polyphosphat bậc cao | Không được có (xem mô tả trong phần Phương pháp thử) |
| Fluorid | Không được quá 50,0 mg/kg (Phương pháp I hoặc II) |
| Asen | Không được quá 3,0 mg/kg (Phương pháp II) |
| Chì | Không được quá 4,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng | Dạng khan: Không được nhỏ hơn 85% $\text{Na}_5\text{O}_{10}\text{P}_3$, không được nhỏ hơn 56,0% và không được vượt quá 58,0% P_2O_5 Dạng ngậm 6 phân tử nước : Không được nhỏ hơn 65,0% $\text{Na}_5\text{O}_{10}\text{P}_3$; không được nhỏ hơn 43,0% và không được quá 45,0% P_2O_5 |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Phosphat | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| Natri | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| 6.2. Độ tinh khiết | |
| Polyphosphat bậc cao | - Dung môi sắc ký: Trộn 75 ml isopropanol, 10 ml nước, 20 ml dung dịch acid trichloroacetic 20% và 0,3 ml dung dịch amoniac 20%. Làm mới mỗi tuần. - Dung dịch phun sắc ký : Hoà tan 1 g amoni molybdat trong 85 ml nước, 10 ml acid HCl N và 5 ml acid perchloric 60%. |

- Dung dịch mẫu: Hoà tan 1 g mẫu trong 50 ml nước.
 - Dung dịch chuẩn đối chứng: Hoà tan 1 g mẫu chuẩn pentanatri triphosphat trong 50 ml nước
 - Cách tiến hành: Chấm 0,01 ml dung dịch mẫu và 0,01 ml dung dịch đối chứng lên vạch xuất phát trên giấy sắc ký và sấy bằng dòng khí ẩm. Chạy sắc ký ở nhiệt độ 18 – 200C cho đến khi dung môi tăng đến khoảng 25 cm so với vạch xuất phát (khoảng 12 – 15 giờ). Sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ 600C và phun bằng dung dịch phun sắc ký. Để giấy sắc ký dưới đèn cực tím và chiếu cho đến khi các phosphat nhìn được dưới dạng các vết màu xanh (trong khoảng 2 phút).
- Có 3 vết được quan sát gồm: vết thứ nhất của monophosphat ($R_f = 0,69$), vết thứ 2 của diphosphat ($R_f = 0,44$), vết thứ 3 của triphosphat ($R_f = 0,29$). Ngoài ra không còn có bất cứ vết nào khác.

Chi

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

6.3. Định lượng

Xác định $Na_5O_{10}P_3$:

- Dung dịch và thuốc thử:

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

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

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

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

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

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

Cân chính xác 500 mg mẫu và cho vào bình định mức dung tích 250 ml,

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

Công thức tính hàm lượng Na₅O₁₀P₃ có trong mẫu (%)

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

Trong đó:

a: Trọng lượng mẫu (mg)

Xác định P₂O₅:

Cân chính xác 20 g mẫu và cho vào cốc thủy tinh. Thêm vào 150 ml nước và 20 ml acid nitric đậm đặc. Cho vào các hạt chống trào, đặt cốc thủy tinh bằng tấm kính có thể quan sát được và đun nhẹ trong 1 giờ. Làm nguội tới nhiệt độ phòng. Chuyển toàn bộ dung dịch vào bình định mức dung tích 500 ml, pha loãng bằng nước, lắc đều và pha loãng đến thể tích mong muốn bằng nước. Lấy 20 ml dung dịch cho vào cốc nhựa, pha loãng với nước đến khoảng 50 ml và để cốc nhựa đó vào thiết bị chuẩn độ tự động được trang bị một pH kế. Điều chỉnh pH của dung dịch trong khoảng 2,5 – 2,8 bằng dung dịch NaOH 5 mol/l. Chuẩn độ bằng dung dịch NaOH 0,5 mol/l. Ghi lại thể tích đã sử dụng tại các điểm uốn pH = 4 (V₁) và pH = 9 (V₂)

Công thức tính hàm lượng P₂O₅ (%)

$$\% \text{P}_2\text{O}_5 = [(V_2 - V_1)/2000] \times f \times 70,97 \times (500/20) \times (100/w)$$

$$= [(V_2 - V_1)/w] \times f \times 88,71$$

Trong đó:

w: Trọng lượng mẫu (g)

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

PHỤ LỤC 7

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

- | | |
|---------------------|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Penta potassium tripolyphosphate, potassium triphosphate, potassium tripolyphosphate; INS 451ii MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính theo phosphor từ các nguồn thực phẩm |
| 2. Định nghĩa | |
| Tên hóa học | Pentakali triphosphat, penta kalitripolyphosphat |

| | |
|---------------------------|--|
| Mã số C.A.S. | 13845-36-8 |
| Công thức hóa học | K5O10P3 |
| Khối lượng phân tử | 448,42 |
| 3. Cảm quan | Dạng bột màu trắng hoặc dạng hạt ưa ẩm |
| 4. Chức năng | Chất tạo phức kim loại, chất tạo kết cấu |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Độ tan | Tan hoàn toàn trong nước |
| pH | 9,2 – 10,1 (dung dịch 1%) |
| Phosphat | Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat. |
| Kali | Phải có phản ứng đặc trưng của kali. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| Chất không tan trong nước | Không được quá 2,0 % |
| Giảm khối lượng khi nung | Không được quá 0,4% sau khi sấy ở nhiệt độ sấy 1050C trong 4 giờ, sau đó nung ở nhiệt độ 5500C trong 30 phút. |
| P2O5 | Không được nhỏ hơn 46,5% và không được quá 48,0% (sử dụng lượng mẫu khô 1,5 g). |
| Fluorid | Không được quá 10,0 mg/kg (xem mô tả trong phần Phương pháp thử) |
| Arsen | Không được quá 3,0 mg/kg (Phương pháp II) |
| Chì | Không được quá 4,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng K5O10P3 | Không được nhỏ hơn 85% K5O10P3 tính theo chất khô, phần còn lại chủ yếu là các kali phosphat khác. |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Phosphat | Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| Kali | Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| 6.2. Độ tinh khiết | |
| Fluorid | Cho 5 g mẫu, 25 ml nước, 50 ml acid perchloric, 5 giọt dung dịch AgNO3 50% và vài hạt thủy tinh vào trong bình chưng cất dung tích 250 ml được kết nối với bình ngưng có kèm một nhiệt kế và một ống mao quản, cả hai đều phải nhúng vào chất lỏng. Nối một phễu nhỏ giọt, được đổ đầy nước, hoặc một thiết bị sinh hơi nước với ống mao quản. Đặt bình trên một tấm amiăng có một lỗ bằng khoảng một phần ba bình tới ngọn lửa. Chưng cất cho đến khi nhiệt độ đạt 1350C. Thêm nước qua phễu hoặc cho hơi nước qua mao quản để đảm bảo nhiệt độ đạt 135 – 1400C. Tiếp tục chưng cất cho đến khi lấy được 225 – 240 ml, sau đó pha loãng tới 250 ml bằng nước và lắc đều. Lấy 50 ml dung dịch thu được cho vào ống Nessler 100 ml. Trong ống Nessler tương tự khác cho 50 ml nước làm đối chứng. Thêm mỗi ống 0,1 ml dung dịch natri alizarinsulfonat 0,1% và 1 ml dung dịch hydroxylamin hydroclorid (1/4.000), và lắc đều. Thêm từng giọt dung dịch NaOH 0,05N và lắc ống có chứa phần chưng cất cho đến khi màu của nó phù hợp với màu của đối chứng - màu hồng nhạt. Sau đó thêm vào mỗi ống 1 ml dung dịch acid HCl 0,01N và lắc đều. Dùng buret có vạch định mức 0,05 ml, cho từ từ vào ống có chứa phần chưng cất dung dịch thori nitrat (1/4.000), sau đó lắc đều cho đến khi màu của dịch lỏng vừa chuyển sang màu hồng nhạt. Ghi lại thể tích dung dịch đã thêm, thêm chính xác thể tích như vậy vào ống đối chứng và lắc đều. Từ buret cho vào đối chứng dung dịch natri fluorid (10 µg F/ml) để tạo màu sắc của hai ống là như nhau sau khi pha loãng cùng một thể tích. Lắc đều và cho toàn bộ bọt khí thoát ra trước khi cho những giọt cuối cùng của dung dịch natri fluorid vào đối chứng. Sự thay đổi màu sắc sẽ xảy ra. Ghi lại thể tích dung dịch natri fluorid thêm vào. Thể tích dung dịch natri fluorid cần thiết cho dung dịch đối chứng không được quá 1,0 ml. |
| Chì | - Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm |

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

6.3. Định lượng

Dung dịch và hoá chất:

- Dung dịch đệm kali acetat (pH = 5,0): Hoà tan 78,5 g kali acetat trong 1.000 ml nước và điều chỉnh pH tới 5,0 bằng acid acetic. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid để ngăn chặn sự phát triển của nấm mốc.
- Dung dịch KCl 0,3M: Hoà tan 22,35 g KCl trong nước, thêm vào 5 ml dung dịch đệm kali acetat, pha loãng bằng nước đến thể tích 1.000 ml và khuấy đều. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid.
- Dung dịch KCl 0,6M: Hoà tan 44,7 g KCl trong nước, thêm vào 5 ml dung dịch đệm kali acetat, pha loãng bằng nước đến thể tích 1.000 ml và khuấy đều. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid.
- Dung dịch KCl 1M: Hoà tan 74,5 g KCl trong nước, thêm vào 5 ml dung dịch đệm kali acetat, pha loãng bằng nước đến thể tích 1.000 ml và khuấy đều. Thêm vào một vài mg thủy ngân (II) iodid.

Cột sắc ký:

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

Cách tiến hành:

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

Cân chính xác 500 mg mẫu đã được sấy khô ở nhiệt độ 105°C trong 4 giờ và cho vào bình định mức dung tích 250 ml, hoà tan và pha loãng bằng nước, trộn đều. Chuyển 10 ml dung dịch trên vào bình gạt, mở van và cho dung dịch chảy vào trong cột, rửa bình gạt bằng 20 ml nước. Loại bỏ phần dịch chảy qua. Thêm 370 ml dung dịch KCl 0,3M vào bình gạt và cho dung dịch chảy qua cột, loại bỏ phần đã chảy ra. Cho 250 ml dung dịch KCl 0,6M vào bình gạt và cho dung dịch chảy qua cột và giữ lại phần đã tách ra vào trong cốc thủy tinh dung tích 400 ml (để đảm bảo cột sạch cho lần làm tiếp sau, rửa qua cột bằng 100 ml dung dịch KCl 1M, sau đó rửa lại bằng 100 ml nước, loại bỏ toàn bộ nước rửa). Cho 15 ml acid nitric vào cốc thủy tinh trên, trộn đều và đun trong thời gian 15 – 20 phút. Thêm dung dịch da cam methyl và trung hoà bằng dung dịch amoniac đặc. Cho 1 g tinh thể amoni nitrat vào và khuấy tan, để nguội. Thêm 15 ml dung dịch amoni molybdat, khuấy mạnh trong 3 phút hoặc thỉnh thoảng khuấy trong khoảng 10 – 15 phút. Sau đó lọc chân không qua giấy lọc đặt trên đĩa sứ (đường kính 25 mm) có lỗ kích thước 6 – 7mm. Sau khi lọc xong rửa cốc thủy tinh 5 lần bằng 10 ml dung dịch NaNO₃ hoặc KNO₃ 1%, cho phần rửa qua bộ phận lọc, sau đó rửa bộ phận lọc 5 lần bằng 5 ml dung dịch rửa. Cho quay trở lại tấm lọc và phần kết tủa vào cốc thủy tinh, rửa phễu lọc bằng nước vào trong cốc thủy tinh và

pha loãng tới 150 ml. Thêm vào dung dịch NaOH 0,1N từ buret cho đến khi kết tủa màu vàng tan hoàn toàn, sau đó thêm quá từ 5 -8 ml nữa. Cho vào phenolphthalein và chuẩn độ kiềm dư bằng acid nitric 0,1N. Cuối cùng, chuẩn độ bằng dung dịch NaOH 0,1N cho đến khi bắt đầu xuất hiện màu hồng. Hiệu số giữa tổng thể tích dung dịch NaOH 0,1N thêm vào và thể tích acid nitric cần là V (ml) của dung dịch NaOH 0,1N đã tiêu thụ bởi phức photphomolybdat.

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

PHỤ LỤC 8

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

| | |
|--------------------------|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Sodium hexametaphosphate, sodium tetrapolyphosphate, muối Graham INS 452i |
| 2. Định nghĩa | MTDI = 70 mg/kg thể trọng, tính theo phospho từ các nguồn thực phẩm Thu được bằng cách nấu chảy và làm lạnh kế tiếp natri orthophosphat; một nhóm các hợp chất gồm các polyphosphat vô định hình, chuỗi mạch thẳng được tạo thành từ các metaphosphat, tan trong nước. |
| Tên hóa học | Natri tetrapolyphosphat, natri hexametaphosphat, natri polyphosphat |
| Mã số C.A.S. | 68915-31-1, 10124-56-8, 10361-03-2 |
| Công thức cấu tạo | $\text{Na}_2\text{O}_3\text{PO} \left[\begin{array}{c} \text{Na} \\ \text{O} \\ \text{P} \text{ O} \\ \text{O} \end{array} \right]_x \text{PO}_3\text{Na}_2$ <p>Trong đó x = 2 ; 4 ; 13 – 18, 20 – 100 hoặc lớn hơn</p> |
| 3. Cảm quan | Dạng hạt hoặc dạng bột, không màu hoặc màu trắng, dạng tiểu cầu trong suốt, |
| 4. Chức năng | Chất nhũ hoá, chất tạo phức kim loại, chất tạo kết cấu |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Độ tan | Tan hoàn toàn trong nước |
| Natri | Phải có phản ứng đặc trưng của natri (dung dịch 5,0%) |
| Orthophosphat | Phải có phản ứng đặc trưng của orthophosphat. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| Giảm khối lượng khi nung | Không được quá 1,0% |
| Chất không hoà tan | Không được quá 0,1% |
| Fluorid | Không được quá 10,0 mg/kg (Phương pháp I hoặc II) |
| Arsen | Không được quá 3,0 mg/kg |
| Chì | Không được quá 4,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng P2O5 | Không được nhỏ hơn 60% và không được quá 71% P2O5 |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Orthophosphat | Hoà tan 0,1 g mẫu trong 5 ml dung dịch acid nitric loãng, nóng. Làm ấm trong nồi cách thủy trong 10 phút và làm nguội. Trung hoà bằng dung dịch NaOH có sử dụng quì tím và thêm vào AgNO3. Kết tủa màu vàng hình thành tan trong acid nitric loãng. |
| 6.2. Độ tinh khiết | |
| Chất không hoà tan | Hoà tan 10 g mẫu trong 100 ml nước nóng và lọc. Rửa cặn không tan bằng nước nóng, sấy ở nhiệt độ 1050C trong 2 giờ, sau đó cân. |
| Chì | - Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. |

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

6.3. Định lượng

Cân chính xác 800 mg mẫu và cho vào cốc thủy tinh dung tích 400 ml. Thêm vào 100 ml nước, 25 ml acid nitric và đun lại bằng một kính đồng hồ, đun sôi trong 10 phút trên tấm gia nhiệt. Rửa phần ngưng trên kính đồng hồ vào cốc thủy tinh; làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng; chuyển dung dịch đó vào bình định mức dung tích 500 ml; pha loãng bằng nước và lắc đều. Dùng pipet cho 20 ml dung dịch trên vào bình Erlenmeyer dung tích 500 ml, thêm vào 100 ml nước và gia nhiệt cho đến sôi. Bổ sung 50 ml dung dịch quimociac và khuấy đồng thời, sau đó đun bằng một kính đồng hồ và đun sôi trong thời gian 1 phút. Làm nguội tới nhiệt độ phòng, thỉnh thoảng lắc xoáy trong quá trình làm nguội, sau đó lọc và rửa 5 lần mỗi lần 25 ml nước. Sấy ở nhiệt độ 2250C trong 30 phút, làm nguội và cân. Mỗi mg kết tủa thu được như vậy tương đương với 32,074 μg P2O5.

PHỤ LỤC 9

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

| | |
|--|--|
| 1. Tên khác, chỉ số | Potassium metaphosphate; MTDI = 70 mg/kg thể trọng, tính theo phospho từ các nguồn thực phẩm INS 452ii |
| 2. Định nghĩa | Hỗn hợp dị thể các muối kali của các acid polyphosphoric trùng ngưng mạch thẳng, có công thức tổng quát là $H_n+2P_nO_{3n+1}$, trong đó n không bé hơn 2. |
| Tên hóa học | Kali metaphosphat, kali polymetaphosphat, kali polyphosphat |
| Mã số C.A.S. | 7790-53-6 |
| Công thức hóa học chung | $H_n+2P_nO_{3n+1}$ Trong đó $n \geq 2$ |
| 3. Cảm quan | Khối màu trắng trong, dạng mảnh, dạng tinh thể hoặc dạng bột không mùi, không màu. |
| 4. Chức năng | Chất nhũ hoá, chất giữ độ ẩm, chất tạo phức kim loại, chất tạo kết cấu |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Độ tan | 1 g hoà tan trong 100 ml dung dịch natri acetat 4% |
| Tạo gel | Phải có phản ứng tạo gel đặc trưng. |
| Kali | Phải có phản ứng đặc trưng của kali. |
| Phosphat | Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| Giảm khối lượng khi nung | Không được quá 2% sau khi sấy ở nhiệt độ 1050C trong 4 giờ, sau đó nung ở 5500C trong 30 phút |
| Phosphat mạch vòng | Không được quá 8,0 % |
| Fluorid | Không được quá 10,0 mg/kg. |
| Arsen | Không được quá 3,0 mg/kg (Phương pháp II) |
| Chì | Không được quá 4,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng P ₂ O ₅ | Không được nhỏ hơn 53,5% và không được quá 61,5% P ₂ O ₅ theo khối lượng sau nung |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Tạo gel | Cân 1 g mẫu bột nghiền mịn và thêm từ từ vào 100 ml dung dịch NaCl 2%, vừa thêm vừa khuấy mạnh. Khối gel được hình thành. |
| Kali | Hoà 0,5 g mẫu với 10 ml dung dịch acid nitric và 50 ml nước, đun sôi khoảng 30 phút và làm nguội. Dung dịch thu được được sử dụng cho phân tích. |
| Phosphat | Hoà 0,5 g mẫu với 10 ml dung dịch acid nitric và 50 ml nước, đun sôi khoảng 30 phút và làm nguội. Dung dịch thu được được sử dụng cho phân tích. |
| 6.2. Độ tinh khiết | |
| Fluorid | Cho 5 g mẫu, 25 ml nước, 50 ml acid perchloric, 5 giọt dung dịch AgNO ₃ 50% và vài hạt thủy tinh vào trong một bình chưng cất 250 ml được kết nối với bình ngưng có kèm một nhiệt kế và một ống mao quản, cả hai đều phải nhúng vào chất lỏng. Nối một phễu nhỏ giọt, được đổ đầy nước, hoặc một thiết bị sinh hơi nước với ống mao quản. Đặt bình trên một tấm amiăng có một lỗ bằng khoảng một phần ba bình tới ngọn lửa. Chưng cất cho đến khi nhiệt độ đạt 1350C. Thêm nước qua phễu hoặc cho hơi nước qua mao quản để đảm bảo nhiệt độ đạt 135 – 1400C. Tiếp tục chưng cất cho đến khi lấy được 225 – 240 ml, sau đó pha loãng tới 250 ml bằng nước và lắc đều. Lấy 50 ml dung dịch thu được cho vào ống Nessler 100 |

ml. Trong ống Nessler tương tự khác cho 50 ml nước làm đối chứng. Thêm mỗi ống 0,1 ml dung dịch natri alizarinsulfonat 0,1% đã được lọc và 1 ml dung dịch hydroxylamin hydroclorua (1/4.000), và lắc đều. Thêm từng giọt dung dịch NaOH 0,05N và lắc ống có chứa phần chưng cất cho đến khi màu của nó phù hợp với màu của đối chứng – màu hồng nhạt. Sau đó thêm vào mỗi ống 1 ml dung dịch acid HCl 0,1N và lắc đều. Dùng buret có vạch định mức 0,05 ml, cho từ từ vào ống có chứa phần chưng cất dung dịch thori nitrat (1/4.000), sau đó lắc đều cho đến khi màu của dịch lỏng vừa chuyển sang màu hồng nhạt. Lưu ý thể tích dung dịch đã thêm, thêm chính xác thể tích như vậy vào đối chứng và lắc đều. Từ buret cho vào đối chứng dung dịch natri fluorid (10 µg F/ml) để tạo màu sắc của hai ống sau khi pha loãng cùng một thể tích. Lắc đều và cho toàn bộ bọt khí thoát ra trước khi cho những giọt cuối cùng của dung dịch natri fluorid vào đối chứng. Kiểm tra điểm kết thúc bằng cách thêm vào 1 hoặc 2 giọt natri fluorid vào đối chứng. Sự thay đổi màu sắc sẽ xảy ra. Ghi lại thể tích dung dịch natri fluorid thêm vào. Thể tích dung dịch natri fluorid cần thiết cho dung dịch đối chứng không quá 1 ml.

Chi

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

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

6.3. Định lượng

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

PHỤ LỤC 10

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

| | |
|--|---|
| 1. Tên khác, chỉ số | Sodium calcium polyphosphate, glassy INS 452iii MTDI = 70 mg/kg thể trọng tính cho phospho từ các nguồn thực phẩm |
| 2. Định nghĩa | |
| Tên hóa học | Natri calci polyphosphat |
| Công thức hóa học | (NaPO ₃) _n _CaO trong đó n thường là 5 |
| 3. Cảm quan | Tinh thể trắng, trong, hình cầu |
| 4. Chức năng | Chất tạo phức kim loại, chất ổn định, chất làm nổi, chất nhũ hóa, chất dinh dưỡng |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Natri | Phải có phản ứng đặc trưng của natri. |
| Phosphat | Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat. |
| Calci | Phải có phản ứng đặc trưng của calci. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| Fluorid | Không được quá 10,0 mg/kg. |
| Arsenic | Không được quá 3,0 mg/kg. |
| Chì | Không được quá 4,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng P ₂ O ₅ | Không được thấp hơn 61,0% và không được quá 69,0% P ₂ O ₅ tính theo chế phẩm khô. |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Natri | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| Phosphat | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| Calci | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. |
| 6.2. Độ tinh khiết | |
| Fluorid | Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Phương pháp 3, sử dụng cỡ mẫu và thể tích dung dịch chuẩn thích hợp để dựng đường chuẩn). |
| Chì | - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ. |
| 6.3. Định lượng | |
| | Cân khoảng 200 mg mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 10 ml acid nitric loãng (TS) và 25 ml nước cất. Đun sôi trong khoảng 30 phút, lọc nếu cần, nếu có tủa thì rửa tủa, sau đó hòa tan tủa bằng cách thêm 1 ml acid nitric loãng (TS). Chính nhiệt độ về 50oC, thêm 75 ml dung dịch amoni molybdat (TS) và đun ở 50oC trong 30 phút, thỉnh thoảng khuấy đều. Để yên sau 16 giờ hoặc qua đêm tại nhiệt độ phòng. Gạn bỏ phần dịch phía trên qua giấy lọc, rửa tủa 2 lần, mỗi lần với 40ml nước cất, cho tủa lên phễu lọc nêu trên. Rửa tủa bằng dung dịch kali nitrat (1/100) đến khi dịch rửa không còn acid với quỳ tím. Hòa tan tủa trong 50 ml dung dịch natri hydroxyd 1N, lắc đến khi tủa tan hoàn toàn, thêm 3 giọt dung dịch phenolphtalein (TS) và chuẩn độ lượng natri hydroxyd dư bằng acid sulfuric 1N. Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1N tương đương với 3,088 mg P ₂ O ₅ . |

PHỤ LỤC 11

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

| | |
|--|--|
| 1. Tên khác, chỉ số | Sodium gluconate INS 576 ADI “không giới hạn” |
| 2. Định nghĩa | |
| Tên hóa học | Natri D-gluconat |
| Mã số C.A.S. | 527-07-1 |
| Công thức hóa học | C ₆ H ₁₁ NaO ₇ |
| Công thức cấu tạo | |
| Khối lượng phân tử | 218,14 |
| 3. Cảm quan | Dạng hạt hoặc bột tinh thể mịn màu trắng đến nâu. |
| 4. Chức năng | Chất tạo phức kim loại, thức ăn cho nấm men |
| 5. Yêu cầu kỹ thuật | |
| 5.1. Định tính | |
| Độ tan | Rất dễ tan trong nước, ít tan trong ethanol. |
| Natri | Phải có phản ứng đặc trưng của natri. |
| Gluconat | Phải có phản ứng đặc trưng của gluconat. |
| 5.2. Độ tinh khiết | |
| Các hợp chất khử | Không được quá 1,0% tính theo D-glucose. |
| Chì | Không được quá 2,0 mg/kg. |
| 5.3. Hàm lượng C ₆ H ₁₁ NaO ₇ | Không thấp hơn 98,0%. |
| 6. Phương pháp thử | |
| 6.1. Định tính | |
| Natri | Thử theo JECFA monograph 1 – Vol.4. |
| Gluconat | Thử theo JECFA monograph 1 – Vol.4. |
| 6.2. Độ tinh khiết | |
| Các hợp chất khử | Thử theo JECFA monograph 1 – Vol.4 – phương pháp I. |
| Chì | - Thử theo JECFA monograph 1 – Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 – Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ. |
| 6.3. Định lượng | |
| | Cân khoảng 150 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào 1 bình nón 200 ml khô, sạch, thêm 75 ml acid acetic băng và hòa tan bằng cách đun nóng trên bếp. Làm mát và thêm dung dịch đỏ quinaldin (TS). Sử dụng microburet 10 ml, chuẩn độ với dung dịch acid perchloric 0,1 N trong acid acetic băng, đến khi dung dịch mất màu. Mỗi ml dung dịch acid perchloric 0,1 N tương đương với 21,81 mg C ₆ H ₁₁ NaO ₇ . |

PHỤ LỤC 12

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

| | |
|---------------------|--|
| 1. Tên khác, chỉ số | Potassium gluconate, Potassium D-gluconate |
|---------------------|--|

INS 577

ADI “không giới hạn”

2. Định nghĩa

Tên hóa học

Kali D-gluconat

Mã số C.A.S.

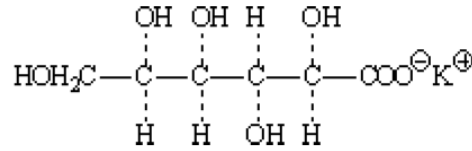
Dạng khan: 299-27-4

Dạng monohydrat: 35398-15-3

Công thức hóa học

C₆H₁₁KO₇

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử

Dạng khan: 234,25

Dạng monohydrat: 252,26

3. Cầm quan

Dạng hạt hoặc bột tinh thể màu trắng đến trắng vàng, không chảy, không mùi.

4. Chức năng

Chất tạo phức kim loại, chất điều chỉnh độ acid, chất dinh dưỡng bổ sung, thức ăn cho men

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Kali

Phải có phản ứng đặc trưng của kali.

Gluconat

Phải có phản ứng đặc trưng của gluconat.

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

Dạng khan: Không được quá 3%

Dạng monohydrat: Không ít hơn 6% và không được quá 7,5%.

(sấy tại 105o, trong 4 giờ, chân không).

Các hợp chất khử

Không được quá 1,0% tính theo D-glucose.

Chì

Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng C₆H₁₁KO₇

Không thấp hơn 97,0% và không được quá 103,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Kali

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Gluconat

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Các hợp chất khử

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

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

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

6.3. Định lượng

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

Mỗi ml dung dịch acid perchloric 0,1 N tương đương với 23,42 mg C₆H₁₁KO₇.