



SAO Y BẢN CHÍNH

CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4 - 12:2010/BYT

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

National technical regulation on Food Additive - Preservatives

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

QCVN 4-12:2010/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 44/2010/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 BẢO QUẢN

National technical regulation on Food Additive – Preservatives

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

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

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

- 2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất bảo quản làm phụ gia thực phẩm (sau đây gọi tắt là tổ chức, cá nhân).
- 2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

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

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

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

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

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

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

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

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

- | | | |
|------|--------------|---|
| 1.1. | Phụ lục 1: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid sorbic |
| 1.2. | Phụ lục 2: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali sorbat |
| 1.3. | Phụ lục 3: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci sorbat |
| 1.4. | Phụ lục 4: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid benzoic |
| 1.5. | Phụ lục 5: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri benzoat |
| 1.6. | Phụ lục 6: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali benzoat |
| 1.7. | Phụ lục 7: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci benzoat |
| 1.8. | Phụ lục 8: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với ethyl p-hydroxybenzoat |
| 1.9 | Phụ lục 9 : | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với methyl p-hydroxybenzoat |
| 1.10 | Phụ lục 10 : | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với lưu huỳnh dioxyd |
| 1.11 | Phụ lục 11 : | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri sulfit |
| 1.12 | Phụ lục 12 : | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri hydrogen sulfit |
| 1.13 | Phụ lục 13 : | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri metabisulfit |
| 1.14 | Phụ lục 14: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali metabisulfit |
| 1.15 | Phụ lục 15: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali sulfit |
| 1.16 | Phụ lục 16: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với nisin |
| 1.17 | Phụ lục 17: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với hexamethylen tetramin |
| 1.18 | Phụ lục 18: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dimethyl dicarbonat |
| 1.19 | Phụ lục 19: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid propionic |
| 1.20 | Phụ lục 20: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri propionat |
| 1.21 | Phụ lục 21: | Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri thiosulfat |

2. 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 có giá trị 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 bảo quản phải được công bố phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2. Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ-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 bảo quản

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

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

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

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

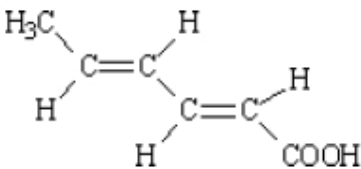
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

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

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

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

Phụ lục 1
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI ACID SORBIC

1. Tên khác, chỉ số	Sorbic acid INS 200 ADI = 0 – 25 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Acid sorbic; acid 2,4-hexadienoic; acid 2-propenylacrylic
<i>Mã số C.A.S.</i>	110-44-1
<i>Công thức hóa học</i>	C ₆ H ₈ O ₂
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	112,12
3. Cảm quan	Dạng tinh thể hình kim không màu hoặc bột trơn chảy màu trắng, có mùi nhẹ đặc trưng.
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật, chất chống nấm
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong ethanol, ít tan trong nước.
<i>Khoảng nhiệt độ nóng chảy</i>	132-135°C (Máy đo điểm chảy cần được gia nhiệt đến 125°C trước khi đo mẫu).
<i>Quang phổ</i>	Cực đại hấp thụ của dung dịch 1/400.000 trong isopropanol là 254±2 nm.
<i>Liên kết đôi</i>	Phải có phản ứng đặc trưng cho liên kết đôi.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Hàm lượng nước</i>	Không được quá 0,5%.
<i>Tro sunfat</i>	Không được quá 0,2%.
<i>Các Aldehyd</i>	Không được quá 0,1% (tính theo formaldehyd).
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C ₆ H ₈ O ₂	Không được thấp hơn 99% tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Liên kết đôi

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

6.2. Độ tinh khiết

Hàm lượng nước

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

Tro sunfat

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

Các Aldehyd

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

Chì

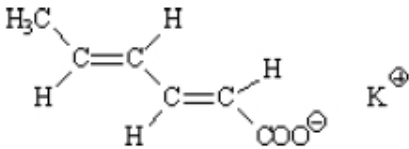
- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân 0,25 g (chính xác đến mg) mẫu thử, hoà tan trong 50 ml methanol khan đã được trung hoà bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N. Thêm vài giọt dung dịch phenolphthalein (TS), chuẩn độ tiếp bằng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N cho đến khi xuất hiện màu hồng bền trong vòng 30 giây. Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 11,21 mg $C_6H_8O_2$.

Phụ lục 2

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

1. Tên khác, chỉ số	Potassium sorbate INS 202 ADI = 0 – 25 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Kali sorbat; Muối kali của acid trans, trans-2,4-hexadienoic
<i>Mã số C.A.S.</i>	24634-16-5
<i>Công thức hóa học</i>	$C_6H_7KO_2$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	150,22
3. Cảm quan	Dạng tinh thể, bột tinh thể hoặc hạt nhỏ có màu trắng hoặc trắng hơi vàng.
4. Chức năng	Chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan tốt trong nước, tan trong ethanol.
<i>Kali</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
<i>Khoảng nhiệt độ nóng chảy của acid sorbic lấy ra từ mẫu thử</i>	132-135°C.
<i>Liên kết không no</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của liên kết không no
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	Không được quá 1,0 %.
<i>Tính acid hoặc tính kiềm</i>	Không được quá 1,0 % (tính theo acid sorbic hoặc kali carbonat).
<i>Các Aldehyd</i>	Không được quá 0,1% (tính theo formaldehyd).
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_6H_7KO_2$	Không được thấp hơn 98,0% và không được quá 102,0% tính theo chế phẩm sau khi làm khô.

6. Phương pháp thử**6.1. Định tính***Kali*

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Khoảng nhiệt độ nóng chảy của acid sorbic lấy ra từ mẫu thử

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

Thử liên kết không no

Thêm vài giọt dung dịch thuốc thử brom (TS) vào 2 ml dung dịch mẫu thử nồng độ 1/10. Nước brom sẽ mất màu.

6.2. Độ tinh khiết*Giảm khối lượng khi sấy khô*

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. (sấy ở 105°C trong 3 giờ).

Tính acid hoặc tính kiềm

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

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

Các Aldehyd

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

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

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

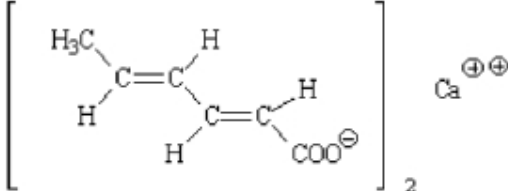
6.3. Định lượng

Cân 0,25 g mẫu thử (chính xác đến 0,1 mg), đã được sấy ở 105°C trong 3 giờ. Hoà tan vào hỗn hợp gồm 36 ml acid acetic băng và 4 ml anhydrid acetic trong bình dung tích 250 ml có nút thủy tinh, làm ấm dung dịch để tan hoàn toàn. Làm nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 2 giọt chỉ thị là dung dịch tím tinh thể (TS) và chuẩn độ bằng dung dịch acid percloric 0,1 N trong acid acetic băng, đến khi dung dịch có màu lục lam bền ít nhất 30 giây. Tiến hành làm mẫu trắng song song và hiệu chỉnh kết quả chuẩn độ nếu cần.

Mỗi ml dung dịch acid percloric 0,1 N trong acid acetic băng

QCVN 4 - 12 : 2010/BYT
tương đương với 15,02 mg $C_6H_7KO_2$.

Phụ lục 3
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI CALCI SORBAT

1. Tên khác, chỉ số	Calcium sorbate INS 203 ADI = 0 - 25 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Calci sorbat ; Muối calci của acid trans, trans-2,4-hexadienoic
<i>Mã số C.A.S.</i>	7492-55-9
<i>Công thức hóa học</i>	$C_{12}H_{14}CaO_4$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	262,32
3. Cảm quan	Bột tinh thể trắng, mịn, không thay đổi màu khi đun nóng tại 105°C trong 90 phút.
4. Chức năng	Chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong nước, thực tế không tan trong ethanol
<i>Calci</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
<i>Khoảng nhiệt độ nóng chảy của acid sorbic lấy ra từ mẫu thử</i>	132-135°C.
<i>Liên kết không no</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của liên kết không no.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 3,0 %.
<i>Florid</i>	Không được quá 10,0 mg/kg.
<i>Aldehyd</i>	Không được quá 0,1% (tính theo formaldehyd).
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng
 $C_{12}H_{14}CaO_4$

Không được thấp hơn 98,0% và không được quá 102,0% tính theo chế phẩm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Calci

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Khoảng nhiệt độ nóng chảy của acid sorbic lấy ra từ mẫu thử

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

Liên kết không no

Thêm vài giọt dung dịch thuốc thử brom (TS) và 2 ml dung dịch mẫu thử nồng độ 1/10. Dung dịch brom sẽ mất màu.

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 (trong chân không, trên acid sulfuric trong 4 giờ).

Florid

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

Aldehyd

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

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

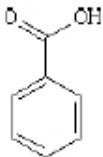
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân 0,25 g mẫu thử đã được làm khô, chính xác đến mg. Hoà tan vào 35 ml acid acetic băng và 4 ml anhydrid acetic trong bình 250 ml có nút thủy tinh, làm ấm dung dịch. Để nguội đến nhiệt độ phòng, thêm 2 giọt chỉ thị tím tinh thể (TS) và chuẩn độ bằng dung dịch acid perchloric 0,1 N trong acid acetic băng, khi đến điểm kết thúc dung dịch có màu lục lam bền ít nhất 30 giây. Tiến hành làm mẫu trắng và hiệu chỉnh kết quả chuẩn độ nếu cần.

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

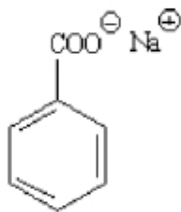
Phụ lục 4
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI ACID BENZOIC

1. Tên khác, chỉ số	Benzoic acid INS 210 ADI = 0 – 5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Acid benzoic, acid benzencarboxylic, acid phenylcarboxylic
<i>Mã số C.A.S.</i>	65-85-10
<i>Công thức hóa học</i>	C ₇ H ₆ O ₂
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	122,12
3. Cảm quan	Tinh thể rắn màu trắng, thường có dạng vảy hoặc hình kim, có mùi đặc trưng rất nhẹ.
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Ít tan trong nước, dễ tan trong ethanol
<i>Khoảng nóng chảy</i>	121°C - 123°C
<i>Benzoat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của benzoat.
<i>pH</i>	Khoảng 4,0 (dung dịch trong nước)
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 0,5%.
<i>Thử thăng hoa</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Tro sunfat</i>	Không vượt quá 0,05%
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
<i>Các chất dễ bị than hóa</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Các hợp chất clor hữu cơ</i>	Không được quá 0,07% (tính theo Cl ₂).

<i>Các chất dễ bị oxy hóa</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
5.3. Hàm lượng $C_7H_6O_2$	Không được thấp hơn 99,5% tính theo chế phẩm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Benzoat</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng 0,1 g mẫu với 0,1 g calci carbonat và 5ml nước
6.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Làm khô trên acid sulfuric, trong 3 giờ.
<i>Thử thăng hoa</i>	Cho một lượng nhỏ mẫu thử vào trong một ống nghiệm khô. Bọc ống nghiệm bằng một giấy lọc ẩm cách 4 cm tính từ đáy ống. Đốt nóng ống nghiệm trên ngọn lửa. Acid benzoic thăng hoa và các tinh thể hình thành bám trên thành ống nghiệm có nhiệt độ thấp hơn và không còn cặn ở đáy ống nghiệm.
<i>Chì</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
<i>Các chất dễ bị than hóa</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Cân 0,5g (chính xác đến mg) mẫu thử, hòa tan trong 5 ml acid sulfuric (TS). Màu tạo thành trong dung dịch không được đậm hơn màu hồng nhạt của “dung dịch đối chứng Q”
<i>Các chất clor hữu cơ</i>	Thử với 0,25 g mẫu thử được hòa tan trong 10 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1N, sử dụng 0,5 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01N làm đối chứng
<i>Các chất dễ bị oxy hóa</i>	Thêm 1,5 ml acid sulfuric vào 100 ml nước cất, đun sôi hỗn hợp, nhỏ từng giọt dung dịch kali permanganat 0,1N đến khi dung dịch có màu hồng bền trong 30 giây. Cân 1 g mẫu, chính xác đến mg, cho vào dung dịch đã chuẩn bị, còn nóng, và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N tới khi dung dịch có màu hồng bền trong 15 giây. Thể tích dung dịch kali permanganat sử dụng để chuẩn độ không được quá 0,5 ml.
6.3. Định lượng	
	Cân 2,5 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô. Hoà tan trong 15 ml ethanol ẩm, trước đó đã được trung hoà và với chỉ thị là dung dịch đỏ phenol (TS). Thêm 20 ml nước cất và chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 0,5 N với chỉ thị là phenolphthalein (TS).

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,5 N tương đương với
61,06 mg $C_7H_6O_2$.

Phụ lục 5
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI NATRI BENZOAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium benzoate; INS 211 ADI = 0 - 5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Muối natri của acid benzencarboxylic, muối natri của acid phenylcarboxylic
<i>Mã số C.A.S.</i>	532-32-1
<i>Công thức hóa học</i>	$C_7H_5NaO_2$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	144,11
3. Cảm quan	Bột tinh thể, dạng mảnh hay hạt, màu trắng, hầu như không mùi
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, ít tan trong ethanol.
<i>Natri</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
<i>Benzoat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của benzoat.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	Không được quá 1,5%.
<i>Tính acid hoặc tính kiềm</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Các chất dễ bị than hóa</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Các hợp chất clor hữu cơ</i>	Không được quá 0,07% (tính theo Cl_2).
<i>Các chất dễ bị oxy hóa</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_7H_5NaO_2$ Không được thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

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

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

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Sấy tại 105°C trong 4 giờ.

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

Các chất dễ bị than hóa Cân 0,5 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 5 ml acid sulfuric (TS). Màu tạo thành trong dung dịch không được đậm hơn màu hồng nhạt của “dung dịch đối chứng Q” (Thử theo hướng dẫn trong JECFA monograph 1 - Vol. 4).

Các chất clor hữu cơ - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Thử với 0,25 g mẫu thử, sử dụng 0,5 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N làm đối chứng

Các chất dễ bị oxy hóa Thêm 1,5 ml acid sulfuric vào 100 ml nước cất, đun sôi hỗn hợp, nhỏ vào từng giọt dung dịch kali permanganat 0,1 N đến khi dung dịch có màu hồng bền trong 30 giây. Cân 1g mẫu, chính xác đến mg, hòa vào dung dịch đã chuẩn bị, còn nóng, và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N tới khi dung dịch có màu hồng bền trong 15 giây. Thể tích dung dịch kali permanganat 0,1 N sử dụng để chuẩn độ không được quá 0,5 ml.

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

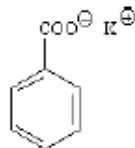
6.3. Định lượng

Cân 3 g mẫu thử đã được sấy tại 105°C trong 4 giờ, chính xác đến mg, cho vào bình nón 250 ml. Thêm 50 ml nước cất, hòa tan. Trung hòa dung dịch bằng dung dịch acid hydrocloric 0,1 N với chỉ thị là dung dịch phenolphthalein (TS) nếu cần. Thêm 50 ml ether và vài giọt dung dịch xanh

bromophenol (TS), chuẩn độ bằng dung dịch acid hydrochloric 0,5 N, lắc bình đều khi chuẩn độ, đến khi chỉ thị bắt đầu đổi màu. Chuyển phần nước phía dưới sang bình khác. Rửa lớp ether còn lại với 10 ml nước cất, gộp phần nước rửa vào vào phần nước đã tách ra và thêm 20 ml ether vào nước rửa. Chuẩn độ tiếp bằng dung dịch acid hydrochloric 0,5 N, lắc đều.

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

Phụ lục 6
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI KALI BENZOAT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium benzoate; INS 212 ADI=0 - 5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	muối kali của acid benzenecarboxylic, muối kali của acid phenylcarboxylic
<i>Mã số C.A.S.</i>	582-25-2 (dạng khan)
<i>Công thức hóa học</i>	$C_7H_5KO_2 \cdot 3H_2O$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	160,22 (dạng khan $C_7H_5KO_2$) 214,27 (dạng trihydrat $C_7H_5KO_2 \cdot 3H_2O$)
3. Cảm quan	Bột tinh thể màu trắng
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, tan trong ethanol.
<i>Kali</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
<i>Benzoat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của benzoat.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	Không được quá 26,5%.
<i>Tính acid hoặc tính kiềm</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Các chất dễ bị than hóa</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Các hợp chất clor hữu cơ</i>	Không được quá 0,07% (tính theo Cl_2).
<i>Các chất dễ bị oxy hóa</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_7H_5KO_2$	Không được thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	

6.1. Định tính

Kali

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

Benzoat

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

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Sấy tại 105°C trong 4 giờ.

Tính acid hoặc tính kiềm

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

Các chất dễ bị than hóa

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Cân 0,5 g mẫu thử, chính xác đến mg, hòa tan trong 5 ml acid sulfuric (TS). Màu tạo thành trong dung dịch không được đậm hơn màu hồng nhạt của “dung dịch đối chứng Q”.

Các chất clor hữu cơ

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Thử với 0,25 g mẫu thử, sử dụng 0,5 ml dung dịch acid hydrocloric 0,01 N làm đối chứng

Các chất dễ bị oxy hóa

Thêm 1,5 ml acid sulfuric vào 100 ml nước cất, đun sôi hỗn hợp, nhỏ vào từng giọt dung dịch kali permanganat 0,1 N đến khi dung dịch có màu hồng bền trong 30 giây. Cân 1g mẫu, chính xác đến mg, hòa tan vào dung dịch đã chuẩn bị, còn nóng, và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat 0,1 N tới khi dung dịch có màu hồng bền trong 15 giây. Thể tích dung dịch kali permanganat 0,1 N sử dụng để chuẩn độ không được quá 0,5 ml.

Chì

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

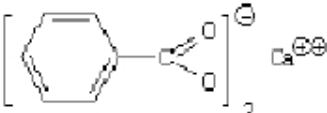
6.3. Định lượng

Cân 2,5-3 g mẫu thử (chính xác đến 0,1 mg) đã được sấy tại 105°C trong 4 giờ, cho vào bình nón 250 ml. Thêm 50 ml nước cất, hòa tan. Trung hòa dung dịch bằng dung dịch acid hydrocloric 0,1 N với chỉ thị là dung dịch phenolphthalein (TS) nếu cần. Thêm 50 ml ether và vài giọt dung dịch xanh bromophenol (TS), chuẩn độ bằng dung dịch acid hydrocloric 0,5 N, lắc bình đều khi chuẩn độ, đến

khi chỉ thị bắt đầu đổi màu. Chuyển phần nước phía dưới sang bình khác. Rửa lớp ether còn lại với 10 ml nước cất, gộp phần nước rửa vào vào phần nước đã tách ra và thêm 20 ml ether vào nước rửa. Chuẩn độ tiếp bằng dung dịch acid hydrochloric 0,5 N, lắc đều.

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

Phụ lục 7
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI CALCI BENZOAT

1. Tên khác, chỉ số	Monocalcium benzoate; INS 213 ADI = 0 - 5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Calci benzoat
<i>Mã số C.A.S.</i>	2090-05-3
<i>Công thức hóa học</i>	Dạng khan $C_{14}H_{10}CaO_4$ Dạng monohydrat $C_{14}H_{10}CaO_4.H_2O$ Dạng trihydrat $C_{14}H_{10}CaO_4.3H_2O$
<i>Công thức cấu tạo</i>	Dạng khan 
<i>Khối lượng phân tử</i>	Dạng khan 282,31 Dạng monohydrat 300,32 Dạng trihydrat 336,36
3. Cảm quan	Tinh thể trắng hoặc không màu, bột trắng.
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Ít tan trong nước
<i>Calci</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
<i>Benzoat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của benzoat.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	Không được quá 17,5%.
<i>Các chất không tan trong nước</i>	Không được quá 0,3%.
<i>Tính acid hoặc tính kiềm</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Florid</i>	Không được quá 10,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.

<i>Các chất clor hữu cơ</i>	Không được quá 0,07% (tính theo Cl ₂).
<i>Các chất dễ bị oxy hóa</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
5.3. Hàm lượng C ₁₄ H ₁₀ CaO ₄	Không được thấp hơn 99,0 % tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1 Định tính

Calci Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Benzoat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi sấy khô - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Sấy tại 105°C trong 4 giờ.

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

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

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

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

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

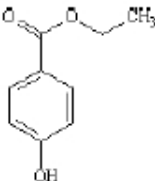
Các chất dễ bị oxy hóa Thêm 1,5 ml acid sulfuric vào 100 ml nước cất, đun sôi hỗn hợp, nhỏ từng giọt dung dịch kali permanganat 0,1 N đến khi dung dịch có màu hồng bền trong 15 giây. Cân 1 g mẫu, chính xác đến mg, hòa tan vào dung dịch đã chuẩn bị, còn nóng, và chuẩn độ bằng dung dịch kali permanganat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

6.3. Định lượng

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

Mỗi ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M tương đương với 14,116 mg $C_{14}H_{10}CaO_4$.

Phụ lục 8
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI ETHYL p-HYDROBENZOAT

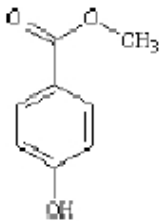
1. Tên khác, chỉ số	Ethyl p-oxybenzoat; Ethylparaben INS 214 ADI= 0 – 10 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Ethyl p-hydroxybenzoat, ethyl ester của acid p-hydroxybenzoic
<i>Mã số C.A.S.</i>	120-47-8
<i>Công thức hóa học</i>	$C_9H_{10}O_3$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	166,18
3. Cảm quan	Bột tinh thể màu trắng hoặc tinh thể nhỏ không màu, hầu như không mùi.
4. Chức năng	Chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong ethanol, ether và propylen glycol
<i>Khoảng nhiệt độ nóng chảy</i>	115°C -118°C.
<i>p-Hydroxybenzoat</i>	Khoảng nóng chảy của acid p-hydroxybenzoic được điều chế từ mẫu thử là 212-217°.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	Không được quá 0,5 %.
<i>Tro sunfat</i>	Không được quá 0,05 %.
<i>Tính acid</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Acid p-hydroxybenzoic và acid salicylic</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_9H_{10}O_3$	Không được thấp hơn 99,0 % tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>p</i> -Hydroxybenzoat	Cân chính xác 0,5 g mẫu thử. Thêm 10 ml dung dịch natri hydroxyd (TS) vào mẫu. Đun sôi mẫu thử trong khoảng 30 phút và cô dung dịch cạn bớt đến còn khoảng 5 ml. Để nguội, acid hoá bằng dung dịch acid sulfuric loãng (TS), lọc qua giấy lọc, thu lấy kết tủa trên giấy lọc và rửa kỹ kết tủa bằng nước cất. Làm khô giấy lọc trong bình hút ẩm trên acid sulfuric đặc. Đo khoảng nóng chảy của acid <i>p</i> -hydroxybenzoic thu được.
6.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Không được quá 0,5% (sấy tại 80°C trong 2 giờ).
<i>Tro sunfat</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, phương pháp I. - Mẫu thử : 2 g.
<i>Tính acid</i>	Cân 750 mg mẫu thử, thêm 15 ml nước, đun nóng ở 80° trong 1 phút, để nguội, lọc dung dịch. Dịch lọc phải có tính acid hoặc trung tính đối với chỉ thị là quỳ tím. Thêm 0,2 ml dung dịch NaOH 0,1 N và 2 giọt dung dịch đỏ methyl (TS) vào 10 ml dịch lọc. Dung dịch phải có màu vàng không có ánh hồng.
<i>Acid p-hydroxybenzoic và acid salicylic</i>	Cân chính xác 0,5 g mẫu thử, hoà tan trong 30 ml ether. Thêm 20 ml dung dịch natri hydrogen carbonat 1%, lắc kỹ, tách lấy lớp nước. Rửa lớp nước bằng 20 ml ether (rửa 2 lần). Thêm tiếp 5 ml acid sulfuric loãng và 30 ml ether, lắc lần nữa. Tách lấy lớp ether, thêm 10 ml nước, lắc kỹ. Lọc lớp ether. Tráng bình hứng và giấy lọc bằng một lượng nhỏ ether rồi gộp với dịch lọc cho cô quay loại bỏ dung môi. Làm khô cặn thu được trên acid sulfuric đến khối lượng không đổi. Khối lượng cặn không được vượt quá 5 mg. Hoà tan cặn trong 25 ml nước, đun nóng ở 70°, lọc và thêm vài giọt dung dịch sắt (III) clorid (TS), Dung dịch này không được xuất hiện màu tím đến tím đỏ.
<i>Chì</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.3. Định lượng	

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

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1 N tương đương với 166,18 mg $C_9H_{10}O_3$.

Phụ lục 9
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI METHYL p-HYDROXYBENZOAT

1. Tên khác, chỉ số	Methyl p-oxybenzoat; Methylparaben INS 218 ADI = 0 - 10mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Methyl p-hydroxybenzoat, methyl ester của acid p-hydroxybenzoic
<i>Mã số C.A.S.</i>	99-76-3
<i>Công thức hóa học</i>	C ₈ H ₈ O ₃
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	152,15
3. Cảm quan	Bột tinh thể màu trắng hoặc tinh thể nhỏ không màu, hầu như không mùi.
4. Chức năng	Chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Ít tan trong nước, dễ tan trong ethanol và propylen glycol, tan được trong ether.
<i>Khoảng nhiệt độ nóng chảy</i>	125°C - 128°C.
<i>p-Hydroxybenzoat</i>	Điểm chảy của acid p-hydroxybenzoic được chuyển hoá từ mẫu thử là 212-217°C.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 0,5%.
<i>Tro sunfat</i>	Không được quá 0,05%.
<i>Tính acid</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Acid p-hydroxybenzoic và acid salicylic</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).

<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_8H_8O_3$	Không được thấp hơn 99,0 % tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>p-Hydroxybenzoat</i>	Cân 0,5 g mẫu thử. Thêm 10 ml natri hydroxyd (TS) vào mẫu. Đun sôi mẫu thử trong khoảng 30 phút, cô dung dịch cạn bớt đến khi còn khoảng 5 ml. Để nguội, acid hoá bằng acid sulfuric loãng (TS), lọc qua giấy lọc, thu lấy kết tủa trên giấy lọc và rửa kỹ kết tủa bằng nước cất. Làm khô giấy lọc trong bình hút ẩm với acid sulfuric đặc. Đo điểm nóng chảy của acid p-hydroxybenzoic thu được.
6.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Trên silicagel trong 5 giờ.
<i>Tro sunfat</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, phương pháp I (mẫu thử : 2 g).
<i>Tính acid</i>	Cân 750 mg mẫu thử, thêm 15 ml nước, đun nóng ở 80° trong 1 phút. Để nguội, lọc dung dịch. Dịch lọc phải có tính acid hoá hoặc trung tính với giấy quỳ. Thêm 0,2 ml dung dịch NaOH 0,1 N và 2 giọt đồ methyl (TS) vào 10 ml dịch lọc. Dung dịch này phải có màu vàng, không có ánh hồng.
<i>Acid p-hydroxybenzoic và acid salicylic</i>	Cân chính xác 0,5 g mẫu thử, hoà tan trong 30 ml ether. Thêm 20 ml dung dịch natri hydrogen carbonat 1%, lắc kỹ, tách lấy lớp nước. Rửa lớp nước bằng 20 ml ether (rửa 2 lần). Thêm tiếp 5ml acid sulfuric loãng và 30 ml ether, lắc lần nữa. Tách lấy lớp ether, thêm 10 ml nước, lắc kỹ. Lọc lớp ether. Tráng bình hứng và giấy lọc bằng một lượng nhỏ ether rồi gộp với dịch lọc để cất quay loại bỏ dung môi. Làm khô cặn thu được trên acid sulfuric đến khối lượng không đổi. Khối lượng cặn không được vượt quá 5 mg. Hoà tan cặn trong 25 ml nước, đun nóng ở 70°, lọc và thêm vài giọt dung dịch sắt (III) clorid (TS), Dung dịch này không được xuất hiện màu tím đến tím đỏ.
<i>Chì</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.3. Định lượng	
	Cân 2 g mẫu thử đã được sấy khô, chính xác đến mg, cho vào bình nón 250 ml. Thêm 40 ml dung dịch NaOH 1 N và rửa thành bình bằng nước. Đậy bình bằng mặt kính đồng hồ. Đun sôi nhẹ trong 1 giờ rồi để nguội. Thêm 5 giọt xanh

bromothymol (TS) và chuẩn độ lượng NaOH dư bằng acid sulfuric 1 N, so sánh màu của dung dịch với màu của dung dịch đệm (pH 6,5) có chứa lượng chỉ thị tương đương. Thực hiện một mẫu trắng với các thuốc thử, hiệu chỉnh kết quả nếu cần.

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

Phụ lục 10
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI LỢU HUỖNH DIOXYD

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

6.1. Định tính

Các hợp chất sulfuro

Mẫu thử sẽ làm đen giấy tẩm ướt bằng dung dịch thủy ngân (I) nitrat (TS).

Hoạt tính oxy hóa

Cho miếng giấy lọc đã tẩm kali iodat và dung dịch hồ tinh bột (TS) vào luồng mẫu khí. Màu xanh lơ sẽ xuất hiện trên giấy, màu sẽ nhạt dần nếu vẫn để miếng giấy lọc trong mẫu khí.

6.2. Độ tinh khiết

Nước

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Chuyển khoảng 50 ml lưu huỳnh dioxyd lỏng vào bình chuẩn độ Karl-Fischer, xác định khối lượng mẫu đã lấy, xác định hàm lượng nước bằng phương pháp Karl-Fischer.

Cặn không bay hơi

Lấy khoảng 200 ml lưu huỳnh dioxyd (288 g) vào bình nón 250 ml. Xác định khối lượng mẫu đã lấy bằng cách xác định sự thay đổi khối lượng của bom khí. Cho bay hơi đến khô trên bể cách thủy và đuổi hết khí SO₂ bằng cách sục không khí khô, lau khô thành bình, để nguội trong bình hút ẩm và cân.

Selen

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, phương pháp II (lượng dịch thử : 2,0 ml)
- Hướng dẫn lấy mẫu và chuẩn bị mẫu mô tả trong phần Phương pháp thử.

Chì

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

6.3. Lấy mẫu

Mẫu lưu huỳnh dioxyd có thể lấy một cách an toàn từ bồn chứa hay ống dẫn thông qua một van có vòi 1 cm. Mẫu được chứa vào bom khí chế tạo từ thép không gỉ 316 chịu được áp suất 7MPa (1000 psig) 2 đầu gắn với van kim cứng bằng thép không gỉ 316. Trước khi lấy mẫu bom chứa mẫu được thổi không khí khô qua để đuổi hết khí SO₂ (có thể còn dư từ mẫu trước đó). Nối bom chứa mẫu với bồn chứa hay ống dẫn bằng một nối cứng. Đầu còn lại của bom chứa mẫu nối với một ống mềm nhúng ngập trong dung dịch xút loãng hoặc nước. Khí trong bom sẽ được xả vào dung dịch xút loãng hoặc nước khi mở van khí gắn với ống nối cứng và sau đó từ từ mở van nối với ống mềm. Khi khí ra hết khỏi bom và lưu huỳnh dioxyd lỏng bắt đầu vào dung dịch xút loãng hoặc nước, thì khóa van nối với ống mềm, sau đó từ từ khóa van nối với ống nối cứng và tách bom mẫu ra khỏi ống nối với bồn chứa hay ống dẫn. Sau đó xả khoảng 15% lượng lưu huỳnh dioxyd lỏng trong bom ra dung dịch xút loãng hoặc nước, đậy kín nắp đầu bom và chuyển bom đến phòng thí nghiệm để phân tích.

Cảnh báo: Không bao giờ để bom mẫu chứa chất lỏng có

thể tích vượt quá 85% tổng dung tích của bom.

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

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

6.4. Định lượng

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

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

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

<i>Sắt</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn (5 μg Fe) làm đối chứng.
<i>Chì</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
<i>Selen</i>	Thuốc thử: Acid hydrocloric, hydrazin sulfat, dung dịch chuẩn selen (100 μg Se/ml) Tiến hành: Cân $2,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào cốc có mỏ 50 ml. Thêm 10 ml nước cất, 5 ml acid hydrocloric và đun sôi để đuổi hết SO_2. Cân $1,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào một cốc có mỏ thứ 2, thêm 0,05 ml dung dịch selen chuẩn và tiến hành như trên. Thêm vào mỗi cốc 2 g hydrazin sulfat và đun nhẹ để hòa tan. Để yên trong 5 phút. Pha loãng dung dịch trong các cốc tới 50 ml trong các ống so màu Nessler, so sánh màu của 2 ống. Màu hồng của ống thử phải nhạt hơn màu của ống chứng (có thêm chuẩn).
6.3. Định lượng	Cân 250 mg mẫu thử, cho vào bình có nút thủy tinh và thêm 50 ml dung dịch iod 0,1 N, đậy nút. Để yên trong 5 phút, thêm 1 ml acid hydrocloric, chuẩn độ iod dư bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N với chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS). Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 6,302 mg Na_2SO_3.

Phụ lục 12
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI NATRI HYDROSULFIT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium hydrogen sulfite; INS 222 ADI =0 - 0,7 mg/kg thể trọng tính theo SO ₂
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Natri hydrosulfit, natri bisulfit
<i>Mã số C.A.S.</i>	7631-90-5
<i>Công thức hóa học</i>	NaHSO ₃
<i>Khối lượng phân tử</i>	104,06
3. Cảm quan	Bột, hạt hoặc tinh thể trắng có mùi đặc trưng của lưu huỳnh dioxyd.
4. Chức năng	Chất tẩy trắng, chất chống oxy hóa, chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, khó tan trong ethanol.
<i>Natri</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
<i>Sulfit</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfit.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Tạp chất không tan trong nước</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>pH</i>	Dung dịch 1/10 phải có pH trong khoảng 2,5-4,5.
<i>Sắt</i>	Không được quá 10,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
<i>Selen</i>	Không được quá 5mg/kg.
5.3. Hàm lượng SO ₂	Không được thấp hơn 58,5% và không được quá 67,4% tính theo SO ₂
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Natri</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
<i>Sulfit</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
6.2. Độ tinh khiết	

<i>Tạp chất không tan trong nước</i>	Hoà tan 20 g mẫu thử trong 200 ml nước cất, dung dịch phải trong, chỉ được phép có rất ít cặn lơ lửng.
<i>Sắt</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn (5 µg Fe) làm đối chứng.
<i>Chì</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
<i>Selen</i>	<u>Thuốc thử:</u> Acid hydrocloric, hydrazin sulfat, dung dịch chuẩn selen (100 µg Se/ml) <u>Tiến hành:</u> Cân $2,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào cốc có mỏ 50 ml. Thêm 10 ml nước cất, 5 ml acid hydrocloric và đun sôi để đuổi hết SO₂. Cân $1,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào một cốc có mỏ khác, thêm 0,05 ml dung dịch selen chuẩn và tiến hành như trên. Thêm vào mỗi cốc 2 g hydrazin sulfat và đun nhẹ để hòa tan. Để yên trong 5 phút. Pha loãng dung dịch trong các cốc thành 50 ml trong các ống so màu Nessler, so sánh màu của 2 ống. Màu hồng của ống thử phải nhạt hơn màu của ống chứng (có thêm chuẩn).
6.3. Định lượng	Cân 0,2 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào bình có nút thủy tinh và thêm 50 ml dung dịch iod 0,1 N, đầy nút. Để yên trong 5 phút, thêm 1ml acid hydrocloric, chuẩn độ iod dư bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N với chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS). Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 3,203 mg SO₂.

Phụ lục 13
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI NATRI META BISULFIT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium metabisulfite; INS 223 ADI = 0 - 0,7mg/kg thể trọng tính theo SO ₂
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Natri disulfit, dinatri pentaoxodisulfat, dinatri pyrosulfit
<i>Mã số C.A.S.</i>	7681-57-4
<i>Công thức hóa học</i>	Na ₂ S ₂ O ₅
<i>Khối lượng phân tử</i>	190,11
3. Cảm quan	Bột tinh thể hoặc tinh thể trắng có mùi đặc trưng của lưu huỳnh dioxyd.
4. Chức năng	Chất tẩy trắng, chất chống oxy hóa, chất xử lý bột, chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, khó tan trong ethanol.
<i>Natri</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
<i>Sulfit</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfit.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Tạp chất không tan trong nước</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>pH</i>	Dung dịch 1/10 phải có pH trong khoảng 4,0-4,5.
<i>Thiosulfat</i>	Không được quá 0,1%.
<i>Sắt</i>	Không được quá 10,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
<i>Selen</i>	Không được quá 5,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng Na ₂ S ₂ O ₅	Không được thấp hơn 90,0%
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Natri</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
<i>Sulfit</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

6.2. Độ tinh khiết

<i>Tạp chất không tan trong nước</i>	Hoà tan 20g mẫu thử trong 200 ml nước cất, dung dịch phải trong, chỉ được phép có rất ít cặn lơ lửng.
<i>Thiosulfat</i>	Dung dịch mẫu thử 10% sau khi acid hóa bằng acid sulfuric hoặc acid hydrochloric phải trong
<i>Sắt</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn (5 μ g Fe) làm đối chứng.
<i>Chì</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
<i>Selen</i>	<u>Thuốc thử:</u> Acid hydrochloric, hydrazin sulfat, dung dịch chuẩn selen (100 μ g Se/ml) <u>Tiến hành:</u> Cân $2,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào cốc có mỏ 50 ml. Thêm 10ml nước cất, 5 ml acid hydrochloric và đun sôi để đuổi hết SO ₂ . Cân $1,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào một cốc có mỏ khác, thêm 0,05 ml dung dịch selen chuẩn và tiến hành như trên. Thêm vào mỗi cốc 2 g hydrazin sulfat và đun nhẹ để hòa tan. Để yên trong 5 phút. Pha loãng dung dịch trong các cốc thành 50 ml trong các ống so màu Nessler, so sánh màu của 2 ống. Màu hồng của ống thử phải nhạt hơn màu của ống chứng (có thêm chuẩn).

6.3. Định lượng

Cân 0,2 g mẫu thử, chính xác đến mg, cho vào bình có nút thủy tinh và thêm 50 ml dung dịch iod 0,1 N, đầy nút. Để yên trong 5 phút, thêm 1 ml acid hydrochloric, chuẩn độ iod dư bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N với chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS).
Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 4,753 mg Na₂S₂O₅.

Phụ lục 14
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI KALI META BISULFIT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium metabisulfite; INS 224 ADI=0 - 0,7 mg/kg thể trọng tính theo SO ₂
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Kali disulfit, kali pentaoxodisulfat, kali pyrosulfit
<i>Mã số C.A.S.</i>	16731-55-8
<i>Công thức hóa học</i>	K ₂ S ₂ O ₅
<i>Khối lượng phân tử</i>	222,33
3. Cảm quan	Hạt, bột tinh thể hoặc tinh thể không màu, trơn chảy, thường có mùi đặc trưng của lưu huỳnh dioxyd.
4. Chức năng	Chất tẩy trắng, chất chống oxy hóa, chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong nước, không tan trong ethanol.
<i>Kali</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
<i>Sulfit</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfit.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Tạp chất không tan trong nước</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Thiosulfat</i>	Không được quá 0,1%.
<i>Sắt</i>	Không được quá 10,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
<i>Selen</i>	Không được quá 5,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng K ₂ S ₂ O ₅	Không được thấp hơn 90,0%
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Kali</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
<i>Sulfit</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfit.
6.2. Độ tinh khiết	

<i>Tạp chất không tan trong nước</i>	Hoà tan 20 g mẫu thử trong 200 ml nước cất, dung dịch phải trong, chỉ được phép có rất ít cặn lơ lửng.
<i>Thiosulfat</i>	Dung dịch mẫu thử 10% không được thay đổi độ trong sau khi acid hóa bằng acid sulfuric hoặc acid hydrochloric.
<i>Sắt</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn (5 μ g Fe) làm đối chứng.
<i>Chì</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
<i>Selen</i>	<u>Thuốc thử :</u> Acid hydrochloric, hydrazin sulfat, dung dịch chuẩn selen (100 μ g Se/ml) <u>Tiến hành:</u> Cân $2,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào cốc có mỏ 50 ml. Thêm 10 ml nước cất, 5 ml acid hydrochloric và đun sôi để đuổi hết SO_2 . Cân $1,0 \pm 0,1$ g mẫu thử, cho vào một cốc có mỏ khác, thêm 0,05 ml dung dịch selen chuẩn và tiến hành như trên. Thêm vào mỗi cốc 2 g hydrazin sulfat và đun nhẹ để hòa tan. Để yên trong 5 phút. Pha loãng dung dịch trong các cốc thành 50 ml trong các ống so màu Nessler, so sánh màu của 2 ống. Màu hồng của ống thử phải nhạt hơn màu của ống chứng (có thêm chuẩn).
6.3. Định lượng	Cân 250 mg mẫu thử cho vào bình có nút thủy tinh và thêm 50 ml dung dịch iod 0,1 N, đậy nút. Để yên trong 5 phút, thêm 1 ml dung dịch acid hydrochloric loãng (TS), chuẩn độ iod dư bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N với chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS). Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 5,558 mg $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$.

Phụ lục 15
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI KALI SULFIT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium sulfite; INS 225 ADI=0 - 0,7 mg/kg thể trọng tính theo SO ₂
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Kali sulfit
<i>Mã số C.A.S.</i>	10117-38-1
<i>Công thức hóa học</i>	K ₂ SO ₃
<i>Khối lượng phân tử</i>	158,25
3. Cảm quan	Bột hoặc hạt màu trắng, không mùi.
4. Chức năng	Chất tẩy trắng, chất chống oxy hóa, chất bảo quản
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, ít tan trong ethanol
<i>Kali</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
<i>Sulfit</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfit.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Tính kiềm</i>	Từ 0,25 đến 0,45% tính theo K ₂ CO ₃ .
<i>Sắt</i>	Không được quá 10,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
<i>Selen</i>	Không được quá 5,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng K ₂ SO ₃	Không được thấp hơn 90,0%
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Kali</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
<i>Sulfit</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
6.2. Độ tinh khiết	
<i>Tính kiềm</i>	Hoà tan 1 g mẫu thử trong 20 ml nước cất, thêm 25 ml dung dịch hydrogen peroxyd 3% đã được trung hoà sử dụng chỉ thị là dung dịch đỏ methyl (TS). Trộn kỹ, để nguội về nhiệt độ phòng và chuẩn độ bằng acid hydrocloric

0,02 N. Tiến hành mẫu trắng sử dụng 25 ml dung dịch hydrogen peroxyd đã được trung hoà. Mỗi ml acid hydrocloric tương đương với 1,38 mg K_2CO_3

Sắt

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn (5 μ g Fe) làm đối chứng.

Chì

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

Selen

Thuốc thử:

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

Tiến hành:

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

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

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

6.3. Định lượng

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

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

Phụ lục 16
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI NISIN

1. Tên khác, chỉ số

INS 234

2. Định nghĩa

Nisin là hỗn hợp của các polypeptid gần giống nhau có tính kháng khuẩn được sản sinh bởi chủng vi khuẩn *Lactococcus lactis* subsp. *lactis*. Nisin có thể được sản xuất trong môi trường tiệt trùng của các chất rắn sữa tách béo hoặc từ một nguồn lên men không phải từ sữa, ví dụ như cao men và carbohydrat rắn. Nisin được thu từ môi trường lên men theo nhiều phương pháp khác nhau như tiệt trùng, khí nén; lọc màng; acid hoá; rửa muối và sấy phun. Chế phẩm Nisin bao gồm nisin và muối NaCl với hoạt tính không ít hơn 900 đơn vị/mg. Hoạt tính được điều chỉnh bằng cách cho thêm muối NaCl. Các chất rắn sữa tách béo hoặc các chất rắn từ các nguồn lên men khác có thể có trong chế phẩm. Chế phẩm Nisin bền ở nhiệt độ thường và khi đun nóng trong môi trường acid (ổn định tối ưu ở pH = 3).

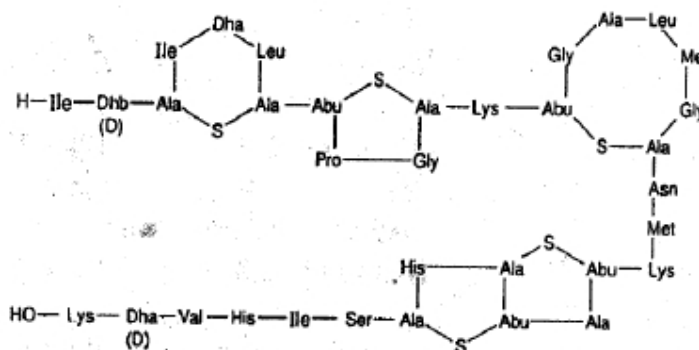
Mã số C.A.S.

1414-45-5

Công thức hóa học

 $C_{143}H_{230}N_{42}O_{37}S_7$

Công thức cấu tạo



Abu : acid alpha-aminobutyric, Dha : dehydroalanin,
 Dhb : dehydrobutyrin

<i>Khối lượng phân tử</i>	Khoảng 3.354
3. Cảm quan	Bột mịn, màu trắng đến màu nâu sáng
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong nước và không tan trong các dung môi không phân cực
<i>Phân biệt với các chất kháng khuẩn khác</i>	Phải có phản ứng đặc trưng khác biệt với các chất kháng khuẩn khác
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	Không được quá 3,0% (sấy ở 105 °C trong 2 giờ).
<i>Chì</i>	Không được quá 1,0 mg/kg.
<i>Chỉ tiêu vi sinh</i>	<i>Salmonella</i> : Không được có trong 25 g mẫu <i>Coliforms</i> tổng số: Không được quá 30/g <i>Escherichia coli</i> : Không được có trong 25 g mẫu
5.3. Hàm lượng	Không được nhỏ hơn 900 IU nisin/mg và không được nhỏ hơn 50% muối NaCl
6. Phương pháp thử	

6.1. Định tính

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

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

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

6.2 Độ tinh khiết

Chỉ

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

6.2. Định lượng

Nisin (theo phương pháp của Friedman và Epstein, J.Gen. Microbiol.5: 830, 1951)

Chuẩn bị vi khuẩn thử :

Chuyển *Lactococcus lactis* sbsp .*cremoris* (ATCC 14365, NCDO 495) được nuôi cấy hàng ngày trong sữa đã tách chất béo tiệt trùng vào bình McCartney có chứa sữa quì bằng que cấy và ủ ở nhiệt độ 30°C. Chuẩn bị sữa đã chứa vi khuẩn cho phép thử bằng cách cấy 2% dịch nuôi vi khuẩn 24h vào lượng tỷ lệ phù hợp sữa đã tách béo tiệt trùng, đặt vào bể điều nhiệt ở 30°C trong 90 phút. Sau đó mang dùng ngay.

Dung dịch chuẩn gốc :

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

Dung dịch mẫu:

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

Dung dịch resazurin:

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

Cách tiến hành:

Dùng pipet hút các thể tích (0,60; 0,55; 0,50; 0,45; 0,41; 0,38; 0,34; 0,31; 0,28; 0,26 ml) của dung dịch mẫu 50 đơn vị/ml và dung dịch chuẩn cho vào các hàng 10 ống thử vi sinh đã được làm khô, kích thước ống 6 x 5/8 inch. Bổ sung 4,6 ml sữa đã chứa vi khuẩn vào từng ống bằng thiết bị pipet tự động. Cho thêm sữa đã chứa vi khuẩn vào từng hàng ống có cùng nồng độ không đáng kể trừ hàng có 10 ống. Đặt các ống vào bể điều nhiệt ở nhiệt độ 30°C trong 15 phút, sau đó làm nguội trong bể nước đá, cùng lúc đó thêm vào 1 ml dung dịch resazurin cho mỗi ống. Việc thêm vào đó được thực hiện bởi thiết bị pipet tự động. Lắc đều các ống. Tiếp đó ủ ở nhiệt độ 30°C, thời gian 3 – 5 phút trong bể điều nhiệt.

Kiểm tra các ống bằng ánh sáng huỳnh quang trong buồng tối. Ống mẫu có nồng độ cao nhất phân biệt rõ trước tiên thông qua màu sắc (chẳng hạn như chuyển từ màu xanh sang màu hoa cà) được so sánh với các ống trong dòng chuẩn để tìm ra được sự đồng màu nhất. Tìm sự phù hợp ở hai nồng độ thấp hơn kế tiếp của mẫu và chuẩn. Nội suy sự phù hợp ở các bước pha loãng một nửa. Khi các ống chuẩn đã biết hàm lượng nisin thì sẽ tính được nồng độ nisin trong dung dịch mẫu. Có được 3 nồng độ của dung dịch và trung bình của chúng. Tính hoạt độ của chế phẩm theo đơn vị IU/g.

NaCl

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

NaCl (% theo trọng lượng) được tính theo công thức sau:

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

Trong đó:

V: Thể tích dung dịch AgNO_3 dùng để chuẩn độ (ml)

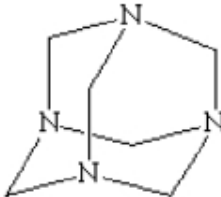
N: Nồng độ đương lượng của dung dịch AgNO_3

58,5 : Khối lượng phân tử của NaCl

W: Khối lượng mẫu (mg)

Phụ lục 17

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

1. Tên khác, chỉ số	Hexamethylenetertramine; Hexamine; Methenamine INS 239 ADI = 0 - 0,15 mg/kg thể trọng.
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	1,3,5,7-tetraazatricyclo[3.3.1.1 _{3,7}]-decan; hexamethylen-tetramin
<i>Mã số C.A.S.</i>	100-97-0
<i>Công thức hóa học</i>	C ₆ H ₁₂ N ₄
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	140,19
3. Cảm quan	Tinh thể không màu, bóng sáng, gần như không mùi hoặc bột tinh thể màu trắng.
4. Chức năng	Chất bảo quản chống vi sinh vật.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, tan được trong ethanol.
<i>Formaldehyd</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của formaldehyd.
<i>Amoni</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của amoni.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 2,0%.
<i>Tro sulfat</i>	Không được quá 0,05%.
<i>Các muối amoni</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C ₆ H ₁₂ N ₄	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã sấy khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	

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

Amoni Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 (làm khô trên P_2O_5 trong 4 giờ).

Tro sulfat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, phương pháp I (cân 2 g mẫu).

Các muối amoni Thêm 1 ml thuốc thử Nessler (TS) vào 10 ml dung dịch mẫu thử 5%. Màu của dung dịch không được thẫm hơn màu của hỗn hợp 1 ml thuốc thử Nessler (TS) trong 10 ml nước.

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

6.3. Định lượng

Cân 1 g (chính xác đến 0,1 mg) mẫu thử đã được làm khô trước trong 4 giờ trên P_2O_5 . Cho vào cốc và thêm 40,0 ml acid sulfuric 1 N. Đun nhẹ và thêm nước từ từ (nếu cần) đến khi không thấy còn mùi formaldehyd. Làm mát, thêm 20 ml nước, dung dịch đỏ methyl (TS) và chuẩn độ acid dư bằng natri hydroxyd 1 N.

Mỗi ml acid sulfuric 1 N tương đương với 35,05 mg $C_6H_{12}N_4$.

Phụ lục 18
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI DIMETHYL DICARBONAT

1. Tên khác, chỉ số Dimethyl dicarbonate; DMDC, dimethyl pyrocarbonat
INS 242

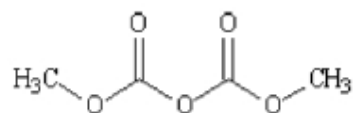
2. Định nghĩa

Tên hóa học Dimethyl dicarbonat

Mã số C.A.S. 004-525-33-1

Công thức hóa học $C_4H_6O_5$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 139,09

3. Cảm quan

Dạng lỏng không màu.

Chú ý: có tính ăn mòn với mắt và da, gây độc qua đường hô hấp và tiêu hóa. Phải bảo quản trong bao bì kín để tránh ẩm.

4. Chức năng

Chất bảo quản

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Tan trong nước kèm theo phân hủy, có thể hòa lẫn với toluen.

Hấp thụ hồng ngoại Phổ hồng ngoại của mẫu phải tương ứng với phổ chuẩn ở phần phụ lục.

5.2. Độ tinh khiết

Dimethyl carbonat Không được quá 0,2%.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_4H_6O_5$ Không được thấp hơn 99,8%

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Dimethyl carbonat

Thiết bị:

Máy sắc ký khí với detector ion hóa ngọn lửa (FID), cột sắc ký mao quản, bộ phận inlet cho kỹ thuật "on column" (VD Carlo Erba Fraktovap 4160, hoặc Hewlett-Packard 5880 hoặc 5792 hoặc các thiết bị khác tương đương).

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

- Máy ghi (đo) thế, 1mV
- Microsyring với kim tiêm thạch anh, dung tích 0,01ml, phù hợp

Điều kiện hoạt động của thiết bị

Nhiệt độ:

- Buồng bơm mẫu: nhiệt độ phòng ~25°C.
- Detector: 200°C.
- Cột: Nhiệt độ ban đầu 30°C; giữ nhiệt độ trong 5 phút, sau đó tăng nhiệt độ lên 120°C với tốc độ 40°C/phút, giữ tại 120°C trong 5 phút.

Khí mang:

- Áp suất van sơ cấp: 3,0 bar (heli)
- Tốc độ dòng qua cột: 11 ml/phút
- Tốc độ dòng khí make up: 28ml/phút
- Tốc độ khí hydro: 35 ml/phút
- Tốc độ không khí nén: 300 ml/phút

Tốc độ máy ghi: 1 cm/phút

Thu ố c th ử :

Methylisobutylketon, tinh khiết sắc ký.

Tiế n hành:

Cân khoảng 10 g mẫu, chính xác đến mg (lượng cân chính xác là w_1 mg), cho vào 1 lọ đựng mẫu. Thêm 1 lượng (w_2 mg) dimethyl-isobutyl keton tương đương với hàm lượng ước đoán của dimethyl carbonat. Đậy kín lọ, lắc kỹ và bơm vào máy sắc ký 0,002 ml.

Thời gian lưu thu được như sau:

dimethyl carbonat: ~ 2 phút

methyl-isobutyl keton: ~4,5 phút

dimethyl-isobutyl keton: ~8 phút.

Sắc ký đồ mẫu ở phần 7.2

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

$$\frac{W_2 \times F_1 \times K \times 100}{F_2 \times W_1}$$

trong đó:

F₁: Diện tích pic dimethyl carbonat

F₂: Diện tích pic chuẩn

K: Hệ số hiệu chỉnh cho dimethyl carbonat

Chú ý:

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

Chì

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

6.2. Định lượng

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

Tính hàm lượng dimethyl dicarbonat theo công thức sau:

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

trong đó:

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

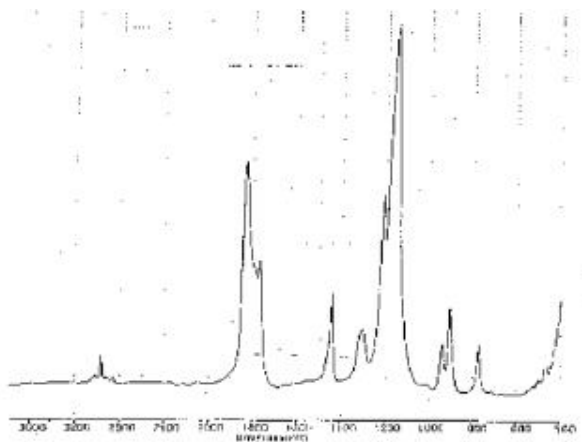
V₂: Lượng acid hydrochloric chuẩn độ mẫu trắng (ml)

t: Nồng độ dung dịch acid hydrochloric

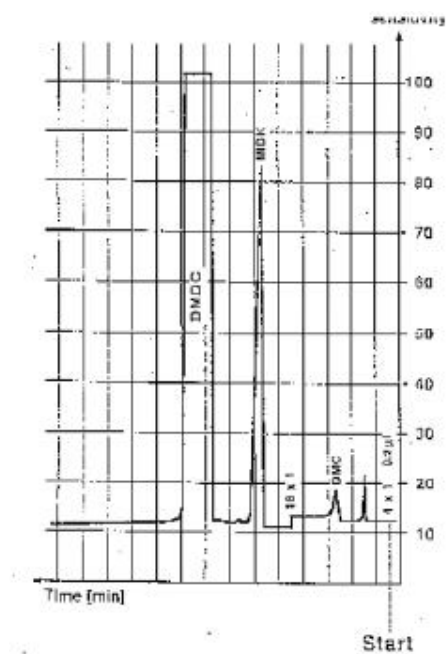
W: khối lượng mẫu (g)

7. Phổ và sắc ký đồ đối chiếu

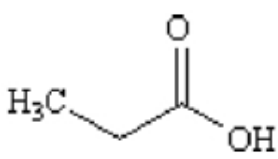
7.1. Phổ hồng ngoại chuẩn



7.2. Sắc ký đồ



Phụ lục 19
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI ACID PROPIONIC

1. Tên khác, chỉ số	Propionic acid; acid propanoic; ethylformic acid; methylacetic acid INS 280 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Acid propionic
<i>Mã số C.A.S.</i>	79-09-4
<i>Công thức phân tử</i>	C ₃ H ₆ O ₂
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	74,08
3. Cảm quan	Dung dịch sánh, có mùi hăng nhẹ
4. Chức năng	Chất bảo quản, chống nấm, chống đặc quánh, hương liệu
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Có thể trộn lẫn với nước và ethanol.
<i>Khối lượng riêng</i>	d ₂₀₂₀ = 0,993 – 0,997.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Khoảng chưng cất</i>	138,5 - 142,5o.
<i>Cặn không bay hơi</i>	Không được quá 0,01% (khi sấy ở 140oC đến khối lượng không đổi)
<i>Acid formic</i>	Không được quá 0,1 %.
<i>Các aldehyd</i>	Không được quá 0,2 % (tính theo propionaldehyd)
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C ₃ H ₆ O ₂	Không thấp hơn 99,5% tính theo chế phẩm đã làm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	
<i>Acid formic</i>	Hòa tan 15 g natri hydroxyd trong 50 ml nước, làm nguội và thêm 6 ml nước brom, khuấy để hòa tan hoàn toàn, pha loãng bằng nước đến đủ 2000 ml. Lấy 25 ml dung dịch này

vào một bình nón 250 ml nút mài có chứa 100 ml nước, thêm 10 ml dung dịch natri acetat 1/5 và 10,0 ml mẫu thử. Để yên 15 phút, thêm 5 ml dung dịch kali iodid 1/4 và 10 ml acid hydrocloric. Chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1 N đến khi dung dịch mất màu nâu. Tiến hành làm mẫu trắng song song. Sự chênh lệch giữa thể tích dung dịch natri thiosulfat 0,1 N chuẩn độ mẫu thử so với mẫu trắng không được quá 4,4 ml.

Các aldehyd

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

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

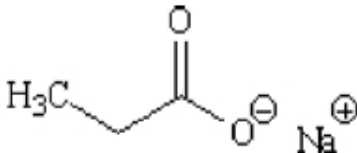
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.2. Định lượng

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

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 1 N tương đương với 74,08 mg $C_3H_6O_2$.

Phụ lục 20
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI NATRI PROPIONAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium propionate; Sodium propanoate; INS 281 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Natri propionat
<i>Mã số C.A.S.</i>	137-40-6
<i>Công thức phân tử</i>	$C_3H_5NaO_2$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	96,06
3. Cảm quan	Tinh thể trắng hoặc không màu, dễ hút ẩm, có mùi đặc trưng rất nhẹ.
4. Chức năng	Chất bảo quản, chống nấm, chống đặc quánh.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, tan được trong ethanol.
<i>Natri</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
<i>Propionat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của propionat.
<i>Muối kiềm của acid hữu cơ</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của muối kiềm của acid hữu cơ.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 4,0 %.
<i>pH</i>	Dung dịch mẫu thử 1/10 có pH trong khoảng 7,5 - 10,5.
<i>Chất không tan trong nước</i>	Không được quá 0,1 %.
<i>Sắt</i>	Không được quá 50,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 5,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.



6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Natri

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Propionat

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

Muối kiềm của acid hữu cơ

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

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 (sấy tại 105° trong 2 giờ).

Chất không tan trong nước

Cân 5 g (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào cốc 100 ml và thêm 50 ml nước. Khuấy đến khi mẫu thử tan hoàn toàn. Lọc qua chén lọc Gooch đã cân bì (cân chính xác đến 0,2 mg). Rửa cốc bằng 20 ml nước. Sấy khô chén lọc chứa phần không tan trong tủ sấy tại 60° đến khối lượng không đổi. để nguội trong bình hút ẩm, cân và tính hàm lượng %.

Sắt

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Cân 0,5 g mẫu. Sử dụng 2,5 ml dung dịch sắt chuẩn (25 µg Fe) làm mẫu chứng.

Chì

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

6.3. Định lượng

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

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

Phụ lục 21
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI NATRI THIOSULFAT

1. Tên khác, chỉ số	Sodium hyposulfite; INS 539 ADI = 0 - 0,7 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Natri thiosulfat
<i>Mã số C.A.S.</i>	7772-98-7
<i>Công thức hóa học</i>	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
<i>Khối lượng phân tử</i>	248,17
3. Cảm quan	Tinh thể không màu, hoặc bột tinh thể thô, chảy rữa trong không khí ẩm và lên hoa tại nhiệt độ > 33° trong không khí khô.
4. Chức năng	Chất bảo quản, chống biến màu, chất chống oxy hóa, chất tạo phức kim loại.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Rất dễ tan trong nước, không tan trong ethanol
<i>Hoạt tính khử</i>	Phải có phản ứng khử đặc trưng.
<i>Natri</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
<i>Thiosulfat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của thiosulfat.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	32 - 37% (sấy tại 40-45° dưới chân không trong 16 giờ).
<i>Sắt</i>	Không được quá 10,0 mg/kg.
<i>Selen</i>	Không được quá 5,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Hoạt tính khử</i>	Thêm vào ung dịch mẫu thử 1/10 và giọt dung dịch iod (TS). Màu của dung dịch iod sẽ mất.
<i>Natri</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

Thiosulfat

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

6.2. Độ tinh khiết

Sắt

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Sử dụng 0,5 ml dung dịch chuẩn sắt (5 g sắt) làm mẫu chứng.

Selen

Thuốc thử

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

Tiến hành thử

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

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

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

Chì

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

6.3. Định lượng

Cân khoảng 0,5 g (chính xác đến mg) mẫu thử.

Hòa tan trong 30 ml nước. Chuẩn độ với dung dịch iod 0,1 N, dùng chỉ thị là dung dịch hồ tinh bột (TS). Tiến hành làm mẫu trắng song song.

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