



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 4 – 13 : 2010/BYT

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

National technical regulation on Food Additive - Stabilizers

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

QCVN 4-13:2010/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 ỔN ĐỊNH

National technical regulation on Food Additive – Stabilizers

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

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

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

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

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

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

- 1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Polyvinylpyrrolidon
- 1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci lactat
- 1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali dihydrocitrat
- 1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dinatri hydrogen phosphat
- 1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dikali hydrogen phosphat
- 1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với tricalci phosphat
- 1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với amoni polyphosphat
- 1.8. Phụ lục 8: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri hydrogen carbonat
- 1.9. Phụ lục 9 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali carbonat
- 1.10. Phụ lục 10 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với amoni hydrogen carbonat
- 1.11. Phụ lục 11 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali clorid
- 1.12. Phụ lục 12 : Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với kali dihydrogen phosphat

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

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

2. Kiểm tra đối với chất ổn định

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

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

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

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

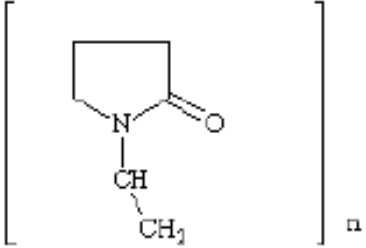
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

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

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

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

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

1. Tên khác, chỉ số	Povidone, PVP, Polyvinylpyrrolidone INS 1201 ADI = 0-50 mg/kg
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Polyvinylpyrrolidon, poly-[1-(2-oxo-1-pyrrolidinyl)- ethylen]
<i>Mã số C.A.S.</i>	9003-39-8
<i>Công thức phân tử</i>	(C ₆ H ₉ NO) _n
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	Chế phẩm có dải khối lượng phân tử thấp: khoảng 40000. Chế phẩm có dải khối lượng phân tử cao: khoảng 360000.
3. Cảm quan	Bột trắng tới nâu nhạt, chế phẩm thương mại gồm 2 dạng khối lượng phân tử, giá trị khối lượng phân tử chung là trung bình cộng giá trị khối lượng phân tử của 2 dạng.
4. Chức năng	Tác nhân làm trong, chất ổn định, chất làm dày, tá dược viên nén, tác nhân phân tán.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong nước, ethanol và cloroform; không tan trong ether
<i>pH</i>	3,0 – 7,0 (dung dịch 5%)
<i>Tạo kết tủa</i>	Phải có phản ứng tạo kết tủa đặc trưng.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Nước</i>	Không được quá 5%.
<i>Độ nhớt tương đối</i>	Từ 1,188 tới 1,325 đối với chế phẩm có khối lượng phân tử thấp, và từ 3,225 tới 5,662 đối với chế phẩm có khối lượng phân tử cao (mô tả trong phần Phương pháp thử).

<i>Tro toàn phần</i>	Không được quá 0,02%.
<i>Aldehyd</i>	Không được quá 0,2% (tính theo acetaldehyd)
<i>Hàm lượng monomer</i>	Không được quá 1,0% (tính theo vinylpyrrolidon) (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Hydrazin</i>	Không được quá 1,0 mg/kg (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng Nitrogen	Không được nhỏ hơn 12,2% và không quá 13,0% Nitrogen (N) tính theo chế phẩm khan.

6. Phương pháp thử

6.1 Định tính

<i>Tạo kết tủa</i>	<p>Thêm 5 acid hydrochloric loãng (TT), 5 ml nước và 2 ml dung dịch kali dicromat 1/10 vào 5 ml dung dịch chế phẩm thử 1/50. Xuất hiện tủa vàng.</p> <p>Thêm 5 ml dung dịch chế phẩm thử 1/50 vào 75 mg cobalt nitrat và 0,3 g amoni thiocyanat đã hòa tan trong 2 ml nước, lắc đều và acid hóa bằng acid hydrochloric loãng (TT). Xuất hiện tủa màu xanh nhạt.</p> <p>Thêm 1 acid hydrochloric 25% (TT), 5 ml bari clorid 5% và 1 ml dung dịch acid phosphomolybdotungstic 5% vào 5 ml dung dịch chế phẩm thử 1/50. Khối tủa trắng lớn tạo thành, tủa này dần dần chuyển sang màu xanh khi để dưới ánh sáng ban ngày (Chú ý: sự xuất hiện màu xanh dưới ánh sáng ban ngày dùng để phân biệt polyvinylpyrrolidon với polyethylen oxyd, chất này cho tủa tương tự với thuốc thử trên nhưng vẫn giữ nguyên màu trắng dưới ánh sáng ban ngày).</p>
--------------------	---

6.2. Độ tinh khiết

<i>Nước</i>	<ul style="list-style-type: none"> - Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4. - Phương pháp Karl Fischer.
<i>Độ nhớt tương đối</i>	<p>Cho một lượng cân chính xác mẫu thử, tương ứng với 1 g polyvinylpyrrolidon khan, vào một bình nón 250 ml, và tính lượng nước thêm vào để thu được dung dịch 1%. Để hỗn hợp ở nhiệt độ phòng, thỉnh thoảng lắc, tới khi tan hoàn toàn, sau đó để yên trong 1 giờ nữa. Lọc qua phễu lọc xốp khô có lỗ lọc thô, sau đó cho 10 ml dịch lọc vào nhớt kế Cannon-Fenske, hoặc loại tương đương, và đặt nhớt kế vào trong nồi cách thủy duy trì nhiệt độ ở $25 \pm 0,05^\circ\text{C}$. Sau</p>

khi để dung dịch mẫu thử và pipet trong nồi cách thủy để làm ấm trong 10 phút, lấy dung dịch bằng cách hút lên rất nhẹ qua ống mao quản tới khi tạo thành mặt khum của chất lỏng từ 3 tới 4 mm trên vạch. Giảm từ từ chân không, và khi mặt khum của chất lỏng đạt tới vạch mức trên, bắt đầu tính thời gian chảy qua mao quản. Ghi chính xác thời gian khi mặt khum của chất lỏng đạt đến vạch mức dưới, và tính thời gian chảy chính xác tới 0,1 giây. Lặp lại phép thử này ít nhất 3 lần. Giá trị thu được phải không lệch quá 0,3 giây; nếu không, xác định lại với 10 ml dung dịch mẫu thử khác sau khi rửa ống đo độ nhớt bằng dung dịch rửa acid sulfuric-dicromat. Tính thời gian chảy trung bình của dung dịch mẫu thử, và sau đó, đo thời gian chảy trung bình theo cách tương tự của 10 ml nước lọc trên cùng ống đo độ nhớt. Tính độ nhớt tương đối bằng cách chia thời gian chảy trung bình của dung dịch mẫu thử cho thời gian chảy trung bình của nước.

Tro toàn phần

- Cân 10 g mẫu thử.
- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - Vol.4

Aldehyd

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

1 ml natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 4,405 mg C_2H_4O .

Hàm lượng monomer

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

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

Hydrazin

Cho 2,5 g chế phẩm thử vào một ống ly tâm 50 ml, thêm 25 ml dung dịch salicylaldehyd 1/20 trong methanol, lắc xoáy, và đun nóng trong cách thủy ở 60°C trong 15 phút. Để

ngoại, thêm 2,0 ml toluen, đậy nắp ống ly tâm, lắc mạnh trong 2 phút, và ly tâm. Trên bản mỏng sắc ký thích hợp, được phủ lớp hỗn hợp silica gel dimethylsilan hóa dày 0,25 mm, chấm 10 µL lớp toluen trong phía trên trong ống ly tâm và 10 µL dung dịch chuẩn salicyldazin trong toluen chứa 9,38 µg/ml. Để vết chấm khô, và khai triển trong hệ dung môi methanol và nước (2:1) tới khi tuyến dung môi đi được ba phần tư chiều dài của bản mỏng. Lấy bản mỏng ra khỏi bình triển khai, đánh dấu tuyến dung môi, và để cho dung môi bay hơi. Phát hiện vết trên bản mỏng dưới ánh sáng tử ngoại tại bước sóng 365 nm: vết salicyldazin phát quang có giá trị R_f khoảng 0,3, và huỳnh quang của bất kỳ vết salicyldazin của mẫu thử không được đậm hơn vết thu được của dung dịch chuẩn salicyldazin (hydrazin 1 ppm).

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

Chỉ

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

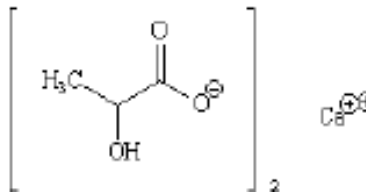
- Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

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

Phụ lục 2

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

1. Tên khác, chỉ số	INS 327 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Calci dilactat, calci dilactat dihydrat, muối calci của acid 2-hydroxypropanoic
<i>Mã số C.A.S.</i>	814-80-2
<i>Công thức phân tử</i>	$C_6H_{10}CaO_6 \cdot xH_2O$ (x = 0 - 5)
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	218,22 (dạng khan)
3. Cảm quan	Bột tinh thể hoặc hạt nhỏ màu trắng đến kem, hầu như không mùi. Dạng pentahydrat đôi khi có thể lên hoa.
4. Chức năng	Chất ổn định, đệm, thức ăn cho men
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong nước, không tan trong ethanol.
<i>Lactat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của lactat.
<i>Calci</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 30%
<i>pH</i>	Trong khoảng từ 6,0 - 8,0 (Dung dịch mẫu thử 1/20).
<i>Độ acid</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Muối magnesi và các muối kiềm</i>	Không được quá 1 %
<i>Florid</i>	Không được quá 30 mg/kg
<i>Chì</i>	Không được quá 2 mg/kg
5.3. Hàm lượng $C_6H_{10}CaO_6$	Không thấp hơn 98,0% tính theo chất khô.

6. Phương pháp thử**6.1 Định tính**

Lactat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Calci Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2 Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Sấy tại 120° trong 4 giờ.

Độ acid Hòa tan 1 g mẫu thử trong 20 ml nước, thêm 3 giọt dung dịch phenolphthalein (TS) và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 0,1 N. Thể tích dung dịch natri hydroxyd 0,1 N sử dụng không được quá 0,5 ml.

Muối magnesi và các muối kiềm Cân 1 g mẫu thử, hòa tan trong 40 ml nước, thêm 0,5 g amoni clorid và thêm khoảng 20 ml dung dịch amoni oxalat (TS). Đun trong bể cách thủy trong 1 giờ, làm mát, thêm nước đến đủ 100 ml và lọc. Lấy 50 ml dịch lọc, thêm 0,5 ml acid sulfuric và cho bay hơi hỗn hợp đến cạn. Nung cạn tới khối lượng không đổi. Để nguội, cân và tính hàm lượng %. Khối lượng cạn không được quá 5 mg.

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

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 tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân 350 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước. Hòa tan trong 150 ml nước có chứa 2 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TS). Khuấy đều (tốt nhất khuấy bằng máy khuấy từ), trong khi khuấy dùng buret thêm khoảng 30 ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M. Sau đó thêm 15 ml natri hydroxyd (TS) và 300 mg hỗn hợp chỉ thị xanh da trời hydroxy-naphtol, tiếp tục chuẩn độ đến điểm kết thúc, dung dịch có màu xanh da trời.

Mỗi ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M tương đương với 10,91 mg $C_6H_{10}CaO_6$.

Phụ lục 3
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI KALI DIHYDROCITRAT

1. Tên khác, chỉ số	Monopotassium citrate; Potassium citrate monobasic INS 332i ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Kali dihydrogen citrat; Muối monokali của acid 2-hydroxy-1,2,3-propantricarboxylic
<i>Mã số C.A.S.</i>	866-83-1
<i>Công thức phân tử</i>	$C_6H_7KO_7$
<i>Công thức cấu tạo</i>	$ \begin{array}{c} CH_2-COOH \\ \\ HO-C-COO^- \\ \\ CH_2-COOH \end{array} K^+ $
<i>Khối lượng phân tử</i>	230,21
3. Cảm quan	Tinh thể trong hoặc bột tinh thể trắng, không mùi.
4. Chức năng	Chất ổn định, đệm, chất tạo phức kim loại, thức ăn cho nấm men.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, rất ít tan trong ethanol.
<i>pH</i>	Dung dịch mẫu thử 1/10 có pH trong khoảng 3,5 - 3,9.
<i>Citrat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của citrat.
<i>Kali</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 0,5% (sấy tại 105° trong 4 giờ).
<i>Oxalat</i>	Không được quá 0,04%.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_6H_7NaO_7$	Không thấp hơn 99,0% và không được quá 101,0% tính theo chế phẩm khan.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Citrat</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Kali

Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2 Độ tinh khiết

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 tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân khoảng 180 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã sấy khô, hòa tan trong 25 ml nước và chuẩn độ với dung dịch natri hydroxyd 0,1 N, xác định điểm kết thúc chuẩn độ bằng đo thế .

Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N tương đương với 11,511 mg $C_6H_7NaO_7$.

Phụ lục 4
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI DINATRI HYDROGEN PHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Disodium hydrogen phosphate; Disodium phosphate; Dibasic sodium phosphate; Disodium acid phosphate; secondary sodium phosphate; Dinatri orthophosphat INS 339ii MTDI=70mg/kg thể trọng tính theo Phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Dinatri hydrogen phosphat; Dinatri hydrogen orthophosphat; Dinatri hydrogen monophosphat;
<i>Mã số C.A.S.</i>	7558-79-4
<i>Công thức hóa học</i>	Dạng khan: Na_2HPO_4 Dạng hydrat: $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$
<i>Khối lượng phân tử</i>	141,98 (dạng khan)
3. Cảm quan	Dạng khan: Bột trắng, không mùi, háo nước. Dạng dihydrat: Tinh thể trắng, không mùi. Dạng heptahydrat: Tinh thể trắng, không mùi có thể lên hoa hoặc dạng bột hạt nhỏ. Dạng dodecahydrat: Tinh thể hoặc bột màu trắng, không mùi, có thể lên hoa.
4. Chức năng	Chất ổn định, chất nhũ hóa, đệm, chất tạo kết cấu
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.
<i>pH</i>	9,0-9,6 (dung dịch 1/100).
<i>Natri</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
<i>Phosphat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
<i>Orthophosphat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của orthophosphat.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	Dạng khan: Không được quá 5,0% (40°C trong 3 giờ, sau đó 105°C trong 5 giờ) Dạng dihydrat: Không được quá 22,0% (40°C trong 3 giờ, sau đó 105°C trong 5 giờ) Dạng heptahydrat: Không được quá 50,0% (40°C trong 3 giờ, sau đó 105°C trong 5 giờ) Dạng dodecahydrat: Không được quá 61,0% (40°C trong 3 giờ, sau đó 105°C trong 5 giờ)

<i>Các chất không tan trong nước</i>	Không được quá 0,2%.
<i>Florid</i>	Không được quá 50,0 mg/kg.
<i>Arsen</i>	Không được quá 3,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng Na_2HPO_4	Không được thấp hơn 98,0% sau khi sấy khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

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

6.2. Độ tinh khiết

<i>Florid</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - phương pháp I hoặc III.
<i>Arsen</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - phương pháp II.
<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 quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

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

Nếu (A) bằng hoặc nhỏ hơn (B), mỗi ml HCl 1N trong thể tích (A) tương đương với 142,0mg Na_2HPO_4 .

Nếu (A) lớn hơn (B), mỗi ml natri hydroxyd 1N trong hiệu thể tích 2(B)-(A) tương đương với 142,0mg Na_2HPO_4 .

Phụ lục 5
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI DIKALI HYDROGEN PHOSPHAT

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

5.3. Hàm lượng K_2HPO_4 Không được thấp hơn 98,0% sau khi sấy khô

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Kali Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4

Phosphat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4

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

6.2. Độ tinh khiết

Fluorid Cân 5 g mẫu thử cho vào một bình cầu cất 250 ml, thêm 25 ml nước, 50 ml acid perchloric, 5 giọt dung dịch bạc nitrat (1 trong 2) và vài viên bi thủy tinh. Nối bình cầu với 1 ống sinh hàn có gắn nhiệt kế và một ống mao quản sục khí, đầu nhiệt kế và ống mao quản phải ngập trong dung dịch chứa trong bình. Gắn một phễu nhỏ giọt chứa nước hoặc bộ sinh hơi nước vào ống mao quản. Đặt bình trên đế amiăng có lỗ sao cho 1/3 đáy bình tiếp xúc với ngọn lửa. Tiến hành cất đến khi nhiệt độ trong bình đạt $135^{\circ}C$. Thêm nước từ phễu vào bình hoặc cho hơi nước qua bình để duy trì nhiệt độ trong bình luôn đạt $135^{\circ}C - 140^{\circ}C$. Tiếp tục cất đến khi thu được 225-240 ml dịch cất sau đó pha loãng dịch cất thu được với nước đến đủ 250 ml, lắc đều. Lấy 50 ml dung dịch này cho vào một ống Nessler 100 ml. Trong một ống Nessler tương tự khác lấy 50 ml nước làm mẫu chứng. Thêm vào mỗi ống 0,1 ml dung dịch natri alizarinsulfonat (1 trong 1000) đã lọc và 1 ml dung dịch hydroxylamin (1 trong 4000) mới pha, lắc đều. Thêm từng giọt dung dịch natri hydroxyd 0,05 N vào ống chứa dịch cất, vừa thêm vừa khuấy, đến khi màu ống chứa dịch cất giống với màu ống chứng, là màu hồng nhạt. Sau đó thêm vào mỗi ống chính xác 1 ml dung dịch acid hydrochloric 0,1 N và lắc đều. Sử dụng buret chia vạch 0,05 ml thêm từ từ vừa đủ dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) vào ống chứa dịch cất để sau khi lắc đều màu của dung dịch chuyển về màu hồng nhạt. Ghi thể tích dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) đã sử dụng, thêm chính xác cùng lượng dung dịch thori nitrat (1 trong 4000) như vậy vào ống chứng, lắc đều. Dùng buret thêm dung dịch natri fluorid (TS) ($10 \mu g F / ml$) vào ống chứng để cho màu hai ống giống nhau sau khi pha loãng về cùng thể tích. Lắc đều, để yên cho bọt khí thoát hết trước khi so màu. Kiểm tra điểm tương đương bằng cách thêm 1-2 giọt dung dịch natri fluorid (TS) vào ống chứng. Sự thay đổi màu rõ rệt sẽ xảy ra. Ghi lại thể tích dung dịch natri fluorid (TS) đã sử dụng. Thể tích dung dịch natri fluorid dùng cho ống chứng phải không quá 1 ml.

Arsen

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

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 tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

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

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

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

Phụ lục 6
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI TRICALCI PHOSPHAT

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

hoặc III

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.

6.3. Định lượng

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

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

Phụ lục 7
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI AMONI POLYPHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	INS 452v MTDI = 70 mg/kg thể trọng, tính theo phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Amoni polyphosphat
<i>Mã số C.A.S.</i>	6833-79-9
<i>Công thức hoá học</i>	Hỗn hợp dị thể các muối amoni của acid polyphosphoric được trùng ngưng mạch thẳng có công thức chung: $H_{n+2}P_nO_{3n+1}$
3. Cảm quan	Dạng dung dịch lỏng
4. Chức năng	Chất ổn định, tạo phức kim loại, chất nhũ hoá
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan hoàn toàn trong nước
<i>pH</i>	4,0 – 9,0 (dung dịch 1%)
<i>Amoni</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của amoni.
<i>Phosphat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Phosphat mạch vòng</i>	Không vượt quá 8,0% tính theo P_2O_5
<i>Fluorid</i>	Không vượt quá 10,0 mg/kg
<i>Arsen</i>	Không vượt quá 3,0 mg/kg
<i>Chì</i>	Không vượt quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng	Không được thấp hơn 55,0% và không được quá 75,0% tính theo P_2O_5 trên chế phẩm khan
6. Phương pháp thử	
6.1 Định tính	
<i>Amoni</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
<i>Phosphat</i>	- Trộn đều 0,5 g mẫu với 10 ml acid HNO_3 và 50 ml nước, đun sôi trong 30 phút và để nguội. - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
6.2 Độ tinh khiết	

<i>Phosphat mạch vòng</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
<i>Fluorid</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
<i>Arsen</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4
<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 quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong <i>JECFA monograph 1 - Vol.4</i> phần các phương pháp phân tích công cụ.

6.3 Định lượng

Tiến hành như chỉ dẫn « *Xác định photphat tính theo P_2O_5* », Phương pháp I, Vol. 4.

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

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

6.2. Độ tinh khiết

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

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

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

6.3. Định lượng

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

Mỗi ml acid sulfuric 1 N tương đương với 84,01 mg NaHCO_3 .

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

1. Tên khác, chỉ số	INS 501(i) ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Kali carbonat, muối kali của acid carbonic
<i>Mã số C.A.S.</i>	584-08-7
<i>Công thức hóa học</i>	Dạng khan: K_2CO_3 Dạng hydrat hóa: $K_2CO_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$
<i>Khối lượng phân tử</i>	138,21 (dạng khan)
3. Cảm quan	Bột dễ hút ẩm, màu trắng, không mùi. Dạng hydrat hóa thường gặp là tinh thể hoặc hạt nhỏ trắng, trong.
4. Chức năng	Chất ổn định, chất kiềm hóa
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Rất dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.
<i>Kali</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
<i>Carbonat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của carbonat.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	Dạng khan: Không được quá 5% (sấy ở 180° trong 4 giờ) Dạng hydrat hóa : trong khoảng 10-18% (sấy ở 180° trong 4 giờ)
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng K_2CO_3	Không được thấp hơn 99,0% tính theo chất khô
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Kali</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
<i>Carbonat</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
6.2. Độ tinh khiết	
<i>Chì</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật quang phổ hấp thụ nguyên tử thích hợp với hàm lượng qui định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần

các phương pháp phân tích công cụ.

6.3. Định lượng

Cân 1 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã sấy khô, hòa tan cẩn thận trong 50 ml acid sulfuric 1 N, thêm chỉ thị là dung dịch da cam methyl (TS) và chuẩn độ acid dư bằng dung dịch natri hydroxyd 1N.

Mỗi ml dung dịch acid sulfuric 1 N tương đương với 69,11 mg K_2CO_3 .

Phụ lục 10
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI AMONI HYDROGEN CARBONAT

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

6.1. Định tính

Carbonat Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

Amoni Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Clorid

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
- Hoà tan 500 mg mẫu thử trong 10ml nước nóng, thêm khoảng 5mg natri carbonat, làm khô trên bề cách thuỷ. Thử cặn thu được như hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn clorid. Độ đục của dung dịch thu được không vượt quá độ đục của dung dịch tiến hành như trên đối với mẫu chứng có chứa 15 µg ion clorid (Cl^-).

Sulfat

Hoà tan 4g mẫu thử trong 40ml nước. Thêm 10mg natri carbonat và 1ml hydrogen peroxyd 30% và làm khô trên bề cách thuỷ. Xử lý cặn thu được theo hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn sulfat. Độ đục của dung dịch thu được không quá độ đục của dung dịch tiến hành như trên đối với mẫu chứng có chứa 280 µg ion sulfat (SO_4^{2-}).

Chì

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

6.3. Định lượng

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

Mỗi ml acid sulfuric 1N tương đương với 79,06 mg NH_4HCO_3 .

Phụ lục 11
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI KALI CLORID

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

<i>Iodid hoặc bromid</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Natri</i>	Âm tính (mô tả trong phần Phương pháp thử).
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng KCl	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

<i>Clorid</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
<i>Kali</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

6.2. Độ tinh khiết

Độ acid hoặc độ kiềm

Cân 5 g mẫu thử, hòa tan trong 50 ml nước mới đun sôi, để nguội, thêm 3 giọt dung dịch phenolphtalein (TS). Dung dịch không được có màu hồng. Sau đó thêm 0,3 ml dung dịch natri hydroxyd 0,02 N, dung dịch chuyển thành màu hồng.

Iodid hoặc bromid

Cân 2 g mẫu thử, hòa tan trong 6 ml nước, thêm 1 ml cloroform, sau đó thêm nhỏ giọt 5 ml hỗn hợp gồm dung dịch clor (TS) và nước (1:1 – tt/tt), vừa thêm vừa lắc đều. Lớp cloroform không được có màu tím (không bền) hoặc màu cam (bền).

Natri Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

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

6.3. Định lượng

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

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

Phụ lục 12
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI KALI DIHYDROGEN PHOSPHAT

1. Tên khác, chỉ số	Potassium dihydrogen phosphate; Monobasic potassium phosphate; Monopotassium monophosphate; Potassium acid phosphate; Potassium biphosphate INS 340i MTDI=70mg/kg thể trọng tính theo Phospho từ các nguồn thực phẩm
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Kali dihydrogen phosphat; Monokali dihydrogen orthophosphat; Monokali dihydrogen monophosphat
<i>Mã số C.A.S.</i>	7778-77-0
<i>Công thức hóa học</i>	KH_2PO_4
<i>Khối lượng phân tử</i>	136,09
3. Cảm quan	Dạng tinh thể không màu, không mùi, dạng hạt trắng hoặc dạng bột tinh thể
4. Chức năng	Chất ổn định, đệm, tác nhân trung hòa, chất tạo phức kim loại, thức ăn cho nấm men
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.
<i>pH</i>	4,2 - 4,7 (dung dịch 1/100).
<i>Kali</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của kali.
<i>Phosphat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của phosphat.
<i>Orthophosphat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của orthophosphat.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi sấy khô</i>	Không được quá 2,0% (105°C trong 4 giờ).
<i>Các chất không tan trong nước</i>	Không được quá 0,2%.
<i>Florid</i>	Không được quá 10,0 mg/kg.
<i>Arsen</i>	Không được quá 3,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 4,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng KH_2PO_4	Không được thấp hơn 98,0% sau khi sấy khô.

6. Phương pháp thử**6.1. Định tính**

<i>Kali</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
<i>Phosphat</i>	Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.
<i>Orthophosphat</i>	Thêm dung dịch bạc nitrat (TS) vào 5ml dung dịch mẫu thử (dung dịch 1/100). Trong dung dịch phải xuất hiện kết tủa màu vàng.

6.2 Độ tinh khiết

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

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

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4

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

6.3. Định lượng

Cân khoảng 5,0 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước, cho vào cốc 250 ml. Thêm 100 ml nước cất và 5 ml dung dịch acid hydrocloric 1 N, khuấy đều đến khi mẫu tan hết. Cho điện cực của pH kế thích hợp vào dung dịch và chuẩn độ từ từ (khuấy đều liên tục) lượng acid dư bằng dung dịch natri hydroxyd 1 N, đến điểm uốn tại pH~4. Ghi lại thể tích đọc trên buret, tính thể tích (A) acid hydrocloric 1 N đã sử dụng (nếu cần). Tiếp tục chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd 1 N đến điểm uốn tại pH~8,8; ghi lại thể tích trên buret và tính thể tích dung dịch (B) natri hydroxyd 1N đã tiêu tốn để chuẩn độ giữa 2 điểm uốn (pH~4 đến pH~8,8).

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