QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT LÀM RẮN CHẮC

National technical regulation on Food additives - Firming agents

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất làm rắn chắc 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 làm rắn chắc 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:

- Chất làm rắn chắc: là phụ gia thực phẩm được sử dụng với mục đích giữ cho các mô ở rau, quả chắc và tươi hoặc kết hợp với các chất keo hóa để tạo ra chất gel.

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

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

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

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

- PTWI (Provisional Tolerable Weekly Intake): Lượng ăn vào hàng tuần tạm thời chịu đựng được

- 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 làm rắn chắc được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Muối của calci citrat.

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

1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Nhôm sulfat (khan).

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

1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Nhôm amoni sulfat.

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

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

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các chất làm rắn chắc 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 làm rắn chắc

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất làm rắn chắc 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 làm rắn chắc 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.

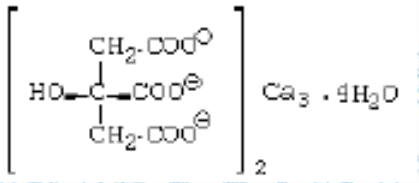
V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

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 CALCI CITRAT

1. Tên khác, chỉ số	INS 333 ADI "không giới hạn"
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Tricalci citrat; Muối Tricalci của acid 2-hydroxy-1,2,3-propantricarboxylic; Muối tricalci của acid β-hydroxy tricarballynic.
Mã số C.A.S.	813-94-5
Công thức phân tử	$C_{12}H_{10}Ca_3O_{14}.4H_2O$
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	570,51
3. Cảm quan	Bột mịn màu trắng, không mùi.
4. Chức năng	Chất làm rắn chắc, đệm, chất tạo phức kim loại.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Rất ít tan trong nước, không tan trong ethanol.
Citrat	Phải có phản ứng đặc trưng của citrat
Calci	Phải có phản ứng đặc trưng của Calci
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	Không thấp hơn 10% và được quá 14% (sấy tại 150°C trong 4 giờ).
Florid	Không được quá 30 mg/kg.
Kiềm tự do và acid tự do	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
Oxalat	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
Chì	Không được quá 2 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_{12}H_{10}Ca_3O_{14}$	Không thấp hơn 97,5% tính theo chế phẩm đã làm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	

Calci	- Thử theo *JECFA monograph 1 - Vol.4* - dung dịch thử được chuẩn bị như sau: nung 0,5 g mẫu thử tại nhiệt độ thấp nhất có thể, làm mát và hòa tan cặn trong 10 ml nước, thêm 1 ml acid acetic băng).
6.2. Độ tinh khiết	
Florid	- Thử theo *JECFA monograph 1 - Vol.4* - Phương pháp I hoặc III.
Kiềm tự do và acid tự do	Cân 1 g mẫu thử, thêm 5 ml nước, lắc đều trong 1 phút và thêm 2 giọt dung dịch phenolphtalein (TS). Dung dịch không được có màu hồng. Thêm 0,5 ml dung dịch natri hydroxyd 0,1 N, dung dịch có màu hồng.
Oxalat	Cân 1 g mẫu thử, hòa tan trong 5 ml dung dịch ấm của acid hydrocloric loãng (TS), lọc hỗn hợp nếu cần. Thêm 2 g natri acetat và pha loãng bằng nước đến đủ 10 ml. Sau 1 giờ, dung dịch không được đục.
Chì	- Thử theo hướng dẫn tại *JECFA monograph 1 - Vol.4*. - Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả trong *JECFA monograph 1 - Vol.4* phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.3. Định lượng	Cân khoảng 350 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước tại 100 ^{o}C trong 4 giờ, hòa tan trong 10 ml nước, 2 ml acid hydrocloric loãng (TS) và pha loãng bằng nước đến đủ 100 ml. Khuấy bằng máy khuấy từ, trong khi khuấy, sử dụng buret thêm khoảng 30 ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M sau đó thêm 15 ml dung dịch natri hydroxyd (TS) và 300 mg chỉ thị xanh da trời hydroxynaphtol. 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 8,303 mg $C_{12}H_{10}Ca_3O_{14}$.

Phụ lục 2
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CALCI CLORID

1. Tên khác, chỉ số	INS 509 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Calci clorid.
Mã số C.A.S.	10043-52-4
Công thức hóa học	Dạng khan: $CaCl_2$ Dạng dihydrat: $CaCl_2.2H_2O$ Dạng hexahydrat: $CaCl_2.6H_2O$
Khối lượng phân tử	Dạng khan: 110,99 Dạng dihydrat: 147,02 Dạng hexahydrat: 219,08
3. Mô tả	Dạng khan: dạng cục dễ chảy rữa hoặc dạng khối xốp, màu trắng. Dạng dihydrat: Dạng mảnh hoặc hạt màu trắng, cứng, dễ chảy rữa. Dạng hexahydrat: Tinh thể không màu rất dễ chảy rữa.
4. Chức năng	Chất làm rắn chắc
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dạng khan: Dễ tan trong nước và trong ethanol Dạng dihydrat: Dễ tan trong nước, tan trong ethanol. Dạng hexahydrat: Tan tốt trong nước và trong ethanol.
Clorid	Phải có phản ứng đặc trưng của clorid.
Calci	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
5.2. Độ tinh khiết	
Kiềm tự do	Không được quá 0,15% tính theo $Ca(OH)_2$.
Muối của Magnesi và kim loại kiềm	Không được quá 5%.
Florid	Không được quá 40 mg/kg.
Chì	Không được quá 2 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $CaCl_2$	Dạng khan: Không được thấp hơn 93% Dạng dihydrat: Không được thấp hơn 99,0% và không được quá 107,0% quy ra $CaCl_2.2H_2O$

Dạng hexahydrat: Không được thấp hơn 98,0% và không được quá 110,0% quy ra $CaCl_2.6H_2O$

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Kiềm tự do

Cân 1 g mẫu thử, hòa tan trong 20 ml nước vừa đun sôi, để nguội, thêm 2 giọt dung dịch phenolphtalein (TS). Nếu dung dịch có màu hồng thì màu hồng này bị mất đi khi thêm 2 ml dung dịch acid hydrocloric 0,02 N.

Muối của Magnesi và kim loại kiềm

Cân 1 g calci clorid khan (hoặc khối lượng dạng hydrat hóa tương đương), hòa tan trong 50 ml nước, thêm 500 mg amoni clorid, lắc đều và đun sôi trong 1 phút. Thêm nhanh 40 ml dung dịch acid oxalic (TS), khuấy đều đến khi kết tủa hoàn toàn. Thêm ngay 2 giọt dung dịch đỏ methyl (TS), thêm từng giọt dung dịch amoniac (TS) đến khi dung dịch bắt đầu kiềm, để nguội dung dịch. Chuyển hỗn hợp vào ống đong 100 ml, pha loãng bằng nước tới 100 ml. Để yên trong 4 giờ hoặc qua đêm, sau đó gạn lấy dịch trong phía trên qua giấy lọc khô. Lấy 50 ml dịch lọc vào một đĩa platin, thêm 0,5 ml acid sulfuric và cho bay hơi hỗn hợp đến gần cạn trên bể cách thủy nước sôi. Cẩn thận cho bay hơi đến khô trên ngọn lửa và tiếp tục đun đến khi các muối amoni bị phân hủy hoàn toàn và bay hơi. Cuối cùng nung cặn tới khối lượng không đổi. Khối lượng cặn không được quá 25 mg.

Florid

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4, phương pháp III.

Chì

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4.

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

6.2. Định lượng

Cân khoảng 1 g (chính xác đến mg) mẫu thử hoặc khối lượng dạng hydrat hóa quy ra tương đương, cho vào cốc thủy tinh 250 ml, hòa tan trong hỗn hợp gồm 5 ml dung dịch acid hydrocloric loãng (TS) và 100 ml nước. Chuyển vào bình định mức 250 ml, pha loãng bằng nước đến vạch. Lấy 50 ml dung dịch này vào một bình nón, thêm 100 ml nước, 15 ml dung dịch natri hydroxyd (TS), 40 mg chỉ thị murexid (amoni purpurat) và 3 giọt dung dịch xanh naphtol (TS) và chuẩn độ với dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05M đến khi dung dịch có màu xanh da trời đậm.

Mỗi ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05M tương đương với 5,55 mg $CaCl_2$; tương đương với 7,35 mg $CaCl_2.2H_2O$; tương đương với 10,95 mg $CaCl_2.6H_2O$.

Phụ lục 3
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NHÔM SULFAT (KHAN)

1. Tên khác, chỉ số	Aluminium sulfate INS 520 PTWI = 1 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Nhôm sulfat.
Mã số C.A.S.	10043-01-3
Công thức hóa học	$Al_2(SO_4)_3$
Khối lượng phân tử	342,13
3. Cảm quan	Bột màu trắng, dạng hình đĩa bóng sáng, hoặc mảnh tinh thể; không mùi.
4. Chức năng	Chất làm rắn chắc.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.
pH	Dung dịch mẫu thử 5% có pH ≥ 2,9.
Nhôm	Phải có phản ứng đặc trưng của nhôm.
Sulfat	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi nung	Không được quá 5,0% (Nung tại 500^{o}C trong 3 giờ).
Các kiềm và kiềm thổ	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
Florid	Không được quá 30 mg/kg.
Selen	Không được quá 30 mg/kg.
Chì	Không được quá 5 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $Al_2(SO_4)_3$	Không thấp hơn 99,5% tính theo chế phẩm sau khi nung.
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	
Các kiềm và kiềm thổ	Thêm vài giọt dung dịch đỏ methyl (TS) vào dung dịch đang sôi gồm 2 g mẫu thử tan trong 150 ml nước. Sau đó thêm dung dịch amoniac (TS) đến khi màu của dung dịch bắt đầu chuyển sang màu vàng rõ rệt. Thêm nước nóng để hiệu chỉnh thể tích về đúng thể tích ban đầu, lọc khi dung dịch

còn nóng. Lấy 75 ml dung dịch này, cho bay hơi đến khô và nung đến khối lượng không đổi. Lượng cặn còn lại không được quá 4 mg (khoảng 0,4%).

Florid

Huyền phù vôi

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

Thiết bị chưng cất

Nối bình cầu cất 125 ml với 1 sinh hàn, đồng thời nối với ống mao quản và nhiệt kế sao cho đầu ống mao quản và nhiệt kế ngập vào dung dịch trong bình. Nối ống mao quản với một phễu nhỏ giọt hoặc bộ phận sinh hơi nước. Để giảm thiểu nền trắng do florid thôi từ thủy tinh, thiết bị cất được xử lý trước như sau: Xử lý tất cả các dụng cụ thủy tinh cần sử dụng với dung dịch natri hydroxyd 10% nóng, tiếp theo xối qua vòi nước và tráng bằng nước cất. Tối thiểu 1 lần/ngày, xử lý thêm bằng cách đun sôi 15-20 ml dung dịch acid sulfuric 1/2 trong hệ thống cất đến khi hệ thống đầy khói acid, để nguội, đổ bỏ acid, tái xử lý với dung dịch natri hydroxyd 10%, tráng rửa toàn bộ hệ thống cất.

Tiến hành thử

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

Nung trong thời gian ngắn tại 600 º và sau đó làm mát và tẩm ướt tro với khoảng 10 ml nước. Đậy đĩa platin bằng mặt kính đồng hồ, cận thận thêm vào lượng đủ acid percloric 60% đủ để hòa tan tro.

	Cho dịch trên đĩa platin qua phễu nhỏ giọt và bình cất có chứa sẵn vài viên bi thủy tinh (tất cả thiết bị cất vừa mới xử lý), lượng acid percloric 60% để hoà tan tro và tráng chuyển dung dịch từ đĩa platin vào phễu không quá 20 ml. Thêm 10 ml nước và vài giọt dung dịch bạc perclorat 1/2 qua phếu nhỏ giọt vào bình. Tiếp tục tiến hành theo hướng dẫn trong chuyên luận thử giới hạn florid, phương pháp I - Phương pháp lên màu với Thori nitrat, bắt đầu từ giai đoạn "Chưng cất đến khi nhiệt độ đạt 135°...".
Selen	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4 - Phương pháp II. - Cân 0,2 g mẫu.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.2. Định lượng	Cân khoảng 4 g (chính xác đến mg) mẫu thử, chuyển vào bình định mức 250 ml. Hòa tan và pha loãng bằng nước đến vạch, lắc đều. Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch này cho vào cốc 250 ml, thêm 25 ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M, đun sôi nhẹ trong 5 phút. Làm mát, và khuấy đều, trong khi khuấy thêm (theo đúng thứ tự) 20 ml dung dịch đệm pH 4,5 (77,1 g amoni acetat và 57 ml acid acetic băng trong 1000 ml), 50 ml ethanol, 2 ml dung dịch dithizon (TS). Chuẩn độ với dung dịch kẽm sulfat 0,05 M đến khi dung dịch chuyển từ màu tím xanh sang màu hồng. Tiến hành làm mẫu trắng song song, dùng 10 ml nước thay cho mẫu. Mỗi ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M tương đương với 8,553 mg $Al_2(SO_4)_3$.

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

1. Tên khác, chỉ số	Calcium sulfate INS 516 ADI không giới hạn
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Calci sulfat.
Chỉ số C.A.S.	7778-18-9
Công thức hóa học	Dạng khan: $CaSO_4$ Dạng dihydrat: $CaSO_4.2H_2O$
Khối lượng phân tử	Dạng khan: 136,14 Dạng dihydrat: 172,18
3. Cảm quan	Bột mịn màu trắng đến trắng vàng, không mùi
4. Chức năng	Chất làm rắn chắc, chất tạo phức kim loại, thức ăn cho nấm men, chất điều hòa cho bột nhào.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Ít tan trong nước, không tan trong ethanol.
Calci	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
Sulfat	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfat.
5.2. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	Dạng khan: Không được quá 1,5% Dạng dihydrat: Không được quá 23% và không nhỏ hơn 19%
Florid	Không được quá 30 mg/kg.
Selen	Không được quá 30 mg/kg.
Chì	Không được quá 2 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $CaSO_4$	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Độ tinh khiết	
Giảm khối lượng khi làm khô	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. Sấy tại 250^o đến khối lượng không đổi.

Florid	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4, Phương pháp I hoặc III.
Selen	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4, Phương pháp II. - Cân 0,2 g mẫu.
Chì	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol.4. - Xác định bằng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp cho hàm lượng quy định. Lựa chọn cỡ mẫu thử và phương pháp chuẩn bị mẫu dựa trên nguyên tắc của phương pháp mô tả tại JECFA monograph 1 - Vol.4 phần các phương pháp phân tích công cụ.
6.2. Định lượng	Cân khoảng 250 mg (chính xác đến mg) mẫu thử đã làm khô hòa tan trong 150 ml nước và 4 ml dung dịch acid hydrocloric loãng, đun sôi nếu cần để hòa tan hoàn toàn, để nguội. Thêm 15 ml dung dịch natri hydroxyd (TS) và 40 mg chỉ thị murexid và 3 ml dung dịch xanh lục naphtol (TS) và chuẩn độ với dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M đến khi dung dịch có màu xanh da trời đậm. Mỗi ml dung dịch dinatri ethylendiamintetraacetat 0,05 M tương đương với 6,807 mg $CaSO_4$.

Phụ lục 5
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NHÔM AMONI SULFAT

1. Tên khác, chỉ số	Ammonium alum; INS 523 PTWI = 1 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Nhôm amoni sulfat.
Mã số C.A.S.	7784-25-0
Công thức hóa học	$AlNH_4(SO_4)_2.12H_2O$
Khối lượng phân tử	453,32
3. Cảm quan	Tinh thể lớn, không màu, hoặc dạng hạt màu trắng, hoặc dạng bột; không mùi.
4. Chức năng	Đệm, tác nhân trung hòa, chất ổn định màu.
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Dễ tan trong nước, không tan trong ethanol.
Nhôm	Phải có phản ứng đặc trưng của nhôm.
Amoni	Phải có phản ứng đặc trưng của amoni.
Sulfat	Phải có phản ứng đặc trưng của sulfat.
5.2. Độ tinh khiết	
Các kiềm và kiềm thổ	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
Florid	Không được quá 30 mg/kg.
Chì	Không được quá 3 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $AlNH_4(SO_4)_2.12H_2O$	Không thấp hơn 99,5% $AlNH_4(SO_4)_2.12H_2O$
6. Phương pháp thử	
6.1. Thử tinh khiết	
Các kiềm và kiềm thổ	Kết tủa hoàn toàn nhôm trong dung dịch gồm 1 g mẫu trong 100 ml nước bằng cách thêm vừa đủ dung dịch amoniac (TS) để kiềm hóa nhẹ dung dịch, thử bằng dung dịch đỏ methyl (TS) và lọc. Cho bay hơi dịch lọc đến khô và nung đến khối lượng không đổi. Lượng cặn còn lại không được quá 5 mg.

Florid

Huyền phù vôi

Cho cẩn thận, từ từ khoảng 56 g calci oxyd (có hàm lượng clorid thấp - khoảng 2 mg/kg) vào 250 ml nước, thêm từ từ 250 ml acid percloric 60% vào, khuấy đều. Thêm vài viên bi thủy tinh, đun nóng đến khi khói acid percloric bay ra nhiều, làm mát, thêm 200 ml nước và tiếp tục đun. Lặp lại quá trình pha loãng này thêm 1 lần, để nguội và lọc nếu có kết tủa silic dioxyd. Rót dịch lọc trong, vừa rót vừa khuấy vào 1000 ml dung dịch natri hydroxyd 1/10, để kết tủa lắng xuống, gạn bỏ lớp dịch trong. Loại muối natri ra khỏi tủa bằng cách rửa 5 lần trong bình ly tâm lớn, mỗi lần rửa lắc mạnh. Cuối cùng lắc kết tủa thành huyền phù và pha loãng đến 2000 ml. Bảo quản huyền phù trong chai có nút gắn parafin, trước khi dùng cần lắc đều.(100 ml huyền phù này được xem như mẫu trắng chứa flor ở mức không đáng kể khi cô, cất và chuẩn độ theo JECFA monograph 1 - vol. 4, chuyên luận thử giới hạn Florid, phương pháp 1 - Phương pháp so màu dùng thuốc thử Thori nitrat) .

Tiến hành thử

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

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

Chì

- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1 - vol. 4.

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

6.2. Định lượng

Cân khoảng 1 g (chính xác đến mg) mẫu thử. Hòa tan trong 50 ml nước, thêm 50 ml dung dịch EDTA 0,05 M và 20 ml dung dịch đệm pH 4,5 (77,1 g amoni acetat và 57 ml acid acetic băng trong 1000 ml), đun sôi nhẹ trong 5 phút. Làm mát, thêm 50 ml ethanol, 2 ml dung dịch dithizon (TS). Chuẩn độ với dung dịch kẽm sulfat 0,05 M đến khi dung dịch có màu hồng nhạt. Tiến hành làm mẫu trắng song song.

Mỗi ml dung dịch EDTA 0,05 M tương đương với 22,67 mg $AlNH_4(SO_4)_2.12H_2O$.

Phụ lục 8
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI NHÔM SILICAT

1. Tên khác, chỉ số	Aluminium silicate; Cao lanh nhẹ (hoặc nặng) INS 559 PTWI = 1 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	Là nhôm silicat hydrat hóa có trong tự nhiên, loại phần lớn các tạp chất bằng cách gạn rửa và sấy khô. Chế phẩm thương mại còn được phân loại dựa trên có tiêu chí về clorid, tạp chất, cỡ hạt, giảm khối lượng khi làm khô, giảm khối lượng khi nung và giá trị pH.
3. Mô tả	Bột mềm, hơi trắng, không có sạn, không mùi.
4. Chức năng	Chất làm rắn chắc.
5. Tính chất	
5.1. Định tính	
Độ tan	Không tan trong nước và ethanol và các acid vô cơ.
Tính dẻo	Lấy 8 g mẫu thử thêm 5 ml nước và trộn đều. Hỗn hợp phải có tính dẻo.
Silicat	Phải có phản ứng đặc trưng của silicat
Nhôm	Phải có phản ứng đặc trưng của nhôm
5.2. Độ tinh khiết	
Các chất tan trong nước	Không được quá 0,3 %.
Các chất tan trong acid	Không được quá 2 %.
Amiăng	Không được có.
Chì	Không được quá 5 mg/kg.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
Silicat	Cân khoảng 500 mg mẫu thử, trộn với trong khoảng 200 mg natri carbonat khan và 2 g kali carbonat khan, đun nóng hỗn hợp trên chén nung bằng platin hoặc niken đến khi hỗn hợp chảy hoàn toàn. Để nguội và thêm 5 ml nước, để yên trong 3 phút. Đun nhẹ đáy chén nung để tách phần bị nung chảy ra khỏi chén. Dùng 50 ml nước để tráng và chuyển phần này vào cốc. Thêm acid hydrocloric vào đến khi không còn sủi bọt, sau đó thêm dư 10 ml acid hydrocloric, cho bay hơi hỗn hợp đến khô trên bể cách thủy nước sôi. Làm mát và thêm 20 ml nước, đun sôi và lọc hỗn hợp qua giấy lọc không tro. Cặn silica không tan sẽ bị giữ lại trên giấy lọc (*chú ý giữ lại phần dịch lọc để thử nhôm*). Chuyển

phần cặn keo vào một đĩa platin và thêm cẩn thận 5 ml acid hydrofloric (*Cảnh báo: acid hydrofloric rất độc, có tính ăn mòn, không được để tiếp xúc với da. Tiến hành thao tác trong tủ hood*). Tủa rắn sẽ bị hòa tan (nếu không tan lặp lại quá trình cho bay hơi với acid hydrofloric. Đun nóng và giữ một đũa thủy tinh (đầu đũa có 1 giọt nước) trong luồng hơi thoát ra. Giọt nước ở đầu đũa sẽ trở nên đục.

Nhôm

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

6.2. Độ tinh khiết

Các chất tan trong nước

Cân 5 g (chính xác đến mg) mẫu thử, đun sôi với 50 ml nước trong 30 phút, bổ sung nước dần dần để giữ thể tích không đổi. Lọc và cho bay hơi dịch lọc đến khô, sấy tại 105^{o} trong 1 giờ và cân.

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

Trong đó:

m = Khối lượng cặn (mg)

W = khối lượng mẫu thử (g).

Các chất tan trong acid

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

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

Trong đó:

m = Khối lượng cặn (mg)

W = khối lượng mẫu thử (g).

Amiăng

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

Chì

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

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