

BỘ Y TẾ**CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM****Độc lập - Tự do - Hạnh phúc**

Số: 23/2010/TT-BYT

Hà Nội, ngày 20 tháng 5 năm 2010

THÔNG TƯ**Ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia
về phụ gia thực phẩm - Chất chống oxy hóa**

Căn cứ Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật ngày 29 tháng 6 năm 2006 và Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật;

Căn cứ Pháp lệnh Vệ sinh an toàn thực phẩm ngày 07 tháng 8 năm 2003 và Nghị định số 163/2004/NĐ-CP ngày 07 tháng 9 năm 2004 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Pháp lệnh Vệ sinh an toàn thực phẩm;

Căn cứ Nghị định số 188/2007/NĐ-CP ngày 27 tháng 12 năm 2007 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Y tế;

Theo đề nghị của Cục trưởng Cục An toàn vệ sinh thực phẩm, Vụ trưởng Vụ Khoa học và Đào tạo, Vụ trưởng Vụ Pháp chế,

QUY ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành kèm theo Thông tư này:

QCVN 4-6: 2010/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phụ gia thực phẩm - Chất chống oxy hóa.

Điều 2. Thông tư này có hiệu lực từ ngày 01 tháng 01 năm 2011.

Điều 3. Cục trưởng Cục An toàn vệ sinh thực phẩm, Thủ trưởng các đơn vị thuộc Bộ Y tế, các đơn vị trực thuộc Bộ Y tế; Giám đốc Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc Trung ương và các tổ chức, cá nhân có liên quan chịu trách nhiệm thi hành Thông tư này. /.

KT. BỘ TRƯỞNG**THỨ TRƯỞNG****Trịnh Quân Huân**

QCVN 4-6: 2010/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT CHỐNG OXY HÓA**

National technical regulation on Food additives – Antioxidant agents

Lời nói đầu

QCVN 4-6: 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 23/2010/TT-BYT ngày 20 tháng 5 năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ PHỤ GIA THỰC PHẨM - CHẤT CHỐNG OXY HÓA
National technical regulation on Food additives – Antioxidant 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 chống oxy hóa 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 chống oxy hóa 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 chống oxy hóa: là phụ gia thực phẩm được sử dụng với mục đích chống lại sự hư hỏng của thực phẩm do bị oxy hóa (như ôi khét của mỡ, thay đổi màu sắc) nhằm kéo dài thời hạn sử dụng của thực phẩm.

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

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

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

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

3.6. 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 chống oxy hóa 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 ascorbic.
- 1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với natri ascorbat.
- 1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với calci ascorbat.
- 1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với ascorbyl palmitat.
- 1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với ascorbyl stearat.
- 1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với acid erythorbic.
- 1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dl- α -tocopherol.
- 1.8. Phụ lục 8: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với propyl galat.
- 1.9. Phụ lục 9: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với nhựa gaiac.
- 1.10. Phụ lục 10: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với tert-butylhydroquinon.
- 1.11. Phụ lục 11: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với butylhydroxyanisol.
- 1.12. Phụ lục 12: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với butylhydroxytoluen.
- 1.13. Phụ lục 13: Quy định kỹ thuật và phương pháp thử đối với dilauryl thiodipropionat.

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 chống oxy hóa 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 chống oxy hóa

Việc kiểm tra chất lượng, vệ sinh an toàn đối với các chất chống oxy hóa 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.

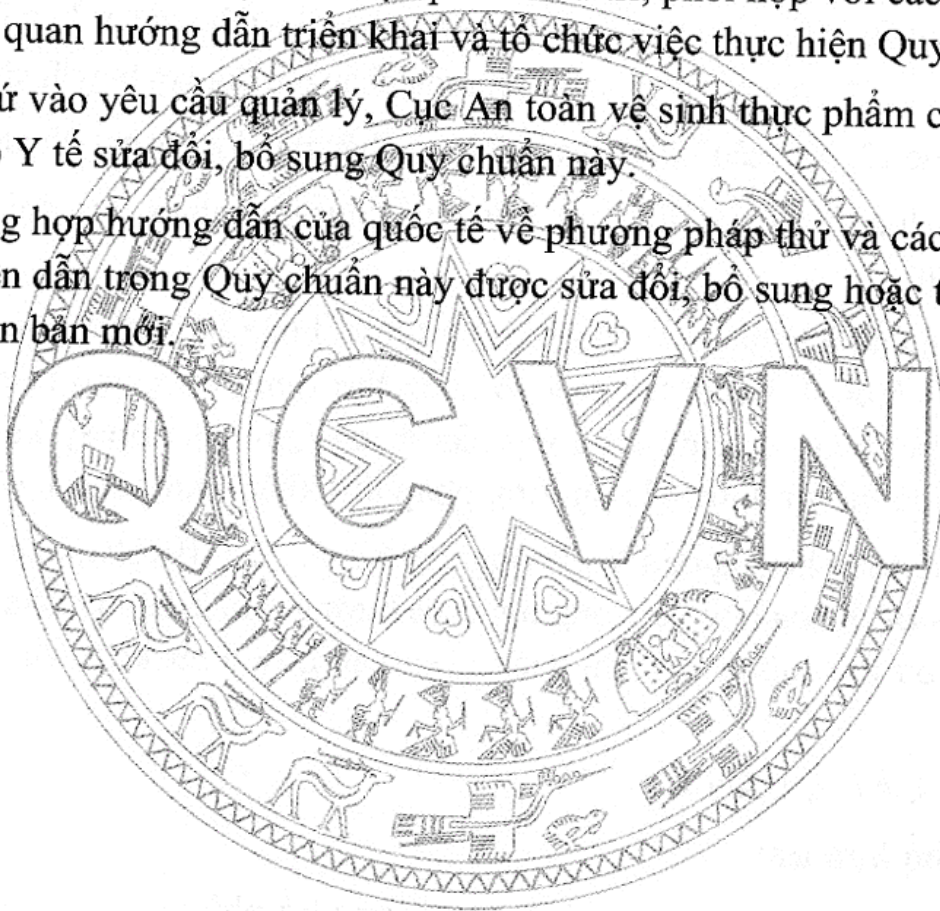
2. Tổ chức, cá nhân chỉ được nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các chất chống oxy hóa sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn, ghi nhãn phù hợp với các quy định của pháp luật.

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.

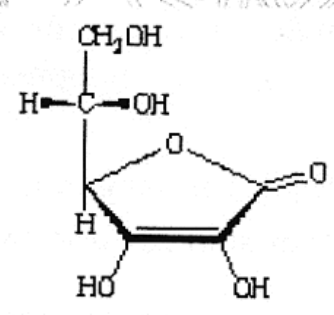
2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

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 ASCORBIC

1. Tên khác, chỉ số	Vitamin C INS 300 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	L-ascorbic acid; ascorbic acid; 2,3-didehydro-L-threo-hexono-1,4-lacton; 3-keto-L-gulouranolacton
<i>Mã số C.A.S.</i>	50-81-7
<i>Công thức phân tử</i>	$C_6H_8O_6$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	176,13
3. Cảm quan	Bột tinh thể trắng hoặc hơi vàng, không mùi, điểm nóng chảy khoảng 190°C kèm theo phân hủy.
4. Chức năng	Chất chống oxy hóa
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, ít tan trong ethanol, không tan trong ether.
<i>Phản ứng màu</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
<i>Phản ứng khử</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 0,4%.

<i>Góc quay cực riêng</i>	$[\alpha]_D^{25}$ trong khoảng $+20,5^\circ$ và $+21,5^\circ$.
<i>pH</i>	2,4 – 2,8 (Dung dịch 1/50).
<i>Tro sulfat</i>	Không được quá 0,1%.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_6H_8O_6$	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phản ứng màu

Lấy 2 ml dung dịch mẫu thử 2,0% trong nước, thêm 2 ml nước, 0,1 g natri hydrocarbonat và khoảng 0,02 g sắt II sulfat. Lắc đều và để yên. Dung dịch sẽ có màu tím đậm, màu tím sẽ mất khi thêm 5 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TS).

Phản ứng khử

Dung dịch mẫu thử trong nước sẽ khử ngay dung dịch kali permanganat (TS) mà không cần đun nóng, sản phẩm thu được là kết tủa màu nâu.

Dung dịch mẫu thử trong cồn sẽ làm mất màu của dung dịch 2,6-diclorophenol indophenol (TS).

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4

- Làm khô trên acid sulfuric trong chân không, trong 24 giờ.

Chì

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

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

6.3. Định lượng

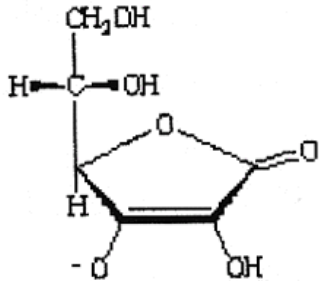
Cân 0,4 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trong bình hút ẩm môi trường chân không trên acid sulfuric trong 24 giờ, hòa tan trong 100 ml nước không có carbon dioxyd và 25 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TS). Chuẩn độ dung dịch này với dung dịch iod 0,1 N, khi gần đạt điểm kết thúc chuẩn độ thêm chỉ thị là vài giọt dung dịch hồ tinh bột (TS) và chuẩn độ tiếp đến khi đạt điểm kết thúc.

Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 8,806 mg $C_6H_8O_6$.

19600476

Phụ lục 2

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

1. Tên khác, chỉ số	INS 301 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Natri L-ascorbat; Natri ascorbat; Natri 2,3-didehydro-L-threo-hexono-1,4-lacton enolat; Natri 3-keto-L-gulofuranolacton enolat.
<i>Mã số C.A.S.</i>	134-03-2
<i>Công thức phân tử</i>	$C_6H_7O_6Na$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	198,11
3. Cảm quan	Bột tinh thể trắng hoặc gân như trắng, không mùi, sẽ bị sẫm màu khi để ngoài ánh sáng.
4. Chức năng	Chất chống oxy hóa
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, tan rất ít trong ethanol.
<i>Ascorbat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của ascorbat.
<i>Natri</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của natri.
<i>Phản ứng khử</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 0,25%.
<i>Góc quay cực riêng</i>	Dung dịch mẫu thử trong nước nồng độ 10% (kl/tt) có $[\alpha]_{25}^D$ trong khoảng $+103^\circ$ và $+108^\circ$.

<i>pH</i>	6,5 - 8,0 (Dung dịch 1/10).
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_6H_7O_6Na$	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

<i>Natri</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 - Chuẩn bị dịch thử: nung mẫu thử, acid hóa cạn bằng dung dịch acid acetic loãng (TS), lọc nếu cần.
<i>Phản ứng khử</i>	Dung dịch mẫu thử sẽ làm mất màu của dung dịch 2,6-diclorophenol indophenol (TS).

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 bình chân không, trong 24 giờ.
------------------------------------	---

<i>Chì</i>	- 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 trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 phần các phương pháp phân tích công cụ).
------------	--

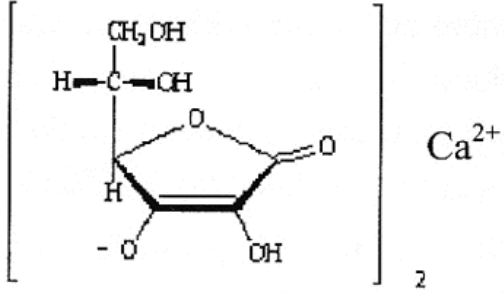
6.3. Định lượng

Cân 0,4 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô, hòa tan trong 100 ml nước không có carbon dioxyd và 25ml dung dịch acid sulfuric loãng (TS). Chuẩn độ dung dịch này với dung dịch iod 0,1 N, khi gần đạt điểm kết thúc chuẩn độ thêm chỉ thị là vài giọt dung dịch hồ tinh bột (TS) và chuẩn độ tiếp đến khi đạt điểm kết thúc.

Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 9,905 mg $C_6H_7O_6Na$.

Phụ lục 3

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

1. Tên khác, chỉ số	INS 302 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Calci ascorbat dihydrat; Muối calci của acid 2,3-didehydro-L-threo-hexono-1,4-lacton dehydrat.
<i>Mã số C.A.S.</i>	5743-27-1
<i>Công thức phân tử</i>	$C_{12}H_{14}O_{12}Ca \cdot 2H_2O$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	426,35
3. Cảm quan	Bột tinh thể không mùi, màu trắng hoặc hơi vàng.
4. Chức năng	Chất chống oxy hóa
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Tan trong nước, rất ít tan trong ethanol, không tan trong ether.
<i>Calci</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của calci.
<i>Góc quay cực riêng</i>	Dung dịch mẫu thử trong nước nồng độ 5% (kl/kl) có $[\alpha]_{25}^D$ trong khoảng $+95^\circ$ đến $+97^\circ$.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>pH</i>	6,0 - 7,5 (Dung dịch 1/10).
<i>Florid</i>	Không được quá 10,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_{12}H_{14}O_{12}Ca.2H_2O$ Không thấp hơn 98,0% $C_{12}H_{14}O_{12}Ca.2H_2O$.

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Florid

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

Chì

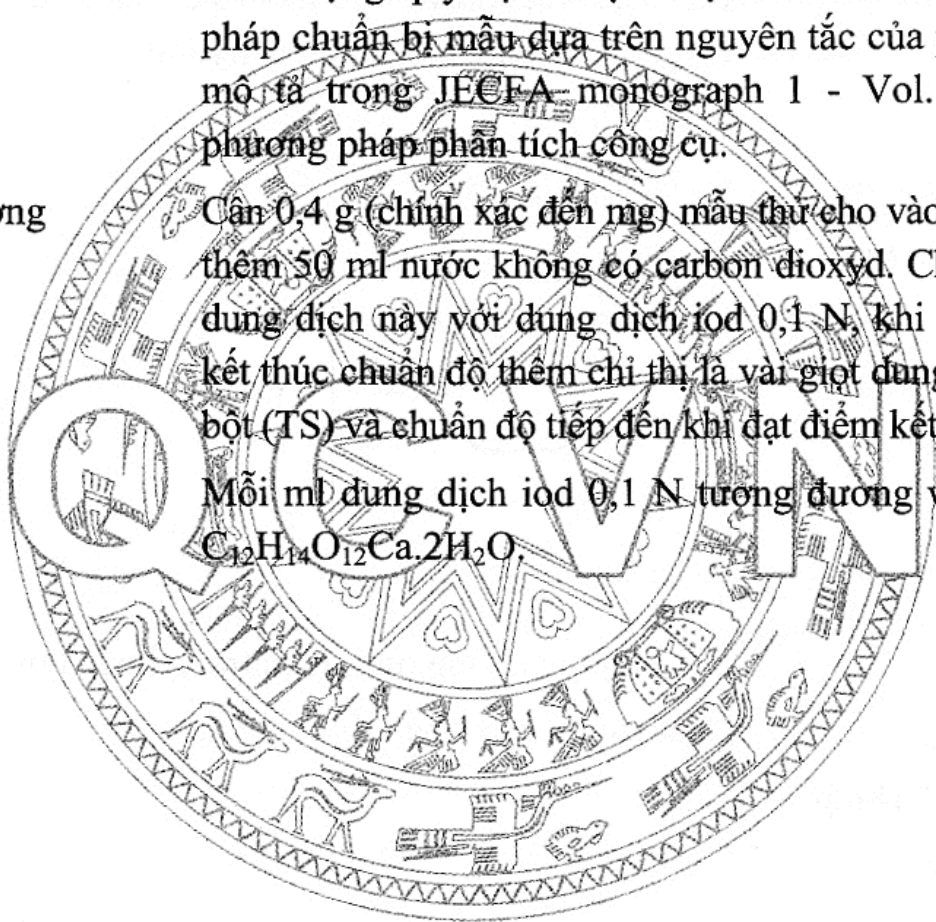
- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

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

6.2. Định lượng

Cân 0,4 g (chính xác đến mg) mẫu thử cho vào bình 250 ml, thêm 50 ml nước không có carbon dioxyd. Chuẩn độ ngay dung dịch này với dung dịch iod 0,1 N, khi gần đạt điểm kết thúc chuẩn độ thêm chỉ thị là vài giọt dung dịch hồ tinh bột (TS) và chuẩn độ tiếp đến khi đạt điểm kết thúc.

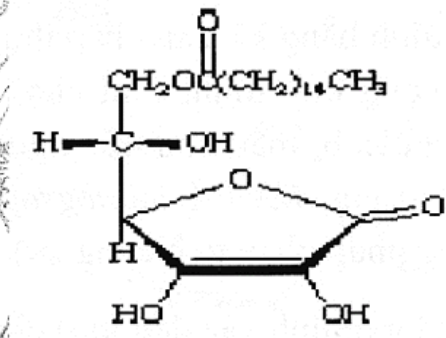
Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 10,66 mg $C_{12}H_{14}O_{12}Ca.2H_2O$.



093.004.76

Phụ lục 4

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI ASCORBYL PALMITAT

1. Tên khác, chỉ số	Vitamin C palmitate INS 304 ADI = 1-1,25 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	L-ascorbyl palmitat; Ascorbyl palmitat; Natri 2,3-didehydro-L-threo-hexono-1,4-lacton-6-palmitat; 6-palmitoyl-3-keto-L-gulofuranolacton.
<i>Công thức phân tử</i>	$C_{22}H_{38}O_7$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	414,55
3. Cảm quan	Dạng rắn màu trắng đến trắng vàng, có mùi giống quả họ cam, chanh.
4. Chức năng	Chất chống oxy hóa
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Rất ít tan trong nước, dễ tan trong ethanol.
<i>Khoảng nóng chảy</i>	107°C - 117°C.
<i>Phản ứng khử</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 2,0%.
<i>Góc quay cực riêng</i>	Dung dịch mẫu thử trong nước nồng độ 10% (kl/tt) có $[\alpha]_{25}^D$ trong khoảng +21° và +24°.

<i>Tro sulfat</i>	Không được quá 0,1%
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_{22}H_{38}O_7$	Không thấp hơn 95,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phản ứng khử Dung dịch mẫu thử trong cồn sẽ làm mất màu của dung dịch 2,6-diclorophenol indophenol (TS).

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô - Thử theo *JECFA monograph 1 - Vol. 4*

- Làm khô tại 56-60° trong chân không, trong 1 giờ.

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

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

6.3. Định lượng

Cân 0,8 g (chính xác đến mg) cho vào hỗn hợp gồm 50ml nước không có carbon dioxyd, 50 ml cloroform và 25 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TS). Chuẩn độ ngay dung dịch này với dung dịch iod 0,1 N (chú ý cần lắc đều hỗn hợp), khi gần đạt điểm kết thúc chuẩn độ thêm chỉ thị là vài giọt dung dịch hồ tinh bột (TS) và chuẩn độ tiếp đến khi đạt điểm kết thúc.

Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 20,73 mg $C_{22}H_{38}O_7$.

Phụ lục 5

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI ASCORBYL STEARAT

1. Tên khác, chỉ số Vitamin C stearate
INS 305
ADI = 1 - 1,25 mg/kg thể trọng

2. Định nghĩa

Tên hóa học

L-ascorbyl stearat; Ascorbyl stearat; Natri 2,3-didehydro-L-threo-hexono-1,4-lacton-6-stearat; 6-stearoyl-3-keto-L-gulofuranolacton.

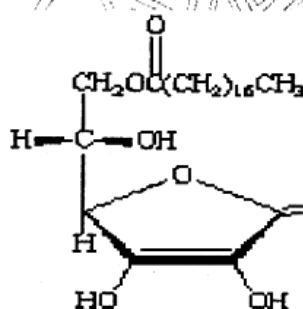
Công thức phân tử

$C_{24}H_{42}O_7$

Mã số C.A.S.

25395-66-8

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 442,6

3. Cảm quan

Dạng rắn màu trắng đến trắng vàng, có mùi giống quả họ cam, chanh

4. Chức năng

Chất chống oxy hóa

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan

Không tan trong nước, tan trong ethanol.

Khoảng nóng chảy

Khoảng 116°C.

Phản ứng khử

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

5.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

Không được quá 2,0%.

Tro sulfat

Không được quá 0,1%.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng Không thấp hơn 95,0%.

$C_{24}H_{42}O_7$

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phản ứng khử

Dung dịch mẫu thử trong cồn sẽ làm mất màu của dung dịch thuốc thử 2,6-diclorophenol indophenol (TS).

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

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

- Làm khô tại 56 - 60° trong chân không, trong 1 giờ.

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 cơ 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).

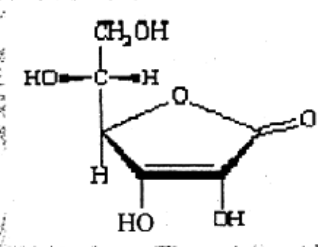
6.3. Định lượng

Cân 0,8 g (chính xác đến mg) cho vào hỗn hợp gồm 50 ml nước không có carbon dioxyd, 50 ml cloroform và 25 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TS). Chuẩn độ ngay dung dịch này với dung dịch iod 0,1 N (chú ý cần lắc đều hỗn hợp), khi gần đạt điểm kết thúc chuẩn độ thêm chỉ thị là vài giọt dung dịch hồ tinh bột (TS) và chuẩn độ tiếp đến khi đạt điểm kết thúc.

Mỗi ml dung dịch iod 0,1 N tương đương với 22,13 mg $C_{24}H_{42}O_7$.

Phụ lục 6

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

1. Tên khác, chỉ số	Acid erythorbic, Acid D-araboascorbic INS 315 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	Acid D-erythro-hex-2-enoic deltalacton, Acid isoascorbic, Acid D- isoascorbic
<i>Mã số C.A.S.</i>	89-65-9
<i>Công thức phân tử</i>	$C_6H_8O_6$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	176,13
3. Mô tả	Dạng tinh thể trắng hoặc hơi vàng, ngả màu sẫm khi để ngoài ánh sáng.
4. Chức năng	Chất chống oxy hóa
5. Tính chất	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Dễ tan trong nước, tan trong ethanol.
<i>Khoảng nóng chảy</i>	Khoảng 164°C - 172°C, kèm theo phân hủy.
<i>Thử ascorbat</i>	Phải có phản ứng đặc trưng của ascorbat.
<i>Phản ứng khử</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	Không được quá 0,4%.
<i>Góc quay cực riêng</i>	$[\alpha]_{25}^D$ trong khoảng -16,5° và -18,0°.
<i>Tro sulfat</i>	Không được quá 0,3%.

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

5.3. Hàm lượng $C_6H_8O_6$ Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phản ứng khử

Dung dịch mẫu thử trong nước sẽ khử ngay dung dịch kali permanganat (TS) mà không cần đun nóng, sản phẩm thu được là kết tủa màu nâu.

Dung dịch mẫu thử trong cồn sẽ làm mất màu của dung dịch 2,6-diclorophenol indophenol (TS).

6.2. Độ tinh khiết

Giảm khối lượng khi làm khô

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

- Làm khô dưới áp suất giảm, trên silicagel và trong 3 giờ.

Tro sulfat

- Thử theo *JECFA monograph 1 - Vol. 4*, Phương pháp I.

- Cân 1g mẫu thử.

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

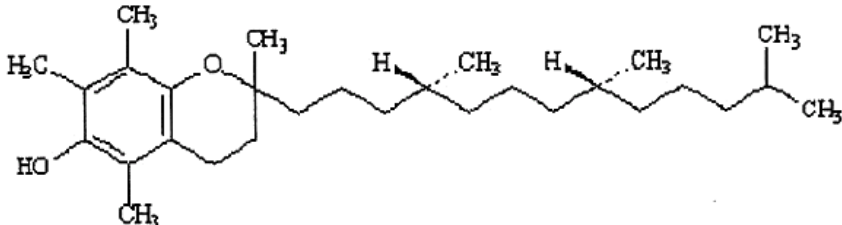
6.3. Định lượng

Cân 0,4 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được làm khô trước, hòa tan trong 100 ml nước không có dioxyd carbon và 25 ml dung dịch acid sulfuric loãng (TS). Chuẩn độ ngay dung dịch này bằng dung dịch iod 0,1 N, khi gần đạt điểm kết thúc chuẩn độ thêm chỉ thị là vài giọt dung dịch hồ tinh bột (TS) và chuẩn độ tiếp đến khi đạt điểm kết thúc.

Mỗi ml dung dịch iod 0,1N tương đương với 8,806 mg $C_6H_8O_6$.

Phụ lục 7

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI dl- α -TOCOPHEROL

1. Tên khác, chỉ số	Vitamin E INS 307c ADI = 0,15 - 2 mg/kg thể trọng đối với dl-alpha-, & d-alpha-tocopherol, đơn chất hoặc kết hợp.
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	dl-5,7,8-Trimethyltolcol, dl-2,5,7,8-tetramethyl-2-(4',8',12'-trimethyltridecyl)-6-cromanol
<i>Mã số C.A.S.</i>	Không số đăng ký C.A.S. Xác định đơn lẻ đối với chế phẩm này. vitamin E: 59-02-9 alpha-tocopherol: 1406-18-4 all-rac-alpha-tocopherol: 2074-53-5 racemic-alpha-tocopherol được tổng hợp từ phytol tự nhiên hoặc dẫn chất của nó: 10191-40-0.
<i>Công thức hóa học</i>	$C_{29}H_{50}O_2$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	430,71
3. Cảm quan	Dạng dầu sánh, trong, gần như không mùi, vàng nhạt tới hổ phách (Khi bị oxy hóa, đen dần trong không khí và để ngoài ánh sáng)
4. Chức năng	Chất chống oxy hóa
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Không tan trong nước, dễ tan trong ethanol, hòa lẫn được với ether.

<i>Góc quay cực riêng</i>	$[\alpha]_D^{20} : 0^\circ \pm 0,05^\circ$ (dung dịch 1/10 trong cloroform)
<i>Quang phổ</i>	Dung dịch trong ethanol tuyệt đối có cực đại hấp thụ ở khoảng 292 nm.
<i>Phản ứng màu</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử)
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Chỉ số khúc xạ</i>	$n(20, D) : 1,503 - 1,507$
<i>Quang phổ</i>	E (1%, 1 cm) (292 nm): 71 - 76 (dung dịch 0,01g trong 200ml ethanol tuyệt đối).
<i>Tro sulfat</i>	Không được quá 0,1%.
<i>Độ acid</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 dl-alpha-tocopherol	Không được nhỏ hơn 96,0% và không được quá 102,0%.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phản ứng màu Hòa tan khoảng 0,01g mẫu thử trong 10 ml ethanol tuyệt đối. Vừa thêm 2,0 ml acid nitric vừa lắc và đun nóng ở khoảng 75°C trong 15 phút. Xuất hiện màu đỏ tươi tới màu da cam.

6.2. Độ tinh khiết

Tro sulfat - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, Phương pháp II
- Tiến hành thử với 1 g mẫu thử.

Độ acid Hòa tan 1 g mẫu thử trong 25 ml hỗn hợp đồng thể tích ethanol và ether đã được trung tính hóa đối với phenolphthalein (TS) bằng natri hydroxyd 0,1 N, thêm 0,5 ml phenolphthalein (ES), và chuẩn độ bằng natri hydroxyd 0,1 N tới khi dung dịch duy trì màu hồng nhạt sau khi lắc 30 giây. Lượng dung dịch natri hydroxyd 0,1 N tiêu thụ không được nhiều hơn 1,0 ml.

Chì - Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.
- Sử dụng kỹ thuật hấp thụ nguyên tử thích hợp với hàm lượng quy định để xác 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

Phương pháp sắc ký khí lỏng

Thuốc thử và dung dịch

Dung dịch chuẩn nội: Chuẩn bị dung dịch trong n-hexan chứa 3 mg hexadecyl hexadecanoat, cân chính xác, trong một ml.

Dung dịch chuẩn: hòa tan khoảng 30 mg Alpha Tocopherol chuẩn đối chiếu USP hay tương đương, cân chính xác, trong 10,0 ml dung dịch chuẩn nội.

Dung dịch thử: hòa tan khoảng 30 g mẫu thử cân chính xác, trong 10,0 ml dung dịch chuẩn nội.

Hệ thống sắc ký

Dùng máy sắc ký khí có detector ion hóa ngọn lửa và hệ tiêm mẫu qua ống thủy tinh hoặc tiêm mẫu vào thẳng cột. Trong điều kiện điển hình, thiết bị gồm cột thủy tinh borosilicat 2-m × 4-mm nhồi diatomit 80-120 mesh cho sắc ký đã silan hóa, rửa acid-base và tẩm 2% methylpolysiloxan. Cột được duy trì đẳng nhiệt trong khoảng 240°C và 260°C, buồng tiêm khoảng 290°C, và detector khoảng 300°C. Điều chỉnh tốc độ khí mang khô để thu được pic hexadecyl hexadecanoat ở khoảng 18 tới 20 phút sau khi bơm mẫu khi dùng cột 2%, hoặc 30 tới 32 phút khi dùng cột 5%. (CHI Y Xử lý và luyện cột nếu cần)

Tính phù hợp của hệ thống

Chạy sắc ký một số vừa đủ mẫu tiêm hỗn hợp trong n-hexan của 1 mg/ml mỗi chất Alpha Tocopherol chuẩn đối chiếu và Alpha Tocopheryl Acetat chuẩn đối chiếu, như chỉ dẫn trong phần chuẩn hóa, để đảm bảo rằng độ phân giải, R, không được nhỏ hơn 1,0.

Chuẩn hóa

Chạy sắc ký liên tiếp những lượng 2- tới 5- μ L dung dịch chuẩn tới khi hệ số đáp ứng tương đối F không đổi (tức

là, thay đổi trong khoảng 2%) đối với ba lần tiêm lặp lại liên tiếp. Nếu dùng tích phân, điều chỉnh thiết bị để thu được ít nhất pic hexadecyl hexadecanoat nằm trong khoảng tối đa là 70% thang ghi. Đo diện tích các pic chính xuất hiện tại thời gian lưu tương đối khoảng 0,51 (alpha-tocopherol) và 1,00 (hexadecyl hexadecanoat), và ghi giá trị lần lượt là A_c và A_1 . Tính hệ số đáp ứng tương đối, F , theo công thức:

$$(A_c/A_1) \times (C_1/C_c)$$

Trong đó:

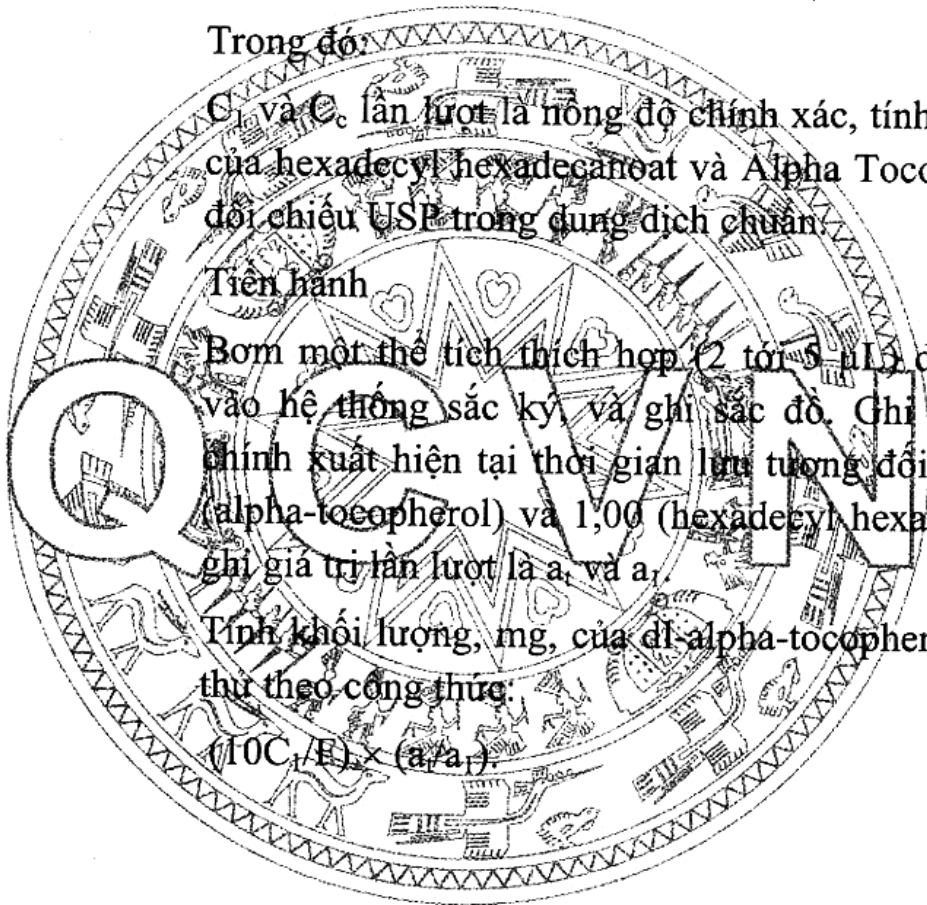
C_1 và C_c lần lượt là nồng độ chính xác, tính bằng mg/ml, của hexadecyl hexadecanoat và Alpha Tocopherol chuẩn đối chiếu USP trong dung dịch chuẩn.

Tiến hành

Bơm một thể tích thích hợp (2 tới 5 μ l) dung dịch thử vào hệ thống sắc ký, và ghi sắc đồ. Ghi diện tích pic chính xuất hiện tại thời gian lưu tương đối khoảng 0,51 (alpha-tocopherol) và 1,00 (hexadecyl hexadecanoat), và ghi giá trị lần lượt là a_1 và a_c .

Tính khối lượng, mg, của dl-alpha-tocopherol trong mẫu thử theo công thức:

$$(10C_c/F) \times (a_1/a_c)$$



Phụ lục 8

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI PROPYL GALAT

1. Tên khác, chỉ số INS 310
ADI = 0 – 1,4 mg/kg thể trọng

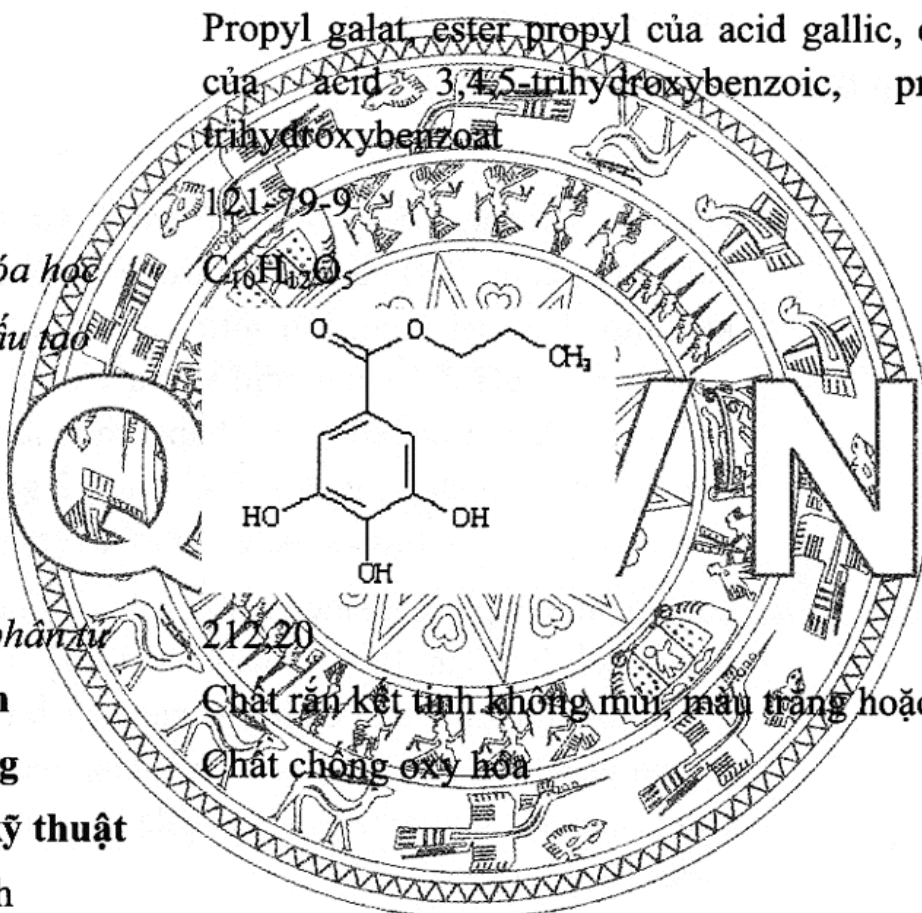
2. Định nghĩa

Tên hóa học Propyl galat, ester propyl của acid gallic, ester n-propyl của acid 3,4,5-trihydroxybenzoic, propyl 3,4,5-trihydroxybenzoat

Mã số C.A.S. 101-79-9

Công thức hóa học $C_{16}H_{20}O_7$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 212,20

3. Cảm quan Chất rắn kết tinh không mùi, màu trắng hoặc trắng ngà.

4. Chức năng Chất chống oxy hóa

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Tan ít trong nước, dễ tan trong ethanol, ether và propan-1,2-diol.

Khoảng nóng chảy 146° - 150°C sau khi làm khô.

Acid galic Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).

Sắc ký lớp mỏng - tách các ester galat Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).

5.2. Độ tinh khiết

Mất khối lượng khi làm khô Không được quá 0,5%.

khô

<i>Tro sulfat</i>	Không được quá 0,1%
<i>Hợp chất hữu cơ Clor hóa</i>	Không được quá 100,0 mg/kg tính theo clor.
<i>Acid tự do</i>	Không được quá 0,5% tính theo acid galic.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_{10}H_{12}O_5$	Không được nhỏ hơn 98,0% và không lớn hơn 102,0% tính theo chế phẩm khô.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Acid galic

Hòa tan khoảng 0,5 g mẫu thử trong 10 ml dung dịch natri hydroxyd (TS) và đun sôi trong 30 phút dưới luồng khí nito. Duy trì dòng khí nito, làm nguội hỗn hợp và acid hóa tới pH 2-3 bằng acid sulfuric (TS). Lọc tủa qua phễu lọc thủy tinh xốp, rửa bằng một lượng tối thiểu nước và sau đó làm khô ở 110°C trong 2 giờ. Điểm chảy của acid galic thu được khoảng 240°C kèm phân hủy.

Sắc ký lớp mỏng các ester galat

Dùng bản mỏng trắng silica gel G. Chuẩn bị dung dịch thử bằng cách hòa tan 10 mg mẫu thử trong 10 ml ethanol. Chuẩn bị dung dịch đối chứng A bằng cách hòa tan 10 mg propyl galat trong 10 ml ethanol và dung dịch đối chứng B bằng cách hòa tan 10 mg propyl galat và 10 mg octyl galat trong 10 ml ethanol.

Chấm 5 μ L mỗi dung dịch lên bản mỏng. Triển khai sắc ký khoảng 15 cm kể từ điểm xuất phát dùng dung môi triển khai gồm acid acetic băng, ether dầu hỏa và toluen (1:2:2).

Để khô bản mỏng ngoài không khí. Phun lên bản mỏng dung dịch chỉ thị acid phosphomolybdic 20% (kl/tt) trong ethanol tới khi nhuộm màu vàng bền.

Kiểm tra dưới ánh sáng thường. Sau vài phút, có sự chuyển màu dần thành màu xanh lơ. Sau 5 tới 10 phút để bản mỏng thấm hơi amoniac tới khi nền có màu trắng.

Kiểm tra dưới ánh sáng thường. Vết chính của dung dịch thử tương ứng với vết propyl galat của các dung dịch đối chứng. Độ phân giải thích hợp giữa vết của propyl và octyl galat được xác định dựa vào dung dịch đối chứng B.

6.2. Độ tinh khiết

Mất khối lượng khi làm khô

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4
- Sấy tại 110°C trong 4 giờ.

Chú ý: Nên cho thông gió trong quá trình sấy.

Tro sulfat

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, Phương pháp I
- Cân 2 g mẫu thử.

Hợp chất hữu cơ Clor hóa

Hòa tan 1 g mẫu thử trong 10 ml natri hydroxyd 0,1 N. Acid hóa bằng acid nitric (TS) và lọc lấy tủa. Trộn tủa với 2 g calci carbonat, làm khô hỗn hợp và nung. Hòa tan cân trong 20 ml acid nitric loãng (TS) và lọc. Trộn dung dịch này với 0,5 ml bạc nitrat 0,1 N. Độ đục của dung dịch này phải không đục hơn độ đục thu được của 20 ml acid nitric loãng (TS) chứa 0,5 ml bạc nitrat 0,1 N và 0,3 ml acid hydrocloric 0,01 N.

Acid tự do

Thêm 5 giọt xanh lục bromocresol (TS) vào hỗn hợp gồm 50 ml nước không có carbon dioxyd và 50 ml acetone, chuẩn độ bằng acid hydrocloric 0,005 N tới khi màu của dung dịch giống như màu của đệm (pH 5) (TS) có cùng lượng chất chỉ thị. Hòa tan 0,4 g mẫu thử trong 50 ml acetone và thêm 50 ml nước không có carbon dioxyd, 5 giọt xanh lục bromocresol (TS) và một lượng acid hydrocloric 0,005 N như đã dùng trong phép thử trước để đưa dung môi về pH 5. Chuẩn độ dung dịch này tới pH 5 bằng natri hydroxyd 0,05 N, đối chiếu với đệm (pH 5) (TS).

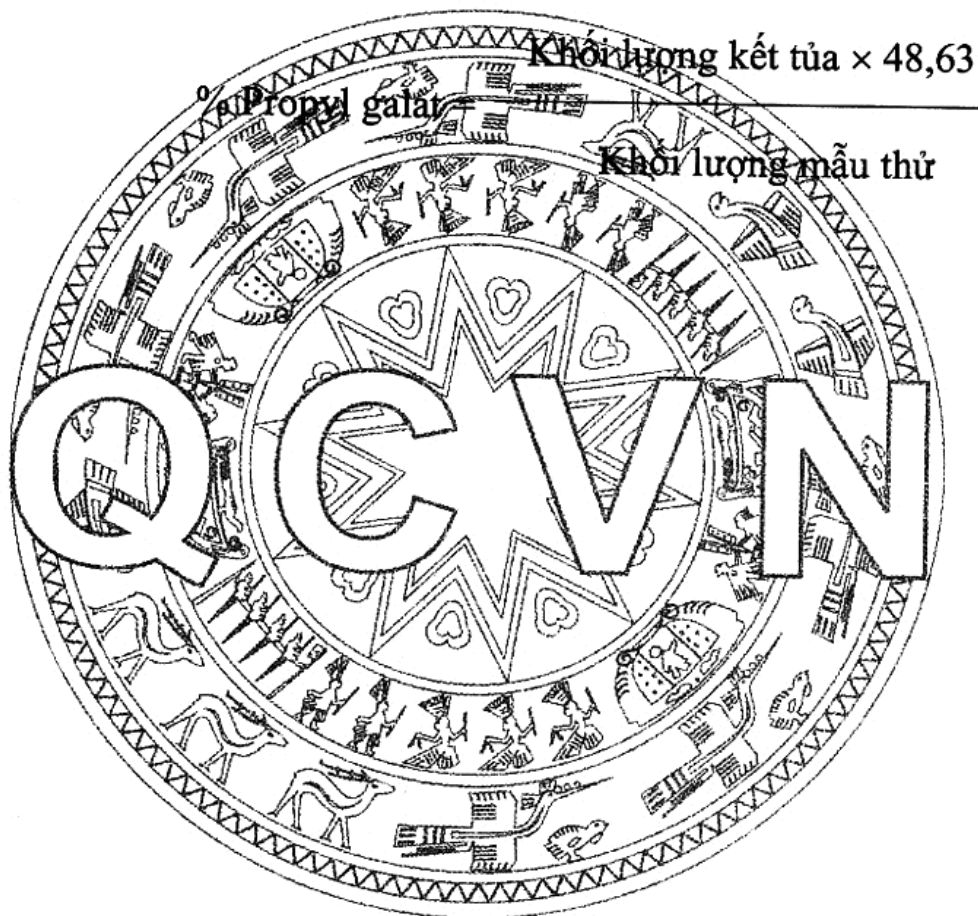
Mỗi ml natri hydroxyd 0,05 N tương ứng với 8,506 mg acid galic.

Chì

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

6.3. Định lượng

Cân chính xác khoảng 0,2 g mẫu thử đã sấy khô vào cốc 400 ml. Thêm 150 ml nước và đun nóng tới sôi. Sau đó, vừa khuấy mạnh liên tục, vừa thêm 50 ml bismuth (II) nitrat (TS). Tiếp tục khuấy trong vài phút tới khi tủa hoàn toàn, sau đó để dung dịch nguội tới nhiệt độ phòng. Lọc tủa vàng qua phễu lọc thủy tinh xốp đã cân bì, đầu tiên rửa với acid nitric 0,05 N lạnh và sau đó bằng nước đá, tới khi hết acid. Sấy ở 110°C tới khối lượng không đổi. Tiến hành như chỉ dẫn trong tiêu chuẩn đối với dodecyl galat. Tính hàm lượng propyl galat theo công thức:

$$\text{Hàm lượng propyl galat} = \frac{\text{Khối lượng kết tủa} \times 48,63}{\text{Khối lượng mẫu thử}}$$


Phụ lục 9

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI NHỰA GAIAC

- 1. Tên khác, chỉ số** Gôm Guaiac, Gum Guaiac, Gum Guaiacum, Guaiacum
INS 314
ADI = 0 - 2,5 mg/kg thể trọng
- 2. Định nghĩa** Là nhựa từ gỗ cây *Guajacum officinale* L., hoặc cây *Guajacum sanctum* L. (Fam *Zygophyllaceae*), chứa khoảng 70% acid alpha- và beta-guaiaconic, 10% acid guaiaretic và 15% nhựa guaiac beta và lượng nhỏ guaiac vàng, vanilin.
- 3. Cảm quan** Dạng cục kích thước không đều, kèm theo các mảnh mô thực vật hoặc dạng khối lớn hình tròn hoặc hình trứng, bên ngoài có màu nâu đen hoặc nâu sẫm, khi để ra ngoài lâu có màu xanh lục, bề mặt khối khi nứt tạo thành khe như thủy tinh bóng, dạng miếng mỏng thì trong suốt và có màu từ nâu đen vàng nâu, chuyển thành màu nâu olive khi để ngoài không khí. Có mùi thơm nhẹ.
- 4. Chức năng** Chất chống oxy hóa
- 5. Yêu cầu kỹ thuật**
- 5.1. Định tính**
- Độ tan* Không tan trong nước, tan trong chất béo, dễ tan nhưng tan không hoàn toàn trong ethanol, ether và dung dịch kiềm.
- Khoảng nóng chảy* 85° - 90°C.
- Phản ứng màu* Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
- 5.2. Độ tinh khiết**
- Tro toàn phần* Không được quá 5,0%.
- Tro không tan trong acid* Không được quá 2,0%.
- Cặn không tan trong ethanol* Không được quá 15,0%.

Rosin Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).

Chì Không được quá 2,0 mg/kg.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phản ứng màu

Thêm 1 giọt dung dịch sắt (III) clorid (TS) vào 5 ml dung dịch mẫu thử trong ethanol (1/100). Dung dịch có màu xanh lam và dần chuyển thành màu xanh lục cuối cùng chuyển thành màu vàng xanh.

Hỗn hợp gồm 5 ml dung dịch mẫu thử trong ethanol (1/100) và 5 ml nước sẽ chuyển thành màu xanh lam khi lắc với 20 mg chi peroxyd. Lọc dung dịch và chia đôi dịch lọc. Một phần đem đun sôi, dung dịch sẽ mất màu nhưng nếu lắc với chi peroxyd thì màu lại xuất hiện. Thêm vài giọt dung dịch acid hydrochloric loãng (TS) vào phần dịch lọc còn lại, dịch lọc sẽ mất màu ngay.

6.2. Độ tinh khiết

Cặn không tan trong ethanol

Cân 2 g (chính xác đến mg) mẫu thử đã được nghiền mịn cho vào một ống lót khô, đã cân bì (chuyên dùng để chiết), tiến hành chiết bằng thiết bị chiết liên tục với dung môi ethanol trong 3 giờ đến khi đã chiết được hoàn toàn. Sấy khô phần cặn còn lại trong ống lót tại 105°C trong 4 giờ, cân. Khối lượng cặn còn lại không được quá 300 mg.

Rosin

Dung dịch mẫu thử 10% trong ether dầu hỏa không có màu. Khi lắc dung dịch này với đồng lượng dung dịch đồng (II) acetat 0,5%, hỗn hợp có màu xanh lục, nhưng màu không được đậm hơn màu của hỗn hợp gồm dung dịch đồng (II) acetat tương tự trong ether dầu hỏa.

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.

Phụ lục 10

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI
tert-BUTYLHYDROQUINON

1. Tên khác, chỉ số Tertiary butylhydroquinone; TBHQ
INS 319
ADI = 0 - 0,7 mg/kg thể trọng

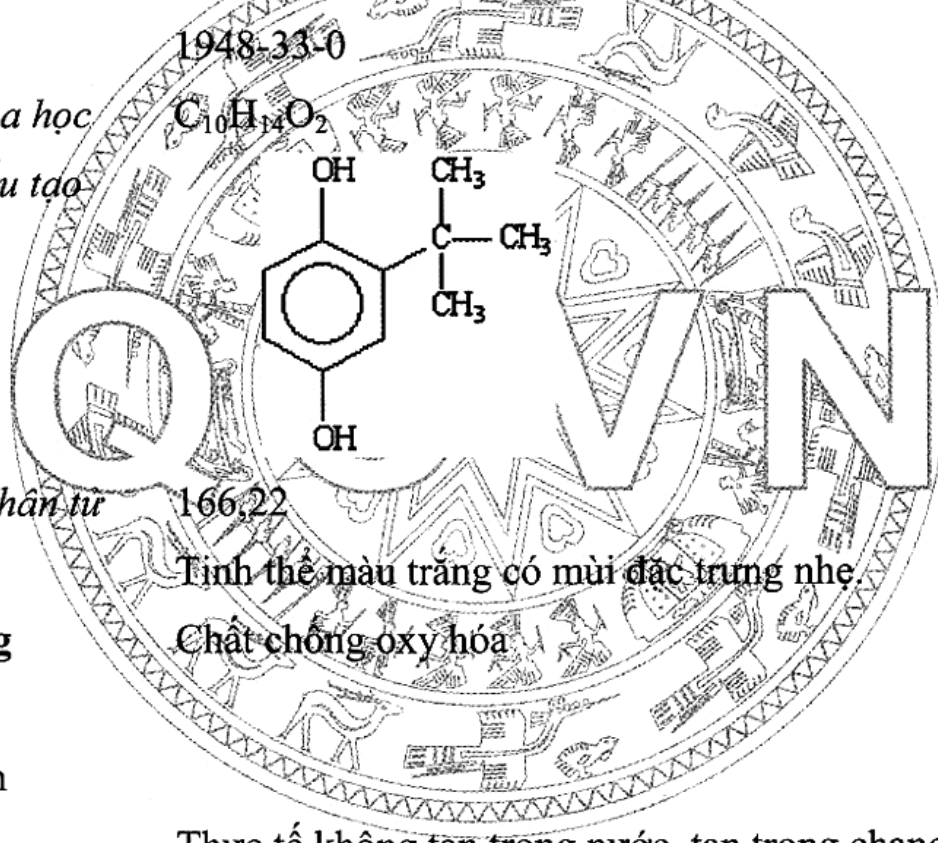
2. Định nghĩa

Tên hóa học Mono-tert-butylhydroquinon; t-butylhydroquinon;
2-(1,1-dimethylethyl)-1,4-benzendiol

Mã số C.A.S. 1948-33-0

Công thức hóa học $C_{10}H_{14}O_2$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 166,22

3. Mô tả Tinh thể màu trắng có mùi đặc trưng nhẹ.

4. Chức năng Chất chống oxy hóa

5. Tính chất**5.1. Định tính**

Độ tan Thực tế không tan trong nước, tan trong ehanol.

Điểm nóng chảy Không thấp hơn 126,5°C.

Các phenol Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).

5.2. Độ tinh khiết

t-Butyl-p-benzoquinon Không được quá 0,2%.

2,5-Dibutylhydroquinon Không được quá 0,2%.

Hydroquinon Không được quá 0,1%.

<i>Toluen</i>	Không được quá 25,0 mg/kg.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng $C_{10}H_{14}O_2$	Không thấp hơn 99,0% $C_{10}H_{14}O_2$.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Các phenol Hòa tan 5 mg mẫu thử trong 10 ml methanol, thêm 10,5 ml dung dịch dimethylamin (1/4). Hỗn hợp có màu đỏ đến hồng.

6.2. Độ tinh khiết

t-Butyl-p-benzoquinon Thiết bị:

Sử dụng máy quang phổ hồng ngoại hai chùm tia. Cuvet có cửa sổ CaF_2 với chiều dày lớp mẫu lỏng là 0,4 mm.

Thuốc thử và các dung dịch:

Chuẩn bị dung dịch chuẩn: Cân chính xác 10 mg mono-*tert*-butyl-*p*-benzoquinon chuẩn tham chiếu USP và chuyển vào trong bình định mức 10 ml, hòa tan trong cloroform, pha loãng và định mức đến 10 ml bằng dung môi trên rồi trộn đều.

Chuẩn bị mẫu thử: Cân chính xác 1 g mẫu đã được nghiền thành bột mịn trong máy nghiền cao tốc rồi cho vào bình định mức 10 ml, hòa tan trong cloroform, pha loãng đến đủ 10 ml bằng dung môi trên rồi trộn đều. Lọc dung dịch qua màng lọc Millipore (UHWPO 1300) hoặc tương đương trước khi tiến hành thử.

Tiến hành:

Cho cloroform vào cuvet so sánh và cho dung dịch chuẩn vào cuvet đo mẫu thử. Đặt lần lượt các cuvet này vào vị trí đo của máy. Ghi lại phổ hồng ngoại từ số sóng 1600 đến 1775cm^{-1} . Trên phổ, vẽ đường nền từ 1612 đến 1750cm^{-1} và xác định độ hấp thụ (đã trừ nền) A_S của dung dịch chuẩn tại số sóng 1659cm^{-1} , xác định độ hấp thụ A_U của dung dịch mẫu tại số sóng 1659cm^{-1} .

Tính kết quả: Tính hàm lượng (%) của t-butyl-p-benzoquinon trong mẫu thử theo công thức:

$$(\%) = 100 \times A_U/A_S \times W_S/W_U$$

Trong đó :

W_S : khối lượng chính xác của mono tert-butyl-p benzoquinon chuẩn (mg).

W_U : khối lượng chính xác của mẫu thử (mg)

Hydroquinon và 2,5-dibutyl-hydroquinon

Thiết bị:

Máy sắc ký khí thích hợp ghép nối với detector dẫn nhiệt (loại 810 F, M hoặc tương đương) gồm cột thép không gỉ có kích thước 0,61 m (2ft) x 6,35 mm (đường kính ngoài). Chất nhồi cột gồm 20% silicon SE-30 và 80% là diatoport S (60/80 mesh) hoặc các vật liệu tương đương.

Điều kiện vận hành:

Các thông số vận hành có thể biến đổi tùy thuộc vào từng thiết bị. Tuy nhiên có thể sử dụng các điều kiện sau để thu được sắc ký đồ phù hợp:

Nhiệt độ cột: lập chương trình từ 100°C đến 270°C, với tốc độ gia nhiệt 15°C/1 phút

Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 300°C

Khí mang: He, tốc độ dòng là 100 ml/phút

Dòng cầu đo: 140 mA

Độ nhạy: 1x đối với tích phân kế (Infotronics CRS-100), 2x cho máy ghi

Thuốc thử và các dung dịch:

Dung dịch gốc: cân chính xác 50 mg hydroquinon (HQ), 50 mg 2,5-di-t-butylhydroquinon (DTBHQ) và 50 mg methyl benzoat (chất nội chuẩn) rồi chuyển vào 3 bình định mức 50 ml riêng biệt, pha loãng đến đủ 50 ml bằng pyridin và trộn đều.

Dãy dung dịch chuẩn: Lấy 0,5 ml; 1 ml; 2 ml và 3 ml dung dịch gốc HQ vào 4 bình định mức 10 ml riêng biệt, cho

thêm 2 ml dung dịch methyl benzoat (chất nội chuẩn) vào mỗi bình, pha loãng cho đủ 10 ml bằng pyridin rồi trộn đều. Tương tự, pha 4 dung dịch chuẩn DTBHQ. Chuẩn bị dẫn xuất trimethylsilyl cho mỗi dung dịch như sau: lấy 9 giọt dung dịch chuẩn vào syring khí 2 ml, thêm 250 μL N,O-bis(trimethylsilyl)acetamid, đun nóng ở 80°C trong 10 phút. Chạy sắc ký hai lần, mỗi lần 10 μL của mỗi dung dịch chuẩn và vẽ đồ thị biểu thị tương quan giữa tỷ lệ nồng độ của HQ trên nồng độ chất nội chuẩn (trục X) với tỷ lệ đáp ứng của HQ trên đáp ứng của chất nội chuẩn (trục Y). Tương tự, vẽ đồ thị biểu thị tương quan giữa DTBHQ và chất nội chuẩn.

Tiến hành thử:

Cân khoảng 1 g (chính xác đến mg) mẫu rồi chuyển vào bình định mức 10 ml, cho thêm 2 ml dung dịch nội chuẩn gốc methyl benzoat, pha loãng tới đủ 10 ml bằng pyridin rồi trộn đều. Chuẩn bị dẫn xuất trimethylsilyl giống như trong phần chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn ở trên. Sau đó chạy sắc ký hai lần, bơm 10 μL mỗi lần để ghi sắc ký đồ. Thời gian lưu gần đúng của các pic: methyl benzoat: 2,5 phút; dẫn xuất TMS của HQ: 5,5 phút; dẫn xuất TMS của TBHQ: 7,3 phút; dẫn xuất TMS của DTBHQ: 8,4 phút.

Tính kết quả:

Xác định diện tích pic (đáp ứng). Tính tỷ số đáp ứng của HQ và DTBHQ so với chất nội chuẩn.

Từ đường chuẩn, xác định tỷ lệ nồng độ của HQ và DTBHQ trên chất nội chuẩn và tính % của HQ và % DTBHQ trong mẫu theo công thức:

$$A = Y \times I \times 10/S$$

Trong đó: A là hàm lượng (%) HQ hoặc DTBHQ trong mẫu.

Y là tỷ lệ nồng độ (trục X trên đường chuẩn).

I là % (kl/tt) của chất nội chuẩn trong dung dịch mẫu thử

S là khối lượng của mẫu thử (g).

Toluen

Thiết bị:

Máy sắc ký khí ghép nối với detector ion hóa ngọn lửa (loại F, M 810 hoặc tương đương) gồm cột thép không gỉ có kích thước 3,66 m x 3,18 mm (đường kính ngoài). Pha tĩnh là 10% (theo khối lượng) silicon SE-30 và 90% diatoport S (60/80 mesh) hoặc các vật liệu tương đương.

Điều kiện vận hành

Các thông số vận hành có thể biến đổi tùy thuộc vào từng thiết bị. Tuy nhiên có thể sử dụng các điều kiện sau để thu được sắc ký đồ phù hợp:

Nhiệt độ cột: chương trình nhiệt từ 70°C đến 280°C với tốc độ gia nhiệt là 15°C /phút và giữ yên.

Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 275°C

Nhiệt độ cell: 300°C

Đặt H₂ và O₂ (hoặc không khí) : 1,4 atm (20 Psi) cho mỗi khí

Thuốc thử và các dung dịch:

Dung dịch chuẩn: Chuẩn bị dung dịch toluen trong octanol chứa khoảng 50 µg/ ml. Tính nồng độ thực (Cr) (% , kl/tt)

Dung dịch mẫu: Cân chính xác 2 g mẫu rồi chuyển vào trong bình định mức 10 ml, hòa tan trong octanol, pha loãng cho đủ 10 ml bằng dung môi trên và trộn đều. Tính nồng độ thực của dung dịch (Cs) (% , kl/tt)

Tiến hành:

Bơm 5 µl dung dịch chuẩn vào trong máy sắc ký và đo chiều cao pic toluen (Hr) trên sắc đồ. Thời gian lưu của toluen là 3,3 phút. Những pic khác là không cần quan tâm đến trong phép phân tích này.

Tương tự, bơm 5 µl dung dịch mẫu và 5 µl mẫu trắng octanol vào máy sắc ký rồi đo chiều cao pic của toluen (Hs)

Tính kết quả:

Hàm lượng toluen trong mẫu thử (mg/kg) được tính theo công thức sau

$$H_S/H_R \times C_R/C_S \times 10^6$$

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 trong *JECFA monograph 1 - Vol. 4* - phần các phương pháp phân tích công cụ).

6.3. Định lượng

Cân chính xác 170 mg mẫu đã nghiền thành bột mịn, chuyển vào bình nón miệng rộng 250 ml, hòa tan trong 10 ml ethanol. Cho thêm 150 ml nước cất, 1 ml H₂SO₄ 1 N và 4 giọt chỉ thị diphenylamin (3 mg Natri p-diphenylamin sulfonat trong 1 ml H₂SO₄ 0,1 N). Chuẩn độ bằng ceri sulfat 0,1N tới khi màu dung dịch chuyển từ màu vàng sang tím đỏ. Ghi lại thể tích (ml) của ceri sulfat 0,1 N (V) đã dùng.

Tính hàm lượng (%) của C₁₀H₁₄O₂ trong mẫu, không hiệu chỉnh đối với hydroquinon (HQ) và 2,5 di-tert-butylhydroquinon (DTBHQ) theo công thức sau:

$$(V - 0,1 \text{ ml}) \times N \times 8,311/W$$

Trong đó:

0,1 ml : thể tích của ceri sulfat tiêu hao do các sản phẩm oxy hóa sơ cấp của tert - butylhydroquinon có trong mẫu.

N : nồng độ thực của dung dịch ceri sulfat

W : khối lượng của mẫu (g).

Ghi lại % chưa hiệu chỉnh tính được như trên là A. Nếu HQ và DTBHQ có mặt trong mẫu, chúng cũng tham gia vào quá trình chuẩn độ.

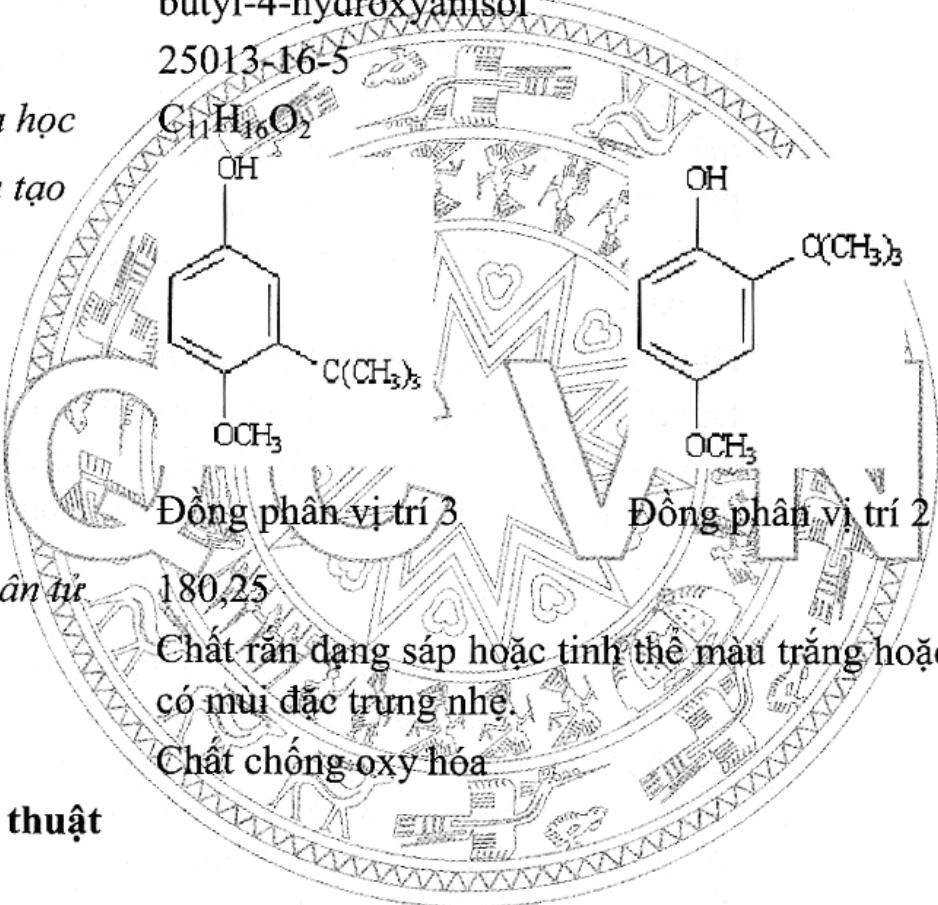
Tính hàm lượng được hiệu chỉnh (%) của C₁₀H₁₄O₂ trong mẫu theo công thức sau:

$$A - (\%HQ \times 1,51) - (\%DTBHQ \times 0,75)$$

Sử dụng giá trị % HQ và % DTBHQ đã xác định được bằng phương pháp sắc ký khí ở trên.

Phụ lục 11

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI
BUTYLHYDROXYANISOL

1. Tên khác, chỉ số	Butylated hydroxyanisole; BHA INS 320 ADI = 0 - 0,5 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	3-Tert-butyl-4-hydroxyanisole; hỗn hợp của 3- và 2-tert-butyl-4-hydroxyanisole
<i>Mã số C.A.S.</i>	25013-16-5
<i>Công thức hóa học</i>	$C_{11}H_{16}O_2$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	180,25
3. Cảm quan	Chất rắn dạng sáp hoặc tinh thể màu trắng hoặc vàng nhạt, có mùi đặc trưng nhẹ.
4. Chức năng	Chất chống oxy hóa
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Không tan trong nước, dễ tan trong propan-1,2-diol và ethanol.
<i>Phản ứng màu</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Tro sulfat</i>	Không được quá 0,05%.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
<i>Tạp chất phenol</i>	Không được quá 0,5%.
5.3. Hàm lượng $C_{11}H_{16}O_2$	Không thấp hơn 98,5% $C_{11}H_{16}O_2$ và không thấp hơn 85% 3-tert-butyl-4-hydroxyanisole.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Phản ứng màu

Lấy 5 ml dung dịch mẫu thử 1/10.000 trong ethanol 72%, thêm 2 ml dung dịch natri borat (TS) và 1 ml dung dịch 2,6-dicloroquinonclorimid 1/10.000 trong ethanol tuyệt đối, lắc đều. Xuất hiện màu xanh lam.

6.2. Độ tinh khiết

Tro sulfat

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4, Phương pháp I.
- Cân 5 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 trong JECFA monograph 1 - Vol. 4 - phần các phương pháp phân tích công cụ.

Tạp chất phenol

- Xác định bằng sắc ký lớp mỏng, dùng bản mỏng silicagel G.

Dung dịch 1: Hòa tan 0,25 g mẫu thử trong 10 ml ether

Dung dịch 2: Pha loãng 1 ml dung dịch 1 tới 10 ml bằng ether và tiếp theo pha loãng 1 ml dung dịch này tới 20 ml bằng ether. Sử dụng dung dịch pha loãng cuối cùng là dung dịch 2.

- Tiến hành

Lần lượt chấm 2 μL dung dịch 1 và dung dịch 2 trên các bản sắc ký riêng biệt. Đặt bản mỏng vào trong bình sắc ký đã bão hòa dung môi cloroform. Để dung môi khai triển cách vạch xuất phát 15 cm. Lấy bản mỏng ra khỏi bình sắc ký, phun lên bản mỏng hỗn hợp gồm dung dịch sắt (III) clorid 2% và kali fericyanid 1% mới pha. Trên bản mỏng xuất hiện các vết màu xanh, các vết này sẽ hiện rõ hơn bằng cách phun acid hydrocloric 2 N lên bản mỏng.

Bất kỳ vết màu xanh nào xuất hiện trên sắc ký đồ của dung dịch 1 (ngoài vết chính và vết có $R_f = 0,35$) không được đậm hơn so với vết chính xuất hiện trong sắc ký đồ của dung dịch 2.

6.3. Định lượng

Phương pháp sắc ký khí

Dung dịch nội chuẩn (có thể tùy chọn Diphenylamin hoặc 4-tert-butylphenol). Cân chính xác 500 mg chất nội chuẩn hòa tan và định mức tới 250 ml bằng aceton.

Dung dịch chuẩn:

Cân chính xác 90 mg 3-butyl hydroxyanisol và 10 mg 2-butyl hydroxyanisol, hòa tan và định mức đến 100 ml trong dung dịch nội chuẩn.

Tiến hành:

Cân chính xác 10 mg mẫu thử, hòa tan và định mức đến 50 ml bằng dung dịch nội chuẩn. Bơm nhiều lần dung dịch này vào thiết bị sắc ký khí với detector ion hóa ngọn lửa. Điều kiện làm việc như sau:

A: Điều kiện để chất nội chuẩn rửa giải ra sau 3-tert-butyl-4-hydroxyanisol:

Cột: Cột thủy tinh kích thước 1,5 m x 2 mm

Chất nhồi: 10% XE-60 cỡ hạt 100 - 200 mesh

Nhiệt độ cột: 155°C

Nhiệt độ detector: 250°C

Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 250°C

Khí mang: Nitơ, tốc độ dòng 30 ml/phút

B: Điều kiện để chất nội chuẩn rửa giải ra trước 3-tert-butyl-4-hydroxyanisol:

Cột: Cột thủy tinh kích thước 2 m x 3 mm

Chất nhồi: 5% Versamit-900 cỡ hạt 80/100 mesh cromosorb W-AW-DMCS

Nhiệt độ cột: 170°C

Nhiệt độ buồng bơm: 225°C

Nhiệt độ detector: 250°C

Khí mang: Nitơ, tốc độ dòng 30 ml/phút.

Dựng đường chuẩn biểu thị tương quan giữa chiều cao pic 2- và 3-butyl hydroxyanisol với nồng độ chuẩn.

Bơm dung dịch mẫu. Dựa vào đường chuẩn xác định nồng độ 2- và 3-butyl hydroxy anisol. Tổng hàm lượng đồng phân 2- và 3- chính là hàm lượng của mẫu thử.

Có thể sử dụng phương pháp sắc ký khí khác như sau:

Chuẩn bị mẫu thử: cân chính xác khoảng 100 mg mẫu hòa tan và pha loãng tới 10 ml với dung dịch chuẩn nội.

Hệ thống sắc ký: Hệ thống sắc ký khí có cột bằng thép không gỉ kích thước 1,8 m x 2 mm, được nhồi chất mang tẩm 10% pha tĩnh lỏng, cột được luyện trong chế độ đẳng nhiệt ở nhiệt độ trong khoảng 175° đến 185°C; ghép nối với detector ion hóa ngọn lửa, khí mang sử dụng là heli. Bơm dung dịch chuẩn vào máy, đủ số lượng để dựng đường chuẩn để đảm bảo chắc chắn rằng độ lệch chuẩn tương đối không vượt quá 2% với đồng phân 3-tert-butyl-4-hydroxyanisol và không vượt quá 6% với đồng phân 2-tert-butyl-4-hydroxyanisol, ghi lại pic. Hệ số phân giải giữa các đồng phân không được thấp hơn 1,3 và hệ số đoãng pic không được vượt quá 2.

Pha tĩnh lỏng: 25% 2-cyanoethyl và 75% methyl-polysiloxan

Chất mang: đất silic dùng cho sắc ký được nung chảy bằng cách trộn hỗn hợp diatomit với Na_2CO_3 nung chảy và nung ở 900°C. Đất silic được rửa bằng acid, sau đó được rửa bằng nước cho đến khi trung tính nhưng không được rửa bằng kiềm. Đất silic được silan hóa bằng cách xử lý với tác nhân như dimethyldiclorosil để che phủ cho bề mặt nhóm silanol.

Tiến hành:

Bơm lần lượt (khoảng 5 μl) dung dịch chuẩn và dung dịch chuẩn bị thử vào máy sắc ký khí, ghi lại sắc ký đồ. Đo diện tích pic của mỗi đồng phân và chuẩn nội trong mỗi sắc đồ.

Tính kết quả:

Khối lượng (mg) của mỗi đồng phân trong mẫu thử được tính theo công thức: $10 \times C_s (R_U/R_S)$

Trong đó

C_s : nồng độ của đồng phân trong dung dịch chuẩn (mg),

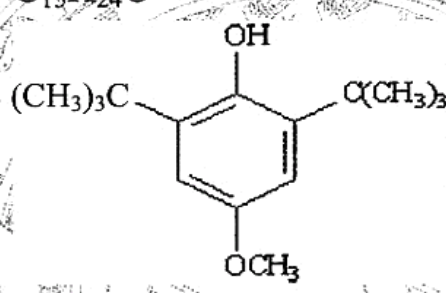
R_s : tỷ số diện tích pic của mỗi đồng phân so với chất nội chuẩn trên cùng sắc ký đồ chuẩn.

R_U : tỷ số diện tích của mỗi đồng phân so với chất nội chuẩn trên cùng sắc ký đồ mẫu thử.

Tính khối lượng (mg) của $\text{C}_{11}\text{H}_{16}\text{O}_2$ trong mẫu thử bằng cách lấy tổng khối lượng của 2 đồng phân.

Phụ lục 12

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI
BUTYLHYDROTOLUEN

1. Tên khác, chỉ số	BHT INS 321 ADI = 0 - 0,3 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	2,6-Ditertiary-butyl-p-cresol; 4-methyl-2,6-ditertiary-butyl-phenol
<i>Mã số C.A.S.</i>	128-37-0
<i>Công thức hóa học</i>	$C_{15}H_{24}O$
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân tử</i>	220,36
3. Cảm quan	Chất rắn dạng vảy hoặc tinh thể màu trắng, không mùi hoặc có mùi thơm nhẹ đặc trưng.
4. Chức năng	Chất chống oxy hóa
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Không tan trong nước và propan-1,2-diol, dễ tan trong ethanol.
<i>Khoảng nóng chảy</i>	69,0° - 72,0°C
<i>Quang phổ</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
<i>Phản ứng màu</i>	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử).
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Nhiệt độ đông đặc</i>	Không được thấp hơn 69,2°C.
<i>Tro sulfat</i>	Không được quá 0,005%.
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
<i>Tạp chất phenol</i>	Không được quá 0,5%. Xem hướng dẫn trong phần phương pháp thử
5.3. Hàm lượng $C_{15}H_{24}O$	Không thấp hơn 99,0%.

6. Phương pháp thử

6.1. Định tính

Quang phổ

Đo độ hấp thụ của lớp dày 2 cm dung dịch mẫu thử 1/100.000 trong ethanol đã loại nước trong vùng bước sóng từ 230 nm đến 320 nm, chỉ cho duy nhất 1 cực đại hấp thụ tại 278 nm.

Phản ứng màu

Lấy 10 ml dung dịch mẫu thử 1/100.000 trong methanol, thêm 10 ml nước cất, 2 ml dung dịch NaNO_2 (3/1000) và 5 ml dung dịch dianisidin dihydroclorid (Cân 200 mg 3,3-dimethoxy-benzidin dihydroclorid hòa tan trong hỗn hợp gồm 40 ml dung dịch methanol và 60 ml acid hydrocloric 1N). Trong 3 phút dung dịch sẽ xuất hiện màu đỏ cam. Thêm 5 ml cloroform và lắc đều. Lớp cloroform xuất hiện màu tím hoặc đỏ hơi tía, màu này bị phai dần khi đưa ra ánh sáng.

6.2. Độ tinh khiết

Tro sulfat

- Thử theo *JECFA monograph 1 - Vol. 4*, Phương pháp I.

- Cân 20 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 trong *JECFA monograph 1 - Vol. 4* - phần các phương pháp phân tích công cụ.

Tạp chất phenol

Xác định bằng sắc ký lớp mỏng: dùng bản mỏng silicagel G.

Dung dịch 1: Hòa tan 0,25 g mẫu thử trong 10 ml ether

Dung dịch 2: Pha loãng 1 ml dung dịch 1 tới 10 ml bằng ether và tiếp theo pha loãng 1 ml dung dịch này tới 20 ml bằng ether. Sử dụng dung dịch pha loãng cuối cùng là dung dịch 2.

Tiến hành

Lần lượt chấm 2 μL dung dịch 1 và dung dịch 2 trên các bản sắc ký riêng biệt. Đặt bản mỏng vào trong bình sắc ký đã bão hòa dung môi cloroform. Để dung môi khai triển

cách vạch xuất phát 15 cm. Lấy bản mỏng ra khỏi bình sắc ký, phun lên bản mỏng hỗn hợp gồm dung dịch sắt (III) clorid 2% và kali fericyanid 1% mới pha. Trên bản mỏng xuất hiện các vết màu xanh, các vết này sẽ hiện rõ hơn bằng cách phun acid hydrocloric 2 N lên bản mỏng.

Bất kỳ vết màu xanh xuất hiện trên Sắc ký đồ của dung dịch 1 (ngoài vết chính và vết) không được đậm hơn so với vết chính xuất hiện trong sắc ký đồ của dung dịch 2.

6.3. Định lượng

Phương pháp sắc ký khí (*JECFA monograph 1 - Vol. 4*)

Dung dịch nội chuẩn: (chất nội chuẩn tùy chọn diphenylamin hoặc 4-tert-butylphenol). Cân chính xác 500 mg, hòa tan trong acetone và dùng acetone định mức đến đủ 250 ml.

Dung dịch chuẩn: Cân chính xác 100 mg butyl hydroxytoluen hòa tan trong acetone và dùng acetone định mức đến đủ 50 ml.

Tiến hành:

Cân chính xác 10 mg mẫu thử, hòa tan vào dung dịch nội chuẩn và định mức đến đủ 50 ml. Bơm dung dịch này vào máy sắc ký khí với điều kiện sau:

Cột thủy tinh kích thước 1,5 m x 3 mm nhồi 10% XE-60 trên 100 - 2000 mesh, hoặc tương đương;

Nhiệt độ của buồng bơm mẫu và của detector tương ứng là 225°C và 250°C. Nhiệt độ cột là 155°C.

Khí mang là nitơ với tốc độ 30 ml/phút

Detector ion hóa ngọn lửa (FID)

Dùng đồ thị chuẩn biểu diễn tỷ số chiều cao pic butyl hydroxytoluen/chiều cao pic nội chuẩn tại các nồng độ xác định khác nhau. Nồng độ của butyl hydroxytoluen được xác định bằng nội suy từ đồ thị chuẩn.

Phụ lục 12

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI
DILAURYL THIODIPROPIONAT

1. Tên khác, chỉ số	Dilauryl thiodipropionate INS 389 ADI = 0 - 3 mg/kg thể trọng
2. Định nghĩa	Ester của acid thiodipropionic và lauryl alcohol thực phẩm
<i>Tên hóa học</i>	Didodecyl 3,3'-thiodipropionic; Ester Dilauryl của acid β, β' -thiodipropionic
<i>Chỉ số C.A.S.</i>	123-28-4
<i>Công thức phân tử</i>	$C_{30}H_{58}O_4S$
<i>Công thức cấu tạo</i>	$\begin{array}{c} \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{COO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3 \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{COO}(\text{CH}_2)_{11}\text{CH}_3 \end{array}$
<i>Khối lượng phân tử</i>	514,86
3. Mô tả	Tinh thể dạng vảy màu trắng, có mùi đặc trưng giống ester ngọt.
4. Chức năng	Chất chống oxy hóa.
5. Tính chất	
5.1. Định tính	
<i>Độ tan</i>	Không tan trong nước, tan trong ethanol và etc.
<i>Điểm đông đặc</i>	Không thấp hơn 40°.
<i>Chỉ số xà phòng hóa</i>	205 - 215.
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Acid</i>	Không được quá 0,2% (tính theo acid thiodipropionic).
<i>Chì</i>	Không được quá 2,0 mg/kg.
5.3. Hàm lượng	Không thấp hơn 99,0%.
$C_{30}H_{58}O_4S$	

6. Phương pháp thử

6.1. Độ tinh khiết

Tính acid

Thêm 5 giọt dung dịch phenolphtalein (TS) và 50 ml hỗn hợp gồm 1 phần methanol và 3 phần benzen, trung hòa hỗn hợp bằng dung dịch kali hydroxyd trong ethanol. Cân 2 g (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào hỗn hợp đã chuẩn bị ở trên, khuấy đều cho tan hoàn toàn và chuẩn độ với dung dịch kali hydroxyd trong ethanol 0,1 N.

Mỗi ml dung dịch kali hydroxyd trong ethanol 0,1 N tương đương với 8,91 mg $C_6H_{10}SO_4$.

Chỉ

- Thử theo monograph 1 - Vol.4.

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

6.2. Định lượng

Cân 700 mg (chính xác đến mg) mẫu thử, cho vào bình nón 250 ml, thêm 100 ml acid acetic và 50 ml ethanol, đun nóng nhẹ hỗn hợp đến khi mẫu thử tan hoàn toàn. Thêm 3 ml acid hydrocloric và 4 giọt dung dịch p-ethoxychrysoidin (TS) và chuẩn độ ngay với dung dịch bromid-bromat 0,1 N (TS). Khi gần đến điểm tương đương (dung dịch có màu hồng) thêm tiếp 4 giọt chỉ thị và tiếp tục chuẩn độ chậm (từng giọt), đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ sang màu vàng nhạt. Tiến hành làm mẫu trắng song song và hiệu chỉnh kết quả nếu cần.

Mỗi ml dung dịch bromid-bromat 0,1 N (TS) tương đương với 25,74 mg $C_{30}H_{58}SO_4$. Tính hàm lượng % và trừ đi hàm lượng acid dithiopropionic (kết quả phần thử acid) thu được kết quả hàm lượng $C_{30}H_{58}SO_4$.

05300476