

TCVN 6534:2010

Xuất bản lần 2

PHỤ GIA THỰC PHẨM – PHÉP THỬ NHẬN BIẾT

Food additives – Identification tests

HÀ NỘI – 2010

Lời nói đầu

TCVN 6534:2010 thay thế TCVN 6534:1999;

TCVN 6534:2010 được xây dựng trên cơ sở JECFA 2006, *Combined Compendium of Food Additive Specifications, Volume 4: Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications* (Tuyển tập quy định kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4: Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm và dung dịch phòng thử nghiệm được sử dụng và viện dẫn trong các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm);

TCVN 6534:2010 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F4 Phụ gia thực phẩm và các chất nhiễm bẩn biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Phụ gia thực phẩm – Phép thử nhận biết

Food additives – Identification tests

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các phép thử nhận biết đối với các phụ gia thực phẩm.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

JECFA 2006, *Combined Compendium of Food Additive Specifications, Volume 4: Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications, Section on Analytical Techniques* (Tuyển tập quy định kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4: Các phương pháp phân tích, quy trình thử nghiệm và dung dịch phòng thử nghiệm được sử dụng và viện dẫn trong các yêu cầu kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Phần Các kỹ thuật phân tích).

3 Thuốc thử và vật liệu thử

Trong tiêu chuẩn này chỉ sử dụng thuốc thử tinh khiết phân tích và sử dụng nước cất hoặc nước đã loại khoáng, trừ khi có quy định khác.

3.1 Dung dịch amoniac (NH_3), nồng độ từ 9,5 % đến 10,5 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 6 N)

Pha loãng 400 ml amoni hydroxit 28 % (khối lượng/thể tích) bằng nước đến 1 000 ml.

3.2 Dung dịch amoniac (NH_3) đậm đặc, nồng độ khoảng 25 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 15 N)

3.3 Dung dịch amoni cacbonat

Hoà tan 20 g amoni cacbonat $[(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3]$ và 20 ml dung dịch amoniac (3.1) bằng nước đến 100 ml.

3.4 Dung dịch amoni molybdat

Hoà tan 6,5 g axit molybdic (85 %) dạng bột mịn trong hỗn hợp của 14 ml nước và 14,5 ml dung dịch amoniac đậm đặc (3.2). Làm nguội dung dịch, vừa thêm từ từ vừa khuấy 32 ml axit nitric và 40 ml nước vào hỗn hợp đã nguội. Để yên trong 48 h rồi lọc qua bông thủy tinh. Dung dịch này bị phân huỷ khi để lâu và không thích hợp để sử dụng, có thể nhận biết bằng cách bổ sung 2 ml dung dịch natri hydro phosphat (3.32) vào 5 ml dung dịch này thì không tạo kết tủa màu vàng ngay lúc đó hay sau khi làm ấm nhẹ. Bảo quản ở nơi tối. Nếu hình thành kết tủa trong quá trình bảo quản thì chỉ sử dụng dung dịch nổi phía trên.

3.5 Dung dịch amoni oxalat $[(\text{COONH}_4)_2]$, nồng độ khoảng 3,0 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 0,5 N).

3.6 Dung dịch amoni sulfua

Bảo hoà dung dịch amoniac (3.1) với hydro sulfua (H_2S) và thêm hai phần ba thể tích của dung dịch amoniac. Phần cặn sau khi nung không lớn hơn 0,05 %. Dung dịch không bị đục bởi dung dịch magie sulfat hay dung dịch canxi clorua. Dung dịch này không thích hợp để sử dụng nếu có mặt một lượng lưu huỳnh kết tủa. Bảo quản trong lọ nhỏ, kín màu nâu đậm và để ở nơi tối, lạnh.

3.7 Dung dịch amoni thioxyanat (NH_4SCN), nồng độ khoảng 7,6 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 1 N).

3.8 Dung dịch bari clorua (BaCl_2), nồng độ 1 N.

Pha loãng một lượng bari clorua ngậm hai phân tử nước ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) bằng nước để thu được dung dịch 12 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 1 N).

3.9 Dung dịch canxi hydroxit $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$, nồng độ 0,14 % (khối lượng/thể tích).

Hòa tan 3 g $\text{Ca}(\text{OH})_2$ vào 1 000 ml nước, khuấy mạnh hỗn hợp nhiều lần trong 1 h. Để canxi hydroxit dư lắng xuống và gạn hoặc rút hết phần chất lỏng trong ở phía trên bề mặt.

3.10 Dung dịch clo bão hoà trong nước (nước clo)

Đổ đầy dung dịch trong vật chứa nhỏ, bảo quản dung dịch ở nơi lạnh và tối. Chuẩn bị dung dịch mới để sử dụng.

3.11 Dung dịch coban-uranyl axetat

Hoà tan trong khi làm ấm 40 g uranyl axetat ngậm hai phân tử nước $[\text{UO}_2(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2) \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ trong hỗn hợp của 30 g axit axetic băng với nước, thêm nước đến 500 ml. Tương tự, chuẩn bị dung dịch chứa 200 g

coban axetat ngậm bốn phân tử nước $[\text{Co}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ trong hỗn hợp của 30 g axit axetic bằng với nước và thêm nước đến 500 ml. Trộn hai dung dịch này trong khi vẫn còn ấm và làm nguội đến 20°C . Duy trì nhiệt độ ở 20°C trong khoảng 2 h để tách lượng muối thừa ra khỏi dung dịch và sau đó lọc qua bộ lọc khô.

3.12 Dung dịch sắt(III) clorua (FeCl_3), nồng độ 1 N

Pha loãng một lượng sắt(III) clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) bằng nước để thu được dung dịch 9 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 1 N).

3.13 Dung dịch sắt(III) sulfat [$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$]

Hòa tan 50 g sắt(III) sulfat bằng 500 ml nước và trộn kỹ. Thêm 200 ml axit sulfuric vào hỗn hợp này, lắc kỹ và thêm nước đến 1 000 ml.

3.14 Dung dịch axit clohydric loãng, nồng độ 10 % (khối lượng/thể tích)

Pha loãng 266 ml axit clohydric (HCl) đặc (36 % khối lượng/thể tích) bằng nước đến 1 000 ml.

3.15 Dung dịch chì axetat

Hoà tan 9,5 g chì axetat ngậm ba phân tử nước ($[\text{Pb}(\text{COOCH}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$, dạng tinh thể trong suốt) bằng nước mới đun sôi, đến 100 ml. Bảo quản trong chai có nắp đậy kín.

3.16 Dung dịch hỗn hợp magnesia

Hoà tan 5,5 g magie clorua ngậm sáu phân tử nước ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) và 7 g amoni clorua (NH_4Cl) trong 65 ml nước, thêm 35 ml dung dịch amoniac, để hỗn hợp vài ngày trong chai có nắp đậy kín và sau đó đem lọc. Nếu dung dịch không trong hoàn toàn thì lọc lại trước khi sử dụng.

3.17 Dung dịch thủy ngân(I) nitrat

Hoà tan 200 g thủy ngân trong axit nitric và thêm nước đến 1 000 ml. Dung dịch thủy ngân(I) nitrat cần được giữ trong chai chứa một ít thủy ngân kim loại.

3.18 Dung dịch đỏ metyl

Hoà tan 0,1 g đỏ metyl trong 100 ml etanol và lọc, nếu cần. Để xác định pH, hoà tan 0,1 g đỏ metyl trong 7,4 ml natri hydroxit 0,05 N và pha loãng bằng nước không chứa cacbon dioxit đến 200 ml.

3.19 Dung dịch ninhydrin

Pha loãng một lượng ninhydrin (trixetohydrinden ngậm một phân tử nước, $\text{C}_9\text{H}_4\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) bằng nước để thu được dung dịch 0,2 % (khối lượng/thể tích). Chuẩn bị dung dịch mới khi sử dụng.

3.20 Dung dịch axit nitric (HNO_3) loãng, nồng độ 10 % (khối lượng/thể tích)

Pha loãng 105 ml axit nitric 70 % (khối lượng/thể tích) bằng nước đến 1 000 ml.

3.21 Dung dịch phenolphthalein

Hoà tan 0,2 g phenolphthalein ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$) trong 60 ml etanol 90 %, thêm nước đến 100 ml.

3.22 Dung dịch kali dicromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), nồng độ khoảng 7,5 % (khối lượng/thể tích).

3.23 Dung dịch kali ferixyanua

Hoà tan 1 g kali ferixyanua [$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$] trong 10 ml nước. Chuẩn bị dung dịch mới khi sử dụng.

3.24 Dung dịch kali feroxyanua

Hoà tan 1 g kali feroxyanua ngậm ba phân tử nước [$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] trong 10 ml nước. Chuẩn bị dung dịch mới khi sử dụng.

3.25 Dung dịch kali iodua (KI), nồng độ khoảng 16,5 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 1 N)

Bảo quản trong vật chứa tránh ánh sáng.

3.26 Dung dịch kali permanganat (KMnO_4), nồng độ khoảng 1,0 % (khối lượng/thể tích).

3.27 Dung dịch bạc nitrat (AgNO_3), nồng độ khoảng 4,2 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 0,25 N).

3.28 Dung dịch natri bitartrat

Pha loãng một lượng natri bitartrat ngậm một phân tử nước ($\text{NaHC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$) bằng nước để thu được dung dịch khoảng 1 % (khối lượng/thể tích). Chuẩn bị dung dịch mới khi sử dụng.

3.29 Dung dịch natri hydroxit (NaOH), nồng độ 1 N

Hoà tan 4,3 g natri hydroxit bằng nước đến 100 ml.

3.30 Dung dịch natri nitrit (NaNO_2), nồng độ khoảng 10 % và 20 % (khối lượng/thể tích)

Chuẩn bị dung dịch mới khi sử dụng.

3.31 Dung dịch natri phosphat

Xem 3.32

3.32 Dung dịch natri hydro phosphat

Pha loãng một lượng natri hydro phosphat ngậm bảy phân tử nước ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dạng tinh thể trong suốt) bằng nước để thu được dung dịch 12 % (khối lượng/thể tích). Chuẩn bị dung dịch mới khi sử dụng.

3.33 Dung dịch natri sulfua

Pha loãng một lượng natri sulfua ngậm chín phân tử nước ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) bằng nước để thu được dung dịch 10 % (khối lượng/thể tích). Chuẩn bị dung dịch mới khi sử dụng.

3.34 Dung dịch axit sulfuric, nồng độ từ 94,5 % đến 95,5 %

Cho một lượng axit sulfuric (H_2SO_4) đã biết nồng độ vào lượng nước vừa đủ để chỉnh lại nồng độ cuối cùng của H_2SO_4 trong khoảng từ 94,5 % đến 95,5 %.

3.35 Dung dịch axit sulfuric loãng, nồng độ khoảng 10 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 2 N)

Thêm cẩn thận 57 ml axit sulfuric nồng độ 95 % đến 98 % hoặc dung dịch axit sulfuric (3.34) vào khoảng 100 ml nước, làm nguội đến nhiệt độ phòng và thêm nước đến 1 000 ml.

3.36 Dung dịch axit axetic, nồng độ khoảng 30 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 5 N) và 6 % (khối lượng/thể tích) (xấp xỉ 1 N).**3.37 Dung dịch amoni axetat, nồng độ khoảng 10 % (khối lượng/thể tích).****3.38 Dung dịch mononatri L-glutamat, nồng độ 1 % (khối lượng/thể tích).****3.39 Dung dịch orcin (5-metylbenzen-1,3-diol) trong etanol, nồng độ 10 % (khối lượng/thể tích).****3.40 Dung dịch sắt(III) amoni sulfat trong axit clohydric, nồng độ 0,1 % (khối lượng/thể tích)**

Pha một lượng thích hợp sắt(III) amoni sulfat ngậm mười hai phân tử nước trong axit clohydric để có dung dịch nồng độ 0,1 % (khối lượng/thể tích).

3.41 Hồ tinh bột

Nghiền 1 g tinh bột với 10 ml nước lạnh, vừa rót từ từ vừa khuấy vào 200 ml nước sôi. Đun sôi hỗn hợp cho đến khi thu được dịch lỏng trong mờ (nếu đun sôi quá lâu thì dung dịch sẽ ít nhậy). Để lắng và chỉ sử dụng phần dịch lỏng trong suốt ở phía trên. Chuẩn bị dung dịch mới khi sử dụng.

3.42 Dung dịch chuẩn kali gluconat, nồng độ 10 mg/ml.

Hòa tan một lượng kali gluconat trong nước để thu được dung dịch có nồng độ 10 mg/ml, đun nóng trong nồi cách thủy ở 60 °C, nếu cần.

3.43 Axit axetic băng.

3.44 Anhydrit axetic.

3.45 Amoni molybdat.

3.46 Natri bicacbonat.

3.47 Sắt(II) sulfat.

3.48 Xêri sulfat.

3.49 Kali bisulfat.

3.50 Axit sulfanilic.

3.51 Pyridin.

3.52 n-Butanol.

3.53 Cloroform.

3.54 Silica gel.

4 Phương pháp nhận biết

4.1 Nhận biết các ion vô cơ

4.1.1 Nhôm

Dung dịch muối nhôm tác dụng với dung dịch amoniac (3.1) cho kết tủa dạng keo, màu trắng, không tan trong dung dịch amoniac dư. Với dung dịch natri hydroxit (3.29) hoặc dung dịch natri sulfua (3.33) cũng tạo ra kết tủa tương tự, nhưng kết tủa này bị hoà tan khi cho dư các dung dịch nêu trên.

4.1.2 Canxi

Khi trung hoà dung dịch muối canxi (1 : 20) bằng dung dịch amoniac (3.1), dùng 2 giọt dung dịch đỏ metyl (3.18) làm chất chỉ thị thì tạo thành muối oxalat không tan, khi thêm dung dịch amoni oxalat (3.5) thì tạo kết tủa canxi oxalat màu trắng không tan trong dung dịch axit axetic (3.36) nhưng tan trong axit clohydric (3.14).

Các muối canxi được làm ẩm bằng axit clohydric sẽ xuất hiện màu đỏ vàng rất nhanh trước ngọn lửa không phát sáng.

4.1.3 Đồng

Khi các dung dịch muối đồng(II) được axit hoá bằng axit clohydric (3.14), một màng màu đỏ của đồng kim loại sẽ đọng trên bề mặt sắt kim loại sáng không xỉn. Khi cho dung dịch amoniac (3.1) dư vào dung dịch muối đồng(II), ban đầu tạo ra kết tủa xanh sau đó kết tủa tan và dung dịch có màu xanh lam đậm. Với dung dịch kali feroxyanua (3.24), dung dịch muối đồng(II) cho kết tủa màu nâu đỏ, không tan trong các axit loãng.

4.1.4 Các muối sắt(II)

Dung dịch kali ferixyanua (3.23) tạo ra kết tủa màu xanh đậm trong các dung dịch muối sắt(II). Kết tủa này không tan trong axit clohydric loãng (3.14) nhưng bị phân huỷ bởi dung dịch natri hydroxit (3.29). Các dung dịch muối sắt(II) tạo ra kết tủa màu trắng ánh lục với dung dịch natri hydroxit, khi lắc thì màu trắng ánh lục chuyển nhanh thành màu xanh lá cây, sau đó thành màu nâu.

4.1.5 Các muối sắt(III)

Dung dịch kali feroxyanua (3.24) cho kết tủa màu xanh đậm trong các dung dịch axit của các muối sắt(III). Với một lượng dư dung dịch natri hydroxit (3.29) thì sẽ tạo thành kết tủa nâu đỏ. Các dung dịch muối sắt(III) phản ứng với dung dịch amoni thyoxyanat (3.7) tạo màu đỏ đậm, không bị mất đi bởi các axit vô cơ loãng.

4.1.6 Sắt

Các dung dịch sắt(II) và sắt(III) tạo kết tủa màu đen với dung dịch amoni sulfua (3.6). Kết tủa này tan trong dung dịch axit clohydric loãng nguội (3.14) và giải phóng hydro sulfua.

4.1.7 Magie

Dung dịch muối magie khi có mặt amoni clorua không cho kết tủa với dung dịch amoni cacbonat (3.3), nhưng nếu thêm dung dịch natri phosphat (3.31) thì tạo kết tủa tinh thể màu trắng không tan trong các dung dịch amoniac (3.1).

4.1.8 Mangan

Dung dịch muối mangan tạo với dung dịch amoni sulfua (3.6) kết tủa màu thịt cá hồi, tan được trong axit axetic.

4.1.9 Kali

Các hợp chất kali sẽ chuyển màu tím trước ngọn lửa không phát sáng nếu như nó không được che chắn bằng một lượng nhỏ natri. Trong các dung dịch muối kali nồng độ cao hoặc nồng độ trung bình, trung tính thì dung dịch natri bitartrat (3.28) từ từ tạo ra kết tủa trắng dạng tinh thể tan được trong dung dịch amoniac (3.1) và trong các dung dịch hydroxit hoặc cacbonat có tính kiềm. Khi khuấy hoặc dùng đũa thủy

tinh gỗ vào thành trong ống nghiệm hoặc thêm một lượng nhỏ axit axetic băng hoặc etanol sẽ làm kết tủa nhanh hơn.

4.1.10 Natri

Các hợp chất natri sau khi chuyển thành dạng muối clorua hoặc muối nitrat thì phản ứng với dung dịch coban-uranyl axetat (3.11) tạo kết tủa màu vàng kim sau khi lắc vài phút. Các hợp chất natri chuyển sang màu vàng đậm trước ngọn lửa không phát sáng.

4.1.11 Kẽm

Khi có mặt natri axetat, các muối kẽm tạo kết tủa trắng với hydro sulfua. Kết tủa này không tan trong axit axetic, nhưng lại hoà tan trong dung dịch axit clohydric loãng (3.14). Một kết tủa tương tự cũng được tạo ra bởi dung dịch amoni sulfua (3.6) trung tính hoặc kiềm. Các dung dịch muối kẽm phản ứng với dung dịch kali feroxyanua (3.24) tạo kết tủa trắng không tan trong dung dịch axit clohydric loãng (3.14).

4.1.12 Amoni

Dung dịch natri hydroxit (3.29) phân huỷ các muối amoni và giải phóng amoniac, có thể nhận biết được bởi mùi và tính kiềm khi thử trên giấy quỳ đỏ được làm ẩm. Nếu có gia nhiệt thì quá trình phân huỷ này diễn ra nhanh hơn.

4.1.13 Bicacbonat

Xem 4.1.17.

4.1.14 Bisulfit

Xem 4.1.25.

4.1.15 Bromat

Dung dịch bromat được axit hoá bằng dung dịch axit nitric (1:20), cho kết tủa tinh thể màu trắng khi thêm 2 giọt đến 3 giọt dung dịch bạc nitrat (3.27), kết tủa này tan khi đun nóng. Khi thêm một giọt dung dịch natri nitrit (3.30) cho kết tủa màu vàng nhạt.

Dung dịch bromat được axit hoá bằng dung dịch axit nitric (1:20), tạo màu vàng thành nâu đỏ khi thêm 5 giọt đến 6 giọt dung dịch natri nitrit (3.30). Khi thêm 1 ml cloroform (3.53) và khuấy, lớp cloroform sẽ chuyển màu vàng thành nâu đỏ.

4.1.16 Bromua

Brom tự do được giải phóng ra khỏi các dung dịch bromua khi thêm từng giọt nước clo (3.10). Khi lắc với cloroform (3.53), brom tự do bị hoà tan làm màu cloroform chuyển từ đỏ đến nâu đỏ. Khi xử lý dung dịch

bromua bằng dung dịch bạc nitrat (3.27) tạo ra kết tủa trắng ngà, kết tủa này không tan trong axit nitric và tan ít trong dung dịch amoniac (3.1).

4.1.17 Cacbonat

Các muối cacbonat và bicacbonat tách khí mạnh khi tác dụng với các axit, giải phóng khí cacbon dioxit không màu, cacbon dioxit tạo ra kết tủa màu trắng ngay khi đi vào dung dịch canxi hydroxit (3.9). Dung dịch cacbonat được làm lạnh sẽ tạo màu đỏ với dung dịch phenolphthalein (3.21), trong khi các dung dịch của bicacbonat vẫn giữ nguyên màu hoặc chỉ đổi màu nhẹ.

4.1.18 Clorua

Dung dịch clorua tác dụng với dung dịch bạc nitrat (3.27) tạo kết tủa màu trắng, không tan trong axit nitric nhưng tan trong dung dịch amoniac (3.1) dư ít. Khi các dung dịch clorua được gia nhiệt cùng với kali permanganat và dung dịch axit sulfuric loãng (3.35) sẽ giải phóng clo, nhận biết được bằng mùi clo đặc trưng.

4.1.19 Feroxyanua

Thêm 1 ml dung dịch sắt(III) clorua (3.12) vào 10 ml dung dịch mẫu thử 1 %, tạo ra kết tủa màu xanh đậm.

4.1.20 Iodua

Khi thêm từng giọt nước clo (3.10) vào dung dịch iodua sẽ giải phóng iốt, màu của dung dịch chuyển từ vàng sang đỏ. Cloroform (3.53) có màu tím khi được lắc với dung dịch này. Iốt được giải phóng sẽ cho màu xanh với hồ tinh bột (3.41). Dung dịch iodua phản ứng với bạc nitrat (3.27) tạo kết tủa màu vàng không tan trong axit nitric và dung dịch amoniac (3.1).

4.1.21 Nitrat

Trộn một thể tích dung dịch nitrat với một thể tích tương đương axit sulfuric, làm nguội hỗn hợp này, thêm dung dịch sắt(II) sulfat lên trên bề mặt hỗn hợp sẽ tạo ra màu nâu ở bề mặt tiếp xúc của hai chất lỏng. Khi muối nitrat được gia nhiệt với axit sulfuric và đồng kim loại, làm thoát ra khỏi màu đỏ nâu. Các muối nitrat không làm mất màu dung dịch kali permanganat (3.26) trong môi trường axit (điểm phân biệt với các muối nitrit).

4.1.22 Nitrit

Các muối nitrit tạo khỏi màu đỏ nâu khi tác dụng với các axit vô cơ loãng hoặc axit axetic. Thêm vài giọt dung dịch kali iodua (3.25) và vài giọt dung dịch axit sulfuric loãng (3.35) vào dung dịch muối nitrit sẽ giải phóng iốt, tạo màu xanh với hồ tinh bột (3.41).

4.1.23 Peroxit

TCVN 6534:2010

Các dung dịch peroxit đã được axit hoá nhẹ bằng axit sulfuric sẽ cho màu xanh đậm khi thêm dung dịch kali dicromat (3.22). Khi lắc hỗn hợp trên với một thể tích ete tương đương rồi để cho tách lớp thì lớp ete sẽ chuyển màu xanh.

4.1.24 Phosphat

Các dung dịch orthophosphat trung tính phản ứng với dung dịch bạc nitrat (3.27) cho kết tủa màu vàng, tan được trong dung dịch axit nitric loãng (3.20) hoặc trong dung dịch amoniac (3.1). Với dung dịch amoni molybdat (3.4) thì sẽ tạo thành kết tủa màu vàng, tan được trong dung dịch amoniac (3.1).

4.1.25 Sulfit

Các muối sulfit và bisulfit phản ứng với dung dịch axit clohydric loãng (3.14) tạo ra sulfua dioxit, có thể nhận biết được bằng mùi đặc trưng. Khí sulfua dioxit làm đen giấy lọc được tẩm dung dịch thủy ngân(I) nitrat (3.17).

4.1.26 Sulfat

Các dung dịch muối sulfat phản ứng với dung dịch bari clorua (3.8) tạo kết tủa trắng không tan trong axit nitric (3.20) và axit clohydric (3.14). Các muối sulfat phản ứng với dung dịch chì axetat (3.15) tạo kết tủa trắng tan được trong dung dịch amoni axetat (3.37). Axit clohydric không tạo kết tủa khi được bổ sung dung dịch muối sulfat vào dung dịch (điểm phân biệt với muối thiosulfat).

4.1.27 Thiosulfat

Các dung dịch muối thiosulfat phản ứng với axit clohydric (3.14) tạo kết tủa trắng, kết tủa này nhanh chóng chuyển sang màu vàng, giải phóng sulfua dioxit, có thể nhận biết được bằng mùi đặc trưng. Thêm dung dịch sắt(III) clorua (3.12) vào các dung dịch thiosulfat sẽ tạo ra màu tím đậm không bền.

4.2 Nhận biết các ion và hợp chất hữu cơ

4.2.1 Axetat

Khi được làm ấm bằng axit sulfuric hoặc cồn, axit axetic hoặc các muối axetat tạo thành etyl axetat nhận biết được bởi mùi đặc trưng. Với các dung dịch muối axetat trung tính, dung dịch sắt(III) clorua (3.12) sẽ cho màu đỏ đậm, màu đỏ này sẽ mất khi thêm axit vô cơ.

4.2.2 Alginat

Lắc để hòa tan hoàn toàn 0,01 g mẫu thử trong 0,15 ml natri hydroxit 0,1 N (3.29) và thêm 1 ml dung dịch sắt(III) sulfat (3.13). Trong khoảng 5 min, xuất hiện màu đỏ anh đào sau đó chuyển thành màu đỏ tía.

4.2.3 Ascorbat

Thêm 2 ml nước, 0,1 g natri bicacbonat (3.46) và khoảng 0,02 g sắt(II) sulfat (3.47) vào 2 ml dung dịch mẫu thử 2 % trong nước. Lắc sau đó để yên. Màu tím đậm được tạo thành và biến mất nếu thêm 5 ml dung dịch axit sulfuric loãng (3.35).

4.2.4 Benzoat

Các dung dịch benzoat trung tính cho kết tủa màu thịt cá hồi với dung dịch sắt(III) clorua (3.12). Dung dịch benzoat nồng độ trung bình phản ứng với dung dịch axit sulfuric loãng (3.35) tạo kết tủa và giải phóng axit benzoic tan được trong ête.

4.2.5 Xitrat

Khi bổ sung vài miligam muối xitrat vào hỗn hợp gồm 15 ml pyridin (3.51) và 5 ml anhydrit axetic (3.44) sẽ tạo ra màu đỏ carmin.

4.2.6 Gluconat

Hòa tan một lượng mẫu thử trong nước để thu được dung dịch có nồng độ 10 mg/ml, đun nóng trong nồi cách thủy ở 60 °C, nếu cần.

Cho từng phần 5 µl dung dịch thử và dung dịch chuẩn kali gluconat (3.42) lên đĩa sắc ký lớp mỏng thích hợp được bọc 0,25 mm lớp silica gel dùng cho sắc ký và để đến khô. Hiện sắc ki đồ trên hệ thống dung môi bao gồm hỗn hợp của etanol, nước, amoni hydroxit và etyl axetat theo tỉ lệ 50 : 30 : 10 : 10 (thể tích) cho đến khi dung môi trên bề mặt di chuyển được khoảng ba phần tư chiều dài của đĩa. Lấy đĩa ra khỏi buồng và sấy khô ở 110 °C trong 20 min. Để nguội và phun thuốc thử được chuẩn bị như sau: hòa tan 2,5 g amoni molybdat (3.45) vào khoảng 50 ml axit sulfuric 2 N (3.35) đựng trong bình định mức 100 ml, thêm 1,0 g xêri sulfat (3.48), khuấy tan rồi pha loãng bằng axit sulfuric 2 N đến vạch và trộn. Làm nóng đĩa ở 110 °C trong khoảng 10 min. Về nguyên tắc, vết chấm thu được từ dung dịch thử tương ứng về màu sắc, kích thước và thời gian lưu như vết chấm thu được từ dung dịch chuẩn kali gluconat.

4.2.7 Glutamat

Xác định hàm lượng glutamat bằng sắc ký lớp mỏng, xem JECFA 2006, *Combined Compendium of Food Additive Specifications, Volume 4, Section on Analytical Techniques* (Tuyển tập quy định kỹ thuật đối với phụ gia thực phẩm, Tập 4, Phần Các kỹ thuật phân tích). Sử dụng các điều kiện sau:

Mẫu thử: 1 µl dung dịch mẫu thử [pha loãng mẫu thử theo tỉ lệ 1 : 100 (khối lượng/thể tích)]. Thêm vài giọt dung dịch amoni hydroxit (3.1) để hòa tan, nếu cần.

Dung dịch chuẩn: 1 µl dung dịch mononatri L-glutamat (3.38).

Dung môi: Hỗn hợp của n-butanol (3.52), axit axetic băng (3.43) và nước theo tỉ lệ 2 : 1 : 1 (thể tích).

Chất hấp thụ: silica gel (3.54).

Ngừng triển khai khi dung môi bề mặt cách khoảng 10 cm tính từ điểm áp dụng. Làm khô đĩa ở 80 °C trong 30 min. Phun dung dịch ninhydrin (3.19) lên đĩa, đun nóng 80 °C trong 10 min và quan sát đĩa dưới ánh sáng tự nhiên. Giá trị của hệ số lưu R_f của dung dịch thử và của dung dịch chuẩn phải tương đồng.

4.2.8 Glyxerol

Làm nóng một vài giọt mẫu thử trong ống nghiệm với khoảng 0,5 g kali bisulfat (3.49), hơi cay của acrolein sẽ tỏa ra.

4.2.9 Lactat

Khi các dung dịch lactat được axit hoá bằng axit sulfuric (3.35) rồi thêm dung dịch kali permanganat (3.26) và làm nóng hỗn hợp sẽ giải phóng axetaldehyt, nhận biết được bởi mùi đặc trưng.

4.2.10 Malat

Chuyển dung dịch mẫu thử vào đĩa sứ và thêm 10 mg axit sulfanilic (3.50). Đun nóng dung dịch trong nồi cách thủy trong vài phút, thêm 5 ml của dung dịch natri nitrit nồng độ 20 % (3.30) và đun nhẹ. Tạo môi trường kiềm bằng dung dịch natri hydroxit (3.29) sẽ cho màu đỏ.

4.2.11 Phosphat hữu cơ

Thêm 2 ml dung dịch hỗn hợp magnesia (3.16) vào dung dịch mẫu thử không tạo kết tủa. Thêm 5 ml axit nitric, đun sôi trong 10 min, trung hòa bằng dung dịch amoni đậm đặc (3.2), thêm nước đến vạch 100 ml, thêm dung dịch amoni molybdat (3.4) và làm ấm. Kết tủa vàng được tạo thành tan được trong dung dịch natri hydroxit (3.29) và dung dịch amoniac (3.1).

4.2.12 Riboza

Pha loãng mẫu thử trong nước để thu được dung dịch mẫu thử có nồng độ 0,03 % (khối lượng/thể tích). Thêm 0,2 ml dung dịch orcin trong etanol (3.39) và 3 ml dung dịch sắt(III) amoni sulfat trong axit clohydric (3.40) vào 3 ml dung dịch mẫu thử. Đun nóng hỗn hợp thu được trong nồi cách thủy 10 min sẽ tạo màu xanh lá cây.

4.2.13 Tartrat

Khi thêm vài miligam muối tartrat vào hỗn hợp gồm 15 ml pyridin (3.51) và 5 ml anhydrit axetic (3.44) sẽ tạo ra màu xanh ngọc.

5 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
 - b) phương pháp nhận biết đã dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - c) kết quả thử nghiệm thu được;
 - d) tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
 - e) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử.
-