

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6534 : 1999

PHỤ GIA THỰC PHẨM -
PHƯƠNG PHÁP THỬ NHẬN BIẾT (ĐỊNH TÍNH)

FOOD ADDITIVES - IDENTIFICATION TESTS

HÀ NỘI - 1999

Lời nói đầu

TCVN 6534 : 1999 hoàn toàn phù hợp với phần X: phương pháp thử nhận biết (định tính) trong sách Hướng dẫn các qui định kỹ thuật, các lưu ý chung, các kỹ thuật phân tích chung, phương pháp thử nhận biết, dung dịch thử (TS) và các tài liệu tham khảo khác của JECFA (Guide to specifications, general notices, general analytical techniques, identification tests, test solutions and other reference materials - JECFA - FAO FOOD and nutrition paper - 5 rev. 2).

TCVN 6534 : 1999 do ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F4 Phụ gia thực phẩm biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Phụ gia thực phẩm – Phương pháp thử nhận biết (định tính)

Food additives – Identification tests

Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp thử nhận biết (định tính) các chất sau đây có trong phụ gia thực phẩm: axetat, nhôm, amoni $[NH_4]^+$, benzoat, bicacbonat, bisunfit, bromat, bromua, canxi, cacbonat, clorua, xitrat, đồng, fero xyanua, iodua, sắt, lactat, manhê, mangan, nitrat, nitrit, peroxit, photphat, kali, natri, sunfat, sunfit, tartrat thiosunfat, kẽm.

Dung dịch thử (TS) xem phần XIII trong sách Hướng dẫn các qui định kỹ thuật, các lưu ý chung, các kỹ thuật phân tích chung, phương pháp thử nhận biết, dung dịch thử (TS) và các tài liệu tham khảo khác của JECFA (Guide to specifications, general notices, genneral analytical techniques, identification tests, test solutions and other reference materials - JECFA - FAO FOOD and nutrition paper - 5 rev. 2).

Thử nhận biết

2.1 Axetat

Khi đun nóng với axit sunfuric và cồn, axit axetic hoặc các axetat tạo thành etyl axetat, chất này có thể nhận biết được bởi mùi đặc trưng của nó. Với các dung dịch trung tính axetat, dung dịch thử sắt (III) clorua (TS) sẽ cho một màu đỏ đậm, màu đỏ này sẽ mất khi thêm một axit vô cơ.

2.2 Nhôm

Dung dịch các muối nhôm tác dụng với dung dịch thử amoniac (TS) cho kết tủa dạng keo, màu trắng, không tan khi có dư dung dịch thử amoniac (TS). Với dung dịch thử natri hydroxit (TS) hoặc dung dịch thử natri sunfua (TS) cũng tạo ra kết tủa tương tự, nhưng kết tủa này bị hoà tan khi cho dư các thuốc thử trên.

2.3 Amoni [NH₄]⁺

Dung dịch thử natri hydroxit (TS) phân huỷ các muối amoni, làm thoát ra khí amoniac có thể nhận biết được bởi mùi của nó và tính kiềm khi thử trên giấy quì đỏ. Nếu có gia nhiệt, quá trình phân huỷ này diễn ra nhanh hơn.

2.4 Benzoat

Các dung dịch trung tính benzoat cho kết tủa màu hồng như màu thịt cá hồi với dung dịch thử clorua sắt (TS). Từ các dung dịch benzoat hơi đậm đặc, dung dịch thử axit sunfuric loãng (TS) sẽ kết tủa axit benzoic tự do, chất này tan dễ dàng trong ête.

2.5 Bicacbonat

Xem cacbonat.

2.6 Bisunfit

Xem sunfit.

2.7 Bromat

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

Các dung dịch bromat được axit hoá bằng axit nitric (1 : 20), tạo màu vàng tới nâu ánh đỏ khi thêm 5 hoặc 6 giọt dung dịch thử natri nitrit (TS). Còn khi thêm 1 ml clorofooc và khuấy, lớp clorofooc sẽ chuyển màu vàng tới nâu ánh đỏ.

2.8 Bromua

Brom tự do được giải phóng khỏi các dung dịch bromua khi thêm từng giọt dung dịch thử clo (TS). Khi lắc với clorofooc, brom này sẽ hoà tan, làm màu clorofooc từ đỏ tới nâu ánh đỏ. Khi các dung dịch bromua kết hợp với dung dịch thử nitrat bạc (TS) tạo ra kết tủa trắng ánh vàng, kết tủa này không tan trong axit nitric và tan ít trong dung dịch thử amoniac (TS).

2.9 Capxi

Các muối oxalat không tan được tạo thành khi các dung dịch của các muối canxi được xử lí theo cách sau: dùng 2 giọt dung dịch thử methyl đỏ (TS) làm chỉ thị, trung hoà dung dịch của một muối canxi (1: 20) bằng

dung dịch thử amoniac (TS). Kết tủa canxi oxalat màu trắng được hình thành khi thêm dung dịch thử amoni oxalat (TS). Kết tủa này không tan trong axit axetic nhưng hoà tan trong axit clohydric.

Các muối canxi khi thấm ướt bằng axit clohydric sẽ xuất hiện màu đỏ ánh vàng rất nhanh trước ngọn lửa không phát sáng.

2.10 Cacbonat

Các cacbonat và bicacbonat sủi bọt khi tác dụng với các axit, làm thoát ra một chất khí không màu và chất khí này tạo ra kết tủa màu trắng ngay khi cho vào dung dịch thử canxi hydroxit (TS). Các dung dịch được làm lạnh của cacbonat hoà tan chuyển màu đỏ với dung dịch thử phenolphthalein (TS), trong khi các dung dịch của bicacbonat vẫn giữ nguyên màu hoặc chỉ hơi đổi màu.

2.11 Clorua

Các dung dịch clorua tác dụng với dung dịch thử nitrat bạc (TS) tạo ra kết tủa đông đặc màu trắng, không tan trong axit nitric nhưng tan được trong dung dịch thử amoniac (TS) hơi dư một chút. Khi các dung dịch clorua được gia nhiệt cùng với kali pecmanganat và dung dịch thử axit sunfuric loãng (TS) sẽ giải phóng clo, có thể nhận biết clo do clo có mùi đặc trưng của nó.

2.12 Xitrat

Khi vài mg muối xitrat được thêm vào một hỗn hợp gồm 15 ml pyridin và 5 ml anhydrit axetic, tạo ra màu đỏ cacmin.

2.13 Đồng

 Khi các dung dịch của hợp chất đồng được axit hoá bằng axit clohydric, một màng màu đỏ của đồng kim loại sẽ đọng trên bề mặt sắt kim loại sáng không xỉn. Khi cho dư dung dịch thử amoniac (TS) vào dung dịch của một muối đồng, tạo ra trước tiên một kết tủa ánh xanh, sau đó là một dung dịch xanh lam. Với dung dịch thử kali fero xyanua (TS), dung dịch của các muối đồng cho kết tủa màu nâu ánh đỏ, không tan trong các axit loãng.

2.14 Fero xyanua

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

2.15 Iodua

Khi thêm từng giọt dung dịch thử clo (TS), các dung dịch iodua sẽ giải phóng iốt, iốt này làm màu dung dịch thay đổi từ vàng tới đỏ. Clorofoc chuyển màu tím khi lắc với dung dịch này. Iốt được giải phóng sẽ cho màu xanh với dung dịch thử tinh bột (TS). Dung dịch thử nitrat bạc (TS) tạo ra trong các dung dịch iodua kết tủa đông đặc màu vàng không tan trong axit nitric và dung dịch thử amoniac (TS).

2.16 Sắt

Các dung dịch của các hợp chất sắt II và III, cho kết tủa màu đen với dung dịch thử amoni sunfua (TS). Kết tủa này tan trong dung dịch thử axit clohydric loãng (TS) đã được làm lạnh, kèm theo giải phóng ra sunfua hydro.

2.16.1 Các muối sắt III (ferric)

Dung dịch thử kali feroxyanua (TS) cho kết tủa màu xanh thẫm trong các dung dịch axit của các muối sắt III. Khi cho dư dung dịch thử natri hydroxit (TS), sẽ tạo thành kết tủa nâu ánh đỏ. Các dung dịch của các muối sắt III tạo với dung dịch thử amoni thyoxyanat (TS) màu đỏ đậm, màu này không bị mất đi bởi các axit vô cơ nồng độ loãng.

2.16.2 Các muối sắt II (ferrous)

Dung dịch thử kali ferixyanua (TS) tạo ra kết tủa màu xanh thẫm trong các dung dịch muối sắt II, kết tủa này không tan trong axit clohydric loãng, nhưng bị phân huỷ bởi dung dịch thử natri hydroxit (TS). Các dung dịch của các muối sắt II tạo ra kết tủa màu trắng ánh xanh lá cây với dung dịch thử natri hydroxit (TS), khi lắc, màu này nhanh chóng chuyển thành màu xanh lá cây và sau đó thành nâu.

2.17 Lactat

Khi các dung dịch lactat được axit hoá bằng axit sunfuric, rồi thêm dung dịch thử kali pecmanganat (TS) và đun nóng hỗn hợp này sẽ giải phóng axetaldehyt, chất này có thể nhận biết được bởi mùi đặc trưng của nó.

2.18 Manhê

Dung dịch của các muối magiê khi có mặt amoni clorua không tạo ra kết tủa với dung dịch thử amoni cacbonat (TS), nhưng tạo ra kết tủa tinh thể màu trắng không tan trong các dung dịch thử amoniac (TS) nếu ta thêm dung dịch thử natri photphat (TS).

2.19 Mangan

Dung dịch của các muối mangan tạo với dung dịch thử amoni sunfua (TS) kết tủa màu hồng như màu của thịt cá hồi (salmon), chất này tan được trong axit axetic.

2.20 Nitrat

Trộn một dung dịch nitrat với cùng một thể tích axit sunfuric, làm nguội hỗn hợp này, và cho thêm dung dịch sunfat sắt II lên trên bề mặt hỗn hợp, tạo ra màu nâu ở bề mặt tiếp xúc 2 chất lỏng. Khi muối nitrat được gia nhiệt với axit sunfuric và đồng kim loại, làm thoát ra khói màu đỏ ánh nâu. Các nitrat không làm mất màu dung dịch thử kali pemanganat (TS) đã được axit hoá (điểm khác với các nitrit).

2.21 Nitrit

Các nitrit cho khói màu đỏ ánh nâu khi được xử lý bằng các axit vô cơ loãng, hoặc axit axetic. Thêm vài giọt dung dịch thử kali iodua (TS) và vài giọt dung dịch thử axit sunfuric loãng (TS) vào dung dịch nitrit giải phóng iốt, tạo màu xanh với dung dịch thử tinh bột (TS).

2.22 Peroxit

Các dung dịch peroxit đã được axit hoá nhẹ bằng axit sunfuric cho màu xanh lam khi thêm dung dịch thử kali dicromat (TS). Khi lắc hỗn hợp trên với một lượng ete đúng bằng thể tích của nó rồi để cho các chất lỏng tách ra, lớp ete sẽ nhuộm màu xanh.

2.23 Photphat

Các dung dịch trung tính của octophotphat khi gặp dung dịch thử nitrat bạc (TS) cho kết tủa màu vàng, tan được trong dung dịch thử axit nitric loãng (TS) hoặc trong dung dịch thử amoniac (TS). Với dung dịch thử amoni molipdat (TS), tạo thành kết tủa màu vàng, tan được trong dung dịch thử amoniac (TS).

2.24 Kali

Các hợp chất kali sẽ cho một màu tím trước ngọn lửa không phát sáng nếu như nó không được che chắn bởi sự có mặt của một lượng nhỏ natri. Trong các dung dịch trung tính, đậm đặc hay đặc vừa phải của các muối kali, dung dịch thử natri bitartrat (TS) từ từ tạo ra kết tủa tinh thể màu trắng - có thể tan được trong dung dịch thử amoniac (TS) và trong các dung dịch của các hydroxit hay cacbonat kiềm tính. Quá trình tạo kết tủa này có thể được tăng tốc nhờ khuấy hoặc cọ sát trong lòng ống nghiệm thử bằng một que khuấy thủy tinh, hoặc cho thêm một lượng nhỏ axit axetic bằng hoặc etanol.

2.25 Natri

Các hợp chất natri, sau khi chuyển hoá thành dạng clorua hoặc nitrat, phản ứng với dung dịch thử coban - uranyl axetat (TS), sau đó lắc vài phút tạo ra kết tủa màu vàng kim. Các hợp chất natri cho màu vàng chói trước ngọn lửa không phát sáng.

2.26 Sunfat

Các dung dịch muối sunfat, phản ứng với dung dịch thử bari clorua (TS), cho kết tủa trắng không tan trong axit nitric và axit clohydric. Các muối sunfat, phản ứng với dung dịch thử chì axetat (TS), cho kết tủa trắng tan được trong dung dịch axetat amoni. Axit clohydric không tạo kết tủa khi được thêm vào các dung dịch sunfat (đặc điểm phân biệt với thiosunfat).

2.27 Sunfit

Khi được xử lý bằng dung dịch thử axit clohydric loãng (TS), các sunfit và bisunfit sẽ cho sunfua dioxit, có thể nhận biết được bởi mùi đặc trưng của nó. Chất khí này làm đen giấy lọc được tẩm dung dịch thử nitrat thủy ngân (TS).

2.28 Tartrat

Khi thêm vài mg muối tartrat vào hỗn hợp gồm 15 ml pyridin và 5 ml anhydrit axetic, tạo ra một màu xanh ngọc.

2.29 Thiosunfat

Các dung dịch thiosunfat phản ứng với axit clohydric cho kết tủa trắng, kết tủa này nhanh chóng chuyển sang màu vàng, giải phóng ra sunfua dioxit, có thể nhận biết được mùi của nó. Thêm dung dịch thử sắt (III) clorua (TS) vào các dung dịch thiosunfat tạo ra màu tím thẫm không bền.

2.30 Kẽm

Các muối kẽm, khi có mặt natri axetat, cho kết tủa trắng với hydro sunfua. Kết tủa này không tan trong axit axetic, nhưng lại hoà tan trong dung dịch thử axit clohydric loãng (TS). Kết tủa tương tự cũng được tạo ra bởi dung dịch thử amoni sunfua (TS) trong các dung dịch trung tính hoặc kiềm. Dung dịch của các muối kẽm phản ứng với dung dịch thử kali ferroxyanua (TS), cho kết tủa trắng không tan trong dung dịch thử axit clohydric loãng (TS).