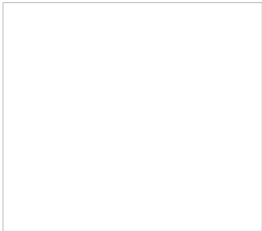


1. Tên khác, chỉ số	Vitamin C INS 300 ADI “không giới hạn”
2. Định nghĩa	
<i>Tên hóa học</i>	L-ascorbic acid; ascorbic acid; 2,3-didehydro-L-threo-hexono-1,4-lacton; 3-keto-L-gulouranolacton
<i>Mã số C.A.S.</i>	50-81-7
<i>Công thức phân tử</i>	C ₆ H ₈ O ₆
<i>Công thức cấu tạo</i>	
<i>Khối lượng phân 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>	[α] _D ²⁵ trong khoảng +20,5 và +21,5°.
<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 mg/kg.
5.3. Hàm lượng C₆H₈O₆	Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.
6. Phương pháp thử	
6.1. Định tính	
<i>Phản ứng màu</i>	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).
<i>Phản ứng khử</i>	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).
5.2. Độ tinh khiết	
<i>Giảm khối lượng khi làm khô</i>	- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4 - Làm khô trên acid sulfuric trong 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 $C_6H_8O_6$.

PHỤ LỤC 2

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

INS 301

ADI “không giới hạn”

Natri L-ascorbat; Natri ascorbat; Natri 2,3-didehydro-L-threo-hexono-1,4-lacton enolat; Natri 3-keto-L-gulofuranolacton enolat.

134-03-2

$C_6H_7O_6Na$

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

198,11

Bột tinh thể trắng hoặc gần như trắng, không mùi, sẽ bị sẫm màu khi để ngoài ánh sáng.

Chất chống oxy hóa

Dễ tan trong nước, tan rất ít trong ethanol.

Phải có phản ứng đặc trưng của ascorbat.

Phải có phản ứng đặc trưng của natri.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Dung dịch mẫu thử trong nước nồng độ 10% (kl/tt) có $[a]_D^{25}$ trong khoảng +103 và +108°.

6,5 - 8,0 (Dung dịch 1/10).

Không được quá 2 mg/kg.

Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

- 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.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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

- 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).

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 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 9,905 mg $C_6H_7O_6Na$.

PHỤ LỤC 3

INS 302

ADI “không giới hạn”

...

...

...

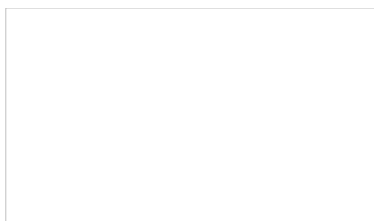
Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Calci ascorbat dihydrat; Muối calci của acid 2,3-didehydro-L-threo-hexono-1,4-lacton dehydrat.

5743-27-1

$C_{12}H_{14}O_{12}Ca.2H_2O$



426,35

Bột tinh thể không mùi, màu trắng hoặc hơi vàng.

Chất chống oxy hóa

Tan trong nước, rất ít tan trong ethanol, không tan trong ether.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Dung dịch mẫu thử trong nước nồng độ 5% (kl/kl) có $[\alpha]_{25}^D$ trong khoảng +95 đến +97°.

6,0 - 7,5 (Dung dịch 1/10).

Không được quá 10 mg/kg.

Không được quá 2mg/kg.

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

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

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 $C_{12}H_{14}O_{12}Ca.2H_2O$.

PHỤ LỤC 4

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

Vitamin C palmitate

INS 304

ADI = 1-1,25 mg/kg thể trọng

...

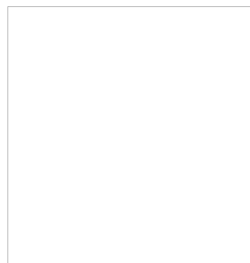
...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

C₂₂H₃₈O₇



414,55

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

Chất chống oxy hóa

Rất ít tan trong nước, dễ tan trong ethanol.

107 °C – 117 °C.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Không được quá 2%.

Dung dịch mẫu thử trong nước nồng độ 10% (kl/tt) có [α]_D²⁵ trong khoảng +21 và +24°.

Không được quá 0,1%

Không được quá 2 mg/kg.

Không thấp hơn 95,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

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

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

- 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).

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 20,73 mg $C_{22}H_{38}O_7$.

PHỤ LỤC 5

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

Vitamin C stearate

INS 305

...

...

...

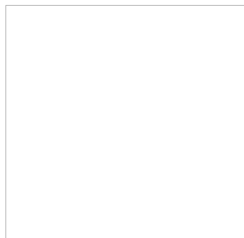
Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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

$C_{24}H_{42}O_7$

25395-66-8



442,6

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

Chất chống oxy hóa

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Khoảng 116 °C.

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

Không được quá 2%.

Không được quá 0,1%.

Không được quá 2 mg/kg.

Không thấp hơn 95,0%.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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

- Làm khô tại 56-60⁰ trong chân không, trong 1 giờ.

- 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).

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 C₂₄H₄₂O₇.

PHỤ LỤC 6

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

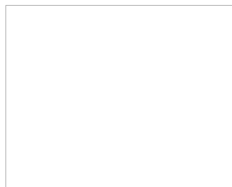
INS 315

ADI “không giới hạn”

Acid D-erythro-hex-2-enoic deltalacton, Acid isoascorbic, Acid D- isoascorbic

89-65-9

C₆H₈O₆



176,13

Dạng tinh thể trắng hoặc hơi vàng, ngả màu sẫm khi để ngoài ánh sáng.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Dễ tan trong nước, tan trong ethanol.

Khoảng 164 °C - 172°C, kèm theo phân hủy.

Phải có phản ứng đặc trưng của ascorbat.

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

Không được quá 0,4%.

[α]_D²⁵ trong khoảng -16,5° và -18,5°.

Không được quá 0,3%.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Không thấp hơn 99,0% tính theo chế phẩm đã làm khô.

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).

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

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

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

- Cân 1g mẫu thử.

...
...
...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

- 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).

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-A-TOCOPHEROL

Vitamin E

INS 307c

ADI = 0,15 - 2 mg/kg thể trọng đối với dl-alpha-, & d-alpha-tocopherol, đơn chất hoặc kết hợp.

...
...
...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

dl-5,7,8-Trimethyltolcol, dl-2,5,7,8-tetramethyl-2-(4',8',12'- trimethyltridecyl)-6-cromanol

Không số đăng ký C.A.S. Xác định đơn lẻ đối với chế phẩm này.

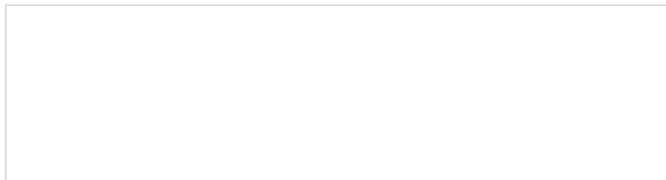
vitamin E: 59-02-9

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.

$C_{29}H_{50}O_2$



430,71

...
...
...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Chất chống oxy hóa

Không tan trong nước, dễ tan trong ethanol, hòa lẫn được với ether.

: $0 \pm 0,05^{\circ}$ (dung dịch 1/10 trong cloroform)

Dung dịch trong ethanol tuyệt đối có cực đại hấp thụ ở khoảng 292 nm.

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

n (20, D): 1,503 - 1,507

E (1%, 1 cm) (292 nm): 71-76 (dung dịch 0,01 g trong 200ml ethanol tuyệt đối).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

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

Không được quá 2 mg/kg.

Không được nhỏ hơn 96% và không được quá 102%.

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

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

- Tiến hành thử với 1 g mẫu thử.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

- 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.

Phương pháp sắc kí 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 kí

Dùng máy sắc kí 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 boro-silicat 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 khí dùng cột 2%, hoặc 30 tới 32 phút khi dùng cột 5%. (CHÚ Ý: Xử lý và luyện cột nếu cần).

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Chạy sắc kí 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 kí liên tiếp những lượng 2- tới 5-μL 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:

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

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 μL) dung dịch thử vào hệ thống sắc kí, 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_t và a_1 .

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

PHỤ LỤC 8

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

INS 310

ADI = 0 – 1,4 mg/kg thể trọng

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

121-79-9

C₁₀H₁₂O₅

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

212,20

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

Chất chống oxy hóa

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

146 – 150 °C sau khi làm khô.

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

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

Không được quá 0,5%.

Không được quá 0,1%

Không được quá 100 mg/kg tính theo clor.

Không được quá 0,5% tính theo acid galic.

Không được quá 2 mg/kg.

Không được nhỏ hơn 98,0% và không lớn hơn 102,0% tính theo chế phẩm khô.

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 nitơ. Duy trì dòng khí nitơ, 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 cháy của acid galic thu được khoảng 240 °C, kèm phân hủy.

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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Đề 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.

- Thử theo JECFA monograph 1 - Vol. 4

- sấy tại 110 °C trong 4 giờ.

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

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

- Cân 2 g mẫu thử.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Thêm 5 giọt xanh lục bromocresol (TS) vào hỗn hợp gồm 50 ml nước không có carbon dioxyd và 50 ml aceton, 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 aceton 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.

- 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.

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:

Khối lượng kết tủa ' 48,63

% Propyl galat = -----

Khối lượng mẫu thử

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng

được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Gôm Guaiac, Gum Guaiac, Gum Guaiacum, Guaiacum

INS 314

ADI = 0 - 2,5 mg/kg thể trọng

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...

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 đến vàng nâu, chuyển thành màu nâu olive khi để ngoài không khí. Có mùi thơm nhẹ.

Chất chống oxy hóa

Không tan trong nước, tan trong chất béo, dễ tan nhưng tan không hoàn toàn trong ethanol, ether và dung dịch kiềm.

85 – 90 °C.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Không được quá 5%.

Không được quá 2%.

Không được quá 15%.

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

Không được quá 2 mg/kg.

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 chì peroxyd. Lọc dung dịch và chia đôi dịch lọc. Một phần đem đun sôi, dung dịch sẽ mất màu nhưng nếu lắc với chì peroxyd thì màu lại xuất hiện. Thêm vài giọt dung dịch acid hydrocloric loãng (TS) vào phần dịch lọc còn lại, dịch lọc sẽ mất màu ngay.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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.

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.

- 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

Tertiary butylhydroquinone; TBHQ

INS 319

...

...

...

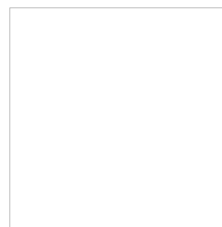
Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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

1948-33-0

C₁₀H₁₄O₂



166,22

Tinh thể màu trắng có mùi đặc trưng nhẹ.

Chất chống oxy hóa

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Không thấp hơn 126,5°C.

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

Không được quá 0,2%.

Không được quá 0,2%.

Không được quá 0,1%.

Không được quá 25 mg/kg.

Không được quá 2 mg/kg.

Không thấp hơn 99,0% $C_{10}H_{14}O_2$.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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.

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, hoà 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, hoà 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 1612cm^{-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} .

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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

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)

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 $15^\circ\text{C}/1\text{ phút}$

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 mL N,O-bis(trimethylsilyl)acetamid, đun nóng ở 80°C trong 10 phút. Chạy sắc ký hai lần, mỗi lần 10 ml 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 mL 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:

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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).

Thiết bị:

Máy sắc ký khí ghép nối với detector ion hoá 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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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 mg/ 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, hoà 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 ml 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Tính kết quả:

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

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

- 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).

Cân chính xác 170 mg mẫu đã nghiền thành bột mịn, chuyển vào bình nón miệng rộng 250 ml, hoà 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 mẫu 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-butylhydro- quinon (DTBHQ) theo công thức sau:

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

Trong đó:

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

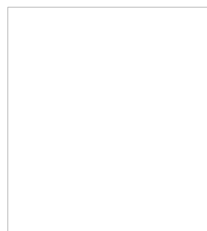
INS 320

ADI = 0 - 0,5 mg/kg thể trọng

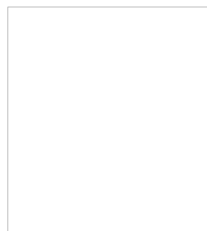
3-Tert-butyl-4-hydroxyanisol; hỗn hợp của 3- và 2-tert-butyl-4-hydroxyanisol

25013-16-5

$C_{11}H_{16}O_2$



Đồng phân vị trí 3



...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT:** (028) 3930 3279 **DD:** 0906 22 99 66

180,25

Chất rắn dạng sáp hoặc tinh thể màu trắng hoặc vàng nhạt, có mùi đặc trưng nhẹ.

Chất chống oxy hóa

Không tan trong nước, dễ tan trong propan-1,2-diol và ethanol.

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

Không được quá 0,05%.

Không được quá 2 mg/kg.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Không thấp hơn 98,5% $C_{11}H_{16}O_2$ và không thấp hơn 85% 3-tert-butyl-4-hydroxyanisol.

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.

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

- Cân 5 g mẫu.

- 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.

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

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 ml 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.

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 hoà tan và định mức tới 250 ml bằng acetone.

Dung dịch chuẩn:

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

Tiến hành:

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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

Cột: Cột thuỷ 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-ter-butyl-4-hydroxyanisol:

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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.

Dụng 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 hoà 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 mạng tẩm 10% pha tinh lỏng, cột được luyện trong chế độ đẳng nhiệt ở nhiệt độ trong khoảng 175 đến 185 °C; ghép nối với detector ion hoá 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 đo lường pic không được vượt quá 2.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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 ml) 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

PHỤ LỤC 12

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI BUTYLHYDROTOLUEN

BHT

INS 321

ADI = 0 - 0,3 mg/kg thể trọng

2,6-Ditertiary-butyl-p-cresol; 4-methyl-2,6-ditertiary-butyl-phenol

128-37-0

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Chất rắn dạng vảy hoặc tinh thể màu trắng, không mùi hoặc có mùi thơm nhẹ đặc trưng.

Chất chống oxy hóa

Không tan trong nước và propan-1,2-diol, dễ tan trong ethanol.

69° - 72°C

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

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

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

Không được thấp hơn 69,2 °C.

Không được quá 0,005%.

Không được quá 2 mg/kg.

Không được quá 0,5%.

Xem hướng dẫn trong phần phương pháp thử

Không thấp hơn 99,0%.

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.

Lấy 10 ml dung dịch mẫu thử 1/100.000 trong methanol, thêm 10 ml nước cất, 2 ml dung dịch NaNO₂ (3/1000) và 5 ml dung dịch dianisidin dihydroclorid (Cân 200 mg 3,3-dimethoxy-benzidin dihydroclorid hoà 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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

- Cân 20 g mẫu.

- 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.

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

Dung dịch 1: Hoà 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 mL 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.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

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, hoà tan trong acetone và dùng acetone định mức đến đủ 250 ml.

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

Tiến hành:

Cân chính xác 10 mg mẫu thử, hoà 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 thuỷ 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 hoá ngọn lửa (FID)

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279 DD: 0906 22 99 66**

PHỤ LỤC 13

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

Dilauryl thiodipropionate

INS 389

ADI = 0 - 3 mg/kg thể trọng

Ester của acid thiodipropionic và lauryl alcohol thực phẩm

Didodecyl 3,3'-thiodipropionic; Ester Dilauryl của acid b,b'-thiodipropionic

123-28-4

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

514,86

Tinh thể dạng vảy màu trắng, có mùi đặc trưng giống ester ngọt.

Chất chống oxy hóa.

Không tan trong nước, tan trong ethanol và ete.

Không thấp hơn 40°.

205 - 215.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**

Không được quá 2 mg/kg.

Không thấp hơn 99,0%.

Thêm 5 giọt dung dịch phenolphthalein (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 $C_6H_{10}SO_4$.

- 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).

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 $C_{30}H_{58}SO_4$.

...

...

...

Bạn phải [đăng nhập](#) hoặc [đăng ký](#) Thành Viên **TVPL** Pro để sử dụng được đầy đủ các tiện ích gia tăng liên quan đến nội dung TCVN.

Mọi chi tiết xin liên hệ: **ĐT: (028) 3930 3279** **DD: 0906 22 99 66**