

THÔNG TƯ
Ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia
về chất hỗ trợ chế biến thực phẩm – Dung môi

Căn cứ Luật an toàn thực phẩm ngày 17 tháng 6 năm 2010 và Nghị định số 38/2012/NĐ-CP ngày 25 tháng 4 năm 2012 của Chính phủ về việc quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm;

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 Nghị định số 63/2012/NĐ-CP ngày 31 tháng 8 năm 2012 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 thực phẩm;

Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành Thông tư ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về chất hỗ trợ chế biến thực phẩm – Dung môi.

Điều 1. Ban hành kèm theo Thông tư này:

QCVN 18-1:2015/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về chất hỗ trợ chế biến thực phẩm – Dung môi.

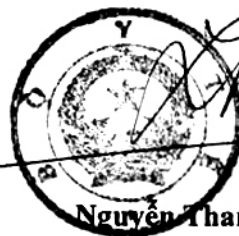
Điều 2. Thông tư này có hiệu lực thi hành kể từ ngày 01 tháng 9 năm 2016.

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

Nơi nhận:

- Thủ tướng, các Phó Thủ tướng Chính phủ;
- VPCP (Công báo, Công TTĐT Chính phủ);
- Các Bộ, cơ quan ngang Bộ, cơ quan thuộc CP;
- Bộ Tư pháp (Cục Kiểm tra VBQPPL);
- Bộ trưởng Bộ Y tế (để báo cáo);
- Các đơn vị thuộc Bộ Y tế;
- UBND các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Chi cục ATVSTP các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng (để đăng báo);
- Cổng thông tin điện tử Bộ Y tế;
- Lưu: VT, K2ĐT, PC, ATTP.

KT. BỘ TRƯỞNG
THỨ TRƯỞNG



Nguyễn Thanh Long



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 18-1:2015/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ CHẤT HỖ TRỢ CHẾ BIẾN THỰC PHẨM – DUNG MÔI**

National technical regulation on food processing aids – Solvents

HÀ NỘI - 2015



Lời nói đầu

QCVN 18-1:2015/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 thực phẩm trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định và được ban hành theo Thông tư số /2015/TT-BYT ngày tháng năm 2015 của Bộ trưởng Bộ Y tế.



**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ CHẤT HỖ TRỢ CHẾ BIẾN THỰC PHẨM – DUNG MÔI**

National technical regulation on food processing aids – Solvents

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn này quy định các yêu cầu kỹ thuật, yêu cầu quản lý đối với các dung môi được sử dụng với mục đích làm chất hỗ trợ chế biến thực phẩm (sau đây gọi tắt là dung môi).

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Các tổ chức, cá nhân nhập khẩu, sản xuất, kinh doanh các dung môi tại Việt Nam.

2.2. Các cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích chữ viết tắt

Trong quy chuẩn này, các chữ viết tắt dưới đây được hiểu như sau:

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

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

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

3.4. INS (International numbering system): Hệ thống mã số quốc tế về phụ gia thực phẩm.

4. Tài liệu viện dẫn

4.1. JECFA monograph 1 - Vol.4: 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.

4.2. TCVN 6469:2010 Phụ gia thực phẩm – Phương pháp đánh giá ngoại quan và xác định các chỉ tiêu vật lý;

4.3. TCVN 6471:2010 Phụ gia thực phẩm – Phương pháp thử đối với các chất tạo hương;

4.4. TCVN 8900-1:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 1: Hàm lượng nước (Phương pháp Karl Fischer);

4.5. TCVN 8900-2:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 2: Hao hụt khối lượng khi sấy, hàm lượng tro, chất không tan trong nước và chất không tan trong axit.

4.6. TCVN 8900-6:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 6: Định lượng antimon, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.

4.7. TCVN 8900-7:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 7: Định lượng antimony, bari, cadimi, crom, đồng, chì và kẽm bằng đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES).

4.8. TCVN 8900-8:2012 Phụ gia thực phẩm – Xác định các thành phần vô cơ – Phần 8: Định lượng chì và cadimi bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ, LẤY MẪU VÀ GHI NHÃN

1. Các yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các dung môi 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 Aceton
- 1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Isoamyl acetat
- 1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Butan-1,3-diol
- 1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Butan-1-ol
- 1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Cyclohexan
- 1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Diethyl ether
- 1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Ethyl acetat
- 1.8. Phụ lục 8: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Ether dầu hòa
- 1.9. Phụ lục 9: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Toluene
- 1.10. Phụ lục 10: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Benzyl alcohol
- 1.11. Phụ lục 11: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Butan-2-ol
- 1.12. Phụ lục 12: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với Dicloromethan
- 1.13. Phụ lục 13: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với các Hexan

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 nhưng phải có độ chính xác tương đương.

2. Quy định lấy mẫu

Việc lấy mẫu được thực hiện theo hướng dẫn tại Thông tư 26/2012/TT-BKHCN ngày 12 tháng 12 năm 2012 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ “Quy định việc 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.

3. Yêu cầu về ghi nhãn

Việc ghi nhãn các dung môi theo đúng quy định tại Nghị định 89/2006/NĐ-CP ngày 30 tháng 8 năm 2006 của Chính phủ về nhãn hàng hóa, Thông tư liên tịch số 34/2014/TTLT-BYT-BNNPTNT-BCT ngày 27 tháng 10 năm 2014 của Bộ trưởng Bộ Y tế, Bộ trưởng Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn, Bộ trưởng Bộ Công thương hướng dẫn ghi nhãn hàng hóa đối với thực phẩm, phụ gia thực phẩm và chất hỗ trợ chế biến thực phẩm bao gói sẵn và các quy định của pháp luật có liên quan.

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1. Các dung môi 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 Điều 6, Điều 7 Nghị định 38/2012/NĐ-CP ngày 25 tháng 4 năm 2012 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật an toàn thực phẩm và Điều 4, Điều 5, Điều 7, Điều 9 Thông tư 19/2012/TT-BYT ngày 09 tháng 11 năm 2012 của Bộ trưởng Bộ Y tế hướng dẫn việc công bố hợp quy và công bố phù hợp quy định an toàn thực phẩm và các quy định khác của pháp luật có liên quan.

2. Thanh tra, kiểm tra và xử lý vi phạm pháp luật

Cơ quan nhà nước có thẩm quyền thực hiện việc thanh tra, kiểm tra và xử lý vi phạm pháp luật đối với tổ chức, cá nhân nhập khẩu, sản xuất, kinh doanh dung môi vi phạm các quy định về kỹ thuật và quản lý quy định tại Quy chuẩn này và các quy định pháp luật khác có liên quan.

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, sản xuất, kinh doanh dung môi phải công bố hợp quy theo các yêu cầu của Quy chuẩn này.

2. Tổ chức, cá nhân chỉ được phép nhập khẩu, sản xuất, kinh doanh dung môi sau khi đã được Cục An toàn thực phẩm cấp Giấy tiếp nhận bản công bố hợp quy và đáp ứng các quy định pháp luật hiện hành khác có liên quan.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

1. Giao Cục An toàn 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 thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ trưởng 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 ACETON

1. Tên khác, chỉ số	Dimethylketone; propanone.
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Propan-2-one
Mã số C.A.S	67-64-1
Công thức hóa học	C_3H_6O
Công thức cấu tạo	CH_3COCH_3
Khối lượng phân tử	58,08
3. Cảm quan	Chất lỏng trong, không màu, dễ bay hơi, rất dễ cháy, có mùi đặc trưng, không chứa cặn và các chất lơ lửng
4. Chức năng	Dung môi chiết, chất tạo hương
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Có thể trộn lẫn với nước và ethanol ở bất kỳ tỷ lệ nào
Trọng lượng riêng	$d_{20}^{20} : 0,790-0,793$
Chỉ số khúc xạ	$n_D^{20} : 1,358-1,360$
5.2. Độ tinh khiết	
Khoảng nhiệt độ chưng cất	55,5 °C - 57,0 °C
Cặn không bay hơi	Không được quá 0,001 % (kl/kl)
Độ acid	Không được quá 0,002 % (kl/kl) (tính theo acid acetic)
Phenol	Không được quá 0,001 % (kl/kl)
Các chất dễ oxi hóa	Đạt yêu cầu yêu cầu trong phần phương pháp thử
5.3. Hàm lượng C_3H_6O	Không thấp hơn 99,5 % (kl/kl).
6. Phương pháp thử	
6.1. Thử định tính	
Độ tan	TCVN 6469:2010
Trọng lượng riêng	TCVN 6469:2010
Chỉ số khúc xạ	TCVN 6469:2010
6.2. Thử tinh khiết	
Khoảng nhiệt độ chưng cất	TCVN 6469:2010
Cặn không bay hơi	TCVN 8900-2:2012
Độ acid	Hút 100 ml nước cất vừa đun sôi để nguội (trung tính với dung dịch thử phenolphthalein) và vài hạt chống trào trong

binh cầu 500 ml bằng thủy tinh boro-silicat và đun sôi trong 5 phút để loại carbon dioxid. Để nguội từ từ và thêm 100 ml mẫu. Đun sôi nhẹ thêm 5 phút. Đậy bình bằng nắp có nối với ống chứa xút. Khi nguội, mở nắp và thêm 0,5 ml dung dịch thử phenolphthalein và kiểm tra tính kiềm. Nếu không kiềm chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxyd sử dụng micro buret.

Tính độ acid theo acid acetic (% , kl/kl) theo công thức

$$\% \text{ độ acid} = \frac{6 \times T}{d \times 1000}$$

Trong đó:

T = thể tích (ml) của dung dịch natri hydroxyd 0,1 N sử dụng

d = trọng lượng riêng của mẫu

Phenol

Lấy 3ml mẫu thử vào chén nung và cho bay hơi đến khô ở 60 °C, thêm 3 giọt dung dịch Natri nitrit (0,1g Natri nitrit hòa tan trong 5 ml acid sulphuric) để yên trong 2-3 phút. Thêm từ từ 3 ml Natri hydroxyd 2 N, không được xuất hiện màu.

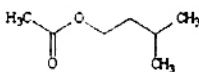
Các chất dễ oxi hóa

Lắc 30 ml mẫu với 0,1 ml dung dịch kali permanganat 3% mới pha trong nước; để yên ở 20°C trong 15 phút không được xuất hiện màu

6.3. Thử định lượng

Cân chính xác khoảng 1 g mẫu vào bình có chứa 20 ml nước và thêm nước đến 1000 ml. Hút 10 ml dung dịch vào bình thủy tinh có nắp, thêm 25 ml natri hydroxyd 0,1N và để ổn định trong 5 phút. Thêm 25 ml iod 0,1 N, đậy nắp và để ổn định ở chỗ tối và lạnh trong 10 phút, thêm 30 ml acid sulfuric 1 N. Chuẩn độ iod dư bằng natri thiosulfat sử dụng chỉ thị hồ tinh bột. Thực hiện mẫu trắng tương tự như mẫu thử và tính kết quả đã hiệu chỉnh theo mẫu trắng. Mỗi ml iod 0,1 N tương đương với 0,9675 mg C₃H₆O.

Phụ lục 2
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI ISOAMYL ACETAT

1. Tên khác, chỉ số	Amyl acetate, isoamyl ethanoate
2. Định nghĩa	Hỗn hợp các ester của acid acetic với các pentanol
Tên hóa học	3-methylbutyl ethanoat (chất chính)
Mã số C.A.S	123-92-2
Công thức hóa học	$C_7H_{14}O_2$
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	130,19
3. Cảm quan	Chất lỏng trong, không màu, có mùi quả đặc trưng
4. Chức năng	Dung môi mang, chất tạo hương (xem phần “Chất tạo hương” theo JECFA số 139)
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Tan ít trong nước, không tan trong glycerol, thực tế không tan trong propylen glycerol. Tan trong ethanol, diethyl ether, ethyl acetat, hầu hết các dầu khoáng và dầu hỗn hợp.
Trọng lượng riêng	d_{25}^{25} : 0,868-0,878
Chỉ số khúc xạ	n_D^{20} : 1,400-1,404
5.2. Độ tinh khiết	
Chỉ số acid	Không được quá 1
Cặn không bay hơi	Không được quá 7 mg/100 ml
Khoảng nhiệt độ chưng cất	Không thấp hơn 99 % (tt/tt) được cất ở nhiệt độ từ 135 °C đến 143 °C
Chi	Không được quá 2,0 mg/kg
5.3. Hàm lượng $C_7H_{14}O_2$	Không thấp hơn 95,0 % $C_7H_{14}O_2$
6. Phương pháp thử	
6.1. Thử định tính	
Độ tan	TCVN 6469:2010
Trọng lượng riêng	TCVN 6469:2010
Chỉ số khúc xạ	TCVN 6469:2010
6.2. Thử tinh khiết	

Chỉ số acid	TCVN 6471:2010
Cặn không bay hơi	TCVN 8900-2:2012
Khoảng nhiệt độ chưng cất	TCVN 6469:2010
Chỉ	TCVN 8900-6:2012
	TCVN 8900-7:2012
	TCVN 8900-8:2012

6.3. Thử định lượng Cân chính xác khoảng 0,8 g mẫu và thực hiện theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1-Vol. 4. Phần Xác định Este, sử dụng hệ số (e) trong công thức tính kết quả bằng 65,10

Phụ lục 3
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI BUTAN-1,3-DIOL

1. Tên khác, chỉ số 1,3-butylene glycol, β -butylene glycol

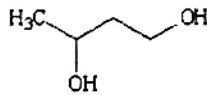
2. Định nghĩa

Tên hóa học Butan-1,3-diol

Mã số C.A.S 107-88-0

Công thức hóa học $C_4H_{10}O_2$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 90,12

3. Cảm quan Chất lỏng nhờn, trong, không màu, không mùi, hút ẩm

4. Chức năng Dung môi mang

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Trộn lẫn với nước, aceton và ete.
Tan trong dầu hỗn hợp, etanol và ete

Trọng lượng riêng 1,004 - 1,006

5.2. Độ tinh khiết

Khoảng nhiệt độ chưng cất 200 °C -215 °C

Nước Không được quá 0,5 % (kl/kl)

Chì Không được quá 2,0 mg/kg

5.3. Hàm lượng $C_4H_{10}O_2$ Không thấp hơn 99,0 % (kl/kl)

6. Phương pháp thử

6.1. Thử định tính

Độ tan TCVN 6469:2010

Trọng lượng riêng TCVN 6469:2010

6.2. Thử tinh khiết

Khoảng nhiệt độ chưng cất TCVN 6469:2010

Nước TCVN 8900-1:2012

Chì TCVN 8900-6:2012

TCVN 8900-7:2012

TCVN 8900-8:2012

6.3. Thử định lượng Thực hiện theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1-Vol. 4, sử dụng 0,2 g mẫu


Phụ lục 4
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI BUTAN-1-OL

1. Tên khác, chỉ số	Butyl alcohol, n-butyl alcohol, 1-hydroxybutane, n-butanol, n-propyl carbinol, NBA
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	1-butanol, butan-1-ol
Mã số C.A.S	76-36-3
Công thức hóa học	$C_4H_{10}O$
Công thức cấu tạo	$H_3C-CH_2-CH_2-CH_2-OH$
Khối lượng phân tử	74,12
3. Cảm quan	Chất lỏng hơi nhớt, trong, không màu, có mùi đặc trưng
4. Chức năng	Dung môi chiết, chất tạo hương
5. Yêu cầu kỹ thuật	
<i>5.1. Định tính</i>	
Độ tan	Tan trong nước, trộn lẫn với ethanol và ether.
Trọng lượng riêng	0,810 - 0,812
<i>5.2. Độ tinh khiết</i>	
Khoảng nhiệt độ chưng cất	116 °C -118 °C
Cặn không bay hơi	Không được quá 2 mg/100 ml
Nước	Không được quá 0,1 %
Độ acid	Không được quá 0,003 % (kl/kl) (theo acid acetic)
Aldehyd và keton	Không được quá 0,2 % (kl/kl)
Các alcol, ete và tạp chất bay hơi khác	Không được quá 0,5 %; và không được quá 0,1 % đối với từng tạp chất.
Chì	Không được quá 2 mg/kg
<i>5.3. Hàm lượng</i> $C_4H_{10}O$	Không thấp hơn 99,5 %
6. Phương pháp thử	
<i>6.1. Thử định tính</i>	
Độ tan	TCVN 6469:2010
Trọng lượng riêng	TCVN 6469:2010
<i>6.2. Thử tinh khiết</i>	
Khoảng nhiệt độ chưng cất	TCVN 6469:2010

Cặn không bay hơi	TCVN 8900-2:2012
Nước	TCVN 8900-1:2012
Độ acid	Nhỏ vài giọt phenolphthalein TS vào 60 g dung dịch mẫu, tiến hành chuẩn độ bằng KOH 0,1 N đến khi xuất hiện màu hồng bền trong ít nhất 15 giây. Không được quá 0,3 ml KOH.
Aldehyd và keton	- JECFA monograph 1-Vol. 4 phần xác định aldehyd và keton; - Dùng 10 g mẫu và 36,06 là hệ số chuyển đổi (e) trong tính toán
Các alcol, ete và tạp chất bay hơi khác	JECFA monograph 1 - Vol.4
Chì	TCVN 8900-6:2012 TCVN 8900-7:2012 TCVN 8900-8:2012
6.3. <i>Thử định lượng</i>	Thực hiện bằng sắc ký khí theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1-Vol. 4 phần Phương pháp chung với các điều kiện như sau: Cột dài 1,8 m; đường kính trong 6 mm bằng thép không gỉ, nhồi với P.E.G 400 10 % trên nền Chromosorb W (60/80 mesh) hoặc tương đương. Khí mang: Heli, ở tốc độ 45 ml/phút - Detector: Loại ion hóa ngọn lửa - Nhiệt độ injector: 150 °C - Nhiệt độ cột: 90 °C - Nhiệt độ detector: 150 °C Tiêm 1 đến 5 ml mẫu, trên sắc đồ thu được xác định từng thành phần bằng phương pháp chuẩn hóa diện tích.



Phụ lục 5
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI CYCLOHEXAN

1. Tên khác, chỉ số	Hexahydrobenzene										
2. Định nghĩa											
Tên hóa học	Cyclohexan										
Mã số C.A.S	110-82-7										
Công thức hóa học	C_6H_{12}										
Công thức cấu tạo											
Khối lượng phân tử	84,16										
3. Cảm quan	Chất lỏng trong, không màu, dễ cháy, có mùi đặc trưng										
4. Chức năng	Dung môi chiết										
5. Yêu cầu kỹ thuật											
<i>5.1. Định tính</i>											
Độ tan	Không tan trong nước, trộn lẫn được với ethanol và ether										
Trọng lượng riêng	0,776 - 0,780										
<i>5.2. Độ tinh khiết</i>											
Khoảng nhiệt độ chưng cất	80 °C – 82 °C										
Cặn không bay hơi	Không được quá 1 mg/100 ml										
Lưu huỳnh	Không được quá 10 mg/kg										
Benzen	Không được quá 0,1 % (tt/tt)										
Hydrocarbon thơm đa vòng	Độ hấp thụ trên 1 cm chiều dài đường quang không được vượt quá các giá trị trong bảng sau										
	<table border="0" style="margin-left: 40px;"> <thead> <tr> <th>Bước sóng (nm)</th> <th>Độ hấp thụ</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>280-289</td> <td>0,15</td> </tr> <tr> <td>290-299</td> <td>0,12</td> </tr> <tr> <td>300-359</td> <td>0,08</td> </tr> <tr> <td>360-400</td> <td>0,02</td> </tr> </tbody> </table>	Bước sóng (nm)	Độ hấp thụ	280-289	0,15	290-299	0,12	300-359	0,08	360-400	0,02
Bước sóng (nm)	Độ hấp thụ										
280-289	0,15										
290-299	0,12										
300-359	0,08										
360-400	0,02										
Chì	Không được quá 2 mg/kg										
<i>5.3. Hàm lượng C_6H_{12}</i>	Không thấp hơn 99,5 % (kl/kl)										
6. Phương pháp thử											
<i>6.1. Thử định tính</i>											
Độ tan	TCVN 6469:2010										
Trọng lượng riêng	TCVN 6469:2010										

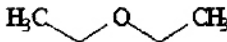
6.2. Thử tinh khiết

Khoảng nhiệt độ chưng cất	TCVN 6469:2010
Cặn không bay hơi	TCVN 8900-2:2012
Lưu huỳnh	JECFA monograph 1 - Vol.4
Benzen	JECFA monograph 1 - Vol.4 (Phần xác định hydrocarbon thơm)
Hydrocarbon thơm đa vòng	JECFA monograph 1 - Vol.4
Chl	TCVN 8900-6:2012 TCVN 8900-7:2012 TCVN 8900-8:2012

6.3. Thử định lượng

Thực hiện theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1-Vol. 4 phần Phương pháp sắc ký khí để xác định hydrocarbon thơm đa vòng và tính hàm lượng bằng phương pháp phần trăm diện tích (phương pháp chuẩn hóa diện tích).

Phụ lục 6
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI DIETHYL ETHER

1. Tên khác, chỉ số	Ether, ethyl ether
2. Định nghĩa	Diethyl ether thường có chứa các chất ổn định như pyrogallol hoặc BHT. Các nhà sản xuất cần ghi rõ trên nhãn các chất ổn định được sử dụng và lượng thêm vào. Hàm lượng phổ biến là từ 3 đến 7 mg/l.
Tên hóa học	Diethyl ether; diethyl oxyd; 1,1'-oxybisetan.
Mã số C.A.S	60-29-7
Công thức hóa học	C ₄ H ₁₀ O
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	74,12
3. Cảm quan	Chất lỏng linh động, trong, không màu, rất dễ bay hơi và dễ cháy, có mùi đặc trưng
4. Chức năng	Dung môi chiết
5. Yêu cầu kỹ thuật	
<i>5.1. Định tính</i>	
Độ tan	Không tan trong nước, trộn lẫn được với ethanol
Trọng lượng riêng	0,714 - 0,716
<i>5.2. Độ tinh khiết</i>	
Khoảng nhiệt độ chưng cất	34 °C -35 °C
Cặn không bay hơi	Không được quá 2 mg/100 ml
Nước	Không được quá 0,2 %
Độ acid	Đạt yêu cầu trong phần phương pháp thử
Aldehyd và keton	Đạt yêu cầu trong phần phương pháp thử
Peroxyd	Đạt yêu cầu trong phần phương pháp thử
Chì	Không được quá 2 mg/kg
6. Phương pháp thử	Phải thử peroxyd trước khi tiến hành thử các chỉ tiêu khác. Cảnh báo nguy hiểm khi chưng cất hoặc hóa hơi Diethyl ether mà không kiểm tra peroxyd.
<i>6.1. Thử định tính</i>	
Độ tan	TCVN 6469:2010
Trọng lượng riêng	TCVN 6469:2010
<i>6.2. Thử tinh khiết</i>	

Khoảng nhiệt độ chưng cất	TCVN 6469:2010
Cặn không bay hơi	TCVN 8900-2:2012
Nước	TCVN 8900-1:2012
Độ acid	Lấy 20 ml ethanol 95 % vào ống đong chia vạch có nắp dung tích 50 ml, thêm 0,5 ml dung dịch thử phenolphthalein và vừa đủ natri hydroxyd 0,02 N để tạo thành màu hồng bền sau khi lắc mạnh trong 30 giây. Thêm 0,3 ml natri hydroxyd 0,02 N nữa và 25 ml mẫu, đậy nắp ống đong, trộn và lắc mạnh trong 30 giây. Màu hồng không biến mất.
Aldehyd và keton	Lấy 2 ml thuốc thử dung dịch thử Nessler's vào ống nghiệm có nắp dung tích 12 ml và đường kính khoảng 1,5 cm; thêm mẫu thử đến đầy ống. Đậy nắp, lắc mạnh trong 10 giây và để ổn định ở chỗ tối trong 5 phút. Nếu không có màu và vẫn đục tạo thành, mẫu được xem là đạt yêu cầu. Nếu có màu hoặc vẫn đục và mẫu thử đạt yêu cầu phép thử peroxid thì thực hiện cất mẫu bằng cột cát phân đoạn và lặp lại phép thử. Không được có màu hoặc vẫn đục tạo thành.
Peroxyd	Màu của iod tự do tạo thành dưới tác dụng của các peroxyd hữu cơ với kali iod được so với màu của dung dịch chuẩn iod. Lấy 8 ml dung dịch kali iod 10% vào ống nghiệm có nắp dung tích 12 ml và đường kính khoảng 1,5 cm. Thêm mẫu thử đến đầy ngập ống, đậy nắp sao cho không có bọt khí tạo thành, lắc mạnh và để yên ở chỗ tối trong 30 phút. Nếu có màu vàng được tạo thành thì không được đậm hơn màu của 0,5 ml dung dịch iod 0,001 N pha loãng với 8 ml dung dịch kali iod.
Chi	TCVN 8900-6:2012 TCVN 8900-7:2012 TCVN 8900-8:2012

Phụ lục 7
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI ETHYL ACETAT

1. Tên khác, chỉ số Acetic acid ethyl ester, ethyl ethanoate

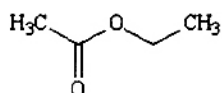
2. Định nghĩa

Tên hóa học Ethyl acetat

Mã số C.A.S 141-78-6

Công thức hóa học $C_4H_8O_2$

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 88,11

3. Cảm quan Chất lỏng trong suốt, không màu, có mùi quả

4. Chức năng Dung môi mang, chất tạo hương

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Chỉ số khúc xạ n_D^{20} : 1,371-1,376

Trọng lượng riêng d_{25}^{25} : 0,894 - 0,901

Chỉ số acid Không được lớn hơn 5,0

Điểm sôi 77 °C

5.2. Hàm lượng Không thấp hơn 99,0 %

$C_4H_8O_2$

6. Phương pháp thử

6.1. Thử định tính

Chỉ số khúc xạ TCVN 6469:2010

Trọng lượng riêng TCVN 6469:2010

Chỉ số acid TCVN 6471:2010

Điểm sôi TCVN 6469:2010

6.2. Thử định lượng

Cân chính xác 1,5 g mẫu vào lọ có nắp đã được cân trừ bì; chuyển vào bình thích hợp và thêm 50,0 ml natri hydroxyd 0,5 N; đun hồi lưu trên bể cách thủy trong 1 giờ. Để nguội, thêm dung dịch thử phenolphthalein và chuẩn độ lượng natri hydroxyd dư bằng acid hydrochloric 0,5 N. Thực hiện phân tích mẫu trắng và hiệu chỉnh kết quả theo mẫu trắng. Mỗi ml dung dịch natri hydroxyd 0,5 N tương đương với 44,06 mg $C_4H_8O_2$

Phụ lục 8
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI ETHER DẦU HÒA

1. Tên khác, chỉ số	Petroleum spirits, petroleum ether
2. Định nghĩa	Phần dầu nhẹ có độ sôi từ 25 °C đến 105 °C. Hỗn hợp hydrocarbon loại paraffinic (normal và iso) với loại cycloparaffinic. ADI 0-5 mg/kg thể trọng
3. Cảm quan	Chất lỏng linh hoạt, trong, không màu, dễ cháy, có mùi dầu đặc trưng
4. Chức năng	Dung môi chiết
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Không tan trong nước, tan trong ethanol
5.2. Độ tinh khiết	
Cặn không bay hơi	Không được quá 2 mg/100 ml
Lưu huỳnh	Không được quá 10 mg/kg
Benzen	Không được quá 0,05 % (tt/tt)
Hydrocarbon thơm	Không được quá 0,3 % (tt/tt) (gồm cả benzen)
Hydrocarbon thơm đa vòng	Mẫu phải đáp ứng các yêu cầu sau về giới hạn độ hấp thụ Bước sóng (nm) Độ hấp thụ cực đại/1cm (chiều dài quang)
	280-289 0,15
	290-299 0,12
	300-359 0,08
	360-400 0,02
Chỉ số brom	Không được quá 200
Chỉ	Không được quá 2 mg/kg
6. Phương pháp thử	
6.1. Thử định tính	
Độ tan	TCVN 6469:2010
6.2. Thử tinh khiết	
Cặn không bay hơi	TCVN 8900-2:2012
Lưu huỳnh	JECFA monograph 1-Vol.4
Benzen	JECFA monograph 1-Vol.4 phần xác định hydrocarbon thơm
Hydrocarbon thơm	JECFA monograph 1-Vol.4 phần xác định hydrocarbon thơm
Hydrocarbon thơm đa vòng	JECFA monograph 1-Vol.4

Chỉ số brom

Nguyên tắc

Chuẩn độ một lượng mẫu đã biết hòa tan trong dung môi phù hợp bằng dung dịch chuẩn bromat-bromid. Xác định điểm kết thúc bằng máy chuẩn độ điện thế, sự có mặt của brom dư tạo nên sự thay đổi độ dẫn điện của máy. Chỉ số brom là số mg brom phản ứng với 100 g mẫu dưới các điều kiện thử này.

Thiết bị, dụng cụ

- Máy chuẩn độ điện thế tự động: Bất kỳ thiết bị tự xác định điểm uốn nào cũng có thể sử dụng nếu đáp ứng dòng điện thế tại điện cực duy trì xấp xỉ 0,8V qua hai điện cực platin và có độ nhạy tương ứng sự thay đổi điện thế xấp xỉ 50 mV tại các điện cực này cần để xác định điểm kết thúc.

- Bình chuẩn độ: Bình thủy tinh được bọc kín, dung tích khoảng 150 ml có thể duy trì nhiệt độ từ 1 °C -5 °C. Hai điện cực platin không đặt xa nhau quá 5 mm, cần đặt sao cho đầu nằm dưới lớp chất lỏng. Cần khuấy bằng máy khuấy điện từ hoặc cơ học ở tốc độ nhanh nhưng không quá mạnh gây ra bọt khí phía dưới điện cực.

- Buret: Dung tích 10 ml và 50 ml

- Bình số iod: Có nắp đậy, dung tích 500 ml

Thuốc thử

Dung dịch bromide-bromat 0,05 N: Hòa tan 5,1 g kali bromide và 1,4 g kali bromat trong nước và pha loãng đến 1,000 ml. Hiệu chuẩn đến 4 chữ số có nghĩa như sau: Lấy 50 ml acid acetic và 1 ml dung dịch thử acid hydrochloric vào bình số iod 500 ml. Ngâm bình trong nước đá khoảng 10 phút, và vừa lắc vừa thêm 40-50 ml dung dịch bromide-bromat từ buret 50 ml (đọc đến 0,01 ml) với tốc độ sao cho tổng thời gian thêm khoảng từ 90-120 giây. Đậy ngay nắp bình, lắc và đặt vào bể nước đá, thêm 5 ml dung dịch kali iod 15 % vào miệng bình. Sau 5 phút, lấy bình ra khỏi bể nước đá và để dung dịch kali iod 15 % chảy vào bình bằng cách mở nắp bình từ từ. Lắc mạnh, thêm 100 ml nước để rửa nắp, miệng bình và thành bình; chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat 0,05 N. Khi gần đến điểm kết thúc, cho thêm tinh bột và chuẩn độ chậm đến khi màu xanh biến mất.

Tính toán nồng độ đương lượng của dung dịch bromide-bromat như sau:

$$N_1 = \frac{A_2 N_2}{A_1}$$

Trong đó:

N_1 = nồng độ đương lượng của dung dịch bromide-bromat

A_1 = thể tích (ml) dung dịch bromide-bromat

N_2 = nồng độ đương lượng của dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

A_2 = thể tích (ml) dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ cần để chuẩn độ dung dịch bromide-bromat.

- Dung môi chuẩn độ: chuẩn bị 1000 ml dung môi chuẩn độ bằng cách trộn các chất sau: acid acetic băng (714 ml), carbon tetrachloride (134 ml), methanol (134 ml), và acid sulfuric (18 ml của dung dịch 1+5)

Tiến hành

Bật máy chuẩn độ và để ổn định thế theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Làm lạnh bình chuẩn độ về 0 °C -5 °C bằng cách thổi một chất làm lạnh vào bình chuẩn độ được bọc kín. Thêm 110 ml dung môi chuẩn độ và từ 8 g đến 10 g mẫu. Bật máy khuấy và điều chỉnh tốc độ khuấy nhanh nhưng không quá nhanh dẫn đến tạo thành bọt khí trong dung dịch. Làm lạnh mẫu về 0 °C -5 °C và duy trì nhiệt độ này trong quá trình chuẩn độ. Thêm dung dịch bromide-bromat từng lượng nhỏ từ buret 10 ml đến khi có tín hiệu sắp đến điểm kết thúc (mắt trần hoặc máy đo thế). Tiếp tục thêm 0,1 ml thuốc thử ngay khi detector cho thấy đạt được điểm kết thúc ổn định (điểm kết thúc kéo dài trong 30 giây). Lặp lại phép xác định nhưng không cho thêm mẫu; không được mất quá 0,1 ml dung dịch bromid-bromat.

Tính kết quả

Tính chỉ số brom theo công thức

$$\text{Chỉ số brom} = \frac{(T_1 - T_2) \times N \times 7990}{W}$$

Trong đó

T₁ = số ml dung dịch bromide-bromat cần để chuẩn độ mẫu thử

T₂ = số ml dung dịch bromide-bromat cần để chuẩn độ mẫu trắng

N = nồng độ đương lượng của dung dịch bromide-bromat

W = khối lượng mẫu (g)

Chi

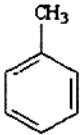
TCVN 8900-6:2012

TCVN 8900-7:2012

TCVN 8900-8:2012



Phụ lục 9
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI TOLUEN

1. Tên khác, chỉ số	Toluol, phenylmethane
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	Toluen, methylbenzene
Mã số C.A.S	108-88-3
Công thức hóa học	C_7H_8
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	92,13
3. Cảm quan	Chất lỏng trong, không màu, có mùi đặc trưng
4. Chức năng	Dung môi chiết
5. Yêu cầu kỹ thuật	
<i>5.1. Định tính</i>	
Độ tan	Rất ít trộn lẫn với nước; trộn lẫn được với ethanol
Trọng lượng riêng	0,864 - 0,870
<i>5.2. Độ tinh khiết</i>	
Khoảng nhiệt độ chưng cất	Từ 110,6 °C đến 111,6 °C
Màu	Không đậm hơn màu chuẩn số 20
Cặn không bay hơi	Không được quá 5 mg/100 ml
Các chất lưu huỳnh	Đạt yêu cầu trong phần phương pháp thử
Các hợp chất không có vòng thơm	Không được quá 0,2 % (t/t)
Benzen	Không được quá 0,5 % (t/t)
Chì	Không được quá 2 mg/kg
<i>5.3. Hàm lượng C_7H_8</i>	Không thấp hơn 99,0 %
6. Phương pháp thử	
<i>6.1. Thử định tính</i>	
Độ tan	TCVN 6469:2010
Trọng lượng riêng	TCVN 6469:2010

6.2. Thử tinh khiết

Khoảng nhiệt độ chưng cất	TCVN 6469:2010
Màu	JECFA monograph 1-Vol. 4
Cặn không bay hơi	TCVN 8900-2:2012
Các chất lưu huỳnh	Phải âm tính với hydro sulfua và sulfua dioxyd xác định bởi phép thử sau <u>Thuốc thử</u> - Dung dịch chì acetat (bão hòa) - Dung dịch kali iodat (10 g $KIO_3/100$ ml) - Giấy tinh bột: Nhúng miếng giấy lọc vào dung dịch hồ tinh bột và để khô <u>Tiến hành</u> Thực hiện định tính hydro sulfua (H_2S) và sulfua dioxyd (SO_2) tại thời điểm thực hiện phép thử chưng cất. Đặt miếng giấy lọc đã làm ẩm bằng dung dịch chì acetat và miếng giấy tinh bột đã làm ẩm bằng dung dịch kali iod trên bình ngưng tụ. Các miếng giấy lọc được đặt phía trên bình hứng sao cho giọt ngưng tụ chảy giữa hai miếng mà không chạm vào chúng. Sau khi kết thúc phép thử, nếu giấy chì acetat mất màu thì có H_2S nhưng không có SO_2 . Nếu giấy chì acetat không mất màu nhưng giấy tinh bột iod có màu xanh thì có SO_2 nhưng không có H_2S . Nếu cả hai loại giấy đều không đổi màu thì không có H_2S và SO_2 .
Các hợp chất không có vòng thơm	Xác định theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1-Vol. 4 phần xác định hydrocarbon thơm và tính các chất không có vòng thơm bằng phương pháp phân trăm diện tích (chuẩn hóa diện tích)
Benzen	Xác định theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1-Vol. 4 phần xác định hydrocarbon thơm
Chì	TCVN 8900-6:2012 TCVN 8900-7:2012 TCVN 8900-8:2012
6.3. Thử định lượng	JECFA monograph 1-Vol. 4

Phụ lục 10
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI BENZYL ALCOL

1. Tên khác, chỉ số Phenylcarbinol; Phenylmethyl alcohol; Benzenemethanol;
Anpha-hydroxytoluene
INS 1519

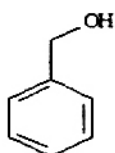
2. Định nghĩa

Tên hóa học Benzyl alcol, Phenylmethanol

Mã số C.A.S 100-51-6

Công thức hóa học C_7H_8O

Công thức cấu tạo



Khối lượng phân tử 108,14

3. Cảm quan Chất lỏng trong, không màu, có mùi thơm nhẹ đặc trưng

4. Chức năng Chất tạo hương, chất mang

5. Yêu cầu kỹ thuật

5.1. Định tính

Độ tan Tan trong nước, cồn và ete

Chỉ số khúc xạ n_D^{20} : 1,538-1,541

Trọng lượng riêng d_{25}^{25} : 1,042-1,047

Hấp thụ hồng ngoại Đạt yêu cầu mô tả trong phần phương pháp thử

5.2. Độ tinh khiết

Khoảng chưng cất Không thấp hơn 95 % (tt/tt) cất trong khoảng nhiệt độ từ 202 °C đến 208 °C

Chì Không được quá 2 mg/kg

Chỉ số acid Không được quá 0,5

Aldehyd Không được quá 0,2 % (tt/tt) (tính theo benzaldehyd)

Peroxy Đạt yêu cầu mô tả trong phần phương pháp thử

Các hợp chất hữu cơ clor hóa Đạt yêu cầu mô tả trong phần phương pháp thử

5.2. Hàm lượng Không thấp hơn 98,0 %
 C_7H_8O

6. Phương pháp thử

6.1. Thử định tính

Độ tan	TCVN 6469:2010 TCVN 6471:2010
Chỉ số khúc xạ	TCVN 6469:2010
Trọng lượng riêng	TCVN 6469:2010
Hấp thụ hồng ngoại	Phổ hồng ngoại của mẫu thử phải phù hợp với phổ hồng ngoại chuẩn

Infrared spectrum Benzyl alcohol



6.2. Thử tinh khiết

Khoảng chừng cát	TCVN 6469:2010
Chi	TCVN 8900-6:2012 TCVN 8900-7:2012 TCVN 8900-8:2012
Chỉ số acid	TCVN 6471:2010
Aldehyd	Lấy 2 ml mẫu vào bình định mức 100 ml, định mức đến vạch bằng nước cất. Lắc đều cho tan. Chuẩn bị đồng thời mẫu đối chứng bằng cách thay 2 ml dung dịch mẫu bằng 2 ml dung dịch Benzaldehyd 0,2 % (mới pha). Lấy vào 2 ống nghiệm: Ống đối chứng: 2 ml dung dịch mẫu đối chứng, Ống thử: 2 ml dung dịch mẫu thử, Thêm vào cả 2 ống 3 ml nước cất và 0,5 ml dung dịch Dinitrophenylhydrazyl bão hòa trong acid Hydrochloric loãng, đậy nắp ống nghiệm, lắc đều và để yên trong 10 phút; sau đó thêm 5 ml ethanol 95 % và 2 ml dung dịch KOH 10 % và lắc đều đến đồng nhất. Màu đỏ nâu (nếu có) trong ống thử không được đậm hơn màu trong ống chứng.
Peroxyd	Thổi CO ₂ (để đuổi khí) vào bình cầu dung tích 100 ml gắn với sinh hàn khí. Thêm 1 ml mẫu thử, 2 ml chloroform, 0,1 g Kali iodid và 20 ml hỗn hợp dung dịch chloroform và acid acetic băng (tỉ lệ 1:2 tt/tt). Lắp sinh hàn vào bình cầu, đun nhẹ cho đến khi bắt đầu sôi trong 30 giây, giữ nhiệt độ để dung dịch tiếp tục sôi trong chính xác 30 giây kể từ lúc xuất

hiện hơi trong sinh hàn. Ngừng đun và làm mát ngay trong nước đá, sau đó thêm qua sinh hàn 40 ml nước cất đã loại CO₂. Chuẩn độ iod tự do bằng dung dịch Natri thiosulphat 0,005 N. Ghi thể tích Natri thiosulphat đã sử dụng là V_m. Tiến hành tương tự đối với mẫu trắng (không có mẫu thử), ghi thể tích Natri thiosulphat đã sử dụng là V_t.
Mức chênh lệch V_m - V_t không được quá 1 (tương đương với 40 mg peroxyd/lít, tính ở dạng đương lượng oxy).

Các hợp chất hữu cơ
clor hóa

Thử theo JECFA monograph 1-Vol. 4

6.3. Thử định lượng

Cân khoảng 1 g mẫu (chính xác đến mg), tiến hành theo hướng dẫn trong chuyên luận *Hydroxyl value* tại JECFA monograph 1-Vol. 4. Hàm lượng benzyl alcohol tính theo công thức:

$$\% \text{ w/w} = \frac{(B + \frac{W \times A}{C} - S) \times N \times 10.814}{W}$$

Trong đó:

A là thể tích dung dịch KOH để chuẩn độ acid tự do (ml);

B là thể tích dung dịch KOH để chuẩn độ mẫu trắng thuốc thử (ml);

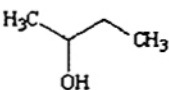
C là khối lượng mẫu để xác định acid tự do;

S là thể tích dung dịch KOH để chuẩn độ mẫu acetyl hóa;

W là khối lượng mẫu được sử dụng để acetyl hóa;

N là nồng độ đương lượng dung dịch KOH trong ethanol.

Phụ lục 11
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI BUTAN-2-OL

1. Tên khác, chỉ số	Secondary butyl alcohol, 2-hydroxybutane
2. Định nghĩa	
Tên hóa học	2-Butanol, butan-2-ol
Mã số C.A.S	78-92-2
Công thức hóa học	C ₄ H ₁₀ O
Công thức cấu tạo	
Khối lượng phân tử	74,12
3. Cảm quan	Chất lỏng trong, hơi nhớt, không màu, dễ bắt lửa, có mùi thơm đặc trưng.
4. Chức năng	Dung môi chiết, chất tạo hương
5. Yêu cầu kỹ thuật	
<i>5.1. Định tính</i>	
Độ tan	Dễ tan trong nước; có thể trộn lẫn với ethanol và ether
Trọng lượng riêng	0,806 - 0,809
<i>5.2. Độ tinh khiết</i>	
Khoảng chưng cất	từ 98,5 °C đến 100,5 °C
Cặn không bay hơi	Không được quá 2 mg/100 ml
Nước	Không được quá 0,2 % kl/kl
Độ acid	Không được quá 0,003 % kl/kl (tính theo acid acetic)
Andehyd và keton	Không được quá 0,3 % kl/kl (tính theo butanal)
Chì	Không được quá 2,0 mg/kg
6. Phương pháp thử	
<i>6.1. Thử định tính</i>	
Độ tan	TCVN 6469:2010
Trọng lượng riêng	TCVN 6469:2010
<i>5.2. Độ tinh khiết</i>	
Khoảng chưng cất	TCVN 6469:2010
Cặn không bay hơi	TCVN 8900-2:2012
Nước	TCVN 8900-1:2012
Độ acid	Lấy 60 g mẫu, nhỏ vài giọt dung dịch thử phenolphthalein và chuẩn độ bằng KOH 0,1N cho tới khi xuất hiện màu hồng

Andehyd và keton **bền trong 15 giây. Lượng KOH không được quá 0,3 ml.**
- Thử theo hướng dẫn tại JECFA monograph 1-Vol. 4.
- Dùng 10 g mẫu với hệ số tương đương là 36,06.

Chì **TCVN 8900-6:2012**
TCVN 8900-7:2012
TCVN 8900-8:2012

Phụ lục 12
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI DICLOROMETHAN

1. Tên khác, chỉ số	Methylene chloride, Methylene dichloride
2. Định nghĩa	Dicloromethan (DCM) là sản phẩm của quá trình clo hóa methan, trong quá trình này có thể cho các sản phẩm clo hóa methan khác. Để ổn định quá trình tổng hợp, có thể sử dụng propylen oxid, cyclohexan, và/hoặc 2-methyl-2-buten. Độ tinh khiết phụ thuộc vào lượng C ₂ và hydrocarbon mạch dài hơn lẫn trong methan và quá trình clo hóa. Do đó có thể có lượng nhỏ các hợp chất clo hóa khác. Dicloro methan thông thường sẽ được thu hồi từ các quá trình chiết và có nhiều loại với chất lượng khác nhau. Dicloromethan bền trong điều kiện khô nhưng sẽ bị thủy phân nếu có nước.
Tên hóa học	Dicloromethan
Mã số C.A.S	75-09-2
Công thức hóa học	CH ₂ Cl ₂
Công thức cấu tạo	$\begin{array}{c} \text{Cl} \\ \\ \text{H}-\text{C}-\text{Cl} \\ \\ \text{H} \end{array}$
Khối lượng phân tử	84,93
3. Cảm quan	Chất lỏng trong, không màu, không cháy
4. Chức năng	Dung môi chiết
5. Yêu cầu kỹ thuật	
<i>5.1. Định tính</i>	
Độ tan	Ít tan trong nước, có thể trộn lẫn với ethanol và ether
Chỉ số khúc xạ	n ²⁰ _D : 1,423-1,425
Trọng lượng riêng	d ²⁵ ₂₅ : 1,323-1,327
<i>5.2. Độ tinh khiết</i>	
Nước	Không được quá 0,02 %
Khoảng chưng cất	từ 39 °C từ 41 °C
Cặn không bay hơi	Không được quá 2 mg/100 ml
Clor tự do	Đạt yêu cầu mô tả trong phần phương pháp thử
Độ acid	Không được quá 0,002 % (kl/kl) (tính theo HCl)
Độ kiềm	Không được quá 0,01 % (kl/kl) (tính theo NaOH)
Chì	Không được quá 1 mg/kg

5.3. Hàm lượng CH_2Cl_2 Không thấp hơn 99,0 %

6. Phương pháp thử

6.1. Thử định tính

Độ tan TCVN 6469:2010

Chỉ số khúc xạ TCVN 6469:2010

Trọng lượng riêng TCVN 6469:2010

6.2. Thử tinh khiết

Nước TCVN 8900-1:2012

Khoảng chưng cất TCVN 6469:2010

Cặn không bay hơi TCVN 8900-2:2012

Clor tự do Lấy 10 ml mẫu, thêm 10 ml dung dịch Kali iodid 10 % và 1 ml dung dịch thử hồ tinh bột, lắc đều trong 2 phút. Để tách lớp, lớp nước không được có màu xanh.

Độ acid Lấy 100 ml nước cất mới đun sôi để nguội (đã được trung hòa với thuốc thử phenolphthalein) vào bình nón nút mài dung tích 500 ml. Thêm 100 ml dung dịch mẫu và lắc đều. Để tách lớp, lấy pha nước vào một bình nón, thêm 0,5 ml dung dịch thử phenolphthalein và chuẩn độ bằng dung dịch Natri hydroxyd 0,1 N cho đến khi dung dịch có màu hồng bền. Tính hàm lượng (% kl/kl) acid trong mẫu thử theo acid hydrochloric. 1 ml dung dịch NaOH 0,1 N tương đương với 0,00365 g HCl.

Độ kiềm Lấy 100 ml nước cất mới đun sôi để nguội (đã được trung hòa với thuốc thử phenolphthalein) vào bình nón nút mài dung tích 500 ml. Thêm 100 ml dung dịch mẫu và lắc đều. Để tách lớp, lấy pha nước vào một bình nón, thêm 0,5 ml dung dịch thử phenolphthalein và chuẩn độ bằng dung dịch acid hydrochloric 0,1 N cho đến khi dung dịch có màu hồng bền. Tính hàm lượng (% kl/kl) kiềm trong mẫu thử theo natri hydroxyd. 1 ml dung dịch HCl 0,1 N tương đương với 0,004 g NaOH.

Chi TCVN 8900-6:2012

TCVN 8900-7:2012

TCVN 8900-8:2012

5.3. Thử định lượng

Nguyên lý:

Mẫu thử được phân tích trên hệ thống sắc ký khí sử dụng cột mao quản và detector FID. Định lượng diclometan, các tạp chất và các chất ổn định bằng phương pháp so sánh diện tích pic với chất ngoại chuẩn.

Thiết bị:

Hệ thống sắc ký khí sử dụng cột mao quản (dài 25 m, đường kính trong 0,53 mm, lớp pha tĩnh dày 2 μ m 5%

phenyl/95% methylsilicon hoặc cột dài 30 m, đường kính trong 0,32 mm, lớp pha tĩnh 1,8 µm 6% cyanoproyl-phenyl(methylpolysiloxan) và detector FID có bộ phận bơm mẫu chia dòng và không chia dòng.

Điều kiện thiết bị:

Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 150 °C

Nhiệt độ Detector: 250 °C

Nhiệt độ lò: 40 °C, đẳng nhiệt

Khí mang: He, tốc độ 4,4 ml/phút

Chia dòng: 98 ml/phút

Chuẩn:

Pha dung dịch chuẩn bằng cách thêm các chất với tỷ lệ như sau:

Methyl clorid: 0,014 % (kl/kl)

Vinyl clorid: 0,007

Ethyl clorid: 0,0084

Propylen oxid: 2,4

Vinyliden clorid: 0,0098

Trans-1,2-Dicloroethylen: 0,017

Cloroform: 0,012

Cyclohexan: 0,047

2-methyl-2-buten: 0,009

vào DCM siêu tinh khiết. Đựng trong lọ thủy tinh có nút cao su (septum) kín. Các chất được lấy bằng syranh, cân (chính xác đến mg). Bơm vào lọ chứa DCM qua septum sau đó cân syranh còn lại để xác định lượng chất đã pha. DCM để pha chuẩn phải được kiểm tra tạp chất trước khi sử dụng.

Tiến hành:

Dung dịch chuẩn được pha loãng thành dãy các dung dịch chuẩn làm việc từ 10 đến 300 ppm (mg/kg), riêng propylen oxid được pha thành dãy từ 0,06 đến 2,4 % (kl/kl). Dung dịch chuẩn và dung dịch mẫu được bơm vào hệ thống sắc ký khí, thể tích mẫu tùy chọn từ 1 đến 5 µl (sử dụng chế độ bơm mẫu chia dòng). Xây dựng đường chuẩn biểu thị mối tương quan giữa diện tích pic và nồng độ chất cần phân tích. Nồng độ các phụ gia và sản phẩm phụ được xác định bằng cách so sánh với đường chuẩn. Tổng nồng độ các chất ổn định và tạp chất phải thấp hơn 1,0 %. Thử tự rửa giải và thời gian lưu:

Methyl clorid: 2,8

Vinyl clorid: 3,0

Ethyl clorid: 3,5

Propylen oxyd: 4,1

2-methyl-2-buten: 4,5

Vinyliden clorid: 4,6

Dichloromethan: 5,3

Trans-1,2-Dicloroethylen: 5,9
Cloroform: 8,7
Cyclohexan: 10,5
Cacbon tetraclorid: 12,0

Phụ lục 13
YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ
ĐỐI VỚI CÁC HEXAN

1. Tên khác, chỉ số	Hexanes
2. Định nghĩa	Thuật ngữ hexanes được sử dụng để chỉ các hydrocacbon có 6 cacbon trong mạch thu được từ quá trình cracking dầu hỏa, thành phần chủ yếu là n-hexan, 2-methylpentan, 3-methylpentan, ngoài ra còn có thể lẫn lượng nhỏ n-pentan, iso-pentan, cyclohexan, n-heptan, dimethylbutan và methylcyclopentan.
Tên hóa học	Hexan
Công thức hóa học	C ₆ H ₁₄
Khối lượng phân tử	86,18
3. Cảm quan	Chất lỏng trong, không màu, dễ bắt lửa, có mùi đặc trưng của dầu hỏa, không được có cặn và huyền phù
4. Chức năng	Dung môi chiết
5. Yêu cầu kỹ thuật	
5.1. Định tính	
Độ tan	Không tan trong nước, tan trong ether, cồn và aceton
Chỉ số khúc xạ	n _D ²⁰ : 1,381-1,384 (n-hexan tinh khiết: khoảng 1,375)
Trọng lượng riêng	d ₂₀ ²⁰ : 0,665 - 0,687 (n-hexan tinh khiết: khoảng 0,660)
5.2. Độ tinh khiết	
Khoảng chưng cất	95 % tt/tt cất tại 64 °C đến 70 °C
pH	Trung tính đối với chỉ thị methyl da cam
Cặn không bay hơi	Không được quá 0,0005 % kl/tt
Sulphur	Không được quá 5,0 mg/kg
Benzen	Không được quá 0,05 % (tt/tt)
Chì	Không được quá 1,0 mg/kg
Các hydrocacbon thơm đa vòng (PAHs)	Đạt yêu cầu (mô tả trong phần phương pháp thử)
6. Phương pháp thử	
6.1. Thử định tính	
Độ tan	TCVN 6469:2010
Chỉ số khúc xạ	TCVN 6469:2010
Trọng lượng riêng	TCVN 6469:2010
6.2. Thử tinh khiết	
Khoảng chưng cất	TCVN 6469:2010

pH
Cặn không bay hơi
Sulphur
Benzen

TCVN 6469:2010
TCVN 8900-2:2012
JECFA monograph 1 - Vol.4

Nguyên lý:

Phương pháp nội bộ: cho methyl ethyl keton (MEK) vào mẫu thử hexan sau đó bơm vào máy sắc ký khí với 2 cột được nối bởi một van chia dòng (theo hình 1). Cho mẫu thử qua trước cột chứa pha không phân cực (cột A), methyl silicon, để tách các hydrocacbon không phân cực. Sau khi octan được rửa giải, dòng mẫu được thổi tiếp qua cột chứa pha phân cực cao (cột B). Các thành phần không được rửa giải ở cột A sẽ được chuyển sang cột B để phân tách các hợp chất thơm và hợp chất không thơm. Xác định các thành phần rửa giải bằng detector ion hóa ngọn lửa và xây dựng biểu đồ cột. Các diện tích pic được đo và nồng độ mỗi chất được tính bởi phương pháp nội chuẩn.

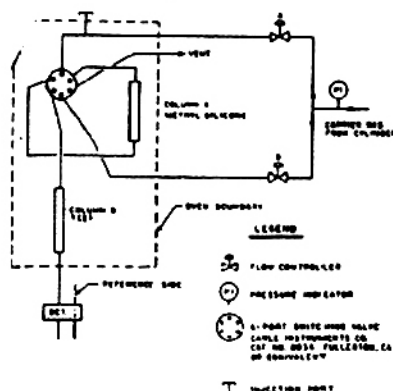


FIG. 1 Tubing Assembly and Instrumentation

Fig.1 Tubing Assembly and Instrumentation

Thiết bị:

Dùng sắc ký khí với detector ion hóa ngọn lửa.

Cột A – Cột làm bằng thép không rỉ, chiều dài cột 0,8 m, đường kính ngoài 3,2 mm, bọc bằng 10% methyl silicon, cỡ hạt 60-80 mesh.

Cột B- Cột làm bằng thép không rỉ, chiều dài cột 4,6 m, đường kính ngoài 3,2 mm, bọc bằng 25% 1,2,3-tris(2-cyanoethoxy)propan (TCEP), cỡ hạt 80-100 mesh.

Nối cột A với cột B (như hình 1), sử dụng van chia dòng. Thổi khí Heli qua cả hai cột với tốc độ xấp xỉ 40 ml/phút. Đặt van ở vị trí ngược dòng (backflush) và cài đặt tốc độ dòng cột B là 40 ml/phút (hình 2)

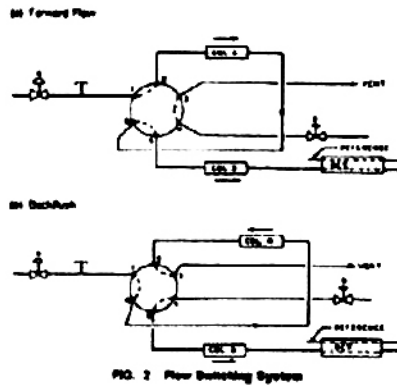


Fig.2 Flow Switching System

Vật liệu và thuốc thử:

Methyl Ethyl Keton (MEK) > 99,9 %

Benzen > 99 %

Isooctan > 99 %

n-Nonan > 99 %

Hiệu chuẩn:

Xác định thời gian cần thiết trước khi thay đổi van, trong đó sự thay đổi hệ thống cột và điều kiện thực nghiệm như sau: chuẩn bị một hỗn hợp gồm 5 % thể tích isooctan trong n-nonan. Với hệ thống được mô tả như hình 2a, bơm 1 μ l hỗn hợp isooctane, n-nonan và tiến hành rửa giải. Đo thời gian (theo giây) từ khi bơm đến khi isooctan được rửa giải nhưng n-nonan chưa rửa giải. Vận ngược van vào thời điểm gần nửa thời gian rửa giải của isooctan. Tiếp tục quá trình chạy, thu được một phổ của isooctan với một ít hoặc không có n-nonan.

Chuẩn hóa:

Dung dịch chuẩn: chuẩn bị 7 dung dịch chuẩn benzen từ 0 đến 1 % thể tích trong bình cầu dung tích 100 ml, pha loãng, định mức bằng isooctan đến 100 ml thu được dãy dung dịch chuẩn với hàm lượng benzen như sau:

% Thể tích	ml
1	1
0,5	0,5
0,25	0,25
0,1	0,1
0,05	0,05
0,01	0,01
0,005	0,005

Dung dịch hiệu chuẩn: Lấy chính xác 0,5 ml dung dịch MEK vào bình cầu dung tích 100 ml, định mức đến vạch bằng dung dịch chuẩn đầu tiên và lắc đều. Lập lại với các dung dịch chuẩn khác. Phân tích sắc ký các dung dịch hiệu chuẩn với các điều kiện như trên, mẫu bơm khoảng 3 μ l.

Hiệu chuẩn: Đo diện tích pic và tính tỷ lệ diện tích pic của benzene và MEK. Lập đường chuẩn nồng độ của benzene so với tỷ lệ diện tích pic thu được. Đường hiệu chuẩn phải thẳng. Xác định thời gian lưu của mỗi thành phần cần xác định trong mẫu thử.

Tiến hành:

Dung dịch thử: Lấy chính xác 0,5 ml MEK vào bình định mức dung tích 100 ml. Định mức đến vạch bằng mẫu thử và lắc đều. Đo phổ mẫu đại diện từ dung dịch thử. Nhận biết các pic của benzene và chuẩn MEK từ thời gian lưu các pic của dung dịch chuẩn. Thứ tự rửa giải là các hydrocacbon không thơm, benzene, MEK và toluen. Đo diện tích pic của benzene và MEK.

Tính toán:

Xác định tỉ lệ diện tích pic của benzen và MEK. Đọc từ đường cong hiệu chuẩn % thể tích pic của benzen tương ứng với tỉ lệ diện tích pic đã xác định. Nếu tính kết quả theo khối lượng, chuyển đổi thành % khối lượng theo công thức sau:

$$\% \text{ Khối lượng benzen} = V/D * 0,8844$$

Trong đó:

V là % thể tích benzen,

D là tỉ khối của mẫu tại 15,6 °C, theo thể tích hoặc % khối lượng benzen gần mức 0,005 %.

Chi

TCVN 8900-6:2012

TCVN 8900-7:2012

TCVN 8900-8:2012

Các hydrocacbon
thơm đa vòng (PAHs)

Lấy 25 ml mẫu cho vào phễu chiết 125 ml, thêm 25 ml hexan lắc đều và thêm 5 ml dimethyl sulfoxid lắc đều trong 1 phút, để yên cho tách lớp, chuyển lớp dưới vào một phễu chiết khác, thêm 2 ml hexan lắc đều và để yên cho tách lớp. Tách lấy lớp phía dưới và đo độ hấp thụ quang từ 260 nm đến 420 nm. Thêm 5 ml dimethyl sulfoxid, 25 ml hexan, lắc đều trong 1 phút. Chuẩn bị dung dịch phân tích trimethyl pentan chứa 7,0 mg naphtalen (trên lít) và đo độ hấp thụ của dung dịch tại bước sóng 275 nm, sử dụng trimethylpentan làm mẫu trắng. Tại khoảng bước sóng từ 260 nm đến 420 nm, độ hấp thụ của dung dịch thử bằng 1/3 dung dịch phân tích tại 275 nm.

Sử dụng hexan, dimethyl sulfoxid và trimethylpentan chất lượng phân tích cho phổ tử ngoại.