381L0712

10.9.81 *EUROOPAN YHTEISÖJEN VIRALLINEN LEHTI* N:o L 257/1

ENSIMMÄINEN KOMISSION DIREKTIIVI,

annettu 28 päivänä heinäkuuta 1981,

yhteisön analyysimenetelmistä tarkastettaessa tiettyjen elintarvikelisäaineiden puhtausvaatimusten mukaisuutta

(81/712/ETY)

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan talousyhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon elintarvikkeissa sallittuja väriaineita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 23 päivänä lokakuuta 1962 annetun neuvoston direktiivin(1), sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna direktiivillä 78/144/ETY(2), ja erityisesti sen 11 artiklan 2 kohdan,

ottaa huomioon elintarvikkeissa sallittuja säilöntäaineita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 5 päivänä marraskuuta 1963 annetun neuvoston direktiivin 65/54/ETY(3), sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna direktiivillä 79/40/ETY(4), ja erityisesti sen 8 artiklan 2 kohdan,

ottaa huomioon elintarvikkeissa sallittuja hapettumisenestoaineita koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 13 päivänä heinäkuuta 1970 annetun neuvoston direktiivin70/357/ETY(5), sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna direktiivillä 78/143/ETY(6), ja erityisesti sen 5 artiklan 2 kohdan,

sekä katsoo, että

näissä säännöksissä säädetään yhteisön analyysimenetelmien toteuttamisesta sen varmistamiseksi, että nämä lisäaineet täyttävät yleiset ja erityiset puhtausvaatimukset,

on suotavaa vahvistaa ensimmäinen sarja sellaisia menetelmiä, joita koskevat tutkimukset on saatettu päätökseen, ja

tässä direktiivissä säädetyt toimenpiteet ovat pysyvän elintarvikekomitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN DIREKTIIVIN:

1 artikla

Jäsenvaltioiden on säädettävä, että analyysit, jotka ovat tarpeen sen tarkastamiseksi, että tietyt elintarvikkeiden lisäaineet täyttävät yleiset ja erityiset puhtausvaatimukset, suorite-

(1) EYVL N:o 115, 11.11.1962, s. 2645/62
(2) EYVL N:o L 44, 15.2.1978, s. 20
(3) EYVL N:o 12, 27.1.1964, s. 161/64
(4) EYVL N:o L 13, 19.1.1979, s. 50
(5) EYVL N: o L 157, 18.7.1970, s. 31
(6) EYVL N:o L 44, 15.2.1978, s. 18

taan liitteessä II esitettyjen menetelmien mukaisesti, joiden soveltamisala on säädetty liitteessä I.

2 artikla

Jäsenvaltioiden on saatettava tämän direktiivin noudattamisen edellyttämät lait, asetukset ja hallinnolliset määräykset voimaan viimeistään 20 päivänä helmikuuta 1983. Niiden on ilmoitettava tästä komissiolle viipymättä.

3 artikla

Tämä direktiivi on osoitettu kaikille jäsenvaltioille.

Tehty Brysselissä 28 päivänä heinäkuuta 1981.

Komission puolesta

Karl-Heinz NARJES

Komission jäsen

LIITE I

TIETTYJEN ELINTARVIKELISÄAINEIDEN PUHTAUSVAATIMUSTENMUKAISUUDEN TARKASTAMISESSA KÄYTETTÄVIEN YHTEISÖN ANALYYSIMENETELMIEN

SOVELTAMISALA

I. JOHDANTO

II. VÄRIAINEET

II.1 Dietyylieetterillä vesiliukoisista sulfonoiduista orgaanisista elintarvikeväriaineista uuttautuvien aineiden määritys käyttäen menetelmää 1, liite II.

III. SÄILÖNTÄAINEET

III.1 Muurahaishapon, formiaattien ja muiden hapettuvien epäpuhtauksien määritys etikkahaposta (E 260), kaliumasetaatista (E 261), natriumdiasetaatista (E 262) ja kalsiumasetaatista (E 263) käyttäen menetelmää 2, liite II.

III.2 Haihtumattomien aineiden määritys propionihaposta (E 280) käyttäen menetelmää 3, liite II.

III.3 Kuivaushäviön määritys natriumnitriitistä (E 250) käyttäen menetelmää 4, liite II.

III.4 Rajakoe salisyylihapon määrittämiseksi etyyli-p-hydroksibentsoaatista (E 214), etyyli-p-hydroksibentsoaatin natriumsuolasta (E 215), propyyli-p-hydroksibentsoaatista (E 216), propyyli-p-hydroksibentsoaatin natriumsuolasta (E 217), metyyli-p-hydroksibentsoaatista (E 218) ja metyyli-p-hydroksibentsoaatin natriumsuolasta (E 219) käyttäen menetelmää 5, liite II.

III.5 Vapaan etikkahapon määritys natriumdiasetaatista (E 262) käyttäen menetelmää 6, liite II.

III.6 Natriumasetaatin määritys natriumdiasetaatista (E 262) käyttäen menetelmää 7, liite II.

III.7 Rajakoe aldehydien määrittämiseksi sorbiinihaposta (E 200), natrium-, kalium-ja kalsiumsorbaateista (E 201, E 202, E 203) sekä propionihaposta (E 280) käyttäen menetelmää 8, liite II.

IV. HAPETTUMISEN ESTOAINEET

IV.1 Peroksidiryhmien lukumäärän määritys lesitiineistä (E 322) käyttäen menetelmää 9, liite II.

IV.2 Tolueeniin liukenemattomien aineiden määritys lesitiineistä käyttäen menetelmää 10, liite II.

IV.3 Rajakoe pelkistävien yhdisteiden määrittämiseksi natrium-, kalium- ja kalsiumlaktaateista (E 325, E 326 ja E 327) käyttäen menetelmää 11, liite II.

IV.4 Haihtuvien happojen määritys ortofosforihaposta (E 338) käyttäen menetelmää 12, liite II.

IV.5 Rajakoe nitraattien määrittämiseksi ortofosforihaposta (E 338) käyttäen menetelmää 12, liite II.

IV.6 Veteen liukenemattomien aineiden määritys mono-, di- ja trinatriumortofosfaateista ja mono-, di- ja trikaliumortofosfaateista (E 339 i, E ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii) käyttäen menetelmää 14, liite II.

V. YLEISTÄ

V.1 pH:n määritys elintarvikelisäaineista käyttäen menetelmää 15, liite II.

LIITE II

ELINTARVIKELISÄAINEIDEN PUHTAUSVAATIMUKSIIN LIITTYVÄT ANALYYSIMENETELMÄT

JOHDANTO

1. **Analysoitavan näytteen valmistaminen**

1.1 *Yleistä*

Määrityksiin tarkoitetun laboratorionäytteen massan on yleensä oltava 50 g, jollei suurempia määriä tarvita tiettyyn määritykseen.

1.2 *Näytteen valmistaminen*

Näytteen on oltava homogeeninen ennen määrityksiä.

1.3 *Säilyttäminen*

Esikäsitelty näyte on säilytettävä ilma- ja kosteustiiviissä astiassa, ja se on varastoitava siten, ettei se pilaannu.

2 **Reagenssit**

2.1 *Vesi*

2.1.1 Liuotus-, laimennus- tai pesutarkoituksiin mainitulla vedellä tarkoitetaan tislattua vettä tai demineralisoitua vettä, joka on vähintään samaa puhtautta.

2.1.2 "Liuos" tai "laimennos" ilman tarkempaa reagenssin mainintaa tarkoittaa vesiliuosta.

2.2 *Kemikaalit*

Kaikkien kemikaalien on oltava analyysilaatua, jos muuta ei määrätä.

3. **Laitteet**

3.1 *Laiteluettelo*

Laiteluetteloon sisältyy vain erikoiskäyttöön tarkoitetut laitteet tai laitteet, joista on erityisvaatimukset.

3.2 *Analyysivaaka*

Analyysivaa'alla tarkoitetaan vaakaa, jolla on vähintään 0,1 mg:n tarkkuus.

4. **Tulosten ilmoittaminen**

4.1 *Tulokset*

Virallisessa raportissa annetun tuloksen on oltava keskiarvo vähintään kahdesta määrityksestä, joiden toistettavuus on hyväksyttävä.

4.2 *Prosenttiosuuden laskeminen*

Mikäli ei muuta ilmoiteta, tulos on ilmoitettava painoprosentteina laboratorioon saapunutta näytettä kohti.

4.3 *Merkitsevien numeroiden lukumäärä*

Menetelmän toistotarkkuus määrää tuloksen merkitsevien numeroiden lukumäärän.

MENETELMÄ 1

DIETYYLIEETTERILLÄ VESILIUKOISISTA SULFONOIDUISTA ORGAANISISTA ELINTARVIKEVÄRIAINEISTA UUTTAUTUVIEN AINEIDEN MÄÄRITYS

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä määritetään dietyylieetteriin uuttautuvat aineet vesiliukoisista, sulfonoiduista, orgaanisista väriaineista, joihin ei ole sekoitettu kantajaa.

2. **Määritelmä**

Dietyylieetteriin uuttautuvat aineet: kuvatulla menetelmällä määritetty aine.

3. **Periaate**

Väriaine uutetaan dietyylieetterillä, ja uutettu jäännös punnitaan eetterin haihduttamisen jälkeen.

4. **Reagenssit**

4.1 Dietyylieetteri, kuiva, peroksidivapaa (kuivattu vasta kalsinoidulla kalsiumkloridilla).

5. **Laitteet**

5.1 Soxhlet-laitteisto pulloineen.

5.2 Eksikkaattori, joka sisältää vasta aktivoitua silikageeliä tai vastaavaa kuivausainetta sekä vesipitoisuusindikaattorin.

5.3 Analyysivaaka.

5.4 Uuni, termostaatilla varustettu, 85 ± 2 °C.

6. **Menettely**

Punnitaan suodatinpaperipalalle 10 mg:n tarkkuudella noin 10 g väriainenäytettä. Taitetaan paperi, asetetaan se uuttuhylsyyn ja suljetaan se rasvattomalla pumpulilla. Uutetaan kuusi tuntia dietyylieetterillä (4.1) Soxhlet-laitteistossa (5.1). Eetteri haihdutetaan kuiviin mahdollisimman alhaisessa lämpötilassa.

Asetetaan aiemmin punnittu Soxhlet-pullo, joka sisältää jäännöksen, uuniin (5.4) kuivumaan lämpötilassa 85 ± 2 °C 20 minuutiksi. Siirretään pullo eksikkaattoriin (5.2), peitetään eksikkaattori kannella. Pullo ja jäännös punnitaan.

Toista kuivaus ja punnitus, kunnes kahden peräkkäisen punnituksen ero on korkeintaan 0,5 mg. Jos massan lisääntymistä esiintyy, käytetään laskuissa pienintä havaittua massaa.

7. **Tulosten ilmoittaminen**

7.1 *Kaava ja laskeminen*

Eetterillä uuttautuvat aineet saadaan prosentteina näytteen painosta kaavasta

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0}$$

jossa

m_1 = jäännöksen massa grammoina haihduttamisen jälkeen,

m_0 = punnitun näytteen massa grammoina.

7.2 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa 100 g:aa näytettä kohti olla suurempi kuin 20 mg.

MENETELMÄ 2

MUURAHAISHAPON, FORMIAATTIEN JA MUIDEN HAPETTUVIEN EPÄPUHTAUKSIEN MÄÄRITYS ETIKKAHAPOSTA (E 260), KALIUMASETAATISTA (E 261), NATRIUMDIASETAATISTA (E 262) JA KALSIUMASETAATISTA (E 263)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä määritetään muurahaishappo, formiaatit ja muut hapettuvat epäpuhtaudet muurahaishappona:

— etikkahaposta (E 260);

— kaliumasetaatista (E 261);

— natriumdiasetaatista (E 262);

— kalsiumasetaatista (E 263).

2. **Määritelmä**

Muurahaishappo, formiaatit ja muut hapettuvat epäpuhtaudet: muurahaishappo, formiaatit ja muut hapettuvat epäpuhtaudet kuvatulla menetelmällä määritettyinä.

3. **Periaate**

Näytteen liuosta käsitellään emäksisessä liuoksessa ylimäärällä kaliumpermanganaattia, jolloin muodostuu mangaanidioksidia. Mangaanidioksidi ja permanganaattiylimäärä määritetään jodometrisesti happamassa liuoksessa, ja hapettuvien epäpuhtauksien pitoisuus lasketaan ja ilmaistaan muurahaishappona.

4. **Reagenssit**

4.1 Kaliumjodidi.

4.2 Kaliumpermanganaatti, 0,02 mol/l.

4.3 Natriumkarbonaatti (vedetön).

4.4 Natriumtiosulfaatti, 0,1 mol/l.

4.5 Tärkkelysliuos (noin 1 % m/v).

4.6 Laimea rikkihappo: lisää 90 ml rikkihappoa (tiheys, 20 °C = 1,84 g/ml) veteen ja laimenna 1 l:ksi.

5. **Laitteet**

5.1 Kiehuva vesihaude.

5.2 Analyysivaaka.

6. **Menettely**

Jos testinäyte on vapaa happo, punnitse 10 mg:n tarkkuudella noin 10 g näytettä, laimenna 70 ml:lla vettä ja lisää liuos, jossa on 10 g vedetöntä natriumkarbonaattia (4.3) 30 ml:ssa vettä. Jos näyte on suola, punnitse 10 mg:n tarkkuudella noin 10 g näytettä ja liuota 100 ml:aan vettä. Lisää 1 g vedetöntä natriumkarbonaattia (4.3) ja ravistele aineiden liuottamiseksi. Lisää 20 ml 0,02 mol/l kaliumpermanganaattia (4.2) ja lämmitä seosta kiehuvalla vesihauteella 15 minuuttia. Jäähdytä seos. Lisää 50 ml laimeaa rikkihappoa (4.6) ja 0,5 g kaliumjodidia (4.1). Pyöritä liuosta, kunnes kaikki saostunut mangaanidioksidi on liuennut. Titraa 0,1 mol/l natriumtiosulfaatilla (4.4), kunnes liuoksen väri on vaalean keltainen. Lisää muutama pisara tärkkelysliuosta (4.5) ja jatka titrausta, kunnes liuos tulee värittömäksi.

7. **Tulosten ilmoittaminen**

7.1 *Kaava ja laskeminen*

Muurahaishapon, formiaattien ja muiden hapettuvien epäpuhtauksien prosentuaalinen pitoisuus muurahaishapoksi laskettuna saadaan kaavasta:

$$\frac{2{,}3b}{m_0} \times \left(\frac{100a}{b} - V \right)$$

jossa

a = kaliumpermanganaatin molaarisuus,

b = natriumtiosulfaatin molaarisuus,

m_0 = punnitun näytteen massa grammoina,

V = titrauksessa kuluneen 0,1 mol/l natriumtiosulfaatin tilavuus millilitroina.

7.2 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa 100 g:aa näytettä kohti olla suurempi kuin 5 mg.

8. **Huomautuksia**

8.1 Tilavuus 11,3 ml 0,1 mol/l natriumtiosulfaattia vastaa 0,2 % muurahaishappoa 10 g:n näytteessä.

8.2 Jos näytteessä ei esiinny formiaattia, kulunut tilavuus on 20 ml. Jos näytteessä on enemmän kuin 0,27 % (m/m) muurahaishappoa, on kaliumpermanganaatin ylimäärä riittämätön, mikä johtaa 8 ml:n vakioiseen vähimmäiskulutukseen. Toista siinä tapauksessa määritys käyttäen pienempää näytemäärää.

MENETELMÄ 3

HAIHTUMATTOMIEN AINEIDEN MÄÄRITYS PROPIONIHAPOSTA (E 280)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä määritetään haihtumattomat aineet propionihaposta (E 280).

2. **Määritelmä**

Haihtumattomien aineiden määrä propionihapossa: haihtumattomien aineiden määrä kuvatulla menetelmällä määritettynä.

3. **Periaate**

Näyte haihdutetaan ja kuivataan 103 ± 2 °C:ssa. Jäännös määritetään gravimetrisesti.

4. **Laitteet**

4.1 Haihdutusmalja, silikasta tai platinasta, ja riittävän iso 100 g:lle näytettä.

4.2 Sähköllä lämmitettävä, termostaatilla varustettu uuni 103 ± 2 °C:ssa.

4.3 Analyysivaaka.

4.4 Kiehuva vesihaude.

4.5 Eksikkaattori, joka sisältää vasta aktivoitua silikageeliä tai vastaavaa kuivausainetta sekä vesipitoisuusindikaattorin.

5. **Suoritus**

Punnitaan 0,1 g:n tarkkuudella 100 g propionihapponäytettä kuivattuun ja punnittuun astiaan (4.1). Haihdutetaan kiehuvalla vesihauteella vetokaapissa (4.4). Kun propionihappo on haihtunut, astia asetetaan uuniin (4.2) 103 ± 2 °C:ssa yhdeksi tunniksi. Siirretään eksikkaattoriin, annetaan jäähtyä ja punnitaan. Lämmitys-, jäähdytys- ja punnitustoimenpiteet toistetaan, kunnes kahden peräkkäisen punnituksen ero on pienempi kuin 0,5 mg. Jos massan lisääntymistä esiintyy, käytetään laskuissa pienintä havaittua massaa.

6. **Tulosten ilmoittaminen**

6.1 *Kaava ja laskeminen*

Haihtumattomien aineiden prosentuaalinen pitoisuus näytteessä saadaan kaavasta:

$$\frac{100 \times m_1}{m_0}$$

jossa

m_1 = jäännöksen massa grammoina haihdutuksen jälkeen,

m_0 = punnitun näytteen massa grammoina.

6.2 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa 100 g:aa näytettä kohti olla suurempi kuin 5 mg.

MENETELMÄ 4

KUIVAUSHÄVIÖN MÄÄRITTÄMINEN NATRIUMNITRIITISTÄ (E 250)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä määritetään kuivaushäviö natriumnitriitistä (E 250).

2. **Määritelmä**

Natriumnitriitin kosteuspitoisuus: kuivaushäviö kuvatulla menetelmällä määritettynä.

3. **Periaate**

Kuivaushäviö saadaan lämmittämällä uunissa 103 ± 2 °C:ssa, punnitsemalla ja laskemalla massahäviö.

4. **Laitteet**

4.1 Sähköllä lämmitettävä, termostaatilla varustettu uuni 103 ± 2 °C:ssa.

4.2 Suorapohjainen, kannellinen lasinen punnitusastia, jonka läpimitta on 60 – 80 mm ja syvyys vähintään 25 mm.

4.3 Eksikkaattori, joka sisältää vasta aktivoitua silikageeliä tai vastaavaa kuivausainetta sekä vesipitoisuusindikaattorin.

4.4 Analyysivaaka.

5. **Menettely**

Punnitusastian (4.2) kansi poistetaan, ja astia ja kansi lämmitetään uunissa (4.1) 103 ± 2 °C:ssa yhden tunnin. Kansi asetetaan paikoilleen ja astia kansineen siirretään eksikkaattoriin (4.3) ja annetaan jäähtyä huoneenlämpötilaan. Peitetty astia punnitaan (4.2) lähimpään 10 mg:aan. Punnitaan 10 mg:n tarkkuudella

noin 10 g näytettä kannelliseen astiaan. Kansi poistetaan, ja sekä astia että kansi asetetaan uuniin (4.1) yhdeksi tunniksi 103 ± 2 °C:ssa. Kansi asetetaan paikoilleen, ja annetaan peitetyn astian jäähtyä huoneenlämpötilaan eksikkaattorissa (4.3). Astia punnitaan 10 mg:n tarkkuudella. Toistetaan lämmitys-, jäähdytys- ja punnitustoimenpiteet, kunnes kahden peräkkäisen punnituksen ero on pienempi kuin 10 mg. Jos massan lisääntymistä esiintyy, käytetään laskuissa pienintä havaittua massaa.

6. **Tulosten ilmoittaminen**

6.1 *Kaava ja laskeminen*

Kuivaushäviö, painoprosentteina näytteen massasta saadaan kaavasta:

$$\frac{100 \times (m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)}$$

jossa

m_1 = astian massa grammoina,

m_2 = astian ja näytteen massa grammoina ennen kuivausta,

m_3 = astian ja näytteen massa grammoina kuivauksen jälkeen.

6.2 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa 100 g:aa näytettä kohti olla suurempi kuin 100 mg.

MENETELMÄ 5

RAJAKOE SALISYYLIHAPON MÄÄRITTÄMISEKSI ETYYLI-p-HYDROKSIBENTSOAATISTA (E 214), ETYYLI-p-HYDROKSIBENTSOAATIN NATRIUMSUOLASTA (E 215), PROPYYLI-p-HYDROKSIBENTSOAATISTA (E 216), PROPYYLI-p-HYDROKSIBENTSOAATIN NATRIUMSUOLASTA (E 217), METYYLI-p-HYDROKSIBENTSOAATISTA (E 218) JA METYYLI-p-HYDROKSIBENTSOAATIN NATRIUMSUOLASTA (E 219)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä osoitetaan salisyylihappo etyyli-p-hydroksibentsoaatista (E 214), propyyli-p-hydroksibentsoaatista (E 216) ja metyyli-p-hydroksibentsoaatista (E 218) sekä niiden natriumsuoloista (E 215, E 217 ja E 219).

2. **Määritelmä**

Salisyylihapon rajakoepitoisuuden osoittaminen: rajakoetulos kuvatulla menetelmällä määritettynä.

3. **Periaate**

Ammoniumrauta(III)sulfaatin reaktiossa näyteliuoksen kanssa muodostuu violetti väri. Sen voimakkuutta verrataan väriin, joka muodostuu käyttämällä vertailuliuosta.

4. **Reagenssit**

4.1 Ammoniumrauta(III)sulfaattiliuos, 0,2 % m/v. Valmistetaan liuottamalla 0,2 g ammoniumrauta(III)sulfaatin dodekahydraattia 50 ml:aan vettä, lisätään 10 ml 10 % v/v typpihappoa ja laimennetaan 100 ml:n tilavuuteen saakka lisäämällä vettä.

4.2 Etanoli, 95 % v/v.

4.3 Salisyylihappoliuos, 0,1 g/l.

4.4 Rikkihappo, 1 mol/l.

5. **Laitteet**

5.1 Nessler-putket, mitta-asteikko 50 ml:aan, kokonaistilavuus noin 60 ml.

6. **Menettely**

6.1 *Etyyli-, propyyli- ja metyyli-p-hydroksibentsoaattinäytteet*

6.1.1 Punnitaan 1 mg:n tarkkuudella 0,1 g näytettä, ja liuotetaan se 10 ml:aan 95 % v/v etanolia (4.2). Liuos siirretään mitta-asteikolla varustettuun Nessler-putkeen (5.1) ja laimennetaan 50 ml:n tilavuuteen saakka lisäämällä vettä. Sekoitetaan ja lisätään sekoittaen 1 ml ammoniumrauta(III)sulfaattiliuosta (4.1). Annetaan seistä yhden minuutin ajan.

6.1.2 Valmistetaan samanaikaisesti vertailuliuos kohdan 6.1.1 mukaisesti, käyttäen 1 ml salisyylihappoliuosta (4.3) 0,1 g:n näytteen sijasta.

6.1.3 Verrataan näyteliuoksen väriä vertailuliuoksen väriin.

6.2 *Metyyli-, etyyli- ja propyyli-p-hydroksibentsoaattien natriumsuolojen näytteet*

6.2.1 Toistetaan kohdan 6.1.1 mukaisesti siten, että liuoksen pH säädetään 5:ksi 1 mol/l rikkihapolla (4.4) ennen laimentamista 50 ml:ksi.

6.2.2 Toistetaan kohdan 6.1.2 mukaisesti.

6.2.3 Toistetaan kohdan 6.1.3 mukaisesti.

7. **Tulosten ilmoittaminen**

7.1 *Rajakokeen lukeminen*

Jos näyteliuosputkessa esiintyvä punavioletti väri on voimakkaampi kuin vertailuliuoksen, testi on positiivinen, ja näytteessä on enemmän kuin 0,1 % salisyylihappoa.

7.2 *Herkkyys*

Kokeen osoittamisraja on 30 mg salisyylihappoa 100 g:aa näytettä kohti.

7.3 *Huomautuksia*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden rajakokeen tuloksien tulee olla yhtäläisiä.

MENETELMÄ 6

VAPAAN ETIKKAHAPON MÄÄRITYS NATRIUMDIASETAATISTA (E 262)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä määritetään etikkahappo natriumdiasetaatista (E 262).

2. **Määritelmä**

Etikkahappopitoisuus: etikkahappopitoisuus kuvatulla menetelmällä määritettynä.

3. **Periaate**

Etikkahapon suora titraus näytteestä käyttäen standardoitua natriumhydroksidiliuosta ja fenoliftaleiini-indikaattoria.

4. **Reagenssit**

4.1 Fenoliftaleiiniliuos 1 % (m/v) etanolissa.

4.2 Natriumhydroksidi, 1 mol/l.

5. **Laitteet**

5.1 Analyysivaaka.

6. **Menettely**

Punnitse 1 mg:n tarkkuudella noin 3 g testinäytettä ja liuota se noin 50 ml:aan vettä. Lisää kaksi tai kolme pisaraa fenoliftaleiini-indikaattoriliuosta (4.1) ja titraa 1 mol/l natriumhydroksidilla (4.2), kunnes liuokseen jää punertava sävy viideksi sekunniksi.

7. **Tulosten ilmoittaminen**

7.1 *Kaava ja laskeminen*

Etikkahappopitoisuus painoprosentteina näytteen massaa kohti saadaan kaavasta:

$$\frac{(6{,}005 \times V \times c)}{m_0}$$

jossa

V = natriumhydroksidin (4.2) kulutus millilitroina

c = natriumhydroksidiliuoksen pitoisuus mol/l

m_0 = punnitun näytteen massa grammoina

7.2 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa 100 g:aa näytettä kohti olla suurempi kuin 500 mg.

8. **Huomautus**

Titrattaessa 3 g:n näyte, joka sisältää 40 % etikkahappoa, kuluu 20 ml 1 mol/l natriumhydroksidia.

MENETELMÄ 7

NATRIUMASETAATIN MÄÄRITYS NATRIUMDIASETAATISTA (E 262)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä määritetään natriumasetaattina natriumasetaatti ja vesi natriumdiasetaatista (E 262).

2. **Määritelmä**

Natriumasetaattipitoisuus: natriumasetaatti- ja vesipitoisuus natriumasetaatiksi laskettuna kuvatulla menetelmällä määritettynä.

3. **Periaate**

Näyte liuotetaan vedettömään etikkahappoon ennen titrausta vakioidulla perkloorihapolla, jossa käytetään kristalliviolettia indikaattorina.

4. **Reagenssit**

4.1 Vedetön etikkahappo, tiheys (20 °C) = 1,049 g/ml ja tarkoitettu vedettömiin titrauksiin.

4.2 Kristallivioletti, CI No 42555 indikaattoriliuos, 0,2 % (m/v) vedettömässä etikkahapossa.

4.3 Kaliumvetyftalaatti, $C_8H_5KO_4$.

4.4 Etikkahappoanhydridi, $(CH_3CO)_2O$.

4.5 Perkloorihappo, 0,1 mol/l etikkahapossa. Liuos on valmistettava ja vakioitava seuraavasti:

Punnitaan P g perkloorihappoliuosta 1 000 ml:n lasitulpalliseen mittapulloon. P:n määrä lasketaan kaavasta:

$$P = \frac{1\,004{,}6}{m}$$

jossa

m = perkloorihapon pitoisuus (prosentteina m/m) määritettynä alkalimetrisella titrauksella (70–72 % m/m happo on sopivinta).

Lisätään noin 100 ml vedetöntä etikkahappoa ja sen jälkeen pieninä erinä, liuosta koko ajan sekoittaen ja jäähdyttäen tietty määrä, Q g, etikkahappoanhydridiä. Q:n määrä voidaan laskea kaavasta:

$$Q = \frac{(567 \times P) - 5695}{a}$$

jossa

P = punnittu määrä perkloorihappoa,

a = etikkahappoanhydridin pitoisuus prosentteina (m/m).

Pullo suljetaan, ja liuoksen annetaan seistä 24 tuntia pimeässä. Lisätään vedetöntä etikkahappoa 1 000 ml:ksi. Tällä tavalla valmistettu liuos on käytännöllisesti katsoen vedetön. Määritetään liuoksen pitoisuus käyttäen kaliumvetyftalaattia:

Punnitaan 0,1 mg:n tarkkuudella noin 0,2 g kaliumvetyftalaattia, jota on aikaisemmin kuivattu 110 °C:ssa kaksi tuntia, ja liuotetaan se varovasti lämmittäen 25 ml:aan vedetöntä etikkahappoa titrauspullossa. Jäähdytetään, lisätään kaksi pisaraa 0,2 % (m/m) kristalliviolettiliuosta (4.2) vedettömässä etikkahapossa ja titrataan perkloorihappoliuoksella, kunnes indikaattorin väri muuttuu haalean vihreäksi. Tehdään sokeakoetitraus käyttäen samoja liuotinmääriä ja vähennetään sokeakoearvo määrityksessä saadusta arvosta. 20,42 mg kaliumvetyftalaattia vastaa 1 ml 0,1 mol/l perkloorihappoa.

5. **Laitteet**

5.1 Analyysivaaka.

6. **Menettely**

Punnitaan 0,5 mg:n tarkkuudella noin 0,2 g näytettä, ja liuotetaan se 50 ml:aan vedetöntä etikkahappoa (4.1). Lisätään muutama pisara kristallivioletti-indikaattoriliuosta (4.2) ja titrataan haalean vihreään päätepisteeseen käyttäen vakioitua 0,1 mol/l perkloorihappoa (4.5).

7. **Tulosten ilmoittaminen**

7.1 *Kaava ja laskeminen*

Kohdassa 2 (Määritelmä) määritelty natriumasetaattipitoisuus painoprosentteina näytteen massaa kohti saadaan kaavasta:

$$\frac{8{,}023 \times V \times c}{m_0}$$

jossa

V = perkloorihappoliuoksen (4.5) kulutus millilitroina,

c = perkloorihappoliuoksen (4.5) molaarisuus,

m_0 = punnitun näytteen massa grammoina.

7.2 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa 100 g:aa näytettä kohti olla suurempi kuin 1,5 g.

8. **Huomautus**

Tässä menetelmässä käytettävät reagenssit ovat myrkyllisiä ja räjähtäviä ja vaativat varovaista käsittelyä.

MENETELMÄ 8

RAJAKOE ALDEHYDIEN MÄÄRITTÄMISEKSI SORBIINIHAPOSTA (E 200), NATRIUM-, KALIUM- JA KALSIUMSORBAATEISTA (E 201, E 202, E 203) JA PROPIONIHAPOSTA (E 280)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä voidaan osoittaa aldehydeja formaldehydina:

— sorbiinihaposta (E 200);

— natrium-, kalium- ja kalsiumsorbaateista (E 201, E 202, E 203);

— propionihaposta (E 280).

2. **Määritelmä**

Aldehydien rajakoepitoisuuden osoittaminen: rajakokeen tulos kuvatulla menetelmällä määritettynä.

3. **Periaate**

Koeliuoksen aldehydit ja vertailuliuoksen formaldehydi reagoivat Schiff'in reagenssin kanssa muodostaen punaisia komplekseja, joiden värien voimakkuutta vertaillaan.

4. **Reagenssit**

4.1 Formaldehydistandardiliuos (0,01 mg/ml): valmistetaan laimentamalla väkevää formaldehydiliuosta (400 mg/ml).

4.2 Schiff'in reagenssi.

5. **Menettely**

5.1 Punnitaan 1 mg:n tarkkuudella noin 1 g näytettä, lisätään 100 ml vettä ja ravistellaan. Suodatetaan liuos tarvittaessa, ja 1 ml suodosta tai näyteliuosta käsitellään 1 ml:lla Schiff'in reagenssia (4.2). Käsitellään samanaikaisesti 1 ml formaldehydistandardiliuosta (4.1) 1 ml:lla Schiff'in reagenssia (4.2).

5.2 Näyteliuoksen väriä verrataan formaldehydistandardiliuoksen väriin.

6. **Tulosten ilmoittaminen**

6.1 *Rajakokeen lukeminen*

Jos näyteliuoksessa esiintyvä punainen väri on voimakkaampi kuin formaldehydistandardiliuoksella saatu väri, on koe positiivinen, ja näytteessä on enemmän kuin 0,1 % aldehydeja formaldehydiksi laskettuna.

6.2 *Herkkyys*

Kokeen osoittamisraja on 30 mg formaldehydia 100 g:aa näytettä kohti.

6.3 *Huomautuksia*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden rajakokeen tuloksien tulee olla yhtäläisiä.

MENETELMÄ 9

PEROKSIDILUVUN MÄÄRITYS LESITIINEISTÄ (E 322)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä määritetään lesitiinien (E 322) peroksidiluku.

2. **Määritelmä**

Lesitiinien peroksidiluku: kuvatulla menetelmällä saatu tulos.

3. **Periaate**

Lesitiinien peroksidit hapettavat kaliumjodidia jodiksi, joka määritetään titrimetrisesti natriumtiosulfaattiliuoksella.

4. **Reagenssit**

4.1 Vedetön etikkahappo.

4.2 Kloroformi.

4.3 Kaliumjodidi.

4.4 Natriumtiosulfaatti, 0,1 mol/l tai 0,01 mol/l.

4.5 Tärkkelysliuos (noin 1 % m/v).

5. **Laitteet**

5.1 Analyysivaaka.

5.2 Kuvassa esitetty laite, joka koostuu seuraavista osista:

5.2.1 pyörökolvi, 100 ml;

5.2.2 palautusjäähdyttäjä;

5.2.3 hioksellinen lasiputki, pituus: 250 mm, sisähalkaisija 22 mm.

5.2.4 pienoisdekantterilasi, jonka ulkomitat ovat: läpimitta 20 mm, korkeus 35–50 mm.

6. **Menettely**

6.1 Laitetaan 10 ml vedetöntä etikkahappoa (4.1) ja 10 ml kloroformia (4.2) 100 ml:n kolviin (5.2.1). Asetetaan lasiputki (5.2.3) ja palautusjäähdyttäjä (5.2.2) paikoilleen ja keitetään seosta hiljalleen kaksi minuuttia liuenneen ilman poistamiseksi. Liuotetaan 1 g kaliumjodidia (4.3) 1,3 ml:aan vettä ja lisätään tämä liuos kolvissa (5.2.1) olevaan seokseen varmistaen, ettei kiehuminen keskeydy.

Jos tässä vaiheessa syntyy keltainen väri, on määritys keskeytettävä ja uusittava käyttäen uusia reagensseja.

6.2 Punnitaan 1 mg:n tarkkuudella noin 1 g näytettä ja, kun kohdan 6.1 liuos on kiehunut vielä kaksi minuuttia, lisätään punnittu näyte kolvin (5.2.1) seokseen edelleen varmistaen, että kiehuminen on jatkuvaa. Tästä syystä näyte on pidettävä pienoisdekantterilasissa (5.2.4), jota voidaan laskea lasiputken (5.2.3) läpi käyttäen lasisauvaa, jonka kärki on taivutettu kuvan mukaisesti. Jäähdyttäjä (5.2.2) voidaan poistaa lyhyeksi ajaksi. Jatketaan keittämistä kolmesta neljään minuuttia. Katkaistaan lämmitys ja poistetaan välittömästi jäähdyttäjä (5.2.2). Lisätään nopeasti 50 ml vettä lasiputken (5.2.3) kautta. Poistetaan lasiputki (5.2.3) ja jäähdytetään kolvia (5.2.1) huoneenlämpötilaan juoksevan veden alla. Titrataan natriumtiosulfaatilla (0,1 mol/l tai 0,01 mol/l) (4.4), kunnes vesikerros tulee vaalean keltaiseksi. Lisätään 1 ml tärkkelysliuosta (4.5) ja jatketaan titrausta, kunnes sininen väri häviää. Ravistellaan kolvia (5.2.1) hyvin titrauksen aikana sen varmistamiseksi, että jodi uuttautuu täydellisesti orgaanisesta kerroksesta.

6.3 Tehdään sokeakoe kohtien 6.1 ja 6.2 mukaisesti ilman näytettä.

7. **Tulosten ilmoittaminen**

7.1 *Kaava ja laskeminen*

Näytteen peroksidiluku milliekvivalentteina kilogrammaa kohti saadaan kaavasta:

$$\frac{1\,000 \times a \times (V_1 - V_2)}{m_0}$$

jossa

V_1 = näytteen titrauksessa (6.2) kulunut tilavuus tiosulfaattia millilitroina,

V_2 = sokeakokeen titrauksessa (6.2) kulunut tilavuus tiosulfaattia, millilitroina,

a = natriumtiosulfaattiliuoksen (4.4) pitoisuus mol/l,

m_0 = punnitun näytteen massa grammoina.

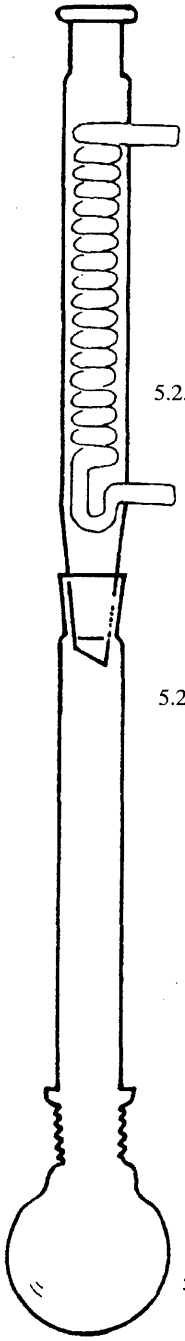
7.2 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa peroksidilukuna milliekvivalentteina kilogrammaa näytettä kohti ilmaistuna olla suurempi kuin 0,5.

8. **Huomautuksia**

8.1 Natriumtiosulfaatin pitoisuuden valinta riippuu titrauksen odotusarvosta. Toistetaan määritys käyttäen 0,01 mol/l natriumtiosulfaattia, jos kulutus on pienempi kuin 0,5 ml 0,1 mol/l natriumtiosulfaattia.

8.2 Määritystä ei tule suorittaa kirkkaassa valaistuksessa.



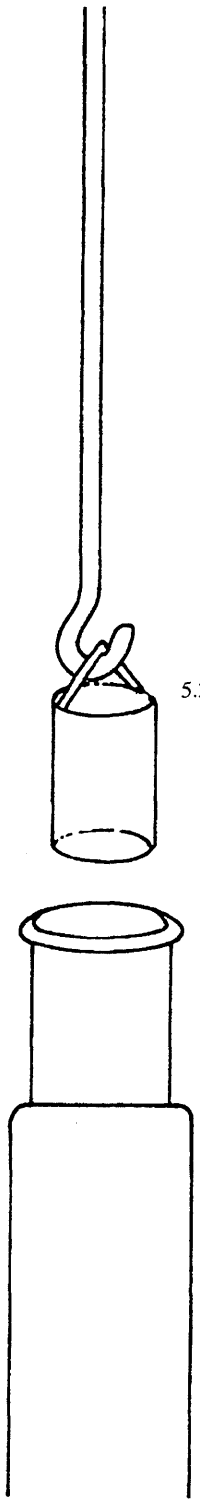
5.2.2. Palautusjäähdyttäjä

5.2.3 Lasiputki;

— pituus: 250 mm

— sisähalkaisija: 22 mm

5.2.1. Pyörökolvi (100 ml)



5.2.4 Pienoisdekantterilasi:

— ulkohalkaisija: 20 mm

— korkeus 35–50 mm

Lesitiinin peroksiidiluvun määrittämisessä tarvittava laitteisto

MENETELMÄ 10

TOLUEENIIN LIUKENEMATTOMIEN AINEIDEN MÄÄRITYS LESITIINEISTÄ (E 322)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä määritetään tolueeniin liukenemattomat aineet lesitiineistä (E 322).

2. **Määritelmä**

Tolueeniin liukenemattomien aineiden määrä: tolueeniin liukenemattomien aineiden määrä kuvatulla menetelmällä määritettynä.

3. **Periaate**

Näyte liuotetaan tolueeniin. Liuos suodatetaan, ja jäännös kuivataan ja punnitaan.

4. **Reagenssit**

4.1 Tolueeni.

5. **Laitteet**

5.1 Lasisintteri, tilavuus 30 ml, G 3 tai vastaava huokoisuus.

5.2. Sähköllä lämmitettävä, termostaatilla varustettu uuni, 103 ± 2 °C:ssa.

5.3 Vesihaude, lämpötila alle 60 °C.

5.4 Eksikkaattori, joka sisältää vasta aktivoitua silikageeliä tai vastaavaa kuivausainetta sekä vesipitoisuusindikaattorin.

5.5 Erlenmeyerpullo, 500 ml.

5.6 Vakuumipumppu.

5.7 Analyysivaaka.

6. **Menettely**

6.1 Kuivataan 30 ml:n lasisintteri (5.1) uunissa 103 ± 2 °C:ssa (5.2). Siirretään sintteri eksikkaattoriin (5.4), annetaan jäähtyä ja punnitaan sintteri.

6.2 Sekoitetaan lesitiininäyte huolellisesti, tarvittaessa vesihauteessa (5.3) lämmittämisen jälkeen. Punnitaan 1 mg:n tarkkuudella noin 10 g näytettä erlenmeyerpulloon (5.5). Lisätään 100 ml tolueenia (4.1) ja pyöritetään seosta, kunnes lesitiini on liuennut. Suodatetaan liuos sintterin (5.1) läpi. Pestään erlenmeyerpullo (5.5) 25 ml:lla tolueenia (4.1) ja kaadetaan pesuliuos sintterin (5.1) läpi. Toistetaan 25 ml:lla tolueenia (5.1). Poistetaan ylimääräinen tolueeni sintteristä (5.1) imulla.

6.3 Kuivataan sintteri (5.1) uunissa (5.2) 103 ± 2 °C:ssa kaksi tuntia. Sintteri siirretään eksikkaattoriin (5.4) ja annetaan jäähtyä. Punnitaan sintteri jäännöksineen jäähtymisen jälkeen.

6.4 Toistetaan kohta 6.3, kunnes kahden peräkkäisen punnituksen ero on pienempi kuin 0,5 mg.

Jos massa vaihtelee, käytetään laskuissa pienintä havaittua massaa.

7. **Tulosten ilmoittaminen**

7.1 *Kaava ja laskeminen*

Tolueeniin liukenemattomien aineiden määrä saadaan kaavasta:

$$\frac{100\ (m_2 - m_1)}{m_0}$$

jossa

m_1 = tyhjän sintterin (6.1) massa grammoina,

m_2 = sintterin ja jäännöksen (6.4) massa grammoina,

m_0 = punnitun näytteen massa grammoina.

7.2 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa 100 g:aa näytettä kohti olla suurempi kuin 30 mg.

MENETELMÄ 11

RAJAKOE PELKISTÄVIEN YHDISTEIDEN MÄÄRITTÄMISEKSI NATRIUM-, KALIUM- JA KALSIUMLAKTAATEISTA (E 325, E 326, E 327)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Kokeella osoitetaan kvalitatiivisesti pelkistävät yhdisteet

— natriumlaktaateista (E 325);

— kaliumlaktaateista (E 326);

— kalsiumlaktaateista (E 327).

2. **Määritelmä**

Pelkistävien yhdisteiden rajakoepitoisuuden osoittaminen: rajakoetulos kuvatulla menetelmällä määritettynä.

3. **Periaate**

Pelkistiminä toimivat yhdisteet pelkistävät Fehling'in liuosta. Tällaiset yhdisteet ovat tavallisesti pelkistäviä sokereita.

4. **Reagenssit**

4.1 Fehling'in liuos A: 6,93 g kuparisulfaatin pentahydraattia liuotetaan veteen, ja liuos laimennetaan 100 ml:ksi vedellä.

4.2 Fehling'in liuos B: 34,6 g kaliumnatriumtartraattia ja 10 g natriumhydroksidia liuotetaan veteen, ja liuos laimennetaan 100 ml:ksi vedellä.

5. **Menettely**

Punnitaan 1 mg:n tarkkuudella 1 g näytettä, ja liuotetaan se 10 ml:aan lämmintä vettä. Lisätään 2 ml Fehling'in liuosta A (4.1) ja 2 ml Fehling'in liuosta B (4.2) ja keitetään seosta yhden minuutin ajan ja tarkkaillaan liuosta värinmuutoksen havaitsemiseksi. Kalsiumsulfaatin saostuma, jota toisinaan muodostuu, ei haittaa määritystä.

6. **Tulosten ilmoittaminen**

6.1 *Rajakokeen lukeminen*

Jos keittämisen (5) jälkeen tapahtuu värinmuutos, on koe positiivinen osoittaen pelkistävien yhdisteiden läsnäoloa.

6.2 *Herkkyys*

Kokeen osoittamisraja reaktiivisille pelkistäville yhdisteille on 100 mg glukoosia 100 g:aa näytettä kohti.

6.3 *Huomautuksia*

6.3.1 Samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa ja saman suorittajan toimesta saatujen kahden rajakokeen tuloksien tulee olla yhtäläisiä.

6.3.2 Fehling'in liuokset reagoivat kokonaan, jos näyte sisältää 2 % glukoosia.

MENETELMÄ 12

HAIHTUVIEN HAPPOJEN MÄÄRITYS ORTOFOSFORIHAPOISTA (E 338)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä määritetään haihtuvat hapot etikkahappona ilmaistuna ortofosforihaposta (E 338).

2. **Määritelmä**

Haihtuvien happojen pitoisuus: haihtuvien happojen pitoisuus etikkahappona ilmaistuna kuvatulla menetelmällä määritettynä.

3. **Periaate**

Näytteeseen lisätään vettä, ja liuos tislataan. Tisle titrataan vakioidulla natriumhydroksidilla, ja happamuus lasketaan ja ilmaistaan etikkahappona.

4. **Reagenssit**

4.1 Fenoliftaleiini, 1 % (m/v) etanoliliuos.

4.2 Natriumhydroksidi, 0,01 mol/l.

5. **Laitteisto**

5.1 Tislauslaitteisto, jossa sprayloukko.

6. **Menettely**

Punnitaan 50 mg:n tarkkuudella noin 60 g näytettä, ja asetetaan punnittu näyte ja 75 ml vasta keitettyä jäähtynyttä vettä tislauspulloon, jossa on sprayloukko (5.1). Sekoitetaan ja tislataan noin 50 ml.

Titrataan tisle vakioidulla 0,01 mol/l natriumhydroksidilla (4.2) käyttäen fenoliftaleiinia (4.1) indikaattorina. Jatketaan titrausta, kunnes ensimmäinen punainen sävy pysyy liuoksessa 10 sekuntia.

7. **Tulosten ilmoittaminen**

7.1 *Kaava ja laskeminen*

Haihtuvien happojen pitoisuus, ilmaistuna milligrammoina etikkahappoa kilogrammaa kohti, saadaan kaavasta:

$$\frac{600 \times V}{m_0}$$

jossa

V = neutraloimiseen kulunut tilavuus 0,01 mol/l natriumhydroksidiliuosta millilitroina,

m_0 = punnitun näytteen massa grammoina.

7.2 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa 100 g:aa näytettä kohti olla suurempi kuin 1 mg.

MENETELMÄ 13

RAJAKOE NITRAATIN MÄÄRITTÄMISEKSI ORTOFOSFORIHAPOSTA (E 338)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä osoitetaan nitraatit ortofosforihaposta (E 338).

2. **Määritelmä**

Nitraatin rajakoepitoisuuden osoittaminen: kuvatulla menetelmällä saatu rajakoetulos.

3. **Periaate**

Näytettä lisätään liuokseen, jossa on indigokarmiinia väkevässä rikkihapossa. Hapettavat aineet, nitraatti mukaan lukien, hävittävät sinisen värin.

4. **Reagenssit**

4.1 Indigokarmiiniliuos, 0,18 % (m/v): liuota 0,18 g natriumindigotiinidisulfonaattia veteen ja laimenna 100 ml:ksi vedellä.

4.2 Natriumkloridiliuos, 0,05 % (m/v).

4.3 Väkevä rikkihappo (tiheys, 20 °C = 1,84 g/ml).

5. **Menettely**

Mitataan 2 ml näytettä ja laimennetaan 10 ml:ksi natriumkloridiliuoksella (4.2). Lisätään 0,1 ml indigokarmiiniliuosta (4.1) ja sen jälkeen hitaasti ja liuosta jäähdyttäen 10 ml väkevää rikkihappoa (4.3). Tarkkaillaan, säilyykö liuoksen sininen väri viiden minuutin ajan.

6. **Tulosten ilmoittaminen**

6.1 *Rajakokeen lukeminen*

Jos sininen väri häviää liuoksesta viidessä minuutissa, on koe positiivinen, ja hapettavien yhdisteiden pitoisuus, natriumnitraattina ilmaistuna, on suurempi kuin 5 mg/kg.

6.2 *Huomautuksia*

6.2.1 Tehdään sokeakoe.

6.2.2 Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden rajakokeen tuloksien tulee olla yhtäläisiä.

6.2.3 Indigokarmiiniliuos ei saa olla kahta kuukautta vanhempi.

6.2.4 Jos koetulos on positiivinen, näyte saattaa sisältää nitraatteja ja muita hapettavia yhdisteitä, ja koe on uusittava käyttäen menetelmää ISO 3709:1976 "Phosphoric acid for industrial use (including foodstuffs) -determination of oxides of nitrogen content — 3,4-xylenol spectrophotometric method" (Fosforihappo teolliseen käyttöön (elintarvikkeet mukaan lukien) — typen oksidien määritys — spektrofotometrinen menetelmä 3,4-ksylenolilla).

MENETELMÄ 14

VETEEN LIUKENEMATTOMIEN AINEIDEN MÄÄRITYS MONO-, DI- JA TRINATRIUMORTOFOSFAATEISTA SEKÄ MONO-, DI- JA TRIKALIUMORTOFOSFAATEISTA (E 339 i, E 339 ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii)

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmällä määritetään veteen liukenemattomat aineet

— mononatriumortofosfaatista (E 339 i);

— dinatriumortofosfaatista (E 339 ii);

— trinatriumortofosfaatista (E 339 iii);

— monokaliumortofosfaatista (E 340 ii);

— dikaliumortofosfaatista (E 340 ii);

— trikaliumortofosfaatista (E 340 iii).

2. **Määritelmä**

Veteen liukenematon aine: veteen liukenemattoman aineen pitoisuus kuvatulla menetelmällä määritettynä.

3. **Periaate**

Näyte liuotetaan veteen, ja liuos suodatetaan sopivan posliinisintterin läpi. Jäännöksen pesun ja kuivauksen jälkeen jäännös punnitaan ja lasketaan veteen liukenemattomana aineena.

4. **Laitteisto**

4.1 Posliinisintteri, G 3 tai vastaava huokoisuus.

4.2 Eksikkaattori, jossa on vasta aktivoitua silikageeliä ja vesipitoisuusindikaattori, tai vastaavaa kuivausainetta.

4.3 Termostaatilla ohjattava uuni lämpötilassa 103 ± 2 °C.

4.4 Dekantterilasi, polypropyleenia, 400 ml.

4.5 Kiehuva vesihaude.

5. **Menettely**

Punnitaan 10 mg:n tarkkuudella noin 10 g fosfaattinäytettä, ja liuotetaan se 100 ml:aan kuumaa vettä saattamalla polypropyleenidekantterilasissa (4.4) kiehumispisteeseen ja pitämällä kiehuvalla vesihauteella (4.5) 15 minuuttia. Suodatetaan liuos puhdistetun, kuivatun ja punnitun sintterin (4.1) läpi. Pestään liukenematon jäännös kuumalla vedellä. Asetetaan sintteri jäännöksineen uuniin (4.3) kuivumaan lämpötilassa 103 ± 2°C kahdeksi tunniksi.

Asetetaan sintteri eksikkaattoriin, annetaan jäähtyä, ja punnitaan sintteri.

Toistetaan kuivaus-, jäähdytys- ja punnitustoimenpiteet, kunnes kahden peräkkäisen punnituksen ero on pienempi kuin 0,5 mg. Jos massan lisääntymistä esiintyy, käytetään laskuissa pienintä havaittua massaa.

6. **Tulosten ilmoittaminen**

6.1. *Kaava ja laskeminen*

Veteen liukenemattomien aineiden määrä saadaan kaavasta:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

jossa

m_1 = jäännöksen massa grammoina kuivauksen jälkeen,

m_0 = punnitun näytteen massa grammoina.

6.2 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa 100 g:aa näytettä kohti olla suurempi kuin 10 mg.

MENETELMÄ 15

pH:N MÄÄRITYS ELINTARVIKELISÄAINEISTA

1. **Tarkoitus ja soveltamisala**

Menetelmässä on yleisohje pH:n määrittämiseksi elintarvikelisäaineista.

2. **Määritelmä**

Elintarvikelisäaineen pH: kuvatulla menetelmällä määritetty pH-arvo.

3. **Periaate**

pH-arvo määritetään vesiliuoksesta, johon näyte on liuotettu tai lietetty tavalliseen tapaan, käyttäen lasielektrodia, vertailuelektrodia ja pH-mittaria.

4. **Reagenssit**

4.1 Kalibroidaan laite käyttäen seuraavia puskuriliuoksia:

4.1.1 Puskuriliuos pH 6,88 20 °C:ssa, jossa on yhtä suuret tilavuudet 0,05 mol/l kaliumdivetyfosfaattia (KH_2PO_4) ja 0,05 mol/l dinatriumortofosfaattidihydraattia (Na_2HPO_4; $2H_2O$).

4.1.2 Puskuriliuos pH 4 20 °C:ssa, jossa on 0,05 mol/l kaliumvetyftalaattia ($C_8H_5KO_4$).

4.1.3 Puskuriliuos pH 9,22 20 °C:ssa, jossa on 0,05 mol/l natriumboraattia ($Na_2B_4O_7$; 10 H_2O).

4.2 Kyllästetty tai 3 mol/l kaliumkloridiliuos, tai muu sopiva elektrodin toimittajan määräämä liuos vertailuelektrodin täyttämiseksi.

4.3 Tislattu vesi, hiilidioksidivapaa, pH 5:n ja 6:n välillä.

5. **Laitteisto**

5.1 pH-mittari, tarkkuus 0,01 pH-yksikköä.

5.2 Elektrodit, joko yhdistetty lasielektrodi tai erilliset lasi- ja vertailuelektrodit, sekä niihin sopivat pidikkeet.

5.3 Lämmitettävä magneettisekoittaja.

5.4 Lämpömittari, kalibroitu alueella 0–100 °C.

6. **Menettely**

6.1 *pH-mittarin vakioiminen*

Lasielektrodit on kalibroitava valmistajan ohjeiden mukaisesti. Lasielektrodien lukemat on säännöllisesti tarkistettava vertaamalla tunnetun pH-arvon omaaviin puskuriliuoksiin.

Elektrodit on pestävä vedellä ja varovasti pyyhittävä pehmeällä paperilla tai huuhdeltava vedellä ja sen jälkeen kahdesti näyte- tai standardiliuoksella ennen niiden upottamista seuraavaan käytettävään näyte- tai standardiliuokseen.

Jos mitattavan näytteen pH on hapan, on pH-lukeman tarkistamiseksi käytettävä puskuriliuoksia, joiden pH-arvo on 4 (4.1.2) ja 6,88 (4.1.1). Jos mitattavan näytteen pH on emäksinen, on pH-lukeman tarkistamiseksi käytettävä puskuriliuoksia, joiden pH-arvo on 9,22 (4.1.3) ja 6,88 (4.1.1).

6.2 *Koeliuoksen mittaaminen*

Käytettävän liuoksen pitoisuuden tai liuoksen valmistusmenetelmän on oltava elintarvikeaineita koskevien yhteisön säännösten mukaisia.

Valmistetaan koeliuos ohjeiden mukaisesti ja käyttäen tislattua vettä (4.3), lämpötila säädetään 20 oC sekoittamisen ajaksi. Sekoittaminen keskeytetään ja lasielektrodit (5.2) pannaan liuokseen. Kahden minuutin kuluttua luetaan pH-arvo pH-mittarista (5.1).

7. Tulosten ilmoittaminen

7.1 *Toistettavuus*

Saman analyysin suorittajan samasta näytteestä, samanaikaisesti tai peräkkäin, samoissa olosuhteissa saamien kahden määritystuloksen ero ei saa olla suurempi kuin 0,05 pH-yksikköä.

8. Huomautuksia

Tämä menetelmä soveltuu yksinomaan pH-arvojen määrittelemiseen elintarvikelisäaineita koskevien yhteisön direktiivien mukaisesti, joiden mukaan lisäaineiden on oltava liuoksina tai veteen liuenneina.