II

(Actes dont la publication n'est pas une condition de leur applicabilité)

COMMISSION

PREMIÈRE DIRECTIVE DE LA COMMISSION

du 28 juillet 1981

portant fixation des méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle des critères de pureté de certains additifs alimentaires

(81/712/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu la directive du Conseil, du 23 octobre 1962, relative au rapprochement des réglementations des États membres concernant les matières colorantes pouvant être employées dans les denrées destinées à l'alimentation humaine (1) modifiée en dernier lieu par la directive 78/144/CEE (2), et notamment son article 11 paragraphe 2,

vu la directive 64/54/CEE du Conseil, du 5 novembre 1963, relative au rapprochement des législations des États membres concernant les agents conservateurs pouvant être employés dans les denrées destinées à l'alimentation humaine (3), modifiée en dernier lieu par la directive 79/40/CEE (4), et notamment son article 8 paragraphe 2,

vu la directive 70/357/CEE du Conseil, du 13 juillet 1970, relative au rapprochement des législations des États membres concernant les substances ayant des effets antioxygènes et pouvant être employées dans les denrées destinées à l'alimentation humaine (5), modifiée en dernier lieu par la directive 78/143/CEE (6), et notamment son article 5 paragraphe 2,

considérant que ces dispositions prévoient que les critères de pureté généraux et spécifiques des additifs dont il s'agit sont contrôlés selon des méthodes d'analyse communautaires;

considérant qu'il convient d'arrêter une première série de méthodes pour lesquelles les études ont pu être menées à terme;

considérant que les méthodes d'analyse de la présente directive sont conformes à l'avis du comité permanent des denrées alimentaires,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE:

Article premier

Les États membres prescrivent que les analyses nécessaires au contrôle des critères de pureté généraux ou spécifiques de certains additifs alimentaires

(1) JO n° 115 du 11. 11. 1962, p. 2645/62.
(2) JO n° L 44 du 15. 2. 1978, p. 20.
(3) JO n° 12 du 27. 1. 1964, p. 161/64.
(4) JO n° L 13 du 19. 1. 1979, p. 50.
(5) JO n° L 157 du 18. 7. 1970, p. 31.
(6) JO n° L 44 du 15. 2. 1978, p. 18.

sont effectuées selon les méthodes décrites à l'annexe II, dont le domaine d'application est défini à l'annexe I.

Article 2

Les États membres mettent en vigueur les dispositions législatives, réglementaires et administratives nécessaires pour se conformer à la présente directive au plus tard le 20 février 1983. Ils en informent immédiatement la Commission.

Article 3

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 28 juillet 1981.

Par la Commission

Karl-Heinz NARJES

Membre de la Commission

ANNEXE I

DOMAINE D'APPLICATION DES MÉTHODES D'ANALYSE COMMUNAUTAIRES POUR LE CONTRÔLE DES CRITÈRES DE PURETÉ DE CERTAINS ADDITIFS ALIMENTAIRES

I. INTRODUCTION

. . . . . .

II. MATIÈRES COLORANTES

II.1. Détermination des substances extractibles à l'éther éthylique des matières colorantes organosulfonées solubles dans l'eau destinées à l'alimentation humaine. Annexe II, méthode 1.

III. AGENTS CONSERVATEURS

III.1. Détermination de l'acide formique, des formates et autres impuretés oxydables dans l'acide acétique (E 260), dans l'acétate de potassium (E 261), dans le diacétate de sodium (E 262) et dans l'acétate de calcium (E 263). Annexe II, méthode 2.

III.2. Détermination des substances non volatiles dans l'acide propionique (E 280). Annexe II, méthode 3.

III.3. Détermination de la perte de masse à la dessiccation du nitrite de sodium (E 250). Annexe II, méthode 4.

III.4. Test limite de détermination de l'acide salicylique dans l'ester éthylique de l'acide *p*-hydroxydbenzoïque (E 214), dans le dérivé sodique de l'ester éthylique de l'acide *p*-hydroxybenzoïque (E 215), dans le *p*-hydroxydbenzoate de propyle (E 216), dans le dérivé sodique de l'ester propylique de l'acide *p*-hydroxybenzoïque (E 217), dans le *p*-hydroxybenzoate de méthyle (E 218) et dans le dérivé sodique de l'ester méthylique de l'acide *p*-hydroxybenzoïque (E 219). Annexe II, méthode 5.

III.5. Détermination de l'acide acétique libre dans le diacétate de sodium (E 262). Annexe II, méthode 6.

III.6. Détermination de l'acétate de sodium dans le diacétate de sodium (E 262). Annexe II, méthode 7.

III.7. Test limite de détermination des aldéhydes dans l'acide sorbique (E 200), dans les sorbates de sodium, de potassium et de calcium (E 201, E 202, E 203) et dans l'acide propionique (E 280). Annexe II, méthode 8.

IV. AGENTS À ACTIONS ANTIOXYGÈNE

IV.1. Détermination du nombre de groupements peroxydes des lécithines (E 322). Annexe II, méthode 9.

IV.2. Détermination dans les lécithines (E 322) de substances insolubles dans le toluène. Annexe II, méthode 10.

IV.3. Test limite de détermination des substances réductrices dans les lactates de sodium, de potassium et de calcium (E 325, E 326, E 327). Annexe II, méthode 11.

IV.4. Détermination des acides volatils dans l'acide orthophosphorique (E 338). Annexe II, méthode 12.

IV.5. Test limite de détermination des nitrates dans l'acide orthophosphorique (E 338). Annexe II, méthode 13.

IV.6. Détermination de substances insolubles dans l'eau qui sont présentes dans les orthophosphates: -monosodique, -disodique et -trisodique et dans les orthophosphates: -monopotassique, -dipotassium et -tripotassique (E 339 i, E 339 ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii). Annexe II, méthode 14.

V. GÉNÉRALITÉS

V.1. Détermination du pH dans les additifs alimentaires. Annexe II, méthode 15.

ANNEXE II

MÉTHODES D'ANALYSE RELATIVE AUX CRITÈRES DE PURETÉ DES ADDITIFS ALIMENTAIRES

INTRODUCTION

1. **Préparation de l'échantillon**

1.1. *Généralités*

La masse de l'échantillon de laboratoire destiné à l'analyse doit être normalement de 50 g à moins qu'une quantité plus importante soit nécessaire pour une détermination spécifique.

1.2. *Préparation de l'échantillon*

L'échantillon doit être homogénéisé avant l'analyse.

1.3. *Conservation*

L'échantillon ainsi préparé doit toujours être conservé dans un récipient hermétique de façon à prévenir toute altération.

2. **Réactifs**

2.1. *Eau*

2.1.1. Lorsqu'il est fait mention d'eau pour les solutions, les dilutions ou les lavages, il s'agit toujours d'eau distillée ou d'eau déminéralisée de pureté au moins équivalente.

2.1.2. Lorsqu'il est fait mention d'une «solution» ou d'une «dilution», sans autre indication de réactif, il s'agit d'une solution aqueuse.

2.2. *Produits chimiques*

Tous les produits chimiques doivent être de qualité analytique sauf spécifications contraires.

3. **Appareillage**

3.1. *Liste de l'appareillage*

La liste du matériel fait référence à un équipement à usage spécialisé et avec des spécifications particulières.

3.2. *Balance analytique*

Par balance analytique on entend une balance à sensibilité au moins égale à 0,1 mg.

4. **Expression des résultats**

4.1. *Résultats*

Le résultat mentionné sur le bulletin d'analyse est la valeur moyenne obtenue à partir d'au moins deux déterminations, dont la répétabilité est satisfaisante.

4.2. *Calcul du pourcentage*

Sauf dispositions particulières, les résultats sont exprimés en pour cent (m/m) de l'échantillon original, tel qu'il est parvenu au laboratoire.

4.3. *Nombre de chiffres significatifs*

Le résultat ne doit pas comporter plus de chiffres significatifs que ne le permet la précision de la méthode.

MÉTHODE 1

DÉTERMINATION DES SUBSTANCES EXTRACTIBLES Á L'ÉTHER ÉTHYLIQUE DES MATIÈRES COLORANTES ORGANOSULFONÉES SOLUBLES DANS L'EAU DESTINÉES Á L'ALIMENTATION HUMAINE

1. **Objet et domaine d'application**

La méthode permet de déterminer les substances extractibles à l'éther éthylique dans les matières colorantes organosulfonées solubles dans l'eau non mélangées à un support.

2. **Description**

La teneur en substances extractibles à l'éther éthylique est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Extraire le colorant à l'aide d'éther éthylique (oxyde d'éthyle) et peser le résidu sec après évaporation de l'éther.

4. **Réactifs**

4.1. Éther éthylique, sec, dépourvu de peroxydes (séché à l'aide de chlorure de calcium fraîchement calciné).

5. **Appareillage**

5.1. Appareil Soxhlet, muni d'un ballon.

5.2. Dessiccateur garni de gel de silice fraîchement activé ou d'un déshydratant équivalent et muni d'un indicateur d'humidité.

5.3. Balance analytique.

5.4. Étuve thermostatée à 85° ± 2 °C.

6. **Mode opératoire**

Peser à 10 mg près sur un morceau de papier filtre une prise d'essai voisine de 10 g de matières colorantes. Plier le papier, l'introduire dans un manchon en papier et obturer ce dernier à l'aide d'un morceau d'ouate dépourvu de matières grasses. Extraire durant six heures à l'aide d'éther éthylique (4.1) dans un appareil d'extraction de Soxhlet (5.1). Éva-

porer à température aussi basse que possible. Placer le ballon de l'appareil Soxhlet, préalablement taré et contenant le résidu, à l'étuve (5.4). Sécher à (85° ± 2 °C pendant vingt minutes. Laisser refroidir le résidu recouvert d'un verre de montre, dans le dessiccateur (5.2) et peser ensuite le ballon et le résidu.

Répéter le séchage et la pesée jusqu'à ce que deux pesées successives diffèrent de moins de 0,5 mg. Dans l'hypothèse d'une augmentation de masse, on retiendra pour le calcul le chiffre enregistré le plus faible.

7. **Expression des résultats**

7.1. *Formule et mode de calcul*

La teneur en substances extractibles à l'éther, en pour cent de l'échantillon, est donnée par la formule suivante:

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

où:

m_1 = masse, en grammes, du résidu d'évaporation,

m_0 = masse initiale, en grammes, de la prise d'essai.

7.2. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément, dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 20 mg pour 100 g d'échantillon.

MÉTHODE 2

DÉTERMINATION DE L'ACIDE FORMIQUE, DES FORMATES ET AUTRES IMPURETÉS OXYDABLES DANS L'ACIDE ACÉTIQUE (E 260) DANS L'ACÉTATE DE POTASSIUM (E 261) DANS LE DIACÉTATE DE SODIUM (E 262) ET DANS L'ACÉTATE DE CALCIUM (E 263)

1. **Objet et domaine d'application**

La présente méthode permet de déterminer l'acide formique, les formates et les autres impuretés, calculés en acide formique, dans:

— l'acide acétique (E 260),

— l'acétate de potassium (E 261),

— le diacétate de sodium (E 262),

— l'acétate de calcium (E 263).

2. **Définition**

La teneur en acide formique, formates et autres impuretés oxydables est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

L'échantillon à analyser est traité par un excès de permanganate de potassium en milieu alcalin pour former du dioxyde de manganèse. Ce dernier et l'excès de permanganate de potassium sont titrés par iodométrie après acidification et la concentration en impuretés oxydables est exprimée en acide formique.

4. **Réactifs**

4.1. Iodure de potassium.

4.2. Permanganate de potassium 0,02 mol/l.

4.3. Carbonate de sodium (anhydre).

4.4. Thiosulfate de sodium 0,1 mol/l.

4.5. Solution d'amidon (à 1 % environ m/v).

4.6. Acide sulfurique dilué: 90 ml d'acide sulfurique (ρ_{20} = 1,84 g/ml) dilués dans l'eau jusqu'à un volume d'1 l.

5. **Appareillage**

5.1. Bain d'eau bouillante.

5.2. Balance analytique.

6. **Mode opératoire**

Si l'échantillon à analyser est l'acide libre, diluer 10 g pesés à 10 mg près, dans 70 ml d'eau et y ajouter une solution contenant 10 g de carbonate de sodium anhydre (4.3) dissous dans 30 ml d'eau. Si l'échantillon est un sel, dissoudre 10 g, pesés à 10 mg près, dans 100 ml d'eau et y ajouter 1 g de carbonate de sodium anhydre (4.3) en agitant jusqu'à dissolution totale. Ajouter 20,0 ml de permanganate de potassium 0,02 mol/l (4.2) et chauffer dans un bain d'eau bouillante durant 15 minutes. Après refroidissement, additionner 50 ml d'acide sulfurique dilué (4.6) et 0,5 g d'iodure de potassium (4.1). Agiter le mélange jusqu'à dissolution du précipité de dioxyde de manganèse. Titrer à l'aide d'une solution de thiosulfate de sodium 0,1 mol/l (4.4) jusqu'au moment où la solution prend une coloration jaune pâle. Ajouter alors quelques gouttes d'une solution d'amidon (4.5) et continuer le titrage jusqu'à décoloration complète.

7. **Expression des résultats**

7.1. *Formule et mode de calcul*

Le pourcentage d'acide formique, de formates et d'autres impuretés oxydables, calculé en acide formique, s'obtient par la formule suivante:

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

où:

a = molarité du permanganate de potassium,

b = molarité du thiosulfate de sodium,

m_0 = masse initiale de l'échantillon, exprimée en grammes,

V = volume, exprimé en ml, du thiosulfate de sodium 0,1 mol/l utilisé pour le titrage.

7.2. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 5 mg pour 100 g d'échantillon.

8. **Remarques**

8.1. Un volume de 11,3 ml de thiosulfate de sodium 0,1 mol/l équivaut à 0,2 % d'acide formique dans 10 g d'échantillon.

8.2. En l'absence de formate, ce volume sera de 20 ml, mais s'il y a plus de 0,27 % (m/m) d'acide formique, l'excès de $KMnO_4$ deviendra insuffisant et on obtiendra un volume fixe de 8 ml.

Dans ce cas, répéter la détermination en utilisant une prise d'essai plus faible.

MÉTHODE 3

DÉTERMINATION DES SUBSTANCES NON VOLATILES DANS L'ACIDE PROPIONIQUE (E 280)

1. **Objet et domaine d'application**

La méthode permet de doser les substances non volatiles dans l'acide propionique (E 280).

2. **Définition**

La teneur en substances non volatile de l'acide propionique est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

L'échantillon est évaporé et séché à 103° ± 2 °C et le résidu est déterminé par gravimétrie.

4. **Appareillage**

4.1. Capsule, en silice ou platine, suffisamment grande pour contenir 100 g d'échantillon.

4.2. Étuve, chauffée électriquement, thermostatée à 103° ± 2 °C.

4.3. Balance analytique.

4.4. Bain d'eau bouillante.

4.5. Dessiccateur garni de gel de silice fraîchement activé ou d'un déshydratant équivalent et muni d'un indicateur d'humidité.

5. **Mode opératoire**

Peser, à 0,1 g près, environ 100 g d'acide propionique dans une capsule (4.1) préalablement séchée et tarée. Évaporer sous hotte dans un bain d'eau bouillante. Lorsque tout l'acide propionique est évaporé, dessécher à l'étuve (4.2) à 103 °C ± 2 °C pendant 1 heure. Placer dans le dessicateur et laisser refroidir. Peser. Répéter l'opération jusqu'à ce que deux pesées successives diffèrent de moins de 0,5 mg. Dans l'hypothèse d'une augmentation de masse, on retiendra pour le calcul le chiffre enregistré le plus faible.

6. **Expression des résultats**

6.1. *Formule et mode de calcul*

La teneur en substances non volatiles exprimée en pour cent de l'échantillon est donnée par la formule suivante:

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

où:

m_1 = masse, en grammes, du résidu d'évaporation,

m_0 = masse initiale, en grammes, de la prise d'essai.

6.2. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 5 mg pour 100 g d'échantillon.

MÉTHODE 4

DÉTERMINATION DE LA PERTE DE MASSE À LA DESSICCATION DU NITRITE DE SODIUM (E 250)

1. **Objet domaine d'application**

La présente méthode permet de déterminer la perte de masse à la dessiccation dans le nitrite de sodium (E 250).

2. **Définition**

La teneur en humidité du nitrite de sodium est la perte de masse à la dessiccation obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Détermination de la perte de masse après chauffage à 103° ± 2 °C.

4. **Appareillage**

4.1. Étuve chauffée électriquement et thermostatée à 103° ± 2 °C.

4.2. Capsule en verre à fond plat, d'un diamètre de 60-80 mm, d'une profondeur d'au moins 25 mm, munie d'un couvercle.

4.3. Dessiccateur garni de gel de silice fraîchement activé ou d'un déshydratant équivalent et muni d'un indicateur d'humidité.

4.4. Balance analytique.

5. **Mode opératoire**

Enlever le couvercle de la capsule en verre (4.2) et placer durant une heure la capsule et le couvercle dans l'étuve (4.1) chauffée à 103° ± 2 °C. Replacer le couvercle sur la capsule (4.2) et la laisser refroidir jusqu'à température ambiante dans le dessiccateur (4.3). Peser, à 10 mg près, la capsule (4.2) munie de son couvercle.

Dans la capsule munie de son couvercle, peser à 10 mg près, environ 10 g d'échantillon. Enlever le couvercle et placer durant une heure la capsule et le couvercle dans l'étuve (4.1) chauffée à 103° ± 2 °C. Replacer le couvercle sur la capsule et la laisser refroidir dans le dessiccateur (4.3) jusqu'à température ambiante. Ensuite, pesez-la à 10 mg près. Répéter les trois dernières opérations (chauffage, refroidissement, pesée) jusqu'au moment où la différence de masse entre deux mesures successives n'excède pas 10 mg. Dans l'hypothèse d'une augmentation de masse, on retiendra pour le calcul le chiffre enregistré le plus faible.

6. **Expression des résultats**

6.1. *Formule et mode de calcul*

La perte de masse à la dessiccation, en pour cent (m/m) de l'échantillon, est donnée par la formule suivante:

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

où:

m_1 = masse de la capsule, exprimée en grammes,

m_2 = masse, exprimée en grammes, de la capsule et de l'échantillon avant séchage,

m_3 = masse, exprimée en grammes, de la capsule et de l'échantillon après séchage.

6.2. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 100 mg pour 100 g d'échantillon.

MÉTHODE 5

TEST LIMITE DE DÉTERMINATION DE L'ACIDE SALICYLIQUE DANS L'ESTER ÉTHYLIQUE DE L'ACIDE *p*-HYDROXYBENZOÏQUE (E 214) DANS LE DÉRIVÉ SODIQUE DE L'ESTER ÉTHYLIQUE L'ACIDE *p*-HYDROXYBENZOÏQUE (E 215), DANS L'ESTER *n*-PROPYLIQUE DE L'ACIDE *p*-HYDROXYBENZOÏQUE (E 216), DANS LE DÉRIVÉ SODIQUE DE L'ESTER *n*-PROPYLIQUE DE L'ACIDE *p*-HYDROXYBENZOÏQUE (E 217), DANS LE *p*-HYDROXYBENZOATE DE MÉTHYLE (E 218) DANS LE DÉRIVÉ SODIQUE DE L'ESTER MÉTHYLIQUE DE L'ACIDE *p*-HYDROXYBENZOÏQUE (E 219)

1. **Objet et méthode d'application**

La méthode permet de déterminer l'acide salicylique dans le *p*-hydroxybenzoate d'éthyle (E 214), dans le *p*-hydroxybenzoate de propyle-*n* (E 216), du *p*-hydroxybenzoate de méthyle (E 218) et de leurs dérivés sodiques (E 215, E 217 et E 219).

2. **Définition**

Le test limite pour l'acide salicylique est déterminé par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Une solution contenant de l'acide salicylique prend, en présence du sulfate double d'ammonium et de fer (III), une coloration violette dont l'intensité est comparée à celle obtenue pour une solution de référence.

4. **Réactifs**

4.1. Solution à 0,2 pour cent (m/v) de sulfate double d'ammonium et de fer (III): (0,2 g de sulfate double d'ammonium et de fer (III) à 12 molécules d'eau de cristallisation sont dissous dans 50 ml d'eau. Après addition de 10 ml d'acide nitrique dilué à 10 pour cent (v/v), la solution est portée à 100 ml par addition d'eau).

4.2. Éthanol à 95 % (v/v).

4.3. Solution d'acide salicylique contenant 0,1 g/l.

4.4. Acide sulfurique 1 mol/l.

5. **Appareillage**

5.1. Tube de Nessler d'une capacité totale d'environ 60 ml gradué à 50 ml.

6. **Mode opératoire**

6.1. *Échantillons de* p-*hydroxybenzoate d'éthyle, de* p-*hydroxybenzoate de propylène*-n *et de* p-*hydroxybenzoate de méthyle.*

6.1.1. Dissoudre 0,1 g de l'échantillon à analyser, pesé à 1 mg près, dans 10 ml d'éthanol à 95 % (v/v) (4.2). Transférer la solution ainsi obtenue dans un tube de Nessler gradué (5.1) et compléter jusqu'à 50 ml avec de l'eau. Agiter le mélange et y ajouter 1 ml de la solution de sulfate double d'ammonium et de fer (III) (4.1). Agiter à nouveau et laisser reposer une minute.

6.1.2. De la même manière, préparer une solution de référence comme décrite au 6.1.1 en utilisant 1 ml de la solution d'acide salicylique (4.3), en lieu et place de l'échantillon.

6.1.3. Comparer la coloration de l'éprouvette contenant l'échantillon à analyser à celle de la solution de référence.

6.2. *Échantillons des dérivés sodiques du* p-*hydroxybenzoate de méthyle, d'éthyle et de* n-*propyle*

6.2.1. Répéter la manipulation reprise sous 6.1.1 en acidifiant, avant la dilution à 50 ml, avec de l'acide sulfurique 1 mol/l (4.4) jusqu'au pH de 5.

6.2.2. Répéter la manipulation 6.1.2.

6.2.3. Répéter la manipulation 6.1.3.

7. **Expression des résultats**

7.1. *Interprétation du test limite*

Si la coloration violette de l'éprouvette contenant l'échantillon à analyser est plus intense que celle de la solution de référence, le test est positif et l'échantillon contient plus de 0,1 % d'acide salicylique.

7.2. *Sensibilité*

La limite de détection du test est 30 mg d'acide salicylique pour 100 g d'échantillon.

7.3. *Observation*

Les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon doivent être identiques.

MÉTHODE 6

DÉTERMINATION DE L'ACIDE ACÉTIQUE LIBRE DANS LE DIACÉTATE DE SODIUM (E 262)

1. **Objet et domaine d'application**

La présente méthode permet de contrôler la présence d'acide acétique dans le diacétate de sodium (E 262).

2. **Définition**

La teneur en acide acétique est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Neutralisation de l'acide acétique par l'hydroxyde de sodium en présence de phénolphtaléine.

4. **Réactifs**

4.1. Solution 1 pour cent (m/v) de phénolphtaléine dans l'éthanol.

4.2. Hydroxyde de sodium 1 mol/l.

5. **Appareillage**

5.1. Balance analytique.

6. **Mode opératoire**

Peser, à 1 mg près, environ 3 g de l'échantillon à analyser et le dissoudre dans 50 ml d'eau. Ajouter deux ou trois gouttes de la solution de phénolphtaléine (4.1) et titrer avec l'hydroxyde de sodium 1 mol/l (4.2) jusqu'au moment où la coloration rouge due au virage de la phénolphtaléine persiste cinq secondes.

7. **Expression des résultats**

7.1. *Formule et méthode de calcul*

La teneur en acide acétique, exprimée en pour cent (m/m) de l'échantillon, est donnée par la formule suivante:

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

où:

V = volume, exprimé en ml, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2) utilisée pour le titrage,

c = molarité de la solution d'hydroxyde de sodium,

m_0 = masse initiale, exprimée en grammes, de l'échantillon.

7.2. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 500 mg pour 100 g d'échantillon.

8. **Remarque**

20,0 ml d'hydroxyde de sodium 1 mol/l sont nécessaires pour titrer 3,0 g d'échantillon lorsque ce dernier contient 40 % d'acide acétique.

MÉTHODE 7

DÉTERMINATION DE L'ACÉTATE DE SODIUM DANS LE DIACÉTATE DE SODIUM (E 262)

1. **Objet et domaine d'application**

La présente méthode détermine l'acétate de sodium et l'eau, exprimée en acétate, dans le diacétate de sodium (E 262).

2. **Définiton**

On entend par teneur en acétate de sodium, la teneur en acétate de sodium et en eau, exprimée en acétate de sodium, obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Dissolution préalable de l'échantillon dans de l'acide acétique glacial et titrage avec une solution de référence d'acide perchlorique en présence du violet cristallisé comme indicateur.

4. **Réactifs**

4.1. Acide acétique glacial $\rho_{20\,°C}$ = 1,049 g/ml pour titration en milieu non aqueux).

4.2. Violet cristallisé C.I. n° 42555, solution à 0,2 pour cent (m/v) dans l'acide acétique glacial.

4.3 Phtalate de potassium acide $C_8H_5KO_4$.

4.4. Anhydride acétique $(CH_3CO)_2O$.

4.5. Acide perchlorique 0,1 mol/l dans l'acide acétique glacial. Préparer et étalonner celui-ci comme suit.

Peser Pg d'une solution d'acide perchlorique dans un ballon jaugé de 1 000 ml muni d'un bouchon rodé en verre. Les Pg sont calculés par la formule:

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

où:

m = la concentration de l'acide perchlorique en pour cent (m/m) déterminée par titration (70-72 % (m/m) est la concentration la plus adéquate).

Ajouter environ 100 ml d'acide acétique glacial et ensuite Qg par petites quantités successives d'anhydride acétique. Agiter et refroidir le mélange sans interruption au cours des additions.

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

où:

P = la quantité pesée en grammes d'acide perchlorique,

a = la concentration en pour cent (m/m) de l'anhydride acétique.

Boucher le ballon et laisser reposer pendant 24 heures à l'abri de la lumière. Ajouter ensuite suffisamment d'acide acétique glacial pour obtenir 1 000 ml de solution. La solu-

tion ainsi préparée est pratiquement anhydre. Étalonner comme suit la solution avec du phtalate de potassium acide. Peser à 0,1 mg près, environ 0,2 g de phtalate de potassium acide, préalablement séché à 110 °C pendant 2 heures et les dissoudre dans 25 ml d'acide acétique glacial dans un ballon conique en chauffant doucement. Refroidir. Ajouter deux gouttes de la solution à 0,2 pour cyent (m/v) de violet cristallisé (4.2) à l'acide acétique glacial et titrer avec la solution d'acide perchlorique jusqu'au virage de l'indicateur en vert pâle.

Effectuer une titration à blanc avec le même volume de solvant et déduire la valeur à blanc de la valeur trouvée dans la détermination. Chaque 20,42 mg de phtalate de potassium acide est équivalant à 1 ml d'acide perchlorique 0,1 mol/l.

5. **Appareillage**

5.1. Balance analytique.

6. **Mode opératoire**

Peser à 0,5 mg près, environ 0,2 g de l'échantillon et les dissoudre dans 50 ml d'acide acétique glacial (4.1). Ajouter quelques gouttes de l'indicateur violet cristallisé (4.2) et titrer à l'aide d'une solution d'acide perchlorique 0,1 mol/l (4.5) jusqu'au point de virage de l'indicateur marqué par l'apparition d'une coloration vert pâle.

7. **Expression des résultats**

7.1. *Formule et mode de calcul*

La teneur en acétate de sodium telle que définie à la section (2) (définition), exprimée en pour cent (m/m) de l'échantillon est donnée par la formule suivante:

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

où:

V = volume, exprimé en ml, de l'acide perchlorique (4.5) utilisé pour le titrage,

c = molarité de l'acide perchlorique (4.5),

m_0 = masse initiale, exprimée en grammes, de l'échantillon.

7.2. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 1,5 g pour 100 g d'échantillon.

8. **Observations**

Les réactifs utilisés pour cette méthode sont toxiques et explosifs, il y a donc lieu de les manipuler avec précaution.

MÉTHODE 8

TEST LIMITE DE DÉTERMINATION DES ALDÉHYDES DANS L'ACIDE SORBIQUE (E 200) DANS LES SORBATES DE SODIUM, DE POTASSIUM ET DE CALCIUM (E 201, E 202, E 203) ET DANS L'ACIDE PROPIONIQUE (E 280)

1. **Objet et domaine d'application**

La présente méthode permet de déterminer les aldéhydes, exprimés en formaldéhyde, dans:

— l'acide sorbique (E 200),

— les sorbates de sodium de potassium et de calcium (E 201, E 202, E 203),

— l'acide propionique (E 280).

2. **Définition**

Test limite de concentration; la concentration en aldéhydes, exprimée en formaldéhyde, obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Réactions des aldéhydes de la solution à analyser avec le réactif de Schiff et comparaison de l'intensité de la couleur rouge d'une solution de formaldéhyde de référence contenant le réactif de Schiff.

4. **Réactifs**

4.1. Solution de référence contenant du formaldéhyde à raison de 0,01 mg/ml préparée par dilution d'une solution concentrée de formaldéhyde (400 mg/ml).

4.2. Réactif de Schiff.

5. **Mode opératoire**

5.1. Peser à 1 mg près 1 g de l'échantillon. Ajouter 100 ml d'eau. Agiter. Filtrer si nécessaire la solution et ajouter à 1 ml du filtrat ou de la solution 1 ml de réactif Schiff (4.2). Par ailleurs, ajouter à 1 ml de la solution de référence contenant du formaldéhyde (4.1) 1 ml du réactif de Schiff (4.2).

5.2. Comparer la coloration de la solution de l'échantillon à analyser contenue dans le tube à celle de la solution de référence.

6. **Expression des résultats**

6.1. *Interprétation du test limite*

Si la coloration rouge du tube contenant la solution à analyser est plus intense que celle du tube contenant la solution de référence, le test est positif et l'échantillon contient plus de 0,1 % d'aldéhydes, exprimés en formaldéhyde.

6.2. *Sensibilité*

La limite de détection du test est de 30 mg de formaldéhyde par 100 g d'échantillon.

6.3. *Observations*

Les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions, par le même analyste sur le même échantillon doit donner le même résultat du test limite.

MÉTHODE 9

DÉTERMINATION DE L'INDICE DE PEROXYDES DES LÉCITHINES (E 322)

1. **Objet et domaine d'application**

La présente méthode permet la détermination de l'indice de peroxydes des lécithines (E 322).

2. **Définition**

L'indice de peroxydes des lécithines est obtenu par application de la méthode ci-après.

3. **Principe**

Oxydation de l'iodure de potassium par les peroxydes des lécithines et titrage de l'iode libéré à l'aide du thiosulfate de sodium.

4. **Réactifs**

4.1. Acide acétique glacial.

4.2. Chloroforme.

4.3. Iodure de potassium.

4.4. Thiosulfate de sodium 0,1 mol/l ou 0,01 mol/l.

4.5. Solution d'amidon (à environ 1 pour cent m/v).

5. **Appareillage**

5.1. Balance analytique.

5.2. Appareil (voir figure) constitué par:

5.2.1. Ballon à fond rond d'une capacité de 100 ml.

5.2.2. Réfrigérant à reflux.

5.2.3. Tube en verre ayant 250 mm de longueur et 22 mm de diamètre intérieur, équipé de joints en verre rodé.

5.2.4. Microbécher dont les dimensions externes sont: 35-50 mm de hauteur et 20 mm de diamètre.

6. **Mode opératoire**

6.1. Placer dans le ballon de 100 ml (5.2.1) 10 ml d'acide acétique glacial (4.1) et 10 ml de chloroforme (4.2). Fixer le tube en verre (5.2.3) et le réfrigérant à reflux (5.2.2). Faire bouillir doucement le mélange durant 2 minutes pour expulser tout l'air dissous. Dissoudre 1 g d'iodure de potassium (4.3) dans 1,3 ml d'eau et ajouter cette solution dans le ballon (5.2.1) en prenant soin de maintenir l'ébullition. Si à ce moment apparaît dans le ballon une coloration jaune, l'analyse n'est pas valable et doit être recommencée avec des réactifs fraîchement préparés.

6.2. Après un nouveau temps d'ébullition de deux minutes, ajouter au contenu du ballon (5.2.1) 1 g de l'échantillon à analyser, pesé à 1 mg près, en prenant le soin à nouveau de ne pas interrompre l'ébullition. Pour ce faire, l'échantillon doit être placé dans un microbécher (5.2.4) que l'on introduit dans le ballon par le tube en verre (5.2.3), grâce à une tige dont l'extrémité inférieure s'adapte audit bécher (voir figure). Le réfrigérant (5.2.2) peut être déconnecté durant cette rapide opération. Maintenir l'ébullition durant encore 3-4 minutes. Ensuite arrêter le chauffage, déconnecter immédiatement le réfrigérant (5.2.2) et ajouter rapidement 50 ml d'eau par le tube en verre (5.2.3). Oter le tube en verre (5.2.3) et refroidir le ballon (5.2.1) sous l'eau courante jusqu'à température ambiante. Titrer à l'aide de thiosulfate de sodium (0,1 mol/l ou 0,01 mol/l) (4.4) jusqu'au moment où la couche aqueuse devient incolore. Ajouter, juste avant la fin du titrage, 1 ml de la solution d'amidon (4.5) et titrer jusqu'à disparition de la coloration bleue. Bien agiter le ballon (5.2.1) durant le titrage afin d'extraire complètement l'iode de la couche non aqueuse.

6.3. Procéder à un titrage à blanc suivant 6.1 et 6.2.

7. **Expression des résultats**

7.1. *Formule et mode de calcul*

L'indice de peroxydes de l'échantillon exprimé en milliéquivalents/kg est donné par:

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

où:

V_1 = volume en ml de la solution de thiosulfate utilisé pour le titrage de l'échantillon suivant (6.2),

V_2 = volume en ml de la solution de thiosulfate utilisé pour l'essai à blanc suivant (6.3),

a = concentration de la solution de thiosulfate de sodium en mol/l,

m_0 = masse initiale, exprimée en grammes, de l'échantillon.

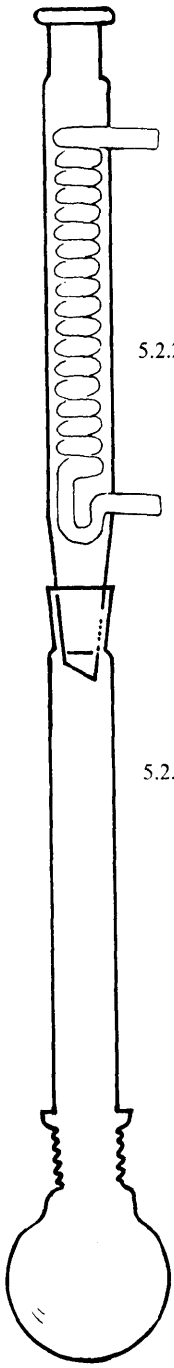
7.2. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,5 exprimé en milliéquivalent par kilogramme d'échantillon.

8. **Observations**

8.1. Le choix de la concentration du thiosulfate de sodium utilisé dépend du résultat escompté. Si moins de 0,5 ml de thiosulfate de sodium 0,1 mol/l sont utilisés, refaire la détermination en utilisant du thiosulfate 0,01 mol/l.

8.2. L'analyse doit se faire à l'abri d'une lumière trop intense.



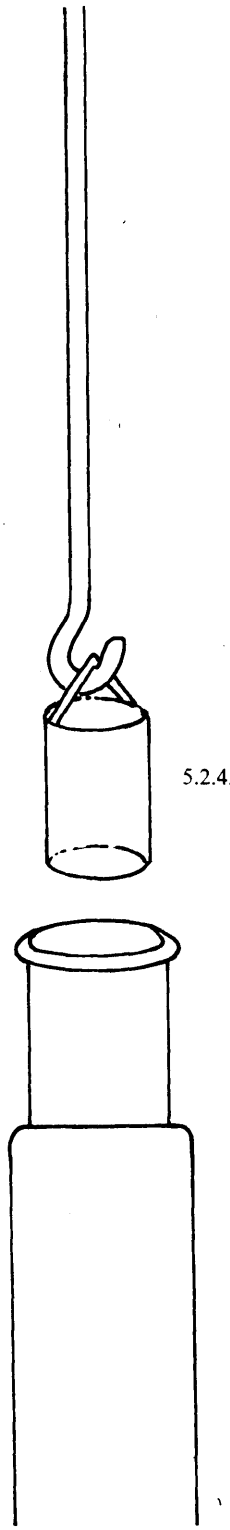
5.2.2. Réfrigérant à reflux

5.2.3. Tube en verre:

— longueur: 250 mm,

— diamètre interne: 22 mm.

5.2.1. Ballon à fond rond (100 ml).



5.2.4. Microbécher:

— diamètre externe: 20 mm,

— hauteur: 35-50 mm.

Appareil pour la détermination de l'indice de peroxyde dans les lécithines

MÉTHODE 10

DÉTERMINATION DANS LES LÉCITHINES (E 322) DE SUBSTANCES INSOLUBLES DANS LE TOLUÈNE

1. **Objet et domaine d'application**

La présente méthode permet de déterminer dans les lécithines (E 322) de substances insolubles dans le toluène.

2. **Définition**

La teneur en substances insolubles dans le toluène est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Filtration des impuretés insolubles dans le toluène et séchage du résidu.

4. **Réactif**

4.1. Toluène.

5. **Appareillage**

5.1. Creuset G 3 en verre fritté de 30 ml ou équivalent.

5.2. Étuve chauffée électriquement et thermostatée à 103° ± 2 °C.

5.3. Bain d'eau à une température n'excédant pas 60 °C.

5.4. Dessiccateur garni de gel de silice fraîchement activé ou d'un déshydratant équivalent et muni d'un indicateur d'humidité.

5.5. Fiole conique de 500 ml.

5.6. Trompe à vide.

5.7. Balance analytique.

6. **Mode opératoire**

6.1. Sécher un creuset en verre fritté de 30 ml (5.1) dans une étuve à 103° ± 2 °C (5.2). Laisser refroidir le creuset dans un dessiccateur (5.4) et le peser.

6.2. Mélanger l'échantillon de lécithine après l'avoir chauffé dans un bain d'eau (5.3) si cela s'avère nécessaire. Dans une fiole conique (5.5), peser, à 1 mg près, environ 10 g d'échantillon. Ajouter 100 ml de toluène (4.1) et agiter le mélange jusqu'à ce que toute lécithine soit dissoute. Filtrer la solution à travers le creuset en verre fritté (5.1). Laver la fiole conique (5.5) à l'aide de 25 ml de toluène (4.1) et filtrer les solutions de rinçage à travers le creuset (5.1). Répéter cette opération avec une nouvelle quantité de 25 ml de toluène (4.1). Enlever du creuset (5.1) le toluène en excès par aspiration sous vide.

6.3. Sécher le creuset (5.1) et son résidu à 103° ± 2 °C durant 2 heures dans l'étuve (5.2). Laisser refroidir le creuset dans le dessiccateur (5.4) et ensuite le peser.

6.4. Répéter le 6.3 jusqu'à ce que l'écart entre deux pesées successives soit inférieur à 0,5 mg.

Dans l'hypothèse d'une augmentation de masse, on retiendra pour le calcul le chiffre enregistré le plus faible.

7. **Expression des résultats**

7.1. *Formule et mode de calcul*

Le contenu en substances insolubles dans le toluène est donné par:

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

où:

m_1 = masse, exprimée en grammes, du creuset vide (6.1),

m_2 = masse, exprimée en grammes, du creuset et des résidus (6.4),

m_0 = masse initiale, exprimée en grammes, de l'échantillon.

7.2. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 30 mg par 100 g d'échantillon.

MÉTHODE 11

TEST LIMITE DE DÉTERMINATION DES SUBSTANCES RÉDUCTRICES DANS LES LACTATES DE SODIUM, DE POTASSIUM ET DE CALCIUM (E 325, E 326, E 327)

1. **Objet et domaine d'application**

La méthode permet la détermination qualitative de substances réductrices dans

— le lactate de sodium (E 325),

— le lactate de potassium (E 326),

— le lactate de calcium (E 327).

2. **Définition**

Le test limite de la réduction de la liqueur de Fehling consiste en la réaction de l'échantillon avec la liqueur de Fehling dans les conditions décrites ci-après.

3. **Principe**

Réduction de la liqueur de Fehling par des substances réductrices; de telles substances sont généralement constituées par des sucres réducteurs.

4. **Réactifs**

4.1. Liqueur A de Fehling (dissoudre 6,93 g de sulfate de cuivre pentahydraté $CuSO_4 \cdot 5H_2O$) dans de l'eau et ajuster à 100 ml avec de l'eau.

4.2. Liqueur B de Fehling (Dissoudre 34,6 g de tartrate double de sodium et de potassium $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$), et 10 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau et ajuster à 100 ml avec de l'eau.

5. **Mode opératoire**

Dissoudre 1 g, pesé à 1 mg près, de l'échantillon dans 10 ml d'eau chaude. Ajouter 2 ml de la liqueur A de Fehling (4.1) et 2 ml de la liqueur B de Fehling (4.2); faire bouillir ensuite le mélange pendant une minute et observer s'il y a changement de couleur. La précipitation du sulfate de calcium, qui se produit quelquefois n'interfère pas dans la méthode.

6. **Expression des résultats**

6.1. *Interprétation du test limite*

S'il y a changement de couleur après l'ébullition (5), le test est positif ce qui indique la présence de substances réductrices.

6.2. *Sensibilité*

La limite de détection des substances réductrices est de 100 mg de glucose dans 100 g d'échantillon.

6.3. *Observations*

6.3.1. Les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon doivent être identiques.

6.3.2. Toute la liqueur de Fehling réagit si l'échantillon contient 2 % de glucose.

MÉTHODE 12

DÉTERMINATION DES ACIDES VOLATILS DANS L'ACIDE ORTHOPHOSPHORIQUE (E 338)

1. **Objet et domaine d'application**

La méthode permet de détecter dans l'acide orthophosphorique (E 338) les acides volatils, exprimés en acide acétique.

2. **Définition**

La teneur en acides volatils, exprimée en acide acétique, est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Dilution de l'échantillon et distillation de la solution. Titrage du distillat à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium et calcul de l'acidité exprimée en acide acétique.

4. **Réactifs**

4.1. Solution de phénolphtaléine à 1 pour cent (m/v) dans l'éthanol.

4.2. Hydroxyde de sodium 0,01 mol/l.

5. **Appareillage**

5.1. Un ballon à distillation avec piège.

6. **Mode opératoire**

Dans un ballon à distillation avec piège (5.1). Peser à 50 mg près, 60 g d'échantillon. Ajouter 75 ml d'eau fraîchement bouillie et refroidie. Mélanger et distiller 50 ml de solution. Ajouter au distillat quelques gouttes de solution de phénolphtaléine (4.1) et titrer à l'aide d'hydroxyde de sodium 0,01 mol/l jusqu'à ce que la première teinte rouge persiste 10 secondes.

7. **Expression des résultats**

7.1. *Formule et mode de calcul*

La teneur en acides volatils, exprimée en mg/kg d'acide acétique, est donnée par la formule:

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

où:

V = est le volume en ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,01 mol/l utilisé pour la neutralisation,

m_0 = est la masse, en grammes, de l'échantillon d'acide orthophosphorique.

7.2. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 1 mg pour 100 g d'échantillon.

MÉTHODE 13

TEST LIMITE DE DÉTERMINATION DES NITRATES DANS L'ACIDE ORTHOPHOSPHORIQUE (E 338)

1. **Objet et domaine d'application**

La présente méthode permet de déterminer les nitrates dans l'acide orthophosphorique (E 338).

2. **Définition**

La détermination de la teneur limite en nitrates, exprimée en nitrate de sodium, est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Addition du carmin d'indigo à l'échantillon en milieu acide au moyen d'acide sulfurique concentré. Décoloration par oxydation due à des substances oxydantes en l'occurrence des nitrates.

4. **Réactifs**

4.1. Solution de carmin d'indigo à 0,18 pour cent (m/v): dissoudre 0,18 g d'indigotine-di-sulfonate de sodium dissous dans 100 ml d'eau.

4.2. Solution de chlorure de sodium à 0,05 pour cent (m/v).

4.3. Acide sulfurique concentré ($\rho_{20} = 1{,}84$ g/ml).

5. **Mode opératoire**

Diluer 2,0 ml de l'échantillon à analyser avec la solution de chlorure de sodium (4.2) jusqu'à un volume de 10 ml. Ajouter 0,1 ml de la solution de carmin d'indigo (4.1) et 10 ml d'acide sulfurique concentré (4.3) goutte à goutte et en refroidissant. Noter si la coloration bleue de la solution persiste cinq minutes.

6. **Expression des résultats**

6.1. *Interprétation du test limite*

Si la coloration bleue disparaît complètement en cinq minutes, le test est positif et la teneur en substances oxydantes, exprimée en nitrate de sodium, est supérieure à 5 mg/kg d'échantillon.

6.2. *Observations*

6.2.1. Effectuer l'essai à blanc des réactifs.

6.2.2. Les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon doivent être identiques.

6.2.3. La solution de carmin d'indigo ne doit pas être préparée depuis plus de 60 jours.

6.2.4. Un résultat positif signifie que l'échantillon peut contenir des nitrates et d'autres substances oxydantes et le test doit être refait en utilisant la méthode ISO 3709-1976 «Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — dosage de l'oxyde d'azote — méthode spectrophotométrique au xylénol 3,4».

MÉTHODE 14

DÉTERMINATION DE SUBSTANCES INSOLUBLES DANS L'EAU QUI SONT PRÉSENTES DANS LES ORTHOPHOSPHATES: -MONOSODIQUE, -DISODIQUE ET -TRISODIQUE ET DANS LES ORTHOPHOSPHATES: -MONOPOTASSIQUE, -DIPOTASSIQUE ET -TRIPOTASSIQUE (E 339 i, E 339 ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii)

1. **Objet et domaine d'application**

La méthode permet de déterminer les substances insolubles dans l'eau, qui se trouvent dans:

— l'orthophosphate monosodique (E 339 i),

— l'orthophosphate disodique (E 339 ii),

— l'orthophosphate trisodique (E 339 iii),

— l'orthophosphate monopotassique (E 340 i),

— l'orthophosphate dipotassique (E 340 ii),

— l'orthophosphate tripotassique (E 340 iii).

2. **Définition**

La teneur en matières insolubles dans l'eau est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Dissolution de l'échantillon dans l'eau et filtration des substances insolubles. Le résidu est séché et exprimé en matières insolubles dans l'eau.

4. **Appareillage**

4.1. Creuset en porcelaine frittée de porosité G 3 ou équivalent.

4.2. Dessiccateur garni de gel de silice fraîchement activé ou d'un déshydratant équivalent et muni d'un indicateur d'humidité.

4.3. Étuve chauffée électriquement et thermostatée à 103° ± 2 °C

4.4. Bécher en polypropylène de 400 ml.

4.5. Bain d'eau bouillante.

5. **Mode opératoire**

Dissoudre 10 g, pesé à 10 mg près de l'échantillon de phosphate dans 100 ml d'eau chaude dans un bécher en polypropylène (4.4) et maintenir au bain d'eau bouillante (4.5) pendant 15 minutes. Filtrer la solution à travers le creuset filtrant (4.1) préalablement lavé, séché et pesé. Laver le résidu insoluble avec de l'eau chaude et sécher dans l'étuve (4.3) à 103° ± 2 °C. Après séchage complet pendant deux heures, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser. Le séchage est complet lorsque la différence entre deux pesées successives n'excède pas 0,5 mg. Dans l'hypothèse d'une augmentation de masse, on retiendra pour le calcul le chiffre enregistré le plus faible.

6. **Expression des résultats**

6.1. *Formule et mode de calcul*

La teneur en matières insolubles dans l'eau de l'échantillon est donnée par la formule suivante:

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

où:

m_1 = est la masse, en grammes, du résidu après séchage,

m_0 = est la masse, en grammes, de l'échantillon.

6.2. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 10 mg pour 100 g d'échantillon.

MÉTHODE 15

DÉTERMINATION DU PH DES ADDITIFS ALIMENTAIRES

1. **Objet et domaine d'application**

La méthode prescrit les lignes générales pour déterminer le pH des additifs alimentaires.

2. **Définition**

Le pH d'un additif alimentaire est obtenu par la méthode décrite ci-après.

3. **Principe**

Le pH d'une solution aqueuse ou d'une dilution aqueuse est déterminé conventionnellement au moyen d'une électrode en verre, d'une électrode de référence et d'un pH mètre.

4. **Réactifs**

4.1. Étalonner les instruments en utilisant les solutions tampons suivantes.

4.1.1. Solution tampon de pH 6,88 à 20 °C constituée de volume égaux de phosphate monopotassique (KH_2PO_4) 0,05 mol/l et d'orthophosphate disodique ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$) 0,05 mol/l.

4.1.2. Solution tampon de pH 4 à 20 °C constituée de phtalate acide de potassium ($C_8H_5KO_4$) 0,05 mol/l.

4.1.3. Solution tampon de pH 9,22 à 20 °C constituée de borate de sodium ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) 0,05 mol/l.

4.2. Solution de chlorure de potassium (KCl) 3 mol/l ou saturée destinée au remplissage des électrodes de référence ou autre solution appropriée prescrite par le fabricant d'électrodes.

4.3. Eau distillée, exempte de dioxyde de carbone, présentant un pH de 5 et 6.

5. **Appareillage**

5.1. pH-mètre d'une précision de 0,01 unité de pH.

5.2. Électrode, soit chaîne d'électrodes de verre combinée ou électrode unique de verre et électrode de référence avec pinces appropriées.

5.3. Agitateur magnétique équipé d'un dispositif de chauffage.

5.4. Thermomètre gradué de 0 à 100 °C.

6. **Mode opératoire**

6.1. *Étalonnage du pH-mètre*

Les électrodes de verre doivent être montées suivant les indications du fabricant. L'étalonnage des électrodes de verre doit être réglé régulièrement sur l'échelle du pH-mètre au moyen de solutions-tampon dont le pH exact est connu.

Laver les électrodes à l'eau et les essuyer soigneusement avec un linge doux ou bien encore rincer les électrodes à l'eau et puis les rincer deux fois de suite, avec la solution à mesurer ou la solution étalon et les placer ensuite dans la solution à mesurer ou la solution étalon.

Si la solution à mesurer a un pH acide, les solutions-tampon utilisées pour contrôler le pH doivent être celles à pH 4 (4.1.2) et à pH 6,88 (4.1.1).

Si la solution à mesurer a un pH basique, les solutions-tampon utilisées pour contrôler le pH doivent être celles à pH 9,22 (4.1.3) et à pH 6,88 (4.1.1).

6.2. *Détermination de la solution à mesurer*

La concentration de la solution à mesurer ou la préparation de la solution à retenir doivent être conformes à la directive communautaire relative aux additifs alimentaires.

Préparer la solution à mesurer prescrite en utilisant l'eau distillée (4.3) à 20 °C tout en agitant.
Ne plus agiter et placer les électrodes de verre (5.2) dans la solution. Après deux minutes lire le pH sur le pH-mètre (5.1).

7. **Expression des résultats**

7.1. *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectués simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,05 unité de pH.

8. **Observations**

Cette méthode est uniquement applicable aux critères de pH retenus dans les directives communautaires des additifs alimentaires où les additifs sont en solution ou dilués dans l'eau.