II

(Nicht veröffentlichungsbedürftige Rechtsakte)

KOMMISSION

ERSTE RICHTLINIE DER KOMMISSION

vom 28. Juli 1981

zur Festlegung gemeinschaftlicher Analysemethoden für die Überwachung der Reinheitskriterien bestimmter Lebensmittelzusatzstoffe

(81/712/EWG)

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft,

gestützt auf die Richtlinie des Rates vom 23. Oktober 1962 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten für färbende Stoffe, die in Lebensmitteln verwendet werden dürfen (1), zuletzt geändert durch die Richtlinie 78/144/EWG (2), insbesondere auf Artikel 11 Absatz 2,

gestützt auf die Richtlinie 64/54/EWG des Rates vom 5. November 1963 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten für konservierende Stoffe, die in Lebensmitteln verwendet werden dürfen (3), zuletzt geändert durch die Richtlinie 79/40/EWG (4), insbesondere auf Artikel 8 Absatz 2,

gestützt auf die Richtlinie 70/357/EWG des Rates vom 13. Juli 1970 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten für Stoffe mit antioxydierender Wirkung, die in Lebensmitteln verwendet werden dürfen (5), zuletzt geändert durch die Richtlinie 78/143/EWG (6), insbesondere auf Artikel 5 Absatz 2,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Die eingangs genannten Vorschriften sehen vor, daß die allgemeinen und spezifischen Reinheitskriterien für die betreffenden Zusatzstoffe nach gemeinschaftlichen Analysemethoden überwacht werden.

Es empfiehlt sich, eine erste Reihe derartiger Methoden, für die die Studien abgeschlossen werden konnten, zu verabschieden.

Die in dieser Richtlinie enthaltenen Analysemethoden entsprechen der Stellungnahme des Ständigen Lebensmittelausschusses —

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN:

Artikel 1

Die Mitgliedstaaten schreiben vor, daß die für die Überwachung der allgemeinen oder spezifischen

(1) ABl. Nr. 115 vom 11. 11. 1962, S. 2645/62.
(2) ABl. Nr. L 44 vom 15. 2. 1978, S. 20.
(3) ABl. Nr. 12 vom 27. 1. 1964, S. 161/64.
(4) ABl. Nr. L 13 vom 19. 1. 1979, S. 50.
(5) ABl. Nr. L 157 vom 18. 7. 1970, S. 31.
(6) ABl. Nr. L 44 vom 15. 2. 1978, S. 18.

Reinheitskriterien bestimmter Lebensmittelzusatzstoffe notwendigen Analysen nach den in Anhang II beschriebenen Methoden, deren Anwendungsbereich im Anhang I definiert ist, durchgeführt werden.

Artikel 2

Die Mitgliedstaaten erlassen die erforderlichen Rechts- und Verwaltungsvorschriften, um dieser Richtlinie spätestens am 20. Februar 1983 nachzukommen. Sie setzen die Kommission unverzüglich davon in Kenntnis.

Artikel 3

Diese Richtlinie ist an die Mitgliedstaaten gerichtet.

Brüssel, den 28. Juli 1981

Für die Kommission

Karl-Heinz NARJES

Mitglied der Kommission

ANHANG I

ANWENDUNGSBEREICH DER GEMEINSCHAFTLICHEN ANALYSEMETHODEN FÜR DIE ÜBERWACHUNG DER REINHEITSKRITERIEN BESTIMMTER LEBENSMITTELZUSATZSTOFFE

I. EINLEITUNG

II. FÄRBENDE STOFFE

II.1. Bestimmung der durch Äthyläther extrahierbaren Substanzen in wasserlöslichen, organischen Sulfofarbstoffen: Anhang II, Methode 1.

III. KONSERVIERENDE STOFFE

III.1. Bestimmung von Ameisensäure, Formiaten und anderen oxydierbaren Verunreinigungen in Essigsäure (E 260), Kaliumacetat (E 261), Natriumdiacetat (E 262) und Calciumacetat (E 263): Anhang II, Methode 2.

III.2. Bestimmung der nichtflüchtigen Bestandteile in Propionsäure (E 280): Anhang II, Methode 3.

III.3. Bestimmung des Masseverlustes durch Trocknung von Natriumnitrit (E 250): Anhang II, Methode 4.

III.4. Grenzwerttest für Salicylsäure in *p*-Hydroxybenzoesäureäthylester (E 214), *p*-Hydroxybenzoesäureäthylester, Natriumverbindung (E 215), *p*-Hydroxybenzoesäure-*n*-Propylester (E 216), *p*-Hydroxybenzoesäure-*n*-Propylester-Natriumverbindung (E 217), *p*-Hydroxybenzoesäuremethylester (E 218), *p*-Hydroxybenzoesäuremethylester-Natriumverbindung (E 219): Anhang II, Methode 5.

III.5. Bestimmung von freier Essigsäure in Natriumdiacetat (E 262): Anhang II, Methode 6.

III.6. Bestimmung von Natriumacetat in Natriumdiacetat (E 262): Anhang II, Methode 7.

III.7. Grenzwerttest für Aldehyde in Sorbinsäure (E 200), in Natrium-, Kalium- und Calciumsorbat (E 201, E 202, E 203) sowie in Propionsäure (E 280): Anhang II, Methode 8.

IV. STOFFE MIT ANTIOXYDIERENDER WIRKUNG

IV.1. Bestimmung der Peroxydzahl von Lezithin (E 322): Anhang II, Methode 9.

IV.2. Bestimmung der in Toluol unlöslichen Stoffe in Lecithin (E 322): Anhang II, Methode 10.

IV.3. Grenzwerttest für reduzierende Stoffe in Natrium-, Kalium- und Calciumlactat (E 325, E 326, E 327): Anhang II, Methode 11.

IV.4. Bestimmung der flüchtigen Säuren in Orthophosphorsäure (E 338): Anhang II, Methode 12.

IV.5. Grenzwerttest für Nitrate in Orthophosphorsäure (E 338): Anhang II, Methode 13.

IV.6. Bestimmung von in Wasser unlöslichen Stoffen in Natriumorthophosphaten (E 339) und Kaliumorthophosphaten (E 340): Anhang II, Methode 14.

V. ALLGEMEINES

V.1. Bestimmung des pH-Wertes von Lebensmittelzusatzstoffen: Anhang II, Methode 15.

ANHANG II

ANALYSEMETHODEN FÜR DIE REINHEITSKRITERIEN VON LEBENSMITTELZUSATZSTOFFEN

EINLEITUNG

1. **Herstellung der Analyseprobe**

1.1. *Allgemeines*

Die Masse der für die Analyse vorgesehenen Laborprobe beträgt im allgemeinen 50 g, soweit nicht für eine spezifische Bestimmung eine größere Menge erforderlich ist.

1.2. *Herstellung der Probe*

Die Probe muß vor der Analyse homogenisiert werden.

1.3. *Aufbewahrung*

Die derart hergestellte Probe ist stets in einem luft- und wasserdichten Gefäß aufzubewahren, um Veränderungen zu vermeiden.

2. **Reagenzien**

2.1. *Wasser*

2.1.1. Bei der Erwähnung von Wasser für Lösungen, Verdünnungen oder Waschungen handelt es sich immer um destilliertes oder wenigstens gleichwertiges entmineralisiertes Wasser.

2.1.2. Ist eine „Lösung" oder eine „Verdünnung" ohne weitere Angabe eines Reagens angegeben, dann handelt es sich um eine wäßrige Lösung.

2.1.3. Die Angabe von „Lösungen" oder „Verdünnungen" bezieht sich, sofern ein anderes Reagens angegeben ist, stets auf wäßrige Lösungen.

2.2. **Chemische Stoffe**

Soweit nicht anderweitig spezifiziert, müssen alle chemischen Stoffe analysereine Qualität besitzen.

3. **Geräte**

3.1. *Geräteverzeichnis*

Das Geräteverzeichnis enthält nur Ausrüstungen für besondere Verwendung und solche mit besonderer Ausrüstung.

3.2. *Analysenwaage*

Analysenwaage ist eine Waage mit einer Ablesegenauigkeit von mindestens 0,1 mg.

4. **Darstellung der Ergebnisse**

4.1. *Ergebnisse*

Das im Analyseprotokoll angegebene Ergebnis stellt den Mittelwert aus mindestens zwei Bestimmungen mit zufriedenstellender Wiederholbarkeit dar.

4.2. *Berechnung des Prozentsatzes*

Außer bei besonderen Vorschriften wird das Ergebnis in Prozent (m/m) der Originalprobe, wie sie im Laboratorium eintraf, angegeben.

4.3. *Anzahl von Dezimalstellen*

Das Ergebnis ist mit nicht mehr Stellen nach dem Komma anzugeben, als es die Genauigkeit des Analyseverfahrens zuläßt.

METHODE 1

BESTIMMUNG DER MIT ÄTHYLÄTHER EXTRAHIERBAREN SUBSTANZEN IN WASSERLÖSLICHEN, ORGANISCHEN SULFOFARBSTOFFEN

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Die Methode erlaubt die Bestimmung der mit Äthyläther extrahierbaren Substanzen in wasserlöslichen Sulfofarbstoffen, die frei von Trägerstoffen sind.

2. **Definition**

Mit der nachstehend beschriebenen Methode erhält man den Gehalt an mit Äthyläther extrahierbaren Substanzen.

3. **Prinzip**

Der Farbstoff wird mit Diäthyläther extrahiert und der trockene Rückstand nach Abdampfen des Äthers gewogen.

4. **Reagenzien**

4.1. Äthyläther, wasserfrei, peroxidfrei (mit frisch entwässertem Calciumchlorid getrocknet).

5. **Geräte**

5.1. Soxhlet-Apparat mit Glaskolben.

5.2. Exsikkator mit frisch aktiviertem Silikagel oder einem gleichwertigen Trocknungsmittel, mit Feuchtigkeitsindikator.

5.3. Analysenwaage.

5.4. Mit Thermostat auf 85 ° ± 2 °C geregelter Trockenschrank.

6. **Ausführung**

Auf ein Stück Papierfilter werden 10 g ± 10 mg der Probe genau eingewogen. Das Papier wird zusammengefaltet und in eine Extraktionshülse gegeben, die mit einem fettfreien Wattestopfen verschlossen wird. Man extrahiere sechs Stunden lang mit Äthyläther (4.1) im Soxhletapparat (5.1). Der Äther wird bei möglichst niedriger Temperatur abgedampft.

Man stelle den zuvor tarierten Glaskolben des Soxhlet-Apparats mit dem Rückstand in den Trockenschrank (5.4) und trockne bei 85° ± 2 °C zwanzig Minuten lang. Man verbringe den mit einem Deckel versehenen Glaskolben in den Exsikkator (5.2), lasse abkühlen und wiege anschließend Kolben und Rückstand. Trocknen und Wiegen werden so lange wiederholt, bis zwei aufeinander folgende Wägungen um nicht mehr als 0,5 mg von einander abweichen. Sollte sich die Masse vergrößern, so wird der Berechnung der niedrigste festgestellte Wert zugrunde gelegt.

7. **Darstellung der Ergebnisse**

7.1. *Berechnungsformel und -weise*

Der Gehalt an mit Äther extrahierbaren Substanzen in Prozent der Probe wird nach folgender Formel berechnet:

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

wobei bedeuten:

m_1 = Masse des Verdampfungsrückstands in Gramm,

m_0 = Ausgangsmasse der eingewogenen Probe in Gramm.

7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen darf nicht mehr als 20 mg auf 100 g der Probe betragen.

METHODE 2

BESTIMMUNG VON AMEISENSÄURE, FORMIATEN UND ANDEREN OXYDIERBARENVERUNREINIGUNGENINESSIGSÄURE(E 260),KALIUMACETAT(E 261), NATRIUMDIACETAT (E 262) UND CALCIUMACETAT (E 263)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Die Methode erlaubt die Bestimmung von Ameisensäure, Formiaten und anderen oxydierbaren Verunreinigungen, ausgedrückt als Ameisensäure, in:

— Essigsäure (E 260),

— Kaliumacetat (E 261),

— Natriumdiacetat (E 262) und

— Calciumacetat (E 263).

2. **Definition**

Durch nachstehend beschriebene Methode erhält man den Gehalt an Ameisensäure, Formiaten und anderen oxydierbaren Verunreinigungen.

3. **Prinzip**

Behandlung der zu analysierenden Probe mit überschüssigem Kaliumpermanganat in alkalischer Umgebung zur Bildung von Mangandioxid. Dieses und das überschüssige Kaliumpermanganat werden nach Ansäuerung jodometrisch titriert und die Konzentration an oxydierbaren Verunreinigungen als Ameisensäure angegeben.

4. **Reagenzien**

4.1. Kaliumjodid.

4.2. 0,02 mol./l Kaliumpermanganat.

4.3. Natriumcarbonat (wasserfrei).

4.4. 0,1 mol./l Natriumthiosulfat.

4.5. Stärkelösung (etwa 1-prozentig m/v).

4.6. Verdünnte Schwefelsäure: 90 ml Schwefelsäure (ρ_{20} = 1,84 g/ml) werden mit Wasser auf 1 l verdünnt.

5. **Geräte**

5.1. Wasserbad, siedend.

5.2. Analysenwaage.

6. **Ausführung**

Wenn die Probe aus der freien Säure besteht, werden 10 g ± 10 mg genau abgewogen und mit 70 ml Wasser verdünnt; dem wird eine Lösung aus 10 g wasserfreiem Natriumcarbonat (4.3) in 30 ml Wasser zugesetzt. Ist die Probe ein Salz, so werden 10 g ± 10 mg genau abgewogen und in 100 ml Wasser aufgelöst; es wird 1 g wasserfreies Carbonat (4.3) zugesetzt und bis zum Auflösen geschüttelt. Dann werden 20,0 ml des 0,02 mol./l Kaliumpermanganats (4.2) zugesetzt und es wird 15 Minuten lang auf dem Wasserbad (5.1) erhitzt. Das Gemisch wird abgekühlt. Dann werden 50 ml der verdünnten Schwefelsäure (4.6) und 0,5 g Kaliumjodid (4.1) zugesetzt. Das Gemisch wird gerührt, bis sich alles abgesetzte Mangandioxid wieder aufgelöst hat. Dann wird mit 0,1 mol./l Natriumthiosulfat (4.4) titriert, bis die Lösung blaßgelb ist. Einige Tropfen Stärkelösung (4.5) werden zugesetzt; dann wird weiter titriert, bis die Lösung farblos ist.

7. **Darstellung der Ergebnisse**

7.1. *Berechnungsformel und -weise*

Der Prozentgehalt an Ameisensäure, Formiaten und anderen oxidierbaren Verunreinigungen ausgedrückt als Ameisensäure, ergibt sich nach folgender Formel:

$$\frac{2{,}3b}{m_0} \times \frac{100a}{b} - V$$

wobei bedeuten:

a = Molarität des Kaliumpermanganats,

b = Molarität des Natriumthiosulfats,

m_0 = Ausgangsmasse der Probe in Gramm,

V = Volumen des für die Titrierung verwendeten 0,1 mol./l Natriumthiosulfats in ml.

7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommenen Bestimmungen darf nicht mehr als 5 mg auf 100 der Probe betragen.

8. **Anmerkungen**

8.1. 11,3 ml des 0,1 mol./l Natriumthiosulfat entsprechen 0,2 % Ameisensäure in 10 g der Probe.

8.2. Ist kein Formiat vorhanden, so werden 20 ml Natriumthiosulfat verbraucht. Ist aber mehr als 0,27 % (m/m) Ameisensäure vorhanden, so gibt es einen ungenügenden Überschuß an $KMnO_4$ und man erreicht ein festes Mindestvolumen von 8 ml. In diesem Fall ist die Bestimmung unter Verwendung einer geringeren Einwaage zu wiederholen.

METHODE 3

BESTIMMUNG DER NICHTFLÜCHTIGEN BESTANDTEILE IN PROPIONSÄURE (E 280)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit der Methode lassen sich die nichtflüchtigen Bestandteile in Propionsäure (E 280) bestimmen.

2. **Definition**

Durch nachstehend beschriebene Methode erhält man den Gehalt an nichtflüchtigen Bestandteilen der Propionsäure (E 280).

3. **Prinzip**

Die Probe wird bei 103° ± 2 °C verdünstet und getrocknet; der Rückstand wird gravimetrisch bestimmt.

4. **Geräte**

4.1. Porzellan oder Platinschale, für Aufnahme von 100 g Probe ausreichend.

4.2. Elektrisch geheizter, mit Thermostat auf 103° ± 2 °C geregelter Trockenschrank.

4.3. Analysenwaage.

4.4. Wasserbad, siedend.

4.5. Exsikkator mit frisch aktiviertem Silikagel oder einem gleichwertigen Trocknungsmittel, mit Feuchtigkeitsindikator.

5. **Ausführung**

In einer zuvor getrockneten und tarierten Schale (4.1) 100 g ± 0,1 g Propionsäure genau einwiegen. Unter dem Abzug auf einem Wasserbad (4.4) eindampfen. Sobald die gesamte Propionsäure verdampft ist, im Trockenschrank (4.2) bei 103° ± 2 °C 1 Stunde lang trocknen. Im Exsikkator (4.5) abkühlen lassen und dann wägen. Den Vorgang wiederholen, bis zwei Wägungen nacheinander um nicht mehr als 0,5 mg voneinander abweichen.

6. **Darstellung der Ergebnisse**

6.1. *Berechnungsformel und -weise*

Der Gehalt an nichtflüchtigen Stoffen in Prozent der Probe wird nach folgender Formel berechnet:

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

wobei bedeuten:

m_1 = Masse des Verdampfungsrückstands in Gramm,

m_0 = Ausgangsmasse der eingewogenen Probe in Gramm.

6.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommenen Bestimmungen darf nicht mehr als 5 mg pro 100 der Probe betragen.

METHODE 4

BESTIMMUNG DES MASSEVERLUSTS DURCH TROCKNUNG VON NATRIUMNITRIT (E 250)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit der Methode läßt sich der Masseverlust durch Trocknung in Natriumnitrit (E 250) bestimmen.

2. **Definition**

Der durch nachstehend beschriebene Methode bei der Trocknung erzielte Masseverlust ist der Feuchtigkeitsgehalt des Natriumnitrits.

3. **Prinzip**

Bestimmung des Gewichtsverlusts nach Erhitzung auf 103 ° ± 2 °C.

4. **Geräte**

4.1. Elektrisch geheizter und mit Thermostat auf 103 ° ± 2 °C geregelter Ofen.

4.2. Flachboden-Glasschale von 60—80 mm Durchmesser und mindestens 25 mm Tiefe, mit abnehmbarem Deckel.

4.3. Exsikkator mit frisch aktiviertem Silikagel oder einem gleichwertigen Trocknungsmittel, mit Feuchtigkeitsindikator.

4.4. Analysenwaage.

5. **Ausführung**

Den Deckel der Glasschale (4.2) abnehmen und zusammen mit der Schale eine Stunde lang in den auf 103° ± 2 °C geheizten Ofen (4.1) legen. Deckel wieder auf die Schale (4.2) setzen und im Exsikkator (4.3) auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Deckel mit

Schale (4.2) genau abwiegen. In die Schale mit Deckel 10 g ± 10 mg der Probe genau einwiegen. Den Deckel abnehmen und zusammen mit der Schale im Ofen (4.1) bei 103° ± 2 °C erhitzen. Den Deckel wieder auf die Schale setzen und im Exsikkator (4.3) auf Raumtemperatur abkühlen lassen. Anschließend genau abwiegen. Die drei letzten Vorgänge (Erhitzen, Abkühlen, Abwiegen) solange wiederholen, bis der Gewichtsunterschied zwischen zwei aufeinanderfolgenden Wägungen nicht größer als 10 mg ist.

6. **Darstellung der Ergebnisse**

6.1. *Berechnungsformel und -weise*

Der Masseverlust bei der Trocknung in Prozent (m/m) der Probe wird nach folgender Formel berechnet:

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

wobei bedeuten:

m_1 = Masse der Schale in Gramm,

m_2 = Masse von Schale und Probe vor der Trocknung in Gramm,

m_3 = Masse von Schale und Probe nach der Trocknung in Gramm.

6.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommenen Bestimmungen darf nicht mehr als 100 mg pro 100 g der Probe betragen.

METHODE 5

GRENZWERTTEST FÜR SALICYLSÄURE IN *p*-HYDROXYBENZOESÄUREÄTHER (E 214), *p*-HYDROXYBENZOESÄUREÄTHYLESTER-NATRIUMVERBINDUNG (E 215), *p*-HYDROXYBENZOESÄURE-*n*-PROPYLESTER (E 216), *p*-HYDROXYBENZOESÄURE-*n*-PROPYLESTER-NATRIUMVERBINDUNG (E 217), *p*-HYDROXYBENZOESÄUREMETHYLESTER (E 218) UND *p*-HYDROXYBENZOESÄUREMETHYLESTER-NATRIUMVERBINDUNG (E 219)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit dem Test läßt sich Salicylsäure in *p*-Hydroxybenzoesäure (E 214) und in ihren Natriumsalzen (E 214 bis E 219) nachweisen.

2. **Definition**

Der nachstehend beschriebene Test ergibt den Gehalt an Salicylsäure.

3. **Prinzip**

Durch Reaktion mit Ammoniumeisen(III)sulfat wird eine violette Färbung hervorgerufen, deren Intensität mit der eines Standards verglichen wird.

4. **Reagenzien**

4.1. 0,2prozentige (m/v) Ammoniumeisen(III)sulfat-Lösung: 0,2 g Ammoniumeisen-(III)sulfat mit 12 Molekülen Kristallwasser werden in 50 ml Wasser gelöst. Nach Zusatz von 10 ml zehnprozentiger (v/v) Salpetersäure wird die Lösung mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

4.2. Äthanol, 95 % (v/v).

4.3. Salicylsäurelösung, 0,1 g/l.

4.4. 1 mol./l Schwefelsäure.

5. **Geräte**

5.1. Nessler-Meßzylinder mit Gradeinteilung, etwa 60 ml Fassungsvermögen.

6. **Ausführung**

6.1. *Proben vom* p-*Hydroxybenzoesäureäthylester,* p-*Hydroxybenzoesäure*-n-*Propylester und* p-*Hydroxybenzoesäuremethylester*

6.1.1. 100 ± 1 mg der zu analysierenden Probe, genau gewogen, in 10 ml 95%igem Äthanol (4.2) lösen. Die erhaltene Lösung in den Nessler-Zylinder mit Gradeinteilung (5.1) umfüllen und mit Wasser auf 50 ml auffüllen. Die Mischung verrühren und 1 ml der Ammoniumeisen(III)sulfat-Lösung (4.1) zugeben. Nochmals rühren und eine Minute stehenlassen.

6.1.2. In der gleichen Weise eine Vergleichslösung unter Verwendung von 1 ml der Salicylsäure-Lösung (4.3) anstelle der Probe herstellen.

6.1.3. Man vergleiche die Färbung der zu analysierenden Probe mit der Färbung der Vergleichslösung.

6.2. *Proben der Natriumverbindungen der Methyl-, Äthyl- und* n-*Propylester der* p-*Hydroxybenzoesäure*

6.2.1. Den Vorgang unter 6.1.1 wiederholen und dabei vor der Verdünnung auf 50 ml mit 1 mol./l Schwefelsäure (4.4) bis zum pH-Wert 5 ansäuern.

6.2.2. Den Vorgang unter 6.1.2 wiederholen.

6.2.3. Den Vorgang unter 6.1.3 wiederholen.

7. **Darstellung der Ergebnisse**

7.1. *Bedeutung des Grenzwerttests*

Sofern die violette Färbung im Zylinder mit der zu analysierenden Probe intensiver ist als diejenige im Zylinder mit der Vergleichslösung, ist der Test positiv, d. h. die Probe enthält mehr als 0,1 % Salicylsäure.

7.2. *Empfindlichkeit*

Die Nachweisgrenze des Tests beträgt 30 mg Salicylsäure auf 100 g der Probe.

7.3. *Anmerkung*

Die Ergebnisse von zwei, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel durchgeführten Tests müssen miteinander übereinstimmen.

METHODE 6

BESTIMMUNG VON FREIER ESSIGSÄURE IN NATRIUMDIACETAT (E 262)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit dieser Methode läßt sich der Gehalt von Essigsäure in Natriumdiacetat (E 262) bestimmen.

2. **Definition**

Durch nachstehend beschriebene Methode erhält man den Gehalt an Essigsäure.

3. **Prinzip**

Neutralisierung der Essigsäure durch Natriumhydroxid in Gegenwart von Phenolphthalein.

4. **Reagenzien**

4.1. 1prozentige (m/v) Phenolphthaleinlösung in Äthanol.

4.2. 1 mol./l Natriumhydroxid.

5. **Geräte**

5.1. Analysenwaage.

6. **Ausführung**

Etwa 3 g ± 1 mg der zu analysierenden Probe genau abwiegen und in 50 ml Wasser lösen; 2 oder 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung (4.1) zugeben und mit 1 mol./l Natriumhydroxid (4.2) titrieren bis die durch das Umschlagen des Phenolphthaleins bedingte Rotfärbung 5 Sekunden lang anhält.

7. **Darstellung der Ergebnisse**

7.1. *Berechnungsformel und -weise*

Der Gehalt an Essigsäure in Prozent (m/m) der Probe wird nach folgender Formel berechnet:

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

wobei bedeuten:

V = Volumen des verbrauchten Natriumhydroxids in ml,

c = Molarität des Natriumhydroxids,

m_0 = Probemasse in Gramm.

7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen darf nicht mehr als 500 mg pro 100 g der Probe betragen.

8. **Anmerkung**

Zur Titrierung von 3 g der Probe mit 40 % Essigsäure sind 20 ml des 1 mol./l Natriumhydroxids erforderlich.

METHODE 7

BESTIMMUNG VON NATRIUMACETAT IN NATRIUMDIACETAT (E 262)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit dieser Methode läßt sich Natriumacetat und Wasser, angegeben als Natriumacetat, in Natriumdiacetat (E 262) bestimmen.

2. **Definition**

Als Gehalt an Natriumacetat gilt der durch nachstehend beschriebene Methode festgestellte Gehalt an Natriumacetat und Wasser, ausgedrückt als Natriumacetat.

3. **Prinzip**

Vorherige Lösung zur Probe in Eisessig und Titrierung mit einer Perchlorsäure-Vergleichslösung in Gegenwart von Kristallviolett als Indikator.

4. **Reagenzien**

4.1. Eisessig ($\rho_{20\,°C}$ = 1,049 g/ml) (zur Titrierung im nichtwäßrigen Milieu).

4.2. Kristallviolett C.I. Nr. 42 555, 0,2prozentige (m/v) Lösung in Eisessig.

4.3. Saures Kaliumphthalat $C_8H_5KO_4$.

4.4. Essigsäureanhydrid $(CH_3CO)_2O$.

4.5. 0,1 mol./l Perchlorsäure in Eisessig. Diese ist wie folgt zuzubereiten und zu standardisieren:

P g einer Perchlorsäurelösung in einen mit Schliffstopfen versehenen 1 000-ml-Meßkolben einwiegen. Die P g werden nach folgender Formel berechnet:

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

hierbei ist m die Konzentration der Perchlorsäure in Prozent (m/m), bestimmt durch alkalimetrische Titrierung (70 bis 72 % ist die geeignete Konzentration). Anschließend 100 ml Essigsäure und dem Q g nacheinander in kleinen Mengen hinzugeben. Umrühren und die Mischung ohne Unterbrechung während des Hinzugebens kühlen. Die Menge Q kann nach folgender Formel berechnet werden:

$$Q = \frac{(567 \times P) - 5\,695}{a};$$

hierbei ist P die in g ausgedrückte eingewogene Menge Perchlorsäure und a die in Prozent (m/m) ausgedrückte Konzentration des Essigsäureanhydrids. Den Meßkolben verschließen und 24 Stunden lang in einem dunklen Raum abstellen, anschließend mit Essigsäure auf 1 000 ml Lösung auffüllen. Die so erhaltene Lösung ist praktisch wasserfrei. Sie wird mit saurem Kaliumphthalat wie folgt standardisiert:

0,2 g — auf 0,1 mg genau gewogen —, zuvor bei 110 °C zwei Stunden lang getrocknetes saures Kaliumphthalat in 25 ml Eisessig unter leichter Erwärmung auflösen, dann abkühlen. 2 Tropfen 0,2 %ige (m/m) Kristallviolettlösung (4.2) in Eisessig hinzugeben und mit Perchlorsäurelösung titrieren, bis der Indikator in blasses Grün umschlägt. Anschließend eine Leertitrierung unter Verwendung desselben Volumens Lösungsmittel durchführen und den Wert der Leertitrierung von dem bei der eigentlichen Bestimmung gefundenen Wert subtrahieren. Je 20,42 mg saures Kaliumphthalat entspricht 1 ml 0,1 mol./l Perchlorsäure.

5. **Geräte**

5.1. Analysenwaage.

6. **Ausführung**

Etwa 200 ± 0,5 mg genau einwiegen und in 50 ml Eisessig (4.1) lösen. Einige Tropfen des Kristallviolett-Indikators (4.2) zugeben und mit der 0,1 mol./l Perchlorsäure-Lösung (4.3) titrieren, bis der Indikator nach grün umschlägt.

7. **Darstellung der Ergebnisse**

7.1. *Berechnungsformel und -weise*

Der Gehalt an Natriumacetat in Prozent (m/m) der Probe wird nach folgender Formel berechnet:

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

wobei bedeuten:

V = Volumen der zur Titrierung verwendeten Perchlorsäure in ml (4.5),

c = Molarität der Perchlorsäure (4.5),

m_0 = Ausgangsmasse der Probe in Gramm.

7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen darf nicht mehr als 1,5 g pro 100 g der Probe betragen.

8. **Anmerkung**

Die für diese Methoden verwendeten Reagenzien sind vorsichtig zu handhaben, da sie giftig und explosiv sind.

METHODE 8

GRENZWERTTEST FÜR ALDEHYDE IN SORBINSÄURE (E 200), IN NATRIUM-, KALIUM- UND CALCIUMSORBAT (E 201, E 202, E 203) SOWIE IN PROPIONSÄURE (E 280)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit diesem Test lassen sich die Aldehyde, angegeben als Formaldehyd in

— Sorbinsäure (E 200),

— Natrium-, Kalium- und Calciumsorbat (E 201, E 202, E 203),

— Propionsäure (E 280)

bestimmen.

2. **Definition**

Mit dem nachstehend beschriebenen Test kann der Grenzwert an Aldehyden, angegeben als Formaldehyd, überprüft werden.

3. **Prinzip**

Aldehydreaktion mit dem Schiff'schen Reagens und Vergleich mit einer formaldehydhaltigen Vergleichslösung.

4. **Reagenzien**

4.1. Vergleichslösung mit 0,01 mg/ml Formaldehyd: durch Verdünnung einer konzentrierten Formaldehydlösung (400 mg/l) erhalten.

4.2. Schiff'sches Reagens.

5. **Ausführung**

5.1. 1 g ± 1 mg Probe, genau gewogen, in 100 ml Wasser lösen. Falls erforderlich, die Lösung filtern und zu 1 ml des Filtrats bzw. der Lösung 1 ml des Schiff'schen Reagens (4.2) hinzugeben. Ferner zu 1 ml der Vergleichslösung (4.1) 1 ml des Schiff'schen Reagens (4.2) hinzugeben.

5.2. Man vergleiche die Färbung der zu analysierenden Probe mit der Färbung der Vergleichslösung.

6. **Darstellung der Ergebnisse**

6.1. *Bedeutung des Grenzwerttests*

Sofern die rote Färbung im Zylinder mit der zu analysierenden Probe intensiver ist als diejenige im Zylinder mit der Vergleichslösung, ist der Test positiv, d. h. die Probe enthält mehr als 0,1 % Aldehyde, angegeben als Formaldehyd.

6.2. *Empfindlichkeit*

Die Nachweisgrenze des Tests beträgt 30 mg Formaldehyd pro 100 g der Probe.

6.3. *Anmerkung*

Die Ergebnisse von zwei, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel durchgeführten Tests müssen miteinander übereinstimmen.

METHODE 9

BESTIMMUNG DER PEROXIDZAHL VON LECITHIN (E 322)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit dieser Methode läßt sich die Peroxidzahl des Lecithins (E 322) bestimmen.

2. **Definition**

Durch nachstehend beschriebene Methode bestimmt man die Anzahl der Peroxidgruppen im Lecithin.

3. **Prinzip**

Oxidation des Kaliumjodids durch die Peroxide des Lecithins und Titrieren des freigesetzten Jods mit Natriumthiosulfat.

4. **Reagenzien**

4.1. Eisessig.

4.2. Chloroform.

4.3. Kaliumjodid.

4.4. 0,1 mol./l oder 0,01 mol./l Natriumthiosulfat.

4.5. Stärkelösung (annähernd 1 % m/v).

5. **Geräte**

5.1. Analysenwaage.

5.2. Apparat nach Abbildung.

5.2.1. 100-ml-Rundkolben.

5.2.2. Rückflußkühler.

5.2.3. Glasröhre von 250 mm Länge und 22 mm innerem Durchmesser, mit Schliffverbindungen.

5.2.4. Mikrobecher mit folgenden Außenmaßen: 35—50 mm Höhe und 20 mm Durchmesser.

6. **Ausführung**

6.1. 10 ml Eisessig (4.1) und 10 ml Chloroform (4.2) werden in den 100-ml-Rundkolben (5.2.1) gegeben. Die Glasröhre (5.2.3) und der Rückflußkühler (5.2.2) werden aufgesetzt und die Mischung wird 2 Minuten lang leicht sieden gelassen, um die Luft auszutreiben. 1 g Kaliumjodid (4.3) wird in 1,3 ml Wasser aufgelöst. Die Lösung wird der Mischung im Rundkolben (5.2.1) zugefügt, wobei sie nicht aus dem Kochen kommen darf. Setzt in dieser Phase eine Gelbfärbung ein, so ist die Bestimmung zu verwerfen und mit frisch zubereiteten Reagenzien zu wiederholen.

6.2. Nach zwei Minuten weiteren Siedens 1 g ± 1 mg der Probe, genau gewogen, zum Inhalt des Kolbens (5.2.1) hinzugeben, wobei wieder darauf zu achten ist, daß das Kochen nicht aussetzt. Aus diesem Grunde sollte die Probe in einen Mikrobecher (5.2.4) mit entsprechend geformtem Boden gegeben werden, der mit Hilfe eines Glasstäbchens durch die Glasröhre (5.2.3) hinabgelassen werden kann. Der Kühler kann kurz abgenommen werden. 3 bis 4 Minuten lang wird weiter sieden gelassen. Dann wird das Heizen eingestellt und der Rückflußkühler (5.2.2) sofort ausgeschaltet. Schnell werden 50 ml Wasser durch die Glasröhre (5.2.3) hinzugefügt. Die Glasröhre (5.2.3) wird abgenommen und der Kolben (5.2.1) unter dem Wasserhahn auf Zimmertemperatur abgekühlt. Dann wird mit Natriumthiosulfat (0,1 mol./l oder 0,01 mol./l) (4.4) titriert, bis die wäßrige Schicht farblos wird. Kurz vor Beendigung der Titration wird 1 ml Stärkelösung (4.5) zugesetzt. Während der Titration ist der Kolben (5.2.1) gut zu schütteln, um das Jod vollständig aus der nichtwäßrigen Schicht zu extrahieren.

6.3. Nach 6.1 und 6.2 Blindwertbestimmung vornehmen.

7. **Darstellung der Ergebnisse**

7.1. *Berechnungsformel und -weise*

Die Anzahl der Peroxidgruppen der Probe in Milliäquivalenten/kg wird nach folgender Formel berechnet:

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

wobei bedeuten:

V_1 = Volumen der für die nachfolgende Titrierung der Probe (6.2) verwendeten Thiosulfatlösung in ml,

V_2 = Volumen der für die nachfolgende Leertitrierung (6.3) verwendeten Thiosulfatlösung in ml,

a = Konzentration der Natriumthiosulfatlösung in mol./l,

m_0 = Ausgangsmasse der Probe in Gramm.

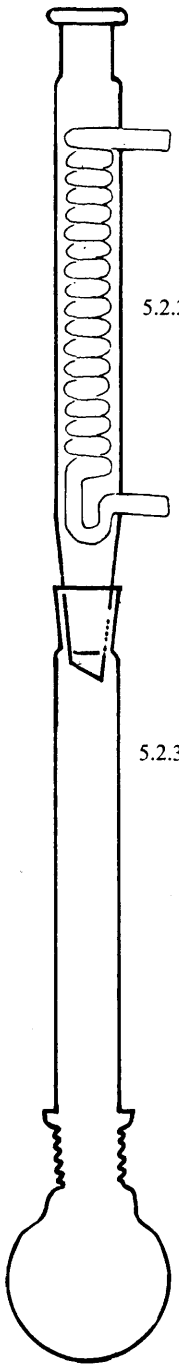
7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen darf nicht mehr als 0,5 % der Anzahl der Peroxide, angegeben in Milliäquivalente/kg, sein.

8. **Anmerkungen**

8.1. Die Molarität des verwendeten Natriumthiosulfats hängt von dem erwarteten Ergebnis ab. Werden weniger als 0,5 ml 0,1 mol./l Natriumthiosulfat verwendet, ist die Bestimmung mit 0,01 mol./l Thiosulfat zu wiederholen.

8.2. Bei der Analyse ist zu starkes Licht zu vermeiden.



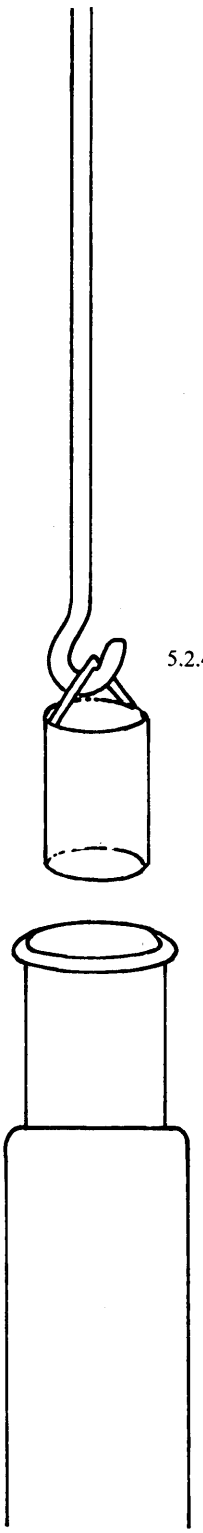
5.2.2. Rückflußkühler

5.2.3. Glasröhre:

— 250 mm Länge

— 22 mm innerer Durchmesser

5.2.1. 100 ml-Rundkolben



5.2.4. Mikrobecher

— 20 mm äußerer Durchmesser

— 35—50 mm Höhe

Apparat für die Bestimmung der Peroxidzahl von Lecithin.

METHODE 10

BESTIMMUNG DER IN TOLUOL UNLÖSLICHEN STOFFE IN LECITHIN (E 322)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit dieser Methode lassen sich die in Toluol unlöslichen Stoffe in Lecithin (E 322) bestimmen.

2. **Definition**

Durch nachstehend beschriebene Methode erhält man den Gehalt der in Toluol unlöslichen Stoffe.

3. **Prinzip**

Die Probe wird in Toluol gelöst und filtriert. Der getrocknete Rückstand wird gewogen.

4. **Reagens**

4.1. Toluol.

5. **Geräte**

5.1. 30-ml-Glasfiltertiegel G 3 oder gleichwertiger.

5.2. Elektrisch geheizter, mit Thermostat auf 103° ± 2 °C geregelter Trockenschrank.

5.3. Wasserbad, nicht heißer als 60 °C.

5.4. Exsikkator mit frisch aktiviertem Silikagel oder einem gleichwertigen Trocknungsmittel mit Feuchtigkeitsindikator.

5.5. Erlenmeyerkolben 500 ml.

5.6. Vakuumpumpe und Saugflasche mit Aufsatz.

5.7. Analysenwaage.

6. **Ausführung**

6.1. Den 30-ml-Glasfiltertiegel (5.1) im Trockenschrank bei 103° ± 2 °C (5.2) trocknen. Den Tiegel (5.6) im Exsikkator (5.4) abkühlen lassen und abwiegen.

6.2. Die Lecithinprobe ist gründlich durchzumischen, nötigenfalls nach Erwärmung im Wasserbad (5.3). 10 g ± 1 mg davon werden in den Kolben (5.5) eingewogen, 100 ml Toluol (4.1) zugesetzt und das Gemisch geschüttelt, bis alles Lecithin aufgelöst ist. Die Lösung wird durch den Glasfiltertiegel (5.1) filtriert. Die Flasche (5.5) wird mit 25 ml Toluol (4.1) gewaschen und die Waschflüssigkeit durch den Glasfiltertiegel (5.1) filtriert. Dies wird mit weiteren 25 ml Toluol (4.1) wiederholt. Der Toluolüberschuß wird aus dem Tiegel abgesogen (5.1).

6.3. Den Tiegel (5.1) 2 Stunden lang im Trockenschrank (5.2) bei 103° ± 2 °C trocknen, im Exsikkator (5.4) abkühlen lassen und anschließend abwiegen.

6.4. Vorgang 6.3 solange wiederholen, bis zwei aufeinanderfolgende Wägungen um weniger als 0,5 mg voneinander abweichen. Sollte sich die Masse vergrößern, so wird der Berechnung der niedrigste festgestellte Wert zugrunde gelegt.

7. **Darstellung der Ergebnisse**

7.1. *Berechnungsformel und -weise*

Der Gehalt an in Toluol unlöslichen Stoffen wird nach folgender Formel berechnet:

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

wobei bedeuten:

m_1 = Masse des leeren Tiegels (6.1) in Gramm,

m_2 = Masse von Tiegel und Rückstand (6.4) in Gramm,

m_0 = Ausgangsmasse der Probe in Gramm.

7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen darf nicht mehr als 30 mg pro 100 g der Probe betragen.

METHODE 11

GRENZWERTTEST FÜR REDUZIERENDE STOFFE IN NATRIUM-, KALIUM- UND CALCIUMLACTAT (E 325, E 326, E 327)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Der Test gestattet den Nachweis reduzierender Stoffe in

— Natriumlactat (E 325),

— Kaliumlactat (E 326),

— Calciumlactat (E 327).

2. **Definition**

Nachweis reduzierender Anteile durch Reaktion der Probe mit Fehling'scher Lösung unter nachstehend beschriebenen Bedingungen.

3. **Prinzip**

Reduktion der Fehling'schen Lösung durch reduzierende Stoffe, wobei es sich im allgemeinen um Zucker handelt.

4. **Reagenzien**

4.1. Fehling'sche Lösung A (6,93 g Kupfersulfat-Pentahydrat in 100 ml Wasser).

4.2. Fehling'sche Lösung B (34,6 g Kaliumnatriumtartrat und 11 g Natriumhydroxid, in 100 ml Wasser).

5. **Ausführung**

1 g ± 1 mg der genau gewogenen Probe in 10 ml warmen Wassers lösen. Hinzugefügt werden 2 ml der Fehling'schen Lösung A (3.1) und 2 ml der Fehling'schen Lösung B (3.2). Die Mischung wird eine Minute lang gekocht. Alsdann wird beobachtet, ob eine Veränderung eintritt. Ein Niederschlag des Calciumsulfats, der manchmal vorkommt, ist hier ohne Bedeutung.

6. **Darstellung der Ergebnisse**

6.1. *Bedeutung des Grenzwerttests*

Tritt nach dem Kochen (5) eine färbliche Veränderung ein, so ist der Test positiv, d. h. das Vorhandensein reduzierender Stoffe ist angekündigt.

6.2. *Empfindlichkeit*

Die Nachweisgrenze für reduzierende Stoffe beträgt 0,1 % Glukose in der Probe.

6.3. *Anmerkungen*

6.3.1. Die Ergebnisse von zwei, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel durchgeführten Tests müssen miteinander übereinstimmen.

6.3.2. Enthält die Probe 2 % Glukose, reagiert die gesamte Fehling'sche Lösung.

METHODE 12

BESTIMMUNG DER FLÜCHTIGEN SÄUREN IN ORTHOPHOSPHORSÄURE (E 338)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit der Methode lassen sich flüchtige Säuren, angegeben als Essigsäure, in Orthophosphorsäure (E 338) bestimmen.

2. **Definition**

Durch nachstehend beschriebene Methode erhält man den Gehalt an flüchtigen Säuren, angegeben als Essigsäure.

3. **Prinzip**

Verdünnung der Probe und Destillation der Lösung, Titrieren des Destillats mit Natriumhydroxid und Berechnung der Acidität, angegeben als Essigsäure.

4. **Reagenzien**

4.1. 1prozentige (m/v) Phenolphthalein-Lösung in Äthanol.

4.2. 0,01 mol./l Natriumhydroxid.

5. **Geräte**

5.1. Destillationsapparatur mit Tropfenabscheider.

6. **Ausführung**

In einen Destillierkolben werden 60 g ± 50 mg der Probe eingewogen, mit 75 ml frisch abgekochtem, abgekühltem Wasser vermischt und 50 ml der Lösung bei aufgesetztem Tropfenabscheider abdestilliert. Dem Destillat etwas Phenolphthalein-Lösung (4.1) zugeben und mit 0,01 mol./l Natriumhydroxid (4.2) titrieren, bis die erste Rotfärbung 10 Sekunden lang anhält.

7. **Darstellung der Ergebnisse**

7.1. *Berechnungsformel und -weise*

Der Gehalt an flüchtigen Säuren, angegeben in Prozent (m/m) Essigsäure, wird nach folgender Formel berechnet:

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

wobei bedeuten:

V = das Volumen der für die Neutralisierung verwendeten 0,01 mol./l Natriumhydroxid-Lösung in ml,

m_0 = die Masse der Orthophosphorsäure-Probe in Gramm.

7.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen darf nicht mehr als 1 mg auf 100 g der Probe betragen.

METHODE 13

GRENZWERTTEST FÜR NITRATE IN ORTHOPHOSPHORSÄURE (E 338)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit diesem Test lassen sich Nitrate in Orthophosphorsäure (E 338) nachweisen.

2. **Definition**

Durch den nachstehend beschriebenen Test prüft man den Grenzwert für Nitrate.

3. **Prinzip**

Zugabe von Indigokarmin zur Probe in konzentriert-schwefelsaurem Milieu. Oxidierende Stoffe, einschließlich Nitrat, bewirken eine Entfärbung.

4. **Reagenzien**

4.1. 0,18prozentige (m/v) Indigokarmin-Lösung: 0,18 g Natrium-Indigotindisulfonat, in 100 ml Wasser.

4.2. 0,05prozentige (m/v) Natriumchlorid-Lösung.

4.3. Konzentrierte Schwefelsäure (ρ_{20} = 1,84 g/ml).

5. **Ausführung**

2 ml der Probe werden mit Natriumchloridlösung (4.2) auf 10 ml verdünnt. Langsam und unter Abkühlung werden 0,1 ml der Indigokarminlösung (4.1) und 10 ml Schwefelsäure zugesetzt. Man beobachte, ob die blaue Farbe 5 Minuten beständig ist.

6. **Darstellung der Ergebnisse**

6.1. *Bedeutung des Grenzwerttests*

Verschwindet die Blaufärbung innerhalb fünf Minuten, so ist der Test positiv, d. h. der Gehalt an oxidierenden Stoffen, angegeben als Natriumnitrat ist höher als 5 mg/kg.

6.2. *Anmerkungen*

6.2.1. Man führe ein Blindversuch aus.

6.2.2. Die Ergebnisse zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen müssen miteinander übereinstimmen.

6.2.3. Die Indigokarminlösung soll bei Verwendung nicht älter als 60 Tage sein.

6.2.4. Entfärbung bedeutet, daß die Probe Nitrate und andere oxidierende Stoffe enthalten kann; der Test muß alsdann nach der ISO-Methode 3709-1976 „Phosphorsäure für industrielle Verwendung (einschließlich Lebensmittel) — Bestimmung von Stickstoffoxiden — spektrophotometrische Methode mit 3,4-Xylenol" wiederholt werden.

METHODE 14

BESTIMMUNG VON IN WASSER UNLÖSLICHEN STOFFEN IN NATRIUMORTHOPHOSPHATEN (E 339) UND KALIUMORTHOPHOSPHATEN (E 340)

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Mit der Methode lassen sich die in

— Mononatriumorthophosphat (E 339),

— Dinatriumorthophosphat (E 339),

— Trinatriumorthophosphat (E 339),

— Monokaliumorthophosphat (E 340),

— Dikaliumorthophosphat (E 340),

— Trikaliumorthophosphat (E 340)

enthaltenen, in Wasser unlöslichen Stoffe bestimmen.

2. **Definition**

Durch nachstehend beschriebene Methode bestimmt man den Gehalt an in Wasser unlöslichen Stoffen.

3. **Prinzip**

Die Probe wird in Wasser gelöst und durch einen Porzellan-Filtertiegel filtriert. Der gewaschene Rückstand wird getrocknet und gewogen.

4. **Geräte**

4.1. Tarierter Porzellan-Filtertiegel G 3 oder gleichwertiger (nicht aus Glas).

4.2. Exsikkator, mit rückaktiviertem Silikagel oder gleichwertigem Trocknungsmittel, mit Feuchtigkeitsindikator.

4.3. Mit Thermostat auf 103° ± 2 °C geregelter Ofen.

4.4. Polypropylenbecher 400 m.

4.5. Wasserbad, siedend.

5. **Ausführung**

10 g ± 10 mg des genau gewogenen Phosphats in 100 ml heißem Wasser in einem Polypropylenbecher (4.4) lösen, 15 Minuten lang auf dem siedenden Wasserbad (4.5) erhitzen und dann die Lösung durch den tarierten Filtertiegel (4.1) filtern. Den unlöslichen Rückstand mit heißem Wasser waschen und im Ofen bei 103° ± 2 °C trocknen.

Nach zweistündiger Trocknung im Exsikkator abkühlen lassen und abwiegen. Man wiederhole das Trocknen, Abkühlenlassen und Abwiegen, bis der Unterschied zwischen dem Gewicht zweier aufeinanderfolgender Wägungen weniger als 0,5 mg beträgt. Sollte sich die Masse vergrößern, so wird der Berechnung der niedrigste festgestellte Wert zugrunde gelegt.

6. **Darstellung der Ergebnisse**

6.1. *Berechnungsformel und -weise*

Der Gehalt an in Wasser unlöslichen Stoffen der Probe wird nach folgender Formel berechnet:

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

wobei bedeuten:

m_1 = die Masse des Rückstands nach Trocknung in Gramm,

m_0 = die Masse der Probe in Gramm.

6.2. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen darf nicht mehr als 10 mg pro 100 g der Probe betragen.

METHODE 15

BESTIMMUNG DES PH-WERTES IN LEBENSMITTELZUSATZSTOFFEN

1. **Zweck und Anwendungsbereich**

Die Methode gibt allgemeine Anweisungen zur Bestimmung des pH-Wertes von Lebensmittelzusatzstoffen.

2. **Definition**

Durch nachstehend beschriebene Methode erhält man den pH-Wert eines Zusatzstoffes.

3. **Prinzip**

Der pH-Wert einer wäßrigen Lösung oder einer Aufschlämmung der Probe wird mit Hilfe einer Glaselektrode, einer Bezugselektrode und einem nachgeschalteten elektronischen pH-Meter bestimmt.

4. **Reagenzien**

4.1. Das Gerät wird mit folgenden Pufferlösungen geeicht:

4.1.1. Pufferlösung pH 6,88 bei 20 °C, bestehend aus 0,05 mol./l Monokaliumorthophosphat (KH_2PO_4) und 0,05 mol./l Dinatriumorthophosphat-Dihydrat ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$).

4.1.2. Pufferlösung pH 4,00 bei 20 °C, bestehend aus 0,05 mol./l Kaliumhydrogenphthalat ($C_8H_5KO_4$).

4.1.3. Pufferlösung pH 9,22 bei 20 °C, bestehend aus 0,05 mol./l Dinatriumtetraborat-Dicahydrat ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$).

4.2. Gesättigte oder 3 mol./l Kaliumchloridlösung zum Nachfüllen der Bezugselektrode.

4.3. Destilliertes Wasser, CO_2-frei, mit einem pH-Wert zwischen 5 und 6.

5. **Geräte**

5.1. pH-Meter mit einer Genauigkeit von ±0,01 pH.

5.2. Elektroden, kombinierte (Einstab-)Glaselektrode oder Einzel-Glaselektrode und Bezugselektrode.

5.3. Magnetrührwerk mit Rührstäbchen und eventueller Heizvorrichtung.

5.4. Thermometer mit einem Bereich von 0—100 °C.

6. **Ausführung**

6.1. *Eichung des pH-Meßgeräts*

Die Glaselektroden sind nach Herstellerangaben zu befestigen. Die Eichung der Glaselektroden ist regelmäßig auf die Skala des pH-Meßgeräts mit Hilfe von Pufferlösungen mit genau bekanntem pH-Wert abzugleichen.

Die Elektroden in Wasser waschen und sorgfältig mit einem weichen Tuch abtrocknen oder aber die Elektroden mit Wasser abspülen und zweimal nacheinander mit der Meßlösung oder der Eichlösung abspülen und sie anschließend in die Meßlösung oder in die Eichlösung legen.

Hat die Meßlösung einen sauren pH-Wert, dann sind zur Kontrolle des pH-Werts die Pufferlösungen mit pH 4 (4.1.2) und mit pH 6,88 (4.1.1) zu verwenden.

Hat die Meßlösung einen basischen pH-Wert, dann sind zur Kontrolle des pH-Werts die Pufferlösungen mit pH 9,22 (4.1.3) und mit pH 6,88 (4.1.1) zu verwenden.

6.2. *Bestimmung der Meßlösung*

Die Konzentration der Meßlösung oder die Herstellung der Gebrauchslösung müssen den Richtlinien der Gemeinschaft über Lebensmittelzusatzstoffe entsprechen.

Die Meßlösung nach Vorschrift herstellen und unter Rühren auf 20 °C einstellen.

Rühren einstellen und die Glaselektroden in die Lösung legen. Nach zwei Minuten den pH-Wert auf dem pH-Meter ablesen.

7. **Darstellung der Ergebnisse**

7.1. *Wiederholbarkeit*

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen zweier, unter denselben Bedingungen, durch denselben Analytiker, an derselben Probe parallel vorgenommener Bestimmungen darf nicht mehr als 0,05 pH-Einheiten sein.

8. **Anmerkungen**

Diese Methode ist nur dort anwendbar, wo in Richtlinien der Gemeinschaft pH-Kriterien für in Wasser gelöste oder aufgeschlämmte Lebensmittelzusatzstoffe festgelegt sind.