II

(Besluiten waarvan de publikatie niet voorwaarde is voor de toepassing)

COMMISSIE

EERSTE RICHTLIJN VAN DE COMMISSIE

van 28 juli 1981

betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de controle van zuiverheidseisen voor bepaalde levensmiddelenadditieven

(81/712/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op de richtlijn van de Raad van 23 oktober 1962 betreffende de aanpassing van de wettelijke voorschriften van de Lid-Staten inzake kleurstoffen die kunnen worden gebruikt in voor menselijke voeding bestemde waren (1), laatstelijk gewijzigd bij Richtlijn 78/144/EEG (2), inzonderheid op artikel 11, lid 2,

Gelet op Richtlijn 64/54/EEG van de Raad van 5 november 1963 betreffende de aanpassing van de wetgevingen van de Lid-Staten inzake conserveermiddelen die mogen worden gebruikt in voor menselijke voeding bestemde waren (3), laatstelijk gewijzigd bij Richtlijn 79/40/EEG (4), inzonderheid op artikel 8, lid 2,

Gelet op Richtlijn 70/357/EEG van de Raad van 13 juli 1970 betreffende de onderlinge aanpassing van de wettelijke voorschriften der Lid-Staten inzake oxydatietegengaande stoffen waarvan het gebruik in levensmiddelen is toegestaan (5), laatstelijk gewijzigd bij Richtlijn 78/143/EEG (6), inzonderheid op artikel 5, lid 2,

Overwegende dat in deze voorschriften is bepaald dat de algemene en bijzondere zuiverheidseisen voor additieven volgens gemeenschappelijke analysemethoden dienen te worden gecontroleerd;

Overwegende dat het wenselijk is een eerste reeks methoden vast te stellen, waarvoor de studies konden worden afgesloten;

Overwegende dat de in de onderhavige richtlijn vastgestelde analysemethoden in overeenstemming zijn met het advies van het Permanent Comité voor levensmiddelen,

HEEFT DE VOLGENDE RICHTLIJN VASTGESTELD:

Artikel 1

De Lid-Staten schrijven voor dat de analysen, die noodzakelijk zijn voor de controle van de algemene of bijzondere zuiverheidseisen van bepaalde levens-

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

middelenadditieven, worden verricht volgens de methoden beschreven in bijlage II, waarvan het toepassingsgebied is vastgelegd in bijlage I.

Artikel 2

De Lid-Staten doen de nodige wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen in werking treden om uiterlijk op 20 februari 1983 aan deze richtlijn te voldoen. Zij stellen de Commissie daarvan onverwijld in kennis.

Artikel 3

Deze richtlijn is gericht tot de Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 28 juli 1981.

Voor de Commissie
Karl-Heinz NARJES
Lid van de Commissie

BIJLAGE I

TOEPASSINGSGEBIED VAN DE COMMUNAUTAIRE ANALYSEMETHODEN VOOR DE CONTROLE VAN DE ZUIVERHEIDSEISEN VOOR BEPAALDE LEVENSMIDDELENADDITIEVEN

I. INLEIDING

. . . . . .

II. KLEURSTOFFEN

II.1. Het bepalen van met diëthylether extraheerbare bestanddelen van in water oplosbare gesulfoneerde organische kleurstoffen: bijlage II, methode 1.

III. CONSERVEERMIDDELEN

III.1. Het bepalen van mierezuur, formiaten en andere oxydeerbare verontreinigingen in azijnzuur (E 260), kaliumacetaat (E 261), natriumdiacetaat (E 262) en calciumacetaat (E 263): bijlage II, methode 2.

III.2. Het bepalen van niet-vluchtige stoffen in propionzuur (E 280): bijlage II, methode 3.

III.3. Het bepalen van het massaverlies bij het drogen van natriumnitriet (E 250): bijlage II, methode 4.

III.4. De limietproef voor het bepalen van salicylzuur in de ethylester van *p*-hydroxybenzzoëzuur (E 214), in de ethylester van *p*-hydroxybenzzoëzuur-natriumverbinding (E 215), in de *p*-hydroxybenzzoëzuur-*n*-propylester (E 216), in de *p*-hydroxybenzzoëzuur-*n*-propylesternatriumverbinding (E 217), in de methylester van *p*-hydroxybenzzoëzuur (E 218) en in het natriumderivaat van de methylester van *p*-hydroxybenzzoëzuur (E 219): bijlage II, methode 5.

III.5. Het bepalen van vrij azijnzuur in natriumdiacetaat (E 262): bijlage II, methode 6.

III.6. Het bepalen van natriumacetaat in natriumdiacetaat (E 262): bijlage II, methode 7.

III.7. De limietproef voor het bepalen van aldehyden in propionzuur (E 280), in sorbinezuur (E 200) en in natrium-, kalium- en calciumsorbaat (E 201, E 202, E 203): bijlage II, methode 8.

IV. ANTIOXYDANTIA

IV.1. Het bepalen van het peroxydegetal van lecithinen (E 322): bijlage II, methode 9.

IV.2. Het bepalen van de in tolueen onoplosbare stoffen van lecithinen (E 322): bijlage II, methode 10.

IV.3. De limietproef voor het bepalen van reducerende stoffen in natrium-, kalium- en calciumlactaat (E 325, E 326, E 327): bijlage II, methode 11.

IV.4. Het bepalen van vluchtige zuren in orthofosforzuur (E 338): bijlage II, methode 12.

IV.5. De limietproef voor het bepalen van nitraten in orthofosforzuur (E 338): bijlage II, methode 13.

IV.6. Het bepalen van de in water onoplosbare stoffen van mono-, di- en trinatriumorthofosfaat en van mono-, di- en trikaliumorthofosfaat (E 339 i, E 339 ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii): bijlage II, methode 14.

V. ALGEMEEN

V.1. Het bepalen van de pH-waarde van levensmiddelenadditieven: bijlage II, methode 15.

BIJLAGE II

METHODEN VAN ONDERZOEK TER CONTROLE VAN DE ZUIVERHEIDSEISEN VOOR LEVENSMIDDELENADDITIEVEN

INLEIDING

1. **Het voorbereiden van de te analyseren waar**

1.1. *Algemeen*

De hoeveelheid het laboratorium ter onderzoek aangeboden waar dient normalerwijze 50 g te bedragen, tenzij een grotere hoeveelheid voor een specifieke bepaling vereist is.

1.2. *Het voorbereiden van het monster*

De waar dient voor het onderzoek gehomogeniseerd te worden.

1.3. *Het bewaren*

De aldus voorbereide waar dient in een luchtdicht afgesloten monsterpot te worden bewaard op zodanige wijze dat bederf wordt voorkomen.

2. **Reagentia**

2.1. *Water*

2.1.1. Onder water, bestemd voor het oplossen, verdunnen of uitwassen, wordt steeds verstaan gedestilleerd water of gedemineraliseerd water van ten minste gelijke zuiverheid.

2.1.2. Zonder nadere specificatie wordt onder „oplossing" of „verdunning" steeds verstaan „oplossing in water" of „verdunning met water".

2.2. *Chemicaliën*

Indien niet anders gespecificeerd, dienen de gebruikte chemicaliën van analytisch zuivere kwaliteit te zijn.

3. **Apparaten**

3.1. *Lijst van apparaten*

De lijst van apparaten bevat slechts apparaten voor speciale doeleinden of met speciale specificatie.

3.2. *Analytische balans*

De analytische balans is een balans met een gevoeligheid van 0,1 mg of groter.

4. **Weergave van de resultaten**

4.1. *Resultaten*

Het gerapporteerde resultaat van de analyse dient het gemiddelde te zijn van ten minste twee bepalingen, die voldoen aan de eisen van de herhaalbaarheid.

4.2. *Het berekenen van de resultaten*

Indien niet anders gespecificeerd, worden de resultaten berekend in massaprocenten (% m/m) van de aan het laboratorium ter onderzoek aangeboden waar.

4.3. *Aantal significante cijfers*

Het resultaat dient niet meer significante cijfers te bevatten dan overeenkomt met de nauwkeurigheid van de gebruikte methode van onderzoek.

METHODE 1

HET BEPALEN VAN MET DIËTHYLETHER EXTRAHEERBARE BESTANDDELEN VAN IN WATER OPLOSBARE GESULFONEERDE ORGANISCHE KLEURSTOFFEN

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van met diëthylether extraheerbare bestanddelen van in water oplosbare gesulfoneerde organische kleurstoffen die niet met een drager vermengd zijn.

2. **Definitie**

Het gehalte aan met diëthylether extraheerbare bestanddelen: het gehalte aan met diëthylether extraheerbare bestanddelen bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

De kleurstof wordt geëxtraheerd met diëthylether; het na verdampen van de ether verkregen residu wordt na drogen gewogen.

4. **Reagentia**

4.1. Diëthylether, vrij van peroxyde en gedroogd met vers gegloeid calciumchloride.

5. **Apparaten**

5.1. Soxhletapparaat met extractiekolf.

5.2. Exsiccator voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.

5.3. Analytische balans.

5.4. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een thermostaat, en ingesteld op 85 ± 2 °C.

6. **Werkwijze**

Weeg op een filtreerpapiertje tot op 10 mg nauwkeurig ongeveer 10 g van de proef. Vouw het filtreerpapiertje dicht en breng het in een extractiehuls. Sluit deze af met een prop vetvrije watten. Extraheer gedurende 6 uur met diëthylether (4.1) in het soxhletapparaat (5.1). Destilleer de ether af bij een zo laag mogelijke temperatuur. Plaats de kolf van het

soxhletapparaat met het residu in de droogstoof (5.4). Droog gedurende 20 minuten bij 85 ± 2 °C. Plaats de kolf met inhoud, afgedekt door een horlogeglas, in de exsiccator (5.2), koel af tot kamertemperatuur en weeg vervolgens de kolf en het residu. Herhaal het drogen en wegen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 0,5 mg bedraagt. Indien de massa is toegenomen, dient voor de berekening de kleinst gevonden massa te worden gebruikt.

7. **Weergave van de resultaten**

7.1. *Formule en methode van berekenen*

Het gehalte aan met diëthylether extraheerbare bestanddelen, uitgedrukt in massaprocenten van de waar, wordt berekend met de volgende formule:

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

waarin:

m_1 = de massa van de droogrest in gram,

m_0 = de massa van de ingewogen waar in gram.

7.2. *Herhaalbaarheid*

Het verschil in de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 20 mg per 100 g waar.

METHODE 2

HET BEPALEN VAN MIEREZUUR, FORMIATEN EN ANDERE OXYDEERBARE VERONTREINIGINGEN IN AZIJNZUUR (E 260), IN KALIUMACETAAT (E 261), IN CALCIUMACETAAT (E 263) EN IN NATRIUMDIACETAAT (E 262)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van mierezuur, formiaten en andere oxydeerbare verontreinigingen in:

— azijnzuur (E 260),

— kaliumacetaat (E 261),

— natriumdiacetaat (E 262),

— calciumacetaat (E 263).

2. **Definitie**

Het gehalte aan mierezuur, formiaten en andere oxydeerbare verontreinigingen: het gehalte aan mierezuur, formiaten en andere oxydeerbare verontreinigingen bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

Een oplossing van de waar wordt in alkalisch milieu behandeld met een overmaat kaliumpermanganaatoplossing, waarbij mangaandioxyde gevormd wordt. Het mangaandioxyde en de overmaat kaliumpermanganaat worden in zuur milieu jodometrisch bepaald en de concentratie aan oxydeerbare verontreinigingen berekend en uitgedrukt als mierezuur.

4. **Reagentia**

4.1. Kaliumjodide.

4.2. Kaliumpermanganaatoplossing 0,02 mol/l.

4.3. Natriumcarbonaat, watervrij.

4.4. Natriumthiosulfaatoplossing 0,1 mol/l.

4.5. Zetmeeloplossing ongeveer 1 % (m/v).

4.6. Verdund zwavelzuur: voeg 90 ml zwavelzuur (ρ_{20} = 1,84 g/ml) toe aan water en verdun met water tot 1 l.

5. **Apparaten**

5.1. Waterbad, kokend.

5.2. Analytische balans.

6. **Werkwijze**

Weeg, indien de waar uit het vrije zuur bestaat, ongeveer 10 g af tot op 10 mg nauwkeurig en verdun met 70 ml water. Voeg toe een oplossing van 10 g watervrij natriumcarbonaat (4.3) in 30 ml water. Weeg, indien de waar een zout is, ongeveer 10 g af tot op 10 mg nauwkeurig en los op in 100 ml water. Voeg toe 1 g watervrij natriumcarbonaat (4.3) en zwenk om totdat alles opgelost is. Voeg toe 20,0 ml kaliumpermanganaatoplossing (4.2) en verwarm gedurende 15 minuten op het kokende waterbad (5.1). Koel het mengsel af. Voeg toe 50 ml verdund zwavelzuur (4.6) en 0,5 g kaliumjodide (4.1). Zwenk het mengsel om totdat het neergeslagen mangaandioxyde weer in oplossing is gegaan. Titreer met de natriumthiosulfaatoplossing (4.4) totdat de oplossing een bleekgele kleur heeft aangenomen. Voeg enkele druppels zetmeeloplossing (4.5) toe en titreer tot de oplossing kleurloos is geworden.

7. **Weergave van de resultaten**

7.1. *Formule en methode van berekenen*

Het gehalte aan mierezuur, formiaten en andere oxydeerbare verontreinigingen, berekend als mierezuur en uitgedrukt in massaprocenten van de waar, wordt berekend met de volgende formule:

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

waarin:

a = de molariteit van de kaliumpermanganaatoplossing,

b = de molariteit van de natriumthiosulfaatoplossing,

m_0 = de afgewogen hoeveelheid waar in gram,

V = het volume van de bij de titratie verbruikte natriumthiosulfaatoplossing 0,1 mol/l in milliliter.

7.2. *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd in dezelfde waar onder dezelfde omstandigheden door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 5 mg per 100 g waar.

8. **Opmerkingen**

8.1. Een volume van 11,3 ml natriumthiosulfaatoplossing 0,1 mol/l komt overeen met 0,2 % mierezuur in 10 g van de waar.

8.2. Bij afwezigheid van mierezuur of formiaten zal de bij de titratie verbruikte hoeveelheid natriumthiosulfaatoplossing 20 ml bedragen. Indien in de waar meer dan 0,2 % (m/m) mierezuur aanwezig is zal de overmaat kaliumpermanganaat niet voldoende zijn en zal steeds 8 ml natriumthiosulfaatoplossing bij de titratie verbruikt worden. Herhaal in dat geval de bepaling met een kleinere ingewogen hoeveelheid waar.

METHODE 3

HET BEPALEN VAN NIET-VLUCHTIGE STOFFEN IN PROPIONZUUR (E 280)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van niet-vluchtige bestanddelen in propionzuur (E 280).

2. **Definitie**

Het gehalte aan niet-vluchtige bestanddelen: het gehalte aan niet-vluchtige bestanddelen bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

Het monster wordt verdampt en het overblijvende residu na drogen bij 103 ± 2 °C gewogen.

4. **Apparaten**

4.1. Indampschalen van kwarts of platina, voorzien van een passend deksel en met een zodanige inhoud dat zij 100 g van de te onderzoeken waar kunnen bevatten.

4.2. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een thermostaat en ingesteld op een temperatuur van 103 ± 2 °C.

4.3. Analytische balans.

4.4. Waterbad, kokend.

4.5. Exsiccator voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.

5. **Werkwijze**

Weeg tot op 0,1 g nauwkeurig in een vooraf gedroogde en gewogen indampschaal (4.1) 100 g van de waar. Verdamp het propionzuur op het kokende waterbad (4.4) in de zuurkast. Plaats na het verdampen van het propionzuur de schaal in de droogstoof (4.2) en droog gedurende 1 uur bij 103 ± 2 °C. Plaats de met het deksel afgesloten indampschaal in de exsiccator (4.5) en koel af tot kamertemperatuur. Verwijder het deksel en weeg de schaal met inhoud. Herhaal het drogen en wegen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 0,5 mg bedraagt. Indien de massa is toegenomen dient voor de berekening de kleinst gevonden massa te worden gebruikt.

6. **Weergave van de resultaten**

6.1. *Formule en methode van berekenen*

Het gehalte aan niet-vluchtige bestanddelen uitgedrukt in massaprocenten van de waar wordt berekend met de volgende formule:

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

waarin:

m_1 = de massa van het residu na het drogen in gram,

m_0 = de massa van de ingewogen waar in gram.

6.2. *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd in dezelfde waar onder dezelfde omstandigheden door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 5 mg per 100 g waar.

METHODE 4

HET BEPALEN VAN HET MASSAVERLIES BIJ HET DROGEN VAN NATRIUMNITRIET (E 250)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van het massaverlies bij het drogen van natriumnitriet (E 250).

2. **Definitie**

Het vochtgehalte van natriumnitriet: het massaverlies bij het drogen, bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

Het massaverlies bij het drogen wordt bepaald door het drogen van de waar in de droogstoof bij 103 ± 2 °C.

4. **Apparaten**

4.1. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een thermostaat en ingesteld op 103 ± 2 °C.

4.2. Glazen droogschalen met platte bodem, diameter 60-80 mm en 25 mm hoog, voorzien van een goedsluitend deksel.

4.3. Exsiccator, voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.

4.4. Analytische balans.

5. **Werkwijze**

Plaats de droogschaal (4.2) met het deksel ernaast in de droogstoof (4.1) en verwarm gedurende 1 uur bij 103 ± 2 °C. Plaats de met het deksel afgesloten schaal in de exsiccator (4.3), koel af tot kamertemperatuur en weeg. Weeg tot op 10 mg nauwkeurig ongeveer

10 g van de waar in de schaal. Verdeel de afgewogen hoeveelheid gelijkmatig over de bodem van de schaal. Plaats de schaal met het deksel ernaast in de droogstoof (4.1) en verwarm gedurende 1 uur bij 103 ± 2 °C. Plaats de schaal met het deksel erop in de exsiccator (4.3) en koel af tot kamertemperatuur. Weeg tot op 10 mg nauwkeurig. Herhaal het verwarmen, afkoelen en wegen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen niet meer dan 10 mg bedraagt. Indien de massa is toegenomen dient voor de berekening de kleinst gevonden massa te worden gebruikt.

6. **Weergave van de resultaten**

6.1. *Formule en methode van berekenen*

Bereken het massaverlies bij het drogen, uitgedrukt in massaprocenten van de waar met de formule:

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

waarin:

m_1 = de massa van de schaal + deksel in gram,

m_2 = de massa van de schaal + ingewogen waar + deksel in gram,

m_3 = de massa van de schaal + droogrest + deksel in gram.

6.2. *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd in dezelfde waar onder dezelfde omstandigheden door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 100 mg per 100 g waar.

METHODE 5

LIMIETPROEF VOOR SALICYLZUUR IN DE ETHYLESTER VAN *p*-HYDROXYBENZOËZUUR (E 214), IN DE ETHYLESTER VAN *p*-HYDROXYBENZOËZUUR-NATRIUMVERBINDING (E 215), IN DE *p*-HYDROXYBENZOËZUUR-*n*-PROPYLESTER (E 216), IN DE *p*-HYDROXYBENZOËZUUR-*n*-PROPYLESTER-NATRIUMVERBINDING (E 217), IN DE METHYLESTER VAN DE *p*-HYDROXYBENZOËZUUR (E 218) EN IN HET NATRIUMDERIVAAT VAN DE METHYLESTER VAN *p*-HYDROXYBENZOËZUUR (E 219)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van salicylzuur in de ethylester van *p*-hydroxybenzoëzuur (E 214), de *n*-propylester van *p*-hydroxybenzoëzuur (E 216), de methylester van *p*-hydroxybenzoëzuur (E 218) en in hun natriumzouten (E 215, E 217, E 219).

2. **Definitie**

Het gehalte aan salicylzuur: het gehalte aan salicylzuur bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

Salicylzuur vormt met ammoniumijzer(III)sulfaat een violette kleur. De kleurintensiteit wordt vergeleken met de kleur gevormd door een standaardoplossing.

4. **Reagentia**

4.1. Ammoniumijzer(III)sulfaatoplossing 0,2 % (m/m): los 0,2 g ammoniumijzer(III)sulfaat-dodecahydraat op in 50 ml water; voeg toe 10 ml salpeterzuur 10 % (v/v) en verdun tot 100 ml met water.

4.2. Ethanol 95 % (v/v).

4.3. Salicylzuuroplossing 0,100 g/l.

4.4. Zwavelzuur 1 mol/l.

5. **Apparaten**

5.1. Bij 50 ml gegradueerde Nessler buizen met een totaalvolume van ongeveer 60 ml.

6. **Werkwijze**

6.1. *Ethylester, n-propylester en methylester van p-hydroxybenzoëzuur.*

6.1.1. Weeg tot op 1 mg nauwkeurig 0,1 g van de waar af en los op in 10 ml ethanol 95 % (v/v) (4.2). Breng de verkregen oplossing met water kwantitatief over in de Nessler buis en vul aan tot 50 ml. Roer en voeg onder het roeren 1 ml ammoniumijzer(III)sulfaatoplossing (4.1) toe. Laat gedurende 1 minuut staan.

6.1.2. Bereid tegelijkertijd en op gelijke wijze een vergelijkingsoplossing, waarbij de 0,1 g monster vervangen wordt door 1 ml van de salicylzuuroplossing (4.3).

6.1.3. Vergelijk de kleur van de monsteroplossing met de kleur van de vergelijkingsoplossing.

6.2. *Natriumzouten van de ethyl-, n-propyl- en methylesters van p-hydroxybenzoëzuur.*

6.2.1. Herhaal de bewerking beschreven in 6.1.1, met dien verstande dat voor het verdunnen tot 50 ml de pH-waarde van de oplossing op 5 wordt ingesteld met zwavelzuur (4.4).

6.2.2. Als 6.1.2.

6.2.3. Als 6.1.3.

7. **Weergave van de resultaten**

7.1. *Interpretatie van de limietproef*

Wanneer de rood-violette kleur van de monsteroplossing intensiever is dan de kleur van de vergelijkingsoplossing, is de proef positief en bevat het monster meer dan 0,1 % salicylzuur.

7.2. *Detectiegrens*

De detectiegrens van deze bepaling ligt bij 30 mg salicylzuur per 100 g waar.

7.3. *Opmerking*

De resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd in dezelfde waar onder dezelfde omstandigheden door dezelfde analist moeten gelijk zijn.

METHODE 6

HET BEPALEN VAN VRIJ AZIJNZUUR IN NATRIUMDIACETAAT (E 262)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van vrij azijnzuur in natriumdiacetaat (E 262).

2. **Definitie**

Het azijnzuurgehalte: het azijnzuurgehalte bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

Titratie van het azijnzuur met natriumhydroxydeoplossing op fenolftaleïne als indicator.

4. **Reagentia**

4.1. Fenolftaleïne oplossing 1 % (m/v) in ethanol.

4.2. Natriumhydroxydeoplossing 1 mol/l.

5. **Apparaten**

5.1. Analytische balans.

6. **Werkwijze**

Weeg tot op 1 mg nauwkeurig 3 g van de waar af en los deze op in 50 ml water. Voeg 2 à 3 druppels fenolftaleïneoplossing (4.1) toe en titreer met de natriumhydroxydeoplossing (4.2) totdat de oplossing een rose kleur heeft aangenomen die ten minste 5 seconden blijft bestaan.

7. **Weergave van de resultaten**

7.1. *Formule en methode van berekenen*

Bereken het gehalte aan azijnzuur uitgedrukt in massaprocenten van de waar met de volgende formule:

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

waarin:

V = de bij de titratie verbruikte hoeveelheid natriumhydroxydeoplossing (4.2) in ml,

c = de molariteit van de natriumhydroxydeoplossing,

m_0 = de ingewogen hoeveelheid waar in gram.

7.2. *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 500 mg per 100 g waar.

8. **Opmerkingen**

Voor de titratie van 3,0 g van de waar zijn, indien de waar 40 % azijnzuur bevat, 20,0 ml natriumhydroxydeoplossing 1 mol/l nodig.

METHODE 7

HET BEPALEN VAN NATRIUMACETAAT IN NATRIUMDIACETAAT (E 262)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van natriumacetaat en water, uitgedrukt als natriumacetaat, in natriumdiacetaat (E 262).

2. **Definitie**

Het gehalte aan natriumacetaat: het gehalte aan natriumacetaat en water, uitgedrukt als natriumacetaat, bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

De waar wordt opgelost in azijnzuur 100 % en vervolgens getitreerd met een standaard perchloorzuuroplossing in aanwezigheid van kristalviolet als indicator.

4. **Reagentia**

4.1. Azijnzuur 100 % (ρ_{20} = 1,049 g/ml) (voor titraties in niet-waterig milieu).

4.2. Kristalvioletindicatoroplossing: een 0,2 % (m/v) oplossing van kristalviolet (CI nr. 42555) in azijnzuur 100 %.

4.3. Kaliumwaterstofftalaat, $C_8H_5KO_4$.

4.4. Azijnzuuranhydride, $(CH_3CO)_2O$.

4.5. Perchloorzuuroplossing 0,1 mol/l, in azijnzuur 100 %. Bereid en standaardiseer deze oplossing op de volgende wijze:

Weeg in een maatkolf van 1 000 ml, voorzien van een ingeslepen glazen stop, P g perchloorzuur af. Bereken de hoeveelheid P met behulp van de volgende formule:

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

waarin:

m = de concentratie van het perchloorzuur in massaprocenten (m/m), bepaald door titratie (70-72 % m/m is de meest geschikte concentratie).

Voeg ongeveer 100 ml azijnzuur 100 % toe en vervolgens onder zwenken en afkoelen een hoeveelheid Q azijnzuuranhydride in kleine porties. De hoeveelheid Q wordt berekend met de volgende formule:

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

waarin:

P = de afgewogen hoeveelheid perchloorzuur in gram,

a = de concentratie in massaprocenten van het azijnzuuranhydride.

Sluit de maatkolf af en laat 24 uur in het donker staan. Vul daarna aan met azijnzuur 100 % tot 1 000 ml. De op deze manier bereide oplossing is praktisch watervrij.

Stel de oplossing tegen kaliumwaterstofftalaat op de volgende wijze:

Weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig ongeveer 0,2 g, vooraf gedurende 2 uur op 100 °C gedroogd, kaliumwaterstofftalaat af in een conische kolf. Voeg toe 25,0 ml azijnzuur 10 % en los op onder zacht verwarmen. Koel af tot kamertemperatuur, voeg toe 2 druppels 0,2 % kristalvioletoplossing (4.2) en titreer met de perchloorzuuroplossing totdat de kleur van de indicator omslaat naar zwakgroen. Voer een blancotitratie uit met dezelfde hoeveelheid oplosmiddel en verminder de waarde gevonden bij de bepaling met de waarde van de blanco. 20,42 mg kaliumwaterstofftalaat zijn equivalent met 1 ml perchloorzuuroplossing 0,1 mol/l.

5. **Apparaten**

5.1. Analytische balans.

6. **Werkwijze**

Weeg tot op 0,5 mg nauwkeurig ongeveer 0,2 g van de waar af en los op in 50 ml azijnzuur 100 % (4.1). Voeg enkele druppels kristalvioletindicatoroplossing (4.2) toe en titreer tot kleuromslag naar zwak groen met perchloorzuuroplossing (4.5).

7. **Weergave van de resultaten**

7.1. *Formule en methode van berekenen*

Bereken het gehalte aan natriumacetaat, zoals beschreven onder 2, uitgedrukt in massaprocenten van de waar, met de formule:

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

waarin:

V = de bij de titratie verbruikte hoeveelheid perchloorzuuroplossing (4.5) in milliliter,

c = de molariteit van de perchloorzuuroplossing (4.5),

m_0 = de afgewogen hoeveelheid waar in gram.

7.2. **Herhaalbaarheid**

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 1,5 g per 100 g waar.

8. **Opmerkingen**

Daar de bij deze bepaling gebruikte reagentia òf toxisch òf explosief zijn, is voorzichtig manipuleren een vereiste.

METHODE 8

DE LIMIETPROEF VOOR HET BEPALEN VAN ALDEHYDEN IN SORBINEZUUR (E 200) EN DE NATRIUM-, KALIUM- EN CALCIUMSORBATEN (E 201, E 202, E 203) EN IN PROPIONZUUR (E 280)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van aldehyden, uitgedrukt als formaldehyde, in sorbinezuur (E 200) en de natrium-, kalium- en calciumsorbaten (E 201, E 202, E 203) en in propionzuur (E 280).

2. **Definitie**

Het gehalte aan aldehyde: het gehalte aan aldehyden, uitgedrukt als formaldehyde, bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

De aldehyden in de monsteroplossing en de formaldehyde in de vergelijkingsoplossing reageren met Schiff's reagens onder vorming van roodgekleurde complexen, waarvan de kleurintensiteit vergeleken wordt.

4. **Reagentia**

4.1. Formaldehydevergelijkingsoplossing 0,01 mg/ml. Bereid deze oplossing door verdunnen van geconcentreerde formaldehydeoplossing (400 mg/ml).

4.2. Schiff's reagens.

5. **Werkwijze**

5.1. Weeg tot op 1 mg nauwkeurig 1 g van de waar af in een conische kolf. Voeg 100 ml water toe en schud. Filtreer, indien nodig, en voeg aan 1 ml van de oplossing of het filtraat 1 ml Schiff's reagens (4.2) toe. Voeg tegelijkertijd aan 1 ml formaldehydevergelijkingsoplossing (4.1) 1 ml Schiff's reagens (4.2) toe.

5.2. Vergelijk na 30 minuten de kleur van de monsteroplossing met de kleur van de vergelijkingsoplossing.

6. **Weergave van de resultaten**

6.1. *Interpretatie van de limietproef*

Indien de rode kleur van de monsteroplossing intensiever is dan de kleur van de vergelijkingsoplossing, is de limietproef positief en bevat het monster meer dan 0,1 % aldehyde uitgedrukt als formaldehyde.

6.2. *Detectiegrens*

De detectiegrens van deze bepaling ligt bij 30 mg formaldehyde per 100 g waar.

6.3. *Opmerkingen*

De resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist moeten gelijk zijn.

METHODE 9

HET BEPALEN VAN HET PEROXYDEGETAL VAN LECITHINEN (E 322)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van het peroxydegetal van lecithine (E 322).

2. **Definitie**

Het peroxydegetal: het resultaat verkregen met de in dit voorschrift beschreven bepaling.

3. **Beginsel**

Kaliumjodide wordt onder bepaalde reactieomstandigheden geoxydeerd door de in lecithine aanwezige peroxyden onder vorming van vrij jodium. Het gevormde jodium wordt bepaald door titratie met natriumthiosulfaatoplossing.

4. **Reagentia**

4.1. Azijnzuur 100 %.

4.2. Chloroform.

4.3. Kaliumjodide.

4.4. Natriumthiosulfaatoplossing 0,1 mol/l of 0,01 mol/l.

4.5. Zetmeeloplossing, ongeveer 1 % (m/v).

5. **Apparaten**

5.1. Analytische balans.

5.2. Het apparaat afgebeeld in de figuur bestaande uit:

5.2.1. Rondbodemkolf van 100 ml.

5.2.2. Terugvloeikoeler.

5.2.3. Glazen buis, lengte 250 mm en een inwendige diameter van 22 mm, voorzien van slijpstukken.

5.2.4. Bekerglaasje, uitwendige diameter 20 mm en 35-50 mm hoog (zie figuur).

6. **Werkwijze**

6.1. Breng 10 ml azijnzuur (4.1) en 10 ml chloroform (4.2) in de kolf (5.2.1). Plaats de glasbuis (5.2.3) en de terugvloeikoeler (5.2.2) op de kolf en kook zacht gedurende 2 minuten om de lucht te verdrijven.

Los 1 g kaliumjodide (4.3) op in 1,3 ml water en voeg deze oplossing toe aan de inhoud van de kolf (5.2.1) er zorg voor dragend dat de vloeistof aan de kook blijft.

Onstaat er tijdens deze bewerking een gele kleur, dan dient de bepaling afgebroken en herhaald te worden met vers bereide reagentia.

6.2. Weeg tot op 1 mg nauwkeurig ongeveer 1 g van de waar af en voeg deze hoeveelheid na nogmaals 2 minuten koken aan de inhoud van de kolf (5.2.1) toe, er zorg voor dragend dat de vloeistof aan de kook blijft. Het monster wordt afgewogen in het bekerglaasje (5.2.4) en aan de inhoud van de kolf toegevoegd door het bekerglaasje met een daartoe geschikte glasstaaf via de buis (5.2.3) in de kolf te brengen. (Zie figuur). De terugvloeikoeler (5.2.2) kan hiertoe korte tijd verwijderd worden.

Kook gedurende 3 à 4 minuten. Beëindig het verhitten en verwijder onmiddellijk de terugvloeikoeler (5.2.2). Voeg snel 50 ml water via de glazen buis (5.2.3) toe, verwijder de glazen buis en koel de kolf (5.2.1) met inhoud tot kamertemperatuur onder stromend water.

Titreer de inhoud van de kolf met de natriumthiosulfaatoplossing 0,1 of 0,01 mol/l (4.4) totdat de waterige laag bleekgeel gekleurd is. Voeg 1 ml zetmeeloplossing (4.5) toe en titreer totdat de kleur van blauw naar kleurloos omslaat. Schud gedurende de titratie de kolf krachtig ten einde een volledige extractie van de jodium uit de niet-waterige laag te bewerkstelligen.

6.3. Voer een blancobepaling uit door 6.1 en 6.2 te herhalen zonder toevoeging van het monster.

7. **Weergave van de resultaten**

7.1. *Formule en methode van berekenen*

Bereken het peroxydegetal van de waar, uitgedrukt in milli-equivalent per kg met de formule:

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

waarin:

V_1 = de bij de titratie van het monster verbruikte hoeveelheid natriumthiosulfaatoplossing in milliliter (6.2),

V_2 = de bij de titratie van de blanco verbruikte hoeveelheid natriumthiosulfaatoplossing in milliliter (6.3),

a = de concentratie van de natriumthiosulfaatoplossing in mol/liter,

m_0 = de afgewogen hoeveelheid waar in gram.

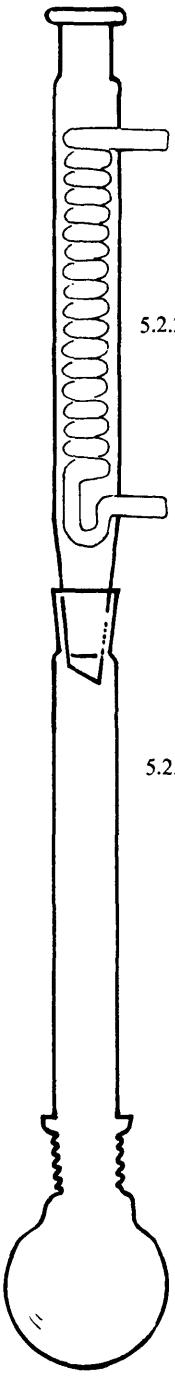
7.2. *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 0,5 uitgedrukt als peroxydegetal in milli-equivalent per kg waar.

8. **Opmerkingen**

8.1. De te kiezen concentratie van de natriumthiosulfaatoplossing hangt af van de te titreren hoeveelheid jodium. Indien minder dan 0,5 ml natriumthiosulfaatoplossing 0,1 mol/l wordt verbruikt, dient de bepaling herhaald te worden met natriumthiosulfaatoplossing 0,01 mol/l.

8.2. Voer de bepaling uit onder uitsluiting van zoveel mogelijk licht.



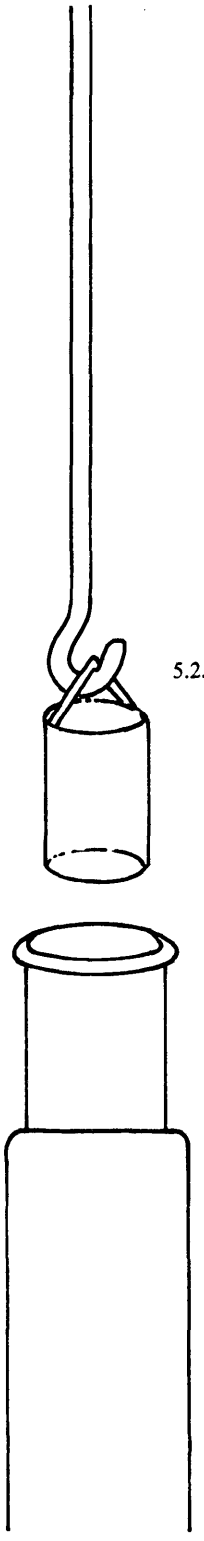
5.2.2. Terugvloeikoeler

5.2.3. Glazen buis

— lengte: 250 mm

— inwendige diameter: 22 mm

5.2.1. Rondbodemkolf
100 ml



5.2.4. Bekerglaasje

— uitwendige diameter: 20 mm

— hoogte: 35-50 mm

Apparaat voor het bepalen van het peroxydegetal van lecithine

METHODE 10

HET BEPALEN VAN DE IN TOLUEEN ONOPLOSBARE STOFFEN VAN LECITHINEN (E 322)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van onoplosbare bestanddelen van lecithine (E 322).

2. **Definitie**

Het gehalte aan in tolueen onoplosbare bestanddelen: het gehalte aan in tolueen onoplosbare bestanddelen bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

De waar wordt opgelost in tolueen en de oplossing gefiltreerd. Het op het filter achterblijvende residu wordt gedroogd en gewogen.

4. **Reagentia**

4.1. Tolueen.

5. **Apparaten**

5.1. Glazen filterkroezen, 30 ml inhoud en met een porositeit G 3 of gelijkwaardig.

5.2. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een thermostaat, en ingesteld op 103 ± 2 °C.

5.3. Waterbad, ingesteld op een temperatuur van 60 °C.

5.4. Exsiccator, voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.

5.5. Conische kolven, inhoud 500 ml.

5.6. Vacuümpomp.

5.7. Analytische balans.

6. **Werkwijze**

6.1. Plaats de filterkroes (5.1) gedurende een half uur in de droogstoof (5.2) bij 103 ± 2 °C. Plaats de filterkroes vervolgens in de exsiccator (5.4) en koel af tot kamertemperatuur en weeg.

6.2. Homogeniseer de waar, indien nodig onder verwarming op het waterbad (5.3). Weeg tot op 1 mg nauwkeurig ongeveer 10 g van de gehomogeniseerde waar af in de conische kolf (5.5). Voeg toe 100 ml tolueen (4.1) en schud het mengsel totdat de lecithine is opgelost. Filtreer de oplossing onder vacuüm door de filterkroes (5.1). Spoel de kolf (5.5) uit met 25 ml tolueen en filtreer door de filterkroes (5.1). Herhaal deze bewerking nogmaals met 25 ml tolueen. Verwijder de tolueen zo veel mogelijk uit de filterkroes (5.1) door sterk af te zuigen.

6.3. Plaats de filterkroes (5.1) gedurende 2 uur in de droogstoof (5.2) bij 103 ± 2 °C. Koel af tot kamertemperatuur in de exsiccator (5.4) en weeg.

6.4. Herhaal 6.3 totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 0,5 mg bedraagt. Indien de massa is toegenomen dient voor de berekening de kleinst gevonden massa te worden gebruikt.

7. **Weergave van de resultaten**

7.1. *Formule en methode van berekenen*

Bereken het gehalte aan in tolueen onoplosbare bestanddelen, uitgedrukt in massaprocenten, met de formule:

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

waarin:

m_1 = de massa van de lege filterkroes (6.1) in gram,

m_2 = de massa van de filterkroes + inhoud (6.4) in gram,

m_0 = de afgewogen hoeveelheid waar in gram.

7.2. *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 30 mg/100 g waar.

METHODE 11

DE LIMIETPROEF VOOR HET BEPALEN VAN REDUCERENDE STOFFEN IN NATRIUM-, KALIUM- EN CALCIUMLACTAAT (E 325, E 326, E 327)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient om de eventuele aanwezigheid van reducerende bestanddelen in natriumlactaat (E 325), kaliumlactaat (E 326) en calciumlactaat (E 327) vast te stellen.

2. **Definitie**

Limietproef voor de reductie van Fehling's oplossing: de reactie van het monster met Fehling's oplossing onder de in dit voorschrift beschreven omstandigheden.

3. **Beginsel**

Fehling's oplossing wordt door reducerende stoffen gereduceerd. Meestal wordt de reductie veroorzaakt door reducerende suikers.

4. **Reagentia**

4.1. Fehling's oplossing A: los 6,93 g kopersulfaat-pentahydraat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) op in water en vul aan tot 100 ml.

4.2. Fehling's oplossing B: los 34,6 g kaliumnatriumtartraat-tetrahydraat ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) en 10 g natriumhydroxyde op in water en vul aan tot 100 ml.

5. **Werkwijze**

Weeg tot op 1 mg nauwkeurig 1 g van de waar af en los op in 10 ml warm water. Voeg aan deze oplossing toe 2 ml Fehling's oplossing A (4.1) en 2 ml Fehling's oplossing B (4.2). Kook het mengsel gedurende 1 minuut. Neem waar of een kleurverandering optreedt. Een eventueel gevormde neerslag van calciumsulfaat stoort de reactie niet.

6. **Weergave van de resultaten**

6.1. *Interpretatie van de limietproef*

Indien er na koken een kleurverandering optreedt is de limietproef positief en zijn in het monster gereduceerde bestanddelen aanwezig.

6.2. *Detectiegrens*

De detectiegrens voor reducerende stoffen die reageren als glucose ligt bij 100 mg/100 g waar.

6.3. *Opmerkingen*

6.3.1. De resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist moeten gelijk zijn.

6.3.2. Bij aanwezigheid van 2 % glucose wordt de Fehling's oplossing volledig gereduceerd.

METHODE 12

HET BEPALEN VAN VLUCHTIGE ZUREN IN ORTHOFOSFORZUUR (E 338)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van het gehalte aan vluchtige zuren, uitgedrukt als azijnzuur, in orthofosforzuur (E 338).

2. **Definitie**

Het gehalte aan vluchtige zuren: het gehalte aan vluchtige zuren, uitgedrukt als azijnzuur, bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

Aan het orthofosforzuur wordt water toegevoegd en de verkregen oplossing wordt gedestilleerd. De in het destillaat aanwezige zuren worden bepaald door titratie met natriumhydroxydeoplossing en berekend als azijnzuur.

4. **Reagentia**

4.1. Fenolftaleïneoplossing, 1 % m/v in ethanol.

4.2. Natriumhydroxydeoplossing, 0,01 mol/l.

5. **Apparaten**

5.1. Destillatieapparaat, voorzien van een spatbol.

6. **Werkwijze**

Weeg tot op 50 mg nauwkeurig ongeveer 60 g orthofosforzuur af. Breng de afgewogen hoeveelheid met behulp van 75 ml vers uitgekookt koud water over in de kolf van het destillatieapparaat (5.1). Meng en destilleer totdat 50 ml destillaat verkregen is. Voeg aan het destillaat enkele druppels fenolftaleïneoplossing (4.1) toe en titreer met de natriumhydroxydeoplossing (4.2) tot een rose kleur die 10 seconden blijft bestaan.

7. **Weergave van de resultaten**

7.1. *Formule en methode van berekenen*

Bereken het gehalte aan vluchtige zuren uitgedrukt in mg azijnzuur per kg waar met de formule:

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

waarin:

V = de bij titratie verbruikte hoeveelheid natriumhydroxydeoplossing 0,01 mol/l in milliliter.

m_0 = de afgewogen hoeveelheid orthofosforzuur in gram.

7.2. *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 1 mg/kg waar.

METHODE 13

DE LIMIETPROEF VOOR HET BEPALEN VAN NITRATEN IN ORTHOFOSFORZUUR (E 338)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient om de eventuele aanwezigheid van nitraat in fosforzuur (E 338) vast te stellen.

2. **Definitie**

De limietproef voor nitraat: het vaststellen van de aanwezigheid van nitraat volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

Het ontkleuren van indigokarmijn door oxyderende stoffen waaronder nitraten in zwavelzuurhoudend milieu.

4. **Reagentia**

4.1. Indigokarmijnoplossing 0,18 % (m/v): los 0,18 g natriumindigotinesulfonaat op in water en vul aan tot 100 ml.

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

4.3. Geconcentreerd zwavelzuur, ρ_{20} = 1,84 g/ml.

5. **Werkwijze**

Verdun 2,0 ml van de waar tot 10 ml met de natriumchlorideoplossing (4.2). Voeg toe 0,1 ml indigokarmijnoplossing (4.1) en voorzichtig onder afkoelen 10 ml geconcentreerd zwavelzuur (4.3). Beoordeel de kleur na 5 minuten.

6. **Weergave van de resultaten**

6.1. *Interpretatie van limietproef*

De proef is positief indien de blauwe kleur, binnen 5 minuten volledig verdwijnt. Het verdwijnen van de blauwe kleur binnen 5 minuten geeft aan dat het gehalte aan oxyderende stoffen uitgedrukt als natriumnitraat groter is dan 5 mg/kg waar.

6.2. *Opmerkingen*

6.2.1. Voer een blanco test uit.

6.2.2. De resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussenpozen uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist moeten gelijk zijn.

6.2.3. De indigokarmijnoplossing mag niet gebruikt worden indien zij meer dan 60 dagen oud is.

6.2.4. Indien de reactie positief is kan de waar nitraat bevatten en moet een verder onderzoek uitgevoerd worden volgens de ISO 3709-1976 „Fosforzuur voor industrieel gebruik (inclusief levensmiddelindustrieën). Het bepalen van het gehalte aan stikstofoxyden door middel van de 3,4-xylenol spectrofotometrische methode".

METHODE 14

HET BEPALEN VAN DE IN WATER ONOPLOSBARE STOFFEN VAN MONO-, DI- EN TRINATRIUMORTHOFOSFAAT EN VAN MONO-, DI- EN TRIKALIUMORTHOFOSFAAT (E 339 i, E 339 ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii)

1. **Doel en gebied van toepassing**

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor de bepaling van in water onoplosbare bestanddelen in:

— mononatriumorthofosfaat (E 339 i),

— dinatriumorthofosfaat (E 339 ii),

— trinatriumorthofosfaat (E 339 iii),

— monokaliumorthofosfaat (E 340 i),

— dikaliumorthofosfaat (E 340 ii),

— trikaliumorthofosfaat (E 340 iii).

2. **Definitie**

Het gehalte aan in water onoplosbare bestanddelen: het gehalte aan in water onoplosbare bestanddelen bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

De waar wordt opgelost in water en de oplossing gefiltreerd door een gesinterde porceleinen filterkroes. Na uitwassen en drogen wordt het residu gewogen en berekend als in water onoplosbare bestanddelen.

4. **Apparaten**

4.1. Gesinterde porceleinen filterkroes, porositeit G 3 of gelijkwaardig.

4.2. Exsiccator, voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.

4.3. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een thermostaat en ingesteld op 103 ± 2 °C.

4.4. Bekerglas van polypropyleen, inhoud 400 ml.

4.5. Waterbad, kokend.

5. **Werkwijze**

Weeg tot op 10 mg nauwkeurig ongeveer 10 g van de waar van fosfaat af in de polypropyleenbeker (4.4) en los op in 100 ml heet water. Laat gedurende 15 minuten op het kokende waterbad (4.5) staan. Filtreer de oplossing door de vooraf gedroogde en gewogen filterkroes (4.1). Was het onoplosbare residu met heet water uit. Plaats de filterkroes met inhoud gedurende 2 uur in de droogstoof (4.3) bij 103 ± 2 °C.

Koel af tot kamertemperatuur in de exsiccator (4.2) en weeg. Herhaal het drogen, koelen en wegen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 0,5 mg bedraagt. Indien de massa is toegenomen dient voor de berekening de kleinst gevonden massa te worden gebruikt.

6. **Weergave van de resultaten**

6.1. *Formule en methode van berekenen*

Bereken het gehalte aan in water onoplosbare bestanddelen uitgedrukt in massaprocenten van de waar met de formule:

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

waarin:

m_1 = de massa van het gedroogde residu in gram,

m_0 = de afgewogen hoeveelheid waar in gram.

6.2. *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 10 mg per 100 g waar.

METHODE 15

HET BEPALEN VAN DE pH-WAARDE VAN LEVENSMIDDELENADDITIEVEN

1. **Doel en gebied van toepassing**

Dit voorschrift beschrijft een algemene richtlijn voor het bepalen van de pH-waarde van levensmiddelenhulpstoffen.

2. **Definitie**

De pH-waarde van een levensmiddelenhulpstof: de pH-waarde bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. **Beginsel**

De pH-waarde van een waterige oplossing of een waterige suspensie van de waar wordt bepaald met behulp van een glaselektrode, referentie-elektrode en een pH-meter.

4. **Reagentia**

4.1. Gebruik om het instrument te ijken de volgende oplossingen:

4.1.1. Bufferoplossing, pH 6,88 bij 20 °C: meng gelijke volumina van een oplossing van kaliumdiwaterstoffosfaat (KH_2PO_4) 0,05 mol/l en een oplossing van dinatriumwaterstoffosfaat-dihydraat ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$) 0,05 mol/l.

4.1.2. Bufferoplossing, pH 4,00 bij 20 °C: een oplossing van kaliumwaterstofftalaat ($C_8H_5KO_4$) 0,05 mol/l.

4.1.3. Bufferoplossing, pH 9,22 bij 20 °C: een oplossing van natriumtetraboraat-dekahydraat, ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) 0,05 mol/l.

4.2. Verzadigde of 3 mol/l oplossing van kaliumchloride (KCl), voor het vullen van de referentie-elektrode of een andere geschikte oplossing voorgeschreven door de fabrikant van de elektrode.

4.3. Gedestilleerd water, koolzuurvrij, met een pH tussen 5 en 6.

5. **Apparaten**

5.1. pH-meter, nauwkeurig tot op 0,01 pH-eenheid.

5.2. Elektroden: glaselektroden en referentie-elektroden al of niet gecombineerd en geschikte elektrodeklemmen.

5.3. Magneetroerder met verwarmingsinrichting.

5.4. Thermometer met een schaalverdeling van 0 tot 100 °C.

6. **Werkwijze**

6.1. *Het ijken van de pH-meter*

Volg voor het gebruik van de elektroden de aanwijzingen van de fabrikant. De afgelezen pH-waarden dienen regelmatig te worden gecontroleerd door vergelijking met bufferoplossing van bekende pH-waarde. De elektroden dienen alvorens een meting uit te voeren of met water afgespoeld en daarna afgewist te worden met een zachte „tissue" of met water en vervolgens tweemaal met de te meten oplossing afgespoeld te worden.

Indien de te onderzoeken oplossing een zure pH vertoont dient de controle van de pH-aflezing te geschieden met de bufferoplossing, pH 4,00 (4.1.2) en de bufferoplossing, pH 6,88 (4.1.1). Vertoont de oplossing een alkalische reactie dan dient de controle van de pH-aflezing te geschieden met de bufferoplossing, pH 9,22 (4.1.3) en de bufferoplossing, pH 6,88 (4.1.1).

6.2. *Het meten van de oplossing van de waar*

De te gebruiken concentratie van de waar of de wijze van de bereiding van de te meten oplossing dient te geschieden op de wijze zoals voorgeschreven in de betreffende communautaire richtlijn inzake levensmiddelenhulpstoffen.

Bereid de meetoplossing op de voorgeschreven wijze waarbij gebruik gemaakt wordt van water als bedoeld onder 4.3 en stel onder roeren de temperatuur in op 20 °C. Staak het roeren, plaats de elektroden (5.2) in de oplossing en lees na 2 minuten de pH-waarde op de pH-meter (5.1) af.

7. **Weergave van de resultaten**

7.1. *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 0,05 pH-eenheid.

8. **Opmerkingen**

Deze methode is alleen toepasbaar bij die pH-eisen in de betreffende communautaire richtlijn voor levensmiddelenhulpstoffen, waarbij de hulpstof wordt opgelost of gesuspendeerd in water.