II

(Πράξεις, γιά τήν ἰσχύ τῶν ὁποίων δέν ἀπαιτεῖται δημοσίευση)

ΕΠΙΤΡΟΠΗ

ΠΡΩΤΗ ΟΔΗΓΙΑ ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

τῆς 28ης Ἰουλίου 1981

περί καθορισμοῦ τῶν κοινοτικῶν μεθόδων ἀναλύσεως γιά τόν ἔλεγχο τῶν κριτηρίων καθαρότητας ὁρισμένων πρόσθετων ὑλῶν πού χρησιμοποιοῦνται στά τρόφιμα

(81/712/ΕΟΚ)

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Ἔχοντας ὑπόψη,

τή συνθήκη περί ἱδρύσεως τῆς Εὐρωπαϊκῆς Οἰκονομικῆς Κοινότητος,

τήν ὁδηγία τοῦ Συμβουλίου τῆς 23ης Ὀκτωβρίου 1962 περί προσεγγίσεως τῶν νομοθεσιῶν τῶν Κρατῶν μελῶν σχετικά μέ τίς χρωστικές ὕλες πού ἐπιτρέπεται νά χρησιμοποιοῦνται στά τρόφιμα [1], ὅπως τροποποιήθηκε τελευταῖα ἀπό τήν ὁδηγία 78/144/ΕΟΚ [2], καί ἰδίως τό ἄρθρο 11 παράγραφος 2,

τήν ὁδηγία 64/54/ΕΟΚ τοῦ Συμβουλίου τῆς 5ης Νοεμβρίου 1963 περί προσεγγίσεως τῶν νομοθεσιῶν τῶν Κρατῶν μελῶν σχετικά μέ τά συντηρητικά πού ἐπιτρέπεται νά χρησιμοποιοῦνται στά τρόφιμα [3], ὅπως τροποποιήθηκε τελευταῖα ἀπό τήν ὁδηγία 79/40/ΕΟΚ [4], καί ἰδίως τό ἄρθρο 8 παράγραφος 2,

τήν ὁδηγία 70/357/ΕΟΚ τοῦ Συμβουλίου τῆς 13ης Ἰουλίου 1970 περί προσεγγίσεως τῶν νομοθεσιῶν τῶν Κρατῶν μελῶν σχετικά μέ τίς οὐσίες πού ἔχουν ἀντιοξειδωτικά ἀποτελέσματα καί ἐπιτρέπεται νά χρησιμοποιοῦνται στά τρόφιμα [5], ὅπως τροποποιήθηκε τελευταῖα ἀπό τήν ὁδηγία 78/143/ΕΟΚ [6], καί ἰδίως τό ἄρθρο 5 παράγραφος 2,

Ἐκτιμώντας:

ὅτι οἱ διατάξεις αὐτές προβλέπουν ὅτι τά γενικά καί εἰδικά κριτήρια καθαρότητας τῶν ἐν λόγω πρόσθετων ὑλῶν ἐλέγχονται βάσει κοινοτικῶν μεθόδων ἀναλύσεως·

ὅτι πρέπει νά ἐκδοθεῖ μία πρώτη σειρά μεθόδων τῶν ὁποίων ἔληξε ἡ μελέτη·

ὅτι οἱ μέθοδοι ἀναλύσεως τῆς παρούσας ὁδηγίας συμφωνοῦν μέ τή γνώμη τῆς Μόνιμης Ἐπιτροπῆς Τροφίμων,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΗΝ ΠΑΡΟΥΣΑ ΟΔΗΓΙΑ:

Ἄρθρο 1

Τά Κράτη μέλη ἐπιβάλλουν τή χρήση τῶν μεθόδων πού περιγράφονται στό παράρτημα ΙΙ καί ὑπάγονται στό πεδίο ἐφαρμογῆς τοῦ παραρτήματος Ι τῆς παρούσας ὁδηγίας, γιά τίς ἀναλύσεις πού εἶναι

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

ἀναγκαῖες γιά τόν ἔλεγχο τῶν γενικῶν καί εἰδικῶν κριτηρίων καθαρότητας ὁρισμένων πρόσθετων ὑλῶν.

Ἄρθρο 2

Τά Κράτη μέλη θέτουν σέ ἰσχύ τίς ἀναγκαῖες νομοθετικές, κανονιστικές καί διοικητικές διατάξεις προκειμένου νά συμμορφωθοῦν πρός τήν παρούσα ὁδηγία τό ἀργότερο στίς 20 Φεβρουαρίου 1983 καί ἐνημερώνουν ἀμέσως περί αὐτοῦ τήν Ἐπιτροπή.

Ἄρθρο 3

Ἡ παρούσα ὁδηγία ἀπευθύνεται στά Κράτη μέλη.

Ἔγινε στίς Βρυξέλλες, στίς 28 Ἰουλίου 1981.

Γιά τήν Ἐπιτροπή
Karl-Heinz NARJES
Μέλος τῆς Ἐπιτροπῆς

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ ΤΩΝ ΚΟΙΝΟΤΙΚΩΝ ΜΕΘΟΔΩΝ ΑΝΑΛΥΣΕΩΣ ΓΙΑ ΤΟΝ ΕΛΕΓΧΟ ΤΩΝ ΚΡΙΤΗΡΙΩΝ ΚΑΘΑΡΟΤΗΤΑΣ ΟΡΙΣΜΕΝΩΝ ΠΡΟΣΘΕΤΩΝ ΥΛΩΝ ΠΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΟΥΝΤΑΙ ΣΤΑ ΤΡΟΦΙΜΑ

I. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

.....

II. ΧΡΩΣΤΙΚΕΣ ΥΛΕΣ

II.1. Προσδιορισμός τῶν οὐσιῶν πού μποροῦν νά ληφθοῦν κατόπιν ἐκχυλίσεως μέ διαιθυλικό αἰθέρα ἀπό τίς διαλυτές στό νερό ὀργανοσουλφονικές χρωστικές ὕλες πού χρησιμοποιοῦνται στά τρόφιμα. Παράρτημα II, μέθοδος 1.

III. ΣΥΝΤΗΡΗΤΙΚΑ

III.1. Προσδιορισμός τοῦ μυρμηκικοῦ ὀξέος, τῶν μυρμηκικῶν ἁλάτων καί ἄλλων ὀξειδούμενων προσμίξεων ἐντός τοῦ ὀξικοῦ ὀξέος (Ε 260), τοῦ ὀξικοῦ καλίου (Ε 261), τοῦ διοξικοῦ νατρίου (Ε 262) καί τοῦ ὀξικοῦ ἀσβεστίου (Ε 263). Παράρτημα II, μέθοδος 2.

III.2. Προσδιορισμός τῶν μή πτητικῶν οὐσιῶν ἐντός τοῦ προπιονικοῦ ὀξέος (Ε 280). Παράρτημα II, μέθοδος 3.

III.3. Προσδιορισμός τῆς ἀπώλειας μάζας κατά τήν ξήρανση τοῦ νιτρώδους νατρίου (Ε 250). Παράρτημα II, μέθοδος 4.

III.4. Ἀνίχνευση τοῦ σαλικυλικοῦ ὀξέος ἐντός τοῦ *π*-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ αἰθυλεστέρα (Ε 214), τοῦ μετά νατρίου παραγώγου τοῦ *π*-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ αἰθυλεστέρα (Ε 215), τοῦ *π*-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ προπυλεστέρα-*κ* (Ε 216), τοῦ μετά νατρίου παραγώγου τοῦ *π*-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ προπυλεστέρα-*κ* (Ε 217), τοῦ *π*-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ μεθυλεστέρα (Ε 218) καί τοῦ μετά νατρίου παραγώγου τοῦ *π*-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ μεθυλεστέρα (Ε 219). Παράρτημα II, μέθοδος 5.

III.5. Προσδιορισμός τοῦ ἐλεύθερου ὀξικοῦ ὀξέος ἐντός τοῦ διοξικοῦ νατρίου (Ε 262). Παράρτημα II, μέθοδος 6.

III.6. Προσδιορισμός τοῦ ὀξικοῦ νατρίου ἐντός τοῦ διοξικοῦ νατρίου (Ε 262). Παράρτημα II, μέθοδος 7.

III.7. Ἀνίχνευση τῶν ἀλδεϋδῶν ἐντός τοῦ σορβικοῦ ὀξέος (Ε 200), τῶν μετά νατρίου, καλίου ἤ ἀσβεστίου σορβικῶν ἁλάτων (Ε 201, Ε 202, Ε 203) καί τοῦ προπιονικοῦ ὀξέος (Ε 280). Παράρτημα II, μέθοδος 8.

IV. ΜΕΣΑ ΜΕ ΑΝΤΙΟΞΕΙΔΩΤΙΚΑ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

IV.1. Προσδιορισμός τοῦ δείκτου ὁμάδων τῶν ὑπεροξειδίων τῶν λεκιθινῶν (Ε 322). Παράρτημα II, μέθοδος 9.

IV.2. Προσδιορισμός τῆς περιεκτικότητος τῶν λεκιθινῶν (Ε 322) σέ ἀδιάλυτες στό τολουόλιο οὐσίες. Παράρτημα II, μέθοδος 10.

IV.3. Ἀνίχνευση τῶν ἀναγωγικῶν οὐσιῶν ἐντός τῶν γαλακτικῶν ἁλάτων νατρίου, καλίου καί ἀσβεστίου (Ε 325, Ε 326, Ε 327). Παράρτημα II, μέθοδος 11.

IV.4. Προσδιορισμός τῶν πτητικῶν ὀξέων ἐντός τοῦ ὀρθοφωσφορικοῦ ὀξέος (Ε 338). Παράρτημα II, μέθοδος 12.

IV.5. 'Ανίχνευση τῶν νιτρικῶν ἁλάτων ἐντός τοῦ ὀρθοφωσφορικοῦ ὀξέος (Ε 338). Παράρτημα II, μέθοδος 13.

IV.6. Προσδιορισμός τῶν ἀδιάλυτων στό νερό οὐσιῶν πού ἐμφανίζονται ἐντός τῶν ὀρθοφωσφορικῶν ἁλάτων: δισόξινο φωσφορικό νάτριο, μονόξινο φωσφορικό νάτριο, φωσφορικό νάτριο, διόξινο φωσφορικό κάλιο, μονόξινο φωσφορικό κάλιο καί φωσφορικό κάλιο (Ε 339(i), Ε 339(ii), Ε 339(iii), Ε 340(i), Ε 340(ii), Ε 340(iii). Παράρτημα II, μέθοδος 14.

V. ΓΕΝΙΚΟΤΗΤΕΣ

V.1. Προσδιορισμός τοῦ pH τῶν πρόσθετων στά τρόφιμα ὑλῶν. Παράρτημα II, μέθοδος 15.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

ΜΕΘΟΔΟΙ ΑΝΑΛΥΣΕΩΣ ΣΧΕΤΙΚΗΣ ΜΕ ΤΑ ΚΡΙΤΗΡΙΑ ΚΑΘΑΡΟΤΗΤΑΣ ΤΩΝ ΠΡΟΣΘΕΤΩΝ ΥΛΩΝ

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

1. **Προετοιμασία τοῦ δείγματος**

1.1. *Γενικότητες*

Ἡ μάζα τοῦ ἐργαστηριακοῦ δείγματος, πού προορίζεται γιά ἀνάλυση, πρέπει κανονικά νά εἶναι ἴση πρός 50 g ἐκτός ἄν, γιά κάποιο εἰδικό προσδιορισμό, ἀπαιτεῖται σημαντικότερη ποσότητα.

1.2. *Προετοιμασία τοῦ δείγματος*

Τό δεῖγμα πρέπει νά ὁμογενοποιηθεῖ πρίν ἀπό τήν ἀνάλυση.

1.3. *Διατήρηση*

Τό δεῖγμα ἀφοῦ ἑτοιμαστεῖ σύμφωνα μέ τά ἀνωτέρω, διατηρεῖται πάντοτε σέ ἐρμητικά κλεισμένο δοχεῖο, γιά νά ἀποφευχθεῖ κάθε ἀλλοίωση.

2. **Ἀντιδραστήρια**

2.1. *Νερό*

2.1.1. Κάθε φορά πού ἀναφέρεται ἡ λέξη νερό γιά τά διαλύματα, τίς ἀραιώσεις ἤ τίς ἐκπλύσεις, πρόκειται πάντα γιά ἀπεσταγμένο νερό ἤ γιά ἀπιονισμένο νερό ἀντίστοιχης καθαρότητας.

2.1.2. Κάθε φορά πού ἀναφέρεται ἡ λέξη «διάλυμα» ἤ «ἀραίωση», χωρίς νά ἀναφέρεται ἀντιδραστήριο, πρόκειται γιά ὑδατικό διάλυμα.

2.2. *Χημικά προϊόντα*

Ὅλα τά χημικά προϊόντα πρέπει νά εἶναι ἀναλυτικῆς καθαρότητας πλήν ἀντίθετων ἐνδείξεων.

3. **Συσκευές**

3.1. *Κατάλογος συσκευῶν*

Ὁ ἀναφερόμενος στόν κατάλογο τῶ ὑλικῶν ἐξοπλισμός εἶναι εἰδικῆς χρήσεως μέ ἰδιαίτερα χαρακτηριστικά.

3.2. *Ἀναλυτικός ζυγός*

Μέ τόν ὅρο ἀναλυτικός ζυγός νοεῖται ζυγός μέ εὐαισθησία τουλάχιστον ἴση πρός 0,1 mg.

4. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

4.1. *Ἀποτελέσματα*

Τό ἀποτέλεσμα πού ἀναφέρεται στό δελτίο ἀναλύσεως εἶναι ἡ μέση τιμή πού λαμβάνεται ἀπό δύο τουλάχιστον προσδιορισμούς, τῶν ὁποίων ἡ ἐπαναληπτικότητα εἶναι ἱκανοποιητική.

4.2. *Ὑπολογισμός τοῦ ποσοστοῦ ἐπί τοῖς ἑκατό*

Πλήν ἰδιαιτέρων ὁδηγιῶν, τά ἀποτελέσματα ἐκφράζονται σέ ποσοστά ἐπί τοῖς ἑκατό (m/m) τοῦ ἀρχικοῦ δείγματος, ὅπως αὐτό ἔφθασε στό ἐργαστήριο.

4.3. *Ἀριθμός δεκαδικῶν ψηφίων*

Τό ἀποτέλεσμα δέν πρέπει νά ἐκφράζεται μέ ἀριθμό πού φέρει περισσότερα δεκαδικά ψηφία ἀπ' ὅσα ἐπιτρέπει ἡ ἀκρίβεια τῆς μεθόδου.

ΜΕΘΟΔΟΣ 1

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΟΥΣΙΩΝ, ΠΟΥ ΜΠΟΡΟΥΝ ΝΑ ΛΗΦΘΟΥΝ ΚΑΤΟΠΙΝ ΕΚΧΥΛΙΣΕΩΣ ΜΕ ΔΙΑΙΘΥΛΙΚΟ ΑΙΘΕΡΑ, ΑΠΟ ΤΙΣ ΔΙΑΛΥΤΕΣ ΣΤΟ ΝΕΡΟ ΟΡΓΑΝΟΣΟΥΛΦΟΝΙΚΕΣ ΧΡΩΣΤΙΚΕΣ ΥΛΕΣ ΠΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΟΥΝΤΑΙ ΣΤΑ ΤΡΟΦΙΜΑ

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ μέθοδος ἐπιτρέπει τόν προσδιορισμό τῶν οὐσιῶν, πού μποροῦν νά ληφθοῦν κατόπιν ἐκχυλίσεως μέ διαιθυλικό αἰθέρα, ἀπό τίς χρωστικές ὀργανοσουλφονικές ὕλες, τίς διαλυτές σέ νερό, ἐλλείψει ὑποστρώματος.

2. **Ὁρισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται ἡ περιεκτικότητα σέ οὐσίες πού λαμβάνονται κατόπιν ἐκχυλίσεως μέ διαιθυλικό αἰθέρα.

3. **Ἀρχή**

Ἐκχύλιση τῆς χρωστικῆς μέ διαιθυλικό αἰθέρα καί ζύγιση τοῦ ξηροῦ ἰζήματος μετά ἀπό ἐξάτμιση τοῦ αἰθέρα.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1. Ξηρός διαιθυλικός αἰθέρας ἀπαλλαγμένος ὑπεροξειδίων (ἡ ξήρανση ἐπιτυγχάνεται μέ πρόσφατα πυρωμένο χλωριοῦχο ἀσβέστιο).

5. **Συσκευές**

5.1. Συσκευή Soxhlet μέ σφαιρική φιάλη.

5.2. Ξηραντήρας μέ Silika gel (SiO_2) σέ ἄνυδρη κατάσταση, ἤ μέ ἄλλο ἀντίστοιχο ὑγροσκοπικό μέσο καί ἐφοδιασμένος μέ δείκτη ὑγρασίας.

5.3. Ἀναλυτικός ζυγός.

5.4. Κλίβανος ρυθμισμένος στούς 85 ± 2 °C.

6. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

10 g χρωστικῶν ὑλῶν ζυγίζονται, μέ προσέγγιση 10 mg, ἐπί χάρτινου ἠθμοῦ. Ὁ χάρτινος ἠθμός διπλώνεται καί εἰσάγεται ἐντός χάρτινου κυλίνδρου πού σφραγίζεται μέ βάμβακα ἀπαλλαγμένο ἀπό λιπαρές οὐσίες. Ἡ ἐκχύλιση πραγματοποιεῖται μέ διαιθυλικό αἰθέρα (4.1) ἐπί 6 ὧρες ἐντός συσκευῆς ἐκχυλίσεως Soxhlet (5.1). Πραγματοποιεῖται ἐξά-

τμιση σέ ὅσο τό δυνατόν χαμηλότερη θερμοκρασία. Ἡ σφαιρική φιάλη τῆς συσκευῆς Soxhlet, ἀφοῦ ζυγιστεῖ καταλλήλως μαζί μέ τό ὑπόλειμμα, τοποθετεῖται στόν κλίβανο (5.4). Ξηραίνεται στούς 85 ± 2 °C ἐπί εἴκοσι λεπτά. Τό ὑπόλειμμα ἀφήνεται νά ψυχθεῖ, καλυμμένο μέ ὕαλο ὡρολογίου, σέ ξηραντήρα (5.2) καί στή συνέχεια ζυγίζονται ἡ σφαιρική φιάλη καί τό ὑπόλειμμα.

Ἡ ξήρανση καί ἡ ζύγιση ἐπαναλαμβάνονται μέχρις ὅτου ἡ διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικῶν ζυγίσεων εἶναι μικρότερη τῶν 0,5 mg. Ὑποθέτοντας μία πιθανή αὔξηση τῆς μάζας, γιά τόν ὑπολογισμό θά ληφθεῖ ὑπόψη ὁ μικρότερος ἀριθμός πού θά καταγραφεῖ.

7. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

7.1. *Τύπος καί τρόπος ὑπολογισμοῦ*

Ἡ περιεκτικότητα σέ οὐσίες πού ἐκχυλίζονται μέ αἰθέρα ὑπολογίζεται σέ ποσοστά ἐπί τοῖς ἑκατό τοῦ δείγματος, βάσει τοῦ κατωτέρω τύπου:

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

ὅπου:

m_1 = μάζα, σέ γραμμάρια, τοῦ ἰζήματος μετά ἀπό ἐξάτμιση,

m_0 = ἀρχική μάζα, σέ γραμμάρια, τῆς ποσότητας τοῦ δείγματος πού χρησιμοποιήθηκε.

7.2. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ἡ διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τά 20 mg γιά 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 2

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΜΥΡΜΗΚΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ, ΤΩΝ ΜΥΡΜΗΚΙΚΩΝ ΑΛΑΤΩΝ ΚΑΙ ΑΛΛΩΝ ΟΞΕΙΔΟΥΜΕΝΩΝ ΠΡΟΣΜΙΞΕΩΝ ΕΝΤΟΣ ΤΟΥ ΟΞΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ (Ε 260), ΤΟΥ ΟΞΙΚΟΥ ΚΑΛΙΟΥ (Ε 261), ΤΟΥ ΔΙΟΞΙΚΟΥ ΝΑΤΡΙΟΥ (Ε 262) ΚΑΙ ΤΟΥ ΟΞΙΚΟΥ ΑΣΒΕΣΤΙΟΥ (Ε 263)

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ μέθοδος ἐπιτρέπει τόν προσδιορισμό τοῦ μυρμηκικοῦ ὀξέος, τῶν μυρμηκικῶν ἁλάτων καί ἄλλων ὀξειδούμενων προσμίξεων, ὑπολογιζόμενων σέ μυρμηκικό ὀξύ, ἐντός:

— τοῦ ὀξικοῦ ὀξέος (Ε 260),

— τοῦ ὀξικοῦ καλίου (Ε 261),

— τοῦ διοξικοῦ νατρίου (Ε 262),

— τοῦ ὀξικοῦ ἀσβεστίου (Ε 263).

2. **Ὁρισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται ἡ περιεκτικότητα σέ μυρμηκικό ὀξύ, σέ μυρμηκικά ἅλατα καί σέ ἄλλες ὀξειδούμενες προσμίξεις.

3. **Ἀρχή**

Μετά ἀπό κατεργασία τοῦ πρός ἀνάλυση δείγματος μέ περίσσεια ὑπερμαγγανικοῦ καλίου σέ ἀλκαλικό περιβάλλον, λαμβάνεται διοξείδιο τοῦ μαγγανίου. Τό τελευταῖο καθώς καί ἡ περίσσεια τοῦ ὑπερμαγγανικοῦ καλίου ὀγκομετροῦνται μέ ἰωδιομετρία, ἀφοῦ προηγουμένως τό διάλυμα καταστεῖ ὄξινο. Ἡ συγκέντρωση τῶν ὀξειδούμενων προσμίξεων ἐκφράζεται σέ μυρμηκικό ὀξύ.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1. Ἰωδιοῦχο κάλιο.

4.2. Ὑπερμαγγανικό κάλιο 0,02 mol/l.

4.3. Ἀνθρακικό νάτριο (ἄνυδρο).

4.4. Θειοθειϊκό νάτριο, 0,1 mol/l.

4.5. Διάλυμα ἀμύλου (περίπου 1 % m/v).

4.6. Ἀραιωμένο διάλυμα θειϊκοῦ ὀξέος: 90 ml θειϊκοῦ ὀξέος (ρ_{20} = 1,84 g/ml) στό ὁποῖο προστίθεται νερό μέχρι τό 1 l.

5. **Συσκευές**

5.1. Ζέον ὑδρόλουτρο.

5.2. Ἀναλυτικός ζυγός.

6. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

Στήν περίπτωση πού τό πρός ἀνάλυση δεῖγμα παρουσιάζεται μέ τή μορφή ἐλεύθερου ὀξέος, 10 g, ζυγιζόμενα μέ προσέγγιση 10 mg, διαλύονται σέ 70 ml νεροῦ, ὅπου προστίθεται διάλυμα, περιέχον 10 g ἄνυδρου ἀνθρακικοῦ νατρίου (4.3) διαλυμένου σέ 30 ml νεροῦ. Ἄν τό δεῖγμα παρουσιάζεται μέ τή μορφή ἅλατος, 10 g, ζυγισμένα μέ προσέγγιση 10 mg, διαλύονται σέ 100 ml νεροῦ ὅπου προστίθεται 1 g ἄνυδρου ἀνθρακικοῦ νατρίου (4.3) ἀναδεύοντας μέχρι πλήρους διαλύσεως. Προστίθεται 20 ml ὑπερμαγγανικοῦ καλίου 0,02 mol/l (4.2) καί τό ὅλο διάλυμα θερμαίνεται σέ ζέον ὑδρόλουτρο ἐπί 15 λεπτά. Τό διάλυμα ἀφήνεται νά ψυχθεῖ καί στή συνέχεια προστίθενται 50 ml ἀραιοῦ θειϊκου ὀξέος καί (4.6) 0,5 g ἰωδιούχου καλίου (4.1) Τό μεῖγμα ἀναδεύεται μέχρι διαλύσεως τοῦ ἰζήματος τοῦ διοξειδίου τοῦ μαγγανίου. Ὀγκομετρεῖται μέ διάλυμα θειϊκοῦ νατρίου 0,1 mol/l (4.4) μέχρις ὅτου τό διάλυμα χρωσθεῖ ἐλαφρῶς κίτρινο, ὁπότε προστίθενται μερικῶς σταγόνες διαλύματος ἀμύλου (4.5) καί συνεχίζεται ἡ ὀγκομέτρηση μέχρι πλήρους ἀποχρωματισμοῦ.

7. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

7.1. *Τύπος καί τρόπος ὑπολογισμοῦ*

Τό ποσοστό μυρμηκικοῦ ὀξέος, μυρμηκικῶν ἁλάτων καί ἄλλων ὀξειδούμενων προσμίξεων ὑπολογίζεται σέ μυρμηκικό ὀξύ βάσει τοῦ κατωτέρου τύπου:

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

ὅπου:

a = μοριακότητα τοῦ ὑπερμαγγανικοῦ καλίου,

b = μοριακότητα τοῦ θειοθειϊκοῦ νατρίου,

m_0 = ἀρχική μάζα τοῦ δείγματος σέ γραμμάρια,

V = ὄγκος, σέ ml, τοῦ θειοθειϊκοῦ νατρίου (0,1 mol/l) πού χρησιμοποιεῖται γιά τήν ὀγκομέτρηση.

7.2. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ἡ διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο μεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τά 5 mg γιά 100 g δείγματος.

8. **Παρατηρήσεις**

8.1. Σέ 10 g δείγματος, 11,3 ml θειοθεϊκοῦ νατρίου 0,1 mol/l ἰσοδυναμοῦν μέ 0,2 % μυρμηκικοῦ ὀξέος.

8.2. 'Απουσία μυρμηκικῶν ἁλάτων, ὁ ὄγκος τοῦ θειοθεϊκοῦ νατρίου ἀνέρχεται σέ 20 ml, ἀλλά ἄν ὑπάρχει πάνω ἀπό 0,27 % (m/m) μυρμηκικοῦ ὀξέος, ἡ περίσσεια $KMnO_4$ δέν ἐπαρκεῖ καί ὁ λαμβανόμενος ὄγκος τοῦ θειοθεϊκοῦ ὀξέος σταθεροποιεῖται στά 8 ml. Στήν περίπτωση αὐτή, ἐπαναλάβατε τόν προσδιορισμό χρησιμοποιώντας μικρότερη ποσότητα δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 3

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΜΗ ΠΤΗΤΙΚΩΝ ΟΥΣΙΩΝ ΕΝΤΟΣ ΤΟΥ ΠΡΟΠΙΟΝΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ (E 280)

1. **'Αντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

'Η μέθοδος ἐπιτρέπει τόν ποσοτικό προσδιορισμό τῶν μή πτητικῶν οὐσιῶν ἐντός τοῦ προπιονικοῦ ὀξέος (E 280).

2. **'Ορισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται ἡ περιεκτικότητα τοῦ προπιονικοῦ ὀξέος σέ μή πτητικές οὐσίες.

3. **'Αρχή**

Τό δεῖγμα ἐξατμίζεται καί ξηραίνεται στούς 103 ± 2 °C. Τό ἴζημα ἀναλύεται μέ βαρυμετρία.

4. **Συσκευές**

4.1 Κάψα ἀπό διοξείδιο τοῦ πυριτίου ἤ λευκόχρυσο, γιά 100 g δείγματος.

4.2. 'Ηλεκτρικός κλίβανος, ρυθμισμένος στούς 103 ± 2 °C.

4.3. 'Αναλυτικός ζυγός.

4.4. Ζέον ὑδρόλουτρο.

4.5. Ξηραντήρας μέ Silica gel (SiO_2) σέ ἄνυδρη κατάσταση ἤ μέ ἄλλο ἀντίστοιχο ὑγροσκοπικό μέσο καί ἐφοδιασμένος μέ δείκτη ὑγρασίας.

5. **'Εκτέλεση τοῦ πειράματος**

Ζυγίζονται 100 g περίπου προπιονικοῦ ὀξέος μέ προσέγγιση 0,1 g σέ κάψα (4.1) πού ἔχει ξηρανθεῖ καταλλήλως καί τῆς ὁποίας ἔχει προσδιορισθεῖ ἡ τάρα. 'Εντός ζέοντος ὑδρόλουτρου καί κάτω ἀπό ἀπαγωγέα ὑφίσταται ἐξάτμιση. Ὅταν ἐξατμιστεῖ ὅλο τό προπιονικό ὀξύ, τό ὑπόλειμμα ὑφίσταται ξήρανση ἐπί 1 ὥρα ἐντός κλιβάνου (4.2) στούς 103 ± 2 °C. Στή συνέχεια τοποθετεῖται σέ ξηραντήρα μέχρις ὅτου ψυχθεῖ. Ζυγίζεται. 'Η ὅλη διαδικασία ἐπαναλαμβάνεται μέχρις ὅτου ἡ διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικῶν ζυγίσεων δέν ὑπερβαίνει τά 0,5 mg: 'Υποθέτοντας μία πιθανή αὔξηση τῆς μάζας, γιά τόν ὑπολογισμό θά ληφθεῖ ὑπόψη ὁ μικρότερος ἀριθμός πού θά καταγραφεῖ.

6. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

6.1. *Τύπος καί τρόπος ὑπολογισμοῦ*

Ή ἐπί τοῖς ἑκατό περιεκτικότητα τοῦ δείγματος σέ μή πτητικές οὐσίες ὑπολογίζεται βάσει τοῦ κατωτέρω τύπου:

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

ὅπου:

m_1 = μάζα τοῦ ὑπολείμματος τῆς ἐξατμίσεως, σέ γραμμάρια,

m_0 = ἀρχική μάζα τῆς ποσότητας τοῦ δείγματος πού χρησιμοποιήθηκε, σέ γραμμάρια.

6.2. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ή διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τά 5 mg γιά 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 4

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΑΠΩΛΕΙΑΣ ΜΑΖΑΣ ΚΑΤΑ ΤΗΝ ΞΗΡΑΝΣΗ ΤΟΥ ΝΙΤΡΩΔΟΥΣ ΝΑΤΡΙΟΥ (Ε 250)

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ή μέθοδος ἐπιτρέπει τόν προσδιορισμό τῆς ἀπώλειας μάζας κατά τήν ξήρανση τοῦ νιτρώδους νατρίου (Ε 250).

2. **Ὁρισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται ή περιεκτικότητα σέ ὑγρασία τοῦ νιτρώδους νατρίου, ή ὁποία ἀντιστοιχεῖ στήν ἀπώλεια μάζας τοῦ τελευταίου.

3. **Ἀρχή**

Προσδιορισμός τῆς ἀπώλειας μάζας μετά ἀπό θέρμανση στούς 103 ± 2 °C.

4. **Συσκευές**

4.1. Ἠλεκτρικός κλίβανος, ρυθμισμένος στούς 103 ± 2 °C.

4.2 Γυάλινο σκεῦος μέ ἐπίπεδο πυθμένα, διαμέτρου 60-80 mm καί μέ τοιχώματα ὕψους τουλάχιστον 25 mm, ἐφοδιασμένο μέ καπάκι.

4.3. Ξηραντήρας μέ Silika gel (SiO_2) σέ ἄνυδρη κατάσταση ἤ μέ ἄλλο ἀντίστοιχο ὑγροσκοπικό μέσο καί ἐφοδιασμένος μέ δείκτη ὑγρασίας.

4.4. Ἀναλυτικός ζυγός.

5. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

Ἀφαιρεῖται τό καπάκι τοῦ γυάλινου σκεύους (4.2) καί σκεῦος καί καπάκι τοποθετοῦνται ἐπί μία ὥρα ἐντός κλιβάνου (4.1), ρυθμισμένου στούς 103 ± 2 °C. Τό καπάκι ἐπανατοποθετεῖται ἐπί τοῦ σκεύους (4.2) καί ἀφήνονται νά ψυχθοῦν, μέχρις ὅτου φτάσουν τή

θερμοκρασία τοῦ περιβάλλοντος, μέσα σέ ξηραντήρα (4.3). Τό σκεῦος μέ τό καπάκι του (4.2) ζυγίζονται μέ προσέγγιση 10 mg. Ἐντός τοῦ σκεύους, μέ τό καπάκι του, ζυγίζονται 10 g δείγματος μέ προσέγγιση 10 mg. Ἀφοῦ ἀφαιρεθεῖ τό καπάκι, σκεῦος καί καπάκι τοποθετοῦνται ἐπί μία ὥρα σέ κλίβανο (4.1), ρυθμισμένο στούς 103 ± 2 °C. Τό καπάκι τοποθετεῖται ἐπί τοῦ σκεύους, πού ἀφήνεται νά ψυχθεῖ, μέσα στόν ξηραντήρα (4.3), ἐπί μία ὥρα μέχρις ὅτου φτάσει τή θερμοκρασία τοῦ περιβάλλοντος. Στή συνέχεια ζυγίζεται μέ προσέγγιση 10 mg. Οἱ τρεῖς τελευταῖες διαδικασίες (θέρμανση, ψύξη, ζύγιση) ἐπαναλαμβάνονται μέχρις ὅτου ἡ διαφορά μάζας μεταξύ δύο διαδοχικῶν μετρήσεων δέν ὑπερβαίνει τά 10 mg. Ὑποθέτοντας τυχόν αὔξηση τῆς μάζας, γιά τόν ὑπολογισμό θά ληφθεῖ ὑπόψη ὁ μικρότερος ἀριθμός πού θά καταγραφεῖ.

6. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

6.1. *Τύπος καί τρόπος ὑπολογισμοῦ*

Ἡ ἐπί τοῖς ἑκατό (m/m) ἀπώλεια μάζας τοῦ δείγματος, κατά τήν ξήρανση, ὑπολογίζεται βάσει τοῦ κατωτέρω τύπου:

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

ὅπου:

m_1 = ἡ μάζα τοῦ σκεύους, σέ γραμμάρια,

m_2 = ἡ μάζα, σέ γραμμάρια, τοῦ σκεύους μαζί μέ τό δεῖγμα, πρίν ἀπό τήν ξήρανση,

m_3 = ἡ μάζα, σέ γραμμάρια, τοῦ σκεύους μαζί μέ τό δεῖγμα, μετά τήν ξήρανση.

6.2. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ἡ διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τά 100 mg γιά 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 5

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΤΟΥ ΣΑΛΙΚΥΛΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΕΝΤΟΣ ΤΟΥ *π*-ΥΔΡΟΞΥ-ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΑΙΘΥΛΕΣΤΕΡΑ (Ε 214), ΤΟΥ ΜΕΤΑ ΝΑΤΡΙΟΥ ΠΑΡΑΓΩΓΟΥ ΤΟΥ *π*-ΥΔΡΟΞΥ-ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΑΙΘΥΛΕΣΤΕΡΑ (Ε 215), ΤΟΥ *π*-ΥΔΡΟΞΥ-ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΠΡΟΠΥΛΕΣΤΕΡΑ-*κ* (Ε 216), ΤΟΥ ΜΕΤΑ ΝΑΤΡΙΟΥ ΠΑΡΑΓΩΓΟΥ ΤΟΥ *π*-ΥΔΡΟΞΥ-ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΠΡΟΠΥΛΕΣΤΕΡΑ-*κ* (Ε 217), ΤΟΥ *π*-ΥΔΡΟΞΥ-ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΜΕΘΥΛΕΣΤΕΡΑ (Ε 218) ΚΑΙ ΤΟΥ ΜΕΤΑ ΝΑΤΡΙΟΥ ΠΑΡΑΓΩΓΟΥ ΤΟΥ *π*-ΥΔΡΟΞΥ-ΒΕΝΖΟΪΚΟΥ ΜΕΘΥΛΕΣΤΕΡΑ (Ε 219)

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ μέθοδος ἐπιτρέπει τήν ἀνίχνευση τοῦ σαλικυλικοῦ ὀξέος ἐντός τοῦ *π*-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ αἰθυλεστέρα (Ε 214), τοῦ *π*-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ προπυλεστέρα-*κ* (Ε 216), τοῦ *π*-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ μεθυλεστέρα (Ε 218) καί τῶν μετά νατρίου παραγώγων αὐτῶν (Ε 215, Ε 217 καί Ε 219).

2. **Ὁρισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται τό ὅριο ἀνιχνεύσεως τοῦ σαλυκιλικοῦ ὀξέος.

3. **Ἀρχή**

Διάλυμα σαλικυλικοῦ ὀξέος λαμβάνει, παρουσία ἐναμμωνίου θειϊκοῦ σιδήρου (III), μώβ χροιά, τῆς ὁποίας ἡ ἔνταση συγκρίνεται μέ ἐκείνη τοῦ διαλύματος ἀναφορᾶς.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1. Διάλυμα 0,2 % (m/v) ἐναμμωνίου θειϊκοῦ σιδήρου (III): 0,2 g ἐναμμωνίου θειϊκοῦ σιδήρου (III) μέ 12 μόρια κρυσταλλικοῦ νεροῦ διαλύονται σέ 50 ml νεροῦ· προστίθενται 10 ml νιτρικοῦ ὀξέος ἀραιωμένου πρός 10 % (v/v) καί στή συνέχεια προστίθεται νερό μέχρι τά 100 ml.

4.2. Αἰθανόλη, 95 % (v/v).

4.3. Διάλυμα σαλικυλικοῦ ὀξέος περιεκτικότητος 0,1 g/l.

4.4. Θειϊκό ὀξύ, 1 mol/l.

5. **Συσκευές**

5.1. Σωλήνας Nessle ὁλικῆς χωρητικότητας 60 ml περίπου, βαθμολογημένος μέχρι τά 50 ml.

6. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

6.1. *Δείγματα τοῦ π-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ αἰθυλεστέρα, τοῦ π-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ προπυλεστέρα-κ καί τοῦ π-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ μεθυλεστέρα*

6.1.1. 0,1 g τοῦ πρός ἀνάλυση δείγματος, πού ζυγίστηκε μέ προσέγγιση 1 mg διαλύεται ἐντός 10 ml αἰθανόλης 95 % (v/v) (4.2). Τό διάλυμα αὐτό μεταφέρεται σέ βαθμολογημένο σωλήνα Nessler (5.1) καί προστίθεται νερό μέχρι τά 50 ml. Μετά ἀπό ἀνατάραξη τοῦ μείγματος προστίθεται 1 ml διαλύματος ἐναμμωνίου θειϊκοῦ σιδήρου (III) (4.1). Τό μεῖγμα ἀναταράζεται ἐκ νέου καί ἀφήνεται νά ἠρεμήσει ἐπί ἕνα λεπτό.

6.1.2. Κατά τόν ἴδιο τρόπο ἑτοιμάζεται διάλυμα ἀναφορᾶς, ὅπως περιγράφεται στό 6.1.1 χρησιμοποιώντας 1 ml ἀπό τό διάλυμα τοῦ σαλικυλικοῦ ὀξέος (4.3) ἀντί καί στή θέση τοῦ δείγματος.

6.1.3. Γίνεται σύγκριση μεταξύ τῆς χροιᾶς τοῦ δοκιμαστικοῦ σωλήνα πού περιέχει τό πρός ἀνάλυση δεῖγμα καί ἐκείνης τοῦ διαλύματος ἀναφορᾶς.

6.2. *Δείγματα τῶν μετά νατρίου παραγώγων τοῦ π-ὑδροξυ-βενζοϊκοῦ μεθυλεστέρα, αἰθυλεστέρα καί κ-προπυλεστέρα.*

6.2.1. Ἐπαναλαμβάνεται ἡ διαδικασία πού περιγράφεται στό 6.1.1 καθιστώντας τό διάλυμα ὄξινο (pH = 5) μέ προσθήκη θειϊκοῦ ὀξέος 1 mol/l (4.4) πρίν ἀπό τήν ἀραίωση μέχρι 50 ml.

6.2.2. Ἐπαναλαμβάνεται ἡ διαδικασία πού περιγράφεται στό 6.1.2.

6.2.3. Ἐπαναλαμβάνεται ἡ διαδικασία πού περιγράφεται στό 6.1.3.

7. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

7.1. *Ἑρμηνεία τῆς δοκιμασίας ἀνιχνεύσεως*

Ἂν ἡ μώβ χροιά τοῦ δοκιμαστικοῦ σωλήνα πού περιέχει τό πρός ἀνάλυση δεῖγμα εἶναι πιό ἔντονη ἀπό ἐκείνη τοῦ διαλύματος ἀναφορᾶς τό πείραμα θεωρεῖται ὅτι ἔχει θετικά ἀποτελέσματα καί τό δεῖγμα περιέχει πλέον τοῦ 0,1 % σαλικυλικοῦ ὀξέος.

7.2. *Εὐαισθησία*

Τό ὅριο ἀνιχνεύσεως, πού μπορεῖ νά προσδιοριστεῖ μέ τή μέθοδο αὐτή, εἶναι 30 mg σαλικυλικοῦ ὀξέος γιά 100 g δείγματος.

7.3. *Παρατήρηση*

Τά ἀποτελέσματα δύο παράλληλων προσδιορισμῶν πού πραγματοποιήθηκαν συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, πρέπει νά εἶναι ταυτόσημα.

ΜΕΘΟΔΟΣ 6

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΕΛΕΥΘΕΡΟΥ ΟΞΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ ΕΝΤΟΣ ΤΟΥ ΔΙΟΞΙΚΟΥ ΝΑΤΡΙΟΥ (E 262)

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ παρούσα μέθοδος ἐπιτρέπει τήν ἀνίχνευση ὀξικοῦ ὀξέος ἐντός τοῦ διοξικοῦ νατρίου (E 262).

2. **Ὁρισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται ἡ περιεκτικότητα σέ ὀξικό ὀξύ.

3. **Ἀρχή**

Ἐξουδετέρωση τοῦ ὀξικοῦ ὀξέος μέ καυστικό νάτριο παρουσία φαινολοφθαλεΐνης.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1. Διάλυμα 1 % (m/v) φαινολοφθαλεΐνης μέ αἰθανόλη.

4.2. Καυστικό νάτριο 1 mol/l.

5. **Συσκευές**

5.1. Ἀναλυτικός ζυγός.

6. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

Ζυγίζονται 3 g περίπου τοῦ πρός ἀνάλυση δείγματος, μέ προσέγγιση 1 mg καί διαλύονται ἐντός 50 ml νεροῦ. Προστίθενται δύο ἕως τρεῖς σταγόνες διαλύματος φαινολοφθαλεΐνης (4.1) καί γίνεται ὀγκομέτρηση μέ καυστικό νάτριο 1 mol/1 (4.2) μέχρις ὅτου ἡ κόκκινη χροιά πού ὀφείλεται στή μετατροπή τῆς φαινολοφθαλεΐνης διατηρηθεῖ ἐπί πέντε δευτερόλεπτα.

7. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

7.1. *Τύπος καί τρόπος ὑπολογισμοῦ*

Ἡ ἐπί τοῖς ἑκατό (m/m) περιεκτικότητα τοῦ δείγματος σέ ὀξικό ὀξύ ὑπολογίζεται βάσει τοῦ κατωτέρω τύπου:

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

ὅπου:

V = ὁ ὄγκος, σέ ml, τοῦ διαλύματος καυστικοῦ νατρίου πού χρησιμοποιήθηκε γιά τήν ὀγκομέτρηση (4.2.),

c = ἡ μοριακότητα τοῦ διαλύματος τοῦ καυστικοῦ νατρίου, σέ mol/l,

m_0 = ἡ ἀρχική μάζα, σέ γραμμάρια, τοῦ δείγματος.

7.2. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ἡ διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τά 500 mg γιά 100 g δείγματος.

8. **Παρατήρηση**

Ἀπαιτοῦνται 20 ml καυστικοῦ νατρίου 1 mol/l γιά τήν ὀγκομέτρηση 3 g δείγματος πού περιέχει 40 % ὀξικό ὀξύ.

ΜΕΘΟΔΟΣ 7

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΟΞΙΚΟΥ ΝΑΤΡΙΟΥ ΕΝΤΟΣ ΤΟΥ ΔΙΟΞΙΚΟΥ ΝΑΤΡΙΟΥ (E 262)

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ παρούσα μέθοδος ἐπιτρέπει τόν προσδιορισμό τοῦ ὀξικοῦ νατρίου καί τοῦ νεροῦ, ὑπό τή μορφή ὀξικῶν ἁλάτων, ἐντός τοῦ διοξικοῦ νατρίου (E 262).

2. **Ὁρισμός**

Μέ τόν ὅρο «περιεκτικότητα σέ ὀξικό νάτριο» νοεῖται ἡ περιεκτικότητα σέ ὀξικό νάτριο καί νερό, ἐκφρασμένη σέ ὀξικό νάτριο, ὅπως προσδιορίζεται ἀπό τήν κατωτέρω μέθοδο.

3. **Ἀρχή**

Κατάλληλη ἀραίωση τοῦ δείγματος μέ ψυχρό ὀξικό ὀξύ καί ὀγκομέτρηση μέ διάλυμα ἀναφορᾶς ὑπερχλωρικοῦ ὀξέος παρουσία δείκτου violet cristallisé.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1. Ψυχρό ὀξικό ὀξύ (ρ_{20} °C = 1,049 g/ml γιά ὀγκομέτρηση σέ μή ὑδατικό περιβάλλον).

4.2. Violet cristallisé CI nº 42555 ὑπό τή μορφή διαλύματος μέ 0,2 % (m/v) ἐντός ψυχροῦ ὀξικοῦ ὀξέος.

4.3. Φθαλικό κάλιο, $C_8H_5KO_4$.

4.4. Ἀνυδρίτης τοῦ ὀξικοῦ ὀξέος $(CH_3CO)_2O$.

4.5. Ὑπερχλωρικό ὀξύ, 0,1 mol/l ἐντός ψυχροῦ ὀξικοῦ ὀξέος. Τό διάλυμα ἑτοιμάζεται καί βαθμολογεῖται ὡς ἀκολούθως:

Ζυγίζονται P g διαλύματος ὑπερχλωρικοῦ ὀξέος ἐντός βαθμολογημένης σφαιρικῆς φιάλης τῶν 1 000 ml ἐφοδιασμένου μέ ἐσμυρισμένο γυάλινο πῶμα.

Τά P g ὑπολογίζονται βάσει τοῦ τύπου:

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

ὅπου:

m = ἡ συγκέντρωση τοῦ ὑπερχλωρικοῦ ὀξέος ἐπί τοῖς ἑκατό (m/m), πού προσδιορίζεται μέ ὀγκομέτρηση (70-72 % (m/m) εἶναι ἡ πιό κατάλληλη συγκέντρωση).

Προστίθενται 100 ml περίπου ψυχροῦ ὀξικοῦ ὀξέος καί στή συνέχεια Q g σέ μικρές διαδοχικές ποσότητες ἀνυδρίτου τοῦ ὀξικοῦ ὀξέος. Τό μεῖγμα ἀναδεύεται καί ψύχεται συνεχῶς κατά τή διάρκεια τῶν διεργασιῶν προσθήκης.

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

ὅπου:

P = ἡ ζυγισμένη ποσότητα σέ γραμμάρια τοῦ ὑπερχλωρικοῦ ὀξέος,

a = ἡ ἐπί τοῖς ἑκατό συγκέντρωση (m/m) τοῦ ἀνυδρίτου τοῦ ὀξικοῦ ὀξέος.

Ἡ σφαιρική φιάλη σφραγίζεται καί ἀφήνεται ἐπί 24 ὧρες μακριά ἀπό τό φῶς. Προστίθεται κατόπιν ἀρκετό ψυχρό ὀξικό ὀξύ γιά νά ληφθεῖ διάλυμα 1 000 ml. Τό διάλυμα

πού παρασκευάζεται μέ τόν τρόπο αὐτό εἶναι σχεδόν ἄνυδρο. Τό διάλυμα ρυθμίζεται μέ φθαλικό κάλιο κατά τόν ἀκόλουθο τρόπο:

Ζυγίζονται περίπου 0,2 g φθαλικοῦ καλίου, μέ προσέγγιση 0,1 mg, πού ἔχουν ὑποστεῖ κατάλληλη ξήρανση στούς 110 °C ἐπί δύο ὧρες καί διαλύονται ἐντός 25 ml ψυχροῦ ὀξικοῦ ὀξέος ἐντός κωνικῆς φιάλης, θερμαίνοντας σιγά σιγά. Τό διάλυμα ψύχεται. Προστίθενται δύο σταγόνες τοῦ διαλύματος πού περιέχει 0,2 % (m/v) violet cristallisé (4.2) ἐντός ψυχροῦ ὀξικοῦ ὀξέος καί ὀγκομετρεῖται μέ διάλυμα ὑπερχλωρικοῦ ὀξέος μέχρις ὅτου τό χρῶμα τοῦ δείκτου μετατραπεῖ σέ ἀνοιχτό πράσινο.

Διεξάγεται τυφλή ὀγκομέτρηση μέ τόν ἴδιο ὄγκο καί τό ἀριθμητικό ἀποτέλεσμα τοῦ τυφλοῦ προσδιορισμοῦ ἀφαιρεῖται ἀπό ἐκεῖνο τοῦ ἀρχικοῦ προσδιορισμοῦ. 20,42 mg φθαλικοῦ καλίου ἀντιστοιχοῦν σέ 1 ml ὑπερχλωρικοῦ ὀξέος 0,1 mol/l.

5. **Συσκευές**

5.1. Ἀναλυτικός ζυγός.

6. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

Ζυγίζονται περίπου 0,2 g δείγματος μέ προσέγγιση 0,5 mg καί διαλύονται ἐντός 50 ml ψυχροῦ ὀξέος (4.1). Προστίθενται μερικές σταγόνες τοῦ δείκτου violet cristallisé (4.2) καί τό διάλυμα ὀγκομετρεῖται μέ διάλυμα ὑπερχλωρικοῦ ὀξέος 0,1 mol/l (4.5) μέχρις ὅτου τό χρῶμα τοῦ δείκτου ἀλλάξει πρός ἀνοικτό πράσινο.

7. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

7.1. *Τύπος καί τρόπος ὑπολογισμοῦ*

Ἡ ἐπί τοῖς ἑκατό (m/m) περιεκτικότητα τοῦ δείγματος σέ ὀξικό νάτριο, ὅπως ὁρίζεται στό τμῆμα 2 (ὁρισμός), ὑπολογίζεται βάσει τοῦ κατωτέρω τύπου:

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

ὅπου:

V = ὁ ὄγκος τοῦ ὑπερχλωρικοῦ ὀξέος (4.5) πού χρησιμοποιήθηκε γιά τήν ὀγκομέτρηση,

c = ἡ μοριακότητα τοῦ ὑπερχλωρικοῦ ὀξέος (4.5),

m_0 = ἡ ἀρχική μάζα τοῦ δείγματος σέ γραμμάρια.

7.2. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ἡ διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τά 1,5 g γιά 100 g δείγματος.

8. **Παρατηρήσεις**

Τά ἀντιδραστήρια πού χρησιμοποιοῦνται στή μέθοδο αὐτή εἶναι τοξικά καί ἐκρηκτικά. Πρέπει λοιπόν νά χρησιμοποιοῦνται μέ προσοχή.

ΜΕΘΟΔΟΣ 8

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΤΩΝ ΑΛΔΕΫΔΩΝ ΕΝΤΟΣ ΤΟΥ ΣΟΡΒΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ (Ε 200), ΤΩΝ ΜΕΤΑ ΝΑΤΡΙΟΥ, ΚΑΛΙΟΥ, Ἤ ΑΣΒΕΣΤΙΟΥ ΣΟΡΒΙΚΩΝ ΑΛΑΤΩΝ (Ε 201, Ε 202, Ε 203) ΚΑΙ ΤΟΥ ΠΡΟΠΙΟΝΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ (Ε 280)

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ παρούσα μέθοδος ἐπιτρέπει τήν ἀνίχνευση τῶν ἀλδεϋδῶν, ἐκφρασμένων σέ φορμαλδεΰδη, ἐντός:

— τοῦ σορβικοῦ ὀξέος (Ε 200),

— τῶν μετά νατρίου, καλίου ἤ ἀσβεστίου σορβικῶν ἁλάτων (Ε 201, Ε 202, Ε 203),

— τοῦ προπιονικοῦ ὀξέος (Ε 280).

2. **'Ορισμός**

Προσδιορισμός τοῦ ὁρίου ἀνιχνεύσεως. 'Η συγκέντρωση τῶν ἀλδεϋδῶν, ἐκφρασμένη σέ φορμαλδεΰδη, λαμβάνεται μέ τή μέθοδο ποῦ περιγράφεται κατωτέρω.

3. **'Αρχή**

'Αντίδραση τῶν ἀλδεϋδῶν τοῦ πρός ἀνάλυση διαλύματος μέ τό ἀντιδραστήριο Schiff καί σύγκριση τῆς ἐντάσεως τῆς κόκκινης χροιᾶς διαλύματος φορμαλδεΰδης, διάλυμα ἀναφορᾶς, πού περιέχει τό ἀντιδραστήριο Schiff.

4. **'Αντιδραστήρια**

4.1. Διάλυμα ἀναφορᾶς πού περιέχει 0,01 mg φορμαλδεΰδης ἀνά ml, πού παρασκευάζεται διά διαλύσεως πυκνοῦ διαλύματος φορμαλδεΰδης (400 mg/ml).

4.2. 'Αντιδραστήριο Schiff.

5. **'Εκτέλεση τοῦ πειράματος**

5.1. Ζυγίζεται 1 g δείγματος μέ προσέγγιση 1 mg. Προστίθενται 100 ml νεροῦ. Τό διάλυμα ἀναταράσσεται. Ἂν θεωρηθεῖ ἀναγκαῖο τό διάλυμα διηθεῖται καί προτίθεται σέ 1 ml τοῦ διηθήματος ἤ τοῦ διαλύματος 1 ml ἀντιδραστηρίου Schiff (4.2). 'Αλλοῦθε, σέ 1 ml τοῦ διαλύματος ἀναφορᾶς πού περιέχει τή φορμαλδεΰδη (4.1) προστίθεται 1 ml τοῦ ἀντιδραστηρίου Schiff (4.2)

5.2. 'Η χροιά τοῦ διαλύματος πού περιέχει τό πρός ἀνάλυση δεῖγμα συγκρίνεται μέ ἐκείνη τοῦ διαλύματος ἀναφορᾶς.

6. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

6.1. *Ἑρμηνεία τῆς δοκιμασίας ἀνιχνεύσεως*

Ἂν ἡ κόκκινη χροιά τοῦ δοκιμαστικοῦ σωλήνα πού περιέχει τό πρός ἀνάλυση δεῖγμα εἶναι πιό ἔντονη ἀπό ἐκείνη τοῦ δοκιμαστικοῦ σωλήνα πού περιέχει τό διάλυμα ἀναφορᾶς, ἡ δοκιμασία εἶναι θετική καί τό δεῖγμα περιέχει πλέον τοῦ 0,1 % ἀλδεΰδης ἐκφρασμένης σέ φορμαλεΰδη.

6.2. *Εὐαισθησία*

Τό ὅριο ἀνιχνεύσεως, πού μπορεῖ νά προσδιοριστεῖ μέ τή μέθοδο αὐτή, εἶναι 30 mg φορμαλδεΰδης γιά 100 g δείγματος.

6.3. *Παρατήρηση*

Τά ἀποτελέσματα δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιήθηκαν συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, πρέπει νά εἶναι ταυτόσημα.

ΜΕΘΟΔΟΣ 9

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΔΕΙΚΤΟΥ ΥΠΕΡΟΞΕΙΔΙΩΝ ΤΩΝ ΛΕΚΙΘΙΝΩΝ (Ε 322)

1. **'Αντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

'Η παρούσα μέθοδος ἐπιτρέπει τόν προσδιορισμό τοῦ δείκτου ὑπεροξειδίων τῶν λεκιθινῶν (Ε 322).

2. **'Ορισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται ὁ δείκτης ὑπεροξειδίων τῶν λεκιθινῶν.

3. **Ἀρχή**

Ὀξείδωση τοῦ ἰωδιούχου καλίου ἀπό τά ὑπεροξείδια τῶν λεκιθινῶν καί ὀγκομέτρηση τοῦ ἐλευθερούμενου ἰωδίου μέ θειοθειικό νάτριο.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1. Ψυχρό ὀξικό ὀξύ.

4.2. Χλωροφόρμιο.

4.3. Ἰωδιοῦχο κάλιο.

4.4. Θειοθειικό νάτριο 0,1 mol/l ἤ 0,01 mol/l.

4.5. Διάλυμα ἀμύλου (περίπου 1 % m/v).

5. **Συσκευές**

5.1. Ἀναλυτικός ζυγός.

5.2. Συσκευή (βλέπε σχῆμα) πού ἀποτελεῖται ἀπό:

5.2.1. σφαιρική φιάλη (μέ σφαιρικό πυθμένα), χωρητικότητος 100 ml·

5.2.2. κάθετο ψυκτήρα·

5.2.3. γυάλινο σωλήνα μήκους 250 mm καί ἐσωτερικῆς διαμέτρου 22 mm, μέ ἐσμυρισμένα ἄκρα·

5.2.4. μικρό ποτήρι ζέσεως, ἐξωτερικῶν διαστάσεων: 35-50 mm ὕψος καί 20 mm διάμετρος.

6. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

6.1. Ἐντός σφαιρικῆς φιάλης 100 ml (5.2.1.) τοποθετοῦνται 10 ml ψυχροῦ ὀξικοῦ ὀξέος (4.1) καί 10 ml χλωροφορμίου (4.2). Τοποθετοῦνται ὁ γυάλινος σωλήνας (5.2.3) καί ὁ κάθετος ψυκτήρας (5.2.2).

Τό μεῖγμα φέρεται βραδέως στό σημεῖο βρασμοῦ, ἐπί δύο λεπτά, γιά νά ἀπαλλαγεῖ ἀπό τόν ἐν διαλύσει ἀέρα. 1 g ἰωδιούχου καλίου (4.3) διαλύεται σέ 1,3 ml νεροῦ καί τό διάλυμα αὐτό προστίθεται στή σφαιρική φιάλη (5.2.1) φροντίζοντας νά μή διακοπεῖ ὁ βρασμός. Ἄν τή στιγμή αὐτή ἐμφανιστεῖ μία κίτρινη χροιά μέσα στή σφαιρική φιάλη, τό πείραμα θεωρεῖται ὅτι ἀπέτυχε καί πρέπει νά ἐπαναληφθεῖ μέ προσφάτως παρασκευασθέντα ἀντιδραστήρια.

6.2. Στή συνέχεια, μετά ἀπό δύο λεπτά βρασμοῦ, προστίθεται στή σφαιρική φιάλη (5.2.1) 1 g τοῦ πρός ἀνάλυση δείγματος, ζυγισμένο μέ προσέγγιση 1 mg, φροντίζοντας καί πάλι νά μή διακοπεῖ ὁ βρασμός. Γιά τό σκοπό αὐτό τό δεῖγμα τίθεται σέ μικρό ποτήρι ζέσεως (5.2.4) πού εἰσάγεται ἐντός τῆς σφαιρικῆς φιάλης ἀπό τό γυάλινο σωλήνα (5.2.3) μέ τή βοήθεια σύρματος τοῦ ὁποίου τό κάτω ἄκρο προσαρμόζεται στό ἐν λόγω ποτήρι ζέσεως (βλ. σχῆμα). Ὁ ψυκτήρας μπορεῖ νά ἀπομακρυνθεῖ ὅσο διαρκεῖ ἡ ταχεία αὐτή δοκιμασία. Ὁ βρασμός διατηρεῖται ἐπί τρία - τέσσερα ἀκόμα λεπτά. Στή συνέχεια παύει ἡ θέρμανση, ἀπομακρύνεται ἀμέσως ὁ ψυκτήρας (5.2.2) καί προστίθενται ταχέως 50 ml νεροῦ ἀπό τό γυάλινο σωλήνα (5.2.3). Ἀφαιρεῖται ὁ γυάλινος σωλήνας (5.2.3) καί ψύχεται ἡ σφαιρική φιάλη (5.2.1) κάτω ἀπό τρεχούμενο νερό μέχρις ὅτου φτάσει στή θερμοκρασία δωματίου. Ὀγκομετρεῖται μέ θειοθειικό νάτριο (0,1 mol/l ἤ 0,01 mol/l) (4.4) μέχρις ὅτου ἀποχρωματιστεῖ τό ὑδάτινο στρῶμα. Ἀκριβῶς πρίν ἀπό τό τέλος τῆς ὀγκομετρήσεως προστίθεται 1 ml διαλύματος ἀμύλου (4.5) καί ἡ ὀγκομέτρηση συνεχίζεται μέχρις ὅτου ἐξαφανιστεῖ ἡ μπλέ χροιά. Κατά τή διάρκεια τῆς ὀγκομετρήσεως, ἡ σφαιρική φιάλη (5.2.1) ἀναταράζεται καλά ὥστε νά ἐξέλθει πλήρως τό ἰώδιο ἀπό τό μή ὑδάτινο στρῶμα.

6.3. Νά ἐκτελεσθεῖ τυφλή ὀγκομέτρηση σύμφωνα μέ τό 6.1 καί 6.2.

7. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

7.1. *Τύπος καί τρόπος ὑπολογισμοῦ*

Ὁ δείκτης ὑπεροξειδίων τοῦ δείγματος, σέ χιλιοστοϊσοδύναμα ἀνά χιλιόγραμμο ὑπολογίζεται βάσει τοῦ τύπου:

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

ὅπου:

V_1 = ὁ ὄγκος, σέ ml, τοῦ διαλύματος τοῦ θειοθειικοῦ ἄλατος πού χρησιμοποιήθηκε γιά τήν ὀγκομέτρηση τοῦ δείγματος σύμφωνα μέ τό (6.2),

V_2 = ὁ ὄγκος, σέ ml, τοῦ διαλύματος τοῦ θειοθειικοῦ ἄλατος πού χρησιμοποιήθηκε γιά τόν τυφλό προσδιορισμό σύμφωνα μέ τό (6.3),

a = ἡ συγκέντρωση τοῦ διαλύματος τοῦ θειοθειικοῦ νατρίου σέ mol/l,

m_0 = ἡ ἀρχική μάζα τοῦ δείγματος σέ γραμμάρια.

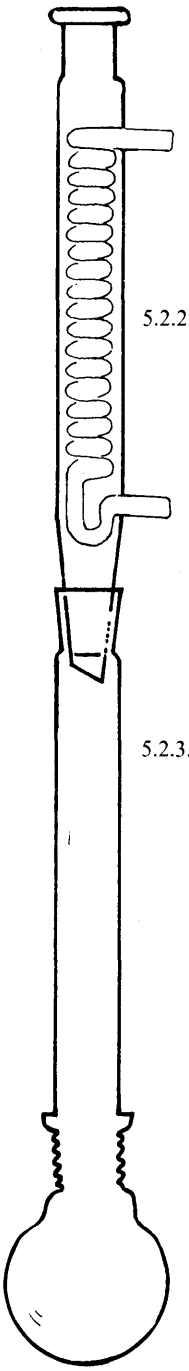
7.2. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ἡ διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τά 0,5 χιλιοστοϊσοδύναμα ἀνά χιλιόγραμμο τοῦ δείγματος.

8. **Παρατηρήσεις**

8.1. Ἡ ἐκλογή τῆς συγκεντρώσεως τοῦ χρησιμοποιούμενου θειοθειικοῦ νατρίου ἐξαρτᾶται ἀπό τό ἀποσκοπούμενο ἀποτέλεσμα. Ἄν χρησιμοποιηθοῦν λιγότερα ἀπό 0,5 ml διαλύματος θειοθειικοῦ νατρίου 0,1 mol/l, ὁ προσδιορισμός ἐπαναλαμβάνεται χρησιμοποιώντας διάλυμα θειοθειικοῦ ἄλατος 0,01 mol/l.

8.2. Ἡ ἀνάλυση ἐκτελεῖται μακριά ἀπό τό ἔντονο φῶς.



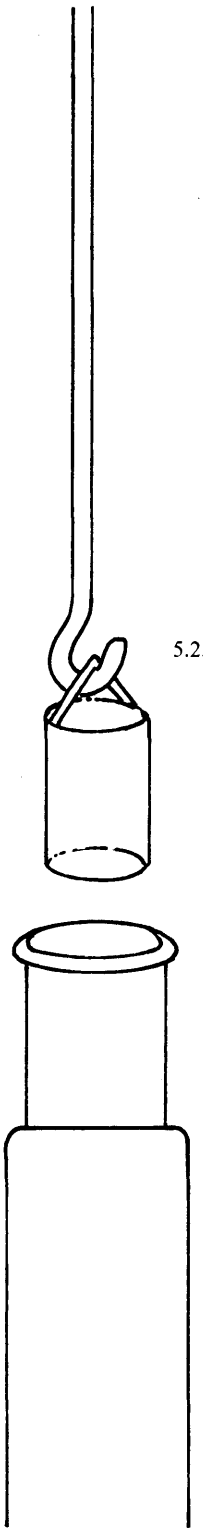
5.2.2. Κάθετος ψυκτήρας

5.2.3. Γυάλινος σωλήνας

— μήκους 250 mm

— ἐσωτερικῆς διαμέτρου 22 mm

5.2.1. Σφαιρική φιάλη (100 ml)



5.2.4. Μικρό ποτήρι ζέσεως:

— ἐξωτερικῆς διαμέτρου 20 mm

— ὕψους 35 — 50 mm

Συσκευή γιά τόν προσδιορισμό τοῦ δείκτου ὑπεροξειδίων τῶν λεκιθινῶν

ΜΕΘΟΔΟΣ 10

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΟΣ ΤΩΝ ΛΕΚΙΘΙΝΩΝ (E 322) ΣΕ ΑΔΙΑΛΥΤΕΣ ΣΤΟ ΤΟΛΟΥΟΛΙΟ ΟΥΣΙΕΣ

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ παρούσα μέθοδος ἐπιτρέπει τόν προσδιορισμό τῶν ἀδιάλυτων στό τουλουόλιο οὐσιῶν ἐντός τῶν λεκιθινῶν (E 322).

2. **Ὁρισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται ἡ περιεκτικότητα σέ οὐσίες ἀδιάλυτες στό τουλουόλιο.

3. **Ἀρχή**

Διήθηση τῶν ἀδιάλυτων στό τολουόλιο προσμίξεων καί ξήρανση τοῦ ὑπολείμματος.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1. Τολουόλιο.

5. **Συσκευές**

5.1. Ἠθμός ἀπό φρυγμένο γυαλί G 3 τῶν 30 ml ἤ ἰσοδυνάμου μεγέθους πόρων.

5.2. Θερμοηλεκτρικός κλίβανος, ρυθμισμένος στούς 103 ± 2 °C.

5.3. Ὑδρόλουτρο τοῦ ὁποίου ἡ θερμοκρασία δέν ὑπερβαίνει τούς 60 °C.

5.4. Ξηραντήρας μέ Silica gel (SiO_2) σέ ἄνυδρη κατάσταση ἤ μέ ἄλλο ἀντίστοιχο ὑγροσκοπικό μέσο καί ἐφοδιασμένος μέ δείκτη ὑγρασίας.

5.5. Κωνική φιάλη τῶν 500 ml.

5.6. Ἀντλία κενοῦ.

5.7. Ἀναλυτικός ζυγός.

6. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

6.1. Ὁ ἠθμός ἀπό φρυγμένο γυαλί, τῶν 30 ml (5.1), ὑφίσταται ξήρανση ἐντός κλιβάνου ρυθμισμένου στούς 103 ± 2 °C (5.2). Ὁ ἠθμός ἀφήνεται νά ψυχθεῖ σέ ξηραντήρα (5.4) καί ζυγίζεται.

6.2. Ἀναδεύεται τό δεῖγμα τῆς λεκιθίνης μετά ἀπό θέρμανση σέ ὑδρόλουτρο (5.3), ἐφ' ὅσον αὐτό ἔχει θεωρηθεῖ ἀναγκαῖο. Ἐντός κωνικῆς φιάλης (5.5) ζυγίζονται, μέ προσέγγιση 1 mg, περίπου 10 g τοῦ δείγματος. Προστίθενται 100 ml τολουολίου (4.1) καί τό μεῖγμα ἀναδεύεται μέχρις ὅτου διαλυθεῖ ὅλη ἡ λεκιθίνη. Τό διάλυμα διηθεῖται μέσω τοῦ ἠθμοῦ ἀπό φρυγμένο γυαλί (5.1), μέ 25 ml τουλουολίου (4.1) ἐκπλύνεται ἡ κωνική φιάλη (5.5). Τά διαλύματα ἐκπλύσεως διηθοῦνται μέσω τοῦ ἠθμοῦ (5.1). Ἡ διαδικασία αὐτή ἐπαναλαμβάνεται μέ νέα ποσότητα 25 ml τολουαλίου (4.1). Ὁ ἠθμός ἀφαιρεῖται καί τό τολουόλιο ἀπορροφᾶται ὑπό κενό.

6.3. Ὁ ἠθμός (5.1) μέ τό ὑπόλειμμα ὑφίστανται ξήρανση στούς 103 ± 2 °C ἐπί 2 ὧρες στόν κλίβανο (5.2). Ὁ ἠθμός ἀφήνεται νά ψηχθεῖ στόν ξηραντήρα (5.4) καί στή συνέχεια ζυγίζεται.

6.4. Τό 6.3 ἐπαναλαμβάνεται μέχρις ὅτου ἡ διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικῶν ζυγίσεων δέν ὑπερβαίνει τά 0,5 mg.

Ὑποθέτοντας μία πιθανή αὔξηση τῆς μάζας, γιά τόν ὑπολογισμό θά ληφθεῖ ὑπόψη ὁ μικρότερος ἀριθμός πού θά καταγραφεῖ.

7. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

7.1. *Τύπος καί τρόπος ὑπολογισμοῦ*

Ἡ περιεκτικότητα σέ ἀδιάλυτες στό τολουόλιο οὐσίες ὑπολογίζεται βάσει τοῦ τύπου:

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

ὅπου:

m_1 = ἡ μάζα τοῦ κενοῦ ἠθμοῦ (6.1) ἐκφρασμένη σέ γραμμάρια,

m_2 = ἡ μάζα τοῦ ἠθμοῦ μαζί μέ τό ὑπόλειμμα (6.4) ἐκφρασμένη σέ γραμμάρια,

m_0 = ἡ ἀρχική μάζα τοῦ δείγματος ἐκφρασμένη σέ γραμμάρια.

7.2. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ἡ διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τά 30 mg γιά 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 11

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΤΩΝ ΑΝΑΓΩΓΙΚΩΝ ΟΥΣΙΩΝ ΕΝΤΟΣ ΤΩΝ ΓΑΛΑΚΤΙΚΩΝ ΑΛΑΤΩΝ ΝΑΤΡΙΟΥ, ΚΑΛΙΟΥ ΚΑΙ ΑΣΒΕΣΤΙΟΥ (E 325, E 326, E 327)

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ μέθοδος ἐπιτρέπει τόν ποιοτικό προσδιορισμό τῶν ἀναγωγικῶν οὐσιῶν:

— τοῦ γαλακτικοῦ νατρίου (E 325),

— τοῦ γαλακτικοῦ καλίου (E 326) καί

— τοῦ γαλακτικοῦ ἀσβεστίου (E 327).

2. **Ὁρισμός**

Κατά τό πείραμα προσδιορισμοῦ τοῦ ὁρίου ἀνιχνεύσεως μέ ἀναγωγή τοῦ ἀντιδραστηρίου Fehling, τό δεῖγμα ἀντιδρᾶ μέ τό ἀντιδραστήριο Fehling ὑπό τίς συνθῆκες πού περιγράφονται κατωτέρω.

3. **Ἀρχή**

Ἀναγωγή τοῦ ἀντιδραστηρίου Fehling ἀπό ἀναγωγικές οὐσίες. Παρόμοιες οὐσίες ἀποτελοῦνται γενικά ἀπό ἀναγωγικά σάκχαρα.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1. Ἀντιδραστήριο Fehling A (διαλύονται 6,93 g ἐνύδρου θειικοῦ χαλκοῦ ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) ἐντός νεροῦ καί προστίθεται νερό μέχρι τά 100 ml).

4.2. Ἀντιδραστήριο Fehling B (διαλύονται 34,6 g μετά νατρίου καί καλίου ἔνυδρο τρυγικό ἅλας) ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4\,H_2O$) καί 10 g καυστικοῦ νατρίου ἐντός νεροῦ καί προστίθεται νερό μέχρι τά 100 ml).

5. **Έκτέλεση τοῦ πειράματος**

Διαλύεται 1 g δείγματος, ζυγισμένου μέ προσέγγιση 1 mg, ἐντός 10 ml ζεστοῦ νεροῦ. Προστίθενται 2 ml ἀντιδραστηρίου Fehling A (4.1) καί 2 ml ἀντιδραστηρίου Fehling B (4.2). Παρατηρεῖται ἄν ἐπέρχεται ἀλλαγή τῆς χροιᾶς μετά ἀπό ζέση τοῦ μείγματος ἐπί ἕνα λεπτό. Ἡ καθίζηση θειικοῦ ἀσβεστίου πού συμβαίνει μερικές φορές δέν ἐπηρεάζει τή μέθοδο.

6. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

6.1. *Ἑρμηνεία τῆς δοκιμασίας ἀνιχνεύσεως*

Ἄν παρατηρηθεῖ ἀλλαγή τοῦ χρώματος μετά τή ζέση (5), ἡ δοκιμασία εἶναι θετική καί ἐπομένως ὑπάρχουν ἀναγωγικές οὐσίες.

6.2. *Εὐαισθησία*

Τό ὅριο ἀνιχνεύσεως τῶν ἀναγωγικῶν οὐσιῶν εἶναι 100 mg γλυκόζης σέ 100 g δείγματος.

6.3. *Παρατηρήσεις*

6.3.1. Τά ἀποτελέσματα δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιήθηκαν συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, πρέπει νά εἶναι ταυτόσημα.

6.3.2. Ἄν τό δεῖγμα περιέχει 2 % γλυκόζη, τότε ἀντιδρᾶ ὅλο τό ἀντιδραστήριο Fehling.

ΜΕΘΟΔΟΣ 12

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΠΤΗΤΙΚΩΝ ΟΞΕΩΝ ΕΝΤΟΣ ΤΟΥ ΟΡΘΟΦΩΣΦΟΡΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ (E 338)

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ μέθοδος ἐπιτρέπει τήν ἀνίχνευση τῶν πτητικῶν ὀξέων ἐντός τοῦ ὀρθοφωσφορικοῦ ὀξέος (E 338), ἐκφρασμένων σέ ὀξικό ὀξύ.

2. **Ὁρισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται ἡ περιεκτικότητα σέ πτητικά ὀξέα, ἐκφρασμένων σέ ὀξικό ὀξύ.

3. **Ἀρχή**

Διάλυση τοῦ δείγματος καί ἀπόσταξη τοῦ διαλύματος. Ὀγκομέτρηση τοῦ ἀποστάγματος μέ διάλυμα καυστικοῦ νατρίου καί ὑπολογισμός τῆς ὀξύτητος ἐκφρασμένης σέ ὀξικό ὀξύ.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1. Διάλυμα 1 % (m/v) φαινολοφθαλεΐνης σέ αἰθανόλη.

4.2. Καυστικό νάτριο, 0,01 mol/l.

5. **Συσκευές**

5.1. Σφαιρική φιάλη ἀποστάξεως μέ ἀτμοπαγίδα.

6. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

Ζυγίζονται 60 g δείγματος μέ προσέγγιση 50 mg καί τοποθετοῦνται ἐντός σφαιρικῆς φιάλης ἀποστάξεως μέ ἀτμοπαγίδα (5.1) ὅπου προστίθενται 75 ml νεροῦ πού ἔχει προσφάτως ὑποστεῖ ζέση καί στή συνέχεια ἔχει ψυχθεῖ, ἀναδεύεται τό διάλυμα καί ἀποστάζονται 50 ml ἀπό αὐτό. Στό ἀπόσταγμα προστίθενται μερικές σταγόνες διαλύματος φαινολοφθαλεΐνης (4.1) καί γίνεται ὀγκομέτρηση μέ διάλυμα καυστικοῦ νατρίου 0,01 mol/l (4.2) μέχρις ὅτου ἡ πρώτη κόκκινη χροιά διατηρηθεῖ ἐπί 10 δευτερόλεπτα.

7. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

7.1. *Τύπος καί τρόπος ὑπολογισμοῦ*

Ἡ περιεκτικότητα σέ πτητικά ὀξέα, ἐκφρασμένη σέ mg/kg ὀξέος ὑπολογίζεται βάσει τοῦ τύπου:

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

ὅπου:

V = ὁ ὄγκος σέ ml τοῦ διαλύματος καυστικοῦ νατρίου 0,01 mol/l πού χρησιμοποιήθηκε γιά τήν ἐξουδετέρωση,

m_0 = ἡ μάζα σέ γραμμάρια τοῦ δείγματος τοῦ ὀρθοφωσφορικοῦ ὀξέος.

7.2. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ἡ διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τό 1 mg γιά 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 13

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΤΩΝ ΝΙΤΡΙΚΩΝ ΑΛΑΤΩΝ ΕΝΤΟΣ ΤΟΥ ΟΡΘΟΦΩΣΦΟΡΙΚΟΥ ΟΞΕΟΣ (Ε 338)

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ παρούσα μέθοδος ἐπιτρέπει τήν ἀνίχνευση τῶν νιτρικῶν ἁλάτων ἐντός τοῦ ὀρθοφωσφορικοῦ ὀξέος (Ε 338).

2. **Ὁρισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται τό ὅριο ἀνιχνεύσεως τῶν νιτρικῶν ἁλάτων ἐκφρασμένων σέ νιτρικά ἅλατα νατρίου.

3. **Ἀρχή**

Σέ ὄξινο περιβάλλον, πού ἐπιτυγχάνεται μέ πυκνό διάλυμα θειικοῦ ὀξέος, προστίθεται στό δεῖγμα ἰνδικοκαρμίνιο. Ἀποχρωματισμός μέ ὀξείδωση, ὀφειλόμενη σέ ὀξειδούμενες οὐσίες καί συγκεκριμένα στά νιτρικά ἅλατα.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1 Διάλυμα ἰνδικοκαρμινίου περιεκτικότητος 0,18 % (m/v): διαλύονται 0,18 g ἰνδικοῦ-δι-θειικοῦ νατρίου ἐντός 100 ml νεροῦ.

4.2. Διάλυμα 0,05 % (m/v) χλωριούχου νατρίου.

4.3. Πυκνό θειικό ὀξύ ($\rho_{20} = 1{,}84$ g/ml).

5. **'Εκτέλεση τοῦ πειράματος**

2 ml τοῦ πρός ἀνάλυση δείγματος διαλύονται ἐντός διαλύματος χλωριούχου νατρίου (4.2) μέχρις ὄγκου 10 ml. Προστίθενται 0,1 ml διαλύματος ἰνδικοκαρμινίου (4.1) καί 10 ml πυκνοῦ θειικοῦ ὀξέος (4.3) στάγδην καί μέ σύγχρονη ψύξη. Νά σημειωθεῖ ἄν ἡ μπλέ χροιά τοῦ διαλύματος διατηρεῖται ἐπί 5 λεπτά.

6. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

6.1. *'Ερμηνεία τῆς δοκιμασίας ἀνιχνεύσεως*

"Αν ἡ μπλέ χροιά ἐξαφανισθεῖ ἐντελῶς ἐντός 5 λεπτῶν, τό πείραμα εἶναι θετικό καί ἡ περιεκτικότητα σέ ὀξειδούμενες οὐσίες, ἐκφρασμένες σέ νιτρικά ἅλατα νατρίου, ὑπερβαίνει τά 5 mg/kg δείγματος.

6.2. *Παρατηρήσεις*

6.2.1. Νά πραγματοποιηθεῖ μία τυφλή δοκιμασία τῶν ἀντιδραστηρίων.

6.2.2. Τά ἀποτελέσματα τῶν δύο παράλληλων προσδιορισμῶν πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο, ἐπί τοῦ ἰδίου δείγματος, πρέπει νά εἶναι ταυτόσημα.

6.2.3. Τό διάλυμα τοῦ ἰνδικοκαρμινίου δέν πρέπει νά ἑτοιμαστεῖ πρίν ἀπό 60 ἡμέρες.

6.2.4. Τό θετικό ἀποτέλεσμα σημαίνει ὅτι τό δεῖγμα μπορεῖ νά περιέχει νιτρικά ἅλατα καί ἄλλες ὀξειδούμενες οὐσίες. Τό πείραμα πρέπει νά ἐπαναληφθεῖ χρησιμοποιώντας τή μέθοδο ISO 3709 (1976) «φωσφορικό ὀξύ γιά βιομηχανική χρήση (περιλαμβανομένης καί τῆς βιομηχανίας τροφίμων) — ποσοτική ἀνάλυση τοῦ ὀξειδίου τοῦ ἀζώτου — φασματομετρική μέθοδος μέ ξυλενόλη 3,4».

ΜΕΘΟΔΟΣ 14

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΑΔΙΑΛΥΤΩΝ ΣΤΟ ΝΕΡΟ ΟΥΣΙΩΝ ΠΟΥ ΕΜΦΑΝΙΖΟΝΤΑΙ ΕΝΤΟΣ ΤΩΝ ΟΡΘΟΦΩΣΦΟΡΙΚΩΝ ΑΛΑΤΩΝ: ΔΙΣΟΞΙΝΟ ΦΩΣΦΟΡΙΚΟ ΝΑΤΡΙΟ, ΜΟΝΟΞΙΝΟ ΦΩΣΦΟΡΙΚΟ ΝΑΤΡΙΟ, ΦΩΣΦΟΡΙΚΟ ΝΑΤΡΙΟ, ΔΙΣΟΞΙΝΟ ΦΩΣΦΟΡΙΚΟ ΚΑΛΙΟ, ΜΟΝΟΞΙΝΟ ΦΩΣΦΟΡΙΚΟ ΚΑΛΙΟ ΚΑΙ ΦΩΣΦΟΡΙΚΟ ΚΑΛΙΟ (E 339 i, E 399 ii, E 399 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii)

1. **'Αντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

'Η μέθοδος ἐπιτρέπει τόν προσδιορισμό τῶν ἀδιάλυτων στό νερό οὐσιῶν πού ὑπάρχουν στό:

— δισόξινο φωσφορικό νάτριο (E 399 i),

— μονόξινο φωσφορικό νάτριο (E 399 ii),

— φωσφορικό νάτριο (E 399 iii),

— δισόξινο φωσφορικό κάλιο (E 340 i),

— μονόξινο φωσφορικό κάλιο (E 340 ii),

— φωσφορικό κάλιο (E 340 iii).

2. **'Ορισμός**

Μέ τή μέθοδο περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται ἡ περιεκτικότητα σέ ἀδιάλυτες στό νερό οὐσίες.

3. **'Αρχή**

Διάλυση τοῦ δείγματος στό νερό καί διήθηση τῶν ἀδιάλυτων οὐσιῶν. Ξήρανση τοῦ ὑπολείμματος πού ἐκφράζεται σέ ἀδιάλυτες στό νερό οὐσίες.

4. **Συσκευές**

4.1. Ἠθμός ἐκ πορώδους πορσελάνης G 3 ἤ ἰσοδυνάμου μεγέθους πόρων.

4.2. Ξηραντήρας μέ Silica gel (SiO_2), σέ ἄνυδρη κατάσταση ἤ μέ ἄλλο ἀντίστοιχο ὑγροσκοπικό μέσο καί ἐφοδιασμένος μέ δείκτη ὑγρασίας.

4.3. Ἠλεκτρικός κλίβανος, ρυθμισμένος στούς 103 ± 2 °C.

4.4. Ποτήρι τῶν 400 ml ἀπό πολυπροπυλένιο.

4.5. Ζέον ὑδρόλουτρο.

5. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

Διαλύονται 10 g δείγματος φωσφορικοῦ ἄλατος, ζυγισμένα μέ προσέγγιση 10 mg, ἐντός 100 ml ζεστοῦ νεροῦ σέ ποτήρι ἀπό πολυπροπυλένιο (4.4) καί διατηρεῖται ἐντός τοῦ ζέοντος ὑδρόλουτρου (4.5) ἐπί 15 λεπτά. Τό διάλυμα διηθεῖται μέσω τοῦ ἠθμοῦ (4.1) πού ἔχει προηγουμένως ὑποστεῖ ἔκπλυση, ξήρανση καί ζύγιση. Τό ἀδιάλυτο ὑπόλειμμα ὑφίσταται ἔκλουση μέ ζεστό νερό καί ξηραίνεται ἐντός τοῦ κλιβάνου (4.3) στούς 103 ± 2 °C. Μετά ἀπό πλήρη ξήρανση, πού διαρκεῖ δύο ὧρες, ἀφήνεται νά ψυχθεῖ ἐντός τοῦ ξηραντήρα καί ζυγίζεται. Ἡ ξήρανση θεωρεῖται πλήρης ὅταν ἡ διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικῶν ζυγίσεων δέν ὑπερβαίνει τά 0,5 mg. Ὑποθέτοντας μιά πιθανή αὔξηση τῆς μάζας, γιά τόν ὑπολογισμό θά ληφθεῖ ὑπόψη ὁ μικρότερος ἀριθμός πού θά καταγραφεῖ.

6. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

6.1. *Τύπος καί τρόπος ὑπολογισμοῦ*

Ἡ περιεκτικότητα τοῦ δείγματος σέ ἀδιάλυτες στό νερό οὐσίες ὑπολογίζεται βάσει τοῦ κατωτέρω τύπου:

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

ὅπου:

m_1 = ἡ μάζα σέ γραμμάρια τοῦ δείγματος μετά τήν ξήρανση.

m_0 = ἡ μάζα σέ γραμμάρια τοῦ δείγματος.

6.2. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ἡ διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τά 10 mg γιά 100 g δείγματος.

ΜΕΘΟΔΟΣ 15

ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ pH ΤΩΝ ΠΡΟΣΘΕΤΩΝ ΣΤΑ ΤΡΟΦΙΜΑ ΥΛΩΝ

1. **Ἀντικείμενο καί πεδίο ἐφαρμογῆς**

Ἡ μέθοδος ἀναφέρει σέ γενικές γραμμές τόν προσδιορισμό τοῦ pH τῶν προσθέτων στά τρόφιμα ὑλῶν.

2. **Ὁρισμός**

Μέ τή μέθοδο πού περιγράφεται κατωτέρω προσδιορίζεται τό pH τῆς προσθέτου ὕλης.

3. **Ἀρχή**

Τό pH ὑδατικοῦ διαλύματος ἤ ὑδατικῆς ἀραίωσης προσδιορίζεται συμβατικά μέ ἕνα γυάλινο ἠλεκτρόδιο, ἕνα ἠλεκτρόδιο ἀναφορᾶς καί ἕνα πεχάμετρο.

4. **Ἀντιδραστήρια**

4.1.1. Ρυθμιστικό διάλυμα, μέ pH 6,88 στούς 20 °C, ἀποτελούμενο ἀπό ἴσους ὄγκους δισόξινου φωσφορικοῦ καλίου (KH_2PO_4) 0,055 mol/l καί ἔνυδρου μονόξινου φωσφορικοῦ νατρίου ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$) 0,05 mol/l.

4.1.2. Ρυθμιστικό διάλυμα, μέ pH 4 στούς 20 °C, ἀποτελούμενο ἀπό φθαλικό κάλιο ($C_8H_5KO_4$), 0,05 mol/l.

4.1.3. Ρυθμιστικό διάλυμα μέ pH 9,22 στούς 20 °C, ἀποτελούμενο ἀπό βορικό νάτριο ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) mol/l.

4.2. Διάλυμα χλωριούχου καλίου (KCl) 3 mol/l ἤ κορεσμένο διάλυμα χλωριούχου καλίου γιά τήν πλήρωση τῶν ἠλεκτροδίων ἀναφορᾶς ἤ κάθε ἄλλο κατάλληλο διάλυμα πού ὑποδεικνύει ὁ κατασκευαστής τῶν ἠλεκτροδίων.

4.3. Ἀποσταγμένο νερό, ἀπαλλαγμένο διοξειδίου τοῦ ἄνθρακος, μέ pH 5 καί 6.

5. **Συσκευές**

5.1. Πεχάμετρο μέ ἀκρίβεια 0,01 μονάδων pH.

5.2. Ἠλεκτρόδιο, εἴτε σειρά γυάλινων ἠλεκτροδίων συνδεδεμένων μεταξύ τους, εἴτε μονοδικό γυάλινο ἠλεκτρόδιο καί ἠλεκτρόδιο ἀναφορᾶς μέ κατάλληλες λαβίδες.

5.3. Μαγνητικός ἀναδευτήρας ἐφοδιασμένος μέ διάταξη θερμάνσεως.

5.4. Θερμόμετρο, βαθμολογημένο ἀπό 0° μέχρι 100 °C.

6. **Ἐκτέλεση τοῦ πειράματος**

6.1. *Ρύθμιση τοῦ πεχαμέτρου*

Τά γυάλινα ἠλεκτρόδια συναρμολογοῦνται σύμφωνα μέ τίς ὑποδείξεις τοῦ κατασκευαστοῦ. Ἡ ρύθμιση τῶν γυάλινων ἠλεκτροδίων ἐλέγχεται τακτικά ἐπί τῆς κλίμακος τοῦ πεχαμέτρου μέσω ρυθμιστικῶν διαλυμάτων τῶν ὁποίων τό ἀκριβές pH εἶναι γνωστό.

Τά ἠλεκτρόδια ἐκπλύνονται μέ νερό καί σκουπίζονται προσεκτικά μέ μαλακό ὕφασμα ἤ, ἀκόμα καλύτερα, ἐκπλύνονται μέ νερό καί στή συνέχεια ἐκπλύνονται ἐπί δύο συνεχόμενες φορές μέ τό πρός μέτρηση διάλυμα ἤ τό ρυθμιστικό διάλυμα καί τοποθετοῦνται ἐντός τοῦ πρός μέτρηση διαλύματος ἤ τοῦ ρυθμιστικοῦ διαλύματος.

Ἄν τό πρός μέτρηση διάλυμα ἔχει ὄξινο pH, χρησιμοποιοῦνται γιά τόν ἔλεγχο τοῦ pH τά ρυθμιστικά διαλύματα μέ pH 4 (4.1.2) καί μέ pH 6,88 (4.1.1).

Ἄν τό πρός μέτρηση διάλυμα ἔχει βασικό pH, χρησιμοποιοῦνται γιά τόν ἔλεγχο τοῦ pH τά ρυθμιστικά διαλύματα μέ pH 9,22 (4.1.3) καί μέ 6,88 (4.1.1).

6.2. *Προσδιορισμός τοῦ πρός μέτρηση διαλύματος*

Ἡ συγκέντρωση τοῦ πρός μέτρηση διαλύματος ἤ ἡ παρασκευή τοῦ διαλύματος πού θά ληφθεῖ ὑπόψη πρέπει νά εἶναι σύμφωνες μέ τήν κοινοτική ὁδηγία πού ἀφορᾶ τίς πρόσθετες στά τρόφιμα ὕλες.

Τό πρός μέτρηση διάλυμα παρασκευάζεται μέ τό ἀποσταγμένο νερό (4.3) στούς 20 °C μέ συνεχή ἀνάδευση. Παύει ἡ ἀνάδευση καί τά γυάλινα ἠλεκτρόδια (5.2) τοποθετοῦνται ἐντός τοῦ διαλύματος. Μετά ἀπό δύο λεπτά τό pH ἀναγιγνώσκεται ἐπί τοῦ πεχαμέτρου (5.1)

7. **Διατύπωση τῶν ἀποτελεσμάτων**

7.1. *Ἐπαναληπτικότητα*

Ἡ διαφορά μεταξύ τῶν ἀποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμῶν, πού πραγματοποιοῦνται συγχρόνως, ὑπό τίς ἴδιες συνθῆκες, ἀπό τό ἴδιο ἄτομο καί μέ τό ἴδιο δεῖγμα, δέν πρέπει νά ὑπερβαίνει τίς 0,05 μονάδες pH.

8. **Παρατηρήσεις**

Ἡ μέθοδος αὐτή ἐφαρμόζεται μόνο γιά τά κριτήρια τοῦ pH πού ἐλήφθησαν ὑπόψη στίς κοινοτικές ὁδηγίες τῶν προσθέτων στά τρόφιμα ὑλῶν ὅπου οἱ πρόσθετες ὕλες διαλύονται μέ νερό ἤ ἀποτελοῦν ὑδατικά διαλύματα.