381L0712

10. 9. 81 Jornal Oficial das Comunidades Europeias N° L 257/1

PRIMEIRA DIRECTIVA DA COMISSÃO

de 28 de Julho de 1981

que estabelece os métodos comunitários de análise para o controlo dos critérios de pureza de certos aditivos alimentares

(81/712/CEE)

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Económica Europeia,

Tendo em conta a Directiva do Conselho, de 23 de Outubro de 1982, relativa à aproximação das regulamentações dos Estados-membros respeitantes aos corantes que podem ser utilizados nos géneros destinados à alimentação humana (1), com a última redacção que lhe foi dada pela Directiva 78/144/CEE (2) e, nomeadamente, o n° 2 do seu artigo 11°,

Tendo em conta a Directiva 64/54/CEE do Conselho, de 5 de Novembro de 1963, relativa à aproximação das legislações dos Estados-membros respeitantes aos conservantes que podem ser utilizados em géneros destinados à alimentação humana (3), com a última redacção que lhe foi dada pela Directiva 79/40/CEE (4) e, nomeadamente, o n° 2 do seu artigo 8°,

Tendo em conta a Directiva 70/357/CEE do Conselho, de 13 de Julho de 1970, relativa à aproximação das legislações dos Estados-membros respeitantes às substâncias antioxidantes que podem ser utilizadas nos géneros destinados à alimentação humana, (5) com a última redacção que lhe foi dada pela Directiva 78/143/CEE (6) e, nomeadamente, o n° 2 do seu artigo 5°,

Considerando que estas disposições prevêem que os critérios de pureza gerais e específicos dos aditivos e os respectivos controlos devem ser efectuados de acordo com métodos de análise comunitários ;

Considerando que é conveniente adoptar uma primeira série de métodos para os quais já puderam ser concluídos os estudos ;

Considerando que os métodos de análise da primeira directiva estão conformes ao parecer do Comité Permanente dos Géneros Alimentícios,

ADOPTOU A PRESENTE DIRECTIVA :

Artigo 1°

Os Estados-membros exigirão que as análises necessárias ao controlo dos critérios de pureza gerais ou específicos de certos aditivos alimentares sejam efectuados de acordo com os méto-

(1) JO n° L 115 de 11.11.1962, p. 2645/62.
(2) JO n° L 44 de 15.2.1978, p. 20.
(3) JO n° 12 de 27.1.1964, p. 161/64.
(4) JO n° L 13 de 19.1.1979, p. 50.
(5) JO n° L 157 de 18.7.1970, p. 31.
(6) JO n° L 44 de 15.2.1978, p. 18.

dos descritos no Anexo II, cujo domínio de aplicação é definido no Anexo I.

Artigo 2°

Os Estados-membros porão em vigor as disposições legislativas, regulamentares e administrativas necessárias para darem cumprimento à presente directiva o mais tardar em 20 de Fevereiro de 1983. Desse facto informarão imediatamente a Comissão.

Artigo 3°

Os Estados-membros são destinatários da presente directiva.

Feito em Bruxelas em 28 de Julho de 1981.

Pela Comissão

Karl-Heinz NARJES

Membro da Comissão

ANEXO I

ÂMBITO DE APLICAÇÃO DOS MÉTODOS DE ANALISE COMUNITARIOS DESTINADOS AO CONTROLO DOS CRITÉRIOS DE PUREZA DE DETERMINADOS ADITIVOS ALIMENTARES

I. INTRODUÇÃO

II. CORANTES

II.1. Determinação das substâncias que extractáveis pelo éter dietílico nos corantes alimentares organossulfonados hidrossolúveis destinados à alimentação humana. Anexo II, método 2.

III. CONSERVANTES

III.1. Determinação do ácido fórmico, dos formatos e de outras impurezas oxidáveis no ácido acético (E 260), no acetato de potássio (E 261), no diacetato de sódio (E 262) e no acetato de cálcio (E 263). Anexo II, método 2.

III.2. Determinação das substâncias não voláteis no ácido propiónico (E 280). Anexo II, método 3.

III.3. Determinação da perda de massa do nitrito de sódio (E 250) por secagem. Anexo II, método 4.

III.4. Ensaio limite para determinação do ácido salicílico no p-hidroxibenzoato de etilo (E 214), no sal de sódio do p-hidroxibenzoato de etilo (E 215), no p-hidroxibenzoato de propilo (E 216), no sal de sódio do p-hidroxibenzoato de propilo (E 217), no p-hidroxibenzoato de metilo (E 218) e no sal de sódio do p-hidroxibenzoato de metilo (E 219). Anexo II, método 5.

III.5 Determinação do ácido acético livre no diacetato de sódio (E 262). Anexo II, método 6.

III.6. Determinação do acetato de sódio no diacetato de sódio (E 262). Anexo II, método 7.

III.7. Ensaio limite para determinação dos aldeídos no ácido sórbico (E 200), nos sorbatos de sódio, de potássio e de cálcio (E 201, E 202 E 203) e no ácido propiónico (E 280). Anexo II, método 8.

IV. ANTIOXIDANTES

IV.1 Determinação do número de grupos peróxido nas lecitinas (E 322). Anexo II, método 9.

IV.2 Determinação nas lecitinas de substâncias insolúveis no tolueno. Anexo II, método 10.

IV.3. Ensaio limite para determinação das substâncias redutoras nos lactatos de sódio, de potássio e de cálcio (E 325, E 326 e E 327). Anexo II, método 11.

IV.4. Determinação dos ácidos voláteis no ácido ortofosfórico (E 338). Anexo II, método 12.

IV.5. Ensaio limite para determinação dos nitratos no ácido ortofosfórico (E 338). Anexo II, método 13.

IV.6 Determinação de substâncias insolúveis na água que se encontram presentes nos ortofosfatos : monossódico, dissódico e trissódico e nos ortofosfatos : monopotássico, dipotássico e tripotuassico (E 339 i, E 339 ii E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii). Anexo II, método 14.

V. GENERALIDADES

V.1. Determinação do pH nos aditivos alimentares. Anexo II, método 15.

ANEXO II

MÉTODOS DE ANALISE RELATIVOS AOS CRITÉRIOS DE PUREZA DOS ADITIVOS ALIMENTARES

INTRODUÇÃO

1. Preparação da amostra

1.1. *Generalidades*

A massa da amostra destinada à análise laboratorial deve ser pelo menos de 50 g, excepto se uma quantidade maior for necessária para determinações específicas.

1.2. *Preparação da amostra*

A amostra deve ser submetida a uma homogeneização antes de se proceder à análise.

1.3. *Conservação*

A amostra, após a preparação referida, deve ser sempre conservada em recepiente hermético de modo a evitar qualquer possível alteração.

2. **Reagentes**

2.1. Água

2.1.1. Quando se faça referência a água para utilização na preparação de soluções, diluição ou lavagem, subentende-se que se trata sempre de água destilada ou desmineralizada de pureza equivalente.

2.1.2. Quando se faça referência a uma « solução » ou a uma « diluição » sem qualquer outra referência a um eventual reagente, significa que se trata de uma solução aquosa ou de uma diluição a efectuar em água.

2.2. *Produtos químicos*

Todos os produtos químicos devem ser de qualidade analítica salvo indicação em contrário.

3. Aparelhos

3.1. *Lista dos aparelhos*

A lista do material refere-se a equipamento de utilização especializada e com especificações especiais.

3.2. *Balança analítica*

Entende-se por balança analítica a que possui uma sensibilidade pelo menos igual a 0,1 mg.

4. **Expressão dos resultados**

4.1. *Resultados*

O resultado mencionado no boletim de análise é o valor médio obtido a partir de pelo menos duas determinações cuja reprodutibilidade seja satisfatória.

4.2. *Cálculo da percentagem*

Os resultados, salvo disposições especiais, exprimem-se em percentagem, (m/m) da amostra original, no estado em que chega ao laboratório.

4.3. *Número de algarismos significativos*

O resultado não deve apresentar mais algarismos significativos do que os determinados pela precisão do método.

MÉTODO 1

DETERMINAÇÃO DAS SUBSTÂNCIAS EXTRACTAVEIS PELO ÉTER DIETILICO NOS CORANTES ALIMENTARES ORGANOSSULFONADOS HIDROSSOLÚVEIS

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite determinar as substâncias extractáveis pelo éter dietílico nos corantes organossulfonados solúveis na água e que não se apresentem misturados com um suporte adequado.

2. **Descrição**

O teor em substâncias extractáveis pelo éter dietílico obtém-se pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Procede-se à extracção do corante pelo éter dietílico e pesa-se o resíduo seco após evaporação do éter.

4. **Reagentes**

4.1. Éter dietílico seco desprovido de peróxidos. (A humidade pode ser retirada recorrendo à utilização de cloreto de cálcio recentemente calcinado).

5. **Aparelhos**

5.1. Aparelho de Soxhlet munido do respectivo balão.

5.2. Exsicador contendo sílica gel ou outro agente desidratante equivalente que tenha sido recentemente activado e possuindo um indicador de humidade.

5.3. Balança analítica

5.4. Estufa equipada com termostato regulável à temperatura de 85° ± 2 °C.

6. **Técnica**

Num pedaço de papel de filtro, pesa-se, com a precisão de ± 10 mg, uma toma para análise de cerca de 10 g de substância corante. Dobrando o papel de filtro utilizado na pesagem da toma, introduz-se esta num cartucho de papel especial para o extractar, tapando-o depois com algodão isento de matéria gorda ou qualquer outra que seja solúvel no éter dietílico. Procede-se à

extracção durante 6 horas em aparelho de Soxhlet (5.1.) utilizando como solvente o éter dietílico (4.1). Evapora-se o éter à temperatura mais baixa possível. Coloca-se o balão do aparelho de Soxhlet, previamente tarado, contendo o resíduo da extracção em estufa (5.4) regulada à temperatura de 85° ± 2 °C durante 20 minutos. Coloca-se em exsicador (5.2) o balão de Soxhlet contendo o resíduo, tendo o cuidado de o tapar com um vidro de relógio. Arrefece-se à temperatura ambiente e pesa-se.

Repetem-se as operações de secagem até que duas pesagens consecutivas difiram menos de 0,5 mg. No caso de se verificar um aumento de massa deve-se tomar como valor, para efeito de cálculo, o correspondente à menor pesagem efectuada.

7. **Expressão dos resultados**

7.1. *Fórmula e modo de cálculo*

O teor, expresso em percentagem em massa da amostra, das substâncias extractáveis pelo éter é dado pela seguinte fórmula :

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

em que

m_1 = massa, expressa em gramas, do resíduo após evaporação ;

m_0 = massa, expressa em gramas, da toma para análise.

7.2. *Reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 20 mg por 100 g de amostra.

MÉTODO 2

DETERMINAÇÃO DO ACIDO FORMICO, FORMATOS E OUTRAS IMPUREZAS OXIDAVEIS NO ACIDO ACÉTICO (E 260), ACETATO DE POTASSIO (E 261), DIACETATO DE SODIO (E 262) E ACETATO DE CALCIO (E 263)

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite determinar o ácido fórmico, os formatos e outras impurezas, calculadas como ácido fórmico, no :

— ácido acético (E 260),

— ácetato de potássio (E 261),

— diacetato de sódio (E 262),

— ácetato de cálcio (E 263).

2. **Definição**

O teor de ácido fórmico, formatos e outras impurezas oxidáveis obtém-se pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

A amostra a analisar submete-se à acção do permanganato de potássio, em excesso e em meio alcalino, para dar origem à formação de dióxido de manganésio. Procede-se à titulação deste último composto e do excesso de permanganato de potássio por iodometria após acidificação. A concentração de impurezas oxidáveis presentes na amostra exprime-se em ácido fórmico.

4. **Reagentes**

4.1. Iodeto de potássio.

4.2. Solução de permanganato de potássio 0,02 mol/l.

4.3. Carbonato de sódio anidro.

4.4. Solução de tiossulfato de sódio 0,1 mol/l.

4.5. Solução de amido (aproximadamente 1 % m/v).

4.6. Acido sulfúrico diluído : Adiciona-se 90 ml de ácido sulfúrico (p30 = 1,84 g/ml) a água e dilui-se até perfazer o volume de 1 l.

5. **Aparelhos**

5.1. Banho-maria em ebulição.

5.2. Balança analítica.

6. **Técnica**

Se a amostra a analisar é constituída pelo ácido livre, pesa-se, com a precisão de ± 10 mg, uma toma para análise de 10 g que se dilui em 70 ml de água. Adiciona-se uma solução contendo 10 g de carbonato de sódio anidro (4.3) dissolvido em 30 ml de água. Se a amostra for constituída por um sal, pesa-se, com a precisão de ± 10 mg, uma toma para análise que se dissolve em 100 ml de água e a que se junta 1 g de carbonato de sódio anidro (4.3). Agita-se até se completar a dissolução. Adicionam-se a uma ou outra das soluções, consoante se trate de amostra constituída pelo ácido livre ou por um sal, 20,0 ml da solução de permanganato de potássio a 0,02 mol/l (4.2) e aquece-se em banho-maria durante 15 minutos. Arrefece-se e adicionam-se 50 ml de ácido sulfúrico diluído (4.6) e 0,5 g de iodeto de potássio (4.1). Agita-se até dissolução do precipitado de dióxido de manganésio. Titula-se com a solução de tiossulfato de sódio 0,1 mol/l (4.4) até ao aparecimento de uma coloração amarelo pálido. Adicionam-se algumas gotas da solução de amido (4.5) e continua-se a titulação até se observar o desaparecimento total da coloração.

7. **Expressão dos resultados**

7.1. *Fórmula e modo de cálculo*

A percentagem de ácido fórmico, formatos e outras impurezas oxidáveis, calculadas como ácido fórmico, obtém-se pela seguinte fórmula :

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

em que :

a = molaridade do permanganato de potássio ;

b = molaridade do tiossulfato de sódio ;

m_0 = massa, expressa em gramas, da toma para análise ;

V = volume, expresso en ml, da solução de tiossulfato de sódio 0,1 mol/l utilizada na titulação.

7.2. *Reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 5 mg por 100 g da amostra.

8. **Observações**

8.1. Um volume de 11,3 ml de solução de tiossulfato de sódio 0,1 mol/l equivale a 0,2 % de ácido fórmico em 10 g de amostra.

8.2. Na ausência de formato, esse volume será de 20 ml, mas se o teor de ácido fórmico for superior a 0,27 % (m/m), o excesso de $KMnO^-$ tornar-se-á insuficiente e obter-se-á um volume fixo de 8 ml.

Neste último caso deve repetir-se a determinação utilizando uma toma para análise de menor massa.

MÉTODO 3

DETERMINAÇÃO DAS SUBSTÂNCIAS NÃO VOLATEIS NO ACIDO PROPIONICO (E 280)

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite dosear as substâncias não voláteis no ácido propiónico (E 280).

2. **Definição**

O teor de substâncias não voláteis no ácido propiónico obtém-se de acordo com o método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Submete-se a amostra a evaporação seguida de secagem a 103° ± 2 °C e o resíduo é determinado por gravimetria.

4. **Aparelhos**

4.1. Cápsula de sílica ou de platina de capacidade suficiente para conter 100 g da amostra.

4.2. Estufa equipada com termostato regulável à temperatura de 103° ± 2 °C.

4.3. Balança analítica.

4.4. Banho-maria em ebulição.

4.5. Exsicador contendo sílica gel ou outro agente desidratante adequado que tenha sido recentemente activado e possuindo um indicador de humidade.

5. **Técnica**

para a cápsula (4.1) previamente tarada, pesa-se, com a precisão de ± 0, 1 g, uma toma para análise de cerca de 100 g de ácido propiónico. Evapora-se em banho-maria colocado no interior de uma « hotte ». Após se ter evaporado todo o ácido propiónico, seca-se em estufa (4.2) regulada à temperatura de 103° ± 2 °C durante uma hora. Coloca-se num exsicador (4.5), deixa-se arrefecer à temperatura ambiente e pesa-se. Repetem-se as operações de secagem e pesagem até que duas pesagens consecutivas difiram menos que 0,5 mg. No caso de se verificar um aumento de massa deve-se tomar como valor, para efeito de cálculo, o correspondente à menor pesagem efectuada.

6. Expressão dos resultados

6.1. *Fórmula e modo de cálculo*

O teor de substâncias não voláteis, expresso em percentagens da amostra, é dado pela seguinte fórmula :

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

em que :

m_1 = massa, expressa em gramas, do resíduo após evaporação ;

m_0 = massa, expressa em gramas, da toma para análise.

6.2. *Reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinções paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 5 mg por 100 g de amostra.

MÉTODO 4

DETERMINAÇÃO DA PERDA DE MASSA DO NITRITO DE SODIO (E 250) POR SECAGEM

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite determinar a perda de massa do nitrito de sódio (E 250) por secagem.

2. **Definição**

O teor de humidade do nitrito de sódio é a perda da massa por secagem obtida pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Determinação da perda de massa após aquecimento a 103° ± 2 °C.

4. **Aparelhos**

4.1. Estufa eléctrica equipada com termostato que permita a regulação da temperatura a 103° ± 2 °C.

4.2. Cápsulas de vidro de fundo plano com tampa, diâmetro de 60 a 80 mm e com uma profundidade mínima de 25 mm.

4.3. Exsicador contendo sílica gel ou outro agente desidratante apropriado que tenha sido recentemente activado e possuindo um indicador de humidade.

4.4. Balança analítica.

5. **Técnica**

Retira-se a tampa da cápsula de vidro (4.2) e coloca-se a cápsula de vidro e a respectiva tampa em estufa (4.1) regulada a 103° ± 2 °C, onde devem permanecer durante 1 hora. Coloca-se a tampa na cápsula (4.2) e arrefece-se em exsicador (4.3) até à temperatura ambiente. Pesa-se a cápsula com a tampa com uma precisão de ± 10 mg.

Pesa-se, na cápsula com a respectiva tampa, com a precisão de ± 10 mg, uma toma para análise de cerca de 10 g. Coloca-se o conjunto em estufa (4.1.) regulada a 103° ± 2 °C, durante 1 hora, tendo o cuidado de destapar a cápsula. Coloca-se novamente a tampa na cápsula e arrefece-se em exsicador (4.3.) até temperatura ambiente e pesa-se com a precisão de ± 10 mg. Repetem-se as três últimas operações (aquecimento, arrefecimento e pesagem) até que a diferença entre duas pesagens consecutivas não exceda 10 mg. No caso de se verificar um aumento de massa deve-se tomar como valor, para efeito de cálculo, o correspondente à menor pesagem efectuada.

6. **Expressão dos resultados**

6.1. *Fórmula e modo de cálculo*

A perda de massa por secagem, expressa em percentagem (m/m) da amostra, é dada pela seguinte fórmula :

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

em que :

m_1 = massa de cápsula expressa em gramas ;

m_2 = massa, expressa em gramas, da cápsula com a toma para análise antes da secagem ;

m_3 = massa, expressa em gramas, da cápsula com a toma para análise após secagem.

6.2. *Reproductibilidade*

A diferença entre o resultado de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 100 mg por 100 g da amostra.

MÉTODO 5

TESTE LIMITE PARA DETERMINAÇÃO DE ACIDO SALICILICO NO *p*- HIDROXIBENZOATO DE ETILO (E 214), NO SAL DE SODIO DO *p*- HIDROXIBENZOATO DE ETILO (E 215), NO *p*-HIDROXIBENZOATO DE *n*- PROPILO (E 216), NO SAL DE SODIO DO *p*- HIDROXIBENZOATO DE *n*-PROPILO (E 217), NO *p*- HIDROXIBENZOATO DE METILO (E 218) E NO SAL DE SODIO DO *p*-HIDROXIBENZOATO DE METILO (E 219)

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O método permite determinar a presença de ácido salicílico no *p*- hidroxibenzoato de etilo (E 214), no *p*- hidroxibenzoato de propilo (E 216), no *p*- hidroxibenzoato de metilo (E 218) e nos seus sais de sódio (E 215, E 217 e E 219).

2. **Definição**

O teste limite de concentração para o ácido salicílico determina-se pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

O princípio do método baseia-se na reacção que uma solução contendo ácido salicílico tem na presença de sulfato duplo de amónio e de ferro (III) provocando uma coloração violeta cuja intensidade é comparada com a coloração obtida nas mesmas condições por uma solução de referência.

4. **Reagentes**

4.1. Solução de sulfato duplo de amónio e de ferro (III) a 0,2 % (m/n). A solução prepara-se dissolvendo 0,2 g de sulfato duplo de amónio e de ferro (III) com 12 moléculas de água de cristalização, num volume de 50 ml de água. Adicionam-se 10 ml de uma solução de ácido nítrico a 10 % (V/V) e completa-se o volume para 100 ml com água.

4.2. Alcool etílico 95 % (V/V).

4.3. Solução de ácido salicílico a 0,1g/l.

4.4. Solução de ácido sulfúrico 1 mol/l.

5. **Aparelhos**

5.1. Tubos de Nessler com uma capacidade total de cerca de 60 ml e graduados a 50 ml.

6. **Técnica**

6.1. *Amostras de* p- *hidroxibenzoato de etilo, de* p- *hidroxibenzoato de* n- *propilo e de* p- *hidroxibenzoato de metilo.*

6.1.1. Pesa-se, com a precisão de ± 1 mg, uma toma para a análise com 0,1 g da amostra que se dissolve em 10 ml de ácool etílico a 95 % (V/V) (4.2). Transfere-se a solução para um tubo de Nessler graduado (5.1) e completa-se com água até ao volume de 50 ml. Agita-se a mistura e adiciona-se 1 ml da solução de sulfato duplo de amónio e de ferro (III) (4.1). Agita-se de novo e deixa-se em repouso durante 1 minuto.

6.1.2. Prepara-se uma solução de referência de acordo com o descrito no ponto anterior mas utilizando 1 ml da solução de ácido salicílico (4.3) em vez da toma para análise.

6.1.3. Compara-se a coloração observada no tubo que contém a amostra com a observada no tubo que contém a solução de referência (6.1.2).

6.2. *Amostras de sais de sódio dos* p- *hidroxibenzoatos de metilo, etilo e de* n- *propilo.*

6.2.1. Procede-se como descrito em 6.1.1. mas procedendo, antes da diluição para 50 ml no tubo de Nessler, à acidificação com a solução de ácido sulfúrico 1 mol/l (4.4) até pH 5.

6.2.2. Procede-se de acordo com o descrito em 6.1.2.

6.2.3. Procede-se de acordo com o descrito em 6.1.3.

7. Expressão dos resultados

7.1. *Interpretação do teste limite*

Se a coloração violeta do tubo que contém a amostra a analisar é mais intensa do que a que contém a solução de referência, considera-se que o teste é positivo e a amostra contém mais que 0,1 % de ácido salicílico.

7.2. *Sensibilidade*

O limite de detecção do teste é de 30 mg de ácido salicílico por 100 g de amostra.

7.3. *Observação*

Os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, devem ser idênticas.

MÉTODO 6

DETERMINAÇÃO DO ACIDO ACÉTICO LIVRE NO DIACETATO DE SODIO (E 262)

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite controlar a presença de ácido acético no diacetato de sódio (E 262).

2. **Definição**

O teor de ácido acético obtém-se pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Neutralização do ácido acético pelo hidróxido de sódio em presença da fenolftaleína.

4. **Reagentes**

4.1. **Solução alcoólica de fenolftaleína a 1 %.**

4.2. **Solução de hidróxido de sódio 1 mol/l.**

5. **Aparelhos**

5.1. Balança analítica.

6. **Técnica**

Pesa-se, com a precisão de ± 1 mg, uma toma para análise com cerca de 3 g que se dissolve em 50 ml de água. Adicionam-se duas ou três gotas da solução de fenolftaleína (4.1) e titula-se com a solução de hidróxido de sódio 1 mol/l (4.2) até que a coloração vermelha obtida após o ponto de viragem persista durante 5 segundos.

7. **Expressão dos resultados**

7.1. *Fórmula e método de cálculo*

O teor de ácido acético, expresso em percentagem (m/m) da amostra, é dado pela seguinte fórmula :

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

em que :

V = volume, expresso em ml, da solução de hidróxido de sódio (4.2) utilizada na titulação ;

c = molaridade da solução de hidróxido de sódio ;

m_0 = massa, expressa em gramas, da toma para análise.

7.2. *Reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinções paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 500 mg por 100 g da amostra.

8. **Observação**

São necessários 20,0 ml de hidróxido de sódio para titular 3,0 g da amostra quando esta contém 40 % de ácido acético.

MÉTODO 7

DETERMINAÇÃO DO ACETATO DE SODIO NO DIACETATO DE SODIO (E 262)

1. Objectivo e âmbito de aplicação

O presente método permite determinar o acetato de sódio e a água, expressa em acetato, no diacetato de sódio (E 262).

2. **Definição**

Entende-se por teor de acetato de sódio o teor de acetato de sódio e de água, expresso em acetato de sódio, determinado pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Dissolução prévia da amostra em ácido acético glacial seguida de titulação com uma solução padrão de ácido perclórico na presença de violeta cristal como indicador.

4. **Reagentes**

4.1. Acido acético glacial p 20 °C = 1,049 g/ml para titulação em meio aquoso.

4.2. Solução de violeta cristal C.I. nº 42555 à 0,2 % (m/v) em ácido acético glacial.

4.3. Ftalato ácido de potássio $C_8H_5KO_4$.

4.4. Anidrido acético $(CH_3CO)_2O$.

4.5. Solução de ácido perclórico 0,1 mol/l em ácido acético glacial. Prepara-se e afere-se a solução como a seguir se descreve.

Pesam-se Pg de uma solução de ácido perclórico num balão aferido de 1 000 ml munido de uma rolha de vidro. A quantidade Pg é calculada pela seguinte fórmula :

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

em que :

m = a concentração de ácido perclórico em percentagem (m/m) determinada por titulação 70 a 72 % (m/m) é a concentração mais adequada.

Adicionam-se cerca de 100 ml de ácido acético glacial e em seguida adicionam-se Qg de anidrido acético em pequenas porções sucessivas. Agita-se e arrefece-se a mistura sem interrupção no decorrer da adição das várias porções.

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

em que :

P = a massa, expressa em gramas, de ácido perclórico ;

a = a concentração, expressa em percentagem (m/m), de anidrido acético.

Rolha-se o balão e deixa-se repousar durante 24 horas ao abrigo da luz. Adiciona-se então ácido acético em quantidade suficiente para se obter 1 000 ml de solução. A solução assim preparada é praticamente anidra. Procede-se à aferição da solução com ftalato ácido de potássio como a seguir se descreve. Pesa-se, com a precisão de ±0,1 mg, cerca de 0,2 g de ftalato ácido de potássio previamente seco a 110 °C durante 2 horas. Em frasco de Erlenmeyer dissolve-se a toma, aquecendo ligeiramente, em 25 ml de ácido acético glacial. Arrefece-se, adicionam-se 2 gotas da solução de violeta de cristal (4.2) a 0,2 % (m/v) em ácido acético glacial e titula-se com a solução de ácido perclórico até à coloração verde pálida característica da viragem do indicador.

Efectua-se um ensaio em branco no mesmo volume de solvente cujo resultado se deduz no valor encontrado. Cada 20,42 mg de ftalato ácido de potássio equivalem a 1 ml da solução de ácido perclórico a 0,1 mol/l em ácido acético.

5. **Aparelhos**

5.1. Balança analítica

6. **Técnica**

Pesa-se, com a precisão de ± 0,5 mg, uma toma para análise de cerca de 0,2 g que se dissolve em 50 ml de ácido acético glacial (4.1). Adicionam-se algumas gotas do indicador violeta cristal (4.2) e titula-se com a solução de ácido perclórico (4.5) até à coloração verde pálida característica da viragem.

7. Expressão dos resultados

7.1. *Fórmula e modo de cálculo*

O teor de acetato de sódio tal como é definido na Secção 2, expresso em percentagem (m/m) da amostra, é dado pela seguinte fórmula :

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

em que :

V = volume, expresso em ml, da solução de ácido perclórico (4.5) utilizado na titulação ;

c = molaridade da solução de ácido perclórico (4.5) ;

m_0 = massa, expressa em gramas, da toma para análise.

7.2. *Reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas efectuadas pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 1,5 g por 100 g de amostra.

8. **Observações**

Os reagentes utilizados na execução do presente método são tóxicos e explosivos pelo que se recomenda a sua manipulação com as precauções adequadas.

MÉTODO 8

TESTE LIMITE DE DETERMINAÇÃO DE ALDEIDOS NO ACIDO SORBICO (E 200), NOS SORBATOS DE SODIO, DE POTASSIO E DE CALCIO (E 201, E 202, E 203) E NO ACIDO PROPIONICO (E 280)

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite determinar os aldeídos, expressos como formaldeído, em :

— ácido sórbico (E 200),

— sorbatos de sódio, de potássio e de cálcio (E 201, E 202, E 203),

— ácido propiónico (E 280).

2. **Definição**

Entende-se por teste limite de concentração, a concentração em aldeídos, expressa em formaldeído, obtida pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Reacção dos aldeídos da solução a analisar com o reagente de Schiff e comparação da coloração observada com a intensidade da coloração vermelha formada na solução de referência de formaldeído contendo o reagente Schiff.

4. **Reagentes**

4.1. Solução de referência contendo formaldeído a 0,01 mg/ml preparada a partir de uma solução concentrada de formaldeído (400 mg/l).

4.2. Reagente de Schiff.

5. **Técnica**

5.1. Pesa-se, com a precisão de ± 1 mg, uma toma para análise de 1 g. Adiciona-se a 100 ml de água e agita-se. Filtra-se a solução se necessário. Adiciona-se a 1 ml de filtrado ou da solução 1 ml do reagente Schiff (4.2). Adiciona-se, do mesmo modo, 1 ml do reagente de Schiff (4.2) a 1 ml de uma solução de referência contendo formaldeído (4.1.)

5.2. Compara-se a coloração da solução da amostra a analisar contida no tubo com a da solução de refência.

6. **Expressão dos resultados**

6.1. *Interpretação do teste limite*

Se a coloração vermelha do tubo que contém a solução a analisar é mais intensa que a do tubo contendo a solução de referência, o teste é positivo e a amostra contém mais de 0,1 % de aldeídos, expressos em formaldeído.

6.2. *Sensibilidade*

O limite de detecção do teste é de 30 mg de formaldeído por 100 g de amostra.

6.3. *Observações*

O resultado de duas determinações paralelas efectuadas pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, deve dar o mesmo resultado.

MÉTODO 9

DETERMINAÇÃO DO INDICE DE PEROXIDOS NAS LECITINAS (E 322)

1. Objectivo e âmbito de aplicação

O presente método permite a determinação do índice de peróxidos nas lecitinas (E 322).

2. **Definição**

O índice de peróxidos das lecitinas obtém-se por aplicação do método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Oxidação do iodeto de potássio pelos peróxidos das lecitinas e titulação do iodo libertado por uma solução de tiossulfato de sódio.

4. **Reagentes**

4.1. Acido acético glacial.

4.2. Clorofórmio.

4.3. Iodeto de potássio.

4.4. Solução de tiossulfato de sódio 0,1 mol/l ou 0,01 mol/l.

4.5. Solução de amido a aproximadamente 1 % (m/v).

5. **Aparelhos**

5.1. Balança analítica.

5.2. Aparelho (ver figura 1) constituído por :

5.2.1. Balão de fundo redondo com a capacidade de 100 ml.

5.2.2. Refrigerante de refluxo.

5.2.3. Coluna de vidro com comprimento de 250 mm, diâmetro interior de 22 mm e com juntas de vidro normalizado.

5.2.4. Copo de precipitação com 35-50 mm de altura e 20 mm de diâmetro externo.

6. **Técnica**

6.1. Num balão de 100 ml (5.2.1.) deitam-se 10 ml de ácido acético glacial e 10 ml de clorofórmio (4.2.). Fixa-se a coluna de vidro (5.2.3) e o refrigerante de refluxo (5.2.2). Aquece-se a mistura à ebulição ligeira durante 2 minutos para expulsar todo o ar dissolvido. Dissolve-se 1 g de iodeto de potássio (4.3) em 1,3 ml de água e adiciona-se esta solução ao balão (5.2.1) tendo o cuidado de manter a ebulição. Se no balão se desenvolver uma coloração amarela, a análise não é válida, pelo que deve ser repetida com reagentes recentemente preparados.

6.2. Após um novo período de 2 minutos de ebulição, introduz-se no balão (5.2.1) uma toma para análise de 1 g, pesada com a precisão de ± 1 mg, tendo de novo o cuidado de não interromper a ebulição. Para isso, deve-se colocar a toma num pequeno copo de precipitação (5.2.4) que se introduz no balão através da coluna de vidro (5.2.3) graças a uma haste cuja extremidade inferior se adapta ao balão (ver figura 1). O refrigerante (5.2.2) pode ser retirado durante esta rápida operação. Deve-se manter a ebulição ainda durante um período de 3 a 4 minutos. Desliga-se o aquecimento, retira-se imediatamente o refrigerante (5.2.2) e adiciona-se rapidamente 50 ml de água pela coluna de vidro (5.2.3). Retira-se a coluna de vidro (5.2.3) e arrefece-se o balão (5.2.1) sob água corrente até temperatura ambiente. Titula-se com uma solução de tiossulfato de sódio (0,1 mol/l ou 0,01 mol/l) (4.4) até ao momento em que a camada aquosa se torna incolor. Adiciona-se imediatamente antes do fim da titulação 1 ml de solução de amido (4.5) e titula-se até ao desaparecimento da coloração azul. Agita-se vigorosamente o balão (5.2.1) durante a titulação para favorecer a extracção da totalidade do iodo da camada não aquosa.

6.3. Deve-se executar um ensaio em branco de acordo com o descrito em 6.1.e 6.2.

7. **Expressão dos resultados**

7.1. *Fórmula e modo de cálculo*

O índice de peróxidos da amostra, expresso em miliequivalentes/kg, é dado pela seguinte fórmula :

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

em que :

V_1 = volume, expresso en ml, da solução de tiossulfato de sódio utilizada na titulação da amostra de acordo com o descrito em 6.2.;

V_2 = volume, expresso en ml, da solução de tiossulfato de sódio utilizado no ensaio em branco de acordo com 6.3.;

a = concentração da solução de tiossulfato de sódio expressa em mol/l ;

m_0 = massa, expressa em gramas, da toma para análise.

7.2. *Reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 0,5 miliequivalentes/kg da amostra.

8. **Observações**

8.1. A escolha da concentração da solução de tiossulfato de sódio a utilizar deva ser efectuada de acordo com o resultado obtido num ensaio preliminar. Assim, se for utilizado menos que 0,5 ml da solução de tiossulfato de sódio 0,1 mol/l deve-se repetir a determinação utilizando a solução de tiossulfato de sódio 0,01 mol/l.

8.2. A análise deve efectuar-se ao abrigo da luz muito intensa.

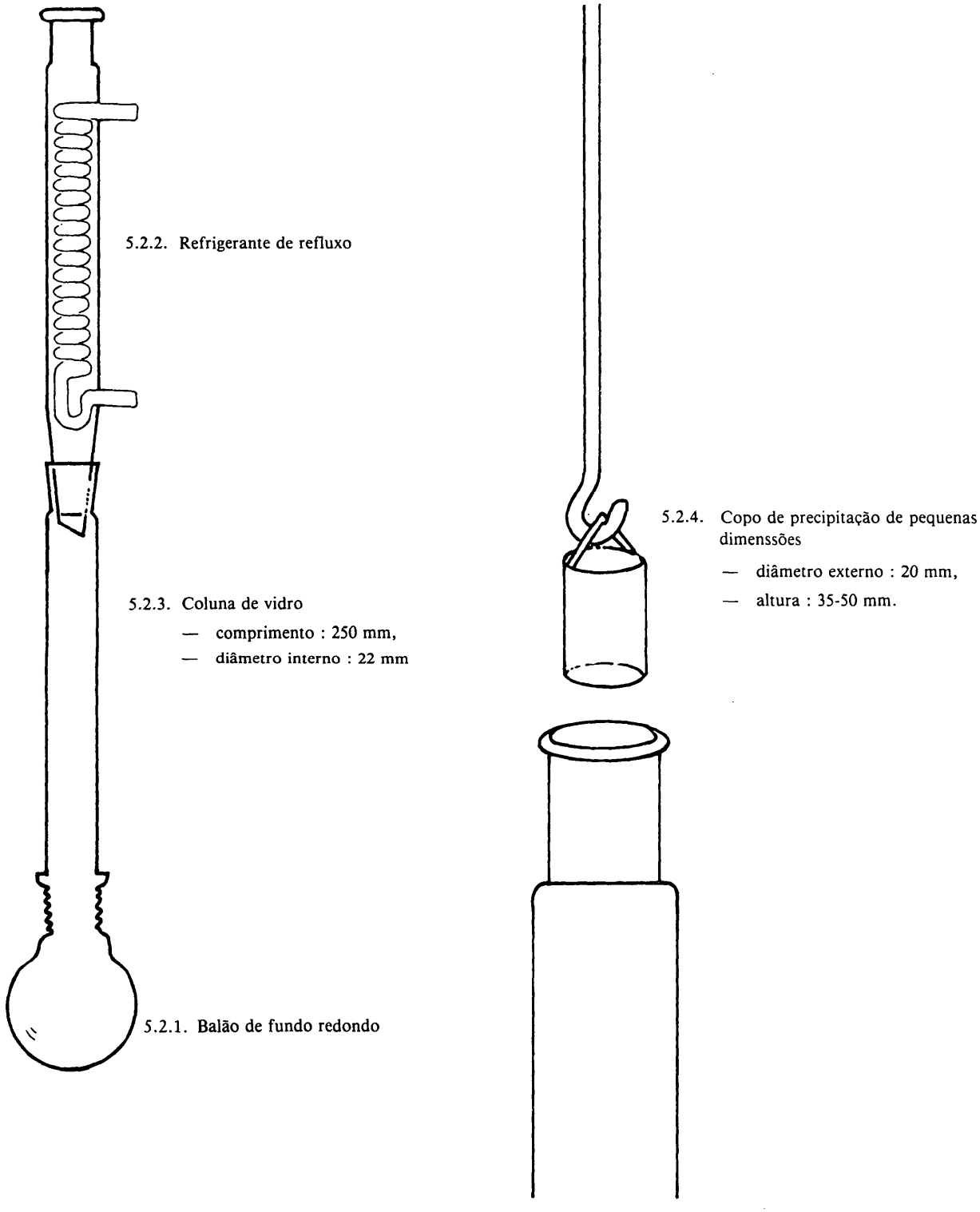


Figura 1 — Aparelho para determinação do indice de peróxidos nas lecítinas

MÉTODO 10

DETERMINAÇÃO NAS LECITINAS (E 322) DE SUBSTÂNCIAS INSOLÚVEIS NO TOLUENO

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite determinar nas lecitinas as substâncias insolúveis no tolueno.

2. **Definição**

O teor de substâncias insolúveis no tolueno obtém-se pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Filtração das imprurezas insolúveis no tolueno e secagem do resíduo.

4. **Reagente**

4.1. Tolueno.

5. **Aparelhos**

5.1. Cadinhos de placa filtrante de vidro sinterizado de porosidade G 3 ou equivalente e com a capacidade de pelo menos 30 ml.

5.2. Estufa eléctrica equipada com termostato regulável à temperatura de 103° ± 2 °C.

5.3. Banho-maria a uma temperatura que não exceda 60 °C.

5.4. Exsicador contendo silica gel ou outro agente desidratante apropriado recentemente activado e possuindo um indicador de humidade.

5.5. Frasco de Erlenmeyer de 500 ml de capacidade.

5.6. Trompa de vácuo.

5.7. Balança analítica.

6. **Técnica**

6.1. Seca-se o cadinho de placa filtrante de vidro sinterizado (5.1) em estufa a 103° ± 2 °C (5.2). Arrefece-se em exsicador (5.4) e pesa-se.

6.2. Homogeneiza-se a amostra de lecitina após se ter aquecido em banho de água (5.3), se tal for necessário. Para um frasco de Erlenmeyer de 500 ml, pesa-se, com a precisão de 1 mg, uma toma para análise com cerca de ± 10 g. Adicionam-se 100 ml de tolueno (4.1) e agita-se a mistura até que toda a lecitina esteja dissolvida. Filtra-se a solução através do cadinho de fundo filtrante de vidro sinterizado. Procede-se à lavagem do frasco de Erlenmeyer com 25 ml de tolueno (4.1) e filtra-se o líquido de lavagem através do cadinho de fundo filtrante (5.1). Repete-se a operação utilizando outra porção de 25 ml de tolueno (4.1). Utilizando a trompa de vácuo (5.6), aspira-se o excesso de tolueno existente no cadinho (5.1).

6.3. Seca-se o cadinho (5.1) contendo o resíduo em estufa (5.2) regulada à temperatura de 103° ± 2 °C durante 2 horas. Arrefece-se o cadinho em exsicador (5.4), até temperatura ambiente, pesando-se em seguida.

6.4. Repetem-se as operações referidas em 6.3 até que duas pesagens consecutivas difiram menos que 0,5 mg.

No caso de se verificar um aumento de massa, deve-se tomar, para efeito de cálculo, o valor correspondente à menor pesagem efectuada.

7. **Expressão dos resultados**

7.1. *Fórmula e modo de cálculo*

O teor de substâncias insolúveis no tolueno é dado pela seguinte fórmula :

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

em que :

m_1 = massa, expressa em gramas, do cadinho vazio (6.1) ;

m_2 = massa, expressa em gramas, do cadinho contendo o resíduo (6.4) ;

m_0 = massa, expressa em gramas, da toma para análise.

7.2. *Reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 30 mg por 100 g de amostra.

MÉTODO 11

TESTE LIMITE PARA A DETERMINAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS REDUTORAS NOS LACTATOS DE SODIO, DE POTASSIO E DE CALCIO (E 325, E 326, E 327).

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite a determinação qualitativa de substâncias redutoras no :

— lactato de sódio (E 325),

— lactato de potássio (E 326),

— lactato de cálcio (E 327).

2. **Definição**

O teste limite da concentração de substâncias redutoras consiste na reacção da amostra com o licor de Fehling nas condições que a seguir se descrevem.

3. **Princípio**

Redução do licor de Fehling pelas substâncias redutoras. Tais substâncias são na sua maior parte constituídas por açúcares redutores.

4. **Reagentes**

4.1. Solução A de licor Fehling (dissolvem-se 6,93 g de sulfato de cobre pentaidratado $CuSO_4.5H_2O$) em água e completa-se o volume até 100 ml.

4.2. Solução B de licor Fehling (dissolvem-se 34,6 g de tartarato duplo de sódio e de potássio $KNaC_4H_4O_6 4H_2O$) e 10 g de hidróxido de sódio em água e completa-se o volume até 100 ml.

5. **Técnica**

Pesa-se, com precisão de ± 1 mg, uma toma para análise de 1 g e dissolve-se em 10 ml de água quente. Adicionam-se 2 ml da solução A do licor de Fehling (4.1) e 2 ml da solução B do licor de Fehling (4.2). Aquece-se à ebulição durante 1 minuto e observa-se se há mudança de cor. A precipitação do sulfato de cálcio que por vezes ocorre não interfere com o método.

6. **Expressão dos resultados**

6.1. *Interpretação do teste limite*

Se houver mudança de cor após ebulição (5) o teste é positivo, o que indica a presença de substâncias redutoras.

6.2. *Sensibilidade*

O limite de detecção das substâncias redutoras é de 100 mg de glucose por 100 g de amostra.

6.3. *Observações*

6.3.1. Os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, devem ser idênticos.

6.3.2. Se a amostra contiver mais de 2 % de glucose todo o licor de Fehling será gasto na reacção.

MÉTODO 12

DETERMINAÇÃO DOS ACIDOS VOLATEIS NO ACIDO ORTOFOSFORICO (E 338)

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite determinar os ácidos voláteis, expressos em ácido acético, presentes no ácido ortofosfórico (E 338).

2. **Definição**

O teor de ácidos voláteis, expressos em ácido acético, obtém-se pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Diluição da amostra seguida de destilação. Titulação do destilado com uma solução de hidróxido de sódio e cálculo da acidez expressa em ácido acético.

4. **Reagentes**

4.1. Solução de fenolftaleína a 1 % (m/v) no etanol.

4.2. Solução de hidróxido de sódio 0,01 mol/L.

5. **Aparelhos**

5.1. Balão de destilação dotado de ampola de retrogradação.

6. **Técnica**

Para balão de destilação (5.1), pesa-se com a precisão de ± 50 mg, uma toma para análise de 60 g. Adicionam-se 75 ml de água recentemente fervida e arrefecida. Homogeneiza-se e destilam-se 50 ml de solução. Adicionam-se ao destilado algumas gotas da solução de fenolftaleína (4.1) e titula-se com hidróxido de sódio 0,01 mol/l até que uma primeira coloração vermelha persista 10 segundos.

7. **Expressão dos resultados**

7.1. *Fórmula e modo de cálculo*

O teor de ácidos voláteis, expressos em mg/kg de ácido acético, é dado pela seguinte expressão :

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

em que :

V = volume, expresso em ml, da solução de hidróxido de sódio 0,01 mol/l utilizado na titulação ;

m_0 = massa, expressa em gramas, da toma para análise.

7.2. *Reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 1 mg por 100 g de amostra.

MÉTODO 13

TESTE LIMITE PARA DETERMINAÇÃO DE NITRATOS NO ACIDO ORTOFOSFORICO (E 338)

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite determinar os nitratos no ácido ortofosfórico (E 338).

2. **Definição**

A determinação do teor limite de nitratos, expresso em nitrato de sódio, obtém-se pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Adição de carmim de indigo à amostra em meio acidificado pelo ácido sulfúrico concentrado. Descoloração por oxidação devida a substâncias oxidantes entre as quais se encontram os nitratos.

4. **Reagentes**

4.1. Solução de carmim de a 0,18 % (m/v), dissolvem-se 0,18 g de indigotina-dissulfonato de sódio em 100 ml de água.

4.2. Solução de cloreto de sódio a 0,05 % (m/v).

4.3. Acido sulfúrico concentrado (P_{20} = 1,84 g/ml).

5. **Técnica**

Mede-se uma toma para análise de 2 ml de ácido ortofosfórico que se dilui com a solução de cloreto de sódio (4.2) até volume de 10 ml. Adiciona-se 0,1 ml da solução de carmim de indigo (4.1) e 10 ml de ácido sulfúrico concentrado (4.3) gota a gota e tendo o cuidado de arrefecer sempre que a adição de ácido provoque elevação da temperatura. Observa-se se a coloração azul persiste 5 minutos.

6. **Expressão dos resultados**

6.1. *Interpretação do teste limite*

Se a coloração azul desaparecer completamente ao fim de 5 minutos, o teste é positivo e o teor de substâncias oxidantes, expresso em nitrato de sódio, é superior a 5 mg/kg de amostra.

6.2. *Observações*

6.2.1. Deve efectuar-se um ensaio em branco.

6.2.2. Os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, devem ser idênticos.

6.2.3. A solução de carmim de indigo tem um período máximo de conservação de 60 dias.

6.2.4. Um resultado positivo significa que a amostra pode conter nitratos e outras substâncias oxidantes, devendo repetir-se o teste recorrendo ao método ISO 3709-1976 « Acido fosfórico para uso industrial, incluindo as indústrias alimentares- dosagem do óxido de azoto- método espectrofotométrico com o 3,4 xilenol ».

MÉTODO 14

DETERMINAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS INSOLUVEIS NA AGUA PRESENTES NOS ORTOFOSTOS : MONOSSODICO, DISSODICO E TRISSODICO E NOS ORTOFOSFATOS : MONOPOTASSICO, DIPOTASSICO, E TRIPOTASSICO (E 339 i, E 339 ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii)

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método permite determinar as substâncias insolúveis na água que se encontram nos :

— ortofosfato monossódico (E 339 i),
— ortofosfato dissódico (E 339 ii),
— ortofosfato trissódico (E 339 iii),
— ortofosfato monopotássico (E 340 i),
— ortofosfato dipotássico (E 340 ii),
— ortofosfato tripotássico (E 340 iii).

2. **Definição**

O teor de matérias insolúveis na água obtém-se pelo método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

Dissolução da amostra em água e filtração das matérias insolúveis. Seca-se o resíduo e exprime-se o resultado em matérias insolúveis na água.

4. **Aparelhos**

4.1. Cadinho de placa filtrante de porcelana de porosidade G 3 ou equivalente.

4.2. Exsicador contendo sílica gel ou outro agente desidratante apropriado recentemente activado e possuindo um indicador de humidade.

4.3. Estufa eléctrica equipada com termostato regulável à temperatura de 103° ± 2 °C.

4.4. Copo de precipitação de polipropileno de 400 ml.

4.5. Banho-maria em ebulição.

5. **Técnica**

Pesa-se, com a precisão de ± 10 mg, uma toma para análise de cerca de 10 g de fosfato e dissolve-se em 100 ml de água quente num copo de precipitação de polipropileno (4.4) que se mantém em banho-maria quente (4.5) durante 15 minutos. Filtra-se a solução através de cadinho de fundo filtrante (4.1) previamente tarado. Lava-se o resíduo insolúvel com água quente e seca-se em estufa (4.3) regulada à temperatura de 103° ± 2° C. durante 2 horas. Arrefece-se o cadinho em exsicador (4.2) e pesa-se. Considera-se que a secagem está concluída quando a diferença entre duas pesagens consecutivas difere menos de 0,5 mg. No caso de se verificar um aumento de massa, deve-se tomar, para efeito de cálculo, o valor correspondente à menor pesagem efectuada.

6. **Expressão dos resultados**

6.1. *Fórmula e modo de cálculo*

O teor de matérias insolúveis na água presentes na amostra é dado pela seguinte fórmula :

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

em que :

m_1 = massa, expressa em gramas, do resíduo após secagem,

m_0 = massa, expressa em gramas, da toma para análise.

6.2. *Reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 10 mg por 100 g de amostra.

MÉTODO 15

DETERMINAÇÃO DO PH NOS ADITIVOS ALIMENTARES

1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

O presente método prescreve as linhas gerais para determinar o pH nos aditivos alimentares.

2. **Definição**

O pH de um aditivo alimentar determina-se de acordo com o método que a seguir se descreve.

3. **Princípio**

O pH de uma solução aquosa de uma amostra dissolvida total ou parcialmente, determina-se convencionalmente por meio de um eléctrodo de vidro, um eléctrodo de referência e de um medidor de pH.

4. **Reagentes**

4.1. Utilizam-se as seguintes soluções tampão para calibração dos instrumentos.

4.1.1. Solução tampão de pH 6,88 a 20 °C. Esta solução obtém-se misturando volumes iguais de solução de fosfato monopotássico (KH_2PO_4) 0,05 mol/l e de ortofosfato dissódico (Na_2HP_4. $2H_20$) 0,05 mol/l.

4.1.2. Solução tampão de pH 4 a 20 ° C constituída por solução de ftalato ácido de potássio ($C_8H_5KO_4$) 0,05 mol/l.

4.1.3. Solução tampão de pH 9,22 a 20 °C constituída por solução de borato de sódio ($Na_2B_4O_7.10H_2O$) 0,05 mol/l.

4.2. Solução de cloreto de potássio (KCl) 3 mol/l ou saturada, destinada ao enchimento do eléctrodo de referência ou qualquer outra solução apropriada prescrita pelo fabricante dos eléctrodos.

4.3. Água destilada isenta de dióxido de carbono com pH compreendido entre 5 e 6.

5. **Aparelhos**

5.1. Medidor de pH com a precisão de 0,01 unidades de pH.

5.2. Eléctrodo, quer um eléctrodo de vidro combinado, quer um eléctrodo de de vidro e um de referência juntos com pinças de suporte adequadas.

5.3. Agitador magnético munido de dispositivo de aquecimento.

5.4. Termostato graduado de 0 a 100 °C.

6. **Técnica**

6.1. *Calibração do medidor do pH*

Os eléctrodos de vidro devem ser montados de acordo com as instruções do fabricante. A calibração dos eléctrodos de vidro deve ser efectuada regularmente para vários valores da escala do aparelho medidor por meio de soluções tampão em que o valor exacto do pH é conhecido.

Lavam-se os eléctrodos com água, secando-os cuidadosamente com um tecido macio ou lenço de papel. Devem-se também passar duas vezes com a solução a medir ou a solução padrão, após a lavagem com água, consoante se pretenda respectivamente medir o pH da solução ou introduzi-los na solução padrão.

Se a solução a medir tem um pH ácido, as soluções tampões de controlo a utilizar devem ser de pH 4 (4.1.2) e de pH 6,88 (4.1.1).

Se a solução a medir tem um pH básico, as soluções tampão de controlo a utilizar devem ser a de pH 9,22 (4.1.3) e a de pH 6,88 (4.1.1).

6.2. *Determinação da solução a medir*

A concentração das soluções a medir deve ser conforme à directiva comunitária relativa aos aditivos alimentares.

Prepara-se a solução a medir utilizando água destilada (4.3) a 20 °C e recorrendo à agitação proporcionada por agitador magnético. Cessa-se a agitação e mergulham-se os eléctrodos de vidro (5.2) na solução. Após 2 minutos procede-se à leitura no medidor de pH (5.1).

7. **Expressão dos resultados**

7.1. *Reprodutibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações paralelas efectuadas simultaneamente pelo mesmo operador, nas mesmas condições e na mesma amostra, não deve exceder 0,05 unidades pH.

8. **Observações**

Este método aplica-se unicamente aos critérios de pH constantes das directivas comunitárias de aditivos alimentares em que estes são considerados como encontrando-se em solução ou suspensos em água.