31981L0712

10.9.1981 *EUROOPA ÜHENDUSTE TEATAJA* L 257/1

ESIMENE KOMISJONI DIREKTIIV,

28. juuli 1981,

millega kehtestatakse ühenduse analüüsimeetodid, et kontrollida teatavate toiduainetes kasutatavate lisaainete vastavust puhtusekriteeriumidele

(81/712/EMÜ)

EUROOPA ÜHENDUSTE KOMISJON,

võttes arvesse Euroopa Majandusühenduse asutamislepingut,

võttes arvesse nõukogu 23. oktoobri 1962. aasta direktiivi toiduainetes lubatud värvaineid käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta, [1] viimati muudetud direktiiviga 78/144/EMÜ, [2] eriti selle artikli 11 lõiget 2,

võttes arvesse nõukogu 5. novembri 1963. aasta direktiivi 64/54/EMÜ toiduainetes lubatud konservante käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta, [3] viimati muudetud direktiiviga 79/40/EMÜ, [4] eriti selle artikli 8 lõiget 2,

võttes arvesse nõukogu 13. juuli 1970. aasta direktiivi 70/357/EMÜ toiduainetes lubatud antioksüdante käsitlevate liikmesriikide õigusaktide ühtlustamise kohta, [5] viimati muudetud direktiiviga 78/143/EMÜ, [6] eriti selle artikli 5 lõiget 2,

ning arvestades, et:

nende sätetega nähakse ette ühenduse analüüsimeetodite kehtestamine, et kontrollida mainitud lisaainete vastavust puhtuse üld- ja erikriteeriumidele;

käesolevaga tuleb vastu võtta esimene meetodite seeria, mille alal uuringud on juba lõpetatud;

käesoleva direktiiviga ettenähtud meetmed on kooskõlas alalise toiduainekomitee arvamusega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

Artikkel 1

Liikmesriigid näevad ette, et teatavate toiduainetes kasutatavate lisaainete puhtuse üld- ja erikriteeriumidele vastavuse kontrollimiseks vajalikud analüüsid tehakse II lisas kirjeldatud meetodite kohaselt, mille rakendatavuse juhtumid on sätestatud I lisas.

[1] EÜT 115, 11.11.1962, lk 2645/62.
[2] EÜT L 44, 15.2.1978, lk 20.
[3] EÜT 12, 27.1.1964, lk 161/64.
[4] EÜT L 13, 19.1.1979, lk 50.
[5] EÜT L 157, 18.7.1970, lk 31.
[6] EÜT L 44, 15.2.1978, lk 18.

Artikkel 2

Liikmesriigid jõustavad käesoleva direktiivi järgimiseks vajalikud õigusnormid hiljemalt 20. veebruaril 1983. Liikmesriigid teatavad sellest viivitamata komisjonile.

Artikkel 3

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Brüssel, 28. juuli 1981

Komisjoni nimel

komisjoni liige

Karl-Heinz NARJES

I LISA

JUHTUMID, MILLAL RAKENDATAKSE TEATAVATE TOIDUAINETES KASUTATAVATE LISAAINETE PUHTUSEKRITEERIUMIDELE VASTAVUSE KONTROLLIMISEKS ETTENÄHTUD ANALÜÜSIMEETODEID

I. SISSEJUHATUS

.....

II. VÄRVAINED

II.1. Toiduainetes kasutatavatest vees lahustuvatest sulfoonitud orgaanilistest värvainetest dietüüleetriga ekstraheeruvate ainete määramine II lisa 1. meetodi abil.

III. KONSERVANDID

III.1. Sipelghappe, formiaatide ja muude oksüdeeruvate saasteainete määramine äädikhappes (E 260), kaaliumatsetaadis (E 261), naatriumdiatsetaadis (E 262) ja kaltsiumatsetaadis (E 263) II lisa 2. meetodi abil.

III.2. Mittelenduvate ainete määramine propioonhappes (E 280) II lisa 3. meetodi abil.

III.3. Massikao määramine naatriumnitriti (E 250) kuivatamisel II lisa 4. meetodi abil.

III.4. Salitsüülhappe piirsisalduse katsed etüül-*p*-hüdroksübensoaadiga (E 214), etüül-*p*-hüdroksübensoaadi naatriumsoolaga (E 215), n-propüül-*p*-hüdroksübensoaadiga (E 216), n-propüül-*p*-hüdroksübensoaadi naatriumsoolaga (E 217), metüül-*p*-hüdroksübensoaadiga (E 218) ja metüül-*p*-hüdroksübensoaadi naatriumsoolaga (E 219) II lisa 5. meetodi kohaselt.

III.5. Vaba äädikhappe määramine naatriumdiatsetaadis (E 262) II lisa 6. meetodi abil.

III.6. Naatriumatsetaadi määramine naatriumdiatsetaadis (E 262) II lisa 7. meetodi abil.

III.7. Aldehüüdide piirsisalduse katsed sorbhappega (E 200), naatrium-, kaalium- ja kaltsiumsorbaadiga (E 201, E 202, E 203) ning propioonhappega (E 280) II lisa 8. meetodi kohaselt.

IV. ANTIOKSÜDANDID

IV.1. Letsitiinide (E 322) peroksiidiarvu määramine II lisa 9. meetodi abil.

IV.2. Tolueenis lahustumatute ainete määramine letsitiinides (E 322) II lisa 10. meetodi abil.

IV.3. Redutseerivate ainete piirsisalduse katsed naatrium-, kaalium- ja kaltsiumlaktaadiga (E 325, E 326 ja E 327) II lisa 11. meetodi kohaselt.

IV.4. Lenduvate hapete määramine ortofosforhappes (E 338) II lisa 12. meetodi abil.

IV.5. Nitraatide määramine ortofosforhappes (E 338) II lisa 13. meetodi abil.

IV.6. Vees lahustumatute ainete määramine mono-, di- ja trinaatriumortofosfaadis ning mono-, di- ja trikaaliumortofosfaadis (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii), E 340(iii)) II lisa 14. meetodi abil.

V. ÜLDANALÜÜSID

V.1. Toidulisaainete pH määramine II lisa 15. meetodi abil.

II LISA

TOIDUAINETES KASUTATAVATE LISAAINETE PUHTUSEKRITEERIUMIDEGA SEOTUD ANALÜÜSIMEETODID

SISSEJUHATUS

1. **Analüüsitava proovi ettevalmistamine**

1.1. *Üldnõuded*

Analüüsitava laboratoorse proovi mass on tavaliselt 50 g, kuid teatavate spetsiifiliste määramiste korral võib olla vajalik ka suurem kogus.

1.2. *Proovi ettevalmistamine*

Proov homogeniseeritakse enne analüüsi.

1.3. *Säilitamine*

Ettevalmistatud proovi tuleb säilitada õhu- ja niiskusekindlas mahutis nii, et see ei rikneks.

2. **Reaktiivid**

2.1. *Vesi*

2.1.1. Kui seoses lahuse valmistamise, lahjendamise või pesemisega mainitakse vett, tuleb kasutada destilleeritud või vähemalt samaväärse puhtusastmega demineraliseeritud vett.

2.1.2. Kui lahuse valmistamisele või lahjendamisele viidatakse ilma lahustit märkimata, peetakse silmas vesilahust.

2.2. *Kemikaalid*

Kõik kemikaalid peavad olema analüüsipuhtad, kui ei ole ette nähtud teisiti.

3. **Seadmed**

3.1. *Seadmete loetelu*

Seadmete loetelusse on kantud üksnes spetsiaalseks kasutuseks mõeldud ja erispetsifikaadiga vahendid.

3.2. *Analüütilised kaalud*

Analüütilised kaalud on kaalud, mille tundlikkus on vähemalt 0,1 mg.

4. **Tulemuste väljendamine**

4.1. *Tulemused*

Ametliku analüüsi aruannetes esitatakse vähemalt kahe rahuldava korratavusega analüüsi keskmised tulemused.

4.2. *Protsentuaalse sisalduse arvutamine*

Kui ei ole ette nähtud teisiti, väljendatakse tulemused protsentides laboratooriumi saabunud originaalproovi massist.

4.3. *Tüvenumbrite arv*

Eespool kirjeldatud viisil väljendatud tulemuse tüvenumbrite arv peab vastama analüüsimeetodi täpsusele.

1. MEETOD

TOIDUAINETES KASUTATAVATEST VEES LAHUSTUVATEST SULFOONITUD ORGAANILISTEST VÄRVAINETEST DIETÜÜLEETRIGA EKSTRAHEERUVATE AINETE MÄÄRAMINE

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse toiduainetes kasutatavatest vees lahustuvatest sulfoonitud orgaanilistest värvainetest dietüüleetriga ekstraheeruvaid aineid, kui mainitud värvained ei ole segatud kandurainetega.

2. **Määratlus**

Dietüüleetriga ekstraheeruvate ainete sisaldus: käesoleva meetodi abil määratud ainete sisaldus.

3. **Põhimõte**

Värvainet töödeldakse dietüüleetriga ja pärast eetri aurustamist kaalutakse ekstraheeritud jääk.

4. **Reaktiivid**

4.1. Dietüüleeter, kuiv, peroksiidivaba (kuivatatakse värskelt kaltsineeritud kaltsiumkloriidiga).

5. **Seadmed**

5.1. Soxhleti aparaat kolbidega.

5.2. Niiskuseindikaatoriga varustatud eksikaator värskelt aktiveeritud silikageeli või samaväärse kuivatusainega.

5.3. Analüütilised kaalud.

5.4. Kuivatuskapp, termostateeritav 85 ± 2 °C juures.

6. **Töö käik**

Ligikaudu 10 g värvaine proov kaalutakse filterpaberi tükil 10 mg täpsusega. Filterpaber murtakse kokku, asetatakse pabermuhvi ja suletakse see rasvavaba puuvillvatiga. Ekstraheeritakse dietüüleetriga (4.1) 6 tundi Soxhleti aparaadis (5.1). Eeter aurustatakse võimalikult madalal temperatuuril. Eelnevalt kaalutud Soxhleti kolb aurustamisjäägiga pannakse kuivatuskappi (5.4) ja kuivatatakse 20 minutit 85 ± 2 °C juures. Kolb asetatakse eksikaatorisse (5.2), kaetakse vabalt sulguva kaanega ja lastakse jahtuda. Kolb koos jäägiga kaalutakse.

Kuivatamist ja kaalumist korratakse, kuni kahe järjestikuse kaalumise tulemused ei erine üle 0,5 mg. Kui mass kasvab, lähtutakse arvutamisel väikseimast registreeritud lugemist.

7. **Tulemuste väljendamine**

7.1. *Valem ja arvutamismeetod*

Eetriga ekstraheeruvate ainete protsentuaalne sisaldus proovis on

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

kus

m_1 = jäägi mass grammides pärast aurustamist,

m_o = proovist võetud kaalutise algmass grammides.

7.2. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused ei tohi erineda üle 20 mg 100 g proovi kohta.

2. MEETOD

SIPELGHAPPE, FORMIAATIDE JA MUUDE OKSÜDEERUVATE SAASTEAINETE MÄÄRAMINE ÄÄDIKHAPPES (E 260), KAALIUMATSETAADIS (E 261), NAATRIUMDIATSETAADIS (E 262) JA KALTSIUMATSETAADIS (E 263)

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse sipelghappe, formiaatide ja muude oksüdeeruvate saasteainete sisaldust, ümber arvutatuna sipelghappe ekvivalentsisalduseks, järgmistes ainetes:

— äädikhape (E 260),

— kaaliumatsetaat (E 261),

— naatriumdiatsetaat (E 262),

— kaltsiumatsetaat (E 263).

2. **Määratlus**

Sipelghappe, formiaatide ja muude oksüdeeruvate saasteainete sisaldus: käesoleva meetodi abil määratud sipelghappe, formiaatide ja muude oksüdeeruvate saasteainete sisaldus.

3. **Põhimõte**

Proovi lahust töödeldakse kaaliumpermanganaadi standardlahusega leeliselises keskkonnas, kusjuures tekib mangaandioksiid. Moodustunud mangaandioksiidi kogus ja kaaliumpermanganaadi liig määratakse jodomeetriliselt happelises keskkonnas ning oksüdeeruvate saasteainete kontsentratsioon arvutatakse ümber sipelghappe ekvivalentsisalduseks.

4. **Reaktiivid**

4.1. Kaaliumjodiid.

4.2. Kaaliumpermanganaadi lahus, 0,02molaarne.

4.3. Naatriumkarbonaat (veevaba).

4.4. Naatriumtiosulfaat, 0,1molaarne.

4.5. Tärklise lahus, ligikaudu 1(massi/mahu)protsendiline.

4.6. Lahjendatud väävelhape: 90 ml väävelhapet ($\rho_{20\ °C}$ = 1,84 g/ml) valatakse vette ja lahjendatakse kontsentratsioonini 1 : 1.

5. **Seadmed**

5.1. Veevann, mis võimaldab töötada keeva veega.

5.2. Analüütilised kaalud.

6. **Töö käik**

Juhul kui uuritav proov kujutab endast vaba hapet, kaalutakse ligikaudu 10 g proovi 10 mg täpsusega, lahjendatakse 70 ml veega ning lisatakse lahus, mis on saadud 10 g veevaba naatriumkarbonaadi (4.3) lahustamisel 30 ml vees. Kui proov kujutab endast soola, võetakse sellest ligikaudu 10 g kaalutis 10 mg täpsusega ja lahustatakse 100 ml vees. Lisatakse 1 g veevaba naatriumkarbonaati (4.3) ja loksutatakse kuni lahustumiseni. Seejärel lisatakse 20 ml 0,02molaarset kaaliumpermanganaati (4.2) ja kuumutatakse keeval veevannil 15 minutit. Segul lastakse jahtuda. Lisatakse 50 ml lahjendatud väävelhapet (4.6) ja 0,5 g kaaliumjodiidi (4.1). Segatakse, kuni kogu sadenenud mangaandioksiid lahustub. Lahust tiitritakse 0,1molaarse naatriumtiosulfaadiga (4.4) kahvatukollase värvuseni. Lisatakse mõned tilgad tärklise lahust (4.5) ja jätkatakse tiitrimist kuni lahuse valastumiseni.

7. **Tulemuste väljendamine**

7.1. *Valem ja arvutamismeetod*

Sipelghappe, formiaatide ja muude oksüdeeruvate saasteainete protsentuaalne sisaldus, ümber arvutatuna sipelghappe ekvivalentsisalduseks, on

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

kus

a = kaaliumpermanganaadi molaarsus,

b = naatriumtiosulfaadi molaarsus,

m_o = proovist võetud kaalutise algmass grammides,

V = tiitrimiseks kulunud 0,1molaarse naatriumtiosulfaadi ruumala milliliitrites.

7.2. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused ei tohi erineda üle 5 mg 100 g proovi kohta.

8. **Märkused**

8.1. 10 g proovi korral vastab 11,3 ml 0,1molaarset tiitrimiseks kulunud naatriumtiosulfaadi lahust 0,2 %-lisele sipelghappe sisaldusele.

8.2. Kui proov ei sisalda formiaati, piisab 20 ml kaaliumpermanganaadi lisamisest, kui aga sipelghappe sisaldus on üle 0,27 massiprotsendi, osutub kaaliumpermanganaadi liig ebapiisavaks, millele viitab kulutatud tiitrimislahuse konstantne maht 8 ml. Sellisel juhul tuleb määramist korrata, kasutades väiksemat proovi massi.

3. MEETOD

MITTELENDUVATE AINETE MÄÄRAMINE PROPIOONHAPPES (E 280)

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse mittelenduvate ainete sisaldust propioonhappes (E 280).

2. **Määratlus**

Mittelenduvate ainete sisaldus propioonhappes: käesoleva meetodi abil määratud mittelenduvate ainete sisaldus.

3. **Põhimõte**

Proov aurutatakse kokku, kuivatatakse 103 ± 2 °C juures ja jääk määratakse gravimeetriliselt.

4. **Seadmed**

4.1. Kvartsist või plaatinast aurutusliuad, piisava mahuga 100 g proovi jaoks.

4.2. Elekterküttega kuivatuskapp, termostateeritav 103 ± 2 °C juures.

4.3. Analüütilised kaalud.

4.4. Veevann, mis võimaldab töötada keeva veega.

4.5. Niiskuseindikaatoriga varustatud eksikaator värskelt aktiveeritud silikageeli või samaväärse kuivatusainega.

5. **Töö käik**

Eelnevalt kuivatatud ja kaalutud aurutusliuda (4.1) pannakse 0,1 g täpsusega mõõdetud 100 g propioonhappe kaalutis. Proov aurutatakse kokku keeval veevannil (4.4) tõmbekapis. Kui kogu propioonhape on aurustunud, asetatakse aurutusliud üheks tunniks kuivatuskappi (4.2) 103 ± 2 °C juures. Seejärel pannakse aurutusliud eksikaatorisse, lastakse jahtuda ja kaalutakse. Kuumutamist, jahutamist ja kaalumist korratakse, kuni kahe järjestikuse kaalumise tulemused ei erine enam kui 0,5 mg. Kui mass kasvab, lähtutakse arvutamisel väikseimast registreeritud lugemist.

6. **Tulemuste väljendamine**

6.1. *Valem ja arvutamismeetod*

Mittelenduvate ainete protsentuaalne sisaldust proovis on

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

kus

m_1 = aurustamisjäägi mass grammides,

m_o = uuritava proovi mass grammides.

6.2. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused ei tohi erineda üle 5 mg 100 g proovi kohta.

4. MEETOD

MASSIKAO MÄÄRAMINE NAATRIUMNITRITI (E 250) KUIVATAMISEL

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse massikadu naatriumnitriti (E 250) kuivatamisel.

2. **Määratlus**

Naatriumnitriti niiskusesisaldus: käesoleva meetodi abil määratud massikadu kuivatamisel.

3. **Põhimõte**

Kuivatamisel tekkiva massikao leidmiseks proov kuivatatakse kuivatuskapis 103 ± 2 °C juures, kaalutakse ja arvutatakse massikadu.

4. **Seadmed**

4.1. Kuivatuskapp, termostateeritav 103 ± 2 °C juures.

4.2. Lamedapõhjaline kaaluklaas vabalt sulguva kaanega, läbimõõt 60–80 mm, sügavus vähemalt 25 mm.

4.3. Niiskuseindikaatoriga varustatud eksikaator värskelt aktiveeritud silikageeli või samaväärse kuivatusainega.

4.4. Analüütilised kaalud.

5. **Töö käik**

Kaaluklaasilt (4.2) eemaldatakse kaas ning kaaluklaasi ja selle kaant kuumutatakse kuivatuskapis (4.1) 103 ± 2 °C juures üks tund. Kaas pannakse uuesti kaaluklaasile (4.2), kaanega suletud kaaluklaas asetatakse eksikaatorisse (4.3) ja lastakse jahtuda toatemperatuurini. Kaanega suletud kaaluklaas (4.2) kaalutakse 10 mg täpsusega. Kaaluklaasi asetatakse 10 mg täpsusega võetud ligikaudu 10 g proovi kaalutis. Kaas eemaldatakse ning

kaaluklaas ja kaas pannakse üheks tunniks kuivatuskappi (4.1) 103 ± 2 °C juures. Kaaluklaas suletakse uuesti kaanega ja lastakse eksikaatoris (4.3) jahtuda toatemperatuurini. Seejärel kaalutakse 10 mg täpsusega. Kuumutamist, jahutamist ja kaalumist korratakse, kuni kahe järjestikuse kaalumise tulemused erinevad vähem kui 10 mg. Kui mass kasvab, lähtutakse arvutamisel väikseimast registreeritud lugemist.

6. **Tulemuste väljendamine**

6.1. *Valem ja arvutamismeetod*

Proovi kuivatamisel tekkinud massikao protsent on

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

kus

m_1 = kaaluklaasi mass grammides,

m_2 = kaaluklaasi ja proovi mass grammides enne kuivatamist,

m_3 = kaaluklaasi ja proovi mass grammides pärast kuivatamist.

6.2. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused ei tohi erineda üle 100 mg 100 g proovi kohta.

5. MEETOD

SALITSÜÜLHAPPE PIIRSISALDUSE KATSED ETÜÜL-*p*-HÜDROKSÜBENSOAADIGA (E 214), ETÜÜL-*p*-HÜDROKSÜBENSOAADI NAARIUMSOOLAGA (E 215), n-PROPÜÜL-*p*-HÜDROKSÜBENSOAADIGA (E 216), n-PROPÜÜL-*p*-HÜDROKSÜBENSOAADI NAATRIUMSOOLAGA (E 217), METÜÜL-*p*-HÜDROKSÜBENSOAADIGA (E 218) JA METÜÜL-*p*-HÜDROKSÜBENSOAADI NAATRIUMSOOLAGA (E 219)

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse salitsüülhappe sisaldust etüül-*p*-hüdroksübensoaadis (E 214), n-propüül-*p*-hüdroksübensoaadis (E 216), metüül-*p*-hüdroksübensoaadis (E 218) ja nende naatriumsoolades (E 215, E 217 ja E 219).

2. **Määratlus**

Salitsüülhappe piirsisalduse katse tulemus: käesoleval meetodil tehtud piirsisalduskatse tulemus.

3. **Põhimõte**

Ammooniumraud(III)sulfaadi toimel värvub proovilahus violetseks. Värvuse intensiivsust võrreldakse etalonlahuse värvuse intensiivsusega.

4. **Reaktiivid**

4.1. 0,2(massi/mahu)protsendiline ammooniumraud(III)sulfaadi lahus. Lahuse valmistamiseks lahustatakse 0,2 g ammooniumraud(III)sulfaatdodekahüdraati 50 ml vees, lisatakse 10 ml 10mahuprotsendilist lämmastikhapet ja lahjendatakse veega 100 milliliitrini.

4.2. 95mahuprotsendiline etanool.

4.3. Salitsüülhappe lahus, 0,1 g/l.

4.4. Väävelhape, 1molaarne.

5. **Seadmed**

5.1. Nessleri silindrid, gradueeritud maht 50 ml, kogumaht ligikaudu 60 ml.

6. **Töö käik**

6.1. *Etüül*-p-*hüdroksübensoaadi, n-propüül*-p-*hüdroksübensoaadi ja metüül*-p-*hüdroksübensoaadi proovid*

6.1.1. 0,1 g proovi kaalutakse 1 mg täpsusega ja lahustatakse 10 ml 95mahuprotsendilises etanoolis (4.2). Saadud lahus kantakse gradueeritud Nessleri silindrisse (5.1) ja lahjendatakse veega 50 milliliitrini. Segatakse ning lisatakse, jätkates segamist, 1 ml ammooniumraud(III)sulfaadi lahust (4.1). Lahusel lastakse seista üks minut.

6.1.2. Samaaegselt valmistatakse etalonlahus, korrates punktis 6.1.1 kirjeldatud protseduuri, kuid selle erinevusega, et 0,1 g proovi asemel võetakse 1 ml salitsüülhappe lahust (4.3).

6.1.3. Võrreldakse proovilahuse ja etalonlahuse värvust.

6.2. *Etüül*-p-*hüdroksübensoaadi, n-propüül*-p-*hüdroksübensoaadi ja metüül*-p-*hüdroksübensoaadi naatriumsoolade proovid*

6.2.1. Korratakse punktis 6.1.1 kirjeldatud protseduuri, kuid selle erinevusega, et enne lahjendamist 50 milliliitrini hapestatakse lahus 1molaarse väävelhappega (4.4) pH 5ni.

6.2.2. Korratakse punktis 6.1.2 kirjeldatud protseduuri.

6.2.3. Korratakse punktis 6.1.3 kirjeldatud protseduuri.

7. **Tulemuste väljendamine**

7.1. *Piirsisalduskatse tõlgendamine*

Kui punakasvioletne värvus on proovilahusega silindris intensiivsem kui etalonlahusega silindris, on katse positiivne ja proov sisaldab üle 0,1 % salitsüülhapet.

7.2. *Tundlikkus*

Katse avastamislävi on 30 mg salitsüülhapet 100 g proovi kohta.

7.3. *Märkus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe piirsisalduskatse tulemused peavad olema identsed.

6. MEETOD

VABA ÄÄDIKHAPPE MÄÄRAMINE NAATRIUMDIATSETAADIS (E 262)

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse vaba äädikhappe sisaldust naatriumdiatsetaadis (E 262).

2. **Määratlus**

Äädikhappe sisaldus: käesoleva meetodi abil määratud äädikhappe sisaldus.

3. **Põhimõte**

Proovis sisalduva äädikhappe otsetiitrimine naatriumhüdroksiidi standardlahuse ja fenoolftaleiinindikaatori abil.

4. **Reaktiivid**

4.1. Fenoolftaleiini lahus etanoolis, 1(massi/mahu)protsendiline.

4.2. Naatriumhüdroksiid, 1molaarne.

5. **Seadmed**

5.1. Analüütilised kaalud

6. **Töö käik**

Proovist võetakse ligikaudu 3 g kaalutis 1 mg täpsusega ja lahustatakse see ligikaudu 50 ml vees. Lisatakse 2 või 3 tilka fenoolftaleiinindikaatori lahust (4.1) ja tiitritakse 1molaarse naatriumhüdroksiidiga (4.2), kuni punane värvus jääb püsima 5 sekundiks.

7. **Tulemuste väljendamine**

7.1. *Valem ja arvutamismeetod*

Äädikhappe protsent proovi massist on

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

kus

V = tiitrimiseks kulunud naatriumhüdroksiidi lahuse (4.2) ruumala milliliitrites,

c = naatriumhüdroksiidi lahuse kontsentratsioon, mol/l,

m_0 = proovist võetud kaalutise algmass grammides.

7.2. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused ei tohi erineda üle 500 mg 100 g proovi kohta.

8. **Märkus**

40 % äädikhapet sisaldava 3 g proovi tiitrimiseks kulub 20 ml 1molaarset naatriumhüdroksiidi lahust.

7. MEETOD

NAATRIUMATSETAADI MÄÄRAMINE NAATRIUMDIATSETAADIS (E 262)

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse naatriumatsetaadi ja vee sisaldust naatriumdiatsetaadis (E 262), ümber arvutatuna naatriumatsetaadi ekvivalentsisalduseks.

2. **Määratlus**

Naatriumatsetaadi sisaldus: käesoleva meetodi abil määratud naatriumatsetaadi ja vee sisaldus, ümber arvutatuna naatriumatsetaadi ekvivalentsisalduseks.

3. **Põhimõte**

Proov lahustatakse jää-äädikhappes ja tiitritakse perkloorhappe standardlahusega, kasutades indikaatorina kristallvioletti.

4. **Reaktiivid**

4.1. Jää-äädikhape, $\rho_{20\ °C}$ = 1,049 g/ml (ette nähtud tiitrimiseks mittevesilahuses).

4.2. Kristallvioleti (CI nr 42555) 0,2(massi/mahu)protsendiline lahus jää-äädikhappes, kasutatav indikaatorlahusena.

4.3. Kaaliumvesinikftalaat, $C_8H_5KO_4$.

4.4. Atseetanhüdriid, $(CH_3CO)_2O$.

4.5. Perkloorhappe 0,1molaarne lahus jää-äädikhappes. Lahus valmistatakse ja standarditakse järgmiselt.

1 000 ml lihvklaaskorgiga mõõtekolbi pannakse P g perkloorhapet. Kogus P arvutatakse järgmise valemi abil:

$$P = \frac{1004{,}6}{m}$$

kus m on perkloorhappe kontsentratsioon massiprotsentides, mis määratakse alkalimeetrilise tiitrimisega (kõige sobivam on 70–72massiprotsendiline hape). Mõõtekolbi pannakse veel ligikaudu 100 ml jää-äädikhapet ja segu pidevalt segades ning jahutades lisatakse seejärel väikeste koguste haaval Q grammi atseetanhüdriidi. Kogus Q arvutatakse järgmise valemi abil:

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

kus P on mõõtekolbi pandud perkloorhappe kogus ning a on atseetanhüdriidi kontsentratsioon massiprotsentides. Mõõtekolb suletakse korgiga ja lastakse seista 24 tundi pimedas, seejärel täidetakse jää-äädikhappega 1 000 ml-ni. Selliselt saadud lahus on praktiliselt veevaba. Lahus standarditakse kaaliumvesinikftalaadi abil järgmiselt.

Eelnevalt 2 tundi 110 °C juures kuumutatud kaaliumvesinikftalaadist võetakse ligikaudu 0,2 g kaalutis 0,1 mg täpsusega ja lahustatakse see ettevaatlikult soojendades 25 ml jää-äädikhappes tiitrimisklaasis. Lahus jahutatakse, lisatakse 2 tilka 0,2massiprotsendilist kristallvioleti lahust jää-äädikhappes (4.2) ja tiitritakse perkloorhappe lahusega, kuni indikaator värvub kahvaturoheliseks. Kasutades sama lahusti mahtu, tehakse veel pimetiitrimine ning tegeliku tiitrimise tulemusest lahutatakse pimetiitrimise tulemus. 20,42 mg kaaliumvesinikftalaati on ekvivalentne 1 milliliitri 0,1molaarse perkloorhappega.

5. **Seadmed**

5.1. Analüütilised kaalud

6. **Töö käik**

Proovist võetakse ligikaudu 0,2 g kaalutis 0,5 mg täpsusega ja lahustatakse see 50 ml jää-äädikhappes (4.1). Lisatakse mõned tilgad kristallvioletindikaatori lahust (4.2) ja tiitritakse 0,1molaarse perkloorhappe standardlahusega (4.5) kahvaturohelise värvuseni.

7. **Tulemuste väljendamine**

7.1. *Valem ja arvutamismeetod*

Punktis 2 määratletud naatriumatsetaadi sisaldus väljendatuna protsentides proovi massist on

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

kus

V = tiitrimiseks kulunud perkloorhappe standardlahuse (4.5) maht milliliitrites

c = perkloorhappe lahuse (4.5) molaarsus,

m_0 = proovist võetud kaalutise algmass grammides.

7.2. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused ei tohi erineda üle 1,5 g 100 g proovi kohta.

8. **Märkus**

Käesolevas meetodis kasutatavad reaktiivid on mürgised ja plahvatusohtlikud ning neid tuleb käsitseda ettevaatlikult.

8. MEETOD

ALDEHÜÜDIDE PIIRSISALDUSE KATSED SORBHAPPEGA (E 200), NAATRIUM-, KAALIUM- JA KALTSIUMSORBAADIGA (E 201, E 202, E 203) NING PROPIOONHAPPEGA (E 280)

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse aldehüüdide sisaldust, ümber arvutatuna formaldehüüdi ekvivalentsisalduseks, järgmistes ainetes:

— sorbhappes (E 200),

— naatrium-, kaalium ja kaltsiumsorbaadis (E 201, E 202, E 203),

— propioonhappes (E 280).

2. **Määratlus**

Aldehüüdide piirsisalduse katse tulemus: käesoleval meetodil tehtud piirsisalduskatse tulemus.

3. **Põhimõte**

Võrreldakse proovilahuses leiduvate aldehüüdide ja võrdluslahuses sisalduva formaldehüüdi reageerimisel Schiffi reaktiiviga tekkivate punaste komplekside värvuse intensiivsust.

4. **Reaktiivid**

4.1. Formaldehüüdi standardlahus (0,01 mg/ml): valmistatakse kontsentreeritud formaldehüüdilahuse (400 mg/ml) lahjendamise teel.

4.2. Schiffi reaktiiv.

5. **Töö käik**

5.1. Proovist võetakse ligikaudu 1 g kaalutis 1 mg täpsusega, lisatakse 100 ml vett ja loksutatakse. Vajaduse korral lahus filtreeritakse ning 1 ml filtraadile või filtreerimata proovilahusele lisatakse 1 ml Schiffi reaktiivi (4.2). Samaaegselt lisatakse ka 1 ml formaldehüüdi etalonlahusele (4.1) 1 ml Schiffi reaktiivi (4.2).

5.2. Võrreldakse proovilahuse ja etalonlahuse värvust.

6. **Tulemuste väljendamine**

6.1. *Piirsisalduskatse tõlgendamine*

Kui punane värvus on proovilahusega katseklaasis intensiivsem kui etalonlahusega katseklaasis, on katse positiivne ja proov sisaldab üle 0,1 % aldehüüde ümber arvutatuna formaldehüüdiks.

6.2. *Tundlikkus*

Katse avastamislävi on 30 mg formaldehüüdi 100 g proovi kohta.

6.3. *Märkus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe piirsisalduskatse tulemused peavad olema identsed.

9. MEETOD

LETSITIINIDE (E 322) PEROKSIIDIARVU MÄÄRAMINE

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse letsitiinide (E 322) peroksiidiarvu.

2. **Määratlus**

Letsitiinide peroksiidiarv: käesoleva meetodi abil saadud tulemus.

3. **Põhimõte**

Kaaliumjodiid oksüdeeritakse letsitiini peroksiidide toimel ja vabanenud jood tiitritakse naatriumtiosulfaadi standardlahusega.

4. **Reaktiivid**

4.1. Jää-äädikhape.

4.2. Kloroform.

4.3. Kaaliumjodiid.

4.4. Naatriumtiosulfaat, 0,1molaarne või 0,01molaarne.

4.5. Tärklise lahus, ligikaudu 1(massi/mahu)protsendiline.

5. **Seadmed**

5.1. Analüütilised kaalud.

5.2. Joonisel kujutatud aparaat, mis koosneb järgmistest osadest:

5.2.1. ümarkolb, 100 ml;

5.2.2. püstjahuti;

5.2.3. klaaslihvidega klaasvahetükk, pikkus 250 mm, siseläbimõõt 22 mm;

5.2.4. väike keeduklaas, välisläbimõõt 20 mm, kõrgus 35–50 mm.

6. **Töö käik**

6.1. 100 ml ümarkolbi (5.2.1) pannakse 10 ml jää-äädikhapet (4.1) ja 10 ml kloroformi (4.2). Paigaldatakse vahetükk (5.2.3) ja püstjahuti (5.2.2) ning segu keedetakse nõrgalt 2 minutit kogu lahustunud õhu eemaldamiseks. 1 g kaaliumjodiidi (4.3) lahustatakse 1,3 ml vees ja saadud lahus lisatakse kolvis (5.2.1) olevale segule, jälgides et keemine ei lakkaks.

Kui sellel analüüsi etapil värvub lahus kollaseks, tuleb analüüs katkestada ja korrata määramist värskete reaktiividega.

6.2. Proovist võetakse ligikaudu 1 g kaalutis täpsusega 1 mg ja pärast keetmist veel 2 minuti jooksul lisatakse see ümarkolbi (5.2.1), jälgides ka nüüd, et keemine pidevalt jätkuks. Selleks tuleb kaalutis eelnevalt asetada joonisel kujutatud väikesesse sobiva põhjaga keeduklaasi (5.2.4), mida saab klaasvarda abil läbi vahetüki (5.2.3.) alla lasta. Püstjahuti (5.2.2) võib lühemaks ajaks eemaldada. Keetmist jätkatakse veel 3–4 minutit. Seejärel lõpetatakse kuumutamine ja eemaldatakse kohe püstjahuti (5.2.2). Läbi vahetüki (5.2.3) lisatakse kiiresti 50 ml vett. Vahetükk (5.2.3) eemaldatakse ja ümarkolb (5.2.1) jahutatakse voolava kraanivee all toatemperatuurini. Lahust tiitritakse 0,1- või 0,01molaarse naatriumtiosulfaadiga (4.4), kuni vesifaas muutub kahvatukollaseks. Lisatakse 1 ml tärklise lahust (4.5) ja jätkatakse tiitrimist kuni sinise värvuse kadumiseni. Tiitrimise kestel tuleb ümarkolbi (5.2.1) hoolega loksutada, et jood eralduks mittevesifaasist täielikult.

6.3. Pimetiitrimise tulemuse saamiseks korratakse punktides 6.1 ja 6.2 kirjeldatud kogu protseduuri selle erinevusega, et proovi ei lisata.

7. **Tulemuste väljendamine**

7.1. *Valem ja arvutamismeetod*

Proovi peroksiidiarv (milliekvivalentides kilogrammi kohta) on

$$\frac{1000 \times a \times (V_1 - V_2)}{m_0}$$

kus

V_1 = proovi tiitrimiseks (6.2) kulunud tiosulfaadi lahuse ruumala milliliitrites,

V_1 = pimekatses tiitrimiseks (6.3) kulunud tiosulfaadi lahuse ruumala milliliitrites,

a = naatriumtiosulfaadi lahuse kontsentratsioon, mol/l,

m_0 = proovist võetud kaalutise algmass grammides.

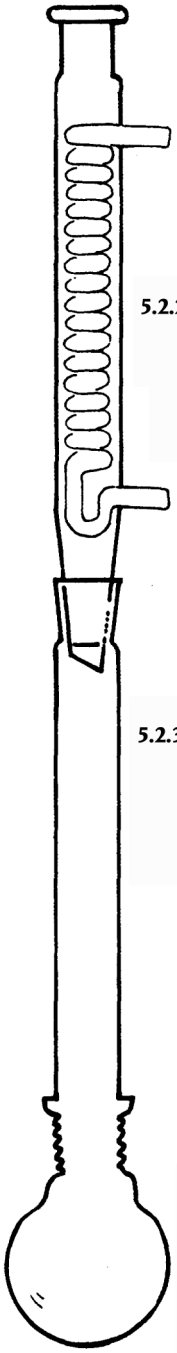
7.2. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahes katses saadud peroksiidarvud ei tohi erineda üle 0,5 (peroksiidarv väljendatakse milliekvivalentides 1 kilogrammi proovi kohta).

8. **Märkused**

8.1. Tiitrimiseks kasutatava naatriumtiosulfaadi lahuse kontsentratsioon valitakse olenevalt oodatavast tiitrimistulemusest. Kui tiitrimiseks kulub alla 0,5 ml 0,1molaarset naatriumtiosulfaati, tuleb määramist korrata, kasutades 0,01molaarset naatriumtiosulfaati.

8.2. Analüüsi ei tohi teha tugeva valguse käes.



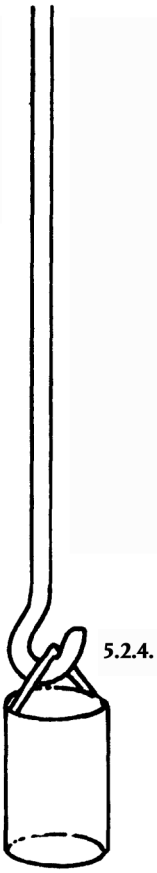
5.2.2. **Püstjahuti**

5.2.3. **Vahetükk:**

— **pikkus: 250 mm**

— **siseläbimõõt: 22 mm**

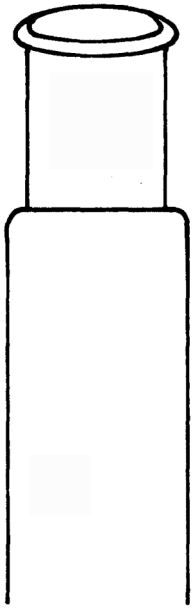
5.2.1. **Ümarkolb (100 ml)**



5.2.4. **Väike keeduklaas:**

— **välisläbimõõt: 20 mm**

— **kõrgus: 35–50 mm**



Aparaat letsitiinide peroksiidiarvu määramiseks

10. MEETOD

TOLUEENIS LAHUSTUMATUTE AINETE MÄÄRAMINE LETSITIINIDES (322)

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse tolueenis lahustumatuid aineid letsitiinides (E 322).

2. **Määratlus**

Tolueenis lahustumatute ainete sisaldus: käesoleva meetodi abil määratud tolueenis lahustumatute ainete sisaldus.

3. **Põhimõte**

Proov lahustatakse tolueenis, filtreeritakse ning jääk kuivatatakse ja kaalutakse.

4. **Reaktiivid**

4.1. Tolueen.

5. **Seadmed**

5.1. Klaasfiltertiigel, 30 ml, G 3 või samaväärse poorsusega.

5.2. Elektriline kuivatuskapp, termostateeritav 103 ± 2 °C juures.

5.3. Veevann, mis võimaldab töötada kuni 60 °C juures.

5.4. Niiskuseindikaatoriga varustatud eksikaator värskelt aktiveeritud silikageeli või samaväärse kuivatusainega.

5.5. Koonilised kolvid, 500 ml.

5.6. Vaakumpump.

5.7. Analüütilised kaalud.

6. **Töö käik**

6.1. 30 ml klaasfiltertiigel (5.1) kuivatatakse kuivatuskapis (5.2) 103 ± 2 °C juures. Seejärel pannakse klaasfiltertiigel eksikaatorisse (5.4), lastakse jahtuda ja kaalutakse.

6.2. Letsitiinide proov segatakse hoolega läbi, vajaduse korral eelnevalt soojendades veevannil (5.3). Proovist võetakse koonilisse kolbi (5.5) ligikaudu 10 g kaalutis 1 mg täpsusega. Lisatakse 100 ml tolueeni (4.1) ja segatakse, kuni kogu letsitiin on näiliselt lahustunud. Segu filtreeritakse läbi klaasfiltertiigli (5.1). Koonilist kolbi (5.5) pestakse 25 ml tolueeniga (4.1) ja lastakse ka kasutatud tolueen läbi klaasfiltertiigli (5.1). Pesemisprotseduuri 25 ml tolueeniga (4.1) korratakse veel kord. Tolueeni liig eemaldatakse klaasfiltertiiglist (5.1) imemise abil.

6.3. Klaasfiltertiiglit (5.1) kuivatatakse kuivatuskapis (5.2) 103 ± 2 °C juures 2 tundi. Seejärel pannakse klaasfiltertiigel eksikaatorisse (5.4) ja lastakse jahtuda. Pärast jahtumist klaasfiltertiigel koos jäägiga kaalutakse.

6.4. Punktis 6.3 kirjeldatud protseduuri korratakse, kuni kahe järjestikuse kaalumise tulemused ei erine enam kui 0,5 mg.

Kui mass kasvab, lähtutakse arvutamisel väikseimast registreeritud lugemist.

7. **Tulemuste väljendamine**

7.1. *Valem ja arvutamismeetod*

Tolueenis lahustumatute ainete sisaldus on

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

kus

m_1 = tühja klaasfiltertiigli mass grammides (6.1),

m_2 = klaasfiltertiigli ja jäägi mass grammides (6.4),

m_0 = proovist võetud kaalutise algmass grammides.

7.2. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused ei tohi erineda üle 30 mg 100 g proovi kohta.

11. MEETOD

REDUTSEERIVATE AINETE PIIRSISALDUSE KATSED NAATRIUM-, KAALIUM- JA KALTSIUMLAKTAADIGA (E 325, E 326 JA E 327)

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse kvalitatiivselt redutseerivaid aineid järgmistes ainetes:

— naatriumlaktaadis (E 325),

— kaaliumlaktaadis (E 326),

— kaltsiumlaktaadis (E 327).

2. **Määratlus**

Redutseerivate ainete piirsisalduse katse tulemus: käesoleval meetodil tehtud piirsisalduskatse tulemus.

3. **Põhimõte**

Redutseeriva toimega ained taandavad Fehlingi lahust. Tavaliselt on redutseerijateks suhkrud.

4. **Reaktiivid**

4.1. Fehlingi lahus A: 6,93 g vasksulfaatpentahüdraati lahustatakse vees ja lahuse maht täiendatakse 100 milliliitrini.

4.2. Fehlingi lahus B: 34,6 g kaaliumnaatriumtartraati ja 10 g naatriumhüdroksiidi lahustatakse vees ja lahuse maht täiendatakse 100 milliliitrini.

5. **Töö käik**

Proovist võetakse ligikaudu 1 g kaalutis 1 mg täpsusega ja lahustatakse see 10 ml soojas vees. Lisatakse 2 ml Fehlingi lahust A (4.1) ja 2 ml Fehlingi lahust B (4.2), keedetakse segu 1 minut ja vaadatakse, kas värvus muutub. Seejuures sadestub mõnikord kaltsiumsulfaat, kuid see ei sega määramist.

6. **Tulemuste väljendamine**

6.1. *Piirsisalduskatse tõlgendamine*

Kui keetmise järel segu värvus muutub (5), on katse positiivne ja redutseerivate ainete olemasolu on tuvastatud.

6.2. *Tundlikkus*

Reaktsioonivõimeliste redutseerivate ainete avastamise lävi on 100 mg glükoosi 100 g proovi kohta.

6.3. *Märkused*

6.3.1. Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused peavad olema identsed.

6.3.2. Kui proov sisaldab 2 % glükoosi, kulutatakse reaktsioonis ära kogu Fehlingi reaktiiv.

12. MEETOD

LENDUVATE HAPETE MÄÄRAMINE ORTOFOSFORHAPPES (E 338)

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse lenduvate hapete sisaldust ortofosforhappes (E 338), ümber arvutatuna äädikhappe ekvivalentsisalduseks.

2. **Määratlus**

Lenduvate hapete sisaldus: käesoleva meetodi abil määratud lenduvate hapete sisaldus, ümber arvutatuna äädikhappe ekvivalentsisalduseks.

3. **Põhimõte**

Proovile lisatakse vett ja destilleeritakse. Destillaati tiitritakse naatriumhüdroksüüdi standardlahusega ja arvutatakse happesus, väljendades seda äädikhappe ekvivalentsisaldusena.

4. **Reaktiivid**

4.1. Fenoolftaleiini lahus etanoolis, 1(massi/mahu)protsendiline.

4.2. Naatriumhüdroksiid, 0,01molaarne.

5. **Seadmed**

5.1. Destillatsiooniaparaat, varustatud tilgapüüduriga.

6. **Töö käik**

Proovist võetakse ligikaudu 60 g kaalutis 50 mg täpsusega ja pannakse see koos 75 ml värskelt keedetud külma veega tilgapüüduriga varustatud destillatsioonikolbi (5.1). Lahust segatakse ja destilleeritakse, kogudes ligikaudu 50 ml destillaati.

Destillaati tiitritakse 0,01molaarse naatriumhüdroksüüdi standardlahusega (4.2), kasutades indikaatorina fenoolftaleiini (4.1). Tiitrimine lõpetatakse, kui ilmub punane värvus, mis püsib 10 sekundit.

7. **Tulemuste väljendamine**

7.1. *Valem ja arvutamismeetod*

Lenduvate hapete sisaldus, väljendatuna äädikhappe milligrammides 1 kg proovi kohta, on

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

kus

V = tiitrimiseks kulunud 0,01molaarse naatriumhüdroksiidi ruumala milliliitrites,

m_0 = ortofosforhappe proovist võetud kaalutise mass grammides.

7.2. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused ei tohi erineda üle 1 mg 100 g proovi kohta.

13. MEETOD

NITRAATIDE PIIRSISALDUSE KATSE ORTOFOSFORHAPPEGA (E 338)

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse nitraate ortofosforhappes (E 338).

2. **Määratlus**

Naatriumnitraadi ekvivalentsisaldusena väljendatud nitraatide piirsisalduse katse tulemus: käesoleval meetodil tehtud piirsisalduskatse tulemus.

3. **Põhimõte**

Proovile lisatakse indigokarmiini lahust ja kontsentreeritud väävelhapet. Oksüdeerivate ainete, sealhulgas nitraatide toimel lahuse sinine värvus kaob.

4. **Reaktiivid**

4.1. Indigokarmiini lahus, 0,18(massi/mahu)protsendiline: 0,18 g naatriumindigotiindisulfonaati lahustatakse vees ja lahuse maht täiendatakse veega 100 milliliitrini.

4.2. Naatriumkloriidi lahus, 0,05(massi/mahu)protsendiline.

4.3. Väävelhape, kontsentreeritud ($\rho_{20\ °C}$ = 1,84 g/ml).

5. **Töö käik**

Proovist võetakse 2 ml alikvoot ja lahjendatakse see naatriumkloriidi lahusega (4.2) 10 milliliitrini. Lisatakse 0,1 ml indigokarmiini lahust (4.1) ja seejärel aeglaselt ning jahutades 10 ml kontsentreeritud väävelhapet (4.3). Vaadatakse, kas lahuse sinine värvus püsib 5 minutit.

6. **Tulemuste väljendamine**

6.1. *Piirsisalduskatse tõlgendamine*.

Kui 5 minuti jooksul sinine värvus kaob, on katse positiivne ja naatriumnitraadi ekvivalentsisaldusena väljendatud oksüdeerivate ainete sisaldus on üle 5 mg/kg.

6.2. *Märkused*.

6.2.1. Tuleb teha ka pimekatse.

6.2.2. Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe piirsisalduskatse tulemused peavad olema identsed.

6.2.3. Ei tohi kasutada indigokarmiini lahust, mis on valmistatud enam kui 60 päeva tagasi.

6.2.4. Kui on saadud positiivne tulemus, võib proov sisaldada nii nitraate kui ka muid oksüdeerivaid aineid, sellepärast peab määramist kordama, kasutades ISO meetodit 3709 (1976) "Tööstuslikuks kasutamiseks (sealhulgas toiduainetes kasutamiseks) mõeldud fosforhape. Lämmastikoksiidide sisalduse määramine. 3,4-ksülenoolspektrofotomeetriline meetod".

14. MEETOD

VEES LAHUSTUMATUTE AINETE MÄÄRAMINE MONO-, DI- JA TRINAATRIUMORTOFOSFAADIS NING MONO-, DI- JA TRIKAALIUMORTOFOSFAADIS (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii) JA E 340(iii))

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesoleva meetodi abil määratakse vees lahustumatute ainete sisaldust järgmistes ainetes:

— mononaatriumortofosfaadis (E 339(i)),

— dinaatriumortofosfaadis (E 339(ii)),

— trinaatriumortofosfaadis (E 339(iii)),

— monokaaliumortofosfaadis (E 340(i)),

— dikaaliumortofosfaadis (E 340(ii)),

— trikaaliumortofosfaadis (E 340(iii)).

2. **Määratlus**

Vees lahustumatute ainete sisaldus: käesoleva meetodi abil määratud vees lahustumatute ainete sisaldus.

3. **Põhimõte**

Proov lahustatakse vees ja filtreeritakse läbi sobiva portselanfiltertiigli. Pärast pesemist ja kuivatamist jääk kaalutakse ja kaalumistulemuse põhjal arvutatakse vees lahustumatute ainete sisaldus.

4. **Seadmed**

4.1. Portselanfiltertiigel, G 3 või samaväärse poorsusega.

4.2. Niiskuseindikaatoriga varustatud eksikaator värskelt aktiveeritud silikageeli või samaväärse kuivatusainega.

4.3. Kuivatuskapp, termostateeritav 103 ± 2 °C juures.

4.4. Polüpropüleennõu, 400 ml.

4.5. Veevann, mis võimaldab töötada keeva veega.

5. **Töö käik**

Fosfaadiproovist võetakse ligikaudu 10 g kaalutis 10 mg täpsusega, lahustatakse, kuumutades keemiseni 100 ml vees polüpropüleennõus (4.4), ja seejärel hoitakse kuumas veevannis (4.5) 15 minutit. Lahus filtreeritakse läbi eelnevalt puhastatud, kuivatatud ja kaalutud portselanfiltertiigli (4.1). Lahustumatut jääki pestakse kuuma veega. Portselanfiltertiigel koos jäägiga asetatakse kuivatuskappi (4.3) ja kuivatatakse 103 ± 2 °C juures 2 tundi.

Seejärel pannakse portselanfiltertiigel eksikaatorisse, lastakse jahtuda ja kaalutakse.

Kuivatamist, jahutamist ja kaalumist korratakse, kuni kahe järjestikuse kaalumise tulemused ei erine enam kui 0,5 mg. Kui mass kasvab, lähtutakse arvutamisel väikseimast registreeritud lugemist.

6. **Tulemuste väljendamine**

6.1. *Valem ja arvutamismeetod*

Vees lahustumatute ainete sisaldus proovis on

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

kus

m_1 = jäägi mass grammides pärast kuivatamist,

m_0 = võetud kaalutise mass grammides.

6.2. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused ei tohi erineda üle 10 mg 100 g proovi kohta.

15. MEETOD

TOIDUAINETES KASUTATAVATE LISAAINETE pH MÄÄRAMINE

1. **Rakendatavus ja rakendusala**

Käesolevas meetodis on antud üldjuhised toiduainetes kasutatavate lisaainete pH määramiseks.

2. **Määratlus**

Toidulisaainete pH: käesoleva meetodi abil määratud pH väärtus.

3. **Põhimõte**

Vees lahustatud või suspendeeritud proovi pH määratakse kokkuleppeliselt klaaselektroodi, võrdluselektroodi ja pH-meetri abil.

4. **Reaktiivid**

4.1. Seadme kaliibrimiseks kasutatakse järgmisi puhverlahuseid.

4.1.1. Puhverlahus pH 6,88, 20 °C, mis koosneb võrdsetes mahtudes võetud 0,05molaarsest kaaliumdivesinikfosfaadist (KH_2PO_4) ja 0,05molaarsest dinaatriumvesinikortofosfaatdihüdraadist ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$).

4.1.2. Puhverlahus pH 4, 20 °C, mis kujutab endast 0,05molaarset kaaliumvesinikftalaadi ($C_8H_5KO_4$) lahust.

4.1.3. Puhverlahus pH 9,22, 20 °C, mis kujutab endast 0,05molaarset naatriumboraadi ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) lahust.

4.2. Küllastunud või 3molaarne kaaliumkloriidi lahus või mõni muu tootja poolt ettenähtud lahus võrdluselektroodi täitmiseks.

4.3. Süsihappegaasivaba destilleeritud vesi, pH 5–6.

5. **Seadmed**

5.1. pH-meeter täpsusega 0,01 pH ühikut.

5.2. Kas liitelektrood või eraldi klaaselektrood ja võrdluselektrood koos elektroodide hoidmiseks sobivate käppadega.

5.3. Magnetsegaja, küttekehaga.

5.4. Termomeeter, kaliibrimisvahemik 0–100 °C.

6. **Töö käik**

6.1. *pH-meetri standardimine*

Klaaselektrood seatakse töökorda vastavalt tootja juhendile. Klaaselektroodiga saadud pH lugemeid kontrollitakse korrapäraselt teada oleva pH-ga puhverlahuste abil.

Enne järgmisesse proovi- või standardlahusesse asetamist pestakse elektroode veega ja pühitakse ettevaatlikult pehme riidega, kuid neid võib ka loputada veega ja seejärel kaks korda järgmise proovi- või standardlahusega.

Kui uuritav proov on happeline, kasutatakse pH lugemite kontrollimiseks puhverlahust pH 4 (4.1.2) ja puhverlahust pH 6,88 (4.1.1). Kui uuritav proov on leeliseline, kasutatakse pH lugemite kontrollimiseks puhverlahust pH 9,22 (4.1.3) ja puhverlahust pH 6,88 (4.1.1).

6.2. *Proovilahuse pH mõõtmine*

Kasutatav proovilahuse kontsentratsioon ja proovi ettevalmistamise käik on ette nähtud asjakohases toiduainetes kasutatavaid lisaaineid käsitlevas ühenduse direktiivis.

Proovilahus valmistatakse ettenähtud viisil, kasutades destilleeritud vett (4.3) ning seejärel segades reguleeritakse selle temperatuur 20 °Cni. Segamine lõpetatakse, klaaselektroodid asetatakse lahusesse ja 2 minuti pärast võetakse pH-meetri (5.1) lugem.

7. **Tulemuste väljendamine**

7.1. *Korratavus*

Sama analüüsija poolt samades tingimustes sama prooviga samaaegselt või kiiresti teineteise järel tehtud kahe analüüsi tulemused ei tohi erineda üle 0,05 pH ühiku.

8. **Märkus**

Käesolev meetod on rakendatav toiduainetes kasutatavaid lisaaineid käsitlevates ühenduse direktiivides ettenähtud pH tingimustele vastavuse kontrollimisel üksnes sel juhul, kui toidulisaaine lahustatakse või suspendeeritakse vees.