31981L0712

1981.9.10. AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK HIVATALOS LAPJA L 257/1

A BIZOTTSÁG ELSŐ IRÁNYELVE

(1981. július 28.)

az élelmiszerekben használt bizonyos adalékanyagok tisztasági követelményeknek való megfelelésének ellenőrzésére vonatkozó közösségi vizsgálati módszerek megállapításáról

(81/712/EGK)

AZ EURÓPAI KÖZÖSSÉGEK BIZOTTSÁGA,

tekintettel az Európai Gazdasági Közösséget létrehozó szerződésre,

tekintettel a legutóbb a 78/144/EGK irányelvvel ([1]) módosított, az emberi fogyasztásra szánt élelmiszerekben történő felhasználásra engedélyezett színezőanyagokra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1962. október 23-i tanácsi irányelvre ([2]) és különösen annak 11. cikke (2) bekezdésére,

tekintettel a legutóbb a 79/40/EGK irányelvvel ([3]) módosított, az emberi fogyasztásra szánt élelmiszerekben történő felhasználásra engedélyezett tartósítószerekre vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1963. november 5-i 64/54/EGK tanácsi irányelvre ([4]) és különösen annak 8. cikke (2) bekezdésére,

tekintettel a legutóbb a 78/143/EGK irányelvvel ([5]) módosított, az emberi fogyasztásra szánt élelmiszerekben történő felhasználásra engedélyezett antioxidánsokra vonatkozó tagállami jogszabályok közelítéséről szóló, 1970. július 13-i 70/357/EGK tanácsi irányelvre ([6]) és különösen annak 5. cikke (2) bekezdésére,

mivel ezek a rendelkezések előírják, hogy közösségi vizsgálati módszerekkel kell ellenőrizni azt, hogy ezek az adalékanyagok megfelelnek-e az általános és különleges tisztasági követelményeknek;

mivel el kell fogadni azoknak a módszereknek az első sorozatát, amelyek esetében a vizsgálatok befejeződtek;

mivel az ezen irányelvben előírt intézkedések összhangban vannak az Élelmiszügyi Állandó Bizottság véleményével,

ELFOGADTA EZT AZ IRÁNYELVET:

1. cikk

A tagállamoknak előírják, hogy az élelmiszerekben használt bizonyos adalékanyagok általános és különleges tisztasági követelményeknek való megfelelésének ellenőrzéséhez szükséges vizsgálatokat a II. mellékletben megadott módszerek szerint, az I. mellékletben meghatározott alkalmazási területeken kell végrehajtani.

([1]) HL L 44., 1978.2.15., 20. o.
([2]) HL L 115., 1962.11.11., 2645/62. o.
([3]) HL L 13., 1979.1.19., 50. o.
([4]) HL L 12., 1964.1.27., 161/64. o.
([5]) HL L 44., 1978.2.15., 18. o.
([6]) HL L 157., 1970.7.18, 31. o.

2. cikk

A tagállamok hatályba léptetik azokat a törvényi, rendeleti és közigazgatási rendelkezéseket, amelyek szükségesek ahhoz, hogy ennek az irányelvnek legkésőbb 1983. február 20-ig megfeleljenek. Erről haladéktalanul tájékoztatják a Bizottságot.

3. cikk

Ennek az irányelvnek a tagállamok a címzettjei.

Kelt Brüsszelben, 1981. július 28-án.

a Bizottság részéről

Karl-Heinz NARJES

a Bizottság tagja

I. MELLÉKLET

AZ ÉLELMISZEREKBEN HASZNÁLT BIZONYOS ADALÉKANYAGOK TISZTASÁGI KÖVETELMÉNYEKNEK VALÓ MEGFELELÉSÉNEK ELLENŐRZÉSÉRE VONATKOZÓ KÖZÖSSÉGI VIZSGÁLATI MÓDSZEREK ALKALMAZÁSI TERÜLETE

I. BEVEZETŐ

.....

II. SZÍNEZŐANYAGOK

II.1. Az emberi fogyasztásra szánt élelmiszerekben használt vízoldható, szulfonált szerves színezőanyagokból etiléterrel kivonható anyagok meghatározása a II. melléklet 1. módszerének alkalmazásával.

III. TARTÓSÍTÓSZEREK

III.1. A hangyasav, annak származékai és egyéb oxidálható szennyeződések meghatározása ecetsavban (E 260), kálium-acetátban (E 261), nátrium-acetátban (E 262) és kalcium-acetátban (E 263) a II. melléklet 2. módszerének alkalmazásával.

III.2. Nem illékony anyagok meghatározása propionsavban (E 280) a II. melléklet 3. módszerének alkalmazásával.

III.3. A nátrium-nitrit (E 250) szárítási tömegveszteségének meghatározása a II. melléklet 4. módszerének alkalmazásával.

III.4. A szalicilsavra vonatkozó határérték-vizsgálat p-hidroxi-benzoesav-etilészterben (E 214), p-hidroxi-benzoesav-etilészter nátriumvegyületében (E 215), p-hidroxi-benzoesav-n-propilészterben (E 216), p-hidroxi-benzoesav-propilészter nátriumvegyületében (E 217), p-hidroxi-benzoesav-metilészterben (E 218) és p-hidroxi-benzoesav-metilészter nátriumvegyületében (E 219) a II. melléklet 5. módszerének alkalmazásával.

III.5. A szabad ecetsav meghatározása nátrium-diacetátban (E 262) a II. melléklet 6. módszerének alkalmazásával.

III.6. A nátrium-acetát meghatározása nátrium-diacetátban (E 262) a II. melléklet 7. módszerének alkalmazásával.

III.7. Az aldehidekre vonatkozó határérték-vizsgálat szorbinsavban (E 200), nátrium-, kálium- és kalcium-szorbátban (E 201, E 202, E 203) és propionsavban (E 280) a II. melléklet 8. módszerének alkalmazásával.

IV. ANTIOXIDÁNSOK

IV.1. A lecitinek (E 322) peroxidszámának meghatározása a II. melléklet 9. módszerének alkalmazásával.

IV.2. A toluolban nem oldható anyagok meghatározása lecitinben (E 322) a II. melléklet 10. módszerének alkalmazásával.

IV.3. Redukálóanyagok határérték-vizsgálata nátrium-, kálium- és kalcium-laktátban (E 325, E 326 és E 327) a II. melléklet 11. módszerének alkalmazásával.

IV.4. Az illékony savak meghatározása ortofoszforsavban (E 338) a II. melléklet 12. módszerének alkalmazásával.

IV.5. A nitrátra vonatkozó határérték-vizsgálat az ortofoszforsavban (E 338) a II. melléklet 13. módszerének alkalmazásával.

IV.6. A vízben oldhatatlan anyagok meghatározása mono-, di- és trinátrium-ortofoszfátban és mono-, di- és trikálium-ortofoszfátban (E 339i., E 339ii., E 339iii., E 340i., E 340ii., E 340iii.) a II. melléklet 14. módszerének alkalmazásával.

V. ÁLTALÁNOS VIZSGÁLATOK

V.1. Élelmiszer-adalékanyagok pH-értékének meghatározása a II. melléklet 15. módszerének alkalmazásával.

II. MELLÉKLET

AZ ÉLELMISZER-ADALÉKANYAGOK TISZTASÁGI KÖVETELMÉNYEIRE VONATKOZÓ VIZSGÁLATI MÓDSZEREK

BEVEZETŐ

1. **A vizsgálati minta elkészítése**

1.1. *Általános előírások*

A vizsgálatra szánt minta tömege általában 50 gramm, kivéve, ha nagyobb mennyiség szükséges egy adott vizsgálat elvégzéséhez.

1.2. *A minta előkészítése*

A mintát vizsgálat előtt homogenizálni kell.

1.3. *Tárolás*

Az előkészített mintát mindig légmentesen záródó edényben kell tárolni, hogy megelőzzék a minta változását.

2. **Reagensek**

2.1. *Víz*

2.1.1. Amikor oldás, hígítás vagy mosás céljára szánt vízről van szó, akkor desztillált vizet vagy legalább azonos tisztaságú ioncserélt vizet kell használni.

2.1.2. Amikor „oldásra” vagy „hígításra” történik hivatkozás a reagens megadása nélkül, akkor vizes oldatról van szó.

2.2. *Kémiai anyagok*

Eltérő meghatározás hiányában az összes vegyszernek analitikai tisztaságúnak kell lennie.

3. **Eszközök**

3.1. *Az eszközök listája*

Az eszközök listája a különleges műveletekhez használt olyan berendezéseket tartalmazza, amelyekre sajátos előírások vonatkoznak.

3.2. *Analitikai mérleg*

Legalább 0,1 mg pontosságú analitikai mérleg.

4. **Az eredmények kiszámítása**

4.1. *Eredmények*

A hivatalos elemzési jelentésben szereplő eredmény a legalább két meghatározásból kapott, megismételhető eredmények középértéke.

4.2. *A százalékos értékek kiszámítása*

Különleges rendelkezések hiányában az eredményeket a laboratóriumi minta tömegének százalékában (m/m) kell megadni.

4.3. *A tizedesjegyek száma*

Az eredményben a tizedesjegyek számát a módszer pontossága határozza meg.

1. MÓDSZER

AZ EMBERI FOGYASZTÁSRA SZÁNT ÉLELMISZEREKBEN HASZNÁLT VÍZOLDHATÓ SZULFONÁLT SZERVES SZÍNEZŐANYAGOKBÓL ETILÉTERREL KIVONHATÓ ANYAGOK MEGHATÁROZÁSA

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer lehetővé teszi az etiléterben oldható anyagok meghatározását a hordozóanyagoktól mentes, vízoldható szulfonált szerves színezőanyagokból.

2. **Leírás**

Az etiléterrel kivonható anyagok mennyisége az alábbiakban leírt módszerrel határozható meg.

3. **Vizsgálati alapelv**

A színezőanyag etiléterrel történő kivonása és az éter elpárologtatása után lemérjük a maradék mennyiségét.

4. **Reagensek**

4.1. Vízmentes, peroxidmentes (víztelenített kalcium-kloriddal frissen szárított) etiléter.

5. **Eszközök**

5.1. Soxhlet-készülék lombikkal.

5.2. Exszikkátor frissen aktivált szilikagéllel vagy azzal egyenértékű szárítóanyaggal és nedvességindikátorral.

5.3. Analitikai mérleg.

5.4. Termosztáttal 85 ± 2 °C hőfokra szabályozott szárítószekrény.

6. **A vizsgálat módja**

Egy darab szűrőpapírra pontosan mérjünk ki körülbelül 10 g ± 10 mg-ot a színezőanyag-mintából. Hajtsuk össze a papírt, helyezzük extrakciós hüvelybe és zárjuk le zsírmentes vattával. Extraháljuk hat órán át dietil-éterrel (4.1.) Soxhlet-készülékben (5.1). Párologtassuk el az étert a lehető legalacsonyabb hőmérsékleten. Az előzőleg lemért Soxhlet-lombikot a maradékkal együtt helyezzük a szárítószekrénybe (5.4.). Szárítsuk 20 percen át 85 ± 2 °C fokon. Helyezzük át a lombikot a exszikkátorba (5.2), fedjük le és hagyjuk kihűlni, majd mérjük le a lombikot és a maradékot.

Ismételjük meg a szárítást és a mérést addig, amíg két egymást követő mérés eredménye közötti különbség 0,5 mg-nál kevesebb lesz. Amennyiben a tömeg növekedést mutat, a számításhoz a mért legalacsonyabb értéket kell figyelembe venni.

7. **Az eredmények kiszámítása**

7.1. *A számítás képlete és módszere*

Az éterrel kivonható anyagoknak a minta tömegének százalékában megadott mennyisége a következő képlettel számítható ki:

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

ahol:

m_1 = a maradék tömege a párologtatás után, grammban kifejezve,

m_0 = a bemért minta kiindulási tömege grammban.

7.2. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás eredménye közötti különbség 100 g mintára vonatkoztatva nem haladhatja meg a 20 mg-ot.

2. MÓDSZER

A HANGYASAV, ANNAK SZÁRMAZÉKAI ÉS EGYÉB OXIDÁLHATÓ SZENNYEZŐDÉSEK MEGHATÁROZÁSA ECETSAVBAN (E 260), KÁLIUM-ACETÁTBAN (E 261), NÁTRIUM-ACETÁTBAN (E 262) ÉS KALCIUM-ACETÁTBAN (E 263)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer lehetővé teszi a hangyasav, a formiátok és más oxidálható szennyeződések hangyasavban kifejezettt mennyiségének meghatározását a következő anyagokban:

– ecetsav (E 260),

– kálium-acetát (E 261),

– nátrium-diacetát (E 262),

– kalcium-acetát (E 263).

2. **Meghatározás**

A hangyasav-, hangyasavszármazék- és egyéb oxidálhatószennyeződés-tartalom az alábbiakban leírt módszerrel adható meg.

3. **Vizsgálati alapelv**

A vizsgálandó minta kezelése lúgos közegben káliumpermanganát-fölösleggel történik, mangán-dioxid képzése céljából. A mangán-dioxidot és a fölösleges kálium-permanganátot savanyítás után jodometriásan titráljuk, és az oxidálható szennyeződések koncentrációját hangyasavban adjuk meg.

4. **Reagensek**

4.1. Kálium-jodid.

4.2. 0,02 mol/l kálium-permanganát.

4.3. Nátrium-karbonát (vízmentes).

4.4. 0,1 mol/l nátrium-tioszulfát.

4.5. Keményítőoldat (körülbelül 1g/100ml).

4.6. Hígított kénsav: 90 ml kénsav (ρ_{20} = 1,84 g/ml) 1 l vizes oldatra hígítva.

5. **Eszközök**

5.1. Forrásban lévő vízfürdő.

5.2. Analitikai mérleg.

6. **A vizsgálat módja**

Ha a vizsgált minta szabad sav, akkor kimérünk 10 g ± 10 mg mintát, amelyet 70 ml vízzel felhígítunk és hozzáadunk 10 g vízmentes nátrium-karbonátból (4.3.) 30 ml vízzel készült oldatot. Ha a minta só, akkor kimérünk 10 g ± 10 mg mintát és feloldjuk 100 ml vízben; ehhez 1 g vízmentes nátrium-karbonátot (4.3.) adunk és feloldódásig rázzuk. Hozzáadunk 20 ml 0,02 mol/l-es kálium-permanganátot (4.2.) és forrásban lévő vízfürdőn melegítjük 15 percig. Az elegyet lehűtjük. Hozzáadunk 50 ml hígított kénsavat (4.6.) és 0,5 g kálium-jodidot (4.1.). Az elegyet addig keverjük, amíg az összes kivált mangán-dioxid újra fel nem oldódott. Ezt követően 0,1 mol/l-es nátrium-tioszulfáttal (4.4.) titráljuk, amíg az oldat halványsárga színűvé válik. Néhány csepp keményítőoldat (4.5.) hozzáadása után a titrálást addig folytatjuk, amíg az oldat színtelenné nem válik.

7. **Az eredmények kiszámítása**

7.1. *A számítás képlete és módszere*

A hangyasav, a formiátok és más oxidálható szennyeződések hangyasavban kifejezett mennyisége a következő képlettel számítható ki:

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

ahol:

a = a kálium-permanganát molaritása,

b = a nátrium-tioszulfát molaritása,

m_0 = a minta kiindulási tömege grammban,

V = a titráláskor elhasznált 0,1 mol/l-es nátrium-tioszulfát térfogata milliliterben.

7.2. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan elvégzett két meghatározás eredménye közötti különbség 100 g mintára vonatkoztatva nem haladhatja meg az 5 mg-ot.

8. **Megjegyzések**

8.1. A 11,3 ml térfogatú, 0,1 mol/l-es nátrium-tioszulfát 10 g mintánál 0,2 % hangyasavnak felel meg.

8.2. Ha nincs jelen formiát, akkor a szükséges térfogat 20 ml, de ha több, mint 0,27 % hangyasav van jelen, akkor a káliumpermanganát-fölösleg elégtelen lesz, és elérjük a 8 ml-es rögzített térfogatot. Ebben az esetben a meghatározást kisebb mintával meg kell ismételni.

3. MÓDSZER

NEM ILLÉKONY ANYAGOK MEGHATÁROZÁSA PROPIONSAVBAN (E 280)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer lehetővé teszi a propionsav (E 280) nem illékony anyagainak meghatározását.

2. **Meghatározás**

A propionsavban lévő nem illékony anyagok mennyisége az alábbiakban megadott módszerrel határozható meg.

3. **Vizsgálati alapelv**

A mintát 103 ± 2 °C-on bepároljuk és szárítjuk, a maradékot gravimetriásan határozzuk meg.

4. **Eszközök**

4.1. 100 g minta befogadására alkalmas méretű, porcelán vagy platina csésze.

4.2. Elektromos fűtésű, termosztáttal 103 ± 2 °C hőfokra szabályozott szárítószekrény.

4.3. Analitikai mérleg.

4.4. Forrásban lévő vízfürdő.

4.5. Exszikkátor frissen aktivált szilikagéllel vagy azzal egyenértékű szárítószerrel és nedvességindikátorral.

5. **A vizsgálat módja**

Mérjünk ki 100 g ± 0,1 g propionsav mintát egy előzetesen kiszárított és lemért csészébe (4.1.). Párologtassuk el forrásban lévő vízfürdőn (4.4.). Amikor az összes propionsav elpárolgott, helyezzük az edényt egy órára a 103 ± 2 °C-os szárítószekrénybe (4.2.). Helyezzük át az exszikkátorba és hagyjuk lehűlni, majd mérjük le. A folyamatot addig ismételjük, amíg két egymást követő mérés eredménye közötti különbség nem haladja meg a 0,5 mg-ot. Amennyiben a tömeg növekedést mutat, a számításhoz a mért legalacsonyabb értéket kell figyelembe venni.

6. **Az eredmény kiszámítása**

6.1. *A számítás képlete és módszere*

A mintában a nem illékony anyagok százalékos mennyisége a következő képlet alapján számolható ki:

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

ahol:

m_1 = a bepárlási maradék tömege grammban,

m_2 = a bemért minta kiindulási tömege grammban.

6.2. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás eredménye közötti különbség 100 g mintára vonatkoztatva nem haladhatja meg az 5 mg-ot.

4. MÓDSZER

A NÁTRIUM-NITRIT (E 250) SZÁRÍTÁSI TÖMEGVESZTESÉGÉNEK MEGHATÁROZÁSA

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer lehetővé teszi a nátrium-nitrit (E 250) szárítási tömegveszteségének a meghatározását.

2. **Meghatározás**

A nátrium-nitrit nedvességtartalma az alábbiakban megadott módszerrel meghatározott szárítási tömegveszteség.

3. **Vizsgálati alapelv**

A szárítási tömegveszteség meghatározása 103 ± 2 °C-on történő szárítással.

4. **Eszközök**

4.1. Elektromos fűtésű, termosztáttal 103 ± 2 °C fokra szabályozott szárítószekrény.

4.2. Lapos fenekű üvegből készült, 60–80 mm átmérőjű és legalább 25 mm mély bemérőedény levehető fedéllel.

4.3. Exszikkátor frissen aktivált szilikagéllel, vagy azzal egyenértékű szárítószerrel és víztartalomjelzővel.

4.4. Analitikai mérleg

5. **A vizsgálat módja**

Vegyük le a fedőt a bemérőedényről (4.2.) és tegyük az edényt és a fedőt (4.1.) egy órára a 103 ± 2 °C-ra melegített szárítószekrénybe. Helyezzük vissza a fedőt, tegyük az edényt (4.2.) az exszikkátorba (4.3.) és hagyjuk szobahőmérsékletre hűlni. Mérjük le a lefedett edényt (4.2.) 10 mg pontossággal. Mérjünk le

10 g ± 10 mg mintát a lefedett edénybe. Vegyük le a fedőt, majd az edényt és a fedőt helyezzük egy órára a 103 ± 2 °C-os szárítószekrénybe (4.1.). Helyezzük vissza a fedőt és hagyjuk a lefedett edényt az exszikkátorban (4.3.) szobahőmérsékletre lehűlni. Mérjük le 10 mg pontossággal. Ismételjük az utolsó három (a hevítési, a hűtési és a mérési) műveletet addig, amíg két egymást követő mérés különbsége nem haladja meg a 10 mg-ot. Amennyiben a tömeg növekedést mutat, a számításhoz a mért legalacsonyabb értéket kell figyelembe venni.

6. **Az eredmény kiszámítása**

6.1. *A számítás képlete és módszere*

A minta százalékban kifejezett szárítási tömegvesztesége a következő képlettel számítható ki:

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

ahol:

m_1 = a bemérőedény tömege grammban,

m_2 = a bemérőedény és a minta szárítás előtti tömege grammban,

m_3 = a bemérőedény és a minta szárítás utáni tömege grammban.

6.2. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás eredménye közötti különbség 100 g mintára vonatkoztatva nem haladhatja meg a 100 mg-t.

5. MÓDSZER

A SZALICILSAVRA VONATKOZÓ HATÁRÉRTÉK-VIZSGÁLAT P-HIDROXI-BENZOESAV-ETILÉSZTERBEN (E 214), P-HIDROXI-BENZOESAV-ETILÉSZTER NÁTRIUMVEGYÜLETÉBEN (E 215), P-HIDROXI-BENZOESAV-N-PROPILÉSZTERBEN (E 216), P-HIDROXI-BENZOESAV-PROPILÉSZTER NÁTRIUMVEGYÜLETÉBEN (E 217), P-HIDROXI-BENZOESAV-METILÉSZTERBEN (E 218) ÉS P-HIDROXI-BENZOESAV-METILÉSZTER NÁTRIUMVEGYÜLETÉBEN (E 219)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer lehetővé teszi a szalicilsav kimutatását p-hidroxi-benzoesav-etilészterben (E 214), p-hidroxi-benzoesav-n-propilészterben (E 216), p-hidroxi-benzoesav-metilészterben (E 218) és nátriumsóikban (E 215, E 217, E 219).

2. **Meghatározás**

A szalicilsav vizsgálati határértéke az alábbiakban megadott módszerrel határozható meg.

3. **Vizsgálati alapelv**

A vas(III)-ammónium-szulfát és a mintaoldat reakciója során ibolya szín keletkezik, amely intenzitását egy referenciaoldat intenzitásával kell összehasonlítani.

4. **Reagensek**

4.1. 0,2 % g/100 ml vas(III)-ammónium-szulfát oldat: 0,2 g 12 molekula kristályvizet tartalmazó vas(III)-ammónium-szulfátot 50 ml vízben feloldunk, hozzáadunk 10 ml 10 (v/v) %-os salétromsavat és vízzel 100 ml-re feltöltjük.

4.2. 95 (v/v) %-os etanol.

4.3. 0,1 g/l-es szalicilsav-oldat.

4.4. 1 mol/l–es kénsav.

5. **Eszközök**

5.1. Kb. 60 ml össztérfogatú, 50 ml-es beosztású Nessler-hengerek.

6. **A vizsgálat módja**

6.1. *A p-hidroxi-benzoesav-etilészter, p-hidroxi-benzoesav-n-propilészter és p-hidroxi-benzoesav-metilészter minták*

6.1.1. Mérjünk ki 100 ± 1mg mintát és oldjuk fel 10 ml 95 (v/v) %-os etanolban (4.2.). Öntsük át az oldatot az osztott Nessler-hengerbe (5.1.) és öntsük fel vízzel 50 ml-re. Keverjük össze és közben adjunk hozzá 1 ml vasIII-ammónium-szulfát oldatot (4.1.). Keverjük össze újra, majd hagyjuk állni egy percig.

6.1.2. Készítsünk egy referenciaoldatot a 6.1.1. pontban leírt eljárás megismétlésével, a mintát 1 ml szalicilsav-oldattal (4.3.) helyettesítve.

6.1.3. Hasonlítsuk össze a mintaoldat színét a referenciaoldat színével.

6.2. *A p-hidroxi-benzoesav metil-, etil- és n propilészterének nátriumvegyületéből készített minták*

6.2.1. Ismételjük meg a 6.1.1. pontban leírt eljárást úgy, hogy a mintát az 50 ml-re történő hígítás előtt 1 mol/l-es kénsavval (4.4.) 5 pH-értékre savanyítjuk.

6.2.2. Ismételjük meg a 6.1.2. pontban leírt eljárást.

6.2.3. Ismételjük meg a 6.1.3. pontban leírt eljárást.

7. **Az eredmény kiszámítása**

7.1. *A határérték-vizsgálat értékelése*

Ha a mintaoldatot tartalmazó kémcső színe intenzívebb az összehasonlító oldatot tartalmazó kémcső színénél, akkor az eredmény pozitív, és a minta 0,1 %-nál több szalicilsavat tartalmaz.

7.2. *Érzékenység*

A vizsgálat kimutatási határa 30 mg szalicilsav 100 g-os mintában.

7.3. *Megjegyzés*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás eredményének azonosnak kell lennie.

6. MÓDSZER

A SZABAD ECETSAV MEGHATÁROZÁSA NÁTRIUM-DIACETÁTBAN (E 262)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer segítségével meghatározható a nátrium-diacetát (E 262) ecetsavtartalma.

2. **Meghatározás**

Az ecetsavtartalom az alábbiakban megadott módszerrel határozható meg.

3. **Vizsgálati alapelv**

Az ecetsavat fenolftalein jelenlétében nátrium-hidroxiddal közömbösítjük.

4. **Reagensek**

4.1. 1g/100ml fenolftalein oldat etanolban.

4.2. 1 mol/l-es nátrium-hidroxid.

5. **Eszközök**

5.1. Analitikai mérleg.

6. **A vizsgálat módja**

3g ± 1 mg vizsgálandó mintát pontosan bemérünk és 50 ml vízben oldjuk. Adjunk hozzá két-három csepp fenolftalein oldatot (4.1.) és titráljuk 1 mol/l-es nátrium-hidroxiddal (4.2.) addig, amíg a fenoftalein átcsapását jelző vörös szín öt másodpercig megmarad.

7. **Az eredmény kiszámítása**

7.1. *A számítás képlete és módszere*

A minta tömegének százalékban kifejezett ecetsavtartalma a következő képlettel számítható ki:

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

ahol:

V = a felhasznált nátrium-hidroxid (4.2.) térfogata ml-ben,

c = a nátrium-hidroxid oldat molaritása,

m_0 = az adott minta kiindulási tömege grammban.

7.2. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan elvégzett két meghatározás eredménye közötti különbség 100 g mintára vonatkoztatva nem haladhatja meg az 500 mg-ot.

8. **Megjegyzés**

3 g 40 %-os ecetsavat tartalmazó minta titrálásához 20 ml 1 mol/l-es nátrium-hidroxid szükséges.

7. MÓDSZER

A NÁTRIUM-ACETÁT MEGHATÁROZÁSA NÁTRIUM-DIACETÁTBAN (E 262)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer segítségével a nátrium-acetát és a víz meghatározható a nátrium-diacetátban, nátrium-acetátban (E 262) kifejezve.

2. **Meghatározás**

Nátriumacetát-tartalomnak tekintjük az alábbiakban megadott módszerrel meghatározott nátrium-acetátot és vizet, nátrium-acetátban kifejezve.

3. **Vizsgálati alapelv**

A mintát jégecetben kell feloldani kristályibolya indikátor jelenlétében a perklórsavval történő titrálás előtt.

4. **Reagensek**

4.1. Jégecetsav $\rho_{20\ °C}$ = 1,049 g/ml (nem vizes közegben történő titrálás esetében).

4.2. Kristályibolya (színindex: 42 555) indikátor oldat, 0,2 g/100 ml jégecetben.

4.3. Savanyú kálium-ftalát, $C_8H_5KO_4$.

4.4. Vízmentes ecetsav, $(CH_3CO)_2O$.

4.5. 0,1 mol/l perklórsav jégecetben. Ezt a következők szerint kell elkészíteni és faktorozni:

bemérünk P gramm perklórsav-oldatot egy 1 000 ml-es térfogatú, csiszolt dugóval ellátott mérőlombikba. A P mennyiséget a következő képletből számítható ki:

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

ahol m = a perklórsav alkalimetriás titrálással (70–72 %-os sav a legalkalmasabb) meghatározott koncentrációja (m/m százalék). Adjunk hozzá körülbelül 100 ml jégecetet, azután – a keverék folyamatos keverése és hűtése mellett – egymást követő kis mennyiségekben adjunk hozzá Q gramm mennyiségű vízmentes ecetsavat. Ezalatt a keveréket megszakítás nélkül rázogatjuk és hűtjük. A Q mennyiséget a következő képletből számítható ki:

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

ahol P = a perklórsav grammban mért mennyisége, a = a vízmentes ecetsav koncentrációja (m/m százalék). Dugaszoljuk be a lombikot és sötét helyen hagyjuk állni 24 óráig, majd adjunk hozzá megfelelő mennyiségű jégecetet, hogy az oldat 1 000 ml térfogatú legyen. Az így kapott oldat gyakorlatilag vízmentes. Állítsuk be az oldat faktorát kálium-hidroxid-ftaláttal a következők szerint:

Mérjünk ki 0,2 g ± 1mg-ot a korábban két órán át 110 °C-on szárított savanyú kálium-ftalátból és titráló lombikban enyhén melegítve oldjuk fel 25 ml jégecetben. Hűtsük le és adjunk hozzá két csepp jégecetben oldott 0,2 (m/m) %-os kristályibolya oldatot (4.2.) és titráljuk perklórsavval, amíg az indikátor színe halványzölddé válik. Végezzünk vakpróbát azonos térfogatú oldószer felhasználásával és vonjuk le a vakpróbánál kapott értéket a tényleges meghatározás során kapott értékből. A 20,42 mg savanyú kálium-ftalát minden mg mennyisége 1 ml 0,1 mol/l–es perklórsavnak felel meg.

5. **Eszközök**

5.1. Analitikai mérleg.

6. **A vizsgálat módja**

Mérjünk ki körülbelül 0,2 g ± 0,5 mg mintát és oldjuk fel 50 ml jégecetben (4.1.). Adjunk hozzá néhány csepp kristályibolya indikátort (4.2.) és titráljuk 0,1 mol/l perklórsav-oldattal (4.5.) az indikátor halványzöld színének megjelenéséig.

7. **Az eredmény kiszámítása**

7.1. *A számítás képlete és módszere*

A 2. (Meghatározás) szakaszban meghatározott, a minta tömegének százalékarányában kifejezett nátriumacetát-tartalom a következő képlettel számítható ki:

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

ahol:

V = a titráláshoz használt perklórsav-oldat (4.5.) térfogata ml-ben,

c = a perklórsav-oldat (4.5.) molaritása,

m_0 = adott minta kiindulási tömege grammban.

7.2. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás eredménye közötti különbség 100 g mintára vonatkoztatva nem haladhatja meg az 1,5 g-t.

8. **Megjegyzés**

A módszerhez használt reagensek mérgezőek és robbanásveszélyesek, így elővigyázatos kezelést igényelnek.

8. MÓDSZER

AZ ALDEHIDEKRE VONATKOZÓ HATÁRÉRTÉK-VIZSGÁLAT SZORBINSAVBAN (E 200), NÁTRIUM-, KÁLIUM- ÉS KALCIUM-SZORBÁTBAN (E 201, E 202, E 203) ÉS PROPIONSAVBAN (E 280)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer segítségével formaldehidként megadható az aldehidek mennyisége:

– szorbinsavban (E 200),

– nátrium-, kálium- és kalcium-szorbátban (E 201, E 202, E 203),

– propionsavban (E 280).

2. **Meghatározás**

A megadott módszer segítségével meghatározható az aldehidek formaldehidként megadott határértéke.

3. **Vizsgálati alapelv**

A vizsgált oldatban lévő aldehidek és az összehasonlító oldatban lévő formaldehid vörös színű komplexet képezve reakcióba lép a Schiff-reagenssel: ezek intenzitását kell összehasonlítani.

4. **Reagensek**

4.1. Összehasonlító oldat 0,01 mg/ml formaldehid-tartalommal, amelyet koncentrált formaldehid-oldatból (400 mg/ml) hígításával állítunk elő.

4.2. Schiff-reagens.

5. **A vizsgálat módja**

5.1. Mérjünk ki 1 g ± 1 mg mintát, adjunk hozzá 100 ml vizet és rázzuk össze. Ha szükséges szűrjük le az oldatot és a referenciaoldatot milliliterenként 1 ml Schiff- reagenssel (4.2.) kezeljük. Ugyanakkor kezeljük a formaldehid referenciaoldatot (4.1.) milliliterenként 1 ml Schiff-reagenssel (4.2.).

5.2. Hasonlítsuk össze a mintaoldat színét a referenciaoldat színével.

6. **Az eredmény kiszámítása**

6.1. *A határérték-vizsgálat értékelése*

Ha a mintaoldat kémcsövében megjelenő vörös szín intenzívebb az referenciaoldat kémcsövében megjelenő színnél, akkor a vizsgálat pozitív, és a minta 0,1 %-nál több formaldehidben kifejezett aldehidet tartalmaz.

6.2. *Érzékenység*

A vizsgálat kimutatási határa 30 mg formaldehid 100 g mintában.

6.3. *Megjegyzés*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két határérték-vizsgálat eredményének azonosnak kell lennie.

9. MÓDSZER

A LECITIN (E 322) PEROXIDSZÁMÁNAK MEGHATÁROZÁSA

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer lehetővé teszi a lecitinek (E 322) peroxidszámának meghatározását.

2. **Meghatározás**

Az itt megadott módszer segítségével meghatározható a lecitinben található peroxidok száma.

3. **Vizsgálati alapelv**

A lecitin peroxidtartalma oxidálja a kálium-jodidot és a felszabadult jódot nátrium-tioszulfáttal megtitráljuk.

4. **Reagensek**

4.1. Jégecet.

4.2. Kloroform.

4.3. Kálium-jodid.

4.4. 0,1 mol/l vagy 0,01 mol/l koncentrációjú nátrium-tioszulfát.

4.5. Keményítőoldat (körülbelül 1 g/100 ml).

5. **Eszközök**

5.1. Analitikai mérleg.

5.2. Az ábra szerinti készülék, amely a következőkből áll:

5.2.1. 100 ml-es gömblombik;

5.2.2. Visszafolyó hűtő;

5.2.3. 250 mm hosszú és 22 mm belső átmérőjű üvegcső csiszolatos üveg csatlakozásokkal;

5.2.4. Mikroedény a következő méretekkel: 20 mm átmérő és 35–50 mm magasság.

6. **A vizsgálat módja**

6.1.1. Öntsünk 10 ml jégecetet (4.1.) és 10 ml kloroformot (4.2.) a 100 ml-es gömblombikba (5.2.1.). Tegyük fel az üvegcsövet (5.2.3.) és a visszafolyó hűtőt (5.2.2.) és két percig enyhén forraljuk a keveréket, hogy az összes oldott levegőt kihajtsuk. Oldjunk fel 1 g kálium-jodidot (4.3.) 1,3 ml vízben és adjuk hozzá ezt az oldatot a lombikban (5.2.1.) lévő keverékhez, figyelve arra, hogy a forrás ne álljon le.

Ha ebben a szakaszban sárga szín jelenik meg, akkor a meghatározást hagyjuk abba és frissen készített reagensekkel ismételjük meg.

6.2. Mérjünk ki 1 g ± 1mg mintát, és további két perc forralás után adjuk hozzá a kimért mintát a lombik (5.2.1.) tartalmához, továbbra is figyelve arra, hogy a forrás ne szakadjon meg. Ebből a célból tegyük a mintát egy megfelelően kialakított fenekű mikroedénybe (5.2.4.), amelyet egy üvegbot segítségével az üvegcsövön keresztül (5.2.3.) leeresztünk. A hűtő (5.2.2.) ehhez a művelethez rövid időre eltávolítható. Folytassuk a forralást három-négy percig. Hagyjuk abba a fűtést és a hűtőt (5.2.2.) azonnal kapcsoljuk ki. Gyorsan adjunk hozzá az üvegcsövön át (5.2.3.) 50 ml vizet. Vegyük le az üvegcsövet (5.2.3.) és vízcsap alatt hűtsük le a lombikot (5.2.1.) szobahőmérsékletre. Titráljuk addig nátrium-tioszulfáttal (0,1 mol/l vagy 0,01 mol/l) (4.4.), amíg a vizes réteg elszíntelenedik. Adjunk hozzá röviddel a titrálás befejezése előtt 1 ml keményítőoldatot (4.5.) és folytassuk a titrálást, amíg a kék szín eltűnik. A titrálás közben erősen rázzuk a lombikot (5.2.1.), hogy az összes jód kiváljon a nemvizes rétegből.

6.3. Végezzünk vakpróbát a 6.1. és 6.2. pontban ismertetett eljárás megismétlésével.

7. **Az eredmény kiszámítása**

7.1. *A számítás képlete és módszere*

A minta peroxidcsoportjainak száma milliegyenérték/kg-ban a következő képlettel számítható ki:

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

ahol:

V_1 = a minta (6.2.) titrálásához szükséges tioszulfát-oldat térfogata ml-ben,

V_2 = a vakpróba (6.3.) elvégzéséhez szükséges tioszulfát-oldat térfogata ml-ben,

a = a nátrium-tioszulfát oldat mol/l-ben kifejezett koncentrációja,

m_0 = az adott minta kiindulási tömege grammban.

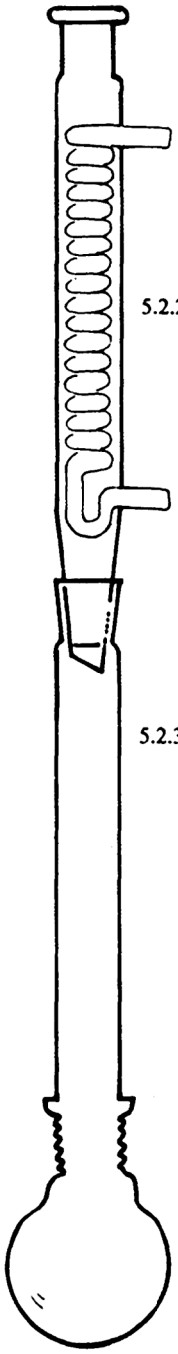
7.2. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem haladhatja meg a 0,5 %-os peroxidszámot, milliegyenérték/kg-ban kifejezve.

8. **Megjegyzések**

8.1. A használandó nátrium-tioszulfát molaritása a várható titrálási értéktől függ. Ha kevesebb, mint 0,5 ml 0,1 mol/l–es nátrium-tioszulfát szükséges, a meghatározást a 0,01 mol/l-es nátrium-tioszulfáttal meg kell ismételni.

8.2. A meghatározást nem szabad erős fény jelenléte mellett végrehajtani.

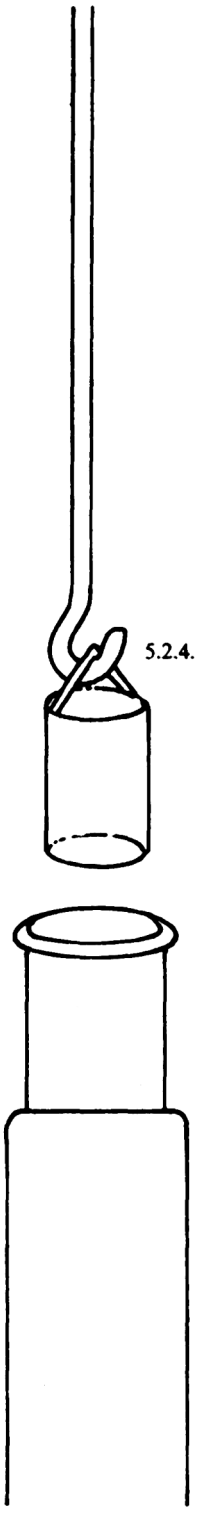


5.2.2. Visszafolyó hűtő

5.2.3. Üvegcső:

- hosszúság: 250 mm
- belső átmérő: 22 mm

5.2.1. Gömblombik (100 ml)



5.2.4. Mikro-főzőpohár:

-külső átmérő: 20 mm

- magasság: 35-50 mm

A lecitinek peroxidszámának meghatározására szolgáló készülék

10. MÓDSZER

A TOLUOLBAN NEM OLDHATÓ ANYAGOK MEGHATÁROZÁSA LECITINBEN (E 322)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszerrel meghatározható a toluolban oldhatatlan anyagok mennyisége a lecitinekben (E 322).

2. **Meghatározás**

A toluolban oldhatatlan anyagok mennyisége az itt megadott módszerrel határozható meg.

3. **Vizsgálati alapelv**

A mintát toluolban feloldjuk és szűrjük, majd a szárított maradékot lemérjük.

4. **Reagensek**

4.1. Toluol.

5. **Eszközök**

5.1. G 3 jelű vagy azzal egyenértékű 30 ml űrtartalmú üvegtégely.

5.2. Elektromos fűtésű, termosztáttal 103 ± 2 °C-ra szabályozott szárítószekrény.

5.3. Legfeljebb 60 °C-os vízfürdő.

5.4. Exszikkátor frissen aktivált szilikagéllel vagy azzal egyenértékű szárítóanyaggal és nedvességindikátorral.

5.5. 500 ml térfogatú Erlenmeyer lombik.

5.6. Vákuumszivattyú.

5.7. Analitikai mérleg.

6. **A vizsgálat módja**

6.1. Szárítsuk az üvegtégelyt (5.1.) 103 ± 2 °C fokon a szárítószekrényben (5.2.). Helyezzük a tégelyt az exszikkátorba (5.4.), hagyjuk kihűlni és mérjük le.

6.2. Alaposan keverjük össze a lecitinmintát, szükség esetén a vízfürdőn (5.3.) történő melegítést követően. Mérjünk ki a lombikba (5.5.) 10 g ± 1 mg mintát. Adjunk hozzá 100 ml toluolt (4.1.) és addig rázogassuk a keveréket, amíg a lecitin feloldódik. Szűrjük át az oldatot az üvegtégelybe (5.1.). Mossuk ki a lombikot (5.5.) 25 ml toluollal (4.1.) és eresszük át a mosófolyadékot a tégelyen (5.1.). Ismételjük meg ezt a műveletet 25 ml toluollal (4.1.). Leszívatással távolítsuk el a felesleges toluolt a tégelyből (5.1.).

6.3. Szárítsuk a tégelyt (5.1.) 103 ± 2 °C-os szárítószekrényben (5.2.) két órán át. Helyezzük át az exszikkátorba (5.4.), hagyjuk kihűlni, majd mérjük le.

6.4. Ismételjük a 6.3. pontban leírt eljárást addig, amíg két egymást követő mérés különbsége nem haladja meg a 0,5 mg-ot.

Amennyiben a tömeg növekedést mutat, a számításhoz a mért legalacsonyabb értéket kell figyelembe venni.

7. **Az eredmény kiszámítása**

7.1. *A számítás képlete és módszere*

A toluolban oldhatatlan anyag mennyisége a következő képlettel számítható ki:

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

ahol:

m_1 = az üres tégely (6.1.) tömege grammban,

m_2 = a tégely és a maradék tömege grammban (6.4.),

m_0 = az adott minta kiindulási tömege.

7.2. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás eredménye közötti különbség 100 g mintára vonatkoztatva nem haladhatja meg a 30 mg-ot.

11. MÓDSZER

A REDUKÁLÓANYAGOK HATÁRÉRTÉK-VIZSGÁLATAI NÁTRIUM-, KÁLIUM- ÉS KALCIUM-LAKTÁTBAN (E 325, E 326 ÉS E 327)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer lehetővé teszi a redukálóanyagok kimutatását:

– nátrium-laktátban (E 325),

– kálium-laktátban (E 326),

– kalcium-laktátban (E 327).

2. **Meghatározás**

A minta redukáló akotórészeinek kimutatása Fehling-oldattal adott reakció alapján az itt megadott módszerrel történik.

3. **Vizsgálati alapelv**

A redukálóanyagok – amelyek általában cukrok – redukálják a Fehling-oldatot.

4. **Reagensek**

4.1. Fehling A oldat (6,93 g réz-szulfát-pentahidrát vízben oldva, és 100 ml-re kiegészítve).

4.2. Fehling B oldat (34,6 g kálium-nátrium-tartarát és 10 g nátrium-hidroxid vízben oldva, és 100 ml-re kiegészítve).

5. **A vizsgálat módja**

Mérjünk ki 1 g ± 1 mg mintát és oldjuk fel 10 ml meleg vízben. Adjunk hozzá 2 ml Fehling A oldatot (4.1.) és 2 ml Fehling B oldatot (4.2.), majd forraljuk a keveréket egy percig és figyeljük meg, hogy történik-e színváltozás. Az esetleg keletkező kalcium-szulfát csapadéknak nincs jelentősége.

6. **Az eredmény kiszámítása**

6.1. *A határérték-vizsgálat értékelése*

Ha a forralás (5) után színváltozás történik, akkor a vizsgálat pozitív, azaz sikerült kimutatni a redukálóanyagok jelenlétét.

6.2. *Érzékenység*

A redukálóanyagok kimutatási határa 100 mg glükóznak felel meg, 100 g mintában.

6.3. *Megjegyzések*

6.3.1. Az ugyanazon a mintán, ugyanazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás értékének azonosnak kell lennie.

6.3.2. Az összes Fehling-oldat reagál, ha a mintában 2 % glükóz van jelen.

12. MÓDSZER

ILLÉKONY SAVAK MEGHATÁROZÁSA AZ ORTOFOSZFORSAVBAN (E 338)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer lehetővé teszi, hogy az ortofoszforsavban (E 338) lévő illósavakat ecetsavban kifejezve meghatározzuk.

2. **Meghatározás**

Az ecetsavban kifejezett illékonysav-tartalom az alábbiakban megadott módszerrel állapítható meg.

3. **Vizsgálati alapelv**

A mintához vizet adunk és az oldatot desztilláljuk. A desztillátumot nátrium-hidroxiddal titráljuk, majd a savasságot ecetsavban számítjuk és fejezzük ki.

4. **Reagensek**

4.1. 1 g/100 ml-es fenolftalein oldat etanolban.

4.2. 0,01 mol/l-es nátrium-hidroxid.

5. **Eszközök**

5.1. Desztilláló készülék csepplevválasztóval.

6. **A vizsgálat módja**

Mérjünk ki 60 g ± 50 mg mintát és 75 ml frissen felforralt majd lehűtött vízzel tegyük a desztilláló lombikba (5.1.). Keverjük össze és desztilláljunk le 50 ml-t.

Adjunk a desztillátumhoz fenolftalein oldatot (4.1.) és titráljuk 0,01 mol/l koncentrációjú nátrium-hidroxiddal (4.2.). Addig folytassuk a titrálást, amíg az oldat vörös színe 10 másodpercig megmarad.

7. **Az eredmény kiszámítása**

7.1. *A számítás képlete és módszere*

Az illósavak ecetsav %-ban (m/m) kifejezett mennyisége a következő képlettel számítható ki:

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

ahol:

V = a semlegesítéshez felhasznált 0,01 mol/l-es nátrium-hidroxid oldat térfogata ml-ben,

m_0 = az ortofoszforsav-minta tömege grammban.

7.2. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás eredménye közötti különbség 100 g mintára vonatkoztatva nem haladhatja meg az 1 mg-ot.

13. MÓDSZER

NITRÁTRA VONATKOZÓ HATÁRÉRTÉK-VIZSGÁLAT AZ ORTOFOSZFORSAVBAN (E 338)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer segítségével kimutatható az ortofoszforsav (E 338) nitráttartalma.

2. **Meghatározás**

A nátrium-nitrátban kifejezett nitrát határértékének kimutatása az alábbiakban megadott módszerrel történik.

3. **Vizsgálati alapelv**

A mintához koncentrált kénsavas közegben indigókármin oldatot adunk. A kék színt a nitrátokat is tartalmazó oxidáló anyagok bocsátják ki.

4. **Reagensek**

4.1. 0,18 g/100 ml indigókármin oldat: 0,18 g nátrium-indigókék-diszulfonát vízben feloldva és vízzel 100 ml-re kiegészítve.

4.2. 0,05 g/100 ml nátrium-klorid oldat.

4.3. Koncentrált kénsav (ρ_{20} = 1,84 g/ml).

5. **A vizsgálat módja**

Mérjünk ki 2 ml mintát és hígítsuk 10 ml-re a nátrium-klorid oldattal (4.2.). Adjunk hozzá hűtés közben lassan 0,1 ml indigókármin oldatot (4.1.) és 10 ml koncentrált kénsavat (4.3.). Figyeljük meg, hogy a kék szín fennmarad-e öt percig.

6. **Az eredmény kiszámítása**

6.1. *A határérték-vizsgálat értékelése*

Ha a kék szín öt percen belül eltűnik, akkor az eredmény pozitív, azaz a nátrium-nitrátban kifejezett oxidálóanyag-tartalom 5 mg/kg-nál magasabb.

6.2. *Megjegyzések*

6.2.1. Végezzünk vakpróbát.

6.2.2. Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két határérték-vizsgálat eredményének azonosnak kell lennie.

6.2.3. Az indigókármin oldat nem használható fel, ha 60 napnál régebben készült.

6.2.4. Ha a vizsgálat eredménye pozitív, akkor a minta nitrátokat és egyéb oxidáló hatóanyagokat tartalmazhat és a vizsgálatot meg kell ismételni a „Foszforsav ipari célra (élelmiszereket is beleértve) – nitrogén-oxidok meghatározása 3,4-xilenollal való spektrofotometriás módszer" című 3709-1976 ISO-módszerrel.

14. MÓDSZER

VÍZBEN OLDHATATLAN ANYAGOK MEGHATÁROZÁSA MONO-, DI- ÉS TRINÁTRIUM-ORTOFOSZFÁTBAN ÉS MONO-, DI- ÉS TRIKÁLIUM-ORTOFOSZFÁTBAN (E 339i., E 339ii., E 339iii., E 340i., E 340ii., E 340iii.)

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer lehetővé teszi a

– a mononátrium-ortofoszfát (E 339i.),

– a dinonátrium-ortofoszfát (E 339ii.),

– a trinátrium-ortofoszfát (E 339iii.),

– a monokálium-ortofoszfát (E 340i.),

– a dikálium-ortofoszfát (E 340ii.),

– a trikálium-ortofoszfát (E 340iii.)

vízben oldhatatlan anyagainak a meghatározását.

2. **Meghatározás**

Az itt megadott módszerrel meghatározható a vízben oldhatatlan anyag mennyisége.

3. **Vizsgálati alapelv**

A mintát vízben oldjuk és átszűrjük egy megfelelő porcelán tégelyen. A maradékot mosás és szárítás után lemérjük.

4. **Eszközök**

4.1. G 3 típusú vagy azzal egyenértékű kitárázott porcelán szűrőtégely.

4.2. Exszikkátor frissen aktivált szilikagéllel vagy azzal egyenértékű szárítóanyaggal és nedvességindikátorral.

4.3. Termosztáttal 103 ± 2 °C-ra szabályozott szárítószekrény.

4.4. 400 ml űrtartalmú polipropilén edény.

4.5. Forró vízfürdő.

5. **A vizsgálat módja**

Mérjünk ki 10 g ± 10 mg foszfátot, oldjuk fel 100 ml forró vízben a polipropilén edényben (4.4.) és tartsuk forró vízfürdőn (4.5.) 15 percig. Szűrjük át az oldatot az előzőleg megtisztított, kiszárított és lemért tégelybe (4.1.). Mossuk ki az oldhatatlan maradékot forró vízzel és a maradékot tartalmazó tégelyt a szárítószekrényben (4.3.) szárítsuk 103 ± 2 °C-on két óráig.

Tegyük a tégelyt az exszikkátorba, hagyjuk lehűlni, majd mérjük le.

Ismételjük a hevítést, a hűtést és a mérést addig, amíg két egymást követő mérés eredménye közötti különbség nem haladja meg a 0,5 mg-ot. Amennyiben a tömeg növekedést mutat, a számításhoz a mért legalacsonyabb értéket kell figyelembe venni.

6. **Az eredmény kiszámítása**

6.1. *A számítás képlete és módszere*

A minta vízbenoldhatatlananyag-tartalmát a következő képlettel lehet kiszámítani:

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

ahol:

m_1 = a maradék szárítás utáni tömege grammban,

m_2 = az adott minta kiindulási tömege grammban.

6.2. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás eredménye közötti különbség 100 g mintára vonatkoztatva nem haladhatja meg az 10 mg-ot.

15. MÓDSZER

AZ ÉLELMISZER-ADALÉKANYAGOK PH-ÉRTÉKÉNEK MEGHATÁROZÁSA

1. **Tárgy és alkalmazási terület**

A módszer általános útmutatást ad az élelmiszer-adalékanyagok pH-értékének meghatározásához.

2. **Meghatározás**

Az itt megadott módszerrel meghatározható az élelmiszer-adalékanyagok pH-értéke.

3. **Vizsgálati alapelv**

A minta vizes oldatának vagy szuszpenziójának pH-értékét üvegelektród, vonatkoztatási elektród és pH-mérő segítségével határozzuk meg.

4. **Reagensek**

4.1. A készüléket a következő pufferoldattal hitelesítjük:

4.1.1. 20 °C-on 6,88 pH-értékű pufferoldat, amely egyenlő mennyiségű 0,05 mol/l-es monokálium-ortofoszfátból (KH_2PO_4) és 0,05 mol/l-es dinátrium-ortofoszfát-dihidrátból ($Na_2HPO_4 \times 2H_2O$) áll;

4.1.2. 20 °C-on 4 pH-értékű pufferoldat, amely 0,05 mol/l-es kálium-hidrogén-ftalátból ($C_8H_5KO_4$) áll;

4.1.3. 20°C-on 9,22 pH-értékű pufferoldat, amely 0,05 mol/l–es dinátrium-tetraborát-dekahidrátból ($Na_2B_4O_7 \times 10H_2O$) áll.

4.2. Telített vagy 3 mol/l-es kálium-klorid oldat vagy egyéb, az elektród gyártója által előírt, a vonatkoztatási elektród utántöltésére szolgáló megfelelő oldat.

4.3. Szén-dioxid-mentes, 5 és 6 közötti pH-értékű desztillált víz.

5. **Eszközök**

5.1. 0,01 pH pontosságú pH-mérő.

5.2. Elektródok: kombinált üvegelektród, vagy üveg- és vonatkoztatási elektród, megfelelő csipeszekkel ellátva.

5.3. Mágneses keverő fűtőszállal.

5.4. 0–100 °C között beosztott hőmérő.

6. **A vizsgálat módja**

6.1. *A pH-mérő hitelesítése*

Az üvegelektródákat a gyártó előírásai szerint kell rögzíteni. Az üvegelektródák hitelesítése a pontosan ismert pH-értékű pufferoldattal történik, a mérőműszer skálájának a kiigazításával.

Az elektródokat vízzel mossuk, majd óvatosan letöröljük puha anyaggal vagy vízzel leöblítjük, majd kétszer átmossuk a mérőoldattal vagy a hitelesítő oldattal, végül belehelyezzük a mérőoldatba vagy a hitelesítő oldatba.

Ha a minta savas pH-értékű, akkor a pH-érték ellenőrzésére használt pufferoldatoknak 4 pH- (4.1.2.) és 6,88 pH-értékűnek kell lenni (4.1.1.). Ha a vizsgálandó minta lúgos pH-értékű, akkor a pH-érték ellenőrzésére használt pufferoldatoknak 9,22 pH- (4.1.3.) és 6,88 pH-értékűnek kell lenniük.

6.2. *A mintaoldat meghatározása*

Az alkalmazandó minta koncentrációjának és a megtartandó minta előkészítési eljárásának meg kell felelnie az élelmiszer-adalékanyagokra vonatkozó közösségi irányelv előírásainak.

A mintát az utasítások szerint desztillált vízzel (4.3.) előkészítjük, majd keverés közben 20 °C-ra állítjuk be. Hagyjuk abba a keverést, helyezzük az oldatba az üvegelektródákat és két perc múlva olvassuk le a pH-mérő (5.1.) által jelzett értéket.

7. Az eredmény kiszámítása

7.1. *Ismételhetőség*

Az ugyanazon a mintán, egyazon vizsgáló által, azonos feltételek mellett, párhuzamosan végzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem haladhatja meg a 0,05 pH-egységet.

8. Megjegyzések

Ezt a módszert az élelmiszer-adalékanyagokra vonatkozó közösségi irányelveknek csak azon pH-előírásai esetében lehet alkalmazni, ahol az élelmiszer-adalékanyagot vízben feloldották vagy szuszpendálták.