31981L0712

1981 9 10 EUROPOS BENDRIJŲ OFICIALUSIS LEIDINYS L 257/1

PIRMOJI KOMISIJOS DIREKTYVA

1981 m. liepos 28 d.

nustatanti Bendrijos analizės metodus, taikomus tikrinant, ar tam tikri maisto produktuose naudojami priedai atitinka grynumo kriterijus

(81/712/EEB)

EUROPOS BENDRIJŲ KOMISIJA,

atsižvelgdama į Europos ekonominės bendrijos steigimo sutartį,

atsižvelgdama į 1962 m. spalio 23 d. Tarybos direktyvą dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su dažikliais, kuriuos leidžiama naudoti žmonėms vartoti skirtuose maisto produktuose, suderinimo [1] su paskutiniais pakeitimais, padarytais Direktyva 78/144/EEB [2], ypač į jos 11 straipsnio 2 dalį,

atsižvelgdama į 1963 m. lapkričio 5 d. Tarybos direktyvą 64/54/EEB dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su konservantais, kuriuos leidžiama naudoti žmonėms vartoti skirtuose maisto produktuose, suderinimo [3] su paskutiniais pakeitimais, padarytais Direktyva 79/40/EEB [4], ypač į jos 8 straipsnio 2 dalį,

atsižvelgdama į 1970 m. liepos 13 d. Tarybos direktyvą 70/357/EEB dėl valstybių narių įstatymų, susijusių su antioksidantais, kuriuos leidžiama naudoti žmonėms vartoti skirtuose maisto produktuose, suderinimo [5] su paskutiniais pakeitimais, padarytais Direktyva 78/143/EEB [6], ypač į jos 5 straipsnio 2 dalį,

kadangi šios nuostatos nustato, kad turi būti sukurti Bendrijos analizės metodai, kuriais bus tikrinama, ar šie priedai atitinka bendruosius ir specifinius grynumo kriterijus,

kadangi šiuo metu reikėtų patvirtinti pirmąjį baigtų tirti metodų rinkinį;

kadangi šioje direktyvoje numatytos priemonės atitinka Maisto produktų nuolatinio komiteto nuomonę,

PRIĖMĖ ŠIĄ DIREKTYVĄ:

1 straipsnis

Valstybės narės nustato, kad analizės, kuriomis tikrinama, ar tam tikri maisto produktuose naudojami priedai atitinka bendruosius ir specifinius grynumo kriterijus, turi būti atliekamos pagal II priede aprašytus metodus, kurių taikymo sritys apibrėžtos I priede.

---

[1] OL 115, 1962 11 11, p. 2645/62.
[2] OL L 44, 1978 2 15, p. 20.
[3] OL 12, 1964 1 27, p. 161/64.
[4] OL L 13, 1979 1 19, p. 50.
[5] OL L 157, 1970 7 18, p. 31.
[6] OL L 44, 1978 2 15, p. 18.

2 straipsnis

Valstybės narės priima įstatymus ir kitus teisės aktus, kurie, įsigalioję ne vėliau kaip 1983 m. vasario 20 d., įgyvendina šią direktyvą. Apie tai jos nedelsdamos praneša Komisijai.

3 straipsnis

Ši direktyva skirta valstybėms narėms.

Priimta Briuselyje, 1981 m. liepos 28 d.

Komisijos vardu

Karl-Heinz NARJES

Komisijos narys

I PRIEDAS

BENDRIJOS ANALIZĖS METODŲ, KURIAIS TIKRINAMA, AR TAM TIKRI MAISTO PRODUKTUOSE ESANTYS MAISTO RIEDAI TENKINA GRYNUMO KRITERIJUS, TAIKYMO SRITYS

I. ĮVADAS

.....

II. DAŽIKLIAI

II.1. Medžiagos, ekstrahuojamos dietileteriu iš vandenyje tirpių sulfonintų organinių dažiklių, skirtų maisto produktams, nustatomos taikant II priedo 1 metodą.

III. KONSERVANTAI

III.1. Skruzdžių rūgštis, formiatai ir kitos oksiduojamos priemaišos, esančios acto rūgštyje (E 260), kalio acetate (E 261), natrio acetate (E 262) ir kalcio acetate (E 263), nustatomos taikant II priedo 2 metodą.

III.2. Propiono rūgštyje (E 280) esančios nelakiosios medžiagos nustatomos taikant II priedo 3 metodą.

III.3. Natrio nitrito (E 250) nuodžiūvis nustatomas taikant II priedo 4 metodą.

III.4. Salicilo rūgšties ribinė koncentracija etil-p-hidroksibenzoate (E 214), natrio etil-p-hidroksibenzoate (E 215), *n*-propil-p-hidroksibenzoate (E 216), natrio *n*-propil-p-hidroksibenzoate (E 217), metil-*p*-hidroksibenzoate (E 218) ir natrio metil-*p*-hidroksibenzoate (E 219) nustatoma taikant II priedo 5 metodą.

III.5. Natrio diacetate (E 262) esanti laisvoji acto rūgštis nustatoma taikant II priedo 6 metodą.

III.6. Natrio diacetate (E 262) esantis natrio acetatas nustatomas taikant II priedo 7 metodą.

III.7. Aldehidų ribinės koncentracijos sorbo rūgštyje (E 200), natrio, kalio ir kalcio sorbatuose (E 201, E 202, E 203) ir propiono rūgštyje (E 280) nustatomos taikant II priedo 8 metodą.

IV. ANTIOKSIDATORIAI

IV.1. Peroksidų skaičius lecitinuose (E 322) nustatomas taikant II priedo 9 metodą.

IV.2. Toluene netirpios medžiagos, esančios lecitinuose (E 322), nustatomos taikant II priedo 10 metodą.

IV.3. Redukuojančių medžiagų ribiniai kiekiai natrio, kalio ir kalcio laktatuose (E 325, E 326 ir E 327) nustatomi taikant II priedo 11 metodą.

IV.4. Ortofosforo rūgštyje (E 338) esančios lakiosios rūgštys nustatomos taikant II priedo 12 metodą.

IV.5. Nitritų ribinės koncentracijos ortofosforo rūgštyje (E 338) nustatomos taikant II priedo 13 metodą.

IV.6. Vandenyje netirpios medžiagos, esančios mono-, di- ir tri- natrio ortofosfatuose bei mono-, di- ir tri- kalio ortofosfatuose (E 339i, E 339ii, E 339iii, E 340i, E 340ii, E 340iii) nustatomos taikant II priedo 14 metodą.

V. BENDRIEJI METODAI

V.1. Maisto priedų pH nustatomas taikant II priedo 15 metodą.

II PRIEDAS

ANALIZĖS METODAI, KURIAIS NUSTATOMI MAISTO PRODUKTUOSE ESANČIŲ PRIEDŲ GRYNUMO KRITERIJAI

ĮVADAS

1. Mėginio paruošimas

1.1. *Bendrosios nuostatos*

Paprastai, jei nereikia didesnio kiekio, laboratorijai analizuoti pateikiama 50 g mėginio.

1.2. *Mėginio paruošimas*

Prieš analizę mėginys turi būti homogenizuotas.

1.3. *Saugojimas*

Paruoštas mėginys visuomet turi būti laikomas sandariame inde ir saugomas taip, kad nepakistų jo savybės.

2. Reagentai

2.1. *Vanduo*

2.1.1. Jeigu vanduo vartojamas kaip tirpiklis, skiedimui ar plovimui, jis turi būti distiliuotas ar demineralizuotas arba tokio pat grynumo.

2.1.2. Jeigu vartojama sąvoka „tirpalas“ ar „praskiedimas“, nepateikiant kitų reagentų, turimi omenyje vandeniniai tirpalai ar praskiedimas vandeniu.

2.2. *Chemikalai*

Visi naudojami chemikalai turi analiziškai gryni reagentai, išskyrus tuos atvejus, kai nurodoma kitaip.

3. Įranga

3.1. *Įrangos sąrašas*

Šiame sąraše nurodoma tik speciali įranga, naudojama pagal technines instrukcijas.

3.2. *Analizinės svarstyklės*

„Analizinės svarstyklės“ – tai svarstyklės, kuriomis galima sverti 0,1 mg ar didesniu tikslumu.

4. Rezultatų išraiška

4.1. *Rezultatai*

Oficialioje analizės ataskaitoje rezultatu pateikiamas ne mažiau kaip dviejų tyrimų rezultatų, kurių pakartojamumas yra pakankamas, aritmetinis vidurkis.

4.2. *Apskaičiavimas procentais*

Jei nenurodyta kitaip, rezultatai pateikiami laboratorijoje gauto originalaus mėginio kiekio masės procentais.

4.3. *Pateikiamų ženklų skaičius*

Rezultatas išreiškiamas metodo tikslumą atitinkančiu ženklų skaičiumi.

I METODAS

MEDŽIAGŲ, EKSTRAHUOJAMŲ DIETILETERIU IŠ VANDENYJE TIRPIŲ SULFONINTŲ ORGANINIŲ DAŽIKLIŲ, SKIRTŲ MAISTO PRODUKTAMS, NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatomos medžiagos, dietileteriu ekstrahuojamos iš vandenyje tirpių sulfonintų organinių dažiklių, kurie prieš tai nebuvo maišomi su kokiu nors nešikliu.

2. **Apibrėžimas**

Medžiagos, ekstrahuojamos dietileterių: medžiagos kiekis, nustatytas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Medžiagos, ekstrahuojamas dietileteriu iš vandenyje tirpių dažiklių, ekstraktas, išgarinus eterį, pasveriamas.

4. **Reagentai**

4.1. Sausas dietileteris, neturintis peroksidų (džiovinamas tik ką paruoštu iškaitintu kalcio chloridu).

5. **Įranga**

5.1. Soksleto aparatas su kolba.

5.2. Eksikatorius su šviežiai aktyvintu silikageliu arba atitinkamu džiovikliu ir vandens kiekio indikatoriumi.

5.3. Analizinės svarstyklės.

5.4. Džiovinimo spinta, kurioje palaikoma 85 ± 2 °C temperatūra.

6. **Analizės eiga**

10 mg tikslumu ant filtravimo popieriaus lapo pasveriama maždaug 10 g dažiklio. Popierius sulenkiamas, įdedamas į popierinę ekstrahavimo tūtą, kuri užkemšama riebalų neturinčia vata. Ekstrahuojama šešias valandas dietileteriu (4.1) Soksleto ekstrahavimo aparate (5.1). Eteris išgarinamas kuo žemesnėje temperatūroje. Džiovinimui iš anksto pasverta, Soksleto aparato kolba su likučiu 20 minučių dedama į džiovinimo spintą (5.4), kurioje nustatyta 85 ± 2 °C temperatūra. Kolba perdedama į eksikatorių (5.2), kuris uždengiamas laisvai prigulančiu dangčiu, ir paliekama ataušti. Kolba su likučiu pasveriami.

Džiovinimas ir svėrimas kartojami tol, kol du paeiliui svėrimai skirsis mažiau kaip 0,5 mg. Jei masė padidėtų, skaičiavimams naudojama mažiausia užrašyta vertė.

7. **Rezultatų išraiška**

7.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Eteriu ekstrahuojamų medžiagų kiekis, skaičiuojamas mėginio masės procentais, išreiškiamas formule:

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

čia:

m_1 = liekanos masė po išgarinimo, g,

m_0 = paimto mėginio pradinė masė, g.

7.2. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 20 mg 100 gramų mėginio.

2 METODAS

SKRUZDŽIŲ RŪGŠTIES, FORMIATŲ IR KITŲ OKSIDUOJAMŲ PRIEMAIŠŲ, ESANČIŲ ACTO RŪGŠTYJE (E 260), KALIO ACETATE (E 261), NATRIO ACETATE (E 262) IR KALCIO ACETATE (E 263), NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatoma skruzdžių rūgštis, formiatai ir kitos oksiduojamos priemaišos, išreiškiant jas skruzdžių rūgštimi:

— acto rūgštyje (E 260),

— kalio acetate (E 261),

— natrio acetate (E 262),

— kalcio acetate (E 263).

2. **Apibrėžimas**

Skruzdžių rūgšties, formiatų ir kitų oksiduojamų priemaišų kiekis: skruzdžių rūgšties, formiatų ir kitų oksiduojamų priemaišų kiekis, nustatytas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Tirpalas su mėginiu šarminėje terpėje veikiamas standartiniu kalio permanganato tirpalo pertekliumi ir susidaro mangano dioksidas. Mangano dioksidas ir kalio permanganato perteklius nustatomi jodometriškai rūgščioje terpėje, ir gautų oksiduojamų priemaišų koncentracija skaičiuojama ir išreiškiama skruzdžių rūgšties kiekiu.

4. **Reagentai**

4.1. Kalio jodidas.

4.2. Kalio permanganatas, 0,02 mol/l.

4.3. Natrio karbonatas (bevandenis).

4.4. Natrio tiosulfatas, 0,1 mol/l.

4.5. Krakmolo tirpalas (maždaug 1 % m/v).

4.6. Praskiesta sieros rūgštis: 90 ml sieros rūgšties (ρ_{20} = 1,84 g/ml) įpilama į vandenį ir praskiedžiama iki 1 litro.

5. **Įranga**

5.1. Verdančio vandens vonia.

5.2. Analizinės svarstyklės.

6. **Tyrimas**

Jei mėginys yra laisvoji rūgštis, tai 10 mg tikslumu pasveriama apie 10 g mėginio, kuris praskiedžiamas 70 ml vandens, ir įpilama tirpalo, kuriame būtų 10 g bevandenio natrio karbonato (4.3) 30 ml vandens. Jei medžiaga yra druska, tai 10 mg tikslumu pasveriama apie 10 g mėginio, kuris ištirpinamas 100 ml vandens. Įdedama 1 g bevandenio natrio karbonato (4.3) ir plakant maišoma, kad jis ištirptų. Įpilama 20 ml 0,02 mol/l kalio permanganato (4.2) ir 15 minučių šildoma verdančio vandens vonioje. Mišinys ataušinamas. Įpilama 50 ml praskiestos sieros rūgšties (4.6) ir 0,5 g kalio jodido (4.1). Mišinys maišomas tol, kol ištirpsta visas į nuosėdas iškritęs mangano dioksidas. Titruojama 0,1 mol/l natrio tiosulfato tirpalu (4.4), kol tirpalo spalva pasidaro šviesiai geltona. Įlašinami keli lašai krakmolo tirpalo (4.5) ir titruojama, kol išnyksta tirpalo spalva.

7. **Rezultatų išraiška**

7.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Skruzdžių rūgšties, formiatų ir kitų oksiduojamų priemaišų, išreiškiamų skruzdžių rūgštimi, procentinis kiekis skaičiuojamas pagal formulę:

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

čia:

a = kalio permanganato molinė koncentracija, mol/l,

b = natrio tiosulfato molinė koncentracija, mol/l

m_0 = paimto mėginio pradinė masė, g,

V = titravimui sunaudoto 0,1 mol/l natrio tiosulfato tirpalo tūris, ml.

7.2. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 5 mg 100 gramų mėginio.

8. **Pastabos**

8.1. 11,3 ml 0,1 mol/l natrio tiosulfato tirpalo tūris atitinka 0,2 % skruzdžių rūgšties 10 g mėginyje.

8.2. Jei formiatų nėra, reikalingas 20 ml permanganato tirpalo tūris, tačiau, jeigu yra daugiau kaip 0,27 % (m/m) skruzdžių rūgšties, kalio permanganato perteklius nebus ir bus gaunamas pastovus mažiausias 8 ml tiosulfato tūris. Šiuo atveju nustatymas kartojamas su analizei imama mažesne mėginio mase.

3 METODAS

PROPIONO RŪGŠTYJE (E 280) ESANČIŲ NELAKIŲJŲ MEDŽIAGŲ NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatomos propiono rūgštyje (E 280) esančios nelakiosios medžiagos.

2. **Apibrėžimas**

Nelakiųjų medžiagų, esančių propiono rūgštyje, kiekis: nelakiųjų medžiagų, esančių propiono rūgštyje, kiekis, nustatytas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Mėginys išgarinamas, džiovinamas 103 ± 2 °C temperatūroje, ir likučio masė nustatoma gravimetriškai.

4. **Įranga**

4.1. Indas mėginiui garinti, pagamintas iš kvarco ar platinos ir talpinantis 100 g mėginio.

4.2. Elektrinė džiovinimo spinta, kurioje palaikoma 103 ± 2 °C temperatūra.

4.3. Analizinės svarstyklės.

4.4. Verdančio vandens vonia.

4.5. Eksikatorius su šviežiai aktyvintu silikageliu ar atitinkama džiovinimo medžiaga ir vandens kiekio indikatoriumi.

5. **Tyrimas**

Iš anksto išdžiovintame ir pasvertame inde (4.1) 0,1 g tikslumu pasveriama 100 g propiono rūgšties mėginio. Traukos spintoje rūgštis garinama ant verdančio vandens vonios (4.4). Visai propiono rūgščiai išgaravus, indas vienai valandai dedamas į džiovinimo spintą (4.2), kurioje palaikoma 103 ± 2 °C temperatūra. Indas perkeliamas į eksikatorių, ataušęs indas pasveriamas. Džiovinimo, aušinimo ir svėrimo operacijos kartojamos tol, kol skirtumas tarp dviejų nuoseklių svėrimų bus mažesnis kaip 0,5 mg. Jei atsitiktų taip, kad masė padidėtų, skaičiavimams naudojama mažiausia užrašyta vertė.

6. **Rezultatų išraiška**

6.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Nelakiųjų medžiagų kiekis, skaičiuojamas mėginio masės procentais, išreiškiamas formule:

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

čia:

m_1 = likučio masė po išgarinimo, g,

m_0 = paimto mėginio pradinė masė, g.

6.2. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 5 mg 100 gramų mėginio.

4 METODAS

NATRIO NITRITO (E 250) NUODŽIŪVIO NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatomas drėgmės kiekis (nuodžiūvis) natrio nitrite (E 250) jį džiovinant.

2. **Apibrėžimas**

Drėgmės kiekis natrio nitrite: nuodžiūvis, nustatytas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Nuodžiūviui nustatyti, medžiaga 103 ± 2 °C temperatūroje kaitinama džiovinimo spintoje, jos likutis pasveriamas ir apskaičiuojamas nuodžiūvis.

4. **Įranga**

4.1. Elektrinė džiovinimo spinta, kurioje palaikoma 103 ± 2 °C temperatūra.

4.2. Svėrimo lėkštė, plokščiadugnė, stiklinė, 60–80 mm skersmens ir ne mažiau kaip 25 mm gylio, su laisvai uždengiamu dangčiu.

4.3. Eksikatorius su šviežiai aktyvintu silikageliu arba atitinkama džiovinimo medžiaga ir vandens kiekio indikatoriumi.

4.4. Analizinės svarstyklės.

5. **Tyrimas**

Nuo svėrimo lėkštės (4.2) nuimamas dangtis ir lėkštė bei dangtis vienai valandai dedami į džiovinimo spintą (4.1), kurioje palaikoma 103 ± 2 °C temperatūra. Lėkštė uždengiama ir lėkštė kartu su dangčiu (4.2) statoma į eksikatorių (4.3), kuriame abu ataušinami iki kambario temperatūros. Uždengta lėkštė (4.2) pasveriama 10 mg tikslumu. Į uždengtą lėkštę supilamas 10 mg tikslumu pasvertas mėginys. Dangtis nuimamas ir lėkštė bei

dangtis vienai valandai dedami į džiovinimo spintą (4.1), kurioje palaikoma 103 ± 2 °C temperatūra. Tuomet lėkštė uždengiama ir kartu su dangčiu statoma į eksikatorių (4.3), kuriame jie atausta iki kambario temperatūros. Paveriama 10 mg tikslumu. Kaitinimas, aušinimas ir svėrimas kartojami tol, kol skirtumas tarp dviejų nuoseklių svėrimų pasidaro mažesnis kaip 10 mg. Jei pasitaiko, kad masė padidėja, skaičiavimams naudojama mažiausia užrašyta masės vertė.

6. **Rezultatų išraiška**

6.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Nuodžiūvis, išreikštas mėginio masės procentais, skaičiuojamas pagal formulę:

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

čia:

m_1 = lėkštės masė, g,

m_2 = lėkštės ir mėginio masė prieš džiovinimą, g,

m_3 = lėkštės ir mėginio masė po džiovinimo, g.

6.2. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 100 mg 100 gramų mėginio.

5 METODAS

SALICILO RŪGŠTIES RIBINĖS KONCENTRACIJOS ETIL-p-HIDROKSIBENZOATE (E 214), NATRIO ETIL-p-HIDROKSIBENZOATE (E 215), n-PROPIL-p-HIDROKSIBENZOATE (E 216), NATRIO n-PROPIL-p-HIDROKSIBENZOATE (E 217), METIL-p-HIDROKSIBENZOATE (E 218), NATRIO METIL-p-HIDROKSIBENZOATE (E 219) NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatomas salicilo rūgšties buvimas etil-p-hidroksibenzoate (E 214), n-propil-p-hidroksibenzoate (E216), metil-p-hidroksibenzoate (E 218) ir jų natrio druskose (E 215, E 217 ir E 219).

2. **Apibrėžimas**

Ribinės salicilo rūgšties koncentracijos nustatymo bandymas: ribinė koncentracija, nustatyta nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Amonio geležies (III) sulfatui reaguojant su mėginio tirpalu, atsiranda violetinė spalva. Jos intensyvumas lyginamas su palyginamojo tirpalo spalvos intensyvumu.

4. **Reagentai**

4.1. Amonio geležies (III) sulfato tirpalas, 0,2 % (m/v). Ruošimas: 50 ml vandens ištirpinama 0,2 g amonio geležies (III) sulfato dodekahidrato, įpilama 10 ml azoto rūgšties 10 % (v/v) ir praskiedžiama vandeniu iki 100 ml.

4.2. Etanolis, 95 % (v/v).

4.3. Salicilo rūgšties tirpalas, 0,1 g/l.

4.4. Sieros rūgštis, 1 mol/l.

5. **Įranga**

5.1. Neslerio matavimo cilindrai, su 50 ml tūrio žyme. Visas cilindro tūris maždaug 60 ml.

6. **Tyrimas**

6.1 *Etil-, n-propil- ir metil-4-hidroksibenzoatų tyrimas*

6.1.1. 1 mg tikslumu pasveriama 0,1 g mėginio, kuris ištirpinamas 10 ml 95 % (v/v) etanolyje (4.2). Tirpalas supilamas į Neslerio matavimo cilindrą (5.1) ir vandeniu praskiedžiamas iki 50 ml. Sumaišoma ir maišant įpilamas 1 ml amonio geležies (III) sulfato tirpalo (4.1). Tirpalas paliekamas stovėti vieną minutę.

6.1.2. Kartojant 6.1.1 aprašytus veiksmus, tačiau 0,1 g mėginio pakeičiant 1 ml salicilo rūgšties tirpalu (4.3), tuo pat metu ruošiamas palyginamasis tirpalas.

6.1.3. Mėginio tirpalo spalva lyginama su palyginamojo tirpalo spalva.

6.2 *Etil-, n-propil- ir metil-p-hidroksibenzoatų natrio druskų tyrimas*

6.2.1. Pakartojamas punktas 6.1.1, prieš skiedžiant iki 50 ml mėginį parūgštinant iki pH 5 sieros rūgšties 1 mol/l koncentracijos tirpalu (4.4).

6.2.2. Kartojamas 6.1.2 punktas.

6.2.3. Kartojamas 6.1.3 punktas.

7. **Rezultatų išraiška**

7.1. *Mėginio ribinės koncentracijos nustatymo rezultatų interpretavimas*

Jei mėginio tirpalo rausvai violetinė spalva mėgintuvėlyje yra intensyvesnė, nei palyginamojo tirpalo spalva, bandymo rezultatas yra teigiamas ir mėginyje yra daugiau kaip 0,1 % salicilo rūgšties.

7.2. *Jautris*

Bandymo nustatymo riba yra 30 mg salicilo rūgšties 100 g mėginio.

7.3. *Pastaba*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatai, gauti tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, turi būti vienodi.

6 METODAS

NATRIO ACETATE (E 262) ESANČIOS LAISVOSIOS ACTO RŪGŠTIES NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatoma natrio acetate (E 262) esanti acto rūgštis.

2. **Apibrėžimas**

Acto rūgšties kiekis: acto rūgšties kiekis, nustatytas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Tiesioginis acto rūgšties titravimas mėginyje standartiniu natrio šarmo tirpalu, naudojant indikatorių fenolftaleiną.

4. **Reagentai**

4.1. Fenolftaleino 1 % (m/v) tirpalas etanolyje.

4.2. Natrio šarmo 1 mol/l tirpalas.

5. **Įranga**

5.1. Analizinės svarstyklės.

6. **Tyrimas**

1 mg tikslumu pasveriama apie 3 g mėginio, kuris ištirpinamas maždaug 50 ml vandens. Įlašinami du trys lašai indikatoriaus fenolftaleino tirpalo (4.1) ir titruojama 1 mol/l koncentracijos natrio šarmo tirpalu (4.2), kol atsiradusi raudona spalva neišnyksta per penkias sekundes.

7. **Rezultatų išraiška**

7.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Acto rūgšties kiekis skaičiuojamas mėginio masės procentais ir išreiškiamas formule:

$$\frac{6 \cdot 005 \text{ x V x c}}{m_0}$$

čia:

V = reikiamas natrio šarmo tirpalo (4.2) tūris, ml,

C = natrio šarmo tirpalo koncentracija, mol/l,

m_0 = paimto mėginio pradinė masė, g.

7.2. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 500 mg 100 gramų mėginio.

8. **Pastaba**

Kai 3 g sveriantis mėginys, kurio 40 % masės sudaro acto rūgštis, titruojamas 1 mol/l koncentracijos natrio šarmu, sunaudojamas 20 ml šarmo tirpalo tūris.

7 METODAS

NATRIO DIACETATE (E 262) ESANČIO NATRIO ACETATO NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatomas natrio acetato ir vandens kiekis natrio diacetate (E 262).

2. **Apibrėžimas**

Natrio acetato kiekis: natrio acetato ir vandens kiekis, skaičiuojant natrio acetatui, nustatytas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Mėginys ištirpinamas ledinėje acto rūgštyje ir titruojamas standartiniu perchlorato rūgšties tirpalu, esant indikatoriui kristaliniam violetiniui.

4. **Reagentai**

4.1. Ledinė acto rūgštis (ρ_{20} = 1,049 g/ml) (titravimams nevandeninėje terpėje).

4.2. Kristalinis violetinis, CI Nr. 42555, 0,2 % indikatoriaus tirpalas (m/v) ledinėje acto rūgštyje.

4.3. Kalio hidroftalatas, $C_8H_5KO_4$.

4.4. Acto rūgšties anhidridas, $(CH_3CO)_2O$.

4.5. Perchlorato rūgštis, 0,1 mol/l tirpalas ledinėje acto rūgštyje. Jis turi būti ruošiamas ir standartizuojamas taip:

1000 ml matavimo kolboje su šlifo kamščiu pasveriama P gramų perchlorato rūgšties tirpalo. Kiekis P apskaičiuojamas pagal formulę:

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

čia: m – procentais reiškiama perchlorato rūgšties koncentracija (m/m), kuri nustatoma titruojant alkalimetriškai (labiausiai tinka 70–72 % m/m rūgštis). Įpilama apie 100 ml ledinės acto rūgšties ir tuomet Q kiekis acto rūgšties anhidrido, kuris dedamas mažomis porcijomis, maišant ir kartu mišinį nuolat šaldant. Kiekis Q gramais apskaičiuojamas pagal formulę:

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

čia: P – perchlorato rūgšties pasvertas kiekis; a – acto rūgšties anhidrido koncentracija (m/m santykis, skaičiuojamas procentais). Kolba užkemšama ir 24 valandoms paliekama stovėti tamsioje vietoje. Toliau iki žymės skiedžiama ledine acto rūgštimi. Taip paruoštas tirpalas yra beveik bevandenis. Tirpalas pagal kalio hidroftalatą standartizuojamastokiu būdu:

0,1 mg tikslumu pasveriama apie 0,2 g dvi valandas džiovinto 110 °C temperatūroje kalio hidroftalato, titravimo kolboje druska ištirpinama 25 ml ledinėje acto rūgštyje, tirpalą truputį šildant. Tirpalas ataušinamas, įlašinami du lašai 0,2 % (m/m) kristalinio violetinio tirpalo ledinėje acto rūgštyje (4.2) ir titruojama perchlorato rūgštimi, kol tirpalo spalva pasikeičia į šviesiai žalią. Atliekamas tuščiasis titravimas, naudojant tokį patį tirpiklio tūrį, tuščiojo bandymo rezultatas atimamas iš vertės, gautos analizuojant hidroftalatą. 20,42 mg kalio hidroftalato atitinka 1 ml 0,1 mol/l perchlorato rūgšties.

5. **Įranga**

5.1. Analizinės svarstyklės.

6. **Tyrimas**

0,5 mg tikslumu pasveriama apie 0,2 g mėginio, kuris ištirpinamas 50 ml ledinėje acto rūgštyje (4.1). Įlašinami keli lašai indikatoriaus kristalinio violetinio tirpalo (4.2) ir titruojama standartiniu 0,1 mol/l koncentracijos perchlorato rūgšties tirpalu (4.5), kol atsiranda ekvivalentinį tašką rodanti šviesiai žalia spalva.

7. **Rezultatų išraiška**

7.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Natrio acetato kiekis, kaip apibrėžta 2 skyriuje (Apibrėžimas), skaičiuojamas mėginio masės procentais ir išreiškiamas formule:

$$\frac{8 \cdot 023 \text{ x V x c}}{m_0}$$

čia:

V = standartinio perchlorato rūgšties tirpalo (4.5) tūris, ml,

c = perchlorato rūgšties tirpalo koncentracija, mol/l,

m_0 = paimto mėginio pradinė masė, g.

7.2. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 1,5 g 100 gramų mėginio.

8. **Pastaba**

Šiame metode naudojami reagentai yra nuodingi ir sprogūs, todėl su jais reikia elgtis atsargiai.

8 METODAS

ALDEHIDŲ RIBINĖS KONCENTRACIJOS SORBO RŪGŠTYJE (E 200), NATRIO, KALIO IR KALCIO SORBATUOSE (E 201, E 202, E 203) IR PROPIONO RŪGŠTYJE (E 280) NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatomas aldehidų buvimas, perskaičiuojant į formaldehidą, šiose medžiagose:

— sorbo rūgštyje (E 200),

— natrio, kalio ir kalcio sorbatuose (E201, E202, E203),

— propiono rūgštyje (E 280).

2. **Apibrėžimas**

Aldehidų ribinės koncentracijos radimo bandymas: ribinės koncentracijos nustatymo bandymo rezultatas, gautas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Aldehidai analizuojamame tirpale ir formaldehidas palyginamajame tirpale reaguoja su Šifo reagentu, sudarydami raudonos spalvos kompleksus, kurių spalvos intensyvumas yra lyginamas.

4. **Reagentai**

4.1. Formaldehido standartinis tirpalas (0,01 mg/ml): ruošiamas praskiedžiant koncentruotą formaldehido tirpalą (400 mg/ml).

4.2. Šifo reagentas.

5. **Tyrimas**

5.1. 1 mg tikslumu pasveriama apie 1 g mėginio, kuris maišant ištirpinamas 100 ml vandens. Prireikus tirpalas filtruojamas ir 1 ml filtrato ar mėginio tirpalo veikiama 1 ml Šifo reagento (4.2). Tuo pat metu 1 ml formaldehido palyginamojo tirpalo (4.1) veikiama 1 ml Šifo reagento (4.2).

5.2. Lyginama mėginio tirpalo spalva su palyginamojo tirpalo spalva.

6. **Rezultatų išraiška**

6.1. *Bandymo ribinei koncentracijai nustatyti rezultatų interpretavimas*

Jei mėginio tirpalo raudona spalva mėgintuvėlyje yra intensyvesnė nei palyginamojo tirpalo spalva, bandymo rezultatas yra teigiamas ir mėginyje yra daugiau kaip 0,1 % aldehidų, perskaičiuotų į formaldehidą.

6.2. *Jautris*

Nustatymo riba yra 30 mg formaldehido 100 g mėginio.

6.3. *Pastaba*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatai, gauti tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, turi būti vienodi.

9 METODAS

PEROKSIDŲ SKAIČIAUS LECITINUOSE (E 322) NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatomas peroksidų skaičius lecitinuose (E 322).

2. **Apibrėžimas**

Peroksidų skaičius lecitinuose: rezultatas, gautas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Kalio jodidas oksiduojamas lecitinuose esančiais peroksidais ir susidaręs jodas titruojamas standartiniu natrio tiosulfato tirpalu.

4. **Reagentai**

4.1. Ledinė acto rūgštis.

4.2. Chloroformas.

4.3. Kalio jodidas.

4.4. Natrio tiosulfato 0,1 mol/l arba 0,01 mol/l tirpalas.

4.5. Krakmolo tirpalas (maždaug 1 % m/v).

5. **Įranga**

5.1. Analizinės svarstyklės.

5.2. Paveiksle parodytas prietaisas, kurį sudaro:

5.2.1. apvaliadugnė kolba, 100 ml;

5.2.2. grįžtamasis kondensatorius;

5.2.3. stiklo vamzdis, kurio ilgis 250 mm ir vidinis skersmuo 22 mm, turintis šlifo sujungimus;

5.2.4. maža cheminė stiklinė (išorinis skersmuo 20 mm, 35–50 mm aukščio).

6. **Tyrimas**

6.1. 10 ml ledinės acto rūgšties (4.1) ir 10 ml chloroformo (4.2) įpilama į 100 ml kolbą (5.2.1). Prijungiamas stiklo vamzdis (5.2.3), grįžtamasis kondensatorius (5.2.2) ir mišinys dvi minutes nestipriai virinamas visam ištirpusiam orui pašalinti. 1–3 ml vandens ištirpinamas 1 g kalio jodido (4.3) ir gautas tirpalas supilamas į mišinį kolboje (5.2.1), neleidžiant tirpalui nustoti virti.

Jei šioje bandymo pakopoje atsiranda geltona spalva, nustatymas turi būti nutraukiamas ir pakartojamas su švariais reagentais.

6.2. 1 mg tikslumu pasveriama apie 1 g mėginio ir dvi minutes virtas pasvertas mėginys supilamas į kolboje (5.2.1) esantį tirpalą, vėlgi neleidžiant tirpalui nustoti virti. Šiam tikslui mėginys turi būti supilamas į mažą cheminę stiklinėlę (5.2.4), kurią stiklo vamzdžiu (5.2.3) galima būtų nuleisti, pakabinus ant stiklo strypo, kurio apačia turėtų reikiamą formą, kaip tai parodyta piešinyje. Kondensatorių (5.2.2) trumpam galima nuimti. Virinama tris keturias minutes. Kaitinimas nutraukiamas ir iš karto atjungiamas kondensatorius (5.2.2). Pro stiklo vamzdį (5.2.3) greitai įpilama 50 ml vandens. Stiklo vamzdis (5.2.3) nuimamas, kolba (5.2.1) po vandentiekio čiaupu ataušinama iki kambario temperatūros. Titruojama natrio tiosulfatu (0,1 mol/l arba 0,01 mol/l) (4.4), kol vandeninis tirpalas pasidaro šviesiai geltonas. Įpilama 1 ml krakmolo tirpalo (4.5) ir titravimas tęsiamas, kol išnyksta mėlyna spalva. Titravimo metu kolbos (5.2.1) turinys gerai suplakamas, kad iš nevandeninio sluoksnio būtų ekstrahuotas visas jodas.

6.3. Nustatoma tuščiojo bandymo vertė, be mėginio pakartojant visą darbo eigą pagal 6.1 ir 6.2 punktus.

7. **Rezultatų išraiška**

7.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Mėginio peroksidų skaičius, miliekvivalentais kilogramui mėginio, skaičiuojamas pagal formulę:

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

čia:

V_1 = tiosulfato tirpalo tūris, sunaudotas mėginio titravimui (6.2), ml,

V_2 = tiosulfato tirpalo tūris, sunaudotas tuščiojo bandinio titravimui (6.3), ml,

a = natrio tiosulfato tirpalo koncentracija, mol/l,

m_0 = paimto mėginio pradinė masė, g.

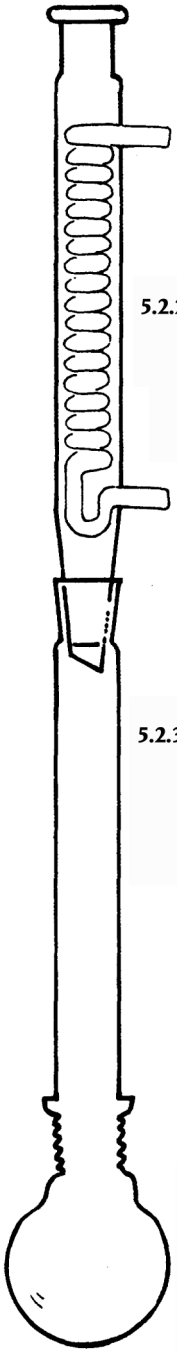
7.2. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 0,5 (peroksidų skaičių skaičiuojant miliekvivalentais kilogramui mėginio).

8. **Pastabos**

8.1. Naudojamo natrio tiosulfato tirpalo koncentracijos pasirinkimas priklauso nuo numatomos titravimo vertės. Jei reikia mažiau kaip 0,5 ml 0,1 mol/l natrio tiosulfato tirpalo, tai nustatymas pakartojamas naudojant 0,01 mol/l koncentracijos natrio tiosulfato tirpalą.

8.2. Analizė neturi būti atliekama prie stipraus apšvietimo.



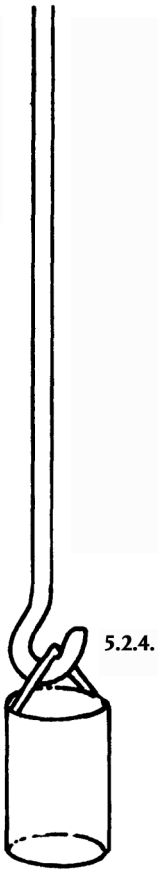
5.2.2. Grįžtamasis kondensatorius

5.2.3. Stiklo vamzdis

— ilgis: 250 mm

— vidinis skersmuo: 22 mm

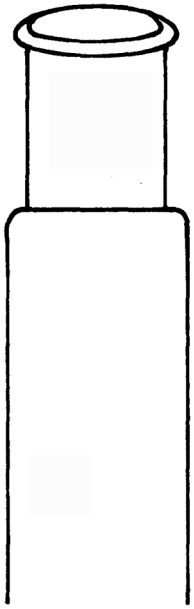
5.2.1. Apvaliadugnė kolba (100 ml)



5.2.4. Maža stiklinėlė

— išorinis skersmuo: 20 mm

— aukštis: 35–50 mm



Prietaisas peroksidų skaičiui lecitinuose nustatyti

10 METODAS

TOLUENE NETIRPIŲ MEDŽIAGŲ, ESANČIŲ LECITINUOSE (E 322), NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatomos lecitinuose (E 322) esančios medžiagos, kurios netirpsta toluene.

2. **Apibrėžimas**

Toluene netirpių medžiagų kiekis: toluene netirpių medžiagų kiekis, nustatytas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Mėginys ištirpinamas toluene, filtruojamas, likutis džiovinamas ir pasveriamas.

4. **Reagentai**

4.1. Toluenas.

5. **Įranga**

5.1. Stiklo filtras, 30 ml talpos, G 3 arba atitinkamo akytumo.

5.2. Elektrinė džiovinimo spinta, kurioje palaikoma 103 ± 2 °C temperatūra.

5.3. Vandens vonia, kurios temperatūra neviršytų 60 °C.

5.4. Eksikatorius, kuriame įdėtas šviežiai aktyvuotas silikagelis arba atitinkamas džioviklis ir vandens kiekio indikatorius.

5.5. Kūginė 500 ml tūrio kolba.

5.6. Vakuuminis siurblys.

5.7. Analizinės svarstyklės.

6. **Tyrimas**

6.1. Stiklo filtras (5.1) išdžiovinamas džiovinimo spintoje (5.2), kurioje palaikoma 103 ± 2 °C temperatūra. Stiklo filtras dedamas į eksikatorių (5.4), kur jis ataušta, ir tuomet pasveriamas.

6.2. Lecitinų mėginys gerai išmaišomas, prieš tai, jei reikia, mėginys pašildomas vandens vonioje (5.3). Apie 10 g mėginio 1 mg tikslumu pasveriama kūginėje kolboje (5.5). Įpilama 100 ml tolueno (4.1) ir mišinys kolboje maišomas tol, kol bus aiškiai matyti, kad lecitinas ištirpo. Tirpalas filtruojamas per stiklo filtrą (5.1). Kūginė kolba (5.5) išplaunama 25 ml tolueno (4.1) ir plovimo tirpalas taip pat filtruojamas per stiklo filtrą (5.1). Ši operacija pakartojama su dar 25 ml tolueno (4.1). Ant filtro likęs toluenas nusiurbiamas vakuuminiu siurbliu.

6.3. Filtras (5.1) 2 valandas džiovinamas džiovinimo spintoje (5.2), kurioje palaikoma 103 ± 2 °C temperatūra. Po to stiklo filtras su likučiu dedamas į eksikatorių (5.4), kur jis ataušta, ir tuomet pasveriamas.

6.4. 6.3 punkte nurodytos operacijos kartojamos tol, kol dviejų nuoseklių svėrimų skirtumas tampa mažesnis kaip 0,5 mg.

Jei atsitiktų taip, kad masė padidėtų, skaičiavimams naudojama mažiausia užrašyta vertė.

7. **Rezultatų išraiška**

7.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Toluene netirpių medžiagų kiekis skaičiuojamas pagal formulę:

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

čia:

m_1 = tuščio stiklo filtro masė (6.1), g,

m_2 = stiklo filtro ir likučio masė (6.4), g,

m_0 = paimto mėginio pradinė masė, g.

7.2. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 30 mg 100 gramų mėginio.

11 METODAS

REDUKUOJANČIŲ MEDŽIAGŲ RIBINĖS KONCENTRACIJOS NATRIO, KALIO IR KALCIO LAKTATUOSE (E 325, E 326, E 327) NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Bandymu kokybiškai nustatomas redukuojančių medžiagų buvimas:

— natrio laktate (E 325),

— kalio laktate (E 326),

— kalcio laktate (E 327).

2. **Apibrėžimas**

Redukuojančių medžiagų ribinės bandymo koncentracijos nustatymas: ribinės koncentracijos nustatymo rezultatas, gautas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Felingo tirpalas redukuojamas medžiagomis, turinčiomis redukcinių savybių. Paprastai tokios medžiagos būna redukuojantys cukrūs.

4. **Reagentai**

4.1. Felingo A tirpalas: 6,93 g vario sulfato pentahidrato ištirpinama vandenyje ir iki 100 ml praskiedžiama vandeniu.

4.2. Felingo B tirpalas: 34,6 g kalio natrio tartrato ir 10 g natrio šarmo ištirpinama vandenyje ir iki 100 ml praskiedžiama vandeniu.

5. **Tyrimas**

Apie 1 g mėginio pasveriama 1 mg tikslumu ir ištirpinama 10 ml šilto vandens. Įpilama 2 ml Felingo A tirpalo (4.1) ir 2 ml Felingo B tirpalo (4.2), gautas mišinys verdamas vieną minutę ir stebima, ar pakito spalva. Kartais susidarančios kalcio sulfato nuosėdos nustatymui netrukdo.

6. **Rezultatų išraiška**

6.1. *Bandymo ribinei koncentracijai nustatyti rezultatų interpretavimas*

Jei pavirinus mišinio (5) spalva pakinta, bandymo rezultatas yra teigiamas ir mėginyje yra redukuojančių medžiagų.

6.2. *Jautris*

Reaguojančių redukuojančių medžiagų nustatymo riba yra 100 mg gliukozės 100 g mėginio.

6.3. *Pastabos*

6.3.1. Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų ribinės koncentracijos nustatymų rezultatai, gauti tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, turi būti vienodi.

6.3.2. Jei mėginyje yra 2 % gliukozės, sureaguoja visas Felingo tirpalas.

12 METODAS

ORTOFOSFORO RŪGŠTYJE (E 338) ESANČIŲ LAKIŲJŲ RŪGŠČIŲ NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatomos lakiosios rūgštys, rezultatą išreiškiant perskaičiavus į acto rūgštį, kurios yra ortofosforo rūgštyje (E 338).

2. **Apibrėžimas**

Lakiųjų rūgščių kiekis: lakiųjų rūgščių, esančių ortofosforo rūgštyje, perskaičiavus į acto rūgštimį, kiekis, nustatytas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Mėginys praskiedžiamas vandeniu ir gautas tirpalas distiliuojamas. Distiliatas titruojamas standartiniu natrio šarmo tirpalu ir nustatytas rūgštingumas skaičiuojamas ir išreiškiamas acto rūgšties kiekiu.

4. **Reagentai**

4.1. Fenolftaleino 1 % (m/v) tirpalas etanolyje.

4.2. Natrio šarmo 0,01 mol/l tirpalas.

5. **Įranga**

5.1. Distiliavimo aparatas su lašų gaudykle.

6. **Tyrimas**

Apie 60 g mėginio pasveriama 50 mg tikslumu. Pasvertas mėginys su 75 ml tik ką virinto atšaldyto distiliuoto vandens supilamas į distiliavimo kolbą su lašų gaudykle (5.1). Išmaišoma ir nudistiliuojama apie 50 ml.

Distiliatas titruojamas standartiniu 0,01 mol/l natrio šarmo tirpalu (4.2), indikatoriumi naudojant fenolftaleiną (4.1). Titruojama, kol atsiradusi rausva spalva nepranyksta per 10 sekundžių.

7. **Rezultatų išraiška**

7.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Lakiųjų rūgščių kiekis, išreikštas mg acto rūgšties kilogramui mėginio, skaičiuojamas pagal formule:

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

čia:

V = 0,01 mol/l natrio šarmo tirpalo tūris, sunaudotas neutralizacijai, ml,

m_0 = paimto ortofosforo rūgšties mėginio pradinė masė, g.

7.2. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 1 mg 100 gramų mėginio.

13 METODAS

NITRATŲ RIBINĖS KONCENTRACIJOS ORTOFOSFORO RŪGŠTYJE (E 338) NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Bandymu nustatomas nitratų buvimas ortofosforo rūgštyje (E 338).

2. **Apibrėžimas**

Nitrato ribinės koncentracijos, skaičiuojant natrio nitratu, nustatymas: ribinės koncenracijos nustatymo bandymo rezultatas, gautas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Mėginys įpilamas į natrio indigokarmino tirpalą koncentruotoje sieros rūgštyje. Mėlynas tirpalas išblunka, jei yra oksidatorių, tarp jų nitratų.

4. **Reagentai**

4.1. Natrio indigokarmino 0,18 % (m/v) tirpalas: 0,18 g natrio indigotindisulfonato ištirpinama vandenyje ir praskiedžiama vandeniu iki 100 ml.

4.2. Natrio chlorido 0,05 % (m/v) tirpalas.

4.3. Koncentruota sieros rūgštis (ρ_{20} = 1,84 g/ml).

5. **Tyrimas**

Paimama du ml mėginio ir natrio chlorido tirpalu (4.2) praskiedžiama iki 10 ml. Įpilama 0,1 ml indigokarmino tirpalo (4.1) ir po truputį supilama 10 ml koncentruotos sieros rūgšties (4.3), tuo pačiu metu tirpalą aušinant. Žiūrima, ar mėlyna tirpalo spalva neišnyksta per penkias minutes.

6. **Rezultatų išraiška**

6.1. *Bandymo ribinei koncentracijai nustatyti interpretavimas*

Jei mėlyna spalva išnyksta per penkias minutes, bandymo rezultatas yra teigiamas ir natrio nitratu skaičiuojamų oksidatorių kiekis yra didesnis kaip 5 mg/kg.

6.2. *Pastabos*

6.2.1. Atliekamas tuščiasis bandymas.

6.2.2. Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų ribinės koncentracijos nustatymų rezultatai, gauti tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, turi būti vienodi.

6.2.3. Indigokarmino tirpalas netinka naudojimui, jei buvo pagamintas daugiau kaip prieš 60 dienų.

6.2.4. Jei gaunamas teigiamas rezultatas, mėginyje gali būti nitratų ir kitų oksidatorių, bandymas turi būti pakartojamas, naudojant ISO metodą 3709 (1976) „Fosforo rūgštis, skirta pramoniniam naudojimui (įskaitant maisto pramonę) – azoto oksidų kiekio nustatymas – spektrofotometrinis metodas, naudojant 3,4-dimetilfenolį“.

14 METODAS

VANDENYJE NETIRPIŲ MEDŽIAGŲ, ESANČIŲ MONO-, DI- IR TRI- NATRIO ORTOFOSFATUOSE BEI MONO-, DI- IR TRI- KALIO OROTFOSFATUOSE (E 339i, E 339ii, E 339iii, E 340i, E 340ii, E 340iii), NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Šiuo metodu nustatomos vandenyje netirpios medžiagos, esančios:

— mononatrio ortofosfate E 339(i),

— dinatrio ortofosfate E 339(ii),

— trinatrio ortofosfate E339(iii),

— monokalio ortofosfate E340(i),

— dikalio ortofosfate E340(ii),

— trikalio ortofosfate E340(iii).

2. **Apibrėžimas**

Vandenyje netirpios medžiagos: vandenyje netirpių medžiagų kiekis, nustatytas nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Mėginys ištirpinamas vandenyje ir filtruojamas pro tinkamą stiklinį filtrą. Likutis po plovimo ir džiovinimo pasveriamas ir tai laikoma vandenyje netirpiomis medžiagomis.

4. **Įranga**

4.1. Stiklinis filtras G 3 akytumo arba atitinkamas.

4.2. Eksikatorius su tik ką aktyvintu silikageliu arba atitinkamu džiovikliu ir su vandens kiekio indikatoriumi.

4.3. Džiovinimo spinta, kurioje palaikoma 103 ± 2 °C temperatūra.

4.4. Polipropileno 400 ml tūrio cheminė stiklinė.

4.5. Verdančio vandens vonia.

5. **Tyrimas**

10 mg tikslumu pasveriama apie 10 g fosfato mėginio, kuris ištirpinamas 100 ml karšto vandens, užvirinant polipropileno stiklinėje (4.4) ir 15 minučių laikant karšto vandens vonioje (4.5). Tirpalas filtruojamas pro iš anksto išplautą, išdžiovintą ir pasvertą filtrą (4.1). Netirpus likutis plaunamas karštu vandeniu. Stiklo filtras su likučiu dedamas į džiovinimo spintą (4.3) ir dvi valandas džiovinamas 103 ± 2 °C temperatūroje.

Išdžiovimus filtras su likučiu dedamas į eksikatorių, ir, jame ataušęs, pasveriamas.

Džiovinimas, aušinimas ir svėrimas kartojami tol, kol du nuoseklūs svėrimai skirsis mažiau kaip 0,5 mg. Jei atsitiktų taip, kad masė padidėtų, skaičiavimams naudojama mažiausia nustatyta vertė.

6. **Rezultatų išraiška**

6.1. *Apskaičiavimo metodas ir formulė*

Mėginyje esančių vandenyje netirpių medžiagų kiekis skaičiuojamas pagal formulę:

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

čia:

m_1 = išdžiovinto likučio masė, g,

m_0 = paimto mėginio pradinė masė, g.

6.2. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 10 mg 100 gramų mėginio.

15 METODAS

MAISTO PRIEDŲ pH NUSTATYMAS

1. **Tikslas ir taikymo sritis**

Metode pateikiami bendri nurodymai, kaip nustatoma maisto produktuose naudojamų priedų pH vertė.

2. **Apibrėžimas**

Maisto produktų priedų pH vertė: pH vertė, nustatyta nurodytu metodu.

3. **Metodo esmė**

Ištirpinto ar suspenduoto vandenyje mėginio vandeninio tirpalo pH vertė nustatoma įprastu metodu, naudojant stiklo elektrodą, palyginamąjį elektrodą ir pH-metrą.

4. **Reagentai**

4.1. Prietaisas kalibruojamas naudojant šiuos buferinius tirpalus:

4.1.1. Buferinis tirpalas, kurio pH 6,88 20 °C temperatūroje, susidedantis iš vienodų tūrių 0,05 mol/l kalio dihidrofosfato (KH_2PO_4) ir 0,05 mol/l natrio hidrofosfato dihidrato ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$).

4.1.2. Buferinis tirpalas, kurio pH 4 20 °C temperatūroje, yra 0,05 mol/l kalio hidroftalato ($C_8H_5KO_4$) tirpalas.

4.1.3. Buferinis tirpalas, kurio pH 9,22 20 °C temperatūroje, yra 0,05 mol/l natrio borato ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) tirpalas.

4.2. Sotusis arba 3 mol/l koncentracijos kalio chlorido tirpalas arba kitas tinkamas tirpalas, kurį nurodo elektrodų gamintojas palyginamajam elektrodui užpildyti.

4.3. Distiliuotas vanduo, iš kurio pašalintas anglies dioksidas, ir kurio pH 5–6.

5. **Įranga**

5.1. pH-metras, kurio tikslumas yra 0,01 pH vieneto ribose.

5.2. Elektrodai: kombinuotas stiklinis elektrodas arba atskirai stiklinis ir palyginamasis elektrodai, su tinkamais elektrodų laikikliais.

5.3. Magnetinė maišyklė su elektriniu šildymu.

5.4. Termometras, kalibruotas 0–100 °C temperatūrų intervalu.

6. **Tyrimas**

6.1. *pH-metro kalibravimas*

Stikliniai elektrodai naudojami, laikantis gamintojo instrukcijų. Elektrodų pH rodmenys turi būti reguliariai tikrinami, matuojant pH vertes buferinių tirpalų, kurių pH vertė žinoma.

Elektrodai prieš dedant į kitą matuojamą arba standartinį tirpalą turi būti plaunami vandeniu ir švelniai nušluostomi minkštu audeklu arba turi būti nuskalaujami vandeniu ir po to du kartus mėginio, kuris tuojau bus matuojamas, tirpalu arba standartiniu tirpalu.

Jei analizuojamo tirpalo terpė yra rūgšti, pH rodmenims tikrinti turi būti naudojami buferiniai tirpalai, kurių pH vertė 4 (4.1.2) ir 6,88 (4.1.1). Jeigu analizuojamo tirpalo terpė yra šarminė, pH rodmenims tikrinti turi būti naudojami buferiniai tirpalai, kurių pH vertė 9,22 (4.1.3) ir 6,88 (4.1.1).

6.2. *Mėginio tirpalo pH vertės nustatymas*

Naudojamo mėginio koncentracija arba taikoma mėginio paruošimo metodika turi būti tokia, kokią nustato atitinkama Bendrijos direktyva dėl maisto produktų priedų.

Mėginio tirpalas paruošiamas, kaip nurodyta, naudojant distiliuotą vandenį (4.3) ir maišant pasiekiama 20 °C temperatūra. Maišymas sustabdomas, į tirpalą įstatomas stiklo bei palyginamasis elektrodas ir po dviejų minučių užrašoma pH-metru (5.1) rodoma pH vertė.

7. **Rezultatų išraiška**

7.1. *Pakartojamumas*

Vieno analitiko tuo pačiu metu ar vienas po kito atliktų dviejų atskirų tyrimų rezultatų, gautų tomis pačiomis sąlygomis tiriant tą patį mėginį, skirtumas negali būti didesnis kaip 0,05 pH vieneto.

8. **Pastaba**

Šis metodas taikytinas tik tiems Bendrijos maisto produktų priedų direktyvose pH vertei keliamiems reikalavimams, kai maisto priedai ištirpinami arba suspenduojami vandenyje.