31981L0712

10.9.1981 *DZIENNIK URZĘDOWY WSPÓLNOT EUROPEJSKICH* L 257/1

PIERWSZA DYREKTYWA KOMISJI

z dnia 28 lipca 1981 r.

ustanawiająca wspólnotowe metody analiz w celu kontroli spełniania kryteriów czystości przez niektóre dodatki stosowane w środkach spożywczych

(81/712/EWG)

KOMISJA WSPÓLNOT EUROPEJSKICH,

uwzględniając Traktat ustanawiający Europejską Wspólnotę Gospodarczą,

uwzględniając dyrektywę Rady z dnia 23 października 1962 r. w sprawie zbliżania ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do barwników dopuszczonych do użytku w środkach spożywczych przeznaczonych do spożycia przez ludzi [1], ostatnio zmienioną dyrektywą nr 78/144/EWG [2], w szczególności jej art. 11 ust. 2,

uwzględniając dyrektywę Rady 64/54/EWG z dnia 5 listopada 1963 r. w sprawie zbliżania ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do substancji konserwujących dopuszczonych do użytku w środkach spożywczych przeznaczonych do spożycia przez ludzi [3], ostatnio zmienioną dyrektywą Rady 79/40/EWG [4], w szczególności jej art. 8 ust. 2,

uwzględniając dyrektywę Rady 70/357/EWG z dnia 13 lipca 1970 r. w sprawie zbliżania ustawodawstw Państw Członkowskich odnoszących się do przeciwutleniaczy dopuszczonych do użytku w środkach spożywczych przeznaczonych do spożycia przez ludzi [5], ostatnio zmienioną dyrektywą 78/143/EWG [6], w szczególności jej art. 5 ust. 2,

a także mając na uwadze, co następuje:

przepisy te stanowią, że powinny zostać ustanowione wspólnotowe metody analizy w celu sprawdzania, czy te dodatki stosowane w środkach spożywczych spełniają ogólne i szczegółowe kryteria czystości;

powinna zostać przyjęta pierwsza seria metod, dla których badania zostały zakończone;

środki przewidziane w niniejszej dyrektywie są zgodne z opinią Stałego Komitetu ds. Środków Spożywczych,

PRZYJMUJE NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

Artykuł 1

Państwa Członkowskie nakazują, żeby analizy niezbędne do sprawdzania niektórych dodatków stosowanych w środkach spożywczych pod kątem tego, czy spełniają ogólne i szczegółowe kryteria czystości, przeprowadzane były zgodnie z metodami określonymi w załączniku II, których zakres ustanowiony jest w załączniku I.

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

Artykuł 2

Państwa Członkowskie wprowadzają w życie przepisy ustawowe, wykonawcze i administracyjne, niezbędne do wykonania niniejszej dyrektywy nie później niż do dnia 20 lutego 1983 r. Państwa Członkowskie niezwłocznie powiadamiają o tym Komisję.

Artykuł 3

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.

Sporządzono w Brukseli, dnia 28 lipca 1981 r.

W imieniu Komisji

Karl-Heinz NARJES

Członek Komisji

ZAŁĄCZNIK I

ZAKRES STOSOWANIA WSPÓLNOTOWYCH METOD ANALIZ W CELU KONTROLI, CZY NIEKTÓRE DODATKI STOSOWANE W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH SPEŁNIAJĄ KRYTERIA CZYSTOŚCI

I. WPROWADZENIE

…..

II. BARWNIKI

II.1. Oznaczanie substancji ekstrahowalnych z zastosowaniem eteru dietylowego, w rozpuszczalnych w wodzie sulfonowanych organicznych barwników stosowanych do środków spożywczych z zastosowaniem metody 1 z załącznika II.

III. KONSERWANTY

III.1. Oznaczanie kwasu mrówkowego, mrówczanów i innych podatnych na utlenianie zanieczyszczeń w kwasie octowym (E 260), octanie potasu (E 261), dioctanie sodu (E 262) i octanie wapnia (E 263) z zastosowaniem metody 2 z załącznika II.

III.2. Oznaczanie substancji nielotnych w kwasie propionowym (E 280) z zastosowaniem metody 3 z załącznika II.

III.3. Oznaczanie straty masy podczas suszenia azotynu sodowego (E 250) z zastosowaniem metody 4 z załącznika II.

III.4. Test wykrywający limity dla kwasu salicylowego w estrze etylowym kwasu *p*-hydroksybenznoesowego (E 214), estrze etylowym kwasu *p*-hydroksybenzoesowego – soli sodowej (E 215), estrze propylowym kwasu *p*-hydroksybenzoesowego (E 216), estrze propylowym kwasu *p*-hydroksybenzoesowego – soli sodowej (E 217), estrze metylowym kwasu *p*-hydroksybenzoesowego (E 218), estrze metylowym kwasu *p*-hydroksybenzoesowego – soli sodowej (E 219) z zastosowaniem metody 5 z załącznika II.

III.5. Oznaczanie wolnego kwasu octowego w dioctanie sodu (E 262) z zastosowaniem metody 6 z załącznika II.

III.6. Oznaczanie octanu sodu w dioctanie sodu (E 262) z zastosowaniem metody 7 z załącznika II.

III.7. Test wykrywający dla oznaczania aldehydów w kwasie sorbowym (E 200), sorbinianie sodu, potasu i wapnia (E 201, E 202, E 203) oraz w kwasie propionowym (E 280) z zastosowaniem metody 8 z załącznika II.

IV. PRZECIWUTLENIACZE

IV.1. Oznaczanie liczby nadtlenkowej w lecytynach (E 322) z zastosowaniem metody 9 z załącznika II.

IV.2. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w toluenie, zawartych w lecytynach (E 322), z zastosowaniem metody 10 z załącznika II.

IV.3. Test wykrywający limity dla substancji redukujących w mleczanach sodu, potasu i wapnia (E 325, E 326 i E 327) z zastosowaniem metody 11 z załącznika II.

IV.4. Oznaczanie kwasów lotnych w kwasie ortofosforowym (E 338) z zastosowaniem metody 12 z załącznika II.

IV.5. Test wykrywający limity dla azotanów w kwasie ortofosforowym (E 338) z zastosowaniem metody 13 z załącznika II.

IV.6. Oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie, występujących w mono-, di- i trisodowych fosforanach oraz mono-, di- i tripotasowych fosforanach (E 339 i), E 339 ii), E 339 iii), E 340 i), E 340 ii), E 340 iii)) z zastosowaniem metody 14 z załącznika II.

V. METODY OGÓLNE

V.1. Oznaczanie pH w substancjach dodawanych do składników spożywczych z zastosowaniem metody 15 z załącznika II.

ZAŁĄCZNIK II

METODY ANALIZ DOTYCZĄCE KRYTERIÓW CZYSTOŚCI DODATKÓW DO ŻYWNOŚCI

WPROWADZENIE

1. Przygotowanie próbki do analizy

1.1. *Opis ogólny*

Masa próbki potrzebnej do analizy laboratoryjnej zwykle musi wynosić 50 g, o ile nie jest wymagana większa ilość do wykonania określonego oznaczenia.

1.2. *Przygotowanie próbki*

Próbka musi być jednorodna przed rozpoczęciem analizy.

1.3. *Przechowywanie*

Przygotowana próbka musi być zawsze przechowywana w szczelnym pojemniku zabezpieczającym przed dostępem powietrza i wilgoci oraz w sposób chroniący próbkę przed zniszczeniem.

2. Odczynniki

2.1. *Woda*

2.1.1. We wszystkich przypadkach ilekroć jest mowa o wodzie przeznaczonej do wykonania roztworu, rozcieńczenia czy do mycia, rozumie się przez to wodę destylowaną lub demineralizowaną o przynajmniej równoważnej czystości.

2.1.2. We wszystkich przypadkach ilekroć jest mowa o „roztworze" lub „rozcieńczaniu", bez wskazania następnie odczynnika, należy przez to rozumieć roztwór wodny.

2.2. *Odczynniki chemiczne*

Wszystkie odczynniki chemiczne muszą być odczynnikami o jakości analitycznej, chyba że jest to określone inaczej.

3. Wyposażenie

3.1. *Wykaz wyposażenia*

Wykaz wyposażenia zawiera tylko pozycje o przeznaczeniu specjalistycznym oraz pozycje o szczególnej specyfikacji.

3.2. *Waga analityczna*

Waga analityczna oznacza wagę o czułości 0,1 mg lub większej.

4. Przedstawianie wyników

4.1. *Wyniki*

Wynik umieszczony w urzędowym sprawozdaniu z analizy jest średnią wartością przynajmniej dwóch wyników oznaczeń, których powtarzalność jest zadowalająca.

4.2. *Wyrażanie procentowo*

O ile nie stanowi się inaczej, wyniki wyraża się jako procent masy oryginalnej próbki, jaką otrzymano w laboratorium.

4.3. *Liczba cyfr mających znaczenie ujęta w wyniku*

Liczba cyfr mających znaczenie ujęta w wyniku jest regulowana dokładnością stosowanej metody.

METODA 1

OZNACZANIE SUBSTANCJI EKSTRAHOWALNYCH Z ZASTOSOWANIEM ETERU DIETYLOWEGO W ROZPUSZCZALNYCH W WODZIE SULFONOWANYCH, ORGANICZNYCH BARWNIKACH PRZEZNACZONYCH DO UŻYCIA W ŚRODKACH SPOŻYWCZYCH

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda pozwala na oznaczanie substancji ekstrahowalnych z zastosowaniem eteru dietylowego w rozpuszczalnych w wodzie sulfonowanych organicznych barwnikach, które nie zostały zmieszane z żadnym nośnikiem.

2. **Definicja**

Substancje ekstrahowalne z zastosowaniem eteru dietylowego: zawartość materiału, jak ustalono, z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Ekstrakcja substancji koloryzujących z zastosowaniem eteru dietylowego i zważenie wyekstrahowanej pozostałości po odparowaniu eteru.

4. **Odczynniki**

4.1. Eter dietylowy, suchy, wolny od nadtlenków (suszony z dodatkiem świeżo kalcynowanego chlorku wapnia).

5. **Aparatura**

5.1. Aparat Soxhleta z kolbą.

5.2. Eksykator zawierający świeżo aktywowany żel krzemionkowy lub równoważny osuszacz ze wskaźnikiem zawartości wody.

5.3. Waga analityczna.

5.4. Piec, temperatura regulowana termostatem 85 °C (± 2 °C).

6. **Procedura**

Na kawałku bibuły filtracyjnej odważyć próbkę około 10 g substancji koloryzującej z dokładnością do 10 mg. Złożyć papier, włożyć do papierowej gilzy ekstrakcyjnej i zamknąć ją za pomocą kawałka odtłuszczonej waty. Ekstrahować eterem dietylowym (ppkt 4.1) przez sześć godzin w aparacie ekstrakcyjnym Soxhleta (ppkt 5.1). Następnie odparować eter w możliwie najniższej temperaturze. Umieścić zważoną uprzednio kolbę Soxhleta wraz z pozostałością w piecu (ppkt 5.4) w temperaturze 85 °C (± 2 °C) na 20 minut w celu wysuszenia. Przenieść kolbę do eksykatora (ppkt 5.2), zamknąć luźno przylegającą pokrywą i pozostawić do wystygnięcia. Zważyć kolbę i pozostałość.

Powtarzać suszenie i ważenie do momentu, gdy wyniki dwóch następujących po sobie ważeń będą się różniły mniej niż 0,5 mg. Gdy wystąpi wzrost masy, do obliczeń należy przyjąć wartość najniższą z zarejestrowanych.

7. **Przedstawienie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość substancji ekstrahowalnych z zastosowaniem eteru oblicza się procentowo w stosunku do masy próbki, według wzoru:

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

gdzie:

m_1 = masa pozostałości po odparowaniu, w gramach

m_0 = początkowa masa pobranej próbki, w gramach.

7.2. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach, nie przekracza 20 mg na 100 g oznaczanej próbki.

METODA 2

OZNACZANIE KWASU MRÓWKOWEGO, MRÓWCZANÓW I INNYCH UTLENIAJĄCYCH SIĘ ZANIECZYSZCZEŃ W KWASIE OCTOWYM (E 260), OCTANIE POTASU (E 261), DIOCTANIE SODU (E 262) I OCTANIE WAPNIA (E 263)

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda pozwala na oznaczanie kwasu mrówkowego, mrówczanów i innych utleniających się zanieczyszczeń, wyrażonych jako kwas mrówkowy w:

— kwasie octowym (E 260),

— octanie potasu (E 261),

— dioctanie sodu (E 262),

— octanie wapnia (E 263).

2. **Definicja**

Zawartość kwasu mrówkowego, mrówczanów i innych utleniających się zanieczyszczeń: zawartość kwasu mrówkowego, mrówczanów i innych utleniających się zanieczyszczeń oznaczona z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Roztwór próbki poddaje się nadmiarowi standardowego roztworu nadmanganianu potasu w środowisku zasadowym do utworzenia ditlenku manganu. Ditlenek manganu i nadmiar nadmanganianu potasu ustala się jodometrycznie w środowisku kwaśnym, a stężenie utleniających się zanieczyszczeń jest obliczane i wyrażane jako kwas mrówkowy.

4. **Odczynniki**

4.1. Jodek potasu.

4.2. Nadmanganian potasu, 0,02 mol/l.

4.3. Węglan sodowy (bezwodny).

4.4. Tiosiarczan sodu, 0,1 mol/l.

4.5. Roztwór skrobi (w przybliżeniu 1 % m/v).

4.6. Rozcieńczony kwas siarkowy: należy dodać 90 ml kwasu siarkowego (ρ_{20} = 1,84 g/ml) do wody i rozcieńczyć do 1 litra.

5. **Aparatura**

5.1. Łaźnia wodna, wrząca.

5.2. Waga analityczna.

6. **Procedura**

W przypadku gdy badana próbka jest wolnym kwasem, należy zważyć z dokładnością do 10 mg próbkę o masie około 10 g i rozcieńczyć ją 70 ml wody oraz dodać roztwór zawierający 10 g bezwodnego węglanu sodowego (ppkt 4.3) w 30 ml wody. W przypadku gdy badana próbka jest solą, należy zważyć z dokładnością do 10 mg 10-gramową próbkę i rozpuścić ją w 100 ml wody. Następnie dodać 1 g bezwodnego węglanu sodowego (ppkt 4.3) i wstrząsnąć w celu rozpuszczenia. Dodać 20 ml roztworu 0,02 mol/l nadmanganianu potasu i ogrzewać na wrzącej łaźni wodnej przez 15 minut. Ostudzić mieszaninę. Dodać 50 ml rozcieńczonego kwasu siarkowego (ppkt 4.6) i 0,5 g jodku potasu (ppkt 4.1). Wirować mieszaninę do czasu, aż cały wytrącony ditlenek magnezu ulegnie ponownemu rozpuszczeniu. Miareczkować roztworem 0,1 mol/l tiosiarczanu sodu (ppkt 4.4) do momentu, gdy roztwór zabarwi się na jasnożółty kolor. Dodać parę kropli roztworu skrobi (ppkt 4.5) i kontynuować miareczkowanie do momentu, gdy roztwór stanie się bezbarwny.

7. **Przedstawienie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość procentowa kwasu mrówkowego, mrówczanów i innych utleniających się zanieczyszczeń, wyrażona jako kwas mrówkowy, jest obliczana według wzoru:

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

gdzie:

a = molarność nadmanganianu potasu

b = molarnośc tiosiarczanu sodu

m_o = początkowa masa pobranej próbki, w gramach

V = objętość w mililitrach roztworu 0,01 mol/l tiosiarczanu sodu użytego do miareczkowania

7.2. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń, wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu, na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach nie może przekraczać 5 mg na 100 g oznaczanej próbki.

8. **Uwagi**

8.1. Objętość 11,3 ml 0,1 mol/l roztworu tiosiarczanu sodu jest równoważna zawartości 0,2 % kwasu mrówkowego w 10-gramowej próbce.

8.2. W przypadku gdy nie ma mrówczanu, wymagana objętość wynosić będzie 20 ml, lecz w przypadku gdy zawartość kwasu mrówkowego wynosi więcej niż 0,27 % (m/m), nadmiar stosowanego nadmanganianu potasu będzie niewystarczający i uzyska się stałą minimalną objętość wynoszącą 8 ml. W takim przypadku należy powtórzyć oznaczanie, biorąc próbkę o mniejszej masie.

METODA 3

OZNACZANIE SUBSTANCJI NIELOTNYCH W KWASIE PROPIONOWYM (E 280)

1. **PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA**

Metoda pozwala na oznaczanie substancji nielotnych w kwasie propionowym (E 280).

2. **Definicja**

Zawartość materiału nielotnego w kwasie propionowym: zawartość materiału nielotnego oznaczona z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Próbka jest odparowywana, a następnie suszona w temperaturze 103 °C (± 2 °C), a pozostałość ustalana wagowo.

4. **Aparatura**

4.1. Krzemionkowe lub platynowe naczynie do odparowywania o wystarczających rozmiarach do umieszczenia w nim 100 g próbki.

4.2. Piec, elektrycznie grzany, temperatura 103 °C (± 2 °C) regulowana za pomocą termostatu.

4.3. Waga analityczna.

4.4. Łaźnia wodna, wrząca.

4.5. Eksykator zawierający świeżo aktywowany żel krzemionkowy lub równoważny osuszacz ze wskaźnikiem zawartości wody.

5. **Procedura**

Zważyć 100-gramową próbkę kwasu propionowego z dokładnością do 0,1 g w naczyniu (ppkt 4.1) uprzednio wysuszonym i zważonym. Odparować nad łaźnią wodną pod wyciągiem laboratoryjnym (ppkt 4.4). Kiedy cały kwas propionowy odparuje, należy umieścić naczynie w piecu (ppkt 4.2) w 103 °C (± 2 °C) na jedną godzinę. Następnie naczynie przenieść do eksykatora i pozostawić do wystygnięcia, a następnie zważyć. Powtarzać operacje grzania, stygnięcia i ważenia do momentu, gdy różnica między wynikami dwóch następujących po sobie ważeń jest mniejsza niż 0,5 mg. Gdy wystąpi wzrost masy, do obliczeń należy przyjąć wartość najniższą z zarejestrowanych.

6. **Przedstawienie wyników**

6.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość części nielotnych, obliczana jako udział procentowy próbki, oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

m_1 = masa pozostałości po odparowaniu, w gramach

m_o = początkowa masa pobranej próbki, w gramach.

6.2. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń wykonanych jednocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach nie może przekraczać 5 mg na 100 g oznaczanej próbki.

METODA 4

OZNACZANIE STRATY MASY PODCZAS SUSZENIA AZOTYNU SODOWEGO (E 250)

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda pozwala na oznaczanie straty masy podczas suszenia azotynu sodowego (E 250).

2. **Definicja**

Poziom wilgotności azotynu sodowego: strata masy podczas suszenia, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Stratę masy podczas suszenia uzyskuje się poprzez ogrzewanie w piecu w temperaturze 103 °C (± 2 °C), ważenie i obliczenie ubytku masy.

4. **Aparatura**

4.1. Piec, elektrycznie grzany, temperatura 103 °C (± 2 °C) regulowana za pomocą termostatu.

4.2. Szklane naczynie wagowe płaskodenne, o średnicy 60–80 mm i głębokości co najmniej 25 mm, z luźno przylegającą pokrywką.

4.3. Eksykator zawierający świeżo aktywowany żel krzemionkowy lub równoważny osuszacz ze wskaźnikiem zawartości wody.

4.4. Waga analityczna.

5. **Procedura**

Zdjąć pokrywkę z naczynia wagowego (ppkt 4.2), ogrzewać naczynie i pokrywkę w piecu (ppkt 4.1) w temperaturze 103 °C (± 2 °C) przez jedną godzinę. Następnie należy nałożyć pokrywkę i umieścić naczynie wagowe (4.2) razem z jego pokrywką w eksykatorze (ppkt 4.3) i pozwolić, aby ostygło do temperatury

pokojowej. Zważyć naczynie przykryte pokrywką z dokładnością do 10 mg. Następnie zważyć, w przykrytym pokrywką naczyniu, około 10-gramową próbkę z dokładnością do 10 mg. Zdjąć pokrywkę z naczynia i umieścić naczynie i pokrywkę w piecu (ppkt 4.1) na jedną godzinę w temperaturze 103 °C (± 2 °C). Nałożyć pokrywkę i pozwolić na ostygnięcie przykrytego naczynia do temperatury pokojowej, w naczyniu w eksykatorze (ppkt 4.3). Następnie zważyć z dokładnością do 10 mg. Powtarzać ogrzewanie, studzenie i ważenie do momentu, gdy różnica między wynikami dwóch następujących po sobie ważeń jest mniejsza niż 10 mg. Gdy wystąpi wzrost masy, do obliczeń należy przyjąć wartość najniższą z zarejestrowanych.

6. **Przedstawienie wyników**

6.1. *Wzór i metoda obliczania*

Stratę masy podczas suszenia, obliczaną jako udział procentowy masy próbki, uzyskuje się według wzoru:

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

gdzie:

m_1 = masa naczynia, w gramach

m_2 = masa naczynia i próbki przed suszeniem, w gramach

m_3 = masa naczynia i próbki po suszeniu, w gramach.

6.2. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach nie może przekraczać 100 mg na 100 g oznaczanej próbki.

METODA 5

TEST WYKRYWAJĄCY LIMITY DLA KWASU SALICYLOWEGO W ESTRZE ETYLOWYM KWASU *p*-HYDROKSYBENZOESOWEGO (E 214), ESTRZE ETYLOWYM KWASU *p*-HYDROKSYBENZOESOWEGO – SOLI SODOWEJ (E 215), ESTRZE PROPYLOWYM KWASU *p*-HYDROKSYBENZOESOWEGO (E 216), ESTRZE PROPYLOWYM KWASU *p*-HYDROKSYBENZOESOWEGO – SOLI SODOWEJ (E 217), ESTRZE METYLOWYM KWASU *p*-HYDROKSYBENZOESOWEGO (E 218), ESTRZE METYLOWYM KWASU *p*-HYDROKSYBENZOESOWEGO – SOLI SODOWEJ (E 219)

1. **PRZEDMIOT I ZAKRES ZASTOSOWANIA**

Metoda pozwala na wykrycie kwasu salicylowego w estrze etylowym kwasu *p*-hydroksybenzoesowego (E 214), estrze propylowym kwasu *p*-hydroksybenzoesowego (E 216) i estrze metylowym kwasu *p*-hydroksybenzoesowego (E 218) oraz ich solach sodowych (E 215, E 217 i E 219).

2. **Definicja**

Wykrycie granicznego stężenia kwasu salicylowego: wynik testu wykrywającego limity, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Tworzy się zabarwienie fioletowe w wyniku reakcji siarczanu amono-żelazowego (III) z roztworem próbki. Natężenie otrzymanego zabarwienia jest porównywane z roztworem wzorcowym.

4. **Odczynniki**

4.1. Siarczan amono-żelazowy (III), roztwór 0,2 % (m/v). Przygotowanie: rozpuścić 0,2 g dziesięciowodzianu siarczanu amono-żelazowego (III) w 50 ml wody, dodać 10 ml 10-procentowego (v/v) kwasu azotowego i rozcieńczyć wodą do 100 ml.

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

4.3. Roztwór kwasu salicylowego, 0,1 g/l.

4.4. Kwas siarkowy, 1 mol/l.

5. **Aparatura**

5.1. Cylinder Nesslera, wyskalowany na 50 ml. Całkowita objętość w przybliżeniu 60 ml.

6. **Procedura**

6.1. *Próbki p-hydroksybenzoesanu etylowego, n-propylowego i metylowego*

6.1.1. Zważyć 0,1-gramową próbkę z dokładnością do 1 mg i rozpuścić w 10 ml 95 % etanolu (ppkt 4.2). Przenieść roztwór do wyskalowanego cylindra Nesslera (ppkt 5.1) i rozcieńczyć do 50 ml wodą. Mieszać, dodać podczas mieszania 1 ml roztworu siarczanu amono-żelazowego (III) (ppkt 4.1). Pozwolić na odstanie się roztworu przez 1 minutę.

6.1.2. Przygotować w tym samym czasie roztwór porównawczy, przez powtórzenie czynności opisanych w ppkt 6.1.1, lecz zastąpić 0,1-gramową próbkę przez 1 ml roztworu kwasu salicylowego (ppkt 4.3).

6.1.3. Porównać zabarwienie roztworu próbki z zabarwieniem, które pojawia się w roztworze porównawczym.

6.2. *Próbki soli sodowych p-hydroksybenzoesanu etylowego, n-propylowego i metylowego*

6.2.1. Powtórzyć czynności opisane w ppkt 6.1.1, zakwaszając roztwór do pH 5, używając 1 mol/l kwasu siarkowego (ppkt 4.4) przed rozcieńczeniem do 50 ml.

6.2.2. Powtórzyć czynności opisane w ppkt 6.1.2.

6.2.3. Powtórzyć czynności opisane w ppkt 6.1.3.

7. **Przedstawienie wyników**

7.1. *Interpretacja testu wykrywającego limity*

W przypadku gdy czerwonawo-fioletowa barwa, pojawiająca się w cylindrze z roztworem próbki, jest bardziej intensywna niż ta, która pojawia się w cylindrze z roztworem porównawczym, wynik testu jest pozytywny, próbka zawiera więcej niż 0,1 % kwasu salicylowego.

7.2. *Czułość*

Granicą wykrywalności testu jest 30 mg kwasu salicylowego na 100-gramową próbkę.

7.3. *Uwagi*

Wyniki dwóch testów wykrywających limity wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu, na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach muszą być identyczne.

METODA 6

OZNACZANIE WOLNEGO KWASU OCTOWEGO W DIOCTANIE SODU (E 262)

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda pozwala na oznaczanie wolnego kwasu octowego w dioctanie sodu (E 262).

2. **Definicja**

Zawartość kwasu octowego: zawartość kwasu octowego, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Bezpośrednie miareczkowanie kwasu octowego w próbce, używając mianowanego roztworu wodorotlenku sodu i fenoloftaleiny jako wskaźnika.

4. **Odczynniki**

4.1. 1-procentowy (m/v) roztwór fenoloftaleiny w etanolu.

4.2. Wodorotlenek sodu, 1 mol/l.

5. **Aparatura**

5.1. Waga analityczna

6. **Procedura**

Zważyć około 3-gramową próbkę z dokładnością do 1 mg i rozpuścić w około 50 ml wody. Dodać dwie lub trzy krople roztworu wskaźnika fenoloftaleinowego (ppkt 4.1) i miareczkować roztworem 1 mol/l wodorotlenku sodu (ppkt 4.2) aż do momentu, gdy czerwony odcień utrzyma się przez pięć sekund.

7. **Przedstawienie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość kwasu octowego, jako udział procentowy masy próbki, oblicza się według wzoru:

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

gdzie:

V = objętość w mililitrach wymaganej ilości wodorotlenku sodu (ppkt 4.2),

c = stężenie roztworu wodorotlenku sodu w mol/l,

m_o = masa początkowa pobranej próbki, w gramach.

7.2. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach nie może przekraczać 500 mg na 100 g oznaczanej próbki.

8. **Komentarz**

Objętość 20 ml jest otrzymywana wówczas, gdy 3-gramowa próbka zawierająca 40-procentowy kwas octowy jest miareczkowana roztworem 1 mol/l wodorotlenku sodu.

METODA 7

OZNACZANIE OCTANU SODU W DIOCTANIE SODU (E 262)

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda pozwala na oznaczanie octanu sodu i wody, wyrażonego jako octan sodu, w dioctanie sodu (E 262).

2. **Definicja**

Zawartość octanu sodu: zawartość octanu sodu i wody wyrażona jako octan sodu, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Próbka rozpuszczona w lodowatym kwasie octowym jest miareczkowana mianowanym roztworem kwasu nadchlorowego, z użyciem fioletu krystalicznego jako wskaźnika.

4. **Odczynniki**

4.1. Lodowaty kwas octowy $\rho_{20\ ^\circ C}$ = –1,049 g/ml (dla miareczkowań niewodnych).

4.2. Fiolet krystaliczny C.I. nr 42555, 0,2-procentowy (m/v) roztwór wskaźnika w lodowatym kwasie octowym.

4.3. Kwaśny ftalan potasowy $C_8H_5KO_4$.

4.4. Bezwodnik octowy $(CH_3CO)_2O$.

4.5. Kwas nadchlorowy, roztwór 0,1 mol/l w lodowatym kwasie octowym.

Roztwór ten musi być przygotowany i wystandaryzowany w następujący sposób: zważyć P gramów roztworu kwasu nadchlorowego w 1000-mililitrowej kolbie miarowej, wyposażonej w szklany korek ze szlifem. Ilość P obliczana jest według wzoru:

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

gdzie *m* oznacza stężenie (procentowe m/m) kwasu nadchlorowego, ustalane przez miareczkowanie alkalimetryczne (najbardziej odpowiedni jest kwas o stężeniu 70–72 % m/m). Dodać około 100 ml lodowatego kwasu octowego, a następnie, sukcesywnie małymi porcjami, Q gramów bezwodnika octowego, ciągle przy tym mieszając i chłodząc mieszaninę. Ilość Q może być obliczona według wzoru:

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

gdzie P jest zważoną ilością kwasu nadchlorowego, natomiast a jest wartością stężenia (procentowego m/m) bezwodnika octowego. Zatkać szczelnie kolbę miarową korkiem i pozostawić na 24 godziny w ciemnym miejscu, a następnie dodać odpowiednią ilość lodowatego kwasu octowego w celu otrzymania 1000 ml roztworu. W ten sposób przygotowany roztwór jest praktycznie bezwodny. Standaryzować roztwór za pomocą kwaśnego ftalanu potasowego w sposób następujący:

Zważyć z dokładnością do 0,1 mg około 0,2 g kwaśnego ftalanu potasowego, uprzednio wysuszonego w 110 °C przez dwie godziny, i rozpuścić w 25 ml lodowatego kwasu octowego w kolbie miareczkowej, łagodnie ogrzewając. Ostudzić, dodać dwie krople 0,2-procentowego roztworu fioletu krystalicznego (ppkt 4.2) w lodowatym kwasie octowym i miareczkować roztworem kwasu nadchlorowego do momentu, gdy barwa wskaźnika zmieni się na jasnozieloną. Wykonać miareczkowanie ze ślepą próbą, używając takiej samej objętość rozpuszczalnika i odjąć wartość ślepej próby od wartości uzyskanej z aktualnego oznaczania. Każde 20,42 mg kwaśnego ftalanu potasowego jest równoważne 1 ml 0,1 mol/l kwasu nadchlorowego.

5. **Aparatura**

5.1. Waga analityczna

6. **Procedura**

Zważyć z dokładnością do 0,5 mg około 0,2-gramową próbkę i rozpuścić w 50 ml lodowatego kwasu octowego (ppkt 4.1). Dodać parę kropel roztworu wskaźnika fioletu krystalicznego (ppkt 4.2) i miareczkować do jasnozielonego punktu końcowego, używając mianowanego roztworu 0,1 mol/l kwasu nadchlorowego (ppkt 4.5).

7. **Przedstawienie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość octanu sodu, zgodnie z definicją podaną w sekcji 2 (definicja), wyrażona jako udział procentowy masy próbki, obliczana jest według następującego wzoru:

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

gdzie:

V = objętość w mililitrach użytego standaryzowanego kwasu nadchlorowego (ppkt 4.5),

c = molarność roztworu kwasu nadchlorowego (ppkt 4.5)

m_o = masa początkowa pobranej próbki, w gramach

7.2. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach nie może przekraczać 1,5 g na 100 g oznaczanej próbki.

8. **Uwagi**

Odczynniki używane w tej metodzie są toksyczne i wybuchowe, wymagają ostrożnego obchodzenia się z nimi.

METODA 8

TEST WYKRYWAJĄCY LIMITY DLA OZNACZANIA ALDEHYDÓW W KWASIE SORBOWYM (E 200), SORBINIANIE SODU, POTASU I WAPNIA (E 201, E 202, E 203) ORAZ W KWASIE PROPIONOWYM (E 280)

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda pozwala na wykrywanie aldehydów, wyrażonych jako aldehyd mrówkowy, w:

— kwasie sorbowym (E 200),

— sorbinianie sodu, potasu i wapnia (E 201, E 202, E 203),

— kwasie propionowym (E 280).

2. **Definicja**

Wykrycie granicznego stężenia aldehydów: wynik testu wykrywającego, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Aldehydy w testowanym roztworze i aldehyd mrówkowy w roztworze porównawczym reagują z odczynnikiem Schiffa, tworząc kompleksy o czerwonej barwie, której natężenie jest porównywane.

4. **Odczynniki**

4.1. Mianowany roztwór aldehydu mrówkowego (0,01 mg/ml) przygotowany przez rozcieńczenie stężonego roztworu aldehydu mrówkowego (400 mg/ml).

4.2. Odczynnik Schiffa.

5. **Procedura**

5.1. Zważyć z dokładnością do 1 mg około 1-gramową próbkę, dodać do 100 ml wody i wstrząsnąć. Roztwór przefiltrować, jeśli istnieje taka potrzeba, i 1 ml filtratu lub roztworu próbki poddać 1 ml odczynnika Schiffa (ppkt 4.2). W tym samym czasie 1 ml porównawczego roztworu aldehydu mrówkowego (ppkt 4.1) poddać 1 ml odczynnika Schiffa (ppkt 4.2).

5.2. Porównać barwę roztworu próbki z barwą pojawiającą się w roztworze porównawczym.

6. **Przedstawienie wyników**

6.1. *Interpretacja testu wykrywającego limity*

W przypadku gdy pojawiająca się czerwona barwa w cylindrze z roztworem próbki jest bardziej intensywna niż barwa pojawiająca się w cylindrze z roztworem porównawczym, wynik testu jest pozytywny i próbka zawiera więcej niż 0,1 % aldehydów wyrażanych jako aldehyd mrówkowy.

6.2. *Czułość*

Granicą wykrywalności testu jest 30 mg aldehydu mrówkowego na 100-gramową próbkę.

6.3. *Uwagi*

Wyniki dwóch testów wykrywających wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach muszą być identyczne.

METODA 9

OZNACZANIE LICZBY NADTLENKOWEJ W LECYTYNACH (E 322)

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda pozwala na oznaczanie liczby nadtlenkowej w lecytynach (E 322).

2. **Definicja**

Liczba nadtlenkowa dla lecytyn: wynik otrzymany, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Utlenianie jodku potasu przez nadtlenki obecne w lecytynie i miareczkowanie uwolnionego jodu z użyciem mianowanego roztworu tiosiarczanu sodu.

4. **Odczynniki**

4.1. Lodowaty kwas octowy.

4.2. Chloroform.

4.3. Jodek potasu.

4.4. Tiosiarczan sodu: 0,1 mol/l lub 0,01 mol/l.

4.5. Roztwór skrobi (w przybliżeniu 1 % m/v).

5. **Aparatura**

5.1. Waga analityczna

5.2. Zestaw aparaturowy, jak pokazano na rysunku, w skład którego wchodzi:

5.2.1. kolba okrągłodenna, 100 ml;

5.2.2. chłodnica zwrotna;

5.2.3. rurka szklana długości 250 mm i wewnętrznej średnicy 22 mm, dopasowana za pomocą szlifowanego połączenia szklanego;

5.2.4. mikrozlewka (wymiary zewnętrzne: średnica 20 mm i wysokość 35–50 mm).

6. **Procedura**

6.1. W 100-mililitrowej kolbie (ppkt 5.2.1) umieścić 10 ml lodowatego kwasu octowego (pakt 4.1) i 10 ml chloroformu (ppkt 4.2). Następnie zamknąć kolbę za pomocą rurki szklanej (ppkt 5.2.3) i chłodnicy zwrotnej (ppkt 5.2.2) i powoli gotować mieszaninę przez dwie minuty, aby usunąć całe rozpuszczone powietrze. Rozpuścić 1 g jodku potasu (ppkt 4.3) w 1,3 ml wody i dodać ten roztwór do mieszaniny w kolbie (ppkt 5.2.1), uważając, aby nie przerwać wrzenia.

W przypadku gdy na tym etapie wystąpi żółte zabarwienie roztworu, oznaczanie to musi być odrzucone i powtórzone przy użyciu świeżych odczynników.

6.2. Zważyć około 1-gramową próbkę z dokładnością do 1 mg i po następnych dwóch minutach wrzenia mieszaniny dodać zważoną próbkę do zawartości kolby (ppkt 5.2.1), nadal zwracając uwagę, aby nie przerwać wrzenia. W tym celu próbkę umieszcza się w mikrozlewce (ppkt 5.2.4), która może być wpuszczana do kolby przez szklaną rurkę (ppkt 5.2.3) przy pomocy szklanego pręta, którego dolna część posiada odpowiedni kształt, jak to pokazano na rysunku. Chłodnica (ppkt 5.2.2) może być zdjęta na krótki okres czasu. Należy kontynuować wrzenie przez trzy do czterech minut. Następnie wstrzymać grzanie i natychmiast odłączyć chłodnicę (ppkt 5.2.2). Przez rurkę szklaną (ppkt 5.2.3) szybko dodać 50 ml wody. Następnie usunąć rurkę szklaną (5.2.3) i ochłodzić kolbę (ppkt 5.2.1) do temperatury pokojowej, stosując do chłodzenia wodę z kranu. Miareczkować tiosiarczanem sodu (0,1 mol/l lub 0,01 mol/l) (ppkt 4.4) do momentu, gdy wodna warstwa stanie się jasnożółta. Dodać 1 ml roztworu skrobi (ppkt 4.5) i kontynuować miareczkowanie, aż zniknie niebieskie zabarwienie. Podczas miareczkowania należy energicznie wstrząsać kolbą (ppkt 5.2.1), aby upewnić się o zakończonej ekstrakcji jodu z niewodnej warstwy roztworu.

6.3. Wykonać ślepą próbę poprzez powtórzenie całej procedury opisanej w ppkt 6.1 i 6.2, lecz bez dodawania próbki.

7. **Przedstawienie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Liczba nadtlenkowa w próbce, w milirównoważnikach na kilogram, jest obliczana według wzoru:

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

gdzie:

V_1 = objętość w mililitrach roztworu tiosiarczanu sodu potrzebnego do miareczkowania próbki (ppkt 6.2),

V_2 = objętość w mililitrach roztworu tiosiarczanu sodu potrzebnego do miareczkowania w ślepej próbie (ppkt 6.3),

a = stężenie roztworu tiosiarczanu sodu w mol/l,

m_o = masa początkowa pobranej próbki, w gramach.

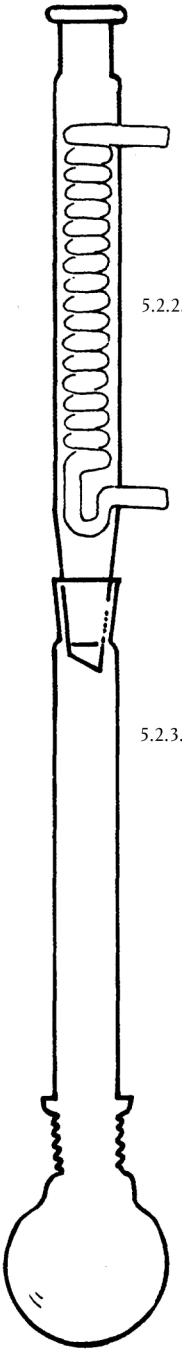
7.2. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu, na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach, nie może przekroczyć 0,5 (wyrażona jako liczba nadtlenkowa w milirównoważnikach na kilogram próbki).

8. **Uwagi**

8.1. Wybór stężenia roztworu tiosiarczanu sodu zależy od przewidywanego wyniku miareczkowania. Jeśli wymagana ilość 0,1 mol/l roztworu tiosiarczanu sodu wyniesie mniej niż 0,5 ml, to należy oznaczenie powtórzyć, używając 0,01 mol/l roztworu tiosiarczanu sodu.

8.2. Oznaczanie nie powinno być wykonywane w miejscu o silnym oświetleniu.



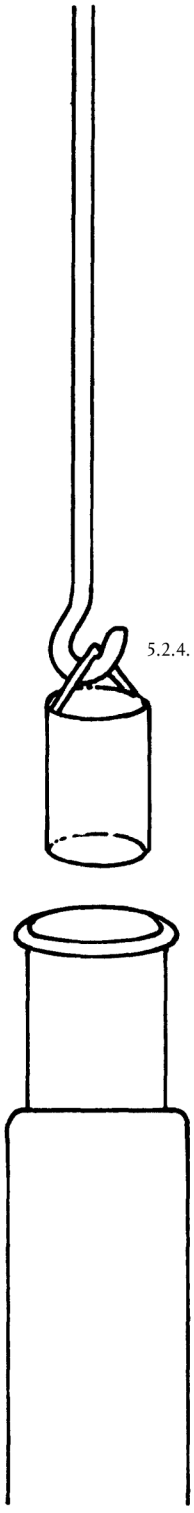
5.2.2. Chłodnica zwrotna

5.2.3. Rurka szklana:

- długość: 250 mm

- średnica wewnętrzna: 22 mm

5.2.1. Kolba okrągłodenna (100 ml)



5.2.4. Mikrozlewka:

- średnica zewnętrzna: 20 mm

- wysokość: 35 do 50 mm

Zestaw aparaturowy do oznaczania liczby nadtlenkowej w lecytynach

METODA 10

OZNACZANIE SUBSTANCJI NIEROZPUSZCZALNYCH W TOLUENIE ZAWARTYCH W LECYTYNACH (E 322)

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda pozwala na oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w toluenie, zawartych w lecytynach (E 322).

2. **Definicja**

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w toluenie: zawartość substancji nierozpuszczalnych w toluenie, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Próbka jest rozpuszczana w toluenie, filtrowana, a pozostałość suszona i ważona.

4. **Odczynniki**

4.1. Toluen

5. **Aparatura**

5.1. Spiekany szklany tygiel o objętości 30 ml, o porowatości G3 lub równoważnej.

5.2. Piec suszący, elektrycznie grzany z termostatyczną regulacją temperatury 103 °C (± 2 °C).

5.3. Łaźnia wodna działająca w temperaturze nieprzekraczającej 60 °C.

5.4. Eksykator, zawierający świeżo aktywowany żel krzemionkowy lub równoważny osuszacz ze wskaźnikiem zawartości wody.

5.5. Kolba stożkowa o pojemności 500 ml.

5.6. Pompa próżniowa.

5.7. Waga analityczna.

6. **Procedura**

6.1. Wysuszyć spiekany szklany tygiel o objętości 30 ml (ppkt 5.1) w piecu przy temperaturze 103 °C (± 2 °C). Następnie przenieść tygiel do eksykatora (ppkt 5.4), pozostawić do wystygnięcia i zważyć.

6.2. Dokładnie wymieszać próbkę lecytyny, w razie potrzeby po ogrzewaniu jej na łaźni wodnej (ppkt 5.3). Następnie w kolbie stożkowej (ppkt 5.5) zważyć około 10 g próbki, z dokładnością do 1 mg. Dodać 100 ml toluenu (ppkt 4.1) i wirować mieszaninę do momentu, aż cała lecytyna zostanie widocznie rozpuszczona. Przefiltrować roztwór przez spiekany szklany tygiel (ppkt 5.1), przemyć kolbę stożkową (ppkt 5.5) za pomocą 25 ml toluenu (ppkt 4.1) i przepuścić przemywki przez tygiel (ppkt 5.1). Proces ten powtórzyć, używając następne 25 ml toluenu (ppkt 4.1). Nadmiar toluenu usunąć z tygla (ppkt 5.1) przez odsysanie.

6.3. Wysuszyć tygiel (ppkt 5.1) w piecu suszącym (ppkt 5.2) w temperaturze 103 °C (± 2 °C) przez dwie godziny. Następnie umieścić tygiel w eksykatorze (ppkt 5.4) i pozwolić mu ostygnąć. Po ostygnięciu zważyć tygiel wraz z pozostałością.

6.4. Powtarzać czynność 6.3 dotąd, aż różnica wyników dwóch następujących po sobie ważeń będzie mniejsza niż 0,5 mg.

Gdy wystąpi wzrost masy, do obliczeń należy przyjąć wartość najniższą z zarejestrowanych.

7. **Przedstawienie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w toluenie jest obliczana według wzoru:

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

gdzie:

m_1 = masa pustego tygla (ppkt 6.1), w gramach

m_2 = masa tygla wraz z pozostałościami (ppkt 6.4), w gramach

m_o = masa początkowa próbki, w gramach

7.2. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach, nie może przekraczać 30 mg na 100 g oznaczanej próbki.

METODA 11

TEST WYKRYWAJĄCY LIMITY DLA SUBSTANCJI REDUKUJĄCYCH W MLECZANACH SODU, POTASU I WAPNIA (E 325, E 326, E 327)

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Test pozwala na wykrycie jakościowe substancji redukujących w:

— mleczanie sodu (E 325),

— mleczanie potasu (E 326),

— mleczanie wapnia (E 327).

2. **Definicja**

Wykrycie granicznego stężenia substancji redukujących: wynik testu wykrywającego limity, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Roztwór Fehlinga jest redukowany przez substancje zdolne do wykazania działania redukującego. Takimi substancjami są zwykle cukry redukujące.

4. **Odczynniki**

4.1. Roztwór Fehlinga A: 6,93 g pięciowodnego siarczanu miedzi jest rozpuszczone w wodzie i rozcieńczone wodą do 100 ml.

4.2. Roztwór Fehlinga B: 34,6 g winianu potasowo-sodowego i 10 g wodorotlenku sodu są rozpuszczone w wodzie i rozcieńczone wodą do 100 ml.

5. **Procedura**

Zważyć około 1-gramową próbkę z dokładnością do 1 mg i rozpuścić ją w 10 ml ciepłej wody. Dodać 2 ml roztworu Fehlinga A (ppkt 4.1) i 2 ml roztworu Fehlinga B (ppkt 4.2), a następnie gotować mieszaninę przez 1 minutę i obserwować, czy wystąpi zmiana barwy. Wytrącanie się siarczanu wapnia, co czasem występuje, nie przeszkadza.

6. **Przedstawienie wyników**

6.1. *Interpretacja testu wykrywającego limity*

W przypadku zmiany barwy po gotowaniu (pkt 5) wynik testu jest pozytywny i obecność substancji redukujących jest wykazana.

6.2. *Czułość*

Granicą wykrywalności dla reagujących substancji redukujących jest 100 mg glukozy na 100-gramową próbkę.

6.3. *Uwagi*

6.3.1. Wyniki dwóch testów wykrywających, wykonanych równocześnie lub w krótkich przedziałach czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach, powinny być identyczne.

6.3.2. Wszystkie roztwory Fehlinga reagują, gdy w próbce jest 2 % glukozy.

METODA 12

OZNACZANIE KWASÓW LOTNYCH W KWASIE ORTOFOSFOROWYM (E 338)

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda pozwala na oznaczanie lotnych kwasów, wyrażonych jako kwas octowy, w kwasie ortofosforowym (E 338).

2. **Definicja**

Zawartość lotnego kwasu: zawartość lotnych kwasów, wyrażonych jako kwas octowy, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Do próbki dodawana jest woda i roztwór ten jest destylowany. Destylat jest miareczkowany wobec mianowanego roztworu wodorotlenku sodu, a kwasowość obliczana jest i wyrażana jako kwas octowy.

4. **Odczynniki**

4.1. 1-procentowy (m/v) roztwór fenoloftaleiny w etanolu.

4.2. Wodorotlenek sodu, 0,01 mol/l.

5. **Aparatura**

5.1. Aparat do destylacji z pułapkowaniem natryskowym.

6. **Procedura**

Zważyć około 60-gramową próbkę z dokładnością do 50 mg i umieścić zważoną próbkę wraz z 75 ml świeżo gotowanej i ostudzonej wody w kolbie destylacyjnej wyposażonej w pułapkę natryskową (ppkt 5.1). Wymieszać, a następnie destylować około 50 ml roztworu.

Destylat miareczkować mianowanym roztworem 0,01 mol/l wodorotlenku sodu (ppkt 4.2), używając fenoloftaleiny (ppkt 4.1) jako wskaźnika. Kontynuować miareczkowanie dotąd, aż czerwone zabarwienie roztworu utrzyma się przez 10 sekund.

7. **Przedstawienie wyników**

7.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość lotnych kwasów, wyrażona w miligramach na kilogram kwasu octowego, obliczana jest według wzoru:

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

gdzie:

V = objętość w mililitrach 0,01 mol/l roztworu wodorotlenku sodu zużytego do neutralizacji,

m_o = masa próbki kwasu ortofosforowego, w gramach.

7.2. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach, nie może przekraczać 1 mg na 100 g oznaczanej próbki.

METODA 13

TEST WYKRYWAJĄCY LIMITY DLA AZOTANÓW W KWASIE ORTOFOSFOROWYM (E 338)

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda ta pozwala na wykrycie azotanów w kwasie ortofosforowym (E 338).

2. **Definicja**

Wykrycie stężenia granicznego azotanu, wyrażonego jako azotan sodowy: wynik testu wykrywającego limity, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Próbka jest dodawana do roztworu indygokarminu w środowisku stężonego kwasu siarkowego. Występujące niebieskie zabarwienie jest usuwane przez czynnik utleniający, włączając w to azotany.

4. **Odczynniki**

4.1. 0,18-procentowy (m/v) roztwór indygokarminu: rozpuścić 0,18 g disiarczanu sodu indygotyny w wodzie i rozcieńczyć wodą do 100 ml.

4.2. 0,05-procentowy (m/v) roztwór chlorku sodu.

4.3. Stężony kwas siarkowy (ρ_{20} = 1,84 g/ml).

5. **Procedura**

Odmierzyć 2-mililitrowe próbki i rozcieńczyć do 10 ml roztworem chlorku sodu (ppkt 4.2). Dodać 0,1 ml roztworu indygokarminu (ppkt 4.1) i następnie powoli dodawać 10 ml stężonego kwasu siarkowego (ppkt 4.3), chłodząc roztwór podczas dodawania kwasu. Zaobserwować, czy niebieskie zabarwienie roztworu utrzymuje się przez pięć minut.

6. **Przedstawienie wyników**

6.1. *Interpretacja testu wykrywającego limity*

W przypadku gdy niebieskie zabarwienie zniknie w ciągu pięciu minut, wynik testu jest pozytywny i zawartość środków utleniających, wyrażonych jako azotan sodowy, jest większa niż 5 mg/kg.

6.2. *Uwagi*

6.2.1. Wykonać test ślepej próby.

6.2.2. Wyniki dwóch testów wykrywających wykonywanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach, muszą być identyczne.

6.2.3. Roztwór indygokarminu nie powinien być używany, jeśli został przygotowany ponad 60 dni wcześniej.

6.2.4. W przypadku gdy wynik testu jest pozytywny, próbka może zawierać azotany i inne środki utleniające, test musi być powtórzony z zastosowaniem metody ISO 3709 (1976) „Kwas fosforowy do zastosowania przemysłowego (włącznie z przetwórstwem środków spożywczych) – oznaczanie tlenków zawierających azot – metoda spektrofotometryczna z 3,4-ksylenolem".

METODA 14

OZNACZANIE SUBSTANCJI NIEROZPUSZCZALNYCH W WODZIE, WYSTĘPUJĄCYCH W MONO-, DI- I TRISODOWYCH FOSFORANACH ORAZ MONO-, DI- I TRIPOTASOWYCH FOSFORANACH (E 339 i), E 339 ii), E 339 iii), E 340 i), E 340 ii), E 340 iii))

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda pozwala na oznaczanie substancji nierozpuszczalnych w wodzie w:

— fosforanie monosodowym (E 339 i)),

— fosforanie disodowym (E 339 ii)),

— fosforanie trisodowym (E 339 iii)),

— fosforanie monopotasowym (E 340 i)),

— fosforanie dipotasowym (E 340 ii)),

— fosforanie tripotasowym (E 340 iii)).

2. **Definicja**

Substancja nierozpuszczalna w wodzie: zawartość substancji nierozpuszczalnej w wodzie, jak ustalono z zastosowaniem określonej metody.

3. **Zasada**

Próbka jest rozpuszczana w wodzie i filtrowana przez odpowiedni tygiel porcelanowy. Po przemyciu i wysuszeniu pozostałość jest ważona i obliczana jako substancja nierozpuszczalna w wodzie.

4. **Aparatura**

4.1. Spiekany, porcelanowy tygiel o porowatości G3 lub równoważnej.

4.2. Eksykator zawierający świeżo aktywowany żel krzemionkowy, ze wskaźnikiem zawartości wody lub równoważny osuszacz.

4.3. Piec z regulowaną termostatycznie temperaturą 103 °C (± 2 °C).

4.4. Zlewka polipropylenowa o pojemności 400 ml.

4.5. Łaźnia wodna, wrząca.

5. **Procedura**

Zważyć około 10-gramową próbkę fosforanu, z dokładnością do 10 mg, i rozpuścić w 100 ml gorącej wody poprzez zagotowanie w polipropylenowej zlewce (ppkt 4.4) oraz utrzymywać w gorącej łaźni wodnej (ppkt 4.5) przez 15 minut. Następnie przefiltrować roztwór przez uprzednio wymyty, wysuszony i zważony tygiel (ppkt 4.1). Przemyć nierozpuszczalną pozostałość gorącą wodą. Włożyć tygiel wraz z pozostałością do pieca (ppkt 4.3) i suszyć w temperaturze 103 °C (± 2 °C) przez dwie godziny.

Następnie tygiel włożyć do eksykatora i pozwolić mu ostygnąć, a następnie zważyć tygiel.

Powtarzać suszenie, stygnięcie i ważenie dotąd, aż różnica wyników dwóch następujących po sobie ważeń będzie mniejsza niż 0,5 mg. W przypadku gdy wystąpi wzrost masy, do obliczeń należy przyjąć wartość najniższą z zarejestrowanych.

6. **Przedstawienie wyników**

6.1. *Wzór i metoda obliczania*

Zawartość w próbce substancji nierozpuszczalnych w wodzie obliczana jest według wzoru:

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

gdzie:

m_1 = masa pozostałości po suszeniu, w gramach,

m_o = masa wziętej próbki, w gramach.

6.2. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, nie może przekraczać 10 mg na 100-gramową próbkę.

METODA 15

OZNACZANIE pH W DODATKACH DO ŻYWNOŚCI

1. **Przedmiot i zakres zastosowania**

Metoda podaje ogólne wskazówki, jak oznaczać pH w dodatkach do żywności.

2. **Definicja**

pH dodatku do żywności: wartość pH, jak ustalono określoną metodą.

3. **Zasada**

Wartość pH roztworu wodnego rozpuszczonej próbki lub jej zawiesiny jest oznaczana klasycznie, przy użyciu szklanej elektrody, elektrody porównawczej i miernika pH.

4. **Odczynniki**

4.1. Skalibrować przyrząd, używając następujących roztworów buforowych:

4.1.1. Roztwór buforowy o pH 6,88 w 20 °C, składający się z równoważnej objętości 0,05 mol/l diwodorofosforanu potasu (KH_2PO_4) i 0,05 mol/l dihydratu wodoroortofosforanu disodowego ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$).

4.1.2. Roztwór buforowy o pH 4 w 20 °C, składający się z 0,05 mol/l wodoroftalanu potasu ($C_8H_5KO_4$).

4.1.3. Roztwór buforowy o pH 9,22 w 20 °C, składający się z 0,05 mol/l boranu sodu ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$).

4.2. Nasycony roztwór lub 3 mol/l roztwór chlorku potasu lub inny odpowiedni roztwór zalecany przez producenta elektrody do napełniania elektrody porównawczej.

4.3. Woda destylowana, pozbawiona ditlenku węgla, posiadająca pH między 5 i 6.

5. **Aparatura**

5.1. pehametr o dokładności 0,01 na jednostkę pH.

5.2. Elektrody – złożona elektroda szklana albo pojedyncza szklana elektroda i elektrody wzorcowe razem z odpowiednimi zaciskami do mocowania elektrod.

5.3. Mieszadło magnetyczne z elementem grzewczym.

5.4. Termometr, wzorcowany w zakresie temperatur 0–100 °C.

6. **Procedura**

6.1. *Kalibrowanie pehametru*

Szklane elektrody muszą być ustawione zgodnie z instrukcją dostarczoną przez producenta. Odczyt pH z elektrod musi być regularnie sprawdzany przez porównanie z odczytem pH dla roztworów buforowych o znanych pH.

Elektrody powinny być myte za pomocą wody i delikatnie wycierane miękką tkaniną lub powinny być płukane wodą i następnie dwukrotnie płukane w roztworze próbki lub roztworze wzorcowym, przed umieszczeniem ich w roztworze próbki lub roztworze wzorcowym.

W przypadku gdy próbka uważana jest za próbkę o kwaśnym wskaźniku pH, roztwory buforowe używane do sprawdzenia odczytu pH powinny posiadać pH 4 (ppkt 4.1.2) i pH 6,88 (ppkt 4.1.1). W przypadku gdy analizowana próbka posiada zasadowe pH, roztwory buforowe używane do sprawdzenia pH powinny posiadać pH 9,22 (ppkt 4.1.3) i pH 6,88 (ppkt 4.1.1).

6.2. *Pomiar roztworu próbki*

Stężenie roztworu próbki, jakie ma być stosowane, lub przyjęcie sposobu przygotowania próbki jest zgodne z przepisami właściwej dyrektywy Wspólnoty dotyczącej dodatku do żywności.

Należy przygotować roztwór próbki, jak zalecono, używając wodę destylowaną (ppkt 4.3) i następnie doprowadzić roztwór do temperatury 20 °C, jednocześnie go mieszając. Zatrzymać mieszanie, umieścić elektrody szklane w roztworze i po dwóch minutach zanotować wartość pH wskazaną na pehametrze (ppkt 5.1).

7. **Przedstawienie wyników**

7.1. *Powtarzalność*

Różnica w otrzymanych wynikach dwóch oznaczeń wykonanych równocześnie lub w krótkim przedziale czasu na tej samej próbce, przez tego samego analityka, w takich samych warunkach, nie może przekraczać 0,05 jednostki pH.

8. **Uwaga**

Metoda ta ma jedynie zastosowanie do tych wymagań dotyczących pH, określonych dyrektywami Wspólnoty dotyczącymi dodatków do żywności, gdzie dodatek do żywności jest rozpuszczony w wodzie lub tworzy w niej zawiesinę.