31981L0712

10.9.1981 URADNI LIST EVROPSKIH SKUPNOSTI L 257/1

PRVA DIREKTIVA KOMISIJE

z dne 28. julija 1981

o določitvi analiznih metod Skupnosti za preverjanje, da nekateri aditivi za živila izpolnjujejo merila čistosti

(81/712/EGS)

KOMISIJA EVROPSKIH SKUPNOSTI JE

ob upoštevanju pogodbe o ustanovitvi Evropske gospodarske skupnosti,

ob upoštevanju Direktive Sveta z dne 23. oktobra 1962 o približevanju zakonov držav članic glede barvil, ki jih je dovoljeno uporabljati v običajnih živilih [1], nazadnje spremenjene z Direktivo 78/144/EGS [2], zlasti člena 11(2) direktive,

ob upoštevanju Direktive Sveta 64/54/EGS z dne 5. novembra 1963 o približevanju zakonov držav članic glede konzervansov, ki jih je dovoljeno uporabljati v običajnih živilih [3], nazadnje spremenjene z Direktivo 79/40/EGS [4], zlasti člena 8(2) direktive,

ob upoštevanju Direktive Sveta 70/357/EGS z dne 13. julija 1970 o približevanju zakonov držav članic glede antioksidantov, ki jih je dovoljeno uporabljati v običajnih živilih [5], nazadnje spremenjene z Direktivo 78/143/EGS [6], zlasti člena 5(2) direktive,

ker te določbe opredeljujejo v Skupnosti vzpostavitev analiznih metod za preverjanje, da navedeni aditivi izpolnjujejo splošna in posebna merila čistosti;

ker je prve serije metod, za katere so bila preskušanja že opravljena, zdaj treba sprejeti;

ker so ukrepi, predvideni v tej direktivi, v skladu z mnenjem Stalnega odbora za živila,

SPREJELA NASLEDNJO DIREKTIVO:

Člen 1

Države članice predpišejo izvedbo preskusov za preverjanje, da nekateri aditivi za živila izpolnjujejo splošna in posebna merila čistosti, po metodah iz Priloge II, njihov obseg pa je določen v Prilogi I.

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

Člen 2

Države članice sprejmejo zakone in druge predpise, potrebne za uskladitev s to direktivo, najkasneje do 20. februarja 1983. O tem takoj obvestijo Komisijo.

Člen 3

Ta direktiva je naslovljena na države članice.

V Bruslju, 28. julija 1981

Za Komisijo

Karl-Heinz NARJES

Član Komisije

PRILOGA I

OBSEG ANALIZNIH METOD ZA PREVERJANJE, DA NEKATERI ADITIVI ZA ŽIVILA IZPOLNJUJEJO MERILA ČISTOSTI

I. UVOD

.....

II. BARVILA

II.1 Določanje snovi, ki se ekstrahirajo z dietiletrom iz sulfanatnih organskih barvil za živila, topnih v vodi, z metodo 1 v Prilogi II.

III. KONZERVANSI

III.1 Določanje mravljične kisline in njenih soli (formatov) ter druge oksidirajoče nečistote v ocetni kislini (E 260), kalijevem acetatu (E 261), natrijevem diacetatu (E 262) in kalcijevem acetatu (E 263) z metodo 2 v Prilogi II.

III.2 Določanje nehlapnih snovi v propionski kislini (E 280) z metodo 3 v Prilogi II.

III.3 Določanje izgube mase pri sušenju natrijevega nitrita (E 250) z metodo 4 v Prilogi II.

III.4 Kvantitativna določitev ostankov salicilne kisline v etilparahidroksibenzoatu (E-214), natrijevi soli etilparahidroksibenzoata (E 215), n-propilparahidroksibenzoatu (E 216), natrijevi soli n-propilparahidroksibenzoata (E 217), metilparahidroksibenzoatu (E 218) in natrijevi soli metilparahidroksibenzoata (E 219) z metodo 5 v Prilogi II.

III.5 Določanje proste ocetne kisline v natrijevem diacetatu (E 262) z metodo 6 v Prilogi II.

III.6 Določanje natrijevega acetata v natrijevem diacetatu (E 262) z metodo 7 v Prilogi II.

III.7 Kvantitativna določitev ostanka aldehidov v sorbinski kislini (E 200) in njenih natrijevih, kalijevih in kalcijevih soleh (sorbatih) (E 201, E 202, E 203) ter v propionski kislini (E 280) z metodo 8 v Prilogi II.

IV. ANTIOKSIDANTI

IV.1 Določanje peroksidnega števila za lecitine (E 322) z metodo 9 v Prilogi II.

IV.2 Določanje v toluenu netopnih snovi v lecitinih (E 322) z metodo 10 v Prilogi II.

IV.3 Kvantitativna določitev ostanka reducirajočih snovi v natrijevih, kalijevih in kalcijevih soleh mlečne kisline (laktati) (E 325, E 326 in E 327) z metodo 11 v Prilogi II.

IV.4 Določanje hlapnih kislin v ortofosforni kislini (E 338) z metodo 12 v Prilogi II.

IV.5 Kvantitativna določitev ostanka nitratov v ortofosforni kislini (E 338) z metodo 13 v Prilogi II.

IV.6 Določanje v vodi netopnih snovi v mono-, di- in trinatrijevih ortofosfatih ter mono-, di- in trikalijevih ortofosfatih (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340 (i), E 340(ii), E 340(iii)) z metodo 14 v Prilogi II.

V. SPLOŠNO

V.1 Določanje pH v aditivih za živila z metodo 15 v Prilogi II.

PRILOGA II

ANALIZNE METODE, KI SE NANAŠAJO NA MERILA ČISTOSTI ADITIVOV ZA ŽIVILA

UVOD

1. Priprava preskusnega vzorca

1.1 *Splošno*

Običajna masa laboratorijskega preskusnega vzorca je 50 g, če se ne zahteva večja količina za neko specifično določevanje.

1.2 *Priprava vzorca*

Pred preskusom vzorec homogeniziramo.

1.3 *Shranjevanje*

Pripravljeni vzorec shranimo v posodi, ki onemogoča vsako prodiranje vlage in zraka, zato da se vzorec ne pokvari.

2. Reagenti

2.1 *Voda*

2.1.1 Kjerkoli je navedena voda kot topilo za razredčevanje ali čiščenje, je mišljena destilirana ali demineralizirana voda najmanj enake čistosti kakor destilirana.

2.1.2 Kjerkoli je navedena „raztopina“ ali „razredčitev“ brez nadaljnje navedbe reagenta, je mišljena vodna raztopina.

2.2 *Kemikalije*

Vse kemikalije imajo čistost p. a., kjer ni podrobno navedeno drugače.

3. Oprema

3.1 *Seznam opreme*

Seznam opreme vsebuje samo specifično aparaturo.

3.2 *Analitska tehtnica*

Analitska tehtnica je tehtnica z občutljivostjo 0,1 mg ali več.

4. Navajanje rezultatov

4.1 *Rezultati*

Rezultati, navedeni v uradnem analiznem poročilu, so srednja vrednost najmanj dveh določitev z zadovoljivo ponovljivostjo.

4.2 *Izračun odstotka*

Če ni navedeno drugače, se rezultati izrazijo kot masni odstotek prinesenega vzorca.

4.3 *Natančnost navajanja rezultatov*

Rezultat navajamo z natančnostjo, kakršno določa metoda.

METODA 1

DOLOČANJE SNOVI, KI SE EKSTRAHIRAJO Z DIETILETROM IZ VODOTOPNIH SULFANATNIH ORGANSKIH BARVIL ZA ŽIVILA

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo snovi, ki se ekstrahirajo z dietiletrom iz vodotopnih sulfanatnih organskih barvil brez nosilcev.

2. **Definicija**

Snovi, ki se ekstrahirajo z dietiletrom: vsebnost z dietiletrom ekstrahiranih snovi, kakor določa predpisana metoda.

3. **Način**

Ekstrahiramo (s stresanjem) barvilo z dietiletrom in stehtamo ekstrahirani ostanek po odparevanju etra.

4. **Reagenti**

4.1 Dietileter, suh, brez peroksidov (posušen s sveže žganim kalcijevim kloridom).

5. **Aparat**

5.1 Soxhletov aparat z bučko.

5.2 Eksikator, ki vsebuje sveže aktiviran silikagel, ali enakovredno sušilno sredstvo z indikatorjem vsebnosti vode.

5.3 Analitska tehtnica.

5.4 Sušilnik s termostatom pri 85 ± 2 °C.

6. **Postopek**

Na filtrnem papirju točno stehtamo okoli 10 g vzorca barvila z natančnostjo 10 mg. Papir zvijemo in prenesemo v tulec za ekstrakcijo ter ga začepimo s kosmom razmaščene bombažne vate. Ekstrahiramo 6 ur na soxhletovem aparatu. Odparimo eter (4.1) pri najnižji možni temperaturi. Postavimo soxhletovo bučko (5.1), ki jo predhodno stehtamo, z ostankom za 20 minut v sušilnik (5.4) pri 85 ± 2 °C, da se posuši. Prenesemo bučko v eksikator (5.2), ga ustrezno pokrijemo in pustimo, da se ohladi. Stehtamo bučko z ostankom.

Ponavljamo sušenje in tehtanje toliko časa, da je razlika med zaporednima tehtanjema manjša od 0,5 mg. Če masa narašča, uporabimo za izračun najnižji odčitek.

7. **Navajanje rezultatov**

7.1 *Formula in metoda izračuna*

Vsebnost snovi, ekstrahiranih z etrom, izražena v odstotku:

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

pri čemer je:

m_1 = masa ostanka po odparevanju, v gramih,

m_0 = masa stehtanega vzorca, v gramih.

7.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 20 mg na 100 g vzorca.

METODA 2

DOLOČANJE MRAVLJIČNE KISLINE IN NJENIH SOLI (FORMATOV) TER DRUGIH OKSIDIRAJOČIH NEČISTOT V OCETNI KISLINI (E 260), KALIJEVEM ACETATU (E 261), NATRIJEVEM DIACETATU (E 262) IN KALCIJEVEM ACETATU (E 263)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo mravljično kislino in njene soli ter druge oksidirajoče nečistote, izražene kot mravljična kislina v:

— ocetni kislini (E 260),

— kalijevem acetatu (E 261),

— natrijevem diacetatu (E 262),

— kalcijevem acetatu (E 263).

2. **Definicija**

Vsebnost mravljične kisline in njenih soli ter drugih oksidirajočih nečistot: vsebnost mravljične kisline in njenih soli ter drugih oksidirajočih nečistot, kakor določa predpisana metoda.

3. **Način**

Alkalni raztopini vzorca dodamo prebitno količino kalijevega permanganata, da dobimo manganov dioksid. Manganov dioksid in prebitek kalijevega permanganata določamo jodometrično v kislem in izračunamo koncentracijo oksidirajoče nečistote, izražene kot mravljična kislina.

4. **Regenti**

4.1 Kalijev jodid.

4.2 Kalijev permanganat, 0,02 mol/l.

4.3 Natrijev karbonat (brezvodni).

4.4 Natrijev tiosulfat, 0,1 mol/l.

4.5 Škrobovica (približno 1 % m/v).

4.6 Razredčena žveplena kislina: vodi dodamo 90 ml žveplene kisline (ρ_{20} = 1,84g/ml) in razredčimo na 1 liter.

5. **Aparat**

5.1 Vodna kopel z vrelo vodo.

5.2 Analitska tehtnica.

6. **Postopek**

Če je preskusni vzorec prosta kislina, točno stehtamo okoli 10 g vzorca z natančnostjo 10 mg, razredčimo s 70 ml vode in dodamo raztopino, ki vsebuje 10 g brezvodnega natrijevega karbonata (4.3) v 30 ml vode. Če je vzorec sol, točno stehtamo okoli 10 g vzorca z natančnostjo 10 mg in raztopimo v 100 ml vode. Dodamo 1 g brezvodnega natrijevega karbonata (4.3) in stresamo, da se raztopi. Dodamo 20 ml 0,02 mol/l kalijevega permanganata (4.2) in 15 minut segrevamo na vreli vodni kopeli. Zmes ohladimo. Dodamo 50 ml razredčene žveplene kisline (4.6) in 0,5 g kalijevega jodida (4.1). Zmes obračamo toliko časa, da se obarjeni manganov dioksid raztopi. Titriramo z 0,1 mol/l natrijevega tiosulfata (4.4) toliko časa, da se raztopina obarva bledo rumeno. Dodamo nekaj kapljic škrobovice (4.5) in titracijo nadaljujemo toliko časa, da raztopina postane brezbarvna.

7. **Navajanje rezultatov**

7.1 *Formula in metoda izračuna*

Odstotek mravljične kisline in njenih soli ter druge oksidirajoče nečistote, izražene kot mravljična kislina, je podan z:

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

pri čemer je:

a = molarnost kalijevega permanganata,

b = molarnost natrijevega tiosulfata,

m_0 = masa stehtanega vzorca, v gramih,

V = volumen 0,1 mol/l natrijevega tiosulfata, uporabljenega v titraciji, v mililitrih.

7.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 5 mg na 100 g vzorca.

8. **Opombe**

8.1 Volumen 11,3 ml 0,1 mol/l natrijevega tiosulfata ustreza 0,2 % mravljične kisline v 10 g vzorca.

8.2 Če soli mravljične kisline ni, priporočamo, da je volumen 20 ml; če pa je mravljične kisline več kakor 0,27 % (m/m), bo prebitek kalijevega permanganata manjši od volumna 8 ml. V tem primeru ponovimo določanje z manjšo maso vzorca.

METODA 3

DOLOČANJE NEHLAPNIH SNOVI V PROPIONSKI KISLINI (E 280)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo nehlapne snovi v propionski kislini (E 280).

2. **Definicija**

Vsebnost nehlapne snovi v propionski kislini: vsebnost nehlapne snovi v propionski kislini, kakor je določeno s predpisano metodo.

3. **Način**

Vzorec izparevamo in nato sušimo pri 103 ± 2 °C, ostanek določimo gravimetrično.

4. **Aparat**

4.1 Posodica za izparevanje, kremenasta ali platinasta, dovolj velika za 100 g vzorca.

4.2 Sušilnik, električno ogrevan, s termostatom, pri 103 ± 2 °C.

4.3 Analitska tehtnica.

4.4 Vodna kopel z vrelo vodo.

4.5 Eksikator, ki vsebuje sveže aktiviran silikagel, ali enakovredno sušilno sredstvo z indikatorjem vsebnosti vode.

5. **Postopek**

Stehtamo 100 g vzorca propionske kisline z natančnostjo 0,1 g v predhodno posušeno in stehtano posodo (4.1). Izparevamo nad vrelo vodno kopeljo v digestoriju (4.4). Ko vsa propionska kislina izpari, postavi za eno uro v sušilnik (4.2) pri 103 ± 2 °C. Postavimo v eksikator, pustimo, da se ohladi, in nato stehtamo. Ponavljamo segrevanje, ohlajanje in tehtanje toliko časa, da je razlika med zaporednima tehtanjema manj kakor 0,5 mg. Če masa narašča, pri izračunu uporabimo najnižji odčitek.

6. **Navajanje rezultatov**

6.1 *Formula in metoda izračuna*

Vsebnost nehlapnih snovi, izračunana kot odstotek vzorca, je podana z:

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

pri čemer je:

m_1 = masa ostanka po izparevanju, v gramih,

m_0 = masa zatehtanega vzorca, v gramih.

6.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 5 mg na 100 g vzorca.

METODA 4

DOLOČANJE IZGUBE MASE PRI SUŠENJU NATRIJEVEGA NITRITA (E 250)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo izgubo mase pri sušenju natrijevega nitrita (E 250).

2. **Definicija**

Vsebnost vlage natrijevega nitrita: izguba mase pri sušenju, kakor je določeno s predpisano metodo.

3. **Način**

Izgubo mase pri sušenju dosežemo s segrevanjem v sušilniku pri 103 ± 2 °C, s tehtanjem in izračunom izgube mase.

4. **Aparat**

4.1 Sušilnik, električno ogrevan, s termostatom, pri 103 ± 2 °C.

4.2 Stekleni tehtič z ravnim dnom, premerom od 60 do 80 mm in višino najmanj 25 mm ter z ustreznim pokrovčkom.

4.3 Eksikator, ki vsebuje sveže aktiviran silikagel, ali enakovredno sušilno sredstvo z indikatorjem vsebnosti vode.

4.4 Analitska tehtnica

5. **Postopek**

S tehtiča (4.2) odstranimo pokrovček ter 1 uro segrevamo posodo in pokrovček v sušilniku (4.1) pri 103 ± 2 °C. Tehtič (4.2) pokrijemo, ga postavimo v eksikator (4.3) in pustimo, da se ohladi na sobno temperaturo. Stehtamo pokriti tehtič (4.2) z natančnostjo 10 mg in približno 10 g vzorca z natančnostjo 10 mg v pokritem tehtiču. Odstranimo pokrovček ter postavimo tehtič in pokrovček za 1 uro v sušilnik (4.1) pri 103 ± 2 °C. Tehtič pokrijemo in pustimo, da se v eksikatorju (4.3) ohladi na sobno temperaturo, stehtamo z natančnostjo 10 mg. Ponavljamo segrevanje, ohlajevanje in tehtanje toliko časa, da je razlika med zaporednima tehtanjema manjša od 10 mg. Če masa narašča, v izračunu uporabimo najnižji odčitek.

6. **Navajanje rezultatov**

6.1 *Formula in metoda izračuna*

Izguba mase pri sušenju, izračunana kot odstotek mase vzorca, je podana s:

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

pri čemer je:

m_1 = masa posode, v gramih,

m_2 = masa posode in vzorca pred sušenjem, v gramih,

m_3 = masa posode in vzorca po sušenju, v gramih.

6.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 100 mg na 100 g vzorca.

METODA 5

KVANTITATIVNA DOLOČITEV OSTANKOV SALICILNE KISLINE V ETILPARAHIDROKSIBENZOATU (E-214), NATRIJEVI SOLI ETILPARAHIDROKSIBENZOATA (E 215), N-PROPILPARAHIDROKSIBENZOATU (E 216), NATRIJEVI SOLI N-PROPILPARAHIDROKSIBENZOATA (E 217), METILPARAHIDROKSIBENZOATU 218) IN NATRIJEVI SOLI METILPARAHIDROKSIBENZOATA (E 219)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo salicilno kislino v etilparahidroksibenzoatu (E 214), n-propilparahidroksibenzoatu (E 216) in metilparahidroksibenzoatu (E 218) ter v njihovih natrijevih soleh (E 215, E 217 in E 219).

2. **Definicija**

Določanje mejnih vrednosti koncentracije salicilne kisline: rezultat mejnih vrednosti koncentracije, kakor je določeno s predpisano metodo.

3. **Način**

Raztopina vzorca reagira z amonijevim železovim (III) sulfatom in se vijolično obarva. Intenziteto barve primerjamo z referenčno raztopino.

4. **Reagenti**

4.1 Raztopina amonijevega železovega (III) sulfata, 0,2 % m/v. Pripravimo jo z raztapljanjem 0,2 g amonijevega železovega (III) sulfata dodekahidrata v 50 ml vode in dodamo 10 ml dušikove kisline, 10 % v/v, ter razredčimo z vodo do 100 ml.

4.2 Etanol, 95 % v/v.

4.3 Raztopina salicilne kisline, 0,1 g/l.

4.4 Žveplena kislina, 1 mol/l.

5. **Aparat**

5.1 Nesslerjev merilni valj, umerjen na 50 ml. Celoten volumen približno 60 ml.

6. **Postopek**

6.1 *Vzorci etil-, n-propil in metilparahidroksibenzoata*

6.1.1 Stehtamo 0,1 g vzorca z natančnostjo 1 mg in raztopimo v 10 ml 95 % v/v etanola (4.2). Prenesemo raztopino v umerjen nesslerjev valj (5.1) in z vodo razredčimo na 50 ml. Premešamo in med mešanjem dodamo 1 ml raztopine amonijevega železovega (III) sulfata (4.1). Pustimo stati eno minuto.

6.1.2 Hkrati pripravimo primerjalno raztopino tako, da ponovimo 6.1.1, pri tem pa nadomestimo 0,1 g vzorca z 1 ml raztopine salicilne kisline (4.3).

6.1.3 Primerjamo obarvanje vzorčne raztopine z obarvanjem primerjalne raztopine.

6.2 *Vzorci natrijevih soli etil-, n-propil in metilparahidroksibenzoata*

6.2.1 Ponovimo 6.1.1, uravnamo pH na 5 z uporabo 1 mol/l žveplene kisline (4.4) pred razredčenjem na 50 ml.

6.2.2 Ponovimo 6.1.2.

6.2.3 Ponovimo 6.1.3.

7. **Navajanje rezultatov**

7.1 *Opombe h kvalitativnemu določanju ostankov*

Če je rdečkastovijolična barva, ki se pojavi v epruveti z vzorčno raztopino, intenzivnejša od barve, ki se pojavi v epruveti s primerjalno raztopino, je preskus pozitiven in vzorec vsebuje več kakor 0,1 % salicilne kisline.

7.2 *Občutljivost*

Meja detekcije preskusa je 30 mg salicilne kisline na 100 g vzorca.

7.3 *Opombe*

Rezultata dveh kvalitativnih določitev ostanka, ki ju isti analitik izvede v enakih pogojih hkrati ali drugega za drugim in na istem vzorcu, sta enaka.

METODA 6

DOLOČANJE PROSTE OCETNE KISLINE V NATRIJEVEM DIACETATU (E 262)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo ocetno kislino v natrijevem diacetatu (E 262).

2. **Definicija**

Vsebnost ocetne kisline: vsebnost ocetne kisline, kakor je določena s predpisano metodo.

3. **Način**

Neposredna titracija ocetne kisline v vzorcu s standardno raztopino natrijevega hidroksida in fenolftaleina kot indikatorja.

4. **Reagenti**

4.1 Enoodstotna raztopina (m/v) fenolftaleina v etanolu.

4.2 Natrijev hidroksid, 1 mol/l.

5. **Aparat**

5.1 Analitska tehtnica.

6. **Postopek**

Stehtamo okoli 3 g preskusnega vzorca z natančnostjo 1 mg in raztopimo v približno 50 ml vode. Dodamo dve ali tri kapljice raztopine indikatorja fenolftaleina (4.1) in titriramo z 1 mol/l natrijevega hidroksida (4.2) toliko časa, da je rdeča barva obstojna najmanj 5 sekund.

7. **Navajanje rezultatov**

7.1 *Formula in metoda izračuna*

Vsebnost ocetne kisline kot odstotek mase vzorca je podana s:

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

pri čemer je:

V = volumen predpisanega natrijevega hidroksida (4.2), v mililitrih,

c = koncentracija raztopine natrijevega hidroksida, v mol/l,

m_0 = masa stehtanega vzorca, v gramih.

7.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 500 mg na 100 g vzorca.

8. **Opomba**

Za 3 g vzorca, ki vsebuje 40 % ocetne kisline, porabimo 20 ml 1 mol/l natrijevega hidroksida.

METODA 7

DOLOČANJE NATRIJEVEGA ACETATA V NATRIJEVEM DIACETATU (E 262)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo natrijev acetat in vodo, izraženo kot natrijev acetat v natrijevem diacetatu (E 262).

2. **Definicija**

Vsebnost natrijevega acetata: vsebnost natrijevega acetata in vode, izraženo kot natrijev acetat, kakor je določeno s predpisano metodo.

3. **Način**

Pred titracijo raztopimo vzorec v ledocetni kislini s standardno perklorovo kislino s kristalvioletom kot indikatorjem.

4. **Reagenti**

4.1 Ledocetna kislina $\rho_{20°C}$ = 1,049 g/ml (za nevodne titracije).

4.2 Kristalviolet. Indikator CI št. 42555, 0,2 % (m/v) v raztopini ledocetne kisline.

4.3 Kalijev hidrogenftalat, $C_8H_5KO_4$.

4.4 Anhidrid ocetne kisline $(CH_3CO)_2O$.

4.5 0,1 mol/l raztopine perklorne kisline v ledocetu. Pripravljena in standardizirana mora biti takole:

Stehtamo P g raztopine perklorne kisline v 1 000-mililitrsko merilno bučko, opremljeno z brušenim pokrovčkom. Količino P izračunamo s formulo:

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

pri čemer je *m* koncentracija (odstotek m/m) perklorne kisline, določene z alkalimetrično titracijo (najprimernejša je kislina 70 do 72 % m/m). Dodamo približno 100 ml ledocetne kisline in nato količino Q g anhidrida ocetne kisline v zaporednih majhnih porcijah; med dodajanjem zmes neprestano mešamo in ohlajamo. Količino Q izračunamo s formulo:

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

pri čemer je *P* stehtana količina perklorne kisline in *a* koncentracija (odstotek m/m) anhidrida ocetne kisline. Zapremo bučko in jo 24 ur pustimo stati v temnem prostoru, nato dodamo dovolj ledocetne kisline, da dobimo 1 000 ml raztopine. Tako pripravljena raztopina je pravzaprav brezvodna. Raztopino standardiziramo s kalijevim hidrogenftalatom, in sicer:

Točno natehtamo okoli 0,2 g kalijevega hidrogenftalata z natančnostjo 0,1 mg, ki smo ga predhodno 2 uri sušili pri 110 °C, raztopimo v 25 ml ledocetne kisline v erlenmajerici in jo rahlo segrevamo. Ohladimo, dodamo dve kapljici raztopine kristalvioleta 0,2 % (m/m)(4.2) v ledocetni kislini in titriramo s perklorno raztopino toliko časa, da postane barva indikatorja bledo zelena. Izvedemo slepo titracijo z enakim volumnom topila in odštejemo vrednost slepe titracije od vrednosti, ki smo jo dobili z dejanskim določanjem pri vzorcu. Vsakih 20–42 mg kalijevega hidrogenftalata ustreza 1 ml 0,1 mol/l perklorne kisline.

5. **Aparat**

5.1 Analitska tehtnica.

6. **Postopek**

Stehtamo okoli 0,2 g vzorca z natančnostjo 0,5 mg in raztopimo v 50 ml ledocetne kisline (4.1). Dodamo nekaj kapljic raztopine indikatorja kristalviolet (4.2) in titriramo do bledo zelene končne točke s standardizirano 0,1 mol/l perklorne kisline (4.5).

7. **Navajanje rezultatov**

7.1 *Formula in metoda izračuna*

Vsebnost natrijevega acetata, kakor je določena v razdelku 2 (Definicija), izražena kot odstotek na maso vzorca, je podana z naslednjo formulo:

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

pri čemer je:

V = volumen uporabljene standardne perklorne kisline (4.5), v mililitrih,

c = molarnost raztopine perklorne kisline (4.5),

m_0 = masa stehtanega vzorca, v gramih.

7.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 1,5 g na 100 g vzorca.

8. **Opomba**

Reagenti, uporabljeni v tej metodi, so strupeni in eksplozivni, zato je treba z njimi ravnati previdno.

METODA 8

KVANTITATIVNA DOLOČITEV OSTANKA ALDEHIDOV V SORBINSKI KISLINI (E 200) TER NJENIH NATRIJEVIH, KALIJEVIH IN KALCIJEVIH SOLEH (SORBATIH) (E 201, E 202, E 203) IN V PROPIONSKI KISLINI (E 280)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo aldehide, izražene kot formaldehide, v:

— sorbinski kislini (E 200),

— natrijevem, kalijevem in kalcijevem sorbatu (E 201, E 202, E 203),

— propionski kislini (E 280).

2. **Definicija**

Določanje mejnih vrednosti koncentracije aldehidov: rezultat mejnih vrednosti koncentracije, kakor je določeno s predpisano metodo.

3. **Način**

Aldehidi v preskusni raztopini in formaldehid v primerjalni raztopini reagirajo s schiffovim reagentom in rezultat sta rdeče obarvana kompleksa, nato pa primerjamo njuno intenzivnost.

4. **Reagenti**

4.1 Standardna raztopina formaldehida (0.01 mg/ml): pripravljena z razredčevanjem koncentrirane raztopine formaldehida (400 mg/ml).

4.2 Schiffov reagent.

5. **Postopek**

5.1 Stehtamo okoli 1 g vzorca z natančnostjo 1 mg, dodamo k 100 ml vode in stresamo. Če je potrebno, raztopino filtriramo; k 1 ml filtrata vzorca dodamo 1 ml schiffovega reagenta (4.2). Hkrati dodamo 1 ml schiffovega reagenta (4.2) k 1 ml primerjalne raztopine formaldehida (4.1).

5.2 Primerjamo barvo vzorčne raztopine z barvo, ki se pojavi v primerjalni raztopini.

6. **Navajanje rezultatov**

6.1 *Opombe h kvantitativni določitvi ostanka*

Če je rdeča barva, ki se pojavlja v epruveti z vzorčno raztopino, intenzivnejša od tiste, ki se pojavlja v epruveti s primerjalno raztopino, je preskus pozitiven in vzorec vsebuje več kakor 0,1 % aldehidov, izraženih kot formaldehid.

6.2 *Občutljivost*

Meja detekcije tega preskusa je 30 mg formaldehida na 100 g vzorca.

6.3 *Opombe*

Rezultata dveh mejnih preskusov, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno enega za drugim na istem vzorcu in v enakih pogojih, morata biti enaka.

METODA 9

DOLOČANJE PEROKSIDNEGA ŠTEVILA ZA LECITINE (E 322)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo peroksidno število za lecitine (E 322).

2. **Definicija**

Peroksidno število za lecitine: rezultat, kakor je določen s predpisano metodo.

3. **Način**

Oksidacija kalijevega jodida s peroksidi lecitina in titracija sproščenega joda s standardno raztopino natrijevega tiosulfata.

4. **Reagenti**

4.1 Ledocetna kislina.

4.2 Kloroform.

4.3 Kalijev jodid.

4.4 Natrijev tiosulfat, 0,1 ml/l ali 0,01 mol/l.

4.5 Škrobovica (približno 1 % m/v).

5. **Aparat**

5.1 Analitska tehtnica.

5.2 Aparat, kakršen je prikazan na sliki, sestoji iz:

5.2.1 stomililitrske bučke z okroglim dnom in obrusom,

5.2.2 povratnega hladilnika,

5.2.3 zračnega hladilnika z dolžino 250 mm in notranjim premerom 22 mm, pritrjenega z obrusi,

5.2.4 mikročašica (z zunanjim premerom 20 mm in višino 35 do 50 mm).

6. **Postopki**

6.1 Deset mililitrov ledocetne kisline (4.1) in 10 ml kloroforma (4.2) damo v 100-mililitrsko bučko (5.2.1). Pritrdimo zračni hladilnik (5.2.3) in povratni hladilnik (5.2.2); zmes naj rahlo vre dve minuti, da izženemo zrak. Raztopimo 1 g kalijevega jodida (4.3) v 1,3 ml vode in to raztopino dodamo zmesi v bučki (5.2.1); pri tem je treba paziti, da raztopina neprenehoma vre.

Če se v tej fazi pojavi rumena barva, določitve ne izvedemo in jo ponovimo s svežimi reagenti.

6.2 Točno stehtamo okoli 1 g vzorca z natančnostjo 1 mg in po še dveh minutah vrenja dodamo stehtani vzorec vsebini bučke (5.2.1); pazimo, da raztopina neprenehoma vre. Vzorec mora biti v mikročašici (5.2.4), to pa lahko s stekleno paličico, ki je ustrezno oblikovana, kakor je prikazano na sliki, spustimo skozi zračni hladilnik (5.2.3) v bučko. Povratni hladilnik smemo odstraniti le za kratek čas (5.2.2). Vrenje naj se nadaljuje še tri do štiri minute. Prenehamo segrevati in takoj izključimo povratni hladilnik (5.2.2). Skozi zračni hladilnik (5.2.3) hitro dodamo 50 ml vode. Nato ga (5.2.3) odstranimo in ohladimo bučko pod tekočo vodo (5.2.1) na sobno temperaturo. Titriramo z 0,1 mol/l ali 0,01 mol/l natrijevega tiosulfata (4.4) toliko časa, da se vodna plast rahlo obarva bledo rumeno. Dodamo 1 ml škrobovice (4.5) in nadaljujemo titracijo, dokler modra barva ne izgine. Med titracijo bučko (5.2.1) temeljito stresamo, da zagotovimo popolno ekstrakcijo joda in nevodne plasti.

6.3 Vrednost slepe titracije dobimo tako, da ponovimo celoten postopek 6.1 in 6.2, vendar brez dodatka vzorca.

7. **Navajanje rezultatov**

7.1 *Formula in metoda izračuna*

Peroksidno število v vzorcu, v miliekvivalentih na kilogram, je podano s:

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

pri čemer je:

V_1 = volumen raztopine tiosulfata v mililitrih, ki je predpisana za titracijo vzorca (6.2),

V_2 = volumen raztopine tiosulfata v mililitrih, ki je predpisana za titracijo slepega preskusa (6.3),

a = koncentracija raztopine natrijevega tiosulfata, v mol/l,

m_0 = masa stehtanega vzorca, v gramih.

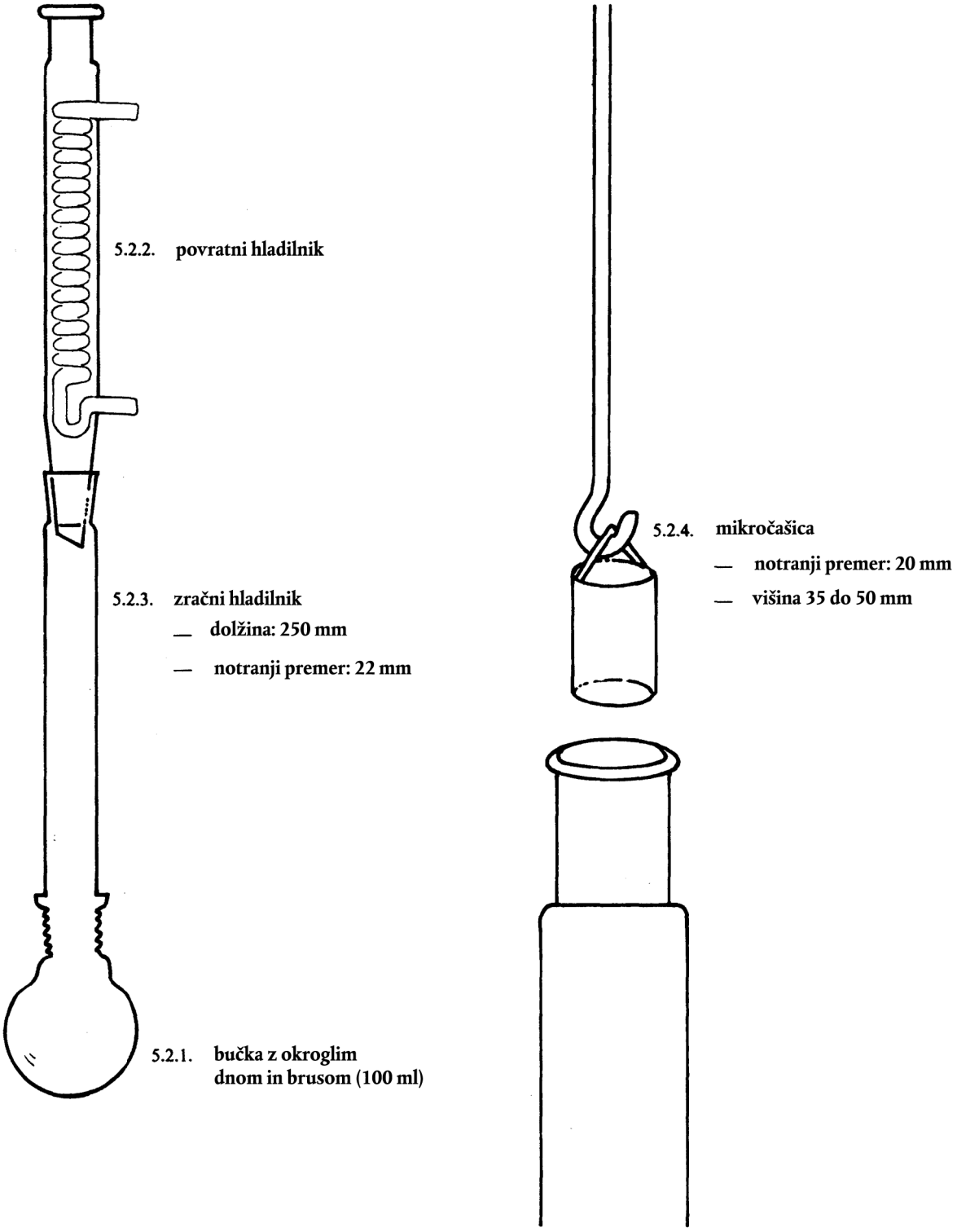
7.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 0,5 g (izražena kot peroksidno število v miliekvivalentih na kilogram vzorca).

8. **Opombe**

8.1 Izbira koncentracije uporabljenega natrijevega tiosulfata je odvisna od pričakovane vrednosti titracije. Če je potrebno manj kakor 0,5 ml 0,1 mol/l natrijevega tiosulfata, ponovimo določanje z 0,01 mol/l natrijevega tiosulfata.

8.2 Določanje ne sme potekati na močni svetlobi.



Aparat ze dolocitev peroksidnege števile 20 lecitine

METODA 10

DOLOČANJE V TOLUENU NETOPNIH SNOVI V LECITINIH (E 322)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo v toluenu netopne snovi v lecitinih (E322).

2. **Definicija**

Vsebnost v toluenu netopnih snovi: vsebnost v toluenu netopnih snovi, kakor je določeno s predpisano metodo.

3. **Način**

Vzorec raztopimo v toluenu, filtriramo, ostanek posušimo in stehtamo.

4. **Reagenti**

4.1 Toluen.

5. **Aparat**

5.1 Steklen guč G 3 volumna 30 ml ali drug guč z ustrezno poroznostjo.

5.2 Sušilnik, električno ogrevan in krmiljen s termostatom pri 103 ± 2 °C.

5.3 Vodna kopel s temperaturo, ne večjo od 60 °C.

5.4 Eksikator, ki vsebuje sveže aktiviran silikagel, ali enakovredno sušilno sredstvo z indikatorjem vsebnosti vode.

5.5 Petstomililitrska erlenmajerica.

5.6 Vakuumska črpalka.

5.7 Analitska tehtnica.

6. **Postopek**

6.1 Tridesetmiligramski guč (5.1) osušimo v sušilniku pri 103 °C ± 2 °C (5.2). Prenesemo ga v eksikator (5.4), da se ohladi, in nato stehtamo.

6.2 Dobro premešamo vzorec lecitinov, in če je potrebno, ga prej segrevamo v vodni kopeli (5.3). Stehtamo okoli 10 g vzorca z natančnostjo 1 mg v erlenmajerico (5.5). Dodamo 100 ml toluena (4.1) in zmes temeljito mešamo toliko časa, da se ves lecitin raztopi. Raztopino filtriramo skozi guč (5.1). Speremo erlenmajerico (5.5) s 25 ml toluena (4.1) in nalijemo na guč. Postopek ponovimo z drugo količino 25 ml toluena (4.1). Odsesamo odvečni toluen iz guča (5.1).

6.3 Guč (5.1) sušimo dve uri v sušilniku (5.2) pri 103 ± 2 °C. Postavimo v eksikator (5.4) in pustimo, da se ohladi. Hladen guč z ostankom stehtamo.

6.4 Ponavljamo 6.3 toliko časa, da je razlika v teži med zaporednima tehtanjema manjša od 0,5 mg.

Če masa narašča, pri izračunu uporabimo najnižji odčitek.

7. **Navajanje rezultatov**

7.1 *Formula in metoda izračuna*

Vsebnost v toluenu netopnih snovi je podana s:

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

pri čemer je:

m_1 = masa praznega guča, v gramih (6.1),

m_2 = masa guča in ostanka, v gramih (6.4),

m_0 = masa stehtanega vzorca, v gramih.

7.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 30 mg na 100 g vzorca.

METODA 11

KVANTITATIVNA DOLOČITEV OSTANKA REDUCIRAJOČIH SNOVI V NATRIJEVIH, KALIJEVIH IN KALCIJEVIH SOLEH MLEČNE KISLINE (LAKTATI) (E 325, E 326 IN E 327)

1. **Obseg in področje uporabe**

S preskusom določamo kvalitativno reducirajoče v:

— natrijevem laktatu (E 325),

— kalijevem laktatu (E 326),

— kalcijevem laktatu (E 327).

2. **Definicija**

Določanje mejnih vrednosti koncentracije spremenjenih snovi: rezultat mejne vrednosti, kakor je določeno s predpisano metodo.

3. **Način**

Reducirajoče snovi reducirajo fehlingovo raztopino. Običajno so to reducirajoči sladkorji.

4. **Reagenti**

4.1 Fehlingova raztopina A: 6,93 g bakrovega sulfata pentahidrata raztopimo v vodi in dopolnimo z vodo do 100 ml.

4.2 Fehlingova raztopina B: 34,6 g kalijnatrijevega tartrata in 10 g natrijevega hidroksida raztopimo v vodi in dopolnimo z vodo do 100 ml.

5. **Postopki**

Stehtamo okoli 1 g vzorca z natančnostjo 1 mg in ga raztopimo v 10 ml tople vode. Dodamo 2 ml fehlingove raztopine A (4.1) in 2 ml fehlingove raztopine B (4.2); zmes naj vre eno minuto, pri čemer opazujemo, ali nastopi sprememba barve. Oborina kalcijevega sulfata, ki se včasih pojavi, ne moti.

6. **Navajanje rezultatov**

6.1 *Opombe h kvantitativni določitvi reducirajočih snovi*

Če se barva po vrenju (5) spremeni, je preskus pozitiven, kar je znamenje, da so prisotne reducirajoče snovi.

6.2 *Občutljivost*

Meja detekcije za reakcijo reducirajočih snovi je 100 mg glukoze na 100 g vzorca.

6.3 *Opombe*

6.3.1 Rezultata dveh mejnih preskusov, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno enega za drugim na istem vzorcu in v enakih pogojih, sta enaka.

6.3.2 Fehlingova reakcija je pozitivna, če je v vzorcu vsaj 2 % glukoze.

METODA 12

DOLOČANJE HLAPNIH KISLIN V ORTOFOSFORNI KISLINI (E 338)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo hlapne kisline, izražene kot ocetna kislina, v ortofosforni kislini (E 338).

2. **Definicija**

Vsebnost hlapnih kislin: vsebnost hlapnih kislin, izražena kot ocetna kislina, kakor določa predpisana metoda.

3. **Način**

Vzorcu dodamo vodo in raztopino destiliramo. Destilat titriramo s standardno raztopino natrijevega hidroksida in izračunamo kislino, izraženo kot ocetna kislina.

4. **Reagenti**

4.1 Raztopina fenolftaleina, 1 % (m/v) v etanolu.

4.2 Natrijev hidroksid, 0.01 mol/l.

5. **Aparat**

5.1 Destilacijski aparat s predložko.

6. **Postopek**

Zatehtamo okoli 60 g vzorca z natančnostjo 50 mg ter 75 ml sveže zavrete in ohlajene vode v destilacijsko bučko s predložko (5.1). Premešamo in destiliramo približno 50 ml.

Titriramo destilat s standardnim 0,01 mol/l natrijevega hidroksida (4.2) s fenolftaleinom (4.1) kot indikatorjem. Nadaljujemo titracijo toliko časa, da je rdeče obarvana raztopina obstojna 10 sekund.

7. **Navajanje rezultatov**

7.1 *Formula in metoda izračuna*

Vsebnost hlapljivih kislin, izražena z miligrami na kilogram ocetne kisline, je podana s:

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

pri čemer je:

V = volumen 0,01 mol/l raztopine natrijevega hidroksida v mililitrih, potrebnega za nevtralizacijo,

m_0 = masa vzorca ortofosforne kisline v gramih.

7.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 1 mg na 100 g vzorca.

METODA 13

KVANTITATIVNA DOLOČITEV OSTANKOV NITRATOV V ORTOFOSFORNI KISLINI (E 338)

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo nitrate v ortofosforni kislini (E 338).

2. **Definicija**

Določanje mejnih vrednosti koncentracije nitratov, izraženih kot natrijev nitrat; rezultat kvantitativne določitve mejnih vrednosti, kakor je opredeljeno s predpisano metodo.

3. **Način**

Vzorcu, raztopljenemu v koncentrirani žvepleni kislini, dodamo raztopino indigo karmina. Modro obarvanje se spremeni zaradi oksidirajočih snovi, ki vsebujejo nitrate.

4. **Reagenti**

4.1 Raztopina indigo karmin, 0,18 % (m/v): raztopimo 0,18 g natrijevega indigotin disulfonata v vodi in dopolnimo z vodo do 100 ml.

4.2 Raztopina natrijevega klorida, 0,05 % (m/v).

4.3 Koncentrirana žveplena kislina (ρ_{20} =1,84g/ml).

5. **Postopek**

Odmerimo 2 ml vzorca in razredčimo na 10 ml z raztopino natrijevega klorida (4.2). Dodamo 0,1 ml raztopine karmin indigo (4.1); med stalnim ohlajanjem počasi po porcijah dodamo 10 ml koncentrirane žveplene kisline (4.3). Opazujemo, ali je modro obarvanje raztopine obstojno 5 minut.

6. **Navajanje rezultatov**

6.1 *Opombe h kvanitativnemu določanju ostankov nitratov*

Če je modra barva obstojna 5 minut, je preskus pozitiven in vsebnost oksidirajočih snovi, izraženih kot natrijev nitrat, večja od 5 mg/kg.

6.2 *Opombe*

6.2.1 Izvedi slepi preskus.

6.2.2 Rezultata dveh mejnih preskusov, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno enega za drugim na istem vzorcu in v enakih pogojih, sta enaka.

6.2.3 Raztopina indigo karmin ne sme biti starejša od 60 dni.

6.2.4 Če je rezultat pozitiven, vzorec lahko vsebuje nitrate in druge oksidirajoče snovi; preskus je treba ponoviti po metodi ISO 3709 (1976) „fosforna kislina za industrijsko uporabo (tudi živila) – določevanje vsebnosti dušikovih oksidov – 3,4-ksilenol spektrofotometrična metoda“.

METODA 14

DOLOČANJE V VODI NETOPNIH SNOVI V MONO-, DI- IN TRINATRIJEVIH ORTOFOSFATIH IN MONO-, DI- IN TRIKALIJEVIH ORTOFOSFATIH (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340 (i), E 340(ii), E 340(iii))

1. **Obseg in področje uporabe**

Z metodo določamo v vodi netopne snovi v:

— mononatrijevem ortofosfatu (E 339(i)),

— dinatrijevem ortofosfatu (E 339(ii)),

— trinatrijevem ortofosfatu (E 339(iii)),

— monokalijevem ortofosfatu (E 340 (i)),

— dikalijevem ortofosfatu (E 340 (ii)),

— trikalijevem ortofosfatu (E 340 (iii)).

2. **Definicija**

V vodi netopne snovi: vsebnost v vodi netopnih snovi, kakor je določena s predpisano metodo.

3. **Način**

Vzorec raztopimo v vodi in filtriramo skozi ustrezen porcelanski guč. Po izpiranju in sušenju ostanek stehtamo in izračunamo v vodi netopne snovi.

4. **Aparat**

4.1 Porcelanski guč, poroznost G 3 ali ekvivalent.

4.2 Eksikator, ki vsebuje sveže aktiviran silikagel z indikatorjem vsebnosti vode, ali drugo ustrezno sušilno sredstvo.

4.3 Sušilnik s termostatom pri 103 ± 2 °C.

4.4 Štiristomililitrska polipropilenska čaša.

4.5 Vrela vodna kopel.

5. **Postopek**

V polipropilensko čašo (4.4) stehtamo okoli 10 g vzorca fosfata z natančnostjo 10 mg in raztopimo v 100 ml vroče vode, ki naj 15 minut vre na vroči vodni kopeli (4.5). Raztopino filtriramo skozi predhodno očiščen, posušen in stehtan guč (4.1). Netopni ostanek speremo z vročo vodo. Postavimo guč z ostankom v sušilnik (4.3) in dve uri sušimo pri 103 ± 2 °C.

Postavimo guč v eksikator, pustimo, da se ohladi, in ga nato stehtamo.

Ponavljamo sušenje, ohlajanje in tehtanje toliko časa, da je razlika v teži dveh zaporednih tehtanj manjša od 0,5 mg. Če masa narašča, uporabimo za izračun najnižji odčitek.

6. **Navajanje rezultatov**

6.1 *Formula in metoda izračuna*

Vsebnost v vodi netopnih snovi v vzorcu je podana z:

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

pri čemer je:

m_1 = masa ostanka po sušenju, v gramih,

m_0 = masa stehtanega vzorca, v gramih.

6.2 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 10 mg na 100 g vzorca.

METODA 15

DOLOČANJE pH V ADITIVIH ZA ŽIVILA

1. **Obseg in območje uporabe**

Metoda opisuje splošna navodila, kako določiti pH v aditivih za živila.

2. **Definicija**

Vrednost pH aditiva za živila: vrednost pH, kakor je določna s predpisano metodo.

3. **Način**

Vrednost pH vodne raztopine raztopljenega ali redčenega vzorca določamo klasično s stekleno elektrodo, referenčno elektrodo in pH-metrom.

4. **Reagenti**

4.1 Umeri instrument z naslednjimi pufernimi raztopinami:

4.1.1 Puferna raztopina pH 6.88 pri 20 °C vsebuje enake volumske dele 0,05 mol/l kalijevega dihidrogenfosfata (KH_2PO_4) in 0,05 mol/l dinatrijevega hidrogenortofosfata dihidrata (Na_2HPO_4 x $2H_2O$).

4.1.2 Puferna raztopina pH 4 pri 20 °C vsebuje 0,05 mol/l kalijevega hidrogenftalata ($C_8H_5KO_4$).

4.1.3 Puferna raztopina pH 9,22 pri 20 °C vsebuje 0,05 mol/l natrijevega borata dekahidrata ($Na_2B_4O_7$ x 10 H_20).

4.2 Nasičen kalijev klorid ali raztopina 3 mol/l ali druga ustrezna raztopina, ki jo je predpisal proizvajalec elektrod za napolnitev referenčne elektrode.

4.3 Destilirana voda brez ogljikovega dioksida, ki ima pH med 5 in 6.

5. **Aparat**

5.1 pH-meter s točnostjo 0,01 enote pH.

5.2 Elektrode ali kombinirana steklena elektroda oziroma ena steklena in referenčna elektroda z ustreznim držalom za elektrode.

5.3 Magnetno mešalo z grelnim elementom.

5.4 Termometer, kalibriran na območju med 0 in 100 °C.

6. **Postopek**

6.1 *Standardizacija pH-metra*

Steklene elektrode je treba vstaviti po navodilih proizvajalca. Odčitavanje pH z elektrod je treba redno preverjati s primerjavo pufernih raztopin znanega pH.

Elektrode je treba oprati z vodo in jih rahlo obrisati z mehkim robčkom ali pa jih izpirati z vodo in nato dvakrat z raztopino naslednjega vzorca ali standardno raztopino, preden jih potopimo v naslednji vzorec oziroma standardno raztopino.

Če je vzorec za preskus kisel, je za preverjanje odčitavanja pH treba uporabiti puferni raztopini pH 4 (4.1.2) in pH 6,88 (4.1.1). Če je vzorec za preskus alkalen, je treba za preverjanje odčitavanja pH uporabiti puferni raztopini s pH 9,22 (4.1.3) in pH 6,88 (4.1.1).

6.2 *Merjenje vzorčne raztopine*

Koncentracija vzorca ali postopek za pripravo vzorca, ki ga je treba sprejeti, je postopek, predpisan v ustrezni direktivi Skupnosti o aditivih za živila.

Raztopino vzorca pripravimo po navodilih z destilirano vodo (4.3) in med mešanjem uravnamo na 20 °C. Ustavimo mešanje, namestimo steklene elektrode v raztopino in po dveh minutah zabeležimo pH s pH-metra (5.1).

7. **Navajanje rezultatov**

7.1 *Ponovljivost*

Razlika med rezultatoma dveh določitev, če ju izvede en analitik hkrati ali zaporedno eno za drugo na istem vzorcu in v enakih pogojih, ne sme presegati 0,05 enote pH.

8. **Opomba**

Ta metoda se uporablja le za tiste pH, predpisane v direktivah Skupnosti o aditivih za živila, pri katerih se aditiv raztopi v vodi ali razmeša z vodo.