31981L0712

10.9.1981 *ОФИЦИАЛЕН ВЕСТНИК НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ* L 257/1

ПЪРВА ДИРЕКТИВА НА КОМИСИЯТА
от 28 юли 1981 година
относно установяване на методите за анализ в Общността за контрол на критериите за чистота на някои хранителни добавки

(81/712/ЕИО)

КОМИСИЯТА НА ЕВРОПЕЙСКИТЕ ОБЩНОСТИ,

като взе предвид Договора за създаване на Европейската икономическа общност,

като взе предвид Директива на Съвета от 23 октомври 1962 г. за сближаване на законодателствата на държавите-членки относно оцветителите, разрешени за използване в храните, предназначени за консумация от човека [1], последно изменена с Директива 78/144/ЕИО [2], и по-специално член 11, параграф 2 от нея,

като взе предвид Директива 64/54/ЕИО на Съвета от 5 ноември 1963 г. за сближаване на законодателствата на държавите-членки относно консервантите, разрешени за използване в храните, предназначени за консумация от човека [3], последно изменена с Директива 79/40/ЕИО [4], и по-специално член 8, параграф 2 от нея,

като взе предвид Директива 70/357/ЕИО на Съвета от 13 юли 1970 г. за сближаване на законодателствата на държавите-членки относно антиоксидантите, разрешени за използване в храните, предназначени за консумация от човека [5], последно изменена с Директива 78/143/ЕИО [6], и по-специално член 5, параграф 2 от нея,

като има предвид, че тези разпоредби предвиждат общите и специфични критерии за чистота на тези добавки да бъдат контролирани според методите за анализ в Общността;

като има предвид, че е подходящо да се приеме първоначална серия методи, изследванията за които са приключили в срок;

като има предвид, че методите за анализ по настоящата директива съответстват на становището на Постоянния комитет по храните,

ПРИЕ НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

Член 1

Държавите-членки постановяват, че анализите, необходими за контрола на общите или специфичните критерии за чистота на някои хранителни добавки, се извършват в съответствие с методите, описани в приложение II, като тяхното приложно поле е определено в приложение I.

(1) ОВ 115, 11.11.1962 г., стр. 2645/62.
(2) ОВ L 44, 15.2.1978 г., стр. 20.
(3) ОВ 12, 27.1.1964 г., стр. 161/64.
(4) ОВ L 13, 19.1.1979 г., стр. 50.
(5) ОВ L 157, 18.7.1970 г., стр. 31.
(6) ОВ L 44, 15.2.1978 г., стр. 18.

Член 2

Държавите-членки въвеждат в сила законовите, подзаконовите и административните разпоредби, необходими за да се съобразят с настоящата директива, не по-късно от 20 февруари 1983 г. Те незабавно информират Комисията за това.

Член 3

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Съставено в Брюксел на 28 юли 1981 година.

За Комисията

Karl-Heinz NARJES

Член на Комисията

ПРИЛОЖЕНИЕ I

ПРИЛОЖНО ПОЛЕ НА МЕТОДИТЕ ЗА АНАЛИЗ В ОБЩНОСТТА ЗА КОНТРОЛ НА КРИТЕРИИТЕ ЗА ЧИСТОТА НА НЯКОИ ХРАНИТЕЛНИ ДОБАВКИ

I. УВОД

…

II. ОЦВЕТИТЕЛИ

II.1. Определяне на веществата, които се извличат с помощта на диетилов етер от сулфонирани органични оцветители, разтворими във вода, предназначени за консумация от човека. Приложение II, метод 1.

III. КОНСЕРВАНТИ

III.1. Определяне на мравчената киселина, формиатите и други окисляващи се примеси в оцетната киселина (Е 260), в калиевия ацетат (Е 261), в натриевия диацетат (Е 262) и в калциевия ацетат (Е 263). Приложение II, метод 2.

III.2. Определяне на нелетливите вещества в акриловата киселина (Е 280). Приложение II, метод 3.

III.3. Определяне на загубата на маса при изсушаване на натриевия нитрат (Е 250). Приложение II, метод 4.

III.4. Граничен тест за салицилова киселина в етил *p*-хидроксибензоат (Е 214), етил *p*-хидроксибензоат, натриев нитрат (Е 215), n-пропил *p*-хидроксибензоат (Е 216), n-пропил p-хидроксибензоат, натриев нитрат (Е 217), метил *p*-хидроксибензоат (Е 218) и метил *p*-хидроксибензоат, натриев нитрат(Е 219). Приложение II, метод 5.

III.5. Определяне на свободната оцетна киселина в натривия диацетат (Е 262). Приложение II, метод 6.

III.6. Определяне на натриев ацетат в натриевия диацетат (Е 262). Приложение II, метод 7.

III.7. Граничен тест за алдехиди в сорбиновата киселина (Е 200), в натриевите, калиеви и калциеви сорбати (Е 201, Е 202, Е 203) и в акриловата киселина (Е 280). Приложение II, метод 8.

IV. АНТИОКСИДАНТИ

IV.1. Определяне на прекисното число в лецитините (Е 322). Приложение II, метод 9.

IV.2. Определяне в лецитините (Е 322) на веществата, неразтворими в толуола. Приложение II, метод 10.

IV. 3. Граничен тест за определяне на редукторите в натриевите, калиевите и калциевите лактати (Е 325, Е 326, и Е 327). Приложение II, метод 11.

IV.4. Определяне на летливите киселини в ортофосфорната киселина (Е 338). Приложение II, метод 12.

IV.5. Граничен тест за определяне на нитрати в ортофосфорната киселина (Е 338). Приложение II, метод 13.

IV.6. Определяне на неразтворимите във вода вещества в моно- би- и три- натриеви ортофосфати и моно-, би- и три-калиеви ортофосфати (Е 339 i), Е 339 ii), 339 iii), Е 340i), Е 340 ii), Е 340iii)). Приложение II, метод 14.

V. ОБЩИ ХАРАКТЕРИСТИКИ

V.1. Определяне на pH в хранителните добавки. Приложение II, метод 15.

ПРИЛОЖЕНИЕ II

МЕТОДИ ЗА АНАЛИЗ, ОТНАСЯЩИ СЕ ДО КРИТЕРИИТЕ ЗА ЧИСТОТА НА ХРАНИТЕЛНИТЕ ДОБАВКИ

УВОД

1. **Подготовка на аналитичната проба**

1.1. *Общи характеристики*

Масата на лабораторната проба за анализ обикновено е 50 г, освен ако не е необходимо по-голямо количество за специфично определяне.

1.2. *Подготовка на пробата*

Пробата се хомогенизира преди анализа.

1.3. *Съхраняване*

Подготвената проба се съхранява във въздухонепроницаем и влагоустойчив контейнер по начин, предотвратяващ увреждане.

2. **Реактиви**

2.1. *Вода*

2.1.1. Ако е посочена вода за разтворите, за разрежданията или за измиванията, винаги става дума за дестилирана или за деминерализирана вода с поне еквивалентна чистота.

2.1.2. Ако са посочени „разтвор“ или „разреждане“, без да се уточнява реактивът, става дума за воден разтвор.

2.2. *Химикали*

Всички химикали са качествено аналитични реактиви, ако няма други уточнения.

3. **Апаратура**

3.1. *Списък на апаратурата*

В списъка на апаратурата са включени само апаратите със специално предназначение и с особени спецификации.

3.2. *Аналитична везна*

„Аналитична везна“ означава везна с чувствителност равна или превишаваща 0,1 мг

4. **Израз на резултатите.**

4.1. *Резултати*

Резултатът, записан в официалния доклад на анализа, представлява средната стойност, получена от поне две определения със задоволителна повтаряемост.

4.2. *Изчисляване на процента*

Ако не е постановено друго, резултатът се изразява като процент (m/m) от оригиналната проба, получена в лабораторията.

4.3. *Брой на изразителните числа*

Резултатът не трябва да съдържа повече изразителни числа, отколкото допуска уточняването на метода.

МЕТОД 1

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ВЕЩЕСТВАТА, КОИТО СЕ ИЗВЛИЧАТ С ПОМОЩТА НА ДИЕТИЛОВ ЕТЕР ОТ СУЛФОНИРАНИ ОРГАНИЧНИ ОЦВЕТИТЕЛИ В ХРАНИТЕ, РАЗТВОРИМИ ВЪВ ВОДА

1. **Предмет и приложно поле**

Методът позволява да се определят веществата, които се извличат с помощта на диетилов етер от сулфонирани органични оцветители, разтворими във вода, които не са били смесвани с основа.

2. **Дефиниция**

Съдържанието на вещества, които се извличат с помощта на диетилов етер, се определя чрез долуописания метод.

3. **Принцип**

Извлича се оцветителят с помощта на диетилов етер и се претегля сухият остатък след изпаряване на етера.

4. **Реактиви**

4.1. Диетилов етер, сух, без перокис (изсушен с помощта на прясно калциниран калциев двухлорид).

5. **Апаратура.**

5.1. Апарат на Сокслет с колба.

5.2. Ексикатор, съдържащ прясно активиран силикагел или еквивалентен дехидратант с индикатор за влага.

5.3. Аналитична везна.

5.4. Пещ с термостатно контролирана температура 85 ± 2 °C.

6. **Процедура**

Претегля се с точност до 10 мг около 10 г проба от оцветител върху парче хартиен филтър. Хартията се сгъва, слага се в хартиена тръба, която се запушва със сух суров памук. В продължение на шест част се извлича с диетилов етър (4.1) в Сокслетова колба (5.1). Етерът се изпарява при най-ниската възможна температура. Предварително премерената Сокслетова колба се поставя с остатъка в пещта (5.4). Изсушава се при 85 ± 2 °C в продължение на 20 минути. Остатъкът се оставя да изстине в ексикатора (5.2), покрит със стъкло на часовник и после се претеглят колбата и остатъкът.

Да се повтори сушенето и меренето, докато се получи разлика, по-малка от 0,5 мг от две последователни измервания. Ако се получи увеличение на масата, в изчисленията се отчита най-ниската измерена стойност.

7. **Изразяване на резултатите**

7.1. *Формула и начин на изчисление*

Съдържанието на веществата извличани с етер като процент от пробата е представено със следната формула:

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

където:

m_1 = масата в грамове на остатъка след изпаряването,

m_0 = първоначалната маса на взетата проба, изразена в грамове.

7.2. *Повтаряемост*

Разликата в резултатите от две паралелни определения, извършвани симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, не трябва да превишава 20 мг на 100 г проба.

МЕТОД 2

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА МРАВЧЕНАТА КИСЕЛИНА, ФОРМИАТИТЕ И ДРУГИ ОКИСЛЯВАЩИ СЕ ПРИМЕСИ В ОЦЕТНАТА КИСЕЛИНА (Е 260), КАЛИЕВИЯ АЦЕТАТ (Е 261), НАТРИЕВИЯ ДИАЦЕТАТ (Е 262) И КАЛЦИЕВИЯ АЦЕТАТ (Е 263)

1. **Предмет и приложно поле**

Настоящият метод позволява да се определи мравчената киселина, формиатите и другите окисляващи се примеси, изразени като мравчена киселина в:

— оцетната киселина (Е 260),

— калиевия ацетат (Е 261),

— натриевия ацетат (Е 262),

— калциевия ацетат (Е 263).

2. **Дефиниция**

Съдържанието на мравчена киселина, формиати и други окисляващи се примеси се определя с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Пробата за анализ се третира с излишък от стандартен калиев перманганат в основа, за да се получи манганов двуокис. Мангановият двуокис и излишъкът от калиевия перманганат се определят йодометрично в основа, а концентрацията на окисляващи се примеси се измерва и изразява в мравчена киселина.

4. **Реактиви**

4.1. Калиев йодид.

4.2. Калиев перманганат 0,02 мол/л.

4.3. Натриев карбонат (анхидрид).

4.4. Натриев тиосулфат 0,1 мол/л.

4.5. Разтвор от скорбяла (1 % м/v).

4.6. Разредена сярна киселина: 90 мл сярна киселина ($\rho_{20\ °C}$ = 1,84 г/мл) се прибавя към вода и се разрежда 1:1.

5. **Апаратура**

5.1. Вряща водна баня.

5.2. Аналитична везна.

6. **Процедура**

Ако пробата за анализ представлява свободна киселина, около 10 г от нея се претеглят с точност до 10 мг, разрежда се със 70 мл вода и се прибавя разтвор, съдържащ 10 г анхидритен натриев карбонат (4.3) в 30 мл вода. Ако пробата е съставена от соли, внимателно се претеглят около 10 г от нея с точност до 10 мг,разтваря се в 100 мл вода и се прибавя 1 г анхидритен натриев карбонат (4.3), като се разклаща до пълно разтваряне. Прибавят се 20 мл калиев перманганат 0,02 мол/л (4.2) и се загрява във вряща водна баня за около 15 минути. След охлаждане се прибавят 50 мл разредена сярна киселина (4.6) и 0,5 г калиев йодид (4.1). Сместа се разклаща докато утайката от мангановия двуокис се разтвори изцяло. Титрува се с 0,1 мол/л разтвор от натриев тиосулфат (4.4), докато сместа придобие бледожълт цвят. Прибавят се няколко капки разтвор от скорбяла (4.5) и се титрува докато разтворът се обезцвети напълно.

7. **Изразяване на резултатите**

7.1. *Формула и начин на изчисление*

Процентът мравчена киселина на формиатите и на другите окисляващи се примеси, изразен в мравчена киселина, се изчислява чрез следната формула:

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

където:

a = моларността на калиевия перманганат,

b = моларността на натриевия тиосулфат,

m_0 = първоначалната маса на взетата проба, изразена в грамове,

V = обема в мл на натриевия тиосулфат 0,1 мол/л, използван за титруването.

7.2. *Повтаряемост*

Разликата в резултатите от две паралелни определения, извършвани симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху една и съща проба, не трябва да превишава 5 мг на 100 г проба.

8. **Забележки**

8.1. Обем от 11,3 мл от 0,1 мол/л натриев тиосулфат е еквивалентен на 0,2 % мравчена киселина в 10 г проба.

8.2. При липса на формиат този обем е 20 мл, но при наличие на повече от 0,27 % (m/m) мравчена киселина, излишъкът на калиев перманганат ще е недостатъчен и ще се получи фиксирано количество от 8 мл. В такъв случай определянето се повтаря с по-малко количество проба.

МЕТОД 3

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА НЕЛЕТЛИВИТЕ ВЕЩЕСТВА В АКРИЛОВАТА КИСЕЛИНА (Е 280)

1. **Предмет и приложно поле**

Методът позволява да се определят нелетливите вещества в акриловата киселина (Е 280).

2. **Дефиниция**

Съдържанието на нелетливи вещества в акриловата киселина се определя с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Пробата се изпарява и изсушава при 103 ± 2 °C и остатъкът се определя гравиметрично.

4. **Апаратура**

4.1. Изпарителен уред от платина или кварц с достатъчна вместимост, за да побере 100 г проба.

4.2. Електрическа пещ с термостатно регулирана температура на 103 ± 2 °C.

4.3. Аналитична везна.

4.4. Вряща водна баня.

4.5. Ексикатор, съдържащ прясно активиран силикагел или еквивалентен дехидратант с индикатор за влага.

5. **Процедура**

Претегля се с точност до 0,1 г 100 г проба от акрилова киселина в предварително изсушен и премерен съд (4.1). Оставя се да се изпари във вряща водна баня в димящ котел (4.4). Когато цялата акрилова киселина се изпари, се поставя в пещ (4.2) при 103 ± 2 °C в продължение на един час. Поставя се в ексикатора и се оставя да изстине. Претегля се. Операцията се повтаря докато се получи разлика, по-малка от 0,5 мг от две последователни измервания. Ако се получи увеличение на масата, в изчисленията се отчита най-ниската измерена стойност.

6. **Изразяване на резултатите**

6.1. *Формула и начин на изчисление*

Съдържанието на нелетливи вещества в проценти от пробата се изразява чрез следната формула:

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

където:

m_1 = масата в грамове на остатъка след изпаряването,

m_0 = първоначалната маса на взетата проба, изразена в грамове.

6.2. *Повтаряемост*

Разликата в резултатите от двете паралелни определения, извършени симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху една и съща проба, не трябва да надвишава 5 мг за 100 г проба.

МЕТОД 4

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЗАГУБАТА НА МАСА ПРИ СЪХНЕНЕ НА НАТРИЕВ НИТРАТ (Е 250)

1. **Предмет и приложно поле**

Настоящият метод позволява да се определи загубата на маса при съхнене на натриев нитрат (Е 250).

2. **Дефиниция**

Съдържанието на влага в натриевия нитрат е загубата на маса при съхнене, получена с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Определянето на загубата на маса при съхнене се постига чрез затопляне в пещ при 103 ± 2 °C; измерване и изчисление на загубата на маса.

4. **Апаратура**

4.1. Електрическа пещ с термостатно регулирана температура на 103 ± 2 °C.

4.2. Стъклен плоскодънен съд с диаметър 60 до 80 мм и с дълбочина поне 25 мм, с неприлепващ капак.

4.3. Ексикатор, съдържащ прясно активиран силикагел или еквивалентен дехидратант с индикатор за влага.

4.4. Аналитична везна.

5. **Процедура**

Маха се капакът на стъкления съд (4.2) и съдът и капакът се поставят в продължение на един час в пещта (4.1), загрята до 103 ± 2 °C. Поставя се капакът върху съда (4.2) и се оставят в ексикатора (4.3), докато изстинат до стайна температура. Покритият съд се претегля (4.2) с точност до 10 мг. Претегля се с точност до 10 мг около 10 г от пробата в покрития съд. Маха се капакът и съдът и капакът се поставят за един час в пещта (4.1),

загрята до 103 ± 2 °C. Отново се поставя капакът и съдът се оставя да изстине до стайна температура в ексикатора (4.3). Претегля се с точност до 10 мг. Повтарят се последните три операции (загряване, изстудяване и претегляне), докато се получи разлика, по-малка от 10 мг, от две последователни измервания. Ако се получи увеличение на масата, в изчисленията се отчита най-ниската измерена стойност.

6. **Изразяване на резултатите**

6.1. *Формула и начин на изчисление*

Загубата на маса при сушене като процент маса от пробата се изразява чрез следната формула:

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

където:

m_1 = масата на съда, изразена в грамове,

m_2 = масата, изразена в грамове, на съда и пробата преди изсъхване,

m_3 = масата на съда и пробата след изсъхване, изразена в грамове.

6.2. *Повтаряемост*

Разликата в резултатите на две паралелни определяния, извършени симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, не трябва да превишава 100 мг на 100 г проба.

МЕТОД 5

ГРАНИЧЕН ТЕСТ ЗА ОПРЕДЕЛЯНЕ НА САЛИЦИЛОВАТА КИСЕЛИНА В ЕТИЛ *p*-ХИДРОКСИБЕНЗОАТ (Е 214), ЕТИЛ *p*-ХИДРОКСИБЕНЗОАТ, НАТРИЕВ НИТРАТ (Е 215), *n*-ПРОПИЛ *p*-ХИДРОКСИБЕНЗОАТ (Е 216) *n*-ПРОПИЛ *p*-ХИДРОКСИБЕНЗОАТ, НАТРИЕВ НИТРАТ (Е 217), МЕТИЛ *p*-ХИДРОКСИБЕНЗОАТ (Е 218) И МЕТИЛ *p*-ХИДРОКСИБЕНЗОАТ НАТРИЕВ НИТРАТ (Е 219)

1. **Предмет и приложно поле**

Методът позволява да се определи наличието на салицилова киселина в етил *p*-хидроксибензоат (Е-214), *n*-пропил *p*-хидроксибензоат (Е-216), метил *p*-хидроксибензоат (Е -218) и техните соли (Е 215, Е217 и Е 219).

2. **Дефиниция**

Граничният тест за салицилова киселина е определен с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Реакцията на разтвора, съдържащ салицилова киселина, произвежда при наличие на амониевожелезен (III) сулфат виолетово оцветяване, чиято интензивност се сравнява с тази на референтния разтвор.

4. **Реактиви**

4.1. Разтвор от амониевожелезен (III) сулфат 0, 2 % (m/v), който се приготвя от 0,2 г амониевожелезен (III) сулфат додеканов хидрат в 50 мл вода, прибавят се 10 мл азотна киселина, 10 % (v/v) и се разтваря в 100 мл вода.

4.2. Етанол 95 % (v/v).

4.3. Разтвор от салицилова киселина 0,1 г/л.

4.4. Сярна киселина 1 мол/л.

5. **Апаратура**

5.1. Неслеров цилиндър, градуиран до 50 мл, с общ обем - около 60 мл.

6. **Процедура**

6.1. *Проби от етил,* n-*пропил и метил* p-*хидроксибензоат*

6.1.1. Претегля се 0,1 г проба с точност до 1 мг и се разтваря в 10 мл етанол 95 % (v/v) (4.2). Сместа се изсипва в Неслеров цилиндър (5.1) и се допълва до 50 мл с вода. Разклаща се и се добавя 1мл разтвор от амониевожелезния (III) сулфат (4.1). Разклаща се отново и се оставя да почива 1 минута.

6.1.2. Подготвя се сравнителен разтвор по начина, описан в 6.1.1., като се използва 1 мл разтвор от салицилова киселина (4.3) вместо пробата.

6.1.3. Сравнява се оцветяването на пробата с оцветяването на сравнителната проба.

6.2. *Проби от натриеви соли от етил,* n-*пропил и метил* p-*хидроксибензоат*

6.2.1. Повтаря се операцията по 6.1.1., като се окислява до pH 5 с помощта на 1 мол/л азотна киселина (4.4) преди разтварянето до 50 мл.

6.2.2. Повтаря се 6.1.2.

6.2.3. Повтаря се 6.1.3.

7. **Изразяване на резултатите**

7.1. *Разчитане на граничния тест*

Ако червеникаво-виолетовият цвят на пробния разтвор е по-наситен от цвета на разтвора в сравнителната епруветка, тестът е положителен и пробата съдържа повече от 0,1 % салицилова киселина.

7.2. *Чувствителност*

Границата на доказване на теста е 30 мг салицилова киселина в 100 г проба.

7.3. *Наблюдения*

Резултатите от двата гранични теста, извършени симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, трябва да са идентични.

МЕТОД 6

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА СВОБОДНАТА ОЦЕТНА КИСЕЛИНА В НАТРИЕВИЯ ДИАЦЕТАТ (Е 262)

1. **Предмет и приложно поле**

Методът позволява да се определи оцетната киселина в натриевия диацетат (Е262).

2. **Дефиниция**

Съдържанието на оцетната киселина се определя с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Директно титруване на оцетната киселина в проба на разтвор от стандартен натриев хидроокис и фенолфталеинов индикатор.

4. **Реактиви**

4.1. Фенолфталеинов разтвор 1 % (м/v) в етанол.

4.2. Натриев хидроокис 1 мол/л.

5. **Апаратура**

5.1. Аналитична везна.

6. **Процедура**

Претеглят се 3 г проба с точност до 1 мг и се разтваря в около 50 мл вода. Добавят се 3 капки разтвор от фенолфталениеновия индикатор (4.1) и се титрува с 1 мол/л натриев хидроокис (4.2), докато червеното оцветяване се задържи в продължение на пет секунди.

7. **Изразяване на резултатите**

7.1. *Формула и начин на изчисление*

Съдържанието на оцетна киселина, изразено като процент от пробата, се определя чрез следната формула:

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

където:

V = обема в милилитри на разтвора от натриев хидроокис (4.2), използван за титруване,

c = моларността на разтвора от натриев хидроокис в мол/л,

m_0 = първоначалната маса на взетата проба, изразена в грамове.

7.2. *Повтаряемост*

Разликата в резултатите от две паралелни определения, извършени симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, не трябва да превишава 500 мг за 100 г проба.

8. **Забележка**

Получава се обем от 20 мл, когато 3 г проба, съдържаща 40 % оцетна киселина, се титруват с 1 мол/л натриев хидроокис.

МЕТОД 7

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА НАТРИЕВ АЦЕТАТ В НАТРИЕВИЯ ДИАЦЕТАТ (Е 262)

1. **Предмет и приложно поле**

Методът определя натриевия ацетат и водата, изразена като ацетат, в натриевия диацетат (Е 262).

2. **Дефиниция**

„Съдържание на натриевия ацетат“: съдържанието на натриевия ацетат и водата, изразена като натриев ацетат, с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Пробата се разтваря в кристална оцетна киселина преди титруване със стандартна перхлорна киселина, използвайки кристалвиолет като индикатор.

4. **Реактиви**

4.1. Кристална оцетна киселина $\rho_{20\ °C}$ = 1,049гр/мл (за неводно титруване).

4.2. Кристалвиолет, CI № 42555 разтворен индикатор, 0,2 % (м/v) в кристалната оцетна киселина.

4.3. Калиев хидрогенфталат $C_8\ H_5\ KO_4$.

4.4. Оцетен анхидрид $(CH_3\ CO)_2O$.

4.5. Перхлорна киселина, 0,1 мол/л в кристалната оцетна киселина: подготвена и стандартизирана както следва:

Претеглят се P г разтвор от перхлорна киселина в 1000 мл мерителна колба, запушена със запушалка от прешлифовано стъкло. Количеството P се изчислява по формулата:

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

където: m е концентрацията в % (m/m) перхлорна киселина, определена чрез алкалиметрично титруване (70 до 72 % (m/m) киселина е най-подходящата). Прибавят се около 100 мл кристална оцетна киселина и след това Q г оцетен анхидрид на малки порции, като сместа се разбърква и охлажда по време на добавянето. Количеството може да се изчисли по следната формула:

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

където: P = концентрацията от перхлорна киселина, a = концентрацията в % m/m от оцетния анхидрид. Колбата се запушва и остава да престои 24 часа на тъмно, после се прибавя достатъчно кристална оцетна киселина, за да се получи 1000 мл разтвор. Така полученият разтвор е практически безводен. Разтворът се стандартизира с калиев хидрогенфталат както следва:

Внимателно се претегля с точност до 0,1 мг около 0,2 г калиев хидрогенфталат, изсушен предварително в продължение на 2 часа при 110 °C и се разтваря в 25 мл кристална оцетна киселина в колба за титруване, като внимателно се загрява. Охлажда се, прибавят се две капки 0,2 % (m/m) разтвор кристалвиолет (4.2) в кристална оцетна киселина и се титрува с разтвора от перхлорна киселина, докато цветът на индикатора стане бледозелен. Извършва се празно титруване със същото количество разтворител и стойността на празното титруване се изважда от действителното определение. Всеки 20,42 мг натриев хидрогенфталат е равен на 1 мл от 0,1 мол/л перхлорна киселина.

5. **Апаратура**

5.1. Аналитична везна.

6. **Процедура**

Претеглят се с точност до 0, 5 мг около 0, 2 г от пробата и се разреждат в 50 мл кристална оцетна киселина (4.1). Добавят няколко капки разтвор от индикатор кристалвиолет (4.2) и се титрува до еквивалентен пункт в светлозелено, с помощта на 0,1 мол/л перхлорна киселина (4.5).

7. **Изразяване на резултатите**

7.1. *Формула и начин на изчисление*

Съдържанието на натриев ацетат, според дефиницията в точка 2 (дефиниция), изразено под формата на тегловен процент от пробата, е определено както следва:

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

където:

V = обема в мл на използваната стандартизирана перхлорна киселина (4.5),

c = моларността на разтвора от перхлорна киселина (4,5),

m_0 = първоначалната маса в грамове от взетата проба.

7.2. *Повтаряемост*

Разликата в резултатите от две паралелни определяния, извършени симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, не трябва да превиша 1,5 г за 100 г проба.

8. **Наблюдения**

Реактивите, използвани при този метод, са токсични и експлозивни и с тях трябва да се борави предпазливо.

МЕТОД 8

ГРАНИЧЕН ТЕСТ ЗА ОПРЕДЕЛЯНЕ НА АЛДЕХИДИТЕ В СОРБИНОВАТА КИСЕЛИНА (Е 200), В НАТРИЕВИТЕ, КАЛИЕВИ И КАЛЦИЕВИ СОРБАТИ (Е 201, Е 202, Е 203) И В АКРИЛОВАТА КИСЕЛИНА (Е 280)

1. **Предмет и приложно поле**

Методът позволява да се определят алдехидите, изразени като формалалдехиди в:

— сорбиновата киселина (Е 200),

— натриевите, калиеви и калциеви сорбати (Е 201, Е 202, Е 203),

— акриловата киселина (Е 280).

2. **Дефиниция**

„Проявяване на концентрацията на граничния тест за алдехиди“: резултатите от граничния тест се определят с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Алдехидите в разтвора за проба и формалдехида в сравнителния разтвор реагират на Шифов реактив, за да произведат комплекси, оцветени в червено, чиято интензивност се сравнява.

4. **Реактиви**

4.1. Стандартен разтвор формалдехид (0,01 мг/мл), изготвен чрез разреждане на концентриран разтвор формалдехид (400 мг/мл).

4.2. Шифов реактив.

5. **Процедура**

5.1. Претегля се с точност до 1 мг около 1 г проба, прибавят се 100 мл вода и се разклаща. При необходимост разтворът се филтрира, 1 мл от филтрата или от разтвора от пробата се третира с 1 мл Шифов реактив (4.2). Същевременно 1 мл сравнителен разтвор формалдехид се третира с 1 мл Шифов реактив (4.2).

5.2. Сравнява се оцветяването на пробния разтвор с оцветяването на сравнителния разтвор.

6. **Изразяване на резултатите**

6.1. *Интерпретация на граничния тест*

Ако червеният цвят в епруветката на пробния разтвор е по-силен от този на сравнителния разтвор, тестът е положителен и пробата съдържа повече от 0,1 % алдехиди, извлечени като формалдехиди.

6.2. *Чувствителност*

Границата на доказване на теста е 30 мг формалдехид в 100 г проба.

6.3. *Наблюдения*

Резултатите от двата паралелни гранични теста, провеждани симултанно, при същите условия, от един и същ анализатор, върху една и съща проба, трябва да бъдат идентични.

МЕТОД 9

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ПРЕКИСНОТО ЧИСЛО В ЛЕЦИТИНИТЕ (Е 322)

1. **Предмет и приложно поле**

Методът позволява да се определи прекисното число в лецитините (Е 322).

2. **Дефиниция**

„Прекисно число в лецитините“: постигнатият резултат се определя чрез долуописания метод.

3. **Принцип**

Окисляване на калиев йодид чрез лецитинов прекис и титруване на освободения йод с помощта на стандартен натриев тиосулфатен разтвор.

4. **Реактиви**

4.1. Кристална оцетна киселина.

4.2. Хлороформ.

4.3. Калиев йодид.

4.4. Натриев тиосулфат 0,1 мол/л или 0,01 мол/л.

4.5. Разтвор от скорбяла (около 1 % m/v).

5. **Апаратура**

5.1. Аналитична везна.

5.2. Апарат, съставен от (виж схемата).

5.2.1. Облодънна 100 мл колба.

5.2.2. Дефлегматор.

5.2.3. Стъклена тръба с дължина 250 мм, с вътрешен диаметър 22мм, запушена със стъклени щифтове.

5.2.4. Микрочаша (с външен диаметър 20 мм и височина от 35 до 50 мм).

6. **Процедура**

6.1. Поставят се 10 мл кристална оцетна киселина (4.1.) и 10 мл хлороформ (4.2) в 100 мл колба (5.2.1). Монтира се стъклената туба (5.2.3) и дефлегматора(5.2.2) и сместа се кипва бавно в продължение на две минути, за да се изтласка изцяло разреденият въздух. Разтваря се 1 г калиев йодид (4.3) в 1,3 мл вода и сместа се добавя в колбата (5.2.1), без да се спира кипенето.

Ако на този етап се появи жълто оцветяване, съединението се изхвърля и процедурата се повтаря с нови реактиви.

6.2. Претегля се с точност до 1 мг около 1 г проба и след още две минути кипене претеглената проба се прибавя в колбата (5.2.1), без да се спира кипенето. За тази цел пробата се поставя в микро-чашата (5.2.4), която се спуска през тръбата (5.2.3) с помощта на стъклена пръчица, чийто край е оформен съгласно схемата. Дефлегматорът (5.2.2) може да бъде изключен по време на тази кратка операция. Кипенето продължава още три до четири минути. Спира се затоплянето и веднага се изключва дефлегматорът (5.2.2). Бързо се добавят 50 мл вода през стъклената тръба (5.2.3). Изважда се стъклената тръба (5.2.3) и колбата (5.2.1) се изстудява до стайна температура на чешмата. Титрува се с натриев тиосулфат (0,1 мол/л или 0,01 мол/л (4.4), докато водният слой се оцвети в бледо жълто. Добавя се 1 мл разтвор от скорбяла (4.5) и титруването продължава до изчезване на синия цвят. Колбата (5.2.1) се разклаща добре по време на титруването с цел цялостното извличане на йода от неводния слой.

6.3. Празна титрувана стойност се постига чрез повтаряне на процедурите 6.1 и 6.2 без добавяне на проба.

7. **Изразяване на резултатите**

7.1. *Формула и начин на изчисление*

Прекисното число в пробата, изразено в милиеквиваленти на килограм, се постига както следва:

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

където:

V_1 = обема в милилитри на тиосулфатния разтвор, необходим за титруването на пробата (6.2),

V_2 = обема в милилитри на тиосулфатния разтвор, необходим за празното титруване,

a = концерацията от натриев тиосулфатен разтвор в мол/л,

m_0 = първоначалната маса в грамове от взетата проба.

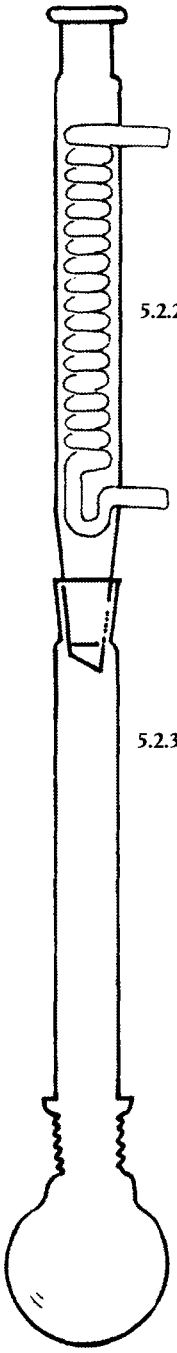
7.2. *Повтаряемост*

Разликата в резултатите от две паралелни определения, извършени симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, не трябва да превишава 0,5, изразено като прекисно число в милиеквиваленти за килограм проба.

8. **Наблюдения**

8.1. Изборът на използваната концентрация от натриев тиосулфат зависи от антиципираната титрувана стойност. Ако е необходимо по-малко от 0,5 мл от 0,1 мол/л натриев тиосулфат, определянето се повтаря с 0,01 мол/л натриев тиосулфат.

8.2. Определянето не се извършва на силна светлина.



5.2.2. Дефлегматор

5.2.3. Стъклена тръба

— дължина: 250 мм

— вътрешен диаметър: 22 мм

5.2.1. Облодънна колба (100 мл)



5.2.4. Микрочаша

— външен диаметър: 20 мм

— височина: от 35 до 50 мм

Апарат за определяне на прекисното число в лецитините

МЕТОД 10

ОПРЕДЕЛЯНЕ В ЛЕЦИТИНИТЕ (Е 322) НА ВЕЩЕСТВА, НЕРАЗТВОРИМИ В ТОЛУОЛА

1. **Предмет и приложно поле**

Методът позволява да се определят в лецитините (Е 322) веществата, неразтворими в толуола.

2. **Дефиниция**

„Съдържанието на вещества, неразтворими в толуола“: съдържанието на вещества, неразтворими в толуола, се определя с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Филтриране на примесите, неразтворими в толуол и изсушаване на остатъка.

4. **Реактиви**

4.1. Толуол.

5. **Апаратура**

5.1. Синтерован стъклен съд с 30 мл капацитет, с порозитет G 3 или сходен.

5.2. Електрическа сушилня с термостатно регулирана температура на 103 ± 2 °C.

5.3. Водна баня, чиято температура не надвишава 60 °C.

5.4. Ексикатор с прясно активиран силикагел или еквивалентен дехидратант с индикатор за влага.

5.5. Конусообразна колба от 500 мл.

5.6. Вакуумна помпа.

5.7. Аналитична везна.

6. **Процедура**

6.1. Синтерованият съд (5.1) се изсушава в сушилнята при 103 ± 2 °C (5.2). Премества се в ексикатора (5.4) и се оставя да изстине. Съдът и остатъкът се претеглят, когато изстинат.

6.2. Пробата от лецитините се смесва напълно, като ако необходимо се загрява във водна баня (5.3). Претеглят се с точност до 1 мг, около 10 г проба и се поставят в конусообразната колба (5.5). Прибавят се 100 г толуол (4.1) и се разклаща, докато цялото количество лецитин се разтвори. Сместа се филтрира през синтерования стъклен съд (5.1). Конусообразната колба (5.5) се измива с 25 мл толуол (4.1), като водата от измиването се изтича през съда (5.1). Процедурата се повтаря с още 25 мл толуол (4.1). Излишният толуол се отстранява от съда (5.1) чрез всмукване.

6.3. Съдът (5.1) се суши в в електрическа сушилня (5.2) при 103 ± 2 °C за около два часа. Поставя се в ексикатора (5.4) и се остава да изстине. Съдът и остатъкът се претеглят, когато изстинат.

6.4. Повтаря се 6.3, докато разликата в теглото от две последователни измервания не надвишава 0, 5 мг

Ако се получи увеличение на масата, в изчисленията се отчита най-ниската измерена стойност.

7. **Изразяване на резултатите**

7.1. *Формула и начин на изчисление*

Съдържанието на неразтворими вещества в толуол се изразява както следва:

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

където:

m_1 = масата в грамове на празния съд (6.1.),

m_2 = масата в грамове на съда и остатъка(6.4),

m_0 = първоначалната маса в грамове от взетата проба.

7.2. *Повтаряемост*

Разликата в резултатите между две паралелни определяния, когато се извършват симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, не трябва да превишава 30 мг за 100 г проба.

МЕТОД 11

ГРАНИЧЕН ТЕСТ ЗА ОПРЕДЕЛЯНЕ НА РЕДУКТОРИТЕ В НАТРИЕВИТЕ, КАЛИЕВИ И КАЛЦИЕВИ ЛАКТАТИ (Е 325, Е 326, Е 327)

1. **Предмет и приложно поле**

Тестът позволява качествено определяне на редукторите във:

— натриевия лактат (Е 325),

— калиевия лактат (Е 326),

— калциевия лактат (Е 327).

2. **Дефиниция**

„Определяне на концентрацията на редуктори при граничния тест“: резултатите от граничния тест се определят с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Фелинговият разтвор се редуцира от вещества с проявени редукторни свойства. Тези вещества са обикновено редукторни захари.

4. **Реактиви**

4.1. Фелингов разтвор А: 6,93 г петостепенен хидрат меден сулфат се разтварят във вода и се допълва до 100 мл с вода.

4.2. Фелингов разтвор В: 34,6 г натриевокалиев тартарат и 10 г натриев хидроокис се разтварят във вода и допълват до 100 мл с вода.

5. **Процедура**

Внимателно се претегля около 1 г проба с точност до 1 мг, и се разтваря в 10 мл топла вода. Добавят се 2 мл фелингов разтвор А (4.1) и 2 мл фелингов разтвор В (4.2); сместа се кипва за една минута и се отбелязва моментът на промяната на оцветяването. Утаяването на калциев сулфат, което понякога се наблюдава, не влияе на резултатите.

6. **Изразяване на резултатите**

6.1. *Интерпретация на граничния тест*

Ако след кипежа настъпи промяна в оцветяването (5), тестът е положителен и доказва наличие на редуктори.

6.2. *Чувствителност*

Границата на установяване на редуктори е 100 мг глюкоза за 100 г проба.

6.3. *Наблюдения*

6.3.1. Резултатите от двата гранични теста, провеждани симултанно, при същите условия, от един и същ анализатор, върху една и съща проба, трябва да бъдат идентични.

6.3.2. Фелинговите разтвори реагират при наличие на 2 % глюкоза в пробата.

МЕТОД 12

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА ЛЕТЛИВИТЕ КИСЕЛИНИ В ОРТОФОСФОРНАТА КИСЕЛИНА (Е 338)

1. **Предмет и приложно поле**

Методът позволява да се определят летливите киселини, извлечени като оцетна киселина в ортофосфорната киселина (338).

2. **Дефиниция**

„Съдържание на летливите киселини“: съдържанието на летливите киселини, изразени като оцетна киселина, се определят с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Добавя се вода към пробата и разтворът се дестилира. Дестилатът се титрува със стандартен разтвор от натриев хидроокис като киселинността се изчислява и изразява в оцетна киселина.

4. **Реактиви**

4.1. Фенолфталеинов разтвор 1 % (м/v) в етанол.

4.2. Натриев хидроокис 0,01 мол/л.

5. **Апаратура**

5.1. Дестилационен апарат със спрей.

6. **Процедура**

Претеглят се с точност до 50 мг около 60 г проба и така претеглената проба и 75 мл преварена изстудена вода се поставят в дестилационната колба, на която е монтиран спрей (5.1). Смесва се; около 50 мл се дестилира.

Дестилатът се титрува със стандартен 0,01 мол/л натриев хидроокис (4.2) и фенолфталеинов разтвор (4.1) като индикатор. Титруването продължава докато червеното оцветяване на разтвора се задържи 10 секунди.

7. **Изразяване на резултатите**

7.1. *Формула и начин на изчисление*

Съдържанието на летливи киселини, изразено в мг на килограм оцетна киселина, се представя както следва:

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

където:

V = обема в милилитри 0.01 мол/л разтвор натриев хидроокис за неутрализиране,

m_0 = маса в грамове от ортофосфорна киселинна проба.

7.2. *Повтаряемост*

Разликата в резултатите между две паралелни определяния, извършени симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, не трябва да превишава 1 мг за 100 г проба.

МЕТОД 13

ГРАНИЧЕН ТЕСТ ЗА НИТРАТИ В ОРТОФОСФОРНАТА КИСЕЛИНА (Е 338)

1. **Предмет и приложно поле**

Този метод позволява да се определят нитратите в ортофосфорната киселина (Е 338).

2. **Дефиниция**

„Съдържание на нитрати“: съдържанието на нитрати, изразено като натриев нитрат, се определя с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Пробата се прибавя към разтвор от индигокармин в концентрирана сярно киселинна среда. Синьото оцветяване се отстранява от окислители включително и нитрати.

4. **Реактиви**

4.1. Индигокарминов разтвор 0,18 % (м/v): 0,18 г натриево индигова сол се разтваря във вода и се долива 100 мл вода.

4.2. Разтвор от натриев хлорид 0,05 % (м/v).

4.3. Концентрирана сярна киселина (ρ_{20} = 1,84 г/мл).

5. **Процедура**

Премерват се 2 мл проба и се разтварят до 10 мл с разтвор от натриев хлорид (4.2). Добавя се 0,1 мл разтвор от индигрокармин (4.1), бавно се добавя 10 мл концентрирана сярна киселина (4.3), като същевременно се охлажда. Отбелязва се дали оцветяването на разтвора в синьо се задържа пет минути.

6. **Изразяване на резултатите**

6.1. *Интерпретация на граничния тест*

Ако синьото оцветяване се изличи след пет минути, тестът е положителен и съдържанието на окислители, изразено като натриев нитрат, надвишава 5 мг/кг.

6.2. *Наблюдения*

6.2.1. Осъществява се контролен тест с празна проба.

6.2.2. Резултатите от две паралелни определяния, извършени симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, трябва да бъдат идентични.

6.2.3. Използва се разтвор от индигрокармин, произведен преди по-малко от 60 дни.

6.2.4. Ако резултатът е положителен, пробата може да съдържа нитрати и други окислители и тестът трябва да се повтори с помощта на Метод 3709 ISO (1976 г.) „Фосфорна киселина за промишлени нужди (включително храни) — определяне на окиси с азотно съдържание — 3,4 ксиленол спектрометричен метод“.

МЕТОД 14

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА НЕРАЗТВОРИМИТЕ ВЪВ ВОДА ВЕЩЕСТВА В МОНО- БИ- И ТРИ- НАТРИЕВИ ОРТОФОСФАТИ И МОНО-, БИ- И ТРИ- КАЛИЕВИ ОРТОФОСФАТИ (Е 339 i), Е 339 ii), 339 iii), Е 340i), Е 340 ii) И Е 340iii))

1. **Предмет и приложно поле**

Методът позволява да се определят неразтворимите във вода вещества, намиращи се в:

— моно-натриевия ортофосфат (Е 339 i)),

— би-натриевия ортофосфат (Е 339 ii)),

— три-натриевия ортофосфат (Е 339 iii)),

— моно-калиевия ортофосфат (Е 340 i)),

— би-натриевия ортофосфат (Е 340 ii)),

— три-натриевия ортофосфат (Е 340 iii)).

2. **Дефиниция**

Съдържанието на неразтворимите във вода вещества се определя с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Пробата се разтваря във вода и се филтрира в подходящ порцеланов съд. След измиване и изсушаване, остатъкът се измерва и изчислява като неразтворими във вода вещества.

4. **Апаратура**

4.1. Синтерован порцеланов съд, с порозитет G 3 или еквивалентен.

4.2. Ексикатор, съдържащ прясно активиран силикагел с индикатор за влага или еквивалентен дехидратант.

4.3. Пещ с термостатно регулирана температура на 103 ± 2 °C.

4.4. Полипропиленова чаша, 400 мл.

4.5. Вряща водна баня.

5. **Процедура**

Претеглят се около 10 г проба фосфат с точност до 10 мг и се разрежда с 100 мл топла вода, като се достига кипеж в полипропиленовата чаша (4.4) и се оставя във водната баня (4.5) за около 15 минути. Разтворът се филтрира през предварително изчистен, изсушен и претеглен съд (4.1) Неразтворимият остатък се измива с топла вода. Съдът с остатъка се поставя в пещта (4.3) и се изсуша ва при 103 ± 2 °C в продължение на два часа.

Съдът се поставя в ексикатора, за да изстине и се претегля.

Сушенето, изстиването и претеглянето се повтарят докато разликата от две поредни измервания не надвишава 0,5 мг. Ако се получи увеличение на масата, в изчисленията се отчита най-ниската измерена стойност.

6. **Изразяване на резултатите**

6.1. *Формула и начин на изчисление*

Съдържанието на неразтворимите във вода вещества в пробата се изразява както следва:

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

където:

m_1 = масата в грамове на остатъка след изсушаване,

m_0 = масата в грамове от взетата проба.

6.2. *Повтаряемост*

Разликата в резултатите от две паралелни определяния, извършени симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, не трябва да превишава 10 мг за 100 г проба.

МЕТОД 15

ОПРЕДЕЛЯНЕ НА pH НА ХРАНИТЕЛНИТЕ ДОБАВКИ

1. **Предмет и приложно поле**

Методът дава общите насоки за това как да се определи pH на хранителните добавки.

2. **Дефиниция**

pH на хранителните добавки: стойността на pH се определя с помощта на долуописания метод.

3. **Принцип**

Стойността на pH на воден разтвор от разредена или суспендирана проба обикновено се определя с помощта на стъклен електрод, референтен електрод и pH-метър.

4. **Реактиви**

4.1. Инструментът се калибрира с помощта на буферни разтвори:

4.1.1. Буферен разтвор pH 6,88 при 20 °C, състоящ се от равни количества 0,05 мол/л натриев фосфатен дихидроводород (KH_2P0_4) и 0,05 мол/л бинатриев водороден ортофосфатен дихидрат ($Ha_2HP0_4 \cdot 2H_20$).

4.1.2. Буферен разтвор pH 4 при 20 °C, състоящ се от калиев хидрогенфталат($C_8H_5K0_4$).

4.1.3. Буферен разтвор pH 9,22 при 20 °C, състоящ се от натриев борат ($Ha_2\ B_4O_7 \cdot 10H_20$).

4.2. Сатуриран или 3 мол/л разтвор от натриев хлорид или подходящ разтвор, предписан от производителя, с който се запълва референтният електрод.

4.3. Дестилирана вода, без въглероден двуокис, с pH между 5 и 6.

5. **Апаратура**

5.1. pH-метър с точност 0,01 pH единици.

5.2. Електроди, или комбиниран стъклен електрод, или единичен стъклен и референтен електрод със съответните грайфери.

5.3. Магнетичен смесител с нагревател.

5.4. Термометър, разграфен от 0 до 100 °C.

6. **Процедура**

6.1. *Стандартизация на pH-метъра*

Стъклените електроди се употребяват съгласно указанията на производителя. Разчитането на pH-електродите се контролира редовно като се сравнява с буферните разтвори, чието pH е известно.

Електродите се измиват с вода и внимателно се избърсват в мек плат или се изплакват с вода и след това още два пъти със стандартен разтвор преди да се потопят в следващия стандартен разтвор, който ще се използва.

Ако разглежданата проба има киселинен pH, буферните разтвори, използвани за контрол на pH разчитането, трябва да са с pH 4 (4.1.2) и с pH 6,88 (4.1.1). Ако пробата, която се контролира има алкално pH, използваните буферни разтвори трябва да са с pH 9,22 (4.1.3) и pH 6,88 (4.1.1.).

6.2. *Измерване на пробния разтвор*

Концентрацията на пробата, която ще се използва, или процедурата за заготовка на пробата трябва да съответстват на Директивата на Общността за хранителните добавки.

Пробният разтвор се подготвя според инструкциите, като се използва дестилирана вода (4.3) и се разбърква докато се постигне температура 20 °C. Бъркането се прекратява и в разтвора се поставят стъклените електроди (5.2.); след две минути pH се отчита с помощта на pH-метъра.(5.1).

7. **Изразяване на резултатите**

7.1. *Повторяемост*

Разликата в резултатите от две паралелни определяния, извършени симултанно, при едни и същи условия, от един и същ анализатор, върху същата проба, не трябва да превишава 0,05 pH единици.

8. **Забележка**

Методът се прилага само за pH изискванията, залегнали в директивите на Общността за хранителните добавки, ако хранителните добавки се разтварят или суспендират във вода.