31981L0712

PRIMA DIRECTIVĂ A COMISIEI
din 28 iulie 1981
de stabilire a metodelor comunitare de analiză pentru controlul purității anumitor aditivi care se utilizează în produsele alimentare

(81/712/CEE)

COMISIA COMUNITĂȚILOR EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Economice Europene,

având în vedere Directiva Consiliului de apropiere a legislațiilor statelor membre privind coloranții autorizați pentru utilizare în produsele alimentare destinate consumului uman din 23 octombrie 1962 ([1]), astfel cum a fost modificată ultima dată prin Directiva 78/144/CEE ([2]), în special articolul 11 alineatul (2),

având în vedere Directiva 64/54/CEE a Consiliului privind apropierea legislațiilor statelor membre cu privire la conservanții autorizați pentru utilizare în produsele alimentare destinate consumului uman din 5 noiembrie 1963 ([3]), astfel cum a fost modificată ultima dată prin Directiva 79/40/CEE ([4]), în special articolul 8 alineatul (2),

având în vedere Directiva 70/357/CEE a Consiliului privind apropierea legislativă a statelor membre cu privire la antioxidanții autorizați pentru utilizare în produsele alimentare destinate consumului uman din 13 iulie 1970 ([5]), astfel cum a fost modificată ultima dată prin Directiva 78/143/CEE ([6]), în special articolul 5 alineatul (2),

întrucât dispozițiile menționate anterior prevăd stabilirea metodelor comunitare de analiză pentru verificarea satisfacerii criteriilor generale și specifice de puritate de către aditivii menționați anterior;

întrucât ar trebui să se adopte o primă serie de metode pentru care au fost finalizate studiile;

întrucât măsurile prevăzute de prezenta directivă sunt în conformitate cu avizul Comitetului permanent pentru produse alimentare,

ADOPTĂ PREZENTA DIRECTIVĂ:

Articolul 1

Statele membre impun ca analizele necesare pentru verificarea satisfacerii criteriilor generale și specifice de puritate de către anumiți aditivi utilizați în produsele alimentare să se efectueze în conformitate cu metodele prevăzute în anexa II, al căror domeniu de aplicare este prevăzut în anexa I.

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

Articolul 2

Statele membre pun în aplicare actele cu putere de lege și actele administrative necesare pentru a se conforma prezentei directive până la 20 februarie 1983. Statele membre informează de îndată Comisia cu privire la aceasta.

Articolul 3

Prezenta directivă se adresează statelor membre.

Adoptată la Bruxelles, 28 iulie 1981.

Pentru Comisie

Karl-Heinz NARJES

Membru al Comisiei

ANEXA I

DOMENIUL DE APLICARE A METODELOR COMUNITARE DE ANALIZĂ PENTRU VERIFICAREA SATISFACERII CRITERIILOR DE PURITATE DE CĂTRE ANUMIȚI ADITIVI UTILIZAȚI ÎN PRODUSELE ALIMENTARE

I. INTRODUCERE

.....

II. COLORANȚI

II.1. Determinarea substanțelor extractibile cu dietil eter din coloranții organici sulfonați solubili în apă utilizați în alimente, prin metoda 1 din anexa II.

III. CONSERVANȚI

III.1. Determinarea acidului formic, formiaților și a altor impurități oxidabile din acidul acetic (E 260), acetatul de potasiu (E 261), diacetatul de sodiu (E 262) și acetatul de calciu (E 263) prin metoda 2 din anexa II.

III.2. Determinarea substanțelor nevolatile din acidul propionic (E 280) prin metoda 3 din anexa II.

III.3. Determinarea pierderii de masă la uscarea nitritului de sodiu (E 250) prin metoda 4 din anexa II.

III.4. Analiză pentru verificarea concentrației limită a acidului salicilic din etil *p*-hidroxibenzoat (E 214), sarea de sodiu a etil *p*-hidroxibenzoatului (E 215), *n*-propil *p*-hidroxibenzoat (E 216), sarea de sodiu a *n*-propil *p*-hidroxibenzoatului (E 217), metil *p*-hidroxibenzoat (E 218) și sarea de sodiu a metil *p*-hidroxibenzoatului (E 219) prin metoda 5 din anexa II.

III.5. Determinarea acidului acetic liber din diacetatul de sodiu (E 262) prin metoda 6 din anexa II.

III.6. Determinarea acetatului de sodiu din diacetatul de sodiu (E 262) prin metoda 7 din anexa II.

III.7. Analiză pentru verificarea concentrației limită a aldehidei din acidul sorbic (E 200) din sorbații de sodiu, potasiu și calciu (E 201, E 202, E 203) și din acidul propionic (E 280) prin metoda 8 din anexa II.

IV. ANTIOXIDANȚI

IV.1. Determinarea numărului de grupe peroxidice din lecitine (E 322) prin metoda 9 din anexa II.

IV.2. Determinarea substanțelor insolubile în toluen din lecitine (E 322), prin metoda 10 din anexa II.

IV.3. Analiză pentru verificarea concentrației limită a substanțelor reducătoare din lactații de sodiu, potasiu și calciu (E 325, E 326 și E 327) prin metoda 11 din anexa II.

IV.4. Determinarea acizilor volatili din acidul ortofosforic (E 338) prin metoda 12 din anexa II.

IV.5. Analiză pentru verificarea concentrației limită a nitraților din acidul ortofosforic (E 338) prin metoda 13 din anexa II.

IV.6. Determinarea substanțelor insolubile în apă din ortofosfații mono-, di- și trisodici și ortofosfații mono-, di- și tripotasici [E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii), E 340(iii)] prin metoda 14 din anexa II.

V. ASPECTE GENERALE

V.1. Determinarea pH-ului aditivilor alimentari prin metoda 15 din anexa II.

ANEXA II

METODE DE ANALIZĂ PENTRU CONTROLUL PURITĂȚII ADITIVILOR ALIMENTARI

INTRODUCERE

1. Prepararea probei de analiză

1.1. *Generalități*

Masa probei de laborator pentru analiză trebuie să fie în mod normal de 50 g, cu excepția cazului în care este necesară o cantitate mai mare pentru o determinare specifică.

1.2. *Prepararea probei*

Proba se omogenizează înainte de analiză.

1.3. *Păstrare*

Proba preparată se păstrează întotdeauna într-un recipient etanș la aer și umiditate și se depozitează astfel încât să se împiedice deteriorarea.

2. Reactivi

2.1. *Apa*

2.1.1. Dacă se menționează utilizarea apei pentru dizolvare, diluare sau spălare, se prevede apă distilată sau demineralizată, cu o puritate cel puțin echivalentă.

2.1.2. Dacă se menționează termenii „dizolvare” sau „diluare” fără alte indicații referitoare la reactivi, se prevede o soluție apoasă.

2.2. *Substanțe chimice*

Toate substanțele chimice trebuie să fie reactivi puri pentru analiză, cu excepția cazului în care există alte specificații.

3. Aparatura

3.1. *Lista aparaturii*

Lista aparaturii conține numai articolele utilizate în acel scop și articolele specificate în mod special.

3.2. *Balanța analitică*

Balanța analitică reprezintă o balanță cu o precizie de 0,1 mg sau mai mare.

4. Exprimarea rezultatelor

4.1. *Rezultatele*

Rezultatele consemnate în buletinul oficial de analiză reprezintă valoarea medie a cel puțin două determinări cu reproductibilitate satisfăcătoare.

4.2. *Calcularea procentelor*

Dacă nu se prevede altfel, rezultatele se exprimă în procente raportate la masa probei originale primite la laborator.

4.3. *Numărul cifrelor semnificative*

Numărul cifrelor semnificative din rezultatul exprimat este în funcție de precizia metodei.

METODA 1

DETERMINAREA SUBSTANȚELOR EXTRACTIBILE CU ETER ETILIC DIN COLORANȚII ORGANICI SULFONAȚI SOLUBILI ÎN APĂ DESTINAȚI PRODUSELOR ALIMENTARE

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea substanțelor extractibile cu eter etilic din coloranții organici sulfonați solubili în apă, care nu au fost amestecați cu nici un suport.

2. **Definiția**

Substanțe extractibile cu eter etilic: conținutul de substanță, care se determină prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Se extrage colorantul cu eter etilic și se cântărește reziduul extras după evaporarea eterului.

4. **Reactivii**

4.1. Eter etilic, anhidru, fără peroxid (deshidratat cu clorură de calciu proaspăt calcinată)

5. **Aparatura**

5.1. Aparat Soxhlet cu balon.

5.2. Exsicator, care conține gel de silice proaspăt activat sau un agent deshidratant echivalent, cu un indicator al conținutului de apă.

5.3. Balanță analitică.

5.4. Etuvă termostatată la 85 ± 2 °C.

6. **Modul de lucru**

Se cântăresc, cu o precizie de 10 mg, aproximativ 10 g din proba de colorant, pe o bucată de hârtie de filtru. Se împătureşte hârtia, se introduce într-un cartuş de hârtie care se închide cu puţină vată degresată. Se extrage timp de şase ore cu eter etilic (4.1) într-un aparat de extracţie Soxhlet (5.1). Se evaporă eterul la cea mai joasă temperatură posibilă. Balonul Soxhlet cu reziduul respectiv, cântărit în prealabil, se introduce în etuvă (5.4) la 85 ± 2 °C timp de 20 de minute pentru uscare. Balonul se transferă într-un exsicator (5.2), se acoperă cu un capac etanș și se lasă să se răcească. Se cântărește balonul cu reziduul.

Se repetă uscarea și cântărirea până când diferența dintre două cântăriri succesive este mai mică de 0,5 mg. Dacă masa crește, se utilizează în calcul cea mai mică valoare înregistrată.

7. **Exprimarea rezultatelor**

7.1. *Formula și metoda de calcul*

Conținutul substanțelor extractibile cu eter, exprimat în procente raportate la masa probei, se determină cu formula:

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

unde:

m_1 = masa reziduului după evaporare, în grame;

m_0 = masa inițială a probei analizate, în grame.

7.2. *Reproductibilitatea*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau într-o succesiune rapidă pentru aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 20 mg la o probă de 100 g.

METODA 2

DETERMINAREA ACIDULUI FORMIC, FORMIAȚILOR ȘI A ALTOR IMPURITĂȚI OXIDABILE DIN ACIDUL ACETIC (E 260), ACETATUL DE POTASIU (E 261), DIACETATUL DE SODIU (E 262) ȘI ACETATUL DE CALCIU (E 263)

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea acidului formic, formaților și a altor impurități oxidabile, care se exprimă sub formă de acid formic, din:

— acidul acetic (E 260);

— acetatul de potasiu (E 261);

— diacetatul de sodiu (E 262);

— acetatul de calciu (E 263).

2. **Definiția**

Conținut de acid formic, formiați și alte impurități oxidabile: conținutul de acid formic, formiați și alte impurități oxidabile, care se determină prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Proba, sub formă de soluție, se tratează cu permanganat de potasiu standard în exces, în condiții alcaline, pentru a obține bioxid de mangan. Bioxidul de mangan și permanganatul de potasiu în exces se determină iodometric în condiții acide și concentrația de impurități se calculează și se exprimă sub formă de acid formic.

4. **Reactivii**

4.1. Iodură de potasiu

4.2. Permanganat de potasiu, 0,02 mol/l

4.3. Carbonat de sodiu (anhidru)

4.4. Tiosulfat de sodiu, 0,1 mol/l

4.5. Soluție de amidon (aproximativ 1 % m/v)

4.6. Acid sulfuric diluat: se adaugă 90 ml de acid sulfuric (ρ_{20} = 1,84 g/ml) în apă și se diluează la 1 litru

5. **Aparatura**

5.1. Baie de apă în fierbere.

5.2. Balanță analitică.

6. **Metoda de lucru**

Dacă proba de analizat este acidul liber, se cântărește, cu o precizie de 10 mg, o cantitate de aproximativ 10 g de probă, care se diluează cu 70 ml de apă și se adaugă o soluție ce conține 10 g de carbonat de sodiu anhidru (4.3) în 30 ml de apă. Dacă proba este o sare, se cântărește, cu o precizie de 10 mg, o cantitate de aproximativ 10 g de probă și se dizolvă în 100 ml de apă. Se adaugă 1 g de carbonat de sodiu anhidru (4.3) și se agită până la dizolvare. Se adaugă 20 ml de permanganat de potasiu 0,02 mol/l (4.2) și se încălzește pe baie de apă, la temperatura de fierbere, timp de 15 minute. Se răcește amestecul. Se adaugă 50 ml de acid sulfuric diluat (4.6) și 0,5 g de iodură de potasiu (4.1). Se agită amestecul până când precipitatul de dioxid de mangan se dizolvă din nou. Se titrează cu tiosulfat de sodiu 0,1 mol/l (4.4) până când soluția se colorează în galben pal. Se adaugă câteva picături de soluție de amidon (4.5) și se continuă titrarea până când soluția devine incoloră.

7. **Exprimarea rezultatelor**

7.1. *Formula și metoda de calcul*

Procentul de acid formic, formiați și alte impurități oxidabile, exprimate ca acid formic, se calculează cu formula:

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

unde:

a = molaritatea permanganatului de potasiu;

b = molaritatea tiosulfatului de sodiu;

m_0 = masa inițială a probei prelevate, în grame;

V = volumul tiosulfatului de sodiu 0,1 mol/l utilizat în titrare, în mililitri.

7.2. *Reproductibilitate*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau într-o succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 5 mg la o probă de 100 g.

8. **Observații**

8.1. Un volum de 11,3 ml de tiosulfat de sodiu 0,1 mol/l este echivalent cu 0,2 % de acid formic într-o probă de 10 g.

8.2. Dacă nu este prezent nici un formiat, volumul necesar este dE 20 ml, dar dacă există mai mult de 0,27 % (m/m) acid formic, există și un exces insuficient de permanganat de potasiu și se obține un volum minim fix de 8 ml. În acest caz, se repetă determinarea cu o cantitate mai mică de probă.

METODA 3

DETERMINAREA SUBSTANȚELOR NEVOLATILE DIN ACIDUL PROPIONIC (E 280)

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea substanțelor nevolatile din acidul propionic (E 280).

2. **Definiția**

Conținutul de substanțe nevolatile din acidul propionic: conținutul de substanțe nevolatile, care se determină prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Proba se supune evaporării și apoi uscării la 103 ± 2 °C și se cântărește reziduul.

4. **Aparatura**

4.1. Vas de evaporare, din silice sau platină, suficient de mare pentru a conține 100 g de probă.

4.2. Etuvă electrică, termostatată la 103 ± 2 °C.

4.3. Balanță analitică.

4.4. Baie de apă, la temperatura de fierbere.

4.5. Exsicator care conține gel de silice proaspăt activat sau un agent de deshidratare echivalent, cu un indicator al conținutului de apă.

5. **Modul de lucru**

Se cântărește, cu o precizie de 0,1 g, o cantitate de 100 g de probă de acid propionic într-un vas uscat și cântărit în prealabil (4.1). Se evaporă pe baie de apă, la temperatura de fierbere (4.4), sub nișă. Când se evaporă toată cantitatea de acid propionic, se introduce într-o etuvă (4.2) la 103 ± 2 °C timp de o oră. Se introduce într-un exsicator să se răcească și apoi se cântărește. Se repetă operațiile de încălzire, răcire și cântărire până când diferența dintre două cântăriri succesive este mai mică de 0,5 mg. Dacă masa crește, se utilizează în calcul valoarea cea mai mică înregistrată.

6. **Exprimarea rezultatelor**

6.1. *Formula și metoda de calcul*

Conținutul de substanțe nevolatile, calculat în procente față de masa probei, se obține cu formula:

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

unde:

m_1 = masa reziduului după evaporare, în grame;

m_0 = masa inițială a probei prelevate, în grame.

6.2. *Reproductibilitatea*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau în succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 5 mg la 100 g de probă.

METODA 4

DETERMINAREA PIERDERII DE MASĂ LA USCAREA NITRITULUI DE SODIU (E 250)

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea pierderii de masă la uscarea nitritului de sodiu (E 250).

2. **Definiția**

Conținutul de umiditate a nitritului de sodiu: pierderea de masă la uscare, care se determină prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Pierderea de masă la uscare se obține prin încălzire într-o etuvă la 103 ± 2 °C, cântărire și calcularea pierderii de masă.

4. **Aparatura**

4.1. Etuvă electrică, termostatată la 103 ± 2 °C.

4.2. Fiolă de cântărire cu fund plat, din sticlă, cu diametrul de 60 - 80 mm și o adâncime de cel puțin 25 mm, cu capac rodat.

4.3. Exsicator care conține gel de silice proaspăt activat sau un agent deshidratant echivalent, cu un indicator al conținutului de apă.

4.4. Balanță analitică.

5. **Modul de lucru**

Se ia capacul de pe fiola de cântărire (4.2) și se încălzesc vasul și capacul în etuvă (4.1) la 103 ± 2 °C timp de o oră. Se înlocuiește capacul, se introduce fiola (4.2) cu capac în exsicator (4.3) și se lasă să se răcească la temperatura camerei. Se cântărește fiola cu capac (4.2) cu o precizie de 10 mg. Se cântărește, cu o precizie de 10 mg, o cantitate de aproximativ 10 g de probă în fiola acoperită. Se scoate capacul și se introduc atât

fiola, cât și capacul în etuvă (4.1) timp de o oră la 103 ± 2 °C. Se înlocuiește capacul și se lasă fiola acoperită să se răcească la temperatura camerei în exsicator (4.3). Se cântărește cu o precizie de 10 mg. Se repetă încălzirea, răcirea și cântărirea până când diferența dintre două cântăriri succesive este mai mică de 10 mg. Dacă masa crește, cea mai mică valoare înregistrată se utilizează în calcul.

6. **Exprimarea rezultatelor**

6.1. *Formula și metoda de calcul*

Pierderea de masă la uscare, calculată în procente în raport cu masa probei, se obține cu formula:

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

unde:

m_1 = masa fiolei, în grame;

m_2 = masa fiolei cu proba înainte de uscare, în grame;

m_3 = masa fiolei cu proba după uscare, în grame.

6.2. *Reproductibilitatea*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau în succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 100 mg la 100 g de probă.

METODA 5

ANALIZĂ PENTRU VERIFICAREA CONCENTRAȚIEI LIMITĂ A ACIDULUI SALICILIC DIN ETIL *p*-HIDROXIBENZOAT (E 214), SAREA DE SODIU A ETIL *p*-HIDROXIBENZOATULUI (E 215), *n*-PROPIL *p*-HIDROXIBENZOAT (E 216), SAREA DE SODIU A *n*-PROPIL *p*-HIDROXIBENZOATULUI (E 217), METIL *p*-HIDROXIBENZOAT (E 218) ȘI SAREA DE SODIU A METIL *p*-HIDROXIBENZOATULUI (E 219)

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite detectarea acidul salicilic din etil *p*-hidroxibenzoat (E 214), *n*-propil *p*-hidroxibenzoat (E 216) și metil *p*-hidroxibenzoat (E 218) și sărurile de sodiu ale acestora (E 215, E 217 și E 219).

2. **Definiția**

Detectarea concentrației limită a acidului salicilic: rezultatul verificării concentrației limită, realizate prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Se produce o colorare violetă în urma reacției dintre sulfatul de fier (III) și amoniu cu soluția unei probe. Intensitatea colorării se compară cu aceea produsă de o soluție etalon.

4. **Reactivii**

4.1. Soluție de sulfat de fier (III) și amoniu, 0,2 % m/v. Se prepară prin dizolvarea a 0,2 g de sulfat de fier (III) și amoniu, hidratat cu 12 molecule de apă, în 50 ml de apă, se adaugă 10 ml de acid azotic 10 % v/v și se diluează cu apă până la 100 ml

4.2. Etanol, 95 % v/v

4.3. Soluție de acid salicilic, 0,1g/l

4.4. Acid sulfuric, 1 mol/l

5. **Aparatura**

5.1. Cilindri Nessler, gradați la 50 ml. Volum total de aproximativ 60 ml.

6. **Modul de lucru**

6.1. *Probe de etil, n-propil și metil p-hidroxibenzoat*

6.1.1. Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, o cantitate de 0,1 g de probă și se dizolvă în 10 ml de etanol de concentrație de 95 % v/v (4.2). Se transferă soluția într-un cilindru gradat Nessler (5.1) și se diluează cu apă până la 50 ml. Se agită și se adaugă 1 ml de soluție de sulfat de fier (III) și amoniu (4.1) sub agitare. Se lasă să se liniștească timp de un minut.

6.1.2. Se prepară o soluție etalon în același timp, prin repetarea procedeului de la punctul 6.1.1, dar se înlocuiește cantitatea de 0,1 g de probă cu 1 ml de soluție de acid salicilic (4.3).

6.1.3. Se compară coloranția soluției de probă cu cea a soluției etalon.

6.2. *Probe de săruri de sodiu ale etil, n-propil și metil p-hidroxibenzoatului.*

6.2.1. Se repetă procedeul de la punctul 6.1.1, se acidifiază până la pH 5 prin utilizarea acidului sulfuric 1 mol/l (4.4) înainte de diluarea până la 50 ml.

6.2.2. Se repetă procedura de la punctul 6.1.2.

6.2.3. Se repetă procedura de la punctul 6.1.3.

7. **Exprimarea rezultatelor**

7.1. *Interpretarea verificării concentrației limită*

Dacă coloranția roșu-violet, care apare în eprubeta cu soluția de probă, este mai intensă decât aceea care apare în soluția etalon, rezultatul verificării este pozitiv și conținutul de acid salicilic din probă este mai mare de 0,1 %.

7.2. *Sensibilitatea*

Limita de detecție a analizei este de 30 mg de acid salicilic pentru 100 g de probă.

7.3. *Observații*

Rezultatele a două analize de verificare a concentrației limită efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, în aceleași condiții, trebuie să fie identice.

METODA 6

DETERMINAREA ACIDULUI ACETIC LIBER DIN DIACETATUL DE SODIU (E 262)

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea acidului acetic din diacetatul de sodiu (E 262).

2. **Definiția**

Conținutul de acid acetic: conținutul de acid acetic, care se determină prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Titrarea directă a acidului acetic din probă cu soluție standard de hidroxid de sodiu și indicator fenolftaleină.

4. **Reactivii**

4.1. Soluție de fenolftaleină 1 % (m/v) în etanol

4.2. Hidroxid de sodiu, 1 mol/l

5. **Aparatura**

5.1. Balanță analitică.

6. **Modul de lucru**

Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, o cantitate de 3 g de probă și se dizolvă în aproximativ 50 de ml de apă. Se adaugă două sau trei picături de soluție de indicator fenolftaleină (4.1) și se titrează cu hidroxid de sodiu 1 mol/l (4.2) până când o coloratie roșie persistă timp de cinci secunde.

7. **Exprimarea rezultatelor**

7.1. *Formula și metoda de calcul*

Conținutul de acid acetic, în procente în raport cu masa probei, se calculează cu formula:

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

unde:

V = volumul soluției de hidroxid de sodiu (4.2) necesar, în mililitri;

c = concentrația soluției de hidroxid de sodiu, în mol/l;

m_0 = masa inițială a probei prelevate, în grame.

7.2. *Reproductibilitatea*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau în succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 500 mg pentru 100 g de probă.

8. **Observație**

Un volum de 20 ml se obține prin titrarea a 3 g de probă, ce conține 40 % acid acetic, cu hidroxid de sodiu 1 mol/l.

METODA 7

DETERMINAREA ACETATULUI DE SODIU DIN DIACETATUL DE SODIU (E 262)

1. **Obiectul şi domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea acetatului de sodiu și a apei, care se exprimă prin acetatul de sodiu din diacetatul de sodiu (E 262).

2. **Definiția**

Conținut de acetat de sodiu: conținutul de acetat de sodiu și apă, exprimat prin acetatul de sodiu care se determină prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Proba se dizolvă în acid acetic glacial, înainte de titrarea cu acid percloric etalon, utilizând violetul cristal ca indicator.

4. **Reactivii**

4.1. Acid acetic glacial $\rho_{20\ °C}$ = 1,049 g/ml (pentru titrări neapoase)

4.2. Violet cristal, soluție de indicator nr. 42555 CI, 0,2 % (m/v) în acid acetic glacial

4.3. Ftalat acid de potasiu, $C_8H_5KO_4$

4.4. Anhidridă acetică $(CH_3CO)_2O$

4.5. Acid percloric, 0,1mol/l în acid acetic glacial. Acesta trebuie să se prepare și să se etaloneze după cum urmează:

Se cântăresc P g de acid percloric într-un flacon volumetric de 1 000 ml cu dop rodat. Cantitatea P se calculează după formula:

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

în care m este concentrația (procente m/m) acidului percloric, determinată prin titrare alcalimetrică (cea mai indicată concentrație de acid este de 70 - 72 % m/m). Se adaugă aproximativ 100 ml de acid acetic glacial și apoi o cantitate, Q g, de anhidridă acetică în porțiuni mici succesive, sub agitare și răcire continuă a amestecului. Cantitatea Q se poate calcula după formula:

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

unde P este cantitatea cântărită de acid percloric și a este concentrația (procente m/m) anhidridei acetice. Se pune dopul la balon și se lasă timp de 24 de ore la întuneric; se adaugă apoi o cantitate suficientă de acid acetic glacial pentru a obține 1 000 ml de soluție. Soluția astfel preparată este practic anhidră. Se etalonează soluția în raport cu ftalatul acid de potasiu, conform procedeului descris în continuare:

Se cântărește, cu o precizie de 0,1 mg, o cantitate de 0,2 g de ftalat acid de potasiu, uscat în prealabil la 110 °C timp de două ore și se dizolvă în 25 ml de acid acetic glacial într-un flacon de titrare, încălzind ușor. Se răcește, se adaugă două picături de soluție de violet cristal 0,2 % (m/m) (4.2) în acid acetic glacial și se titrează cu soluția de acid percloric până când culoarea indicatorului virează în verde deschis. Se face o titrare martor prin utilizarea aceluiași volum de solvent și se scade valoarea martorului din valoarea obținută la determinarea reală. Fiecare 20,42 mg de ftalat acid de potasiu este echivalentul a 1 ml de acid percloric 0,1 mol/l.

5. **Aparatura**

5.1. Balanță analitică.

6. **Modul de lucru**

Se cântărește, cu o precizie de 0,5 mg, o cantitate de 0,2 g de probă și se dizolvă în 50 ml de acid acetic glacial (4.1). Se adaugă câteva picături de soluție indicator violet cristal (4.2) și se titrează până la punctul de obținere a culorii verde-pal, prin utilizarea acidului percloric 0,1mol/l etalon (4.5).

7. **Exprimarea rezultatelor**

7.1. *Formula și metoda de calcul*

Conținutul de acetat de sodiu, conform definiției de la punctul 2, exprimat în procente în raport cu greutatea probei, se obține cu următoarea formulă:

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

unde:

V = volumul acidului percloric etalon (4.5) utilizat, în mililitri;

c = molaritatea soluției de acid percloric (4.5);

m_0 = masa inițială a probei prelevate, în grame.

7.2. *Reproductibilitatea*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau în succesiune imediată pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 1,5 mg pentru 100 g de probă.

8. **Observații**

Reactivii utilizați în această metodă sunt toxici și explozivi și necesită o manipulare atentă.

METODA 8

ANALIZĂ PENTRU VERIFICAREA CONCENTRAȚIEI LIMITĂ A ALDEHIDELOR DIN ACIDUL SORBIC (E 200) DIN SORBAȚII DE SODIU, POTASIU ȘI CALCIU (E 201, E 202, E 203) ȘI DIN ACIDUL PROPIONIC (E 280)

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite detectarea aldehidelor, care se exprimă în formaldehidă, din:

— acidul sorbic (E 200);

— sorbații de sodiu, potasiu și calciu (E 201, E 202 și E 203);

— acidul propionic (E 280).

2. **Definiția**

Detectarea concentrației limită a aldehidelor: rezultatul verificării concentrației limită, efectuate prin metoda specifică.

3. **Principiul metodei**

Aldehidele din soluția de analizat și formaldehida dintr-o soluție etalon reacționează cu reactivul Schiff pentru a produce complecși de culoare roșie și se compară intensitățile acestei culori din cele două soluții.

4. **Reactivii**

4.1. Soluție etalon de formaldehidă (0,01 mg/ml): se prepară prin diluarea unei soluții concentrate de formaldehidă (400 mg/ml)

4.2. Reactiv Schiff

5. **Modul de lucru**

5.1. Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, o cantitate de 1 g de mostră, se adaugă la 100 ml de apă și se agită. Se filtrează soluția, dacă este necesar, și se tratează 1 ml de filtrat sau soluție de probă cu 1 ml de reactiv Schiff (4.2). În același timp, se tratează 1 ml de soluție etalon de formaldehidă (4.1) cu 1 ml de reactiv Schiff (4.2).

5.2. Se compară culoarea soluției probei cu cea a soluției etalon.

6. **Exprimarea rezultatelor**

6.1. *Interpretarea testului*

Dacă culoarea roșie care apare în eprubeta ce conține soluția probei este mai intensă decât cea care apare în eprubeta cu soluție etalon, rezultatul verificării este pozitiv și proba conține mai mult de 0,1 % aldehide, exprimate în formaldehidă.

6.2. *Sensibilitate*

Limita de detectare a acestei verificări este de 30 mg de formaldehidă la 100 g de probă.

6.3. *Observații*

Rezultatele a două verificări ale concentrațiilor limită efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, în aceleași condiții, trebuie să fie identice.

METODA 9

DETERMINAREA INDICELUI DE PEROXID AL LECITINELOR (E 322)

1. **Obiectul şi domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea indicelui de peroxid al lecitinelor (E 322).

2. **Definiția**

Indicele de peroxid al lecitinelor: rezultatul obținut prin aplicarea metodei specificate.

3. **Principiul metodei**

Oxidarea iodurii de potasiu de către peroxizii din lecitină și titrarea iodului eliberat cu o soluție etalon de tiosulfat de sodiu.

4. **Reactivii**

4.1. Acid acetic glacial

4.2. Cloroform

4.3. Iodură de potasiu

4.4. Tiosulfat de sodiu, 0,1 mol/l sau 0,01 mol/l

4.5. Soluție de amidon (aproximativ 1 % m/v)

5. **Aparatura**

5.1. Balanță analitică.

5.2. Aparatura prezentată în figură, care constă din:

5.2.1. balon cu fundul rotund, 100 ml;

5.2.2. refrigerent;

5.2.3. tub de sticlă, cu lungimea de 250 mm și diametrul interior de 22 mm, prevăzut cu racorduri rodate;

5.2.4. micro pahar de laborator (diametrul exterior de 20 mm și înălțimea de 35 - 50 mm).

6. **Modul de lucru**

6.1. Se toarnă 10 ml de acid acetic glacial (4.1) și 10 ml de cloroform (4.2) în balonul de 100 ml (5.2.1). Se montează tubul de sticlă (5.2.3) și refrigerentul (5.2.2) și se fierbe ușor amestecul timp de două minute pentru a se elimina tot aerul dizolvat. Se dizolvă 1 g de iodură de potasiu (4.3) în 1,3 ml de apă și se adaugă această soluție la amestecul din balon (5.2.1), având grijă să nu se întrerupă fierberea.

Dacă apare o culoare galbenă în această fază, determinarea trebuie respinsă și se repetă prin utilizarea unor reactivi proaspeți.

6.2. Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, aproximativ 1 g de probă și, după două minute de fiert, se adaugă proba cântărită la conținutul din balon (5.2.1), având grijă din nou să nu se întrerupă fierberea. În acest scop, se recomandă ca proba să fie introdusă într-un micro pahar (5.2.4) care poate fi coborât prin tubul de sticlă (5.2.3) cu o baghetă de sticlă, al cărei capăt a fost adaptat ca în figură. Refrigerentul (5.2.2) poate fi înlăturat un timp scurt. Se continuă fierberea trei – patru minute. Se oprește încălzirea și se demontează imediat refrigerentul (5.2.2). Se adaugă repede 50 ml de apă prin tubul de sticlă (5.2.3). Se înlătură tubul de sticlă (5.2.3) și se răcește balonul (5.2.1) la temperatura camerei sub un jet de apă. Se titrează cu tiosulfat de sodiu (0,1 mol/l sau 0,01 mol/l) (4.4) până când stratul apos devine gălbui. Se adaugă 1 ml de soluție de amidon (4.5) și se continuă titrarea până când se obține culoarea albastră. În timpul titrării, se agită balonul (5.2.1) pentru a asigura extragerea completă a iodului din stratul neapos.

6.3. Se obține o valoare a titrării martor prin repetarea procedurilor complete 6.1 și 6.2, dar fără să se adauge proba.

7. **Exprimarea rezultatelor**

7.1. *Formula și metoda de calcul*

Indicele de peroxid al probei, în miliechivalenți pe kilogram, se obține cu formula:

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

unde:

V_1 = volumul soluției de tiosulfat necesar pentru titrarea probei (6.2), în mililitri;

V_2 = volumul soluției de tiosulfat necesar pentru titrarea oarbă (6.3), în mililitri;

a = concentrația soluției de tiosulfat de sodiu, în mol/l;

m_0 = masa inițială a probei prelevate, în grame.

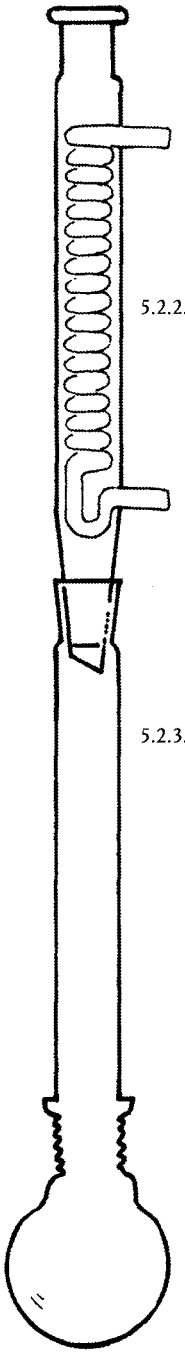
7.2. *Reproductibilitatea*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau în succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 0,5 (din valoarea indicelui de peroxid în miliechivalenți la 1 kg de probă).

8. **Observații**

8.1. Alegerea concentrației tiosulfatului de sodiu utilizat depinde de valoarea anticipată a titrării. Dacă sunt necesari mai puțin de 0,5 ml de tiosulfat de sodiu 0,1 mol/l, se repetă determinarea cu tiosulfat de sodiu 0,01 mol/l.

8.2. Se recomandă ca determinarea să nu se realizeze la lumină puternică.



5.2.2. Refrigerent

5.2.3. Tub de sticlă:

— lungimea: 250 mm

— diametrul interior: 22 mm

5.2.1. Balon cu fund rotund (100 ml)



5.2.4. Micro pahar:

— diametrul exterior: 20 mm

— înălțimea: 35 - 50 mm

Aparatură pentru determinarea indicelui de peroxid al lecitinelor

METODA 10

DETERMINAREA SUBSTANȚELOR INSOLUBILE ÎN TOLUEN DIN LECITINE (E 322)

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea substanțelor insolubile în toluen din lecitine (E 322).

2. **Definiția**

Conținut de substanțe insolubile în toluen: conținutul de substanțe insolubile în toluen, care se determină prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Proba se dizolvă în toluen, se filtrează și reziduul se usucă și se cântărește.

4. **Reactivii**

4.1. Toluen

5. **Aparatura**

5.1. Creuzet din sticlă sinterizată, cu o capacitate de 30 ml, cu porozitate G 3 sau echivalentă.

5.2. Etuvă electrică pentru uscare, termostatată la 103 ± 2 °C.

5.3. Baie de apă, reglată la o temperatură de maximum 60 °C.

5.4. Exsicator care conține gel de silice proaspăt activat sau un agent deshidratant echivalent, cu un indicator al conținutului de apă.

5.5. Vas conic de 500 ml.

5.6. Pompă de vid.

5.7. Balanță analitică.

6. **Modul de lucru**

6.1. Se usucă un creuzet de 30 ml din sticlă sinterizată (5.1) în etuvă la 103 ± 2 °C (5.2). Se transferă creuzetul în exsicator (5.4), se lasă să se răcească și apoi se cântărește.

6.2. Se amestecă mostra de lecitine, dacă este necesar, după încălzirea în baia de apă (5.3). Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, o cantitate de aproximativ 10 g de mostră într-un vas conic (5.5). Se adaugă 100 ml de toluen (4.1) și se agită amestecul până la dizolvarea întregii cantități de lecitină. Se filtrează soluția prin creuzetul din sticlă sinterizată (5.1). Se spală vasul conic (5.5) cu 25 ml de toluen (4.1) și spălările se trec prin creuzet (5.1). Se repetă această operație cu alți 25 ml de toluen (4.1). Se elimină excesul de toluen din creuzet (5.1) cu ajutorul pompei de vid.

6.3. Se usucă creuzetul (5.1.) în etuvă (5.2) la 103 ± 2 °C timp de două ore. Se introduce în exsicator (5.4) și se lasă să se răcească. Când se răcește, se cântărește creuzetul cu reziduul.

6.4. Se repetă operația de la punctul 6.3 până când diferența dintre două cântăriri succesive este mai mică de 0,5 mg.

Dacă se observă o creștere a masei, la calcul se folosește cea mai mică valoare înregistrată.

7. **Exprimarea rezultatelor**

7.1. *Formula și metoda de calcul*

Conținutul de substanțe insolubile în toluen se calculează cu formula:

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

unde:

m_2 = masa creuzetului gol (6.1), în grame;

m_1 = masa creuzetului cu reziduuri (6.4), în grame;

m_0 = masa inițială a probei prelevate, în grame.

7.2. *Reproductibilitatea*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau în succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 30 mg la 100 g de probă.

METODA 11

ANALIZĂ PENTRU VERIFICAREA CONCENTRAȚIEI LIMITĂ A SUBSTANȚELOR REDUCĂTOARE DIN LACTAȚII DE SODIU, POTASIU ȘI CALCIU (E 325, E 326 ȘI E 327)

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Analiza de verificare permite determinarea calitativă a substanțelor reducătoare din:

— lactatul de sodiu (E 325);

— lactatul de potasiu (E 326);

— lactatul de calciu (E 327).

2. **Definiția**

Analiza de verificare a concentrației limită a substanțelor reducătoare: rezultatul analizei de verificare, care se obține prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Se reduce soluția Fehling cu substanțele care pot prezenta acțiune reducătoare. Aceste substanțe sunt de obicei zaharuri reducătoare.

4. **Reactivii**

4.1. Soluție Fehling A: 6,93 g de sulfat de cupru, hidratat cu cinci molecule de apă, se dizolvă în apă și se aduce la 100 ml cu apă

4.2. Soluție Fehling B: 34,6 g de tartrat de sodiu și potasiu și 10 g de hidroxid de sodiu se dizolvă în apă și se aduce la 100 ml cu apă

5. **Modul de lucru**

Se cântărește, cu o precizie de 1 mg, aproximativ 1 g de probă și se dizolvă în 10 ml de apă caldă. Se adaugă 2 ml de soluție Fehling A (4.1) și 2 ml de soluție Fehling B (4.2) și se fierbe amestecul timp de un minut; se observă modificarea culorii. Precipitarea sulfatului de calciu, care apare uneori, nu interferează.

6. **Exprimarea rezultatelor**

6.1. *Interpretarea analizei de verificare*

Dacă se observă o modificare a culorii după fierbere (5), rezultatul verificării este pozitiv și indică prezența substanțelor reducătoare.

6.2. *Sensibilitatea*

Limita de detectare a substanțelor reducătoare reactive este de 100 mg de glucoză la 100 g de probă.

6.3. *Observații*

6.3.1. Rezultatele a două verificări pentru concentrațiile limită efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, în aceleași condiții, trebuie să fie identice.

6.3.2. Toate soluțiile Fehling reacționează, dacă proba conține 2 % glucoză.

METODA 12

DETERMINAREA ACIZILOR VOLATILI DIN ACIZII ORTOFOSFORICI (E 338)

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda permite determinarea acizilor volatili, exprimați în acid acetic, din acidul ortofosforic (E 338).

2. **Definiția**

Conținut de acid volatil: conținutul de acizi volatili, exprimat în acid acetic, care se determină prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Se adaugă apă în probă și soluția se supune distilării. Distilatul se titrează în raport cu o soluție etalon de hidroxid de sodiu și se calculează aciditatea, care se exprimă în acid acetic.

4. **Reactivii**

4.1. Soluție de fenolftaleină, 1 % (m/v) în etanol

4.2. Hidroxid de sodiu, 0,01 mol/l

5. **Aparatura**

5.1. Aparat de distilare cu colector de picături.

6. **Modul de lucru**

Se cântărește, cu o precizie de 50 mg, o cantitate de aproximativ 60 g de probă și se introduce proba cântărită împreună cu 75 ml de apă fiartă și răcită în balonul de distilare prevăzut cu colector de picături (5.1). Se amestecă și apoi se distilează aproximativ 50 ml.

Se titrează distilatul cu hidroxid de sodiu 0,01 mol/l (4.2) etalon și se utilizează fenolftaleina (4.1) ca indicator. Se continuă titrarea până când prima colorare în roșu a soluției persistă timp de 10 secunde.

7. **Exprimarea rezultatelor**

7.1. *Formula și metoda de calcul*

Conținutul de acizi volatili, exprimat în miligrame pe kilogram de acid acetic, se obține cu formula:

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

unde:

V = volumul soluției de hidroxid de sodiu 0,01 mol/l care se utilizează pentru neutralizare, în mililitri;

m_0 = masa probei de acid ortofosforic, în grame.

7.2. *Reproductibilitatea*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau în succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 1 mg pentru 100 g de probă.

METODA 13

ANALIZĂ PENTRU VERIFICAREA CONCENTRAȚIEI LIMITĂ A NITRAȚILOR DIN ACIDUL ORTOFOSFORIC (E 338)

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Prezenta metodă permite detectarea concentrației limită a nitraților din acidul ortofosforic (E 338).

2. **Definiția**

Detectarea concentrației limită a nitratului, exprimată în nitrat de sodiu: rezultatul analizei pentru verificarea concentrației limită, obținut prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Proba se adaugă într-o soluție de carmin indigo în mediu de acid sulfuric concentrat. Agenții oxidanți, care includ nitrații, generează o colorație albastră.

4. **Reactivii**

4.1. Soluție de carmin indigo, 0,18 % (m/v); se dizolvă 0,18 g de disulfonat de sodiu și indigotin în apă și se aduce la 100 ml cu apă

4.2. Soluție de clorură de sodiu, 0,05 % (m/v)

4.3. Acid sulfuric concentrat (ρ_{20} = 1,84 g/ml)

5. **Modul de lucru**

Se măsoară 2 ml de probă și se diluează la 10 ml cu soluție de clorură de sodiu (4.2). Se adaugă 0,1 ml de soluție de carmin indigo (4.1) și apoi se adaugă încet 10 ml de acid sulfuric concentrat (4.3), răcind în timpul adăugării. Se observă persistența colorației albastre a soluției timp de cinci minute.

6. **Exprimarea rezultatelor**

6.1. *Interpretarea analizei de verificare*

Dacă, timp de cinci minute, persistă colorația albastră, rezultatul verificării este pozitiv și conținutul de agenți oxidanți, exprimat în nitrat de sodiu, este mai mare de 5 mg/kg.

6.2. *Observații*

6.2.1. Se efectuează o verificare martor.

6.2.2. Rezultatele a două verificări ale concentrației limită efectuate simultan sau în succesiune rapidă, de către același analist, în aceleași condiții, trebuie să fie identice.

6.2.3. Se recomandă să nu se folosească soluția de carmin indigo, dacă au trecut mai mult de 60 de zile de la prepararea acesteia.

6.2.4. Dacă se obține un rezultat pozitiv, proba poate să conțină nitrați și alți agenți oxidanți și analiza de verificare trebuie să se repete prin metoda ISO 3709 (1976) „Acidul fosforic pentru uz industrial (inclusiv pentru produse alimentare) – determinarea oxizilor cu conținut de azot – metoda spectrofotometrică cu 3,4-xilenol".

METODA 14

DETERMINAREA SUBSTANȚELOR INSOLUBILE ÎN APĂ DIN ORTOFOSFAȚII MONO-, DI- ȘI TRISODICI ȘI ORTOFOSFAȚII MONO-, DI- ȘI TRIPOTASICI [E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii) și E 340(iii)]

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Prezenta metodă permite determinarea substanțelor insolubile în apă din:

— ortofosfatul monosodic [E 339(i)];

— ortofosfatul disodic [E 339(ii)];

— ortofosfatul trisodic [E 339(iii)];

— ortofosfatul monopotasic [E 340(i)];

— ortofosfatul dipotasic [E 340(ii)];

— ortofosfatul tripotasic [E 340(iii)].

2. **Definiția**

Substanță insolubilă în apă: conținutul de substanță insolubilă în apă, care se determină prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Proba se dizolvă în apă și soluția se filtrează printr-un creuzet din porțelan adecvat. După spălare și uscare, reziduul se cântărește și se calculează ca substanță insolubilă în apă.

4. **Aparatura**

4.1. Creuzet din porțelan sinterizat, porozitatea G 3 sau echivalentă.

4.2. Exsicator, care conține gel de silice proaspăt activat sau un agent deshidratant echivalent, cu indicator al conținutului de apă.

4.3. Etuvă termostatată la 103 ± 2 °C.

4.4. Pahar din polipropilenă, de 400 ml.

4.5. Baie de apă, la temperatura de fierbere.

5. **Modul de lucru**

Se cântăresc, cu o precizie de 10 mg, aproximativ 10 g de probă de fosfat și se dizolvă în 100 ml de apă fierbinte, prin aducere la temperatura de fierbere într-un pahar din polipropilenă (4.4) și menținere pe baie de apă la fierbere (4.5) timp de 15 minute. Se filtrează soluția printr-un creuzet curățat, uscat și cântărit în prealabil (4.1). Se spală reziduul insolubil cu apă fierbinte. Se introduce creuzetul cu reziduul în etuvă (4.3) și se usucă la 103 ± 2 °C timp de două ore.

Se introduce creuzetul în exsicator și se lasă să se răcească, după care se cântărește creuzetul.

Se repetă uscarea, răcirea și cântărirea până când diferența de greutate a două cântăriri succesive este mai mică de 0,5 mg. Dacă se observă o creștere a masei, se ia în calcul valoarea cea mai mică înregistrată.

6. **Exprimarea rezultatelor**

6.1. *Formula și metoda de calcul*

Conținutul de substanță insolubilă în apă din probă se obține cu formula:

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

unde:

m_1 = masa reziduului după uscare, în grame;

m_0 = masa probei prelevate, în grame.

6.2. *Reproductibilitatea*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau în succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 10 mg pentru 100 g de probă.

METODA 15

DETERMINAREA pH-ULUI ADITIVILOR ALIMENTARI

1. **Obiectul și domeniul de aplicare**

Metoda prezintă instrucțiunile generale privind modul de determinare a pH-ului aditivilor alimentari.

2. **Definiția**

pH-ul unui aditiv alimentar: valoarea pH-ului, care se determină prin metoda specificată.

3. **Principiul metodei**

Se determină valoarea pH-ului unei soluții apoase din mostra dizolvată sau sub formă de suspensie, în mod convențional cu ajutorul unui electrod de sticlă, electrod etalon și aparat de măsurare a pH-ului.

4. **Reactivii**

4.1. Se calibrează instrumentul cu următoarele soluții tampon:

4.1.1. Soluție tampon cu pH 6,88 la 20 °C, compusă dintr-un volum egal de ortofosfat monobazic de potasiu (KH_2PO_4) 0,05 mol/l și ortofosfat acid de sodiu, hidratat cu două molecule de apă ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$), 0,05 mol/l

4.1.2. Soluție tampon cu pH 4 la 20 °C, compusă din ftalat acid de potasiu ($C_8H_5KO_4$) 0,05 mol/l

4.1.3. Soluție tampon cu pH 9,22 la 20 °C, compusă din borat de sodiu ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) 0,05 mol/l

4.2. Soluție de clorură de potasiu saturată sau 3 mol/l sau altă soluție potrivită, indicată de producătorul electrodului, pentru acoperirea electrodului etalon

4.3. Apă distilată, fără dioxid de carbon, cu pH între 5 și 6

5. **Aparatura**

5.1. Aparat de măsurare a pH-ului, cu o precizie de 0,01 unități de pH.

5.2. Electrozi, fie un electrod de sticlă combinată sau sticlă simplă și electrozi etalon, împreună cu clemele adecvate pentru prinderea electrozilor.

5.3. Agitator magnetic, cu element de încălzire.

5.4. Termometru, calibrat în limitele 0-100 °C.

6. **Modul de lucru**

6.1. *Etalonarea aparatului de măsurare a pH-ului*

Electrozii de sticlă trebuie să se monteze conform instrucțiunilor producătorului. Trebuie să se verifice periodic citirile pH-ului la electrozi prin comparare cu soluțiile tampon cu pH cunoscut.

Se recomandă ca electrozii să se spele cu apă și să se șteargă ușor cu o cârpă moale sau să se clătească cu apă și apoi de două ori cu următoarea soluție de probă/etalon, înainte de a fi introduși în următoarea soluție de probă/etalon care urmează să se utilizeze.

Dacă proba ce urmează să fie analizată are un pH acid, se recomandă ca soluțiile tampon utilizate pentru verificarea citirii pH-ului să aibă pH 4 (4.1.2) și pH 6,88 (4.1.1). Dacă proba care urmează să fie analizată are un pH alcalin, se recomandă ca soluțiile tampon care urmează să fie utilizate pentru a verifica citirea pH-ului să aibă pH 9,22 (4.1.3) și pH 6,88 (4.1.1).

6.2. *Măsurarea soluției de probă*

Concentrația probei care urmează să se utilizeze sau metoda de preparare a probei, care urmează să fie adoptată, sunt cele prevăzute în directiva comunitară privind aditivii alimentari.

Se prepară soluția de probă conform instrucțiunilor, prin utilizarea apei distilate (4.3) și se aduce la 20 °C sub agitare. Se oprește agitarea, se introduc electrozii de sticlă în soluție și după două minute se citește valoarea pH-ului la aparatul de măsură a pH-ului (5.1).

7. **Exprimarea rezultatelor**

7.1. *Reproductibilitatea*

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau în succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu trebuie să depășească 0,05 unități de pH.

8. **Observație**

Prezenta metodă este aplicabilă numai în acele condiții în care, conform dispozițiilor directivelor comunitare privind aditivii alimentari, aditivul alimentar este dizolvat sau sub formă de suspensie în apă.