

31981L0712

10.9.1981

IL-ĠURNAL UFFIĊJALI TAL-KOMUNITAJIET EWROPEJ

L 257/1

L-EWWEL DIRETTIVA TAL-KUMMISSJONI**tat-28 ta' Lulju 1981****li tistabbilixxi metodi fil-Komunità ta' analiżi biex jiġi verifikat li ċerti addittivi użati fl-ikel jissodisfaw kriterji ta' purità**

(81/712/KEE)

IL-KUMMISSJONI TA' KOMUNITAJIET EWROPEJ,

mahsub għall-konsum mill-bniedem ⁽¹⁾, kif l-aħħar emendat mid-Direttiva 78/143/KEE ⁽²⁾, u partikolarment l-Artikolu 5 (2) tagħha,

Wara li kkunsidrat t-Trattat li jistabbilixxi l-Komunità Ekonomika Ewropea,

Billi dawn id-disposizzjonijiet jistabbilixxu li għandhom jiġu stabbiliti metodi ta' analiżi tal-Komunità biex jiġi verifikat li dawn l-addittivi jissoddisfaw kriterji ġeneriċi u speċifiċi tal-purità;

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill tat-23 t'Ottubru 1962 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri dwar is-sostanzi koloranti awtorizzati għall-użu fl-ikel mahsub għall-konsum mill-bniedem ⁽¹⁾, kif l-aħħar emendat mid-Direttiva 78/144/KEE ⁽²⁾, u partikolarment l-Artikolu 11 (2) tagħha,

Billi l-ewwel serje ta' metodi li għalihom l-istudji tlestew għandhom issa jiġu adottati;

Billi l-miżuri li għalihom tipprovdi din id-Direttiva huma skond l-opinjoni tal-Kumitat Permanenti dwar l-Ikel,

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 64/54/KEE tal-5 ta' Novembru 1963 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri dwar is-sostanzi preservativi awtorizzati għall-użu fl-ikel mahsub għall-konsum mill-bniedem ⁽¹⁾, kif l-aħħar emendat mid-Direttiva 79/40/KEE ⁽²⁾, u partikolarment l-Artikolu 8 (2) tagħha,

ADOTTA DIN ID-DIRETTIVA:

Artikolu 1

Wara li kkunsidrat id-Direttiva tal-Kunsill 70/357/KEE tat-13 ta' Lulju 1970 dwar l-approssimazzjoni tal-liġijiet ta' l-Istati Membri dwar is-sostanzi antiossidanti awtorizzati għall-użu fl-ikel

L-Istati Membri għandhom jippreskrivu li l-analiżi meħtieġa biex ikun verifikat li ċerti addittivi użati fl-ikel jissoddisfaw kriterji ta' purità għandhom jitwettqu skond il-metodi deskritti fl-Anness II, li l-iskop tagħhom huwa stabbilit fl-Anness I.

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

Artikolu 2

Maghmula fi Brussel, it-28 ta' Lulju 1981.

L-Istati Membri għandhom idahhlu fis-sehh il-liġijiet, ir-regola-
menti jew id-disposizzjonijiet amministrattivi meħtieġa biex
jissoddisfaw din id-Direttiva mhux aktar tard mill-20 ta' Frar
1983. Għandhom jinfurmaw lill-Kummissjoni minnufih.

Artikolu 3

Din id-Direttiva hija ndirizzata lill-Istati Membri.

Għall-Kummissjoni

Karl-Heinz NARJES

Membru tal-Kummissjoni

ANNEX I

**SKOP TAL-METODI FIL-KOMUNITÀ TA' ANALIŻI BIEX JIĠI VERIFIKAT ILLI ĊERTI ADDITTIVI UŻATI FL-
IKEL JILHQU L-KRITERJI TAL-PURITÀ**

I. INTRODUZZJONI

...

II. SOSTANZI KOLORANTI

- II.1. Determinazzjoni tas-sostanzi li jinqalgħu bid-diethyl ether minn sostanzi koloranti sulfonati organiċi li jinħallu fl-ilma użati fl-ikel bl-użu ta' l-Anness II, metodu 1.

III. PRESERVATIVI

- III.1. Determinazzjoni ta' aċidu formiku, formati u impurità ossidabbli oħrajn fl-aċidu aċetiku (E 260), potassju aċetat (E 261), sodju diacetat (E 262) u kalcju aċetat (E 263) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 2.
- III.2. Determinazzjoni ta' sustanzi li ma jiżvintawx, fl-aċidu propjoniku (E 280) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 3.
- III.3. Determinazzjoni tat-telf ta' piż fuq tnixxif ta' sodium nitrite (E 250) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 4.
- III.4. Test tal-limitu ta' aċidu saliciliku fl-ethyl *p*-hydroxybenzoate (E 214), ethyl *p*-hydroxybenzoate, melħ tas-sodju (E 215), *n*-propyl *p*-hydroxybenzoate (E 216), *n*-propyl *p*-hydroxybenzoate, sodium salt (E 217), methyl *p*-hydroxybenzoate (E 218) u methyl *p*-hydroxybenzoate, sodium salt (E 219) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 5.
- III.5. Determinazzjoni ta' aċidu aċetiku fis-sodium diacetate (E 262) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 6. (there is 'Free' to fit in somewhere)
- III.6. Determinazzjoni ta' sodium acetate fis-sodium diacetate (E 262) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 7.
- III.7. Test tal-limitu għad-determinazzjoni ta' l-aldehydes fl-aċidu sorbiku (E 200) fis-sorbati tas-sodju, potassju u l-kalcju (E 201, E 202, E 203) u fl-aċidu propjoniku (E 280) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 8.

IV. ANTIOSSIDANTI

- IV.1. Determinazzjoni tan-numru ta' gruppi ta' perossidu tal-leċitini (E 322) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 9.
- IV.2. Determinazzjoni ta' sustanzi li ma jinħallux fit-toluene, fil-leċitini (E 322) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 10.
- IV.3. Test tal-limitu għat-tnaqqis ta' sustanzi fil-laktati tas-sodju, potassju u l-kalcju (E 325, E 326 and E 327) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 11.
- IV.4. Determinazzjoni ta' aċidi li jisvintaw fl-aċidu ortofosforiku (E 338) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 12.

- IV.5. Test tal-limitu għan-nitrati fl-aċidu ortofosforiku (E 338) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 13.
- IV.6. Determinazzjoni ta' sostanzi li ma jinħallux fl-ilma fil- mono-, di- and tri-sodju ortofosfat u mono-, di- and tri-potassju ortofosfati (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii), E 340(iii)) bl-użu ta' l-Anness II, metodu 14.

V. ĠENERALI

- V.1. Determinazzjoni tal-pH fl-addittivi fl-ikel bl-użu ta' l-Anness II, metodu 15.
-

ANNEX II

METODI TA' ANALIŻI RELATATI GHALL-KRITERJI TA' PURITÀ TA' L-ADDITIVI TA' L-IKEL

INTRODUZZJONI

1. **Preparazzjoni tal-kampjun ta' l-analiżi**1.1. *Ġenerali*

Il-piż tal-kampjun tal-laboratorju maħsub għall-analiżi għandu normalment ikun 50 g sakemm ma tkunx mitluba kwantità akbar għal determinazzjoni speċifika.

1.2. *Preparazzjoni tal-kampjun*

Il-kampjun għandu jsir omogenu qabel l-analiżi.

1.3. *Preservazzjoni*

Il-kampjun preparat għandu dejjem jinżamm f'kontenitur li ma jippermettix arja jew umdità u maħżun b'mod li jipprevjeni d-deterjorazzjoni.

2. **Reaġenti**2.1. *Ilma*

2.1.1. Kull fejn jissewma l-ilma għas-soluzzjoni, dilwizzjoni jew għall-ħasil, huwa intiż ilma distillat jew ilma demineralizzat ta' għall-inqas purità ekwivalenti.

2.1.2. Kull fejn issir riferenza għal 'soluzzjoni' jew 'dilwizzjoni' mingħajr indikazzjoni oħra ta' reaġent, hija intiża soluzzjoni ilmija.

2.2. *Kimiċi*

Il-kimiċi għandhom ikunu ta' kwalità reaġenti analitiċi ħlief fejn speċifikat mod ieħor.

3. **Tagħmir**3.1. *Lista ta' tagħmir*

Il-lista ta' tagħmir tinkludi biss dawn l-oġġetti b'użu speċjalizzat u oġġetti bi speċifikazzjoni partikolari.

3.2. *Bilanċ analitiku*

Bilanċ analitiku tfisser bilanċ b'sensitività ta' 0.1 mg jew aktar.

4. **Espressjoni tar-riżultati**4.1. *Riżultati*

Ir-riżultat dikjarat fi-rapport ta' l-analiżi uffiċjali għandu jkun il-valur medju ta' għall-inqas żewġ determinazzjonijiet, li r-Ripetibbiltà tagħhom hija sodisfaċenti.

4.2. *Kalkolu tal-perċentwal*

Sakemm mhux dikjarat mod ieħor ir-riżultati jiġu espressi bħala perċentwal bil-massa tal-kampjun oriġinali kif riċevuta fil-laboratorju.

4.3. *Numru ta' figuri sinjifikanti*

In-numru ta' figuri sinjifikanti fir-riżultat hekk espress huma regolati mill-preċiżjoni tal-metodu.

METODU 1

DETERMINAZZJONI TA' SOSTANZI ESTRATTIBBLI B' DIETHYL ETHER MINN MATERJI SULFONATI ORGANIĊI LI JINHALLU FL-ILMA KOLORANTI MAHSUBA GHALL-IKEL

1. **Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiddetermina s-sustanzi estajibbli bid-diethyl ether f'materji koloranti sulfonati organiċi li jinhallu fl-ilma li ma thalltu ma' l-ebda appogg.

2. **Definizzjoni**

Sustanzi estajibbli bid-diethyl ether: il-kontenut tal-materjali kif determinat mill-metodu speċifikat

3. **Prinċipju**

Oħroġ l-materja koloranti bid-diethyl ether u iżen il-valur residwu estratt wara li jevapora l-ether.

4. **Reaġenti**

- 4.1. Diethyl ether, niexef mingħajr peroxide (mnixxef bl-ġhajjnuna ta' calcium chloride kalcinat frisk).

5. **Apparat**

- 5.1. Apparat *soxhlet* bil-flixxun

- 5.2. Desikkatur, bil-ġel tas-silika attivata frisk jew desikkant ekwivalenti b'indikatur tal-kontenut ta' l-ilma.

- 5.3. Bilanċ analitiku.

- 5.4. Forn, termostatikament kontrollat 85 ± 2 °C.

6. **Proċedura**

Kejfel preċiż, sa l-eqreb 10 mg, xi 10 g tal-kampjun tal-materja koloranti fuq biċċa karta tal-filtru. Itwi l-karta, qiegħda f'holqa tal-karta u ġhalaqha b'xi tajjar mingħajr xaham. Oħroġ għal sitt sigħat bid-diethyl ether (4.1) f'apparat ta' estrazzjoni *Soxhlet* (5.1). Evapora l-ether fl-aktar temperatura baxxa possibbli. Qiegħed il-flixxun *Soxhlet*, li jkun intiezen qabel, bir-residwu fil-forn (5.4) 85 ± 2 °C għal 20 minuta biex jinxef. Ittrasferixxi l-flixxun f'desikkatur (5.2), għatti b'ghatu li joqgħod laxk u hallih jiksah. Iżen il-flixxun u r-residwu.

Irrepeti t-tnixxif u l-użin sakemm żewġ użin suċċessivi jiddifferixxu b'inqas minn 0.5 mg. Jekk issir zieda fil-massa, ir-riżultat l-aktar baxx registrat għandu jintuża fil-kalkolu.

7. **Espressjoni tar-riżultati**

7.1. *Formula u metodu ta' kalkolu*

Il-kontenut ta' sostanzi estajbbli bl-ether, bħala perċentwal tal-kampjun jingħata b':

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

fejn:

m_1 = massa f'grammi tar-residwu wara evaporazzjoni,

m_0 = massa inizjali f'grammi tal-kampjun meħud.

7.2. *Ripetibilità*

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taht l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 20 mg f'kull 100 g ta' kampjun.

METODU 2

DETERMINAZZJONI TA' AĊIDU FORMIKU, FORMATI U IMPURITAJIET OSSIDABBILI OHRAJN FL-AĊIDU AĊETIKU (E 260), POTASSJU AĊETAT (E 261), SODJU DIAĊETAT (E 262) U KALĊJU AĊETAT (E 263)

1. **Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiddetermina aċidu formiku, formati u impuritajiet ohrajn ossidabbli, espressi bħala aċidu formiku f'

— aċidu aċetiku (E 260),

— potassju aċetat (E 261),

— sodju diaċetat (E 262),

— kalċju aċetat (E 263).

2. **Definizzjoni**

Kontenut ta' aċidu formiku, formati u impuritajiet ohrajn ossidabbli: Il-kontenut ta' aċidu formiku, formati u impuritajiet ohrajn ossidabbli, kif determinat mill-metodu speċifikat.

3. **Prinċipju**

Is-soluzzjoni tal-kampjun huwa ttrattat b'eċċess ta' permanganat tal-potassju standard f'kondizzjonijiet alkalini biex jiffurma diossidu tal-manganese. Id-diossidu tal-manganese u l-permanganat tal-postassju żejjed huma determinati iodometrikament f'kondizzjonijiet aċidi u l-konċentrament ta' impuritajiet ossidabbli kkalkolati u espressi bħala aċidu formiku.

4. Reaġenti

- 4.1. Potassium iodide.
- 4.2. Permanganat tal-potassju, 0.02 mol/l
- 4.3. Karbonat tas-sodju (mingħajr ilma).
- 4.4. Sodium thiosulphate, 0.1 mol/l.
- 4.5. Tahlita ta' lamtu (xi 1% m/v).
- 4.6. Aċidu sulfuriku imhallat: žid 90 ml aċidu sulfuriku ($p_{20} = 1.84 \text{ g/ml}$) ma' l-ilma u hallat sa 1 l.

5. Apparat

- 5.1. Bajnu ta' l-ilma, jagħli.
- 5.2. Bilanċ analitiku.

6. Proċedura

Jekk il-kampjun tat-test huwa l-aċidu liberu, iżen preċiż sa l-eqreb 10 mg, xi 10 g tal-kampjun u hallat b'70 ml ilma u žid soluzzjoni ta' ilma li fih 10 g ta' karbonat tas-sodju mingħajr ilma (4.3) f'30 ml ilma. Jekk il-kampjun huwa melħ, kejjel preċiż, sa l-eqreb 10 mg, xi 10 g tal-kampjun u hallat f'100 ml ilma. Žid 1 g karbonat tas-sodju mingħajr ilma (4.3) u hallat biex jinhall. Žid 20 ml ta' 0.02 mol/l permanganat tal-potassju (4.2) u saħħan fuq banju ta' l-ilma jagħli għal 15-il minuta. Kessah it-tahlita. Žid 50 ml aċidu sulfuriku imhallat (4.6) u 0.5 g potassium iodide (4.1). Hawwad it-tahlita sakemm l-ossidu tal-manganese preċipitat kollu jerġa' jinhall. Titra b'0.1 mol/l sodium thiosulphate (4.4) sakemm is-soluzzjoni tkun kulur isfar ċar. Žid f'tit qtar ta' soluzzjoni tal-lamtu (4.5) u kompli t-titrazzjoni sakem is-soluzzjoni tiflew il-kulur.

7. Espressjoni tar-riżultati

7.1. Formula u metodu ta' kalkolu

Il-perċentwal ta' aċidu formiku, formati u impuritajiet oħrajn ossidabbli, espressi bħala aċidu formiku f'

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

fejn:

a = molarità ta' permanganat tal-potassju,

b = molarità ta' sodium thiosulphate,

m_0 = piż inizjali f'grammi tal-kampjun meħud.

V = volum f'millilitri ta' 0.1 mol/l sodium thiosulphate użati fit-titrazzjoni.

7.2. Ripetibilità

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 5 mg f'kull 100 g ta' kampjun.

8. Noti

- 8.1. Volum ta' 11.3 ml ta' 0.1 mol/l sodium thiosulphate huwa ekwivalenti għal 0.2% aċidu formiku f'kampjun ta' 10 g.
- 8.2. Jekk ma hu preżenti l-ebda format, il-volum meħtieġ ikun 20 ml, iżda jekk hemm aktar minn 0.27% (m/m) ta' aċidu formiku preżenti, ikun hemm eċċess insuffiċjenti ta' permanganat tal-potassju u jiġi akkwistat volum fissat minimu ta' 8 ml. F'dan il-każ irrepeti d-determinazzjoni bl-użu ta' piż tal-kampjun iżgħar.

METODU 3**DETERMINAZZJONI TA' SOSTANZI VOLATILI FL-AĊIDU PROPJONIKU (E 280)****1. Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiddetermina sostanzi li ma jevaporawx fl-aċidu propjoniku (E 280).

2. Definizzjoni

Il-kontenut ta' materjali li ma jevaporax fl-aċidu propjoniku: il-kontenut tal-materjal li ma jevaporax kif determinat mill-metodu speċifikat.

3. Prinċipju

Il-kampjun jiġi evaporat mbagħad mnixxef f'103 ± 2 °C u r-residwu determinat gravimetrikament.

4. Apparat

- 4.1. Attrezzatura ta'evaporazzjoni, silica jew platinum u ta' daqs suffiċjenti li jikkontjeni 100g ta' kampjun.
- 4.2. Forn, imsahħan elettrikament, termostatikament kontrollat f'103 ± 2 °C.
- 4.3. Bilanċ analitiku.
- 4.4. Bajnu ta' l-ilma, jagħli
- 4.5. Desikkatur, bil-ġel tas-silika attivata frisk jew desikkant ekwivalenti b'indikatur tal-kontenut ta' l-ilma.

5. Proċedura

Iżen, sa l-eqreb 0.1 g, 100 g tal-kampjun ta' aċidu propjoniku f'reċipjent imnixxef u miżun qabel (4.1). Evapora fuq banju ta' ilma jagħli f'fume cupboard (4.4). Meta jevapora l-aċidu propjoniku kollu, qiegħed f'forn (4.2) f'103 ± 2 °C għal siegħa. Qiegħed f'desikkatur u halli jiksah imbagħad iżen. Erga' saħħan, kessah u iżen sakemm id-differenza bejn żewġ piżijiet suċċessivi hija inqas minn 0.5 mg. Jekk issir żieda fil-piż, ir-riżultat l-aktar baxx reġistrat għandu jintuża fil-kalkolu.

6. **Espressjoni tar-riżultati**

6.1. *Formula u metodu ta' kalkolu*

Il-kontenut tal-materja li ma jevaporax, ikkalkolat b'hal perċentwal tal-kampjun jinghata b':

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

fejn:

m_1 = massa f'grammi tar-residwu wara evaporazzjoni,

m_0 = massa f'grammi tal-kampjun mehud.

6.2. *Ripetibilità*

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taht l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 5 mg f'kull 100 g ta' kampjun.

METODU 4

DETERMINAZZJONI TAT-TELF MILL-MASSA FIT-TNIXXIF TA' SODIUM NITRITE (E 250)

1. **Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiddetermina t-telf ta' piż fuq tnixxif ta' sodium nitrite (E 250).

2. **Definizzjoni**

Il-kontenut ta' umdità fis-sodium nitrite; it-telf ta' piż fit-tnixxif kif determinat fil-metodu speċifikat.

3. **Prinċipju**

It-telf ta' piż fit-tnixxif jiġi akkwistat meta jissahhan f'forn f'103 ± 2 °C, jitkejjel u jiġi kkalkolat it-telf fil-piż.

4. **Apparat**

- 4.1. Forn, imsahhan elettrikament, termostatikament kontrollat f'103 ± 2 °C.
- 4.2. Platt ta' l-użin, b'qiegħ ċatt, tal-ħġieġ, b'diametru ta' 60 sa 80 mm u fond għall-inqas 25 mm, b'għatu li joġġhod laxx.
- 4.3. Desikkatur, bil-ġel tas-silika attivatt frisk jew desikkant ekwivalenti b'indikatur tal-kontenut ta' l-ilma.
- 4.4. Bilanċ analitiku.

5. **Proċedura**

Nehhi l-għatu mill-platt ta' l-użin (4.2) u sahhan il-platt u l-għatu fil-forn (4.1) f'103 ± 2 °C għal siegħa. Erga qiegħed l-għatu u qiegħed il-platt (4.2) bl-għatu fid-desikkatur (4.3) u halli jiksah sa temperatura tal-kamra. Iżen il-platt mġhotti (4.2) sa l-eqreb 10 mg. Iżen preċiż, sa l-eqreb 10 mg, xi 10 g tal-kampjun fil-platt mġhotti. Nehhi l-għatu u qiegħed il-platt u l-għatu fil-forn (4.1) għal siegħa f'103 ± 2 °C. Erga qiegħed l-għatu

u halli l-platt mgħotti jiksah sa temperatura tal-kamra fid-desikkatur (4.3). Iżnu sa l-eqreb 10 mg. Erġa' saħħan, kessah u iżen sakemm id-differenza bejn żewġ piżijiet suċċessivi hija inqas minn 10 mg. Jekk issir żieda fil-piż, ir-riżultat l-aktar baxx registrat għandu jintuża fil-kalkolu.

6. **Espressjoni tar-riżultati**

6.1. *Formula u metodu ta' kalkolu*

It-telf ta' piż fit-tnixxif, ikkalkolat bħala percentwal tal-kampjun jingħata b':

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

fejn:

m_1 = massa f'grammi tal-platt,

m_2 = massa f'grammi tal-platt u l-kampjun qabel it-tnixxif,

m_3 = massa f'grammi tal-platt u l-kampjun wara t-tnixxif.

6.2. *Ripetibilità*

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 100 mg f'kull 100 g ta' kampjun

METODU 5

TEST TAL-LIMITU TA' AĊIDU SALIČILIKU FL-ETHYL *p*-HYDROXYBENZOATE (E 214), ETHYL-*p*-HYDROXYBENZOATE, MELH TAS-SODJU (E 215), *n*-PROPYL *p*-HYDROXYBENZOATE (E 216), *n*-PROPYL *p*-HYDROXYBENZOATE, SODIUM SALT (E 217), METHYL *p*-HYDROXYBENZOATE (E 218), U METHYL *p*-HYDROXYBENZOATE, SODIUM SALT (E 219).

1. **Kamp u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiskopri l-aċidu saliciliku fl-ethyl *p*-hydroxybenzoate (E 214), *n*-propyl *p*-hydroxybenzoate (E 216), u methyl *p*-hydroxybenzoate (E 218) u l-imluha tas-sodju tagħhom (E 215, E 217 u E 219).

2. **Definizzjoni**

L-iskoperta tal-konċentrament tat-test tal-limitu ta' l-aċidu saliciliku ir-riżultat tat-test tal-limitu kif determinat mill-metodu speċifikat

3. **Prinċipju**

Kulur vjola jiġi prodott mir-reazzjoni ta' hadid (III) ta' l-ammonju sulfat b'soluzzjoni tal-kampjun. L-intensità tiegħu hija mqabbla ma' dik prodotta minn soluzzjoni ta' riferenza.

4. Reaġenti

- 4.1. Soluzzjoni ta' ħadid (III) ta' l-ammonju sulfat, 0.2% m/v. Ipprepara billi tħoll 0.2 g ammonium iron (III) sulphate dodecahydrate f'50 ml ilma, žid 10 ml aċidu nitriku, 10% v/v, u hallat l-ilma sa 100 ml.
- 4.2. Ethanol, 95% v/v.
- 4.3. Soluzzjoni ta' aċidu Saliciliku, 0.1 g/l.
- 4.4. Aċidu sulfuriku, 1 mol/l.

5. Apparat

- 5.1. Ċilindri Nessler, gradwati f'50 ml. Volum totali approssimattivament 60 ml.

6. Proċedura

- 6.1. *Kampjuni ta' ethyl, n-propyl u methyl p-hydroxybenzoate*
- 6.1.1. Iżen, sa l-egreb 1 mg, 0.1 g tal-kampjun u holl f'10 ml 95% v/v ethanol (4.2). Ittrasferixxi s-soluzzjoni f'ċilindru Nessler gradat (5.1) u hallat bl-ilma sa 50 ml. Hawwad u žid 1 ml soluzzjoni ta' ħadid (III) ta' l-ammonju sulfat (4.1) waqt li qed thawwad. Hallih joqgħod għal minuta.
- 6.1.2. Ipprepara soluzzjoni għat-tqabbil fl-istess ħin billi tirrepeti 6.1.1, imma ssostitwixxu l-0.1 g tal-kampjun b'1 ml soluzzjoni ta' aċidu Saliciliku (4.3).
- 6.1.3. Qabbel il-kulur fit-soluzzjoni tal-kampjun ma' dak li jidher fit-soluzzjoni għat-tqabbil.
- 6.2. *Kampjuni ta' sodium salts ta' ethyl, n-propyl u methyl p-hydroxybenzoate*
- 6.2.1. Irrepeti 6.1.1 sakemm taċidifika sa pH 5 bl-użu ta' 1 mol/l aċidu sulfuriku (4.4) qabel ma thallat sa 50 ml.
- 6.2.2. Irrepeti 6.1.2.
- 6.2.3. Irrepeti 6.1.3.

7. Espressjoni tar-riżultati

- 7.1. *Interpretazzjoni tat-test tal-limitu*
Jekk il-kulur aħmar vjola li jidher fit-tubu tat-soluzzjoni tal-kampjun huwa aktar intens minn dak li jidher fit-tubu tat-soluzzjoni għat-tqabbil, it-test huwa pożittiv u l-kampjun fih aktar minn 0.1% aċidu saliciliku.
- 7.2. *Sensitività*
Il-limitu ta' skoperta tat-test huwa 30 mg aċidu saliciliku għal kull 100g ta' kampjun.
- 7.3. *Osservazzjonijiet*
Ir-riżultat ta' żewġ testijiet tal-limitu mwettqa flimkien jew malajr wara xulxin fuq il-kampjun, mill-istess analist, taħt l-istess kondizzjonijiet, għandu jkun identiku.

METODU 6**DETERMINAZZJONI TA' AĊIDU AĊETIKU U SODIUM DIACETATE (E 262)****1. Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Determinazzjoni ta' aċidu aċetiku u s-sodium diacetate (E 262).

2. Definizzjoni

Il-kontenut ta' aċidu aċetiku: Il-kontenut tal-aċidu aċetiku kif determinat mill-metodu speċifikat.

3. Prinċipju

Titrazzjoni diretta ta' l-aċidu aċetiku fil-kampjun bl-użu ta' soluzzjoni standard ta' sodium hydroxide u indikatur tal-phenolphthalein.

4. Reaġenti

4.1. Soluzzjoni tal-phenolphthalein 1% (m/v) fl-ethanol.

4.2. Sodium hydroxide, 1 mol/l.

5. Apparat

5.1. Bilanċ analitiku.

6. Proċedura

Iżen, sa l-eqreb 1 mg, xi 3 g tal-kampjun tat-test u holl f'xi 50 ml ilma. Żid żewġ jew tliet qatriet soluzzjoni ta' l-indikatur tal-phenolphthalein (4.1) u ttitra b'1 mol/l sodium hydroxide (4.2) sakemm jippersisti lewn ahmar għal hames sekondi.

7. Espressjoni tar-riżultati**7.1. Formula u metodu ta' kalkolu**

Il-kontenut tal-aċidu aċetiku, bħala perċentwal tal-kampjun jingħata b':

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

fejn:

V = volum f'millilitri ta' sodium hydroxide (4.2) mehtieg,

c = konċentrazzjoni tat-soluzzjoni tal-sodium hydroxide f'mol/l,

m₀ = piż inizjali f'grammi tal-kampjun mehud.

7.2. Ripetibilità

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taht l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 500 mg f'kull 100 g ta' kampjun

8. **Kumment**

Jiġi akkwistat volum ta' 20 ml fejn 3 g ta' kampjun li fih 40% aċidu aċetiku jiġi titrat b'1 mol/l sodium hydroxide.

METODU 7**DETERMINAZZJONI TA' SODIUM ACETATE U F'SODIUM DIACETATE (E 262)**1. **Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jistabbilixxu sodium acetate u ilma, espress bhala sodium acetate, f'sodium diacetate (E 262).

2. **Definizzjoni**

Kontenut ta' sodium acetate: il-kontenut ta sodium acetate u ilma, espress bhala sodium acetate kif determinat mill-metodu speċifikat.

3. **Prinċipju**

Il-kampjun jinhall f'aċidu aċetat glaċjali, qabel it-titrazzjoni, b'aċidu perkloriku standard, bl-użu ta' vjola kristall bhala indikatur.

4. **Reaġenti**

4.1 Aċidu aċetiku glaċjali $p_{20^\circ C} = 1.049$ g/ml (għal titrazzjonijiet mhux bl-ilma).

4.2 Vjola kristall, CI Nru 42555 soluzzjoni indikatriċi, 0.2% (m/v) f'aċidu aċetiku glaċjali.

4.3 Potassium hydrogen phthalate, $C_8H_5KO_4$.

4.4 Aċetic anhydride $(CH_3CO)_2O$.

4.5 Aċidu perkloriku, 0.1 mol/l f'aċidu aċetiku glaċjali. Dan għandu jkun preparat u standardizzat kif ġej:

Iżen P g ta' soluzzjoni ta' aċidu perkloriku fi flixxun volumetrik ta' 1 000 ml mghammar b'ground-glass stopper. Il-kwantità P hija kalkolata mill-formula:

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

fejn m hija l-konċentrazzjoni (kull mija m/m) ta' aċidu perkloriku determinat bi titrazzjoni alkalimetrika (70 sa 72% m/m aċidu huwa l-aktar xieraq). Żid madwar 100 ml ta' aċidu aċetiku glaċjali u mbagħad żid biżżejjed aċidu aċetiku glaċjali biex tkun prodotta 1 000 ml ta' soluzzjoni. Is-soluzzjoni ippreparata b'dan il-mod hija iż-żiediet. Il-kwantità Q tista' tkun kalkolata mill-formula:

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

fejn P huwa l-ammont peżat ta' aċidu perkloriku u a hija l-konċentrazzjoni (kull mija m/m) ta' l-acetic anhydride. Għalaq il-flixxun u hallih joqgħod għal 24 siegħa f'post mudlam, imbagħad żid biżżejjed aċidu aċetiku glaċjali biex tkun prodotta 1 000 ml ta' soluzzjoni. Is-soluzzjoni ippreparata b'dan il-mod hija prattikament mingħajr ilma. Standardizza s-soluzzjoni kontra potassium hydrogen phthalate kif ġej:

Iżen bir-reqqa, sa' l-eqreb 0.1mg, madwar 0.2 ta' potassium hydrogen phthalate, li jkun gie mnixxef fi 100° Ċ għal sagħtejn, u holl fi 25 ml ta' aċidu aċetiku glaċjali fi flixxun ta' titrazzjoni, u saħħan bil-mod. Kessaħ, žid qatrejn ta' 0.2% (m/m) soluzzjoni ta' vjola kristall (4.2) faċidu aċetiku glaċjali u titra bis-soluzzjoni ta' aċidu perkloriku sakemm il-kulur ta' l-indikatur jinbidel faħdar ċar. Issokta bi titrazzjoni vojta bl-użu ta' l-istess volum ta' solvent u naqqas il-valur tal-vojt mill-valur misjub fid-determinazzjoni attwali. Kull 20.42 mg ta' potassium hydrogen phthalate huwa ekwivalenti għal 1 ml ta' 0.1 mol/l aċidu perkloriku.

5. **Apparat**

5.1. Bilanċ analitiku.

6. **Proċedura**

Iżen, sa l-eqreb 0.5 mg, xi 0.2 g tal-kampjun u holl f'50 ml aċidu aċetiku glaċjali (4.1). Žid f'tit qtar mis-soluzzjoni ta' l-indikatur vjola kristall (4.2) u titra sa punt aħdar ċar, bl-użu ta' aċidu perkloriku standard 0.1 mol/l (4.5).

7. **Espressjoni tar-riżultati**

7.1. *Formula u metodu ta' kalkolu*

IL-kontenut ta' sodium acetate, kif definit fit-taqsim 2 (definizzjoni) espress bħala perċentwal ta' toqol tal-kampjun, jingħata bil-formula li ġejja:

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

fejn:

V = volum f'millilitri aċidu perkloriku standard (4.5) użat,

c = molarità tat-tahlita ta' l-aċidu perkloriku (4.5),

m₀ = massa inizjali f'grammi tal-kampjun meħud.

7.2. *Ripetibilità*

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 0.5 g f'kull 100 g ta' kampjun

8. **Osservazzjonijiet**

Ir-reagenti użati f'dan il-metodu huma tossiċi u splussivi u jridu jitqandlu b'attenzjoni.

METODU 8

TEST TAL-LIMITU GHALL-ALDEHYDES FL-AĊTU SORBIKU (E 200), U S-SORBATI TAS-SODJU, TAL-POTASSJU U TAL-KALĊJU (E 201, E 202, E 203) U AĊIDU PROPJONIKU (E 280)

1. **Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiskopri l-aldehydes, espressi bħala formaldehyde, f:

— aċidu sorbiku (E 200),

— sorbati tas-sodju, potassju u l-kalċju (E 201, E 202, E 203),

— aċidu propjoniku (E 280),

2. Definizzjoni

L-iskoperta tal-koncentrament tat-test tal-limitu ta' l-aldehydes: ir-riżultat tat-test tal-limitu kif determinat mill-metodu speċifikat.

3. Prinċipju

L-aldehydes fis-soluzzjoni tat-test, u l-formaldehyde f'soluzzjoni għat-tqabbil, jirreaġixxu mar-reagent ta' Schiff biex jipproduċu kumplessi bil-kulur aħmar, li l-intensitajiet tagħhom jitqabblu.

4. Reaġenti

4.1. Soluzzjoni standard tal-formaldehyde (0.01 mg/ml): ipprepat b'dilwizzjoni ta' soluzzjoni konċentrata ta' formaldehyde (400 mg/ml).

4.2. Reagent ta' Schiff:

5. Proċedura

5.1. Iżen, sa l-eqreb 1 mg, xi 1 g tal-kampjun, żid ma' 100 ml ilma u hawwad: Jekk mehtiegħ iffiltra s-soluzzjoni u ttratta 1 ml filtrat jew soluzzjoni tat-test b'1 ml reagent ta' Schiff's (4.2). Fl-istess hin, ittratta 1 ml soluzzjoni tal-formaldehyde għat-tqabbil (4.1) b'1 ml reagent ta' Schiff (4.2).

5.2. Qabbel il-kulur fis-soluzzjoni tal-kampjun ma' dak li jidher fis-soluzzjoni għat-tqabbil.

6. Espressjoni tar-riżultati**6.1. Interpretazzjoni tat-test tal-limitu**

Jekk il-kulur aħmar li jidher fit-tubu tat-soluzzjoni tal-kampjun huwa aktar intens minn dak li jidher fit-tubu tat-soluzzjoni għat tqabbil, it-test huwa pożittiv u l-kampjun fih aktar minn 0.1% aldehydes espressi bħala formaldehyde.

6.2. Sensitività

Il-limitu ta' skoperta tat-test huwa 30 mg formaldehyde għal kull 100g ta' kampjun.

6.3. Osservazzjonijiet

Ir-riżultat ta' żewġ testijiet tal-limitu meta mwettqa flimkien jew malajr wara xulxin fuq il-kampjun, mill-istess analist, taht l-istess kondizzjonijiet, għandhom ikunu identici.

METODU 9**DETERMINAZZJONI TAN-NUMRU TA' PEROSSIDU FIL-LEĊITINI (E 322)****1. Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiddetermina n-numru ta' perossidu fil-leċitini (E 322)

2. Definizzjoni

Numru ta' perossidu fil-leċitini: ir-riżultat akkwistat kif determinat mill-metodu speċifikat.

3. Prinċipju

Ossidazzjoni tal-potassium iodide mill-perossidu tal-leċitina u titrazzjoni ta' l-iodju liberat bl-użu ta' soluzzjoni standard ta' sodium thiosulphate.

4. Reaġenti

4.1. Aċidu aċetiku glaċjali.

4.2. Kloroform.

4.3. Potassium iodide.

4.4. Sodium thiosulphate, 0.1 mol/l jew 0.01 mol/l.

4.5. Soluzzjoni tal-lamtu (xi 1% m/v).

5. Apparat

5.1. Bilanċ analitiku.

5.2. Apparat kif jidher fil-figura, li jikkonsisti f':

5.2.1. flixkun b'qiegħ ċatt 100 ml;

5.2.2. kondensatur reflux;

5.2.3. tubu tal-ħġieġ, 250 mm twil u 22 mm djametru intern, attrezzaat b'ġonot tondi tal-ħġieġ;

5.2.4. micro beaker (dimensjoni esterna ta' 20 mm djametru u 35 to 50 mm oġġli).

6. Proċeduri

6.1. Qiegħed 10 ml aċidu aċetiku glaċjali (4.1) u 10 ml kloroforma (4.2) fil-flixkun ta' 100 ml (5.2.1). Wahhal it-tubu tal-ħġieġ (5.2.3) u l-kondensatur reflux (5.2.2) u għalli bil-mod it-tahlita għal żewġ minuti biex tneħhi l-arja kollha dissolta. HOLL 1 g potassium iodide (4.3) f'1.3 ml ilma u zid din is-soluzzjoni mat-tahlita fil-flixkun (5.2.1) b'attenzjoni li ma tiġix interrotta t-togħlija.

Jekk f'dan l-istadju jidher lewn isfar, id-determinazzjoni trid tiġi miċhuda u tiġi mtennija bl-użu ta' reaġenti friski.

6.2. Iżen preċiż, sa l-eqreb 1 mg, xi 1 g mill-kampjun u, wara żewġ minuti ohra ta' togħlija, zid il-kampjun miżun mal-kontenut tal-flixkun (5.2.1) ukoll b'attenzjoni li t-togħlija tibqa' kontinwa. Għal dan l-għan il-kampjun għandu jkun konetnut f'micro-beaker (5.2.4) li jista' jitbaxxa mit-tubu tal-ħġieġ (5.2.3) b'qasba tal-ħġieġ li l-qiegħ tagħha ġie ffurmat kif xieraq kif jidher fit-tpiġġja. Il-kondensatur (5.2.2) jista' jitneħha għal żmien qasir. Kompli għalli l-ilma għal tlieta jew erba' minuti. Ieqaf saħhan u aqla' l-kondensatur mill-konnessjoni mill-ewwel (5.2.2). Zid malajr 50 ml ilma mit-tubu tal-ħġieġ (5.2.3). Neħhi t-tubu tal-ħġieġ (5.2.3) u kessaħ il-flixkun (5.2.1) sat-temperatura tal-kamra taħt il-vit ta' l-ilma. Ittitra b'sodium thiosulphate (0.1 mol/l jew 0.01 mol/l) (4.4) sakemm is-saff ilmi jsir isfar ċar. Żid 1 ml soluzzjoni ta' lamtu (4.5) u kompli t-titrazzjoni sakemm johroġ il-kulur blu. Hawwad il-flixkun (5.2.1) tajjeb waqt it-titrazzjoni biex tiżgura l-estrazzjoni kompleta ta' l-iodju mis-saff mhux ilmi.

- 6.3. Akkwista valur tat-titrazzjoni vojti billi ttenni l-proċedura shiha 6.1 u 6.2, iżda minghajr ma żżid il-kampjun

7. **Espressjoni tar-riżultati**

7.1. *Formula u metodu ta' kalkolu*

In-numru tal-perossidu fil-kampjun, f'milliekwivalenti għal kull kilogramma, jinghata b':

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

fejn:

V_1 = volum f'millilitri ta' soluzzjoni ta' thiosulphate mehtieġa għat-titrazzjoni tal-kampjun (6.2),

V_2 = volum f'millilitri soluzzjoni ta' thiosulphate mehtieġa għat-titrazzjoni tal-vojt (6.3),

a = konċentrazzjoni tat-soluzzjoni tal-sodium thiosulphate f'mol/l,

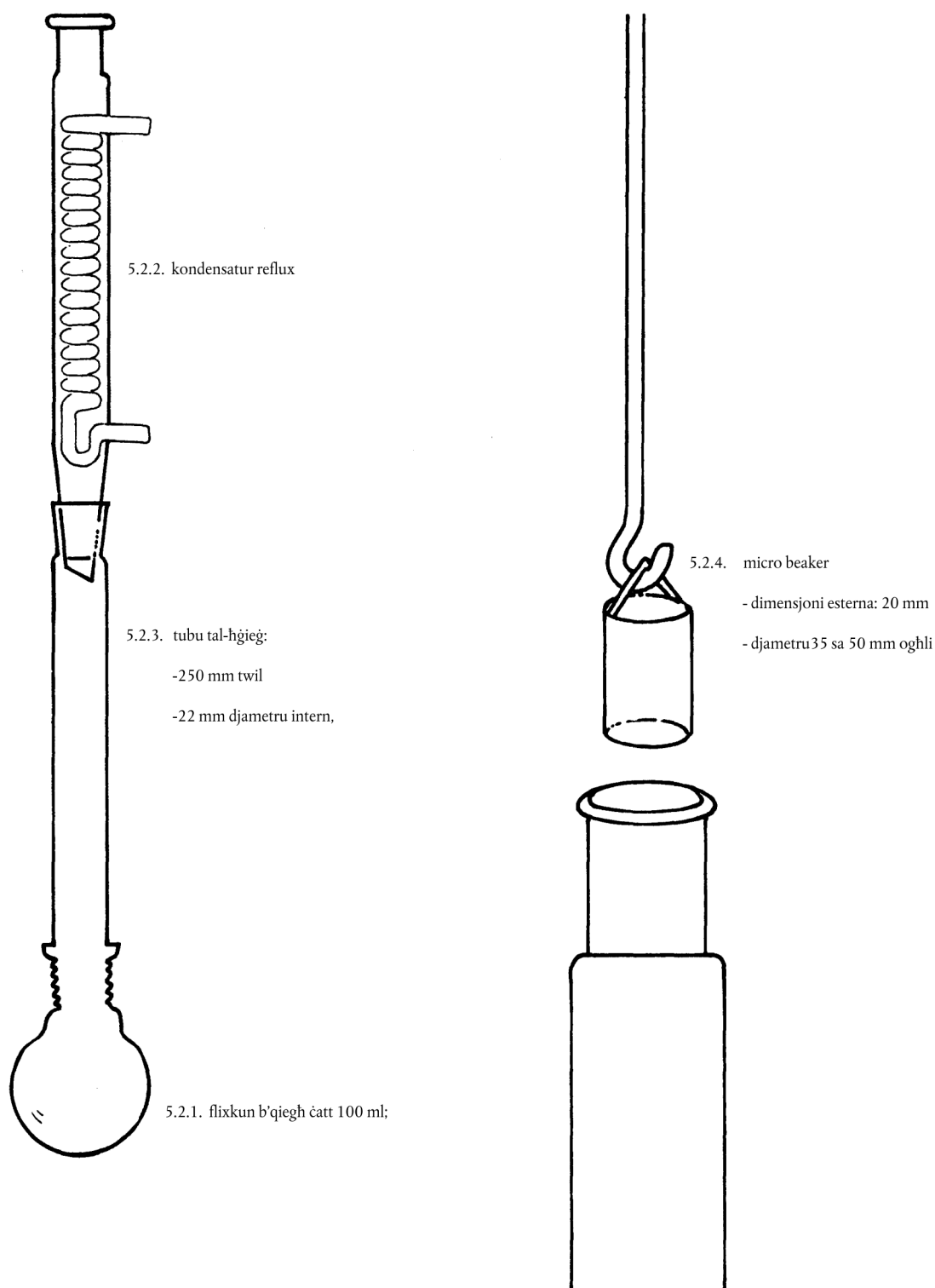
m_0 = massa inizjali f'grammi tal-kampjun meħud.

7.2. *Ripetibilità*

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taht l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 0.5 mg (espress b'hala numru ta' perossidu f'milliekwivalenti għal kull kilogramma tal-kampjun).

8. **Noti**

- 8.1. L-ghażla tal-konċentrazzjoni tas-sodium thiosulphate użat jiddependi fuq il-valur antiċipat tat-titrazzjoni. Jekk huwa mehtieġ inqas minn 0.5 ml 0.1 mol/l sodium thiosulphate, tenni d-determinazzjoni bl-użu ta' 0.01 mol/l sodium thiosulphate.
- 8.2. Id-determinazzjoni m'għandiex issir f'dawl qawwi.



Apparat għad-determinazzjoni tan-numru ta' peroxide fil-leċitini

METODU 10**DETERMINAZZJONI TA' MATERJI LI MA JINHALLUX MALAJR BIT-TOLUENE FIL-LEĊITINI (E 322)****1. Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiddetermina il-materji li ma jinhallux bit-toluene fil-leċitini (E 322)

2. Definizzjoni

Il-kontenut tal-materji li ma jinhallux fit-toluene: il-kontenut tal-materji li ma jinhallux bit-toluene kif determinat mill-metodu speċifikat

3. Prinċipju

Il-kampjun jinhall fit-toluene, jiġi ffiltrat u r-residwu jitnixxef u jintiżen.

4. Reaġenti

4.1. Toluene.

5. Apparat

5.1. Sintered glass crucible, kapacità 30 ml, G 3 jew porożità ekwivalenti.

5.2. Forn li jnixxef, imsaħhan elettrikament u termostatikament kontrollat 103 ± 2 °C.

5.3. Banju ta' l-ilma, imhaddem f'temperatura li ma teċċedix 60 °C.

5.4. Desikkatur, bil-ġel tas-silika attivata friska jew desikkant ekwivalenti b'indikatur tal-kontenut ta' l-ilma.

5.5. Flixxun koniku ta' 500 ml.

5.6. Pompa tal-vaku.

5.7. Bilanċ analitiku.

6. Proċedura

6.1. Nixxef sintered glass crucible ta' 30 ml (5.1) f'forn ta' 103 ± 2 °C (5.2). Itr trasferixxi l-crucible għal desikkatur (5.4), hallih jiksah u iżen.

6.2. Hallat sew il-kampjun ta' leċitini, jekk meħtieġ wara li ssahhan f'banju ta' l-ilma (5.3). Iżen, sa l-eqreb 1 mg, xi 10 g tal-kampjun fi flixxun koniku (5.5). Żid 100 ml toluene (4.1) u dawwar it-tahlita sakemm il-leċitina tkun tidher li nhaliet kollha. Iffiltra s-soluzzjoni mis-sintered glass crucible (5.1). Aħsel il-flixxun koniku (5.5) b'25 ml toluene (4.1) u għaddi l-hasliet mill-crucible (5.1). Tenni dan il-proċess b'25 ml oħra toluene (4.1). Neħhi t-toluene żejjed mill-crucible (5.1) bl-aspirazzjoni.

- 6.3. Nixxef il-crucible (5.1) fil-forn tat-tnixxif (5.2) f' 103 ± 2 °C għal saghtejn. Qiegħed fid-desikkatur (5.4) u hallih jiksah. Iżen il-crucible u r-residwu meta jikshu.
- 6.4. Tenni 6.3 sakemm id-differenza fil-piż bejn żewġ piżijiet suċċessivi huwa inqas minn 0.5 mg. Jekk issir zieda fil-piż, ir-riżultat l-aktar baxx registrat jintuża fil-kalkolu.

7. **Espressjoni tar-riżultati**

7.1. *Formula u metodu ta' kalkolu*

Il-kontenut ta' sustanzi li ma jinhallux bit-toluene jingħata b':

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

fejn:

m_1 = massa f'grammi tal-crucible vojta (6.1),

m_2 = massa f'grammi tal-crucible u r-residwu (6.4),

m_0 = massa inizjali f'grammi tal-kampjun meħud.

7.2. *Ripetibilità*

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 30 mg f'kull 100 g ta' kampjun

METODU 11

TEST GĦAL-LIMITU BIEX JITNAQQSU S-SUSTANZI FIL-LAKTATI TAS-SODJU, POTASSJU U KALĊJU (E 325, E 326, E 327)

1. **Skop u qasam ta' applikazzjoni**

It-test isib sustanzi kwalitativament riduċenti f':

- laktat tas-sodju (E 325),
- laktat tal-potassju (E 326),
- laktat tal-kalċju (E 327).

2. **Definizzjoni**

L-iskoperta tal-konċentrament tat-test tal-limitu tas-sustanzi riduċenti: ir-riżultat tat-test tal-limitu kif determinat mill-metodu speċifikat

3. **Prinċipju**

Is-soluzzjoni ta' Fehling titnaqqas b'sustanzi kapaċi li juru azzjoni reduċenti. Dawn is-sustanzi normalment ikunu zokkor riduċenti.

4. **Reaġenti**

- 4.1. Soluzzjoni ta' Fehling A: 6.93 g copper sulphate pentahydrate jinhall fl-ilma u jithallat sa 100 ml bl-ilma.
- 4.2. Soluzzjoni ta' Fehling B: 34.6 g potassium sodium tartrate u 10 g sodium hydroxide jinhallu fl-ilma u jithalltu sa 100 ml ma' l-ilma.

5. Proċeduri

Iżen, sa l-eqreb 1 mg, xi 1 g tal-kampjun u holl f'10 ml ilma shun. Żid 2 ml soluzzjoni ta' Fehling A (4.1) u 2 ml soluzzjoni ta' Fehling B (4.2) u mbagħad għalli s-soluzzjoni għal minuta u osserva jekk jinbidilx il-kulur. Il-preċipitazzjoni tas-sulfat tal-kalċju li kultant issir, ma jindahalx.

6. Espressjoni tar-riżultati**6.1. Interpretazzjoni tat-test tal-limitu**

Jekk wara t-toghlija jinbidel il-kulur (5), it-test huwa pożittiv u l-preżenza tas-sustanzi riduċenti hija indikata.

6.2. Sensitività

Il-limitu ta' skoperta għal sostanzi riduċenti huwa 100 mg glucose għal kull 100g ta' kampjun.

6.3. Osservazzjonijiet.

6.3.1. Ir-riżultati ta' żewġ testijiet tal-limitu mwettqa flimkien jew malajr wara xulxin fuq il-kampjun, mill-istess analist, taht l-istess kondizzjonijiet, għandhom ikunu identiċi.

6.3.2. It-tahlitiet kollha ta' Fehling jirreaġixxu jekk ikun preżenti 2% glucose fil-kampjun.

METODU 12**DETERMINAZZJONI TA' AĊIDI LI JIŻVINTAW FL-AĊIDI ORTOFOSFORIĊI (E 338)****1. Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiddetermina l-aċidi li jevaporaw, espressi bħala aċidu aċetiku faċidu ortofosforiku (E 338).

2. Definizzjoni

Kontenut ta' aċidu li jevapora: Il-kontenut tal-aċidu li jevapora espress bħala aċidu aċetiku, kif determinat mill-metodu speċifikat

3. Prinċipju

L-ilma jiżdied mal-kampjun u s-soluzzjoni tiġi distillata. Id-distillat jiġi titrat kontra soluzzjoni standard ta' soluzzjoni ta' sodium hydroxide u l-aċidita' kkalkolata u espressa bħala aċidu aċetiku.

4. Reaġenti

4.1. Soluzzjoni tal-pheolphthalein, 1% (m/v) fl-ethanol.

4.2. Sodium hydroxide, 0.01 mol/l.

5. Apparat

5.1. Apparat tad-distillazzjoni inkluż nassa ta' l-ispray.

6. Proċedura

Iżen, sa l-eqreb 50 mg, xi 60 g tal-kampjun, u qiegħed il-kampjun miżun u 75 ml ilma mgholli mkessah fil-flixkun tad-distillazzjoni attrezzat b'nassa ta' l-ispray (5.1). Hallat u mbagħad iddistilla xi 50ml.

Ittitra d-distillat bis-sodium hydroxide standard 0.01 mol/l (4.2) bl-użu ta' phenolphthalein (4.1) bħala indikatur. Kompli t-titrazzjoni sakemm l-ewwel lewn ahmar fit-soluzzjoni jippersisti għal 10 sekondi.

7. Espressjoni tar-riżultati

7.1. Formula u metodu ta' kalkolu

Il-kontenut ta' aċidi li jevaporaw, espress bħala milligrammi f'kull kilogramma ta' aċidu aċetiku, jingħataw b':

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

fejn:

V = volum f'millilitri ta' 0.01 mol/l soluzzjoni ta' sodium hydroxide użati għan-newtralizzazzjoni.

m_0 = massa f'grammi tal-kampjun ta' l-aċidu ortofosforiku.

7.2. Ripetibilità

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 1 mg f'kull 100 g ta' kampjun.

METODU 13

TEST TAL-LIMITU GHAN-NITRAT F'AĊIDU ORTOFOSFORIKU (E 338)

1. Skop u qasam ta' applikazzjoni

Dan il-metodu jiskopri nitrati f'aċidu ortofosforiku (E 338).

2. Definizzjoni

L-iskoperta tal-koncentrazzjoni tat-test tal-limitu tan-nitrat, espress bħala nitrat tas-sodju; ir-riżultat tat-test tal-limitu kif determinat mill-metodu speċifikat.

3. Prinċipju

Il-kampjun jiżdied ma' soluzzjoni vjola-karmina f'medju ta' aċidu sulfuriku konċentrat. Il-kolorazzjoni blu preżenti hija skarigata b'aġenti li jossidaw inkluż in-nitrati.

4. Reaġenti

4.1. Soluzzjoni indigo-karmina, 0.18% (m/v): holl 0.18 g sodium indigotin disulphonate fl-ilma u hallat bl-ilma sa 100 ml.

4.2. Soluzzjoni ta' sodium chloride, 0.05% (m/v).

4.3. Aċidu sulfuriku ikkonċentrat ($p_{20} = 1.84$ g/ml).

5. **Proċedura**

Iżen 2 ml mill-kampjun u hallat sa 10 ml bis-soluzzjoni tas-sodium chloride (4.2). Żid 0.1 ml soluzzjoni karmina-vjola (4.1) u mbagħad żid bil-mod 10 ml aċidu sulfuriku konċentrat (4.3), u kessah waqt iż-żieda. Innota jekk il-kolorazzjoni blu tas-soluzzjoni tippersistix għal hames minuti.

6. **Espressjoni tar-riżultati**

6.1. *Interpretazzjoni tat-test tal-limitu*

Jekk il-kolorazzjoni blu hija skarigata fi żmien hames minuti, it-test huwa pożittiv u l-kontenut ta' agenti ossidanti, espress bħala nitrat tas-sodju, huwa akbar minn 5 mg/kg.

6.2. *Osservazzjonijiet*

6.2.1. *Wettaq test vojta.*

6.2.2. *Ir-riżultati ta' żewġ testijiet tal-limitu meta mwettqa flimkien jew malajr wara xulxin fuq il-kampjun, mill-istess analist, taħt l-istess kondizzjonijiet, għandhom ikunu identiċi.*

6.2.3. *M'għandhiex tintuża soluzzjoni indigo-karmina jekk tkun ilha ppreparata għal aktar minn 60 jum.*

6.2.4. *Jekk jiġi akkwistat riżultat pożittiv il-kampjun jista' jkun fih nitrati u agenti oħrajn ossidanti u t-test għandu jiġi mtenni b-użu tal-Metodu ISO 3709 (1976) 'Aċidu fosforiku għall-użu industrijali (inkluż l-ikel) – determinazzjoni ta' ossides tal-kontenut tan-nitroġenu - metodu spektrofometriku 3,4-xylenol'.*

METODU 14

DETERMINAZZJONI TAS-SUSTANZI LI MA JINĦALLUX FL-ILMA PREŻENTI FL-ORTOFOSFATI TAL-MONO-, DI- U TRI-SODJI U FL-ORTOFOSFATI TAL-MONO-, DI- U TRI-POTASSJU (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii) U E 340(iii))

1. **Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiskopri materji li ma jinħallux fl-ilma f':

- ortofosfat tal-mono-sodju (E 339(i)),
- ortofosfat tad-di-sodju (E 339(ii)),
- ortofosfat tat-tri-sodju (E 339(iii)),
- ortofosfat tal-mono-potassju (E 340(i)),
- ortofosfat tad-di-potassju (E 340(ii)),
- ortofosfat tat-tri-potassju (E 340(iii)).

2. **Definizzjoni**

Materja li ma tinħallx fl-ilma: il-kontenut tal-materji li ma jinħallux fl-ilma kif determinat mill-metodu speċifikat

3. **Prinċipju**

Il-kampjun jinħall fl-ilma u jiġi ffiltrat minn crucible tal-porċellana xieraq. Wara li jinħasel u jitnixxef, ir-residwu jintiżen u jiġi kkalkulat bħala materjal li ma tinħallx fl-ilma.

4. **Apparat**

- 4.1. Sintered porcelain crucible, porożità G 3 jew ekwivalenti.
- 4.2. Desikkatur, bil-ġel tas-silika attivat frisk b'indikatur tal-kontenut ta' l-ilma jew desikkant ekwivalenti.
- 4.3. Forn, termostatikament kontrollat ± 2 °C.
- 4.4. Beaker tal-polypropylene, 400 ml.
- 4.5. Banju ta' l-ilma, jaghli.

5. **Proċedura**

Iżen, sa l-eqreb 10 mg, xi 10 g tal-kampjun tal-fosfat u holl f'100 ml ilma jahraq billi tghallih f'beaker tal-polypropylene (4.4) u żżommu fil-banju ta' l-ilma (4.5) għal 15-il minuta. Iffiltra t-soluzzjoni minn crucible li tkun imnaddfa, mnixxa u miżuna qabel (4.1). Aħsel ir-residwu li ma jinhallx bl-ilma jahraq. Qieghed il-crucible bir-residwu fil-forn (4.3) u nixxef f'103 ± 2 °C għal saghtejn.

Qieghed il-crucible fid-desikkatur u hallih jiksah u iżen il-crucible.

Erga' nixxef, kessah u iżen sakemm id-differenza bejn żewġ pizijiet suċċessivi hija inqas minn 0.5 mg. Jekk issir żieda fil-piż, ir-riżultat l-aktar baxx reġistrat jintuża fil-kalkolu.

6. **Espressjoni tar-riżultati**

6.1. *Formula u metodu ta' kalkolu*

Il-kontenut ta' materji li ma jinhallux fl-ilma fil-kampjun jinghata b':

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

fejn:

m_1 = massa f'grammi tar-residwu wara t-tnixxif,

m_0 = massa f'grammi tal-kampjun mehud.

6.2. *Ripetibilità*

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taht l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 10 mg f'kull 100 g ta' kampjun.

METODU 15

DETERMINAZZJONI TAL-pH TA' L-ADDITIVI TA' L-IKEL

1. **Skop u qasam ta' applikazzjoni**

Il-metodu jiddelinea istruzzjonijiet ġenerali kif jiġi ddeterminat il-pH ta' l-additivi fl-ikel.

2. Definizzjoni

Il-pH ta' additive ta' l-ikel: il-valur pH kif determinat mill-metodu speċifikat.

3. Prinċipju

Il-valur pH ta' soluzzjoni ilmija tal-kampjun mahlul jew *slurried* huwa ddeterminat konvenzjonalment bl-użu ta' elettrodu tal-ħġieġ, elettrodu referent u metru tal-pH.

4. Reaġenti

4.1. Ikkalibra l-istrument bl-użu tas-soluzzjonijiet buffer li ġejjin:

4.1.1. Soluzzjoni buffer pH 6,88 f'20 °C, li tikkonsisti f'volum indaqs ta' 0,05 mol/l potassium dihydrogen phosphate (KH_2PO_4) u 0,05 mol/l disodium hydrogen ortho phosphate dyhydrate ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

4.1.2. Soluzzjoni buffer pH 4 f'20 °C, li tikkonsisti f'0,05 mol/l potassium hydrogen phthalate ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$).

4.1.3. Soluzzjoni buffer pH 9,22 f'20 °C, li tikkonsisti f'0,05 mol/l sodium borate ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$).

4.2. Soluzzjoni ta' potassium chloride saturate jew 3 mol/l, jew soluzzjoni ohra xierqa preskritta mill-fabbrikanti ta' l-elettrodu, biex timla l-elettrodu ta' referenza.

4.3. Ilma ddistillat, mingħajr carbon dioxide, u b'pH bejn 5 u 6.

5. Apparat

5.1. pH meter, bi preċizzjoni ġewwa 0,01 unitajiet pH.

5.2. Elettrodi, jew elettrodu tal-ħġieġ ikkombinat jew elettrodu wahdu tal-ħġieġ u elettrodu ta' referenza flimkien b'morsa biex iżzomm l-elettrodi.

5.3. Hawwada manjetika, b'element li jsahhan.

5.4. Termomettu, kkalibrat fl-iskala 0 sa 100 °C.

6. Proċedura**6.1. Standardizzazzjoni tal-pH meter**

L-elettrodi tal-ħġieġ għandhom ikunu ssettjati bl-użu ta' l-istruzzjonijiet użati mill-fabbrikant. Il-qari tal-pH mill-elettrodi għandu jiġi verifikat regolarment bi tqabbil mat-tahlitiet buffer ta' pH magħruf.

L-elettrodi għandhom jinhaslu bl-ilma u jintmieshu bil-mod b'tissue ratba jew jitlahalhu bl-ilma u darbtejn bit-soluzzjoni tal-kampjun/standard qabel ma jitqieghdu fit-soluzzjoni tal-kampjun/standard li ser tintuża.

Jekk il-kampjun li ser jiġi kkunsidrat għandu pH aċidu, is-soluzzjonijiet buffer użati għall-verifika tal-qari tal-pH għandhom ikunu ta' pH 4 (4.1.2) u pH 6,88 (4.1.1). Jekk il-kampjun li ser jiġi analizzat għandu pH alkalini, is-soluzzjonijiet buffer użati għall-verifika tal-qari tal-pH għandhom ikunu ta' pH 9,22 (4.1.3) u pH 6,88 (4.1.1).

6.2. *Kejl tat-soluzzjoni tal-kampjun*

Il-koncentrazzjoni tal-kampjun li jintuża jew il-proċedura ta' preparazzjoni tal-kampjun li jiġu addottati kif preskritti fid-Direttiva approprijata tal-Komunità dwar l-addittivi fl-ikel.

Ipprepara s-soluzzjoni tal-kampjun kif diretta bl-użu ta' l-ilma distillat (4.3) u mbagħad aġġusta għal 20 °C waqt li tkun qed thawwad. Waqqaf it-tahwid, qiegħed l-elettrodi tal-ħġieġ fit-soluzzjoni u wara żewġ innota l-pH fuq il-pH meter (5.1).

7. **Espressjoni tar-riżultati**

7.1. *Ripetibilità*

Id-differenza bejn ir-riżultati ta' żewġ determinazzjonijiet meta mwettqa fl-istess hin jew malajr wara xulxin fuq l-istess kampjun, mill-istess analist, taħt l-istess kondizzjonijiet, m'għandiex teċċedi 0,05 unità pH

8. **Nota:**

Dan il-metodu jghodd biss għar-reqwiziti tal-pH fid-Direttivi tal-Komunità dwar addittivi fl-ikel fejn l-addittiv ta' l-ikel jinhall jew jiġi *slurried* fl-ilma.
