

31981L0712

10.9.1981

ÚRADNÝ VESTNÍK EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV

L 257/1

PRVÁ SMERNICA KOMISIE

z 28. júla 1981

stanovujúca analytické metódy spoločenstva pre overenie splnenia kritérií čistoty niektorých prídavných látok používaných do potravín

(81/712/EHS)

KOMISIA EURÓPSKÝCH SPOLOČENSTIEV,

ľudskú spotrebu⁽⁵⁾ naposledy zmenenú a doplnenú smernicou 78/143/EHS⁽⁶⁾, najmä na jej článok 5 ods. 2,

so zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho hospodárskeho spoločenstva,

keďže tieto ustanovenia stanovujú, aby boli zavedené analytické metódy spoločenstva pre overenie splnenia všeobecných a špecifických kritérií čistoty týchto prídavných látok;

so zreteľom na smernicu Rady z 23. októbra 1962 o aproximácii právnych predpisov členských štátov týkajúcich sa farbív, ktoré sú povolené na použitie v potravinách určených pre ľudskú spotrebu⁽¹⁾ naposledy zmenenú a doplnenú smernicou 78/144/EHS⁽²⁾, najmä na jej článok 11 ods. 2,

keďže by sa mali prijať prvé série metód, pre ktoré boli ukončené štúdie;

keďže opatrenia uvedené v tejto smernici sú v súlade s vyjadrením Stáleho výboru pre potraviny,

so zreteľom na smernicu Rady 64/54/EHS z 5. novembra 1963 o aproximácii právnych predpisov členských štátov týkajúcich sa konzervačných látok schválených pre použitie v potravinách, ktoré sú určené pre ľudskú spotrebu⁽³⁾ naposledy zmenenú a doplnenú smernicou 79/40/EHS⁽⁴⁾, najmä na jej článok 8 ods. 2),

PRIJALA TÚTO SMERNICU:

Článok 1

so zreteľom na smernicu rady 70/357/EHS z 13. júla 1970 o aproximácii práva členských štátov týkajúcu sa antioxidantov schválených pre použitie v potravinách, ktoré sú určené pre

Členské štáty nariaďa, aby sa analýzy nevyhnutné pre overenie, že určité prídavné látky pridané do potravín spĺňajú všeobecné a špecifické kritériá čistoty, uskutočnili podľa metód opísaných v prílohe II, rámec ktorých je uvedený v prílohe I.

⁽¹⁾ Ú. v. ES 115, 11.11.1962, s. 2645/62.

⁽²⁾ Ú. v. ES L 44, 15.2.1978, s. 20.

⁽³⁾ Ú. v. ES 12, 27.1.1964, s. 161/64.

⁽⁴⁾ Ú. v. ES L 13, 19.1.1979, s. 50.

⁽⁵⁾ Ú. v. ES L 157, 18.7.1970, s. 31.

⁽⁶⁾ Ú. v. ES L 44, 15.2.1978, s. 18.

Článok 2

V Bruseli 28. júla 1981

Členské štáty prijímú zákony, iné právne predpisy alebo správne opatrenia, ktoré sú potrebné na zosúladenie s touto smernicou, najneskôr do 20. februára 1983. Okamžite o tom informujú Komisiu.

Článok 3

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

Za Komisiu

Karl-Heinz NARJES

člen Komisie

PRÍLOHA I

RÁMEC ANALYTICKÝCH METÓD SPOLOČENSTVA PRE OVERENIE SPLNENIA KRITÉRIÍ ČISTOTY URČITÝCH PRÍDAVNÝCH LÁTOK PRIDANÝCH DO POTRAVIN

I. ÚVOD

.....

II. FARBIVÁ

- II.1. Stanovenie substancií extrahovateľných dietyléterom zo sulfónovaných vo vode rozpustných organických farbív, ktoré sa používajú do potravín použitím metódy 1 v prílohe II.

III. KONZERVAČNÉ LÁTKY

- III.1. Stanovenie kyseliny mravčej, formiátov a iných oxidovateľných nečistôt v kyseline octovej (E 260), octane draselnom (E 261), acetoctane sodnom (E 262) a octane vápenatom (E 263) použitím metódy 2 v prílohe II.
- III.2. Stanovenie neprchavých látok v kyseline propiónovej (E 280) použitím metódy 3 v prílohe II.
- III.3. Stanovenie úbytku hmotnosti dusitanu sodného (E 250) sušením použitím metódy 4 v prílohe II.
- III.4. Limitný test pre kyselinu salicylovú v etyl *p*-hydroxybenzoate (E 214), v sodnej soli etyl *p*-hydroxybenzoanu (E 215), v *n*-propyl *p*-hydroxybenzoate (E 216), v sodnej soli *n*-propyl *p*-hydroxybenzoanu (E 217), v metyl *p*-hydroxybenzoate (E 218) a v sodnej soli metyl *p*-hydroxybenzoanu (E 219) použitím metódy 5 v prílohe II.
- III.5. Stanovenie voľnej kyseliny octovej v acetoctane sodnom (E 262) použitím metódy 6 v prílohe II.
- III.6. Stanovenie octanu sodného v acetoctane sodnom (E 262) použitím metódy 7 v prílohe II.
- III.7. Limitný test pre stanovenie aldehydov v kyseline sorbovej (E 200) v sorbate sodnom, draselnom a vápenatom (E 201, E 202, E 203) a v kyseline propiónovej (E 280) použitím metódy 8 v prílohe II.

IV. ANTIOXIDANTY

- IV.1. Stanovenie počtu peroxidových skupín lecitínov (E 322) použitím metódy 9 v prílohe II.
- IV.2. Stanovenie v toluéne nerozpustných látok v lecitínoch (E 322) použitím metódy 10 v prílohe II.
- IV.3. Limitný test pre redukčné substancie v mliečnane sodnom, draselnom a vápenatom (E 325, E 326 a E 327) použitím metódy 11 v prílohe II.
- IV.4. Stanovenie prchavých kyselín v kyseline trihydrogénfosforečnej (E 338) použitím metódy 12 v prílohe II.

- IV.5. Limitný test pre dusičnany v kyseline trihydrogénfosforečnej (E 338) použitím metódy 13 v prílohe II.
- IV.6. Stanovenie vo vode nerozpustných látok v mono-, di- a tri-hydrogénfosforečnane sodnom a v mono-, di- a tri-hydrogénfosforečnane draselnom (E 339 (i), E 339 (ii), E 339 (iii), E 340 (i), E 340 (ii), E 340 (iii)) použitím metódy 14 v prílohe II.

V. VŠEOBECNE

- V.1. Stanovenie pH v potravinových prídavných látkach použitím metódy 15 v prílohe II.
-

PRÍLOHA II

ANALYTICKÉ METÓDY TÝKAJÚCE SA KRITÉRIÍ ČISTOTY POTRAVINOVÝCH PRÍDAVNÝCH LÁTOK

ÚVOD

1. **Príprava vzorky na analýzu**1.1. *Všeobecne*

Množstvo laboratórnej vzorky určenej na analýzu musí byť normálne 50 g, ak sa pre špeciálne stanovenie nepožaduje väčšie množstvo.

1.2. *Príprava vzorky*

Pred analýzou sa vzorka homogenizuje.

1.3. *Uchovávanie*

Prípravená vzorka sa vždy uchováva vo vzduchotesnej a vlhkovzdornej nádobe a uskladňuje tak, aby sa zabránilo jej znehodnoteniu.

2. **Chemické činidlá**2.1. *Voda*

2.1.1. Tam, kde sa uvádza voda ako rozpúšťadlo, riedidlo alebo na umývanie, myslí sa tým destilovaná voda alebo demineralizovaná voda prinajmenšom ekvivalentnej čistoty.

2.1.2. Tam, kde sa uvádza „roztok“ alebo „riedenie“ bez ďalšieho označenia, myslí sa tým „roztok vo vode“ alebo „riedenie vodou“.

2.2. *Chemikálie*

Všetky použité chemikálie majú uznávanú analytickú reagenčnú kvalitu s výnimkou, ak sú špecifikované inak.

3. **Zariadenie**3.1. *Zoznam zariadení*

Zoznam zariadení obsahuje len také položky, ktoré majú špeciálne použitie a položky so zvláštnou špecifikáciou.

3.2. *Analytické váhy*

Analytické váhy znamenajú váhy s citlivosťou 0,1 mg alebo vyššou.

4. **Vyjadrenie výsledkov**4.1. *Výsledky*

Výsledok uvedený v oficiálnej analytickej správe je stredná hodnota získaná z aspoň dvoch stanovení, reprodukovateľnosť ktorých je uspokojivá.

4.2. Výpočet percent

Tam, kde nie je špecifikované inak, je výsledok vypočítaný ako hmotnostné percento originálnej vzorky dodanej do laboratória.

4.3. Počet platných číslí

Počet platných číslí v takto vyjadrenom výsledku sa stanoví presnosťou použitej metódy.

METÓDA 1**STANOVENIE SUBSTANCIÍ EXTRAHOVANÝCH DIETYLÉTEROM ZO SULFÓNOVANÝCH VO VODE ROZPUSTNÝCH ORGANICKÝCH FARBÍV, KTORÉ SA POUŽÍVAJÚ DO POTRAVÍN****1. Rozsah a oblasť použitia**

Metódou sa stanovujú substancie extrahovateľné dietyléterom vo vode rozpustných sulfónovaných organických farbív, ktoré boli miešané bez akejkoľvek podpory.

2. Definícia

Substancie extrahované dietyléterom: obsah látky podľa stanovenej špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Extrahujte farbivo dietyléterom a po odparení éteru odvážte extrahovaný zvyšok.

4. Chemické činidlá

- 4.1. Dietyléter, suchý, bez peroxidu (sušený pomocou čerstvo kalcinovaného chloridu vápenatého).

5. Aparatúra

- 5.1. Soxhletova aparatúra s bankou.
- 5.2. Exsikátor obsahujúci čerstvo aktivovaný silikagél alebo ekvivalentné sušivo s indikátorom obsahu vody.
- 5.3. Analytické váhy.
- 5.4. Sušiareň termostaticky riadená pri $85 \pm 2^\circ\text{C}$.

6. Postup

Odvážte s presnosťou na 10 mg približne 10 g vzorky farbiva na kúsok filtračného papiera. Papier zložte, vložte do papierovej extrakčnej patróny a uzatvorte bavlnenou vlnou, ktorá neobsahuje tuk. Extrahujte šesť hodín dietyléterom (4.1) v Soxhletovej extrakčnej aparatúre (5.1). Nechajte vypariť éter pri čo možno najnižšej teplote. Vložte dopredu odváženú Soxhletovu banku s obsahom zvyšku do sušiarne (5.4) pri teplote $85 \pm 2^\circ\text{C}$ na 20 minút sušiť. Preneste banku do exsikátora (5.2), prikryte voľne vrchnákom a nechajte vychladnúť. Odvážte banku so zvyškom.

Sušenie a váženie opakujte, pokiaľ sa dve za sebou nasledovné merania nelíšia o menej ako 0,5 mg. V prípade, že sa objaví zvýšenie hmotnosti, pri výpočte sa použije najnižší zaznamenaný údaj.

7. Vyjadrenie výsledkov

7.1. Vzorec a metóda výpočtu

Obsah substancií extrahovaných éterom ako percento vzorky je daný:

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

kde:

m_1 = hmotnosť zvyšku v gramoch po vyparení,

m_0 = počiatočná hmotnosť použitej vzorky v gramoch.

7.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 20 mg na 100 g vzorky.

METÓDA 2

STANOVENIE KYSELINY MRAVČEJ, FORMIÁTOV A INÝCH OXIDOVATEĽNÝCH NEČISTÔT V KYSELINE OCTOVEJ (E 260), OCTANE DRASELNOM (E 261), ACETOCTANE SODNOM (E 262) A OCTANE VÁPENATOM (E 263)

1. Rozsah a oblasť použitia

Metódou sa stanovuje kyselina mravčia, formiáty a iné oxidovateľné nečistoty vyjadrené ako kyselina mravčia v:

- kyseline octovej (E 260),
- octane draselnom (E 261),
- acetoctane sodnom (E 262),
- octane vápenatom (E 263).

2. Definícia

Množstvo kyseliny mravčej, formiátov a iných oxidovateľných nečistôt: množstvo kyseliny mravčej, formiátov a iných oxidovateľných nečistôt podľa stanovenej špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Roztok vzorky zreaguje v nadbytku štandardného manganistanu draselného v alkalických podmienkach na oxid manganičitý. Oxid manganičitý a nadbytok manganistanu draselného sa stanovujú jodometricky v kyslých podmienkach a koncentrácia oxidovateľných nečistôt sa vypočíta a vyjadří ako kyselina mravčia.

4. Chemické činidlá

- 4.1. Jodid draselný.
- 4.2. Manganistan draselný, 0,02 mol/l.
- 4.3. Uhličitan sodný (bezvodý).
- 4.4. Tiosíran sodný, 0,1 mol/l.
- 4.5. Škrobový roztok (približne 1% M/V).
- 4.6. Zriedená kyselina sírová: pridajte 90 ml kyseliny sírovej ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/l}$) do vody a zriedte na 1 l.

5. Aparatúra

- 5.1. Vodný kúpeľ, varný.
- 5.2. Analytické váhy.

6. Postup

Ak je testovanou vzorkou voľná kyselina, odvážte s presnosťou na 10 mg približne 10 g vzorky, zriedte v 70 ml vody a pridajte roztok obsahujúci 10 g bezvodého uhličitanu sodného (4.3) v 30 ml vody. Ak vzorkou je soľ, odvážte s presnosťou na 10 mg približne 10 g vzorky a rozpustíte v 100 ml vody. Pridajte 1 g bezvodého uhličitanu sodného (4.3) a trepaním rozpustíte. Pridajte 20 ml 0,02 mol/l manganistanu draselného (4.2) a zohrejte vo vriacom vodnom kúpeli 15 minút. Zmes nechajte ochlaď. Pridajte 50 ml zriedenej kyseliny sírovej (4.6) a 0,5 g jodidu draselného (4.1). Zmes miešajte vírením, kým sa všetok zrazený oxid manganičitý nerozpustí. Titrujte s 0,1 mol/l tiosíranom sodným (4.4), kým nie je roztok bledožltej farby. Pridajte niekoľko kvapiek škrobového roztoku (4.5) a pokračujte v titracii do odfarbenia roztoku.

7. Vyjadrenie výsledkov**7.1. Vzorec a metóda výpočtu**

Percento kyseliny mravčej, formiátov a iných oxidovateľných nečistôt vyjadrené kyselinou mravčou je dané:

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

kde:

a = koncentrácia manganistanu draselného,

b = koncentrácia tiosíranu sodného,

m_0 = počiatočná hmotnosť použitej vzorky v gramoch,

V = objem 0,1 mol/l tiosíranu sodného použitého pri titracii v mililitroch.

7.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 5 mg na 100 g vzorky.

8. Poznámky

- 8.1. Objem 11,3 ml 0,1 mol/l tiosíranu sodného je ekvivalentný 0,2 % kyseliny mravčej v 10 g vzorky.
- 8.2. Ak nie je prítomný žiadny formiát, požadovaný objem bude 20 ml, ale ak je prítomnej viac ako 0,27 % (m/m) kyseliny mravčej, bude nedostatočný nadbytok manganistanu draselného a získa sa fixný minimálny objem 8 ml. V tomto prípade opakujte stanovenie pri použití vzorky nižšej hmotnosti.

METÓDA 3**STANOVENIE NEPRCHAVÝCH LÁTOK V KYSELINE PROPIÓNOVEJ (E 280)****1. Rozsah a oblasť použitia**

Metódou sa stanovujú neprchavé látky v kyseline propiónovej (E 280)

2. Definícia

Obsah neprchavej látky v kyseline propiónovej: obsah neprchavej látky podľa stanovenej špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Vzorka sa nechá vypariť a potom sa vysuší pri teplote $103 \pm 2^\circ\text{C}$ a zvyšok sa stanoví gravimetricky.

4. Aparatúra

- 4.1. Odparovacia miska, kremeň alebo platina vhodnej veľkosti pre obsah 100 g vzorky.
- 4.2. Sušiareň elektricky vyhrievaná, termostaticky riadená pri $103 \pm 2^\circ\text{C}$.
- 4.3. Analytické váhy.
- 4.4. Vodný kúpeľ, varný.
- 4.5. Exsikátor obsahujúci čerstvo aktivovaný silikagél alebo ekvivalentné sušivo s indikátorom obsahu vody.

5. Postup

Odvážte s presnosťou na 0,1 g 100 g vzorky kyseliny propiónovej do predtým vysušenej a odváženej misky (4.1). Nechajte vypariť nad vriacim vodným kúpeľom v digestore (4.4). Keď sa všetka kyselina propiónová vyparí, vložte do sušiarne (4.2) pri teplote $103 \pm 2^\circ\text{C}$ na jednu hodinu. Vložte do exsikátora, nechajte vychladnúť a potom odvážte. Opakujte zahrievanie, chladenie a váženie, kým rozdiel medzi dvomi za sebou nasledujúcimi meraniami je menší ako 0,5 mg. V prípade, že sa objaví zvýšenie hmotnosti, pri výpočte sa použije najnižší zaznamenaný údaj.

6. Vyjadrenie výsledkov**6.1. Vzorec a metóda výpočtu**

Obsah neprchavej látky vypočítaný ako percento vzorky je daný:

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

kde:

m_1 = hmotnosť zvyšku v gramoch po vyparení,

m_0 = hmotnosť použitej vzorky v gramoch.

6.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 5 mg na 100 g vzorky.

METÓDA 4**STANOVENIE ÚBYTKU HMOTNOSTI DUSITANU SODNÉHO (E 250) SUŠENÍM****1. Rozsah a oblasť použitia**

Metódou sa stanovuje úbytok hmotnosti dusitanu sodného (E 250) sušením.

2. Definícia

Obsah vlhkosti v dusitane sodnom; úbytok hmotnosti sušením podľa stanovenej špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Úbytok hmotnosti sušením sa získa zahriatím v sušiarňi pri teplote $103 \pm 2^\circ\text{C}$, vážením a výpočtom straty hmotnosti.

4. Aparatúra

4.1. Sušiareň elektricky vyhrievaná, termostaticky riadená pri $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

4.2. Navažovacia miska s plochým dnom, sklená nádoba priemeru 60 až 80 mm, hĺbky aspoň 25 mm, s voľným vrchnákom.

4.3. Exsikátor obsahujúci čerstvo aktivovaný silikagél alebo ekvivalentné sušivo s indikátorom obsahu vody.

4.4. Analytické váhy.

5. Postup

Odstráňte vrchnák z navažovacej misky (4.2) a misku a vrchnák zohrievajte jednu hodinu v sušiarňi (4.1) pri $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Nasadte vrchnák, vložte misku (4.2) s vrchnákom do exsikátora (4.3) a nechajte vychladnúť na

teplotu miestnosti. Odvážte prikrytú misku (4.2) s presnosťou na 10 mg. Odvážte s presnosťou na 10 mg približne 10 g vzorky do prikrytej misky. Odstráňte vrchnák a vložte misku i vrchnák do sušiarne (4.1) na jednu hodinu pri $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Nasadte vrchnák a nechajte prikrytú misku vychladnúť v exsikátore (4.3) na teplotu miestnosti. Odvážte s presnosťou na 10 mg. Opakujte zahrievanie, chladenie a váženie, kým rozdiel medzi dvomi za sebou nasledujúcimi meraniami je menší ako 10 mg. V prípade, že sa objaví zvýšenie hmotnosti, pri výpočte sa použije najnižší zaznamenaný údaj.

6. Vyjadrenie výsledkov

6.1. Vzorec a metóda výpočtu

Úbytok hmotnosti sušením vypočítaný ako hmotnostné percento vzorky je daný:

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

kde:

m_1 = hmotnosť misky v gramoch,

m_2 = hmotnosť misky a vzorky v gramoch pred vysušením,

m_3 = hmotnosť misky a vzorky v gramoch po vysušení.

6.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 100 mg na 100 g vzorky.

METÓDA 5

LIMITNÝ TEST PRE KYSELINU SALICYLOVÚ V ETYL P-HYDROXYBENZOANE (E 214), V SODNEJ SOLI ETYL P-HYDROXYBENZOANU (E 215), V N-PROPYL P-HYDROXYBENZOANE (E 216), V SODNEJ SOLI N-PROPYL P-HYDROXYBENZOANU (E 217), V METYL P-HYDROXYBENZOANE (E 218), V SODNEJ SOLI METYL P-HYDROXYBENZOANU (E 219)

1. Rozsah a oblasť použitia

Metódou sa stanovuje kyselina salicylová v etyl *p*-hydroxybenzoane (E 214), v *n*-propyl *p*-hydroxybenzoane (E 216) a v metyl *p*-hydroxybenzoane (E 218) a v ich sodných soliach (E 215, E 217 a E 219).

2. Definícia

Stanovenie limitnej testovacej koncentrácie kyseliny salicylovej: výsledok limitného testu podľa stanovenej špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Pri reakcii síranu železito amónneho III s roztokom vzorky sa objaví fialové sfarbenie. Jeho intenzita sa porovná s intenzitou referenčného roztoku.

4. Chemické činidlá

- 4.1. Roztok síranu železito amónneho (III), 0,2 % m/v. Pripravte rozpustením 0,2 g dodekahydrátu síranu železito amónneho v 50 ml vody, pridajte 10 ml kyseliny dusitej, 10 % v/v a zriedte vodou do 100 ml.
- 4.2. Etanol, 95 % v/v.
- 4.3. Roztok kyseliny salicylovej, 0,1 g/l.
- 4.4. Kyselina sírová, 1 mol/l.

5. Aparatúra

- 5.1. Nesslerove valce kalibrované na 50 ml. Celkový objem približne 60 ml.

6. Postup**6.1. Vzorky etyl, n-propyl a metyl p- hydroxybenzoanu**

- 6.1.1. Odvážte s presnosťou na 1 mg 0,1 g vzorky a rozpustite v 10 ml 95 %-ného etanolu v/v (4.2). Preneste roztok do kalibrovaného Nesslerovho valca (5.1) a zriedte vodou na 50 ml. Miešajte a počas miešania pridajte 1 ml roztoku síranu železito amónneho (4.1). Nechajte stáť 1 minútu.
- 6.1.2. Pripravte súčasne porovnávací roztok postupom uvedeným v 6.1.1., ale 0,1 g vzorky nahraďte 1 ml roztoku kyseliny salicylovej (4.3).
- 6.1.3. Porovnajte zafarbenie roztoku vzorky so zafarbením porovnávacieho roztoku.
- 6.2. *Sodné soli vzoriek etyl, n- propyl a metyl p- hydroxybenzoanu*
- 6.2.1. Opakujte 6.1.1. okyslením na pH 5 použitím 1 mol/l kyseliny sírovej (4.4) pred zriedením na 50 ml.
- 6.2.2. Opakujte 6.1.2.
- 6.2.3. Opakujte 6.1.3.

7. Vyjadrenie výsledkov**7.1. Interpretácia limitného testu**

Ak je červeno-fialové zafarbenie v skúmavke so vzorkou roztoku intenzívnejšie ako zafarbenie v skúmavke s porovnávacím roztokom, je test pozitívny a vzorka obsahuje viac ako 0,1 % kyseliny salicylovej.

7.2. Citlivosť

Limit detekcie testu je 30 mg kyseliny salicylovej na 100 g vzorky.

7.3. Pozorovania

Výsledky dvoch limitných testov uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok sú identické.

METÓDA 6**STANOVENIE VOENEJ KYSELINY OCTOVEJ V ACETOCTANE SODNOM (E 262)****1. Rozsah a oblasť použitia**

Metódou sa stanovuje kyselina octová v acetoctane sodnom (E 262).

2. Definícia

Obsah kyseliny octovej: obsah kyseliny octovej podľa stanovenej špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Priama titrácia kyseliny octovej vo vzorke použitím štandardného roztoku hydroxidu sodného a fenolftaleínového indikátora.

4. Chemické činidlá

4.1. Roztok fenolftaleínu 1 % (m/v) v etanole.

4.2. Hydroxid sodný, 1 mol/l.

5. Aparatúra

5.1. Analytické váhy.

6. Postup

Odvážte s presnosťou na 1 mg približne 3 g testovanej vzorky a rozpustite v približne 50 ml vody. Pridajte dve alebo tri kvapky indikátorového roztoku fenolftaleínu (4.1) a titrujte 1 mol/l hydroxidom sodným (4.2), až kým červený odtieň zotrvá päť sekúnd.

7. Vyjadrenie výsledkov**7.1. Vzorec a metóda výpočtu**

Obsah kyseliny octovej ako hmotnostné percento vzorky je daný:

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

kde:

V = objem požadovaného hydroxidu sodného (4.2) v mililitroch,

c = koncentrácia roztoku hydroxidu sodného v mol/l,

m₀ = počiatočná hmotnosť použitej vzorky.

7.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 500 mg na 100 g vzorky.

8. Komentár

Objem 20 ml sa získa, ak sa 3 g vzorky obsahujúce 40 % kyseliny octovej titrujú 1 mol/l hydroxidom sodným.

METÓDA 7**STANOVENIE OCTANU SODNÉHO V ACETOCTANE SODNOM (E 262)****1. Rozsah a oblasť použitia**

Metódou sa stanovuje octan sodný a voda, vyjadrené ako octan sodný v acetoctane sodnom (E 262).

2. Definícia

Obsah octanu sodného: obsah octanu sodného a vody vyjadrené ako octan sodný podľa stanovenej špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Vzorka je pred titráciou štandardnou kyselinou perchlórovou rozpustená v ľadovej kyseline octovej pri použití kryštálovej violete ako indikátora.

4. Chemické činidlá

4.1. Ľadová kyselina octová $\rho_{20\text{ °C}} = 1,049\text{ g/ml}$ (pre bezvodé titrácie).

4.2. Kryštálová violet, CI No 42555 indikačný roztok, 0,2 % (m/v) v ľadovej kyseline octovej.

4.3. Hydrogénftalát draselný, $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$.

4.4. Acetanhydrid $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$.

4.5. Kyselina perchlórová, 0,1 mol/l v ľadovej kyseline octovej. Musí byť pripravená a štandardizovaná nasledovne:

Odvážte P g roztoku kyseliny perchlórovej do 1 000 ml odmernej banky opatrenej zabrúsenou sklenou zátkou. Množstvo P sa vypočíta podľa vzorca:

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

kde m je koncentrácia (percento m/m) kyseliny perchlórovej stanovená alkalimetrickou titráciou (od 70 do 72 % m/m je kyselina najvhodnejšia). Pridajte asi 100 ml ľadovej kyseliny octovej a potom množstvo, Q g, acetanhydridu v postupných malých dávkach miešaním a chladením zmesi neprerušene počas pridávania. Množstvo Q sa môže vypočítať podľa vzorca:

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

kde P je odvážené množstvo kyseliny perchlórovej a a je koncentrácia (percento m/m) acetanhydridu. Uzatvorte nádobu a nechajte 24 hodín stáť na tmavom mieste, potom pridajte množstvo ľadovej kyseliny octovej dostatočné na výrobu 1000 ml roztoku. Roztok pripravený týmto spôsobom je prakticky bezvodý. Štandardizujte roztok voči hydrogénftalátu draselnému nasledovne:

Odvážte s presnosťou na 0,1 mg približne 0,2 g hydrogénftalátu draselného, ktorý bol predtým vysušený počas dvoch hodín pri teplote 110 °C, a rozpustite ho v titračnej nádobe za pomalého zahrievania v 25 ml ľadovej kyseliny octovej. Nechajte vychladnúť, pridajte dve kvapky 0,2 % (m/m) roztoku kryštálovej violete (4.2) v ľadovej kyseline octovej a titrujte roztokom kyseliny perchlórovej, až kým sa farba indikátora nezmení na bledozelenú. Uskutočnite slepú titráciu použitím toho istého objemu rozpúšťadla a odpočítajte hodnotu slepého pokusu od hodnoty zistenej skutočným stanovením. Každých 20,42 mg hydrogénftalátu draselného je ekvivalentných 1 ml 0,1 mol/l kyseliny perchlórovej.

5. Aparatúra

5.1. Analytické váhy

6. Postup

Odvážte s presnosťou na 0,5 mg približne 0,2 g vzorky a rozpustite v 50 ml ľadovej kyseliny octovej (4.1). Pridajte niekoľko kvapiek indikačného roztoku kryštálovej violete (4.2) a titrujte do bledozeleného koncového bodu použitím štandardu 0,1 mol/l kyseliny perchlórovej (4.5).

7. Vyjadrenie výsledkov

7.1. Vzorec a metóda výpočtu

Obsah octanu sodného, ako je to definované v bode 2 (definícia), vyjadrený ako hmotnostné percento vzorky, je daný nasledujúcim vzorcom:

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

kde:

V = objem použitého štandardu kyseliny perchlórovej (4.5) v mililitroch,

c = koncentrácia roztoku kyseliny perchlórovej (4.5),

m₀ = počiatočná hmotnosť použitej vzorky v gramoch.

7.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 1,5 g na 100 g vzorky.

8. Pozorovania

Chemické činidlá použité v tejto metóde sú toxické a výbušné a vyžadujú opatrné zaobchádzanie.

METÓDA 8

LIMITNÝ TEST PRE STANOVENIE ALDEHYDOV V KYSELINE SORBOVEJ (E 200) V SORBÁTE SODNOM, DRASELNOM A VÁPENATOM (E 201, E 202, E 203) A V KYSELINE PROPIÓNOVEJ (E 280)

1. Rozsah a oblasť použitia

Metódou sa zisťujú aldehydy vyjadrené ako formaldehyd v:

— kyseline sorbovej (E 200),

— sorbáte sodnom, draselnom a vápenatom (E 201, E 202, E 203),

— kyseline propiónovej (E 280).

2. Definícia

Stanovenie limitnej testovacej koncentrácie aldehydov: výsledok limitného testu podľa stanovenej špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Aldehydy v testovanom roztoku a formaldehyd v porovnávacom roztoku reagujú so Schiffovým činidlom za tvorby červeno sfarbených komplexov a porovnáva sa ich intenzita.

4. Chemické činidlá

4.1. Štandardný roztok formaldehydu (0,01 mg/ml): pripravený riedením koncentrovaného roztoku formaldehydu (400mg/ml)

4.2. Schiffovo činidlo.

5. Postup

5.1. Odvážite s presnosťou na 1 mg približne 1 g vzorky, pridajte do 100 ml vody a pretrepte. Ak je to nevyhnutné, roztok prefiltrujte a nechajte zreagovať 1 ml filtrátu alebo roztoku vzorky s 1 ml Schiffovho činidla (4.2). Súčasne nechajte zreagovať 1 ml porovnávacieho roztoku formaldehydu (4.1) s 1 ml Schiffovho činidla (4.2).

5.2. Porovnajte farbu roztoku vzorky s farbou porovnávacieho roztoku.

6. Vyjadrenie výsledkov**6.1. Interpretácia limitného testu**

Ak je červené zafarbenie v skúmavke so vzorkou roztoku intenzívnejšie ako zafarbenie v skúmavke s porovnávacím roztokom, je test pozitívny a vzorka obsahuje viac ako 0,1 % aldehydov vyjadrených ako formaldehyd.

6.2. Citlivosť

Limit detekcie tohto testu je 30 mg formaldehydu na 100 g vzorky.

6.3. Pozorovania

Výsledky dvoch limitných testov uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok sú identické.

METÓDA 9**STANOVENIE PEROXIDOVÉHO ČÍSLA V LECITÍNOCH (E 322)****1. Rozsah a oblasť použitia**

Metódou sa stanovuje peroxidové číslo v lecitínoch (E 322).

2. Definícia

Peroxidové číslo v lecitínoch: výsledok získaný na základe stanovenej špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Oxidácia jodidu draselného peroxidmi lecitínu a titrácia uvoľneného jódu štandardným roztokom tiosíranu sodného.

4. Chemické činidlá

- 4.1. Ľadová kyselina octová.
- 4.2. Chloroform.
- 4.3. Jodid draselný.
- 4.4. Tiosíran sodný, 0,1 mol/l alebo 0,01 mol/l.
- 4.5. Škrobový roztok (približne 1 % m/v).

5. Aparatúra

- 5.1. Analytické váhy.
- 5.2. Aparatúra, ako je znázornená na obrázku, skladajúca sa z:
 - 5.2.1. banky s guľatým dnom, 100 ml;
 - 5.2.2. spätného chladiča;
 - 5.2.3. sklenej rúrky, 250 mm dĺžky a 22 mm vnútorného priemeru, opatrenej spojkami z matného skla;
 - 5.2.4. mikrokadičky (vonkajšie rozmery 20 mm priemer a 35 až 50 mm výška).

6. Postup

- 6.1. Nalejte 10 ml ľadovej kyseliny octovej (4.1) a 10 ml chloroformu (4.2) do 100 ml banky (5.2.1). Nasadte sklenú rúrku (5.2.3) a spätný chladič (5.2.2) a zmes nechajte jemne vriť dve minúty, aby unikol všetok rozpustený vzduch. Rozpustíte 1 g jodidu draselného (4.3) v 1,3 ml vody a pridajte tento roztok do zmesi v banke (5.2.1) dbajúc pritom, aby nebol prerušený var.

Ak sa v tomto štádiu objaví žlté zafarbenie, stanovenie sa musí ukončiť a zopakovať s čerstvo pripravenými chemickými činidlami.

- 6.2. Odvážte s presnosťou na 1 mg približne 1 g vzorky, po ďalšom varení v trvaní dvoch minút pridajte odvážení vzorku do obsahu v banke (5.2.1) dbajúc opäť, aby var nebol prerušený. Za týmto účelom by mala byť vzorka v mikrokadičke (5.2.4), ktorú je možné spustiť cez sklenú trubku (5.2.3) pomocou sklenej tyčinky, ktorej dolná časť je vhodne sformovaná, ako je to naznačené v schéme. Chladič (5.2.2) je možné na krátky čas odstaviť. Pokračujte vo vare ďalšie tri až štyri minúty. Zastavte zohrievanie a okamžite odpojte chladič (5.2.2). Rýchle pridajte cez sklenú trubičku (5.2.3) 50 ml vody. Odstráňte sklenú trubičku (5.2.3) a banku (5.2.1) ochladte pod tečúcou vodou na izbovú teplotu. Titrujte tiosíranom sodným (0,1 mol/l alebo 0,01 mol/l) (4.4), kým sa vodná vrstva nesfarbí do bledožlta. Pridajte 1 ml škrobového roztoku (4.5) a pokračujte v titrácii do odstránenia modrého zafarbenia. Bankou (5.2.1) počas titrácie dôkladne trepte, aby bola zabezpečená úplná extrakcia jódu z bezvodej vrstvy.

- 6.3. Hodnotu titrácie naslepo získate opakovaním celého postupu 6.1 a 6.2, ale bez pridania vzorky.

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Vzorec a metóda výpočtu*

Peroxidové číslo vzorky v miliekvivalentoch na kilogram je dané:

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

kde:

V_1 = objem roztoku tiosíranu požadovaného na titráciu vzorky (6.2) v mililitroch,

V_2 = objem roztoku tiosíranu požadovaného na titráciu naslepo (6.3) v mililitroch,

a = koncentrácia roztoku tiosíranu sodného v mol/l,

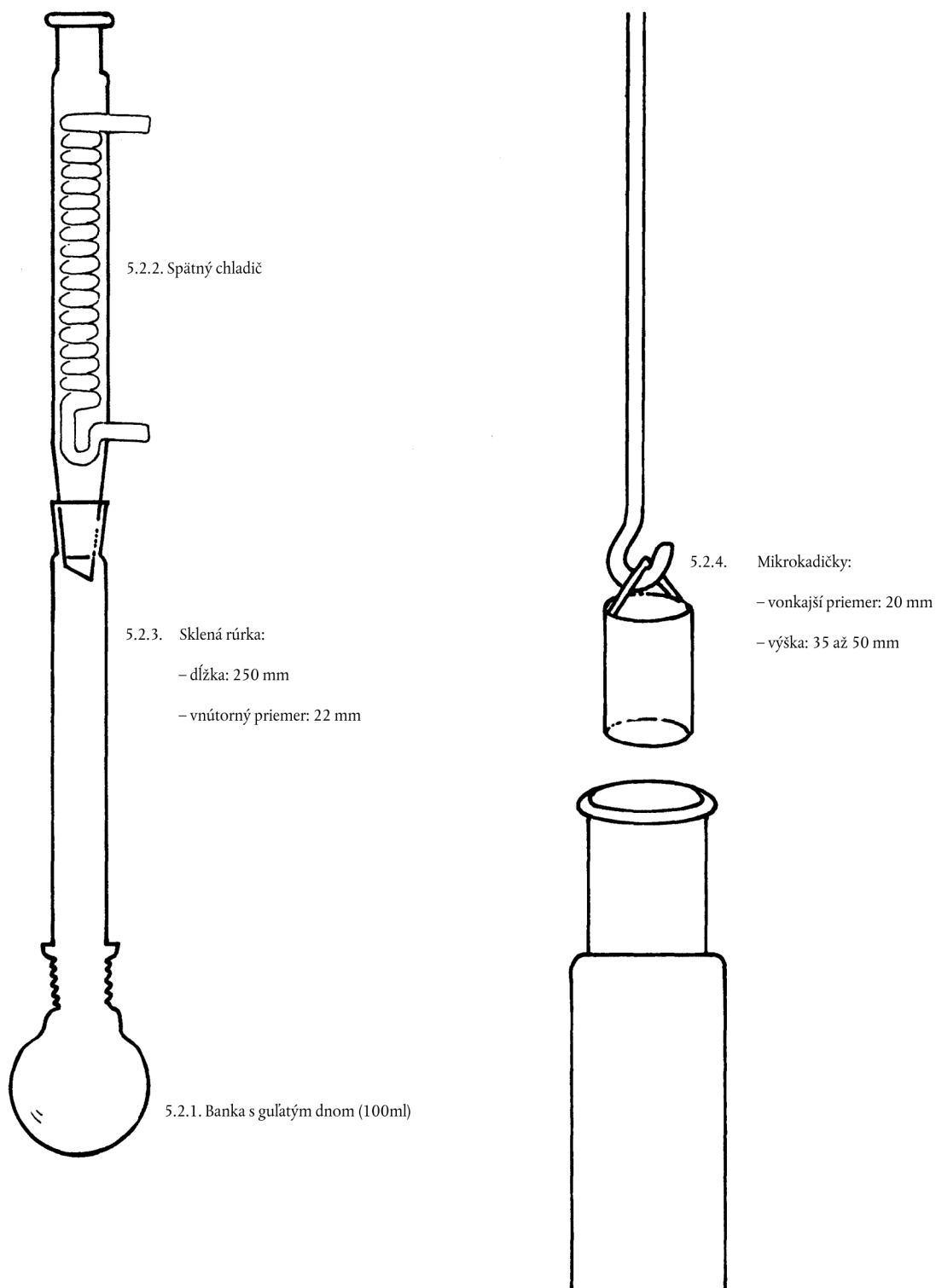
m_0 = počiatočná hmotnosť použitej vzorky.

7.2. *Reprodukovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke, tým istým analytikom, za tých istých podmienok, nesmie byť vyšší ako 0,5 (vyjadrený ako peroxidové číslo v miliekvivalentoch na kilogram vzorky).

8. **Poznámky**

- 8.1. Výber koncentrácie použitého tiosíranu sodného závisí od očakávanej hodnoty titrácie. Ak je potrebných menej ako 0,5 ml 0,1 mol/l tiosíranu sodného, stanovenie opakujte použitím 0,01 mol/l tiosíranu sodného.
- 8.2. Stanovenie by sa nemalo uskutočniť na silnom svetle.



Aparatúra na stanovenie peroxidového čísla v lecitínoch

METÓDA 10**STANOVENIE V TOLUÉNE NEROZPUSTNEJ LÁTKY V LECITÍNOCH (E 322)****1. Rozsah a oblasť použitia**

Metódou sa stanovujú v toluéne nerozpustné látky v lecitínoch (E 322).

2. Definícia

Obsah v toluéne nerozpustnej látky: obsah v toluéne nerozpustnej látky stanovený na základe špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Vzorka sa rozpustí v toluéne, prefiltruje a zvyšok sa vysuší a odváži.

4. Chemické činidlá**4.1. Toluén.****5. Aparatúra**

5.1. Téglik zo sintrovaného skla, objem 30 ml, G 3 alebo ekvivalentná poréznosť.

5.2. Sušiareň, vyhrievaná elektricky a termostaticky riadená pri teplote $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

5.3. Vodný kúpeľ s teplotou neprevyšujúcou 60°C .

5.4. Exsikátor obsahujúci čerstvo aktivovaný silikagél alebo ekvivalentné sušivo s indikátorom obsahu vody.

5.5. Erlenmeyerova banka, 500 ml.

5.6. Vákuová pumpa.

5.7. Analytické váhy.

6. Postup

6.1. Téglik zo sintrovaného skla s objemom 30 ml (5.1) vysušte v sušiarňi (5.2) pri teplote $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$. Téglik preneste do exsikátora (5.4), nechajte vychladnúť a potom odvážite.

6.2. Vzorku lecitínov dôkladne zmiešajte, ak je to nevyhnutné ohriatím vo vodnom kúpeli (5.3). Odvážite s presnosťou na 1 mg približne 10 g vzorky do Erlenmeyerovej banky (5.5). Pridajte 100 ml toluénu (4.1) a zmes miešajte, pokiaľ všetok lecitín nie je očividne rozpustený. Roztok prefiltrujte cez téglik zo sintrovaného skla (5.1). Premyte Erlenmeyerovu banku (5.5) s 25 ml toluénu (4.1) a splašky nechajte pretiecť cez téglik (5.1). Tento proces opakujte s ďalšími 25 ml toluénu (4.1). Vysatím odstráňte z téglika (5.1) zvyšný toluén.

- 6.3. Vysušte téglík (5.1) v sušiarňi (5.2) pri teplote $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$ dve hodiny. Vložte do exsikátora (5.4) a nechajte vychladnúť. Téglík a zvyšok po vychladnutí odvážte.
- 6.4. Opakujte postup uvedený v 6.3, kým rozdiel v hmotnosti medzi dvomi za sebou nasledujúcimi meraniami je menší ako 0,5 mg.

V prípade, že sa objaví zvýšenie hmotnosti, pri výpočte sa použije najnižší zaznamenaný údaj.

7. Vyjadrenie výsledkov

7.1. Vzorec a metóda výpočtu

Obsah v toluéne nerozpustných látok je daný:

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

kde:

m_1 = hmotnosť prázdneho téglíka (6.1) v gramoch,

m_2 = hmotnosť téglíka a zvyškov (6.4) v gramoch,

m_0 = počiatočná hmotnosť použitej vzorky.

7.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 30 mg na 100 g vzorky.

METÓDA 11

LIMITNÝ TEST PRE REDUKUJÚCE SUBSTANCIE V MLIEČNANE SODNOM, DRASELNOM A VÁPENATOM (E 325, E 326 A E 327)

1. Rozsah a oblasť použitia

Test stanovuje kvalitatívne redukujúce substancie v:

- v mliečnane sodnom, (E 325),
- v mliečnane draselnom (E 326),
- v mliečnane vápenatom (E 327).

2. Definícia

Stanovenie limitnej testovacej koncentrácie redukujúcich substancií: výsledky limitného testu stanovené špecifikovanou metódou.

3. Princíp

Fehlingov roztok sa redukuje substanciami schopnými pôsobiť redukčne. Takýmito látkami sú obyčajne redukujúce cukry.

4. Chemické činidlá

- 4.1. Fehlingov roztok A: 6,93 g pentahydrátu síranu meďnatého sa rozpustí vo vode a doplní do 100 ml vodou.
- 4.2. Fehlingov roztok B: 34,6 g vínanu sodno-draselného a 10 g hydroxidu sodného sa rozpustí vo vode a doplní do 100 ml vodou.

5. Postup

Odvážte s presnosťou na 1 mg približne 1 g vzorky a rozpustite v 10 ml teplej vody. Pridajte 2 ml Fehlingovho roztoku A (4.1) a 2 ml Fehlingovho roztoku B (4.2). Potom nechajte zmes zovrieť jednu minútu a sledujte, či sa objaví farebná zmena. Zrazenina síranu vápenatého, ktorá sa niekedy objaví, nie je na prekážku.

6. Vyjadrenie výsledkov**6.1. Interpretácia limitného testu**

Ak sa po vare objavia farebné zmeny (5), je test pozitívny a indikuje prítomnosť redukujúcich substancií.

6.2. Citlivosť

Limit detekcie pre reagujúce redukujúce substancie je 100 mg glukózy na 100 g vzorky.

6.3. Pozorovania

6.3.1. Výsledky dvoch limitných testov uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok sú identické.

6.3.2. Všetky Fehlingove roztoky reagujú, ak sú vo vzorke prítomné 2 % glukózy.

METÓDA 12**STANOVENIE PRCHAVÝCH KYSELÍN V KYSELINE TRIHYDROGÉNFOŠFOREČNEJ (E 338)****1. Rozsah a oblasť použitia**

Metódou sa stanovujú prchavé kyseliny vyjadrené ako kyselina octová v kyseline trihydrogénfosforečnej (E 338).

2. Definícia

Obsah prchavej kyseliny: obsah prchavých kyselín vyjadrených ako kyselina octová stanovený podľa špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Do vzorky sa pridá voda a roztok sa destiluje. Destilát sa titruje štandardným roztokom hydroxidu sodného a acidita sa vypočíta a vyjadrí ako kyselina octová.

4. Chemické činidlá

4.1. Roztok fenolftaleínu, 1 % (m/v) v etanole.

4.2. Hydroxid sodný, 0,01 mol/l.

5. Aparatúra

5.1. Destilačná aparatúra vrátane sprchového zachytávača.

6. Postup

Odvážte s presnosťou na 50 mg približne 60 g vzorky a odváženú vzorku vložte spolu so 75 ml čerstvo prevarenej ochladenej vody do destilačnej banky vybavenej sprchovým zachytávačom (5.1). Zmiešajte a predstihujte približne 50 ml.

Destilát titrujte štandardným roztokom hydroxidu sodného koncentrácie 0,01 mol/l (4.2) pri použití fenolftaleínu (4.1) ako indikátora. Pokračujte v titracii dovtedy, kým prvý červený odtieň zotrvá v roztoku 10 sekúnd.

7. Vyjadrenie výsledkov**7.1. Vzorec a metóda výpočtu**

Obsah prchavých kyselín vyjadrený ako miligramy na kilogram kyseliny octovej je daný:

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

kde:

V = objem 0,01 mol/l roztoku hydroxidu sodného použitého na neutralizáciu v mililitroch,

m_0 = hmotnosť vzorky kyseliny trihydrogénfosforečnej v gramoch.

7.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 1 mg na 100 g vzorky.

METÓDA 13**LIMITNÝ TEST PRE DUSIČNANY V KYSELINE TRIHYDROGÉNFOŠFOREČNEJ (E 338)****1. Rozsah a oblasť použitia**

Touto metódou sa stanovujú dusičnany v kyseline trihydrogénfosforečnej (E 338).

2. Definícia

Stanovenie limitnej testovacej koncentrácie dusičnanu vyjadreného ako dusičnan sodný; výsledok limitného testu stanovený podľa špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Vzorka sa pridá do roztoku indigovej karmínovej červene v koncentrovanom médiu kyseliny sírovej. Prítomné modré zafarbenie vymizne oxidačnými činidlami vrátane dusičnanov.

4. Chemické činidlá

4.1. Roztok indigovej karmínovej červene, 0,18 % (m/v): Rozpustite 0,18 g disulfónanu sodno-indigového vo vode a doplňte vodou do 100 ml.

4.2. Roztok chloridu sodného, 0,05 % (m/v).

4.3. Koncentrovaná kyselina sírová ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml).

5. Postup

Odoberte 2 ml vzorky a zriedte roztokom chloridu sodného (4.2) do objemu 10 ml. Pridajte 0,1 ml roztoku indigovej karmínovej červene (4.1) a potom pomaly za stáleho chladenia pridajte 10 ml koncentrovanej kyseliny sírovej (4.3). Sledujte, či modré zafarbenie roztoku zotrvá päť minút.

6. Vyjadrenie výsledkov**6.1. Interpretácia limitného testu**

Ak sa modré zafarbenie v priebehu piatich minút odfarbí, je test pozitívny a obsah oxidačných činidiel vyjadrených ako dusičnan sodný je vyšší ako 5 mg/kg.

6.2. Pozorovania**6.2.1. Uskutočnite slepý pokus.****6.2.2. Výsledky dvoch limitných testov uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok sú identické.****6.2.3. Roztok indigovej karmínovej červene sa nemôže použiť, ak bol pripravený pred viac ako 60 dňami.****6.2.4. Ak sa získa pozitívny výsledok, môže vzorka obsahovať dusičnany a iné oxidačné činidlá a test sa musí opakovať použitím ISO metódy 3709 (1976) „Kyselina fosforečná pre priemyselné využitie (vrátane potravín) - stanovenie oxidov obsahujúcich dusík - 3,4 - xylenol spektrofotometrická metóda“.****METÓDA 14**

STANOVENIE VO VODE NEROZPUSTNÝCH LÁTOK PRÍTOMNÝCH V MONO-, DI- A TRI-HYDROGÉNFOŠFOREČNANE SODNOM A V MONO-, DI- A TRI-HYDROGÉNFOŠFOREČNANE DRASELNOM (E 339 (i), E 339 (ii), E 339 (iii), E 340 (i), E 340 (ii), E 340 (iii))

1. Rozsah a oblasť použitia

Metódou sa stanovuje vodou nerozpustná látka v:

- v mono-hydrogénfosforečnane sodnom (E 339 (i)),
- v di-hydrogénfosforečnane sodnom (E 339 (ii)),
- v tri-hydrogénfosforečnane sodnom (E 339 (iii)),
- v mono-hydrogénfosforečnane draselnom (E 340 (i)),
- v di-hydrogénfosforečnane draselnom (E 340 (ii)),
- v tri-hydrogénfosforečnane draselnom (E 340 (iii)).

2. Definícia

Vo vode nerozpustná látka: obsah vo vode nerozpustnej látky stanovený podľa špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Vzorka sa rozpustí vo vode a prefiltruje cez vhodný porcelánový téglik. Po premytí a vysušení sa zvyšok odváži a vypočíta sa ako vo vode nerozpustná látka.

4. Aparatúra

- 4.1. Téglik zo sintrovaného skla, poréznosť G 3 alebo ekvivalentná poréznosť.
- 4.2. Exsikátor obsahujúci čerstvo aktivovaný silikagél alebo ekvivalentné sušivo s indikátorom obsahu vody.
- 4.3. Sušiareň termostaticky riadená pri teplote $103 \pm 2^\circ\text{C}$.
- 4.4. Polypropylénová kadička, 400 ml.
- 4.5. Vodný kúpeľ, varný.

5. Postup

Odvážte s presnosťou na 10 mg približne 10g vzorky fosforečnanu a rozpustite v 100 ml horúcej vody privedením do varu v polypropylénovej kadičke (4.4) a v horúcom vodnom kúpeli (4.5) 15 minút. Roztok prefiltrujte cez vopred vyčistený, vysušený a odvážený téglik (4.1). Premyte nerozpustný zvyšok horúcou vodou. Téglik so zvyškom preneste do sušiarne (4.3) a sušte počas dvoch hodín pri teplote $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

Téglik preneste do exsikátora, nechajte vychladnúť a potom odvážte.

Opakujte sušenie, chladenie a váženie, kým rozdiel v hmotnosti medzi dvomi za sebou nasledujúcimi meraniami je menší ako 0,5 mg. V prípade, že sa objaví zvýšenie hmotnosti, pri výpočte sa použije najnižší zaznamenaný údaj.

6. Vyjadrenie výsledkov**6.1. Vzorec a metóda výpočtu**

Obsah vo vode nerozpustnej látky vo vzorke je daný:

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

kde:

m_1 = hmotnosť zvyšku v gramoch po vysušení,

m_0 = hmotnosť použitej vzorky v gramoch.

6.2. Reprodukovateľnosť

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 10 mg na 100 g vzorky.

METÓDA 15**STANOVENIE PH V PRÍDAVNÝCH LÁTKACH PRIDANÝCH DO POTRAVÍN****1. Rozsah a oblasť použitia**

Metóda podáva všeobecné inštrukcie pre stanovenie pH v prídavných látkach pridaných do potravín.

2. Definícia

pH v potravinových prídavných látkach: hodnota pH stanovená podľa špecifikovanej metódy.

3. Princíp

Hodnota pH vodného roztoku rozpustenej a neusadenej vzorky sa bežne stanovuje použitím sklenej elektródy, referenčnej elektródy a pH-metra.

4. Chemické činidlá

4.1. Okalibrujte prístroj použitím nasledujúcich roztokov pufrov:

4.1.1. Roztok pufru s hodnotou pH 6,88 pri 20 °C pozostávajúci z rovnakého objemu 0,05 mol/l dihydrogénfosforečnanu draselného (KH_2PO_4) a 0,05 mol/l dihydrátu dihydrogénfosforečnanu sodného ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$).

4.1.2. Roztok pufru s hodnotou pH 4 pri 20 °C pozostávajúci z 0,05 mol/l hydrogénftalátu draselného ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$).

4.1.3. Roztok pufru s hodnotou pH 9,22 pri 20 °C pozostávajúci z 0,05 mol/l boritanu sodného ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$).

4.2. Nasýtený alebo 3 mol/l roztok chloridu draselného alebo iný vhodný roztok predpísaný výrobcom elektród na naplnenie referenčnej elektródy.

4.3. Destilovaná voda neobsahujúca oxid uhličitý s hodnotou pH medzi 5 a 6.

5. Aparatúra

5.1. pH meter s presnosťou 0,01 pH jednotky.

5.2. Elektródy, buď kombinovaná sklená elektróda, alebo jednoduché sklené a referenčné elektródy spolu s vhodnou svorkou na uchytenie elektród.

5.3. Magnetické miešadlo s ohrievacím článkom.

5.4. Teplomer kalibrovaný v rozsahu 0 °C až 100° C.

6. Postup**6.1. Štandardizácia pH metra**

Sklené elektródy musia byť nastavené podľa inštrukcií udaných výrobcom. Hodnoty pH z elektród musia byť pravidelne kontrolované porovnaním s roztokmi pufrov známej hodnoty pH.

Elektródy by sa mali predtým, ako sú vložené do ďalšej vzorky/použitého štandardného roztoku, premyť vodou a potom jemne utrieť jemnou tkaninou alebo vymyť vodou a potom dvakrát s ďalšou vzorkou/štandardným roztokom.

Ak uvažovaná vzorka má kyslé pH, roztoky použitých pufrov na kontrolu hodnôt pH by mali mať pH 4 (4.1.2) a pH 6,88 (4.1.1). Ak analyzovaná vzorka má zásadité pH, roztoky použitých pufrov na kontrolu hodnôt pH by mali mať pH 9,22 (4.1.3) a pH 6,88 (4.1.1).

6.2. *Meranie roztoku vzorky*

Koncentrácia použitej vzorky alebo prijatý postup prípravy vzorky je predpísaný príslušnou smernicou spoločenstva o potravinových prídavných látkach.

Pripravte roztok vzorky podľa pokynov použitím destilovanej vody (4.3) a upravte za stáleho miešania na teplotu 20°C. Ukončíte miešanie, vložte sklené elektródy do roztoku a po dvoch minútach zaznamenajte pH uvedené na pH metre (5.1).

7. **Vyjadrenie výsledkov**

7.1. *Reprodukovateľnosť*

Rozdiel medzi výsledkami dvoch stanovení uskutočnených súčasne alebo v rýchlej postupnosti na tej istej vzorke tým istým analytikom za tých istých podmienok neprekročí 0,05 pH jednotky.

8. **Poznámka**

Túto metódu je možné aplikovať iba na tie pH požiadavky smerníc spoločenstva o potravinových prídavných látkach, keď potravinová prídavná látka je rozpustená alebo neusadená vo vode.
