

31981L0712

10.9.1981.

EIROPAS KOPIENU OFICIĀLAIS VĒSTNESIS

L 257/1

KOMISIJAS PIRMĀ DIREKTĪVA**(1981. gada 28. jūlijs),****ar ko nosaka Kopienas analīzes metodes, lai pārbaudītu, vai pārtikas produktos izmantotās piedevas atbilst tīrības kritērijiem****(81/712/EEK)**

EIROPAS KOPIENU KOMISIJA,

kuri paredzēti lietošanai cilvēku uzturā ⁽¹⁾, kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Direktīvu 78/143/EEK ⁽²⁾, un jo īpaši tās 5. panta 2. punktu,

ņemot vērā Eiropas Ekonomikas kopienas dibināšanas līgumu,

tā kā šie noteikumi nosaka, ka jāievieš Kopienas analīzes metodes, lai pārbaudītu, vai šīs piedevas atbilst vispārējiem un īpašiem tīrības kritērijiem;

ņemot vērā Padomes 1962. gada 23. oktobra Direktīvu par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz krāsvielām, ko atļauts izmantot pārtikas produktos, kuri paredzēti lietošanai cilvēku uzturā ⁽¹⁾, kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Direktīvu 78/144/EEK ⁽²⁾, un jo īpaši tās 11. panta 2. punktu,

tā kā šobrīd būtu jāpieņem pirmās to metožu virknes, kuru izpēte ir pabeigta;

ņemot vērā Padomes 1963. gada 5. novembra Direktīvu 64/54/EEK par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz konservantiem, ko atļauts izmantot pārtikas produktos ⁽³⁾, kuri paredzēti lietošanai cilvēku uzturā, kurā jaunākie grozījumi izdarīti ar Direktīvu 79/40/EEK ⁽⁴⁾, un jo īpaši tās 8. panta 2. punktu,

tā kā šajā direktīvā paredzētie pasākumi atbilst Pārtikas produktu pastāvīgās komitejas atzinumam,

IR PIEŅĒMUSI ŠO DIREKTĪVU.

1. pants

ņemot vērā Padomes 1970. gada 13. jūlija Direktīvu 70/357/EEK par dalībvalstu tiesību aktu tuvināšanu attiecībā uz antioksidantiem, ko atļauts izmantot pārtikas produktos,

Dalībvalstis nosaka, ka analīzes, lai pārbaudītu pārtikā izmantoto piedevu atbilstību vispārējiem un īpašiem tīrības kritērijiem, veic atbilstīgi II pielikumā aprakstītajām metodēm, kuru joma ir noteikta I pielikumā.

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

2. pants

Briselē, 1981. gada 28. jūlijā

Dalībvalstīs stājas spēkā normatīvie un administratīvie akti, kas vajadzīgi, lai izpildītu šīs direktīvas prasības ne vēlāk kā 1983. gada 20. februārī. Dalībvalstis par to tūlīt informē Komisiju.

3. pants

Šī direktīva ir adresēta dalībvalstīm.

Komisijas vārdā -
Komisijas loceklis
Karl-Heinz NARJES

I PIELIKUMS

**KOPIENAS ANALĪZES METODES, LAI PĀRBAUDĪTU, VAI DAŽAS PĀRTIKAS PRODUKTOS IZMANTOTĀS
PIEDEVAS ATBILST TĪRĪBAS KRITĒRIJIEM**

I IEVADS

.....

II KRĀSVIELAS

- II.1. Ar dietilēteri no ūdenī šķīstošām sulfurētām organiskām krāsvielām, ko izmanto pārtikas produktos, ekstrahējamo vielu noteikšana, izmantojot II pielikuma 1. metodi.

III KONSERVANTI

- III.1. Skudrskābes, formiātu un citu oksidējamo piemaisījumu noteikšana etiķskābē (E 260), kālija acetātā (E 261), nātrija diacetātā (E 262) un kalcija acetātā (E 263), izmantojot II pielikuma 2. metodi.
- III.2. Negaistošu vielu noteikšana propionskābē (E 280), izmantojot II pielikuma 3. metodi.
- III.3. Masas zuduma noteikšana, žāvējot nātrija nitrītu (E 250), izmantojot II pielikuma 4. metodi.
- III.4. Salicilskābes pieļaujamā daudzuma noteikšana etil-p-hidroksibenzoātā (E 214), nātrija etil-p-hidroksibenzoātā (E 215), n-propil-p-hidroksibenzoātā (E 216), nātrija propil-p-hidroksibenzoātā (E 217), metil-p-hidroksibenzoātā (E 218) un nātrija metil-p-hidroksibenzoātā (E 219), izmantojot II pielikuma 5. metodi.
- III.5. Brīvas etiķskābes noteikšana nātrija diacetātā (E 262), izmantojot II pielikuma 6. metodi.
- III.6. Nātrija acetāta noteikšana nātrija diacetātā (E 262), izmantojot II pielikuma 7. metodi.
- III.7. Aldehīdu pieļaujamā daudzuma noteikšana sorbīnskābē (E 200), nātrija, kālija un kalcija sorbātos (E 201, E 202, E 203) un propionskābē (E 280), izmantojot II pielikuma 8. metodi.

IV ANTIOKSIDANTI

- IV.1. Peroksīdgrupu skaita noteikšana lecitīniem (E 322), izmantojot II pielikuma 9. metodi.
- IV.2. Toluolā nešķīstošu vielu noteikšana lecitīnos (E 322), izmantojot II pielikuma 10. metodi.
- IV.3. Reducētāju pieļaujamā daudzuma noteikšana nātrija, kālija un kalcija laktātos (E 325, E 326 un E 327), izmantojot II pielikuma 11. metodi.
- IV.4. Gaistošu skābju noteikšana ortofosforskābē (E 338), izmantojot II pielikuma 12. metodi.

- IV.5. Nitrātu pieļaujamā daudzuma noteikšana ortofosforskābē (E 338), izmantojot II pielikuma 13. metodi.
- IV.6. Ūdenī nešķīstošu vielu noteikšana mono-, di- un tri-nātrija ortofosfātos un mono-, di- un tri-kālija ortofosfātos (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii), E 340(iii)), izmantojot II pielikuma 14. metodi.

V VISPĀRĪGI NOTEIKUMI

- V.1. pH noteikšana pārtikas piedevās, izmantojot II pielikuma 15. metodi.
-

II PIELIKUMS

ANALĪZES METODES PĀRTIKAS PIEDEVU TĪRĪBAS KRITĒRIJIEM

IEVADS

1. **Analizējamā parauga sagatavošana**1.1. *Vispārīgi noteikumi*

Analīzei paredzētā laboratorijas parauga masai parasti jābūt 50 g, ja vien īpašai noteikšanai nav vajadzīgs lielāks daudzums.

1.2. *Parauga sagatavošana*

Pirms analīzes veikšanas paraugs ir jāhomogenizē.

1.3. *Saglabāšana*

Lai novērstu bojāšanos, sagatavoto paraugu vienmēr uzglabā hermētiski noslēgtā traukā.

2. **Reāģenti**2.1. *Ūdens*

2.1.1. Vienmēr, kad ir pieminēts ūdens šķīdināšanai, atšķaidīšanai vai skalošanai, izmanto destilētu ūdeni vai demineralizētu ūdeni ar vismaz līdzvērtīgu tīrību.

2.1.2. Vienmēr, kad atsaucas uz "šķīdināšanu" vai "atšķaidīšanu", nenorādot reāģentu, ar to domā ūdens šķīdumu.

2.2. *Ķīmikālijas*

Visām ķīmikālijām jābūt analītiskā reāģenta kvalitātei, izņemot, ja ir norādīts citādāk.

3. **Aprīkojums**3.1. *Aprīkojuma saraksts*

Aprīkojuma sarakstā iekļauj tikai tos priekšmetus, kam ir īpašs pielietojums, un priekšmetus ar īpašu specifikāciju.

3.2. *Analītiskie svāri*

"Analītiskie svāri" nozīmē svarus ar minimālo jutīgumu 0,1 mg.

4. **Rezultātu izteikšana**4.1. *Rezultāti*

Analīzes slēdzienā norādītais rezultāts ir vidējais lielums no vismaz divām noteikšanas reizēm, kuru atkārtojamība ir apmierinoša.

- 4.2. *Procentuālās izteiksmes aprēķināšana*
Rezultātus izsaka procentuāli no laboratorijā iegūtā sākotnējā parauga masas, ja vien nav norādīts citādi.
- 4.3. *Zīmīgo ciparu skaits*
Zīmīgo ciparu skaitu rezultātā reglamentē metodes precizitāte.

1. METODE

AR DIETILĒTERI NO ŪDENĪ ŠĶĪSTOŠĀM SULFURĒTĀM ORGANISKĀM KRĀSVIELĀM, KO IZMANTO PĀRTIKĀ, EKSTRAHĒJAMU VIELU NOTEIKŠANA

1. Lietojuma joma un nozare

Metode nosaka vielas, ko ekstrahē ar dietilēteri no ūdenī šķīstošām sulfurētām organiskām krāsvielām, kuras nav sajauktas ar nevienu citu nesējvielu.

2. Definīcija

Ar dietilēteri ekstrahējamas vielas: ar norādīto metodi noteikto vielu saturs.

3. Princips

Ekstrahē krāsvielu ar dietilēteri un nosver atlikumu pēc ētera iztvaicēšanas.

4. Reāģenti

- 4.1. Dietilēteris, žāvēts, bez peroksīda (žāvēts ar svaigi izkarsētu kalcija hlorīdu).

5. Iekārta

- 5.1. Soksleta aparāts ar kolbu.
- 5.2. Eksikators ar svaigi aktivētu silikagelu vai līdzīgu žāvējošu vielu ar mitruma satura indikatoru.
- 5.3. Analītiskie svāri.
- 5.4. Termostats (85 ± 2 °C).

6. Procedūra

Uz filtrpapīra ar precizitāti līdz 10 mg nosver apmēram 10 g krāsvielas parauga. Papīru saritina, paraugu ievieto šajā papīra kapsulā, ko aizbāž ar attaukotu vati. Sešas stundas ekstrahē ar dietilēteri (4.1) Soksleta ekstrakcijas aparātā (5.1). Ēteri iztvaicē iespējami zemā temperatūrā. Iepriekš nosvērtu Soksleta kolbu ar nogulsniem uz 20 minūtēm ieliek žāvēties termostātā (5.4) 85 ± 2 °C temperatūrā. Kolbu pārvieto eksikatorā (5.2) ar vaļīgu vāku un ļauj atdzist. Kolbu ar nogulsniem nosver.

Žāvēšanu un svēršanu atkārti, kamēr divi secīgi svērumi atšķiras par mazāk nekā 0,5 mg. Ja masa sāk palielināties, aprēķiniem izmanto mazāko nolasījumu.

7. Rezultātu izteikšana

7.1. Aprēķināšanas formula un metode

Ar dietilēteri ekstrahēto vielu saturu, kā parauga procentuālo daļu aprēķina šādi:

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

kur:

m_1 = nogulšņu (pēc iztvaicēšanas) masa gramos,

m_0 = ņemtā parauga sākuma masa gramos.

7.2. Atkārtojamība

Atšķirība starp divu noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats ķīmiķis vienos un tajos pašos apstākļos, 100 g parauga nedrīkst pārsniegt 20 mg.

2. METODE

SKUDRSKĀBES, FORMIĀTU UN CITU OKSIDĒJAMU PIEMAIŠĪJUMU NOTEIKŠANA ETIĶSKĀBĒ (E 260), KĀLIJA ACETĀTĀ (E 261), NĀTRIJA DIACETĀTĀ (E 262) UN KALCIJA ACETĀTĀ (E 263)

1. Lietojuma joma un nozare

Ar šo metodi nosaka skudrskābi, formiātus un citus oksidējamus piemaisījumus, kas izteikti kā skudrskābe:

- etiķskābē (E 260),
- kālija acetātā (E 261),
- nātrija diacetātā (E 262),
- kalcija acetātā (E 263).

2. Defīnīcija

Skudrskābes, formiātu un citu oksidējamo piemaisījumu saturs: ar norādīto metodi noteiktais skudrskābes, formiātu un citu oksidējamo piemaisījumu saturs.

3. Princips

Parauga šķīdumu bāziskā vidē apstrādā ar kālija permanganāta standarta šķīduma pārākumu, veidojas mangāna dioksīds. Mangāna dioksīdu un kālija permanganāta pārākumu nosaka skābā vidē jodometriski, un oksidējamo piemaisījumu koncentrāciju aprēķina un izsaka kā skudrskābi.

4. Reaģenti

- 4.1. Kālija jodīds
- 4.2. Kālija permanganāts, 0,02 mol/l
- 4.3. Nātrija karbonāts (bezūdens)
- 4.4. Nātrija tiosulfāts, 0,1 mol/l
- 4.5. Cietes šķīdums (aptuveni 1 % m/V)
- 4.6. Atšķaidīta sērskābe: ielej 90 ml sērskābes ($\rho^{20} = 1,84 \text{ g/ml}$) ūdenī un atšķaida līdz 1 l

5. Iekārta

- 5.1. Vāroša ūdens vanna
- 5.2. Analītiskie svāri

6. Procedūra

Ja testa paraugs ir brīva skābe, ar precizitāti līdz 10 mg nosver apmēram 10 g parauga, atšķaida ar 70 ml ūdens un pievieno šķīdumu, kur 30 ml ūdens satur 10 g bezūdens nātrija karbonāta (4.3). Ja paraugs ir sāls, ar precizitāti līdz 10 mg nosver apmēram 10 g parauga un izšķīdina 100 ml ūdens. Pievieno 1 g bezūdens nātrija karbonāta (4.3) un krata, līdz izšķīst. Pievieno 20 ml 0,02 mol/l kālija permanganāta (4.2) un karsē vārošā ūdens vannā 15 minūtes. Maisījumu atdzesē. Pievieno 50 ml atšķaidītas sērskābes (4.6) un 0,5 g kālija jodīda (4.1). Maisījumu saskalo, kamēr visas mangāna dioksīda nogulsnes izšķīst. Titrē ar 0,1 mol/l nātrija tiosulfātu (4.4), kamēr šķīdums kļūst gaiši dzeltens. Pievieno dažus pilienus cietes šķīduma (4.5) un turpina titrēt, kamēr šķīdums kļūst bezkrāsains.

7. Rezultātu izteikšana**7.1. Aprēķināšanas formula un metode**

Skudrskābes, formiātu un citu oksidējamu piemaisījumu, kas izteikti kā skudrskābe, procentuālo saturu aprēķina šādi:

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

kur:

a = kālija permanganāta molaritāte,

b = nātrija tiosulfāta molaritāte,

m_0 = paņemtā parauga sākuma masa gramos.

v = tirēšanā izlietotā 0,1 mol/l nātrija tiosulfāta tilpums mililitros.

7.2. Atkārtojamība

Atšķirība starp divu noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiķis vienos un tajos pašos apstākļos, nedrīkst pārsniegt 5 mg 100 gramos parauga.

8. Piezīmes

- 8.1. Tilpums 11,3 ml 0,1 mol/l nātrija tiosulfāta ir līdzvērtīgs 0,2 % skudrskābes 10 g parauga.
- 8.2. Ja nesatur formiātu, vajadzīgais tilpums ir 20 ml, bet, ja klāt ir vairāk nekā 0,27 % (m/m) skudrskābes, būs nepietiekams kālija permanganāta pārākums un iegūs noteiktu minimālo tilpumu 8 ml. Šajā gadījumā noteikšanu atkārti, izmantojot mazāku paraugu.

METODE Nr. 3**NEGAISTOŠU VIELU NOTEIKŠANA PROPIONSKĀBĒ (E 280)****1. Lietojuma joma un nozare**

Ar šo metodi nosaka negaistošas vielas propionskābē (E 280).

2. Definīcija

Negaistošu vielu saturs propionskābē: ar norādīto metodi noteiktais negaistošu vielu saturs.

3. Princips

Paraugu iztvaicē, tad žāvē 103 ± 2 °C temperatūrā un atlikumu nosaka gravimetriski.

4. Iekārta

- 4.1. Silīcija vai platīna iztvaicēšanas trauks ar pietiekamu tilpumu, lai var iepildīt 100 g parauga
- 4.2. Termostats (103 ± 2 °C)
- 4.3. Analītiskie svāri
- 4.4. Vāroša ūdens vanna
- 4.5. Eksikators, kurā ieber svaigi aktivētu silikagelu vai līdzīgu žāvējošu vielu ar mitruma satura indikatoru

5. Procedūra

Sausā un nosvērtā traukā ar precizitāti līdz 0,1 g nosver 100 g propionskābes (4.1) paraugu. Iztvaicē virs vārošas ūdens vannas velkmes skapī. Kad visa propionskābe ir iztvaicēta, uz vienu stundu ievieto krāsnī (4.2) 103 ± 2 °C temperatūrā. Ievieto eksikatorā un ļauj atdzist, tad nosver. Karsēšanu, atdzesēšanu un svēršanu atkārti, kamēr divi secīgi svērumi atšķiras mazāk nekā par 0,5 mg. Ja masa sāk palielināties, aprēķiniem izmanto mazāko nolasījumu.

6. Rezultātu izteikšana**6.1. Aprēķināšanas formula un metode**

Negaistošu vielu saturu kā parauga procentuālo daļu aprēķina šādi:

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

kur:

m_1 = nogulšņu masa gramos pēc iztvaicēšanas,

m_0 = paņemtā parauga masa gramos.

6.2. Atkārtojamība

Atšķirība starp divu noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiķis vienos un tajos pašos apstākļos, nedrīkst pārsniegt 5 mg 100 gramos parauga.

4. METODE**MASAS ZUDUMA NOTEIKŠANA, ŽĀVĒJOT NĀTRIJA NITRĪTU (E 250)****1. Lietojuma joma un nozare**

Ar šo metodi nosaka masas zudumu, žāvējot nātrija nitrītu (E 250).

2. Definīcija

Nātrija nitrīta mitruma saturs: ar norādīto metodi noteiktais masas zudums žāvējot.

3. Princips

Masas zudumu žāvējot iegūst, karsējot krāsnī 103 ± 2 °C, nosverot un aprēķinot masas zudumu.

4. Iekārta

4.1. Termostats (103 ± 2 °C)

4.2. Plakandibena stikla sverglāze, 60 līdz 80 mm diametrā un vismaz 25 mm dziļa, ar vaļīgi uzliktu vāciņu

4.3. Eksikators, kurā ieber svaigi aktivētu silikagelu vai līdzīgu žāvējošu vielu ar mitruma satura indikatoru

4.4. Analītiskie svāri

5. Procedūra

Noņem vāku no sverglāzes (4.2) un vienu stundu karsē glāzi un vāku termostātā (4.1) 103 ± 2 °C temperatūrā. Uzliek vāku un ievieto glāzi ar vāku (4.2) eksikatorā (4.3) un ļauj atdzist līdz istabas temperatūrai.

Ar precizitāti līdz 10 mg nosver slēgto trauku (4.2). Ar precizitāti līdz 10 mg nosver apmēram 10 g parauga slēgtajā traukā. Vāku noņem un ievieto uz vienu stundu trauku un vāku termostātā (4.1) $103 \pm 2^\circ \text{C}$ temperatūrā. Uzliek vāku un ļauj nosegtai glāzei eksikatorā (4.3) atdzist līdz istabas temperatūrai. Nosver ar precizitāti līdz 10 mg. Karsēšanu, atdzesēšanu un svēršanu atkārto, kamēr divi secīgi svērumi atšķiras mazāk nekā par 10 mg. Ja masa sāk palielināties, aprēķiniem izmanto mazāko nolasījumu.

6. Rezultātu izteikšana

6.1. Aprēķināšanas formula un metode

Masas zudumu žāvējot aprēķina procentuālā izteiksme no sagatavota parauga masas šādi:

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

kur:

m_1 = trauka masa gramos,

m_2 = trauka un parauga masa gramos pirms žāvēšanas,

m_3 = trauka un parauga masa gramos pēc žāvēšanas.

6.2. Atkārtojamība

Atšķirība starp divu noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiķis vienos un tajos pašos apstākļos, nedrīkst pārsniegt 100 mg 100 gramos parauga.

5. METODE

SALICILSKĀBES PIEĻAUJAMĀ DAUDZUMA NOTEIKŠANA ETIL-P-HIDROKSIBENZOĀTĀ (E 214), NĀTRIJA ETIL-P-HIDROKSIBENZOĀTĀ (E 215), N-PROPIĻ-P-HIDROKSIBENZOĀTĀ (E 216), NĀTRIJA PROPIĻ-P-HIDROKSIBENZOĀTĀ (E 217), METIL-P-HIDROKSIBENZOĀTĀ (E 218) UN NĀTRIJA METIL-P-HIDROKSIBENZOĀTĀ (E 219)

1. Lietojuma joma un nozare

Ar šo metodi nosaka salicilskābi etil-p-hidroksibenzoātā (E 214), n-propil-p-hidroksibenzoātā (E 216), un metil-p-hidroksibenzoātā (E 218) un to nātrija sāļos (E 215, E 217 un E 219).

2. Definīcija

Salicilskābes pieļaujamās koncentrācijas noteikšana: pieļaujamā daudzuma testa rezultāts, kā noteikts ar norādīto metodi.

3. Princips

Amonija un dzelzs (III) sulfāts reakcijā ar parauga šķīdumu veido violetu krāsojumu. Tā intensitāti salīdzina ar to, ko veido standartšķīdums.

4. Reāģenti

- 4.1. Amonija un dzelzs (III) sulfāta šķīdums, 0,2 % m/v. Gatavo, izšķīdinot 0,2 g amonija un dzelzs (III) sulfāta dodekahidrāta 50 ml ūdens, pievieno 10 ml slāpekļskābes, 10 % v/v un atšķaida ar ūdeni līdz 100 ml tilpumam
- 4.2. Etilspirts, 95 % v/v
- 4.3. Salicilskābes šķīdums, 0,1 g/l
- 4.4. Sērskābe, 1 mol/l

5. Iekārta

- 5.1. Neslera cilindri, graduēti līdz 50 ml. Kopējais tilpums aptuveni 60 ml

6. Procedūra

- 6.1. *Etil-, n-propil- un metil-p-hidroksibenzoāta paraugi*
 - 6.1.1. Ar precizitāti līdz 1 mg nosver 0,1 g parauga un izšķīdina 10 ml 95 % v/v etilspirta (4.2). Pārlej šķīdumu graduētā Neslera cilindrā (5.1) un atšķaida ar ūdeni līdz 50 ml tilpumam. Samaisa un maisot pievieno 1 ml amonija un dzelzs (III) sulfāta šķīdumu (4.1). Ļauj stāvēt vienu minūti.
 - 6.1.2. Pagatavo salīdzināšanas šķīdumu, vienlaikus atkārtojot 6.1.1, bet aizvieto 0,1 g parauga ar 1 ml salicilskābes šķīduma (4.3).
 - 6.1.3. Salīdzina krāsojumu parauga šķīdumā ar to, kas rodas salīdzināšanas šķīdumā.
- 6.2. *Etil-, n-propil- un metil-p-hidroksibenzoāta paraugi*
 - 6.2.1. Atkārt 6.1.1, pirms atšķaidīšanas līdz 50 ml paskābinot līdz pH 5 ar 1 mol/l sērskābi (4.4).
 - 6.2.2. Atkārt 6.1.2.
 - 6.2.3. Atkārt 6.1.3.

7. Rezultātu izteikšana

- 7.1. *Pieļaujamā daudzuma testa interpretācija*

Ja sarkani violetais krāsojums, kas rodas parauga šķīdumā, ir intensīvāks nekā tas, kas rodas salīdzināšanas šķīdumā, tests ir pozitīvs, un paraugs satur vairāk nekā 0,1 % salicilskābes.
- 7.2. *Jutīgums*

Testa noteikšanas robeža ir 30 mg salicilskābes 100 g parauga.
- 7.3. *Piezīmes*

Divu pieļaujamības testu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiķis vienos un tajos pašos apstākļos, jābūt vienādiem.

6. METODE**BRĪVAS ETIĶSKĀBES NOTEIKŠANA NĀTRIJA DIACETĀTĀ (E 262)****1. Lietojuma joma un nozare**

Ar šo metodi nosaka etiķskābi nātrija diacetātā (E 262).

2. Definīcija

Etiķskābes saturs: etiķskābes saturs, kas noteikts ar norādīto metodi.

3. Princips

Tieša etiķskābes titrēšana paraugā, lietojot nātrija hidroksīda standartšķīdumu un fenolftaleīnu kā indikatoru.

4. Reāģenti

4.1. Fenolftaleīna šķīdums etilspirtā, 1 % (m/V)

4.2. Nātrija hidroksīds, 1 mol/l

5. Iekārta

5.1. Analītiskie sviri

6. Procedūra

Ar precizitāti līdz 1 mg nosver apmēram 3 g testa parauga un izšķīdina apmēram 50 ml ūdens. Pievieno divus vai trīs pilienus fenolftaleīna kā indikatora šķīdumu (4.1) un titrē ar 1 mol/l nātrija hidroksīdu (4.2), kamēr sarkanais krāsojums saglabājas piecas sekundes.

7. Rezultātu izteikšana**7.1. Aprēķināšanas formula un metode**

Etiķskābes saturu, kā procentuālo daļu no parauga masas, aprēķina šādi:

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

kur:

V = vajadzīgais nātrija hidroksīda (4.2) tilpums mililitros,

c = nātrija hidroksīda šķīduma koncentrācija, mol/l,

m₀ = ņemtā parauga sākuma masa gramos.

7.2. Atkārtojamība

Atšķirība starp divu noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiskis vienos un tajos pašos apstākļos, nedrīkst pārsniegt 500 mg 100 gramos parauga.

8. Piebilde

Titrējot ar 1 mol/l nātrija hidroksīda 3 g parauga, kas satur 40 % etiķskābi, iegūst 20 ml tilpumu.

7. METODE**NĀTRIJA ACETĀTA NOTEIKŠANA NĀTRIJA DIACETĀTĀ (E 262)****1. Lietojuma joma un nozare**

Ar šo metodi nosaka nātrija acetātu un ūdeni, kas izteikts kā nātrija acetāts, nātrija diacetātā (E 262).

2. Definīcija

Nātrija acetāta saturs: ar norādīto metodi noteiktais nātrija acetāta un ūdens saturs, kas izteikts kā nātrija acetāts.

3. Princips

Pirms titrēšanas ar standarta perhlorskābi, kā indikatoru lietojot kristālvioleto, paraugu izšķīdina ledus etiķskābē.

4. Reāģenti

- 4.1. Ledus etiķskābe, $\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 1,049\text{ g/ml}$ (neūdens titrēšanai)
- 4.2. Kristālvioletais, CI Nr. 42555 indikatorsšķīdums, 0,2 % (m/v) ledus etiķskābē
- 4.3. Kālija hidrogenftalāts, $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$
- 4.4. Etiķskābes anhidrīds $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$
- 4.5. Perhlorskābe, 0,1 mol/l ledus etiķskābē. To gatavo un standartizē šādi:

iesver P g perhlorskābes šķīduma 1 000 ml mērkolbā ar slīpēta stikla aizbāzni. Daudzumu P aprēķina ar formulu:

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

kur m ir perhlorskābes koncentrācija, (masas procenti, m/m), ko nosaka ar alkalimetrisko titrēšanu (vispiemērotākā ir 70 līdz 72 % m/m). Pievieno apmēram 100 ml ledus etiķskābes un tad Q g etiķskābes anhidrīda secīgās mazās porcijās, pievienošanu laikā maisot un dzesējot. Daudzumu Q aprēķina ar formulu:

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

kur P ir nosvērts daudzums perhlorskābes un a ir etiķskābes anhidrīda koncentrācija (masas procenti m/m). Kolbu noslēdz ar korķi un ļauj stāvēt 24 stundas tumšā vietā, tad pievieno ledus etiķskābi, veidojot 1000 ml šķīduma. Šādi pagatavotais šķīdums ir praktiski bezūdens. Šķīdumu standartizē ar kālija hidrogenftalātu šādi:

ar precizitāti līdz 0,1 mg nosver apmēram 0,2 g kālija hidroĢenftalāta, iepriekš divas stundas žāvēta 110 °C temperatūrā, un izšķīdina 25 ml ledus etiķskābē titrēšanas kolbā, uzmanīgi sildot. Atdzesē, pievieno divus pilienus 0,2 % (m/m) kristālvioletā šķīdumu (4.2) ledus etiķskābē un titrē ar perhlorskābes šķīdumu, kamēr indikatora krāsa mainās uz bāli zaļu. Lietojot tādu pašu šķīduma tilpumu, titrē tukšo paraugu un atskaita rezultātu, kas iegūts, titrējot tukšo paraugu, no rezultāta, kas iegūts, titrējot īsto paraugu. Katri 20,42 mg kālija hidroĢenftalāta ir līdzvērtīgi 1 ml 0,1 mol/l perhlorskābes.

5. Iekārta

5.1. Analītiskie svāri

6. Procedūra

Nosver ar precizitāti līdz 0,1 mg apmēram 0,2 g parauga un izšķīdina 50 ml ledus etiķskābes (4.1). Pievieno dažus pilienus kristālvioletā šķīduma (4.2) un titrē līdz bāli zaļam krāsojumam, izmantojot 0,1 mol/l perhlorskābes (4.5) standartu.

7. Rezultātu izteikšana

7.1. Aprēķināšanas formula un metode

Nātrija acetāta saturu, kas definēts 2. iedaļā (definīcija) un izteikts ar procentiem no parauga masas, aprēķina šādi:

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

kur:

V = izmantotā perhlorskābes standarta (4.5) tilpums mililitros,

c = perhlorskābes šķīduma (4.5) molaritāte,

m₀ = paņemtā parauga sākuma masa gramos.

7.2. Atkārtojamība

Atšķirība starp divu noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiķis vienos un tajos pašos apstākļos, nedrīkst pārsniegt 175 mg 100 gramos parauga.

8. Piezīmes

Šajā metodē izmantotie reaģenti ir toksiski un eksplozīvi, un ar tiem jāriķojas uzmanīgi.

8. METODE

ALDEHĪDU PIEĻAUJAMĀ DAUDZUMA NOTEIKŠANA SORBĪNSKĀBĒ (E 200), NĀTRIJA, KĀLIJA UN KALCIJA SORBĀTOS (E 201, E 202, E 203) UN PROPIONSKĀBĒ (E 280)

1. Lietojuma joma un nozare

Ar metodi nosaka aldehīdus, kas izteikti kā formaldehīds:

— sorbīnskābē (E 200),

— nātrija, kālija un kalcija sorbātos (E 201, E 202, E 203),

— propionskābē (E 280).

2. Defīnīcija

Aldehīdu pieļaujamās koncentrācijas noteikšana: pieļaujamā daudzuma testa rezultāts, kā noteikts ar norādīto metodi.

3. Princips

Aldehīdi testa šķīdumā un formaldehīds salīdzināšanas šķīdumā reaģē ar Šifa reaģentu, veidojot sarkanas krāsas kompleksus, kuru intensitāti salīdzina.

4. Reāģenti

- 4.1. Formaldehīda standartšķīdums (0,01 mg/ml): pagatavo, atšķaidot koncentrētu formaldehīda šķīdumu (400 mg/ml).
- 4.2. Šifa reaģents

5. Procedūra

- 5.1. Ar precizitāti līdz 1 mg nosver apmēram 1 g parauga, pievieno 100 ml ūdens un sakrata. Vajadzības gadījumā šķīdumu nofiltrē un apstrādā 1 ml filtrāta vai parauga šķīduma ar 1 ml Šifa reaģenta (4.2). Vienlaikus apstrādā 1 ml formaldehīda salīdzināšanas šķīduma (4.1) ar 1 ml Šifa reaģenta (4.2).
- 5.2. Salīdzina krāsojumu parauga šķīdumā ar to, kas rodas salīdzināšanas šķīdumā.

6. Rezultātu izteikšana**6.1. Pieļaujamības testa interpretācija**

Ja sarkanais krāsojums, kas rodas parauga šķīdumā, ir intensīvāks nekā tas, kas rodas salīdzināšanas šķīdumā, tests ir pozitīvs, un paraugs satur vairāk nekā 0,1 % aldehīdu, kas izteikti kā formaldehīds.

6.2. Jūtīgums

Testa noteikšanas robeža ir 30 mg formaldehīda 100 g parauga.

6.3. Piezīmes

Divu pieļaujamības testu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otra veicis viens un tas pats analītiķis vienos un tajos pašos apstākļos, jābūt vienādiem.

9. METODE**PEROKSĪDGRUPU SKAITA NOTEIKŠANA LECITĪNIEM (E 322)****1. Lietojuma joma un nozare**

Ar šo metodi nosaka peroksīdgrupu skaitu lecitīnos (E 322).

2. Defīnīcija

Peroksīdgrupu skaits lecitīnos: rezultāts, kas iegūts ar norādīto metodi.

3. **Princips**

Kālija jodīda oksidēšana ar lecitīna peroksīdiem un brīvā joda titrēšana ar nātrija tiosulfāta standartšķīdumu.

4. **Reaģenti**

- 4.1. Etiķskābe, kristalizēta
- 4.2. Hloroforms
- 4.3. Kālija jodīds
- 4.4. Nātrija tiosulfāts, 0,1 mol/l vai 0,01 mol/l
- 4.5. Cietes šķīdums (aptuveni 1 % m/v)

5. **Iekārta**

- 5.1. Analītiskie sviri
- 5.2. Attēlā parādītais aparāts sastāv no:
 - 5.2.1. apaļkolbas, 100 ml;
 - 5.2.2. atteces dzesinātāja;
 - 5.2.3. stikla caurules ar šlifa savienojumiem, 250 mm garas, ar 22 mm iekšējo diametru;
 - 5.2.4. mikrovārglāze (ārējais diametrs 20 mm un augstums 35 – 50 mm).

6. **Procedūra**

- 6.1. Ievieto 100 ml kolbā (5.2.1) 10 ml ledus etiķskābes (4.1) un 10 ml hloroforma (4.2). Pievieno stikla cauruli (5.2.3) un atteces dzesinātāju (5.2.2), un maisījumu divas minūtes uzmanīgi vāra, lai atbrīvotos no izšķīdušā gaisa. Izšķīdina 1 g kālija jodīda (4.3) 1-3 mililitros ūdens un, nepārtraucot vārīšanu, pievieno šo šķīdumu maisījumam kolbā (5.2.1).

Ja šajā stadijā parādās dzeltens krāsojums, noteikšana jāpārtrauc un jāatkārto, izmantojot svaigus reaģentus.

- 6.2. Ar precizitāti līdz 1 mg nosver apmēram 1 g parauga, un pēc divu minūšu vārīšanas nosvērto paraugu pievieno kolbas saturam (5.2.1), atkal uzmanoties, lai vārīšana turpinātos. Šajā nolūkā paraugs būtu jāievieto mikrovārglāzē (5.2.4), ko nolaiž pa stikla cauruli (5.2.3) ar speciālu stikla āķi, kā parādīts zīmējumā. Uz īsu laiku dzesinātāju var atvienot. Turpina vārīt trīs līdz četras minūtes. Karsēšanu pārtrauc un tūlīt atvieno dzesinātāju (5.2.2). Pa stikla cauruli (5.2.3) ātri pievada 50 ml ūdens. Atvieno stikla cauruli (5.2.3), un kolbu (5.2.1) zem ūdens krāna atdzesē līdz istabas temperatūrai. Titrē ar nātrija tiosulfātu (0,1 mol/l vai 0,01 mol/l) (4.4), kamēr ūdens slānis kļūst bāli dzeltens. Pievieno 1 ml cietes šķīduma (4.5) un turpina titrēt, kamēr zilais krāsojums izzūd. Titrēšanas laikā kolbu (5.2.1) stipri krata, lai nodrošinātu pilnīgu joda ekstrakciju no neūdens slāņa.

- 6.3. Tukšā parauga titrēšanas rezultātu iegūst, pilnīgi atkārtojot 6.1 un 6.2, bet nepievienojot paraugu.

7. Rezultātu izteikšana

7.1. Aprēķināšanas formula un metode

Peroksīdgrupu skaitu paraugā miliekvivalentos kilogramā aprēķina šādi:

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

kur:

V_1 = parauga (6.2) titrēšanai vajadzīgais tiosulfāta šķīduma tilpums mililitros,

V_2 = tukšā parauga (6.3) titrēšanai vajadzīgais tiosulfāta šķīduma tilpums mililitros,

a = nātrija tiosulfāta šķīduma koncentrācija mol/l,

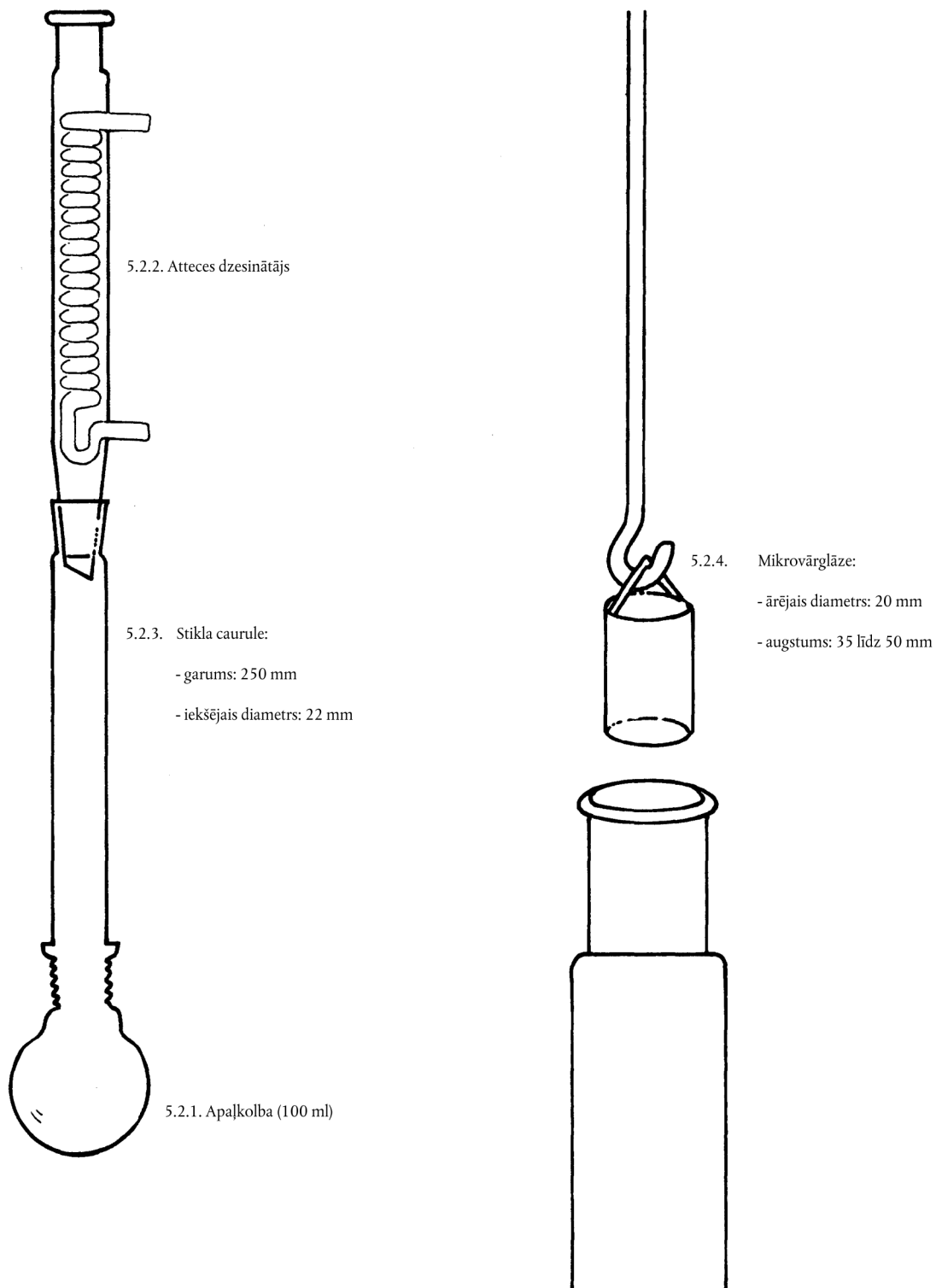
m_0 = ņemtā parauga sākuma masa gramos.

7.2. Atkārtojamība

To divu noteikšanu rezultātu starpība, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiskis vienos un tajos pašos apstākļos, nedrīkst pārsniegt 0,5 (kas izteikts kā peroksīdgrupu miliekvivalentu skaits kilogramā parauga).

8. Piezīmes

- 8.1. Izmantotā nātrija tiosulfāta koncentrācijas izvēle atkarīga no paredzamā titrēšanas apjoma. Ja nepieciešams mazāk nekā 0,5 ml 0,1 mol/l nātrija tiosulfāta, noteikšanu atkārtoti, lietojot nātrija tiosulfātu ar koncentrāciju 0,01 mol/l.
- 8.2. Noteikšanu nevajadzētu izdarīt spilgtā gaismā.



Aparāts peroksīda skaitļa noteikšanai lecitīnos

10. METODE**TOLUOLĀ NEŠĶĪSTOŠU VIELU NOTEIKŠANA LECITĪNOS (E 322)****1. Lietojuma joma un nozare**

Ar šo metodi nosaka toluolā nešķīstošas vielas lecitīnos (E 322).

2. Definīcija

Toluolā nešķīstošu vielu saturs: toluolā nešķīstošu vielu saturs, kas noteikts ar norādīto metodi.

3. Princips

Paraugu izšķīdina toluolā, filtrē, un atlikumu izžāvē un nosver.

4. Reāģenti

4.1. Toluols

5. Iekārta

5.1. Keramiskā stikla filtrtīģelis, 30 ml, G 3 vai ar līdzīgu porainību

5.2. Elektriskais žāvēšanas skapis ar termostatu (103 ± 2 °C)

5.3. Ūdens vanna, kas darbojas temperatūrā līdz 60°C

5.4. Eksikators, kurā ieber svaigi aktivētu silikagelu vai līdzīgu žāvējošu vielu ar mitruma satura indikatoru

5.5. Koniskā kolba, 500 ml

5.6. Vakuumsūknis

5.7. Analītiskie svāri

6. Procedūra

6.1. Žāvē 30 ml keramiskā stikla filtrtīģeli (5.1) žāvēšanas skapī (5.2) 103 ± 2 °C temperatūrā. Pārvieto filtrtīģeli (5.1) eksikatorā (5.4), ļauj atdzist un tad nosver.

6.2. Lecitīnu paraugu pamatīgi samaisa, vajadzības gadījumā – pēc sildīšanas ūdens vannā (5.3). Ar precizitāti līdz 1 mg iesver apmēram 10 g parauga koniskā kolbā (5.5). Pievieno 100 ml toluola (4.1), un maisījumu saskalo, kamēr viss lecitīns pilnīgi izšķīst. Šķīdumu filtrē caur keramiskā stikla filtrtīģeli (5.1). Konisko kolbu (5.5) mazgā ar 25 ml toluola (4.1), un ar to skalo filtrtīģeli (5.1). Šo procesu atkārto ar citiem 25 ml toluola (4.1). Toluola pārākumu no filtrtīģeļa (5.1) atsūc.

- 6.3. Filtrtīģeli (5.1) divas stundas žāvē žāvēšanas skapī (5.2) 103 ± 2 °C temperatūrā. Novieto eksikatorā (5.4) un ļauj atdzist. Pēc atdzišanas filtrtīģeli un nogulsnes nosver.
- 6.4. Atkārto 6.3, kamēr divu secīgu svērumu starpība ir mazāka nekā 0,5 mg.
Ja masa sāk palielināties, aprēķiniem izmanto mazāko nolasījumu.

7. Rezultātu izteikšana

7.1. Aprēķināšanas formula un metode

Toluolā nešķīstošu vielu saturu aprēķina šādi:

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

kur:

m_1 = tukša filtrtīģeļa (6.1) masa gramos,

m_2 = filtrtīģeļa un nogulšņu (6.4) masa gramos,

m_0 = ņemtā parauga sākuma masa gramos.

7.2. Atkārtojamība

Atšķirība starp divu noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiķis vienos un tajos pašos apstākļos, nedrīkst pārsniegt 30 mg 100 gramos parauga.

11. METODE

REDUCĒJOŠO VIELU NOTEIKŠANA NĀTRIJA, KĀLIJA un KALCIJA LAKTĀTOS (E 325, E 326, E 327)

1. Lietojuma joma un nozare

Ar šo testu kvalitatīvi nosaka reducējošās vielas:

- laktātā (E 325)
- kālija laktātā (E 326),
- kalcija laktātā (E 327)

2. Definīcija

Reducējošo vielu pieļaujamās koncentrācijas noteikšana: pieļaujamā daudzuma testa rezultāts, kā noteikts ar norādīto metodi.

3. Princips

Fēlinga šķīdumu reducē vielas ar reducētāju īpašībām. Parasti tie ir reducējošie cukuri.

4. Reāģenti

- 4.1. Fēlinga šķīdums A: 6,93 g vara sulfāta pentahidrāta izšķīdina ūdenī un uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni
- 4.2. Fēlinga šķīdums B: 34,6 g kālija nātrija tartrāta un 10 g nātrija hidroksīda izšķīdina ūdenī un uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni

5. Procedūras

Ar precizitāti līdz 1 mg nosver apmēram 1 g parauga un izšķīdina 10 ml silta ūdens. Pievieno 2 ml Fēlinga šķīduma A (4.1), 2 ml Fēlinga šķīduma B (4.2) un maisījumu vāra vienu minūti, novērojot, vai mainās krāsa. Dažos gadījumos radušās kalcija sulfāta nogulsnes netraucē.

6. Rezultātu izteikšana**6.1. Pieļaujamā daudzuma testa interpretācija**

Ja vārot (5) krāsa mainās, tests ir pozitīvs, un ir parādīta reducējošo vielu klātbūtne.

6.2. Jūtīgums

Reaģējošo reducējošo vielu noteikšanas robeža ir 100 mg glikozes 100 g parauga.

6.3. Piezīmes

6.3.1. Divu pieļaujamības testu rezultātiem, kas veikti vienlaikus vai drīz viens pēc otra, ko veicis tas pats analītiķis, tam pašam paraugam, tādos pat apstākļos, jābūt identiskiem.

6.3.2. Ja paraugā ir 2 % glikozes, reaģē visi Fēlinga šķīdumi.

12. METODE**GAISTOŠU SKĀBJU NOTEIKŠANA ORTOFOSFORSKĀBĒ (E 338)****1. Lietojuma joma un nozare**

Ar šo metodi nosaka gaistošas skābes, kas izteiktas kā etiķskābe, ortofosforskābē (E 338).

2. Definīcija

Gaistošo skābju saturs: saturs gaistošām skābēm, kas izteiktas kā etiķskābe, ko nosaka ar norādīto metodi.

3. Princips

Paraugam pievieno ūdeni, un šķīdumu destilē. Destilātu titrē ar nātrija hidroksīda standartšķīdumu, un skābumu aprēķina un izsaka kā etiķskābi.

4. Reāģenti

4.1. Fenoltaleīna šķīdums etilspirtā, 1 % (m/v)

4.2. Nātrija hidroksīds, 0,01 mol/l

5. Iekārta

5.1. Destilācijas aparāts ar pilienu uztvērēju

6. Procedūra

Ar precizitāti līdz 50 mg nosver apmēram 60 g parauga un destilācijas kolbā ar pilienu uztvērēju (5.1) ievieto nosvērto paraugu un 75 ml svaigi vārītu atdzesētu ūdeni. Samaisa un tad apmēram 50 ml destilē.

Destilātu titrē ar 0,01 mol/l nātrija hidroksīda standartšķīdumu (4.2), kā indikatoru lietojot fenolftaleīnu (4.1). Turpina titrēt, kamēr pirmais sarkanais krāsojums šķīdumā saglabājas 10 sekundes.

7. Rezultātu izteikšana**7.1. Aprēķināšanas formula un metode**

Gaistošu skābju saturu, kas izteikts kā miligrami kilogramā etiķskābes, aprēķina šādi:

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

kur:

V = neitralizēšanai izmantotā 0,01 mol/l nātrija hidroksīda šķīduma tilpums mililitros,

m₀ = ortofosforskābes parauga masa gramos.

7.2. Atkārtojamība

Atšķirība starp divu noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiķis vienos un tajos pašos apstākļos, nedrīkst pārsniegt 1 mg 100 gramos parauga.

13. METODE**NITRĀTA PIEĻAUJAMĀ DAUDZUMA NOTEIKŠANA ORTOFOSFORSKĀBĒ (E 338)****1. Lietojuma joma un nozare**

Ar šo metodi nosaka nitrātus ortofosforskābē (E 338).

2. Definīcija

Nitrāta, kas izteikts kā nātrija nitrāts, koncentrācijas pieļaujamā daudzuma noteikšana: pieļaujamā daudzuma testa rezultāts, kā noteikts ar norādīto metodi.

3. Princips

Paraugu pievieno indigokarmīna šķīdumam koncentrētā sērskābē. Zilais krāsojums izzūd oksidētāju, to skaitā nitrātu, iedarbībā.

4. Reāģenti

4.1. Indigokarmīna šķīdums, 0,18 % (m/V): izšķīdina 0,18 g nātrija indigotīndisulfonāta ūdenī un uzpilda līdz 100 ml ar ūdeni

4.2. Nātrija hlorīda šķīdums, 0,05 % (m/V)

4.3. Sērskābe, koncentrēta (ρ₂₀ = 1,84 g/ml)

5. Procedūra

Nem 2 ml parauga un atšķaida līdz 10 ml ar nātrija hlorīda šķīdumu (4.2). Pievieno 0,1 ml indigokarmīna šķīduma (4.1) un tad dzesējot lēni pievieno 10 ml koncentrētas sērskābes (4.3). Ievēro, vai šķīduma zilais krāsojums saglabājas piecas minūtes.

6. Rezultātu izteikšana**6.1. Pieļaujamības testa interpretācija**

Ja zilais krāsojums izzūd piecās minūtēs, tests ir pozitīvs, un oksidētāju daudzums, kas izteikts kā nātrija nitrāts, ir lielāks nekā 5 mg/kg.

6.2. Piezīmes

6.2.1. Izdara tukšā parauga testu.

6.2.2. Divu pieļaujamā daudzuma noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiskis viens un tajos pašos apstākļos, jābūt identiskiem.

6.2.3. Indigokarmīna šķīdumu nedrīkst lietot, ja tas ir vecāks par 60 dienām.

6.2.4. Ja ir iegūts pozitīvs rezultāts, paraugs var saturēt nitrātus un citus oksidētājus, un tests jāatkārto, lietojot ISO Metodi 3709 (1976) "Fosforskābes rūpnieciska izmantošana (ieskaitot pārtikas produktus) – slāpekli saturošu oksīdu noteikšana – 3,4-ksilenola spektrofotometriskā metode".

14. METODE

ŪDENĪ NEŠĶĪSTOŠU VIELU NOTEIKŠANA MONO-, DI- UN TRI-NĀTRIJA ORTOFOSFĀTOS UN MONO-, DI- UN TRI-KĀLIJA ORTOFOSFĀTOS (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii), E 340(iii))

1. Lietojuma joma un nozare

Ar šo metodi nosaka ūdenī nešķīstošas vielas:

- mono-nātrija ortofosfātā (E 339(i)),
- di-nātrija ortofosfātā (E 339(ii)),
- tri-nātrija ortofosfātā (E 339(iii)),
- mono-kālija ortofosfātā (E 340(i)),
- di-kālija ortofosfātā (E 340(ii)),
- tri-kālija ortofosfātā (E 340(iii)).

2. Definīcija

Ūdenī nešķīstoša viela: ūdenī nešķīstošu vielu saturs, kas noteikts ar norādīto metodi.

3. Princips

Paraugu izšķīdina ūdenī un filtrē caur piemērotu porcelāna filtrtīģeli. Pēc mazgāšanas un žāvēšanas atlikumu nosver un aprēķina kā ūdenī nešķīstošas vielas.

4. Iekārta

- 4.1. Keramiskā stikla filtrtīģelis, G 3 vai ar līdzīgu porainību
- 4.2. Eksikators ar svaigi aktivētu silikagelu vai līdzīgu žāvējošu vielu ar mitruma satura indikatoru
- 4.3. Termostats (103 ± 2 °C)
- 4.4. Polipropilēna vārglāze, 400 ml
- 4.5. Vāroša ūdens vanna

5. Procedūra

Ar precizitāti līdz 10 mg nosver apmēram 10 g fosfāta parauga un izšķīdina 100 ml karsta ūdens, uzvārot polipropilēna vārglāzē (4.4), un turot karsta ūdens vannā (4.5) 15 minūtes. Šķīdumu filtrē caur izmazgātu, izžāvētu un nosvēru filtrtīģeli (4.1). Nešķīstošo atlikumu mazgā ar karstu ūdeni. Filtrtīģeli ar atlikumu ievieto termostatā un žāvē (103 ± 2 °C) temperatūrā divas stundas.

Ievieto filtrtīģeli eksikatorā, ļauj atdzist un nosver.

Karsēšanu, atdzesēšanu un svēršanu atkārto, kamēr divi secīgi svērumi atšķiras mazāk nekā par 0,5 mg. Ja masa sāk palielināties, aprēķiniem izmanto mazāko nolasījumu.

6. Rezultātu izteikšana

6.1. Aprēķināšanas formula un metode

Ūdenī nešķīstošās vielas saturu paraugā aprēķina šādi:

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

kur:

m_1 = atlikuma masa gramos pēc žāvēšanas,

m_0 = paņemtā parauga masa gramos.

6.2. Atkārtojamība

Atšķirība starp divu noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiķis vienos un tajos pašos apstākļos, nedrīkst pārsniegt 10 mg 100 gramos parauga.

15. METODE

pH NOTEIKŠANA PĀRTIKAS PIEDEVĀM

1. Lietojuma joma un nozare

Metode izklāsta vispārējus norādījumus par to, kā noteikt pH pārtikas piedevām.

2. Definīcija

pH pārtikas piedevai: pH vērtība, kas noteikta ar norādīto metodi.

3. Princips

Izšķīdināta vai suspendēta parauga ūdens šķīduma pH vērtību nosaka, lietojot stikla elektrodu, standartelektrodu un pH-metru.

4. Reāģenti

4.1. Ierīču kalibrēšanai izmanto šādus buferšķīdumus:

4.1.1. Buferšķīdums ar pH 6,88 20 °C temperatūrā, kas sastāv no vienāda tilpuma 0,05 mol/l kālija dihidrogenfosfāta (KH_2PO_4) un 0,05 mol/l dinātrija hidrogen-orto-fosfāta dihidrāta ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

4.1.2. Buferšķīdums ar pH 4 20 °C temperatūrā, kas sastāv no 0,05 mol/l kālija hidrogenftalāta ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$).

4.1.3. Buferšķīdums ar pH 9,22 20 °C temperatūrā, kas sastāv no 0,05 mol/l nātrija borāta ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$).

4.2. Piesātināts vai 3 mol/l kālija hlorīda šķīdums, vai cits piemērots šķīdums, ko norādījis elektroda ražotājs un ar ko piepilda standartelektrodu

4.3. Destilēts ūdens, kas nesatur oglekļa dioksīdu, ar pH starp 5 un 6

5. Iekārta

5.1. pH-metrs ar precizitāti 0,01 pH vienība

5.2. Elektrodi, vai nu kombinēts stikla elektrods, vai atsevišķi stikla elektrods un standartelektrods, kurus kopā satur piemērots turētājs

5.3. Magnētiskais maisītājs ar sildītāju

5.4. Termometrs, kalibrēts intervālā 0 līdz 100 °C

6. Procedūra

6.1. *pH-metra standartizācija*

Stikla elektrodi jāsaģatavo, izmantojot ražotāja instrukcijas. No elektrodiem nolasītās pH vērtības regulāri jāpārbauda, salīdzinot ar buferšķīdumiem, kuru pH ir zināms.

Pirms nākamo parauga/standarta šķīdumu iepildīšanas elektrodi būtu jāmazgā ar ūdeni un pēc tam uzmanīgi jānoslauka ar mīkstu audumu vai būtu jāskalo ar ūdeni un pēc tam divreiz ar nākamo parauga/standarta šķīdumu.

Ja aplūkojamā parauga pH ir skābs, nolasījumu pārbaudei būtu jālieto buferšķīdumi ar pH 4 (4.1.2) un pH 6,88 (4.1.1). Ja aplūkojamā parauga pH ir bāzisks, nolasījumu pārbaudei būtu jālieto buferšķīdumi ar pH 9,22 (4.1.3) un pH 6,88 (4.1.1).

6.2. *Parauga šķīduma mērīšana*

Parauga koncentrācija, kas jāizmanto, vai parauga pagatavošanas procedūra, kas jāpieņem, ir tāda, kā noteikts attiecīgā Kopienas pārtikas piedevu direktīvā.

Parauga šķīdumu sagatavo, kā norādīts, lietojot destilētu ūdeni (4.3) un tad maisot izlīdzina temperatūru līdz 20 °C. Maisīšanu pārtrauc, šķīdumā ievieto stikla elektrodus un pēc divām minūtēm atzīmē pH-metra (5.1) rādījumu.

7. **Rezultātu izteikšana**

7.1. *Atkārtojamība*

Atšķirība starp divu noteikšanu rezultātiem, ko vienam un tam pašam paraugam vienlaikus vai tūlīt vienu aiz otras veicis viens un tas pats analītiķis vienos un tajos pašos apstākļos, nedrīkst pārsniegt 0,05 pH vienības.

8. **Piezīme**

Šo metodi tām Kopienas pārtikas piedevu direktīvu prasībām attiecībā uz pH var piemērot tikai tad, ja pārtikas piedevu var izšķīdināt vai suspendēt ūdenī.
