

381L0712

10.9.81

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS OFFICIELLA TIDNING

Nr L 257/1

KOMMISSIONENS FÖRSTA DIREKTIV**av den 28 juli 1981****om analysmetoder för kontroll av att vissa livsmedelstillsatser uppfyller renhetskriterier**

(81/712/EEG)

EUROPEISKA GEMENSKAPERNAS KOMMISSION HAR
ANTAGIT DETTA DIREKTIVmedel⁽⁵⁾, senast ändrat genom direktiv 78/143/EEG⁽⁶⁾, särskilt artikel 5.2, och

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska ekonomiska gemenskapen,

med beaktande av följande:

med beaktande av rådets direktiv av den 23 oktober 1962 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om färgämnen som är godkända för användning i livsmedel⁽¹⁾, senast ändrat genom direktiv 78/144/EEG⁽²⁾, särskilt artikel 11.2 i detta,

Enligt dessa bestämmelser skall analysmetoder fastställas inom gemenskapen för kontroll av att tillsatserna uppfyller allmänna och särskilda renhetskriterier.

med beaktande av rådets direktiv 64/54/EEG av den 5 november 1963 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om konserveringsmedel som är godkända för användning i livsmedel⁽³⁾, senast ändrat genom direktiv 79/40/EEG⁽⁴⁾, särskilt artikel 8.2,

Ett antal metoder har utvecklats och bör nu antas.

De åtgärder som föreskrivs i detta direktiv har tillstyrkts av Ständiga livsmedelskommittén.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

med beaktande av rådets direktiv 70/357/EEG av den 13 juli 1970 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om antioxidationsmedel som är godkända för användning i livs-

Artikel 1

Medlemsstaterna skall föreskriva att de analyser som behövs för att kontrollera att vissa livsmedelstillsatser uppfyller allmänna och särskilda renhetskriterier skall utföras enligt de

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

metoder som beskrivs i bilaga 2 och som har de användningsområden som framgår av bilaga 1.

Artikel 2

Medlemsstaterna skall sätta i kraft de lagar och andra författningar som är nödvändiga för att följa detta direktiv senast den 20 februari 1983. De skall genast underrätta kommissionen om detta.

Artikel 3

Detta direktiv riktar sig till medlemsstaterna.

Utfärdat i Bryssel den 28 juli 1981.

På kommissionens vägnar

Karl-Heinz NARJES

Ledamot av kommissionen

*BILAGA 1***ANVÄNDNINGSSOMRÅDEN FÖR GEMENSKAPENS ANALYSMETODER FÖR KONTROLL AV ATT
VISSA LIVSMEDELSTILLSATSER UPPFYLLER RENHETSKRITERIER****I. INLEDNING****II. FÄRGÄMNINGEN**

- II.1 Ämnen som kan extraheras med dietyleter ur vattenlösliga sulfonerade organiska färgämnen som används i livsmedel bestäms enligt bilaga 2, metod 1.

III. KONSERVERINGSMEDEL

- III.1 Myrsyra, formiater och andra oxiderbara föroreningar i ättiksyra (E 260), kaliumacetat (E 261), natriumdiacetat (E 262) och kalciumacetat (E 263) bestäms enligt bilaga 2, metod 2.
- III.2 Icke-flyktiga ämnen i propionsyra (E 280) bestäms enligt bilaga 2, metod 3.
- III.3 Viktförlusten vid torkning av natriumnitrit (E 250) bestäms enligt bilaga 2, metod 4.
- III.4 Gränsvärdesundersökning av salicylsyra i p-Hydroxibensoesyraetyleter (E 214), p-Hydroxibensoesyraetylesterns natriumsalt (E 215), p-Hydroxibensoesyrapropylester (E 216), p-Hydroxibensoesyrapropylesterns natriumsalt (E 217), p-Hydroxibensoesyrametyleter (E 218) och p-Hydroxibensoesyrametylesterns natriumsalt (E 219) utförs enligt bilaga 2, metod 5.
- III.5 Fri ättiksyra i natriumdiacetat (E 262) bestäms enligt bilaga 2, metod 6.
- III.6 Natriumacetat i natriumdiacetat (E 262) bestäms enligt bilaga 2, metod 7.
- III.7 Gränsvärdesundersökning av aldehyder i sorbinsyra (E 200) i natriumsorbat, kaliumsorbat och kalciumsorbat (E 201, E 202, E 203) och i propionsyra (E 280) utförs enligt bilaga 2, metod 8.

IV. ANTIOXIDATIONSMEDEL

- IV.1 Peroxidtalet i lecitin (E 322) bestäms enligt bilaga 2, metod 9.
- IV.2 Ämnen i lecitin (E 322) som är olösliga i toluen bestäms enligt bilaga 2, metod 10.
- IV.3 Gränsvärdesundersökning av reducerande ämnen i natriumlaktat, kaliumlaktat och kalciumlaktat (E 325, E 326 och E 327) utförs enligt bilaga 2, metod 11.
- IV.4 Flyktiga syror i ortofosforsyra (E 338) bestäms enligt bilaga 2, metod 12.

- IV.5 Gränsvärdesundersökning av nitrat i ortofosforsyra (E 338) bestäms enligt bilaga 2, metod 13.
- IV.6 Ej vattenlösliga ämnen i mono-, di- och trinatriumortofosfat och mono-, di- och trikaliumortofosfat (E 339 (i), E 339 (ii), E 339 (iii), E 340 (i), E 340 (ii), E 340 (iii)) bestäms enligt bilaga 2, metod 14.

V. ALLMÄNT

- V.1 pH-värdet i livsmedelstillsatser bestäms enligt bilaga 2, metod 15.
-

*BILAGA 2***ANALYSMETODER FÖR RENHETSKRITERIER FÖR LIVSMEDELSTILLSATSER**

INLEDNING

1 Beredning av analysprov1.1 *Allmänt*

Laboratorieprov som ska analyseras måste normalt väga 50 g, om inte större mängd krävs för en viss bestämning.

1.2 *Beredning av prov*

Provet skall vara homogeniserat före analysen.

1.3 *Förvaring*

Det beredda provet skall alltid förvaras i en luft- och fuktät behållare och lagras på sådant sätt att det inte fördärvas.

2. Reagenser2.1 *Vatten*

2.1.1 Då vatten skall användas för lösning, spädning eller tvättning avses destillerat vatten eller avjoniserat vatten av minst motsvarande renhetsgrad.

2.1.2 I de fall där *lösning* eller *spädning* nämns utan närmare uppgift om reagens, avses vattenlösning.

2.2 *Kemikalier*

Om inte annat anges, skall alla kemikalier vara av sådan kvalitet att de är lämpliga som reagens vid analyser.

3. Utrustning3.1 *Utrustningslista*

Utrustningslistan innehåller endast sådana artiklar som används för speciella ändamål eller som har särskild specifikation.

3.2 *Analysvåg*

Med analysvåg avses en våg med en känslighet av minst 0,1 mg.

4. Redovisning av resultat4.1 *Resultat*

Det resultat som anges i analysrapporten skall utgöra medelvärdet av minst två bestämningar med tillfredsställande repeterbarhet.

4.2 *Beräkning av procentandel*

Om inte annat anges skall resultaten uttryckas i viktprocent av det prov som ursprungligen mottagits vid laboratoriet.

4.3 *Antal signifikanta siffror*

Metodens precision avgör hur många siffror som skall anges.

METOD 1

BESTÄMNING AV ÄMNER SOM KAN EXTRAHERAS MED DIETYLETER UR VATTENLÖSLIGA SULFONERADE ORGANISKA FÄRGÄMNER SOM ANVÄNDS I LIVSMEDEL

1. **Användningsområde**

Med denna metod bestäms ämnen som kan extraheras med dietyleter ur vattenlösliga sulfonerade organiska färgämnen utan bärare.

2. **Definition**

Ämnen som kan extraheras med dietyleter: den mängd av ämnena som bestämts med den angivna metoden.

3. **Princip**

Färgämnet extraheras med dietyleter och återstoden vägs när etern indunstas.

4. **Reagens**

4.1 Dietyleter, torr, peroxidfri (torkad med hjälp av nykalcinerad kalciumklorid).

5. **Utrustning**

5.1 Soxhletutrustning med kolv.

5.2 Exsickator som innehåller nyaktiverat kiselgel eller likvärdigt torkmedel med fuktindikator.

5.3 Analysvåg.

5.4 Ugn med termostatkontroll vid 85 ± 2 °C.

6. **Utförande**

Väg med en noggrannhet av 10 mg upp ca 10 g av provet med färgämne på ett filtreringspapper. Vik ihop papperet, stoppa det i en papperstub och förslut denna med lite fettfri vadd. Extrahera i sex timmar med dietyleter (4.1) i en soxhletutrustning (5.1). Dunsta in etern vid så låg temperatur som möjligt. Placera

soxhletkolven, som vägts tidigare, med återstående innehåll i ugnen (5.4). Låt torka i 20 minuter vid 85 ± 2 °C. Flytta över kolven till en exsickator (5.2), täck över med ett icke tättslutande lock och låt svalna. Väg kolven med innehåll.

Upprepa torkning och vägning tills skillnaden mellan två vägningar i följd är mindre än 0,5 mg. Skulle det visa sig att vikten ökat, skall den lägsta noterade vikten användas vid beräkningen.

7. Redovisning av resultat

7.1 Formel och beräkningsmetod

Mängden av de ämnen som kan extraheras med eter uttryckt i procent av provet erhålls med följande formel:

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

där

m_1 = återstående innehåll i gram efter indunstning,

m_0 = provets ursprungliga vikt i gram.

7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 20 mg per 100 g prov.

METOD 2

BESTÄMNING AV MYRSYRA, FORMIATER OCH ANDRA OXIDERBARA FÖRORENINGAR I ÄTTIKSYRA (E 260), KALIUMACETAT (E 261), NATRIUMDIACETAT (E 262) OCH KALCIUMACETAT (E 263)

1. Användningsområde

Med denna metod bestäms mängden myrsyra, formiater och andra oxiderbara föroreningar, uttryckta som myrsyra i

- ättiksyra (E 260),
- kaliumacetat (E 261),
- natriumdiacetat (E 262),
- kalciumacetat (E 263).

2. Definition

Mängden myrsyra, formiater och andra oxiderbara föroreningar: den mängd myrsyra, formiater och andra oxiderbara föroreningar som bestäms med den angivna metoden.

3. Princip

Provlösningen behandlas med överskott av standardkaliumpermanganat under alkaliska förhållanden för att bilda mangandioxid. Mangandioxiden och överskottet av kaliumpermanganat bestäms jodometriskt under sura förhållanden och koncentrationen av oxiderbara föroreningar beräknas och uttrycks som myrsyra.

4. Reagenser

- 4.1 Kaliumjodid.
- 4.2 Kaliumpermanganat, 0,02 mol/l.
- 4.3 Natriumkarbonat (vattenfri).
- 4.4 Natriumtiosulfat, 0,1 mol/l.
- 4.5 Stärkelselösning (ca 1 % m/v).
- 4.6 Utspädd svavelsyra: tillsätt 90 ml svavelsyra ($P_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$) till vatten och späd till 1 l.

5. Utrustning

- 5.1 Kokande vattenbad.
- 5.2 Analysvåg.

6. Utförande

Om provet är en fri syra, väg upp ca 10 g med en noggrannhet av 10 mg, späd med 70 ml vatten och tillsätt en lösning av 10 g vattenfritt natriumkarbonat (4.3) i 30 ml vatten. Om provet är ett salt, väg upp ca 10 g av provet med en noggrannhet av 10 mg och lös upp i 100 ml vatten. Tillsätt 1 g vattenfritt natriumkarbonat (4.3) och skaka tills det lösts upp. Tillsätt 20 ml kaliumpermanganat, 0,02 mol/l (4.2), och värm 15 minuter i kokande vattenbad. Låt blandningen svalna. Tillsätt 50 ml utspädd svavelsyra (4.6) och 0,5 g kaliumjodid (4.1). Snurra på blandningen tills all utfälld mangandioxid har lösts upp igen. Titra med natriumtiosulfat, 0,1 mol/l (4.4) tills lösningen blir blekgul. Tillsätt ett par droppar stärkelselösning (4.5) och fortsätt titrera tills lösningen blir färglös.

7. Redovisning av resultat

7.1 Formel och beräkningsmetod

Den procentuella mängden myrsyra, formiater och andra oxiderbara föroreningar uttryckta som myrsyra erhålls med följande formel:

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

där

a = kaliumpermanganatets molaritet,

b = natriumtiosulfatets molaritet,

m_0 = provets ursprungliga vikt i gram,

V = den mängd natriumtiosulfat, 0,1 mol/l som används vid titreringen, uttryckt i ml.

7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma förhållanden får inte vara större än 5 mg per 100 g prov.

8. **Anmärkningar**
- 8.1 11,3 ml natriumtiosulfat, 0,1 mol/l motsvarar 0,2% myrsyra i ett prov på 10 gram.
- 8.2 Om formiat inte är närvarande kommer den behövliga volymen natriumtiosulfat att vara 20 ml, men om det finns mer än 0,27% (m/m) myrsyra är överskottet av kaliumpermanganat otillräckligt, och en bestämd minsta volym av 8 ml går åt. I detta fall upprepas bestämningen, varvid en mindre mängd prov används.

METOD 3

BESTÄMNING AV ICKE-FLYKTIGA SUBSTANSER I PROPIONSRYRA (E 280)

1. **Användningsområde**
- Med denna metod bestäms icke-flyktiga substanser i propionsyra (E 280).
2. **Definition**
- Mängden icke-flyktigt material i propionsyra: den mängd icke-flyktigt material som bestämts med den angivna metoden.
3. **Princip**
- Provet indunstat och torkas därefter vid 103 ± 2 °C och återstoden bestäms gravimetriskt.
4. **Utrustning**
- 4.1 Indunstningskäril av kvarts eller platina som rymmer prov om 100 g.
- 4.2 Elektrisk ugn med termostatkontroll vid 103 ± 2 °C.
- 4.3 Analysvåg.
- 4.4 Kokande vattenbad.
- 4.5 Exsickator som innehåller nyaktiverat kiselgel eller likvärdigt torkmedel med fuktindikator.
5. **Utförande**
- Väg med en noggrannhet av 0,1 g upp 100 g propionsyra från provet i ett i förväg torkat och vägt käril (4.1). Indunsta över kokande vattenbad i dragskåp (4.4). När all propionsyra har indunstat, placeras provet i en timme i ugnen (4.2) vid 103 ± 2 °C. Placera provet i en exsickator, låt svalna och väg det därefter. Upprepa uppvärmning, kylning och vägning tills skillnaden mellan två vägningar i följd är mindre än 0,5 mg. Visar det sig att vikten ökar, skall den lägsta noterade vikten användas vid beräkningen.

6. Redovisning av resultat**6.1 Formel och beräkningsmetod**

Mängden icke-flyktigt material, beräknat i procent av provet, erhålls genom följande formel:

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

där

m_1 = återstående innehåll i gram efter indunstning,

m_0 = provets ursprungliga vikt i gram.

6.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma förhållanden får inte vara större än 5 mg per 100 g prov.

METOD 4**BESTÄMNING AV VIKTFÖRLUST VID TORKNING AV NATRIUMNITRIT (E 250)****1. Användningsområde**

Med denna metod bestäms viktförlusten vid torkning av natriumnitrit (E 250).

2. Definition

Fukthalten i natriumnitrit: viktförlusten vid torkning enligt bestämning med den angivna metoden.

3. Princip

Viktförlusten vid torkning erhålls genom att provet värms upp i ugn till 103 ± 2 °C och vägs. Därefter beräknas hur mycket av vikten som gått förlorad.

4. Utrustning

4.1 Elektrisk ugn med termostatkontroll vid 103 ± 2 °C.

4.2 Flatbottnad vågskål av glas, 60–80 mm i diameter och minst 25 mm djup, icke tättslutande lock.

4.3 Exsickator som innehåller nyaktiverat kiselgel eller likvärdigt torkmedel med fuktindikator.

4.4 Analysvåg.

5. Utförande

Avlägsna locket från vågskålen (4.2), varm skålen och locket i ugnen (4.1) vid 103 ± 2 °C i en timme. Sätt på locket igen och placera skålen (4.2) med locket i exsickatorn (4.3) och låt svalna till rumstemperatur. Väg den täckta skålen (4.2) med en noggrannhet av 10 mg. Väg omsorgsfullt med en noggrannhet av 10

mg upp ett prov på ca 10 g i den täckta skålen. Ta bort locket och placera både skål och lock i ugnen (4.1) i en timme vid 103 ± 2 °C. Sätt på locket igen och låt den täckta skålen svalna till rumstemperatur i exsickatorn (4.3). Väg den med en noggrannhet av 10 mg. Upprepa uppvärmning, kylning och vägning tills skillnaden mellan två vägningar i följd är mindre än 10 mg. Skulle det visa sig att vikten ökar, skall den lägsta noterade vikten användas vid beräkningen.

6. Redovisning av resultat

6.1 Formel och beräkningsmetod

Viktförlusten vid torkning, beräknad som viktprocent av provet, erhålls med följande formel:

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

där

m_1 = skålens vikt i gram,

m_2 = skålens och provets vikt i gram före torkning,

m_3 = skålens och provets vikt i gram efter torkning.

6.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 100 mg per 100 g prov.

METOD 5

GRÄNSVÄRDESUNDERSÖKNING AV SALICYLSYRA I *p*-HYDROXIBENSOESYRAETYLESTER (E 214), *p*-HYDROXIBENSOESYRAETYLESTERNES NATRIUMSALT (E 215), *p*-HYDROXIBENSOESYRAPROPYLESTER (E 216), *p*-HYDROXIBENSOESYRAPROPYLESTERNES NATRIUMSALT (E 217), *p*-HYDROXIBENSOESYRAMETYLESTER (E 218), *p*-HYDROXIBENSOESYRAMETYLESTERNES NATRIUMSALT (E 219)

1. Användningsområde

Med denna metod påvisas salicylsyra i *p*-Hydroxibensoesyraetylester (E 214), *p*-Hydroxibensoesyrapropylester (E 216) och *p*-Hydroxibensoesyrametylester (E 218) och i natriumsalterna av dessa ämnen (E 215, E 217 och E 219).

2. Definition

Koncentration av salicylsyra: resultatet av undersökning med den angivna metoden.

3. Princip

En violett färgton bildas när ammoniumjärn(III)sulfat reagerar med provlösningen. Färgtonen jämförs med färgtonen i en referenslösning.

4. Reagenser

- 4.1 Ammoniumjärn(III)sulfatlösning, 0,2% m/v. Bered genom att lösa 0,2 g ammoniumjärn(III)sulfatdodekahydrat i 50 ml vatten, tillsätt 10 ml salpetersyra, 10% v/v, och späd med vatten till 100 ml.
- 4.2 Etanol, 95% v/v.
- 4.3 Salicylsyralösning, 0,1 g/l.
- 4.4 Svavelsyra, 1 mol/l.

5. Utrustning

- 5.1 Nesslercylindrar, graderade till 50 ml. Total volym ca 60 ml.

6. Utförande

- 6.1 *Prover med p-Hydroxibensoesyraetyler (E 214), p-Hydroxibensoesyrapropylester (E 216) och p-Hydroxibensoesyrametyler (E 218)*
- 6.1.1 Väg upp 0,1 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och lös upp i 10 ml etanol, 95% v/v (4.2). För över lösningen till en graderad nesslercylinder (5.1) och späd med vatten till 50 ml. Rör om och tillsätt 1 ml ammoniumjärn(III)sulfatlösning (4.1) under fortsatt omröring. Låt lösningen stå i en minut.
- 6.1.2 Bered samtidigt en referenslösning genom att upprepa 6.1.1, men ersätt provet på 0,1 g med 1 ml salicylsyralösning (4.3).
- 6.1.3 Jämför provlösningens färg med referenslösningens.
- 6.2 *Prover med p-Hydroxibensoesyraetylerns natriumsalt (E 215), p-Hydroxibensoesyrapropylesterns natriumsalt (E 217) och p-Hydroxibensoesyrametylesterns natriumsalt (E 219)*
- 6.2.1 Upprepa 6.1.1 och surgör till pH 5 med svavelsyra, 1 mol/l (4.4), och späd därefter till 50 ml.
- 6.2.2 Upprepa 6.1.2.
- 6.2.3 Upprepa 6.1.3.

7. Redovisning av resultat

7.1 *Tolkning av undersökning*

Om den rödvioletta färgen i provlösningen är intensivare än färgen i referenslösningen, är testet positivt och provet innehåller mer än 0,1% salicylsyra.

7.2 *Känslighet*

Detektionsgränsen för salicylsyra ligger vid 30 mg per 100 g prov.

7.3 *Anmärkning*

Resultaten från två undersökningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser skall vara identiska.

METOD 6**BESTÄMNING AV FRI ÄTTIKSYRA I NATRIUMDIACETAT (E 262)****1. Användningsområde**

Med denna metod bestäms ättiksyra i natriumdiacetat (E 262).

2. Definition

Mängden ättiksyra: mängden ättiksyra enligt bestämning med den angivna metoden.

3. Princip

Direkt titrering av ättiksyran i provet med en natriumhydroxidlösning av standardtyp och fenolftaleinindikator.

4. Reagenser

4.1 Fenolftaleinlösning, 1% (m/v) i etanol.

4.2 Natriumhydroxid, 1 mol/l.

5. Utrustning

5.1 *Analysväg.*

6. Utförande

Väg upp ca 3 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och lös upp i ca 50 ml vatten. Tillsätt två eller tre droppar fenolftaleinindikatorlösning (4.1) och titrera med natriumhydroxid, 1 mol/l (4.2), tills en röd färgton bibehålls i fem sekunder.

7. Redovisning av resultat**7.1 Formel och beräkningsmetod**

Mängden ättiksyra i procent av provets vikt erhålls med följande formel:

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

där

V = den använda natriumhydroxidens (4.2) volym i milliliter,

c = natriumhydroxidlösningens koncentration i mol/l,

m₀ = provets ursprungliga vikt i gram.

7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 500 mg per 100 g prov.

8. **Anmärkning**

En volym på 20 ml erhålls när 3 g av ett prov som innehåller 40 % ättiksyra titreras med natriumhydroxid, 1 mol/l.

METOD 7**BESTÄMNING AV NATRIUMACETAT I NATRIUMDIACETAT (E 262)**1. **Användningsområde**

Med denna metod bestäms natriumacetat och vatten, uttryckta som natriumacetat, i natriumdiacetat (E 262).

2. **Definition**

Natriumacetathalt: mängden natriumacetat och vatten uttryckt som natriumacetat enligt bestämning med den angivna metoden.

3. **Princip**

Provet löses i isättika och titreras därefter med standardperklorsyra med kristallviolett som indikator.

4. **Reagenser**

4.1 Isättika ($P_{20\text{ °C}} = 1,049\text{ g/ml}$) (för vattenfria titreringar).

4.2 Kristallviolett, indikatorlösning CI nr 42555, 0,2% (m/v) i isättika.

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

4.4 Ättiksyraanhydrid (CH_3CO)₂O.

4.5 Perklorsyra, 0,1 mol/l i isättika. Denna måste beredas och standardiseras enligt följande:

Väg P g perklorsyralösning i en 1 000 ml mätkolv med propp av slipat glas. Mängden P beräknas med följande formel:

$$P = \frac{1\,004,6}{m}$$

där

m = den procentuella koncentrationen (m/m) av perklorsyra bestämd genom alkalimetrisk titrering (70–72% m/m syra är lämpligast).

Tillsätt ca 100 ml isättika och därefter successivt Q g ättiksyraanhydrid litet i taget, samtidigt som blandningen får svalna under omröring. Mängden Q kan beräknas med följande formel:

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

där

P = den vägda mängden perklorsyra och

a = koncentrationen ättiksyraanhydrid i procent (m/m).

Tillslut mätkolven, låt den stå 24 timmar på mörk plats och tillsätt därefter så mycket isättika som behövs för att ge 1 000 ml lösning. Den på detta sätt beredda lösningen är praktiskt taget vattenfri. Standardisera lösningen mot kaliumväteftalat på följande sätt:

Väg med en noggrannhet av 0,1 mg upp ca 0,2 g kaliumväteftalat som dessförinnan torkats i två timmar vid 110 °C och lös upp det i 25 ml isättika i en titreringskolv under försiktig uppvärmning. Låt svalna, tillsätt två droppar 0,2% (m/m) kristallviolett-lösning (4.2) i isättikan och titrera med perklorosyralösningen tills indikatorns färg skiftar till blekt grön. Gör en blanktitrering med samma mängd lösningsmedel och minska resultatet av den verkliga bestämningen med resultatet av blanktitreringen. 20,42 mg kaliumväteftalat motsvarar 1 ml perklorosyra, 0,1 mol/l.

5. **Utrustning**

5.1 Analysvåg.

6. **Utförande**

Väg med en noggrannhet av 0,5 mg upp ca 0,2 g av provet och lös upp det i 50 ml isättika (4.1). Tillsätt ett par droppar kristallviolett indikatorlösning (4.2) och titrera med standardperklorosyra, 0,1 mol/l (4.5) tills provet blir blekgrönt.

7. **Redovisning av resultat**

7.1 *Formel och beräkningsmetod*

Natriumacetathalten enligt definition i punkt 2, uttryckt i procent av provets vikt, erhålls med följande formel:

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

där

V = den använda standardperklorosyrans volym i milliliter (4.5),

c = perklorosyralösningens (4.5) molaritet,

m₀ = provets ursprungliga vikt i gram.

7.2 *Repeterbarhet*

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 1,5 g per 100 g prov.

8. **Anmärkning**

Reagenserna som används vid denna metod är giftiga och explosiva och måste hanteras försiktigt.

METOD 8

GRÄNSVÄRDESUNDERSÖKNING AV ALDEHYDER I SORBINSYRA (E 200), NATRIUMSORBAT, KALIUMSORBAT OCH KALCIUMSORBAT (E 201, E 202, E 203) OCH I PROPIONSYRA (E 280)

1. **Användningsområde**

Med denna metod bestäms aldehyder, uttryckta som formaldehyder, i

- sorbinsyra (E 200),
- natriumsorbat, kaliumsorbat och kalciumsorbat (E 201, E 202, E 203),
- propionsyra (E 280).

2. Definition

Fastställd aldehydkoncentration: resultat av undersökning med den angivna metoden.

3. Princip

Aldehyderna i provlösningen och formaldehyden i en referenslösning reagerar med Schiff's reagens och blir rödfärgade, varefter färgernas intensitet jämförs.

4. Reagenser

4.1 Formaldehydstandardlösning (0,01 mg/ml): beredd genom utspädning av koncentrerad formaldehydlösning (400 mg/ml).

4.2 Schiff's reagens.

5. Utförande

5.1 Väg upp ca 1 g av provet med en noggrannhet av 1 mg, tillsätt 100 ml vatten och skaka om. Filtrera lösningen om så behövs och behandla 1 ml av filtratet eller provlösningen med 1 ml av Schiff's reagens (4.2). Behandla samtidigt 1 ml av formaldehydreferenslösningen (4.1) med 1 ml av Schiff's reagens (4.2).

5.2 Jämför provlösningens färg med referenslösningens.

6. Redovisning av resultat**6.1 Tolkning av undersökning**

Om den röda färgen i provlösningen är intensivare än den i referenslösningen, är testet positivt och provet innehåller mer än 0,1 % aldehyder, uttryckta som formaldehyder.

6.2 Känslighet

Detektionsgränsen för denna undersökning är 30 mg formaldehyd per 100 g prov.

6.3 Anmärkningar

Resultaten av två undersökningar, som utförs samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser, skall vara identiska.

METOD 9**BESTÄMNING AV PEROXIDTALET I LECITIN (E 322)****1. Användningsområde**

Med denna metod bestäms peroxidtalet i lecitin (E 322).

2. Definition

Peroxidtalet i lecitin: resultatet som erhålls genom bestämning med den angivna metoden.

3. Princip

Oxidering av kaliumjodid med peroxider i lecitin och titring av det jod som frigjorts med standardiserad natriumtiosulfatlösning.

4. Reagenser

4.1 Isättika.

4.2 Kloroform.

4.3 Kaliumjodid.

4.4 Natriumtiosulfat, 0,1 mol/l eller 0,01 mol/l.

4.5 Stärkelselösning (ca 1 % m/v).

5. Utrustning

5.1 Analysvåg.

5.2 Utrustning (se bild), bestående av

5.2.1 rundkolv, 100 ml,

5.2.2 återloppskylare,

5.2.3 glasrör med slipade fogar, längd 250 mm, invändig diameter 22 mm,

5.2.4 mikrobägare, utvändig diameter 20 mm, höjd 35–50 mm.

6. Utförande

6.1 Häll 10 ml isättika (4.1) och 10 ml kloroform (4.2) i rundkolven (5.2.1). Sätt på glasröret (5.2.3) och återloppskylaren (5.2.2) och koka blandningen sakta i två minuter för att få bort all upplöst luft. Lös upp 1 g kaliumjodid (4.3) i 1,3 ml vatten och häll denna lösning i kolven (5.2.1) med blandningen, och se noga till att kokningen inte avbryts.

Om det nu framträder en gul färg, måste analysen avbrytas och provet göras om med nya reagenser.

6.2 Väg omsorgsfullt upp ca 1 g av provet med en noggrannhet av 1 mg. Låt koka i två minuter. Tillsätt därefter det vägda provet till innehållet i rundkolven (5.2.1). Var noga med att kokningen fortsätter utan avbrott. Provet bör för detta ändamål vara placerat i en mikrobägare (5.2.4) som kan sänkas ner i glasröret (5.2.3) med en glasstav. Formen på dess nedre del framgår av bilden. Kylaren (5.2.2) kan avlägsnas en kort stund. Koka ytterligare i tre till fyra minuter. Avbryt därefter uppvärmningen och koppla omedelbart bort kylaren (5.2.2). Tillsätt snabbt 50 ml vatten i glasröret (5.2.3). Avlägsna glasröret (5.2.3) och kyl kolven (5.2.1.) till rumstemperatur under rinnande vatten. Titra med natriumtiosulfat (0,1 mol/l eller 0,01 mol/l) (4.4) tills vattenskiktet blir blekgult. Tillsätt 1 ml stärkelselösning (4.5) och fortsätt titreringen tills den blå färgen försvunnit. Skaka kolven (5.2.1) väl under titreringen så att det vattenfria skiktet blir helt fritt från jod.

- 6.3 Gör en blanktitrering genom att upprepa 6.1 och 6.2 utan att tillsätta provet.

7. Redovisning av resultat

7.1 Formel och beräkningsmetod

Peroxidalet i provet uttryckt i milliekvivalenter per kilogram erhålls genom följande formel:

$$\frac{1\,000 \times a \times (V_1 - V_2)}{m_0}$$

där

V_1 = den mängd tiosulfatlösning som behövs för att titrera provet (6.2), uttryckt i milliliter,

V_2 = den mängd tiosulfatlösning som behövs för blanktitreringen (6.3), uttryckt i milliliter,

a = natriumtiosulfatlösningens koncentration i mol/l,

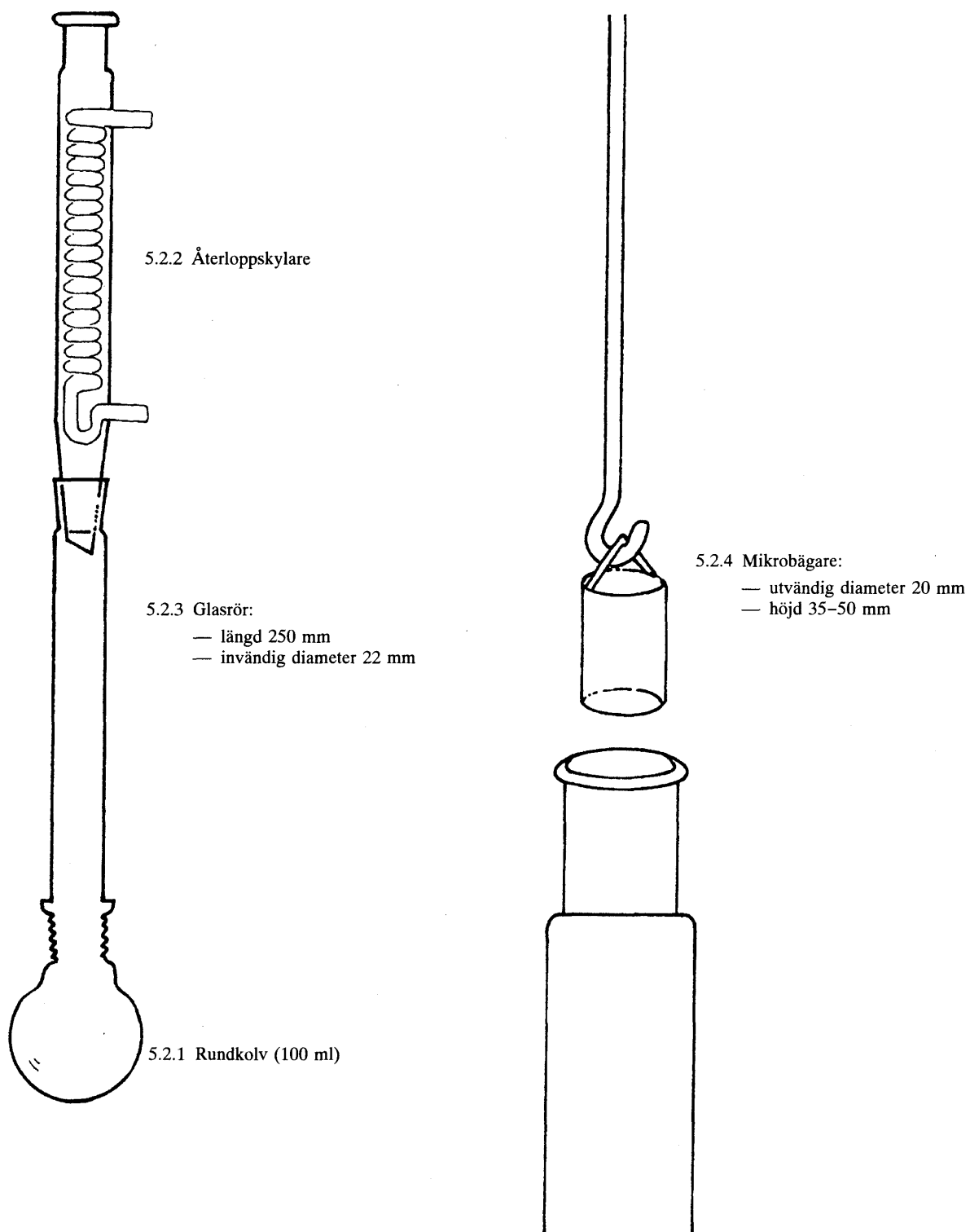
m_0 = provets ursprungliga vikt i gram.

7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 0,5 (uttryckt som peroxidalet i milliekvivalenter per kilogram prov).

8. Anmärkningar

- 8.1 Vilken koncentration av natriumtiosulfat som väljs beror på vilket titreringsvärde man förväntar sig. Behövs mindre än 0,5 ml natriumtiosulfat av koncentrationen 0,1 mol/l, bör bestämningen upprepas med natriumtiosulfat av koncentrationen 0,01 mol/l.
- 8.2 Bestämningen bör inte utföras i starkt ljus.



Utrustning för bestämning av peroxidtalet i lecitin

METOD 10**BESTÄMNING AV ÄMNEN I LECITIN (E 322) SOM ÄR OLÖSLIGA I TOLUEN****1. Användningsområde**

Med denna metod bestäms ämnen i lecitin (E 322) som är olösliga i toluen.

2. Definition

Mängden ämnen som är olösliga i toluen: den mängd av ämnen som är olösliga i toluen enligt bestämning med den angivna metoden.

3. Princip

Provet löses upp i toluen och filtreras, varefter återstoden torkas och vägs.

4. Reagenser**4.1 Toluen.****5. Utrustning**

5.1 Degel av sintrat glas, rymd 30 ml, porositet G 3 eller motsvarande.

5.2 Elektrisk torkugn med termostatkontroll vid 103 ± 2 °C.

5.3 Vattenbad vars temperatur inte överskrider 60 °C.

5.4 Exsickator som innehåller nyaktiverat kiselgel eller likvärdigt torkmedel med fuktindikator.

5.5 Konisk kolv, 500 ml.

5.6 Vakuumpump.

5.7 Analysvåg.

6. Utförande

6.1 Torka degeln av sintrat glas (5.1) i ugn vid 103 ± 2 °C (5.2). För över degeln till exsickatorn (5.4), låt den svalna och väg den därefter.

6.2 Blanda omsorgsfullt provet med lecitin, om så behövs efter uppvärmning i vattenbad (5.3). Väg upp ca 10 g av provet med en noggrannhet av 1 mg i en konisk kolv (5.5). Tillsätt 100 ml toluen (4.1) och snurra på blandningen tills allt lecitin är upplöst. Filtrera lösningen genom degeln (5.1). Tvätta kolven (5.5) med 25 ml toluen (4.1) och håll tvättvattnet genom degeln (5.1). Upprepa förfarandet med ytterligare 25 ml toluen (4.1), varefter degeln (5.1) sugs fri från överskottet av toluen.

- 6.3 Torka degeln (5.1) i ugnen (5.2) vid 103 ± 2 °C i två timmar. Sätt degeln i exsickatorn (5.4) och låt den svalna. Väg degeln med innehåll när den kallnat.
- 6.4 Upprepa 6.3 tills skillnaden i vikt mellan två vägningar i följd är mindre än 0,5 mg.
- Om vikten ökar skall det lägsta noterade värdet användas vid beräkningen.

7. Redovisning av resultat

7.1 Formel och beräkningsmetod

Mängden ämnen som inte är lösliga i toluen erhålls med följande formel:

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

där

m_1 = den tomma degelns (6.1) vikt i gram,

m_2 = degel (6.4) med innehåll, vikt i gram,

m_0 = provets ursprungliga vikt i gram.

7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som har utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 30 mg per 100 g prov.

METOD 11

GRÄNSVÄRDESUNDERSÖKNING AV REDUCERANDE ÄMNEN I NATRIUMLAKTAT, KALIUMLAKTAT OCH KALCIUMLAKTAT (E 325, E 326, E 327)

1. Användningsområde

Med denna metod bestäms kvalitativt reducerande ämnen i

- natriumlaktat (E 325),
- kaliumlaktat (E 326),
- kalciumlaktat (E 327).

2. Definition

Förekomst av reducerande ämnen: resultatet av undersökning med den angivna metoden.

3. Princip

Fehlings lösning reduceras med ämnen som har reducerande verkan, vanligtvis reducerande sockerarter.

4. Reagenser

- 4.1 Fehlings lösning A: 6,93 g kopparsulfatpentahydrat löses i vatten och späds med vatten till 100 ml.
- 4.2 Fehlings lösning B: 34,6 g kaliumnatriumtartrat och 10 g natriumhydroxid löses i vatten och späds med vatten till 100 ml.

5. Utförande

Väg upp ca 1 g av provet med en noggrannhet av 1 mg och lös upp i 10 ml varmt vatten. Tillsätt 2 ml Fehlings lösning A (4.1) och 2 ml av Fehlings lösning B (4.2). Koka därefter blandningen i en minut och se efter om färgen ändras. Fällning av kalciumsulfat kan ibland uppträda, men detta saknar betydelse.

6. Redovisning av resultat**6.1. *Tolkning av undersökning***

Om färgen ändras efter kokning (5), är testet positivt, vilket betyder att provet innehåller reducerande ämnen.

6.2. *Känslighet*

Detektionsgränsen för reducerande ämnen är 100 mg glukos per 100 g prov.

6.3. *Anmärkningar*

6.3.1 Resultaten från två undersökningar, som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser, skall vara identiska.

6.3.2 Alla Fehlings lösningar reagerar om provet innehåller 2% glukos.

METOD 12**BESTÄMNING AV FLYKTIGA SYROR I ORTOFOSFORSYROR (E 338)****1. Användningsområde**

Med denna metod bestäms förekomsten av flyktiga syror, uttryckta som ättiksyra, i ortofosforsyra (E 338).

2. Definition

Mängden flyktiga syror: mängden flyktiga syror uttryckt som ättiksyra enligt bestämning med den angivna metoden.

3. Princip

Vatten tillsätts till provet och lösningen destilleras. Destillatet titreras mot en standardnatriumhydroxid-lösning, och surheten beräknas och uttrycks som ättiksyra.

4. Reagenser

4.1 Fenolftaleinlösning, 1% (m/v) i etanol.

4.2 Natriumhydroxid, 0,01 mol/l.

5. Utrustning

5.1 Destillationsapparat med droppfångare.

6. Utförande

Väg upp ca 60 g av provet med en noggrannhet av 50 mg. Placera det vägda provet och 75 ml nykokt, nerkylt vatten i destillationskolven utrustad med droppfångare (5.1). Blanda och destillera därefter ca 50 ml.

Titra destillatet med standardnatriumhydroxid, 0,01 mol/l, (4.2) med fenolftalein (4.1) som indikator. Fortsätt titrera tills den röda färgtonen i lösningen bibehålls i 10 sekunder.

7. Redovisning av resultat**7.1 Formel och beräkningsmetod**

Mängden flyktiga syror, uttryckt i milligram per kilogram ättiksyra, beräknas med följande formel:

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

där

V = volym i milliliter av natriumhydroxidlösning, 0,01 mol/l, som använts för neutralisering,

m₀ = ortofosforsyransprovets vikt i gram.

7.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 1 mg per 100 g prov.

METOD 13**GRÄNSVÄRDESUNDERSÖKNING AV NITRAT I ORTOFOSFORSYRA (E 338)****1. Användningsområde**

Med denna metod bestäms nitrater i ortofosforsyra (E 338).

2. Definition

Förekomst av nitrat uttryckt som natriumnitrat: resultat av undersökning med den angivna metoden.

3. Princip

Provet sätts till en lösning av indigokarmin i koncentrerad svavelsyra. Blåfärgningen försvinner under inverkan av oxidationsmedel, däribland nitrater.

4. Reagenser

4.1 Indigokarminlösning, 0,18 % (m/v): lös 0,18 g natriumindigotindisulfonat i vatten och späd med vatten till 100 ml.

4.2 Natriumkloridlösning, 0,05 % (m/v).

4.3 Koncentrerad svavelsyra (P₂₀ = 1,84 g/ml).

5. Utförande

Mät upp 2 ml av provet och späd till 10 ml med natriumkloridlösningen (4.2). Under kylning tillsätts 0,1 ml av indigokarminlösningen (4.1) och därefter långsamt 10 ml koncentrerad svavelsyra (4.3). Kontrollera om lösningen bibehåller den blå färgen i fem minuter.

6. Redovisning av resultat

6.1 Tolkning av undersökning

Om den blå färgen försvinner inom fem minuter är testet positivt och mängden oxideringsmedel, uttryckt som natriumnitrat, är större än 5 mg/kg.

6.2 Anmärkningar

6.2.1 Gör ett blankprov.

6.2.2 Resultaten av två undersökningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser skall vara identiska.

6.2.3 Indigokarminlösningen bör inte användas om den är mer än 60 dagar gammal.

6.2.4 Om resultatet är positivt, kan provet innehålla nitrater och andra oxideringsmedel, och testet måste upprepas enligt ISO-metod 3709: 1976 "Fosforsyra för industriell användning (även inom livsmedelsindustrin) - bestämning av kvävehaltiga oxider - spektrofotometrisk metod med 3,4-xylenol".

METOD 14

BESTÄMNING AV ICKE VATTENLÖSLIGA ÄMNER I MONO-, DI- OCH TRINATRIUMORTOFOSFATER OCH MONO-, DI- OCH TRIKALIUMORTOFOSFATER [(E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii) OCH E 340(iii)]

1. Användningsområde

Med denna metod bestäms icke vattenlösliga ämnen i

- mononatriumortofosfat (E 339(i)),
- dinatriumortofosfat (E 339(ii)),
- trinatriumortofosfat (E 339(iii)),
- monokaliumortofosfat (E 340(i)),
- dikaliumortofosfat (E 340(ii)),
- trikaliumortofosfat (E 340(iii)).

2. Definition

Icke vattenlösligt ämne: mängden icke vattenlösligt ämne enligt bestämning med den angivna metoden.

3. Princip

Provet löses i vatten och filtreras genom en lämplig porslinsdegel. Efter tvättning och torkning vägs återstoden och beräknas som icke vattenlösligt ämne.

4. Utrustning

- 4.1 Degel av sintrat porslin, porositet G 3 eller motsvarande.
- 4.2 Exsickator som innehåller nyaktiverat kiselgel med fuktindikator eller likvärdigt torkmedel.
- 4.3 Ugn med termostatkontroll vid 103 ± 2 °C.
- 4.4 Bägare av polypropylen, 400 ml.
- 4.5 Kokande vattenbad.

5. Utförande

Väg upp ett prov på ca 10 g fosfat med en noggrannhet av 10 mg. Lös upp detta i 100 ml hett vatten som värms upp till kokpunkten i polypropylenbägaren (4.4) och hålls kvar i hett vattenbad (4.5) i 15 minuter. Filtrera lösningen genom en i förväg rengjord, torkad och vägd degel (4.1). Tvätta de olösliga resterna med hett vatten. Placera degeln med återstoden i ugnen (4.3) och torka vid 103 ± 2 °C i två timmar.

Placera degeln i exsickatorn, låt svalna och väg därefter degeln.

Upprepa torkning, kylning och vägning tills skillnaden i vikt mellan två vägningar i följd är mindre än 0,5 mg. Om vikten skulle öka skall den lägsta noterade vikten användas vid beräkningen.

6. Redovisning av resultat**6.1 Formel och beräkningsmetod**

Mängden icke vattenlösliga ämnen i provet erhålls med följande formel:

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

där

m_1 = återstodens vikt i gram efter torkning,

m_0 = provets ursprungliga vikt i gram.

6.2 Repeterbarhet

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 10 mg per 100 g prov.

METOD 15**BESTÄMNING AV pH-VÄRDET I LIVSMEDELSTILLSATSER****1. Användningsområde**

Metoden ger allmänna riktlinjer för hur man bestämmer pH-värdet i livsmedelstillsatser.

2. Definition

pH-värdet i en livsmedelstillsats: pH-värde enligt bestämning med den angivna metoden.

3. Princip

pH-värdet i en vattenlösning av det lösta eller utslammade provet bestäms på vedertaget sätt med en glaselektrod, referenselektrod och pH-meter.

4. Reagenser

4.1 Kalibrera instrumentet med följande buffertlösningar:

4.1.1 Buffertlösning pH 6,88 vid 20 °C som består av lika volym kaliumdivätefosfat (KH_2PO_4), 0,05 mol/l och dinatriumväteortofosfatdihydrat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 0,05 mol/l.

4.1.2 Buffertlösning pH 4 vid 20 °C som består av kaliumväteftalat ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$), 0,05 mol/l.

4.1.3 Buffertlösning pH 9,22 vid 20 °C som består av natriumborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), 0,05 mol/l.

4.2 Kaliumkloridlösning, mättad eller 3 mol/l, eller annan lämplig lösning som rekommenderas av elektrod-tillverkaren för fyllning av referenselektroden.

4.3 Destillerat vatten, fritt från koldioxid och med pH-värde mellan 5 och 6.

5. Utrustning

5.1 pH-meter med mätnoggrannhet inom 0,01 pH-enhet.

5.2 Elektroder, antingen en kombinerad glaselektrod eller separata glas- och referenselektroder med lämpliga klämmor som elektrodhållare.

5.3 Magnetisk blandare med termostat.

5.4 Termometer kalibrerad från 0 till 100 °C.

6. Utförande

6.1 *Standardisering av pH-metern*

Glaselektroden måste anbringas enligt tillverkarens föreskrifter. pH-värdena från elektroderna måste regelbundet jämföras med buffertlösningar med känt pH-värde.

Innan elektroderna placeras i den prov- eller standardlösning som skall användas, bör de antingen tvättas med vatten och sedan torkas försiktigt med ett mjukt papper eller sköljas först i vatten och sedan två gånger med den prov- eller standardlösning som de skall användas i.

Om provet är surt bör buffertlösningar med pH-värde 4 (4.1.2) och 6,88 (4.1.1) användas för kontrollen. Om provet är alkaliskt bör buffertlösningar med pH-värde 9,22 (4.1.3) och 6,88 (4.1.1) användas för kontrollen.

6.2 *Mätning av provlösningen*

Den provkoncentration eller beredningsmetod som skall användas skall följa reglerna i det tillämpliga gemenskapsdirektivet om livsmedelstillsatser.

Bered provlösningen enligt anvisningarna och använd destillerat vatten (4.3) samt justera temperaturen till 20 °C under omröring. Avbryt omröringen, placera glaselektroden i lösningen och avläs pH-värdet på pH-metern (5.1) efter två minuter.

7. **Redovisning av resultat**

7.1 *Repeterbarhet*

Skillnaden mellan resultaten från två bestämningar som utförts samtidigt eller i snabb följd på samma prov, av samma person och under samma betingelser får inte vara större än 0,05 pH-enhet.

8. **Anmärkning**

Denna metod gäller endast vid sådana pH-krav i gemenskapens direktiv om livsmedelstillsatser som innebär att livsmedelstillsatserna skall vara lösta eller utslammade i vatten.
