

**FYRSTA TILSKIPUN FRAMKVÆMDASTJÓRNARINNAR**

frá 28. júlí 1981

**um greiningaraðferðir innan bandalagsins til staðfestingar á að tiltekin aukefni sem notuð eru í matvælum fullnægi skilyrðum um hreinleika****81/712/EBE**FRAMKVÆMDASTJÓRN EVRÓPUBANDALAGANNA  
HEFUR,var síðast breytt með tilskipun 78/143/EBE <sup>(6)</sup>, einkum 2.  
mgr. 5. gr.

með hliðsjón af stofnsáttmála Efnahagsbandalags Evrópu,

*og að teknu tilliti til eftirfarandi:*með hliðsjón af tilskipun ráðsins frá 23. október 1962 um samræmingu á reglum aðildarríkjanna um litarefni sem heimilt er að nota í matvæli <sup>(1)</sup>, eins og henni var síðast breytt með tilskipun 78/144/EBE <sup>(2)</sup>, einkum 2. mgr. 11. gr.,

Í þessum ákvæðum er mælt fyrir um að teknar skuli upp í bandalaginu greiningaraðferðir til að sannreyna að þessi aukefni fullnægi almennum og sérstökum skilyrðum um hreinleika.

Tímabært er að taka upp þær aðferðir sem þegar er lokið við að kanna.

með hliðsjón af tilskipun ráðsins 64/54/EBE frá 5. nóvember 1963 um samræmingu á lögum aðildarríkjanna um rotvarnarefni sem heimilt er að nota í matvæli <sup>(3)</sup>, eins og henni var síðast breytt með tilskipun 79/40/EBE <sup>(4)</sup>, einkum 2. mgr. 8. gr.,

Ráðstafanirnar sem kveðið er á um í þessari tilskipun eru í samræmi við álit fastanefndarinnar um matvæli.

SAMÞYKKT TILSKIPUN ÞESSA:

*1. gr.*með hliðsjón af tilskipun ráðsins 70/357/EBE frá 13. júlí 1970 um samræmingu laga aðildarríkjanna varðandi þrávarnarefni sem heimilt er að nota í matvæli <sup>(5)</sup> eins og henni

Aðildarríkin skulu mæla fyrir um að greiningar sem nauðsynlegar eru til að sannreyna að tiltekin aukefni sem notuð eru í matvæli fullnægi almennum og sérstökum skilyrðum um hreinleika séu framkvæmdar í samræmi við aðferðir

<sup>(1)</sup> Stjttíð. EB nr. 115, 11. 11. 1962, bls. 2645/62.<sup>(2)</sup> Stjttíð. EB nr. L 44, 15. 2. 1978, bls. 20.<sup>(3)</sup> Stjttíð. EB nr. 12, 27. 1. 1964, bls. 161/64.<sup>(4)</sup> Stjttíð. EB nr. L 13, 19. 1. 1979, bls. 50.<sup>(5)</sup> Stjttíð. EB nr. L 157, 18. 7. 1970, bls. 31.<sup>(6)</sup> Stjttíð. EB nr. L 44, 15. 2. 1978, bls. 18.

sem lýst er í II. viðauka en mælt er fyrir um umfang þeirra í I. viðauka.

2. gr:

Aðildarríki skulu samþykkja lög og stjórnsýslufyrirmæli sem nauðsynleg eru til að fara að tilskipun þessari eigi síðar en 20. febrúar 1983. Þau skulu tilkynna það framkvæmdastjórninni þegar í stað.

3. gr:

Tilskipun þessari er beint til aðildarríkjanna.

Gjört í Brussel 28. júlí 1981.

*Fyrir hönd framkvæmdastjórnarinnar,*

Karl-Heinz NARJES

*framkvæmdastjóri.*

## I. VIÐAUKI

**UMFANG GREININGARAÐFERÐA BANDALAGSINS TIL STAÐFESTINGAR Á ÞVÍ AÐ TILTEKIN AUKEFNI SEM NOTUÐ ERU Í MATVÆLUM FULLNÆGI SKILYRÐUM UM HREINLEIKA**

## I. INNGANGUR

.....

## II. LITAREFNI

- II.1. Ákvörðun efna sem aðgreinanleg eru með díetýleter frá vatnsleysanlegum, lífrænum, súlfonlitarefnum sem notuð eru í matvæli þar sem aðferð 1 í II. viðauka er beitt.

## III. ROTVARNAREFNI

- III.1. Ákvörðun maurasýru, salta af maurasýru og annarra óhreininda sem oxast í ediksýru (E 260), kalíumasetati (E 261), natríumdíasetati (E 262) og kalsíumasetati (E 263) þar sem aðferð 2 í II. viðauka er beitt.
- III.2. Ákvörðun órokgjarnra efna í própíónsýru (E 280) þar sem aðferð 3 í II. viðauka er beitt.
- III.3. Ákvörðun þyngdartaps natríumnítríts (E 250) við þurrkun þar sem aðferð 4 í II. viðauka er beitt.
- III.4. Prófun á salísílsýru í etýl-*p*-hýdroxýbensóati (E 214), etýl-*p*-hýdroxýbensóati, natríumsalti (E 215), *n*-própýl *p*-hýdroxýbensóati (E 216), *n*-própýl *p*-hýdroxýbensóati, natríumsalti (E 217), metýl *p*-hýdroxýbensóati (E 218) og metýl *p*-hýdroxýbensóati, natríumsalti (E 219) þar sem aðferð 5 í II. viðauka er beitt.
- III.5. Ákvörðun óbundinnar ediksýru í natríumdíasetati (E 262) þar sem aðferð 6 í II. viðauka er beitt.
- III.6. Ákvörðun natríumasetats í natríumdíasetati (E 262) þar sem aðferð 7 í II. viðauka er beitt.
- III.7. Prófun vegna ákvörðunar aldehyða í sorbinsýru (E 200), natríum-, kalíum- og kalsíumsorbötum (E 201, E 202, E 203) og própíónsýru (E 280) þar sem aðferð 8 í II. viðauka er beitt.

## IV. ÞRÁAVARNAREFNI

- IV.1. Ákvörðun peroxíðtölu í lesítínum (E 322) þar sem aðferð 9 í II. viðauka er beitt.
- IV.2. Ákvörðun efna í lesítíni (E 322) sem óleysanleg eru í tólúeni þar sem aðferð 10 í II. viðauka er beitt.
- IV.3. Prófun á afoxandi efni í natríum-, kalíum- og kalsíumlaktötum (E 325, E 326 og E 327) þar sem aðferð 11 í II. viðauka er beitt.
- IV.4. Ákvörðun rokgjarnra sýra í ortófosfórsýru (E 338) þar sem aðferð 12 í II. viðauka er beitt.

- IV.5. Prófun á nítítri í ortófosfórsýru (E 338) þar sem aðferð 13 í II. viðauka er beitt.
- IV.6. Ákvörðun efna, sem óleysanleg eru í vatni, í mónó-, dí- og trí-natríumortófosfati og mónó-, dí- og trí-kalíumortófosfötum (E 339 i), E 339 ii), E 339 iii), E 340 i), E 340 ii), E 340 iii)) þar sem aðferð 14 í II. viðauka er beitt.

V. ALMENNT

- V.1. Ákvörðun pH í aukefnum í matvælum þar sem aðferð 15 í II. viðauka er beitt.
-

## II. VIÐAUKI

**GREININGARÁÐFERÐIR SEM LÚTA AÐ SKILYRÐUM UM HREINLEIKA  
AUKEFNA Í MATVÆLUM**

## INNGANGUR

**1. Undirbúningur greiningarsýnis**1.1. *Almennt*

Þyngd rannsóknarsýnis sem greina á skal að jafnaði vera 50 g nema meira magns sé krafist vegna sérstakrar ákvörðunar.

1.2. *Undirbúningur sýnis*

Sýnið skal gera einsleitt fyrir greiningu.

1.3. *Geymsla*

Ávallt skal geyma undirbúið sýni í loftþéttu og rakapéttu íláti og koma því þannig fyrir að það spillist ekki.

**2. Hvarfefni**2.1. *Vatn*

2.1.1. Til þess er ætlast að notað sé eimað vatn eða að minnsta kosti jafn hreint afjónað vatn þar sem minnst er á vatn sem nota á til upplausnar, þynningar eða skolunar.

2.1.2. Til þess er ætlast að vatnslausn sé notuð þar sem minnst er á „upplausn“ eða „þynningu“ án þess að hvarfefnis sé getið.

2.2. *Kemísk efni*

Öll kemísk efni skulu vera greiningahreini nema annað sé tekið fram.

**3. Tækjabúnaður**3.1. *Skrá yfir tækjabúnað*

Skrá yfir tækjabúnað inniheldur einungis búnað til sérþarfa og búnað sem hefur sérstæðar tækniforskriftir.

3.2. *Fínvog*

Með fínvog er átt við vog með 0,1 mg næmi eða meira.

**4. Framsetning niðurstaðna**4.1. *Niðurstöður*

Þær niðurstöður sem tilgreindar eru í opinberri rannsóknarskýrslu skulu vera meðalgildi a.m.k. tveggja ákvarðana sem unnt er að endurtaka á viðunandi hátt.

4.2. *Útreikningur hundraðshluta*

Gefa skal niðurstöður til kynna sem hundraðshluta þyngdar upprunalega sýnisins eins og hún er við móttöku á rannsóknarstofu nema annað sé tekið fram.

4.3. *Fjöldi marktækra tölustafa*

Fjöldi marktækra tölustafa í niðurstöðum skal fara eftir nákvæmni aðferðarinnar.

**AÐFERÐ 1****ÁKVÖRÐUN EFNA SEM AÐGREINANLEG ERU MEÐ DÍETÝLETER FRÁ  
VATNSLEYSANLEGUM, LÍFRÆNUM, SÚLFONLITAREFNUM SEM ÆTLUÐ ERU TIL  
NOTKUNAR Í MATVÆLI****1. Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni er unnt að ákvarða efni sem aðgreinanleg eru með díetýleter í vatnsleysanlegum, lífrænum, súlfonlitarefnum sem ekki hafa verið blönduð með stoðefnum.

**2. Skilgreining**

Efni sem aðgreinanleg eru með díetýleter: efnisinnihald er ákvarðað með aðferð þeirri sem hér er lýst.

**3. Meginregla**

Litarefnið er dregið út með díetýleter og óleysanlegi hlutinn sem dreginn er út veginn eftir að eterinn hefur gufað upp.

**4. Hvarfefni**

4.1. Díetýleter, þurr, án peroxíðs (þurrkaður með nýmolþurrkuðu kalsíumklóríði).

**5. Búnaður**

5.1. Soxhlet-búnaður ásamt kolbu.

5.2. Þurrkari (da. „eksikator“) með nýjum og ávirkum kísilkristöllum eða sambærilegu rakadrægu efni með rakavísi.

5.3. Fínvog.

5.4. Hitastýrður skápur við  $85 \pm 2$  °C.

**6. Vinnuaðferð**

Um það bil 10 g af sýni af litarefninu eru vegin með 10 mg nákvæmni á súpappír. Blaðið er brotið saman og látið í pappahólk sem lokað er með fituhreinsaðri baðmull. Skiljun fer fram í sex klukkustundir með díetýleter (4.1) í Soxhlet-skiljunarbúnaði (5.1). Eterinn er látinn gufa upp við eins lágt hitastig og frekast er unnt. Soxhlet-kolban, sem áður hefur verið vegin, er sett með óleysanlega hlutanum í til þurrkunar í

hitaskápnun (5.4) í 20 mínútur við  $85 \pm 2$  °C. Kolban er færð yfir í þurrkara (5.2), henni lokað með lausu loki og hún látin kólna. Kolban með óleysanlega hlutanum er vegin.

Þurrkunin og vigtunin er endurtekin þar til tvær vigtanir nást í röð með fráviki undir 0,5 mg. Eigi þyngdaraukning sér stað skal nota lægstu skráðu vigt við útreikning.

## 7. Framsetning niðurstaðna

### 7.1. Formúla og reikniaðferð

Innihald efna sem aðgreinanleg eru með eter er gefið upp sem hundraðshluti af sýninu með:

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

þar sem:

$m_1$  = þyngd óuppleysanlega hlutans í grömmum að uppgufun lokinni,

$m_0$  = upphafleg þyngd sýnis í grömmum.

### 7.2. Endurtekningarræfni

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hvor á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 20 mg fyrir hver 100 g sýnis.

## AÐFERÐ 2

ÁKVÖRDUN MAURASÝRU, SALTA AF MAURASÝRU OG ANNARRA ÓHREININDA SEM OXAST Í EDIKSÝRU (E 260), KALÍUMASETATI (E 261), NATRÍUMDÍASETATI (E 262) OG KALSÍUMASETATI (E 263)

## 1. Umfang og gildissvið

Með aðferðinni er unnt að ákvarða maurasýru, sölt hennar og önnur óhreinindi sem oxast og gefin eru til kynna sem maurasýra í:

- ediksýru (E 260),
- kalíumasetati (E261),
- natríumdíasetati (E 262),
- kalsíumasetati (E 263).

## 2. Skilgreining

Innihald maurasýru, salta hennar og annarra óhreininda sem oxast: innihald maurasýru, salta og annarra óhreininda sem oxast er ákvarðað með aðferð þeirri sem hér er lýst.

## 3. Meginregla

Lausn sýnisins er meðhöndluð með umframmagni af stöðluðu kalíumpermanganati við basísk skilyrði þar sem mangandíoxíð myndast. Mangandíoxíðið og umframmagnið af kalíumpermanganatinu er ákvarðað með joðaðferð eftir að lausnin hefur verið gerð súr og magn óhreininda sem oxast, reiknað út og gefið til kynna sem maurasýra.

**4. Hvarfefni**

- 4.1. Kalíumjodíð.
- 4.2. Kalíumpermanganat, 0,02 mól/l.
- 4.3. Natríumkarbonat (vatnfirrt).
- 4.4. Natríumþíósúlfat, 0,1 mól/l.
- 4.5. Sterkjulausn (u.þ.b. 1% m/v).
- 4.6. Þynnt brennisteinssýra: 90 ml af brennisteinssýru ( $\rho_{20} = 1,84\text{g/ml}$ ) eru þynntir með vatni að 1 l.

**5. Búnaður**

- 5.1. Sjóðandi vatnsbað.
- 5.2. Fínvog.

**6. Vinnuaðferð**

Sé prófsýnið óbundin sýra eru u.þ.b. 10 g af sýninu vegin með 10 mg nákvæmni, þynnt með 70 ml af vatni og lausn sem inniheldur 10 g af vatnsfirrtu natríumkarbonati (4.3) í 30 ml vatns er bætt við. Sé sýnið salt eru u.þ.b. 10 g af því vegin með 10 mg nákvæmni og leyst upp í 100 ml af vatni. 1 g af vatnsfirrtu natríumkarbonati (4.3) er bætt út í og hrist uns það er algerlega uppleyst. 20 ml af 0,02 mól/l kalíumpermanganati (4.2) er bætt við og hitað í sjóðandi vatnsbaði í 15 mínútur. Blandan er kæld. 50 ml af þynntri brennisteinssýru (4.6) og 0,5 g af kalíumjodíði (4.1) er bætt við. Blandan er hrist varlega uns botnfallið mangandíoxíð er uppleyst að nýju. Lausnin er títruð með 0,1 mól/l natríumþíósúlfati (4.4) þar til hún verður ljósgul að lit. Nokkrum dropum af sterkjulausn (4.5) er bætt við og títrun haldið áfram uns lausnin verður litlaus.

**7. Framsetning niðurstaðna****7.1. Formúla og reikniaðferð**

Hundraðshluti maurasýru, salta hennar og annarra óhreininda sem oxast og táknuð eru sem maurasýra er reiknaður:

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

þar sem:

a = styrkleiki kalíumpermanganats,

b = styrkleiki natríumþíósúlfats,

$m_0$  = upphafleg þyngd sýnis í grömmum.

V = rúmmál natríumþíósúlfats, 0,1 mól/l, í millílítrum notað við títrunina.

**7.2. Endurtekningarhæfni**

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 5 mg fyrir hver 100 g sýnis.

**8. Athugasemdir**

- 8.1. 11,3 ml af 0,1 mól/l natríumbíósúlfati jafngildir 0,2% maurasýru í 10 g sýni.
- 8.2. Séu engin sölt af maurasýru til er rúmmálið sem krafist er 20 ml en fari magn maurasýru yfir 0,27% (m/m) verður umframmagn kalíumpermanganats ekki nægjanlegt og stöðugt 8 ml lágmarksrúmmál fæst. Í slíku tilviki er ákvörðunin endurtekin og minna magn sýnis notað.

**AÐFERÐ 3****ÁKVÖRÐUN ÓROKGIJARNRA EFNA Í PRÓPÍÓNSÝRU (E 280)****1. Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni er unnt að ákvarða órokgjörn efni í própíónsýru (E 280).

**2. Skilgreining**

Innihald órokgjarnra efna í própíónsýru: innihald órokgjarnra efna er ákvarðað með aðferð þeirri sem hér er lýst.

**3. Meginregla**

Látið er gufa upp af sýninu og það þurrkað við  $103 \pm 2$  °C og óleysanlegi hlutinn ákvarðaður með þyngdarmælingu.

**4. Búnaður**

- 4.1. Uppgufunarflát úr kísil eða platínu, nógu stórt til að rýma 100 g sýnis.
- 4.2. Rafmagnshitaskápur, hitastýrður við  $103 \pm 2$  °C.
- 4.3. Fínvog.
- 4.4. Sjóðandi vatnsbað.
- 4.5. Þurrkari með nýjum og ávirkum kísilkristöllum eða sambærilegu rakadrægu efni með rakavísi.

**5. Vinnuaðferð**

100 g sýni af própíónsýru er vegið með 0,1 g nákvæmni og sett í flát (4.1) sem áður hefur verið þurrkað og vegið. Látið er gufa upp af sýninu í stinkskáp yfir sjóðandi vatnsbaði(4.4). Þegar öll própíónsýran er upp gufuð er flátið sett í hitaskáp (4.2) við  $103 \pm 2$  °C í eina klukkustund. Þá er flátið sett í þurrkara, látið kólna og það næst vegið. Sýnið er hitað, kælt og vegið á ný uns mismunur milli tveggja vigtana í röð er minni en 0,5 mg. Eigi þyngdaraukning sér stað skal nota lægstu skráðu vigt við útreikning.

**6. Framsetning niðurstaðna****6.1. Formúla og reikniaðferð**

Innihald órokgjarna efnisins, reiknað út sem hundraðshluti sýnisins, er reiknað:

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

þar sem:

$m_1$  = þyngd óleysanlega hlutans í grömmum eftir að uppgufun er lokið,

$m_0$  = þyngd sýnis í grömmum.

**6.2. Endurtekningarhæfni**

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 5 mg fyrir hver 100 g sýnis.

**AÐFERÐ 4****ÁKVÖRÐUN ÞYNGDARTAPS NATRÍUMNÍTRÍTS (E 250) VIÐ ÞURRKUN****1. Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni er unnt að ákvarða þyngdartap natríumnítríts (E 250) við þurrkun.

**2. Skilgreining**

Rakainnihald natríumnítríts: þyngdartap við þurrkun er ákvarðað með aðferð þeirri sem hér er lýst.

**3. Meginregla**

Þyngdartap við þurrkun er fengið fram með upphitun í hitaskáp við  $103 \pm 2$  °C, vigtun og útreikningi á þyngdartapi.

**4. Búnaður**

4.1. Rafmagnshitaskápur, hitastýrður við  $103 \pm 2$  °C.

4.2. Flatbotna vigtarskál úr gleri með lausu loki, þvermál 60 – 80 mm og dýpt a.m.k. 25 mm.

4.3. Þurrkari með nýjum og ávirkum kísilkristöllum eða sambærilegu rakadrægu efni með rakavísi.

4.4. Fínvog.

**5. Vinnuaðferð**

Lokið er tekið af vigtarskálinni (4.2) og skálin og lokið hitað í hitaskápnunum (4.1) við  $103 \pm 2$  °C í eina klukkustund. Lokið er aftur sett á og skálin (4.2) með lokinu sett í þurrkarann (4.3) og látin kólna niður í stofuhita. Vigtarskálin (4.2) er vegin með lokinu með 10 mg nákvæmni. Um það bil 10 g af sýninu eru vegin

með 10 mg nákvæmni og sett í lokaða skálina. Lokið er tekið af og bæði skál og lok sett í hitaskápinn (4.1) í eina klukkustund við  $103 \pm 2$  °C. Lokið er aftur sett á skálina og lokuð skálin lätin kólna niður í stofuhita í þurrkaranum (4.3). Sýnið er vegið með 10 mg nákvæmni og hitað, kælt og vegið á ný uns mismunur milli tveggja vigtana í röð er minni en 10 mg. Eigi þyngdaraukning sér stað skal nota lægstu skráðu vigt við útreikning.

## 6. Framsetning niðurstaðna

### 6.1. Formúla og reikniaðferð

Þyngdartap við þurrkun, reiknað út sem hundraðshluti af þyngd sýnisins, er reiknað:

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

þar sem:

$m_1$  = þyngd glerskálarinnar í grömmum,

$m_2$  = þyngd glerskálarinnar og sýnisins í grömmum fyrir þurrkun,

$m_3$  = þyngd glerskálarinnar og sýnisins í grömmum eftir þurrkun.

### 6.2. Endurtekningarrhæfni

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 100 mg fyrir hver 100 g sýnis.

## AÐFERÐ 5

PRÓFUN Á SALISÍLSÝRU Í ETÝL-*p*-HÝDROXÝBENSÓATI (E 214),  
ETÝL-*p*-HÝDROXÝBENSÓATI, NATRÍUMSALTI (E 215), *n*-PRÓPÝL *p*-HÝDROXÝBENSÓATI  
(E 216), *n*-PRÓPÝL *p*-HÝDROXÝBENSÓATI, NATRÍUMSALTI (E 217), METÝL  
*p*-HÝDROXÝBENSÓATI (E 218), METÝL *p*-HÝDROXÝBENSÓATI, NATRÍUMSALTI (E 219)

### 1. Umfang og gildissvið

Með aðferðinni er unnt að greina salisílsýru í etýl-*p*-hýdroxýbensóati (E 214), *n*-própýl *p*-hýdroxýbensóati (E 216) og metýl *p*-hýdroxýbensóati (E 218) og í natríumsóltum þeirra (E 215, E 217 og E 219).

### 2. Skilgreining

Greining á styrkleika salisílsýru í prófuninni: niðurstaða prófunarinnar er ákvörðuð með aðferð þeirri sem hér er lýst.

### 3. Meginregla

Fjólublár litur myndast við efnahvarf ammóníumjárn(III)súlfats og lausnar af sýninu. Styrkleiki hans er borinn saman við styrkleika sem myndast í samanburðarlausn.

**4. Hvarfefni**

- 4.1. Ammóníumjárn(III)súlfatlausn, 0,2% m/v. Lausnin er tilreidd með því að taka 0,2 g af ammóníumjárn(III)súlfati með 12 sameindum kristallavatns og leysa upp í 50 ml vatns, bæta við 10 ml af saltpéturssýru, 10% v/v, og þynna með vatni að 100 ml.
- 4.2. 95% etanól v/v.
- 4.3. Salísílsýrulausn, 0,1 g/l.
- 4.4. Brennisteinssýra, 1 mól/l.

**5. Búnaður**

- 5.1. Nessler-hólkur, kvarðaðir að 50 ml. Heildarrúmmál u.þ.b. 60 ml.

**6. Vinnuaðferð****6.1. Etyl-, n-própýl- og metýl p-hýdroxybensóatsýni**

- 6.1.1. 0,1 g af sýninu er vegið með 1 mg nákvæmni og leyst upp í 10 ml af 95% etanóli v/v (4.2). Sýnið er fært yfir í kvarðaðan Nessler-hólk (5.1) og þynnt með vatni að 50 ml. Hrært er í lausninni og bætt við 1 ml af ammóníumjárn(III)súlfatlausn (4.1) um leið og hrært er. Lausnin er látin standa í eina mínútu.
- 6.1.2. Um leið er tilreidd samanburðarlausn með því að endurtaka 6.1.1. með 1 ml af salísílsýrulausn (4.3) í stað 0,1 g af sýninu.
- 6.1.3. Liturinn á sýnislausninni er borinn saman við litinn á samanburðarlausninni.

**6.2. Natríumsölt af etýl-, n-própýl- og metýl p-hýdroxybensóatsýnum**

- 6.2.1. Vinnuaðferð í 6.1.1. er endurtekin og lausnin gerð súr að pH 5 með 1 mól/l af brennisteinssýru (4.4) áður en lausnin er þynnt að 50 ml.
- 6.2.2. Vinnuaðferð í 6.1.2. er endurtekin.
- 6.2.3. Vinnuaðferð í 6.1.3. er endurtekin.

**7. Framsetning niðurstaðna****7.1. Túlkun prófunar**

Reynist rauð-fjólublái liturinn sem birtist í pípunni með sýnislausninni sterkari en liturinn í pípunni með samanburðarlausninni er prófunin jákvæð og sýnið inniheldur meira en 0,1% af salísílsýru.

**7.2. Næmi**

Greiningarmörk prófunarinnar eru 30 mg af salísílsýru fyrir 100 g sýnis.

**7.3. Athugasemdir**

Niðurstöður tveggja prófana sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skulu vera eins.

**AÐFERÐ 6****ÁKVÖRÐUN ÓBUNDINNAR EDIKSÝRU Í NATRÍUMDÍASETATI (E 262)****1. Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni er unnt að ákvarða ediksýru í natríumdíasetati (E 262).

**2. Skilgreining**

Innihald ediksýrunnar: innihald ediksýrunnar er ákvörðuð með aðferð þeirri sem hér er lýst.

**3. Meginregla**

Ediksýran er títruð beint í sýninu með staðlaðri natríumhýdroxíðlausn og fenólftalínvísi.

**4. Hvarfefni**

4.1. 1% fenólftalínítvísislausn (m/v) í etanóli.

4.2. Natríumhýdroxíð, 1 mól/l.

**5. Búnaður**

5.1. Fínvog.

**6. Vinnuaðferð**

Um það bil 3 g af prófsýninu eru vegin með 1 mg nákvæmni og leyst upp í u.þ.b. 50 ml af vatni. Tveimur til þremur dropum af fenólftalínítvísislausn (4.1) er bætt út í og títrað með natríumhýdroxíði (4.2), 1 mól/l uns rautt litbrigði varir í 5 sekúndur.

**7. Framsetning niðurstaðna****7.1. Formúla og reikniaðferð**

Efnisinnihald ediksýrunnar, sem hundraðshluti af þyngd sýnisins, er reiknað:

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

þar sem:

V = rúmmál natríumhýdroxíðs (4.2) sem krafist er í millílítrum,

c = styrkur natríumhýdroxíðlausnarinnar í mól/l,

m<sub>0</sub> = upphafleg þyngd sýnis í grömmum.

**7.2. Endurtekningarrhæfni**

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 500 mg fyrir hver 100 g sýnis.

8. **Athugasemd**

20 ml fást með því að títra 3 g af sýni, sem inniheldur 40% ediksýru, með 1 mól/l natríumhýdroxíði.

**AÐFERÐ 7****ÁKVÖRÐUN NATRÍUMASETATS Í NATRÍUMDÍASETATI (E 262)**1. **Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni er unnt að ákvarða natríumasetat og vatn, sem táknað er sem natríumasetat, í natríumdíasetati (E 262).

2. **Skilgreining**

Innihald natríumasetats: innihald natríumasetats og vatns, sem táknað er sem natríumasetat, fæst með aðferð þeirri sem hér er lýst.

3. **Meginregla**

Sýnið er leyst upp með ísediki áður en títrað er með staðlaðri perklórsýru með kristalfjólublátt sem litvísi.

4. **Hvarfefni**

4.1. Ísedik ( $\rho_{20^{\circ}\text{C}} = 1,049 \text{ g/ml}$ )(til títrunar í vatnslausu umhverfi).

4.2. Kristalfjólublátt, C.I. nr. 42555 litvísir, leystur upp í 0,2% (m/v) ísediki.

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

4.4. Ediksýruanhýdríð ( $\text{CH}_3\text{CO}$ )<sub>2</sub>O.

4.5. Perklórsýra, 0,1 mól/l í ísediki. Tilreiðsla og stöðlun fer þannig fram:

P grömm af perklórsýrulausn eru vigtuð ofan í 1 000 ml mælikolbu sem útbúin er með tappa úr slípuðu gleri. Magn P er reiknað samkvæmt formúlunni:

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

þar sem m er styrkleiki (hundraðshluti m/m) perklórsýru ákvarðaður með alkálískri títrun (70 – 72% sýru (m/m) er hæfilegasti styrkurinn). Um það bil 100 ml af ísediki er bætt við og síðan Q grömmum af ediksýruanhýdríði samfellt í smáskömmtum um leið og hrært er stöðugt í blöndunni og hún kæld. Magn Q er unnt að reikna samkvæmt formúlunni:

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

þar sem P er vegið magn perklórsýru og a er styrkleiki (hundraðshluti m/m) ediksýruanhýdríðs. Tappi er settur í kolbuna og hún látin standa á dimmum stað í 24 klukkustundir. Þá er nægjanlegu magni ísediks til að mynda 1 000 ml lausn bætt við. Lausn sem tilreidd er með þessum hætti er í raun vatnsfirrt. Lausnin er stöðluð með kalíumhýdrogenftalati á eftirfarandi hátt:

Um það bil 0,2 g af kalíumhýdrógenftalati, sem áður hefur verið þurrkað við 110 °C í tvær klukkustundir, eru vegin með 0,1 mg nákvæmni og leyst upp í 25 ml af ísediki í Erlenmeyer-kolbu við vægan hita. Lausnin er kæld og tveimur dropum af 0,2% (m/m) kristalfjólublárrí lausn í ísediki (4.2) bætt við og títrað með perklórsýrulausninni uns litur litvísisins verður fölgrænn. Framkvæmd er núlltítrun þar sem sama rúmmál leysiefnis er notað og gildi núlltítrunarinnar dregið frá gildi því sem var niðurstaða hinnar raunverulegu ákvörðunar. 20,42 mg af kalíumhýdrógenftalati jafngilda 1 ml af 0,1 mól/l perklórsýru.

## 5. Búnaður

5.1. Fínvog.

## 6. Vinnuaðferð

Um það bil 0,2 g af sýninu eru vegin með 0,5 mg nákvæmni og leyst upp í 50 ml af ísediki (4.1). Nokkrum dropum af kristalfjólublárrí litvísislausn er bætt við (4.2) og títrað með staðlaðri 0,1 mól/l perklórsýru (4.5) uns litvísirinn bregður til fölgræns litar.

## 7. Framsetning niðurstaðna

7.1. *Formúla og reikniaðferð*

Natríumasetatsinnihald, eins og það er skilgreint í 2. þætti (skilgreining), sem gefið er til kynna sem hundraðshluti af þyngd sýnisins er reiknað:

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

þar sem:

V = rúmmál stöðluðu perklórsýrunnar (4.5) í millílítrum,

c = styrkleiki perklórsýrulausnarinnar (4.5),

m<sub>0</sub> = upphafleg þyngd sýnis í grömmum.

7.2. *Endurtekningarræfni*

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hvor á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 1,5 g fyrir hver 100 g sýnis.

## 8. Athugasemdir

Hvarfefni sem notuð eru í aðferð þessari eru eitruð og sprengifim og ber að fara varlega með þau.

### AÐFERÐ 8

PRÓFUN Á ALDEHÝÐI Í SORBINSÝRU (E 200), NATRÍUM-, KALÍUM- OG KALSÍUMSORBÖTUM (E 201, E 202, E 203) OG PRÓPÍÓNSÝRU (E 280)

## 1. Umfang og gildissvið

Með aðferðinni er unnt að greina aldehyð sem táknuð eru sem formaldehyð í:

— sorbinsýru (E 200),

— natríum-, kalíum- og kalsíumsorbötum (E 201, E 202, E 203),

— própíónsýru (E 280).

**2. Skilgreining**

Prófun á styrkleika aldehyða: styrkleiki aldehyða, tilgreindur sem formaldehyð, er ákvarðaður með þeirri aðferð sem hér er lýst.

**3. Meginregla**

Aldehyðin í greiningarlausninni og formaldehyð í samanburðarlausn eru látin hvarfast við Schiffs-hvarfefni og mynda rauðleita komplexa sem bornir eru saman að styrkleika.

**4. Hvarfefni**

4.1. Staðallausn formaldehyðs (0,01 mg/ml): tilreidd með því að þynna óblandaða formaldehyðlausn (400 mg/ml).

4.2. Schiffs-hvarfefni.

**5. Vinnuaðferð**

5.1. Um það bil 1 g sýnisins er vegið með 1 mg nákvæmni, bætt út í 100 ml vatns og hrist. Lausnin er síuð ef nauðsyn krefur og 1 ml af Schiffs-hvarfefni (4.2) bætt út í 1 ml af síuðum vökva eða lausn af sýninu. Samtímis er 1 ml af formaldehyðsamanburðarlausn (4.1) bætt út í 1 ml af Schiffs-hvarfefni (4.2).

5.2. Litur sýnislausnarinnar er borinn saman við litinn sem birtist í samanburðarlausninni.

**6. Framsetning niðurstaðna****6.1. Túlkun prófunar**

Prófunin er jákvæð ef rauði liturinn sem birtist í glasinu með sýnislausninni er sterkari en rauði liturinn í glasinu með samanburðarlausninni og sýnið inniheldur meira en 0,1% aldehyða, táknuð sem formaldehyð.

**6.2. Næmi**

Greiningarmörk prófunarinnar eru 30 mg af formaldehyði fyrir 100 g sýnis.

**6.3. Athugasemdir**

Niðurstöður tveggja prófana sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skulu vera eins.

**AÐFERÐ 9****ÁKVÖRÐUN PEROXÍÐTÖLU LESITÍNA (E 322)****1. Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni er unnt að ákvarða peroxíðtölu í lesitínum (E 322).

**2. Skilgreining**

Peroxíðtala lesitína: niðurstaða fæst með þeirri aðferð sem hér er lýst.

**3. Meginregla**

Oxun kalíumjodíðs með peroxíðum lesitíns og títrun jodís sem losnar með staðallaun af natríumþíósúlfati.

**4. Hvarfefni**

4.1. Ísedik.

4.2. Klóróform.

4.3. Kalíumjodíð.

4.4. Natríumþíósúlfat, 0,1 mól/l eða 0,01 mól/l.

4.5. Sterkjulaun (um það bil 1% m/v).

**5. Búnaður**

5.1. Fínvog.

5.2. Búnaður, eins og á myndinni, sem samanstendur af:

5.2.1. 100 ml kolbu með kúlulaga botni;

5.2.2. eimsvala;

5.2.3. glerpípu, 250 mm á lengd og 22 mm að innra þvermáli, með samskeyti úr slípuðu gleri;

5.2.4. smábikarglasi, að utanmáli 20 mm í þvermál og 35 – 50 mm á hæð.

**6. Vinnuaðerðir**

6.1. 10 ml ísediks (4.1) og 10 ml klóróforms (4.2) eru settir í 100 ml kolbuna (5.2.1). Glerpípan (5.2.3) og eimsvalinn (5.2.2) eru tengd við og blandan látin sjóða við vægan hita í tvær mínútur til þess að hleypa út öllu uppleystu lofti. 1 g af kalíumjodíði (4.3) er leyst upp í 1,3 ml vatns og lausninni bætt út í blönduna í kolbunni (5.2.1) og þess gætt að suðan haldi áfram.

Komi gulur litur í ljós við þessar aðstæður skal dæma ákvörðunina ónýta og endurtaka hana með nýjum hvarfefnum.

6.2. Eftir tveggja mínútna suðu til viðbótar er um það bil 1 g af sýninu vegið með 1 mg nákvæmni og bætt við innihald kolbunnar (5.2.1) og þess enn gætt að suðan haldi áfram. Til þess að svo megi verða ber að hafa sýnið í smábikarglasi (5.2.4) sem unnt er að láta síga niður eftir glerpípunni (5.2.3) með hjálp glerstangar með hæfilega lagaðan enda eins og sýnt er á skýringamyndinni. Heimilt er að fjarlægja eimsvalann (5.2.2) sem snöggvast. Suðunni er viðhaldið í þrjár til fjórar mínútur. Suðu er hætt og eimsvalinn (5.2.2) aftengdur án tafar. 50 ml vatns er bætt strax við í gegnum glerpípuna (5.2.3). Glerpípan (5.2.3) er fjarlægð og kolban (5.2.1) kæld undir rennandi vatni niður í stofuhita. Sýnið er títrað með natríumþíósúlfati (0,1 mól/l eða 0,01 mól/l) (4.4) uns vatnsborðið verður fölgult að lit. 1 ml sterkjulausnar (4.5) er bætt við og títrað áfram uns blái liturinn hverfur. Meðan á títrun stendur er kolban (5.2.1) hrist vandlega til þess að tryggja að jod skiljist fullkomlega frá vatnslausa laginu.

- 6.3. Framkvæmd er núllprófstúrun með því að endurtaka vinnuaðferðir 6.1 og 6.2 en án þess að sýninu sé bætt við.

## 7. Framsetning niðurstaðna

### 7.1. Formúla og reikniáferð

Peroxíðtala sýnisins, sem milljafngildi fyrir hvert kílógramm, er reiknuð:

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

þar sem:

$V_1$  = rúmmál þíósúlfatlausnar í millílítrum sem þarf til að títra sýnið (6.2),

$V_2$  = rúmmál þíósúlfatlausnar í millílítrum sem þarf til að títra núllsýnið (6.3),

$a$  = styrkleiki natríumþíósúlfatlausnarinnar í mól/l,

$m_0$  = upphafleg þyngd sýnis í grömmum.

### 7.2. Endurtekningarrhæfni

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hvor á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 0,5 (táknad sem peroxíðtala sem er milljafngildi fyrir hvert kílógramm af sýni).

## 8. Athugasemdir

- 8.1. Val á styrkleika natríumþíósúlfats, sem notað er, er háð títrunargildi því sem vænst er. Sé minna en 0,5 ml af 0,1 mól/l natríumþíósúlfati notað er ákvörðunin endurtekin og 0,01 mól/l natríumþíósúlfat notað.

- 8.2. Ákvörðunina ætti ekki að framkvæma í sterku ljósi.

5.2.2. Eimsvali

5.2.3. Glerpípa:

— lengd: 250 mm

— innra þvermál: 22 mm

5.2.1. Kolba með kúlulaga botni (100 ml)

5.2.4. Smábikarglas:

— ytra þvermál: 20 mm

— hæð: 35 – 50 mm

Búnaður til að ákvarða peroxíðtölu lesitína

**AÐFERÐ 10****ÁKVÖRÐUN EFNA Í LESITÍNI (E 322) SEM ÓLEYSANLEG ERU Í TÓLÚEN****1. Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni er unnt að ákvarða efni í lesitíni (E 322) sem óleysanleg eru í tólúen.

**2. Skilgreining**

Innihald efna sem óleysanleg eru í tólúen: niðurstaða fæst með þeirri aðferð sem hér er lýst.

**3. Meginregla**

Sýnið er leyst upp í tólúen, sfað og óleysanlegi hlutinn þurrkaður og veginn.

**4. Hvarfefni****4.1. Tólúen.****5. Búnaður**

5.1. 30 ml síudeigla úr hertu gleri, grop G 3 eða tilsvareandi.

5.2. Rafmagnshitaskápur, hitastýrður við  $103 \pm 2$  °C.

5.3. Vatnsbað við hitastig sem ekki fer upp fyrir 60 °C.

5.4. Þurrkari með nýjum og ávirkum kísilkristöllum eða sambærilegu rakadrægu efni með rakavísi.

5.5. 500 ml Erlenmeyer-kolba.

5.6. Sogdæla.

5.7. Fínvog.

**6. Vinnuáætlun**

6.1. 30 ml deigla úr hertu gleri (5.1) er þurrkuð í hitaskáp við  $103 \pm 2$  °C (5.2). Deiglan er færð yfir í þurrkara (5.4), látin kólna og síðan vegin.

6.2. Lesitínsýnið er blandað vel og vandlega og hitað áður í vatnsbaði (5.3) ef nauðsyn krefur. Um það bil 10 g sýnisins eru vegin með 1 mg nákvæmni og sett í Erlenmeyer-kolbu (5.5). 100 ml tólúens (4.1) er bætt við og blandan hrist í hringi uns allt lesitín virðist uppleyst. Lausnin er síuð gegnum deigluna úr herta glerinu (5.1). Erlenmeyer-kolban (5.5) er skoluð með 25 ml tólúens (4.1) og skolvökvanum hellt gegnum deigluna (5.1). Ferlið er endurtekið með öðrum 25 ml skammti tólúens (4.1). Umframmagn tólúens er fjarlægt úr deiglu (5.1) með loftsogi.

- 6.3. Deiglan (5.1) er þurrkuð í hitaskápnunum (5.2) við  $103 \pm 2^\circ \text{C}$  í tvær klukkustundir, sett í þurrkarann (5.4) og látin kólna. Deiglan og óleysanlegi hlutinn eru vegin eftir að hafa kólnað.
- 6.4. Aðferðin í 6.3 er endurtekin uns þyngdarmunur er minni en 0,5 mg eftir að vegið hefur verið tvisvar í röð. Eigi þyngdaraukning sér stað skal nota lágsta skráða gildi við útreikning.

## 7. Framsetning niðurstaðna

### 7.1. Formúla og reikniaðferð

Innihald efna sem óleysanleg eru í tólúen er reiknað:

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

þar sem:

$m_1$  = þyngd tómrar deiglu (6.1) í grömmum,

$m_2$  = þyngd deiglu og óleysanlega hlutans (6.4) í grömmum,

$m_0$  = upphafleg þyngd sýnis í grömmum.

### 7.2. Endurtekningarræfni

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hvor á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 30 mg fyrir hver 100 g af sýni.

## AÐFERÐ 11

### PRÓFUN Á AFOXANDI EFNI Í NATRÍUM-, KALÍUM- OG KALSÍUMLAKTÖTUM (E 325, E 326, E 327)

#### 1. Umfang og gildissvið

Með aðferðinni er unnt að tegundargreina afoxandi efni í:

- natríumlaktati (E 325),
- kalíumlaktati (E 326),
- kalsíumlaktati (E 327).

#### 2. Skilgreining

Greining styrkleika afoxandi efna í prófuninni: niðurstaða prófunarinnar fæst með þeirri aðferð sem hér er lýst.

#### 3. Meginregla

Fehlings-vökvi er afoxaður með efnunum sem vítað er að valda afoxun. Slík efni eru venjulega afoxandi sykrur.

#### 4. Hvarfefni

- 4.1. Fehlings-vökvi A: 6,93 g koparsúlfat pentahýdrats eru leyst upp í 100 ml vatns.
- 4.2. Fehlings-vökvi B: 34,6 g kalíumnatríumtartrats og 10 g natríumhýdroxíðs eru leyst upp í vatni og fyllt upp með vatni að 100 ml.

**5. Vinnuaðferðir**

Um það bil 1 g sýnisins er vegið með 1 mg nákvæmni og leyst upp í 10 ml af volgu vatni. 2 ml Fehlings-vökva A (4.1) og 2 ml Fehlings-vökva B (4.2) er bætt við og blandan síðan soðin í eina mínútu og fylgst með því hvort litabreyting eigi sér stað. Útfelling kalsíumsúlfats, sem stundum á sér stað, hefur ekki áhrif á niðurstöður.

**6. Framsetning niðurstaðna**6.1. *Túlkun prófunar*

Eigi litabreyting sér stað að suðu lokinni (5) er prófunin jákvæð og sýnir að afoxandi efni eru fyrir hendi.

6.2. *Næmi*

Mörk sem afoxandi efni greinast við eru 100 mg glúkósu fyrir hver 100 g sýnis.

6.3. *Athugasemdir*

6.3.1. Niðurstöður tveggja prófana sem framkvæmdar eru samtímis eða hver á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skulu vera eins.

6.3.2. Allir Fehlings-vökvar hvarfast ef 2% glúkósu er í sýninu.

**AÐFERÐ 12****ÁKVÖRÐUN ROKGJARNRA SÝRA Í ORTÓFOSFÓRSÝRU (E 338)****1. Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni er unnt að ákvarða rokgjarnar sýrur, sem táknaðar eru sem ediksýra, í ortófosfórsýru (E 338).

**2. Skilgreining**

Innihald rokgjarnra sýra sem táknaðar eru sem ediksýra: niðurstaða fæst með þeirri aðferð sem hér er lýst.

**3. Meginregla**

Vatni er bætt út í sýnið og lausnin eimuð. Eimaði vökvinn er títraður með staðallaun natriúmhydroxíðs og sýran reiknuð og táknuð sem ediksýra.

**4. Hvarfefni**

4.1. Fenólfталnlausn, 1% (m/v) í etanóli.

4.2. 0,01 mól/l natriúmhydroxíð.

**5. Búnaður**

5.1. Eimingarbúnaður með dropagildru.

**6. Vinnuaðferð**

Um það bil 60 g sýnisins eru vegin með 50 mg nákvæmni og sett ásamt 75 ml af nýsoðnu, kældu vatni í eimingarkolbuna með dropagildrunni (5.1). Lausninni er blandað saman og um það bil 50 ml eimaðir.

Eimaði vökvinn er títraður með 0,01 mól/l stöðluðu natríumhýdroxíði (4.2) og fenólfalín (4.1) notað sem litvísir. Títrun er haldið áfram uns fyrsta rauða litbrigðið varir í 10 sekúndur.

**7. Framsetning niðurstaðna****7.1. Formúla og reikniaðferð**

Innihald roksgjarnra sýra, sem táknað er í milligrömmum fyrir hvert kílógramm ediksýru, er reiknað:

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

þar sem:

V = rúmmál 0,01 mól/l natríumhýdroxíðlausnar í millílítrum sem notuð er til að hlutleysa,

m<sub>0</sub> = þyngd ortófosfórsýrusýnisins í grömmum.

**7.2. Endurtekningarhæfni**

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hvor á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 1 mg fyrir hver 100 g af sýni.

**AÐFERÐ 13****PRÓFUN Á NÍTRATI Í ORTÓFOSFÓRSÝRU (E 338)****1. Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni er unnt að greina nítröt í ortófosfórsýru (338).

**2. Skilgreining**

Greining styrkleika nítrats í prófuninni, táknað sem natríumnítrat: niðurstaða prófunarinnar fæst með þeirri aðferð sem hér er lýst.

**3. Meginregla**

Sýnið er sett í indígókarmínlausn í óblönduðum brennisteinssýrumiðli. Bláa litnum sem er til staðar er eytt með oxandi efnun, t.d. nítrötum.

**4. Hvarfefni**

- 4.1. Indígókarmínlausn, 0,18% (m/v): 0,18 g natríumindígótíndísúlfónats eru leyst upp í vatni og fyllt upp að 100 ml með vatni.
- 4.2. Natríumklóríðlausn, 0,05% (m/v).
- 4.3. Óblönduð brennisteinssýra ( $\rho_{20} = 1,84$  g/ml).

**5. Vinnuaðerðir**

2 ml sýnisins eru mældir og þynntir að 10 ml með natríumklóríðlausn (4.2). 0,1 ml indígókarmínlausnar (4.1) er bætt við ásamt 10 ml óblandaðrar brennisteinssýru (4.3) í dropatali undir kælingu. Aðgætt er hvort blái litur lausnarinnar helst í 5 mínútur.

**6. Framsetning niðurstaðna****6.1. Túlkun prófunar**

Eyðist blái liturinn innan fimm mínútna er prófunin jákvæð og innihald oxandi efna, sem táknuð eru sem natríumnítrat, meira en 5 mg/kg.

**6.2. Athugasemdir****6.2.1. Framkvæmt er núllpróf.**

6.2.2. Niðurstöður tveggja prófana sem framkvæmdar eru samtímis eða hvor á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skulu vera eins.

6.2.3. Ekki skal nota indígókarmínlausn hafi hún verið tilreidd fyrir meira en 60 dögum.

6.2.4. Jákvæð niðurstaða bendir til þess að sýnið kunni að innihalda nítröt og önnur oxandi efni og skal endurtaka prófunina með aðferð ISO nr. 3709 (1976) „Fosfórsýra til notkunar í iðnaði (m.a. matvælaíðnaði) — ákvörðun nítrógenoxíðsinnihalds — litrófsmælitækni með 3,4-xýlenól“.

**AÐFERÐ 14**

ÁKVÖRÐUN EFNA SEM ÓLEYSANLEG ERU Í VATNI OG ERU Í MÓNÓ-, DÍ- OG TRÍ-NATRÍUMORTÓFOSFÖTUM OG MÓNÓ-, DÍ- og TRÍ-KALÍUMORTÓFOSFÖTUM (E 339 i), E 339 ii), E 339 iii), E 340 i), E 340 ii) OG E 340 iii))

**1. Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni er unnt að ákvarða efni sem óleysanleg eru í vatni í:

- mónó-natríumortófosfati (E 339 i)),
- dí-natríumortófosfati (E 339 ii)),
- trí-natríumortófosfati (E 339 iii)),
- mónó-kalíumortófosfati (E 340 i)),
- dí-kalíumortófosfati (E 340 ii)),
- trí-kalíumortófosfati (E 340 iii)).

**2. Skilgreining**

Innihald efna sem óleysanleg eru í vatni: niðurstaða fæst með þeirri aðferð sem hér er lýst.

**3. Meginregla**

Sýnið er leyst upp í vatni og síað gegnum hentuga postulínsdeiglu. Eftir að óleysanlegi hlutinn hefur verið skolaður og þurrkaður er hann veginn og gefinn upp sem efni, óleysanlegt í vatni.

**4. Búnaður**

- 4.1. Deigla úr hertu postulíni, grop G 3 eða tilsvandi.
- 4.2. Þurrkari með nýjum og ávirkum kísilkristöllum með rakavísi eða sambærilegu rakadrægu efni.
- 4.3. Hitaskápur, hitastýrður við  $103 \pm 2$  °C.
- 4.4. 400 ml bikarglas úr pólýprópyleni.
- 4.5. Sjóðandi vatnsbað.

**5. Vinnuaðferð**

Um það bil 10 g fosfatsýnisins eru vegin með 10 mg nákvæmni og leyst upp í 100 ml af heitu vatni með því að hita að suðumarki í pólýprópylenbikarglasi (4.4) og viðhalda því í heitu vatnsbaði (4.5) í 15 mínútur. Lausnin er síuð gegnum hreinsaða, þurrkaða og vegna deiglu (4.1). Óleysanlegi hlutinn er skolaður með heitu vatni. Deigluinni með óleysanlega hlutanum í er komið fyrir í hitaskápnunum (4.3) og þurrkuð við  $103 \pm 2$  °C í tvær klukkustundir.

Deigluinni er komið fyrir í þurrkaranum, hún látin kólna og síðan vegin.

Þurrkun, kæling og vigtun er endurtekin uns þyngdarmunur er minni en 0,5 mg eftir að vegið hefur verið tvisvar í röð. Eigi þyngdaraukning sér stað skal nota lægsta skráða gildi við útreikning.

**6. Framsetning niðurstaðna****6.1. Formúla og reikniáðferð**

Innihald efnis sem óleysanlegt er í vatni í sýninu er reiknað:

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

þar sem:

$m_1$  = þyngd óleysanlega hlutans í g eftir þurrkun,

$m_0$  = þyngd sýnis í g.

**6.2. Endurtekningarfæfni**

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hvor á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 10 mg fyrir hver 100 g sýnis.

**AÐFERÐ 15****ÁKVÖRÐUN pH Í AUKEFNUM Í MATVÆLUM****1. Umfang og gildissvið**

Með aðferðinni eru gefnar almennar leiðbeiningar um hvernig ákvarða beri pH aukefni í matvælum.

## 2. Skilgreining

pH aukefnis: niðurstaða er ákvörðuð með þeirri aðferð sem hér er lýst.

## 3. Meginregla

pH-gildi vatnslausnar sýnisins sem uppleyst er að fullu eða að hluta er venjulega ákvarðað með glerrafskauti, samanburðarrafskauti og pH-mæli.

## 4. Hvarfefni

4.1. Tækið er kvarðað með eftirfarandi jafnalausn:

4.1.1. Jafnalausn með pH 6,88 við 20 °C úr sama magni 0,05 mól/l kalíumdíhýdrógenfosfats ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) og 0,05 mól/l dínatríumhýdrógenortófosfatdíhýdrats ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ).

4.1.2. Jafnalausn með pH 4 við 20 °C úr 0,05 mól/l kalíumhýdrógenftalati ( $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$ ).

4.1.3. Jafnalausn með pH 9,22 við 20 °C úr 0,05 mól/l natríumbórati ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ).

4.2. Mettuð eða 3 mól/l kalíumklóríðlausn, eða önnur hentug lausn sem framleiðandi rafskautanna mælir fyrir um, til að fylla samanburðarrafskautið.

4.3. Eimað vatn, án koldíoxíðs, sem er með pH á bilinu frá 5 til 6.

## 5. Búnaður

5.1. pH-mælir með 0,01 pH-eininga nákvæmni.

5.2. Rafskaut, annaðhvort samsett glerrafskaut eða stakt glerrafskaut og samanburðarrafskaut ásamt hentugum klemmum til að halda rafskautunum.

5.3. Segulhrærari með hitaelementi.

5.4. Hitamælir með kvarðanum 0 til 100 °C.

## 6. Vinnuaðerð

### 6.1. Stöðlum pH-mælis

Koma skal glerrafskautunum fyrir samkvæmt leiðbeiningum framleiðanda. Bera skal pH-aflestur rafskautanna reglulega saman við jafnalausnir með þekktu pH.

Rafskautin ber að þvo með vatni og þerra varlega með mjúkri pappírþurrku eða skola með vatni og síðan tvisvar með næstu sýnislusn eða staðlaðri lausn áður en þeim er komið fyrir í næstu sýnislusn eða staðlaðri lausn.

Sé sýnislusn súr skal nota jafnalausnir með pH 4 (4.1.2) og pH 6,88 (4.1.1) til að kanna pH aflestur. Sé sýnislusn basísk skal nota jafnalausnir með pH 9,22 (4.1.3) og pH 6,88 (4.1.1) til að kanna pH aflestur.

6.2. *Mæling sýnislausnar*

Styrkur sýnislausnar sem nota á eða undirbúningur sýnis sem taka á upp skal vera eins og mælt er fyrir um í viðeigandi tilskipun bandalagsins um aukefni í matvælum.

Sýnislausnin er tilreidd eins og mælt er fyrir um með eimuðu vatni (4.3) og færð í 20 °C um leið og hrært er í. Eftir að hætt er að hræra er glerrafskautunum komið fyrir í lausninni og pH lesið af pH-mælinum (5.1) eftir tvær mínútur.

7. **Framsetning niðurstaðna**

7.1. *Endurtekningarrhæfni*

Mismunur milli niðurstaðna af tveimur ákvörðunum sem framkvæmdar eru samtímis eða hvor á eftir annarri á sama sýninu, af sama greinanda, við sömu skilyrði skal ekki vera meiri en 0,05 pH-eining.

8. **Athugasemd**

Einungis ber að nota þessa aðferð til að mæla pH eins og kveðið er á um í tilskipunum bandalagsins um aukefni í matvælum, þar sem aukefnið er uppleyst, að fullu eða að hluta, í vatni.