

Αριθμός 115

Οι περί Μεθόδων Ανάλυσης ή Εξέτασης για τον Έλεγχο της Συμμόρφωσης Προσθέτων Τροφίμων με Καθοριζόμενα Κριτήρια Καθαρότητας Κανονισμοί του 2002, οι οποίοι εκδόθηκαν από το Υπουργικό Συμβούλιο δυνάμει των διατάξεων του άρθρου 29 της περί Τροφίμων (Έλεγχος και Πώληση) νομοθεσίας, αφού κατατέθηκαν στη Βουλή των Αντιπροσώπων και εγκρίθηκαν από αυτή, δημοσιεύονται στην Επίσημη Εφημερίδα της Δημοκρατίας σύμφωνα με το εδάφιο (3) του άρθρου 3 του περί Καταθέσεως στη Βουλή των Αντιπροσώπων των Κανονισμών που Εκδίδονται με Εξουσιοδότηση Νόμου, Νόμου (Ν. 99 του 1989 όπως τροποποιήθηκε από τον 227 του 1990).

ΟΙ ΠΕΡΙ ΤΡΟΦΙΜΩΝ (ΕΛΕΓΧΟΣ ΚΑΙ ΠΩΛΗΣΗ)
ΝΟΜΟΙ ΤΟΥ 1996 ΕΩΣ (Αρ. 3) ΤΟΥ 2001

Κανονισμοί δυνάμει του άρθρου 29

Για σκοπούς εναρμόνισης με την πράξη της Ευρωπαϊκής Κοινότητας με τίτλο «Πρώτη Οδηγία της Επιτροπής της 28ης Ιουλίου 1981 περί καθορισμού των κοινοτικών μεθόδων αναλύσεως για τον έλεγχο των κριτηρίων καθαρότητας ορισμένων πρόσθετων υλών που χρησιμοποιούνται στα τρόφιμα (81/712/ΕΟΚ)» (ΕΕ L 257 της 10.9.1981, σ.1),

Το Υπουργικό Συμβούλιο, ασκώντας τις εξουσίες που χορηγούνται σ' αυτό από το άρθρο 29 των περί Τροφίμων (Έλεγχος και Πώληση) Νόμων του 1996 έως 2001, εκδίδει τους ακόλουθους Κανονισμούς.

54 του 1996
4(Ι) του 2000
122(Ι) του 2000
40(Ι) του 2001
151(Ι) του 2001
159(Ι) του 2001.

1. Οι παρόντες Κανονισμοί θα αναφέρονται ως οι περί Μεθόδων Ανάλυσης ή Εξέτασης, για τον Έλεγχο της Συμμόρφωσης Προσθέτων Τροφίμων με Καθοριζόμενα Κριτήρια Καθαρότητας Κανονισμοί του 2002.

Συνοπτικός
τίτλος.

2.—(1) Στους παρόντες Κανονισμούς—

Ερμηνεία.

«πρόσθετο τροφίμων» σημαίνει οποιαδήποτε ουσία, με ή χωρίς θρεπτική αξία, που δεν καταναλώνεται συνήθως μόνη της ως τρόφιμο ούτε χρησιμοποιείται συνήθως ως χαρακτηριστικό συστατικό τροφίμων και της οποίας η σκόπιμη προσθήκη σε τρόφιμο, για τεχνολογικούς σκοπούς, κατά τη μεταποίηση, παρασκευή, συσκευασία, μεταφορά ή αποθήκευση του εν λόγω τροφίμου, έχει ως αποτέλεσμα ή αναμένεται λογικά να έχει ως αποτέλεσμα το να αποτελούν η ίδια ή τα παράγωγά της συστατικό στοιχείο του τροφίμου αυτού, άμεσα ή έμμεσα.

(2) Οποιοδήποτε άλλοι όροι, που περιέχονται στους παρόντες Κανονισμούς και δεν ερμηνεύονται διαφορετικά, έχουν την έννοια που τους αποδίδει ο Νόμος.

3.—(1) Σε περίπτωση που εξουσιοδοτημένος λειτουργός υποβάλλει, δυνάμει του Νόμου, δείγμα ή μέρος δείγματος προσθέτου τροφίμων, το οποίο καθορίζεται στο Πρώτο Παράρτημα, σε Κυβερνητικό Χημικό για ανάλυση ή εξέταση, ο εν λόγω Κυβερνητικός Χημικός ή πρόσωπο υπό τις οδηγίες και την άμεση επίβλεψη του, το συντομότερο δυνατό αναλύει ή, ανάλογα με την περίπτωση, εξετάζει το υποβαλλόμενο δείγμα ή μέρος δείγματος, βάσει των μεθόδων που καθορίζονται, αναφορικά με το εν λόγω πρόσθετο τροφίμων, στο Δεύτερο Παράρτημα, με σκοπό τον έλεγχο της συμμόρφωσης του εν λόγω προσθέτου τροφίμων με τα σχετικά προς αυτό κριτήρια καθαρότητας τα οποία τυχόν καθορίζονται σε εκάστοτε ισχύοντες Κανονισμούς δυνάμει του Νόμου.

Ανάλυση
ή εξέταση
δείγματος
ή μέρους
αυτού σε
Κυβερνητικό
Χημείο.
Πρώτο
Παράρτημα.
Δεύτερο
Παράρτημα.

Δεύτερο
Παράρτημα.

(2) Μετά το πέρας της αναφερόμενης στην παράγραφο (1) ανάλυσης ή εξέτασης, ο Κυβερνητικός Χημικός εκδίδει, και αποστέλλει ή παραδίδει στον εξουσιοδοτημένο λειτουργό, ο οποίος υπέβαλε το δείγμα ή μέρος του δείγματος, πιστοποιητικό ή, ανάλογα με την περίπτωση, εργαστηριακή έκθεση, σύμφωνα με τα διαλαμβανόμενα στις παραγράφους (β) και (δ) του εδαφίου (3) του άρθρου 15 του Νόμου, το οποίο πιστοποιητικό ή έκθεση καταδεικνύει το αποτέλεσμα της διενεργηθείσας ανάλυσης ή εξέτασης, όπως αυτό το αποτέλεσμα εκφράζεται σύμφωνα με τα διαλαμβανόμενα στο Δεύτερο Παράρτημα.

(3) Το εδάφιο (4) του άρθρου 15 του Νόμου εφαρμόζεται αναφορικά με κάθε πιστοποιητικό και έκθεση που εκδίδεται δυνάμει της παραγράφου (2).

(4) Κάθε πρόσωπο, υπό την ευθύνη του οποίου Κυβερνητικό Χημείο λειτουργεί, λαμβάνει τα δέοντα μέτρα ώστε να διασφαλίζει τη συμμόρφωση κάθε Κυβερνητικού Χημικού, ο οποίος υπηρετεί ή εργάζεται στο εν λόγω Κυβερνητικό Χημείο, με τις παραγράφους (1) και (2).

ΠΡΩΤΟ ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

(Κανονισμός 3(1))

ΠΡΟΣΘΕΤΑ ΤΡΟΦΙΜΩΝ ΤΑ ΟΠΟΙΑ ΚΥΒΕΡΝΗΤΙΚΟΣ ΧΗΜΙΚΟΣ
 Ή ΠΡΟΣΩΠΟ ΥΠΟ ΤΙΣ ΟΔΗΓΙΕΣ ΚΑΙ ΤΗΝ ΑΜΕΣΗ ΕΠΙΒΛΕΨΗ ΤΟΥ
 ΑΝΑΛΥΕΙ Ή ΕΞΕΤΑΖΕΙ ΒΑΣΕΙ ΤΩΝ ΜΕΘΟΔΩΝ ΟΙ ΟΠΟΙΕΣ
 ΚΑΘΟΡΙΖΟΝΤΑΙ, ΑΝΑΦΟΡΙΚΑ ΜΕ ΕΚΑΣΤΟ ΤΕΤΟΙΟ
 ΠΡΟΣΘΕΤΟ ΤΡΟΦΙΜΩΝ, ΣΤΟ ΔΕΥΤΕΡΟ ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

Μέρος 1

Χρωστικές Ουσίες

Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 2 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό των ουσιών, που δύναται να ληφθούν μετά από εκχύλιση με διαιθυλικό αιθέρα, από τις διαλυτές στο νερό οργανοσουλφονικές χρωστικές ουσίες οι οποίες χρησιμοποιούνται εντός ή επί τροφίμου.

Δεύτερο
 Παράρτημα,
 Μέρη 1 και 2.

Μέρος 2

Συντηρητικά

1. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 3 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό του μυρμηκικού οξέος, των μυρμηκικών αλάτων και άλλων οξειδούμενων προσμίξεων, εντός του οξικού οξέος (E260), του οξικού καλίου (E261), του διοξικού νατρίου (E262) και του οξικού ασβεστίου (E263).

Δεύτερο
 Παράρτημα,
 Μέρη 1 και 3.

2. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 4 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό των μη πτητικών ουσιών εντός του προπιονικού οξέος (E280).

Δεύτερο
 Παράρτημα,
 Μέρη 1 και 4.

3. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 5 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό της απώλειας μάζας κατά την ξήρανση του νιτρώδους νατρίου (E250).

Δεύτερο
 Παράρτημα,
 Μέρη 1 και 5.

4. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος που καθορίζεται στο Μέρος 6 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό την ανίχνευση του σαλικυλικού οξέως εντός του π-υδροξύ-βενζοϊκού αιθυλεστέρα (E214), του μετά νατρίου παραγώγου του π-υδροξύ-βενζοϊκού αιθυλεστέρα (E215), του π-υδροξύ-βενζοϊκού κ-προπυλεστέρα (E216), του μετά νατρίου παραγώγου του π-υδροξύ-βενζοϊκού κ-προπυλεστέρα (E217), του π-υδροξύ-βενζοϊκού μεθυλεστέρα (E218) και του μετά νατρίου παραγώγου του π-υδροξύ-βενζοϊκού μεθυλεστέρα (E219).

Δεύτερο
 Παράρτημα,
 Μέρη 1 και 6.

5. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος που καθορίζεται στο Μέρος 7 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό του ελεύθερου οξικού οξέος εντός του διοξικού νατρίου (E262).

Δεύτερο
 Παράρτημα,
 Μέρη 1 και 7.

6. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 8 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό του οξικού νατρίου (E262) εντός του διοξικού νατρίου.

Δεύτερο
 Παράρτημα,
 Μέρη 1 και 8.

Δεύτερο
Παράρτημα,
Μέρη 1 και 9.

7. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 9 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό την ανίχνευση των αλδευδών εντός του σορβικού οξέος (E200), των μετά νατρίου, καλίου ή ασβεστίου σορβικών αλάτων (E201, E202, E203) και του προπιονικού οξέος (E280).

Μέρος 3

Αντιοξειδωτικά

Δεύτερο
Παράρτημα,
Μέρη 1 και 10.

1. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 10 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό του δείκτη των υπεροξειδίων των λεκιθινών (E322).

Δεύτερο
Παράρτημα,
Μέρη 1 και 11.

2. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 11 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας των λεκιθινών (E322) σε αδιάλυτες στο τολουόλιο ουσίες.

Δεύτερο
Παράρτημα,
Μέρη 1 και 12.

3. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 12 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό την ανίχνευση των αναγωγικών ουσιών εντός των γαλακτικών αλάτων νατρίου, καλίου και ασβεστίου (E325, E326, E327).

Δεύτερο
Παράρτημα,
Μέρη 1 και 13.

4. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 13 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό των πτητικών οξέων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (E338).

Δεύτερο
Παράρτημα,
Μέρη 1 και 14.

5. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 14 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό την ανίχνευση των νιτρικών αλάτων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (E338).

Δεύτερο
Παράρτημα,
Μέρη 1 και 15.

6. Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 15 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό ουσιών που είναι αδιάλυτες στο νερό και εμφανίζονται εντός των ακόλουθων ορθοφωσφορικών αλάτων: δισόξινο φωσφορικό νάτριο, μονόξινο φωσφορικό νάτριο, φωσφορικό νάτριο, διόξινο φωσφορικό κάλιο, μονόξινο φωσφορικό κάλιο και φωσφορικό κάλιο (E339(i), E339(ii), E339(iii), E340(i), E340(ii), E340(iii)).

Μέρος 4

Πρόσθετα τροφίμων

Δεύτερο
Παράρτημα,
Μέρη 1 και 16.

Οι γενικές διατάξεις, που καθορίζονται στο Μέρος 1 του Δεύτερου Παραρτήματος, και η μέθοδος, που καθορίζεται στο Μέρος 16 του Δεύτερου Παραρτήματος, εφαρμόζονται με σκοπό τον προσδιορισμό του pH των προσθέτων τροφίμων.

ΔΕΥΤΕΡΟ ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

(Κανονισμός 3(1) και (2), και Πρώτο Παράρτημα)

ΜΕΘΟΔΟΙ ΠΟΥ ΕΦΑΡΜΟΖΟΝΤΑΙ ΑΠΟ ΚΥΒΕΡΝΗΤΙΚΟΥΣ ΧΗΜΙΚΟΥΣ
Ή ΠΡΟΣΩΠΑ ΥΠΟ ΤΙΣ ΟΔΗΓΙΕΣ ΚΑΙ ΤΗΝ ΑΜΕΣΗ ΕΠΙΒΛΕΨΗ ΤΟΥΣ,
ΚΑΤΑ ΤΗΝ ΑΝΑΛΥΣΗ Ή ΕΞΕΤΑΣΗ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ Ή ΜΕΡΟΥΣ
ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ ΠΡΟΣΘΕΤΟΥ ΤΡΟΦΙΜΩΝ

Μέρος 1

Γενικές Διατάξεις

1. Ορισμός:

Στο παρόν Παράρτημα, «δείγμα» σημαίνει οτιδήποτε υποβάλλεται από εξουσιοδοτημένο λειτουργό σε Κυβερνητικό Χημικό, είτε είναι δείγμα είτε μέρος του δείγματος.

2. Προετοιμασία του δείγματος:

2.1. Γενικά:

Η μάζα του εργαστηριακού δείγματος, που προορίζεται για ανάλυση ή εξέταση, πρέπει, υπό κανονικές συνθήκες, να ισούται με 50g, εκτός εάν για κάποιο ειδικό προσδιορισμό, απαιτείται σημαντικότερη ποσότητα.

2.2 Προετοιμασία του δείγματος:

Πριν να πραγματοποιηθεί η ανάλυση ή η εξέταση, το δείγμα είναι απαραίτητο να ομογενοποιηθεί.

2.3. Διατήρηση:

Το δείγμα πρέπει να ετοιμαστεί βάσει των όσων περιγράφονται πιο πάνω και έπειτα πρέπει να διατηρείται πάντοτε σε ερμητικά κλεισμένο δοχείο, για αποφυγή οποιασδήποτε αλλοίωσης.

3. Αντιδραστήρια:

3.1. Νερό.

(α) Κάθε φορά που αναφέρεται η λέξη «νερό», για τα διαλύματα, τις αραιώσεις ή τις εκπλύσεις, πρόκειται πάντα για απεσταγμένο νερό ή για απιονισμένο νερό αντίστοιχης καθαρότητας.

(β) Κάθε φορά που αναφέρεται η λέξη «διάλυμα» ή «αραίωση», χωρίς να αναφέρεται αντιδραστήριο, πρόκειται για υδατικό διάλυμα.

3.2. Χημικές ουσίες:

Όλες οι χημικές ουσίες πρέπει να είναι αναλυτικής καθαρότητας, εκτός εάν υπάρχουν αντίθετες ενδείξεις.

4. Συσκευές:

4.1. Κατάλογος συσκευών:

Ο αναφερόμενος στον κατάλογο των υλικών εξοπλισμός είναι ειδικής χρήσης και έχει ιδιαίτερα χαρακτηριστικά.

4.2. Αναλυτικός ζυγός:

Ο όρος «αναλυτικός ζυγός» σημαίνει ζυγό με ευαισθησία που ισούται τουλάχιστο με 0,1 mg.

5. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

5.1. Αποτελέσματα:

Τα αποτελέσματα, για τα οποία γίνεται αναφορά στο πιστοποιητικό, ή ανάλογα με την περίπτωση, την εργαστηριακή έκθεση, που αναφέρονται στον Κανονισμό 3(2), είναι η μέση τιμή που υπολογίζεται από δυο τουλάχιστο προσδιορισμούς, που η επαναληπτικότητά τους είναι ικανοποιητική.

5.2. Υπολογισμός του ποσοστού επί τοις εκατόν:

Εκτός από τις περιπτώσεις που ιδιαίτερος ορίζεται σε οποιοδήποτε των ακόλουθων Μερών, τα αποτελέσματα εκφράζονται σε ποσοστά επί τοις εκατόν (m/m) του αρχικού δείγματος, όπως αυτό υποβλήθηκε στον Κυβερνητικό Χημικό.

5.3. Αριθμός δεκαδικών ψηφίων:

Το αποτέλεσμα δεν πρέπει να εκφράζεται με αριθμό που φέρει περισσότερα δεκαδικά ψηφία από όσα επιτρέπει η ακρίβεια της μεθόδου.

Μέρος 2

Μέθοδος προσδιορισμού των ουσιών που δύνανται να ληφθούν μετά από εκχύλιση με διαιθυλικό αιθέρα, από τις διαλυτές στο νερό οργανοσουλφονικές χρωστικές ουσίες οι οποίες χρησιμοποιούνται εντός ή επί τροφίμου

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό των ουσιών που δύνανται να ληφθούν μετά από εκχύλιση με διαιθυλικό αιθέρα από τις διαλυτές στο νερό οργανοσουλφονικές χρωστικές ουσίες, οι οποίες έχουν αναμιχθεί με οποιοδήποτε υπόστρωμα.

2. Ορισμός:

Η μέθοδος που περιγράφεται πιο κάτω, προσδιορίζει την περιεκτικότητα των ουσιών που λαμβάνονται μετά από εκχύλιση με διαιθυλικό αιθέρα.

3. Αρχή:

Εκχύλιση της χρωστικής ουσίας με διαιθυλικό αιθέρα και ζύγιση του ξηρού υπολείμματος μετά από εξάτμιση του αιθέρα.

4. Αντιδραστήρια:

4.1. Ξηρός διαιθυλικός αιθέρας απαλλαγμένος από υπεροξειδία (η ξήρανση επιτυγχάνεται με χλωριούχο ασβέστιο που πυρώθηκε πρόσφατα).

5. Συσκευές:

5.1. Συσκευή Soxhlet με σφαιρική φιάλη.

5.2. Ξηραντήρας με Silica gel (SiO_2) σε άνυδρη κατάσταση ή με άλλο αντίστοιχο υγροσκοπικό μέσο, και εφοδιασμένος με δείκτη υγρασίας.

5.3. Αναλυτικός ζυγός.

5.4. Κλίβανος ρυθμισμένος στους $85 \pm 2^\circ\text{C}$.

6. Εκτέλεση του πειράματος:

Επί χάρτινου ηθμού ζυγίζονται 10g χρωστικών ουσιών, με προσέγγιση 10 mg. Ο χάρτινος ηθμός διπλώνεται και εισάγεται εντός χάρτινου κυλίνδρου, ο οποίος σφραγίζεται με βάμβακα που είναι απαλλαγμένος από λιπαρές ουσίες. Η εκχύλιση πραγματοποιείται με διαιθυλικό αιθέρα (βλέπε υποπαράγραφο 4.1) επί 6 ώρες, μέσα σε συσκευή εκχύλισης Soxhlet (βλέπε υποπαράγραφο 5.1). Στη συνέχεια πρέπει να γίνεται εξάτμιση σε όσο το δυνατό χαμηλότερη θερμοκρασία. Η σφαιρική φιάλη της συσκευής Soxhlet, αφού ζυγιστεί κατάλληλα μαζί με το υπόλειμμα τοποθετείται στον κλίβανο (βλέπε υποπαράγραφο 5.4.). Ξηραίνεται στους $85 \pm 2^\circ\text{C}$ επί είκοσι λεπτά. Το υπόλειμμα καλύπτεται με ύαλο ωρολογίου και αφήνεται να ψυχθεί σε ξηραντήρα (βλέπε υποπαράγραφο 5.2), και ακολούθως ζυγίζονται η σφαιρική φιάλη και το υπόλειμμα.

Η ξήρανση και η ζύγιση επαναλαμβάνονται μέχρι που η διαφορά που θα προκύψει, μεταξύ δύο διαδοχικών ζυγίσεων να είναι μικρότερη από 0,5mg. Όμως, για ορθό υπολογισμό, σε πιθανή περίπτωση αύξησης της μάζας, λαμβάνεται υπόψη ο μικρότερος αριθμός που θα καταγραφεί.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Η περιεκτικότητα σε ουσίες που εκχυλίζονται με αιθέρα υπολογίζεται σε ποσοστά επί τοις εκατόν του δείγματος, με βάση τον εξής τύπο:

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

όπου:

m_1 = μάζα, σε γραμμάρια, του υπολείμματος μετά από εξάτμιση,

m_0 = αρχική μάζα, σε γραμμάρια, της ποσότητας του δείγματος που χρησιμοποιήθηκε.

7.2 Επαναληπτικότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 20 mg για 100 g δείγματος.

Μέρος 3

Μέθοδος προσδιορισμού του μυρμηκικού οξέος, των μυρμηκικών αλάτων και άλλων οξειδούμενων προσμίξεων, εντός του οξικού οξέος (E260), του οξικού καλίου (E261), του διοξικού νατρίου (E262) και του οξικού ασβεστίου (E263)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό του μυρμηκικού οξέος, των μυρμηκικών αλάτων και άλλων οξειδούμενων προσμίξεων, υπολογιζόμενων ως μυρμηκικό οξύ, εντός:

- Του οξικού οξέος (E260).
- του οξικού καλίου (E261),
- του διοξικού νατρίου (E 262).
- του οξικού ασβεστίου (E263).

2. Ορισμός:

Με τη μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε μυρμηκικό οξύ, σε μυρμηκικά άλατα και σε άλλες οξειδούμενες προσμίξεις του οξικού οξέος (E260), του οξικού καλίου (E261), του διοξικού νατρίου (E262) και του οξικού ασβεστίου (E263).

3. Αρχή:

Μετά από την κατεργασία του δείγματος, που δόθηκε για ανάλυση ή εξέταση, με περίσσεια υπερμαγγανικού καλίου σε αλκαλικό περιβάλλον, λαμβάνεται διοξειδίο του μαγγανίου. Το τελευταίο καθώς και η περίσσεια του υπερμαγγανικού καλίου ογκομετρούνται με ιωδομετρία, αφού προηγουμένως το διάλυμα καταστεί όξινο. Η συγκέντρωση των οξειδούμενων προσμίξεων εκφράζεται σε μυρμηκικό οξύ.

4. Αντιδραστήρια:

- 4.1. Ιωδιούχο κάλιο.
- 4.2. Υπερμαγγανικό κάλιο 0,02 mol/l.
- 4.3. Ανθρακικό νάτριο (άνυδρο).
- 4.4. Θειοθειικό νάτριο 0,1 mol/l.
- 4.5. Διάλυμα αμύλου (περίπου 1% m/v).

4.6. Αραιωμένο διάλυμα θειικού οξέος: 90 ml θειικού οξέος ($\rho_0=1,84 \text{ g/ml}$) στο οποίο προστίθεται νερό μέχρι το 1l.

5. Συσκευές:

5.1. Ζέον υδρόλουτρο.

5.2. Αναλυτικός ζυγός.

6. Εκτέλεση του πειράματος:

Στην περίπτωση που το προς ανάλυση ή εξέταση δείγμα παρουσιάζεται με την μορφή ελεύθερου οξέος, 10g, ζυγιζόμενα με προσέγγιση 10mg, διαλύονται σε 70 ml νερού, όπου προστίθεται διάλυμα, που περιέχει 10g άνυδρου ανθρακικού νατρίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.3) διαλυμένου σε 30ml νερού. Εάν το δείγμα παρουσιάζεται με τη μορφή άλατος, 10g, ζυγιζόμενα με προσέγγιση 10mg, διαλύονται σε 100ml νερού όπου προστίθεται 1g άνυδρου ανθρακικού νατρίου, αναδεύοντας μέχρι πλήρους διάλυσης. Προστίθενται 20ml υπερμαγγανικού καλίου 0,02 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.2) και το όλο διάλυμα θερμαίνεται σε ζέον υδρόλουτρο επί 15 λεπτά. Το διάλυμα αφήνεται να ψυχθεί και στη συνέχεια προστίθενται 50ml αραιού θειικού οξέος (βλέπε υποπαράγραφο 4.6) και 0,5g ιωδιούχου καλίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.1). Το μείγμα αναδεύεται μέχρι να διαλυθεί το ίζημα του διοξειδίου του μαγγανίου. Ογκομετρείται με διάλυμα θειοθειικού νατρίου 0,1 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.4) μέχρι το διάλυμα να αποκτήσει χρώμα ελαφρώς κίτρινο, οπότε προστίθενται μερικές σταγόνες διαλύματος αμύλου (βλέπε υποπαράγραφο 4.5) και συνεχίζεται η ογκομέτρηση μέχρι πλήρους αποχρωματισμού.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Το ποσοστό μυρμηκικού οξέος, μυρμηκικών αλάτων και άλλων οξειδούμενων προσμίξεων υπολογίζεται σε μυρμηκικό οξύ με βάση τον πιο κάτω τύπο:

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

όπου:

a = μοριακότητα του υπερμαγγανικού καλίου,

b = μοριακότητα του θειοθειικού νατρίου,

m_0 = αρχική μάζα του δείγματος σε γραμμάρια,

V = όγκος σε ml, του θειοθειικού νατρίου (0,1 mol/l) που χρησιμοποιείται για την ογκομέτρηση.

7.2. Επαναληπτικότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 5mg για 100g δείγματος.

8. Παρατηρήσεις:

8.1. Σε 10g δείγματος, 11,3ml θειοθειικού νατρίου 0,1 mol/l ισοδυναμούν με 0,2% μυρμηκικού οξέος.

8.2. Στην απουσία μυρμηκικών αλάτων, ο όγκος του θειοθειικού νατρίου ανέρχεται σε 20ml, αλλά εάν υπάρχει πάνω από 0,27 % (m/m) μυρμηκικού οξέος, η περίσσεια KMnO_4 δεν επαρκεί και ο λαμβανόμενος όγκος του θειοθειικού οξέος σταθεροποιείται στα 8ml. Στην περίπτωση αυτή, ο προσδιορισμός πρέπει να επαναληφθεί χρησιμοποιώντας μικρότερη ποσότητα δείγματος.

Μέρος 4

Μέθοδος προσδιορισμού των μη πτητικών ουσιών
εντός του προπιονικού οξέος (E280)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον ποσοτικό προσδιορισμό των μη πτητικών ουσιών εντός του προπιονικού οξέος (E280).

2. Ορισμός:

Με την μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα του προπιονικού οξέος σε μη πτητικές ουσίες.

3. Αρχή:

Το δείγμα εξατμίζεται και ξηραίνεται στους $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Το υπόλειμμα προσδιορίζεται σταθμικά.

4. Συσκευές:

4.1 Κάψα από διοξείδιο του πυριτίου ή λευκόχρυσο για 100g δείγματος.

4.2. Ηλεκτρικός κλιβανός, ρυθμισμένος στους $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

4.3. Αναλυτικός ζυγός.

4.4. Ζέον υδρόλουτρο.

4.5. Ξηραντήρας με Silica gel (SiO_2) σε άνυδρη κατάσταση ή με άλλο αντίστοιχο υγροσκοπικό μέσο και εφοδιασμένος με δείκτη υγρασίας.

5. Εκτέλεση του πειράματος:

Ζυγίζονται 100g περίπου προπιονικού οξέος με προσέγγιση 0,1g σε κάψα (βλέπε υποπαράγραφο 4.1) που έχει ξηρανθεί καταλλήλως και της οποίας έχει προσδιορισθεί η τάρα. Επί ζέοντος υδρόλουτρου και κάτω από απαγωγή υφίσταται εξατμωση. Όταν εξατμιστεί όλο το προπιονικό οξύ, το υπόλειμμα υφίσταται ξήρανση επί μια ώρα εντός κλιβάνου (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) στους $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Στη συνέχεια, τοποθετείται σε ξηραντήρα μέχρι να ψυχθεί. Ζυγίζεται. Η όλη διαδικασία επαναλαμβάνεται μέχρι που η διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικών ζυγίσεων να μην υπερβαίνει τα 0,5 mg. Όμως, για ορθό υπολογισμό, σε πιθανή περίπτωση αύξησης της μάζας, λαμβάνεται υπόψη ο μικρότερος αριθμός που θα καταγραφεί.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

6.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Η επί τοις εκατόν περιεκτικότητα του δείγματος σε μη πτητικές ουσίες υπολογίζεται με βάση τον πιο κάτω τύπο:

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

όπου:

m_1 = μάζα του υπολείμματος της εξατμίσεως, σε γραμμάρια,

m_0 = αρχική μάζα της ποσότητας του δείγματος που χρησιμοποιήθηκε, σε γραμμάρια.

6.2. Επαναληπτικότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 5mg για 100g δείγματος.

Μέρος 5

Μέθοδος προσδιορισμού της απώλειας μάζας κατά την ξήρανση του νιτρώδους νατρίου (E250)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό της απώλειας μάζας κατά την ξήρανση του νιτρώδους νατρίου (E250).

2. Ορισμός:

Με την μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε υγρασία του νιτρώδους νατρίου, η οποία αντιστοιχεί στην απώλεια μάζας του τελευταίου.

3. Αρχή:

Προσδιορισμός της απώλειας μετά από θέρμανση στους $103\pm 2^\circ\text{C}$.

4. Συσκευές:

4.1. Ηλεκτρικός κλίβανος, ρυθμισμένος στους $103\pm 2^\circ\text{C}$.

4.2. Γυάλινο σκεύος με επίπεδο πυθμένα, διαμέτρου 60–80 mm και με τοιχώματα ύψους τουλάχιστον 25mm, εφοδιασμένο με καπάκι.

4.3. Ξηραντήρας με Silica gel (SiO_2) σε άνυδρη κατάσταση ή με άλλο αντίστοιχο υγροσκοπικό μέσο, και εφοδιασμένος με δείκτη υγρασίας.

4.4. Αναλυτικός ζυγός.

5. Εκτέλεση του πειράματος:

Αφαιρείται το καπάκι του γυάλινου σκεύους (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) και αμφότερα σκεύος και καπάκι τοποθετούνται για μια ώρα εντός κλιβάνου (βλέπε υποπαράγραφο 4.1) ρυθμισμένου στους $103\pm 2^\circ\text{C}$. Το καπάκι τοποθετείται επί του σκεύους και αμφότερα αφήνονται να ψυχθούν μέχρι να φτάσουν σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, μέσα σε ξηραντήρα (βλέπε υποπαράγραφο 4.3). Το σκεύος με το καπάκι του (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) ζυγίζονται με προσέγγιση 10mg. Εντός του σκεύους, με το καπάκι του, ζυγίζονται 10g δείγματος με προσέγγιση 10mg. Αφού αφαιρεθεί το καπάκι, αμφότερα σκεύος και καπάκι τοποθετούνται επί μία ώρα σε κλίβανο (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) ρυθμισμένο στους $103\pm 2^\circ\text{C}$. Το καπάκι τοποθετείται επί του σκεύους, που αφήνεται να ψυχθεί μέσα στον ξηραντήρα (βλέπε υποπαράγραφο 4.3), επί μία ώρα μέχρι να φτάσει τη θερμοκρασία περιβάλλοντος. Στη συνέχεια, ζυγίζεται με προσέγγιση 10mg. Οι τρεις τελευταίες διαδικασίες (θέρμανση, ψύξη, ζύγιση) επαναλαμβάνονται μέχρι που η διαφορά μάζας μεταξύ δύο διαδοχικών μετρήσεων να μην υπερβαίνει τα 10 mg. Όμως, για ορθό υπολογισμό, σε πιθανή περίπτωση αύξησης της μάζας, λαμβάνεται υπόψη ο μικρότερος αριθμός που θα καταγραφεί.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

6.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Η επί τοις εκατόν (m/m) απώλεια μάζας του δείγματος, κατά την ξήρανση, υπολογίζεται με βάση τον πιο κάτω τύπο:

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

όπου:

m_1 = η μάζα του σκεύους και του καπακιού, σε γραμμάρια,

m_2 = η μάζα, σε γραμμάρια, του σκεύους μαζί με το δείγμα πριν από την ξήρανση,

m_3 = η μάζα, σε γραμμάρια, του σκεύους μαζί με το δείγμα, μετά την ξήρανση.

6.2. Επαναληπτικότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 100mg για 100g δείγματος.

Μέρος 6

Μέθοδος ανίχνευσης του σαλικυλικού οξέος εντός του π-υδροξύ-βενζοϊκού αιθυλεστέρα (E214), του μετά νατρίου παραγώγου του π-υδροξύ-βενζοϊκού αιθυλεστέρα (E 215), του π-υδροξύ-βενζοϊκού κ-προπιλεστέρα (E216), του μετά νατρίου παραγώγου του π-υδροξύ-βενζοϊκού κ-προπιλεστέρα (E217), του π-υδροξύ-βενζοϊκού μεθυλεστέρα (E218) και του μετά νατρίου παραγώγου, του π-υδροξύ-βενζοϊκού μεθυλεστέρα (E219)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει την ανίχνευση του σαλικυλικού οξέος εντός του π-υδροξύ-βενζοϊκού αιθυλεστέρα (E214), του π-υδροξύ-βενζοϊκού κ-προπιλεστέρα (E216), του π-υδροξύ-βενζοϊκού μεθυλεστέρα (E218) και των μετά νατρίου παραγώγων αυτών (E215, E217 και E219).

2. Ορισμός:

Με τη μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω προσδιορίζεται το όριο ανίχνευσης του σαλικυλικού οξέος.

3. Αρχή:

Διάλυμα σαλικυλικού οξέος λαμβάνει, παρουσία εναμμωνίου θειικού σιδήρου (III), μωβ χροιά, της οποίας η ένταση συγκρίνεται με εκείνη του διαλύματος αναφοράς.

4. Αντιδραστήρια:

4.1 Διάλυμα 0,2% (m/v) εναμμωνίου θειικού σιδήρου (III): 0,2 g εναμμωνίου θειικού σιδήρου (III) με 12 μόρια κρυσταλλικού νερού διαλύονται σε 50ml νερού. Προστίθενται 10ml νιτρικού οξέος αραιωμένου προς 10% (v/v) και στη συνέχεια προστίθεται νερό μέχρι τα 100ml.

4.2 Αιθανόλη, 95% (v/v).

4.3 Διάλυμα σαλικυλικού οξέος περιεκτικότητας 0,1g/l.

4.4. Θειϊκό οξύ 1 mol/l.

5. Συσκευές:

5.1. Σωλήνας Nessler ολικής χωρητικότητας 60 ml περίπου, βαθμολογημένος μέχρι τα 50 ml.

6. Εκτέλεση του πειράματος:

6.1. Δείγματα του π-υδροξύ-βενζοϊκού αιθυλεστέρα, του π-υδροξύ-βενζοϊκού κ-προπιλεστέρα και του π-υδροξύ κ-βενζοϊκού μεθυλεστέρα.

6.1.1. 0,1g του προς ανάλυση ή εξέταση δείγματος, που ζυγίστηκε με προσέγγιση 1mg, διαλύεται εντός 10ml αιθανόλης 95% (v/v) (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.). Το διάλυμα αυτό μεταφέρεται σε βαθμολογημένο σωλήνα Nessler (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.) και προστίθεται νερό μέχρι τα 50ml. Μετά από ανατάραξη του μείγματος προστίθεται 1ml διαλύματος εναμμωνίου θειικού σιδήρου (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.). Το μείγμα αναταράζεται εκ νέου και αφήνεται να ηρεμήσει για ένα λεπτό.

6.1.2. Κατά τον ίδιο τρόπο ετοιμάζεται διάλυμα αναφοράς, όπως περιγράφεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.1., αλλά αντικαθιστώντας το 0,1g του δείγματος με 1 ml από το διάλυμα του σαλικυλικού οξέος (βλέπε υποπαράγραφο 4.3).

6.1.3. Γίνεται σύγκριση μεταξύ της χροιάς του δοκιμαστικού σωλήνα που περιέχει το υπό ανάλυση ή εξέταση δείγμα και εκείνης του διαλύματος αναφοράς.

6.2. Δείγματα των μετά νατρίου παραγώγων του π-υδροξύ-βενζοϊκού μεθυλεστέρα, αιθυλεστέρα και κ-προπυλεστέρα.

6.2.1. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία που περιγράφεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.1., καθιστώντας το διάλυμα όξινο (pH=5) με προσθήκη θειικού οξέος 1 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.4) πριν από την αρραίωση μέχρι 50ml.

6.2.2. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία που περιγράφεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.2.

6.2.3. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία που περιγράφεται στην υπο-υποπαράγραφο 6.1.3.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

7.1. Ερμηνεία της δοκιμασίας ανίχνευσης:

Εάν η μωβ χροιά του δοκιμαστικού σωλήνα, που περιέχει το υπό ανάλυση ή εξέταση δείγμα, είναι πιο έντονη από εκείνη του διαλύματος αναφοράς, το πείραμα θεωρείται ότι έχει θετικά αποτελέσματα και το δείγμα περιέχει πλέον του 0,1% σαλικυλικού οξέος.

7.2. Ευαισθησία:

Το όριο ανίχνευσης που μπορεί να προσδιοριστεί με την παρούσα μέθοδο είναι 30 mg σαλικυλικού οξέος για 100g δείγματος.

7.3. Παρατήρηση:

Τα αποτελέσματα δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, πρέπει να είναι ταυτόσημα.

Μέρος 7

Μέθοδος προσδιορισμού του ελεύθερου οξικού οξέος
εντός του διοξικού νατρίου (E262)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει την ανίχνευση οξικού οξέος εντός του διοξικού νατρίου (E262).

2. Ορισμός:

Με τη μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε οξικό οξύ.

3. Αρχή:

Εξουδετέρωση του οξικού οξέος με καυστικό νάτριο παρουσία φαινολοφθαλεΐνης.

4. Αντιδραστήρια:

4.1 Διάλυμα 1%(m/v) φαινολοφθαλεΐνης με αιθανόλη.

4.2 . Καυστικό νάτριο 1 mol/l.

5. Συσκευές:

5.1. Αναλυτικός ζυγός.

6. Εκτέλεση του πειράματος:

Ζυγίζονται 3g περίπου του υπό ανάλυση ή εξέταση δείγματος, με προσέγγιση 1mg, και διαλύονται εντός 50 ml νερού. Προστίθενται δύο ως τρεις σταγόνες διαλύματος φαινολοφθαλείνης (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) και γίνεται ογκομέτρηση με καυστικό νάτριο 1 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.), μέχρι που η κόκκινη χροιά, η οποία οφείλεται στη μετατροπή της φαινολοφθαλείνης, να διατηρηθεί επί πέντε δευτερόλεπτα.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Η επί τοις εκατόν (m/m) περιεκτικότητα του δείγματος σε οξικό οξύ υπολογίζεται με βάση τον πιο κάτω τύπο:

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

όπου:

V = ο όγκος, σε ml, του διαλύματος καυστικού νατρίου που χρησιμοποιήθηκε για την ογκομέτρηση (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.),

c = η μοριακότητα του διαλύματος του καυστικού νατρίου, σε mol/l.

m₀ = αρχική μάζα, σε γραμμάρια, του δείγματος.

7.2. Επαναληπτικότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο παράλληλων προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 500 mg για 100 g δείγματος.

8. Παρατήρηση:

Απαιτούνται 20ml καυστικού νατρίου 1 mol/l για την ογκομέτρηση 3g δείγματος που περιέχει 40% οξικό οξύ.

Μέρος 8

Μέθοδος προσδιορισμού του οξικού νατρίου
εντός του διοξικού νατρίου (E262)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό του οξικού νατρίου και του νερού, εκφραζομένων ως οξικού νατρίου, εντός του διοξικού νατρίου (E262).

2. Ορισμός:

Ο όρος «περιεκτικότητα σε οξικό νάτριο» σημαίνει την περιεκτικότητα σε οξικό νάτριο και νερό, εκφραζόμενη σε οξικό νάτριο, όπως προσδιορίζεται από την πιο κάτω μέθοδο.

3. Αρχή:

Κατάλληλη αρραίωση του δείγματος με ψυχρό οξικό οξύ και ογκομέτρηση με διάλυμα αναφοράς υπερχλωρικού οξέος παρουσία δείκτη violet cristallise.

4. Αντιδραστήρια:

4.1. Παγόμορφο οξικό οξύ (ρ₂₀ C=1,049 g/ml για ογκομέτρηση σε μη υδατικό περιβάλλον).

4.2. Violet cristallise Cl n° 42555 υπό τη μορφή διαλύματος με 0,2% (m/v) εντός ψυχρού οξικού οξέος.

4.3. Φθαλικό κάλιο $C_8H_5KO_4$

4.4. Ανυδρίτης του οξικού οξέος $(CH_3CO)_2O$.

4.5. Υπερχλωρικό οξύ, 0,1 mol/l εντός παγόμορφου οξικού οξέος. Το διάλυμα ετοιμάζεται και τιτλοδοτείται ως ακολούθως:

Ζυγίζονται P g διαλύματος υπερχλωρικού οξέος εντός βαθμολογημένης σφαιρικής φιάλης των 1 000 ml εφοδιασμένης με εσφυρισμένο γυάλινο πώμα.

Τα P g υπολογίζονται με βάση τον τύπο:

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

όπου:

m = η συγκέντρωση του υπερχλωρικού οξέος επί τοις εκατόν (m/m), που προσδιορίζεται με ογκομέτρηση (70–72% mm), είναι η πιο κατάλληλη συγκέντρωση.

Προστίθενται 100 ml περίπου ψυχρού οξικού οξέος και στη συνέχεια Q g σε μικρές διαδοχικές ποσότητες ανυδρίτου του οξικού οξέος. Το μείγμα αναδεύεται και ψύχεται συνεχώς κατά τη διάρκεια των διεργασιών προσθήκης. Τα Q g δύνανται να υπολογιστούν με βάση τον τύπο:

$$Q = \frac{(567 \times P) - 5\,695}{a}$$

όπου:

P = η ζυγισμένη ποσότητα σε γραμμάρια του υπερχλωρικού οξέος,

a = η επί τοις εκατόν συγκέντρωση (m/m) του ανυδρίτου του οξικού οξέος.

Η σφαιρική φιάλη σφραγίζεται και αφήνεται για 24 ώρες μακριά από το φως. Προστίθεται κατόπιν αρκετό ψυχρό οξικό οξύ για να ληφθεί διάλυμα 1 000ml. Το διάλυμα που παρασκευάζεται με τον τρόπο αυτό είναι σχεδόν άνυδρο. Το διάλυμα ρυθμίζεται με φθαλικό κάλιο κατά τον ακόλουθο τρόπο:

Ζυγίζονται περίπου 0,2g φθαλικού καλίου, με προσέγγιση 0,1mg, που έχουν υποστεί κατάλληλη ξήρανση στους 110°C για δύο ώρες και διαλύονται μέσα σε 25ml ψυχρού οξικού οξέος μέσα σε κωνική φιάλη, θερμαίνοντας σιγά σιγά. Το διάλυμα ψύχεται. Προστίθενται δύο σταγόνες του διαλύματος που περιέχει 0,2 % (m/v) violet cristallise (βλέπε υποπαράγραφο 4.2) εντός ψυχρού οξικού οξέος και ογκομετρείται με διάλυμα υπερχλωρικού οξέος μέχρι που το χρώμα του δείκτη να μετατραπεί σε ανοιχτό πράσινο.

Διεξάγεται τυφλή ογκομέτρηση με τον ίδιο όγκο, και το αριθμητικό αποτέλεσμα του τυφλού προσδιορισμού αφαιρείται από εκείνο του αρχικού προσδιορισμού. 20,42mg φθαλικού καλίου αντιστοιχούν σε 1ml υπερχλωρικού οξέος 0,1 mol/l.

5. Συσκευές:

5.1. Αναλυτικός ξυγός:

6. Εκτέλεση του πειράματος:

Ζυγίζονται περίπου 0,2 g δείγματος με προσέγγιση 0,5 mg και διαλύονται εντός 50ml ψυχρού οξέος (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.). Προστίθενται μερικές σταγόνες του δείκτη violet cristallise (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) και το διάλυμα ογκομετρείται με διάλυμα υπερχλωρικού οξέος 0,1 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.5.) μέχρι που το χρώμα του δείκτη να αλλάξει προς ανοιχτό πράσινο.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Η επί τοις εκατόν (m/m) περιεκτικότητα του δείγματος σε οξικό νάτριο, όπως ορίζεται στην παράγραφο 2, υπολογίζεται με βάση τον πιο κάτω τύπο:

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

όπου:

V = ο όγκος του υπερχλωρικού οξέος (βλέπε υποπαράγραφο 4.5.) που χρησιμοποιήθηκε για την ογκομέτρηση,

c = η μοριακότητα του υπερχλωρικού οξέος (βλέπε υποπαράγραφο 4.5.),

m₀ = η αρχική μάζα του δείγματος σε γραμμάρια.

7.2. Επαναληπτικότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 1,5g για 100g δείγματος.

8. Παρατηρήσεις:

Τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται στην παρούσα μέθοδο είναι τοξικά και εκρηκτικά. Πρέπει λοιπόν να χρησιμοποιούνται με προσοχή.

Μέρος 9

Μέθοδος ανίχνευσης των αλδευδών εντός του σορβικού οξέος (E200), των μετά νατρίου, καλίου ή ασβεστίου σορβικών αλάτων (E201, E202, E203) και του προπιονικού οξέος (E280)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει την ανίχνευση των αλδευδών, εκφραζόμενων σε φορμαλδεΰδη εντός:

- Του σορβικού οξέος (E200),
- των μετά νατρίου, καλίου ή ασβεστίου σορβικών αλάτων (E201, E202, E203),
- του προπιονικού οξέος (E280).

2. Ορισμός:

Προσδιορισμός του ορίου ανιχνεύσεως. Η συγκέντρωση των αλδευδών, εκφραζόμενη σε φορμαλδεΰδη, λαμβάνεται με τη μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω.

3. Αρχή:

Αντίδραση των αλδευδών του υπό ανάλυση ή εξέταση διαλύματος με το αντιδραστήριο Schiff και σύγκριση της έντασης της κόκκινης χροιάς διαλύματος φορμαλδεΰδης, διάλυμα αναφοράς, που περιέχει το αντιδραστήριο Schiff.

4. Αντιδραστήρια:

4.1. Διάλυμα αναφοράς που περιέχει 0,01mg φορμαλδεΰδης ανά ml, που παρασκευάζεται με διάλυση πυκνού διαλύματος φορμαλδεΰδης (400 mg/ml).

4.2. Αντιδραστήριο Schiff.

5. Εκτέλεση του πειράματος:

5.1. Ζυγίζεται 1g δείγματος με προσέγγιση 1mg. Προστίθενται 100 ml νερού. Το διάλυμα αναταράσσεται. Εάν θεωρηθεί αναγκαίο, το διάλυμα διηθείται και προστίθεται σε 1ml του διηθήματος ή του διαλύματος 1 ml αντιδραστηρίου Schiff (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.). Ταυτόχρονα, σε 1ml του διαλύματος αναφοράς που περιέχει τη φορμαλδεΐδη (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) προστίθεται 1ml του αντιδραστηρίου Schiff (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.).

5.2. Η χροιά του διαλύματος που περιέχει το υπό ανάλυση ή εξέταση δείγμα συγκρίνεται με εκείνη του διαλύματος αναφοράς.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

6.1. Ερμηνεία της δοκιμασίας ανίχνευσης:

Εάν η κόκκινη χροιά του δοκιμαστικού σωλήνα που περιέχει το υπό ανάλυση ή εξέταση δείγμα είναι πιο έντονη από εκείνη του δοκιμαστικού σωλήνα που περιέχει το διάλυμα αναφοράς, η δοκιμασία είναι θετική και το δείγμα περιέχει πλέον του 0,1% αλδεΐδης εκφραζομένης σε φορμαλδεΐδη.

6.2. Ευαισθησία:

Το όριο ανιχνεύσεως, που μπορεί να προσδιοριστεί με τη μέθοδο αυτή, είναι 30mg φορμαλδεΐδης για 100g δείγματος.

6.3. Παρατήρηση:

Τα αποτελέσματα δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, πρέπει να είναι ταυτόσημα.

Μέρος 10

Μέθοδος προσδιορισμού του δείκτη υπεροξειδίων των λεκιθινών

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό του δείκτη υπεροξειδίων των λεκιθινών.

2. Ορισμός:

Με τη μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω προσδιορίζεται ο δείκτης υπεροξειδίων των λεκιθινών.

3. Αρχή:

Οξειδωση του ιωδιούχου καλίου από τα υπεροξειδία των λεκιθινών και ογκομέτρηση του ελευθερούμενου ιωδίου με θειοθειικό νάτριο.

4. Αντιδραστήρια:

4.1. Παγόμορφο οξικό οξύ.

4.2. Χλωροφόρμιο.

4.3. Ιωδιούχο κάλιο.

4.4. Θειοθειικό νάτριο 0,1 mol/l ή 0,01 mol/l.

4.5. Διάλυμα αμύλου (περίπου 1% m/v).

5. Συσκευές:

5.1. Αναλυτικός ζυγός.

5.2. Συσκευή (βλέπε Σχήμα παρόντος Μέρους) που αποτελείται από:

5.2.1. σφαιρική φιάλη (με σφαιρικό πυθμένα), χωρητικότητας 100 ml,

5.2.2. κάθετο ψυκτήρα,

5.2.3. γυάλινο σωλήνα μήκους 250mm και εσωτερικής διαμέτρου 22mm, με εσφυρισμένα άκρα,

Σχήμα.

5.2.4. μικρό ποτήρι ζέσεως, εξωτερικών διαστάσεων: 35–50mm ύψος και 20mm διάμετρος.

6. Εκτέλεση του πειράματος:

6.1. Μέσα σε σφαιρική φιάλη 100ml (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.1.) τοποθετούνται 10ml ψυχρού οξικού οξέος (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) και 10ml χλωροφορμίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.). Τοποθετούνται ο γυάλινος σωλήνας (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.3.) και ο κάθετος ψυκτήρας (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.2.).

Το μείγμα φέρεται βραδέως στο σημείο βρασμού, επί δύο λεπτά, για να απαλλαγεί από τον αέρα που βρίσκεται υπό διάλυση. 1g ιωδιούχου καλίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.) διαλύεται σε 1,3ml νερού και το διάλυμα αυτό προστίθεται στη σφαιρική φιάλη (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.1) φροντίζοντας να μη διακοπεί ο βρασμός. Εάν τη στιγμή αυτή εμφανιστεί μια κίτρινη χροιά μέσα στη σφαιρική φιάλη, το πείραμα θεωρείται ότι απέτυχε και πρέπει να επαναληφθεί με αντιδραστήρια που παρασκευάστηκαν πρόσφατα.

6.2. Στη συνέχεια, μετά από δύο λεπτά βρασμού, προστίθεται στη σφαιρική φιάλη (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.1.) 1g του υπό ανάλυση ή εξέταση δείγματος, ζυγισμένο με προσέγγιση 1mg, φροντίζοντας και πάλι να μη διακοπεί ο βρασμός. Για το σκοπό αυτό το δείγμα τίθεται σε μικρό ποτήρι ζέσεως (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.4.) που εισάγεται εντός της σφαιρικής φιάλης από το γυάλινο σωλήνα (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.3.) με τη βοήθεια σύρματος του οποίου το κάτω άκρο προσαρμόζεται στο εν λόγω ποτήρι ζέσεως (βλέπε Σχήμα του παρόντος Μέρους). Ο ψυκτήρας μπορεί να απομακρυνθεί όσο διαρκεί η ταχεία αυτή δοκιμασία. Ο βρασμός διατηρείται για τρία–τέσσερα ακόμα λεπτά.

Στη συνέχεια, παύει η θέρμανση, απομακρύνεται αμέσως ο ψυκτήρας (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.2.) και προστίθενται ταχέως 50 ml νερού από το γυάλινο σωλήνα (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.3.). Αφαιρείται ο γυάλινος σωλήνας (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.3.) και ψύχεται η σφαιρική φιάλη (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.1.) κάτω από το τρεχούμενο νερό μέχρι να φτάσει στη θερμοκρασία δωματίου. Ογκομετρείται με θειοθειικό νάτριο (0,1mol/l ή 0,01mol/l) (βλέπε υποπαράγραφο 4.4.) μέχρι να αποχρωματιστεί το υδατικό στρώμα. Ακριβώς πριν από το τέλος της ογκομέτρησης, προστίθεται 1ml διαλύματος αμύλου (βλέπε υποπαράγραφο 4.5.) και η ογκομέτρηση συνεχίζεται μέχρι να εξαφανιστεί η μπλέ χροιά. Κατά τη διάρκεια της ογκομέτρησης, η σφαιρική φιάλη (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 5.2.1.) αναταράσσεται καλά ώστε να εξέλθει πλήρως το ιώδιο από το μη υδατικό στρώμα.

6.3. Να εκτελεσθεί τυφλή ογκομέτρηση σύμφωνα με τις υποπαράγραφους 6.1 και 6.2.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Ο δείκτης υπεροξειδίων του δείγματος, σε χιλιοστοϊσοδύναμα ανά χιλιόγραμμα, υπολογίζεται με βάση τον πιο κάτω τύπο:

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

όπου:

V_1 = ο όγκος, σε ml, του διαλύματος του θειοθειικού άλατος που χρησιμοποιήθηκε για την ογκομέτρηση του δείγματος σύμφωνα με την υποπαράγραφο 6.2.,

V_2 = όγκος, σε ml, του διαλύματος του θειοθειικού άλατος που χρησιμοποιήθηκε για τον τυφλό προσδιορισμό σύμφωνα με την υποπαράγραφο 6.3,

a = η συγκέντρωση του διαλύματος του θειοθειικού νατρίου σε mol/l,

m_0 = η αρχική μάζα του δείγματος σε γραμμάρια.

7.2. Επαναληπτικότητα:

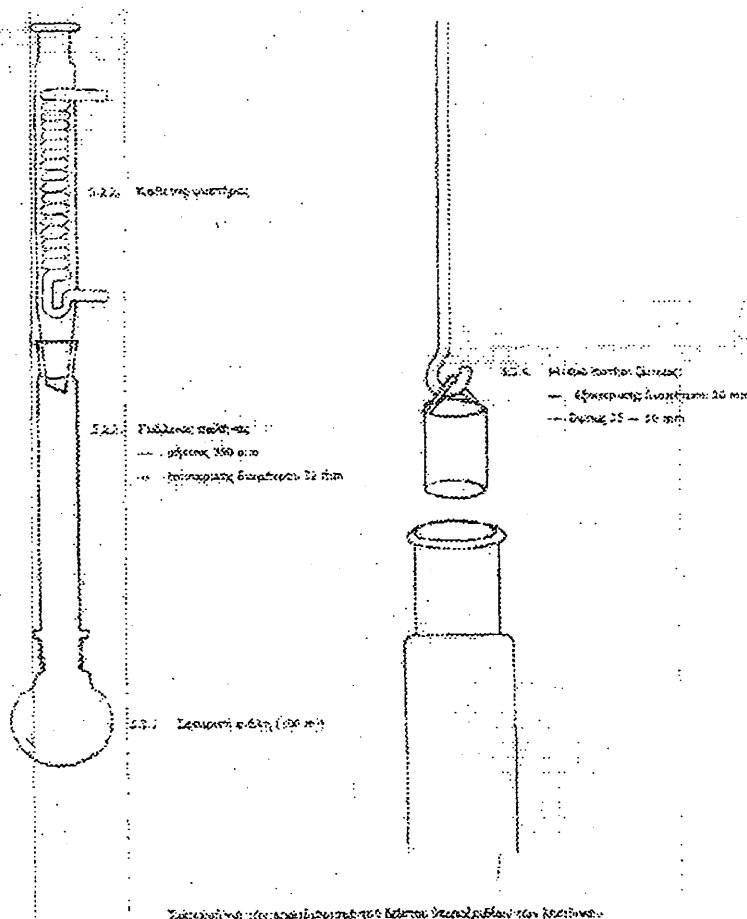
Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 0,5 χιλιοστοίσοδύναμα ανά χιλιόγραμμα του δείγματος.

8. Παρατηρήσεις:

8.1. Η εκλογή της συγκεντρώσεως του χρησιμοποιούμενου θειοθειικού νατρίου εξαρτάται από το αποσκοπούμενο αποτέλεσμα. Εάν χρησιμοποιηθούν λιγότερα από 0,5m/l διαλύματος θειοθειικού νατρίου 0,1 mol/l, ο προσδιορισμός επαναλαμβάνεται χρησιμοποιώντας διάλυμα θειοθειικού άλατος 0,01 mol/l.

8.2. Η ανάλυση εκτελείται μακριά από το έντονο φως.

Συσκευή για τον προσδιορισμό του δείκτη υπεροξειδίων των λεκιθινών:



Μέρος 11

Μέθοδος προσδιορισμού της περιεκτικότητας των λεκιθινών (E322)
σε αδιάλυτες στο τολουόλιο ουσίες

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό των ουσιών, που είναι αδιάλυτες στο τολουόλιο, εντός των λεκιθινών (E322).

2. Ορισμός:

Με τη μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω, προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε ουσίες αδιάλυτες στο τολουόλιο.

3. Αρχή:

Διήθηση των αδιάλυτων στο τολουόλιο προσμίξεων και ξήρανση του υπολείμματος.

4. Αντιδραστήρια:

4.1. Τολουόλιο.

5. Συσκευές:

5.1. Ηθμός από φρυγμένο γυαλί G3 των 30 ml ή ισοδύναμου μεγέθους πόρων.

5.2. Θερμοηλεκτρικός κλίβανος ρυθμισμένος στους $103\pm 2^{\circ}\text{C}$.

5.3. Υδρόλουτρο του οποίου η θερμοκρασία δεν υπερβαίνει τους 60°C .

5.4. Ξηραντήρας με Silica gel (SiO_2) σε άνυδρη κατάσταση ή με άλλο αντίστοιχο υγροσκοπικό μέσο και εφοδιασμένος με δείκτη υγρασίας.

5.5. Κωνική φιάλη των 500ml.

5.6. Αντλία κενού.

5.7. Αναλυτικός ξυγός.

6. Εκτέλεση του πειράματος:

6.1. Ο ηθμός από φρυγμένο γυαλί των 30ml (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.), υφίσταται ξήρανση μέσα στον κλίβανο ρυθμισμένο στους $103\pm 2^{\circ}\text{C}$ (βλέπε υποπαράγραφο 5.2.). Ο ηθμός αφήνεται να ψυχθεί σε ξηραντήρα (βλέπε υποπαράγραφο 5.4.) και ζυγίζεται.

6.2. Αναδεύεται το δείγμα της λεκιθίνης μετά από θέρμανση σε υδρόλουτρο (βλέπε υποπαράγραφο 5.3.) εφόσον αυτό έχει θεωρηθεί αναγκαίο. Εντός κωνικής φιάλης (βλέπε υποπαράγραφο 5.5.) ζυγίζονται, με προσέγγιση 1mg, περίπου 10g του δείγματος. Προστίθενται 100ml τολουολίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) και το μείγμα αναδεύεται μέχρι να διαλυθεί όλη η λεκιθίνη. Το διάλυμα διηθείται μέσω του ηθμού από φρυγμένο γυαλί (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.). Με 25ml τολουολίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) εκπλύνεται η κωνική φιάλη (βλέπε υποπαράγραφο 5.5.). Τα διαλύματα εκπλύσεως διηθούνται μέσω του ηθμού (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.). Η διαδικασία αυτή επαναλαμβάνεται με νέα ποσότητα 25ml τολουολίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.). Ο ηθμός αφαιρείται και το τολουόλιο απορροφάται από το κενό.

6.3. Ο ηθμός (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.) με το υπόλειμμα υφίσταται ξήρανση στους $103\pm 2^{\circ}\text{C}$ για δύο ώρες στον κλίβανο (βλέπε υποπαράγραφο 5.2.). Ο ηθμός αφήνεται να ψυχθεί στον ξηραντήρα (βλέπε υποπαράγραφο 5.4.) και στη συνέχεια ζυγίζεται.

6.4. Τα διαλαμβανόμενα στην υποπαράγραφο 6.3. επαναλαμβάνονται μέχρι που η διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικών ζυγίσεων να μην υπερβαίνει τα 0,5 mg. Όμως, για ορθό υπολογισμό, σε πιθανή περίπτωση αύξησης της μάζας, λαμβάνεται υπόψη ο μικρότερος αριθμός που θα καταγραφεί.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Η περιεκτικότητα σε αδιάλυτες στο τολουόλιο ουσίες υπολογίζεται με βάση τον πιο κάτω τύπο:

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

όπου:

m_1 = η μάζα του κενού ηθμού (βλέπε υποπαράγραφο 6.1.) εκφραζόμενη σε γραμμάρια,

m_2 = η μάζα του ηθμού μαζί με το υπόλειμμα (βλέπε υποπαράγραφο 6.4.) εκφραζόμενη σε γραμμάρια,

m_0 = η αρχική μάζα του δείγματος εκφραζόμενη σε γραμμάρια.

7.2. Επαναληπτικότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 30mg για 100g δείγματος.

Μέρος 12

Μέθοδος ανίχνευσης των αναγωγικών ουσιών, εντός των γαλακτικών αλατών νατρίου, καλίου και ασβεστίου (E325, E326, E327)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η μέθοδος επιτρέπει τον ποιοτικό προσδιορισμό των αναγωγικών ουσιών:

- Του γαλακτικού νατρίου (E325),
- του γαλακτικού καλίου (E326),
- του γαλακτικού ασβεστίου (E327).

2. Ορισμός:

Κατά το πείραμα προσδιορισμού του ορίου ανίχνευσης με αναγωγή του αντιδραστηρίου Fehling, το δείγμα αντιδρά με το αντιδραστήριο Fehling υπό τις συνθήκες που περιγράφονται πιο κάτω.

3. Αρχή:

Αναγωγή του αντιδραστηρίου Fehling από αναγωγικές ουσίες. Παρόμοιες ουσίες αποτελούνται γενικά από αναγωγικά σάκχαρα.

4. Αντιδραστήρια:

4.1. Αντιδραστήριο Fehling A (διαλύονται 6,93g ένυδρου θειικού χαλκού ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) εντός νερού και προστίθεται νερό μέχρι τα 100ml).

4.2. Αντιδραστήριο Fehling B (διαλύονται 34,6g μετά νατρίου και καλίου ένυδρο τρυγικό άλας) ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{H}_2\text{O}$) και 10g καυστικού νατρίου μέσα στο νερό και προστίθεται νερό μέχρι τα 100ml.

5. Εκτέλεση του πειράματος:

Διαλύεται 1g δείγματος, ζυγισμένου με προσέγγιση 1mg μέσα σε 10ml ζεστού νερού. Προστίθενται 2ml αντιδραστηρίου Fehling A (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) και 2ml αντιδραστηρίου Fehling B (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.). Παρατηρείται εάν επέρχεται αλλαγή της χροιάς μετά από ζέση του μείγματος επί ενός λεπτού. Η καθίζηση θειικού ασβεστίου, που συμβαίνει μερικές φορές, δεν επηρεάζει τη μέθοδο.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

6.1. Ερμηνεία της δοκιμασίας ανίχνευσης:

Εάν παρατηρηθεί αλλαγή του χρώματος μετά τη ζέση (βλέπε παράγραφο 5), η δοκιμασία είναι θετική και επομένως υπάρχουν αναγωγικές ουσίες.

6.2. Εναισθησία:

Το όριο ανίχνευσης των αναγωγικών ουσιών είναι 100mg γλυκόζης σε 100g δείγματος.

6.3. Παρατηρήσεις:

6.3.1. Τα αποτελέσματα δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, πρέπει να είναι ταυτόσημα.

6.3.2. Εάν το δείγμα περιέχει 2% γλυκόζη, τότε αντιδρά όλο το αντιδραστήριο Fehling.

Μέρος 13

Μέθοδος προσδιορισμού των πτητικών οξέων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (E338)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει την ανίχνευση των πτητικών οξέων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (E338), εκφραζομένων σε οξικό οξύ.

2. Ορισμός:

Με τη μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε πτητικά οξέα, εκφραζομένων σε οξικό οξύ.

3. Αρχή:

Διάλυση του δείγματος και απόσταξη του διαλύματος. Ογκομέτρηση του αποστάγματος με διάλυμα καυστικού νατρίου και υπολογισμός της οξύτητας εκφραζομένης σε οξικό οξύ.

4. Αντιδραστήρια:

4.1. Διάλυμα 1 % (m/v) φαινολοφθαλείνης σε αιθανόλη.

4.2. Καυστικό νάτριο 0,01 mol/l

5. Συσκευές:

5.1. Σφαιρική φιάλη απόσταξης με ατμοπαγίδα.

6. Εκτέλεση του πειράματος:

Ζυγίζονται 60g δείγματος με προσέγγιση 50mg και τοποθετούνται εντός σφαιρικής φιάλης απόσταξης με ατμοπαγίδα (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.) όπου προστίθενται 75ml νερού, το οποίο έχει πρόσφατα υποστεί ζέση και στη συνέχεια έχει ψυχθεί, αναδεύεται το διάλυμα και αποστέλονται 50ml από αυτό. Στο απόσταγμα προστίθενται μερικές σταγόνες διαλύματος φαινοφθαλείνης (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) και γίνεται ογκομέτρηση με διάλυμα καυστικού νατρίου 0,01 mol/l (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) μέχρι που η πρώτη κόκκινη χροιά διατηρηθεί επί 10 δευτερόλεπτα.

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

7.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Η περιεκτικότητα σε πτητικά οξέα, εκφραζόμενη σε mg/kg οξέος, υπολογίζεται με βάση τον πιο κάτω τύπο:

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

όπου:

V = ο όγκος σε ml του διαλύματος καυστικού νατρίου 0,01 mol/l που χρησιμοποιήθηκε για την εξουδετέρωση,

m_0 = η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος του ορθοφωσφορικού οξέος.

7.2. Επαναληπτικότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει το 1 mg για 100g δείγματος.

Μέρος 14

Μέθοδος ανίχνευσης των νιτρικών αλάτων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (E338)

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει την ανίχνευση των νιτρικών αλάτων εντός του ορθοφωσφορικού οξέος (E338).

2. Ορισμός:

Με τη μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω προσδιορίζεται το όριο ανίχνευσης των νιτρικών αλάτων εκφραζόμενων σε νιτρικά άλατα νατρίου.

3. Αρχή:

Σε όξινο περιβάλλον, που επιτυγχάνεται με πυκνό διάλυμα θειικού οξέος, προστίθεται στο δείγμα ινδικοκαρμίνιο. Αποχρωματισμός με οξείδωση, οφειλόμενη σε οξειδούμενες ουσίες και συγκεκριμένα στα νιτρικά άλατα.

4. Αντιδραστήρια:

4.1. Διάλυμα ινδικοκαρμινίου περιεκτικότητας 0,18% (m/v): διαλύονται 0,18g ινδικού-δι-θειικού νατρίου μέσα σε 100ml νερού.

4.2. Διάλυμα 0,05% (m/v) χλωριούχου νατρίου.

4.3. Πυκνό θειικό οξύ ($\rho_{20}=1,84\text{g/ml}$).

5. Εκτέλεση του πειράματος:

2ml του υπό ανάλυση ή εξέταση δείγματος διαλύονται μέσα σε διάλυμα χλωριούχου νατρίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.2.) μέχρι να πάρει όγκο 10ml. Προστίθενται 0,1ml διαλύματος ινδικοκαρμινίου (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) και 10ml πυκνού θειικού οξέος (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.) στάγδην και με σύγχρονη ψύξη. Να σημειωθεί εάν η μπλε χροιά του διαλύματος διατηρείται επί πέντε λεπτά.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

6.1 Ερμηνεία της δοκιμασίας ανίχνευσης:

Εάν η μπλε χροιά εξαφανιστεί εντελώς εντός πέντε λεπτών, το πείραμα είναι θετικό και η περιεκτικότητα σε οξειδούμενες ουσίες, εκφραζόμενες σε νιτρικά άλατα νατρίου, υπερβαίνει τα 5 mg/kg δείγματος.

6.2. Παρατηρήσεις:

6.2.1. Να πραγματοποιηθεί μια τυφλή δοκιμασία των αντιδραστηρίων.

6.2.2. Τα αποτελέσματα των δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, πρέπει να είναι ταυτόσημα.

6.2.3. Το διάλυμα του ινδικοκαρμινίου δεν πρέπει να έχει ετοιμαστεί περισσότερο από 60 ημέρες από την εκτέλεση της παρούσας μεθόδου.

6.2.4. Το θετικό αποτέλεσμα σημαίνει ότι το δείγμα μπορεί να περιέχει νιτρικά άλατα και άλλες οξειδούμενες ουσίες. Το πείραμα πρέπει να επαναληφθεί χρησιμοποιώντας αναγνωρισμένη μέθοδο περί φωσφορικού οξέος για βιομηχανική χρήση (περιλαμβανομένης και της βιομηχανίας τροφίμων) και περί ποσοτικής ανάλυσης του οξειδίου του αζώτου – φασματομετρική μέθοδος με ξυλενόλη 3,4.

Μέρος 15

Μέθοδος προσδιορισμού αδιάλυτων στο νερό ουσιών που εμφανίζονται εντός των ακόλουθων ορθοφωσφορικών αλάτων: δισόξινο φωσφορικό νάτριο, μονόξινο φωσφορικό νάτριο, φωσφορικό νάτριο, διόξινο φωσφορικό κάλιο, μονόξινο φωσφορικό κάλιο και φωσφορικό κάλιο (E339(i), E339(ii), E339(iii), E340(i), E340(ii), E340(iii))

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος επιτρέπει τον προσδιορισμό των αδιάλυτων στο νερό ουσιών που υπάρχουν στο:

- Δισόξινο φωσφορικό νάτριο (E339 (i)),
- μονόξινο φωσφορικό νάτριο (E 339(ii)),
- φωσφορικό νάτριο (E339 (iii)),
- δισόξινο φωσφορικό κάλιο (E340 (i)),
- μονόξινο φωσφορικό κάλιο (E340 (ii)),
- φωσφορικό κάλιο (E340 (iii)).

2. Ορισμός:

Με τη μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε αδιάλυτες στο νερό ουσίες.

3. Αρχή:

Διάλυση του δείγματος στο νερό και διήθηση των αδιάλυτων ουσιών. Ξήρανση του υπολείμματος που εκφράζεται σε ουσίες που είναι αδιάλυτες στο νερό.

4. Συσκευές:

- 4.1. Ηθμός εκ πορώδους πορσελάνης G 3 ή ισοδύναμου μεγέθους πόρων.
- 4.2. Ξηραντήρας με Silica gel (SiO_2), σε άνυδρη κατάσταση ή με άλλο αντίστοιχο υγροσκοπικό μέσο και εφοδιασμένος με δείκτη υγρασίας.
- 4.3. Ηλεκτρικός κλίβανος, ρυθμισμένος στους $103 \pm 2^\circ\text{C}$.
- 4.4. Ποτήρι των 400ml από πολυπροπυλένιο.
- 4.5. Ζέον υδρόλουτρο.

5. Εκτέλεση του πειράματος:

Διαλύονται 10g δείγματος φωσφορικού άλατος, ζυγισμένα με προσέγγιση 10mg, εντός 100ml ζεστού νερού σε ποτήρι από πολυπροπυλένιο (βλέπε υποπαράγραφο 4.4) και διατηρείται εντός του ζέοντος υδρόλουτρου (βλέπε υποπαράγραφο 4.5.) επί 15 λεπτά. Το διάλυμα διηθείται μέσω του ηθμού (βλέπε υποπαράγραφο 4.1.) που έχει προηγουμένως υποστεί έκπλυση, ξήρανση και ζύγιση. Το αδιάλυτο υπόλειμα υφίσταται έκλυση με ζεστό νερό και ξηραίνεται εντός του κλίβανου (βλέπε υποπαράγραφο 4.3.) στους $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Μετά από πλήρη ξήρανση, που διαρκεί δύο ώρες, αφήνεται να ψυχθεί εντός του ξηραντήρα και ζυγίζεται. Η ξήρανση θεωρείται πλήρης, όταν η διαφορά μεταξύ δύο διαδοχικών ζυγίσεων δεν υπερβαίνει τα 0,5mg. Όμως, για ορθό υπολογισμό, σε πιθανή περίπτωση αύξησης της μάζας, λαμβάνεται υπόψη ο μικρότερος αριθμός που θα καταγραφεί.

6. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

6.1. Τύπος και τρόπος υπολογισμού:

Η περιεκτικότητα του δείγματος σε ουσίες που είναι αδιάλυτες στο νερό υπολογίζεται με βάση τον πιο κάτω τύπο:

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

όπου:

m_i = η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος μετά την ξήρανση,

m_0 = η μάζα σε γραμμάρια του δείγματος.

6.3. Επαναληπτικότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό τις ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 10mg για 100g δείγματος.

Μέρος 16

Μέθοδος προσδιορισμού του pH των προσθέτων τροφίμων

1. Αντικείμενο και πεδίο εφαρμογής:

Η παρούσα μέθοδος αναφέρει γενικές οδηγίες για τον προσδιορισμό του pH των προσθέτων τροφίμων.

2. Ορισμός:

Με τη μέθοδο που περιγράφεται πιο κάτω προσδιορίζεται το pH των προσθέτων τροφίμων.

3. Αρχή:

Το pH υδατικού διαλύματος ή υδατικής αραίωσης προσδιορίζεται συμβατικά με ένα γυάλινο ηλεκτρόδιο, ένα ηλεκτρόδιο αναφοράς και ένα πεχάμετρο.

4. Αντιδραστήρια:

4.1. Ρυθμιστικό διάλυμα, με pH 6,88 στους 20°C, αποτελούμενο από ίσους όγκους δισódzinου φωσφορικού καλίου (KH_2PO_4) 0,055 mol/l και ένυδρου μονόξινου φωσφορικού νατρίου ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0,05 mol/l.

4.1.2. Ρυθμιστικό διάλυμα με pH 4 στους 20°C αποτελούμενο από φθαλικό κάλιο ($\text{C}_8\text{H}_5\text{K}_2\text{O}_4$) 0,05mol/l.

4.1.3. Ρυθμιστικό διάλυμα με pH 9,22 στους 20°C, αποτελούμενο από βορικό νάτριο ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) mol/l.

4.2. Διάλυμα χλωριούχου καλίου (KCl) 3mol/l ή κορεσμένο διάλυμα χλωριούχου καλίου για την πλήρωση των ηλεκτροδίων αναφοράς ή κάθε άλλο κατάλληλο διάλυμα που υποδεικνύει ο κατασκευαστής των ηλεκτροδίων.

4.3. Αποσταγμένο νερό, απαλλαγμένο διοξειδίου του άνθρακος, με pH 5 και 6.

5. Συσκευές:

5.1. Πechάμετρο με ακρίβεια 0,01 μονάδων pH.

5.2. Ηλεκτρόδιο, είτε σειρά γυάλινων ηλεκτροδίων συνδεδεμένων μεταξύ τους, είτε μοναδικό γυάλινο ηλεκτρόδιο και ηλεκτρόδιο αναφοράς με κατάλληλες λαβίδες.

5.3. Μαγνητικός αναδευτήρας εφοδιασμένος με διάταξη θέρμανσης.

5.4. Θερμόμετρο, βαθμολογημένο από 0 μέχρι 100°C.

6. Εκτέλεση του πειράματος:

6.1. Ρύθμιση του πεχαμέτρου:

Τα γυάλινα ηλεκτρόδια συναρμολογούνται σύμφωνα με τις υποδείξεις του κατασκευαστή. Η ρύθμιση των γυάλινων ηλεκτροδίων ελέγχεται τακτικά επί της κλίμακας του πεχαμέτρου μέσω ρυθμιστικών διαλυμάτων, των οποίων είναι γνωστό το ακριβές pH. Τα ηλεκτρόδια εκπλύνονται με νερό και σκουπίζονται προσεκτικά με μαλακό ύφασμα ή, ακόμα καλύτερα, εκπλύνονται με νερό και στη συνέχεια εκπλύνονται για δύο συνεχόμενες φορές με το προς μέτρηση διάλυμα ή το ρυθμιστικό διάλυμα, και τοποθετούνται εντός του προς μέτρηση διαλύματος ή του ρυθμιστικού διαλύματος.

Εάν το προς μέτρηση διάλυμα έχει όξινο pH, χρησιμοποιούνται για τον έλεγχο του pH τα ρυθμιστικά διαλύματα με pH 9,22 (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.2.) και με pH 6,88 (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.1.).

Εάν το διάλυμα που δίδεται για μέτρηση έχει βασικό pH, χρησιμοποιούνται για τον έλεγχο του pH τα ρυθμιστικά διαλύματα με pH 9,22 (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.3.) και με 6,88 (βλέπε υπο-υποπαράγραφο 4.1.1.).

6.2. Προσδιορισμός του προς μέτρηση διαλύματος:

Η συγκέντρωση του προς μέτρηση διαλύματος ή η παρασκευή του διαλύματος που θα ληφθεί υπόψη πρέπει να είναι σύμφωνες με τα σχετικά προς το πρόσθετο τροφίμων κριτήρια καθαρότητας, τα οποία τυχόν καθορίζονται σε εκάστοτε ισχύοντες Κανονισμούς δυνάμει του Νόμου.

Το διάλυμα που δίδεται για μέτρηση παρασκευάζεται με το αποσταγμένο νερό (βλέπε υποπαράγραφο 4.3) στους 20°C με συνεχή ανάδευση. Παύει η ανάδευση και τα γυάλινα ηλεκτρόδια (βλέπε υποπαράγραφο 5.2.) τοποθετούνται μέσα στο διάλυμα. Μετά από δύο λεπτά, το pH αναγιγνώσκεται στο πεχάμετρο (βλέπε υποπαράγραφο 5.1.).

7. Διατύπωση των αποτελεσμάτων:

7.1 Επαναληπτικότητα:

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών, που πραγματοποιούνται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά χρόνου, στο ίδιο δείγμα, υπό ίδιες συνθήκες και από το ίδιο πρόσωπο, δεν πρέπει να υπερβαίνει τις 0,05 μονάδες pH.

8. Παρατηρήσεις:

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται μόνο για τα κριτήρια του pH που καθορίζονται σε κριτήρια καθαρότητας, τα οποία τυχόν καθορίζονται σε εκάστοτε ισχύοντες Κανονισμούς δυνάμει του Νόμου, σχετικά με πρόσθετα τροφίμων τα οποία διαλύονται στο νερό ή αποτελούν υδατικά διαλύματα.