

31981L0712

10.9.1981

ÚŘEDNÍ VĚSTNÍK EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ

L 257/1

PRVNÍ SMĚRNICE KOMISE

ze dne 28. července 1981,

kterou se stanoví analytické metody Společenství, jimiž se ověřuje splnění kritérií pro čistotu u některých přídatných látek použitých v potravinách

(81/712/EHS)

KOMISE EVROPSKÝCH SPOLEČENSTVÍ,

k lidské spotřebě⁽¹⁾, naposledy pozměněnou směrnicí 78/143/EHS⁽²⁾, a zejména na čl. 5 odst. 2 uvedené směrnice,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského hospodářského společenství,

vzhledem k tomu, že výše uvedené předpisy stanoví, že budou stanoveny analytické metody Společenství, jimiž se bude ověřovat splnění obecných a specifických kritérií pro čistotu u výše uvedených přídatných látek;

s ohledem na směrnici Rady ze dne 23. října 1962 o sbližování právních předpisů členských států týkajících se barviv povolených pro použití v potravinách určených k lidské spotřebě⁽¹⁾, naposledy pozměněnou směrnicí 78/144/EHS⁽²⁾, a zejména na čl. 11 odst. 2 uvedené směrnice,

vzhledem k tomu, že by nyní měla být přijata první řada metod, jejichž studium bylo ukončeno;

s ohledem na směrnici Rady 64/54/EHS ze dne 5. listopadu 1963 o sbližování právních předpisů členských států týkajících se konzervantů povolených pro použití v potravinách určených k lidské spotřebě⁽³⁾, naposledy pozměněnou směrnicí 79/40/EHS⁽⁴⁾, a zejména na čl. 8 odst. 2 uvedené směrnice,

vzhledem k tomu, že opatření této směrnice jsou v souladu se stanoviskem Stálého výboru pro potraviny,

PŘIJALA TUTO SMĚRNICI:

Článek 1

s ohledem na směrnici Rady 70/357/EHS ze dne 13. července 1970 o sbližování právních předpisů členských států týkajících se antioxidantů povolených pro použití v potravinách určených

Členské státy stanoví, že analýzy, jimiž se ověřuje splnění obecných a specifických kritérií pro čistotu u některých přídatných látek použitých v potravinách, musejí být prováděny metodami, které jsou popsány v příloze II a jejichž oblast působnosti je stanovena v příloze I.

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

Článek 2

V Bruselu dne 28. července 1981.

Členské státy uvedou v účinnost právní a správní předpisy nezbytné pro dosažení souladu s touto směrnicí nejpozději do 20. února 1983. Neprodleně o nich uvědomí Komisi.

Článek 3

Tato směrnice je určena členskými státy.

Za Komisi
Karl-Heinz NARJES
člen Komise

PŘÍLOHA I

**PŘEDMĚT ANALYTICKÝCH METOD SPOLEČENSTVÍ, JIMIŽ SE OVĚŘUJE SPLNĚNÍ KRITÉRIÍ PRO ČISTOTU
U URČITÝCH PŘÍDATNÝCH LÁTEK POUŽITÝCH V POTRAVINÁCH**

I. ÚVOD

.....

II. BARVIVA

- II.1. Stanovení látek extrahovatelných diethyletherem ze sulfonovaných organických barviv rozpustných ve vodě, jež jsou používána v potravinách, podle přílohy II metody 1.

III. KONZERVANTY

- III.1. Stanovení kyseliny mravenčí, mravenčanů a dalších oxidovatelných nečistot v kyselině octové (E 260), octanu draselném (E 261), dioctanu sodném (E 262) a octanu vápenatém (E 263) podle přílohy II metody 2.
- III.2. Stanovení netěkavých látek v kyselině propionové (E 280) podle přílohy II metody 3.
- III.3. Stanovení úbytku hmotnosti sušením u dusitanu sodného (E 250) podle přílohy II metody 4.
- III.4. Důkaz nadlimitního množství pro kyselinu salicylovou v ethylphydroxybenzoátu (E 214), ethylphydroxybenzoátu sodném (E 215), npropylphydroxybenzoátu (E 216), npropylphydroxybenzoátu sodném (E 217), methylphydroxybenzoátu (E 218) a methylphydroxybenzoátu sodném (E 219) podle přílohy II metody 5.
- III.5. Stanovení volné kyseliny octové v dioctanu sodném (E 262) podle přílohy II metody 6.
- III.6. Stanovení octanu sodného v dioctanu sodném (E 262) podle přílohy II metody 7.
- III.7. Důkaz nadlimitního množství aldehydů v kyselině sorbové (E 200), v sorbanu sodném, draselném a vápenatém (E 201, E 202, E 203) a v kyselině propionové (E 280) podle přílohy II metody 8.

IV. ANTIOXIDANTY

- IV.1. Stanovení počtu peroxidových skupin lecitinů (E 322) podle přílohy II metody 9.
- IV.2. Stanovení látek nerozpustných v toluenu obsažených v lecitinu (E 322) podle přílohy II metody 10.
- IV.3. Důkaz nadlimitního množství redukujících látek v mléčnanu sodném, draselném a vápenatém (E 325, E 326, E 327) podle přílohy II metody 11.
- IV.4. Stanovení těkavých kyselin v kyselině orthofosforečné (E 338) podle přílohy II metody 12.

- IV.5. Důkaz nadlimitního množství dusičnanů v kyselině orthofosforečné (E 338) podle přílohy II metody 13.
- IV.6. Stanovení látek nerozpustných ve vodě v orthofosforečnanu sodném, disodném a trisodném a orthofosforečnanu draselném, didraselném a tridraselném (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii), E 340(iii)) podle přílohy II metody 14.

V. OBECNĚ

- V.1. Stanovení pH v potravinářských přídatných látkách podle přílohy II metody 15.
-

PŘÍLOHA II

ANALYTICKÉ METODY TÝKAJÍCÍ SE KRITÉRIÍ PRO ČISTOTU POTRAVINÁŘSKÝCH PŘÍDATNÝCH LÁTEK

ÚVOD

1. Příprava analyzovaného vzorku1.1. *Obecně*

Množství laboratorního vzorku určeného k analýze musí být obvykle 50 g, pokud není pro specifické stanovení požadováno větší množství.

1.2. *Příprava vzorku*

Vzorek musí být před analýzou zhomogenizován.

1.3. *Uchování*

Připravený vzorek musí být vždy uchován ve vzduchotěsné a vlhkotěsné nádobě a musí být skladován tak, aby se zabránilo jeho poškození.

2. Reakční činidla2.1. *Voda*

2.1.1. Pokud je zmíněna voda pro roztoky, ředění nebo promývání, míní se destilovaná voda nebo demineralizovaná voda alespoň rovnocenné čistoty.

2.1.2. Pokud jsou zmíněny „roztok“ nebo „ředění“, aniž je uveden další údaj o reakčním činidle, míní se vodný roztok.

2.2. *Chemikálie*

Pokud není stanoveno jinak, musejí být všechny chemikálie analytické čistoty.

3. Zařízení3.1. *Seznam zařízení*

Seznam zařízení obsahuje pouze položky pro zvláštní použití a položky se zvláštní specifikací.

3.2. *Analytické váhy*

Analytickými váhami se rozumějí váhy s citlivostí 0,1 mg nebo vyšší.

4. Vyjádření výsledků4.1. *Výsledky*

Výsledky uvedené v úřední zprávě o analýze musejí být průměrnou hodnotou nejméně dvou stanovení, jejichž opakovatelnost je uspokojivá.

- 4.2. *Výpočet procent*
Pokud není stanoveno jinak, musí být výsledky vyjádřeny v procentech hmotnosti původního vzorku tak, jak byl přijat do laboratoře.
- 4.3. *Počet platných číslic*
Počet platných číslic takto vyjádřeného výsledku se musí řídit přesností metody.

METODA 1

STANOVENÍ LÁTEK EXTRAHOVATELNÝCH DIETHYLETHEREM ZE SULFONOVANÝCH ORGANICKÝCH BARVIV ROZPUSTNÝCH VE VODĚ A URČENÝCH PRO POTRAVINY

1. **Předmět a oblast použití**
Touto metodou se stanovují látky, které lze extrahovat diethyletherem ze sulfonovaných organických barviv, která nebyla smíchána s žádným nosičem.
2. **Definice**
Sloučeniny extrahovatelné diethyletherem: obsah látek, jak je stanoven předepsanou metodou.
3. **Podstata metody**
Extrakce barviva diethyletherem a vážení extrahovaného zbytku po odpaření etheru.
4. **Reakční činidla**
 - 4.1. Diethylether, bez vody, bez peroxidu (vysušený pomocí čerstvě kalcinovaného chloridu vápenatého).
5. **Přístroje a pomůcky**
 - 5.1. Soxhletův přístroj s baňkou.
 - 5.2. Exsikátor obsahující čerstvě aktivovaný silikagel nebo rovnocenný vysoušeč s indikátorem vlhkosti.
 - 5.3. Analytické váhy.
 - 5.4. Sušárna, regulovaná termostatem na 85 ± 2 °C.
6. **Postup**

Na kousek filtračního papíru se s přesností na 10 mg naváží asi 10 g vzorku barviva. Papír se složí, umístí se do papírové extrakční patry, která se uzavře nemastnou vatou. Extrahuje se diethyletherem (4.1.) šest hodin v Soxhletově extrakčním přístroji (5.1.). Ether se odpaří při co nejnižší teplotě. Předem zvážená Soxhletova baňka se spolu se zbytkem umístí do sušárny (5.4.) a suší se 20 minut při teplotě 85 ± 2 °C. Baňka se přemístí do exsikátoru (5.2.), volně se přikryje víčkem a nechá se vychladnout. Baňka a zbytek se zváží.

Sušení a vážení se opakuje, dokud se dvě po sobě jdoucí vážení neliší o méně než 0,5 mg. Pokud dojde ke zvýšení hmotnosti, použije se při výpočtu nejnižší zaznamenaný odečet.

7. Vyjádření výsledků

7.1. Vzorec a metoda výpočtu

Obsah látek extrahovatelných etherem vyjádřený v procentech vzorku je dán vzorcem:

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

kde:

m_1 = množství zbytku po odpaření (g)

m_0 = počáteční množství odebraného vzorku (g).

7.2. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nesmí být větší než 20 mg na 100 g vzorku.

METODA 2

STANOVENÍ KYSELINY MRAVENČÍ, MRAVENČANŮ A DALŠÍCH OXIDOVATELNÝCH NEČISTOT V KYSELINĚ OCTOVÉ (E 260), OCTANU DRASELNÉM (E 261), DIOCTANU SODNÉM (E 262) A OCTANU VÁPENATÉM (E 263)

1. Předmět a oblast použití

Touto metodou se stanoví kyselina mravenčí, mravenčany a další oxidovatelné nečistoty, vyjádřené jako kyselina mravenčí:

- v kyselině octové (E 260),
- v octanu draselném (E 261),
- v dioctanu sodném (E 262),
- v octanu vápenatém (E 263).

2. Definice

Obsah kyseliny mravenčí, mravenčanů a dalších oxidovatelných nečistot: obsah kyseliny mravenčí, mravenčanů a dalších oxidovatelných nečistot, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Působením přebytku manganistanu draselného na roztok vzorku v alkalickém prostředí se vytvoří oxid manganičitý. Oxid manganičitý a přebytek manganistanu draselného jsou stanoveny jodometricky v kyselém prostředí a koncentrace oxidovatelných nečistot se vypočte a vyjádří jako kyselina mravenčí.

4. Reakční činidla

- 4.1. Jodid draselný.
- 4.2. Manganistan draselný: 0,02 mol/l.
- 4.3. Uhličitan sodný (bezvodý).
- 4.4. Thiosíran sodný: 0,1 mol/l.
- 4.5. Roztok škrobu (asi 1 % m/V).
- 4.6. Zředěná kyselina sírová: do vody se přidá 90 ml kyseliny sírové ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml) a zředí se 1:1.

5. Přístroje a pomůcky

- 5.1. Vroucí vodní lázeň.
- 5.2. Analytické váhy.

6. Postup

Pokud je vzorkem volná kyselina, naváží se s přesností na 10 mg asi 10 g vzorku, zředí se 70 ml vody a přidá se roztok obsahující 10 g bezvodého uhličitanu sodného (4.3.) ve 30 ml vody. Pokud je vzorkem sůl, naváží se s přesností na 10 mg asi 10 g vzorku a rozpustí se ve 100 ml vody. Přidá se 1 g bezvodého uhličitanu sodného (4.3.) a protřepe se, aby se rozpustil. Přidá se 20 ml manganistanu draselného (4.2.) o koncentraci 0,02 mol/l a 15 minut se zahřívá na vroucí vodní lázni. Směs se ochladí. Přidá se 50 ml zředěné kyseliny sírové (4.6.) a 0,5 g jodidu draselného (4.1.). Směs se míchá krouživým pohybem, dokud se veškerý vysrážený oxid manganičitý znovu nerozpustí. Titruje se thiosíranem sodným (4.4.) o koncentraci 0,1 mol/l do světle žlutého zbarvení roztoku. Přidá se několik kapek škrobového roztoku (4.5.) a v titraci se pokračuje, dokud roztok není bezbarvý.

7. Vyjádření výsledků**7.1. Vzorec a metoda výpočtu**

Procentuální obsah kyseliny mravenčí, mravenčanů a dalších oxidovatelných nečistot vyjádřený jako kyselina mravenčí je dán vzorcem:

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

kde:

a = molarita manganistanu draselného,

b = molarita thiosíranu sodného,

m_0 = počáteční hmotnost odebraného vzorku (g),

V = objem thiosíranu sodného o koncentraci 0,1 mol/l spotřebovaného při titraci (ml).

7.2. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nesmí být větší než 5 mg na 100 g vzorku.

8. Poznámky

- 8.1. Objem 11,3 ml thiosíranu sodného o koncentraci 0,1 mol/l odpovídá 0,2 % kyseliny mravenčí v 10 g vzorku.
- 8.2. Pokud nejsou přítomny žádné mravenčany, je spotřeba 20 ml, ale pokud je přítomno více než 0,27 % (m/m) kyseliny mravenčí, není přebytek manganistanu draselného dostatečný a při titraci se spotřebuje stálý minimální objem 8 ml. V tomto případě se stanovení zopakuje s menším množstvím vzorku.

METODA 3**STANOVENÍ NETĚKAVÝCH LÁTEK V KYSELINĚ PROPIONOVÉ (E 280)****1. Předmět a oblast použití**

Touto metodou se stanoví netěkavé látky v kyselině propionové (E 280).

2. Definice

Obsah netěkavých látek v kyselině propionové: obsah netěkavých látek, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Vzorek se odpaří a poté suší při teplotě 103 ± 2 °C a zbytek se stanoví gravimetricky.

4. Přístroje a pomůcky

- 4.1. Odpařovací miska porcelánová nebo platinová o dostatečném objemu, aby pojala 100 g vzorku.
- 4.2. Sušárna, elektricky vyhřívaná, regulovaná termostatem na 103 ± 2 °C.
- 4.3. Analytické váhy.
- 4.4. Vroucí vodní lázeň.
- 4.5. Exsikátor obsahující čerstvě aktivovaný silikagel nebo odpovídající vysoušedlo s indikátorem vlhkosti.

5. Postup

Do předem vysušené a zvážené misky (4.1.) se s přesností na 0,1 g naváží 100 g vzorku kyseliny propionové. Odpařuje se nad vroucí vodní lázní (4.4.) v digestoři. Po odpaření veškeré kyseliny propionové se umístí na jednu hodinu do sušárny (4.2.) při teplotě 103 ± 2 °C. Umístí se do exsikátoru a nechá se vychladnout a poté se zváží. Zahřívání, vychladnutí a vážení se opakuje, dokud není rozdíl mezi dvěma po sobě jdoucími váženími menší než 0,5 mg. Pokud dojde ke zvýšení hmotnosti, použije se při výpočtu nejnižší zaznamenaný odečet.

6. Vyjádření výsledků**6.1. Vzorec a metoda výpočtu**

Obsah netěkavých látek vypočítaný jako procento vzorku je dán vzorcem:

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

kde:

m_1 = hmotnost zbytku po odpaření (g),

m_0 = hmotnost odebraného vzorku (g).

6.2. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nesmí být větší než 5 mg na 100 g vzorku.

METODA 4**STANOVENÍ ÚBYTKU HMOTNOSTI SUŠENÍM U DUSITANU SODNÉHO (E 250)****1. Předmět a oblast použití**

Touto metodou se stanoví úbytek hmotnosti sušením u dusitanu sodného (E 250).

2. Definice

Obsah vlhkosti v dusitanu sodném; úbytek hmotnosti sušením, jak je stanoveno předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Úbytku hmotnosti sušením se dosáhne zahříváním v sušárně při teplotě 103 ± 2 °C, vážením a výpočtem úbytku hmotnosti.

4. Přístroje a pomůcky

- 4.1. Sušárna, elektricky vyhřívána, regulovaná termostatem na 103 ± 2 °C.
- 4.2. Miska na vážení, s plochým dnem, skleněná, o průměru 60 až 80 mm a hloubce alespoň 25 mm, s volným víčkem.
- 4.3. Exsikátor obsahující čerstvě aktivovaný silikagel nebo odpovídající vysoušedlo s indikátorem obsahu vlhkosti.
- 4.4. Analytické váhy.

5. Postup

Z misky na vážení (4.2.) se sejme víčko a miska i víčko se hodinu zahřívají v sušárně (4.1.) při 103 ± 2 °C. Miska (4.2.) se přikryje víčkem, umístí se do exsikátoru (4.3.) a nechá se vychladnout na teplotu místnosti. Přikrytá miska (4.2.) se zváží s přesností na 10 mg. Do misky s víčkem se s přesností na 10 mg naváží asi

10 g vzorku. Víčko se sejme a miska (4.2.) i víčko se umístí na jednu hodinu do sušárny (4.1.) při teplotě 103 ± 2 °C. Miska se znovu přikryje víčkem a nechá se v exsikátoru (4.3.) vychladnout na teplotu místnosti. Zváží se s přesností na 10 mg. Zahřívání, vychladnutí a vážení se opakuje, dokud rozdíl mezi dvěma po sobě jdoucími váženími není menší než 10 mg. Pokud dojde ke zvýšení hmotnosti, použije se při výpočtu nejnižší zaznamenaný odečet.

6. Vyjádření výsledků

6.1. Vzorec a metoda výpočtu

Úbytek hmotnosti sušením počítaný jako procento hmotnosti vzorku je dán vzorcem:

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

kde:

m_1 = hmotnost misky (g),

m_2 = hmotnost misky a vzorku před sušením (g),

m_3 = hmotnost misky a vzorku po vysušení (g).

6.2. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nesmí být větší než 100 mg na 100 g vzorku.

METODA 5

DŮKAZ NADLIMITNÍHO MNOŽSTVÍ KYSELINY SALICYLOVÉ V ETHYLpHYDROXYBENZOÁTU (E 214), ETHYLpHYDROXYBENZOÁTU SODNÉM (E 215), nPROPYLpHYDROXYBENZOÁTU (E 216), nPROPYLpHYDROXYBENZOÁTU SODNÉM (E 217), METHYLpHYDROXYBENZOÁTU (E 218) A METHYLpHYDROXYBENZOÁTU SODNÉM (E 219)

1. Předmět a oblast použití

Touto metodou se zjistí přítomnost kyseliny salicylové v ethylphhydroxybenzoátu (E 214), npropylphhydroxybenzoátu (E 216) a methylphhydroxybenzoátu (E 218) a jejich sodných solích (E 215, E 217, E 219).

2. Definice

Zjištění přítomnosti kyseliny salicylové v limitní koncentraci: výsledek důkazu nadlimitního množství, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Reakcí síranu amonnoželezitého s roztokem vzorku vznikne fialové zbarvení. Jeho intenzita se porovnává s intenzitou zbarvení vzniklou reakcí srovnávacího roztoku.

4. Reakční činidla

- 4.1. Roztok síranu amonnoželezitého, 0,2 % (m/V). Připraví se rozpuštěním 0,2 g dodekahydrátu síranu amonnoželezitého v 50 ml vody, přidáním 10 ml 10 % (V/V) kyseliny dusičné a zředěním vodou na 100 ml.
- 4.2. Ethanol, 95 % (V/V).
- 4.3. Roztok kyseliny salicylové, 0,1 g/l.
- 4.4. Kyselina sírová, 1 mol/l.

5. Přístroje a pomůcky

- 5.1. Nesslerovy válce s dělením na 50 ml. Celkový objem přibližně 60 ml.

6. Postup

6.1. Vzorky ethylpropyl a methylhydroxybenzoátu

- 6.1.1. S přesností na 1 mg se naváží 0,1 g vzorku a rozpustí se v 10 ml 95 % (m/V) ethanolu (4.2.). Roztok se převede to odměrného Nesslerova válce (5.1.) a zředí se vodou na 50 ml. Zamíchá se a při míchání se přidá 1 g síranu amonnoželezitého (4.1.). Nechá se minutu stát.
- 6.1.2. Současně se zopakováním postupu 6.1.1. připraví srovnávací roztok, ale 0,1 g vzorku se nahradí 1 ml roztoku kyseliny salicylové (4.3.).
- 6.1.3. Zabarvení roztoku vzorku se porovná se zabarvením srovnávacího roztoku.

6.2. Vzorky sodných solí ethylpropyl a methylhydroxybenzoátu

- 6.2.1. Zopakuje se postup 6.1.1., před zředěním na 50 ml se provede okyselení kyselinou sírovou (4.4.) o koncentraci 1 mol/l na pH 5.
- 6.2.2. Zopakuje se postup 6.1.2.
- 6.2.3. Zopakuje se postup 6.1.3.

7. Vyjádření výsledků

7.1. Vyhodnocení důkazu nadlimitního množství

Pokud je načervenalé fialová barva ve zkumavce s roztokem vzorku intenzivnější než barva ve zkumavce se srovnávacím vzorkem, je zkouška pozitivní a vzorek obsahuje více než 0,1 % kyseliny salicylové.

7.2. Citlivost

Mezi detekce je 30 mg kyseliny salicylové na 100 g vzorku.

7.3. Poznámky

Výsledky dvou důkazů nadlimitního množství prováděných současně nebo rychle za sebou se stejným vzorkem a stejným analytikem za stejných podmínek musí být stejné.

METODA 6**STANOVENÍ VOLNÉ KYSELINY OCTOVÉ V DIOCTANU SODNÉM (E 262)****1. Předmět a oblast použití**

Touto metodou se stanoví kyselina octová v dioctanu sodném (E 262).

2. Definice

Obsah kyseliny octové: obsah kyseliny octové, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Přímá titrace kyseliny octové ve vzorku odměrným roztokem hydroxidu sodného za použití fenolftaleinu jako indikátoru.

4. Reakční činidla

4.1. 1 % (m/V) roztok fenolftaleinu v ethanolu.

4.2. Hydroxid sodný, 1 mol/l.

5. Přístroje a pomůcky

5.1. Analytické váhy.

6. Postup

S přesností na 1 mg se naváží asi 3 g vzorku a rozpustí se v asi 50 ml vody. Přidají se dvě nebo tři kapky indikátorového roztoku fenolftaleinu (4.1.) a titruje se hydroxidem sodným (4.2.) o koncentraci 1 mol/l, dokud červené zbarvení nepřetrvá 5 sekund.

7. Vyjádření výsledků**7.1. Vzorec a metoda výpočtu**

Obsah kyseliny octové v procentech hmotnosti vzorku je dán vzorcem:

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

kde:

V = spotřebovaný objem hydroxidu sodného (4.2.) (ml),

c = koncentrace roztoku hydroxidu sodného (mol/l),

m_0 = počáteční hmotnost odebraného vzorku (g).

7.2. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nesmí být větší než 500 mg na 100 g vzorku.

8. Poznámka

K titraci 3 g vzorku obsahujícího čtyřicet procent kyseliny octové je potřeba 20 ml hydroxidu sodného o koncentraci 1 mol/l.

METODA 7**STANOVENÍ OCTANU SODNÉHO V DIOCTANU SODNÉM (E 262)****1. Předmět a oblast použití**

Touto metodou se stanoví octan sodný a voda, vyjádřené jako octan sodný, v dioctanu sodném (E 262).

2. Definice

Obsah octanu sodného: obsah octanu sodného a vody vyjádřených jako octan sodný, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Vzorek se rozpustí v ledové kyselině octové a titruje se odměrným roztokem kyseliny chloristé při použití krystalové violeti jako indikátoru.

4. Reakční činidla

4.1. Ledová kyselina octová $\rho_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 1,049$ g/ml (pro bezvodé titrace).

4.2. Krystalová violet C.I. 42555, 0,2 % (m/V) indikátorový roztok v ledové kyselině octové.

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

4.4. Anhydrid kyseliny octové $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$.

4.5. Kyselina chloristá o koncentraci 0,1 mol/l, v ledové kyselině octové. Musí být připravena a standardizována následujícím způsobem:

Do 1000 ml odměrné baňky se skleněnou zabroušenou zátkou se naváží P (g) roztoku kyseliny chloristé. Množství P se vypočte ze vzorce:

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

kde m je koncentrace kyseliny chloristé v procentech (m/m) stanovená alkalimetrickou titrací (nejvhodnější je koncentrace 70 až 72 % m/m). Přidá se asi 100 ml ledové kyseliny octové a poté postupně v malých dávkách množství Q (g) anhydridu kyseliny octové. Během přidávání se směs neustále míchá a chladí. Množství Q může být vypočteno ze vzorce:

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

kde P je navážené množství kyseliny chloristé a a je koncentrace v procentech (m/m) anhydridu kyseliny octové. Baňka se zazátkuje a nechá se 24 hodin stát na temném místě, poté se přidá dostatečné množství ledové kyseliny octové, aby se získalo 1000 ml roztoku. Roztok připravený touto cestou je prakticky bezvodý. Roztok se standardizuje hydrogenftalanem draselným tímto způsobem:

S přesností na 0,1 mg se naváží asi 0,2 g hydrogenftalanu draselného předem vysušeného 2 hodiny při 110 °C a v titrační baňce se za mírného zahřívání rozpustí ve 25 ml ledové kyseliny octové. Ochladí se, přidají se dvě kapky 0,2 % (m/m) roztoku krystalové violeti (4.2.) v ledové kyselině octové a titruje se roztokem kyseliny chloristé, dokud se barva indikátoru nezmění na světle zelenou. Za použití stejného objemu rozpouštědel se provede slepá titrace a hodnota slepého pokusu se odečte od hodnoty zjištěné při skutečném stanovení. Každých 20,42 mg hydrogenftalanu draselného odpovídá 1 ml kyseliny chloristé o koncentraci 0,1 mol/l.

5. Přístroje a pomůcky

- 5.1. Analytické váhy.

6. Postup

S přesností na 0,5 mg se naváží asi 0,2 g vzorku a rozpustí se v 50 ml ledové kyseliny octové (4.1.). Přidá se několik kapek indikátorového roztoku krystalové violeti (4.2.) a titruje se do světle zeleného zabarvení odměrným roztokem kyseliny chloristé (4.5.) o koncentraci 0,1 mol/l.

7. Vyjádření výsledků

- 7.1. Vzorec a metoda výpočtu

Obsah octanu sodného ve smyslu bodu 2 vyjádřený v procentech hmotnosti vzorku, je dán vzorcem podle tohoto vzorce:

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

kde:

V = objem spotřebovaného odměrného roztoku kyseliny chloristé (4.5.) (ml),

c = molarita roztoku kyseliny chloristé (4.5.),

m₀ = počáteční hmotnost odebraného vzorku (g).

- 7.2. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení, prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nesmí být větší než 1,5 g na 100 g vzorku.

8. Poznámky

Reakční činidla používaná v této metodě jsou toxická a výbušná a vyžadují opatrné zacházení.

METODA 8

DŮKAZ NADLIMITNÍHO MNOŽSTVÍ ALDEHYDŮ V KYSELINĚ SORBOVÉ (E 200) V SORBANU SODNÉM, DRASELNÉM A VÁPENATÉM (E 201, E 202, E 203) A V KYSELINĚ PROPIONOVÉ (E 280)

1. Předmět a oblast použití

Touto metodou se zjistí přítomnost aldehydů vyjádřených jako formaldehyd:

- v kyselině sorbové (E 200),
- v sorbanu sodném, draselném a vápenatém (E 201, E 202, E 203),
- v kyselině propionové (E 280).

2. Definice

Zjištění přítomnosti aldehydů v limitní koncentraci: výsledek důkazu nadlimitního množství, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Aldehydy ve zkušebním roztoku a formaldehyd ve srovnávacím roztoku reagují se Schiffovým činidlem za vzniku červeně zbarvených komplexů, jejichž intenzity se porovnají.

4. Reakční činidla

4.1. Odměrný roztok formaldehydu (0,01 mg/ml): připraví se zředěním koncentrovaného roztoku formaldehydu (400 mg/ml).

4.2. Schiffovo činidlo.

5. Postup

5.1. S přesností na 1 mg se naváží asi 1 g vzorku, přidá se 100 ml vody a protřepe se. V případě potřeby se roztok zfiltruje a k 1 ml filtrátu nebo vzorku se přidá 1 ml Schiffova činidla (4.2.). Současně se k 1 ml srovnávacího roztoku formaldehydu přidá 1 ml Schiffova činidla (4.2.).

5.2. Zbarvení roztoku vzorku se porovná se zbarvením srovnávacího roztoku.

6. Vyjádření výsledků

6.1. *Vyhodnocení důkazu nadlimitního množství*

Pokud je červené zbarvení ve zkumavce s roztokem vzorku intenzivnější než zbarvení ve zkumavce se srovnávacím roztokem, je zkouška pozitivní a vzorek obsahuje více než 0,1 % aldehydů vyjádřených jako formaldehyd.

6.2. *Citlivost*

Mezi detekce této zkoušky je 30 mg formaldehydu na 100 g vzorku.

6.3. *Poznámky*

Výsledky dvou důkazů nadlimitního množství, které jsou prováděny současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek musí být stejné.

METODA 9**STANOVENÍ PEROXIDOVÉHO ČÍSLA LECITINU (E 322)****1. Předmět a oblast použití**

Touto metodou se stanoví peroxidové číslo lecitinů (E 322).

2. Definice

Peroxidové číslo lecitinů: výsledek stanovený předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Oxidace jodidu draselného peroxidy lecitinu a titrace uvolněného jodu odměrným roztokem thiosíranu sodného.

4. Reakční činidla

- 4.1. Ledová kyselina octová.
- 4.2. Chloroform.
- 4.3. Jodid draselný.
- 4.4. Thiosíran sodný, 0,1 mol/l nebo 0,01 mol/l.
- 4.5. Roztok škrobu (asi 1 % (m/V)).

5. Přístroje a pomůcky

- 5.1. Analytické váhy.
- 5.2. Aparatura, viz obrázků, která se skládá ze:
 - 5.2.1. 100ml baňky s kulatým dnem;
 - 5.2.2. zpětného chladiče;
 - 5.2.3. skleněné trubičky, 250 mm dlouhé s vnitřním průměrem 22 mm, se skleněnými zabroušenými zátkami;
 - 5.2.4. mikrokádinky (vnější rozměry: průměr 20 mm a výška 35 až 50 mm).

6. Postupy

- 6.1. Do 100ml baňky (5.2.1) se nalije 10 ml ledové kyseliny octové (4.1) a 10 ml chloroformu (4.2). Nasadí se skleněná trubička (5.2.3) a zpětný chladič (5.2.2) a směs se mírně vaří 2 minuty, aby se vypudil veškerý rozpuštěný vzduch. 1 g jodidu draselného (4.3.) se rozpustí v 1,3 ml vody a tento roztok se přidá ke směsi v baňce (5.2.1.), přitom se dbá na to, aby nedošlo k přerušení varu.

Pokud se v této fázi objeví žluté zbarvení, musí být stanovení zrušeno a musí být zopakováno s čerstvými reakčními činidly.

- 6.2. S přesností na 1 mg se naváží asi 1 g vzorku a po dalších dvou minutách varu se navážený vzorek přidá k obsahu baňky (5.2.1.), opět se musí dbát na to, aby nedošlo k přerušení varu. Za tímto účelem by měl být vzorek uložen v mikrokádince (5.2.4.) s vhodně tvarovaným dnem, jak je zobrazeno na schématu, která může být spuštěna skleněnou trubicí pomocí skleněné tyčinky (5.2.3.). Chladič (5.2.2.) může být na krátký čas odstraněn. Ve vaření se pokračuje další tři až čtyři minuty. Zahřívání se skončí a ihned se odpojí chladič (5.2.2.). Skleněnou trubičkou (5.2.3.) se rychle přidá 50 ml vody. Skleněná trubička (5.2.3.) se odstraní a baňka (5.2.1.) se pod vodovodem ochladí na teplotu místnosti. Titruje se thiosíranem sodným (0,1 mol/l nebo 0,01 mol/l) (4.4.), dokud vodní vrstva nezmění barvu na světle žlutou. Přidá se 1 ml roztoku škrobu (4.5.) a v titraci se pokračuje, dokud nezmizí modré zbarvení. Baňka (5.2.1.) se během titrace důkladně protřepává, aby se zajistila úplná extrakce jodu z nevodné vrstvy.

- 6.3. Hodnota slepé titrace se získá zopakováním celého postupu 6.1. a 6.2., ale bez přidání vzorku.

7. Vyjádření výsledků

7.1. Vzorec a metoda výpočtu

Peroxidové číslo vzorku v miliekvivalentech na kilogram je dáno vzorcem:

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

kde:

V_1 = objem roztoku thiosíranu spotřebovaného při titraci vzorku (6.2.) (ml),

V_2 = objem roztoku thiosíranu spotřebovaného při titraci slepého vzorku (6.3.) (ml),

a = koncentrace thiosíranu sodného (mol/l),

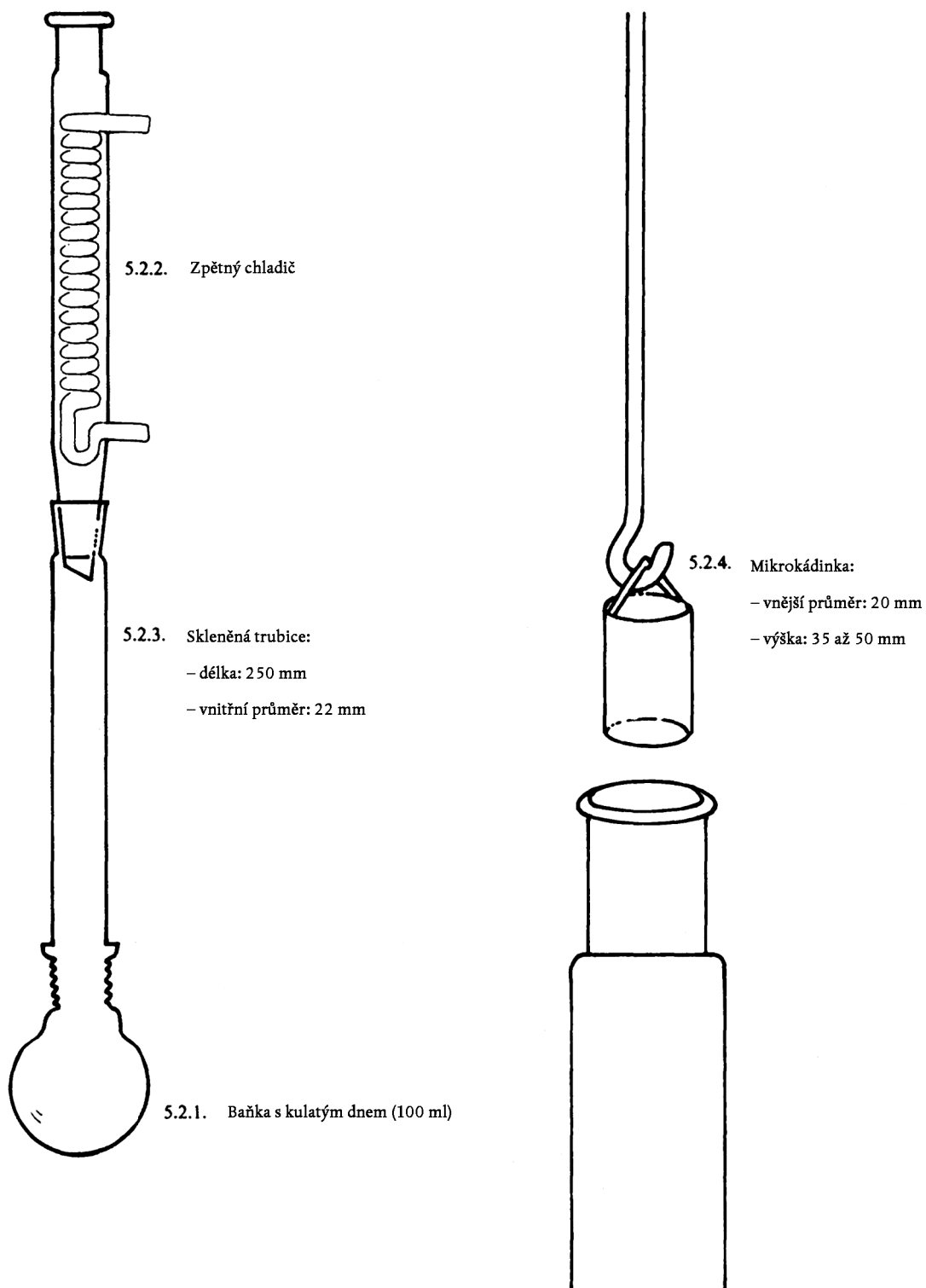
m_0 = počáteční hmotnost odebraného vzorku (g).

7.2. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nemá být větší než 0,5 (vyjádřeno jako peroxidové číslo v miliekvivalentech na kilogram vzorku).

8. Poznámky

- 8.1. Volba koncentrace použitého thiosíranu sodného závisí na očekávaném výsledku titrace. Pokud se spotřebuje méně než 0,5 ml roztoku thiosíranu sodného o koncentraci 0,1 mol/l, opakuje se stanovení s použitím roztoku thiosíranu sodného o koncentraci 0,01 mol/l.
- 8.2. Stanovení by nemělo být prováděno na silném světle.



Aparatura pro stanovení peroxidového čísla lecitinů

METODA 10**STANOVENÍ LÁTEK NEROZPUSTNÝCH V TOLUENU OBSAŽENÝCH V LECITINECH (E 322)****1. Předmět a oblast použití**

Touto metodou se stanoví látky nerozpustné v toluenu obsažené v lecitinech (E 322).

2. Definice

Obsah látek nerozpustných v toluenu: obsah látek nerozpustných v toluenu, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Vzorek se rozpustí v toluenu, zfiltruje se a zbytek se vysuší a zváží.

4. Reakční činidla

4.1. Toluén

5. Přístroje a pomůcky

5.1. Kelímek s fritou, objem 30 ml, porosita G3 nebo rovnocenný.

5.2. Sušárna, elektricky vyhřívaná a regulovaná termostatem na 103 ± 2 °C.

5.3. Vodní lázeň, pracující při teplotě nepřevyšující 60 °C.

5.4. Exsikátor obsahující čerstvě aktivovaný silikagel nebo rovnocenné vysoušedlo s indikátorem obsahu vlhkosti.

5.5. 500ml kónická baňka.

5.6. Vývěva.

5.7. Analytické váhy.

6. Postup

6.1. Kelímek o obsahu 30 ml s fritou (5.1.) se vysuší v sušárně při 103 ± 2 °C (5.2.). Kelímek se přenese do exsikátoru (5.4.), nechá se vychladnout a poté se zváží.

6.2. Vzorek lecitinů se po případném zahřátí na vodní lázni (5.3.) důkladně promíchá. Do kónické baňky (5.5.) se s přesností na 1 mg opatrně naváží asi 10 g vzorku. Přidá se 100 ml toluenu (4.1.) a směs se krouživým pohybem promíchává, dokud se veškerý lecitin zjevně nerozpustí. Roztok se zfiltruje přes kelímek s fritou (5.1.). Kónická baňka (5.5.) se vypláchne 25 ml toluenu (4.1.) a výplachy se prolíjí kelímkem (5.1.). Tento postup se zopakuje s dalšími 25 ml toluenu (4.1.). Přebytek toluenu se z kelímku (5.1.) odstraní odsátím.

- 6.3. Kelímek (5.1.) se vysuší v sušárně (5.2.) dvě hodiny při 103 ± 2 °C. Umístí se do exsikátoru (5.4.) a nechá se vychladnout. Po vychlazení se kelímek se zbytkem zváží.
- 6.4. Postup 6.3. se opakuje, dokud není rozdíl mezi dvěma po sobě jdoucími váženými menší než 0,5 mg. Pokud dojde ke zvýšení hmotnosti, použije se při výpočtu nejnižší zaznamenaný odečet.

7. Vyjádření výsledků

7.1. Vzorec a metoda výpočtu

Obsah látek nerozpustných v toluenu je dán vzorcem:

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

kde:

m_1 = hmotnost prázdného kelímku (6.1.) (g),

m_2 = hmotnost kelímku a zbytku (6.4.) (g),

m_0 = počáteční hmotnost odebraného vzorku (g).

7.2. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nesmí být větší než 30 mg na 100 g vzorku.

METODA 11

DŮKAZ NADLIMITNÍHO MNOŽSTVÍ REDUKUJÍCÍCH LÁTEK V MLÉČNANU SODNÉM, DRASELNÉM A VÁPENATÉM (E 325, E 326, E 327)

1. Předmět a oblast použití

Zkouška slouží ke kvantitativnímu důkazu redukcujících látek:

- v mléčnanu sodném (E 325),
- v mléčnanu draselném (E 326),
- v mléčnanu vápenatém (E 327).

2. Definice

Důkaz redukcujících látek: výsledek důkazu nadlimitního množství, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Fehlingův roztok je redukován látkami vykazujícími redukční schopnost. Takovými látkami jsou obvykle redukcující cukry.

4. Reakční činidla

- 4.1. Fehlingův roztok A: 6,93 g pentahydrátu síranu měďnatého se rozpustí ve vodě a objem se doplní do 100 ml vodou.
- 4.2. Fehlingův roztok B: 34,6 g vinanu draselnosodného a 10 g hydroxidu sodného se rozpustí ve vodě a objem se doplní do 100 ml vodou.

5. Postupy

S přesností na 1 mg se naváží asi 1 g vzorku a rozpustí se v 10 ml teplé vody. Přidají se 2 ml Fehlingova roztoku A (4.1.) a 2 ml Fehlingova roztoku B (4.2.) a poté se směs minutu povaří a sleduje se, zdali dojde ke změně barvy. Vysrážení síranu vápenatého, ke kterému někdy dojde, stanovení neovlivní.

6. Vyjádření výsledků**6.1. Vyhodnocení důkazu nadlimitního množství**

Pokud po povaření (5) dojde ke změně barvy, je zkouška pozitivní a přítomnost redukčních látek je prokázána.

6.2. Citlivost

Mezi detekce reagujících redukčních látek je 100 mg glukosy na 100 g vzorku.

6.3. Poznámky

6.3.1. Výsledky dvou důkazů nadlimitního množství prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek musí být stejné.

6.3.2. Oba Fehlingovy roztoky reagují v případě, že jsou ve vzorku přítomna 2 % glukosy.

METODA 12**STANOVENÍ TĚKAVÝCH KYSELIN V KYSELINĚ ORTHOFOSFOREČNÉ (E 338)****1. Předmět a oblast použití**

Touto metodou se stanoví těkavé kyseliny, vyjádřené jako kyselina octová, v kyselině orthofosforečné (E 338).

2. Definice

Obsah těkavých kyselin: obsah těkavých kyselin, vyjádřených jako kyselina octová, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Do vzorku se přidá voda a roztok se destiluje. Destilát se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného a kyselost je vypočtena a vyjádří se jako kyselina octová.

4. Reakční činidla

4.1. 1 % (m/V) roztok fenolftaleinu v ethanolu.

4.2. Hydroxid sodný, 0,01 mol/l.

5. Přístroje a pomůcky

5.1. Destilační aparatura s odlučovačem kapek.

6. Postup

S přesností na 50 mg se naváží asi 60 g vzorku a navážený vzorek a 75 ml čerstvě převařené a ochlazené vody se vpraví do destilační baňky opatřené odlučovačem kapek (5.1.). Promíchá se a poté se předestiluje asi 50 ml.

Destilát se titruje odměrným roztokem hydroxidu sodného (4.2.) o koncentraci 0,01 mol/l, za použití fenolftaleinu (4.1.) jako indikátoru. Titrace pokračuje, dokud první červené zabarvení roztoku nepřetrvá 10 sekund.

7. Vyjádření výsledků**7.1. Vzorec a metoda výpočtu**

Obsah těkavých kyselin, vyjádřených v miligramech na kilogram kyseliny octové, je dán vzorcem:

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

kde:

V = objem hydroxidu sodného o koncentraci 0,01 mol/l spotřebovaného při neutralizaci (ml),

m_0 = hmotnost vzorku kyseliny orthofosforečné (g).

7.2. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nesmí být větší než 1 mg na 100 g vzorku.

METODA 13**DŮKAZ NADLIMITNÍHO MNOŽSTVÍ DUSIČNANŮ V KYSELINĚ ORTHOFOSFOREČNÉ (E 338)****1. Předmět a oblast použití**

Touto metodou se zjistí přítomnost dusičnanů v kyselině orthofosforečné (E 338).

2. Definice

Zjištění přítomnosti dusičnanů, vyjádřených jako dusičnan sodný: výsledek důkazu nadlimitního množství, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Vzorek se přidá do roztoku indigokarmínu v prostředí koncentrované kyseliny sírové. Přítomné modré zabarvení zmizí působením oxidujících látek včetně dusičnanů.

4. Reakční činidla

4.1. Roztok indigokarmínu, 0,18 % (m/V): 0,18 g disulfonanu indigotinu sodného se rozpustí ve vodě a doplní se do 100 ml vodou.

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

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

5. Postup

Odměří se 2 ml vzorku a zředí se roztokem chloridu sodného (4.2.) na 10 ml. Přidá se 0,1 ml roztoku indigokarmínu (4.1.) a poté se pomalu přidává 10 ml koncentrované kyseliny sírové (4.3.), během přidávání se chladí. Pozoruje se, zda modré zbarvení roztoku přetrvá pět minut.

6. Vyjádření výsledků**6.1. Vyhodnocení důkazu nadlimitního množství**

Pokud modré zbarvení během pěti minut zmizí, je zkouška pozitivní a obsah oxidujících látek, vyjádřených jako dusičnan sodný, je vyšší než 5 mg/kg.

6.2. Poznámky

6.2.1. Proveďte se slepý pokus.

6.2.2. Výsledky dvou důkazů nadlimitního množství prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek musí být stejné.

6.2.3. Roztok indigokarmínu by se neměl používat, pokud je připraven déle než 60 dní.

6.2.4. Pokud se získá pozitivní výsledek, může vzorek obsahovat dusičnany a další oxidující látky a zkouška musí být zopakována podle metody ISO 3709 (1976) „Kyselina fosforečná pro průmyslové použití (včetně potravin) – stanovení obsahu oxidů dusíku spektrofotometrickou metodou s 3,4xylenolem“.

METODA 14

STANOVENÍ LÁTEK NEROZPUSTNÝCH VE VODĚ PŘÍTOMNÝCH V ORTHOFOSFOREČNANU SODNÉM, DISODNÉM A TRISODNÉM A ORTHOFOSFOREČNANU DRASELNÉM, DIDRASELNÉM A TRIDRASELNÉM (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii), E 340(iii))

1. Předmět a oblast použití

Touto metodou se stanoví látky nerozpustné ve vodě:

- v orthofosforečnanu sodném (E 339(i)),
- v orthofosforečnanu disodném (E 339(ii)),
- v orthofosforečnanu trisodném (E 339(iii)),
- v orthofosforečnanu draselném (E 340(i)),
- v orthofosforečnanu didraselném (E 340(ii)),
- v orthofosforečnanu tridraselném (E 340(iii)).

2. Definice

Látky nerozpustné ve vodě: obsah látek nerozpustných ve vodě, jak je stanoven předepsanou metodou.

3. Podstata metody

Vzorek se rozpustí ve vodě a zfiltruje přes vhodný porcelánový kelímek. Po promytí a vysušení se zbytek zváží a vypočte se jako obsah látek nerozpustných ve vodě.

4. Přístroje a pomůcky

- 4.1. Kelímek s fritou, porozita G3 nebo rovnocenná.
- 4.2. Exsikátor obsahující čerstvě aktivovaný silikagel s indikátorem vlhkosti nebo odpovídající vysoušedlo s indikátorem vlhkosti.
- 4.3. Sušárna regulovaná termostatem na 103 ± 2 °C.
- 4.4. 400ml propylenová kádinka.
- 4.5. Vroucí vodní lázeň.

5. Postup

S přesností na 10 mg se naváží asi 10 g vzorku fosforečnanu a v polypropylenové kádince (4.4.) se rozpustí ve 100 ml horké vody uvedením do varu a 15minutovým zahříváním na horké vodní lázni (4.5.). Roztok se zfiltruje přes předem vycištěný, vysušený a zvážený kelímek (4.1.). Nerozpuštěný zbytek se promyje horkou vodou. Kelímek se zbytkem se umístí do sušárny (4.3.) a dvě hodiny se suší při 103 ± 2 °C.

Kelímek se umístí do exsikátoru, nechá se vychladnout a poté se zváží.

Sušení, vychladnutí a vážení se opakuje, dokud není rozdíl dvou po sobě jdoucích vážení menší než 0,5 mg. Dojde-li ke zvýšení hmotnosti, pak se použije při výpočtu nejnižší zaznamenaný odečet.

6. Vyjádření výsledků**6.1. Vzorec a metoda výpočtu**

Obsah látek nerozpustných ve vodě je dán vzorcem:

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

kde:

m_1 = hmotnost zbytku po vysušení (g),

m_0 = hmotnost odebraného vzorku (g).

6.2. Opakovatelnost

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nemají být větší než 10 mg na 100 g vzorku.

METODA 15**STANOVENÍ pH POTRAVINÁŘSKÝCH PŘÍDATNÝCH LÁTEK****1. Předmět a oblast použití**

V této metodě jsou podány obecné pokyny pro stanovení pH potravinářských přídatných látek.

2. Definice

pH potravinářských přídatných látek: hodnota pH, jak je stanovena podle předepsané metody.

3. Podstata metody

Hodnota pH vodného roztoku rozpuštěného nebo suspendovaného vzorku se stanoví obvyklým způsobem pomocí skleněné elektrody, referenční elektrody a pH metru.

4. Reakční činidla

4.1. Přístroj se kalibruje pomocí následujících tlumivých roztoků:

4.1.1. Tlumivý roztok, který má při 20 °C pH 6,88, sestává ze stejných objemů dihydrogenfosforečnanu draselného (KH_2PO_4) o koncentraci 0,05 mol/l a dihydrátu hydrogenfosforečnanu sodného ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) o koncentraci 0,05 mol/l.

4.1.2. Tlumivý roztok, který má při 20 °C pH 4, sestává z hydrogenftalanu draselného ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$) o koncentraci 0,05 mol/l.

4.1.3. Tlumivý roztok, který má při 20 °C pH 9,22, sestává z roztoku boritanu sodného ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) o koncentraci 0,05 mol/l.

4.2. Nasycený roztok nebo roztok chloridu draselného o koncentraci 3 mol/l nebo jiný vhodný roztok předepsaný výrobcem elektrody k naplnění referenční elektrody.

4.3. Destilovaná voda bez oxidu uhličitého, která má pH mezi 5 a 6.

5. Přístroje a pomůcky

5.1. pH metr s přesností do 0,01 jednotek pH.

5.2. Elektrody; buď kombinovaná skleněná elektroda, nebo jednoduchá skleněná elektroda a referenční elektrody s vhodnými svorkami pro jejich přichycení.

5.3. Magnetické míchadlo s topným článkem.

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

6. Postup

6.1. *Kalibrace pH metru*

Skleněné elektrody se musejí upevnit podle pokynů výrobce. Odečítání pH pomocí elektrod se musí pravidelně kontrolovat porovnáním s tlumivými roztoky o známém pH.

Před vložením do roztoku vzorku/kalibračního roztoku by se měly elektrody opláchnout vodou a poté jemně otířit měkkým hadříkem nebo opláchnout vodou a poté dvakrát roztokem vzorku/kalibračního roztoku.

Pokud má vzorek pH v kyselé oblasti, měly by se ke kontrole odečítání pH použít tlumivé roztoky o pH 4 (4.1.2.) a pH 6,88 (4.1.1.). Pokud má analyzovaný vzorek pH v alkalické oblasti, měly by se pro kontrolu odečítání pH použít tlumivé roztoky o pH 9,22 (4.1.3.) a pH 6,88 (4.1.1.).

6.2. *Měření roztoku vzorku*

Koncentrace používaného vzorku nebo použitý postup přípravy vzorku je předepsán v odpovídající směrnici Společenství pro potravinářské přídatné látky.

Roztok vzorku se připraví podle pokynů za použití destilované vody (4.3.) a poté se za míchání upraví teplota na 20 °C. Míchání se přeruší, do roztoku se vloží skleněné elektrody a po dvou minutách se zaznamená pH odečtené z pH metru (5.1.).

7. **Vyjádření výsledků**

7.1. *Opakovatelnost*

Rozdíl mezi výsledky dvou stanovení prováděných současně nebo rychle po sobě ve stejném vzorku a stejným analytikem za stejných podmínek nesmí být větší než 0,05 jednotek pH.

8. **Poznámka**

Tato metoda je použitelná pouze v případě, kdy jsou směrnicemi Společenství týkajícími se potravinářských přídatných látek stanoveny požadavky na pH potravinářských přídatných látek rozpuštěných nebo suspendovaných ve vodě.
