

381L0712

10. 9. 81

Diario Oficial de las Comunidades Europeas

Nº L 257/1

PRIMERA DIRECTIVA DE LA COMISIÓN

de 28 de julio de 1981

sobre fijación de los métodos de análisis comunitarios para el control de los criterios de pureza de determinados aditivos alimentarios

(81/712/CEE)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

modificada en último lugar por la Directiva 78/143/CEE (6), y en particular el apartado 2 de su artículo 5,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Considerando que dichas disposiciones prevén que los criterios de pureza generales y específicos de los aditivos de los que se trata sean controlados según métodos de análisis comunitarios;

Vista la Directiva del Consejo, de 23 de octubre de 1962, relativa a la aproximación de las regulaciones de los Estados miembros referentes a las materias colorantes que pueden ser empleadas en los productos destinados a la alimentación humana (1), modificada en último lugar por la Directiva 78/144/CEE (2), en particular, el apartado 2 de su artículo 11,

Considerando que conviene adoptar una primera serie de métodos para los cuales hayan podido ser llevados a término estudios;

Vista la Directiva 64/54/CEE del Consejo, de 5 de noviembre de 1963, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros referentes a los agentes conservantes que pueden ser empleados en los productos destinados a la alimentación humana (3), modificada en último lugar por la Directiva 79/40/CEE (4) y, en particular, el apartado 2 de su artículo 8,

Considerando que los métodos de análisis de la presente Directiva están de acuerdo con el dictamen del Comité permanente de productos alimenticios,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Vista la Directiva 70/357/CEE del Consejo, de 13 de julio de 1980, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros referentes a las substancias que tienen efecto antioxidante y que pueden ser empleadas en los productos destinados a la alimentación humana (5),

Artículo 1

Los Estados miembros prescribirán que los análisis necesarios para el control de los criterios de pureza generales o específicos de determinados aditivos alimentarios sean efec-

(1) DO nº 115 de 11. 11. 1962, p. 2645/62.

(2) DO nº L 44 de 15. 2. 1978, p. 20.

(3) DO nº 12 de 27. 1. 1964, p. 161/64.

(4) DO nº L 13 de 19. 1. 1979, p. 50.

(5) DO nº L 157 de 18. 7. 1970, p. 31.

(6) DO nº L 44 de 15. 2. 1978, p. 18.

tuados según los métodos descritos en el Anexo II, cuyo ámbito de aplicación se define en el Anexo I.

Artículo 3

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 28 de julio de 1981.

Artículo 2

Los Estados miembros aplicarán las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para cumplir la presente Directiva a más tardar el 20 de febrero de 1983, e informarán inmediatamente de ello a la Comisión.

Por la Comisión

Karl-Heinz NARJES

Miembro de la Comisión

ANEXO I

ÁMBITO DE APLICACIÓN DE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS COMUNITARIOS PARA EL CONTROL, DE LOS CRITERIOS DE PUREZA DE DETERMINADOS ADITIVOS ALIMENTARIOS

I. INTRODUCCIÓN

II. MATERIAS COLORANTES

- II.1. Determinación de las sustancias extraíbles con éter etílico de las materias colorantes organosulfonadas solubles en el agua destinadas a la alimentación humana: Anexo II, método 1.

III. AGENTES CONSERVANTES

- III.1. Determinación del ácido fórmico, de los formatos y de otras impurezas oxidables en el ácido acético (E 260), en el acetato de potasio (E 261), en el diacetato de sodio (E 262) y en el acetato de calcio (E 263): Anexo II, método 3.
- III.2. Determinación de las sustancias no volátiles en el ácido propiónico (E 280): Anexo II, método 3.
- III.3. Determinación de la pérdida de masa en la desecación del nitrito de sodio (E 250): Anexo II, método 4.
- III.4. Prueba límite de determinación del ácido salicílico en el éster etílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 214), en el derivado sódico del éster etílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 215), en el p-hidroxibenzoato de propilo (E 216), en el derivado sódico del éster propílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 217), en el p-hidroxibenzoato de metilo (E 218) y en el derivado sódico del éster metílico del ácido p-hidroxibenzoico (E 219): Anexo II, método 5.
- III.5. Determinación del ácido acético libre en el diacetato de sodio (E 262): Anexo II, método 6.
- III.6. Determinación del acetato de sodio en el diacetato de sodio (E 262): Anexo II, método 7.
- III.7. Test límite de determinación de los aldehídos en el ácido sórbico (E 200), en los sorbatos de sodio, de potasio y de calcio (E 201, E 202, E 203) y en el ácido propiónico (E 280): Anexo II, método 8.

IV. AGENTES CON EFECTO ANTIOXIDANTE

- IV.1. Determinación del número de grupos peróxidos de las lecitinas (E 322): Anexo II, método 9.
- IV.2. Determinación en las lecitinas (E 322) de sustancias insolubles en el tolueno: Anexo II, método 10.
- IV.3. Test límite de determinación de las sustancias reductoras en los lactatos de sodio, de potasio y de calcio (E 325, E 326, E 327): Anexo II, método 11.
- IV.4. Determinación de los ácidos volátiles en el ácido ortofosfórico (E 338): Anexo II, método 12.

- IV.5. Test límite de determinación de los nitratos en el ácido ortofosfórico (E 338): Anexo II, método 13.
- IV.6. Determinación de sustancias insolubles en el agua presentes en los ortofosfatos monosódico, disódico y trisódico y en los ortofosfatos monosódico, dipotásico y tripotásico (E 339 i, E 339 ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii): Anexo II, método 14.

V. GENERALIDADES

- V.1. Determinación del pH en los aditivos alimentarios: Anexo II, método 15.
-

ANEXO II

MÉTODOS DE ANÁLISIS RELATIVOS A LOS CRITERIOS DE PUREZA DE LOS ADITIVOS ALIMENTARIOS

INTRODUCCIÓN

1. Preparación de la muestra**1.1. Generalidades**

La masa de la muestra de laboratorio destinada al análisis deberá ser normalmente de 50 g, a menos que sea necesaria una cantidad más importante para una determinación específica.

1.2. Preparación de la muestra

La muestra deberá ser homogeneizada antes del análisis.

1.3. Conservación

La muestra así preparada deberá ser conservada siempre en un recipiente hermético de manera que se impida cualquier alteración.

2. Reactivos**2.1. Agua**

2.1.1. Cuando se haga mención al agua para las soluciones, disoluciones lavados, se tratará siempre de agua destilada o de agua desmineralizada de pureza al menos equivalente.

2.1.2. Cuando se haga mención a una «solución» o a una «dilución», sin otra indicación de reactivo, se tratará de una solución acuosa.

2.2. Productos químicos

Todos los productos químicos deberán ser de calidad analítica, salvo especificaciones en sentido contrario.

3. Utillaje**3.1. Lista del utillaje**

La lista del material hará referencia a un equipo de uso especializado y con especificaciones particulares.

3.2. Balanza analítica

Por balanza analítica se entenderá una balanza de sensibilidad al menos igual a 0,1 mg.

4. Expresión de los resultados**4.1. Resultados**

El resultado mencionado en el boletín de análisis será el valor medio obtenido a partir de al menos dos determinaciones cuya repetibilidad sea satisfactoria.

4.2. Cálculo del porcentaje

Salvo disposiciones particulares, los resultados serán expresados en tanto por ciento (m/m) de la muestra original, tal como éste se haya recibido en el laboratorio.

4.3. Número de cifras significativas

El resultado no deberá incluir más cifras significativas de las que permita la precisión del método.

MÉTODO 1**DETERMINACIÓN DE LAS SUBSTANCIAS EXTRAÍBLES CON ÉTER ETÍLICO DE LAS MATERIAS COLORANTES ORGANOSULFONADAS SOLUBLES EN EL AGUA DESTINADAS A LA ALIMENTACIÓN HUMANA****1. Objeto y ámbito de aplicación**

El método permitirá determinar las sustancias extraíbles con éter etílico en las materias colorantes organosulfonadas solubles en el agua no mezcladas con una sustancia soporte.

2. Descripción

La proporción de sustancias extraíbles con éter etílico será obtenida por el método descrito más adelante.

3. Principio

Extraer el colorante con ayuda de éter etílico (óxido de etilo) y pesar el residuo seco tras evaporación del éter.

4. Reactivos

- 4.1. Éter etílico, seco, exento de peróxidos (secado con ayuda de cloruro de calcio recién calcinado).

5. Utillaje

- 5.1. Aparato Soxhlet, provisto de un matraz.
- 5.2. Desecador provisto de gel de sílice recién activado o de un deshidratante equivalente y provisto de un indicador de humedad.
- 5.3. Balanza analítica.
- 5.4. Estufa controlada termostáticamente a $85^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

6. Procedimiento

Pesar sobre un trozo de papel de filtro una muestra de unos 10 g, redondeando a 10 mg, de materias colorantes. Plegar el papel, introducirlo en un manguito de papel y obturar este último con ayuda de un trozo de algodón extento de materias grasas. Extraer durante seis horas con ayuda de éter etílico (4.1) en un aparato de extracción de Soxhlet (5.1). Evaporar a temperatura tan baja como sea posible. Poner

el matraz del aparato Soxhlet, previamente pesado y que contenga el residuo, en la estufa (5.4). Secar a $85\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante veinte minutos. Dejar enfriar el matraz cubierto con cristal de reloj en el desecador (5.2.) y pesar a continuación el matraz con el residuo.

Repetir el secado y la pesada hasta que dos pesadas sucesivas difieran en menos de 0,5 mg. En la hipótesis de un aumento de masa se tendrá en cuenta para el cálculo la cifra más baja registrada.

7. Expresión de los resultados

7.1. Fórmula y modo de cálculo

La proporción de sustancias extraíbles al éter, en tanto por ciento de la muestra, será dada por la siguiente fórmula:

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

donde:

m_1 = masa, en gramos del residuo de evaporación,

m_0 = masa inicial, en gramos, de muestra tomada.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 200 mg por 100 g de muestra.

MÉTODO 2

DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO FÓRMICO, DE LOS FORMATOS Y OTRAS IMPUREZAS OXIDABLES EN EL ÁCIDO ACÉTICO (E 260) EN EL ACETATO DE POTASIO (E 261) EN EL DIACETATO DE SODIO (E 262) Y EN EL ACETATO DE CALCIO (E 263)

1. Objeto y ámbito de aplicación

El presente método permitirá determinar el ácido fórmico, los formatos y las otras impurezas, expresadas como ácido fórmico, en:

- el ácido acético (E 260),
- el acetato de potasio (E 261),
- el diacetato de sodio (E 262),
- el acetato de calcio (E 263).

2. Definición

La proporción de ácido fórmico, formatos y otras impurezas oxidables será obtenida por el método descrito más adelante.

3. Principio

La muestra que deba analizarse será tratada con un exceso de permanganato de potasio en medio alcalino para formar dióxido de manganeso. Este último y el exceso de permanganato de potasio serán graduados por yodometría tras acidificación y la concentración de impurezas oxidables será expresada en ácido fórmico.

4. Reactivos

- 4.1. Yoduro de potasio.
- 4.2. Permanganato de potasio 0,02 mol/l.
- 4.3. Carbonato de sodio (anhidro).
- 4.4. Tiosulfato de sodio 0,1 mol/l.
- 4.5. Solución de almidón (al 1% aproximadamente m/v).
- 4.6. Acido sulfúrico diluido: 90 ml de ácido sulfúrico ($P_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$) diluidos en agua hasta un volumen de 1 l.

5. Utillaje

- 5.1. Baño de agua hirviendo.
- 5.2. Balanza analítica.

6. Procedimiento

Si la muestra que deba analizarse fuese ácido libre, diluir unos 10 g pesados redondeando a 10 mg en 70 ml de agua y añadir una solución que contenga 10 g de carbonato de sodio anhidro (4.3) disueltos en 30 ml de agua. Si la muestra fuese una sal, disolver unos 10 g pesados con exactitud de 10 mg en 100 ml de agua y añadir 1 g de carbonato de sodio anhidro (4.3) agitando hasta la disolución total. Añadir 20,0 ml de permanganato de potasio 0,02 mol/l (4.2) y calentar en un baño de agua hirviendo durante 15 minutos. Después del enfriamiento, añadir 50 ml de ácido sulfúrico diluido (4.6) y 0,5 g de yoduro de potasio (4.1). Agitar la mezcla hasta la disolución del precipitado de dióxido de manganeso. Valorar con ayuda de una solución de tiosulfato de sodio 0,1 mol/l (4.4) hasta el momento en que la solución tome una coloración amarillo pálido. Añadir entonces algunas gotas de una solución de almidón (4.5) y continuar la valoración hasta la decoloración completa.

7. Expresión de los resultados**7.1. Fórmula y modo de cálculo**

El porcentaje de ácido fórmico, de formatos y de otras impurezas oxidables, expresado en ácido fórmico, se obtendrá por la fórmula siguiente:

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

donde:

- a = molaridad del permanganato de potasio,
- b = molaridad del tiosulfato de sodio,
- m_0 = masa inicial de la muestra, expresada en gramos,
- V = volumen expresado en ml, del tiosulfato de sodio 0,1 utilizado para la valoración.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 5 mg por 100 g de muestra.

8. Observaciones

- 8.1. Un volumen de 11,3 ml de tiosulfato de sodio 0,1 mol/l equivaldrá al 0,2% de ácido fórmico en 10 g de muestra.
- 8.2. En ausencia de formato, dicho volumen será de 20 ml, pero si hubiera más del 0,27% (m/m) de ácido fórmico, el exceso de KMnO_4 resultará insuficiente y se obtendrá un volumen fijo de 8 ml.

En tal caso, repetir la determinación con una muestra de menor peso.

MÉTODO 3**DETERMINACIÓN DE LAS SUBSTANCIAS NO VOLÁTILES EN EL ÁCIDO PROPIONICO (E 280)****1. Objeto y ámbito de aplicación**

El método permitirá dosificar las sustancias no volátiles en el ácido propiónico (E 280).

2. Definición

La proporción de sustancias no volátiles en el ácido propiónico será obtenida por el método descrito más adelante.

3. Principio

La muestra será evaporada y secada a $103^\circ \pm 2^\circ \text{C}$ y el residuo será determinado por gravimetría.

4. Utillaje

- 4.1. Cápsula, de sílice o platino, lo bastante grande como para contener 100 g de muestra.
- 4.2. Estufa, calentada eléctricamente y regulada termostáticamente a $103^\circ \pm 2^\circ \text{C}$.
- 4.3. Balanza analítica.
- 4.4. Baño de agua hirviendo.
- 4.5. Desecador provisto de gel de sílice recién activado o de un deshidratante equivalente y provisto de un indicador de humedad.

5. Procedimiento

Pesar unos 100 g de ácido propiónico, redondeando a 0,1 g, en una cápsula (4.1) previamente secada y pesada. Evaporar sin campana en un baño de agua hirviendo. Cuando se haya evaporado todo el ácido propiónico, desecar en la estufa (4.2) a $103^\circ \pm 2^\circ \text{C}$ durante una hora. Poner en el desecador y dejar enfriar. Pesar. Repetir la operación hasta que dos pesadas sucesivas difieran en menos de 0,5 mg. En la hipótesis de un aumento de masa, se tendrá en cuenta para el cálculo la más baja de las cifras registradas.

6. Expresión de los resultados**6.1. Fórmula y modo de cálculo**

La proporción de sustancias no volátiles expresada en tanto por ciento de la muestra viene dada por la siguiente fórmula:

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

donde:

m_1 = masa, en gramos, del residuo de evaporación,

m_0 = masa inicial, en gramos, de la muestra tomada.

6.2 Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 5 mg por 100 g de muestra.

MÉTODO 4**DETERMINACIÓN DE LA PÉRDIDA DE MASA EN LA DESECACIÓN DEL NITRITO DE SODIO (E 250)****1. Objeto y ámbito de aplicación**

El presente método permitirá determinar la pérdida de masa en la desecación del nitrito de sodio (E 250).

2. Definición

La proporción de humedad del nitrito de sodio será la pérdida de masa en la desecación obtenida por el método descrito más adelante.

3. Principio

Determinación de la pérdida de masa tras calentamiento a $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

4. Utillaje

4.1. Estufa calentada eléctricamente y regulada termostáticamente a $103 \text{ }^\circ \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$.

4.2. Cápsula de vidrio con fondo llano, de un diámetro de 60-80 mm, de una profundidad de al menos 25 mm, provista de una tapadera suelta.

4.3. Desecador provisto de gel de sílice recién activado o de un deshidratante equivalente y provisto de un indicador de humedad.

4.4. Balanza analítica.

5. Procedimiento

Levantar la tapa de la cápsula de vidrio (4.2) y poner durante una hora la cápsula y la tapadera en la estufa (4.1) calentada a $103 \text{ }^\circ \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$. Volver a poner la tapadera sobre la cápsula (4.2) y dejarla enfriar hasta temperatura ambiente en el desecador (4.3). Pesar, redondeando a 10 mg, la cápsula (4.2) provista de la tapadera.

En la cápsula con tapadera, pesar, a unos 10 mg, aproximadamente 10 g de muestra. Sacar la tapadera y poner durante una hora la cápsula y la tapadera en la estufa (4.1) calentada a $103^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Volver a poner la tapadera sobre la cápsula y dejarla enfriar en el desecador (4.3) hasta la temperatura ambiente. A continuación, pesarla redondeando a 10 mg. Repetir las tres últimas operaciones (calentamiento, enfriamiento, pesada) hasta que la diferencia entre dos medidas sucesivas no exceda de 10 mg. En la hipótesis de un aumento de masa, se tendrá en cuenta para el cálculo la más baja de las cifras registradas.

6. Expresión de los resultados

6.1. Fórmula y modo de cálculo

La pérdida de masa en la desecación, en tanto por ciento (m/m) de la muestra, viene dada por la fórmula siguiente:

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

donde:

m_1 = masa de la cápsula, expresada en gramos,

m_2 = masa expresada en gramos de la cápsula y de la muestra antes del secado,

m_3 = masa, expresada en gramos, de la cápsula y de la muestra tras el secado.

6.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 100 mg por 100 g de muestra.

MÉTODO 5

PRUEBA DE LÍMITE PARA LA DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO SALICÍLICO EN EL ÉSTER ETÍLICO DEL ÁCIDO *p*-HIDROXIBENZOICO (E 214), EN EL DERIVADO SÓDICO DEL ÉSTER ETÍLICO DEL ÁCIDO *p*-HIDROXIBENZOICO (E 215), EN EL ÉSTER *n*-PROPÍLICO DEL ÁCIDO *p*-HIDROXIBENZOICO (E 216), EN EL DERIVADO SÓDICO DEL ÉSTER *n*-PROPÍLICO DEL ÁCIDO *p*-HIDROXIBENZOICO (E 217), EN EL *p*-HIDROXIBENZOATO DE METILO (E 218), Y EN EL DERIVADO SÓDICO DEL ÉSTER METÍLICO DEL ÁCIDO *p*-HIDROXIBENZOICO (E 219)

1. Objeto y ámbito de aplicación

El método permitirá determinar el ácido salicílico en el *p*-hidroxibenzoato de etilo (E 214), en el *p*-hidroxibenzoato de *n*-propilo (E 216), en el *p*-hidroxibenzoato de metilo (E 218) y en sus derivados sódicos (E 215, E 217 y E 219).

2. Definición

La prueba de límite descrita a continuación da el contenido en ácido salicílico.

3. Principio

Una solución que contenga ácido salicílico, en presencia del sulfato doble de amonio y hierro (III), toma una coloración violeta cuya intensidad se compara con la obtenida por una solución de referencia.

4. Reactivos

- 4.1. Solución al 0,2 por ciento (m/v) de sulfato de amonio y de hierro (III): se disuelven en 50 ml de agua 0,2 g de sulfato doble de amonio y de hierro (III) con 12 moléculas de agua de cristalización; se añaden 10 ml de ácido nítrico diluido al 10 por ciento (v/v) y agua hasta completar los 100 ml.
- 4.2. Etanol al 95% (v/v).
- 4.3. Solución de ácido salicílico que contenga 0,1 g/l.
- 4.4. Ácido sulfúrico 1 mol/l.

5. Utillaje

- 5.1. Tubo de Nessler de una capacidad total de unos 60 ml, graduado a 50 ml.

6. Procedimiento

6.1. Muestras de *p*-hidroxibenzoato de etilo, de *p*-hidroxibenzoato de *n*-propilo y de *p*-hidroxibenzoato de metilo

- 6.1.1. Disolver 0,1 g de la muestra que vaya a analizarse, redondeando a 1 mg, en 10 ml de etanol al 95% (v/v) (4.2). Transferir la solución así obtenida a un tubo de Nessler graduado (5.1) y completar hasta 50 ml con agua. Agitar la mezcla y añadirle 1 ml de la solución de sulfato doble de amonio y de hierro (III) (4.1). Agitar de nuevo y dejar reposar un minuto.
- 6.1.2. De la misma manera, preparar una solución de referencia como se ha descrito en 6.1.1, pero utilizando 1 ml de la solución de ácido salicílico (4.3), en lugar de la muestra.
- 6.1.3. Comparar la coloración de la probeta que contenga la muestra que deba analizarse con la de la solución de referencia.

6.2. Muestras de los derivados sódicos del *p*-hidroxibenzoato de metilo, de etilo y de *n*-propilo

- 6.2.1. Repetir la manipulación reflejada en 6.1.1 acidificando, antes de diluir a 50 ml, con ácido sulfúrico 1 mol/l (4.4) el pH de 5.
- 6.2.2. Repetir la manipulación 6.1.2.
- 6.2.3. Repetir la manipulación 6.1.3.

7. Expresión de los resultados

7.1. Interpretación de la prueba de límite

Si la coloración violeta de la probeta que contiene la muestra que deba analizarse fuera más intensa que la de la solución de referencia, la prueba de límite será positiva y la muestra contiene más del 0,1% de ácido salicílico.

7.2. Sensibilidad

El límite de detección de la prueba será de 30 mg de ácido salicílico por 100 g de muestra.

7.3. Observación

Los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra deberán ser idénticos.

MÉTODO 6**DETERMINACIÓN DEL ÁCIDO ACÉTICO LIBRE EN EL DIACETATO DE SODIO (E 262)****1. Objeto y ámbito de aplicación**

El presente método permitirá controlar la presencia de ácido acético en el diacetato de sodio (E 262).

2. Definición

Se calcula el contenido en ácido por el método descrito más adelante.

3. Principio

Neutralización del ácido acético por hidróxido de sodio en presencia de fenolftaleína.

4. Reactivos

4.1. Solución al 1% (m/v) de fenolftaleína en el etanol.

4.2. Hidróxido de sodio 1 mol/l.

5. Utillaje

5.1. Balanza analítica.

6. Procedimiento

Pesar unos 3 g de la muestra que deba analizarse, redondeando a 1 mg, y disolverlos en 50 ml de agua. Añadir dos o tres gotas de la solución de fenolftaleína (4.1) y valorar con hidróxido de sodio de concentración 1 mol/l (4.2) hasta el momento en que la coloración roja debida al viraje de la fenolftaleína persista cinco segundos.

7. Expresión de los resultados**7.1. Fórmula y método de cálculo**

El contenido en ácido acético, expresado en tanto por ciento (m/m) de la muestra, viene dado por la fórmula siguiente:

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

donde:

V = volumen, expresado en ml, de la solución de hidróxido de sodio (4.2) utilizada para la valoración,

c = molaridad de la solución de hidróxido de sodio,

m₀ = masa inicial, expresada en gramos, de la muestra.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 500 mg por 100 g de muestra.

8. Observación

Serán necesarios 20,0 ml de hidróxido de sodio de concentración 1 mol/l para titular 3,0g de muestra cuando esta última contenga un 40% de ácido acético.

MÉTODO 7

DETERMINACIÓN DEL ACETATO DE SODIO EN EL DIACETATO DE SODIO (E 262)

1. Objeto y ámbito de aplicación

Este método determina el acetato de sodio y el agua, expresada como acetato, presentes en el diacetato de sodio (E 262).

2. Definición

Se entenderá por contenido en acetato de sodio la proporción de acetato y de agua, expresada en acetato de sodio, obtenida por el método descrito más adelante.

3. Principio

Disolución previa de la muestra en ácido acético glacial y titulación con una solución de referencia de ácido perclórico en presencia de violeta cristal como indicador.

4. Reactivos

4.1. Ácido acético glacial ($P_{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = 1,049 \text{ g/ml}$) (para valorar en medio no acuoso).

4.2. Violeta cristal CI m^o 42555, solución indicadora al 0,2% (m/v) en ácido acético glacial.

4.3. Ftalato de potasio ácido $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$.

4.4. Anhídrido acético $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$.

4.5. Ácido perclórico acético 0,1 ml/l en el ácido acético glacial. Preparar y estandarizar éste como sigue:

Pesar P g de una solución de ácido perclórico en un matraz calibrado de 1 000 ml provisto de un tapón esmerilado de vidrio. Los P g serán calculados por la fórmula:

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

donde:

m = la concentración de ácido perclórico en tanto por ciento (m/m) determinada por valoración alcalimétrica (70-72% (m/m) será la concentración más adecuada).

Añadir unos 100 ml de ácido acético glacial y a continuación Q g, en pepueñas cantidades sucesivas, de anhídrido acético. Agitar y enfriar la mezcla sin interrupción en el curso de las adiciones. Puede calcularse Q mediante la fórmula:

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

donde:

P = la cantidad pesada en gramos de ácido perclórico,

a = la concentración en tanto por ciento (m/m) del anhídrido acético.

Tapar el matraz y dejar reposar durante 24 horas fuera del alcance de la luz. Añadir a continuación el suficiente ácido acético glacial para obtener 1 000 ml de solución. La solución así preparada será prácticamente anhidra. Estandarizar como sigue la solución con ftalato de potasio ácido. Pesar, redondeando a 0,1 mg, unos 0,2 g de ftalato de potasio ácido, previamente secado a 110 °C durante dos horas, y disolverlos en 25 ml de ácido acético glacial en un matraz cónico, calentando éste suavemente. Enfriar. Añadir dos gotas de la solución al 0,2 por ciento (m/v) de violeta cristal (4.2) al ácido acético glacial y valorar con la solución de ácido perclórico hasta que el indicador cambie a verde pálido.

Efectuar una valoración en blanco con el mismo volumen de disolvente y deducir el valor en blanco del valor encontrado en la determinación real. Cada 20,42 mg de ftalato de potasio ácido equivaldrán a 1 ml de ácido perclórico de concentración 0,1 mol/l.

5. **Utillaje**

5.1. Balanza analítica.

6. **Procedimiento**

Pesar unos 0,2 g de la muestra, redondeando a 0,5 mg, y disolverlos en 50 ml de ácido acético glacial (4.1). Añadir unas gotas del indicador de violeta cristal (4.2) y titular con ayuda de una solución de ácido perclórico estándar de concentración 0,1 mol/l (4.5) hasta el punto de viraje del indicador marcado por la aparición de una coloración verde pálida.

7. **Expresión de los resultados**

7.1. *Fórmula y modo de cálculo*

La proporción de acetato de sodio tal como se define en la sección 2 (Definición), expresada en tanto por ciento (m/m) de la muestra, viene dada por la fórmula siguiente:

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

donde:

V = volumen, expresado en ml, del ácido perclórico estándar (4.5) utilizado para la valoración,

c = molaridad del ácido perclórico (4.5),

m_0 = masa inicial, expresada en gramos, de la muestra.

7.2. *Repetibilidad*

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 1,5 g por 100 g de muestra.

8. **Observaciones**

Los reactivos utilizados para dicho método son tóxicos y explosivos; procede pues manipularlos con precaución.

MÉTODO 8

PRUEBA DE LÍMITE DE DETERMINACIÓN DE LOS ALDEHÍDOS EN EL ÁCIDO SÓRBICO (E 200) EN LOS SORBATOS DE SODIO, DE POTASIO Y DE CALCIO (E 201, E 202, E 203) Y EN EL ÁCIDO PROPIÓNICO (E 280)

1. **Objeto y ámbito de aplicación**

El presente método permitirá determinar los aldehídos, expresados en formaldehído, presentes en:

- el ácido sórbico (E 200),
- los sorbatos de sodio de potasio y de calcio (E 201, E 202, E 203),
- el ácido propiónico (E 280).

2. Definición

Con la prueba de límite de concentración descrita a continuación se determina la concentración en aldehídos, expresada en formaldehído.

3. Principio

Los aldehídos de la solución que deba analizarse reaccionan con el reactivo de Schiff y produciendo un color rojo, cuya intensidad se compara con la de una solución de formaldehído de referencia que contenga también el reactivo de Schiff.

4. Reactivos

4.1. Solución de referencia que contenga formaldehído a razón de 0,01 mg/ml, preparada por disolución de una solución concentrada de formaldehído (400 mg/ml).

4.2. Reactivo de Schiff.

5. Procedimiento

5.1. Pesar cerca de 1 g de la muestra, redondeando a 1 mg. Añadir 100 ml de agua y agitar. Filtrar si fuese necesario la solución y añadir a 1 ml de lo filtrado o de la solución 1 ml de reactivo de Schiff (4.2). Además, añadir a 1 ml de la solución de referencia que contenga formaldehído (4.1) 1 ml de reactivo Schiff (4.2).

5.2. Comparar la coloración de la solución de la muestra con la de la solución de referencia.

6. Expresión de los resultados**6.1. Interpretación de la prueba de límite**

Si la coloración roja del tubo que contiene la solución que deba analizarse fuera más intensa que la del tubo que contiene la solución de referencia, la prueba será positiva y la muestra contendrá más del 0,1% de aldehídos, expresados como formaldehído.

6.2. Sensibilidad

El límite de detección de la prueba es de 30 mg de formaldehído por 100 g de muestra.

6.3. Observaciones

Los resultados de dos pruebas de límite paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra deberán ser idénticos.

MÉTODO 9**DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE PERÓXIDOS DE LAS LECITINAS (E 322)****1. Objeto y ámbito de aplicación**

El presente método permitirá la determinación del índice de peróxidos de las lecitinas (E 322).

2. Definición

El índice de peróxidos de las lecitinas se obtendrá por aplicación del método expuesto más adelante.

3. Principio

Oxidación del yoduro de potasio por los peróxidos de las lecitinas y valoración del yodo liberado con ayuda del tiosulfato de sodio.

4. Reactivos

- 4.1. Ácido acético glacial.
- 4.2. Cloroformo.
- 4.3. Yoduro de potasio.
- 4.4. Tiosulfato de sodio, a concentración de 0,1 mol/l o 0,01 mol/l.
- 4.5. Solución de almidón (alrededor del 1 por ciento m/v).

5. Utillaje

- 5.1. Balanza analítica.
- 5.2. Equipo (ver figura) constituido por:
 - 5.2.1. Matraz con una capacidad de 100 ml.
 - 5.2.2. Refrigerante de reflujo.
 - 5.2.3. Tubo de vidrio de 250 mm de longitud y 22 mm de diámetro interior, dotado de juntas de cristal esmerilado.
 - 5.2.4. Microrecipiente cuyas dimensiones externas serán: 35-50 mm de altura y 20 mm de diámetro.

6. Procedimiento

- 6.1. Poner en el matraz de 100 ml (5.2.1) 10 ml de ácido acético glacial (4.1) y 10 ml de cloroformo (4.2). Fijar el tubo de vidrio (5.2.3) y el refrigerante de reflujo (5.2.2). Hacer hervir despacio la mezcla durante dos minutos para expulsar todo el aire disuelto. Disolver 1 g de yoduro de potasio (4.3) en 1,3 ml de agua y añadir dicha solución en el matraz (5.2.1) cuidando de mantener la ebullición. Si en ese momento apareciera en el matraz una coloración amarilla, el análisis no será válido y habrá que comenzar de nuevo con reactivos recién preparados.
- 6.2. Tras un nuevo período de ebullición de dos minutos, añadir al contenido del matraz (5.2.1) cerca 1 g de la muestra que deba analizarse, pesada redondeando a 1 mg, cuidando de nuevo de no interrumpir la ebullición. Para ello, la muestra deberá ser colocada en un microrecipiente (5.2.4) que se introducirá en el matraz por el tubo de vidrio (5.2.3), gracias a una barra cuya extremidad inferior podrá ser desconectado durante esta rápida operación. Mantener la ebullición todavía durante 3-4 minutos. A continuación parar el calentamiento, desconectar inmediatamente el refrigerante (5.2.2) y añadir rápidamente 50 ml de agua por el tubo de vidrio (5.2.3). Sacar el tubo de vidrio (5.2.3) y enfriar el matraz (5.2.1) en agua corriente hasta la temperatura ambiente. Valorar con ayuda de tiosulfato de sodio (de concentración 0,1 mol/l o 0,01 mol/l) (4.4) hasta que la capa acuosa quede incolora. Añadir, justo antes del final de la titulación, 1 ml de la solución de almidón (4.5) y valorar hasta la desaparición de la coloración azul. Agitar bien el matraz (5.2.1) durante la valoración a fin de extraer completamente el yodo de la capa no acuosa.

6.3. Proceder a una valoración en blanco según 6.1 y 6.2.

7. Expresión de los resultados

7.1. Fórmula y modo de cálculo

El índice de peróxidos de la muestra expresado en miliequivalentes/kg viene dado por:

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

donde:

V_1 = volumen en ml de la solución de tiosulfato utilizado para la valoración de la muestra según (6.2),

V_2 = volumen en ml de la solución de tiosulfato utilizado para el ensayo en blanco según (6.3),

a = concentración de la solución de tiosulfato de sodio en md/l,

m_0 = masa inicial, expresada en gramos, de la muestra.

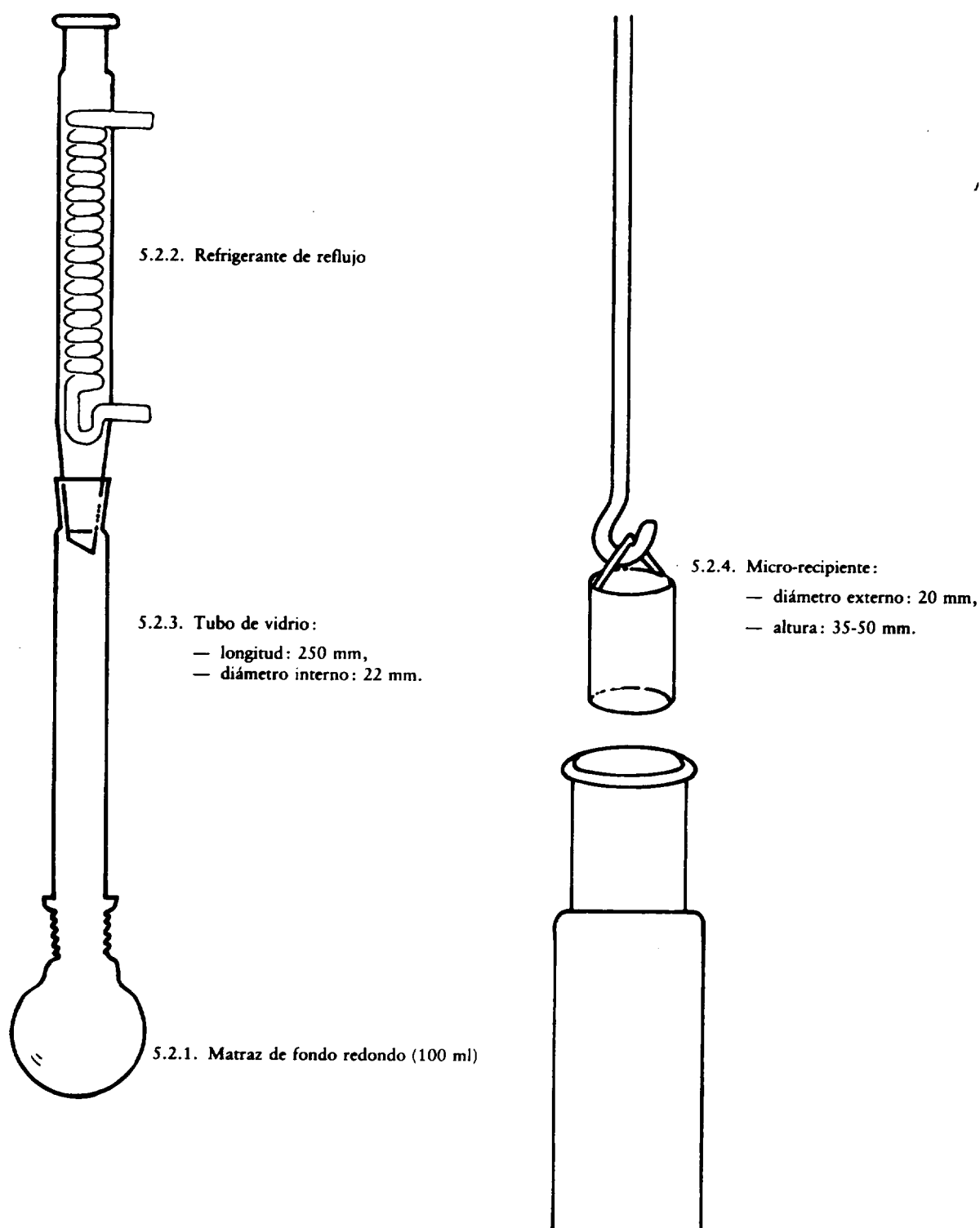
7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 0,5, expresado en miliequivalente por kilogramo de muestra.

8. Observaciones

8.1. La elección de la concentración del tiosulfato de sodio utilizado dependerá del resultado esperado. Si se utilizaran menos de 0,5 ml de tiosulfato de sodio de concentración 0,1 mol/l, volver a hacer la determinación utilizando tiosulfato a concentración 0,01 mol/l.

8.2. El análisis deberá hacerse evitando una luz demasiado intensa.



Aparatos para la determinación del índice de peróxido en las lecitinas

MÉTODO 10**DETERMINACIÓN EN LAS LECITINAS (E 322) DE SUBSTANCIAS INCOLUBLES EN EL TOLUENO****1. Objeto y ámbito de aplicación**

El presente método permitirá determinar en las lecitinas (E 322) sustancias insolubles en el tolueno.

2. Definición

El contenido en sustancias insolubles del tolueno se obtendrá por el método descrito más adelante.

3. Principio

Filtración de las impurezas insolubles en el tolueno y secado del residuo.

4. Reactivos**4.1. Tolueno.****5. Utillaje**

5.1. Crisol G 3 de vidrio calcinado, de 30 ml o equivalente.

5.2. Estufa calentada eléctricamente y regulada termostáticamente a $103^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

5.3. Baño de agua a una temperatura no superior a los 60°C .

5.4. Desecador provisto de gel de sílice recién activado o de un deshidratante equivalente y provisto de un indicador de humedad.

5.5. Frasco cónico de 500 ml.

5.6. Bomba de vacío.

5.7. Balanza analítica.

6. Procedimiento

6.1. Secar un crisol de vidrio calcinado de 30 ml (5.1) en una estufa a $103^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (5.2). Dejar enfriar el crisol en un desecador y pesarlo.

6.2. Mezclar la muestra de lecitina tras haberla calentado en un baño de agua (5.3) si ello resultara necesario. En un frasco cónico (5.5), pesar alrededor de 10 g de muestra, redondeando a 1 mg. Añadir 100 ml de tolueno (4.1) y agitar la mezcla hasta que se hayan disuelto todas las lecitinas. Filtrar la solución a través del crisol de vidrio calcinado (5.1). Lavar el frasco cónico (5.5) con ayuda de 25 ml de tolueno (4.1) y filtrar las soluciones de enjuague a través del crisol (5.1). Repetir dicha operación con una nueva cantidad de 25 ml de tolueno (4.1). Sacar del crisol (5.1) el tolueno en exceso por aspiración al vacío.

6.3. Secar el crisol (5.1) y su residuo a $103^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas en la estufa (5.2). Dejar enfriar el crisol en el desecador (5.4) y a continuación pesarlo.

6.4. Repetir el 6.3 hasta que la desviación entre dos pesadas sucesivas sea inferior a 0,5 mg. En la hipótesis de un aumento de masa, se tendrá en cuenta para el cálculo la más baja de las cifras registradas.

7. Expresión de los resultados

7.1. Fórmula y modo de cálculo

El contenido de sustancias insolubles en el tolueno será dado por :

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

donde:

m_1 = masa, expresada en gramos, del crisol vacío (6.1),

m_2 = masa, expresada en gramos, del crisol y de los residuos (6.4),

m_0 = masa inicial, expresada en gramos, de la muestra.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 30 mg por 100 g de muestra.

MÉTODO 11

PRUEBA DE LÍMITE PARA LA DETERMINACIÓN DE LAS SUBSTANCIAS REDUCTORAS EN LOS LACTATOS DE SODIO, DE POTASIO Y DE CALCIO (E 325, E 326, E 327)

1. Objeto y ámbito de aplicación

El método permitirá la determinación cualitativa de sustancias reductoras en

- el lactado de sodio (E 325),
- el lactado de potasio (E 326),
- el lactado de calcio (E 327).

2. Definición

La prueba de límite de la reducción del licor de Fehling consiste en la reacción de la muestra con el licor de Fehling en las condiciones descritas más adelante.

3. Principio

Reducción del licor de Fehling por sustancias reductoras; tales sustancias estarán constituidas generalmente por azúcares reductores.

4. Reactivos

4.1. Licor A de Fehling (disolver 6,93 g de sulfato de cobre pentahidratado $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) en agua y ajustar a 100 ml con agua.

4.2. Licor B de Fehling (disolver 34,6 g de tartrato doble de sodio y de potasio $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), y 10 g de hidróxido de sodio en agua y completar a 100 ml con agua.

5. Procedimiento

Disolver 1 g de la muestra, pesado redondeando a 1 mg, en 10 ml de agua caliente. Añadir 2 ml del licor A de Fehling (4.1) y 2 ml del licor B de Fehling (4.2); hacer hervir a continuación la mezcla durante un minuto y observar si hay cambio de color. La precipitación del sulfato de calcio, que se produce algunas veces, no interferirá en el método.

6. Expresión de los resultados**6.1. Interpretación de la prueba de límite**

Si hubiera cambio de color tras la ebullición (5), la prueba será positiva, lo que indicará la presencia de sustancias reductoras.

6.2. Sensibilidad

El límite de detección de sustancias reductoras es de 100 mg de glucosa en 100 g de muestra.

6.3. Observaciones

6.3.1. Los resultados de las dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra deberán ser idénticas.

6.3.2. Si la muestra contuviera un 2% de glucosa, todo el licor de Fehling reaccionará.

MÉTODO 12**DETERMINACIÓN DE LOS ÁCIDOS VOLÁTILES EN EL ÁCIDO ORTOFOSFÓRICO (E 338)****1. Objeto y ámbito de aplicación**

El método permitirá detectar en el ácido ortofosfórico (E 338) los ácidos volátiles, expresados como ácido acético.

2. Definición

El contenido en ácidos volátiles, expresado en ácido acético, se obtendrá por el método descrito más adelante.

3. Principio

Disolución de la muestra y destilación de la solución. Valoración de lo destilado con ayuda de una solución de hidróxido de sodio y cálculo de la acidez expresada como ácido acético.

4. Reactivos

4.1. Solución de fenolftaleína al 1 por ciento (m/v) en el etanol.

4.2. Hidróxido de sodio 0,01 mol/l.

5. Utillaje

5.1. Un matraz de destilación con trampa.

6. Procedimiento

En un matraz de destilación con trampa (5.1) pesar 60 g de muestra redondeando a 50 mg. Añadir 75 ml de agua recién hervida y enfriada. Mezclar y destilar 50 ml de solución. Añadir a lo destilado unas gotas de solución de fenolftaleína (4.1) y titular con hidróxido de sodio de concentración 0,01 mol/l hasta que el primer tinte rojo persista 10 segundos.

7. Expresión de los resultados**7.1. Fórmula y modo de cálculo**

El contenido en ácidos volátiles, expresado en mg/kg de ácido acético, será dada por la fórmula siguiente:

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

donde:

V = volumen en ml de solución de hidróxido de sodio de concentración 0,01 mol/l utilizado para la neutralización,

m₀ = masa, en gramos, de la muestra de ácido ortofosfórico.

7.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 1 mg por 100 g de muestra.

MÉTODO 13**PRUEBAS DE LÍMITE PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS NITRATOS EN EL ÁCIDO ORTOFOSFÓRICO (E 338)****1. Objeto y ámbito de aplicación**

El presente método permitirá determinar los nitratos presentes en el ácido ortofosfórico (E 338).

2. Definición

La determinación del contenido límite en nitratos, expresado en nitrato de sodio, se obtendrá por el método descrito más adelante.

3. Principio

Adición de carmín de índigo a la muestra en medio ácido de ácido sulfúrico concentrado. Se produce una decoloración por oxidación, debida a sustancias oxidantes incluyendo a los nitratos.

4. Reactivos

- 4.1. Solución de carmín de índigo al 0,18 por ciento (m/v): disolver 0,18 g de indigotina-di-sulfonato de sodio en agua y completar con agua hasta 100 ml.
- 4.2. Solución de cloruro de sodio al 0,05 por ciento (m/v).
- 4.3. Ácido sulfúrico concentrado (p₂₀ = 1,84 g/ml)

5. Procedimiento

Diluir 20 ml de la muestra que deba analizarse con la solución de cloruro de sodio (4.2) hasta un volumen de 10 ml. Añadir 0,1 ml de la solución de carmín de índigo (4.1) y 10 ml de ácido sulfúrico concentrado (4.3) gota a gota y enfriando. Fijarse en si la coloración azul de la solución persiste cinco minutos.

6. Expresión de los resultados**6.1. Interpretación de la prueba de límite**

Si la coloración azul desapareciera completamente en cinco minutos, el test será positivo y el contenido en sustancias oxidantes, expresado en nitrato de sodio, será superior a 5 mg/kg de muestra.

6.2. Observaciones

6.2.1. Efectuar el ensayo en blanco de los reactivos.

6.2.2. Los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra deberán ser idénticos.

6.2.3. La solución de carmín de índigo no deberá emplearse si se ha preparado hace más de 60 días.

6.2.4. Un resultado positivo significará que la muestra puede contener nitratos y otras sustancias oxidantes y la prueba deberá hacerse de nuevo utilizando el método ISO 3709-1976 «Ácido fosfórico de uso industrial (incluidas las industrias alimentarias) — dosificación del óxido de nitrógeno — método espectrofotométrico al xilenol 3,4».

MÉTODO 14

DETERMINACIÓN DE SUBSTANCIAS INSOLUBLES EN EL AGUA PRESENTES EN LOS ORTOFOSFATOS MONOSÓDICO, DISÓDICO Y TRISÓDICO Y EN LOS ORTOFOSFATOS MONOPOTÁSICO, DIPOTÁSICO Y TRIPOTÁSICO (E 339 i, E 339 ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii)

1. Objeto y ámbito de aplicación

El método permitirá determinar las sustancias insolubles en el agua que se encuentran en:

- el ortofosfato monosódico (E 339 i),
- el ortofosfato disódico (E 339 ii),
- el ortofosfato trisódico (E 339 iii),
- el ortofosfato monopotásico (E 340 i),
- el ortofosfato dipotásico (E 340 ii),
- el ortofosfato tripotásico (E 340 iii).

3. Principio

Disolución de la muestra en agua y filtración de las sustancias insolubles. El residuo será secado y expresado como materia insoluble en agua.

4. Utillaje

- 4.1. Crisol de porcelana calcinada de porosidad G 3, o equivalente.
- 4.2. Desecador provisto de gel de sílice recién activado o de un hidratante equivalente y provisto de un indicador de humedad.
- 4.3. Estufa calentada eléctricamente y regulada termostáticamente a $103^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$.
- 4.4. Recipiente de polipropileno de 400 ml.
- 4.5. Baño de agua hirviendo.

5. Procedimiento

Disolver 10 g de la muestra de fosfato, pesados redondeando a 10 mg en 100 ml de agua caliente contenida en un recipiente de polipropileno (4.4), y mantener en el baño de agua hirviendo (4.5) durante 15 minutos. Filtrar la solución a través del crisol filtrante (4.1) previamente lavado, secado y pesado. Lavar el residuo insoluble con agua caliente y secar en la estufa (4.3) a $103^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Tras el secado completo durante dos horas, dejar enfriar en un desecador y pesar. El secado será completo cuando la diferencia entre dos pesadas sucesivas no exceda de 0,5 mg. En la hipótesis de un aumento de masa, se tendrá en cuenta para el cálculo la más baja de las cifras registradas.

6. Expresión de los resultados**6.1. Fórmula y modo de cálculo**

El contenido en materias insolubles en agua de la muestra viene dado por la fórmula siguiente:

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

donde:

m_1 = masa, en gramos del residuo después de secar,

m_0 = masa, en gramos, de la muestra.

6.2. Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 10 mg por 100 g de muestra.

MÉTODO 15**DETERMINACIÓN DEL pH DE LOS ADITIVOS ALIMENTARIOS****1. Objeto y ámbito de aplicación**

El método prescribirá las líneas generales para determinar el pH de los aditivos alimentarios.

2. Definición

El pH de un aditivo alimentario se obtendrá por el método descrito más adelante.

3. Principio

El pH de una solución acuosa o de una disolución acuosa se determinará convencionalmente por medio de un electrodo de vidrio, de un electrodo de referencia o de un pH-metro.

4. Reactivos

4.1. Calibrar los instrumentos utilizando las siguientes soluciones tampón:

4.1.1. Solución tampón de pH 6,88 a 20 °C constituida por un volumen igual de fosfato monopotásico (KH_2PO_4) concentración 0,05 mol/l) y de ortofosfato disódico dihidratado ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (concentración 0,50 mol/l).

4.1.2. Solución tampón de pH 4 a 20 °C constituida por ftalato ácido de potasio ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$) (concentración 0,05 mol/l).

4.1.3. Solución tampón de pH 9,22 a 20 °C constituida por borato de sodio ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) (concentración 0,05 mol/l).

4.2. Solución de cloruro de potasio (KCl) de concentración 3mol/l, o saturada, destinada al relleno de los electrodos de referencia, u otra solución apropiada prescrita por el fabricante de electrodos.

4.3. Agua destilada, exenta de dióxido de carbono, que presente un pH entre 5 y 6.

5. Utillaje

5.1. pH-metro de una precisión de 0,01 unidades de pH.

5.2. Electrodo, sea cadena de electrodos de vidrio combinados o electrodo único de vidrio y electrodo de referencia con pinzas apropiadas.

5.3. Agitador magnético equipado con un dispositivo de calentamiento.

5.4. Termómetro graduado de 0 a 100 °C.

6. Procedimiento

6.1. Calibrado del pH-metro

Los electrodos de vidrio deberán ser montados según las indicaciones del fabricante. El calibre (la lectura) de los electrodos de vidrio deberá ser comprobado regularmente sobre la escala del pH-metro usando soluciones tampón de pH exacto conocido.

Lavar los electrodos con agua y secarlos cuidadosamente con tela suave o incluso enjuagar los electrodos con agua y después enjuagarlos dos veces, con la solución que deba medirse o la solución patrón y ponerlos a continuación en la solución que deba medirse o la solución patrón.

Si la solución que deba medirse tuviera un pH ácido, las soluciones tampón utilizadas para comprobar el pH deberán ser las de pH 4 (4.1.2) y de pH 6,88 (4.1.1.).

Si la solución que deba medirse tuviera un pH básico, las soluciones tampón utilizadas para comprobar el pH deberán ser las de pH 9,22 (4.1.3) y de pH 6,88 (4.1.1.).

6.2. *Determinación de la solución que deba medirse*

La concentración de la solución que deba medirse o la preparación de la solución que deba tenerse en cuenta deberán corresponder a la Directiva comunitaria relativa a los aditivos alimentarios.

Preparar la solución prescrita que deba medirse utilizando agua destilada (4.3), y mantener a 20 °C mientras se agita. Césese de agitar e introdúzcanse los electrodos de vidrio (5.2) en la solución. Transcurridos dos minutos, leer el pH en el pH-metro (5.1).

7. **Expresión de los resultados**

7.1. *Repetibilidad*

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas efectuadas simultáneamente y en las mismas condiciones por el mismo analista sobre la misma muestra no deberá pasar de 0,05 unidades de pH.

8. **Observaciones**

Dicho método será aplicable únicamente cuando las directivas comunitarias establezcan criterios de pH para aditivos alimentarios en solución o diluidos en el agua.
