

MINISTÈRE DE LA SANTÉ PUBLIQUE ET DE LA FAMILLE

F. 83 — 1550

21 JUNI 1983. — Arrêté royal fixant les méthodes d'analyse de référence valables pour le contrôle des critères de pureté des additifs

BAUDOUIN, Roi des Belges,

A tous, présents et à venir, Salut.

Vu la loi du 24 janvier 1977 relative à la protection de la santé des consommateurs en ce qui concerne les denrées alimentaires et les autres produits, notamment l'article 12;

Vu la directive du 28 juillet 1981 de la Commission des Communautés européennes portant fixation des méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle des critères de pureté de certains additifs alimentaires;

Vu l'arrêté royal du 2 octobre 1980 relatif au commerce et à l'étiquetage des additifs;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1er, modifié par la loi du 9 août 1980;

Vu l'urgence;

Considérant que le délai imparti aux Etats membres par la directive précitée impose l'intervention immédiate d'un dispositif normatif;

Sur la proposition de Notre Ministre des Affaires sociales et de Notre Secrétaire d'Etat à la Santé publique et à l'Environnement,

Nous avons arrêté et arrêtons :

Article 1er. Les seules méthodes d'analyse de référence valables pour le contrôle des critères de pureté des additifs sont fixées à l'annexe du présent arrêté.

Art. 2. Notre Secrétaire d'Etat à la Santé publique et à l'Environnement est chargé de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 21 juin 1983.

BAUDOUIN

Par le Roi :

Le Ministre des Affaires sociales,

J.-L. DEHAENE

Le Secrétaire d'Etat à la Santé publique et à l'Environnement,

F. AERTS

Annexe

*Méthodes d'analyse de référence
pour le contrôle des critères de pureté des additifs*

I. Introduction

1. Préparation de l'échantillon
- 1.1. Généralités
La masse de l'échantillon de laboratoire destiné à l'analyse doit être normalement de 50 g à moins qu'une quantité plus importante soit nécessaire pour une détermination spécifique.
- 1.2. Préparation de l'échantillon
L'échantillon doit être homogénéisé avant l'analyse.
- 1.3. Conservation
L'échantillon ainsi préparé doit toujours être conservé dans un récipient hermétique de façon à prévenir toute altération.

MINISTERIE VAN VOLKSGEZONDHEID EN VAN HET GEZIN

N. 83 — 1550

21 JUNI 1983. — Koninklijk besluit tot vaststelling van de geldige referentiemethoden voor de controle van de zuiverheidsnormen voor toevoegsels

BOUDEWIJN, Koning der Belgen,

Aan allen die nu zijn en hierna wezen zullen, Onze Groot.

Gelet op de wet van 24 januari 1977 betreffende de bescherming van de gezondheid van de verbruikers op het stuk van de voedingsmiddelen en andere produkten, inzonderheid op artikel 12;

Gelet op de richtlijn van 28 juli 1981 van de Commissie van de Europese Gemeenschappen betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de controle van zuiverheidseisen voor bepaalde levensmiddelenadditieven;

Gelet op het koninklijk besluit van 2 oktober 1980 betreffende de handel en de etikettering van toevoegsels;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1, gewijzigd bij de wet van 9 augustus 1980;

Gelet op de dringende noodzakelijkheid;

Overwegende dat de termijn, die door de voornoemde richtlijn aan de Lid-staten werd toegekend, de onmiddellijke tussenkomst van een normatieve bepaling vergt;

Op de voordracht van Onze Minister van Sociale Zaken en van Onze Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu,

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

Artikel 1. De enige geldige referentiemethoden voor de controle van de zuiverheidsnormen voor toevoegsels zijn vastgesteld in de bijlage van dit besluit.

Art. 2. Onze Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu is belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 21 juni 1983.

BOUDEWIJN

Van Koningswege :

De Minister van Sociale Zaken,

J.-L. DEHAENE

De Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu,

F. AERTS

Bijlage

*Referentiemethoden van onderzoek
voor de controle van de zuiverheidsnormen voor toevoegsels*

I. Inleiding

1. Het voorbereiden van de te analyseren waar
- 1.1. Algemeen
De hoeveelheid het laboratorium ter onderzoek aangeboden waar dient normalerwijze 50 g te bedragen, tenzij een grotere hoeveelheid voor een specifieke bepaling vereist is.
- 1.2. Het voorbereiden van het monster
De waar dient voor het onderzoek gehomogeniseerd te worden.
- 1.3. Het bewaren
De aldus voorbereide waar dient in een luchtdicht afgesloten monsterpot te worden bewaard op zodanige wijze dat bederf wordt voorkomen.

2. Réactifs
- 2.1. Eau
- 2.1.1. Lorsqu'il est fait mention d'eau pour les solutions, les dilutions ou les lavages, il s'agit toujours d'eau distillée ou d'eau déminéralisée de pureté au moins équivalente.
- 2.1.2. Lorsqu'il est fait mention d'une « solution » ou d'une « dilution », sans autre indication de réactif, il s'agit d'une solution aqueuse.
- 2.2. Produits chimiques
Tous les produits chimiques doivent être de qualité analytique sauf spécifications contraires.
3. Appareillage
- 3.1. Liste de l'appareillage
La liste du matériel fait référence à un équipement à usage spécialisé et avec des spécifications particulières.
- 3.2. Balance analytique
Par balance analytique on entend une balance à sensibilité au moins égale à 0,1 mg.
4. Expression des résultats
- 4.1. Résultats
Le résultat mentionné sur le bulletin d'analyse est la valeur moyenne obtenue à partir d'au moins deux déterminations, dont la répétabilité est satisfaisante.
- 4.2. Calcul du pourcentage
Sauf dispositions particulières, les résultats sont exprimés en pour cent (m/m) de l'échantillon original, tel qu'il est parvenu au laboratoire.
- 4.3. Nombre de chiffres significatifs
Le résultat ne doit pas comporter plus de chiffres significatifs que ne le permet la précision de la méthode.

II. Méthodes d'analyse

CHAPITRE 1. — Colorants

- A. Détermination des substances extractibles à l'éther éthylique des matières colorantes organosulfonées solubles dans l'eau.
1. Objet et domaine d'application
La méthode permet de déterminer les substances extractibles à l'éther éthylique dans les matières colorantes organosulfonées solubles dans l'eau non mélangées à un support.
2. Description
La teneur en substances extractibles à l'éther éthylique est obtenue par la méthode décrite ci-après.
3. Principe
Extraire le colorant à l'aide d'éther éthylique et peser le résidu après évaporation de l'éther.
4. Réactifs
- 4.1. Ether éthylique, sec, dépourvu de peroxydes (séché à l'aide de chlorure de calcium fraîchement calciné).
5. Appareillage
- 5.1. Appareil Soxhlet, muni d'un ballon
- 5.2. Dessiccateur garni de gel de silice fraîchement activé ou d'un déshydratant équivalent et muni d'un indicateur d'humidité
- 5.3. Balance analytique
- 5.4. Etuve thermostatée à $85^\circ \pm 2^\circ \text{C}$.
6. Mode opératoire
Peser à 10 mg près sur un morceau de papier filtre une prise d'essai voisine de 10 g de matières colorantes. Plier le papier, l'introduire dans un manchon en papier et obturer ce dernier à l'aide d'un morceau d'ouate dépourvu de matières grasses. Extraire durant six heures à l'aide d'éther éthylique (4.1.) dans un appareil d'extraction de

2. Reagentia
- 2.1. Water
- 2.1.1. Onder water, bestemd voor het oplossen, verdunnen of uitwassen, wordt steeds verstaan gedestilleerd water of gedemineraliseerd water van ten minste gelijke zuiverheid.
- 2.1.2. Zonder nadere specificatie wordt onder « oplossing » of « verdunning » steeds verstaan « oplossing in water » of « verdunning met water ».
- 2.2. Chemicaliën
Indien niet anders gespecificeerd, dienen de gebruikte chemicaliën van analytisch zuivere kwaliteit te zijn.
3. Apparaten
- 3.1. Lijst van apparaten
De lijst van apparaten bevat slechts apparaten voor speciale doeleinden of met speciale specificatie.
- 3.2. Analytische balans
De analytische balans is een balans met een gevoeligheid van 0,1 mg of groter.
4. Weergave van de resultaten
- 4.1. Resultaten
Het gerapporteerde resultaat van de analyse dient het gemiddelde te zijn van ten minste twee bepalingen, die voldoen aan de eisen van de herhaalbaarheid
- 4.2. Het berekenen van de resultaten
Indien niet anders gespecificeerd, worden de resultaten berekend in massaprocenten (% m/m) van de aan het laboratorium ter onderzoek aangeboden waar.
- 4.3. Aantal significante cijfers
Het resultaat dient niet meer significante cijfers te bevatten dan overeenkomt met de nauwkeurigheid van de gebruikte methode van onderzoek.

II. Methoden van onderzoek

HOOFDSTUK 1. — Kleurstoffen

- A. Het bepalen van met diëthylether extraheerbare bestanddelen van in water oplosbare gesulfoneerde organische kleurstoffen.
1. Doel en gebied van toepassing
De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van met diëthylether extraheerbare bestanddelen van in water oplosbare gesulfoneerde organische kleurstoffen die niet met een drager vermengd zijn.
2. Definitie
Het gehalte aan met diëthylether extraheerbare bestanddelen; het gehalte aan met diëthylether extraheerbare bestanddelen bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.
3. Beginsel
De kleurstof wordt geëxtraheerd met diëthylether; het na verdampen van de ether verkregen residu wordt na drogen gewogen.
4. Reagentia
- 4.1. Diëthylether, vrij van peroxyde en gedroogd (met vers gegloeid calciumchloride).
5. Apparaten
- 5.1. Soxhletapparaat met extractiekolf
- 5.2. Exsiccator voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.
- 5.3. Analytische balans.
- 5.4. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een thermostat, en ingesteld op $85^\circ \pm 2^\circ \text{C}$.
6. Werkwijze
Weeg op een filtreerpapierje tot op 10 mg nauwkeurig ongeveer 10 g van de proef. Vouw het filtreerpapierje dicht en breng het in een extractiehuls. Sluit deze af met een prop vetvrije watten. Extraheer gedurende 6 uur met diëthylether (4.1.) in het soxhletapparaat (5.1.). Destilleer de ether af bij een zo laag mogelijke temperatuur.

Soxhlet (5.1.). Evaporer à température aussi basse que possible. Placer le ballon de l'appareil Soxhlet, préalablement taré et contenant le résidu, à l'étuve (5.4.). Sécher à $85^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$ pendant vingt minutes. Laisser refroidir le résidu recouvert d'un verre de montre, dans le dessiccateur (5.2.) et peser, ensuite le ballon et le résidu. Répéter le séchage et la pesée jusqu'à ce que deux pesées successives diffèrent de moins de 0,5 mg. Dans l'hypothèse d'une augmentation de masse, on retiendra pour le calcul le chiffre enregistré le plus faible.

7. Expression des résultats

7.1. Formule et mode de calcul

La teneur en substances extractibles à l'éther, en pour cent de l'échantillon, est donnée par la formule suivante :

$$m_1 \times 100$$

$$m_0$$

où :

m_1 = masse, en grammes, du résidu d'évaporation,
 m_0 = masse initiale, en grammes, de la prise d'essai.

7.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 20 mg pour 100 g d'échantillon.

CHAPITRE 2. — Agents conservateurs

A. Détermination de l'acide formique, des formates et autres impuretés oxydables dans l'acide acétique (E 260), dans l'acétate de potassium (E 261), dans le diacétate de sodium (E 262) et dans l'acétate de calcium (E 263).

1. Objet et domaine d'application

La présente méthode permet de déterminer l'acide formique, les formates et les autres impuretés, calculés en acide formique, dans :

- l'acide acétique (E 260),
- l'acétate de potassium (E 261),
- le diacétate de sodium (E 262),
- l'acétate de calcium (E 263).

2. Définition

La teneur en acide formique, formates et autres impuretés oxydables est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. Principe

L'échantillon à analyser est traité par un excès de permanganate de potassium en milieu alcalin pour former du dioxyde de manganèse. Ce dernier et l'excès de permanganate de potassium sont titrés par iodométrie après acidification et la concentration en impuretés oxydables est exprimée en acide formique.

4. Réactifs

- 4.1. Iodure de potassium.
- 4.2. Permanganate de potassium 0,02 mol/l.
- 4.3. Carbonate de sodium (anhydre).
- 4.4. Thiosulfate de sodium 0,1 mol/l.
- 4.5. Solution d'amidon (à 1 % environ m/v).
- 4.6. Acide sulfurique dilué : 90 ml d'acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml) dilués dans l'eau jusqu'à un volume d'1 l.

5. Appareillage

- 5.1. Bain d'eau bouillante.
- 5.2. Balance analytique.

6. Mode opératoire

Si l'échantillon à analyser est l'acide libre, diluer 10 g pesés à 10 mg près, dans 70 ml d'eau et y ajouter une solution contenant 10 g de carbonate de sodium anhydre (4.3.) dissous dans 30 ml d'eau et y ajouter 1 g de carbonate de sodium anhydre (4.3.) en agitant jusqu'à dissolution totale. Ajouter 20,0 ml de permanganate de potassium 0,02 mol/l (4.2.) et chauffer dans un bain d'eau bouillante durant

Plaats de kolf van het soxhletapparaat met het residu in de droogstoof (5.4.).

Droog gedurende 20 minuten bij $85^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$. Plaats de kolf met inhoud, afgedekt door een horlogeglas, in de exsiccator (5.2.), koel af tot kamertemperatuur en weeg vervolgens de kolf en het residu.

Herhaal het drogen en wegen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 0,5 mg bedraagt. Indien de massa is toegenomen, dient voor de berekening de kleinste gevonden massa te worden gebruikt.

7. Weergave van de resultaten.

7.1. Formule en methode van berekenen

Het gehalte aan met diëthylether extraheerbare bestanddelen, uitgedrukt in massaprocenten van de waar, wordt berekend met de volgende formule :

$$m_1 \times 100$$

$$m_0$$

waarin :

m_1 = de massa van de droogrest in gram,
 m_0 = de massa van de ingewogen waar in gram.

7.2. Herhaalbaarheid

Het verschil in de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijden uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 20 mg per 100 g waar.

HOOFDSTUK 2. — Conserveermiddelen

A. Het bepalen van mierzuur, formiaten en andere oxydeerbare verontreinigingen in azijnzuur (E 260), in kaliumacetaat (E 261), in calciumacetaat (E 263) en in natriumacetaat (E 262).

1. Doel en gebied van toepassing

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van mierzuur, formiaten en andere oxydeerbare verontreinigingen in :

- azijnzuur (E 260),
- kaliumacetaat (E 261);
- natriumacetaat (E 262),
- calciumacetaat (E 263).

2. Definitie

Het gehalte aan mierzuur, formiaten en andere oxydeerbare verontreinigingen : het gehalte aan mierzuur, formiaten en andere oxydeerbare verontreinigingen bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. Beginsel

Een oplossing van de waar wordt in alkalisch milieu behandeld met een overmaat kaliumpermanganaatoplossing, waarbij mangaandioxyde gevormd wordt. Het mangaandioxyde en de overmaat kaliumpermanganaat worden in zuur milieu jodometrisch bepaald en de concentratie aan oxydeerbare verontreinigingen berekend en uitgedrukt als mierzuur.

4. Reagentia

- 4.1. Kaliumjodide.
- 4.2. Kaliumpermanganaatoplossing 0,02 mol/l.
- 4.3. Natriumcarbonaat, watervrij.
- 4.4. Natriumthiosulfaatoplossing 0,1 mol/l.
- 4.5. Zetmeeloplossing ongeveer 1 % (m./v.).
- 4.6. Verdund zwavelzuur, voeg 90 ml zwavelzuur ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml) toe aan water en verdun met water tot 1 l.

5. Apparaten

- 5.1. Waterbad, kokend.
- 5.2. Analytische balans.

6. Werkwijze

Weeg, indien de waar uit het vrije zuur bestaat, ongeveer 10 g af tot op 10 mg nauwkeurig en verdun met 70 ml water. Voeg toe een oplossing van 10 g watervrij natriumcarbonaat (4.3.) in 30 ml water. Weeg, indien de waar een zout is, ongeveer 10 g af tot op 10 mg nauwkeurig en los op in 100 ml water. Voeg toe 1 g watervrij natriumcarbonaat (4.3.) en zwenk om totdat alles opgelost is. Voeg toe 20,0 ml kaliumpermanganaatoplossing (4.2.) en verwarm gedurende

15 minutes. Après refroidissement, additionner 50 ml d'acide sulfurique dilué (4.6.) et 0,5 g d'iodure de potassium (4.1.). Agiter le mélange jusqu'à dissolution de précipité de dioxyde de manganèse. Titrer à l'aide d'une solution de thiosulfate de sodium 0,1 mol/l (4.4.) jusqu'au moment où la solution prend une coloration jaune pâle. Ajouter alors quelques gouttes d'une solution d'amidon (4.5.) et continuer le titrage jusqu'à décoloration complète.

7. Expression des résultats

7.1. Formule et mode de calcul

Le pourcentage d'acide formique, de formates et d'autres impuretés oxydables calculé en acide formique, s'obtient par la formule suivante :

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

où :

a = molarité du permanganate de potassium,
b = molarité du thiosulfate de sodium,
m₀ = masse initiale de l'échantillon, exprimée en grammes,
V = volume, exprimé en ml, du thiosulfate de sodium 0,1 mol/l utilisé pour le titrage.

7.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 5 mg pour 100 g d'échantillon.

8. Remarques

8.1. Un volume de 11,3 ml de thiosulfate de sodium 0,1 mol/l équivaut à 0,2 % d'acide formique dans 10 g d'échantillon.

8.2. En l'absence de formate, ce volume sera de 20 ml, mais s'il y a plus de 0,27 % (m/m) d'acide formique, l'excès de KMnO₄ deviendra insuffisant et on obtiendra un volume fixe de 8 ml.

Dans ce cas, répéter la détermination en utilisant une prise d'essai plus faible.

B. Détermination des substances non volatiles dans l'acide propionique (E 280).

1. Objet et domaine d'application

La méthode permet de doser les substances non volatiles dans l'acide propionique (E 280).

2. Définition

La teneur en substances non volatiles de l'acide propionique est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. Principe

L'échantillon est évaporé et séché à 103° ± 2 °C et le résidu est déterminé par gravimétrie.

4. Appareillage

4.1. Capsule, en silice ou platine, suffisamment grande pour contenir 100 g d'échantillon.

4.2. Etuve, chauffée électriquement, thermostatée à 103° ± 2 °C.

4.3. Balance analytique.

4.4. Bain d'eau bouillante.

4.5. Dessiccateur garni de gel de silice fraîchement active ou d'un déshydratant équivalent et muni d'un indicateur d'humidité.

5. Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, environ 100 g d'acide propionique dans une capsule (4.1.) préalablement séchée et tarée. Évaporer sous hotte dans un bain d'eau bouillante. Lorsque tout l'acide propionique est évaporé, dessécher à l'étuve (4.2.) 103 °C ± 2 °C pendant 1 heure. Placer dans le dessiccateur et laisser refroidir. Peser. Répéter l'opération jusqu'à ce

15 minuten op het kokende waterbad (5.1.). Koel het mengsel af. Voeg toe 50 ml verdund zwavelzuur (4.6.) en 0,5 g kaliumjodide (4.1.). Zwenk het mengsel om totdat het neergeslagen mangaandioxyde weer in oplossing is gegaan. Titreren met de natriumthiosulfaatoplossing (4.4.) totdat de oplossing een bleekgele kleur heeft aangenomen. Voeg enkele druppels zetmeeloplossing (4.5.) toe en titreer tot de oplossing kleurloos is geworden.

7. Weergave van de resultaten

7.1. Formule en methode van berekenen

Het gehalte aan mierzuur, formiaten en andere oxydeerbare verontreinigingen, berekend als mierzuur en uitgedrukt in massaprocenten van de waar, wordt berekend met de volgende formule :

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

waarin :

a = de molariteit van de kaliumpermanganaatoplossing,
b = de molariteit van de natriumthiosulfaatoplossing,
m₀ = de afgewogen hoeveelheid waar in gram,
V = het volume van de bij de titratie verbruikte natriumthiosulfaatoplossing 0,1 mol/l in milliliter.

7.2. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd in dezelfde waar onder dezelfde omstandigheden door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 5 mg per 100 g waar.

8. Opmerkingen

8.1. Een volume van 11,3 ml natriumthiosulfaatoplossing 0,1 mol/l komt overeen met 0,2 % mierzuur in 10 g van de waar.

8.2. Bij afwezigheid van mierzuur of formiaten zal de bij de titratie verbruikte hoeveelheid natriumthiosulfaatoplossing 20 ml bedragen. Indien in de waar meer dan 0,2 % (m/m) mierzuur aanwezig is zal de overmaat kaliumpermanganaat niet voldoende zijn en zal steeds 8 ml natriumthiosulfaatoplossing bij de titratie verbruikt worden. Herhaal in dat geval de bepaling met een kleinere ingewogen hoeveelheid waar.

B. Het bepalen van niet-vluchtige stoffen in propionzuur (E 280)

1. Doel en gebied van toepassing

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van niet-vluchtige bestanddelen in propionzuur (E 280).

2. Definitie

Het gehalte aan niet-vluchtige bestanddelen : het gehalte aan niet-vluchtige bestanddelen bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. Beginsel

Het monster wordt verdampt en het overblijvende residu na drogen bij 103 ± 2° C gewogen.

4. Apparaten

4.1. Indampschalen van kwarts of platina, voorzien van een passend deksel en met een zodanige inhoud dat zij 100 g van de te onderzoeken waar kunnen bevatten.

4.2. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een thermostaat en ingesteld op een temperatuur van 103 ± 2° C.

4.3. Analytische balans.

4.4. Waterbad, kokend.

4.5. Exsiccator voorzien van vers geactiveerde slijcagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.

5. Werkwijze.

Weg tot op 0,1 g nauwkeurig in een vooraf gedroogde en gewogen indampschaal (4.1.) 100 g van de waar. Verdamp het propionzuur op het kokende waterbad (4.4.) in de zuurkast. Plaats na het verdampen van het propionzuur de schaal in de droogstoof (4.2.) en droog gedurende 1 uur bij 103 ± 2° C. Plaats de met het deksel afgesloten indamp-

que deux pesées successives diffèrent de moins de 0,5 mg. Dans l'hypothèse d'une augmentation de masse, on retiendra pour le calcul le chiffre enregistré le plus faible.

6. Expression des résultats

6.1. Formule et mode de calcul

La teneur en substances non volatiles exprimée en pour cent de l'échantillon est donnée par la formule suivante :

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

où :

m_1 = masse, en grammes, du résidu d'évaporation,
 m_0 = masse initiale, en gramme, de la prise d'essai.

6.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 5 mg pour 100 g d'échantillon.

C. Détermination de la perte de masse à la dessiccation du nitrite de sodium (E 250).

1. Objet et domaine d'application

La présente méthode permet de déterminer la perte de masse à la dessiccation dans le nitrite de sodium (E 250).

2. Définition

La teneur en humidité du nitrite de sodium est la perte de masse à la dessiccation obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. Principe

Détermination de la perte de masse après chauffage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

4. Appareillage

4.1. Etuve chauffée électriquement et thermostatée à $103^\circ \pm 2^\circ\text{C}$.

4.2. Capsule en verre à fond plat, d'un diamètre de 60-80 mm, d'une profondeur d'au moins 25 mm, munie d'un couvercle.

4.3. Dessiccateur grani de gel de silice fraîchement activé ou d'un déshydratant équivalent et muni d'un indicateur d'humidité.

4.4. Balance analytique.

5. Mode opératoire

Enlever le couvercle de la capsule en verre (4.2.) et placer durant une heure la capsule et le couvercle dans l'étuve (4.1.) chauffée à $103^\circ \pm 2^\circ\text{C}$. Replacer le couvercle sur la capsule (4.2.) et la laisser refroidir jusqu'à température ambiante dans le dessiccateur (4.3.). Peser, à 10 mg près la capsule (4.2.) munie de son couvercle. Dans la capsule munie de son couvercle, peser à 10 mg près, environ 10 g d'échantillon. Enlever le couvercle et placer durant une heure la capsule et le couvercle dans l'étuve (4.1.) chauffée à $103^\circ \pm 2^\circ\text{C}$. Replacer le couvercle sur la capsule et la laisser refroidir dans le dessiccateur (4.3.) jusqu'à température ambiante. Ensuite, pesez-la à 10 mg près. Répéter les trois dernières opérations (chauffage, refroidissement, pesée) jusqu'au moment où la différence de masse entre deux mesures successives n'excède pas 10 mg. Dans l'hypothèse d'une augmentation de masse, on retiendra pour le calcul le chiffre enregistré le plus faible.

6. Expression des résultats

6.1. Formule et mode de calcul

La perte de masse à la dessiccation, en pour cent (m/m) de l'échantillon, est donnée par la formule suivante :

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

où :

m_1 = masse de la capsule, exprimée en grammes,

scalaal in de exsiccator (4.5.) en koel af tot kamertemperatuur. Verwijder het deksel en weeg de schaal met inhoud. Herhaal het drogen en wegen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 0,5 mg bedraagt. Indien de massa is toegenomen dient voor de berekening de kleinste gevonden massa te worden gebruikt.

6. Weergave van de resultaten

6.1. Formule en methode van berekenen

Het gehalte aan niet-vluchtige bestanddelen uitgedrukt in massaprocenten van de waar wordt berekend met de volgende formule :

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

waarin :

m_1 = de massa van het residu na het drogen in gram,
 m_0 = de massa van de ingewogen waar in gram.

6.2. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd in dezelfde waar onder dezelfde omstandigheden door dezelfde analist, mag niet meer bedragen dan 5 mg per 100 g waar.

C. Het bepalen van het massaverlies bij het drogen van natriumnitriet (E 250).

1. Doel en gebied van toepassing

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van het massaverlies bij het drogen van natriumnitriet (E 250).

2. Definitie

Het vochtgehalte van natriumnitriet : het massaverlies bij het drogen, bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. Beginsel

Het massaverlies bij het drogen wordt bepaald door het drogen van de waar in de droogstoof bij $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

4. Apparaten

4.1. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een thermostat en ingesteld op $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

4.2. Glazen droogschalen met platte bodem, diameter 60-80 mm en 25 mm hoog, voorzien van een goedsluitend deksel.

4.3. Exsiccator, voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.

4.4. Analytische balans.

5. Werkwijze.

Plaats de droogschaal (4.2.) met het deksel ernaast in de droogstof (4.1.) en verwarm gedurende 1 uur bij $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Plaats de, met het deksel afgesloten schaal in de exsiccator (4.3.), koel af tot kamertemperatuur en weeg. Weeg tot op 10 mg nauwkeurig-ongeveer 10 g van de waar in de schaal. Verdeel de afgewogen hoeveelheid gelijkmatig over de bodem van de schaal. Plaats de schaal met het deksel ernaast in de droogstoof (4.1.) en verwarm gedurende 1 uur bij $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Plaats de schaal met het deksel erop in de exsiccator (4.3.) en koel af tot kamertemperatuur. Weeg tot op 10 mg nauwkeurig. Herhaal het verwarmen, afkoelen en wegen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen niet meer dan 10 mg bedraagt. Indien de massa is toegenomen dient voor de berekening de kleinste gevonden massa te worden gebruikt.

6. Weergave van de resultaten

6.1. Formule en methode van berekenen

Bereken het massaverlies bij het drogen, uitgedrukt in massaprocenten van de waar met de formule :

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

waarin :

m_1 = de massa van de schaal + deksel in gram,

m_1 = masse, exprimée en grammes, de la capsule et de l'échantillon avant séchage,
 m_2 = masse, exprimée en grammes, de la capsule et de l'échantillon après séchage.

6.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 100 mg pour 100 g d'échantillon.

D. Test limite de détermination de l'acide salicylique dans l'ester éthylique p-hydroxybenzoïque (E 214), dans le dérivé sodique de l'ester éthylique de l'acide p-hydroxybenzoïque (E 215), dans l'ester n-propylique de l'acide p-hydroxybenzoïque (E 216), dans le dérivé sodique de l'ester n-propylique de l'acide p-hydroxybenzoïque (E 217), dans le p-hydroxybenzoate de méthyle (E 218) et dans le dérivé sodique de l'ester méthylique de l'acide p-hydroxybenzoïque (E 219).

1. Objet et méthode d'application

La méthode permet de déterminer l'acide salicylique dans le p-hydroxybenzoate d'éthyle (E 214), dans le p-hydroxybenzoate de propyle-n (E 216), du p-hydroxybenzoate de méthyle (E 218) et de leurs dérivés sodiques (E 215, E 217 et E 219).

2. Définition

Le test limite pour l'acide salicylique est déterminé par la méthode décrite ci-après.

3. Principe

Une solution contenant de l'acide salicylique prend, en présence du sulfate double d'ammonium et de fer (III), une coloration violette dont l'intensité est comparée à celle obtenue pour une solution de référence.

4. Réactifs

4.1. Solution à 0,2 % (m/v) de sulfate double d'ammonium et de fer (III) : (0,2 g de sulfate double d'ammonium et de fer (III) à 12 molécules d'eau de cristallisation sont dissous dans 50 ml d'eau. Après addition de 10 ml d'acide nitrique dilué à 10 % (v/v), la solution est portée à 100 ml par addition d'eau).

4.2. Ethanol à 95 % (v/v).

4.3. Solution d'acide salicylique contenant 0,1 g/l.

4.4. Acide sulfurique 1 mol/l.

5. Appareillage

5.1. Tube de Nessler d'une capacité totale d'environ 60 ml gradué à 50 ml.

6. Mode opératoire

6.1. Échantillons de p-hydroxybenzoate d'éthyle, de p-hydroxybenzoate de propyle-n et de p-hydroxybenzoate de méthyle.

6.1.1. Dissoudre 0,1 g d'échantillon à analyser, pesé à 1 mg près, dans 10 ml d'éthanol à 95 % (v/v) (4.2.). Transférer la solution ainsi obtenue dans un tube de Nessler gradué (5.1.) et compléter jusqu'à 50 ml avec de l'eau. Agiter le mélange et y ajouter 1 ml de la solution de sulfate double d'ammonium et de fer (III) (4.1.). Agiter à nouveau et laisser reposer une minute.

6.1.2. De la même manière, préparer une solution de référence, en utilisant 1 ml de la solution d'acide salicylique (4.3.), en lieu et place de l'échantillon.

6.1.3. Comparer la coloration de l'éprouvette contenant l'échantillon à analyser à celle de la solution de référence.

6.2. Échantillon des dérivés sodiques du p-hydroxybenzoate de méthyle, d'éthyle et de n-propyle.

6.2.1. Répéter la manipulation reprise sous 6.1.1. en acidifiant, avant la dilution à 50 ml, avec de l'acide sulfurique 1 mol/l (4.4.) jusqu'au pH de 5.

6.2.2. Répéter la manipulation 6.1.2.

6.2.3. Répéter la manipulation 6.1.3.

7. Expression des résultats.

m_1 = de massa van de schaal + ingewogen waar + deksel in gram,
 m_2 = de massa van de schaal + droogrest + deksel in gram.

6.2. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd in dezelfde waar onder dezelfde omstandigheden door dezelfde analist, mag niet meer bedragen dan 100 mg per 100 g waar.

D. Limietproef voor salicylzuur in de ethylester van p-hydroxybenzoëzuur (E 214), in de ethylester van p-hydroxybenzoëzuur-natriumverbinding (E 215), in de p-hydroxybenzoëzuur-n-propylester-natriumverbinding (E 217), in de methylester van de p-hydroxybenzoëzuur (E 218) en in het natrium derivaat van de methylester van p-hydroxybenzoëzuur (E 219).

1. Doel en gebied van toepassing

De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van salicylzuur in de ethylester van p-hydroxybenzoëzuur (E 214), de n-propylester van p-hydroxybenzoëzuur (E 216), de methylester van p-hydroxybenzoëzuur (E 218) en in hun natriumzouten (E 215, E 217, E 219).

2. Definitie

Het gehalte aan salicylzuur : het gehalte aan salicylzuur bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. Beginsel

Salicylzuur vormt met ammoniumijzer (III) sulfaat een violette kleur. De kleurintensiteit wordt vergeleken met de kleur gevormd door een standaardoplossing.

4. Reagentia

4.1. Ammoniumijzer (III) sulfaatoplossing 0,2 % (m/m) : los 0,2 g ammoniumijzer (III) sulfaaddodecahydraat op in 50 ml water : voeg toe 10 ml salpeterzuur 10 % (v/v) en verdun tot 100 ml met water.

4.2. Ethanol 95 % (v/v).

4.3. Salicylzuuroplossing 0,1 g/l.

4.4. Zwavelzuur 1 mol/l.

5. Apparaten

5.1. Bij 50 ml geïnduceerde Nessler buizen met een totaalvolume van ongeveer 60 ml.

6. Werkwijze

6.1. Ethylester, n-propylester en methylester van p-hydroxybenzoëzuur.

6.1.1. Weeg tot op 1 mg nauwkeurig 0,1 g van de waar af en los op in 10 ml ethanol 95 % (v/v) (4.2.). Breng de verkregen oplossing met water kwantitatief over in de Nesslerbuis en vul aan tot 50 ml. Roer en voeg onder het roeren 1 ml ammoniumijzer (III) sulfaatoplossing (4.1.) toe. Laat gedurende 1 minuut staan.

6.1.2. Bereid op gelijke wijze een vergelijkingsoplossing, waarbij de 0,1 g monster vervangen wordt door 1 ml van de salicylzuuroplossing (4.3.).

6.1.3. Vergelijk de kleur van de monsteroplossing met de kleur van de vergelijkingsoplossing.

6.2. Natriumzouten van de ethyl-, n-propyl- en methylesters van p-hydroxybenzoëzuur:

6.2.1. Herhaal de bewerking beschreven in 6.1.1. met dien verstande dat voor het verdunnen tot 50 ml de pH-waarde van de oplossing op 5 wordt ingesteld met zwavelzuur (4.4.).

6.2.2. Als 6.1.2.

6.2.3. Als 6.1.3.

7. Weergave van de resultaten.

- 7.1. **Interprétation du test limite.**
Si la coloration violette de l'éprouvette contenant l'échantillon à analyser est plus intense que celle de la solution de référence, le test est positif et l'échantillon contient plus de 0,1 % d'acide salicylique.
- 7.2. **Sensibilité.**
La limite de détection du test est 30 mg d'acide salicylique pour 100 g d'échantillon.
- 7.3. **Observation.**
Les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon doivent être identiques.
- E. **Détermination de l'acide acétique libre dans le diacétate de sodium (E 262).**
1. **Objet et domaine d'application.**
La présente méthode permet de contrôler la présence d'acide acétique dans le diacétate de sodium (E 262).
2. **Définition.**
La teneur en acide acétique est obtenue par la méthode décrite ci-après.
3. **Principe.**
Neutralisation de l'acide acétique par l'hydroxyde de sodium en présence de phénolphthaléine.
4. **Réactifs.**
- 4.1. Solution 1 % (m/v) de phénolphthaléine dans l'éthanol.
- 4.2. Hydroxyde de sodium 1 mol/l.
5. **Appareillage.**
- 5.1. Balance analytique.
6. **Mode opératoire.**
Peser, à 1 mg près, environ 3 g d'échantillon à analyser et le dissoudre dans 50 ml d'eau. Ajouter deux ou trois gouttes de la solution de phénolphthaléine (4.1.) et filtrer avec l'hydroxyde de sodium 1 mol/l (4.2.) jusqu'au moment où la coloration rouge due au virage de la phénolphthaléine persiste cinq secondes.
7. **Expression des résultats.**
- 7.1. **Formule et méthode de calcul.**
La teneur en acide acétique, exprimée en pour cent (m/m) de l'échantillon, est donnée par la formule suivante:
$$6,005 \times V \times c$$

où:
$$m_0$$

V = volume, exprimé en ml, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.) utilisée pour le titrage,
c = molarité de la solution d'hydroxyde de sodium,
$$m_0$$
 = masse initiale, exprimée en grammes, de l'échantillon.
- 7.2. **Répétabilité.**
La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 500 mg pour 100 g d'échantillon.
8. **Remarque.**
20,0 ml d'hydroxyde de sodium 1 mol/l sont nécessaires pour titrer 3,0 g d'échantillon lorsque ce dernier contient 40 % d'acide acétique.
- F. **Détermination de l'acétate de sodium dans le diacétate de sodium (E 262).**
1. **Objet et domaine d'application.**
La présente méthode détermine l'acétate de sodium et l'eau, exprimée en acétate, dans le diacétate de sodium (E/262).
2. **Définition.**
On entend par teneur en acétate de sodium, la teneur en acétate de sodium et en eau, exprimée en acétate de sodium, obtenue par la méthode décrite ci-après.
- 7.1. **Interpretatie van de limietproef.**
Wanneer de rood-violetten kleur van de monsteroplossing intensiever is dan de kleur van de vergelijkingsoplossing, is de proef positief en bevat het monster meer dan 0,1 % salicylzuur.
- 7.2. **Detectiegrens.**
De detectiegrens van deze bepaling ligt bij 30 mg salicylzuur per 100 g waar.
- 7.3. **Opmerking.**
De resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd in dezelfde waar onder dezelfde omstandigheden door dezelfde analist moeten gelijk zijn.
- E. **Het bepalen van vrij azijnzuur in natriumdiacetaat (E 262).**
1. **Doel en gebied van toepassing.**
De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van vrij azijnzuur in natriumdiacetaat (E 262).
2. **Definitie.**
Het azijnzuurgehalte: het azijnzuurgehalte bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.
3. **Beginsel.**
Titratie van het azijnzuur met natriumhydroxydeoplossing op fenolftaleïne als indicator.
4. **Reagentia.**
- 4.1. Fenolftaleïne oplossing 1 % (m/v) in ethanol.
- 4.2. Natriumhydroxydeoplossing 1 mol/l.
5. **Apparaten.**
- 5.1. Analytische balans.
6. **Werkwijze.**
Weeg tot op 1 mg nauwkeurig 3 g van de waar af en los deze op in 50 ml water. Voeg 2 à 3 druppels fenolftaleïne-oplossing (4.1.) toe en titreer met de natriumhydroxyde-oplossing (4.2.) totdat de oplossing een rose kleur heeft, waargenomen die ten minste 5 seconden blijft bestaan.
7. **Weergave van de resultaten.**
- 7.1. **Formule en methode van berekenen.**
Bereken het gehalte aan azijnzuur uitgedrukt in massa-percenten van de waar met de volgende formule:
$$6,005 \times V \times c$$

waarin:
V = de bij de titratie verbruikte hoeveelheid natriumhydroxydeoplossing (4.2.) in ml,
c = de molariteit van de natriumhydroxydeoplossing,
$$m_0$$
 = de ingewogen hoeveelheid waar in gram.
- 7.2. **Herhaalbaarheid.**
Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 500 mg per 100 g waar.
8. **Opmerkingen.**
Voor de titratie van 3,0 g van de waar zijn, indien de waar 40 % azijnzuur bevat, 20,0 ml natriumhydroxyde-oplossing 1 mol/l nodig.
- F. **Het bepalen van natriumacetaat in natriumdiacetaat (E 262).**
1. **Doel en gebied van toepassing.**
De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van natriumacetaat en water, uitgedrukt als natriumacetaat, in natriumdiacetaat (E 262).
2. **Definitie.**
Het gehalte aan natriumacetaat: het gehalte aan natriumacetaat en water, uitgedrukt als natriumacetaat, bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. Principe.
Dissolution préalable de l'échantillon dans de l'acide acétique glacial et titrage avec une solution de référence d'acide perchlorique en présence du violet cristallisé comme indicateur.

4. Réactifs.

4.1. Acide acétique glacial ($\rho_{20} = 1,049$ g/ml) pour titration en milieu non aqueux.

4.2. Violet cristallisé C.I. n° 42555, solution à 0,2 % (m/v) dans l'acide acétique glacial.

4.3. Phtalate de potassium acide C.H.K.O.

4.4. Anhydride acétique (CH₃CO)₂O.

4.5. Acide perchlorique 0,1 mol/l dans l'acide acétique glacial. Préparer et étalonner celui-ci comme suit :

Peser Pg d'une solution d'acide perchlorique dans un ballon jaugé de 1 000 ml muni d'un bouchon rodé en verre. Les Pg sont calculés par la formule :

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

où :

m = la concentration de l'acide perchlorique en pour cent (m/m) déterminée par titration (70-72 % (m/m) est la concentration la plus adéquate).

Ajouter environ 100 ml d'acide glacial et ensuite Qg par petites quantités successives d'anhydride acétique. Agiter et refroidir le mélange sans interruption au cours des additions.

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

où :

P = la quantité en grammes d'acide perchlorique, a = la concentration en pour cent (m/m) de l'anhydride acétique.

Boucher le ballon et laisser reposer pendant 24 heures à l'abri de la lumière. Ajouter ensuite suffisamment d'acide acétique glacial pour obtenir 1 000 ml de solution.

La solution ainsi préparée est pratiquement anhydre.

Étalonner comme suit la solution avec du phtalate de potassium acide. Peser à 0,1 mg près, environ 0,2 g de phtalate de potassium acide, préalablement séché à 110 °C pendant 2 heures et les dissoudre dans 25 ml d'acide acétique glacial dans un ballon conique en chauffant doucement.

Refroidir. Ajouter deux gouttes de la solution à 0,2 pour cent (m/v) de violet cristallisé (4.2.) à l'acide acétique glacial et titrer avec la solution d'acide perchlorique jusqu'au virage de l'indicateur en vert pâle. Effectuer une titration à blanc avec le même volume de solvant et déduire la valeur à blanc de la valeur trouvée dans la détermination. Chaque 20,42 mg de phtalate de potassium acide est équivalent à 1 ml d'acide perchlorique 0,1 mol/l.

3. Appareillage.

3.1. Balance analytique.

6. Mode opératoire.

Peser à 0,5 mg près, environ 0,2 g de l'échantillon et les dissoudre dans 50 ml d'acide acétique glacial (4.2.). Ajouter quelques gouttes de l'indicateur violet cristallisé (4.2.) et titrer à l'aide d'une solution d'acide perchlorique 0,1 mol/l (4.5.) jusqu'au point de virage de l'indicateur marqué par l'apparition d'une coloration vert pâle.

7. Expression des résultats,

7.1. Formule et mode de calcul.

La teneur en acétate de sodium telle que définie à la section (2) (définition), exprimée en pour cent (m/m) de l'échantillon est donnée par la formule suivante :

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

où :

V = volume, exprimé en ml, de l'acide perchlorique (4.5.) utilisé pour le titrage,

c = molarité de l'acide perchlorique (4.5.);

m₀ = masse initiale, exprimée en grammes, de l'échantillon.

7.2. Répétabilité.

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 1,5 g pour 100 g d'échantillon.

3. Beginsel.

De waar wordt opgelost in azijnzuur 100 % en vervolgens getitreerd met een standaard perchloorzuuroplossing in aanwezigheid van kristalviolet als indicator.

4. Reagentia.

4.1. Azijnzuur 100 % ($\rho_{20} = 1,049$ g/ml) voor titraties in niet-waterig milieu.

4.2. Kristalvioletindicatoroplossing : een 0,2 % (m/v) oplossing van kristalviolet (C.I. nr. 42555) in azijnzuur 100 %.

4.3. Kaliumwaterstofftalaat, C.H.K.O.

4.4. Azijnzuuranhydride, (CH₃CO)₂O.

4.5. Perchloorzuuroplossing 0,1 mol/l in azijnzuur 100 %. Bereid en standaardiseer deze oplossing op de volgende wijze :

Weeg in een maatkolf van 1 000 ml, voorzien van een ingeslepen glazen stop, Pg perchloorzuur af. Bereken de hoeveelheid P met behulp van de volgende formule :

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

waarin :

m = de concentratie van het perchloorzuur in massaprocenten (m/m), bepaald door titratie (70-72 % (m/m) is de meest geschikte concentratie).

Voeg ongeveer 100 ml azijnzuur 100 % toe en vervolgens onder zwenken en afkoelen een hoeveelheid Q azijnzuuranhydride in kleine porties. De hoeveelheid Q wordt berekend met de volgende formule :

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

waarin :

P = de afgewogen hoeveelheid perchloorzuur in gram, a = de concentratie in massaprocenten van het azijnzuuranhydride.

Sluit de maatkolf af en laat 24 uur in het donker staan. Vul daarna aan met azijnzuur 100 % tot 1 000 ml. De op deze manier bereide oplossing is praktisch watervrij.

Stel de oplossing tegen kaliumwaterstofftalaat op de volgende wijze :

Weg tot op 0,1 mg nauwkeurig ongeveer 0,2 g, vooraf gedurende 2 uur op 100 °C gedroogd, kaliumwaterstofftalaat af in een conische kolf. Voeg toe 25,0 ml azijnzuur 10 % en los op onder zacht verwarmen. Koel af tot kamertemperatuur, voeg toe 2 druppels 0,2 % kristalvioletoplossing (4.2.) en titreer met de perchloorzuuroplossing totdat de kleur van de indicator omslaat naar zwakgroen. Voer een blancotitratie uit met dezelfde hoeveelheid oplosmiddel en verminder de waarde gevonden bij de bepaling met de waarde van de blanco. 20,42 mg kaliumwaterstofftalaat zijn equivalent met 1 ml perchloorzuuroplossing 0,1 mol/l.

5. Apparaten.

5.1. Analytische balans.

6. Werkwijze.

Weg tot op 0,5 mg nauwkeurig ongeveer 0,2 g van de waar af en los op in 50 ml azijnzuur 100 % (4.1.). Voeg enkele druppels kristalvioletindicatoroplossing (4.2.) toe en titreer tot kleuromslag naar zwak groen met perchloorzuuroplossing (4.5.).

7. Weergave van de resultaten.

7.1. Formule en methode van berekenen.

Bereken het gehalte aan natriumacetaat, zoals beschreven onder 2, uitgedrukt in massaprocenten van de waar, met de formule :

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

waarin :

V = de bij de titratie verbruikte hoeveelheid perchloorzuuroplossing (4.5.) in milliliter,

c = de molariteit van de perchloorzuuroplossing (4.5.),

m₀ = de afgewogen hoeveelheid waar in gram.

7.2. Herhaalbaarheid.

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in de zelfde waar door dezelfde analyst mag niet meer bedragen dan 1,5 g per 100 g waar.

- 8. Observations.**
Les réactifs utilisés pour cette méthode sont toxiques et explosifs, il y a donc lieu de les manipuler avec précaution.
- G. Test limite de détermination des aldéhydes dans l'acide sorbique (E 100), dans les sorbates de sodium, de potassium et de calcium (E 201, E 202, E 203) et dans l'acide propionique (E 280).**
- 1. Objet et domaine d'application.**
La présente méthode permet de déterminer les aldéhydes, exprimés en formaldéhyde, dans :
— l'acide sorbique (E 200),
— les sorbates de sodium, de potassium et de calcium (E 201, E 202, E 203),
— l'acide propionique (E 280).
- 2. Définition.**
Test limite de concentration, la concentration en aldéhydes, exprimée en formaldéhyde, obtenue par la méthode décrite ci-après.
- 3. Principe.**
Réactions des aldéhydes de la solution à analyser avec le réactif de Schiff et comparaison de l'intensité de la couleur rouge d'une solution de formaldéhyde de référence contenant le réactif de Schiff.
- 4. Réactifs.**
- 4.1. Solution de référence contenant du formaldéhyde à raison de 0,01 mg/ml préparée par dilution d'une solution concentrée de formaldéhyde (400 mg/ml).**
- 4.2. Réactif de Schiff.**
- 5. Mode opératoire.**
- 5.1. Peser à 1 mg près 1 g de l'échantillon. Ajouter 100 ml d'eau. Agiter. Filtrer si nécessaire la solution et ajouter à 1 ml du filtrat ou de la solution 1 ml de réactif Schiff (4.2.). Par ailleurs, ajouter à 1 ml de la solution de référence contenant du formaldéhyde (4.1.) 1 ml du réactif de Schiff (4.2.).**
- 5.2. Comparer la coloration de la solution de l'échantillon à analyser contenue dans le tube à celle de la solution de référence.**
- 6. Expression des résultats**
- 6.1. Interprétation du test limite**
Si la coloration rouge du tube contenant la solution à analyser est plus intense que celle du tube contenant la solution de référence, le test est positif et l'échantillon contient plus de 0,1 % d'aldéhydes, exprimés en formaldéhyde.
- 6.2. Sensibilité**
La limite de détection du test est de 30 mg. de formaldéhyde par 100 g d'échantillon.
- 6.3. Observations**
Les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon doit donner le même résultat du test limite.

CHAPITRE 3. — Antioxydants

- A. Détermination de l'indice de peroxydes des lécithines (E 322)**
- 1. Objet et domaine d'application**
La présente méthode permet la détermination de l'indice de peroxydes des lécithines (E 322).
- 2. Définition**
L'indice de peroxydes des lécithines est obtenu par application de la méthode ci-après.
- 3. Principe**
Oxydation de l'iodure de potassium par les peroxydes des lécithines et titrage de l'iode libéré à l'aide du thiosulfate de sodium.

- 8. Opmerkingen.**
Daar de bij deze bepaling gebruikte reagentia of toxisch of explosief zijn, is voorzichtig manipuleren een vereiste.
- G. De limietproef voor het bepalen van aldehyden in sorbinezuur (E 200) en de natrium-, kalium- en calciumsorbaten (E 201, E 202, E 203) en in propionzuur (E 280).**
- 1. Doel en gebied van toepassing.**
De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van aldehyden, uitgedrukt als formaldehyde, in :
— sorbinezuur (E 200),
— natrium-, kalium- en calciumsorbaten (E 201, E 202, E 203),
— propionzuur (E 280).
- 2. Definitie.**
Het gehalte aan aldehyde : het gehalte aan aldehyden, uitgedrukt als formaldehyde, bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.
- 3. Beginsel.**
De aldehyden in de monsteroplossing en de formaldehyde in de vergelijkingsoplossing reageren met Schiff's reagens onder vorming van roodgekleurde complexen, waarvan de kleurintensiteit vergeleken wordt.
- 4. Reagentia.**
- 4.1. Formaldehydevergelijkingsoplossing 0,01 mg/ml. Bereid deze oplossing door verdunnen van geconcentreerde formaldehydeoplossing (400 mg/ml).**
- 4.2. Schiff's reagens.**
- 5. Werkwijze.**
- 5.1. Weeg tot op 1 mg nauwkeurig 1 g van de waar af in een conische kolb. Voeg 100 ml water toe en schud. Filtreer, indien nodig, en voeg aan 1 ml van de oplossing of het filtraat 1 ml Schiff's reagens (4.2.) toe. Voeg tegelijkertijd aan 1 ml formaldehydevergelijkingsoplossing (4.1.) 1 ml Schiff's reagens (4.2.) toe.**
- 5.2. Vergelijk na 30 minuten de kleur van de monsteroplossing met de kleur van de vergelijkingsoplossing.**
- 6. Weergave van de resultaten**
- 6.1. Interpretatie van de limietproef**
Indien de rode kleur van de monsteroplossing intensiever is dan de kleur van de vergelijkingsoplossing, is de limietproef positief en bevat het monster meer dan 0,1 % aldehyde uitgedrukt als formaldehyde.
- 6.2. Detectiegrens**
De detectiegrens van deze bepaling ligt bij 30 mg formaldehyde per 100 g. waar.
- 6.3. Opmerkingen**
De resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist moeten gelijk zijn.

HOOFDSTUK 3. — Antioxydantia

- A. Het bepalen van het peroxydegetal van lecithinen (E 322)**
- 1. Doel en gebied van toepassing**
De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van het peroxydegetal van lecithine (E 322)
- 2. Definitie**
Het peroxydegetal : het resultaat verkregen met de in dit voorschrift beschreven bepaling.
- 3. Beginsel**
Kaliumjodide wordt onder bepaalde reactieomstandigheden geoxydeerd door de in lecithine aanwezige peroxyden onder vorming van vrij jodium. Het gevormde jodium wordt bepaald door titratie met natriumthiosulfaatoplossing.

4. Réactifs

- 4.1. Acide acétique glacial.
 4.2. Chloroforme.
 4.3. Iodure de potassium.
 4.4. Thiosulfate de sodium 0,1 mol/l ou 0,01 mol/l.
 4.5. Solution d'amidon (à environ 1 pour cent m/v).

5. Appareillage

- 5.1. Balance analytique.
 5.2. Appareil (voir figure) constitué par :
 5.2.1. Ballon à fond rond d'une capacité de 100 ml.
 5.2.2. Réfrigérant à reflux.
 5.2.3. Tube en verre ayant 250 mm de longueur et 22 mm de diamètre intérieur, équipé de joints en verre rodé.
 5.2.4. Microbêcher dont les dimensions externes sont : 35-50 mm de hauteur et 20 mm de diamètre (voir figure).

6. Mode opératoire

- 6.1. Placer dans le ballon de 100 ml (5.2.1.) 10 ml d'acide acétique glacial (4.1.) et 10 ml de chloroforme (4.2.). Fixer le tube en verre (5.2.3.) et le réfrigérant à reflux (5.2.2.). Faire bouillir doucement le mélange durant 2 minutes pour expulser tout l'air dissous. Dissoudre 1 g d'iodure de potassium (4.3.) dans 1,3 ml d'eau et ajouter cette solution dans le ballon (5.2.1.) en prenant soin de maintenir l'ébullition. Si à ce moment apparaît dans le ballon une coloration jaune, l'analyse n'est pas valable et doit être recommencée avec des réactifs fraîchement préparés.
 6.2. Après un nouveau temps d'ébullition de deux minutes, ajouter au contenu du ballon (5.2.1.) 1 g de l'échantillon à analyser, pesé à 1 mg près, en prenant le soin à nouveau de ne pas interrompre l'ébullition. Pour ce faire, l'échantillon doit être placé dans un microbêcher (5.2.4.) que l'on introduit dans le ballon par le tube en verre (5.2.3.), grâce à une tige dont l'extrémité inférieure s'adapte au dit bêcher (voir figure). Le réfrigérant (5.2.2.) peut être déconnecté durant cette rapide opération. Maintenir l'ébullition durant encore 3-4 minutes. Ensuite arrêté le chauffage, déconnecter immédiatement le réfrigérant (5.2.2.) et ajouter rapidement 50 ml d'eau par le tube en verre (5.2.3.). Oter le tube en verre (5.2.3.) et refroidir le ballon (5.2.1.) sous l'eau courante jusqu'à température ambiante. Titrer à l'aide de thiosulfate de sodium (0,1 mol/l ou 0,01 mol/l) (4.4.) jusqu'au moment où la couche aqueuse devient incolore. Ajouter, juste avant la fin du titrage, 1 ml de la solution d'amidon (4.5.) et titrer jusqu'à disparition de la coloration bleue. Bien agiter le ballon (5.2.1.) durant le titrage afin d'extraire complètement l'iode de la couche non aqueuse.
 6.3. Procéder à un titrage à blanc suivant 6.1. et 6.2.

7. Expression des résultats

7.1. Formule et mode de calcul

L'indice de peroxydes de l'échantillon exprimé en milliéquivalents/kg est donné par :

$$1000 \times a \times (V_1 - V_2)$$

m_0

où :

V_1 = volume en ml de la solution de thiosulfate utilisé pour le titrage de l'échantillon suivant (6.2.),

V_2 = volume en ml de la solution de thiosulfate utilisé pour l'essai à blanc suivant (6.3.),

a = concentration de la solution de thiosulfate de sodium en mol/l,

m_0 = masse initiale, exprimé en grammes, de l'échantillon.

7.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,5 exprimé en milli-équivalent par kilogramme d'échantillon.

8. Observations

- 8.1. Le choix de la concentration du thiosulfate de sodium utilisé dépend du résultat escompté. Si moins de 0,5 ml de thiosulfate de sodium 0,1 mol/l sont utilisés, refaire la détermination en utilisant du thiosulfate 0,01 mol/l.
 8.2. L'analyse doit se faire à l'abri d'une lumière trop intense.

4. Reagentia

- 4.1. Azijnzuur 100 %.
 4.2. Chloroform.
 4.3. Kaliumjodide.
 4.4. Natriumthiosulfaatoplossing 0,1 mol/l of 0,01 mol/l.
 4.5. Zetmeeloplossing, ongeveer 1 % (m/v).

5. Apparaten

- 5.1. Analytische balans.
 5.2. Het apparaat afgebeeld in de figuur bestaande uit :
 5.2.1. Rondbodempkolf van 100 ml.
 5.2.2. Terugvloekoeler.
 5.2.3. Glazen buis, lengte 250 mm en een inwendige diameter van 22 mm, voorzien van slijpstukken.
 5.2.4. Bekerglasje, uitwendige diameter 20 mm en 35-50 mm hoog (zie figuur).

6. Werkwijze

- 6.1. Breng 10 ml azijnzuur (4.1.) en 10 ml chloroform (4.2.) in de kolf (5.2.1.). Plaats de glasbuis (5.2.3.) en de terugvloekoeler (5.2.2.) op de kolf en kook zacht gedurende 2 minuten om de lucht te verdrijven. Los 1 g kaliumjodide (4.3.) op in 1,3 ml water en voeg deze oplossing toe aan de inhoud van de kolf (5.2.1.) er zorg voor dragend dat de vloeistof aan de kook blijft. Ontstaat er tijdens deze bewerking een gele kleur, dan dient de bepaling afgebroken en herhaald te worden met vers bereide reagentia.

- 6.2. Weeg tot 1 mg nauwkeurig ongeveer 1 g van de waar af en voeg deze hoeveelheid na nogmaals 2 minuten koken aan de inhoud van de kolf (5.2.1.) toe, er zorg voor dragend dat de vloeistof aan de kook blijft. Het monster wordt afgewogen in het bekerglasje (5.2.4.) en aan de inhoud van de kolf toegevoegd door het bekerglasje met een daartoe geschikte glasstaaf via de buis (5.2.3.) in de kolf te brengen. (Zie figuur). De terugvloekoeler (5.2.2.) kan hiertoe korte tijd verwijderd worden.

Kook gedurende 3 à 4 minuten. Beëindig het verhitten en verwijder onmiddellijk de terugvloekoeler (5.2.2.). Voeg snel 50 ml water via de glazen buis (5.2.3.) toe, verwijder de glazen buis en koel de kolf (5.2.1.) met inhoud tot kamertemperatuur onder stromend water. Titreer de inhoud van de kolf met de natriumthiosulfaatoplossing 0,1 of 0,01 mol/l (4.4.) totdat de waterige laag bleekgeel gekleurd is. Voeg 1 ml zetmeeloplossing (4.5.) toe en titreer totdat de kleur van blauw naar kleurloos omslaat. Schud gedurende de titratie de kolf krachtig ten einde een volledige extractie van de jodium uit de niet-waterige laag te bewerkstelligen.

- 6.3. Voer een blancobepaling uit door 6.1. en 6.2. te herhalen zonder toevoeging van het monster.

7. Weergave van de resultaten

7.1. Formule en methode van berekenen

Bereken het peroxydegetal van de waar, uitgedrukt in milli-equivalent per kg met de formule :

$$1000 \times a \times (V_1 - V_2)$$

m_0

waarin :

V_1 = de bij de titratie van het monster verbruikte hoeveelheid natriumthiosulfaatoplossing in milliliter (6.2.),

V_2 = de bij de titratie van de blanco verbruikte hoeveelheid natriumthiosulfaatoplossing in milliliter (6.3.),

a = de concentratie van de natriumthiosulfaatoplossing in mol/liter,

m_0 = de afgewogen hoeveelheid waar in gram.

7.2. Herhaalbaarheid

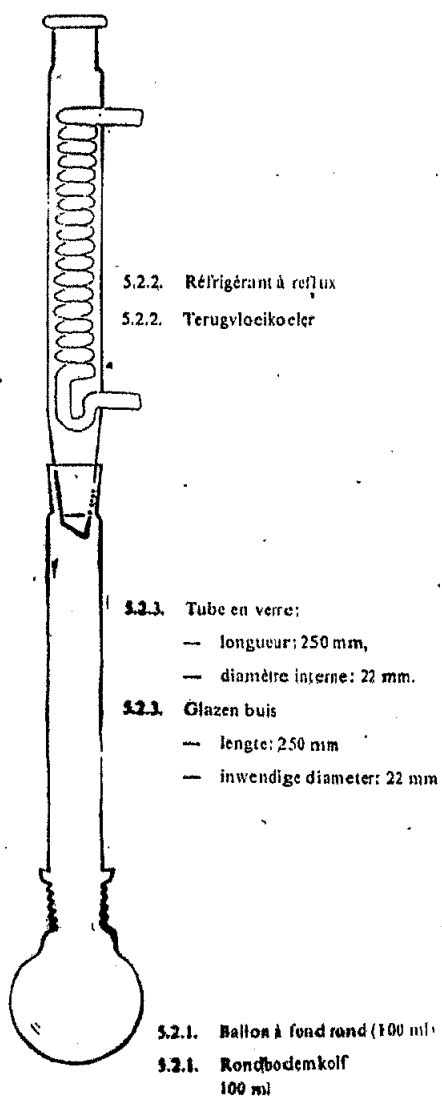
Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 0,5 uitgedrukt als peroxydegetal in milli-equivalent per kg waar.

8. Opmerkingen

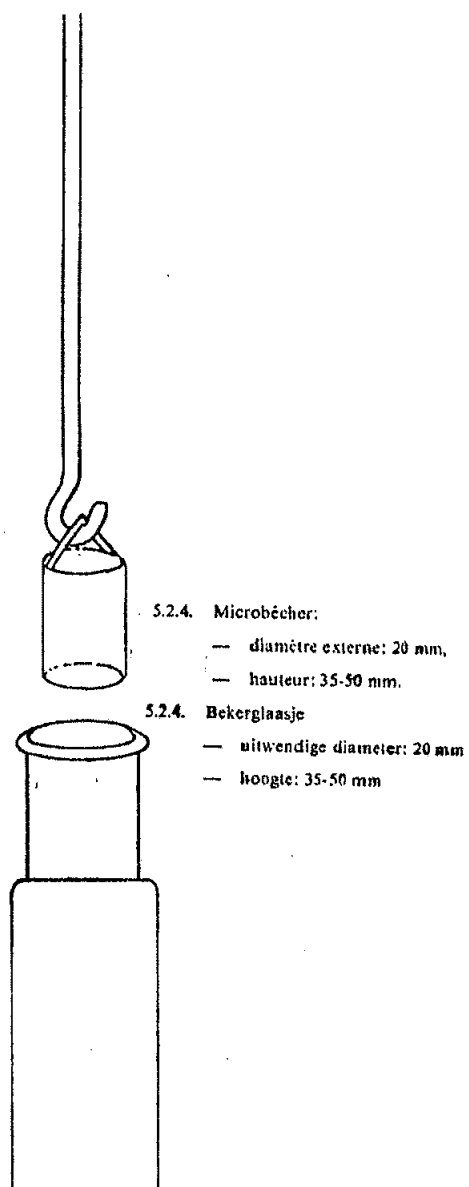
- 8.1. De te kiezen concentratie van de natriumthiosulfaatoplossing hangt af van de te titreren hoeveelheid jodium. Indien minder dan 0,5 ml natriumthiosulfaatoplossing 0,1 mol/l wordt verbruikt, dient de bepaling herhaald te worden met natriumthiosulfaatoplossing 0,01 mol/l.
 8.2. Voer de bepaling uit onder uitsluiting van zoveel mogelijk licht.

Figure

Appareil pour la détermination
de l'indice de peroxyde dans
les **lecithines**

Figuur

Apparaat voor het bepalen van
het **peroxydegetal** van lecithinen



- B. Détermination dans les lécithines (E 322) de substances insolubles dans le toluène.**
- 1. Objet et domaine d'application**
La présente méthode permet de déterminer dans les lécithines (E 322) de substances insolubles dans le toluène.
- 2. Définition**
La teneur en substances insolubles dans le toluène est obtenue par la méthode décrite ci-après.
- 3. Principe**
Filtration des impuretés insolubles dans le toluène et séchage du résidu.
- 4. Réactif**
- 4.1. Toluène.**
- 5. Appareillage**
- 5.1. Creuset G 3 en verre fritté de 30 ml ou équivalent.**
- 5.2. Etuve chauffée électriquement et thermostatée à $103^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$.**
- 5.3. Bain d'eau à une température n'excédant pas 60°C .**
- 5.4. Dessiccateur garni de gel de silice fraîchement activé ou d'une déshydratant équivalent et muni d'un indicateur d'humidité.**
- 5.5. Fiole conique de 500 ml.**
- 5.6. Trompe à vide.**
- 5.7. Balance analytique.**
- 6. Mode opératoire**
- 6.1. Sécher un creuset en verre fritté (5.1) durant $\frac{1}{2}$ h, dans une étuve à $103^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$ (5.2). Laisser refroidir le creuset dans un dessiccateur (5.4) et le peser.**
- 6.2. Mélanger l'échantillon de lécithine après l'avoir chauffée dans un bain d'eau (5.3), si cela s'avère nécessaire. Dans une fiole conique (5.5), peser, à 1 mg près, environ 10 g d'échantillon. Ajouter 100 ml de toluène (4.1), et agiter le mélange jusqu'à ce que la lécithine soit dissoute. Filtrer la solution à travers le creuset en verre fritté (5.1). Laver la fiole conique (5.5), à l'aide de 25 ml de toluène (4.1) et filtrer les solutions de rinçage à travers le creuset (5.1). Répéter cette opération avec une nouvelle quantité de 25 ml de toluène (4.1). Enlever du creuset (5.1) le toluène en excès par aspiration sous vide.**
- 6.3. Sécher le creuset (5.1) et son résidu à $103^{\circ} \pm 2^{\circ} \text{C}$ durant 2 heures dans l'étuve (5.2). Laisser refroidir le creuset dans le dessiccateur (5.4) et ensuite le peser.**
- 6.4. Répéter le 6.3. jusqu'à ce que l'écart entre deux pesées successives soit inférieur à 0,5 mg. Dans l'hypothèse d'une augmentation de masse, on retiendra pour le calcul le chiffre enregistré le plus faible.**
- 7. Expression des résultats**
- 7.1. Formule et mode de calcul**
Le contenu en substances insolubles dans le toluène est donné par :
- $$\frac{100 (m_2 - m_1)}{m_0}$$
- où :
- m_1 = masse, exprimée en grammes, du creuset vide (6.1),
 m_2 = masse, exprimée en grammes, du creuset et des résidus (6.4),
 m_0 = masse initiale, exprimée en grammes, de l'échantillon.
- 7.2. Répétabilité**
La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon, ne doit pas dépasser 30 mg par 100 g d'échantillon.
- C. Test limite de détermination des substances réductrices dans les lactates de sodium, de potassium et de calcium (E 325, E 326, E 327).**
- B. Het bepalen van de in toluëen onoplosbare stoffen van lécithinen (E 322).**
- 1. Doel en gebied van toepassing**
De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van onoplosbare bestanddelen van lécithine (E 322).
- 2. Definitie**
Het gehalte aan in toluëen onoplosbare bestanddelen : het gehalte aan in toluëen onoplosbare bestanddelen bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.
- 3. Beginsel**
De waar wordt opgelost in toluëen en de oplossing gefiltreerd. Het op het filter achterblijvende residu wordt gedroogd en gewogen.
- 4. Reagentia**
- 4.1. Toluëen.**
- 5. Apparaten**
- 5.1. Glazen filterkroezen, 30 ml inhoud en met een porositeit G 3 of gelijkwaardig.**
- 5.2. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een thermostaat, en ingesteld op $103 \pm 2^{\circ} \text{C}$.**
- 5.3. Waterbad, ingesteld op een temperatuur van 60°C .**
- 5.4. Exsiccator, voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.**
- 5.5. Conische kolven, inhoud 500 ml.**
- 5.6. Vacuümpomp.**
- 5.7. Analytische balans.**
- 6. Werkwijze**
- 6.1. Plaats de filterkroes (5.1) gedurende een half uur in de droogstoof (5.2) bij $103 \pm 2^{\circ} \text{C}$. Plaats de filterkroes in de exsiccator (5.4) en koel af tot kamertemperatuur en weeg.**
- 6.2. Homogeniseer de waar, indien nodig onder verwarming op het waterbad (5.3). Weeg tot op 1 mg nauwkeurig ongeveer 10 g van de gehomogeniseerde waar af in de conische kolf (5.5). Voeg toe 100 ml toluëen (4.1) en schud het mengsel totdat de lécithine is opgelost. Filtreer de oplossing onder vacuüm door de filterkroes (5.1). Spoel de kolf (5.5) uit met 25 ml toluëen en filtreer door de filterkroes (5.1). Herhaal de bewerking nogmaals met 25 ml toluëen. Verwijder de toluëen zo veel mogelijk uit de filterkroes (5.1) door sterk af te zuigen.**
- 6.3. Plaats de filterkroes (5.1) gedurende 2 uur in de droogstoof (5.2) bij $103 \pm 2^{\circ} \text{C}$. Koel af tot kamertemperatuur in de exsiccator (5.4) en weeg.**
- 6.4. Herhaal 6.3. totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 0,5 mg bedraagt. Indien de massa is toegenomen dient voor de berekening de kleinste gevonden massa te worden gebruikt.**
- 7. Weergave van de resultaten**
- 7.1. Formule en methode van berekenen**
Bereken het gehalte aan in toluëen onoplosbare bestanddelen, uitgedrukt in massaprocenten, met de formule :
- $$\frac{100 (m_2 - m_1)}{m_0}$$
- waarin :
- m_1 = massa van de lege filterkroes (6.1) in gram,
 m_2 = massa van de filterkroes + inhoud (6.4) in gram,
 m_0 = de afgewogen hoeveelheid waar in gram.
- 7.2. Herhaalbaarheid**
Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist, mag niet meer bedragen dan 30 mg/100 g waar.
- C. De limietproef voor het bepalen van reducerende stoffen in natrium-, kalium- en calciumlactaat (E 325, E 326, E 327).**

- 1. Objet et domaine d'application**
La méthode permet la détermination qualitative de substances réductrices dans :
— le lactate de sodium (E 325),
— le lactate de potassium (E 326),
— le lactate de calcium (E 327).
- 2. Définition**
Le test limite de la réduction de la liqueur de Fehling consiste en la réaction de l'échantillon avec la liqueur de Fehling dans les conditions décrites ci-après.
- 3. Principe**
Réduction de la liqueur de Fehling par des substances réductrices; de telles substances sont généralement constituées par des sucres, réducteurs.
- 4. Réactifs**
- 4.1.** Liqueur A de Fehling (dissoudre 6,93 g de sulfate de cuivre pentahydraté $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et ajuster à 100 ml avec de l'eau.
- 4.2.** Liqueur B de Fehling (dissoudre 34,6 g de tartrate de sodium et de potassium $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, et 10 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau et ajuster à 100 ml avec de l'eau.
- 5. Mode opératoire**
Dissoudre 1 g, pesé à 1 mg près, de l'échantillon dans 10 ml d'eau chaude. Ajouter 2 ml de la liqueur A de Fehling (4.1.) et 2 ml de la liqueur B de Fehling (4.2.); faire bouillir ensuite le mélange pendant une minute et observer s'il y a changement de couleur. La précipitation du sulfate de calcium, qui se produit quelquefois n'interfère pas dans la méthode.
- 6. Expression des résultats**
- 6.1.** Interprétation du test limite
S'il y a changement de couleur après l'ébullition (5), le test est positif ce qui indique la présence de substances réductrices.
- 6.2.** Sensibilité
La limite de détection des substances réductrices est de 100 mg de glucose dans 100 g d'échantillon.
- 6.3.** Observations
- 6.3.1.** Les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon, doivent être identiques.
- 6.3.2.** Toute la liqueur de Fehling réagit si l'échantillon contient 2 % de glucose.
- D. Détermination des acides volatils dans l'acide orthophosphorique (E 338)**
- 1. Objet et domaine d'application**
La méthode permet de détecter dans l'acide orthophosphorique (E 338) les acides volatils, exprimés en acide acétique.
- 2. Définition**
La teneur en acides volatils, exprimée en acide acétique, est obtenue par la méthode décrite ci-après.
- 3. Principe**
Dilution de l'échantillon et distillation de la solution. Titrage du distillat à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium et calcul de l'acidité exprimée en acide acétique.
- 4. Réactifs**
- 4.1.** Solution de phénolphthaléine à 1 % (m/v) dans l'éthanol.
- 4.2.** Hydroxyde de sodium 0,01 mol/l.
- 5. Appareillage**
- 5.1.** Un ballon à distillation avec piège.
- 6. Mode opératoire**
Peser à 50 mg près, 60 g d'échantillon et transférer dans un ballon à distillation avec piège (5.1.) à l'aide de 75 ml
- 1. Doel en gebied van toepassing**
De in dit voorschrift beschreven methode dient om de eventuele aanwezigheid van reducerende bestanddelen in :
— natriumlactaat (E 325),
— kaliumlactaat (E 326),
— calciumlactaat (E 327) vast te stellen.
- 2. Definitie**
Limietproef voor de reductie van Fehling's oplossing : de reactie van het monster met Fehling's oplossing onder de in dit voorschrift beschreven omstandigheden.
- 3. Beginsel**
Fehling's oplossing wordt door reducerende stoffen gereduceerd. Meestal wordt de reductie veroorzaakt door reducerende suikers.
- 4. Reagentia**
- 4.1.** Fehling's oplossing A : los 6,93 g kopersulfaat-pentahydraat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) op in water en vul aan tot 100 ml.
- 4.2.** Fehling's oplossing B : los 34,6 g kaliumnatriumtartraat-tetrahydraat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) en 10 g natriumhydroxyde op in water en vul aan tot 100 ml.
- 5. Werkwijze**
Weeg tot op 1 mg nauwkeurig 1 g van de waar af en los op in 10 ml warm water. Voeg aan deze oplossing toe 2 ml Fehling's oplossing A (4.1.) en 2 ml Fehling's oplossing B (4.2.). Kook het mengsel gedurende 1 minuut. Neem waar of een kleurverandering optreedt. Een eventueel gevormde neerslag van calciumsulfaat stoort de reactie niet.
- 6. Weergaven van de resultaten**
- 6.1.** Interpretatie van de limietproef
Indien er na koken een kleurverandering optreedt is de limietproef positief en zijn in het monster reducerende bestanddelen aanwezig.
- 6.2.** Detectiegrens
De detectiegrens voor reducerende stoffen die reageren als glucose ligt bij 100 mg/100 g waar.
- 6.3.** Opmerkingen
- 6.3.1.** De resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd, onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist, moeten gelijk zijn.
- 6.3.2.** Bij aanwezigheid van 2 % glucose wordt de Fehling's oplossing volledig gereduceerd.
- D. Het bepalen van vluchtige zuren in orthofosforzuur (E 338)**
- 1. Doel en gebied van toepassing**
De in dit voorschrift beschreven methode dient voor het bepalen van het gehalte aan vluchtige zuren, uitgedrukt als azijnzuur, in orthofosforzuur (E 338).
- 2. Definitie**
Het gehalte aan vluchtige zuren : het gehalte aan vluchtige zuren, uitgedrukt als azijnzuur, bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.
- 3. Beginsel**
Aan het orthofosforzuur wordt water toegevoegd en de verkregen oplossing wordt gedestilleerd. De in het destillaat aanwezige zuren worden bepaald door titratie met natriumhydroxydeoplossing en berekend als azijnzuur.
- 4. Reagentia**
- 4.1.** Fenolftaleïneoplossing, 1 % (m/v) in ethanol.
- 4.2.** Natriumhydroxydeoplossing, 0,01 mol/l.
- 5. Apparaten**
- 5.1.** Destillatieapparaat, voorzien van een spatbol.
- 6. Werkwijze**
Weeg tot op 50 mg nauwkeurig ongeveer 60 g orthofosforzuur af. Breng de afgewogen hoeveelheid met behulp van

d'eau fraîchement bouillie et refroidie. Mélanger et distiller 50 ml de solution. Ajouter au distillat quelques gouttes de solution de phénolphthaléine (4.1.) et titrer à l'aide d'hydroxyde de sodium 0,01 mol/l jusqu'à ce que la première teinte rouge persiste 10 secondes.

7. Expression des résultats

7.1. Formule et mode de calcul

La teneur en acides volatils, exprimée en mg/kg d'acide acétique, est donnée par la formule :

$$600 \times V$$

m.

où :

V = est le volume en ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,01 mol/l utilisé pour la neutralisation,
m. = est la masse, en grammes, de l'échantillon d'acide orthophosphorique.

7.2. Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 1 mg pour 100 g d'échantillon.

E. Test limite de détermination des nitrates dans l'acide orthophosphorique (E 338)

1. Objet et domaine d'application

La présente méthode permet de déterminer les nitrates dans l'acide orthophosphorique (E 338).

2. Définition

La détermination de la teneur limite en nitrates, exprimée en nitrate de sodium, est obtenue par la méthode décrite ci-après.

3. Principe

Addition du carmin d'indigo à l'échantillon en milieu acide au moyen d'acide sulfurique concentré. Décoloration par oxydation due à des substances oxydantes en l'occurrence des nitrates.

4. Réactifs

4.1. Solution de carmin d'indigo à 0,18 % (m/v) : dissoudre 0,18 g d'indigotine-di-sulfonate de sodium dans 100 ml d'eau.

4.2. Solution de chlorure de sodium à 0,05 % (m/v).

4.3. Acide sulfurique concentré ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml).

5. Mode opératoire

Diluer 2,0 ml de l'échantillon à analyser avec la solution de chlorure de sodium (4.2.) jusqu'à un volume de 10 ml. Ajouter 0,1 ml de la solution de carmin d'indigo (4.1.) et 10 ml d'acide sulfurique concentré (4.3.) goutte à goutte et en refroidissant. Noter si la coloration bleue de la solution persiste cinq minutes.

6. Expression des résultats

6.1. Interprétation du test limite

Si la coloration bleue disparaît complètement en cinq minutes, le test est positif et la teneur en substances oxydantes, exprimée en nitrate de sodium, est supérieure à 5 mg/kg d'échantillon.

6.2. Observations

6.2.1. Effectuer l'essai à blanc des réactifs.

6.2.2. Les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon doivent être identiques.

6.2.3. La solution de carmin d'indigo ne doit pas être préparée depuis plus de 60 jours.

75 ml vers uitgekookt koud water over in de kolf van het destillatieapparaat (5.1.). Meng en destilleer totdat 50 ml destillaat verkregen is. Voeg aan het destillaat enkele druppels fenolftaleïneoplossing (4.1.) toe en titreer met de natriumhydroxydeoplossing (4.2.) tot een rose kleur die 10 seconden blijft bestaan.

7. Weergave van de resultaten

7.1. Formule en methode van berekenen

Bereken het gehalte aan vluchtige zuren uitgedrukt in mg azijnzuur per kg waar met de formule :

$$600 \times V$$

m.

waarin :

V = de bij titratie verbruikte hoeveelheid natriumhydroxyde oplossing 0,01 mol/l in milliliter,
m. = de afgewogen hoeveelheid orthofosforzuur in gram.

7.2. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 1 mg/kg waar.

E. De limietproef voor het bepalen van nitraten in orthofosforzuur (E 338)

1. Doel en gebied van toepassing

De in dit voorschrift beschreven methode dient om de eventuele aanwezigheid van nitraat in fosforzuur (E 338) vast te stellen.

2. Definitie

De limietproef voor nitraat : het vaststellen van de aanwezigheid van nitraat volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. Beginsel

Het ontkleuren van indigokarmijn door oxyderende stoffen waaronder nitraten in zwavelzuurhoudend milieu.

4. Reagentia

4.1. Indigokarmijnoplossing 0,18 % (m/v) : los 0,18 g natriumindigotinesulfonaat op in water en vul aan tot 100 ml.

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

4.3. Geconcentreerd zwavelzuur, ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml).

5. Werkwijze

Verdun 2,0 ml van de waar tot 10 ml met de natriumchlorideoplossing (4.2.). Voeg toe 0,1 ml indigokarmijnoplossing (4.1.) en voorzichtig onder afkoelen 10 ml geconcentreerd zwavelzuur (4.3.). Beoordeel de kleur na 5 minuten.

6. Weergave van de resultaten

6.1. Interpretatie van limietproef

De proef is positief indien de blauwe kleur, binnen 5 minuten volledig verdwijnt. Het verdwijnen van de blauwe kleur binnen 5 minuten geeft aan dat het gehalte aan oxyderende stoffen uitgedrukt als natriumnitraat groter is dan 5 mg/kg waar.

6.2. Opmerkingen

6.2.1. Voer een blanco test uit.

6.2.2. De resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussenpozen uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist moeten gelijk zijn.

6.2.3. De indigokarmijnoplossing mag niet gebruikt worden indien zij meer dan 60 dagen oud is.

- 6.2.4. Un résultat positif signifie que l'échantillon peut contenir des nitrates et le test doit être refait en utilisant la méthode ISO 3709-1976 « Acide phosphorique à usage industriel (y compris les industries alimentaires) — dosage de l'oxyde d'azote — méthode spectrophotométrique au xyloène 3,4 ».
- F. Détermination de substances insolubles dans l'eau qui sont présentes dans les orthophosphates : monosodique, disodique et trisodique et dans les orthophosphates : monopotassique, dipotassique et tripotassique (E 339 i, E 339 ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii).
1. **Objet et, domaine d'application**
La méthode permet de déterminer les substances insolubles dans l'eau, qui se trouvent dans :
— l'orthophosphate monosodique (E 339 i),
— l'orthophosphate disodique (E 339 ii),
— l'orthophosphate trisodique (E 339 iii),
— l'orthophosphate monopotassique (E 340 i),
— l'orthophosphate dipotassique (E 340 ii),
— l'orthophosphate tripotassique (E 340 iii).
2. **Définition**
La teneur en matières insolubles dans l'eau est obtenue par la méthode décrite ci-après.
3. **Principe**
Dissolution de l'échantillon dans l'eau et filtration des substances insolubles. Le résidu, rincé et séché, est pesé et équivaut aux matières insolubles dans l'eau.
4. **Appareillage**
- 4.1. Creuset en porcelaine frittée de porosité G 3 ou équivalent.
- 4.2. Dessiccateur garni de gel de silice fraîchement activé ou d'un déshydratant équivalent muni d'un indicateur d'humidité.
- 4.3. Etuve chauffée électriquement et thermostatée à $103 \pm 2^\circ \text{C}$.
- 4.4. Bécher en polypropylène de 400 ml.
- 4.5. Bain d'eau bouillante.
5. **Mode opératoire**
Dissoudre 10 g, pesé à 10 mg près de l'échantillon de phosphate dans 100 ml d'eau chaude dans un bécher en polypropylène (4.4.) et maintenir au bain d'eau bouillante (4.5.) pendant 15 minutes. Filtrer la solution à travers le creuset filtrant (4.1.) préalablement lavé, séché et pesé. Laver le résidu insoluble avec de l'eau chaude et sécher dans l'étuve (4.3.) à $103 \pm 2^\circ \text{C}$. Après séchage complet pendant deux heures, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser.
Le séchage est complet lorsque la différence entre deux pesées successives n'excède pas 0,5 mg. Dans l'hypothèse d'une augmentation de masse, on retiendra pour le calcul le chiffre enregistré le plus faible.
6. **Expression des résultats**
- 6.1. **Formule et mode de calcul**
La teneur en matières insolubles dans l'eau de l'échantillon est donnée par la formule suivante :
- $$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$
- où :
- m_1 = est la masse, en grammes, du résidu après séchage,
 m_0 = est la masse, en grammes, de l'échantillon.
- 6.2. **Répétabilité**
La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 10 mg pour 100 g d'échantillon.
- 6.2.4. Indien de reactie positief is kan de waar nitraat bevatten en moet een verder onderzoek uitgevoerd worden volgens de ISO 3709-1976 « Fosforzuur voor industrieel gebruik (inclusief levensmiddelindustrieën). Het bepalen van het gehalte aan stikstofoxyden door middel van de 3,4-xyloenol spectrofotometrische methode ».
- F. Het bepalen van de in water onoplosbare stoffen van mono-, di- en trinatriumorthofosfaat en van mono-, di- en trikaliumorthofosfaat (E 339 i, E 339 ii, E 339 iii, E 340 i, E 340 ii, E 340 iii).
1. **Doet en gebied van toepassing**
De in dit voorschrift beschreven methode dient voor de bepaling van in water onoplosbare bestanddelen in :
— mononatriumorthofosfaat (E 339 i),
— dinatriumorthofosfaat (E 339 ii),
— trinatriumorthofosfaat (E 339 iii),
— monokaliumorthofosfaat (E 340 i),
— dikaliumorthofosfaat (E 340 ii),
— trikaliumorthofosfaat (E 340 iii).
2. **Definitie**
Het gehalte aan in water onoplosbare bestanddelen : het gehalte aan in water onoplosbare bestanddelen bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.
3. **Beginsel**
De waar wordt opgelost in water en de oplossing gefiltreerd door een gesinterde porceleinen filterkroes. Na uitwassen en drogen wordt het residu gewogen en berekend als in water onoplosbare bestanddelen.
4. **Apparaten**
- 4.1. Gesinterde porceleinen filterkroes, porositeit G 3 of gelijkwaardig.
- 4.2. Exsiccator, voorzien van vers geactiveerde silicagel met vochtindicator of een gelijkwaardig droogmiddel.
- 4.3. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een thermostaat en ingesteld op $103 \pm 2^\circ \text{C}$.
- 4.4. Bekerglas van polypropyleen, inhoud 400 ml.
- 4.5. Waterbad, kokend.
5. **Werkwijze**
Weeg tot op 10 mg nauwkeurig ongeveer 10 g van de waar van fosfaat af in de polypropyleenbeker (4.4.) en los op in 100 ml heet water. Laat gedurende 15 minuten op het kokende waterbad (4.5.) staan. Filtreer de oplossing door de vooraf gedroogde en gewogen filterkroes (4.1.). Was het onoplosbare residu met heet water uit. Plaats de filterkroes met inhoud gedurende 2 uur in de droogstoof (4.3.) bij $103 \pm 2^\circ \text{C}$. Koel af tot kamertemperatuur in de exsiccator (4.2.) en weeg.
Herhaal het drogen, koelen en wegen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 0,5 mg bedraagt. Indien de massa is toegenomen dient voor de berekening de kleinste gevonden massa te worden gebruikt.
6. **Weergave van de resultaten**
- 6.1. **Formule en methode van berekenen**
Bereken het gehalte aan in water onoplosbare bestanddelen uitgedrukt in massaprocenten van de waar met de formule :
- $$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$
- waarin :
- m_1 = de massa van het gedroogde residu in gram,
 m_0 = de afgewogen hoeveelheid waar in gram.
- 6.2. **Herhaalbaarheid**
Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 10 mg per 100 gr waar.

CHAPITRE 4. — Généralités

- A. Détermination du pH des additifs alimentaires**
1. **Objet et domaine d'application**
La méthode prescrit les lignes générales pour déterminer le pH des additifs alimentaires.
 2. **Définition**
Le pH d'un additif alimentaire est obtenu par la méthode décrite ci-après.
 3. **Principe**
Le pH d'une solution aqueuse ou d'une dilution aqueuse est déterminé conventionnellement au moyen d'une électrode en verre, d'une électrode de référence et d'un pH-mètre.
 4. **Réactifs**
 - 4.1. **Etalonner les instruments en utilisant les solutions tampons suivantes.**
 - 4.1.1. Solution de pH 6,88 à 20°C constituée de volumes égaux de phosphate monopotassique (KH_2PO_4) 0,05 mol/l et d'orthophosphate disodique ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0,05 mol/l.
 - 4.1.2. Solution tampon de pH 4 à 20°C constituée de phtalate acide de potassium ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$) 0,05 mol/l.
 - 4.1.3. Solution tampon de pH 9,22 à 20°C constituée de borate de sodium ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 0,05 mol/l.
 - 4.2. Solution de chlorure de potassium (KCl) 3 mol/l ou saturée destinée au remplissage des électrodes de référence ou autre solution appropriée prescrite par le fabricant d'électrodes.
 - 4.3. Eau distillée, exempte de dioxyde de carbone, présentant un pH de 5 à 6.
 5. **Appareillage**
 - 5.1. pH-mètre d'une précision de 0,01 unité de pH.
 - 5.2. Electrode, soit chaîne d'électrode de verre combinée ou électrode unique de verre et électrode de référence avec pinces appropriées.
 - 5.3. Agitateur magnétique équipé d'un dispositif de chauffage.
 - 5.4. Thermomètre gradué de 0 à 100 °C.
 6. **Mode opératoire**
 - 6.1. **Etalonnage du pH-mètre**
Les électrodes de verre doivent être montées suivant les indications du fabricant. L'étalonnage des électrodes de verre doit être réglé régulièrement sur l'échelle du pH-mètre au moyen de solutions-tampons dont le pH exact est connu.
Laver les électrodes à l'eau et les essuyer soigneusement avec un linge doux ou bien encore rincer les électrodes à l'eau et puis les rincer deux fois de suite, avec la solution à mesurer ou la solution étalon et les placer dans la solution à mesurer ou la solution étalon.
Si la solution à mesurer a un pH acide, les solutions-tampons utilisées pour contrôler le pH doivent être celles à pH 4 (4.1.2.) et à pH 6,88 (4.1.1.).
Si la solution à mesurer a un pH basique, les solutions-tampons utilisées pour contrôler le pH doivent être celles à pH 9,22 (4.1.3.) et à 6,88 (4.1.1.).
 - 6.2. **Détermination de la solution à mesurer**
La concentration de la solution à mesurer doit être celle fixée à l'annexe de l'arrêté royal du 2 octobre 1980 relatif au commerce et à l'étiquetage des additifs pour la détermination du pH de l'additif analysé.
Préparer la solution à mesurer prescrite en utilisant l'eau distillée (4.3.) à 20° C tout en agitant. Ne plus agiter et placer les électrodes de verre (5.2.) dans la solution. Après deux minutes lire le pH sur le pH-mètre (5.1.).

HOOFDSTUK 4. — Algemeen

- A. Het bepalen van de pH-waarde van levensmiddelenadditieven**
1. **Doel en gebied van toepassing**
Dit voorschrift beschrijft een algemene richtlijn voor het bepalen van de pH-waarde van levensmiddelenhulpstoffen.
 2. **Definitie**
De pH-waarde van een levensmiddelenhulpstof : de pH-waarde bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.
 3. **Beginsel**
De pH-waarde van een waterige oplossing of een waterige suspensie van de waar wordt bepaald met behulp van een glaselektrode, referentie-elektrode en een pH-meter.
 4. **Reagentia**
 - 4.1. **Gebruik om het instrument te ijken de volgende oplossingen :**
 - 4.1.1. Bufferoplossing, pH 6,88 bij 20° C : meng gelijke volumina van een oplossing van kaliumdiwaterstoffosfaat (KH_2PO_4) 0,05 mol/l en een oplossing van dinatriumwaterstoffosfaatdihydraat ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 0,05 mol/l.
 - 4.1.2. Bufferoplossing, pH 4,00 bij 20° C : een oplossing van kaliumwaterstoffalfaat ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$) 0,05 mol/l.
 - 4.1.3. Bufferoplossing, pH 9,22 bij 20° C : een oplossing van natriumtetraboraatdecahydraat, ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 0,05 mol/l.
 - 4.2. Verzadigde of 3 mol/l oplossing van kaliumchloride (KCl), voor het vullen van de referentie-elektrode of een andere geschikte oplossing voorgeschreven door de fabrikant van de elektrode.
 - 4.3. Gedestilleerd water, koolzuurvrij, met een pH tussen 5 en 6.
 5. **Apparaten**
 - 5.1. pH-meter, nauwkeurig tot op 0,01 pH-eenheid.
 - 5.2. Elektroden : glaselektroden en referentie-elektroden al of niet gecombineerd en geschikte elektrodeklemmen.
 - 5.3. Magnetroeder met verwarmingsinrichting.
 - 5.4. Thermometer met een schaalverdeling van 0 tot 100 °C.
 6. **Werkwijze**
 - 6.1. **Het ijken van de pH-meter**
Volg voor het gebruik van de elektroden de aanwijzingen van de fabrikant. De afgelezen pH-waarden dienen regelmatig te worden gecontroleerd door vergelijking met bufferoplossing van bekende pH-waarde. De elektroden dienen alvorens een meting uit te voeren of met water afgespoeld en daarna afgewist te worden met een zachte « tissue » of met water en vervolgens tweemaal met de te meten oplossing afgespoeld te worden.
Indien de te onderzoeken oplossing een zure pH vertoont dient de controle van de pH-aflezing te geschieden met de bufferoplossing, pH 4,00 (4.1.2.) en de bufferoplossing, pH 6,88 (4.1.1.).
Vertoont de oplossing een alkalische reactie dan dient de controle van de pH-aflezing te geschieden met de bufferoplossing, pH 9,22 (4.1.3.) en de bufferoplossing, pH 6,88 (4.1.1.).
 - 6.2. **Het meten van de oplossing van de waar**
De concentratie van de te meten oplossing moet deze zijn die voor de bepaling van de pH van het geanalyseerde toevoegsel vastgesteld is in de bijlage van het koninklijk besluit van 2 oktober 1980 betreffende de handel en de etikettering van toevoegsels.
Bereid de meetoplossing op de voorgeschreven wijze waarbij gebruik gemaakt wordt van water als bedoeld onder (4.3.) en stel onder roeren de temperatuur in op 20° C. Staak het roeren, plaats de elektroden (5.2.) in de oplossing en lees na 2 minuten de pH-waarde op de pH-meter (5.1.) af.

7. Expression des résultats
- 7.1. Répétabilité
La différence entre les résultats de deux déterminations parallèles effectuées simultanément dans les mêmes conditions par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,05 unité de pH.
8. Observations
Cette méthode est uniquement applicable aux critères de pH retenus à l'annexe de l'arrêté royal du 2 octobre 1980 précité lorsque l'additif est en solution ou dilué dans l'eau.

Vu pour être annexé à Notre arrêté du 21 juin 1983.

BAUDOIN

Par le Roi :
Le Ministre des Affaires sociales,
J.-L. DEHAENE

Le Secrétaire d'Etat à la Santé publique et à l'Environnement,
F. AERTS

MINISTÈRE DE LA PREVOYANCE SOCIALE

F. 83 — 1551

5 AOUT 1983. — Arrêté royal modifiant l'arrêté royal du 3 décembre 1976 portant fixation du cadre organique du Fonds des maladies professionnelles

BAUDOIN, Roi des Belges,
A tous, présents et à venir, Salut.

Vu la loi du 16 mars 1954 relative au contrôle de certains organismes d'intérêt public, notamment l'article 11, modifié par l'arrêté royal n° 4 du 18 avril 1967;

Vu les lois relatives à la réparation des dommages résultant des maladies professionnelles, coordonnées le 3 juin 1970, notamment les articles 5, 20 et 22;

Vu l'arrêté royal du 3 décembre 1976 portant fixation du cadre organique du Fonds des maladies professionnelles modifié par les arrêtés royaux des 17 juillet 1978, 30 janvier 1980, 4 septembre 1981 et 23 juin 1982;

Vu l'avis du Comité de gestion du Fonds des maladies professionnelles;

Vu l'avis du Comité de consultation syndicale du Fonds des maladies professionnelles;

Vu l'accord de Notre Ministre de la Fonction publique et de Notre Secrétaire d'Etat à la Fonction publique, donné le 5 mai 1983;

Vu l'accord de Notre Ministre du Budget, donné le 5 mai 1983;

Sur la proposition de Notre Ministre des Affaires sociales,

Nous avons arrêté et arrêtons :

Article 1er. Dans le cadre organique du Fonds des maladies professionnelles fixé par l'arrêté royal du 3 décembre 1976, modifié par les arrêtés royaux des 17 juillet 1978, 30 janvier 1980, 4 septembre 1981 et 23 juin 1982, sous les rubriques « Centre d'Awans » et « Centre de Morlanwelz-Mariemont », le mot :

Pharmacien 1
est remplacé par les mots suivants :
Pharmacien ou pharmacien principal (application du principe de la carrière plane). 1

Art. 2. Le présent arrêté entre en vigueur le jour de sa publication au *Moniteur belge*.

7. Weergave van de resultaten
- 7.1. Herhaalbaarheid
Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd onder dezelfde omstandigheden in dezelfde waar door dezelfde analist mag niet meer bedragen dan 0,05 pH-eenheid.
8. Opmerkingen
Deze methode is enkel van toepassing op de in de bijlage van het voornoemde koninklijk besluit van 2 oktober 1980 vastgestelde pH-criteria wanneer het toevoegsel opgelost is of in water verdund is.

Ons bekend om te worden gevoegd bij Ons besluit van 21 juni 1983.

BOUDEWIJN

Van Koningswege :
De Minister van Sociale Zaken,
J.-L. DEHAENE

De Staatssecretaris voor Volksgezondheid en Leefmilieu,
F. AERTS

MINISTERIE VAN SOCIALE VOORZORG

N. 83 — 1551

5 AUGUSTUS 1983. — Koninklijk besluit tot wijziging van het koninklijk besluit van 3 december 1976 houdende vaststelling van de personeelsformatie van het Fonds voor de beroepsziekten

BOUDEWIJN, Koning der Belgen,

Aan allen die nu zijn en hierna wezen zullen, Onze Groet.

Gelet op de wet van 16 maart 1954 betreffende de controle op sommige instellingen van openbaar nut, inzonderheid op artikel 11, gewijzigd bij het koninklijk besluit nr. 4 van 18 april 1967;

Gelet op de wetten betreffende de schadeloosstelling voor beroepsziekten, gecoördineerd op 3 juni 1970, inzonderheid op artikelen 5, 20 en 22;

Gelet op het koninklijk besluit van 3 december 1976 houdende vaststelling van de personeelsformatie van het Fonds voor de beroepsziekten, gewijzigd bij de koninklijke besluiten van 17 juli 1978, 30 januari 1980, 4 september 1981 en 23 juni 1982;

Gelet op het advies van het Beheerscomité, van het Fonds voor de beroepsziekten;

Gelet op het advies van de Syndicale raad van Advies van het Fonds voor de beroepsziekten;

Gelet op het akkoord van Onze Minister van Openbaar Ambt, en van Onze Staatssecretaris voor Openbaar Ambt, gegeven op 5 mei 1983;

Gelet op het akkoord van Onze Minister van Begroting, gegeven op 5 mei 1983;

Op de voordracht van Onze Minister van Sociale Zaken,

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

Artikel 1. In de personeelsformatie van het Fonds voor de beroepsziekten vastgesteld bij het koninklijk van 3 december 1976, gewijzigd bij de koninklijke besluiten van 17 juli 1978, 30 januari 1980, 4 september 1981 en 23 juni 1982, onder rubrieken « Centrum van Awans » en « Centrum van Morlanwelz-Mariemont », wordt het woord :

Apotheker 1
vervangen door de volgende woorden :
Apotheker of eerstaanwezend apotheker (toepassing van het beginsel van de vlakke loopbaan). 1

Art. 2. Dit besluit treedt in werking de dag waarop het in het *Belgisch Staatsblad* wordt bekendgemaakt.