

GIDA KATKI MADDELERİNİN SAFLIK KRİTERLERİ ANALİZ YÖNTEMLERİ METODLARI TEBLİĞİ

Yetki Kanunu: Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği

Yayımlandığı R.Gazete: 17.01.2002 – 24643

Tebliğ No: 2001/ 46

Amaç

Madde 1- Bu Tebliğin amacı, gıda maddelerinde kullanılan katkı maddelerinin saflık kriterlerine uygunluğunu belirleyen analiz metodlarını belirlemektir.

Kapsam

Madde 2-Bu Tebliğ, renklendiriciler, koruyucular ve antioksidanların saflık kriterleri analiz metodlarını kapsar.

Hukuki dayanak

Madde 3- Bu Tebliğ, 16/11/1997 tarihli ve 23172 mükerrer sayılı Resmi Gazete’de yayımlanan “Türk Gıda Kodeksi Yönetmeliği”ne göre hazırlanmıştır.

Analiz metodları

Madde 4- Analiz metodları, genel ilkeler EK - I’e uygun olarak aşağıdaki şekilde uygulanır:

- Gıda maddelerinde kullanılan suda çözünebilir sülfatlı organik renklendirici maddelerde dietileter ile ekstrakte edilebilen maddelerin tayini EK - II’deki 1 inci metoda göre yapılır.
- Asetik asit (E 260), potasyum asetat (E 261), sodyum diasetat (E 262) ve kalsiyum asetat (E 263) formik asit, formatlar ve diğer okside olabilen maddelerin tayini Ek - II’deki 2 nci metoda göre yapılır.
- Propiyonik asitte (E 280) uçucu olmayan maddelerin tayini Ek II’deki 3 üncü metoda göre yapılır.
- Sodyum nitritte (E 250) kurutma ile oluşan kütle kaybının tayini Ek - II’deki 4 üncü metoda göre yapılır.
- Etil p-hidroksi benzoat (E 214), etil p-hidroksi benzoat sodyum tuzu (E 215), n-propil p-hidroksi benzoat (E 216),

n-propil p-hidroksi benzoat sodyum tuzu (E 217), metil p-hidroksi benzoat (E 218) ve metil p-hidroksi benzoat sodyum tuz (E 219)'undaki salisilik asitin tayini Ek - II'deki 5 inci metoda göre yapılır.

f) Sodyum di asetatta (E 262) serbest asetik asit tayini Ek - II'deki 6 ncı metoda göre yapılır.

g) Sodyum di asetatta (E 262) sodyum asetat tayini Ek - II'deki 7 nci metoda göre yapılır.

h) Sorbik asit (E 200), sodyum, potasyum ve kalsiyum sorbatlar (E 201, E 202, E203) ve propiyonik asitte (E 280) aldehyitlerin tayini için limit testi Ek - II'deki 8 inci metoda göre yapılır.

ı) Lesitinde (E 322) peroksit grup sayısının tayini Ek - II'deki 9 uncu metoda göre yapılır.

j) Lesitinde (E 322) toluende çözünmeyen maddelerin tayini Ek - II'deki 10 uncu metoda göre yapılır.

k) Sodyum, potasyum ve kalsiyum laktatlarda (E 325, E 326 ve E 327) indirgeyici maddelerin limit testi Ek -II'deki 11 inci metoda göre yapılır.

l) Ortofosforik asitte (E 338) uçucu asitlerin tayini Ek - II'deki 12 nci metoda göre yapılır.

m) Ortofosforik asitte (E 338) nitrat tayini için limit testi Ek - II'deki 13 üncü metoda göre yapılır.

n) Mono-,di-, tri-sodyum ortofosfat ile mono-, di- ve tri-potasyum ortofosfatta [E 339 (i), E 339 (ii), E 339 (iii), E 340 (i), E 340 (ii), E 340 (iii)] suda çözünmeyen maddelerin tayini Ek - II'deki 14 üncü metoda göre yapılır.

o) Gıda katkı maddelerinde pH tayini Ek - II'deki 15 inci metoda göre yapılır.

Avrupa Birliğine uyum

Madde 5- Bu Tebliğ, 81/712/EEC sayılı "Gıda Katkı Maddeleri Saflık Kriterleri Analiz Metodları" Komisyon Direktifi dikkate alınarak, Avrupa Birliği'ne uyum kapsamında hazırlanmıştır. Bu Tebliğ, laboratuvarların ilgili mevzuatına uygun denenmiş ve bilimsel geçerliliği olan yöntemleri kullanmasını engellemez. Avrupa Birliği ile olan ilişkilerde zorunlu olarak uygulanır.

Geçici Madde 1- Halen faaliyet gösteren ve bu Tebliğ kapsamında yer alan analiz yöntemlerini kullanan laboratuvarlar, 1 yıl içerisinde bu Tebliğ hükümlerine uymak zorundadırlar.

Yürürlük

Madde 6- Bu Tebliğ yayımı tarihinde yürürlüğe girer.

Yürütme

Madde 7- Bu Tebliğ hükümlerini Sağlık Bakanı ile Tarım ve Köyişleri Bakanı yürütür.

EK - I

Genel İlkeler

1. Numunenin Analize Hazırlanması

1.1. Genel

Analiz için kullanılacak laboratuvar numunesinden 50 g örnek alınır. Ancak, özel durumlarda miktar artırılabilir.

1.2. Örneğin hazırlanması

Örnek analizden önce homojen hale getirilmelidir.

1.3. Saklama

Hazırlanan örnek her zaman havasız ve nemsiz bir kapta muhafaza edilerek bozulması önlenmelidir.

2. Reaktifler

2.1. Su

2.1.1. Tebliğde, çözelti, seyreltme ya da yıkama amacıyla kullanılan su, distile su yada eşit saflıktaki demineralize sudur.

2.1.2. Çözelti ve seyreltme, daha farklı bir nitelendirme yapılmamışsa, sulu çözeltiyi tanımlamaktadır.

2.2. Kimyasallar

Bütün reaktifler analitik saflıkta olmalıdır. Aksi takdirde özellikleri belirtilmektedir.

3. Cihaz ve Malzemeler

3.1. Cihaz listesi, cihaz teknik özellikleri ve ayrıntılarını içerir.

3.2. Analitik terazi, en az 0.1 mg hassasiyette olmalıdır.

4. Sonuçların Açıklanması

4.1. Sonuçlar

Resmi analiz raporunda belirtilen sonuç, en az iki paralel anlamlı analizin ortalama değeri olmalıdır.

4.2. Yüzdenin hesaplanması

Aksi belirtilmedikçe sonuçlar, laboratuvara gelen orijinal numunenin kütle olarak yüzdesi şeklinde verilir.

4.3. Sonuçlarda virgülden sonraki basamak sayısı yöntemin duyarlılığına göre belirtilir.

EK - II

Analiz Metodları

Metod 1: Gıda Maddelerinde Kullanılan Suda Çözünebilir Sülfonatlı Organik Renklendirici Maddelerde Dietil Eter ile Ekstrakte Edilebilen Maddelerin Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, başka bir madde karıştırılmamış, suda çözünebilir sülfonatlı organik renklendirici maddelerde dietil eter ile ekstrakte edilebilen maddeleri belirler.

2. Tanım

Dietil eter ile ekstrakte edilebilen maddeler: Dietil eter ile ekstrakte ile elde edilen maddelerin tanımlanan metodla belirlenmesidir.

3. Prensip

Renklendirici maddedeki dietil eter ekstraktı, dietil eter ile ekstraksiyon ve ekstrakttaki eterin buharlaştırılmasından sonra kalıntının tartılması ile belirlenir..

4. Reaktifler

4.1. Dietil eter, susuz, peroksit içermeyen (kalsiyum klorür yardımıyla kurutulmuş).

5. Cihazlar

5.1.Sokselet düzeneği.

5.2. Desikatör; yeni aktive edilmiş silikajel veya dengi nem çekici bir madde ve nemi belirleyici indikatör içeren.

5.3.Analitik terazi.

5.4. Etüv,termostatik kontrollü, $85 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlanabilen.

6. İşlem

Filtre kağıdı üzerine 10 g örnek, 10 mg hassasiyette tartılır. Kağıt katlanır. Kartuşa yerleştirilir ve yağ içermeyen bir

pamukla kapatılır. Sokselet balonunun darası alınır ve yerine yerleştirilir. Sokselette (5.1) dietil eter ile (4.1) 6 saat süreyle ekstraksiyon yapılır. Sıcaklık mümkün olduğunca düşük düzeye ayarlanır. Ekstraksiyon kalıntısı içeren Sokselet balonu, kuruması için 20 dk süreyle 85 ± 2 °C'deki etüve (5.4) yerleştirilir. Balon bu süre sonunda desikatöre (5.2) alınır ve soğumaya bırakılır. Soğuyan balon tartılır.

Kurutma ve tartma işlemi, birbirini izleyen iki tartım 0.5 mg'dan daha az oluncaya kadar tekrar edilir. Kütlede bir artış gözlenirse, hesaplamada en düşük okuma kullanılır.

7. Sonuçların Açıklanması

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi: Eter ile ekstrakte edilebilen madde içeriği, örneğin yüzdesi olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$m_1 \times 100$$

$$m_0$$

m_1 = Kalıntının buharlaşmadan sonra gram cinsinden kütlesi, g

m_0 = Örnek miktarı, g

7.2. Tekrarlanabilirlik Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 0.02 g'ı geçmemelidir.

Metod 2: Asetik Asit (E 260), Potasyum Asetat (E 261), Sodyum Diasetat (E 262) ve Kalsiyum Asetatta (E 263) Formik Asit, Formatlar ve Diğer Okside Olabilen Katkı Maddelerinin Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, asetik asit (E 260), potasyum asetat (E 261), sodyum diasetat (E 262), kalsiyum asetattaki (E 263), formik asit, formatlar ve diğer okside olabilen maddeleri formik asit cinsinden belirler.

2. Tanım:

Formik asit, format ve diğer okside olabilen maddeler:
formik asit, format ve diğer okside olabilen maddelerin
tanımlanan metod ile belirlenmesidir.

3. Prensip:

Örnek çözeltisi manganer dioksit oluşturmak amacıyla
alkali koşullardaki standart potasyum permanganat fazlası
ile reaksiyona tabi tutulur. Manganer dioksit ve potasyum
permanganat fazlası iyodometrik olarak asit koşullar
altında tespit edilir ve okside olabilen katkı maddelerinin
konsantrasyonu hesaplanır ve formik asit cinsinden
belirtilir.

4. Reaktifler:

- 4.1. Potasyum iyodür
- 4.2. Potasyum permanganat çözeltisi, 0.02 M
- 4.3. Sodyum karbonat, susuz
- 4.4. Sodyum tiyosülfat çözeltisi, 0.1 M
- 4.5. Nişasta çözeltisi, % 1 ağırlık/hacim
- 4.6. Seyreltik sülfürik asit çözeltisi: 90 mL yoğunluğu 1.84
g/mL sülfürik asit suya eklenir ve 1 L'ye tamamlanır.

5. Cihaz ve Malzemeler:

- 5.1. Su banyosu, kaynatma özelliğinde
- 5.2. Analitik terazi

6. İşlem:

Serbest asit örneklerinde 10 g örnek 10 mg hassasiyetle
tartılır. 70 mL su ile seyreltilir. 30 mL suda 10 g susuz
sodyum karbonat içeren çözelti eklenir. Tuz örneklerinde,
10 g örnek 10 mg hassasiyetle tartılır. 100 mL su ile
seyreltilir. 1 g susuz sodyum karbonat eklenir. Çözünmesi
için çalkalanır. 20 mL 0.02 M potasyum permanganat
eklenir ve kaynayan su banyosunda 15 dakika süreyle
ısıtılır. Karışım soğutulur. 50 mL seyreltik sülfürik asit ve
0.5 g potasyum iyodür eklenir. Çökmüş olan manganer
dioksit çözünene kadar çalkalanır. Çözelti açık sarı olana
kadar 0.1 M sodyum tiyosülfat ile titrasyon yapılır. Birkaç
damla nişasta solüsyonu eklenir ve çözelti renksiz olana
kadar titrasyona devam edilir.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi:Formik asit cinsinden formik asit, format ve diğer okside olabilen katkı maddesi içeriği aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$\frac{2.3x}{m_0} \times \left(\frac{100}{b} \times a \right) \times V$$

a = Potasyum permanganat molaritesi

b = Sodyum tiyosülfat molaritesim

0 = Örnek miktarı, g

V = Titrasyonda harcanan 0.1 M sodyum tiyosülfat hacmi, mL

7.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 5 mg'ı geçmemelidir.

8. Notlar

8.1. 11.3 mL 0.1 M sodyum tiyosülfat hacmi, 10 g örnekteki % 0.2 formik asite eşittir.

8.2. Eğer format yok ise, potasyum permanganat için gerekli hacim 20 mL'dir, % 0.27 (kütle/kütle)'den daha fazla formik asit varsa, potasyum permanganat fazlası yetersiz olacaktır ve 8 mL sabit minimum hacim elde edilecektir. Bu durumda daha düşük ağırlıkta örnek kullanarak ölçüm tekrarlanmalıdır.

Metod 3: Propiyonik Asitte (E 280) Uçucu Olmayan Maddelerin Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, propiyonik asitte (E 280) uçucu olmayan maddelerin belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Propiyonik asitte uçucu olmayan madde miktarı: propiyonik asitte uçucu olmayan madde miktarının tanımlanan metodla belirlenmesidir.

3. Prensip:

Örnek buharlaştırılır ve 103 ± 2 °C'de kurutulur ve kalıntı gravimetrik olarak tayin edilir.

4. Cihaz ve Malzemeler:

4.1.Buharlaştırma kabı, silika ya da platinden yapılmış, 100 g örnek kapasiteli.

4.2. Etüv, termostatik olarak 103 ± 2 °C'de tutulabilen.

4.3. Analitik terazi

4.4. Su banyosu

4.5. Desikatör, yeni aktive edilmiş silikajel veya dengi nem çekici bir madde ve nemi belirleyici indikatör içeren.

5. İşlem:

Daha önceden kurutulmuş ve tartılmış kabı, 100 g propiyonik asit örneği 0.1 g hassasiyetle tartılır. Çeker ocakta kaynayan su banyosu üzerinde propiyonik asitin tamamı buharlaştırılır. 103 ± 2 °C'de 1 saat süreyle etüvde bekletilir. Desikatörde soğutulur ve tartılır. Takip eden ölçümler arasındaki fark 0.5 mg'dan az olana kadar ısıtma, soğutma ve tartım işlemleri tekrarlanır. Kütlede bir artış gözlenirse, okunan en düşük değer hesaplamada kullanılır.

6. Sonuçların Açıklanması:

6.1. Formül ve hesaplama yöntemi:Uçucu olmayan madde içeriği örnek yüzdesi olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

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

m_1 = Buharlaşmadan sonraki kalıntı, g

m_0 = Örnek miktarı, g

6.2. Tekrarlanabilirlik Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 5 mg'ı geçmemelidir.

Metod 4: Sodyum Nitritte (E 250) Kurutma Kaybının Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, sodyum nitritte (E 250) kurutma kaybının belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Sodyum nitrit'in nem miktarı: kurutma sonucu oluşan kaybın tanımlanan metod ile belirlenmesidir.

3. Prensip:

Kurutma sonucu oluşan kütle kaybı, 103 ± 2 °C'deki etüvde ısıtma, tartım ve kütle kaybının hesaplanması ile belirlenir.

4. Cihaz ve Malzemeler:

- 4.1. Etüv, termostatik olarak 103 ± 2 °C'de tutulabilen.
- 4.2. Petri kabı, tartım için tabanı düz, 60-80 mm çapında, en az 25 mm derinlikte, kapaklı.
- 4.3. Desikatör, yeni aktive edilmiş silikajel veya dengi nem çekici bir madde ve nemi belirleyici indikatör içeren.

5. İşlem:

Petri kabı ve kapağı 103 ± 2 °C'deki etüvde 1 saat sabit tartıma getirilir. Süre sonunda petri kabı, desikatöre alınarak oda sıcaklığına kadar soğutulur. Petri kabı ve kapağı 10 mg hassasiyette tartılır. 10 g örnek 10 mg hassasiyette tartılır. Petri kabı ağzı açık olarak 103 ± 2 °C'de 1 saat bekletilir. Kapağı kapatılarak desikatöre alınır ve oda sıcaklığına kadar soğutulur. 10 mg hassasiyette tartılır. Petrinin (4.2) kapağı kapatılır ve desikatöre (4.3) yerleştirilerek oda sıcaklığına kadar soğutulur. 10 mg hassasiyetle petri kabına tartılır. Takip eden ölçümler arasındaki fark 10 mg'dan az olana kadar ısıtma, soğutma ve tartım işlemleri tekrarlanır. Kütlerde bir artış gözlenirse, okunan en düşük değer hesaplamada kullanılır.

6. Sonuçların Açıklanması:

6.1. Formül ve hesaplama yöntemi Kurutma ile kütle kaybı içeriği örnek yüzdesi olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

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

$$(m_2 - m_1)$$

m_1 = Petri kabının darası, g

m_2 = Petri kabının ve örneğin kurutmadan önceki kütlesi, g

m_3 = Petri kabının ve örneğin kurutmadan sonraki kütlesi, g

6.2. Tekrarlanabilirlik Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 100 mg'ı geçmemelidir.

Metod 5: Etil p-hidroksi benzoat (E 214), Etil p-hidroksi benzoat sodyum tuzu (E 215), n-Propil p-hidroksi benzoat (E 216), n-Propil p-hidroksi benzoat sodyum tuzu (E 217), Metil p-hidroksi benzoat (E 218) , Metil p-hidroksi benzoat ve Metil p-hidroksi benzoat sodyum tuzunda (E 219) Salisilik Asitin Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, etil p-hidroksibenzoat (E 214), n-propil p-hidroksibenzoat (E 216), metil p-hidroksi benzoat (E 218) ile sodyum tuzlarındaki (E 215, E 217 ve E 219) salisilik asitin belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Salisilik asit konsantrasyonu: salisilik asit konsantrasyonunun belirlenen metodla belirlenmesidir.

3. Prensip:

Amonyum demir-III sülfat ile örnek çözeltisi arasındaki reaksiyon sonucu mor renk oluşumu gözlenir. Oluşan rengin değişiminin yoğunluğu referans çözelti ile oluşan renk değişimi ile karşılaştırılır.

4. Çözeltiler

4.1. Amonyum demir-III sülfat çözeltisi, % 0.2 kütle/hacim, 0.2 g amonyum demir-III sülfat dodekahidratı 50 mL suda çözülür, 10 mL % 10 hacim/hacim nitrik asit eklenir ve su ile 100 mL'ye tamamlanır.

4.2. Etanol, % 95 hacim/hacim

4.3. Salisilik asit çözeltisi, 0.1 g/L

4.4. Sülfirik asit çözeltisi, 1 M

5. Cihaz ve Malzemeler:

5.1. Nessler tüpleri, 50 mL

6. İşlem:

6.1. Etil, n-propil ve metil p-hidroksi benzoat örnekleri için;

6.1.1. 1 mg hassasiyette 0.1 g örnek tartılır ve 10 mL % 95 (hacim/hacim) etanol içinde çözülür. Çözelti Nessler silindrine konur ve 50 mL'ye su ile tamamlanır. Karıştır ve karıştırırken 1mL amonyum demir-III çözeltisi eklenir. 1 dakika bekletilir.

6.1.2. Aynı anda da 6.1.1.'i tekrar ederek karşılaştırma çözeltisi hazırlanır, fakat 0.1 g örnek yerine 1 mL salsilik asit çözeltisi kullanılır.

6.1.3. Örnek çözeltideki renk oluşumu karşılaştırma çözeltisindeki ile karşılaştır.

6.2. Etil, n-propil ve metil p-hidroksi benzoat sodyum tuzu örnekleri için,

6.2.1. 6.1.1'deki işlemler, 50 mL'ye tamamlamadan önce 1 M sülfirik asit ile pH'ı 5'e ayarlanarak tekrarlanır.

6.2.2. 6.1.2 tekrarlanır.

6.2.3. 6.1.3. tekrarlanır.

7. Sonuçların Açıklanması

7.1. Sonuçların yorumlanması

Örnek çözeltideki kırmızı-mor renk oluşumu karşılaştırma çözeltisinden daha yoğun ise, deney pozitifdir ve örnek % 0.1'den daha fazla salisilik asit içermektedir.

7.2. Hassasiyet

Deney limiti, her 100 g örnek için 30 mg salisilik asittir.

7.3. Tekrarlanabilirlik Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu aynı olmalıdır.

Metod 6: Sodyum Diasetatta (E 262) Serbest Asetik Asit Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, sodyum diasetat (E 262) içindeki asetik asitin belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Asetik asit içeriği: asetik asit miktarının tanımlanan yöntem ile belirlenmesidir.

3. Prensip:

Standart sodyum hidroksit çözeltisi ve fenolftalein kullanarak örnekteki asetik asitin titrasyonu belirlenir.

4. Reaktifler

4.1. Fenolftalein çözeltisi, etanolde, % 1 (kütle/hacim).

4.2. Sodyum hidroksit çözeltisi, 1 M.

5. Cihaz ve Malzemeler:

5.1. Analitik terazi

6. İşlem:

1 mg hassasiyette 3 g örnek tartılır ve 50 mL suda çözülür.
2 ya da 3 damla fenolftalein çözeltisi eklenir ve kırmızı renk
5 saniye kalana kadar 1 M sodyum hidroksit ile titrasyon yapılır.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi Asetik asit miktarı, örnek yüzdesi olarak aşağıdaki formülle hesaplanır: 6.005

$$\frac{m_0 \times V \times c}{1000} \times 100$$

m_0

V = Harcanan sodyum hidroksit hacmi, mL

c = Sodyum hidroksit çözeltisinin konsantrasyonu, M

m_0 = Örnek miktarı, g

7.2 Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 500 mg'ı geçmemelidir.

8. Not:

% 40 asetik asit içeren 3 g örnek 1 M sodyum hidroksit ile titre edildiğinde 20 mL harcanır.

Metod 7: Sodyum Diasetatta (E 262) Sodyum Asetat Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, sodyum diasetat (E 262) içindeki sodyum asetat ve hidratlarının, sodyum asetat cinsinden belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Sodyum asetat içeriği: sodyum asetat ve hidratlarının tanımlanan metod ile sodyum asetat cinsinden belirlenmesidir.

3. Prensip:

Örnek glacial asetik asitte çözülür. Kristal viyole indikatörü eşliğinde ayarlı perklorik asit ile titre edilir.

4. Reaktifler

4.1. Glasial asetik asit, 20°C'de $d = 1,049 \text{ g/mL}$

4.2. Kristal viyole indikatör çözeltisi, CI No 42555, % 0.2 kütle/hacim glasial asetik asitte.

4.3. Potasyum hidrojen fitalat, $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$

4.4. Susuz asetik asit, $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$

4.5. Perklorik asit çözeltisi, 0.1 M glasiyal asetik asitte. Perklorik asit çözeltisi aşağıdaki yöntemle hazırlanır ve ayarlanır: P g perklorik asit çözeltisi 1000 mL'lik balon jöjeye tartılır ve hacmine tamamlanır. P miktarı aşağıdaki formülden hesaplanır:

$$P = \frac{1004.6}{m}$$

m = Alkalimetrik titrasyon (en uygun % 70 - 72 kütle/kütle) ile belirlenen perklorik asitin konsantrasyonu (% kütle/kütle olarak)

1000 mL glasial asetik asit eklenir ve Q gram susuz asetik asit küçük parçalar halinde eklenir, eklerken çözelti sürekli karıştırılır ve soğutulur. Q miktarı aşağıdaki formülden hesaplanır:

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

P = Perklorik asitin ölçülen miktara = Susuz asetik asit konsantrasyonu (% kütle/kütle)

.Balon jöjenin ağzı kapatılır ve 24 saat karanlık yerde bekletilir. 1000 mL çözelti elde etmek için yeterli miktarda glasial asetik asit eklenir. Bu çözelti pratik olarak susuzdur. Bu çözelti potasyum hidrojen fitalata karşı ayarlanır.

110 °C'de iki saat kurutulmuş 0.2 g potasyum hidrojen fitalat 0.1 mg hassasiyetle tartılır. Tartılan bu miktar erlende 25 mL glasial asetik asitle hafif ısıtılarak çözülür. Soğutulur ve 2 damla % 0.2 kristal violet eklenir. Sonra perklorik asit solüsyonu ile indikatörün rengi açık yeşile dönene kadar titre edilir. Aynı hacimde çözelti kullanarak kör titrasyonunu yapılır. Gerçek değerden kör değerini

çıkarılır. 20 – 42 mg potasyum hidrojen fitalat = 1 mL 0.1 M perklorik asit

5. Cihaz ve Malzemeler:

5.1. Analitik terazi

6. İşlem:

0.2 g örnek 0.5 mg hassasiyetle tartılır ve 50 mL glacial asetik asit içinde çözülür. Birkaç damla kristal viyole indikatör çözeltisi eklenir ve 0.1 M ayarlı perklorik asit kullanarak uçuk yeşil renk tonuna kadar titrasyon yapılır.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi:Sodyum asetat miktarı, örnek yüzdesi olarak aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$8.023 \quad \times \quad V \quad \times \quad c$$

m_0

V = harcanan ayarlı perklorik asit miktarı, mL

c = perklorik asit çözeltisinin molaritesi

m_0 = Örnek miktarı, g

7.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 1.5 g'ı geçmemelidir.

8. Not:

Bu metod kapsamında kullanılan reaktifler toksik ve patlayıcıdır, dikkatli kullanılmalıdır.

Metod 8: Sorbik Asit (E 200); Sodyum, Potasyum Ve Kalsiyum Sorbatlar (E 201, E 202, E 203) ve Propiyonik Asitteki (E 280) Aldehidlerin Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, sorbik asit (E 200), sodyum, potasyum ve kalsiyum sorbatlar (E 201, E 202, E 203), propiyonik asitteki (E 280) aldehidlerin formaldehid şeklinde belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Aldehid konsantrasyonu: aldehit konsantrasyonunun tanımlanan metoda göre belirlenmesidir.

3. Prensiþ:

Deney çözeltilisindeki aldehydler ve karşılaştırma çözeltililerindeki formaldehydler, schiff belirteci ile reaksiyona girerek kırmızı renkli kompleksler oluşturur. Renk oluşumunun yoğunluğu karşılaştırılır.

4. Reaktifler

4.1. Formaldehyd standart çözeltisi, 0.01 mg/mL, konsantre formaldehyd çözeltisinin (400 mg/mL) seyreltilmesi ile hazırlanır.

4.2. Schiff belirteci

5. İşlem:

5.1. 1 g örnek 1 mg hassasiyetle tartılır, 100 mL su eklenerek çalkalanır. Gerekğinde çözelti filtre edilir. 1 mL süzüntü veya örnek çözeltisine 1 mL schiff belirteci eklenir. Aynı anda 1 mL formaldehyd standart çözeltisine 1 mL Schiff belirteci eklenerek şahit çözeltisi hazırlanır.

5.2. Örneğin rengi şahit çözelti ile karşılaştırılır.

6. Sonuçların Açıklanması:

6.1. Sonuçların yorumlanması

Örnek çözeltideki kırmızı renk değişimi şahit çözeltisinden daha yoğun ise, deney pozitifdir ve örnek formaldehyd şeklinde bulunan en az % 0.1 aldehyd içerir.

6.2. Hassasiyet

Deney limiti, her 100 g örnek için 30 mg formaldehyd tir.

6.3. Tekrarlanabilirlik Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu aynı olmalıdır.

Metod 9: Lesitindeki (E 322) Peroksit Sayısının Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, lesitindeki (E 322) peroksit sayısının belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Lesitindeki peroksit sayısı: lesitindeki peroksit sayısının tanımlanan metoda göre belirlenmesidir.

3. Prensiþ:

Lesitin peroksitleri tarafından potasyum iyodürün oksidasyonu ve standart sodyum tiyosülfat çözeltisi kullanarak açığa çıkan iyodun titrasyonu ile belirlenir.

4. Reaktifler

4.1. Glasial asetik asit

4.2. Kloroform

4.3. Potasyum iyodür

4.4. Sodyum tiyosülfat çözeltisi, 0.1 M ya da 0.01 M

4.5. Nişasta çözeltisi, yaklaşık % 1 kütle/hacim

5. Cihaz ve Malzemeler:

5.1. Analitik terazi

5.2. Özel cam malzeme, Şekil 1.

5.2.1. Balon, yuvarlak tabanlı, 100 mL

5.2.2. Geri soğutucu

5.2.3. Cam tüp, 250 mm uzunlukta ve 22 mm iç çapı olan, yuvarlak, cam eklemlerle birleştirilmiş.

5.2.4. Mikro beher, 20 mm dış çap ve 35-50 mm yüksekliğinde.

6. İşlem:

6.1. 10 ml glasial asetik asit ve 10 mL kloroform 100 mL'lik balona (5.2.1) konulur. Cam kolon (5.2.3) geri soğutucuya yerleştirilir ve çözünmüş havayı uzaklaştırmak için karışım 2 dakika boyunca hafifçe kaynatılır. 1 g potasyum iyodür 1.3 mL suda çözülür ve bu çözelti balondaki (5.2.1) karışımın kaynamasına engel olmayacak şekilde eklenir. Bu aşamada eğer sarı bir renk değişimi gözlenirse işlem iptal edilir ve yeni reaktiflerle tekrarlanır.

6.2. 1 g örnek 1 mg hassasiyetle tartılır. 2 dakika daha kaynatılır. Balonun içeriği kaynarken, örnek balona eklenir. Bu amaçla örnek, tabanı şeklindeki gibi olan bir cam çubuk vasıtasıyla, cam tüpten boşaltılarak mikro beher (5.2.4) yerleştirilmelidir. Geri soğutucu kısa süreliğine çıkartılabilir. Kaynatmaya 3-4 dakika devam edilir. Isıtma durdurulur ve hemen geri soğutucu çıkartılır. 50 mL su cam tüpten hızlıca eklenir. Cam tüp çıkarılır ve balon çeşme suyunda oda sıcaklığına kadar soğutulur. 0.1 M veya 0.01 M tiyosülfat ile sulu tabaka uçuk sarı olana kadar titre edilir. 1 mL nişasta

çözeltisi eklenir ve titrasyona mavi renk kaybolana kadar devam edilir. Titrasyon süresince susuz tabakadan iyodun tamamen ekstraksiyonunu sağlamak için çözelti iyice çalkalanır.

6.3. Örnek eklemekten 6.1 ve 6.2'deki işlemler tekrar edilerek şahit titrasyon ölçümü yapılır.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi: Peroksit sayısı, kg başına miliekuvalen olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

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

V_1 = Örneğin (6.2) titrasyonu için gereken tiyosülfatın hacmi, mL

V_2 = Kör titrasyon için gereken tiyosülfatın hacmi, mL

a = M cinsinden tiyosülfat çözeltisinin konsantrasyonu

m_0 = Örnek miktarı, g

7.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, kg örnek başına miliekuvalan cinsinden peroksit sayısı olarak 0.5 'i geçmemelidir.

8. Notlar

8.1. Seçilecek sodyum tiyosülfat konsantrasyonu öngörülen titrasyon değerine bağlıdır. Eğer 0.1 M sodyum tiyosülfattan 0.5 mL'den azsa, işlem 0.01 M sodyum tiyosülfat kullanarak tekrarlanır. 8.2. İşlem güçlü ışık altında yapılmamalıdır.

Metod 10: Lesitinde (E 322) Toluende Çözünmeyen Madde Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, lesitin (E 322) içindeki toluende çözünmeyen madde belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Toluende çözünemeyen madde miktarı: toluende çözünmeyen madde miktarının verilen bu metoda göre belirlenmesidir.

3. Prensip:

Örnek toluende çözülür, filtre edilir ve kalıntı kurutulup tartılması ile belirlenir.

4. Çözeltiler

Toluen

5. Cihaz ve Malzemeler:

5.1. Gözenekli cam kroze, 30 mL kapasiteli, G 3 yada denk gözenekli.

5.2. Etüv, termostatik olarak 103 ± 2 °C'de tutulabilen.

5.3. Su banyosu, 60 °C'yi geçmeyecek şekilde çalışabilen.

5.4. Desikatör, yeni aktive edilmiş silikajel veya dengi nem çekici bir madde ve nemi belirleyici indikatör içeren.

5.5. Erlen, 500 mL

5.6. Vakum pompası

5.7. Analitik terazi

6. İşlem:

6.1. 30 mL'lik gözenekli cam kroze, 103 ± 2 °C'lik etüvde tutulur. Kroze desikatöre konulur ve sabit ağırlığa gelince tartılır.

6.2. Lesitin örneği gerekirse bir su banyosunda (5.3) ısıtılır. 10 g örnek erlen 1 mg hassasiyetle tartılır. 100 mL tolue(4.1) eklenir. Bütün lesitin çözünene kadar karıştırılır. Çözelti krozedden (5.1) süzülür. Erlen, 25 mL tolue ile iki kez yıkanır ve krozedden süzülür. Vakum pompası ile fazla tolue krozedden alınır.

6.3. 2 saat süreyle kroze 103 ± 2 °C'lik etüvde tutulur. Desikatöre yerleştirilir, soğumaya bırakılır. Soğuduktan sonra kroze ve kalıntı tartılır.

6.4. 6.3'deki birbirini takip eden iki ölçüm arasındaki fark, 0.5 mg'dan az olana kadar tekrarlanır. Ağırlıkta bir artış görülürse okunan en düşük değer hesaplamada kullanılır.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi:Toluende çözünemeyen madde miktarı, aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$100 \quad (\quad m_2 \quad - \quad m_1 \quad)$$

$$m_0$$

m_1 = Boş kroze kütlesi, g

m_2 = Kroze ve kalıntının kütlesi, g

m_0 = Örnek miktarı, g

7.2. Tekrarlanabilirlik Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 30 mg'ı geçmemelidir.

Metod 11: Sodyum, Potasyum ve Kalsiyum Laktatlarda (E 325, E 326 Ve E 327) İndirgen Maddelerin Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, sodyum, potasyum ve kalsiyum laktatlar (E 325, E 326 ve E 327) içindeki indirgen maddelerin belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

İndirgen maddelerin konsantrasyonlarının tespiti: indirgen maddelerin konsantrasyonlarının tanımlanan metoda göre belirlenmesidir.

3. Prensip:

Fehling çözeltisi, indirgeyici özellik gösteren maddeler tarafından indirgenir. Bu maddeler normal olarak indirgeyici şekerlerdir.

4. Çözeltiler:

4.1.Fehling A çözeltisi: 6.93 g bakır sülfat pentahidrat tartılır, suda çözünür ve su ile 100 mL'ye tamamlanır.

4.2.Fehling B çözeltisi: 34.6 g potasyum sodyum tartarat ve 10 g sodyum hidroksit tartılır, suda çözünür ve su ile 100 mL'ye tamamlanır.

5. İşlem:

1 g örnek 1 mg hassasiyetle tartılır ve 10 mL'lik sıcak suda çözülür. 2 mL Fehling A çözeltisi ve 2 mL Fehling B çözeltisi eklenir. Karışım 1 dakika süreyle kaynatılır ve renk değişimi olup olmadığı kontrol edilir. Olası kalsiyum sülfat çökmesi sonucu etkilemez.

6. Sonuçların Açıklanması:

6.1. Sonucun yorumlanması: Kaynatma sonrası renk değişimi olursa deney pozitifdir ve indirgen maddenin varlığını gösterir.

6.2. Hassasiyet

Etkileşime giren indirgeyici maddelerin limiti, 100 g örnek için 100 mg glukozdur.

6.3. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu aynı olmalıdır.

7. Not:

Örnekte % 2 glukoz varsa bütün Fehling çözeltileri reaksiyona girer.

Metod 12: Ortofosforik Asitte (E 338) Uçucu Asitlerin Tespiti

1. Uygulama Alanı Ve Amacı:

Bu metod, ortofosforik asitte (E 338) uçucu asitlerin asetik asit cinsinden belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Uçucu asit miktarı: uçucu asit miktarının asetik asit cinsinden tanımlanan metoda göre belirlenmesidir.

3. Prensip:

Örneğe su eklenir ve çözelti distile edilir. Destilat standart sodyum hidroksit çözeltisine karşı titre edilir, asidite hesaplanır ve asetik asit cinsinden belirtilir.

4. Çözeltiler

4.1. Fenolftalein çözeltisi, etanolde % 1 (kütle/hacim).

4.2. Sodyum hidroksit çözeltisi, 0.01 M

5. Cihaz ve Malzemeler:

5.1. Distilasyon cihazı, spreycapağı.

6. İşlem:

60 g örnek 50 mg hassasiyetle tartılır. Tartılan örnek ve taze kaynamış ve soğutulmuş 75 mL su, spreycapağı yerleştirilmiş distilasyon balonuna yerleştirilir. Karıştırılır ve yaklaşık 50 mL'ye damıtılır.

Distilat, fenolftalein indikatörü kullanarak 0.01 M sodyum hidroksit ile titre edilir. Titrasyona, çözeltideki ilk kırmızı renk değişimi 10 saniye sürene kadar devam edilir.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Formül ve hesaplama yöntemi:Uçucu asit miktarı, kg asetik asit başına miligram olarak aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$600 \quad \quad \quad x \quad \quad \quad V$$

m_0

V = Harcanan 0.01 M sodyum hidroksitin hacmi, mL

m_0 = Örnek miktarı, g

7.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 1 mg'ı geçmemelidir.

Metod 13: Ortofosforik Asitte (E 338) Nitrat Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, ortofosforik asit (E 338) içindeki nitratların belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Sodyum nitrat cinsinden nitrat konsantrasyon tayini: sodyum nitrat cinsinden nitrat konsantrasyon tayini tanımlanan metoda göre belirlenmesidir.

3. Prensip:

Konsantre sülfirik asit ortamında örnek indigo karmin çözeltisine eklenir. Mavi renk nitratlar gibi oksidize ajanlar tarafından yok edilir.

4. Çözeltiler

4.1. İndigo karmin çözeltisi, % 0.18 kütle/hacim, 0.18 g sodyum indigotin, disülfonatlı su içinde çözülür ve 100 mL'ye tamamlanır.

4.2. Sodyum klorür çözeltisi, % 0.05 kütle/hacim.

4.3. Konsantre sülfirik asit , yoğunluk 1.84 g/mL.

5. İşlem:

2 mL örnek, sodyum klorür çözeltisi ile 10 mL'ye tamamlanır. 0.1 mL indigo karmin çözeltisi eklenir. 10 mL konsantre sülfürik asit soğutarak yavaşça eklenir. Çözeltideki mavi renk oluşumunun 5 dakika sürmesine dikkat edilir.

6. Sonuçların Açıklanması:

6.1. Sonuçların yorumlanması

Örnek çözeltideki mavi renk oluşumu 5 dakika içinde kaybolursa deney pozitifdir ve sodyum nitrat olarak belirtilen oksidize ajan içeriği 5 mg/kg'dan büyüktür.

6.2. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu aynı olmalıdır.

7. Notlar

7.1. Şahit deney uygulanmalıdır.

7.2. Hazırlanan indigo karmin çözeltisi 60 günden fazla kullanılmamalıdır.

7.3. Deney sonucu pozitif ise örnek nitratlar yada diğer oksidize ajanlar içerebilir. Deney ISO Yöntemi 3709 (1976) "Endüstriyel kullanım için (gıda ürünleri dahil) fosforik asit-nitrojen içeriğinin oksitlerinin tespiti -3, 4-kslenol spektrofotometrik yöntem" kullanarak tekrar edilmelidir.

Metod 14: Mono-, Di- ve Tri-Sodyum Ortofosfat ile Mono-, Di- ve Tri-Potasyum Ortofosfat (E 339(i), E 339(ii), E 339(iii), E 340(i), E 340(ii), E 340(iii)) İçindeki Suda Çözünmeyen Maddelerin Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod; mono-sodyum ortofosfat (E 399 (i), di-sodyum ortofosfat (E 399 (ii)), tri-sodyum ortofosfat (E 399 (iii)), mono-potasyum ortofosfat (E 340(i)), di- potasyum ortofosfat (E 340(ii)), tri- potasyum ortofosfatta (E 340(iii)) suda çözünmeyen maddelerin belirlenmesinde kullanılır.

2. Tanım:

Suda çözünmeyen madde miktarı: Suda çözünmeyen madde miktarının tanımlanan metod ile belirlenmesidir.

3. Prensip:

Örnek, suda çözünür ve uygun bir porselen süzme kabından süzülür. Yıkama ve kurutma işleminden sonra kalıntı ölçülür ve suda çözünemeyen madde hesaplanması ile belirlenir.

4. Cihazlar:

- 4.1. Porselen süzme kabı, G 3 ya da gözenekli.
- 4.2. Desikatör; yeni aktive edilmiş silikajel veya dengi nem çekici bir madde ve nemi belirleyici indikatör içeren.
- 4.3. Termostatik olarak 103 ± 2 °C'de tutulan etüv.
- 4.4. Polipropilen beher, 400 mL.
- 4.5. Kaynayan su banyosu.

5. İşlem:

10 g fosfat örneği 10 mg hassasiyetle tartılır. Kaynatma için polipropilen erlen içinde, sıcak su banyosunda 15 dakika tutularak 100 mL sıcak su içinde çözülür. Daha önceden temizlenmiş, kurutulmuş ve tartılmış süzme kabından filtre edilir. Çözünmeyen kalıntı sıcak su ile yıkanır. Kalıntı içeren kap etüve yerleştirilir ve 103 ± 2 °C'de iki saat süreyle kurutulur. Süre sonunda kap desikatöre alınarak soğumaya bırakılır ve tartılır.

Takip eden iki ölçüm arasındaki fark 0.5 mg'dan az olana kadar kurutma, soğutma ve tartım işlemleri tekrarlanır. Kütlede bir artış görülürse en düşük okuma hesaplamada kullanılır.

6. Sonuçların Açıklanması:

6.1. Formül ve hesaplama yöntemi Örnekteki suda çözünemeyen madde miktarı aşağıdaki formüle göre hesaplanır:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 1000$$

m_1 = Kurutma işleminden sonraki kalıntı kütlesi, g

m_0 = Örnek miktarı, g

6.2. Tekrarlanabilirlik Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı

örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark, örneğin her 100 g'ı için 10 mg'ı geçmemelidir.

Metod 15: Gıda Katkı Maddelerinde Ph Tayini

1. Uygulama Alanı ve Amacı:

Bu metod, gıda katkı maddelerinde pH tayini ile ilgili genel metodları içerir.

2. Tanım:

Gıda katkı maddelerinin pH'sı; Gıda katkı maddelerinin pH değerlerinin tanımlanan metod ile belirlenmesidir.

3. Prensip:

Suda çözülmüş çözeltilerin pH değeri, cam elektrot, referans elektrot ve pH metre kullanılarak belirlenir.

4. Reaktifler:

4.1. Aşağıdaki tampon çözeltiler kullanılarak alet kalibre edilir.

4.1.1. 20 °C'de pH:6.88 tampon çözeltisi: Eşit hacimde 0.05 M potasyum hidrojen fosfat (KH_2PO_4) ve 0.05 M disodyum hidrojen ortofosfat dehidrat ($\text{Na}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) içerir.

4.1.2. 20 °C'de pH:4 tampon çözeltisi: 0.05 M potasyum hidrojen fitalat ($\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4$) içerir.

4.1.3. 20 °C'de pH:9.22 tampon çözeltisi: 0.05 M sodyum borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) içerir.

4.2. 3 M ya da doymuş potasyum klor çözeltisi veya üretici firma tarafından önerilen referans elektrotunu doldurmak için kullanılacak diğer bir çözelti

4.3. Karbondioksit içermeyen pH 5-6 arası distile su.

5. Cihaz ve Malzemeler:

5.1. pH metre, 0.01 hassasiyette.

5.2. Elektrotları tutmak için uygun kılkaç.

5.3. Isıtıcılı manyetik karıştırıcı.

5.4. Termometre, 0-100 °C.

6. İşlem:

6.1. pH metrenin standardizasyonu. Cam elektrotlar cihazın ilgili yerlerine yerleştirilir. Elektrotlar pH'sı bilinen tampon çözelti ile kontrol edilir. Bir sonraki kullanımdan önce elektrotlar su ile yıkanır, yumuşak bir bezle silinmeli

yada su ile yıkandıktan sonra yeni örnek veya standart çözeltisinden geçirilir.

Eğer örneğin pH'sı asidik ise kullanılacak tampon çözeltinin pH'sı 4 ve 6.88 olmalıdır. Eğer örneğin pH'sı alkali ise kullanılacak tampon çözeltinin pH'sı 9.22 ve 6.88 olmalıdır.

6.2. Örnek çözeltisi ölçümü

Örnek çözeltisi distile su kullanılarak hazırlanır ve karıştırılırken ısı 20 °C'ye ayarlanır. Cam elektrot çözeltiye yerleştirilir ve 2 dakika sonra pH metredeki pH değeri okunur.

7. Sonuçların Açıklanması:

7.1. Tekrarlanabilirlik

Aynı koşullarda, aynı analizci tarafından, aynı anda veya hızlı şekilde birbiri ardına aynı örnek için yapılan iki analiz sonucu arasındaki fark 0.05 pH ünitesini geçmemelidir.

8. Not:

Bu metod, suda çözünen gıda katkı maddelerine uygulanabilir.

Şekil 1: Lesitinde peroksit sayısı belirlenmesinde kullanılan cam düzeneği

