

KOMMISSION

ERSTE RICHTLINIE DER KOMMISSION

vom 13. November 1979

zur Festlegung gemeinschaftlicher Analysemethoden zur Überwachung der Zusammensetzung von Kaffee-Extrakten und Zichorien-Extrakten

(79/1066/EWG)

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN
GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen
Wirtschaftsgemeinschaft,

gestützt auf die Richtlinie 77/436/EWG des Rates vom
27. Juni 1977 betreffend die Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über Kaffee-Extrakte und Zichorien-Extrakte ⁽¹⁾, insbesondere auf Artikel 8,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Gemäß Artikel 8 der Richtlinie 77/436/EWG sind die Zusammensetzung und die Merkmale von Kaffee-Extrakten und Zichorien-Extrakten nach gemeinschaftlichen Analysemethoden zu überwachen.

Es empfiehlt sich, eine erste Reihe von Methoden anzunehmen, deren Erprobung abgeschlossen ist.

Die in dieser Richtlinie vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Ständigen Lebensmittelausschusses —

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN:

Artikel 1

Die Mitgliedstaaten schreiben vor, daß die notwendigen Analysen für die Überprüfung der in Anhang I aufgeführten Kriterien in Übereinstimmung mit den in Anhang II beschriebenen Methoden durchzuführen sind.

Artikel 2

Die Mitgliedstaaten erlassen die erforderlichen Rechts- und Verwaltungsvorschriften, um dieser Richtlinie binnen 18 Monaten nach ihrer Bekanntgabe nachzukommen, und setzen die Kommission unverzüglich davon in Kenntnis.

Artikel 3

Diese Richtlinie ist an alle Mitgliedstaaten gerichtet.

Brüssel, den 13. November 1979

Für die Kommission

Étienne DAVIGNON

Mitglied der Kommission

⁽¹⁾ ABl. Nr. L 172 vom 12. 7. 1977, S. 20.

ANHANG I**ANWENDUNGSBEREICH DER ERSTEN GEMEINSCHAFTS-ANALYSEMETHODEN-
RICHTLINIE FÜR KAFFEE-EXTRAKTE UND ZICHORIEN-EXTRAKTE**

- I. Einführung
 - II. Bestimmung des Koffeingehalts in entkoffeinierten Kaffee-Extrakten unter Anwendung der Methode 1 Anhang II
 - III. Bestimmung des Trockenmassegehalts von getrocknetem Kaffee-Extrakt, getrocknetem Zichorien-Extrakt, löslichem Kaffee, Instantkaffee, löslicher Zichorie und Instanzichorie unter Anwendung der Methode 2 Anhang II
 - IV. Bestimmung des Trockenmassegehalts von flüssigem Kaffee-Extrakt, flüssigem Zichorien-Extrakt, pastenförmigem Kaffee-Extrakt und pastenförmigem Zichorien-Extrakt unter Anwendung der Methode 3 Anhang II
-

ANHANG II**ANALYSENMETHODEN FÜR KAFFEE-EXTRAKTE UND ZICHORIEN-EXTRAKTE****EINFÜHRUNG****1. VORBEREITUNG DER ANALYSENPROBE****1.1. Allgemeines**

Die dem Laboratorium zur Analyse gelieferte Stichprobe soll mindestens 50 g betragen.

1.2. Behandlung der Analysenprobe für die chemische Analyse**1.2.1. Mischen**

Vor dem Auswiegen einer Analysenprobe ist die Stichprobe stets durchzumischen.

1.2.1.1. Stichproben in Pulver- oder Pastenform werden aus dem Behälter entfernt, etwaige Klumpen werden zerkleinert, die Probenmasse in geeigneter Weise gemischt und in ein zweckmäßiges Behältnis gegeben.

1.2.1.2. Flüssige Stichproben werden durch Rühren gemischt.

1.3. Behälter

Die gemischte Stichprobe wird stets in einem luft- und feuchtigkeitsdichten Behältnis aufbewahrt.

2. REAGENZIEN**2.1. Wasser**

2.1.1. Überall, wo Wasser für Lösungs- oder Verdünnungszwecke oder zum Waschen erforderlich ist, wird destilliertes Wasser oder demineralisiertes Wasser von mindestens gleicher Reinheit verwendet.

2.1.2. Wird der Begriff „Lösung“ oder „Verdünnung“ ohne weitere Angabe verwendet, so ist damit stets eine Lösung in Wasser oder Verdünnung mit Wasser gemeint.

2.2. Chemikalien

Alle verwendeten Chemikalien müssen von einer für Analysezwecke geeigneten Qualität sein, sofern nichts Gegenteiliges vorgeschrieben wird.

3. GERÄTE UND HILFSMITTEL**3.1. Listen für Geräte und Hilfsmittel**

Die Auflistung der Geräte enthält nur Gegenstände mit einem besonderen Verwendungszweck und solche mit einer besonderen Spezifikation.

3.2. Analytische Waage

Unter einer analytischen Waage versteht man eine Waage, mit der man mindestens auf 0,1 mg genau wiegen kann.

4. ANGABE DER ERGEBNISSE**4.1. Ergebnisse**

Das im Analysenbericht angegebene Ergebnis stellt den Mittelwert aus mindestens zwei Bestimmungen dar, deren Wiederholbarkeit zufriedenstellend ist.

4.2. Prozentsatzberechnung

Sofern nichts anderes vorgeschrieben ist, wird das Ergebnis in Masseprozent angegeben, und zwar bezogen auf den Zustand der Stichprobe, wie diese im Laboratorium angeliefert wurde.

4.3. Anzahl der signifikanten Stellen

Das Ergebnis wird mit nicht mehr Stellen hinter dem Komma angegeben, als aufgrund der Genauigkeit der verwendeten Analysenmethode gerechtfertigt ist.

5. PRÜFBERICHT

Im Prüfbericht sind die Analysenmethode und die erhaltenen Ergebnisse anzugeben. Zusätzlich sind alle Verfahrensdetails anzugeben, die in der Analysenmethode nicht spezifiziert oder die wahlweise gestattet sind, sowie alle Umstände, die möglicherweise das erhaltene Ergebnis beeinflussen haben.

Der Prüfbericht muß alle für die vollständige Identifizierung der Probe erforderlichen Daten enthalten.

METHODE 1: BESTIMMUNG DES KOFFEINGEHALTS

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode gestattet die Bestimmung des Koffeingehalts in entkoffeinierten Kaffee-Extrakten.

2. DEFINITION

Koffeingehalt: Der Gehalt an Koffein, wie er mit Hilfe dieser Methode bestimmt wird.

3. PRINZIP

Das in der Analysenprobe enthaltene Koffein wird in einem ammoniakalischen Medium extrahiert. Es wird sodann mit Hilfe von Diäthyläther über zwei Chromatographiesäulen, von denen die erste ein alkalisches Milieu und die zweite ein saures Milieu aufweist, gereinigt. Das Koffein wird dann von der [sauren] Säule mit Chloroform eluiert und spektralphotometrisch bestimmt.

4. REAGENZIEN

4.1. Schwefelsäure, 2 M

4.2. Natriumhydroxidlösung, 2 M

4.3. Celite 545 oder ein äquivalentes Adsorptionsmittel

4.4. Ammoniumhydroxidlösung, etwa 4 M (Die Lösung wird durch Zugabe von 1 Volumenteil konzentrierter Ammoniumhydroxidlösung, ρ_{20} etwa 0,9 g/ml, zu 2 Volumenteilen Wasser hergestellt).

4.5. Diäthyläther, rein oder mittels Chromatographie über Aluminiumoxid der Aktivitätsstufe 1 gereinigt (siehe 6.6)

800 ml Diäthyläther werden durch eine Säule, die 100 g Aluminiumoxid enthält, gegeben. Der so gereinigte Diäthyläther soll bis zum Gebrauch in dunklen Flaschen aufbewahrt werden.

(Alternativ kann frisch destillierter, peroxidfreier Diäthyläther anstelle des durch Chromatographie gereinigten Diäthyläthers verwendet werden.)

Der Diäthyläther ist mit Wasser zu sättigen.

4.6. Koffein (1,3,7-trimethyl-2,6-dihydroxipurin), rein, wasserfrei ($C_8H_{10}N_4O_2$).

4.7. Chloroform, rein oder durch Chromatographie nach 4.5 gereinigt (siehe 6.6) und mit Wasser gesättigt.

5. GERÄTE

5.1. Chromatographiesäulen (siehe Abbildung 1), ungefähr 250 mm lang, 21 mm innerer Durchmesser (Säule 1) und 17 mm innerer Durchmesser (Säule 2) mit Schliffhähnen.

5.2. Ultraviolett-Spektralphotometer

Das Spektralphotometer soll im Arbeitsbereich eine Genauigkeit von 0,004 Extinktionseinheiten haben.

5.3. Quarzküvetten, 10 mm

5.4. Übliches Laboratoriumsgerät, einschließlich

5.4.1. kochendes Wasserbad

5.4.2. Meßkolben mit einer Volumenmarke, 50 ml, 100 ml und 1 000 ml, entsprechend ISO 1042

5.4.3. Pipetten mit einer Volumenmarke, 2 ml und 5 ml, entsprechend ISO 648

5.4.4. Analysenwaage

6. DURCHFÜHRUNG

6.1. Vorbereitung der Analysenprobe

Etwa 0,5 g getrockneter Kaffee-Extrakt oder 0,5 bis 0,7 g pastenförmiger Kaffee-Extrakt oder 0,8 bis 3,2 g flüssiger Kaffee-Extrakt werden auf 0,1 mg genau abgewogen. Die beiden letzteren Einwaagen sind so zu wählen, daß die Analysenprobe annähernd 0,5 g getrockneten Kaffee-Extrakt enthält. Die Analysenprobe wird in ein 100-ml-Becherglas übergeführt, mit 5 ml Ammoniumhydroxidlösung (4.4) versetzt und 2 Minuten lang auf dem kochenden Wasserbad (5.4.1) erwärmt. Danach fügt man 6 g Celite (4.3) hinzu und mischt sorgfältig durch.

6.2. Füllung der Säulen

6.2.1. Säule I (alkalische Säule)

Schicht A. 3 g Celite (4.3) und 2 ml Natriumhydroxidlösung (4.2) werden durch Kneten mit einem flexiblen Spatel sorgfältig gemischt, bis die Mischung homogen ist (vgl. untenstehende Bemerkung). Es wird ein leicht feuchtes Pulver erhalten. Dieses Pulver wird in Portionen von etwa 2 g in eine unten mit Watte oder Glaswolle verschlossene Chromatographiesäule (5.1) gegeben. Nach jeder Zugabe wird die Mischung ohne starken Druck mit einem unten abgeplatteten Glasstab, dessen abgeplattetes Ende annähernd den Säulendurchmesser haben soll, leicht gestampft, bis eine völlig homogene und kompakte Schicht erhalten wird. Die Oberfläche der Schicht A kann mit einer dünnen Lage Watte oder Glaswolle abgedeckt werden.

Bemerkung: Das Säulenfüllmaterial kann in größerer Menge zubereitet und in dichtschießenden Vorratsgefäßen vorrätig gehalten werden.

Schicht B. Die mit Celite vermischte Analysenprobe (6.1) wird in der Säule über die Schicht A geschichtet. Das Becherglas wird zweimal mit etwa 1 g Celite (4.3) trocken ausgespült und das Celite gleichfalls in die Säule gegeben. Danach wieder mit dem Glasstab leicht stampfen, bis die Schicht homogen ist und die Schicht B mit einer Lage Watte oder Glaswolle abdecken.

6.2.2. Säule II (saure Säule)

In eine zweite Säule, deren unteres Ende mit Watte oder Glaswolle verschlossen ist, werden 3 g Celite (4.3) und 3 ml Schwefelsäure (4.1), die zuvor, wie unter 6.2.1 für Schicht A beschrieben, sorgfältig gemischt worden sind (vgl. hierzu auch die Bemerkung unter 6.2.1), gegeben. Die Schicht wird zur Vermeidung von Erosionen mit Watte oder Glaswolle abgedeckt.

6.3. Chromatographie

Die Säulen werden so übereinander montiert, daß das Eluat der Säule I direkt in Säule II tropft. Man gibt 150 ml Diäthyläther (4.5) durch die beiden Säulen. Der Hahn der Säule I bleibt offen. Der Hahn der Säule II wird so einreguliert, daß eine Flüssigkeitsschicht über der Säulenfüllung bestehen bleibt. Säule I wird entfernt. 50 ml Diäthyläther (4.5) werden durch die Säule II gegeben, wobei mit der ersten Portion der Auslauf der Säule I abgespült und die Spülflüssigkeit ebenfalls durch die Säule gegeben wird. Das aus der Säule II austretende Eluat wird verworfen.

Bemerkung: Der verwendete Diäthyläther kann nach Ausschütteln mit Eisen(II)sulfat weiterverwendet werden.

Durch Säule II wird (z. B. mit Hilfe eines Gummigebläses) von oben Luft geblasen, bis keine Diäthyläthertropfen mehr aus der Säule austreten und die durchgegangene Luft nur noch ganz schwach nach Diäthyläther riecht (vgl. untenstehende Bemerkung). Säule II wird mit 45 bis 50 ml Chloroform (4.7) eluiert, das Eluat in einem 50-ml-Meßkolben (5.4.2) aufgefangen, mit Chloroform (4.7) zur Marke aufgefüllt und sorgfältig gemischt.

Die Durchflußrate für den Diäthyläther und das Chloroform soll unter den natürlich gegebenen Bedingungen zwischen 1,5 und 3 ml/min. liegen. Ist die Durchflußrate höher, ist der Verdacht auf Rißbildungen gegeben.

Bemerkung: Diese Arbeiten sollten unter einem gut ziehenden Abzug durchgeführt werden, um die Möglichkeit des Einatmens von Dämpfen und Explosionen zu vermeiden.

6.4. Spektrophotometrische Messungen (Siehe Abbildung 2)

6.4.1. Messung der Analysenlösung

Unter Vermeidung von Chloroformverlusten wird die Extinktion der Koffein-Chloroformlösung (6.3) gegen Chloroform (4.7) in Quarzküvetten bei 276 nm (Extinktionsmaximum) gemessen. Zur Kontrolle der Reinheit des Koffeins werden auch die Extinktionen bei 246 nm (Extinktionsminimum) und bei 306 nm gemessen.

Ist die Extinktion bei 276 nm größer als 1,3, so wird die Messung mit einer verdünnten Lösung wiederholt. In diesem Fall ist der Verdünnungsfaktor zu berücksichtigen und die Formel unter 7.1 ist entsprechend zu ändern. Ist die Extinktion bei 276 nm kleiner als 0,2, ist die Bestimmung mit einer größeren Einwaage zu wiederholen.

6.4.2. Herstellung und Messung einer Standardlösung

Eine Koffein-Standardlösung ist in folgender Weise herzustellen:

100 ± 20 mg reines, wasserfreies Koffein (4.6) werden auf 0,1 mg genau ausgewogen, in einen 1 000-ml-Meßkolben gegeben (5.4.2), in Chloroform gelöst und mit Chloroform zum vollen Volumen aufgefüllt. 5 ml dieser Lösung werden mit einer Pipette (5.4.3) entnommen und in einem Meßkolben mit Chloroform auf 50 ml aufgefüllt.

Die Extinktion dieser Lösung wird wie unter 6.4.1 gemessen. Die korrigierte Extinktion der Standardlösung sollte in der Größenordnung von 0,4 liegen.

6.5. Anzahl der Bestimmungen

Es sind mindestens zwei Bestimmungen von jeder Analysenprobe durchzuführen.

6.6. Reinheitsprüfung gereinigter Reagenzien

Zur Sicherstellung der ausreichenden Analysenreinheit der nach dem unter (4.5) beschriebenen Verfahren gereinigten Reagenzien (4.5) (4.7) ist ein Blindversuch durchzuführen. Als Leerwert ist dabei reines Chloroform zu verwenden.

7. BERECHNUNG DER ERGEBNISSE

7.1. Formel und Methode der Berechnung

Der Koffeingehalt in Masseprozent, bezogen auf die Trockenmasse, ist gleich

$$\frac{5 \times 10^3 \times c \times A_1}{A_2 \times m \times p}$$

dabei sind

c Konzentration des Koffeins in der Standardlösung (6.4.2) in g/ml;

A₁ korrigierte Extinktion des gereinigten Extraktes (6.4.1)
[Extinktion bei 276 nm - 0,5 (Extinktion bei 246 nm plus Extinktion bei 306 nm)];

A₂ korrigierte Extinktion der Koffein-Standardlösung (6.4.2)
[Extinktion bei 276 nm - 0,5 (Extinktion bei 246 nm plus Extinktion bei 306 nm)];

m Masse der Analysenprobe in g;

p Trockenmassegehalt in Masseprozent der Probe, wie er nach der Methode 2 oder 3 des Anhangs II ermittelt wird.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von zwei Bestimmungen unabhängig voneinander, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander mit der gleichen Probe von demselben Untersucher und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf 0,01 g Koffein je 100 g Erzeugnis nicht überschreiten.

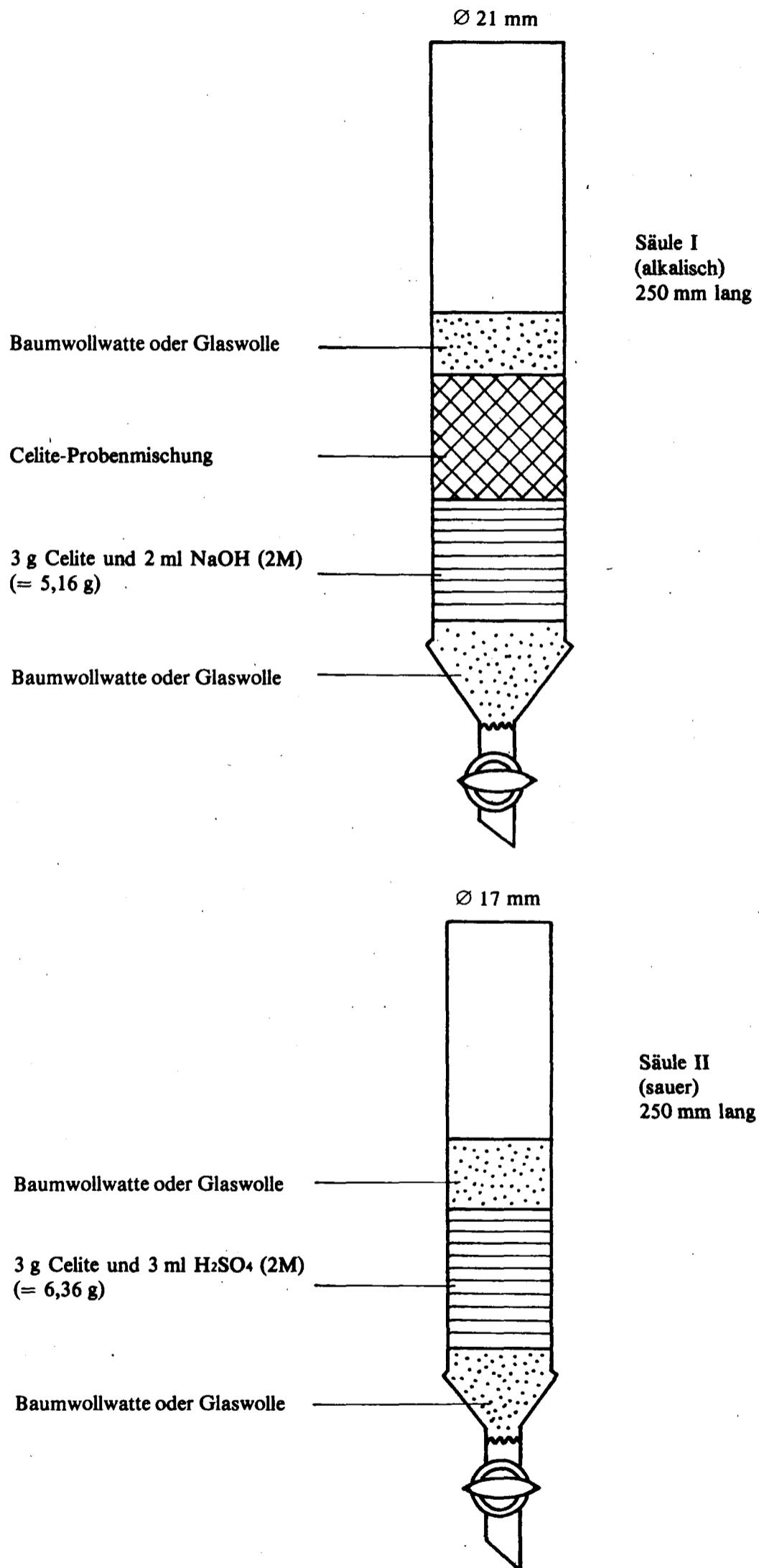


Abbildung 1
Chromatographiesäulen

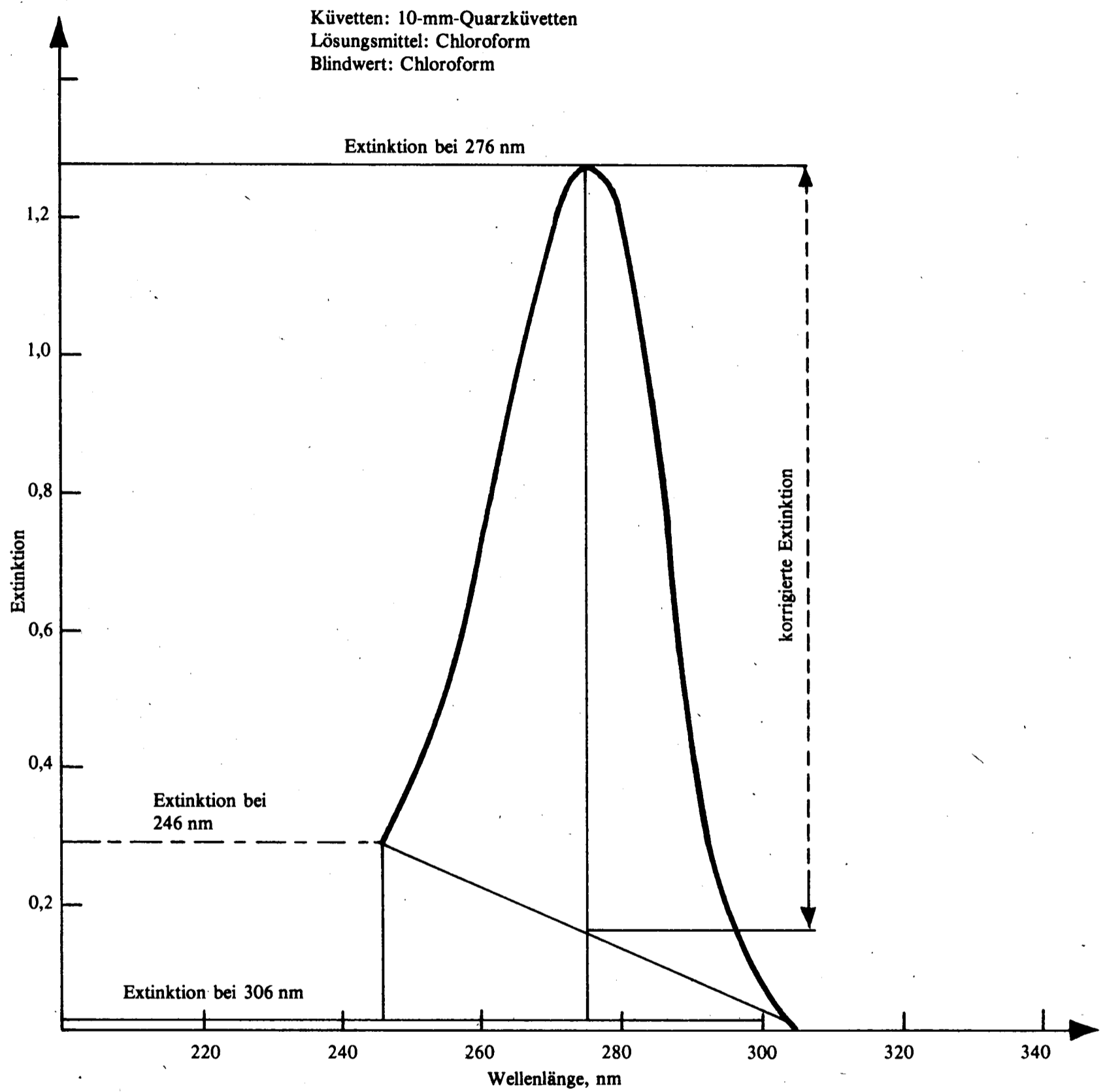


Abbildung 2
Spektralphotometrische Messung

METHODE 2: BESTIMMUNG DES TROCKENMASSEGEHALTS**1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH**

Diese Methode dient der Bestimmung des Trockenmassegehalts von getrocknetem Kaffee-Extrakt und Zichorien-Extrakt, löslichem Kaffee, Instantkaffee, löslicher Zichorie und Instantzichorie.

2. DEFINITION

Trockenmassegehalt: Der Gehalt an Trockenmasse, wie er mit Hilfe der beschriebenen Methode bestimmt wird.

3. PRINZIP

Die nach 16 Stunden Trocknung im Vakuum-Trockenschrank bei 70 °C und einem Druck von 5,0 kPa verbliebene Masse der Analysenprobe wird bestimmt und als Masseprozent der Probe berechnet.

4. GERÄTE

- 4.1. Wägeschalen mit absolut planem Boden, widerstandsfähig gegen die Proben und die Arbeitsbedingungen, Durchmesser etwa 50 mm, Höhe etwa 30 mm, mit dicht schließendem Deckel. Schalen aus Aluminium oder rostfreiem Stahl sind geeignet.
- 4.2. Vakuum-Trockenschrank, elektrisch beheizt und thermostatisiert, der es gestattet, die Temperatur der Böden im Innenraum auf einer Temperatur von 70 °C ± 1 °C zu halten, ausgerüstet mit einem auf 70 °C geeichten Thermometer zur Temperaturkontrolle in unmittelbarer Nähe der Böden und einem Druckmesser zur Ablesung des Innendrucks in kPa über Null. Der Vakuum-Trockenschrank soll im Innern eine gleichmäßige Temperaturverteilung haben. Die Einschubböden müssen so konstruiert und beschaffen sein, daß ein guter Wärmeübergang auf die Wägeschalen (4.1) gewährleistet ist.
- 4.3. Trockenschrank, elektrisch beheizt, mit thermostatisierter Temperaturkontrolle, die es gestattet, 102 °C ± 2 °C im gesamten Innenraum einzuhalten.
- 4.4. Vakuumpumpe; die Leistung der Pumpe muß ausreichen, um den Vakuum-Trockenschrank (4.2) bis zu einem Innendruck von 5,0 kPa oder weniger zu evakuieren.
- 4.5. Einrichtung zur Lufttrocknung, bestehend aus zwei mit Glycerin gefüllten gläsernen Gaswaschflaschen und zwei mit aktiviertem Kieselgel mit Feuchtigkeitsindikator gefüllten gläsernen Trockentürmen. Die Gaswaschflaschen und Trockentürme sind mit dem Vakuum-Trockenschrank (4.2) in Serie verbunden, wobei sich die Trockentürme zwischen den Gaswaschflaschen und dem Vakuum-Trockenschrank befinden.
- 4.6. Exsikkator, gefüllt mit frisch aktiviertem Kieselgel mit Feuchtigkeitsindikator oder einem gleichwertigen Trockenmittel.
- 4.7. Analysenwaage

5. DURCHFÜHRUNG**5.1. Vorbereitung der Wägeschalen**

Die sauberen, leeren Wägeschalen werden mit den Deckeln (4.1) in den auf 102 °C ± 2 °C eingestellten Trockenschrank (4.3) gestellt und eine Stunde lang getrocknet. Die Deckel sollen dabei neben den Wägeschalen liegen, damit alle Oberflächen der Trocknung ausgesetzt sind. Die Wägeschalen und Deckel werden aus dem Trockenschrank genommen und in den Exsikkator (4.6) gestellt. Nach dem Abkühlen werden die Wägeschalen mit den zugehörigen Deckeln verschlossen und auf 0,1 mg genau gewogen (M_0).

5.2. Analyse

Der Deckel wird von einer vorbereiteten Wägeschale (5.1) abgenommen. So schnell wie möglich werden etwa 3 g der Probe in die Wägeschale getan und auf dem Boden der Schale gleichmäßig verteilt. Die Wägeschale wird mit dem Deckel verschlossen und mit Inhalt auf 0,1 mg genau gewogen (M_2). Bei mehreren gleichzeitigen Ansätzen sind die zugedeckten Wägeschalen bis zum Abschluß des Auswiegens und dem Zeitpunkt des Einbringens in den Vakuum-Trockenschrank im Exsikkator aufzubewahren.

- 5.3. Die Wägeschalen werden zusammen mit den abgenommenen Deckeln in den Vakuum-Trockenschrank (4.2) gestellt.
- 5.4. Der Vakuum-Trockenschrank wird geschlossen und der Innendruck langsam (mindestens 2 bis 2,5 Minuten) auf $5,0 \pm 0,1$ kPa herabgesetzt.
- 5.5. Danach läßt man einen über die Gaswaschflaschen und die Trockentürme geleiteten Luftstrom mit einer Geschwindigkeit von etwa einer Blase pro Sekunde in den Vakuum-Trockenschrank eintreten.
- 5.6. Man trocknet im Vakuum bei $70^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ und weiterhin aufrechterhaltenem Luftstrom $16 \pm 0,5$ Stunden lang.
- 5.7. Nach Ablauf der Trocknungszeit läßt man langsam (2 bis 3 Minuten) Luft einströmen. Das Einströmen der Luft muß langsam vor sich gehen, damit Turbulenzen, die zu einem Substanzverlust aus den Wägeschalen führen könnten, vermieden werden.
Man setzt die Deckel wieder auf und läßt die zugedeckten Wägeschalen im Exsikkator (4.6) auf die Umgebungstemperatur abkühlen.
- 5.8. Die zugedeckten Wägeschalen werden mit Inhalt auf 0,1 mg genau gewogen (M_1).

6. BERECHNUNG DER ERGEBNISSE

6.1. Formel und Berechnungsmethode

Der Trockenmassegehalt, berechnet als Masseprozent der eingewogenen Probe, wird aus

$$\frac{M_1 - M_0}{M_2 - M_0} \times 100$$

erhalten.

Dabei sind:

M_0 = Masse der trockenen, vorbereiteten Wägeschale mit Deckel;

M_1 = Masse der Wägeschale mit Deckel und Analysensubstanz nach dem Trocknen;

M_2 = Masse der Wägeschale mit Deckel und Analysensubstanz vor der Trocknung.

Als Ergebnis wird das arithmetische Mittel von zwei Bestimmungen, deren Wiederholbarkeit (6.2) zufriedenstellend ist, angegeben.

6.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von zwei Bestimmungen unabhängig voneinander, die, gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander, mit der gleichen Probe, von demselben Untersucher und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf 0,06 g Trockenmasse je 100 g Erzeugnis nicht überschreiten.

METHODE 3: BESTIMMUNG DES TROCKENMASSEGEHALTS

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode dient der Bestimmung des Trockenmassegehalts von:

- flüssigem Kaffee-Extrakt,
- flüssigem Zichorien-Extrakt,
- pastenförmigem Kaffee-Extrakt,
- pastenförmigem Zichorien-Extrakt.

2. DEFINITION

Trockenmassegehalt: Der Gehalt an Trockenmasse, wie er mit Hilfe der beschriebenen Methode bestimmt wird.

3. PRINZIP

Die Analysenprobe wird mit Seesand vermischt und 16 Stunden lang in einem Vakuum-Trockenschrank bei 70°C und einem Druck von 5,0 kPa getrocknet. Die verbliebene Masse wird als Masseprozent der Probe berechnet.

4. REAGENZIEN

Seesand, mit Säure behandelt, mit Wasser säurefrei gewaschen und geglüht.

5. GERÄTE

5.1. Wägeschalen mit absolut planem Boden, widerstandsfähig gegen die Proben und die Arbeitsbedingungen, Durchmesser etwa 80 mm, mit dicht schließendem Deckel. Schalen aus Aluminium oder rostfreiem Stahl sind geeignet.

5.2. Glasstäbe; die Glasstäbe sollen so lang sein, daß sie gänzlich in den Wägeschalen (5.1) liegen können, z. B. 50 bis 75 mm lang.

5.3. Vakuum-Trockenschrank, elektrisch beheizt und thermostatisiert, der es gestattet, die Temperatur der Böden im Innenraum auf einer Temperatur von $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ zu halten, ausgerüstet mit einem auf $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ geeichten Thermometer zur Temperaturkontrolle in unmittelbarer Nähe der Böden und einem Druckmesser zur Ablesung des Innendrucks in kPa über Null. Der Vakuum-Trockenschrank soll im Innern eine gleichmäßige Temperaturverteilung haben. Die Einschubböden müssen so konstruiert und beschaffen sein, daß ein guter Wärmeübergang auf die Wägeschalen (5.1) gewährleistet ist.

5.4. Vakuumpumpe; die Leistung der Pumpe muß ausreichen, um den Vakuum-Trockenschrank (5.3) bis zu einem Innendruck von 5,0 kPa oder weniger zu evakuieren.

5.5. Einrichtung zur Lufttrocknung, bestehend aus zwei mit Glycerin gefüllten gläsernen Gaswaschflaschen und zwei mit aktiviertem Kieselgel mit Feuchtigkeitsindikator gefüllten gläsernen Trockentürmen. Die Gaswaschflaschen und Trockentürme sind mit dem Vakuum-Trockenschrank (5.3) in Serie verbunden, wobei sich die Trockentürme zwischen den Gaswaschflaschen und dem Vakuum-Trockenschrank befinden.

5.6. Exsikkator, gefüllt mit frisch aktiviertem Kieselgel mit Feuchtigkeitsindikator oder einem gleichwertigen Trockenmittel.

5.7. Analysenwaage

5.8. Wasserbad, kochend.

6. DURCHFÜHRUNG

6.1. Vorbereitung der Wägeschalen

25 bis 35 g Seesand (4) werden zusammen mit einem Glasstab (5.2) in eine Wägeschale (5.1) gegeben und mit Deckel gewogen. Die Wägeschale mit Seesand, Glasstab und Deckel wird in den Vakuum-Trockenschrank (5.3) gestellt; dabei ist der Deckel neben die Wägeschale zu legen, damit alle Oberflächen der Trocknung ausgesetzt sind.

Die Wägeschale mit Inhalt und der Deckel werden aus dem Vakuum-Trockenschrank genommen und in den Exsikkator (5.6) gestellt.

Abkühlen lassen und Wägeschale mit Inhalt und aufgesetztem Deckel auf 0,1 mg genau wiegen.

Dieser Vorgang wird bis zur Massekonstanz wiederholt (M_0).

6.2. Analyse

Der Deckel wird von der vorbereiteten Wägeschale (6.1) abgenommen. Dann wird eine 0,1 bis 1 g Trockenmasse entsprechende Menge flüssigen Kaffee- oder Zichorien-Extraktes hinzugefügt (so rasch wie möglich). Die Wägeschale mit Inhalt, einschließlich Analysensubstanz und Deckel wird auf 0,1 mg genau gewogen (M_2).

6.3. Die Probe wird mittels des Glasstabes (5.2) sorgfältig mit dem Seesand vermischt. Falls das Vermischen nicht befriedigend verläuft, kann etwas Wasser zugegeben werden. Dann wird unter gelegentlichem Umrühren auf dem Wasserbad (5.8) erhitzt, bis eine völlig homogene sandige Mischung erhalten wird. Sollte die Mischung zur Klumpen- oder Krustenbildung neigen, so ist zur Vermeidung von Klumpigkeit ständig zu rühren.

6.4. Die Wägeschale wird zusammen mit dem abgenommenen Deckel in den Vakuum-Trockenschrank (5.3) gestellt.

6.5. Der Vakuum-Trockenschrank wird geschlossen und der Innendruck langsam (mindestens 2 bis 2,5 Minuten) auf $5,0 \pm 0,1$ kPa herabgesetzt.

- 6.6. Danach läßt man einen über die Gaswaschflaschen und die Trockentürme geleiteten Luftstrom mit einer Geschwindigkeit von etwa einer Blase pro Sekunde in den Vakuum-Trockenschrank eintreten.
- 6.7. Man trocknet im Vakuum bei $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ und weiterhin aufrechterhaltenem Luftstrom $16 \pm 0,5$ Stunden lang.
- 6.8. Nach Ablauf der Trocknungszeit läßt man langsam (2 bis 3 Minuten) Luft einströmen. Das Einströmen der Luft muß langsam vor sich gehen, damit Turbulenzen, die zu einem Substanzverlust aus den Wägeschalen führen könnten, vermieden werden.
Man setzt die Deckel wieder auf und läßt die zugedeckten Wägeschalen im Exsikkator (5.6) auf die Umgebungstemperatur abkühlen.
- 6.9. Die zugedeckten Wägeschalen werden auf 0,1 mg genau gewogen (M_1).

7. BERECHNUNG DER ERGEBNISSE

7.1. Formel und Berechnungsmethode

Der Trockenmassegehalt, berechnet als Masseprozent der eingewogenen Probe, wird aus

$$\frac{M_1 - M_0}{M_2 - M_0} \times 100$$

erhalten.

Dabei sind:

M_0 = Masse der vorbereiteten Wägeschale mit Deckel;

M_1 = Masse der Wägeschale mit Deckel und Analysensubstanz nach der Trocknung;

M_2 = Masse der Wägeschale mit Deckel und Analysensubstanz vor der Trocknung.

Als Ergebnis wird das arithmetische Mittel von zwei Bestimmungen mit zufriedenstellender Wiederholbarkeit (7.2) angegeben.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von zwei Bestimmungen unabhängig voneinander, die, gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander, mit der gleichen Probe, von demselben Untersucher und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf 0,06 g Trockenmasse je 100 g Erzeugnis nicht überschreiten.