

COMMISSIE

EERSTE RICHTLIJN VAN DE COMMISSIE

van 13 november 1979

tot vaststelling van de communautaire analysemethoden voor de controle van extracten van koffie en cichorei

(79/1066/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE
GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op richtlijn 77/436/EEG van de Raad van 27 juni 1977 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake extracten van koffie en extracten van cichorei ⁽¹⁾, inzonderheid op artikel 8,

Overwegende dat de samenstelling en bereidingswijzen van koffie- en cichorei-extracten krachtens artikel 8 van Richtlijn 77/436/EEG aan de hand van communautaire analysemethoden moeten worden gecontroleerd;

Overwegende dat het wenselijk is een eerste reeks methoden, waarvoor reeds studies werden voltooid, goed te keuren;

Overwegende dat de in deze richtlijn vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het advies van het Permanent Comité voor levensmiddelen,

HEEFT DE VOLGENDE RICHTLIJN
VASTGESTELD:

Artikel 1

De Lid-Staten treffen alle nodige maatregelen opdat de analyses, die met het oog op het onderzoek in verband met de in bijlage I vermelde criteria zijn vereist, worden verricht in overeenstemming met de in bijlage II omschreven methoden.

Artikel 2

De Lid-Staten doen de nodige wettelijke en bestuursrechtelijke bepalingen in werking treden om deze richtlijn uiterlijk na verloop van 18 maanden na haar kennisgeving te volgen; zij stellen de Commissie daarvan onverwijld in kennis.

Artikel 3

Deze richtlijn is gericht tot de Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 13 november 1979.

Voor de Commissie

ÉTIENNE DAVIGNON

Lid van de Commissie

⁽¹⁾ PB nr. L 172 van 12. 7. 1977, blz. 20.

BIJLAGE I**TOEPASSINGSGEBIEDEN VAN DE EERSTE RICHTLIJN VOOR COMMUNAUTAIRE
ANALYSEMETHODEN VOOR KOFFIE- EN CICHOREI-EXTRACTEN**

- I. Algemene inlichtingen
- II. Het bepalen van het gehalte aan cafeïne in cafeïnevrije koffie-extracten door methode nr. 1, bijlage II
- III. Het bepalen van het gehalte aan droge stof in koffie- en cichorei-extracten, oplosbaar koffie-extract, oploskoffie, oploscichorei, instantkoffie, instantcichorei en koffie-extractpoeder, door methode nr. 2, bijlage II
- IV. Het bepalen van het gehalte aan droge stof in vloeibaar koffie-extract, vloeibaar cichorei-extract, koffie-extractpasta en cichorei-extractpasta, door methode nr. 3, bijlage II

BIJLAGE II**ANALYSEMETHODEN VAN KOFFIE- EN CICHOREI-EXTRACTEN****ALGEMENE INLICHTINGEN****1. HET VOORBEREIDEN VAN HET ANALYSEMONSTER****1.1. Algemeen**

De grootte van het aan het laboratorium ter onderzoek aangeboden monster dient ten minste 50 gram te bedragen.

1.2. De monstervoorbereiding voor de chemische analyse**1.2.1. *Het mengen***

Het te onderzoeken monster dient voor de analyse steeds te worden gehomogeniseerd.

1.2.1.1. Monsters in poeder- of pastavorm dienen uit de verpakking te worden verwijderd en na het verkleinen van eventuele klonters, te worden gehomogeniseerd.

Het gehomogeniseerde monster dient in geschikte potten of flessen te worden bewaard.

1.2.1.2. Vloeibare monsters worden gemengd door roeren.**1.3. Monsterpotten**

Het gehomogeniseerde monster dient in lucht- en vochtdichte potten bewaard te worden.

2. REAGENTIA**2.1. Water****2.1.1. Onder water, gebruikt voor oplossen, verdunnen of uitwassen, wordt verstaan gedestilleerd water of 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

Onder analytische balans wordt verstaan een balans met een gevoeligheid van ten minste 0,1 mg.

4. WEERGAVE VAN DE RESULTATEN**4.1. Resultaten**

Het gerapporteerde analyseresultaat dient het gemiddelde te zijn van ten minste twee bepalingen, die voldoen aan de eisen van de herhaalbaarheid.

4.2. Het berekenen van het percentage

Indien niet anders gespecificeerd, worden de resultaten berekend in massaprocenten van het ter onderzoek aangeboden monster.

- 4.3. **Aantal significante cijfers**
Het resultaat dient niet meer significante cijfers te bevatten dan overeenkomt met de nauwkeurigheid van de gebruikte analysemethode.

5. **ANALYSERAPPORT**

In het analyserapport moeten de toegepaste analysemethode en de verkregen resultaten worden vermeld. Voorts moeten alle details van de werkwijze worden vermeld, die niet in de analysemethode zijn genoemd of die facultatief zijn, alsmede alle omstandigheden die van invloed kunnen zijn geweest op de verkregen resultaten.

METHODE I: HET BEPALEN VAN HET GEHALTE AAN CAFEÏNE

1. **DOEL EN GEBIED VAN TOEPASSING**

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan cafeïne in cafeïne-vrije koffie-extracten.

2. **DEFINITIE**

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

3. **BEGINSEL**

De in het analysemonster aanwezige cafeïne wordt met behulp van een ammoniakoplossing ontsloten.

Het extract wordt met behulp van diëthylether eerst via een alkalische en vervolgens via een zure kolom gezuiverd. De cafeïne wordt vervolgens uit de zure kolom geëluëerd met behulp van chloroform en spectrofotometrisch bepaald.

4. **REAGENTIA**

- 4.1. Zwavelzuuroplossing, 2 M

- 4.2. Natriumhydroxydeoplossing, 2 M

- 4.3. Celite 545, of gelijkwaardig

- 4.4. Ammoniakoplossing, ongeveer 4 M

Voeg 1 volumedeel geconcentreerde ammoniak, ρ_{20} , ongeveer 0,9 g/ml, bij 2 volumedelen water.

- 4.5. Diëthylether zuiver of gezuiverd door chromatografie over een kolom van basisch aluminiumoxyde met een activiteitsgraad 1 (zie 6.6). Laat 800 ml diëthylether door een kolom gevuld met 100 g aluminiumoxyde stromen.

De aldus gezuiverde diëthylether dient in bruine flessen bewaard te worden. (Men kan, in plaats van door chromatografie gezuiverd diëthylether, ook gedestilleerd en peroxydevrij diëthylether gebruiken). Verzadig de diëthylether met water.

- 4.6. Cafeïne (1,3,7-trimethyl-2,6-dihydroxypurine), zuiver, watervrij ($C_8H_{10}N_4O_2$)

- 4.7. Chloroform, zuiver of gezuiverd volgens de onder 4.5 beschreven methode en verzadigd met water

5. **APPARATEN**

- 5.1. Chromatografiekolommen (zie fig. 1) met een lengte van ongeveer 250 mm, inwendige diameter (kolom I) 21 mm, inwendige diameter (kolom II) 17 mm, voorzien van een kraan met ingeslepen stop

- 5.2. Ultraviolet spectrofotometer

De spectrofotometer dient in het gebied waarin gemeten wordt nauwkeurig te zijn tot op 0,004 extinctie-eenheden.

- 5.3. Kwartscuvetten, optische weglengte 10 mm

- 5.4. De normale laboratoriumbenodigdheden, waaronder:

- 5.4.1. Waterbad, kokend
- 5.4.2. Maatkolven van 50, 100 en 1 000 ml, die voldoen aan de normen van ISO-aanbeveling 1042
- 5.4.3. Volumepipetten van 2 en 5 ml, die voldoen aan de normen van ISO-aanbeveling 648
- 5.4.4. Analytische balans
6. WERKWIJZE
- 6.1. Het voorbereiden van het analysemonster
- Weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig, ongeveer 0,5 g droog koffie-extract of 0,5 tot 0,7 g koffie-extractpasta, of 0,8 tot 3,2 vloeibaar koffie-extract af in een bekerglaasje van 100 ml.
- Van de beide laatste produkten dient een zodanige hoeveelheid afgewogen te worden, dat het analysemonster ongeveer overeenkomt met 0,5 g droog koffie-extract.
- Voeg 5 ml ammoniakoplossing (4.4) toe en verwarm gedurende 2 minuten op het waterbad (5.4.1).
- Voeg 6,0 g Celite (4.3) toe en meng zorgvuldig.
- 6.2. Het vullen van de kolommen
- 6.2.1. Kolom I
(alkalische kolom)
- Laag A. Meng met behulp van een buigzame spatel voorzichtig 3 g Celite (4.3) met 2 ml natriumhydroxydeoplossing (4.2) totdat een homogeen vochtig poeder is verkregen.
- Breng in een chromatografiekolom (5.1), waarvan in het onderste deel een prop katoenen watten of glaswol is aangebracht, het poeder in porties van ongeveer 2 g. Na iedere toevoeging wordt het poeder met behulp van een aan het uiteinde afgeplatte glasstaaf aangedrukt, totdat een homogene compacte laag is verkregen.
- Breng op de laag A een klein propje katoenen watten of glaswol aan.
- NB* Het vulmateriaal kan in grotere hoeveelheden worden bereid en in gesloten potten worden bewaard.
- Laag B. Breng het mengsel van Celite en het monster (6.1) over in de kolom op laag A.
- Spoel het bekglas tweemaal telkens met ongeveer 1 g Celite (4.3) en breng over in de kolom. Druk aan totdat een homogene laag is verkregen en breng vervolgens op laag B een prop katoenen watten of glaswol aan.
- 6.2.2. Kolom II
zure kolom
- Breng in een tweede chromatografiekolom (5.1), waar in het onderste gedeelte een prop katoenen watten of glaswol is aangebracht, een zorgvuldig gehomogeniseerd mengsel van 3 g Celite (4.3) en 3 ml zwavelzuuroplossing (4.1) op de wijze zoals beschreven voor laag A in 6.2.1. (Zie opmerking in 6. 2. 1.).
- Breng op de laag een prop katoenen watten of glaswol aan ten einde het oppervlakte van de laag Celite te beschermen.
- 6.3. Chromatografie
- Stel de kolommen op een zodanige manier op, dat het eluaat van kolom I direct in kolom II druppelt. Laat 150 ml diëthylether (4.5) door de beide kolommen stromen.
- De kraan van kolom I blijft geopend. De kraan van kolom II wordt zodanig afgesteld, dat steeds een laagje vloeistof boven de kolomvulling blijft.
- Verwijder kolom I. Laat vervolgens 50 ml diëthylether (4.5) door kolom II stromen, waarbij met de eerste portie tevens de uitloop van kolom I wordt gespoeld.
- Verwerp het eluaat van kolom II.
- NB* De gebruikte diëthylether kan door schudden met ijzer(II)sulfaat (en reiniging door chromatografie (4.5) voor hergebruik teruggewonnen worden.
- Blaas vervolgens lucht door kolom II (met behulp van b.v. een rubber ballon), totdat er geen diëthylether meer afvloeit en de uittredende lucht slechts een zwakke ethergeur vertoont (zie opmerking hieronder). Elueer kolom II met 45 tot 50 ml chloroform (4.7).

Vang het eluaat op in de maatkolf van 50 ml (5.4.2). Vul aan tot aan de ijkstreep met chloroform (4.7) en meng zorgvuldig.

De vrije doorstroomsnelheid van de diëthylether en de chloroform dient tussen 1,5 en 3 ml/min te bedragen. Grotere doorstroomsnelheid wijst op mogelijke scheurvorming in de kolomvulling.

NB Deze handelingen moeten worden uitgevoerd in een goed geventileerde zuurkast, ten einde het inademen van dampen en de mogelijkheid van explosie te voorkomen.

6.4. Spectrofotometrie (zie figuur 2)

6.4.1. *Het meten van de analyse-oplossing*

Vermijd onjuiste resultaten door het verdampen van chloroform. Meet de extinctie van de oplossing van cafeïne in chloroform (6.3) met behulp van de kwartscuvetten (5.3) tegen chloroform bij 276 nm (extinctiemaximum).

Ten einde de zuiverheid van de cafeïne te controleren worden eveneens de extincties bij 246 nm (extinctieminimum) en bij 306 nm gemeten.

Indien de extinctie bij 276 nm hoger is dan 1,3 moet de meting herhaald worden met een verdunde oplossing. Houd in dat geval rekening met de verdunningsfactor en wijzig dienovereenkomstig de formule in 7.1.

Indien de extinctie bij 276 nm lager is dan 0,2, dient de bepaling herhaald te worden met een grotere inweeg.

6.4.2. *Het bereiden en het meten van de standaardoplossing*

Bereid de standaardoplossing op de volgende wijze:

Weeg, tot op 0,1 mg nauwkeurig, 100 ± 20 mg zuivere watervrije cafeïne (4.6) in een maatkolf van 1 000 ml (5.4.2). Los op in chloroform, vul aan met chloroform tot aan de ijkstreep en meng. Pipetteer 5 ml van deze oplossing in een maatkolf van 50 ml, vul aan tot aan de ijkstreep met chloroform en meng.

Meet de extinctie van deze oplossing op de wijze zoals beschreven in 6.4.1. De gecorrigeerde extinctie van de standaardoplossing dient in de grootte-orde van 0,4 te liggen.

6.5. Het aantal bepalingen

Voer ten minste één duplobepaling uit met hetzelfde monster.

6.6. Zuiverheidscontrole

Voer een blancobepaling uit met de reagentia, maar zonder monster. Bij gebruik van gezuiverde teruggewonnen reagentia (4.5 en 4.7) dient de blancobepaling herhaald te worden ten einde de zuiverheid te controleren.

7. WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

7.1. Formule en methode van berekening

Het gehalte aan cafeïne, uitgedrukt in massaprocenten van het droge monster, wordt berekend met de formule

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

waarin:

C = de concentratie van de cafeïne in de standaardoplossing (6.4.2) in g/ml;

A₁ = de gecorrigeerde extinctie van het gezuiverde extract (6.4.1) [extinctie bij 276 nm - 0,5 (extinctie bij 246 nm + extinctie bij 306 nm)];

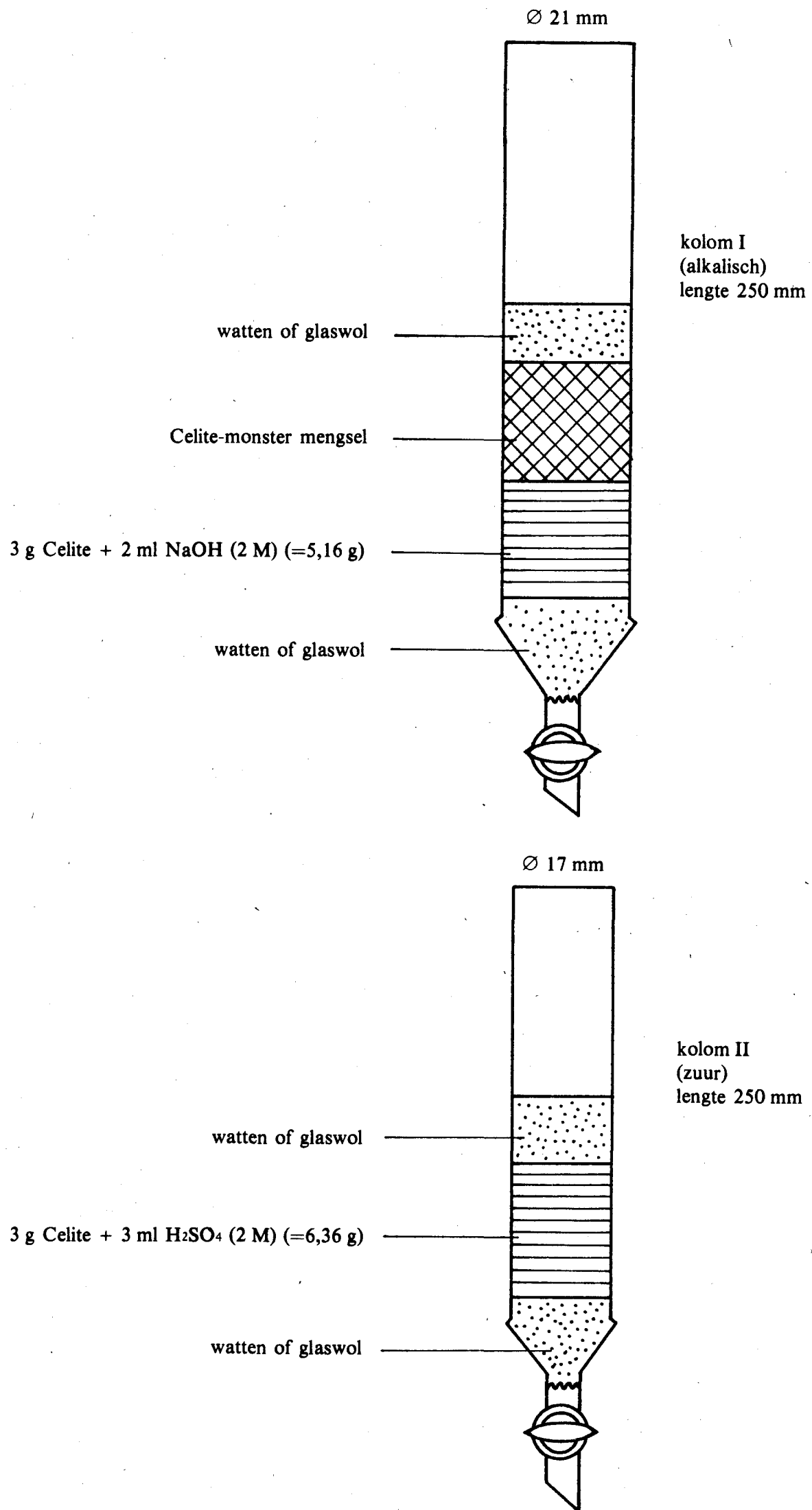
A₂ = de gecorrigeerde extinctie van de standaardoplossing (6.4.2) [extinctie bij 276 nm - 0,5 (extinctie 246 nm + extinctie bij 306 nm)];

m = de afgewogen hoeveelheid analysemonster in g;

p = het droge stofgehalte van het monster, uitgedrukt in massaprocenten, bepaald volgens methode 2 of methode 3 van bijlage II.

7.2. Herhaalbaarheid

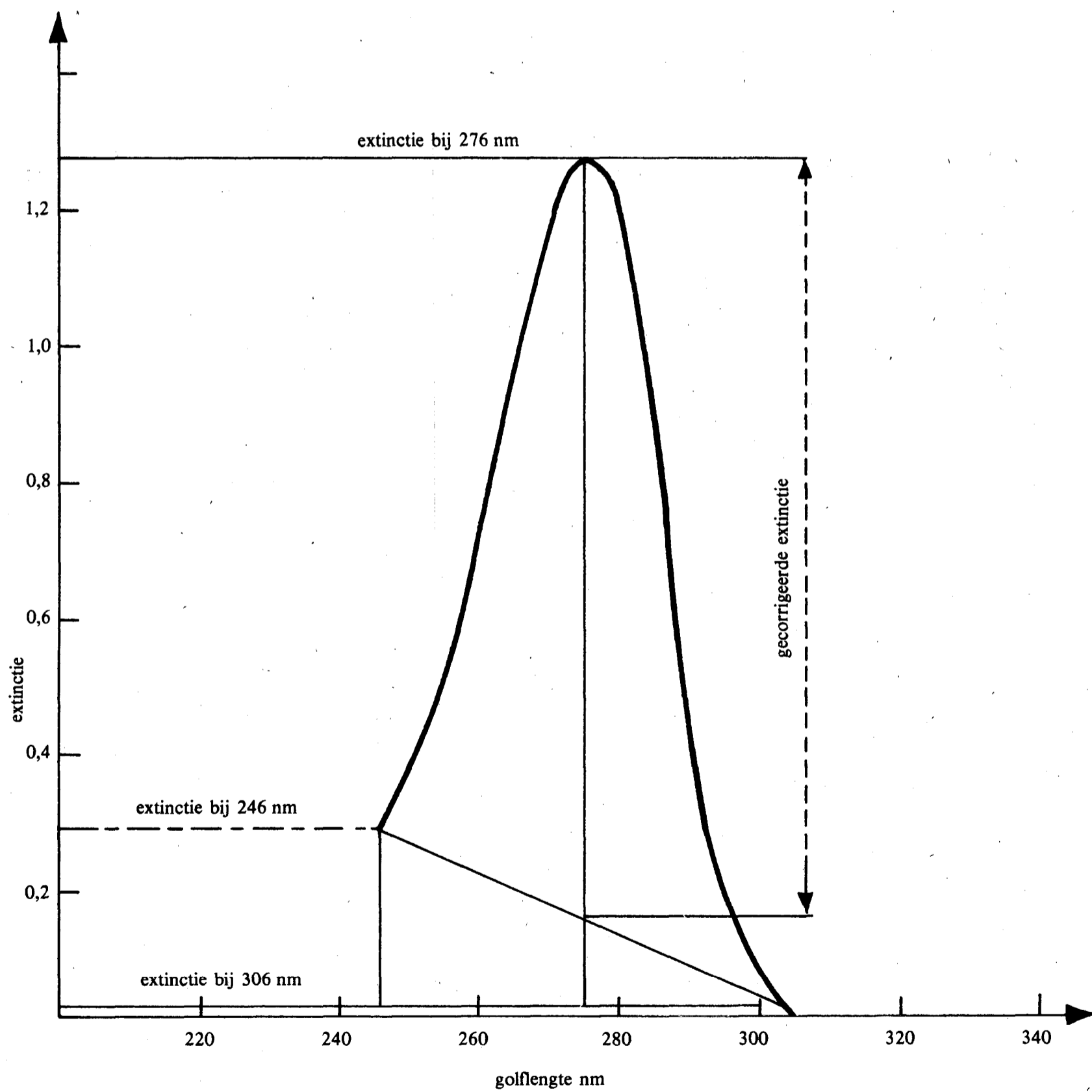
Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd door dezelfde analist in hetzelfde monster en dezelfde omstandigheden mag niet meer bedragen dan 0,01 g cafeïne per 100 g produkt.



Figuur 1

Chromatografiekolommen

Kwartscuvetten: optische weglengte 10 mm
Oplosmiddel: chloroform
Blanco: chloroform



Figuur 2
Extinctiecurve

METHODE 2: HET BEPALEN VAN HET GEHALTE AAN DROGE STOF**1. DOEL EN GEBIED VAN TOEPASSING**

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan droge stof in koffie en cichorei-extracten, oploskoffie, oploscichorei, oplosbaar koffie-extract, instantkoffie, instantcichorei en in koffie-extractpoeder.

2. DEFINITIE

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

3. BEGINSSEL

Het na 16 uur drogen in een vacuümdroogstoof bij een temperatuur van 70°C en een druk van 5,0 kPa verkregen residu wordt bepaald en berekend als massapercentage van het monster.

4. APPARATEN

- 4.1. Droogschalen, diameter ± 50 mm, hoogte ± 30 mm, met vlakke bodem en een goed sluitend deksel, bestendig tegen de inwerking van het analysemonster onder de omstandigheden van de analyse.

Aluminium en roestvrijstalen schalen zijn geschikt.

- 4.2. Elektrisch verwarmde vacuüm droogstoof, voorzien van een automatische temperatuurregeling, ingesteld op $70 \pm 1^{\circ}\text{C}$, een nauwkeurig voor 70°C goedgekeurd thermometer om de temperatuur in de onmiddellijke nabijheid van de inlegplaten te meten en een drukmeter om de druk in de stoof in kPa af te lezen.

De stoof moet inwendig een gelijkmatige temperatuurverdeling hebben. De inlegplaten moeten zodanig geconstrueerd zijn, dat een goede warmteoverdracht naar de droogschalen (4.1) gewaarborgd is.

- 4.3. Elektrisch verwarmde droogstoof, voorzien van een automatische temperatuurregeling, ingesteld op $102 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

- 4.4. Vacuümpomp, geschikt om in de vacuümstoof een inwendige druk van 5,0 kPa of minder te handhaven.

- 4.5. Droogbatterij voor circulatielucht, bestaande uit twee glazen gaswasflessen gevuld met glycerol en twee glazen droogtorens gevuld met vers geactiveerde silicagel met vochtindicator.

De gaswasflessen en droogtorens worden met de vacuümstoof in serie gekoppeld, waarbij de droogtorens tussen de gaswasflessen en de vacuümstoof aangesloten worden.

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

- 4.7. Analytische balans

5. WERKWIJZE**5.1. Het voorbereiden van de droogschalen**

De gereinigde droogschalen (4.1) worden met deksel in de droogstoof (4.3) geplaatst gedurende 1 uur bij $102 \pm 2^{\circ}\text{C}$. De deksels dienen naast de schaal gelegd te worden.

Plaats daarna de schalen met de bijbehorende deksels in de exsiccator (4.6). Koel tot kamertemperatuur, sluit de schalen met de bijbehorende deksels en weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig (M_0).

5.2. Inweeg

Verwijder het deksel van de voorgedroogde schaal (5.1). Breng zo snel mogelijk 3 g analysemonster in de schaal en verdeel het gelijkmatig over de bodem.

Sluit de schaal met het deksel en weeg tot 0,1 mg nauwkeurig (M_2). Plaats, indien meerdere monsters afgewogen moeten worden, de gewogen schalen in de exsiccator totdat alle monsters ingewogen zijn en in de stoof kunnen worden geplaatst.

- 5.3. Plaats de droogschaal met het deksel ernaast in de vacuümdroogstoof (4.2).
- 5.4. Sluit de stoof en breng de druk geleidelijk terug tot $5,0 \pm 0,1$ kPa (duur 2 à 2^{1/2} minuten).
- 5.5. Laat vervolgens via de droogbatterij een luchtstroom met een snelheid van ongeveer één luchtbel per seconde in de stoof stromen.
- 5.6. Droog gedurende $16 \pm 0,5$ uren ($70^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$), waarbij de luchtstroom constant gehouden wordt.
- 5.7. Schakel na beëindiging van de droogperiode de vacuümpomp uit en verhoog langzaam de druk in de stoof tot normaal via de droogbatterij (duur 2 à 3 minuten).
Breng de droogschalen na het afsluiten met de bijpassende deksels over in de exsiccator (4.6) en laat afkoelen tot kamertemperatuur.
- 5.8. Weeg de gesloten droogschaal met inhoud tot op 0,1 mg nauwkeurig (M_1).

6. WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

6.1. Formule en methode van berekening

Het gehalte aan droge stof, uitgedrukt in massaprocenten van het monster wordt berekend met de volgende formule:

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

Waarin:

M_0 = de massa van de schaal + deksel in g;

M_1 = de massa van schaal + deksel + ingewogen monster na het drogen in g;

M_2 = de massa van schaal + deksel + ingewogen monster voor het drogen in g;

Het resultaat van de analyse dient het gemiddelde te zijn van twee bepalingen, welke voldoen aan de eisen van de herhaalbaarheid (6.2.).

6.2. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of wel met korte tussentijd uitgevoerd door dezelfde analist in hetzelfde monster en in dezelfde omstandigheden mag niet meer bedragen dan 0,06 g droge stof per 100 g produkt.

METHODE 3: HET BEPALEN VAN HET GEHALTE AAN DROGE STOF

1. DOEL EN GEBIED VAN TOEPASSING

Dit voorschrift beschrijft een methode voor het bepalen van het gehalte aan droge stof in:

- koffie-extractpasta,
- vloeibaar koffie-extract,
- cichorei-extractpasta,
- vloeibaar cichorei-extract.

2. DEFINITIE

Het gehalte aan droge stof is het gehalte aan droge stof bepaald volgens de in dit voorschrift beschreven methode.

3. BEGINSSEL

Het analysemonster wordt gemengd met zeezand en vervolgens gedroogd in een vacuümdroogstoof bij een temperatuur van 70°C en een druk van 5 kPa. Het verkregen residu wordt bepaald en berekend als massapercentage van het monster.

4. REAGENTIA

Zeezand, gewassen met zoutzuur en vervolgens met water tot zuurvrij gewassen en daarna gegloeid.

5. APPARATEN

5.1. Droogschalen, diameter 80 mm, met vlakke bodem en een goed sluitend deksel, bestendig tegen de inwerking van het analysemonster onder de omstandigheden van de analyse.

5.2. Glasstaafjes, van een zodanige lengte dat zij geheel in de droogschalen (5.1) passen, bij voorbeeld van 50 tot 75 mm lengte.

5.3. Elektrisch verwarmde vacuümdroogstoof, voorzien van een automatische temperatuurregeling, ingesteld op $70^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, en een nauwkeurig op 70°C afgestelde thermometer om de temperatuur in de onmiddellijke nabijheid van de inlegplaten te meten en een drukmeter om de druk in de stoof in kPa af te lezen.

De stoof moet inwendig een gelijkmatige temperatuurverdeling hebben. De inlegplaten moeten zodanig geconstrueerd zijn, dat een goede warmteoverdracht naar de droogschalen (5.1), gewaarborgd is.

5.4. Vacuümpomp, geschikt om in de vacuümdroogstoof een inwendige druk van 5,0 kPa of minder te handhaven.

5.5. Droogbatterij voor circulatielucht, bestaande uit twee glazen gaswasflessen, gevuld met glycerol en twee glazen droogtorens gevuld met vers geactiveerde silicagel met vochtindicator.

De gaswasflessen en de droogtorens worden met de vacuümdroogstoof in serie gekoppeld, waarbij de droogtorens tussen de gaswasflessen en de vacuümdroogstoof aangesloten worden.

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

5.7. Analytische balans

5.8. Waterbad, kokend

6. WERKWIJZE

6.1. Het voorbereiden van de droogschalen

Breng 25 tot 35 g zeezand (4) en de glasstaaf (5.2) in de droogschaal (5.1) en weeg met het bijbehorende deksel.

Plaats het geheel nu in de vacuümdroogstoof (5.3).

Het deksel dient naast de schaal gelegd te worden.

Breng na $\frac{1}{2}$ uur de schalen met inhoud en deksel over in de exsiccator (5.6). Laat afkoelen, plaats het deksel op de schaal en weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig. Herhaal deze bewerking totdat constant gewicht verkregen is (M_0).

6.2. Inweeg

Verwijder het deksel van de voorgedroogde schaal. Breng zo snel mogelijk een hoeveelheid monster in de schaal, overeenkomend met 0,1 tot 1 g droge stof. Weeg de schaal met inhoud en deksel tot op 0,1 mg nauwkeurig (M_2).

6.3. Meng het monster en het zeezand zorgvuldig met de glasstaaf (5.2). Bij moeilijke vermenging kan een weinig water toegevoegd worden. Verwarm vervolgens op het kokende waterbad (5.8) onder zo nu en dan omroeren totdat een homogeen mengsel is verkregen.

Indien het mengsel neiging tot klont- of korstvorming vertoont, dient ter vermindering hiervan voortdurend geroerd te worden.

6.4. Plaats de schaal met inhoud en deksel ernaast in de vacuümdroogstoof (5.3).

6.5. Sluit de stoof en breng de druk geleidelijk terug tot $5,0 \pm 0,1$ kPa (duur 2 à $2\frac{1}{2}$ minuut).

6.6. Laat vervolgens via de droogbatterij (5.5) een luchtstroom met een snelheid van ongeveer 1 luchtbel per seconde in de stoof stromen.

- 6.7. Droog gedurende $16 \pm 0,5$ uur ($70^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$), waarbij de luchtstroom constant gehouden wordt.
- 6.8. Schakel na beëindiging van de droogperiode de vacuümpomp uit en verhoog langzaam de druk in de stoof tot normaal via de droogbatterij (2 à 3 minuten). Breng de droogschalen na afsluiten met het bijpassende deksel over in de exsiccator (5.6) en laat afkoelen tot kamertemperatuur.
- 6.9. Weeg de gesloten droogschaal met inhoud tot op 0,1 mg nauwkeurig (M_1).

7. WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

7.1. Formule en methode van berekening

Het gehalte aan droge stof, uitgedrukt in massaprocenten van het monster, wordt berekend met de volgende formule:

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

waarin:

M_0 = de massa van de schaal + glasstaaf + deksel in g;

M_1 = de massa van de schaal + glasstaaf + deksel + analysemonster na het drogen in g;

M_2 = de massa van de schaal - glasstaaf + deksel + analysemonster voor het drogen in g.

Het resultaat van de analyse dient het gemiddelde te zijn van twee bepalingen, welke voldoen aan de eisen van de herhaalbaarheid.

7.2. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen tegelijkertijd of met korte tussentijd uitgevoerd door dezelfde analist in hetzelfde monster en in dezelfde omstandigheden mag niet meer bedragen dan 0,06 g droge stof per 100 g produkt.