

LIETUVOS RESPUBLIKOS ŽEMĖS ŪKIO MINISTRO

Į S A K Y M A S
DĖL TECHNINIO REGLAMENTO, NUSTATANČIO KAVOS EKSTRAKTŲ IR
CIKORIJOS EKSTRAKTŲ SUDĖTĮ IR ANALIZĖS METODUS, PATVIRTINIMO

2001 m. kovo 19 d. Nr. 60
Vilnius

Įgyvendindamas Lietuvos Respublikos Vyriausybės 2001 m. vasario 22 d. nutarimu Nr. 192 „Dėl Lietuvos pasirengimo narystei Europos Sąjungoje programos (Nacionalinė *Acquis* priėmimo programa) teisės derinimo priemonių ir *Acquis* įgyvendinimo priemonių 2001 metų planų patvirtinimo“ (Žin., 2001, Nr. [18-554](#)) patvirtintą Lietuvos pasirengimo narystei Europos Sąjungoje programos (Nacionalinė *Acquis* priėmimo programa) teisės derinimo priemonių 2001 metų planą,

1. T v i r t i n u Techninį reglamentą, nustatantį kavos ekstraktų ir cikorijos ekstraktų sudėtį ir analizės metodus (pridedama).

2. Nustatau, kad Techninis reglamentas, nustatantis kavos ekstraktų ir cikorijos ekstraktų sudėtį ir analizės metodus, įsigalioja nuo 2001 m. gruodžio 1 d.

ŽEMĖS ŪKIO MINISTRAS

KĘSTUTIS KRISTINAITIS

PATVIRTINTA

Lietuvos Respublikos žemės ūkio ministro
2001 03 19 įsakymu Nr. 60

TECHNINIS REGLAMENTAS, NUSTATANTIS KAVOS EKSTRAKTŲ IR CIKORIJOS EKSTRAKTŲ SUDĖTĮ IR ANALIZĖS METODUS

(parengtas pagal 1999 m. vasario 22 d. Europos Parlamento ir Tarybos direktyvą 1999/4/EEC dėl kavos ekstraktų ir cikorijos ekstraktų ir 1979 m. lapkričio 13 d. Pirmosios Komisijos direktyvą 79/1066/EEC dėl Bendrijos metodų, skirtų kavos ekstraktų ir cikorijos ekstraktų analizei)

I. BENDROSIOS NUOSTATOS

1. Šis techninis reglamentas nustato į Lietuvos rinką tiekiamų kavos ekstraktų ir cikorijos ekstraktų sudėtis, kokybės ir ženklinimo reikalavimus bei analizės metodus.
2. Techniniame reglamente pateiktos nuorodos į šiuos Lietuvos Respublikos teisės aktus:
 - 2.1. Lietuvos higienos norma HN 15 „Maisto higiena. Bendrieji reikalavimai“;
 - 2.2. Lietuvos higienos norma HN 16 „Medžiagos ir gaminiai, kontaktuojantys su maisto produktais. Bendrieji reikalavimai“;
 - 2.3. Lietuvos higienos norma HN 53 „Leidžiami vartoti maisto priedai“;
 - 2.4. Lietuvos Respublikoje parduodamų prekių ženklinimo taisyklės (Žin., 1998, Nr. [38-1024](#)).
3. Šio techninio reglamento reikalavimų privalo laikytis visi fiziniai ir juridiniai asmenys, tiekiantys kavos ekstraktus ir cikorijos ekstraktus Lietuvos rinkai.

II. TAIKYMO SRITIS

4. Šio techninio reglamento reikalavimai taikomi visiems 5 ir 6 p. išvardytiems produktams, pagamintiems Lietuvoje arba įvežtiems iš užsienio.

III. SĄVOKOS IR APIBRĖŽIMAI

5. **Kavos ekstraktas, tirpus kavos ekstraktas, tirpi kava arba greitai tirpstanti kava** – koncentruotas produktas, gautas ekstrakcijos būdu iš skrudintų kavos pupelių, ekstragentu naudojant tik vandenį ir nenaudojant jokios hidrolizės – nei rūgštimi, nei šarmu. Kavos ekstrakto gali būti tik tirpios ir aromatinės kavos sudėtinės dalys, išskyrus tas netirpias medžiagas, kurių techniškai neįmanoma pašalinti, taip pat iš kavos išskirtus netirpius aliejus.

5.1. Kavos ekstrakto kategorijos:

5.1.1. **sausasis kavos ekstraktas** – kavos ekstraktas, kuriame pagal masę yra ne mažiau kaip 95 % kavos sausosios medžiagos;

5.1.2. **kavos ekstrakto pasta** – kavos ekstraktas, kuriame pagal masę yra nuo 70% iki 85% kavos sausosios medžiagos;

5.1.3. **skystasis kavos ekstraktas** – kavos ekstraktas, kuriame pagal masę yra nuo 15% iki 55% kavos sausosios medžiagos.

6. **Cikorijos ekstraktas, tirpi cikorija arba greitai tirpstanti cikorija** – koncentruotas produktas, gautas ekstrakcijos būdu iš skrudintos cikorijos, ekstragentu naudojant tik vandenį ir nenaudojant jokios hidrolizės – nei rūgštinės, nei šarminės.

6.1. **Cikorija** – tai *Cichorium Intybus L.* šaknys, dažniausiai naudojamos gėrimų gamybai, tinkamai nuplautos prieš džiovinimą ir skrudinimą.

6.2. Cikorijos ekstrakto kategorijos:

6.2.1. **sausasis cikorijos ekstraktas** – cikorijos ekstraktas, kuriame pagal masę yra ne mažiau kaip 95 % cikorijos sausosios medžiagos;

6.2.2. **cikorijos ekstrakto pasta** – cikorijos ekstraktas, kuriame pagal masę yra nuo 70% iki 85% cikorijos sausosios medžiagos;

6.2.3. **skystasis cikorijos ekstraktas** – cikorijos ekstraktas, kuriame pagal masę yra nuo 25% iki 55% cikorijos sausosios medžiagos.

IV. PRIVALOMIEJI REIKALAVIMAI

7. Sausajame kavos ekstrakto arba kavos ekstrakto pastoje neturi būti kitų medžiagų, išskyrus ekstrahuotas.

8. Skystajame kavos ekstrakto gali būti ne daugiau kaip 12% pagal masę maistinių skrudintų arba neskrudintų cukrų.

9. Sausajame cikorijos ekstrakto arba cikorijos ekstrakto pastoje gali būti ne daugiau kaip 1% medžiagų, išskirtų ne iš cikorijos.

10. Skystajame cikorijos ekstrakto gali būti ne daugiau kaip 35% pagal masę maistinių skrudintų arba neskrudintų cukrų.

11. Produktų gamyboje leidžiama vartoti tik Lietuvos higienos normoje HN 53 „Leidžiami vartoti maisto priedai“ nurodytus maisto priedus, neviršijant nustatytų ribų.

12. Produktai turi būti gaminami, laikomi, gabenami ir pardavinėjami laikantis Lietuvos higienos normos HN 15 „Maisto higiena. Bendrieji reikalavimai“.

V. ĮPAKAVIMAS IR ŽENKLINIMAS

13. Produktai, skirti mažmeninei prekybai, turi būti įpakuoti į sandarią tarą ar pakuotę, kuri apsaugotų produktą nuo žalingo poveikio ir vartotojui būtų pateikta nepažeista.

14. Pakavimo medžiagos turi atitikti reikalavimus, nurodytus Lietuvos higienos normoje HN 16 „Medžiagos ir gaminiai, kontaktuojantys su maisto produktais. Bendrieji reikalavimai“.

15. Ženklinant kavos ekstraktus ir cikorijos ekstraktus, turi būti laikomasi Lietuvos Respublikoje parduodamų prekių ženklinimo taisyklių ir žemiau išvardytų reikalavimų:

15.1. 5 ir 6 p. nurodyti pavadinimai turi būti vartojami tik tiems produktams ženklini. Šie pavadinimai turi būti atitinkamai papildomi žodžiais „pasta“ arba „skystasis“;

15.2. Produktų pavadinimai gali būti papildyti žodžiu „koncentruotas“, jeigu:

15.2.1. 5.1.3 p. apibūdintame produkte sausosios kavos medžiagos yra daugiau kaip 25% pagal masę;

15.2.2. 6.2.3 p. apibūdintame produkte sausosios cikorijos medžiagos yra daugiau kaip 45% pagal masę.

15.3. Ženklinant 5 p. apibūdintus produktus, etiketėje turi būti žodis „be kofeino“, jeigu kavos sausojoje medžiagoje bevandenio kofeino yra ne daugiau kaip 0,3% pagal masę. Ši informacija turi būti nurodyta prekės ženklinimo etiketėje.

15.4. 5.1.3 ir 6.2.3 p. apibūdintų produktų etiketėse turi būti žodžiai „su...“, „konservuotas (kuo)...“, „pridėta...“ arba „skrudinta su...“, po kurių turi būti pažymėtas vartoto cukraus(-ų) pavadinimas(-i) arba rūšis(-ys). Ši informacija turi būti nurodyta prekės ženklinimo etiketėje;

15.5. 5.1.2 ir 5.1.3 p. apibūdintų produktų etiketėse turi būti nurodytas minimalus sausosios kavos medžiagos kiekis, o 6.2.2 ir 6.2.3 p. apibūdintų produktų etiketėse – minimalus sausosios cikorijos medžiagos kiekis. Šie kiekiai turi būti išreikšti procentais (pagal masę) galutiniame produkte.

VI. PAMATINIAI ANALIZĖS METODAI

16. Metodų, skirtų šiame techniniame reglamente nurodytų produktų sudėčiai patikrinti, taikymo sritys:

16.1. Kavos ekstraktuose be kofeino kofeino kiekis nustatomas pagal priede pateiktą 1 metodą.

16.2. Sausuosiuose kavos ekstraktuose ir sausuosiuose cikorijos ekstraktuose, tirpioje kavoje ir cikorijoje, greitai tirpstančioje kavoje ir cikorijoje sausosios medžiagos kiekis nustatomas pagal priede pateiktą 2 metodą.

16.3. Skystuose kavos ekstraktuose, skystuose cikorijos ekstraktuose, kavos ekstraktų pastose ir cikorijos ekstraktų pastose sausosios medžiagos kiekis nustatomas pagal priede pateiktą 3 metodą.

SUDERINTA

Valstybinės maisto ir
veterinarijos tarybos direktorius
K. Lukauskas
2001 m. vasario 21 d.

SUDERINTA

Respublikinio mitybos centro
direktorė
K. Kadziauskienė
2001 m. vasario 12 d.

PRIEDAS

KAVOS EKSTRAKTŲ IR CIKORIJOS EKSTRAKTŲ SUDĖTIES ANALIZĖS METODAI

I. BENDRIEJI REIKALAVIMAI

1. Bandinio paruošimas:
 - 1.1. Laboratorijai pateikto bandinio svoris turi būti ne mažesnis kaip 50 g;
 - 1.2. Bandinio paruošimas laboratorijos analizei:
 - 1.2.1. prieš sveriant bandinys gerai išmaišomas;
 - 1.2.2. pastos arba miltelių bandiniai išimami iš taros, gerai išmaišomi, sutrinant visus gumulėlius ir sudedami į tinkamą indelį;
 - 1.2.3. skysti bandiniai išmaišomi suplakant.
 - 1.3. Bandiniai laikomi orui ir drėgmei nelaidžioje taroje.
2. Reagentai:
 - 2.1. Vanduo:
 - 2.1.1. tirpalų gamybai, skiedimui ar plovimui naudojamas distiliuotas arba demineralizuotas vanduo arba ekvivalentiško grynumo vanduo;
 - 2.1.2. jeigu nenurodyta kitaip, nuoroda „tirpinimas“ arba „praskiedimas“ suprantama kaip ištirpinimas vandenyje arba praskiedimas vandeniu.
 - 2.2. Cheminės medžiagos.
 Visos naudojamos cheminės medžiagos turi būti analizinio grynumo, išskyrus tuos atvejus, kai nurodyta kitaip.
3. Įranga:
 - 3.1. Įrangos sąrašė nurodoma tik specialios paskirties arba ypatinga įranga.
 - 3.2. Analizinės svarstyklės – tai svarstyklės, kuriomis galima pasverti mažiausiai 0,1 mg tikslumu.
4. Rezultatai:
 - 4.1. Bandymo ataskaitoje rašoma mažiausiai dviejų analizių, kurių pakartojamumo rezultatai patenkinami, vidutinė reikšmė.
 - 4.2. Rezultatai apskaičiuojami kaip bandinio masės procentai, jeigu nenurodyta kitaip.
 - 4.3. Rezultate neturi būti daugiau reikšminių skaitmenų, negu nurodyta taikomo analizės metodo tikslumu.
5. Bandymo ataskaita.
 Bandymo ataskaitoje nurodomas naudojamas analizės metodas ir gauti rezultatai. Be to, joje turi būti nurodytos visos metodikos detalės, nenurodytos analizės metode arba laikomos neprivalomomis, taip pat visos aplinkybės, kurios galėjo turėti įtakos gautiems rezultatams. Bandymo ataskaita turi suteikti visą informaciją, reikalingą bandiniui identifikuoti.

II. 1 METODAS: KOFEINO KIEKIO NUSTATYMAS

6. Šiuo metodu nustatomas kofeino kiekis kavos ekstraktuose be kofeino.
7. Kofeino kiekis – tai jo kiekis, nustatytas apibūdintu metodu.
8. Metodo esmė.
 Kofeinas išekstrahuojamas iš mėginio į amoniako terpę ir išgryninamas dietilo eteriu paeiliui dviejose chromatografijos kolonėlėse, kurių pirmojoje yra šarminė terpė, o antrojoje – rūgštinė. Iš kolonėlės kofeinas išplaunamas chloroformu ir jo kiekis nustatomas spektrofotometriškai.
9. Reagentai:
 - 9.1. Sieros rūgštis, 2 M tirpalas.
 - 9.2. Natrio hidroksidas, 2 M tirpalas.
 - 9.3. Celitas 545 arba ekvivalentiškas.

9.4. Amoniako tirpalas, apie 4 M (ruošiamas 1 dalį koncentruoto amoniako tirpalo įpilant į 2 dalis vandens).

9.5. Dietilo eteris, grynas arba chromatografiškai išgrynintas kolonėlėje, užpildytoje 1 aktyvumo laipsnio aliuminio oksidu.

800 ml dietilo eterio perleidžiama per kolonėlę, užpildytą 100 g aliuminio oksido. Taip išgrynintas dietilo eteris laikomas tamsaus stiklo buteliuose, iki bus naudojamas. (Vie-toj chromatografiškai išgryninto dietilo eterio galima naudoti šviežiai distiliuotą dietilo eterį be peroksidų.) Dietilo eteris prisotinamas vandeniu.

9.6. Kofeinas (1,3,7-trimetil-2,6-dihidroksipurinas), grynas, bevandenis ($C_8H_{10}N_4O_2$).

9.7. Chloroformas, grynas arba chromatografiškai išgrynintas 9.5 p. nurodytu būdu ir prisotintas vandeniu.

10. Įranga:

10.1. Chromatografijos kolonėlės (žr. 1 pav.), kurių ilgis apie 250 mm; pirmosios kolonėlės vidinis diametras – 21 mm, antrosios kolonėlės – 17 mm, su įtaisytais čiaupais.

10.2. Ultravioletinis spektrofotometras, kurio tikslumas matavimo ribose – 0,004 absorbcijos vienetų.

10.3. Silicio kiuvetės, kurių optinio kelio ilgis 10 mm.

10.4. Įprastinė laboratorinė įranga, įskaitant:

10.4.1. verdančio vandens vonią;

10.4.2. matavimo kolbutes su viena žyme, kurių talpa 50 ml, 100 ml ir 1000 ml, atitinkančias ISO 1042 reikalavimus;

10.4.3. pipetės su viena žyme, kurių talpa 2 ml ir 5 ml, atitinkančias ISO 648 reikalavimus;

10.4.4. analizines svarstyklės.

11. Mėginio paruošimas.

0,1 mg tikslumu pasveriami apie 0,5 g sausojo kavos ekstrakto bandinio, 0,5-0,7 g kavos ekstrakto pastos bandinio arba 0,8-3,2 g skysto kavos ekstrakto bandinio (du paskutiniai svoriai pasirenkami taip, kad mėginyje būtų apie 0,5 g sausojo kavos ekstrakto). Mėginys perdedamas į 100 ml talpos stiklinėlę, pripilama 5 ml amoniako tirpalo (9.4 p.) ir gautas mišinys dvi minutes kaitinamas verdančio vandens vonioje (10.4.1 p.). Įdedama 6 g celito (9.3 p.) ir gerai išmaišoma.

12. Kolonelių užpildymas:

12.1. I kolonėlė (šarminė):

12.1.1. *A sluoksnis*. 3 g celito (9.3 p.) ir 2 ml natrio hidroksido tirpalo (9.2 p.) gerai išmaišomi, minkant lanksčia mentele, kol gaunama vienalytė masė (žr. tolesnę pastabą). Tokiu būdu gaunami gerai sudrėkinti milteliai. Šie milteliai mažomis porcijomis (apie 2 g) perdedami į chromatografijos kolonėlę (10.1 p.), kurios apačioje įkištas kuokštelis medvilnės vatos arba stiklo vatos. Kiekviena įdėta porcija stikline lazdele suplotu galu, kuris yra kolonėlės vidinio diametro pločio, kemšama nenaudojant jėgos žemyn, kol gaunamas vienalytis kompaktiškas sluoksnis. Ant A sluoksnio viršaus galima uždėti kuokštelį medvilnės vatos arba stiklo vatos.

Pastaba. Galima iš anksto paruošti didesnę kiekį kolonėlės užpildo ir laikyti jį uždarytuose induose;

12.1.2. *B sluoksnis*. Ant kolonėlės A sluoksnio dedamas celito ir mėginio mišinys (11 p.). Mėginio stiklinėlė išvaloma dviem celito (9.3 p.) porcijomis po 1 g, perdedant jį į kolonėlę ir kemšant žemyn, kol gaunamas vienalytis sluoksnis. Ant B sluoksnio viršaus uždedamas kuokštelis medvilnės vatos arba stiklo vatos.

12.2. II kolonėlė (rūgštinė).

Į antrąją kolonėlę, kurios apačioje įkištas kuokštelis medvilnės vatos arba stiklo vatos, įdedama 3 g celito (9.3 p.) ir įpilama 3 ml sieros rūgšties tirpalo (9.1 p.), gerai išmaišoma, kaip nurodyta A sluoksniui 12 p. (žr. to punkto pastabą). Kad kolonėlės užpildas nebūtų pažeidžiamas, ant jo viršaus uždedamas kuokštelis medvilnės vatos arba stiklo vatos.

13. Chromatografinė analizė:

13.1. Kolonėlės uždedamos viena ant kitos taip, kad nuotėkos iš I kolonėlės tekėtų tiesiai į II kolonėlę. Per abi kolonėles perleidžiama 150 ml dietilo eterio (9.5 p.). I kolonėlės čiaupas laikomas

atidarytas. II kolonėlės čiapus sureguliuojamas taip, kad virš kolonėlės užpildo liktų skysčio sluoksnis. I kolonėlę nuimama. Per II kolonėlę perleidžiama 50 ml dietilo eterio (9.5 p.), pirmąją šios porcijos dalimi nuplaunant I kolonėlės galą ir šį tirpalą taip pat perleidžiant per II kolonėlę. Nuotėkos iš II kolonėlės išpilamos.

Pastaba. Panaudotą dietilo eterį galima regeneruoti, suplakant jį su geležies (II) sulfatu.

13.2. Atidarius čiupą, per II kolonėlę leidžiamas oras (pavyzdžiui, naudojant guminę „kriaušę“), kol iš kolonėlės nebelaša dietilo eteris ir išeinantis per čiupą oras silpnai kvepia dietilo eteriu (žr. tolesnę pastabą). Per II kolonėlę perleidžiama 45-50 ml chloroformo (9.7 p.). Eliuatas surenkamas į 50 ml talpos matavimo kolbutę (10.4.2 p.), chloroformu (9.7 p.) praskiedžiamas iki žymės ir gerai sumaišomas.

13.3. Dietilo eterio ir chloroformo tekėjimo greitis turi būti 1,5-3 ml/min. Jeigu greitis didesnis, kolonėlės užpilde gali būti susidarę tušti kanalai.

Pastaba. Ši metodo dalis turi būti atliekama gerai veikiančioje traukos spintoje, saugantis, kad tirpiklio garai nepatektų į kvėpavimo takus ir nesprogtų.

14. Spektrofotometrinis matavimas (žr. 2 pav.):

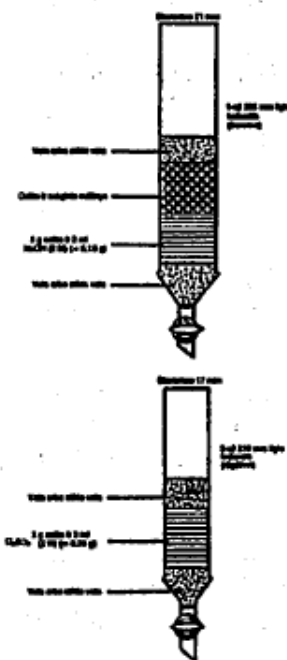
14.1. Mėginio matavimai.

Kofeino tirpalo chloroforme (13 p.) absorbcija matuojama silicio kiuvetėse (10.3p.), esant bangos ilgiui 276 nm (absorbcijos maksimumas) prieš chloroformą (9.7 p.), kad būtų išvengta paklaidos dėl chloroformo garavimo. Absorbcija taip pat matuojama esant bangos ilgiams 246 nm (absorbcijos minimumas) ir 306 nm, kad būtų patvirtintas gauto kofeino grynumas. Jeigu absorbcija, esant bangos ilgiui 276 nm, viršija 1,3, matavimas pakartojamas su praskiestu mėginiu. Tokiu atveju reikia įvertinti praskiedimą, pakeičiant atitinkamus 17.1 p. formulės koeficientus. Jeigu prie 276 nm bangos ilgio pamatuota absorbcija yra mažesnė kaip 0,2, matavimas pakartojamas su didesniu mėginio kiekiu.

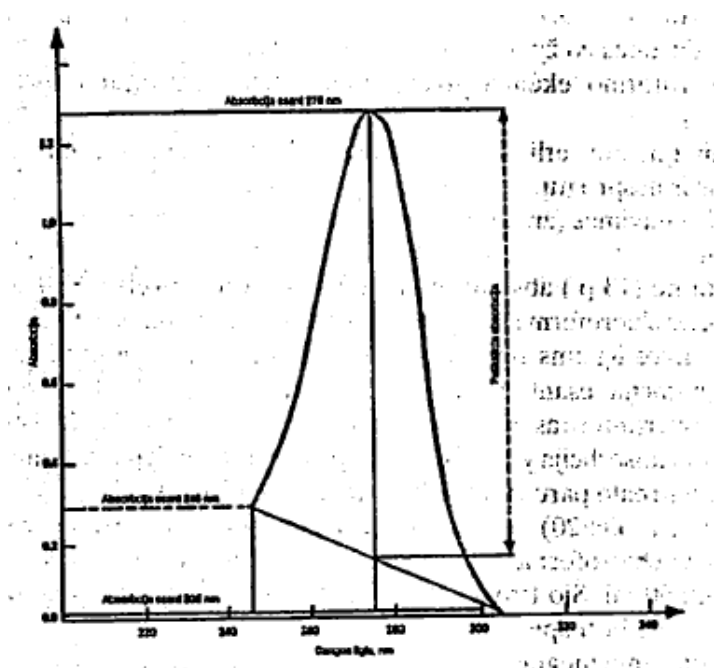
14.2. Standartinio kofeino tirpalo paruošimas ir matavimas.

0,1 mg tikslumu pasveriamas (100 ± 20) mg gryno bevandenio kofeino (9.6 p.). Įdedama į 1000 ml talpos matavimo kolbutę (10.4.2 p.), ištirpinama chloroforme ir atskiedžiama iki žymės. Pipete (10.4.3 p.) paimama 5 ml šio tirpalo ir chloroformu atskiedžiama iki 50 ml. Šio tirpalo absorbcija matuojama, kaip aprašyta 14.1 p. Teisinga standartinio tirpalo absorbcijos reikšmė turėtų būti apie 0,4.

15. Kofeino kiekis tame pačiame mėginyje nustatomas ne mažiau kaip du kartus.



1 paveikslas. Chromatografijos kolonėlės



2 paveikslas. Spektrofotometriniai matavimai: kiuvetė iš silicio, optinio kelio ilgis – 10 mm, tirpiklis – chloroformas, tuščiasis bandinys – chloroformas

16. Tuščiasis bandymas reagentams atliekamas pagal aprašytą metodą, bet be mėginio. Naudojant regeneruotus reagentus (žr. 9.5 ir 9.7 p.), tuščiasis bandymas pakartojamas, patvirtinant jų grynumą.

17. Rezultatų apskaičiavimas:

17.1. Apskaičiavimo metodas ir formulė.

Kofeino kiekis bandinio sausosioje medžiagoje masės procentais, lygus:

$$\frac{5 \times 10^5 \times c \times A_1}{A_2 \times m \times P},$$

čia: c – kofeino kiekis standartiniame tirpale gramais mililitre (14.2 p.);

A_1 – patikslinta išgryninto ekstrakto (6.3) absorbcija, gauta pagal 14.1 p.

$$(A_1)_\lambda = \frac{(A_1)_{\lambda-30nm} + (A_1)_{\lambda+30nm}}{2},$$

čia: indeksas λ pažymi maksimalios absorbcijos bangos ilgį (apie 276 nm);

A_2 – patikslinta standartinio kofeino tirpalo absorbcija, gauta pagal 14.2 p.

$$(A_2)_\lambda = \frac{(A_2)_{\lambda-30nm} + (A_2)_{\lambda+30nm}}{2},$$

čia: m – mėginio masė gramais;

P – bandinio sausosios medžiagos kiekis masės procentais, nustatytas pagal šio dokumento 2 priedo 2 arba 3 metodus;

17.2. Pakartojamumas.

Dviejų to paties bandinio analizių, kurias tuo pačiu metu arba greitai vieną po kitos tomis pačiomis sąlygomis atliko tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi būti ne didesnis kaip 0,01 g kofeino 100 g bandinio sausosios medžiagos.

III. 2 METODAS: SAUSOSIOS MEDŽIAGOS KIEKIO NUSTATYMAS

18. Šiuo metodu nustatomas sausosios medžiagos kiekis:

sausosios kavos ekstraktuose, tirpioje kavoje, greitai tirpstančioje kavoje;

sausosios cikorijos ekstraktuose, tirpioje cikorijoje, greitai tirpstančioje cikorijoje.

19. **Sausosios medžiagos kiekis** – tai jos kiekis, nustatytas apibūdintu metodu.

20. Metodo esmė.

Mėginio liekamoji masė nustatoma išdžiovinus jį per 16 h vakuuminėje džiovinimo krosnelėje 70°C temperatūroje ir 5,0 kPa slėgyje iki pastovios masės. Masės nuostoliai apskaičiuojami bandinio masės procentais.

21. Įranga:

21.1. Biuksai, geriau iš aliuminio ir nerūdijančio plieno, plokščiu dugnu, atsparūs analizės sąlygoms ir bandiniui, apie 50 mm skersmens ir 30 mm aukščio, gerai užsidarančiais dangteliais.

21.2. Vakuuminė, elektrinė krosnelė, reguliuojama termostatiškai, kurioje nustatoma $(70\pm 1)^{\circ}\text{C}$ temperatūra. Krosnelėje yra termometras, kurio tikslumas sertifikuotas 70°C temperatūroje, temperatūrai lentynų aukštyje išmatuoti ir manometras vidiniam slėgiui kPa virš nulio matuoti. Temperatūra turi būti vienoda visoje krosnelės vidinėje erdvėje. Lentynos turi būti sukonstruotos ir įtvirtintos taip, kad netrukdytų biuksams (21.1 p.) kaisti.

21.3. Elektrinė džiovinimo krosnelė, termostatiškai reguliuojama, kurioje nustatoma $(102\pm 2)^{\circ}\text{C}$ temperatūra. Temperatūra turėtų būti vienoda visoje krosnelėje.

21.4. Vakuuminis siurblys, kuriuo vakuuminėje krosnelėje galima pasiekti 5,0 kPa arba mažesnę vidinę slėgį.

21.5. Oro džiovinimo sistema, kuri susideda iš dviejų gliceroliu užpildytų stiklinių plovimo butelių, sudarančių barbotavimo sistemą ir dviejų stiklinių džiovinimo kolonėlių, užpildytų šviežiai aktyvuotu silicio geliu su drėgmės kiekio indikatoriumi. Barbotavimo ir džiovinimo sistemos sujungtos su vakuumine krosnele (21.2 p.) taip, kad džiovinimo sistema būtų tarp krosnelės ir barbotavimo sistemos.

21.6. Eksikatorius, pripildytas naujai aktyvuoto silicio gelio (arba ekvivalentiško desikanto) su drėgmės kiekio indikatoriumi.

21.7. Analizinės svarstyklės.

22. Biuksų paruošimas.

Švarūs, sausi, tušti biuksai ir jų dangteliai (21.1 p.) 1 h džiovinami džiovinimo krosnelėje (21.3p.), kurioje nustatyta $(102\pm 2)^{\circ}\text{C}$ temperatūra. Dangteliai dedami greta biuksų, kad visi paviršiai džiūtų vienodai. Biuksai su dangteliais išimami iš krosnelės ir sudedami į eksikatorių (21.6 p.). Atšalę biuksai uždengiami atitinkamais dangteliais ir pasveriami 0,1 mg tikslumu (M_0).

23. Mėginio paruošimas.

Paruoštas biuksas (22 p.) atidengiamas ir ant jo dugno kaip galima skubiau vienodu sluoksniu paskleidžiama apie 3 g bandinio. Biuksas uždengiamas ir su turiniu pasveriamas 0,1 mg tikslumu (M_2). Jeigu sveriamas daugiau negu vienas biuksas, uždengti biuksai sudedami į eksikatorių, kol visi mėginiai bus pasverti ir parengti sudėti į krosnelę.

24. Biuksas ir jo dangtelis atskirai įdedami į vakuuminę krosnelę (21.2 p.).

25. Vakuuminė krosnelė uždaroma ir jos slėgis lėtai (mažiausiai per 2-2,5 minutes) sumažinamas iki $(5,0\pm 0,1)$ kPa.

26. Sausas oras lėtai leidžiamas į krosnelę per džiovinimo ir barbotavimo sistemas (21.5 p.) taip, kad barbotavimo sistemos skystyje matytųsi vienas burbuliukas per sekundę.

27. Biuksas su mėginiu džiovinamas vakuuminėje krosnelėje (16 ± 1) h $(70\pm 1)^{\circ}\text{C}$ temperatūroje, reguliuojant oro srovę.

28. Pabaigus džiovinti, į krosnelę lėtai (dvi ar tris minutes) leidžiamas oras, vengiant turbuliacijos, dėl kurios iš biuksso gali iškristi dalis mėginio.

29. Biuksas uždengiamas ir įdedamas į eksikatorių (21.6 p.), kuriame ataušta iki kambario temperatūros.

30. Biuksas su turiniu pasveriamas 0,1 mg tikslumu (M_1).

31. Rezultatų apskaičiavimas:

31.1. Apskaičiavimo metodas ir formulė.

Sausosios medžiagos kiekis apskaičiuojamas paruošto bandinio masės procentais pagal formulę:

$$\frac{(M_2 - M_1) \times 100}{M_2 - M_0},$$

čia: M_0 – biukso ir dangtelio masė gramais (22 p.);

M_1 – biukso, mėginio ir dangtelio masė gramais po džiovinimo (30 p.);

M_2 – biukso, mėginio ir dangtelio masė gramais prieš džiovinimą (23 p.).

31.2. Pakartojamumas.

Dviejų to paties bandinio analizių, kurias tuo pačiu metu arba greitai vieną po kitos, tomis pačiomis sąlygomis atliko tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi būti ne didesnis kaip 0,06 g sausosios medžiagos 100 g bandinio.

IV. 3 METODAS: SAUSOSIOS MEDŽIAGOS KIEKIO NUSTATYMAS

32. Šiuo metodu sausosios medžiagos kiekis nustatomas:

skystajame kavos ekstrakte;

skystajame cikorijos ekstrakte;

kavos ekstrakto pastoje;

cikorijos ekstrakto pastoje.

33. **Sausosios medžiagos kiekis** – tai jos kiekis, nustatytas apibūdintu metodu.

34. Metodo esmė.

Mėginys, sumaišytas su kvarciniu smėliu, 16 h džiovinamas vakuuminėje krosnelėje 70°C temperatūroje ir 5,0 kPa slėgyje. Masės nuostoliai apskaičiuojami bandinio masės procentais.

35. Reagentas.

Kvarcinis smėlis išplautas rūgštimi, paskui vandeniu, kol jame nelieta rūgštis, ir iškaitintas.

36. Įranga:

36.1. Biuksai, plokščiu dugnu, atsparūs bandiniui ir analizės sąlygoms, apie 80 mm skersmens, su gerai prilindančiais dangteliais.

36.2. Stiklinės lazdelės tokio ilgio, kad tilptų į biuksą, pavyzdžiui, 50–75 mm ilgio.

36.3. Vakuuminė, elektrinė krosnelė, reguliuojama termostatiškai, kurioje nustatoma (70±1)°C temperatūra. Krosnelėje yra termometras, kurio tikslumas sertifikuotas 70°C temperatūroje, temperatūrai lentynų aukštyje išmatuoti ir manometras vidiniam slėgiui kPa virš nulio matuoti. Temperatūra turi būti vienoda visoje krosnelės vidinėje erdvėje. Lentynos turi būti sukonstruotos ir įtvirtintos taip, kad netrukdytų biuksams (36.1 p.) kaisti.

36.4. Vakuuminis siurblys, kuriuo vakuuminėje krosnelėje (36.3 p.) galima pasiekti 5,0 kPa arba mažesnę vidinę slėgį.

36.5. Oro džiovinimo sistema, kuri susideda iš dviejų gliceroliu užpildytų stiklinių plovimo butelių, sudarančių barbotavimo sistemą, ir dviejų stiklinių džiovinimo kolonėlių, užpildytų šviežiai aktyvuotu silicio geliu su drėgmės kiekio indikatoriumi. Barbotavimo ir džiovinimo sistemos sujungtos su vakuumine krosnele (36.3 p.) taip, kad džiovinimo sistema būtų tarp krosnelės ir barbotavimo sistemos.

36.6. Eksikatorius, pripildytas naujai aktyvuoto silicio gelio (arba ekvivalentiško desikanto) su drėgmės kiekio indikatoriumi.

36.7. Analizinės svarstyklės.

36.8. Verdančio vandens vonia.

37. Biukso paruošimas:

Į biuksą (36.1 p.) įdedama 25–35 g kvarcinio smėlio (35 p.), stiklinė lazdelė (36.2 p.) ir pasveriami. Biuksas su kvarciniu smėliu, dangteliu ir stikline lazdele įdedamas į vakuuminę krosnelę (36.3 p.). Dangtelis dedamas šalia biukso, kad visi paviršiai vienodai džiūtų.

Biuksas su jo turiniu ir dangteliu išimamas iš krosnelės ir įdedamas į eksikatorių (36.6 p.). Ataušęs biuksas, jo turinys ir atitinkamas dangtelis pasveriami 0,1 mg tikslumu. Procedūra kartojama, kol gaunamas pastovus svoris (M_0).

38. Mėginio paruošimas:

Paruoštas biuksas (37 p.) atidengiamas ir į jį kaip galima skubiau įdedamas mėginys, kuriame apytiksliai turėtų būti (0,1–1,0) g sausosios medžiagos. Biuksas uždengiamas ir kartu su turiniu pasveriamas 0,1 mg tikslumu (M_2).

39. Mėginys stikline lazdele (36.2 p.) atsargiai sumaišomas su smėliu. Įpilama truputis vandens, kad būtų lengviau maišyti. Vandens vonioje (36.8 p.) biukso turinys retkarčiais pamaišant pašildomas, kol gaunamas vienalytis mėginio ir smėlio mišinys. Jeigu mišinys pasidaro gumuliuotas arba su pluta, maišoma arba grūdama toliau, kad neliktų jokių gumuliukų.

40. Atidengtas biuksas ir jo dangtelis atskirai įdedami į vakuuminę krosnelę (36.3 p.).

41. Vakuuminė krosnelė uždaroma ir joje slėgis lėtai (mažiausiai per 2–2,5 min.) sumažinamas iki (5,0±0,1) kPa.

42. Sausas oras lėtai leidžiamas į krosnelę per džiovinimo ir barbotavimo sistemas (36.5 p.) taip, kad barbotavimo sistemos skystyje matytųsi vienas burbuliukas per sekundę.

43. Vakuuminėje krosnelėje biuksas su mėginiu džiovinamas (16±1) h (70±1)°C temperatūroje, reguliuojant oro srovę.

44. Pabaigus džiovinti, į krosnelę lėtai (dvi ar tris minutes) leidžiamas oras, vengiant turbuliacijos, dėl kurios iš biukso gali iškristi dalis mėginio.

Biuksas uždengiamas atitinkamu dangteliu ir įdedamas į eksikatorių (36.6 p.), kuriame ataušta iki kambario temperatūros.

45. Uždengtas biuksas ir jo turinys pasveriami 0,1 mg tikslumu (M_1).

46. Rezultatų apskaičiavimas:

46.1. Apskaičiavimo metodas ir formulė.

Sausosios medžiagos kiekis apskaičiuojamas paruošto bandinio masės procentais pagal formulę:

$$\frac{(M_2 - M_1) \times 100}{M_2 - M_0},$$

čia: M_0 – biukso ir dangtelio masė gramais (37 p.);

M_1 – biukso, mėginio ir dangtelio masė gramais po džiovinimo (45 p.);

M_2 – biukso, mėginio ir dangtelio masė gramais prieš džiovinimą (38 p.).

46.2. Pakartojamumas.

Dviejų to paties bandinio analizių, kurias tuo pačiu metu arba greitai vieną po kito, tomis pačiomis sąlygomis atliko tas pats analitikas, rezultatų skirtumas turi būti ne didesnis kaip 0,06 g sausosios medžiagos 100 g bandinio.
