368R1470

N:o L 239/2 EUROOPAN YHTEISÖJEN VIRALLINEN LEHTI 28.9.68

KOMISSION ASETUS (ETY) N:o 1470/68,

annettu 23 päivänä syyskuuta 1968,

öljysiementen näytteiden otosta ja esikäsittelystä sekä öljy-, epäpuhtaus- ja kosteuspitoisuuden määrittämisestä

EUROOPAN YHTEISÖJEN KOMISSIO, joka

ottaa huomioon Euroopan talousyhteisön perustamissopimuksen,

ottaa huomioon rasva-alan yhteisestä markkinajärjestelystä 22 päivänä syyskuuta 1966 annetun neuvoston asetuksen N:o 136/66/ETY([1]) ja erityisesti sen 26 artiklan 3 kohdan ja 27 artiklan 5 kohdan,

ottaa huomioon yhteisön ja Kreikan välisestä rasvojen kaupasta 27 päivänä lokakuuta 1966 annetun neuvoston asetuksen N:o 162/66/ETY([2]) ja erityisesti sen 8 artiklan,

ottaa huomioon rapsin, rypsin ja auringonkukan siementen vientituista 21 päivänä kesäkuuta 1967 annetun neuvoston asetuksen N:o 142/67/ETY([3]) ja erityisesti sen 6 artiklan,

sekä katsoo, että

öljysiementen interventiota koskevista yksityiskohtaisista säännöistä 11 päivänä heinäkuuta 1967 annetun komission asetuksen N:o 282/67/ETY([4]), tietyistä öljysiementen vientitukien soveltamista koskevista yksityiskohtaisista säännöistä 11 päivänä heinäkuuta 1967 annetun komission asetuksen N:o 284/67/ETY([5]) ja tietyistä öljysiementen tukea koskevista yksityiskohtaisista säännöistä 5 päivänä heinäkuuta 1968 annetun komission asetuksen (ETY) N:o 911/68([6]), sellaisina kuin ne ovat viimeksi muutettuina asetuksella (ETY) N:o 1469/68([7]), soveltamiseksi olisi määriteltävä koko yhteisölle yhteinen menetelmä näytteiden ottamiseksi ja laboratorionäytteiden esikäsittelemiseksi määritettäviksi näytteiksi sekä siementen öljy-, epäpuhtaus- ja kosteuspitoisuuden määritystä varten,

jokaiselle edellä tarkoitetulle toimelle olisi hyväksyttävä kansainvälisessä kaupassa yleisesti käytetty menetelmä; saman tuloksen saavuttamiseksi olisi tehtävä tiettyjä tarkennuksia valittuun menetelmään, ja

tässä asetuksessa säädetyt toimenpiteet ovat rasvojen hallintokomitean lausunnon mukaiset,

ON ANTANUT TÄMÄN ASETUKSEN:

1 artikla

1. Jollei jäljempänä olevista kohdista muuta johdu, asetuksen N:o 282/67/ETY 4 artiklassa, asetuksen N:o 284/67/ETY 2 artiklassa ja asetuksen (ETY) N:o 911/68 17 artiklassa tarkoitettu näytteiden otto, laboratorionäytteiden esikäsittely määritettäviksi näytteiksi sekä epäpuhtaus- ja kosteuspitoisuuden määritys on tehtävä tämän asetuksen liitteissä I, II, III ja IV määriteltyjen menetelmien mukaisesti.

2. Liitteessä I olevan 6.1 kohdan määräyksistä poiketen jäsenvaltioiden on nimitettävä näytteen ottavat asiantuntijat.

3. Liitteessä I olevan 6.3 kohdan määräyksistä poiketen on otettava vähintään kolme laboratorionäytettä määritystä ja välitystuomiota varten.

4. Liitteessä I olevan 6.2.1 kohdan määräyksistä poiketen osanäytteet on otettava vähintään 2 prosentista säkeistä, jotka muodostavat erän.

([1]) EYVL N:o 172, 30.9.1966, s. 3025/66
([2]) EYVL N:o 197, 29.10.1966, s. 3393/66
([3]) EYVL N:o 125, 26.6.1967, s. 2461/67
([4]) EYVL N:o 151, 13.7.1967, s. 1
([5]) EYVL N:o 151, 13.7.1967, s. 6
([6]) EYVL N:o L 158, 6.7.1968, s. 8
([7]) EYVL N:o L 239, 28.9.1968, s. 1

5. Liitteessä III olevien 3.2 ja 6.3.2 kohdan määräyksistä poiketen vesipitoisuuden ja haihtuvien aineiden määritys on tehtävä tuotteesta sellaisenaan.

Liitteessä V olevien 3.2, 6.3.7, 7.3.1, 7.3.3 ja 7.3.5 kohdan määräyksistä poiketen öljypitoisuuden määritys on tehtävä tuotteesta sellaisenaan.

2 artikla

Asetuksen N:o 282/67/ETY 4 artiklassa tarkoitettu öljypitoisuuden määritys on tehtävä tämän asetuksen liitteessä V määritellyn menetelmän mukaisesti.

3 artikla

Tämä asetus tulee voimaan kolmantena päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä.*

Tämä asetus on kaikilta osiltaan velvoittava, ja sitä sovelletaan sellaisenaan kaikissa jäsenvaltioissa.

Tehty Brysselissä 23 päivänä syyskuuta 1968.

Komission puolesta

Puheenjohtaja

Jean REY

LIITE I

Suositus ISO R. 542 (Tammikuu 1967)

ÖLJYSIEMENET

NÄYTTEENOTTO

Johdanto

Virheetön näytteenotto on vaikea toimenpide, joka on tehtävä hyvin huolellisesti. On siis erittäin tärkeää, että määritystä varten saadaan riittävän edustava näyte öljysiemeniä.

Suurin osa öljysiemenistä myydään näytteen perusteella, ottaen huomioon näytteen määrityksen tulos, ja erimielisyydet ratkaistaan aina näytteeseen vedoten, joten huolimattomasti tai epätäsmällisesti otettu näyte aiheuttaa väärinkäsityksiä, viivytyksiä ja turhia hinnan tarkistuksia.

Tässä ISO-suosituksessa annetut menetelmät on todettu käytännössä hyviksi, ja on suositeltavaa noudattaa niitä aina kun mahdollista. Jokaiseen tapaukseen soveltuvien pysyvien sääntöjen vahvistaminen on vaikeaa, ja menetelmän muuttaminen voi erityisissä olosuhteissa olla tarkoituksenmukaista.

1. Tarkoitus

Tässä ISO-suosituksessa kuvaillaan menetelmät näytteiden ottamiseksi öljysiementen toimituksista. Siinä määritellään myös käytettävät välineet.

2. Yleistä

2.1 Tämän ISO-suosituksen tarkoituksena on vahvistaa näytteenottoa koskevat yleiset edellytykset teollisuuden raaka-aineeksi ostettavien öljysiementen laadun arvioimiseksi. Koko toimitus on tutkittava suurten ja keskikokoisten siementen osalta enintään 500 tonnin ja pienten siementen osalta enintään 100 tonnin erissä.

2.2 Näytteiden on oltava kokonaisuudessaan sitä erää edustavia, josta ne on otettu. Tätä varten, alkaen enintään 500 tonniin (tai, tapauksen mukaan, 100 tonniin) rajoitetusta erästä, on otettava tietty määrä osanäytteitä, jotka on sekoitettava huolellisesti, jotta saadaan kokoomanäyte, josta puolestaan saadaan toistuvien esikäsittelyjen avulla määritettäväksi tarkoitettu laboratorionäyte.

2.3 On varmistuttava erityisesti siitä, että kaikki näytteenottovälineet ovat puhtaita, kuivia ja vailla vieraita hajuja.

Näytteenotto on tehtävä siten, että öljysiemennäytteet, näytteenottovälineet ja astiat, joissa näytteitä säilytetään, on suojattu satunnaiselta likaantumiselta, kuten sateelta, pölyltä, jne.

Näytteenottovälineen ulkopintaan tarttuneet aineet on poistettava ennen sisällön tyhjentämistä.

3. Määritelmät

Erään ja näytteisiin liittyvät käsitteet määritellään seuraavasti:

3.1 *Toimitus*

Erityissopimuksen perusteella yhdellä kerralla toimitettu määrä siemeniä.

3.2 *Erä*

Laadun arvioimiseksi määritetty osa toimituksesta.

3.3 *Osanäyte*

Erän yhdestä kohdasta otettu pieni määrä siemeniä.

Erän eri kohdista on otettava tietty määrä osanäytteitä, joiden seos edustaa koko erää.

3.4 *Kokoomanäyte*

Osanäytteet yhdistämällä ja sekoittamalla muodostettu siemenmäärä.

3.5 *Laboratorionäyte*

Pieni koko erää edustava näyte, joka saadaan kokoomanäytteestä ja on tarkoitettu analyysiä tai muuta tutkimusta varten.

4. Välineet

Tarvittavat välineet luetellaan jäljempänä; jokaisesta tapauksesta annetaan esimerkkejä (ks. myös liitteen A kuvat 1–9).

4.1 *Näytteenotto säkeissä olevista tuotteista*

Erityisesti säkkejä varten suunniteltuja pitkiä ja kapeita kairoja, lieriömäisiä ja kartiomaisia kairoja sekä lyhytvartisia kauhoja.

4.2 *Näytteenotto irtotavarasta*

Pitkävartisia ja lyhytvartisia kauhoja, lieriömäisiä ja kartiomaisia kairoja, mekaanisia näytteenottolaitteita ja muita välineitä öljysiementen purkamisen aikana tapahtuvaa jaksoittaista pienten näytteiden ottoa varten.

4.3 *Sekoittaminen ja jaottelu*

Kauhoja, jakoristikoita (neljänneksiin jakamista varten), kourujakajia ja muita jakovälineitä.

5. Erän koon rajoittaminen

5.1 *Kuljetukset laivalla*

Suurin osa öljysiemenistä toimitetaan meri- tai sisävesikuljetuksilla. Näissä tapauksissa näytteenotto tapahtuu tavallisesti purkaushetkellä. Jokaisen erän on oltava 500 (tai 100) t tai osa 500 (tai 100) t.

5.2 *Kuljetukset maateitse*

Jos lasti siirretään laivasta kuorma-autoihin tai rautatievaunuihin, näytteenotto voi tapahtua ennen lastausta kuorma-autoihin ja vaunuihin. Jokaisen erän on oltava 500 (tai 100) t tai osa 500 (tai 100) t.

Jos näytteet otetaan lastatuista vaunuista, jokaiseen erään on sisällyttävä tietty määrä vaunuja, joiden yhteenlaskettu kuorma on 500 (tai 100) t tai osa 500 (tai 100) t.

5.3 *Siilo tai varasto*

Jos siemenet puretaan suoraan laivasta siiloihin tai varastoihin, näytteet on otettava 5.1 kohdan mukaisesti. Jos ei ole määrätty toimenpiteistä tällaista näytteenottoa varten, näytteenotto voi tapahtua 5.2 kohdan mukaisesti ennen siirtoa siiloon tai varastoon tai sen aikana. Jokaisen erän on oltava 500 (tai 100) t tai osa 500 (tai 100) t.

6. Näytteenottomenetelmä

6.1 *Yleistä*

Ostajien ja myyjien näytteenottoa varten nimeämien asiantuntijoiden on otettava näytteet.

Koska erät eivät ole tasakoosteisia tai ovat sitä harvoin, on otettava riittävä määrä osanäytteitä, jotta saadaan edustava kokoomanäyte. Näytteenotto meriveden turmelemista tai muutoin kuljetuk-

sen aikana vahingoittuneista tai huonokuntoisista siemenistä sekä irtonaisista kerätyistä(1) siemenistä ja jäännöksistä on tehtävä erillään vahingoittumattomista siemenistä otettavista näytteistä. Vahingoittuneita tuotteita ei saa sekoittaa vahingoittumattomien kanssa, vaan ne on arvioitava erikseen.

6.2 *Osanäytteet*

Osanäytteet on tapauksesta riippuen otettava irtotavarasta tai säkeistä 4 luvussa mainituilla ja 6.2.1 ja 6.2.2 kohdan mukaisesti käytetyillä näytteenottovälineillä.

6.2.1 *Säkeissä olevat tuotteet*

Ellei sopimuksesta tai satamassa noudatettavasta käytännöstä muuta johdu, osanäytteet on otettava 2 prosentista säkeistä, jotka muodostavat erän.

Jos säkit ovat avoimia, osanäytteet on otettava lyhytvartisella kauhalla tai lieriömäisillä tai kartiomaisilla kairoilla.

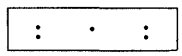
Jos näytteet otetaan suljetuista säkeistä, voidaan käyttää erityisesti säkkejä varten suunniteltuja pitkiä ja kapeita kairoja.

6.2.2 *Irtotavara*

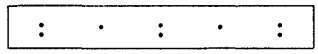
6.2.2.1 Kun näyte otetaan tuotteen ollessa liikkeessä, osanäytteet on otettava koko siemenvirrasta liikkeen nopeuden mukaisin väliajoin.

6.2.2.2 Kun näyte irtotavarasta otetaan aluksen ruumassa purkauksen aikana, osanäytteet on otettava mahdollisimman monesta kohdasta ja purkauksen nopeuden mukaisin väliajoin.

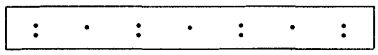
6.2.2.3 Jos näytteet otetaan lastatuista vaunuista, osanäytteet on otettava kolmelta tasolta siemenlajin mukaan lieriömäisellä tai kartiomaisella kairalla ja seuraavista kohdista:



— rautatievaunut tai kuorma-autot, joihin mahtuu enintään 15 t: 5 näytteenottopistettä (keskellä ja noin 50 cm seinämistä),



— vaunut, joihin mahtuu 15–30 t: 8 näytteenottopistettä,



— vaunut, joihin mahtuu 30–50 t: 11 näytteenottopistettä,

Huomautus: Jos vaunu on sellainen, että siitä ei voi ottaa näytteitä tällä tavoin, näytteenotto on tehtävä 6.2.2.1 kohdan mukaisesti.

6.2.2.4 Jos näyte otetaan punnitussuppilosta, osanäytteet on otettava lieriömäisillä kairoilla, kauhoilla tai mekaanisilla näytteenottolaitteilla satamassa noudatetun käytännön mukaisesti.

6.2.2.5 Siilojen ja varastojen osalta noudatettavan menetelmän valitseminen riippuu paikallisista olosuhteista.

6.3 *Laboratorionäyte*

Kokoomanäyte on sekoitettava ja jaettava osiin, käyttäen 4 luvussa mainittuja välineitä, kunnes saadaan haluttu määrä laboratorionäytteitä. Määritystä ja välitystuomiota varten tarvittavien laboratorionäytteiden määrä on tarkennettava sopimuksessa tai ostajan ja myyjän on muutoin sovittava siitä keskenään.

Tiettyjen siementen osalta (esimerkiksi kopra ja kuorimattomat maapähkinät) on suositeltavaa seuloa kokoomanäyte ennen sen jaottelua ja lisätä saatu hienojakoinen jäännös oikeassa suhteessa laboratorionäytteeseen. Tämän tarkoituksena on varmistaa, että näytteet sisältävät saman määrän heikkolaatuista hienojakoista ainesta.

6.4 *Näytteiden koko*

Jäljempänä mainitut näytemäärät ovat yleensä sopivia. Tietyissä tapauksissa voidaan vaatia suurempia tai pienempiä näytteitä tehtävän määrityksen mukaan.

(1) Tällä käsitteellä tarkoitetaan tuotetta, joka on valunut pois alkuperäisestä pakkauksestaan, mutta ei ole pilaantunut.

Siemenet	Erä	Osanäytteet	Kokoomanäyte(1)	Laboratorionäyte(1)
	t	kg	kg	kg
Suuret siemenet (esimerkiksi kopra)	enintään 500	1	enintään 200	6
Keskikokoiset siemenet (esimerkiksi kuorittu maapähkinä)	enintään 500	0,5	enintään 100	5
Pienät siemenet (esimerkiksi unikko)	enintään 100	0,1	enintään 20	2

(1) Minkä kokoisen kokoomanäytteen tahansa on oltava erää edustava.

7. Näytteiden pakkaaminen ja merkitseminen

7.1 *Näytteiden pakkaaminen*

Laboratorionäytteet on pakattava tiiviisti kudotusta kankaasta tai kestävästä paperista valmistettuihin säkkeihin, pahvilaatikoihin, polyeteenipusseihin, metallilaatikoihin, lasipulloihin tai -tölkkeihin.

Näytteet, jotka on tarkoitettu kosteuden määritykseen tai muuhun sellaiseen määritykseen, johon kosteuden muutos voi vaikuttaa, on pakattava kosteudelta suojattuihin ilmatiiviisiin astioihin. Astiat on täytettävä kokonaan ja sinetöitävä alkuperäisen vesipitoisuuden muuttumisen välttämiseksi.

7.2 *Näytteiden etiketit*

Jos öljysiementen näytteisiin käytetään paperisia etikettejä, niiden on suositeltavaa olla laadultaan ja kooltaan tähän käyttöön sopivia.

Etiketissä olevan reiän on oltava vahvistettu.

Etiketeissä on oltava vähintään seuraavat tiedot:

1. Laiva tai kulkuneuvo
2. Mistä .....
3. Mihin .....
4. Saapunut .....
5. Määrä
6. Irtotavaraa/säkkejä
7. Tuotteen nimike
8. Erän merkki(1)
9. Rahtikirjan tai sopimuksen numero ja päiväys
10. Näytteenottopäivä
11. Näytteenottopaikka ja -kohta
12. Näytteenottajat .....

Tiedot on merkittävä etikettiin pysyvästi.

8. Näytteiden lähettäminen

Laboratorionäytteet on lähetettävä heti, kun se on mahdollista ja, muutoin kuin poikkeustapauksissa, enintään 48 tuntia näytteenotosta lukuun ottamatta päiviä, joina ei käydä kauppaa.

9. Näytteenottopöytäkirja

Jos näytteenotosta laaditaan pöytäkirja, siinä on ilmoitettava:

— näytesiementen tila,

— käytetty menetelmä, jos se eroaa tässä ISO-suosituksessa kuvatusta menetelmästä ja

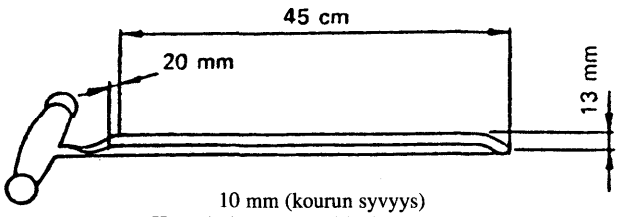
— kaikki olosuhteet, joilla voi olla vaikutusta näytteenottoon.

(1) Tunnistusta varten

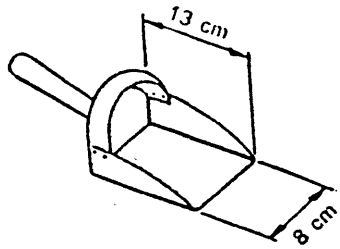
LIITE A

ESIMERKKEJÄ NÄYTTEENOTTOVÄLINEISTÄ

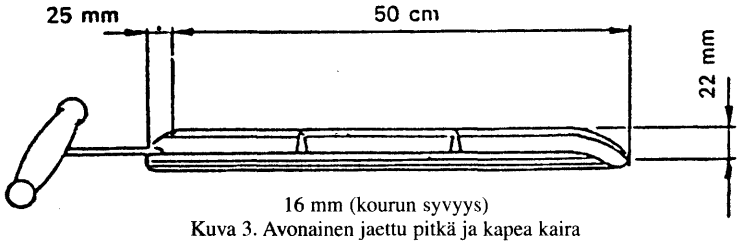
Huomautus — Välineitä on monenlaisia. Ilmoitetut mittasuhteet ovat ainoastaan ohjeellisia.



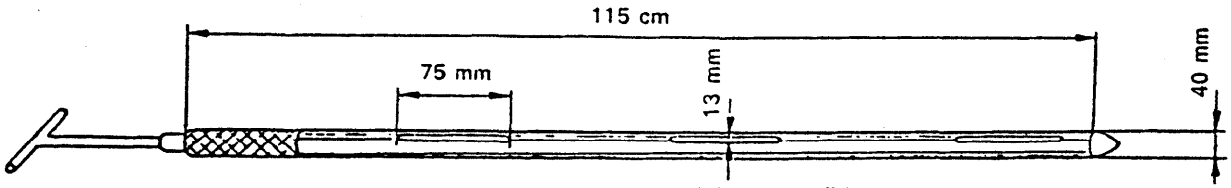
10 mm (kourun syvyys)
Kuva 1. Avonainen pitkä ja kapea kaira



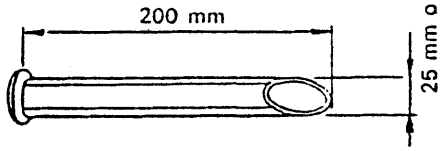
Kuva 2. Lyhytvartinen kauha



16 mm (kourun syvyys)
Kuva 3. Avonainen jaettu pitkä ja kapea kaira

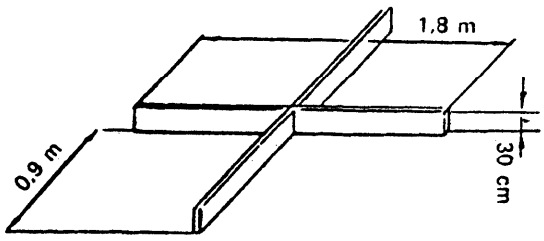


Kuva 4. Lieriömäinen kaira (jaettu kaira irtotavaralle)

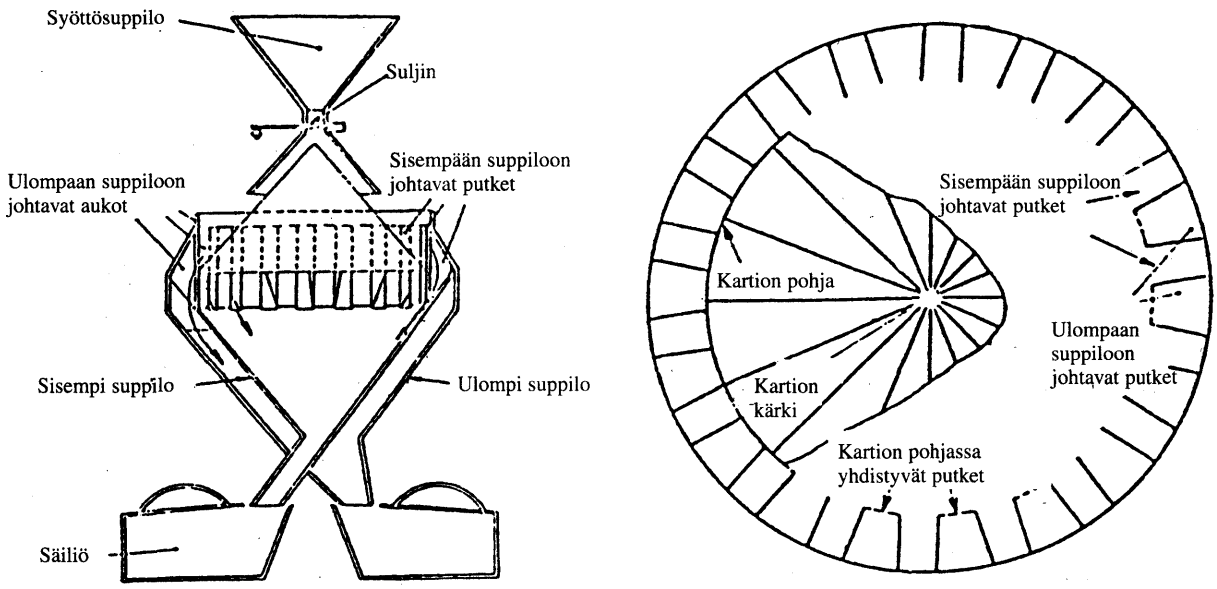


Kuva 5. Erityisesti säkkejä varten suunniteltu kaira

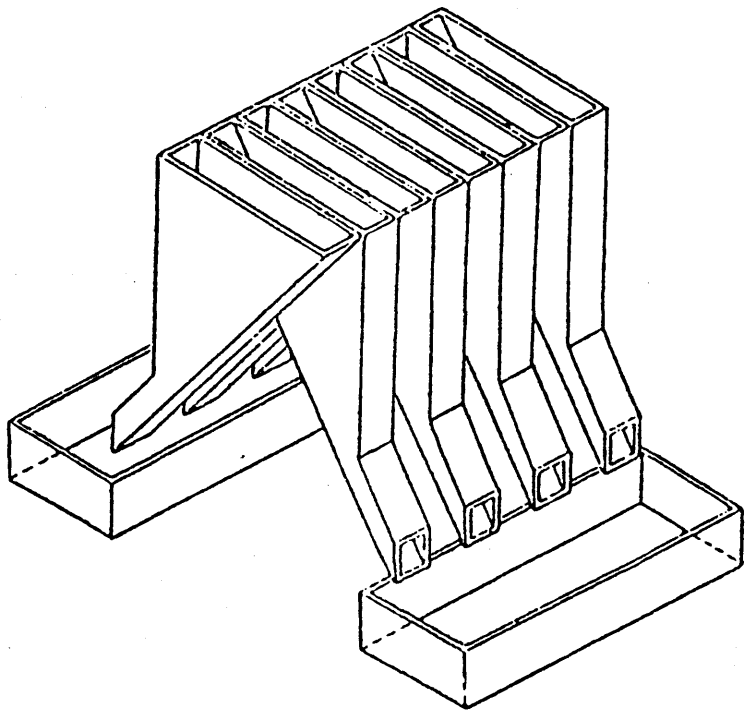
Kuva 6. Kaira liikkeessä oleville tuotteille (Pelikaani-tyyppi)



Kuva 7. Jakoristikko



Kuva 8. Kartiomainen näytteenottaja (Boerneo tyyppi)



Kuva 9. Monikouruinen näytteenottaja

LIITE II

Suositus ISO R. 664 (Helmikuu 1968)

ÖLJYSIEMENET

LABORATORIONÄYTTEIDEN ESIKÄSITTELY MÄÄRITETTÄVIKSI NÄYTTEIKSI

1. Tavoite

Tässä ISO-suosituksessa vahvistetaan menetelmä määritettävän näytteen saamiseksi öljysiementen laboratorionäytteestä.

Huomautuksia

1. Menetelmät edustavien laboratorionäytteiden saamiseksi öljysiementoimituksesta kuvataan suosituksessa ISO R 542 "Öljysiemenet — näytteenotto(1)."

2. Tietyt öljysiementen kauppaa koskevat sopimukset edellyttävät näytteen määrittämistä sellaisena kuin se on otettu, mukaan lukien mahdolliset epäpuhtaudet. Toisaalta tietyt sopimukset edellyttävät alustavaa kvantitatiivista epäpuhtauksien erottamista ja erotettujen puhtaiden siementen määrittämistä. Epäpuhtauksien määrittämistä voidaan myös vaatia.

2. Periaate

Kun suurikokoiset epäpuhtaudet on tarvittaessa poistettu, määritettävä näyte saadaan laboratorionäytteestä sopivasti jaottelemalla käyttäen yhtä tai useampaa määritellyistä jakovälineistä ja huolehtien siitä, että määritettävä näyte on kokonaisuudessaan laboratorionäytettä edustava.

Määritettävä näyte valmistetaan, alkuperäisessä tilassaan tai epäpuhtauksien erottamisen jälkeen, määritystä varten vastaavan menetelmän mukaisesti.

3. Välineet

Jakolaite

Väline neljänneksiin jakamista varten, kartiomainen jakolaite, monikouruinen jakolaite tai muita jako- ja lajitteluvälineitä, joilla varmistetaan laboratorionäytteen ainesosien tasainen jakautuminen määritettävään näytteeseen.

4. Laboratorionäytteen jako

Sen jälkeen, kun suurikokoiset epäpuhtaudet on tarvittaessa erotettu ja punnittu, laboratorionäyte sekoitetaan huolellisesti mahdollisimman tasakoosteiseksi, ja toistuvia esikäsittelyjä tehdään siemenen laatuun soveltuvan jakolaitteen avulla niin pitkään, että saadaan painoltaan suunnilleen taulukossa 1 ilmoitetun suuruinen määrä.

(1) Ks. liite I.

TAULUKKO 1

Siemenlaji		Kunkin määritettävän näytteen vähimmäismäärä (grammoina)
Kopra	*Cocos nucifera L.*	1 000
Risiini	*Ricinus communis L.*	600
Palmunydin	*Elaeis guineensis, N. J. Jacquin*	600
Maapähkinä	*Arachis hypogaea L.*	600
Voipuu	*Butyrosperum paradoxum (C.F. Gaertner) Hepper*	500
Kurpitsa	*Cucurbita pepo L.*	500
Auringonkukka	*Helianthus annuus L.*	500
Soija	*Glycine soja L. Merrill*	500
Puuvilla	*Gossypium* sp.	500
Hamppu	*Cannabis sativa L.*	200
Pellava	*Linum usitatissimum L.*	200
Rapsi	*Brassica napus L.*	200
Rypsi	*Brassica rapa L.*	200
Opiumunikko	*Papaver somniferum L.*	200
Keltasinappi	*Sinapis alba L.*	200
Mustasinappi	*Brassica nigra L. W. D. J. Koch*	200
Seesami	*Sesamum indicum L.*	200

Huomautus: Niiden siementen, joita ei ole lueteltu edellä olevassa taulukossa, vähimmäismäärät ovat samat kuin muiden vastaavan kokoisten siementen.

5. Epäpuhtauksien erottaminen

Jos epäpuhtauksien erottamista vaaditaan, noudatetaan menettelyä, joka on kuvattu suosituksessa ISO R 658 "Öljysiemenet – Epäpuhtauspitoisuuden määritys[1]".

[1] Ks. liite IV.

LIITE III

Suositus ISO R. 665 (Helmikuu 1968)

ÖLJYSIEMENET

VESIPITOISUUDEN JA HAIHTUVIEN AINEIDEN MÄÄRITYS

1. Tavoite

Tässä ISO-suosituksessa kuvataan menetelmä öljysiementen vesipitoisuuden ja haihtuvien aineiden määrittämiseksi.

2. Määritelmä

Vedellä ja *haihtuvilla aineilla* tarkoitetaan massahäviötä jäljempänä määrätyissä koeolosuhteissa.

3. Periaate

3.1 Vesipitoisuuden ja haihtuvien aineiden määrittäminen tuotteesta sellaisenaan (puhtaat siemenet + epäpuhtaudet) kuivaamalla tasalämpöisessä lämpökaapissa ilmakehän paineessa ja noin 103 °C lämpötilassa, kunnes massa on jokseenkin vakio.

3.2 Vesipitoisuus ja haihtuvat aineet voidaan pyydettäessä määrittää ainoastaan puhtaista siemenistä.

4. Välineet

4.1 *Analyysivaaka*

4.2 Helposti puhdistettava *mekaaninen jauhatuslaite*, joka on kyseiselle siemenlaadulle soveltuva ja jolla siemenet voidaan jauhaa kuumentamatta ja ilman niiden vesi- ja öljypitoisuuden havaittavaa muutosta.

4.3 *Mekaaninen raastin* tai, jos sellaista ei ole saatavilla, *käsikäyttöinen raastin.*

4.4 Tasapohjainen iskunkestävä *metalliastia*, jossa on tiivis kansi ja johon näytettä voidaan levittää noin 0,2 grammaa neliösenttimetrille (esimerkiksi: astian halkaisija 70 mm; korkeus 30–40 mm). Ostajan ja myyjän sopimuksesta voidaan käyttää myös lasiastioita, joissa on hiottu kansi.

4.5 *Sähkölämmitteinen tasalämpöinen lämpökaappi*, jossa on hyvä luonnollinen ilmanvaihto, ja joka on säädetty siten, että ilman ja näytteiden lähellä olevien hyllyjen lämpötila on normaaliolosuhteissa 101—105 °C.

4.6 *Eksikaattori*, joka sisältää tehokasta kuivausainetta kuten fosforianhydridia, silikageeliä, aktivoitua alumiinioksidia jne. ja jossa on metallilevy astioiden nopeaa jäähdyttämistä varten.

5. Menettely

5.1 *Näytteen esikäsittely*

5.1.1 Käytetään suosituksen ISO R. 664 "Öljysiemenet – Laboratorionäytteiden esikäsittely määritettäviksi näytteiksi"[1] mukaisesti saatua määritettävää näytettä. Jos suurikokoiset öljyä sisältämättömät vieraat kappaleet on erotettu ennen laboratorionäytteen esikäsittelyä, tämä on otettava huomioon laskelmissa (ks. 6.3.1 kohta). Sopimuksen edellytysten mukaisesti käytetään määritettävää näytettä sellaisenaan tai epäpuhtauksien erottamisen jälkeen.

[1] Ks. liite II.

5.1.2 Kopra raastetaan joko käsin tai mieluiten mekaanisella raastimella (4.3), jotta voidaan käsitellä määritettävä näyte kokonaisuudessaan. Koska käsin raastettaessa ei voida raastaa määritettävää näytettä kokonaisuudessaan, on pyrittävä saamaan mahdollisimman edustava alanäyte ja tätä varten otettava huomioon eri osasten koko ja väri.

Raastettujen kappaleiden pituus voi olla suurempi kuin 2 mm, mutta enintään 5 mm. Raaste sekoitetaan huolellisesti ja määritys tehdään viipymättä.

5.1.3 Keskikokoisten siementen osalta (esimerkiksi maapähkinä, soija, jne.), lukuun ottamatta auringonkukan siemeniä ja puuvillan siemeniä, joihin on kiinnittynyt linttereitä, määritettävä näyte jauhetaan hyvin puhdistetussa mekaanisessa jauhatuslaitteessa (4.2), kunnes saadaan kappaleita, joiden suurin mitta on enintään 2 mm. Jauhatuksen ensimmäinen osa hylätään (noin 1/20 näytteestä). Loppu otetaan talteen, sekoitetaan huolellisesti ja määritetään viipymättä.

5.1.4 Pienet siemenet (esimerkiksi pellava, rapsi, hamppu, jne.) sekä saflorin ja auringonkukan siemenet ja puuvillan siemenet, joihin on kiinnittynyt linttereitä, määritetään ilman jauhatusta.

5.2 *Koenäyte*

5.2.1 Punnitaan kannellinen astia (4.4) laboratorion lämpötilassa sen jälkeen, kun se on ollut avonaisena eksikaattorissa (4.6) vähintään 30 minuuttia.

5.2.2 Punnitaan astiaan 0,001 gramman tarkkuudella:

joko 5 ± 0,5 g raastettua kopraa (ks. 5.1.2 kohta) tai keskikokoisista siemenistä, lukuun ottamatta auringonkukan siemeniä ja puuvillan siemeniä, joihin on kiinnittynyt linttereitä, saatua jauhetta (ks. 5.1.3 kohta),

tai 5–10 g kokonaisia auringonkukan siemeniä ja puuvillan siemeniä, joihin on kiinnittynyt linttereitä, ja pieniä siemeniä. Näyte levitetään tasaisesti astian pohjalle ja astia suljetaan kannella. Punnitaan kokonaisuudessaan.

5.2.3 Tämä on tehtävä mahdollisimman nopeasti havaittavien vesipitoisuuden muutosten välttämiseksi.

5.3 *Määritys*

Koenäytteen sisältävästä astiasta poistetaan kansi ja se asetetaan lämpökaappiin (4.5), jonka lämpötila on säädetty 103 ± 2 °C:seen. Lämpökaappi suljetaan. Kolmen tunnin kuluttua (puuvillan siementen, joihin on kiinnittynyt linttereitä, osalta 12—16 tunnin kuluttua) hetkestä, jolloin lämpötila on saavuttanut 103 °C, lämpökaappi avataan, astia suljetaan välittömästi kannella ja asetetaan eksikaattoriin. Astia punnitaan, kun se on jäähtynyt laboratorion lämpötilaan.

Astia asetetaan ilman kantta uudelleen lämpökaappiin tunnin ajaksi, jonka jälkeen se suljetaan kannella, otetaan ulos lämpökaapista, annetaan jäähtyä ja punnitaan kuten edellä.

Jos näiden kahden punnituksen välinen ero on enintään 0,005 g (5 g koenäytteen osalta), määritys katsotaan päättyneeksi. Päinvastaisessa tapauksessa astia asetetaan toistuvasti yhden tunnin ajaksi lämpökaappiin, kunnes kahden peräkkäisen punnituksen välinen ero on enintään 0,005 g. Kaikki punnitukset tehdään 0,001 g tarkkuudella. Samasta valmistetusta näytteestä tehdään kaksi määritystä.

6. Tulosten ilmoittaminen

6.1 *Laskentatapa ja kaava*

Vesipitoisuus ja haihtuvien aineiden pitoisuus lasketaan painoprosentteina tuotteesta sellaisenaan seuraavalla kaavalla:

$$\text{Vesi ja haituvat aineet painoprosentteina} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

jossa

M_0 on astian massa grammoina,

M_1 on koenäytteen sisältävän astian massa grammoina ennen kuivausta,

M_2 on koenäytteen sisältävän astian massa grammoina kuivauksen jälkeen.

Tulokseksi otetaan näiden kahden määrityksen aritmeettinen keskiarvo, jos toistettavuuden edellytykset on täytetty. Muussa tapauksessa määritys toistetaan kahdella muulla koenäytteellä. Jos tälläkin kertaa ero on 100 g näytteen osalta suurempi kuin 0,2 g, tulokseksi otetaan neljän tehdyn määrityksen aritmeettinen keskiarvo, jos yksittäisten tulosten suurin ero ei ole 100 g näytteen osalta suurempi kuin 0,5 g.

Tulos ilmoitetaan yhden desimaalin tarkkuudella.

6.2 *Toistettavuus*

Kahden määrityksen, jotka sama henkilö on tehnyt samanaikaisesti tai heti peräkkäin, tulosten välinen ero ei saa olla suurempi kuin 0,2 g vettä ja haihtuvia aineita 100 g näytteessä.

6.3 *Huomautuksia*

6.3.1 Jos näytteestä on ennen määritystä erotettu suurikokoiset öljyä sisältämättömät kappaleet (ks. 5.1.1 kohta), edellä saatu tulos (ks. 6.1 kohta) korjataan seuraavalla kaavalla:

$$\text{Vesi ja haihtuvat aineet painoprosentteina} = h \times \frac{100 - x}{100}$$

jossa

h on näytteen veden ja haihtuvien aineiden pitoisuus painoprosentteina, 6.1 kohdassa ilmoitetun kaavan mukaan laskettuna,

X on alkuperäisestä tuotteesta aikaisemmin erotettujen suurikokoisten epäpuhtauksien painoprosentti.

6.3.2 Jos veden ja haihtuvien aineiden pitoisuuden määritys tehdään ainoastaan puhtaista siemenistä, myös veden ja haihtuvien aineiden pitoisuus lasketaan 6.1 kohdassa ilmoitetun kaavan mukaan.

7. Menettelyä koskeva huomautus

Lämpökaappiin ei saa koskaan laittaa kosteita ja lähes kuivia tuotteita yhdessä, koska tästä seuraa jälkimmäisten osittainen uudelleenhydratoituminen.

8. Koeseloste

Koeselosteessa on mainittava käytetty menetelmä ja saadut tulokset, tarkentaen selvästi koskevatko ne veden ja haihtuvien aineiden pitoisuutta tuotteesta sellaisenaan vai ainoastaan puhtaista siemenistä. Lisäksi selosteessa on mainittava kaikki määritystä koskevat yksityiskohdat, joista ei ole määrätty tässä suosituksessa tai jotka ovat valinnaisia, sekä kaikki seikat, joilla voi olla vaikutusta tuloksiin.

Koeselosteessa on myös ilmoitettava kaikki näytteen täydelliseksi tunnistamiseksi tarvittavat tiedot.

LIITE IV

Suositus ISO R. 658 (Helmikuu 1968)

ÖLJYSIEMENET

EPÄPUHTAUKSIEN MÄÄRITYS

1. Tavoite

Tämän ISO-suosituksen tavoitteena on kuvata menetelmä teollisuuden raaka-aineena käytettävien öljysiementen epäpuhtauksien määrittämiseksi ja määritellä yleisesti tunnetut epäpuhtausluokat.

2. Määritelmät

2.1 *Epäpuhtauksilla* tarkoitetaan kaikkia orgaanisia ja epäorgaanisia vieraita kappaleita, jotka eivät ole peruslajin siemeniä.

2.2 *Pölyllä* tarkoitetaan hiukkasia jotka, tutkitun lajin mukaan, läpäisevät taulukon 1 mukaisen seulan (ks. 5.2.1 kohta).

Maapähkinän osalta pölyn sisältämää siemenistä peräisin olevaa jauhetta ei pidetä epäpuhtautena.

2.3 *Öljyä sisältämättömillä epäpuhtauksilla* tarkoitetaan muita kuin öljypitoisia vieraita kappaleita (puunsiruja, metallinpaloja, kiviä, muiden kuin öljykasvien siemeniä), varren palasia, lehtiä ja muita määritettävään siemeneen liittyviä öljyä sisältämättömiä osia (esimerkiksi irtonaisia tai palmunytimessä kiinni olevia kuoren palasia), jotka eivät läpäise taulukon 1 mukaisia seuloja. Kuorineen myytävien siementen, esimerkiksi auringonkukan (*Helianthus annuus* L.) ja kurpitsan (*Cucurbita pepo* L.) siementen irtonaisia kuoria pidetään epäpuhtauksina vain, jos niiden määrä on suurempi kuin samassa näytteessä olevien ydinten määrä.

2.4 *Öljypitoisilla epäpuhtauksilla* tarkoitetaan vieraita öljysiemeniä.

3. Periaate

Epäpuhtauksien erottaminen seulomalla ja lajittelemalla kolmeen luokkaan:

— pöly;

— öljyä sisältämättömät epäpuhtaudet;

— öljypitoiset epäpuhtaudet.

Jokaisen luokan massan määrittäminen.

4. Välineet

4.1 *Seula* (ks. taulukko 1)

4.2 *Pinsetit* tai vastaavat

4.3 *Analyysivaaka*

5. Menettely

5.1 *Koenäyte*

Koenäytteen muodostaa määritettävä näyte, joka saadaan esikäsittelemällä laboratorionäyte suosituksen ISO R 664 "Öljysiemenet – Laboratorionäytteiden esikäsittely määritettäviksi näytteiksi"[1] mukaisesti. Koenäyte punnitaan vähintään 0,1 prosentin tarkkuudella.

[1] Ks. liite II.

5.2 *Määritys*

Epäpuhtauksien määritys on tehtävä riittävän nopeasti, jotta siementen kosteudessa ei tapahdu havaittavaa muutosta.

5.2.1 *Pölyjen erottaminen*

Pölyt erotetaan kvantitatiivisesti seulomalla koenäyte pyöreäaukkoisella seulalla, jonka aukkojen halkaisija on ilmoitettu taulukossa 1. Pöly otetaan talteen ja punnitaan 0,01 g:n tarkkuudella.

TAULUKKO 1

Seulan aukkojen halkaisija

Tuotteen laji	Aukkojen halkaisija (millimetreinä)
Kopra, keskikokoiset siemenet	2,0
Pienet siemenet (*Papaver somniferum* L. *Brassica* sp., *Sinapis* sp., *Nicotiana* sp.)	0,5
Kaikki muut öljysiemenet	1,0

5.2.1.1 Maapähkinän osalta otetaan talteen kaikki tällä tavoin saatu pöly, johon sisältyy jätepöly ja siemenpöly, ja punnitaan se 0,01 g tarkkuudella sekä määritetään sen öljypitoisuus. Öljypitoisuus määritetään myös puhtaista siemenistä jätepölyn pitoisuuden laskemiseksi.

5.2.2 *Öljypitoisten ja öljyä sisältämättömien epäpuhtauksien erottaminen*

5.2.2.1 *Yleinen tapaus* (kopra, keskikokoiset siemenet)

Taulukon 1 mukaiseen seulaan jääneestä jakeesta erotetaan pinseteillä (tai vastaavalla välineellä) toisaalta öljyä sisältämättömät epäpuhtaudet (2.3) poistaen tarvittaessa siemeneen kiinnittyneet kuoren palaset (palmunytimen osalta) ja toisaalta öljypitoiset epäpuhtaudet (2.4).

Jokainen epäpuhtausluokka punnitaan erikseen 0,01 g tarkkuudella.

Jos sopimuksessa niin vaaditaan, öljypitoisten epäpuhtauksien laatu on merkittävä muistiin koeselostetta varten.

5.2.2.2 *Pienet siemenet*

Taulukon 1 mukaiseen seulaan jäänyt jae kaadetaan toisen seulaan, johon jäävät siemeniä suuremmat epäpuhtaudet (tai nämä epäpuhtaudet erotetaan pinseteillä tai vastaavalla välineellä).

Tämä epäpuhtauksien jae lajitellaan öljyä sisältämättömiin (2.3) ja öljypitoisiin (2.4) epäpuhtauksiin.

Pölyt ja kaksi siemeniä suurempaa epäpuhtausjaetta (öljyä sisältämättömät ja öljypitoiset) sekä osittain lajitellut siemenet punnitaan erikseen 0,01 g tarkkuudella.

Viimeksi mainituista siemenjakeesta otetaan tasan menevä osa (vähintään 10 g, punnittuna 0,01 g tarkkuudella), josta erotetaan lajittelemalla toisaalta öljyä sisältämättömät epäpuhtaudet, jotka ovat suunnilleen puhtaiden siementen kokoisia, ja toisaalta vieraat pienet öljysiemenet. Nämä kaksi epäpuhtauksien jaetta punnitaan 0,001 g tarkkuudella.

5.2.3 Vaadittaessa vieraat öljysiemenet voidaan ryhmitellä ja punnita lajeittain, jolloin koeselosteessa ilmoitetaan jokaisen lajin prosenttiosuus.

5.2.4 Samasta näytteestä tehdään kaksi määritystä.

6. Tulosten ilmoittaminen

6.1 *Laskentatapa ja kaava*

6.1.1 Jokaisen epäpuhtausluokan pitoisuus ilmoitetaan painoprosentteina siemenistä sellaisenaan. Näiden summa on kokonaisepäpuhtauksien prosenttiosuus.

6.1.2 Kun epäpuhtauspitoisuuden määritys on tehty koko koenäytteestä (ks. 5.2.2.1 kohta), prosenttiosuudet lasketaan seuraavasti:

Pöly, proesentteina $P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$

Öljyä sisältämättöämät epääuhtaudet, prosentteina $I_n = M_2 \times \frac{100}{M_0}$

Öljypitoiset epäpuhtaudet, prosentteina $I_n = M_2 \times \frac{100}{M_0}$

Epäpuhtaudet yhteensä, prosentteina $I_t = P = I_n + I_0$

jossa

M_1, M_2, M_3 on kunkin epäpuhtausluokan massa grammoina

M_0 on koenäytteen massa grammoina.

6.1.3 Kun ainoastaan yksi osa epäpuhtauksista erotetaan koko koenäytteestä ja toinen osa jäännöksen tasan menevästä osasta (pienet siemenet 5.2.2.2 kohdassa), prosenttiosuudet lasketaan seuraavasti:

Pöly, prosentteina $P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$

Öljyä sisältämättömät epäpuhtaudet, prosetteina $I_n = \left(M_{2a} + M_{2b} \times \frac{M_a}{M_b} \right) \times \frac{100}{M_0}$

Öljypitoiset epäpuhtaudet, prosentteina $I_0 = \left(M_{3a} + M_{3b} \times \frac{M_a}{M_b} \right) \times \frac{100}{M_0}$

Epäpuhtaudet yhteensä, prosentteina $I_t = P + I_n + I_0$

jossa

M_1 on pölyjen massa grammoina,

M_{2a} on koko koenäytteestä erotettujen peruslajin siemeniä *suuremman* öljyä sisältämättömän epäpuhtausjakeen massa grammoina,

M_{3a} on koko koenäytteestä erotetun peruslajin siemeniä *suuremman* öljypitoisen epäpuhtausjakeen massa grammoina,

M_{2b} on sen suunnilleen peruslajin siementen kokoisen öljyä sisältämättömär *epäpuhtausjakeen* massa grammoina, joka on erotettu tasan menevästä osasta koenäytteen jäännöksestä, joka on saatu poistamalla pöly ja peruslajin siemeniä suuremmat epäpuhtaudet,

M_{3b} on sen suunnilleen peruslajin siementen kokoisen öljypitoisen epäpuhtausjakeen massa grammoina, joka on erotettu tasan menevästä osasta koenäytteen jäännöksestä, joka on saatu poistamalla pöly ja peruslajin siemeniä suuremmat epäpuhtaudet,

M_0 on alkuperäisen koenäytteen massa grammoina,

M_a on sen jäännöksen massa grammoina, joka on saatu poistamalla alkuperäisestä koenäytteestä pöly ja peruslajin siemeniä suuremmat epäpuhtaudet,

$$(M_a = M_0 - M_1 - M_{2a} - M_{3a})$$

M_b on sen M_a:n jäännöksen tasan menevän osan massa grammoina, josta on erotettu suunnilleen peruslajin siementen kokoiset epäpuhtaudet.

6.1.4 Maapähkinän osalta prosenttiosuudet lasketaan seuraavasti:

Pölyn kokonaismäärä, prosentteina $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Jätepöly, prosentteina $$P_s = \frac{M_1 \times 100}{M_0}\left(1 - \frac{h}{H}\right)$$

Öljyä sisältämättömät epäpuhtaudet, prosentteina $$I_n = \frac{M_2 \times 100}{M_0}$$

Öljypitoiset epäpuhtaudet, prosentteina $$I_0 = \frac{M_3 \times 100}{M_0}$$

Epäpuhtaudet yhteensä, prosentteina $$I_t = P_s + I_n + I_0$$

jossa

M_1, M_2, M_3 on kunkin epäpuhtausluokan massa grammoina,

M_0 on koenäytteen massa grammoina

H on puhtaiden siementen öljypitoisuus painoprosentteina,

h on pölyn öljypitoisuus painoprosentteina

6.1.5 Tulokseksi otetaan kahden määrityksen aritmeettinen keskiarvo, jos toistettavuuden edellytykset on täytetty.

6.1.6 Enintään 0,5 prosentin pitoisuuksien osalta tulokset ilmoitetaan kahden desimaalin tarkkuudella ja tätä suurempien pitoisuuksien osalta yhden desimaalin tarkkuudella.

6.2 *Toistettavuus*

Kahden sellaisen määrityksen välinen ero, jotka sama henkilö on tehnyt samanaikaisesti tai heti peräkkäin, ei saa olla yli taulukossa 2 ilmoitettujen prosenttiosuuksien.

TAULUKKO 2

Kahden rinnakkaisen määrityksen välinen sallittu ero

Epäpuhtauspitoisuus %	Suurin sallitu ero %
Enintään 0,5	0,2
enemmän kuin 0,5 ja enintään 1,0	0,4
enemmän kuin 1,0 ja enintään 2,0	0,6
enemmän kuin 2,0 ja enintään 3,0	0,8
enemmän kuin 3,0 ja enintään 4,0	1,0
enemmän kuin 4,0 ja enintään 5,0	1,2
enemmän kuin 5,0 ja enintään 6,0	1,4
enemmän kuin 6,0	1,6

Jos ero on yli taulukossa 2 ilmoitettu rajan, muodostetaan kaksi uutta koenäytettä, joista toinen määritetään kuten edellä ja toinen säilytetään mahdollista neljättä määritystä varten. Tulokseksi otetaan tällöin kolmannen määrityksen ja edellisistä määrityksistä saadun lähimmän tuloksen aritmeettinen keskiarvo sillä edellytyksellä, että ero ei ole yli sallitun rajan.

Muutoin määritetään myös neljäs koenäyte ja otetaan tulokseksi neljän määrityksen keskiarvo.

7. Koeseloste

Koeselosteessa on ilmoitettava käytetty menetelmä ja saadut tulokset. Jos tuote sisältää vieraita öljysiemeniä ja jos sopimuksessa vaaditaan, ilmoitetaan prosenttiosuuden lisäksi niiden laatu.

Vaadittaessa ilmoitetaan myös kaikkien vieraiden öljysiemenlajien prosenttiosuus.

Koeselosteessa on ilmoitettava myös kaikki määritystä koskevat yksityiskohdat, joista ei ole määrätty tässä ISO-suosituksessa tai jotka ovat valinnaisia, sekä kaikki seikat, joilla voi olla vaikutusta tuloksiin.

Koeselosteessa on myös ilmoitettava kaikki näytteen täydelliseksi tunnistamiseksi tarvittavat tiedot.

LIITE V

Suositus ISO R. 659 (Helmikuu 1968)

ÖLJYSIEMENET

ÖLJYPITOISUUDEN MÄÄRITYS

1. Tavoite

Tässä ISO-suosituksessa kuvaillaan menetelmä teollisuuden raaka-aineena käytettävien öljysiementen öljypitoisuuden määrittämiseksi.

2. Määritelmä

Öljyllä tarkoitetaan jäljempänä kuvailluissa olosuhteissa uutettujen aineiden kokonaismäärää.

3. Periaate

3.1 Öljypitoisuuden määritys tuotteesta sellaisenaan (puhtaat siemenet ja epäpuhtaudet) soveltuvilla välineillä uuttamalla ja käyttäen soveltuvaa liuotinta, n-heksaania tai petrolieetteriä.

3.2 Puhtaat siemenet ja epäpuhtaudet voidaan pyydettäessä määrittää erikseen.

3.3 Maapähkinän osalta voidaan pyydettäessä määrittää erikseen puhtaat siemenet, pölyjen kokonaismäärä, öljyä sisältämättömät ja öljypitoiset epäpuhtaudet.

4. Reagenssit

4.1 *n-Heksaania* tai, jos sitä ei ole saatavilla, petrolieetteriä, joka tislautuu välillä 40—60 °C ja jonka bromiluku on pienempi kuin 1. Kummankin liuottimen täydellisen haihdutusjäännöksen on oltava alle 0,002 g/100 ml.

4.2 *Hiekkaa*, joka on pesty vetykloridihapolla ja kalsinoitu.

4.3 Pieniä *hohkakiven* siruja, jotka on kuivattu ennakolta.

4.4 Väkevää *vetykloridihappoa*, d = 1,19.

5. Välineet

5.1 Soveltuva *uuttolaite* (pullon tilavuus 200–250 ml).

5.2 *Sähkölämmitteinen haude* (hiekkahaude, vesihaude, jne.).

5.3 *Analyysivaaka.*

5.4 *Sähkölämmitteinen lämpökaappi*, jossa on lämpötilan säätölaite.

5.5 Helposti puhdistettava *mekaaninen jauhatuslaite*, joka on kyseiselle siemenlaadulle soveltuva ja jolla siemenet voidaan jauhaa kuumentamatta ja ilman niiden vesi- ja öljypitoisuuden havaittavaa muutosta.

5.6 *Mekaaninen raastin* tai, jos sellaista ei ole saatavilla, käsikäyttöinen raastin.

5.7 *Huhmare ja hierrin*, jotka on tehty posliinista, raudasta tai pronssista, tai mieluiten soveltuva mekaaninen mikrojauhatuslaite.

5.8 *Uuttohylsy ja vanua*, jotka eivät sisällä n-heksaaniin tai petrolieetteriin liukoisia aineita.

5.9 *Tasapohjainen metalliastia*, jonka halkaisija on noin 100 mm ja korkeus noin 40 mm.

5.10 Lieriönmuotoinen *huokoinen keraaminen astia*; sisähalkaisija: 68 mm, ulkohalkaisija: 80 mm, korkeus: 85 mm, reunojen ja pohjan paksuus: 6 mm.

5.11 *Sumutusuuni*, jossa on säädettävä lämpötila.

5.12 2 ml *pipetti*, jossa on 0,1 ml asteikko.

5.13 *Kellolasi*, jonka halkaisija on 80–90 mm.

6. Menettely

6.1 *Näytteen esikäsittely*

6.1.1 Käytetään suosituksen ISO R 664 "Öljysiemenet – laboratorionäytteiden esikäsittely määritettäviksi näytteiksi"([1]) mukaisesti saatua määritettävää näytettä.

Jos suurikokoiset öljyä sisältämättömät vieraat kappaleet on erotettu ennen laboratorionäytteen esikäsittelyä, tämä on otettava huomioon laskelmissa (ks. 7.3.3 kohta).

Sopimuksen edellytysten mukaisesti käytetään määritettävää näytettä sellaisenaan tai epäpuhtauksien erottamisen jälkeen.

6.1.2 Kopra raastetaan joko käsin tai mieluiten mekaanisella raastimella (5.6), jotta voidaan käyttää määritettävä näyte kokonaisuudessaan. Koska käsin raastettaessa ei voida raastaa määritettävää näytettä kokonaisuudessaan, on pyrittävä saamaan mahdollisimman edustava alanäyte ja tätä varten otettava huomioon eri osasten koko ja väri.

Raastettujen kappaleiden pituus voi olla suurempi kuin 2 mm, mutta enintään 5 mm.

Raaste sekoitetaan huolellisesti ja määritys tehdään viipymättä.

6.1.3 Keskikokoisten siementen osalta (esimerkiksi auringonkukka, maapähkinä, soija), lukuun ottamatta puuvillan siemeniä, joihin on kiinnittynyt linttereitä, määritettävä näyte jauhetaan hyvin puhdistetussa mekaanisessa jauhatuslaitteessa (5.5), kunnes saadaan kappaleita, joiden suurin mitta on enintään 2 mm. Jauhatuksen ensimmäinen osa hylätään (noin 1/20 näytteestä), loppu otetaan talteen, sekoitetaan huolellisesti ja määritetään viipymättä.

6.1.4 Puuvillan siemeniä, joihin on kiinnittynyt linttereitä, punnitaan määritettävästä näytteestä sellaisenaan, 0,01 g tarkkuudella, 60 g taarattuun metalliastiaan (5.9). Siemenet sisältävä astia laitetaan lämpökaappiin (5.4), joka on lämmitetty 130 °C:seen ja annetaan kuivua 2

([13]) Ks. liite II.

tuntia 130 ± 2 °C lämpötilassa; sen jälkeen astia otetaan pois lämpökaapista annetaan jäähtyä ilmassa noin 30 minuuttia.

Kuivatut siemenet laitetaan huokoiseen keraamiseen astiaan (5.10), jonka seinämät ja pohja on etukäteen kostutettu pipetoimalla (5.12) 1,5 ml:lla väkevää vetykloridihappoa (4.4) siten, että kaikki happo imeytyy eikä astian pinnalle muodostu tarttuvia pisaroita. Astia suljetaan kellolasilla (5.13) ja asetetaan sumutusuuniin (5.11). Kuumennetaan siten, että 30 minuutissa saavutetaan 115 °C lämpötila, jota ei saa ylittää, vaan pidetään yllä toiset 30 minuuttia.

Astia otetaan pois uunista, annetaan jäähtyä tunnin ajan ilmassa, jonka jälkeen tällä tavoin käsitellyt siemenet punnitaan uudelleen 0,01 g tarkkuudella ja jauhetaan sitten mekaanisessa jauhatuslaitteessa (5.5) ja jatketaan kuten 6.1.3 kohdassa.

6.1.5 Pienet siemenet (esimerkiksi pellava, rapsi, jne.) määritetään ilman mekaanista jauhatusta.

6.2 *Koenäyte*

6.2.1 Koenäytteen on edustettava määritettävää näytettä.

6.2.2 Punnitaan 0,01 g tarkkuudella noin 10 g

— kopran osalta raastetta (6.1.2) välittömästi raastamisen päätyttyä,

— keskikokoisten siementen, lukuun ottamatta puuvillan siemeniä, joihin on kiinnittynyt linttereitä, osalta jauhetta (6.1.3) välittömästi jauhamisen päätyttyä,

— puuvillan siementen, joihin on kiinnittynyt linttereitä, osalta jauhetta (6.1.4) välittömästi jauhamisen päätyttyä,

— pienten siementen osalta hyvin sekoitettua näytettä.

6.3 *Määritys*

6.3.1 Kopran ja keskikokoisten siementen osalta, mukaan lukien puuvillan siemenet, joihin on kiinnittynyt linttereitä, koenäyte asetetaan hylsyyn (5.8), joka suljetaan vanutupolla.

6.3.2 Pienten siementen osalta koenäyte jauhetaan huhmareessa tai mikrojauhatuslaitteessa (5.7) siten, että sekaan ei jää kokonaisia siemeniä. Jauhetut siemenet siirretään lastalla ilman häviötä hylsyyn (5.8). Liuottimeen (4.1) kastellulla vanutupolla (5.8) pyyhitään huhmare ja hierrin tai mikrojauhatuslaitteen kulho ja lasta sekä suljetaan hylsy tällä vanutupolla.

6.3.3 Maapähkinän osalta uuttohylsyyn (5.8) voidaan laittaa noin 10 g koenäytettä, joka muodostuu puhtaiden siementen jakeesta, öljyä sisältämättömistä ja öljypitoisista epäpuhtauksista ja kokonaispölystä, joiden määrät ovat suhteessa niiden pitoisuuksiin määritettävässä näytteessä.

6.3.4 Kun siemenet ovat hyvin kosteita (vesipitoisuus suurempi kuin 10 prosenttia), täytetty hylsy asetetaan joksikin ajaksi enintään 80 °C:seen lämmitettyyn lämpökaappiin, jotta kosteus saadaan laskemaan alle 10 prosenttiin.

6.3.5 Taarataan 0,001 g tarkkuudella pullot A ja B, joissa kummassakin on 1—2 hohkakiven sirua (4.3) ja jotka on ennalta kuivattu 103 ± 2 °C:n lämpötilassa ja jäähdytetty eksikaattorissa vähintään tunnin ajan.

Koenäytteen sisältävä hylsy (5.8) laitetaan uuttolaitteeseen (5.1). Pulloon A kaadetaan tarvittava määrä liuotinta (4.1). Pullo kytketään uuttolaitteeseen sähkölämmitteisessä hauteessa (5.2). Kuumennus on tehtävä siten, että refluksointinopeus on vähintään kolme pisaraa sekunnissa (kiehuminen on kohtalaista, ei voimakasta).

Annetaan jäähtyä neljän tunnin uuttamisen jälkeen. Hylsy poistetaan uuttolaitteesta ja asetetaan ilmavirtaan, jotta saadaan poistettua suurin osa siihen imeytyneestä liuottimesta.

Hylsy tyhjennetään huhmareeseen (5.7), lisätään noin 10 g hiekkaa (4.2) ja jauhetaan mahdollisimman hienoksi (mikrojauhatuslaitetta käytettäessä ei lisätä hiekkaa). Seos laitetaan takaisin hylsyyn, joka asetetaan uuttolaitteeseen ja uuttamista jatketaan vielä kahden tunnin ajan käyttäen samaa pulloa A.

Annetaan jäähtyä, poistetaan hylsy uudelleen laitteesta, poistetaan liuotin ja toistetaan edellä kuvattu hienoksi jauhaminen (ilman uutta hiekan lisäystä). Uutetaan kolmannen kerran kahden tunnin ajan ja tällä kertaa uuttamisesta saatava tuote kerätään pulloon B.

Poistetaan pulloista A ja B suurin osa liuotinta kiehuvassa vesihauteessa tislaamalla.

Poistetaan viimeiset liuotinjäämät kuumentamalla pulloja 20 minuutin ajan 103 ± 2 °C lämpötilassa. Poistamista helpotetaan joko puhaltamalla pulloon ilmaa silloin tällöin tai käyttämällä alennettua painetta. Pullojen annetaan jäähtyä eksikaattorissa vähintään tunnin ajan, jonka jälkeen ne punnitaan 0,001 g tarkkuudella.

Kuumennetaan uudelleen 10 minuutin ajan samoissa olosuhteissa; jäähdytetään ja punnitaan.

Näiden kahden punnituksen välinen ero ei saa olla suurempi kuin 0,001 g. Jos ero on suurempi, kuumennetaan uudelleen 10 minuutin ajan, kunnes painoero on enintään 0,010 g. Pullon A viimeinen punnitus merkitään muistiin.

Jos öljyn massa pullossa B on enintään 0,010 g, määritys on päättynyt. Muutoin käytetään pulloa B ja uutetaan uudelleen kahden tunnin ajan ja niin edelleen, kunnes viimeisestä uutosta saadun öljyn massa on enintään 0,010 g. Pullon B viimeinen punnitus merkitään muistiin.

6.3.6 Uutetun öljyn on oltava kirkasta tai muutoin on määritettävä epäpuhtauksien pitoisuus. Tätä varten rasva liuotetaan uuttamisessa käytettyyn liuottimeen; suodatetaan suodatinpaperin läpi, joka on kuivattu 103±2 °C lämpötilassa vakiomassaan; suodatin pestään useaan kertaan samalla liuottimella öljyn poistamiseksi täydellisesti; kuivataan uudelleen 103 ± 2 °C:ssa vakiomassaan (suodatinpaperin jäähdyttämiseen ja punnitsemiseen käytetään soveltuvaa kannellista astiaa). Tulos korjataan tämän mukaisesti.

6.3.7 Jos vaaditaan öljypitoisuuden määrittämistä puhtaista siemenistä, määritetään siemenet, joista epäpuhtaudet on erotettu, menetellen kuten määritettäessä tuotetta sellaisenaan.

6.3.8 Epäpuhtauksien öljypitoisuuden selville saamiseksi, määritys tehdään kuten puhtaista siemenistä, seuraavin eroin:

— koenäyte voi olla pienempi kuin 10 g, mutta ei kuitenkaan pienempi kuin 2 g,

— voidaan rajoittua ainoastaan yhteen neljän tunnin uuttoon, koska virhe, joka johtuu erosta suhteessa öljypitoisuuteen tuotteessa sellaisenaan, on vähäpätöinen.

6.3.9 Samasta valmistetusta näytteestä tehdään kaksi määritystä.

7. Tulosten ilmoittaminen

7.1 *Laskentatapa ja kaava*

Öljypitoisuus painoprosentteina tuotteesta sellaisenaan lasketaan seuraavalla kaavalla:

$$\text{Öljy, painoprosentteina } \frac{M_1}{M_0} \times 100$$

jossa

M_1 on viimeisessä punnituksessa pulloissa A ja B olevien öljyjen massojen summa grammoina,

M_0 on uutetun koenäytteen massa grammoina.

Tulokseksi otetaan kahden määrityksen aritmeettinen keskiarvo, jos toistettavuuden edellytykset on täytetty. Päinvastaisessa tapauksessa määritys toistetaan kahdella muulla koenäytteellä. Jos ero on edelleen suurempi kuin 0,4 prosenttia, tulokseksi otetaan neljän tehdyn määrityksen aritmeettinen keskiarvo.

Tulos ilmoitetaan yhden desimaalin tarkkuudella.

7.2 *Toistettavuus*

Kahden määrityksen, jotka sama henkilö on tehnyt samanaikaisesti tai heti peräkkäin, tulosten välinen ero ei saa olla 100 g näytteestä enemmän kuin 0,4 g öljyä.

7.3 *Huomautuksia*

7.3.1 Samaa kaavaa (ks. 7.1 kohta) käytetään puhtaiden siementen ja epäpuhtauksien öljypitoisuuden laskemiseen, kun puhtaat siemenet ja epäpuhtaudet määritetään erikseen.

Tässä tapauksessa öljypitoisuus, painoprosentteina tuotteesta sellaisenaan (puhtaat siemenet ja epäpuhtaudet), voidaan laskea seuraavalla kaavalla:

$$\text{Öljy, painoprosentteina} = H_1 - \frac{P}{100}(H_1 - H_2)$$

jossa

H_1 on painoprosenttia öljyä puhtaissa siemenissä,

H_2 on painoprosenttia öljyä epäpuhtauksissa,

P on painoprosenttia epäpuhtauksia tuotteessa sellaisenaan.

7.3.2 Kun on kyse puuvillan siemenistä, joihin on kiinnittynyt linttereitä, öljypitoisuus painoprosentteina tuotteesta sellaisenaan lasketaan seuraavalla kaavalla:

$$\text{Öljy, painoprosentteina} = \frac{M_1}{M_0} \times 100 \times \frac{M''_0}{M'_0}$$

jossa

M_0, M_1 ovat merkitykseltään samat kuin 7.1 kohdassa

M'_0 on koenäytteen massa grammoina (noin 60 g) ennen esikäsittelyä (ks. 6.1.4 kohta).

M''_0 saman koenäytteen massa grammoina esikäsittelyn jälkeen (ks. 6.1.4 kohta) ja ennen jauhatusta.

7.3.3 Jos näytteestä on ennen määritystä erotettu suurikokoiset öljyä sisältämättömät vieraat kappaleet (ks. 6.1.1 kohta), edellä saatu tulos (ks. 7.1, 7.3.1 tai 7.3.2 kohta) öljypitoisuus tuotteessa sellaisenaan on korjattava seuraavan kaavan mukaisesti:

$$\text{Öljy, painoprosentteina} = \frac{H_0}{100} \times (100 - x)$$

jossa

H_0 on painoprosenttia öljyä määritettävässä aineessa (laskettuna tapauksesta riippuen 7.1, 7.3.1 tai 7.3.2 kohdan mukaisesti),

x on painoprosenttia suurikokoisia öljyä sisältämättömiä kappaleita, jotka on erotettu tuotteesta sellaisenaan.

7.3.4 Maapähkinän osalta öljypitoisuus painoprosentteina tuotteesta sellaisenaan lasketaan seuraavalla kaavalla:

$$\text{Öljy, painoprosentteina} = H_1 - \frac{P + It\ 0_0 + I_n}{100} \times (H_1 - H_2)$$

jossa

P on painoprosenttia pölyä yhteensä,

I_0 on painoprosenttia öljypitoisia epäpuhtauksia,

I_n on painoprosenttia öljyä sisältämättömiä epäpuhtauksia,

H_1 on painoprosenttia öljyä puhtaissa siemenissä,

H_2 on painoprosenttia öljyä epäpuhtauksissa.

Jos uutto tehdään ainoastaan yhdellä hylsyllä, öljypitoisuus lasketaan 7.1 kohdan mukaisesti.

7.3.5 Öljypitoisuus voidaan pyydettäessä ilmoittaa suhteessa kuiva-aineeseen ja laskea seuraavalla kaavalla:

$$\text{Öljy, painoprosentteina} = H_0 \times \frac{100}{100 - U}$$

jossa

H_0 on painoprosenttia öljyä tuotteessa,

U on kosteus painoprosentteina.

8. Menettelyä koskeva huomautus

Puolikuivuvien ja kuivuvien öljyjen tapauksessa on suositeltavaa poistaa liuottimen jäännökset kuivaamalla alipaineessa.

9. Koeseloste

Koeselosteessa on mainittava käytetty menetelmä ja saadut tulokset tarkentaen selvästi, koskevatko ne öljypitoisuutta tuotteessa sellaisenaan, öljypitoisuutta puhtaissa siemenissä vai öljypitoisuutta siemenissä suhteessa kuiva-aineeseen. Koeselosteessa on myös mainittava käytetty liuotin sekä kaikki määritystä koskevat yksityiskohdat, joista ei ole määrätty tässä ISO-suosituksessa tai jotka ovat valinnaisia, sekä kaikki seikat, joilla voi olla vaikutusta tuloksiin.

Koeselosteessa on ilmoitettava kaikki näytteen täydelliseksi tunnistamiseksi tarvittavat tiedot.