Article 2

L'annexe II du règlement nº 282/67/CEE est supprimée.

Article 3

Le texte de l'article 2 du règlement nº 284/67/CEE est remplacé par le texte suivant :

« La prise des échantillons, la réduction des échantillons pour laboratoire en échantillons pour l'analyse ainsi que la détermination de la teneur en impuretés et en humidité sont effectuées selon une méthode unique pour toute la Communauté. »

Article 4

Le texte de l'article 17 du règlement (CEE) nº 911/68 est remplacé par le texte suivant :

« La prise des échantillons, la réduction des échantillons pour laboratoire en échantillons pour l'analyse ainsi que la détermination de la teneur en impuretés et en humidité sont effectuées selon une méthode unique pour toute la Communauté. »

Article 5

Le présent règlement entre en vigueur le troisième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 23 septembre 1968.

Par la Commission

Le président

Jean REY

RÈGLEMENT (CEE) Nº 1470/68 DE LA COMMISSION

du 23 septembre 1968

relatif à la prise et réduction des échantillons ainsi qu'à la détermination de la teneur en huile, en impuretés et en humidité des graines oléagineuses

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu le règlement nº 136/66/CEE du Conseil, du 22 septembre 1966, portant établissement d'une organisation commune des marchés dans le secteur des matières grasses (1), et notamment son article 26 paragraphe 3 et son article 27 paragraphe 5,

vu le règlement nº 162/66/CEE du Conseil, du 27 octobre 1966, relatif aux échanges de matières grasses entre la Communauté et la Grèce (2), et notamment son article 8,

vu le règlement nº 142/67/CEE du Conseil, du 21 juin 1967, relatif aux restitutions à l'exportation de graines de colza, de navette et de tournesol (3), et notamment son article 6,

considérant qu'en application du règlement nº 282/67/CEE de la Commission, du 11 juillet 1967, relatif aux modalités d'intervention pour les graines oléagineuses (4), du règlement nº 284/67/CEE de la Commission, du 11 juillet 1967, relatif à certaines modalités d'application des restitutions à l'exportation de graines oléagineuses (5) et du règlement (CEE) nº 911/68 de la Commission, du 5 juillet 1968, relatif à certaines modalités concernant l'aide pour les graines oléagineuses (6), modifiés en dernier lieu par le règlement (CEE) nº 1469/68 (7), il y a lieu définir la méthode unique pour toute la Communauté de prise des échantillons et de réduction des échantillons

---

(1) JO nº 172 du 30. 9. 1966, p. 3025/66.
(2) JO nº 197 du 29. 10. 1966, p. 3393/66.
(3) JO nº 125 du 26. 6. 1967, p. 2461/67.
(4) JO nº 151 du 13. 7. 1967, p. 1.
(5) JO nº 151 du 13. 7. 1967, p. 6.
(6) JO nº L 158 du 6. 7. 1968, p. 8.
(7) Voir p. 1 du présent Journal officiel.

pour laboratoire en échantillons pour analyse ainsi que de détermination de la teneur en huile, en impuretés et en humidité des graines ;

considérant qu'il convient de retenir, pour chacune des opérations susvisées, la méthode généralement utilisée dans le commerce international ; qu'afin d'obtenir le même résultat, il convient d'apporter certaines précisions à la méthode retenue ;

considérant que les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du Comité de gestion des matières grasses,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT :

Article premier

1. Sous réserve des paragraphes suivants, la prise des échantillons, la réduction des échantillons pour laboratoire en échantillons pour analyse ainsi que la détermination de la teneur en impuretés et en humidité, visées à l'article 4 du règlement n° 282/67/CEE, à l'article 2 du règlement n° 284/67/CEE et à l'article 17 du règlement (CEE) n° 911/68, sont effectuées selon les méthodes définies respectivement aux annexes I, II, III et IV du présent règlement.

2. Par dérogation aux dispositions de l'annexe I point 6.1, les États membres désignent les experts échantillonneurs.

3. Par dérogation aux dispositions de l'annexe I point 6.3, au moins trois échantillons pour laboratoire doivent être constitués pour l'analyse et l'arbitrage.

4. Par dérogation aux dispositions de l'annexe I point 6.2.1, les prélèvements élémentaires doivent être effectués au moins sur 2 % des sacs formant le lot.

5. Par dérogation aux dispositions de l'annexe III points 3.2 et 6.3.2, la détermination de la teneur en eau et matières volatiles est effectuée sur un produit tel quel.

Article 2

La détermination de la teneur en huile visée à l'article 4 du règlement n° 282/67/CEE est effectuée selon la méthode définie à l'annexe V du présent règlement.

Par dérogation aux dispositions de l'annexe V points 3.2, 6.3.7, 7.3.1, 7.3.3 et 7.3.5, la détermination de la teneur en huile est effectuée sur un produit tel quel.

Article 3

Le présent règlement entre en vigueur le troisième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes.*

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 23 septembre 1968.

Par la Commission

Le président

Jean REY

ANNEXE I

Recommandation ISO R. 542 (Janvier 1967)

GRAINES OLÉAGINEUSES

ÉCHANTILLONNAGE

Avant-propos

Un échantillonnage correct est une opération difficile qui exige le plus grand soin. On ne peut donc trop insister sur la nécessité d'obtenir, en vue de l'analyse, un échantillon de graines oléagineuses suffisamment représentatif.

La plupart des graines oléagineuses sont vendues sur échantillon, compte tenu du résultat de l'analyse de l'échantillon, et les contestations sont toujours résolues par référence à l'échantillon, de sorte qu'un échantillonnage fait sans soin ou inexact entraînera malentendu, retard et ajustements de prix inutiles.

Les modes opératoires indiqués dans cette recommandation ISO sont reconnus bons dans la pratique et il est fortement recommandé de s'y conformer toutes les fois qu'ils pourront être exécutés. Il est admis qu'il est difficile d'établir des règles fixes valables dans tous les cas, et que des circonstances particulières peuvent rendre désirable de modifier quelque peu la méthode.

1. Objet

La présente recommandation ISO décrit les méthodes d'échantillonnage des livraisons de graines oléagineuses. Elle indique aussi les appareils qui sont utilisés pour ces opérations.

2. Généralités

2.1 Cette recommandation ISO a pour objet de fixer les conditions générales de l'échantillonnage destiné à permettre d'estimer les qualités des graines oléagineuses achetées comme matières premières industrielles. L'ensemble de la livraison doit être examiné par lots de 500 t [1] au maximum pour les graines grosses et moyennes et de 100 t au maximum pour les petites graines.

2.2 Les échantillons doivent être entièrement représentatifs des lots dont ils sont tirés. A cet effet, en partant d'un lot limité à un maximum de 500 t (ou de 100 t, suivant le cas), un certain nombre de prélèvements élémentaires doivent être effectués et mélangés soigneusement, donnant ainsi un échantillon global, à partir duquel est obtenu, par réductions successives, l'échantillon pour laboratoire destiné à l'analyse.

2.3 Il convient de s'assurer avec un soin particulier que tous les appareils d'échantillonnage sont propres, secs et exempts d'odeurs étrangères.

L'échantillonnage doit être effectué de telle sorte que les échantillons de graines oléagineuses, les appareils d'échantillonnage et les récipients dans lesquels sont placés les échantillons soient protégés de toute contamination accidentelle telle que pluie, poussière, etc.

Les matières adhérant extérieurement à l'appareil d'échantillonnage doivent être enlevées avant qu'il ne soit vidé de son contenu.

3. Définitions

Les termes relatifs au lot et aux échantillons sont définis ci-après:

3.1 *Livraison*

Quantité de graines expédiée en une seule fois dans le cadre d'un contrat particulier.

3.2 *Lot*

Quantité déterminée de la livraison permettant d'estimer sa qualité.

---

[1] Tonnes métriques 1 t = 1.000 kg.

3.3 *Prélèvement élémentaire*

Petite quantité de graines, prélevée en un point du lot.

Un certain nombre de prélèvements élémentaires doivent être prélevés en différents points du lot et leur ensemble mélangé sera représentatif du lot.

3.4 *Échantillon global*

Quantité de graines constituée en réunissant et mélangeant les prélèvements élémentaires.

3.5 *Échantillon pour laboratoire*

Petit échantillon représentant la qualité du lot, obtenu à partir de l'échantillon global et destiné à l'analyse ou à un autre examen.

4. Appareillage

Les appareils nécessaires sont énumérés ci-après; des exemples sont donnés dans chaque cas (voir également figures 1 à 9 dans l'annexe A).

4.1 *Échantillonnage des produits en sacs*

Sondes effilées spécialement conçues pour les sacs, sondes cylindriques, sondes coniques et pelles à main.

4.2 *Échantillonnage des produits en vrac*

Grandes pelles et pelles à main, sondes cylindriques, sondes coniques, échantillonneurs mécaniques et autres appareils pour prélèvement intermittent de petits échantillons au cours du déversement des graines oléagineuses.

4.3 *Mélange et division*

Pelles, croix (pour division en quarts), videurs-réducteurs et autres appareils à diviser.

5. Limitation de l'importance du lot

5.1 *Transport par bateau*

La plupart des graines oléagineuses sont livrées par transport maritime ou fluvial. Dans les deux cas, l'échantillonnage a lieu normalement au moment du déchargement. Chaque lot doit être de 500 (ou de 100) t ou partie de 500 (ou de 100) t.

5.2 *Transport par route ou rail*

Dans le cas de transfert d'un navire dans des camions ou wagons, l'échantillonnage peut avoir lieu avant le chargement des camions et wagons. Chaque lot doit être de 500 (ou de 100) t ou partie de 500 (ou de 100) t.

Si l'échantillonnage est effectué dans des wagons chargés, chaque lot doit comprendre un certain nombre de wagons dont la charge totale doit être de 500 (ou de 100) t ou partie de 500 (ou de 100) t.

5.3 *Silo ou entrepôt*

Si les graines sont déchargées directement d'un navire dans des silos ou des entrepôts, les échantillons doivent être prélevés selon le paragraphe 5.1. Si aucune mesure n'est prévue en vue d'un tel échantillonnage, celui-ci peut avoir lieu, selon le paragraphe 5.2, avant ou pendant le transfert au silo ou à l'entrepôt. Chaque lot doit être de 500 (ou de 100) t ou partie de 500 (ou de 100) t.

6. Méthode de prélèvement des échantillons

6.1 *Généralités*

L'échantillonnage doit être effectué par des experts échantillonneurs désignés par les acheteurs et vendeurs.

Comme la composition du lot est rarement ou jamais homogène, faire un nombre suffisant de prélèvements élémentaires, afin d'obtenir un échantillon global représentatif. L'échantillonnage des graines abîmées par l'eau de mer ou par une autre cause pendant le transport, ou en mauvais état, de même que

celui des graines dispersées (1), puis réunies, et des déchets doit être effectué séparément de l'échantillonnage des graines saines. Les produits abîmés ne doivent pas être mélangés avec les produits sains, mais doivent être estimés séparément.

6.2 **Prélèvements élémentaires**

Selon le cas, les prélèvements élémentaires doivent être effectués sur les produits en vrac ou dans des sacs, au moyen des appareils d'échantillonnage mentionnés au chapitre 4 et utilisés conformément aux paragraphes 6.2.1 et 6.2.2.

6.2.1 *Produits en sacs*

Sauf stipulation contraire du contrat ou pratique portuaire différente, les prélèvements élémentaires doivent être effectués sur 2 % des sacs formant le lot.

Si les sacs sont ouverts, les prélèvements élémentaires peuvent être effectués à l'aide d'une pelle à main ou de sondes cylindriques ou coniques.

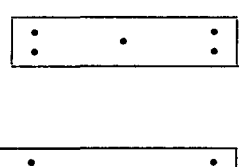
Si les prélèvements sont effectués dans des sacs fermés, des sondes effilées spécialement conçues pour les sacs peuvent être utilisées.

6.2.2 *Produits en vrac*

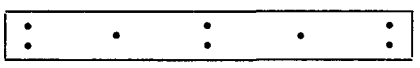
6.2.2.1 Quand l'échantillonnage a lieu lorsque le produit est en mouvement, les prélèvements élémentaires doivent être effectués à travers toute la section du flot de graines et à des intervalles déterminés par la vitesse d'écoulement.

6.2.2.2 Quand l'échantillonnage des graines en vrac a lieu dans les cales d'embarcations pendant le déchargement, les prélèvements élémentaires doivent être effectués en autant d'endroits que possible et à des intervalles déterminés par la vitesse de déchargement.

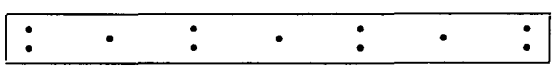
6.2.2.3. Si l'échantillonnage a lieu dans des wagons chargés, les prélèvements élémentaires doivent être effectués à trois niveaux à l'aide d'une sonde cylindrique ou conique, selon les graines, et aux endroits suivants:



— Wagons ou camions contenant jusqu'à 15 t: 5 points de prélèvement (au centre et à environ 50 cm des parois),



— Wagons de 15 à 30 t: 8 points de prélèvement,



— Wagons de 30 à 50 t: 11 points de prélèvement,

Note: Si le type de wagon ne permet pas un tel mode de prélèvement, l'échantillonnage sera effectué conformément au paragraphe 6.2.2.1.

6.2.2.4 Si l'échantillonnage a lieu dans la trémie avant le pesage, les prélèvements élémentaires doivent être effectués à l'aide de sondes cylindriques, de pelles ou d'échantillonneurs mécaniques, selon la pratique du port.

6.2.2.5 Le mode opératoire à suivre en ce qui concerne les silos et les entrepôts dépend nécessairement des conditions locales.

6.3 *Échantillon pour laboratoire*

L'échantillon global doit être mélangé et réduit par division jusqu'au nombre voulu d'échantillons pour laboratoire, à l'aide des appareils mentionnés au chapitre 4. Le nombre d'échantillons pour laboratoire à constituer pour l'analyse et l'arbitrage doit être spécifié dans le contrat ou bien faire l'objet d'accord entre acheteur et vendeur.

Pour certaines graines (par exemple: coprah, arachides en gousse), il est recommandé de tamiser l'échantillon global avant de le réduire et d'ajouter le résidu fin aux échantillons pour laboratoire en proportion exacte. Ceci est destiné à s'assurer que les échantillons renferment le même pourcentage d'éléments fins de qualité inférieure.

6.4 *Importance des échantillons*

Les masses d'échantillons ci-après conviennent en général. Des échantillons plus grands ou plus petits peuvent être demandés dans certains cas, selon la nature de l'analyse à effectuer.

---

(1) Ce terme est utilisé pour désigner tout produit qui s'est répandu hors de son emballage d'origine, mais qui n'est pas trop contaminé.

Graines	Lot	Prélèvements élémentaires	Échantillon global(1)	Échantillon pour laboratoire
	t	kg	kg	kg
Grosses graines (par exemple: coprah)	jusqu'à 500	1	jusqu'à 200	6
Graines moyennes (par exemple: arachide décortiquée)	jusqu'à 500	0,5	jusqu'à 100	5
Petites graines (par exemple: pavot)	jusqu'à 100	0,1	jusqu'à 20	2

(1) Quelle que soit l'importance de l'échantillon global, il doit être représentatif du lot.

7. Emballage et marquage des échantillons

7.1 *Emballage des échantillons*

Les échantillons pour laboratoire doivent être emballés dans des sacs étroitement tissés, des sacs en papier résistant, des emballages en carton, des sacs en polyéthylène, des boîtes en métal, des bouteilles ou pots en verre.

Les échantillons pour la détermination de l'humidité ou pour toute analyse susceptible d'être influencée par une modification de l'humidité doivent être emballés dans des récipients étanches à l'humidité à fermeture hermétique. Les récipients doivent être complètement remplis et les fermetures doivent être cachetées afin d'éviter toute modification de la teneur en eau initiale.

7.2 *Étiquettes pour les échantillons*

Si des étiquettes en papier sont utilisées pour les échantillons de graines oléagineuses, il est recommandé qu'elles aient la qualité et les dimensions qui conviennent à leur emploi.

Le trou dans l'étiquette doit être renforcé.

Les indications minimales suivantes doivent figurer sur les étiquettes:

1. Bateau ou véhicule
2. De .....
3. A.....
4. Arrivée.....
5. Quantité
6. Vrac/sacs
7. Désignation du produit
8. Marque(2) ou numéro du lot
9. Numéro et date du bulletin de chargement ou du contrat
10. Date de l'échantillonnage
11. Lieu et point d'échantillonnage
12. Échantillonné conjointement par.....

Les informations notées sur l'étiquette doivent être indélébiles.

8. Expédition des échantillons

Les échantillons pour laboratoire doivent être expédiés dès que possible et, sauf cas exceptionnels, pas plus de 48 heures après la fin de l'échantillonnage, jours de fermeture commerciale exclus.

9. Procès-verbal d'échantillonnage

Si un procès-verbal d'échantillonnage est préparé, il doit indiquer:

— l'état dans lequel se trouvent les graines échantillonnées,

— la technique utilisée, si elle est différente de celle qui est décrite dans cette recommandation ISO, et

— toutes les circonstances qui peuvent avoir exercé une influence sur l'échantillonnage.

(2) Aux fins d'identification.

ANNEXE A

EXEMPLES D'APPAREILS D'ECHANTILLONNAGE

Note — Il existe de nombreux appareils de types variés. Les dimensions indiquées ne sont données qu'à titre indicatif.

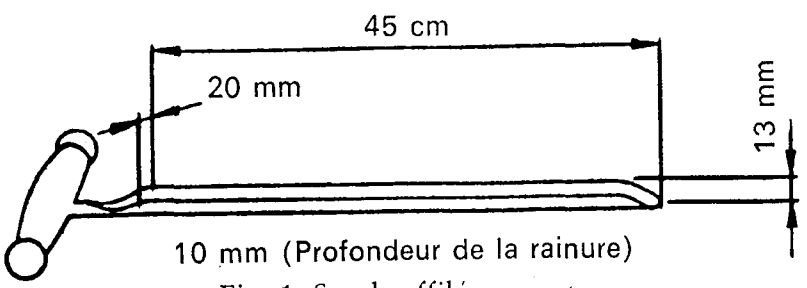


Fig. 1. Sonde effilée ouverte

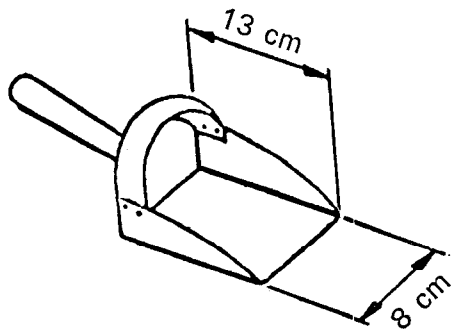


Fig. 2. Pelle à main

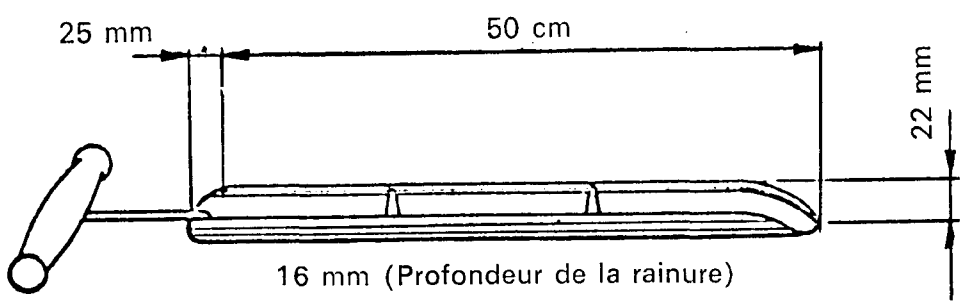


Fig. 3. Sonde effilée ouverte, divisée

Fig. 4. Sonde cylindrique (sonde divisée pour vrac)

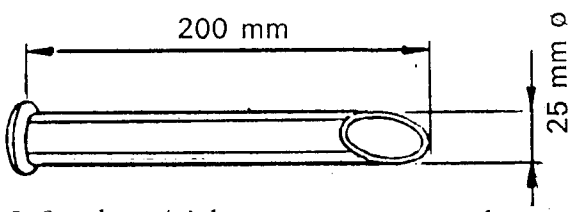


Fig. 5. Sonde spécialement conçue pour les sacs

Fig. 6. Sonde pour produits en mouvement (Type pélican)

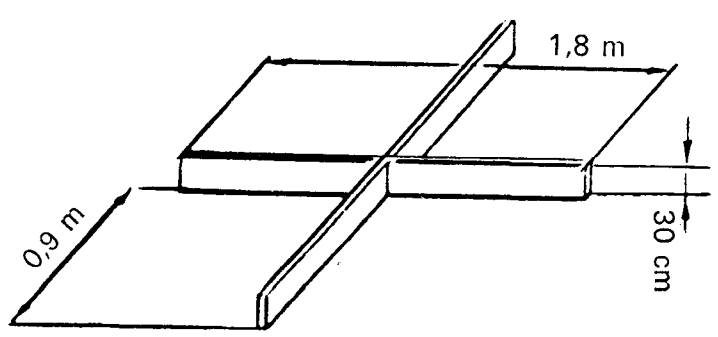


Fig. 7. Croix

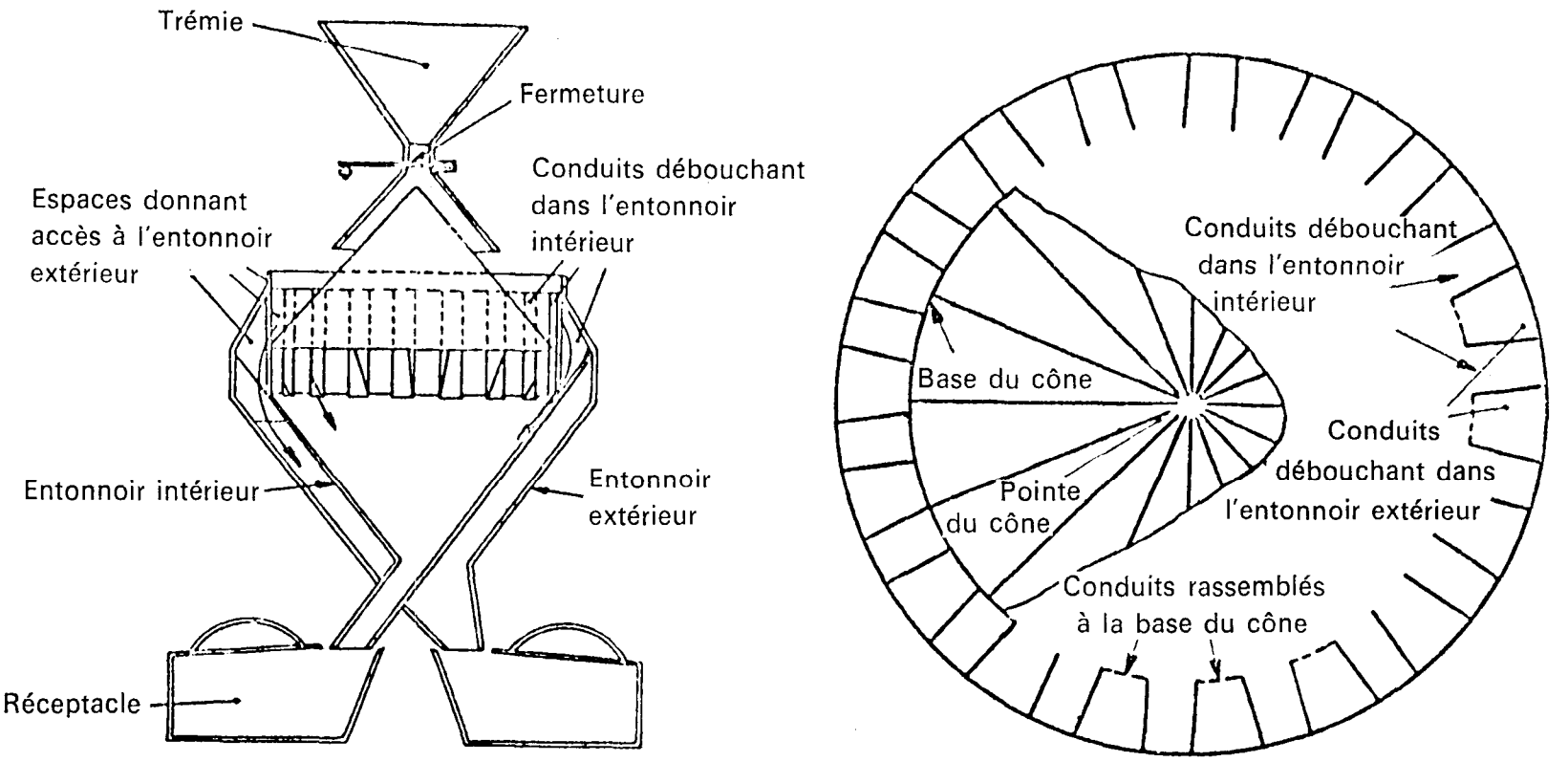


Fig. 8. Echantillonneur conique

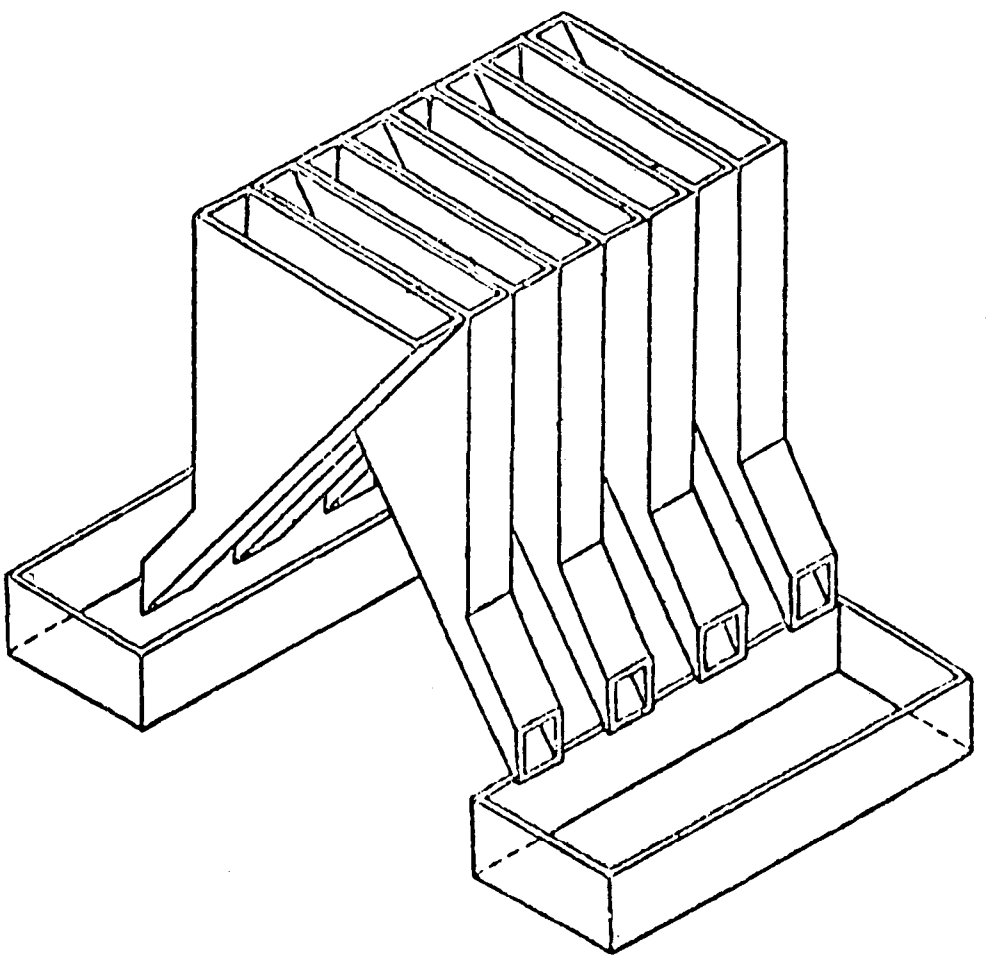


Fig. 9. Echantillonneur à multiples fentes

ANNEXE II

Recommandation ISO R 664 (février 1968)

GRAINES OLÉAGINEUSES

RÉDUCTION DES ÉCHANTILLONS POUR LABORATOIRE EN ÉCHANTILLONS POUR ANALYSE

1. Objet

La présente recommandation ISO fixe la technique pour obtenir, à partir d'un échantillon pour laboratoire de graines oléagineuses, un échantillon pour analyse.

Notes

1. Les techniques pour obtenir des échantillons pour laboratoire représentatifs d'une livraison de graines oléagineuses sont décrites dans la recommandation ISO R 542 « Graines oléagineuses-Échantillonnage [1] ».

2. Certains contrats concernant le commerce des graines oléagineuses prescrivent l'analyse de l'échantillon tel qu'il est prélevé, c'est-à-dire comprenant les impuretés éventuelles. D'autre part, certains contrats prescrivent la séparation préliminaire et quantitative des impuretés et l'analyse des graines pures séparées. L'analyse des impuretés peut aussi être demandée.

2. Principe

L'échantillon pour analyse est obtenu à partir de l'échantillon pour laboratoire, après élimination des grosses impuretés si nécessaire, par réduction appropriée en utilisant l'un ou l'autre des appareils de division spécifiés et en prenant soin que l'échantillon pour analyse soit bien représentatif de l'échantillon pour laboratoire dans son ensemble.

L'échantillon pour analyse, qu'il soit dans son état d'origine ou que les impuretés aient été séparées, est préparé en vue de l'analyse selon la technique spécifiée dans la méthode correspondante.

3. Appareillage

Diviseur

Appareil pour division en quarts, diviseur conique, diviseur à multiples fentes, ou autres appareils réducteurs assurant une répartition uniforme des composants de l'échantillon pour laboratoire dans l'échantillon d'analyse.

4. Réduction de l'échantillon pour laboratoire

Après avoir, si nécessaire, séparé et pesé les grosses impuretés, mélanger avec soin l'échantillon pour laboratoire pour le rendre aussi homogène que possible et, au moyen d'un appareil de division adapté à la nature de la graine, effectuer des réductions successives jusqu'à ce que l'on obtienne approximativement la masse de matière indiquée dans le tableau 1.

---

[1] Reprise à l'annexe I.

TABLEAU 1

Espèces de graines		Masse minimale de chaque échantillon d'analyse (grammes)
Coprah	Cocos nucifera Linnaeus	1.000
Ricin	Ricinus communis Linnaeus	600
Palmiste	Elaeis guineensis N. J. Jacquin	600
Arachide	Arachis hypogaea Linnaeus	600
Karité	Butyrospermum paradoxum (C. F. Gaertner) Hepper	500
Citrouille	Cucurbita pepo Linnaeus	500
Tournesol	Helianthus annuus Linnaeus	500
Soja	Glycine soja Linnaeus Merrill	500
Coton	Gossypium sp.	500
Chanvre	Cannabis sativa Linnaeus	200
Lin	Linum usitatissimum Linnaeus	200
Colza	Brassica napus Linnaeus	200
Navette	Brassica rapa Linnaeus	200
Oeillette	Papaver somniferum Linnaeus	200
Moutarde blanche	Sinapis alba Linnaeus	200
Moutarde noire	Brassica nigra Linnaeus W. D. J. Koch	200
Sésame	Sesamum indicum Linnaeus	200

Note: Pour les graines non énumérées dans le tableau ci-dessus, les masses minimales seront les mêmes que celles prescrites pour des graines de dimensions équivalentes.

5. Séparation des impuretés

Si la séparation des impuretés est demandée, suivre le mode opératoire décrit dans la recommandation ISO R 658 « Graines oléagineuses-Détermination de la teneur en impuretés [1] ».

[1] Reprise à l'annexe IV.

ANNEXE III

Recommandation ISO R. 665 (février 1968)

GRAINES OLÉAGINEUSES

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU ET MATIÈRES VOLATILES

1. Objet

La présente recommandation ISO décrit une méthode de détermination de la teneur en eau et matières volatiles des graines oléagineuses.

2. Définition

On entend par *eau* et *matières volatiles* la perte de masse dans les conditions expérimentales prévues ci-après.

3. Principe

3.1 Détermination de la teneur en eau et matières volatiles du produit tel quel (graines pures + impuretés) par dessiccation à une température voisine de 103° C, dans une étuve isotherme et à la pression atmosphérique jusqu'à masse pratiquement constante.

3.2 Sur demande, on peut déterminer la teneur en eau et matières volatiles des graines pures seules.

4. Appareillage

4.1 *Balance analytique*

4.2 *Broyeur mécanique* facile à nettoyer, approprié à la nature des graines et permettant le broyage de celles-ci sans échauffement et sans modification sensible de leur teneur en eau et en huile.

4.3 *Râpe mécanique* ou, à défaut, *manuelle.*

4.4 *Vase métallique* non attaquable, à fond plat, muni d'un couvercle bien adapté, permettant d'obtenir une répartition de la prise d'essai d'environ 0,2 g au centimètre carré (par exemple: diamètre du vase, 70 mm; hauteur 30 à 40 mm). Les vases en verre, à fermeture rodée, peuvent aussi être employés après accord entre l'acheteur et le vendeur.

4.5 *Étuve isotherme à chauffage électrique,* ayant une bonne aération naturelle, réglée de telle façon que la température de l'air et des plateaux porte-échantillons, au voisinage des échantillons, soit comprise, en régime normal, entre 101 et 105° C.

4.6 *Dessiccateur* contenant un déshydratant efficace tel que anhydride phosphorique, gel de silice, alumine activée, etc., et muni d'une plaque métallique permettant un refroidissement rapide des vases.

5. Mode opératoire

5.1 *Préparation de l'échantillon.*

5.1.1 Opérer sur l'échantillon pour analyse, obtenu selon la recommandation ISO R 664 «Graines oléagineuses-Réduction des échantillons pour laboratoire en échantillons pour analyse» [1]. Si, avant la réduction de l'échantillon pour laboratoire, on a séparé les gros corps étrangers non

---

[1] Reprise à l'annexe II.

oléagineux, il en sera tenu compte dans les calculs (voir paragraphe 6.3.1). Selon les stipulations du contrat, opérer sur l'échantillon pour analyse tel quel ou après séparation des impuretés.

5.1.2 Pour le coprah, râper le produit manuellement ou, de préférence, au moyen de la râpe mécanique (4.3) permettant de traiter l'échantillon pour analyse entier. Si l'on opère manuellement, ce qui ne permet pas de râper tout l'échantillon pour analyse, s'efforcer d'obtenir un sous-échantillon aussi représentatif que possible et tenir compte à cet effet de la grosseur et de la couleur des différents morceaux.

La longueur des particules de la râpure peut excéder 2 mm, mais ne doit pas être supérieure à 5 mm. Mélanger la râpure avec soin et effectuer la détermination sans délai.

5.1.3 Pour les graines de grosseur moyenne (par exemple: arachide, soja, etc.), à l'exception des graines de tournesol et de coton à linters adhérents, broyer l'échantillon pour analyse dans le broyeur mécanique (4.2), préalablement bien nettoyé, jusqu'à obtention de particules ayant au plus 2 mm dans leur plus grande dimension. Rejeter la tête de la mouture (1/20 environ de l'échantillon), recueillir le reste, le mélanger avec soin et effectuer la détermination sans délai.

5.1.4 Les petites graines (par exemple: lin, colza, chanvre, etc.), ainsi que les graines de carthame, de tournesol et de coton à linters adhérents sont analysées sans broyage préalable.

5.2 *Prise d'essai*

5.2.1 Peser le vase (4.4) avec son couvercle, après l'avoir laissé ouvert pendant au moins 30 minutes dans le dessiccateur (4.6), à la température du laboratoire.

5.2.2 Peser à 0,001 g près dans le vase

soit $5 \pm 0{,}5$ g de râpure (voir paragraphe 5.1.2) pour le coprah, ou mouture (voir paragraphe 5.1.3) pour les graines de grosseur moyenne, sauf les graines de tournesol et de coton à linters adhérents,

soit de 5 à 10 g de graines entières de tournesol et de coton à linters adhérents et pour les petites graines. Répartir uniformément la substance sur tout le fond du vase et fermer le vase avec son couvercle. Peser l'ensemble.

5.2.3 Opérer le plus rapidement possible pour éviter toute modification sensible de la teneur en eau.

5.3 *Détermination*

Placer le vase contenant la prise d'essai, couvercle enlevé, dans l'étuve (4.5) préalablement réglée à 103 ± 2 °C. Fermer l'étuve. Après 3 heures de séjour (de 12 à 16 heures pour les graines de coton à linters adhérents), comptées à partir du moment où la température est revenue à 103 °C, ouvrir l'étuve, fermer immédiatement le vase avec son couvercle, et placer l'ensemble dans le dessiccateur. Dès que le vase est refroidi à la température du laboratoire, le peser.

Remettre le vase, couvercle enlevé, à l'étuve pendant une heure, le retirer après l'avoir fermé, le laisser refroidir et le peser en opérant comme précédemment.

Si la différence entre les deux pesées est égale ou inférieure à 0,005 g (pour une prise d'essai de 5 g), considérer l'opération comme terminée. Dans le cas contraire, effectuer des séjours successifs de 1 heure à l'étuve jusqu'à ce que l'écart entre deux pesées successives soit égal ou inférieur à 0,005 g. Faire toutes les pesées à 0,001 g près. Effectuer deux déterminations sur le même échantillon préparé.

6. Expression des résultats

6.1 *Mode de calcul et formule*

Calculer la teneur en eau et matières volatiles en pour-cent en masse du produit tel quel au moyen de la formule:

$$\text{Eau et matières volatiles pour-cent en masse} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

où

M_0 est la masse, en grammes, du vase,

M_1 est la masse, en grammes, du vase avec la prise d'essai, avant la dessiccation,

M_2 est la masse, en grammes, du vase avec la prise d'essai, après la dessiccation.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations, si les conditions de répétabilité sont remplies. Dans le cas contraire, répéter la détermination sur deux autres prises d'essai. Si, cette fois encore, la différence excède 0,2 g pour 100 g d'échantillon, prendre comme résultat la moyenne arithmétique des quatre déterminations effectuées, si l'écart maximal entre les résultats individuels n'excède pas 0,5 g pour 100 g d'échantillon.

Donner le résultat avec une décimale.

6.2 *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas excéder 0,2 g d'eau et matières volatiles pour 100 g d'échantillon.

6.3 *Remarques*

6.3.1 Si, avant l'analyse, on a séparé de l'échantillon les gros corps étrangers non oléagineux (voir paragraphe 5.1.1), corriger le résultat trouvé ci-dessus (voir paragraphe 6.1) au moyen de la formule:

$$\text{Eau et matières volatiles pour-cent en masse} = h \times \frac{100 - X}{100}$$

où

h est la teneur en eau et matières volatiles de l'échantillon en pour-cent, en masse, calculée selon la formule indiquée au paragraphe 6.1,

X est le pourcentage en masse de grosses impuretés préalablement séparées, dans le produit initial tel quel.

6.3.2 Si la détermination de la teneur en eau et matières volatiles a été effectuée sur les graines pures seules, calculer aussi la teneur en eau et matières volatiles selon la formule indiquée au paragraphe 6.1.

7. Note sur le mode opératoire

Ne jamais mettre ensemble dans l'étuve des produits humides avec des produits presque secs, cela ayant pour conséquence de réhydrater partiellement ces derniers.

8. Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus, en précisant clairement si ceux-ci représentent la teneur en eau et matières volatiles du produit tel quel ou celle des graines pures. Il doit, en outre, mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente recommandation ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit également donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

ANNEXE IV

Recommandation ISO R 658 (février 1968)

GRAINES OLÉAGINEUSES

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN IMPURETÉS

1. Objet

La présente recommandation ISO a pour objet de décrire une méthode de détermination de la teneur en impuretés des graines oléagineuses utilisées comme matière première industrielle et aussi de définir les diverses catégories d'impuretés dans leur acception usuelle.

2. Définitions

2.1 On entend par *impuretés* tous les corps étrangers, organiques et non organiques, autres que les graines de l'espèce de base.

2.2 On entend par *poussières* les particules passant, selon l'espèce analysée, par le tamis indiqué dans le tableau 1 (voir paragraphe 5.2.1).

Dans le cas de l'arachide, la farine des graines contenue dans les poussières n'est pas considérée comme impureté.

2.3 On entend par *impuretés non oléagineuses* les gros corps non oléagineux étrangers (débris de bois, pièces de métal, pierres, graines de plantes non oléagineuses), fragments de tiges, de feuilles et de toutes autres parties non oléagineuses, inhérents à la graine oléagineuse analysée (par exemple, débris de coque libres ou adhérant aux amandes de palme), qui sont retenus par les tamis indiqués dans le tableau 1. Pour les graines vendues en coques, par exemple, les graines de tournesol (Helianthus annuus Linnaeus) ou de courge (Cucurbita pepo Linnaeus), les coques libres ne sont considérées comme impuretés que dans la mesure où leur proportion dépasse celle correspondant aux amandes présentes dans le même échantillon.

2.4 On entend par *impuretés oléagineuses* les graines oléagineuses étrangères.

3. Principe

Séparation des impuretés par tamisage et triage, en trois catégories:

— poussières,

— impuretés non oléagineuses,

— impuretés oléagineuses.

Détermination de la masse de chaque catégorie.

4. Appareillage

4.1 *Tamis* (voir tableau 1)

4.2 *Pincettes* ou autres instruments appropriés

4.3 *Balance analytique*

5. Mode opératoire

5.1 *Prise d'essai*

La prise d'essai est constituée par l'échantillon pour analyse provenant de la réduction de l'échantillon pour laboratoire conformément à la recommandation ISO R 664 « Graines oléagineuses — Réduction des échantillons pour laboratoire en échantillons pour analyse » [1] Peser la prise d'essai avec une précision d'au moins 0,1 %.

---

[1] Reprise à l'annexe II.

5.2 *Détermination*

La détermination de la teneur en impuretés doit être conduite assez rapidement pour qu'il n'y ait pas de variation sensible de l'humidité des graines.

5.2.1 *Séparation des poussières*

Séparer les poussières quantitativement par tamisage de la prise d'essai sur un tamis dont les ouvertures circulaires ont le diamètre indiqué dans le tableau 1. Recueillir les poussières et les peser avec une précision de 0,01 g.

TABLEAU 1

Diamètre des ouvertures de tamis

Nature du produit	Diamètre des ouvertures (millimètres)
Coprah, graines de grosseur moyenne	2,0
Petites graines (Papaver somniferum Linnaeus, Brassica sp., Sinapis sp., Nicotiana sp.)	0,5
Toutes autres graines oléagineuses	1,0

5.2.1.1 Dans le cas de l'arachide, recueillir la totalité des poussières ainsi obtenues, qui comprennent les poussières stériles et les poussières de graines, les peser avec une précision de 0,01 g et déterminer leur teneur en huile. Déterminer également la teneur en huile des graines pures, afin de calculer la teneur en poussières stériles.

5.2.2 *Séparation des impuretés oléagineuses et non oléagineuses*

5.2.2.1 *Cas général* (coprah, graines de grosseur moyenne)

Dans la fraction retenue par le tamis indiqué dans le tableau 1, séparer à l'aide d'une pincette (ou de tout autre instrument approprié), d'une part, les impuretés non oléagineuses (2.3), en détachant au besoin les débris de coque qui adhèrent aux graines (cas des amandes de palme), d'autre part, les impuretés oléagineuses (2.4).

Peser séparément, avec une précision de 0,01 g, chaque catégorie d'impuretés.

Si le contrat le spécifie, noter la nature des impuretés oléagineuses pour la mentionner dans le procès-verbal d'essai.

5.2.2.2 *Cas des petites graines*

Verser la fraction retenue par le tamis indiqué dans le tableau 1 sur un second tamis, apte à retenir les impuretés plus grosses que les graines (ou séparer ces impuretés à l'aide d'une pincette ou de tout autre instrument approprié).

Trier cette fraction d'impuretés en impuretés non oléagineuses (2.3) et oléagineuses (2.4).

Peser séparément, avec une précision de 0,01 g, les poussières et les deux fractions d'impuretés (non oléagineuses et oléagineuses) plus grosses que les graines, ainsi que les graines partiellement triées.

Sur une partie aliquote de cette dernière fraction de graine (au moins 10 g, pesés à 0,01 g près), séparer ensuite par triage, d'une part, les impuretés non oléagineuses ayant approximativement la grosseur des graines pures, d'autre part, les petites graines oléagineuses étrangères. Peser à 0,001 g près ces deux fractions d'impuretés.

5.2.3 Sur demande, on peut grouper et peser les graines oléagineuses étrangères par espèces, pour indiquer ensuite dans le procès-verbal d'essai le pourcentage de chaque espèce.

5.2.4 Effectuer deux déterminations sur le même échantillon.

6. Expression des résultats

6.1 *Mode de calcul et formule*

6.1.1 Indiquer la teneur en chaque catégorie d'impuretés en pour-cent en masse des graines telles quelles. Leur somme représente le pourcentage d'impuretés totales.

6.1.2 Lorsque la détermination de la teneur en impuretés a été effectuée sur la totalité de la prise d'essai (voir paragraphe 5.2.2.1), les pourcentages sont calculés de la façon suivante:

Poussières, en pour-cent $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Impuretés non oléagineuses, en pour-cent $$I_n = M_2 \times \frac{100}{M_0}$$

Impuretés oléagineuses, en pour-cent $$I_0 = M_3 \times \frac{100}{M_0}$$

Impuretés totales, en pour-cent $$I_t = P + I_n + I_0$$

où

M_1, M_2, M_3 est la masse, en grammes, de chaque catégorie d'impuretés,

M_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

6.1.3 Lorsqu'une partie seulement des impuretés est séparée sur la totalité de la prise d'essai et l'autre sur une partie aliquote du reste (cas des petites graines au paragraphe 5.2.2.2), les pourcentages sont calculés de la façon suivante:

Poussières, en pour-cent $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Impuretés non oléagineuses, en pour-cent $$I_n = \left(M_{2a} + M_{2b} \times \frac{M_a}{M_b} \right) \times \frac{100}{M_0}$$

Impuretés oléagineuses, en pour-cent $$I_o = \left(M_{3a} + M_{3b} \times \frac{M_a}{M_b} \right) \times \frac{100}{M_0}$$

Impuretés totales, en pour-cent $$I_t = P + I_n + I_0$$

où

M_1 est la masse, en grammes, des poussières,

M_{2a} est la masse, en grammes, de la fraction d'impuretés non oléagineuses plus grosses que les graines de l'espèce de base et séparées sur la totalité de la prise d'essai,

M_{3a} est la masse, en grammes, de la fraction d'impuretés oléagineuses plus grosses que les graines de l'espèce de base et séparées sur la totalité de la prise d'essai,

M_{2b} est la masse, en grammes, de la fraction d'impuretés non oléagineuses ayant approximativement la grosseur des graines de l'espèce de base et séparées sur une partie aliquote du reste obtenu, en éliminant de la prise d'essai les poussières et les impuretés plus grosses que les graines de l'espèce de base,

M_{3b} est la masse, en grammes, de la fraction d'impuretés oléagineuses ayant approximativement la grosseur des graines de l'espèce de base et séparées sur une partie aliquote du reste obtenu, en éliminant de la prise d'essai les poussières et les impuretés plus grosses que les graines de l'espèce de base,

M_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai initiale,

M_a est la masse, en grammes, du reste obtenu en éliminant de la prise d'essai initiale les poussières et les impuretés plus grosses que les graines de l'espèce de base,

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

M_b est la masse, en grammes, de la partie aliquote du reste M_a, de laquelle sont séparées les impuretés ayant approximativement la grosseur des graines de l'espèce de base.

Dans les cas de l'arachide, les pourcentages sont calculés de la façon suivante:

Poussières totales, en pour-cent $P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$

Poussières stériles, en pour-cent $P_s = \frac{M_1 \times 100}{M_0}\left(1 - \frac{h}{H}\right)$

Impuretés non oléagineuses, en pour-cent $I_n = \frac{M_2 \times 100}{M_0}$

Impuretés oléagineuses, en pour-cent $I_0 = \frac{M_3 \times 100}{M_0}$

Impuretés totales, en pour-cent $I_t = P_s + I_n + I_0$

où

M_1, M_2, M_3 est la masse, en grammes, de chaque catégorie d'impuretés,

M_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai,

H est le pourcentage, en masse d'huile, des graines pures,

h est le pourcentage, en masse d'huile, des poussières.

6.1.5 Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité sont remplies.

6.1.6 Indiquer les résultats avec deux décimales pour les teneurs n'excédant pas 0,5 % et avec une seule décimale pour les teneurs supérieures à cette limite.

6.2 *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas excéder les pourcentages indiqués dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Écart admissible entre les résultats donnés par deux déterminations parallèles

Teneur en impuretés %	Écart maximal admis %
Jusqu'à 0,5 inclus	0,2
de 0,5 exclu à 1,0 inclus	0,4
de 1,0 exclu à 2,0 inclus	0,6
de 2,0 exclu à 3,0 inclus	0,8
de 3,0 exclu à 4,0 inclus	1,0
de 4,0 exclu à 5,0 inclus	1,2
de 5,0 exclu à 6,0 inclus	1,4
au-dessus de 6,0	1,6

Si l'écart est supérieur à la limite indiquée dans le tableau 2, constituer deux autres prises d'essai, analyser l'une comme ci-dessus et garder l'autre pour servir éventuellement à une quatrième détermination. Dans ce cas, prendre comme résultat la moyenne arithmétique du résultat obtenu à la troisième analyse et du résultat le plus proche obtenu dans les analyses antérieures, à condition que l'écart ne dépasse pas la limite admise.

A défaut, analyser aussi la quatrième prise d'essai et prendre comme résultat la moyenne des quatre déterminations.

7. Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus. Si le produit contient des graines oléagineuses étrangères, et si le contrat le spécifie, indiquer non seulement leur pourcentage total mais aussi leur nature.

Indiquer également, sur demande, le pourcentage de chaque espèce de graines oléagineuses étrangères.

Le procès-verbal d'essai doit également mentionner tous les détails opératoires non prévus dans la présente recommandation ISO ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit également donner les renseignements nécessaires á l'identification complète de l'échantillon.

ANNEXE V

Recommandation ISO R 659 (février 1968)

GRAINES OLÉAGINEUSES

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN HUILE

1. Objet

La présente recommandation ISO décrit une méthode de détermination de la teneur en huile des graines oléagineuses utilisées comme matière première industrielle.

2. Définition

On entend par *huile* la totalité des substances extraites dans les conditions opératoires ci-après.

3. Principe

3.1 Détermination de la teneur en huile du produit tel quel (graines pures plus impuretés) par extraction dans un appareil approprié, avec un solvant convenable, n-Hexane ou éther de pétrole.

3.2 Sur demande, on peut analyser séparément les graines pures et les impuretés.

3.3 Dans le cas de l'arachide, sur demande, on peut analyser séparément les graines pures, les poussières totales, les impuretés non oléagineuses et oléagineuses.

4. Réactifs

4.1 *n-Hexane* ou, à défaut, éther de pétrole distillant entre 40 et 60 °C et ayant un indice de brome inférieur à 1. Le résidu à l'évaporation complète doit être, pour les deux solvants, inférieur à 0,002 g/100 ml.

4.2 *Sable* lavé à l'acide chlorhydrique et calciné.

4.3 *Pierre ponce* en petits grains, préalablement séchée.

4.4 *Acide chlorhydrique* concentré, d = 1,19.

5. Appareillage

5.1 *Appareil d'extraction* approprié (capacité du ballon, 200 à 250 ml).

5.2 *Bain à chauffage électrique* (bain de sable, bain-marie, etc.).

5.3 *Balance analytique.*

5.4 *Étuve à chauffage électrique* munie d'un dispositif de thermorégulation.

5.5 *Broyeur mécanique* facile à nettoyer, correspondant à la nature des graines et permettant le broyage de celles-ci sans échauffement et sans diminution sensible de leur teneur en eau et en huile.

5.6 *Râpe mécanique* ou, à défaut, manuelle.

5.7 *Mortier et pilon,* en porcelaine, fer ou bronze, ou de préférence micro-broyeur mécanique approprié.

5.8 *Cartouche d'extraction et ouate,* exemptes de matières solubles dans le n-Hexane ou l'éther de pétrole.

5.9 *Vase métallique à fond plat,* de 100 mm environ de diamètre et de 40 mm environ de hauteur.

5.10 *Vase poreux* en céramique, de forme cylindrique; diamètre intérieur: 68 mm, diamètre extérieur: 80 mm, hauteur: 85 mm, épaisseur des parois et du fond: 6 mm.

5.11 *Etuve à fumigation,* à température réglable.

5.12 *Pipette* de 2 ml, graduée en 0,1 ml.

5.13 *Verre de montre,* de 80 à 90 mm de diamètre.

6. Mode opératoire

6.1 *Préparation de l'échantillon*

6.1.1 Opérer sur l'échantillon pour l'analyse, obtenu selon la recommandation ISO R 664 «Graines oléagineuses — Réduction des échantillons pour laboratoires en échantillon pour analyse» [1].

Si, avant la réduction de l'échantillon pour laboratoire, on a séparé les gros corps étrangers non oléagineux, il en sera tenu compte dans les calculs (voir paragraphe 7.3.3).

Selon les stipulations du contrat, opérer sur l'échantillon pour analyse tel quel ou après séparation des impuretés.

6.1.2 Pour le coprah, râper le produit manuellement ou, de préférence, au moyen de la râpe mécanique (5.6) permettant de traiter l'échantillon pour analyse entier. Si l'on opère manuellement, ce qui ne permet pas de râper tout l'échantillon pour analyse, s'efforcer d'obtenir un sous-échantillon aussi représentatif que possible et tenir compte, à cet effet, de la grosseur et de la couleur des différents morceaux.

La longueur des particules de la râpure peut excéder 2 mm, mais ne doit pas être supérieure à 5 mm.

Mélanger la râpure avec soin et effectuer la détermination sans délai.

6.1.3 Pour les graines de grosseur moyenne (par exemple tournesol, arachide, soja), à l'exception des graines de coton à linters adhérents, broyer l'échantillon pour analyse dans le broyeur mécanique (5.5) préalablement bien nettoyé, jusqu'à obtention de particules ayant au plus 2 mm dans leur plus grande dimension. Rejeter la tête de la mouture (1/20 environ de l'échantillon), recueillir le reste, le mélanger avec soin et effectuer la détermination sans délai.

6.1.4 Pour les graines de coton à linters adhérents, peser à 0,01 g près, dans le vase métallique taré (5.9), environ 60 g de l'échantillon pour analyse tel quel. Placer le vase avec les graines dans l'étuve (5.4) préalablement chauffée à 130°C et laisser sécher pendant 2 heures à 130±2°C, puis retirer le vase de l'étuve et le laisser refroidir à l'air pendant 30 minutes environ. Verser les

[1] Reprise à l'annexe II.

graines ainsi desséchées dans le vase poreux en céramique (5.10) dont les parois intérieures et le fond ont été préalablement humectés avec 1,5 ml d'acide chlorhydrique concentré (4.4), à l'aide d'une pipette (5.12), en ayant soin que l'acide soit complètement absorbé sans former de gouttes adhérentes. Fermer le vase avec le verre de montre (5.13) et le placer dans l'étuve à fumigation (5.11). Chauffer de manière à atteindre en 30 minutes la température de 115 ° C, qui ne doit pas être dépassée, et maintenir cette température pendant encore 30 minutes.

Retirer le vase de l'étuve, laisser refroidir pendant 1 heure à l'air, peser à nouveau les graines ainsi traitées à 0,01 g près, puis broyer les graines dans le broyeur mécanique (5.5) et continuer comme indiqué au paragraphe 6.1.3.

6.1.5 Les petites graines (par exemple lin, colza, etc.) sont analysées sans broyage mécanique préalable.

6.2 *Prise d'essai*

6.2.1 La prise d'essai doit être représentative de l'échantillon pour analyse.

6.2.2 Peser, à 0,01 g près, environ 10 g

— de râpure (6.1.2), dès la fin du râpage dans le cas du coprah,

— de mouture (6.1.3), dès la fin du broyage dans le cas des graines de grosseur moyenne, à l'exception des graines de coton à linters adhérents,

— de mouture (6.1.4), dès la fin du broyage dans le cas des graines de coton à linters adhérents,

— de l'échantillon préalablement bien mélangé dans le cas des petites graines.

6.3 *Détermination*

6.3.1 Dans le cas du coprah et des graines de grosseur moyenne, y compris les graines de coton à linters adhérents, placer la prise d'essai dans la cartouche (5,8) et la boucher avec un tampon d'ouate.

6.3.2 Pour les petites graines, broyer la prise d'essai dans le mortier ou le micro-broyeur (5,7), en ayant soin de ne pas laisser des graines intactes. Transvaser, sans perte, dans la cartouche (5,8), les graines broyées en se servant d'une spatule. Essuyer avec un tampon d'ouate (5,8) imbibé de solvant (4,1) le mortier et le pilon ou le bol du micro-broyeur et la spatule, boucher la cartouche avec ce tampon.

6.3.3 Dans le cas de l'arachide, on peut placer dans la cartouche d'extraction (5,8) une prise d'essai de 10 g environ, constituée par les fractions séparées de graines pures, d'impuretés non oléagineuses et oléagineuses et de poussières totales, en quantités proportionnelles à la teneur de ces différents éléments dans l'échantillon pour analyse.

6.3.4 Lorsque les graines sont très humides (teneur en eau supérieure à 10 %), placer pendant quelque temps la cartouche remplie dans l'étuve chauffée à 80 °C au maximum, pour ramener l'humidité au-dessous de 10 %.

6.3.5 Tarer, à 0,001 g près, deux ballons A et B contenant chacun 1 à 2 grains de pierre ponce (4,3), préalablement séchés à une température de 103 ± 2 °C et refroidis pendant au moins une heure dans un dessiccateur.

Placer dans l'appareil d'extraction (5.1) la cartouche (5.8) contenant la prise d'essai. Verser dans un ballon A la quantité nécessaire de solvant (4.1). Adapter le ballon à l'appareil d'extraction sur le bain à chauffage électrique (5.2). Conduire le chauffage dans des conditions telles que le débit de reflux soit d'au moins trois gouttes à la seconde (ébullition modérée, non tumultueuse).

Après extraction de 4 heures, laisser refroidir. Enlever la cartouche de l'appareil d'extraction, la placer dans un courant d'air afin d'éliminer la majeure partie du solvant qui l'imprègne.

Vider la cartouche dans le mortier (5.7), ajouter environ 10 g de sable (4.2) et triturer aussi finement que possible (dans le cas d'utilisation d'un micro-broyeur, broyer sans adjonction de sable). Replacer le mélange dans la cartouche et celle-ci dans l'appareil d'extraction et continuer l'extraction pendant encore 2 heures, en utilisant le même ballon A.

Laisser refroidir, enlever à nouveau la cartouche, éliminer le solvant et répéter comme ci-dessus la trituration (sans nouvelle adjonction de sable). Procéder à une troisième extraction, d'une durée de 2 heures, le produit de l'extraction étant recueilli cette fois dans le ballon B.

Chasser, par distillation sur bain-marie bouillant, la majeure partie du solvant des ballons A et B.

Eliminer les dernières traces de solvant en chauffant les ballons pendant 20 min. à une température de 103 ± 2 °C. Faciliter cette élimination soit en insufflant de l'air de temps à autre, soit en opérant sous pression réduite. Laisser refroidir les ballons dans un dessiccateur pendant au moins 1 heure et peser à 0,001 g près.

Chauffer à nouveau pendant 10 minutes dans les mêmes conditions; refroidir et peser.

La différence entre ces deux pesées ne doit pas dépasser 0,001 g. A défaut, chauffer à nouveau pendant 10 minutes jusqu'à ce que la différence de masse soit au plus égale à 0,010 g. Noter la dernière pesée du ballon A.

Si la masse de l'huile dans le ballon B est au plus égale à 0,010 g, l'opération est terminée. Sinon, en utilisant le ballon B, faire une nouvelle extraction pendant 2 heures et ainsi de suite, jusqu'à ce que la masse de l'huile issue de la dernière extraction soit au plus égale à 0,010 g. Noter la dernière pesée du ballon B.

6.3.6 L'huile extraite doit être limpide; sinon, déterminer la teneur en impuretés. A cette fin, dissoudre les matières grasses dans le solvant utilisé pour l'extraction; filtrer sur un papier-filtre préalablement séché à 103 ± 2 °C jusqu'à masse constante; laver le filtre plusieurs fois avec le même solvant pour éliminer complètement l'huile; sécher à nouveau à 103 ± 2 °C jusqu'à masse constante (pour refroidir et peser le papier-filtre, se servir d'un vase approprié muni d'un couvercle). Corriger le résultat en conséquence.

6.3.7 S'il est demandé d'effectuer une détermination de la teneur en huile des graines pures, analyser les graines séparées des impuretés, en procédant comme pour le produit tel quel.

6.3.8 Pour connaître la teneur en huile des impuretés, effectuer l'analyse de la même manière que pour les graines pures, aux différences suivantes près:

— la prise d'essai peut être inférieure à 10 g, sans toutefois descendre au-dessous de 2 g,

— on peut se limiter à une seule extraction de 4 heures, la faible erreur par défaut sur la teneur en huile du produit tel quel étant négligeable.

6.3.9 Effectuer deux déterminations sur le même échantillon préparé.

7. Expression des résultats

7.1 *Mode de calcul et formule*

La teneur en huile, en pour-cent en masse du produit tel quel, est calculée au moyen de la formule:

$$\text{Huile, en pour-cent en masse} = \frac{M_1}{M_0} \times 100$$

où

M_1 est la somme des masses, en grammes, des huiles trouvées dans les ballons A et B à la dernière pesée,

M_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai soumise à l'extraction.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité sont remplies. Au cas contraire, répéter l'analyse sur deux autres prises d'essai. Si cette fois encore la différence excède 0,4 %, prendre comme résultat la moyenne arithmétique des quatres déterminations effectuées.

Exprimer le résultat avec une décimale.

7.2 *Répétabilité*

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas excéder 0,4 g d'huile pour 100 g d'échantillon.

7.3 *Remarques*

7.3.1 La même formule (voir paragraphe 7.1) sert à calculer la teneur en huile des graines pures et aussi celle des impuretés, lorsque les graines pures et les impuretés sont analysées séparément.

Dans ce cas, la teneur en huile, en pour-cent en masse du produit tel quel (graines pures plus impuretés), peut être calculée au moyen de la formule:

$$\text{Huile, en pour-cent en masse} = H_1 - \frac{P}{100}(H_1 - H_2)$$

où

H_1 est le pourcentage, en masse, d'huile des graines pures,

H_2 est le pourcentage, en masse, d'huile des impuretés,

P est le pourcentage, en masse, d'impuretés du produit tel quel.

7.3.2 Dans le cas des graines de coton à linters adhérents, la teneur en huile, en pour-cent en masse du produit tel quel, est calculée au moyen de la formule:

$$\text{Huile, en pour-cent en masse} = \frac{M_1}{M_0} \times 100 \times \frac{M''_0}{M'_0}$$

où

M_0, M_1 ont les mêmes significations qu'au paragraphe 7.1,

M'_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (environ 60 g) avant le traitement préalable (voir paragraphe 6.1.4).

M''_0 est la masse, en grammes, de la même prise d'essai après le traitement préalable (voir paragraphe 6.1.4) et avant le broyage.

7.3.3 Si, avant l'analyse, on a été conduit à séparer de l'échantillon les gros corps étrangers non oléagineux (voir paragraphe 6.1.1), le résultat trouvé ci-dessus (voir paragraphes 7.1, 7.3.1 ou 7.3.2) pour la teneur en huile du produit tel quel doit être corrigé en conséquence selon la formule:

$$\text{Huile, en pour-cent en masse} = \frac{H_0}{100} \times (100 - x)$$

où

H_0 est le pourcentage, en masse, d'huile de la substance analysée (calculée, selon le cas, d'après les paragraphes 7.1, 7.3.1 ou 7.3.2),

x est le pourcentage, en masse, de gros corps non oléagineux préalablement séparés du produit initial tel quel.

7.3.4 Dans le cas de l'arachide, la teneur en huile, en pour-cent en masse du produit tel quel, est calculée au moyen de la formule:

$$\text{Huile en pour-cent en masse} = H_1 - \frac{P + I_0 + I_n}{100} \times (H_1 - H_2)$$

où

P est le pourcentage, en masse, de poussières totales,

I_0 est le pourcentage, en masse, d'impuretés oléagineuses,

I_n est le pourcentage, en masse, d'impuretés non oléagineuses,

H_1 est le pourcentage, en masse, d'huile, des graines pures,

H_2 est le pourcentage, en masse, d'huile, des impuretés.

Si l'extraction a été faite dans une seule cartouche, calculer la teneur en huile selon le paragraphe 7.1.

7.3.5 Sur demande, la teneur en huile peut être exprimée par rapport à la matière sèche et calculée au moyen de la formule:

$$\text{Huile, en pour-cent en masse} = H_0 \times \frac{100}{100 - U}$$

où

H_0 est le pourcentage, en masse, d'huile du produit tel quel,

U est l'humidité en pour-cent, en masse.

8. Note sur le mode opératoire

Dans le cas d'huiles semi-siccatives et siccatives, il est préférable d'éliminer le solvant résiduel par séchage sous pression réduite.

9. Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus en précisant clairement si ceux-ci représentent la teneur en huile des graines telles quelles, la teneur en huile des graines pures ou la teneur en huile des graines rapportées à la matière sèche. Le procés-verbal d'essai doit aussi mentionner le solvant utilisé, ainsi que tous les détails opératoires non prévus dans la présente recommandation ISO, ou facultatifs, et les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.