Artikel 2

Die Anlage II der Verordnung Nr. 282/67/EWG wird gestrichen.

Artikel 3

Artikel 2 der Verordnung Nr. 284/67/EWG erhält folgende Fassung:

„Die Entnahme von Proben, die Verkleinerung von Kontraktproben zu Analyseproben sowie die Bestimmung des Gehalts an Fremdbestandteilen und Feuchtigkeit erfolgen nach einer für die gesamte Gemeinschaft einheitlichen Methode."

Artikel 4

Artikel 17 der Verordnung (EWG) Nr. 911/68 erhält folgende Fassung:

„Die Entnahme von Proben, die Verkleinerung von Kontraktproben zu Analyseproben sowie die Bestimmung des Gehalts an Fremdbestandteilen und Feuchtigkeit erfolgen nach einer für die gesamte Gemeinschaft einheitlichen Methode."

Artikel 5

Diese Verordnung tritt am dritten Tag nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften* in Kraft.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 23. September 1968

Für die Kommission

Der Präsident

Jean REY

VERORDNUNG (EWG) Nr. 1470/68 DER KOMMISSION

vom 23. September 1968

über die Entnahme und Verkleinerung von Proben sowie über die Bestimmung des Gehalts der Ölsaaten an Öl, Fremdbestandteilen und Feuchtigkeit

DIE KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN —

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft,

gestützt auf die Verordnung Nr. 136/66/EWG des Rates vom 22. September 1966 über die Errichtung einer gemeinsamen Marktorganisation für Fette [1], insbesondere auf Artikel 26 Absatz 3 und Artikel 27 Absatz 5,

gestützt auf die Verordnung Nr. 162/66/EWG des Rates vom 27. Oktober 1966 über den Handel mit Fetten zwischen der Gemeinschaft und Griechenland [2], insbesondere auf Artikel 8,

gestützt auf die Verordnung Nr. 142/67/EWG des Rates vom 12. Juni 1967 über Erstattungen bei der Ausfuhr von Raps- und Rübsensamen sowie von Sonnenblumenkernen [3], insbesondere auf Artikel 6,

in Erwägung nachstehender Gründe:

In Durchführung der Verordnung Nr. 282/67/EWG der Kommission vom 11. Juli 1967 über Durchführungsbestimmungen betreffend die Intervention bei Ölsaaten [4], der Verordnung Nr. 284/67/EWG der Kommission vom 11. Juli 1967 über bestimmte Einzelheiten für die Anwendung der Erstattungen bei der Ausfuhr von Ölsaaten [5] und der Verordnung (EWG) Nr. 911/68 der Kommission vom 5. Juli 1968 mit Durchführungsbestimmungen über die Beihilfe für Ölsaaten [6], zuletzt geändert durch die Verordnung (EWG) Nr. 1469/68 [7], muß eine für die gesamte Gemeinschaft einheitliche Methode für die Entnahme der

(1) ABl. Nr. 172 vom 30. 9. 1966, S. 3025/66.
(2) ABl. Nr. 197 vom 29. 10. 1966, S. 3393/66.
(3) ABl. Nr. 125 vom 26. 6. 1967, S. 2461/67.
(4) ABl. Nr. 151 vom 13. 7. 1967, S. 1.
(5) ABl. Nr. 151 vom 13. 7. 1967, S. 6.
(6) ABl. Nr. L 158 vom 6. 7. 1968, S. 8.
(7) Siehe Seite 1 dieses Amtsblatts.

Proben und die Verkleinerung der Kontraktproben zu Analyseproben sowie für die Bestimmung des Gehalts der Ölsaaten an Öl, Fremdbestandteilen und Feuchtigkeit festgelegt werden.

Es empfiehlt sich, für jedes der vorgenannten Verfahren die im internationalen Handel übliche Methode zu wählen; im Interesse eines einheitlichen Ergebnisses empfiehlt es sich, die gewählte Methode zu präzisieren.

Die auf Grund dieser Verordnung vorgesehenen Maßnahmen entsprechen der Stellungnahme des Verwaltungsausschusses für Fette —

HAT FOLGENDE VERORDNUNG ERLASSEN:

Artikel 1

(1) Vorbehaltlich folgender Absätze erfolgen die Entnahme der Proben, die Verkleinerung der Kontraktproben zu Analyseproben sowie die Bestimmung des Gehalts an Fremdbestandteilen und an Feuchtigkeit im Sinne des Artikels 4 der Verordnung Nr. 282/67/EWG, des Artikels 2 der Verordnung Nr. 284/67/EWG und des Artikels 17 der Verordnung (EWG) Nr. 911/68 nach den in den Anhängen I, II, III und IV zu dieser Verordnung erläuterten Methoden.

(2) In Abweichung von den Bestimmungen des Anhangs I Punkt 6.1 bestimmen die Mitgliedstaaten die Sachverständigen, die die Probenahme durchführen.

(3) In Abweichung von den Bestimmungen des Anhangs I Punkt 6.3 müssen mindestens 3 Kontraktproben zu Analysen- und Schiedszwecken hergestellt werden.

(4) In Abweichung von den Bestimmungen des Anhangs I Punkt 6.2.1 sind die Einzelproben von mindestens 2 % der Säcke zu entnehmen, aus denen sich die Partie zusammensetzt.

(5) In Abweichung von den Bestimmungen des Anhangs III Punkt 3.2 und 6.3.2 wird der Gehalt an Feuchtigkeit und flüchtigen Bestandteilen in den Ölsaaten, so wie sie angeliefert werden, bestimmt.

Artikel 2

Die Bestimmung des Ölgehalts im Sinne des Artikels 4 der Verordnung Nr. 282/67/EWG erfolgt nach der im Anhang V zu dieser Verordnung erläuterten Methode.

In Abweichung von den Bestimmungen des Anhangs V Punkt 3.2, 6.3.7, 7.3.1, 7.3.3 und 7.3.5 wird der Ölgehalt in den Ölsaaten, so wie sie angeliefert werden, bestimmt.

Artikel 3

Diese Verordnung tritt am dritten Tag nach ihrer Veröffentlichung im *Amtsblatt der Europäischen Gemeinschaften* in Kraft.

Diese Verordnung ist in allen ihren Teilen verbindlich und gilt unmittelbar in jedem Mitgliedstaat.

Brüssel, den 23. September 1968

Für die Kommission

Der Präsident

Jean REY

ANHANG I

ISO-Empfehlung R. 542 (Januar 1967)

ÖLSAATEN

PROBENAHME

Vorbemerkung

Die richtige Probenahme ist ein schwieriger Vorgang, der größte Sorgfalt erfordert. Man kann daher nicht eindringlich genug darauf hinweisen, wie wichtig es ist, für die Analyse eine hinreichend repräsentative Ölsaaten-Probe herzustellen.

Die meisten Ölsaaten werden auf der Basis von Proben unter Berücksichtigung des Ergebnisses der Probenanalyse verkauft. Beanstandungen werden immer unter Bezugnahme auf die Probe geregelt, so daß eine nachlässige oder ungenaue Probenahme zu Mißverständnissen, Verzögerungen und überflüssigen Preiskorrekturen führt.

Die in dieser ISO-Empfehlung beschriebene Arbeitsweise hat sich in der Praxis gut bewährt, es wird daher dringend geraten, sie überall anzuwenden, wo es möglich ist. Selbstverständlich lassen sich feststehende verbindliche Regeln nur schwierig aufstellen; manchmal ist eine geringe Abwandlung der Methode entsprechend den besonderen Umständen angezeigt.

1. Zweck

Diese ISO-Empfehlung beschreibt Methoden der Probenahme von Ölsaatenlieferungen. Ferner werden die für diese Arbeiten erforderlichen Geräte angegeben.

2. Allgemeines

2.1 Zweck dieser ISO-Empfehlung ist die Festlegung der allgemeinen Bedingungen der Probenahme, auf Grund deren die Qualität der als industrielle Rohstoffe gekauften Ölsaaten beurteilt werden kann. Die Gesamtlieferung ist nach Partien von höchstens 500 Tonnen [1] für große und mittelgroße Saaten bzw. höchstens 100 Tonnen für kleine Saaten zu untersuchen.

2.2 Die Proben müssen absolut repräsentativ für die Partien sein, denen sie entnommen wurden. Zu diesem Zweck sind von einer Höchstmenge von 500 Tonnen (beziehungsweise 100 Tonnen je nach Art der Saat) eine Reihe von Einzelproben zu entnehmen und sorgfältig zu einer Mischprobe zu vermischen, aus der man durch sukzessive Verkleinerungen die zur Untersuchung bestimmte Kontraktprobe herstellt.

2.3 Es ist besonders darauf zu achten, daß alle Geräte für die Probenahme sauber, trocken und geruchsfrei sind.

Die Entnahme muß so durchgeführt werden, daß die Proben der Ölsaaten, die Geräte für die Probenahme sowie die Gefäße zur Aufnahme der Probe vor jeder zufälligen Verunreinigung wie z. B. durch Regen, Staub usw. geschützt werden.

Stoffe, die dem Gerät zur Probenahme außen anhaften, sind zu entfernen, bevor der Inhalt des Gerätes entleert wird.

3. Definitionen

Die Begriffe im Zusammenhang mit der Warenpartie und den Proben sind folgendermaßen definiert:

3.1 *Lieferung*

Die im Rahmen eines Kaufvertrags auf einmal versandte Saatmenge.

3.2 *Partie*

Eine bestimmte Menge der Lieferung, die eine Beurteilung der Qualität ermöglicht.

[1] Metrische Tonnen, 1 t = 1000 kg.

3.3 *Einzelprobe*

Eine kleine Saatmenge, die an einer bestimmten Stelle der Partie entnommen wird. An verschiedenen Stellen der Partie ist eine Reihe von Einzelproben zu entnehmen, die, wenn sie vermischt werden, repräsentativ für die Partie sind.

3.4 *Mischprobe*

Saatmenge, die sich durch das Zusammengeben und Vermischen der Einzelproben ergibt.

3.5 *Kontraktprobe*

Eine kleine Probe, deren Qualität repräsentativ für die Partie ist. Sie wird aus der Mischprobe hergestellt und ist zur Analyse oder für eine andere Untersuchung bestimmt.

4. Geräte

Für jede der folgenden Gruppen sind bestimmte Geräte erforderlich. Für jede Gruppe sind Beispiele angegeben (siehe auch die Abbildungen 1 bis 9 im Anhang A).

4.1 *Probenahme bei Sackabfüllung*

Probenehmer für Säcke, zylindrische und konische Geräte zur Probenahme sowie Handschaufeln.

4.2 *Probenahme bei Schüttgut*

Große und kleine Handschaufeln, zylindrische und konische Geräte zur Probenahme, mechanische Vorrichtungen zur Probenahme sowie andere Geräte zur periodischen Entnahme von kleinen Proben aus den fließenden Ölsaaten.

4.3 *Mischen und Teilen*

Schaufeln, Quartiereisen, mehrspaltige Probenteiler sowie andere Probenteiler.

5. Begrenzung der Größe der Partie

5.1 *Beförderung per Schiff*

Ölsaaten werden meistens per Seefracht oder Binnenschiffracht befördert. In beiden Fällen findet die Probenahme normalerweise beim Entladen statt. Jede Partie muß 500 (bzw. 100) t oder einen Teil von 500 (bzw. 100) t betragen.

5.2 *Beförderung per Straße oder Schiene*

Wird vom Schiff auf Lastwagen oder Eisenbahnwagen umgeladen, so kann die Probenahme vor dem Beladen der Lastwagen oder Waggons vorgenommen werden. Jede Partie muß jeweils 500 (bzw. 100) t oder einen Teil von 500 (bzw. 100) t betragen.

Werden die Proben von den beladenen Waggons entnommen, so muß jede Partie jeweils eine bestimmte Anzahl von Waggons umfassen, deren Gesamtladung 500 (bzw. 100) t oder einen Teil von 500 (bzw. 100) t betragen muß.

5.3 *Silo oder Lager*

Wird die Saat direkt vom Schiff in ein Silo oder Lager verladen, so ist die Probenahme gemäß Absatz 5.1 vorzunehmen. Sind keine Maßnahmen für eine derartige Probenahme vorgesehen, so können die Proben entsprechend Absatz 5.2 vor oder während der Überführung in das Silo bzw. das Lager entnommen werden. Jede Partie muß 500 (bzw. 100) t oder einen Teil von 500 (bzw. 100) t betragen.

6. Methoden der Probenahme

6.1 *Allgemeines*

Die Probenahme ist von Sachverständigen durchzuführen, die vom Käufer und Verkäufer gemeinsam bestimmt werden.

Da die Zusammensetzung der Partie selten bzw. niemals homogen ist, müssen genügend Einzelproben, entnommen werden, um eine repräsentative Mischprobe zu erhalten. Die Probenahme bei Saaten, die

durch Meerwasser oder anderweitig während des Transports beschädigt wurden oder in schlechtem Zustand sind, sowie die Probenahme von verstreuten (1) und wiederaufgelesenen Saaten und von Abfallprodukten ist getrennt von der Probenahme der gesunden Saat vorzunehmen. Die beschädigte Ware darf mit der unversehrten Ware nicht vermischt werden, sondern ist gesondert zu beurteilen.

6.2 *Entnahme der Einzelprobe*

Die Einzelproben sind den Umständen entsprechend bei Schüttgut oder bei Sackabfüllung mit Hilfe der unter Absatz 4 aufgeführten Geräte zur Probenahme unter Beachtung von Absatz 6.2.1 und 6.2.2 zu entnehmen.

6.2.1 *Aus Säcken*

Sofern im Vertrag nicht anders vereinbart oder in dem betreffenden Hafen nicht ein anderes Verfahren üblich ist, sind die Einzelproben von 2 % der Säcke zu entnehmen, aus denen sich die Partie zusammensetzt. Bei offenen Säcken können die Einzelproben mit einer Handschaufel oder zylindrischen bzw. konischen Geräten zur Probenahme entnommen werden.

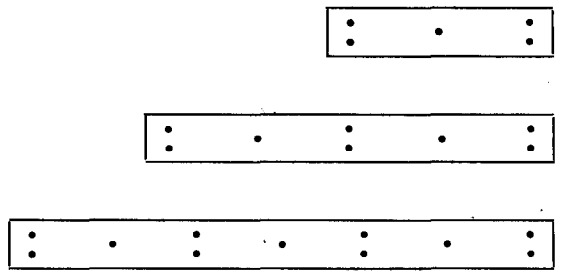
Bei der Probenahme aus geschlossenen Säcken ist die Verwendung von besonderen Probenehmern für Säcke möglich.

6.2.2 *Aus Schüttgut*

6.2.2.1 Wird die Probe dem fließenden Produkt entnommen, so sind die Einzelproben über den gesamten Saatfluß zu verteilen und in bestimmten Zeitabständen, die sich nach der Geschwindigkeit des Saatflusses richten, zu entnehmen.

6.2.2.2 Werden die Proben bei Schüttgut während des Entladens in den Laderäumen der Transportmittel entnommen, so sind die Einzelproben an möglichst vielen Stellen und in bestimmten Abständen, die sich nach der Entladegeschwindigkeit richten, zu entnehmen.

6.2.2.3 Werden die Proben von beladenen Eisenbahnwaggons entnommen, so sind die Einzelproben vertikal in drei verschiedenen Höhen je nach Saat mit einem zylindrischen oder konischen Gerät zur Probenahme an folgenden Stellen zu entnehmen:



— bei Waggons oder Lastwagen bis 15 t Ladegewicht: 5 Entnahmestellen (in der Mitte und ca. 50 cm von den Seitenwänden),

— Waggons mit 15 bis 30 t Ladegewicht: 8 Entnahmestellen,

— Waggons von 30 bis 50 t Ladegewicht: 11 Entnahmestellen.

Anmerkung: Ist dieses Entnahmeverfahren bei einem Waggontyp nicht anwendbar, so ist die Probenahme gemäß Absatz 6.2.2.1 durchzuführen.

6.2.2.4 Wird die Probe aus dem Einlauftrichter zur Waage entnommen, so sind die Einzelproben mittels zylindrischer Geräte, Schaufeln oder mechanischer Geräte zur Probenahme zu entnehmen, je nachdem, welches Verfahren in dem betreffenden Hafen üblich ist.

6.2.2.5 Bei Silos und Lagern richtet sich das Verfahren zwangsläufig nach den örtlichen Gegebenheiten.

6.3 *Kontraktprobe*

Die Mischprobe ist zu mischen und mit Hilfe der in Abschnitt 4 genannten Geräte durch Teilung auf die gewünschte Anzahl von Kontraktproben zu verkleinern. Die Anzahl der zu Analysen- und Schiedszwecken herzustellenden Kontraktproben ist im Vertrag festzulegen oder sonstwie zwischen Käufer und Verkäufer zu vereinbaren.

Für gewisse Saaten (z. B. Kopra, Erdnüsse in der Schale) empfiehlt es sich, die Mischprobe vor der Teilung zu sieben und die Staubanteile im richtigen Verhältnis den Kontraktproben wieder beizugeben. Damit soll sichergestellt werden, daß die Proben jeweils den gleichen prozentualen Anteil an weniger wertvollen Staubanteilen enthalten.

6.4 Im allgemeinen genügen die nachstehend aufgeführten Mengen. Je nach Art der gewünschten Analyse können in gewissen Fällen größere oder kleinere Proben verlangt werden.

---

(1) Diese Bezeichnung wird zur Kennzeichnung von Produkten gebraucht, die aus dem ursprünglichen Behälter ausgelaufen, aber nicht übermäßig verunreinigt sind.

Saat	Partie	Einzelprobe	Mischprobe (1)	Kontraktprobe
	t	kg	kg	kg
Große Saaten (z. B. Kopra)	bis 500	1	bis 200	6
Mittelgroße Saaten (z. B. Erdnußkerne)	bis 500	0,5	bis 100	5
Kleine Saaten (z. B. Mohn)	bis 100	0,1	bis 20	2

(1) Unabhängig von ihrer Größe muß die Mischprobe repräsentativ für die Partie sein.

7. Verpackung und Kennzeichnung der Proben

7.1 *Verpackung der Proben*

Die Kontraktproben müssen in dichtgewebten Säcken, festen Papiersäcken, Pappbehältern, Polyäthylensäcken, Metallbehältern, Flaschen oder Glasbehältern verpackt sein.

Proben, die zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehalts oder für sonstige Analysen bestimmt sind, deren Ergebnis durch eine Veränderung des Feuchtigkeitsgehalts beeinflußt werden könnte, müssen in feuchtigkeitsundurchlässigen Behältern verpackt sein, die mit einem luftdichten Verschluß versehen sind. Die Behälter müssen vollständig gefüllt und der Verschluß versiegelt sein, um eine Veränderung des ursprünglichen Wassergehalts zu verhindern.

7.2 *Beschriftung der Proben*

Werden für die Ölsaatenproben Papieretikette verwendet, so empfiehlt es sich, Etikette in der dafür geeigneten Qualität und der entsprechenden Größe zu verwenden. Das Loch in dem Etikett muß verstärkt sein.

Die Etikette müssen mindestens folgende Angaben enthalten:

1. Schiff oder Fahrzeug
2. aus.....
3. nach.....
4. Ankunft.....
5. Menge
6. Schüttgut/Säcke
7. Bezeichnung der Ware
8. Kennzeichen (2) oder Nummer der Partie
9. Nummer und Datum des Ladezettels oder des Vertrages
10. Datum der Probenahme
11. Ort und Stelle der Probenahme
12. Probenahme gemeinsam durchgeführt von .....

Die Angaben auf den Etiketten müssen unverwischbar sein.

8. Versand der Proben

Die Kontraktproben müssen so bald wie möglich versandt werden, d. h. abgesehen von Ausnahmefällen bis spätestens 48 Stunden nach Beendigung der Probenahme, arbeitsfreie Tage nicht eingerechnet.

9. Bericht über die Probenahme

Wird ein Bericht über die Probenahme erstellt, so muß er enthalten:

— Zustand der Saat, der die Probe entnommen wurde,

— angewandte Technik, soweit sie sich von der in dieser ISO-Empfehlung beschriebenen Methode unterscheidet, und

— sämtliche Umstände, die sich auf die Probenahme ausgewirkt haben können.

(2) Zum Zwecke der Identifizierung.

ANHANG A

BEISPIELE FÜR GERÄTE ZUR PROBENAHME

Anmerkung: Es gibt zahlreiche Geräte verschiedener Art. Die Größenangaben gelten lediglich zur Orientierung.

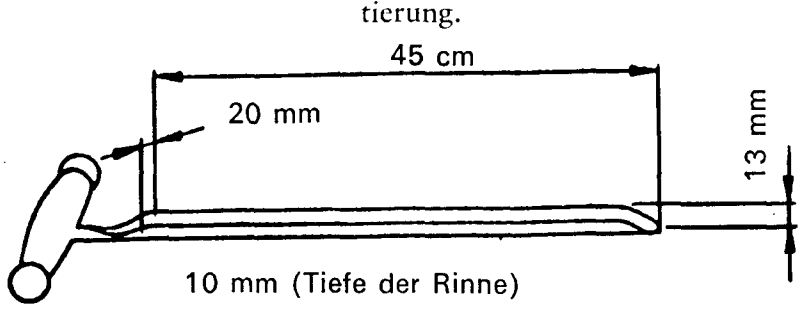


Abb. 1 — Rinnenförmiger Probestecher

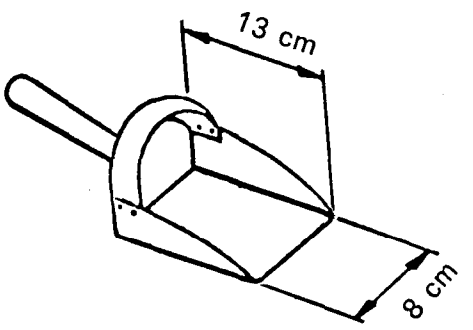


Abb. 2 — Handschaufel

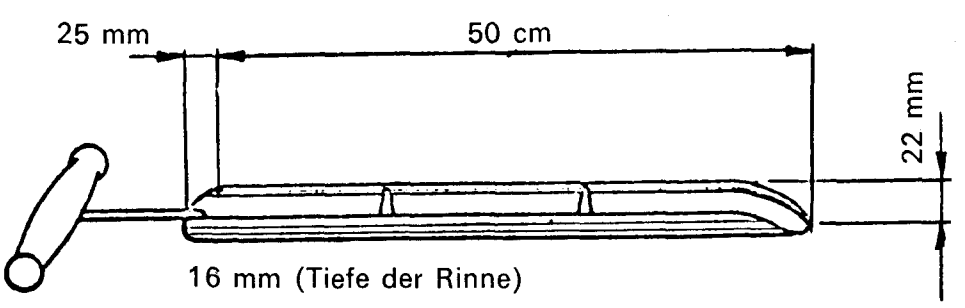


Abb. 3 — Unterteilter, rinnenförmiger Probestecher

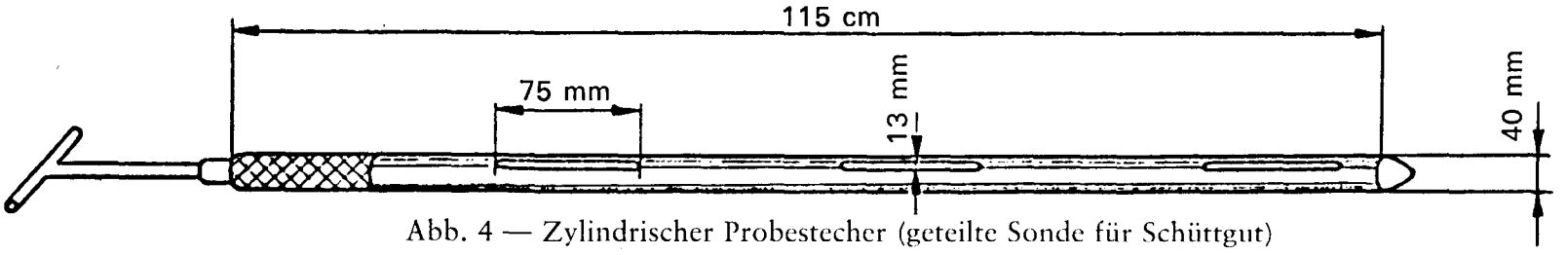


Abb. 4 — Zylindrischer Probestecher (geteilte Sonde für Schüttgut)

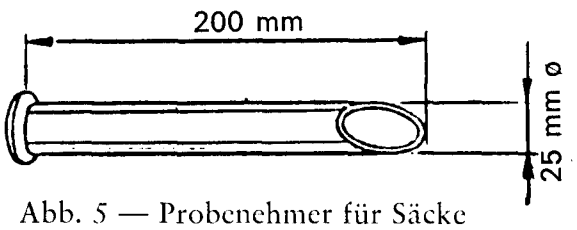


Abb. 5 — Probenehmer für Säcke

Abb. 6 — Probenehmer für fließende Produkte (Pelican Typ)

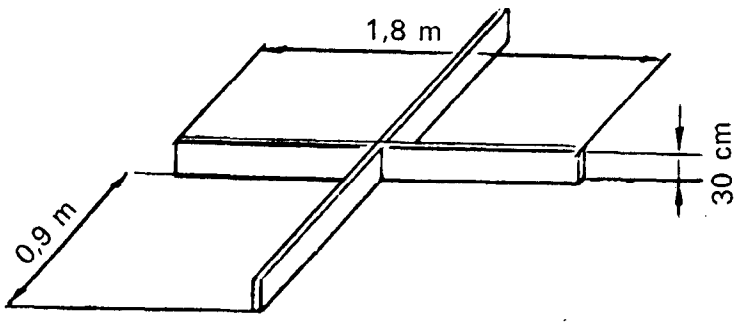


Abb. 7 — Quartiereisen

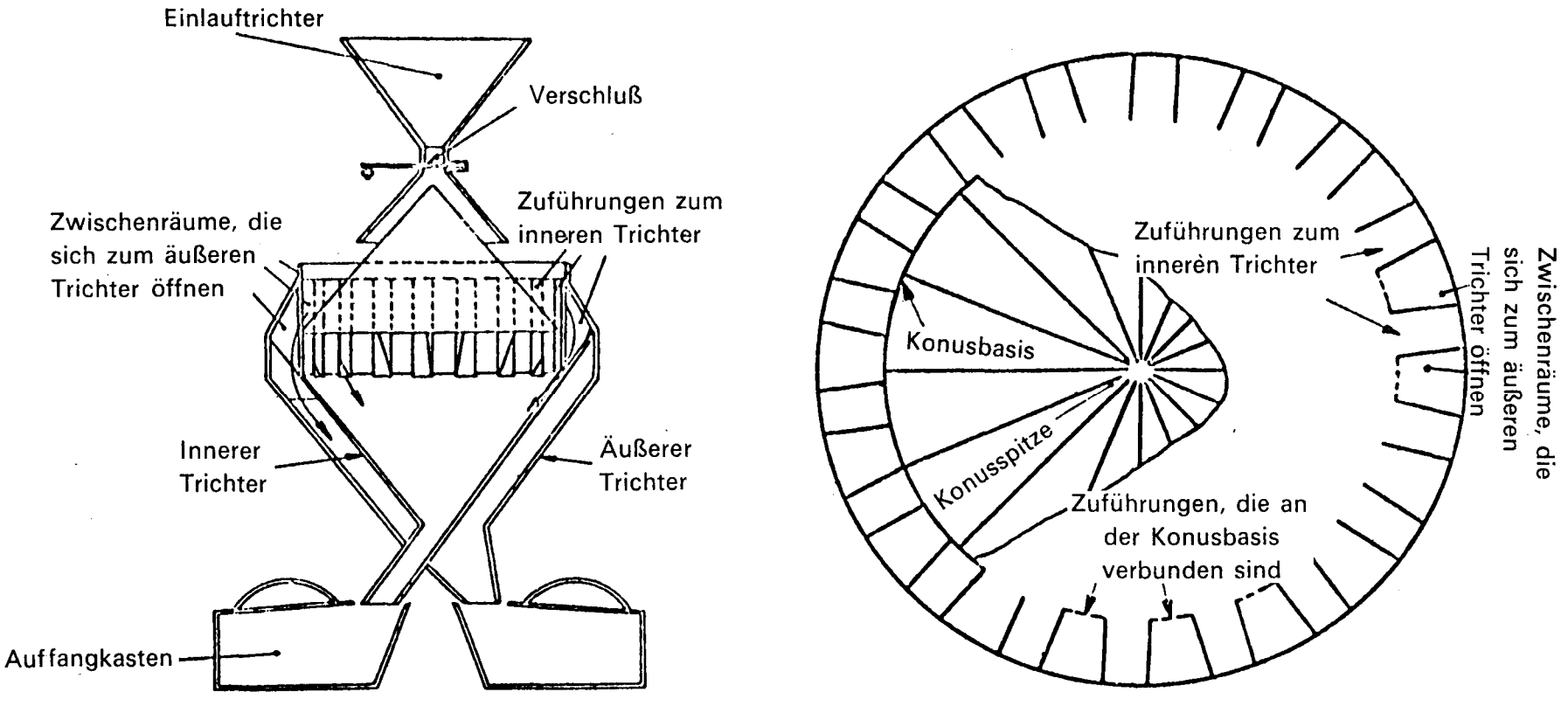


Abb. 8 — Konischer Probenteiler

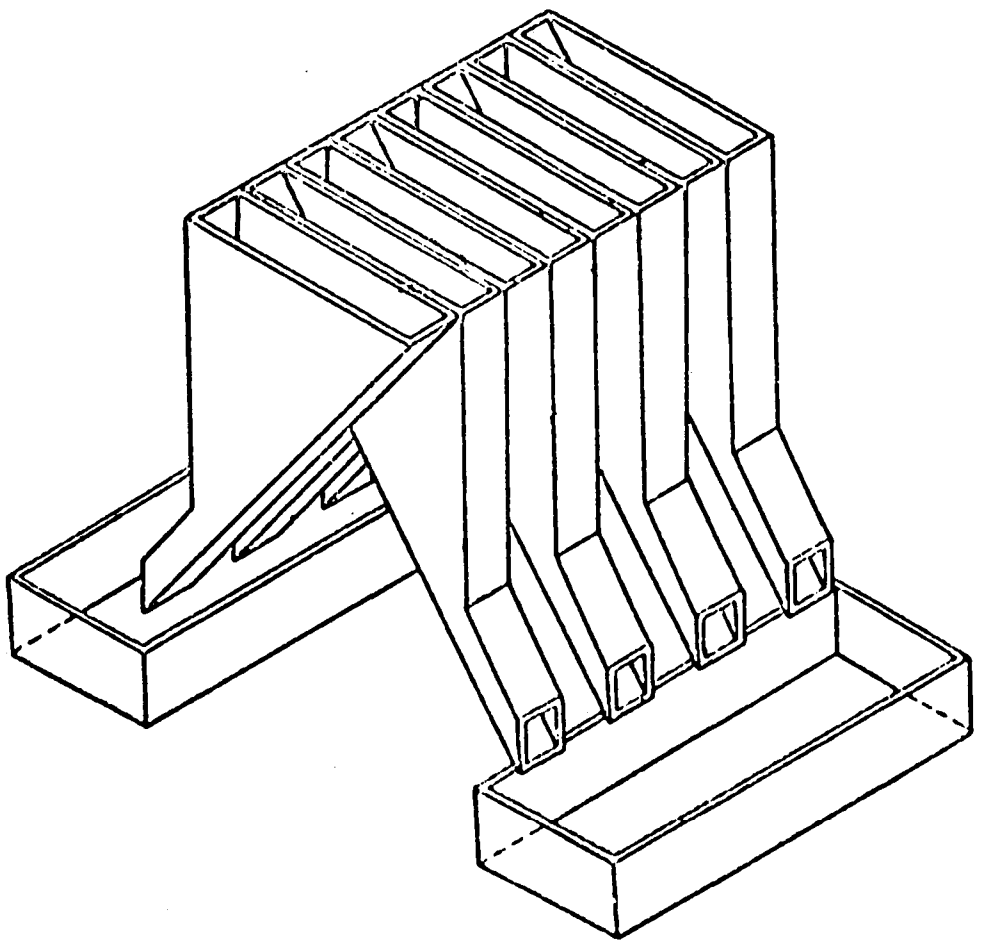


Abb. 9 — Mehrspaltiger Probenteiler

ANHANG II

ISO-Empfehlung R. 664 (Februar 1968)

ÖLSAATEN

VERKLEINERUNG VON KONTRAKTPROBEN ZU ANALYSENPROBEN

1. Zweck

In dieser ISO-Empfehlung wird festgelegt, nach welchem Verfahren aus einer Kontraktprobe von Ölsaaten eine Probe zu Analysenzwecken hergestellt wird.

Anmerkung

1. Methoden zur Herstellung von repräsentativen Kontraktproben aus einer Lieferung von Ölsaaten sind in der ISO-Empfehlung R 542 „Ölsaaten — Probenahme" beschrieben (1).

2. Bei dem Handel mit Ölsaaten schreiben einige Verträge vor, daß die Probe so, wie sie entnommen wurde, d. h. einschließlich aller Fremdbestandteile, zu analysieren ist. Andererseits wird in einigen Verträgen verlangt, daß die Fremdbestandteile vorher quantitativ abzutrennen und die gereinigten Saaten zu analysieren sind. Unter Umständen wird auch die Analyse der Fremdbestandteile verlangt.

2. Prinzip

Die Analysenprobe wird, gegebenenfalls nach Entfernung der großen Fremdbestandteile, in geeigneter Weise durch entsprechende Verkleinerung der Kontraktprobe hergestellt, und zwar unter Verwendung des einen oder anderen der genannten Probenteiler, wobei darauf zu achten ist, daß die zuletzt erhaltene Analysenprobe tatsächlich für die gesamte Kontraktprobe repräsentativ ist.

Die Analysenprobe wird — entweder in ihrem ursprünglichen Zustand oder nach Abtrennung der Fremdbestandteile — nach der in der entsprechenden Methode beschriebenen Technik für die Analyse vorbereitet.

3. Geräte

Probenteiler

Quartiereisen, konische und mehrspaltige Probenteiler sowie sonstige Probenteiler, die eine gleichmäßige Verteilung der Bestandteile der Kontraktprobe in der Analysenprobe gewährleisten.

4. Verkleinerung der Kontraktprobe

Falls erforderlich, zunächst die großen Fremdbestandteile auslesen und wiegen, dann die Kontraktprobe sorgfältig durchmischen, damit sie möglichst homogen ist, und anschließend mit Hilfe eines der Saatenart entsprechenden Probenteilers sukzessive verkleinern, bis man ungefähr das in Tabelle 1 angegebene Gewicht erhält.

(1) wie im Anhang I aufgeführt.

TABELLE 1

Art der Saat		Mindestmenge der einzelnen Analysenproben (in Gramm)
Kopra	Cocos nucifera Linnaeus	1000
Rizinus	Ricinus communis Linnaeus	600
Palmkern	Elaeis guineensis N. J. Jacquin	600
Erdnuß	Arachis hypogaea Linnaeus	600
Shea-Nuß	Butyrospermum paradoxum (C. F. Gaertner) Hepper	500
Kürbis	Cucurbita pepo Linnaeus	500
Sonnenblume	Helianthus annuus Linnaeus	500
Soja	Glycine soja Linnaeus J. Merrill	500
Baumwollsaat	Gossypium sp.	500
Hanf	Cannabis sativa Linnaeus	200
Leinsaat	Linum usitatissimum Linnaeus	200
Raps	Brassica napus Linnaeus	200
Rübsen	Brassica rapa Linnaeus	200
Mohn	Papaver somniferum Linnaeus	200
Weißer Senf	Sinapis alba Linnaeus	200
Schwarzer Senf	Brassica nigra Linnaeus W. D. J. Koch	200
Sesam	Sesamum indicum Linnaeus	200

Anmerkung: Für die in dieser Tabelle nicht erfaßten Saaten gelten die gleichen Mindestgewichte wie sie für Saaten entsprechender Größe vorgeschrieben sind.

5. Abtrennung der Fremdbestandteile

Wird die Abtrennung der Fremdbestandteile verlangt, so ist nach der Empfehlung ISO/R 658 „Ölsaaten, Bestimmung des Gehalts an Fremdbestandteilen“ vorzugehen [1].

[1] wie im Anhang IV aufgeführt.

ANHANG III

ISO-Empfehlung R. 665 (Februar 1968)

ÖLSAATEN

BESTIMMUNG DES GEHALTS AN FEUCHTIGKEIT UND FLÜCHTIGEN BESTANDTEILEN

1. Zweck

Diese ISO-Empfehlung beschreibt eine Methode zur Bestimmung des Gehalts an Feuchtigkeit und flüchtigen Bestandteilen in Ölsaaten.

2. Definition

Unter *Feuchtigkeit* und *flüchtigen Bestandteilen* ist der Gewichtsverlust unter den nachstehend beschriebenen Versuchsbedingungen zu verstehen.

3. Prinzip

3.1 Der Gehalt an Feuchtigkeit und flüchtigen Bestandteilen wird in dem Material, so wie es angeliefert wird (eine Saat plus Fremdbestandteile), bestimmt, indem es bei einer Temperatur von 103° C im temperaturkonstanten Trockenschrank und bei Atmosphärendruck praktisch bis zur Gewichtskonstanz getrocknet wird.

3.2 Auf Verlangen kann auch der Gehalt an Feuchtigkeit und flüchtigen Bestandteilen der gereinigten Saat allein bestimmt werden.

4. Geräte

4.1 *Analytische Waage*

4.2 *Maschinelle Mühle,* die leicht zu reinigen und für die betreffende Saatenart geeignet ist, und in der das Mahlgut weder erhitzt wird noch eine spürbare Veränderung im Feuchtigkeits- und Ölgehalt erleidet.

4.3 *Mechanische Raspel* oder, falls nicht vorhanden, *Handraspel.*

4.4 *Gefäß* aus korrosionsbeständigem Metall mit flachem Boden und gut schließendem Deckel, in dem die Probe auf ca. 0,2 g pro cm^2 ausgebreitet werden kann (z. B.: Gefäßdurchmesser 70 mm, Höhe 30 bis 40 mm). Auf Vereinbarung zwischen Käufer und Verkäufer können auch Glasgefäße mit eingeschliffenem Deckel verwendet werden.

4.5 *Elektrischer Trockenschrank* mit konstanter Temperatur und guter natürlicher Lüftung, der so eingestellt ist, daß die Temperatur der Luft und der Schrankplatten in unmittelbarer Umgebung der Proben bei normalem Betrieb zwischen 101 und 105° C liegt.

4.6 *Exsikkator* mit einem starken Trocknungsmittel wie z. B. Phosphorpentoxyd, Silikagel, aktiviertes Aluminium usw. und einer Metallplatte, die ein rasches Abkühlen der Gefäße ermöglicht.

5. Verfahren

5.1 *Vorbereitung der Probe*

5.1.1 Für die Analyse ist eine Probe zu verwenden, die gemäß der ISO-Empfehlung R 664 „Ölsaaten, Verkleinerung von Kontraktproben zu Analysenproben" hergestellt wurde (1). Sind vor der Verkleinerung der Kontraktprobe große, nicht ölhaltige Fremdbestandteile ausgelesen worden, so ist dies bei der Berechnung zu berücksichtigen (siehe Absatz 6.3.1). Je nach Vertragsbedingungen ist die Analysenprobe so wie geliefert oder nach Abtrennung der Fremdbestandteile zu verwenden.

(1) wie im Anhang II aufgeführt

5.1.2 Kopra: das Erzeugnis von Hand raspeln oder besser noch unter Verwendung einer mechanischen Raspel (4.3), in der die gesamte Probe verarbeitet werden kann. Wird die Handraspel benutzt, wobei nicht die ganze Analysenprobe verarbeitet werden kann, so ist dabei unter Berücksichtigung der Farbe und Größe der verschiedenen Teilchen eine möglichst repräsentative Teilprobe zu entnehmen.

Die Länge der Raspelteilchen darf über 2 mm hinausgehen, sollte jedoch nicht mehr als 5 mm betragen. Teilchen sorgfältig mischen und die Bestimmung unverzüglich vornehmen.

5.1.3 Bei mittelgroßen Saaten (z. B.: Erdnuß, Soja usw.) mit Ausnahme von Sonnenblumenkernen und Baumwollsaat mit anhaftendem Linter: Analysenprobe in einer zuvor gut gereinigten Mühle (4.2) mahlen, bis man Partikel erhält, die in ihrer größten Ausdehnung nicht länger als 2 mm sind. Die ersten Anteile des Mahlgutes (etwa ein Zwanzigstel der Probe) verwerfen, den Rest sammeln, sorgfältig mischen und die Bestimmung unverzüglich durchführen.

5.1.4 Kleine Saaten (z. B.: Leinsamen, Raps, Hanf usw.) sowie Saflorsaat, Sonnenblumenkerne und Baumwollsaat mit anhaftendem Linter werden ungemahlen analysiert.

5.2 *Analysenprobe*

5.2.1 Gefäß (4.4) mit Deckel wiegen, nachdem es mindestens 30 Minuten bei Labortemperatur im Exsikkator (4.6) gestanden hat.

5.2.2 Auf 0,001 g genau in das Gefäß einwiegen:

entweder 5 ± 0,5 g des geraspelten Produkts bei Kopra (5.1.2), bzw. Mehl bei mittelgroßen Saaten mit Ausnahme von Sonnenblumenkernen oder Baumwollsaat mit anhaftendem Linter (5.1.3) oder 5 bis 10 g unzerkleinerte Saat bei Sonnenblumenkernen, Baumwollsaat mit anhaftendem Linter und kleinen Saaten.

Die Substanz ist gleichmäßig über den Gefäßboden zu verteilen und das Gefäß mit dem Deckel zu verschließen. Das Ganze wiegen.

5.2.3 Diese Arbeitsgänge sind so rasch wie möglich durchzuführen, um eine nennenswerte Änderung des Feuchtigkeitsgehalts zu vermeiden.

5.3 *Bestimmung*

Das Gefäß mit der Untersuchungsprobe ohne Deckel in den Trockenschrank (4.5) stellen, nachdem dieser auf eine Betriebstemperatur von 103 ± 2°C eingestellt wurde. Trockenschrank schließen.

Nach 3 Stunden (bei Baumwollsaat mit anhaftendem Linter 12 bis 16 Stunden), gerechnet von dem Zeitpunkt an, an dem die Temperatur wiederum 103°C erreicht hat, den Trockenschrank öffnen, das Gefäß sofort mit dem Deckel verschließen und in den Exsikkator stellen. Gefäß wiegen, sobald es auf Labortemperatur abgekühlt ist.

Sodann Gefäß ohne Deckel wieder eine Stunde lang in den Trockenschrank stellen, dann wieder verschließen und herausnehmen, abkühlen lassen und wiegen wie zuvor.

Beträgt die Differenz zwischen den beiden Gewichtsbestimmungen 0,005 g oder weniger (für eine Untersuchungsprobe von 5 g), dann kann die Untersuchung als abgeschlossen betrachtet werden. Andernfalls ist die Probe nochmals nacheinander jeweils für eine Stunde in den Trockenschrank zu stellen, bis die Differenz zwischen zwei aufeinanderfolgenden Wägungen 0,005 g oder weniger beträgt. Immer auf 0,001 g genau wiegen.

Von der gleichen Probe sind zwei Bestimmungen durchzuführen.

6. Ergebnisse

6.1 *Berechnung und Formeln*

Der Gehalt an Feuchtigkeit und flüchtigen Bestandteilen wird nach folgender Formel in Gewichtsprozenten, bezogen auf das Material, so wie es geliefert wurde, auf eine Dezimale genau berechnet:

$$\text{Feuchtigkeit und flüchtige Bestandteile in Gewichtsprozenten} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

dabei ist:

M_0 = Gewicht des Gefäßes in Gramm

M_1 = Gewicht des Gefäßes und der Probe vor dem Trocknen in Gramm

M_2 = Gewicht des Gefäßes und der Probe nach dem Trocknen in Gramm.

Als Ergebnis ist das arithmetische Mittel zweier Parallelbestimmungen anzusehen, sofern keine Wiederholung der Bestimmungen erforderlich ist. Ist eine Wiederholung erforderlich, so ist die Bestimmung mit zwei neuen Proben zu wiederholen. Übersteigt die Differenz wiederum 0,2 g pro 100 g Probe, so ist als Ergebnis das arithmetische Mittel der 4 Bestimmungen anzusehen, sofern die Differenz zwischen den einzelnen Bestimmungen nicht mehr als 0,5 g je 100 g Probe beträgt. Das Ergebnis ist auf eine Dezimale genau anzugeben.

6.2 *Wiederholung*

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von zwei gleichzeitig oder rasch nacheinander vom gleichen Analytiker durchgeführten Bestimmungen darf pro 100 g Probe nicht mehr als 0,2 g Feuchtigkeit und flüchtige Bestandteile betragen.

6.3 *Anmerkung*

6.3.1 Sind vor der Analyse große nicht ölhaltige Fremdbestandteile aus der Probe ausgelesen worden (siehe Absatz 5.1.1), so ist das vorliegende Ergebnis (siehe Absatz 6.1) nach folgender Formel zu berichtigen:

$$\text{Feuchtigkeit und flüchtige Bestandteile in Gewichtsprozenten} = h \times \frac{100 - X}{100}$$

dabei ist

h = der nach der Formel unter Absatz 6.1 berechnete Gehalt an Feuchtigkeit und flüchtigen Bestandteilen in der Probe, berechnet in Gewichtsprozenten;

X = Gehalt an großen, vorher im Ausgangsprodukt ausgelesenen Fremdbestandteilen, berechnet in Gewichtsprozenten.

6.3.2 Ist die Bestimmung des Feuchtigkeitsgehalts und des Gehalts an flüchtigen Bestandteilen mit gereinigter Saat durchgeführt worden, so sind Feuchtigkeit und flüchtige Bestandteile nach der Formel unter Absatz 6.1 zu berechnen.

7. Hinweis

Niemals feuchte Produkte zusammen mit solchen, die fast trocken sind, in den Trockenschrank stellen, weil dabei die fast trockenen Produkte wieder einen Teil Feuchtigkeit aufnehmen.

8. Untersuchungsbericht

Der Untersuchungsbericht soll die angewandte Methode und die Ergebnisse enthalten, wobei klar anzugeben ist, ob sich der Gehalt an Feuchtigkeit und flüchtigen Bestandteilen auf das Erzeugnis, so wie es geliefert wurde, oder auf die gereinigte Saat bezieht.

Außerdem sind alle in der ISO-Empfehlung nicht aufgeführten oder als fakultativ betrachteten Einzelheiten sowie sämtliche Umstände, die sich auf das Ergebnis auswirken könnten, anzugeben.

In dem Bericht sollen ferner alle für die vollständige Identifizierung der Probe erforderlichen Einzelheiten aufgeführt sein.

ANHANG IV

ISO-Empfehlung R. 658 (Februar 1968)

ÖLSAATEN

BESTIMMUNG DES GEHALTS AN FREMDBESTANDTEILEN

1. Zweck

Die ISO-Empfehlung dient der Beschreibung eines Verfahrens zur Bestimmung des Gehalts an Fremdbestandteilen in Ölsaaten, die als industrieller Rohstoff verwendet werden, und der Definition der einzelnen Arten von Fremdbestandteilen, so wie sie allgemein aufgefaßt werden.

2. Definitionen

2.1 Unter *Fremdbestandteilen* sind alle organischen und anorganischen Fremdkörper zu verstehen, die nicht zur Ausgangssaat gehören.

2.2 Unter *Staub* sind alle die Teile zu verstehen, die je nach der zu analysierenden Saat das in Tabelle 1 angegebene Sieb passieren (siehe Absatz 5.2.1).

Bei Erdnüssen wird das im Staub enthaltene Mehl der Saat nicht als Fremdbestandteil angesehen.

2.3 Unter *nicht ölhaltigen Fremdbestandteilen* sind nicht ölhaltige Fremdkörper (Holzreste, Metallstückchen Steine, Samen nicht ölhaltiger Pflanzen), Zweig- und Blattstücke sowie andere nicht ölhaltige, der zu analysierenden Ölsaat zugehörige Teile (z. B.: freie oder den Palmkernen noch anhängende Schalenreste), zu verstehen, die von den in der Tabelle 1 angegebenen Sieben zurückgehalten wurden. Bei den in der Schale verkauften Saaten, z. B.: bei Sonnenblumenkernen (Helianthus annuus Linnaeus) oder Kürbiskernen (Cucurbita pepo Linnaeus) werden freie Schalen nur dann als Fremdbestandteile angesehen, wenn ihr Anteil größer ist als der, der den in der Probe enthaltenen Kernen normalerweise entspricht.

2.4 Unter *ölhaltigen Fremdbestandteilen* werden fremde Ölsaaten verstanden.

3. Prinzip

Trennung der Fremdbestandteile durch Sieben und Verlesen in 3 Gruppen, und zwar:

— Staub,

— nicht ölhaltige Fremdbestandteile,

— ölhaltige Fremdbestandteile.

4. Geräte

4.1 *Siebe* (siehe Tabelle 1)

4.2 *Pinzetten* oder andere geeignete Instrumente

4.3 *Analysenwaage*

5. Verfahren

5.1 *Analysenprobe*

Analysenprobe ist die Probe, die bei der Verkleinerung der Kontraktprobe gemäß der Empfehlung ISO/R 664 „Ölsaaten — Verkleinerung von Kontraktproben zu Analysenproben" erhalten wird (1).

Die Analysenprobe ist auf mindestens 0,1 % genau zu wiegen.

---

(1) wie im Anhang II aufgeführt.

5.2 *Bestimmung*

Die Bestimmung des Gehalts an Fremdbestandteilen muß möglichst rasch vorgenommen werden, damit keine merkliche Veränderung des Feuchtigkeitsgehalts eintritt.

5.2.1 *Abtrennung des Staubes*

Der Staub wird quantitativ abgetrennt durch Sieben der Probe mittels eines Siebes, dessen runde Löcher den in Tabelle 1 aufgeführten Durchmesser aufweisen. Der Staub wird aufgefangen und auf 0,01 g genau gewogen.

TABELLE 1

Durchmesser der Sieblöcher

Erzeugnis	Durchmesser in Millimeter
Kopra, mittelgroße Saaten	2,0
Kleine Saaten (Papaver somniferum Linnaeus, Brassica sp., Sinapis sp., Nicotiana sp.)	0,5
Alle übrigen Ölsaaten	1,0

5.2.1.1 Bei Erdnüssen ist der gesamte auf diese Weise erhaltene Staub, d. h. ölfreier Staub und Saatenstaub, zu sammeln, auf 0,01 g genau zu wiegen und sein Ölgehalt zu bestimmen. Ferner muß der Ölgehalt der gereinigten Saat bestimmt werden, um den Gehalt an ölfreiem Staub berechnen zu können.

5.2.2 *Trennung von ölhaltigen und nicht ölhaltigen Fremdbestandteilen*

5.2.2.1 *Normalfall* (Kopra, mittelgroße Saaten)

Aus dem im Sieb nach Tabelle 1 verbliebenen Rückstand sind mittels Pinzette (oder eines anderen geeigneten Instrumentes) erstens die nicht ölhaltigen Fremdbestandteile auszulesen (2.3), wobei gegebenenfalls den Saaten noch anhängende Schalenreste abzulösen sind (z. B. bei Palmkernen), und zweitens sind die ölhaltigen Fremdbestandteile auszulesen (2.4). Beide Gruppen von Fremdbestandteilen sind getrennt auf 0,01 g genau zu wiegen. Sofern im Vertrag festgelegt, muß auch die Art der ölhaltigen Fremdbestandteile notiert und im Untersuchungsbericht angegeben werden.

5.2.2.2 *Kleine Saaten*

Der in dem Sieb nach Tabelle 1 verbliebene Rückstand wird auf ein zweites Sieb geschüttet, von dem die Fremdbestandteile, die größer als die Saat sind, zurückgehalten werden. (Diese Fremdbestandteile können auch mittels einer Pinzette oder eines sonstigen geeigneten Instrumentes ausgelesen werden.) Die so erhaltene Fraktion wird in nicht ölhaltige (2.3) und ölhaltige (2.4) Fremdbestandteile sortiert. Der Staub und die beiden Arten von Fremdbestandteilen (nicht ölhaltige und ölhaltige), die größer als die Saat sind, sowie die so noch unvollständig sortierte Saat werden auf 0,01 g genau gewogen.

Aus einem aliquoten Teil dieser letzten Fraktion der Saat (mindestens 10 g, auf 0,01 g genau gewogen) werden sodann ausgelesen: 1. die nicht ölhaltigen Fremdbestandteile von etwa der Größe der gereinigten Saat und 2. die kleinen fremden Ölsaaten. Diese beiden Fraktionen von Fremdbestandteilen sind je auf 0,001 g genau auszuwiegen.

5.2.3 Falls verlangt, können die fremden Ölsaaten auch nach Species unterteilt werden, um im Untersuchungsbericht den prozentualen Anteil jeder Art angeben zu können.

5.2.4 Von der gleichen Probe sind 2 Bestimmungen durchzuführen.

6. Ergebnisse

6.1 *Berechnung und Formeln*

6.1.1 Jede einzelne Kategorie dieser Fremdbestandteile ist in Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte ungereinigte Saat, anzugeben. Ihre Summe stellt den Gesamtgehalt an Fremdbestandteilen in Prozent dar.

6.1.2 Nach Bestimmung der Fremdbestandteile in der Gesamtprobe (siehe Absatz 5.2.2.1) werden ihre prozentualen Anteile wie folgt berechnet:

Staub in % $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Nicht ölhaltige Fremdbestandteile in % $$I_n = M_2 \times \frac{100}{M_0}$$

Ölhaltige Fremdbestandteile in % $$I_0 = M_3 \times \frac{100}{M_0}$$

Fremdbestandteile insgesamt in % $$I_t = P + I_n + I_0$$

wobei

M_1, M_2, M_3 das Gewicht der einzelnen Kategorien von Fremdbestandteilen in Gramm und

M_0 das Gewicht der Analysenprobe in Gramm ist.

6.1.3 Wird nur ein Teil der Fremdbestandteile aus der Gesamtprobe und der andere aus einem aliquoten Teil des Rückstands ausgelesen (z. B. bei kleinen Saaten gemäß Absatz 5.2.2.2), so werden die prozentualen Anteile wie folgt berechnet:

Staub in % $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Nicht ölhaltige Fremdbestandteile in % $$I_n = \left(M_{2a} + M_{2b} \times \frac{M_a}{M_b} \right) \times \frac{100}{M_0}$$

Ölhaltige Fremdbestandteile in % $$I_0 = \left(M_{3a} + M_{3b} \times \frac{M_a}{M_b} \right) \times \frac{100}{M_0}$$

Fremdbestandteile insgesamt in % $$I_t = P + I_n + I_0$$

dabei ist:

M_1 = Staubgewicht in Gramm,

M_{2a} = Anteil an nicht ölhaltigen Fremdbestandteilen, die größer sind als die Ausgangssaat und die aus der Gesamtprobe ausgelesen wurden, in Gramm;

M_{3a} = Anteil an ölhaltigen Fremdbestandteilen, die größer sind als die Ausgangssaat und die aus der Gesamtprobe ausgelesen wurden, in Gramm;

M_{2b} = Anteil an nicht ölhaltigen Fremdbestandteilen, die etwa gleich groß sind wie die Ausgangssaat und die aus einem aliquoten Teil des Rückstands der Probe ausgelesen wurden, der nach Entfernung des Staubes und der Fremdbestandteile, die größer als die Ausgangssaat sind, übrigblieb, in Gramm;

M_{3b} = Anteil an ölhaltigen Fremdbestandteilen, die etwa gleich groß sind wie die Ausgangssaat und die aus einem aliquoten Teil des Rückstands der Probe ausgelesen wurden, der nach Entfernung des Staubes und der Fremdbestandteile, die größer als die Ausgangssaat sind, übrigblieb, in Gramm;

M_0 = Gewicht der Analysenprobe, Gesamtprobe, in Gramm;

M_a = Gewicht der verbleibenden Analysenprobe nach Abtrennung von Staub und Fremdbestandteilen, die größer als die Ausgangssaat sind, in Gramm,

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

M_b = Gewicht des aliquoten Teils des Restes M_0, aus dem die Fremdbestandteile ausgeschieden wurden, die etwa die Größe der Ausgangssaat haben, in Gramm;

6.1.4 Bei Erdnüssen werden die prozentualen Anteile wie folgt berechnet:

Gesamtstaub in % $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Fremdstaub in % $$P_s = \frac{M_1 \times 100}{M_0}\left(1 - \frac{h}{H}\right)$$

Nicht ölhaltige Fremdbestandteile in % $$I_n = \frac{M_2 \times 100}{M_0}$$

Ölhaltige Fremdbestandteile in % $$I_0 = M_3 \times \frac{100}{M_0}$$

Fremdbestandteile insgesamt in % $$I_t = P + I_n + I_0$$

dabei ist:

M_1, M_2, M_3 = Gewicht der verschiedenen Kategorien von Fremdbestandteilen in Gramm,

M_0 = Gewicht der Analysenprobe in Gramm,

H = Ölgehalt der gereinigten Saat in Gewichtsprozent,

h = Ölgehalt des Staubes in Gewichtsprozent.

6.1.5 Als Ergebnis ist das arithmetische Mittel von zwei Parallelbestimmungen anzusehen, sofern keine Wiederholung erforderlich ist.

6.1.6 Die Ergebnisse sind für einen Gehalt bis zu 0,5 % mit zwei Dezimalen und für einen höheren Gehalt mit einer Dezimalstelle anzugeben.

6.2 *Wiederholung*

Die Differenz zwischen den Ergebnissen der beiden gleichzeitig oder schnell nacheinander von demselben Analytiker vorgenommenen Bestimmungen darf den in Tabelle 2 angegebenen Höchstwert nicht übersteigen.

TABELLE 2

Zulässige Differenz zwischen den Ergebnissen von zwei Parallelbestimmungen

Gehalt an Fremdbestandteilen in v. H.	Zulässige Höchstdifferenz in v. H.
Bis 0,5 einschließlich	0,2
über 0,5 bis 1,0	0,4
über 1,0 bis 2,0	0,6
über 2,0 bis 3,0	0,8
über 3,0 bis 4,0	1,0
über 4,0 bis 5,0	1,2
über 5,0 bis 6,0	1,4
über 6,0	1,6

Geht die Differrenz über den Grenzwert der Tabelle 2 hinaus, so sind zwei weitere Analysenproben herzustellen; davon ist eine nach dem vorstehend beschriebenen Verfahren zu analysieren und die andere für eine etwaige vierte Bestimmung aufzuheben. Als Ergebnis ist das arithmetische Mittel aus dem Resultat der dritten Analyse und dem diesem am nächsten liegenden Wert der beiden vorherigen Analysen zu nehmen, vorausgesetzt, daß die Differenz den zulässigen Höchstwert nicht überschreitet.

Andernfalls ist auch die vierte Analysenprobe zu analysieren und als Ergebnis der Mittelwert der vier Bestimmungen anzusehen.

7. Untersuchungsbericht

In dem Untersuchungsbericht sind angewandte Methode und Ergebnisse anzugeben. Enthält das Produkt fremde Ölsaaten, so ist nicht nur deren prozentualer Gesamtanteil, sondern auch ihre Art anzugeben, sofern dies im Vertrag festgelegt ist.

Auf Verlangen ist auch der prozentuale Anteil der einzelnen Arten fremder Ölsaaten anzugeben.

Ferner soll der Bericht alle in dieser ISO-Empfehlung nicht aufgeführten oder als fakultativ betrachteten Einzelheiten sowie sämtliche Umstände, die die Ergebnisse beeinflußt haben könnten, erwähnen.

In dem Bericht sollen ferner die für die vollständige Identifizierung der Probe erforderlichen Angaben enthalten sein.

ANHANG V

ISO-Empfehlung R. 659 (Februar 1968)

ÖLSAATEN

BESTIMMUNG DES ÖLGEHALTS

1. Zweck

Diese ISO-Empfehlung beschreibt eine Methode zur Bestimmung des Ölgehalts von Ölsaaten, die als industrielle Ausgangsprodukte verwandt werden.

2. Definition

Als Öl gilt die Gesamtmenge aller unter den nachstehend beschriebenen Bedingungen extrahierten Substanzen.

3. Prinzip

3.1 Bestimmung des Ölgehalts im Rohprodukt (reine Saaten + Fremdbestandteile) durch Extraktion in einer geeigneten Apparatur mit einem geeigneten Lösemittel, n-Hexan oder Petroläther.

3.2 Auf Verlangen können die reine Saat und die Fremdbestandteile getrennt analysiert werden.

3.3 Bei Erdnüssen können auf Verlangen die reine Saat, der Gesamtstaub, die nicht ölhaltigen sowie die ölhaltigen Fremdbestandteile getrennt untersucht werden.

4. Reagenzien

4.1 *n-Hexan* oder, falls dieses nicht vorhanden ist, Petroläther mit einem Siedepunkt zwischen 40 und 60° C und einer Bromzahl unter 1. Der Verdampfungsrückstand muß bei beiden Lösemitteln unter 0,002 g/100 ml liegen.

4.2 *Sand,* mit Salzsäure gewaschen und getrocknet.

4.3 *Bimsstein,* in kleinen Körnern, getrocknet.

4.4 *Konzentrierte Salzsäure,* d = 1,19.

5. Apparaturen

5.1 Geeigneter *Extraktionsapparat* (Volumen des Kolbens 200 bis 250 ml)

5.2 *Elektrisch beheiztes Bad* (Sandbad, Wasserbad usw.)

5.3 *Analysenwaage*

5.4 *Elektrischer Trockenschrank* mit Temperaturregulierung

5.5 *Mechanische Mühle,* leicht zu reinigen, auf die Art der Saat abgestimmt und geeignet, eine leichte Zerkleinerung der Saaten ohne Erwärmung und ohne merkliche Verringerung des Wasser- und Ölgehalts zu erzielen

5.6 *Mechanische Raspel* oder, falls nicht vorhanden, Handraspel

5.7 *Mörser und Stößel* aus Porzellan, Eisen oder Bronze, oder besser eine geeignete mechanische Feinmühle

5.8 *Extraktionshülsen und Watte,* frei von n-hexan- oder petrolätherlöslichen Substanzen

5.9 *Metallgefäß* mit flachem Boden, Durchmesser etwa 100 mm, Höhe etwa 40 mm

5.10 *Poröses, zylindrisches Gefäß aus Keramik;* Innendurchmesser 68 mm, Außendurchmesser 80 mm, Höhe 85 mm, Wanddicke des Bodens 6 mm

5.11 *Säurefester, belüftbarer Trockenschrank* mit Temperaturregelung

5.12 *2-ml-Pipette,* mit 0,1 ml Graduierung

5.13 *Uhrglas,* Durchmesser 80 bis 90 mm.

6. Verfahren

6.1 *Vorbereitung der Probe*

6.1.1 Die Bestimmung wird mit einer Analysenprobe ausgeführt, die nach der Empfehlung ISO/R 664, *Ölsaaten, Verkleinerung von Kontraktproben zu Analysenproben* [1], erhalten wurde. Werden vor der Verkleinerung der Kontraktprobe grobe, nicht ölhaltige Fremdbestandteile entfernt, so muß dies in den Berechnungen berücksichtigt werden (siehe Paragraph 7.3.3).

Je nach den vertraglichen Bestimmungen werden Analysenproben mit oder ohne Fremdbestandteile benutzt.

6.1.2 Bei Kopra wird das Produkt mit einer Handraspel oder besser noch mit einer mechanischen Raspel (5.6), in der die gesamte Analysenprobe behandelt werden kann, zerkleinert. Da man mit der Handraspel nicht die gesamte Analysenprobe raspeln kann, muß man bestrebt sein, eine möglichst repräsentative Teilprobe zu erhalten, und dabei auch die Dicke und Farbe der verschiedenen Stücke berücksichtigen.

Die Länge der einzelnen Raspelstückchen kann größer als 2 mm sein, jedoch nicht größer als 5 mm.

Das Reibsel wird sorgfältig gemischt und die Bestimmung unverzüglich vorgenommen.

6.1.3 Für mittelgroße Saaten (z. B. Sonnenblumen, Erdnüsse, Soja), außer bei Baumwollsaat mit anhaftenden Linters, wird die Analysenprobe in einer vorher gut gereinigten mechanischen Mühle (5.5) so weit gemahlen, bis man Partikel erhält, die in ihrer größten Ausdehnung 2 mm nicht überschreiten. Der erste Teil des Mahlgutes (etwa 1/20 der Probe) wird verworfen, der Rest aufgesammelt, sorgfältig gemischt und die Bestimmung unverzüglich vorgenommen.

6.1.4 Bei Baumwollsaat mit anhaftenden Linters werden etwa 60 g der Analysenprobe ohne vorherige Abtrennung von Fremdbestandteilen auf 0,01 g genau in einem tarierten Metallgefäß (5.9) gewogen. Das Gefäß mit der Saat wird in den auf 130° C erhitzten Trockenschrank (5.4) gestellt und 2 Stun-

[1] wie im Anhang II aufgeführt.

den bei 130 ± 2° C getrocknet. Dann wird das Gefäß aus dem Trockenschrank genommen und etwa 30 Minuten an der Luft abgekühlt. Die getrocknete Saat wird in das Gefäß aus poröser Keramik (5.10) gegeben, dessen Innenwände und Boden vorher mit 1,5 ml konzentrierter Salzsäure (4.4) unter Zuhilfenahme einer Pipette (5.12) befeuchtet worden sind, wobei darauf zu achten ist, daß die Säure vollständig ohne Tropfenbildung aufgesaugt worden ist. Das Gefäß wird mit dem Uhrglas (5.13) verschlossen und in den säurefesten, belüftbaren Trockenschrank (5.11) gestellt. Das Aufheizen erfolgt so, daß innerhalb von 30 Minuten eine Temperatur von 115° C erreicht wird; diese Temperatur darf nicht überschritten werden und ist während weiterer 30 Minuten aufrechtzuerhalten.

Man nimmt das Gefäß aus dem Trockenschrank, läßt eine Stunde an der Luft abkühlen, wägt die so behandelte Saat erneut auf 0,01 g, mahlt diese dann in der mechanischen Mühle (5.5) und arbeitet weiter wie in Paragraph 6.1.3 beschrieben.

6.1.5 Kleine Saaten (z. B. Lein, Raps usw.) werden ohne vorheriges Mahlen analysiert.

6.2 *Probemenge*

6.2.1 Die Probemenge muß für die Analysenprobe repräsentativ sein.

6.2.2 Man wägt auf 0,01 g genau etwa 10 g

— des Reibsels (6.1.2) unmittelbar nach dem Raspeln bei der Untersuchung von Kopra,

— des Mahlgutes (6.1.3) unmittelbar nach dem Mahlen bei der Untersuchung von Saaten mittlerer Größe, mit Ausnahme von Baumwollsaat mit anhaftenden Linters,

— des Mahlgutes (6.1.4) unmittelbar nach dem Mahlen bei der Untersuchung von Baumwollsaat mit anhaftenden Linters,

— der vorher sorgfältig gemischten Analysenprobe bei der Untersuchung von kleinen Saaten.

6.3 *Bestimmung*

6.3.1 Bei Kopra und mittelgroßen Saaten, einschließlich Baumwollsaat mit anhaftenden Linters, wird die Probe in eine Extraktionshülse (5.8) gegeben und mit einem Wattebausch abgedeckt.

6.3.2 Bei kleinen Saaten wird die Probe im Mörser oder in der Feinmühle (5.7) gemahlen, wobei darauf zu achten ist, daß keine unzerkleinerte Saat übrigbleibt. Die gemahlene Saat wird mit Hilfe eines Spatels ohne Verlust in eine Extraktionshülse (5.8) gegeben. Mörser und Stößel bzw. die Kammer der Feinmühle sowie der Spatel werden mit einem Wattebausch (5.8), der mit dem Lösungsmittel (4.1) getränkt ist, abgewischt und die Hülse mit diesem Wattebausch verschlossen.

6.3.3 Bei Erdnüssen kann in die Extraktionshülse (5.8) eine Probe von etwa 10 g gegeben werden, die entsprechende Anteile der Fraktion der reinen Saat, der nicht ölhaltigen und der ölhaltigen Fremdbestandteile sowie des Staubes enthält, und zwar in Mengen, die dem Verhältnis dieser verschiedenen Bestandteile in der Analysenprobe proportional sind.

6.3.4 Bei sehr feuchter Saat (Feuchtigkeitsgehalt über 10 %) wird die gefüllte Hülse einige Zeit in den auf maximal 80° C erhitzten Trockenschrank gestellt, um den Wassergehalt auf weniger als 10 % zu vermindern.

6.3.5 Zwei Kolben A und B, die je 1 bis 2 Bimssteinkörner (4.3) enthalten und die bei einer Temperatur von 103 ± 2° C getrocknet und mindestens eine Stunde lang im Exsikkator abgekühlt worden sind, werden auf 0,001 g genau gewogen.

Die Hülse (5.8) mit der Probe wird in den Extraktionsapparat (5.1) gesetzt. In den Kolben A wird die erforderliche Menge Lösungsmittel (4.1) gegeben. Der Kolben wird auf dem elektrischen Heizbad (5.2) an den Extraktionsapparat angeschlossen. Die Heizung wird so geregelt, daß die Rückflußmenge mindestens 3 Tropfen je Sekunde beträgt (mäßiges, kein heftiges Sieden).

Nach vierstündiger Extraktion läßt man abkühlen. Die Hülse wird aus dem Extraktionsapparat genommen und in einen Luftstrom gestellt, um den größten Teil des darin enthaltenen Lösungsmittels zu entfernen. Die Hülse wird in den Mörser (5.7) entleert, etwa 10 g Sand (4.2) zugegeben und möglichst fein vermahlen (bei Verwendung einer Feinmühle ohne Sandzusatz). Dann wird die Mischung in die Hülse zurückgegeben, diese in den Extraktionsapparat gesetzt und die Extraktion weitere zwei Stunden unter Verwendung des gleichen Kolbens A fortgesetzt.

Man läßt abkühlen, nimmt die Hülse erneut heraus, beseitigt das Lösungsmittel und wiederholt die Zerkleinerung wie oben (ohne erneuten Sandzusatz). Danach wird eine dritte Extraktion von etwa zweistündiger Dauer vorgenommen und der Extrakt diesmal im Kolben B aufgefangen.

Der größte Teil des Lösungsmittels wird durch Destillation auf dem siedenden Wasserbad aus den Kolben A und B entfernt.

Die letzten Lösungsmittelspuren werden beseitigt, indem die Kolben 20 Minuten auf eine Temperatur von 103 ± 2° C erhitzt werden. Das Abdampfen wird durch zeitweiliges Einblasen von Luft oder durch Anwendung von Vakuum erleichtert. Die Kolben läßt man im Exsikkator mindestens eine Stunde abkühlen und wägt auf 0,001 g genau.

Man erhitzt erneut 10 Minuten unter den gleichen Bedingungen, läßt abkühlen und wägt.

Die Differenz zwischen den beiden Wägungen darf 0,010 g nicht überschreiten. Sollte dies der Fall sein, so wird erneut 10 Minuten erhitzt, bis die Gewichtsdifferenz höchstens 0,010 g beträgt. Die letzte Wägung des Kolbens A wird notiert.

Enthält der Kolben B nicht mehr als 0,010 g Öl, so ist die Bestimmung beendet. Andernfalls wird unter Verwendung des Kolbens B eine neue zweistündige Extraktion usw. vorgenommen, bis das Gewicht der letzten Ölextraktion nicht mehr als 0,010 g beträgt. Die letzte Wägung des Kolbens B wird notiert.

6.3.6 Das extrahierte Öl muß klar sein, andernfalls wird der Gehalt an Verunreinigungen bestimmt. Hierzu wird das Fett in dem zur Extraktion verwendeten Lösungsmittel gelöst, durch ein vorher bei 103 ± 2° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknetes Filterpapier filtriert und das Filter mit dem gleichen Lösungsmittel gewaschen, um das Öl vollständig zu entfernen. Danach wird erneut bei 103 ± 2° C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet (zur Abkühlung und Wägung des Filterpapiers wird ein geeignetes Gefäß mit Deckel verwendet). Das Ergebnis wird entsprechend korrigiert.

6.3.7 Wird eine Bestimmung des Ölgehalts in der reinen Saat verlangt, so wird die von Fremdbestandteilen getrennte Saat allein untersucht, und zwar nach dem gleichen Verfahren wie das Rohprodukt.

6.3.8 Zur Ölgehaltsbestimmung der Fremdbestandteile wird die Analyse in der gleichen Weise wie bei der reinen Saat durchgeführt, jedoch unter Beachtung folgender Unterschiede:

— die Probe kann weniger als 10 g, jedoch nicht weniger als 2 g betragen,

— es genügt, eine einzige vierstündige Extraktion vorzunehmen, da ein geringer Fehlbetrag vernachlässigbar ist, wenn er auf den Ölgehalt des Gesamtprodukts bezogen wird.

6.3.9 Es werden 2 Bestimmungen von derselben vorbereiteten Probe gemacht.

7. Ergebnisse

7.1 *Berechnung und Formel*

Der Ölgehalt, als Gewichtsprozent des Rohprodukts, wird berechnet nach der Formel

$$\text{Öl in Gewichtsprozent} = \frac{M_1}{M_0} \times 100$$

darin sind

M_1 = Summe der in den Kolben A und B bei der letzten Wägung vorhandenen Ölmengen in Gramm

M_0 = Gewicht der der Extraktion unterworfenen Proben in Gramm.

Als Ergebnis gilt das arithmetische Mittel der beiden Bestimmungen, wenn eine Wiederholung nicht erforderlich ist. Andernfalls wird die Analyse mit zwei anderen Proben wiederholt. Wenn auch dieses Mal die Differenz größer ist als 0,4 %, so wird als Ergebnis das arithmetische Mittel der vier Bestimmungen angesehen. Die Ergebnisse werden mit einer Dezimale angegeben.

7.2 *Wiederholung*

Die Differenz zwischen den Ergebnissen zweier gleichzeitig oder rasch nacheinander durch die gleiche Person vorgenommenen Bestimmungen darf nicht größer sein als 0,4 g Öl je 100 g Probe.

7.3 *Anmerkungen*

7.3.1 Die gleiche Formel (siehe Paragraph 7.1) dient zur Berechnung des Ölgehalts von reinen Saaten sowie von Fremdbestandteilen, wenn die reine Saat und die Fremdbestandteile getrennt untersucht werden.

In diesem Fall kann der Ölgehalt des Rohprodukts (reine Saat + Fremdbestandteile) in Gewichtsprozent nach der Formel berechnet werden:

$$\text{Öl in Gewichtsprozent} = H_1 - \frac{P}{100}(H_1 - H_2)$$

darin sind

H_1 = Ölgehalt der reinen Saat in Gewichtsprozent

H_2 = Ölgehalt der Fremdbestandteile in Gewichtsprozent

P = Gehalt des Rohprodukts an Fremdbestandteilen in Gewichtsprozent.

7.3.2 Bei Baumwollsaat mit anhaftenden Linters wird der Ölgehalt des Rohprodukts in Gewichtsprozent nach folgender Formel berechnet:

$$\text{Öl in Gewichtsprozent} = \frac{M_1}{M_0} \times 100 \times \frac{M''_0}{M'_0}$$

worin

M_0, M_1 die gleiche Bedeutung besitzen wie in Paragraph 7.1

M'_0 = Gewicht der Probe in Gramm (etwa 60 g) vor der Vorbehandlung (siehe Paragraph 6.1.4),

M''_0 = Gewicht in Gramm der gleichen Probe nach Vorbehandlung (siehe Paragraph 6.1.4) und vor dem Mahlen.

7.3.3 Sind vor der Analyse große, nicht ölhaltige Fremdbestandteile entfernt worden (siehe Paragraph 6.1.1), so ist das vorstehend erhaltene Ergebnis (siehe Paragraph 7.1, 7.3.1 oder 7.3.2) für den Ölgehalt des Rohprodukts nach folgender Formel zu korrigieren:

$$\text{Öl in Gewichtsprozent} = \frac{H_0}{100} \times (100 - x)$$

darin sind

H_0 = Ölgehalt der untersuchten Substanz in Gewichtsprozent (entsprechend berechnet nach Paragraph 7.1, 7.3.1 oder 7.3.2),

x = Anteil in Gewichtsprozent an groben nicht ölhaltigen Fremdbestandteilen, die vorher vom Ausgangsprodukt abgetrennt worden sind.

7.3.4 Bei Erdnüssen wird der Ölgehalt des Rohprodukts in Gewichtsprozent nach der Formel berechnet:

$$\text{Öl in Gewichtsprozent} = H_1 - \frac{P + I_0 + I_n}{100} \times (H_1 - H_2)$$

Darin sind

P = Gesamtstaub in Gewichtsprozent

I_0 = ölhaltige Fremdbestandteile in Gewichtsprozent

I_n = nicht ölhaltige Fremdbestandteile in Gewichtsprozent

H_1 = Ölgehalt der reinen Saat in Gewichtsprozent

H_2 = Ölgehalt der Fremdbestandteile in Gewichtsprozent

Erfolgt die Extraktion in einer einzigen Hülse, so wird der Ölgehalt nach Paragraph 7.1 berechnet.

7.3.5 Auf Verlangen kann der Ölgehalt auf die Trockensubstanz bezogen und nach folgender Formel berechnet werden:

$$\text{Öl in Gewichtsprozent} = H_0 \times \frac{100}{100 - U}$$

darin sind

H_0 = Ölgehalt des Rohprodukts in Gewichtsprozent

U = Wassergehalt in Prozent.

8. Anmerkung zum Analysenverfahren

Bei halbtrocknenden oder trocknenden Ölen ist es zweckmäßiger, den Lösungsmittelrest durch Trocknung im Vakuum zu entfernen.

9. Untersuchungsbericht

Im Untersuchungsbericht sind die angewandte Methode und die erzielten Ergebnisse aufzuführen, wobei eindeutig anzugeben ist, ob diese den Ölgehalt des Rohprodukts, den Ölgehalt der reinen Saat oder den Ölgehalt bezogen auf die Trockensubstanz darstellen. Ferner sind das verwendete Lösungsmittel sowie alle in dieser ISO-Empfehlung nicht vorgesehenen bzw. fakultativen Einzelheiten des Analysengangs sowie sonstige Einflüsse auf die Ergebnisse zu erwähnen.

Der Untersuchungsbericht muß ferner alle zur vollständigen Identifizierung der Probe erforderlichen Angaben enthalten.