Articolo 2

L'allegato II al regolamento n. 282/67/CEE è soppresso.

Articolo 3

Il testo dell'articolo 2 del regolamento n. 284/67/CEE è sostituito dal testo seguente:

«Il prelievo dei campioni, la riduzione dei campioni per laboratorio in campioni per l'analisi, nonché la determinazione del tenore in impurità e in umidità sono effettuati con un metodo unico per tutta la Comunità.»

Articolo 4

Il testo dell'articolo 17 del regolamento (CEE) n. 911/68 è sostituito dal testo seguente:

«Il prelievo dei campioni, la riduzione dei campioni per laboratorio in campioni per l'analisi, nonché la determinazione del tenore in impurità e in umidità sono effettuati con un metodo unico per tutta la Comunità.»

Articolo 5

Il presente regolamento entra in vigore il terzo giorno successivo a quello della sua pubblicazione nella *Gazzetta ufficiale delle Comunità europee.*

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

Fatto a Bruxelles, il 23 settembre 1968.

Per la Commissione

Il Presidente

Jean REY

REGOLAMENTO (CEE) N. 1470/68 DELLA COMMISSIONE

del 23 settembre 1968

relativo al prelievo e alla riduzione dei campioni nonché alla determinazione del tenore in olio, impurità e umidità dei semi oleosi

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea,

visto il regolamento n. 136/66/CEE del Consiglio, del 22 settembre 1966, relativo all'attuazione di un'organizzazione comune dei mercati nel settore dei grassi [1], in particolare l'articolo 26, paragrafo 3, e l'articolo 27, paragrafo 5,

visto il regolamento n. 162/66/CEE del Consiglio, del 27 ottobre 1966, relativo agli scambi di grassi tra la Comunità e la Grecia [2], in particolare l'articolo 8,

visto il regolamento n. 142/67/CEE del Consiglio, del 21 giugno 1967, relativo alle restituzioni all'esportazione di semi di colza, di ravizzone e di girasole [3], in particolare l'articolo 6,

considerando che in applicazione del regolamento n. 282/67/CEE della Commissione, dell'11 luglio 1967, relativo alle modalità d'intervento per i semi oleosi [4], del regolamento n. 284/67/CEE della Commissione, dell'11 luglio 1967, relativo a talune modalità d'applicazione delle restituzioni all'esportazione di semi oleosi [5] e del regolamento (CEE) n. 911/68 della Commissione, del 5 luglio 1968, relativo a talune modalità concernenti l'integrazione per i semi oleosi [6], modificato da ultimo dal regolamento (CEE) n. 1469/68 [7], occorre definire il metodo, unico per tutta

---

(1) GU n. 172 del 30. 9. 1966, pag. 3025/66.
(2) GU n. 197 del 29. 10. 1966, pag. 3393/66.
(3) GU n. 125 del 26. 6. 1967, pag. 2461/67.
(4) GU n. 151 del 13. 7. 1967, pag. 1.
(5) GU n. 151 del 13. 7. 1967, pag. 6.
(6) GU n. L 158 del 6. 7. 1968, pag. 8.
(7) Vedi pagina 1 della presente Gazzetta ufficiale.

la Comunità, del prelievo di campioni e della riduzione dei campioni per laboratorio in campioni per l'analisi, nonché quello della determinazione del tenore in olio, impurità e umidità dei semi;

considerando che per ciascuna delle operazioni di cui sopra conviene scegliere il metodo d'uso generale nel commercio internazionale; che, per ottenere il medesimo risultato, è opportuno apportare talune precisazioni riguardanti il metodo prescelto;

considerando che le misure previste nel presente regolamento sono conformi al parere del Comitato di gestione per i grassi,

HA ADOTTATO IL PRESENTE REGOLAMENTO:

Articolo 1

1. Fatte salve le disposizioni dei paragrafi seguenti, il prelievo di campioni, la riduzione dei campioni per laboratorio in campioni per l'analisi, nonché la determinazione del tenore in impurità e umidità, di cui all'articolo 4 del regolamento n. 282/67/CEE, all'articolo 2 del regolamento n. 284/67/CEE e all'articolo 17 del regolamento (CEE) n. 911/68, vengono effettuati secondo i metodi definiti rispettivamente negli allegati I, II, III e IV del presente regolamento.

2. In deroga alle disposizioni dell'allegato I, punto 6.1, gli Stati membri designano gli esperti campionatori.

3. In deroga alle disposizioni dell'allegato I, punto 6.3, almeno tre campioni per laboratorio debbono essere costituiti per l'analisi e l'arbitraggio.

4. In deroga alle disposizioni dell'allegato I, punto 6.2.1, i prelievi elementari debbono essere effettuati su almeno il 2 % dei sacchi costituenti la partita.

5. In deroga alle disposizioni dell'allegato III, punti 3.2 e 6.3.2, la determinazione del tenore in acqua e sostanze volatili è effettuata su un prodotto allo stato naturale.

Articolo 2

La determinazione del tenore in olio di cui all'articolo 4 del regolamento n. 282/67/CEE è effettuata secondo il metodo definito nell'allegato V del presente regolamento.

In deroga alle disposizioni dell'allegato V, punti 3.2, 6.3.7, 7.3.1, 7.3.3 e 7.3.5, la determinazione del tenore in olio è effettuata su un prodotto allo stato naturale.

Articolo 3

Il presente regolamento entra in vigore il terzo giorno successivo a quello della sua pubblicazione nella *Gazzetta ufficiale delle Comunità europee.*

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

Fatto a Bruxelles, il 23 settembre 1968.

Per la Commissione

Il Presidente

Jean REY

ALLEGATO I

Raccomandazione ISO R 542 (Gennaio 1967)

SEMI OLEOSI

CAMPIONATURA

Introduzione

Una campionatura corretta costituisce un'operazione complessa che richiede la massima cura. Non si insisterà mai abbastanza sulla necessità di ottenere per l'analisi un campione di semi oleosi sufficientemente rappresentativo.

La maggior parte dei semi oleosi è venduta su campione, tenuto conto del risultato dell'analisi del campione, e le contestazioni sono sempre risolte mediante riferimento al campione, di modo che una campionatura inaccurata o inesatta comporterà malintesi, ritardi ed inutili modifiche di prezzo.

I procedimenti indicati nella presente raccomandazione ISO si sono dimostrati validi in pratica e si raccomanda pertanto vivamente di avvalersene tutte le volte in cui ciò sia possibile. Come è noto è difficile stabilire norme fisse valide per tutti i casi, e in circostanze particolari possono pertanto rendersi opportune lievi modifiche del metodo.

1. Oggetto

La presente raccomandazione ISO descrive i metodi di campionatura delle forniture di semi oleosi ed indica inoltre gli apparecchi utilizzati per le operazioni.

2. Principi generali

2.1 La presente raccomandazione ISO si propone di fissare le condizioni generali della campionatura per stimare le qualità dei semi oleosi acquistati come materie prime industriali. L'insieme della fornitura deve essere esaminata per partite di 500 t([1]) al massimo per i semi grandi e medi e di 100 t al massimo per i semi piccoli.

2.2 I campioni devono essere interamente rappresentativi delle partite da cui sono prelevati. A tale scopo, su una partita limitata ad un massimo di 500 t (o di 100 t, secondo i casi) deve essere effettuato un certo numero di prelievi elementari i quali devono essere accuratamente mescolati al fine di fornire un campione globale dal quale si ottiene mediante riduzioni successive il campione per laboratorio destinato all'analisi.

2.3 È opportuno assicurarsi con particolare cura che tutti gli apparecchi di campionatura siano puliti, asciutti ed esenti da odori estranei.

La campionatura dev'essere effettuata avendo cura che i campioni di semi oleosi, gli strumenti di campionatura ed i recipienti nei quali vengono posti i campioni siano protetti da qualsiasi contaminazione accidentale quale ad esempio pioggia, polvere, ecc.

Le materie che aderiscono esteriormente all'apparecchio di campionatura devono essere asportate prima che esso venga vuotato del suo contenuto.

3. Definizioni

I termini concernenti la partita ed i campioni sono definiti qui appresso.

3.1 *Fornitura*

Quantità di semi spediti in un'unica soluzione nel quadro di un contratto particolare.

3.2 *Partita*

Quantità determinata della fornitura che permetta di stimare la qualità di quest'ultima

---

([1]) Tonnellate metriche: 1 t = 1.000 kg.

3.3 *Prelievo elementare*

Piccola quantità di semi, prelevata da un solo punto della partita. Si dovrà effettuare un certo numero di prelievi elementari in vari punti della partita e l'insieme dei prelievi opportunamente mescolato sarà rappresentativo della partita.

3.4 *Campione globale*

Quantità di semi costituita riunendo e mescolando i prelievi elementari.

3:5 *Campione per laboratorio*

Piccolo campione che rappresenta la qualità della partita, ottenuto dal campione globale destinato all'analisi o ad altro esame.

4. Apparecchiatura

Gli strumenti necessari sono enumerati qui appresso; alcuni esempi vengono forniti nei singoli casi (cfr. anche le figure 1–9 di cui all'allegato A).

4.1 *Campionatura dei prodotti in sacchi*

Sonde affilate appositamente ideate per i sacchi, sonde cilindriche, sonde coniche e palette a mano.

4.2 *Campionatura dei prodotti alla rinfusa*

Pale grandi e palette a mano, sonde cilindriche, sonde coniche, campionatori meccanici ed altri strumenti per prelievo intermittente di piccoli campioni nel corso dello scarico dei semi oleosi.

4.3 *Mescolanza e divisione*

Pale, croce (per divisione in quarti), apparecchi di svuotamento e riduzione ed altri apparecchi di divisione.

5. Limitazione dell'importanza della partita

5.1 *Trasporto per nave*

Il trasporto della maggior parte dei semi oleosi avviene per via marittima o fluviale. In ambedue i casi, la campionatura ha luogo normalmente all'atto dello scarico. Ogni partita deve constare di 500 (o di 100) tonnellate o parte di 500 (o di 100) tonnellate.

5.2 *Trasporto per strada o per ferrovia*

Nell'ipotesi di trasbordo dalla nave in autocarri o vagoni, la campionatura può aver luogo prima dello scarico degli autocarri e dei vagoni. Ogni partita deve constare di 500 (o di 100) tonnellate o parte di 500 (o di 100) tonnellate.

Se la campionatura viene effettuata in vagoni carichi, ciascuna partita deve comprendere un certo numero di vagoni il cui carico totale deve essere di 500 (o di 100) tonnellate o parte di 500 (o di 100) tonnellate.

5.3 *Silos o deposito*

Se i semi vengono scaricati direttamente dalla nave nei silos o depositi, i campioni devono essere prelevati conformemente al paragrafo 5.1. Ove non sia prevista alcuna misura ai fini di tale campionatura, quest'ultima può aver luogo, secondo il paragrafo 5.2, prima o durante il trasferimento nel silos o nel deposito. Ciascuna partita deve constare di 500 (o di 100) tonnellate o parte di 500 (o di 100) tonnellate.

6. Metodo di prelievo dei campioni

6.1 *Osservazioni generali*

La campionatura deve essere effettuata da campionatori esperti designati dall'acquirente e dal venditore.

Poichè la composizione della partita non è mai omogenea o lo è solo difficilmente, occorre effettuare un numero sufficiente di prelievi elementari per ottenere un campione globale rappresentativo. La

campionatura dei semi che durante il trasporto siano stati deteriorati dall'acqua di mare o per effetto di altre cause, o che risultino in cattivo stato, nonché la campionatura dei semi sparsi [1] e successivamente riuniti e dei residui, deve essere effettuata separatamente dalla campionatura dei semi intatti. I prodotti deteriorati non devono essere mescolati con quelli intatti ma devono essere stimati separatamente.

6.2 *Prelievi elementari*

Secondo i casi, i prelievi elementari devono essere effettuati sui prodotti alla rinfusa o in sacchi, mediante gli apparecchi di campionatura di cui al capitolo 4 utilizzati conformemente ai paragrafi 6.2.1 e 6.2.2.

6.2.1 *Prodotti in sacchi*

Salvo diversa pattuizione contrattuale o pratica portuale, i prelievi elementari devono essere effettuati sul 2 % dei sacchi che costituiscono la partita.

Se i sacchi sono aperti, i prelievi elementari possono essere effettuati mediante paletta a mano o sonde cilindriche o coniche.

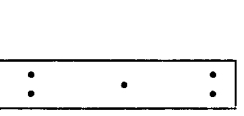
Se i prelievi sono effettuati in sacchi chiusi, possono essere utilizzate sonde affilate specialmente ideate per i sacchi.

6.2.2 *Prodotti alla rinfusa*

6.2.2.1 Ove la campionatura venga effettuata quando il prodotto è in movimento, i prelievi elementari devono essere effettuati attraverso l'intera sezione del flusso di semi a intervalli determinati in funzione della velocità di scorrimento.

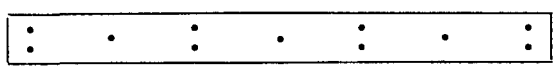
6.2.2.2 Ove la campionatura dei semi alla rinfusa abbia luogo nelle cale di imbarcazioni durante lo scarico, i prelievi elementari devono essere effettuati nel maggior numero di punti possibili a intervalli determinati in funzione della velocità di scarico.

6.2.2.3 Se la campionatura ha luogo in vagoni carichi, i prelievi elementari devono essere effettuati a tre differenti livelli mediante una sonda cilindrica o conica, secondo i semi e nei punti seguenti:



— Vagoni o autocarri contenenti fino a 15 t: 5 punti di prelievo (al centro e a 50 cm circa dalle pareti).

— Vagoni da 15 a 30 t: 8 punti di prelievo.



— Vagoni da 30 a 50 t: 11 punti di prelievo.

Nota — Se il tipo di vagone non permette tale tipo di prelievo, la campionatura verrà effettuata conformemente al paragrafo 6.2.2.1.

6.2.2.4 Se la campionatura ha luogo nella tramoggia prima della pesatura, i prelievi elementari devono essere effettuati mediante sonde cilindriche, pale o campionatori meccanici, secondo la pratica del porto.

6.2.2.5 Il procedimento da seguire per quanto concerne i silos e i depositi è necessariamente subordinato alle condizioni locali.

6.3 *Campione per laboratorio*

Il campione globale deve essere mescolato e ridotto mediante divisione fino al numero desiderato di campioni per laboratorio, mediante gli apparecchi di cui al capitolo 4. Il numero di campioni per laboratorio da costituire per l'analisi e l'arbitraggio deve essere specificato nel contratto pattuito tra acquirente e venditore. Per alcuni semi (per esempio: copra, arachidi con guscio), si raccomanda di stacciare il campione globale prima di ridurlo e di aggiungere il residuo fine ai campioni di laboratorio in proporzione esatta. Tale operazione è destinata a garantire che i campioni contengano la medesima percentuale di elementi fini di qualità inferiore.

6.4 *Importanza dei campioni*

In generale sono ammessi i pesi di campioni appresso indicati. In taluni casi, possono esser richiesti campioni maggiori o minori secondo la natura dell'analisi da effettuare.

---

[1] Il termine serve a designare qualsiasi prodotto fuoriuscito dal proprio imballaggio originale ma non eccessivamente contaminato.

Semi	Partita	Prelievi elementari	Campione globale(1)	Campione per laboratorio
	t	kg	kg	kg
Semi grossi (ad esempio: copra)	fino a 500	1	fino a 200	6
Semi medi (ad esempio: arachide decorticato)	fino a 500	0,5	fino a 100	5
Semi piccoli (ad esempio: papavero)	fino a 100	0,1	fino a 20	2

(1) Qualunque sia l'importanza del campione globale, esso deve essere rappresentativo della partita.

7. Imballaggio e marcatura dei campioni

7.1 *Imballaggio dei campioni*

I campioni per laboratorio devono essere imballati in sacchi a maglie strette, sacchi di carta resistente, imballaggi di cartone, sacchi di polietilene, scatole di metallo, bottiglie o vasi di vetro.

I campioni per la determinazione dell'umidità o per qualsiasi analisi che possa venir influenzata da una modificazione dell'umidità devono esser imballati in recipienti stagni all'umidità a chiusura ermetica. I recipienti devono essere completamente riempiti e le chiusure devono essere sigillate per evitare qualsiasi modificazione del tenore iniziale di acqua.

7.2 *Etichette per i campioni*

Qualora vengano utilizzate etichette di carta per i campioni di semi oleosi, esse devono avere la qualità e le dimensioni idonee al loro impiego. Il foro praticato nell'etichetta deve essere rinforzato.

Sulle etichette devono figurare almeno le seguenti indicazioni:

1. Nave o veicolo
2. Da.....
3. A.....
4. Arrivo
5. Quantità
6. Rinfusa/sacchi
7. Designazione del prodotto
8. Marchio (2) o numero della partita
9. Numero e data della bolletta di carico o del contratto
10. Data della campionatura
11. Luogo e punto di campionatura
12. Campionato congiuntamente da.....

Le indicazioni annotate sull'etichetta devono essere indelebili.

8. Spedizione dei campioni

I campioni per laboratorio devono essere spediti il più celermente possibile e, salvo casi eccezionali, non oltre 48 ore dopo l'ultimazione della campionatura, esclusi i giorni in cui gli esercizi commerciali restano chiusi.

9. Verbale di campionatura

L'eventuale verbale di campionatura deve indicare:

— lo stato nel quale si trovano i semi campionati,

— il procedimento utilizzato, ove differisca da quello descritto nella presente raccomandazione ISO,

— tutti gli elementi che possono aver influito sulla campionatura.

(2) Ai fini dell'identificazione.

ALLEGATO A

ESEMPI DI APPARECCHI PER LA CAMPIONATURA

Nota — Esistono numerosi apparecchi di vari tipi. Le dimensioni appresso riportate hanno semplicemente carattere indicativo.

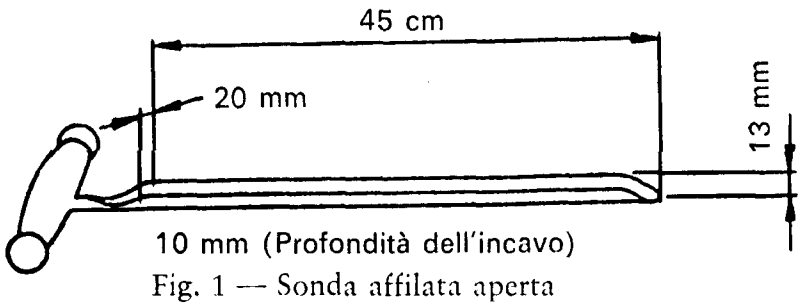


Fig. 1 — Sonda affilata aperta

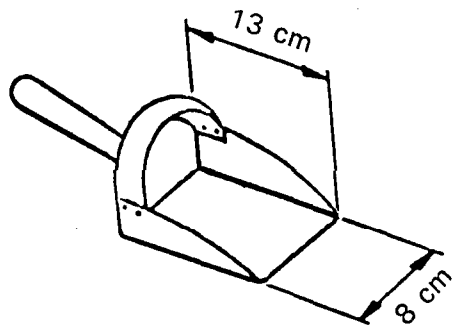


Fig. 2 — Paletta a mano

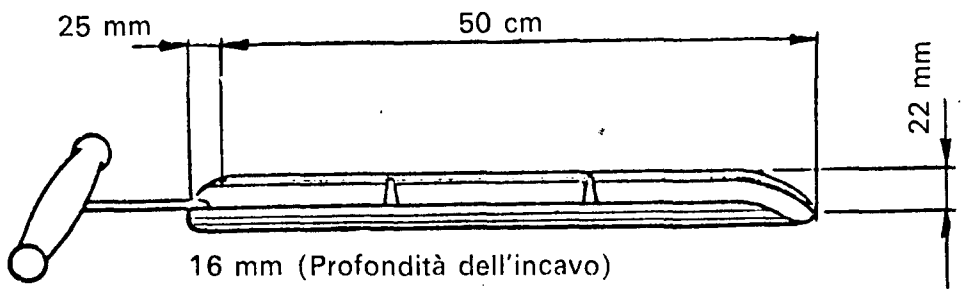


Fig. 3 — Sonda affilata aperta, divisa

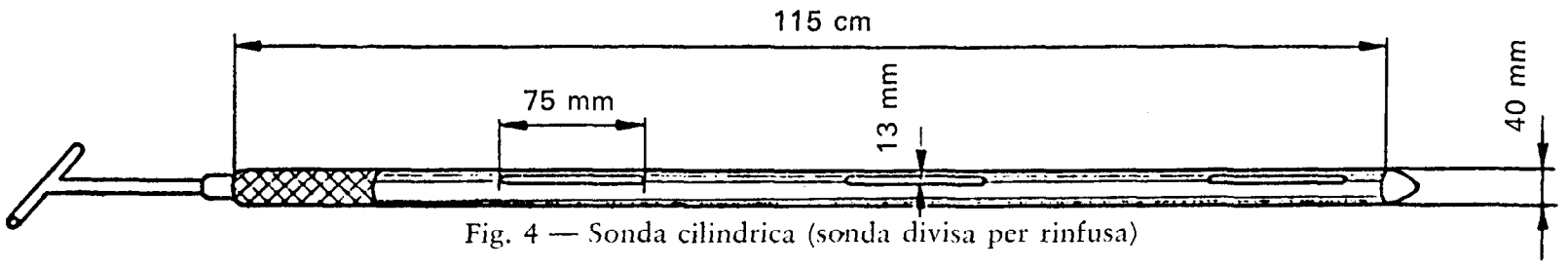


Fig. 4 — Sonda cilindrica (sonda divisa per rinfusa)

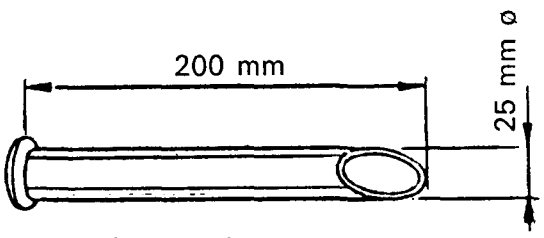


Fig. 5 — Sonda specialmente ideata per i sacchi

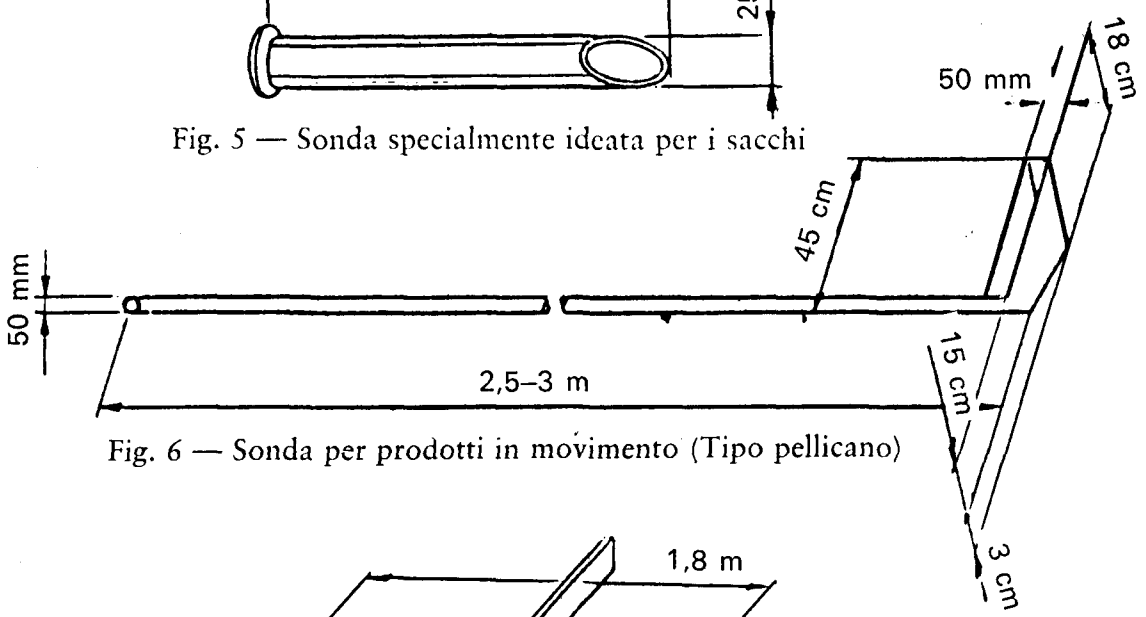


Fig. 6 — Sonda per prodotti in movimento (Tipo pellicano)

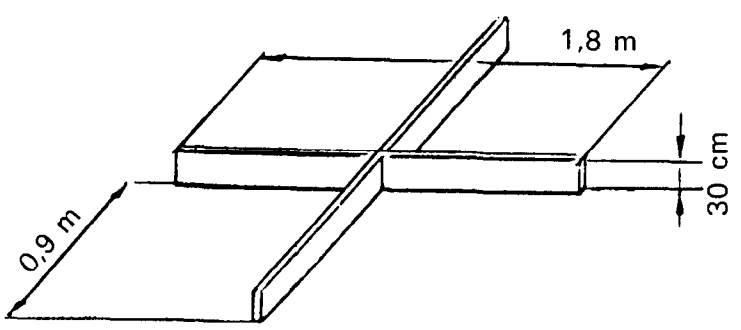


Fig. 7 — Croce

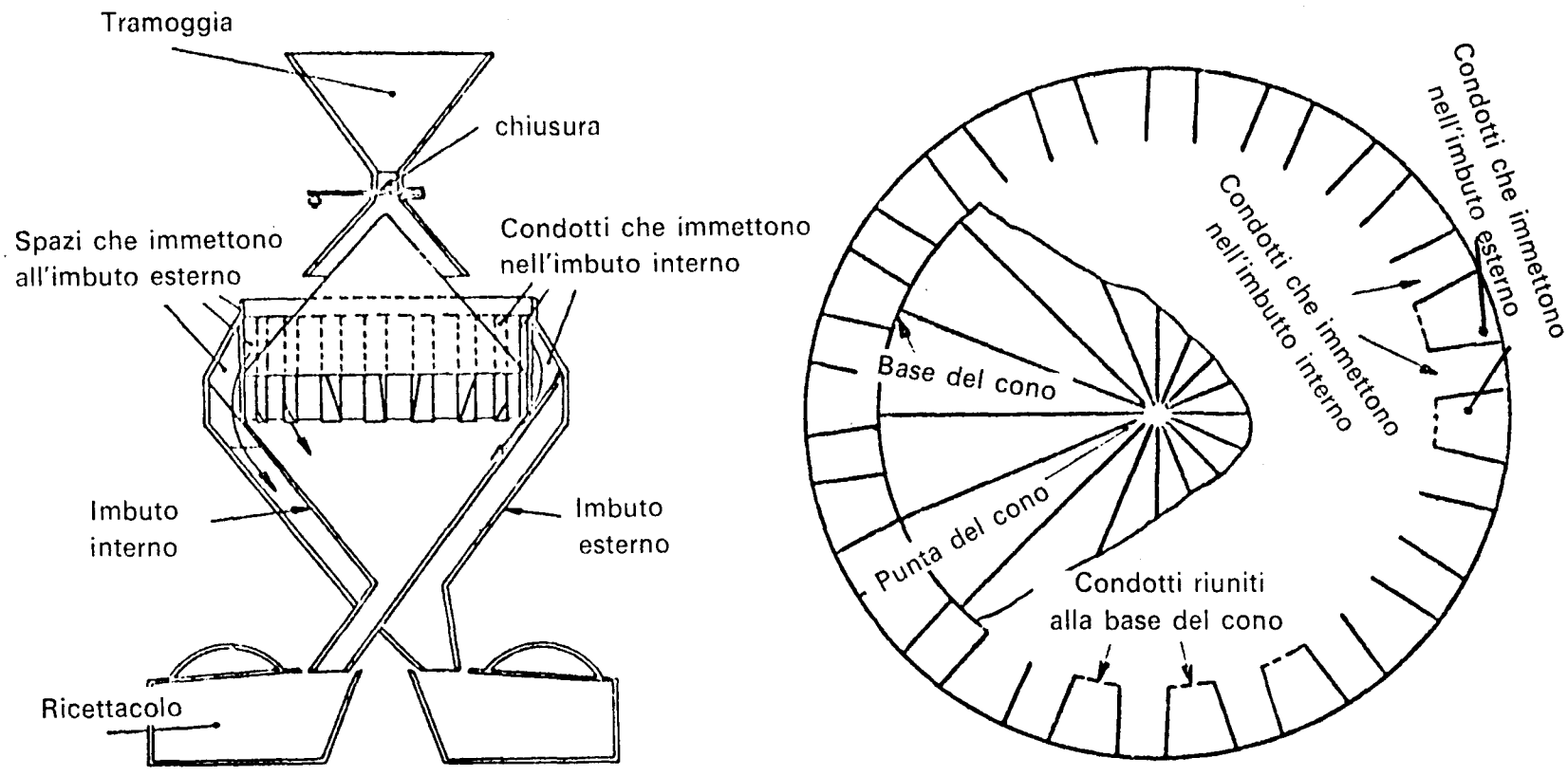


Fig. 8 — Campionatore conico

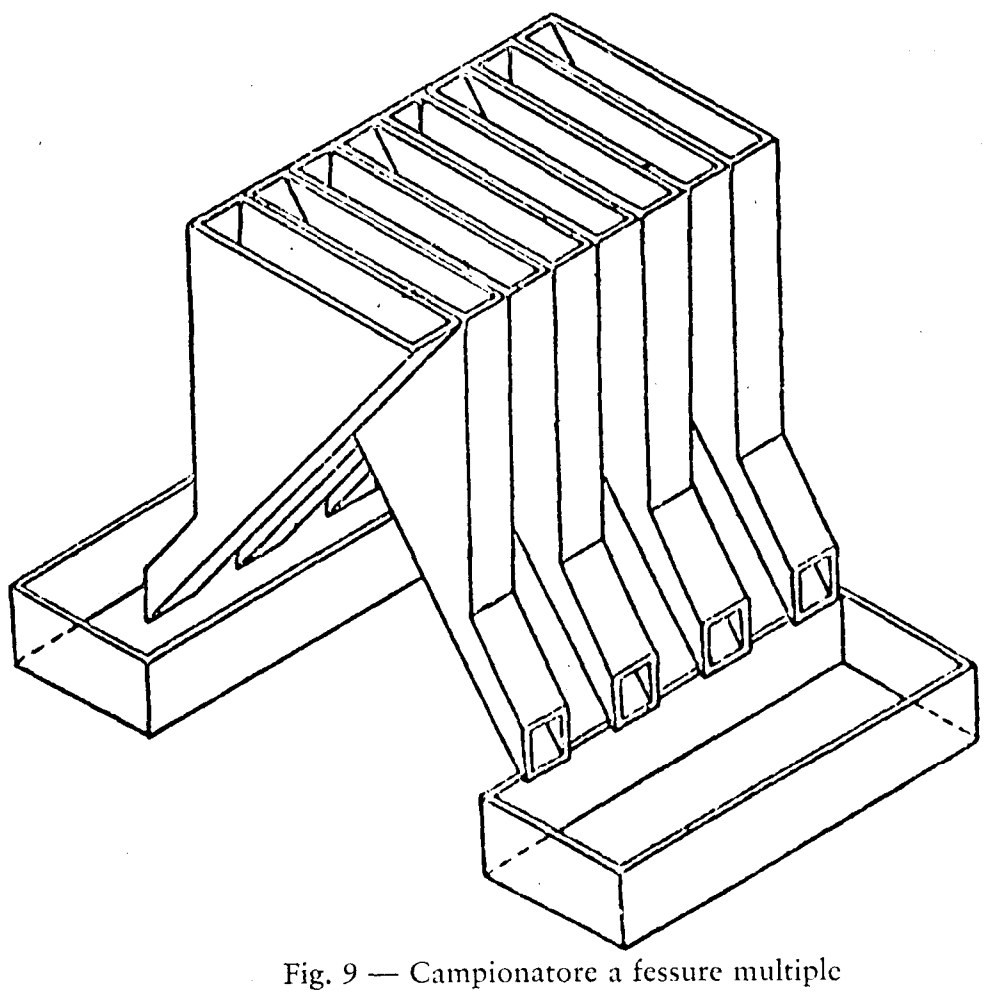


Fig. 9 — Campionatore a fessure multiple

ALLEGATO II

Raccomandazione ISO R 664 (Febbraio 1968)

SEMI OLEOSI

RIDUZIONE DEI CAMPIONI PER LABORATORIO IN CAMPIONI PER ANALISI

1. Oggetto

La presente raccomandazione ISO determina il procedimento tecnico per ottenere da un campione per laboratorio di semi oleosi un campione per analisi.

Note

1. Le tecniche per ottenere campioni per laboratorio rappresentativi di una fornitura di semi oleosi sono descritte nella raccomandazione ISO R 542, «Semi oleosi. Campionatura» (1).

2. Alcuni contratti concernenti la commercializzazione dei semi oleosi prescrivono un'analisi del campione alle condizioni in cui è stato prelevato, vale a dire contenente le eventuali impurità. D'altra parte, alcuni contratti prescrivono la separazione preliminare e quantitativa delle impurità e l'analisi dei semi puri separati. Può essere richiesta anche l'analisi delle impurità.

2. Principio

Il campione per analisi è ottenuto dal campione per laboratorio, dopo aver eliminato le grosse impurità, se necessario mediante appropriata riduzione, avvalendosi di uno degli apparecchi di divisione specificati ed avendo cura che il campione per analisi sia rappresentativo del campione per laboratorio nel suo insieme.

Il campione per analisi, sia nelle condizioni originali, sia separato dalle impurità, è preparato per l'analisi secondo la tecnica specificata nel metodo corrispondente.

3. Apparecchiatura

Divisore

Apparecchio per la divisione in quarti, divisore conico, divisore munito di più fessure, o altri apparecchi di riduzione che assicurino una ripartizione uniforme dei componenti del campione di laboratorio nel campione di analisi.

4. Riduzione del campione per laboratorio

Dopo aver separato e pesato, se necessario, le impurità, mescolare con cura il campione per laboratorio per renderlo il più possibile omogeneo ed effettuare, mediante apparecchio di divisione adatto alla natura del seme, riduzioni successive fino a quando sia ottenuta approssimativamente il peso indicato nella tabella 1.

(1) Ripresa all'allegato I.

TABELLA 1

Specie di semi		Peso minimo di ciascun campione per analisi (grammi)
Copra	Cocos nucifera, Linnaeus	1.000
Ricino	Ricinus communis, Linnaeus	600
Palmisti	Elaeis guineensis, N. J. Jacquin	600
Arachide	Arachis hypogaeus, Linnaeus	600
Karité	Butyrospermum paradoxum, C. F. G. H.	500
Zucca	Cucurbita pepo, Linnaeus	500
Girasole	Helianthus annuus, Linnaeus	500
Soia	Glycine max, Linnaeus — Merrill	500
Cotone	Gossypium sp.	500
Canapa	Cannabis sativa, Linnaeus	200
Lino	Linum usitatissimum, Linnaeus	200
Colza	Brassica napus, Linnaeus	200
Ravizzone	Brassica rapa, Linnaeus	200
Papavero sonnifero	Papaver somniferum, Linnaeus	200
Senape bianca	Sinapis alba, Linnaeus	200
Senape nera	Brassica nigra, Linnaeus — W. D. J. Kock	200
Sesamo	Sesamum indicum, Linnaeus	200

Nota — Per i semi non elencati nella tabella di cui sopra, i pesi minimi saranno identici a quelli prescritti per i semi di dimensioni equivalenti.

5. Separazione delle impurità

Ove venga richiesta la separazione delle impurità, occorre seguire il procedimento descritto nella raccomandazione ISO R 658, «Semi oleosi. Determinazione del tenore di impurità» [1].

[1] Ripresa all'allegato IV.

ALLEGATO III

Raccomandazione ISO R 665 (Febbraio 1968)

SEMI OLEOSI

DETERMINAZIONE DEL TENORE IN ACQUA E SOSTANZE VOLATILI

1. Oggetto

La presente raccomandazione ISO descrive un metodo di determinazione del tenore in acqua e sostanze volatili dei semi oleosi.

2. Definizione

Per «acqua» e «sostanze volatili» s'intende la perdita di peso alle condizioni sperimentali appresso previste.

3. Principio

3.1 Determinazione del tenore in acqua e sostanze volatili del prodotto allo stato naturale (semi puri + impurezze), mediante essiccazione ad una temperatura prossima a 103° C in una stufa isotermica e a pressione atmosferica fino a peso praticamente costante.

3.2 Su richiesta, si può determinare il tenore in acqua e sostanze volatili dei soli semi puri.

4. Apparecchiatura

4.1 *Bilancia analitica*

4.2 *Macinino meccanico* di facile pulitura, adatto alla natura dei semi e che permetta la frantumazione di questi ultimi senza riscaldamento e modificazione sensibile del loro tenore in acqua e olio.

4.3 *Grattugia a funzionamento meccanico* o, in mancanza, a funzionamento manuale.

4.4 *Vaso metallico* non attaccabile, a fondo piatto, munito di coperchio ben aderente, che permette di ottenere una ripartizione della presa campione di 0,2 g circa al centimetro quadrato (ad esempio: diametro del vaso 70 mm; altezza da 30 a 40 mm). Previo accordo tra venditore ed acquirente, possono inoltre venir adoperati vasi di vetro con tappo a smeriglio.

4.5 *Stufa isotermica a riscaldamento elettrico,* avente una buona aerazione naturale, regolata in modo che la temperatura dell'aria e dei vassoi porta-campioni, in prossimità dei campioni, sia compresa, in regime normale, tra 101 e 105° C.

4.6 *Essiccatore* contenente un disidratante efficace quale ad esempio anidride fosforica, gel di silice, allumina attivata, ecc., e munito di una placca metallica che permetta il rapido raffreddamento dei vasi.

5. Procedimento

5.1 *Preparazione del campione*

5.1.1 Operare su campione per analisi, ottenuto secondo il progetto di raccomandazione ISO R 664 «Semi oleosi — Riduzione dei campioni per laboratorio in campioni per analisi» [1]. Se, prima della riduzione del campione per laboratorio, si è proceduto alla separazione dei grossi corpi estranei non oleosi, occorrerà tenerne conto in sede di calcolo (vedi paragrafo 6.3.1.). Secondo quanto

---

[1] Ripresa nell'allegato II.

pattuito nel contratto, occorre procedere su campione per analisi allo stato naturale o dopo separazione delle impurità.

5.1.2 Per il copra, grattugiare il prodotto manualmente o, preferibilmente, con grattugia meccanica (4.3.) che permetta di trattare il campione per analisi intero. In caso di operazione manuale, che non permette di grattugiare interamente il campione per analisi, è necessario ottenere un sotto-campione il più rappresentativo possibile e tener conto, a tale effetto, della grandezza e del colore dei pezzi. La lunghezza delle particelle del prodotto grattugiato può superare 2 mm, ma non 5 mm. Mescolare con cura il prodotto grattugiato e procedere immediatamente alla determinazione.

5.1.3 Per i semi di grossezza media (ad esempio: arachide, soia, ecc.), eccettuati i semi di girasole e di cotone con linters aderenti, frantumare il campione dell'analisi nel frantumatore meccanico (4.2.) previa accurata pulitura di quest'ultimo, fino all'ottenimento di particelle le cui dimensioni non superino i 2 mm. Eliminare la prima parte del prodotto frantumato (1/20 circa del campione), raccogliere il resto, mescolarlo accuratamente e procedere immediatamente alla determinazione.

5.1.4 I piccoli semi (ad esempio: lino, colza, canapa, ecc.) nonché i semi di cardamo, di girasole e di cotone con linters aderenti vengono analizzati senza sottoporli a frantumazione preventiva.

5.2 *Presa campione*

5.2.1 Pesare il vaso (4.4.) con il relativo coperchio, dopo averlo lasciato aperto per almeno 30 minuti nell'essiccatore (4.6.), alla temperatura di laboratorio.

5.2.2 Pesare con l'approssimazione di 0,001 g in un pesafiltri sia 5 ± 0,5 g del prodotto grattugiato (5.1.2) per il copra, o del prodotto macinato (5.1.3) per i semi di grandezza media, salvo quelli di girasole e di cotone con linters aderenti, sia da 5 a 10 g di semi interi per i semi di girasole e di cotone con linters aderenti e per i semi piccoli. Ripartire uniformemente la sostanza sul fondo del vaso e chiudere il vaso con il coperchio. Pesare il tutto.

5.2.3 Procedere con la massima rapidità possibile, per evitare qualsiasi modifica sensibile del tenore di acqua.

5.3 *Determinazione*

Collocare il vaso, senza coperchio, contenente la presa di campione nella stufa (4.5.) preventivamente regolato a 103 ± 2° C. Chiudere la stufa. Dopo 3 ore di permanenza nella stufa (da 12 a 16 ore per i semi di cotone con linters aderenti), calcolate a decorrere dal momento in cui la temperatura è giunta a 103° C, aprire la stufa, chiudere immediatamente il vaso col coperchio e mettere il tutto nell'essiccatore. Procedere quindi alla pesatura non appena il vaso si sia raffreddato alla temperatura di laboratorio.

Rimettere il vaso sonza coperchio nella stufa per un'ora, toglierlo dopo aver provveduto alla sua chiusura, lasciarlo raffreddare e pesarlo procedendo come sopra.

Se la differenza tra le due pesate è pari o inferiore a 0,005 g (per una presa campione di 5 g), l'operazione si considera ultimata. In caso contrario, rimettere il vaso nella stufa per periodi di un'ora, fino a quando la differenza tra due pesate successive sia pari o inferiore a 0,005 mg. Fare tutte le pesate con l'approssimazione di 0,001 g. Effettuare due determinazioni sul medesimo campione preparato.

6. Espressione dei risultati

6.1 *Calcolo e formula*

Calcolare il tenore in acqua e sostanze volatili in per cento in peso del prodotto, in base alla formula:

$$\text{Acqua e sostanze volatili, per cento in peso} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

dove:

M_0 rappresenta il peso, espresso in grammi, del vaso,

M_1 rappresenta il peso, espresso in grammi, del vaso dopo la presa di prova, prima dell'essiccazione,

M_2 rappresenta il peso, espresso in grammi, del vaso con la presa campione dopo l'essiccazione

Assumere come risultato la media aritmetica di due determinazioni parallele, ove siano soddisfatte le condizioni di ripetibilità.

Nel caso contrario, ripetere la determinazione su due altre prese di campione. Se anche in tal caso la differenza supera 0,2 per 100 g di campione, assumere come risultato la media aritmetica delle quattro determinazioni effettuate, ove lo scarto minimo tra i singoli risultati non superi 0,5 per 100 g di campione.

Indicare il risultato con un decimale.

6.2 *Ripetibilità*

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate simultaneamente o rapidamente una dopo l'altra dallo stesso analista non deve superare 0,2 g d'acqua e sostanze volatili per 100 g di campione.

6.3 *Osservazioni*

6.3.1 Se, prima dell'analisi, si sono separati dal campione i grossi corpi estranei non oleosi (5.1.1) modificare il risultato di cui sopra (6.1) mediante la formula:

$$\text{Acqua e sostanze volatili, per cento in peso} = h \times \frac{100 - X}{100}$$

dove

h rappresenta il tenore in acqua e sostanze volatili del campione in per cento, in peso, calcolato secondo la formula indicata al paragrafo 6.1,

X rappresenta la percentuale in peso delle grosse impurezze preventivamente separate, nel prodotto iniziale tal quale.

6.3.2 Se la determinazione del tenore in acqua o sostanze volatili è stata effettuata sui soli semi puri, calcolare anche il tenore in acqua e sostanze volatili secondo la formula indicata al paragrafo 6.1.

7. Nota sul modo di operare

Non mettere mai assieme nella stufa prodotti umidi con prodotti quasi secchi, in quanto ciò può avere l'effetto di reidratare parzialmente questi ultimi.

8. Verbale della prova

Nel verbale della prova devono essere menzionati il metodo utilizzato ed i risultati ottenuti, precisando chiaramente se questi ultimi rappresentano il tenore in acqua e sostanze volatili del prodotto tal quale ovvero quello dei semi puri. Esso deve inoltre menzionare tutti i particolari del procedimento non previsti nella presente raccomandazione ISO, ovvero quelli facoltativi, nonchè i fattori che possono aver influito sui risultati.

Il verbale deve anche fornire tutti gli elementi necessari alla completa identificazione del campione.

ALLEGATO IV

Raccomandazione ISO R 658 (Febbraio 1968)

SEMI OLEOSI

DETERMINAZIONE DEL TENORE IN IMPURITÀ

1. Oggetto

La presente raccomandazione ISO descrive un metodo di determinazione del tenore in impurità dei semi oleosi utilizzati come materia prima industriale e definisce le varie categorie di impurità nell'accezione corrente.

2. Definizione

2.1 Per «*impurità*» si intendono tutti i corpi estranei, organici ed inorganici, diversi dai semi della specie di base.

2.2 Per «*polveri*» si intendono le particelle che passano, secondo la specie analizzata, attraverso lo staccio indicato nella tabella 1 (vedi paragrafo 5.2.1). Nel caso dell'arachide, la farina dei semi contenuti nelle polveri non è considerata impurità.

2.3 Per «*impurità non oleose*» si intendono i grossi corpi estranei non oleosi (frammenti di legno, frammenti metallici, sassi, semi di piante non oleose), frammenti di steli, di foglie e di ogni altra parte non oleosa, aderenti al seme oleoso analizzato (ad esempio frammenti di guscio liberi o aderenti ai semi di palma) trattenuti dallo staccio indicato nella tabella 1. Per i semi venduti in guscio, come ad esempio i semi di girasole (Helianthus annuus Linnaeus) o di zucca (Cucurbita pepo Linnaeus), i gusci liberi sono considerati impurità soltanto ove la loro dimensione superi quella normalmente corrispondente ai semi che si trovano nello stesso campione.

2.4 Per «*impurità oleose*» si intendono i semi estranei oleosi.

3. Principio

Separazione delle impurità mediante setacciatura e loro classificazione in tre categorie:

— Polveri,

— Impurità non oleose,

— Impurità oleose.

Determinazione della massa di ciascuna categoria.

4. Apparecchiatura

4.1 *Staccio* (vedi tabella 1)

4.2 *Pinzetto* o altri strumenti adatti

4.3 *Bilancia* da analisi

5. Procedimento

5.1 La presa campione è costituita dal campione d'analisi proveniente dalla riduzione del campione per laboratorio, in conformità della raccomandazione ISO R 664, «*Semi oleosi, Riduzione dei campioni per laboratorio in campioni per analisi*» (1).

Pesare la presa campione a meno dello 0,1 %.

(1) Ripresa nell'allegato II.

5.2 *Determinazione*

La determinazione del tenore di impurità deve essere effettuata piuttosto rapidamente affinché non si abbia una sensibile variazione dell'umidità dei semi.

5.2.1 *Separazione delle polveri*

Separare quantitativamente le polveri mediante setacciatura della presa campione attraverso uno staccio i cui fori abbiano il diametro indicato nella tabella 1. Raccogliere le polveri e pesarle a meno di 0,01 g.

TABELLA 1

Diametro dei fori dello staccio

Natura dei prodotti	Diametro dei fori (in millimetri)
Copra, semi di grandezza media	2,0
Piccoli semi (Papaver somniferum Linnaeus, Brassica sp., Sinapis sp., Nicotina sp.)	0,5
Qualsiasi altro seme oleoso	1,0

5.2.1.1 Nel caso dell'arachide, raccogliere la totalità delle polveri così ottenute, che comprendono le polveri sterili e le polveri di semi, pesarle a meno di 0,01 g e determinare il loro tenore d'olio. Determinare anche il tenore di olio dei semi puri per calcolare il tenore di polveri sterili.

5.2.2 *Separazione delle impurità oleose e non oleose*

5.2.2.1 *Caso generale* (copra, semi di media grassezza)

Nella frazione trattenuta dallo staccio indicato nella tabella 1, separare con una pinzetta (o qualsiasi altro strumento adatto) tanto le impurità non oleose (2.3), staccando ove necessario i frammenti di guscio che aderiscono ai semi (caso dei semi di palma), quanto le impurità oleose (2.4).

Pesare separatamente, a meno di 0,01 g, ciascuna categoria di impurità.

Ove il contratto lo preveda, prendere nota della natura delle impurità oleose per indicarla nel verbale della prova.

5.2.2.2 *Caso dei piccoli semi*

Versare la frazione trattenuta dallo staccio indicato nella tabella 1 in un secondo staccio, che trattenga le impurità più grosse dei semi (o separare tali impurità con una pinzetta o qualsiasi altro strumento adatto).

Separare in questa frazione di impurità le impurità non oleose (2.3) da quelle oleose (2.4).

Pesare separatamente a meno di 0,01 g le polveri e le due frazioni di impurità (non oleose e oleose) più grosse dei semi, nonché i semi parzialmente setacciati.

Su una aliquota di quest'ultima frazione di semi (un minimo di 10 g, pesati a meno di 0,01 g) separare quindi, mediante cernita, da una parte le impurità non oleose aventi approssimativamente la grossezza dei semi puri, dall'altra i piccoli semi estranei oleosi. Pesare a meno di 0,001 g le due frazioni di impurità.

5.2.3 A richiesta, si possono raggruppare e pesare i semi oleosi estranei per specie, per indicare quindi nel verbale della prova la percentuale di ciascuna specie.

5.2.4 Effettuare due determinazioni sullo stesso campione.

6. Espressione

6.1 *Sistema di calcolo e formula*

6.1.1 Indicare il tenore di impurità di ciascuna categoria in per cento in peso dei semi allo stato naturale. La somma di tali tenori rappresenta le percentuale di impurità totali.

6.1.2 Ove la determinazione del tenore di impurità sia stata effettuata sulla intera presa campione (vedi paragrafo 5.2.2.1), la percentuali sono calcolate come appresso:

Polveri, in per cento $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurità non oleose, in per cento $$I_n = M_2 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurità oleose, in per cento $$I_0 = M_3 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurità totali, in per cento $$I_t = P + I_n + I_0$$

dove

M_1, M_2, M_3 rappresentano il peso, espresso in grammi, di ogni categoria di impurità,

M_0 rappresenta il peso, espresso in grammi, della presa campione.

6.1.3 Qualora solo una parte delle impurità sia separata sulla totalità della presa campione mentre l'altra è separata sull'aliquota della sostanza residua (caso dei piccoli semi di cui al paragrafo 5.2.2.2), le percentuali sono calcolate come appresso:

Polveri, in per cento $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurità non oleose, in per cento $$I_n = \left(M_{2a} + M_{2b} \times \frac{M_a}{M_b} \right) \times \frac{100}{M_0}$$

Impurità non oleose, in per cento $$I_0 = \left(M_{3a} + M_{3b} \times \frac{M_a}{M_b} \right) \times \frac{100}{M_0}$$

Impurità totali, in per cento $$I_t = P + I_n + I_0$$

dove

M_1 = rappresenta il peso, espresso in grammi, delle polveri,

M_{2a} = rappresenta il peso, espresso in grammi, della frazione di impurità non oleose più grosse dei semi della specie di base e separate sulla totalità della presa campione,

M_{3a} = rappresenta il peso, espresso in grammi, della frazione di impurità oleose più grosse dei semi della specie di base e separate sulla totalità della presa campione,

M_{2b} = rappresenta il peso, espresso in grammi, della frazione di impurità non oleose aventi approssimativamente la grossezza dei semi della specie di base e separate su un'aliquota del residuo, ottenuto eliminando dalla presa campione le polveri e le impurità più grosse dei semi della specie di base,

M_{3b} = rappresenta il peso, espresso in grammi, della frazione di impurità oleose aventi approssimativamente la grossezza dei semi della specie di base e separate su una parte aliquota del residuo, ottenuto eliminando dalla presa campione le polveri e le impurità più grosse dei semi della specie di base,

M_0 = rappresenta il peso, espresso in grammi, della presa campione iniziale,

M_a = rappresenta il peso, espresso in grammi, del residuo ottenuto eliminando dalla presa campione iniziale le polveri e le impurità più grosse dei semi della specie di base,

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

M_b = rappresenta il peso, espresso in grammi, della parte aliquota del resto M_a, sulla quale si sono separate le impurità aventi approssimativamente la grossezza dei semi della specie di base.

6.1.4 Nel caso dell'arachide, le percentuali sono calcolate come appresso:

Polveri totali, in per cento $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Polveri sterili, in per cento $$P_s = \frac{M_1 \times 100}{M_0}\left(1 - \frac{h}{H}\right)$$

Impurità non oleose, in per cento $$I_n = \frac{M_2 \times 100}{M_0}$$

Impurità oleose, in per cento $$I_0 = \frac{M_3 \times 100}{M_0}$$

Impurità totali, in per cento $$I_t = P_s + I_n + I_0$$

dove

M_1, M_2, M_3 rappresentano il peso, espresso in grammi, di impurità,

M_0 rappresenta il peso, espresso in grammi, della presa campione,

H rappresenta la percentuale, espressa in massa d'olio, dei semi puri,

h rappresenta la percentuale, espressa in massa d'olio, delle polveri.

6.1.5 Ove le condizioni di ripetibilità siano soddisfatte, assumere come risultato la media aritmetica delle due determinazioni.

6.1.6 Indicare i risultati con due cifre decimali per i tenori che non superino lo 0,5 % e con una sola cifra decimale per i tenori superiori a detto limite.

6.2 *Ripetibilità*

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate simultaneamente o rapidamente l'una dopo l'altra dallo stesso analista non deve superare il limite indicato alla tabella 2.

TABELLA 2

Scarto ammissibile tra i risultati forniti da due determinazioni parallele

Tenore di impurità in %	Scarto massimo ammesso in %
Fino allo 0,5 compreso	0,2
da 0,5 escluso a 1,0 incluso	0,4
da 1,0 escluso a 2,0 incluso	0,6
da 2,0 escluso a 3,0 incluso	0,8
da 3,0 escluso a 4,0 incluso	1,0
da 4,0 escluso a 5,0 incluso	1,2
da 5,0 escluso a 6,0 incluso	1,4
superiore a 6,0	1,6

Se lo scarto è superiore al limite indicato nella tabella 2, prelevare altre due prese campione, analizzare l'una come indicato in precedenza e conservare l'altra per servirsene eventualmente per una quarta determinazione. In tal caso, assumere come risultato la media aritmetica del risultato ottenuto nella terza analisi e del risultato che più gli si avvicina, ottenuto nelle analisi precedenti, purché lo scarto non superi il limite ammesso.

In mancanza, analizzare anche la quarta presa campione ed assumere come risultato la media delle quattro determinazioni.

7. Verbale della prova

Nel verbale della prova devono essere indicati il metodo ed i risultati ottenuti. Se il prodotto contiene semi oleosi estranei ed il contratto lo specifichi, indicare non solo la loro percentuale globale ma anche la loro natura. Indicare altresí, su richiesta, la percentuale di ciascuna specie di semi oleosi estranei.

Il verbale della prova deve altresí menzionare le condizioni operative non previste nella presente raccomandazione ISO, ovvero facoltative, nonché gli eventuali fattori che possono avere influito sui risultati.

Nel verbale devono inoltre essere indicati gli elementi necessari alla completa identificazione del campione.

ALLEGATO V

Raccomandazione ISO R 659 (Febbraio 1968)

SEMI OLEOSI

DETERMINAZIONE DEL TENORE D'OLIO

1. Oggetto

Scopo della presente raccomandazione ISO è di descrivere un metodo per la determinazione del tenore d'olio nei semi oleosi utilizzati come materia prima nell'industria.

2. Definizione

Per olio si intendono tutte le sostanze che vengono estratte operando come in appresso indicato.

3. Principio

3.1 Determinazione del tenore d'olio del prodotto allo stato naturale (semi puri + impurità) mediante estrazione con un apparecchio adatto e con solvente idoneo, vale a dire n-esano o etere di petrolio.

3.2 Su richiesta, si possono analizzare separatamente i semi puri e le impurità.

3.3 Nel caso dell'arachide, su richiesta, si possono analizzare separatamente i semi puri, le polveri totali, le impurità non oleose e oleose.

4. Reagenti

4.1 *N-esano* o, in mancanza, etere di petrolio che distilla fra 40 e 60° C e avente un indice di bromo inferiore a 1. Il residuo all'evaporazione completa deve essere, per i due solventi, inferiore a 0,002 g/100 ml.

4.2 *Sabbia* lavata con acido cloridrico e calcinata.

4.3 *Pietra pomice* in piccoli grani, preventivamente essiccata.

4.4 *Acido cloridrico* concentrato, d = 1,19.

5. Apparecchiatura

5.1 *Apparecchio per estrazione* adeguato (capacità del matraccio: 200–250 ml).

5.2 *Bagno a riscaldamento elettrico* (bagno di sabbia, bagnomaria, ecc..).

5.3 *Bilancia analitica.*

5.4 *Stufa a riscaldamento elettrico* provvista di dispositivo termoregolatore.

5.5 *Frantoio meccanico* di facile pulitura, corrispondente alla natura dei semi e atto a consentire la macinatura di questi ultimi senza riscaldamento e senza diminuzione sensibile del loro tenore d'acqua e d'olio.

5.6 *Grattugia meccanica* o, in mancanza di questa, grattugia a mano.

5.7 *Mortaio e pestello,* di porcellana, ferro o bronzo o, preferibilmente, micro-frantoio meccanico adeguato.

5.8 *Ditale di carta d'estrazione* ed ovatta esenti da materie solubili nello n-esano o nell'etere di petrolio.

5.9 *Vaso di metallo* a fondo piatto, con diametro di circa 100 mm e altezza di circa 40 mm.

5.10 *Vaso poroso* di ceramica, di forma cilindrica; diametro interno: 68 mm; diametro esterno: 80 mm; altezza: 85 mm; spessore delle pareti del fondo: 6 mm.

5.11 *Stufa* per fumigazioni, con temperatura regolabile.

5.12 *Pipetta* di 2 ml, graduata in 0,1 ml.

5.13 *Vetro d'orologio* con diametro da 80 a 90 mm.

6. Modo di operare

6.1 *Preparazione del campione*

6.1.1 Operare sul campione per analisi ottenuto secondo la raccomandazione ISO R 664, «Semi oleosi-Riduzione dei campioni per laboratori in campioni per analisi [1]». Qualora, prima di ridurre il campione per laboratorio, siano stati separati i corpi estranei grossi e non oleosi, di ciò si terrà conto nei calcoli (cfr. par. 7.3.3).

Secondo le clausole contrattuali, si operi sul campione per analisi allo stato tal quale o previa separazione delle impurità.

6.1.2 Per la copra, grattugiare il prodotto a mano, o, preferibilmente, mediante grattugia meccanica (5.6) al fine di trattare l'intero campione per analisi. Qualora si operi a mano, e non sia quindi possibile grattugiare tutto il campione per analisi, si cerchi di ottenere un sottocampione che sia il più rappresentativo possibile nonché di tener conto, a tal fine, della grandezza e del colore dei diversi pezzi.

La lunghezza delle particelle della sostanza grattugiata può superare i 2 mm ma non i 5 mm.

Mescolare con cura la sostanza grattugiata e procedere immediatamente alla determinazione.

6.1.3 Per i semi di grandezza media (ad esempio girasole, arachide, soia), eccettuati i semi di cotone con linter aderenti, macinare il campione per analisi nel frantoio meccanico (5.5) dopo averlo ben pulito, fino ad ottenere particelle la cui dimensione maggiore non superi i 2 mm. Scartare la frazione di testa del macinato (circa un ventesimo del campione), raccogliere la sostanza rimanente, mescolarla con cura e procedere immediatamente alla determinazione.

6.1.4 Per i semi di cotone con linter aderenti, pesare con grado di precisione a meno di 0,01 g, nel vaso metallico tarato (5.9), circa 60 g del campione tal quale per analisi. Introdurre il vaso con i semi nella stufa (5.4) precedentemente riscaldata a 130° C e lasciar essiccare per due ore a 130 ± 2° C,

[1] Ripresa nell'allegato II.

quindi estrarre il vaso dalla stufa e far raffreddare all'aria per 30 minuti circa. Versare i semi in tal modo essiccati nel vaso poroso di ceramica (5.10) le cui pareti interne ed il fondo sono stati precedentemente inumiditi utilizzando una pipetta (5.12), con 1,5 ml di acido cloridrico concentrato (4.4), avendo cura che l'acido sia completamente assorbito senza formare gocce aderenti. Chiudere il vaso con il vetro d'orologio (5.13) e riportarlo nella stufa per fumigazione (5.11). Riscaldarlo in modo da raggiungere in 30 minuti la temperatura di 115° C, che non deve essere superata, e mantenere questa temperatura ancora per 30 minuti.

Togliere il vaso dalla stufa, farlo raffreddare per un'ora all'aria, pesare nuovamente i semi così trattati con approssimazione a meno di 0,01 g, quindi macinare i semi nel frantoio meccanico (5.5) e continuare come indicato al paragrafo 6.1.3.

6.1.5 I semi piccoli (ad esempio lino, colza, ecc.) vengono analizzati senza precedente frantumazione meccanica.

6.2 *Prelievo del campione*

6.2.1 Il campione prelevato deve essere rappresentativo del campione per l'analisi.

6.2.2 Pesare, con approssimazione a meno di 0,01 g, circa 10 g

— di sostanza grattugiata (6.1.2), non appena finito di grattugiare, nel caso della copra,

— di sostanza macinata (6.1.3.), non appena finito di macinare, nel caso dei semi di grandezza media, esclusi i semi di cotone con linter aderenti,

— di sostanza macinata (6.1.4.), non appena finito di macinare, nel caso dei semi di cotone con linter aderenti,

— del campione dopo averlo ben macinato, nel caso di semi piccoli.

6.3 *Determinazione*

6.3.1 Nel caso della copra e dei semi di grandezza media, inclusi i semi di cotone con linter aderenti, mettere il campione prelevato nel ditale di carta (5.8.) e chiuderlo con ovatta.

6.3.2 Per i semi piccoli, frantumare il campione prelevato nel mortaio o nel micro-frantoio (5.7), avendo cura che non restino semi intatti. Servendosi di una spatola, travasare i semi macinati nel ditale di carta (5.8.), evitando le perdite. Con un tampone d'ovatta (5.8) imbevuto di solvente (4.1) pulire il mortaio ed il pestello ovvero la ciotola del micro-frantoio e la spatola, chiudere il ditale con ovatta.

6.3.3 Nel caso dell'arachide, nel ditale d'estrazione (5.8.) si può mettere una presa del campione di circa 10 g, costituita dalla frazioni separate di semi puri, di impurità non oleose e di polveri totali, in quantità proporzionali al tenore di questi vari elementi nel campione per analisi.

6.3.4 Qualora i semi fossero molto uniti (tenore d'acqua superiore al 10 %), mettere per un certo tempo il ditale riempito nella stufa riscaldata a non oltre 80° C, al fine di ridurre l'umidità al disotto del 10 %.

6.3.5 Tarare, con approssimazione a meno di 0,001 g, due matracci A e B contenenti ciascuno da 1 a 2 granuli di pietra pomice (4.3.), precedentemente essiccati ad una temperatura di 103 ± 2° C e raffreddati almeno per un'ora in un essiccatore.

Introdurre nell'apparecchio per estrazione (5.1.) il ditale (5.8.) contenente il campione prelevato.

Si versi nel matraccio A la necessaria quantità di solvente (4.1.). Adattare il matraccio all'apparecchio di estrazione sul bagno a riscaldamento elettrico (5.2.) Portare il riscaldamento in condizioni tali che il riflusso sia almeno di 3 gocce al secondo (ebollizione moderata, non tumultuosa).

Dopo quattro ore d'estrazione, lasciare raffreddare. Estrarre il ditale dall'apparecchio, esporlo ad una corrente d'aria al fine di eliminare la maggior parte del solvente di cui è impregnato.

Vuotare il ditale nel mortaio (5.7.), aggiungere circa 10 g di sabbia (4.2.), triturare il più finemente possibile (nel caso in cui sia stato adoperato un micro-frantoio, frantumare senza aggiungere sabbia), introdurre nuovamente la miscela nel ditale e quest'ultimo nell'apparecchio per l'estrazione e continuare l'estrazione ancora per due ore, utilizzando lo stesso matraccio A.

Far raffreddare, estrarre di nuovo il ditale, eliminare il solvente e ripetere la triturazione sopra descritta (senza nuova aggiunta di sabbia). Procedere ad una terza estrazione per due ore e raccogliere il prodotto nel matraccio B.

Mediante distillazione su bagnomaria bollente, liberare della maggior parte di solvente i matracci A e B.

Eliminare le ultime tracce di solvente riscaldando i matracci per 20 minuti alla temperatura di 103 ± 2° C. Agevolare tale eliminazione mediante insufflazione, ad intervalli, di un gas inerte, ovvero operando sotto pressione ridotta. Far raffreddare i matracci in un essiccatore almeno per un'ora e pesare con approssimazione a meno di 0,001 g.

Riscaldare nuovamente per 10 minuti nelle stesse condizioni; raffreddare e pesare.

La differenza fra le due pesate non deve superare 0,010 g. Altrimenti riscaldare nuovamente per 10 minuti finché la differenza di peso sia al massimo pari a 0,010 g. Annotare l'ultima pesata del matraccio A.

Se la massa dell'olio nel matraccio B è al massimo pari a 0,010 g, l'operazione è terminata. In caso contrario, utilizzando il matraccio B, procedere ad una nuova estrazione per 2 ore e così di seguito finché la massa d'olio ottenuta dall'ultima estrazione sia al massimo pari a 0,010 g. Annotare l'ultima pesata del matraccio B.

6.3.6 L'olio estratto deve essere limpido; in caso contrario, determinare il tenore di impurità. A tal fine, sciogliere le materie grasse nel solvente impiegato per l'estrazione; filtrare su filtro di carta precedentemente disseccata a 103 ± 2° C fino a peso costante; lavare il filtro più volte con lo stesso solvente per eliminare completamente l'olio; essiccare nuovamente a 103 ± 2° C fino a peso costante (per raffreddare e pesare la carta da filtro, adoperare un vaso adatto provvisto di coperchio). Correggere il risultato conseguentemente.

6.3.7 Qualora sia richiesto di procedere ad una determinazione del tenore d'olio dei semi puri, analizzare i semi separati dalle impurità, procedendo come per il prodotto allo stato originale.

6.3.8 Per conoscere il tenore d'olio delle impurità, effettuare l'analisi nella stessa maniera indicata per i semi puri, con le seguenti differenze:

— il campione può essere inferiore a 10 g, senza tuttavia scendere al di sotto di 2 g,

— ci si può limitare ad un'unica estrazione di 4 ore, dato che il leggero errore per difetto sul tenore d'olio del prodotto allo stato naturale è trascurabile.

6.3.9 Effettuare due determinazioni sullo stesso campione preparato.

7. Espressione dei risultati

7.1 *Metodo di calcolo e formula*

Il tenore d'olio, espresso in percentuale del peso del prodotto tal quale, si calcola mediante la seguente formula

$$\text{Olio, in percentuale del peso} = \frac{M_1}{M_0} \times 100$$

dove

M_1 è la somma dei pesi, in grammi, degli oli trovati nei matracci A e B nell'ultima pesata,

M_0 è il peso, in grammi, della presa di campione sottoposta ad estrazione.

Se le condizioni di ripetibilità sono soddisfatte, si prenda come risultato la media aritmetica delle due determinazioni. In caso contrario, ripetere l'analisi su due altre prese di campione. Se anche questa volta la differenza non è superiore allo 0,4 %, prendere come risultato la media aritmetica delle quattro determinazioni effettuate. Esprimere i risultati con un decimale.

7.2 *Ripetibilità*

La differenza tra i risultati di due determinazioni effettuate contemporaneamente o rapidamente una dopo l'altra dallo stesso analista non deve essere superiore a 0,4 g d'olio per 100 g di campione.

7.3 *Note*

7.3.1 La stessa formula (cfr. paragrafo 7.1.) serve a calcolare il tenore in olio dei semi puri nonché quello delle impurità qualora i semi puri e le impurità vengano analizzati separatamente.

In tal caso, il tenore d'olio in per cento del peso del prodotto tal quale (semi puri + impurità) può essere calcolato mediante la formula

$$\text{Olio, in per cento del peso} = H_1 - \frac{P}{100}(H_1 - H_2)$$

dove

H_1 è la percentuale in peso d'olio dei semi puri,

H_2 è la percentuale in peso d'olio delle impurità,

P è la percentuale in peso di impurità del prodotto tal quale.

7.3.2 Nel caso dei semi di cotone con linters aderenti, il tenore d'olio in percentuale del peso del prodotto tal quale è calcolato mediante la formula

$$\text{Olio in per cento del peso} = \frac{M_1}{M_0} \times 100 \times \frac{M''_0}{M'_0}$$

dove

M_0, M_1 hanno gli stessi significati di cui al paragrafo 7.1.,

M'_0 è la massa in grammi della presa di campione (circa 60 g) con trattamento preliminare (cfr. paragrafo 6.1.4.),

M''_0 è la massa, in grammi, della stessa presa di campione, dopo trattamento preventivo (cfr. paragrafo 6.1.4.) e prima della frantumazione.

7.3.3 Qualora, prima dell'analisi, siano stati allontanati dal campione i grandi corpi estranei non oleosi (cfr. paragrafo 6.1.1.), il risultato di cui sopra (cfr. paragrafi 7.1., 7.3.1. o 7.3.2.) per il tenore d'olio del prodotto allo stato naturale deve essere modificato conseguentemente, secondo la formula:

$$\text{Olio, in per cento del peso} = \frac{H_0}{100} \times (100 - x)$$

dove

H_0 è la percentuale in peso d'olio della sostanza analizzata (calcolata, secondo il caso, in base ai paragrafi 7.1., 7.3.1 o 7.3.2),

x è la percentuale in peso dei grandi corpi non oleosi precedentemente separati dal prodotto iniziale allo stato originale.

7.3.4 Nel caso dell'arachide, il tenore d'olio in percentuale del peso del prodotto tal quale è calcolato mediante la formula

$$\text{Olio, in per cento del peso} = H_1 - \frac{P + I_0 + I_n}{100} \times (H_1 - H_2)$$

dove

P è la percentuale in peso di polveri totali,

I_0 è la percentuale in peso di impurità oleose,

I_n è la percentuale in peso di impurità non oleose,

H_1 è la percentuale in peso d'olio dei semi puri,

H_2 è la percentuale in peso d'olio delle impurità.

Se l'estrazione è stata fatta in un unico ditale, calcolare il tenore d'olio secondo il paragrafo 7.1.

7.3.5 Su richiesta, il tenore d'olio può essere espresso in relazione alla materia secca e calcolato mediante la formula

$$\text{Olio in per cento del peso} = H_0 \times \frac{100}{100 - U}$$

dove

H_0 è la percentuale in peso d'olio del prodotto tal quale,

U è l'umidità in percentuale.

8. Nota sul modo di operare

Nel caso di oli semi-siccativi e siccativi, è preferibile eliminare il solvente residuo mediante essiccamento a pressione ridotta.

9. Verbale dell'analisi

Il verbale dell'analisi deve indicare il metodo impiegato ed i risultati ottenuti precisando chiaramente se questi ultimi rappresentano il tenore d'olio dei semi allo stato originale, il tenore d'olio dei semi puri o il tenore d'olio dei semi rispetto alla materia secca. Va menzionato anche il solvente utilizzato nonché tutti i particolari dell'operazione non previsti dalla presente raccomandazione ISO, o facoltativi, e tutto quanto può aver influenzato i risultati ottenuti.

Il verbale dell'analisi deve parimenti fornire le informazioni necessarie all'identificazione completa del campione.