Artikel 2

Bijlage II van Verordening nr. 282/67/EEG vervalt.

Artikel 3

De tekst van artikel 2 van Verordening nr. 284/67/EEG wordt vervangen door de volgende:

„Het nemen van monsters, het omzetten van laboratoriummonsters in analysemonsters alsmede het bepalen van het gehalte aan onzuiverheden en het vochtgehalte geschiede volgens een voor de gehele Gemeenschap eenvormige methode."

Artikel 4

De tekst van artikel 17 van Verordening (EEG) nr. 911/68 wordt vervangen door de volgende:

„Het nemen van monsters, het omzetten van laboratoriummonsters in analysemonsters alsmede het bepalen van het gehalte aan onzuiverheden en het vochtgehalte geschieden volgens een voor de gehele Gemeenschap eenvormige methode."

Artikel 5

Deze verordening treedt in werking op de derde dag volgende op die van haar bekendmaking in het *Publikatieblad van de Europese Gemeenschappen.*

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in elke Lid-Staat.

Gedaan te Brussel, 23 september 1968.

Voor de Commissie

De Voorzitter

Jean REY

VERORDENING (EEG) Nr. 1470/68 VAN DE COMMISSIE

van 23 september 1968

betreffende het nemen en het omzetten van monsters alsmede betreffende het bepalen van het oliegehalte, het gehalte aan onzuiverheden en het vochtgehalte van oliehoudende zaden

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap,

Gelet op Verordening nr. 136/66/EEG van de Raad van 22 september 1966 houdende de totstandbrenging van een gemeenschappelijke ordening der markten in de sector oliën en vetten (1), inzonderheid op artikel 26, lid 3, en op artikel 27, lid 5,

Gelet op Verordening nr. 162/66/EEG van de Raad van 27 oktober 1966 betreffende het handelsverkeer in oliën en vetten tussen de Gemeenschap en Griekenland (2), inzonderheid op artikel 8,

Gelet op Verordening nr. 142/67/EEG van de Raad van 21 juni 1967 betreffende de restituties bij uitvoer van koolzaad, raapzaad en zonnebloemzaad (3), inzonderheid op artikel 6,

Overwegende dat het dienstig is ter uitvoering van Verordening nr. 282/67/EEG van de Commissie van 11 juli 1967 betreffende de interventieregeling voor oliehoudende zaden (4), van Verordening nr. 284/67/EEG van de Commissie van 11 juli 1967 betreffende bepaalde voorwaarden voor de toepassing van de restituties bij de uitvoer van oliehoudende zaden (5) en van Verordening (EEG) nr. 911/68 van de Commissie van 5 juli 1968 houdende enkele bepalingen betreffende de steun voor oliehoudende zaden (6), laatstelijk gewijzigd bij Verordening (EEG) nr. 1469/68 (7), een voor de gehele Gemeenschap eenvormige methode vast te stellen voor het nemen van

(1) PB nr. 172 van 30. 9. 1966, blz. 3025/66.
(2) PB nr. 197 van 29. 10. 1966, blz. 3393/66.
(3) PB nr. 125 van 26. 6. 1967, blz. 2461/67.
(4) PB nr. 151 van 13. 7. 1967, blz. 1.
(5) PB nr. 151 van 13. 7. 1967, blz. 6.
(6) PB nr. L 158 van 6. 7. 1968, blz. 8.
(7) Zie blz. 1 van dit Publikatieblad.

monsters en het omzetten van laboratoriummonsters in analysemonsters alsmede voor het bepalen van het oliegehalte, het gehalte aan onzuiverheden en het vochtgehalte van de zaden;

Overwegende dat voor elk van bovenbedoelde verrichtingen de methode moet worden aangehouden welke in de internationale handel algemeen wordt toegepast; dat om hetzelfde resultaat te bereiken de toe te passen methode nader dient te worden gepreciseerd;

Overwegende dat de in deze verordening vervatte maatregelen in overeenstemming zijn met het door het Comité van beheer voor oliën en vetten uitgebrachte advies,

HEEFT DE VOLGENDE VERORDENING VASTGESTELD:

Artikel 1

1. Onder voorbehoud van het in de volgende leden bepaalde wordt het nemen van monsters, het verkleinen van laboratoriummonsters in analysemonsters alsmede het bepalen van het gehalte aan onzuiverheden en het vochtgehalte, als bedoeld in artikel 4 van Verordening nr. 282/67/EEG, in artikel 2 van Verordening nr. 284/67/EEG en in artikel 17 van Verordening (EEG) nr. 911/68, uitgevoerd volgens de methoden omschreven in respectievelijk de bijlagen I, II, III en IV van de onderhavige verordening.

2. In afwijking van de bepalingen van bijlage I, punt 6.1, wijzen de Lid-Staten de deskundige monsternemers aan.

3. In afwijking van de bepalingen van bijlage I, punt 6.3, moeten minstens drie laboratoriummonsters worden gevormd voor analyse en arbitrage.

4. In afwijking van de bepalingen van bijlage I, punt 6.2.1, dienen de ondermonsters te worden genomen uit ten minste 2 % van de zakken waaruit de partij bestaat.

5. In afwijking van de bepalingen van bijlage III, punten 3.2 en 6.3.2 wordt het gehalte aan water en vluchtige bestanddelen voor een produkt als zodanig bepaald.

Artikel 2

De bepaling van het oliegehalte als bedoeld in artikel 4 van Verordening nr. 282/67/EEG geschiedt volgens de in bijlage V van de onderhavige verordening omschreven methode.

In afwijking van de bepalingen van bijlage V, punten 3.2, 6.3.7, 7.3.1, 7.3.3 en 7.3.5 wordt het gehalte aan olie voor een produkt als zodanig bepaald.

Artikel 3

Deze verordening treedt in werking op de derde dag volgende op die van haar bekendmaking in het *Publikatieblad van de Europese Gemeenschappen.*

Deze verordening is verbindend in al haar onderdelen en is rechtstreeks toepasselijk in elke Lid-Staat.

Gedaan te Brussel, 23 september 1968.

Voor de Commissie

De Voorzitter

Jean REY

BIJLAGE I

Aanbeveling ISO R. 542 (Januari 1967)

OLIEHOUDENDE ZADEN

MONSTERNEMING

Inleiding

Een juiste monsterneming is een moeilijk werk, waarvoor de grootste zorg is vereist.

Men kan dus, met het oog op de analyse, niet genoeg de nadruk leggen op de noodzaak een voldoende representatief monster oliehoudende zaden te verkrijgen.

De meeste oliehoudende zaden worden verkocht op monster en op grond van het analyseresultaat van het monster, en in geval van betwisting wordt steeds verwezen naar het monster, zodat een niet zorgvuldig of slecht uitgevoerde monsterneming aanleiding geeft tot misverstanden, vertraging en nodeloze prijsaanpassingen.

De in deze ISO-aanbeveling aangegeven werkwijze werd deugdelijk bevonden in de praktijk en er wordt sterk aangeraden zich daarnaar te richten telkens wanneer zij kan worden toegepast. Erkend wordt dat het moeilijk is vaste regels te geven die voor alle gevallen gelden, en dat het in bijzondere omstandigheden wenselijk kan zijn de werkwijze enigszins te wijzigen.

1. Doel

In deze ISO-aanbeveling worden de methodes voor het bemonsteren van partijen oliehoudende zaden beschreven. Tevens wordt het gereedschap aangegeven dat voor deze werkzaamheden wordt gebruikt.

2. Algemene opmerkingen

2.1 Deze ISO-aanbeveling heeft ten doel de algemene voorwaarden voor het nemen van monsters vast te leggen, ten einde de eigenschappen te kunnen beoordelen van de als grondstoffen voor de industrie gekochte oliehoudende zaden. De gehele leverantie moet worden onderzocht in partijen van ten hoogste 500 t([1]) voor grote en middelgrote zaden en ten hoogste 100 t voor kleine zaden.

2.2 De monsters moeten volledig representatief zijn voor de partijen waaruit zij worden getrokken. Daartoe moeten uit een partij van ten hoogste 500 t (of 100 t naar gelang van het geval) een aantal ondermonsters worden genomen en zorgvuldig gemengd, zodat zij een verzamelmonster vormen, waaruit door opeenvolgend verkleinen het voor de analyse bestemde laboratoriummonster wordt verkregen.

2.3 Met bijzondere zorg dient men zich ervan te vergewissen dat al het bemonsteringsgereedschap schoon en droog is en geen abnormale geur heeft.

De monsterneming moet op zodanige wijze geschieden dat de monsters oliehoudende zaden, het bemonsteringsgereedschap en de monsterverpakking, beschermd zijn tegen elke toevallige beschadiging, b. v. door regen, stof, enz.

De stoffen die aan de buitenkant van het bemonsteringsgereedschap kleven, moeten worden verwijderd alvorens dit wordt geledigd.

3. Definities

De voor de partijen en de monsters gebruikte termen worden hieronder omschreven:

3.1 *Levering*

Hoeveelheid zaad die in eenmaal wordt verzonden op grond van een bepaald contract.

3.2 *Partij*

Bepaalde hoeveelheid van de levering, waaraan de kwaliteit van de levering kan worden beoordeeld.

([1]) 1 t = 1000 kg.

3.3 *Ondermonster*

Kleine hoeveelheid zaad, die op een plaats uit de partij is genomen. Een bepaald aantal ondermonsters moet op verschillende plaatsen uit de partij worden genomen zodat, wanneer zij zijn gemengd, het mengsel representatief is voor de partij.

3.4 *Verzamelmonster*

Hoeveelheid zaad, verkregen door de ondermonsters dooreen te mengen.

3.5 *Laboratoriummonster*

Klein monster, representatief voor de kwaliteit van de partij, verkregen uit het verzamelmonster en dat bestemd is voor analyse of ander onderzoek.

4. Gereedschap

Het benodigde gereedschap wordt hieronder opgesomd; voor elk geval worden voorbeelden gegeven (zie ook figuren 1 tot en met 9 in de bijlage A).

4.1 *Bemonsteren van gezakte partijen*

Speciale langwerpige stekers voor zakken, cilindrische stekers, conische stekers en handscheppen.

4.2 *Bemonsteren van gestorte partijen*

Grote schoppen, scheppen, cilindrische stekers, conische stekers, mechanische bemonsteringstoestellen en andere apparaten voor het herhaald nemen van kleine monsters tijdens het storten van de oliehoudende zaden.

4.3 *Mengen en delen*

Scheppen, kruisverdelers (voor het delen in vieren), toestellen voor het ledigen en verkleinen en andere verdeeltoestellen.

5. Begrenzing van de partijgrootte

5.1 *Vervoer per schip*

De meeste oliehoudende zaden worden geleverd na zee- of riviervervoer. In beide gevallen heeft de monsterneming normaal plaats op het ogenblik van het lossen. Elke partij moet 500 (of 100) t of een gedeelte van 500 (of 100) t bedragen.

5.2 *Vervoer over de weg of per spoor*

Indien de goederen van een schip worden overgeladen in vrachtwagens of wagons, kan de monsterneming geschieden vóór het laden van de vrachtwagens en wagons.

Iedere partij moet 500 (of 100) t of een gedeelte van 500 (of 100) t bedragen.

Indien de monsterneming plaatsvindt in geladen wagons, moet elke partij een bepaald aantal wagons omvatten, met een totaalgewicht van 500 (of 100) t of een gedeelte van 500 (of 100) t.

5.3 *Silo of entrepot*

Indien de zaden rechtstreeks van een schip worden overgeladen in silo's of entrepots, moeten de monsters worden genomen volgens punt 5.1. Indien met het oog op een dergelijke monsterneming geen maatregelen zijn genomen, kan de monsterneming plaatsvinden volgens punt 5.2, vóór of tijdens het overbrengen naar de silo of het entrepot. Elke partij moet 500 (of 100) ton of gedeelte van 500 (of 100) ton bedragen.

6. Methode voor de monsterneming

6.1 *Algemene opmerkingen*

De monsterneming moet worden verricht door deskundige monsternemers, die door de kopers en de verkopers zijn aangewezen.

Daar de samenstelling van de partij zelden of nooit homogeen is, moet men een voldoend aantal ondermonsters nemen, ten einde een representatief verzamelmonster te verkrijgen.

De monsterneming van zaden die tijdens het vervoer door zeewater of door een andere oorzaak zijn beschadigd, van zaden in slechte staat, van verspreide(1) en daarna verzamelde zaden, alsmede van schroot, moet afzonderlijk worden verricht en niet samen met de monsterneming van het gezonde zaad. Beschadigde produkten mogen niet met gezonde produkten worden gemengd, maar moeten afzonderlijk worden beoordeeld.

6.2 *Ondermonsters*

Naar gelang van het geval moeten de ondermonsters worden genomen uit gestorte partijen of uit gezakte partijen, met de in punt 4 bedoelde bemonsteringsgereedschappen die worden gebruikt overeenkomstig de punten 6.2.1 en 6.2.2.

6.2.1 *Gezakte produkten*

Behoudens andersluidende bepalingen van het contract of afwijkende havengebruiken, moeten de ondermonsters worden genomen uit 2 % van de zakken waaruit de partij bestaat.

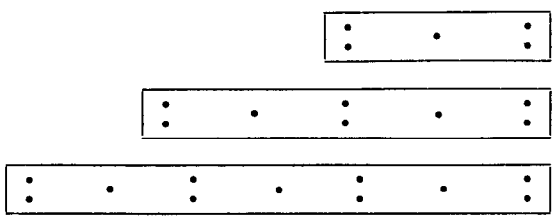
Indien de zakken open zijn, kunnen de ondermonsters worden genomen door middel van een handschep of van cilindrische of conische stekers. Indien de zakken gesloten zijn, kan voor de monsterneming gebruik worden gemaakt van speciale langwerpige stekers voor zakken.

6.2.2 *Gestorte produkten*

6.2.2.1 Wanneer de monsterneming geschiedt terwijl het produkt in beweging is, moeten de ondermonsters worden genomen door de gehele doorsnede van de zaadstroom en met tussenpozen die worden bepaald door de uitstromingssnelheid.

6.2.2.2 Wanneer de bemonstering van gestorte zaden plaatsvindt in de ruimen gedurende het lossen, moeten de ondermonsters op zoveel mogelijk plaatsen worden genomen en met tussenpozen die worden bepaald door de snelheid van het lossen.

6.2.2.3 Indien de monsterneming geschiedt in geladen wagons, moeten de ondermonsters worden genomen op drie niveaus, met een cilindrische of conische steker, naar gelang van de zaadsoort, en wel op de volgende plaatsen:



Wagons of vrachtwagens met een inhoud tot 15 ton: 5 plaatsen (in het midden en op ongeveer 50 cm van de wanden).

Wagons van 15 tot 30 ton: 8 plaatsen.

Wagons van 30 tot 50 ton: 11 plaatsen.

Opmerking: Uit wagons van een type waarvoor deze methode niet kan worden toegepast, moeten de monsters worden genomen overeenkomstig punt 6.2.2.1.

6.2.2.4 Indien de monsterneming geschiedt in de toevoertrechter vóór het wegen, moeten de ondermonsters worden genomen met cilindrische stekers, schoppen of mechanisch bemonsteringsapparaat, volgens de gebruiken van de haven.

6.2.2.5 De werkwijze die moet worden toegepast voor silo's en entrepots hangt af van de plaatselijke omstandigheden.

6.3 *Laboratoriummonster*

Het verzamelmonster moet worden gemengd en door delen tot het gewenste aantal laboratoriummonsters worden gereduceerd met het in punt 4 vermelde gereedschap. Het aantal laboratoriummonsters dat moet worden gevormd voor analyse en arbitrage, moet in het contract worden opgegeven of in onderling overleg tussen koper en verkoper worden bepaald.

Voor bepaalde zaadsoorten (bijvoorbeeld kopra en grondnoten in de dop) verdient het aanbeveling het verzamelmonster te zeven alvorens het wordt verkleind en het fijne zeefsel in de juiste verhouding toe te voegen aan de laboratoriummonsters. Hierdoor wordt gewaarborgd dat de monsters hetzelfde percentage fijne bestanddelen van mindere kwaliteit bevatten.

6.4 *Grootte van de monsters*

Over het algemeen voldoen de hierna aangegeven monstergroottes. In bepaalde gevallen kunnen grotere of kleinere monsters worden gevraagd, naar gelang van de aard van de uit te voeren analyse.

---

(1) Deze term wordt gebruikt voor produkten die uit hun oorspronkelijke verpakking zijn verspreid, maar niet teveel zijn beschadigd.

Zaden	Partij	Onder-monsters	Verzamel-monster(1)	Laboratorium-monster
	ton	kg	kg	kg
Grote zaden (bij voorbeeld: kopra)	tot 500	1	tot 200	6
Middelgrote zaden (bij voorbeeld: gepelde grondnoten)	tot 500	0,5	tot 100	5
Kleine zaden (bij voorbeeld: papaverzaad)	tot 100	0,1	tot 20	2

(1) Ongeacht de grootte van het verzamelmonster, moet dit monster representatief zijn voor de partij.

7. Het verpakken en merken van de monsters

7.1 *Verpakking van de monsters*

De laboratoriummonsters moeten worden verpakt in fijngeweven zakken, stevige papieren zakken, kartons, polyethyleen zakken, metalen dozen, glazen flessen of potten.

Monsters voor het bepalen van het vochtgehalte of voor analyses die kunnen worden beïnvloed door een wijziging van het vochtgehalte, moeten worden verpakt in vochtdichte verpakking met hermetische sluiting. De verpakking moet geheel gevuld worden en de sluitingen moeten worden verzegeld ten einde elke verandering van het oorspronkelijk vochtgehalte te voorkomen.

7.2 *Etiketten voor monsters*

Indien voor monsters van oliehoudende zaden papieren etiketten worden gebruikt, verdient het aanbeveling dat de kwaliteit en de afmetingen zijn aangepast aan het doel waarvoor zij moeten worden gebruikt. Het gaatje in het etiket moet versterkt zijn.

Op de etiketten moeten ten minste de volgende gegevens zijn vermeld:

1. Schip of voertuig.
2. Van.....
3. Naar.....
4. Aankomst.....
5. Hoeveelheid.
6. Stortgoed in zakken.
7. Aanduiding van het produkt.
8. Merk (2) of nummer van de partij.
9. Nummer en datum van de laadbrief of het contract.
10. Datum van de monsterneming.
11. Plaats en punt van de monsterneming.
12. Gezamenlijk bemonsterd door.....

De op het etiket aangebrachte inlichtingen moeten onuitwisbaar zijn.

8. Verzending van de monsters

De laboratoriummonsters moeten zo spoedig mogelijk worden verzonden en, behalve in uitzonderlijke gevallen, niet meer dan 48 uur na het einde van de monsterneming, waarbij geen rekening wordt gehouden met dagen waarop niet wordt gewerkt.

9. Bemonsteringsrapport

Wanneer een bemonsteringsrapport wordt opgesteld, moet daarin worden vermeld:

— de staat waarin zich het bemonsterde zaad bevindt,

— de gebruikte methode, wanneer zij verschilt van de in deze ISO-aanbeveling beschreven methode, alsmede

— alle omstandigheden die op de monsterneming invloed kunnen hebben uitgeoefend.

(2) Met het oog op de identificatie.

BIJLAGE A

VOORBEELDEN VAN BEMONSTERINGSGEREEDSCHAP

Opmerking: Er bestaan talrijke apparaten van verschillende types. De aangegeven afmetingen worden slechts als richtmaat vermeld.

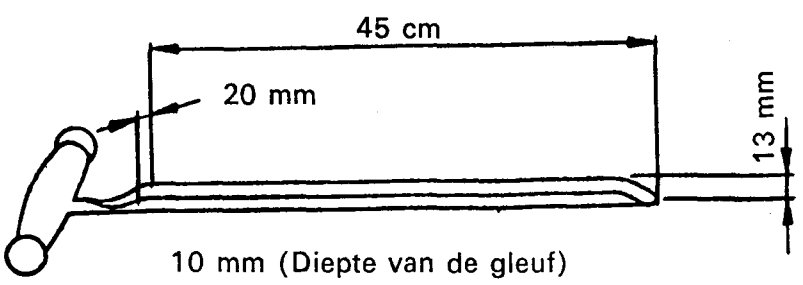


Fig. 1. Langwerpige open steker

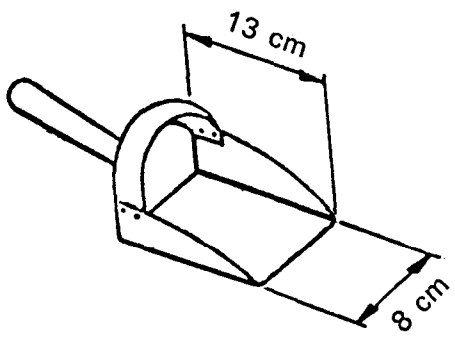


Fig. 2. Handschep

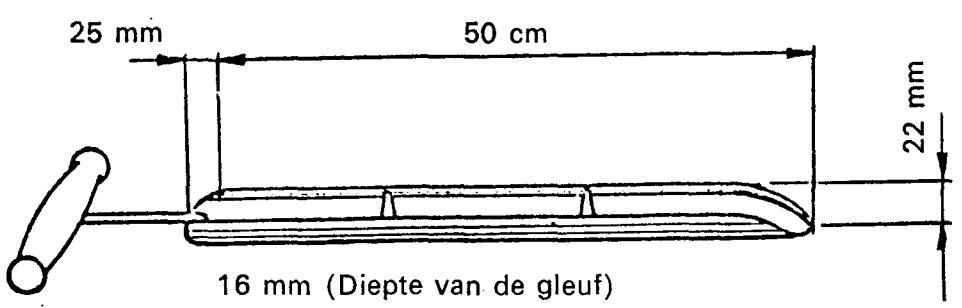


Fig. 3. Langwerpige open steker met verdelingen

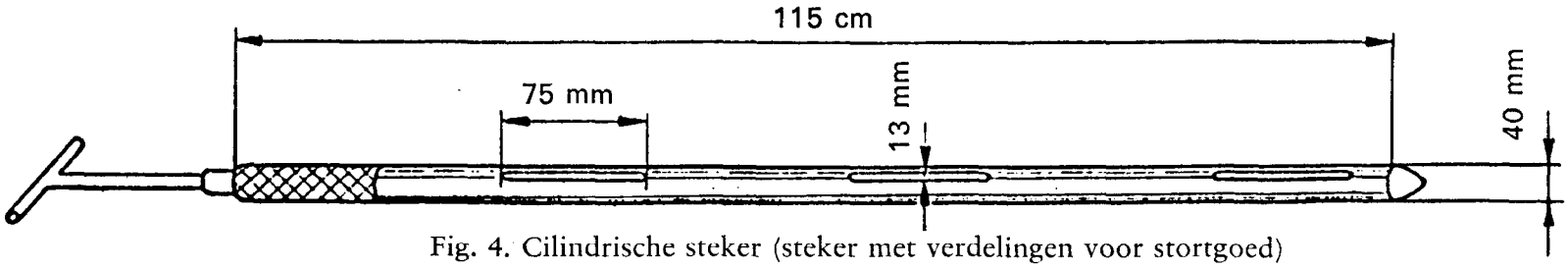


Fig. 4. Cilindrische steker (steker met verdelingen voor stortgoed)

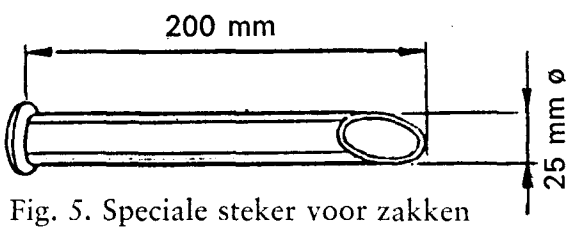


Fig. 5. Speciale steker voor zakken

Fig. 6. Steker voor bewegende produkten
(Pelikaan - type)

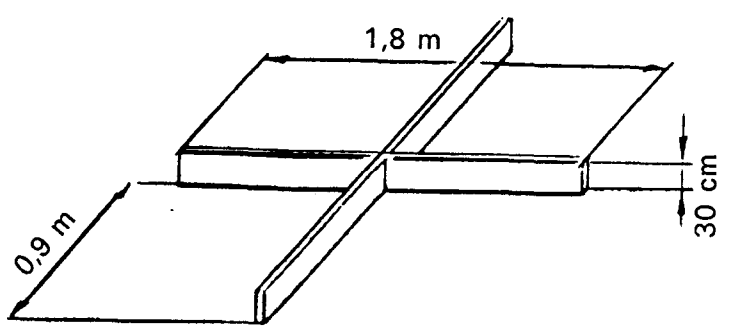


Fig. 7. Kruisverdeler

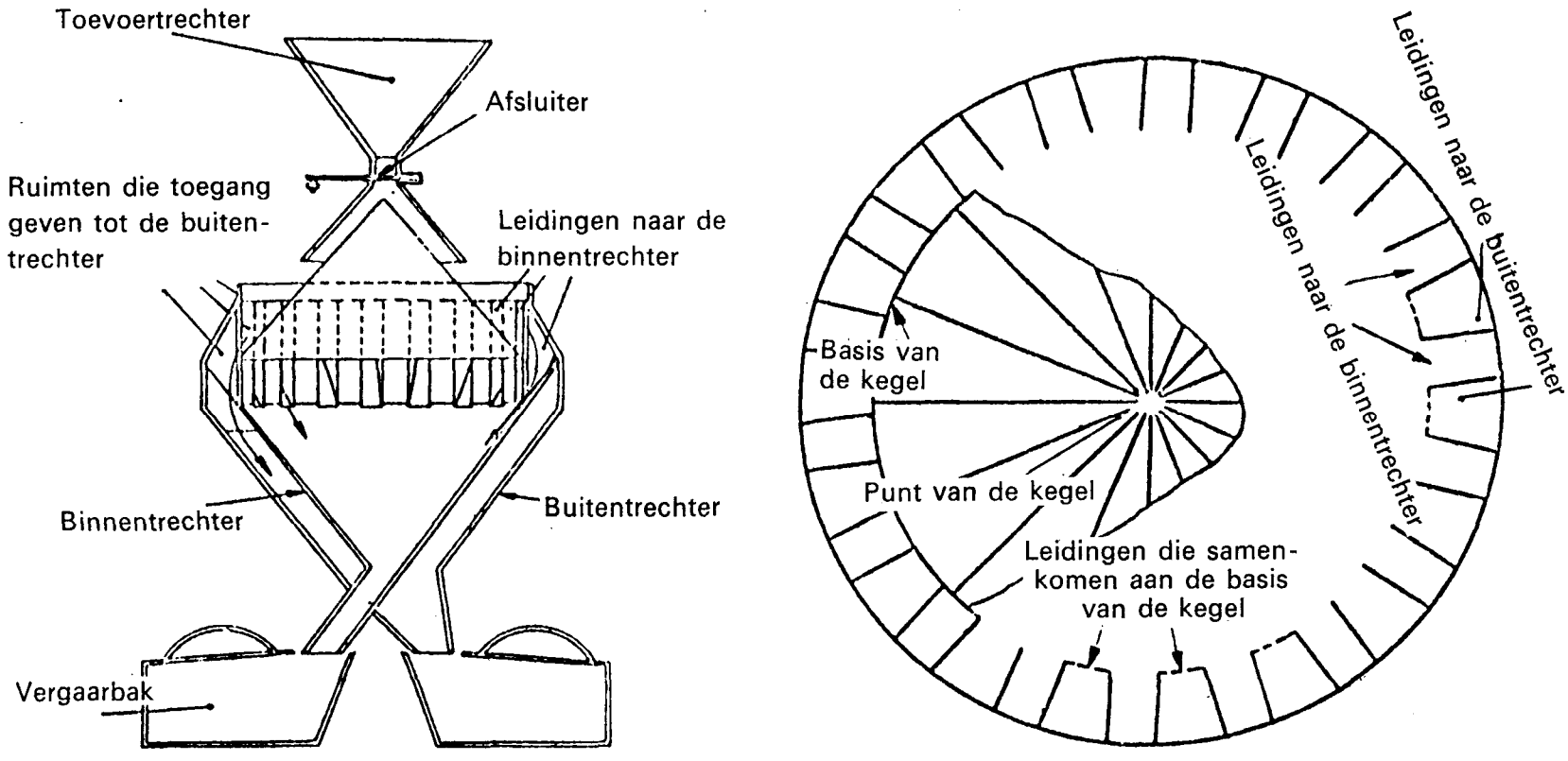


Fig. 8. Conisch bemonsteringstoestel

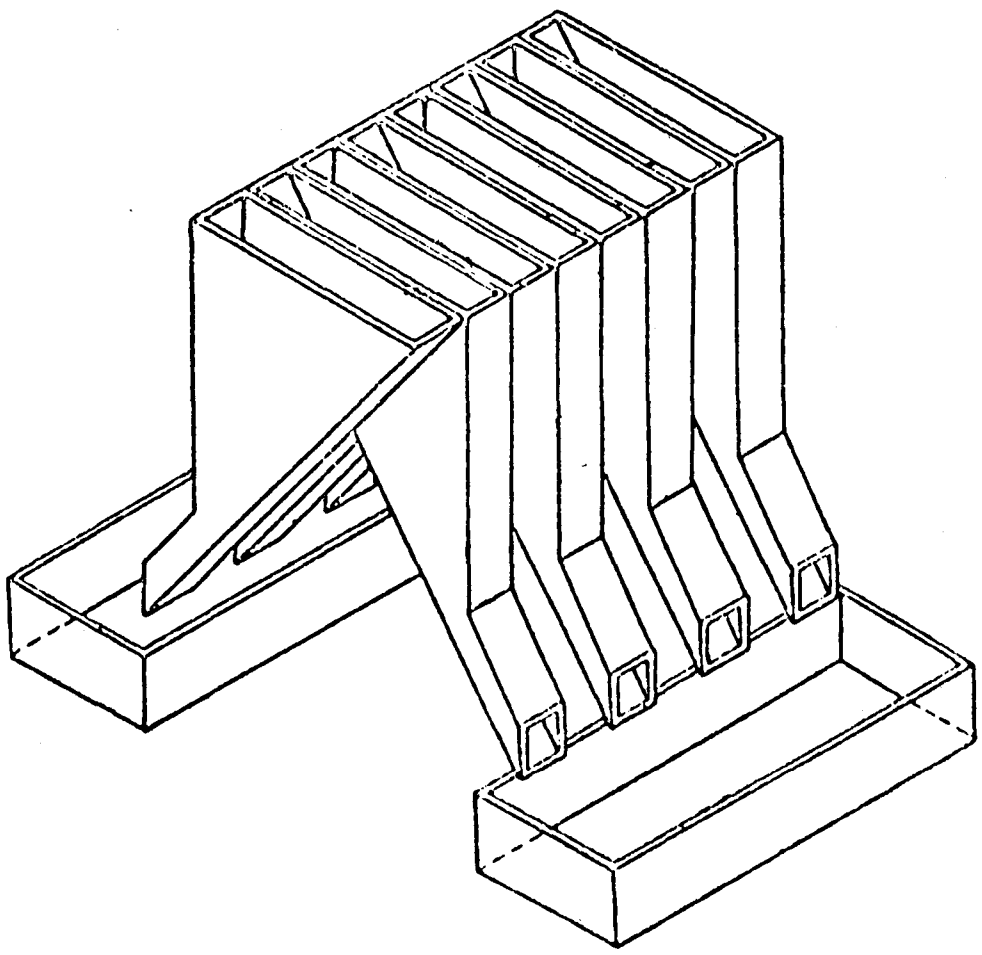


Fig. 9. Bemonsteringstoestel met spleten

BIJLAGE II

Aanbeveling ISO R. 664 (Februari 1968)

OLIEHOUDENDE ZADEN

VERKLEINEN VAN LABORATORIUMMONSTERS TOT ANALYSEMONSTERS

1. Doel

Deze ISO-aanbeveling legt de werkwijze vast voor het verkrijgen van een analysemonster uit een laboratoriummonster van oliehoudende zaden.

Opmerkingen

1. De werkwijze om laboratoriummonsters te verkrijgen die representatief zijn voor een levering oliehoudende zaden wordt beschreven in de aanbeveling ISO R. 542 „Oliehoudende zaden — Monsterneming" (1).

2. In sommige contracten voor de handel in oliehoudende zaden wordt de analyse voorgeschreven van het monster zoals het werd genomen, d.w.z. met eventuele onzuiverheden. In andere contracten daarentegen wordt voorgeschreven dat de onzuiverheden vooraf moeten worden afgescheiden en dat alleen het zuivere zaad moet worden geanalyseerd. Ook de analyse van de onzuiverheden kan worden gevraagd.

2. Beginsel

Het analysemonster wordt verkregen door het laboratoriummonster, waaruit indien nodig vooraf de grove onzuiverheden zijn verwijderd, te verkleinen met behulp van een van de hieronder omschreven verdeeltoestellen, waarbij ervoor wordt gezorgd dat het uiteindelijke analysemonster representatief is voor het gehele laboratoriummonster.

Het analysemonster, hetzij in de oorspronkelijke staat, hetzij na verwijdering van de onzuiverheden, wordt voor de analyse klaargemaakt volgens de in de betreffende methode omschreven werkwijze.

3. Toestellen

Verdeeltoestel

Toestel voor het verdelen in vieren, conisch verdeeltoestel, verdeeltoestel met verschillende spleten, of andere reductietoestellen, waardoor een uniforme verdeling van de samenstellende delen van het laboratoriummonster in het analysemonster wordt gewaarborgd.

4. Het verkleinen van het laboratoriummonster

Nadat men, indien nodig, de grove onzuiverheden heeft afgescheiden en gewogen, wordt het laboratoriummonster zorgvuldig dooreengemengd om het zo homogeen mogelijk te maken en wordt met een aan de betreffende zaadsoort aangepast verdeeltoestel tot het opeenvolgend verkleinen overgegaan, tot men ongeveer het in tabel 1 aangegeven gewicht verkrijgt.

(1) Zoals vermeld in bijlage I.

TABEL 1

Zaadsoort		Minimum-gewicht van elk analysemonster (in grammen)
Kopra	Cocos nucifera Linnaeus	1000
Ricinuspitten	Ricinus communis Linnaeus	600
Palmpitten	Elaeis guineensis N. J. Jacquin	600
Grondnoten	Arachis hypogaea Linnaeus	600
Kariténoten	Butyrospermum paradoxum (C. F. Gaertner) Hepper	500
Pompoenpitten	Cucurbita pepo Linnaeus	500
Zonnebloemzaad	Helianthus annuus Linnaeus	500
Sojabonen	Glycine Soya Linnaeus J. Merrilh	500
Katoenzaad	Gossypium sp.	500
Hennepzaad	Cannabis sativa Linnaeus	200
Lijnzaad	Linum usitatissimum Linnaeus	200
Koolzaad	Brassica napus Linnaeus	200
Raapzaad	Brassica rapa Linnaeus	200
Maanzaad	Papaver somniferum Linnaeus	200
Geel mosterdzaad	Sinapis alba Linnaeus	200
Bruin mosterdzaad	Brassica nigra Linnaeus W. D. J. Koch	200
Sesamzaad	Sesamum indicum Linnaeus	200

Opmerking: Voor de in de hierbovenstaande tabel niet genoemde zaadsoorten geldt hetzelfde minimumgewicht als voor de zaden met overeenkomstige afmetingen.

5. Afscheiding van de onzuiverheden

Indien de afscheiding van de onzuiverheden wordt gevraagd, wordt de werkmethode toegepast die is beschreven in Aanbeveling ISO R. 658 „Oliehoudende zaden, Bepaling van het gehalte aan onzuiverheden" [1].

[1] Zoals vermeld in bijlage IV.

BIJLAGE III

Aanbeveling ISO R. 665 (Februari 1968)

OLIEHOUDENDE ZADEN

BEPALING VAN HET GEHALTE AAN VOCHT EN VLUCHTIGE BESTANDDELEN

1. Doel

Deze ISO-aanbeveling beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan vocht en vluchtige bestanddelen van oliehoudende zaden.

2. Definitie

Onder *water* en *vluchtige bestanddelen* wordt verstaan het gewichtsverlies verkregen bij de hieronder beschreven werkwijze.

3. Beginsel

3.1 Bepaling van het gehalte aan vocht en vluchtige bestanddelen van het produkt als zodanig (zuiver zaad + onzuiverheden) door droging in een droogstoof bij een temperatuur van ongeveer 103 °C, en onder normale luchtdruk, tot vrijwel constant gewicht.

3.2 Op verzoek kan het gehalte aan vocht en vluchtige bestanddelen worden bepaald van het zuivere zaad alleen.

4. Toestellen

4.1 *Analytische balans*

4.2 *Mechanische molen,* die gemakkelijk kan worden gereinigd, die aan de aard van de zaden is aangepast en waarmee de zaden kunnen worden gemalen zonder dat daarbij warmte wordt opgewekt en zonder dat het vocht- en oliegehalte merkbaar worden gewijzigd.

4.3 *Mechanische rasp* of bij ontbreken daarvan, *handrasp.*

4.4 *Metalen doos* bestand tegen aantasting, met platte bodem, voorzien van een goed passend deksel, waarmee een zodanige verdeling van het monster mogelijk is dat zich per 1 cm^2 een hoeveelheid van ongeveer 0,2 g bevindt (b. v. diameter van de doos 70 mm, hoogte 30 à 40 mm). Met de instemming van koper en verkoper mogen ook glazen schaaltjes met ingeslepen deksel worden gebruikt.

4.5 *Elektrisch verwarmde droogstoof* met goede natuurlijke ventilatie, en die op zodanige wijze is afgesteld dat de temperatuur van de lucht en van de platen in de nabijheid van de monsters, bij normale werking tussen 101° en 105° C ligt.

4.6 *Exsiccator,* die een doeltreffend droogmiddel bevat, zoals fosforpentoxijde, silicagel, geactiveerd aluminiumoxijde, enz., en die voorzien is van een metalen plaat voor een snelle afkoeling van de dozen.

5. Werkwijze

5.1 *Voorbehandeling van het monster*

5.1.1 Gebruik een analysemonster, verkregen volgens aanbeveling ISO R. 664 „Oliehoudende zaden. Verkleinen van laboratoriummonsters tot analysemonsters" (1).

Indien vóór de verkleining van het laboratoriummonster de grote niet-oliehoudende vreemde bestanddelen werden afgescheiden, moet daarmee in de berekeningen rekening worden gehouden

(1) Zoals vermeld in bijlage II.

(zie punt 6.3.1). Naar gelang van de bepalingen van het contract moet worden gewerkt met het analysemonster als zodanig of na afscheiding van de onzuiverheden.

5.1.2 Rasp voor kopra het produkt met de hand of bij voorkeur met een mechanische rasp (4.3) waardoor het gehele analysemonster kan worden behandeld. Wanneer met de hand wordt gewerkt en het analysemonster dus niet geheel kan worden geraspt, tracht men een zo representatief mogelijk deelmonster te verkrijgen en houdt daartoe rekening met de grootte en de kleur van de verschillende stukken. De lengte van de deeltjes van het raspsel mag meer dan 2 mm maar niet meer dan 5 mm bedragen. Meng het raspsel zorgvuldig en ga onmiddellijk tot de bepaling over.

5.1.3 Voor middelgrote zaden (b.v. grondnoten, sojabonen, enz.), met uitzondering van zonnebloemzaad en katoenzaad met linters, wordt het analysemonster in de vooraf goed gereinigde mechanische molen (4.2) gemalen, tot men deeltjes verkrijgt waarvan de grootste afmeting ten hoogste 2 mm bedraagt.

Werp het eerst gemalene (ongeveer 1/20 van het monster) weg, verzamel het overige, meng het zorgvuldig en ga onmiddellijk tot de bepaling over.

5.1.4 Kleine zaden (b. v. lijnzaad, koolzaad, hennepzaad, enz.), evenals saffloerzaad, zonnebloemzaad en katoenzaad met linters, worden zonder voorafgaand malen geanalyseerd.

5.2 *Proefeenheid*

5.2.1 Weeg bij laboratoriumtemperatuur de doos (4.4) met deksel, nadat deze gedurende ten minste 30 minuten open in de exsiccator (4.6) heeft gestaan.

5.2.2 Weeg in de doos met een nauwkeurigheid van 0,001 g of wel 5 ± 0,5 g raspsel (zie punt 5.1.2) voor kopra, of gemalen zaad (zie punt 5.1.3) voor middelgrote zaden, met uitzondering van zonnebloemzaad en katoenzaad met linters, of wel 5 tot 10 g hele zaden voor zonnebloemzaad en katoenzaad met linters, evenals voor kleine zaden.

De massa wordt gelijkmatig over de gehele bodem van de doos verspreid en de doos wordt met het deksel gesloten. Het geheel wordt gewogen.

5.2.3 De behandeling dient zo snel mogelijk te geschieden, om merkbare veranderingen van het vochtgehalte te voorkomen.

5.3 *Bepaling*

De doos met het monster wordt geopend in de droogstoof (4.5) geplaatst, die vooraf is ingesteld op een temperatuur van 103° ± 2° C. Sluit de stoof. Na een verblijf van 3 uur (12 tot 16 uur voor katoenzaad met linters), te rekenen vanaf het ogenblik waarop de temperatuur is teruggekomen op 103° C, wordt de droogstoof geopend, de doos onmiddellijk met het deksel gesloten en in de exsiccator geplaatst. Zodra de doos de temperatuur van het laboratorium heeft bereikt, wordt deze gewogen.

De doos wordt opnieuw geopend gedurende een uur in de droogstoof geplaatst, daarna gesloten en uit de droogstoof genomen; laat afkoelen en weeg op de hierboven aangegeven wijze.

Indien het verschil tussen beide wegingen gelijk is aan of minder bedraagt dan 0,005 g (voor een monster van 5 g), wordt de bepaling als beëindigd beschouwd. Zo niet, dan wordt de doos opnieuw in de droogstoof geplaatst, gedurende telkens één uur, tot het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen gelijk is aan of minder bedraagt dan 0,005 g. Alle wegingen dienen met een nauwkeurigheid van 0,001 g te worden verricht.

Met hetzelfde voorbehandelde monster dienen twee bepalingen te worden gedaan.

6. Uitdrukking van de resultaten

6.1 *Wijze van berekening en formule*

Bereken het gehalte aan vocht en vluchtige bestanddelen in gewichtspercenten van het produkt als zodanig door middel van de formule:

$$\text{vocht en vluchtige bestanddelen, gewichtspercenten} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

waarin

M_0 = het gewicht in grammen van de doos,

M_1 = het gewicht in grammen van de doos met de proefeenheid, vóór het drogen,

M_2 = het gewicht in grammen van de doos met de proefeenheid, na het drogen.

Neem als resultaat het rekenkundig gemiddelde van de twee bepalingen, indien aan de voorwaarden voor herhaalbaarheid is voldaan. Zo niet, dan wordt de bepaling herhaald met twee andere proefeenheden. Indien ook ditmaal de afwijking meer bedraagt dan 0,2 g per 100 g monster, wordt als resultaat het rekenkundig gemiddelde genomen van de vier verrichte bepalingen, wanneer het maximumverschil tussen de afzonderlijke resultaten niet meer bedraagt dan 0,5 g per 100 g monster.

Het resultaat wordt opgegeven met één decimaal.

6.2 *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen die gelijktijdig zijn uitgevoerd of kort na elkaar door dezelfde analist, mag niet meer bedragen dan 0,2 g vocht en vluchtige bestanddelen per 100 g monster.

6.3 *Opmerkingen*

6.3.1 Indien vóór de analyse de grote niet-oliehoudende vreemde bestanddelen van het monster werden afgescheiden (zie punt 5.1.1), wordt het hierboven gevonden resultaat (zie punt 6.1) gecorrigeerd met de formule:

$$\text{vocht en vluchtige bestanddelen gewichtspercenten} = h \times \frac{100 - X}{100}$$

waarin

h = het gehalte aan vocht en vluchtige bestanddelen van het monster in gewichtspercenten, berekend volgens de formule van punt 6.1;

X = het gewichtspercentage van de vooraf afgescheiden grote onzuiverheden in het oorspronkelijk produkt als zodanig.

6.3.2 Indien de bepaling van het gehalte aan vocht en vluchtige bestanddelen werd verricht voor zuiver zaad alleen, wordt het gehalte aan vocht en vluchtige bestanddelen ook berekend volgens de formule van punt 6.1.

7. Aantekening betreffende de werkwijze

Vochtige produkten mogen niet samen met bijna droge produkten in de droogstoof worden geplaatst, daar zulks tot gevolg heeft dat de bijna droge produkten gedeeltelijk opnieuw vocht opnemen.

8. Verslag van de bepaling

In het verslag van de bepaling moeten de toegepaste methode en de verkregen resultaten worden opgegeven, waarbij duidelijk wordt aangegeven of de resultaten betrekking hebben op het gehalte aan vocht en vluchtige bestanddelen van het produkt als zodanig of op dat van zuiver zaad. Bovendien moeten alle niet in deze ISO-aanbeveling opgenomen en alle facultatieve bijzonderheden met betrekking tot de werkwijze worden vermeld, evenals de voorvallen die eventueel op de resultaten invloed kunnen hebben uitgeoefend. In het verslag van de bepaling moeten eveneens alle nodige inlichtingen worden verstrekt voor de volledige identificatie van het monster.

BIJLAGE IV

Aanbeveling ISO R. 658 (Februari 1968)

OLIEHOUDENDE ZADEN

BEPALING VAN HET GEHALTE AAN ONZUIVERHEDEN

1. Doel

Deze ISO-aanbeveling heeft ten doel een methode te beschrijven voor de bepaling van het gehalte aan onzuiverheden van oliehoudende zaden die als grondstof voor de industrie worden gebruikt, en een definitie te geven van de verschillende soorten onzuiverheden in de gebruikelijke betekenis.

2. Definities

2.1 Onder *onzuiverheden* wordt verstaan alle vreemde bestanddelen, organische en niet-organische, andere dan zaden van de basissoort.

2.2 Onder *stof* wordt verstaan de deeltjes die, naar gelang van de geanalyseerde soort, door de in tabel 1 bedoelde zeef gaan (zie punt 5.2.1). Bij grondnoten wordt het in stof aanwezige meel niet als onzuiverheid beschouwd.

2.3 Onder *niet-oliehoudende onzuiverheden* worden verstaan de grote niet-oliehoudende vreemde bestanddelen (houtafval, metaaldeeltjes, steentjes, zaden van niet-oliehoudende gewassen), stukjes van stengels, van bladeren en van alle andere niet-oliehoudende delen van het geanalyseerde oliehoudende zaad (b. v. stukjes van de dop die al dan niet vastzitten aan de palmpitten), die blijven liggen op de zeven aangegeven in tabel 1. Bij zaadsoorten die in de dop worden verkocht, b. v. zonnebloemzaad (Helianthus annuus Linnaeus) of pompoenpitten (Cucurbita pepo Linnaeus) worden de losse doppen slechts als onzuiverheden beschouwd voor zover het aandeel daarvan groter is dan het aandeel dat overeenkomt met de in hetzelfde monster aanwezige pitten.

2.4 Onder *oliehoudende onzuiverheden* worden verstaan de oliehoudende zaden van andere soorten.

3. Beginsel

Afscheiding van de onzuiverheden door zeven en uitzoeken, in drie categorieën:

— stof,

— niet-oliehoudende onzuiverheden,

— oliehoudende onzuiverheden.

Bepaling van het gewicht van elke categorie.

4. Toestellen

4.1 *Zeven* (zie tabel 1)

4.2 *Pincetten* of andere geschikte instrumenten

4.3 *Analytische balans*

5. Werkwijze

5.1 *Proefeenheid*

De proefeenheid bestaat uit het analysemonster, dat is verkregen door verkleining van het laboratoriummonster overeenkomstig aanbeveling ISO R. 664 „Oliehoudende zaden. Verkleinen van laboratoriummonsters tot analysemonsters"(1).

Het monster wordt gewogen met een nauwkeurigheid van ten minste 0,1%.

(1) Zoals vermeld in bijlage II.

5.2 *Bepaling*

De bepaling van het gehalte aan onzuiverheden moet vrij vlug geschieden, om een merkbare verandering van het vochtgehalte van het zaad te voorkomen.

5.2.1 *Afscheiding van het stof*

De hoeveelheid stof wordt afgescheiden door het monster te zeven met een zeef, waarvan de ronde gaten de in tabel 1 vermelde diameter hebben. Het stof wordt verzameld en gewogen met een nauwkeurigheid van 0,01 g.

TABEL 1

Diameter van de zeefgaten

Aard van het produkt	Diameter van de gaten (in milimeters)
Kopra, middelgrote zaden	2,0
Kleine zaden (Papaver, somniferum Linnaeus Brassica sp., Sinapis sp., Nicotiana sp.)	0,5
Alle andere oliehoudende zaden	1,0

5.2.1.1 Bij grondnoten wordt al het op deze wijze verkregen stof, dat bestaat uit niet-oliehoudend stof en van zaden afkomstig stof, verzameld; het wordt gewogen met een nauwkeurigheid van 0,01 g en het oliegehalte wordt bepaald. Ook het oliegehalte van het zuiver zaad wordt bepaald ten einde het gehalte aan niet-oliehoudend stof te berekenen.

5.2.2 *Afscheiding van de oliehoudende en niet-oliehoudende onzuiverheden*

5.2.2.1 *Algemeen geval* (kopra, middelgrote zaden)

Uit het deel dat op de in tabel 1 bedoelde zeef is blijven liggen, verwijdert men met een pincet (of enig ander geschikt instrument) enerzijds de niet-oliehoudende onzuiverheden (2.3), waarbij zo nodig de aan de zaden vastzittende overblijfselen van de dop worden losgemaakt (voor palmpitten), en anderzijds de oliehoudende onzuiverheden (2.4).

Elke categorie onzuiverheden wordt afzonderlijk gewogen met een nauwkeurigheid van 0,01 g.

Indien zulks in het contract is bepaald, wordt de aard van de oliehoudende onzuiverheden genoteerd en in het verslag van de bepaling vermeld.

5.2.2.2 *Geval van de kleine zaden*

Het deel dat is blijven liggen op de in tabel 1 bedoelde zeef wordt op een tweede zeef overgebracht, waarop de onzuiverheden blijven liggen die groter zijn dan de zaden (of wel worden deze onzuiverheden verwijderd met een pincet of enig ander geschikt instrument).

Dit deel van de onzuiverheden wordt gesorteerd in niet-oliehoudende (2.3) en oliehoudende onzuiverheden (2.4).

Met een nauwkeurigheid van 0,01 g weegt men afzonderlijk het stof, de twee soorten onzuiverheden (niet-oliehoudende en oliehoudende) die groter zijn dan de zaden, en de gedeeltelijk uitgezochte zaden.

Uit een aliquote hoeveelheid van deze laatste fractie van het zaad (ten minste 10 g; gewogen met een nauwkeurigheid van 0,01 g) verwijdert men vervolgens door uitzoeken de niet-oliehoudende onzuiverheden met ongeveer dezelfde grootte als de zuivere zaden enerzijds en de kleine oliehoudende zaden van andere soorten anderzijds. Deze twee categorieën onzuiverheden worden gewogen met een nauwkeurigheid van 0,001 g.

5.2.3 Op verzoek kunnen de oliehoudende zaden van andere soorten per zaadsoort worden ingedeeld en gewogen, zodat in het verslag van de bepaling het percentage van elke zaadsoort kan worden vermeld.

5.2.4 Met hetzelfde monster dienen twee bepalingen te worden verricht.

6. Uitdrukking van de resultaten

6.1 *Wijze van berekening en formule*

6.1.1 Het gehalte aan iedere categorie onzuiverheden wordt aangegeven in gewichtspercenten van het zaad als zodanig. De som daarvan is het percentage van alle onzuiverheden samen.

6.1.2 Wanneer voor de bepaling van het gehalte aan onzuiverheden gebruik werd gemaakt van het gehele monster (zie punt 5.2.2.1), worden de percentages als volgt berekend:

Stof, in percenten $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Niet-oliehoudende onzuiverheden, in percenten $$I_n = M_2 \times \frac{100}{M_0}$$

Oliehoudende onzuiverheden, in percenten $$I_0 = M_3 \times \frac{100}{M_0}$$

Totale hoeveelheid onzuiverheden, in percenten $$I_t = P + I_n + I_0$$

waarin

M_1, M_2, M_3 = het gewicht in grammen van elke categorie onzuiverheden,

M_0 = het gewicht in grammen van de proefeenheid.

6.1.3 Wanneer slechts een gedeelte van de onzuiverheden wordt afgescheiden uit de gehele proefeenheid en het andere gedeelte uit een aliquote hoeveelheid van de rest (geval van de kleine zaden, zie punt 5.2.2.2), worden de percentages als volgt berekend:

Stof, in percenten $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Niet-oliehoudende onzuiverheden, in percenten $$I_n = \left(M_{2a} + M_{2b} \times \frac{M_a}{M_b} \right) \times \frac{100}{M_0}$$

Oliehoudende onzuiverheden, in percenten $$I_0 = \left(M_{3a} + M_{3b} \times \frac{M_a}{M_b} \right) \times \frac{100}{M_0}$$

Totale hoeveelheid onzuiverheden, in percenten $$I_t = P + I_n + I_0$$

waarin

M_1 = het gewicht in grammen van het stof,

M_{2a} = het gewicht in grammen van het deel niet-oliehoudende onzuiverheden, die groter zijn dan de zaden van de basissoort en die zijn afgescheiden uit de gehele proefeenheid,

M_{3a} = het gewicht in grammen van het deel oliehoudende onzuiverheden, die groter zijn dan de zaden van de basissoort en die zijn afgescheiden uit de gehele proefeenheid,

M_{2b} = het gewicht in grammen van het deel niet-oliehoudende onzuiverheden die ongeveer even groot zijn als de zaden van de basissoort en die zijn afgescheiden uit een aliquote hoeveelheid van de rest, die verkregen is door het stof en de onzuiverheden die groter zijn dan de zaden van de basissoort te verwijderen uit de proefeenheid,

M_{3b} = het gewicht in grammen van het deel oliehoudende onzuiverheden die ongeveer even groot zijn als de zaden van de basissoort en die zijn afgescheiden uit een aliquote hoeveelheid van de rest, die verkregen is door het stof en de onzuiverheden die groter zijn dan de zaden van de basissoort te verwijderen uit de proefeenheid.

M_0 = het gewicht in grammen van de oorspronkelijke proefeenheid.

M_a = het gewicht in grammen van de rest die is verkregen door uit de oorspronkelijke proefeenheid het stof en de onzuiverheden die groter zijn dan de zaden van de basissoort te verwijderen,

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

M_b = het gewicht in grammen van het aliquot deel van de rest M_a, waarvan de onzuiverheden die ongeveer even groot zijn als de zaden van de basissoort, werden afgescheiden.

6.1.4 Voor grondnoten worden de percentages als volgt berekend:

Totale hoeveelheid stof, in percenten $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Niet-oliehoudend stof, in percenten $$P_s = \frac{M_1 \times 100}{M_0}\left(1 - \frac{h}{H}\right)$$

Niet-oliehoudende onzuiverheden, in percenten $$I_n = \frac{M_2 \times 100}{M_0}$$

Oliehoudende onzuiverheden, in percenten $$I_0 = \frac{M3 \times 100}{M_0}$$

Totale hoeveelheid onzuiverheden, in percenten $$I_t = P_s + I_n + I_0$$

waarin

M_1, M_2, M_3 = het gewicht in grammen van elke categorie onzuiverheden,

M_0 = het gewicht in grammen van de proefeenheid

H = het oliegehalte van het zuivere zaad, uitgedrukt in gewichtspercenten,

h = het oliegehalte van het stof, uitgedrukt in gewichtspercenten.

6.1.5 Neem als resultaat het rekenkundig gemiddelde van de twee bepalingen, wanneer aan de voorwaarden voor herhaalbaarheid is voldaan.

6.1.6 Het resultaat wordt opgegeven in twee decimalen, indien het gehalte niet meer bedraagt dan 0,5 % en in één decimaal indien het gehalte hoger is.

6.2 *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen die gelijktijdig zijn uitgevoerd of kort na elkaar door dezelfde analist, mag niet meer bedragen dan de in tabel 2 aangegeven percentages.

TABEL 2

Toelaatbaar verschil tussen de resultaten van twee parallelbepalingen

Gehalte aan onzuiverheden %	Maximum toelaatbaar verschil %
Tot en met 0,5	0,2
meer dan 0,5 tot en met 1,0	0,4
meer dan 1,0 tot en met 2,0	0,6
meer dan 2,0 tot en met 3,0	0,8
meer dan 3,0 tot en met 4,0	1,0
meer dan 4,0 tot en met 5,0	1,2
meer dan 5,0 tot en met 6,0	1,4
meer dan 6,0	1,6

Indien het verschil groter is dan de in tabel 2 opgegeven waarde, worden twee andere proefeenheden genomen; de eerste wordt op de hierboven aangegeven wijze geanalyseerd en de tweede wordt bewaard om eventueel voor een vierde bepaling te worden gebruikt. In dat geval wordt als resultaat het rekenkundig gemiddelde genomen van het resultaat van de derde bepaling en het dichtst daarbij gelegen resultaat van de vorige bepalingen, op voorwaarde dat het verschil de toegelaten waarde niet overtreft.

Indien dit niet het geval is wordt ook de vierde proefeenheid geanalyseerd en wordt als resultaat het gemiddelde van de vier bepalingen genomen.

7. Verslag van de bepaling

In het verslag van de bepalingen moeten de gebruikte methode en de verkregen resultaten worden opgegeven. Indien het produkt oliehoudende zaden van andere soorten bevat, en indien zulks volgens het contract is voorgeschreven, wordt niet alleen het totale percentage, maar ook de aard van de aanwezige zaadsoorten opgegeven.

Op verzoek wordt eveneens het percentage van elk van de andere oliehoudende zaadsoorten vermeld.

In het verslag van de bepalingen moeten eveneens alle niet in deze ISO-aanbeveling opgenomen en alle facultatieve bijzonderheden met betrekking tot de werkwijze worden vermeld, evenals de voorvallen die eventueel op de resultaten invloed kunnen hebben uitgeoefend.

In het verslag van de bepaling moeten eveneens alle nodige inlichtingen worden verstrekt voor de volledige identificatie van het monster.

BIJLAGE V

Aanbeveling ISO R. 659 (Februari 1968)

OLIEHOUDENDE ZADEN

BEPALING VAN HET OLIEGEHALTE

1. Doel

Deze ISO-aanbeveling beschrijft een methode voor de bepaling van het oliegehalte van oliehoudend zaad dat als grondstof in de industrie wordt gebruikt.

2. Definitie

Onder *olie* wordt verstaan het totaal van de stoffen die volgens onderstaande werkwijze worden geëxtraheerd.

3. Principe

3.1 Bepaling van het oliegehalte van het onbehandelde produkt (zuiver zaad + verontreinigingen) door extractie in een geschikt toestel, met een geschikt oplosmiddel: n-hexaan of petroleumether.

3.2 Op verzoek kunnen het zuivere zaad en de verontreinigingen afzonderlijk worden geanalyseerd.

3.3 Bij aardnoten kunnen op verzoek het zuivere zaad, het totaal aan stof, de niet-oliehoudende en de oliehoudende verontreinigingen afzonderlijk worden geanalyseerd.

4. Reagentia

4.1 *N-hexaan,* of bij gebreke daarvan, petroleumether die overdistilleert tussen 40 en 60° C en een broomgetal heeft van minder dan 1.

Bij volledige verdamping moet het residu voor beide oplosmiddelen minder zijn dan 0,002 g/100 ml.

4.2 *Zand,* gewassen met zoutzuur en gegloeid.

4.3 *Puimsteen,* in kleine korrels te voren gedroogd.

4.4 *Zoutzuur,* geconcentreerd, d = 1,19.

5. Apparatuur

5.1 Geschikt *extractietoestel* (inhoud van de kolf 200 à 250 ml)

5.2 *Bad met elektrische verwarming* (zandbad, waterbad, enz.)

5.3 *Analytische balans*

5.4 *Elektrische droogstoof,* voorzien van een temperatuurregelaar

5.5 *Machinaal maaltoestel,* dat gemakkelijk is te reinigen, geschikt is voor de soort zaad en in staat is dit te vermalen zonder dat het warm wordt en zonder dat het vocht- en oliegehalte van het zaad merkbaar verminderen

5.6 *Machinale rasp* of, bij gebreke daarvan, handrasp

5.7 *Mortier en stamper,* van porselein, ijzer of brons of bij voorkeur geschikt machinaal fijnmaaltoestel

5.8 *Extractiehuls en watten,* vrij van in n-hexaan of petroleumether oplosbare stoffen

5.9 *Metalen beker met platte bodem,* diameter ongeveer 100 mm en hoogte ongeveer 40 mm

5.10 *Poreuze beker* van aardewerk, cilindrisch, binnendiameter 68 mm, buitendiameter 80 mm, hoogte 85 mm dikte van de wand en van de bodem 6 mm

5.11 *Afrookoven,* met regelbare temperatuur

5.12 *Pipet* van 2 ml, met onderverdelingen van 0,1 ml

5.13 *Horlogeglas,* diameter 80 tot 90 mm.

6. Werkwijze

6.1 *Bereiding van het analysemonster*

6.1.1 Voer de onderstaande bewerkingen uit met het analysemonster, verkregen volgens Aanbeveling ISO R. 664, „Oliezaden. Verkleining van laboratoriummonster tot analysemonster". [1]

Indien vóór de verkleining van het laboratoriummonster de grove niet-oliehoudende vreemde deeltjes werden afgescheiden, dient dit bij de berekeningen in aanmerking te worden genomen (zie 7.3.3).

Werk, overeenkomstig de bepalingen van het contract, met het analysemonster, hetzij onveranderd dan wel na afscheiding van de verontreinigingen.

6.1.2 Rasp bij kopra het produkt met de hand of bij voorkeur met de machinale rasp (5.6), waardoor het gehele analysemonster kan worden bewerkt. Tracht, wanneer met de hand wordt gewerkt, waarbij niet het gehele analysemonster kan worden bewerkt, een zo representatief mogelijk ondermonster te verkrijgen en daartoe rekening te houden met de grootte en de kleur van de verschillende stukjes.

De lengte van de raspdeeltjes mag groter zijn dan 2 mm, doch mag ten hoogste 5 mm bedragen. Meng het raspsel zorgvuldig en verricht onmiddellijk de bepaling.

6.1.3 Maal, bij zaden van middelmatige grootte (bij voorbeeld zonnebloemzaden, aardnoten, sojabonen), met uitzondering van katoenzaad met aanhangende linters, het analysemonster in het machinale maaltoestel (5.5) nadat dit eerst grondig is gereinigd, totdat deeltjes worden verkregen waarvan de grootste afmeting ten hoogste 2 mm bedraagt. Verwijder het bovenste gedeelte van het maalsel (ongeveer 1/20 van het monster), verzamel de rest, meng deze zorgvuldig en verricht onmiddellijk de bepaling.

6.1.4 Weeg, bij katoenzaad met aanhangende linters in de metalen beker tot op 0,01 g nauwkeurig (5.9) ongeveer 60 g van het onbehandelde analysemonster. Plaats de beker met het zaad in de te voren tot 130° C verhitte stoof (5.4) en laat het zaad gedurende 2 uur bij 130 ± 2° C drogen;

[1] Zoals vermeld in bijlage II.

neem vervolgens de beker uit de stoof en laat deze gedurende ongeveer 30 minuten aan de lucht afkoelen. Breng het aldus gedroogde zaad in de poreuze beker van aardewerk (5.10) waarvan de binnenwanden en de bodem eerst met behulp van een pipet (5.12) zijn bevochtigd met 1,5 ml geconcentreerd zoutzuur (4.4), en wel zodanig dat het zuur volledig wordt opgenomen zonder aanhechtende druppels te vormen. Dek de beker af met het horlogeglas (5.13) en plaats deze in de afrookoven (5.11). Verhit zodanig dat in 30 minuten een temperatuur wordt bereikt van 115° C die niet mag worden overschreden, en handhaaf deze temperatuur nog 30 minuten.

Neem de beker uit de stoof, laat gedurende een uur aan de lucht afkoelen, weeg het aldus behandelde zaad opnieuw tot op 0,01 g nauwkeurig; maal vervolgens het zaad in het machinale maaltoestel (5.5) en ga verder als aangegeven onder 6.1.3.

6.1.5 Kleine zaden (bij voorbeeld lijnzaad, koolzaad, enz.) worden zonder voorafgaand machinaal malen geanalyseerd.

6.2 *Proefeenheid*

6.2.1 De proefeenheid moet representatief zijn voor het analysemonster.

6.2.2 Weeg tot op 0,01 g nauwkeurig af ongeveer 10 g:

— raspsel (6.1.2), bij kopra onmiddellijk na het raspen,

— maalsel (6.1.3), bij zaden van middelmatige grootte, behalve katoenzaad met aanhangende linters, onmiddellijk na het malen,

— maalsel (6.1.4), bij katoenzaad met aanhangende linters onmiddellijk na het malen,

— bij kleine zaden, van het te voren grondig gemengde monster.

6.3 *Bepaling*

6.3.1 Breng, bij kopra en zaden van middelmatige grootte, met inbegrip van katoenzaad met aanhangende linters, de proefeenheid in de huls (5.8) en sluit deze met een watje af.

6.3.2 Maak bij kleine zaden de proefeenheid fijn in de mortier of het fijnmaaltoestel (5.7), zodanig dat er geen zaden heel blijven. Breng met een spatel het fijngemaakte zaad zonder verlies over in de huls. Veeg met een in oplosmiddel (4.1) gedrenkt watje (5.8) de mortier en de stamper of het bakje van het fijnmaaltoestel en de spatel af en sluit de huls met het watje af.

6.3.3 Bij aardnoten kan in de extractiehuls (5.8) een proefeenheid van ongeveer 10 g gebracht worden, bestaande uit de gescheiden fracties van zuiver zaad, niet-oliehoudende en oliehoudende verontreinigingen en totaal aan stof, in hoeveelheden evenredig met het gehalte van deze verschillende bestanddelen in het analysemonster.

6.3.4 Plaats wanneer het zaad zeer vochtig is (vochtgehalte meer dan 10 %) de gevulde huls enige tijd in de tot maximaal 80° C verwarmde stoof om het vochtgehalte tot minder dan 10 % terug te brengen.

6.3.5 Weeg tot op 0,001 g nauwkeurig twee kolven A en B, die elk 1 à 2 korrels puimsteen (4.3) bevatten, en die tevoren zijn gedroogd bij een temperatuur van 103 ± 2° C en gedurende ten minste een uur in een exsiccator zijn afgekoeld.

Plaats de huls (5.8) met de proefeenheid in het extractietoestel (5.1) giet in kolf A de nodige hoeveelheid oplosmiddel (4.1). Sluit de kolf aan het extractietoestel op het elektrische bad (5.2) aan.

Verwarm zodanig dat de terugvloei ten minste 3 druppels/seconde bedraagt (matig, niet heftig koken).

Laat het geheel afkoelen na extractie gedurende 4 uur.

Neem de huls uit het extractietoestel en plaats haar in een luchtstroom ter verwijdering van het grootste deel van het oplosmiddel waarmee de huls is doordrenkt. Ledig de huls in de mortier (5.7), voeg ongeveer 10 g zand (4.2) toe, maak het geheel zo fijn mogelijk (maal, bij gebruik van een fijn maaltoestel zonder toevoeging van zand). Breng het mengsel weer in de huls en plaats de huls in het extractietoestel, en zet de extractie nog twee uur met gebruikmaking van dezelfde kolf A voort.

Laat afkoelen, neem opnieuw de huls er uit, verwijder het oplosmiddel en herhaal het fijnmaken als boven (zonder opnieuw zand toe te voegen).

Verricht een derde extractie gedurende 2 uur, waarbij het extract ditmaal wordt opgevangen in kolf B.

Verwijder het grootste deel van het oplosmiddel uit de kolven A en B door afdistilleren op een kokend waterbad.

Verwijder de laatste sporen oplosmiddel door verhitting van de kolven gedurende 20 minuten bij een temperatuur van 103 ± 2° C.

Vergemakkelijk deze verwijdering, hetzij door van tijd tot tijd lucht in te blazen, hetzij door onder verminderde druk te werken. Laat de kolven gedurende ten minste 1 uur in een exsiccator afkoelen en weeg tot op 0,001 g nauwkeurig.

Verwarm opnieuw gedurende 10 minuten onder dezelfde omstandigheden, laat afkoelen en weeg.

Het verschil tussen deze beide wegingen mag niet groter zijn dan 0,010 g; anders dient opnieuw gedurende 10 minuten te worden verwarmd tot dat het gewichtsverschil ten hoogste 0,010 g bedraagt. Noteer het resultaat van de laatste weging van kolf A.

Indien het gewicht van de olie in kolf B niet meer dan 0,010 g bedraagt is de bepaling beëindigd. Zo niet, verricht dan met gebruikmaking van kolf B gedurende 2 uur een nieuwe extractie, en zo voort totdat het gewicht van de olie uit de laatste extractie ten hoogste 0,010 g bedraagt. Noteer het resultaat van de laatste weging van kolf B.

6.3.6 De geëxtraheerde olie moet helder zijn; bepaal anders het gehalte aan verontreinigingen. Los daartoe het vet op in het voor de extractie gebruikte oplosmiddel; filtreer door een te voren bij 103 ± 2° C gedroogd papier en filter tot constant gewicht; was het filter verscheidene malen met hetzelfde oplosmiddel uit om de olie volledig te verwijderen; droog opnieuw bij 103 ± 2° C tot constant gewicht (gebruik voor de afkoeling en weging van het filter een geschikt glas met deksel). Corrigeer het resultaat dienovereenkomstig.

6.3.7 Analyseer, indien gevraagd wordt een bepaling van het oliegehalte van zuiver zaad te verrichten, het van de verontreinigingen bevrijde zaad, waarbij men te werk gaat voor het onbehandelde produkt.

6.3.8 Verricht om het oliegehalte van de verontreinigingen te vinden, de analyse op dezelfde wijze als voor het zuivere zaad, doch met inachtneming van de volgende verschillen:

— het monster mag minder dan 10 g, doch niet minder dan 2 g bedragen,

— men mag zich beperken tot één enkele extractie van 4 uur, daar de geringe fout naar beneden in het oliegehalte van het onveranderde produkt te verwaarlozen is.

6.3.9 Verricht twee bepalingen op hetzelfde analysemonster.

7. Uitdrukking van de resultaten

7.1 *Berekeningswijze en formule*

Bereken het oliegehalte in gewichtspercenten van het onbehandelde produkt met de formule:

$$\text{Olie in gewichtspercenten} = \frac{M_1}{M_0} \times 100$$

waarin

M_1 is de som van de gewichten in grammen van de olie die bij de laatste weging in de kolven A en B zijn gevonden,

M_0 is het gewicht in grammen van de proefeenheid.

Neem als resultaat het rekenkundig gemiddelde van de beide bepalingen, indien is voldaan aan de voorwaarden voor de herhaalbaarheid. Zo niet herhaal dan de analyse met twee andere proefeenheden.

Neem, indien ditmaal het verschil nog groter is dan 0,4 %, als resultaat het rekenkundig gemiddelde van de vier verrichte bepalingen. Druk de resultaten uit met één decimaal.

7.2 *Herhaalbaarheid*

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen die door dezelfde analist gelijktijdig of snel na elkaar worden verricht mag niet meer bedragen dan 0,4 g olie per 100 g monster.

7.3 *Opmerkingen*

7.3.1 Dezelfde formule (zie 7.1) dient voor de berekening van het oliegehalte van het zuivere zaad en ook van de verontreinigingen wanneer het zuivere zaad en de verontreinigingen afzonderlijk worden geanalyseerd.

In dat geval kan het oliegehalte in gewichtspercenten van het onveranderde produkt (zuiver zaad + verontreinigingen) worden berekend met de formule:

$$\text{Olie in gewichtspercenten} = H_1 - \frac{P}{100}(H_1 - H_2)$$

waarin

H_1 is het gewichtspercentage olie van het zuivere zaad,

H_2 is het gewichtspercentage olie van de verontreinigingen,

P is het gewichtspercentage verontreinigingen van het onbehandelde produkt.

7.3.2 Bij katoenzaad met aanhangende linters wordt het oliegehalte in gewichtspercenten van het onbehandelde produkt berekend met de formule

$$\text{Olie in gewichtspercenten} = \frac{M_1}{M_0} \times 100 \times \frac{M''_o}{M'_0}$$

waarin

M_0, M_1 dezelfde betekenis hebben als onder 7.1,

M'_0 is het gewicht in grammen van de proefeenheid (ongeveer 60 g) voor de voorbehandeling (zie 6.1.4).

M''_0 is het gewicht in grammen van dezelfde proefeenheid na de voorbehandeling (zie 6.1.4) en vóór het malen.

7.3.3 Indien men vóór de analyse aanleiding heeft gevonden om uit het monster de niet-oliehoudende grove vreemde deeltjes (zie 6.1.1) te verwijderen moet het bovenbedoelde resultaat (zie 7.1, 7.3.1 of 7.3.2) voor het oliegehalte van het onbehandelde produkt dienovereenkomstig worden gecorrigeerd volgens de formule:

$$\text{Olie in gewichtspercenten} = \frac{H_0}{100} \times (100 - x)$$

waarin

H_0 is het gewichtspercentage olie van het geanalyseerde produkt (naar gelang van het geval berekend volgens 7.1, 7.3.1 of 7.3.2),

x is het gewichtspercentage van de niet-oliehoudende grove deeltjes die te voren van het oorspronkelijke onbehandelde produkt zijn afgescheiden.

7.3.4 Bij aardnoten wordt het oliegehalte in gewichtspercenten van het onbehandelde produkt berekend met de formule:

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

waarin

P is het gewichtspercentage totaal aan stof,

I_0 is het gewichtspercentage oliehoudende verontreinigingen,

I_n is het gewichtspercentage niet-oliehoudende verontreinigingen,

H_1 is het gewichtspercentage olie van het zuivere zaad,

H_2 is het gewichtspercentage olie van de verontreinigingen.

Indien de extractie is verricht in één enkele huls wordt het oliegehalte volgens 7.1 berekend.

7.3.5 Op verzoek kan het oliegehalte worden uitgedrukt ten opzichte van de droge stof en berekend met de formule

$$\text{Olie in gewichtspercenten} = H_0 \times \frac{100}{100 - U}$$

waarin

H_0 is het gewichtspercentage olie van het onbehandelde produkt,

U is het vochtgehalte in percenten.

8. Opmerking over de werkwijze

Bij halfdrogende en drogende oliën verdient het de voorkeur resten van het oplosmiddel te verwijderen door droging onder verminderde druk.

9. Verslag van het onderzoek

Het verslag van het onderzoek moet melding maken van de toegepaste methode en de verkregen resultaten, waarbij duidelijk dient uit te komen of deze resultaten het oliegehalte van het onbehandelde zaad, het oliegehalte van het zuivere zaad of het oliegehalte van het zaad ten opzichte van de droge stof voorstellen. In het verslag van het onderzoek dient tevens het gebruikte oplosmiddel te worden opgegeven en moeten alle bijzonderheden van de werkwijze die niet in deze ISO-aanbeveling zijn vervat of facultatief zijn worden vermeld, alsmede de factoren die eventueel de resultaten kunnen hebben beïnvloed.

In het verslag van het onderzoek moeten eveneens de voor een volledige indentificatie van het monster nodige gegevens worden verstrekt.