Nr. L 239/2 De Europæiske Fællesskabers Tidende 28. 9. 68

KOMMISSIONENS FORORDNING (EØF) Nr. 1470/68

af 23. september 1968

om udtagelse og reduktion af prøver samt om bestemmelse af indholdet af olie, urenheder og fugtighed i olieholdige frø

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR

Under henvisning til traktaten om oprettelse af Det europæiske økonomiske Fællesskab,

under henvisning til Rådets forordning nr. 136/66/EØF af 22. september 1966 om oprettelse af en fælles markedsordning for fedtstoffer[1]), særlig artikel 26, stk. 3 og artikel 27, stk. 5,

under henvisning til Rådets forordning nr. 162/66/EØF af 27. oktober 1966 om samhandelen med fedstoffer mellem Fællesskabet og Grækenland[2]), særlig artikel 8,

under henvisning til Rådets forordning nr. 142/67/EØF af 21. juni 1967 om restitutioner ved eksport af raps-, rybs- og solsikkefrø[3]), særlig artikel 6, og ud fra følgende betragtninger:

Under henvisning til Kommissionens forordning nr. 282/67/EØF af 11. juli 1967 om de nærmere regler for intervention vedrørende olieholdige frø[4]) til Kommissionens forordning nr. 284/67/EØF af 11. juli 1967 om visse nærmere regler for anvendelse af restitutioner ved eksport af olieholdige frø[5]), samt til Kommissionens forordning (EØF) nr. 911/68 af 5. juli 1968 om gennemførelsesbestemmelser for støtte til olieholdige frø[6]), senest ændret ved forordning (EØF) nr. 1469/68[7]), bør der fastlægges en for hele Fællesskabet fælles metode til udtagelse af prøver og til reduktion af laboratorieprøver til analyseprøver samt til bestemmelse af frøets indhold af olie, urenheder og fugtighed;

for hver af de ovennævnte fremgangsmåder bør der lægges den i international handel almindeligt benyttede metode til grund; for at opnå et ensartet resultat bør den valgte metode præciseres;

de i denne forordning omhandlede foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelsen fra forvaltningskomitéen for fedtstoffer,

UDSTEDT FØLGENDE FORORDNING:

Artikel 1

1. Med forbehold af bestemmelserne i de følgende stykker, foretages udtagelsen af prøverne, reduktionen af laboratorieprøver til analyseprøver såvel som bestemmelsen af indholdet af urenheder og fugtighed, der omhandles i forordning nr. 282/67/EØF artikel 4, i forordning nr. 284/67/EØF artikel 2 samt i forordning (EØF) nr. 911/68 artikel 17, i overensstemmelse med de i denne forordnings bilag henholdsvis I, II, III og IV fastlagte metoder.

2. Som en undtagelse fra bestemmelserne i bilag I, punkt 6.1 udpeger medlemsstaterne prøveudtagningseksperterne.

3. Som en undtagelse fra bestemmelserne i bilag I, punkt 6.3 skal der udtages mindst tre laboratorieprøver med henblik på analyse og voldgift.

4. Som en undtagelse fra bestemmelserne i bilag I, punkt 6.2.1 skal enkeltprøverne udtages af mindst 2% af de sække, der udgør et parti.

5. Som en undtagelse fra bestemmelserne i bilag III, punkterne 3.2 og 6.3.2, bestemmes indholdet af vand og af flygtige stoffer i et produkt, sådan som det foreligger.

Artikel 2

Den i forordning nr. 282/67/EØF artikel 4 nævnte fastsættelse af indholdet af olie foretages efter den i denne forordnings bilag V definerede metode.

[1]) EFT nr. 172 af. 30. 9. 1966, s. 3025/66.
[2]) EFT nr. 197 af 29. 10 1966, s. 3393/66.
[3]) EFT nr. 125 af 26. 6. 1967, s. 2461/67.
[4]) EFT nr. 151 af 13. 7. 1967, s. 1.
[5]) EFT nr. 151 af 13. 7. 1967, s. 6.
[6]) EFT nr. L 158 af 6. 7. 1967, s. 8.
[7]) EFT nr. L 239 af 28. 9. 1968, s. 1.

Som en undtagelse fra bestemmelserne i bilag V foretages analysen, hvad angår punkterne 3.2, 6.3.7, 7.3.1, 7.3.3 og 7.3.5 i et produkt, sådan som det foreligger.

Artikel 3

Denne forordning træder i kraft på tredjedagen efter offentliggørelsen i *De Europæiske Fællesskabers Tidende*.

Denne forordning er bindende i alle enkeltheder og gælder umiddelbart i hver medlemsstat.

Udfærdiget i Bruxelles, den 23. september 1968.

På Kommissionens vegne

Jean REY

Formand

BILAG I

ISO-anbefaling R. 542 (januar 1967)

OLIEHOLDIGE FRØ

UDTAGNING AE PRØVER

Inledende bemærkninger

Den korrekte udtagning af prøver er en vanskelig proces, der kræver den største omhu. Vigtigheden af at fremstille tilstrækkeligt repræsentative prøver af olieholdige frø til brug for analysen kan ikke fremhæves for stærkt. De fleste olieholdige frø sælges på grundlag af prøver og resultatet af analysen af disse. Reklamationer bliver altid afgjort under henvisning til prøverne, hvorfor en forsømmelig eller unøjagtig prøveudtagning fører til misforståelser, forsinkelser og overflødige priskorrektioner.

De i denne ISO-anbefaling beskrevne fremgangsmåder har i praksis vist sig hensigtsmæssig, og det tilrådes derfor indtrængende at anvende den overalt, hvor dette er muligt. Naturligvis kan faste, bindende forskrifter vanskeligt opstilles; i adskillige tilfælde er en ubetydelig fravigelse fra fremgangsmåden tilrådelig under hensyntagen til de foreliggende forhold.

1. Formål

Denne ISO-anbefaling beskriver fremgangsmåder ved udtagning af prøver fra leverancer af olieholdige frø. Endvidere beskrives de redskaber, der er nødvendige til udtagning af prøver.

2. Almindelige bemærkninger

2.1. Formålet med denne ISO-anbelafing er at fastlægge de almindelige betingelser for udtagning af prøver, efter hvilke kvaliteten af olieholdige frø købt som industrielle råstoffer kan bedømmes. Hele leverancen undersøges i partier på højst 500 t[1]) for så vidt angår store og mellemstore frø og højst 100 t for så vidt angår små frø.

2.2. Prøverne skal svare ganske nøje til de partier, fra hvilke de er udtaget. Med dette formål udtages fra partier på højst 500 t (henholdsvis 100 t) et antal enkeltprøver, der omhyggeligt blandes til en blandingsprøve, fra hvilken laboratorieprøven til brug for analysen udtages gennem successiv deling.

2.3. Det bør særligt iagttages, at alle redskaber, som anvendes ved prøveudtagningen er rene, tørre og lugtfri. Udtagningen af prøver skal foretages på en sådan måde, at prøvematerialet, de benyttede redskaber og beholderne til prøverne beskyttes mod enhver tilfældig forurening som f.eks. regn, støv m.v.

Stoffer, der er vedhæftet ydersiden af det ved prøveudtagningen benyttede redskab, må fjernes før udtømning af indholdet.

3. Definitioner

Begreberne i relation til varepartier og prøverne defineres således:

3.1. *Leverance*

Den i henhold til en købekontrakt på én gang afsendte frømængde.

3.2. *Parti*

En bestemt mængde af leverancen, som muliggør en kvalitetsbedømmelse.

3.3. *Enkeltprøve*

En lille frømængde, som udtages fra et bestemt sted i partiet. Fra forskellige steder i partiet udtages enkeltprøver, som efter blanding er repræsentative for partiet.

3.4. *Blandingsprøve*

Frømængde, der fremkommer ved sammenhældning og blanding af enkeltprøver.

3.5. *Laboratorieprøve*

En lille prøve, hvis kvalitet er repræsentativ for partiet. Den fremstilles af blandingsprøven og er bestemt til analyse eller anden undersøgelse.

[1]) Metriske tons 1 t = 1000 kg.

4. Redskaber

Til hver af nedennævnte grupper er bestemte redskaber nødvendige. For hver gruppe er angivet eksempler (se også afbildninger 1-9 bilag A).

4.1. *Prøveudtagning fra sække*

Prøvesonde til sække, cylindriske og koniske redskaber til prøveudtagning og håndskovle.

4.2. *Prøveudtagning fra styrtgods*

Store og små håndskovle, cylindriske og koniske redskaber til prøveudtagning, mekaniske indretninger til prøveudtagning samt andet udstyr til periodisk udtagning af prøver fra frømængder i bevægelse.

4.3. *Blanding og deling*

Skovle, kvadratjern, flerspaltede prøvedelere samt andre prøvedelere.

5. Begrænsning af partistørrelse

5.1. *Transport pr. skib*

De fleste forsendelser af olieholdige frø sker som sø- eller flodtransport. I begge tilfælde finder prøveudtagning normalt sted ved losningen. Hvert parti skal andrage 500 (henholdsvis 100) t eller en del af 500 (henholdsvis 100) t.

5.2. *Transport ad landevej eller med jernbane*

Foretages omladning fra skib til lastvogn eller jernbane, kan prøveudtagning finde sted før indladning i lastvogn eller jernbanevogn. Hvert parti skal andrage 500 (henholdsvis 100) t eller en del af 500 henholdsvis 100) t.

Udtages prøverne fra belæssede vogne, skal hvert parti omfatte et bestemt antal vogne, hvis samlede ladning andrager 500 (henholdsvis 100) t eller en del af 500 (henholdsvis 100) t.

5.3. *Silo eller lager*

Bliver frøene losset fra skib direkte til silo eller lager, skal prøveudtagning finde sted i overensstemmelse med nr. 5.1. Er der ikke truffet foranstaltninger til en sådan prøveudtagning, kan prøverne i overensstemmelse med nr. 5.2. udtages før eller under overførselen til silo eller lager. Hvert parti skal andrage 500 (henholdsvis 100) t eller en del af 500 (henholdsvis 100) t.

6. Fremgangsmåde ved prøveudtagning

6.1. *Almindelige bemærkninger*

Prøveudtagningen foretages af sagkyndige, som udpeges af køber og sælger i fællesskab.

Da partiets sammensætning sjældent eller aldrig er ensartet, skal et tilstrækkeligt antal enkeltprøver udtages for at opnå en repræsentativ blandingsprøve. Prøveudtagning af frø, som under transporten er beskadiget af havvand eller på anden måde, eller som er i dårlig forfatning, såvel som prøveudtagning af spildfrø[1]), som igen er fejet op, og af affaldsprodukter foretages adskilt fra prøveudtagning af sundt materiale. Det beskadigede materiale må ikke blandes med det sunde, men skal bedømmes særskilt.

6.2. *Udtagning af enkeltprøver*

Efter de foreliggende forhold skal enkeltprøverne fra styrtgods eller sækkegods udtages ved hjælp af de i nr. 4 anførte redskaber til brug ved prøveudtagninger under iagttagelse af bestemmelserne i nr. 6.2.1. og 6.2.2.

6.2.1. *Fra sække*

Såfremt intet andet er bestemt i kontrakten og ingen anden fremgangsmåde er sædvanlig i den pågældende havn, skal enkeltprøverne udtages fra 2 pct. af de sække, som partiet omfatter. Er sækkene åbne, kan enkeltprøverne udtages med håndskovl eller med cylindriske eller koniske prøveudtagningsredskaber.

Ved prøveudtagning fra lukkede sække kan specielle prøveudtagningsredskaber for sække anvendes.

---

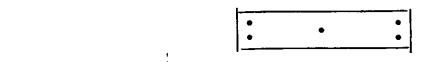
[1]) Denne betegnelse anvendes for materiale, som er løbet ud af den oprindelige beholder, men ikke er væsentligt forurenet.

6.2.2. *Fra styrtgods*

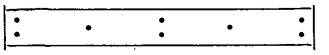
6.2.2.1. Udtages prøven fra materiale, der er i bevægelse, skal enkeltprøverne fordeles over hele strømmen og foretages med bestemte tidsintervaller, afhængige af strømmens hastighed.

6.2.2.2. Udtages prøverne fra styrtgods under losningen i transportmidlernes lastrum, skal enkeltprøverne udtages på de flest mulige steder og med bestemte tidsintervaller, afhængigt af losningshastigheden.

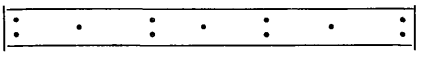
6.2.2.3. Udtages prøverne fra belæssede jernbanevogne, skal enkeltprøverne udtages i tre forskellige højder på de nedenfor angivne steder. Alt efter frøsort udtages prøverne ved hjælp af cylindrisk eller konisk redskab til prøveudtagning:



ved jernbanevogne eller lastvogne med indtil 15 t lasteevne: 5 prøvesteder (i centrum og ca. 50 cm fra sidevæggene),



jernbanevogne med 15 til 30 t lasteevne: 8 prøvesteder,



jernbanevogne med 30 til 50 t lasteevne: 11 prøvesteder.

Anmærkning$_1$ Såfremt denne fremgangsmåde ikke er anvendelig ved en type jernbanevogn, skal prøveudtagningen finde sted i overensstemmelse med nr. 6.2.2.1.

6.2.2.4. Udtages prøven fra tilløbstragten til vægten, skal enkeltprøverne udtages ved hjælp af cylindriske redskaber, skovle eller mekanisk indretning til prøveudtagning, alt efter den fremgangsmåde, der er sædvanlig i den pågældende havn.

6.2.2.5. I siloer og lagre retter fremgangsmåden sig nødvendigvis efter de lokale forhold.

6.3. *Laboratorieprøve*

Blandingsprøven blandes og reduceres ved hjælp af de i nr. 4 omhandlede redskaber ved deling i det ønskede antal laboratorieprøver. Antallet af prøver, der skal fremstilles til brug for analyse eller voldgift, skal fastsættes i kontrakten eller efter aftale mellem køber og sælger.

Ved visse frøsorter (f.eks. kopra, jordnødder i skal) anbefales det at sigte blandingsprøven før delingen og tilsætte laboratorieprøverne det frasigtede materiale i det korrekte forhold. Herved sikres det, at prøverne i hvert tilfælde indeholder den samme procentuelle andel af mindre værdifuldt materiale.

6.4. *Størrelsen af prøver*

I almindelighed er de nedenfor anførte mængder tilstrækkelige. Alt efter arten af den ønskede analyse kan i visse tilfælde større eller mindre mængder kræves.

Frøsort	Parti	Enkeltprøve	Blandingsprøve[1])	Laboratorieprøve
	t	kg	kg	kg
Store frø (f.eks. kopra)	indtil 500	1	indtil 200	6
Middelstore frø (f.eks. jordnødkærner)	indtil 500	0,5	indtil 100	5
Små frø (f.eks. valmue)	indtil 100	0,1	indtil 20	2

[1]) Uafhængigt af størrelsen må blandingsprøven være repræsentativt for partiet.

7. Pakning og mærkning af prøver

7.1. *Pakning af prøver*

Laboratorieprøver skal pakkes i tætvævede tekstilposer, stærke papirposer, papemballage, polyæthylenposer, metalbeholdere, flasker eller glasbeholdere.

Prøver, der er beregnet til bestemmelse af vandindhold eller lignende analyser, hvis resultat kan påvirkes af en ændring af vandindholdet, skal pakkes i fugttætte beholdere forsynet med lufttæt lukke. Beholderne skal være helt fyldt og lukket forseglet for at hindre en ændring af det oprindelige vandindhold.

7.2. *Mærkning af prøver*

Anvendes mærkesedler af papir ved forsendelse af prøver af olieholdige frø, anbefales det at anvende mærkesedler af egnet kvalitet og i passende størrelse. Hullet i mærkesedlen må være forstærket.

Mærkesedlen skal mindst indeholde følgende oplysninger:

1. Skib eller køretøj
2. Fra.....
3. Til.....
4. Ankomstdato.....
5. Mængde
6. Styrtgods/sække
7. Varebetegnelse
8. Partiets mærke[1]) eller nummer
9. Fragtbrevets eller kontraktens nummer og dato
10. Dato for prøveudtagning
11. Sted for prøveudtagning
12. Prøveudtagning udført i fællesskab af.....

Angivelserne på mærkesedlerne må ikke kunne udviskes.

8. Forsendelse af prøver

Bortset fra undtagelstilfælde skal laboratorieprøver afsendes så hurtigt som muligt, d.v.s. senest 48 timer efter prøveudtagningens afslutning, fridage ikke medregnet.

9. Rapport om prøveudtagninger

Afgives rapport om prøveudtagningen, må denne angive:

— tilstanden af de frø, fra hvilke prøven er udtaget

— den anvendte teknik, for så vidt denne adskiller sig fra den i denne ISO-anbefaling beskrevne fremgangsmåde

— samtlige forhold, der kan have haft indvirkning på prøveudtagningen.

[1]) Til brug for identificeringen.

BILAG A

Eksempler på redskaber til prøveudtagning

Anmærkning — Der findes et stort antal forskellige redskaber. Dimensionerne er kun orienterende.

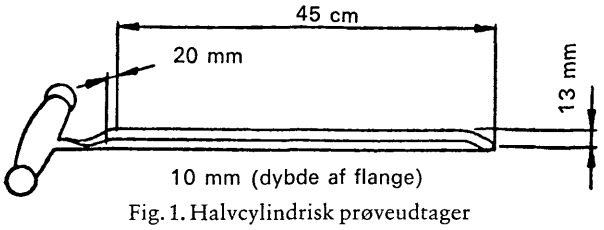


Fig. 1. Halvcylindrisk prøveudtager

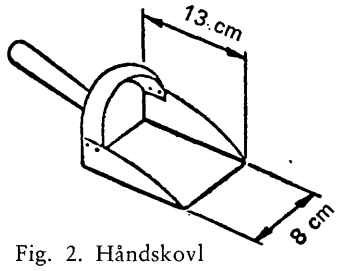


Fig. 2. Håndskovl

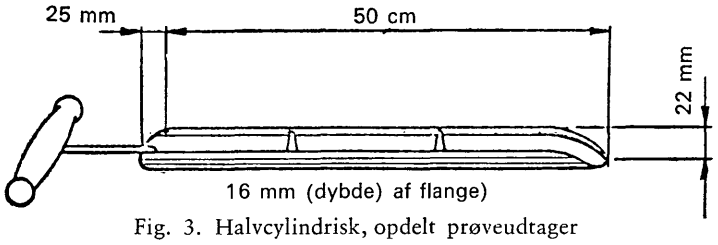


Fig. 3. Halvcylindrisk, opdelt prøveudtager

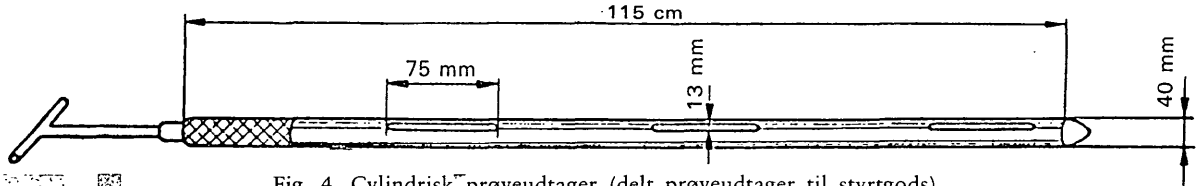


Fig. 4. Cylindrisk prøveudtager (delt prøveudtager til styrtgods)

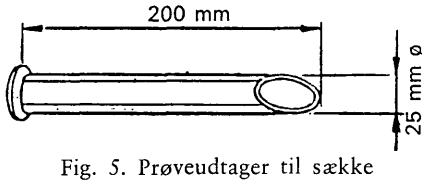


Fig. 5. Prøveudtager til sække

Fig. 6. Prøveudtager til materiale i bevægelse

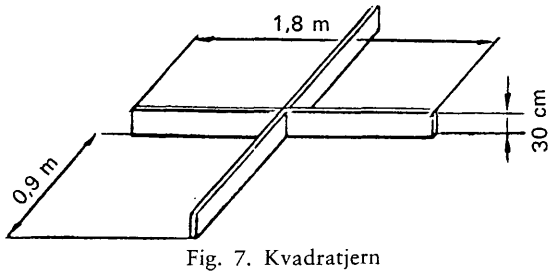


Fig. 7. Kvadratjern

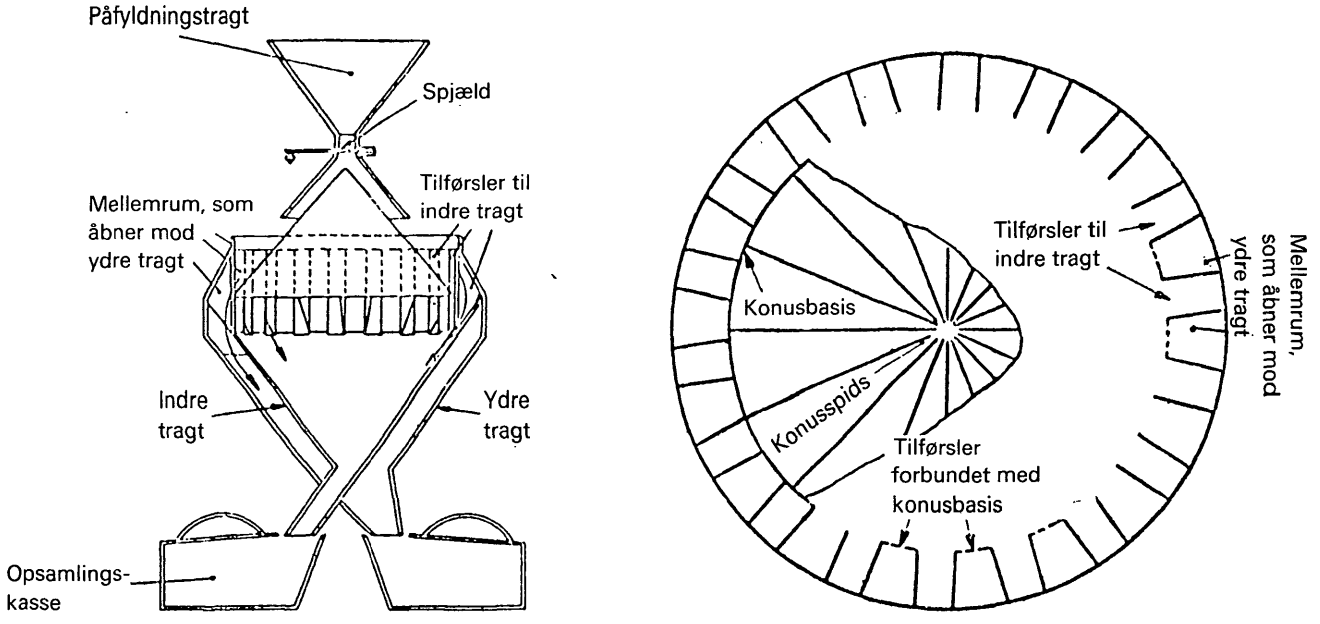


Fig. 8. Konisk prøvedeler

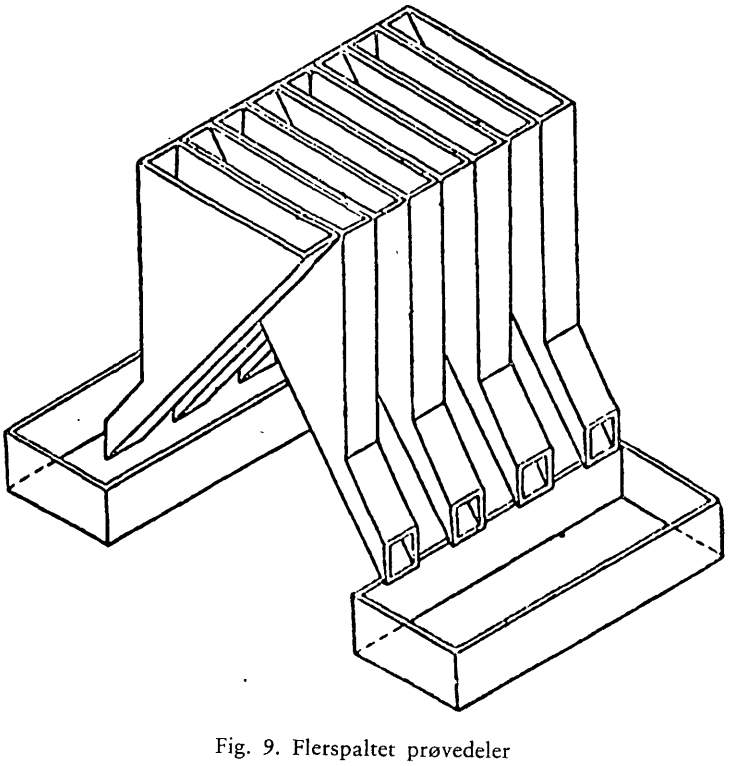


Fig. 9. Flerspaltet prøvedeler

BILAG II

ISO-anbefaling R. 664 (februar 1968)

OLIEHOLDIGE FRØ

REDUKTION AF LABORATORIEPRØVER TIL ANALYSEPRØVER

1. Formål

I denne ISO-anbefaling fastsættes, efter hvilken fremgangsmåde en prøve bestemt til analyse fremstilles af en laboratorieprøve.

Anmærkning

1. Fremgangsmåder til fremstilling af repræsentative laboratorieprøver af en leverance af olieholdige frø er beskrevet i ISO-anbefaling R. 542 »Olieholdige frø-Udtagning af prøver«[1]).
2. I handelen med olieholdige frø foreskriver nogle kontrakter, at prøven skal analyseres som udtaget, d.v.s. inklusive eventuelle urenheder. På den anden side foreskrives det i visse kontrakter, at urenhederne skal udskilles og analyse foretages af det rensede frømateriale. Analyse af urenhederne kan også foreskrives.

2. Princip

Analyseprøven bliver, eventuelt efter udskillelse af større urenheder, på hensigtsmæssig måde fremstillet ved reduktion af laboratorieprøven under anvendelse af en eller anden af de beskrevne prøvedelere, hvorved det må tilstræbes, at den endelige analyseprøve virkelig er repræsentativ for hele laboratorieprøven.

Analyseprøven bliver — enten i sin oprindelige tilstand eller efter udskillelse af urenheder — forberedt til analyse under anvendelse af den teknik, der er beskrevet i den pågældende fremgangsmåde.

3. Redskaber

Prøvedelere

Kvadratjern, koniske eller flerspaltede prøvedelere såvel som andre prøvedelere, som sikrer en regelmæssig fordeling af laboratorieprøvens bestanddele i analyseprøven.

4. Reduktion af laboratorieprøven

Om nødvendigt udskilles og vejes først de store urenheder. Herefter blandes kontraktprøven omhyggeligt, således at den opnår den størst mulige ensartethed og ved hjælp af en for den pågældende frøsort egnet prøvedeler, reduceres prøven successivt, indtil den i tabel I angivne vægt tilnærmelsesvis er opnået.

[1]) Som beskrevet i bilag I.

TABEL 1

Frøsort		De enkelte analyseprøvers mindstemængde (i gram)
Kopra	Cocos nucifera Linnaeus	1.000
Ricinus	Ricinus communis Linnaeus	600
Palmekærne	Elaeis guineensis N. J. Jacquin	600
Jordnød	Arachis hypogaea Linnaeus	600
Shea-nød	Butyrospermum paradoxum (C. F. Gaertner) Hepper	500
Græskar	Cucurbita pepo Linnaeus	500
Solsikke	Helianthus annuus Linnaeus	500
Soja	Glycine soja Linnaeus Merrill	500
Bomuldsfrø	Gossypium sp.	500
Hamp	Cannabis sativa Linnaeus	200
Hørfrø	Linum usitatissimum Linnaeus	200
Raps	Brassica napus Linnaeus	200
Ryps	Brassica rapa Linnaeus	200
Valmue	Papaver somniferum Linnaeus	200
Hvid sennep	Sinapis alba Linnaeus	200
Sort sennep	Brassica nigra Linnaeus W. D. J. Koch	200
Sesam	Sesamum indicum Linnaeus	200

Anmærkning: For de frøsorter, der ikke er opført i denne tabel, gælder de samme mindstemængder, som er foreskrevet for frø af tilsvarende størrelse.

5. Udskillelse af urenheder

Kræves der udskillelse af urenheder, anvendes den fremgangsmåde, som er beskrevet i ISO-anbefaling 658 »Olieholdige frø, bestemmelse af indhold af urenheder«[1]).

[1]) Som angivet i bilag IV.

BILAG III

ISO-anbefaling R. 665 (februar 1968)

OLIEHOLDIGT FRØ

BESTEMMELSE AF INHOLD AF VAND OG FLYGTIGE BESTANDDELE

1. Formål

Denne ISO-anbefaling beskriver en fremgangsmåde til bestemmelse af indhold af vand og flygtige bestanddele i olieholdige frø.

2. Definition

Ved *vand* og *flygtige bestanddele* forstås vægttabet under de nedenfor beskrevne forsøgsbetingelser.

3. Princip

3.1 Indholdet af vand og flygtige bestanddele bliver bestemt i materialet, som det foreligger (rene frø + urenheder), idet det bliver tørret i et temperaturkonstant varmeskab ved en temperatur på ca. 103° C under atmosfæretryk, indtil praktisk taget konstant vægt er opnået.

3.2 På forlangende kan også indholdet af vand og flygtige bestanddele blive bestemt for de rene frø alene.

4. Redskaber

4.1 *Analytisk vægt*

4.2 *Mekanisk mølle,* som er let at rengøre og egnet til den pågældende frøsort, og i hvilken materialet hverken bliver opvarmet eller underkastes en mærkbar forandring i vand- og olieindhold.

4.3 *Mekanisk rasp* eller, hvis en sådan ikke forefindes, håndrasp.

4.4 *Beholder* af korrosionsbestandigt metal med flad bund og tætsluttende låg, i hvilken prøven kan spredes til ca. 0,2 g pr. cm^2 (f. eks. diameter 70 mm, højde 30 — 40 mm). Efter aftale mellem køber og sælger kan der også anvendes glasbeholdere med tilslebet låg.

4.5 *Elektrisk tørreskab* med konstant temperatur og god naturlig udluftning, der er således indstillet, at temperaturen af luften og skabshylderne i umiddelbar forbindelse med prøverne ved normal drift ligger på mellem 101 og 105° C.

4.6 *Tørreapparat* indeholdende et effektivt tørremiddel som f. eks. fosforpentoxyd — silikagel, aktiveret aluminium, og forsynet med en metalplade, der muliggør hurtig nedkøling af beholderne.

5. Fremgangsmåde

5.1 *Forberedelse af prøven.*

5.1.1 Til analysen skal anvendes en prøve, der er fremstillet i overensstemmelse med ISO-anbefaling R. 664 »Olieholdige frø, Reduktion af laboratorieprøver til analyseprøver[1]). Er store, ikke olieholdige fremmede bestanddele udskilt før reduktionen af laboratorieprøven, skal der tages hensyn hertil ved beregningen (se nr. 6.3.1). Alt efter bestemmelserne i kontrakten skal analyseprøven anvendes som den foreligger, eller efter udskillelse af urenheder.

5.1.2 Kopra: varen raspes med håndrasp, eller bedre ved anvendelse af en mekanisk rasp (4.3), i hvilken hele prøven kan bearbejdes. Anvendes håndrasp, hvorved ikke hele analyseprøven kan bearbejdes, skal udtages en så repræsentativ delprøve som muligt under hensyntagen til farve og størrelse af de forskellige smådele.

Længden af de raspede dele kan overstige 2 mm, men bør ikke være større end 5 mm. Smådelene blandes omhyggeligt, og bestemmelsen foretages umiddelbart herefter.

---

[1]) Som angivet i bilag II.

5.1.3 Ved middelstore frø (f. eks. jordnød, soja osv.) med undtagelse af solsikkefrø og bomuldsfrø med vedhæftede linters males analyseprøverne i en mølle, der i forvejen er grundigt rengjort, indtil der fremkommer partikler, hvis største dimension ikke overstiger 2 mm. Den første del af det malede materiale (ca. 1/20 af prøven) kasseres, resten samles, blandes omhyggeligt, og bestemmelsen foretages umiddelbart herefter.

5.1.4 Små frø (f. eks. hørfrø, raps, hamp osv.) samt saflorfrø, solsikkekærner og bomuldsfrø med vedhæftede linters analyseres umalet.

5.2 *Analyseprøve*

5.2.1 Beholderen (4.4) med låg vejes, efter at den har været anbragt åben i mindst 30 minutter i tørreapparatet (4.6) ved laboratoriets temperatur.

5.2.2 Med en nøjagtighed på 0,001 g indvejes i beholderen:

enten 5 ± 0,5 g af det raspede kopraprodukt (5.1.2), eller mel af middelstore frø med undtagelse af solsikkefrø og bomuldsfrø med vedhæftede linters (5.1.3),

eller 5 — 10 g hele solsikkefrø, bomuldsfrø med vedhæftede linters og små frø.

Materialet fordeles jævnt over beholderens bund. Beholderen lukkes med låget, og beholder med indhold vejes.

5.2.3 Arbejderne udføres så hurtigt som muligt for at undgå nævneværdig ændring af vandindholdet.

5.3 *Bestemmelse*

Beholderen med prøven henstilles uden låg i tørreskabet (4.5), efter at dette er indstillet på en arbejdstemperatur på 103 ± 2° C. Tørreskabet lukkes.

Efter 3 timer (ved bomuldsfrø med vedhæftede linters 12 — 16 timer), regnet fra det tidspunkt, da tørreskabet atter har nået temperaturen 103° C, åbnes skabet, beholderen lukkes straks, og beholder med indhold anbringes i tørreapparatet, Beholderen vejes, så snart den er afkølet til laboratoriets temperatur.

Derefter anbringes beholderen atter uden låg 1 time i tørreskabet, lukkes og udtages, afkøles og vejes som før.

Udgør forskellen mellem de to vægtbestemmelser 0,005 g eller mindre (for en undersøgelsesprøve på 5 g), kan undersøgelsen anses for afsluttet. I modsat fald anbringes prøven flere gange i tørreskabet, hver gang i 1 time, indtil forskellen mellem to på hinanden følgende vejninger udgør 0,005 g eller mindre Der vejes altid med en nøjagtighed på 0,001 g.

Af samme prøve udføres to bestemmelser.

6. Resultater

6.1 *Beregning og formler*

Indhold af vand og flygtige bestanddele beregnes efter følgende formel i vægtprocent af materialet som det foreligger:

$$\text{Vand og flygtige bestanddele i vægtprocent} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

idet:

M_0 = Beholderens vægt i gram

M_1 = Vægten af beholder og prøve i gram før tørring,

M_2 = Vægten af beholder og prøve i gram efter tørring.

Som resultat tages det aritmetiske gennemsnit af to parallele bestemmelser, for så vidt ingen gentagelse af bestemmelsen er nødvendig. Er en gentagelse påkrævet, skal bestemmelsen gentages med to nye prøver. Overstiger forskellen atter 0,2 g pr. 100 g prøve, anses som resultat det aritmetiske gennemsnit af 4 bestemmelser, for så vidt forskellen mellem de enkelte bestemmelser ikke overstiger 0,5 g pr. 100 g prøve.

Resultatet angives med en decimals nøjagtighed.

6.2 *Gentagelse*

Forskellen mellem resultaterne af to samtidig eller umiddelbart efter hinanden, af den samme analytiker foretagne bestemmelser må pr 100 g prøve ikke overstige 0,2 g vand og flygtige bestanddele.

6.3 *Anmærkning*

6.3.1 Såfremt store, ikke olieholdige fremmede bestanddele er udskilt fra prøven (se nr. 5.1.1), skal det foreliggende resultat (se nr. 6.1) korrigeres efter følgende formel:

$$\text{Vand og flygtige bestanddele i vægtprocent} = h \times \frac{100 - \times}{100}$$

idet

h = det efter formlen i nr. 6.1 beregnede indhold af vand og flygtige bestanddele i prøven, beregnet i vægtprocent.

× = indhold af store, fremmede bestanddele der i forvejen er frasorteret materialet sådan som det forelå, beregnet i vægtprocent.

6.3.2 Er bestemmelsen af indhold af vand og flygtige bestanddele udført med rensede frø, skal vandindhold og indhold af flygtige bestanddele beregnes efter den i nr. 6.1 angivne formel.

7. Bemærkning om fremgangsmåde

Fugtige produkter må aldrig indsættes i tørreskab sammen med produkter, der er næsten tørre, da sidstnævnte derved atter kan optage en del fugtighed.

8. Undersøgelsesrapport

Undersøgelsesrapporten skal angive den anvendte fremgangsmåde og resultaterne, hvorved det klart præciseres, om indholdet af vand og flygtige bestanddele refererer sig til produktet som det forelå, eller til rensede frø.

Desuden skal anføres alle detaljer, som ikke er angivet i ISO-anbefalingen, eller som må betragtes som valgfri såvel som alle omstændigheder, der kan have haft indflydelse på resultatet.

I rapporten skal yderligere anføres alle oplysninger, der er nødvendige til den fuldstændige identifikation af prøven.

BILAG IV

ISO-anbefaling R. 658 (februar 1968)

OLIEHOLDIGE FRØ

BESTEMMELSE AF INDHOLD AF URENHEDER

1. Formål

Denne ISO-anbefaling har til formål at beskrive en fremgangsmåde til bestemmelse af indholdet af urenheder i olieholdige frø, der anvendes som industrielt råstof og at definere de forskellige arter af urenheder.

2. Definitioner

2.1 Ved *urenheder* forstås alle organiske og uorganiske fremmedlegemer, som ikke udgør nogen del af det oprindelige prøvemateriale.

2.2 Ved *støv* forstås de partikler, som passerer gennem den i tabel 1 beskrevne sigte, alt efter hvilken frøsort der skal analyseres (se nr. 5.2.1).

Ved jordnødder anses det i støvet indeholdte mel ikke som urenhed.

2.3 Ved *ikke-olieholdige urenheder* forstås ikke-olieholdige fremmedlegemer (træaffald, metalstykker, sten, frø af ikke-olieholdige planter), kviste- og bladstykker såvel som andre ikke- olieholdige dele, der hører til den frøsort, der er genstand for analyse (f. eks. skalrester, der er løse, eller som endnu hænger ved palmekærnerne), tilbageholdt af den i tabel 1 beskrevne sigte. For så vidt angår frøsorter, der sælges i skal, f. eks. solsikkefrø (Helianthus annuus Linnaeus) eller græskarfrø (Cucurbita pepo Linnaeus), anses løse skaller kun som urenheder i det omfang, andelen af disse overstiger det tilsvarende indhold af kærner i den pågældende prøve.

2.4 Ved olieholdige urenheder forstås fremmede olieholdige frø.

3. Princip

Udskillelse af urenheder ved sigtning og sortering i 3 grupper:

— støv,
— ikke-olieholdige urenheder,
— olieholdige urenheder.

Vægtbestemmelse for hver gruppe.

4. Redskaber

4.1 *Sigter* (se tabel 1).

4.2 *Pincetter* eller andre egnede instrumenter.

4.3 *Analysevægt.*

5. Fremgangsmåde

5.1 *Analyseprøve*

Analyseprøven er den prøve, der fremkommer ved reduktion af laboratorieprøven i overensstemmelse med ISO-anbefaling R. 664 »Olieholdige frø — reduktion af laboratorieprøver til analyseprøver«[1]).

Analyseprøven vejes med en nøjagtighed på mindst 0,1 pct.

5.2 *Bestemmelse*

Bestemmelsen af indholdet af urenheder må udføres så hurtigt som muligt, således at der ikke sker mærkbare ændringer af vandindholdet.

5.2.1 *Udskillelse af støv*

Støvet udskilles kvantitativt ved prøvens sigtning med en sigte, hvis runde huller har den i tabel 1 angivne diameter. Støvet samles og vejes med en nøjagtighed af 0.01 g.

Tabel 1

Sigtehullers diameter

Produkt	Diameter i mm
Kopra, middelstore frø	2,0
Små frø (Papaver somniferum, Linnaeus, Brassica sp., Sinapis sp., Nicotiana sp)	0,5
Alle øvrige frøsorter	1,0

5.2.1.1 For så vidt angår jordnødder samles alt det på denne måde udskilte støv, dvs. oliefrit støv og støv af frø, vejes med 0,01 g's nøjagtighed og dets olieindhold bestemmes. Videre må olieindholdet af de rensede frø bestemmes for at kunne beregne indholdet af oliefrit støv.

5.2.2 *Udskillelse af olieholdige og ikke-olieholdige urenheder*

5.2.2.1 *Normale tilfælde.* (Kopra, middelstore frø) Fra den rest, som bliver tilbage i sigten beskrevet i tabel 1, frasorteres de ikke-olieholdige urenheder (2.3) ved hjælp af pincetter (eller andre egnede instrumenter), hvorved efter omstændighederne skalrester, der hænger ved prøven (f. eks. ved palmekærner), løsnes, og endvidere skal de olieholdige urenheder frasorteres (2.4). Begge grupper af urenheder vejes separat med 0,01 g's nøjagtighed. Såfremt det er aftalt i kontrakten, skal også arten af olieholdige urenheder noteres og angives i undersøgelsesrapporten.

5.2.2.2 *Små frø*

Den rest, der bliver tilbage i sigten beskrevet i tabel 1, sigtes i en anden sigte, i hvilken de urenheder, som er større end frøene, bliver tilbageholdt. (Disse urenheder kan også frasorteres med pincet eller andet egnet instrument). Den således fremkomne rest sorteres i ikke-olieholdige (2.3) og olieholdige (2.4) urenheder. Støvet og de to arter urenheder (ikke-olieholdige og olieholdige), som er større end frøene, såvel som de endnu ikke fuldstændigt sorterede frø vejes med 0,01 g's nøjagtighed.

Fra en aliquot del af sidstnævnte del (mindst 10 g, vejet med 0,01 g nøjagtighed) frasorteres herefter:

1. de ikke-olieholdige urenheder af omtrent samme størrelse som de rensede frø og 2. de små fremmede olieholdige frø. Disse to dele af urenheder vejes med 0,001 g nøjagtighed.

5.2.3 På forlangende kan de fremmede olieholdige frø opdeles efter arter for at muliggøre angivelse af den procentuelle andel i undersøgelsesrapporten.

5.2.4 Der udføres to bestemmelser af samme prøve.

6. Resulteater

6.1 *Beregning og formler*

6.1.1 Hver enkelt kategori af urenheder angives i vægtprocent af den samlede frømængde som den forelå. Summen angiver det samlede indhold af urenheder i procent.

6.1.2 Efter bestemmelsen af urenheder i hele prøven (se nr. 5.2.2.1) beregnes dens procentuelle andele således:

Støv i pct. $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Ikke-olieholdige urenheder i pct. $$I_n = M_2 \times \frac{100}{M_0}$$

Olieholdige urenheder i pct. $$I_0 = M_3 \times \frac{100}{M_0}$$

Urenheder ialt i pct. $$I_t = P + I_n + I_0$$

idet

M_1, M_2, M_3 udgør vægten af de enkelte kategorier af urenheder i gram og M_0 udgør vægten af analyseprøven i gram.

[2]) Som angivet i bilag II.

6.1.3 Bliver kun en del af urenhederne frasorteret den samlede prøve og den anden frasorteret en aliquot del af resten (f. eks. ved små frø som anført i nr. 5.2.2.2), beregnes de procentuelle andele således:

Støv i pct. $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Ikke-olieholdige urenheder i pct. $$I_n = \left(M_{2a} + M_{2b} \times \frac{M_a}{M_b}\right) \times \frac{100}{M_0}$$

Olieholdige urenheder i pct. $$I_0 = \left(M_{3a} + M_{3b} \times \frac{M_a}{M_b}\right) \times \frac{100}{M_0}$$

Urenheder ialt i pct. $$I_t = P + I_n + I_0$$

idet

M_1 = Vægten af støv i gram.

M_{2a} = Vægt i gram af andel af ikke-olieholdige urenheder, som er større end udgangsfrømaterialet og er frasorteret den samlede prøve.

M_{3a} = Vægt i gram af andel af olieholdige urenheder, som er større end udgangsfrømaterialet og er frasorteret den samlede prøve.

M_{2b} = Vægt i gram af ikke-olieholdige urenheder, som er omtrent lige så store som udgangsfrømaterialet, og som er frasorteret en aliquot del af den rest af prøven, der er tilovers efter fjernelse af støv og urenheder større end udgangsfrømaterialet.

M_{3b} = Vægt i gram af olieholdige urenheder, som er omtrent lige så store som udgangsfrømaterialet, og som er frasorteret en aliquot del af den rest af prøven, der er tilovers efter fjernelse af støv og urenheder større end udgangsfrømaterialet.

M_0 = Vægt i gram af den oprindelige analyseprøve.

M_a = Vægt i gram af den tiloverblevne analyseprøve efter udskillelse af støv og urenheder større end udgangsfrømaterialet.

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

M_b = Vægt i gram af den aliquote del af resten M_a, fra hvilken de urenheder er udskilt, som er omtrent lige så store som udgangsfrømaterialet.

6.1.4 For jordnødder beregnes de procentuelle andele således:

Samlet støvmængde i pct. $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Fremmed støvmængde i pct. $$P_s = \frac{M_1 \times 100}{M_0}\left(1 - \frac{h}{H}\right)$$

Ikke-olieholdige urenheder i pct. $$J_n = \frac{M_2 \times 100}{M_0}$$

Olieholdige urenheder i pct. $$I_0 = \frac{M_3 \times 100}{M_0}$$

Ialt urenheder i pct. $$J_t = P + I_n + I_0$$

idet

M_1, M_2, M_3 = Vægt i gram af de forskellige kategorier af urenheder.

M_0 = Vægt i gram af analyseprøven.

H = Vægtprocent af olieindholdet i de rensede frø.

h = Vægtprocent af olieindholdet i støv.

6.1.5 Som resultat tages det aritmetiske gennemsnit af to parallelle bestemmelser, for så vidt ingen gentagelse af bestemmelsen er nødvendig.

6.1.6 Resultatet angives for et indhold på indtil 0,5 pct. med to decimaler, for et større indhold med én decimal.

6.2 *Gentagelse*

Forskellen mellem resultaterne af to samtidig eller umiddelbart efter hinanden, af den samme analytiker foretagne bestemmelser må ikke overstige den i tabel 2 anførte procentvise grænse.

Tabel 2

Tilladt forskel mellem resultaterne af to parallelle bestemmelser:

Indhold af urenheder i pct.		Maximal forskel i pct.
	til og med 0,5	0,2
over 0,5	til og med 1,0	0,4
over 1,0	til og med 2,0	0,6
over 2,0	til og med 3,0	0,8
over 3,0	til og med 4,0	1,0
over 4,0	til og med 5,0	1,2
over 5,0	til og med 6,0	1,4
over 6,0		1,6

Overstiger forskellen den i tabel 2 angivne grænse, fremstilles yderligere to analyseprøver; af disse analyseres den ene i overensstemmelse med den ovenfor beskrevne fremgangsmåde, og den anden opbevares med henblik på en mulig fjerde bestemmelse. Som resultat tages det aritmetiske gennemsnit af den tredje og den af de to forudgående analyser, der ligger nærmest denne, forudsat at forskellen ikke overskrider den tilladte grænse.

I modsat fald skal også den fjerde analyseprøve analyseres, og som resultat tages det aritmetiske middeltal af de fire analyser.

7. Undersøgelsesrapport

I undersøgelsesrapporten angives den anvendte fremgangsmåde og resultaterne. Indeholder produktet fremmede olieholdige frø, angives ikke blot disses procentuelle totalandel, men også deres art, for så vidt dette er bestemt i kontrakten.

På forlangende angives også den procentuelle andel af de enkelte arter af fremmede olieholdige frø.

Desuden skal anføres alle detaljer, som ikke er angivet i denne ISO-anbefaling. eller som må betragtes som valgfri såvel som alle omstændigheder, der kan have haft indflydelse på resultaterne.

I rapporten skal yderligere anføres alle oplysninger, der er nødvendige til den fuldstændige identifikation af prøven.

BILAG V

ISO-anbefaling R. 659 (februar 1968)

OLIEHOLDIGE FRØ

BESTEMMELSE AF OLIEINDHOLD

1. Formål

Denne ISO-anbefaling beskriver en fremgangsmåde til bestemmelse af olieindhold i frø, der anvendes som industrielt råstof.

2. Definition

Ved olie forstås den samlede mængde af substanser, der er ekstraheret under de nedenfor beskrevne betingelser.

3. Princip

3.1 Bestemmelse af olieindholdet i råproduktet (rene frø + urenheder) ved ekstraktion i egnet apparatur med egnet opløsningsmiddel, n-Hexan eller petroleumsæter.

3.2 På forlangende kan de rene frø og urenhederne analyseres særskilt.

3.3 For så vidt angår jordnødder kan på forlangende de rene frø, samlet støvindhold, de ikke-olieholdige såvel som de olieholdige urenheder undersøges særskilt.

4. Reagenser

4.1 *N-Hexan* eller i mangel heraf, petroleumsæter med et kogepunkt mellem 40 og 60° C og et bromtal under 1. Fordampningsresten skal for begge opløsningsmidler ligge under 0,002 g/100 ml.

4.2 *Sand,* vasket med saltsyre og kalcineret.

4.3 *Pimpsten* i små korn, tørret.

4.4 *Koncentreret saltsyre,* d = 1,19.

5. Apparatur

5.1 Egnet *ekstraktionsapparat* (kolbevolumen 200 — 250 ml).

5.2 *Elektrisk opvarmet bad* (sandbad, vandbad osv.).

5.3 *Analysevægt*

5.4 *Elektrisk tørreskab med* temperaturregulering.

5.5 *Mekanisk mølle,* som er let at rengøre, egnet til frøarten og i stand til at male uden opvarmning eller mærkbar reduktion af vand — eller olieindhold.

5.6 *Mekanisk rasp* eller, i mangel heraf, håndrasp.

5.7 *Morter og støder* af porcellæn, jern eller bronze, eller bedre, en egnet, mekanisk finmølle.

5.8 *Ekstraktionshylster og vat,* fri for substanser opløselige i n-hexan eller petroleumsæter.

5.9 *Metalbeholder med flad bund,* diameter ca. 100 mm, højde ca. 40 mm.

5.10 *Porøs,* cylindrisk beholder af keramik indvendig diameter 68 mm, udvendig diameter 80 mm, højde 85 mm, bundens tykkelse 6 mm.

5.11 *Syrefast tørreskab* til udrygning med temperaturregulering.

5.12 *2 ml pipette,* med 80 — 90 mm.

5.13 *Urglas,* diameter 0.1 ml gradering.

6. Fremgangsmåde

6.1 *Forberedelse af prøven*

6.1.1 Bestemmelsen foretages med en analyseprøve fremkommet i henhold til ISO-anbefaling R 664 »Olieholdige frø, reduktion af laboratorieprøver til analyseprøver«[1]). Bliver grove, ikke-olieholdige urenheder fjernet før reduktionen af laboratorieprøven, må der tages hensyn hertil ved beregningerne (se nr. 7.3.3.)

Alt efter kontraktens bestemmelser anvendes analyseprøver med eller uden urenheder.

6.1.2 For så vidt angår kopra raspes produktet med en håndrasp eller bedre med mekanisk rasp (5.6), i hvilken hele prøven kan behandles. Da man med håndrasp ikke kan raspe hele prøven, må man bestræbe sig på at opnå en så repræsentativ delprøve som muligt og herved også tage hensyn til de forskellige stykkers tykkelse og farve.

Længden af de enkelte raspede småstykker kan overstige 2 mm, men må ikke være længere end 5 mm.

Det raspede materiale blandes omhyggeligt, og bestemmelse udføres umiddelbart herefter.

6.1.3 For så vidt angår middelstore frø (f. eks. solsikke, jordnød, soja) med undtagelse af bomuldsfrø med vedhæftede linters, males analyseprøven i en i forvejen vel rengjort mekanisk mølle (5.5), indtil der er fremkommet partikler, hvis største dimension ikke overstiger 2 mm. Den første del af materialet (ca. 1/20 af prøven) kasseres, resten opsamles, blandes omhyggeligt og bestemmelse udføres umiddelbart herefter.

6.1.4 For så vidt angår bomuldsfrø med vedhæftede linters vejes ca. 60 g af analyseprøven i en tareret metalbeholder (5.9) med 0,01 g nøjagtighed, uden forudgående udskillelse af urenheder. Beholderen med frøene stilles i tørreskabet, der er opvarmet til 130° C (5.4) og tørres i 2 timer ved 130 ± 2° C. Herefter udtages beholderen af tørreskabet og køles i luften i ca. 30 minutter. De tørrede frø hældes i den porøse, keramiske beholder (5.10), hvis indersider og bund i forvejen er fugtet med 1,5 ml koncentreret saltsyre (4.4) ved hjælp af pipetten (5.12), hvorved det må iagttages, at syren er helt opsuget uden dråbedannelse. Beholderen lukkes med urglasset (5.13), og stilles i det syrefaste tørreskab til udrygning (5.11). Opvarmningen foretages således, at en temperatur på 115° C nås inden for 30 minutter; denne temperatur må ikke overskrides og skal opretholdes i yderligere 30 minutter.

Beholderen udtages af tørreskabet, afkøles en time i luften, herefter vejes de således behandlede frø pånyt med 0,01 g nøjagtighed, males i den mekaniske mølle (5.5), og der fortsættes som beskrevet i nr. 6.1.3.

6.1.5 Små frø (f. eks. hør, raps osv.) analyseres uden forudgående maling.

6.2 *Prøvemængde*

6.2.1 Prøvemængden må være repræsentativ for analyseprøven.

6.2.2 Der vejes med 0,01 g nøjagtighed ca. 10 g

— ved undersøgelse af kopra: af det raspede materiale (6.1.2) umiddelbart efter raspningen,

— ved undersøgelse af middelstore frø, med undtagelse af bomuldsfrø med vedhæftede linters: af det malede materiale (6.1.3) umiddelbart efter malingen.

— ved undersøgelse af bomuldsfrø med vedhæftede linters: af det malede materiale (6.1.4) umiddelbart efter malingen,

— ved undersøgelse af små frø: af den i forvejen omhyggeligt blandede analyseprøve.

[1]) Som beskrevet i bilag II.

6.3 *Bestemmelse*

6.3.1 For så vidt angår kopra og middelstore frø, inklusive bomuldsfrø med vedhæftede linters hældes prøven i et ekstraktionshylster (5.8) og afdækkes med vattot.

6.3.2 For så vidt angår små frø males prøven i morteren eller finmøllen (5.7), hvorved det må iagttages, at alle frøene males. De malede frø overføres uden tab ved hjælp af en spatel til et ekstraktionshylster (5.8). Morter og støder, henholdsvis finmøllens kammer og spatelen aftørres med et stykke vat (5.8), vædet med opløsningsmidlet (4.1), og ekstraktionshylsteret lukkes med dette vatstykke.

6.3.3 For så vidt angår jordnødder kan der i ekstraktionshylsteret (5.8) hældes en prøve på ca. 10 g, som indeholder de adskilte dele af rene frø, ikke-olieholdige urenheder, olieholdige urenheder og støv, i mængder proportionale med de pågældende bestanddele i analyseprøven.

6.3.4 Hvis frøene er meget fugtige (vandindhold over 10%), anbringes det fyldte ekstraktionshylster i nogen tid i en ovn med temperatur ikke over 80° C for at formindske vandindholdet til under 10%.

6.3.5 To kolber A og B, som begge indeholder 1 eller 2 pimpstenskorn (4.3), og som er tørret ved en temperatur på 103 ± 2° C og herefter er afkølet mindst 1 time i tørreapparatet, vejes med 0,001 g nøjagtighed.

Hylsteret (5.8) med prøven anbringes i ekstraktionsapparatet. I kolbe A hældes den tilstrækkelige mængde opløsningsmiddel. Kolben tilsluttes ekstraktionsapparatet på det elektriske varmebad (5.2). Opvarmningen reguleres således, at tilbageløbsmængden udgør mindst 3 dråber i sekundet (moderat, ikke stærk kogning).

Efter 4 timers ekstraktion foretages afkøling. Hylsteret udtages af ekstraktionsapparatet og anbringes i en luftstrøm for at fjerne størstedelen af det indeholdte opløsningsmiddel. Hylsterets indhold udtømmes i morteren (5.7), der tilsættes ca. 10 g sand (4.2), og det males så fint som muligt (ved brug af finmølle tilsættes ikke sand). Blandingen hældes tilbage i hylsteret, dette sættes i ekstraktionsapparatet og ekstraktionen fortsættes i 2 timer under anvendelse af den samme kolbe A.

Der foretages afkøling, hylsteret udtages, opløsningsmidlet fjernes, og malingen gentages som ovenfor beskrevet (uden ny tilsætning af sand). Derefter foretages en tredie ekstraktion af ca. 2 timers varighed, og ekstrakten opsamles denne gang i kolbe B.

Størstedelen af opløsningsmidlet fjernes fra kolbe A og B ved destillation i det kogende vandbad De sidste rester af opløsningsmiddel fjernes ved at opvarme kolberne i 20 minutter ved en temperatur på 103 ± 2° C. Fordampningen fremskyndes enten ved indblæsning af luft fra tid til anden eller ved anvendelse af vakuum.

Kolberne afkøles i tørreapparatet i mindst 1 time og vejes med 0,001 h nøjagtighed.

Der opvarmes på ny i 10 minutter under de samme betingelser, kolberne afkøles, og der vejes atter.

Forskellen mellem de to vejninger må ikke overstige 0,010 g. I så tilfælde opvarmes på ny i 10 minutter, indtil forskellen ikke er større end 0,010 g. Den sidste vejning af kolbe A noteres.

Indeholder kolbe B ikke mere end 0,010 g olie, afsluttes bestemmelsen. I modsat fald foretages under anvendelse af kolbe B en ny ekstraktion af 2 timers varighed og så fremdeles, indtil vægten af den sidste olieekstraktion ikke overstiger 0,010 g. Den sidste vejning af kolbe B noteres.

6.3.6 Den ekstraherede olie må være klar; i modsat fald bestemmes indholdet af urenheder. Med henblik herpå opløses fedtstoffet i det til ekstraktionen anvendte opløsningsmiddel, filtreres gennem filtrer papir, der i forvejen er tørret til vægtkonstans ved 103 ± 2° C; filteret vaskes flere gange med det samme opløsningsmiddel for fuldstændigt at fjerne olien, tørres atter ved 103 ± 2° C til vægtkonstans (til afkøling og vejning af filtrerpapiret anvendes en egnet beholder med låg). Resultatet korrigeres.

6.3.7 Forlanges bestemmelse af olieindholdet i rene frø, analyseres disse adskilt fra urenhederne unde anvendelse af den samme fremgangsmåde som for produktet som leveret.

6.3.8 Til bestemmelse af olieindholdet i urenheder udføres analysen på samme måde som for rene frø, dog med følgende fravigelser:

— prøven kan være mindre end 10 g, dog ikke mindre end 2 g

— kun én ekstraktion af 4 timers varighed er nødvendig, da der kan ses bort fra en ubetydelig unøjagtighed med hensyn til olieindholdet af produktet som leveret.

6.3.9 Der foretages to bestemmelser af den samme forberedte prøve.

7. Resultater

7.1 *Beregning og formler*

Olieindholdet i vægtprocent af materialer som leveret beregnes efter formelen:

$$\text{Olie i vægtprocent} = \frac{M_1}{M_0} \times 100$$

idet

M_1 = Summen af de oliemængder udtrykt i gram, der fandtes i kolberne A og B ved den sidste vejning,

M_0 = Vægten i gram af den prøve, der har været genstand for ekstraktion.

Som resultat tages det aritmetiske gennemsnit af de to bestemmelser, for så vidt ingen gentagelse af bestemmelsen er nødvendig. I modsat fald gentages analysen med to andre prøver. Såfremt forskellen også denne gang overstiger 0,4 pct., tages som resultat det aritmetiske gennemsnit af de fire bestemmelser. Resultaterne angives med en decimal.

7.2 *Gentagelse*

Forskellen mellem resultaterne af to samtidig eller umiddelbart efter hinanden af den samme analytiker foretagne bestemmelser må ikke overstige 0,4 g olie pr. 100 g prøve.

7.3 *Anmærkninger*

7.3.1 Den samme formel (se nr. 7.1) tjener til beregning såvel af olieindholdet i rene frø som i urenheder, når de rene frø og urenhederne undersøges særskilt. I dette tilfælde kan olieindholdet i vægtprocent af produktet som leveret (rene frø + urenheder) beregnes efter formelen:

$$\text{Olie i vægtprocent} = H_1 - \frac{P}{100}(H_1 - H_2)$$

idet

H_1 = Olieindholdet i de rene frø i vægtprocent,

H_2 = Olieindholdet i urenhederne i vægtprocent,

P = Indholdet af urenheder i produktet som leveret i vægtprocent.

7.3.2 Drejer det sig om bomuldsfrø med vedhæftede linters, beregnes olieindholdet i vægtprocent af produktet som leveret efter følgende formel:

$$\text{Olie i vægtprocent} = \frac{M_1}{M_0} \times 100 \times \frac{M_o}{M_1}$$

idet

M_0, M_1 har samme betydning som i nr. 7.1.

M_0 = Prøvens vægt i gram (ca. 60 g) før forbehandlingen (se nr. 6.1.4),

M_0 = Den samme prøves vægt i gram efter forbehandlingen (se nr. 6.1.4) og før malingen.

7.3.3 Såfremt store, ikke-olieholdige urenheder er fjernet før analysen (se nr. 6.1.1), skal det opnåede resultat i henhold til foranstående (se nr. 7.1, 7.3.1 eller 7.3.2) korrigeres efter følgende formel:

$$\text{Olie i vægtprocent} = \frac{H_0}{100}(100 - X)$$

hvorved

H_0 = Olieindholdet i den undersøgte substans i vægtprocent (beregnet i overensstemmelse med nr. 7.1, 7.3.1 eller 7.3.2).

X = Andel af store, ikke olieholdige urenheder, fjernet fra produktet som leveret, i vægtprocent.

7.3.4. For jordnødder beregnes olieindholdet af produkter som leveret efter følgende formel:

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

idet

P = Samlet støvmængde i vægtprocent,

I_0 = Olieholdige urenheder i vægtprocent.

I_n = Ikke-olieholdige urenheder i vægtprocent,

H_1 = Olieindhold i de rene frø i vægtprocent,

H_2 = Olieindhold i urenhederne i vægtprocent.

Er ekstraktionen foretaget af et enkelt hylster, beregnes olieindholdet i overensstemmelse med nr. 7.1.

7.3.5. På forlangende kan olieindholdet udtrykkes i relation til tørstoffet og beregnes efter følgende formel:

$$\text{Olie i vægtprocent} = H_0 \times \frac{100}{100 - U}$$

idet

H_0 = Olieindholdet i produktet som leveret i vægtprocent,

U = Vandindhold i procent.

8. Anmærkning til fremgangsmåde

Ved analyse af halvtørrende eller tørrende olier er det hensigtsmæssigt at fjerne resten af opløsningsmidlet under vakuum.

9. Undersøgelsesrapport

I undersøgelsesrapporten skal den anvendte fremgangsmåde og de opnåede resultater angives med tydelig fremhævelse af hvorvidt disse repræsenterer olieindholdet i produktet som leveret, olieindholdet i de rene frø eller olieindholdet i tørstoffet. Rapporten skal endvidere angive det anvnœndte opløsningsmiddel såvel som alle detaljer, som ikke er forudset i denne ISO-anbefaling, eller som må betragtes som valgfri, samt eventuelle forhold, der kan have haft indflydelse på resultaterne.

Undersøgelsesrapporten skal indeholde alle oplysninger, der er nødvendige til den fuldstændige identifikation af prøven.