368R1470

Nº L 239/2 Diario Oficial de las Comunidades Europeas 28. 9. 68

REGLAMENTO (CEE) Nº 1470/68 DE LA COMISIÓN

de 23 de septiembre de 1968

relativo a la toma y reducción de muestras, así como a la determinación del contenido en aceite, en impurezas y en humedad de las semillas oleaginosas

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea,

Visto el Reglamento nº 136/66/CEE del Consejo, de 22 de septiembre de 1966, por el que se establece una organización común de mercados en el sector de las materias grasas (1) y, en particular, el apartado 3 de su artículo 26 y el apartado 5 de su artículo 27,

Visto el Reglamento nº 162/66/CEE del Consejo, de 27 de octubre de 1966, relativo a los intercambios de materias grasas entre la Comunidad y Grecia (2) y, en particular, su artículo 8,

Visto el Reglamento nº 142/67/CEE del Consejo, de 21 de junio de 1967, relativo a las restituciones a la exportación de semillas de colza, de nabina y de girasol (3) y, en particular, su artículo 6,

Considerando que en aplicación del Reglamento nº 282/67/CEE de la Comisión, de 11 de julio de 1967, relativo a las modalidades de intervención para las semillas oleaginosas (4), del Reglamento nº 284/67/CEE de la Comisión de 11 de julio de 1967 relativo a determinadas modalidades de aplicación de las restituciones a la exportación de semillas oleaginosas (5), y del Reglamento (CEE) nº 911/68 de la Comisión, de 5 de julio de 1968, relativo a determinadas modalidades relativas a la ayuda para las semillas oleaginosas (6), modificados en último lugar por el Reglamento (CEE) nº 1469/68 (7), procede definir el método único para toda la Comunidad de toma de las muestras y de reducción de las muestras para laboratorio a muestras para análisis, así como de determinación del contenido en aceite, en impurezas y en humedad de las semillas;

Considerando que es conveniente tomar en consideración, para cada una de las operaciones anteriormente contempladas, el método generalmente utilizado en el comercio internacional; que, con objeto de obtener el mismo resultado, es conveniente aportar determinadas precisiones al método tomado en consideración;

Considerando que las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité de gestión de materias grasas,

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

1. Sin perjuicio de los apartados siguientes, la toma de las muestras, la reducción de las muestras para laboratorio a muestras para análisis, así como la determinación del contenido en impurezas y en humedad, contempladas en el artículo 4 del Reglamento nº 282/67/CEE, en el artículo 2 del Reglamento nº 284/67/CEE y en el artículo 17 del Reglamento (CEE) nº 911/68, se efectuarán de acuerdo con los métodos definidos, respectivamente, en los Anexos I, II, III y IV del presente Reglamento.

2. No obstante lo dispuesto en el punto 6.1. del Anexo I, los Estados miembros designarán a los expertos en muestreo.

3. No obstante lo dispuesto en el punto 6.3. del Anexo I, deberán constituirse por lo menos tres muestras de laboratorio para el análisis y el arbitraje.

4. No obstante lo dispuesto en el punto 6.2.1. del Anexo I, las tomas de muestras parciales deberán efectuarse por lo menos sobre un 2 % de los sacos que forman el lote.

5. No obstante lo dispuesto en los puntos 3.2. y 6.3.2. del Anexo III, la determinación del contenido en agua y

(1) DO nº 172 de 30. 9. 1966, p. 3025/66.
(2) DO nº 197 de 29. 10. 1966, p. 3393/66.
(3) DO nº 125 de 26. 6. 1967, p. 2461/67.
(4) DO nº 151 de 13. 7. 1967, p. 1.
(5) DO nº 151 de 13. 7. 1967, p. 6.
(6) DO nº L 158 de 6. 7. 1968, p. 8.
(7) DO nº L 239 de 28. 9. 1968, p. 1.

en materias volátiles se efectuará sobre un producto tal como esté.

Artículo 2

La determinación del contenido en aceite contemplada en el artículo 4 del Reglamento nº 282/67/CEE se efectuará de acuerdo con el método definido en el Anexo V del presente Reglamento.

No obstante lo dispuesto en los puntos 3.2, 6.3.7, 7.3.1, 7.3.3 y 7.3.5 de Anexo V, la determinación del contenido en aceite se efectuará sobre un producto tal como esté.

Artículo 3

El presente Reglamento entrará en vigor el tercer día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas.*

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 23 de septiembre de 1968.

Por la Comisión

El presidente

Jean REY

ANEXO I

Recomendación ISO R. 542 (Enero 1967)

SEMILLAS OLEAGINOSAS

MUESTREO

Prólogo

Un muestreo correcto es una operación difícil que exige el mayor cuidado. No se puede pues dejar de insistir en la necesidad de obtener, para el análisis, una muestra de semillas oleaginosas que sea suficientemente representativa.

La mayor parte de las semillas oleaginosas se venden sobre muestra, habida cuenta del resultado del análisis de la muestra, y las discusiones se resuelven siempre haciendo referencia a la muestra, de manera que un muestreo hecho sin cuidado o con inexactitud tendrá como consecuencia un malentendido, retraso y ajustes de precio inútiles.

Los métodos operatorios indicados en dicha Recomendación ISO han sido reconocidos como buenos en la práctica y es muy recomendable someterse a ellos cuantas veces puedan ponerse en ejecución. Es ciertamente difícil establecer normas fijas, válidas para todos los casos, y es admisible que determinadas circunstancias especiales puedan hacer deseable modificar el método en alguna medida.

1. Objetivos

La presente Recomendación ISO describe los métodos de muestreo de los suministros de semillas oleaginosas. Indica asimismo los aparatos que se emplearán en tales operaciones.

2. Generalidades

2.1. Esta recomendación ISO tiene por objeto fijar las condiciones generales del muestreo destinado a hacer posible la estimación de las calidades de las semillas oleaginosas compradas como materias primas industriales. El suministro en su conjunto deberá examinarse en lotes de 500 t (1) como máximo para las semillas gruesas y medianas y de 100 t como máximo para las semillas pequeñas.

2.2. Las muestras deberán ser enteramente representativas de los lotes de los que se hayan obtenido. A tal fin, partiendo de un lote limitado a un máximo de 500 t (o de 100 t, según los casos), deberá efectuarse y mezclarse cuidadosamente determinado número de tomas de muestras parciales, dando así una muestra global, a partir de la cual se obtendrá, mediante sucesivas reducciones, la muestra para laboratorio destinada al análisis.

2.3. Será conveniente asegurarse con especial cuidado de que todos los aparatos de muestreo están limpios, secos y libres de olores extraños.

El muestreo se efectuará de forma que las muestras de semillas oleaginosas, los aparatos de muestreo y los recipientes en los cuales se coloquen las muestras estén protegidos contral cualquier contaminación accidental como lluvia, polvo, etc.

Deberán desprenderse antes de vaciar su contenido las materias adheridas por la parte exterior al aparato de muestreo.

3. Definiciones

Se definen a continuación los términos relativos a lote y a las muestras:

3.1. *Suministro*

Cantidad de semillas expedidas de una sola vez en el marco de un contrato particular.

3.2. *Lote*

Cantidad determinada de la entrega que permita estimar su calidad.

(1) Toneladas métricas 1 t = 1 000 kg.

3.3. *Toma parcial*

Pequeña cantidad de semillas, tomada en un punto del lote.

Deberá realizarse un determinado número de tomas parciales en diferentes puntos del lote y su conjunto mezclado será representativo de lote.

3.4. *Muestra global*

Cantidad de semillas formada al reunir y mezclar las tomas parciales.

3.5. *Muestra para laboratorio*

Pequeña muestra representativa de la calidad del lote, obtenida a partir de la muestra global y destinada al análisis o a otro examen.

4. Equipo

Se enumeran a continuación los aparatos necesarios; se dan ejemplos en cada caso (ver, asimismo las figuras 1 a 9 en el Anexo A).

4.1. *Muestreo de los productos en sacos*

Sondas afiladas especialmente concebidas para los sacos, sondas cilíndricas, sondas cónicas y palas de mano.

4.2. *Muestreo de productos a granel*

Palas grandes y de mano, sondas cilíndricas, sondas cónicas, aparatos de muestreo mecánicos y otros aparatos para una toma sucesiva de pequeñas muestras durante el vertimiento de las semillas oleaginosas.

4.3. *Mezcla y división*

Palas, cruces (para división en cuartos), vaciadores-reductores y otros aparatos para dividir.

5. Limitación de la importación del lote

5.1. *Transporte por barco*

La mayor parte de las semillas oleaginosas se suministran por transporte marítimo o fluvial. En ambos casos el muestreo tiene lugar normalmente en el momento de descargar. Cada lote deberá ser de 500 (o de 100) t o parte de 500 (o de 100) t.

5.2. *Transporte por carretera o por ferrocarril*

En caso de traslado de un navío a camiones o vagones, el muestreo podrá tener lugar antes de cargar los camiones y los vagones. Cada lote deberá ser de 500 (o de 100) t o parte de 500 (o de 100) t.

Cuando el muestreo se efectúe en vagones cargados, cada lote deberá comprender un determinado número de vagones cuya carga total deberá ser de 500 (o de 100) t o parte de 500 (o de 100) t.

5.3. *Silo o almacén*

Cuando las semillas se descarguen directamente de un navío en silos o almacenes, las muestras deberán tomarse de acuerdo con el apartado 5.1. Cuando no se haya previsto ninguna medida para un muestreo de este tipo, éste podrá efectuarse, de acuerdo con el apartado 5.2, antes o durante el traslado al silo o al almacén. Cada lote deberá ser de 500 (o de 100) t o parte de 500 (o de 100) t.

6. Método de toma de muestras

6.1. *Generalidades*

El muestreo deberá efectuarse por expertos en muestreo designados por los compradores y los vendedores.

Como la composición del lote casi nunca es homogénea o lo es es muy pocas ocasiones, se efectuará un número suficiente de tomas parciales para obtener una muestra global representativa. El muestreo de las semillas estropeadas por el agua de mar o por cualquier otra causa durante el transporte, o en mal estado, así

como el de las semillas dispersadas (1), después reunidas, y de los desechos deberá efectuarse por separado del muestreo de las semillas sanas. Los productos estropeados no deberán mezclarse con los sanos, sino que deberán estimarse por separado.

6.2. *Tomas parciales*

Según el caso, deberán efectuarse las tomas parciales sobre productos a granel o en sacos, mediante los aparatos de muestreo mencionados en el capítulo 4 y utilizados con arreglo a las instrucciones de los apartados 6.2.1 y 6.2.2.

6.2.1. *Productos en sacos*

Salvo estipulación en sentido contrario del contrato o práctica portuaria diferente, las tomas parciales deberán efectuarse sobre un 2 % de los sacos que formen el lote.

Si se abren los sacos, las tomas parciales podrán efectuarse con ayuda de una pala de mano o de sondas cilíndricas o cónicas.

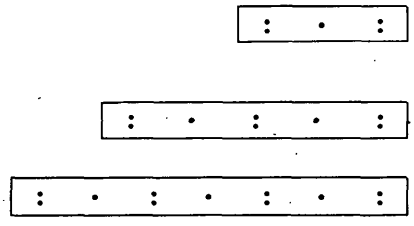
Si las tomas se efectúan de sacos cerrados, podrán utilizarse unas sondas afiladas especialmente concebidas para los sacos.

6.2.2. *Productos a granel*

6.2.2.1. Cuando el muestreo se efectúe estando el producto en movimiento, se deberán efectuar las tomas parciales a través de toda la sección del flujo de semillas y a intervalos determinados por la rapidez de dicho flujo.

6.2.2.2. Cuando el muestreo de las semillas a granel tenga lugar en las calas de las embarcaciones durante la descarga, deberán efectuarse las tomas parciales en la mayor cantidad de lugares posible y a intervalos determinados por la rapidez de la descarga.

6.2.2.3. Si el muestreo tiene lugar en vagones cargados, deberán efectuarse las tomas parciales a tres niveles con ayuda de una sonda cilíndrica o cónica, según las semillas, y en los siguientes lugares:



— vagones o camiones que contengan hasta 15 t: 5 puntos de toma (en el centro y a aprox. 50 cm de las paredes)

— Vagones de 15 a 30 t: 8 puntos de toma,

— Vagones de 30 a 50 t: 11 puntos de toma,

Nota: Cuando el tipo de vagón no permita tal modo de toma, se efectuará el muestreo con arreglo al apartado 6.2.2.1.

6.2.2.4. Cuando el muestreo se efectúe en la tolva antes de la pesada, deberán efectuarse las tomas parciales con ayuda de sondas cilíndricas, de palas o aparatos de muestreo mecánicos, según la práctica del puerto.

6.2.2.5. El método operatorio que deba seguirse en lo relativo a los silos y a los almacenes dependerá necesariamente de las condiciones locales.

6.3. *Muestra para laboratorio*

La muestra global deberá mezclarse y reducirse por división hasta llegar a la cifra pretendida de muestras para laboratorio, con ayuda de los aparatos mencionados en el capítulo 4. Deberá especificarse en el contrato el número de muestras para laboratorio que deben constituirse para el análisis y el arbitraje, o bien será objeto de un acuerdo entre el comprador y el vendedor.

Para determinadas semillas (por ejemplo copra, cacahuetes en vaina), es recomendable tamizar la muestra global antes de reducirla y añadir el residuo fino a las muestras para laboratorio en proporción exacta. Todo ello está destinado a asegurarse de que las muestras contengan el mismo porcentaje de elementos finos de calidad inferior.

6.4. *Importancia de las muestras*

En general son convenientes las masas de muestras siguientes. Podrán solicitarse muestras mayores o menores en algunos casos, según la naturaleza del análisis que deba efectuarse.

(1) Este término de emplea para designar cualquier producto que se haya salido de su embalaje de origen, pero que no esté demasiado contaminado.

Semillas	Lote	Tomas parciales	Muestra global (1)	Muestra para laboratorio
	t	kg	kg	kg
Semillas gruesas (por ejemplo: copra)	hasta 500	1	hasta 200	6
Semillas medias (por ejemplo: cacahuetes sin corteza)	hasta 500	0,5	hasta 100	5
Pequeñas semillas (por ejemplo: adormidera)	hasta 100	0,1	hasta 20	2

(1) Cualquiera que sea la importancia de la muestra global, deberá ser representativa del lote.

7. Embalaje y marcado de las muestras

7.1. *Embalaje de las muestras*

Las muestras para laboratorio deberán embalarse en sacos tejidos muy compactamente, sacos de papel resistente, embalajes de cartón, sacos de polietileno, cajas de metal, botellas o tarros de vidrio.

Las muestras para la determinación de la humedad o para cualquier análisis en el que pueda influir una modificación de la humedad deberán embalarse en recipientes estancos respecto a la humedad de cierre hermético. Los recipientes deberán llenarse totalmente y deberán sellarse los cierres para evitar cualquier modificación del contenido de agua inicial.

7.2. *Etiquetas para las muestras*

Si se utilizan etiquetas de papel para las muestras de semillas oleaginosas, es recomendable que tengan la calidad y dimensiones que convengan para su empleo.

Deberá reforzarse el agujero de la etiqueta.

Deberán figurar sobre las etiquetas, por lo menos, las indicaciones siguientes:

1. Barco o vehículo
2. De .....
3. A .....
4. Llegada .....
5. Cantidad
6. Granel/sacos
7. Designación del producto
8. Marca (1) o número del lote
9. Número y fecha del boletín de carga o del contrato
10. Fecha del muestreo
11. Lugar y punto del muestreo
12. Muestreo realizado conjuntamente por .....

Las informaciones anotadas sobre la etiqueta deberán ser indelebles.

8. Envío de las muestras

Las muestras para laboratorio deberán enviarse lo antes posible y, salvo en casos excepcionales, no más de 48 horas después del final de la preparación de muestras, excluidos los días de cierre comercial.

9. Acta de preparación de muestras

En el acta de preparación de muestras se deberá indicar:

— el estado en que se encuentren las semillas objeto del muestreo,

— la técnica utilizada, si es distinta de la descrita en la presente recomendación ISO, y

— todas las circunstancias que hayan podido ejercer una influencia en el muestreo.

(1) Por motivos de identificación.

ANEXO A

EJEMPLOS DE APARATOS DE MUESTREO

Nota: Existen muchos aparatos de distintos tipos. Las dimensiones indicadas se dan sólo a título indicativo.

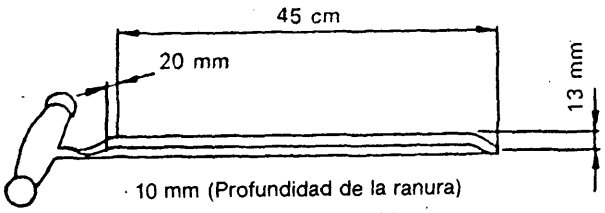


Fig. 1. Sonda afilada abierta

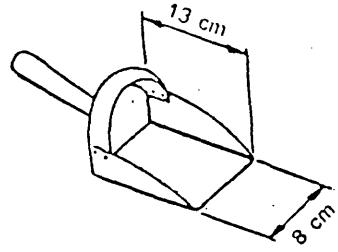


Fig. 2. Pala de mano

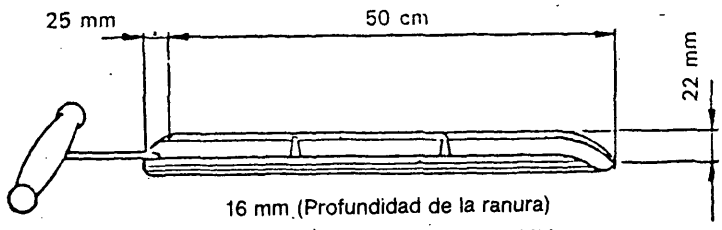


Fig. 3. Sonda afilada abierta, dividida

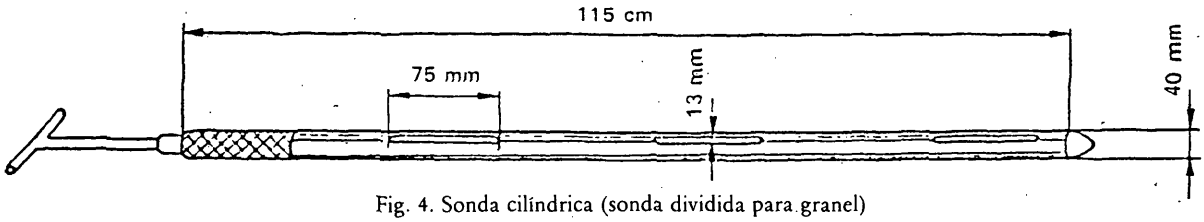


Fig. 4. Sonda cilíndrica (sonda dividida para granel)

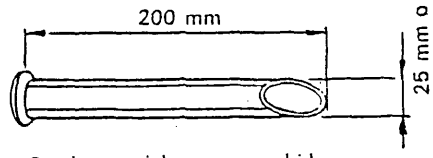


Fig. 5. Sonda especialmente concebida para sacos

Fig. 6. Sonda para productos en movimiento (Tipo pelican)

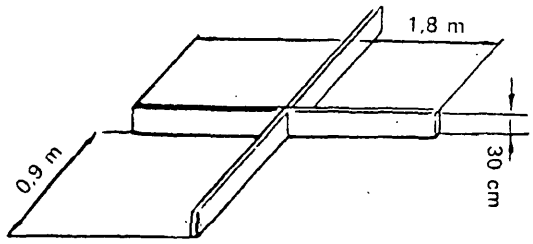


Fig. 7. Cruz

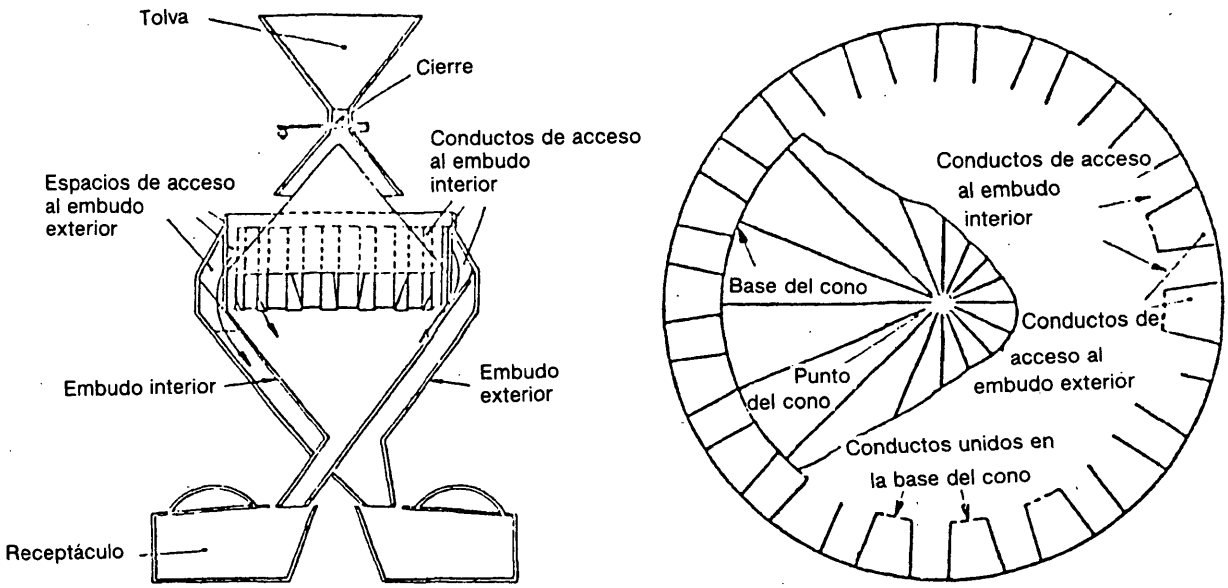


Fig. 8. Aparato de muestreo cónico

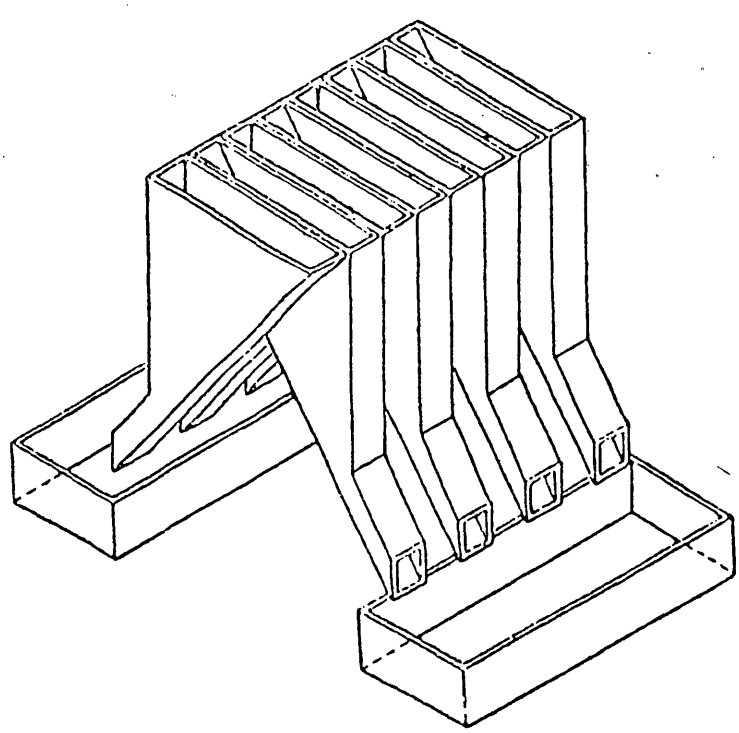


Fig. 9. Aparato de muestreo de múltiples aberturas

ANEXO II

Recomendación ISO R. 664 (febrero 1968)

SEMILLAS OLEAGINOSAS

REDUCCIÓN DE LAS MUESTRAS PARA LABORATORIO A MUESTRAS PARA ANÁLISIS

1. Objetivos

La presente Recomendación ISO establece la técnica para obtener, a partir de una muestra para laboratorio de semillas oleaginosas, una muestra para análisis

Notas

1. Las técnicas para obtener muestras para laboratorio representativas de una entrega de semillas oleaginosas se describen en la Recomendación ISO R. 542 «Semillas oleaginosas-Muestreo» (1).

2. Algunos contratos relativos al comercio de las semillas oleaginosas prescriben el análisis de la muestra tal como se efectuó, es decir, incluyendo las posibles impurezas. Por otra parte, determinados contratos prescriben la separación previa y cuantitativa de las impurezas y el análisis de las semillas puras separadas. Podrá asimismo solicitarse el análisis de las impurezas.

2. Principio

La muestra para análisis se obtendrá a partir de la muestra para laboratorio, previa eliminación de las impurezas groseras si fuere necesario, mediante la reducción más apropiada, utilizando uno u otro de los aparatos de división especificados y esforzándose en que la muestra para análisis sea bien representativa de la muestra para laboratorio en su conjunto.

La muestra para análisis, en su estado de origen o habiéndo separado las impurezas, se preparará para el análisis de acuerdo con la técnica especificada en el método correspondiente.

3. Equipo

Divisor

Aparato para división en cuartos, divisor cónico, divisor de múltiples aberturas, u otros aparatos reductores que garanticen un reparto uniforme de los componentes de la muestra para laboratorio en la muestra de análisis.

4. Reducción de la muestra para laboratorio

Después de haber separado, si fuere necesario, y pesado las impurezas groseras, mezclar con cuidado la muestra para laboratorio para hacerla tan homogénea como sea posible y, por medio de un aparato de división adaptado a la naturaleza de la semilla, efectuar reducciones sucesivas hasta que se obtenga aproximadamente la masa de materia indicada en el cuadro 1.

(1) Consignada en el Anexo I.

CUADRO I

Especies de semillas		Masa mínima de cada muestra de análisis (gramos)
Copra	Cocos nucifera Linneaus	1 000
Ricino	Ricinus communis Linneaus	600
Palmito	Elaeis guineensis N. J. Jacquin	600
Cacahuete	Arachis hypogaea Linnaeus	600
Butyrosperum	Butyrosperum Paradoxum (C. F. Gaertner) Hepper	500
Calabaza	Cucurbita pepo Linnaeus	500
Girasol	Helianthus annuus Linnaeus	500
Soja	Glycine soja Linnaeus Merrill	500
Algodón	Gossypium sp.	500
Cáñamo	Cannabis sativa Linnaeus	200
Lino	Linum usitatissimum Linnaeus	200
Colza	Brassica napus Linnaeus	200
Nabina	Brassica rapa Linnaeus	200
Adormidera	Papaver somniferum Linnaeus	200
Mostaza blanca	Sinapis alba Linnaeus	200
Mostaza negra	Brassica nigra Linnaeus W. D. J. Koch	200
Sésamo	Sesamum indicum Linnaeus	200

Nota: Para las semillas no enumeradas en el cuadro superior, las masas mínimas serán las mismas que las que se indiquen para semillas de dimensiones equivalentes.

5. Separación de las impurezas

Cuando se solicite la separación de las impurezas, se seguirá el método operatorio descrito en la Recomendación ISO R. 658 «Semillas Oleaginosas-Determinación del contenido en impurezas (1)».

(1) Consignado en el Anexo IV.

ANEXO III

Recomendación ISO R. 665 (febrero 1968)

SEMILLAS OLEAGINOSAS

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN AGUA Y MATERIAS VOLÁTILES

1. Objetivos

La presente Recomendación ISO describe un método de determinación del contenido en agua y materias volátiles de las semillas oleaginosas.

2. Definición

Se entiende por *agua* y *materias volátiles* la pérdida de masa en las condiciones experimentales previstas a continuación.

3. Principio

3.1. Determinación del contenido en agua y materias volátiles del producto tal como se encuentre (semillas puras + impurezas) por desecación a una temperatura cercana a 103 °C, en una estufa isotermo y a presión atmosférica hasta masa prácticamente constante.

3.2. Si así se solicitare, se podrá determinar el contenido en agua y materias volátiles de las semillas puras solas.

4. Equipo

4.1. *Balanza analítica*

4.2. *Triturador mecánico* fácil de limpiar, apropiado para el tipo de semillas y que permita su trituración sin calentamiento y sin modificación sensible de su contenido en agua y en aceite.

4.3. *Rallador mecánico* o, en su defecto, *manual.*

4.4. *Vaso metálico* no corrosivo, de fondo plano, provisto de una tapa bien adaptada, que permita obtener un reparto de la toma de muestras de cerca de 0,2 g por centímetro cuadrado (por ejemplo: diámetro del recipiente 70 mm; altura 30 a 40 mm). Los vasos de vidrio de cierre esmerilado, pueden emplearse también previo acuerdo entre el comprador y el vendedor.

4.5. *Estufa isotermo de calefacción eléctrica,* con buena aireación natural, regulada de manera que la temperatura del aire y de los platos porta-muestras, junto a las muestras, esté comprendida, en régimen normal, entre 101 y 105 °C.

4.6. *Desecador* que contenga un deshidratante eficaz como anhídrido fosfórico, gel de silicio, aluminio activado, etc.; y provisto de una placa metálica que permita un enfriamiento rápido de los vasos.

5. Método operatorio

5.1. *Preparación de la muestra*

5.1.1. Actuar sobre la muestra para análisis, obtenida según la Recomendación ISO R. 664 «Semillas oleaginosas-Reducción de las muestras para laboratorio en muestras para análisis (1)». Si antes de la reducción de la muestra para laboratorio se han separado los cuerpos extraños de mayor tamaño no oleaginosos, se tendrá en cuenta en los cálculos (ver apartado 6.3.1). De acuerdo con lo estipulado en el contrato, se operará sobre la muestra para análisis tal como se encuentre o después de haberla separado de las impurezas.

(1) Consignado en el Anexo II.

5.1.2. Para la copra, rallar el producto manualmente o, preferentemente, mediante el rallador mecánico (4.3) que permita tratar la muestra para análisis entera. Si se actúa manualmente, lo que no permite rallar toda la muestra para análisis, deberá intentarse obtener una sub-muestra lo más representativa posible y deberá tenerse en cuenta a tal fin el grosor y el color de los diferentes fragmentos.

La longitud de las partículas del rallado podrá exceder los 2 mm, pero no deberá ser superior a 5 mm. Mezclar el rallado con cuidado y efectuar la determinación sin demora.

5.1.3. Para las semillas de grosor medio (por ejemplo: cacahuetes, soja, etc.), con excepción de las semillas de girasol y de algodón de pelos adherentes, triturar la muestra para análisis en el triturador mecánico (4.2), bien limpiando previamente, hasta la obtención de partículas que sean como máximo de 2 mm en su dimensión más grande. Desechar la cabeza de la molienda (aproximadamente 1/20 de la muestra), recoger el resto, mezclarlo con cuidado y efectuar la determinación sin demora.

5.1.4. Las semillas pequeñas (por ejemplo: lino, colza, cáñamo, etc.), así como las semillas de cártamo, de girasol y de algodón de pelos adherentes se analizarán sin triturado previo.

5.2. *Toma de muestras*

5.2.1. Pesar el vaso (4.4) con su tapa, después de haberlo dejado abierto durante por lo menos 30 minutos en el desecador (4.6), a la temperatura del laboratorio.

5.2.2. Pesar con precisión de 0,001 g en el vaso,

ya sea 5 ± 0,5 g de rallado (ver apartado 5.1.2) para la copra, o molienda (ver apartado 5.1.3) para las semillas de grosor medio, con excepción de las semillas de girasol y de algodón con pelos adherentes,

o de 5 a 10 g de semillas enteras de girasol y de algodón con pelos adherentes y para las semillas pequeñas. Repartir uniformemente la sustancia sobre todo el fondo del vaso y cerrarlo con su tapa. Pesar el conjunto.

5.2.3. Operar lo más rápidamente posible para evitar cualquier modificación sensible del contenido en agua.

5.3. *Determinación*

Poner el vaso que contenga la toma de muestras habiéndole quitado la tapa, en la estufa (4.5) regulada previamente a 103 ± 2 °C. Cerrar la estufa. Después de permanecer en ella durante 3 horas (de 12 a 16 horas para las semillas de algodón de pelos adherentes) contadas a partir del momento en el que la temperatura haya vuelto a 103 °C, abrir la estufa, cerrar inmediatamente el vaso con su tapa, y poner el conjunto en el desecador. Pesarlo tan pronto como el vaso se haya enfriado a la temperatura del laboratorio.

Volver a poner el vaso, habiendo quitado la tapa, en la estufa durante una hora; retirarlo después de haberlo cerrado, dejarlo enfriar y pesarlo operando como anteriormente se hizo.

Si la diferencia entre las dos pesadas fuere igual o inferior a 0,005 g (para una toma de muestras de 5 g), se considerará terminada la operación. En caso contrario, se efectuarán sesiones sucesivas de 1 hora en la estufa hasta que la diferencia entre dos pesadas sucesivas sea igual o inferior a 0,005 g. Hacer todas las pesadas con precisión de 0,001 g. Efectuar dos determinaciones sobre la misma muestra preparada.

6. Expresión de los resultados

6.1. *Método de cálculo y fórmula*

Calcular el contenido en agua y materias volátiles en porcentajes en masa del producto tal como se encuentre, por medio de la fórmula:

$$\text{Agua y materias volátiles porcentaje en masa} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

donde

M_0 es la masa, en gramos, del vaso,

M_1 es la masa, en gramos, del vaso con la toma de muestras antes de la desecación,

M_2 es la masa, en gramos, del vaso con la toma de muestras, después de la desecación.

Se tomará como resultado la media artimética de las dos determinaciones, si se hubieran cumplido las condiciones de repetibilidad. En caso contrario, repetir la determinación sobre dos tomas de muestras distintas. Si, también esta vez, excediera la diferencia de 0,2 g por cada 100 g de muestra, se tomará como resultado la media aritmética de las cuatro determinaciones efectuadas, si la diferencia máxima entre los resultados individuales no excediera de 0,5 g por cada 100 g de muestra.

Se dará el resultado con un decimal.

6.2. *Repetibilidad*

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o rápidamente una después de otra por el mismo analista, no deberá exceder de 0,2 g de agua y materias volátiles por 100 g de muestra.

6.3. *Observaciones*

6.3.1. Cuando, antes del análisis, se hayan separado de la muestra los cuerpos extraños no oleaginosos de mayor tamaño (ver apartado 5.1.1) se corregirá el resultado hallado (ver apartado 6.1) mediante la fórmula:

$$\text{Agua y materias volátiles porcentaje en masa} = h \times \frac{100 - X}{100}$$

donde

h es el contenido en agua y materias volátiles de la muestra en porcentaje, en masa, calculado según la fórmula indicada en el apartado 6.1,

X es el porcentaje en masa de impurezas groseras previamente separadas, en el producto inicial tal como se encuentre.

6.3.2. Cuando la determinación del contenido en agua y materias volátiles se haya efectuado sobre las semillas puras solas, se calculará también el contenido en agua y materias volátiles de acuerdo con la fórmula indicada en el apartado 6.1.

7. Nota sobre el método operatorio

No poner nunca juntos en la estufa productos húmedos con productos casi secos, ya que traería como consecuencia una rehidratación parcial de los últimos.

8. Acta de prueba

El Acta de prueba deberá indicar el método utilizado y los resultados obtenidos, precisando claramente si dichos resultados representan el contenido en agua y materias volátiles del producto tal como se encuentra o si se trata del contenido en semillas puras. Además se deberán mencionar todos los detalles operativos no previstos en la presente Recomendación o facultativos, así como los posibles incidentes que puedan haber actuado sobre los resultados.

El acta de prueba deberá suministrar asimismo todas las informaciones necesarias para la completa identificación de la muestra.

ANEXO IV

Recomendación ISO R. 658 (febrero 1968)

SEMILLAS OLEAGINOSAS

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE IMPUREZAS

1. Objetivos

La presente Recomendación ISO tiene por objeto describir un método de determinación del contenido en impurezas de las semillas oleaginosas utilizadas como materia prima industrial y también definir las diversas categorías de impurezas en su acepción más frecuente.

2. Definiciones

2.1. Se llama *impurezas* a todos los cuerpos extraños, orgánicos y no orgánicos, que no sean las semillas de la especie de base.

2.2. Se llama *polvo* a las partículas que pasen, según la especie analizada, por el tamiz indicado en el cuadro 1 (ver apartado 5.2.1).

En el caso del cacahuete, no se considerará impureza la harina de las semillas contenidas en el polvo.

2.3. Se llama *impurezas no oleagionosas* a los cuerpos extraños no oleaginosos de mayor tamaño (residuos de madera, trozos de metal, piedras, semillas de plantas no oleaginosas), fragmentos de tallos, de hojas y de cualquier otra parte no deaginosa, inherentes a la semilla oleaginosa analizada (por ejemplo, restos de cáscara, libres o adheridos a las almendras de palmera) que son retenidos por los tamices indicados en el cuadro 1. Para las semillas vendidas con cáscara, por ejemplo, las semillas de girasol *(Helianthus annuus Linnaeus)* o de calabaza *(Cucurbita pepo Linneaus)*, las cáscaras libres sólo se considerarán impurezas en la medida en que su proporción sobrepase la correspondiente a los gramos presentes en la misma muestra.

2.4. Se llama *impurezas oleaginosas* a las semillas oleaginosas extrañas.

3. Principio

Separación de las impurezas por tamaño y expurgo, en tres categorías:

— polvo,
— impurezas no deaginosas,
— impurezas oleaginosas.

Determinación de la masa de cada categoría.

4. Equipo

4.1. *Tamiz* (ver cuadro 1)

4.2. *Pinzas* u otros instrumentos apropiados

4.3. *Balanza analítica*

5. Método operatorio

5.1. *Toma de muestras*

La toma de muestras estará constituída por la muestra para análisis procedente de la reducción de la muestra para laboratorio con arreglo a la Recomendación ISO R. 664 «Semillas oleaginosas-Reducción de las muestras para laboratorio en muestras para análisis» (1). Pesar la toma de muestras con una precisión de al menos un 0,1 %.

(1) Consignada en el Anexo II.

5.2. *Determinación*

La determinación del contenido en impurezas deberá realizarse con la suficiente rapidez para que no se dé ninguna variación sensible en la humedad de las semillas.

5.2.1. *Separación del polvo*

Se separará el polvo cuantitativamente mediante tamizado de la toma de muestras sobre un tamiz cuyas aberturas circulares tengan el diámetro indicado en el cuado 1. Se recogerá el polvo y se pesará con una precisión de 0,01 g.

CUADRO I

Diámetro de las aberturas del tamiz

Naturaleza del producto	Diámetro de las aberturas (milímetros)
Copra, semillas de grosor medio	2,0
Semillas pequeñas *(Papaver somniferum Linnaeus, Brassica sp., Sinapis sp., Nicotiana sp.)*	0,5
El resto de las semillas oleaginosas	1,0

5.2.1.1. En el caso del cacahuete, se recogerá la totalidad del polvo así obtenido, que comprenderá el polvo estéril y el polvo de semillas, se pesará con una precisión de 0,01 g y se determinará su contenido en aceite. Se determinará asimismo el contenido en aceite de las semillas puras, con objeto de calcular el contenido en polvo estéril.

5.2.2. *Separación de las impurezas oleaginosas y no oleaginosas*

5.2.2.1. *Caso general* (copra, semillas de grosor medio)

En la fracción retenida por el tamiz indicado en el cuadro 1, se separarán con la ayuda de unas pinzas (o cualquier otro instrumento apropiado), por una parte, las impurezas no oleaginosas (2.3), apartando si fuera preciso los restos de cáscara que estén adheridos a las semillas (caso de las almendras de palma), y por otre parte, las impurezas oleaginosas (2.3), apartando si fuera preciso los restos de cáscara que estén adheridos a las semillas (caso de las almendras de palma), y por otra parte, las impurezas oleaginosas (2.4).

Pesar por separado, con una precisión de 0,01 g, cada categoría de impurezas.

Si el contrato así lo especifica, se anotará la naturaleza de las impurezas oleaginosas para mencionarla en el acta de prueba.

5.2.2.2. *Caso de las semillas pequeñas*

Verter la fracción retenida por el tamiz indicado en el cuadro 1 sobre un segundo tamiz, apto para retener las impurezas más gruesas que las semillas o (separar dichas impurezas con ayuda de unas pinzas o de cualquier otro instrumento apropiado).

Clasificar esta fracción de impurezas en impurezas no deaginosas (2.3) y oleaginosas (2.4).

Pesar por separado, con una precisión de 0,01 g, el polvo y las dos fracciones de impurezas (no oleaginosas y oleaginosas) más gruesas que las semillas, así como las semillas parcialmente expurgadas.

Sobre una parte alícuota de esta última fracción de semilla (por lo menos 10 g pesados con precisión 0,01 g), se separarán a continuación mediante expurgo, por una parte, las impurezas no oleaginosas que tengan aproximadamente el grosor de las semillas puras, y por otra parte, las pequeñas semillas oleaginosas extrañas.

Pesar con precisión de 0,001 g estas dos fracciones de impurezas.

5.2.3. Si así se solicita, se podrán agrupar y pesar las semillas oleaginosas extrañas por especies, para indicar a continuación en el acta de prueba el porcentaje de cada especie.

5.2.4. Efectuar dos determinaciones sobre la misma muestra.

6. Expresión de los resultados

6.1. *Método de cálculo y fórmula*

6.1.1. Indicar el contenido en cada categoría de impurezas en porcentaje en masa de las semillas tal como se encuentren. Su suma representa el porcentaje de impurezas totales.

6.1.2. Cuando la determinación del contenido en impurezas haya sido efectuada sobre la totalidad de la toma de muestras (ver apartado 5.2.2.1.) los porcentajes se calcularán de la siguiente manera:

Polvo, en porcentajes $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurezas no oleaginosas, en porcentajes $$I_n = M_2 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurezas oleaginosas, en porcentajes $$I_0 = M_3 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurezas totales, en porcentajes $$I_t = P + I_n + I_0$$

donde

M_1, M_2, M_3 es la masa, en gramos, de cada categoría de impurezas,

M_0 es la masa, en gramos, de la toma de muestras.

6.1.3. Cuando se separe únicamente una parte de las impurezas de la totalidad de la toma de muestras y la otra de una parte alícuota del resto (caso de las semillas pequeñas en el apartado 5.2.2.2), los porcentajes se calcularán de la siguiente manera:

Polvo, en porcentajes $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurezas no oleaginosas, en porcentajes $$I_n = \left(M_{2a} + M_{2b} \times \frac{M_a}{M_b}\right) \times \frac{100}{M_0}$$

Impurezas oleaginosas, en porcentajes $$I_0 = \left(M_{3a} + M_{3b} \times \frac{M_a}{M_b}\right) \times \frac{100}{M_0}$$

Impurezas totales, en porcentajes $$I_t = P + I_n + I_0$$

donde

M_1 es la masa, en gramos, del polvo.

M_{2a} es la masa, en gramos, de la fracción de impurezas no oleaginosas más gruesas que las semillas de la especie de base y separadas de la totalidad de la toma de muestras,

M_{3a} es la masa, en gramos, de la fracción de impurezas oleaginosas más gruesas que las semillas de la especie de base y separadas de la totalidad de la toma de muestras,

M_{2b} es la masa, en gramos, de la fracción de impurezas no oleaginosas que tengan aproximadamente el grosor de las semillas de la especie de base y separadas de una parte alícuota del resto obtenido, eliminando de la toma de muestras el polvo y las impurezas más gruesas que las semillas de la especie de base,

M_{3b} es la masa, en gramos, de la fracción de impurezas oleaginosas que tengan aproximadamente el grosor de las semillas de la especie de base y separadas en una parte alícuota del resto obtenido, eliminando de la toma de muestras el polvo y las impurezas más gruesas que las semillas de la especie de base,

M_0 es la masa, en gramos, de la toma de muestras inicial,

M_a es la masa, en gramos, del resto obtenido eliminando de la toma de muestras inicial el polvo y las impurezas más gruesas que las semillas de la especie de base,

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

M_b es la masa, en gramos, de la parte alícuota del resto M_a, de la cual se separarán las impurezas que tengan aproximadamente el grosor de las semillas de la especie de base.

En los casos del cacahuete, se calcularán los porcentajes de la siguiente forma:

Polvo total, en porcentajes $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Polvo estéril, en porcentajes $$P_s = \frac{M_1 \times 100}{M_0} \left(1 - \frac{h}{H}\right)$$

Impurezas no oleaginosas, en porcentajes $$I_n = \frac{M_2 \times 100}{M_0}$$

Impurezas oleaginosas, en porcentajes $$I_0 = \frac{M_3 \times 100}{M_0}$$

Impurezas totales, en porcentajes $$I_t = P_s + I_n + I_0$$

donde

M_1, M_2, M_3 es la masa, en gramos, de cada categoría de impurezas,

M_0 es la masa, en gramos, de la toma de muestras,

H es el porcentaje, en masa de aceite, de las semillas puras,

h es el porcentaje, en masa de aceite, del polvo.

6.1.5. Tomar como resultado la media aritmética de las dos determinaciones cuando se cumplan las condiciones de repetibilidad.

6.1.6. Indicar los resultados con dos decimales para los contenidos que no excedan de 0,5 % y con un solo decimal para los contenidos superiores a dicho límite.

6.2 *Repetibilidad*

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o rápidamente la una después de la otra por el mismo analista no deberá sobrepasar los porcentajes indicados en el cuadro 2.

CUADRO 2

Diferencia admisible entre los resultados dados por dos determinaciones paralelas

Contenido en impurezas (%)	Diferencia máxima admitida (%)
hasta 0,5 incluido	0,2
de 0,5 excluido a 1,0 incluido	0,4
de 1,0 excluido a 2,0 incluido	0,6
de 2,0 excluido a 3,0 incluido	0,8
de 3,0 excluido a 4,0 incluido	1,0
de 4,0 excluido a 5,0 incluido	1,2
de 5,0 excluido a 6,0 incluido	1,4
por encima de 6,0	1,6

Cuando la diferencia sea superior al límite indicado en el Cuadro 2, se constituirán otras dos tomas de muestras, se analizará una como se indica más arriba y se guardará la otra para su posible utilización para una cuarta determinación. En tal caso, se tomará como resultado la media aritmética del resultado obtenido en el tercer análisis y del resultado más cercano obtenido en los análisis anteriores, siempre que la diferencia no sobrepase el límite admitido.

En su defecto, se analizará también la cuarta toma de muestras y se tomará como resultado la media de las cuatro determinaciones.

7. Acta de prueba

El acta de prueba deberá indicar el método utilizado y los resultados obtenidos. Si el producto contiene semillas oleaginosas extrañas, y si el contrato así lo especifica, se indicará no solamente su porcentaje total sino también su naturaleza.

Se indicará asimismo, si así se solicita, el porcentaje de cada especie de semillas oleaginosas extrañas.

El acta de prueba deberá mencionar asimismo todos los detalles operatorios no previstos en la presente Recomendación ISO o facultativos, así como los posibles accidentes que puedan haber actuado sobre los resultados.

El acta de prueba deberá dar también las informaciones necesarias para la identificación completa de la muestra.

ANEXO V

Recomendación ISO R. 659 (febrero de 1968)

SEMILLAS OLEAGINOSAS

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN ACEITE

1. Objetivos

La presente Recomendación ISO describe un método de determinación del contenido en aceite de las semillas oleaginosas utilizadas como materia prima industrial.

2. Definición

Se llama *aceite* a la totalidad de las sustancias extraídas de acuerdo con las condiciones citadas a continuación.

3. Principio

3.1. Determinación del contenido en aceite del producto tal como se encuentre (semillas puras más impurezas) por extracción en un aparato apropiado, con un disovente conveniente, n-Hexano o éter de petróleo.

3.2. Si se solicitara, se podrán analizar por separado las semillas puras y las impurezas.

3.3. En el caso del cacahuete, si se solicitara, se podrán analizar por separado las semillas puras, el polvo total, las impurezas no oleaginosas y oleaginosas.

4. Reactivos

4.1. *n-Hexano* o, en su defecto, éter de petróleo que destile entre 40 y 60 °C y con un índice de bromo inferior a 1. El resíduo de evapuración completa deberá ser, para ambos disolventes, inferior a 0,002 g/100 ml.

4.2. *Arena lavada* con ácido clorhídrico y calcinada.

4.3. *Piedra pómez* en pequeños granso, previamente secada.

4.4. *Ácido clorhídrico* concentrado, d = 1,19.

5. Equipo

5.1. *Aparato de extracción* apropiado (capicidad del matraz, 200 a 250 ml).

5.2. *Baño de calentamiento eléctrico* (baño de arena, baño maría, etc.).

5.3. *Balanza analítica*

5.4. *Estufa de calentamiento eléctrico* provista de un dispositivo de termorregulación.

5.5. *Triturador mecánico fácil* de limpiar, que corresponda a la naturaleza de las semillas y permita su triturado sin calentamiento y sin disminución sensible de su contenido en agua y en aceite.

5.6. *Rallador mecánico* o, en su defecto, manual.

5.7. *Mortero y maja*, de porcelana, hierro o bronce, o preferentemente, micro-triturador mecánico apropiado.

5.8. *Cartucho de extracción y guata*, exentos de materias solubres en el n-Hexano o el éter de petróleo.

5.9. *Vaso metálico de fondo plano*, de 100 mm aproximadamente de diámetro y de 40 mm de altura aproximadamente.

5.10. *Vaso poroso* de cerámica, de forma cilíndrica; diámetro interior: 68 mm, diámetro exterior: 80 mm, altura: 85 mm, espesor de las paredes y el fondo: 6 mm.

5.11. *Estufa de fumigación*, de temperatura regulable.

5.12. *Pipeta* de 2 ml, graduada en 0,1 ml.

5.13. *Cristal de reloj*, de 80 a 90 mm de diámetro.

6. Método operatorio

6.1. *Preparación de la muestra*

6.1.1. Actuar sobre la muestra para el análisis, obtenida de acuerdo con la Recomendación ISO R 664 «Semillas oleaginosas-Reducción de las muestras para laboratorios en muestra para análisis» (1).

Se trendrá en cuenta al efectuar los cálculos (ver apartado 7.3.3) que se hayan separado o no los cuerpos extraños de mayor tamaño no oleaginosos antes de la reducción de la muestra para laboratorio.

De acuerdo con lo estipulado en el contrato se actuará sobre la muestra para análisis tal como se encuentre o previa separación de las impurezas.

6.1.2. Para la copra, se rallará el producto manualmente o, preferiblemente, por medio de un rallador mecánico (5.6) que permita tratar la muestra para análisis por entero. Si se actuara manualmente, lo que no permitiría rallar toda la muestra para análisis, será conveniente obtener una submuestra tan representativa como sea posible y tener en cuenta, a tal fin, el grosor y el color de los diferentes fragmentos.

La longitud de las partículas de la ralladura podrá sobrepasar los 2 mm, pero no deberá ser superior a 5 mm.

Mezclar la ralladura con cuidado y efectuar la determinación sin demora.

6.1.3. Para las semillas de grosor medio (por ejemplo girasol, cacahuete, soja), con excepción de las semillas de algodón de pelos adherentes, se triturará la muestra para análisis en el triturador mecánico (5.5) previamente bien limpiado, hasta obtener partículas cuya máxima dimensión no sea superior a 2 mm. Desechar la cabeza de la molienda (1/20 de la muestra aproximadamente), recoger el resto, mezclarlo con cuidado y efectuar sin demora la determinación.

6.1.4. Para las semillas de algodón de pelos adherentes, pesar con precisión de 0,01 g, en el vaso metálico tarado 5,9, alrededor de 60 g de la muestra para análisis tal como se encuentre. Colocar el vaso con las semillas en la estufa (5.4) previamente calentada a 130 °C y dejar sacar durante 2 horas a 130 °C ± 2 °C, luego retirar el vaso y dejar que se refrigere al aire durante aproximadamente 30 minutos. Verter las semillas así desecadas en el vaso poroso de cerámica (5.10) cuyas paredes interiores y el

(1) Consignada en el Anexo II.

fondo se hayan humedecidos previamente con 1,5 ml de ácido clorhídrico concentrado (4.4), con ayuda de una pipeta (5.12), prestando atención a que el ácido sea completamente absorbido sin formar gotas adherentes. Cerrar el vaso con el cristal de reloj (5.13) y colocarlo en la estufa de fumigación (5.11). Calentar de forma que se alcance en 30 minutos la temperatura de 115 °C, que no deberá sobrepasarse, y mantener dicha temperatura durante 30 minutos más.

Retirar el vaso de la estufa, dejarlo refrigerar durante 1 hora al aire, pesar de nuevo las semillas así tratadas con precisión de 0,01 g, triturar después las semillas en el triturador mecánico (5.5) y continuar como se indica en el apartado 6.1.3.

6.1.5. Las semillas pequeñas (por ejemplo lino, colza, etc.) se analizarán sin triturado mecánico previo.

6.2. *Toma de muestras*

6.2.1. La toma de muestras deberá ser representativa de la muestra para análisis.

6.2.2. Pesar con precisión de 0,01 g, alrededor de 10 g

— de ralladura (6.1.2), desde el momento de terminarse el rallado en el caso de la copra,

— de molienda (6.1.3), desde el momento de terminar el triturado en el caso de las semillas de grosor medio, excepción hecha de las semillas de algodón de pelos adherentes.

— de molienda (6.1.4) desde el momento de terminar el triturado en el caso de las semillas de algodón de pelos adherentes.

— de la muestra previamente bien mezclada en el caso de las semillas pequeñas.

6.3. *Determinación*

6.3.1. En el caso de la copra y de las semillas de grosor medio, incluidas las semillas de algodón de pelos adherentes, colocar la toma de muestras en el cartucho (5.8) y taparla con un tampón de guata.

6.3.2. Para las semillas pequeñas, triturar la toma de muestras en el mortero o el micro-triturador (5.7), teniendo cuidado de no dejar semillas intactas. Transvasar, sin pérdida, a un cartucho (5.8), las semillas trituradas sirviéndose de una espátula. Limpiar con un tampón de guata (5.8) embebido en disolvente (4.1) el mortero y la maja o la escudilla del micro-triturador y la espátula, tapar el cartucho con el tampón.

6.3.3. En el caso del cacahuete, podrá colocarse en el cartucho de extracción (5.8) una toma de muestras de alrededor de 10 g, constituida por las fracciones separadas de semillas puras, de impurezas no oleaginosas y oleaginosas y de polvo total, en cantidades proporcionales al contenido de estos elementos diferentes en la muestra para análisis.

6.3.4. Cuando las semillas estén muy húmedas (contenido en agua superior al 10 %), colocar durante algún tiempo el cartucho lleno en la estufa calentada hasta 80 °C como máximo, para volver a llevar el grado de humedad por debajo del 10 %.

6.3.5. Tarar, con precisión de 0,001 g, dos matraces A y B que contengan cada uno 1 o 2 gramos de piedra pómez (4.3), previamente secados a una temperatura de 103 ± 2 °C y refrigerados al menos durante una hora en un desecador.

Colocar en el aparato de extracción (5.1) el cartucho (5.8) que contiene la toma de muestras. Verter en el matraz A la cantidad necesaria de disolvente (4.1). Adaptar el matraz al aparato de extracción sobre el baño de calentamiento eléctrico (5.2). Realizar el calentamiento en una condiciones tales que el caudal de reflujo sea de por lo menos tres gotas por segundo (ebullición moderada, no tumultuosa).

Previa extracción de 4 horas, dejarlo refrigerar. Retirar el cartucho del aparado de extracción, colo- Expulsar, por destilación mediante baño maría en ebullición la mayor parte del disolvente de los matraces A y B.

Eliminar los últimos restos de disolvente calentando los matraces durante 20 min a una temperatura de 103 ± 2 °C. Facilitar dicha eliminación ya sea insuflando aire de vez en cuando, u operando bajo presión reducida. Dejar refrigerar los matraces en un desecador durante al menos 1 hora y pesar con precisión de 0,001 g.

Calentar de nuevo durante 10 minutos en las mismas condiciones; refrigerar y pesar.

La diferencia entre estas dos pesadas no deberá sobrepasar los 0,001 g. En su defecto, calentar de nuevo durante 10 minutos hasta que la diferencia de masa sea como máximo igual a 0,010. Anotar la última pesada de matraz A.

Si la masa del aceite en el matraz B fuera como máximo igual a 0,010 g, la operación estaría terminada. Si no, utilizando el matraz B, hacer una nueva extracción durante 2 horas y así sucesivamente, hasta que la masa del aceite obtenido en la última extracción sea como máximo igual a 0,010 g. Anotar la última pesada del matraz B.

6.3.6. El aceite extraído deberá ser límpido; si no, se determinará el contenido en impurezas. A tal fin, disolver las materias grasas en el disolvente utilizado para la extracción; filtrar con un papel de filtro previamente secado a 103 ± 2°C hasta masa constante; lavar el filtro varias veces con el mismo disolvente para eliminar completamente el aceite; secar de nuevo a 103 ± 2 °C hasta masa constante (para refrigerar y pesar el papel de filtro, usar un recipiente apropiado provisto de una tapa). Corregir el resultado en consecuencia.

6.3.7. Si se solicitara efectuar una determinación del contenido en aceite de las semillas puras, analizar las semillas separadas de las impurezas, procediendo como para el producto tal como se encuentre.

6.3.8. Para conocer el contenido en aceite de las impurezas, efectuar el análisis de la misma manera que para las semillas puras, con las diferencias siguientes:

— la toma de muestra podrá ser inferior a 10 g, sin descender sin embargo por debajo de 2 g,

— podrá hacerse una sola extracción de 4 horas, ya que el pequeño error por defecto sobre el contenido en aceite del producto tal como se encuentre no es importante.

6.3.9. Efectuar dos determinaciones sobre la misma muestra preparada.

7. Expresión de los resultados

7.1. *Modo de cálculo y fórmula*

El contenido en aceite, en porcentaje en masa del producto tal cual, se calcula por medio de la fórmula:

$$\text{Aceite, en porcentaje en masa} = \frac{M_1}{M_0} \times 100$$

donde

M_1 es la suma de las masas, en gramos, de los aceites encontrados en los matraces A y B en la última pesada,

M_0 es la masa, en gramos, de la toma de muestras sometida a la extracción.

Tomar como resultado la media aritmética de las dos determinaciones si se cumplen las condiciones de repetibilidad. En caso contrario, repetir el análisis sobre otras dos tomas de muestras. Si esta vez la diferencia excediera de nuevo del 0,4 %, se tomará como resultado la media aritmética de las cuatro determinaciones efectuadas.

Expresar el resultado con un decimal.

7.2. *Repetibilidad*

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones efectuadas simultáneamente o rápidamente una después de otra por el mismo analista no deberá exceder de los 0,4 g de aceite por cada 100 g de muestra.

7.3. *Observaciones*

7.3.1. La misma fórmula (ver apartado 7.1) servirá para calcular el contenido en aceite de las semillas puras y también el de las impurezas, cuando se analicen por separado las semillas puras y las impurezas.

En tal caso, el contenido en aceite, en porcentaje en masa del producto tal como esté (semillas puras más impurezas), podrá calcularse por medio de la siguiente fórmula:

$$\text{Aceite, en porcentaje en masa} = H_1 - \frac{P}{100}(H_1 - H_2)$$

donde

H_1 es el porcentaje, en masa, de aceite de las semillas puras,

H_2 es el porcentaje, en masa, de aceite de las impurezas,

P es el porcentaje, en masa, de impurezas del producto tal como esté,

7.3.2. En el caso de las semillas de algodón de pelos adherentes, el contenido en aceite, en porcentajes en masa del producto tal como esté, se calculará por medio de la fórmula:

$$\text{Aceite, en porcentaje en masa} = \frac{M_1}{M_0} \times 100 \times \frac{M''_0}{M'_0}$$

donde

M_0, M_1 tienen los mismos significados que en el apartado 7.1,

M'_0 es la masa, en gramos, de la toma de muestras (alrededor de 60 g) antes del tratamiento previo (ver apartado 6.1.4).

M''_0 es la masa, en gramos, de la misma toma de muestras después del tratamiento previo (ver apartado 6.1.4) y antes del triturado.

7.3.3. Si, antes del análisis, se han separado de la muestra los cuerpos extraños de mayor tamaño no oleaginosos (ver apartado 6.1.1), deberá corregirse en consecuencia el resultado obtenido mencionado anteriormente (ver apartados 7.1, 7.3.1 o 7.3.2) para el contenido en aceite del producto tal como esté según la fórmula:

$$\text{Aceite, en porcentaje en masa} = \frac{H_0}{100} \times (100 - x)$$

donde

H_0 es el porcentaje en masa, de aceite de la sustancia analizada (calculada, según el caso, según los apartados 7.1, 7.3.1, o 7.3.2),

x es el porcentaje, en masa, de cuerpos de mayor tamaño no oleaginosos previamente separados del producto inicial tal como esté.

7.3.4. En el caso del cacahuete, el contenido en aceite, en porcentaje en masa del producto tal como esté, se calculará por medio de la fórmula:

$$\text{Aceite, en porcentaje en masa} = H_1 - \frac{P + I_0 + I_n}{100} \times (H_1 - H_2)$$

donde

P es el porcentaje, en masa, del polvo total,

I_0 es el porcentaje, en masa, de impurezas oleaginosas,

I_n es el porcentaje, en masa, de impurezas no oleaginosas,

H_1 es el porcentaje, en masa, de aceite, de las semillas puras,

H_2 es el porcentaje, en masa, de aceite, de las impurezas.

Si la extracción se hubiera hecho en un solo cartucho, se calculará el contenido en aceite según el apartado 7.1.

7.3.5. Si así se solicitase, podrá expresarse el contenido en aceite con respecto a la materia seca y calcularse por medio de la fórmula:

$$\text{Aceite, en porcentaje en masa} = H_0 \times \frac{100}{100 - U}$$

donde

H_0 es el porcentaje, en masa, de aceite del producto tal como esté,

U es la humedad en porcentaje, en masa.

8. Nota sobre el método operatorio

En el caso de aceites semi-secantes y secantes, es preferible eliminar el disolvente residual por secado bajo presión reducida.

9. Acta de prueba

El acta de prueba deberá indicar el método utilizado y los resultados obtenidos precisando claramente si éstos representan el contenidos en aceite de las semillas tal como estén, el contenido en aceite de las semillas puras o el contenido en aceite de las semillas relacionadas con la materia seca. El acta de prueba deberá mencionar asimismo el disolvente utilizado, así como todos los detalles operatorios no previstos en la presente Recomendación ISO, o facultativos, y los posibles incidentes que puedan haber actuado sobre los resultados.

El acta de prueba deberá dar las informaciones necesarias para la identificación completa de la muestra.