368R1470

Nº L 239/2 Jornal Oficial das Comunidades Europeias 28. 9. 68

REGULAMENTO (CEE) Nº 1470/68 DA COMISSÃO

de 23 de Setembro de 1968

relativo à colheita e redução das amostras bem como à determinação do teor em óleo, em impurezas e em humidade das sementes oleaginosas

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Económica Europeia,

Tendo em conta o Regulamento nº 136/66/CEE do Conselho, de 22 de Setembro de 1966, que estabelece a organização comum de mercado no sector das matérias gordas (1) e, nomeadamente, o nº 3 do artigo 26º e o nº 5 do seu artigo 27º,

Tendo em conta o Regulamento nº 162/66/CEE do Conselho, de 27 de Outubro de 1966, relativo às trocas de matérias gordas entre a Comunidade e a Grécia (2) e, nomeadamente o seu artigo 8º,

Tendo em conta o Regulamento nº 142/67/CEE do Conselho, de 21 de Junho de 1967, relativo às restituições à exportação de sementes de colza, de nabita e de girassol (3) e, nomeadamente, o seu artigo 6º,

Considerando que, em aplicação do Regulamento nº 282/67/CEE do Conselho, de 11 de Julho de 1967, relativo às regras de intervenção para as sementes oleaginosas (4), do Regulamento nº 284/67/CEE da Comissão, de 11 de Julho de 1967, relativo a certas regras de aplicação das restituições à exportação de sementes oleaginosas (5) e do Regulamento (CEE) nº 911/68 da Comissão, de 5 de Julho de 1968, relativo a certas regras respeitantes à ajuda para as sementes oleaginosas (6), com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CEE) nº 1469/68 (7), é oportuno definir o método único para toda a Comunidade de colheita e de redução das amostras para laboratório em amostras para análise bem como de determinação do teor em óleo, em impurezas e em humidade das sementes;

Considerando que convém adoptar, para cada uma das operações acima referidas, o método geralmente utilizado no comércio internacional; que, a fim de obter o mesmo resultado, convém fazer certas precisões ao método adoptado;

Considerando que as medidas previstas no presente regulamento estão em conformidade com o parecer do Comité de Gestão das Matérias Gordas,

ADOPTOU O PRESENTE REGULAMENTO:

Artigo 1º

1. Sob reserva dos números seguintes, a colheita da amostras, a redução das amostras para laboratório em amostras para análise bem como a determinação do teor em impurezas e em humidade, referidas no artigo 4º do Regulamento nº 282/67/CEE, no artigo 2º do Regulamento nº 284/67/CEE e no artigo 17º do Regulamento (CEE) nº 911/68, são efectuadas de acordo com os métodos definidos respectivamente nos Anexos I, II, III e IV do presente regulamento.

2. Por derrogação do disposto no ponto 6.1 do Anexo I, os Estados-membros designam os peritos de colheita de amostras.

3. Por derrogação do disposto no ponto 6.3 do Anexo I, devem constituir-se pelo menos três amostras por laboratório para a análise e a arbitragem.

4. Por derrogação do disposto no ponto 6.2.1 do Anexo I, os direitos niveladores elementares devem ser efectuados pelo menos em 2 % dos sacos que formam o lote.

5. Por derrogação do disposto nos pontos 3.2 e 6.3.2 do Anexo III, a determinação do teor em água e maté-

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

rias voláteis é efectuada sobre um produto tal como ele se apresenta.

Artigo 2º

A determinação do teor em óleo referida no artigo 4º do Regulamento nº 282/67/CEE é efectuada de acordo com o método definido no Anexo V do presente regulamento.

Por derrogação do disposto nos pontos 3.2, 6.3.7, 7.3.1 e 7.3.5, do Anexo V, a determinação do teor em óleo é efectuada sobre um produto tal como ele se apresenta.

Artigo 3º

O presente regulamento entra em vigor no terceiro dia seguinte ao da sua publicação no *Jornal Oficial das Comunidades Europeias.*

O presente regulamento é obrigatório em todos os seus elementos e directamente aplicável em todos os Estados-membros.

Feito em Bruxelas em 23 de Setembro de 1968.

Pela Comissão

O Presidente

Jean REY

ANEXO I

Recomendação ISO R 542 (Janeiro 1967)

SEMENTES OLEAGINOSAS

COLHEITA DE AMOSTRAS

Introdução

Uma colheita de amostras correcta é uma operação difícil que exige o maior cuidado. Em consequência, não se pode insistir demasiado na necessidade de obter, com vistas à análise, uma amostra de sementes oleaginosas suficientemente representativas.

A maior parte das sementes oleaginosas são vendidas através de amostras, tendo em conta o resultado da análise da amostra, e as reclamações são sempre decididas tendo como referência a amostra, de forma que uma colheita de amostras efectuada sem cuidado ou inexacta provocará equívocos, atrasos e ajustamentos de preços inúteis.

Os modos operatórios indicados nesta recomendação ISO são reconhecidos como sendo bons na prática e é altamente recomendado conformar-se aos mesmos sempre que eles possam ser executados. Admite-se que é difícil estabelecer regras fixas válidas para todos os casos, e que circunstâncias particulares podem tornar desejável uma ligeira alteração do método.

1. Assunto

A presente recomendação ISO descreve os métodos de colheita de amostras dos fornecimentos de sementes oleaginosas, e indica igualmente os aparelhos que são utilizados para essas operações.

2. Generalidades

2.1. Esta recomendação ISO tem por objectivo fixar as condições gerais da colheita de amostras destinada a permitir a avaliação das qualidades das sementes oleaginosas compradas como matérias-primas industriais. O conjunto do fornecimento deve ser examinado por lotes de 500 t (1) no máximo para as sementes grandes e médias e de 100 t no máximo para as sementes pequenas.

2.2. As amostras devem ser inteiramente representativas dos lotes de onde são extraídas. Para este efeito, partindo de um lote limitado a um máximo de 500 t (ou de 100 t, conforme o caso), devem ser efectuadas e misturadas cuidadosamente um certo número de colheitas, o que permitirá uma amostra global, a partir da qual se obtém, por reduções sucessivas, a amostra para laboratório destinada à análise.

2.3. Convém certificar-se com um cuidado particular de que todos os aparelhos de colheita de amostras estão limpos, secos e isentos de odores estranhos.

A colheita de amostras deve ser efectuada de forma a que as amostras de sementes oleaginosas, os aparelhos de amostragem e os recipientes no quais estão colocadas as amostras estejam protegidas de qualquer contaminação acidental tal como chuva, poeiras, etc.

As substâncias que aderem exteriormente ao aparelho de colheita de amostras devem ser retiradas antes deste ser esvaziado do seu conteúdo.

3. Definições

Os termos relativos ao lote e às amostras são definidos como se segue:

3.1. *Fornecimento*

Quantidade de sementes fornecida de uma só vez no âmbito de um contrato particular.

3.2. *Lote*

Quantidade determinada do fornecimento que permite avaliar a sua qualidade.

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

3.3. *Colheita elementar*

Pequena quantidade de sementes, colhida num ponto do lote.

Deve reunir-se um certo número de colheitas em diferentes pontos do lote e o seu conjunto misturado será representativo do lote.

3.4. *Amostra global*

Quantidade de sementes constituída pela reunião e mistura das colheitas elementares.

3.5. *Amostra para laboratório*

Pequena amostra que representa a qualidade do lote, obtida a partir da amostra global e destinada à análise ou a outro exame.

4. Aparelhagem

Os aparelhos necessários são enumerados como se segue; são dados exemplos para cada caso (ver igualmente figuras 1 a 9 no Anexo A).

4.1. *Colheita de amostras dos produtos em sacos*

Sondas afiladas especialmente concebidas para os sacos, sondas cilíndricas, sondas cónicas e pás de mão.

4.2. *Colheita de amostras de produtos a granel*

Grandes pás e pás de mão, sondas cilíndricas, sondas cónicas, aparelhos de colheita mecânica de amostras e outros aparelhos para colheita intermitente de pequenas amostras durante o escoamento das sementes oleaginosas.

4.3. *Mistura e divisão*

Pás, cruzes (para divisão em quartos), escoadores-reductores e outros aparelhos para divisão.

5. Limitação da importância do lote

5.1. *Transporte por barco*

A maior parte das sementes oleaginosas são fornecidas por transporte marítimo ou fluvial. Nos dois casos, a colheita de amostras efectua-se geralmente no momento da descarga. Cada lote deve ser de 500 (ou de 100) t ou parte de 500 (ou de 100) t.

5.2. *Transporte por estrada ou caminho de ferro*

Nos casos de transferência de um navio para camiões ou vagões, a colheita de amostras pode efectuar-se antes do carregamento dos camiões e vagões. Cada lote deve ser de 500 (ou de 100) t ou parte de 500 (ou de 100) t.

Se a colheita de amostras se efectuar em vagões carregados, cada lote deve compreender um certo número de vagões cuja carga deve ser de 500 (ou de 100) t ou parte de 500 (ou de 100) t.

5.3. *Silo ou entreposto*

Se as sementes são descarregadas directamente de um navio para os silos ou entrepostos, as amostras devem ser colhidas de acordo com o parágrafo 5.1. Se não estiver prevista nenhuma medida com vistas a uma colheita de amostras deste tipo, esta pode efectuar-se, de acordo com o parágrafo 5.2, antes ou durante a transferência para o silo ou para o entreposto. Cada lote deve ser de 500 (ou de 100) t ou parte de 500 (ou de 100) t.

6. Método de colheita das amostras

6.1. *Generalidades*

A colheita de amostras deve ser efectuada por peritos de colheita de amostras designados pelos compradores e vendedores.

Como a composição do lote raramente ou quase nunca é homogénea, fazer um número suficiente de colheitas elementares, a fim de obter uma amostra global representativa. A colheita de amostras das sementes deterioradas pela água do mar ou por qualquer outra causa durante o transporte, ou em mau estado, bem

como a de sementes dispersas (1), e reunidas em seguida, e dos resíduos deve ser efectuada separadamente da colheita de sementes sãs. Os produtos deteriorados não devem ser misturados com os produtos sãos, mas devem ser avaliados separadamente.

6.2. *Colheitas elementares*

Consoante os casos, as colheitas elementares devem ser efectuadas sobre os produtos a granel ou em sacos, por meio dos aparelhos de colheita de amostras referidos no capítulo 4 e utilizados em conformidade com os parágrafos 6.2.1 e 6.2.2.

6.2.1. *Produtos em sacos*

Salvo estipulação contrária do contrato ou prática portuária diferente, as colheitas elementares devem ser efectuadas em 2 % dos sacos que formam o lote.

Se os sacos estão abertos, as colheitas elementares podem ser efectuadas com a ajuda de uma pá de mão ou de sondas cilíndricas ou cónicas.

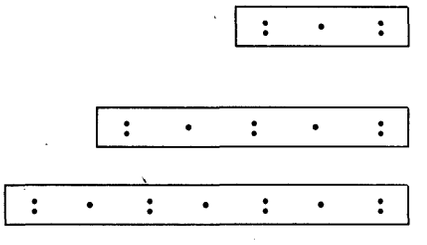
Se as colheitas são efectuadas em sacos fechados, podem utilizar-se sondas efiladas especialmente concebidas para os sacos.

6.2.2. *Produtos a granel*

6.2.2.1. Quando a colheita de amostras se efectua enquanto o produto está em movimento, as colheitas elementares devem ser efectuadas em toda a secção do fluxo de sementes e com intervalos determinados pela velocidade de escoamento.

6.2.2.2. Quanto a colheita de amostras das sementes a granel se efectua nas docas durante a descarga, as colheitas de amostras elementares devem ser efectuadas no máximo de locais possível e a intervalos determinados pela velocidade de descarga.

6.2.2.3. Se a colheita de amostras se efectua em vagões carregados, as colheitas elementares devem ser efectuadas a três níveis com a ajuda de uma sonda cilíndrica ou cónica, consoante as sementes, e nos seguintes locais:



— vagões ou camiões que contêm até 15 t: 5 pontos de colheita (no centro e a cerca de 50 cm das paredes),

— vagões de 15 a 30 t: 8 pontos de colheita,

— vagões de 30 a 50 t: 11 pontos de colheita,

Nota: Se o tipo de vagão não permitir este tipo de colheita, a colheita de amostras será efectuada em conformidade com o parágrafo 6.2.2.1.

6.2.2.4. Se a colheita de amostras se efectua na moagem antes da pesagem, as colheitas elementares devem ser efectuadas com a ajuda de sondas cilíndricas, pás ou aparelhos mecânicos de colheita de amostras, consoante a prática do porto.

6.2.2.5. O modo operatório a seguir no que diz respeito aos silos e aos entrepostos depende necessariamente das condições locais.

6.3. *Amostra para laboratório*

A amostra global deve ser misturada e reduzida por divisão até ao número desejado de amostras para laboratório, com a ajuda dos aparelhos referidos no capítulo 4. O número de amostras para laboratório a constituir para a análise e a arbitragem deve ser especificado no contrato ou então ser acordado entre o comprador e o vendedor.

Para certas sementes (por exemplo: copra, amendoins com casca), recomenda-se peneirar a amostra global antes de a reduzir e adicionar o resíduo fino às amostras para laboratório em proporção exacta. Isto destina-se à certificação de que as amostras contêm a mesma percentagem de elementos finos de qualidade inferior.

6.4. *Importância das amostras*

As massas de amostras abaixo referidas convêm em geral. Podem ser pedidas amostras maiores ou mais pequenas em certos casos, consoante a análise a efectuar.

(1) Este termo é utilizado para designar qualquer produto que se tenha derramado da embalagem de origem, mas que não está demasiado contaminado.

Sementes	Lote	Colheitas elementares	Amostra global (1)	Amostra para laboratório
	t	kg	kg	kg
Sementes grandes (por exemplo: copra)	até 500	1	até 200	6
Sementes médias (por exemplo: amêndoa descascada)	até 500	0,5	até 100	5
Sementes pequenas (por exemplo: dormideira)	até 100	0,1	até 20	2

(1) Seja qual for a importância da amostra global, esta deve ser representativa do lote.

7. Embalagem e marcação das amostras

7.1. *Embalagem das amostras*

As amostras para laboratório devem ser embaladas em sacos de tecido bastante cerrado, em sacos de papel resistente, em embalagens de cartão, em sacos de polietileno, em caixas metálicas, em garrafas ou frascos de vidro.

As amostras para a determinação da humidade ou para qualquer análise susceptível de ser influenciada por uma alteração da humidade devem ser embaladas em recipientes estanques à humidade com fechadura hermética. Os recipientes devem ser completamente cheios e as fechaduras devem ser seladas a fim de evitar qualquer alteração do teor em água inicial.

7.2. *Etiquetas para as amostras*

Se são utilizadas etiquetas em papel para as amostras de sementes oleaginosas, recomenda-se que tenham a qualidade e as dimensões que convêm ao seu emprego.

O orifício da etiqueta deve ser reforçado.

Das etiquetas devem constar as seguintes indicações mínimas:

1. Barco ou vehículo
2. De .....
3. Para .....
4. Chegada .....
5. Quantidade
6. Granel/sacos
7. Designação do produto
8. Marca (1) ou número do lote
9. Número e data do boletim de carga ou do contrato
10. Data da colheita de amostras
11. Local e ponto da colheita de amostras
12. Amostras colhidas conjuntamente por .....

As informações anotadas nas etiquetas devem ser indeléveis.

8. Expedição das amostras

As amostras para laboratório devem ser expedidas logo que possível e, salvo casos excepcionais, não mais de 48 horas após o final da colheita de amostras, excluindo os dias de fecho comercial.

9. Processo verbal de colheita de amostras

Se estiver preparado um processo verbal de colheita de amostras, este deve indicar:

— o estado em que se encontram as sementes colhidas para amostra,

— a técnica utilizada, se for diferente da que é descrita nesta recomendação ISO, e

— todas as circunstâncias que podem ter exercido uma influência sobre a colheita de amostras.

(1) Para fins de identificação.

ANEXO A

EXEMPLOS DE APARELHOS DE COLHEITA DE AMOSTRAS

Nota: Existem numerosos aparelhos de tipos variados. As dimensões indicadas são dadas apenas a título indicativo.

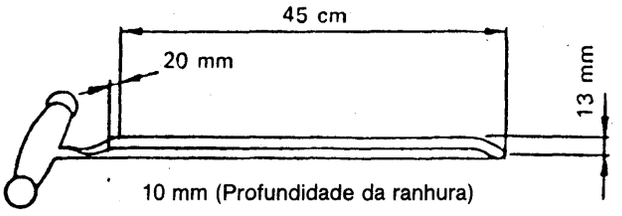


Fig. 1. Sonda afilada aberta

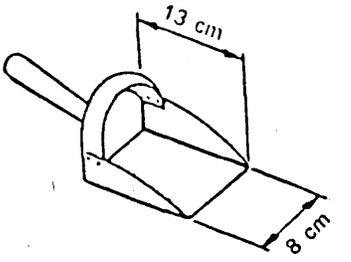


Fig. 2. Pá de mão

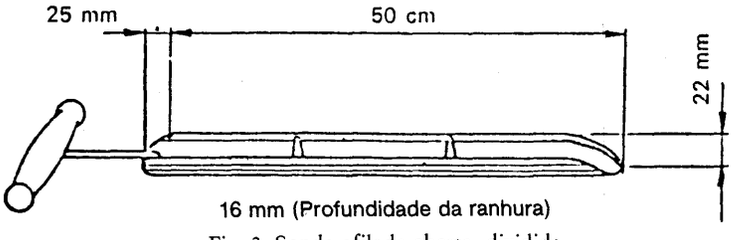


Fig. 3. Sonda afilada aberta, dividida

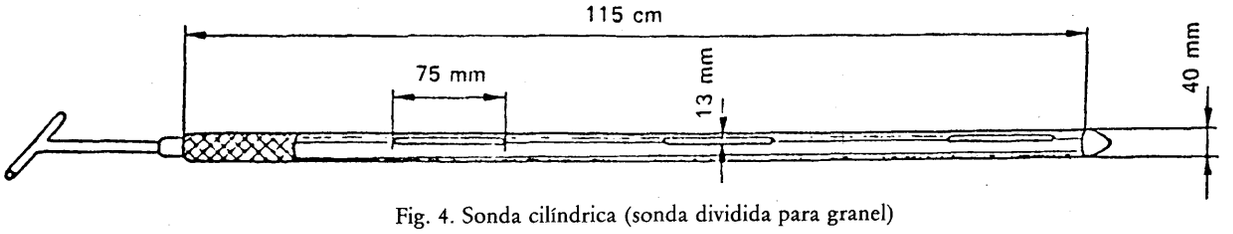


Fig. 4. Sonda cilíndrica (sonda dividida para granel)

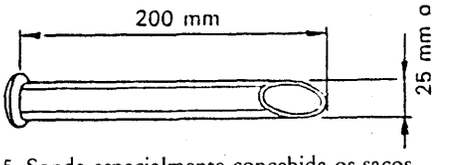


Fig. 5. Sonda especialmente concebida os sacos

Fig. 6. Sonda para produtos em movimento (Tipo pelicano)

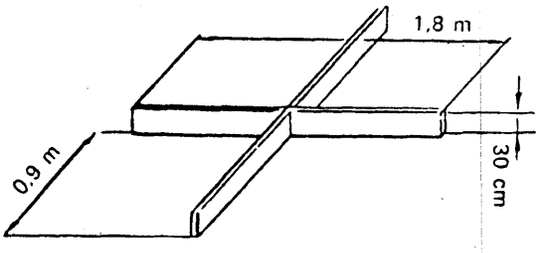


Fig. 7. Cruz

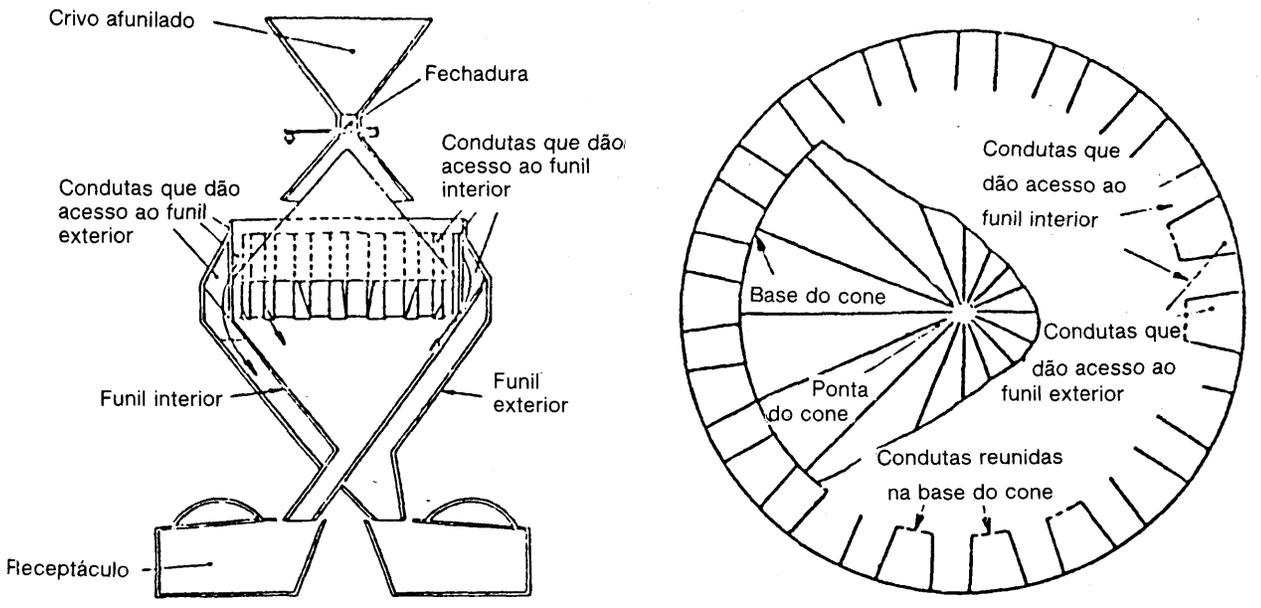


Fig. 8. Aparelho de colheita de amostras cónico

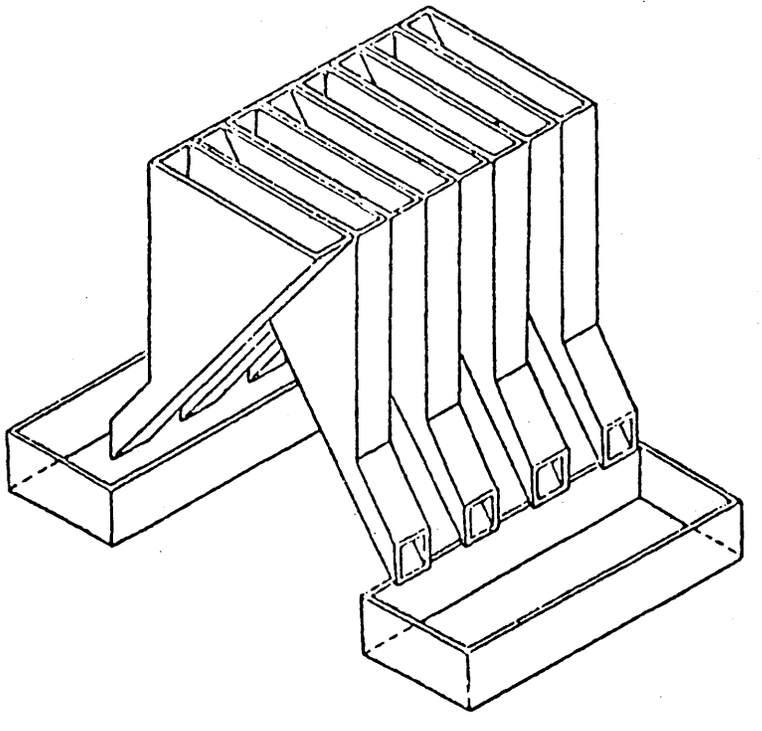


Fig. 9. Aparelho de recolha de amostras de fendas múltiplas

ANEXO II

Recomendação ISO R 664 (Fevereiro de 1968)

SEMENTES OLEAGINOSAS

REDUÇÃO DAS AMOSTRAS PARA LABORATORIO EM AMOSTRAS PARA ANÁLISE

1. Assunto

A presente recomendação ISO fixa a técnica para obter, a partir de uma amostra para laboratório de sementes oleaginosas, uma amostra para análise.

Notas

1. As técnicas para obter amostras para laboratório representativas de um fornecimento de sementes oleaginosas são descritas na recomendação ISO R 542 «Sementes oleaginosas — Colheita de amostras» (1).

2. Certos contratos que dizem respeito ao comércio de sementes oleaginosas prescrevem a análise da amostra tal como é colhida, ou seja, compreendendo as impurezas eventuais. Por outro lado, certos contratos prescrevem a separação preliminar e quantitativa das impurezas e a análise das sementes puras separadas. Também pode ser pedida a análise das impurezas.

2. Princípio

A amostra para análise é obtida a partir da amostra para laboratório, após eliminação das grandes impurezas se necessário, por redução adequada utilizando um ou outro dos aparelhos de divisão especificados e tendo o cuidado de a amostra para análise ser bem representativa da amostra para laboratório no seu conjunto.

A amostra para análise, quer esteja no seu estado de origem quer as impurezas tenham sido separadas, é preparada com vista à análise de acordo com a técnica especificado no método correspondente.

3. Aparelhagem

Divisor

Aparelho para divisão em quartos, divisor cónico, divisor de fendas múltiplas, ou outros aparelhos redutores que assegurem uma repartição uniforme das componentes da amostra para laboratório na amostra de análise.

4. Redução da amostra para laboratório

Depois de ter, se necessário, separado e pesado as grandes impurezas, misturar com cuidado a amostra para laboratório para a tornar tão homogénea quanto possível e, por meio de um aparelho de divisão adaptado à natureza da semente, efectuar reduções sucessivas até se obter aproximadamente a massa de matéria indicado no quadro 1.

(1) Retomada no Anexo I.

QUADRO I

Espécies de sementes		Massa mínima de cada amostra de análise (gramas)
Copra	Cocos nucifera Linnaeus	1 000
Rícino	Ricinus communis Linnaeus	600
Óleo de palma	Elaeis guineensis N. J. Jacquin	600
Amendoim	Arachis hypogaea Linnaeus	600
Karité	Butyrospermum paradoxum (C. F. Gaertner) Hepper	500
Abóbora	Cucurbita pepo Linnaeus	500
Girassol	Helianthus annuus Linnaeus	500
Soja	Glycine soja Linnaeus Merrill	500
Algodão	Gossypium sp.	500
Cânhamo	Cannabis sativa Linnaeus	200
Linho	Linum usitatissimum Linnaeus	200
Colza	Brassica napus Linnaeus	200
Nabita	Brassica rapa Linnaeus	200
Papoila	Papaver somniferum Linnaeus	200
Mostrada brava	Sinapis alba Linnaeus	200
Mostarda negra	Brassica nigra Linnaeus W. D. J. Koch	200
Sésamo (gergelim)	Sesamum indicum Linnaeus	200

Nota: Para as sementes que não foram enumeradas no quadro acima, as massas mínimas serão as mesmas que as prescritas para as sementes de dimensões equivalentes.

5. Separação das impurezas

Se for perdida a separação das impurezas, seguir o modo operatório descrito na recomendação ISO R 658 «Sementes oleaginosas — Determinação do teor em impurezas (1)».

(1) Retomada no Anexo IV.

ANEXO III

Recomendação ISO R 665 (Fevereiro de 1968)

SEMENTES OLEAGINOSAS

DETERMINAÇÃO DO TEOR EM ÁGUA E SUBSTÂNCIAS VOLÁTEIS

1. Assunto

A presente recomendação ISO descreve um método de determinação do teor em água e matérias voláteis das sementes oleaginosas.

2. Definição

Entende-se por «água» e «substâncias voláteis» a perda de massa nas condições experimentais abaixo previstas.

3. Princípio

3.1. Determinação do teor um água e substâncias voláteis do produto tal como ele se apresenta (sementes puras + impurezas) por dessecação a uma temperatura próxima de 103 °C, numa estufa isotérmica e à pressão atmosférica até uma massa praticamente constante.

3.2. Sob pedido, pode determinar-se o teor em água e matérias voláteis das sementes puras isoladas.

4. Aparelhagem

4.1. *Balança analítica*

4.2. *Triturador mecânico* fácil de limpar, apropriado à natureza das sementes e que permita a sua trituração sem aquecimento e sem alteração sensível do seu teor em água e em óleo.

4.3. *Rapador mecânico* ou, na sua ausência, *manual.*

4.4. *Vaso metálico* não atacável, de fundo plano, munido de uma tampa bem adaptada, que permita obter uma distribuição da amostra tomada para análise de cerca de 0,2 g por centímetro quadrado (por exemplo: diâmetro do vaso 70 mm; altura 30 a 40 mm). Também podem ser empregues vasos de vidro, de fechadura rotativa, após acordo entre o comprador e o vendedor.

4.5. *Estufa isotérmica com aquecímento eléctrico,* que tenha um bom arejamento natural, regulado de tal forma que a temperatura do ar e dos tabuleiros porta-amostras, próximos das amostras, esteja compreendida, em regime normal, entre 101 e 105 °C.

4.6. *Dessecador* que contenha um desidratante eficaz como por exemplo o anidrido fosfórico, geleia de sílica, alumínio activado, etc., e munido de uma placa metálica que permita o arrefecimento rápido dos vasos.

5. Modo operatório

5.1. *Preparação da amostra*

5.1.1. Operar sobre a amostra para análise, obtída de acordo com a recomendação ISO R 664 «Sementes oleaginosas — Redução das amostras para laboratório em amostras para análise» (1). Se, antes da redução da amostra para laboratório se separaram os grandes corpos estranhos não oleaginosos, isso será tido em conta nos cálculos (ver parágraffo 6.3.1). Consoante o estipulado no contrato, operar sobre a amostra para análise tal como ela se apresenta ou após a separação das impurezas.

(1) Retomada no Anexo II.

5.1.2. Para a copra, ralar o produto manualmente ou, de preferência, com o ralador mecânico (4.3) que permite tratar a amostra para análise inteira. Se se operar manualmente, o que não permite ralar toda a amostra para análise, esforçar-se por obter uma sub-amostra tão representativa quanto possível e ter em conta para esse efeito o tamanho e a cor dos diferentes bocados.

O comprimento das partículas da raladura pode execeder 2 mm, mas não deve ser superior a 5 mm. Misturar a rapadura com cuidado e efectuar a determinação sem demora.

5.1.3. Para as sementes de tamanho médio (por exemplo: amendoim, soja, etc.), à excepção das sementes di girassol e de algodão com fibras aderentes, triturar a amostra para análise no triturador mecânico (4.2), previamente bem limpo, até se obterem partículas que tenham no máximo 2 mm na sua major dimensão. Deitar fora a parte superior da moedura (cerca de 1/20 da amostra), recolher o resto, misturá-lo com cuidado e efectuar a determinação sem demora.

5.1.4. As sementes pequenas (por exemplo: linho, colza, cânhamo, etc.), bem como as sementes de cartamo, de girassol e de algodão com fibras aderentes são analisadas sem trituração prévia.

5.2. *Experiência*

5.2.1. Pesar o vaso (4.4) com a tampa, depois de o ter deixado aberto durante pelo menos 30 minutos no dessecador (4.6), à temperatura do laboratório.

5.2.2. Pesar com uma diferença de cerca de 0,001 g no vaso,

quer 5 ± 0,5 g de rapadura (ver parágrafo 5.1.2) para a copra, ou de moedura (ver parágrafo 5.1.3) para as sementes de tamanho média, excepto as sementes de girassol e de algodão com fibras aderentes,

quer de 5 a 10 g de sementes inteiras de girassol e de algodão com fibras aderentes e para as sementes pequenas. Repartir uniformemente a substância sobre todo o fundo do vaso e fechar o vaso com a respectiva tampa. Pesar o conjunto.

5.2.3. Actuar o mais rapidamente possível para evitar qualquer alteração sensível do teor em água.

5.3. *Determinacção*

Colocar o vaso que contém a amostra para ensaio, sem tampa, na estufa (4.5) previamente regulada a 103 ± 2 °C. Fechar a estufa. Após 3 horas de estadia (de 12 a 16 horas para as sementes de algodão com fibras aderentes), contadas a partir do momento em que a temperatura voltou a 103 °C, abrir a estufa, fechar imediatamente o vaso com a tampa, e colocar o conjunto no dessecador. Logo que o vaso tenha arrefecido até à temperatura do laboratório, pesá-lo.

Volver a colocar o vaso destapado na estufa durante uma hora, retirá-lo depois de o ter fechado, deixá-lo arrefecer e pesá-lo ectuando como anteriormente.

Se a diferença entre as duas pesagens for igual ou inferior a 0,005 g (para uma amostra para análise de 5 g), considerar a operação como terminada. Caso contrário, efectuar estadias sucessivas de 1 hora naestufa até que a diferença entre as duas pesagens successivas seja igual ou inferior a 0,005 g. Fazer todas as pesagens com uma margem de 0,001 g. Efectuar duas determinações na mesma amostra preparada.

6. Expressão dos resultados

6.1. *Modo de cálculo e fórmula*

Calcular o teor porcentual de água e substâncias voláteis em massa do produto tal como ele se apresenta utilizando a fórmula:

$$\text{Agua e substâncias voláteis percentagem em massa} = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

em que

M_0 é a massa, em gramas, do vaso,

M_1 é a massa, em gramas, do vaso com a amostra para análise, antes da dessecação,

M_2 é a massa, em gramas, do vaso com a amostra para análise, depois da dessecação.

Tomar como resultado a média aritmética das duas determinações, se as condições de repetibilidade estiverem preenchidas. Caso contrário, repetir a determinação em outras duas amostras para ensaio. Se, uma vez mais,a diferença exceder 02, g para 100 g de amostra, tomar como resultado a média aritmética das quatro determinações efectuadas, se a diferença máxima entre os resultados individuais não exceder 0,5 g para 100 g de amostra.

Dar o resultado com uma decimal.

6.2. *Repetibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações efectuadas simultaneamente ou rapidamente uma após a outra pelo mesmo analista não deve exceder 0,2 g de água e substâncias voláteis para 100 g de amostra.

6.3. *Observações*

6.3.1. Se, antes da análise, se separaram da amostra os grandes corpos estranhos não oleaginosos (ver parágrafo 5.1.1), corrigir o resultado acima encontrado (ver parágrafo 6.1) utilizando a fórmula:

$$\text{Agua e substâncias voláteis percentagem em massa} = h \times \frac{100 - X}{100}$$

em que

h é o teor porcentual em água e substâncias voláteis da amostra, em massa, calculado de acordo com a fórmula indicada no parágrafo 6.1,

X é a percentagem em massa de grandes impurezas previamente separadas, no produto inicial tal como ele se apresenta.

6.3.2. Se a determinação do teor em água e matérias voláteis foi efectuada nas sementes puras isoladas, calcular também o teor em água e matérias voláteis de acordo com a fórmula indicada no paragrafo 6.1.

7. Nota sobre o modo operatório

Nunca juntar na estufa produtos húmidos e produtos quase secos, pois isso teria como consequência re-hidratar parcialmente os últimos.

8. Processo verbal de análise

O processo verbal de análise deve indicar o método utilizado e os resultados obtidos, precisando claramente se estes representam o teor em água e substâncias voláteis do produto tal como ele se apresenta ou o das sementes puras. Além disso, deve referir todos os pormenores operatórios não previstos na presente recomandação ou facultativos, bem como os incidentes eventuais susceptíveis de terem agido sobre os resultados.

O provesso verbal de análise deve igualmente dar todas as informações necessárias à identificação completa da amostra.

ANEXO IV

Recomendação ISO R 658 (Fevereiro de 1968)

SEMENTES OLEAGINOSAS

DETERMINAÇÃO DO TEOR EM IMPUREZAS

1. Assunto

A presente recomendação ISO tem por objectivo descrever um método de determinação do teor em impurezas das sementes oleaginosas utilizadas como matéria-prima industrial e também definir as diversas categorias de impurezas na sua acepção habitual.

2. Definições

2.1. Entende-se por «impurezas» todos os corpos estranhos, orgânicos e não orgañicos, que não sejam as sementes da espécie de base.

2.2. Entende-se por «poeiras» as partículas que passam, consoante a espécie analisada, pela peneira indicada no quadro I (ver parágrafo 5.2.1).

No caso do amendoim, a farinha de sementes contida nas poeiras não é considerada como impureza.

2.3. Entende-se por «impurezas não oleaginosas» os grandes corpos não oleaginosos estranhos (restos de madeira, peças de metal, pedras, sementes de plantas não oleaginosas), fragmentos de caules, de folhas e de quaisquer outras partes não oleaginosas, inerentes à semente oleaginosa analisada (por exemplo, restos de casca solta ou aderente às amêndoas de palma), que são retidos pelas peneiras indicados no quadro 1. Para as sementes vendidas com casca, por exemplo as sementes de girassol (Helianthus annuus Linnaeus) ou de abóbora (Cucurbita pepo Linnaeus), as cascas soltas não são consideradas como impurezas a não ser na medida em que a sua proporção ultrapasse a que corresponde às amêndoas presentes na mesma amostra.

2.4. Entende-se por «impurezas oleaginosas» as sementes oleaginosas estranhas.

3. Princípio

Separação das impurezas por peneiragem e selecção, em três categorias:

— poeiras,
— impurezas não oleaginosas,
— impurezas oleaginosas.

Determinação da massa de cada categoria.

4. Aparelhagem

4.1. *Peneira* (ver Quadro 1)

4.2. *Pinças* ou outros instrumentos apropriados

4.3. *Balança analítica*

5. Modo operatório

5.1. *Amostra para análise*

A amostra para análise é constituída pela amostra proveniente da redução da amostra para laboratório em conformidade com a recomendação ISO R 664 «Sementes oleaginosas — Redução das amostras para laboratório em amostras para análise» (1). Pesar a amostra para análise com uma precisão de pelo menos 0,1 %.

(1) Retomada no Anexo II.

5.2. *Determinação*

A determinação do teor em impurezas deve ser conduzida bastante rapidamente para que não haja variação sensível da humidade das sementes.

5.2.1. *Separação das poeiras*

Separar as poeiras quantitativamente por peneiragem da amostra para análise numa peneira cujas aberturas circulares tenham o diâmetro indicado no Quadro 1. Recolher as poeiras e pesá-las com uma precisão de 0,01 g.

QUADRO I

Diâmetro das aberturas de peneiras

Natureza do produto	Diâmetro das aberturas (milímetros)
Copra, sementes de tamanho médio	2,0
Sementes pequenas (Papaver somniferum Linnaeus, Brassica sp., Sinapis sp., Nicotiana sp.)	0,5
Quaisquer outras sementes oleaginosas	1,0

5.2.1.1. No caso do amendoim, recolher a totalidade das poeiras assim obtidas, que compreendem as poeiras estéreis e as poeiras de sementes, pesá-las com uma precisão de 0,01 g e determinar o seu teor em óleo. Determinar igualmente o teor em óleo das sementes puras, a fim de calcular o teor em poeiras estéreis.

5.2.2. *Separação das impurezas oleaginosas e não oleaginosas*

5.2.2.1. *Caso geral* (copra, sementes de tamanho médio)

Na fracção retida pela peneira indicada no Quadro 1, separar com a ajuda da pinça (ou de qualquer outro instrumento apropriado), por um lado, as impurezas não oleaginosas (2.3), separando, em caso de necessidade, os restos de casca que aderem às sementes (caso das amêndoas de palma), e por outro, as impurezas oleaginosas (2.4).

Pesar separadamente, com uma precisão de 0,01 g, cada categoria de impurezas.

Se o contrato o especificar, anotar a natureza das impurezas oleaginosas para a referir no processo verbal de análise.

5.2.2.2. *Caso das sementes pequenas*

Verter a fracção retida pela peneira indicada no Quadro 1 para outra peneira, apta a reter as impurezas maiores do que as sementes (ou separar essas impurezas com a ajuda de uma pinça ou de qualquer outro instrumento adequado).

Dividir essa fracção de impurezas em impurezas não oleaginosas (2.3) e oleaginosas (2.4).

Pesar separadamente, com uma precisão de 0,01 g, as poeiras e as duas fracções de impurezas (não oleaginosas e oleaginosas) maiores do que as sementes, bem como as sementes parcialmente divididas.

Sobre uma prte aliquota desta última fracção de sementes (pelo menos 10 g, pesadas com uma margem de 0,01 g), separar em seguida por selecção as impurezas são oleaginosas que tenham aproximadamente o tamanho das sementes puras, por um lado, e por outro, as pequenas sementes oleaginosas estranhas. Pasar com uma margem de 0,001 estas duas fracções de impurezas.

5.2.3. A pedido, podem agrupa-se e pesar-se as sementes oleaginosas estranhas por espécies, para indicar em seguida no processo verbal de análise a percentagem de cada espécie.

5.2.4. Efectuar duas determinações sobre a mesma amostra.

6. Expressão dos resultados

6.1. *Modo de cálculo e fórmula*

6.1.1. Indicar o teor percentual em massa de cada categoria de impurezas das sementes tal como elas se apresentam. A sua soma representa a percentagem de impurzeas totais.

6.1.2. Sempre que a determinação do teor em impurezas for efectuada na totalidade da amostra análise (ver parágrafo 5.2.2.1), as percentagens são calculadas da seguinte forma:

Poeiras, em percentagem $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurezas não oleaginosas, em percentagem $$I_n = M_2 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurezas oleaginosas, em percentagem $$I_0 = M_3 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurezas totais, em percentagem $$I_t = P + I_n + I_0$$

em que

M_1, M_2, M_3 é a massa, em gramas, de cada categoria de impurezas,

M_0 é a massa, em gramas, da amostra tomada para ensaio.

6.1.3. Quando apenas uma parte das impurezas é separada da totalidade da amostra tomada para análise e a outra de uma parte aliquota do resto (caso das sementes pequenas no parágrafo 5.2.2.2), as percentagens são calculadas da seguinte forma:

Poeiras, em percentagem $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Impurezas não oleaginosas, em percentagem $$I_n = \left(M_{2a} + M_{2b} \times \frac{M_a}{M_b}\right) \times \frac{100}{M_0}$$

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

Impurezas totais, em percentagem $$I_t = P + I_n + I_0$$

em que

M_1 é a massa, em gramas, das poeiras,

M_{2a} é a massa, em gramas, da fracção de impurezas não oleaginosas maiores do que as sementes da espécie de base e retiradas da totalidade da amostra tomada para análise,

M_{3a} é a massa, em gramas, da fracção de impurezas oleaginosas maiores do que as sementes da espécie de base e retiradas da totalidade da amostra tomada para análise,

M_{2b} é a massa, em gramas, da fracção de impurezas não oleaginosas que tenham aproximadamente o tamanho das sementes da espécie de base e retiradas de uma parte aliquota do resto que se obtém eliminando da amostra tomada para análise as poeiras e as impurezas maiores do que as sementes da espécie de base,

M_{3b} é a massa, em gramas, da fracção de impurezas oleaginosas que tenham aproximadamente o tamanho das sementes da espécie de base e retiradas de uma parte aliquota do resto que se obtém eliminando da amostra tomada para análise as poeiras e as impurezas maiores do que as sementes da espécie de base,

M_0 é a massa, em gramas, da amostra inicial tomada para análise,

M_a é a massa, em gramas, do resto que se obtém eliminando da amostra inicial tomada para análise as poeiras e as impurezas maiores do que as sementes da espécie de base,

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

M_b é a massa, em gramas, da parte aliquota do resto M_a, do qual são retiradas as impurezas que tenham aproximadamente o tamanho das sementes da espécie de base.

No caso do amendoim, as percentagens são calculadas da seguinte forma:

Poeiras totais, em percentagem $$P = M_1 \times \frac{100}{M_0}$$

Poeiras estéreis, em percentagem $$P_s = \frac{M_1 \times 100}{M_0} \left(1 - \frac{h}{H}\right)$$

Impurezas não oleaginosas, em percentagem $$I_n = \frac{M_2 \times 100}{M_0}$$

Impurezas oleaginosas, em percentagem $$I_0 = \frac{M_3 \times 100}{M_0}$$

Impurezas totais, em percentagem $$I_t = P_s + I_n + I_0$$

em que

M_1, M_2, M_3 é a massa, em gramas, de cada categoria de impurezas,

M_0 é a massa, em gramas, da amostra tomada para análise,

H é a percentagem, em massa de óleo, das sementes puras,

h é a percentagem, em massa de óleo, das poeiras.

6.1.5. Tomar como resultado a média aritmética das duas determinações se as condições de repetibilidade estiverem preenchidas.

6.1.6. Indicar os resultados com duas decimais para os teores que não excedam 0,5 % e com uma única decimal para os teores superiores a este limite.

6.2. *Repetibilidade*

A diferença entre os resultados das duas determinações efectuadas simultaneamente ou rapidamente uma após a outra pelo mesmo analista não deve exceder as percentagens indicadas no Quadro 2.

QUADRO 2

Diferença admissível entre os resultados dados por duas determinações paralelas

Teor em impurezas (%)	Diferença máxima admitida (%)
Até 0,5 inclusive	0,2
de 0,5 exclusive a 1,0 inclusive	0,4
de 1,0 exclusive a 2,0 inclusive	0,6
de 2,0 exclusive a 3,0 inclusive	0,8
de 3,0 exclusive a 4,0 inclusive	1,0
de 4,0 exclusive a 5,0 inclusive	1,2
de 5,0 exclusive a 6,0 inclusive	1,4
mais de 6,0	1,6

Se a diferença for superior ao limite indicado no Quadro 2, constituir outras duas amostras para análise, analisar uma como se descreve acima e guardar a outra para servir eventualmente para uma quarta determinação. Neste caso, tomar como resultado a média aritmética do resultado obtido na terceira análisa e do resultado mais próximo obtido nas análises anteriores, na condição de a diferença não ultrapassar o limite admitido.

Se não for o caso, analisar também a quarta amostra tomada para análise e tomar como resultado a média das quatro determinações.

7. Processo verbal de análise

O processo verbal de análise deve indicar o método utilizado e os resultados obtidos. Se o produto contiver sementes oleaginosas estranhas, e se o contrato o especificar, indicar não só a sua percentagem total mas também a sua natureza.

Indicar igualmente, sob pedido, a percentagem de cada espécie de sementes oleaginosas estranhas.

O processo verbal de análise deve igualmente referir todos os pormenores operatórios não previstos na presente recomendação ISO ou facultativos, bem como os incidentes eventuais susceptíveis de terem agido sobre os resultados.

O processo verbal de análise deve igualmente dar as informações necessárias à identificação completa da amostra.

ANEXO V

Recomendação ISO R 659 (Fevereiro 1968)

SEMENTES OLEAGINOSAS

DETERMINAÇÃO DO TEOR EM OLEO

1. Assunto

A presente recomendação ISO descreve um método de determinação do teor em óleo das sementes oleaginosas utilizadas como matéria-prima industrial.

2. Definição

Entende-se por «óleo» a totalidade das substâncias extraídas nas condições operatórias abaixo descritas.

3. Princípio

3.1. Determinação do teor em óleo do produto tal como se apresenta (sementes puras mais impurezas) por extracção num aparelho adequado, com um solvente conveniente, n-Hexano ou éter de petróleo.

3.2. Sob pedido, podem analisar-se separadamente as sementes puras e as impurezas.

3.3. No caso do amendoim, sob pedido, podem analisar-se separadamente as sementes puras, as poeiras totais, as impurezas não oleaginosas e oleaginosas.

4. Reactores

4.1. *n-Hexano* ou, na sua falta, éter de petróleo que destile entre 40 e 60 °C e tenha um índice de brómio inferior a 1. O resíduo na evaporação completa deve ser, para os dois solventes, inferior a 0,002 g/100 ml.

4.2. *Areia* lavada com ácido clorídrico e calcinada.

4.3. *Pedra pomes* em pequenos grãos, previamente secada.

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

5. Aparelhagem

5.1. *Aparelho de extracção* adequado (capacidade do balão, 200 a 250 ml).

5.2. *Banho com aquecimento eléctrico* (banho de areia, banho-maria, etc.).

5.3. *Balança analítica.*

5.4. *Estufa com aquecimento eléctrico* munida de um dispositivo de termorregulação.

5.5. *Triturador mecânico* fácil de limpar, que corresponda à natureza das sementes e permita a trituração destas sem aquecimento e sem redução do seu teor em água e em óleo.

5.6. *Ralador mecânico* ou, na sua falta, manual.

5.7. *Almofariz e pilão,* em porcelana, ferro ou bronze, ou de preferência microtriturador mecânico adequado.

5.8. *Cartucho de extracção e algodão em rama,* isentos de substâncias solúveis no n-Hexano ou no éter de petróleo.

5.9. *Vaso metálico de fundo plano,* de cerca de 100 mm de diâmetro e de cerca de 40 mm de altura.

5.10. *Vaso poroso* em cerâmica, de forma cilíndrica; diâmetro interior: 68 mm, diâmetro exterior: 80 mm, altura: 85 mm, espessura das paredes e do fundo: 6 mm.

5.11. *Estufa de fumigação,* com temperatura regulável.

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

5.13. *Vidro de relógio,* com 80 a 90 mm de diâmetro.

6. Modo operatório

6.1. *Preparação da amostra*

6.1.1. Operar sobre a amostra para a análise, obtida de acordo com a recomendação ISO R 664 «Sementes oleaginosas — Redução das amostras para laboratório em amostras para análise» (1).

Se, antes da redução da amostra para laboratório, se separaram os grandes corpos estranhos não oleaginosos, isso será tido em consideração nos cálculos (ver parágrafo 7.3.3)

De acordo com o estipulado no contrato, actuar sobre a amostra para análise tal como ela se apresenta ou após separação das impurezas.

6.1.2. Para a copra, ralar o produto manualmente ou, de preferência, com o ralador mecânico o que permite tratar a amostra para análise inteira. Se se actuar manualmente, o que não permite ralar toda a amostra para análise, esforçar-se por obter uma sub-amostra tão representativa quanto possível e ter em conta, para esse efeito, o tamanho e a cor dos diferentes fragmentos.

O comprimento das partículas da rapadura pode exceder 2 mm, mas não deve ser superior a 5 mm.

Misturar a rapadura com cuidado e efectuar a determinação sem demora.

6.1.3. Para as sementes de tamanho médio (por exemplo girassol, amendoim, soja), à excepção das sementes de algodão com fibras aderentes, triturar a amostra para análise no triturador mecânico (5.5) previamente bem limpo, até à obtenção de partículas que tenham, no máximo, 2 mm na sua maior dimensão. Deitar fora a parte superior da moedura (cerca de 1/20 da amostra), recolher o resto, misturálo com cuidado e efectuar a determinação sem demora.

6.1.4. Para as sementes de algodão com fibras aderentes, pesar com uma margem de 0,01 g, no vaso metálico pesado (5.9), cerca de 60 g da amostra para análise tal como ela se apresenta. Colocar o vaso com as sementes na estufa (5.4) previamente aquecida a 130 °C e deixar secar durante 2 horas a 130 ± 2 °C, depois retirar o vaso da estufa e deixá-lo arrefecer ao ar durante cerca de 30 minutos. Verter as sementes assim dessecadas no vaso poroso em cerâmica (5.10) cujas paredes e fundo foram previa-

(1) Retomada no Anexo II.

mente humedecidos com 1,5 ml de ácido clorídrico concentrado (4.4), com a ajuda de uma pipeta (5.12), tendo o cuidado de o ácido ter sido completamente absorvido sem formar gotas aderentes. Fechar o vaso com o vidro de relógio (5.13) e colocá-lo na estufa de fumegação (5.11). Aquecer de forma a atingir em 30 minutos a temperatura de 115 °C, que não deve ser ultrapassada, e manter essa temperatura durante mais 30 minutos.

Retirar o vaso da estufa, deixar arrefecer durante 1 hora ao ar, voltar a pesar as sementes assim tratadas com uma margem de 0,01 g, depois triturar as sementes no triturador mecânico (5.5) e continuar como indicado no parágrafo 6.1.3.

6.1.5. As sementes pequenas (por exemplo linho, colza, etc.) são analisadas sem trituração mecânica prévia.

6.2. *Amostra tomada para análise*

6.2.1. A amostra tomada para análise deve ser representativa da amostra para análise.

6.2.2. Pesar, com uma margem de 0,01 g, cerca de 10 g.

— de rapadura (6.1.2), logo a seguir à raspagem no caso da copra,

— de moedura (6.1.3), logo a seguir à trituração no caso das sementes de tamanho médio, à excepção das sementes de algodão com fibras aderentes,

— de moedura (6.1.4), logo a seguir à trituração no caso das sementes de algodão com fibras aderentes,

— da amostra previamente bem misturada no caso das sementes pequenas.

6.3. *Determinação*

6.3.1. No caso da copra e das sementes de tamanho médio, incluindo as sementes de algodão com fibras aderentes, colocar a amostra tomada para análise no cartucho (5.8) e tapá-lo com um tampão de algodão em rama.

6.3.2. Para as sementes pequenas, triturar a amostra tomada para análise no almofariz ou no microtriturador (5.7), tendo o cuidado de não deixar sementes intactas. Verter, sem perda, no cartucho (5.8), as sementes trituradas servindo-se de uma espátula. Limpar com um tampão de algodão (5.8) imbebido de solvente (4.1) o almofariz e o pilão ou o recipiente do microtriturador e a espátula, tapar o cartucho com esse tampão.

6.3.3. No caso do amendoim, pode colocar-se no cartucho de extracção (5.8) uma amostra tomada para análise de cerca de 10 g, constituída pelas fracções separadas de sementes puras, de impurezas não oleaginosas e oleaginosas e de poeiras totais, em quantidades proporcionais ao teor desses diferentes elementos na amostra para análise.

6.3.4. Quando as sementes estão muito húmidas (teor em água superior a 10 %), colocar durante algum tempo o cartucho cheio na estufa aquecida a 80 °C no máximo, para fazer descer a humidade abaixo de 10 %.

6.3.5. Tarar, com uma margem de 0,001 g, dois balões A e B que contenham cada um 1 a 2 grãos de pedra pomes (4.3), previamente secos a uma temperatura de 103 ± 2 °C e arrefecidos durante pelo menos uma hora num dessecador.

Colocar no aparelho de extracção (5.1) o cartucho (5.8) contendo a amostra tomada para análise. Verter para um balão A a quantidade necessária de solvente (4.1). Adaptar o balão ao aparelho de extracção sobre o banho com aquecimento eléctrico (5.2). Efectuar o aquecimento em condições tais que o consumo de refluxo seja de pelo menos três gotas por segundo (ebulição moderada, não tumultuosa).

Após extracção de 4 horas, deixar arrefecer. Tirar o cartucho do aparelho de extracção, colocá-lo numa corrente de ar a fim de eliminar a maior parte do solvente que o impregna.

Despejar o cartucho no almofariz (5.7), adicionar cerca de 10 g de areia (4.2) e triturar o mais finamente possível (no caso de utilização de um microtriturador, triturar sem adição de areia). Voltar a colocar a mistura no cartucho e esta no aparelho de extracção e continuar a extracção durante mais 2 horas, utilizando o memso balão A.

Deixar arrefecer, voltar a retirar o cartucho, eliminar o solvente e repetir como descrito acima a trituração (sem nova adição de areia). Proceder a uma terceira extracção, com uma duração de 2 horas, sendo o produto da extracção recolhido no balão B desta vez.

Expulsar, por destilação sobre banho-maria fervente, a maior parte do solvente dos balões A e B.

Eliminar os últimos vestígios de solvente aquecendo os balões durante 20 min. a uma temperatura de 103 ± 2 °C. Facilitar essa eliminação quer insuflando ar de vez em quando, quer procedendo sob pressão reduzida. Deixar arrefecer os balões num dessecador durante pelo menos 1 hora e pesar com uma margem de 0,001 g.

Voltar a aquecer durante 10 minutos nas mesmas condições; arrefecer e pesar.

A diferença entre estas duas pesagens não deve ultrapassar 0,001 g. Se isso acontecer, voltar a aquecer durante 10 minutos até que a diferença de massa seja no máximo igual a 0,010 g. Anotar a última pesagem do balão A.

Se a massa de óleo no balão B for no máximo igual a 0,010 g, a operação está terminada. Se não, utilizando o balão B, fazer mais uma extracção durante 2 horas e continuar até que a massa de óleo saída da última extracção seja pelo menos igual a 0,010 g. Anotar a última pesagem do balão B.

6.3.6. O óleo extraído deve ser límpido; se não, determinar o teor em impurezas. Para este fim, dissolver as matérias gordas no solvente utilizado para a extracção; filtrar num papel-filtro previamente seco a 103 ± 2 °C até uma massa constante; lavar o filtro várias vezes com o mesmo solvente para eliminar completamente o óleo; voltar a secar a 103 ± 2 °C até uma massa constante (para arrefecer e pesar o papel-filtro, servir-se de um vaso adquado munido de uma tampa). Corrigir o resultado em consequência.

6.3.7. Se se pedir que se efectue uma determinação do teor em óleo das sementes puras, analisar as sementes separadas das impurezas, procedendo como para o produto tal como ele se apresenta.

6.3.8. Para saber o teor em óleo das impurezas, efectuar a análise da mesma forma que para as sementes puras, apenas com as seguintes diferenças:

— a amostra tomada para análise pode ser inferior a 10 g, sem todavia descer a menos de 2 g,

— pode limitar-se a uma única extracção de 4 horas, sendo o ligeiro erro por defeito do teor em óleo do produto tal como ele se apresenta negligenciável.

6.3.9. Efectuar duas determinações sobre a mesma amostra preparada.

7. Expressão dos resultados

7.1. *Modo de cálculo e fórmula*

O teor percentual em óleo, em massa, do produto tal como ele se apresenta, é calculado através da fórmula:

$$\text{Óleo, em massa percentual} = \frac{M_1}{M_0} \times 100$$

em que

M_1 é a soma das massas, em gramas, dos óleos encontrados nos balões A e B na última pesagem,

M_0 é a massa, em gramas; da amostra tomada para análise submetida à extracção.

Tomar como resultado a média aritmética das duas determinações se as condições de repetibilidade estiverem preenchidas. Caso contrário, repetir a análise em outras duas amostras tomadas para análise. Se uma vez mais a diferença exceder 0,4 %, tomar como resultado a média aritmética das quatro determinações efectuadas.

Exprimir o resultado com uma decimal.

7.2. *Repetibilidade*

A diferença entre os resultados de duas determinações efectuadas simultaneamente ou rapidamente uma após outra pelo mesmo analista não deve exceder 0,4 g de óleo para 100 g de amostra.

7.3. *Observações*

7.3.1. A mesma fórmula (ver parágrafo 7.1) serve para calcular o teor em óleo das sementes puras e também o das impurezas, quando as sementes puras e as impurezas são analisadas separadamente.

Neste caso, o teor em óleo, em massa percentual do produto tal como ele se apresenta (sementes puras mais impurezas), pode ser calculado através da fórmula:

$$\text{Óleo, em massa percentual} = H_1 - \frac{P}{100}(H_1 - H_2)$$

em que

H_1 é a percentagem, em massa, de óleo das sementes puras,

H_2 é a percentagem, em massa, de óleo das impurezas,

P é a percentagem, em massa, de impurezas do produto tal como ele se apresenta.

7.3.2. No caso das sementes de algodão com fibras aderentes, o teor em óleo, em massa percentual do produto tal como ele se apresenta, é calculado através da fórmula:

$$\text{Óleo, em massa percentual} = \frac{M_1}{M_0} \times 100 \times \frac{M''_0}{M'_0}$$

em que

M_0, M_1 têm os mesmo significados que no parágrafo 7.1,

M'_0 é a massa, em gramas, da amostra tomada para análise (cerca de 60 g) antes do tratamento prévio (ver parágrafo 6.1.4).

M''_0 é a massa, em gramas, da mesma amostra tomada para análise após o tratamento prévio (ver parágrafo 6.1.4) e antes da trituração.

7.3.3. Se, antes da análise, se foi levado a separar da amostra os grandes corpos estranhos não oleaginosos (ver parágrafo 6.1.1), o resultado acima encontrado (ver parágrafos 7.1, 7.3.1 ou 7.3.2) para o teor em óleo do produto tal como ele se apresenta deve ser corrigido em consequência segundo a fórmula:

$$\text{Óleo, em massa percentual} = \frac{H_0}{100} \times (100 - x)$$

em que

H_0 é a percentagem, em massa, de óleo da substância analisada (calculada, consoante o caso, de acordo com os parágrafos 7.1, 7.3.1 ou 7.3.2),

x é a percentagem, em massa, de grandes corpos não oleaginosos previamente separados do produto inicial tal como ele se apresenta.

7.3.4. No caso do amendoim, o teor em óleo, em massa percentual do produto tal como ele se apresenta, é calculado através da fórmula:

$$\text{Óleo, em massa percentual} = H_1 - \frac{P + I_0 + I_n}{100} \times (H_1 - H_2)$$

em que

P é a percentagem, em massa, de impurezas totais,

I_0 é a percentagem, em massa, de impurezas oleaginosas,

I_n é a percentagem, em massa, de impurzas não olaginosas,

H_1 é a percentagem, em massa, de óleo, das sementes puras,

H_2 é a percentagem, em massa, de óleo, das impurezas.

Se a extracção foi feita num único cartucho, calcular o teor em óleo de acordo com o parágrafo 7.1.

7.3.5. Sob pedido, o teor em óleo pode ser exprimido em relação à matéria seca e calculada através da fórmula:

$$\text{Óleo, em massa percentual} = H_0 \times \frac{100}{100 - U}$$

em que

H_0 é a percentagem, em massa, de óleo do produto tal como ele se apresenta,

U é a humidade percentual, em massa.

8. Nota sobre o modo operatório

No caso de óleos semi-secantes e secantes, é preferível eliminar o solvente residual por secagem sob pressão reduzida.

9. Processo verbal de análise

O processo verbal de análise deve indicar o método utilizado e os resultados obtidos precisando claramente se estes representam o teor em óleo das sementes tal como elas se apresentam, o teor em óleo das sementes puras ou o teor em óleo das sementes reduzidas a matéria seca. O processo verbal de análise deve também referir o solvente utilizado, bem como todos os pormenores operatórios não previstos na presente recomendação ISO, ou facultativos, e os incidentes eventuais susceptíveis de terem agido sobre os resultados.

O processo verbal de análise deve dar as informações necessárias à identificação completa da amostra.