
Norme internationale



5555

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**Corps gras d'origines animale et végétale —
Échantillonnage**

Animal and vegetable fats and oils — Sampling

Première édition — 1983-11-01

CDU 664.3 : 620.11

Réf. n° : ISO 5555-1983 (F)

Descripteurs : produit agricole, corps gras, huile végétale, corps gras végétal, échantillonnage.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5555 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en mars 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Pologne
Allemagne, R.F.	Iran	Roumanie
Australie	Iraq	Royaume-Uni
Brésil	Irlande	Tanzanie
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Kenya	Thaïlande
Corée, Rép. de	Malaisie	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	URSS
Éthiopie	Pays-Bas	USA
Hongrie	Philippines	Yougoslavie

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

France
Portugal

Sommaire

	Page
0 Introduction	1
1 Objet et domaine d'application	1
2 Définitions	1
3 Généralités	1
4 Appareillage	2
5 Technique d'échantillonnage	2
6 Méthodes d'échantillonnage	3
6.1 Types de contenants	3
6.2 Échantillonnage dans des citernes cylindriques fixes verticales	3
6.3 Échantillonnage dans des citernes de navires	4
6.4 Échantillonnage dans des wagons-citernes ou camions-citernes et dans des citernes cylindriques horizontales	4
6.5 Échantillonnage dans des citernes de pesée	5
6.6 Échantillonnage des huiles en cours de transvasement	5
6.7 Échantillonnage dans des citernes fixes pour la détermination de la masse volumique	6
6.8 Échantillonnage dans des emballages (en petites unités)	6
6.9 Préparation des échantillons pour laboratoire	7
7 Emballage et étiquetage des échantillons	8
8 Expédition des échantillons	8
9 Procès-verbal d'échantillonnage	8
 Annexes	
A Températures limites	9
B Exemples d'appareils d'échantillonnage et autre appareillage	10

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5555:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/77b3e07-4042-40b7-9f0a-994d82b74250/iso-5555-1983>

Corps gras d'origines animale et végétale — Échantillonnage

0 Introduction

Un échantillonnage correct est une opération difficile qui exige le plus grand soin. On ne saurait donc trop insister sur la nécessité d'obtenir, en vue de l'analyse, des échantillons de corps gras suffisamment représentatifs.

Pratiquement, tous les corps gras sont vendus sur échantillon compte tenu du résultat de l'analyse de l'échantillon; les contestations sont toujours résolues par référence à l'échantillon, de sorte qu'un échantillonnage fait sans soin ou inexact pourra entraîner des malentendus, un retard et des ajustements de prix non justifiés.

Les modes opératoires indiqués dans la présente Norme internationale sont reconnus bons dans la pratique, et il est fortement recommandé de s'y conformer toutes les fois qu'ils pourront être exécutés. Il est admis qu'il est difficile d'établir des règles fixes valables dans tous les cas, et que des circonstances particulières peuvent rendre souhaitable la modification de ces méthodes sur certains points.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit des méthodes d'échantillonnage des corps gras bruts ou transformés d'origines animale et végétale. Elle décrit aussi l'appareillage utilisé dans ce but.

NOTES

- 1 Dans la présente Norme internationale le terme «animal» inclut les animaux marins.
- 2 Les méthodes d'échantillonnage du lait et des produits laitiers, incluant les matières grasses du lait, sont spécifiées dans l'ISO 707, *Lait et produits laitiers — Méthodes d'échantillonnage*.¹⁾

2 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale les définitions suivantes sont applicables.

2.1 livraison : Quantité de corps gras expédiée en une seule fois et faisant l'objet d'un contrat particulier ou d'un document

d'expédition. Elle peut être composée d'un ou de plusieurs lots ou parties de lot.

2.2 lot : Quantité déterminée de la livraison, présumée être de caractéristiques uniformes, et permettant d'estimer la qualité de celle-ci.

2.3 prélèvement élémentaire : Quantité de corps gras prélevée en un point d'un lot.

2.4 échantillon global : Quantité de corps gras obtenue en mélangeant les différents prélèvements élémentaires d'un lot en masses proportionnelles aux quantités qu'ils représentent.

NOTE — L'échantillon global doit être représentatif du lot.

2.5 échantillon pour laboratoire : Quantité de corps gras obtenue à partir de l'échantillon global par homogénéisation et réduction de masse appropriées, qui est représentative du lot et destinée à l'examen en laboratoire.

2.6 échantillon pour la masse volumique : Quantité de corps gras obtenue à partir des endroits où la masse du corps gras doit être calculée en partant du volume.

3 Généralités

Le but de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons est d'obtenir, à partir d'une livraison (qui peut être en lots), une quantité manipulable de corps gras dont les caractéristiques correspondent le plus possible aux caractéristiques de la livraison soumise à l'échantillonnage.

Les méthodes de prélèvement des échantillons, décrites ci-dessous ont pour objet de guider les experts et peuvent être utilisées pour :

- a) des livraisons en vrac, par exemple dans des citernes fixes, citernes de navires, wagons-citernes, camions-citernes;
- b) des livraisons comprenant un certain nombre d'emballages, par exemple fûts, estagnons, caisses, boîtes en fer blanc, sacs.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 707-1968.)

4 Appareillage

4.1 Généralités

Le choix des appareils d'échantillonnage dans un but donné et leur efficacité dépendent de l'habileté de l'échantillonneur à suivre les modes opératoires recommandés.

En toutes circonstances, il faut savoir si l'échantillon est destiné à un contrôle préliminaire, à une analyse ou à la détermination de la masse volumique.

4.2 Matière

Les appareils d'échantillonnage doivent être en matières chimiquement inertes qui ne puissent avoir aucune réaction chimique spécifique avec le corps gras échantillonné. Le cuivre ou les alliages contenant du cuivre ne doivent pas être utilisés. L'acier inoxydable, l'aluminium, le verre et certaines matières plastiques rigides conviennent; le verre ne doit être utilisé que si d'autres matières ne peuvent l'être.

AVERTISSEMENT — Si l'appareillage utilisé est en verre, de grandes précautions doivent être prises afin, en cas de casse, d'éviter les éclats qui présentent un risque d'altération par le verre brisé pour l'échantillon et la marchandise en vrac.

4.3 Types d'appareils d'échantillonnage

4.3.1 Généralités

Il existe de nombreux formes et types d'appareils d'échantillonnage, et les appareils décrits dans la présente Norme internationale ne sont que des exemples de ceux qui sont le plus couramment utilisés.

Les appareils sont tous simples, robustes, faciles à nettoyer et de fabrication relativement aisée. Ils peuvent être utilisés pour toutes les opérations d'échantillonnage décrites dans la présente Norme internationale avec toutes les catégories de corps gras rencontrées communément sur le marché. La plupart des modèles d'appareils disponibles ont été étudiés pour satisfaire les demandes spéciales d'utilisateurs individuels.

Certaines exigences de base sont communes à tous les appareils d'échantillonnage, par exemple prélever un échantillon représentatif au niveau ou à l'emplacement désiré, et préserver l'intégrité de l'échantillon jusqu'à son transfert dans un récipient pour échantillons. Les autres caractéristiques essentielles sont : facilité de nettoyage, dimensions pratiques et capacité à résister à un traitement brutal.

Les appareils décrits en 4.3.2.1 à 4.3.2.4 sont fabriqués dans des dimensions variées appropriées, et ceux décrits en 4.3.2.6 et 4.3.2.7 peuvent avoir un faible diamètre permettant leur passage dans de petits trous d'accès.

Des types d'appareils mentionnés ci-dessous sont illustrés et décrits en annexe B. Les dimensions données sur les dessins, ne sont pas obligatoires, mais ont pour but de guider les fabricants.

4.3.2 Appareils d'échantillonnage

4.3.2.1 Bouteille ou bidon d'échantillonnage (voir annexe B, chapitre B.1 et figure 4).

4.3.2.2 Échantillonneur plongeur basculant (voir annexe B, chapitre B.2 et figure 5).

4.3.2.3 Cylindre échantillonneur à soupape (échantillonneur plongeant) (voir annexe B, chapitre B.3 et figure 6).

4.3.2.4 Échantillonneurs de fond ou de zone (voir annexe B, chapitre B.4 et figures 7 et 8).

4.3.2.5 Échantillonneur moyen en continu (voir annexe B, chapitre B.5 et figures 9 et 10).

4.3.2.6 Sondes cylindriques (voir annexe B, chapitre B.6 et figure 11).

4.3.2.7 Sonde cylindrique à soupape (voir annexe B, chapitre B.7 et figure 12).

4.3.2.8 Sonde cylindrique à compartiments, type «camion et wagon-citerne» (voir annexe B, chapitre B.8 et figures 13 et 14).

4.3.2.9 Sondes ouvertes (voir annexe B, chapitre B.9 et figures 15 et 16).

4.4 Appareillage auxiliaire

4.4.1 Appareils de détection de l'eau (voir annexe B, chapitre B.10 et figures 17 et 18).

4.4.2 Dégraisseur de sondes (voir annexe B, chapitre B.11 et figure 19).

4.4.3 Récipients pour échantillons.

4.4.4 Étiquettes adhésives et à attaches et appareils pour apposer des sceaux (voir aussi chapitre 7).

4.4.5 Thermomètres.

4.4.6 Mètre.

5 Technique d'échantillonnage

5.1 Toutes les opérations d'échantillonnage doivent être effectuées avec les mains propres, ou avec des gants (des gants propres en coton ou en plastique peuvent être utilisés).

5.2 Seuls des appareils et des récipients pour échantillons propres et secs doivent être utilisés. Les appareils d'échantillonnage doivent être lavés avec une solution chaude de savon ou de détergent et ensuite soigneusement rincés à l'eau chaude

propre. Avant d'être employé, l'appareillage lavé doit être séché soigneusement, par exemple dans une étuve. Si l'on dispose de vapeur d'eau, l'appareillage doit être soumis à un jet de vapeur pendant quelques instants.

5.3 L'échantillonnage doit être effectué de façon à protéger les échantillons, les corps gras à échantillonner, les appareils d'échantillonnage et les récipients dans lesquels sont placés les échantillons, des souillures étrangères telles que pluie, poussière, etc.

5.4 Toute matière étrangère doit être enlevée sur la partie extérieure de chaque appareil d'échantillonnage avant que ce dernier ne soit vidé.

5.5 Il est important que le corps gras ne soit pas surchauffé et il est recommandé, en accord avec la pratique courante que la température de la charge en corps gras d'une grande citerne n'augmente pas de plus de 5 °C par jour.

5.6 La température du produit pendant l'échantillonnage doit être dans les limites indiquées en annexe A.

6 Méthodes d'échantillonnage

6.1 Types de contenants

Une distinction est faite entre les types de contenants suivants, dans lesquels des échantillons sont prélevés et qui peuvent affecter la méthode d'échantillonnage employée :

- citernes cylindriques fixes verticales;
- citernes de navires;
- wagons-citernes ou camions-citernes;
- citernes cylindriques horizontales;
- citernes de pesée;
- canalisations;
- livraisons en emballages, par exemple : fûts, estagons, boîtes en fer blanc, sacs, bouteilles.

6.2 Échantillonnage dans des citernes cylindriques fixes verticales

6.2.1 Opérations préliminaires

6.2.1.1 Présence d'eau

S'assurer, au moyen d'un échantillonneur de fond et d'un appareil de détection de l'eau, s'il y a ou non présence dans le fond du réservoir d'un dépôt, d'une couche d'huile de composition différente ou d'une couche d'eau.

Il est souhaitable, dans la mesure du possible, de soutirer toute eau libre avant de commencer l'échantillonnage. Cette quantité d'eau doit être mesurée et communiquée à l'acheteur et au vendeur ou à leurs représentants.

6.2.1.2 Homogénéisation

Avant de commencer l'échantillonnage, il est nécessaire d'assurer le mieux possible l'homogénéité et la liquéfaction presque complète de la masse totale du produit.

Si l'état de l'huile à échantillonner (après élimination de l'eau éventuellement présente) n'est pas connu, effectuer un échantillonnage informatif à l'aide d'un échantillonneur moyen en continu (4.3.2.5) ou effectuer un prélèvement élémentaire au fond de la citerne en utilisant un échantillonneur de fond ou de zone (4.3.2.4) ou un échantillonneur à soupape (4.3.2.3). Utiliser cet échantillon pour s'assurer si le contenu de la citerne est homogène ou non.

Si des couches d'huile de composition différente sont présentes, l'homogénéité peut être dans la plupart des cas obtenue par chauffage, celui-ci doit être limité au strict nécessaire et n'avoir jamais lieu par contact direct de la vapeur avec le produit. Il est recommandé de ne pas dépasser les températures maximales indiquées en annexe A.

Si le chauffage est employé, il est préférable d'utiliser de l'eau chaude passant à travers un serpentin de chauffage ou, si la vapeur est utilisée, de prendre une pression de vapeur maximale de 240 kPa (138 °C).

Si la nature même de l'huile ne permet pas de chauffer ou si le chauffage n'est pas nécessaire ou doit être évité pour une autre raison, l'huile peut être rendue homogène en y insufflant de l'azote.¹⁾ Il peut être également possible de provoquer le mélange par transfert dans une autre citerne.

6.2.2 Mode opératoire

Si le contenu de la citerne n'est pas homogène, un échantillonneur à soupape (4.3.2.3) est généralement utilisé, mais un échantillonneur de fond (4.3.2.4) utilisé avec une corde peut également convenir. Effectuer des prélèvements élémentaires tous les 300 mm de haut en bas, jusqu'à ce que la couche de composition différente soit atteinte. Prendre dans cette couche un plus grand nombre de prélèvements élémentaires (par exemple à chaque profondeur de 100 mm) en même temps qu'un échantillon de fond. Préparer trois échantillons comme suit :

- a) un échantillon d'huile limpide;
- b) un échantillon de la couche séparée;
- c) un échantillon global préparé en mélangeant les échantillons a) et b) proportionnellement à l'importance respective des deux couches, en prenant soin de s'assurer que les proportions correctes sont aussi exactes que possible.

¹⁾ Si une huile est reconnue ne pas être homogène et si l'on ne dispose pas d'azote, les parties en cause peuvent se mettre d'accord pour insuffler de l'air sec dans le produit, si elles le choisissent, bien que ce procédé soit à proscrire car il entraîne une détérioration par oxydation du corps gras. Des détails de ces opérations doivent être inclus dans le procès-verbal d'échantillonnage envoyé au laboratoire.

Si le contenu de la citerne est homogène, utiliser l'appareil d'échantillonnage précédent, mais dans ce cas, prendre au moins trois prélèvements élémentaires, à savoir «supérieur», «médian» et «inférieur».1) Préparer l'échantillon global en mélangeant une partie de chacun des prélèvements élémentaires supérieur et inférieur et au moins trois parties du prélèvement médian.

6.3 Échantillonnage dans des citernes de navires

La forme et la disposition des citernes de navires rendent difficile, sinon impossible, le prélèvement convenable des échantillons. Généralement l'échantillonnage est effectué en cours de transvasement comme décrit en 6.6. Si, toutefois, des échantillons doivent être prélevés des citernes de navires, utiliser autant que possible la méthode décrite en 6.2, en effectuant également les opérations préliminaires, comme le chauffage.

Échantillonner chaque citerne séparément. Prélever le nombre d'échantillons globaux indiqué au tableau 1. Lors de la préparation de l'échantillon global à partir de prélèvements élémentaires pris dans une citerne, tenir compte autant que possible de la forme de celle-ci, en mélangeant les prélèvements élémentaires dans des proportions correspondantes. Les citernes de chalands doivent, de préférence, être échantillonnées aussitôt après avoir été remplies.

Tableau 1 — Nombre d'échantillons globaux à prélever dans chaque citerne de navire ou citerne fixe

Masse du contenu des citernes, t	Nombre d'échantillons globaux à prélever
Jusqu'à 500 compris	1
Plus de 500 et jusqu'à 1 000 compris	2
Plus de 1 000	1 pour chaque 500 t ou partie de cette fraction

6.4 Échantillonnage dans des wagons-citernes ou camions-citernes et dans des citernes cylindriques horizontales

Ceux-ci doivent de préférence être échantillonnés dès qu'ils auront été remplis, c'est-à-dire avant que n'intervienne une sédimentation pouvant conduire à un fractionnement ou à une séparation en couches.

Effectuer les prélèvements élémentaires au moyen de la sonde cylindrique à soupape (4.3.2.7). Introduire celle-ci ouverte (elle doit être suffisamment longue pour toucher le fond de la citerne) afin de prélever un échantillon sur toute la profondeur du liquide. Autrement, l'échantillonneur cylindrique à soupape (4.3.2.3) peut aussi être utilisé comme dans le mode opératoire décrit en 6.2.2.

Si les prélèvements élémentaires ne peuvent être effectués immédiatement après le remplissage, faire un essai préliminaire,

si besoin est, pour déceler la présence d'eau libre. Si l'eau libre existe en quantités notables, l'éliminer en ouvrant le robinet inférieur, mesurer avec précision la masse d'eau retirée et communiquer les résultats à l'acheteur et au vendeur ou à leurs représentants. Puis, rendre le contenu suffisamment homogène en lui insufflant de l'azote2) et/ou en le chauffant jusqu'à ce qu'il soit entièrement liquide; dans tous les cas l'huile à échantillonner ne doit pas souffrir de tels traitements.

Si les circonstances sont telles que le liquide au repos doit être échantillonné dans un wagon-citerne ou dans une citerne cylindrique horizontale, sans être mélangé (comme il est indiqué ci-dessus), les plus grandes précautions sont nécessaires pour prélever une proportion correcte d'échantillon, représentative de toute la hauteur du liquide. Alors qu'un échantillonnage effectué en plongeant la sonde cylindrique à soupape donne un échantillon correct pour les citernes récemment remplies, une correction due à la forme des citernes est nécessaire pour les liquides statiques dans des citernes de section droite circulaire ou elliptique. Effectuer cette correction en un second prélèvement, représentant seulement le tiers de la masse prélevée la première fois, et pris dans les couches médianes de la citerne. Mélanger les deux prélèvements pour former l'échantillon global.

La figure 1 montre la section droite de citernes typiques. Elles sont dessinées sur papier quadrillé et marquées à des niveaux distants de 300 mm. Des comparaisons de surface, puis de volume, à chaque profondeur de 300 mm peuvent être faites en comptant les carreaux; des valeurs approximatives des zones de comparaison sont indiquées dans la colonne à droite de chaque dessin.

Pour un échantillonnage avec une bouteille ou avec des échantillonneurs de zone, prendre des prélèvements élémentaires à chaque niveau des zones de comparaison pour constituer l'échantillon global.

Un premier prélèvement et un autre égal au tiers du premier sont nécessaires pour les citernes cylindriques tandis qu'un prélèvement et un autre légèrement inférieur au tiers sont nécessaires pour les citernes à section elliptique. En pratique, la proportion de un et un tiers est utilisée pour les deux types de citerne, car la différence n'est pas significative. La méthode la plus appropriée de prélèvement de l'échantillon de «correction de forme de la citerne», mentionné ci-dessus, est la suivante.

Effectuer trois prélèvements en tout. Il est essentiel que les deux premiers soient réalisés à grandes profondeurs, le tube d'échantillonnage atteignant le fond de la citerne et révélant la profondeur par les traces laissées sur le tube. Pour le troisième prélèvement plonger la sonde seulement aux 2/3 de la profondeur à partir de la surface, si bien qu'elle ne comprend que 2/3 de la masse de l'un ou l'autre des deux premiers prélèvements. Dans les trois cas, plonger la sonde cylindrique à soupape ouverte, après avoir éliminé l'écume à la surface. Dans les deux premiers cas, faire descendre la sonde lentement à travers toute la profondeur du liquide, dans le troisième cas, la faire descendre très rapidement au premier tiers, puis lentement au

1) Le prélèvement «supérieur» doit être pris au dixième de la profondeur totale à partir de la surface de l'huile, le prélèvement «médian» à la moitié de la profondeur totale et le prélèvement «inférieur» en un point situé aux neuf dixièmes de la profondeur totale.

2) Voir la note de bas de page en 6.2.1.

deuxième tiers, ceci afin d'effectuer le prélèvement aux points requis. (Bien qu'il soit appréciable d'effectuer le troisième prélèvement avec la sonde fermée jusqu'à ce qu'elle atteigne la couche médiane, il peut y avoir confusion avec les deux méthodes différentes employées et le mode opératoire décrit est la pratique établie de l'échantillonnage global.) Préparer l'échantillon global en mélangeant soigneusement les trois prélèvements.

Si un échantillonneur cylindrique à soupape est utilisé pour échantillonner chaque 300 mm de profondeur du wagon-citerne, la colonne de chiffres à droite de chaque schéma dans la figure 1 donne les proportions de prélèvements élémentaires effectués tous les 300 mm, qui doivent être mélangés pour constituer l'échantillon global. Cette méthode tout à fait simple (de dessiner à l'échelle, sur papier graphique, la section droite des citernes de toutes formes et tailles), peut être utilisée pour indiquer les proportions de prélèvements élémentaires dans l'échantillon global. Les citernes inclinées doivent être échantillonnées selon les méthodes décrites en 6.3 pour les citernes de navires. Les corrections pour la forme de la citerne décrites ci-dessus, ne sont pas applicables aux citernes inclinées ou irrégulières.

Un autre procédé consiste à utiliser pour les citernes, wagons-citernes, camions-citernes et citernes cylindriques horizontales, une sonde à compartiments, type «camion et wagon-citerne» (4.3.2.8), comme décrit dans l'annexe B, chapitre B.8. Le volume de chaque compartiment est proportionnel au volume de liquide dans la citerne au niveau de ce même compartiment.

6.5 Échantillonnage dans des citernes de pesée

Les citernes de pesée doivent être échantillonnées immédiatement après leur remplissage, avant que la sédimentation n'intervienne. Prélever l'échantillon en laissant l'appareil d'échantillonnage (par exemple un échantillonneur de zone), s'enfoncer jusqu'au milieu et le remplir. En cas de retard inévitable ayant pour résultat la sédimentation de dépôts au fond de la citerne, agiter le contenu de la citerne avant l'échantillonnage, ou effectuer, avec soin, un échantillonnage tous les 300 mm. Si la citerne est fermée, l'échantillonnage doit se faire à partir d'un robinet immédiatement après le remplissage.

6.6 Échantillonnage des huiles en cours de transvasement

6.6.1 Généralités

Cette méthode doit être employée uniquement lorsque le produit est complètement liquide, homogène et ne contient pas de composants pouvant obturer le robinet. Toute émulsion contenant de l'eau, par exemple de l'huile provenant d'un premier pompage, doit être prélevée, conservée, échantillonnée et pesée séparément.

Des échantillons en quantités très importantes pourront être prélevés pendant le transvasement, au moyen de prises fréquentes dans le débit à intervalles réguliers, lorsque l'on vide toute la citerne; cette méthode est particulièrement facile à appliquer lorsque l'huile est transvasée d'une citerne munie d'un débitmètre.

L'échantillonnage peut aussi être effectué au moyen d'une canalisation latérale ou secondaire provenant de la canalisation

principale. Certaines conditions, cependant, doivent être soigneusement observées pour s'assurer de la valeur de l'échantillon obtenu par cette méthode qui est très bien adaptée à une livraison d'huile relativement homogène. Les difficultés provenant de la présence d'eau libre et de matières étrangères sont évidentes.

6.6.2 Robinets

Le robinet doit être alimenté par un tuyau d'au moins 9,5 mm de diamètre, fixé au centre de la canalisation principale de décharge, et face au flot de liquide. Des robinets placés sur le côté ou en dessous des canalisations ne sont pas acceptables. Les robinets doivent être placés si possible dans une section horizontale de la canalisation principale et aussi loin que possible des coudes et des raccords en T, de préférence à une distance de 10 à 50 m du côté «pression» de la pompe. Un robinet de puisage (pet-cock) n'est pas recommandé. La figure 2 présente une installation appropriée. Le tube d'échantillonnage doit avoir au moins 9,5 mm de diamètre et doit être en pente douce jusqu'à sa sortie. Le robinet doit présenter des caractéristiques qui permettent de le nettoyer facilement et rapidement en cas de blocage.

6.6.3 Mode opératoire

Le débit dans la conduite principale doit être suffisant pour assurer une turbulence nécessaire permettant un mélange complet des produits dans la canalisation et doit être maintenu aussi constant que possible.

Une protection doit être aménagée sur tout l'appareillage et les récipients recevant les échantillons, afin d'éviter une altération éventuelle de ces derniers.

Mélanger avec soin et immédiatement tout l'échantillon prélevé à partir du robinet, après l'achèvement de la décharge pour former l'échantillon global, d'où doit être prélevé l'échantillon pour laboratoire.

La figure 3 présente une citerne appropriée pour collecter et mélanger l'échantillon global.

En raison de l'engorgement possible des robinets, etc. provoqué par un amas de saletés, et des variations qui se présentent inévitablement dans l'écoulement du fluide, il est essentiel qu'un échantillonneur expérimenté soit constamment présent pendant toute l'opération d'échantillonnage.

6.6.4 Taille minimale de l'échantillon global

Des échantillons globaux doivent être prélevés pendant le transvasement de chaque citerne, comme indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2 — Taille minimale de l'échantillon global

Masse du contenu de la citerne, t	Taille minimale de l'échantillon global, litres
Jusqu'à 20 compris	1
Plus de 20 et jusqu'à 50 compris	5
Plus de 50 et jusqu'à 500 compris	10

6.7 Échantillonnage dans des citernes fixes pour la détermination de la masse volumique

La masse du contenu de la citerne peut être obtenue en multipliant le volume par la masse volumique du contenu de la citerne.

Prélever un échantillon spécial pour déterminer la masse volumique comme suit.

Pour les matières non liquides ou seulement partiellement liquides, chauffer lentement avant de mesurer et d'échantillonner, afin que le contenu de la citerne soit uniformément chauffé, et en évitant une surchauffe locale.¹⁾

Continuer à chauffer jusqu'à ce que la graisse soit complètement fondue. D'autre part, éviter un chauffage jusqu'à une température trop élevée, car il peut nuire à la qualité de la graisse. Pour les huiles et les graisses énumérées en annexe A, la température au moment de la mesure et de l'échantillonnage doit être maintenue dans les limites indiquées, à moins qu'une autre température ne fasse l'objet d'accord entre les parties concernées.

Après le chauffage, maintenir en attente le contenu de la citerne jusqu'à ce qu'il soit plus ou moins exempt d'air et qu'il y ait très peu ou pas du tout d'écume flottant à la surface. Lorsque ces conditions sont remplies, l'échantillon peut être prélevé.

Effectuer des prélèvements élémentaires, de préférence en plusieurs points, à trois niveaux («supérieur», «médian», «inférieur») mais pas à moins de 100 mm à partir du fond. Les verser dans un bac à échantillons, les mélanger pour former l'échantillon global. S'il y a beaucoup de dépôt dans le contenu de la citerne, effectuer les prélèvements élémentaires tous les 300 mm en accord avec 6.2.1. Déterminer la température et le volume du contenu de la citerne immédiatement avant et après l'échantillonnage.

Mesurer la température de préférence en plusieurs points à chacun des trois niveaux. Prendre la moyenne des valeurs trouvées comme température du contenu de la citerne durant l'échantillonnage et le mesurage du volume.

6.8 Échantillonnage dans des emballages (en petites unités)

6.8.1 Généralités

Si une livraison est constituée par un grand nombre d'emballages séparés, par exemple : fûts, estagnons, caisses, boîtes en fer blanc (en vrac ou emballées), bouteilles ou sacs, il sera sou-

vent difficile, sinon impossible, d'échantillonner chaque emballage séparément.

Dans de tels cas, cependant, un nombre convenable d'emballages doit être choisi entièrement au hasard²⁾ dans la livraison, pour s'assurer autant que possible qu'ils représentent ensemble les caractéristiques moyennes de la livraison.

Il est impossible de donner une loi stricte et fixe pour le nombre d'emballages à échantillonner, puisque celui-ci dépend en grande partie de l'uniformité de la livraison.

Il est donc souhaitable que les parties concernées se mettent d'abord d'accord sur le nombre d'emballages à échantillonner. S'il n'y a pas un tel accord préalable, une distinction doit être faite entre les cas suivants :

- a) livraisons pouvant être considérées comme plus ou moins uniformes;
- b) livraisons connues comme non uniformes;
- c) livraisons sur lesquelles on ne sait rien;
- d) livraisons dont la qualité est considérée comme suspecte, par suite de la présence possible de corps étrangers dans un ou plusieurs emballages.

Traiter respectivement chaque cas de cette classification comme suit :

- a) considérer la livraison comme un lot;
- b) considérer chaque qualité, basée sur un examen visuel, comme un lot, la proportion de chaque lot étant déterminée;
- c) effectuer un examen préliminaire et classer à nouveau en a) ou b);
- d) effectuer une inspection pour isoler les emballages suspects et les considérer individuellement.

Dans le cas où l'on demande un seul échantillon global représentant la totalité de la livraison, les prélèvements élémentaires provenant des différentes qualités doivent être mélangés ensemble dans des proportions égales à celles existant entre les masses de ces différentes qualités.

Quand les livraisons peuvent être vraisemblablement considérées comme homogènes, les emballages doivent être échantillonnés au hasard. Les recommandations pour le nombre d'emballages à sélectionner pour l'échantillonnage sont données dans le tableau 3.

1) Il est recommandé, en accord avec la pratique courante, que la température de la charge en corps gras d'une grande citerne n'augmente pas de plus de 5 °C par jour.

2) Des tables de nombres au hasard peuvent être utilisées, telles que celles décrites au chapitre 15 de l'ISO 2859/Add. 1, Règles et tables d'échantillonnage pour les contrôles par attributs — Additif 1 : Renseignements généraux sur le contrôle par échantillonnage, et guide pour l'emploi des tables de l'ISO 2859.

Tableau 3 — Nombre d'emballages à échantillonner

Taille de l'emballage	Nombre d'emballages dans la livraison	Nombre d'emballages à échantillonner
Plus de 20 kg et jusqu'à 5 t maximum	1 à 5	tous
	6 à 50	6
	51 à 75	8
	76 à 100	10
Plus de 5 kg et jusqu'à 20 kg compris	1 à 20	tous
	21 à 200	20
	201 à 800	25
	801 à 1 600	35
	1 601 à 3 200	45
	3 201 à 8 000	60
	8 001 à 16 000	72
	16 001 à 24 000	84
	24 001 à 32 000	96
	plus de 32 000	108
Jusqu'à 5 kg compris	1 à 20	tous
	21 à 1 500	20
	1 501 à 5 000	25
	5 001 à 15 000	35
	15 001 à 35 000	45
	35 001 à 60 000	60
	60 001 à 90 000	72
	90 001 à 130 000	84
	130 001 à 170 000	96
	plus de 170 000	108

6.8.2 Livraisons en petites citernes, fûts, estagnons ou autres petits emballages

6.8.2.1 Mode opératoire pour les emballages contenant des corps gras solides ou semi-liquides

Pour obtenir des prélèvements élémentaires à partir de graisses concrètes en estagnons, introduire une sonde ouverte (4.3.2.9, voir figure 16) à travers l'ouverture, et effectuer un sondage dans toute l'épaisseur du contenu dans toutes les directions possibles. Par un mouvement oscillant, retirer ensuite la sonde, entraînant avec elle un «cylindre» de graisse. Mélanger les échantillons de chaque estagnon complètement dans un bac en aluminium ou en acier inoxydable et introduire l'échantillon mélangé dans des récipients pour échantillons.

En présence d'eau, faire un trou dans la graisse jusqu'au fond du récipient et évacuer cette eau par des moyens appropriés.

Échantillonner les pâtes molles et les produits semi-liquides en estagnons de la même façon, mais en utilisant la sonde à couvercle (4.3.2.9, voir figure 15) ou la sonde cylindrique à soupape (4.3.2.7). Dans ce cas, introduire la sonde ouverte dans le produit, avec le couvercle mis en place et retirer le prélèvement élémentaire. Préparer un échantillon mélangé de la même manière que celle décrite précédemment.

6.8.2.2 Mode opératoire pour les emballages contenant des corps gras liquides

Rouler et mettre sens dessus-dessous les fûts remplis d'huile ou de graisse liquide et remuer le contenu manuellement ou mécaniquement avec une palette ou un agitateur. Effectuer un prélèvement élémentaire dans chaque récipient à échantillonner avec un appareil d'échantillonnage approprié (voir par exemple

figures 11, 12 et 15), introduit par la bonde dans les barils ou par tout autre ouverture convenable dans les autres récipients, de telle façon que l'échantillon provienne d'autant de portions du contenu qu'il est possible. Mélanger parfaitement des parts égales de ces prélèvements élémentaires pour former l'échantillon global.

6.8.3 Mode opératoire pour les emballages contenant des matières grasses concrètes

Lorsque les matières grasses sont réparties en mottes, obtenir un échantillon représentatif en réunissant, à partir des différentes portions, des quantités suffisantes de toutes les tailles de mottes, qui peuvent être réduites en morceaux plus petits si nécessaire, et réduire l'échantillon résultant au format approprié par la méthode des quartiers.

Par accord entre les parties concernées, le mélange et la réduction des prélèvements élémentaires pour préparer l'échantillon global peuvent être faits sur une table ou paillasse spécialement conçue pour ce travail. (Cette table ou paillasse doit avoir au moins 750 mm de côté et être recouverte d'une mince plaque de verre, de carreaux blancs ou d'acier inoxydable.)

Vider les prélèvements élémentaires sur la table où est effectué le mélange et les pétrir à la main jusqu'à ce qu'ils aient une consistance molle homogène. Mélanger avec une grande spatule (250 mm) afin que les souillures et/ou les gouttes d'eau soient également réparties dans toute la masse.

Réduire l'échantillon résultant de cette opération à la taille demandée, par la méthode des quartiers en utilisant la spatule.

Si les prélèvements élémentaires de matière grasse sont trop durs pour être pétris à la main, les laisser reposer dans un endroit chaud jusqu'à ce qu'ils soient suffisamment ramollis. Ne les soumettre en aucun cas, à une chaleur qui puisse causer une perte d'humidité par évaporation.

6.9 Préparation des échantillons pour laboratoire

Un échantillon global homogène doit être préparé pour chaque fraction de 500 t ou partie de cette fraction de la livraison (voir tableau 1). Selon accord entre les parties intéressées, les échantillons pour laboratoire doivent être préparés :

- soit après constitution d'un échantillon moyen pondéré préparé à partir des échantillons globaux;
- soit à partir de chacun des échantillons globaux (par accord entre les parties concernées, le laboratoire peut à partir des échantillons pour laboratoire préparer un échantillon moyen pondéré).

Quelle que soit la procédure suivie [a) ou b)] les échantillons préparés doivent être divisés afin d'obtenir au moins quatre échantillons pour laboratoire, d'une taille minimale de 250 ml, dans le cas des huiles, ou de 250 g dans le cas des graisses. Ils doivent être placés dans des récipients propres et secs, munis de couvercle (bouchons ou capsules neufs), scellés et étiquetés (voir chapitre 7).

NOTE — Dans certains cas, il est nécessaire de prélever un échantillon de 500 ml ou 500 g ou même davantage.

7 Emballage et étiquetage des échantillons

7.1 Emballage

Les échantillons doivent être emballés dans des récipients propres, secs et étanches, en verre ou autre matériau (par exemple : fer blanc) ne réagissant pas sur l'échantillon. Les récipients pour échantillons doivent être presque, mais non complètement, remplis; un léger volume d'air doit être laissé à la partie supérieure en cas de dilatation. Cependant, cet espace ne doit pas être trop grand, car l'air exerce une action destructrice sur la plupart des huiles. Les récipients doivent être fermés et scellés, sauf indication contraire. Les bouteilles en verre sont recommandées pour les huiles et les bocaux en verre pour les graisses. Il ne faut pas utiliser de bouchons en caoutchouc et en PVC souple pour fermer les récipients. Pour les huiles à caractère acide, n'utiliser ni récipient, ni fermeture métallique.

Des récipients en matières plastiques ne sont pas recommandés car ils peuvent absorber les corps gras et se déformer quand ils sont chauffés.

Tous les échantillons doivent être protégés de la lumière et de la chaleur.

Si l'échantillon est destiné à des essais particuliers, il peut être nécessaire de prendre des précautions supplémentaires dans le choix de la technique d'emballage à utiliser.

7.2 Informations concernant les échantillons

Tous les détails de l'échantillonnage, le nombre d'emballages échantillonnés etc. doivent être indiqués, et une étiquette portant les particularités de l'échantillon doit être attachée et scellée, si cela est spécifié, sur chaque récipient d'échantillon. On ne doit pas pouvoir prélever l'échantillon sans briser le sceau.

L'étiquette doit porter toutes les indications nécessaires à l'identification de l'échantillon, y compris les suivantes :

- 1) Navire ou véhicule
- 2) Venant de
- 3) Destination
- 4) Arrivée
- 5) Quantité

- 6) Vrac/récipients
- 7) Marchandise et origine
- 8) Marque d'identification
- 9) Bulletin de chargement, n° et date, ou contrat n° et date
- 10) Échantillonné conjointement par
- 11) Méthode d'échantillonnage (par exemple échantillonnage en citerne)
- 12) Date d'échantillonnage
- 13) Lieu d'échantillonnage
- 14) Nom de l'organisation responsable des termes du contrat

Les informations sur l'étiquette doivent être portées avec une encre indélébile.

Si l'on utilise des étiquettes en papier, il est recommandé qu'elles aient la qualité et le format aptes à leur emploi. Les bords du trou de l'étiquette doivent être renforcés.

8 Expédition des échantillons

Les échantillons pour laboratoire doivent être expédiés dès que possible, et seulement dans des cas exceptionnels, plus de 48 h après que l'échantillonnage ait été effectué, jours de fermeture commerciale exclus.

Les échantillons doivent être conservés au froid et à l'obscurité, dans la mesure du possible, à moins qu'ils ne soient destinés qu'à la détermination de la masse volumique.

9 Procès-verbal d'échantillonnage

Le procès-verbal d'échantillonnage doit donner les informations énumérées en 7.2 et doit faire référence à l'état dans lequel se trouve le corps gras échantillonné. Il doit également indiquer la technique utilisée, si elle est différente de celle décrite dans la présente Norme internationale, ainsi que toutes les circonstances ayant pu influencer sur l'échantillonnage.