
Céréales — Détermination de la masse volumique, dite masse à l'hectolitre —

**Partie 2:
Méthode de raccordement des instruments de mesure à l'étalon international**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Cereals — Determination of bulk density, called mass per hectolitre —
Part 2: Method of traceability for measuring instruments through
reference to the international standard instrument*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f5f3785-78ce-488f-a312-f2c3f0d989a8/iso-7971-2-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 7971-2:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f5f3785-78ce-488f-a312-f2c3f0d989a8/iso-7971-2-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|--|-----------|
| Avant-propos | iv |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 1 |
| 4 Exigences | 2 |
| 4.1 Étalon international ou national certifié..... | 2 |
| 4.2 Étalon national..... | 2 |
| 4.3 Étalon secondaire ou étalon interne..... | 2 |
| 4.4 Instrument de mesure de routine..... | 3 |
| 5 Principe | 3 |
| 6 Appareillage | 3 |
| 7 Mode opératoire | 4 |
| 7.1 Raccordement des étalons nationaux à l'étalon international ou national certifié..... | 4 |
| 7.1.1 Description générale..... | 4 |
| 7.1.2 Préparation des échantillons pour essai..... | 5 |
| 7.1.3 Utilisation des échantillons pour essai référencés..... | 5 |
| 7.1.4 Interprétation des résultats..... | 6 |
| 7.1.5 Ajustement de l'étalon national..... | 6 |
| 7.2 Raccordement des étalons secondaires à l'étalon national..... | 6 |
| 7.2.1 Description générale..... | 6 |
| 7.2.2 Préparation des échantillons pour essai..... | 6 |
| 7.2.3 Utilisation des échantillons pour essai référencés..... | 7 |
| 7.2.4 Interprétation des résultats..... | 7 |
| 7.2.5 Ajustement de l'étalon secondaire..... | 7 |
| 7.3 Vérification des instruments en service..... | 7 |
| 7.3.1 Description générale..... | 7 |
| 7.3.2 Préparation des échantillons pour essai témoins..... | 8 |
| 7.3.3 Utilisation des échantillons pour essai référencés..... | 8 |
| 7.3.4 Interprétation des résultats..... | 9 |
| 7.3.5 Ajustement de l'instrument..... | 9 |
| 8 Suivi des performances de l'instrument | 9 |
| 9 Rapports d'essai | 10 |
| 9.1 Certificat d'analyse..... | 10 |
| 9.2 Certificat de conformité..... | 10 |
| 10 Identification des instruments de mesure raccordés | 10 |
| Annexe A (normative) Méthode de calcul des paramètres de performance des étalons et des instruments de mesure | 11 |
| Annexe B (informative) Exemples de détenteurs d'instruments de mesure étalons certifiés | 24 |
| Bibliographie | 25 |

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 4, *Céréales et légumineuses*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 7971-2:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- modifications apportées aux échantillons pour essai utilisés pour le raccordement des instruments de mesure à l'étalon international (révision du nombre, de la gamme, de la distribution et des caractéristiques des échantillons);
- fourniture de renseignements supplémentaires sur les essais statistiques;
- clarification des règles de décision grâce à l'ajout d'un arbre de décision pour les étalons nationaux et les étalons internes ou secondaires et grâce à l'introduction d'un contrôle du biais.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 7971 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Céréales — Détermination de la masse volumique, dite masse à l'hectolitre —

Partie 2: Méthode de raccordement des instruments de mesure à l'étalon international

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai pour assurer le raccordement des instruments de mesure de la masse volumique, dite «masse à l'hectolitre» aux étalons. La masse à l'hectolitre présente un intérêt commercial pour les céréales en grains. Il existe plusieurs types d'instruments aux performances variables pour la mesurer.

Le présent document spécifie également les performances exigées pour les étalons nationaux et secondaires ainsi que pour les instruments de mesure utilisés dans les laboratoires ou dans les silos de collecte ou de stockage.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 712, *Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau — Méthode de référence*

ISO 7971-1:2009, *Céréales — Détermination de la masse volumique, dite masse à l'hectolitre — Partie 1: Méthode de référence*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

masse à l'hectolitre
masse volumique
poinds spécifique

<céréales> rapport de la masse de céréales au volume qu'elles occupent après un écoulement libre dans un récipient, dans les conditions définies par le constructeur

Note 1 à l'article: à l'article La masse à l'hectolitre est exprimée en kilogrammes par hectolitre de grains tels quels.

[SOURCE: ISO 7971-1:2009, 2.1, modifiée — Dans la définition, les «conditions définies par le constructeur» ont remplacé les «conditions bien définies», et la Note 2 à l'article a été supprimée.]

3.2

raccordement

<céréales> opération qui consiste à établir une relation entre l'instrument de mesure usuel et l'étalon international par l'intermédiaire d'une chaîne d'étalons

3.3

certificat d'analyse

document fourni par l'organisme détenteur de l'étalon international ou d'un étalon national, contenant les valeurs individuelles de mesure, la valeur moyenne de la masse à l'hectolitre et son incertitude, pour l'échantillon pour essai analysé

3.4

certificat de conformité

document émis par l'organisme en charge de la vérification des performances de l'instrument et qui spécifie la décision de conformité pour l'utilisation prévue

3.5

carte de contrôle

graphique sur lequel sont reportées les valeurs d'une mesure statistique faite sur une série d'échantillons dans un ordre particulier pour orienter le processus en fonction de cette mesure et pour contrôler et réduire la variation

Note 1 à l'article: à l'article Les valeurs d'analyse sont reportées en ordonnée, en fonction de la date de réalisation (jour ou heure) de la mesure sur l'axe des abscisses.

[SOURCE: ISO 3534-2:2006, 2.3.1, modifiée — Les deux notes à l'article ont été remplacées par une nouvelle Note 1 à l'article.]

PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Exigences

ISO 7971-2:2019

4.1 Étalon international ou national certifié

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f5f3785-78ce-488f-a312-12c510d969a8/iso-7971-2-2019>

Un instrument de mesure étalon pour la masse à l'hectolitre comporte une trémie de 20 l et est certifié par des organismes nationaux ou internationaux. Une liste d'exemples de fournisseurs de tels instruments est donnée dans l'[Annexe B](#).

4.2 Étalon national

Chaque pays définit, en fonction des spécifications données en [6.2](#), l'instrument désigné comme étalon national au sein du pays respectif.

Il convient que cet étalon national soit un instrument nommément désigné (modèle, constructeur et numéro de série). Tout autre instrument du même modèle que celui retenu comme étalon national ne doit pas être considéré comme un «étalon national».

Chaque pays définit l'organisation publique ou privée responsable de la conservation, de l'utilisation et de l'entretien de cet étalon national. Cette même organisation assure son raccordement à un étalon international ou national certifié ([4.1](#)) conformément aux dispositions spécifiées en [7.1](#) tous les dix ans.

Chaque pays doit s'assurer qu'aucune personne physique ou morale ne se voit refuser l'accès aux résultats de cet étalon national afin que tout constructeur, détenteur, réparateur, vérificateur ou utilisateur puisse raccorder ses propres instruments à l'étalon national.

4.3 Étalon secondaire ou étalon interne

Pour les besoins du contrôle des instruments en service, un organisme peut détenir un appareil spécifique pour cette activité. Cet instrument doit posséder les qualités requises, établies à l'aide de l'étalon national. Il doit alors constituer la référence qui permet le raccordement des instruments en service.

Vérifier et régler ces étalons secondaires tous les deux ans conformément à 7.2.

4.4 Instrument de mesure de routine

Ce terme désigne tout instrument de mesure de la masse à l'hectolitre utilisé dans des transactions commerciales.

Les instruments en service et les instruments neufs (avant leur mise en service) doivent être raccordés à un étalon secondaire (4.3) ou à un étalon national (4.2) conformément aux dispositions spécifiées en 7.3.

La périodicité de ce raccordement est d'un an pour les instruments manuels et de deux ans pour les dispositifs automatiques.

5 Principe

Le présent document spécifie un mode opératoire de raccordement des instruments de mesure de la masse à l'hectolitre à des étalons.

Le principe du raccordement est illustré à la Figure 1.

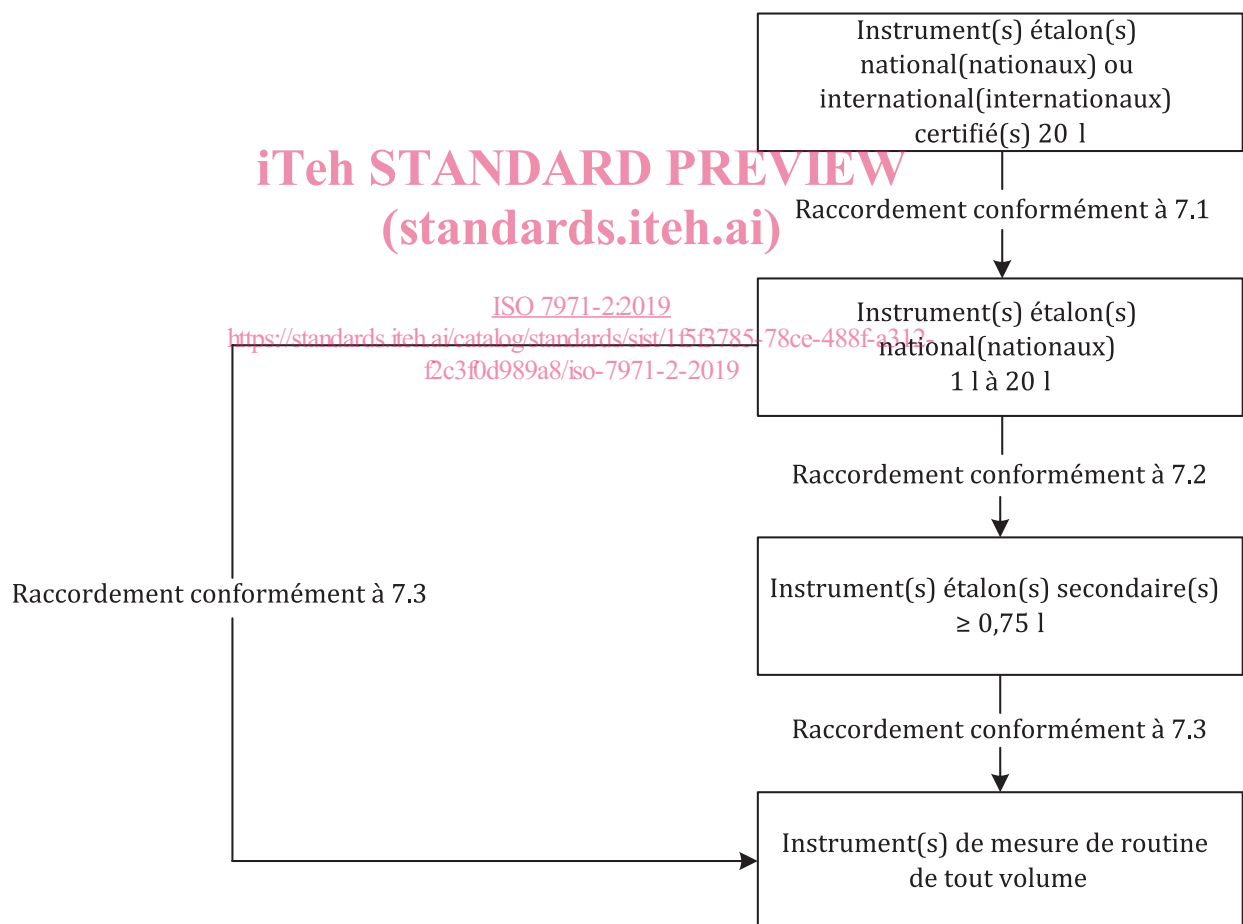


Figure 1 — Principe de raccordement des instruments aux étalons

6 Appareillage

6.1 Étalon international de mesure de la masse à l'hectolitre comme spécifié dans l'ISO 7971-1.

6.2 Étalon national de mesure de la masse à l'hectolitre. Instrument de mesure de la masse à l'hectolitre, à fonctionnement manuel ou automatique, mécanique, électrique ou électronique, dont la capacité du récipient mesureur est d'au moins 1 l, acceptant une correction de biais ou une correction de biais et de pente.

Cet instrument est utilisé conformément aux exigences données en 4.2 et raccordé à l'étalon international selon le mode opératoire spécifié en 7.1.

La correction apportée à l'instrument permet d'assurer une pente non significativement différente de 1 et une ordonnée à l'origine ou un biais (différence entre la moyenne des valeurs de référence et la moyenne des mesures effectuées par l'instrument) non significativement différent de 0 au seuil de 5 % [voir les Formules (A.8), (A.9) et (A.10), A.7.1.2 et A.8.2].

Si l'étalon national est un appareil de 20 l, se référer à l'ISO 7971-1 pour toute correction.

6.3 Étalon secondaire de mesure de la masse à l'hectolitre. Instrument de mesure de la masse à l'hectolitre, à fonctionnement manuel ou automatique, mécanique, électrique ou électronique, dont la capacité du récipient mesureur est d'au moins 750 ml, acceptant une correction de biais et/ou de pente.

Cet instrument est utilisé conformément aux exigences données en 4.3 et raccordé à l'étalon national conformément au mode opératoire spécifié en 7.2.

La correction apportée à l'instrument permet d'assurer une pente non significativement différente de 1 et une ordonnée à l'origine ou un biais (différence entre la moyenne des valeurs de référence et la moyenne des mesures effectuées par l'instrument) non significativement différent de 0 au seuil de 5 % [voir les Formules (A.8), (A.9) et (A.10), A.7.1.2 et A.8.2].

6.4 Instrument de mesure de la masse à l'hectolitre. Instrument de mesure de la masse à l'hectolitre, à fonctionnement manuel ou automatique, mécanique, électrique ou électronique, réglable ou non, associé si nécessaire à une table de correspondance ou de correction et utilisé conformément aux exigences données en 4.4.

La vérification de ces instruments spécifiée en 7.3 concerne aussi bien les instruments neufs que les instruments en service.

L'amplitude, $\Delta\rho_i$, entre la valeur la plus forte et la valeur la plus faible mesurées sur chaque échantillon témoin (voir en 7.3.4), ne doit pas dépasser 0,3 kg/hl.

Pour chaque échantillon témoin, l'écart, $\Delta\rho_{i,2-m}$ (voir en 7.3.4), entre la valeur donnée par l'étalon national ou l'étalon secondaire et la moyenne des mesurages réalisés sur l'instrument ne doit pas dépasser 0,4 kg/hl.

6.5 Diviseur. Diviseur conique, manuel ou mécanique, permettant de réduire de manière représentative un volume de 25 l de grain à un volume adapté aux instruments à raccorder.

7 Mode opératoire

7.1 Raccordement des étalons nationaux à l'étalon international ou national certifié

7.1.1 Description générale

Le raccordement des étalons nationaux se fait à l'aide d'une série d'échantillons pour essai référencés en termes de masse à l'hectolitre et accompagnés de leur certificat d'analyse. Il est recommandé d'utiliser des échantillons pour essai de blé et d'orge en raison de la forme régulière des grains et de la disponibilité de ces deux espèces de grain. D'autres grains de forme régulière, par exemple le triticale ou le seigle, peuvent être utilisés si les exigences de performance à atteindre sont respectées. L'utilisation de grains de forme et de taille non homogènes, par exemple l'avoine, est déconseillée.

7.1.2 Préparation des échantillons pour essai

Choisir sept échantillons pour essai de blé tendre et/ou dur et sept échantillons pour essai d'orge ayant les caractéristiques suivantes:

- la masse à l'hectolitre d'un des échantillons d'orge pour essai doit être inférieure à 64 kg/hl et celle d'un des échantillons de blé (tendre ou dur) doit être supérieure ou égale à 82 kg/hl afin de couvrir une large gamme;
- avec un écart de masse à l'hectolitre entre deux échantillons pour essais successifs le plus régulier possible compris entre 1 kg/hl et 3 kg/hl;
- d'une masse d'environ 30 kg, conditionnés dans des récipients rigides et étanches à l'air correctement identifiés;
- d'une teneur en eau (fraction massique) comprise entre 9 % et 14 % (telle que déterminée selon l'ISO 712 ou à l'aide d'une méthode rapide pour laquelle l'erreur par rapport à la valeur de référence ne dépasse pas $\pm 0,4$ g d'eau pour 100 g d'échantillon);
- exempts d'odeur anormale et d'insectes vivants, ne comportant pas d'impuretés hétérogènes d'une dimension supérieure à 10 mm et garantissant une teneur inférieure à 2 % en fraction massique des impuretés suivantes: grains cassés, grains d'autres espèces que la céréale concernée, grains germés, graines étrangères et matières inertes (par exemple: sol, sable, particules de plastique et de verre, balles, pailles).

Expédier les quatorze échantillons pour essai ainsi préparés à un détenteur d'un instrument de mesure certifié pour la détermination de leur masse à l'hectolitre et de l'incertitude associée à cette grandeur. S'assurer que l'incertitude ne dépasse pas 0,30 kg/hl.

Au retour de ces échantillons pour essai, s'ils doivent être stockés avant utilisation, placer ceux-ci dans des conditionnements étanches à une température inférieure à 22 °C pour ne pas altérer leurs propriétés. Ne pas stocker ces échantillons à des températures négatives.

EXEMPLE

Un ensemble d'échantillons pour essai ayant des masses à l'hectolitre de 71 kg/hl, 73 kg/hl, 75 kg/hl, 78 kg/hl, 81 kg/hl, 82 kg/hl et 84 kg/hl pour le blé et de 63 kg/hl, 65 kg/hl, 68 kg/hl, 70 kg/hl, 73 kg/hl, 75 kg/hl et 77 kg/hl pour l'orge est approprié.

Les distributions des blés et des orges se superposent, les écarts entre deux échantillons pour essais successifs sont compris entre 1 kg/hl et 3 kg/hl et la plage totale est couverte.

7.1.3 Utilisation des échantillons pour essai référencés

Si les échantillons référencés en termes de masse à l'hectolitre ont été conservés en chambre froide, il est nécessaire d'attendre que leur température s'équilibre avec celle du local où se déroulent les essais avant d'ouvrir les récipients.

Si le volume des échantillons pour essai référencés est tel qu'ils ne puissent être utilisés intégralement dans l'instrument étalon national, constituer des prises d'essai de masse appropriée, représentatives de l'échantillon pour essai initial, à l'aide d'un diviseur.

Retenir trois de ces prises d'essai et réaliser une mesure de masse à l'hectolitre sur chacune d'elles à l'aide de l'étalon national ou, si les échantillons pour essai peuvent être utilisés intégralement, mesurer trois fois chacun d'eux. On obtient ainsi trois valeurs individuelles notées ρ_{i1} à ρ_{i3} , i représentant le numéro d'ordre de chaque échantillon référencé.

Si l'instrument utilise un couteau d'arasage, l'échantillon pour essai ne doit pas être analysé plus de 50 fois. Passé ce nombre, l'échantillon pour essai doit être remplacé.

7.1.4 Interprétation des résultats

À partir des résultats unitaires obtenus sur les échantillons pour essai témoins, calculer les paramètres de performance conformément aux formules données dans l'[Annexe A](#).

Vérifier que les spécifications définies pour l'étalon national en [6.2](#) sont remplies. Dans l'affirmative, établir le certificat de conformité de l'étalon national.

Dans le cas contraire, ajuster l'étalon national conformément à [7.1.5](#). En cas d'impossibilité d'obtenir les spécifications demandées en [6.2](#), l'étalon national doit être réparé ou déclassé puis remplacé par un autre instrument pour obtenir à nouveau les performances requises.

Le détenteur de l'étalon national doit conserver l'ensemble des données (brutes et calculées) relatives à ce raccordement pendant toute la durée de vie de l'instrument.

7.1.5 Ajustement de l'étalon national

Si la pente a et l'ordonnée à l'origine b ou le biais calculés en [7.1.4](#) ne sont pas dans les limites spécifiées en [6.2](#), introduire dans l'instrument, selon les recommandations du constructeur, les facteurs de correction nécessaires pour amener théoriquement la pente à 1 et l'ordonnée à l'origine à 0.

Recommencer alors les opérations spécifiées en [7.1.3](#) et [7.1.4](#) pour vérifier la validité de cette correction.

7.2 Raccordement des étalons secondaires à l'étalon national

7.2.1 Description générale

Le raccordement des étalons secondaires se fait à l'aide d'une série d'échantillons pour essai référencés en termes de masse à l'hectolitre obtenus avec l'étalon national ([6.2](#)). Il est recommandé d'utiliser des échantillons pour essai de blé et d'orge en raison de la forme régulière des grains et de la disponibilité de ces deux espèces de céréales. D'autres grains de forme régulière, par exemple le triticale ou le seigle, peuvent être utilisés si les exigences de performance à atteindre sont respectées. L'utilisation de grains de forme et de taille non homogènes, par exemple l'avoine, est déconseillée.

7.2.2 Préparation des échantillons pour essai

Choisir sept échantillons pour essai de blé tendre et/ou dur et sept échantillons pour essai d'orge ayant les caractéristiques suivantes:

- a) la masse à l'hectolitre d'un des échantillons d'orge pour essai doit être inférieure à 64 kg/hl et celle d'un des échantillons de blé (tendre ou dur) doit être supérieure ou égale à 82 kg/hl afin de couvrir une large gamme;
- b) avec un écart entre deux échantillons pour essais successifs le plus régulier possible compris entre 1 kg/hl et 3 kg/hl;
- c) en quantité suffisante pour pouvoir être mesurée sur l'instrument étalon national (1,5 l à 25 l), conditionnée dans des récipients rigides et étanches à l'air correctement identifiés;
- d) d'une teneur en eau (fraction massique) comprise entre 9 % et 14 % (telle que déterminée selon l'ISO 712 ou à l'aide d'une méthode rapide pour laquelle l'erreur par rapport à la valeur de référence ne dépasse pas $\pm 0,4$ g d'eau pour 100 g d'échantillon);
- e) exempts d'odeur anormale et d'insectes vivants, ne comportant pas d'impuretés hétérogènes d'une dimension supérieure à 10 mm et garantissant une teneur inférieure à 2 % en fraction massique des impuretés suivantes: grains cassés, grains d'autres espèces que la céréale concernée, grains germés, graines étrangères et matières inertes (par exemple: sol, sable, particules de plastique et de verre, balles, pailles).

Expédier les quatorze échantillons pour essai ainsi préparés à l'organisme détenteur de l'étalon national pour la détermination de leur masse à l'hectolitre et de l'incertitude associée à cette grandeur. S'assurer que l'incertitude ne dépasse pas 0,30 kg/hl.

Au retour de ces échantillons pour essai, s'ils doivent être stockés avant utilisation, placer ceux-ci dans des conditionnements étanches à une température inférieure à 22 °C pour ne pas altérer leurs propriétés. Ne pas stocker ces échantillons à des températures négatives.

NOTE Un exemple de lots d'échantillons pour essai adaptés est décrit en [7.1.2](#).

7.2.3 Utilisation des échantillons pour essai référencés

Si les échantillons référencés en termes de masse à l'hectolitre ont été conservés en chambre froide, il est nécessaire d'attendre que leur température s'équilibre avec celle du local où se déroulent les essais avant d'ouvrir les récipients.

Si le volume des échantillons référencés est tel qu'ils ne puissent être utilisés intégralement dans l'instrument étalon secondaire, constituer des prises d'essai de masse appropriée, représentatives de l'échantillon pour essai initial, à l'aide d'un diviseur.

Retenir trois de ces prises d'essai et réaliser une mesure de masse à l'hectolitre sur chacune d'elles à l'aide de l'instrument étalon secondaire ou, si les échantillons pour essai peuvent être utilisés intégralement, mesurer trois fois chacun d'eux. On obtient ainsi trois valeurs individuelles notées ρ_{i1} à ρ_{i3} , i représentant le numéro d'ordre de chaque échantillon pour essai référencé.

Si l'instrument utilise un couteau d'arasage, l'échantillon pour essai ne doit pas être analysé plus de 50 fois. Passé ce nombre, l'échantillon pour essai doit être remplacé.

7.2.4 Interprétation des résultats

À partir des résultats unitaires obtenus sur les échantillons pour essai témoins, calculer les paramètres de performance conformément aux formules données dans l'[Annexe A](#).

Vérifier que les spécifications définies pour l'étalon secondaire ([6.3](#)) sont remplies. Dans l'affirmative, établir le certificat de conformité de l'étalon secondaire.

Dans le cas contraire, ajuster l'étalon secondaire conformément à [7.2.5](#). En cas d'impossibilité d'obtenir les spécifications demandées en [6.3](#), l'étalon secondaire doit être réparé ou déclassé, puis remplacé par un autre instrument pour obtenir à nouveau les performances requises.

Le détenteur de l'étalon secondaire doit conserver l'ensemble des données (brutes et calculées) relatives à ce raccordement pendant toute la durée de vie de l'instrument.

7.2.5 Ajustement de l'étalon secondaire

Si la pente a et l'ordonnée à l'origine b ou le biais calculés en [7.2.4](#) ne sont pas dans les limites spécifiées en [6.3](#), introduire dans l'instrument, selon les recommandations du constructeur, les facteurs de correction nécessaires pour amener théoriquement la pente à 1 et l'ordonnée à l'origine à 0.

Recommencer alors les opérations spécifiées en [7.2.3](#) et [7.2.4](#) pour vérifier la validité de cette correction.

7.3 Vérification des instruments en service

7.3.1 Description générale

Le raccordement des instruments en service se fait à l'aide d'une série de quatre échantillons pour essai témoins dont la masse à l'hectolitre a été préalablement mesurée à l'aide d'un étalon secondaire ([6.3](#)) ou, à défaut, à l'aide d'un étalon national ([6.2](#)). Il est recommandé d'utiliser des échantillons pour essai de blé et d'orge en raison de la forme régulière des grains et de la disponibilité de ces deux espèces de céréales. D'autres grains de forme régulière, par exemple le triticale ou le seigle, peuvent être utilisés

si les exigences de performance à atteindre sont respectées. L'utilisation de grains de forme et de taille non homogènes, par exemple l'avoine, est déconseillée.

7.3.2 Préparation des échantillons pour essai témoins

Choisir deux échantillons pour essai de blé tendre et/ou dur et deux échantillons pour essai d'orge ayant les caractéristiques suivantes:

- a) pour le blé (tendre et dur), un échantillon pour essai de masse à l'hectolitre située dans la plage 72 kg/hl à 78 kg/hl et un de masse à l'hectolitre supérieure 78 kg/hl;
- b) pour l'orge, un échantillon pour essai de masse à l'hectolitre inférieure à 67 kg/hl et un de masse à l'hectolitre située dans la plage 67 kg/hl à 73 kg/hl;
- c) en essayant d'observer un écart minimal entre deux échantillons pour essais successifs d'au moins 4 kg/hl;
- d) en quantité suffisante pour pouvoir être mesurée sur l'instrument étalon secondaire, conditionnée dans des récipients rigides et étanches à l'air correctement identifiés;
- e) d'une teneur en eau (fraction massique) comprise entre 9 % et 14 % (telle que déterminée selon l'ISO 712 ou à l'aide d'une méthode rapide pour laquelle l'erreur par rapport à la valeur de référence ne dépasse pas $\pm 0,4$ g d'eau pour 100 g d'échantillon);
- f) exempts d'odeur anormale et d'insectes vivants, ne comportant pas d'impuretés hétérogènes d'une dimension supérieure à 10 mm et garantissant une teneur inférieure à 2 % en fraction massique des impuretés suivantes: grains cassés, grains d'autres espèces que la céréale concernée, grains germés, graines étrangères et matières inertes (par exemple: sol, sable, particules de plastique et de verre, balles, pailles).

Mesurer ou faire mesurer la masse à l'hectolitre de ces quatre échantillons pour essai sur un étalon secondaire raccordé selon les dispositions spécifiées en 7.2.

Conserver ces échantillons pour essai dans des conditionnements étanches à une température inférieure à 22 °C pour ne pas altérer leurs propriétés. Ne pas stocker ces échantillons à des températures négatives.

Chaque échantillon pour essai peut être utilisé au maximum 50 fois. Passé ce nombre d'utilisations, chaque échantillon pour essai doit faire l'objet d'un nouveau référencement à l'aide de l'étalon secondaire (ou l'étalon national). Si l'instrument utilise un couteau d'arasage, l'échantillon pour essai ne doit pas être analysé plus de 50 fois. Passé ce nombre, l'échantillon pour essai doit être remplacé.

7.3.3 Utilisation des échantillons pour essai référencés

Si les échantillons pour essai référencés sont conservés au froid, il est nécessaire d'attendre que leur température s'équilibre avec celle du local où se déroulent les essais avant d'ouvrir les récipients.

Si le volume des échantillons pour essai référencés est tel qu'ils ne peuvent être utilisés intégralement dans l'instrument à contrôler, diviser chaque échantillon pour essai avec des moyens appropriés afin d'obtenir des prises d'essai représentatives de chaque échantillon pour essai global ayant une taille adaptée pour l'instrument à contrôler et retenir une de ces prises d'essai. Sinon, utiliser chaque échantillon pour essai dans son intégralité.

Pour chaque échantillon pour essai ou chaque prise d'essai, effectuer deux mesurages à l'aide de l'instrument à contrôler. Si le mode d'utilisation de l'instrument le prévoit, calculer le résultat final du mesurage à l'aide d'une formule ou d'une table de correspondance. On dispose ainsi, pour chacun des quatre échantillons pour essai référencés, de deux valeurs individuelles notées ρ_{i1} à ρ_{i2} , i représentant le numéro d'ordre de chaque échantillon pour essai témoin.