

## MINISTERIE VAN LANDBOUW

N. 88 — 1978

26 AUGUSTUS 1988. — Ministerieel besluit tot vaststelling van de referentiemethodes voor de bepaling van de kwaliteit van tarwe en tot vaststelling van de tarieven voor die ontledingen

De Staatssecretaris voor Landbouw.

Gelet op de wet van 28 maart 1975 betreffende de handel in landbouw-, tuinbouw- en zeevisserijproducten;

Gelet op het koninklijk besluit van 22 juni 1891 tot herinrichting van de ontledingslaboratoria van de Staat;

Gelet op het koninklijk besluit van 21 april 1987 houdende erkenning van provinciale, gemeentelijke of particuliere laboratoria;

Gelet op het akkoord van de Minister van Buitenlandse Betrekkingen;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1, gewijzigd bij de wet van 9 augustus 1980;

Gelet op de dringende noodzakelijkheid;

Overwegende dat de noodzaak om onverwijld maatregelen te nemen om eenvormige referentiemethodes voor de kwaliteitscontrole van de tarwe voor te schrijven en om de tarieven hiervoor vast te leggen voortvloeit uit de verplichting dringend een beleid te voeren tot bevordering van de kwaliteit van de tarwe,

Besluit :

**Artikel 1.** De bepalingen van het vochtgehalte van tarwe, van het niet klevend en verwerkbaar zijn van uit tarwe verkregen deeg, van het eiwitgehalte van tarwe, van het Zeleny-getal, van het valgetal volgens Hagberg, van gekiemde granen en onzuiverheden en van het natuurgewicht worden in de Rijksontledingslaboratoria en in de erkende laboratoria uitgevoerd volgens de referentiemethoden die omschreven zijn in bijlage I bij dit besluit.

**Art. 2.** Voor routine-analyses die het voorwerp niet uitmaken van een tegenanalyse, kan het eiwitgehalte en het vochtgehalte van tarwe bepaald worden volgens de methode die in bijlage II van dit besluit is beschreven.

**Art. 3.** De analyses van granen die in de Rijksontledingslaboratoria uitgevoerd worden op aanvraag uit eigen beweging van particulieren of openbare diensten worden aangerekend tegen een prijs in frank uitgedrukt volgens het volgend tarief :

1. — Vochtgehalte door drogen, methode 1.1 — bijlage I : 300 F.
- Vochtgehalte met voordroging, methode 1.1 — bijlage I : 450 F.
2. Niet klevend en verwerkbaar zijn, methode 1.2 — bijlage I : 5 500 F.
3. Eiwitgehalte, methode 1.3 — bijlage I : 550 F.
4. Zeleny-getal, methode 1.4 — bijlage I : 600 F.
5. Hagberg valgetal, methode 1.5 — bijlage I : 480 F.
6. Onzuiverheden, methode 1.6 — bijlage I : 250 F.
7. Gekiemde granen en onzuiverheden, methode 1.6 — bijlage I : 500 F.
8. Natuurgewicht, methode 1.7 — bijlage I : 150 F.
9. Eiwitgehalte op droge stof (NIR), methode bijlage II : 200 F.
10. Vochtgehalte (NIR), methode bijlage II : 200 F.
11. Inschrijvingsrecht : maximaal 100 frank per monster.

Voor reeksen van 50 monsters per jaar mag een korting van 30 % op de normaal aangerekende prijs gegeven worden.

Brussel, 26 augustus 1988.

P. DE KEERSMAEKER

## MINISTERE DE L'AGRICULTURE

F. 88 — 1978

26 AOUT 1988. — Arrêté ministériel fixant les méthodes de référence pour la détermination de la qualité du froment et fixant les tarifs pour ces analyses

Le Secrétaire d'Etat à l'Agriculture.

Vu la loi du 28 mars 1975 relative au commerce des produits de l'agriculture, de l'horticulture et de la pêche maritime;

Vu l'arrêté royal du 22 juin 1891 portant réorganisation des laboratoires d'analyses de l'Etat;

Vu l'arrêté royal du 21 avril 1987 portant agrément des laboratoires provinciaux, communaux ou privés;

Vu l'accord du Ministre des Relations extérieures;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1<sup>er</sup> modifié par la loi du 9 août 1980;

Vu l'urgence;

Considérant que la nécessité de prendre sans retard des mesures pour prescrire des méthodes de référence uniformes pour le contrôle de la qualité du froment pour en fixer les tarifs résulte de l'obligation de promouvoir d'urgence une politique d'amélioration de la qualité du froment,

Arrête :

**Article 1<sup>er</sup>.** Les déterminations de la teneur en humidité du froment, du caractère non collant et machinable de la pâte obtenue du froment, de la teneur en protéine du froment, de l'indice de Zélény, de l'indice de chute d'Hagberg, de la teneur en grains germés et impurétés et de la masse à l'hectolitre s'effectuent dans les laboratoires d'analyses de l'Etat et les laboratoires agréés selon les méthodes de référence décrites à l'annexe I du présent arrêté.

**Art. 2.** Pour des analyses de routine, ne faisant pas l'objet d'une contre-analyse, la teneur en protéine et en humidité du froment peut être déterminée conformément à la méthode figurant à l'annexe II du présent arrêté.

**Art. 3.** Les analyses de céréales effectuées par les laboratoires d'analyse de l'Etat à la suite de demandes qui leur sont librement adressées par des particuliers ou des services publics se font à un prix fixé en francs selon le tarif ci-dessous :

1. — Teneur en humidité par séchage simple, méthode 1.1 — annexe I : 300 F.
- Teneur en humidité avec prédessiccation, méthode 1.1 — annexe I : 450 F.
2. Caractère non collant et machinable de la pâte, méthode 1.2 — annexe I : 5 500 F.
3. Teneur en protéine, méthode 1.3 — annexe I : 550 F.
4. Indice de Zélény, méthode 1.4 — annexe I : 600 F.
5. Indice de chute d'Hagberg, méthode 1.5 — annexe I : 480 F.
6. Impurétés, méthode 1.6 — annexe I : 250 F.
7. Grains germés et impurétés, méthode 1.6 — annexe I : 500 F.
8. Masse à l'hectolitre, méthode 1.7 — annexe I : 150 F.
9. Teneur en protéine sur matière sèche (NIR), méthode annexe II : 200 F.
10. Humidité (NIR), méthode annexe II : 200 F.
11. Droit d'inscription : maximum 100 francs par échantillon.

Une ristourne de 30 % sur le prix normal peut être octroyé pour des séries de 50 échantillons par an.

Bruxelles, le 26 août 1988.

P. DE KEERSMAEKER

## Bijlage I

## 1.1. BEPALING VAN HET VOCHTGEHALTE VAN ZACHTE TARWE

## 1. Onderwerp en toepassingsgebied.

Het gemalen produkt wordt bij een temperatuur van + 130 à 133 °C bij normale druk gedroogd, en wel gedurende een naar gelang van de grootte van de deeltjes vastgestelde tijdsduur.

Deze droogmethode geldt voor gemalen tarwe waarvan ten minste 50 % door een zeef met ronde gaten van 0,5 mm gaat en niet meer dan 10 % achterblijft op de zeef met ronde gaten van 1 mm. De methode geldt eveneens voor meel.

## 2. Toestellen.

## 2.1. Precisieweegschaal op 1 mg nauwkeurig.

2.2. Molen vervaardigd van materiaal dat geen vocht opneemt en d.e. gemakkelijk kan worden gereinigd, een snelle en gelijkmatige vermalning mogelijk maakt zonder aanmerkelijke warmteontwikkeling, het contact met de buitenlucht zoveel mogelijk uitsluit (bij voorbeeld een molen met demonteerbare schijven).

2.3. Weegdoosjes van corrosievrij metaal of van glas, met een voldoende afsluitend deksel; de nuttige oppervlakte moet een verdeling van het monster mogelijk maken tot 0,3 g per cm<sup>2</sup>.

2.4. Electricisch verwarmde isothermische droogstoof die op een temperatuur tussen + 130 °C en 133 °C is afgesteld en een voldoende ventilatie bezit (1).

2.5. Exsiccator met een dikke, geperforeerde metalen of eventueel porseleinen plaat die een doeltreffend droogmiddel bevat.

## 3. Werkwijze.

## 3.1. Drogen.

In het weegdoosje waarvan het gewicht van tevoren nauwkeurig is bepaald, weegt men (tot op ± 1 mg nauwkeurig) 5 g van de gemalen hoeveelheid. Men plaatst het doosje in de droogstoof die op een temperatuur van + 130 °C is gebracht. Om een te grote temperatuurdaling in de droogstoof te vermijden, wordt het doosje zo snel mogelijk daarin geplaatst. Men laat drogen gedurende 2 uur te rekenen vanaf het tijdstip waarop de temperatuur in de droogstoof opnieuw + 130 °C heeft bereikt. Men neemt het doosje daarna uit de droogstoof, sluit het snel af met het deksel, laat het gedurende 30 tot 45 minuten in een exsiccator afkoelen, waarna men het weegt (de weging dient tot op 1 mg nauwkeurig te worden verricht). De weegdoosjes mogen tijdens het afkoelen in de exsiccator niet gestapeld worden.

## 3.2. Voordroging.

Korrels met een vochtgehalte van meer dan 17 % worden als volgt voorgedroogd :

Weeg 20 g (tot op ± 1 mg nauwkeurig) niet vermalen tarwekorrels in de metalen recipiënt waarvan het gewicht van tevoren nauwkeurig is bepaald, en laat ze gedurende 7 tot 10 minuten in een droogstoof op een temperatuur van + 130 °C drogen; daarna neemt men de korrels uit de droogstoof, laat ze gedurende 2 uur in de atmosfeer van het laboratorium afkoelen, waarna men ze weegt (de weging dient tot op ± 1 mg nauwkeurig te worden verricht). De gedeeltelijk gedroogde korrels worden vermalen, waarna het gehalte aan vochtresten op de sub 3.1. aangegeven wijze wordt bepaald.

## 4. Wijze van berekening en formules :

E = het oorspronkelijk gewicht in gram van het monster;

M = het gewicht in gram van het monster na conditionering;

M' = het gewicht in gram van het monster na vermalning;

m = het gewicht in gram van het droge monster.

Het vochtgehalte, in procent van het produkt als zodanig, is gelijk aan :

— zonder voorafgaande conditionering :

$$(E - m) \times \frac{100}{E}$$

(1) De droogstoof moet een zodanige warmtecapaciteit bezitten dat, wanneer de stoof op een temperatuur van + 131 °C is afgesteld, deze temperatuur binnen 45 minuten weer kan worden bereikt nadat het maximale aantal gelijktijdig te drogen monsters in de stoof is geplaatst.

## Annexe I

## 1.1. LA DETERMINATION DU TAUX D'HUMIDITE DU FROMENT TENDRE

## 1. Objet et domaine d'application.

Le produit moulu est séché à une température de + 130 à 133 °C, sous pression atmosphérique normale, pendant une durée fixée en fonction de la dimension des particules.

Cette méthode de dessiccation s'applique aux froments moulus dont au moins 50 % passent par un tamis à mailles rondes de 0,5 mm et ne laissent pas plus de 10 % de refus sur le tamis à mailles rondes de 1 mm. Elle s'applique également aux farines.

## 2. Appareillage.

## 2.1. Balance de précision au mg près.

2.2. Appareil à concassage construit en matériau n'absorbant pas l'humidité, facile à nettoyer, permettant un broyage rapide et uniforme sans provoquer d'échauffement sensible, évitant au maximum le contact avec l'air extérieur (par exemple un moulin à cônes démontables).

2.3. Vase en métal non attaqué ou en verre, muni d'un couvercle suffisamment étanche; la surface utile permet d'obtenir une répartition de la prise d'essai de 0,3 g par cm<sup>2</sup>.

2.4. Etuve isotherme à chauffage électrique, réglée à une température de + 130 à 133 °C possédant une ventilation suffisante (1).

2.5. Dessiccateur à plaque en métal ou, à défaut, en porcelaine, épaisse, perforée, contenant un produit déshydratant efficace.

## 3. Mode opératoire.

## 3.1. Dessiccation.

Peser dans le récipient préalablement taré une quantité d'environ 5 g (avec une précision de ± 1 mg) de la substance broyée. Placer le récipient dans une étuve chauffée à + 130 °C. Pour éviter que la température de l'étuve ne descende trop, introduire le récipient en un temps minimal. Laisser sécher pendant 2 heures à partir du moment où l'étuve a atteint de nouveau la température de + 130 °C. Retirer le récipient de l'étuve, remettre rapidement le couvercle, laisser durant 30 à 45 minutes dans un dessiccateur et peser (les pesées seront faites avec une précision de ± 1 mg). Ne pas superposer les vases dans le dessiccateur pendant le refroidissement.

## 3.2. Prédessiccation.

Les froments ayant un taux d'humidité supérieur à 17 % doivent être prédesséchés comme suit :

Peser 20 g (avec une précision de ± 1 mg) des grains non broyés de froment dans le vase en métal préalablement taré, laisser sécher dans une étuve pendant 7 à 10 minutes à la température de + 130 °C; retirer de l'étuve, laisser refroidir les grains à découvert dans le laboratoire durant 2 heures et peser (les pesées seront faites avec une précision de ± 1 mg). Broyer les grains partiellement desséchés et déterminer la teneur en humidité restante comme il est dit sous 3.1.

## 4. Mode de calcul et formules :

E = la masse initiale, en grammes, de la prise d'essai;

M = la masse, en grammes, de la prise d'essai après conditionnement;

M' = la masse, en grammes, de la prise d'essai après broyage;

m = la masse, en grammes, de la prise d'essai sèche.

La teneur en humidité, en pourcent du produit tel quel, est égal à :

— sans conditionnement préalable :

$$(E - m) \times \frac{100}{E}$$

(1) L'étuve doit avoir une capacité calorifique telle que, réglée préalablement à une température de + 131 °C, elle puisse atteindre à nouveau cette température en moins de 45 minutes après la mise en place du nombre maximal de prises d'essais à sécher simultanément.

— met voorafgaande conditionering :

$$\left[ \frac{(M' - m) M}{M'} + E - M \right] \times \frac{100}{E} = 100 \left[ 1 - \frac{Mm}{EM'} \right]$$

De proeven worden ten minste in dubbel uitgevoerd.

### 5. Herhaalbaarheid.

Het verschil tussen twee gelijktijdig of in snelle opeenvolging door dezelfde analist uitgevoerde vochtgehaltebepalingen mag niet meer bedragen dan 0,15 g vocht per 100 g monster. Is het verschil groter, dan moet de proef worden herhaald.

## 1.2. METHODE OM HET NIET KLEVEND EN VERWERKBAAR ZIJN VAN UIT TARWE VERKREGEN DEEG VAST TE STELLEN

### 1. Onderwerp en toepassingsgebied.

Methode voor een machinabiliteitstest met tarwebloem.

De methode is van toepassing op bloem, die met een laboratoriummolen is gemalen uit tarwe, voor de vervaardiging van met gist gezegen brood.

### 2. Principe.

In een voorgeschreven kneder wordt een deeg gemaakt uit bloem, water, gist, zout en saccharose. Na het verdelen en het opbollen krijgen de deegstukken 30 minuten rijfs; zij worden opgemaakt en de deeggeaardheid wordt beoordeeld.

### 3. Grondstoffen.

#### 3.1. Gist.

Actieve gedroogde gist Engedura of andere gelijkwaardige gist.

#### 3.2. Water.

Leidingwater.

#### 3.3. Suiker-zout-ascorbinezuuroplossing.

Los op in 800 ± 5 g water : 30 ± 0,5 g natriumchloride (handelskwaliteit), 30 ± 0,5 g saccharose (handelskwaliteit) en 0,040 ± 0,001 g ascorbinezuur. Dagelijks vers bereiden.

#### 3.4. Suikeroplossing.

Los in 95 ± 1 g water op : 5 ± 0,1 g saccharose (handelskwaliteit). Dagelijks vers bereiden.

#### 3.5. Enzymactieve moutbloem.

Handelskwaliteit.

### 4. Toestellen en hulpmiddelen.

#### 4.1. Bakkerij.

Ingesteld op een temperatuur tussen 22 en 25 °C.

#### 4.2. Koelkast.

Om een temperatuur van 4 ± 2 °C te kunnen handhaven.

#### 4.3. Weegschaal.

Belasting 2 kg, precisie 2 g.

#### 4.4. Weegschaal.

Belasting 0,5 kg, precisie 0,1 g.

#### 4.5. Analytische balans.

Precisie 0,1 × 10<sup>-3</sup> g.

#### 4.6. Kneder.

Stephan UMTA 10, met kneedarm model « Detmold » of gelijkwaardig apparaat.

#### 4.7. Rijskast.

Ingesteld op een temperatuur van 30 ± 1 °C.

#### 4.8. Open kunststof dozen.

Gemaakt van polymethylmethacrylaat (Plexiglas, Perspex); inwendige afmetingen 25 × 25 × 15 cm hoogte; wanddikte 0,5 ± 0,05 cm.

#### 4.9. Vierkante kunststof platen.

Polymethylmethacrylaat (Plexiglas, Perspex). Minstens 30 × 30 cm, dikte 0,5 ± 0,05 cm.

#### 4.10. Opboller.

Brabander opboller of gelijkwaardig apparaat dat dezelfde kenmerken vertoont.

### 5. Werkwijze.

#### 5.1. Bepaling van de wateropname.

De waterabsorptie wordt bepaald volgens methode 1.2.1.

— avec conditionnement préalable :

$$\left[ \frac{(M' - m) M}{M'} + E - M \right] \times \frac{100}{E} = 100 \left[ 1 - \frac{Mm}{EM'} \right]$$

Effectuer les essais au moins en double.

### 5. Répétabilité.

La différence entre les valeurs obtenues lors des deux déterminations effectuées simultanément ou à bref intervalle par le même analyste, ne doit pas dépasser 0,15 g d'humidité pour 100 g d'échantillon. En cas de dépassement, les déterminations sont répétées.

## 1.2. METHODE DE DETERMINATION DU CARACTERE NON COLLANT ET MACHINABLE DE LA PATE OBTENUE DU FROMENT

### 1. Objet et domaine d'application.

Méthode pour un test de machinabilité de farine de blé.

La méthode s'applique aux farines issues d'une mouture expérimentale de blé en vue de produire du pain fermenté à la levure.

### 2. Principe.

Une pâte est préparée à partir de farine, d'eau, de levure, de sel et de saccharose dans un pétrin déterminé. Après division et boulage, les pâtons reposent 30 minutes; ils sont façonnés et les propriétés technologiques de la pâte sont notées.

### 3. Ingrédients.

#### 3.1. Levure.

Levure sèche active Engedura ou autres levures ayant les mêmes caractéristiques.

#### 3.2. Eau.

Eau de robinet.

#### 3.3. Solution sucrée et salée d'acide ascorbique.

Dissoudre 30 ± 0,5 g de chlorure de sodium (qualité du commerce), 30 ± 0,5 g de saccharose (qualité du commerce) et 0,040 ± 0,001 g d'acide ascorbique dans 800 ± 5 g d'eau. Préparer une solution fraîche tous les jours.

#### 3.4. Solution sucrée.

Dissoudre 5 ± 0,1 g de saccharose (qualité du commerce) dans 95 ± 1 g d'eau. Préparer une solution fraîche tous les jours.

#### 3.5. Farine maltée (possédant une activité enzymatique).

Qualité du commerce.

### 4. Equipement et appareils.

#### 4.1. Fournil.

Avec système de régulation permettant de maintenir la température entre 22 °C et 25 °C.

#### 4.2. Réfrigérateur.

Pour entretenir une température de 4 ± 2 °C.

#### 4.3. Balance.

Charge 2 kg, précision 2 g.

#### 4.4. Balance.

Charge 0,5 kg, précision 0,1 g.

#### 4.5. Balance analytique.

Precision 0,1 × 10<sup>-3</sup> g.

#### 4.6. Pétrin.

Stephan UMTA 10, un frasseur de type « Detmold » ou appareil similaire ayant les mêmes caractéristiques.

#### 4.7. Chambre de fermentation.

Avec système de régulation permettant de maintenir une température de 30 ± 1 °C.

#### 4.8. Boîtes ouvertes en plastique.

En polyméthylméthacrylate (Plexiglas, Perspex), dimensions intérieures 25 × 25 cm × hauteur 15 cm; épaisseur des parois 0,5 ± 0,05 cm.

#### 4.9. Plaques carrées en plastique.

En polyméthylméthacrylate (Plexiglas, Perspex). Au moins 30 × 30 cm, épaisseur 0,5 ± 0,05 cm.

#### 4.10. Bouleuse.

Bouleuse Brabender ou appareil similaire ayant les mêmes caractéristiques.

### 5. Mode opératoire.

#### 5.1. Détermination de l'hydratation.

L'absorption d'eau est déterminée selon la méthode 1.2.1.

## 5.2. Bepaling van de hoeveelheid toe te voegen moutbloem.

Bepaal het « valgetal » van de bloem volgens bijlage I methode 1.5. Wanneer dit « valgetal » hoger is dan 250, bepaal dan de hoeveelheid moutbloem die toegevoegd moet worden om het « valgetal » tussen 200 en 250 te brengen met behulp van een reeks mengsels van de bloem met toenemende hoeveelheden moutbloem (3.5.).

## 5.3. Reactivering van actieve gedroogde gist.

Breng de suikeroplossing (3.4.) op een temperatuur van  $35 \pm 1$  °C. Giet één gewichtsdeel van de actieve gedroogde gist in vier gewichtsdelen van deze op temperatuur gebrachte suikeroplossing. Niet roeren; zonodig omzwenken.

Laat  $10 \pm 1$  minuut staan, roer daarna tot een homogene suspensie is verkregen. Gebruik deze suspensie binnen 10 minuten.

## 5.4. Op temperatuur brengen van de bloem en de vloeistof voor de deegbereiding.

De bloem en het water moeten op een zodanige temperatuur gebracht worden, die het deeg na het kneden een temperatuur van  $27 \pm 1$  °C geeft.

## 5.5. Deegsamenstelling.

Weeg met een nauwkeurigheid van  $\pm 2$  g, 10 y/3 g bloem met het bestaande vochtgehalte (overeenkomende met 1 kg bloem met een vochtgehalte van 14 %), waarin y de in de farinograaf gebruikte hoeveelheid bloem is.

Weeg met een nauwkeurigheid van 0,2 g de hoeveelheid moutbloem af die nodig is om het « valgetal » tussen 200 en 250 te brengen (5.2.).

Weeg  $430 \pm 5$  g suiker-zout-ascorbinezuuroplossing (3.3.) af en voeg water toe tot een totale massa van  $(x - 9) 10/3$  g (zie 7.1.) waarin x de in de farinograaf gebruikte hoeveelheid water is.

Deze gezamenlijke massa (gewoonlijk tussen 450 en 650 g) moet met een relatieve nauwkeurigheid van 1,5 g worden bereikt.

Weeg  $90 \pm 1$  g gistsuspensie (5.3.) af.

Noteer de totale massa van het deeg (P), die de som is van de massa's van de bloem, de suiker-zout-ascorbinezuuroplossing plus water, de gistsuspensie en de moutbloem.

## 5.6. Kneden.

Breng alvorens te beginnen de kneder op een temperatuur van  $27 \pm 1$  °C door middel van een hoeveelheid op temperatuur gebracht water. Doe de vloeibare deeggrondstoffen in de kneder en de bloem plus de moutbloem er bovenop. Zet de kneder aan en laat deze gedurende 60 seconden op snelheid 1 (1 400 omwentelingen per minuut) lopen. Reinig 20 seconden na het begin van het kneden, de wand van de kneder door de aan het deksel van de kneedkuip bevestigde schraper, twee maal rond te draaien.

Meet de temperatuur van het deeg. Wanneer deze niet tussen 26 en 28 °C is, doe het deeg dan weg en kneed een nieuw na de temperatuur van de grondstoffen bijgesteld te hebben. Noteer de deeggeaardheid onder gebruikmaking van een van de volgende uitdrukkingen :

- niet kleverig en machinaal verwerkbaar, of
- kleverig en machinaal niet verwerkbaar.

Om, als « niet kleverig en machinaal verwerkbaar » te worden beschouwd aan het einde van het kneden, moet het deeg een samenhangende massa vormen, die nauwelijks aan de wand van de kuip en de as van de kneder hecht. Het moet mogelijk zijn het deeg met de hand bijeen te brengen en het in één beweging uit de kneedkuip te verwijderen zonder aanmerkelijke verliezen.

## 5.7. Verdelen en opbollen.

Weeg, met een nauwkeurigheid van 2 g, 3 stukken deeg af volgens de formule :

$$p = 0,25 P$$

waarin :

$$p = \text{massa van het afgewogen deegstuk}$$

$$P = \text{totale massa van het deeg.}$$

Bol de deegstukken onmiddellijk gedurende 15 seconden op in de opboller (4.10.) en plaats ze gedurende  $30 \pm 2$  minuten op de kunststof platen (4.9.), onder de omgekeerde kunststof dozen (4.8.) in de rijskast (4.7.). Gebruik geen stuifbloem.

## 5.8. Opmaken.

Breng de deegstukken op de kunststof platen, onder de omgekeerde dozen, naar de opboller (4.10.) en bol ieder deegstuk opnieuw gedurende 15 seconden op. Verwijder het deksel van de doos pas

## 5.2. Détermination de l'addition de farine maltée.

Déterminer le temps de chute de la farine selon l'annexe I méthode 1.5. Si le temps de chute est supérieur à 250, déterminer la quantité de farine de malt à ajouter pour obtenir un temps de chute compris entre 200 et 250, en effectuant une série de mélanges avec des quantités croissantes de farine maltée (3.5.).

## 5.3. Réactivation de la levure sèche.

Porter la solution sucrée (3.4.) à la température de  $35 \pm 1$  °C. Verser une partie en poids de la levure sèche active dans quatre parties en poids de cette solution sucrée tiède. Ne pas agiter. Remuer légèrement si nécessaire.

Laisser reposer pendant  $10 \pm 1$  minutes. Ensuite agiter jusqu'à l'obtention d'une suspension homogène. Utiliser cette suspension dans les 10 minutes qui suivent.

## 5.4. Ajustement des températures de la farine et des ingrédients liquides.

La température de la farine et de l'eau doit être ajustée, afin d'obtenir une température de pâte à la fin du pétrissage de  $27 \pm 1$  °C.

## 5.5. Composition de la pâte.

Peser, avec précision de  $\pm 2$  g, 10 y/3 g de farine telle quelle (correspondant à 1 kg de farine à 14 % de teneur en eau) dans laquelle y est la quantité de farine utilisée dans le test au farinograph.

Peser à 0,2 g près la quantité de farine maltée nécessaire pour porter le temps de chute entre 200 et 250 (5.2.).

Peser  $430 \pm 5$  g de solution sucrée et salée d'acide ascorbique (3.3.) et ajouter de l'eau pour obtenir une masse totale de  $(x - 9) 10/3$  g (voir 7.1.), x étant la quantité d'eau utilisée dans le test au farinograph.

Cette masse totale (habituellement comprise entre 450 et 650 g) doit être déterminée avec précision de 1,5 g.

Peser  $90 \pm 1$  g de suspension de levure (5.3.).

Notez la masse totale de pâte (P) qui est la somme des masses de farine, de la solution sucrée et salée d'acide ascorbique plus l'eau, de la suspension de levure et de la farine maltée.

## 5.6. Pétrissage.

Porter tout d'abord le pétrin à une température de  $27 \pm 1$  °C au moyen d'une quantité d'eau suffisante à la température appropriée. Verser les ingrédients liquides dans le pétrin, puis épandre à la surface la farine et la farine maltée. Mettre en marche le pétrin (1re vitesse, 1 400 tours/minute), laisser tourner pendant 60 secondes. 20 secondes après le début du pétrissage, tourner deux fois la raclette fixée au couvercle de la cuve du pétrin.

Mesurer la température de la pâte. Si celle-ci n'est pas comprise entre 26 et 28 °C, jeter cette pâte et en confectionner une nouvelle après avoir ajusté les températures des ingrédients. Noter les propriétés des pâtes en utilisant l'une des expressions suivantes :

- non collante et machinable, ou
- collante et non machinable.

Pour être considérée comme non collante et machinable à la fin du pétrissage, la pâte doit constituer une masse cohérente qui n'adhère pratiquement pas aux parois de la cuve et à l'axe du pétrin. Cette masse doit pouvoir être facilement rassemblée avec les mains et retirée de la cuve en une seule fois sans pertes appréciables.

## 5.7. Division et boulage.

Peser, avec une précision de 2 g, 3 pâtons selon la formule :

$$p = 0,25 P$$

dans laquelle :

$$p = \text{masse du pâton}$$

$$P = \text{masse totale de la pâte.}$$

Bouler immédiatement les pâtons pendant 15 secondes dans la bouleuse (4.10.) et les placer ensuite pendant  $30 \pm 2$  minutes sur les plaques en plastique (4.9.) recouvertes par les boîtes en plastique renversées (4.8.), dans la chambre de fermentation (4.7.). Ne pas fleurer les pâtons.

## 5.8. Façonnage.

Porter les pâtons qui se trouvent sur les plaques en plastique, recouvertes par les boîtes renversées près de la bouleuse (4.10.) et rebouler chaque pièce pendant 15 secondes. N'enlever le couvercle

van een deegstuk onmiddellijk voor het opbollen. Noteer de deeggeaardheid opnieuw onder gebruikmaking van één van de volgende uitdrukkingen :

- niet klevend en machinaal verwerkbaar, of
- klevend en machinaal niet verwerkbaar.

Om als « niet klevend en machinaal verwerkbaar » te worden beschouwd, mag het deeg nauwelijks of helemaal niet hechten aan de wanden van de kamer, zodat het vrij om zijn eigen as kan rondraaien en een regelmatige bol kan vormen tijdens de werking van het apparaat. Aan het einde van de bewerking dient het deeg niet te kleven aan de wanden van de opmaakkamer bij het openen van het deksel van de kamer.

#### 6. Verslag.

Het verslag dient te vermelden :

- de deeggeaardheid aan het einde van het kneden en bij het opmaken;
- het « valgetal » van de bloem zonder moutbloem toevoeging;
- alle waargenomen afwijkingen.

Het moet verder vermelden :

- de gebruikte methode;
- alle bijzonderheden die nodig zijn voor het identificeren van het monster.

#### 7. Algemene opmerkingen.

7.1. De formule voor het berekenen van de hoeveelheid vloeistof voor het deeg is gebaseerd op de volgende overwegingen :

Toevoeging van x ml water aan het equivalent van 300 g bloem met 14 % vocht geeft de voorgeschreven consistentie. Daar in de bakproef 1 kg bloem (op basis van 14 % vocht) wordt gebruikt, terwijl x gebaseerd is op 300 g bloem, is voor de bakproef x gedeeld door drie en vermenigvuldigd met 10 g water nodig, dus  $10 \frac{x}{3}$  g.

De 430 g suiker-zout-ascorbinezuuroplossing bevat 15 g zout en 15 g suiker. Deze 430 g oplossing is opgenomen in de vloeistof voor het deeg. Om  $10 \frac{x}{3}$  g water aan het deeg toe te voegen, moet dus  $(10 \frac{x}{3} + 30)$  g vloeistof, die samengesteld is uit 430 g suiker-zout-ascorbinezuuroplossing en een hoeveelheid hieraan toegevoegd water.

Hoewel een deel van het water dat met de gistsuspensie wordt toegevoegd, geabsorbeerd is door de gist, bevat deze suspensie ook « vrij » water. Er is willekeurig aangenomen dat 90 g gistsuspensie 60 g « vrij » water bevat.

De hoeveelheid vloeistof voor het deeg moet gecorrigeerd worden voor deze 60 g « vrij » water in de gistsuspensie, dus moet uiteindelijk  $10 \frac{x}{3}$  plus 30 min 60 g toegevoegd worden. Dit kan als volgt herleid worden :  $(10 \frac{x}{3} + 30) - 60 = 10 \frac{x}{3} - 30 = (\frac{x}{3} - 3) 10 = (x - 9) \frac{10}{3}$ , zijnde de formule in punt 5.5. Indien bij voorbeeld met de farinograaf een watertoevoeging x van 165 ml was gevonden, dan moet deze waarde in de formule worden gesubstitueerd, er moet dus aan de 430 g suiker-zout-ascorbinezuuroplossing water worden toegevoegd tot een totale massa van :

$$(165 - 9) \frac{10}{3} = 156 \cdot \frac{10}{3} = 520 \text{ g.}$$

7.2. De methode is niet rechtstreeks toepasbaar op tarwe. Om de bakkwaliteit van tarwe vast te stellen moet de volgende werkwijze worden gevolgd :

Reinig de tarwe en bepaal het vochtgehalte van de gereinigde tarwe. Conditioneer de tarwe niet, indien het vochtgehalte tussen 15 en 16 % ligt. Indien het vochtgehalte buiten deze grenzen ligt, moet het vochtgehalte ten minste drie uur voor het malen op  $15,5 \pm 0,5$  % worden gebracht.

Maal de tarwe tot bloem met behulp van een Brabender Quadrumat Senior molen of met een gelijkwaardige molen.

Kies een zodanige maalmethode dat een bloem verkregen wordt van ten minste 72 % uitmaling, met een asgehalte van 0,50 — 0,60 % op basis van de droge stof.

Bepaal het asgehalte van de bloem door verassing bij 900 °C. Bepaal het vochtgehalte van de bloem volgens methode 1.1. Bereken het uitmalingspercentage door middel van de vergelijking :

$$E = \frac{(100 - f) F}{(100 - w) W} \cdot 100 \%$$

waarin :

E = uitmalingspercentage;

f = vochtgehalte van de bloem;

w = vochtgehalte van de tarwe;

F = massa van de geproduceerde bloem met vochtgehalte f;

W = massa van de gemalen tarwe met vochtgehalte w.

qui protège le pâton qu'au dernier moment juste avant le boulage. Noter à nouveau les propriétés de la pâte en utilisant l'une des deux expressions suivantes :

- non collante et machinable,ou
- collante et non machinable.

Pour être considérée comme non collante et machinable durant le fonctionnement de l'appareil, la pâte ne doit adhérer que peu ou pas du tout aux parois de la chambre de sorte que le pâton soit bien animé d'un mouvement de rotation sur lui-même permettant à la boule de se former. A la fin de l'opération, la pâte ne doit pas coller aux parois de la chambre de boulage lorsque le couvercle de la chambre est soulevée.

#### 6. Procès-verbal d'essai.

Le procès-verbal d'essai doit mentionner :

- les propriétés de la pâte à la fin du pétrissage et du façonnage;
- le temps de chute de la farine sans addition de farine maltée;
- toutes les anomalies observées.

Il indiquera en outre :

- la méthode utilisée;
- toutes les références nécessaires à l'identification de l'échantillon.

#### 7. Observations générales.

7.1. La formule pour le calcul de la quantité des ingrédients liquides se base sur les considérations suivantes :

Une addition de x ml d'eau à l'équivalent de 300 g de farine à 14 % d'humidité donne la consistance désirée. Comme on utilise dans l'essai de panification 1 kg de farine (ramené à 14 % de teneur en eau), tandis que x est basé sur 300 g de farine, il est nécessaire d'utiliser dans l'essai de panification x divisé par trois et multiplié par 10 g d'eau, donc  $10 \frac{x}{3}$  g.

Les 430 g de la solution sucrée et salée d'acide ascorbique contiennent 15 g de sel et 15 g de sucre. Ces 430 g de solution sont inclus dans les ingrédients liquides. Donc pour ajouter  $10 \frac{x}{3}$  g d'eau à la pâte, on doit ajouter  $(10 \frac{x}{3} + 30)$  g d'ingrédients liquides, composés de 430 g de la solution sucrée et salée d'acide ascorbique et d'une quantité d'eau additionnelle.

Quoiqu'une partie de l'eau additionnée avec la suspension de levure soit absorbée par la levure, cette suspension contient aussi de l'eau libre. Il est supposé arbitrairement que les 90 g de suspension de levure contiennent 60 g d'eau libre.

On doit donc appliquer une correction de 60 g sur la quantité des ingrédients liquides en comptant l'eau libre de la suspension de levure, donc :  $(10 \frac{x}{3} + 30) - 60 = 10 \frac{x}{3} - 30 = (\frac{x}{3} - 3) 10 = (x - 9) \frac{10}{3}$ , c'est-à-dire la formule du paragraphe 5.5. Si par exemple la quantité d'eau x, utilisée dans le test au farinograph est de 165 ml, on substitue cette valeur dans la formule, si bien que les 430 g de solution sucrée et salée d'acide ascorbique doivent être augmentés jusqu'à une masse totale de :

$$(165 - 9) \frac{10}{3} = 156 \cdot \frac{10}{3} = 520 \text{ g.}$$

7.2. La méthode n'est pas directement applicable au blé. Le mode opératoire qu'on doit suivre pour caractériser la valeur boulangère d'un blé est comme suit :

Nettoyer l'échantillon de blé et déterminer la teneur en eau du blé nettoyé. Ne pas conditionner le blé, si sa teneur est comprise entre 15 et 16 %. Dans les autres cas, conditionner le blé à une teneur en eau de  $15,5 \pm 0,5$  % au moins trois heures avant la mouture.

On en extrait la farine en utilisant un moulin Brabender Quadrumat Senior ou un appareil similaire ayant les mêmes caractéristiques.

Choisir un diagramme de mouture de façon à obtenir, avec un taux d'extraction minimal de 72 % une farine dont le taux de cendres sera compris entre 0,50 et 0,60 % sur matière sèche.

Déterminer les cendres de la farine par incinération à 900 °C et la teneur en eau selon la méthode 1.1. Calculer le taux d'extraction selon l'équation :

$$E = \frac{(100 - f) F}{(100 - w) W} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

E = taux d'extraction;

f = teneur en eau de farine;

w = teneur en eau de blé;

F = masse de la farine produite à l'humidité f;

W = masse de blé en œuvre à humidité w.

### 1.2.1. HANDLEIDING VOOR HET GEBRUIK VAN DE FARINO- GRAAF VAN BRABENDER

#### 1. Onderwerp en toepassingsgebied.

De volgende methode wordt toegepast op tarwemeel om de wateropname te bepalen.

#### 2. Principe.

De farinograaf meet en registreert de weerstand van het deeg gedurende het kneden en dit tijdens de wateropname van het meel.

#### 3. Reagentia.

Gedestilleerd of gedesioniseerd water.

#### 4. Toestellen.

4.1. Farinograaf van Brabender met een gethermostatiseerd waterbad

waarvan :

de snelle kneder geregeld wordt op  $90 \pm 3$  tr/min.;

de trage kneder geregeld wordt op 60 tr/min.;

de torsiesterke geregeld wordt op  $100 \pm 2$  g cm/UB;

de recordersnelheid geregeld wordt op  $1,00 \pm 0,03$  cm/min.

4.2. Buret gegradeerd van 135 ml tot 225 ml met een nauwkeurigheid van 0,6 ml en met een uitlooptijd van 10 tot 12 s. voor het volume tussen 135 en 225 ml.

4.3. Balans op 0,1 g nauwkeurig.

4.4. Spatel in kunststof.

#### 5. Werkwijze.

5.1. Bepaal het vochtgehalte van het meel, zie methode 1.1.

5.2. Breng het meel op  $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ . Start de thermostaat en de circulatiepomp één uur voor het in gebruik nemen van het toestel.

Kontroleer tijdens de proef zowel de temperatuur van het waterbad als van de kneedtroeg. De twee temperaturen bedragen  $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

5.3. Smeer de kneedtroeg en beide kneeders door een druppel water op de bodem van de troeg aan te brengen. Stel het tegengewicht van de weegschaal zodanig in dat de naald een nulvorming aanduidt wanneer beide kneeders op de hoogste snelheid draaien in een lege en zuivere kneedtroeg. Stel de pen van de recorder zo in dat de recorder en de weegschaal identieke afwijkingen aangeven. Regel de demper van de farinograaf zo dat, als de motor draait, de naald van de weegschaal in  $1 \text{ s} \pm 0,2 \text{ s}$  van 1000 UB naar 100 UB kan verspringen.

5.4. Breng in de kneedtroeg  $300 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  meel van 14 % vocht en dek de kneedtroeg af.

5.5. Vul de buret, ook de uitlooppunt, met water op  $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

5.6. Breng het recorderpapier zo aan dat de pen gelijkstaat met de lijn die overeenkomt met de 9e minuut.

Meng aan hoge snelheid gedurende 1 minuut. Zodra de pen de lijn nul minuten aanduidt laat dan aan de rechterkant van de kneedtroeg de buret leeglopen. Laat zoveel water bijlopen als men kan voorzien dat er nodig moet zijn om de kurve de 500 UB te bereiken. Als het deeg gevormd wordt verwijder dan met de kunststofspatel het deeg dat aan de wanden kleeft van de kneedtroeg.

5.7. Maak een tweede (indien nodig meerdere) deeg waarbij de juiste hoeveelheid water in exact 25 seconden bijgevoegd wordt, en zet het kneden 12 minuten verder nadat de kurve haar maximum bereikt heeft.

#### 6. Uitdrukken van de resultaten.

Wateropname van het meel. Bereken de wateropname op basis van een meel met 14 % vocht met volgende formule :

$$\text{wateropname \%} = \frac{(x + y - 300)}{3}$$

waar  $x$  = ml water toegevoegd om een kurve te bekomen voor een maximale deegvastheid van 500 UB in het centrum,

$y$  = g meel equivalent aan 300 g meel met 14 % vocht.

Druk het resultaat uit op 0,1 % nauwkeurig.

#### 7. Opmerkingen.

##### 7.1. Herhaalbaarheid.

De herhaalbaarheidsfactor voor dezelfde farinograaf bedraagt 0,55 %.

### 1.2.1. METHODE D'EMPLOI DU FARINOGRAPH BRABENDER

#### 1. Objet et domaine d'application.

La méthode suivante s'applique à la farine de blé pour déterminer ses possibilités d'absorption d'eau.

#### 2. Principe.

Le farinograph mesure et enregistre la résistance de la pâte au pétrissage, au cours de sa formation par hydratation de la farine.

#### 3. Réactifs.

Eau distillée ou désionisée.

#### 4. Appareillage.

4.1. Farinograph Brabender avec thermostat à circulation d'eau

dont :

la vitesse du frasseur rapide est réglée à  $90 \pm 3$  tr/min.;

la vitesse du frasseur lent est réglée à 60 tr/min.;

la valeur du torque est réglée à  $100 \pm 2$  g cm/UB;

la vitesse de l'enregistreur est réglée à  $1,00 \pm 0,03$  cm/min.

4.2. Burette : Graduations de 135 ml à 225 ml avec une précision de 0,6 ml. Temps d'écoulement de la graduation 135 ml à 225 ml : 10 à 12 s.

4.3. Balance précise à 0,1 g.

4.4. Spatule en matière plastique.

#### 5. Mode opératoire.

5.1. Déterminer la teneur en eau de la farine, voir méthode 1.1.

5.2. Amener la température de la farine à  $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$ . Mettre en route le thermostat et la pompe de circulation d'eau une heure au moins avant de s'en servir.

Contrôler, au cours de l'essai, la température de l'eau du circuit et la température du pétrin. Ces deux températures doivent être de  $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$ .

5.3. Lubrifier le pétrin avec une goutte d'eau versée entre les parois du fond et chaque frasseur. Ajuster le contrepoids de la balance de manière à ce que l'aiguille indique la déformation zéro lorsque les frasseurs tournent à pleine vitesse dans le pétrin vide et propre. Ajuster le bras de la plume de l'enregistreur pour obtenir des indications identiques de l'aiguille de la balance et de la plume de l'enregistreur. Régler l'amortisseur du farinograph de manière à ce que, le moteur tournant, le temps nécessaire pour que l'aiguille de la balance aille de la graduation 1000 UB à 100 UB soit de  $1 \text{ s} \pm 0,2 \text{ s}$ .

5.4. Verser dans le pétrin la quantité équivalente à  $300 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  de farine à 14 % d'eau.

5.5. Remplir la burette, y compris la pointe, avec de l'eau à  $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ .

5.6. Disposer le papier pour que la plume de l'enregistreur soit sur la ligne correspondant à la 9e minute.

Mélanger à vitesse rapide pendant 1 minute. Dès que la plume franchit la ligne zéro des minutes, commencer à verser l'eau de la burette dans le coin antérieur du pétrin situé à main droite. Verser un volume d'eau voisin de celui que l'on peut prévoir pour que la courbe atteigne l'ordonnée correspondant à 500 UB. Lorsque la pâte se forme, détacher avec la spatule de plastique la pâte qui colle aux parois du pétrin.

5.7. Faire un deuxième pétrissage (et d'autres si nécessaires) en versant la quantité d'eau exacte en 25 secondes exactement et pour suivre le pétrissage 12 minutes après le pic de la courbe.

#### 6. Expression des résultats.

Absorption d'eau de la farine. Calculer ainsi l'absorption d'eau sur la base d'une farine à 14 % d'eau :

$$\text{absorption d'eau \%} = \frac{(x + y - 300)}{3}$$

ou  $x$  = ml d'eau ajoutée pour obtenir la courbe à consistance maximale de 500 UB à son centre,

$y$  = g de farine utilisée et équivalent à 300 g de farine à 14 % d'humidité.

Exprimer le résultat au plus proche 0,1 %.

#### 7. Remarques.

##### 7.1. Répétabilité.

Le coefficient de variabilité d'une seule détermination relative à un seul farinograph est 0,55 %.

### 7.2. Vergelijkbaarheid van de resultaten van verschillende farinografen.

Er bestaat geen absolute methode om de resultaten van één farinograaf te normaliseren. Vergelijk twee apparaten door op éénzelfde serie monsters te werken. Men kan de kneedtrog laten ijkken door de constructeur. Het is normaal dat de resultaten bekomen met een bepaalde kneedtrog afhangen van de slijtage.

### 1.3. BEPALING VAN RUW EIWIJ VAN TARWE

#### 1. Onderwerp en toepassingsgebied.

Methode voor de bepaling van ruw eiwit in droge stof op tarwe bestemd voor menselijke voeding.

#### 2. Definitie.

Conventioneel wordt als « ruw eiwit » aangeduid het totaal gehalte aan stikstofhoudende verbindingen van het te ontleden produkt, berekend door het totaal stikstofgehalte te vermenigvuldigen met een conventionele factor.

#### 3. Principe.

De organische stof van het monster wordt gedestruëerd met geconcentreerd zwavelzuur in aanwezigheid van een katalysator; het reactieprodukt ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) wordt ontbonden door een base; na destillatie de vrijgekomen ammonia doseren.

#### 4. Reagentia.

- 4.1. Geconcentreerd zwavelzuur, P = 1,84 g/ml stikstofvrij.
- 4.2. Kopersulfaat (CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O) p.a., of een evenwaardige katalysator.
- 4.3. Natriumhydroxide-oplossing 40 % massa/volume stikstofvrij (400 g NaOH tot 1 liter verdund).
- 4.4. Indicatormengsel (0,1 g methylood en 0,1 g methyleenblauw in 100 ml ethanol).
- 4.5. Boorzuur-oplossing 4 % massa/volume.
- 4.6. Gesteld zoutzuur of zwavelzuuroplossing 0,1 N.
- 4.7. Puimsteenkorrels en paraffinewas.
- 4.8. Kaliumsulfaat.
- 4.9. Saccharose.

#### 5. Apparatuur.

- 5.1. Precisiebalans (0,5 mg nauwkeurig).
- 5.2. Kolven van 800 ml zuiver en droog.
- 5.3. « Spatbol ».
- 5.4. Buret van 50 ml, graduaties van : 0,1 — 0,5 ml.
- 5.5. Toestel om de monsters fijn te malen.
- 5.6. Bekerglas voor titratie, 300 ml.

#### 6. Uitvoering.

6.1. Bereiding van het proefmonster. Maal de grove monsterdelen zodanig dat ten minste 90 % deeltjes door een zeef van 1,0 mm maaswijdte passeren. Weeg het proefmonster tot op 0,001 g nauwkeurig.

#### 6.2. Bepaling.

Breng het proefmonster (1 — 2 g) in de kolf en voeg 0,5 g poeder-vormig kopersulfaat, 5 g kaliumsulfaat en 20 ml zwavelzuur toe. Men mag andere katalysatoren gebruiken (titaandioxyde, seleniumdioxyde...).

Het gebruik ervan mag nochtans de nauwkeurigheid van de bepaling niet verminderen.

Indien het proefmonster groter is dan 1 g, verhoog de hoeveelheid zwavelzuur naar rato van 10 ml per bijkomende gram en pas de hoeveelheden bovenvermelde reagentia aan.

Plaats de kolf schuin en verwarm zacht tot het schuim verdwenen is. Voeg indien nodig een weinig paraffine toe om de schuimvorming te verminderen.

Laat daarna hevig koken tot de oplossing helder geworden is en verhit nog verder gedurende 30 minuten.

Koel af, voeg ongeveer 200 ml water toe, koel opnieuw, voeg enkele korrels puimsteen bij en een weinig paraffine om schuimvorming en schokken te vermijden; voeg voorzichtig zonder omzwenken 50 ml natriumhydroxide toe (of een overeenstemmende hoeveelheid).

Verbind onmiddellijk de kolf met de spatbol en dompel het uiteinde van de koeler in het bekglas dat 25 ml boorzuur bevat. Dit volume zuur moet met water verdund zijn.

Dompel het uiteinde van de koeler voldoende diep onder om elk verlies van ammoniak te voorkomen.

### 7.2. Concordance de résultats entre différents farinographs.

Il n'existe aucune méthode absolue pour normaliser les résultats d'un seul farinograph. Il faut comparer l'appareil avec un autre en se servant d'une même série de farines. On peut faire calibrer le pétrin par le constructeur. Il est probable que les résultats obtenus avec un pétrin donné varient en fonction de son usure.

### 1.3. DETERMINATION DE LA PROTEINE BRUTE DU FROMENT

#### 1. Sujet et domaine d'application.

Méthode pour la détermination de la protéine brute sur matière sèche dans les froments destinés à l'alimentation humaine.

#### 2. Définition.

On désigne conventionnellement par « protéine brute » la totalité des composés azotés du produit à analyser, calculée en multipliant la teneur en azote total par un facteur conventionnel.

#### 3. Principe.

Minéraliser la matière organique de l'échantillon avec de l'acide sulfurique concentré en présence d'un catalyseur; déplacer le produit de la réaction ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) par une base; après distillation, doser l'ammoniac libéré.

#### 4. Réactifs.

- 4.1. Acide sulfurique concentré, P = 1,84 g/ml exempt d'azote.
- 4.2. Sulfate de cuivre (CuSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O) p.a., ou un catalyseur équivalent.
- 4.3. Solution de soude caustique à 40 % masse/volume exempte d'azote (400 g NaOH dilué à 1 litre).
- 4.4. Mélange d'indicateurs (0,1 g de rouge de méthyle et 0,1 g de bleu de méthylène dans 100 ml d'éthanol).
- 4.5. Acide borique à 4 % masse/volume.
- 4.6. Acide chlorhydrique ou sulfurique 0,1 N.
- 4.7. Granules de pierre ponce et cire de paraffine.
- 4.8. Sulfate de potassium.
- 4.9. Saccharose.

#### 5. Appareillage.

- 5.1. Balance de précision (sensibilité 0,5 mg).
- 5.2. Matras de 800 ml, propre et sec.
- 5.3. « Splash Head » (piège ou tête de reflux).
- 5.4. Burette de 50 ml, graduation : 0,1 — 0,5 ml.
- 5.5. Appareil pour concasser finement les échantillons.
- 5.6. Bécher pour la titration, 300 ml.

#### 6. Mode opératoire.

6.1. Préparation de la prise d'essai. Les échantillons grossiers doivent être broyés de telle sorte qu'au moins 90 % des particules passent au travers d'un tamis de 1,0 mm d'ouverture de maille. Peser la prise d'essai à 0,001 g près.

#### 6.2. Dosage.

Introduire la prise d'essai (1 — 2 g) dans le matras. Ajouter 0,5 g de sulfate de cuivre en poudre, 5 g de sulfate de potassium et 20 ml d'acide sulfurique. On peut utiliser d'autres catalyseurs (bioxyde de titane, bioxyde de sélénium...).

Leur emploi ne doit cependant pas diminuer la précision du dosage.

En cas d'une prise d'essai supérieure à 1 g, augmenter la quantité d'acide sulfurique de 10 ml par gramme supplémentaire et accroître en conséquence les réactifs mentionnés ci-dessus.

Incliner le matras et chauffer doucement, jusqu'à disparition de la mousse. Si nécessaire, ajouter un peu de paraffine pour réduire la mousse.

Faire alors bouillir vigoureusement, jusqu'à ce que la solution soit limpide et maintenir encore le chauffage pendant 30 minutes.

Refroidir, ajouter environ 200 ml d'eau, refroidir de nouveau, ajouter quelques granules de pierre ponce et un peu de paraffine pour éviter les soubresauts et la mousse; ajouter, avec précaution et sans remuer, 50 ml de solution de soude caustique (ou une quantité équivalente).

Raccorder aussitôt le matras au « splash head » (piège ou tête de reflux) et plonger l'extrémité du tube réfrigérant dans le bécher contenant 25 ml d'acide borique. Ce volume d'acide doit être dilué avec de l'eau.

L'extrémité du tube réfrigérant doit plonger assez profondément pour éviter toute perte de NH<sub>3</sub>.

Zwenk de kolf om de inhoud ervan volledig te mengen; vervolgens verhitten tot al de ammoniak overgedestilleerd is (ten minste 150 ml destillaat).

Titreer de ammoniak met de gestelde zoutzuur- of zwavelzuuroplossing (4.6.) met behulp van de indicator (4.4.).

#### 7. Uitdrukking van de resultaten.

7.1. Berekeningswijze en formules. Het ruw eiwitgehalte op 100 g stof wordt verkregen door de formule :

$$\text{Ruw eiwit \% droge stof} = \frac{V.F.0,0014008.10000}{E. (100-H)}$$

V = volume zoutzuur of zwavelzuur 0,1 N (ml).

E = afgewogen gewicht van het monster in g.

F = conversiefactor : 5,7 voor tarwe.

H = gehalte aan vocht van het monster in %.

1 ml HCl of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1 N stemt overeen met 1,4008 mg stikstof.

Corrigeer het verkregen eiwitgehalte met de waarde van een blanco-proef met de bij de bepaling van stikstof gebruikte reagentia. In dit geval wordt 1 g saccharose aan de reagentia toegevoegd.

#### 8. Herhaalbaarheid van de bepaling.

Het verschil tussen de uitslagen van twee bepalingen gelijktijdig of achtereenvolgens uitgevoerd door dezelfde analytist mag niet meer bedragen dan :

— 0,15 % in ruw eiwit.

#### 9. Controle.

##### 9.1. Blancobepaling.

De blancobepaling wordt uitgevoerd door het proefmonster te vervangen door een even grote hoeveelheid organisch materiaal, vrij van stikstof (saccharose bij voorbeeld), maar wel geschikt om de in de reagentia aanwezige nitrische of nitreuze verbindingen te reduceren.

De blancobepaling geeft een resultaat gelijk aan nul (grootte orde gelijk aan één druppel van de titreervloeistof).

Breng in het tegenovergestelde geval de nodige verbeteringen aan.

##### 9.2. Getuigebepaling.

Bepaal het stikstofgehalte van een gekende organische stof die moeilijk gedestilleerd wordt (bij voorbeeld tryptofaan).

Een te laag resultaat is toe te schrijven aan een onvolledige destructie, aan het gebruik van een ongeschikte katalysator, aan een onvolledige destillatie, aan een lek in het toestel of aan enig verlies tijdens de behandelingen.

#### 10. Opmerkingen.

Een automatisch toestel dat op dezelfde analytische principes gebaseerd is kan ook gebruikt worden indien het aanvaardbare resultaten bij de analyse van testmonsters geeft.

### 1.4. SEDIMENTATIEGETAL VOLGENS ZELENY

#### 1. Onderwerp en toepassingsgebied.

De voorgestelde bepaling is een methode om één der kwaliteitsfactoren op 't gebied van bakwaarde te bepalen van zachte tarwe. Dit geldt voor het meel dat met deze tarwe gemaakt wordt en gebeurt door een sedimentatietest « Sedimentatiegetal volgens Zeleny » genaamd.

De methode is alleen van toepassing op zachte tarwe « Triticum aestivum » zowel op melige als op glazige granen.

#### 2. Definitie.

Sedimentatiegetal : is het getal, uitgedrukt in milliliters, dat het volume neerslag aangeeft, bekomen in specifieke omstandigheden vertrekkende van een testmeel van zachte tarwe opgelost in een melkzuuroplossing.

#### 3. Principe.

Het in suspensie brengen van een testmeel bekomen uit zachte tarwe in een oplossing van melkzuur in aanwezigheid van bromofenolblauw, dit in gestandaardiseerde omstandigheden van malen en zeven. Na een welbepaalde tijd van schudden en laten rusten bepaalt men het neerslagvolume van de meelpartikels.

#### 4. Reagentia.

4.1. Alleen gedestilleerd of gedestioniseerd water dat minder dan 2 mg/kg mineralen bevat, mag gebruikt worden.

4.2. Reagentia voor de sedimentatietest.

4.2.1. Bereid een geconcentreerde melkzuuroplossing aan 85 % (V/V) met maximaal 40 mg/kg mineralen.

Tourner le matras de façon à mélanger entièrement son contenu; chauffer alors jusqu'à ce que tout l'ammoniac soit distillé (au moins 150 ml de distillat).

Titreer l'ammoniac avec la solution d'acide chlorhydrique ou sulfurique titré (4.6.) en utilisant l'indicateur (4.4.).

#### 7. Expression des résultats.

7.1. Mode de calcul et formules. La protéine brute pour 100 g de matière sèche est donnée par la formule :

$$\text{Protéine brute \% matière sèche} = \frac{V.F.0,0014008.10000}{E. (100-H)}$$

V = volume d'acide chlorhydrique ou sulfurique 0,1 N (ml).

E = quantité initiale d'échantillon pesée en g.

F = facteur de conversion : 5,7 pour le froment.

H = teneur en eau de l'échantillon en %.

1 ml de HCl ou H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1 N correspond à 1,4008 mg d'azote.

Corriger la teneur en protéines obtenue grâce à un essai à blanc des réactifs lors de la détermination de la teneur en azote. On doit ajouter aux réactifs 1 g de saccharose dans ce cas.

#### 8. Répétabilité de détermination.

La différence entre les résultats de deux dosages effectués simultanément ou se succédant rapidement, par le même analytiste, ne doit pas dépasser :

— 0,15 % en protéine brute.

#### 9. Essais.

##### 9.1. Essai à blanc.

L'essai à blanc est effectué en remplaçant la prise d'essai par une quantité équivalente d'une substance organique exempte d'azote (saccharose par exemple), mais susceptible de provoquer la réduction de dérivés nitriques ou nitreux éventuellement présents dans les réactifs.

Il doit donner un résultat pratiquement nul (grandeur d'ordre d'une goutte de l'acide de titration).

Dans le cas contraire, il y a lieu d'apporter la correction correspondante.

##### 9.2. Essai témoin.

Doser l'azote d'un composé organique connu, difficile à attaquer, par exemple du tryptophane.

Un résultat déficitaire est attribuable à une minéralisation insuffisante, l'emploi d'un catalyseur inadéquat, à une distillation incomplète, à une fuite de l'appareil ou à une perte pendant les opérations.

#### 10. Remarques.

Tout dispositif automatisé basé sur le même principe analytique et donnant des résultats satisfaisants lors d'essais d'échantillons témoins est admissible.

### 1.4. INDICE DE SEDIMENTATION SELON ZELENY

#### 1. Objet et domaine d'application.

La présente détermination constitue une méthode d'appréciation d'un des facteurs de la qualité du blé tendre en relation avec la force boulangère de la farine qui peut être faite à partir de ce blé, par l'essai de sédimentation dit « indice de sédimentation de Zeleny ».

La méthode est applicable uniquement au blé tendre « Triticum aestivum », qu'il soit farineux ou vitreux.

#### 2. Définition.

Indice de sédimentation : nombre indiquant le volume, exprimé en millilitres, du dépôt obtenu, dans des conditions spécifiées, à partir d'une suspension de farine expérimentale de blé tendre dans une solution d'acide lactique.

#### 3. Principe.

Mise en suspension dans une solution d'acide lactique, en présence de bleu de bromophénol, d'une farine expérimentale préparée à partir de blé tendre, dans des conditions déterminées de broyage et de tamisage. Après des temps d'agitation et de repos définis, détermination du volume du dépôt résultant de la sédimentation des particules de farines.

#### 4. Réactifs.

4.1. De l'eau distillée ou permutée contenant moins de 2 mg/kg de matières minérales, doit être utilisée.

4.2. Réactifs pour l'essai de sédimentation.

4.2.1. Préparer une solution d'acide lactique concentrée à 85 % (V/V) ne contenant pas plus de 40 mg/kg de matières minérales.

4.2.2. Verdun 250 ml van de oplossing 4.2.1. tot 1 liter met water. Kook gedurende 6 uur de verdunde zuuroplossing onder reflux.

Titreer een aliquot van deze oplossing met een gekende kaliumhydroxideoplossing (voor 5 ml melkzuuroplossing zijn er ongeveer 28 ml kaliumhydroxide 0,5 N nodig). De titer moet begrepen zijn tussen 2,7 N en 2,8 N.

4.2.3. Meng zeer goed, 180 ml van de melkzuuroplossing (4.2.2.) met 200 ml propanol-2 (99-100 %) die maximum 40 mg/kg mineralen bevat en leng aan tot 1 liter met water.

Bewaar deze oplossing in een gesloten fles en laat 48 uren rusten voor ze te gebruiken.

4.3. Bromofenoloplossing.

Los 4 mg bromofenol op in 1 000 ml water.

5. Apparatuur.

5.1. Testmolen Brabender-Sedimat met ingebouwde roterende zeven van 0,150 mm maaswijdte. In plaats daarvan kan elke aangepaste molen die hetzelfde resultaat geeft als de Brabender-Sedimat (bv. Miag-Grobschrotmühle, TAG-Heppenstall e.a.) gebruikt worden.

5.2. Zeven met gaasdraad met 150 µm openingen en van 200 mm diameter, geplaatst op een automatisch vibreertoestel met een roterfrequentie van 200 slagen min-1 en met een excentrische beweging van 50 mm.

5.3. Zeven in geperforeerde plaat voorzien van gleuven van 1 mm breed.

5.4. Maatcilinders van 100 ml met platte bodem, graduueerd in milliliter, met een afstand van 180-185 mm tussen de nulstreep en de 100 ml streep, voorzien van een glazen of kunststofstop.

5.5. Schudapparaat voor maatcilinders voorzien van een tijdschakelaar en met een schudfrequentie van 40 min-1. Elke cyclus heeft een amplitude van 60° (30° langs beide kanten van de horizontale as).

5.6. Pipetten van 25 en 50 ml met één streep of automatische dispensers met een uitlooptijd telkens van respectievelijk 10 en 15 seconden.

5.7. Een chronometer.

5.8. Een analytische balans.

6. Werkwijze.

6.1. Vochtgehalte van het graan.

Indien het vochtgehalte van het graan niet ligt tussen 14,5 en 15,5 % moet dit op deze norm gebracht worden hetzij door het te laten drogen op kamertemperatuur hetzij door het te bevochtigen in een ruimte met een verhoogd vochtgehalte (gedurende minsten 6 uur).

6.2. Bereiding van het testmeel.

Neem 100 g graankorrels. Verwijder met de hand alle grote onzuiverheden en door zeven op de zeef met geperforeerde plaat (5.3.) de fijnere deeltjes.

Maal en zeef het graan als volgt.

— Regel de tijdschakelaar op 3 minuten.

— Als het totale gemalen product minder dan 12 g weegt moet het malen verdergezet worden tot deze hoeveelheid bekomen wordt.

Homogeniseer het volledige testmeel goed na zeven. Dit testmeel bedraagt minstens 12 % van het op de molen gebrachte monster.

6.3. Asgehalte van het testmeel.

Het asgehalte van het testmeel wordt bepaald door verassen bij 900 °C en het mag de 0,6 % op droge stof niet overschrijden. Indien aan deze voorwaarden niet wordt voldaan kan geen juist resultaat van de sedimentatieindex gegeven worden.

6.4. Testmonstername.

Weeg 3,2 g testmeel (6.2.) af op 0,05 g nauwkeurig.

Nota : Indien er reden is om te denken dat het vochtgehalte van het meel buiten de 13 tot 15 % grenzen ligt dan wordt het vochtgehalte bepaald en wordt er een hoeveelheid testmeel ingewogen die overeenkomt met 3,20 g ± 0,05 g aan 14 % vocht (of 2,75 ± 0,04 g droge stof).

6.5. Bepaling.

6.5.1. De verschillende behandelingen dienen te gebeuren in normale omstandigheden van belichting en zonder rechtstreekse inval van het zonlicht.

Het overgieten van de verschillende reagentia duurt maximaal 15 seconden (zie 6.5.2. en 6.5.3.).

4.2.2. Diluer 250 ml de la solution (4.2.1.) à 1 litre avec de l'eau. Porter la solution diluée à l'ébullition et la maintenir sous reflux durant 6 heures.

Titrer cette solution avec une solution titrée d'hydroxyde de potassium, en opérant sur une partie aliquote (pour 5 ml de la solution d'acide lactique, environ 28 ml de solution d'hydroxyde de potassium 0,5 N sont nécessaires). Le titre trouvé doit être compris entre 2,7 N et 2,8 N.

4.2.3. Mélanger intimement 180 ml de la solution d'acide lactique (4.2.2.) à 200 ml de propanol-2 (99-100 %) ne contenant pas plus de 40 mg/kg de matières minérales et compléter à 1 litre avec de l'eau.

Conservier en flacon bouché et n'utiliser le réactif qu'après 48 heures de repos.

4.3. Bleu de bromophénol, solution.

Dissoudre 4 mg de bleu de bromophénol dans 1 000 ml d'eau.

5. Appareillage.

5.1. Moulin d'essai Brabender-Sedimat avec tamis rotatif à ouverture des mailles de 0,150 mm incorporé au moulin. En remplacement de celui-ci chaque moulin d'essai de type approprié qui donne le même résultat que le Brabender-Sedimat (Miag-Grobschrotmühle, TAG-Heppenstall e.a.) peut être utilisé.

5.2. Tamis à toile métallique, de 150 µm d'ouverture nominale de maille, de 200 mm de diamètre, mu par un dispositif de vibration automatique approprié de 50 mm d'excentricité et de 200 min-1 de fréquence de rotation.

5.3. Tamis à tôle perforée, muni de fentes de 1 mm de large.

5.4. Eprouvettes à fond plat, de 100 ml de capacité, graduées en millilitres, de 180 à 185 mm de distance entre le fond et la graduation 100 ml, munies de bouchons en verre ou en plastique.

5.5. Agitateur pour éprouvettes, muni d'une minuterie et permettant une fréquence d'agitation de 40 min-1; chaque cycle doit avoir une amplitude de 60° (30° de part et d'autre de l'horizontale).

5.6. Pipettes à un trait, de 25 ml et 50 ml de capacité ou doseurs automatiques, permettant un écoulement entre 10 et 15 secondes.

5.7. Chronomètre.

5.8. Balance analytique.

6. Mode opératoire.

6.1. Teneur en eau du grain.

Si la teneur en eau du grain n'est pas comprise entre 14,5 et 15,5 %, l'abaisser ou l'élever pour l'amener entre ces limites, soit par séchage du grain à la température du laboratoire, soit par séjour du grain dans une atmosphère ayant une humidité relative élevée (pendant au moins 6 heures).

6.2. Préparation de la farine expérimentale.

Effectuer un prélèvement de 100 g de grains. Débarrasser le blé tendre de toutes les impuretés, en retirant les particules les plus grosses à la main et les plus petites à l'aide du tamis à tôle perforée (5.3.).

Effectuer le broyage des grains et le tamisage de la mouture comme décrit.

— Régler la minuterie du moulin sur 3 minutes.

— Si la masse du produit de mouture est inférieure à 12 g, poursuivre le tamisage jusqu'à ce que cette quantité soit obtenue.

Après tamisage, bien homogénéiser la totalité de la farine expérimentale obtenue, dont la masse doit être de 12 % au minimum de la masse de l'échantillon prélevé pour le broyage.

6.3. Cendres de la farine expérimentale.

Le taux de cendres de la farine expérimentale, déterminé suivant la méthode par incinération à 900 °C ne doit pas dépasser 0,6 % de la matière sèche de la farine. Dans le cas contraire, il n'est pas possible d'obtenir des résultats exacts pour l'indice de sédimentation.

6.4. Prise d'essai.

Peser, à 0,05 g près, 3,2 g de la farine expérimentale (6.2.).

Note : S'il existe des raisons de penser que la teneur en eau de la farine expérimentale est en dehors de la gamme de 13 à 15 %, déterminer sa teneur en eau, puis peser une quantité de la farine expérimentale qui corresponde à 3,20 g ± 0,05 g de 14 % de teneur en eau (soit 2,75 ± 0,04 g de matière sèche).

6.5. Détermination.

6.5.1. Les différentes opérations doivent être effectuées dans des conditions normales d'éclairage, à l'abri de la lumière solaire directe.

Le temps mis pour verser chaque réactif dans l'éprouvette (voir 6.5.2. et 6.5.3.) ne doit pas dépasser 15 secondes.

6.5.2. Breng het testmonster in een geïnduceerde maatcilinder (5.4.). Voeg hieraan 50 ml bromofenolblauwoplossing (4.3.) toe. Sluit de maatcilinder af en schud gedurende juist 5 seconden door deze in een horizontale stand te houden en van links naar rechts te schudden (12 schudbewegingen met een amplitude van 18 cm in elke richting komen overeen met de voorgeschreven tijdsduur).

6.5.3. Klem de maatcilinder vast in het kader van het schudapparaat (5.5.) en start de chronometer en het schudapparaat. Neem de maatcilinder na 5 minuten van het apparaat en voeg 25 ml reagens voor de sedimentatietest toe (4.2.3.).

De maatcilinder 3 tot 4 maal omkeren, terug in het kader plaatsen, de chronometer samen met het schudapparaat starten en verder gedurende 5 minuten schudden.

6.5.4. Neem na 5 minuten de maatcilinder van het schudapparaat en plaats die rechtop, terwijl de chronometer (5.7.) gestart wordt.

6.5.5. Laat gedurende exact 5 minuten rusten en noteer het neerslag op 0,5 ml juist.

6.5.6. Herhaal de bepaling minstens tweemaal op verschillende deelmonsters van hetzelfde test-meel (6.2.).

## 7. Uitdrukken van de resultaten.

### 7.1. Manier van uitdrukken.

Het getal, uitgedrukt in milliliter, dat het volume neerslag aangeeft genoteerd in 6.5.5. is het sedimentatiegetal.

Neem als resultaat het rekenkundig gemiddelde van de bekomen waarden indien aan de herhaalbaarheidsvoorwaarden voldaan is (zie 7.2.). Indien aan deze voorwaarden niet voldaan is moet de bepaling herbegonnen worden. Druk het resultaat uit op 1 decimaal nauwkeurig.

### 7.2. Herhaalbaarheid.

Het verschil tussen twee simultane bepalingen of tussen twee bepalingen die zeer vlug na elkaar gebeurd zijn door dezelfde analist op hetzelfde toestel mag niet meer dan 2 eenheden bedragen.

### 7.3. Reproduceerbaarheid.

Tussen twee bepalingen op hetzelfde monster maar in verschillende laboratoria mag het verschil niet groter zijn dan :

2 eenheden (in absolute waarde) voor een sedimentatieindex kleiner dan 40; 5 % (relatief) van het gemiddelde voor een index groter dan 40.

## 1.5. VALGETAL VOLGENS HAGBERG

### 1. Onderwerp en toepassingsgebied.

Bepaling van het « Valgetal » (methode Hagberg-Perten) voor het meten van de graad van alfa-amylase activiteit van tarwe.

De methode is toepasbaar op het volledig maalprodukt van granen of op meel.

### 2. Definitie.

« Valgetal » wordt gedefinieerd als de tijd (uitgedrukt in seconden) die nodig is om een waterige suspensie van meel onder verwarming te agiteren en een agitatieviscosimeter door een bepaalde dikte van gel, bestaande uit zetmeel dat vloeibaar wordt, te laten gaan.

### 3. Principe.

Door de « Valgetal-methode » wordt de alfa-amylase-activiteit op het origineel substraat van het meel bepaald. Een meelsuspensie wordt in een kokend waterbad snel gegelatineerd. Men meet de vervloeingsnelheid van de zetmeelgel onder de inwerking van alfa-amylase.

### 4. Reagentia.

Gedestilleerd of gedestilleerd water.

### 5. Apparatuur.

Toestel Falling-Number.

Dit toestel bestaat uit :

5.1. Een genormaliseerd waterbad met een diameter van 15 cm en 20 cm hoog voorzien van een deksel waarop een houder voor een viscosimetrische buis voorzien is, evenals een draaiende ring om de buis in het waterbad te bevestigen.

Het toestel is voorzien van een condensator om de verdamping te beperken.

5.2. Genormaliseerd elektrisch verwarmingselement van 600 W.

5.3. Genormaliseerde agitatieviscosimeter. Deze agitatiestaaf is aan de basis voorzien van een wiel en op de stang zijn er 2 merktekens aangebracht.

6.5.2. Introduire la prise d'essai dans une éprouvette graduée (5.4.). Ajouter, à la prise d'essai, 50 ml de la solution de bleu de bromophénol (4.2.). Boucher l'éprouvette, puis agiter vigoureusement, durant 5 secondes exactement, en maintenant l'éprouvette en position horizontale et en la secouant de droite à gauche (12 agitations de 18 cm d'amplitude dans chaque direction correspondent approximativement au laps de temps prescrit).

6.5.3. Placer l'éprouvette dans le cadre de l'agitateur (5.5.), déclencher le chronomètre et mettre en marche l'agitateur. Après 5 minutes, retirer l'éprouvette de l'agitateur et ajouter, à son contenu, 25 ml du réactif pour l'essai de sédimentation (4.2.3.).

Retourner 3 ou 4 fois l'éprouvette, la replacer sur le cadre en remettant le chronomètre et l'agitateur en marche et poursuivre l'agitation durant 5 minutes.

6.5.4. Après les 5 minutes retirer l'éprouvette de l'agitateur et la mettre en position verticale, tout en remettant le chronomètre (5.7.) en fonctionnement.

6.5.5. Laisser reposer durant exactement 5 minutes le contenu de l'éprouvette, puis noter le volume du dépôt à 0,5 ml près.

6.5.6. Effectuer les opérations prévues dans le mode opératoire de sédimentation au moins deux fois sur des prises d'essai distinctes prélevées dans la même farine expérimentale (6.2.).

## 7. Expression des résultats.

### 7.1. Mode d'expression.

Le nombre indiquant le volume, exprimé en millilitres, du dépôt, noté en 6.5.5., représente l'indice de sédimentation.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des valeurs obtenues pour les essais si les conditions de répétabilité (voir 7.2.) sont remplies. Si les conditions de répétabilité ne sont pas satisfaites, répéter la détermination. Exprimer le résultat avec une décimale.

### 7.2. Répétabilité.

La différence entre les valeurs obtenues pour deux essais, effectués simultanément ou rapidement l'un après l'autre par le même analyste utilisant le même appareillage, ne doit pas dépasser 2 unités.

### 7.3. Reproductibilité.

La différence entre les valeurs obtenues pour deux essais, effectués sur le même échantillon dans deux laboratoires différents, ne doit pas dépasser :

2 unités (en valeur absolue) pour un indice de sédimentation inférieur à 40; 5 % (en valeur relative) de la valeur moyenne, pour un indice de sédimentation supérieur à 40.

## 1.5. INDICE DE CHUTE SELON HAGBERG

### 1. Sujet et domaine d'application.

Détermination du « Temps de chute » (méthode Hagberg-Perten) pour mesurer le degré d'activité alpha-amylasique du froment.

Méthode applicable à la mouture intégrale des grains ou à la farine.

### 2. Définition.

On définit comme « Temps de chute », le temps (exprimé en secondes) nécessaire pour agiter une suspension aqueuse de farine que l'on chauffe, et faire traverser par l'agitateur-viscosimètre une certaine épaisseur du gel d'amidon en train de se liquéfier.

### 3. Principe de la méthode.

La méthode du « Temps de chute » détermine l'activité alpha-amylasique sur le substrat original de la farine. Cette méthode réalise la gélatinisation rapide d'une suspension de farine, dans un bain-marie d'eau bouillante, et mesure la vitesse de liquéfaction de l'empois d'amidon par l'alpha-amylase.

### 4. Réactifs.

Eau distillée ou désionisée.

### 5. Appareillage.

Appareil Falling-Number.

Cet équipement consiste en :

5.1. Un bain-marie normalisé, de 15 cm de diamètre et de 20 cm de hauteur avec couvercle muni d'un support de tube viscosimétrique et d'une bague tournante pour maintenir le tube après son introduction dans le bain-marie.

L'appareil est équipé d'un condenseur pour réduire l'évaporation.

5.2. Réchaud électrique normalisé de 600 W.

5.3. Agitateur-viscosimètre normalisé. Ce pénétromètre possède, à sa base, une roue et sa tige porte 2 repères.

De afstand tussen de onderzijde van het wiel tot de bovenzijde van het onderste merkteken bedraagt 115 mm en de afstand tussen de bovenzijde van het onderste merkteken tot de onderzijde van het bovenste merkteken bedraagt 103 mm.

De agitatiestaaf moet vrij kunnen bewogen worden in een ebonieten stop. De massa van de agitatiestaaf, zonder stop, bedraagt  $25,00 \pm 0,05$  g.

5.4. Genormaliseerde nauwkeurige viscosimetriscbe buizen, gemaakt in speciaal glas, met zeer kleine toleranties betreffende de afmetingen : binnen diameter :  $21,00 \text{ mm} \pm 0,02 \text{ mm}$ ; buitendiameter :  $23,8 \text{ mm} \pm 0,25 \text{ mm}$ ; lengte  $220 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$ .

5.5. Genormaliseerde gummistoppen voor de viscosimetriscbe buizen.

5.6. Pipet van  $25,0 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ .

5.7. Automatische chronometer met optische en acoustische signalen om het juiste schudritme aan te geven (of klassieke chronometer).

5.8. Balans met een gevoeligheid van  $0,05 \text{ g}$ .

5.9. Passende laboratoriummolen (\*).

6. Staalneming.

Neem een representatief monster.

7. Werkwijze.

7.1. Voorbereiding van het monster.

Verwijder de stofdeeltjes en de grove onzuiverheden. Gebruik ongeveer  $300 \text{ g}$  graankorrels voor het malen.

Indien het proefmonster minder dan  $200 \text{ g}$  bedraagt, kunnen minder reproduceerbare resultaten verkregen worden.

7.1.1. Malen van de graankorrels.

De grootte van de gemalen tarwedeeltjes beïnvloedt het « Valgetal ».

Het is bijgevolg noodzakelijk dat er een meel bekomen wordt, waarvan de grootte van de deeltjes uniform is en beantwoordt aan die bekomen met de genormaliseerde molen (5.9.).

De doorval door zeven met de hiernavermelde maaswijdten moet ten minste beantwoorden aan volgende percentages :

- 100 % voor een maaswijdte van  $710 \mu\text{m}$ ;
- 94-98 % voor een maaswijdte van  $500 \mu\text{m}$ ;
- 55-70 % voor een maaswijdte van  $210 \mu\text{m}$ .

De zeefproef kan op de volgende manier uitgevoerd worden :

Zeef  $100 \text{ g}$  van de gemalen granen op een ronde zeef met een diameter van ongeveer  $22 \text{ cm}$ .

Schud de zeef met de hand in een horizontaal vlak gedurende  $3 \text{ minuten}$  en klop de zeef alle  $15 \text{ seconden}$  op een tafel.

De hogervermelde fijnheid kan verkregen worden door een laboratoriumhamermolen voorzien van een geperforeerde plaat van  $0,8 \text{ mm}$  te gebruiken. (Met de genormaliseerde molen, kan men graan met een zeer hoog vochtgehalte, hoger dan  $30 \%$  malen.)

De toevoer van de korrels naar de molen moet voorzichtig gebeuren, zodanig dat oververhitting en overlading worden voorkomen.

Het malen moet gedurende  $30$  tot  $40 \text{ seconden}$  voortgezet worden nadat het proefmonster in de molen werd gebracht.

Tot  $1 \%$  van de zemelen die op de rooster achterblijven mogen verwijderd worden. Meng het maaisel goed.

Om nauwkeurige resultaten te verkrijgen moet het « Valgetal » bij voorkeur bepaald worden op gemalen graan met een vochtgehalte van  $15 \%$ .

Om rekening te houden met het schommelend vochtgehalte wordt het gewicht van het monster berekend, dat beantwoordt aan een monster met een vochtgehalte van  $15 \%$ . (De tabel § 9.1. geeft rechtstreeks de massa van het monster in functie van het vochtgehalte van het maaisel.)

Deze hoeveelheden gelden ook voor de bepaling op meel.

7.2. Bepaling van het « Valgetal » (Normale methode :  $7 \text{ g}$  gemalen graan —  $25 \text{ ml}$  water).

Vul het waterbad met gedestilleerd water tot  $2$  à  $3 \text{ cm}$  onder de rand.

Breng het water aan de kook en zorg dat het hevig blijft koken gedurende de ganse proef.

Weeg  $7,0 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$  gemalen graan en giet deze over in de buis.

Pipetteer  $25 \text{ ml}$  gedestilleerd water van  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  in de viscosimetriscbe buis.

La distance du bas de la roue au sommet du repère inférieur est de  $115 \text{ mm}$  et la distance du sommet du repère inférieur au bas du repère supérieur est de  $103 \text{ mm}$ .

L'agitateur peut se mouvoir librement dans un bouchon d'ébonite. La masse de l'agitateur, sans le bouchon, est de  $25,00 \pm 0,05 \text{ g}$ .

5.4. Tubes viscosimétriques de précision, normalisés et faits en verre spécial, avec des tolérances de dimension très faibles diamètre intérieur  $21,00 \text{ mm} \pm 0,02 \text{ mm}$ ; diamètre extérieur  $23,8 \text{ mm} \pm 0,25 \text{ mm}$ ; longueur  $220 \text{ mm} \pm 0,3 \text{ mm}$ .

5.5. Bouchons de caoutchouc normalisés, pour des tubes viscosimétriques.

5.6. Pipette de  $25,0 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ .

5.7. Mesureur automatique de temps à signaux optiques et acoustiques pour donner le rythme correct d'agitation (ou chronomètre classique).

5.8. Balance (sensibilité  $\pm 0,05 \text{ g}$ ).

5.9. Broyeur de laboratoire approprié (\*).

6. Échantillonnage.

Prélever un échantillon représentatif.

7. Mode opératoire.

7.1. Préparation de la prise d'essai de grains.

Éliminer les poussières et les grosses impuretés. Préparer environ  $300 \text{ g}$  de grains pour le broyage.

Si la prise d'essai est inférieure à  $200 \text{ g}$ , les résultats obtenus peuvent être moins reproductibles.

7.1.1. Broyage des grains.

La taille des particules des grains broyés influe sur la valeur du « Temps de chute ».

Par conséquent, il est nécessaire d'avoir une mouture dont la taille des particules soit uniforme et qui corresponde à celle obtenue à l'aide du broyeur normalisé (5.9.).

Les grains broyés doivent passer au travers de tamis ayant les ouvertures de mailles suivantes :

- 100 % au travers de  $710 \mu\text{m}$ ;
- 94-98 % au travers de  $500 \mu\text{m}$ ;
- 55-70 % au travers de  $210 \mu\text{m}$ .

L'essai de tamisage peut être réalisé de la façon suivante :

Tamiser  $100 \text{ g}$  de l'échantillon de grains broyés, sur un tamis circulaire ayant approximativement  $22 \text{ cm}$  de diamètre.

Agiter le tamis à la main, dans un plan horizontal, pendant  $3 \text{ minutes}$ , en frappant le tamis sur la table toutes les  $15 \text{ secondes}$ .

La finesse de particules indiquée ci-dessus peut être obtenue en utilisant un broyeur à marteaux de laboratoire, équipé d'une tôle perforée de  $0,8 \text{ mm}$  d'ouverture. (Avec le broyeur normalisé, on peut broyer les grains jusqu'à un taux d'humidité très élevé, supérieur à  $30 \%$ .)

Le broyeur doit être alimenté en grains avec précaution, de façon à éviter l'échauffement et les surcharges.

Le broyage doit être poursuivi pendant  $30$  à  $40 \text{ secondes}$  après la fin de l'introduction de l'échantillon dans le broyeur.

On peut éliminer les sons restant sur la grille jusqu'à concurrence de  $1 \%$ . Bien mélanger l'ensemble du produit broyé.

Pour obtenir des résultats précis, le « Temps de chute » doit être déterminé de préférence sur du grain broyé dont la teneur en eau est de  $15 \%$ .

Pour tenir compte des teneurs en eau variables des moutures, il faudra calculer un poids d'échantillon correspondant à une prise d'essai ayant une teneur en eau de  $15 \%$ . (Le tableau § 9.1. indique directement la masse de la prise d'essai en fonction de la teneur en eau de la mouture.)

Ces quantités sont également valables pour la détermination sur farine.

7.2. Détermination du « Temps de chute » (Méthode normale :  $7 \text{ g}$  de mouture —  $25 \text{ ml}$  d'eau).

Remplir d'eau distillée le bain-marie, jusqu'à  $2$  ou  $3 \text{ cm}$  du bord supérieur.

Porter l'eau à l'ébullition et maintenir une vive ébullition pendant tout l'essai.

Peser  $7,0 \pm 0,05 \text{ g}$  de grain broyé et les verser dans le tube.

Pipeter  $25 \text{ ml}$  d'eau distillée à  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  et les verser dans le tube viscosimétrique.

(\*) Slago 200-A van de firma Kamas en KT 3100 van de firma Falling Number zijn genormaliseerd.

(\*) les broyeurs de la société Kamas Slago 200-A et KT 3100 de la firme Falling Number sont normalisés.

Stop de viscosimetriscbe buis met een gummi stop en schud deze krachtig met de hand 20 tot 30 maal, of meer indien nodig, om een homogene suspensie te verkrijgen.

Verwijder de stop en plaats de roerderviscosimeter in de buis en schrap er mee de rand en de wand van de buis af zodat de vastgekleefde bloem meegevoerd wordt.

Plaats de buis en de roerder in het kokend waterbad door de opening in het deksel.

Start de al dan niet automatische chronometer zodra de buis de bodem van het waterbad raakt.

Bevestig de viscosimeter met de draaibare ring.

Begin, juist 5 seconden na het indompelen van de viscosimetriscbe buis, met de hand te schudden op een ritme van twee schudbewegingen per seconde. Een roerbeweging = 1 opgaande beweging en 1 dalende beweging (d.w.z. 4 bewegingen per seconde).

De automatische chronometer geeft 2 signalen per seconde om het ritme bij het roeren te bewaren.

De amplitude van de roerbeweging wordt bepaald door de onderste ring van de roerder en de bodem van de proefbuis en de roerder moet ze beide lichtjes raken bij elke stijgende en dalende beweging.

Het is belangrijk de roersnelheid zo constant mogelijk te houden.

Na een tijd van in totaal 59 seconden, wordt de roerder op de hoogste stand gebracht d.w.z. dat de onderste ring in aanraking is met de ebonieten stop, die vast verbonden is door de draaibare ring met de viscosimetriscbe buis.

De roerder wordt een ogenblik in deze stand gehouden en wordt dan losgelaten juist 60 seconden nadat de chronometer werd gestart.

Wanneer een automatische chronometer wordt gebruikt, dan wordt het microkontakt, bestemd om de tijd te meten, met behulp van een draaiende beweging dichtbij de roerder geplaatst.

Wanneer de roerder zo diep de suspensie doordrongen heeft, onder invloed van de zwaartekracht (d.w.z. zijn eigen gewicht), dat het onderste gedeelte van de bovenste ring op de hoogte van het bovenste vlak van de ebonieten stop gekomen is, wordt de chronometer automatisch (of met de hand) stilgelegd en rinkelert er een bel.

## 8. Uitdrukking van de resultaten.

### 8.1. Berekeningsmethode.

De totale tijdsduur, uitgedrukt in seconden, vanaf het onderdompelen van de viscosimetriscbe buis in het waterbad tot het ogenblik dat de roerder helemaal de gelatineuse suspensie doorgedrongen heeft, noemt men het « Valgetal ». De roertijd is inbegrepen in het « Valgetal ».

### 8.2. Herhaalbaarheid.

Het verschil tussen de resultaten van twee dezelfde analyses aan hetzelfde monster uitgevoerde parallele bepalingen mag niet meer bedragen dan  $\pm 5\%$  van de gemiddelde waarde.

Het belang van een goede staalneming dient te worden onderstreept, want er kunnen verschillen in de alfa-amylaseactiviteit vastgesteld worden bij proefmonsters van onvoldoend gehomogeniseerde monsters.

## 9. Opmerkingen.

### 9.1. Juiste massa als functie van het vochtgehalte.

Volgende tabel geeft de massa aan die men moet afwegen rekening houdend met het vochtgehalte van het monster om 7 g meel met een vochtgehalte van 15% en het toevoegen van water constant te houden op een waarde van 25 ml.

9.2. Een automatisch toestel dat dezelfde resultaten geeft kan eveneens gebruikt worden.

Teneur en eau	Prise d'essai
Vochtgehalte	Proefmonster
%	g
9,0	6,42
9,2	6,44
9,4	6,46
9,6	6,47
9,8	6,49
10,0	6,51
10,2	6,53
10,4	6,55
10,6	6,56
10,8	6,58
11,0	6,60
11,2	6,62
11,4	6,64

Boucher le tube viscosimétrique avec le bouchon de caoutchouc, et agiter vigoureusement à la main 20 à 30 fois, ou plus si nécessaire, afin d'obtenir une suspension uniforme.

Enlever le bouchon et placer l'agitateur-viscosimètre dans le tube, en raclant les bords et les parois du tube à essais, de façon à entraîner la farine adhérente.

Placer le tube et l'agitateur à l'intérieur du bain-marie à eau bouillante, au travers du trou percé dans le couvercle.

Déclancher le mesureur automatique de temps ou le chronomètre, dès que le tube touche le fond du bain-marie.

Fixer le tube viscosimétrique à l'aide de l'attache tournante.

Exactement 5 secondes après l'immersion du tube viscosimétrique, commencer à agiter la suspension à la main à la cadence de deux agitations par seconde; une agitation = 1 mouvement ascendant et 1 mouvement descendant (c'est-à-dire 4 mouvements par seconde).

Le chronomètre automatique donne 2 signaux par seconde afin de faire respecter le rythme de l'agitation.

L'amplitude du mouvement d'agitation est déterminée par la bague inférieure de l'agitateur et le fond du tube à essais et l'agitateur doit les toucher légèrement à chaque mouvement ascendant et descendant.

Il est important de maintenir la vitesse d'agitation rigoureusement constante.

Après un temps total de 59 secondes, l'agitateur est placé en position haute, c'est-à-dire que la bague inférieure est au contact du bouchon d'ébonite qui est solidaire du tube viscosimétrique par l'attache tournante.

L'agitateur est maintenu un instant dans cette position haute, de telle sorte qu'il soit libéré exactement 60 secondes après le déclenchement du chronomètre.

Lorsque l'on utilise le mesureur de temps automatique, le microkontakt pour la mesure du temps est placé par rotation près de l'agitateur.

Lorsque l'agitateur a pénétré par gravité (c'est-à-dire par son propre poids) dans la suspension de telle façon que la partie inférieure de la bague supérieure arrive au niveau de la surface supérieure du bouchon d'ébonite, le compteur est automatiquement arrêté et une sonnerie retentit. (Si l'on utilise un chronomètre, il faut l'arrêter à la main.)

## 8. Expression des résultats.

### 8.1. Méthode de calcul.

Le temps total, en secondes, compté à partir de l'immersion du tube à essais dans le bain-marie, jusqu'au moment où l'agitateur s'est enfoncé complètement dans la suspension gélatinisée, représente le « Temps de chute ». Le temps d'agitation est inclus dans le « Temps de chute ».

### 8.2. Répétabilité.

Des essais de répétabilité sur le même échantillon ne doivent pas présenter d'écarts supérieurs à  $\pm 5\%$  de la valeur moyenne.

Il faut souligner l'importance d'un échantillonnage correct, car des différences dans l'activité alpha-amylasique peuvent se rencontrer lorsque les prises d'essai sont effectuées dans des échantillons insuffisamment homogénéisés.

## 9. Remarques.

### 9.1. Masse correcte de la prise d'essai selon sa teneur en eau.

Le tableau suivant précise la masse de la prise d'essai qu'il est nécessaire de prélever selon la teneur en eau de l'échantillon pour correspondre à 7 g de farine à une hydratation de 15% et maintenir l'addition d'eau à une valeur constante de 25 ml.

9.2. Un appareil automatique donnant les mêmes résultats est aussi utilisable.

Teneur en eau	Prise d'essai
Vochtgehalte	Proefmonster
%	g
13,4	6,84
13,6	6,86
13,8	6,88
14,0	6,90
14,2	6,92
14,4	6,94
14,6	6,96
14,8	6,98
15,0	7,00
15,2	7,02
15,4	7,04
15,6	7,06
15,8	7,08

Teneur en eau	Prise d'essai	Teneur en eau	Prise d'essai
Vochtgehalte	Proefmonster	Vochtgehalte	Proefmonster
%	g	%	g
11,6	6,66	16,0	7,11
11,8	6,68	16,2	7,13
12,0	6,70	16,4	7,15
12,2	6,72	16,6	7,17
12,4	6,74	16,8	7,19
12,6	6,76	17,0	7,22
12,8	6,78	17,2	7,24
13,0	6,80	17,4	7,26
13,2	6,82	17,6	7,29
		17,8	7,31

### 9.3 Belang van de agitatie.

De agitatie is de belangrijkste stap tijdens de bepaling van het « Valgetal ».

Men moet met de grootste zorgvuldigheid over het juiste ritme van het agiteren waken, want de ervaring toont aan dat ritmeschommelingen grote veranderingen in resultaten veroorzaken.

Men vermindert de foutenoorzaken door een automatische chronometer te gebruiken, die met behulp van geluid- en lichtsignalen het juiste ritme aangeeft.

De methode wordt uiterst eenvoudig door het gebruik van een mechanisch schudapparaat. Er bestaan 2 uitvoeringen : half en volledig automatisch.

## 1.6. METHODE VOOR DE BEPALING VAN GEKIEMDE GRANEN EN ONZUIVERHEDEN

### 1. Onderwerp en toepassingsgebied.

Methode voor het bepalen van de gekiemde granen en onzuiverheden in een homogeen gemaakt monster van tarwe.

### 2. Principe.

Het monster wordt uitgezeefd op 3,5 en 1 mm zeven; van de tussenliggende fractie wordt een deelmonster van 50-100 g manueel uitgezocht. De onzuiverheden en de gekiemde granen worden uitgezocht en gewogen.

### 3. Apparatuur.

3.1. Een monsterverdeler geschikt voor granen.

3.2. Een balans van 1 kg op 0,01 g nauwkeurig.

3.3. Zeven van 200-250 mm diameter met langwerpige mazen van 1 mm, 2 mm, 3,5 mm eventueel gemonteerd op een automatisch schudtoestel.

3.4. Een benen spatel.

3.5. Een pincet.

### 4. Bepaling.

4.1. Een homogeen gemaakt monster van 250 g wegen op 0,01 g nauwkeurig (E) en uitzeven op zeven met langwerpige mazen van 3,5 mm en 1 mm (3.3.) en dit gedurende 30 seconden per zeef.

De delen die op de zeef van 3,5 mm blijven liggen en degene die door de zeef van 1 mm doorvallen, worden als onzuiverheden beschouwd.

Eventuele grote klonters of graanballen die granen bevatten en die op de zeef van 3,5 mm blijven liggen worden gevoegd bij de gezuiverde fractie (fractie kleiner dan 3,5 mm en groter dan 1 mm).

Op de fractie kleiner dan 1 mm de eventueel aanwezige levende parasieten uitzoeken en de aanwezigheid afzonderlijk op het analyseverslag vermelden.

4.2. De fractie kleiner dan 3,5 mm en groter dan 1 mm van het monster wordt op 0,01 g nauwkeurig gewogen (E') en in een monsterverdeler gehomogeniseerd. Een deelmonster van 50 — 100 g wordt op 0,01 g nauwkeurig afgewogen (M).

4.3. Met behulp van een benen spatel het monster (4.2.) uitspreiden en met een pincet de gebroken korrels, vreemde granen en zaden, door insecten aangetaste korrels, bevroren korrels, gekiemde korrels, graankorrels met een verkleurde kiem, levende parasieten en dode insecten uitsorteren.

Eventuele grote klonters of graanballen verkrumelen waarna de aanwezige onzuiverheden worden uitgesorteerd.

Stenen, zandkorrels, strodeeltjes zijn als onzuiverheden te beschouwen.

4.4. Het uitgezuiverde deelmonster op een zeef met langwerpige mazen van 2 mm gedurende 30 seconden zeven.

De delen die door de zeef vallen zijn te beschouwen als verschrompelde korrels en zijn bij de onzuiverheden bij te rekenen.

Alle als onzuiverheid uitgesorteerde delen samen wegen op 0,01 g nauwkeurig (m).

### 9.3. Importance de l'agitation.

L'agitation est la phase capitale de la détermination du « Temps de chute ».

On doit veiller avec le plus grand soin à respecter le rythme correct d'agitation, car l'expérience montre que des variations de rythme provoquent de grandes fluctuations de résultats.

On réduit les causes d'erreur en se servant du mesureur automatique de temps, qui, grâce à ses signaux sonores et lumineux, indique le rythme correct.

La méthode est simplifiée à l'extrême par l'emploi d'un agitateur mécanique. Il en existe 2 versions : semi automatique et entièrement automatique.

## 1.6. METHODE POUR LE DOSAGE DES GRAINS GERMES ET DES IMPURETES.

### 1. Sujet et domaine d'application.

Méthode pour le dosage des grains germés et des impuretés dans un échantillon homogénéisé de blé.

### 2. Principe.

Un échantillon est passé par deux tamis : l'un à fentes de 3,5 mm et l'autre à fentes de 1 mm; on prend de la fraction intermédiaire un échantillon partiel de 50 à 100 g et on trie à la main les impuretés et les grains germés et on les pèse.

### 3. Appareillage.

3.1. Un diviseur d'échantillons adapté pour les grains.

3.2. Une balance de 1 kg (sensibilité 0,01 g).

3.3. Tamis avec un diamètre de 200-250 mm à fentes de 1 mm, 2 mm, 3,5 mm. Les tamis seront éventuellement montés sur une table de vibration.

3.4. Une spatule de corne.

3.5. Une pincette.

### 4. Dosage.

4.1. Un échantillon homogénéisé de 250 g est pesé à 0,01 g près (E) et est tamisé sur des tamis à fentes de 3,5 mm et 1 mm (3.3.) pendant une demi-minute pour chacun et de préférence montés sur une table de vibration.

Les éléments retenus par le tamis à fentes de 3,5 mm et ceux qui passent à travers le tamis à fentes de 1 mm doivent être considérés comme impuretés proprement dites.

Les grumeaux ou les balles qui contiennent des grains et qui ne passent pas le tamis de 3,5 mm sont ajoutés à la fraction nettoyée (fraction plus petite que 3,5 mm et plus grande que 1 mm).

Lors du passage à travers le tamis à fente de 1 mm, il faudra rechercher les prédateurs vivants éventuellement présents et mentionner leur présence dans le bulletin d'analyses.

4.2. Peser à 0,01 g près (E') et homogénéiser la fraction intermédiaire (fraction plus petite que 3,5 mm et plus grande que 1 mm) à l'aide d'un diviseur d'échantillons et on en prélève un échantillon partiel de 50 à 100 g qu'on pèse avec une précision de 0,01 g (M).

4.3. Il convient ensuite, à l'aide d'une spatule de corne d'étaler cet échantillon partiel et d'en extraire à l'aide d'une pincette les grains brisés, autres grains et céréales, grains attaqués par les prédateurs, grains détériorés par le gel, grains germés, grains présentant des colorations du germe, les prédateurs vivants et insectes morts.

Les grumeaux ou balles de grains sont émiettés et les impuretés triés.

Les pierres, les grains de sable, les fragments de paille sont à considérer comme des impuretés.

4.4. L'échantillon partiel est ensuite passé durant une demi-minute par un tamis à fentes de 2 mm.

Les grains qui passent à travers ce tamis sont considérés comme grains échaudés et sont ajoutés aux impuretés.

Les groupes qui ont été triés comme impuretés sont pesés au plus juste et à 0,01 g près (m).

## 5. Resultaat.

E = gehomogeniseerd monster  
 E' = gezeefde tussenfractie (4.1.)  
 M = deelmonster (4.2.)  
 m = onzuiverheden (4.4.)

De totale onzuiverheden worden op 0,1 % nauwkeurig als volgt berekend uitgedrukt in percent

$$100 - \frac{E'}{E} \times \left[ 100 - \left( \frac{m}{M} \times 100 \right) \right] \%$$

## 6. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen twee in snelle opeenvolging door dezelfde analyst uitgevoerde bepalingen mag niet meer bedragen dan 10 % relatief.

## 7. Opmerking.

Voor de bepaling van onzuiverheden alleen wordt dezelfde procedure gevolgd tot en met 4.3., maar gekiemde granen, door insecten aangetaste korels, door vorst beschadigde korels en graankorrels met verkleurde kiem worden niet bij de onzuiverheden gerekend.

## 1.7. BEPALING VAN HET NATUURGEWICHT

## 1. Onderwerp en toepassingsgebied.

De methode wordt gebruikt voor de bepaling van het natuurgewicht van tarwe.

## 2. Principe.

Bij middel van een konform verklaard en geijkt meettoestel met een capaciteit van 20 l, 1 l of 1/4 l wordt het natuurgewicht bepaald.

## 3. Apparatuur.

Meettoestel voor het natuurgewicht met een capaciteit van 20 l, 1 l of 1/4 l konform aan de bepalingen van het koninklijk besluit van 14 maart 1975 betreffende de definitie en de meting van het E.E.G. natuurgewicht en het natuurgewicht van graangewassen (*Belgisch Staatsblad* 3 juli 1975), ten hoogste sinds 4 jaar geijkt door de metrologische dienst.

## 4. Bepaling.

Voor het uitvoeren van de bepaling moet de handleiding, door de constructeur bij het toestel geleverd, gevolgd worden rekening houdende met de opmerkingen of aanwijzingen door de metrologische dienst bij het toestel gevoegd.

## Bijlage II

## 2. 1. RUW EIWITGEHALTE OP DROGE STOF (N.I.R.)

## 1. Titel.

Genormaliseerde methode voor de analyse van tarwe door reflexie-spectrometrie in het nabije infrarood.

## 2. Toepassingsgebied.

Deze werkwijze kan toegepast worden op de dosering van ruw eiwit en van het vochtgehalte in tarwe.

## 3. Definitie.

De analyse die uitgevoerd wordt op gemalen graankorrels is gebaseerd op de energieabsorptie in het nabije infrarood op specifieke golflengten van peptidebindingen in de proteïnen en van de OH-bindingen van de watermoleculen.

## 4. Principe.

De analyse door reflexie in het nabije infrarood berust op een ijking die bekomen werd door een geschikte genormaliseerde methode.

Een dergelijke ijking veronderstelt het bestaan van een aangepast empirisch model, waarmee de concentratie van de bestanddelen kan worden voorspeld door een lineaire combinatie van reflectiegegevens die op verscheidene golflengten gemeten worden. De vergelijking die hieruit resulteert bezit een constante term. De analyse van graangewassen is gebaseerd op de energieabsorptie in het nabije infrarood bij de specifieke golflengten.

## 5. Résultat.

E = échantillon homogénéisé  
 E' = fraction intermédiaire (4.1.)  
 M = échantillon partiel (4.2.)  
 m = impuretés (4.4.)

Les impuretés totales exprimées en pourcentage de l'échantillon total sont calculées comme suit et exprimées à 0,1 % près

$$100 - \frac{E'}{E} \times \left[ 100 - \left( \frac{m}{M} \times 100 \right) \right] \%$$

## 6. Répétabilité

La différence entre deux valeurs obtenues lors de deux déterminations effectuées simultanément ou à bref intervalle par le même analyste, ne doit pas dépasser 10 % relatif.

## 7. Remarque.

Pour la détermination des impuretés et non des grains germés, la même méthode est suivie jusqu'au point 4.3. inclus, mais les grains germés, les grains attaqués par les prédateurs, les grains détériorés par le gel et les grains présentant des colorations du germe ne sont pas considérés comme des impuretés.

## 1.7. MESURAGE DE LA MASSE A L'HECTOLITRE

## 1. Sujet et domaine d'application.

La méthode est applicable pour le mesurage de la masse à l'hectolitre du blé.

## 2. Principe.

On dose la masse à l'hectolitre au moyen d'un appareil déclaré conforme et calibré et d'un contenu de 20 l, 1 l ou 1/4 l.

## 3. Appareillage.

Appareil pour mesurer la masse à l'hectolitre avec une capacité de 20 l, 1 l ou 1/4 l conforme aux déterminations de l'arrêté royal du 14 mars 1975 relatif à la définition et au mesurage de la masse à l'hectolitre C.E.E. et de la masse à l'hectolitre des céréales (*Moniteur belge* 3 juillet 1975) et calibré par le service métrologique depuis moins de 4 ans.

## 4. Détermination.

On suit, pour la détermination de la masse à l'hectolitre, le mode opératoire de l'appareil en tenant compte des remarques et des indications ajoutées à l'appareil par le service métrologique.

## Annexe II

## 2. 1. PROTEINE BRUTE SUR MATIERE SECHE (N.I.R.)

## 1. Titre.

Méthode normalisée d'analyse du froment par spectrométrie de réflexion dans le proche infrarouge.

## 2. Domaine d'application.

Ce procédé est applicable au dosage de la protéine brute et de l'humidité dans le froment.

## 3. Définition.

L'analyse effectuée sur grains broyés est basée sur l'absorption d'énergie dans le proche infrarouge à des longueurs d'onde spécifiques des liaisons peptidiques au sein des protéines et des liaisons OH des molécules d'eau.

## 4. Principe.

L'analyse par réflexion dans le proche infrarouge repose sur un étalonnage obtenu par une méthode normalisée appropriée.

Un tel étalonnage suppose l'existence d'un modèle empirique adapté, dans lequel la concentration des constituants peut être prédite par une combinaison linéaire de données de réflectance mesurées à diverses longueurs d'onde. L'équation qui en résulte possède un terme constant. L'analyse des céréales est basée sur l'absorption d'énergie dans le proche infrarouge, à des longueurs d'onde qui sont spécifiques.

Om de variaties van basislijn te verbeteren, is het noodzakelijk metingen uit te voeren op referentiehoogten en op de bekomen gegevens een mathematische bewerking uit te voeren.

#### 5. Reagens.

Er wordt geen enkel reagens gebruikt.

#### 6. Apparatuur.

##### 6.1. Nabij infrarood spectrometer 1100 tot 2500 nm.

Er zijn verschillende firma's die diverse soorten van instrumenten vervaardigen die gebaseerd zijn op het principe uiteengezet in 4. Het gebruikte apparaat moet beantwoorden aan de in 8.2. en 8.3. omschreven specificaties.

6.2. Molen die uitgerust is met een zeef met een maasgrootte van 0,5 tot 1,0 mm (bij voorbeeld KT 3100, KT 120, Kamas SKB 200, Udy Cyclone Mill of Retsch Ultracentrifugal mill, Cyclatec). Voor de bepaling van het vochtgehalte van granen komt alleen een molen met waterkoeling in aanmerking (bij voorbeeld IKA).

6.3. Electronische rekenmachine met statistische functie of kleine computer. Het vereiste rekenvermogen is afhankelijk van het soort instrument, en is ook verschillend voor het gebruik van een reeds vastgelegde ijking of voor de verwezenlijking van nieuwe ijkingen.

#### 7. Werkwijze.

##### 7.1. Bereiding van het monster.

— Alle monsters malen met dezelfde molen en dezelfde zeef (de werkwijze is afhankelijk van het gebruikte apparaat).

— De monsters homogeniseren. Deze operaties moeten met de grootste zorg uitgevoerd worden.

De nabij infrarood-metingen zijn in geringe mate maar significant afhankelijk van de temperatuur; het is noodzakelijk hiermee rekening te houden wanneer het apparaat of de monsters variaties vertonen van 5 °C of meer.

##### 7.2. Reflectiemetingen in het nabije infrarood.

Bij het gebruik van het apparaat dienen de aanwijzingen van de fabrikant gevolgd te worden.

De dagelijkse controles die eventueel door de bouwer aanbevolen zijn, het onderhoud van het optische gedeelte, van de meetreferentie en van de ruimte waarin het monster gebracht wordt moeten zorgvuldig gebeuren. Het is van belang dat de monsters steeds op dezelfde manier in het apparaat aangebracht worden.

##### 7.3. Ijking van het apparaat.

Het apparaat wordt geijkt met behulp van een verzameling monsters (minimum 40) waarvan de samenstelling gekend is en bepaald werd door referentie-methoden zoals voor de proteïnen of voor de vochtigheid. Deze monsters moeten zeer goed gekozen zijn :

Ze moeten representatief zijn voor de produkten die later geanalyseerd worden en regelmatig verspreid zijn over de normale gamma van concentratievariatie van het bestudeerde bestanddeel.

De mathematische bewerkingen, waardoor het mogelijk wordt ijkingvergelijkingen op te stellen, zijn erg complex; naargelang van het gebruikte instrument zijn verschillende benaderingen mogelijk. Wat ook de mathematische bewerking is, de bekomen voorspellingsvergelijking, toegepast op een verzameling monsters, verschillend van deze die gediend hebben voor de ijking, moet leiden tot een nauwkeurigheid van de resultaten (geschat door de statistische methoden beschreven in 8.5.) die te vergelijken is met deze die aanbevolen wordt in 8.2. en 8.3.

##### 7.4. Overbrenging van de ijkingen.

In sommige gevallen kunnen de constante waarden rechtstreeks van één instrument overgebracht worden naar een ander van dezelfde soort. Men moet evenwel voor ieder instrument afzonderlijk de afwijking bepalen door middel van de methode die beschreven wordt in 7.5.

##### 7.5. Beoordeling van de ijking.

— Men kiest een verzameling van minstens 20 monsters die verschillen van deze die gebruikt werden voor de ijking.

— Verifiëren of de waardeschaal gelijk is aan deze van de ijking monsters.

— De analytische waarden bepalen door gebruik te maken van de referentiemethode en van de nabije infraroodspectroscopie.

— Door de methode van de kleinste kwadratie de vergelijking van de regressierechte opstellen in de vorm :  $y = a + b(x)$ , waarbij  $y$  staat voor de referentie-analysewaarden en  $x$  voor de waarden die voorspeld worden door de nabije infraroodspectroscopie.

Pour corriger les variations de ligne de base, il est indispensable d'effectuer des mesures à des longueurs d'onde de référence et de soumettre les données obtenues à un traitement mathématique.

#### 5. Réactif.

Aucun réactif n'intervient.

#### 6. Appareillage.

##### 6.1. Spectromètre dans le proche infrarouge 1100 à 2500 nm.

Plusieurs firmes fabriquent divers types d'instruments basés sur le principe exposé en 4. L'appareil utilisé doit répondre aux spécifications décrites en 8.2. et 8.3.

6.2. Broyeur équipé d'un tamis à mailles entre 0,5 et 1,0 mm (par exemple KT 3100, KT 120, Kamas SKB 200, « Udy Cyclone mill » ou « Retsch Ultracentrifugal mill, Cyclatec »). Pour la détermination de l'humidité de grains seul un broyeur à refroidissement d'eau doit être retenu (par exemple IKA).

6.3. Calculatrice électronique avec fonction statistique ou petit ordinateur. La puissance de calcul requise dépend du type d'instrument. Elle est également différente pour l'utilisation d'un étalonnage déjà établi ou pour la création de nouvelles calibrations.

#### 7. Mode opératoire.

##### 7.1. Préparation de l'échantillon.

— Broyer l'ensemble des échantillons avec le même broyeur et le même tamis (le mode opératoire dépend de l'appareil utilisé).

— Homogénéiser les échantillons. Le plus grand soin doit être apporté à ces deux opérations.

Les mesures proche infrarouge dépendent faiblement mais significativement de la température, il est indispensable d'en tenir compte si l'appareil ou les échantillons sont soumis à des variations égales ou supérieures à  $\pm 5$  °C.

##### 7.2. Mesures des réflectances dans le proche infrarouge.

Utiliser l'appareil suivant les instructions données par le fabricant.

Les contrôles journaliers éventuellement recommandés par le constructeur, l'entretien de la partie optique, de la référence de mesure et du support d'échantillon doivent être effectués avec soin. Il est essentiel de présenter les échantillons dans l'appareil toujours de la même manière.

##### 7.3. Etalonnage de l'appareil.

Étalonner l'appareil à l'aide d'une collection d'échantillons (minimum 40) de composition connue, déterminée par des méthodes de référence pour les protéines ou pour l'humidité. Ces échantillons doivent être choisis judicieusement :

il faut qu'ils soient représentatifs des produits analysés par la suite et distribués régulièrement sur la gamme normale de variation de concentration du constituant étudié.

Les traitements mathématiques qui permettent d'établir les équations d'étalonnage sont complexes; différentes approches sont possibles, suivant l'instrument utilisé. Quel que soit le traitement mathématique, l'équation de prédiction obtenue, appliquée à une collection d'échantillons différents de ceux ayant servi à la calibration, doit conduire à une exactitude des résultats (estimée par les méthodes statistiques décrites en 8.5.) comparable à celle recommandée en 8.2. et 8.3.

##### 7.4. Transfert des étalonnages.

Dans certains cas, les constantes peuvent être transférées directement d'un instrument à un autre du même type. Il faut toutefois déterminer séparément le biais pour chaque instrument au moyen de la méthode décrite en 7.5.

##### 7.5. Evaluation de l'étalonnage.

— Choisir une collection d'au moins 20 échantillons différents de ceux ayant servi à l'étalonnage.

— Vérifier que la gamme de valeurs est semblable à celle des échantillons d'étalonnage.

— Déterminer les valeurs analytiques par la méthode de référence et par spectroscopie proche infrarouge.

— Établir par la méthode des moindres carrés l'équation de la droite de régression de la forme suivante :  $y = a + b(x)$ , où  $y$  représente les valeurs d'analyse de référence et  $x$  celles prédites par spectroscopie proche infrarouge.

De coëfficiënten a en b worden door de volgende formules gegeven:

$$b = \frac{\sum (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum (x_i - \bar{x})^2} = \frac{\sum x_i y_i - n\bar{x}\bar{y}}{\sum x_i^2 - n\bar{x}^2}$$

$$a = \bar{y} - b\bar{x}$$

Met:

$x_i$  = waarde voorspeld door nabij infrarood voor monster i.  
 $y_i$  = waarde waargenomen door de referentieanalyse voor monster i.  
 $\bar{x}$  = gemiddelde van de voorspelde waarden.  
 $\bar{y}$  = gemiddelde van de waargenomen waarden.  
 n = aantal monsters.  
 $\Sigma$  = staat voor de som van 1 tot n.

Wat de twee equivalente formules voor b betreft, is de eerste beter geschikt voor programmering op de computer omdat ze minder onderhevig is aan afrondingsfouten, terwijl de tweede gemakkelijker te gebruiken is bij de manuele berekening, vooropgesteld dat men voldoende decimale getallen weerhoudt in de tussenliggende stappen van de berekening.

#### a) Distorsietest.

De t van Student van de methode van de kleinste kwadraten met de onderstaande formule berekenen:

$$t = \frac{1 - b}{s / \sqrt{\sum (x_i - \bar{x})^2}}$$

Deze test laat toe te bepalen of de helling b significant verschillend is van 1.

Indien t groter is dan 2 — onafhankelijk van het teken — vertoont de ijking een distorsie en is er geen afwijking. In dat geval is het beter over te gaan tot een nieuwe ijking van het instrument. Men kan ook de distorsie verbeteren door alle coëfficiënten ( $K_0$ , inbegrepen) te vermenigvuldigen met b en door vervolgens a toe te voegen aan  $K_0$ .

#### b) Afwijkingstest.

Indien er geen distorsie is, kan men de afwijking testen met de volgende formule:

$$t = \frac{\sum d_i / n}{\sqrt{\frac{1}{n} \sum d_i^2 - (\sum d_i)^2 / n^2}}$$

waarbij  $d_i = x_i - y_i$  (teken blijft behouden)

Indien t groter is dan 2 — onafhankelijk van het teken — vertoont de ijking een afwijking en moet men het gemiddelde verschil ( $d_i$ ) aftrekken van  $K_0$ . Niet aanpassen wanneer t kleiner is dan 2.

#### c) Controle van de nauwkeurigheid.

De standaardafwijking berekenen van de verschillen tussen de nabij infraroodanalyses en de referentiemethoden:

$$s_d = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{n}}$$

De beste manier om de nauwkeurigheid na te gaan, is een groot aantal monsters te gebruiken die gedurende een bepaalde periode geanalyseerd werden; in dat geval moet de standaardafwijking zich bevinden binnen de in 8.3. aangegeven grenzen. Indien men evenwel slechts een reeks van 20 monsters gebruikt om de resultaten te vergelijken, moet men 25 % bijkomend toevoegen aan de grenzen, om rekening te houden met de schattingsfout van  $s_d$  aangezien n klein is.

#### 7.6. Bepaling.

De ijkingsconstanten  $K_0, K_1, \dots$  invoeren; de monsters bereiden zoals beschreven werd in 7.1. en de aanwijzingen lezen volgens 7.2. Het apparaat geeft dan het ruw eiwit ( $P_g$ ) en het vochtgehalte ( $M_g$ ) van het monster van gemalen tarwe aan.

Les coefficients a et b sont donnés par les formules suivantes:

Avec:

$x_i$  = valeur prédite par proche infrarouge pour l'échantillon i.  
 $y_i$  = valeur observée par l'analyse de référence pour l'échantillon i.  
 $\bar{x}$  = moyenne des valeurs prédites.  
 $\bar{y}$  = moyenne des valeurs observées.  
 n = nombre d'échantillons.  
 $\Sigma$  = représente la somme de 1 à n.

Quant aux deux formules équivalentes pour b, la première se prête mieux à la programmation sur ordinateur, parce qu'elle est moins sujette aux erreurs arrondies, tandis que la seconde est plus facile à manier dans le calcul manuel, pourvu que l'on retienne assez de décimales dans les étapes intermédiaires du calcul.

#### a) Test de distorsion.

Calculer le t de Student de la méthode des moindres carrés, avec la formule ci-dessous:

$$s = \frac{\sqrt{\sum (y_i - \bar{y})^2 - b^2 \sum (x_i - \bar{x})^2}}{n - 2}$$

Ce test permet de déterminer si la pente b est significativement différente de 1.

Si t est plus grand que 2 — indépendamment du signe — l'étalonnage présente une distorsion, et la question d'un biais ne se pose pas. Dans ce cas, le mieux est de procéder à un nouvel étalonnage de l'instrument. On peut aussi corriger la distorsion en multipliant tous les coefficients (y compris  $K_0$ ) par b et en ajoutant ensuite a à  $K_0$ .

#### b) Test de biais.

S'il n'y a pas de distorsion, on peut alors tester le biais par la formule suivante:

$$t = \frac{\sum d_i / n}{\sqrt{\frac{1}{n} \sum d_i^2 - (\sum d_i)^2 / n^2}}$$

où  $d_i = x_i - y_i$  (signe conservé)

Si t est plus grand que 2 — indépendamment du signe — l'étalonnage présente un biais et il faut soustraire la différence moyenne ( $d_i$ ) de  $K_0$ . Ne pas ajuster si t est plus petit que 2.

#### c) Contrôle de l'exactitude.

Calculer l'écart-type des différences entre les analyses proche infrarouge et les méthodes de référence:

$$s_d = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{n}}$$

La meilleure manière de contrôler l'exactitude est d'employer un grand nombre d'échantillons qui ont été analysés pendant une certaine période; dans ce cas, l'écart type des différences doit se trouver dans les limites indiquées en 8.3. Cependant, si l'on n'emploie qu'une série de 20 échantillons pour comparer les résultats, il faut ajouter 25 % supplémentaires aux limites, pour tenir compte de l'erreur d'estimation de  $s_d$  lorsque n est petit.

#### 7.6. Détermination.

Entrer les constantes d'étalonnage  $K_0, K_1, \dots$ ; préparer les échantillons de la manière décrite en 7.1. et faites la lecture selon 7.2. L'appareil indique alors les teneurs en protéine brute ( $P_g$ ) et en humidité ( $M_g$ ) de l'échantillon de froment broyé.

## 8. Voorstelling van de resultaten.

## 8.1. Berekening.

$$\% \text{ water} = M_g$$

$$\% \text{ ruw eiwit in de droge stof} =$$

$$\frac{P_g \times 100}{100 - M_g}$$

## 8.2. Nauwkeurigheid van de bepaling.

De standaardafwijking tussen twee herhalingen ( $s_r$ , 8.5.) mag niet groter zijn dan 0,10 % voor de proteïnen en het water in de gemalen tarwe of de bloem, en niet groter dan 0,20 % voor het vocht in de volledige tarwekorrels.

## 8.3. De juistheid van de bepaling.

De standaardafwijking van de verschillen tussen de nabij infrarood analysemethode en de referentiemethode ( $s_d$ , 8.5.) mag niet groter zijn dan 0,20 % voor het vochtgehalte van het graan en 0,30 % voor het ruw eiwit gehalte ervan.

Wanneer een ijking geldig verklaard werd, door het feit dat men noch distorsie, noch een significante afwijking heeft kunnen ontdekken en dat ze voldoet aan de hogergenoemde nauwkeurigheidseisen, zal het over het algemeen lange tijd niet nodig zijn verdere correcties aan te brengen.

Het is evenwel aan te raden de ijkingen op geregelde tijdstippen te controleren door middel van referentiemethoden; dit moet minstens één maal per seizoen gebeuren en bij voorkeur bij het begin van de oogst en periodisch.

Gezien om gevoegd te worden bij het ministerieel besluit van 26 augustus 1988.

De Staatssecretaris voor Landbouw,  
P. DE KEERSMAEKER

## 8. Présentation des résultats.

## 8.1. Calcul.

$$\% \text{ d'eau} = M_g$$

$$\% \text{ de protéine brute dans la substance sèche} =$$

$$\frac{P_g \times 100}{100 - M_g}$$

## 8.2. Précision de la détermination.

L'écart type entre deux répétitions ( $s_r$ , 8.5.) ne doit pas dépasser 0,10 % pour la protéine et l'eau dans le froment broyé ou la farine, ni 0,20 % pour l'humidité de grains de froment entiers.

## 8.3. Exactitude de la détermination.

L'écart type des différences entre la méthode d'analyse proche infrarouge et la méthode de référence ( $s_d$ , 8.5.) ne doit pas dépasser 0,20 %, pour la teneur en humidité du froment et 0,30 % pour la teneur en protéine brute du froment.

Lorsqu'un étalonnage a été validé par le fait que l'on n'a détecté ni distorsion, ni biais significatifs, et qu'il répond aux exigences de précision et d'exactitude indiquées ci-dessus, il ne sera en général pas nécessaire de faire des ajustements ultérieurs pendant une longue période.

Cependant, il est recommandé de contrôler les étalonnages régulièrement par des méthodes de référence; cela doit se faire au moins une fois par saison, et de préférence au début de la récolte et périodiquement.

Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 26 août 1988.

Le Secrétaire d'Etat à l'Agriculture,  
P. DE KEERSMAEKER

N. 88 — 1979

17 OKTOBER 1988. — Ministerieel besluit houdende wijziging van het ministerieel besluit van 3 juli 1979 tot vaststelling van het tarief der ontledingen uitgevoerd door het Rijksstation voor Plantenziekten te Merelbeke

De Staatssecretaris voor Landbouw,

Gelet op artikel 4 van het koninklijk besluit van 15 oktober 1951, houdende het organiek reglement van de Rijksstations voor Landbouwkundig Onderzoek,

Besluit:

**Artikel 1.** Voor ontledingen uitgevoerd door het Rijksstation voor Plantenziekten te Merelbeke, op verzoek van particulieren, zo natuurlijke als rechtspersonen en op verzoek van de overheidsdiensten, dienen de volgende vergoedingen betaald:

§ 1. Diagnosestelling op zieke planten aangetast door fytoparasitaire micro-organismen, waarbij laboratoriumonderzoek vereist is: 400 F;

— bij onmiddellijke diagnosestelling: 250 F.

§ 2. Grondonderzoek:

— voor opsporen van parasitaire micro-organismen: 600 F;

— voor metingen van pH en geleidbaarheid: 250 F.

§ 3. Voor andere diagnosen en onderzoeken welke meer uitgebreide analyses vergen, wordt de prijs, naar gelang de belangrijkheid ervan, door de directeur van het Rijksstation voor Plantenziekten vastgesteld.

**Art. 2.** Het ministerieel besluit van 3 juli 1979 tot vaststelling van het tarief der ontledingen, uitgevoerd door het Rijksstation voor Plantenziekten te Merelbeke, is opgeheven.

**Art. 3.** Het besluit treedt in werking de eerste dag van de maand volgend op zijn publikatie in het *Belgisch Staatsblad*.

Brussel, 17 oktober 1988.

De Staatssecretaris voor Landbouw,  
P. DE KEERSMAEKER

F. 88 — 1979

17 OCTOBRE 1988. — Arrêté ministériel modifiant l'arrêté ministériel du 3 juillet 1979, portant fixation du tarif des analyses effectuées par la Station de Phytopathologie à Merelbeke

Le Secrétaire d'Etat à l'Agriculture,

Vu l'article 4 de l'arrêté royal du 15 octobre 1951 portant règlement organique des Stations de Recherches agronomiques de l'Etat,

Arrête:

**Article 1er.** Les analyses effectuées par la Station de Phytopathologie à Merelbeke, à la demande de personnes privées, physiques ou morales et à la demande des services publics, donnent lieu à la perception des rétributions suivantes:

§ 1er. Etablissement d'un diagnostic sur plantes atteintes de maladies causées par organismes phytoparasitaires, exigeant une détermination par isolation en laboratoire: 400 F;

— pour la pose d'un diagnostic immédiat: 250 F.

§ 2. Analyse du sol:

— pour la recherche de micro-organismes parasitaires: 600 F;

— pour la détermination du pH et de la conductivité: 250 F.

§ 3. Pour l'établissement d'un diagnostic exigeant des analyses plus importantes, le prix sera fixé suivant leur importance, par le directeur de la Station de Phytopathologie.

**Art. 2.** L'arrêté ministériel du 3 juillet 1979 portant fixation du tarif des analyses effectuées par la Station de Phytopathologie à Merelbeke, est abrogé.

**Art. 3.** Le présent arrêté entre en vigueur le premier jour du mois suivant sa date de parution au *Moniteur belge*.

Bruxelles, le 17 octobre 1988.

Le Secrétaire d'Etat à l'Agriculture,  
P. DE KEERSMAEKER