



REGLES DE LA FCC RELATIVES A LA QUALITE

**(Applicables aux contrats conclus à compter
du 1^{er} mars 2008)**

**FEDERATION OF COCOA COMMERCE LTD
FEDERATION DU COMMERCE DES CACAOS**

**Cannon Bridge House
1 Cousin Lane
London EC4R 3XX**

**Tel: +44 (0) 20 7379 2884
Fax: +44(0) 20 7379 2389
E-mail: fcc@liffe.com
Web: www.cocoafederation.com**

TABLE DES MATIERES

PREMIERE PARTIE : DISPOSITIONS GENERALES	4
1. APPLICATION DES REGLES RELATIVES A LA QUALITE	4
2. DEFINITIONS	4
2.1 Adultération	4
2.2 Crabot	4
2.3 Poids spécifique	4
2.4 Fève brisée	4
2.5 Fève de cacao	4
2.6 Contamination	4
2.7 Fève défectueuse	4
2.8 Qualité fair average	4
2.9 Fair fermented	5
2.10 Fève plate	5
2.11 Corps étranger	5
2.12 Fragment	5
2.13 Fève germée	5
2.14 Good Fermented	5
2.15 Fève attaquée par les insectes / infestée	5
2.16 Fève moisie	5
2.17 Brisure	5
2.18 Crible	5
2.19 Débris du tamisage	5
2.20 Fève ardoisée	5
3. SPECIFICATIONS	5
3.1 Dispositions générales	6
3.2 Normes relatives à la taille des fèves	6
3.3 Normes relatives aux débris du tamisage	6
3.4 Excès de brisures, de fèves plates, de crabots ou de corps étrangers	6
4. DETERMINATION DE LA QUALITE	6
DEUXIEME PARTIE : METHODOLOGIES	8
5. METHODOLOGIE DE DETERMINATION DES DEBRIS DU TAMISAGE	8
5.1 Préparation de l'échantillon	8
5.2 Détermination	8
5.3 Expression du résultat	8
6. METHODOLOGIE DE DETERMINATION DU POIDS SPECIFIQUE	9
6.1 Principe	9
6.2 Préparation de l'échantillon d'arbitrage	9
6.3 Préparation de l'échantillon test	9
6.4 Détermination	9
6.5 Expression du résultat	9
7. METHODOLOGIE POUR L'EPREUVE A LA COUPE	10
7.1 Principe	10
7.2 Préparation de l'échantillon test	10
7.3 Détermination	10
TROISIEME PARTIE : CLAUSES FACULTATIVES RELATIVES A LA QUALITE	11
8. ACIDES GRAS LIBRES (FFA)	11
8.1 Définition	11
8.2 Préparation et analyse de l'échantillon	11
8.3 Demandes d'arbitrage	11
8.4 Délais	11
8.5 Analyse des acides gras libres	11
8.6 Normes	11
8.7 Libellé agréé pour les contrats individuels	11
9. TENEUR EN HUMIDITE DES FEVES DE CACAO	13

9.1	Définition	13
9.2	Préparation et analyse de l'échantillon	13
9.3	Demandes d'arbitrage	13
9.4	Délais	13
9.5	Analyse de la teneur en humidité	13
9.6	Normes	13
9.7	Libellé agréé pour les contrats individuels	13
10.	GOUTS OU ODEURS ETRANGERS DANS LES FEVES DE CACAO	15
10.1	Définition	15
10.2	Préparation et analyse de l'échantillon	15
10.3	Demandes d'arbitrage	15
10.4	Délais	15
10.5	Analyse de goût ou odeur étrangère	15
10.6	Libellé agréé pour contrats individuels	15
PART 4: OPTIONAL QUALITY CLAUSES METHODOLOGIES		16
11.	METHODOLOGY FOR DETERMINATION OF FREE FATTY ACID (FFA)	16
12.	METHODOLOGY FOR DETERMINATION OF MOISTURE CONTENT OF COCOA BEANS	21
13.	METHODOLOGY FOR DETECTION OF SPECIFIC OFF-FLAVOURS IN COCOA BEANS	24

REGLES RELATIVES A LA QUALITE

APPLICABLES AUX CONTRATS CONCLUS LE OU POSTERIEUREMENT AU 1^{ER} MARS 2008

PARTIE 1 : DISPOSITIONS GENERALES

1. APPLICATION DES REGLES RELATIVES A LA QUALITE

Les Règles relatives à la qualité ci-après s'appliquent à tous les contrats qui incluent les Règles du contrat **de la FCC** pour le cacao en fèves.

2. DEFINITIONS

Sans préjudice des définitions contenues dans les Règles du contrat **de la FCC** pour le cacao en fèves de la FCC, les définitions suivantes s'appliquent aux Règles de la FCC relatives à la qualité.

2.1 ADULTERATION

Par adultération il faut entendre l'altération, par mélange ou par quelque cause que ce soit, de la composition d'un lot de fèves de cacao qui de ce fait ne serait plus conforme à sa dénomination contractuelle.

2.2 CRABOT

Par crabot il faut entendre deux fèves ou plus collées ensemble, et qu'on ne peut séparer avec deux doigts dont le pouce.

2.3 POIDS SPECIFIQUE

Par poids spécifique il faut entendre le nombre total de fèves entières aux 100 grammes à partir d'un échantillon test préparé conformément aux présentes Règles.

2.4 FEVE BRISEE

Fève de cacao dont il manque un fragment, la partie restante représentant plus de la moitié de la fève entière.

2.5 FEVE DE CACAO

Fève de cacao non transformée qui représente la graine entière du cacaoyer (*Theobroma Cacao* L.)

2.6 CONTAMINATION

Cacao ayant un goût ou une odeur de fumée, de jambon fumé ou tout autre goût ou odeur étrangère ou contenant une substance naturellement absente dans le cacao.

2.7 FEVE DEFECTUEUSE

Fève dont l'intérieur est moisi ou attaqué par les insectes.

2.8 QUALITE « FAIR AVERAGE QUALITY »

Spécification de qualité pour la saison concernée applicable à l'origine du cacao visée au contrat dans les cas où les termes "good fermented" et "fair fermented" ne peuvent pas s'appliquer .

2.9 FAIR FERMENTED

Fèves de cacao dont 10% au maximum sont ardoisées et 10% au maximum défectueuses en poids spécifique.

2.10 FEVE PLATE

Fève trop mince pour qu'il soit possible d'obtenir par la coupe une surface entière de cotylédon.

2.11 CORPS ETRANGER

Tout élément autre que des fèves ou des brisures.

2.12 FRAGMENT

Un morceau de fève de cacao représentant la moitié ou moins de la moitié d'une fève.

2.13 FEVE GERMEE

Fève de cacao dont la coque a été percée, fendue ou brisée par la croissance du germe.

2.14 GOOD FERMENTED

Fèves de cacao dont 5 % au maximum sont ardoisées et 5 % au maximum sont défectueuses en poids spécifique.

2.15 FEVE ATTAQUEE PAR LES INSECTES / INFESTEE

Fève de cacao dont on constate que les parties internes contiennent des insectes ou des mites à un stade quelconque de développement ou qui présentent des dégâts visibles à l'oeil nu causés par des insectes ou des mites.

2.16 FEVE MOISIE

Fève de cacao dont les parties internes présentent des traces de moisissure visibles à l'oeil nu.

2.17 BRISURE

Tout élément de fève autre que des fèves entières et des fèves plates qui ne passe pas à travers le crible (par exemple fèves brisées, fragments et morceaux de coque).

2.18 CRIBLE

Crible comportant des trous ronds de 5 mm de diamètre min./max.

2.19 DEBRIS DU TAMISAGE

Les éléments passant à travers le crible.

2.20 FEVE ARDOISEE

Fève qui à l'épreuve à la coupe présente une couleur ardoisée sur la moitié ou plus de la surface interne des cotylédons.

3. SPECIFICATIONS

3.1 DISPOSITIONS GENERALES

Dans la formule abrégée du contrat de la FCC les parties précisent leurs exigences de qualité, par exemple Récolte Principale, Good Fermented, Fair Fermented, ainsi que le poids spécifique. Les parties peuvent aussi décider d'incorporer les clauses facultatives relatives à la qualité exposées en troisième partie.

Sans préjudice de spécifications contractuelles relatives à la qualité, le lot se compose de fèves qui doivent être raisonnablement :

- homogènes en poids spécifique,
- homogènes en fermentation,
- sèches
- homogènes selon tout autre critère

et la marchandise doit être :

- propre à la fabrication de produits alimentaires,
- pratiquement exempte de corps étrangers, de substance adultérante ou contaminante, d'insectes vivants (mites incluses), de rongeurs ou d'infestation de toute autre nature,
- raisonnablement exempte de crabots, de fèves plates, de fèves germées, de brisures et de débris, conformément à la règle 3.3.

3.2 NORMES RELATIVES A LA TAILLE DES FEVES

La taille des fèves est définie par leur poids spécifique, lequel est habituellement exprimé par le nombre de fèves aux 100 grammes.

Pour la Récolte Principale, les règles suivantes s'appliquent :

- (a) si le nombre de fèves est inférieur ou égal à 100, le lot est conforme en poids spécifique ;
- (b) si le nombre de fèves est compris entre 101 et 120 inclus, le lot est réfactionnable ;
- (c) si le nombre de fèves dépasse 120, le lot fait l'objet d'un remplacement ou d'une réfaction.

3.3 NORME RELATIVE AUX DEBRIS DU TAMISAGE

Si le poids des débris dépasse 1,5 % du poids total de l'échantillon d'arbitrage, les arbitres peuvent accorder une réfaction.

3.4 EXCES DE BRISURES, DE FEVES PLATES, DE CRABOTS OU DE CORPS ETRANGERS

Si les brisures et/ou fèves plates et/ou crabots et/ou corps étrangers sont considérés comme présents en quantité excessive dans l'échantillon d'arbitrage, les arbitres peuvent accorder une réfaction.

4. DETERMINATION DE LA QUALITE

La qualité du lot est déterminée conformément à la procédure suivante :

1. Un échantillon est prélevé conformément aux Règles d'Echantillonnage de la FCC.

2. La détermination des débris est effectuée conformément à la méthode exposée à la Règle 5.
3. La détermination du poids spécifique est effectuée conformément à la méthode exposée à la Règle 6.
4. La détermination des fèves ardoisées et défectueuses est effectuée par une épreuve à la coupe conformément à la méthode exposée à la Règle 7.

Les tests de qualité aux fins des clauses facultatives de qualité doivent être effectués conformément à la méthode exposée à la quatrième partie des présentes règles.

PARTIE 2 : METHODOLOGIES

5. METHODE DE DETERMINATION DES DEBRIS DU TAMISAGE

5.1 PREPARATION DE L'ECHANTILLON

L'échantillon d'arbitrage est préparé conformément à la méthode décrite dans les Règles d'échantillonnage de la FCC.

5.2 DETERMINATION

La totalité de l'échantillon d'arbitrage prélevé est pesée, bien mélangée et passée à travers un crible comportant des trous ronds de 5 mm de diamètre min./max.

La quantité passant par le crible, qualifiée de débris, est recueillie et pesée.

Le pourcentage des débris est obtenu en faisant le rapport entre le poids des débris et le poids net total de l'échantillon d'arbitrage.

5.3 EXPRESSION DU RESULTAT

Débris (%) =
$$\frac{\text{Poids des débris}}{\text{Poids net total de l'échantillon}} \times 100$$

6. METHODE DE DETERMINATION DU POIDS SPECIFIQUE

6.1 PRINCIPE

Le poids spécifique vise à déterminer le nombre moyen de fèves de cacao entières dans un échantillon de 100 grammes.

6.2 PREPARATION DE L'ECHANTILLON D'ARBITRAGE

L'échantillon d'arbitrage est préparé conformément aux Règles d'échantillonnage de la FCC.

6.3 PREPARATION DE L'ECHANTILLON TEST

Après avoir été passé au crible conformément à la règle 5, l'échantillon d'arbitrage doit être étalé sur une surface plane, propre et sèche et parfaitement mélangé.

Un échantillon test d'un minimum de 600 grammes est prélevé en utilisant une pelle à fond plat traversant le milieu d'un échantillon d'arbitrage, et pesé en arrondissant au gramme le plus proche.

6.4 DETERMINATION

Les brisures, corps étrangers, fèves plates et crabots provenant de l'échantillon test sont ôtés, pesés et remplacés par un poids équivalent de fèves entières prélevées de façon aléatoire dans le reste de l'échantillon d'arbitrage. Le nombre total des fèves de l'échantillon test est alors compté ; le résultat est le poids spécifique et s'exprime en nombre de fèves aux 100 grammes.

6.5 EXPRESSION DU RESULTAT

Le poids spécifique s'exprime en nombre de fèves aux 100 grammes.

Ainsi, poids spécifique =
$$\frac{\text{Nombre de fèves entières} \times 100}{\text{Poids des fèves entières (g)}}$$

7. METHODOLOGIE POUR L'EPREUVE A LA COUPE

7.1 PRINCIPE

L'épreuve à la coupe vise à déterminer l'incidence de fèves défectueuses, et/ou germées et/ou ardoisées.

7.2 PREPARATION DE L'ECHANTILLON TEST

L'échantillon test de fèves entières utilisé pour le poids spécifique est l'échantillon utilisé pour la procédure de l'épreuve à la coupe décrite dans la présente règle.

7.3 DETERMINATION

Trois cents fèves entières, quelle que soit leur taille, leur forme et leur condition, sont prélevées dans l'échantillon test et coupées longitudinalement par le milieu afin que la surface maximale coupée des cotylédons puisse être examinée à l'oeil nu.

Les deux moitiés de chaque fève sont examinées visuellement à la lumière du jour par temps clair ou sous une lumière artificielle équivalente.

On compte séparément les fèves défectueuses et/ou ardoisées. Dans le cas d'une fève présentant plusieurs défauts, un seul défaut est compté.

7.4 EXPRESSION DU RESULTAT

Les résultats relatifs aux défauts s'expriment en pourcentage du nombre de fèves examinées.

PARTIE 3: CLAUSES FACULTATIVES RELATIVES A LA QUALITE

Les méthodologies de l'Association internationale de la confiserie (International Confectionery Association) (« méthodologies ICA ») doivent toujours respecter les dispositions des Règles de la FCC, conformément à la règle 1.2 des Règles du contrat de la FCC applicables au cacao en fèves. En cas de conflit entre les méthodologies de l'ICA et les Règles de la FCC, ce sont les Règles de la FCC qui s'appliquent, sauf disposition contraire.

8. ACIDES GRAS LIBRES (FFA)

8.1 DEFINITION

La teneur en acides gras libres est le pourcentage en masse des acides gras libres dans la matière grasse de cacao. Elle est appelée par convention acide oléique (poids moléculaire 282).

8.2 PREPARATION ET ANALYSE DE L'ECHANTILLON

Un échantillon d'arbitrage au moins est préparé conformément aux Règles d'échantillonnage de la FCC. L'acheteur charge son surveillant ou son agent d'envoyer l'échantillon d'arbitrage à un laboratoire indépendant convenu entre les parties. L'échantillon d'arbitrage est analysé conformément à la règle 8.5. L'analyse effectuée est aux frais de l'acheteur.

8.3 DEMANDES D'ARBITRAGE

Les demandes d'arbitrage relatives aux acides gras libres doivent être motivées par un certificat d'analyse original provenant d'un laboratoire indépendant conformément à la règle 8.2.

8.4 DELAIS

Les délais indiqués à la règle 20.1.1. des Règles du Contrat de la FCC pour le cacao en fèves s'appliquent aux demandes relatives aux acides gras libres.

8.5 ANALYSE DES ACIDES GRAS LIBRES

La teneur en acides gras libres est déterminée conformément à la méthode d'analyse 42 (1993) de l'Association internationale de la confiserie décrite en quatrième partie, à l'exception de la règle 7 de la méthode d'analyse 42 qui n'est pas appliquée : l'échantillonnage est en effet réalisé conformément à la règle 8.2 des présentes Règles de la FCC relatives à la qualité.

8.6 NORMES

L'acheteur et le vendeur fixent dans le contrat le pourcentage en masse d'acides gras libres dans la matière grasse de cacao en deçà duquel une demande d'arbitrage ne sera pas faite (« pourcentage autorisé ») ainsi que le niveau maximum au-delà duquel le lot doit faire l'objet d'un remplacement (« le pourcentage maximum »). Pour les valeurs situées entre le pourcentage autorisé et le pourcentage maximum, ou dans les cas où un pourcentage maximum n'a pas été convenu entre l'acheteur et le vendeur, le lot fait l'objet d'une refaction.

8.7 LIBELLE AGREE POUR LES CONTRATS INDIVIDUELS

La règle facultative de qualité 8 relative aux acides gras libres est applicable à ce contrat.

L'acheteur ne peut faire de demande d'arbitrage pour teneur excessive en acides gras libres si le pourcentage en masse des acides gras libres est inférieur ou égal à "xxx".

L'acheteur peut faire une demande de refaction si le pourcentage en masse des acides gras libres dans la matière grasse de cacao est supérieur à « xxx » mais inférieur à « yyy ».

L'acheteur peut faire une demande de remplacement du lot si le pourcentage d'acides gras libres dans la matière grasse de cacao est égal ou supérieur à "yyy".

Nom et adresse du laboratoire d'analyses indépendant convenu entre les parties :

Nom :

Adresse:

9. TENEUR EN HUMIDITE DES FEVES DE CACAO

9.1 DEFINITION

Par convention, la teneur en humidité des fèves de cacao est la perte de masse des fèves telle que définie dans la méthode d'analyse 43 de 1993 de l'Association internationale de la confiserie et exprimée en pourcentage de m/m.

9.2 PREPARATION ET ANALYSE DE L'ECHANTILLON

Un échantillon d'arbitrage au moins est préparé conformément aux Règles d'échantillonnage de la FCC. L'échantillon d'arbitrage est placé dans un conteneur hermétique. Celui-ci doit être complètement rempli par l'échantillon pour garantir un niveau d'humidité constant. Le conteneur est également cacheté par l'échantillonneur de l'acheteur et par le surveillant du vendeur s'il en a désigné un. L'échantillonneur de l'acheteur envoie immédiatement l'échantillon d'arbitrage à un laboratoire indépendant convenu d'un commun accord entre l'acheteur et le vendeur au moment de la conclusion du contrat. Ni l'acheteur ni le vendeur ne peuvent sans motif valable s'opposer au laboratoire que l'un ou l'autre proposerait. L'échantillon d'arbitrage est analysé conformément à la règle 9.5. L'analyse effectuée est aux frais de l'acheteur.

9.3 DEMANDES D'ARBITRAGE

Les demandes d'arbitrage pour humidité excessive doivent être motivées par un certificat d'analyse original provenant d'un laboratoire indépendant conformément à la règle 9.2.

9.4 DELAIS

Les délais indiqués à la règle 20.1.1. des Règles du contrat pour le cacao en fèves de la FCC s'appliquent aux demandes d'arbitrage relatives à la teneur en humidité.

9.5 ANALYSE DE LA TENEUR EN HUMIDITE

La teneur en humidité est déterminée conformément à la méthode d'analyse 43 (1993) de l'Association internationale de la confiserie décrite en quatrième partie, à l'exception de la règle 6 de la méthode d'analyse 43 qui n'est pas appliquée ; l'échantillonnage est réalisé conformément à la règle 9.2 des présentes Règles relatives à la qualité de la FCC.

9.6 NORMES

L'acheteur et le vendeur fixent dans le contrat le pourcentage en masse d'humidité dans les fèves de cacao en deçà duquel une demande pour humidité excessive ne peut être faite (« pourcentage autorisé ») et si nécessaire, le niveau maximum au-delà duquel le lot peut faire l'objet d'un remplacement (« pourcentage maximum »). Pour les valeurs situées entre le pourcentage autorisé et le pourcentage maximum, ou dans le cas où un pourcentage maximum n'a pas été convenu entre l'acheteur et le vendeur, le lot fait l'objet d'une réfaction.

9.7 LIBELLE AGREE POUR LES CONTRATS INDIVIDUELS

La règle facultative de qualité 9 relative à la teneur en humidité est applicable à ce contrat.

L'acheteur ne peut faire de demande d'arbitrage pour humidité excessive si le pourcentage par masse d'humidité dans les fèves de cacao est inférieur ou égal à "xxx".

L'acheteur peut faire une demande de refaction si le pourcentage par masse d'humidité dans les fèves de cacao dépasse "xxx" mais est inférieur à "yyy".

L'acheteur peut faire une demande de remplacement du lot si le pourcentage par masse d'humidité dans les fèves de cacao est égal ou supérieur à « yyy ».

Nom et adresse du laboratoire d'analyses indépendant convenu entre les parties :

Nom :

Adresse :

10. GOUTS OU ODEURS ETRANGERS DANS LES FEVES DE CACAO

10.1 DEFINITION

Aux fins de la présente règle un goût ou une odeur étrangère dans les fèves de cacao signifie un goût ou une odeur de fumée, de moisi, de jambon fumé ou un goût ou une odeur acide d'un échantillon prélevé dans un lot donné, selon la définition et l'analyse de la méthode d'analyse 44 de 1996 de l'Association internationale de la confiserie.

10.2 PREPARATION ET ANALYSE DE L'ECHANTILLON

Un échantillon d'arbitrage au moins est préparé conformément aux Règles d'échantillonnage de la FCC. Si l'acheteur est de l'avis qu'un goût ou une odeur étrangère est présente, l'échantillonneur de l'acheteur envoie l'échantillon d'arbitrage à un groupe de goûteurs indépendants choisi conjointement par l'acheteur et le vendeur au moment de la conclusion du contrat. Ni l'acheteur ni le vendeur ne peuvent sans motif valable s'opposer au groupe de goûteurs que l'un ou l'autre proposerait. L'analyse est effectuée aux frais de l'acheteur.

10.3 DEMANDES D'ARBITRAGE

Les demandes d'arbitrage pour goût ou odeur étrangère doivent être motivées par un certificat d'analyse original provenant d'un laboratoire indépendant conformément à la règle 10.2.

10.4 DELAIS

Les délais indiqués à la Règle 20.1.1. des Règles du contrat pour le cacao en fèves de la FCC s'appliquent aux demandes pour goût ou odeur étrangère.

10.5 ANALYSE DE GOUT OU ODEUR ETRANGERE

L'analyse de goût ou odeur étrangère est effectuée conformément à la méthode d'analyse 44 de 1996 de l'Association internationale de la confiserie décrite en quatrième partie.

10.6 LIBELLE AGREE POUR LES CONTRATS INDIVIDUELS

La règle facultative de qualité 10 relative au goût ou à l'odeur étrangère est applicable à ce contrat.

Nom et adresse du groupe de goûteurs indépendants convenu entre les parties :

Nom :

Adresse :

PARTIE 4: OPTIONAL QUALITY CLAUSES METHODOLOGIES

11. METHODOLOGY FOR DETERMINATION OF FREE FATTY ACID (FFA)



Analytical Method 42

Determination of the Free Fatty Acid (FFA) Content of Cocoa Fat as a Measure of Cocoa Nib Acidity

Introduction

This method describes the determination of the free fatty acid content in fat obtained by soxhlet extraction of cocoa nib with petroleum ether.

1. Scope and Field of Application

Applicable to cocoa nib prior to processing.

2. References

BS 684: Section 2.10: 1988, Determination of acidity.

3. Definition

The free fatty acid content (acidity) is the percentage by mass of free fatty acids in cocoa fat, conventionally expressed as oleic acid (molecular weight 282), determined according to the method described below.

4. Principle

A quantity of cocoa nib is ground after a heat pre-treatment. This is extracted in a soxhlet extraction apparatus using petroleum ether. The solvent is evaporated and the fat residue is weighed. The fat is dissolved in a mixture of ethanol and diethylether and the extracted free fatty acids are titrated with an ethanolic solution of potassium hydroxide.

5. Reagents

- 5.1 Petroleum ether, boiling range 40-60°C, dry and without evaporation residue (see note 11.1).

5.2 Mixture of ethanol and diethylether 1/1 (v/v):

Mix 250 ml of 95% (v/v) ethanol with 250 ml diethylether. Neutralize the mixture just before use with the ethanolic potassium hydroxide solution (5.3) in the presence of 2.5 ml of indication solution (5.4).

5.3 Potassium hydroxide solution, 0.1 mole KOH (p.a.) in 1 L ethanol 95% (v/v) (Merck art. nr. 9115 or similar) and accurately standardized using potassium hydrogen phthalate (p.a.):

Weigh into a 250 ml Erlenmeyer flask approximately 400 mg of potassium hydrogen phthalate to the nearest 0.1 mg. Add a few drops of phenolphthalein and titrate with the ethanolic potassium hydroxide solution until the solution turns pink for at least 10 seconds (calculation see 9.1).

5.4 Indicator solution, dissolve 10 g of phenolphthalein in 1 L ethanol 95% (v/v) in a 1 L volumetric flask.**6a Materials: (see note 11.1)**

- 6a.1 Defatted glass beads, diameter approximately 5 mm.
- 6a.2 Fat-free extraction thimbles, e.g. S&S no. 603 (33 * 94 mm).
- 6a.3 Fat-free round filters, diameter 15 cm, e.g. S7S no. 597.
- 6a.4 Defatted cotton wool.
- 6a.5 Pumice stones or other anti-bumping agents, fat free.

6b Apparatus: (see note 11.2)

- 6b.1 Soxhlet extractor, siphon capacity about 100 ml, NS 29 cone (male) at the bottom and NS 45 cone (female) at the top.
- 6b.2 Condensor, Dimroth or similar, with NS 45 cone and a drying tube or a small inverted beaker on top.
- 6b.3 Conical flask or flat bottomed flask, 250 ml with NS 29 cone.
- 6b.4 Heating apparatus for flasks, firesafe (sparkless).
- 6b.5 Vacuum drying oven set at 80°C, or a drying oven set at 103 ± 2°C.
- 6b.6 Dessicator, with drying agent at the bottom and with a tap in the lid.
- 6b.7 Analytical balance, 0.1 mg accuracy.
- 6b.8 Burette, 10 ml graduated in 0.02 ml.
- 6b.9 Suitable mill (p.e. Retsch, sieve 4 mm, level 1).
- 6b.10 (Prolabo) shaking machine according to the principle of Danguomeau, with accessory 65 ml shaking containers and marbles. Every shaking container should be provided with an exactly fitting rubber ring between container and cover, to prevent leaking.
Marbles: every container contains 14 marbles: 2 marbles 15 mm diameter, 4 marbles 10 mm diameter and 8 marbles 6 mm diameter.
- 6b.11 Glass funnel, approx. 95 mm diameter at the top and a stem long enough to reach into the thimble. A metal gauze with openings (about 4 mm) is put in the funnel to prevent the marbles falling into the thimble.
- 6b.12 Microwave oven, 750 Watt, with turn-table.

7. Sampling

See International Standard: ISO/DIS 2292, "Cocoa Bean Sampling" - 1973, or similar procedure.

8. **Procedure**

8.1.1 ***Preparation of the test-sample:***

Take about 250 grams of cocoa beans and remove the shells. Put the nib obtained in a 1 L beaker and place in the microwave oven. Heat for 3.5 minutes at 750 W, interrupted every 30 seconds in order to mix the nib (if the microwave oven has a lower maximum capacity, the time should be extended and multiplied by factor 750/ (maximum number of W). Cool down and grind the complete sample using a Retsch mill (sieve 4 mm), or a similar apparatus.

8.1.2 ***Analysis of the test material:***

Weigh approx. 8 grams of the ground sample to the nearest 0.1 mg. Transfer the sample quantitatively to the shaking container, in which the marbles are already present. Add 30 ml petroleum ether, close the container and shake for 5 minutes in the shaking apparatus (6b.10).

Meanwhile place the soxhlet extractor on a conical flask or flat bottomed flask of 250 ml, containing some pumice stones. This flask and contents should be previously dried and weighed. (M1 [g]).

An extraction thimble in which some glass beads and a folded filter are put, is placed in the soxhlet extractor. Then the glass funnel with gauze is placed on the extractor.

After shaking the sample as above, pour the contents of the shaking container through the funnel into the thimble (marbles remain on gauze). Rinse the container and marbles with petroleum ether. Close the thimble with a wad of fatfree cotton wool. Add enough petroleum ether to the extractor to make it siphon twice. Attach the cooler to the soxhlet extractor, place the assembly on the heating apparatus and extract during four hours.

Disconnect the flask and evaporate the petroleum ether on the rotavapor. Dry the flask in the oven at 103°C in horizontal position. Then cool it down to room temperature in a dessicator for 30 minutes and weigh the conical flask and contents again (M2 [g]). Repeat the drying (for 1 hour). Weighing and cooling in the dessicator until the difference between two successive weighings does not exceed 2 mg.

Calculate the amount of fat which is obtained

$$(M [g] = M2 - M1).$$

Continue with the procedure to determine the FFA content (8.2).

8.2 FFA determination, titration

Take the flask with the fat obtained by procedure 8.1. Add 50 ml of the neutralized ethanol/diethylether mixture to the extracted fat. Titrate, while shaking, with the ethanolic solution of potassium hydroxide to the endpoint of this titration (phenolphthalein turns pink, lasting at least 10 seconds).

Note: If the quantity of 0.1 mole/l potassium hydroxide solution required exceeds 20 ml, use 4 grams of sample instead of 8 grams.

9. Expression of results

9.1 Method of calculation and formula

F.F.A. content (acidity) is calculated by the formula:

$$\text{F.F.A.} = \frac{282 \times V \times C}{10 \times M} \text{ [\% (m/m)] as oleic acid.}$$

$$M = (M_2 - M_1)$$

In which:

282 = molecular mass of oleic acid

V = volume [ml] of the standardized potassium hydroxide used for the titration.

C = concentration [moles per litre] of the standardized potassium hydroxide solution.

$$C = \frac{W_p}{M_p \times V_p}$$

M_p = molecular weight of potassium hydrogen phthalate

V_p = volume of potassium hydroxide solution

W_p = weight potassium hydrogen phthalate

M = mass [g] of the extracted fat.

M₁ = mass [g] of the conical flask and pumice stones, before extraction.

M₂ = mass [g] of the conical flask after extraction.

The result should be expressed with two decimals.

9.2 Repeatability

The absolute difference between two single test results obtained in repeatability conditions, shall not exceed the following values of r :

$$\text{range} = 0.5 - 2.0 \quad ; \quad r = 0.15 \text{ [\% (m/m)]}$$

9.3 Reproducibility

The absolute difference between two single test results, obtained in reproducibility conditions, shall not exceed the following value of R :

$$\text{range} = 0.5 - 2.0 \quad ; \quad R = 0.30 \text{ [\% (m/m)]}$$

10. Test report

The test report shall indicate the method used and the results obtained. It shall also mention any operating conditions not specified in the method or regarded as optional, as well as any circumstances that may have influenced the results.

The report shall include all details required for the complete identification of the sample.

11. Notes

- 11.1 Thimbles, filters and cotton wool must be checked for the absence of extractable matter: per analysis the total limit of the extraction-residue is 0.5 mg.
The petroleum ether must be free of evaporation residues: when the residue exceeds 1 mg per 150 ml, then the petroleum ether has to be distilled before use.
- 11.2 Round bottom flasks and water- or steam baths can also be used for the extraction, then however the extraction (boiling) is more difficult to control. Condensation of water in the condenser (high air humidity) should be avoided, it might wet the sample in the thimble and make the fat unextractable.
- 11.3 The round filter can be shaped like a bag, by folding it around a clean rod easily fitting into the thimble. This permits repeated use of the extraction thimble and also helps in preventing very fine cocoa particles being rinsed out of the thimble into the conical flask.
- 11.4 During extraction, the quantity of petroleum ether in the flask always has to be at least 50 ml.

12. Literature references

- 12.1 International Union of pure and Applied Chemistry (IUPAC). "Standard methods for analysis of oils fats and soaps", 6th Ed., section 2.201 (Butterworths, London).
- 12.2 International Standard ISO/DIS 729: "Oilseeds-Determination of acidity of oils" - 1988
- 12.3 Nederlands Normalisatie Instituut (NNI) : Ontwerp NEN 6332. "Onderzoekingsmethoden voor plantaardige en dierlijke olien en vetten. Bepaling van het zuurgehalte (zuurgraad zuurgetal).
- 12.4 Nederlands Normalisatie Instituut (NNI) : NEN 3103 "Chemische analyse, richtlijnen voor het stellen van de titer van titer vloeistoffen", hydroxide 1 en 3.

13. Collaborative study

16 Laboratories 6 samples each, in 3 split levels')
(without replicate)

') average values : 0.82 , 0.93 and 1.51 [% (m/m)].

12. METHODOLOGY FOR DETERMINATION OF MOISTURE CONTENT OF COCOA BEANS



Analytical Method 43

Determination of the Moisture Content of Cocoa Nib and Cocoa Beans

Introduction

This method describes the determination of the moisture content of cocoa nib or whole beans by drying and weighing.

1. Scope and Field of Application

Applicable to cocoa beans and cocoa nib prior to processing.

2. References

ICA method n°1 (1996) : "Determination of Moisture (Oven Method)"

3. Definition

The moisture content of cocoa nibs or beans is conventionally the loss in mass, determined by this method and expressed in [% m/m].

4. Principle

After grinding the sample is dried for 16 h in an oven, controlled at 103° C.

5. Apparatus

- 5.1 Suitable mill (p.e. Retsch, sieve 4 mm, level 1).
- 5.2 Ventilated oven, preferably fitted with a fan, capable of being controlled at $103 \pm 2^{\circ} \text{C}$.
- 5.3 Dish with lid, made of metal resistant to attack under the conditions of the test, or of glass, with at least 35 cm² of useful surface (for example diameter 70 mm) and 20 to 25 mm deep.
- 5.4 Desiccator, containing an efficient desiccant.
- 5.5 Analytical balance.

6. Sampling and samples

See International Standard ISO/DIS 2292 - 1973, "Cocoa Beans Sampling", or similar procedure.

7. Procedure

7.1 Preparation of the test sample:

From the test sample (normally 1 or 2 Kg of beans or nibs), weigh out approximately 250 g, then homogenise and grind it using a suitable mill, in order to give a coarse granulate. Make sure that the mill does not overheat, so as to prevent the moisture content from changing.

7.2 Determination:

Quickly transfer 10 g of the test sample into a previously weighed and dried empty dish (5.3) and lid. Cover the dish immediately with its lid and weigh to the nearest 0,1 mg.

Remove the lid and place the dish (5.3), containing the test portion, on its lid in the oven (4.2) controlled at $103 \pm 2^\circ \text{C}$. Leave for $16 \text{ h} \pm 1 \text{ h}$, taking care not to open the oven door during this time. At the end of this period, remove the dish, cover it immediately with its lid and place it in the dessicator (4.4). Cool down to ambient temperature (approximately 30 to 40 min) and weigh, still covered, to the nearest 0.1 mg.

Again put the sample in the oven for one hour, cool it down in the desiccator for 30 minutes and weigh. Should the difference between this weighing and the previous weighing exceed 0.1 %, this procedure should be repeated.

7.3 Number of determination:

Carry out two completely independent determinations, each on a quantity of nib or beans which has been treated individually: grinding, taking the test portion and drying.

9. Expression of results

9.1 Method of calculation and formula

The moisture content of the sample, expressed as a percentage by mass is equal to:

$$\frac{(A + B) - C}{B} \times 100 \text{ [\% (m/m)]}$$

In which: A = weight of dish + lid in g

B = weight of sample in g before drying

C = weight of dish + lid + sample in g after drying

9.2 Repeatability

The absolute difference between two single test results obtained in repeatability conditions, shall not exceed the following value of r :

$$r = 0.10 \text{ [\% (m/m)] in the range : 3.5 - 5.0}$$

9.3 Reproducibility

The absolute difference between two single test results obtained in reproducibility conditions, shall not exceed the following value of R :

$R = 0.42$ [% (m/m)] in the range : 3.5 - 5.0

10. Test report

The test report shall indicate the method used and the results obtained. It shall also mention any operating conditions not specified in the method or regarded as optional, as well as any circumstances that may have influenced the results.

The report shall include all details required for the complete identification of the sample.

11. Literature references

- 11.1 International Standard ISO 2291
Cocoa Beans - Determination of moisture content
second edition - 1980-12-01

12. Collaborative study

17 laboratories with 4 samples each : 2 uniform levels ')
in duplicate.
) average values : 3.82 and 4.57 [% (m/m)].



All rights reserved

13. METHODOLOGY FOR DETECTION OF SPECIFIC OFF-FLAVOURS IN COCOA BEANS



Analytical Method 44

The Detection of Specific Off-Flavours in Cocoa Beans

Introduction

The method allows the confirmation of the presence of specific off-flavours (e.g., smoke, mould and excessive acidity) in a sample of cocoa beans from a specific origin. The sensory testing procedure used is a modified form of the two from five test based on ISO 6658-1985.

1. Scope

The method is applicable to a sample of cocoa beans from a specified origin which is suspected of having a specific off-flavour.

The recommended number of assessors is 5 or 10. These assessors must be experienced in liquor tasting and have demonstrated ability in recognising the specific off-flavours of interest when they encounter them in cocoa liquor. However, assessors need not be highly trained.

2. Definitions

Smoke off-flavour - a flavour which is reminiscent of wood smoke, acrid smoke, burnt rubber, smoked bacon or soot.

Mould off-flavour - a flavour which is reminiscent of mouldiness, mustiness or dampness.

Hammy off-flavour - a flavour which is reminiscent of cured meats such as bacon or ham.

Acidic off-flavour - a flavour which is reminiscent of citrus fruits (lemon, lime, orange) or acetic acid (vinegar).

30% Sample - a composite sample taken from a parcel by sampling 30% of the bags as outlined in the Code of Practice of the International Cocoa Standard.

3. Principle

2 separate samples of cocoa liquor are prepared from a sample of cocoa

beans suspected of having a specific off-flavour. These 2 liquors are tasted amongst 3 other liquor samples prepared from three different samples of beans from the same origin and of the same type (e.g. fine or bulk) but which are known to be free of that specific off-flavour. These 5 liquors are assessed by a panel of 5 or 10 assessors.

Each assessor is presented with a set of the 5 liquors in a different random order and is asked to indicate the two samples in the set which are the strongest in the specified off-flavour. The probability of 3 assessors from a panel 5, or 4 assessors from a panel of 10, correctly identifying both suspect samples by chance, as having the strongest off-flavour, is near to 1 in 100.

4. Apparatus

4.1 Preparation of cocoa liquor

- 4.1.1 A fan assisted and ventilated oven capable of maintaining $148^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. The fan must stop automatically when the door is opened to avoid excessive cooling when introducing the beans to be roasted.
- 4.1.2 A 30cm x 30 cm roasting tray made of 0,5 cm x 0,5 cm wire mesh or other similar perforated metal tray capable of holding 330 g of beans in a single layer.
- 4.1.3 A motorised mortar and pestle mill with a porcelain set capable of grinding 300g of cocoa nibs while maintaining a temperature of $50^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (e.g. a Pascall Engineering Co. Ltd. model 1 "end runner" mill with 1kW mortar heater element, running at 120rpm).
- 4.1.4 A John Gordon & Co. bean breaker and winnower or scalpel and tweezers if bean shells are to be removed manually.
- 4.1.5 A pair of heat resistant gloves.

4.2 Sensory testing

- 4.2.1 A taste panel room which is quiet and odour free. Ideally, the room will be equipped with cubicles for 5 or 10 assessors, have red lighting and be maintained at close to 20 to 22°C (details of suitable room formats are described in The Official Journal of the European Community, L 248, Volume 34, 5th September 1991, pp 69-76). However, the minimum requirement is a room which is quiet and odour free and a suitable environment in which to make objective sensory measurements.
- 4.2.2 Bottled mineral water.
- 4.2.3 Disposable plastic spoons.
- 4.2.4 Spit cups.
- 4.2.5 15ml (or larger depending upon 4.2.6) opaque sample presentation vials with lids.
- 4.2.6 An aluminium heating block capable of holding 5 sample presentation vials at $60^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

4.2.8 Sensory evaluation forms.

5. **Procedure**

5.1 **Preparation of cocoa liquor**

Preparation of cocoa liquor involves three processing stages. Roasting, beans, removing their shells and grinding the nibs into a liquor. The procedure described is based on the cocoa liquor preparation stages of ICA Analytical Method N°13/1971 "Manufacturing process of small scale chocolate samples" but has been amended to take into account the availability of more modern equipment.

Roasting the Beans

- 5.1.1 By a standard coning and quartering operation, a sub-sample of 330g cocoa beans is taken from the 30% Sample of cocoa beans.
- 5.1.2 Spread the 330g of beans onto the roasting tray to form a layer one bean thick.
- 5.1.3 The roasting oven (4.1.1) is set at 148°C and held at this temperature with the vent fully open for at least 15 minutes before the beans are roasted.
- 5.1.4 As quickly as possible to avoid excessive cooling of the oven, open the door and place the tray of beans in the middle of the top shelf and close the door. Roast the beans for exactly 30 minutes from the moment the oven door is closed.
- 5.1.5 Wearing the heat resistant gloves, remove the beans from the oven immediately the 30 minutes roasting period has elapsed.

Removing shells

- 5.1.6 If the John Gordon bean breaker & winnower is used, tip the beans into the bean breaker hopper and break them immediately after taking them out of the roasting oven.
- 5.1.7 Switch on the winnower and feed the broken beans slowly into the hopper. The winnower fan speed should be adjusted so that in the first pass of broken beans through the winnower, a shell free (less than 1% shell) nib fraction results.
- 5.1.8 Re-pass the shell fraction through the winnower a second time with the fan speed reduced so that a second shell free nib fraction is achieved. Repeat this step until no significant quantities of shell pass into the nib fraction.
- 5.1.9 Combine the shell free nib fractions.
- 5.1.10 If the shells are to be removed manually, use a scalpel to peel the shells from the beans.

Milling the Nibs to Produce a Liquor

The nibs can be milled immediately while still warm or if necessary, may be stored in a sealed food grade plastic container for not more than 24 hours.

- 5.1.11 Warm the mortar bowl of the mill (4.1.3) to 55°C.
- 5.1.12 With the mill operating in the grinding mode, slowly over a period of 2 to 3 minutes add the broken nibs into the bowl. Grind the nibs for 60 minutes at 55°C to produce a smooth liquor. During this period but particularly in the first few minutes of grinding, it will be necessary to remove material which builds up on the mortar scraper and add it back into the bowl. This can easily be done using a plastic spatula.
- 5.1.13 Remove the liquor from the bowl and from the pestle and collect it in a new food grade plastic sample pot of 250ml capacity. Place the lid on the pot.
- 5.1.14 Clean the bowl and pestle of the mill thoroughly, using disposable tissues, before using it to mill another sample.

Freshly prepared liquor samples can either be forwarded for sensory testing immediately or if required, may be stored for up to 12 months in a freezer at -10°C.

5.2 Sensory Testing

The sensory test is arranged to allow each assessor of a panel of 5 or 10 assessors to taste the liquors at 65°C in sets of 5, each set containing two presentations of the liquor samples suspected of having the specified off-flavour and 3 presentations of liquor samples which are known to be free from the specified off-flavour. Each set of 5 liquors to each assessor is arranged so that no two assessors receive the liquors and taste them in the same order.

Preparation of Cocoa Liquors for Sensory Testing

- 5.2.1 Code each of the sample pots containing the 5 liquors to be tasted with a different 3 digit random number.
- 5.2.2 Place the 5 liquors, in the coded sample pots, and 5 or 10 aluminium heating blocks (1 for each assessor) into an incubator set at 65°C to raise their temperature to 65°C. Liquors which have been stored in the freezer require to be incubated for 3 hours. No liquor should remain in the incubator for longer than 24 hours.
- 5.2.3 Code 5 opaque sample presentation vials per assessor, with the same 5 three digit numbers.
- 5.2.4 When all 5 coded liquors are at 65°C, thoroughly stir the liquor in each pot and fill each of the sample presentation vials with about 100ml of liquor from the sample pots coded with the same three digit random numbers. Place a lid on each vial.
- 5.2.5 Place the sample presentation vials into the aluminium heating blocks in sets of 5, according to the balanced presentation plan shown below, as viewed from in FRONT of the block, and return the aluminium heating blocks containing the sample presentation sets to the incubator set at 65°C.

For a panel of 5 assessors, assuming the 5 random 3 digit numbers are A, B, C, D and E, the sample presentation sets should be arranged as follows :

C,A,E,D,B E,C,B,A,D B,E,D,C,A A,D,C,B,E D,B,A,E,C

If 10 assessors are used, a further 5 presentation sets should be prepared as follows :

B,D,E,A,C D,A,B,C,E A,C,D,E,B E,B,C,D,A C,E,A,B,D

The liquors are now ready for presentation to the panel of assessors. They may be held in the incubators at 65°C for up to 4 hours during which time the sensory testing should be completed.

Conducting the Sensory Testing

- 5.2.6 Each assessor is be seated in a sensory testing cubicle equipped with 5 disposable plastic spatulas, a bottle of mineral water, a Cocoa Liquor Tasting Form, a pen and a spit spot.
- 5.2.7 Each assessor is presented with one aluminium heating block taken directly from the incubator set at 65°C and containing 5 liquors arranged in one of the sample presentation sets. The block is placed in front of the assessor so that the FRONT label on the block faces the assessor.
- 5.2.8 The assessor is asked to read and then carry out the instructions given on the Cocoa Liquor Tasting Form. An example of the Cocoa Liquor Tasting Form is shown below in section 5.2.9. The assessor is instructed that the samples must first be tasted in the order presented but may then be re-tasted in any order. Assessors must also be instructed not to communicate with each other during the test.
- 5.2.9 Cocoa Liquor Sensory Tasting Form

Taste the 5 coded cocoa liquor samples in the order presented from left to right and identify the two samples which exhibit the strongest off-flavour : *(specify the suspected off-flavour)*

The two samples are ----- and ----- *(Enter the appropriate 3 digit codes).*

6. Expression of Results

Count the number of concurring responses. If the 2 samples of liquor prepared from the cocoa beans suspected of having the specific off-flavour are identified by 3 or more assessors of a panel of 5 assessors or by 4 or more assessors in a panel of 10 assessors, the off-flavour has been positively identified with greater than 95% confidence.

There is a small but finite probability that by chance the panel of assessors results will return a significant selection of a different pair of samples. In this event the quality of the three standard liquors should be questioned.

7. Test reports

In a two from five test the probability of a single assessor selecting the two correct samples by chance is $0.1 = p$ and the probability of an incorrect selection is $0.9 = q$.

If two assessors carry out the test, the probabilities of all possible responses are calculated from the binomial expansion of $(p+q)^2 = p^2 + 2pq + q^2$

thus the probability of 2 correct responses is $p^2 = 0.01$
 the probability of 2 incorrect responses is $q^2 = 0.81$
 the probability of 1 correct and 1 incorrect response is $2pq = 0.18$
 the probability of all possible responses is then $p^2 + 2pq + q^2 = 1.00$

And so for 5 assessors the probability of all possible responses is $(p+q)^5 = p^5 + 5p^4q + 10p^3q^2 + 10p^2q^3 + 5pq^4 + q^5$

The probabilities are then :

all 5 correct responses	p^5	=0.00001
4 correct and 1 incorrect responses	$5p^4q$	=0.00045
3 correct and 2 incorrect responses	$10p^3q^2$	=0.0081
2 correct and 3 incorrect responses	$10p^2q^3$	=0.0729
1 correct and 4 incorrect responses	$5pq^4$	=0.32805
all 5 incorrect responses	q^5	=0.59049

In a similar way it may be calculated that the probability of 4 correct responses from 10 assessors is = **0.018** and the probability of 5 correct responses from 10 assessors is **0.0016**.

8. Literature references

The Official Journal of the European Communities, L248, Volume 34, 5th Sept. 1991, pp 69-76.