

BENELUX

PUBLIKATIEBLAD

INHOUD :

Beschikkingen van het Comité van Ministers van 11 april 1972 betreffende

- de veterinairerechtelijke voorschriften voor het intra-Benelux-verkeer en de invoer van bloed en bloedserum van dierlijke oorsprong voor laboratoriumdoeleinden, M (72) 10
- de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek (analysemethoden) inzake :
 - specerijen en specerijproducten, M (72) 11
 - vleesextract en vleesbouillon, M (72) 12

TABLE DES MATIERES :

Décisions du Comité des Ministres du 11 avril 1972 concernant

- les prescriptions de police sanitaire vétérinaire relatives aux échanges intra-Benelux et à l'importation de sang et de sérum sanguin d'origine animale destinés aux laboratoires, M (72) 10
- l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux en matière
 - d'épices et produits à base d'épices, M (72) 11
 - d'extrait de viande et de bouillon de viande, M (72) 12

Het Benelux-Publikatieblad wordt uitgegeven door het Secretariaat-Generaal van de BENELUX ECONOMISCHE UNIE, Regentschapsstraat 39, 1000 Brussel.

Het Publikatieblad bevat de tekst van de in Benelux-verband gesloten overeenkomsten tussen de drie Staten, alsmede van door het Comité van Ministers der Unie genomen beschikkingen en aanbevelingen.

Het Publikatieblad kan tevens worden gebruikt als periodieke aanvulling van de « Benelux-Basisteksten ».

Deze bevatten de systematisch ingedeelde, volledige verzameling van de officiële teksten der Unie.

Om de Basisteksten bij te werken, dient men de omslag van het Publikatieblad te verwijderen en de losse, geperforeerde blaadjes in de daartoe bestemde banden der Basisteksten in te lassen volgens de bij ieder nummer gevoegde aanwijzingen.

Voor prijs en verkoopadressen van het Publikatieblad en de Basisteksten raadplege men de achterzijde van deze kaft.

Le Bulletin Benelux est édité par le Secrétariat général de l'UNION ECONOMIQUE BENELUX, 39, rue de la Régence, 1000 Bruxelles.

Dans le Bulletin Benelux sont repris les textes des conventions conclues dans le cadre du Benelux entre les trois Etats, ainsi que les textes de décisions et recommandations prises par le Comité de Ministres de l'Union.

Le Bulletin Benelux peut également servir pour compléter régulièrement les « Textes de base Benelux ».

Ceux-ci contiennent la collection complète des textes officiels, classés systématiquement.

Pour la mise à jour des Textes de base, il suffit de détacher la couverture du Bulletin et d'insérer les feuillets mobiles perforés dans les reliures des Textes de base, en suivant les instructions accompagnant chaque numéro.

Pour les prix et adresses des Bureaux de vente du Bulletin et des Textes de base, prière de consulter la dernière page de cette couverture.

BENELUX

Aanwijzingen voor
het bijwerken der
BASISTEKSTEN

Indications pour
la mise à jour des
TEXTES DE BASE

1972-2

54^e aanvulling

28.4.1972

54^e supplément

<p>DEEL ** ** **</p> <p><i>Ministeriële Beschikkingen</i></p> <p>Invoegen : blz. 1521-1544</p>	<p>TOME ** ** **</p> <p><i>Décisions ministérielles</i></p> <p>Insérer : p. 1521-1544</p>
<p>WIJZIGINGSBLADEN</p> <p>DEEL ** *</p> <p><i>Décisions ministérielles</i></p> <p>Invoegen : blz. 770-777 (n.-f.) blz. 850 en 851 (n.) blz. 978 en 979 (n.)</p>	<p>FEUILLETS MODIFIES</p> <p>TOME ** *</p> <p><i>Ministeriële Beschikkingen</i></p> <p>Insérer : p. 770-777 (n.-f.) p. 850 et 851 (n.) p. 978 et 979 (n.)</p>

Bewaar telkens de laatste aanvullingsopgave !
U kunt dan steeds nagaan tot en met welke aanvulling Uw boek-
werk is bijgewerkt.

Conservez toujours le dernier relevé de suppléments !
Ainsi vous pourrez vérifier à chaque instant jusqu'à quel point
votre recueil est à jour.

SECRETARIAAT-GENERAAL BENELUX, REGENTSCHAPSSTRAAT 39 - 1000 BRUSSEL
SECRETARIAT GENERAL BENELUX, 39, RUE DE LA REGENCE - 1000 BRUXELLES

1521

BESCHIKKING
VAN HET COMITE VAN MINISTERS
VAN 11 APRIL 1972
INZAKE VETERINAIRRECHTELIJKE VOOR-
SCHRIFTEN VOOR
HET INTRA-BENELUX-VERKEER
EN DE INVOER VAN BLOED EN BLOEDSERUM
VAN DIERLIJKE OORSPRONG VOOR
LABORATORIUMDOELEINDEN

M (72) 10

(in werking getreden op 10 juli 1972)

DECISION
DU COMITE DE MINISTRES
DU 11 AVRIL 1972
CONCERNANT LES PRESCRIPTIONS DE POLICE
SANITAIRE VETERINAIRE RELATIVES AUX
ECHANGES INTRA-BENELUX ET
A L'IMPORTATION
DE SANG ET DE SERUM SANGUIN D'ORIGINE
ANIMALE DESTINES AUX LABORATOIRES

M (72) 10

(entrée en vigueur le 10 juillet 1972)

1522

BESCHIKKING

**van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie
inzake veterinairrechtelijke voorschriften voor het intra-Benelux-
verkeer en de invoer van bloed en bloedserum van dierlijke
oorsprong voor laboratoriumdoeleinden**

M (72) 10

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,
Gelet op artikel 1 van het Protocol van 29 april 1969 inzake de
afschaffing van controles en formaliteiten aan de binnengrenzen
van Benelux en inzake de opheffing van belemmeringen van het
vrije verkeer,

Overwegende dat de controles en formaliteiten aan de Benelux-
intragrenzen dienen te worden afgeschaft en dat derhalve aan de
buitengrenzen gecoördineerde maatregelen moeten worden vastge-
steld ter voorkoming van insleep van besmettelijke dierziekten,

Heeft het volgende beslist :

Artikel 1

In de zin van de onderhavige beschikking wordt verstaan onder :

- a) invoer :
de invoer uit een derde land op het grondgebied van één der
Beneluxlanden ;
- b) bevoegde dienst :
de door de centrale overheid aangewezen dienst.

Artikel 2

Het intra-Benelux-verkeer van bloed en bloedserum van dierlijke
oorsprong voor laboratoriumdoeleinden, van oorsprong of herkomst
uit een der Beneluxlanden, is vrij.

Artikel 3

- 1. Invoer van bloed en bloedserum van dierlijke oorsprong voor
laboratoriumdoeleinden is niet toegestaan dan uit hoofde van een

1522

DECISION

**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux
concernant les prescriptions de police sanitaire vétérinaire relatives
aux échanges intra-Benelux et à l'importation de sang et de sérum
sanguin d'origine animale destinés aux laboratoires**

M (72) 10

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1^{er} du Protocole du 29 avril 1969 relatif à la suppression des contrôles et formalités aux frontières intérieures du Benelux et à la suppression des entraves à la libre circulation,

Considérant que les contrôles et formalités aux frontières intérieures du Benelux doivent être supprimés et qu'il convient, dès lors, d'adopter des mesures coordonnées aux frontières extérieures en vue de prévenir l'introduction de maladies animales contagieuses,

A pris la décision suivante :

Article 1^{er}

Au sens de la présente décision on entend par :

- a) importation :
l'importation d'un pays tiers sur le territoire d'un des pays du Benelux ;
- b) service compétent :
le service désigné par l'autorité centrale.

Article 2

Les échanges intra-Benelux de sang et de sérum sanguin d'origine animale, originaire ou provenant de l'un des pays du Benelux et destinés aux laboratoires, sont libres.

Article 3

1. L'importation de sang et de sérum sanguin d'origine animale, destinés aux laboratoires, n'est autorisée qu'en vertu d'une

voorafgaande machtiging, verleend door of namens de bevoegde minister van het land van bestemming.

De machtiging behelst de invoervoorwaarden, alsmede de aanduiding van het douanekantoor waar de zending bloed of bloedserum van dierlijke oorsprong aan de Benelux-buitengrens moet worden aangeboden en waar deze machtiging moet worden overgelegd, hetgeen de douane-autoriteit in het stuk aantekent.

2. Tevens gelden de navolgende voorschriften :
 - a) de veterinaire dienst van het Beneluxland waar de zending bloed of bloedserum van dierlijke oorsprong aan de buitengrens zal worden aangeboden, moet tenminste 48 uur vóór de aankomst van de zending worden verwittigd van het vermoedelijke tijdstip van aanbieding ;
 - b) de bevoegde dienst van het Beneluxland waar de zending aan de buitengrens werd aangeboden, controleert de zending bij het douanekantoor van aanbieding aan de hand van het de zending begeleidende oorsprongs- en gezondheidscertificaat, waarvan de inhoud moet beantwoorden aan de in de invoermachtiging gestelde voorwaarden.

Artikel 4

1. De zending bloed of bloedserum van dierlijke oorsprong voor laboratoriumdoeleinden ten aanzien waarvan niet aan het in artikel 3 bepaalde is voldaan, wordt op bevel van de veterinaire dienst van het Beneluxland waar deze zending aan de buitengrens is aangeboden, naar het land van verzending teruggezonden.
2. Indien terugzending onmogelijk blijkt te zijn of op sanitaire gronden niet kan worden toegestaan, gelast de veterinaire dienst vernietiging van de zending. De vernietiging geschiedt zonder vergoeding en voor rekening van de importeur.
3. Indien het land van bestemming van de zending een ander Beneluxland is dan het land waar de zending aan de buitengrens werd aangeboden, wordt de veterinaire dienst van het land van bestemming over de in dit artikel bedoelde beslissingen ingelicht.

Artikel 5

De onderhavige beschikking treedt negentig dagen na de datum van haar ondertekening in werking.

Gedaan te Brussel, op 11 april 1972.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

Th. WESTERTERP

1523

autorisation préalable délivrée par ou pour le ministre compétent du pays de destination.

L'autorisation énonce les conditions d'importation et désigne le bureau de douane situé à la frontière extérieure du Benelux, où l'envoi de sang ou de sérum sanguin d'origine animale doit être présenté et où cette autorisation doit être remise ce qui est consigné au document par l'autorité douanière.

2. Les dispositions suivantes sont également d'application :
 - a) le service vétérinaire du pays du Benelux à la frontière extérieure duquel l'envoi de sang ou de sérum sanguin d'origine animale sera présenté, doit être prévenu au moins 48 heures avant l'arrivée de l'envoi, du moment probable de sa présentation ;
 - b) le service compétent du pays du Benelux, à la frontière extérieure duquel l'envoi est présenté, contrôle l'envoi au bureau de douane de présentation sur la base du certificat d'origine et de santé qui accompagne l'envoi et dont le contenu doit répondre aux conditions énoncées dans l'autorisation d'importation.

Article 4

1. L'envoi de sang ou de sérum sanguin d'origine animale, destinés aux laboratoires, pour lequel les dispositions de l'article 3 ne sont pas observées, est renvoyé vers le pays d'expédition, sur ordre du service vétérinaire du pays du Benelux à la frontière extérieure duquel l'envoi est présenté.
2. Lorsqu'un tel renvoi se révèle impossible ou ne peut être autorisé pour des motifs sanitaires, le service vétérinaire ordonne la destruction de l'envoi. La destruction, qui ne donne droit à aucune indemnisation, se fait pour le compte de l'importateur.
3. Si l'envoi est destiné à un pays du Benelux autre que celui aux frontières extérieures duquel l'envoi a été présenté, le service vétérinaire du pays de destination est averti des décisions visées au présent article.

Article 5

La présente décision entre en vigueur quatre-vingt-dix jours après sa signature.

Fait à Bruxelles, le 11 avril 1972.

Le Président du Comité de Ministres,

Th. WESTERTERP

1524

BESCHIKKING
VAN HET COMITE VAN MINISTERS
VAN 11 APRIL 1972
BETREFFENDE DE TOEPASSING VAN
BENELUX-REFERENTIEMETHODEN
VAN ONDERZOEK
INZAKE SPECERIJEN EN
SPECERIJPRODUKTEN
M (72) 11

(inwerkingtreding : uiterlijk op 1.7.1972)

DECISION
DU COMITE DE MINISTRES
DU 11 AVRIL 1972
CONCERNANT L'APPLICATION DE
METHODES D'ANALYSE DE REFERENCE
BENELUX EN MATIERE D'EPICES
ET PRODUITS A BASE D'EPICES
M (72) 11

(entrée en vigueur : au plus tard le 1.7.1972)

1525

BESCHIKKING

**van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie
betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onder-
zoek inzake specerijen en specerijprodukten**

M (72) 11

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

Gelet op artikel 1 van het Protocol inzake de afschaffing van controles en formaliteiten aan de binnengrenzen van Benelux en inzake de opheffing van de belemmeringen van het vrije verkeer,

Gelet op de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 29 januari 1968 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende specerijen en specerijprodukten, M (68) 16,

Overwegende, dat geschillen, voortvloeiende uit het toepassen van verschillende analysemethoden of uit het gebruik van verschillende normen, dienen te worden vermeden,

Overwegende, dat het in het bijzonder voor de harmonisatie van het voedingsmiddelentoezicht vereist is, dat gelijke of gelijkwaardige methoden worden toegepast, dezelfde termen worden gebezigd en gelijke of gelijkwaardige normen worden aangelegd,

Heeft het volgende beslist :

Enig artikel

De Regeringen der drie Beneluxlanden nemen vóór 1 juli 1972 de nodige maatregelen om de bijgaande analysemethoden inzake specerijen en specerijprodukten als enig geldige referentiemethoden in hun wetgeving op te nemen.

Gedaan te Brussel, op 11 april 1972.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

Th. WESTERTERP

1525

DECISION

**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux
concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux
en matière d'épices et produits à base d'épices**

M (72) 11

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1^{er} du Protocole relatif à la suppression des contrôles et formalités aux frontières intérieures du Benelux et à la suppression des entraves à la libre circulation,

Vu la Recommandation du Comité de Ministres du 29 janvier 1968, relative à l'harmonisation des législations en matière d'épices et produits à base d'épices, M (68) 16,

Considérant qu'il y a lieu d'éviter des contestations nées de l'application de techniques d'analyse différentes ou de l'emploi de normes différentes,

Considérant qu'en particulier l'harmonisation du contrôle des denrées alimentaires exige la mise en œuvre de techniques identiques ou équivalentes et l'emploi de modes d'expression semblables et le recours à des normes identiques ou équivalentes,

A pris la décision suivante :

Article unique

Les Gouvernements des trois pays du Benelux prendront, avant le 1^{er} juillet 1972, les mesures nécessaires afin d'introduire dans leurs législations comme seules méthodes de référence valables, les méthodes d'analyse ci-annexées relatives aux épices et produits à base d'épices.

Fait à Bruxelles, le 11 avril 1972.

Le Président du Comité de Ministres,

Th. WESTERTERP

BENELUX-REFERENTIE-METHODEN
van onderzoek inzake specerijen en specerijproducten

M (72) 11, Bijlage

1. VOORBEREIDING VAN HET MONSTER

- 1.1. Het analysemonster van gemalen specerijen kan zonder voorbereiding worden gebruikt.
- 1.2. Maal, teneinde het produkt tot een doelmatige graad van fijnheid te brengen, het produkt in een daartoe geschikte molen b.v. een elektrische koffiemolen, zodanig dat zo min mogelijk verwarming van het maalgoed optreedt.
- Breng het gemalen monster in zijn geheel direct na het malen over in een goed afsluitbare fles.

2. AS

Reagentia

- Zwavelzuur s.g. 1,84
- Ammoniumcarbonaat, vast.
- 2.1. Gloei een porseleinen of platina schaal uit, laat afkoelen in en exsiccator en weeg nauwkeurig tot op 0,1 mg (W_0 g).
- 2.2. Weeg in de schaal nauwkeurig 2-5 g van het volgens 1. voorbereide monster af (gewicht monster + schaal = W_1 g).
- 2.3. Bevochtig met enige druppels water en meng met 1 ml zwavelzuur.
- Verdrijf de overmaat water en zwavelzuur door matige verwarming en gloei.
- 2.4. Indien de as nog kooldeeltjes bevat, herhaal dan deze bewerking met enige druppels zwavelzuur.
- 2.5. Laat afkoelen. Voeg enig ammoniumcarbonaat toe en gloei opnieuw.
- 2.6. Laat afkoelen in een exsiccator en weeg nauwkeurig tot 0,1 mg (W_2 g).
- 2.7. Bereken het sulfaatgehalte (A) in percenten uit :

$$A = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100$$

Het asgehalte in percenten is dan $0,8 \times A$.

1526

METHODE D'ANALYSE DE REFERENCE BENELUX
en matière d'épices et de produits à base d'épices**M (72) 11, annexe****1. PREPARATION DE L'ECHANTILLON**

- 1.1. L'échantillon d'épices moulues peut être utilisé sans préparation.
- 1.2. Afin de réduire le produit au degré de finesse convenable, le moule dans un moulin approprié, par exemple un moulin à café électrique, en l'échauffant le moins possible.

Après la mouture, transférer immédiatement tout l'échantillon moulu dans un flacon à fermeture hermétique.

2. MATIERES MINERALES**Réactifs**

- Acide sulfurique p.s. 1,84
- Carbonate d'ammonium solide.

- 2.1. Calciner une capsule de porcelaine ou de platine, laisser refroidir dans un exsiccateur et peser exactement jusqu'à 0,1 mg (W_0 g).
- 2.2. Dans la capsule peser exactement 2 à 5 g de l'échantillon préparé selon 1. (le poids de l'échantillon + la capsule = W_1 g).
- 2.3. Humidifier par quelques gouttes d'eau et mélanger avec 1 ml d'acide sulfurique.
Chasser l'eau et l'excès d'acide sulfurique par un chauffage modéré et calciner.
- 2.4. Si les cendres contiennent encore des parcelles de carbone, répéter cette opération avec quelques gouttes d'acide sulfurique.
- 2.5. Laisser refroidir. Ajouter un peu de carbonate d'ammonium et calciner à nouveau.
- 2.6. Laisser refroidir dans un exsiccateur et peser exactement à 0,1 mg près (W_2 g).
- 2.7. Calculer la teneur en cendres sulfatées (A), en pour-cent, par la formule :

$$A = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100$$

La teneur en matières minérales en pour-cent est égale à 0,8 x A.

3. ZAND

Reagens

— Zoutzuur 4 n.

3.1. Voeg aan de volgens 2 verkregen sulfaat 25 ml zoutzuur toe.

3.2. Bedek de schaal met een horlogeglas, kook voorzichtig gedurende 10 minuten en laat afkoelen.

3.3. Filtreer het residu af door een asvrij filter. Was met warm water uit totdat het filtraat zuurvrij is. Veras het filter en gloei.

3.4. Laat afkoelen in een exsiccator en weeg.
Herhaal het gloeien en afkoelen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 1 mg bedraagt (W_3g).

3.5. Bereken het zandgehalte (Z) in percenten uit :

$$Z = \frac{W_3 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100$$

4. RUW VEZEL

Reagentia

— Zoutzuur 0,3 n

— Zwavelzuur 0,3 n

— Natriumhydroxide-oplossing 1,5 n

— Aceton kooktraject 56-57° C.

— Petroleumether, kooktraject 40-60° C.

— Zand, gezuiverd.

Gebruik zand met een korrelgrootte tussen 0,15 en 0,30 mm.

Laat op het zand gedurende enige dagen zoutzuur (s.g. 1,15) inwerken. Spoel uit met water, totdat het spoelwater niet meer zuur reageert. Droog het zand door uitspreiden en door vervolgens gedurende ten minste 1 uur op 700° C te verhitten.

Toestellen en hulpmiddelen

Bekerglazen van 250 à 400 ml met bijpassende koelperen.

Filterkroezen van kwarts of porselein met een gemiddelde poriëndoorsnede van 90 à 150 micron, met een hoogte van bij voorkeur ca. 40 mm, een bodemmiddellijn van ca. 30 mm en een bovenmiddellijn van ca. 40 mm (b.v. Jena 1bBI).

Gloeischaaltjes met een middellijn van ca. 50 mm.

1527

3. SABLE**Réactif**

— Acide chlorhydrique 4 n.

- 3.1. Ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique aux cendres sulfatées obtenues selon 2.
- 3.2. Recouvrir la capsule d'un verre de montre, faire bouillir, prudemment pendant 10 minutes et laisser refroidir.
- 3.3. Filtrer le résidu sur un filtre sans cendres. Laver à l'eau chaude jusqu'à disparition de la réaction acide. Incinérer le filtre puis calciner.
- 3.4. Laisser refroidir dans un exsiccateur et peser.
Répéter la calcination et le refroidissement jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 1 mg (W_3 g).
- 3.5. Calculer le teneur en sable (Z) en pour-cent, par la formule :

$$Z = \frac{W_3 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100$$

4. CELLULOSE BRUTE**Réactifs**

- Acide chlorhydrique 0,3 n
- Acide sulfurique 0,3 n
- Solution d'hydroxyde de sodium 1,5 n
- Acétone P.E. 56-57° C.
- Ether de pétrole, P.E. 40-60° C.
- Sable purifié.

Utiliser du sable dont la granulométrie est comprise entre 0,15 et 0,30 mm.

Laisser le sable macérer pendant quelques jours, dans l'acide chlorhydrique (p.s. 1,15). Laver à l'eau jusqu'à ce que l'eau de lavage ne présente plus de réaction acide. Sécher le sable en l'étalant et en le chauffant ensuite à 700° C pendant une heure au moins.

Appareils et accessoires

Béchers de 250 à 400 ml avec condenseurs appropriés.

Creusets filtrants de quartz ou de procelaine ; diamètre moyen des pores de 90 à 150 microns, hauteur de préférence 40 mm environ, diamètre inférieur environ 30 mm, diamètre supérieur, environ 40 mm (p. ex. Jena 1bBI).

Capsules pour calcination d'un diamètre d'environ 50 mm.

Elektrisch verwarmde en goed geventileerde moffeloven, voorzien van een geschikt temperatuurmeetinstrument (b.v. een pyrometer) en van een zodanige automatische temperatuurregeling dat de temperatuur in de oven tussen 680 en 720° C blijft.

Elektrisch verwarmde en goed geventileerde droogstoof, voorzien van een zodanige automatische temperatuurregeling dat, na instelling op 140° C, de temperatuur in de stoof tussen 138 en 142° C blijft.

Exsiccator met blauwgekleurd silicagel als droogmiddel, voorzien van een 2 à 3 mm dikke geperforeerde metalen plaat ter bevordering van snel afkoelen van de kroezen.

Soxhletextractietoestel.

Huls van gehard filtreerpapier.

- 4.1. Weeg nauwkeurig tot 0,1 mg ongeveer 1 g (W_0 ,g) gemalen produkt in de huls af. Extraheer in het soxhlettoestel met petroleumether gedurende tenminste 1 uur.
- 4.2. Breng de inhoud van de huls kwantitatief over in een bekersglas.

Voeg 50 ml zwavelzuur toe en verhit snel tot koken. Laat zachtjes koken gedurende een half uur met opgeplaatste koelpeer.

Voeg hierna 25 ml natriumhydroxide-oplossing toe en laat nogmaals gedurende een half uur koken met opgeplaatste koelpeer.

- 4.3. Filtreer door de filterkroes die voor ongeveer een derde deel gevuld is met zand. Was vijfmaal uit met telkens ca. 10 ml kokend water, daarna éénmaal met 50 ml zoutzuur, vervolgens wederom vijfmaal met telkens ca. 10 ml kokend water en tenslotte met 50 ml aceton.
- 4.4. Plaats de kroes met inhoud in een gloeischaaltje en droog gedurende anderhalf uur bij 140° C in de droogstoof.
Plaats het geheel in de exsiccator, laat anderhalf uur afkoelen en weeg nauwkeurig tot 0,1 mg (gloeischaaltje en kroes met inhoud = W_1 ,g).
- 4.5. Plaats het geheel in de vooraf op temperatuur gebrachte moffeloven en veras gedurende een uur bij 700° C.
Laat daarna het gloeischaaltje met de kroes gedurende 5 min. afkoelen op een asbestplaat; breng hen daarna in de exsiccator.
Weeg nauwkeurig tot 0,1 mg na twee uur (W_2 ,g).

1528

Four à moufle électrique bien ventilé, pourvu d'un instrument approprié pour mesurer la température (par ex. un pyromètre) et d'un thermostat automatique permettant de maintenir la température du four entre 680 et 720° C.

Étuve électrique bien ventilée, pourvue d'un thermostat automatique permettant de maintenir la température de l'étuve à 140° C plus ou moins 2°.

Exsiccateur à gel de silice coloré en bleu, pourvu d'une plaque de métal perforée de 2 à 3 mm d'épaisseur afin d'accélérer le refroidissement des creusets.

Appareil d'extraction de Soxhlet.

Cartouche en papier filtre durci.

4.1. Dans la cartouche peser, exactement à 0,1 mg près un gramme environ du produit moulu (W_0g). Extraire au Soxhlet par l'éther de pétrole pendant une heure au moins.

4.2. Transférer quantitativement le contenu de la cartouche dans un bécher

Ajouter 50 ml d'acide sulfurique et porter rapidement à l'ébullition. Couvrir du condenseur et laisser bouillir doucement pendant une demi-heure.

Ajouter ensuite 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium et faire à nouveau bouillir pendant une demi-heure, sous condenseur.

4.3. Filtrer sur le creuset filtrant, dont le tiers environ est rempli de sable. Laver à cinq reprises, chaque fois avec environ 10 ml d'eau bouillante, puis une fois avec 50 ml d'acide chlorhydrique, puis à nouveau à cinq reprises, chaque fois avec environ 10 ml d'eau bouillante, et enfin avec 50 ml d'acétone.

4.4. Placer le creuset et son contenu dans la capsule pour calcination et sécher pendant une heure et demie dans l'étuve à 140° C.

Placer le tout dans l'exsiccateur, laisser refroidir pendant une heure et demie et peser exactement jusqu'à 0,1 mg (W_1g le poids de la capsule et du creuset avec son contenu).

4.5. Placer l'ensemble dans le four à moufle préalablement porté à température et calciner pendant une heure à 700° C.

Ensuite, laisser refroidir la capsule et le creuset pendant 5 minutes sur une plaque d'amiante, puis les porter dans l'exsiccateur.

Après deux heures, peser exactement à 0,1 mg près (W_2g).

4.6. Bereken het gehalte aan ruw vezel (RV) in percenten uit :

$$\text{R.V.} = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$

5. VLUCHTIGE OLIE

Reagens

- Xyleen, kooktraject 136-140° C.
- Glycerol

Toestel

Toestel voor het bepalen van vluchtige olie in specerijen volgens bijgevoegde tekening.

Het toestel bestaat uit een rondbodempkolf van 1 liter met slijpstuk die verbonden is met een opzet met een gegraduateerde en geijkte meetbuis waarin ook een koeler en een capillair zijn opgenomen.

In de meetbuis kan een volume van 0,5 ml met een nauwkeurigheid van 0,01 ml worden afgelezen.

Onder de meetbuis bevindt zich een verwijding waar onderaan de kraan A zit. De inhoud van de buis kan hiermee worden afgetapt of met een capillair in verbinding worden gebracht. Aan de capillair bevindt zich een expansiestuk.

Bij B bevindt zich een slijpstukje met een ingeslepen glazenstop. Wanneer na beëindiging van de destillatie nog vluchtige olie in de koeler aanwezig is, kan door het spuiten van gedestilleerd water door deze opening, deze met de rest van de niet-waterige fase in de meetbuis, verenigd worden.

De opzet moet zorgvuldig gereinigd zijn. Dit gebeurt door de opzet met ethanol en ether te spoelen, met chroomzuur te ontvetten en vervolgens met gedestilleerd water zuurvrij te wassen.

5.1. Breng in de kolf van het toestel in de tabel I aangegeven hoeveelheid analysemonster (W g). Voeg de in de tabel aangegeven hoeveelheid destillatievloeistof toe, breng een met teflon bekleed magnetisch roerstaafje in de kolf en plaats de opzet hierop.

5.2. Vul de meetbuis tot aan de bovenste merkstreep met gedestilleerd water.

De kraan A staat hierbij in de stand 1-2.

Breng ongeveer 0,2 ml xyleen in de meetbuis.

1529

- 4.6. Calculer la teneur en cellulose brute (RV), en pour-cent, par la formule :

$$\text{R.V.} = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$

5. HUILES ESSENTIELLES

Réactifs

- Xylène, P.E. 136-140° C.
- Glycérol

Appareil

Appareil pour doser les huiles essentielles dans les épices, selon la figure ci-annexée.

L'appareil se compose d'un ballon à fond rond d'un litre avec col rôdé, relié à un montage comportant un tube gradué et étalonné ainsi qu'un réfrigérant et un tube capillaire.

Ce tube gradué permet de mesurer un volume de 0,5 ml avec une précision de 0,01 ml.

Sous le tube gradué se trouve un renflement surmontant le robinet A, qui permet d'évacuer le contenu du tube ou de le mettre en communication avec le tube capillaire. Le tube capillaire est pourvu d'une chambre d'expansion.

En B se trouve une pièce rôdée dotée d'un bouchon de verre. Si le réfrigérant contient encore des huiles essentielles après la distillation, celles-ci peuvent être rassemblées dans le tube gradué avec le reste de la phase non aqueuse, en injectant de l'eau distillée par cette ouverture B.

L'appareil doit être soigneusement nettoyé, en le rinçant avec de l'éthanol et de l'éther, en le dégraissant avec de l'acide chromique plus en le lavant à l'eau distillée jusqu'à disparition de la réaction acide.

- 5.1. Introduire dans le ballon de l'appareil la quantité de l'échantillon indiquée au tableau I (W g). Y ajouter la quantité de liquide de distillation indiquée au tableau, déposer dans le ballon un agitateur magnétique recouvert de teflon et connecter le ballon.
- 5.2. Remplir le tube gradué jusqu'au trait supérieur à l'aide d'eau distillée.
Le robinet A est en position 1-2.
Ajouter environ 0,2 ml de xylène dans le tube gradué.

Laat zoveel water uit de meetbuis lopen, kraan A in stand 1-3, dat het xyleen juist in de schaalverdeling komt.

Lees het volume van het xyleen nauwkeurig af (V_x ml) en draai kraan A voorzichtig in stand 1-2.

5.3. Plaats de kolf in een paraffine- of oliebad.

Gebruik als warmtebron een verwarmingsplaat, voorzien van sterke magneetroerder en aansluitmogelijkheid voor contactthermometer. Regel de temperatuur van het bad ($\pm 130^\circ \text{C}$, contactthermometer) zodanig, dat de destillatie langzaam en regelmatig plaats heeft in de tijdsduur aangegeven in tabel I.

Tijdens de destillatie wordt de kolfinhoud geroerd.

5.4. Wacht tenminste 15 minuten na het beëindigen van de destillatie, en breng, door voorzichtig draaien van kraan A in stand 1-3, de niet-waterige fase binnen de calibratie van de meetbuis.

Lees het volume van de niet-waterige laag in de meetbuis af (V_0 ml). (*)

5.5. Bereken het gehalte aan vluchtige olie (O) van het produkt in gewichts-procenten (m/m) uit :

$$O = \frac{100 \cdot (V_0 - V_x) \cdot d}{W}$$

waarin :

V_x = volume van het toegevoegde Xyleen in ml

V_0 = volume van de niet-waterige laag na destillatie

d = het gemiddelde s.g. van de vluchtige olie van de desbetreffende specerij (tabel II).

W = gewicht van het analysemonster

(*) Bij nootmuskaat kristalliseert een gedeelte van het vluchtige materiaal in de koeler. Verenig dit met de niet-waterige laag door de driewegkraan A naar alle kanten af te sluiten en via opening B voorzichtig gedestilleerd water in de koelbuis te spuiten. De op het stijgende waterniveau drijvende xyleenfase komt nu met het gekristalliseerde materiaal in aanraking. Open kraan A voorzichtig en breng de niet-waterige fase weer binnen de meetbuis calibratie. Herhaal deze bewerking totdat geen gekristalliseerd materiaal zich meer in de koelbuis bevindt. Lees eerst dan het volume van de niet-waterige laag af.

1530

Tourner le robinet A en position 1-3, et évacuer l'eau du tube gradué de telle sorte que le xylène se situe dans l'échelle graduée.

Noter avec précision le volume du xylène (V_x ml) et tourner prudemment le robinet A jusqu'à la position 1-2.

- 5.3. Placer le ballon dans un bain de paraffine ou d'huile.

Utiliser comme source de chaleur une plaque chauffante, dotée d'un agitateur magnétique fort et d'une connection à un thermomètre à contact. Régler la température du bain ($\pm 130^\circ \text{C}$, thermomètre à contact), de telle sorte que la distillation s'effectue lentement et régulièrement dans les délais prévus au tableau I.

Agiter le contenu du ballon pendant la distillation.

- 5.4. Attendre au moins 15 minutes après l'interruption de la distillation et, en mettant prudemment le robinet A en position 1-3, amener la phase non aqueuse dans la partie graduée du tube.

Noter le volume de la couche non aqueuse dans le tube gradué (V_0 ml). (*)

- 5.5. Exprimer en % de poids (m/m) la teneur en huiles essentielles (O) du produit par la formule :

$$O = \frac{100 \cdot (V_0 - V_x) \cdot d}{W}$$

où :

V_x = le volume en millilitres du xylène ajouté

V_0 = le volume, après distillation, de la couche non aqueuse

d = le poids spécifique moyen des huiles essentielles de l'épice considérée (tableau II).

W = poids de l'échantillon

(*) Une partie des matières volatiles de la noix de muscade se cristallise dans le réfrigérant. Recueillir cette cristallisation et la couche non aqueuse en fermant le robinet A et en injectant prudemment de l'eau distillée dans le tube réfrigérant par l'ouverture B. La couche de xylène surnageante monte avec le niveau de l'eau et entre en contact avec la matière cristallisée. Ouvrir prudemment le robinet A et admettre à nouveau la phase non aqueuse dans la partie graduée du tube. Répéter cette opération jusqu'à ce que le réfrigérant ne contienne plus de matière cristallisée. Alors seulement, noter le volume de la couche non aqueuse.

6. NIET-VLUCHTIG ETHERISCH EXTRACT**6.1. Totaal etherisch extract****Reagentia**

- Ether, droog en peroxidevrij
- Fosforpentoxide, droogmiddel
- Zand, met zoutzuur gewassen en gedroogd.

6.1.1. Meng 3 tot 10 gram van het volgens 1. voorbereide monster, nauwkeurig afgewogen, met de vijfvoudige hoeveelheid zand. Breng het mengsel kwantitatief over in een papieren huls, behorende bij een Soxhlet-extractietoestel.

Plaats de huls in het extractietoestel en extraheer gedurende 10 uur met ether.

6.1.2. Destilleer de ether bij een temperatuur van 40° C af. Droog het residu door in de kolf een buisje, gevuld met fosforpentoxide, te plaatsen. Weeg het gedroogde residu.

6.2. Niet-vluchtig etherisch extract

Bereken het niet-vluchtig etherisch extract als het verschil tussen het totaal etherisch extract, bepaald onder 6.1., en het gehalte aan vluchtige olie, bepaald onder 5., beide uitgedrukt in grammen per 100 gram.

7. VUILPROEF (Filt-test)**Reagentia**

- Zoutzuur, 4 n
- Ethanol, 96 vol. %
- Petroleumether, kooktraject 40 - 60° C
- Vloeibare paraffine

Instrumenten

Scheitrechter, eindigend in een cilindervormig gedeelte (diameter 1 cm, lengte 8 cm) boven de kraan. Twee glazen platen, waarvan één voorzien van een lijnenraster van 2 mm. De lijnen moeten genummerd zijn.

Kieselguhrfilter, Delta nr 325, of gelijkwaardig, diameter 4 cm.

Filter, SS nr 1575 of gelijkwaardig, diameter 5 cm.

Doorzichtig plakband.

7.1. Breng 25 g van volgens 1. voorbereid monster in een konische kolf van 1 l. Voeg 350 ml water en 50 ml zoutzuur toe. Breng

1531

6. EXTRAIT ETHERE, NON VOLATIL**6.1. Extrait étheré total****Réactifs**

- Ether sec exempt de peroxydes
- Pentoxyde de phosphore, agent déshydratant
- Sable lavé à l'acide chlorhydrique et séché.

6.1.1. Peser exactement et mélanger avec une quantité quintuple de sable 3 à 10 g de l'échantillon préparé selon 1.

Transférer quantitativement le mélange dans une cartouche de papier faisant partie d'un appareil d'extraction Soxhlet. Placer la cartouche dans l'appareil d'extraction et extraire pendant 10 heures à l'aide d'éther.

6.1.2. Evaporer l'éther à la température de 40° C. Sécher le résidu en plaçant dans le ballon un tube rempli de pentoxyde de phosphore. Peser le résidu séché.

6.2. Extrait étheré non volatil

Calculer l'extrait étheré non volatil comme la différence entre l'extrait étheré total déterminé selon 6.1. et la teneur en huile volatile déterminée selon 5., les deux valeurs étant exprimées en gramme par 100 g.

7. FILTH-TEST**Réactifs**

Acide chlorhydrique, 4 n
Ethanol, 96 % vol.
Ether de pétrole, P.E. 40 - 60° C
Paraffine liquide

Appareillage

Ampoule à décantation, terminée par un corps cylindrique (diamètre 1 cm, longueur 8 cm) au-dessus du robinet. Deux plaques de verre, dont une dotée d'un quadrillage de 2 mm de côté. Les traits doivent être numérotés.

Filtre au kieselguhr, Delta n° 325 ou équivalent, diamètre 4 cm.

Filtre, SS n° 1575 ou équivalent, diamètre 5 cm.

Bande adhésive transparente.

7.1. Déposer 25 g de l'échantillon préparé selon 1. dans un vase conique de 1 litre. Ajouter 350 ml d'eau et 50 ml d'acide chlor-

het mengsel onder goed roeren aan de kook en kook gedurende 1 uur. Zorg, dat aan de wand van de kolf boven de vloeistof geen vaste bestanddelen kleven. Laat iets afkoelen.

- 7.2. Voeg 20 ml paraffine toe, roer krachtig en vul met water aan tot de paraffinelaag in de hals van de kolf staat. Laat de kolf 15 minuten rustig staan.
- 7.3. Vul het cilindervormige gedeelte van de scheitrechter met water en giet de paraffine en een deel van de waterige vloeistof in de scheitrechter. Vul de inhoud van de kolf met water aan en giet wederom af in de scheitrechter. Herhaal deze bewerking totdat alle paraffine in de scheitrechter is overgebracht. Laat 15 minuten rustig staan.
- 7.4. Breng opnieuw 5 ml paraffine in de kolf en roer de gehele inhoud goed om. Vul aan met water tot de paraffinelaag in de hals van de kolf staat. Laat 15 minuten rustig staan.
- 7.5. Laat het water uit de scheitrechter weglopen, er voor zorgdragend, dat het cilindervormige gedeelte met water gevuld blijft. Giet vervolgens de paraffinelaag uit de kolf en een deel van de waterige oplossing in de scheitrechter.
- 7.6. Herhaal de bewerkingen 7.4. en 7.5. nog twee maal.
- 7.7. Laat wederom het grootste deel van het water uit de scheitrechter weglopen en voeg 300 ml water toe. Schud om en tap, na 15 minuten rustig staan, het water grotendeels af. Herhaal deze bewerking tot het aflopende water helder is.
- 7.8. Voeg toe 200 ml petroleumether en 200 ml water. Schud om en laat, na 15 minuten staan, zoveel water af, totdat slechts enkele milliliters overblijven.
- 7.9. Leg in een Buchnertrechter van 4 cm diameter een kieselguhrfilter en daarop het filter SS nr 1575. Laat de rand hiervan tegen de wand van Buchnertrechter aansluiten.
- 7.10. Breng de vloeistof uit de scheitrechter bij gedeelten op het filter en zuig af. Voeg bij eventueel slecht doorlopen van het filter meer petroleumether aan de scheitrechter toe. Bedek de Buchnertrechter hierbij met een horlogeglas, was de scheitrechter met water geheel schoon en breng het waswater op het filter. Was tenslotte viermaal met 20 ml ethanol.

1532

hydrique. Porter le mélange à l'ébullition, tout en le remuant, et maintenir l'ébullition pendant 1 heure. Veiller à ce qu'aucun composant solide n'adhère à la paroi du vase, au-dessus du liquide. Laisser refroidir quelque peu.

- 7.2. Ajouter 20 ml de paraffine, remuer énergiquement et ajouter de l'eau jusqu'à ce que la couche de paraffine se trouve dans le col du vase. Laisser reposer le vase pendant 15 minutes.
- 7.3. Remplir d'eau le corps cylindrique de l'ampoule à décantation, transvaser la paraffine et une partie du liquide aqueux dans l'ampoule à décantation. Compléter le volume du vase avec de l'eau et transvaser à nouveau dans l'ampoule à décantation. Répéter cette opération jusqu'à ce que toute la paraffine soit passée dans l'ampoule à décantation. Laisser reposer pendant 15 min.
- 7.4. Introduire à nouveau 5 ml de paraffine dans le vase et agiter convenablement tout le contenu. Ajouter de l'eau jusqu'à ce que la couche de paraffine se trouve dans le col du vase. Laisser reposer pendant 15 minutes.
- 7.5. Laisser s'écouler l'eau de l'ampoule à décantation tout en veillant à ce que la partie cylindrique reste remplie d'eau. Transvaser ensuite, dans l'ampoule à décantation, la couche de paraffine du vase et une partie de la solution aqueuse.
- 7.6. Répéter deux fois les opérations 7.4. et 7.5.
- 7.7. Laisser à nouveau s'écouler la majeure partie de l'eau de l'ampoule à décantation, ajouter 300 ml d'eau. Agiter, puis, après avoir laissé reposer pendant 15 minutes, évacuer la plus grande partie de l'eau. Répéter cette opération jusqu'à ce que l'eau évacuée soit limpide.
- 7.8. Ajouter 200 ml d'éther de pétrole et 200 ml d'eau. Agiter et, après avoir laissé reposer pendant 15 minutes, évacuer l'eau jusqu'à ce qu'il ne reste plus que quelques millilitres.
- 7.9. Sur un filtre Buchner de 4 cm de diamètre, placer un filtre au kieselguhr surmonté du filtre SS n° 1575. Faire adhérer ce dernier au pourtour de la paroi du Buchner.
- 7.10. Verser, par fractions, le liquide de l'ampoule à décantation sur le filtre et aspirer, en couvrant le Buchner d'un verre de montre. Si le liquide passe mal à travers le filtre, ajouter davantage d'éther de pétrole à l'ampoule à décantation. Rincer complètement l'ampoule à décantation à l'eau et verser l'eau de rinçage sur le filtre. Rincer à quatre reprises avec 20 ml d'éthanol.

- 7.11. Breng het filter over in een petrischaal en droog het hierin, afgedekt, bij 60° C. Bevochtig het filter met enige druppels paraffine en laat deze zich over het gehele oppervlak uitbreiden.
- 7.12. Plaats het filter zodanig tussen de twee glazen, dat het raster van de verdeelde glasplaat direct op het filter komt te liggen. Fixeer de beide glazen platen met doorzichtige plakbanden.
- 7.13. Tel onder zwakke vergroting het aantal insecten, mijten en de fragmenten hiervan alsmede het aantal haren van knaagdieren voorkomend op het gehele filter.
- 7.14. Geef de uitkomst op per 25 g onderzocht materiaal.

8. KLEURSTOFFEN

Dit onderzoek wordt verricht volgens de nationale bepalingen der drie landen, welke in overeenstemming zijn met de Aanbevelingen van het Comité van Ministers van 31 maart 1965, M (65) 4 en van 17 oktober 1966, M (66) 14 inzake de toepassing van Benelux-referentiemethoden voor het opsporen en het identificeren van in levensmiddelen aanwezige, in water oplosbare synthetische kleurstoffen, resp. in vet oplosbare kleurstoffen.

9. AANTONEN VAN HELIOTROPINE (= PIPERONAL) IN VANILLE

Apparatuur

Dunnelaag platen (20 x 20 cm) voorzien van silicagel G voor dunnelaag chromatografie, laagdikte 0,25 mm. De platen worden na drogen aan de lucht, 2 uur in een droogstoof van 110° C gedroogd en na afkoeling op kamertemperatuur tot vlak voor het gebruik in een exsiccator boven silicagel bewaard.

Ontwikkelbak voor dunnelaag chromatografie.

De wand van de ontwikkelbak is bekleed met filtreerpapier. Op de bodem bevindt zich de loopvloeistof (1 cm hoog). De conditionering van de bak is na 1 uur bereikt.

Reagentia

Ethanol 96 % (v/v)

Ether pro analysi (p.a.)

Loopvloeistof I : 80 vol. delen n-hexaan + 20 vol. delen ethylacetaat

Loopvloeistof II : 97 vol. delen benzeen + 3 vol. delen ethylacetaat

Sputreagens A : verzadigde oplossing van hydrazinesulfaat in 1 n zoutzuur

1533

- 7.11. Déposer le filtre dans une boîte de Pétri et le sécher à 60° C. Imprégner le filtre par quelques gouttes de paraffine réparties sur la surface.
- 7.12. Placer le filtre entre les deux plaques de verre, de telle sorte que les traits de la plaque quadrillée soient directement en contact avec le filtre. Fixer les deux plaques de verre à l'aide de bandes adhésives transparentes.
- 7.13. Compter sous faible grossissement les insectes, les acariens, leurs fragments ainsi que le poil de rongeur, présents sur toute la surface du filtre.
- 7.14. Exprimer le résultat par rapport aux 25 g de matière examinée.

8. COLORANTS

Cet examen est effectué conformément aux dispositions nationales des trois pays adaptées aux Recommandations du Comité de Ministres du 31 mars 1965, M (65) 4, et du 17 octobre 1966, M (66) 14, relatives à l'application de méthodes de référence Benelux pour la recherche et l'identification respectivement des colorants synthétiques solubles dans l'eau et des colorants liposolubles, présents dans les denrées alimentaires.

9. RECHERCHE DE L'HELIOTROPINE (= PIPERONAL) DANS LA VANILLE

Appareillage

Plaques (20 x 20 cm) avec silicagel G pour chromatographie en couche mince, épaisseur 0,25 mm. Sécher les plaques à l'air, puis pendant deux heures dans une étuve à 110° C. Après refroidissement à la température ambiante, conserver jusqu'au moment de l'utilisation dans un exsiccateur contenant du silicagel.

Cuve de développement pour chromatographie en couche mince. La paroi des cuves est recouverte de papier filtre. Dans le fond, se trouve une couche de phase mobile de 1 cm d'épaisseur. La cuve est conditionnée en une heure.

Réactifs

Ethanol 96 % (v/v)

Ether pro analysi (p.a.)

Phase mobile I : 80 vol. d'hexane n + 20 vol. d'acétate d'éthyle

Phase mobile II : 97 vol. de benzène + 3 vol. d'acétate d'éthyle

Révéléateur A : solution saturée de sulfate d'hydrazine dans de l'acide chlorhydrique 1 n

Sputreagens B : 5 % (m/m) oplossing van kaliumhydroxide in methanol

Sputreagens C : verzadigde oplossing van fosfoormolybdeenzuur in ethanol 96 % (v/v).

Referentie-oplossingen

0,5 g vanilline in 100 ml ethanol 96 % (v/v)

0,5 g ethylvanilline in 100 ml ethanol 96 % (v/v)

0,5 g p-hydroxybenzaldehyde in 100 ml ethanol 96 % (v/v)

0,5 g coumarine in 100 ml ethanol 96 % (v/v)

0,5 g piperonal = heliotropine in 100 ml ethanol 96 % (v/v)

0,5 g vanitroop [2-ethoxy-4 (propenyl-1) phenol] in 100 ml ethanol 96 % (v/v).

9.1. Werkwijze

9.1.1. 2-5 g vanille wordt met 20 g droog zand in een mortier afgewreven. Voeg 15 ml ethanol 96 % (v/v) toe, meng goed en damp de ethanol aan een rotatieverdamer af.

9.1.2. Het verkregen droge materiaal wordt in het afdampkolpje met 50 ml ether (p.a.) geschud en vervolgens gefiltreerd. Het filter met het geëxtraheerde materiaal wordt met 50 ml ether gewassen.

9.1.3. Damp het verkregen extract aan een rotatieverdamer tot droog in en neem met zoveel ethanol p.a. op, dat 1 ml extract-oplossing ongeveer overeenkomt met 1 g vanille.

9.2. Dunnelaag chromatografie

9.2.1. Merk op vier dunnelaag platen (silicagel G, laagdikte 0,25 mm) van 20 x 20 cm de startpunten langs een lijn op 2 cm van de onderkant. Trek een eindstreep op 15 cm van de zeven startpunten.

9.2.2. Breng op de twee middelste startpunten 2 ml resp. 10 ml van het onder 9.1.3. verkregen extract op.

Breng op de startpunten ter weerszijden van de monsterstartpunten telkens 2 ml van één der zes referentie-oplossingen op. Laat drogen. De vlekken mogen geen grotere diameter hebben dan 0,5 cm. Herhaal deze bewerkingen op de drie andere platen.

1534

Révélateur B : solution à 5 % (m/m) d'hydroxyde de potassium dans du méthanol

Révélateur C : solution saturée d'acide phosphomolybdique dans de l'éthanol 96 % (v/v).

Solutions de référence

0,5 g de vanilline dans 100 ml d'éthanol 96 % (v/v)

0,5 g d'éthyl-vanilline dans 100 ml d'éthanol 96 % (v/v)

0,5 g de p-hydroxybenzaldéhyde dans 100 ml d'éthanol 96 % (v/v)

0,5 g de coumarine dans 100 ml d'éthanol 96 % (v/v)

0,5 g de piperonal = héliotropine dans 100 ml d'éthanol 96 % (v/v)

0,5 g de vanitrope [2-éthoxy-4(propényl-1)phénol] dans 100 ml d'éthanol 96 % (v/v).

9.1. Mode opératoire

9.1.1. Dans un mortier, triturer de 2-5 g de vanille avec 20 g de sable sec. Ajouter 15 ml d'éthanol 96 % (v/v), bien mélanger et évaporer l'éthanol dans un évaporateur rotatif.

9.1.2. Dans le ballon d'évaporation, agiter la matière sèche obtenue avec 50 ml d'éther (p.a.) puis filtrer. Laver le filtre et la matière extraite à l'aide de 50 ml d'éther.

9.1.3. Dans un évaporateur à rotation, évaporer à sec l'extrait obtenu et le reprendre par de l'éthanol p.a. de telle sorte qu'1 ml de solution d'extrait corresponde environ à 1 g de vanille.

9.2. Chromatographie en couche mince

9.2.1. Sur quatre plaques pour chromatographie en couche mince (silicagel G, épaisseur de la couche 0,25 mm) de 20 x 20 cm, indiquer les points de départ sur une ligne à 2 cm du bord inférieur. Tracer une ligne indiquant le front de solvant à 15 cm des sept points de départ.

9.2.2. Sur les deux points de départ centraux, déposer respectivement 2 Ml et 10 Ml de l'extrait obtenu selon 9.1.3.

Sur les autres points de départ, déposer respectivement 2 Ml de l'une des six solutions de référence. Laisser sécher. Le diamètre des taches ne peut pas excéder 0,5 cm. Répéter ces opérations sur les trois autres plaques.

1535

9.2.3. Plaats drie platen in de ontwikkelbak van loopvloeistof I en één plaat in die met loopvloeistof II. Chromatografeer tot de loopvloeistof de eindstreep heeft bereikt. Neem de platen uit de ontwikkelbak en droog aan de lucht.

9.2.4. Bespuit telkens één plaat welke ontwikkeld is in loopvloeistof I met resp. spuitreagens A, B en C. Laat de met reagens A en B bespoten platen aan de lucht drogen. De met reagens C bespoten plaat wordt bij 100° C gedroogd.

Bespuit de plaat welke ontwikkeld is in loopvloeistof II met spuitreagens A en laat deze aan de lucht drogen.

9.3. Beoordeling

Vergelijk de vlekken verkregen uit het analysemateriaal met die van de referentiestoffen. Vergelijk ook onder U.V.-licht van 366 nm.

9.4. Opmerking

De keuze van de referentiestoffen kan aangepast worden aan het probleem. Het is noodzakelijk in ieder geval steeds vanilline als referentiestof toe te passen.

**

9.2.3. Placer trois plaques dans la cuve contenant la phase mobile I et une plaque dans la cuve contenant la phase mobile II. Chromatographier jusqu'à ce que le solvant mobile ait atteint la ligne supérieure. Retirer les plaques des cuves et sécher à l'air.

9.2.4. Sur les trois plaques développées dans la phase mobile I, vaporiser respectivement les révélateurs A, B et C. Laisser sécher à l'air les plaques vaporisées avec les révélateurs A et B. Sécher à 100° C la plaque vaporisée avec le révélateur C. Vaporiser le révélateur A sur la plaque développée dans la phase mobile II et la laisser sécher à l'air.

9.3. Examen

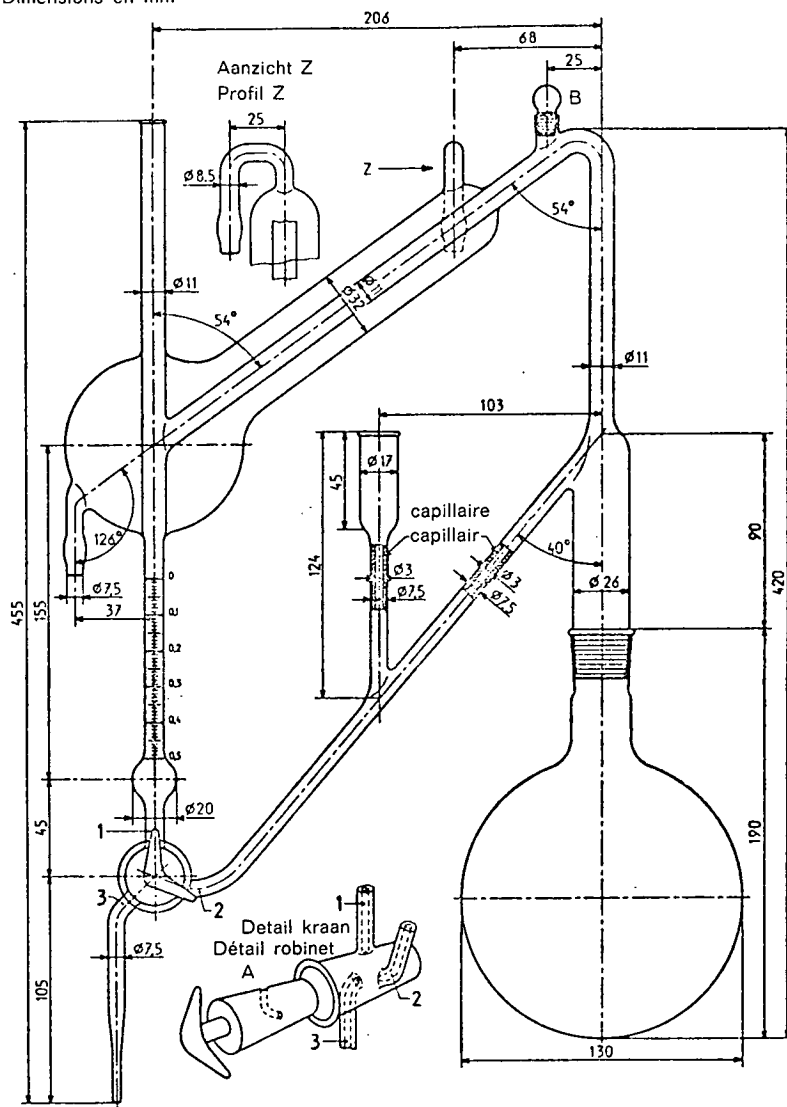
Comparer les taches obtenues de l'échantillon avec celles des substances de référence. Comparer également sous lumière U.V. à 366 nm.

9.4. Remarque

Les substances de référence peuvent être choisies en fonction du problème posé. Il est nécessaire de toujours utiliser la vanilline comme substance de référence.

1536

Maten in mm
Dimensions en mm



1537

TABEL I
TABLEAU I

Overzicht van de destillatie-omstandigheden voor het destilleren
van de vluchtige olie uit specerijen

Aperçu des conditions de distillation des huiles essentielles d'épices

grondstof matières premières	hoeveelheid in g quantités en g	toestand état	destillatie vloeistof liquide de distillation		duur van de destilla- tie in uren durée de la distillation en h
			xx	ml	
anijs of anijszaad	10	heel	gw	50	4
anis ou graines d'anis	10	entier	ge	50	4
foelie	10	heel	gw	50	4
macis	10	entier	ge	50	4
ceylon kaneel	20	gemalen	w	200	5
cannelle de Ceylan	20	moulue	e	200	5
kaneel	20	gemalen	w	200	5
cannelle	20	moulue	e	200	5
komijn of komijnzaad	20	gemalen	w	200	5
cumin ou graines de cumin	20	moulu	e	200	5
kruidnagelen	1,5-2	gekneusd	w	18-25	4
clous de girofle	1,5-2	broyés	e	18-25	4
nootmuskaat	3	gemalen	w	40	5
noix de muscade	3	moulue	e	40	5
zwarte peper	15	gemalen	w	150	5
poivre noir	15	moulu	e	150	5
witte peper	15	gemalen	w	150	5
poivre blanc	15	moulu	e	150	5
piment	2	gekneusd	w	25	4
piment	2	broyés	e	25	4
gedr. venkel of ven- kelzaad	10	heel	gw	50	4
fenouil séché ou grai- nes de fenouil	10	entier	ge	50	4
kardamon	5	zaden geheel	gw	25	5
cardamome	5	graines entières	ge	25	5

xx g = glycerol ; gw = mengsel gelijke delen glycerol en water ; w = water

xx g = glycérole ; ge = mélange à parties égales de glycérol et d'eau ; e = eau.

1538

TABEL II
TABLEAU II

Soortelijke gewichten van vluchtige oliën uit specerijen
evenals overzicht van in reglement M (68) 16
gestelde eisen aan vluchtige olie en niet vluchtig
etherisch extract in specerijen

Poids spécifiques des huiles essentielles des épices
et aperçu des exigences imposées dans le
réglement M (68) 16 aux huiles essentielles et à
l'extrait éthéré non volatil des épices

grondstof matières premières	vl. olie in % (niet lager dan) huile ess. en % (au moins)	niet vl. ethe- risch extract (niet lager dan) extrait éthéré non volatil (au moins)	gem. s. g. bij 15° C p. s. moyen à 15° C
anijs of anijszaad anis ou graines d'anis	2	—	0,98
foelie macis	4	—	0,91
ceylon kaneel cannelle de Ceylan	1,5	—	1,01
kaneel cannelle	1	—	1,06
komijn of komijnzaad cumin ou graine de cumin	2	—	0,91
kruidnagelen clous de girofle	12	—	1,06
nootmuskaat noix de muscade	—	25	0,90
zwarte peper poivre noir	—	6	0,90
witte peper poivre blanc	—	6	—
piment piment	2	—	1,04
venkel of venkelzaad fenouil ou graines de fenouil	3	—	0,97
kardamon cardamome	2	—	0,93

1539

BESCHIKKING
VAN HET COMITE VAN MINISTERS
VAN 11 APRIL 1972
BETREFFENDE DE TOEPASSING VAN
BENELUX-REFERENTIEMETHODEN
VAN ONDERZOEK
INZAKE VLEESEXTRACT EN VLEESBOUILLON

M (72) 12

(inwerkingtreding : uiterlijk op 1.7.1972)

DECISION
DU COMITE DE MINISTRES
DU 11 AVRIL 1972
CONCERNANT L'APPLICATION DE
METHODES D'ANALYSE DE REFERENCE
BENELUX
EN MATIERE D'EXTRAIT DE VIANDE
ET DE BOUILLON DE VIANDE

M (72) 12

(entrée en vigueur : au plus tard le 1.7.1972)

1540

BESCHIKKING

**van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie
betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van
onderzoek inzake vleesextract en vleesbouillon**

M (72) 12

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

Gelet op artikel 1 van het Protocol inzake de afschaffing van controles en formaliteiten aan de binnengrenzen van Benelux en inzake de opheffing van de belemmeringen van het vrije verkeer,

Gelet op de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 11 december 1968 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende vleesextract en vleesbouillon, M (68) 17,

Overwegende, dat geschillen, voortvloeiende uit het toepassen van verschillende analysemethoden of uit het gebruik van verschillende normen, dienen te worden vermeden,

Overwegende, dat het in het bijzonder voor de harmonisatie, van het voedingsmiddelentoezicht vereist is, dat gelijke of gelijkwaardige methoden worden toegepast, dezelfde termen worden gebezigd en gelijke of gelijkwaardige normen worden aangelegd,

Heeft het volgende beslist :

Enig artikel

De Regeringen der drie Beneluxlanden nemen vóór 1 juli 1972 de nodige maatregelen om bijgaande analysemethoden inzake vleesextract en vleesbouillon als enig geldige referentiemethoden in hun wetgeving op te nemen.

Gedaan te Brussel, op 11 april 1972.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
Th. WESTERTERP

1540

DECISION

**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux
concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux
en matière d'extrait de viande et de bouillon de viande**

M (72) 12

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1^{er} du Protocole relatif à la suppression des contrôles et formalités aux frontières intérieures du Benelux et à la suppression des entraves à la libre circulation,

Vu la Recommandation du Comité de Ministres du 11 décembre 1968, relative à l'harmonisation des législations en matière d'extrait de viande et bouillon de viande, M (68)17,

Considérant qu'il y a lieu d'éviter des contestations nées de l'application de techniques d'analyse différentes ou de l'emploi de normes différentes,

Considérant qu'en particulier l'harmonisation du contrôle des denrées alimentaires exige la mise en œuvre de techniques identiques ou équivalentes et l'emploi de modes d'expression semblables et le recours à des normes identiques ou équivalentes,

A pris la décision suivante :

Article unique

Les Gouvernements des trois pays du Benelux prendront, avant le 1^{er} juillet 1972, les mesures nécessaires afin d'introduire dans leurs législations comme seules méthodes de référence valables, les méthodes d'analyse ci-annexées relatives à l'extrait de viande et au bouillon de viande.

Fait à Bruxelles, le 11 avril 1972.

Le Président du Comité de Ministres,

Th. WESTERTERP

BENELUX-REFERENTIEMETHODEN
van onderzoek inzake vleesextract en vleesbouillon

M (72) 12, Bijlage

1. VOCHT

Reagens :

— Zand met zoutzuur behandeld, chloride vrij gewassen en gedroogd.

- 1.1. Tarreer een schaalte met vlakke bodem en voorzien van een deksel, waarin zich 20 à 25 g zand, alsmede een glazen staafje bevinden. Breng hierin een hoeveelheid van de waar, die 1 à 2 g droge stof bevat.

Neem, indien de waar geheel oplost in water, een hoeveelheid van een oplossing, die bovengenoemde hoeveelheid droge stof bevat.

- 1.2. Roer, na toevoeging van een weinig gedestilleerd water, de waar zonodig tot een papje met behulp van het glazen staafje. Damp droog op het waterbad en droog vervolgens in een droogstoof bij $103 \pm 2^\circ \text{C}$ tot constant gewicht. Bewaar de droogrest voor de vetbepaling.

2. KREATININE

Reagentia

- Aluminiumoxide volgens Brockmann.
— Waterige pikrinezuuroplossing op 1,2 %.
— Natriumhydroxide-oplossing 4 n.

— Ether, beantwoordend aan het volgende zuiverheidsonderzoek: schud 20 ml ether uit met 5 ml gedestilleerd water ; voeg aan de waterlaag 1,5 ml pikrinezuur-oplossing en 1 ml 4 n natriumhydroxide-oplossing toe. De kleur van het mengsel mag niet sterker zijn dan die, verkregen door aan 5 ml gedestilleerd water dezelfde hoeveelheden pikrinezuur en NaOH toe te voegen.

- Zoutzuur, n.
— Zoutzuur, 4 n.

— Kreatinine-standaardoplossing :

los 1,603 g van het dubbelzout van kreatinine en zinkchloride op in 500 ml gedestilleerd water in een maatkolf van 1 liter ; voeg 100 ml n zoutzuur toe en vul met gedestilleerd water aan tot 1 liter. Deze oplossing bevat 1 mg kreatinine per ml. Zij is gedurende 6 maanden houdbaar.

1541

**METHODES D'ANALYSE DE REFERENCE BENELUX
en matière d'extrait de viande et de bouillon de viande****M (72) 12, Annexe****1. HUMIDITE****Réactif :**

— Sable traité à l'acide chlorhydrique, lavé jusqu'à disparition des chlorures et séché.

- 1.1. Tarer une capsule à fond plat avec couvercle renfermant 20 à 25 g de sable et munie d'une baguette de verre. Y déposer une quantité de la denrée contenant 1 à 2 g de matière sèche. Peser couvercle fermé.

Si la denrée est complètement soluble dans l'eau, prélever un volume de solution renfermant un poids équivalent de matière sèche.

- 1.2. Au besoin, en s'aidant de la baguette de verre, réduire la denrée en pâte fluide après addition d'un peu d'eau distillée. Evaporer au bain-marie, puis dessécher à l'étuve à $103 \pm 2^\circ \text{C}$ jusqu'à poids constant. Conserver la matière sèche pour le dosage de la matière grasse.

2. CREATININE**Réactifs**

- Oxyde d'aluminium selon Brockmann.
- Solution aqueuse d'acide picrique à 1,2 %.
- Solution d'hydroxyde de sodium 4 n.
- Ether répondant à l'essai de pureté suivant :
agiter 20 ml d'éther et 5 ml d'eau distillée ; à la couche aqueuse ajouter 1,5 ml de la solution d'acide picrique et 1 ml de la solution d'hydroxyde de sodium 4 n. La coloration du mélange ne doit pas être plus prononcée que celle obtenue par addition des mêmes quantités d'acide picrique et de NaOH à 5 ml d'eau distillée.
- Acide chlorhydrique n.
- Acide chlorhydrique 4 n.
- Solution étalon de créatinine :
dans un matras jaugé de 1 litre, dissoudre 1,603 g de sel double de créatinine et de chlorure de zinc dans 500 ml d'eau distillée ; ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique n et compléter à 1 litre avec de l'eau distillée. Cette solution renferme 1 mg de créatinine par ml. Elle se conserve pendant 6 mois.

- 2.1. Bereid een oplossing van de waar, die een hoeveelheid kreatinine bevat in de orde van 1 mg per 5 ml oplossing. Los daartoe, indien aangaande het te verwachten gehalte geen gegevens bekend zijn, in heet water op : 1 g vleesextract, 3 g consommé of geconcentreerde bouillon, 10 g bouillontabletten, -blokjes, -korrels, -poeder of -pasta ; vul na afkoelen, met gedestilleerd water in een maatkolf aan tot een volume van 250 ml. Centrifugeer de oplossing zonodig. Filtreer, indien een laagje vet op de oplossing drijft, door een vouwfilter.
- 2.2. Breng 5 ml van de oplossing over in een porseleinen schaal en voeg 10 ml zoutzuur 4 n toe.
Damp droog op een waterbad.
Neem de droogrest na afkoelen op in 15 ml water en filtreer de oplossing onder zwak afzuigen door een zuil van aluminiumoxide. Bereid deze door in een glazen buis van 8 mm diameter en van onderen voorzien van een vernauwing, achtereenvolgens een wattenprop en 3 g aluminiumoxide te brengen. Breng 5 ml van het heldere filtraat in een porseleinen schaal, voeg 2 druppels zoutzuur 4 n toe en damp in tot een klein volume.
- 2.3. Giet de vloeistof in een grote reageerbuis en spoel het schaalje met enkele druppels gedestilleerd water na. De oplossing mag geen groter volume bezitten dan 1 ml. Schud viermaal uit met telkens 5 ml ether, er voor zorg dragend, dat de stop (rubber of glas) niet wordt bespat. Zuig de ether telkens af met een pipet. Breng de waterige oplossing uit de reageerbuis weer terug in het porseleinen schaalje, spoel de buis met water na en damp droog op het waterbad.
- 2.4. Los de droogrest op in 2 ml gedestilleerd water, voeg toe 1,5 ml pikrinezuur-oplossing 1,2 % en 0,6 ml natriumhydroxide-oplossing 4 n. Laat na mengen nauwkeurig 5 minuten staan en verdun met gedestilleerd water in een maatkolf tot 50 ml.
- 2.5. Meet na een bepaalde tijd, liggend tussen 5 en 20 minuten, in een fotometer bij 500 nm de adsorptie ten opzichte van een blanco, verkregen door aan 2 ml water toe te voegen 1,5 ml pikrinezuur-oplossing 1,2 % en 0,6 ml natriumhydroxide-oplossing 4 n en met gedestilleerd water aan te vullen tot 50 ml.
- 2.6. Maak met inachtneming van dezelfde tijden, een ijklijn door de verschillen in absorptie te meten tussen oplossingen met bekende concentraties aan kreatinine en de blanco. Verdun de kreatinine-standaard 10 maal met water. Pipetteer 0 ml, 0,3 ml, 0,8 ml, 1,4 ml, 2,0 ml en 3,0 ml in een reeks porseleinen

1542

- 2.1. Préparer une solution de la denrée renfermant une quantité de créatinine de l'ordre de 1 mg par 5 ml de solution. En l'absence de données au sujet de la teneur escomptée, dissoudre dans de l'eau chaude : 1 g d'extrait de viande 3 g de consommé ou de bouillon concentré, 10 g de bouillon en tablettes, cubes, granulés, poudre ou pâte ; après refroidissement complet, au moyen d'eau distillée, au volume de 250 ml dans un matras jaugé. Au besoin, centrifuger la solution. Filtrer sur un filtre plissé pour éliminer éventuellement les graisses surnageantes.
- 2.2. Transvaser 5 ml de la solution dans une capsule de porcelaine et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique 4 n.
Evaporer à sec au bain-marie.
Après refroidissement, reprendre le résidu par 15 ml d'eau et filtrer la solution, en aspirant légèrement sur une colonne d'oxyde d'aluminium préparée en déposant successivement un tampon d'ouate, puis 3 g d'oxyde d'aluminium, dans un tube de verre de 8 mm de diamètre dont la partie inférieure est rétrécie. Introduire 5 ml du filtrat clair dans une petite capsule de porcelaine, ajouter 2 gouttes d'acide chlorhydrique 4 n, et réduire à un petit volume par évaporation.
- 2.3. Transvaser le liquide dans un grand tube à réaction et laver la capsule à l'aide de quelques gouttes d'eau distillée. Le volume de la solution ne doit pas dépasser 1 ml. Agiter à 4 reprises, chaque fois avec 5 ml d'éther, en évitant les projections sur le bouchon (verre ou caoutchouc). Aspirer chaque fois l'éther à l'aide d'une pipette. Transvaser à nouveau la phase aqueuse du tube à réaction dans la capsule de porcelaine, rincer le tube à l'eau et évaporer à sec au bain-marie.
- 2.4. Dissoudre le résidu dans 2 ml d'eau distillée, ajouter 1,5 ml de solution d'acide picrique à 1,2 % et 0,6 ml de solution d'hydroxyde de sodium 4 n. Mélanger, laisser reposer 5 minutes exactement et diluer à 50 ml avec de l'eau distillée dans un matras jaugé.
- 2.5. Après un temps déterminé compris entre 5 et 20 minutes, mesurer, au photomètre à 500 nm, l'absorption par rapport à un blanc obtenu en ajoutant à 2 ml d'eau, 1,5 ml de la solution d'acide picrique à 1,2 %, 0,6 ml d'hydroxyde de sodium 4 n et complété à 50 ml avec de l'eau distillée.
- 2.6. En respectant les mêmes conditions de temps, tracer une courbe d'étalonnage en mesurant les différences d'absorption entre des solutions de concentrations connues de créatinine et l'essai à blanc. Diluer 10 fois la solution étalon de créatinine avec de l'eau. Pipeter 0 ml, 0,3 ml, 0,8 ml, 1,4 ml, 2,0 ml et 3,0 ml dans

schaaltjes. Verdun de eerste drie schaaltes met water tot 2,0 ml. Damp het laatste schaalte op een waterbad tot droog in en neem de droogrest op in 2 ml gedestilleerd water. Behandel de schaaltes met pikrinezuur en natriumhydroxide volgens 2.4.

- 2.7. Bereken het kreatinine-gehalte van de oplossing, verkregen onder 2.4., door de in 2.5. gemeten absorptie te vergelijken met de ijklijn.

Het aantal mg kreatinine in de onder 2.1. afgewogen hoeveelheid waar wordt verkregen door het aantal mg kreatinine, aanwezig in de 50 ml oplossing bereid onder 2.4., te vermenigvuldigen met 150.

3. KEUKENZOUT

Reagentia

- Salpeterzuur, 4 n.
- Geconcentreerd salpeterzuur, s.g. 1,40.
- Kaliumpersulfaat, $K_2S_2O_8$.
- Formaldehyde-oplossing, 35 %.
- Zilvernitraat-oplossing, 0,1 n.

Droog zilvernitraat gedurende 2 uur bij 150° C en laat afkoelen in een exsiccator. Los 16,989 g in water op en vul aan tot 1000 ml.

- Kaliumthiocyanaat-oplossing, 0,1 n

Los circa 9,7 g kaliumthiocyanaat op in water en vul aan tot 1000 ml. Stel de titer op de zilvernitraat-oplossing met behulp van de indicator-oplossing. Geef de titer op in vier decimalen.

- Indicator-oplossing :

Los 200 g ijzer (III) ammoniumsulfaat op in 1000 ml water en voeg zoveel salpeterzuur (d 1,40) toe totdat de bruine kleur verdwenen is. Bewaar de oplossing in een bruine fles.

- 3.1. Los 2 à 3 g van de waar op in gedestilleerd water en filtreer de oplossing zonodig. Breng de oplossing of het filtraat over in een maatkolf van 500 ml. Zuur aan met salpeterzuur 4 n en vul daarna met gedestilleerd water aan tot 500 ml.
- 3.2. Voeg aan 25 ml van de oplossing of van het filtraat, die ten hoogste 0,130 g natriumchloride bevatten, 5 ml geconcentreerd salpeterzuur en nauwkeurig 25 ml zilvernitraat-oplossing 0,1 n toe.

1543

une série de capsules de porcelaine. Diluer le contenu des trois premières capsules avec de l'eau jusqu'à 2,0 ml. Evaporer à sec le contenu de la dernière capsule au bain-marie et reprendre le résidu par 2 ml d'eau distillée. Traiter les capsules par l'acide picrique et l'hydroxyde de sodium selon 2.4.

- 2.7. Calculer la teneur en créatinine de la solution obtenue en 2.4. en comparant, aux valeurs de la courbe d'étalonnage, son absorption mesurée en 2.5.

La quantité en mg de créatinine contenue dans la quantité de denrée pesée en 2.1. est obtenue en multipliant par 150 la quantité en mg de créatinine contenue dans les 50 ml de la solution préparée en 2.4.

3. CHLORURE DE SODIUM

Réactifs

- Acide nitrique 4 n.
- Acide nitrique concentré p.s. 1,40.
- Persulfate de potassium : $K_2S_2O_8$.
- Formaldéhyde : solution à 35 %.
- Nitrate d'argent : solution 0,1 n.

Faire sécher du nitrate d'argent pendant 2 heures à 150° C et refroidir dans un dessiccateur. Dissoudre 16,989 g dans de l'eau et diluer jusqu'à 1000 ml.

- Solution de thiocyanate de potassium 0,1 n

Dissoudre environ 9,7 g de thiocyanate de potassium dans de l'eau et diluer jusqu'à 1000 ml. Déterminer le titre de cette solution, jusqu'à la quatrième décimale, au moyen de la solution de nitrate d'argent en présence de solution d'indicateur.

- Solution d'indicateur :

Dissoudre 200 g de fer (III) ammonium sulfate dans 1000 ml d'eau et ajouter de l'acide nitrique (d 1,40) jusqu'à disparition de la couleur brune. Conserver la solution dans une bouteille brune.

- 3.1. Dissoudre 2 à 3 g de la denrée dans de l'eau distillée et filtrer la solution au besoin. Transvaser la solution ou le filtrat dans un matras jaugé de 500 ml. Acidifier par de l'acide nitrique 4 n et compléter ensuite à 500 ml au moyen d'eau distillée.
- 3.2. A 25 ml de la solution ou du filtrat, renfermant au maximum 0,130 g de chlorure de sodium, ajouter 5 ml d'acide nitrique concentré et 25 ml exactement mesurés de solution de nitrate d'argent 0,1 n.

Verwarm daarna tot koken en voeg, onder juist aan de kook houden, zeer voorzichtig in kleine porties kaliumpersulfaat toe, totdat de vloeistof die zich boven het neerslag van zilverchloride bevindt, kleurloos of nagenoeg kleurloos is geworden, hetgeen in de regel na 5 tot 15 minuten bereikt is.

Voeg vervolgens 5 ml formaldehyde-oplossing toe en laat even doorkoken. Verdun na afkoelen met gedestilleerd water tot ongeveer 150 ml en titreer de overmaat zilvernitraat met kaliumthiocyanaat-oplossing 0,1 n in tegenwoordigheid van 2 ml van de indicator-oplossing.

3.3. Bereken het percentage keukenzout als volgt :

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(25t_{\text{Ag}} - Vt_{\text{Rh}}) 117}{P}$$

t_{Ag} = normaliteit AgNO_3 opl.

t_{Rh} = normaliteit kaliumthiocyanaat-opl.

V = aantal ml kaliumthiocyanaat opl.

P = aantal g in gewogen waar.

4. VET

Reagens

— Petroleumether kooktraject 40-60° C.

Extraheer de droogrest, verkregen bij de vochtbepaling, volledig met petroleumether. Destilleer het extractiemiddel volledig af. Droog in de stoof op $103 \pm 2^\circ \text{C}$ tot constant gewicht. Het residu wordt als vet aangemerkt.

5. KLEURSTOFFEN

Het onderzoek wordt verricht volgens de nationale bepalingen der drie landen, welke in overeenstemming zijn met de Aanbevelingen van het Comité van Ministers van 31 maart 1965, M (65) 4 en van 17 oktober 1966, M (66) 14 inzake de toepassing van Benelux-Referentiemethoden voor het opsporen en het identificeren van in levensmiddelen aanwezige, in water oplosbare synthetische kleurstoffen, resp. in vet oplosbare kleurstoffen.

1544

Porter ensuite à ébullition, et, en maintenant une ébullition modérée, ajouter très prudemment par petites portions, du persulfate de potassium, jusqu'à ce que le liquide surnageant le précipité de chlorure d'argent devienne incolore ou presque, ce qui s'obtient généralement en 5 à 15 minutes.

Ajouter ensuite 5 ml de solution de formaldéhyde et faire bouillir un moment. Après refroidissement ajouter de l'eau distillée jusqu'à volume d'environ 150 ml et titrer l'excès de nitrate d'argent par la solution de thiocyanate de potassium 0,1 n en présence de 2 ml de la solution d'indicateur.

3.3. Calculer comme suit le pourcentage de chlorure de sodium :

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(25t_{\text{Ag}} - Vt_{\text{Rh}}) 117}{P}$$

t_{Ag} = titre en normalité sol. AgNO_3

t_{Rh} = titre en normalité sol. thiocyanate de potassium

V = ml de sol. de thiocyanate de potassium

P = g de denrée pesée.

4. MATIERE GRASSE

Réactif

— Ether de pétrole P.E. 40-60° C.

Extraire complètement par l'éther de pétrole, la matière sèche obtenue lors du dosage de l'humidité. Distiller le solvant. Sécher à l'étuve à température de $103 \pm 2^\circ \text{C}$ jusqu'à poids constant. Le résidu est considéré comme étant la matière grasse.

5. COLORANTS

L'examen est effectué conformément aux dispositions nationales des trois pays adaptées aux Recommandations du Comité de Ministres du 31 mars 1965, M (65) 4 et du 17 octobre 1966, M (66) 14 relatives à l'application de méthodes de référence Benelux pour la recherche et l'identification respectivement des colorants synthétiques solubles dans l'eau, et des colorants liposolubles, présents dans les denrées alimentaires.

WIJZIGINGSBLADEN

van reeds vroeger verschenen afleveringen
der Basisteksten

FEUILLETS MODIFIES

des suppléments aux Textes de base
parus antérieurement

770-777

BESCHIKKING
VAN HET COMITE VAN MINISTERS
VAN 22 SEPTEMBER 1967
INZAKE DE GEMEENSCHAPPELIJKE
UITVOERINGS- EN CONTROLEVOORSCHRIFTEN
VOOR HET ONGEREGELDE INTERNATIONALE
REIZIGERSVERVOER OVER DE WEG

M (67) 24

*(Vervallen op 1 januari 1969 krachtens art 10. van
Beschikking M (68) 22, met dien verstande dat de Bijlage van
Beschikking M (67) 24 geldig bleef tot 31.12.1969, indien
gebruik werd gemaakt van de mogelijkheid geboden door
art. 11 van Beschikking M (68) 22)
(zie blz. 970 en 971)*

DECISION
DU COMITE DE MINISTRES
DU 22 SEPTEMBRE 1967
CONCERNANT LES REGLES COMMUNES
D'EXECUTION ET DE CONTROLE POUR LES
TRANSPORTS IRREGULIERS INTERNATIONAUX
DE VOYAGEURS PAR ROUTE

M (67) 24

*(Abrogée au 1^{er} janvier 1969 en vertu de l'article 10 de la
Décision M (68) 22, étant entendu que l'Annexe de la
Décision M (67) 24 restait valable jusqu'au 31.12.1969
au cas où il était fait usage de la faculté
offerte par l'art. 11 de la Décision M (68) 22)
(voir pages 970 et 971)*

850

AANBEVELING
VAN HET COMITE VAN MINISTERS
VAN 29 JANUARI 1968
INZAKE DE HARMONISATIE DER
WETGEVINGEN BETREFFENDE SPECERIJEN
EN SPECERIJPRODUKTEN

M (68) 16

zie ook :

- *Beschikking M (71) 27 (adm. en straf. samenw.), blz. 1423*
- *Beschikking M (72) 11 (analysemethoden), blz. 1524*

RECOMMANDATION
DU COMITE DE MINISTRES
DU 29 JANVIER 1968
RELATIVE A L'HARMONISATION
DES LEGISLATIONS EN MATIERE D'EPICES
ET PRODUITS A BASE D'EPICES

M (68) 16

voir aussi :

- *la Décision M (71) 27 (coop. adm. et judic.), p. 1423*
- *la Décision M (72) 11 (méthodes d'analyse), p. 1524*

851

**Aanbeveling
van het Comité van Ministers
van de Benelux Economische Unie
inzake de harmonisatie der wetgevingen
betreffende specerijen en specerijprodukten**

M (68) 16

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,
Gelet op de artikelen 3 en 6 van het Unieverdrag,
Gelet op artikel 9 van de Overgangsovereenkomst,
Overwegende, dat de wetgevingen inzake specerijen en specerij-
produkten dienen te worden geharmoniseerd,
Beveelt aan :

Enig Artikel

De Regeringen van de drie Beneluxlanden worden uitgenodigd hun wetgeving inzake specerijen en specerijprodukten aan te passen aan bijgaand Reglement, met het oogmerk de inwerkingtreding daarvan uiterlijk op 1 juli 1968 te doen plaatsvinden.

Gedaan te Brussel, op 29 januari 1968.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

R. VAN ELSLANDE

978

AANBEVELING
VAN HET COMITE VAN MINISTERS
VAN 11 DECEMBER 1968
INZAKE DE HARMONISATIE DER WETGEVINGEN
BETREFFENDE VLEESEXTRACT
EN VLEESBOUILLON

M (68) 17

zie ook :

Beschikking M (72) 12 (analysemethoden), blz. 1539

RECOMMANDATION
DU COMITE DE MINISTRES
DU 11 DECEMBRE 1968
RELATIVE A L'HARMONISATION DES
LEGISLATIONS EN MATIERE D'EXTRAIT DE
VIANDE ET DE BOUILLON DE VIANDE

M (68) 17

voir aussi :

la Décision M (72) 12 (méthodes d'analyse), p. 1539

AANBEVELING

**van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie
inzake de harmonisatie der wetgevingen
betreffende vleesextract en vleesbouillon**

M (68) 17

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,
Gelet op de artikelen 3, 6 en 7 van het Unieverdrag,

Gelet op artikel 9 van de Overgangsovereenkomst,

Overwegende, dat de wetgevingen inzake vleesextract en vlees-
bouillon dienen te worden geharmoniseerd,

Beveelt aan :

Enig artikel

De Regeringen van de drie Beneluxlanden worden uit-
genodigd hun wetgevingen inzake vleesextract en vleesbouillon
aan te passen aan bijgaand Reglement, met het oogmerk de
inwerkingtreding daarvan uiterlijk op 1 juli 1969 te doen
plaatsvinden.

Gedaan te Brussel, op 11 december 1968.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

P. GREGOIRE

BENELUX ECONOMISCH EN
STATISTISCH
KWARTAALBERICHT

Deze driemaandelijke publikatie bevat een artikelengedeelte en een statistisch gedeelte.

In eerstgenoemd gedeelte zijn op de actualiteit gerichte artikelen over Benelux-onderwerpen alsmede artikelen betrekking hebbend op het economische leven in de drie landen, opgenomen.

Het statistische gedeelte geeft in een aantal grafieken en tabellen een afgerond statistisch beeld van Benelux.

De prijs van deze publikatie bedraagt in jaarabonnement F 200 of f 15 (per nummer F 70 of f 5).

Voor de verkoopadressen raadplegen men de achterzijde van deze omslag.

NIET PERIODIEKE
PUBLIKATIES VAN HET
SECRETARIAAT-GENERAAL

Het Secretariaat-Generaal geeft ook niet periodieke publikaties uit o.m. op sociaal, financieel en statistisch gebied. De volledige lijst van de niet periodieke publikaties is verkrijgbaar op het Secretariaat-Generaal van de Benelux Economische Unie, Regent-schapsstraat 39, 1000 Brussel.

BULLETTIN TRIMESTRIEL
ECONOMIQUE ET
STATISTIQUE BENELUX

Ce bulletin trimestriel comporte deux parties : l'une consacrée aux articles, l'autre à la statistique.

La première partie contient des articles qui traitent de sujets d'actualité concernant le Benelux ainsi que des articles sur la vie économique dans les trois pays.

L'autre partie établit, en graphiques et en tableaux, un aperçu statistique général du Benelux.

Le prix de l'abonnement annuel au bulletin s'élève à F 200 ou f 15 (le numéro : F 70 ou f 5).

Pour les adresses des bureaux de vente, prière de consulter le dos de la présente couverture.

PUBLICATIONS
NON PERIODIQUES
DU SECRETARIAT GENERAL

Le Secrétariat général édite également des publications non périodiques traitant notamment de questions sociales, financières et statistiques. La liste complète de ces publications peut être obtenue au Secrétariat général de l'Union économique Benelux, 39, rue de la Régence, 1000 Bruxelles.

PRIJZEN

Het **Benelux-Publikatieblad** kost F 0,75 per bedrukte bladzijde (F 1,50 per velletje).

Facturering van abonnementen geschiedt per trimester.

Dit nummer kost fl 2,30 of F 33,—.

De volledige verzameling der **Benelux-Basisteksten** (t/m de 54^e aanvulling, losbladig, in 8 plastic banden) kost fl 227,15 of F 3.245,—.

PRIX

Le **Bulletin Benelux** coûte F 0,75 la page imprimée (F 1,50 le feuillet).

Les abonnements sont facturés par trimestre.

Le présent numéro coûte F 33,—.

La collection complète des **Textes de base Benelux** (y compris le 54^e supplément, sur feuillets mobiles, 8 reliures en plastic) coûte F 3.245,—.

KANTOREN voor VERKOOP
en ABONNEMENTEN:

België

BELGISCH STAATSBLAD
Leuvenseweg, 40, 1000 Brussel.

Uitsluitend door overschrijving van het verschuldigde bedrag op PCR 50.80 van het Bestuur van het Belgisch Staatsblad te Brussel.

*Nederland, Luxemburg en
derde landen*

STAATSUITGEVERIJ
Chr. Plantijnstraat. 's-Gravenhage

BUREAUX de VENTE
et d'ABONNEMENTS:

Belgique

MONITEUR BELGE
40, Rue de Louvain, 1000 Bruxelles.
Exclusivement par virement au
CCP 50.80 de la Direction du
Moniteur belge à Bruxelles.

*Pays-Bas, Luxembourg et
pays tiers*

STAATSUITGEVERIJ
Chr. Plantijnstraat, La Haye (Pays-
Bas)