

# BENELUX

## PUBLIKATIEBLAD

**INHOUD :**

Aanbeveling van het Comité van Ministers van 6 juli 1973 inzake maatregelen tegen de invoer van voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen, M (73) 10

Beschikkingen van het Comité van Ministers van 17 juli 1973 inzake :

- melkpoeder (analysemethoden), M (73) 11
- geëvaporeerde en gecondenseerde melk (analysemethoden), M (73) 12
- materiële en hygiënische eisen te stellen aan slachtinrichtingen en uitsnijderijen, M (73) 13

**TABLE DES MATIERES :**

Recommandation du Comité de Ministres du 6 juillet 1973 concernant les mesures contre l'introduction d'organismes nuisibles aux végétaux et produits végétaux, M (73) 10

Décisions du Comité de Ministres du 17 juillet 1973 concernant :

- le lait en poudre (méthodes d'analyse), M (73) 11
- le lait concentré sucré ou non (méthodes d'analyse), M (73) 12
- les exigences matérielles et hygiéniques à imposer aux établissements d'abattage et aux ateliers de découpe, M (73) 13

---

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.

---

B E N E L U X

Aanwijzingen voor  
het bijwerken der  
BASISTEKSTEN

Indications pour  
la mise à jour des  
TEXTES DE BASE

1973-3

63° aanvulling

20.8.1973

63° supplément

<p style="text-align: center;">D E E L   **           ** /II           **</p> <p><i>Ministeriële Beschikkingen</i></p> <p><b>Invoegen :</b> Blz. 1604 - 1653</p>	<p style="text-align: center;">T O M E   **           ** /II           **</p> <p><i>Décisions ministérielles</i></p> <p><b>Insérer :</b> p. 1604 - 1653</p>
<p style="text-align: center;"><b>WIJZIGINGSBLADEN</b></p> <p style="text-align: center;">D E E L   **</p> <p><i>Ministeriële Beschikkingen</i></p> <p><b>Vervangen :</b> Blz. 426(fr) - 427(n) 500 a) en 501(n)</p>	<p style="text-align: center;"><b>FEUILLETS MODIFIES</b></p> <p style="text-align: center;">T O M E   **</p> <p><i>Décisions ministérielles</i></p> <p><b>Remplacer :</b> P. 426(fr) - 427(n) 500 a) et 501(n)</p>
<p style="text-align: center;">D E E L   **           *</p> <p><i>Ministeriële Beschikkingen</i></p> <p><b>Vervangen :</b> Blz. 795(fr) - 797(n) 799(fr) - 801(n) 802(fr) - 806(n) 808(fr) - 810(n) 812(fr) - 815(n) 884 - 886 1047 - 1063 (schema)</p>	<p style="text-align: center;">T O M E   **           *</p> <p><i>Décisions ministérielles</i></p> <p><b>Remplacer :</b> P. 795(fr) - 797(n) 799(fr) - 801(n) 802(fr) - 806(n) 808(fr) - 810(n) 812(fr) - 815(n) 884 - 886 1047 - 1063 (schéma)</p>
<p style="text-align: center;">D E E L   ** /II           **</p> <p><i>Commorientes</i></p> <p><b>Vervangen :</b> Blz. 3(fr) en 4(n) 5(fr) en 6(n)</p>	<p style="text-align: center;">T O M E   ** /II           **</p> <p><i>Comourants</i></p> <p><b>Remplacer :</b> P. 3(fr) et 4(n) 5(fr) et 6(n)</p>

Z.O.Z.

T.S.V.P.

DEEL ** ** **	TOME ** ** **
<p><i>Ministeriële Beschikkingen</i></p> <p><b>Vervangen :</b> het titelblad vóóraan in de bundel (blz. I) Blz. 1246 - 1250(n) 1254(fr) - 1258(n) 1259(fr) - 1261(n) 1262(fr) - 1264(n)</p>	<p><i>Décisions ministérielles</i></p> <p><b>Remplacer :</b> La première page-titre blan- che du tome (p. I) P. 1246 - 1250(n) 1254(fr) - 1258(n) 1259(fr) - 1261(n) 1262(fr) - 1264(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

---

AANBEVELING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 6 JULI 1973  
TOT WIJZIGING EN AANVULLING VAN HET  
REGLEMENT BEHORENDE BIJ DE AANBEVELING  
VAN 9 DECEMBER 1970. M (70) 21, INZAKE  
DE HARMONISATIE DER WETGEVINGEN BETREF-  
FENDE DE TE NEMEN MAATREGELEN TEGEN DE  
INVOER VAN VOOR PLANTEN EN PLANT-  
AARDIGE PRODUKTEN SCHADELIJKE  
ORGANISMEN

M (73) 10

*(inwerkingtreding : op 4 oktober 1973)*

---

RECOMMANDATION  
DU COMITE DE MINISTRES  
DU 6 JUILLET 1973  
MODIFIANT ET COMPLETANT LE REGLEMENT  
ANNEXE A LA RECOMMANDATION DU  
9 DECEMBRE 1970, M (70) 21, RELATIVE  
A L'HARMONISATION DES LEGISLATIONS EN  
MATIERE DE MESURES A PRENDRE EN VUE DE  
PREVENIR L'INTRODUCTION D'ORGANISMES  
NUISIBLES AUX VEGETAUX ET PRODUITS  
VEGETAUX

M (73) 10

*(entrée en vigueur : le 4 octobre 1973)*

**AANBEVELING**

van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie  
tot wijziging en aanvulling van het reglement behorende bij de  
aanbeveling van 9 december 1970, M (70) 21, inzake  
de harmonisatie der wetgevingen betreffende de te nemen  
maatregelen tegen de invoer van voor planten en plantaardige  
produkten schadelijke organismen

**M (73) 10**

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

Gelet op artikel 6 van het Unie-verdrag,

Gelet op artikel 9 van de Overgangsovereenkomst,

Gelet op de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 9 december 1970 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende de te nemen maatregelen tegen de invoer van voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen, M (70) 21,

Overwegende dat het noodzakelijk is gebleken de voorschriften betreffende de invoer van voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen te wijzigen en aan te vullen,

Beveelt aan :

*Enig Artikel*

De Regeringen van de drie Beneluxlanden worden uitgenodigd hun wettelijke en administratieve voorschriften betreffende de invoer van voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen, uiterlijk negentig dagen na de ondertekening van deze Aanbeveling aan te passen aan de bepalingen van bijgaand Reglement en ervoor zorg te dragen dat de aldus aangepaste nationale voorschriften binnen diezelfde termijn in werking treden.

GEDAAN te Brussel, op 6 juli 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

**L.J. BRINKHORST**

**RECOMMANDATION**

**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux  
modifiant et complétant le règlement annexe à la Recommandation  
du 9 décembre 1970, M (70) 21, relative à l'harmonisation  
des législations en matière de mesures à prendre en vue  
de prévenir l'introduction d'organismes nuisibles aux végétaux  
et produits végétaux**

**M (73) 10**

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 6 du Traité d'Union,

Vu l'article 9 de la Convention transitoire,

Vu la Recommandation du Comité de Ministres du 9 décembre 1970 relative à l'harmonisation des législations en matière de mesures à prendre en vue de prévenir l'introduction d'organismes nuisibles aux végétaux et produits végétaux, M (70) 21,

Considérant qu'il est apparu nécessaire de modifier et de compléter les prescriptions relatives à l'introduction d'organismes nuisibles aux végétaux et produits végétaux,

Recommande :

*Article unique*

Les Gouvernements des trois pays du Benelux sont invités à adapter leurs dispositions législatives et réglementaires relatives à l'introduction d'organismes nuisibles aux végétaux et produits végétaux aux dispositions du Règlement ci-annexé au plus tard quatre-vingt-dix jours après la signature de la présente Recommandation et à veiller à ce qu'ainsi modifiées les prescriptions nationales entrent en vigueur dans le même délai.

FAIT à Bruxelles, le 6 juillet 1973.

Le Président du Comité de Ministres,

L.J. BRINKHORST

**REGLEMENT**  
**tot wijziging en aanvulling van het bij de aanbeveling M (70) 21**  
**van het Comité van Ministers van 9 december 1970**  
**bijgevoegde reglement**

**M (73) 10, Bijlage**

*Artikel 1*

Het onder b) en c) van artikel 2 van het Reglement behorende bij de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 9 december 1970 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende de te nemen maatregelen tegen de invoer van voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen, M (70) 21, bepaalde vervalt en wordt door het onderstaande vervangen :

« b) De invoer van de in Addendum IV genoemde planten is verboden van 16 april tot en met 30 september. In buitengewone omstandigheden kan de bevoegde autoriteit door middel van bijzondere maatregelen de datum van 16 april verschuiven tot uiterlijk 26 april.

In afwijking van het voorgaande en met inachtneming van de door de diensten in de drie landen gezamenlijk overeengekomen voorwaarden :

1. is gedurende het gehele jaar de invoer van enthout toegestaan ;
2. kan gedurende het gehele jaar bij wijze van uitzondering de invoer worden toegestaan van bepaalde planten, voor zover daardoor naar het gezamenlijke oordeel van de diensten van de drie landen geen verbreiding van de San José-schildluis behoeft te worden gevreesd.

c) De invoer is verboden van :

- bast van naaldhout (Coniferae) uit niet-Europese landen ;
- bast van kastanjes (Castanea Mill.) en van eiken (Quercus L.) uit Noord-Amerika, de U.S.S.R. en Roemenië ;
- bast van populieren (Populus L.) uit Amerikaanse landen ;
- bast van iepen (Ulmus L.) van elke herkomst. »

*Artikel 2*

1. De bepaling onder a) van artikel 3 van genoemd Reglement wordt als volgt aangevuld :

« a) De invoer van de in Addendum III vermelde planten, plantaardige produkten en grond is slechts toegestaan indien aan de daarin gestelde eisen is voldaan.



**RÈGLEMENT**

modifiant et complétant le règlement annexe à la Recommandation  
M (70) 21 du Comité de Ministres du 9 décembre 1970

**M (73) 10, Annexe***Article 1<sup>er</sup>*

Les dispositions des points b) et c) de l'article 2 du Règlement annexé à la Recommandation du Comité de Ministres du 9 décembre 1970 relative à l'harmonisation des législations en matière de mesures à prendre en vue de prévenir l'introduction d'organismes nuisibles aux végétaux et produits végétaux, M (70) 21, sont abrogées et remplacées par le texte suivant :

« b) L'importation des végétaux énumérés à l'Addendum IV est interdite du 16 avril au 30 septembre inclus. Dans des conditions exceptionnelles et moyennant des mesures spéciales, l'autorité compétente peut reporter la date du 16 avril au 26 avril au plus tard.

Par dérogation aux dispositions précédentes et sous réserve de respecter les conditions arrêtées d'un commun accord entre les services des trois pays :

1. l'importation de greffons est autorisée toute l'année ;
2. à titre exceptionnel, l'importation de végétaux déterminés peut être autorisée toute l'année, pour autant que, de l'avis commun des services des trois pays, aucune propagation du pou de San José ne soit à craindre.

c) Est interdite l'importation :

- d'écorce de conifères (Coniferae) de pays extra-européens ;
- d'écorce de châtaigniers (Castanea Mill.) et de chênes (Quercus L.) de l'Amérique du Nord, de l'U.R.S.S. et de la Roumanie ;
- d'écorce de peupliers (Populus L.) des pays de l'Amérique ;
- d'écorce d'ormes (Ulmus L.) de toute provenance. »

*Article 2*

1. Le point a) de l'article 3 du même Règlement reçoit l'ajouté suivant :

« a) L'importation de végétaux, de produits végétaux et de terre énumérés à l'Addendum III n'est autorisée que si les exigences y signalées sont respectées.

Voor pootaardappelen van oorsprong uit Amerikaanse landen kan de dienst van het bepaalde onder 14 van Addendum III vrijstelling verlenen, mits er officieel wordt vastgesteld dat dit pootgoed van oorsprong is uit streken waar sinds de aanvang van de gehele voorgaande vegetatieperiode geen enkel aantastingsverschijnsel is waargenomen betreffende de in Addendum I, rubriek 5, onder 2 genoemde virussen. »

2. De laatste alinea onder b) van genoemd artikel 3 vervalt en wordt door de navolgende tekst vervangen :

« Van begassing kunnen door de dienst worden vrijgesteld andere dan de genoemde planten, voor zover naar het gezamenlijk oordeel van de diensten in de drie landen door de invoer daarvan geen verbreiding van de San José-schildluis behoeft te worden gevreesd en een en ander met inachtneming van de door de diensten in de drie landen gezamenlijk overeen te komen voorwaarden. »

#### *Artikel 3*

De tekst van nummer 10 van rubriek 1 (Organismen van dierlijke aard in elk ontwikkelingsstadium, levend) van het Addendum II bij genoemd Reglement vervalt en wordt door het onderstaande vervangen :

« 10. Scolytidae

- a) Koniferenhout uit niet-Europese landen
- b) Hout van de iep (*Ulmus L.*) van elke herkomst. »

#### *Artikel 4*

In Addendum III bij genoemd Reglement :

a) vervalt de tekst van de nummers 1, 2 en 16 en wordt door de navolgende teksten vervangen :

«1. Naaldhout (*Coniferae*) uit niet-Europese landen  
Het hout moet van de bast zijn ontdaan.

2. Hout van de kastanje en de eik (*Castanea Mill.* en *Quercus L.*) uit Noord-Amerika, de U.S.S.R. en Roemenië

*of a)* : Een officiële vaststelling dat het hout herkomstig is uit streken waar geen aantasting van *Ceratocystis fagacearum* en *Ophiostoma roboris* voorkomt ;

*of b)* : Het hout moet van zijn bast ontdaan zijn. Het watergehalte ervan mag niet meer bedragen dan 20 % ;

*of c)* : Het hout moet van zijn bast ontdaan zijn. Het moet een doeltreffende desinfecterende behandeling tegen *Ceratocystis fagacearum* en *Ophiostoma roboris* hebben ondergaan.

Pour les plants de pommes de terre provenant des pays d'Amérique, le service peut accorder une exemption de la disposition du point 14 de l'Addendum III à condition que soit exigée la constatation officielle que les plants sont originaires de régions où il n'a été observé aucun symptôme de contamination par les virus examinés à l'Addendum I, rubrique 5, point 2, depuis le début de la dernière période complète de végétation. »

2. Le dernier alinéa du point b) du même article 3 est abrogé et remplacé par le texte suivant :

« Les plantes autres que celles citées peuvent être exemptées de la fumigation par le service pour autant que, de l'avis commun des services des trois pays, aucune propagation du pou de San José ne soit à craindre par suite de leur importation et sous réserve de respecter les conditions arrêtées d'un commun accord entre les services des trois pays. »

#### Article 3

Le numéro 10 de la rubrique 1 (Organismes vivants du règne animal, à tous les stades de leur développement) de l'Addendum II du même Règlement est abrogé et remplacé par le texte suivant :

« 10. Scolytidae

- a) Bois de conifères de pays extra-européens
- b) Bois de l'orme (*Ulmus L.*) de toute provenance. »

#### Article 4

A l'Addendum III du même Règlement :

a) les nos 1, 2 et 16 sont abrogés et remplacés par les textes suivants :

« 1. Bois de conifères (*Coniferae*) de pays extra-européens  
Le bois est écorcé.

2. Bois de *Castanea Mill.* et de *Quercus L.* en provenance d'Amérique du Nord, d'U.R.S.S. et de Roumanie

ou a) : Constatation officielle que le bois provient de régions non contaminées par *Ceratocystis fagacearum* et *Ophiostoma roboris* ;

ou b) : Le bois est écorcé. Sa teneur en eau ne dépasse pas 20 %.

ou c) : Le bois est écorcé. Il a subi un traitement de désinfection efficace contre le *Ceratocystis fagacearum* et le *Ophiostoma roboris*.

16. Planten van de geslachten *Crataegus* L., *Cotoneaster* B. Ehrh., *Cydonia* Mill., *Malus* Mill., *Pyracantha* Roem., *Pyrus* L., *Sorbus* L., *Stranvaesia* Ld l., met uitzondering van vruchten, zaden en sierdelen.

Een officiële vaststelling dat op het produktieveld en zijn naaste omgeving geen enkel symptoom van *Erwinia amylovora* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen. »

b) een nummer 3 bis wordt toegevoegd waarvan de tekst als volgt luidt :

« 3 bis Hout van de iep (*Ulmus* L.) van elke herkomst  
Het hout moet van de bast zijn ontdaan. »

#### *Artikel 5*

De tekst vermeld bij de letters f) en j) uit rubriek 1 (Planten met uitzondering van vruchten en zaden), alsmede de tekst van rubriek 5 van het Addendum V bij genoemd Reglement vervallen en worden door het onderstaande vervangen :

« f) Den, Pijnboom (*Pinus* L.) »

« j) Andere bewortelde planten opgepot of bestemd om te worden geplant, met uitzondering van aquariumplanten »

« 5. a) Onbewerkt hout, bekapt en bezaagd hout, houtafval, waaronder ook begrepen zaagsel en spaanders van *Castanea* Mill. en *Quercus* L. van herkomst uit Noord-Amerika en van *Ulmus* L. van elke herkomst.

b) Vruchten en zaden van *Castanea* Mill. en *Quercus* L. »

16. Végétaux des genres *Crataegus* L., *Cotoneaster* B. Ehrh., *Cydonia* Mill., *Malus* Mill., *Pyracantha* Roem., *Pyrus* L., *Sorbus* L., *Stranvaesia* Ld l., à l'exception des fruits, des semences et des parties de plantes pour ornementation

Constatation officielle que ni sur le champ de production ni dans ses environs immédiats il n'a été observé aucun symptôme d'*Erwinia amylovora* depuis le début de la dernière période complète de végétation. »

b) un n° 3 bis est ajouté :

« 3 bis Bois de l'orme (*Ulmus* L.) de toute provenance  
Le bois est écorcé. »

#### Article 5

Le texte des lettres f) et j) de la rubrique 1 (Végétaux à l'exception des fruits et semences), ainsi que celui de la rubrique 5 de l'Addendum V du même Règlement sont abrogés et remplacés par les textes suivants :

« f) (dans le texte néerlandais uniquement) : Den, Pijnboom (*Pinus* L.) »

« j) Autres végétaux racinés plantés ou destinés à être plantés, à l'exception des plantes d'aquarium »

« 5. a) Bois bruts, bois équarris, sciés et déchets de bois y compris les sciures de *Castanea* Mill. et de *Quercus* L. en provenance d'Amérique du Nord et d'*Ulmus* L. de toute provenance.

b) Fruits et semences de *Castanea* Mill. et *Quercus* L. »

BESCHIKKING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 17 JULI 1973  
BETREFFENDE DE TOEPASSING VAN BENELUX-  
REFERENTIEMETHODEN VAN ONDERZOEK  
INZAKE MELKPOEDER

M (73) 11

*(inwerkingtreding : op 1 oktober 1973)*

---

DECISION  
DU COMITE DE MINISTRES  
DU 17 JUILLET 1973  
CONCERNANT L'APPLICATION DE METHODES  
D'ANALYSE DE REFERENCE BENELUX  
EN MATIERE DE LAIT EN POUDRE

M (73) 11

*(entrée en vigueur : le 1<sup>er</sup> octobre 1973)*

### BESCHIKKING

van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie  
betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden  
van onderzoek inzake melkpoeder

M (73) 11

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 de belemmeringen van het vrije verkeer,

Gelet op de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 25 oktober 1965, inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende melkpoeder, M (65) 7,

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

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

Overwegende dat de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 11 december 1968 inzake de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek betreffende melkpoeder, M (68) 51, dient te worden vervangen door een Beschikking waarin rekening wordt gehouden met de laatste ontwikkelingen op dit gebied, met name op het internationale vlak,

Heeft het volgende beslist :

#### *Artikel 1*

De Regeringen der drie Beneluxlanden nemen vóór 1 oktober 1973 de nodige maatregelen om de bijgaande analysemethoden van onderzoek inzake melkpoeder als enig geldige referentiemethoden in hun wetgeving op te nemen.

#### *Artikel 2*

De Aanbeveling van het Comité van Ministers van 11 december 1968 inzake de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek behorende bij de Aanbeveling M (65) 7 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende melkpoeder, M (68) 51, vervalt.

GEDAAN te Brussel, op 17 juli 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

L.J. BRINKHORST

**DECISION**

**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux  
concernant l'application de méthodes d'analyses de référence Benelux  
en matière de lait en poudre**

**M (73) 11**

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1<sup>er</sup> 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,

Vu la Recommandation du Comité de Ministres du 25 octobre 1965 relative à l'harmonisation des législations en matière de lait en poudre, M (65) 7,

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,

Considérant qu'il y a lieu de remplacer la Recommandation du Comité de Ministres du 11 décembre 1968, concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux en matière de lait en poudre, M (68) 51, par une Décision qui tienne compte de l'évolution en ce domaine, notamment sur le plan international,

A pris la présente décision :

*Article 1<sup>er</sup>*

Les Gouvernements des trois pays du Benelux prendront, avant le 1<sup>er</sup> octobre 1973, les mesures nécessaires afin d'introduire dans leurs législations comme seules méthodes d'analyse de référence Benelux valable les méthodes d'analyse ci-annexées relatives au lait en poudre.

*Article 2*

La Recommandation du Comité de Ministres du 11 décembre 1968 concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux se rapportant à la Recommandation M (65) 7, relative à l'harmonisation des législations en matière de lait en poudre, M (68) 51, est abrogée.

FAIT à Bruxelles, le 17 juillet 1973.

Le Président du Comité de Ministres,

L.J. BRINKHORST



**ANALYSEMETHODEN**  
**van onderzoek inzake melkpoeder**

**M (73) 11, Bijlage**

1. — Voorbehandeling van het monster

1.1. — Monster bestemd voor chemisch onderzoek.

Breng de melkpoeder in een schoon en droog vat, voorzien van een goed passend deksel, met een inhoud van ongeveer tweemaal het volume van de poeder. Sluit het vat onmiddellijk en meng de melkpoeder grondig door schudden en herhaaldelijk omkeren. Vermijd zoveel mogelijk dat gedurende de voorbehandeling van het monster de melkpoeder in contact komt met de omringende lucht om vochtopname tot een minimum te beperken.

1.2. — Monster bestemd voor microbiologisch onderzoek (\*)

2. — Vochtgehalte

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Schaaltjes bij voorkeur van aluminium, nikkel, roestvrij staal of glas. De schaaltes moeten voorzien zijn van goed passende deksels die gemakkelijk afgenomen kunnen worden. De meest geschikte afmetingen zijn : diameter 6 tot 8 cm, diepte ca. 2,5 cm. Droogstoof goed geventileerd, voorzien van een thermostaat en geregeld op  $102 \pm 2^\circ\text{C}$ . In de gehele stoof dient een gelijkmatige temperatuur te heersen.

Exsiccator, voorzien van silicagel met vochtigheidsindicator.

2.1. — Werkwijze

2.1.1. — Neem het deksel van het schaalteje en verwarm schaalteje en deksel in de droogstoof gedurende 1 h. Plaats het deksel weer op het schaalteje en zet dit in de exsiccator. Laat afkoelen tot kamertemperatuur en weeg tot op 0,1 mg.

2.1.2. — Breng ca. 2 g melkpoeder in het schaalteje, sluit dit met het deksel en weeg tot op 0,1 mg.

2.1.3. — Neem het deksel van het schaalteje en verwarm schaalteje en deksel gedurende 2 h in de droogstoof.

---

(\*) Deze methode zal worden beschreven in een aanvulling bij deze analysemethoden van onderzoek.

**METHODES D'ANALYSE**  
**concernant le lait en poudre****M (73) 11, Annexe****1. — Préparation de l'échantillon****1.1. — Echantillon destiné à une analyse chimique.**

Transvaser le lait en poudre dans un récipient propre et sec, pourvu d'un bouchon étanche, d'une contenance correspondant à environ deux fois le volume de la poudre. Fermer immédiatement le récipient et mélanger intimement le lait en poudre par agitation et renversements successifs. Pendant la préparation de l'échantillon, il faut éviter dans toute la mesure du possible d'exposer le lait en poudre à l'air atmosphérique de manière à réduire au minimum l'absorption d'eau.

**1.2. — Echantillon destiné à une analyse microbiologique (\*)****2. — Teneur en eau**

Appareils et matières auxiliaires

Balance analytique

Capsules de préférence en aluminium, nickel, acier inoxydable ou en verre. Les capsules doivent être munies de couvercles s'adaptant convenablement mais pouvant être ôtés aisément. Les dimensions convenant le mieux sont : diamètre 6 à 8 cm, profondeur 2,5 cm environ.

Étuve bien ventilée et contrôlée par thermostat (température réglée à  $102 \pm 2^\circ \text{C}$ ). Il importe que la température soit uniforme dans l'ensemble de l'étuve.

Dessiccateur garni de gel de silice avec indicateur d'humidité.

**2.1. — Mode opératoire**

**2.1.1. —** Oter le couvercle de la capsule et la chauffer ainsi que son couvercle, pendant 1 h dans l'étuve. Replacer le couvercle, sur la capsule et la transférer dans le dessiccateur. Laisser refroidir à la température ambiante et peser à 0,1 mg près.

**2.1.2. —** Introduire environ 2 g de lait en poudre dans la capsule, replacer le couvercle sur la capsule et peser rapidement à 0,1 mg près.

**2.1.3. —** Découvrir la capsule et la chauffer, ainsi que son couvercle, pendant 2 h dans l'étuve.

---

(\*) Cette méthode fera l'objet d'un complément aux présentes méthodes d'analyse.

- 2.1.4. — Sluit het schaalkje, plaats het in de exsiccator, laat afkoelen tot kamertemperatuur en weeg tot op 0,1 mg.
- 2.1.5. — Neem het deksel van het schaalkje en verwarm schaalkje en deksel in de droogstoof gedurende 1 h.
- 2.1.6. — Handel als omschreven onder 2.1.4.
- 2.1.7. — Herhaal 2.1.5. en 2.1.6. tot het massaverlies tussen twee opeenvolgende wegingen niet meer dan 0,5 mg bedraagt of tot de massa toeneemt. Neem voor de berekening de kleinste massa.
- 2.1.8. — Bereken het vochtgehalte van het monster, in massa-percenten, met de formule :

$$\frac{M_1 - M_2}{S} \times 100$$

waarin :

$M_1$  = massa, in grammen, van het schaalkje volgens 2.1.2.

$M_2$  = massa, in grammen, van het schaalkje volgens 2.1.6. of 2.1.7.

S = massa, in grammen, van de ingewogen hoeveelheid monster.

### 3. — Vetgehalte

#### Reagentia

Alle reagentia dienen « pro analyse » kwaliteit te zijn en mogen na verdampen geen grotere rest achterlaten dan aangegeven voor de blancoproef (3.1.). Indien nodig kunnen de reagentia opnieuw gedestilleerd worden na toevoeging van ongeveer 1 g botervet per 100 ml oplosmiddel.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Ammonia, ca. 25 % (m/m)  $\text{NH}_3$  (densiteit bij 20°C ca. 0,91 g/ml), of een meer geconcentreerde oplossing van bekend gehalte.

Ethanol, 96 ± 2 % (v/v) of, indien niet voorhanden, ethanol gednatureerd met methanol, ethyl-methyl-keton, benzeen, of petroleumether,

Diethylether, peroxidevrij.

#### Opmerking

Controleer of de diethylether peroxiden bevat. Breng daartoe in een van te voren met koolzuurgas gespoelde konische kolf met ingeslepen stop, 50 ml van de diethylether. Spoel opnieuw met koolzuurgas en breng zo snel mogelijk 15 ml ijsazijn en 1 ml

- 2.1.4. — Remettre le couvercle, transférer la capsule dans le dessiccateur et l'y laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et peser à 0,1 mg près.
- 2.1.5. — Découvrir la capsule et la chauffer, ainsi que son couvercle, pendant 1 h dans l'étuve.
- 2.1.6. — Répéter l'opération 2.1.4.
- 2.1.7. — Répéter les opérations 2.1.5 et 2.1.6 jusqu'à ce que la diminution de masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 0,5 mg ou que la masse augmente. Employer pour le calcul la pesée avec la masse la plus basse.
- 2.1.8. — Calculer la teneur en eau de l'échantillon, exprimée en pourcentage pondéral, par la formule :

$$\frac{M_1 - M_2}{S} \times 100$$

où :

$M_1$  = masse, en grammes, de la capsule après l'opération 2.1.2.

$M_2$  = masse, en grammes, de la capsule après l'opération 2.1.6 ou 2.1.7.

S = masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée.

### 3. — Teneur en matière grasse

#### Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et ne doivent pas laisser à l'évaporation de résidu plus important que celui prévu pour l'essai à blanc (3.1). Le cas échéant, les réactifs pourront être distillés à nouveau en présence d'environ 1 g de graisse de beurre pour 100 ml de solvant.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution d'ammoniaque, environ 25 % (m/m) de  $\text{NH}_3$  (densité à 20° C, environ 0,91 g/ml), ou solution plus concentrée de concentration connue.

Ethanol à 96 ± 2 % (v/v) ou, à défaut, éthanol dénaturé avec du méthanol, de l'éthyl-méthyl-cétone, du benzène ou de l'éther de pétrole.

Oxyde diéthylique (éther diéthylique) exempt de peroxydes.

#### Note

S'assurer que l'oxyde diéthylique est exempt de peroxydes comme indiqué ci-après. Introduire, dans une fiole conique avec bouchon rodé et rincée préalablement au dioxyde de carbone, 50 ml de l'oxyde diéthylique. Rincer à nouveau au dioxyde de carbone et

kaliumjodide 20 % oplossing in de kolf en sluit deze direct af. Schud de kolf zonder dat de vloeistof de glazen stop bevochtigt en bewaar de kolf gedurende 5 min in het donker. Voeg 75 ml water toe, meng en voeg vervolgens 5 ml stijfseloplossing toe. Peroxiden zijn afwezig indien de lagen kleurloos blijven.

Petroleumether, kooktraject tussen 30 en 60°C.

Mengsel van oplosmiddelen, kort tevoren bereid door mengen van gelijke volumina diethylether en petroleumether. (Waar het gebruik van het mengsel van oplosmiddelen is voorgeschreven mag ook diethylether of petroleumether worden gebruikt).

#### Apparatuur en hulpstoffen

##### Analytische balans

Extractiebuizen volgens Mojonnier (zie schets blz. 14) voorzien van geslepen glazen stoppen, kurken of andere stoppen die door de gebruikte oplosmiddelen niet worden aangetast.

Extraheer kurken van goede kwaliteit achtereenvolgens met diethylether en petroleumether. Dompel de aldus behandelde kurken in water van tenminste 60°C, houd het water tenminste 20 min op deze temperatuur en laat vervolgens afkoelen zodat de kurken, op het tijdstip van gebruik, met water verzadigd zijn.

Dunwandige kolfjes met platte bodem, van 150 tot 250 ml.

Droogstoof, goed geventileerd, met thermostaat (temperatuur geregeld op  $102 \pm 2^\circ\text{C}$ ) of vacuumstoof (temperatuur 70 — 75°C, druk lager dan 50 mm Hg).

Kooksteentjes, vetvrij, niet poreus of broos, bijvoorbeeld glaskralen of stukjes siliciumcarbide (het gebruik van deze kooksteentjes is facultatief, zie alinea 3.2.1.).

Waterbad van 60-70°C.

#### 3.1. — Blancoproef

Verricht, gelijktijdig met de bepaling van het vetgehalte van het monster, een blancoproef met 10 ml water. Volg daarbij de werkwijze hieronder beschreven met uitsluiting van alinea 3.2.2. Indien het resultaat van de blancoproef meer bedraagt dan 0,5 mg dienen de reagentia gecontroleerd en de onzuivere reagentia gezuiverd of vervangen te worden.

#### 3.2. — Werkwijze

3.2.1. — Droog het kolfje (eventueel met kooksteentjes) in de droogstoof gedurende 30 min. tot 1 h. Laat het kolfje afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer en weeg tot op 0,1 mg.

introduire rapidement 15 ml d'acide acétique glacial et 1 ml d'une solution à 20 % d'iodure de potassium et boucher la fiole immédiatement. Agiter la fiole sans mouiller le bouchon et laisser reposer la fiole pendant 5 min à l'abri de la lumière. Ajouter 75 ml d'eau, mélanger et ajouter 5 ml d'une solution d'amidon. L'oxyde diéthylique est exempt de peroxydes si aucune coloration n'apparaît.

Ether de pétrole distillant entre 30 et 60° C.

Mélange de solvants préparé peu de temps avant l'emploi par le mélange de volumes égaux d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole (on pourra remplacer le mélange de solvants, là où son utilisation est prescrite, par de l'oxyde diéthylique ou par l'éther de pétrole).

Appareils et matières auxiliaires

Balance analytique

Tubes d'extraction d'après Mojonier (voir croquis page 14) pourvus de bouchons en verre rodé, de bouchons en liège ou d'autres fermetures insensibles à l'action de solvants utilisés.

On traitera les bouchons en liège de bonne qualité par épuisement avec de l'oxyde diéthylique, puis avec de l'éther de pétrole. Les bouchons ainsi traités seront maintenus au moins 20 min dans de l'eau à 60° C au minimum, puis refroidis dans l'eau afin d'en être imprégnés au moment de l'emploi.

Flacons à fond plat et à paroi mince, de 150 à 250 ml.

Étuve à dessiccation bien ventilée et contrôlée par thermostat (température réglée à  $102 \pm 2^\circ$  C) ou étuve à vide (température 70-75° C, pression inférieure à 50 mm de Hg).

Matériaux destinés à faciliter l'ébullition, exempts de matière grasse, non poreux et non friables, par exemple perles de verre ou morceaux carbure de silicium (l'emploi de ces matériaux est facultatif, voir à ce sujet alinéa 3.2.1).

Bain-marie à 60-70° C.

### 3.1. — Essai à blanc

En même temps que la détermination de la teneur en matière grasse de l'échantillon, effectuer un essai à blanc avec 10 ml d'eau distillée en suivant le mode opératoire décrit ci-après à l'exclusion de l'alinéa 3.2.2. Si la valeur de l'essai à blanc dépasse 0,5 mg, il conviendra de vérifier les réactifs et de purifier ou remplacer le ou les réactifs impurs.

### 3.2. — Mode opératoire

3.2.1. — Sécher le flacon (éventuellement après y avoir déposé des matériaux facilitant une ébullition modérée au cours de l'évaporation des solvants) dans l'étuve pendant 1/2 h à 1 h. Laisser refroidir le flacon jusqu'à la température de la salle des balances et peser le flacon une fois refroidi à 0,1 mg près.

- 3.2.2. — Weeg, hetzij rechtstreeks in de extractiebuis, hetzij door een verschilweging, ca. 1 g volle melkpoeder of ca. 1,5 g gedeeltelijk ontroomde of magere melkpoeder tot op 1 mg. Voeg 10 ml water toe en schud tot de melkpoeder volledig gedispergeerd is.
- 3.2.3. — Voeg 1,5 ml ammonia 25 % toe of een equivalente hoeveelheid van een meer geconcentreerde oplossing. Verwarm gedurende 15 min in het waterbad van 60-70° C en schud van tijd tot tijd. Koel daarna, bv. in stromend water.
- 3.2.4. — Voeg 10 ml ethanol toe en meng de vloeistoffen voorzichtig maar zorgvuldig in de open extractiebuis.
- 3.2.5. — Voeg 25 ml diethylether toe, sluit de extractiebuis, schud krachtig gedurende 1 min, en keer daarbij de extractiebuis herhaalde malen. Koel zo nodig in stromend water.
- 3.2.6. — Verwijder voorzichtig de stop en voeg 25 ml petroleumether toe ; gebruik de eerste milliliters om de stop en de binnenzijde van de hals van de extractiebuis af te spoelen en laat de spoelvloeistof in de extractiebuis lopen. Sluit de extractiebuis, schud en keer deze herhaaldelijk om gedurende 30 sec. Schud niet te krachtig indien niet gecentrifugeerd wordt volgens alinea 3.2.7.
- 3.2.7. — Laat de extractiebuis staan tot de bovenste vloeistoflaag helder is geworden en zich scherp van de waterlaag heeft gescheiden. Het scheiden van de lagen kan eveneens geschieden met behulp van een geschikte vonkvrije centrifuge.
- 3.2.8. — Verwijder de stop, spoel deze evenals de binnenzijde van de hals van de extractiebuis met enkele milliliters van het mengsel van de oplosmiddelen, laat de spoelvloeistof in de extractiebuis lopen. Breng, door decanteren, de bovenste vloeistoflaag zorgvuldig en zo volledig mogelijk over in het kolfje (3.2.1.). Voeg eventueel een weinig water toe teneinde het scheidingsvlak van de twee vloeistoflagen hoger te brengen en het decanteren te vergemakkelijken.
- 3.2.9. — Spoel de buiten- en de binnenzijde van de hals van de extractiebuis met enkele milliliters van het mengsel van oplosmiddelen. Laat de spoelvloeistof van de buitenzijde van de extractiebuis in het kolfje vloeien en die van de binnenzijde van de hals in de extractiebuis.
- 3.2.10. — Verricht een tweede extractie door de bewerkingen aangegeven in de alinea's 3.2.5. tot en met 3.2.9. te herhalen, gebruik daarbij slechts 15 ml diethylether en 15 ml petroleumether.

- 3.2.2. — Peser dans le tube d'extraction, à 1 mg près, soit directement soit par différence, environ 1 g de lait entier en poudre ou environ 1,5 g de lait partiellement écrémé en poudre ou de lait écrémé en poudre. Ajouter 10 ml d'eau et agiter jusqu'à dispersion totale de la poudre de lait.
- 3.2.3. — Ajouter 1,5 ml de solution d'ammoniaque 25 % ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée et chauffer au bain-marie pendant 15 min à 60-70° C, en agitant de temps à autre.  
Refroidir ensuite, par exemple à l'eau courante.
- 3.2.4. — Ajouter 10 ml d'éthanol et mélanger les liquides doucement mais soigneusement dans le tube d'extraction maintenu ouvert.
- 3.2.5. — Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique, fermer le tube d'extraction, l'agiter énergiquement et le retourner à plusieurs reprises pendant 1 min. Refroidir au besoin le tube d'extraction sous l'eau courante.
- 3.2.6. — Enlever le bouchon avec précaution et ajouter 25 ml d'éther de pétrole en utilisant les premiers millilitres pour rincer le bouchon et l'intérieur du col du tube d'extraction.  
Remettre le bouchon en place, agiter et renverser le tube d'extraction à plusieurs reprises pendant 30 sec. Si l'on ne prévoit pas de centrifugation lors de l'opération décrite à l'alinéa 3.2.7, ne pas agiter trop énergiquement.
- 3.2.7. — Laisser le tube d'extraction en repos jusqu'à ce que la couche liquide supérieure devienne limpide et se sépare nettement de la phase aqueuse. On peut également effectuer la séparation à l'aide d'une centrifugeuse appropriée ne produisant pas d'étincelles.
- 3.2.8. — Enlever le bouchon et le rincer ainsi que l'intérieur du col du tube d'extraction avec quelques millilitres du mélange de solvants ; laisser les liquides de rinçage couler dans le tube d'extraction. Transvaser avec soin aussi complètement que possible la couche supérieure dans le flacon (3.2.1.) par décantation. Ajouter si nécessaire, un peu d'eau pour rehausser l'interface des deux couches afin de faciliter la décantation.
- 3.2.9. — Rincer l'extérieur et l'intérieur du col du tube d'extraction avec quelques millilitres du mélange de solvants. Laisser les liquides de rinçage de l'extérieur du tube d'extraction couler dans le flacon et ceux de l'intérieur du col couler dans le tube d'extraction.
- 3.2.10. — Procéder à une deuxième extraction en répétant les opérations décrites aux alinéas 3.2.5 à 3.2.9 inclus mais en utilisant seulement 15 ml d'oxyde diéthylique et 15 ml d'éther de pétrole.



3.2.11. — Verricht een derde extractie volgens 3.2.10. doch laat de laatste spoeling (3.2.9.) achterwege.

#### Opmerking

Bij magere melkpoeder is deze derde extractie niet nodig.

3.2.12. — Verwijder zorgvuldig, hetzij door verdamping hetzij door destillatie, zoveel mogelijk van de oplosmiddelen (ethanol inbegrepen). Indien het kolfje een kleine inhoud heeft zal het noodzakelijk zijn een gedeelte van de oplosmiddelen na elke extractie te verwijderen.

3.2.13. — Verwarm, zodra geen geur van oplosmiddelen meer waarneembaar is, het kolfje liggend in de droogstoof gedurende 1 h.

3.2.14. — Laat het kolfje afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer zoals hierboven (3.2.1.) aangegeven en weeg het tot op 0,1 mg.

3.2.15. — Herhaal de bewerkingen 3.2.13. en 3.2.14. met een verwarming gedurende 30 tot 60 min, tot de massa niet meer afneemt.

3.2.16. — Voeg 15 tot 25 ml petroleumether toe om te controleren of de geëxtraheerde stoffen volledig oplosbaar zijn. Verwarm zacht en zwenk, tot al het vet opgelost is.

3.2.16.1. — Indien de geëxtraheerde stoffen volledig in petroleumether oplossen, is de massa vet het verschil tussen de wegingen 3.2.1. en 3.2.15.

3.2.16.2. — Indien dit niet het geval is of in geval van twijfel en steeds bij geschillen, extraheer dan het vet in het kolfje volledig door herhaaldelijk wassen met warme petroleumether. Laat onopgeloste bestanddelen vóór het decanteren steeds bezinken. Spoel de buitenzijde van de hals van de kolf 3 maal.

Verwarm het kolfje liggend gedurende 1 h in de droogstoof, laat het afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer zoals boven aangegeven (3.2.1.) en weeg tot op 0,1 mg. De massa vet is het verschil tussen de massa vastgesteld bij weging 3.2.15. en de massa bij deze uiteindelijke weging.

3.2.17. — Bereken het vetgehalte van het monster, in massaprocenten, met de formule :

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

3.2.11. — Effectuer une troisième extraction en procédant comme indiqué à l'alinéa 3.2.10 mais en omettant le rinçage final (3.2.9).

**Remarque**

S'il s'agit de poudre de lait écrémé, la troisième extraction n'est pas nécessaire.

3.2.12. — Eliminer avec soin par évaporation ou distillation le maximum de solvants (y compris l'éthanol). Si le flacon est de petite capacité, il faudra éliminer un peu de solvant de la manière précitée après chaque extraction.

3.2.13. — Quand il ne subsiste plus aucune odeur de solvant, chauffer le flacon, couché, pendant 1 h dans l'étuve.

3.2.14. — Laisser le flacon refroidir jusqu'à la température de la salle des balances comme indiqué plus haut (3.2.1) et peser à 0,1 mg près.

3.2.15. — Répéter les opérations 3.2.13 et 3.2.14 en chauffant par périodes de 30 à 60 min. jusqu'à masse constante.

3.2.16. — Ajouter 15 à 25 ml d'éther de pétrole pour vérifier que la matière extraite est entièrement soluble. Chauffer légèrement et agiter par un mouvement rotatoire jusqu'à ce que toute la matière grasse soit en solution.

3.2.16.1. — Si la matière extraite est entièrement soluble dans l'éther de pétrole, la masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la pesée 3.2.1 et la pesée 3.2.15.

3.2.16.2. — S'il n'en est pas ainsi, ou en cas de doute et toujours en cas de différend, extraire complètement la matière grasse contenue dans le flacon par des lavages répétés à l'éther de pétrole chaud, en laissant se déposer la matière non dissoute avant chaque décantation. Rincer 3 fois l'extérieur du col du flacon.

Chauffer le flacon, couché, pendant 1 h à l'étuve et le laisser refroidir jusqu'à la température de la salle des balances comme indiqué plus haut (3.2.1) et peser à 0,1 mg près.

La masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la pesée (3.2.15) et cette pesée finale.

3.2.17. — Calculer la teneur en matière grasse de l'échantillon, exprimée en pourcentage pondéral, par la formule :

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

Waarin :

- $M_1$  = massa, in grammen, van het kolfje met het vet na de bewerking 3.2.15.  
 $M_2$  = massa, in grammen, van het kolfje na de bewerking 3.2.1. of indien onoplosbare bestanddelen aanwezig waren, zie 3.2.16.2., na de bewerking 3.2.16.2.  
 $B_1$  = massa, in grammen, van het kolfje van de blancoproef na de bewerking 3.2.15.  
 $B_2$  = massa, in grammen, van het kolfje van de blancoproef na de bewerking 3.2.1. of, indien onoplosbare bestanddelen aanwezig waren, zie 3.2.16.2., na de bewerking 3.2.16.2.  
S = massa, in grammen, van de ingewogen hoeveelheid monster.

#### 4. — Melkzuurgehalte

##### Reagentia

Alle reagentia dienen « pro analyse » kwaliteit te zijn.  
Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Kopersulfaat-oplossing : los 250 g kopersulfaat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) op in water en verdun tot 1.000 ml.

Calciumhydroxide-suspensie : wrijf 300 g calciumhydroxide ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) aan met water in een mortier ; gebruik in totaal 900 ml.  
Bewaar de verkregen suspensie in een goed gesloten fles.

Zwavelzuur : 95,5 — 97 % (m/m)  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Zwavelzuur-kopersulfaat-oplossing : voeg 0,5 ml kopersulfaat-oplossing toe aan 300 ml zwavelzuur en meng.

p.HydroxidifenyI-reagens : los 1,5 g p.hydroxidifenyI ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ ) op in 10 ml 5 % NaOH-oplossing onder roeren en zacht verwarmen.

Vul aan tot 100 ml met water.

Bewaar deze oplossing in een fles van bruin glas in het donker.  
Het reagens is niet langer dan 4 weken houdbaar.

Standaard melkzuuroplossing : los kort voor het gebruik 0,1067 g lithiumlactaat ( $\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$ ) op in water en verdun tot 1.000 ml. Deze oplossing komt overeen met 0,1 mg melkzuur per ml.

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Spectrofotometer of colorimeter, geschikt voor het meten bij een golflengte van 570 nm.

Waterbad van  $30 \pm 2^\circ\text{C}$ .

Kokend waterbad

Reageerbuisen (afmetingen  $25 \times 160$  mm).

où :

$M_1$  = masse, en grammes, du flacon avec la matière grasse après l'opération 3.2.15.

$M_2$  = masse, en grammes, du flacon après l'opération 3.2.1. ou dans le cas où des matières insolubles sont présentes, voir 3.2.16.2, après l'opération 3.2.16.2.

$B_1$  = masse, en grammes, du flacon de l'essai à blanc après l'opération 3.2.15.

$B_2$  = masse, en grammes, du flacon de l'essai à blanc après l'opération 3.2.1 ou, dans le cas où des matières insolubles sont présentes voir 3.2.16.2 après l'opération 3.2.16.2.

S = masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée.

#### 4. — Teneur en acide lactique

##### Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution de sulfate de cuivre : dissoudre 250 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 1.000 ml.

Suspension d'hydroxyde de calcium : broyer 300 g d'hydroxyde de calcium ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) dans un mortier avec de l'eau ; utiliser au total 900 ml.

Conserver la suspension obtenue dans un flacon bien bouché.

Acide sulfurique : 95,5 à 97,0 % (m/m) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Solution acide sulfurique-sulfate de cuivre : ajouter 0,5 ml de la solution de sulfate de cuivre à 300 ml d'acide sulfurique et mélanger.

Solution de p.hydroxydiphényl : dissoudre en agitant, et en chauffant légèrement, 1,5 g de p.hydroxydiphényl ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ ) dans 10 ml d'une solution aqueuse de NaOH à 5 %.

Compléter à 100 ml avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun à l'abri de la lumière. La durée de conservation est limitée à 4 semaines.

Solution étalon d'acide lactique : dissoudre peu de temps avant l'emploi, 0,1067 g de lactate de lithium ( $\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$ ) dans de l'eau et compléter à 1.000 ml ; 1 ml de cette solution correspond à 0,1 mg d'acide lactique.

Appareils et matières auxiliaires

Balance analytique

Spectrophotomètre ou photolorimètre permettant de faire la lecture à une longueur d'onde de 570 nm.

Bain-marie de 30 ± 2° C.

Bain-marie bouillant

Tubes à essai (dimensions 25 × 160 mm).

## 4.1. — Werkwijze

870

4.1.1. — Weeg  $\frac{\quad}{a - 8,7}$  g van het monster af tot op 0,1 g.

(waarin a = het procentisch gehalte aan vetvrije droge melkbestanddelen van het monster). Los deze hoeveelheid op in 100 ml water.

4.2.1. — Pipetteer van de aldus verkregen oplossing 5 ml in een maatkolf van 50 ml en verdun met water tot ongeveer 35 ml. Breng ten behoeve van een blancobepaling in een tweede maatkolf van 50 ml ongeveer 35 ml water. Behandel beide kolven als beschreven in 4.1.3.

4.1.3. — Voeg onder voortdurend schudden 5 ml kopersulfaat-oplossing toe, laat de kolven gedurende 10 min staan bij kamertemperatuur.

Voeg vervolgens op dezelfde wijze 5 ml calciumhydroxide-suspensie toe, laat de kolven wederom gedurende 10 min staan bij kamertemperatuur. Vul aan met water tot 50 ml, schud krachtig tot de inhoud van de kolven homogeen is en filtreer; verwijder de eerste druppels van het filtraat.

4.1.4. — Pipetteer in een reageerbuis 1 ml van het onder 4.1.3. verkregen filtraat en in een andere gelijke buis 1 ml van het filtraat verkregen door behandeling van het water met de klaringsvloeistoffen. Behandel beide buizen als volgt: voeg 6,0 ml zwavelzuur-kopersulfaat-oplossing toe en meng. Verwarm de buizen, los afgedekt, gedurende 5 min. in een kokend waterbad en koel snel af tot kamertemperatuur.

Voeg 2 druppels p.hydroxidifenylnyl-reagens toe en schud krachtig teneinde het reagens zeer fijn in de vloeistof te verdelen.

Plaats de buizen in een waterbad van  $30 \pm 2^\circ\text{C}$ , laat ze er gedurende 90 sec in een kokend waterbad en koel vervolgens inhoud van de buizen, waarbij deze wederom los worden afgedekt, gedurende 90 sec. in een kokend waterbad en koel vervolgens snel af tot kamertemperatuur.

4.1.5. — Meet het verschil in extinctie tussen beide vloeistoffen bij een golflengte van 570 nm.

Zet het verschil in extinctie met behulp van de ijklijn (4.2.) om in het percentage melkzuur in de gereconstitueerde melk bereid op de onder 4.1.1. beschreven wijze.

Herhaal het onderzoek, indien het percentage melkzuur in de gereconstitueerde melk groter dan 0,010 % blijkt te zijn, met een passende verdunning van het filtraat, verkregen onder 4.1.3.

## 4.1. — Mode opératoire

870

4.1.1. — Peser à 0,1 g près  $\frac{\quad}{a}$  g de l'échantillon  
a — 8,7

(a représentant le pourcentage en matières sèches dégraissées du lait de l'échantillon)

Dissoudre cette quantité dans 100 ml d'eau.

4.1.2. — Pipeter 5 ml de la solution ainsi obtenue dans un ballon jaugé de 50 ml et diluer avec de l'eau jusqu'à environ 35 ml. Pour le blanc introduire environ 35 ml d'eau dans un deuxième ballon jaugé de 50 ml. Traiter les deux ballons comme indiqué en 4.1.3.

4.1.3. — Ajouter sous agitation continue 5 ml de solution de sulfate de cuivre et maintenir les ballons pendant 10 min. à la température ambiante.

Ensuite ajouter de la même façon 5 ml de suspension d'hydroxyde de calcium et maintenir les ballons pendant 10 min. à la température ambiante. Ajuster avec de l'eau jusqu'à 50 ml, agiter énergiquement jusqu'à ce que le contenu des ballons soit homogène, filtrer ; rejeter les premières gouttes du filtrat.

4.1.4. — Pipeter dans un tube à essai 1 ml du filtrat obtenu sous 4.1.3, et dans un tube identique 1 ml du filtrat obtenu lors du traitement de l'eau avec les liquides défécants.

Traiter les deux tubes comme suit : ajouter 6,0 ml de solution d'acide sulfurique-sulfate de cuivre et mélanger. Chauffer pendant 5 min. dans un bain-marie bouillant les tubes fermés d'une manière lâche et refroidir jusqu'à température ambiante.

Ajouter 2 gouttes de réactif au p-hydroxydiphényl et agiter énergiquement afin de bien répartir le réactif dans le liquide.

Mettre les tubes au bain-marie à  $30 \pm 2^\circ$  C, les y maintenir pendant 15 min. et agiter de temps en temps.

Réchauffer le contenu des tubes légèrement fermés, pendant 90 sec. dans un bain-marie bouillant et refroidir rapidement jusqu'à température ambiante.

4.1.5. — Mesurer la différence d'extinction des deux liquides à la longueur d'onde de 570 nm.

Convertir au moyen de la droite d'étalonnage (4.2.) la différence d'extinction en pourcentage d'acide lactique dans le lait reconstitué obtenu selon le procédé décrit sous 4.1.1.

Si le pourcentage en acide lactique dans le lait reconstitué est supérieure à 0,010 % répéter l'essai avec une dilution adéquate du filtrat obtenu sous 4.1.3.

#### 4.2. — IJklijn

Pipetteer in een vijftal maatkolven van 50 ml telkens 5 ml gereconstitueerde melk bereid uit melkpoeder op de wijze als aangegeven onder 4.1.1. Dit melkpoeder dient deugdelijk te zijn en bereid uit melk die geen of nagenoeg geen verzuringsmelkzuur bevat.

Breng in deze maatkolven respectievelijk 0-1-2-3 en 4 ml van de standaardmelkzuuroplossing en vul aan met water tot ongeveer 35 ml. Hierdoor ontstaat een reeks met resp. 0 - 0,002 - 0,004 - 0,006 - 0,008 % toegevoegd melkzuur aan de gereconstitueerde melk.

Handel verder als beschreven onder 4.1.3. en 4.1.4. en meet de extinctie tegen water. Zet deze extincties af als functie van het percentage toegevoegd melkzuur. Trek door de punten de best passende rechte en verplaats deze evenwijdig aan zichzelf naar de oorsprong. De ijklijn behoort een rechte te zijn.

#### 4.3. — Beoordeling van het resultaat

Melkzuur wordt geacht slechts in sporen aanwezig te zijn indien het gehalte verkregen volgens 4.1.5. niet meer dan 0,020 % bedraagt.

#### 5. — Fosfatase

Verricht de fosfataseproef volgens het onder 5.1. gegeven voorschrift. Bevestig een positief resultaat met het onder 5.2. gegeven voorschrift.

#### 5.1. — Fosfatase ; kwalitatief

##### Reagentia

Alle reagentia dienen « pro analyse » kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Substraatoplossing : los 0,11 g dinatriumfenylfosfaat

( $C_6H_5OPO_3Na_2 \cdot 2H_2O$ ) op in 80 à 90 ml water, voeg hierbij 3 ml 0,25 natriumcarbonaatoplossing (2,65 g watervrij natriumcarbonaat per 100 ml) en vul aan tot 100 ml. Bereid dagelijks een verse oplossing.

B.C.C.-reagens : los 23 mg 2,6-dibroomchinon-4-chloorimide ( $O=C_6H_2Br_2=NCl$ ) op in 5 ml ethanol 96 % (v/v). Bewaar de oplossing op een koele donkere plaats en niet langer dan 4 weken. Iso-amylalcohol ; neutraal t.o.v. broomthymolblauw. Neutraliseer zo nodig met 0,1 n natriumhydroxide-oplossing.

#### 5.1.1. — Werkwijze

#### 4.2. — Droite d'étalonnage

Introduire dans 5 ballons jaugés de 50 ml respectivement 5 ml de lait reconstitué à partir d'une poudre de lait comme décrit sous 4.1.1. Cette poudre de lait doit être de bonne qualité et préparée à partir d'un lait ne contenant pas ou presque pas d'acide lactique d'acidification.

Introduire dans ces ballons respectivement 0-1-2-3 et 4 ml de la solution étalon d'acide lactique et compléter avec de l'eau jusqu'à environ 35 ml. On obtient ainsi une série avec des teneurs en acide lactique ajouté au lait reconstitué de 0 - 0,002 - 0,004 - 0,006 et 0,008 %.

Continuer comme décrit sous 4.1.3 et 4.1.4 et mesurer l'extinction par rapport à l'eau. Porter sur un diagramme les extinctions présentées par les éléments de la gamme d'étalonnage en fonction du pourcentage d'acide lactique additionné. Joindre les points par la droite la plus appropriée et la déplacer parallèlement à elle-même de façon à la faire passer par l'origine. Les points de la gamme d'étalonnage doivent se situer sur une droite.

#### 4.3. — Interprétation du résultat

L'acide lactique est considéré n'être présent qu'en traces si la teneur obtenue selon 4.1.5 n'atteint pas plus que 0,020 %.

### 5. — Phosphatase

Effectuer l'essai de la phosphatase comme indiqué sous 5.1. Confirmer un résultat positif avec le mode opératoire décrit sous 5.2.

#### 5.1. — Phosphatase ; qualitatif

##### Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution substrat : dissoudre 0,11 g de phénylphosphate disodique ( $C_6H_5OPO_3Na_2 \cdot 2H_2O$ ) dans 80 à 90 ml d'eau, ajouter 3 ml de solution de carbonate sodique 0,25 M (2,65 g carbonate sodique anhydre par 100 ml) et compléter à 100 ml.

Cette solution doit être préparée journellement.

Réactif B.Q.C. : dissoudre 23 mg de 2,6-dibromoquinone-4-chloroimide ( $O=C_6H_2Br_2=NCl$ ) dans 5 ml d'éthanol 96 % (v/v). Conserver cette solution au frais et à l'obscurité pendant maximum 4 semaines.

Alcool isoamylique ; neutre par rapport au bleu de bromothymol. Neutraliser éventuellement avec une solution 0,1 n d'hydroxyde de sodium.

#### 5.1.1. — Mode opératoire



- 5.1.1.1. — Maak van het monster met water, zonder verwarming een zodanige oplossing dat de concentratie aan vetvrije droge melkbestanddelen ongeveer overeenkomt met die van ondermelk.
- 5.1.1.2. — Pipetteer in twee reageerbuizen elk 0,5 ml van de aldus bereide oplossing zonder de wanden te bevochtigen. Plaats één der beide buizen gedurende 5 min in een kokend waterbad en koel daarna af tot kamertemperatuur.
- 5.1.1.3. — Voeg aan beide reageerbuizen met een meetpipet 5 ml van de subtraatoplossing toe en bewaar deze afgedekt bij een temperatuur tussen 30 en 35° C gedurende 1 h.
- 5.1.1.4. — Voeg 6 druppels van het B.C.C.-reagens toe en meng. Vergelijk na 5 min. de kleuren van beide buizen.
- 5.1.1.5. — Indien de inhoud van de buis met de verhitte melk zwakker gekleurd is dan die van de andere buis wordt de reactie geacht positief te zijn.
- 5.1.1.6. — Voeg in twijfelgevallen aan beide buizen 2 ml iso-amylalcohol toe. Keer de buizen daarop achtmaal voorzichtig om, telkens wachtend totdat de vloeistoflagen zich gescheiden hebben. Eventueel gevormde blauwe of blauwgroene kleurstof lost in de heldere bovenlaag op, waardoor de kleurvergelijking aanzienlijk wordt verscherpt.

### Opmerking

Grote reinheid van buizen, pipetten, stoppen enz. is een eerste eis, daar geringe verontreinigingen bv. met fenolen en daarmee verwante stoffen een positieve reactie kunnen veroorzaken. Voorts bedenken men dat speeksel fosfatase bevat.

### 5.2. — Fosfatase ; kwantitatief

#### Reagentia

Alle reagentia dienen « pro analyse » kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water en vers gekookt.

Bariumboraatbuffer, pH  $10,6 \pm 0,1$

Vermijd intensief contact tussen de buffer en lucht, in verband met ongewenste carbonaatvorming.

Los 25,0 g carbonaatvrij bariumhydroxide ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) onder verwarmen op in water. Koel af tot kamertemperatuur en verdun tot 500 ml.

Los 11,0 g boorzuur ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) op in water en verdun tot 500 ml. Verwarm beide oplossingen tot 50° C, voeg ze bijeen en meng zorgvuldig. Koel het mengsel af tot kamertemperatuur. Breng zonodig de pH met bariumhydroxide-oplossing op  $10,6 \pm 0,1$  en

- 5.1.1.1. — Préparer, à partir de l'échantillon, avec de l'eau, sans chauffer, une solution telle que la concentration en matières sèches dégraissées du lait corresponde environ à celle du lait écrémé.
- 5.1.1.2. — Pipeter dans chacun des 2 tubes à essai 0,5 ml de la solution ainsi obtenue. Placer un des tubes au bain-marie bouillant pendant 5 min. et refroidir ensuite jusqu'à température ambiante.
- 5.1.1.3. — Ajouter aux 2 tubes à essai avec une pipette jaugée 5 ml de la solution substrat et les conserver bouchés à une température comprise entre 30 et 35° C pendant 1 h.
- 5.1.1.4. — Ajouter 6 gouttes de réactif B.Q.C. et mélanger. Comparer après 5 min. la coloration des deux tubes.
- 5.1.1.5. — Si le contenu du tube avec le lait chauffé est moins coloré que celui de l'autre tube la réaction est considérée comme positive.
- 5.1.1.6. — Ajouter en cas de doute aux deux tubes 2 ml d'alcool isoamylique. Ensuite retourner prudemment les tubes 8 fois, en attendant chaque fois que les couches se soient séparées. La coloration bleue ou bleu-verte éventuellement formée se dissout dans la couche limpide supérieure ; la comparaison des colorations est ainsi notablement améliorée.

### Remarque

Il y a lieu d'exiger une grande propreté des tubes, pipettes, bouchons, etc. car la moindre souillure par des phénols ou des substances apparentées peut donner une réaction positive. Ensuite il y a lieu de tenir compte du fait que la salive contient des phosphatases.

### 5.2. — Phosphatase ; quantitatif

#### Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée et fraîchement bouillie. Tampon borate de baryum, pH 10,6 ± 0,1.

Eviter un contact intensif entre le tampon et l'air afin d'éviter la formation non souhaitée de carbonate.

Dissoudre en chauffant 25,0 g d'hydroxyde de baryum ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ), exempt de carbonate, dans l'eau, refroidir à la température ambiante et compléter à 500 ml.

Dissoudre 11,0 g d'acide borique ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) dans l'eau et compléter à 500 ml.

Chauffer les deux solutions jusqu'à 50° C, les mélanger. Refroidir le mélange jusqu'à la température ambiante. Ajuster le pH si

filtreer snel. Bewaar de oplossing in een goed gesloten fles.

Verdun de oplossing vóór gebruik met een gelijk volume water.  
Natriummetaboraat-oplossing : los 6,0 g watervrij natriummetaboraat ( $\text{NaBO}_2$ ) of 12,6 natriummetaboraat ( $\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) en 20,0 g natriumchloride ( $\text{NaCl}$ ) op in water en verdun tot 1.000 ml.

Gebufferde-substraatoplossing : los 0,5 g dinatriumfenylfosfaat ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OPO}_3\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) op in 4,5 ml natriummetaboraat-oplossing. Verwijder uit deze oplossing eventueel aanwezige vrij fenol. Voeg hiertoe 1 druppel B.C.C.-reagens toe en laat de oplossing gedurende 30 min staan. Schud de eventueel gevormde blauwe kleurstof uit met 2,5 ml butanol-1 en werp de butanol weg. Herhaal deze extractie zo nodig totdat de butanol-laag ongekleurd blijft.

Deze geconcentreerde oplossing kan gedurende enkele dagen worden bewaard in een koelkast. Herhaal de kleurontwikkeling en de extractie dagelijks vóór het gebruik van de oplossing.

Pipetteer voor het bereiden van de gebufferde-substraatoplossing 1 ml van de vorige oplossing in een maatkolf van 100 ml en vul deze aan met de bariumboraatbuffer. Bereid deze gebufferde-substraatoplossing onmiddellijk vóór het gebruik.

Zink- kopersulfaat reagens : los 3,0 zinksulfaat ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) en 0,6 g kopersulfaat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) op in water en vul aan tot 100 ml.

B.C.C.-Reagens : los 0,040 g 2,6-dibroomchinon-4-chloorimide ( $\text{O}=\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2=\text{NCl}$ ) op in 10 ml ethanol 96 % (v/v).

Bewaar de oplossing in een fles van bruin glas in een koelkast. Verdunningsvloeistof : verdun 10 ml natriummetaboraat-oplossing tot 100 ml met water.

Kopersulfaat-oplossing : los 0,05 g kopersulfaat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) op in water en vul aan tot 100 ml.

Standaardoplossing, 200  $\mu\text{g}$  fenol per ml : los  $0,200 \pm 0,001$  g kleurloze en kristallijne fenol op in water en verdun tot 100 ml. Deze oplossing kan in de koelkast gedurende enkele maanden bewaard worden.

Verdun 10 ml van deze oplossing tot 100 ml met water.

Indien het fenol niet kleurloos en kristallijn is, zuiver het dan door destillatie.

Apparatuur en hulpstoffen

Balans, waarop tot op 1 mg nauwkeurig kan worden gewogen.

Spectrofotometer, geschikt voor het meten bij een golflengte van 610 nm, met bijbehorende cuvetten.

nécessaire à  $10,6 \pm 0,1$  à l'aide de la solution d'hydroxyde de baryum et filtrer rapidement. Conserver la solution dans un récipient bouché hermétiquement.

Diluer la solution avant l'emploi avec un volume égal d'eau.

Solution de métaborate de sodium : dissoudre 6,0 g de métaborate de sodium anhydre ( $\text{NaBO}_2$ ), ou 12,6 g de métaborate de sodium ( $\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), et 20,0 g de chlorure de sodium ( $\text{NaCl}$ ) dans l'eau et compléter à 1.000 ml.

Solution substrat tamponnée : dissoudre 0,5 g de phénylphosphate disodique ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OPO}_3\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 4,5 ml de la solution de métaborate de sodium.

Extraire si nécessaire le phénol libre de cette solution. Ajouter à cette fin une goutte du réactif B.Q.C. et laisser reposer pendant 30 min. Extraire la couleur formée avec 2,5 ml de butanol-1 et jeter la couche de butanol-1. Répéter si nécessaire cette extraction jusqu'à ce que la couche de butanol-1 reste incolore.

Cette solution peut être conservée pendant quelques jours dans un réfrigérateur. Développer et extraire la couleur journalièrement avant l'emploi.

Pour préparer la solution de substrat tamponnée, pipeter 1 ml de la solution précédente dans un ballon jaugé de 100 ml et compléter avec le tampon borate de baryum. Préparer la solution de substrat tamponnée immédiatement avant l'emploi.

Réactif sulfate de zinc et de cuivre : dissoudre 3,0 g de sulfate de zinc ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) et 0,6 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Réactif B.Q.C. : dissoudre 0,040 g de 2,6-dibromoquinone-4-chloroimide ( $\text{O}=\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2=\text{NCl}$ ) dans 10 ml d'éthanol à 96 % (v/v). Conserver la solution dans un flacon en verre foncé dans le réfrigérateur.

Solution de dilution : diluer 10 ml de solution de métaborate de sodium jusqu'à 100 ml avec de l'eau.

Solution de sulfate de cuivre : dissoudre 0,05 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Solution standard à 200  $\mu\text{g}$  de phénol par ml : dissoudre 0,200  $\pm$  0,001 g de phénol cristallin et incolore dans l'eau et compléter à 100 ml. Cette solution peut être conservée pendant quelques mois dans le réfrigérateur.

Diluer 10 ml de cette solution à 100 ml avec de l'eau.

Purifier le phénol par distillation s'il n'est pas incolore ou cristallin.

Appareils et matières auxiliaires.

Balance permettant d'effectuer les pesées jusqu'à 1 mg près.

Spectrophotomètre permettant une lecture à une longueur d'onde de 610 nm, avec cuvettes appropriées.

Waterbad, thermostatisch geregeld op een temperatuur van  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .

Reageerbuizen, met een inwendige diameter van 16 tot 18 mm.  
Filtreerpapier voor kwalitatieve doeleinden, langzaam filtrerend voor fijne neerslagen.

Voorzorgsmaatregelen

Verricht de bepaling niet in direct zonlicht, doch bij diffuus daglicht of bij kunstlicht.

Reinig al het glaswerk zorgvuldig en spoel het daarna met uitgekookt gedestilleerd water of stoom het uit. Gebruik geen reinigingsmiddelen en desinfectiemiddelen die fenolen bevatten. Gebruik voor het afsluiten van het glaswerk geen stoppen van kunststof; deze kunnen fenolen bevatten.

Vermijd bij het pipetteren verontreiniging van de vloeistoffen met speeksel, dit bevat fosfatase.

#### 5.2.1. — Werkwijze

870

5.2.1.1. — Weeg  $\frac{870}{a}$  g van het monster af tot op 0,1 g  
a — 8,7

(waarin a = het procentisch gehalte aan vetvrije droge melkbestanddelen van het monster).

Los deze hoeveelheid op in 100 ml water. De oplostemperatuur mag nooit hoger zijn dan  $35^\circ \text{C}$ .

5.2.1.2. — Pipetteer in 2 reageerbuizen elk 1 ml van de onder 5.2.1.1. bereide gereconstitueerde melk.

5.2.1.3. — Verwarm één der buizen in kokend water gedurende 2 min. en koel deze af tot kamertemperatuur. De inhoud dient voor de blancobepaling.

Behandel hierop beide buizen zoals hieronder aangegeven.

5.2.1.4. — Voeg 10 ml gebufferde-substraatoplossing toe, meng en plaats de buizen in het waterbad van  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .

5.2.1.5. — Laat de buizen gedurende 60 min. in het waterbad staan, wervel gedurende deze tijd de vloeistof in de buizen af en toe rond.

5.2.1.6. — Verwarm direct daarop de buizen in kokend water gedurende 1 min. en koel snel af tot kamertemperatuur.

5.2.1.7. — Voeg 1 ml zink-kopersulfaat reagens toe, meng en filtreer door droog filtreerpapier. Werp de eerste druppels filtraat weg. Het filtraat moet volkomen helder zijn, filtreer zo nodig nogmaals over hetzelfde filter.

Bain-marie, avec thermostat, réglé à une température de  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .

Tubes à essai, diamètre intérieure de 16 à 18 mm.

Papier filtre, pour analyse quantitative, à filtration lente pour précipités fins.

#### Précautions

Ne pas effectuer la détermination à la lumière solaire directe, mais à la lumière diffuse ou à la lumière artificielle.

Nettoyer la verrerie soigneusement et la rincer avec de l'eau distillée et bouillie ou la passer à la vapeur. Ne pas employer des produits de nettoyage ou de désinfection contenant des phénols.

Ne pas boucher la verrerie avec des bouchons en matière plastique, ceux-ci pouvant contenir des phénols.

Eviter lors du pipetage la contamination des liquides par la salive ; celle-ci contient de la phosphatase.

#### 5.2.1. — Mode opératoire

870

5.2.1.1. — Peser à 0,1 g près  $\frac{870}{a}$  g de l'échantillon  
a — 8,7

(a représentant le pourcentage en matières sèches dégraissées du lait de l'échantillon).

Dissoudre cette quantité dans 100 ml d'eau. La température ne doit pas dépasser  $35^\circ \text{C}$  lors de la mise en solution.

5.2.1.2. — Pipeter dans 2 tubes à essai 1 ml du lait reconstitué d'après 5.2.1.1.

5.2.1.3. — Chauffer l'un des tubes dans l'eau bouillante pendant 2 min. et refroidir ensuite jusqu'à la température ambiante. Ce tube servira pour l'essai à blanc.

Traiter, à partir de ce point, les deux tubes comme indiqué ci-dessous.

5.2.1.4. — Ajouter 10 ml de la solution substrat tamponnée, mélanger et placer les tubes dans le bain-marie à  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .

5.2.1.5. — Laisser les tubes pendant 60 min. dans le bain-marie et les agiter de temps en temps.

5.2.1.6. — Chauffer aussitôt les tubes au bain-marie bouillant pendant 1 min. et refroidir rapidement jusqu'à la température ambiante.

5.2.1.7. — Ajouter 1 ml du réactif sulfate de zinc et de cuivre, mélanger et filtrer sur papier filtre sec. Jeter les premières gouttes du filtrat. Il importe que le filtrat soit complètement limpide ; repasser le filtrat éventuellement sur le même filtre.

5.2.1.8. — Pipetteer van elk filtraat 5 ml in een reageerbuis, voeg 5 ml natriummetaboraatoplossing toe en 0,1 ml B.C.C.-reagens. Laat de buizen bij kamertemperatuur staan gedurende 30 min.

5.2.1.9. — Meet de extinctie van de monsteroplossing tegen de blanco bij een golflengte van 610 nm.

5.2.1.10. — Herhaal de bepaling indien blijkt dat de extinctie van de gereconstitueerde melk die van de ijkvloeistof met 20  $\mu\text{g}$  fenol per ml overschrijdt. Bereid een passende verdunning van het monster door gereconstitueerde melk als verkregen onder 5.2.1.1. te verdunnen met een passende hoeveelheid gereconstitueerde melk waarin de fosfatase vernietigd is door verhitting op een wijze als beschreven onder 5.2.1.3.

5.2.2. — IJklijn.

5.2.2.1. — Pipetteer, elk in een maatkolf van 100 ml : 2,5 - 5 - 7,5 en 10 ml van de standaardoplossing en vul aan met water.

5.2.2.2. — Pipetteer in 5 reageerbuizen 1 ml water, resp. 1 ml van elke ijkvloeistof (5.2.2.1.) teneinde een vergelijkingsreeks te verkrijgen met resp. 0 - 5 - 10 - 15 en 20  $\mu\text{g}$  fenol.

5.2.2.3. — Voeg achtereenvolgens aan elke buis toe 1 ml koper-sulfaat-oplossing, 5 ml verdunningsvloeistof, 3 ml water en 0,1 ml B.C.C.-reagens ; meng. Laat de buizen bij kamertemperatuur staan gedurende 30 min.

5.2.2.4. — Meet de extinctie van de reeksleden tegen water bij een golflengte van 610 nm.

5.2.2.5. — Zet in een grafiek de gemeten extincties uit tegen de hoeveelheden fenol in  $\mu\text{g}$ , als vermeld onder 5.2.2.2. en trek door de punten de beste passende rechte. Construeer de ijklijn evenwijdig aan deze rechte door de oorsprong.

5.2.3. — Berekening.

5.2.3.1. — Zet de extinctie, vastgesteld onder 5.2.1.9. met behulp van de ijklijn of met behulp van een uit deze ijklijn berekende factor, om in  $\mu\text{g}$  fenol.

5.2.3.2. — De fosfatase-activiteit, uitgedrukt in  $\mu\text{g}$  fenol per ml gereconstitueerde melk, is :

$$2,4 \times P$$

waarin P = het aantal  $\mu\text{g}$  fenol volgens 5.2.3.1.

5.2.1.8. — Introduire 5 ml du filtrat dans un tube à essai, ajouter 5 ml de la solution de métaborate de sodium et 0,1 ml du réactif B.Q.C. Laisser reposer à la température ambiante pendant 30 min.

5.2.1.9. — Mesurer, à une longueur d'onde de 610 nm l'extinction du liquide provenant de l'échantillon par rapport au liquide provenant de l'essai à blanc.

5.2.1.10. — Répéter la détermination s'il s'avère que l'extinction du lait reconstitué dépasse celle correspondant à 20 µg de phénol de la solution d'étalonnage. Diluer dans ce cas un volume approprié du lait reconstitué obtenu d'après 5.2.1.1. avec un volume approprié de ce lait dans lequel la phosphatase a été inactivée comme indiqué sous 5.2.1.3.

5.2.2. — Droite d'étalonnage.

5.2.2.1. — Pipeter dans des ballons jaugés de 100 ml respectivement 2,5-5-7,5 et 10 ml de la solution standard de phénol et compléter avec de l'eau.

5.2.2.2. — Pipeter dans 5 tubes à essai respectivement 1 ml d'eau et 1 ml des solutions d'étalonnage (5.2.2.1) afin d'obtenir une gamme d'étalonnage avec respectivement 0 - 5 - 10 - 15 et 20 µg de phénol.

5.2.2.3. — Ajouter à chaque tube successivement 1 ml de la solution de sulfate de cuivre, 5 ml de la solution de dilution, 3 ml d'eau et 0,1 ml du réactif B.Q.C. ; mélanger. Laisser reposer à la température ambiante pendant 30 min.

5.2.2.4. — Mesurer, à une longueur d'onde de 610 nm l'extinction par rapport à l'eau des éléments de la gamme d'étalonnage.

5.2.2.5. — Porter sur un diagramme les extinctions mesurées en fonction de la teneur en phénol en µg comme indiqué sous 5.2.2.2. Joindre les points par la droite la plus appropriée, et la déplacer parallèlement à elle-même de façon à la faire passer par l'origine.

5.2.3. — Mode de calcul.

5.2.3.1. — Convertir, au moyen de la droite d'étalonnage ou au moyen d'un facteur déduit de cette droite d'étalonnage, l'extinction obtenue selon 5.2.1.9 en µg de phénol.

5.2.3.2. — L'activité phosphatasique, exprimée en µg de phénol par ml de lait reconstitué, est obtenue par la formule :

$$2,4 \times P$$

dans laquelle P = le nombre de µg de phénol obtenu selon 5.2.3.1.



5.2.3.3. — Indien verdund is op de onder 5.2.1.10. beschreven wijze, vermenigvuldig dan het onder 5.2.3.2. verkregen resultaat met verdunningsfactor.

5.2.4. — Beoordeling van het resultaat.

Fosfatase wordt afwezig geacht indien de fosfatase-activiteit 4  $\mu\text{g}$  fenol of minder per ml gereconstitueerde melk bedraagt.

5.2.3.3. — Multiplier le résultat obtenu selon 5.2.3.2. par le facteur de dilution si le lait reconstitué a été dilué comme décrit sous 5.2.1.10.

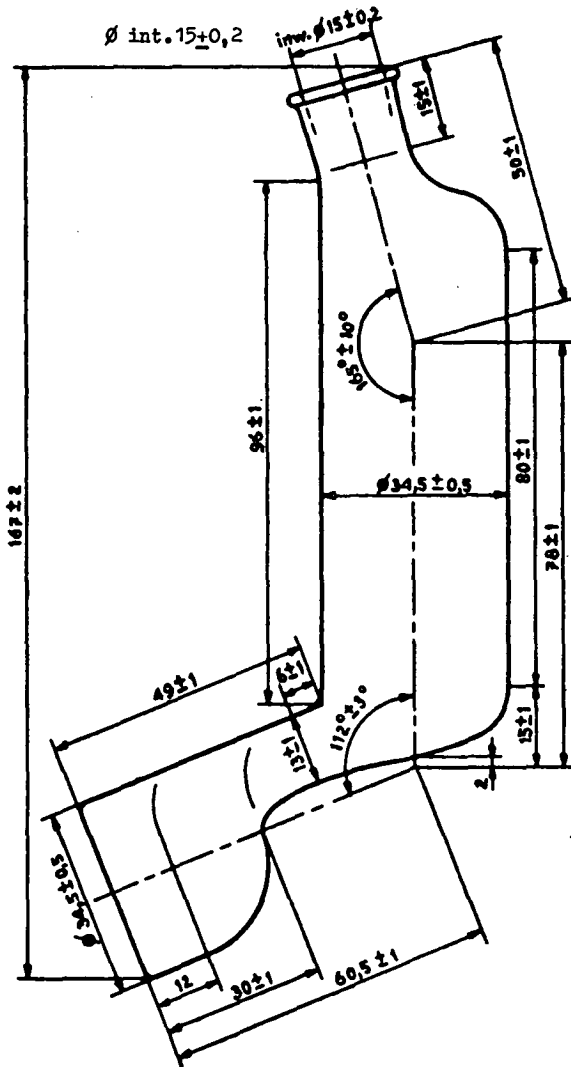
5.2.4. — Interprétation du résultat.

La phosphatase est considérée comme absente si l'activité phosphatasique est égale ou inférieure à 4  $\mu\text{g}$  de phénol par ml de lait reconstitué.

Mesures en mm  
Maten in mm

1624

Tube à extraction suivant Mojonnier  
conicité intérieure du col 1:10  
Extractiebuis volgens Mojonnier  
hals inw. conisch 1:10



inhoud van het voetje  $21,5 \pm 0,5$  ml  
glasdikte  $1,25 \pm 0,25$  mm  
contenu du pied  $21,5 \pm 0,5$  ml  
épaisseur du verre  $1,25 \pm 0,25$  mm

BESCHIKKING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 17 JULI 1973  
BETREFFENDE DE TOEPASSING VAN BENELUX-  
REFERENTIEMETHODEN VAN ONDERZOEK-  
INZAKE GEEVAPOREERDE EN GECONDEN-  
SEERDE MELK

M (73) 12

*(inwerkingtreding : op 1 oktober 1973)*

---

DECISION  
DU COMITE DE MINISTRES  
DU 17 JUILLET 1973  
CONCERNANT L'APPLICATION DE METHODES  
D'ANALYSE DE REFERENCE BENELUX EN  
MATIERE DE LAIT CONCENTRE SUCRE OU NON

M (73) 12

*(entrée en vigueur : le 1<sup>er</sup> octobre 1973)*

### BESCHIKKING

van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie  
betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van  
onderzoek inzake geëvaporeerde en gecondenseerde melk

M (73) 12

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 de belemmeringen van het  
vrije verkeer,

Gelet op de Aanbeveling van het Comité van Ministers van 25 oktober  
1965, inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende geëva-  
poreerde en gecondenseerde melk, M (65) 6,

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

Overwegende, dat 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,

Overwegende dat de Aanbeveling van het Comité van Ministers van  
11 december 1968 inzake de toepassing van Benelux-referentie-  
methoden van onderzoek betreffende geëvaporeerde en geconden-  
seerde melk, M (68) 50, dient te worden vervangen door een Beschik-  
king waarin rekening wordt gehouden met de laatste ontwikkelingen  
op dit gebied, met name op het internationale vlak,

Heeft het volgende beslist :

#### *Artikel 1*

De Regeringen der drie Beneluxlanden nemen vóór 1 oktober 1973  
de nodige maatregelen om de bijgaande analysemethoden van onder-  
zoek inzake geëvaporeerde en gecondenseerde melk als enig geldige  
referentiemethoden in hun wetgeving op te nemen.

#### *Artikel 2*

De Aanbeveling van het Comité van Ministers van 11 december  
1968 inzake de toepassing van Benelux-referentiemethoden van  
onderzoek behorende bij de Aanbeveling M (65) 6 inzake de harmo-  
nisatie der wetgevingen betreffende geëvaporeerde en geconden-  
seerde melk, M (68) 50, vervalt.

GEDAAN te Brussel, op 17 juli 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

L.J. BRINKHORST

**DECISION****du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux  
concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux  
en matière de lait concentré sucré ou non****M (73) 12**

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1<sup>er</sup> 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,

Vu la Recommandation du Comité de Ministres du 25 octobre 1965, relative à l'harmonisation des législations en matières de lait concentré sucré ou non, M (65) 6,

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,

Considérant qu'il y a lieu de remplacer la Recommandation du Comité de Ministres du 11 décembre 1968, concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux en matière de lait concentré sucré ou non, M (68) 50, par une Décision qui tienne compte de l'évolution récente en ce domaine, notamment sur le plan international,

A pris la décision suivante :

*Article 1<sup>er</sup>*

Les Gouvernements des trois pays du Benelux prendront, avant le 1<sup>er</sup> octobre 1973, les mesures nécessaires afin d'introduire dans leurs législations comme seules méthodes d'analyse de référence Benelux valables, les méthodes d'analyse ci-annexées relatives au lait concentré, sucré ou non.

*Article 2*

La Recommandation du Comité de Ministres du 11 décembre 1968 concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux se rapportant à la Recommandation M (65) 6 relative à l'harmonisation des législations en matière de lait concentré sucré ou non, M (68) 50, est abrogée.

FAIT à Bruxelles, le 17 juillet 1973.

Le Président du Comité de Ministres,

L.J. BRINKHORST

**ANALYSEMETHODEN**  
**van onderzoek inzake geëvaporeerde en gecondenseerde melk**

1. — Voorbehandeling van het monster

1.1. — Monster bestemd voor chemisch onderzoek

1.1.1. — Geëvaporeerde melk

Schud en kantel de verpakking (gekoeld bewaarde monsters dienen van te voren op ca. 20° C te worden gebracht). Open de verpakking. Giet de inhoud langzaam over in een monsterpot, voorzien van een goed passend deksel. Meng door herhaald overgieten, daarbij ervoor zorgend dat al het vet of andere bestanddelen die aan de wand of de bodem van de oorspronkelijke verpakking gehecht zijn, in het monster worden opgenomen. Breng tenslotte de geëvaporeerde melk zo volledig mogelijk over in de monsterpot en sluit deze.

Verwarm zonodig de gesloten verpakking in een waterbad van 40-60° C. Schud de verpakking om de 15 min. krachtig. Neem na 2 h de verpakking uit het waterbad en laat afkoelen tot kamertemperatuur. Verwijder het gehele deksel en meng de inhoud zorgvuldig door roeren met een lepel of spatel (onderzoek het monster niet als zich vet heeft afgescheiden).

1.1.2. — Gecondenseerde melk met suiker

Open de verpakking en meng de inhoud zorgvuldig met een lepel of spatel (gekoeld bewaarde monsters dienen van tevoren op ca. 20° C te worden gebracht). Roer met een op en neergaande beweging zodat de bovenste en onderste lagen goed met de overige inhoud worden gemengd. Zorg er voor dat alle bestanddelen die aan de wand, bodem en deksel gehecht zijn eveneens in het monster worden opgenomen. Breng de inhoud vervolgens zo volledig mogelijk over in een monsterpot, voorzien van een goed sluitend deksel, en sluit deze.

Verwarm zonodig de gesloten verpakking in een waterbad van 30-40° C. Open de verpakking, schraap alle bestanddelen die aan de binnenzijde van de verpakking gehecht zijn los en breng de inhoud over in een monsterpot van zodanige grootte dat grondig kan worden gemengd. Roer vervolgens tot de gehele massa homogeen is en sluit de monsterpot.

Breng, wanneer de verpakkingseenheid een tube is, de inhoud daarvan over in een monsterpot. Snijd de tube open, schraap alle aan de wand gehechte bestanddelen los, breng deze eveneens over in de monsterpot en meng zorgvuldig. Sluit de pot met een goed sluitend deksel.

## METHODES D'ANALYSE

### concernant le lait concentré sucré ou non

#### 1. — Préparation de l'échantillon

##### 1.1. — Echantillon destiné à une analyse chimique

###### 1.1.1. — Lait concentré

Agiter et retourner le récipient (tiédir les échantillons conservés au froid préalablement à 20° C). Ouvrir le récipient, transvaser lentement le lait dans un deuxième récipient (pourvu d'une fermeture étanche) et mélanger par transvasements successifs, en prenant soin d'incorporer dans l'échantillon toute matière grasse ou autre constituant adhérent aux parois et aux fonds du premier récipient. Enfin, transvaser le lait aussi complètement que possible dans le deuxième récipient. Fermer le récipient.

Si nécessaire, tiédir la boîte fermée sur un bain-marie à 40-60° C. Enlever et agiter vigoureusement la boîte toutes les 15 min. Au bout de 2 h, retirer la boîte et la laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Oter entièrement le couvercle et mélanger soigneusement en remuant le contenu dans la boîte avec une cuillère ou une spatule (si la matière grasse se sépare, ne pas effectuer l'analyse de l'échantillon).

###### 1.1.2. — Lait concentré sucré

Ouvrir le récipient et mélanger soigneusement le lait avec une cuillère ou une spatule (tiédir les échantillons conservés au froid préalablement à 20° C). Imprimer à cet instrument un mouvement rotatif ascendant et descendant de manière que les couches supérieures et les couches inférieures soient bien mélangées au reste du contenu. Prendre soin de réincorporer dans l'échantillon toute masse de lait pouvant adhérer aux parois et aux fonds du récipient. Transvaser le lait aussi complètement que possible dans un second récipient (pourvu d'une fermeture étanche). Fermer le récipient.

Si nécessaire, tiédir la boîte fermée sur un bain-marie à 30-40° C. Ouvrir la boîte, décoller tout le lait adhérent aux parois de la boîte, transvaser dans une capsule suffisamment grande pour permettre un brassage soigneux. Mélanger jusqu'à ce que toute la masse soit homogène et fermer le récipient.

Dans le cas de tubes souples, les ouvrir et transvaser le contenu dans un vase. Découper les tubes, décoller toutes les matières adhérentes aux parois et les introduire dans le vase. Fermer le vase avec une fermeture étanche.



1.2. — Monster bestemd voor microbiologisch onderzoek

1.2.1. — Geëvaporeerde melk (\*)

1.2.2. — Gecondenseerde melk met suiker (\*)

2. — Droge stofgehalte

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Schaaltjes bij voorkeur van aluminium, nikkel of roestvrij staal. De schaaltes moeten voorzien zijn van goed passende deksels die gemakkelijk afgenomen kunnen worden. De meest geschikte afmetingen zijn : diameter 6 tot 8 cm, diepte ca. 2,5 cm.

Droogstoof, goed geventileerd, voorzien van een thermostaat en geregeld op  $102 \pm 2^\circ$  C. In de gehele stoof dient een gelijke temperatuur te heersen.

Exsiccator, voorzien van silicagel met vochtigheidsindicator.

Kwartszand of zeezand, met zoutzuur behandeld, dat een zeef met 10 openingen per cm passeert maar door een zeef met 40 openingen per cm wordt tegengehouden en voldoet aan de volgende controlebepaling.

Verwarm ongeveer 25 g zand gedurende 2 h in de droogstoof en weeg, een en ander zoals aangegeven in 2.1.1. tot 2.1.3. Bevochtig met gedestilleerd water, verwarm in de droogstoof en weeg opnieuw. Het verschil tussen beide wegingen mag niet meer dan 2,0 mg bedragen.

Zet voor de reiniging van nog niet met zoutzuur behandeld zand of van zand dat niet aan de controlebepaling voldoet, het zand gedurende 3 dagen, onder af en toe roeren, weg onder zoutzuur 25 %. Was vervolgens tot zuurvrij en droog tenslotte bij  $160^\circ$  C.

Korte glazen staafjes

Waterbad, flink kokend

2.1. — Werkwijze :

2.1.1. — Breng ca. 25 g zand en een kort glasstaafje in een schaalteje.

2.1.2. — Verwarm het schaalteje met de inhoud en het afgenomen deksel in de droogstoof gedurende 2 h.

2.1.3. — Plaats het gesloten schaalteje in een exsiccator, laat afkoelen tot kamertemperatuur en weeg tot op 0,1 mg.

---

(\*) Deze methode zal worden beschreven in een aanvulling bij deze analysemethoden van onderzoek.

1.2. — Echantillon destiné à une analyse microbiologique

1.2.1. — Lait concentré (\*)

1.2.2. — Lait concentré sucré (\*)

2. — Teneur en matière sèche

Appareils et matières auxiliaires

Balance analytique

Capsules de préférence en aluminium, nickel ou en acier inoxydable. Les capsules doivent être munies de couvercles s'adaptant convenablement mais pouvant être ôtés aisément. Les dimensions convenant le mieux sont : diamètre 6 à 8 cm, profondeur 2,5 cm environ.

Étuve, bien ventilée et contrôlée par thermostat, température réglée à  $102 \pm 2^\circ \text{C}$ . Il importe que la température soit uniforme dans l'ensemble de l'étuve.

Dessiccateur garni de gel de silice avec indicateur d'humidité. Sable de quartz ou sable de mer, traité à l'acide chlorhydrique, passant à travers un tamis de 10 ouvertures par cm, mais ne passant pas à travers un tamis de 40 ouvertures par cm et qui répond au test de contrôle décrit ci-dessous.

Chauffer environ 25 g de sable pendant 2 h dans l'étuve et peser comme décrit sous 2.1.1. à 2.1.3. Ajouter de l'eau distillée, chauffer à nouveau dans l'étuve et peser à nouveau. La différence entre les deux pesées ne doit pas dépasser 2,0 mg.

Le cas échéant traiter le sable pendant 3 jours avec l'acide chlorhydrique 25 % ; mélanger de temps en temps. Laver à l'eau jusqu'à disparition de la réaction acide et sécher finalement à  $160^\circ \text{C}$ .

Courtes baguettes de verre

Bain-marie en forte ébullition

2.1. — Mode opératoire

2.1.1. — Placer dans la capsule environ 25 g de sable et une courte baguette de verre.

2.1.2. — Chauffer la capsule et son contenu, le couvercle enlevé, pendant 2 h dans l'étuve.

2.1.3. — Replacer le couvercle sur la capsule et la transférer dans le dessiccateur. Laisser refroidir à la température ambiante et peser à 0,1 mg près.

---

(\*) Cette méthode fera l'objet d'un complément aux présentes méthodes d'analyse.

- 2.1.4. — Schuif het zand naar één kant van het schaalteje. Breng in de vrijgekomen ruimte ongeveer 1,5 g van het goed gemengde monster, sluit het schaalteje en weeg tot op 0,1 mg.
- 2.1.5. — Neem het deksel af, voeg 5 ml gedestilleerd water toe en meng dit met het monster met behulp van het staafje. Verdeel vervolgens het mengsel over het zand. Laat het staafje in het mengsel staan.
- 2.1.6. — Verwarm het schaalteje op het flink kokend waterbad tot het vocht verdampt is ; dit is gewoonlijk in 20 min. het geval. Roer daarbij van tijd tot tijd voorzichtig dooreen.
- 2.1.7. — Verwarm het schaalteje en het afgenomen deksel in de droogstoof gedurende 1 1/2 h.
- 2.1.8. — Sluit het schaalteje, plaats het in de exsiccator, laat afkoelen tot kamertemperatuur en weeg tot op 0,1 mg.
- 2.1.9. — Neem het deksel van het schaalteje en verwarm schaalteje en deksel in de droogstoof gedurende 1 h.
- 2.1.10. — Handel zoals omschreven onder 2.1.8.
- 2.1.11. — Herhaal 2.1.9. en 2.1.10 tot het massaverlies tussen twee opeenvolgende wegingen niet meer dan 0,5 mg bedraagt of tot de massa toeneemt. Neem voor de berekening de kleinste massa.
- 2.1.12. — Bereken het gehalte aan droge stof van het monster, in massaprocenten, met de formule :

$$\frac{M_2 - M_1}{S} \times 100$$

waarin :

$M_1$  = massa, in grammen, van het schaalteje volgens 2.1.3.

$M_2$  = massa, in grammen, van het schaalteje volgens 2.1.8., 2.1.10 of 2.1.11.

S = massa, in grammen, van de ingewogen hoeveelheid monster.

### 3. — Vetgehalte

#### Reagentia

Alle reagentia dienen « pro analyse » kwaliteit te zijn en mogen na verdampen geen grotere rest achterlaten dan aangegeven voor de blancoproef (3.1). Indien nodig kunnen de reagentia opnieuw gedestilleerd worden na toevoeging van ongeveer 1 g botervet per 100 ml. oplosmiddel.

- 2.1.4. — Amasser le sable vers un bord de la capsule. Introduire, dans l'espace libre ainsi ménagé, environ 1,5 g de l'échantillon. Replacer le couvercle et peser à 0,1 mg près.
- 2.1.5. — Enlever le couvercle, ajouter 5 ml d'eau distillée et mélanger les liquides au moyen de la baguette de verre. Répartir le mélange sur le sable. Laisser la baguette dans le mélange.
- 2.1.6. — Placer la capsule sur le bain-marie en forte ébullition jusqu'à ce que l'eau soit évaporée ; ceci est généralement le cas après 20 min. Remuer le mélange de temps en temps.
- 2.1.7. — Chauffer la capsule et le couvercle pendant 1 1/2 h dans l'étuve.
- 2.1.8. — Remettre le couvercle, transférer la capsule dans le dessiccateur et l'y laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et peser à 0,1 mg près.
- 2.1.9. — Découvrir la capsule et la chauffer, ainsi que son couvercle, pendant 1 h dans l'étuve.
- 2.1.10. — Répéter l'opération 2.1.8.
- 2.1.11. — Répéter les opérations décrites sous 2.1.9 et 2.1.10 jusqu'à ce que les pesées successives ne révèlent pas un écart supérieur à 0,5 mg ou que la masse augmente. Employer pour le calcul la pesée avec la masse la plus basse.
- 2.1.12. — Calculer la teneur en matière sèche de l'échantillon, exprimée en pourcentage pondéral, par la formule :

$$\frac{M_2 - M_1}{S} \times 100$$

où :

$M_1$  = masse, en grammes, de la capsule après l'opération 2.1.3.

$M_2$  = masse, en grammes, de la capsule après l'opération 2.1.8, 2.1.10 ou 2.1.11

S = masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée.

### 3. — Teneur en matière grasse

#### Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et ne doivent pas laisser à l'évaporation de résidu plus important que celui prévu pour l'essai à blanc (3.1). Le cas échéant, les réactifs pourront être distillés à nouveau en présence d'environ 1 g de graisse de beurre pour 100 ml. de solvant.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Ammonia, ca. 25 % (m/m)  $\text{NH}_3$  (densiteit bij 20° C ca. 0,91 g/ml), of een meer geconcentreerde oplossing van bekend gehalte.

Ethanol, 96 ± 2 % (v/v) of, indien niet voorhanden, ethanol gedenatureerd met methanol, ethyl-methyl-keton, benzeen of petroleumether.

Diethylether, peroxidevrij

### Opmerking

Controleer of de diethylether peroxiden bevat. Breng daartoe in een van te voren met koolzuurgas gespoelde konische kolf met ingeslepen stop, 50 ml van de diethylether. Spoel opnieuw met koolzuurgas en breng zo snel mogelijk 15 ml ijsazijn en 1 ml kaliumjodide 20 % oplossing in de kolf en sluit deze direct af. Schud de kolf zonder dat de vloeistof de glazen stop bevochtigt en bewaar de kolf gedurende 5 min. in het donker. Voeg 75 ml water toe, meng en voeg vervolgens 5 ml stijfseloplossing toe. Peroxiden zijn afwezig indien de lagen kleurloos blijven.

Petroleumether, kooktraject tussen 30 en 60° C.

Mengsel van oplosmiddelen; kort tevoren bereid door mengen van gelijke volumina diethylether en petroleumether. (Waar het gebruik van het mengsel van oplosmiddelen is voorgeschreven mag ook diethylether of petroleumether worden gebruikt).

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Extractiebuizen volgens Mojonier (zie schets blz. 24) voorzien van geslepen glazen stoppen, kurken of andere stoppen die door de gebruikte oplosmiddelen niet worden aangetast.

Extraheer kurken van goede kwaliteit achtereenvolgens met diethylether en petroleumether. Dompel de aldus behandelde kurken in water van tenminste 60° C, houd het water tenminste 20 min. op deze temperatuur en laat vervolgens afkoelen zodat de kurken, op het tijdstip van gebruik, met water verzadigd zijn.

Dunwandige kolfjes met platte bodem, van 150 tot 250 ml.

Droogstoof, goed geventileerd, met thermostaat (temperatuur geregeld op 102 ± 2° C) of vacuümstoof (temperatuur 70-75° C, druk lager dan 50 mm Hg).

Kooksteentjes, vetvrij, niet poreus of broos, bij voorbeeld glaskralen of stukjes siliciumcarbide (het gebruik van deze kooksteentjes is facultatief, zie alinea 3.2.1.).

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution d'ammoniaque, environ 25 % (m/m) de  $\text{NH}_3$  (densité à 20° C, environ 0,91 g/ml), ou solution plus concentrée de concentration connue.

Ethanol, à  $96 \pm 2$  % (v/v) ou à défaut éthanol dénaturé avec du méthanol, de l'éthyl-méthyl-cétone, du benzène ou de l'éther de pétrole.

Oxyde diéthylique (éther diéthylique) exempt de peroxydes

#### Note

S'assurer que l'oxyde diéthylique est exempt de peroxydes comme indiqué ci-après. Introduire, dans une fiole conique avec bouchon rodé et rincée préalablement au dioxyde de carbone, 50 ml de l'oxyde diéthylique. Rincer à nouveau au dioxyde de carbone et introduire rapidement 15 ml d'acide acétique glacial et 1 ml d'une solution à 20 % d'iodure de potassium et boucher la fiole immédiatement. Agiter la fiole sans mouiller le bouchon et laisser reposer la fiole pendant 5 min. à l'abri de la lumière. Ajouter 75 ml d'eau, mélanger et ajouter 5 ml d'une solution d'amidon. L'oxyde diéthylique est exempt de peroxydes si aucune coloration n'apparaît.

Ether de pétrole distillant entre 30 et 60° C.

Mélange de solvants préparé peu de temps avant l'emploi par le mélange de volumes égaux d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole (On pourra remplacer le mélange de solvants, là où son utilisation est prescrite, par de l'oxyde diéthylique ou par de l'éther de pétrole).

Appareils et matières auxiliaires

Balance analytique

Tubes d'extraction d'après Mojonner (voir croquis page 24) pourvus de bouchons en verre rodé, de bouchons en liège ou d'autres fermetures insensibles à l'action des solvants utilisés.

On traitera les bouchons en liège de bonne qualité par épuisement avec de l'oxyde diéthylique, puis avec de l'éther de pétrole. Les bouchons ainsi traités seront maintenus au moins 20 min. dans de l'eau à 60° C au minimum, puis refroidis dans l'eau afin d'en être imprégnés au moment de l'emploi.

Flacons à fond plat et à paroi mince, de 150 à 250 ml.

Etuve à dessiccation bien ventilée et contrôlée par thermostat (température réglée à  $102 \pm 2$ ° C) ou étuve à vide (température 70-75° C, pression inférieure à 50 mm de Hg).

Matériaux destinés à faciliter l'ébullition, exempts de matière grasse, non poreux et non friables, par exemple perles de verre ou morceaux de carbure de silicium (l'emploi de ces matériaux est facultatif, voir à ce sujet alinéa 3.2.1).

3.1. — Blancoproef

Verricht, gelijktijdig met de bepaling van het vetgehalte van het monster, een blancoproef met 10 ml water. Volg daarbij de werkwijze hieronder beschreven met uitsluiting van alinea 3.2.2. Indien het resultaat van de blancoproef meer bedraagt dan 0,5 mg dienen de reagentia gecontroleerd en de onzuivere reagentia gezuiverd of vervangen te worden.

3.2. — Werkwijze

3.2.1. — Droog het kolfje (eventueel met kooksteentjes) in de droogstoomgedurende 30 min tot 1 h. Laat het kolfje afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer en weeg tot op 0,1 mg.

3.2.2. — Roer het voorbehandelde monster en weeg direct daarop, hetzij rechtstreeks, hetzij door een verschilweging, 4 tot 5 g van het goed gemengde monster tot op 1 mg in de extractiebuis. Voeg ca. 7 ml water toe en zwenk onder zacht verwarmen (40 tot 50° C) tot het produkt volledig gedispergeerd is.

3.2.3. — Voeg 1,5 ml ammonia 25 % toe of een equivalente hoeveelheid van een meer geconcentreerde oplossing en meng.

3.2.4. — Voeg 10 ml ethanol toe en meng de vloeistoffen voorzichtig maar zorgvuldig in de open extractiebuis.

3.2.5. — Voeg 25 ml diethylether toe, sluit de extractiebuis, schud krachtig gedurende 1 min. en keer daarbij de extractiebuis herhaalde malen. Koel zonedig in stromend water.

3.2.6. — Verwijder voorzichtig de stop en voeg 25 ml petroleumether toe ; gebruik de eerste milliliters om de stop en de binnenzijde van de hals van de extractiebuis af te spoelen en laat de spoelvloeistof in de extractiebuis lopen. Sluit de extractiebuis, schud en keer deze herhaaldelijk om gedurende 30 sec. Schud niet te krachtig indien niet gecentrifugeerd wordt volgens alinea 3.2.7.

3.2.7. — Laat de extractiebuis staan tot de bovenste vloeistoflaag helder is geworden en zich scherp van de waterlaag heeft gescheiden. Het scheiden van de lagen kan eveneens geschieden met behulp van een geschikte vonkvrije centrifuge.

3.2.8. — Verwijder de stop, spoel deze evenals de binnenzijde van de hals van de extractiebuis met enkele milliliters van het mengsel van de oplosmiddelen, laat de spoelvloeistof in de extractiebuis lopen. Breng, door decanteren, de bovenste vloeistoflaag zorg-

### 3.1. — Essai à blanc

En même temps que la détermination de la teneur en matière grasse de l'échantillon, effectuer un essai à blanc avec 10 ml d'eau distillée en suivant le mode opératoire décrit ci-après à l'exclusion de l'alinéa 3.2.2. Si la valeur de l'essai à blanc dépasse 0,5 mg il conviendra de vérifier les réactifs et de purifier ou remplacer le ou les réactifs impurs.

### 3.2. — Mode opératoire

3.2.1. — Sécher le flacon (éventuellement après y avoir déposé des matériaux facilitant une ébullition modérée au cours de l'évaporation des solvants) dans l'étuve pendant 1/2 h à 1 h. Laisser refroidir le flacon jusqu'à la température de la salle des balances et peser le flacon une fois refroidi à 0,1 mg près.

3.2.2. — Agiter l'échantillon préparé et peser immédiatement à 1 mg près, soit directement, soit par différence, de 4 à 5 g de l'échantillon bien mélangé, dans le tube d'extraction. Ajouter environ 7 ml d'eau et agiter doucement en chauffant légèrement (40-50° C) jusqu'à dispersion totale du produit.

3.2.3. — Ajouter 1,5 ml de la solution d'ammoniaque 25 % ou un volume équivalent d'une solution plus concentrée et mélanger.

3.2.4. — Ajouter 10 ml d'éthanol et mélanger les liquides doucement mais soigneusement dans le tube d'extraction maintenu ouvert.

3.2.5. — Ajouter 25 ml d'oxyde diéthylique, fermer le tube d'extraction, l'agiter énergiquement et le retourner à plusieurs reprises pendant 1 min. Refroidir au besoin le tube d'extraction sous l'eau courante.

3.2.6. — Enlever le bouchon avec précaution et ajouter 25 ml d'éther de pétrole en utilisant les premiers millilitres pour rincer le bouchon et l'intérieur du col du tube d'extraction. Remettre le bouchon en place, agiter et renverser le tube d'extraction à plusieurs reprises pendant 30 sec. Si l'on ne prévoit pas de centrifugation lors de l'opération décrite à l'alinéa 3.2.7., ne pas agiter trop énergiquement.

3.2.7. — Laisser le tube d'extraction au repos jusqu'à ce que la couche liquide supérieure devienne limpide et se sépare nettement de la phase aqueuse. On peut également effectuer la séparation à l'aide d'une centrifugeuse appropriée ne produisant pas d'étincelles.

3.2.8. — Enlever le bouchon et le rincer ainsi que l'intérieur du col du tube d'extraction avec quelques millilitres du mélange de solvants ; laisser les liquides de rinçage couler dans le tube d'extraction. Transvaser avec soin aussi complètement que possible



vuldig en zo volledig mogelijk over in het kolfje (3.2.1). Voeg eventueel een weinig water toe teneinde het scheidingsvlak van de twee vloeistoflagen hoger te brengen en het decanteren te vergemakkelijken.

- 3.2.9. — Spoel de buiten- en de binnenzijde van de hals van de extractiebuis met enkele milliliters van het mengsel van oplosmiddelen. Laat de spoelvloeistof van de buitenzijde van de extractiebuis in het kolfje vloeien en die van de binnenzijde van de hals in de extractiebuis.
- 3.2.10. — Verricht een tweede extractie door de bewerkingen aangegeven in de alinea's 3.2.4 tot en met 3.2.9 te herhalen ; gebruik daarbij slechts 5 ml ethanol, 15 ml diethylether en 15 ml petroleumether.
- 3.2.11. — Verricht een derde extractie volgens 3.2.10 doch laat de toevoeging van ethanol en de laatste spoeling achterwege (3.2.9).

#### Opmerking

Bij geëvaporeerde afgeroomde melk en bij gecondenseerde afgeroomde melk met suiker is deze derde extractie niet nodig.

- 3.2.12. — Verwijder zorgvuldig, hetzij door verdamping, hetzij door destillatie, zoveel mogelijk van de oplosmiddelen (ethanol inbegrepen). Indien het kolfje een kleine inhoud heeft zal het noodzakelijk zijn een gedeelte van de oplosmiddelen na elke extractie te verwijderen.
- 3.2.13. — Verwarm, zodra geen geur van oplosmiddelen meer waarneembaar is, het kolfje liggend in de droogstoof gedurende 1 h.
- 3.2.14. — Laat het kolfje afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer zoals hierboven (3.2.1) aangegeven en weeg het tot op 0,1 mg.
- 3.2.15. — Herhaal de bewerkingen 3.2.13 en 3.2.14 met een verwarming gedurende 30 tot 60 min, tot de massa niet meer afneemt.
- 3.2.16. — Voeg 15 tot 25 ml petroleumether toe om te controleren of de geëxtraheerde stoffen volledig oplosbaar zijn. Verwarm zacht en zwenk, tot al het vet opgelost is.
- 3.2.16.1. — Indien de geëxtraheerde stoffen volledig in petroleumether oplossen, is de massa vet het verschil tussen de wegingen 3.2.1 en 3.2.15.
- 3.2.16.2. — Indien dit niet het geval is of in geval van twijfel en steeds bij geschillen, extraheer dan het vet in het kolfje volledig

la couche supérieure dans le flacon (3.2.1) par décantation. Ajouter si nécessaire, un peu d'eau pour réhausser l'interface des deux couches afin de faciliter la décantation.

3.2.9. — Rincer l'extérieur et l'intérieur du col du tube d'extraction avec quelques millilitres du mélange de solvants. Laisser les liquides de rinçage de l'extérieur du tube d'extraction couler dans le flacon et ceux de l'intérieur du col couler dans le tube d'extraction.

3.2.10. — Procéder à une deuxième extraction en répétant les opérations décrites aux alinéas 3.2.4 à 3.2.9 inclus mais en utilisant seulement 5 ml d'éthanol, 15 ml d'oxyde diéthylique et 15 ml d'éther de pétrole.

3.2.11. — Effectuer une troisième extraction en procédant comme décrit à l'alinéa 3.2.10 mais en omettant l'addition de l'éthanol et le rinçage final (3.2.9).

#### Remarque

Cette troisième extraction n'est pas nécessaire dans le cas du lait écrémé concentré sucré ou non.

3.2.12. — Eliminer avec soin par évaporation ou distillation le maximum de solvant (y compris l'éthanol). Si le flacon est de petite capacité, il faudra éliminer un peu de solvant de la manière précitée après chaque extraction.

3.2.13. — Quand il ne subsiste plus aucune odeur de solvant, chauffer le flacon, couché, pendant 1 h dans l'étuve.

3.2.14. — Laisser le flacon refroidir jusqu'à la température de la salle des balances comme indiqué plus haut (3.2.1) et peser à 0,1 mg près.

3.2.15. — Répéter les opérations 3.2.13 et 3.2.14 en chauffant par périodes de 30 à 60 min. jusqu'à masse constante.

3.2.16. — Ajouter 15 à 25 ml d'éther de pétrole pour vérifier que la matière extraite est entièrement soluble. Chauffer légèrement et agiter par un mouvement rotatoire jusqu'à ce que toute la matière grasse soit en solution.

3.2.16.1. — Si la matière extraite est entièrement soluble dans l'éther de pétrole, la masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la pesée 3.2.1 et la pesée 3.2.15.

3.2.16.2. — S'il n'en est pas ainsi, ou en cas de doute et toujours en cas de différend, extraire complètement la matière grasse

door herhaaldelijk wassen met warme petroleumether. Laat onopgeloste bestanddelen vóór het decanteren steeds bezinken. Spoel de buitenzijde van de hals van de kolf 3 maal.

Verwarm het kolfje liggend gedurende 1 h in de droogstoof, laat het afkoelen tot de temperatuur van de weegkamer zoals boven aangegeven (3.2.1) en weeg tot op 0,1 mg. De massa vet is het verschil tussen de massa vastgesteld bij weging 3.2.15 en de massa bij deze uiteindelijke weging.

3.2.17. — Bereken het vetgehalte van het monster, in massa-procenten, met de formule :

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

waarin :

$M_1$  = massa, in grammen, van het kolfje met het vet na de bewerking 3.2.15

$M_2$  = massa, in grammen, van het kolfje na de bewerking 3.2.1 of, indien onoplosbare bestanddelen aanwezig waren (zie 3.2.16.2), na de bewerking 3.2.16.2

$B_1$  = massa, in grammen, van het kolfje van de blancoproef na de bewerking 3.2.15

$B_2$  = massa, in grammen, van het kolfje van de blancoproef na de bewerking 3.2.1 of, indien onoplosbare bestanddelen aanwezig waren (zie 3.2.16.2), na de bewerking 3.2.16.2

S = massa, in grammen, van de ingewogen hoeveelheid monster.

#### 4. — Melkzuurgehalte

##### 4.1. — Geëvaporeerde melk

###### Reagentia

Alle reagentia dienen « pro analyse » kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Kopersulfaat-oplossing : los 250 g kopersulfaat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) op in water en verdun tot 1.000 ml.

Calciumhydroxide-suspensie : wrijf 300 g calciumhydroxide ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) aan met water in een mortier ; gebruik in totaal 900 ml. Bewaar de verkregen suspensie in een goed gesloten fles

Zwavelzuur : 95,5 — 97 % (m/m)  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Zwavelzuur-kopersulfaat-oplossing : voeg 0,5 ml kopersulfaat-oplossing toe aan 300 ml zwavelzuur en meng.

contenue dans le flacon par des lavages répétés à l'éther de pétrole chaud, en laissant se déposer la matière non dissoute avant chaque décantation. Rincer 3 fois l'extérieur du col du flacon. Chauffer le flacon, couché, pendant 1 h à l'étuve et le laisser refroidir jusqu'à la température de la salle des balances comme indiqué plus haut (3.2.1) et peser à 0,1 mg près. La masse de la matière grasse est représentée par la différence entre la pesée (3.2.15) et cette pesée finale.

3.2.17. — Calculer la teneur en matière grasse de l'échantillon, exprimée en pourcentage pondéral, par la formule :

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

où :

$M_1$  = masse, en grammes, du flacon avec la matière grasse après l'opération 3.2.15

$M_2$  = masse, en grammes, du flacon après l'opération 3.2.1 ou dans le cas où des matières insolubles sont présentes (voir 3.2.16.2), après l'opération 3.2.16.2

$B_1$  = masse, en grammes, du flacon de l'essai à blanc après l'opération 3.2.15

$B_2$  = masse, en grammes, du flacon de l'essai à blanc après l'opération 3.2.1 ou, dans le cas où des matières insolubles sont présentes (voir 3.2.16.2) après l'opération 3.2.16.2

S = masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée.

#### 4. — Teneur en acide lactique

##### 4.1. — Lait concentré non sucré

###### Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution de sulfate de cuivre : dissoudre 250 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 1.000 ml.

Suspension d'hydroxyde de calcium : broyer 300 g d'hydroxyde de calcium ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) dans un mortier avec de l'eau ; utiliser au total 900 ml. Conserver la suspension obtenue dans un flacon bien bouché.

Acide sulfurique : 95,5 à 97,0 % (m/m) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Solution acide sulfurique-sulfate de cuivre : ajouter 0,5 ml de la solution de sulfate de cuivre à 300 ml d'acide sulfurique et mélanger.

p-Hydroxidifenyl-reagens : los 1,5 g p-hydroxidifenyl ( $C_6H_5C_6H_4OH$ ) op in 10 ml 5 % NaOH-oplossing onder roeren en zacht verwarmen. Vul aan tot 100 ml met water. Bewaar deze oplossing in een fles van bruin glas in het donker. Het reagens is niet langer dan 4 weken houdbaar.

Standaard-melkzuuroplossing : los kort voor het gebruik 0,1067 g lithiumlactaat ( $CH_3CHOHCOOLi$ ) op in water en verdun tot 1.000 ml. Deze oplossing komt overeen met 0,1 mg melkzuur per ml.

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans

Spectrofotometer of colorimeter, geschikt voor het meten bij een golflengte van 570 nm.

Waterbad van  $30 \pm 2^\circ C$

Kokend waterbad

Reageerbuizen (afmetingen  $25 \times 160$  mm)

#### 4.1.1. — Werkwijze

87

4.1.1.1. — Weeg  $\frac{87}{a - 8,7}$  g van het monster af tot op 0,1 g

(waarin a = het procentisch gehalte aan vetvrije droge melkbestanddelen van het monster). Verdun deze hoeveelheid met 10 ml water.

4.1.1.2. — Pipetteer van de aldus verkregen oplossing 5 ml in een maatkolf van 50 ml en verdun met water tot ongeveer 35 ml. Breng ten behoeve van een blancobepaling in een tweede maatkolf van 50 ml ongeveer 35 ml water. Behandel beide kolven als beschreven in 4.1.1.3.

4.1.1.3. — Voeg onder voortdurend schudden 5 ml kopersulfaat-oplossing toe, laat de kolven gedurende 10 min. staan bij kamertemperatuur.

Voeg vervolgens op dezelfde wijze 5 ml calciumhydroxide-suspensie toe, laat de kolven wederom 10 min. staan bij kamertemperatuur. Vul aan met water tot 50 ml, schud krachtig tot de inhoud van de kolven homogeen is en filtreer; verwijder de eerste druppels van het filtraat.

4.1.1.4. — Pipetteer in een reageerbuis 1 ml van het onder 4.1.1.3 verkregen filtraat en in een andere gelijke buis 1 ml van het filtraat verkregen door behandeling van het water met de klaringsvloeistoffen. Behandel beide buizen als volgt : voeg 6,0 ml zwavelzuur-kopersulfaat-oplossing toe en meng. Verwarm de

Solution de p-hydroxydiphényl : dissoudre en agitant, et en chauffant légèrement 1,5 g de p-hydroxydiphényl ( $C_6H_5C_6H_4OH$ ) dans 10 ml d'une solution aqueuse de NaOH à 5 %.

Compléter à 100 ml avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun à l'abri de la lumière. La durée de conservation est limitée à 4 semaines.

Solution étalon d'acide lactique : dissoudre peu de temps avant l'emploi, 0,1067 g de lactate de lithium ( $CH_3CHOHCOOLi$ ) dans de l'eau et compléter à 1.000 ml ; 1 ml de cette solution correspond à 0,1 mg d'acide lactique.

Appareils et matières auxiliaires.

Balance analytique

Spectrophotomètre ou photolorimètre permettant de faire la lecture à une longueur d'onde de 570 nm.

Bain-marie de  $30 \pm 2^\circ C$

Bain-marie bouillant

Tubes à essai (dimensions 25 × 160 mm)

#### 4.1.1. — Mode opératoire

87

4.1.1.1. — Peser à 0,1 g près  $\frac{\quad}{a}$  g de l'échantillon  
a — 8,7

(a représentant le pourcentage en matières sèches dégraissées du lait de l'échantillon). Diluer cette quantité avec 10 ml d'eau.

4.1.1.2. — Pipeter 5 ml de la solution ainsi obtenue dans un ballon jaugé de 50 ml et diluer avec de l'eau jusqu'à environ 35 ml. Pour le blanc introduire environ 35 ml d'eau dans un deuxième ballon jaugé de 50 ml. Traiter les deux ballons comme indiqué en 4.1.1.3.

4.1.1.3. — Ajouter sous agitation continue 5 ml de solution de sulfate de cuivre, maintenir les ballons pendant 10 min. à la température ambiante.

Ensuite ajouter de la même façon 5 ml de suspension d'hydroxide de calcium, maintenir les ballons à nouveau pendant 10 min. à la température ambiante. Ajuster avec de l'eau jusqu'à 50 ml, agiter énergiquement jusqu'à ce que le contenu des ballons soit homogène, filtrer ; rejeter les premières gouttes du filtrat.

4.1.1.4. — Pipeter dans un tube à essai 1 ml du filtrat obtenu sous 4.1.1.3., et dans un tube identique 1 ml du filtrat obtenu lors du traitement de l'eau avec les liquides défécants. Traiter les deux tubes comme suit : ajouter 6,0 ml de solution d'acide sulfurique-sulfate de cuivre et mélanger. Chauffer pendant 5 min.

buizen, los afgedekt, gedurende 5 min. in een kokend waterbad en koel snel af tot kamertemperatuur. Voeg 2 druppels p-hydroxidifenyl-reagens toe en schud krachtig teneinde het reagens zeer fijn in de vloeistof te verdelen.

Plaats de buizen in een waterbad van  $30 \pm 2^\circ \text{C}$ , laat ze er gedurende 15 min. in staan en schud van tijd tot tijd. Verhit de inhoud van de buizen, waarbij deze wederom los worden afgedekt, gedurende 90 sec. in een kokend waterbad en koel vervolgens snel af tot kamertemperatuur.

4.1.1.5. — Meet het verschil in extinctie tussen beide vloeistoffen bij een golflengte van 570 nm.

Zet het verschil in extinctie met behulp van de ijklijn (4.1.2) om in het percentage melkzuur in de gereconstitueerde melk bereid op de onder 4.1.1.1 beschreven wijze.

Herhaal het onderzoek, indien het percentage melkzuur in de gereconstitueerde melk groter dan 0,010 % blijkt te zijn, met een passende verdunning van het filtraat verkregen onder 4.1.1.3.

4.1.2. — IJklijn

Pipetteer in een vijftal maatkolven van 50 ml telkens 5 ml gereconstitueerde melk bereid uit geëvaporeerde melk op de wijze aangegeven onder 4.1.1.1. Deze geëvaporeerde melk dient deugdelijk te zijn en bereid uit melk die geen of nagenoeg geen verzuringsmelkzuur bevat.

Breng in deze kolven respectievelijk 0 - 1 - 2 - 3 en 4 ml van de standaard-melkzuuroplossing en vul aan met water tot ongeveer 35 ml. Hierdoor ontstaat een reeks met resp. 0 - 0,002 - 0,004 - 0,006 en 0,008 % toegevoegd melkzuur aan de gereconstitueerde melk.

Handel verder als beschreven onder 4.1.1.3 en 4.1.1.4 en meet de extinctie tegen water. Zet deze extincties af als functie van het percentage toegevoegd melkzuur. Trek door de punten de best passende rechte en verplaats deze evenwijdig aan zichzelf naar de oorsprong. De ijklijn behoort een rechte te zijn.

4.1.3. — Beoordeling van het resultaat

Melkzuur wordt geacht slechts in sporen aanwezig te zijn indien het gehalte verkregen volgens 4.1.1.5 niet meer dan 0,020 % bedraagt.

4.2. — Gecondenseerde melk met suiker

Reagentia

Alle reagentia dienen « pro analyse » kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

dans un bain-marie bouillant les tubes fermés d'une manière lâche et refroidir jusqu'à température ambiante. Ajouter 2 gouttes de réactif au p-hydroxydiphényl et agiter énergiquement afin de bien répartir le réactif dans le liquide.

Mettre les tubes au bain-marie à  $30 \pm 2^\circ \text{C}$ , les y maintenir pendant 15 min. et agiter de temps en temps.

Réchauffer le contenu des tubes légèrement fermés, pendant 90 sec. dans un bain-marie bouillant et refroidir rapidement jusqu'à température ambiante.

4.1.1.5. — Mesurer la différence d'extinction des deux liquides à la longueur d'onde de 570 nm.

Convertir au moyen de la droite d'étalonnage (4.1.2.) la différence d'extinction en pourcentage d'acide lactique dans le lait reconstitué obtenu selon le procédé décrit sous 4.1.1.1.

Si le pourcentage en acide lactique dans le lait reconstitué est supérieur à 0,010 % répéter l'essai avec une dilution adéquate du filtrat obtenu sous 4.1.1.3.

4.1.2. — Droite d'étalonnage

Introduire dans 5 ballons jaugés de 50 ml respectivement 5 ml de lait reconstitué d'un lait évaporé comme décrit sous 4.1.1.1. Ce lait évaporé doit être de bonne qualité et préparé à partir d'un lait ne contenant pas ou presque pas d'acide lactique d'acidification.

Introduire dans ces ballons respectivement 0 - 1 - 2 - 3 et 4 ml de la solution étalon d'acide lactique et compléter avec de l'eau jusqu'à environ 35 ml. On obtient ainsi une série avec des teneurs en acide lactique ajouté au lait reconstitué de 0 - 0,002 - 0,004 - 0,006 et 0,008 %.

Continuer comme décrit sous 4.1.1.3. et 4.1.1.4 et mesurer l'extinction par rapport à l'eau. Porter sur un diagramme les extinctions des éléments de la gamme d'étalonnage en fonction du pourcentage d'acide lactique additionné. Joindre les points par la droite la plus appropriée et la déplacer parallèlement à elle-même de façon à la faire passer par l'origine. Les points de la gamme d'étalonnage doivent se situer sur une droite.

4.1.3. — Interprétation du résultat

L'acide lactique est considéré n'être présent qu'en traces si la teneur obtenue selon 4.1.1.5 n'atteint pas plus que 0,020 %.

4.2. — Lait concentré sucré

Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.



Verdund zwavelzuur : ca. 1 n  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Zwavelzuur 1 : 1 ; meng 1 volume sterk zwavelzuur (ca. 96 % m/m  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) met 1 volume water.

Fosfowolframzuuroplossing : los 20 g fosfowolframzuur ( $12\text{WO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) op in water en verdun tot 100 ml.

Natriumsulfaat watervrij ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ).

Diethylether, (peroxidevrij) : schud ca. 1 l diethylether kort voor gebruik met 90 ml water en 10 ml van een ijzer (II) sulfaat-oplossing (bereid door 60 g  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  op te lossen in 110 ml water waaraan 6 ml geconcentreerd zwavelzuur is toegevoegd). Was vervolgens tweemaal met 100 ml water. Gebruik deze diethylether slechts op de dag van reiniging.

Zwavelzuur : 95,5-97 % (m/m)  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Kopersulfaatoplossing : los 25 g kopersulfaat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) op in water en verdun tot 100 ml.

Zwavelzuur-kopersulfaatoplossing : voeg 0,5 ml kopersulfaatoplossing toe aan 300 ml zwavelzuur en meng.

p-Hydroxidifenyl-reagens : los 1,5 g p-hydroxidifenyl ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ ) op in 10 ml 5 % NaOH-oplossing onder roeren en zacht verwarmen. Vul aan tot 100 ml met water.

Bewaar deze oplossing in een fles van bruin glas in het donker. Het reagens is niet langer dan 4 weken houdbaar.

Standaard-melkzuuroplossing : los kort voor het gebruik 0,1067 g lithiumlactaat ( $\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$ ) op in water en verdun tot 1.000 ml. Deze oplossing komt overeen met 0,1 mg melkzuur per ml.

Apparatuur en hulpstoffen

Perforator voor 50-75 ml vloeistof

Balans waarop tot op 1 mg nauwkeurig kan gewogen worden.

Spectrofotometer, of colorimeter geschikt voor het meten bij een golflengte van 570 nm

Waterbad van  $30 \pm 2^\circ \text{C}$

Waterbad elektrisch verwarmd

Reageerbuizen (afmetingen  $25 \times 160$  mm)

#### 4.2.1. — Werkwijze

4.2.1.1. — Weeg  $15,0 \pm 0,1$  g van het monster af in een beerglaasje van 100 ml. Breng deze hoeveelheid monster met warm water kwantitatief over in een maatkolf van 100 ml tot een totaal volume van 75 à 80 ml is verkregen en koel af tot kamer-

Acide sulfurique dilué :  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1 n environ.

Acide sulfurique 1 : 1 : mélanger 1 volume d'acide sulfurique concentré (ca. 96 % (m/m) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) avec 1 volume d'eau.

Solution d'acide phosphotungstique : dissoudre 20 g d'acide phosphotungstique ( $12\text{WO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Sulfate de sodium anhydre ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )

Oxyde diéthylique (éther diéthylique) exempt de peroxydes : Agiter, peu de temps avant l'emploi, environ 1 l d'oxyde diéthylique avec 90 ml d'eau et 10 ml d'une solution de sulfate de fer (II) (pour préparer cette solution dissoudre 60 g de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dans 110 ml d'eau et ajouter 6 ml d'acide sulfurique concentré). Laver ensuite 2 fois avec 100 ml d'eau. L'oxyde diéthylique doit être utilisé le jour même.

Acide sulfurique : 95,5 à 97,0 % (m/m) de  $\text{H}_2\text{SO}_4$

Solution de sulfate de cuivre : dissoudre 25 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 100 ml.

Solution acide sulfurique-sulfate de cuivre : ajouter 0,5 ml de la solution de sulfate de cuivre à 300 ml d'acide sulfurique et mélanger.

Solution de p-hydroxydiphényl : dissoudre en agitant, et en chauffant légèrement, 1,5 g de p-hydroxydiphényl ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ ) dans 10 ml d'une solution aqueuse de NaOH à 5 %. Compléter à 100 ml avec de l'eau.

Conserver la solution dans un flacon en verre brun à l'abri de la lumière. La durée de conservation est limitée à 4 semaines.

Solution étalon d'acide lactique : dissoudre peu de temps avant l'emploi, 0,1067 g de lactate de lithium ( $\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$ ) dans de l'eau et compléter à 1.000 ml : 1 ml de cette solution correspond à 0,1 mg d'acide lactique.

Appareils et matières auxiliaires

Perforateur pour 50 à 75 ml de liquide

Balance permettant d'effectuer les pesées jusqu'à 1 mg près

Spectrophotomètre ou photocolorimètre permettant de faire la lecture à une longueur d'onde de 570 nm

Bain-marie de  $30 \pm 2^\circ \text{C}$

Bain-marie chauffé électriquement

Tubes à essai (dimensions 25 × 160 mm)

#### 4.2.1. — Mode opératoire

4.2.1.1. — Peser, dans un bécher de 100 ml,  $15,0 \pm 0,1$  g de lait concentré sucré. Transvaser quantitativement le lait concentré sucré dans un ballon jaugé de 100 ml par lavages successifs avec de l'eau chaude de façon à obtenir un volume de 75 à 80 ml.

temperatuur. Voeg 4 ml  $H_2SO_4$  1 n toe en zwenk voorzichtig. Voeg vervolgens 3 ml fosfowolframzuuroplossing toe en vul aan met water tot de merkstreep. Schud de kolfinhoud krachtig tot dat deze homogeen is een filtreer door een vouwfilter.

4.2.1.2. — Meet met een maatcilinder 50 ml van het verkregen filtraat af en breng dit over in een bekersglasje van 100 ml, waarin zich ca. 10 g watervrij natriumsulfaat bevindt. Breng het natriumsulfaat in oplossing door verwarming op een kokend waterbad terwijl af en toe wordt geroerd. Koel af tot ca. 30° C en breng de inhoud van het bekersglasje over in een perforator, waarin zich 0,5 ml zwavelzuur 1 : 1 bevindt. Spoel het bekersglasje na met een weinig water.

4.2.1.3. — Breng ca. 100 ml peroxidevrije diethylether in een vetkolfje van 250 ml, waarin tevoren wat fijn puimsteen is gebracht en plaats de perforator op het kolfje. Perforeer gedurende 5 h op een elektrisch verwarmd waterbad zodanig dat de extractie reproduceerbaar verloopt.

4.2.1.4. — Voeg na het perforeren aan de inhoud van het kolfje 20 ml water toe en destilleer de diethylether zeer zorgvuldig af. Neem het kolfje direct na het afdestilleren van de diethylether van het waterbad, laat afkoelen en spoel de inhoud van het kolfje met water kwantitatief over in een maatkolf van 200 ml, vul aan met water en meng.

4.2.1.5. — Pipetteer in een reageerbuis 1 ml van de verkregen oplossing en in een andere gelijke buis 1 ml water. Behandel beide buizen als volgt : voeg 6,0 ml zwavelzuur-kopersulfaatoplossing toe en meng. Verwarm de buizen, los afgedekt, gedurende 5 min. in een kokend waterbad en koel snel af tot kamertemperatuur. Voeg 2 druppels p-hydroxidifenyyl-reagens toe en schud krachtig teneinde het reagens zeer fijn in de vloeistof te verdelen.

Plaats de buizen in een waterbad van  $30 \pm 2^\circ$  C, laat ze er gedurende 15 min. in staan en schud van tijd tot tijd. Verhit de inhoud van de buizen, waarbij deze wederom los worden afgedekt, gedurende 90 sec. in een kokend waterbad en koel vervolgens snel af tot kamertemperatuur.

4.2.1.6. — Meet het verschil in extinctie tussen beide vloeistoffen bij een golfengte van 570 nm.

Zet het verschil in extinctie met behulp van de ijklijn (4.2.2.) om in mg melkzuur. Bereken het percentage melkzuur (M) in de gereconstitueerde melk met de formule :

Refroidir jusqu'à la température ambiante. Ajouter 4 ml d'acide sulfurique 1 n et mélanger prudemment. Ajouter 3 ml de la solution d'acide phosphotungstique et compléter avec de l'eau. Agiter énergiquement jusqu'à ce que le contenu du ballon soit homogène ; filtrer sur filtre plissé.

4.2.1.2. — Prélever, au moyen d'une éprouvette graduée, 50 ml du filtrat et les introduire dans un bécher de 100 ml dans lequel l'on a déposé préalablement 10 g de sulfate de sodium anhydre. Dissoudre le sulfate de sodium en chauffant sur le bain-marie bouillant ; remuer de temps en temps. Refroidir jusqu'à 30° C et transvaser le contenu du bécher dans le perforateur dans lequel on a introduit préalablement 0,5 ml d'acide sulfurique 1 : 1. Rincer le bécher avec un peu d'eau.

4.2.1.3. — Introduire environ 100 ml d'oxyde diéthylique, exempt de peroxydes, dans un ballon de 250 ml, dans lequel l'on a déposé préalablement de la pierre-ponce et placer le perforateur sur le ballon. Perforer pendant 5 h sur un bain-marie chauffé électriquement de façon à ce que l'extraction s'effectue d'une façon reproductible.

4.2.1.4. — Ajouter à la solution d'acide lactique dans l'oxyde diéthylique 20 ml d'eau et éliminer l'oxyde diéthylique soigneusement par distillation. Retirer immédiatement après la distillation de l'oxyde diéthylique, le ballon du bain-marie et laisser refroidir. Transvaser le contenu du ballon dans un ballon jaugé de 200 ml ; employer de l'eau pour rincer le ballon. Compléter avec de l'eau.

4.2.1.5. — Pipeter 1 ml de la solution ainsi obtenue dans un tube à essai et dans un autre tube 1 ml d'eau. Traiter les deux tubes comme suit : ajouter 6,0 ml de solution d'acide sulfurique-sulfate de cuivre et mélanger. Chauffer pendant 5 min. dans un bain-marie bouillant les tubes fermés d'une manière lâche et refroidir jusqu'à température ambiante. Ajouter 2 gouttes de réactif au p-hydroxydiphényl et agiter énergiquement afin de bien répartir le réactif dans le liquide.

Mettre les tubes au bain-marie à  $30 \pm 2^\circ$  C, les y maintenir pendant 15 min. et agiter de temps en temps.

Réchauffer le contenu des tubes légèrement fermés, pendant 90 sec. dans un bain-marie bouillant et refroidir rapidement jusqu'à température ordinaire.

4.2.1.6. — Mesurer la différence d'extinction des deux liquides à la longueur d'onde de 570 nm.

Convertir au moyen de la droite d'étalonnage (4.2.2.) la différence d'extinction en mg d'acide lactique. Calculer le pourcentage d'acide lactique (M) dans le lait reconstitué à partir de la formule :

$$M = \frac{8,7 \times 0,001 \times Z}{0,15 \times a}$$

waarin :

Z = het aantal mg melkzuur

a = het gehalte vetvrije droge melkbestanddelen van het monster.

Herhaal het onderzoek, indien het percentage melkzuur in de gereconstitueerde melk groter dan 0,010 % blijkt te zijn, met een passende verdunning van de oplossing verkregen onder 4.2.1.4.

#### Opmerking

Controleer, indien verhoogde melkzuurgehalten worden gevonden, of de bewerkingen onder 4.2.1.1 t/m 4.2.1.4 eventueel aanleiding geven tot verhoogde extincties door een blancobepaling te verrichten met 15 ml water naast de bepalingen op de monsters.

#### 4.2.2. — IJklijn

Weeg van een monster verse gesuikerde gecondenseerde melk 4 hoeveelheden elk van  $15,0 \pm 0,1$  g af in bekersglasjes van 100 ml.

Voeg van de standaard-melkzuuroplossing aan de afgewogen hoeveelheden gecondenseerde melk respectievelijk 0 - 10 - 20 en 30 ml toe, zodat een reeks ontstaat met resp. 0 - 1 - 2 en 3 mg toegevoegd melkzuur.

Handel verder als beschreven onder 4.2.1.1. tot en met 4.2.1.5. en meet de extinctie tegen water. Zet deze extincties af als functie van het aantal mg toegevoegd melkzuur. Trek door de punten de best passende rechte en verplaats deze evenwijdig aan zichzelf naar de oorsprong. De ijklijn dient een rechte te zijn.

#### 4.2.3. — Beoordeling van het resultaat

Melkzuur wordt geacht slechts in sporen aanwezig te zijn indien het gehalte verkregen volgens 4.2.1.6. niet meer dan 0,020 % bedraagt.

#### 5. — Fosfatase

Verricht de fosfataseproef volgens het onder 5.1. gegeven voorschrift. Bevestig een positief resultaat met het onder 5.2. gegeven voorschrift.

#### 5.1. — Fosfatase ; kwalitatief.

Reagentia

Alle reagentia dienen « pro analyse » kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

$$M = \frac{8,7 \times 0,001 \times Z}{0,15 \times a}$$

dans laquelle :

Z = le nombre de mg d'acide lactique

a = la teneur en matières sèches dégraissées de l'échantillon.

Si le pourcentage en acide lactique dans le lait reconstitué est supérieur à 0,010 % répéter l'essai avec une dilution adéquate de la solution obtenue selon 4.2.1.4.

#### Remarque

Contrôler, dans le cas où des teneurs élevés en acide lactique sont obtenues, si les opérations mentionnées sous 4.2.1.1. jusqu'à 4.2.1.4. ne donnent éventuellement pas lieu à une augmentation de l'extinction en procédant, parallèlement à l'analyse des échantillons, à un essai à blanc avec 15 ml d'eau.

#### 4.2.2. — Droite d'étalonnage

Peser dans 4 béchers de 100 ml chaque fois 15,0 ± 0,1 g d'un échantillon de lait concentré sucré frais.

Ajouter respectivement 0 - 10 - 20 et 30 ml de la solution étalon d'acide lactique ; on obtient ainsi une série avec respectivement 0 - 1 - 2 et 3 mg d'acide lactique ajouté.

Continuer comme décrit sous 4.2.1.1. à 4.2.1.5. inclus et mesurer l'extinction par rapport à l'eau. Porter sur un diagramme les extinctions obtenues par rapport aux quantités d'acide lactique ajouté. Joindre les points par la droite la plus appropriée et la déplacer parallèlement à elle-même de façon à la faire passer par l'origine. Les points doivent se situer sur une droite.

#### 4.2.3. — Interprétation du résultat

L'acide lactique est considéré n'être présent qu'en traces si la teneur obtenue selon 4.2.1.6. n'atteint pas plus que 0,020 %.

### 5. — Phosphatase

Effectuer l'essai de la phosphatase comme indiqué sous 5.1. Confirmer un résultat positif avec le mode opératoire décrit sous 5.2.

#### 5.1. — Phosphatase, qualitatif

##### Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Substraatoplossing : los 0,11 g dinatriumfenylfosfaat ( $C_6H_5OPO_3Na_2 \cdot 2H_2O$ ) op in 80 à 90 ml water, voeg hierbij 3 ml 0,25 M natriumcarbonaatoplossing (2,65 g watervrij natriumcarbonaat per 100 ml) en vul aan tot 100 ml. Bereid dagelijks een verse oplossing.

B.C.C.-reagens : los 23 mg 2,6-dibroomchinon-4-chloorimide ( $O=C_6H_2Br_2=NCl$ ) op in 5 ml ethanol 96 % (v/v).

Bewaar de oplossing op een koele donkere plaats en niet langer dan 4 weken.

Iso-amylalcohol, neutraal t.o.v. broomthymolblauw. Neutraliseer zonedig met 0,1 n natriumhydroxide-oplossing.

### 5.1.1. — Werkwijze

5.1.1.1. — Maak van het monster met water, zonder verwarming een zodanige verdunning dat de concentratie aan vetvrije droge melkbestanddelen ongeveer overeenkomt met die van ondermelk.

5.1.1.2. — Pipetteer in twee reageerbuizen elk 0,5 ml van de aldus bereide oplossing zonder de wanden te bevochtigen. Plaats één der beide buizen gedurende 5 min. in een kokend waterbad en koel daarna af tot kamertemperatuur.

5.1.1.3. — Voeg aan beide reageerbuizen met een meetpipet 5 ml van de substraatoplossing toe en bewaar deze afgedekt bij een temperatuur tussen 30 en 35° C gedurende 1 h.

5.1.1.4. — Voeg 6 druppels van B.C.C.-reagens toe en meng. Vergelijk na 5 min. de kleuren van beide buizen.

5.1.1.5. — Indien de inhoud van de buis met de verhitte melk zwakker gekleurd is dan die van de andere buis wordt de reactie geacht positief te zijn.

5.1.1.6. — Voeg in twijfelgevallen aan beide buizen 2 ml iso-amylalcohol toe. Keer de buizen daarop achttmaal voorzichtig om, telkens wachtend totdat de vloeistoflagen zich gescheiden hebben. Eventueel gevormde blauwe of blauwgroene kleurstof lost in de heldere bovenlaag op, waardoor de kleurvergelijking aanzienlijk wordt verscherpt.

### Opmerking

Grote reinheid van buizen, pipetten, stoppen enz. is een eerste eis, daar geringe verontreinigingen b.v. met fenolen en daarmee verwante stoffen een positieve reactie kunnen veroorzaken. Voorts bedenke men dat speeksel fosfatase bevat.

Solution substrat : dissoudre 0,11 g de phénylphosphate disodique ( $C_6H_5OPO_3Na_2 \cdot 2H_2O$ ) dans 80 à 90 ml d'eau, ajouter 3 ml de solution de carbonate sodique 0,25 M (2,65 g carbonate sodique anhydre par 100 ml) et compléter à 100 ml. Cette solution doit être préparée journellement.

Réactif B.Q.C. : dissoudre 23 mg de 2,6-dibromoquinone-4-chloroimide ( $O=C_6H_2Br_2=NCl$ ) dans 5 ml d'éthanol 96 % (v/v).

Conserver cette solution au frais et à l'obscurité pendant maximum 4 semaines.

Alcool isoamylique neutre par rapport au bleu de bromothymol. Neutraliser éventuellement avec une solution 0,1 n d'hydroxyde de sodium.

#### 5.1.1. — Mode opératoire

5.1.1.1. — Préparer, à partir de l'échantillon, avec de l'eau, sans chauffer, une dilution telle que la concentration en matières sèches dégraissées du lait corresponde environ à celle du lait écrémé.

5.1.1.2. — Pipeter dans chacun des 2 tubes à essai 0,5 ml de la solution ainsi obtenue. Placer un des tubes au bain-marie bouillant pendant 5 min. et refroidir ensuite jusqu'à température ambiante.

5.1.1.3. — Ajouter aux 2 tubes à essai avec une pipette jaugée 5 ml de la solution substrat et les conserver bouchés à une température comprise entre 30 et 35° C pendant 1 h.

5.1.1.4. — Ajouter 6 gouttes du réactif B.Q.C. et mélanger. Comparer après 5 min. la coloration des deux tubes.

5.1.1.5. — Si le contenu du tube avec le lait chauffé est moins coloré que celui de l'autre tube la réaction est considérée comme positive.

5.1.1.6. — Ajouter en cas de doute aux deux tubes 2 ml d'alcool isoamylique. Ensuite retourner prudemment les tubes 8 fois, en attendant chaque fois que les couches se soient séparées. La coloration bleue ou bleu-verte éventuellement formée se dissout dans la couche limpide supérieure ; la comparaison des colorations est ainsi notablement améliorée.

#### Remarque

Il y a lieu d'exiger une grande propreté des tubes, pipettes, bouchons, etc. car la moindre souillure par des phénols ou des substances apparentées peut donner une réaction positive. Ensuite il y a lieu de tenir compte du fait que la salive contient des phosphatases.



## 5.2. — Fosfatase ; kwantitatief

### Reagentia

Alle reagentia dienen « pro-analyse » kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water en vers gekookt.

Bariumboraatbuffer, pH 10,6 ± 0,1

Vermijd intensief contact tussen de buffer en lucht, in verband met ongewenste carbonaatvorming.

Los 25,0 g carbonaatvrij bariumhydroxide ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) onder verwarmen op in water. Koel af tot kamertemperatuur en verdun tot 500 ml.

Los 11,0 g boorzuur ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) op in water en verdun tot 500 ml.

Verwarm beide oplossingen tot 50° C, voeg ze bijeen en meng zorgvuldig. Koel het mengsel af tot kamertemperatuur.

Breng zonodig de pH met bariumhydroxide-oplossing op 10,6 ± 0,1 en filtreer snel. Bewaar de oplossing in een goed gesloten fles.

Verdun de oplossing vóór gebruik met een gelijk volume water.

Natriummetaboraatoplossing : los 6,0 g watervrij natriummetaboraat ( $\text{NaBO}_2$ ) of 12,6 natriummetaboraat ( $\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) en 20,0 g natriumchloride ( $\text{NaCl}$ ) op in water en verdun tot 1.000 ml.

Gebufferde substraatoplossing : los 0,5 g dinatriumfenylfosfaat ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OPO}_3\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) op in 4,5 ml natriummetaboraatoplossing.

Verwijder uit deze oplossing eventueel het aanwezige vrij fenol. Voeg hiertoe 1 druppel B.C.C.-reagens toe en laat de oplossing gedurende 30 min staan. Schud de eventueel gevormde blauwe kleurstof uit met 2,5 ml butanol-1 en werp de butanol weg. Herhaal deze extractie zodanig totdat de butanollaag ongekleurd blijft.

Deze geconcentreerde oplossing kan gedurende enkele dagen worden bewaard in een koelkast. Herhaal de kleurontwikkeling en de extractie dagelijks vóór het gebruik van de oplossing.

Pipetteer voor het bereiden van de gebufferde substraatoplossing 1 ml van de vorige oplossing in een maatkolf van 100 ml en vul deze aan met de bariumboraatbuffer. Bereid deze gebufferde substraatoplossing onmiddellijk vóór het gebruik.

Zink-kopersulfaat-reagens : los 3,0 zinksulfaat ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) en 0,6 g kopersulfaat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) op in water en vul aan tot 100 ml.

B.C.C.-reagens : los 0,040 g 2,6-dibroomchinon-4-chloorimide ( $\text{O}=\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2=\text{NCl}$ ) op in 10 ml ethanol 96 % (v/v).

## 5.2. — Phosphatase quantitatif

## Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée et fraîchement bouillie.

Tampon borate de baryum, pH  $10,6 \pm 0,1$ .

Eviter un contact intensif entre le tampon et l'air afin d'éviter la formation non souhaitée de carbonate.

Dissoudre en chauffant 25,0 g d'hydroxyde de baryum

( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ), exempt de carbonate, dans l'eau, refroidir à la température ambiante et compléter à 500 ml.

Dissoudre 11,0 g d'acide borique ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) dans l'eau et compléter à 500 ml.

Chauffer les deux solutions jusqu'à 50° C, les mélanger. Refroidir le mélange jusqu'à la température ambiante.

Ajuster le pH si nécessaire à  $10,6 \pm 0,1$  à l'aide de la solution d'hydroxyde de baryum et filtrer rapidement. Conserver la solution dans un récipient bouché hermétiquement.

Diluer la solution avant l'emploi avec un volume égal d'eau.

Solution de métaborate de sodium : dissoudre 6,0 g de métaborate de sodium anhydre ( $\text{NaBO}_2$ ), ou 12,6 g de métaborate de sodium ( $\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), et 20,0 g de chlorure de sodium ( $\text{NaCl}$ ) dans l'eau et compléter à 1.000 ml.

Solution substrat tamponnée : dissoudre 0,5 g de phénylphosphate disodique ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{OPO}_3\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 4,5 ml de la solution de métaborate de sodium.

Extraire si nécessaire le phénol libre de cette solution. Ajouter à cette fin une goutte du réactif B.Q.C. et laisser reposer pendant 30 min. Extraire la couleur formée avec 2,5 ml de butanol-1 et jeter la couche de butanol-1. Répéter si nécessaire cette extraction jusqu'à ce que la couche de butanol-1 reste incolore.

Cette solution peut être conservée pendant quelques jours dans un réfrigérateur. Développer et extraire la couleur journallement avant l'emploi.

Pour préparer la solution de substrat tamponnée, pipeter 1 ml de la solution précédente dans un ballon jaugé de 100 ml et compléter avec le tampon borate de baryum. Préparer la solution de substrat tamponnée immédiatement avant l'emploi.

Réactif sulfate de zinc et de cuivre : dissoudre 3,0 g de sulfate de zinc ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) et 0,6 g de sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Réactif B.Q.C. : dissoudre 0,040 g de 2,6-dibromoquinone-4-chloroimide ( $\text{O}=\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2=\text{NCl}$ ) dans 10 ml d'éthanol à 96 % (v/v).

Bewaar de oplossing in een fles van bruin glas in een koelkast.

Verdunningsvloeistof : verdun 10 ml natriummetaboraatoplossing tot 100 ml met water.

Kopersulfaatoplossing : los 0,05 g kopersulfaat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) op in water en vul aan tot 100 ml.

Standaardoplossing, 200  $\mu\text{g}$  fenol per ml : los 0,200 + 0,001 g kleurloze en kristallijne fenol op in water en verdun tot 100 ml. Deze oplossing kan in de koelkast gedurende enkele maanden bewaard worden.

Verdun 10 ml van deze oplossing tot 100 ml met water. Indien het fenol niet kleurloos en kristallijn is, zuiver het dan door destillatie.

Apparatuur en hulpstoffen

Balans, waarop tot 1 mg nauwkeurig kan worden gewogen.

Spectrofotometer, geschikt voor het meten bij een golflengte van 610 nm, met bijhorende cuvetten.

Waterbad, thermostatisch geregeld op een temperatuur van  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .

Reageerbuizen, met een inwendige diameter van 16 tot 18 mm.

Filtrepapier voor kwalitatieve doeleinden, langzaam filtrerend voor fijne neerslagen.

Voorzorgsmaatregelen

Verricht de bepaling niet in direct zonlicht, doch bij diffuus daglicht of bij kunstlicht.

Reinig al het glaswerk zorgvuldig en spoel het daarna uit met uitgekookt gedestilleerd water of stoom het uit. Gebruik geen reinigingsmiddelen en desinfectiemiddelen die fenolen bevatten.

Gebruik voor het afsluiten van het glaswerk geen stoppen van kunststof ; deze kunnen fenolen bevatten.

Vermijd bij het pipetteren verontreiniging van de vloeistoffen met speeksel, dit bevat fosfatase.

### 5.2.1. — Werkwijze

87

5.2.1.1. — Weeg  $\frac{\quad}{a}$  g van het monster af tot op 0,1 g  
a — 8,7

(waarin a = het procentisch gehalte aan vetvrije droge melkbestanddelen van het monster).

Verdun deze hoeveelheid met 10 ml water.

5.2.1.2. — Pipetteer in 2 reageerbuizen elk 1 ml van de onder 5.2.1.1. bereide gereconstitueerde melk.

Conserver la solution dans un flacon en verre foncé dans le réfrigérateur.

Solution de dilution : diluer 10 ml de solution de métaborate de sodium jusqu'à 100 ml avec de l'eau.

Solution standard à 200  $\mu\text{g}$  de phénol par ml : dissoudre 0,200 + cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) dans l'eau et compléter à 100 ml.

Solution standard à 200  $\mu\text{g}$  de phénol par ml : dissoudre 0,200  $\pm$  0,001 g de phénol cristallin et incolore dans l'eau et compléter à 100 ml. Cette solution peut être conservée pendant quelques mois dans le réfrigérateur.

Diluer 10 ml de cette solution à 100 ml avec de l'eau. Purifier le phénol par distillation s'il n'est pas incolore ou cristallin.

#### Appareils et matières auxiliaires

Balance permettant d'effectuer les pesées jusqu'à 1 mg près.  
Spectrophotomètre permettant une lecture à une longueur d'onde de 610 nm, avec cuvettes appropriées.

Bain-marie, avec thermostat, réglé à une température de 37  $\pm$  1° C.

Tubes à essai, diamètre intérieur de 16 à 18 mm.

Papier filtre, pour analyse quantitative, à filtration lente pour précipités fins.

#### Précautions

Ne pas effectuer la détermination à la lumière solaire directe, mais à la lumière diffuse ou à la lumière artificielle.

Nettoyer la verrerie soigneusement et la rincer avec de l'eau distillée et bouillie ou la passer à la vapeur. Ne pas employer des produits de nettoyage ou de désinfection contenant des phénols.

Ne pas boucher la verrerie avec des bouchons en matière plastique, ceux-ci pouvant contenir des phénols.

Eviter lors du pipetage la contamination des liquides par la salive ; celle-ci contient de la phosphatase.

### 5.2.1. — Mode opératoire

87

5.2.1.1. — Peser à 0,1 g près  $\frac{87}{a}$  g de l'échantillon  
a — 8,7

(a représentant le pourcentage en matières sèches dégraissées du lait de l'échantillon).

Diluer cette quantité avec 10 ml d'eau.

5.2.1.2. — Pipeter dans 2 tubes à essai 1 ml du lait reconstitué d'après 5.2.1.1.

- 5.2.1.3. — Verwarm één der buizen in kokend water gedurende 2 min. en koel deze af tot kamertemperatuur. De inhoud dient voor de blancobepaling.  
Behandel hierop beide buizen zoals hieronder aangegeven.
- 5.2.1.4. — Voeg 10 ml gebufferde substraatoplossing toe, meng en plaats de buizen in het waterbad van  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .
- 5.2.1.5. — Laat de buizen gedurende 60 min. in het waterbad staan, wervel gedurende deze tijd de vloeistof in de buizen af en toe rond.
- 5.2.1.6. — Verwarm direct daarop de buizen in kokend water gedurende 1 min. en koel snel af tot kamertemperatuur.
- 5.2.1.7. — Voeg 1 ml zink-kopersulfaat-reagens toe, meng en filtreer door droog filtreerpapier. Werp de eerste druppels filtraat weg. Het filtraat moet volkomen helder zijn, filtreer zonodig nogmaals over hetzelfde filter.
- 5.2.1.8. — Pipetteer van elk filtraat 5 ml in een reageerbuis, voeg 5 ml natriummetaboraatoplossing toe en 0,1 ml B.C.C.-reagens. Laat de buizen, bij kamertemperatuur staan gedurende 30 min.
- 5.2.1.9. — Meet de extinctie van de monsteroplossing tegen de blanco bij een golflengte van 610 nm.
- 5.2.1.10. — Herhaal de bepaling indien blijkt dat de extinctie van de gereconstitueerde melk die van de ijkvloeistof met  $20 \mu\text{g}$  fenol per ml overschrijdt. Bereid een passende verdunning van het monster door gereconstitueerde melk, als verkregen onder 5.2.1.1., te verdunnen met een passende hoeveelheid gereconstitueerde melk waarin de fosfatase vernietigd is door verhitting op een wijze als beschreven onder 5.2.1.3.
- 5.2.2. — IJklijn
- 5.2.2.1. — Pipetteer, elk in een maatkolf van 100 ml : 2,5 - 5 - 7,5 en 10 ml van de standaardfenoloplossing en vul aan met water.
- 5.2.2.2. — Pipetteer in 5 reageerbuizen 1 ml water, resp. 1 ml van elke ijkvloeistof (5.2.2.1.) teneinde een vergelijkingsreeks te verkrijgen met resp. 0 - 5 - 10 - 15 en  $20 \mu\text{g}$  fenol.
- 5.2.2.3. — Voeg achtereenvolgens aan elke buis toe 1 ml koper-sulfaatoplossing, 5 ml verdunningsvloeistof, 3 ml water en 0,1 ml B.C.C.-reagens ; meng. Laat de buizen bij kamertemperatuur staan gedurende 30 min.

5.2.1.3. — Chauffer l'un des tubes dans l'eau bouillante pendant 2 min. et refroidir ensuite jusqu'à la température ambiante. Ce tube servira pour l'essai à blanc.

Traiter, à partir de ce point, les deux tubes comme indiqué ci-dessous.

5.2.1.4. — Ajouter 10 ml de la solution substrat tamponnée, mélanger et placer les tubes dans le bain-marie à  $37 \pm 1^\circ \text{C}$ .

5.2.1.5. — Laisser les tubes pendant 60 min. dans le bain-marie et les agiter de temps en temps.

5.2.1.6. — Chauffer aussitôt les tubes au bain-marie bouillant pendant 1 min. et refroidir rapidement jusqu'à la température ambiante.

5.2.1.7. — Ajouter 1 ml du réactif sulfate de zinc et de cuivre, mélanger et filtrer sur papier filtre sec. Jeter les premières gouttes du filtrat. Il importe que le filtrat soit complètement limpide ; repasser le filtrat éventuellement sur le même filtre.

5.2.1.8. — Introduire 5 ml du filtrat dans un tube à essai, ajouter 5 ml de la solution de métaborate de sodium et 0,1 ml du réactif B.Q.C. Laisser reposer à la température ambiante pendant 30 min.

5.2.1.9. — Mesurer, à une longueur d'onde de 610 nm, l'extinction du liquide provenant de l'échantillon par rapport au liquide provenant de l'essai à blanc.

5.2.1.10. — Répéter la détermination s'il s'avère que l'extinction du lait reconstitué dépasse celle correspondant à  $20 \mu\text{g}$  de phénol de la solution d'étalonnage. Diluer dans ce cas un volume approprié du lait reconstitué obtenu d'après 5.2.1.1. avec un volume approprié de ce lait dans lequel la phosphatase a été inactivée comme indiqué sous 5.2.1.3.

5.2.2. — Droite d'étalonnage

5.2.2.2. — Pipeter dans 5 tubes à essai respectivement 1 ml d'eau 2,5 - 5 - 7,5 et 10 ml de la solution standard de phénol et compléter avec de l'eau.

5.2.2.2. — Pipeter dans des tubes à essai respectivement 1 ml d'eau et 1 ml des solutions d'étalonnage (5.2.2.1) afin d'obtenir une gamme d'étalonnage avec respectivement 0 - 5 - 10 - 15 et  $20 \mu\text{g}$  de phénol.

5.2.2.3. — Ajouter à chaque tube successivement 1 ml de la solution de sulfate de cuivre, 5 ml de la solution de dilution 3 ml d'eau et 0,1 ml du réactif B.Q.C., mélanger. Laisser reposer à la température ambiante pendant 30 min.

5.2.2.4. — Meet de extinctie van de reeksleden tegen water bij een golflengte van 610 nm.

5.2.2.5. — Zet in een grafiek de gemeten extincties uit tegen de hoeveelheden fenol in  $\mu\text{g}$ , als vermeld onder 5.2.2.2. en trek door de punten de beste passende rechte. Construeer de ijklijn evenwijdig aan deze rechte door de oorsprong.

5.2.3. — Berekening

5.2.3.1. — Zet de extinctie, vastgesteld onder 5.2.1.9. met behulp van de ijklijn of met behulp van een uit deze ijklijn berekende factor, om in  $\mu\text{g}$  fenol.

5.2.3.2. — De fosfatase-activiteit, uitgedrukt in  $\mu\text{g}$  fenol per ml gereconstitueerde melk, is  
 $2,4 \times P$   
waarin  $P =$  het aantal  $\mu\text{g}$  fenol volgens 5.2.3.1.

5.2.3.3. — Indien verdund is op de onder 5.2.1.10. beschreven wijze, vermenigvuldig dan het onder 5.2.3.2. verkregen resultaat met verdunningsfactor.

5.2.4. — Beoordeling van het resultaat  
Fosfatase wordt afwezig geacht indien de fosfatase-activiteit 4  $\mu\text{g}$  fenol of minder per ml gereconstitueerde melk bedraagt.

6. — Stabilisatoren (\*)

7. — Saccharosegehalte

Reagentia

Alle reagentia dienen « pro analyse » kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Zinkacetaatoplossing : los 21,9 g gekristalliseerd zinkacetaat ( $\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) en 3 ml ijsazijn op in water en vul aan tot 100 ml.

Kaliumhexacyanoferraat (II)-oplossing : los 10,6 g gekristalliseerd kaliumhexacyanoferraat (II) ( $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) op in water en vul aan tot 100 ml.

Zoutzuur  $6,35 \pm 0,2$  n (20-22 % m/m)

Ammonia  $2,0 \pm 0,2$  n (3,5 % m/m)

Azijnsuur  $2,0 \pm 0,2$  n (12 % m/m)

Apparatuur

---

(\*) Deze methode zal worden beschreven in een aanvulling bij deze analysemethoden van onderzoek.

5.2.2.4. — Mesurer, à une longueur d'onde de 610 nm, l'extinction par rapport à l'eau des éléments de la gamme d'étalonnage.

5.2.2.5. — Porter sur un diagramme les extinctions mesurées en fonction de la teneur en phénol en  $\mu\text{g}$  comme indiqué sous 5.2.2.2. Joindre les points par la droite la plus appropriée, et la déplacer parallèlement à elle-même de façon à la faire passer par l'origine.

5.2.3. — Mode de calcul

5.2.3.1. — Convertir, au moyen de la droite d'étalonnage ou au moyen d'un facteur déduit de cette droite d'étalonnage, l'extinction obtenue selon 5.2.1.9. en  $\mu\text{g}$  de phénol.

5.2.3.2. — L'activité phosphatasique, exprimée en  $\mu\text{g}$  de phénol par ml de lait reconstitué est obtenue par la formule :

$$2,4 \times P$$

dans laquelle P = le nombre de  $\mu\text{g}$  de phénol obtenu selon 5.2.3.1.

5.2.3.3. — Multiplier le résultat obtenu selon 5.2.3.2. par le facteur de dilution si le lait reconstitué a été dilué comme décrit sous 5.2.1.10.

5.2.4. — Interprétation du résultat

La phosphatase est considérée comme absente si l'activité phosphatasique est égale ou inférieure à 4  $\mu\text{g}$  de phénol par ml de lait reconstitué.

6. — Stabilisateurs (\*)

7. — Teneur en saccharose

Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Solution d'acétate de zinc ; dissoudre 21,9 g d'acétate de zinc cristallisé ( $\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) et 3 ml d'acide acétique glacial dans de l'eau et compléter à 100 ml.

Solution d'hexacyanoferrate (II) de potassium ; dissoudre 10,6 g d'hexacyanoferrate (II) de potassium cristallisé ( $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à 100 ml.

Acide chlorhydrique 6,35  $\pm$  0,2 n (20-22 % m/m)

Ammoniaque 2,0  $\pm$  0,2 n (3,5 % m/m)

Acide acétique 2,0  $\pm$  0,2 n (12 % m/m)

Appareillage

(\*) Cette méthode fera l'objet d'un complément aux présentes méthodes d'analyse.



Balans waarop tot 10 mg nauwkeurig kan worden gewogen

Waterbad van  $60 \pm 1^\circ \text{C}$

Polarimeterbuis van  $200 \pm 0,1$  mm lengte

Polarimeter of saccharimeter

- a. Polarimeter met natriumdamlamp of kwikdamlamp met prisma of Wrattenfilter nr. 77A voor groen kwiklicht waarmee tenminste tot op 0.05 booggraden nauwkeurig kan worden afgelezen.
- b. Saccharimeter met internationale suikerschaal met wit licht, dat een filter gevuld met een 6 % kaliumbichromaatoplossing met een weglengte van 15 mm passeert, of met natriumlicht, die tot op  $0,1^\circ$  van de internationale suikerschaal kan worden afgelezen.

#### 7.1. — Controlebepaling

Verricht ter controle van de werkwijze, de reagentia en de apparatuur een duplobepaling zoals onder 7.2. beschreven is op een mengsel van 100 g melk of 110 g afgeroomde melk en 18,00 g saccharose pro analyse, overeenkomend met 40,00 g gecondenseerde melk met 45,0 % suiker.

Bereken het saccharosegehalte met behulp van de formule in paragraaf 7.2.13., waarbij in formule I voor W, F en P resp. de hoeveelheid afgewogen melk, het vetgehalte en het eiwitgehalte van deze melk en in formule II voor W het getal 40,00 ingevuld moet worden.

Het gemiddelde van de gevonden waarden mag niet meer dan 0,1 % van 45,0 % afwijken.

#### 7.2. — Werkwijze

- 7.2.1. — Weeg ongeveer 40 g tot op 0,01 g nauwkeurig van het volgens 1.1.2. voorbereide monster in een bekersglas van 100 ml. Voeg 50 ml warm water ( $80-90^\circ \text{C}$ ) toe en meng goed.
- 7.2.2. — Breng het mengsel kwantitatief over in een maatkolf van 200 ml. Spoel daarbij enige malen met water van ongeveer  $60^\circ \text{C}$  na, totdat het volume 120-150 ml bedraagt.  
Meng en koel af tot kamertemperatuur.
- 7.2.3. — Voeg 5 ml ammonia 2 n toe. Meng weer en laat gedurende 15 min. staan.
- 7.2.4. — Neutraliseer de ammonia door een equivalente hoeveelheid van de verdunde azijnzuuroplossing toe te voegen. Bepaal van tevoren het juiste aantal milliliters door titratie van de ammonia onder gebruikmaking van broomthymolblauw als indicator. Meng.

Balance permettant d'effectuer les pesées jusqu'à 10 mg près

Bain-marie à  $60 \pm 1^\circ \text{C}$

Tube de polarimètre de  $200 \pm 0,1 \text{ mm}$

Polarimètre ou saccharimètre :

- a. Polarimètre à lumière du sodium ou à lumière verte du mercure (lampe à vapeur de mercure avec prisme ou écran Wratten n° 77A) permettant une lecture d'une précision au moins égale à 0,05 degré d'angle.
- b. Saccharimètre à échelle Internationale de sucre, utilisant de la lumière blanche passant au travers d'un filtre de 15 mm d'une solution à 6 % de bichromate de potassium ou bien de la lumière de sodium et permettant une lecture d'une précision au moins égale à 0,1 degré de l'échelle saccharimétrique Internationale.

#### 7.1. — Contrôle de la méthode

Dans le but de contrôler la méthode, les réactifs et les appareils, on procédera à une double analyse comme décrite ci-dessous, en utilisant un mélange de 100 g de lait, ou de 110 g de lait écrémé et de 18,00 g de saccharose pur correspondant à 40,00 g d'un lait concentré contenant 45,0 % de saccharose.

Calculer la teneur en saccharose à l'aide de la formule du paragraphe 7.2.13. en utilisant dans la formule I, pour W, F et P la quantité de lait pesée et les teneurs en matière grasse et en protéines de ce lait et, dans la formule II, pour W, le chiffre de 40,00.

La moyenne des valeurs trouvées ne doit pas différer de cette valeur (45,0 %) de plus de 0,1 %.

#### 7.2. — Mode opératoire

7.2.1. — Peser dans un bécher de 100 ml exactement à 10 mg près, 40 g env. de l'échantillon convenablement mélangé. Ajouter 50 ml d'eau chaude ( $80-90^\circ \text{C}$ ) et mélanger soigneusement.

7.2.2. — Transvaser quantitativement le mélange dans un ballon jaugé de 200 ml, rincer le bécher avec des quantités successives d'eau à  $60^\circ \text{C}$  jusqu'à ce que le volume total soit de 120 à 150 ml. Mélanger et refroidir à température ambiante.

7.2.3. — Ajouter 5 ml de la solution d'ammoniaque 2 n. Mélanger de nouveau et laisser reposer pendant 15 min.

7.2.4. — Neutraliser l'ammoniaque en ajoutant une quantité équivalente de la solution diluée d'acide acétique. Déterminer au préalable exactement une quantité par titrage de la solution d'ammoniaque diluée en employant le bleu de bromothymol comme indicateur. Mélanger.

7.2.5. — Voeg 12,5 ml zinkacetaatoplossing toe en meng voorzichtig door de kolf in schuine stand om zijn as te draaien.

7.2.6. — Voeg op dezelfde wijze als bij de zinkacetaatoplossing 12,5 ml kaliumhexacyanoferraat-II-oplossing toe.

7.2.7. — Breng de inhoud van de kolf op 20° C en vul met water van 20° C aan tot de maatstreep van 200 ml.

#### Opmerking

Tot dit stadium moeten alle toevoegingen van water of reagentia op zodanige wijze geschieden, dat vorming van luchtbellen vermeden wordt. Om dezelfde reden moeten alle mengingen geschieden door draaien van de kolf in plaats van door schudden. Indien luchtbellen worden opgemerkt vóór het bijvullen tot 200 ml, kan het verwijderen ervan bevorderd worden door de kolf met een vacuümpomp te verbinden, waarbij de kolf omgezwenkt wordt.

7.2.8. — Sluit de kolf met een droge stop en meng goed door krachtig schudden.

7.2.9. — Laat enige minuten staan en filtreer dan door een droog filter. Werp de eerste 25 ml filtraat weg.

7.2.10. — Draaiing vóór inversie

Bepaal de draaiing van het polarisatievlak van het filtraat bij  $20 \pm 2^\circ \text{C}$ .

7.2.11. — Inversie

Pipetteer 40 ml van het op bovenvermelde wijze verkregen filtraat in een maatkolf van 50 ml. Voeg 6,0 ml zoutzuur 6,35 n toe. Laat de kolf gedurende 15 min in een waterbad van 60° C staan, zodanig dat de kolf tot aan de hals ondergedompeld is. Meng door een draaiende beweging gedurende de eerste 5 min, in welke tijd de inhoud van de kolf de temperatuur van het waterbad moet hebben bereikt. Koel af tot 20° C, vul aan tot 50 ml met water van 20° C, meng en laat gedurende 1 h staan bij deze temperatuur.

7.2.12. — Draaiing na inversie

Bepaal de draaiing van het polarisatievlak door de geïnverteerde oplossing bij  $20 \pm 2^\circ \text{C}$ . (Wanneer de temperatuur van de vloeistof in de polarimeterbuis tijdens de meting meer dan 0,2° C van 20° C afwijkt, moet de in paragraaf 7.2.14. genoemde temperatuurscorrectie worden toegepast.)

7.2.13. — Bereken het saccharosegehalte met behulp van de volgende formules :

- 7.2.5. — Ajouter, en mélangeant doucement par rotation du ballon incliné, 12,5 ml de solution d'acétate de zinc.
- 7.2.6. — De la même manière que pour la solution d'acétate, ajouter 12,5 ml de solution d'hexacyanoferrate (II) de potassium.
- 7.2.7. — Porter le contenu du ballon à 20° C et ajouter de l'eau (à 20° C) jusqu'au trait de jauge de 200 ml.

#### Remarque

Jusqu'à ce stade, toutes les additions d'eau ou de réactifs seront effectuées de manière à éviter la formation de bulles d'air et pour cette même raison, tous les mélanges sont effectués par rotation du ballon plutôt que par agitation violente. Si on constate la présence de bulles d'air avant la mise au trait (200 ml) on peut les éliminer en reliant le ballon à une pompe à vide et en lui imprimant un mouvement de rotation.

- 7.2.8. — Boucher le ballon avec un bouchon sec et mélanger intimement en secouant énergiquement.
- 7.2.9. — Laisser reposer pendant quelques minutes, filtrer ensuite sur papier filtre sec. Éliminer les premiers 25 ml de filtrat.
- 7.2.10. — Polarisation directe
- Déterminer la rotation optique du filtrat à  $20 \pm 2^\circ \text{ C}$

#### 7.2.11. — Inversion

Introduire à la pipette dans un ballon jaugé de 50 ml, 40 ml du filtrat obtenu de la façon indiquée ci-dessus. Ajouter 6,0 ml d'acide chlorhydrique 6,35 n.

Placer le ballon dans un bain-marie à 60° C pendant 15 min, le ballon étant immergé jusqu'à la naissance du col. Mélanger par rotation pendant les 5 premières min. au cours desquelles le contenu devra avoir atteint la température du bain. Refroidir à 20° C et compléter jusqu'à 50 ml avec de l'eau à 20° C ; mélanger et laisser reposer une heure à cette température.

#### 7.2.12. — Polarisation après inversion

Déterminer le pouvoir rotatoire de la solution intervertie à  $20 \pm 2^\circ \text{ C}$ . (Lorsque la température du liquide dans le tube de polarisation diffère de plus de  $0,2^\circ$  de  $20^\circ \text{ C}$  pendant la mesure, la correction de température indiquée au paragraphe 7.2.14 doit être appliquée.)

- 7.2.13. — Calculer la teneur en saccharose à l'aide des formules suivantes :

$$I. v = \frac{W}{100} (1,08 F + 1,55 P)$$

$$II. S = \frac{D - 5/4 I}{Q} \times \frac{V - v}{V} \times \frac{V}{L \times W} \%$$

Waarbij:

- S = Saccharosegehalte  
 W = Gewicht van het afgewogen monster in g  
 F = Percentage vet van het monster  
 P = Percentage eiwit ( $N \times 6,38$ ) van het monster  
 V = Volume in ml waartoe het monster is verdund vóór filtratie  
 v = Correctie in ml voor het volume van het neerslag gevormd bij de klaring  
 D = Directe polarimeteraflezing (draaiing vóór inversie)  
 I = Polarimeteraflezing na inversie (draaiing na inversie)  
 L = Lengte in dm van de polarimeterbuis  
 Q = Inversie-deelfactor, waarvan de waarden hieronder zijn aangegeven in paragraaf 7.2.14.

#### Opmerkingen

- a. Wanneer nauwkeurig 40,00 g gecondenseerde melk afgewogen wordt en gebruik gemaakt wordt van een polarimeter met natriumlicht, met een schaal in booggraden en een polarimeterbuis van 2 dm lengte bij  $20 \pm 0,1^\circ C$  kan het saccharosegehalte van normale gesuikerde gecondenseerde melk ( $C = 9$ ; zie 7.2.14) met behulp van de volgende formule berekend worden:

$$S = (D - 5/4 I) (2,833 - 0,00612 F - 0,00878 P)$$

Wanneer de meting van de draaiing na inversie bij een andere temperatuur dan  $20^\circ C$  heeft plaatsgevonden moeten de verkregen waarden vermenigvuldigd worden met:

$$1 + 0,0037 (T - 20)$$

- b. Wanneer het vetgehalte (F) en het droge stofgehalte (G) van het monster bekend zijn kan het saccharosegehalte zonder het eiwitgehalte berekend worden. Bij een inweging van 40,00 g en bij een polarimeterbuis van 2 dm lengte is de formule:

$$S = \frac{D - 5/4 I}{Q} (2,776 - 0,0025 F - 0,003 G) - 2,60$$

#### 7.2.14. — Waarden van de inversie-deelfactor Q

De volgende formules geven nauwkeurige waarden voor Q bij gebruik van verschillende lichtbronnen met waar nodig correcties vanwege concentratie en temperatuur.

$$I. v = \frac{W}{100} (1,08 F + 1,55 P)$$

$$II. S = \frac{D - 5/4 I}{Q} \times \frac{V - v}{V} \times \frac{V}{L \times W} \%$$

où :

S = Teneur en saccharose

W = Poids de l'échantillon pesé exprimé en g

F = Pourcentage de matière grasse de l'échantillon

P = Pourcentage de protéines (N  $\times$  6,38) de l'échantillon

V = Volume en ml auquel l'échantillon est dilué avant filtration

v = Correction exprimée en ml pour le volume du précipité de défécation

D = Lecture polarimétrique directe (polarisation avant inversion)

I = Lecture polarimétrique après inversion

L = Longueur en dm du tube du polarimètre

Q = Facteur d'inversion dont les valeurs sont indiquées sous 7.2.14.

#### Remarques

- a. En pesant exactement 40,00 g de lait concentré sucré et en utilisant un polarimètre à lumière du sodium, à échelle en degrés d'angle et un tube de polarimètre de 2 dm de longueur à 20,0° C  $\pm$  0,1° C, la teneur en saccharose des laits concentrés sucrés normaux (C = 9, voir 7.2.14) peut être calculée à l'aide de la formule suivante :

$$S = (D - 5/4 I) (2,833 - 0,00612 F - 0,00878 P)$$

Si la mesure de la polarisation après inversion est effectuée à une température autre que 20° C, les chiffres obtenus devront être multipliés par :

$$1 + 0,0037 (T - 20)$$

- b. Si le pourcentage en matière grasse (F) et le pourcentage en matière sèche (G) de l'échantillon sont connus, la teneur en saccharose peut être calculée sans le pourcentage en protéines. Si la prise d'essai est 40,00 g et si le tube de polarimètre est d'une longueur de 2 dm la formule est :

$$S = \frac{D - 5/4 I}{Q} (2,776 - 0,0025 F - 0,003 G) - 2,60$$

#### 7.2.14. — Valeur du facteur d'inversion Q

Les formules suivantes donnent les valeurs précises de Q pour diverses sources de lumière avec des corrections, le cas échéant, pour la concentration et la température.

Voor natriumlicht en een polarimeter met aflezing in booggraden :

$$Q = 0,8825 + 0,0006 (C - 9) - 0,0033 (T - 20)$$

Voor groen kwiklicht en een polarimeter met aflezing in booggraden :

$$Q = 1,0392 + 0,0007 (C - 9) - 0,0039 (T - 20)$$

Voor wit licht met bichroomaafilter en een saccharimeter met internationale suikerschaal :

$$Q = 2,549 + 0,0017 (C - 9) - 0,0095 (T - 20)$$

In de voorgaande formules :

C = Totale gehalte aan suikers in de geïnverteerde oplossing na de polarimeteraflezingen

T = Temperatuur van de geïnverteerde oplossing tijdens de polarimeteraflezing.

### Opmerking 1

Het totale gehalte aan suikers (C) van de geïnverteerde oplossing kan worden berekend uit de draaiingen van het polarisatievlak vóór en na inversie, waarbij de gebruikelijke waarden voor de specifieke draaiingen voor saccharose, lactose en invertsuiker worden aangenomen.

De correctie 0,0006 (C - 9) enz. is alleen nauwkeurig als C ongeveer 9 is ; voor normale gecondenseerde melk kan deze correctie worden verwaarloosd daar C dan vrijwel 9 is.

### Opmerking 2

Temperatuursafwijkingen van 20° C hebben bij de polarimeteraflezingen vóór inversie slechts weinig invloed. Daarentegen zijn bij polarimeteraflezingen na inversie bij afwijkingen van meer dan 0,2° C correcties noodzakelijk.

De correctie — 0,0033 (T - 20) is alleen nauwkeurig voor temperaturen gelegen tussen 18 en 22° C.

8. — Microbiologisch onderzoek (\*)

9. — Eiwitgehalte

Reagentia

Alle reagentia dienen « pro analyse » kwaliteit te zijn.

Het benodigde water moet gedestilleerd zijn of van een zuiverheid die tenminste gelijk is aan die van gedestilleerd water.

Kaliumsulfaat ( $K_2SO_4$ )

Kopersulfaat ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )

Sterk zwavelzuur : ca. 96 % (m/m)  $H_2SO_4$

Natriumhydroxide oplossing : los 500 g natriumhydroxide (NaOH) op in 1.000 ml water.

---

(\*) Deze methode zal worden beschreven in een aanvulling bij deze analysemethoden van onderzoek.

Lumière du sodium et polarimètre à échelle en degrés d'angle :

$$Q = 0,8825 + 0,0006 (C - 9) - 0,0033 (T - 20)$$

Lumière verte du mercure et polarimètre à échelle en degrés d'angle :

$$Q = 1,0392 + 0,0007 (C - 9) - 0,0039 (T - 20)$$

Lumière blanche avec écran au bichromate et saccharimètre avec échelle saccharimétrique internationale :

$$Q = 2,549 + 0,0017 (C - 9) - 0,0095 (T - 20)$$

Dans les formules précédentes :

C = Pourcentage des sucres totaux dans la solution intervertie, d'après la lecture polarimétrique

T = Température de la solution intervertie lors de la lecture au polarimètre.

#### Remarque 1

Le pourcentage des sucres totaux C dans la solution intervertie peut être calculé à partir de la lecture directe et de la variation après inversion selon la méthode habituelle, en utilisant les valeurs usuelles de rotation spécifique du saccharose, du lactose et du saccharose interverti.

La correction 0,0006 (C - 9) etc. n'est exacte que lorsque C est environ 9 ; pour du lait concentré normal cette correction peut être négligée, C étant alors voisin de 9.

#### Remarque 2

Les écarts par rapport à 20° C de la température n'influencent que faiblement la lecture de la polarisation directe. Par contre des écarts de plus de 0,2° C lors de la lecture de polarisation après inversion nécessitent une correction. La correction — 0,0033 (T - 20), etc. n'est exacte que pour des températures comprises entre 18° C et 22° C.

#### 8. — Examen microbiologique (\*)

#### 9. — Teneur en protéines

##### Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique.

L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins égale à celle de l'eau distillée.

Sulfate de potassium ( $K_2SO_4$ )

Sulfate de cuivre ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )

Acide sulfurique concentré : 96 % (m/m)  $H_2SO_4$

Solution d'hydroxyde de sodium : dissoudre 500 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans 1.000 ml d'eau.

(\*) Cette méthode fera l'objet d'un complément aux présentes méthodes d'analyse.



Boorzuoroplossing : los 40 g boorzuur ( $H_3BO_3$ ) op in 1.000 ml water.

Indicator : los 2 g methylrood en 1 g methyleenblauw op in 1.000 ml ethanol 96 % (v/v).

Zoutzuuroplossing (HCl) 0,1 n.

Apparatuur en hulpstoffen

Analytische balans.

Kjeldahlkolf van 500 ml inhoud.

Apparatuur voor Kjeldahldestructie en voor distillatie.

Glasparels.

9.1. — Blancobepaling : Verricht een blancoproef volgens de werkwijze onder 9.2. aangegeven met uitsluiting van de alinea 9.2.2.

9.2. — Werkwijze

9.2.1. — Breng achtereenvolgens in de Kjeldahlkolf enkele glasparels, 5 g kaliumsulfaat en 1 g kopersulfaat.

9.2.2. — Weeg, hetzij rechtstreeks in de Kjeldahlkolf hetzij bij verschilweging, ca. 2 g van het monster tot op 1 mg.

9.2.3. — Voeg 20 ml zwavelzuur 98,3 % toe en meng.

9.2.4. — Verwarm voorzichtig tot het schuimen ophoudt.

9.2.5. — Verwarm krachtiger tot de vloeistof volkomen helder geworden is.

9.2.6. — Verwarm dan nog gedurende 90 min.

9.2.7. — Laat afkoelen tot kamertemperatuur en voeg 150 ml water toe. Koel opnieuw tot kamertemperatuur.

9.2.8. — Voer de distillatie uit met het gebruikelijke apparaat. Gebruik daarbij 80 ml van de natriumhydroxide-oplossing en vang het distillaat op in 50 ml boorzuoroplossing waaraan 4 druppels van de indicator toegevoegd werden.

9.2.9. — Titreer het distillaat met zoutzuur 0,1 n.

9.2.10. — Bereken het eiwitgehalte van het monster met de formule :

$$\frac{1,40 \times 6,38 \times (V_1 - V_0) t}{S}$$

Solution d'acide borique : dissoudre 40 g d'acide borique ( $H_3BO_3$ ) dans 1.000 ml d'eau.

Indicateur : dissoudre 2 g de rouge de méthyle et 1 g de bleu de méthylène dans 1.000 ml d'éthanol 96 % (v/v).

Acide chlorhydrique (HCl) 0,1 n.

Appareils et matières auxiliaires

Balance analytique.

Ballon Kjeldahl de 500 ml de capacité.

Appareil pour la minéralisation Kjeldahl et pour la distillation.

Perles de verre.

9.1. — Essai à blanc : Effectuer un essai à blanc en appliquant le mode opératoire d'après 9.2. à l'exclusion de l'alinéa 9.2.2.

9.2. — Mode opératoire

9.2.1. — Introduire successivement dans le ballon Kjeldahl quelques perles de verre, 5 g de sulfate de potassium et 1 g de sulfate de cuivre.

9.2.2. — Peser dans le ballon Kjeldahl à 1 mg près, soit directement soit par différence, ca. 2 g de l'échantillon.

9.2.3. — Ajouter 20 ml d'acide sulfurique 98,3 % et mélanger.

9.2.4. — Chauffer soigneusement jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de mousse.

9.2.5. — Chauffer plus énergiquement jusqu'à ce que le liquide devienne limpide.

9.2.6. — Poursuivre le chauffage pendant 90 min.

9.2.7. — Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et ajouter 150 ml d'eau. Refroidir à nouveau jusqu'à la température ambiante.

9.2.8. — Procéder à la distillation avec l'appareil usuel. Employer 80 ml de la solution d'hydroxyde de sodium. Recueillir le distillat dans 50 ml de la solution d'acide borique additionné de 4 gouttes de l'indicateur.

9.2.9. — Titrer le distillat avec l'acide chlorhydrique 0,1 n.

9.2.10. — Calculer la teneur en protéines par la formule :

$$\frac{1,40 \times 6,38 \times (V_1 - V_0) t}{S}$$

waarbij :

t = normaliteit van de zoutzuuroplossing

$V_1$  = volume, in ml, van de zoutzuuroplossing gebruikt bij de bepaling (9.2.9)

$V_0$  = volume, in ml, van de zoutzuuroplossing gebruikt bij de blancoproef (9.1)

S = massa, in grammen, van de ingewogen hoeveelheid.

où :

t = normalité de l'acide chlorhydrique

V<sub>1</sub> = volume d'acide chlorhydrique en ml utilisé au cours du dosage (9.2.9.)

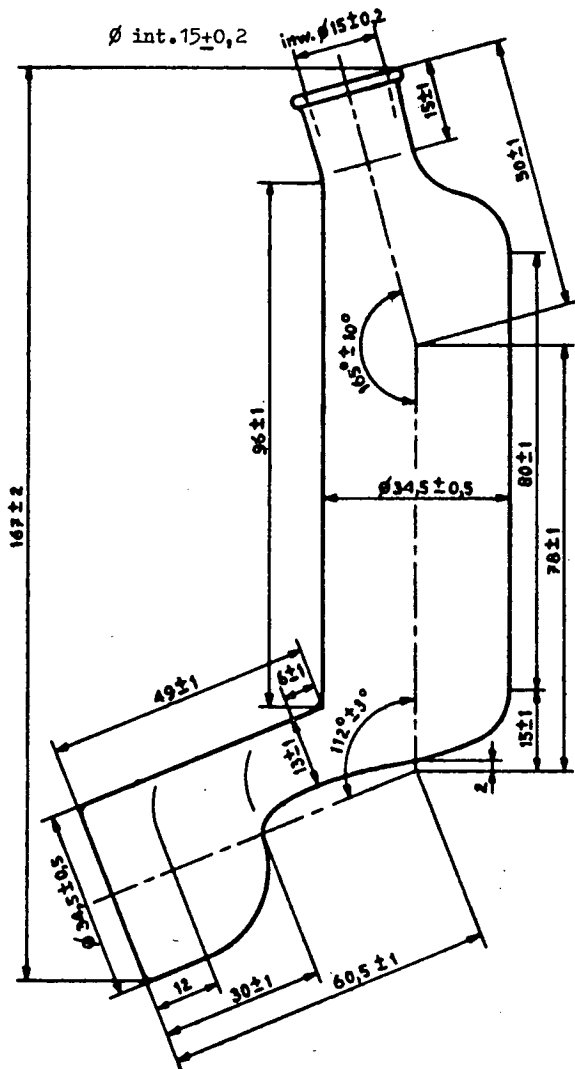
V<sub>0</sub> = volume d'acide chlorhydrique en ml utilisé pour l'essai à blanc (9.1.)

S = masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée.

Mesures en mm  
 Maten in mm

1650

Tube à extraction suivant Mojonnier  
 conicité intérieure du col 1:10  
 Extractiebuis volgens Mojonnier  
 hals inw. conisch 1:10



inhoud van het voetje  $21,5 \pm 0,5$  ml  
 glasdikte  $1,25 \pm 0,25$  mm  
 contenu du pied  $21,5 \pm 0,5$  ml  
 épaisseur du verre  $1,25 \pm 0,25$  mm

BESCHIKKING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 17 JULI 1973  
INZAKE DE MATERIELE EN HYGIENISCHE  
EISEN TE STELLEN AAN SLACHTINRICHTINGEN  
EN UITSNIJDERIJEN

M (73) 13

*(in werking getreden op de datum van ondertekening)*

---

DECISION  
DU COMITE DE MINISTRES  
DU 17 JUILLET 1973  
CONCERNANT LES EXIGENCES MATERIELLES  
ET HYGIENIQUES A IMPOSER AUX  
ETABLISSEMENTS D'ABATTAGE ET AUX  
ATELIERS DE DECOUPE

M (73) 13

*(entrée en vigueur le jour de sa signature)*

### BESCHIKKING

van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie  
inzake de materiële en hygiënische eisen te stellen  
aan slachtinrichtingen en uitsnijderijen

M (73) 13

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 de belemmeringen van het vrije verkeer,

Overwegende dat het gewenst is vlees afkomstig van dieren, geslacht in alle slachtinrichtingen en vlees behandeld in alle uitsnijderijen toe te laten tot het vrije verkeer in Benelux,

Overwegende dat daartoe in de drie Beneluxlanden alle slachtinrichtingen en alle uitsnijderijen moeten voldoen aan de eisen vervat in de Richtlijn van de Raad van de E.E.G. inzake gezondheidsvraagstukken op het gebied van het intra-communautaire handelsverkeer in vers vlees nr. 64/433/EEG van 26 juni 1964, alsmede in de Richtlijnen die deze wijzigen,

Heeft het volgende beslist :

#### *Artikel 1*

De Regeringen van de drie Beneluxlanden treffen de nodige maatregelen, opdat binnen twee jaar na inwerkingtreding van de onderhavige Beschikking alle slachtinrichtingen en alle uitsnijderijen voldoen aan de materiële en hygiënische eisen vervat in de bepalingen van de Richtlijn van de Raad van de E.E.G. inzake gezondheidsvraagstukken op het gebied van het intra-communautaire handelsverkeer in vers vlees nr. 64/433/EEG van 26 juni 1964, alsmede in de bepalingen van de Richtlijnen die deze wijzigen.

#### *Artikel 2*

In afwijking van artikel 1 zijn vrijgesteld van de eisen gesteld in deze Beschikking, de slachtinrichtingen, uitsluitend bestemd voor de slacht van zieke en van ziekte verdachte dieren alsook van dieren met afwijkingen, alsmede bij vleeswinkels behorende slachtplaatsen waar uitsluitend wordt geslacht ten behoeve van die vleeswinkels dan wel ten behoeve van vleeswinkels, waarvan de eigenaar of houder per winkel een vergunning van de bevoegde nationale autoriteit heeft om vlees uit deze slachtplaatsen te betrekken.

**DECISION**

**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux  
concernant les exigences matérielles et hygiéniques à imposer  
aux établissements d'abattage et aux ateliers de découpe**

**M (73) 13**

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1<sup>er</sup> 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 qu'il est souhaitable d'admettre dans le libre trafic intra-Benelux la viande provenant d'animaux abattus dans tous les établissements d'abattage de même que la viande traitée dans tous les ateliers de découpe,

Considérant que dans les trois pays du Benelux tous les établissements d'abattage et tous les ateliers de découpe doivent à cette fin satisfaire aux exigences inscrites dans la Directive n° 64/433/CEE du Conseil de la C.E.E. du 26 juin 1964 concernant des questions sanitaires relatives au trafic intracommunautaire des viandes fraîches et dans les Directives qui la modifient,

A pris la décision suivante :

*Article 1<sup>er</sup>*

Les Gouvernements des trois pays du Benelux prendront les mesures nécessaires pour que, dans les deux ans à dater de l'entrée en vigueur de la présente Décision, tous les établissements d'abattage et tous les ateliers de découpe répondent aux exigences matérielles et hygiéniques reprises dans les dispositions de la Directive n° 64/433/CEE du Conseil de la C.E.E. du 26 juin 1964 concernant des questions sanitaires relatives au trafic intracommunautaire des viandes fraîches et dans les dispositions des Directives qui la modifient.

*Article 2*

Par dérogation à l'article 1<sup>er</sup>, ne sont pas visés par la présente Décision, les établissements d'abattage procédant exclusivement à l'abattage d'animaux malades, suspects de maladie ou présentant des anomalies, de même que les tueries procédant exclusivement à l'abattage pour les boucheries dont elles font partie et pour les boucheries dont le propriétaire ou le gérant est autorisé par l'autorité nationale compétente à s'approvisionner en viandes dans ces tueries pour chaque magasin.



*Artikel 3*

De Aanbeveling van het Comité van Ministers van 29 januari 1968 inzake de materiële en hygiënische eisen te stellen aan alle slachthinrichtingen, vleeswarenfabrieken en uitsnijderijen, M (68) 30, vervalt.

*Artikel 4*

Deze Beschikking treedt in werking op de dag van haar ondertekening.

GEDAAN te Brussel, op 17 juli 1973.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

L.J. BRINKHORST

*Article 3*

La Recommandation du Comité de Ministres du 29 janvier 1968 relative aux exigences matérielles et hygiéniques à imposer à tous les établissements d'abattage, aux fabriques de viandes et aux ateliers de découpe, M (68) 30, est abrogée.

*Article 4*

La présente Décision entre en vigueur le jour de la signature.

FAIT à Bruxelles, le 17 juillet 1973.

Le Président du Comité de Ministres,

L.J. BRINKHORST

**WIJZIGINGSBLADEN**

van reeds vroeger verschenen afleveringen  
der Basisteksten

---

**FEUILLETS MODIFIES**

des suppléments aux Textes de base  
parus antérieurement

Les Rf sont des valeurs moyennes obtenues en utilisant le papier S et S 2043 BMg.

Réaction avec le réactif à la p-diméthylaminobenzaldéhyde

Numérotation de la C.E.E.	Nom commercial	Index Colour 2 <sup>e</sup> éd.	Acide naphthionique	Acide sulfanillique	Acide 2,4-diméthyl-5-aminobenzène sulfonique	Acide métanillique	Acide 2,5-diaminobenzènesulfonique
			Tache jaune	Tache jaune	Tache jaune	Tache jaune	Tache rouge
			Rf 0,65	Rf 0,55	Rf 0,70	Rf 0,60	Rf 0,43
—	Rouge solide E	16.045	+	—	—	—	—
E 122	Azorubine	14.720	+	—	—	—	—
E 123	Amarante	16.185	+	—	—	—	—
E 124	Rouge Cochenille A	16.255	+	—	—	—	—
E 126	Ponceau 6 R	16.290	+	—	—	—	—
E 105	Jaune solide	13.015	—	+	—	—	+
E 103	Chrysoïne S	14.270	—	+	—	—	—
E 110	Jaune orangé S	15.985	—	+	—	—	—
E 102	Tartrazine	19.140	—	+	—	—	—
E 151	Noir Brillant BN	28.440	—	+	—	—	—
—	Ponceau SX	14.700	—	—	+	—	—
E 111	Orange GGN	15.980	—	—	—	+	—

426 a)

AANBEVELING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 31 MAART 1965  
INZAKE DE HARMONISATIE DER WETGEVINGEN  
BETREFFENDE MELKPOEDER

M (65) 7

*(zie ook Beschikking M (73) 11 (analysemethoden) ; blz. 1609*

---

RECOMMANDATION  
DU COMITE DE MINISTRES  
DU 31 MARS 1965 RELATIVE A  
L'HARMONISATION DES LEGISLATIONS  
EN MATIERE DE POUDRE DE LAIT

M (65) 7

*(voir aussi la Décision M (73) 11 (méthodes d'analyse) ; p. 1609*

AANBEVELING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN DE BENELUX ECONOMISCHE UNIE  
INZAKE DE HARMONISATIE  
DER WETGEVINGEN BETREFFENDE  
MELKPOEDER

(M (65) 7)

---

Het Comité van Ministers van de Benelux Econo-  
mische Unie,

Gelet op de artikelen 3 en 6 van het Unieverdrag,

Gelet op artikel 9 van de Overgangsovereen-  
komst,

Overwegende, dat de wetgevingen inzake melk-  
poeder dienen te worden geharmoniseerd,

Beveelt aan :

*Enig artikel*

De Regeringen der drie Beneluxlanden worden  
uitgenodigd, hun wetgevingen inzake melkpoeder  
aan te passen aan bijgaand Reglement, met het  
oog op de inwerkingtreding daarvan uiterlijk op  
1 juli 1966.

Gedaan te Brussel, op 31 maart 1965.

De Voorzitter van het Comité  
van Ministers,

(w.g.) H. FAYAT

500 a)

AANBEVELING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 25 OKTOBER 1965  
INZAKE DE HARMONISATIE  
DER WETGEVINGEN BETREFFENDE  
GEEVAPOREERDE EN GECONDENSEERDE MELK

M (65) 6

*(zie ook : Beschikking M (73) 12 (analysemethoden); blz. 1625)*

---

RECOMMANDATION  
DU COMITE DE MINISTRES  
DU 25 OCTOBRE 1965 RELATIVE A  
L'HARMONISATION DES LEGISLATIONS  
EN MATIERE DE LAITS CONCENTRES  
SUCRES OU NON

M (65) 6

*(voir aussi: la Décision M (73) 12 (méthodes d'analyse); p. 1625)*

501

AANBEVELING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN DE BENELUX ECONOMISCHE UNIE  
INZAKE DE HARMONISATIE  
DER WETGEVINGEN BETREFFENDE  
GEEVAPOREERDE EN GECONDENSEERDE  
MELK

(M (65) 6)

Het Comité van Ministers van de Benelux Econo-  
mische Unie,

Gelet op de artikelen 3 en 6 van het Unieverdrag,

Gelet op artikel 9 van de Overgangsovereen-  
komst,

Overwegende, dat de wetgevingen inzake geëva-  
poreerde en gecondenseerde melk dienen te wor-  
den geharmoniseerd,

Beveelt aan :

*Enig artikel*

De Regeringen der drie Beneluxlanden worden  
uitgenodigd hun wetgevingen inzake geëvapo-  
reerde en gecondenseerde melk aan te passen  
aan bijgaand Reglement, met het oog op de in-  
werkingtreding daarvan, uiterlijk op 1 juli 1966,  
behalve voor de inhoudsmaten van flessen als  
bedoeld onder punt IV, 1 a) en 2 a), van het  
Reglement, waarvoor de bepalingen uiterlijk op  
1 juli 1968 van kracht zullen worden.

Gedaan te Brussel, op 25 oktober 1965.

De Voorzitter van het Comité  
van Ministers,

(w.g.) E. COLLING



REGLEMENTATION  
RELATIVE AUX ECHANGES INTRA-BENELUX  
D'ENGRAIS, D'ENGRAIS CALCAIRES, D'AMENDEMENTS  
ORGANIQUES DU SOL ET DE MARCHANDISES CONNEXES

M (68) 12, Annexe

1. DISPOSITIONS GENERALES

1.1. Champs d'application

1.1.1. *Marchandises tombant sous l'application de la Réglementation*

Cette réglementation est applicable aux marchandises figurant à l'annexe de la présente Réglementation.

1.1.2. *Exceptions à l'application de la Réglementation*

La présente Réglementation n'est pas applicable :

- a. aux marchandises destinées à l'exportation vers des pays tiers, à condition que cette destination puisse être dûment prouvée par la personne intéressée ;
- b. aux marchandises en transit à condition qu'elles soient accompagnées de documents justificatifs prouvant leur destination ;
- c. aux marchandises en voie de préparation ;
- d. aux marchandises dont il peut être dûment prouvé qu'elles sont destinées à servir de matière première pour la préparation d'une autre marchandise ;
- e. aux produits phytopharmaceutiques.

1.2. Définitions

Pour l'application de la présente Réglementation il faut entendre par :

- a. « finesse au tamis de x millimètres » : le pourcentage exprimé en poids de la marchandise, telle quelle, passant à travers un tamis à mailles carrées de x millimètres de côté entre les fils lorsque x est inférieur à 1 millimètre, ou à travers une tôle perforée de trous de x millimètres de diamètre lorsque x est égal ou supérieur à 1 millimètre ;

- b. « zuurbindende waarde » : het getal dat aangeeft het aantal milliliters zoutzuur 0,357 N, dat geneutraliseerd wordt door 1 gram van de stof ;
- c. « chloor » : chloor gebonden in de vorm van in water oplosbare chloriden ;
- d. « organische stof » : *(tekst vervangen krachtens Aanbeveling M (69) 17, zie blz. 1132)*
- e. « basenequivalent » : het getal, verkregen bij toepassing van de officiële conventionele methode, dat de waarde van de uiteindelijke reactie van de meststof na toevoeging aan de bodem aangeeft, uitgedrukt in kilogram calciumoxide per 100 kg meststof, rekening houdende met al de bestanddelen van die meststof. Is dit geval negatief, dan is de meststof « zuurwerkend », is het positief, dan is zij « basischwerkend ».

## 2. VERHANDELBAARHEID VAN DE WAREN

### Algemene beginselen

De waren, bedoeld onder 1.1.1., mogen in het gehele Benelux-gebied vrij verhandeld worden, indien ten aanzien van die waren is voldaan aan hetgeen in deze reglementering is voorgeschreven.

## 3. VOORWAARDEN VOOR HET IN DE HANDEL BRENGEN

### 3.1. Gehalte-eisen

De waren moeten een gehalte aan waardebepalende bestanddelen of hoofdzakelijke hoedanigheden bezitten dat voldoet aan het gesteld in kolom c van de bijlage. Zij moeten bovendien voldoen aan de gegeven garanties, behoudens de toegelaten speelruimte.

### 3.2. Kwaliteitseisen

De waren :

- a. moeten bij aflevering in een voor de praktijk bruikbare toestand verkeren ;

- b. « valeur neutralisante » : le nombre indiquant la quantité de millilitres d'acide chlorhydrique 0,357 N qui est neutralisée par un gramme de marchandise ;
- c. « chlore » : le chlore combiné sous forme de chlorures solubles dans l'eau ;
- d. « matières organiques » : *(texte remplacé en vertu de la Recommandation M (69) 17 ; voir page 1132)*
- e. « équivalent base » : le nombre, obtenu par application de la méthode officielle conventionnelle, exprimant la valeur de la réaction finale de l'engrais après incorporation au sol calculé en kilogrammes d'oxyde de calcium par 100 kg d'engrais et en tenant compte de tous les constituants de l'engrais. Si ce nombre est négatif, l'engrais a une « réaction acide », s'il est positif l'engrais a une « réaction basique ».

## 2. NEGOCIABILITE DES MARCHANDISES

### Principes généraux

Les marchandises, visées sous 1.1.1., peuvent être librement commercialisées sur l'ensemble du territoire du Benelux, si elles satisfont aux dispositions prescrites par la présente réglementation.

## 3. CONDITIONS POUR LA COMMERCIALISATION DES MARCHANDISES

### 3.1. Critères concernant la teneur

Les marchandises doivent posséder une teneur conforme aux critères fixés à la colonne c de l'annexe pour les « constituants déterminant la valeur » ou les « quantités substantielles ». Elles doivent, en outre, satisfaire aux garanties données, compte tenu des latitudes admises.

### 3.2. Critères concernant la qualité

Les marchandises :

- a. doivent se trouver, lors de la livraison, dans un état utilisable pour l'acquéreur ;

- b. moeten gelijkmatig van samenstelling zijn ;
- c. moeten dermate vrij zijn van giftige en andere schadelijke bestanddelen dat zij geen nadelige invloed uitoefenen op de teelten noch op de gezondheid van mensen of dieren wanneer die waren in normale doses en oordeelkundig gebruikt worden ;
- d. moeten vrij zijn van kiemkrachtige zaden, behalve voor wat de organische bodemverbeterende middelen betreft, die niet meer kiemkrachtige zaden mogen bevatten dan normaal verwacht kan worden ;
- e. mogen geen zand en/of aarde bevatten in een hoeveelheid die hoger is dan normaal in de gebruikte grondstoffen voorkomt.

### 3.3. Aanduiding en andere vermeldingen

#### *Bij vervoer en aflevering van verpakte waren*

- 3.3.1. Indien de waren verpakt zijn moeten gedurende het vervoer ten verkoop, en bij aflevering, op de verpakking of op een daarop of daaraan bevestigd etiket of label de volgende aanduidingen voorkomen :
  - a. al naargelang het hoofdstuk waartoe de waren behoren : de aanduiding « meststof », « kalkmeststof », « organisch bodemverbeterend middel ». Voor waren vallende onder hoofdstuk IV van de bijlage dient geen groepsnaam aangegeven te worden ;
  - b. één of meer benamingen, zoals zij in kolom a van de bijlage voorkomen, met de voorgeschreven of toegelaten kwalificaties ;
  - c. de gewaarborgde gehalten aan « waardebepalende bestanddelen » of « hoofdzakelijke hoedanigheden » vermeld in kolom d van de bijlage ;
  - d. de naam en het adres van de fabrikant of de bereider en/of de importeur of de handelaar.

Dit geldt eveneens voor vervoer en aflevering in bulkwagens of tankwagens die verzegeld zijn overeenkomstig 3.4.1.

#### *Bij vervoer en aflevering van onverpakte waren*

- 3.3.2. Indien de waren onverpakt worden vervoerd ten verkoop en wanneer zij onverpakt worden afgeleverd, moeten zij

3.4.2. *Exemption du scellé*

Le scellé n'est pas requis :

- a. lorsque l'emballage est fermé de telle façon que le fait de l'ouvrir le détériore irrémédiablement ;
- b. pour les sacs à valve et les sacs fermés à la machine ;
- c. pour les sacs en papier, les boîtes et autres petits emballages lorsque l'étiquette ou un système de sûreté portant le nom ou la marque de celui dont le nom figure sur l'étiquette est placé sur l'emballage de telle manière que la fermeture en soit assurée.

4. DISPOSITIONS RELATIVES AUX GARANTIES

4.1. **Garanties complémentaires facultatives**

En dehors des garanties prévues à la colonne d de l'annexe, les garanties suivantes peuvent être données :

- a. pour les marchandises reprises à l'annexe :
  - la teneur maximum en humidité ;
  - la teneur maximum en chlore.
- b. pour les marchandises figurant au chapitre I de l'annexe :
  1. la teneur minimum en calcium soluble dans un acide minéral et exprimée en calcium, à condition que cette teneur atteigne au moins 4 % ;
  2. la teneur minimum en oxyde de calcium et/ou hydroxyde de calcium et/ou carbonate de calcium et/ou en composés magnésiens analogues, à condition que ces formes soient réellement présentes, exprimée en un seul nombre entier comme : « calcium et/ou magnésium sous forme neutralisante, exprimé en carbonate de calcium », à condition que cette teneur atteigne au moins 10 %.

Si les garanties visées au 1 et/ou 2 sont données, il y a obligation de renseigner le nombre garanti de l'équivalent base, précédé de l'indication « réaction acide » ou « réaction basique » selon que ce nombre est négatif ou positif.

3. la teneur minimum en magnésium avec indication du dissolvant, soit soluble dans un acide minéral, soit soluble dans l'eau, exprimée en oxyde de magnésium, à condition que cette teneur atteigne au moins 3 % ;

Indien het magnesium wordt gegarandeerd oplosbaar in mineraal zuur mag met een gewone breuk worden aangegeven het gedeelte dat oplosbaar is in water, mits dit gedeelte tenminste 3 % absoluut bedraagt.

4. *(tekst vervallen — en vervangen door de punten 4, 5 en 6 — krachtens Aanbeveling M (69) 17 ; zie blz. 1132)*
- c. Voor de waren opgenomen in hoofdstuk III van de bijlage :
- het minimumgehalte aan stikstof met aanduiding van de vorm waaronder deze aanwezig is, voor zover het gehalte van de gewaarborgde stikstofvorm tenminste 0,5 % bedraagt ;
  - het minimumgehalte aan fosforzuuranhydride, met aanduiding van het oplosmiddel : oplosbaar in water en/of alcalisch amoniumcitraat of oplosbaar in mineraal zuur voor zover dit gehalte tenminste 0,5 % bedraagt ;
  - het minimumgehalte aan kaliumoxide oplosbaar in water voor zover dit gehalte tenminste 0,5 % bedraagt.

#### 4.2. Manier van uitdrukken van de garanties

De garanties moeten uitgedrukt worden op de manier voorzien in kolom d van de bijlage of in deze reglementering. Zij moeten worden aangegeven naar de toestand waarin de waar in de handel wordt gebracht behalve wanneer in kolom d van de bijlage een andere regeling is voorzien.

- De verplichte, facultatieve of (4.1.) bedoelde bijkomende facultatieve gewaarborgde gehalten van elk « waardebepalend bestanddeel » of « hoofdzakelijke hoedanigheid » moeten afzonderlijk worden aangegeven in één enkel getal.
- De zuurbindende waarde moet aangegeven worden in één enkel getal.
- Het « basen equivalent » moet aangegeven worden in een enkel geheel getal, gevolgd door de aanduiding « zuur werkend » of « basisch werkend » al naargelang dit getal negatief of positief is.

Toevoegingen als « circa » en « ± » zijn niet toegelaten. De gewaarborgde gehalten moeten in ieder geval afgerond worden tot vijf honderdste.

Lorsque le magnésium, soluble dans un acide minéral, est garanti, la partie soluble dans l'eau peut être renseignée sous forme de fraction ordinaire, à condition que cette partie atteigne au moins 3 % absolu ;

4. *(texte abrogé et remplacé par les points 4, 5 et 6, en vertu de la Recommandation M (69) 17; voir page 1132)*
- c. Pour les marchandises figurant au chapitre III de l'annexe :
- la teneur minimum en azote avec indication de la forme sous laquelle il est présent, pour autant que la teneur de la forme d'azote garantie atteigne au moins 0,5 % ;
  - la teneur minimum en anhydride phosphorique, avec indication du dissolvant : soluble dans l'eau et/ou le citrate d'ammonium alcalin, soluble dans un acide minéral pour autant qu'elle atteigne au moins 0,5 % ;
  - la teneur minimum en oxyde de potassium soluble dans l'eau, pour autant que cette teneur atteigne au moins 0,5 %.

#### 4.2. Façon d'exprimer les garanties

Les garanties doivent être libellées dans les termes où elles figurent à la colonne d de l'annexe ou dans le présent règlement. Elles doivent être exprimées pour l'état dans lequel la marchandise est mise dans le commerce, sauf lorsqu'une autre disposition est prévue à la colonne d.

- Les teneurs garanties — obligatoires, facultatives ou complémentaires facultatives (4.1.) — en chaque « constituant déterminant la valeur » ou « qualité substantielle » doivent être renseignées séparément et par un seul nombre.
- La « valeur neutralisante » doit être renseignée par un seul nombre.
- L'« équivalent base » doit être renseigné par un seul nombre entier, précédé de l'indication « réaction acide » ou « réaction basique », selon que ce nombre est négatif ou positif.

Des adjonctions telles que « environ » ou « ± » ne sont pas admises. Les teneurs garanties doivent être arrondies en tout cas à cinq centièmes,

#### 4.3. Betekenis van de gehalte-vermelding

De al dan niet verplichte vermelding van een minimum- of maximumgehalte of -getal geldt als garantie dat het gehalte of getal van de waren met de vermelding overeenstemt.

Het tekort op een vermeld minimumgehalte kan niet worden goedge maakt door een teveel op een ander minimumgehalte, noch door een tekort op een maximumgehalte. Het teveel op een vermeld maximumgehalte, kan niet worden goedge maakt door een tekort op een ander maximumgehalte, noch door een teveel op een minimumgehalte.

#### 4.4. Kwalificatie van de waren

a. De kwalificatie « chloorarm » mag aan de waren, vermeld in hoofdstuk I van de bijlage, gegeven worden voor zover het chloorgehalte niet meer dan 2 % bedraagt; nochtans mag voor kaliummagnesiumsulfaat en kaliumsulfaat deze kwalificatie gegeven worden voor zover het chloorgehalte niet meer dan 3 % bedraagt.

b. Voor de waren, vermeld in hoofdstuk I van de bijlage die gekorrelt werden mag de kwalificatie « gekorrelt » gegeven worden voor zover het procentueel gehalte in gewicht van de korrels met een maat groter dan 1 mm en kleiner dan 5 mm tenminste 80 % bedraagt.

c. Voor de waren vermeld in hoofdstuk III van de bijlage dient het woord « verrijkt » bij de benaming gevoegd te worden indien een stikstof- en/of fosfor (uitgezonderd natuurfosfaat) en/of een kaliummeststof werd toegevoegd. In dit geval moeten de desbetreffende waarborgen, vermeld onder 4.1.c. aangegeven worden en bovendien het gehalte aan gloeirest van het waterextract.

#### 5. VERBODSBEPALINGEN

Het is verboden, op de verpakking, de labels of de etiketten, in vervoers- en handelsdocumenten en handelspublicaties :

a. garanties te geven, kwalificaties te gebruiken of gewag te maken van hoedanigheden die niet bij deze reglementering zijn voorgeschreven of toegelaten.



- b. d'utiliser une indication ou un signe quelconque pouvant induire l'acheteur en erreur sur la nature, la provenance, la pureté ou l'utilisation des marchandises visées par la présente réglementation.

6. RESPONSABILITE POUR LES MARCHANDISES MISES DANS LE COMMERCE

Sont réputés responsables pour la conformité de la marchandise aux garanties données et pour l'observation des autres prescriptions de cette réglementation, sauf lorsqu'il y a possibilité de dispulcation :

- a. pour les marchandises non emballées, lors du transport par une autre personne que l'utilisateur et lors de la livraison : celui dont le nom figure sur le document visé sous d. du point 3.3.2 ; si le nom d'un fabricant ou vendeur étranger figure sur ce document : l'importateur ;
- b. pour les marchandises emballées conformément aux prescriptions : celui dont le nom figure sur l'emballage ou sur l'étiquette qui y est apposée ; si le nom d'un fabricant ou vendeur étranger y figure : l'importateur.

7. DISPOSITIONS SPECIALES POUR LES ENGRAIS COMPOSES

a. Qualification

La dénomination « Engrais composé organique » peut être utilisée lorsque la teneur totale en matières organiques atteint au moins 25 %.

b. Désignation et mention de la garantie

- la dénomination spécifique « engrais composé » doit être suivie de l'indication X + Y + Z exprimée en nombres entiers représentant respectivement et dans l'ordre suivant les teneurs en : azote, anhydride phosphorique, oxyde de potassium ; en cas d'absence d'un des constituants déterminant la valeur ou qualité substantielles précités ou en cas de teneur inférieure au minimum prescrit, le chiffre 0 doit figurer à la place prévue pour cette substance ;
- si la dénomination spécifique « engrais composé organique » est utilisée il y a de donner une garantie pour le teneur en matières organiques. En outre, la

de aard van de waren, die in hoofdzaak de organische stof aanbrengen in dalende volgorde van hoeveelheid aangegeven worden.

c. Verbodsbepalingen

*(tekst vervallen krachtens Aanbeveling M (69) 17, zie blz. 1132)*

8. STRAFBEPALINGEN EN CONTROLES

8.1. Monsterneming en analyse

De monsterneming en de analyse der waren, die onder de toepassing van deze reglementing vallen, worden uitgevoerd volgens de methoden die worden vastgesteld door het Comité van Ministers.

8.2. Speelruimten

- a. Geen enkele speelruimte is toegestaan op de minimum- of maximumgehalten bepaald in kolom c van de bij deze reglementering gevoegde bijlage.
- b. Onverminderd de burgerlijke aansprakelijkheid tussen contractanten zijn de volgende afwijkingen, op strafrechtelijk gebied, toegestaan tussen het gegarandeerd gehalte aan waardebepalende bestanddelen of hoofdzakelijke hoedanigheden en het bij de analyse vastgestelde gehalte :
  - 1° voor al de waren, behalve samengestelde meststoffen :

- garantie tot 2 % : 25 % van de garantie ;
- garantie boven 2 en tot 17 % : 0,5 % absoluut ;
- garantie van meer dan 17 % : 3 % van de garantie.

Wanneer voor een meststof garanties voor één bestanddeel of hoedanigheid onder verschillende vormen of verschillende oplosbaarheden gegeven worden, mag de speelruimte op het totaal van deze vormen of oplosbaarheden niet hoger zijn dan 5 % relatief ; indien het totaal der vormen of oplosbaarheden lager is dan 10 % mag de totale speling 0,5 % absoluut niet overschrijden.

nature des marchandises, qui apportent principalement les matières organiques, doit être indiquée dans l'ordre décroissant des quantités.

c. Interdictions

*(texte abrogé en vertu de la Recommandation M (69) 17, voir page 1132)*

8. DISPOSITIONS PENALES ET CONTROLES

8.1. Echantillonnage et analyse

L'échantillonnage et l'analyse des marchandises, tombant sous l'application de cette réglementation, sont effectués selon les méthodes fixées par le Comité de Ministres:

8.2. Latitudes

a. Aucune latitude n'est tolérée sur les teneurs minima ou maxima déterminées dans la colonne c de l'annexe jointe à la présente réglementation.

b. Sans préjudice de la responsabilité civile entre contractants, les écarts suivants sont tolérés, au point de vue pénal, entre la teneur garantie en substances déterminantes pour la valeur ou qualités substantielles et la teneur constatée à l'analyse :

1° pour toutes les marchandises, sauf pour les engrais composés :

- garanties jusqu'à 2 % : 25 % de la garantie ;
- garanties de plus de 2 à 17 % : 0,5% absolu ;
- garanties de plus de 17 % : 3 % de la garantie.

Lorsque pour un engrais, des garanties séparées sont données pour les diverses formes ou diverses solubilités, d'un constituant ou qualité, la latitude par rapport à la somme de ces formes ou de ces solubilités ne peut pas être supérieure à 5 % relatif ; lorsque le total des formes ou des solubilités est inférieur à 10 %, la latitude globale ne peut pas dépasser 0,5 % absolu.

2° voor samengestelde meststoffen :

- garantie tot 2 % : 25 % van de garantie ;
- garantie boven 2 en tot 10 % : 0,5 % absoluut ;
- garantie van meer dan 10 % : 5 % van de garantie.

De speling op de som van al de gewaarborgde gehalten aan stikstof, fosforzuuranhydride en kaliumoxide mag niet hoger zijn dan 1,5 % absoluut.

Wanneer voor stikstof verschillende bindingsvormen gewaarborgd worden mag de speling op het totaal van die vormen niet hoger zijn dan de speling die zou toegelaten zijn indien de gehele gegarandeerde stikstof in één bindingsvorm aanwezig was geweest.

3° bovendien voor de waren waarvoor de volgende garanties moeten of mogen aangegeven worden : de zuurbindende waarde, het basen equivalent, het calcium en/of magnesium onder zuurbindende vorm en de organische stof :

10 % van het gegarandeerde getal voor de zuurbindende waarde en het basen equivalent ;

10 % van het gegarandeerde gehalte voor het calcium en/of magnesium onder zuurbindende vorm en voor de organische stof.

## 2° pour les engrais composés :

- garanties jusqu'à 2 % : 25 % de la garantie ;
- garanties de plus de 2 à 10 % : 0,5 % absolu ;
- garanties de plus de 10 % : 5 % de la garantie.

La latitude par rapport à la somme des teneurs garanties en azote, anhydride phosphorique et oxyde de potassium ne peut pas dépasser 1,5 % absolu.

Lorsque des formes chimiques différentes d'azote sont garanties, la latitude par rapport à la somme de ces formes ne peut pas être supérieure à celle qui aurait été tolérée si l'ensemble de l'azote garanti avait été présent sous une seule forme chimique.

## 3° en outre, pour les marchandises pour lesquelles les garanties suivantes doivent ou peuvent être données : la valeur neutralisante, l'équivalent base, le calcium et/ou le magnésium sous forme neutralisante et les matières organiques :

- 10 % du nombre garanti pour la valeur neutralisante et pour l'équivalent base ;
- 10 % de la teneur garantie en calcium et/ou magnésium sous forme neutralisante et en matières organiques.

**TABEL VAN DE MESTSTOFFEN, KALKMESTSTOFFEN, ORGANISCHE BODEMVERBETERENDE  
MIDDELEN EN AANVERWANTE WAREN**

<b>HOOFDSTUK I : MESTSTOFFEN</b>			
a	b	c	d
Benaming	Beschrijving	Eisen (normen)	Te waarborgen gehalten aan hoofdzakelijke hoedanigheden of waardebepalende bestanddelen
<b>a. STIKSTOFMESTSTOFFEN</b>			
<i>(lijst in fine aangevuld krachtens Aanbeveling M (69) 17 ; zie blz. 1133)</i>			
Ammoniaknitraat Kalkammon- salpeter Salpeterzure am- moniak Ammonsalpeter	Produkt verkregen langs che- mische weg en dat als hoofd- zakelijk bestanddeel ammo- niumnitraat bevat waaraan vul- stoffen zoals : calciumcarbo- naat, magnesiumcalciumcarbo- naat, calciumsulfaat (gips), magnesiumcarbonaat, magne- siumsulfaat, kieseriet en/of omhullende stoffen als kiesel- guhr zijn toegevoegd. Bij kalk- ammonsalpeter dient tenminste 20 % vulstof in de vorm van calciumcarbonaat of magne- siumcalciumcarbonaat aanwe- zig te zijn.	tenminste : 20 %, nitraat- en ammoniakale stikstof samen, waarbij elk der stikstofvormen tenminste 45 % der aanwezige stikstof moet vertegenwoordi- gen.	Minimum : Ammoniumstikstof ; Nitraatstikstof

**TABLEAU DES ENGRAIS, DES ENGRAIS CALCAIRES, DES AMENDEMENTS ORGANIQUES DU SOL  
ET DES MARCHANDISES CONNEXES**

**CHAPITRE I : ENGRAIS**

a	b	c	d
Dénomination	Description	Critères (normes)	Qualités substantielles ou constituants déterminant la valeur dont les teneurs sont à garantir
<b>a. ENGRAIS AZOTES</b>			
<i>(liste complétée in fine par la Recommandation M (69) 17, voir p. 1133)</i>			
Nitrate d'ammoniaque Ammonitrate Nitrate d'ammoniaque calcaire	Produit obtenu par voie chimique, et contenant comme composant essentiel du nitrate d'ammonium auquel des matières de charge telles que : carbonate de calcium, carbonate de magnésium et de calcium, sulfate de calcium (gypse), carbonate de magnésium, sulfate de magnésium, kieserite et/ou des matières enrobantes telles que le kieselguhr ont été ajoutées. Pour le nitrate d'ammoniaque calcaire (kalkamonsalpeter) au moins 20 % de la matière de charge doit être présent sous forme de car-	Au moins : 20 % pour l'ensemble de l'azote ammoniacal et nitrique ; chacune des formes d'azote doit représenter au moins 45 % de l'azote présent.	Minimum : Azote ammoniacal ; Azote nitrique.

a	b	c	d
Ammoniaksulfonitraat Ammonsulfaat-salpeter	Produkt verkregen langs chemische weg of door menging en dat als hoofdzakelijke bestanddelen ammoniumnitraat en ammoniumsulfaat bevat.	Tenminste : 25 % nitraat- en ammoniumstikstof samen ; Tenminste : 5 % nitraatstikstof.	Minimum : Ammoniumstikstof ; Nitraatstikstof ;
Natriumnitraat Natronsalpeter Sodanitraat	Produkt verkregen langs chemische weg als hoofd- of als bijproduct en dat als hoofdzakelijk bestanddeel natriumnitraat bevat.	Tenminste : 15 % nitraatstikstof.	Minimum : Nitraatstikstof.
Natriumnitraat van Chili, Chilisalpeter	Produkt bereid uit caliche van Chili en dat als hoofdzakelijk bestanddeel natriumnitraat bevat.	Tenminste : 15 % nitraatstikstof.	Minimum : Nitraatstikstof.
Calciumnitraat, Kalksalpeter	Produkt verkregen langs chemische weg als hoofd- of als bijproduct en dat als hoofdzakelijk bestanddeel calciumnitraat alsmede eventueel ammoniumnitraat bevat.	Tenminste : 15 % nitraatstikstof of nitraat- en ammoniumstikstof samen ; Tenminste : 25 % calcium oplosbaar in water berekend als calciumoxide. Ten hoogste : 1,5 % ammoniumstikstof.	Minimum : Nitraatstikstof. Indien aanwezig : minimum : ammoniumstikstof



a	b	c	d
Ammoniac liquéfié	Produit obtenu par voie chimique ou comme sous-produit industriel, et contenant comme composant essentiel de l'ammoniac liquéfié.	Au moins : 80 % d'azote ammoniacal.	Minimum : Azote ammoniacal.
Crotonylidène diuréée	Produit obtenu par l'interréaction de l'aldéhyde crotonique avec l'urée et auquel de l'azote d'une autre forme non organique peut être ajouté.	Au moins : 25 % d'azote organique.	Minimum : Azote organique. En cas de présence : minimum d'une autre forme azotée admise pour autant que la teneur atteigne au moins 1 %.
Sang desséché pour engrais	Produit obtenu par la réduction en poudre de sang séché et qui satisfait aux critères de stérilisation imposés.	Au moins : 12 % d'azote organique.	Minimum : Azote organique.
Farine de poisson, farine animale, farine de plumes, poudres d'os, déchets de laine, sous-produit du travail des peaux, galalithe en poudre, poudre de cornes, ou autres produits et sous-produits d'origine animale à	Produit ou sous-produit d'origine animale, contenant de l'azote organique et qui est conforme aux critères de stérilisation imposés. Ces produits doivent être commercialisés à l'état pratiquement pur. En cas de mélange des produits repris sous cette rubrique, il y a lieu de spécifier les ingrédients dans la dénomination.	Au moins : 4 % d'azote organique. Finesse : au moins 70 % au tamis de 1 mm et 90 % au tamis de 2 mm (à l'exception des déchets de laine et du sous-produit du travail des peaux).	Minimum : Azote organique ; Facultativement : la teneur minimum en anhydride phosphorique soluble dans un acide minéral et/ou oxyde de potassium soluble dans l'eau pour autant que ces teneurs comportent au moins 1 % pour chacune de ces qualités.

a	b	c	d
<p>aanduiding « voor meststof ». (Naam te gebruiken al naar de aard van de waar).</p> <p>Meel van oliekoeken Cacaodoppen Moutscheuten of andere toe te laten produkten of bijprodukten van plantaardige oorsprong, gevolgd van de aanduiding « voor meststof » (naam te gebruiken al naargelang de aard van de waar)</p>	<p>Plantaardig produkt of bijprodukt bevattende organische stikstof. Deze produkten moeten praktisch zuiver in de handel gebracht worden. In geval van menging van de onder deze rubriek vermelde grondstoffen moeten deze laatste met hun naam in de benaming aangeduid worden.</p>	<p>Tenminste : 2 % organische stikstof.</p>	<p>Minimum : Organische stikstof ; Facultatief : Het minimumgehalte aan fosforzuuranhydride oplosbaar in mineraal zuur en/of kaliumoxide oplosbaar in water zo het gehalte voor elk van die hoedanigheden tenminste 1 % bedraagt.</p>
<p><b>b. FOSFOORZUURMESTSTOFFEN</b></p>			
<p>Superfosfaat</p>	<p>Produkt verkregen door chemische reactie van mineraal fosfaat met zwavelzuur en dat als hoofdzakelijk bestanddeel monocalciumfosfaat bevat naast calciumsulfaat.</p>	<p>Tenminste : 16 % fosforzuuranhydride oplosbaar in water.</p>	<p>Minimum : Forfoszuuranhydride oplosbaar in water.</p>
<p><i>(rubriek ingelast krachtens Aanbeveling M (69)17, zie blz. 1133)</i></p>			

a	b	c	d
<p>admettre, suivi de l'indication « pour engrais ». (Dénomination à utiliser selon la nature de la marchandise).</p> <p>Farine de tourteaux d'oléagineux Coques de cacao Radicelles de malt ou autres produits et sous-produits d'origine végétale à admettre suivi de l'indication « pour engrais ». (Dénomination à utiliser selon la nature de la marchandise)</p>	<p>Produit ou sous-produit d'origine végétale, contenant de l'azote organique.</p> <p>Ces produits doivent être commercialisés à l'état pratiquement pur. En cas de mélange des produits repris sous cette rubrique, il y a lieu de spécifier ceux-ci dans la dénomination.</p>	<p>Au moins : 2 % d'azote organique</p>	<p>Minimum : Azote organique ; Facultativement : la teneur minimum en anhydride phosphorique, soluble dans un acide minéral et/ou oxyde de potassium soluble dans l'eau pour autant que ces teneurs atteignent au moins 1 % pour chacune de ces qualités.</p>
<b>b. ENGRAIS PHOSPHATES</b>			
<p>Superphosphate</p>	<p>Produit obtenu par la réaction chimique de phosphate minéral et d'acide sulfurique et contenant comme composant essentiel du phosphate monocalcique et du sulfate de calcium.</p>	<p>Au moins : 16 % d'anhydride phosphorique soluble dans l'eau.</p>	<p>Minimum : Anhydride phosphorique soluble dans l'eau.</p>
<i>(rubrique insérée en vertu de la Recommandation M (69) 17 ; voir p. 1133)</i>			

a	b	c	d
Geconcentreerd superfosfaat Verdicht superfosfaat Triplesuperfosfaat	Produkt verkregen door chemische reactie van mineraal fosfaat met fosforzuur en dat als hoofdzakelijk bestanddeel monocalciumfosfaat bevat.	Tenminste : 38 % fosforzuuranhydride oplosbaar in water.	Minimum : Fosforzuuranhydride oplosbaar in water.
Neergeslagen dicalciumfosfaat Dubbel kalkfosfaat	Produkt verkregen door het neerslaan door middel van kalkmelk, van opgelost fosforzuur van minerale fosfaten of van beenderen en dat als hoofdzakelijk bestanddeel dicalciumfosfaat met twee moleculen kristalwater bevat.	Tenminste : 37 % fosforzuuranhydride oplosbaar in alkalisch ammoniumcitraat.	Minimum : Fosforzuuranhydride oplosbaar in alkalisch ammoniumcitraat.
Gloefosfaat Vervorm fosfaat	Produkt verkregen door het malen van met ontsluitingsmiddelen verhit natuurfosfaat en dat als hoofdzakelijk bestanddeel fosfaat bevat dat oplosbaar is in alkalisch ammoniumcitraat.	Tenminste : 20 % fosforzuuranhydride oplosbaar in alkalisch ammoniumcitraat ; Fijnheid : tenminste 90 % door de zeef van 0,15 mm.	Minimum : Fosforzuuranhydride oplosbaar in alkalisch ammoniumcitraat.
Zacht natuurfosfaat Zacht mineraal fosfaat (voorafgegaan of gevolgd door de naam van de streek van herkomst)	Produkt verkregen door het malen van zachte natuurlijke fosfaten en dat als hoofdzakelijk bestanddeel tricalciumfosfaat bevat naast calciumcarbonaat.	Tenminste : 25 % fosforzuuranhydride oplosbaar in mineraal zuur ; tenminste 50 % van het aanwezige fosforzuuranhydride moet oplosbaar zijn in mierenzuur 2 % ; Fijnheid : tenminste 90 % door de zeef van 0,15 mm.	Minimum : Fosforzuuranhydride oplosbaar in mineraal zuur.

a	b	c	d
Sulfate de potasse et de magnésium Patentkall Kalimagnesia	Produit obtenu par transformation chimique du chlorure de potasse additionné de sulfate de magnésium et contenant comme composants essentiels du sulfate de potassium et du sulfate de magnésium.	Au moins : 25 % d'oxyde de potassium soluble dans l'eau. 8 % de magnésium calculé comme oxyde de magnésium soluble dans l'eau. Au maximum : 3 % de chlore	Minimum : Oxyde de potassium soluble dans l'eau.
Sulfate de potasse	Produit obtenu par voie chimique et contenant comme composant essentiel du sulfate de potassium.	Au moins : 48 % d'oxyde de potassium soluble dans l'eau. Au maximum : 3 % de chlore.	Minimum : Oxyde de potassium soluble dans l'eau.

**d. ENGRAIS CONTENANT DEUX OU TROIS QUALITÉS SUBSTANTIELLES  
(AZOTE, PHOSPHORE, POTASSE)**

Phosphate mono-ammonique	Produit obtenu par voie chimique et contenant comme composant essentiel du phosphate monoammonique.	Au moins : 10 % d'azote ammoniacal ; 50 % d'anhydride phosphorique soluble dans l'eau.	Minimum : Azote ammoniacal ; Anhydride phosphorique soluble dans l'eau.
Phosphate biammonique	Produit obtenu par voie chimique et contenant comme composant essentiel du phosphate biammonique.	Au moins : 17 % d'azote ammoniacal ; 48 % d'anhydride phosphorique soluble dans l'eau.	Minimum : Azote ammoniacal ; Anhydride phosphorique soluble dans l'eau.
Nitrate de potasse	Produit obtenu par voie chimique et contenant comme composant essentiel du nitrate de potassium.	Au moins : 12 % d'azote nitrique ; 40 % d'oxyde de potassium soluble dans l'eau.	Minimum : Azote nitrique ; Oxyde de potassium soluble dans l'eau.

a	b	c	d
<p>Kaliumnatriumnitraat</p> <p>Guano (voorafgegaan of gevolgd door de naam van de streek van herkomst)</p>	<p>Produkt verkregen langs chemische weg en dat als hoofdzakelijke bestanddelen natrium- en kaliumnitraat bevat. Indien deze meststof bereid is uit caliche van Chili mag de handelsbenaming « Kalichilisalpeter » gebruikt worden.</p> <p>(tekst vervangen krachtens Aanbeveling M (69) 17 ; zie blz. 1134)</p>	<p>Tenminste : 15 % nitraatstikstof ; 10 % kaliumoxide oplosbaar in water.</p>	<p>Minimum: Nitraatstikstof; Kaliumoxide oplosbaar in water.</p>
<p>e. SAMENGESTELDE MESTSTOFFEN</p>			
<p>Samengestelde meststof (De benaming « mengmeststof » mag bovendien gebruikt</p>	<p>Produkt bevattende tenminste twee der volgende hoofdzakelijke hoedanigheden : stikstof, fosforzuuranhydride, kaliumoxide en verkregen :</p>	<p>Tenminste : 12 % voor het geheel der hoofdzakelijke hoedanigheden : stikstof, fosforzuuranhydride, kaliumoxide, waarvan tenminste 3 % voor elk</p>	<p>Tenminste twee der volgende hoofdzakelijke hoedanigheden of waardebepalende bestanddelen. Minimum :</p>

a	b	c	d
Nitrate de soude et de potasse          Guano (suivi ou précédé du nom du pays d'origine)	Produit obtenu par voie chimique et contenant comme composants essentiels du nitrate de sodium et du nitrate de potassium. Si cet engrais est préparé à partir de Caliche du Chili, la dénomination commerciale « Nitrate de soude et de potasse du Chili » peut être utilisée.   <i>(texte remplacé en vertu de la Recommandation M (69) 17 ; voir p. 1134)</i>	Au moins : 15 % d'azote nitrique ; 10 % d'oxyde de potassium soluble dans l'eau.	Minimum : Azote nitrique ; Oxyde de potassium soluble dans l'eau.
<b>e. ENGRAIS COMPOSES</b>			
Engrais composé (La dénomination « engrais composé chimique » peut également être	Produit contenant au moins deux des qualités substantielles suivantes : azote, anhydride phosphorique, oxyde de potassium et obtenu :	Au moins : 12 % pour l'ensemble des qualités substantielles : azote, anhydride phosphorique, oxyde de potassium dont au moins 3 % pour chacune des qualités à garantir.	Au moins deux des qualités substantielles ou constituants déterminant la valeur suivante. Minimum :

a	b	c	d
<p>worden indien de samengestelde meststof uitsluitend bestaat uit chemische produkten).</p>	<p>1° hetzij door het mengen van verschillende waren vermeld in hoofdstuk I waaraan eventueel waren van hoofdstukken II en/of IV en/of gedroogde mest werden toegevoegd, 2° hetzij door interreactie van verschillende chemische grondstoffen en/of meststoffen.</p>	<p>van de te waarborgen hoedanigheden. Van elk der vormen waarin de stikstof en van elk der oplosbaarheden waarin het fosforzuuranhydride in de samengestelde meststof aanwezig is moet het te waarborgen gehalte tenminste 1 % bedragen.</p>	<p>— <i>Stikstof</i> met aanduiding van de vorm(en) onder dewelke deze aanwezig is : ammonium- en/of nitraat- en/of ureum- en/of cyaanamide- en/of andere organische stikstof ; voor de organische stikstof moet ook de oorsprong aangegeven worden. — <i>Fosforzuuranhydride</i> (tekst vervangen krachtens Aanbeveling M (69) 17, zie blz. 1134). — <i>Kaliumoxide</i> oplosbaar in water.</p>



a	b	c	d
utilisée lorsque l'engrais est uniquement composé de produits chimiques).	1° soit par le mélange de diverses marchandises figurant au chapitre I auquel des marchandises des chapitres II et/ou IV et/ du fumier séché ont éventuellement été ajoutés, 2° soit par l'interréaction de diverses matières premières et/ou d'engrais.	Pour chacune des formes sous lesquelles l'azote est présent et pour chacune des solubilités sous lesquelles l'anhydride phosphorique est présente dans l'engrais composé, la teneur à garantir doit comporter au moins 1 %.	— <i>Azote</i> avec indication de la forme (des formes) sous laquelle (sous lesquelles) cette qualité est présente: azote ammoniacal et/ou nitrique et/ou cyanamidé et/ou uréique et/ou autre organique; pour l'azote organique il y a également lieu d'indiquer la provenance. — <i>Anhydride phosphorique</i> (texte remplacé par la Recommandation M (69) 17; voir p. 1134). — <i>Oxyde de potassium soluble</i> dans l'eau.

## HOOFDSTUK II : KALKMESTSTOFFEN

(Bodemverbeterende middelen op basis van calcium of calcium en magnesium)

a	b	c	d
Gemalen calciumoxide Gemalen kluithkalk Gemalen brandkalk	Produkt verkregen door het malen van gebrande kalksteenrots en dat als hoofdzakelijk bestanddeel calciumoxide bevat.	Tenminste : 70 zuurbindende waarde. Fijnheid : tenminste 90 % door de zeef van 2 mm, 99 % door de zeef van 4 mm.	Minimum : Zuurbindende waarde ; Fijnheid door de zeef van 2 mm. Facultatief, minimum : Magnesium oplosbaar in mineraal zuur en berekend als magnesiumoxide voor zover dit gehalte tenmiste 3 % bedraagt.
Calciumhydroxide Landbouwpoederkalk Gebluste landbouwcalcium	Produkt verkregen door het blussen van calciumoxide en dat als hoofdzakelijk bestanddeel calciumhydroxide bevat.	Tenminste : 50 zuurbindende waarde. Fijnheid : tenminste 50 % door de zeef van 0,15 mm, 90 % door de zeef van 1 mm en 99 % door de zeef van 2 mm.	Minimum : Zuurbindende waarde ; 0,15 mm. Facultatief, minimum : Magnesium oplosbaar in mineraal zuur en berekend als magnesiumoxide voor zover dit gehalte tenminste 3 % bedraagt.

884 - 886

AANBEVELING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 29 JANUARI 1968  
INZAKE DE MATERIELE EN HYGIENISCHE  
EISEN TE STELLEN AAN ALLE  
SLACHTINRICHTINGEN,  
VLEESWARENFABRIEKEN EN UITSNIJDERIJEN

M (68) 30

*(vervallen op grond van Beschikking M (73) 13  
van 17 juli 1973 ; zie blz. 1651)*

---

RECOMMANDATION  
DU COMITE DE MINISTRES  
DU 29 JANVIER 1968  
RELATIVE AUX EXIGENCES MATERIELLES ET  
HYGIENIQUES A IMPOSER A TOUS LES  
ETABLISSEMENTS D'ABATTAGE, AUX FABRIQUES  
DE VIANDES ET AUX ATELIERS DE DECOUPE

M (68) 30

*(abrogée par la Décision M (73) 13  
du 17 juillet 1973 ; voir p. 1651)*

1047 - 1055

AANBEVELING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 11 DECEMBER 1968  
INZAKE  
DE TOEPASSING VAN BENELUX-REFERENTIE-  
METHODEN VAN ONDERZOEK, BEHORENDE  
BIJ DE AANBEVELING M (65) 6  
INZAKE DE HARMONISATIE DER  
WETGEVINGEN  
BETREFFENDE GEEVAPOREERDE EN  
GECONDENSEERDE MELK

M (68) 50

*(vervallen op grond van Beschikking M (73) 12  
van 17 juli 1973; zie blz. 1625)*

---

RECOMMANDATION  
DU COMITE DE MINISTRES  
DU 11 DECEMBRE 1968  
CONCERNANT L'APPLICATION DE METHODES  
D'ANALYSE DE REFERENCE BENELUX  
SE RAPPORTANT  
A LA RECOMMANDATION M (65) 6, RELATIVE A  
L'HARMONISATION DES LEGISLATIONS  
EN MATIERE DE LAIT CONCENTRE  
SUCRE OU NON

M (68) 50

*(abrogée par la Décision M (73) 12  
du 17 juillet 1973; voir p. 1625)*

1056 - 1062

AANBEVELING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 11 DECEMBER 1968  
INZAKE  
DE TOEPASSING VAN BENELUX-REFERENTIE-  
METHODEN VAN ONDERZOEK, BEHORENDE  
BIJ DE AANBEVELING M (65) 7  
INZAKE DE HARMONISATIE DER  
WETGEVINGEN BETREFFENDE MELKPOEDER

M (68) 51

*(vervallen op grond van Beschikking M (73) 11  
van 17 juli 1973 ; zie blz. 1609)*

---

RECOMMANDATION  
DU COMITE DE MINISTRES  
DU 11 DECEMBRE 1968  
CONCERNANT L'APPLICATION DE METHODES  
D'ANALYSE DE REFERENCE BENELUX  
SE RAPPORTANT  
A LA RECOMMANDATION M (65) 7, RELATIVE A  
L'HARMONISATION DES LEGISLATIONS  
EN MATIERE DE LAIT EN POUDRE

M (68) 51

*(abrogée par la Décision M (73) 11  
du 17 juillet 1973 ; voir p. 1609)*

**CONVENTION BENELUX  
RELATIVE AUX COMOURANTS**

Le Gouvernement du Royaume de Belgique,

Le Gouvernement du Grand-Duché de Luxembourg,

Le Gouvernement du Royaume des Pays-Bas,

Animés du désir de réaliser l'uniformité des principes du droit et la concordance des solutions juridiques dans leurs pays,

Estimant qu'il y a intérêt à uniformiser leur législation relative aux comourants,

Attendu qu'en l'espèce, la forme adéquate de l'instrument est celle d'une Convention assortie d'une Annexe à laquelle les Parties Contractantes s'engagent à conformer leurs législations internes,

Vu l'avis émis le 17 décembre 1971 par le Conseil interparlementaire consultatif de Benelux,

Sont convenus des dispositions suivantes :

*Article 1<sup>er</sup>*

Les Parties Contractantes s'engagent à adapter au plus tard à la date de l'entrée en vigueur de la présente Convention, leur législation nationale en matière de comourants aux dispositions de l'Annexe de la présente Convention.

*Artikel 2*

De bepalingen van deze Overeenkomst en van de Bijlage worden aangewezen als gemeenschappelijke rechtsregels voor de toepassing van de hoofdstukken III en IV van het Verdrag betreffende de instelling en het statuut van een Benelux-Gerechtshof.

*Artikel 3*

1. Wat het Koninkrijk der Nederlanden betreft, geldt deze Overeenkomst voor het Rijk in Europa.
2. De Regering van het Koninkrijk der Nederlanden kan de toepasselijkheid van deze Overeenkomst uitbreiden tot Suriname en de Nederlandse Antillen, door middel van een verklaring, gericht aan de Secretaris-Generaal van de Benelux Economische Unie, die daarvan onmiddellijk kennis geeft aan de beide andere Overeenkomstluitende Partijen. Deze verklaring wordt van kracht op de eerste dag van de zesde maand volgende op de datum waarop de Secretaris-Generaal haar heeft ontvangen.

*Artikel 4*

1. Deze Overeenkomst dient te worden bekrachtigd. De akten van bekrachtiging zullen worden neergelegd bij de Secretaris-Generaal van de Benelux Economische Unie, die de Overeenkomstluitende Partijen kennis geeft van de neerlegging van die akten.
2. De Overeenkomst zal in werking treden op de eerste dag van de tweede maand, volgende op de datum van neerlegging van de derde akte van bekrachtiging.

*Article 5*

1. La présente Convention pourra être dénoncée à tout moment par chacune des Parties Contractantes.
2. La dénonciation s'effectuera par une notification adressée au Secrétaire général de l'Union économique Benelux qui en informera immédiatement les deux autres Parties Contractantes. Elle produira son effet six mois après la date à laquelle le Secrétaire général aura reçu notification de la dénonciation.
3. La dénonciation ne produira son effet qu'à l'égard du Gouvernement du pays du Benelux qui l'aura notifiée. La Convention restera en vigueur entre les deux autres Parties Contractantes.
4. La dénonciation par le Gouvernement du Royaume des Pays-Bas peut se limiter aux territoires ou à un des territoires visés à l'article 3, alinéa 2.

EN FOI DE QUOI les soussignés, dûment autorisés à cet effet, ont signé la présente Convention.

FAIT à Bruxelles, le 29 décembre 1972, en triple exemplaire, en langues française et néerlandaise, les deux textes faisant également foi.

Pour le Gouvernement du Royaume de Belgique,

P. HARMEL

Pour le Gouvernement du Grand-Duché de Luxembourg,

G. THORN

Pour le Gouvernement du Royaume des Pays-Bas,

C.J. van SCHELLE



BIJLAGE

**GEMEENSCHAPPELIJKE BEPALINGEN  
BEHORENDE BIJ DE BENELUX-OVEREENKOMST  
INZAKE COMMORIENTES**

*Artikel 1*

Om erfgenaam of legataris te zijn moet men de erflater overleven.

*Artikel 2*

Wanneer de volgorde waarin twee of meer personen zijn overleden niet kan worden bepaald, worden die personen geacht gelijktijdig te zijn overleden.

*Artikel 3*

Indien een belanghebbende ten gevolge van omstandigheden die hem niet kunnen worden toegerekend, moeilijkheden ondervindt bij het bewijs van de volgorde van overlijden, kan de rechter hem een of meer malen uitstel verlenen, zulks voor zover redelijkerwijs mag worden aangenomen dat het bewijs binnen de termijn van het uitstel kan worden geleverd.

*Artikel 4*

Plaatsvervulling geschiedt bij gelijktijdig overlijden zoals bij vooroverlijden.

I

**DEEL 6**

**BESCHIKKINGEN EN AANBEVELINGEN  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS**

van 8 april 1969 tot einde 1972

1104 - 1600

*(voor de inhoudsopgave zie Deel 6/II)*

---

**TOME 6**

**DECISIONS ET RECOMMANDATIONS  
DU COMITE DE MINISTRES**

du 8 avril 1969 jusque fin 1972

pages 1104 à 1600

*(pour la table des matières voir Tome 6/II)*

1246

AANBEVELING  
VAN HET COMITE VAN MINISTERS  
VAN 9 DECEMBER 1970  
INZAKE DE HARMONISATIE DER WETGEVINGEN  
BETREFFENDE DE TE NEMEN MAATREGELEN  
TEGEN DE INVOER VAN VOOR PLANTEN EN  
PLANTAARDIGE PRODUKTEN  
SCHADELIJKE ORGANISMEN

M (70) 21

---

RECOMMANDATION  
DU COMITE DES MINISTRES  
DU 9 DECEMBRE 1970  
RELATIVE A L'HARMONISATION  
DES LEGISLATIONS EN MATIERE DE MESURES  
A PRENDRE EN VUE DE  
PREVENIR L'INTRODUCTION D'ORGANISMES  
NUISIBLES AUX VEGETAUX  
ET PRODUITS VEGETAUX

M (70) 21

1247.

## AANBEVELING

van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie  
inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende  
de te nemen maatregelen tegen de invoer van voor  
planten en plantaardige produkten schadelijke organismen

M (70) 21

*(gewijzigd en aangevuld door Aanbeveling M (73) 10  
van 6 juli 1973, blz. 1604; zie ook Aanbeveling M (71)16  
van 10 maart 1971, blz. 1301)*

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,  
Gelet op artikel 6 van het Unieverdrag,

Gelet op artikel 9 van de Overgangsovereenkomst,

Overwegende dat het noodzakelijk is gebleken het Reglement behorende bij de Aanbeveling M (68) 13 van 29 januari 1968 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende de te nemen maatregelen tegen de invoer in de drie Beneluxlanden van voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen aan te passen aan de besluiten van de Benelux-Regeringsconferentie van 28 en 29 april 1969,

Beveelt aan :

### *Artikel 1*

De Regeringen van de drie Beneluxlanden worden uitgenodigd hun wettelijke en administratieve voorschriften betreffende de invoer van voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen aan te passen aan de bepalingen van bijgaand Reglement met het oog op de inwerkingtreding daarvan uiterlijk op 1 januari 1971.

### *Artikel 2*

De Aanbeveling van het Comité van Ministers van 29 januari 1968 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende de te nemen maatregelen tegen de invoer in de drie Beneluxlanden van voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen, M (68) 13, vervalt.

Gedaan te Brussel, op 9 december 1970.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

R.J. NELISSEN

1247

## RECOMMANDATION

du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux  
relative à l'harmonisation des législations en matière de mesures  
à prendre en vue de prévenir l'introduction d'organismes  
nuisibles aux végétaux et produits végétaux

M (70) 21

*(modifiée et complétée par la Recommandation M (73) 10  
du 6 juillet 1973, p. 1604; voir également Recommandation  
M (71) 16 du 10 mars 1971, p. 1301)*

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 6 du Traité d'Union,

Vu l'article 9 de la Convention transitoire,

Considérant qu'il est apparu nécessaire d'adapter aux décisions de la Conférence intergouvernementale du Benelux des 28 et 29 avril 1969, le Règlement annexé à la Recommandation M (68) 13 du 19 janvier 1968, relative à l'harmonisation des législations en matière de mesures à prendre en vue de prévenir l'introduction dans les trois pays du Benelux d'organismes nuisibles aux végétaux et produits végétaux,

Recommande :

### *Article 1<sup>er</sup>*

Les Gouvernements des trois pays du Benelux sont invités à adapter leurs dispositions législatives et réglementaires relatives à l'introduction d'organismes nuisibles aux végétaux et produits végétaux, aux dispositions du Règlement ci-annexé, en vue de leur mise en vigueur, au plus tard le 1<sup>er</sup> janvier 1971.

### *Article 2*

La Recommandation du Comité de Ministres du 29 janvier 1968 relative à l'harmonisation des législations en matière de mesures à prendre en vue de prévenir l'introduction dans les trois pays du Benelux d'organismes nuisibles aux végétaux et produits végétaux, M (68) 13, est abrogée.

Fait à Bruxelles, le 9 décembre 1970.

Le Président du Comité de Ministres,

R.J. NELISSEN

1248

## REGLEMENT

inzake de te nemen maatregelen tegen de invoer van voor planten  
en plantaardige produkten schadelijke organismen

### M (70) 21, Bijlage

#### *Artikel 1*

In dit Reglement wordt verstaan onder :

- a) Planten : levende planten en levende delen van planten, met inbegrip van verse vruchten en zaden ;
- b) Plantaardige produkten : voortbrengselen van plantaardige oorsprong die niet verwerkt zijn of die een eenvoudige bewerking hebben ondergaan, voor zover het geen planten betreft ;
- c) Schadelijke organismen : voor planten en plantaardige produkten schadelijke organismen van dierlijke of plantaardige aard, alsmede virussen ;
- d) Invoer : het brengen op het grondgebied van de Benelux ;
- e) Dienst : de Dienst voor de Plantenbescherming/Service de la Protection des Végétaux (in België), respectievelijk de Plantenziektenkundige Dienst (in Nederland) en de Service de la Protection des Végétaux (in Luxemburg).

#### *Artikel 2*

- a) Het is verboden de in Addendum I van dit Reglement genoemde schadelijke organismen binnen te brengen. Hetzelfde verbod geldt voor de in de Addendum II genoemde schadelijke organismen, onverschillig of deze zich al dan niet op de in dat Addendum genoemde planten of plantaardige produkten (plantedelen) bevinden. Het verbod geldt niet in het geval van een door de bevoegde autoriteit voor wetenschappelijke doeleinden afgegeven bijzondere vergunning.
- b) *(vervangen op grond van M (73) 10, art. 1 ; blz. 1606)*

1248

**REGLEMENT**

**concernant les mesures à prendre pour prévenir l'introduction  
d'organismes nuisibles aux végétaux et produits végétaux**

**M (70) 21, Annexe**

*Article 1<sup>er</sup>*

Au sens du présent Règlement, on entend par :

- a) Végétaux : les plantes vivantes et les parties vivantes de plantes, y compris les fruits frais et les semences ;
- b) Produits végétaux : les produits d'origine végétale non transformés ou ayant fait l'objet d'une préparation simple, pour autant qu'il ne s'agisse pas de végétaux ;
- c) Organismes nuisibles : les ennemis des végétaux et des produits végétaux des règnes animal et végétal, ainsi que les virus ;
- d) Importation : l'introduction sur le territoire du Benelux ;
- e) Service : le Service de la Protection des Végétaux/Dienst voor de Plantenbescherming (en Belgique), respectivement Plantenziektenkundige Dienst (aux Pays-Bas) et le Service de la Protection des Végétaux (au Luxembourg).

*Article 2*

- a) L'introduction des organismes nuisibles mentionnés à l'Addendum I du présent Règlement est interdite. La même interdiction vaut pour les organismes nuisibles mentionnés à l'Addendum II, qu'ils se trouvent ou non sur les végétaux ou produits végétaux (parties de plantes) mentionnés dans cet Addendum. L'interdiction ne vaut pas lorsqu'une autorisation spéciale, dans un but spécifique est délivrée par l'autorité compétente.
- b) (*remplacé en vertu du M (73) 10, art. 1<sup>er</sup> ; p. 1606*)

- c) *(vervangen op grond van M (73) 10, art. 1 ; blz. 1606)*
- d) In afwijking van het bepaalde in lid a) kan de invoer worden toegestaan van :
- in geringe mate door de San José-schildluis aangetast fruit, uitsluitend bestemd voor industriële doeleinden, gedurende het tijdvak van 1 november tot en met 31 maart, mits de aanwijzingen van de dienst worden nageleefd ;
  - schadelijke organismen vermeld in Addendum II en zich bevindend op planten of plantaardige produkten mits de aantasting daarvan gering is.

*Artikel 3*

- a) De invoer van de in Addendum III vermelde planten, plantaardige produkten en grond is slechts toegestaan indien aan de daarin gestelde eisen is voldaan.

*(aangevuld op grond van M (73) 10, art. 2, lid 1 ; blz. 1606)*

- b) De in Addendum IV genoemde planten moeten bij invoer onmiddellijk worden behandeld met blauwzuur of met enig ander door de drie diensten voor dit doel aangewezen insektendodend middel. De voor de begassing bestemde zendingen worden op kosten van de ontvanger aan een der door de dienst aangewezen begassingsposten doorgezonden.

Van de begassing zijn vrijgesteld :

- snijbloemen en siertakken van deze gewassen, voor zover zij niet bestemd zijn voor stekken, enten of enige andere wijze van vermeerdering ;
- vruchten, zaden en onderaardse delen van deze gewassen ;
- groenblijvende gewassen ;
- gedurende de periode van 16 april t/m 30 september ingevoerde enten.

*(vervangen op grond avn M (73) 10, art. 2, lid 2 ; blz. 1606)*



1249

c) (*remplacé en vertu de M (73) 10, art. 1<sup>er</sup> ; p. 1606*)

d) Par dérogation aux dispositions de l'alinéa a) ci-dessus, l'importation peut être autorisée pour :

- les fruits légèrement contaminés par le pou de San José et destinés exclusivement à des fins industrielles, pendant la période du 1<sup>er</sup> novembre au 31 mars inclus, à condition que les instructions du service soient respectées ;
- les organismes nuisibles repris à l'Addendum II et se trouvant sur les végétaux ou produits végétaux, à condition que l'infestation soit minime.

*Article 3*

a) L'importation de végétaux, de produits végétaux et de terre énumérés à l'Addendum III, n'est autorisée que si les exigences y signalées sont respectées.

*(complété en vertu de M (73) 10, art. 2, al. 1 ; p. 1606)*

b) Les végétaux énumérés à l'Addendum IV doivent à l'importation être immédiatement traités à l'acide cyanhydrique ou à tout autre produit insecticide admis à cette fin par les trois services. Les envois destinés à la fumigation sont, aux frais du destinataire, adressés à un des postes de fumigation indiqués par le service.

Sont exemptés de fumigation :

- les fleurs coupées et les rameaux ornementaux de ces plantes, pour autant qu'ils ne soient pas destinés à servir de boutures, de greffons ou à tout autre mode de multiplication ;
- les fruits, les semences et les parties souterraines de ces plantes ;
- les plantes à feuilles persistantes ;
- les greffons importés pendant la période du 16 avril au 30 septembre.

*(remplacé en vertu de M (73) 10, art. 2, al. 2 ; p. 1606)*

*Artikel 4*

- a) De invoer van de in Addendum V genoemde planten, plantaardige produkten en grond is slechts toegestaan indien elke zending vergezeld gaat van een gezondheidscertificaat, afgegeven door de dienst van het land van oorsprong.

Dit certificaat dient conform te zijn aan het in Addendum VI vervatte model en opgesteld in tenminste één van de volgende talen : Frans, Nederlands, Duits, Italiaans, Engels.

Voor de verzending van grond dienen de woorden « de hieronder nader omschreven planten, delen van planten of plantaardige produkten » te worden vervangen door de woorden « de hieronder omschreven grond ».

- b) De in Addendum V genoemde planten, plantaardige produkten en grond, welke in een ander dan het land van oorsprong waren opgeslagen, dienen bij wederuitvoer naar het Beneluxgebied vergezeld te gaan van een door het land van oorsprong afgegeven fyto-sanitair certificaat of een copie daarvan, die door de dienst van het wederuitvoerende land conform is verklaard en van een wederuitvoercertificaat van dit land. Deze eis geldt eveneens voor partijen waarin de zending is gesplitst.

- c) De in Addendum V genoemde planten, plantaardige produkten en grond, welke in verscheidene andere landen dan het land van oorsprong waren opgeslagen, dienen bij wederuitvoer naar het Benelux-gebied vergezeld te gaan van de volgende documenten :

- 1) het door het land van oorsprong afgegeven fyto-sanitaire certificaat of een copie daarvan, die door het laatste wederuitvoerende land conform is verklaard ;
- 2) het laatste wederuitvoer-certificaat ;
- 3) de aan het onder sub 2 bedoelde certificaat voorafgaande wederuitvoer-certificaat of de door het laatste wederuitvoerende land conform verklaarde copieën.

Deze eisen gelden eveneens voor partijen waarin de zending is gesplitst.

- d) Het sub b) en c) bedoelde wederuitvoer-certificaat moet conform het onder Addendum VII vervatte model zijn en in tenminste één der volgende talen zijn opgesteld : Frans, Nederlands, Duits, Italiaans, Engels.

1254

- 7) *Guignardia loricata* (Saw.) Yam & Ito
  - 8) *Hypoxylon pruinaum* (Klotzsch) Cke.
  - 9) *Melampsora albertensis* Arth.
  - 10) *Melampsora medusae* Thüm
  - 11) *Septoria musiva* Pk. (perf. *Mycosphaerella populorum* G.E. Thompson)
  - 12) *Synchytrium endobioticum* (Schilb.) Perc.
  - 13) *Ophiostoma (cerastocystis) roboris* C. Georgescu & I. Teodoru
  - 14) *Peridermium harknessii* J.P. Moore
5. Virus :
- 1) Virus de : *Cydonia* Mill., *Fragaria* (Tourn.) L., *Ligustrum* L., *Malus* Mill., *Populus* L., *Prunus* L., *Pyrus* L., *Ribes* L., *Rosa* L., *Rubus* L., *Syringa* L.
  - 2) Virus des pommes de terre (*Solanum tuberosum* L.) :
    - a) Potato spindle tuber virus
    - b) Potato stunt virus
    - c) Potato witches' broom virus
    - d) Potato yellow dwarf virus
    - e) Potato yellow vein virus
    - f) Autres virus qui ne se trouvent pas sur le territoire du Benelux, ni sur le territoire des autres pays membres des Communautés européennes
  - 3) Virus de la vigne (*Vitis* L. partim)
  - 4) Nécrose phloëm d'*Ulmus* L.

#### ADDENDUM II

(art. 2 et 7 du Règlement)

1. Organismes vivants du règne animal, à tous les stades de leur développement :

Espèce	Objet de contamination Végétaux ou parties de végétaux
1. <i>Acalla schalleriana</i> F.	Azalées ( <i>Rhododendron</i> L. partim)
2. <i>Anarsia lineatella</i> Zell.	<i>Cydonia</i> Mill., <i>Malus</i> Mill., <i>Prunus</i> L., <i>Pyrus</i> L., <i>Ribes</i> L., <i>Rubus</i> L.
3. <i>Diarthronomyia chrysanthemi</i> Ahlb.	Chrysanthèmes ( <i>Chrysanthemum</i> [Tourn.] L. partim)
4. <i>Ditylenchus destructor</i> Thorne	Bulbes et tubercules à fleurs

- |   |   |
|---|---|
| 5. Ditylenchus dipsaci<br>(Kühn) Filipjev | Bloembollen en -knollen   |
| 6. Gracilaria azaleella<br>Brants.        | Azalea's (Rhododendron L. partim)   |
| 7. Lampetia equestris F.                  | Bloembollen en -knollen   |
| 8. Phtorimaea operculella<br>(Zell.)      | Aardappelknollen<br>(Solanum tuberosum L.)  |
| 9. Rhagoletis cerasi L.                   | Vruchten van kersebomen<br>(Prunus avium L. en Prunus cerasus L.)                             |
| 10. *) Scolytidae                         | a) Koniferenhout uit niet-Europese landen<br>b) Hout van de iep (Ulmus L.) van elke herkomst. |
| 11. Viteus vitifolii<br>(Fitch.)          | Wijnstokken (Vitis L. partim) met uitzondering van vruchten en zaden                          |

**2. Bakteriën :**

- |   |  |
|---|--|
| 1. Agrobacterium tumefaciens<br>(E.F. Sm. & Town.)<br>Conn. | Bewortelde planten behorende tot de geslachten Cotoneaster B. Ehrh. Cydonia Mill., Malus Mill., Prunus L., Pyrus L., Ribes L., Rosa L., Rubus L., Vitis L. |
| 2. Pectobacterium parthenii var. dianthicola Hellmers       | Anjelieren (Dianthus L.) met uitzondering van snijbloemen en zaden   |
| 3. Pseudomonas caryophylli<br>Starr. & Burkh.               | Anjelieren (Dianthus L.) met uitzondering van snijbloemen en zaden   |
| 4. Pseudomonas marginata<br>(McCull.) Stapp                 | Gladiolen (Gladiolus [Tourn.] L.) — en freesia (Freesia Klatt)-knollen   |
| 5. Pseudomonas woodsii<br>(E.F. Sm.) Stev.                  | Anjelieren (Dianthus L.) met uitzondering van snijbloemen en zaden   |
| 6. Xanthomonas begoniae<br>(Takimoto) Dows.                 | Begonia's (Begonia L.) met uitzondering van vruchten, zaden en knollen   |

**3. Schimmels :**

- |  |   |
|--|---|
| 1. Ascochyta chrysanthemi F.L. Stevens (perf.<br>Didymella ligulicola<br>[Baker, Dimock &<br>Davis] Arx) | Chrysanten (Chrysanthemum [Tourn.] L. partim) |
|--|---|

\*) gewijzigd conform M (73) 10, art. 3 (zie blz. 1607).

1255

- |  |   |
|--|---|
| 5. <i>Ditylenchus dipsaci</i><br>(Kühn) Filipjev | Bulbes et tubercules à fleurs   |
| 6. <i>Gracilaria azaleella</i><br>Brants.        | Azalées ( <i>Rhododendron</i> L. partim)  |
| 7. <i>Lampetia equestris</i> F.                  | Bulbes et tubercules à fleurs   |
| 8. <i>Phthorimaea operculella</i><br>(Zell.)     | Tubercules de pommes de terre<br>( <i>Solanum tuberosum</i> L.)   |
| 9. <i>Rhagoletis cerasi</i> L.                   | Fruits de cerisiers<br>( <i>Prunus avium</i> L. et <i>Prunus cerasus</i> L.)                              |
| 10. *) <i>Scolytidae</i>                         | a) Bois de conifères des pays extra-européens<br>b) Bois de l'orme ( <i>Ulmus</i> L.) de toute provenance |
| 11. <i>Viteus vitifolii</i><br>(Fitch.)          | Vignes ( <i>Vitis</i> L. partim) à l'exclusion des fruits et semences                                     |

2. Bactéries :

- |   |   |
|---|---|
| 1. <i>Agrobacterium tumefaciens</i><br>(E.F. Sm. & Town.)<br>Conn.  | Plantes racinées de <i>Cotoneaster</i> , B. Ehrh., <i>Cydonia</i> Mill., <i>Malus</i> Mill., <i>Prunus</i> L., <i>Pyrus</i> L., <i>Ribes</i> L., <i>Rosa</i> L., <i>Rubus</i> L., <i>Vitis</i> L. |
| 2. <i>Pectobacterium parthenii</i> var. <i>dianthicola</i> Hellmers | Oeillets ( <i>Dianthus</i> L.) à l'exception des fleurs coupées et des semences   |
| 3. <i>Pseudomonas caryophylli</i><br>Starr. & Burkh.                | Oeillets ( <i>Dianthus</i> L.) à l'exception des fleurs coupées et des semences   |
| 4. <i>Pseudomonas marginata</i><br>(McCull.) Stapp                  | Bulbes de glaïeuls ( <i>Gladiolus</i> [Tourn.] L.) et de frélias ( <i>Freesia Klatt</i> )   |
| 5. <i>Pseudomonas woodsii</i><br>(E.F. Sm.) Stev.                   | Oeillets ( <i>Dianthus</i> L.) à l'exception des fleurs coupées et des semences   |
| 6. <i>Xanthomonas begoniae</i><br>(Takimoto) Dows.                  | Bégonias ( <i>Begonia</i> L.) à l'exception de fruits, semences et tubercules   |

3. Cryptogames :

- |   |  |
|---|--|
| 1. <i>Ascochyta chrysanthemi</i> F.L. Stevens (perf. <i>Didymella ligulicola</i> [Baker, Dimock & Davis] Arx) | Chrysanthèmes ( <i>Chrysanthemum</i> [Tourn.] L. partim) |
|---|--|

\*) modifié conformément à M (73) 10, art. 3 (voir p. 1607).

- |  |   |
|--|---|
| 2. <i>Botrytis convoluta</i><br>Whet. & Drayt. (perf.<br><i>Botryotinia convoluta</i><br>[Drayt.] Whet.) | Iriswortelstokken ( <i>Iris</i> L.)   |
| 3. <i>Fusarium oxysporum</i><br>Schlecht. f. sp. <i>narcissi</i><br>Snyd. & Hans.                        | Narcissebollen ( <i>Narcissus</i> L.)   |
| 4. <i>Fusarium oxysporum</i><br>Schlecht. f. sp.<br><i>gladioli</i> (Massey)<br>Snyd. & Hans.            | Freesia ( <i>Freesia</i> Glatt.)-, gladiolen<br>( <i>Gladiolus</i> [Tourn.] L.)-, en <i>crocus</i><br>( <i>Crocus</i> L.)-knollen |
| 5. <i>Guignardia baccae</i><br>(Cav.) Jacz.  | Wijnstok ( <i>Vitis</i> L.) met uitzondering<br>van vruchten en zaden   |
| 6. <i>Ovulinia azaleae</i><br>Weiss  | Azalea's ( <i>Rhododendron</i> L. partim)   |
| 7. <i>Phialophora</i><br><i>cinerescens</i><br>(Wr.) van Beyma   | Anjelieren ( <i>Dianthus</i> L.) met uitzon-<br>dering van snijbloemen en zaden   |
| 8. <i>Phytophthora</i><br><i>fragariae</i> Hickman   | Aardbeiplanten ( <i>Fragaria</i> [Tourn.]<br>L.)  |
| 9. <i>Puccinia horiana</i><br>P. Henn.   | Chrysantemum ( <i>Chrysanthemum</i><br>[Tourn.] L. partim)  |
| 10. <i>Puccinia pelargonii-</i><br><i>zonalis</i> Doidge   | Geranium ( <i>Pelargonium hortorum</i><br>Bail)   |
| 11. <i>Rhizoctonia tuliparum</i><br>Whet. & J.M. Arth<br>(= <i>Sclerotium</i> )                          | Bloembollen en -knollen   |
| 12. <i>Sclerotinia bulborum</i><br>(Wakk.) Rehm  | Bloembollen   |
| 13. <i>Stromatinia gladioli</i><br>(Drayt.) Whet.<br>(= <i>Sclerotinia</i> )                             | Bloembollen en -knollen   |
| 14. <i>Septoria gladioli</i> Pass.   | Bloembollen en -knollen   |
| 15. <i>Verticillium alboatrum</i><br>Reinke & Berth.   | Hopstekken ( <i>Humulus lupulus</i> L.)   |
| 16. <i>Phoma exigua</i> var.<br><i>foveata</i> (Foister)<br>Boerema                                      | Aardappelknollen<br>( <i>Solanum tuberosum</i> L.)  |
| 17. <i>Uromyces transversalis</i><br>(Theum) Wint.   | Gladiolen ( <i>Gladiolus</i> [Tourn.] L.)   |

1256

- |  |  |
|--|--|
| 2. <i>Botrytis convoluta</i><br>Whet. & Drayt. (perf.<br><i>Botryotinia convoluta</i><br>[Drayt.] Whet.) | Rhizomes de l'iris ( <i>Iris</i> L.)   |
| 3. <i>Fusarium oxysporum</i><br>Schlecht. f. sp. <i>narcissi</i><br>Snyd. & Hans.                        | Bulbes de narcisses ( <i>Narcissus</i> L.)   |
| 4. <i>Fusarium oxysporum</i><br>Schlecht. f. sp.<br><i>gladioli</i> (Massey)<br>Snyd. & Hans.            | Bulbes des frélias ( <i>Freesia</i> Klatt.) des<br>glaiëuls ( <i>Gladiolus</i> [Tourn.] L.) et<br>des crocus ( <i>Crocus</i> L.) |
| 5. <i>Guignardia baccae</i><br>(Cav.) Jacz.  | Vignes ( <i>Vitis</i> L.) à l'exception des<br>fruits et des semences  |
| 6. <i>Ovulinia azaleae</i><br>Weiss  | Azalées ( <i>Rhododendron</i> L. partim)   |
| 7. <i>Phialophora</i><br><i>cinerescens</i><br>(Wr.) van Beyma   | Oeillets ( <i>Dianthus</i> L.) à l'exception<br>des fleurs coupées et des semences   |
| 8. <i>Phytophthora</i><br><i>fragariae</i> Hickman   | Plants de fraisiers ( <i>Fragaria</i> [Tourn.]<br>L.)  |
| 9. <i>Puccinia horiana</i><br>P. Henn.   | Chrysanthèmes ( <i>Chrysanthemum</i><br>[Tourn.] L. partim)  |
| 10. <i>Puccinia pelargonii-</i><br><i>zonalis</i> Doidge   | Géraniums ( <i>Pelargonium hortorum</i><br>Bail)   |
| 11. <i>Rhizoctonia tuliparum</i><br>Whet. & J.M. Arth<br>(= <i>Sclerotium</i> )                          | Bulbes et tubercules à fleurs  |
| 12. <i>Sclerotinia bulborum</i><br>(Wakk.) Rehm  | Bulbes à fleurs  |
| 13. <i>Stromatinia gladioli</i><br>(Drayt.) Whet.<br>(= <i>Sclerotinia</i> )                             | Bulbes et tubercules à fleurs  |
| 14. <i>Septoria gladioli</i> Pass.   | Bulbes et tubercules à fleurs  |
| 15. <i>Verticillium alboatrum</i><br>Reinke & Berth.   | Boutures de houblon<br>( <i>Humulus lupulus</i> L.)  |
| 16. <i>Phoma exigua</i> var.<br><i>foveata</i> (Foister)<br>Boerema                                      | Tubercules de pommes de terre<br>( <i>Solanum tuberosum</i> L.)  |
| 17. <i>Uromyces transversalis</i><br>(Theum) Wint.   | Glaiëuls ( <i>Gladiolus</i> [Tourn.] L.)   |

ADDENDUM III  
(art. 3 van het Reglement)

Planten, plantaardige produkten en grond	Eisen
* 1. Naaldhout (Coniferae) uit niet-Europese lan- den	Het hout moet van de bast zijn ont- daan.
* 2. Hout van de kastanje en de eik ( <i>Castanea</i> Mill. en <i>Quercus</i> L.) uit Noord-Amerika, de U.S.S.R. en Roemenië	of a) Een officiële vaststelling dat het hout herkomstig is uit stre- ken waar geen aantasting van <i>Ceratocystis fagacearum</i> en <i>Ophiostoma roboris</i> voorkomt ; of b) Het hout moet van zijn bast ontdaan zijn. Het watergehalte ervan mag niet meer bedragen dan 20 % ; of c) Het hout moet van zijn bast ontdaan zijn. Het moet een doeltreffende desinfecterende behandeling tegen <i>Ceratocystis</i> <i>fagacearum</i> en <i>Ophiostoma</i> <i>roboris</i> hebben ondergaan.
3. Hout van de populier ( <i>Populus</i> L.) uit Ame- rikaanse landen	Het hout moet van de bast zijn ont- daan.
** 3bis Hout van de iep ( <i>Ul- mus</i> L.) van elke her- komst	Het hout moet van de bast zijn ont- daan.
4. Planten van het ge- slacht <i>Castanea</i> Mill. a) van elke herkomst	a) Een officiële vaststelling dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van <i>Endothia parasiti- ca</i> sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen ;
b) uit Noord-Amerika, de U.S.S.R. en Roemenië	b) Een officiële vaststelling dat de planten herkomstig zijn uit stre- ken waar geen aantasting van <i>Ceratocystis fagacearum</i> en <i>Ophi- ostoma roboris</i> voorkomt.

\* *gewijzigd conform M (73) 10, art. 4 a) (zie blz. 1607).*

\*\* *ingelast conform M (73) 10, art. 4 b) (zie blz. 1608).*



1257

ADDENDUM III  
(art. 3 du Règlement)

Végétaux, produits végétaux et terre	Exigences
* 1. Bois de conifères (Coniferae) de pays extra-européens	Le bois est écorcé
* 2. Bois de Castanea Mill. et de Quercus L. en provenance d'Amérique du Nord, d'U.R.S.S. et de Roumanie	ou a) Constatation officielle que le bois provient de régions non contaminées par Ceratocystis fagacearum et Ophiostoma roboris ; ou b) Le bois est écorcé. Sa teneur en eau ne dépasse pas 20 % ; ou c) Le bois est écorcé. Il a subi un traitement de désinfection efficace contre le Ceratocystis fagacearum et le Ophiostoma roboris.
3. Bois de Populus L. en provenance des pays d'Amérique	Le bois est écorcé.
** 3bis Bois de l'orme (Ulmus L.) de toute provenance	Le bois est écorcé.
4. Végétaux du genre Castanea Mill.	
a) toutes provenances	a) Constatation officielle que sur le champ de production il n'a été observé aucun symptôme d'Endothia parasitica depuis le début de la dernière période complète de végétation ;
b) en provenance d'Amérique du Nord, d'U.R.S.S. et de Roumanie	b) Constatation officielle que les plantes proviennent de régions non contaminées par Ceratocystis fagacearum et Ophiostoma roboris.

\* modifié conformément à M (73) 10, art. 4 a) voir p. 1607).

\*\* inséré conformément à M (73) 10, art. 4 b) (voir p. 1608).

5. Planten van het geslacht *Quercus* L.

a) van elke herkomst

a) Een officiële vaststelling dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van *Endothia parasitica* of van *Cronartium quercuum* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen;

b) uit Noord-Amerika, de U.S.S.R. en Roemenië

b) Een officiële vaststelling  
— dat op het produktie-veld en zijn naaste omgeving geen enkel symptoom van *Cronartium fusiforme* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen, en

— dat de planten herkomstig zijn uit streken waar geen aantasting van *Ceratocystis fagacearum* en *Ophiostoma roboris* voorkomt.

6. Planten van het geslacht *Populus* L. met uitzondering van vruchten en zaden

a) van elke herkomst

a) Een officiële vaststelling

— dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van *Septoria musiva* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen, en

— dat de planten van het produktieveld geen enkel symptoom van virusziekten sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen hebben vertoond.

b) uit Amerikaanse landen

b) Een officiële vaststelling dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van *Hypoxyylon pruina-tum*, *Melampsora albertensis* of *Melampsora medusae* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen

1259

7. Végétaux du genre *Ulmus* à l'exception des fruits et semences en provenance d'Amérique du Nord
- Constatacion officielle que ni sur le champ de production, ni dans ses environs immédiats il n'a été observé aucun symptôme de Nécrose phloém depuis le début de la dernière période complète de végétation.
8. Végétaux du genre *Picea* L., à l'exception des fruits et semences en provenance d'Amérique du Nord
- Constatacion officielle que sur le champ de production il n'a été observé aucun symptôme de *Chrysomyxa arctostaphyli* depuis le début de la dernière période complète de végétation.
9. Végétaux du genre *Pinus* L., à l'exception des fruits et semences
- a) toutes provenances
- a) Constatacion officielle que sur le champ de production il n'a été observé aucun symptôme de *Cronartium quercuum* depuis le début de la dernière période complète de végétation ;
- b) en provenance d'Amérique du Nord
- b) Constatacion officielle que sur le champ de production il n'a été observé aucun symptôme de *Cronartium fusiforme* depuis le début de la dernière période complète de végétation ;
- c) en provenance des pays d'Amérique
- c) Constatacion officielle que sur le champ de production il n'a été observé aucun symptôme de *Cronartium comptoniae*, *Peridermium harknessii*, *Melampsora albertensis* ou *Melampsora medusae* depuis le début de la dernière période complète de végétation.
10. Végétaux du genre *Larix* L. et de l'espèce *Pseudotsuga taxifolia* (Poir.) Britt. à l'exception des fruits et semences
- a) en provenance de pays d'Asie
- a) Constatacion officielle que sur le champ de production il n'a été

- b) uit Amerikaanse landen
11. Planten van het geslacht *Abies* Mill., met uitzondering van vruchten en zaden uit Amerikaanse landen
12. Aardappelknollen (*Solanum tuberosum* L.)
13. Pootaardappelen (*Solanum tuberosum* L.)
14. Aardappelknollen (*Solanum tuberosum* L.) herkomstig uit Amerikaanse landen
15. Bewortelde planten opgepot of bestemd om te worden geplant, gekweekt op open grond
- \* 16. Planten van de geslachten *Crataegus* L., *Cotoneaster* B. Ehrh., *Cydonia* Mill., *Malus* Mill., *Pyracantha* Roem., *Pyrus* L., *Sorbus* L., *Stramvaesia* Ld l., met uitzondering
- symptoom van *Guignardia laricina* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen;
- b) Een officiële vaststelling dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van *Melampsora albertensis* of *Melampsora medusae* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen.
- Een officiële vaststelling dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van *Melampsora albertensis* of *Melampsora medusae* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen.
- Een officiële vaststelling dat de aardappelen zijn gegroeid op een terrein dat vrij is van *Synchytrium endobioticum* en van *Corynebacterium sepedonicum*.
- Een officiële vaststelling dat de pootaardappelen zijn gegroeid op een terrein dat vrij is van *Heterodera rostochiensis*
- Kieming moet onmogelijk gemaakt zijn.
- Een officiële vaststelling dat de planten zijn gegroeid op een terrein dat vrij is van *Synchytrium endobioticum*, *Heterodera rostochiensis* en *Corynebacterium sepedonicum*.
- Een officiële vaststelling dat op het produktie-veld en zijn naaste omgeving geen enkel symptoom van *Erwinia amylovora* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen.

\* *gewijzigd conform M (73) 10, art. 4 a) (zie blz. 1607).*

1260

- observé aucun symptôme de *Guignardia laricina* depuis le début de la dernière période complète de végétation ;
- b) en provenance des pays d'Amérique
- b) Constatation officielle que sur le champ de production il n'a été observé aucun symptôme de *Melampsora albertensis* ou de *Melampsora medusae* depuis le début de la dernière période complète de végétation.
11. Végétaux du genre *Abies* Mill., à l'exception des fruits et semences en provenance des pays d'Amérique
- Constatation officielle que sur le champ de production il n'a été observé aucun symptôme de *Melampsora albertensis* ou de *Melampsora medusae* depuis le début de la dernière période complète de végétation.
12. Tubercules de pommes de terre (*Solanum tuberosum* L.)
- Constatation officielle que les pommes de terre proviennent d'un champ de production exempt de *Synchytrium endobioticum* et de *Corynebacterium sepedonicum*.
13. Plants de pommes de terre (*Solanum tuberosum* L.)
- Constatation officielle que les plants de pommes de terre proviennent d'un champ de production exempt de *Heterodera rostochiensis*.
14. Tubercules de pommes de terre (*Solanum tuberosum* L.) en provenance des pays d'Amérique
- Suppression de la faculté germinative.
15. Végétaux racinés plantés ou destinés à être plantés, cultivés en plein air
- Constatation officielle que le champ de production est exempt de *Synchytrium endobioticum*, de *Heterodera rostochiensis* et de *Corynebacterium sepedonicum*.
- \* 16. Végétaux des genres *Crataegus* L., *Cotoneaster* B. Ehrh., *Cydonia* Mill., *Malus* Mill., *Pyracantha* Roem., *Pyrus* L., *Sorbus* L., *Stranvaesia* Ld l., à l'exception
- Constatation officielle que ni sur le champ de production, ni dans ses environs immédiats il n'a été observé aucun symptôme d'*Erwinia amylovora* depuis le début de la dernière période complète de végétation.

\* modifié conformément à M (73) 10, art. 4 a) (voir p. 1607).

van vruchten, zaden en  
sierdelen.

17. Planten van de geslachten *Cydonia* Mill., *Ligustrum* L., *Malus* Mill., *Prunus* L., *Pyrus* L., *Ribes* L., *Rosa* L., *Rubus* L., *Syringa* L., met uitzondering van vruchten, zaden en sierdelen
- Een officiële vaststelling dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van virusziekten sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen.
18. Planten van het geslacht *Vitis* L. partim met uitzondering van vruchten en zaden
- Een officiële vaststelling dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van virusziekten sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen.
19. Aardbeien (*Fragariae* [Tourn.] L.) met uitzondering van vruchten en zaden
- Een officiële vaststelling
- dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van *Phytophthora fragariae* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen en
  - dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van virusziekten sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen.
20. Tulpe- en narcissebollen (*Tulipa* L. en *Narcissus* L.)
- Een officiële vaststelling dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van *Ditylenchus dipsaci* van *tulipae* sedert de aanvang van het laatste volledige groeiseizoen is waargenomen.
21. Gladiolenknollen (*Gladiolus* [Tourn.] L.)
- Een officiële vaststelling dat op het produktie-veld geen enkel symptoom van *Uromyces transversalis* (Theum) Wint. sedert de aanvang van het

1262

le début de la dernière période complète de végétation.

22. Plantes avec terre adhérente en provenance du Japon et de l'Amérique du Nord

La terre est stérile.

23. Terre contenant des parties de végétaux ou de l'humus en provenance de pays non-européens

La terre est stérile.

#### ADDENDUM IV

(art. 2 et 3 du Règlement)

(à l'exception des fleurs coupées, rameaux ornementaux; fruits, semences et parties souterraines)

Acer L.	Erable
Cotoneaster B. Ehrhart	Cotoneaster
Crataegus L.	Aubépine
Cydonia Mill.	Cognassier
Evonymus L.	Fusain
Fagus L.	Hêtre
Juglans L.	Noyer
Ligustrum L.	Troëne
Malus Mill.	Pommier
Populus L.	Peuplier
Prunus L.	Prunier
Pyrus L.	Poirier
Ribes L.	Groseillier
Rosa L.	Rosier
Salix L.	Saule
Sorbus L.	Sorbier
Syringa L.	Lilas
Tilia L.	Tilleul
Ulmus L.	Orme
Vitis L.	Vigne

1263

ADDENDUM V  
(art. 4 van het Reglement)

1. Planten met uitzondering van vruchten en zaden
  - a) planten van houtachtige Dicotyledoneae met uitzondering van snijbloemen en siertakken
  - b) aardbeiplanten (*Fragaria* [Tourn.] L.)
  - c) geraniums (*Pelargonium* l'Herit. partim)
  - d) aardappelknollen (*Solanum tuberosum* L.)
  - e) bloembollen, bloemknollen en wortelstokken van irissen (*Iris* L.) in rusttoestand
  - \* f) den, pijnboom (*Pinus* L.)
  - g) chrysanten (*Chrysanthemum* [Tourn.] L. partim)
  - h) anjelieren (*Dianthus* L.)
  - i) hopstekken (*Humulus lupulus* L.)
  - \* j) andere bewortelde planten opgepot of bestemd om te worden geplant, met uitzondering van aquariumplanten.
2. Verse vruchten van :
  - a) *Citrus* L., met uitzondering van citroenen (*Citrus medica* L.)
  - b) *Cydonia* Mill.
  - c) *Malus* Mill.
  - d) *Pyrus* L.
  - e) *Prunus* L.
  - f) *Ribes* L.
  - g) *Rubus* L.
  - h) *Vitis* L.
3. Snijbloemen en siertakken van :
  - a. *Gladiolus* L.
  - b. *Prunus* L.
  - c. *Rosa* L.
  - d. *Salix* L.
  - e. *Syringa* L.
4. Grond :
  - a) plantedelen of humus bevattend (turf wordt niet als plantedeel of humus aangemerkt) ;
  - b) aanhangend of aan planten toegevoegd.
- \* 5. a) Onbewerkt hout, bekapt en bezaagd hout, houtafval, waaronder ook begrepen zaagsel en spaanders van *Castanea* Mill. en *Quercus* L., van herkomst uit Noord-Amerika en van *Ulmus* L. van elke herkomst.
- b) Vruchten en zaken van *Castanea* Mill. en *Quercus* L.

\* *gewijzigd conform M (73) 10, art. 5 (zie blz. 1608).*



1263

ADDENDUM V  
(art. 4 du Règlement)

1. Végétaux, à l'exception des fruits et semences
  - a) végétaux de dicotylédones ligneuses à l'exception des fleurs coupées et des rameaux ornementaux
  - b) plants de fraisiers (*Fragaria* [Tourn.] L.)
  - c) géraniums (*Pelargonium* l'Herit. partim)
  - d) tubercules de pommes de terre (*Solanum tuberosum* L.)
  - e) tubercules et bulbes à fleurs et rhizomes d'iris (*Iris* L.) en repos végétatif
  - f) pins (*Pinus* L.)
  - g) chrysanthèmes (*Chrysanthemum* [Tourn.] L. partim)
  - h) œillets (*Dianthus* L.)
  - i) boutures de houblon (*Humulus lupulus* L.)
  - \* j) autres végétaux racinés plantés ou destinés à être plantés, à l'exception des plantes d'aquarium.
2. Fruits frais de :
  - a) *Citrus* L., à l'exception des citrons (*Citrus medica* L.)
  - b) *Cydonia* Mill.
  - c) *Malus* Mill.
  - d) *Pyrus* L.
  - e) *Prunus* L.
  - f) *Ribes* L.
  - g) *Rubus* L.
  - h) *Vitis* L.
3. Fleurs coupées et rameaux ornementaux de :
  - a. *Gladiolus* L.
  - b. *Prunus* L.
  - c. *Rosa* L.
  - d. *Salix* L.
  - e. *Syringa* L.
4. Terre :
  - a) contenant des parties de végétaux ou de l'humus (la tourbe n'est pas considérée comme partie de végétaux ou humus) ;
  - b) adhérente ou ajoutée aux végétaux.
- \*5. a) Bois bruts, bois équarris, sciés et déchets de bois y compris les sciures de *Castanea* Mill. et de *Quercus* L. en provenance d'Amérique du Nord et d'*Ulmus* L. de toute provenance.
- b) Fruits et semences de *Castanea* Mill. et de *Quercus* L.

\* modifié conformément à *M* (73) 10, art. 5 (voir p. 1608).

- c) Planten van herkomst uit China, Japan, Korea en het Aziatisch deel van Rusland of uit Noord-Amerika.
  - 1) Angiospermae met uitzondering van vruchten en zaden.
  - 2) Verse vruchten met geheel of gedeeltelijk vlezig vruchtwand.
  
- d) Planten van herkomst uit Bulgarije, Joegoslavië, Oostenrijk, Roemenië, Tjechoslowakije, Oekraïne of Hongarije.
  - 1) Dicotyledoneae met uitzondering van hun ondergrondse delen, alsmede van hun vruchten en zaden.
  - 2) Verse vruchten met geheel of gedeeltelijk vlezig vruchtwand.
  
- e) Planten van het geslacht *Larix* L. en van de soort *Pseudotsuga taxifolia* (Poir.) Britt., met uitzondering van vruchten en zaden, herkomstig uit Amerikaanse en Aziatische landen.
  
- f) Planten van het geslacht *Abies* L., met uitzondering van vruchten en zaden, herkomstig uit Amerikaanse landen.
  
- g) Planten van het geslacht *Picea* L., met uitzondering van vruchten en zaden, herkomstig uit Noord-Amerika.

---

BENELUX ECONOMISCH EN  
STATISTISCH  
KWARTAALBERICHT

---

Deze driemaandelijks publiekatie 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 publiekatie bedraagt in jaarabonnement F 200 of f 15 (per nummer F 70 of f 5).

Voor de verkoopadressen raadplege 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 of ± fl. 0,11 per velletje).

Facturering van abonnementen geschiedt per trimester.

Dit nummer kost fl 5,90 of F 82,—.

De volledige verzameling der **Benelux-Basisteksten** (t/m de 63° aanvulling, losbladig, in 9 plastic banden) kost fl 249,— of F 3.435,—.

## 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 82,—.

La collection complète des **Textes de base Benelux** (y compris le 63° supplément, sur feuillets mobiles, 9 reliures en plastic) coûte F 3.435,—.

## 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)