

BULLETIN

BENELUX

PUBLIKATIEBLAD

INHOUD :

Beschikking van het Comité van Ministers van 4 mei 1979 betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek inzake bier, M (79) 6

MET REGLEMENT

TABLE DES MATIERES :

Décision du Comité de Ministres du 4 mai 1979 concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux relatives à la bière, M (79) 6

AVEC REGLEMENT

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

BENELUX

BENELUX-PUBLIKATIE-

BLAD 1979-4

augustus 1979

Dit nummer bevat uitsluitend Beschikking M (79) 6 van 4 mei 1979 met het daarbij behorende Reglement, dit laatste in fotocopie-vorm.

In het voorgaande nummer, 1979-3, is alleen de Beschikking zelf opgenomen, doch niet het Reglement, gezien de grote omvang daarvan en de beperkte kring van belanghebbenden (zie blz. 2361-2363, Basisteksten Deel 6/II). Aldus wordt voor de abonnees een kostenbesparing bereikt en een overmatige aanvulling der Basisteksten vermeden.

Een exemplaar van nr 1979-4 wordt gratis toegezonden aan de abonnees die het Secretariaat-Generaal van Benelux daarom verzoeken. Abonnees die meer exemplaren wensen en niet-abonnees kunnen het nummer bestellen bij de gebruikelijke verkooppunten van het Publikatieblad tegen betaling van F 50,— of f 3,45 per exemplaar.

De blaadjes van dit nummer dienen derhalve niet te worden ingelast in de Benelux-Basisteksten.

BULLETIN BENELUX 1979-4

août 1979

Le présent numéro contient uniquement la Décision M (79) 6 du 4 mai 1979, ainsi que le Règlement y afférent, ce dernier sous forme de photocopie.

Le numéro précédent, 1979-3, n'a repris que le texte de la Décision même, et non celui du Règlement, ce dernier étant d'une longueur inhabituelle et n'intéressant qu'un nombre limité de personnes (voir les pp. 2361-2363, Textes de Base, Tome 6/II). Les abonnés peuvent ainsi réaliser une économie de frais, et on évite en même temps de devoir ajouter un supplément excessif aux Textes de Base.

Un exemplaire du n° 1979-4 sera envoyé gratuitement aux abonnés qui en feront la demande au Secrétariat général du Benelux. Ceux qui désirent obtenir des exemplaires supplémentaires ainsi que les non abonnés peuvent commander ce numéro aux bureaux de vente habituels du Bulletin contre paiement de F 50,— ou de f 3,45 par exemplaire.

Les feuillets de ce numéro ne sont donc pas destinés à être insérés dans les Textes de Base Benelux.

BESCHIKKING
VAN HET COMITE VAN MINISTERS
VAN 4 MEI 1979
BETREFFENDE DE TOEPASSING VAN BENELUX-
REFERENTIEMETHODEN VAN ONDERZOEK
INZAKE BIER

M (79) 6

(inwerkingtreding : 1 juni 1979)
(voor Beschikking M (73) 19 : zie blz. 1679)

DECISION
DU COMITE DE MINISTRES
DU 4 MAI 1979
CONCERNANT L'APPLICATION DE METHODES
D'ANALYSE DE REFERENCE BENELUX RELATIVES
A LA BIERE

M (79) 6

(entrée en vigueur le 1^{er} juin 1979)
(pour la Décision M (73) 19 : voir p. 1679)

BESCHIKKING
van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie
betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden
van onderzoek inzake bier
M (79) 6

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

Gelet op de Beschikking van het Comité van Ministers van 31 augustus 1973 inzake de harmonisatie der wetgevingen inzake bier, M (73) 19,

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

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

Heeft het volgende beslist :

Enig artikel

1. De Regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen van het aan deze Beschikking gehechte Reglement, als enige referentiemethode op 1 juni 1979 worden aanvaard.
2. Uiterlijk 6 maanden na afloop van de in het eerste lid genoemde termijn brengt ieder der drie Regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoering van onderhavige Beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

GEDAAN te Brussel, op 4 mei 1979.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

G. THORN

Nota

Het aan deze Beschikking gehechte Reglement zal in verband met zijn omvang (80 pag.) afzonderlijk worden gepubliceerd in het eerstvolgende nummer van het Benelux-publikatieblad, nr 1979-4. Eén exemplaar van dit nummer zal gratis worden toegezonden aan alle abonnees die daartoe een verzoek richten aan het Secretariaat-Generaal van de Benelux Economische Unie. Abonnees die meerdere exemplaren wensen te ontvangen en niet-abonnees kunnen dit nummer bestellen bij de gebruikelijke verkooppunten van het Benelux-publikatieblad tegen betaling van F 50,— of f. 3,45 per exemplaar. Bij wijze van inlichting is hierna de inhoudsopgave gegeven van het bij deze Beschikking behorende Reglement.

DECISION
du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux
concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux
relatives à la bière
M (79) 6

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

Vu l'article 1 b 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 Décision du Comité de Ministres du 31 août 1973, relative à l'harmonisation des législations en matière de bière, M (73) 19,

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

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

A pris la décision suivante :

Article unique

1. Les Gouvernements des trois pays du Benelux prendront les mesures nécessaires pour que les dispositions reprises dans le Règlement annexé à la présente Décision soient considérées à partir du 1^{er} juin 1979 comme seule méthode de référence.
2. Dans les 6 mois qui suivent l'expiration du délai prévu au § 1, chacun des trois Gouvernements fait rapport au Comité de Ministres sur les mesures qui ont été prises pour l'exécution de cette Décision. Le texte des mesures d'exécution nationales sera joint à ce rapport.

FAIT à Bruxelles, le 4 mai 1979.

Le Président du Comité de Ministres,

G. THORN

Note

Le Règlement annexé à cette Décision sera, compte tenu de son volume (89 pages) publié séparément dans la prochaine livraison du Bulletin Benelux qui portera le numéro 1979-4. Un exemplaire de ce numéro sera envoyé aux abonnés qui en feront la demande au Secrétariat général de l'Union économique Benelux. Il sera fourni gratuitement. Les abonnés désirant obtenir plusieurs exemplaires, ainsi que les non-abonnés, peuvent passer commande aux bureaux de vente habituels du Bulletin Benelux au prix de F 50,— ou f 3,45 l'exemplaire. A titre d'information est publiée ci-après la table des matières du Règlement annexé à la présente Décision.

Referentiemethoden van onderzoek inzake bier
M (79) 6, Bijlagen

INHOUDSOPGAVE

	Pag.
1. Voorbereiding van het monster	1
2. Zuurgraad	1
3. Vluchtige zuren	1
4. Alcohol in alcoholarm bier	
4.1 Doel	2
4.2 Definitie	2
4.3 Beginsel	2
4.4 Reagentia en oplossingen	3
4.5 Apparatuur en Glaswerk	3
4.6 Monster	4
4.7 Werkwijze	4
4.8 Rapportering en berekening	5
5. Extractgehalte van de stamwort	
5.1 Alcoholgehalte	6
5.2 Werkelijk extractgehalte	7
5.3 Berekening van het extractgehalte van de stamwort	8
6. Extractgehalte van de stamwort van zure bieren	8
7. L-ascorbinezuur	8
8. Glycol propyleen alginaat	8
9. Ferrosulfaat	8
10. Kunstmatige zoetstoffen	
10.1 Doel en toepassingsgebied	9
10.2 Principe	9
10.3 Reagentia en hulpstoffen	9
10.4 Toestellen en hulpmiddelen	10
10.5 Werkwijze	10
11. Bevestigingsreactie voor cyclamaat	
11.1 Doel en toepassingsgebied	12
11.2 Principe	12
11.3 Reagentia	12
11.4 Apparatuur en hulpmiddelen	12
11.5 Werkwijze	12
12. Kleurstoffen	13
13. Reductonen	13
14. Zwaveligzuur	14
15. Bepaling van de inhoud van flessenbier	15
Schets van destillatie-apparaat volgens Tanner (Bijlage II)	16
Tabel van Goldiner en Klemann voor de omzetting van de dichtheid bij 20/20°C	
— in het alcoholgehalte in gewichtspercenten (Bijlage III)	17
— in het extractgehalte van de wort in g/100 g bier (Bijlage IV)	22

Méthodes d'analyse de référence relatives à la bière
M (79) 6, Annexes

TABLE DES MATIERES

	Page
1. Préparation de l'échantillon	1
2. Acidité	1
3. Acides volatils	1
4. Ethanol dans les bières pauvres en alcool	
4.1 But	2
4.2 Définition	2
4.3 Principe	2
4.4 Réactifs et solutions	3
4.5 Appareillage et verrerie	3
4.6 Échantillon	4
4.7 Mode opératoire	4
4.8 Calcul	5
5. Extrait primitif	
5.1 Teneur en alcool	6
5.2 Extrait réel	7
5.3 Calcul de l'extrait primitif	8
6. Extrait primitif des bières acides	8
7. Acide L-ascorbique	8
8. Alginate de propylène glycol	8
9. Sulfate ferreux	8
10. Edulcorants artificiels	
10.1 Objectif et champ d'application	9
10.2 Principe	9
10.3 Réactifs et accessoires	9
10.4 Appareils et accessoires	10
10.5 Mode opératoire	10
11. Réaction de confirmation pour le cyclamate	
11.1 Objectif et champ d'application	12
11.2 Principe	12
11.3 Réactifs	12
11.4 Appareillage et accessoires	12
11.5 Mode opératoire	12
12. Colorants	13
13. Réductones	13
14. Anhydride sulfureux	14
15. Détermination du contenu des bouteilles de bière	15
Schéma de l'appareil de distillation selon Tanner (Annexe II)	16
Table de Goldiner et Klemann pour la conversion de la densité à 20/20 °C	
-- en teneur en alcool en pour-cent de poids (Annexe III)	17
-- en extrait primitif en g/100 g de bière (Annexe IV)	22

REGLEMENT
BETREFFENDE DE REFERENTIEMETHODEN INZAKE BIER
GEHECHT AAN BESCHIKKING M (79) 6

REGLEMENT
CONCERNANT LES METHODES D'ANALYSE RELATIVES A LA BIERE
ANNEXE A LA DECISION M (79) 6

REFERENTIEMETHODEN VAN ONDERZOEK INZAKE BIER

1. Vorbereiding van het monster:

Breng 300 tot 500 gram bier over in een kolf van 750 ml, dek deze af met een stukje aluminiumfolie en schud deze met de hand bij een temperatuur van ongeveer 20°C tot géén gasbellen meer uit de vloeistof vrijkomen. Filtreer de kolfinhoud over een droog filtreerpapier en vang het filtraat op in een droge kolf.

2. Zuurgraad:

Reagentia en apparatuur:

- Natriumhydroxide oplossing 0,1n.
- pH-meter voorzien van een glaselectrode als indicator-electrode en een calomel electrode als referentie-electrode. In plaats van gescheiden electroden kan ook een gecombineerde indicator/referentie-electrode worden gebruikt.
- Magneetroerder.

2.1. Pipetteer 100 ml volgens 1. voorbereid monster in een passend bekerglas, breng eveneens een magnetisch roerstaafje in het bekerglas en plaats het geheel op de magneetroerder. Titreer onder voortdurend roeren de oplossing met 0,1 n natriumhydroxide oplossing tot de pH 8,8 bedraagt. Noteer het verbruikte volume (v ml).

2.2. De zuurgraad van de waar in milli-equivalenten per liter bedraagt:

$$v \times t \times 10$$

waarin

t = de titer van de natriumhydroxide oplossing.

3. Vluchtige zuren:

Reagentia en apparatuur:

- Natriumhydroxide oplossing 0,1n.
- Stoomdestillatie-apparaat bestaande uit een stoomgenerator van 1 liter verbonden met een driehalskolf van 500 ml waarop aangesloten een waterkoeler (Liebigkoeler) die overgaat in een allonge waarvan het uiteinde zich bevindt in een konische kolf van 500 ml.
- pH-meter voorzien van een glas-electrode als indicator-electrode en een calomel-electrode als referentie-electrode. In plaats van gescheiden electroden kan ook een gecombineerde indicator/referentie-electrode worden gebruikt.
- Magneetroerder.

METHODES D'ANALYSE DE REFERENCE RELATIVES A LA BIERE

1. Préparation de l'échantillon :

Introduire 300 à 500 gr de bière dans un ballon de 750 ml, le recouvrir d'une feuille d'aluminium et l'agiter à la main, à la température d'environ 20° C, jusqu'à ce que toutes les bulles se soient dégagées du liquide. Filtrer le contenu du ballon sur un papier-filtre sec et recueillir le filtrat dans un ballon sec.

2. Acidité :

Réactifs et appareillage :

- Solution d'hydroxyde de sodium 0,1n.
- pH-mètre muni d'une électrode de verre comme électrode indicatrice et d'une électrode au calomel comme électrode de référence. En lieu et place d'électrodes distinctes, on peut également utiliser une électrode indicatrice/référence combinée.
- Agitateur magnétique.

2.1. Dans un bécher approprié, pipeter 100 ml de l'échantillon préparé selon 1., y introduire également un barreau magnétique et déposer l'ensemble sur l'agitateur magnétique. Tout en remuant constamment, titrer la solution à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1n jusqu'au pH 8,8. Noter le volume utilisé (v ml).

2.2. L'acidité de la denrée en milli-équivalents par litre est :

$$v \times t \times 10$$

où

t = la normalité de la solution d'hydroxyde de sodium.

3. Acides volatils :

Réactifs et appareillage :

- Solution d'hydroxyde de sodium 0,1n.
- Appareil pour la distillation par entraînement à la vapeur constitué d'un générateur de vapeur de 1 litre relié à un ballon de 500 ml à trois cols auquel est relié un réfrigérant à eau (réfrigérant Liebig) prolongé par une allonge dont l'extrémité débouche dans un vase conique de 500 ml.
- pH mètre muni d'une électrode de verre comme électrode indicatrice et d'une électrode au calomel comme électrode de référence. En lieu et place d'électrodes distinctes, on peut également utiliser une électrode indicatrice/référence combinée.
- Agitateur magnétique.

- 3.1. Pipetteer 100 ml volgens 1. voorbereid monster in de van te voren gewogen 500 ml driehalskolf en bepaal opnieuw het gewicht ; het gewichtsverschil is de inweeg in gram (p gram).
- 3.2. Breng enige kooksteentjes in de driehalskolf, sluit deze aan op het stoomdestillatie-apparaat en breng door middel van een verwarmd oliebad de inhoud aan de kook. Leid zodra de kolfinhoud kookt, stoom uit stoomgenerator in de driehalskolf - de inleidbuis moet uitmonden onder het vloeistofoppervlak - en destilleer ongeveer 250 ml vloeistof over. Vang het destillaat op in een konische kolf van 500 ml. Zorg tijdens de destillatie voor een efficiënte koeling i.e. let er op dat de vloeistofdampen condenseren in het voorste deel van de koelbuis.
- 3.3. Titreer het destillaat met natriumhydroxide-oplossing 0,1 n op de wijze aangegeven onder 2.1. Noteer het verbruikte volume (v_1 ml).
- 3.4. Bereken het gehalte aan vluchtige zuren uitgedrukt in milli-equivalenten per liter bier uit :

$$v_1 \times t \times 10$$

waarin

t = de titer van de natriumhydroxide-oplossing.

Bereken, uitgedrukt als azijnzuur in gewichtsprocenten (c), het gehalte van vluchtige zuren van het bier met behulp van :

$$c = \frac{v_1 \times t \times 61}{10 \times p}$$

4. Alkohol in alkoholarm bier

4.1. Doel

Dit voorschrift beschrijft een enzymatische methode voor de bepaling van ethanol in alkoholarm bier

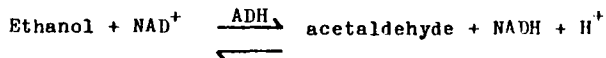
4.2. Definitie

Het ethanolgehalte van alkoholarm bier :

Het ethanolgehalte bepaald volgens de hierna beschreven methode wordt uitgedrukt in g/l.

4.3. Beginsel

Oxydatie van ethanol door nicotineamide-adenine-dinucleotide (NAD) gekatalyseerd door alcoholdehydrogenase (ADH), tot acetaldehyde, waarbij gereduceerd nicotineamide-adenine-dinucleotide ontstaat.



Verschuiving van het evenwicht naar rechts door toevoeging van semicarbazide. Spektrofotometrische meting van de concentratie van het gevormde NADH.

- 3.1. Pipeter 100 ml de l'échantillon préparé selon 1., dans un ballon de 500 ml à trois cols préalablement taré et déterminer à nouveau le poids ; la différence de poids est l'apport en g (p grammes).
- 3.2. Introduire quelques fragments de pierre-ponce dans le ballon à trois cols, le relier à l'appareil d'entraînement à la vapeur et porter son contenu à ébullition à l'aide d'un bain d'huile chauffé. Dès que le contenu du ballon entre en ébullition, envoyer la vapeur du générateur dans le ballon à trois cols - le conduit doit déboucher sous la surface du liquide - et distiller environ 250 ml de liquide. Recueillir le distillat dans un vase conique de 500 ml. Pendant la distillation, veiller à une condensation efficace c'est-à-dire que les vapeurs se condensent dans la première partie du réfrigérant.
- 3.3. Titrer le distillat à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1n, selon 2.1. Noter le volume utilisé (v_1 ml).
- 3.4. Calculer la teneur en acides volatils, exprimée en milli-équivalents par litre de bière, à l'aide de la formule :

$$v_1 \times t \times 10$$

où

t = la normalité de la solution d'hydroxyde de sodium.

Calculer la teneur en acides volatils de la bière, exprimée en acide acétique en pour-cent en poids (C), à l'aide de :

$$C = \frac{v_1 \times t \times 61}{10 \times p}$$

4. Ethanol dans les bières pauvres en alcool

4.1. But

La présente prescription décrit une méthode enzymatique pour la détermination de l'éthanol dans la bière pauvre en alcool.

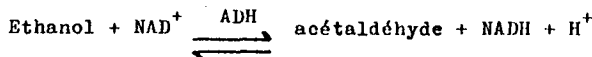
4.2. Définition

La teneur en éthanol de la bière pauvre en alcool

La teneur en éthanol déterminée selon la méthode décrite ci-après est exprimée en g/l.

4.3. Principe

Oxydation de l'éthanol par la nicotinamide-adenine-dinucléotide (NAD), catalysé par l'alcool déshydrogénase (ADH), en acétaldéhyde, avec production de nicotinamide-adenine-dinucléotide réduit :



Déplacement de l'équilibre vers la droite par l'adjonction de semi-carbazide. Mesure spectrophotométrique de la concentration du NADH formé.

4.4. Reagentia en oplossingen

Alle reagentia dienen analytisch zuiver te zijn. Onder water wordt in dit voorschrift verstaan dubbel uit glaswerk gedestilleerd water of water van gelijksoortige kwaliteit.

4.4.1. Reagentia

4.4.1.1. Natriumpyrofosfaat, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ p.a..

4.4.1.2. Semicarbazidehydrochloride $\text{H}_2\text{NNHCONH}_2 \cdot \text{HCl}$ p.a..

4.4.1.3. Glycine, $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COOH}$, p.a..

4.4.1.4. Nicotineamide-adenine-dinucleotide, NAD.

4.4.1.5. Alcoholdehydrogenase, ADH.

Suspensie van 30 mg/ml of lyofilisaat (50 mg = 30 mg enzymproteïne)

4.4.2. Oplossingen.

4.4.2.1. Bufferoplossing, pH = 8,7.

Los 10 g natriumpyrofosfaat ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$), 2,5 g semicarbazidehydrochloride en 0,5 g glycine op in 250 ml water. Breng de pH van de oplossing op 8,7 met NaOH oplossing 5 n.

Verdun met water tot 300 ml.

De oplossing is bij + 4° C gedurende 3 weken houdbaar.

4.4.2.2. NAD-oplossing

Los 50 mg nicotineamide-adenine-dinucleotide (NAD) op in 5 ml water. De oplossing is bij + 4° C gedurende 4 weken houdbaar.

4.4.2.3. Alcoholdehydrogenase suspensie.

De suspensie van 30 mg/ml is als zodanig verkrijgbaar. De suspensie is bij + 4° C gedurende 6 maanden houdbaar.

Gaat men uit van een oplossing van 50 mg van het gelyofiliseerde materiaal (= 30 mg enzymproteïne) in 1 ml water, dan is deze oplossing bij + 4° C gedurende 1 week houdbaar.

4.4.2.4. NaOH oplossing 5 n.

Los 50 g NaOH op in 150 ml water. Koel af en vul aan tot 250 ml.

4.5. Apparatuur en Glaswerk

Normaal laboratoriumglaswerk en bovendien :

4.5.1. pH-meter.

4.5.2. Filterfotometer of spektrofotometer instelbaar op een golflengte van 365 nm.

4.5.3. Gethermostatiseerd waterbad, geschikt voor instelling op een temperatuur van $25 \pm 0,5^\circ \text{C}$.

4.5.4. Enzymepipetten, waarvan de graduering niet tot in de uitlooppunt is doorgezet.

4.4. Réactifs et solutions

Tous les réactifs doivent être analytiquement purs. Dans la présente prescription, on entend par "eau" de l'eau bidistillée en récipient de verre ou de l'eau d'une qualité équivalente.

4.4.1. Réactifs

4.4.1.1. Pyrophosphate de sodium, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ p.a.

4.4.1.2. Hydrochlorure de semicarbazide, $\text{H}_2\text{NNHCONH}_2 \cdot \text{HCl}$ p.a.

4.4.1.3. Glycine, $\text{H}_2\text{NCH}_2\text{COOH}$ p.a.

4.4.1.4. Nicotinamide-adenine-dinucléotide, NAD.

4.4.1.5. Alcool déshydrogénase, ADH.

Suspension de 30 mg/ml ou lyophilisat (50 mg = 30 mg de protéine-enzyme).

4.4.2. Solutions

4.4.2.1. Solution-tampon, pH = 8,7.

Dissoudre 10 g de pyrophosphate de sodium ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$), 2,5 g d'hydrochlorure de semicarbazide et 0,5 g de glycine dans 250 ml d'eau. Ajuster le pH de la solution à 8,7 à l'aide de solution NaOH 5 n.

Diluer jusqu'à 300 ml avec de l'eau.

La solution se conserve pendant 3 semaines à + 4° C.

4.4.2.2. Solution de NAD.

Dissoudre 50 mg de nicotinamide-adenine-dinucléotide (NAD) dans 5 ml d'eau.

La solution se conserve pendant 4 semaines à + 4° C.

4.4.2.3. Suspension d'alcool déshydrogénase

La suspension de 30 mg/ml se vend telle quelle.

La suspension se conserve pendant 6 mois à + 4° C.

Si l'on utilise une solution de 50 mg de substance lyophilisée (= 30 mg de protéine-enzyme) dans 1 ml d'eau, cette solution se conserve pendant 1 semaine à + 4° C.

4.4.2.4. Solution de NaOH.5n

Dissoudre 50 g de NaOH dans 150 ml d'eau. Refroidir et compléter jusqu'à 250 ml.

4.5. Appareillage et verrerie

Verrerie de laboratoire normale et en outre :

4.5.1. pH-mètre.

4.5.2. Photomètre à filtre ou spectrophotomètre ajustable à la longueur d'ondes de 365 nm.

4.5.3. Bain-marie thermostatisé, ajustable à la température de $25 \pm 0,5^\circ \text{C}$.

4.5.4. Pipettes pour enzyme, dont la graduation ne se prolonge pas jusqu'à la pointe.

- 4.5.5. Kwartskuvetten met een optische weglengte van 1 cm.
- 4.5.6. Kunststofroerstaafjes, aan het uiteinde rechthoekig omgebogen om de inhoud van de kuvetten te mengen.
- 4.5.7. Volumetrische pipetten, Klasse A (ISO aanbeveling R 648).
- 4.5.8. Maatkolven van 100-200-250 en 500 ml.

4.6. Monster

- 4.6.1. Ga uit van een representatief monster van 0,5 - 1 liter.
- 4.6.2. Bewaar het monster zodanig, dat bederf en verandering van samenstelling worden voorkomen.

4.7. Werkwijze

4.7.1. Voorbereiding van het monster

- 4.7.1.1. Homogeniseer het monster door omschudden.
- 4.7.1.2. Verwijder het koolzuur zoals beschreven onder 1.
- 4.7.1.3. Houdt het monster op $20 \pm 0,5^\circ \text{C}$.

4.7.2. De verdunning

- 4.7.2.1. Pipetteer 10 ml van het op $20 \pm 0,5^\circ \text{C}$ gebrachte monster (4.7.1.3.) in een maatkolf van 100 ml.
Vul aan tot aan de maatstreep met water van $20 \pm 0,5^\circ \text{C}$ en meng.
- 4.7.2.2. Pipetteer 10 ml van de oplossing (4.7.2.1.) in een maatkolf van 100 ml. Vul aan tot aan de maatstreep met water van $20 \pm 0,5^\circ \text{C}$ en meng.

4.7.3. De enzymatische bepaling

- 4.7.3.1. Pipetteer in een kwartskuvet (4.5.5.) achtereenvolgens 3,00 ml bufferoplossing (4.4.2.1.), 0,20 ml monsteroplossing (4.7.2.2.) en 0,10 ml NAD oplossing (4.4.2.2.). Meng met het kunststofroerstaafje.
- 4.7.3.2. Herhaal deze bewerking in een tweede kuvet (4.5.5.) met 0,20 ml water in plaats van 0,20 ml monsteroplossing.
- 4.7.3.3. Meet met behulp van de spektrofotometer of de filterfotometer (4.5.2.) de extinktiefactor E_{1M} van de oplossing (4.7.3.1.) en de extinktiefactor E_{1B} van de blanco-oplossing (4.7.3.2.) bij 365 nm.
- 4.7.3.4. Pipetteer op het kunststofroerstaafje 0,020 ml alkoholdehydrogenase suspensie (4.4.2.3.). Breng in de kuvetten en meng.
- 4.7.3.5. Breng de oplossing uit de kuvetten over in reegee buizen en plaats deze afgesloten b.v. door parafilm in een waterbad van $25 \pm 0,5^\circ \text{C}$ gedurende exact 70 minuten.

4.5.5. Cuvettes de quartz à chemin optique de 1 cm.

4.5.6. Baguettes en matière synthétique, dont l'extrémité est courbée à angle droit pour mélanger le contenu des cuvettes.

4.5.7. Pipettes calibrées, Classe A (recommandation ISO R 648).

4.5.8. Ballons jaugés de 100, 200, 250 et 500 ml.

4.6. Echantillon

4.6.1. Utiliser un échantillon représentatif de 0,5 - 1 litre.

4.6.2. Conserver l'échantillon de manière à prévenir toute altération ou modification de sa composition.

4.7. Mode opératoire

4.7.1. Préparation de l'échantillon

4.7.1.1. Homogénéiser l'échantillon en l'agitant.

4.7.1.2. Eliminer l'acide carbonique de la manière décrite sous 1.

4.7.1.3. Conserver l'échantillon à $20 \pm 0,5^\circ \text{C}$.

4.7.2. Dilution

4.7.2.1. Pipeter 10 ml de l'échantillon porté à $20 \pm 0,5^\circ \text{C}$ (4.7.1.3.) dans un ballon jaugé de 100 ml. Compléter jusqu'au trait à l'aide d'eau à $20 \pm 0,5^\circ \text{C}$ et mélanger.

4.7.2.2. Pipeter 10 ml de la solution (4.7.2.1.) dans un ballon jaugé de 100 ml. Compléter jusqu'au trait à l'aide d'eau à $20 \pm 0,5^\circ \text{C}$ et mélanger.

4.7.3. Détermination enzymatique

4.7.3.1. Dans une cuvette de quartz (4.5.5.) pipeter successivement 3,00 ml de la solution-tampon (4.4.2.1.), 0,20 ml de la solution d'échantillon (4.7.2.2.) et 0,10 ml de la solution NAD (4.4.2.2.). Mélanger à l'aide de la baguette en matière synthétique.

4.7.3.2. Répéter cette opération dans une deuxième cuvette (4.5.5.) avec 0,20 ml d'eau au lieu de 0,20 ml de solution d'échantillon.

4.7.3.3. A l'aide du spectrophotomètre ou du photomètre à filtre (4.5.2.), mesurer l'extinction E_{1M} de la solution (4.7.3.1.) et l'extinction E_{1B} de la solution à blanc (4.7.3.2.) à 365 nm.

4.7.3.4. Pipeter sur la baguette 0,020 ml de suspension d'alcool déshydrogénase (4.4.2.3.). Déposer ensuite dans les cuvettes et mélanger.

4.7.3.5. Transférer les solutions des cuvettes dans des éprouvettes et placer celles-ci, fermées par exemple à l'aide d'un parafilm, dans un bain-marie à $25 \pm 0,5^\circ \text{C}$ pendant exactement 70 minutes.

4.7.3.6. Breng hierna de reaktiemengsels terug in de kuvetten en meet de extinktities E_{2M} en E_{2B} bij 365 nm.

4.8. Rapportering en berekening

4.8.1. Bereken het ethanolgehalte van het monster uitgedrukt in g/l met behulp van de volgende formule :

$$A = \frac{\Delta E \times V \times Mw \times f}{\left\langle \lambda \right\rangle \times d \times v}$$

waarin :

$$\Delta E = (E_{2M} - E_{1M}) - (E_{2B} - E_{1B})$$

E_{1M} = gemeten extinktatie van de monsteroplossing (4.7.3.3.).

E_{1B} = gemeten extinktatie van de blanco-oplossing (4.7.3.3.).

E_{2M} = gemeten extinktatie van de monsteroplossing (4.7.3.6.).

E_{2B} = gemeten extinktatie van de blanco-oplossing (4.7.3.6.).

V = eindvolume van het reaktiemengsel.

Mw = moleculair gewicht van ethanol.

f = verdunningsfaktor.

= de moleculaire extinktatie van NAD bij 365 nm in $1 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$.

d = de optische weglengte van de kuvet in cm.

v = de toegevoegde hoeveelheid monsteroplossing (4.7.3.1.) in ml

4.8.2. Factoren

Voor de grootheden genoemd in 4.8.1. kunnen de volgende getallen worden ingevuld :

$$V = 3,32.$$

$$Mw = 46,07.$$

$$\left\langle \lambda \right\rangle = 3,441 \times 10^3.$$

$$f = 100.$$

$$d = 1.$$

$$v = 0,2.$$

Na het invullen van deze grootheden in de formule (4.8.1.) luidt deze :

$$A = 22,226 \times \Delta E \text{ g/l.}$$

4.7.3.6. Retransférer les mélanges de réaction dans les cuvettes et mesurer les extinctions E_{2M} et E_{2B} à 365 nm.

4.8. Calcul

4.8.1. Calculer la teneur en éthanol de l'échantillon, exprimée en g/l, à l'aide de la formule suivante :

$$A = \frac{\Delta E \times V \times M_w \times f}{\langle \lambda \rangle \times d \times v}$$

où :

$$\Delta E = (E_{2M} - E_{1M}) - (E_{2B} - E_{1B})$$

E_{1M} = l'extinction mesurée de la solution d'échantillon (4.7.3.3.).

E_{1B} = l'extinction mesurée de la solution à blanc (4.7.3.3.).

E_{2M} = l'extinction mesurée de la solution d'échantillon (4.7.3.6.).

E_{2B} = l'extinction mesurée de la solution à blanc (4.7.3.6.).

V = le volume final du mélange de réaction.

M_w = le poids moléculaire de l'éthanol.

f = le facteur de dilution.

$\langle \lambda \rangle$ = l'extinction moléculaire du NAD à 365 nm, en $l \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$

d = le chemin optique de la cuvette cm.

v = la quantité, en ml, de solution d'échantillon ajoutée (4.7.3.1.).

4.8.2. Facteurs

Les valeurs suivantes peuvent remplacer les symboles figurant sous 4.8.1. :

$$v = 3,32$$

$$M_w = 46,07$$

$$\langle \lambda \rangle = 3,441 \times 10^3$$

$$f = 100$$

$$d = 1$$

$$v = 0,2$$

La formule (4.8.1.) devient ainsi :

$$A = 22,226 \times \Delta E \text{ g/l.}$$

5. Extractgehalte van de stamwort

Het extractgehalte van de stamwort wordt berekend uit het alcoholgehalte en het werkelijke extractgehalte ; voor uitsluitend zure bieren wordt het ook uit het gehalte aan vluchtige zuren berekend ; zie onder 6.

5.1. Alcoholgehalte:

Apparatuur:

- Destillatie-apparaat, bestaande uit platbodenkolf van 500 ml, destillatie-opzet, koeler bestaande uit een Idebigoeler en een allonge die uitmondt in een kolf van 100 ml.
- Passende pyknometers met ingeslepen glazen stop en lange smalle hals, inhoud ongeveer 45 ml. Pyknometers van het type Reischauer zijn bijzonder geschikt voor de hieronder beschreven bepaling.
- Analytische balans, weegnauwkeurigheid $\pm 0,05$ mg.
- Gethermostatiseerd waterbad, ingesteld op $20 \pm 0,05^{\circ}\text{C}$.

- 5.1.1. Breng enige puimsteenkorrels in de 500 ml platbodenkolf en weeg tot op 0,1 g nauwkeurig. Weeg vervolgens $100 \pm 0,1$ g volgens 1. voorbeeld monster af in de kolf en voeg 50 ml g-destilleerd water toe.
- 5.1.2. Sluit het geheel aan op de koeler van het destillatie-apparaat.
- 5.1.3. Weeg het 100 ml ontvangkolfje, pipetteer 5 ml gedestilleerd water in de gewogen kolf en plaats deze zo onder de allonge van het destillatie-apparaat dat de opening hiervan uitmondt onder het vloeistofoppervlak.
- 5.1.4. Plaats een asbestgaasje onder de 500 ml platbodenkolf en breng de kolfinhoud door voorzichtig verwarmen aan de kook.

5. Extrait primitif

L'extrait primitif est calculé à partir de la teneur en alcool et de l'extrait réel ; pour les bières acides uniquement, la teneur en acides volatils intervient également ; voir sous 6.

5.1. Teneur en alcool :**Appareillage :**

- Appareil de distillation, constitué d'un ballon à fond plat de 500 ml, d'un dôme de distillation, d'un réfrigérant constitué d'un réfrigérant de Liebig et d'une allonge qui débouche dans un ballon de 100 ml.
- Pycnomètres appropriés à col long et étroit avec bouchon de verre rodé, contenance environ 45 ml. Les pycnomètres du type Reischauer conviennent particulièrement pour la détermination décrite ci-après.
- Balance analytique, précision $\pm 0,05$ mg.
- Bain-marie à thermostat, réglé à $20 \pm 0,05^\circ \text{C}$.

5.1.1. Mettre quelques fragments de pierre-ponce dans le ballon à fond plat de 500 ml et peser à 0,1 g près. Peser ensuite, dans le ballon, $100 \pm 0,1$ g de l'échantillon préparé selon 1. et y ajouter 50 ml d'eau distillée.

5.1.2. Relier l'ensemble au réfrigérant de l'appareil de distillation.

5.1.3. Peser le ballon récepteur de 100 ml, pipeter 5 ml d'eau distillée dans ce ballon taré et placer celui-ci de telle sorte que l'extrémité de l'allonge débouche sous la surface du liquide.

5.1.4. Placer une toile d'amiante sous le ballon à fond plat de 500 ml et porter le contenu à ébullition en chauffant prudemment.

- 5.1.5. Destilleer tot 85 à 90 ml destillaat is verkregen, breng met gedestilleerd water het gewicht van het destillaat dat zich in de 100 ml kolf bevindt op $100 \pm 0,1$ g en meng.
- 5.1.6. Vul met het destillaat twee pyknometers en plaats deze op zodanige wijze in het op $20 \pm 0,05^\circ\text{C}$ gethermostatiseerd waterbad dat de vloeistofspiegel in de pyknometer iets ligt beneden die in het thermostaatbad.
- 5.1.7. Laat de pyknometers gedurende 30 minuten in het gethermostatiseerde bad staan en stel na deze periode het vloeistofniveau in de pyknometer met behulp van bijv. een Pasteur-pipet in op de merkstreep.
- 5.1.8. Plaats de pyknometers nogmaals gedurende 30 minuten in het gethermostatiseerde waterbad en herhaal de onder 5.1.7. beschreven handeling.
- 5.1.9. Maak de buitenkant van de pyknometers evenals het deel van de binnenkant van de hals van de pyknometer boven het vloeistofniveau zorgvuldig vochtvrij, voor deze laatste handeling kan bijv. een tot smalle reepjes gevouwen stuk filtreerpapier worden gebruikt, plaats de bijpassende stopjes op de pyknometers en bepaal onmiddellijk het gewicht van de gevulde pyknometer tot op 0,1 mg nauwkeurig.
- 5.1.10. Maak de gebruikte pyknometers zorgvuldig schoon en droog en bepaal het gewicht tot op 0,1 mg nauwkeurig. Vul de pyknometers met gedestilleerd water dat door uitkoken koolzuurgasvrij is gemaakt en bepaal op de wijze aangegeven onder 5.1.6. tot en met 5.1.9. de waterwaarde.
- 5.1.11. Bereken tot in de vijfde decimaal de dichtheid $20/20^\circ\text{C}$ van de water-alkoholoplossing in de pyknometers door de massa van de oplossing te delen door de waterwaarde van de betreffende pyknometer (5.1.10.). (De waterwaarde = de massa van de pyknometer gevuld met water van 20°C - de massa van de lege pyknometer.)
- 5.1.12. Lees voor de dichtheid $20/20^\circ\text{C}$ gevonden onder 5.1.11. in de tabel van Goldiner en Klemann (bijlage III) het bijbehorende alcoholgehalte A af in gewichtsprocenten.

5.2. Werkelijk extractgehalte :

- 5.2.1. Koel het residu in de 500 ml platbodemkolf (5.1.5.) af tot kamertemperatuur, breng het gewicht van het residu met gedestilleerd water op $100 \pm 0,1$ g en meng.
- 5.2.2. Bepaal op de wijze aangegeven onder 5.1. de dichtheid bij $20/20^\circ\text{C}$ tot in de vijfde decimaal en lees het werkelijk extractgehalte in gewichtsprocenten (E_x) dat hoort bij de gemeten dichtheid af in de tabel van Goldiner en Klemann (bijlage IV).

- 5.1.5. Distiller jusqu'à obtention de 85 à 90 ml de distillat puis, à l'aide d'eau distillée, porter à $100 \pm 0,1$ g le poids du distillat qui se trouve dans le ballon de 100 ml ; mélanger.
- 5.1.6. Remplir 2 pycnomètres à l'aide du distillat et les placer dans le bain-marie réglé à $20 \pm 0,05^\circ \text{C}$ de telle sorte que la surface du liquide dans le pycnomètre se situe un peu plus bas que celle du bain.
- 5.1.7. Laisser les pycnomètres pendant 30 min. dans le bain thermostatisé puis, après ce délai, porter le niveau du liquide dans le pycnomètre jusqu'au trait à l'aide, par exemple, d'une pipette de Pasteur.
- 5.1.8. Placer à nouveau les pycnomètres pendant 30 min. dans le bain-marie thermostatisé et répéter l'opération selon 5.1.7.
- 5.1.9. Sécher soigneusement la paroi extérieure des pycnomètres de même que la partie de la paroi intérieure du col des pycnomètres dépassant le niveau du liquide ; pour cette dernière opération, utiliser par exemple un morceau de papier-filtre plissé en bandes étroites, placer les bouchons appropriés sur les pycnomètres et déterminer immédiatement le poids, à $0,1$ mg près, du pycnomètre rempli.
- 5.1.10. Nettoyer et sécher soigneusement les pycnomètres utilisés et déterminer à $0,1$ mg près le poids à vide. Remplir les pycnomètres à l'aide d'eau distillée d'où l'acide carbonique a été chassé par ébullition et déterminer la valeur en eau de la façon décrite sous 5.1.6. à 5.1.9.
- 5.1.11. Calculer, jusqu'à la 5ème décimale, la densité à $20/20^\circ \text{C}$ de la solution eau-alcool dans les pycnomètres, en divisant la masse de la solution par la valeur en eau des pycnomètres concernés (5.1.10). (Valeur en eau = poids du pycnomètre rempli d'eau à 20°C - poids du pycnomètre vide.)
- 5.1.12. A partir de la densité $20/20^\circ \text{C}$ trouvée sous 5.1.11., rechercher la teneur en alcool correspondante A, en pour-cent en poids, dans le tableau de Goldiner et Klemann (annexe III).

5.2. Extrait réel

- 5.2.1. Refroidir à la température ambiante le résidu de distillation du ballon à fond plat de 500 ml (5.1.5.), porter, à l'aide d'eau distillée, le poids du résidu à $100 \pm 0,1$ g et mélanger.
- 5.2.2. Déterminer, de la façon énoncée sous 5.1., la densité à $20/20^\circ \text{C}$ jusqu'à la 5ème décimale et rechercher l'extrait réel en % en poids (E_r) correspondant à la densité mesurée, dans le tableau de Goldiner et Klemann (annexe IV).

5.3. Berekening van het extractgehalte van de stamwort:

Het extractgehalte p van de stamwort uitgedrukt in graden Plato (g per 100 g) wordt berekend met de formule van Balling:

$$p = 100 \left[\frac{2,066A + E_r}{100 + 1,066A} \right]$$

waarin

A = het alcoholgehalte in gewichtsprocenten zoals bepaald onder 5.1.

E_r = het werkelijk extractgehalte in gewichtsprocenten zoals bepaald onder 5.2.

Geef de uitkomst op, afgerond op de tweede decimaal achter de komma.

6. Extractgehalte van de stamwort van zure bieren:

Het extractgehalte p van de stamwort van zure bieren uitgedrukt in graden Plato (g per 100 g) wordt als volgt berekend:

$$p = E_r + 2A + 1,5C$$

waarin

A = het alcoholgehalte in gewichtsprocenten zoals bepaald onder 5.1.

E_r = het werkelijk extractgehalte in gewichtsprocenten zoals bepaald onder 5.2

C = het gehalte van het bier aan vluchtige zuren uitgedrukt als azijnzuur in gewichtsprocenten en zoals bepaald onder 3.

Geef de uitkomst op afgerond op de tweede decimaal.

7. L-ascorbinezuur

De bepaling van L-ascorbinezuur zal in een afzonderlijke beschikking worden geregeld.

8. Glycol propyleen alginaat

De bepaling van de glycol propyleen alginaat zal in een afzonderlijke beschikking worden geregeld.

9. Ferrosulfaat

Apparatuur : Een geschikte atomaire absorptie-spectrofotometer
Holle kathodelamp voor ijzer

Reagentia : Standaard ijzeroplossing, 1 mg/ml

Bijvoorbeeld : "Titrisol", Merck of equivalent.

Bereid uit de standaardoplossing door geschikte verdunning een serie oplossingen die 0,5, 1.0, 2.0, en 4.0 μ g Fe/ml bevatten. Meet deze oplossingen met behulp van de A.A.S. en zet de gevonden absorpties uit tegen de concentraties.

De ijklijn is lineair tot 5 μ g/ml.

Maak het monster koolzuurvrij door filtratie en bepaal zonder verdere verdunning de absorptie.

Bereken met behulp van de ijklijn het gehalte aan ijzer, uitgedrukt in in mg/l.

5.3. Calcul de l'extrait primitif :

L'extrait primitif p, exprimé en degrés Plato (g par 100 g), se calcule par la formule de Balling :

$$p = 100 \left[\frac{2,066A + E_r}{100 + 1,066A} \right]$$

où

A = la teneur en alcool en pour-cent en poids, déterminée selon 5.1.

E_r = l'extrait réel en pour-cent en poids, déterminé selon 5.2.

Exprimer le résultat arrondi à la deuxième décimale.

6. Extrait primitif des bières acides :

L'extrait primitif p des bières acides, exprimé en degrés Plato (g par 100 g), se calcule comme suit :

$$p = E_r + 2A + 1,50$$

où

A = la teneur en alcool en pour-cent en poids, déterminée selon 5.1.

E_r = l'extrait réel en pour-cent en poids, déterminé selon 5.2.

C = la teneur de la bière en acides volatils, exprimée en acide acétique en pour-cent en poids, déterminée selon 3.

Exprimer le résultat arrondi à la deuxième décimale.

7. Acide L-ascorbique

La détermination de l'acide L-ascorbique sera réglée dans une décision distincte.

8. Alginate de propylène glycol

La détermination de l'alginate de propylène glycol sera réglée dans une décision distincte.

9. Sulfate ferreux

Appareillage : Spectrophotomètre à absorption atomique approprié
Tube à cathode creuse pour fer

Réactif : Solution témoin de fer, 1 mg/ml
Par exemple : "Titrisol" Merck ou équivalent

Partant de la solution témoin, préparer, par dilution appropriée, une série de solutions renfermant 0,5, 1,0, 2,0 et 4,0 μ g de Fe/ml. Mesurer ces solutions à l'aide du S.A.A. et noter les absorptions trouvées en regard des concentrations.

La courbe d'étalonnage est linéaire jusqu'à 5 μ g/ml.

Éliminer, par filtrage, l'acide carbonique de l'échantillon et déterminer l'absorption, sans autre dilution.

À l'aide de la courbe d'étalonnage, calculer la teneur en fer, exprimée en mg/l.

10. Kunstmatige zoetstoffen

10.1. Doel en toepassingsgebied

Deze methode beschrijft het dunnelaagchromatografisch onderzoek van een door extractie van bier met ethylacetaat verkregen oplossing op dulcine (p-fenethylureum), saccharine (o-benzoëzuursulfimide) en cyclamaat (natrium-cyclohexylaminosulfonaat).

Met behulp van deze methode is op de plaat $4 \mu\text{g}$ van elk van de genoemde zoetstoffen nog duidelijk aantoonbaar.

10.2. Principe

Door uitschudden van de aangezuurde oplossing van het monster met ethylacetaat worden dulcine, cyclamaat en saccharine geïsoleerd. De zoetstoffen aanwezig in het extract worden dunnelaagchromatografisch gescheiden en kunnen door vergelijk van Rf-waarde en kleur met mee-gechromatografeerde referentie stoffen worden geïdentificeerd.

10.3. Reagentia en hulpstoffen

Indien niet uitdrukkelijk anders vermeld dienen alle reagentia van analytisch zuivere kwaliteit te zijn.

- 3.1 Zwavelzuur 4N
- 3.2 Azijnzuur
- 3.3 Mierezuur
- 3.4 Ethylacetaat
- 3.5 Petroleumether; kooktraject $40-60^{\circ}\text{C}$; vrij van indampresten
- 3.6 Ethanol 96%-ig, chemisch zuiver
- 3.7 Methanol
- 3.8 Xyleen (mengsel van o-, m- en p-xyleen), chromatografie kwaliteit
- 3.9 n-propanol, chromatografie kwaliteit
- 3.10 Natriumsulfaat, watervrij
- 3.11 2,7-dichloorfluoresceïne
- 3.12 Dulcine (p-fenethylureum; $\text{C}_9\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$)
- 3.13 Saccharine (natriumzout van o-benzoëzuursulfimide; $\text{C}_7\text{H}_4\text{O}_3\text{NSNa} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- 3.14 Cyclamaat (natriumzout van cyclohexylaminosulfonzuur; $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NHSO}_3\text{Na}$)
- 3.15 Loopvloeistof Meng vlak voor het gebruik 135 ml xyleen, 18 ml n-propanol, 21 ml ijsazijn en 6 ml mierezuur
- 3.16 Detectiemiddel Los 200 mg 2,7-dichloorfluoresceïne op in 100 ml ethanol 96%-ig

10. Édulcorants artificiels10.1. Objectif et champ d'application

Cette méthode décrit l'analyse par chromatographie sur couche mince de la dulcine (p-phénéthylurée), de la saccharine (acide o-benzoïque-sulfimide) et du cyclamate (cyclohexylaminosulfonate de sodium) dans une solution obtenue par extraction de la bière à l'aide d'acétate d'éthyle.

Cette méthode permet de déceler encore clairement, sur la plaque, 4 µg. de chacun des édulcorants précités.

10.2. Principe

La dulcine, le cyclamate et la saccharine sont isolés en agitant la solution acidifiée de l'échantillon avec de l'acétate d'éthyle. Les édulcorants présents dans l'extrait sont séparés par chromatographie en couche mince et peuvent être identifiés, grâce à des solutions de référence chromatographiées conjointement, par comparaison de la valeur du Rf et de la coloration.

10.3. Réactifs et accessoires

Sauf mention contraire expresse, tous les réactifs doivent être de qualité analytiquement pure.

- 3.1. Acide sulfurique 4N
- 3.2. Acide acétique glacial
- 3.3. Acide formique
- 3.4. Acétate d'éthyle
- 3.5. Ether de pétrole, point d'ébullition 40-60° C, exempt de résidus d'évaporation
- 3.6. Ethanol 96 %, chimiquement pur
- 3.7. Méthanol
- 3.8. Xylène (mélange de xylènes o, m et p) qualité pour chromatographie
- 3.9. Propanol n, qualité pour chromatographie
- 3.10. Sulfate de sodium anhydre
- 3.11. 2,7-dichlorfluorescéine
- 3.12. Dulcine (p-phénéthylurée ; $C_9H_{12}N_2O_2$)
- 3.13. Saccharine (sel sodique de l'acide o-benzoïque-sulfimide ; $C_7H_4O_3NSNa \cdot 2H_2O$)
- 3.14. Cyclamate (sel sodique de l'acide cyclohexylaminosulfonique ; $C_6H_{11}NH_3SO_3Na$)
- 3.15. Phase mobile : Mélanger extemporanément 135 ml de xylène, 18 ml de propanol-n, 21 ml d'acide acétique et 6 ml d'acide formique
- 3.16. Révélateur : Dissoudre 200 mg de 2,7-dichlorfluorescéine dans 100 ml d'éthanol 96 %

3.17 Referentie-oplossingen

- 3.17.1 Los 100 mg cyclamaat op in 100 ml van een mengsel van gelijke volumedelen ethanol 96%-ig en gedestilleerd water
- 3.17.2 Los 100 mg saccharine op in 100 ml ethanol 96%-ig
- 3.17.3 Los 100 mg dulcine op in 100 ml ethanol 96%-ig
- 3.18 Geacetyleerde cellulosepoeder 10% M.N. 300 Ac (Macherey - Nagel en Co. of gelijkwaardig)*
- 3.19 Polyamidepoeder voor dunnelaagchromatografie (Woelm of gelijkwaardig)
- 3.20 Fluorescentie-indicator ZS-super (Riedel-de Haan A.G. of gelijkwaardig)

10.4. Toestellen en hulpmiddelen

Gebruikelijke laboratorium uitrusting evenals:

- 4.1 Ontwikkelbak voor dunnelaagplaten van 200x200 mm. Plaats twee stukken filtreerpapier van 200x200 mm tegen de binnenkant van de bak. Na het inbrengen van de loopvloeistof raakt de bak hierdoor sneller verzadigd met dampen van de loopvloeistof.
- 4.2 Uitstrijkapparaat.
- 4.3 Schudmachine, Griffin Flask Shaker of gelijkwaardig
- 4.4 Roterende verdamper
- 4.5 Opstelling met U.V.-lamp; geschikt voor het bekijken van dunnelaagplaten onder U.V.-licht van 254 en 366 nm
- 4.6 Micro-capillaires van 2 µl, met houder

10.5. Werkwijze

5.1 Platen voor dunnelaagchromatografie

Weeg 9 gram geacetyleerde cellulosepoeder (3.18), 6 gram polyamidepoeder (3.19) en 0,5 gram fluorescentie-indicator (3.20) af in een konische kolf van 300 ml. Voeg 60 ml methanol toe en suspendeer gedurende 1 minuut op een schudmachine (4.3). Strijk de suspensie met behulp van een uitstrijkapparaat ingesteld op een laagdikte van 0,25 mm uit op 5 platen voor de dunnelaagchromatografie van 200x200 mm. Laat de platen aan de lucht drogen en activeer ze vervolgens gedurende 10 minuten in een droogstoof bij 70°C. Bewaar de platen tot aan het gebruik in een exsiccator zonder droogmiddel.

5.2 Isolatie

5.2.1 Pipetteer 50 ml bier** in een bekerglas van 300 ml en voeg onder roeren voorzichtig toe 10 ml 4N zwavelzuur en roer zolang de oplossing zolang tot deze koolzuur-vrij is.

* Het vermelden van specifieke handels- en/of merknamen vormt géén aanbeveling, doch is uitsluitend bedoeld als identificatie

** Naar behoefte kan meer monster in bewerking worden genomen

3.17. Solutions de référence

- 3.17.1. Dissoudre 100 mg de cyclamate dans 100 ml d'un mélange à volumes égaux d'éthanol 96 % et d'eau distillée.
- 3.17.2. Dissoudre 100 mg de saccharine dans 100 ml d'éthanol 96 %.
- 3.17.3. Dissoudre 100 mg de dulcine dans 100 ml d'éthanol 96 %.
- 3.18. Poudre de cellulose acétylée 10 % M.N. 300 Ac (Macherey-Nagel & Co ou équivalent) (*)
- 3.19. Poudre de polyamide pour chromatographie en couche mince (Woelm ou équivalent)
- 3.20. Indicateur de fluorescence ZS-super (Riedel-De Haan AG ou équivalent)

10.4. Appareils et accessoires

Equipement usuel de laboratoire, ainsi que :

- 4.1. Cuve de développement pour plaques à couche mince de 200 x 200 mm. Placer 2 morceaux de papier-filtre de 200 x 200 mm contre la paroi intérieure de la cuve. Ce faisant, après introduction de la phase mobile, la cuve est plus rapidement saturée par les vapeurs de la phase mobile.
- 4.2. Appareil répartiteur.
- 4.3. Agitateur, Griffin flask shaker ou équivalent
- 4.4. Evaporateur rotatif
- 4.5. Appareil à lampe UV, appropriée pour l'examen des plaques à couche mince sous lumière UV de 254 et de 366 nm
- 4.6. Pipettes micro-capillaires de 2 µl avec support.

10.5. Mode opératoire

5.1. Plaques pour chromatographie en couche mince

Dans un vase conique de 300 ml, peser 9 g de poudre de cellulose acétylée (3.18.), 6 g de poudre de polyamide (3.19.) et 0,5 g d'indicateur de fluorescence (3.20.). Ajouter 60 ml de méthanol et mettre en suspension pendant une minute dans l'agitateur (4.3.). Sur 5 plaques pour chromatographie en couche mince de 200 x 200 mm, étendre la suspension à l'aide d'un appareil répartiteur réglé à l'épaisseur de 0,25 mm. Laisser les plaques sécher à l'air puis les activer pendant 10 minutes dans l'étuve à 70° C. Jusqu'à leur utilisation, conserver ces plaques dans un dessiccateur sans dessiccatif.

5.2. Isolement

- 5.2.1. Pipeter 50 ml de bière (**) dans un bécher de 300 ml et ajouter tout en remuant prudemment 10 ml d'acide sulfurique 4N et mélanger au besoin la solution jusqu'à disparition de l'acide carbonique

(*) La mention de marques spécifiques ne constitue pas une recommandation, mais une simple indication

(**) Selon les besoins, on peut mettre davantage d'échantillon en oeuvre

Opmerking: Het gebruik van een ultrasonoor bad bewijst hierbij goede diensten.

- 5.2.2 Breng de oplossing over in een scheitrechter van 300 ml en schud de oplossing tweemaal uit met telkens 50 ml petroleumether. Verwerp **iedere keer de organische fase.**

Opmerking: Optredende emulsies dienen door centrifugeren in een explosie-beveiligde centrifuge te worden gebroken. Gebruik hiervoor géén alcohol.

- 5.2.3 Voeg aan de waterige fase 10 ml ethanol 96%-ig toe en verzadig de oplossing met natriumsulfaat. Schud driemaal uit met telkens 50 ml ethylacetaat, verzamel de ethylacetaat-extracten en droog deze één nacht boven natriumsulfaat.

Opmerking: Tijdens het extraheren met ethylacetaat optredende emulsies kunnen worden gebroken met een weinig ethanol.

- 5.2.4 Filtreer het ethylacetaat-extract over een vouwfilter; damp aan een roterende verdamer tot droog in en neem het residu op in 4 ml ethylacetaat.

5.3 Dunnelaagchromatografische scheiding en identificatie:

- 5.3.1 Breng zoveel loopvloeistof (3.15) in een van filtreerpapier voorziene ontwikkelbak voor dunnelaagchromatografie (4.1) dat het vloeistofoppervlak ongeveer 1 cm boven de bodem staat. Sluit de bak met het bijbehorende deksel en laat ter verzadiging met damp van de loopvloeistof 1 á 2 uur bij kamertemperatuur staan.

- 5.3.2 Merk op een plaat voor dunnelaagchromatografie (5.1) met een onderlinge afstand van 2 cm een drietal startpunten langs een denkbeeldige lijn op 2 cm van de onderkant. De buitenste startpunten moeten ten minste 2 cm van de zijkant zijn verwijderd. Trek in de adsorbens laag op 15 cm van de startpunten een lijn evenwijdig aan de denkbeeldige startlijn.

- 5.3.3 Breng op het middelste startpunt telkens 4 μ l van elk der referentieoplossingen 3.17 op en ter weerszijden hiervan 2 en respectievelijk 4 μ l van de onder 5.2.4 verkregen oplossing.

- 5.3.4 Verdamp het op de startpunten aanwezige oplosmiddel aan de lucht of onder een zwakke stikstofstroom en plaats de plaat in de ontwikkelbak 5.3.1. Chromatografeer tot de loopvloeistof de eindstreep heeft bereikt, neem de plaat uit de bak en laat aan de lucht drogen.

- 5.3.5 Bekijk de plaat onder U.V.-licht van 254 en 366 nm en markeer de dulcine en saccharine vlekken. Bespuit de plaat met detectiemiddel 3.16, laat opnieuw aan de lucht drogen en bekijk de plaat zowel bij dag- als onder U.V.-licht.

Remarque : L'utilisation d'un bain à ultrasons est très utile en l'occurrence.

- 5.2.2. Transférer la solution dans une ampoule à décanter de 300 ml et l'agiter deux fois, chaque fois avec 50 ml d'éther de pétrole. Rejeter chaque fois la phase organique.

Remarque : Les émulsions qui se produisent doivent être dissociées par centrifugation dans une centrifugeuse protégée contre les explosions. Ne pas utiliser d'alcool à cet effet.

- 5.2.3. Ajouter, à la phase aqueuse, 10 ml d'éthanol 96 % et saturer la solution à l'aide de sulfate de sodium. Agiter trois fois, chaque fois avec 50 ml d'acétate d'éthyle, rassembler les extraits d'acétate d'éthyle et les sécher pendant une nuit sur du sulfate de sodium.

Remarque : Les émulsions qui se produisent pendant l'extraction avec l'acétate d'éthyle peuvent être brisées à l'aide d'un peu d'éthanol.

- 5.2.4. Filtrer l'extrait d'acétate d'éthyle sur un filtre plissé ; évaporer à sec dans un évaporateur rotatif et reprendre le résidu par 4 ml d'acétate d'éthyle.

5.3. Séparation par chromatographie sur couche mince et identification

- 5.3.1. Dans une cuve de développement pour chromatographie en couche mince, tapissée de papier-filtre (4.1.), déposer une quantité de phase mobile (3.15.) telle que la surface de la phase mobile se trouve environ à 1 cm au-dessus du fond. Fermer la cuve à l'aide de son couvercle et laisser reposer pendant une ou deux heures à la température ambiante, en vue de la saturation par les vapeurs de la phase mobile.
- 5.3.2. Sur une plaque de chromatographie sur couche mince (5.1.), marquer trois points de départ, séparés de 2 cm, le long d'une ligne imaginaire distante de 2 cm du bord inférieur. Les points de départ extérieurs doivent se situer à 2 cm au moins des côtés. Dans la couche d'absorbant, tracer, à 15 cm des points de départ, une ligne parallèle à la ligne de départ imaginaire.
- 5.3.3. Déposer, au point de départ central, 4 µl. de chacune des solutions de référence (3.17.) et, de part et d'autre, respectivement 2 et 4 µl. de la solution obtenue sous 5.2.4.
- 5.3.4. Évaporer le solvant, présent aux points de départ, à l'air ou sous faible courant d'azote et placer la plaque dans la cuve de développement (5.3.1.). Chromatographier jusqu'à ce que la phase mobile atteigne la ligne terminale, retirer la plaque de la cuve et la laisser sécher à l'air.
- 5.3.5. Examiner la plaque sous lumière W à 254 et 366 nm et marquer les spots de dulcine et de saccharine. Vaporiser la plaque à l'aide du révélateur (3.16.), laisser à nouveau sécher à l'air et examiner la plaque aussi bien à la lumière du jour que sous lumière UV.

Vergelijk de Rf-waarden en kleur zowel bij dag- als onder U.V.-licht van de referentiestoffen met die van de vlekjes in het chromatogram van het monster. De gemiddelde Rf-waarden x 100 bedragen globaal :

- dulcine	ongeveer 75
- saccharine	ongeveer 55
- cyclamaat	ongeveer 35

Indien de zoetstofvlekjes niet of nauwelijks waarneembaar zijn, dient de plaat, nadat deze een nacht over op een donkere plaats is bewaard, opnieuw beoordeeld te worden.

11. Bevestigingsreactie voor cyclamaat

11.1. Doel en toepassingsgebied:

Met behulp van de beschreven methode kan op eenvoudige wijze in bier cyclamaat worden aangetoond tot een gehalte van minimaal 20 mg per liter.

11.2. Principe:

Het cyclamaat wordt door uitschudden met ethylacetaat geïsoleerd. Daarmee wordt door een nitrietbehandeling in zuur milieu sulfaationen afgesplitst, die met behulp van bariumionen worden aangetoond.

11.3. Reagentia:

- 3.1. Ethylacetaat p.a.
- 3.2. Ethanol abs. p.a.
- 3.3. Zwavelzuur, 4n.
- 3.4. Zoutzuur, 4n.
- 3.5. Bariumchloride, 1n.
- 3.6. Waterstofperoxyde p.a., 30%.
- 3.7. Natriumnitrietoplossing, 2%.

11.4. Apparatuur en hulpmiddelen:

- 4.1. Gebruikelijk laboratoriumglaswerk, waaronder scheitrechters van 100 ml.
- 4.2. Roterende vacuümverdamer.
- 4.3. Rondfilters, MN 640 d groen.

11.5. Werkwijze:

- 5.1. Breng 50 ml bier over in een scheitrechter van 100 ml, voeg 5 ml zwavelzuur 4 n toe en maak de oplossing koolzuurvrij.

Comparer, aussi bien à la lumière du jour que sous lumière UV, les valeurs Rf et la teinte des substances de référence avec celles des spots du chromatogramme de l'échantillon. Les valeurs moyennes Rf x 100 sont, approximativement :

- dulcine	environ 75
- saccharine	environ 55
- cyclamate	environ 35

Si les spots d'édulcorants ne sont pas ou à peine visibles, il faut réexaminer la plaque après l'avoir conservée pendant une nuit dans l'obscurité.

11. Réaction de confirmation pour le cyclamate

11.1. Objectif et champ d'application :

La méthode décrite permet de détecter de manière simple le cyclamate dans les bières, jusqu'à une teneur minimale de 20 mg. par litre.

11.2. Principe :

Le cyclamate est isolé par agitation avec de l'acétate d'éthyle. Ensuite, les ions sulfate sont séparés par traitement au nitrite en milieu acide et caractérisés à l'aide d'ions baryum.

11.3. Réactifs :

- 3.1. Acétate d'éthyle p.a.
- 3.2. Ethanol absolu p.a.
- 3.3. Acide sulfurique 4n.
- 3.4. Acide chlorhydrique 4n.
- 3.5. Chlorure de baryum 1n.
- 3.6. Eau oxygénée p.a. 30 %.
- 3.7. Solution de nitrite de sodium 2 %.

11.4. Appareillage et accessoires :

- 4.1. Verrerie usuelle de laboratoire, dont des ampoules à décanter de 100 ml.
- 4.2. Evaporateur rotatif sous vide
- 4.3. Filtres ronds MN 640 d vert

11.5. Mode opératoire :

- 5.1. Introduire 50 ml de la bière dans une ampoule à décantation de 100 ml, ajouter 5 ml d'acide sulfurique 4n et éliminer l'acide carbonique de la bière.

- 5.2. Schud de vloeistof driemaal krachtig gedurende 2 minuten uit met 25 ml ethylacetaat en was de verzamelde extracten uit met enkele ml gedestilleerd water.

Opmerking: Optredende emulsies moeten door centrifugeren in een explosie-beveiligde centrifuge worden gebroken.

- 5.3. Filtreer het extract door een droog filter in een platbodempolpje van 100 ml en verwijder de ethylacetaat met behulp van een roterende vacuümverdamper (badtemperatuur 40°C).
- 5.4. Neem het residu op in 5 ml heet water, koel af en filtreer indien nodig door een nat filter.
- 5.5. Voeg aan het filtraat achtereenvolgens 1 ml zoutzuur 4 n, 3 druppels bariumchloride oplossing 1 n en 3 druppels waterstofperoxyde 30% toe. Meng en laat vervolgens 15 minuten staan.
- 5.6. Filtreer, indien een troebeling waarneembaar is, wederom door een nat filter en vang het filtraat op in een volkomen heldere reageerbuis. Voeg aan het filtraat 1 ml natriumnitrietoplossing 2% toe, meng en beoordeel na 10 minuten staan.
- Een troebeling, het duidelijkst waarneembaar tegen een donkere achtergrond en zijwaartse lichtinval, wijst op cyclamaat.
- 5.7. Voeg aan de eventueel heldere oplossing in de buis eenzelfde volume ethanol p.a. toe en meng. Bij aanwezigheid van geringe hoeveelheden cyclamaat ontstaat alsnog een troebeling.

12. Kleurstoffen

Zie Beschikking M (76) 10 inzake de toepassing van een Benelux-referentiemethode voor het opsporen en het identificeren van in levensmiddelen aanwezige, in water oplosbare, synthetische kleurstoffen.

13. Reductonen

De bepaling van reductonen zal in een afzonderlijke beschikking worden geregeld.

5.2. Agiter énergiquement le liquide à trois reprises pendant deux minutes avec 25 ml d'acétate d'éthyle puis laver les extraits rassemblés à l'aide de quelques ml d'eau distillée.

Remarque : Les émulsions qui se produisent doivent être brisées par centrifugation dans une centrifugeuse protégée contre les explosions.

5.3. Filtrer l'extrait sur un filtre sec dans un ballon à fond plat de 100 ml, éliminer l'acétate d'éthyle à l'aide d'un évaporateur rotatif sous vide (température du bain 40° C).

5.4. Reprendre le résidu par 5 ml d'eau chaude, refroidir et filtrer au besoin sur un filtre humide.

5.5. Ajouter au filtrat successivement 1 ml d'acide chlorhydrique 4n, 3 gouttes de solution de chlorure de baryum 1 n et 3 gouttes d'eau oxygénée 30 %. Mélanger et laisser reposer pendant quinze minutes.

5.6. Si le liquide se trouble, filtrer à nouveau sur un filtre humide et recueillir le filtrat dans un tube à essai parfaitement clair. Ajouter au filtrat 1 ml de la solution de nitrite de sodium 2 % ; mélanger et examiner après avoir laissé reposer pendant dix minutes.

Un trouble, observable le plus nettement sur fond sombre et dans un rayon de lumière latéral, révèle la présence du cyclamate.

5.7. Ajouter, à la solution éventuellement limpide dans le tube, un même volume d'éthanol p.a. et mélanger. Un trouble se produit en cas de présence de faibles quantités de cyclamate.

12. Colorants

Voir Décision M (76) 10 relative à l'application d'une méthode de référence Benelux pour la recherche et l'identification des colorants synthétiques solubles dans l'eau, présents dans les denrées alimentaires.

13. Réductones

La détermination de réductones sera réglée dans une décision distincte.

14. Zwavelijzoor

Reagentia:

- stikstof, chemisch zuiver uit cilinder
- fosforzuur, 85% pro analysi
- waterstofperoxide, 0,2%.

Verdun 0,7 ml waterstofperoxide 30% met water tot 100 ml. Bereid deze oplossing dagelijks vers.

- Natriumhydroxide, 0,01 N.
Stel de titer op kaliumwaterstofftalaat.

- Methanol, pro analysi.
- Mengindicatoroplossing.

Meng 100 ml alcoholische methylood oplossing (0,03% m/v) met 100 ml alcoholische methyleenblauw oplossing (0,05% m/v). Filtreer.

- Destillatie apparaat, zie figuur 1.

- 14.1. Breng in het ontvangvat van het destillatie-apparaat 10 ml waterstofperoxide oplossing en 60 ml gedestilleerd water. Voeg enige druppels mengindicator oplossing toe en neutraliseer zonedig met 1 á 2 druppels 0,01 N loog.
- 14.2. Sluit het ontvangvat op het destillatie apparaat aan. Schakel in serie aa het ontvangvat een wasfles met 25 ml eveneens geneutraliseerde waterstofperoxide.
- 14.3. Breng 50 ml van het bier in de 250 ml destillatiekolf en voeg toe 50 ml methanol. Meng zo goed mogelijk.
- 14.4. Verdring de lucht, na bevestiging van de kolf aan het apparaat, door gedurende 10 minuten stikstof door te leiden. De snelheid van de gasstroom gedurende de destillatie moet zodanig zijn dat de gasbellen te tellen zijn in de wasfles.
- 14.5. Voeg door de scheidtrechter 15 ml fosforzuur toe, licht daartoe de glazen stop op het ontvangvat op.
- 14.6. Breng de kolfinhoud na goed mengen snel aan de kook en onderhoud zacht koken gedurende 30 minuten precies aan. Vermijd aanbranden door oververhitting aan de onderzijde van de kolf.
- 14.7. Ontkoppel het ontvangvat van het destillatie-apparaat, sluit de stikstofstroom af en spoel de inleidbuis van het ontvangvat af met gedestilleerd water.
- 14.8. Titreer de inhoud van het ontvangvat met natriumhydroxide tot dat ie indicator naar groen omslaat.

14. Anhydride sulfureux

Réactifs :

- Azote, chimiquement pur en bonbonne
- Acide phosphorique, 85 % pro analysi
- Eau oxygénée, 0,2 %

Diluer 0,7 ml d'eau oxygénée à 30 % avec de l'eau jusqu'à 100 ml.
Préparer cette solution extemporanément.

- Hydroxyde de sodium 0,01 N.

Déterminer son titre par le phtalate acide de potassium.

- Méthanol, pro analysi

- Solution d'indicateur

Mélanger 100 ml de solution alcoolique de rouge de méthyle (0,03 % m/v)
et 100 ml de solution alcoolique de bleu de méthylène (0,05 % m/v).
Filtrer.

- Appareil de distillation (voir fig. 1).

- 14.1. Dans le ballon récepteur de l'appareil de distillation, introduire 10 ml de la solution d'eau oxygénée et 60 ml d'eau distillée. Ajouter quelques gouttes de la solution du mélange indicateur et neutraliser au besoin par une ou deux gouttes d'hydroxyde de sodium 0,01 N.
- 14.2. Fixer le récepteur de l'appareil de distillation. Brancher en série, sur le récepteur, un flacon laveur contenant 25 ml d'eau oxygénée également neutralisée.
- 14.3. Déposer 50 ml de la bière dans le ballon de distillation de 250 ml et ajouter 50 ml de méthanol. Mélanger aussi intimement que possible.
- 14.4. Après avoir fixé le ballon à l'appareil, chasser l'air par un courant d'azote pendant 10 minutes. La vitesse du courant gazeux pendant la distillation doit être réglée de telle sorte que l'on puisse compter les bulles de gaz dans le flacon laveur.
- 14.5. Par l'ampoule à décantation, ajouter 15 ml d'acide phosphorique après avoir enlevé le bouchon de verre du récepteur. Replacer celui-ci.
- 14.6. Après avoir bien mélangé le contenu du ballon, porter à ébullition et maintenir une ébullition modérée pendant 30 minutes exactement. Eviter toute surchauffe de la partie inférieure du ballon.
- 14.7. Détacher le récepteur de l'appareil de distillation, couper le courant d'azote et rincer le conduit plongeant dans le récepteur avec de l'eau distillée.
- 14.8. Titrer le contenu du récepteur à l'aide de l'hydroxyde de sodium jusqu'à virage au vert de l'indicateur.

14.9. Bereken het zwaveldioxidegehalte in milligram per liter waar:

$$Z = \frac{V \times N \times 32 \times 1000}{P}$$

waarin:

V = het aantal milliliters loog gebruikt bij de titratie

N = normaliteit van de loog

P = het aantal milliliter in bewerking genomen bier

Zie figuur 1.

15. Bepaling van de inhoud van flessenbier

- Ga uit van een representatief aantal eenheden
(voor de praktijk 20 - 30 voldoende).

- Verwijder de afsluiting van de fles op zodanige wijze
dat schuimvorming wordt voorkomen.

Weeg fles (zonder dop) + bier

: A gram.

- Vul aan met water van 0 - 10° C tot aan de rand.

Weeg fles + bier + water

: D gram.

- Maak de fles leeg, spoel schoon, droog uitwendig en
vul tot aan de rand aan met water van 0 - 10° C.

Weeg fles + water

: B gram.

- Giet fles leeg en droog haar in- en uitwendig.

Weeg lege droge fles

: C gram.

Het volume van het bier is dan :

$$(A + B - C - D) \text{ ml.}$$

14.9. Calculer la teneur en dioxyde de soufre, exprimée en milligrammes par litre, à l'aide de la formule :

$$Z = \frac{V \times N \times 32 \times 1000}{P}$$

où :

V = le nombre de millilitres d'hydroxyde de sodium utilisés pour le titrage

N = la normalité de l'hydroxyde de sodium

P = le nombre de millilitres de la bière mise en oeuvre.

Voir figure 1.

15. Détermination du contenu des bouteilles de bière

- Se baser sur un nombre représentatif d'unités (dans la pratique 20 - 30 sont suffisantes).
- Enlever la fermeture de la bouteille en évitant la formation de mousse.
Peser la bouteille (sans capsule) + bière : A grammes
- Remplir jusqu'au bord avec de l'eau de 0 à 10° C.
Peser la bouteille + bière + eau : D grammes
- Vider la bouteille, la rincer, la sécher à l'extérieur et la remplir jusqu'au bord avec de l'eau de 0 à 10° C.
Peser la bouteille + eau : B grammes
- Vider la bouteille, la sécher à l'extérieur et à l'intérieur.
Peser la bouteille vide et sèche : C grammes

Le volume de bière est alors de :

$$(A + B - C - D) \text{ ml.}$$

TABEL VAN GOLDINER EN KLEMANN VOOR DE OMZETTING VAN
 DE DICHTHEID BIJ 20/20°C IN HET ALCOHOLGEHALTE IN
 GEWICHTSPERCENTEN

TABLE DE GOLDINER ET KLEMANN POUR LA CONVERSION
 DE LA DENSITE A 20/20°C EN TENEUR EN ALCOOL EN
 POUR-CENT DE POIDS

dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool
1,00000	0,00	0,99926	0,40	0,99851	0,80	0,99777	1,20
0,99998	1	24	1	49	1	75	1
97	2	22	2	47	2	73	2
95	3	21	3	45	3	71	3
93	4	19	4	43	4	70	4
91	5	17	5	41	5	68	5
89	6	15	6	39	6	66	6
87	7	13	7	37	7	64	7
86	8	11	8	35	8	62	8
84	9	09	9	33	9	60	9
0,99932	0,10	0,99907	0,50	0,99832	0,90	0,99758	1,30
80	1	05	1	30	1	57	1
78	2	03	2	28	2	55	2
76	3	02	3	26	3	53	3
75	4	00	4	24	4	51	4
73	5	0,99898	5	22	5	49	5
71	6	96	6	20	6	47	6
69	7	94	7	19	7	46	7
67	8	92	8	17	8	44	8
65	9	90	9	15	9	42	9
0,99963	0,20	0,99888	0,60	0,99813	1,00	0,99740	1,40
61	1	87	1	11	1	38	1
60	2	85	2	09	2	37	2
58	3	83	3	08	3	35	3
56	4	81	4	06	4	33	4
54	5	79	5	04	5	31	5
52	6	77	6	02	6	29	6
50	7	76	7	00	7	28	7
49	8	74	8	0,99793	8	26	8
47	9	72	9	97	9	24	9
0,99945	0,30	0,99870	0,70	0,99795	1,10	0,99722	1,50
43	1	68	1	93	1	20	1
41	2	66	2	91	2	18	2
39	3	64	3	90	3	17	3
37	4	62	4	88	4	15	4
35	5	60	5	86	5	13	5
33	6	59	6	84	6	11	6
32	7	57	7	82	7	09	7
30	8	55	8	80	8	07	8
28	9	53	9	79	9	06	9
0,99926	0,40	0,99851	0,80	0,99777	1,20	0,99704	1,60

dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool
0,99704	1,60	0,99631	2,30	0,99559	2,40	0,99489	2,00
02	1	29	1	57	1	87	1
00	2	28	2	55	2	85	2
0,99680	3	26	3	53	3	83	3
97	4	24	4	52	4	81	4
95	5	22	5	50	5	80	5
93	6	20	6	48	6	78	6
91	7	19	7	46	7	76	7
89	8	17	8	44	8	75	8
87	9	15	9	42	9	73	9
0,99685	1,70	0,99613	2,10	0,99541	2,50	0,99472	2,90
84	1	11	1	39	1	70	1
82	2	10	2	37	2	68	2
80	3	08	3	35	3	67	3
78	4	06	4	33	4	65	4
76	5	04	5	32	5	63	5
74	6	02	6	30	6	62	6
72	7	00	7	28	7	60	7
71	8	0,99599	8	26	8	58	8
69	9	97	9	25	9	57	9
0,99667	1,80	0,99595	2,20	0,99523	2,60	0,99455	3,00
65	1	93	1	21	1	53	1
63	2	91	2	20	2	51	2
62	3	89	3	18	3	50	3
60	4	87	4	16	4	48	4
58	5	06	5	14	5	46	5
56	6	04	6	13	6	45	6
54	7	02	7	11	7	43	7
52	8	00	8	09	8	42	8
50	9	78	9	07	9	40	9
0,99649	1,90	0,99577	2,30	0,99506	2,70	0,99438	3,10
47	1	75	1	04	1	36	1
45	2	73	2	02	2	35	2
44	3	71	3	00	3	33	3
42	4	69	4	0,99499	4	31	4
40	5	67	5	97	5	30	5
38	6	65	6	95	6	28	6
36	7	64	7	94	7	26	7
35	8	62	8	92	8	24	8
34	9	60	9	90	9	23	9
0,99631	2,00	0,99559	2,40	0,99489	2,80	0,99421	3,20

dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool
0,99421	3,20	0,99352	3,60	0,99285	4,00	0,99220	4,40
19	1	50	1	83	1	18	1
17	2	49	2	82	2	16	2
16	3	47	3	80	3	15	3
14	4	45	4	79	4	13	4
12	5	43	5	77	5	12	5
11	6	42	6	75	6	10	6
09	7	40	7	74	7	09	7
07	8	38	8	72	8	07	8
05	9	37	9	70	9	05	9
0,99404	3,30	0,99335	3,70	0,99269	4,10	0,99203	4,50
02	1	33	1	67	1	02	1
00	2	32	2	65	2	00	2
0,99398	3	30	3	64	3	0,99199	3
96	4	28	4	62	4	97	4
95	5	27	5	60	5	96	5
93	6	25	6	59	6	94	6
91	7	23	7	57	7	92	7
89	8	21	8	55	8	90	8
88	9	19	9	54	9	89	9
0,99386	3,40	0,99310	3,90	0,99252	4,20	0,99187	4,60
84	1	16	1	51	1	85	1
83	2	14	2	49	2	84	2
81	3	13	3	47	3	82	3
79	4	11	4	46	4	81	4
77	5	09	5	44	5	79	5
76	6	08	6	42	6	77	6
74	7	06	7	41	7	75	7
72	8	04	8	39	8	74	8
70	9	03	9	37	9	73	9
0,99369	3,50	0,99301	3,99	0,99236	4,30	0,99171	4,70
67	1	0,99299	1	34	1	69	1
65	2	98	2	33	2	67	2
64	3	96	3	31	3	66	3
62	4	94	4	29	4	64	4
60	5	93	5	28	5	63	5
59	6	91	6	26	6	61	6
57	7	89	7	24	7	59	7
55	8	88	8	23	8	58	8
54	9	86	9	21	9	56	9
0,99352	3,60	0,99285	4,00	0,99220	4,40	0,99154	4,80

dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool
0,99154	4,00	0,99089	5,20	0,99026	5,60	0,98962	6,00
53	1	87	1	24	1	61	1
51	2	85	2	23	2	59	2
49	3	84	3	21	3	58	3
47	4	82	4	19	4	56	4
46	5	81	5	18	5	55	5
44	6	79	6	16	6	53	6
42	7	77	7	14	7	52	7
41	8	76	8	13	8	50	8
39	9	74	9	11	9	49	9
0,99138	4,90	0,99073	5,30	0,99010	5,70	0,98947	6,10
36	1	71	1	08	1	45	1
34	2	69	2	07	2	44	2
33	3	68	3	05	3	42	3
31	4	66	4	03	4	41	4
29	5	64	5	02	5	40	5
27	6	63	6	00	6	38	6
26	7	61	7	0,98999	7	36	7
24	8	59	8	97	8	34	8
23	9	58	9	95	9	33	9
0,99121	5,00	0,99057	5,40	0,98994	5,80	0,98931	6,20
19	1	55	1	92	1	29	1
18	2	54	2	90	2	28	2
16	3	52	3	89	3	26	3
14	4	51	4	87	4	24	4
13	5	49	5	86	5	23	5
11	6	47	6	84	6	22	6
10	7	45	7	83	7	20	7
08	8	44	8	81	8	18	8
06	9	42	9	80	9	17	9
0,99105	5,10	0,99041	5,50	0,98978	5,90	0,98915	6,30
03	1	40	1	76	1	13	1
02	2	38	2	74	2	12	2
00	3	37	3	73	3	10	3
0,99090	4	35	4	71	4	09	4
97	5	33	5	70	5	07	5
95	6	32	6	68	6	05	6
94	7	30	7	67	7	04	7
92	8	29	8	65	8	02	8
90	9	27	9	63	9	0,98991	9
0,99089	5,20	0,99026	5,60	0,98962	6,00	0,98999	6,40

dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool	dichtheid 20/20°C densité	alcoholgeh. g/100 g ten. alcool
0,98899	6,40	0,98837	6,80	0,98777	7,20	0,98717	7,60
97	1	35	1	76	1	16	1
96	2	34	2	75	2	14	2
94	3	32	3	73	3	13	3
92	4	30	4	72	4	11	4
91	5	29	5	70	5	10	5
89	6	27	6	68	6	08	6
88	7	26	7	67	7	07	7
86	8	24	8	65	8	05	8
85	9	23	9	64	9	04	9
0,98833	6,50	0,98821	6,90	0,98762	7,30	0,98702	7,70
82	1	20	1	60	1	00	1
80	2	19	2	59	2	0,98699	2
78	3	17	3	57	3	98	3
76	4	15	4	56	4	96	4
75	5	14	5	55	5	94	5
74	6	12	6	53	6	93	6
72	7	11	7	52	7	92	7
70	8	10	8	50	8	90	8
69	9	08	9	49	9	89	9
0,98867	6,60	0,98807	7,00	0,98747	7,40	0,98687	7,80
66	1	06	1	46	1	86	1
64	2	04	2	44	2	84	2
62	3	03	3	43	3	83	3
61	4	01	4	41	4	81	4
59	5	00	5	39	5	80	5
58	6	0,98798	6	38	6	78	6
56	7	97	7	36	7	77	7
55	8	95	8	35	8	75	8
53	9	94	9	33	9	74	9
0,98852	6,70	0,98792	7,10	0,98732	7,50	0,98672	7,90
50	1	91	1	30	1	71	1
49	2	89	2	29	2	69	2
47	3	88	3	27	3	68	3
46	4	86	4	26	4	66	4
44	5	85	5	24	5	65	5
43	6	84	6	23	6	63	6
41	7	82	7	22	7	62	7
40	8	80	8	20	8	60	8
38	9	79	9	19	9	59	9
0,98837	6,80	0,98777	7,20	0,98717	7,60	0,98657	8,00

TABEL VAN GOLDINER EN KLEMMANN VOOR DE OMZETTING VAN
DE DICHTHEID BIJ 20/20°C IN HET EXTRACTGEHALTE VAN
DE WORT IN g/100 g BIER

TABLE DE GOLDINER ET KLEMMANN POUR LA CONVERSION
DE LA DENSITE A 20/20°C EN EXTRAIT PRIMITIF EN
g/100 g DE BIÈRE

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
1.0000	0.00	160	41	316	81	472	21
004	01	164	42	320	82	476	22
008	02	167	43	324	83	479	23
012	03	172	44	328	84	483	24
016	04	176	45	332	85	487	25
020	05	180	46	336	86	491	26
024	06	184	47	340	87	495	27
028	07	187	48	343	88	499	28
031	08	191	49	347	89	503	29
035	09	195	0.50	351	0.90	508	1.10
039	0.10	199	51	355	91	512	31
043	11	1.00201	52	359	92	516	32
047	12	207	53	363	93	519	33
051	13	211	54	367	94	523	34
055	14	215	55	371	95	527	35
059	15	219	56	375	96	531	36
063	16	223	57	379	97	535	37
067	17	226	58	382	98	539	38
070	18	230	59	386	99	543	39
074	19	234	0.60	390	1.00	547	1.10
078	0.20	238	61	394	01	551	41
082	21	242	62	398	02	555	42
086	22	246	63	1.00401	03	558	43
089	23	250	64	405	04	562	44
093	24	254	65	409	05	566	45
097	25	258	66	413	06	570	46
1.00101	26	262	67	417	07	574	47
105	27	265	68	421	08	577	48
109	28	269	69	425	09	581	49
113	29	273	0.70	429	1.10	585	1.50
117	0.30	277	71	433	11	589	51
121	31	281	72	437	12	593	52
125	32	285	73	440	13	597	53
128	33	289	74	444	14	1.00601	54
132	34	293	75	448	15	605	55
136	35	297	76	452	16	609	56
140	36	1.00101	77	456	17	613	57
144	37	304	78	460	18	616	58
148	38	308	79	464	19	620	59
152	39	312	0.80	468	1.20	624	1.60
156	0.40						

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
628	61	785	01	942	41	099	81
632	62	789	02	946	42	1,01103	82
636	63	792	03	950	43	106	83
640	64	796	04	954	44	110	84
644	65	1,00800	05	958	45	114	85
648	66	804	06	962	46	118	86
652	67	808	07	966	47	122	87
655	68	812	08	969	48	126	88
659	69	816	09	973	49	130	89
663	1,70	820	2,10	977	2,50	134	2,90
667	71	824	11	981	51	138	91
671	72	828	12	985	52	142	92
675	73	831	13	989	53	146	93
679	74	835	14	993	54	150	94
683	75	840	15	997	55	154	95
687	76	844	16	1,01001	56	158	96
691	77	848	17	005	57	162	97
694	78	852	18	008	58	165	98
698	79	856	19	012	59	169	99
1,00702	1,80	860	2,20	016	2,60	173	3,00
706	81	864	21	020	61	178	01
710	82	868	22	024	62	182	02
714	83	871	23	028	63	186	03
718	84	875	24	032	64	190	04
722	85	879	25	036	65	194	05
726	86	883	26	040	66	198	06
730	87	887	27	044	67	1,01202	07
733	88	891	28	048	68	206	08
737	89	895	29	052	69	210	09
741	1,90	899	2,30	056	2,70	214	3,10
745	91	1,00903	31	060	71	218	11
749	92	907	32	064	72	222	12
753	93	910	33	067	73	225	13
757	94	914	34	071	74	229	14
761	95	918	35	075	75	233	15
765	96	922	36	079	76	237	16
769	97	926	37	083	77	241	17
773	98	930	38	087	78	245	18
777	99	934	39	091	79	249	19
781	2,00	938	2,40	095	2,80	253	3,20

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
257	21	415	61	574	01	733	41
261	22	419	62	578	02	737	42
265	23	421	63	582	03	741	43
269	24	427	64	586	04	745	44
273	25	431	65	590	05	749	45
277	26	435	66	594	06	753	46
281	27	439	67	598	07	757	47
285	28	442	68	1,01602	08	760	48
289	29	446	69	606	09	764	49
293	1,10	450	7,0	610	1,10	768	4,50
297	31	454	71	614	11	772	51
1,01301	32	458	72	618	12	776	52
304	33	462	73	622	13	780	53
308	34	466	74	626	14	784	54
312	35	470	75	630	15	788	55
316	36	474	76	634	16	792	56
320	37	478	77	638	17	796	57
324	38	482	78	641	18	1,01800	58
328	39	486	79	645	19	801	59
332	1,40	490	1,80	649	4,20	808	4,60
336	41	494	81	653	21	812	61
340	42	498	82	657	22	816	62
344	43	1,01502	83	661	23	820	63
348	44	506	84	665	24	824	64
352	45	510	85	669	25	828	65
356	46	515	86	673	26	832	66
360	47	519	87	677	27	836	67
363	48	523	88	681	28	840	68
367	49	527	89	685	29	844	69
371	1,50	531	1,90	689	4,10	849	1,70
375	51	535	91	693	31	853	71
379	52	539	92	697	32	857	72
383	53	543	93	1,01701	33	861	73
387	54	546	94	705	34	865	74
391	55	550	95	709	35	869	75
395	56	554	96	713	36	873	76
399	57	558	97	717	37	877	77
1,01401	58	562	98	721	38	881	78
407	59	566	99	725	39	885	79
411	1,60	570	4,00	729	4,40	889	4,80

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
893	81	052	21	213	61	374	01
897	82	056	22	217	62	378	02
1.01901	83	060	23	221	63	382	03
905	84	064	24	225	64	386	04
909	85	068	25	229	65	390	05
913	86	072	26	233	66	394	06
917	87	076	27	237	67	398	07
921	88	080	28	241	68	1.02402	08
925	89	084	29	245	69	406	09
929	4.20	088	5.30	249	5.70	410	6.10
933	91	092	31	253	71	414	11
937	92	096	32	257	72	418	12
941	93	1.02100	33	261	73	422	13
945	94	104	34	265	74	426	14
949	95	108	35	269	75	430	15
953	96	112	36	273	76	434	16
957	97	116	37	277	77	438	17
960	98	120	38	281	78	442	18
964	99	124	39	285	79	446	19
968	5.00	128	5.40	289	5.80	450	6.20
972	01	132	41	293	81	454	21
976	02	136	42	297	82	458	22
980	03	140	43	1.02301	83	462	23
984	04	144	44	305	81	466	24
988	05	148	45	309	85	470	25
992	06	152	46	313	86	474	26
996	07	156	47	317	87	478	27
1.02000	08	160	48	321	88	482	28
004	09	164	49	325	89	486	29
008	5.10	168	5.50	329	5.90	490	6.30
012	11	172	51	333	91	494	31
016	12	176	52	337	92	498	32
020	13	180	53	341	93	1.02502	33
024	14	185	54	345	94	506	34
028	15	189	55	349	95	510	35
032	16	193	56	353	96	514	36
036	17	197	57	357	97	519	37
040	18	1.02701	58	362	98	523	38
044	19	205	59	366	99	527	39
048	5.20	209	5.60	370	6.00	531	6.40

dichtheid 10/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
535	41	697	81	839	21	022	61
539	42	1.02701	82	863	22	026	62
544	43	705	83	868	23	030	63
548	44	709	84	872	24	034	64
552	45	713	85	876	25	038	65
556	46	717	86	880	26	042	66
560	47	721	87	884	27	046	67
564	48	725	88	888	28	050	68
568	49	729	89	892	29	054	69
572	6.50	733	6.90	896	7.30	058	7.70
576	51	737	91	1.02900	31	062	71
580	52	741	92	904	32	066	72
584	53	745	93	908	33	071	73
588	54	749	94	912	34	075	74
592	55	753	95	916	35	079	75
596	56	757	96	920	36	083	76
1.02600	57	761	97	924	37	087	77
604	58	766	98	928	38	091	78
608	59	770	99	932	39	095	79
612	6.60	774	7.00	936	7.40	099	7.80
616	61	778	01	940	41	1.03101	81
620	62	782	02	944	42	107	82
624	63	786	03	948	43	111	83
628	64	790	04	953	44	115	84
632	65	794	05	957	45	119	85
636	66	798	06	961	46	123	86
640	67	1.02802	07	965	47	127	87
644	68	806	08	969	48	132	88
648	69	810	09	973	49	136	89
652	6.70	814	7.10	977	7.50	140	7.90
656	71	818	11	981	51	144	91
660	72	822	12	985	52	148	92
665	73	826	13	989	53	152	93
669	74	830	14	993	54	156	94
673	75	834	15	997	55	160	95
677	76	838	16	1.03001	56	164	96
681	77	842	17	005	57	168	97
685	78	846	18	010	58	172	98
689	79	850	19	014	59	176	99
693	6.80	855	7.20	018	7.60	180	8.00

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
184	01	348	41	512	81	677	21
189	02	352	42	516	82	681	22
194	03	357	43	520	83	686	23
198	04	361	44	525	84	690	24
1.0120	05	365	45	529	85	694	25
206	06	369	46	533	86	698	26
210	07	373	47	537	87	1.01702	27
214	08	377	48	542	88	706	28
218	09	381	49	546	89	710	29
222	8.10	385	8.50	550	8.90	714	9.30
226	11	389	51	554	91	718	31
230	12	393	52	558	92	722	32
234	13	398	53	562	93	727	33
238	14	1.01402	54	566	94	731	34
242	15	406	55	570	95	735	35
246	16	410	56	574	96	739	36
250	17	414	57	578	97	743	37
255	18	418	58	583	98	747	38
259	19	422	59	587	99	751	39
264	8.20	426	8.60	591	9.00	755	9.40
267	21	430	61	595	01	759	41
271	22	434	62	599	02	763	42
275	23	439	63	1.01603	03	768	43
279	24	443	64	607	04	772	44
283	25	447	65	611	05	776	45
287	26	451	66	615	06	780	46
291	27	455	67	619	07	784	47
296	28	459	68	624	08	788	48
1.01300	29	463	69	628	09	792	49
304	8.30	467	8.70	632	9.10	796	9.50
308	31	471	71	636	11	1.01800	51
312	32	475	72	640	12	804	52
316	33	479	73	644	13	809	53
320	34	483	74	648	14	813	54
324	35	487	75	652	15	817	55
328	36	491	76	656	16	821	56
332	37	495	77	660	17	825	57
336	38	1.01500	78	665	18	829	58
340	39	501	79	669	19	833	59
344	8.40	508	8.80	673	9.20	837	9.60

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
841	61	007	01	173	41	340	81
845	62	011	02	177	42	344	82
850	63	016	03	181	43	348	83
854	64	020	04	185	44	352	84
858	65	024	05	189	45	356	85
863	66	028	06	193	46	360	86
867	67	032	07	198	47	364	87
872	68	037	08	1,04201	48	369	88
876	69	041	09	207	49	373	89
889	9,70	045	10,10	211	10,50	377	10,90
884	71	049	11	215	51	381	91
888	72	053	12	219	52	385	92
892	73	057	13	224	53	390	93
896	74	061	14	228	54	394	94
1,01900	75	065	15	232	55	398	95
904	76	069	16	236	56	1,04402	96
908	77	073	17	240	57	406	97
913	78	078	18	245	58	411	98
917	79	082	19	249	59	415	99
921	9,80	086	10,20	253	10,60	419	11,00
925	81	090	21	257	61	423	01
929	82	094	22	261	62	427	02
933	83	099	23	265	63	432	03
937	84	1,04100	24	269	64	436	04
941	85	107	25	273	65	440	05
945	86	111	26	277	66	444	06
949	87	115	27	281	67	448	07
954	88	119	28	286	68	452	08
958	89	123	29	290	69	456	09
962	9,20	127	10,40	294	10,70	460	11,10
966	91	131	31	298	71	464	11
970	92	135	32	1,04300	72	468	12
975	93	140	33	302	73	473	13
979	94	144	34	311	74	477	14
983	95	148	35	315	75	481	15
987	96	152	36	319	76	485	16
991	97	156	37	323	77	489	17
995	98	161	38	328	78	494	18
999	99	165	39	332	79	498	19
1,04004	10,00	169	10,40	336	10,80	1,04502	11,20

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
506	21	674	61	841	01	010	41
510	22	678	62	845	02	014	42
515	23	683	63	850	03	019	43
519	24	687	64	854	04	023	44
523	25	691	65	858	05	027	45
527	26	695	66	862	06	031	46
532	27	699	67	867	07	035	47
537	28	1,04701	68	872	08	040	48
541	29	708	69	876	09	044	49
545	11,30	712	11,50	880	12,10	048	12,50
549	31	716	71	884	11	052	51
553	32	720	72	888	12	056	52
558	33	725	73	893	13	061	53
562	34	729	74	897	14	065	54
566	35	733	75	1,01901	15	069	55
570	36	737	76	905	16	073	56
574	37	741	77	909	17	077	57
578	38	746	78	914	18	082	58
582	39	750	79	918	19	086	59
586	11,30	754	11,80	922	12,20	090	12,60
590	41	758	81	926	21	094	61
594	42	762	82	930	22	098	62
599	43	766	83	935	23	1,05101	63
1,04601	44	770	84	939	24	107	64
607	45	774	85	943	25	111	65
611	46	778	86	947	26	115	66
615	47	782	87	951	27	119	67
620	48	787	88	956	28	124	68
624	49	791	89	960	29	128	69
628	11,50	795	11,90	964	12,10	132	12,50
632	51	799	91	968	31	136	71
636	52	1,01801	92	972	32	140	72
641	53	808	93	977	33	145	73
645	54	812	94	981	34	149	74
649	55	816	95	985	35	153	75
653	56	820	96	989	36	157	76
657	57	824	97	993	37	161	77
662	58	829	98	998	38	166	78
666	59	833	99	1,05002	39	170	79
670	11,60	837	12,00	006	12,40	174	12,80

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
178	81	348	21	517	61	688	01
182	82	352	22	512	62	692	02
187	83	357	23	526	63	697	03
191	84	361	24	530	64	1,05701	04
195	85	365	25	534	65	705	05
199	86	369	26	539	66	709	06
1,05704	87	373	27	544	67	714	07
209	88	378	28	548	68	718	08
213	89	382	29	553	69	723	09
217	12,90	386	11,30	557	11,70	727	14,10
221	91	390	31	561	71	731	11
225	92	394	32	565	72	735	12
230	93	399	33	570	73	740	13
231	94	1,05404	34	574	74	744	14
238	95	407	35	578	75	748	15
242	96	411	36	582	76	752	16
247	97	416	37	586	77	756	17
251	98	420	38	591	78	761	18
256	99	425	39	595	79	765	19
260	11,60	429	11,30	599	11,80	769	14,20
264	01	433	41	1,05603	81	773	21
268	02	437	42	607	82	777	22
273	03	442	43	612	83	782	23
277	04	446	44	616	84	786	24
281	05	450	45	620	85	790	25
285	06	454	46	624	86	794	26
289	07	458	47	629	87	799	27
294	08	463	48	633	88	1,05804	28
298	09	467	49	638	89	808	29
1,05602	13,10	471	11,50	642	13,20	812	14,30
306	11	475	51	646	91	816	31
310	12	479	52	650	92	820	32
315	13	484	53	655	93	825	33
319	14	488	54	659	94	829	34
323	15	492	55	663	95	833	35
327	16	496	56	667	96	837	36
331	17	1,05500	57	671	97	841	37
336	18	505	58	676	98	846	38
340	19	509	59	680	99	850	39
344	13,20	513	13,60	684	14,00	854	14,40

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
858	41	0,30	81	1,06,301	21	374	61
863	42	0,31	82	206	22	378	62
867	43	0,32	83	211	23	383	63
872	44	0,33	84	216	24	387	64
877	45	0,34	85	220	25	391	65
881	46	0,34	86	224	26	395	66
885	47	0,36	87	228	27	1,06,300	67
890	48	0,60	88	233	28	404	68
894	49	0,65	89	237	29	409	69
898	14,50	0,69	14,90	241	15,30	413	15,20
1,05902	51	0,73	91	245	31	417	71
906	52	0,77	92	250	32	421	72
911	53	0,82	93	254	33	426	73
915	54	0,86	94	259	34	430	74
919	55	0,90	95	263	35	434	75
923	56	0,94	96	267	36	438	76
928	57	0,99	97	271	37	443	77
932	58	1,06103	98	276	38	447	78
937	59	108	99	280	39	452	79
941	14,60	112	15,00	284	15,30	456	15,30
945	61	116	01	288	41	460	81
949	62	120	02	292	42	464	82
954	63	125	03	297	43	469	83
958	64	129	04	1,06,401	44	473	84
962	65	133	05	305	45	477	85
966	66	137	06	309	46	481	86
970	67	141	07	314	47	486	87
975	68	146	08	318	48	490	88
979	69	150	09	323	49	495	89
983	14,70	154	15,10	327	15,60	499	15,20
987	71	158	11	331	51	1,06,501	91
992	72	163	12	335	52	507	92
996	73	167	13	340	53	512	93
1,06001	74	172	14	344	54	516	94
005	75	176	15	348	55	520	95
009	76	180	16	352	56	524	96
013	77	184	17	357	57	529	97
018	78	189	18	361	58	533	98
022	79	193	19	366	59	538	99
026	14,80	197	15,20	370	15,60	542	16,00

./.

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
547	01	720	41	894	81	068	21
552	02	724	42	899	82	073	22
556	03	729	43	1.06903	83	077	23
561	04	733	44	908	84	082	24
565	05	737	45	912	85	086	25
569	06	741	46	916	86	090	26
573	07	746	47	921	87	094	27
578	08	750	48	925	88	099	28
582	09	755	49	930	89	1.07101	29
586	16.10	759	16.50	934	16.90	107	17.30
590	11	763	51	938	91	111	31
595	12	768	52	942	92	116	32
599	13	772	53	947	93	120	33
1.06601	14	777	54	951	94	125	34
608	15	781	55	955	95	129	35
612	16	785	56	959	96	133	36
616	17	789	57	964	97	138	37
621	18	794	58	968	98	142	38
625	19	798	59	973	99	147	39
629	16.20	1.06802	16.60	977	17.00	151	17.40
633	21	806	61	981	01	155	41
638	22	811	62	986	02	160	42
642	23	815	63	990	03	164	43
647	24	820	64	995	04	169	44
651	25	824	65	999	05	173	45
655	26	828	66	1.07003	06	177	46
660	27	833	67	007	07	181	47
664	28	837	68	012	08	186	48
669	29	842	69	016	09	190	49
673	16.30	846	16.70	020	17.10	194	17.50
677	31	850	71	024	11	198	51
681	32	854	72	029	12	1.07201	52
686	33	859	73	033	13	207	53
690	34	863	74	038	14	212	54
694	35	867	75	042	15	217	55
698	36	871	76	046	16	221	56
1.06703	37	876	77	051	17	226	57
707	38	881	78	055	18	230	58
712	39	886	79	060	19	235	59
716	16.40	890	16.80	064	17.20	239	17.60

./.

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
243	61	418	01	594	41	770	81
248	62	424	02	599	42	775	82
252	63	427	03	10.605	43	779	83
257	64	432	04	602	44	784	84
261	65	436	05	612	45	788	85
265	66	440	06	616	46	792	86
270	67	445	07	621	47	797	87
274	68	449	08	625	48	1.07801	88
279	69	454	09	630	49	806	89
283	17.70	458	18.10	634	18.50	810	18.20
287	71	462	11	638	51	815	91
291	72	466	12	643	52	819	92
296	73	471	13	647	53	823	93
1.07300	74	475	14	652	54	828	94
304	75	479	15	656	55	832	95
308	76	483	16	660	56	836	96
313	77	488	17	665	57	841	97
317	78	492	18	669	58	845	98
322	79	497	19	674	59	850	99
326	17.80	1.07301	18.20	678	18.60	854	19.00
330	81	505	21	683	61	858	01
335	82	510	22	687	62	863	02
339	83	514	23	691	63	867	03
344	84	519	24	696	64	872	04
348	85	523	25	1.07300	65	876	05
352	86	527	26	704	66	880	06
357	87	532	27	709	67	886	07
361	88	536	28	713	68	890	08
366	89	541	29	718	69	895	09
370	17.90	545	18.30	722	18.70	899	19.10
374	91	549	31	726	71	1.07303	11
379	92	555	32	731	72	908	12
383	93	559	33	735	73	912	13
388	94	564	34	740	74	917	14
392	95	568	35	744	75	921	15
396	96	572	36	748	76	925	16
1.07401	97	577	37	753	77	930	17
405	98	581	38	757	78	934	18
410	99	586	39	762	79	939	19
414	18.00	590	18.40	766	18.80	943	19.20

lichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
917	31	124	61	1,08302	01	480	41
912	32	129	62	307	02	485	42
906	33	133	63	311	03	489	43
901	34	138	64	316	04	494	44
905	35	142	65	320	05	498	45
909	36	146	66	324	06	1,08502	46
914	37	151	67	329	07	507	47
978	38	155	68	333	08	511	48
983	39	160	69	338	09	516	49
987	19,50	164	19,70	342	20,10	520	20,50
991	31	168	71	347	11	525	51
996	32	173	72	351	12	529	52
1,08000	33	177	73	356	13	533	53
005	34	182	74	360	14	538	54
009	35	186	75	365	15	543	55
013	36	190	76	369	16	547	56
018	37	195	77	374	17	552	57
022	38	199	78	378	18	556	58
027	39	1,08204	79	383	19	562	59
031	19,00	208	19,80	387	20,20	566	20,60
035	41	212	81	391	21	570	61
040	42	217	82	396	22	575	62
044	43	222	83	1,08100	23	579	63
049	44	227	84	405	24	584	64
053	45	231	85	409	25	588	65
057	46	236	86	413	26	592	66
062	47	240	87	418	27	597	67
066	48	245	88	422	28	1,08601	68
071	49	249	89	427	29	606	69
075	19,50	254	19,90	431	20,30	610	20,70
080	51	258	91	435	31	615	71
084	52	263	92	440	32	619	72
089	53	267	93	444	33	624	73
093	54	272	94	449	34	628	74
098	55	276	95	453	35	633	75
1,08102	56	280	96	458	36	637	76
107	57	285	97	462	37	642	77
111	58	289	98	467	38	646	78
116	59	294	99	472	39	651	79
120	19,60	298	20,00	476	20,40	655	20,80

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
659	81	838	21	019	61	199	01
664	82	843	22	023	62	1,09201	02
668	83	847	23	028	63	208	03
673	84	852	24	032	64	212	04
677	85	856	25	037	65	217	05
682	86	861	26	041	66	221	06
686	87	865	27	046	67	226	07
691	88	870	28	050	68	231	08
695	89	874	29	055	69	236	09
1,08700	20,90	879	21,30	059	21,70	240	22,10
704	91	883	31	064	71	245	11
709	92	888	32	068	72	249	12
713	93	893	33	073	73	254	13
718	94	898	34	077	74	258	14
722	95	1,08902	35	082	75	263	15
726	96	907	36	086	76	267	16
731	97	911	37	091	77	272	17
735	98	916	38	095	78	276	18
740	99	920	39	1,09100	79	281	19
744	21,00	925	21,40	101	21,80	285	22,20
749	01	929	41	109	81	290	21
753	02	934	42	113	82	294	22
758	03	938	43	118	83	299	23
762	04	943	44	122	84	1,09301	24
767	05	947	45	127	85	308	25
771	06	951	46	131	86	312	26
776	07	956	47	136	87	317	27
780	08	960	48	140	88	321	28
785	09	965	49	145	89	326	29
789	21,10	969	21,50	149	21,20	330	22,30
794	11	974	51	154	91	335	31
798	12	978	52	158	92	339	32
1,08801	13	983	53	163	93	344	33
807	14	987	54	167	94	348	34
812	15	992	55	172	95	353	35
816	16	996	56	176	96	357	36
821	17	1,09001	57	181	97	362	37
825	18	005	58	185	98	366	38
830	19	010	59	190	99	371	39
834	21,20	014	21,60	194	21,00	375	22,40

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
380	41	561	81	744	21	927	61
384	42	566	82	748	22	931	62
389	43	571	83	753	23	936	63
393	44	575	84	757	24	940	64
398	45	580	85	762	25	945	65
1,09103	46	585	86	766	26	949	66
407	47	589	87	771	27	954	67
412	48	594	88	775	28	958	68
416	49	598	89	780	29	953	69
421	22,30	1,09601	22,30	784	23,30	967	21,70
425	51	607	91	789	31	972	71
430	52	612	92	793	32	976	72
434	53	616	93	798	33	981	73
439	54	621	94	1,09802	34	985	74
443	55	625	95	807	35	990	75
448	56	630	96	812	36	995	76
452	57	634	97	816	37	999	77
457	58	639	98	821	38	1,10001	78
461	59	643	99	825	39	006	79
466	22,60	648	21,00	830	21,40	013	21,80
471	61	653	01	834	41	018	81
475	62	657	02	839	42	022	82
480	63	662	03	843	43	027	83
484	64	666	04	848	44	031	84
488	65	671	05	852	45	036	85
493	66	675	06	857	46	040	86
498	67	680	07	861	47	045	87
1,09302	68	684	08	866	48	049	88
507	69	689	09	870	49	054	89
511	22,70	693	23,10	875	21,50	058	21,90
516	71	698	11	880	51	063	91
520	72	1,09703	12	884	52	067	92
525	73	707	13	889	53	072	93
529	74	711	14	893	54	076	94
534	75	716	15	898	55	081	95
538	76	721	16	1,09901	56	086	96
543	77	725	17	908	57	090	97
547	78	730	18	913	58	095	98
552	79	734	19	917	59	099	99
556	22,80	739	21,20	922	21,60	1,10101	21,00

./.

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
1,10104	24,00	288	24,40	472	24,50	657	25,20
109	01	294	41	477	81	662	21
113	02	297	42	481	82	666	22
118	03	1 10302	43	486	83	671	23
122	04	306	44	490	84	675	24
127	05	311	45	495	85	680	25
132	06	316	46	1 10300	86	685	26
136	07	320	47	504	87	689	27
141	08	325	48	509	88	694	28
145	09	329	49	513	89	698	29
150	24,10	334	24,50	518	24,90	1 10701	25,30
155	11	339	51	523	91	708	31
159	12	343	52	527	92	712	32
164	13	348	53	532	93	717	33
168	14	352	54	536	94	721	34
173	15	357	55	541	95	726	35
178	16	362	56	546	96	731	36
182	17	366	57	550	97	735	37
187	18	371	58	555	98	740	38
191	19	375	59	559	99	744	39
196	24,20	380	24,60	564	25,00	749	25,40
1 10301	21	385	61	569	01	754	41
205	22	389	62	574	02	758	42
210	23	394	63	579	03	763	43
214	24	398	64	583	04	767	44
219	25	1 10403	65	588	05	772	45
223	26	408	66	593	06	777	46
228	27	412	67	597	07	781	47
232	28	417	68	1 10602	08	786	48
238	29	421	69	606	09	790	49
242	24,30	1 26	24,70	611	25,10	795	25,50
247	31	434	71	616	11	1 10800	51
251	32	438	72	620	12	804	52
256	33	440	73	625	13	809	53
260	34	444	74	629	14	813	54
265	35	449	75	634	15	818	55
270	36	454	76	639	16	823	56
274	37	458	77	644	17	827	57
279	38	463	78	648	18	832	58
284	39	467	79	652	19	836	59

./.

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
811	25,60	028	26,00	213	26,40	1,11401	26,80
816	61	031	01	218	41	406	81
851	62	037	02	223	42	410	82
855	64	042	03	227	43	415	83
860	64	046	04	232	44	419	84
865	65	051	05	237	45	424	85
870	66	056	06	243	46	429	86
874	67	060	07	247	47	433	87
879	68	065	08	252	48	438	88
883	69	069	09	256	49	442	89
888	25,70	074	26,10	261	26,50	447	26,90
893	71	079	11	266	51	452	91
897	72	083	12	270	52	456	92
1,10902	73	088	13	275	53	461	93
907	74	092	14	279	54	465	94
912	75	097	15	284	55	470	95
917	76	1,11102	16	289	56	475	96
921	77	106	17	293	57	480	97
926	78	111	18	298	58	484	98
930	79	115	19	1,11102	59	489	99
935	25,80	120	26,20	307	26,60	494	27,00
940	81	125	21	312	61	499	01
944	82	130	22	317	62	1,11503	02
949	83	134	23	321	63	508	03
953	84	139	24	326	64	512	04
958	85	144	25	331	65	517	05
963	86	149	26	336	66	522	06
967	87	153	27	340	67	527	07
972	88	158	28	345	68	531	08
976	89	162	29	349	69	536	09
981	25,90	167	26,40	354	26,70	541	27,10
986	91	172	31	359	71	546	11
990	92	176	32	363	72	550	12
995	93	181	33	368	73	555	13
999	94	185	34	372	74	559	14
1,11001	95	190	35	377	75	564	15
000	96	195	36	382	76	569	16
014	97	199	37	387	77	573	17
018	98	1,11204	38	391	78	579	18
023	99	208	39	396	79	583	19

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
588	27,20	776	27,60	964	28,00	151	28,30
593	21	781	61	969	01	158	41
598	22	785	62	974	02	162	42
1.11602	23	790	63	978	03	167	43
607	24	794	64	983	04	171	44
612	25	799	65	988	05	176	45
617	26	1.11804	66	993	06	181	46
621	27	808	67	997	07	186	47
626	28	813	68	1.12002	08	190	48
630	29	817	69	006	09	195	49
635	27,30	822	27,70	011	28,10	1.12200	28,50
640	31	827	71	016	11	205	51
644	32	832	72	021	12	209	52
649	33	836	73	025	13	214	53
653	34	841	74	030	14	218	54
658	35	846	75	035	15	223	55
663	36	851	76	040	16	228	56
668	37	855	77	044	17	233	57
672	38	860	78	049	18	237	58
677	39	864	79	053	19	242	59
682	27,40	869	27,80	058	28,20	247	28,60
687	41	874	81	063	21	253	61
691	42	879	82	068	22	258	62
696	43	883	83	072	23	262	63
1.11700	44	888	84	077	24	267	64
705	45	893	85	082	25	272	65
710	46	898	86	087	26	277	66
715	47	1.11902	87	091	27	281	67
719	48	907	88	096	28	286	68
724	49	911	89	1.12100	29	290	69
729	27,50	917	27,90	105	28,40	295	28,70
734	51	922	91	110	41	1.11000	71
738	52	927	92	115	42	305	72
743	53	931	93	119	33	309	73
747	54	936	94	124	34	314	74
752	55	941	95	129	35	319	75
757	56	946	96	134	36	324	76
762	57	950	97	139	37	328	77
766	58	955	98	143	38	333	78
771	59	959	99	148	39	337	79

dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait	dichtheid 20/20°C densité	% extract g/100 g % extrait
312	29,50	532	29,20	723	29,60		
317	81	537	21	728	61		
352	82	542	22	733	62		
356	83	546	23	737	63		
361	84	551	24	742	64		
366	85	556	25	747	65		
371	86	561	26	752	66		
376	87	565	27	757	67		
380	88	570	28	761	68		
385	89	574	29	766	69		
390	29,90	579	29,30	771	29,70		
395	91	585	31	776	71		
399	92	590	32	780	72		
1,12404	93	594	33	785	73		
408	94	599	34	789	74		
413	95	1,12604	35	794	75		
418	96	609	36	799	76		
423	97	614	37	1,12804	77		
427	98	618	38	808	78		
432	99	623	39	813	79		
437	29,00	628	29,40	818	29,80		
442	01	633	41	823	81		
447	02	638	42	828	82		
451	03	642	43	832	83		
456	04	647	44	837	84		
461	05	652	45	842	85		
466	06	657	46	847	86		
471	07	661	47	852	87		
475	08	666	48	856	88		
480	09	670	49	861	89		
485	29,10	675	29,50	866	29,90		
490	11	680	51	871	91		
494	12	685	52	876	92		
499	13	689	53	880	93		
1,12504	14	694	54	885	94		
508	15	699	55	890	95		
513	16	1,12704	56	895	96		
518	17	709	57	899	97		
522	18	713	58	1,12904	98		
527	19	718	59	908	99		
				913	30,00		

BENELUX TIJDSCHRIFT

In dit tijdschrift worden artikelen gepubliceerd over actuele onderwerpen betreffende de Benelux-samenwerking, alsmede economische en sociale overzichten uit de drie landen.

In een bijlage worden statistische tabellen opgenomen.

De prijs voor een jaarabonnement op dit tweetalig tijdschrift — Nederlands-Frans — bedraagt Fr 250,— of f 17,25 (per nummer Fr 80,— of f 5,50).

Voor de verkoopadressen raadplegen men de achterzijde van deze omslag.

REVUE BENELUX

Ce Bulletin trimestriel publie des articles traitant de l'actualité de la coopération Benelux ainsi que de sujets économiques et sociaux relatifs aux trois pays.

Une annexe à ce Bulletin publie des tableaux statistiques.

Le prix de l'abonnement annuel à ce bulletin bilingue — français et néerlandais — s'élève à Fr 250,— (le numéro Fr 80,—).

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

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, Regentschapsstraat 39, 1000 Brussel.

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 1,—
(±6,9 cent) per bedrukte bladzijde.

Facturering van abonnementen geschiedt per trimester.

Dit nummer kost f 3,45 of F 50,—.

De volledige verzameling der **Benelux-Basisteksten** (t/m de 101^e aanvulling, losbladig, in 10 plastic banden) kost f 425,70 of F 6.172,—.

PRIX

Le **Bulletin Benelux** coûte F 1,— la page imprimée.

Les abonnements sont facturés par trimestre.

Le présent numéro coûte F 50,—.

La collection complète des **Textes de base Benelux** (y compris le 101^e supplément, sur feuillets mobiles, 10 reliures en plastic) coûte F 6.172,—.

KANTOREN voor VERKOOP en ABONNEMENTEN :

België

BELGISCH STAATSBLAD

Leuvenseweg 40, 1000 Brussel
Uitsluitend door overschrijving van het verschuldigde bedrag op PCR 000-2005502-27 van het Bestuur van het Belgisch Staatsblad te Brussel.

Nederland, Luxemburg en derde landen

STAATSUITGEVERIJ

Chr. Plantijnstraat, 's-Gravenhage.
Gironr. 425.300.

BUREAUX de VENTE et d'ABONNEMENTS :

Belgique

MONITEUR BELGE

40, rue de Louvain, 1000 Bruxelles.
Exclusivement par virement au CCP 000-2005502-27 de la Direction du Moniteur belge à Bruxelles.

Pays-Bas, Luxembourg et pays tiers

STAATSUITGEVERIJ

Chr. Plantijnstraat, La Haye (Pays-Bas) Giro n° 425.300.