

1540

**BESCHIKKING**

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

**M (72) 12**

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

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

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

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

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

Heeft het volgende beslist :

*Enig artikel*

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

Gedaan te Brussel, op 11 april 1972.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,  
Th. WESTERTERP

BENELUX-REFERENTIEMETHODEN  
van onderzoek inzake vleesextract en vleesbouillon

M (72) 12, Bijlage

1. VOCHT

Reagens :

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

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

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

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

2. KREATININE

Reagentia

- Aluminiumoxide volgens Brockmann.
- Waterige pikrinezuuroplossing op 1,2 %.
- Natriumhydroxide-oplossing 4 n.
- Ether, beantwoordend aan het volgende zuiverheidsonderzoek: schud 20 ml ether uit met 5 ml gedestilleerd water ; voeg aan de waterlaag 1,5 ml pikrinezuur-oplossing en 1 ml 4 n natriumhydroxide-oplossing toe. De kleur van het mengsel mag niet sterker zijn dan die, verkregen door aan 5 ml gedestilleerd water dezelfde hoeveelheden pikrinezuur en NaOH toe te voegen.
- Zoutzuur, n.
- Zoutzuur, 4 n.
- Kreatinine-standaardoplossing :  
los 1,603 g van het dubbelzout van kreatinine en zinkchloride op in 500 ml gedestilleerd water in een maatkolf van 1 liter ; voeg 100 ml n zoutzuur toe en vul met gedestilleerd water aan tot 1 liter. Deze oplossing bevat 1 mg kreatinine per ml. Zij is gedurende 6 maanden houdbaar.

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

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

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

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

### 3. KEUKENZOUT

#### Reagentia

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

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

- Kaliumthiocyanaat-oplossing, 0,1 n

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

- Indicator-oplossing :

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

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

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

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

3.3. Bereken het percentage keukenzout als volgt :

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

$t_{\text{Ag}}$  = normaliteit  $\text{AgNO}_3$  opl.

$t_{\text{Rh}}$  = normaliteit kaliumthiocyanaat-opl.

V = aantal ml kaliumthiocyanaat opl.

P = aantal g in gewogen waar.

4. VET

**Reagens**

— Petroleumether kooktraject 40-60° C.

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

5. KLEURSTOFFEN

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