

1550

BESCHIKKING

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

M (72) 14

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 soepen, M (68) 18,

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 analyse-methoden inzake soepen als enig geldige referentiemethoden in hun wetgeving op te nemen.

Gedaan te Luxemburg, op 29 mei 1972.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

Th. WESTERTERP

BENELUX-REFERENTIEMETHODEN

van onderzoek inzake soepen

M (72) 14, Bijlage.

1. KEUKENZOUT

Reagentia

- 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.
- Kalium-thiocyanaat-oplossing, 0,1 n
- IJzer (III) ammoniumsulfaat, verzadigde oplossing.

- 1.1. Los 5 g van de waar (indien vast, eerst tot poeder gebracht) zo goed mogelijk op in koud water en vul in een maatkolf aan tot 250 ml.
Filtreer, indien de waar niet geheel is opgelost.

- 1.2. Voeg aan 25 ml van de oplossing of van het filtraat (of aan een kleiner volume, met gedestilleerd water verdund tot 25 ml), die ten hoogste 0,130 g natriumchloride bevatten, toe 5 ml geconcentreerd salpeterzuur en nauwkeurig 25 ml zilvernitraat-oplossing 0,1 n.

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

Voeg vervolgens 5 ml formaldehyde-oplossing toe en laat even doorkoken.

Verdund na afkoelen met gedestilleerd water tot ongeveer 150 ml en titreer de overmaat zilvernitraat met kalium-thiocyanaat-oplossing 0,1 n in tegenwoordigheid van 2 ml ijzer (III) ammoniumsulfaat-oplossing als indicator.

1.3. Bereken het percentage keukenzout als volgt :

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(25 t_{\text{Ag}} - V_1 t_{\text{Rh}})}{V_0 \times P} \times 58,5 \times 25$$

waarin :

t_{Ag} = normaliteit zilvernitraat

t_{Rh} = normaliteit kaliumthiocyanaat

V_1 = aantal milliliter verbruikt kaliumthiocyanaat

V_0 = aantal milliliter in bewerking genomen oplossing of filtraat

P = aantal grammen ingewogen waar.

2. KREATININE

Reagentia

— Aluminiumoxide volgens Brockmann

— Amberliet I.R. 120 (H)

— Ammonia 1 %

— Waterige pikrinezuur-oplossing, 1,2 %

— Trichloorazijnzuur, 20 %

— 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. Soepen zonder zetmeel

2.1.1. Los in een maatkolf van 250 ml een afgewogen hoeveelheid van de waar op in heet water, zodanig, dat de uiteindelijke oplossing een hoeveelheid kreatinine bevat in de orde van 1 mg per 5 ml.

Koel af en vul aan tot 250 ml met gedestilleerd water.

Centrifugeer de oplossing zo nodig.

Filtreer, indien een laagje vet op de oplossing drijft, door een vouwfilter.

- 2.1.2. 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-
tje, voeg 2 druppels zoutzuur 4 n toe en damp in tot een klein volume.
- 2.1.3. Giet de vloeistof in een grote reageerbuis en spoel het schaal-
tje met enkele druppels gedestilleerd water na. De oplossing mag geen groter volume bezitten dan 1 ml.
Schud viermaal uit met telkens 5 ml ether, ervoor zorg dra-
gend dat de stop (glas of rubber) niet wordt bespat.
Zuig de ether telkens af met een pipet.
Breng de waterige vloeistof uit de reageerbuis weer terug in het porseleinen schaal-
tje, spoel de buis met water na en damp droog op het waterbad.
- 2.1.4. Los de droogrest op in 2 ml gedestilleerd water, voeg toe 1,5 ml pikrinezuur-oplossing 1,2 % en 0,6 ml natriumhydro-
xide-oplossing 4 n. Laat na mengen nauwkeurig 5 minuten staan en verdun met gedestilleerd water in een maatkolf tot 50 ml.
- 2.1.5. Meet na een bepaalde tijd liggend tussen 5 en 20 minuten in een fotometer bij 500 nm de absorptie 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 natriumhydro-
xide-oplossing 4 n en met gedestilleerd water aan te vullen tot 50 ml.
- 2.1.6. 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 porce-
leinen schaal-
tjes. Verdun de eerste drie schaal-
tjes met water tot 2,0 ml. Damp het laatste schaal-
tje op een waterbad tot droog in en neem de droogrest op in 2 ml gedestilleerd water.

Behandel de schaaltes met pikrinezuur en natriumhydroxide volgens 2.1.4.

- 2.1.7. Bereken het kreatinine-gehalte van de oplossing, verkregen onder 2.1.4., door de in 2.1.5. gemeten absorptie te vergelijken met de ijklijn. Het aantal mg kreatinine in de onder 2.1.1. afgewogen hoeveelheid waar wordt verkregen door het aantal mg kreatinine, aanwezig in de 50 ml oplossing bereid onder 2.1.4., te vermenigvuldigen met 150.

2.2. Soepen die zetmeel of zetmeelderivaten bevatten.

- 2.2.1. Los in een maatkolf van 100 ml een afgewogen hoeveelheid van de waar op in heet water, zodanig dat de uiteindelijke oplossing een hoeveelheid kreatinine bevat in de orde van 0,045 mg per ml.

Meng, koel af en vul aan tot 100 ml met gedestilleerd water. Centrifugeer het verkregen mengsel. Filtreer het centrifugaat, indien hier een laagje vet op drijft, door een vouwfilter.

- 2.2.2. Breng 50 ml filtraat in een maatkolf van 100 ml, voeg 10 ml trichloorazijnzuur toe, meng, plaats de kolf in een kokend waterbad. Koel na 15 minuten af en vul aan tot 100 ml met gedestilleerd water. Filtreert het mengsel.

- 2.2.3. Pipeteer 20 ml filtraat in een porceleinen schaalte 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 aan te brengen.

- 2.2.4. Pipetteer 10 ml van het onder 2.2.3. verkregen eluaat door een zuil van amberliet. Bereid deze door in een glazen buis van 10 mm diameter en van onderen voorzien van een kraan, achtereenvolgens een wattenprop en 3 g amberliet in water via een trechtertje te brengen.

Open de kraan een weinig, zodat de vloeistof druppelsgewijs de zuil in 10 minuten doorloopt. Was de zuil met 100 ml water in ongeveer een halfuur uit. Verwissel het opvangvat met een porceleinen schaal, die dicht onder de uitloop wordt geplaatst.

Laat ongeveer 75 ml ammonia door de zuil lopen in een zodanig tempo dat deze in ongeveer 40 minuten wordt opgevangen. Damp droog op een waterbad.

- 2.2.5. Los de droogrest op in 2 ml gedestilleerd water, voeg toe 1,5 ml pikrinezuur-oplossing en 0,6 ml natriumhydroxide-oplossing. Laat na mengen nauwkeurig 5 minuten staan. Verdun de inhoud van het schaalpje met water en spoel de vloeistof uit het schaalpje over in een maatkolf van 50 ml.
- 2.2.6. Meet na een bepaalde tijd liggende tussen 5 en 10 min. in een fotometer bij 500 nm de absorptie ten opzichte van een blanco, verkregen door aan 2 ml water toe te voegen 1,5 ml pikrinezuur-oplossing en 0,6 ml natriumhydroxide-oplossing en met gedestilleerd water aan te vullen tot 50 ml.
- 2.2.7. 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 kreatinestandaard 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 porceleinen schaalpjes. Verdun de eerste drie schaalpjes met water tot 2,0 ml. Damp het laatste schaalpje op een waterbad tot droog in en neem de droogrest op in 2 ml gedestilleerd water. Behandel de schaalpjes met pikrinezuur en natriumhydroxide volgens 2.2.5.
- 2.2.8. Bereken het kreatininegehalte van de oplossing, verkregen onder 2.2.5., door de in 2.2.6 gemeten absorptie te vergelijken met de ijklijn. Het aantal milligrammen kreatinine in de onder 2.2.1. afgewogen hoeveelheid waar wordt verkregen door het aantal milligrammen kreatinine, aanwezig in de 50 ml oplossing bereid onder 2.2.5. te vermenigvuldigen met 15.

3. ZWAVELIGZUUR

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 kaliumwaterstof-ftalaat
- methanol, pro analysi

1556

— mengindicatoroplossing

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

— destillatie apparaat (zie figuur 1, blz. 1558).

- 3.1. Breng in het ontvangvat van het destillatie-apparaat 10 ml waterstofperoxide-oplossing en 60 ml gedestilleerd water. Voeg enige druppels mengindicatoroplossing toe en neutraliseer zodanig met 1 à 2 druppels 0,01 N loog.
- 3.2. Sluit het ontvangvat op het destillatie-apparaat aan. Schakel in serie aan het ontvangvat, een wasfles met 25 ml eveneens gneutraliseerd waterstofperoxide.
- 3.3. Weeg 50 g van het gerede produkt of 5 à 10 g van de waar in gedroogde vorm in de 250 ml destillatiekolf af en voeg achtereenvolgens 50 ml gedestilleerd water en 50 ml methanol toe. Meng zo goed mogelijk.
- 3.4. 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.
- 3.5. Voeg door de scheidrecther 15 ml fosforzuur toe, licht daartoe de glazen stop op het ontvangvat op.
- 3.6. 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.
- 3.7. Ontkoppel het ontvangvat van het destillatie-apparaat, sluit de stikstofstroom af en spoel de inleidbuis van het ontvangvat af met gedestilleerd water.
- 3.8. Titreer de inhoud van het ontvangvat met natriumhydroxide totdat de indicator naar groen omslaat.
- 3.9. Bereken het zwaveldioxidegehalte in milligram per kilogram waar :

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

waarin :

V = het aantal millimeters loog gebruikt bij de titratie

N = normaliteit van de loog

P = het aantal grammen in bewerking genomen waar.

Zie figuur 1. (blz. 1558)

4. KLEURSTOFFEN

Het onderzoek naar synthetische kleurstoffen 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 Benelux-referentiemethoden voor het opsporen en het identificeren van in levensmiddelen aanwezige, in water oplosbare synthetische kleurstoffen, resp. in vet oplosbare kleurstoffen.

5. BEPALING VAN HET AANTAL AEROOB EN ANAEROOB KWEEKBARE MICRO-ORGANISMEN

Deze methode zal worden beschreven in een aanvulling op deze Beschikking.

6. ONDERZOEK VAN DE STERILITEIT

Deze methode zal worden beschreven in een aanvulling op deze Beschikking.

1558

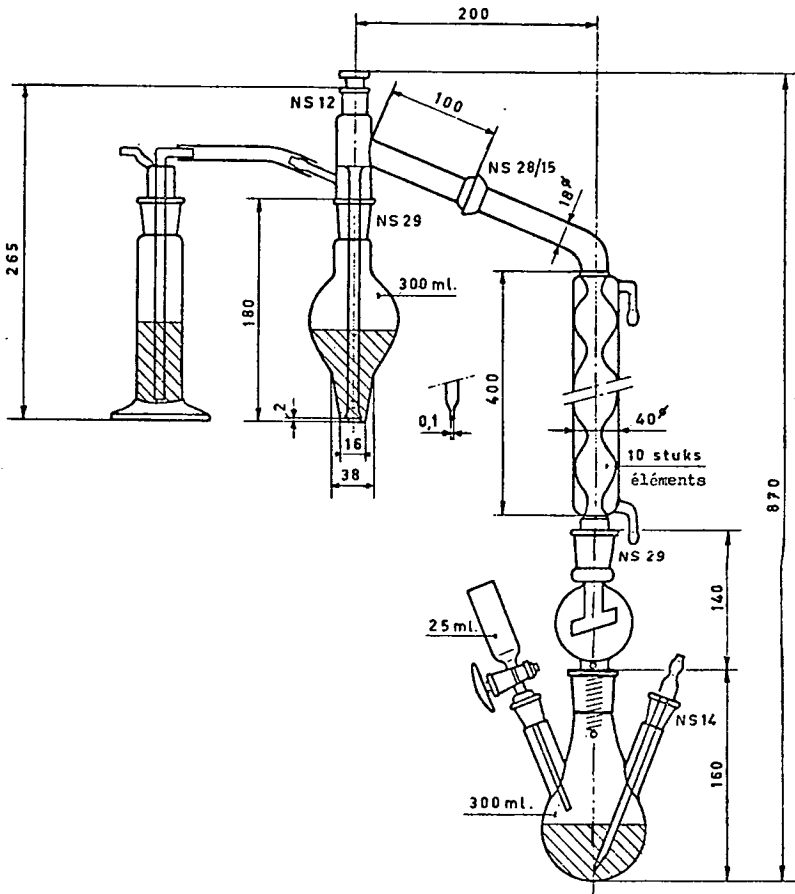


Fig. 1

DESTILLATIE-APPARAAT VOLGENS TANNER
APPAREIL DE DISTILLATION SELON TANNER

NS = normaal slijpstuk
rodage normalisé