

DECISION
du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux
modifiant la Décision M (72) 12,
concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux
en matière d'extrait de viande et de bouillon de viande
M (76) 4

Le Comité de Ministres de l'Union économique Benelux,

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

Considérant qu'en raison de l'évolution des méthodes d'analyse en laboratoire, il convient de modifier la méthode d'analyse de la créatinine visée au point 2 de l'annexe de la Décision concernant l'application des méthodes d'analyse de référence Benelux en matière d'extrait de viande et de bouillon de viande, M (72) 12,

A pris la décision suivante :

Article 1^{er}

La méthode décrite ci-après est d'application comme méthode d'analyse de référence Benelux pour la créatinine dans l'extrait de viande et le bouillon de viande :

CREATININE

Réactifs

- Oxyde d'aluminium selon Brockmann
- Amberlite I.R. 120 (H)

La résine neuve, non encore utilisée, est lavée à l'eau jusqu'à ce que l'eau de lavage soit incolore. La résine est ainsi prête à l'emploi.

La résine utilisée peut être régénérée comme suit : déposer 500 g de résine dans une colonne de verre rétrécie et munie d'un tampon d'ouate. Laver ensuite à l'aide d'environ 10 l d'eau, jusqu'à ce que l'eau de lavage ne colore plus en bleu du papier de tournesol rouge. Laver ensuite avec 2½ l de HCL 2n, en 25 à 30 minutes au minimum.

Laver ensuite à l'aide d'environ 10 l d'eau, jusqu'à ce que l'eau de lavage ne colore plus en rouge du papier de tournesol bleu.

Conservier la résine, sous eau, dans un pot de verre fermé. Utiliser de la nouvelle résine tous les six mois.

Contrôler régulièrement la résine à l'aide de la solution étalon de créatinine.

- Acide chlorhydrique 4 n
- Ammoniaque 1 %
- Solution aqueuse d'acide picrique 1,2 %
- Solution d'acide trichloracétique 20 %
- Solution d'hydroxyde de sodium 4 n
- Solution étalon de créatinine :

Dans un matras jaugé de 1 l, dissoudre 1,603 g de sel double de créatinine et de chlorure de zinc dans 500 ml d'eau distillée ; ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique n et compléter à 1 l avec de l'eau distillée. Cette solution renferme 1 mg de créatinine par ml. Elle se conserve pendant six mois.

1. Dans un matras jaugé de 100 ml, dissoudre dans de l'eau chaude un poids de la denrée tel que la solution finale contienne une quantité de créatinine de l'ordre de 0,045 mg par ml. Mélanger, refroidir et compléter à 100 ml par de l'eau distillée. Centrifuger le mélange obtenu. Filtrer le liquide après centrifugation sur un filtre plissé pour éliminer éventuellement la graisse surnageante.
2. Transférer 50 ml du filtrat dans un matras jaugé de 100 ml, ajouter 10 ml d'acide trichloracétique, mélanger, placer le matras dans un bain-marie bouillant. Refroidir après 15 minutes et compléter à 100 ml par de l'eau distillée. Filtrer le mélange.
3. Pipeter 20 ml du filtrat dans une capsule de porcelaine et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique 4 n. Evaporer à sec au bain-marie. Après refroidissement, reprendre le résidu par 15 ml d'eau et filtrer la solution, en aspirant légèrement, sur une colonne d'oxyde d'aluminium préparée en déposant successivement un tampon d'ouate, puis 3 g d'oxyde d'aluminium dans un tube de verre de 8 mm de diamètre dont la partie inférieure est rétrécie.
4. Pipeter 10 ml de l'éluat obtenu sous 3., sur une colonne d'amberlite préparée en déposant successivement dans un tube de verre de 10 mm de diamètre pourvu d'un robinet à sa partie inférieure un tampon d'ouate puis, par un petit entonnoir, 3 g d'amberlite (résine sèche) dans de l'eau. Ouvrir légèrement le robinet de telle sorte que le liquide parcourt goutte à goutte, la colonne en 10 minutes. Laver la colonne par 100 ml d'eau, en une demi-heure environ. Remplacer le récipient récepteur par une capsule de porcelaine placée tout près de l'extrémité de la colonne.
Verser environ 75 ml d'ammoniaque 1 % sur la colonne de manière à les recueillir en 40 minutes environ. Evaporer au bain-marie jusqu'à disparition de la majeure partie de l'ammoniaque. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique 4 n et évaporer à sec.
5. Dissoudre le résidu dans 2 ml d'eau distillée, ajouter 1,5 ml de solution d'acide picrique et 0,6 ml de solution d'hydroxyde de sodium. Mélanger, laisser reposer 5 minutes exactement. Diluer le contenu de la capsule avec de l'eau et transvaser le liquide de la capsule dans un matras jaugé de 50 ml.

6. Après un temps déterminé compris entre 5 et 10 minutes, mesurer au photomètre à 487,5 nm, l'absorption par rapport à un blanc obtenu en ajoutant à 2 ml d'eau, 1,5 ml de solution d'acide picrique et 0,6 ml d'hydroxyde de sodium. Compléter à 50 ml avec de l'eau distillée.
7. En respectant les mêmes conditions de temps, tracer une courbe d'étalonnage en mesurant les différences d'absorption entre les solutions de concentrations connues de créatinine et l'essai à blanc. Diluer 10 fois la solution étalon de créatinine avec de l'eau. Pipeter 0,3 ml, 0,8 ml, 1,4 ml, 2,0 ml et 3,0 ml dans une série de capsules de porcelaine. Diluer le contenu des 3 premières capsules avec de l'eau jusqu'à 2,0 ml. Evaporer à sec le contenu de la dernière capsule au bain-marie et reprendre le résidu par 2 ml d'eau distillée. En outre, pipeter 2 ml d'eau distillée dans une capsule. Traiter les capsules par l'acide picrique et l'hydroxyde de sodium selon 5.
8. Calculer la teneur en créatinine de la solution obtenue en 5. en comparant, aux valeurs de la courbe d'étalonnage, son absorption mesurée en 6. La quantité en mg de créatinine contenue dans la quantité de denrée pesée en 1, est obtenue en multipliant par 15 la quantité en mg de créatinine contenue dans les 50 ml de la solution préparée en 5.

Article 2

1. Les Gouvernements des trois pays du Benelux prendront les mesures nécessaires pour que la méthode d'analyse de référence pour créatinine dans les extraits de viande et de bouillon de viande décrite à l'article 1^{er} de la présente Décision entre en vigueur le jour de la signature de la Décision.
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.

Article 3

La méthode décrite au point 2. de l'annexe de la Décision M (72) 12 concernant l'application de méthodes d'analyse de référence Benelux en matière d'extrait de viande et de bouillon de viande, est abrogée.

FAIT à Bruxelles, le 26 janvier 1976.

Le Président du Comité de Ministres,

G. THORN