

TRACTATENBLAD

VAN HET

KONINKRIJK DER NEDERLANDEN

JAARGANG 1972 Nr. 86

A. TITEL

Verdrag tussen het Koninkrijk der Nederlanden, het Koninkrijk België en het Groothertogdom Luxemburg tot instelling van de Benelux Economische Unie, met Overgangsovereenkomst, Uitvoeringsprotocol en Protocol van ondertekening; 's-Gravenhage, 3 februari 1958

B. TEKST

De tekst van het Verdrag, de Overgangsovereenkomst, het Uitvoeringsprotocol en het Protocol van ondertekening is geplaatst in *Trb.* 1958, 18.

Artikel 80, tweede lid, van het Verdrag werd gewijzigd bij een op 16 maart 1971 te Brussel gesloten Protocol, waarvan de tekst is geplaatst in *Trb.* 1971, 79.

D. GOEDKEURING

E. BEKRACHTIGING

G. INWERKINGTREDING

Zie *Trb.* 1960, 124.

J. GEGEVENS

Zie *Trb.* 1958, 18, *Trb.* 1960, 124, *Trb.* 1970, 29, *Trb.* 1971, 186 en *Trb.* 1972, 31.

3. Beschikkingen vastgesteld door het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie. ¹⁾

BESCHIKKINGEN INGEVOLGE PROTOCOL AFSCHAF- FING CONTROLES EN FORMALITEITEN AAN DE BINNEN- GRENZEN VAN BENELUX

Op 11 april 1972 heeft het Comité van Ministers ingevolge artikel 1 van het op 29 april 1969 tot stand gekomen Protocol inzake de afschaffing van controles en formaliteiten aan de binnengrenzen van Benelux en inzake de opheffing van de belemmeringen van het vrije verkeer ²⁾ de volgende Beschikkingen vastgesteld:

Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Econo- mische Unie inzake veterinairerechtelijke voorschriften voor het intra-Benelux-verkeer en de invoer van bloed en bloedserum van dierlijke oorsprong voor laboratoriumdoeleinden

M (72) 10

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

Gelet op artikel 1 van het Protocol van 29 april 1969 inzake de afschaffing van controles en formaliteiten aan de binnengrenzen van Benelux en inzake de opheffing van belemmeringen van het vrije verkeer,

Overwegende dat de controles en formaliteiten aan de Benelux-intragrenzen dienen te worden afgeschaft en dat derhalve aan de buitengrenzen gecoördineerde maatregelen moeten worden vastgesteld ter voorkoming van insleep van besmettelijke dierziekten,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

In de zin van de onderhavige beschikking wordt verstaan onder:

a) invoer:

de invoer uit een derde land op het grondgebied van één der Beneluxlanden;

b) bevoegde dienst:

de door de centrale overheid aangewezen dienst.

Artikel 2

Het intra-Benelux-verkeer van bloed en bloedserum van dierlijke oorsprong voor laboratoriumdoeleinden, van oorsprong of herkomst uit een der Beneluxlanden, is vrij.

¹⁾ De Franse tekst van deze Beschikkingen is niet afgedrukt.

²⁾ Tekst in *Trb.* 1969, 126.

Artikel 3

1. Invoer van bloed en bloedserum van dierlijke oorsprong voor laboratoriumdoeleinden is niet toegestaan dan uit hoofde van een voorafgaande machtiging, verleend door of namens de bevoegde minister van het land van bestemming.

De machtiging behelst de invoer voorwaarden, alsmede de aanduiding van het douanekantoor waar de zending bloed of bloedserum van dierlijke oorsprong aan de Benelux-buitengrens moet worden aangeboden en waar deze machtiging moet worden overgelegd, hetgeen de douane-autoriteit in het stuk aantekent.

2. Tevens gelden de navolgende voorschriften:

- a) de veterinaire dienst van het Beneluxland waar de zending bloed of bloedserum van dierlijke oorsprong aan de buitengrens zal worden aangeboden, moet tenminste 48 uur vóór de aankomst van de zending worden verwittigd van het vermoedelijke tijdstip van aanbidding;
- b) de bevoegde dienst van het Beneluxland waar de zending aan de buitengrens werd aangeboden, controleert de zending bij het douanekantoor van aanbidding aan de hand van het de zending begeleidend oorsprongs- en gezondheidscertificaat, waarvan de inhoud moet beantwoorden aan de in de invoermachtiging gestelde voorwaarden.

Artikel 4

1. De zending bloed of bloedserum van dierlijke oorsprong voor laboratoriumdoeleinden ten aanzien waarvan niet aan het in artikel 3 bepaalde is voldaan, wordt op bevel van de veterinaire dienst van het Beneluxland waar deze zending aan de buitengrens is aangeboden, naar het land van verzending teruggezonden.

2. Indien terugzending onmogelijk blijkt te zijn of op sanitaire gronden niet kan worden toegestaan, gelast de veterinaire dienst vernietiging van de zending. De vernietiging geschiedt zonder vergoeding en voor rekening van de importeur.

3. Indien het land van bestemming van de zending een ander Beneluxland is dan het land waar de zending aan de buitengrens werd aangeboden, wordt de veterinaire dienst van het land van bestemming over de in dit artikel bedoelde beslissingen ingelicht.

Artikel 5

De onderhavige beschikking treedt negentig dagen na de datum van haar ondertekening in werking.

GEDAAN te Brussel, op 11 april 1972.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) TH. E. WESTERTERP

**Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux
Economische Unie betreffende de toepassing van Benelux-
referentiemethoden van onderzoek inzake specerijen en
specerijprodukten**

M (72) 11

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 29 januari 1968 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende specerijen en specerijprodukten, M (68) 16,

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 voor 1 juli 1972 de nodige maatregelen om de bijgaande analysemethoden inzake specerijen en specerijprodukten als enig geldige referentiemethoden in hun wetgeving op te nemen.

GEDAAN te Brussel, op 11 april 1972.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,
(w.g.) TH. E. WESTERTERP

Bijlage

BENELUX-REFERENTIEMETHODEN VAN ONDERZOEK INZAKE SPECERIJEN EN SPECERIJPRODUKTEN

1. Voorbereiding van het monster

- 1.1. Het analysemonster van gemalen specerijen kan zonder voorbereiding worden gebruikt.
- 1.2. Maal, teneinde het produkt tot een doelmatige graad van fijnheid te brengen, het produkt in een daartoe geschikte molen b.v. een elektrische koffiemolen, zodanig dat zo min mogelijk verwarming van het maalgoed optreedt.
Breng het gemalen monster in zijn geheel direct na het malen over in een goed afsluitbare fles.

2. As

Reagentia

- Zwavelzuur s.g. 1,84
- Ammoniumcarbonaat, vast.

- 2.1. Gloei een porseleinen of platina schaal uit, laat afkoelen in een exsiccator en weeg nauwkeurig tot op 0,1 mg (W_0 g).
- 2.2. Weeg in de schaal nauwkeurig 2–5 g van het volgens 1. voorbereide monster af (gewicht monster + schaal = W_1 g).
- 2.3. Bevochtig met enige druppels water en meng met 1 ml zwavelzuur.
Verdrijf de overmaat water en zwavelzuur door matige verhitting en gloei.
- 2.4. Indien de as nog kooldeeltjes bevat, herhaal dan deze bewerking met enige druppels zwavelzuur.
- 2.5. Laat afkoelen. Voeg enig ammoniumcarbonaat toe en gloei opnieuw.
- 2.6. Laat afkoelen in een exsiccator en weeg nauwkeurig tot 0,1 mg (W_2 g).
- 2.7. Bereken het sulfaatgehalte (A) in percenten uit:

$$A = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100$$

Het asgehalte in percenten is dan 0,8 x A.

3. Zand

Reagens

– Zoutzuur 4 n.

- 3.1. Voeg aan de volgens 2 verkregen sulfaatas 25 ml zoutzuur toe.
- 3.2. Bedek de schaal met een horlogeglas, kook voorzichtig gedurende 10 minuten en laat afkoelen.
- 3.3. Filtreer het residu af door een asvrij filter. Was met warm water uit totdat het filtraat zuurvrij is. Veras het filter en gloei.
- 3.4. Laat afkoelen in een exsiccator en weeg.
Herhaal het gloeien en afkoelen totdat het verschil tussen twee opeenvolgende wegingen minder dan 1 mg bedraagt (W_3 g).
- 3.5. Bereken het zandgehalte (Z) in percenten uit:

$$Z = \frac{W_3 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100$$

4. Ruw vezel

Reagentia

- Zoutzuur 0,3 n
- Zwavelzuur 0,3 n
- Natriumhydroxide-oplossing 1,5 n
- Aceton kooktraject 56–57° C.
- Petroleumether, kooktraject 40–60° C.
- Zand, gezuiverd.

Gebruik zand met een korrelgrootte tussen 0,15 en 0,30 mm.

Laat op het zand gedurende enige dagen zoutzuur (s.g. 1,15) inwerken.

Spoel uit met water, totdat het spoelwater niet meer zuur reageert. Droog het zand door uitspreiden en door vervolgens gedurende ten minste 1 uur op 700° C te verhitten.

Toestellen en hulpmiddelen

Bekerglazen van 250 à 400 ml met bijpassende koelperen.

Filterkroezen van kwarts of porselein met een gemiddelde poriën-doorsnede van 90 à 150 micron, met een hoogte van bij voorkeur

ca. 40 mm, een bodemmiddellijn van ca. 30 mm en een bovenmiddellijn van ca. 40 mm (b.v. Jena lbBI).

Gloeischaaltjes met een middellijn van ca. 50 mm.

Elektrisch verwarmde en goed geventileerde moffeloven, voorzien van een geschikt temperatuurmeetinstrument (b.v. een pyrometer) en van een zodanige automatische temperatuurregeling, dat de temperatuur in de oven tussen 680 en 720° C blijft.

Elektrisch verwarmde en goed geventileerde droogstoof, voorzien van een zodanige automatische temperatuurregeling dat, na instelling op 140° C, de temperatuur in de stoof tussen 138 en 142° C blijft.

Exsiccator met blauwgekleurd silicagel als droogmiddel, voorzien van een 2 à 3 mm dikke geperforeerde metalen plaat ter bevordering van snel afkoelen van de kroezen.

Soxhletextractietoestel.

Huls van gehard filtreerpapier.

- 4.1. Weeg nauwkeurig tot 0,1 mg ongeveer 1 g (W_0 g) gemalen produkt in de huls af. Extraheer in het soxhlettoestel met petroleumether gedurende tenminste 1 uur.
- 4.2. Breng de inhoud van de huls kwantitatief over in een beker-glas.
Voeg 50 ml zwavelzuur toe en verhit snel tot koken. Laat zachtjes koken gedurende een half uur met opgeplaatste koelpeer.
Voeg hierna 25 ml natriumhydroxide-oplossing toe en laat nogmaals gedurende een half uur koken met opgeplaatste koelpeer.
- 4.3. Filtreer door de filterkroes die voor ongeveer een derde deel gevuld is met zand. Was vijfmaal uit met telkens ca. 10 ml kokend water, daarna éénmaal met 50 ml zoutzuur, vervolgens wederom vijfmaal met telkens ca. 10 ml kokend water en tenslotte met 50 ml aceton.
- 4.4. Plaats de kroes met inhoud in een gloeischaaltje en droog gedurende anderhalf uur bij 140° C in de droogstoof.
Plaats het geheel in de exsiccator, laat anderhalf uur afkoelen en weeg nauwkeurig tot 0,1 mg (gloeischaaltje en kroes met inhoud = W_1 g).
- 4.5. Plaats het geheel in de vooraf op temperatuur gebrachte moffeloven en veras gedurende een uur bij 700° C.
Laat daarna het gloeischaaltje met de kroes gedurende 5 min. afkoelen op een asbestplaat; breng hen daarna in de exsiccator.
Weeg nauwkeurig tot 0,1 mg na twee uur (W_2 g).

4.6. Bereken het gehalte aan ruw vezel (RV) in percenten uit:

$$R.V. = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100$$

5. Vluchtige olie

Reagens

- Xyleen, kooktraject 136–140° C.
- Glycerol

Toestel

Toestel voor het bepalen van vluchtige olie in specerijen volgens bijgevoegde tekening.

Het toestel bestaat uit een rondbodemkolf van 1 liter met slijpstuk die verbonden is met een opzet met een gegradueerde en geijkte meetbuis waarin ook een koeler en een capillair zijn opgenomen.

In de meetbuis kan een volume van 0,5 ml met een nauwkeurigheid van 0,01 ml worden afgelezen.

Onder de meetbuis bevindt zich een verwijding waar onderaan de kraan A zit. De inhoud van de buis kan hiermee worden afgetapt of met een capillair in verbinding worden gebracht. Aan de capillair bevindt zich een expansiestuk.

Bij B bevindt zich een slijpstukje met een ingeslepen glazenstop. Wanneer na beëindiging van de destillatie nog vluchtige olie in de koeler aanwezig is, kan door het spuiten van gedestilleerd water door deze opening, deze met de rest van de niet-waterige fase in de meetbuis verenigd worden.

De opzet moet zorgvuldig gereinigd zijn. Dit gebeurt door de opzet met ethanol en ether te spoelen, met chroomzuur te ontvetten en vervolgens met gedestilleerd water zuurvrij te wassen.

- 5.1. Breng in de kolf van het toestel de in tabel I aangegeven hoeveelheid analysemonster (W g). Voeg de in de tabel aangegeven hoeveelheid destillatievloeistof toe, breng een met teflon bekleed magnetisch roerstaafje in de kolf en plaats de opzet hierop.
- 5.2. Vul de meetbuis tot aan de bovenste merkstreep met gedestilleerd water.
De kraan A staat hierbij in de stand 1–2.
Breng ongeveer 0,2 ml xyleen in de meetbuis.
Laat zoveel water uit de meetbuis lopen, kraan A in stand 1–3, dat het xyleen juist in de schaalverdeling komt.
Lees het volume van het xyleen nauwkeurig af (V_x ml) en draai kraan A voorzichtig in stand 1–2.

5.3. Plaats de kolf in een paraffine- of oliebad.

Gebruik als warmtebron een verwarmingsplaat, voorzien van sterke magneet roerder en aansluitmogelijkheid voor contact-thermometer. Regel de temperatuur van het bad ($\pm 130^\circ \text{C}$, contactthermometer) zodanig, dat de destillatie langzaam en regelmatig plaats heeft in de tijdsduur aangegeven in tabel I. Tijdens de destillatie wordt de kolfinhoud geroerd.

5.4. Wacht tenminste 15 minuten na het beëindigen van de destillatie, en breng, door voorzichtig draaien van kraan A in stand 1-3, de niet-waterige fase binnen de calibratie van de meetbuis. Lees het volume van de niet-waterige laag in de meetbuis af (V_0 ml). (*)

5.5. Bereken het gehalte aan vluchtige olie (O) van het produkt in gewichts-procenten (m/m) uit:

$$O = \frac{100 \cdot (V_0 - V_x) \cdot d}{W}$$

waarin:

V_x = volume van het toegevoegde xyleen in ml

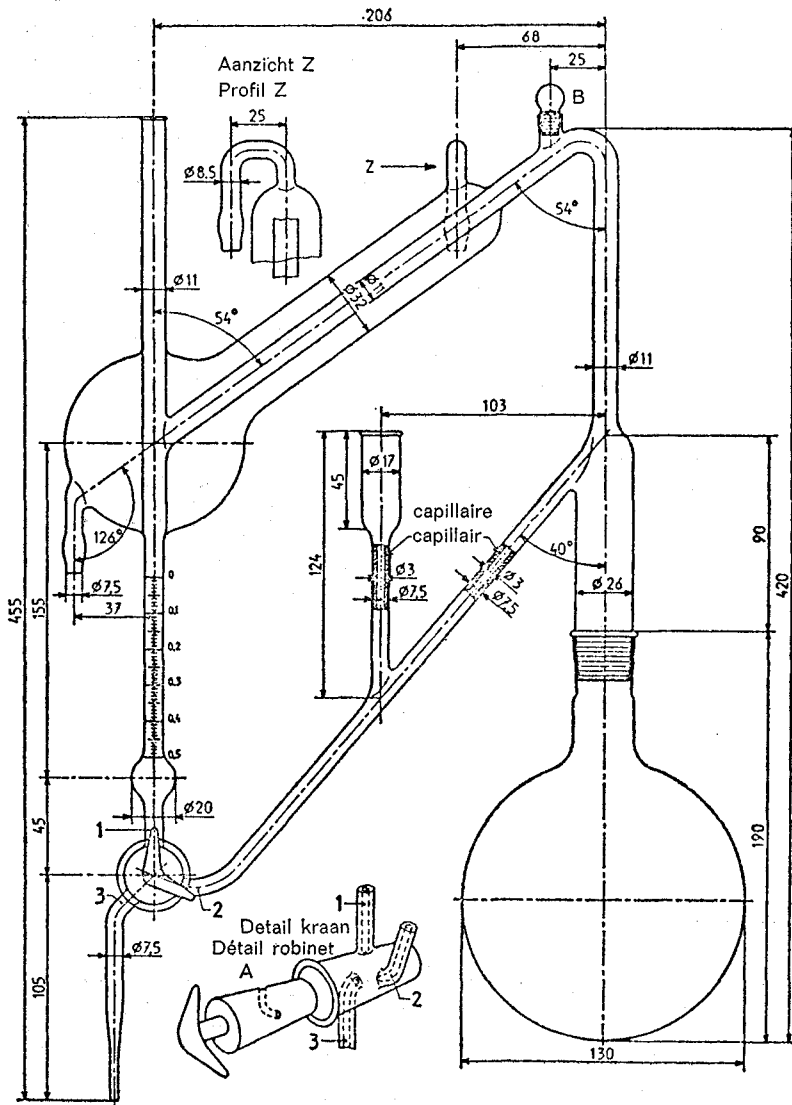
V_0 = volume van de niet-waterige laag na destillatie

d = het gemiddelde s.g. van de vluchtige olie van de desbetreffende specerij (tabel II)

W = gewicht van het analysemonster.

(*) Bij nootmuskaat kristalliseert een gedeelte van het vluchtige materiaal in de koeler. Verenig dit met de niet-waterige laag door de driewegkraan A naar alle kanten af te sluiten en via opening B voorzichtig gedestilleerd water in de koelbuis te spuiten. De op het stijgende waterniveau drijvende xyleenfase komt nu met het gekristalliseerde materiaal in aanraking. Open kraan A voorzichtig en breng de niet-waterige fase weer binnen de meetbuis calibratie. Herhaal deze bewerking totdat geen gekristalliseerd materiaal zich meer in de koelbuis bevindt. Lees eerst dan het volume van de niet-waterige laag af.

Maten in mm



6. Niet-vluchtig etherisch extract

6.1. Totaal etherisch extract

Reagentia

- Ether, droog en peroxidevrij
- Fosforpentoxide, droogmiddel
- Zand, met zoutzuur gewassen en gedroogd.

6.1.1. Meng 3 tot 10 gram van het volgens 1. voorbereide monster, nauwkeurig afgewogen, met de vijfvoudige hoeveelheid zand.

Breng het mengsel kwantitatief over in een papieren huls, behorende bij een Soxhletextractietoestel.

Plaats de huls in het extractietoestel en extraheer gedurende 10 uur met ether.

6.1.2. Destilleer de ether bij een temperatuur van 40° C af. Droog het residu door in de kolf een buisje, gevuld met fosforpentoxide, te plaatsen. Weeg het gedroogde residu.

6.2. Niet-vluchtig etherisch extract

Bereken het niet-vluchtig etherisch extract als het verschil tussen het totaal etherisch extract, bepaald onder 6.1., en het gehalte aan vluchtige olie, bepaald onder 5., beide uitgedrukt in grammen per 100 gram.

7. Vuilproef (Filtth-test)

Reagentia

Zoutzuur, 4 n

Ethanol, 96 vol. %

Petroleumether, kooktraject 40–60° C

Vloeibare paraffine

Instrumenten

Scheitrechter, eindigend in een cilindervormig gedeelte (diameter 1 cm, lengte 8 cm) boven de kraan.

Twee glazen platen, waarvan één voorzien van een lijnenraster van 2 mm. De lijnen moeten genummerd zijn.

Kieselguhrfilter, Delta nr 325, of gelijkwaardig, diameter 4 cm.

Filter, SS nr 1575 of gelijkwaardig, diameter 5 cm.

Doorzichtig plakband.

7.1. Breng 25 g van volgens 1. voorbereid monster in een conische kolf van 1 l. Voeg 350 ml water en 50 ml zoutzuur toe.

Breng het mengsel onder goed roeren aan de kook en kook gedurende 1 uur. Zorg, dat aan de wand van de kolf boven de vloeistof geen vaste bestanddelen kleven. Laat iets afkoelen.

- 7.2. Voeg 20 ml paraffine toe, roer krachtig en vul met water aan tot de paraffinelaag in de hals van de kolf staat. Laat de kolf 15 minuten rustig staan.
- 7.3. Vul het cilindervormige gedeelte van de scheitrechter met water en giet de paraffine en een deel van de waterige vloeistof in de scheitrechter. Vul de inhoud van de kolf met water aan en giet wederom af in de scheitrechter. Herhaal deze bewerking totdat alle paraffine in de scheitrechter is overgebracht. Laat 15 minuten rustig staan.
- 7.4. Breng opnieuw 5 ml paraffine in de kolf en roer de gehele inhoud goed om. Vul aan met water tot de paraffinelaag in de hals van de kolf staat. Laat 15 minuten rustig staan.
- 7.5. Laat het water uit de scheitrechter weglopen, er voor zorgdragend, dat het cilindervormige gedeelte met water gevuld blijft. Giet vervolgens de paraffinelaag uit de kolf en een deel van de waterige oplossing in de scheitrechter.
- 7.6. Herhaal de bewerkingen 7.4. en 7.5. nog tweemaal.
- 7.7. Laat wederom het grootste deel van het water uit de scheitrechter weglopen en voeg 300 ml water toe. Schud om en tap, na 15 minuten rustig staan, het water grotendeels af. Herhaal deze bewerking tot het aflopende water helder is.
- 7.8. Voeg toe 200 ml petroleumether en 200 ml water. Schud om en laat, na 15 minuten staan, zoveel water af, totdat slechts enkele milliliters overblijven.
- 7.9. Leg in een Buchnertrechter van 4 cm diameter een kieselguhrfilter en daarop het filter SS nr 1575. Laat de rand hiervan tegen de wand van de Buchnertrechter aansluiten.
- 7.10. Breng de vloeistof uit de scheitrechter bij gedeelten op het filter en zuig af. Voeg bij eventueel slecht doorlopen van het filter meer petroleumether aan de scheitrechter toe. Bedek de Buchnertrechter hierbij met een horlogeglas, was de scheitrechter met water geheel schoon en breng het waswater op het filter. Was tenslotte viermaal met 20 ml ethanol.
- 7.11. Breng het filter over in een petrischaal en droog het hierin, afgedekt, bij 60° C. Bevochtig het filter met enige druppels paraffine en laat deze zich over het gehele oppervlak uitbreiden.

- 7.12. Plaats het filter zodanig tussen de twee glazen, dat het raster van de verdeelde glasplaat direct op het filter komt te liggen. Fixeer de beide glazen platen met doorzichtige plakbanden.
- 7.13. Tel onder zwakke vergroting het aantal insecten, mijten en de fragmenten hiervan alsmede het aantal haren van knaagdieren voorkomend op het gehele filter.
- 7.14. Geef de uitkomst op per 25 g onderzocht materiaal.

8. Kleurstoffen

Dit 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.

9. Aantonen van heliotropine (= piperonal) in vanille

Apparatuur

Dunnelaag platen (20 x 20 cm) voorzien van silicagel G voor dunnelaag chromatografie, laagdikte 0,25 mm. De platen worden, na drogen aan de lucht, 2 uur in een droogstoof van 110° C gedroogd en na afkoeling op kamertemperatuur tot vlak voor het gebruik in een exsiccator boven silicagel bewaard.

Ontwikkelbak voor dunnelaag chromatografie.

De wand van de ontwikkelbak is bekleed met filtreerpapier. Op de bodem bevindt zich de loopvloeistof (1 cm hoog). De conditionering van de bak is na 1 uur bereikt.

Reagentia

Ethanol 96 % (v/v)

Ether pro analysi (p.a.)

Loopvloeistof I: 80 vol. delen n-hexaan + 20 vol. delen ethylacetaat

Loopvloeistof II: 97 vol. delen benzeen + 3 vol. delen ethylacetaat

Spuitreagens A: verzadigde oplossing van hydrazinesulfaat in 1 n zoutzuur

Spuitreagens B: 5 % (m/m) oplossing van kaliumhydroxide in methanol

Sputreagens C: verzadigde oplossing van fosformolybdeenzuur in ethanol 96 % (v/v).

Referentie-oplossingen

- 0,5 g vanilline in 100 ml ethanol 96 % (v/v)
- 0,5 g ethylvanilline in 100 ml ethanol 96 % (v/v)
- 0,5 g p-hydroxybenzaldehyde in 100 ml ethanol 96 % (v/v)
- 0,5 g coumarine in 100 ml ethanol 96 % (v/v)
- 0,5 g piperanol = heliotropine in 100 ml ethanol 96 % (v/v)
- 0,5 g vanitroop [2-ethoxy-4(propenyl-1)phenol] in 100 ml ethanol 96 % (v/v).

9.1. *Werkwijze*

- 9.1.1. 2-5 g vanille wordt met 20 g droog zand in een mortier afgewreven. Voeg 15 ml ethanol 96 % (v/v) toe, meng goed en damp de ethanol aan een rotatieverdamper af.
- 9.1.2. Het verkregen droge materiaal wordt in het afdampkolfje met 50 ml ether (p.a.) geschud en vervolgens gefiltreerd. Het filter met het geëxtraheerde materiaal wordt met 50 ml ether gewassen.
- 9.1.3. Damp het verkregen extract aan een rotatieverdamper tot droog in en neem met zoveel ethanol p.a. op, dat 1 ml extractoplossing ongeveer overeenkomt met 1 g vanille.

9.2. *Dunnelaag chromatografie*

- 9.2.1. Merk op vier dunnelaag platen (silicagel G, laagdikte 0,25 mm) van 20 x 20 cm de startpunten langs een lijn op 2 cm van de onderkant. Trek een eindstreep op 15 cm van de zeven startpunten.
- 9.2.2. Breng op de twee middelste startpunten 2 μ l resp. 10 μ l van het onder 9.1.3. verkregen extract op. Breng op de startpunten ter weerszijden van de monsterstartpunten telkens 2 μ l van één der zes referentieoplossingen op. Laat drogen. De vlekken mogen geen grotere diameter hebben dan 0,5 cm. Herhaal deze bewerkingen op de drie andere platen.
- 9.2.3. Plaats drie platen in de ontwikkelbak met loopvloeistof I en één plaat in die met loopvloeistof II. Chromatografeer tot de loopvloeistof de eindstreep heeft bereikt. Neem de platen uit de ontwikkelbak en droog aan de lucht.

9.2.4. Bespuit telkens één plaat welke ontwikkeld is in loopvloeistof I met resp. spuitreagens A, B en C. Laat de met reagens A en B bespoten platen aan de lucht drogen. De met reagens C bespoten plaat wordt bij 100° C gedroogd.

Bespuit de plaat welke ontwikkeld is in loopvloeistof II met spuitreagens A en laat deze aan de lucht drogen.

9.3. *Beoordeling*

Vergelijk de vlekken verkregen uit het analysemateriaal met die van de referentiestoffen. Vergelijk ook onder U.V.-licht van 366 nm.

9.4. *Opmerking*

De keuze van de referentiestoffen kan aangepast worden aan het probleem. Het is noodzakelijk in ieder geval steeds vaniline als referentiestof toe te passen.

Tabel I
Overzicht van de destillatie-omstandigheden voor het
destilleren van de vluchtige olie uit specerijen

Grondstof	Hoeveelheid in g	Toestand	Destillatie vloeistof		Duur van de destillatie in uren
			*)	ml	
anijs of anijszaad	10	heel	gw	50	4
foelie	10	heel	gw	50	4
ceylon kaneel	20	gemalen	w	200	5
kaneel	20	gemalen	w	200	5
komijn of komijnzaad	20	gemalen	w	200	5
kruidnagelen	1,5-2	gekneusd	w	18-25	4
nootmuskaat	3	gemalen	w	40	5
zwarte peper	15	gemalen	w	150	5
witte peper	15	gemalen	w	150	5
piment	2	gekneusd	w	25	4
gedr. venkel of venkelzaad	10	heel	gw	50	4
kardamon	5	zaden geheel	gw	25	5

*) g = glycerol; gw = mengsel gelijke delen glycerol en water; w = water

Tabel II

Soortelijke gewichten van vluchtige oliën uit specerijen evenals overzicht van in ontwerp-reglement M (68) 16 gestelde eisen aan vluchtige olie en niet vluchtig etherisch extract in specerijen

	Vl. olie in % (niet lager dan)	Niet vl. etherisch extract (niet lager dan)	Gem. s.g. bij 15°C
anijs of anijszaad	2	—	0,98
foelie	4	—	0,91
ceylon kaneel	1,5	—	1,01
kaneel	1	—	1,06
komijn of komijnzaad	2	—	0,91
kruidnagelen	12	—	1,06
nootmuskaat	—	25	0,90
zwarte peper	—	6	0,90
witte peper	—	6	—
piment	2	—	1,04
venkel of venkelzaad	3	—	0,97
kardamon	2	—	0,93

**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 Aanbevelingen 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,
(w.g.) TH. E. WESTERTERP

Bijlage**BENELUX-REFERENTIEMETHODEN VAN ONDERZOEK
INZAKE VLEESEXTRACT EN VLEESBOUILLON****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 staafe 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 staafe. 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 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, achter-eenvolgens 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 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, 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 schaal, 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 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 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 porse-

leinen schaaltes. 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 $150^\circ C$ 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 zilvernitraatoplossing 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_{Ag} = normaliteit AgNO_3 opl.

t_{Rh} = normaliteit kaliumthiocyanaat-opl.

V = aantal ml kaliumthiocyanaat-opl.

P = aantal g in gewogen waar.

4. Vet

Reagens

– Petroleumether kooktrajekt 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.

Uitgegeven de vijftiende augustus 1972.

De Minister van Buitenlandse Zaken,
W. K. N. SCHMELZER.